

## A 通 則

1. 添加物の適否は、別に規定するもののほか、通則、一般試験法、成分規格・保存基準各条等の規定によって判定する。ただし、性状の項目の固体の形状は、参考に供したするもので、適否の判定基準を示すものではない。
2. 物質名の前後に「 」を付けたものは、成分規格・保存基準各条に規定する添加物を示す。ただし、成分規格・保存基準各条の表題、製造基準及び使用基準ではこれを付けない。
3. 物質名の次に( )で分子式又は組成式を付けたものは、化学的純物質を意味する。原子量は、200510年国際原子量表 (日本化学会)による。分子量は、小数点以下2けた小数第2位までとし、3けた目第3位を四捨五入する。

## 単位及び記号

4. 主な計量の単位は、次の記号を用いる。

メートル	m	センチメートル	cm
ミリメートル	mm	マイクロメートル	µm
ナノメートル	nm	<u>キログラム</u>	<u>kg</u>
<u>グラム</u>	<u>g</u>	<u>ミリグラム</u>	<u>mg</u>
<u>マイクログラム</u>	<u>µg</u>	<u>ナノグラム</u>	<u>ng</u>
<u>セルシウス度</u>	<u>°C</u>	<u>モル</u>	<u>mol</u>
<u>ミリモル</u>	<u>mmol</u>	平方センチメートル	cm <sup>2</sup>
リットル	L	ミリリットル	<del>ml</del> <u>mL</u>
マイクロリットル	<del>µL</del> <u>µL</u>	<del>キログラム</del>	<del>kg</del>
<del>グラム</del>	<del>g</del>	<del>ミリグラム</del>	<del>mg</del>
<del>マイクログラム</del>	<del>µg</del>	<u>メガヘルツ</u>	<u>MHz</u>
<u>毎センチメートル</u>	<u>cm<sup>-1</sup></u>	ニュートン	N
キロパスカル	kPa	パスカル	Pa
<u>パスカル秒</u>	<u>Pa・s</u>	<u>ミリパスカル秒</u>	<u>mPa・s</u>
<u>平方ミリメートル毎秒</u>	<u>mm<sup>2</sup>/s</u>	モル毎リットル	mol/L
ミリモル毎リットル	mmol/L	<u>マイクロジーメンズ毎センチメートル</u>	<u>µS/cm</u>
<u>度 (角度)</u>	<u>°</u>	<del>毎センチメートル</del>	<del>cm<sup>-1</sup></del>

5. 質量百分率を示すには、%の記号を用いる。液体又は気体 100~~ml~~mL中の物質含量 (g)を示すには w/v%の記号を用いる。物質 100 g中の液体含量物質質量 (~~ml~~mL)を示すには v/w%の記号を用いる。液体又は気体 100~~ml~~mL中の物質含量 (~~ml~~mL) 又はガス 100~~ml~~mL中の物質含量 (~~ml~~mL)を示すには vol%の記号を用いる。ただし、百分率における固体の物質質量 (g)は別に規定するもののほか、物質含量 (g)は、無水物として算定した量を表す。
6. 添加物の力価を示す場合は、成分規格・保存基準各条に規定する単位を用いる。
7. 温度の表示は、セルシウス法を用い、アラビア数字の右に°Cを付けて示す。また、融点、凝固点な

~~どの基準値を除き、操作法において一点で温度を示す場合、その許容誤差は、通例、 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ とする。~~  
試験操作において温度を整数で示す場合の許容範囲は、通例、指定した温度の $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 又は $\pm 5\%$ のいずれか大きい方とする。ただし、温度の保持に装置を用いる場合は装置の設定温度とし、その装置の温度調節精度を許容するものとする。

- ~~8. 標準温度は $20^{\circ}\text{C}$ 、常温は $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ 、室温は $1\sim 30^{\circ}\text{C}$ 、微温は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ とする。冷所は、別に規定するもののほか、 $1\sim 15^{\circ}\text{C}$ の場所とする。冷水は $10^{\circ}\text{C}$ 以下、微温湯は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 、温湯は $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 、熱湯は約 $100^{\circ}\text{C}$ の水とする。加温するとは、通例、 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱することである。~~
- ~~9. 加熱した溶媒又は熱溶媒とは、その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい、加温した溶媒又は温溶媒とは、通例、 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱したものをいう。~~

## 試 験

- ~~108.~~ 規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。
9. 成分規格・保存基準各条等における試験は、別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条等の規定に基づき、一般試験法中のそれぞれ対応する試験法により行う。
10. 試験において、規定された値（以下「規格値」という。）と試験によって得られた値（以下「実測値」という。）との比較によって適否の判定を行う場合には、実測値は規格値より1けた下まで求め、その多く求めた1けたについて四捨五入し、規格値と比較することにより判定を行う。規格値をa～bと記載したものは、a以上、b以下であることを示す。
- ~~11. 試験に用いる水は、別に規定するもののほか、精製水とする。~~
11. 試験に用いる水は、別に規定するもののほか、食品製造用水を超ろ過（逆浸透、限外ろ過）、イオン交換、蒸留又はそれらの組み合わせにより精製した水であり、精製した後、速やかに用いる。ただし、適当な容器に入れ、微生物や化学物質による汚染の抑制が図られる場合、一定期間保存したものをを用いてもよい。
12. 標準温度は $20^{\circ}\text{C}$ 、常温は $15\sim 25^{\circ}\text{C}$ 、室温は $1\sim 30^{\circ}\text{C}$ 、微温は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ とする。冷所は、別に規定するもののほか、 $1\sim 15^{\circ}\text{C}$ の場所とする。冷水は $10^{\circ}\text{C}$ 以下、微温湯は $30\sim 40^{\circ}\text{C}$ 、温湯は $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ 、熱湯は約 $100^{\circ}\text{C}$ の水とする。加温するとは、別に規定するもののほか $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱することである。
13. 試験室の温度は、別に規定するもののほか、 $15\sim 30^{\circ}\text{C}$ とする。試験操作において「直ちに」とあるのは、通例、前の操作の終了から30秒以内に次の操作を開始することを意味する。
14. 加熱した溶媒又は熱溶媒とは、その溶媒の沸点付近の温度に熱したものをいい、加温した溶媒又は温溶媒とは、別に規定するもののほか、 $60\sim 70^{\circ}\text{C}$ に熱したものをいう。
15. 水浴上で加熱するとは、沸騰している水浴上で加熱することを意味し、水浴の代わりに約 $100^{\circ}\text{C}$ の蒸気浴を用いることができる。また、水浴中で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰している水浴の中に容器を入れて加熱することを意味する。還流冷却器を付けて加熱するとは、別に規定するもののほか、その溶媒を沸騰させて、溶媒を還流させることである。また、冷後とは、加熱又は加温されたものが試験室の温度まで下がった後を意味する。
- ~~1216.~~ 滴数を量る液量が滴数で示される場合には、 $20^{\circ}\text{C}$ において水20滴を滴加するとき、その質量が $0.90\sim 1.10\text{g}$ となるような器具を用いる。
17. 減圧は、別に規定するもののほか、 $2.0\text{kPa}$ 以下とする。

- ~~13~~18. デシケーターの乾燥剤は、別に規定するもののほか、シリカゲルとする。
- ~~14.~~ 冷後とは、加熱又は加温されたものが室温まで下がることを意味する。水浴上で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰している水浴上で加熱することであり、水浴中で加熱するとは、別に規定するもののほか、沸騰している水浴中で加熱することを意味し、水浴の代わりに約 100°C の蒸気浴を用いることができる。還流冷却器を付けて加熱するとは、別に規定するもののほか、その溶媒を沸騰させて、溶媒を還流させることである。
- ~~15.~~ 減圧は、別に規定するもののほか、2.0kPa 以下とする。
1619. 液性を酸性、アルカリ性又は中性として示した場合は、別に規定するもののほか、pH 試験紙リトマス紙を用いて試験する。~~液性を詳しく示すには pH 値を用いる。~~また、微酸性、弱酸性、強酸性、微アルカリ性、弱アルカリ性、強アルカリ性等と記載したものは、pH 試験紙等を用いて試験した場合の酸性又はアルカリ性の程度の概略を示すものであって、その pH の範囲は次による。また、液性を pH で示す場合には一般試験法の pH 測定法を用いる。

	pH の範囲
<del>微酸性</del>	<del>約 5 ～ 約 6.5</del>
<u>強酸性</u>	<u>3 未満</u>
弱酸性	<del>約 3 以上 ～ 約 5 未満</del>
<u>微酸性</u>	<u>5 以上 6.5 未満</u>
<del>強酸性</del>	<del>約 3 以下</del>
微アルカリ性	<del>約 7.5 以上 ～ 約 9 未満</del>
弱アルカリ性	<del>約 9 以上 ～ 約 11 未満</del>
強アルカリ性	<del>約 11 以上</del>

1720. 溶質名の次に溶液と記載し、特にその溶媒名を示さないものは水溶液を示す。
1821. 1 mol/L 塩酸、硫酸 (1 → 10)、50vol% エタノールなど液状の試薬名に単に濃度を表示したものは、別に規定するもののほか、水を用いて希釈したものを示す。
1922. 溶液の濃度を (1 → 5)、(1 → 100) 等と記載したものは、固形の物質 1 g 又は液状の物質 1 ~~mL~~ mL を溶媒に溶かして全量をそれぞれ 5 ~~mL~~ mL、100 ~~mL~~ mL 等とする 割合を示す。また、混液を (10 : 1)、(5 : 3 : 1) 等と記載したものは、液状の物質の 10 容量と 1 容量の混液、5 容量と 3 容量と 1 容量の混液等を示す。
- ~~20. 試験において、規定された値 (以下「規格値」という。) と試験によって得た値 (以下「実験値」という。) との比較によって適否の判定を行う場合には、実験値は規格値より 1 けた多く求め、その多く求めた 1 けたについて四捨五入し、規格値と比較することにより判定を行う。規格値を a ～ b と記載したものは、a 以上、b 以下であることを示す。~~
- ~~21. 定量等に供する試料の採取量に「約」を付けたものは、記載された量の ±10% の範囲をいう。~~
23. また、質量を単に「量る」と記載した場合の採取量は、記載された数値の次のけたで四捨五入した値が、その数値になる量をいう。  
例えば、1 g とは 0.5 ～ 1.4 g、1.0 g とは 0.95 ～ 1.04 g、1.00 g とは 0.995 ～ 1.004 g を量ることを意味する。
2224. 質量を「精密に量る」とは、~~化学はかりを用い、0.1mg まで読みとるか、セミマイクロ化学はかりを用い、0.01mg まで読みとるか又はマイクロ化学はかりを用い、0.001mg まで読みとることを意味する。規格値のけた数を考慮して、化学はかり、セミマイクロ化学はかり又はマイクロ化学はかりを用~~

いる。規格値のけた数を考慮して必要なけた数まで読みとることを意味する。通例、0.1mg まで読みとる場合には化学はかり、10 $\mu$ g まで読みとる場合にはセミマイクロ化学はかり、1  $\mu$ g まで読みとる場合にはマイクロ化学はかりを用いる。

25. 定量等に供する試料の採取量に「約」を付けたものは、記載された量の $\pm 10\%$ の範囲をいう。

~~23. 質量を「正確に量る」とは、指示された数値の質量をそのけた数まで量ることを意味する。例えば、0.050 g とは 0.0495 $\sim$ 0.0504 g、2.000 g とは 1.9995 $\sim$ 2.0004 g、0.10 g とは 0.095 $\sim$ 0.104 g、5.0 g とは 4.95 $\sim$ 5.04 g を量ることを意味する。~~

~~24~~26. 容量を「正確に量る」とは、別に規定するもののほか、ホールピペット、ビュレット又はこれらと同程度以上の精度のある容量体積計を用いて計量することを意味する。また、「正確に 100 $\text{mL}$  とする」等と記載した場合は、別に規定するもののほか、メスフラスコを用いる。

~~25. 試験は、別に規定するもののほか、常温で行い、通例、操作後 30 秒以内に観察する。ただし、特に温度の影響があるものについては、標準温度で行う。試験操作において「直ちに」とあるのは、通例、前の操作の終了から 30 秒以内に次の操作を開始することを意味する。~~

~~26. 成分規格・保存基準各条等における試験は、別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条等の規定に基づき、一般試験法中のそれぞれ対応する試験法により行う。~~

27. 白色と記載したものは、白色又はほとんど白色であることを示し、無色と記載したものは、無色又はほとんど無色であることを示す。色調を試験するには、別に規定するもののほか、試料が固体の場合は、その 1 $\sim$ 3 g を時計皿にとり、白色を背景として観察する。~~粉末を除く固形物の場合は切断又は粉碎したものをとって行う。~~また、試料が液体の場合は、試料を内径約 15mm の無色の試験管に入れ、液層を約 30mm とし、白色を背景として上方及び側方から観察する。液体の試料の蛍光を観察するには、黒色の背景を用いる。

28. においが無い旨記載したものは、においが無いか又はほとんどにおいが無いことを示す。においの試験は、別に規定するもののほか、固体の試料の場合は、~~試料~~約 1 g を蒸発皿にとり、液体の試料の場合は、1  $\text{mL}$  をビーカーにとって行う。

においの強いもの又は刺激性のあるものの試験は、必要に応じて、希釈したり、ろ紙片を用いてもよい。

29. 溶解性を示す用語は次による。溶解性は、別に規定するもののほか、固形物の場合は粉末とした後、溶媒中に入れ、20 $\pm$ 5 $^{\circ}\text{C}$ で5分ごとに強く30秒間振り混ぜるとき、30分以内に溶ける度合をいう。

用語	溶質 1 g 又は 1 $\text{mL}$ を溶かすに要する溶媒量
極めて溶けやすい	1 $\text{mL}$ 未満
溶けやすい	1 $\text{mL}$ 以上 10 $\text{mL}$ 未満
やや溶けやすい	10 $\text{mL}$ 以上 30 $\text{mL}$ 未満
やや溶けにくい	30 $\text{mL}$ 以上 100 $\text{mL}$ 未満
溶けにくい	100 $\text{mL}$ 以上 1,000 $\text{mL}$ 未満
極めて溶けにくい	1,000 $\text{mL}$ 以上 10,000 $\text{mL}$ 未満
ほとんど溶けない	10,000 $\text{mL}$ 以上

30. ろ過は、別に規定するもののほか、ろ紙を用いて行う。

31. 確認試験は、添加物を確認するのに役立つ試験であり、~~イオンの反応、官能基の反応、物理定数等について試験する。~~中に含有されている主成分等を、その特性に基づいて確認するために必要な

試験である。

32. 確認試験は、別に規定するもののほか、通例、規定された液 2～5 ~~mL~~ mL を ~~とり量り~~ とり量り、内径 8.0～~~15~~18mm の試験管内で行う。
33. 確認試験の項目などにおいて、例えば「炭酸塩の反応を呈する」、「ナトリウム塩の反応を呈する」と記載した場合は、一般試験法の項の定性反応試験法中炭酸塩、ナトリウム塩の試験を行うとき、規定された反応を呈することを意味する。
34. 純度試験は、添加物中の混在物の試験であり、通例、混在を予想される物質の種類及びその量の限度を規定する。
35. 溶状をみるには、別に規定するもののほか、試料を溶媒中に入れ、30 秒～5 分間振り混ぜた後、観察する。溶状において、澄明、ほとんど澄明、わずかに微濁、微濁又は混濁と記載したものは、一般試験法の溶状試験法により判断する。
- ~~36. 澄明、ほとんど澄明、わずかに微濁、微濁又は混濁と記載したものは、一般試験法の濁度試験法によって判断する。~~
- ~~37~~36. 濁らないと記載したものは、その液の澄明度が変化しないことを意味する。
- ~~38~~37. ネスラー管は、内径 20mm、外径 24mm、底から栓の下面までの距離 20cm の無色のガラス製共栓平底試験管で、5 ~~mL~~ mL ごとに 50 ~~mL~~ mL まで目盛りを付けたものを用いる。なお、各管の目盛りの高さの差は、2 mm 以下とする。
- ~~39~~38. 乾燥又は強熱するとき、恒量とは、別に規定するもののほか、引き続き更に 1 時間乾燥又は強熱するとき、前後の ~~ひょう量秤量~~ ひょう量秤量 差が前回に量った乾燥物又は強熱した残留物の質量の 0.1% 以下であることを示す。ただし、~~ひょう量秤量~~ ひょう量秤量 差が、化学はかりを用いたとき 0.5mg 以下、セミマイクロ化学はかりを用いたとき 50µg 以下、マイクロ化学はかりを用いたとき 5 µg 以下の 0.01mg 以下 の場合は、無視し得る量とし、恒量とみなす。
- ~~40~~39. 定量法は、添加物の成分含量又は力価を測定する方法である。成分規格・保存基準各条中に記載した成分含量又は力価の限度は、定量法で得た値の限度を示すものであり、特にその上限を示さない場合は、~~100.5~~101.0% を上限とする。
- ~~41~~40. 試料について単に乾燥し又は強熱しと記載した場合の乾燥又は強熱条件は、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量又は強熱減量の項目とそれぞれ同じ条件であることを示す。また、「本品を乾燥したもの」は、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量の項と同じ条件で乾燥したもの、「本品を乾燥物換算したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量の項で得られた値に従って換算したもの、「本品を無水物換算したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の水分の項で得られた値に従って換算したものを意味する。

## 容 器

- ~~42~~41. 密封容器とは、通常の手扱い又は貯蔵の間に空気又はその他のガスが侵入しないように内容物を保護する容器をいう。
- ~~43~~42. 遮光した容器とは、光の透過を防ぐ容器又は光の透過を防ぐ包装を施した容器をいう。

## B 一般試験法

### 1. 亜硫酸塩定量法

亜硫酸塩定量法は、亜硫酸塩類をヨウ素と反応させた後、過量のヨウ素をチオ硫酸ナトリウムで逆滴定し、反応に要したヨウ素の量から亜硫酸塩を定量する方法である。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定する試料の量を精密に量り、あらかじめ 0.05mol/L ヨウ素溶液 50mL を正確に量って入れた共栓三角フラスコに入れて溶かし、栓をして5分間放置した後、塩酸(2→3) 2mL を加える。次に過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

### 2. イオンクロマトグラフィー

イオンクロマトグラフィーは、イオン交換体などを固定相としたカラム中に、移動相として溶離液を流すことにより、カラムに注入された混合物をイオン交換能の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。

#### 装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置データ処理部からなり、カラムは恒温槽カラム槽等により恒温に保たれる。ポンプは、カラム、及び連結チューブ等の中を一定流量で移動相を一定流量で送液することができるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。検出器は、通例、電気伝導度計、紫外吸光光度計等が用いられ、移動相とは異なる性質の成分を検出するものであり、通例、数 µg 以下の物質に対して濃度に比例した信号を出すものである。記録装置は、検出器によって得られる信号の強さを記録するものである。なお、検出器として電気伝導度計を用いる場合、測定するイオン種成分の検出を損なうことなくバックグラウンドとなる電気伝導度を低減するため、サプレッサを電気伝導度計の前に設けてもよい。サプレッサを用いる場合は、溶離液には通例、水酸化カリウム、炭酸緩衝液、ホウ酸緩衝液等の塩基性溶液を用いるは移動相の電気伝導度を低減し、信号とノイズの比を大きくするためのものである。データ処理部は、クロマトグラム、保持時間、又は成分定量値等を記録あるいは出力させることができる。

#### 操作法

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に移動相、カラム、検出器及び移動相流量を設定し、カラムを規定の温度で平衡にした後、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。物質の確認は、標準試料と保持時間(検液を注入してから成分のピークの頂点が現われるまでの時間をいう。以下同じ。)

が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅が広がらないことで行う。定量は、ピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積を用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、~~標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積と~~内標準物質のピーク 面積高さ又はピーク 高さに対する面積~~標準被検成分のピーク面積又はピーク高さ~~との比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量 又はと内標準物質質量 に対するとの比又は標準被検成分量 の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に 別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を 別に規定する方法で調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積と内標準物質の ピーク高さ又はピーク面積との比を求め、検量線を用いて 被検成分量を求める定量を行う。
- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ 正確に、再現性良く注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積を縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積を測定し、検量線を用いて 被検成分量を求める定量を行う。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保って行う。

なお、水は、イオンクロマトグラフィー用精製水を使用し、特に支障のない限り、陰イオン標準液を調製する場合には、ナトリウム塩又はカリウム塩を、陽イオン標準液を調製する場合には、塩化物又は硝酸塩を使用する。

また、いずれの方法の場合にもピーク 面積高さ又はピーク 高さ面積は、通例、次の方法を用いて測定する。

~~(1) ピーク高さによる場合~~

~~次のいずれかの方法を用いる。~~

- ~~1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。~~
- ~~2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。~~

(12) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- 2) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理 装置部を用いてピーク面積として測定する。

(2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- 2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

### 3. 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは、~~固定相として~~適当な~~溶剤~~~~固定相~~を詰めた用いて作られたカラム中に、移動相として液体をポンプなどで加圧して流すことにより、カラムに注入された混合物を固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。

#### 装 置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及び記録装置データ処理部からなり、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム槽、反応試薬送液用ポンプ及び化学反応槽等を用いる。ポンプは、カラム及び連結チューブ等の中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさにそろえた液体クロマトグラフィー用充填剤を内面が平滑で不活性な金属などの管に均一に充填したものである。カラムは、恒温槽等により恒温に保たれる。ポンプは、カラム、連結チューブ等の中を一定流量で移動相を送液できるものである。検出器は、通例、紫外及び又は可視の吸光光度計、示差屈折計、蛍光光度計、フォトダイオードアレイ検出器、質量分析計等が用いられ、移動相とは異なる性質の成分を検出するものであり、通例、数 $\mu\text{g}$ 以下の物質に対して濃度に比例した信号を出すものである。記録装置は、検出器によって得られる信号の強さを記録するものである。データ処理部は、クロマトグラム、保持時間又は成分定量値等を記録あるいは出力させることができる。移動相組成制御装置は、段階的制御（ステップワイズ方式）と濃度勾配制御（グラジエント方式）があり、移動相組成を制御できるものである。

#### 操 作 法

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に移動相、カラム、検出器及び移動相流量を設定し、カラムを規定の温度で平衡にした後、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をマイクロシリンジ又は試料バルブを用いて試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収、蛍光などの物性を持たない場合は、適当な誘導体化を行い検出する。誘導体化は、通例、プレカラム法又はポストカラム法による。物質の確認は、標準試料と保持時間が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅が広がらないことで行う。定量は、ピーク高さ面積又はピーク面積高さを用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積と内標準物質のピーク高さ面積又はピーク面積高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さとの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量又はと内標準物質質量に対する標準被検成分量との比又は標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を別に規定する方法で調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さとの比を求め、検量線を用いて定量を行う被検成分量を求める。成分規格・保存基準各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準液及び



これに近い濃度の検液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。

- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性良く注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さを縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線を用いて定量を行う被検成分量を求める。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保つて行う。

なお、いずれの方法の場合にもピーク高さ面積又はピーク面積高さは、通例、次の方法を用いて測定する。

~~(1) ピーク高さによる場合~~

~~次のいずれかの方法を用いる。~~

- ~~1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。~~
- ~~2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。~~

(2) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- 2) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理装置部を用いてピーク面積として測定する。

(2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- 2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

システム適合性

システム適合性は、添加物の試験に使用するシステムが、当該の試験を行うのに適切な性能で稼働していることを確かめることを目的としている。規定された適合要件を満たさない場合には、そのシステムを用いて行った試験の結果を採用してはならない。

システム適合性は、基本的に「システムの性能」及び「システムの再現性」で評価されるが、純度試験においてはこれらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある。

(1) 検出の確認

純度試験において、対象とする不純物等のピークがその規格限度値レベルの濃度で確実に検出されることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

(2) システムの性能

被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量法では、原則として、被検成分と分離確認用物質（基本的には、隣接するピークが望ましい）

との分離度、及び必要な場合には、溶出順で規定する。純度試験では、原則として、被検成分と分離確認用物質との分離度及び溶出順で規定する。また、必要な場合には、シンメトリー係数を併せて規定する。ただし、適当な分離確認用物質がない場合には、被検成分の理論段数やシンメトリー係数で規定しても差し支えない。

### (3) システムの再現性

標準液あるいはシステム適合性試験用溶液を繰返し注入したときの被検成分のレスポンスのばらつき（精度）が試験の目的にかなうレベルにあることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

システムの再現性の許容限度値は、通常、繰返し注入における被検成分のレスポンスの相対標準偏差（RSD）として規定する。検液の注入を始める前に標準液の注入を繰り返す形だけでなく、標準液の注入を検液の注入の前後に分けて行う形や検液の注入の間に組み込んだ形でシステムの再現性を確認してもよい。

繰返し注入の回数は6回を原則とするが、グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合など、1回の分析に時間がかかる場合には、6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように、達成すべきばらつき許容限度値を厳しく規定することにより、繰返し注入の回数を減らしてもよい。

システムの再現性の許容限度値は、当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要とされる精度を考慮して、適切なレベルに設定する。

成分規格各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充填剤の粒径、カラム温度、移動相の組成比、移動相の緩衝液組成、移動相のpH、移動相のイオン対形成剤濃度、移動相の塩濃度、切替え回数、切替え時間、グラジエントプログラム及びその流量、誘導体化試薬の組成及び流量、移動相の流量並びに反応時間及び化学反応槽温度は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。

### 用語

(1) SN比：次の式で定義する。

$$S/N = \frac{2H}{h}$$

ただし、H：対象物質のピークの基線（バックグラウンドノイズの中央値）からのピーク高さ

h：対象物質のピークの前後における検液又は溶媒ブランクのクロマトグラムのバックグラウンドノイズの幅

なお、基線及びバックグラウンドノイズは対象物質のピーク高さの midpoint におけるピーク幅の20倍に相当する範囲で測定する。また、溶媒ブランクを用いる場合、対象物質が溶出する位置付近で、上記とほぼ同様の範囲で測定する。

(2) シンメトリー係数：クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すもので、シンメトリー係数Sとして次の式で定義する。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2f}$$

ただし、W<sub>0.05h</sub>：ピークの基線からピーク高さの1/20の高さにおけるピーク幅

f :  $W_{0.05h}$  のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したとき  
のピークの立ち上がり側の距離

なお,  $W_{0.05h}$ , f は同じ単位を用いる。

(3) 相対標準偏差：通例, 次の式により定義される相対標準偏差 (RSD) (%) で規定する。

$$RSD (\%) = \frac{100}{\bar{X}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

ただし,  $x_i$  : 測定値

$\bar{X}$  : 測定値の平均値

n : 測定回数

(4) ピークの完全分離：ピークが完全に分離するとは, 分離度 1.5 以上を意味する。ベースライン分離ともいう。

(5) ピークバレー比:クロマトグラム上の二つのピークの間でベースライン分離が達成できないときに, それらのピークの間での分離の程度を示す指標となるもので, ピークバレー比  $p/v$  として次の式で定義する。

$$p/v = \frac{H_p}{H_v}$$

ただし,  $H_p$  : マイナーピークのピークの基線からのピーク高さ

$H_v$  : マイナーピークとメジャーピークの間での分離曲線の最下点 (ピークの谷) のピークの  
基線からの高さ

(6) 分離係数:クロマトグラム上のピーク相互の保持時間の関係を示すもので, 分離係数  $\alpha$  として次の式で定義する。分離係数  $\alpha$  は, 二つの物質の分配の熱力学的な差違の指標で, 基本的には, 二つの物質の分配平衡係数の比又は二つの物質の分布の比であるが, 二つの物質の保持時間の比としてクロマトグラムから求める。

$$\alpha = \frac{t_{R2} - t_0}{t_{R1} - t_0}$$

ただし,  $t_{R1}$ ,  $t_{R2}$  : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間,  $t_{R1} < t_{R2}$

$t_0$  : 移動相のカラム通過時間 ( $k = 0$  の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間)

(7) 分離度:クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係を示すもので, 分離度  $R_s$  として次の式で定義する。

$$R_s = 1.18 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{\frac{W_{0.5h1} + W_{0.5h2}}{2}}$$

ただし,  $t_{R1}$ ,  $t_{R2}$  : 分離度測定に用いる二つの物質の保持時間,  $t_{R1} < t_{R2}$

$W_{0.5h1}$ ,  $W_{0.5h2}$  : それぞれのピークの高さの midpoint におけるピーク幅

なお,  $t_{R1}$ ,  $t_{R2}$ ,  $W_{0.5h1}$ ,  $W_{0.5h2}$  は同じ単位を用いる。

(8) 理論段数：カラム中における物質のバンドの広がり具合を示すもので、通例、理論段数Nとして次の式で定義する。

$$N = 5.54 \times \frac{t_R^2}{W_{0.5h}^2}$$

ただし、 $t_R$ ：物質の保持時間  
 $W_{0.5h}$ ：ピーク高さの中心におけるピーク幅

なお、 $t_R$ 、 $W_{0.5h}$ は同じ単位を用いる。

**注意：**試験に用いる試薬及び試液は測定のためとなる物質を含まないものを用いる。

#### 4. 塩化物試験法

塩化物試験法は、**試料添加物**中に混在する塩化物の**許容限度量**を**試験する方法**である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Clとして0.041%以下(0.30g、**比較液**0.01mol/L塩酸0.35**mL**)」とあるのは、本品0.30gを量り、試料とし、比較液には、0.01mol/L塩酸0.35**mL**を用い、試験を行うとき、塩化物が、Clとして0.041%以下であることを示す。

#### 操作法

##### (1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の量のみを規定する場合は、規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約30**mL**を加えて溶かし、液がアルカリ性の場合は、硝酸(1→10)を加えて中和**する**。更に硝酸(1→10)6**mL**及び水を加えて50**mL**とし、検液とする。また、試料液を調製する場合は、試料液をネスラー管に入れ、硝酸(1→10)6**mL**及び水を加えて50**mL**とし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の0.01mol/L塩酸を量って入れ、硝酸(1→10)6**mL**及び水を加えて50**mL**とし、比較液とする。検液が澄明でない場合は、両液を同じ条件でろ過する。

##### (2) 試験

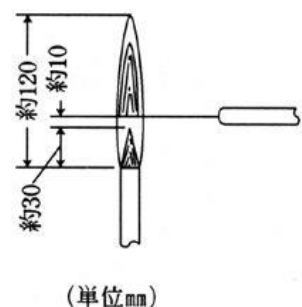
別に規定するもののほか、検液及び比較液に硝酸銀溶液(1→50)1**mL**ずつを加えてよく混和し、直射日光を避け、5分間放置した後、両ネスラー管を黒色を背景とし、**側方上方**及び**上方側方**から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

#### 5. 炎色反応試験法

炎色反応試験法は、ある種の元素がブンゼンバーナーの無色炎をそれぞれ固有の色に染める性質を利用して、その元素の定性を行う方法である。

#### 操作法

試験に用いる白金線は、径約0.8mmで、先端は直線のままで用いる。試料が固体の場合は、塩酸少量を加えてかゆ状とし、その少量を白金線の先端から約5mmまでの部分に付け、直ちに図に示すように、ほとんど水平に保って無色炎中に入れて試験す



る。また、試料が液体の場合は、白金線の先端を試料中に約 5 mm 浸し、静かに引き上げて、以下固体の場合と同様に試験する。

炎色反応が持続するとは、その反応が約 4 秒間持続することをいう。

## 6. 灰分及び酸不溶性灰分試験法

### 1. 灰 分

灰分試験法は、試料を規定された条件で強熱するとき、残留する物質の量を測定する方法である。

#### 操 作 法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 500～550℃で 1 時間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。別に規定するもののほか、分析用試料 2～4 g を採取し、先のるつぼに入れ、その質量を精密に量る。必要ならば~~るつぼのふたをとり、又はずらし、~~緩くふたをして初めは弱く加熱し、徐々に温度を上げて炭化する。更に電気炉に入れ、500～550℃で 4 時間以上強熱して、炭化物が残らなくなるまで灰化し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。再び残留物を恒量になるまで灰化強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

この方法で、なお炭化物が残り、恒量にならないときには、熱湯を加えて浸出し、定量分析用ろ紙を用いてろ過し、残留物はろ紙及びろ紙上の不溶物とともに炭化し、更に電気炉に入れ、炭化物がなくなるまで 500～550℃で強熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、500～550℃で強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。この方法でも炭化物が残るときは、エタノール (95) 少量を加えて潤し、ガラス棒で炭化物を砕き、ガラス棒をエタノール (95) 少量で洗い、エタノールを注意して蒸発させた後、前と同様に操作して質量を精密に量る。

### 2. 酸不溶性灰分

酸不溶性灰分試験法は、塩酸（1→4）に不溶の灰分の量を測定する方法である。

#### 操 作 法

灰分に塩酸（1→4）25mLを注意して加え、5 分間穏やかに煮沸し、不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し、熱湯でよく洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、灰分の項と同様に操作した質量既知の白金製、石英製又は磁製のるつぼ中に入れ、加熱して炭化し、更に電気炉に入れ、3 時間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。得られた値が規定の値より大きい場合は、恒量になるまで強熱する。

## 7. 核磁気共鳴スペクトル測定法

核磁気共鳴（以下「NMR」という。）スペクトル測定法は、静磁場に置かれた物質の構成原子核がその核に特有の周波数のラジオ波に共鳴して低エネルギーの核スピン状態から高エネルギーの核スピン状態に遷移することに伴ってラジオ波を吸収する現象を利用したスペクトル測定法であり、得られる化学シフト、スピンスピン結合定数、シグナル面積強度、緩和時間のパラメーターを利用し、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。なお、測定対象とする核は主に  $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$ 、 ~~$^{15}\text{N}$ 、 $^{19}\text{F}$ 、 $^{31}\text{P}$~~  等で

ある。

本試験法における化学シフト ( $\delta$ ) は、次の通りとする。

$$\delta = \frac{\nu_S - \nu_R}{\nu_R} + \delta_R$$

ただし、 $\nu_S$  : 試料核の共鳴周波数

$\nu_R$  : 基準核の共鳴周波数

$\delta_R$  : 基準核の化学シフト (0でない場合)

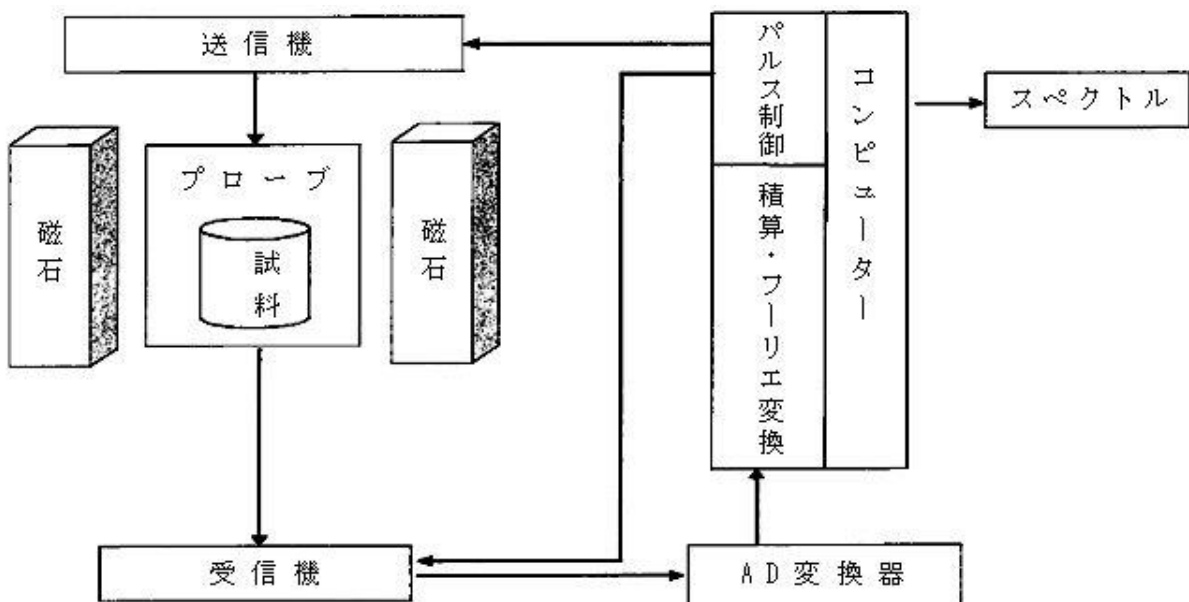
通例、化学シフトは、基準物質 (基準核) のシグナルの位置を 0 とした ppm 単位で表す。

## 装 置

~~NMR スペクトルの測定は次のいずれかの装置による。~~

~~(1) パルスフーリエ変換 NMR (FT-NMR) スペクトル測定装置を用いる。~~

概略は、[次の図 1](#)による。



[図 1](#)

~~(2) 連続波 NMR (CW-NMR) スペクトル測定装置~~

概略は、[図 2](#)による。

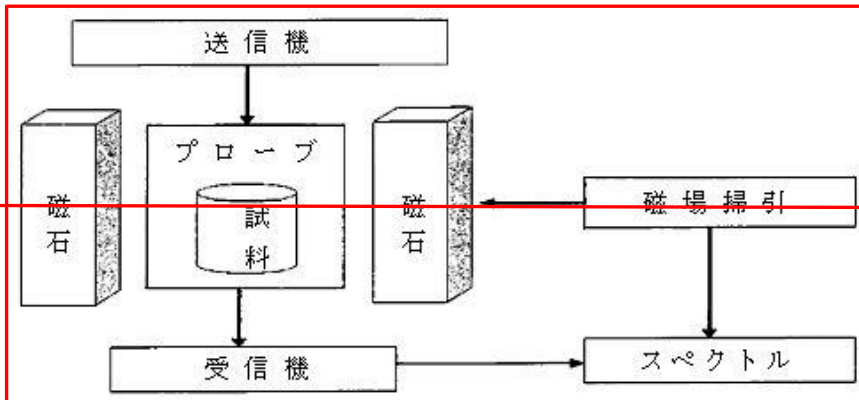


図2

## 操作法

装置の感度及び分解能をエチルベンゼン、1,2-ジクロロベンゼン又はアセトアルデヒドのNMR測定用重水素化溶媒溶液等を用いて至適条件に調整した後、通例、次の方法でスペクトルを測定する。

- (1) 試料を溶媒に溶かし、少量の基準物質を加え、その溶液をNMR試料管に注入する内部基準法、又は基準物質の溶液を封入した細管を別に規定する検液とともにNMR試料管に入れる外部基準法のいずれかの方法で用意した試料管をNMRプローブに設置してスペクトルを測定する。検液は完全に均一な溶液であることが望ましい。特に、固形の異物の混入があると良いスペクトルが得られない。測定溶媒としては、通例NMR測定用重水素化溶媒を用いる。溶媒の選択に当たっては、(i) 試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと、(ii) 試料をよく溶かすこと、(iii) 試料と反応しないこと等を考慮する必要がある。ただし、溶媒の種類、溶液の濃度、重水素イオン濃度等により化学シフトが変化することがある。また、試料溶液検液の粘度が高い場合には、分解能が低下するので注意する。
- (2) 基準物質としては、NMR測定用試薬を用いる。通例、 $^1\text{H}$ 、 $^{13}\text{C}$ のいずれも測定溶媒として有機溶媒を用いた場合はテトラメチルシラン (TMS) 等を、重水を用いた場合は3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム(DSS)又は3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d<sub>4</sub>(TSP)-DSS-d<sub>6</sub>、1,4-BTMSB-d<sub>4</sub>等を用いる。その他の核では、 $^{15}\text{N}$ はニトロメタン、 $^{19}\text{F}$ はトリクロロフルオロメタン、 $^{31}\text{P}$ はリン酸等を用いる。また、基準物質を入れずに、重水素化溶媒中の残留プロトンや測定溶媒の $^{13}\text{C}$ の化学シフトを用いることもできる。

なお、基準物質のシグナル位置が0とできない場合は、その基準物質のあらかじめ定められている化学シフトを用いて補正する。

## 装置及び操作条件の記載

操作条件の違いによりスペクトルは異なるので、スペクトルの比較などを適切に行うために、測定に用いた装置名、装置の周波数、測定溶媒、測定温度、試料濃度、基準物質、測定手法等の操作条件を記載する。

## 8. ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに、移動相として気体（キャリアーガス）を流すことにより、カラムに注入された混合物を気体状態で展開させ、固定相に対する保

持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、気体、液体又は気化できる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法などに用いる。

## 装 置

通例、キャリアーガス導入部流量制御部、試料導入部、~~恒温槽に内蔵された~~カラム、カラム槽、検出器及び記録装置データ処理部からなり、必要ならば燃焼ガス、助燃ガス、付加ガスなど等の導入装置及び流量制御装置部や、気体・液体試料導入部あるいはヘッドスペース用試料導入装置などサンプラー等を用いる。キャリアーガス導入部流量制御部は、キャリアーガスを一定流量でカラム中に送るもので、通例、調圧弁、流量調節弁、圧力計等で構成される。試料導入部は、試料をキャリアーガス流路中に導入するための部分で、使用するカラムによって、キャピラリーカラム用と充填カラム用に大別される。なお、キャピラリーカラム用試料導入方法には、分割導入方式（スプリット）と非分割導入方式（スプリットレス）等がある。カラム槽は、必要な長さのカラムを収容できる容積があり、カラムを必要な温度に保つための温度制御機構を持つものである。検出器は、通例、熱伝導度検出器、水素炎イオン化検出器、電子捕獲検出器、窒素リン検出器、炎光光度検出器、質量分析計等が用いられ、キャリアーガスとは異なる性質の成分を検出するものである。~~記録装置は、検出器によって得られる信号の強さを記録するものである。~~データ処理部は、クロマトグラム、保持時間、又は成分定量値等を記録あるいは出力させることができる。

## 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に検出器、カラム、温度及びキャリアーガス流量を設定し、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をマイクロシリンジを用いて試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、記録装置データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。物質の確認は、標準試料と保持時間が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅も広がらないことで行う。

定量は、ピーク高さ面積又はピーク面積高さを用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、標準被検成分のピーク高さ又はピーク面積と内標準物質のピーク高さ面積又はピーク面積高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さとの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量、又はと内標準物質量に対するとの比又は標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を別に規定する方法で調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さとの比を求め、検量線を用いて定量を行う被検成分量を求める。成分規格・保存基準各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準液及びこれに近い濃度の検液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件でガスクロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。
- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性良く注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク高さ面積又はピーク面積高さを縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグ



ラムを記録させ、被検成分のピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線を用いて 被検成分量を求める定量を行う。この方法は、注入操作など測定操作のすべてを厳密に一定の条件に保って行う。

- (3) 標準添加法 試料の溶液から4個以上の一定量の液を正確にとる。このうちの1個を除き、採取した液に被検成分の標準液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える。これらの液及び先に除いた1個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し、それぞれ検液とする。検液をそれぞれ一定量ずつ 正確に 再現性よく注入して得られたクロマトグラムから、それぞれのピーク面積 又はピーク高さ を求める。それぞれの検液に加えられた被検成分の濃度を算出し、横軸に 標準液の添加による被検成分の増加量を 横軸に、縦軸に ピーク面積 又は高さ を 縦軸に をとり、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から被検成分量を求める。  
~~通例、標準液などの規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから標準被検成分のピーク面積を求め、その相対標準偏差(変動係数)を求めて再現性を確かめる。~~なお、本法は、絶対検量線法で被検成分の検量線を作成するとき、検量線が、原点を通る直線であるときに適用できる。また、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。

なお、いずれの方法の場合にもピーク 面積高さ 又はピーク 高さ面積 は、通例、次の方法を用いて測定する。

~~(1) ピーク高さによる場合~~

~~次のいずれかの方法を用いる。~~

- ~~1) ピーク高さ法~~ ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- ~~2) 自動ピーク高さ法~~ 検出器からの信号をデータ処理装置を用いてピーク高さとして測定する。

(2) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- 2) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理 装置部 を用いてピーク面積として測定する。

(2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- 1) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- 2) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

なお、試験に用いる試薬及び試液は測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる。

システム適合性

3. 液体クロマトグラフィーのシステム適合性の規定を準用する。

成分規格各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充填剤の粒径、固定相の濃度又は厚さ、カラム温度、昇温速度、キャリアーガスの種類及び流量、スプリット比は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。また、ヘッドスペースサンプラー及びその操作条件は、規定の方法以上の真度及び精度が得られる範囲内で変更することができる。

用語

3. 液体クロマトグラフィーの用語の定義を準用する。

## 注意

試験に用いる試薬及び試液は測定のためとなる物質を含まないものを用いる。

## 9. カルシウム塩定量法

カルシウム塩定量法は、カルシウム塩類の含量を、~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (EDTA)~~  
エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを用いて定量する方法で、~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸~~  
二水素二ナトリウム溶液による直接滴定法（第1法）と、過量の ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素~~  
二ナトリウム溶液を加えた後、酢酸亜鉛溶液で滴定する逆滴定法（第2法）がある。

### 操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

第1法 別に規定する検液 10mL を正確に量り、水 50mL を加え、水酸化カリウム溶液（1→10）  
10mL を加えて約1分間放置した後、NN指示薬約0.1gを加え、直ちに0.05mol/L ~~EDTA-エチレ~~  
ンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色  
となる時とする。

第2法 別に規定する検液 20mL を正確に量り、0.02mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素~~  
二ナトリウム溶液 25mL を正確に量って加え、次に水 50mL 及び~~アンモニア・塩化アンモニウム~~  
緩衝液 (pH10.7) ~~—アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ 5 mL を加えて約1分間放置した後、エリオク  
ロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬 ~~0.025g~~ 25mg を加え、直ちに過量の ~~EDTA-エチレンジアミン~~  
四酢酸二水素二ナトリウムを0.02mol/L酢酸亜鉛溶液で滴定する。終点は、液の青色が青紫色と  
なる時とする。別に空試験を行う。

## 10. 乾燥減量試験法

乾燥減量試験法は、試料を規定された条件で乾燥するとき失われる水分及び揮発性物質の量を測定  
する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.5%以下（105℃、3時間）」とあるのは、試料  
1～2gを精密に量り、105℃で3時間乾燥するとき、その減量が試料の採取量に対して0.5%以下  
であることを示し、また、「~~0.505.0%~~以下（減圧 0.5g, 1.3kPa以下、24時間）」とあるのは、試料約  
1～20.5gを精密に量り、シリカゲルを乾燥剤としたデシケーターに入れ、2.01.3kPa以下の減圧下  
で24時間乾燥するとき、その減量が試料の採取量に対して 0.505.0%以下であることを示す。

### 操作法

あらかじめひょう量秤量瓶を別に規定する乾燥条件に準じて約30分間以上乾燥し、加熱した場合は  
デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。試料が大きな結晶又は塊の場合は、速やかに  
粉碎して径約2mm以下の大きさとし、別に規定するもののほか、その1～2gを先のひょう量秤量瓶  
に入れ、厚さ5mm以下の層となるように広げた後、その質量を精密に量る。次に、乾燥温度を規定す  
る場合は、秤量瓶これを乾燥器に入れ、特に規定しない場合はシリカゲルを乾燥剤としたデシケータ  
ーに入れ、栓をとってそばに置き、別に規定する条件で乾燥した後、栓をして乾燥器又はデシケータ

一から取り出してその質量を精密に量る。加熱した場合は、別に規定するもののほか、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。なお、試料が規定の乾燥温度より低い温度で融解する場合は、その融解温度より5～10℃低い温度で1～2時間乾燥した後、別に規定する乾燥条件で乾燥する。

## 11. 凝固点測定法

凝固点は、次の方法で測定する。

### 装 置

概略は、第1図による。

A：ガラス製円筒（内外の壁に曇り止めのためシリコン油を塗る。）

B：試料容器（硬質ガラス製試験管で、必要があれば壁に曇り止めのためシリコン油を塗る。ただし、内壁の試料に接する部分には塗らない。A中に差し込み、コルク栓で固定する。）

C：標線

D：ガラス製又はプラスチック製冷却浴

E：ガラス製又はステンレス製かき混ぜ棒（径3mm，下端を外径18mmの輪状にしたもの）

F：浸線付温度計（棒状）

G：補助温度計

H：浸線

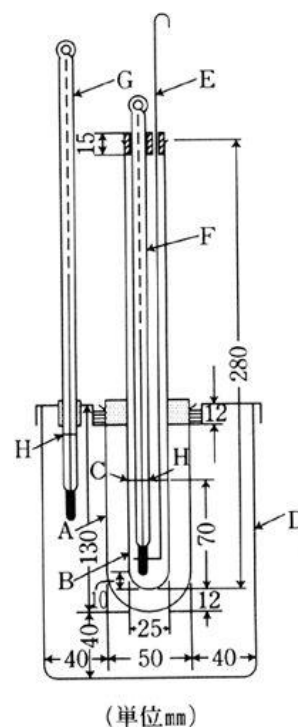
### 操 作 法

ガラス製又はプラスチック製冷却浴Dに予想される凝固点よりも5℃低い温度の水をほぼ全満する。

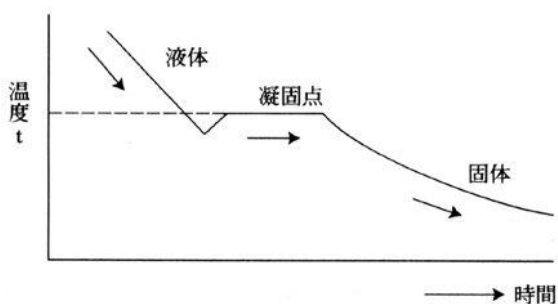
試料が常温で液体の場合は、Dの水を予想した凝固点より10～15℃低くする。試料を試料容器Bの標線Cまで入れる。試料が固体の場合は、予想される凝固点よりも20℃以上高くないように注意して加温して溶かし、Bに入れる。Bをガラス製円筒A中に差し込み、浸線付温度計Fの浸線Hを試料のメニスカスに合わせた後、試料の温度が予想される凝固点よりも5℃高い温度まで冷却されたとき、かき混ぜ棒Eを毎分60～80回の割合で上下に動かし、30秒間ごとに温度を読む。温度は、徐々に下がるが、結晶が析出し始めて温度が一定になるか、又はやや上がり始めたとき、かき混ぜをやめる。

通例、温度は、上昇の後にしばらく一定になる。この維持された最高温度（Fの示度）を読み取る（第2図）。温度上昇の起こらない場合は、しばらく静止した温度を読み取る（第3図）。連続4回以上の読み取り温度の範囲が0.2℃以内のとき、その平均値をとり、凝固点とする。

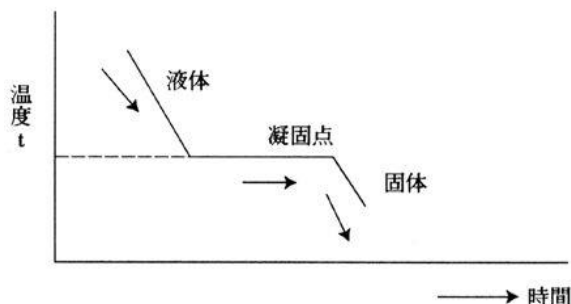
なお試料中に混在する不純物が多い場合は、凝固点曲線は、第2図のようにはならず、第3図、第4図又は第5図のようになる。第4図と第5図の場合は、固相と液相の延長線の交点をグラフから求めて凝固点とし、第3図の場合は、第2図に準ずる。



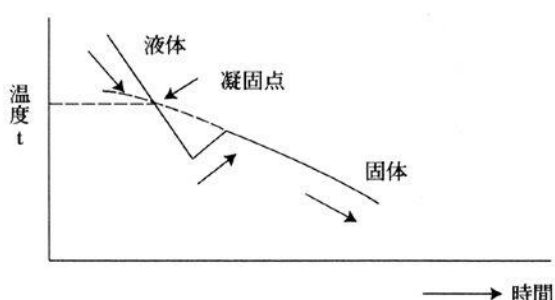
第1図



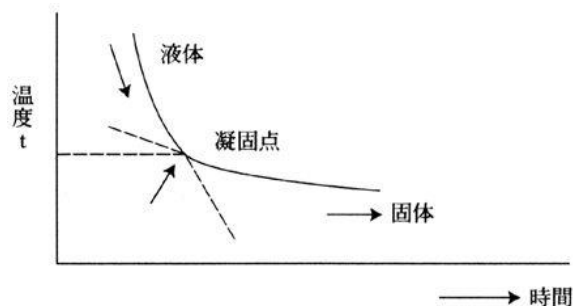
第2図



第3図



第4図



第5図

注意：過冷の状態が予想される場合は、Bの内壁をこするか、温度が予想される凝固点に近づいたとき、固体試料の小片を投入して凝固を促進させる。

## 12. 強熱減量試験法

強熱減量試験法は、試料を規定された条件で強熱するとき失われる水分その他の混在物の量を測定する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「18.0～24.0%」とあるのは、試料1～2 gを精密に量り、450～550℃で3時間強熱するとき、その減量が試料の採取量に対して18.0～24.0%であることを示す。「10%以下 (0.5 g, 1=000℃, 30 分間)」とあるのは、試料約0.5 gを精密に量り、1=000℃で30分間強熱するとき、その減量が試料の採取量の10%以下であることを示す。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥したものを試料として試験を行う。

### 操作法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを別に規定する強熱条件に準じて約30分間以上強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

試料が大きな結晶又は塊の場合は、速やかに粉碎して径約2 mm以下の大きさとし、別に規定するもののほか、その1～2 gを先のるつぼに入れ、その質量を精密に量る。これを電気炉に入れ、別に規定するもののほか、450～550℃で3時間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

る。

### 13. 強熱残分試験法

強熱残分試験法は、試料に硫酸を加えて強熱するとき残留する物質の量を測定する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「~~0.100.5~~%以下」とあるのは、試料1～2 gを精密に量り、次の操作法によるとき硫酸を加え、~~450～550℃で3時間強熱するとき~~、その残分が試料の採取量に対して~~0.100.5~~%以下であることを示す。「~~7.00.02~~%以下（~~3.5~~ g、~~800850~~℃、~~1530~~分間、乾燥物換算）」とあるのは、試料約~~3.5~~ gを精密に量り、次の方法により操作し硫酸を加え、800850℃で1530分間強熱するとき、その残分が乾燥物換算した試料の採取量に対して~~0.027.0~~%以下であることを示す。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥したものを試料として試験を行う。

#### 操作法

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを 600±50℃又は別に規定する強熱条件に準じて約30分間以上強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。

試料が大きな結晶又は塊の場合は、速やかに粉碎して径約2 mm以下の大きさとする。別に規定するもののほか、その1～2 gを先のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、硫酸少量、通例、1 mLを加えて潤し、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化炭化した後、放冷する。更に硫酸 1 mLを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど白煙が発生しなくなった後、電気炉に入れ、別に規定するもののほか、600±50450～550℃で3時間強熱する。次にるつぼをデシケーター中で放冷し、その質量を精密に量る。ただし、得られた値が規定値に適合していない場合は、残留物が恒量になるまで強熱する。別に規定するもののほか、更に上記と同様の硫酸による湿潤、加熱及び30分間の強熱操作を繰り返す。前後の秤量差が0.5mg以下になるか、又は規格値以下になったときに試験を終了する。

### 14. 屈折率測定法

屈折率測定法は、空気中から試料中に光が進むときにその界面で生じる屈折現象における入射角  $i$  の正弦と屈折角  $r$  の正弦との比、すなわち試料の空気に対する屈折率を測定する方法である。空気中とは大気圧の空気の存在する場所であり、測定用の光はナトリウムスペクトルのD線を用いる。屈折率は、投射される光の波長と温度によって変化するので  $n_D^t$  で表す。tは測定温度（℃）であり、DはD線を示す。等方性の物質の場合、光の波長、温度及び圧力が一定のとき、屈折率は、物質に固有の定数である。~~よ、したがって、物質の純度の試験に用いる。~~

~~屈折率  $n_D^t$  とは、光線としてナトリウムスペクトル中のD線を用い、温度  $t$ ℃で測定したときの空気に対する屈折率を意味する。~~屈折率の測定には、屈折率の測定範囲が1.300～1.700で、0.0001のけたまで読み取ることのできる屈折計別に規定するもののほか、通例、アッペ屈折計を用い、規定温度の±0.2℃の範囲内で行う。

## 15. 原子吸光光度法

原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき、基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試料中の被検元素量（濃度）を測定する方法である。

### 装 置

通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。また、バックグラウンド補正部を備えたものもある。光源部には中空陰極ランプ又は放電ランプ等を用いる。試料原子化部はフレーム方式、電気加熱方式及び冷蒸気方式があり、冷蒸気方式は、試料中の水銀を原子蒸気化するためのもので、更に還元気化法及び加熱気化法に分けられる。フレーム方式は、バーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式は、電気加熱炉及び電源部、冷蒸気方式は、還元気化器や加熱気化器等の水銀発生部及び吸収セルからなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は、検出器及び信号処理系からなる。表示記録部には、ディスプレイ、記録装置等がある。バックグラウンド補正部はバックグラウンドを補正するためのもので、方式には連続スペクトル光源方式、ゼーマン方式、非共鳴近接線方式、自己反転方式がある。

その他の特殊な装置として、水素化物発生装置及び加熱吸収セルがあり、ヒ素やセレンなどの分析に用いることができる。水素化物発生装置には、貯留式又は連続式があり、加熱吸収セルには、フレームによる加熱用又は電気炉による加熱用のものがある。

### 操 作 法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

- (1) フレーム方式 別に規定する光源ランプを装てん壇し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する支燃性ガス及び可燃性ガスを用い、これらの混合ガスに点火してガス流量及び圧力を調節し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。
- (2) 電気加熱方式 別に規定する光源ランプを装てん壇し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液の一定量を電気加熱炉に注入し、適当な流量のフローガスを流し、適当な温度、時間、加熱モードを適当に設定して、乾燥させ、灰化させ、原子化を行いさせ、その吸光度を測定する。
- (3) 冷蒸気方式 ~~別に規定する光源~~低圧水銀ランプを装てん壇し、測光部に通電する。光源ランプを点灯し、分光器を別に規定する分析線波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に還元気化法では検液又は標準液若しくは比較液を密閉容器にとり、適当な還元剤を加えて元素になるまで還元した後、気化させる。また、加熱気化法では試料を加熱して気化させる。これらの方法によって生じた原子蒸気の吸光度を測定する。

定量は、通例、次のいずれかの方法による。なお、定量に際しては、干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

- (1) 検量線法 3種以上の濃度の異なる標準液を調製し、それぞれの標準液につき、その吸光度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した検液の吸光度を測定

した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

- (2) 標準添加法 同量の検液 3 個以上をとり、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、吸光度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に吸光度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。プロットから得られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、(1)による検量線が原点を通る直線の場合のみに適用できる。
- (3) 内標準法 内標準元素の一定量に対して標準被検元素の既知量をそれぞれ段階的に加え、~~た~~標準液を数種類調製する。それぞれの溶液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による吸光度及び内標準元素による吸光度を同一条件で測定し、標準被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に吸光度の比をとり、検量線を作成する。次に標準液の場合と同量の内標準元素を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による吸光度と内標準元素による吸光度との比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

注意：試験に用いる試薬、~~・~~試液及びガスは、測定の妨げとならないものを用いる。

## 16. 香料試験法

### 1. アルコール類含量

アルコール類含量とは、試料中に含まれるアルコール類の含量である。

#### 操作法

~~別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。~~

#### 第1法

試料 10~~mL~~mL を正確に量り、100~~mL~~mL のフラスコに入れ、無水酢酸 ~~mL~~mL 及び~~無水~~酢酸ナトリウム 1 g を加え、空気冷却器を付けてホットプレートで 1 時間穏やかに煮沸する。次に 15 分間放冷した後、水 50~~mL~~mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 15 分間加熱する。冷後、内容物を分液漏斗に移し、水層を分離する。油層は、~~無水~~炭酸ナトリウム溶液（1→8）で洗液がアルカリ性となるまで洗い、更に塩化ナトリウム溶液（1→10）で洗液が中性となるまで洗い、乾燥した容器に入れ、~~無水~~硫酸ナトリウム約 2 g を加えてよく振り混ぜ、約 30 分間放置した後、ろ過する。ここに得たアセチル化油について別に規定する量を精密に量り、香料試験法中のエステル価の試験を行う。このエステル価をアセチル価と呼び、次式により求める。

アセチル価 =  $((a - b) \times 28.05) / \text{アセチル化油の採取量 (g)}$

アルコール類含量 (%) =  $((\text{アルコールの分子量} \times (a - b) \times 0.5) / ([\text{アセチル化油の採取量 (g)} - 0.02102 (a - b)] \times 1,000)) \times 100$  ~~(%)~~ =  $(\text{アセチル価} \times \text{アルコールの分子量}) / (561.1 - (0.4204 \times \text{アセチル価}))$  ~~(%)~~

ただし、a：空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (~~mL~~mL)

b：本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (~~mL~~mL)

#### 第2法

~~別に規定する量の試料を精密に量り、200mL の共栓フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液 5 mL を正確に量って加える。すり合せの部分に 2～3 滴のピリジンでぬらし、軽く栓をして水浴中で~~

~~1時間加熱する。冷後、栓及びフラスコの内壁を洗うように水10mlを加える。栓をしてよく振り混ぜた後、常温まで冷却し、中和エタノール5mlですり合せ部分及びフラスコの内壁を洗い込み、0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する（指示薬 クレゾールレッド・チモールブルー試液2～3滴）か、又は電位差計を用いて確認する。別に空試験を行う。~~

$$\text{アルコールの分子量} \times (a - b) \times 0.5$$

$$\text{アルコール類含量} = \frac{\text{アルコールの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 (\%)$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times 1000$$

~~ただし、a：空試験における0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)~~

~~b：本試験における0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)~~

## 2. アルデヒド類又はケトン類含量

アルデヒド類又はケトン類含量は、アルデヒド又はケトンがヒドロキシルアミン (NH<sub>2</sub>OH) と反応する性質を利用し、求める。

### 操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかの方法による。

#### 第1法

別に規定する量の試料を精密に量り、~~0.5mol/L塩酸ヒドロキシルアミン溶液~~0.5mol/L塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 50mlを正確に量って加え、よく振り混ぜた後、別に規定する時間放置するか、又は還流冷却器を付けて水浴中で別に規定する時間穏やかに加熱煮沸し、室温まで冷却する。次に遊離した酸を ~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液で滴定する。終点は、電位差計を用いるか、又は液が緑黄色となる時とする。別に空試験を行い補正し、次式により含量を求める。

$$\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5$$

$$\text{アルデヒド類又はケトン類含量} (\%) = \frac{\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times 1000$$

ただし、a：本試験における ~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (ml)

b：空試験における ~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (ml)

#### 第2法

別に規定する量の試料を精密に量り、ヒドロキシルアミン試液 75mlを正確に量って加え、よく振り混ぜた後、別に規定する時間放置するか、又は還流冷却器を付けて水浴中で別に規定する時間穏やかに加熱煮沸し、室温まで冷却する。次に、過量のヒドロキシルアミンを0.5mol/L塩酸で滴定する。終点は、電位差計を用いるか、又は液の紫色が緑黄色となる時とする。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5$$

$$\text{アルデヒド類又はケトン類含量} (\%) = \frac{\text{アルデヒド又はケトンの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$$

$$\text{試料の採取量 (g)} \times 1000$$

ただし、a：空試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (ml)



b : 本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

### 3. エステル価

エステル価とは、試料 1 g 中に含まれるエステルのけん化に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「3.0 以下 (5 g, 香料試験法)」とあるのは、本品約 5 g を量り、次の方法による時、エステル価が、3.0 以下であることを示す。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定する量の試料を精密に量り、200mL のフラスコに入れ、エタノール (95) 10mL 及びフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、水酸化カリウム溶液 (1 → 250) で中和し、~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間穏やかに煮沸加熱する。冷後、過量の水酸化カリウムを 0.5mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、~~(指示薬 (フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴) か、)~~ 又は電位差計を用いて滴定する。別に空試験を行い、次式によりエステル価を求める。

$$(a - b) \times 28.05$$

$$\text{エステル価} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a : 空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

### 4. エステル含量

一塩基性酸のエステルの含量は、香料試験法中のエステル価の試験を行い、次式により求める。

$$\text{エステル含量 (\%)} = \frac{\text{エステルの分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 = \frac{\text{エステル価} \times \text{エステルの分子量}}{561.1}$$

ただし、a 及び b は、エステル価の a 及び b を用いる。

### ~~5. ハロゲン化合物~~

~~ハロゲン化銅の炎色反応を利用し、ハロゲン化合物の有無を試験する。~~

#### ~~操作法~~

~~幅 1.5cm、長さ 5cm、網目約 1mm の銅網を先端に巻きつけた銅線を用いる。この銅網をバーナーの無色炎中で炎に緑色を認めなくなるまでよく焼いた後、放冷し、更にこの操作を数回繰り返す。冷後、この銅網に試料 2 滴を付けて燃やし、この操作を 3 回繰り返した後、この銅網を約 4cm の高さに調整した無色炎の外縁で焼く。このとき炎は、緑色を呈さない。~~

### 6.5. けん化価

けん化価とは、試料 1 g 中に含まれるエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定する量の試料を精密に量り、200mL のフラスコに入れ、~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に量って加え、還流冷

却器を付けて水浴中で1時間穏やかに加熱煮沸する。冷後、過量のアルカリを0.5mol/L塩酸で滴定する。終点の確認は、指示薬(フェノールフタレイン試液1 mL)か、又は電位差計を用いて滴定する。別に空試験を行い、次式によりけん化価を求める。

$$\text{けん化価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a：空試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (mL)

b：本試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (mL)

## 7.6. 酸価

酸価とは、試料1gを中和するのに要する水酸化カリウム(KOH)のmg数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、6.0以下(香料試験法)と規定する場合は、次の方法によるとき、酸価が、6.0以下であることを示す。

### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約10gを精密に量り、中和エタノールエタノール(中和)約50mLを加え、必要があれば加温して溶かし、フェノールフタレイン試液数滴を加え、しばしば振り混ぜながら、0.1mol/L水酸化カリウム溶液でマイクロビュレットを用い、30秒間持続する淡紅赤色を呈するまで滴定し、又は電位差計を用いて滴定する。

$$\text{酸価} = \frac{0.1\text{mol/L水酸化カリウム溶液の消費量 (mL)} \times 5.611}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

## 8. フェノール類含量

~~フェノール類含量は、試料中に含まれる水酸化アルカリ可溶物の含量である。~~

### 操作法

~~別に規定するもののほか、次の方法による。~~

~~試料10mLを正確に量り、150mLのカシアフラスコに入れ、よく振り混ぜながら1mol/L水酸化カリウム溶液75mLを3回に分けて加え、更に5分間よく振り混ぜる。30分間放置した後、1mol/L水酸化カリウム溶液を徐々に加え、不溶性の油分をカシアフラスコの日盛部に上昇させ、1時間放置した後、その油量(mL)を測定し、次式により含量を求める。~~

$$\text{フェノール類含量 (vol\%)} = 10 \times [10 - \text{不溶性の油量 (mL)}] - (\text{vol\%})$$

## 9.7. 香料のガスクロマトグラフィー

### 装置

一般試験法の項7.8. ガスクロマトグラフィーに準拠する。

### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。なお、試料が固体の場合、別に規定する溶媒に溶解した後、同様に操作する。

### 面積百分率法

この方法は、保存により不揮発成分等を生成せず、すべての成分が溶出し、かつ被検成分と不純物がクロマトグラム上で分離することが明らかな試料に用いる。検液注入後、0~40分の間測定時

間内に現れるすべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する被検成分のピーク面積百分率を求め、含量とする。ただし、試料が固体で溶媒に溶解する場合は、別に、溶媒によりりで同様に試験を行い、溶媒由来のピークを確認後、溶媒由来のピークを除いたピーク面積の総和を 100 とする。

#### 操作条件(1)

沸点が 150℃以上 200℃未満の試料に適用する。

検出器 水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器

カラム 内径 0.25～0.53mm, 長さ 30～60m の ケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25～1 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃から で注入し、毎分 5℃で 230℃まで昇温し、230℃に到達後、を 4 分間保持する。

注入口温度 225～275℃

検出器温度 250～300℃

~~注入方式 スプリット (30:1～250:1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。~~

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 被検成分のピークが 5～20 分の間に見えるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:30～1:250 (いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。)

測定時間 40 分

#### 操作条件(2)

沸点が 150℃未満の試料に適用する。

~~検出器、水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器カラム内径 0.25～0.53mm, 長さ 30～60m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はポリエチレングリコールを 0.25～1μm の厚さで被覆したもの。、注入口温度、検出器温度、キャリアーガス、流量、注入方式、スプリット比及び測定時間は操作条件(1)を準用する。~~

カラム温度 50℃で注入し、5 分間保持したた、その後、毎分 5℃で、230℃まで昇温する。

~~注入口温度 125～175℃~~

~~検出器温度 250～300℃~~

~~注入方式 スプリット (30:1～250:1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。~~

~~キャリアーガス ヘリウム又は窒素~~

~~流量 被検成分のピークが 5～20 分の間に見えるように調整する。~~

#### 操作条件(3)

沸点が 150℃未満で被検成分に比べ、想定される不純物の沸点が高い試料に適用する。

検出器、カラム、注入口温度、検出器温度、キャリアーガス、注入方式及びスプリット比は操作条件(1)を準用する。

カラム温度 50℃で注入し、5 分間保持した後、毎分 5℃で 230℃まで昇温し、230℃を 19 分間保持する。

流量 被検成分のピークが5～10分間に現れるように調整する。

測定時間 60分

操作条件(4)

沸点が200℃以上の試料に適用する。

検出器, カラム, 注入口温度, 検出器温度, キャリヤーガス, 注入方式及びブスプリット比は操作条件(1)を準用する。

カラム温度 100℃以上で注入し, 毎分5℃で230℃まで昇温し, 230℃を分析時間終了まで保持する。なお, 被検成分が5～20分間に溶出するように初期温度と流量を設定する。

測定時間 60分

## 17. 紫外可視吸光度測定法

紫外可視吸光度測定法は, 通例, 波長200nmから800nmまでの範囲の光が, 物質により吸収される度合いを測定し, 物質の確認, 純度の試験及び定量などを行う方法である。ただし, 原子吸光度計を用いる方法は, 別に規定する方法による。~~試料が一定の狭い波長範囲の光を吸収する度合いを測定する方法である。~~物質の溶液の紫外・可視及び紫外吸収スペクトルは, その物質の化学構造によって定まる。したがって種々の波長における吸収を測定して物質を確認することができる。通例, 吸収の極大波長 ( $\lambda_{\max}$ ) 又は極小波長 ( $\lambda_{\min}$ ) における一定濃度の溶液の吸光度を測定して, 確認試験, 純度試験及び定量法に用いる。

単色光が, ある物質の溶液を通過するとき, 透過光の強さ (I) のと入射光の強さ ( $I_0$ ) に対するとの比率を透過度 ( $t$ ) といひ, これを百分率で表したものを透過率Tという。また, 透過度の逆数の常用対数を吸光度 (A) という。

$$t = \frac{I}{I_0} \quad T = \frac{I}{I_0} \times 100 = 100t \quad A = \log(I_0 / I)$$

吸光度 (A) は, 液の濃度 (c) 及び層長液層の長さ (l) に比例する。なお, 層長 (測定した溶液層の長さ) は, 光路長あるいはセル長という場合もある。

$$A = kcl \quad (k \text{ は定数})$$

l を 1 cm, c を吸光物質の濃度 1 w/v % 溶液に換算したときの吸光度を比吸光度 ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ), l を 1 cm, c を吸光物質の濃度 1 mol/L 溶液に換算したときの吸光度をモル分子吸光係数 ( $\epsilon$ ) という。吸収極大波長における分子吸光係数は,  $\epsilon_{\max}$  で表す。

~~紫外可視吸光度測定は, 規定の溶媒を用いた液について行う。~~

~~液の濃度は, 測定で得た吸光度が 0.2～0.7 の範囲となるものが適当で, 液の吸光度がこれより高い値を示す場合は, 適当な濃度まで溶媒で薄めた後, 測定する。~~

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$  又は  $\epsilon$  を求める場合は, 次式による。

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = \frac{a}{c (\%) \times 1} \quad \epsilon = \frac{a}{c (\text{モル}) \times 1}$$

ただし, l : 液層の長さ層長 (cm)

- a : 測定で得た吸光度  
c (%) : 溶液の濃度 (w/v %)  
c (モル) : 溶液の濃度 (mol/L)

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (265nm) = 445~485 と規定する場合は、波長 265nm において別に規定する方法により、吸光度を測定するとき、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  が 445~485 であることを示す。

#### 装置及び調整操作法

測定装置として光電分光光度計又は光電光度計を用いる。~~光電分光光度計は、モノクロメーターと光電光度計を備えたもので、光源としては、可視吸収測定にはタンダステンランプ、紫外吸収測定には重水素放電管を用いる。セルは、可視吸収測定にはガラス製又は石英製、紫外吸収測定には石英製を用い、別に規定するもののほか、層長は、1cm のものを用いる。測光方式には単光束 (シングルビーム) と複光束 (ダブルビーム) がある。単光束型の装置の場合、対照、試料の順に測定を行う。複光束型の装置では通例、対照、試料を各々の光路に置き、同時に測定する。~~

~~通例、まず波長目盛りを別に規定する測定波長に合わせ、対照液を光路に入れ、調整して吸光度 0 を示すようにする。対照液には、別に規定するもののほか、測定する液の溶媒を用いる。次に測定する液を光路に入れ換えて、このとき示す吸光度を読み取る。あらかじめ分光光度計又は光電光度計に添付されている操作方法により装置を調整した後、波長及び透過率が以下の試験に適合することを確認する。~~

#### 波長及び吸光度目盛りの校正

~~波長目盛りは、通例、石英水銀アーク灯若しくはガラス水銀アーク灯の 239.95nm、253.65nm、302.15nm、313.16nm、334.15nm、365.48nm、404.66nm、435.83nm、546.10nm の波長又は重水素放電管の 486.00nm、656.10nm の波長を用いて校正する。~~

~~吸光度目盛りは、重クロム酸カリウム(標準試薬)を粉末とし、100~110°Cで3~4時間乾燥した後、その約 0.06g を精密に量り、0.005mol/L 硫酸を加えて溶かし、正確に 1,000ml とした液を用いて校正する。この液の  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  は、波長 235nm(極小)、257nm(極大)、313nm(極小)及び 350nm(極大)において、それぞれ 122.9~126.2(基準値 124.5)、142.4~145.7(基準値 144.0)、47.0~50.3(基準値 48.6)及び 104.9~108.2(基準値 106.6)である。~~

~~波長は、波長校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長付近における透過率を測定し、透過率が極小値を示す波長を読み取る試験を行うとき、その測定波長と基準値の波長のずれは±0.5nm 以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値±0.2nm 以内である。なお、重水素放電管の 486.00nm、656.10nm 又は低圧水銀ランプの 253.65nm、365.02nm、435.84nm、546.07nm の輝線を用いて試験を行うことができる。このときの測定波長と輝線の波長とのずれは±0.3nm 以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、測定値はいずれも平均値±0.2nm 以内である。~~

~~透過率又は吸光度は、透過率校正用光学フィルターを用い、それぞれのフィルターに添付された試験成績書の試験条件で試験成績書に示される基準値の波長における透過率を読み取る試験を行うとき、その測定透過率と基準透過率のずれは試験成績書に示された相対精度の上限値及び下限値にそれぞれ 1% を加えた値以内で、測定を 3 回繰り返して行うとき、吸光度の測定値 (あるいは透過率の測定値を吸光度に換算した値) は、吸光度が 0.500 以下のとき、いずれも平均値±0.002 以内にあり、吸光~~

度が0.500を超えるとき、いずれも平均値±0.004以内にある。なお、同一波長において透過率の異なる透過率校正用光学フィルターの複数枚を用い、透過率の直線性の確認を行うことが望ましい。

## 操作法

あらかじめ装置及び調整法の項に規定する方法により調整した装置を用い、光源、検出器、装置の測定モード、測定波長又は測定波長範囲、スペクトル幅及び波長走査速度などを選択し、設定する。装置を作動させ一定時間放置し、装置が安定に作動することを確認する。次に、通例、試料光路にシャッターを入れて光を遮り、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値がゼロ%になるように調整する。更にシャッターを除き、測定波長又は測定波長範囲での透過率の指示値が100%（又は吸光度がゼロ）になるように調整する。

通例、試料測定に先だつてブランク（対照液を入れたセル等）を光路に置き、透過率の指示値を100%（又は吸光度をゼロ）に調整する。対照液には、別に規定するもののほか、試験に用いた溶媒を用いる。

次に測定しようとする溶液を入れたセルを光路に置き、目的とする測定波長における吸光度又は目的とする測定波長範囲における吸収スペクトルを測定する。

なお、セルは、通例、紫外部の吸収測定には石英製、可視部の吸収測定にはガラス製又は石英製のセルを用い、別に規定するもののほか、層長は、1 cmとする。また紫外部の吸収測定に用いる溶媒の吸収については特に考慮し、測定の妨げにならないものを用いる。

溶液の濃度は、単光束吸光光度法で測定を行う場合は、測定で得た吸光度が0.2～0.7の範囲、複光束吸光光度法で測定を行う場合は、0.4～1.4の範囲となるものが適当で、液の吸光度がこれより高い値を示す場合は、適当な濃度まで溶媒で薄めた後、測定する。

## 18. 色価測定法

色価測定法は、紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定し、することにより、着色料中の色素濃度（色価）を測定する方法である。通例、色価は、着色料溶液の可視部での極大吸収波長における吸光度を測定し、10w/v%溶液の吸光度に換算した数値（ $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ）で表す。

### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。~~ただし、吸光度の測定には、検液の吸光度が、0.3～0.7の範囲に入るように調整したものを用いる。~~

~~別に規定するもののほか、~~表示された色価により、表に示される試料の量を精密に量り、メスフラスコに入れ、別に規定する溶媒約10~~m~~mlを加えて溶かし、更に溶媒を加えて正確に100~~m~~mlとし、必要があれば遠心分離又はろ過し、試料溶液とする。この試料溶液を吸光度測定用の検液とする。ただし、吸光度の測定には、検液の吸光度が、単光束吸光光度法で測定を行う場合は、0.2～0.7の範囲、複光束吸光光度法で測定を行う場合は、0.4～1.4の範囲に入るように、~~し、~~必要があれば表に示される希釈倍率に従って試料液を正確に希釈し、検液とする。

~~別に規定するもののほか、~~検液を調製した溶媒を対照とし、別に規定する波長で液層の長さ層長1 cmでの吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。色価の測定は、調製後の退色による影響を避けるため、検液の調製後、速やかに行うものとする。

$$10 \times A \times F$$

色価＝

試料の採取量 (g)

ただし、F：測定吸光度が、適切な0.3～0.7の範囲に入るように調整するための希釈倍率

色価	測定濃度 (%)	吸光度	希釈方法	試料液全量を希釈したときの液量 (mL)	F
20	0.25	0.5	0.25 g → 100 mL	100	1
50	0.10	0.5	0.1 g → 100 mL	100	1
100	0.05	0.5	0.5 g → 100 mL → 10 mL → 100 mL	1,000	10
200	0.03	0.6	0.6 g → 100 mL → 5 mL → 100 mL	2,000	20
400	0.015	0.6	0.3 g → 100 mL → 5 mL → 100 mL	2,000	20
500	0.01	0.5	0.2 g → 100 mL → 5 mL → 100 mL	2,000	20
700	0.01	0.7	0.2 g → 100 mL → 5 mL → 100 mL	2,000	20
800	0.00625	0.5	0.25 g → 100 mL → 5 mL → 200 mL	4,000	40
900	0.005	0.45	0.2 g → 100 mL → 5 mL → 200 mL	4,000	40
1,000	0.006	0.6	0.3 g → 100 mL → 5 mL → 250 mL	5,000	50
1,500	0.003	0.6	0.4 g → 100 mL → 5 mL → 50 mL → 5 mL → 50 mL	10,000	100
2,000	0.003	0.6	0.3 g → 100 mL → 5 mL → 50 mL → 5 mL → 50 mL	10,000	100
2,500	0.002	0.5	0.2 g → 100 mL → 5 mL → 50 mL → 5 mL → 50 mL	10,000	100

備考：表の色価を超える場合は、希釈倍率を調整して測定する。

## 19. 重金属試験法

重金属試験法は、試料添加物中に混在する重金属の許容される限度量を試験する方法である。この試験における重金属とは、酸性において硫化ナトリウム試液によって呈色する金属性物質をいい、その量は、鉛 (Pb) の量として表す。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして20µg/g以下(1.0g, 第1法, 比較液鉛標準液2.0mL)」とあるのは、本品1.0gを量り試料とし、比較液には鉛標準液2.0mLを用い、第1法により操作し、試験を行うとき、重金属が、Pbとして20µg/g以下であることを示す。

### 操作法

#### (1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約40mLを加えて溶かし、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。

別のネスラー管に別に規定する量の鉛標準液を量って入れ、酢酸(1→20)2mL及び水を加

えて50mLとし、比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、緩くふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸2 mL及び硫酸5滴を加え、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、450～550℃で灰化するまで強熱する。冷後、塩酸2 mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸3滴を加え、熱湯10 mLを加えて2分間加温する。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を、液がわずかに赤くなるまで加えた後、水を用いて定量的にネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに硝酸2 mL、硫酸5滴及び塩酸2 mLを入れ、加熱して蒸発乾固し、残留物に塩酸3滴を加え、以下検液の調製の場合と同様に操作して定量的に別のネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に別に規定する量の鉛標準液、酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。

ただし、試験に供する検液が澄明でない場合は、検液及び比較液を同一の条件でろ過する。

第3法 別に規定する量の試料を量り、石英製又は磁製のろつぼに入れ、初めは注意して弱く加熱して炭化し、次に強熱して灰化する。冷後、王水1 mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸3滴で潤し、熱湯10 mLを加えて2分間加温する。次にフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに赤くなるまで加えた後、酢酸溶液（1→20）2 mLを加え、必要がある場合はろ過し、水10 mLで洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに王水1 mLを入れ、水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製の場合と同様に操作し、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、別に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硝酸マグネシウム・硝酸マグネシウム六水和物・エタノール（95）溶液（1→10）10 mLを加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸1 mLを加え、注意して加熱した後、500～600℃で強熱して灰化する。この方法で炭化物が残る場合は、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸3 mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、この残留物を塩酸3滴で潤し、水10 mLを加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を、液がわずかに赤くなるまで加えた後、水を用いて定量的にネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に、酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、試料の場合と同質のろつぼに硝酸マグネシウム・硝酸マグネシウム六水和物・エタノール（95）溶液（1→10）10 mLをとり、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸1 mLを加え、以下検液の調製の場合と同様に操作して定量的に別のネスラー管に移す。ろつぼを水で洗い、洗液をネスラー管に加え、更に、別に規定する量の鉛標準液、酢酸（1→20）2 mL及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。

ただし、試験に供する検液が澄明でない場合は、検液及び比較液を同一の条件でろ過する。

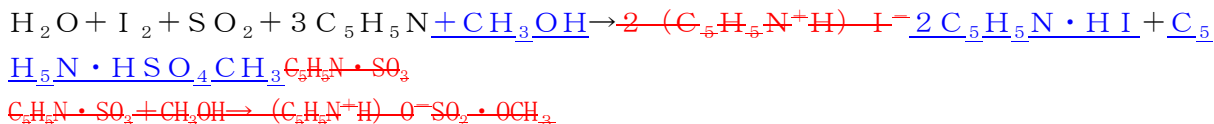
## (2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えて混和し、5分間放置した後、両ネスラー管を白色の背景を用い、上方及び側方から観察するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。



## 20. 水分測定法（カールフィッシャー法）

水分測定法は、メタノールなどの低級アルコール及びピリジンなどの有機塩基の存在下で、水がヨウ素及び二酸化硫黄と次の式に示すように定量的に反応することを利用して水分を測定する方法である。



測定法には、容量滴定法と電量滴定法がある。

容量滴定法は、反応に必要なヨウ素を水分測定用試液中に溶解させ、試料中の水と反応して消費されたヨウ素の滴定量より、水分を測定する方法である。

電量滴定法は、ヨウ化物イオンを混合した水分測定用陽極試液を用い、電解によりヨウ素を発生させる。ヨウ素が定量的に水と反応することに基づきから、電解に要した電気量より、に基づき水分を測定する方法である。

以下、本試験を用いる場合において、例えば、「4.0%以下（0.5 g、容量滴定法、逆滴定）」とあるのは、試料約 0.5 g を精密に量り、容量滴定法の逆滴定により試験するとき、その水分が試料の採取量の 4.0% 以下であることを示す。

### 1. 容量滴定法

#### 装 置

通例、自動ビュレット、逆滴定フラスコ、かき混ぜ機及び定電圧分極電流滴定装置又は定電流分極電位差滴定装置からなる。

水分測定用試液は、吸湿性が非常に強いので、装置は、外部からの吸湿を防ぐように工夫する。防湿にはシリカゲル又は水分測定用塩化カルシウム等を使用する。

#### 操 作 法

水分測定用試液による滴定は、湿気を避けて行い、原則として、これを標定したときの温度と同一の温度で行う。

被滴定液中に ~~一對 2 本~~ の白金電極 ~~又は~~ 双白金電極を浸し、可変抵抗器を適当に調節調整して電極間に微小電圧を加え、水分測定用試液を滴加するとき変化する電流（マイクロアンペア）を測定する（定電圧分極電流滴定法）。滴定 ~~の~~ が進むにつれて回路中の電流が大きく変化し、数秒で再び元の位置に戻る。 ~~滴定の終点に達すると、~~ この電流の変化が一定時間（通例、30 秒間 ~~又はそれ以上~~） ~~の~~ 間持続する。 ~~この状態になったときを~~ 滴定の終点とする。

~~また~~ ~~又は~~ は、電極間に微小電流を流しておき、水分測定用試液を滴加するとき変化する電位差（ミリボルト）を測定する（定電流分極電位差滴定法）。滴定の途中で回路中の電圧計の値が数百ミリボルトの分極状態から急に減少し、消極状態となり、数秒で再び元の状態に戻る。 ~~滴定の終点に達すると、~~ 消極状態が一定時間 ~~持続する~~（通例、10～30 秒間 ~~又はそれ以上~~） ~~持続する。~~ ~~この状態になったときを~~ 滴定の終点とする。

ただし、逆滴定により定電圧分極電流滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に残存する間は、電流計の針が振り切れ、終点に達すると急に元の位置に戻る。定電流分極電位差滴定法を用いる場合は水分測定用試液が過量に存在する間は、~~電圧計ミリボルトメータ~~ の値が元の位置にあり、終点に達すると一定の電圧がかかる。

水分測定用試液による滴定は、別に規定するもののほか、次のいずれの方法によってもよい。終点は、通例、逆滴定を行う場合の方が明瞭に判別できる。

(1) 直接滴定 別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール 適量 25mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を終点まで加えてフラスコ内を無水の状態にしておく。次に、別に規定するもののほか、水分 5~30 ~~10~50~~mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、水分 5~30mg を含むような量の試料その質量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5~30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。

~~なお、試料が溶剤に溶けないとき、~~ 又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、乾燥空気又は窒素をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

なお、滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが、滴定に長時間を要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作による空試験を行い、補正する。

$$\text{水分 (H}_2\text{O) } (\%) = \frac{\text{水分測定用試液の滴定量 (mL)} \times f}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 \text{ } (\%)$$

(2) 逆滴定 別に規定するもののほか、次の方法による。

水分測定用メタノール 適量 20mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を 加える終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に、水分 10~50 5~30mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、湿気を避けて 30 分間かき混ぜて溶かした後、激しくかき混ぜながら水・メタノール標準液で滴定を行う。別に、試料が溶剤に溶けないときは手早く粉末とし、水分 5~30mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、湿気を避けて 5~30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定する。

$$\text{水分 (H}_2\text{O) } (\%) = \frac{(\text{水分測定用試液の量 (mL)} \times f) - (\text{水・メタノール標準液の滴定量 (mL)} \times f')}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 \text{ } (\%)$$

ただし、f：水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H<sub>2</sub>O) の mg 数

f'：水・メタノール標準液 1 mL 中の水 (H<sub>2</sub>O) の mg 数

## 2. 電量滴定法

### 装 置

通例、ヨウ素発生用電解槽を備えた滴定フラスコ、かき混ぜ機、~~滴定フラスコ~~及び定電流分極電位差滴定装置からなる。

ヨウ素発生用電解槽は、隔壁で隔てられた陽極及び陰極で構成され、陽極は水分測定用陽極液（発生液）中に、陰極は水分測定用陰極液（対極液）中に浸される。通例、両極とも白金網が用いられる。

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は吸湿性が非常に強いので、装置は外部からの吸湿を防ぐようにする。防湿には、シリカゲル、水分測定用塩化カルシウム等を用いる。

#### 水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液の調製法

水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は、一組の試薬として、次のいずれかの方法により調製する。なお、同等以上の精度がある場合には、他の調製方法による水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液を使用することができる。

##### (1) 調製法 1

水分測定用陽極液 水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用メタノール 900 ml に溶かし、氷冷し、液温を 30℃以下に保ちながら、乾燥した二酸化硫黄を通じ、その増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 12 g を加えて溶かし、かき混ぜながら、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加し、水分測定用メタノールを加えて 1,000 ml とする。

水分測定用陰極液 ~~塩酸ジエタノールアミン~~ 2, 2'-イミノジエタノール塩酸塩 24 g を水分測定用メタノール 100 ml に溶かす。

##### (2) 調製法 2

水分測定用陽極液 1, 3-ジ(4-ピリジル)プロパン 40 g 及びジエタノールアミン 30 g を水分測定用メタノール約 200 ml に溶かし、乾燥した二酸化硫黄を増量が 25 g になるまで通じる。炭酸プロピレン 50 ml を加え、ヨウ素 6 g を溶かした後、水分測定用メタノールを加えて 500 ml とし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 水分測定用塩化コリン 30 g を水分測定用メタノールに溶かし 100 ml とする。

##### (3) 調製法 3

水分測定用陽極液 ジエタノールアミン 100 g を水分測定用メタノール又は水分測定用メタノール/水分測定用クロロホルム混液 (3 : 1) 900 ml に溶かし、冷却しながら、乾燥した二酸化硫黄を通じ、増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 20 g を加えて溶かし、液の色が褐色から黄色に変わるまで水を滴加する。

水分測定用陰極液 塩化リチウム 25 g を水分測定用メタノール/ニトロメタン混液 (4 : 1) 1,000 ml に溶かす。

#### 操作法

滴定フラスコ中に水分測定用陽極液を入れた後、この液中に定電流分極電位差滴定装置の一对の白金電極又は双白金電極を浸す。別に、水分測定用陰極液を満たしたヨウ素発生装置用電解槽を水分測定用陽極液中に浸す。あらかじめ電解電流を流して、滴定フラスコ内を無水の状態にしておく。次に水分 0.2~5.4~5mg を含むような量の試料を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、かき混ぜて溶かし、激しくかき混ぜながら終点まで滴定する。試料が陽極液に溶けないときは、手早く粉末とし、水分 0.2~5mg を含むような量の試料その質量を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、湿気を避けて 5~30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定を行う。別に、試料が溶剤に溶けないとき、又は試料がカールフィッシャー反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素又は乾燥空気をキャリアーとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。

滴定開始より終点に至るまでのヨウ素の発生に要した電気量 (C) (電流 (A) × 時間 (秒)) を測定し、次の式により試料中の水分 (%) を求める。

~~なお、試料がカルフィッシュヤ反応を妨害するときは、水分気化装置を用いて試料を加熱し、窒素をキャリアとして試料中の水分を滴定フラスコ中に導入することができる。なお、滴定は湿度の低い雰囲気下で行う必要があるが、滴定に長時間要するなど雰囲気中の水分の影響が避けられない場合は、試料を測定したときと同様の操作により空試験を行い、補正する。~~

ヨウ素の発生に要した電気量 (C)

$$\text{水分 (H}_2\text{O) (\%)} = \frac{\text{ヨウ素の発生に要した電気量 (C)}}{10.72 \times \text{試料の採取量 (mg)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

## 21. 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は~~赤外吸収スペクトルが物質の化学構造によって一定である性質を利用して、波数 4,000~600cm<sup>-1</sup>の赤外線をが試料に照射して得られる吸収スペクトルにより物質の確認を行う方法である。~~を通過するとき吸収される量を各波数について測定することにより、~~試料を確認又は定量する方法である。~~赤外吸収スペクトルは通例、横軸に波数 (cm<sup>-1</sup>) を、縦軸に透過率 (%) 又は吸光度をとったグラフで示される。

~~別に規定するもののほか、試料による吸収スペクトルを確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと比較し、同一波数のところに同様の強度の吸収が認められるとき、互いの同一性が確認される。ただし、固体状態で測定された試料の吸収スペクトルが、参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと異なるときは、試料と標準品を成分規格・保存基準各条において規定する同一の条件で処理した後、再測定する。~~

~~二つのスペクトルを比較するとき、通例、試料スペクトルと参照スペクトルが測定される装置は異なるものであり、それらの分解能には差がある。装置の分解能の差に基づく波数の変動は 4,000~2,000cm<sup>-1</sup>の波数領域で最大となる。ただし、フーリエ変換形赤外分光光度計の分解能は波数によらず一定であるため、その波数精度は全波数領域において不変である。~~

なお、成分規格・保存基準各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、波数 4,000~600cm<sup>-1</sup>における参照スペクトルが、試薬・試液等の項の 11. 参照赤外吸収スペクトルに掲載されている。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。

### 装置及び操作調整法

分散形赤外分光光度計又はフーリエ変換形赤外分光光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計を調整した後、分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が以下の試験に適合することを確認する。厚さ約 0.04mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの 2,870cm<sup>-1</sup>付近の極小と 2,850cm<sup>-1</sup>付近の極大における透過率 (%) の差は 18%以上である。また、1,589cm<sup>-1</sup>付近の極小と 1,583cm<sup>-1</sup>付近の極大の透過率 (%) の差は 12%以上である。波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 (cm<sup>-1</sup>) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、( ) 内の数値はこれらの値の許容範囲を表す。

3060.0 (±1.5)	2849.5 (±1.5)	1942.9 (±1.5)	1601.2 (±1.0)
1583.0 (±1.0)	1154.5 (±1.0)	1028.3 (±1.0)	

ただし、分散形装置を用いる場合の許容範囲は、 $1,601.2\text{cm}^{-1}$ における吸収波数が $1,601.2\pm 2.0\text{cm}^{-1}$ 、 $1,028.3\text{cm}^{-1}$ における吸収波数が $1,028.3\pm 2.0\text{cm}^{-1}$ の範囲内にあることとする。

透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3,000\sim 1,000\text{cm}^{-1}$ における数点の吸収を2回繰り返し測定するとき、透過率の差は0.5%以内とし、波数の差は $3,000\text{cm}^{-1}$ 付近で $5\text{cm}^{-1}$ 以内、 $1,000\text{cm}^{-1}$ 付近で $1\text{cm}^{-1}$ 以内とする。

### 測定用試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。測定用試料は最も強い主な吸収帯（ペースト法における流動パラフィン由来の吸収帯を除く）の透過率が5～1080%の範囲になるように、次のいずれかの方法によって調製する。窓板は塩化ナトリウム、臭化カリウム又は塩化ナトリウム等などを使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気バックグラウンド吸収が用いられることもある。

成分規格・保存基準各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数 $4,000\sim 600\text{cm}^{-1}$ の範囲で測定する。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

- (1) ~~臭化カリウム~~錠剤法 固体試料1～2mgをめのう製乳鉢で粉末とし、これに、別に規定するもののほか、希釈剤として赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム0.10～0.20gを加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れ、~~て~~加圧製錠する。ただし、必要ならば、0.67kPa以下の減圧下に錠剤の単位面積（ $\text{cm}^2$ ）当たり50～100kN（5,000～10,000kg）の圧力を5～8分間加えて透明な錠剤を調製する。通例、希釈剤のみを用いて同様にして調製した対照臭化カリウム錠剤を対照として測定する。
- (2) 溶液法 成分規格・保存基準各条に規定する方法で調製した検液を液体用固定セルに注入し、通例、検液の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。固定セルの厚さは、通例、0.1mm又は0.5mmとする。
- (3) ペースト法 固体試料5～10mgをめのう製乳鉢で粉末とし、別に規定するもののほか、少量の流動パラフィン、通例、1～2滴を加えてよく練り合わせ、試料ペーストを調製する。調製した試料ペーストを1枚の窓板の中心部に薄く広げた後、空気が入らないように注意しながら、別の窓板で挟んでみ、通例、窓板のみを対照として測定する。
- (4) 液膜法 液体試料1～2滴を2枚の窓板の間に挟み、窓板の間にできた液層を測定する。液層を厚くする必要がある場合は、アルミニウム箔等などを2枚の窓板の間に挟み、その中に液体試料がたまるようにする。通例、窓板のみを対照として測定する。
- (5) 薄膜法 試料を薄膜のまま、又は成分規格・保存基準各条に規定する方法によって薄膜を調製した後、通例、窓板のみを対照として測定する。
- (6) 気体試料測定法 排気した5～10cmの長さの光路をもつ気体セルに、試料を別に規定する圧で導入し、入れて通例、気体セルを減圧（真空）にしたものを対照として測定する。必要に応じて1m以上の光路をもつ長光路セルを用いることもある。

### 確認方法

試料の吸収スペクトルを確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと比

較し、同一波数のところに同様の強度の吸収が認められるとき、互いの同一性が確認される。ただし、固体状態で測定された試料の吸収スペクトルが、参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと異なるときは、試料又は試料及び標準品を成分規格・保存基準各条において規定する同一の条件で処理した後、再測定する。

二つのスペクトルを比較するとき、通例、試料スペクトルと参照スペクトルが測定される装置は異なったものであり、それらの分解能には差がある。装置の分解能の差に基づく波数の変動は4000～2000cm<sup>-1</sup>の波数領域で最大となる。ただし、フーリエ変換形赤外分光光度計の分解能は波数によらず一定であるため、その波数精度は全波数領域において不変である。

## ~~22. 濁度試験法~~ 42. 溶状試験法 →名称変更のため42.に移動

### ☆22. 旋光度測定法

旋光度測定法は、試料の旋光度を旋光計によって測定する方法である。

物質又はその溶液には、光の偏光面を右又は左に回転させる性質を持つものがある。この性質を光学活性又は旋光性といい、旋光性の度合いは物質の化学構造に関係がある。

旋光度は、光学的活性物質又はその溶液が偏光面を回転する角度であり、旋光計によって測定する。旋光の性質は、偏光の進行方向に向きあ合って、偏光面を右に回転するものを右旋性、左に回転するものを左旋性とし、偏光面を回転する角度を示す数字の前に、それぞれ記号+又は-を付け、角度を表す数字の右肩に°を付ける。

旋光度  $[\alpha]_x^t$  とは、特定の単色光 x (波長又は名称で記載する。) を用い、温度 t°C で測定したときの旋光度を意味し、その測定は、通例単に旋光度と記載した場合は、別に規定するもののほか、温度は20°C又は25°C、層長は100mm、光線はナトリウムスペクトル中のD線で行う測定した旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  を示す。 なお、層長 (測定した溶液層の長さ) は、光路長あるいはセル長という場合もある。

比旋光度  $[\alpha]_x^t$  は、次の式で表す。

$$[\alpha]_x^t = \frac{\alpha}{lc} \times 100$$

ただし、t: 測定時の温度

x: 用いたスペクトルの特定の単色光の波長又は名称 (D線を用いた場合は、Dと記載する。)

α: 偏光面を回転した角度

l: ~~測定した液の層、すなわち、測定に用いた測定管の長さ~~ 層長 (mm)

c: 測定した液 1 ml 中に存在する試料の g 数

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^\circ$  (1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10ml, 乾燥物換算)」とあるのは、本品約 1 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして正確に 10ml とし、この液について き, 20°C, 層長 100mm で測定し、乾燥物換算を行うとき、比旋光度が +20.5 ~ +21.5° であることを示す。

## 23. タール色素試験法

タール色素試験法は、タール色素の純度試験及び定量に用いる。

### 1. 水不溶物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.20%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、水不溶物が、0.20%以下であることを示す。

#### 操作法

あらかじめつば形ガラスろ過器（1 G 4）を 135℃で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

試料 2.0 g を正確に量り、熱湯 200 mL を加えてよく振り混ぜた後、放冷し、不溶物を先のガラスろ過器でろ過し、洗液が無色となるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに 135℃で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

### 2. 塩化物及び硫酸塩

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「総量として 5.0%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、塩化ナトリウム及び硫酸ナトリウムが、総量として 5.0%以下であることを示す。

#### 操作法

別に規定するもののほか、試料約 0.1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 50 mL とし検液とする。別に塩化物イオン標準原液及び硫酸イオンの標準原液それぞれ 0.2 mL、0.5 mL、1 mL、10 mL、5 mL 及び 50 mL、10 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液及び標準原液をそれぞれ 20 µL ずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。まず次にそれぞれの標準液及び標準原液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線を作成する。次に更に検液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線からそれぞれのイオンの量を求め、得られたイオン量に塩化物イオンは 1.65、硫酸イオンは 1.48 を乗じ、検液中の塩化ナトリウム及び硫酸ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。なお、検液の塩化物イオン及び硫酸イオンのピーク高さ面積又はピーク高さが検量線の範囲を超える場合は、適宜希釈し、換算して試料中の含量を算出する。

#### 操作条件

検出器 電気伝導度計

カラム充てん剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径 4.6~6.0mm, 長さ 5~10cm のステンレス管又はプラスチック管

ガードカラム カラムと同一の内径で同一の充てん剤を充てんしたものの。

移動相 ~~2.5mmol/L フタル酸と 2.4mmol/L トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタンを含む水~~  
溶

液フタル酸 0.42 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール 0.29 g を水 1000 mL に溶かす (pH4.0)

カラム温度 40℃

流量 1.5 mL/分

### 3. ヨウ化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.40%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヨウ化ナトリウムが、0.40%以下であることを示す。

#### 操作法

試料約 ~~0.03 g~~ 0.1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、この液 4 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 10 mL とし、検液とする。別にヨウ化物イオンの標準原液 0.5 mL、1 mL、10 mL、2 mL 及び 50 mL、4 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液、~~及び標準液及び標準原液~~ をそれぞれ 100 µL、一定量 ずつ量り、塩化物及び硫酸塩の操作法に規定する操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。~~まず、次に~~ 標準液及び標準原液のそれぞれのヨウ化物イオンのピーク高さ面積又はピーク面積高さを測定し、検量線を作成する。 ~~次に更に~~ 検液のヨウ化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に 1.18 を乗じ、検液中のヨウ化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

#### 4. 臭化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「1.0%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、臭化ナトリウムが、1.0%以下であることを示す。

#### 操作法

試料約 ~~0.05 g~~ 0.1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、この液 4 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 10 mL とし、検液とする。別に臭化物イオンの標準原液 0.5 mL、1 mL、10 mL、2 mL 及び 50 mL、4 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液、~~及び標準液及び標準原液~~ をそれぞれ 20 µL、一定量 ずつ量り、塩化物及び硫酸塩の操作法に規定する操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。次に標準液 及び標準原液 の臭化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線を作成する。更に検液の臭化物イオンのピーク 高さ面積 又はピーク 面積高さ を測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に 1.29 を乗じ、検液中の臭化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

#### 5. 重金属

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として 20 µg/g 以下（タール色素試験法、重金属(5)）」とあるのは、次の(5)の方法によるとき、重金属が、Pb として 20 µg/g 以下であることを~~

~~示す。~~

#### 操作法

~~別に規定するもののほか、試料 2.5 g を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、更に硫酸 1 mL を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、電気炉に入れ、450～550°C で灰化するまで強熱した後、放冷する。これに塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4) 5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせてA液とし、これに水を加えて 50 mL とし、試料液とする。なお、クロム及びマンガン~~ の試験を行う場合は、~~以下のとおりとする。~~

~~先のろ紙上の残留物をろ紙とともに 105°C で乾燥後、白金製のろつぼに入れ、約 450°C で加熱灰化する。これに無水炭酸ナトリウム 2 g を加え、加熱し融解させ、冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加~~



~~して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A液に加え、更に水を加えて50mlとし、試料液とする。~~

~~また、空試験液を試料液の場合と同様に操作して調製する。~~

~~(1) 亜鉛 試料液 2.5ml を量り、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 2.5ml を量り、亜鉛標準液 2.5ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 213.9nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(2) クロム 別に規定するもののほか、試料液 5.0ml を量り、塩酸(1→4) 5ml 及び水を加えて 25ml とし、検液とする。別に空試験液 10.0ml を量り、クロム標準液 10.0ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ クロム中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 357.9nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(3) 鉄 試料液 2.0ml を量り、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 2.0ml を量り、鉄標準液 5.0ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ 鉄中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 248.3nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(4) マンガン 別に規定するもののほか、試料液 4.0ml を量り、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 4.0ml を量り、マンガン標準液 1.0ml、塩酸(1→4) 10ml 及び水を加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ マンガン中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 279.5nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(5) その他の重金属 試料液 20ml を量り、ネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加~~

~~え、液が紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、更に酢酸(1→4) 2mL を加え、必要があればろ過し、ろ紙を水で洗い、水を加えて50mLとし、検液とする。別に空試験液20mLを量り、ネスラー管に入れ、鉛標準液2.0mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え、検液の場合と同様に操作して、比較液とする。次に、両液に硫化ナトリウム試液を2滴ずつ加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。~~

## 5. 鉛

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして2 $\mu$ g/g以下(タール色素試験法、第1法)」とあるのは、第1法により操作し、試験を行うとき、Pbとして2 $\mu$ g/g以下であることを示す。

### 操作法

#### (1) 検液、比較液及び空試験液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 試料1.0gを量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100°Cから500°Cの範囲で徐々に温度を上げ、内容物を、必要があればガラス棒で碎きながら、ほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、るつぼを電気炉に入れ、徐々に加熱して500~600°Cで強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉で強熱して灰化する。なお、500~550°Cで灰化操作を行う場合は耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。冷後、残留物に塩酸(1→4)10mLを加え、必要があればふたをし、加熱して溶かし、蒸発乾固した後、硝酸(1→100)を加えて溶かし、10mLとし、必要があればろ過し、検液とする。別に、鉛標準液2mLを正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。

第2法 試料1.0gを量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10)10mLを加えて混和し、エタノールに点火して燃焼させる。燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要があればふたを用いる。冷後、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、第1法と同様に操作する。炭化物が残るときは、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10)5mLを加えて混和し、同様の操作を繰り返す。なお、500~550°Cで灰化操作を行う場合は耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。残留物に塩酸(1→4)30mLを加え、溶けるまで加熱し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)10mLを加える。指示薬としてチモールブルー試液1mLを加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加え約100mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100)5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを正確に加えて5分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液2mLを正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。

#### (2) 試験

検液、比較液及び空試験液につき、原子吸光光度法(フレイム方式)により次の操作条件で吸光度を測定するとき、検液と空試験液の吸光度の差は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

## 6. 亜鉛及び鉄

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Znとして200 $\mu$ g/g以下(タール色素試験法、亜鉛及び鉄(1))」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、亜鉛が、Znとして200 $\mu$ g/g以下であることを示す。

### 操作法

試料 1.0 gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、るつぼを電気炉に入れ、徐々に加熱して450～550℃で強熱して灰化する。なお、炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸3 mLを加えてかき混ぜ、更に水7 mLを加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5 mL及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、これに水を加えて50 mLとし、試料液とする。

(1) 亜鉛 試料液2.5 mLを量り、塩酸(1→4)4 mL及び水を加えて20 mLとし、検液とする。別に、亜鉛標準液1.0 mL、塩酸(1→4)4 mL及び水を加えて20 mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法(フレイム方式)により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

#### 操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) 鉄 試料液5 mLを量り、塩酸(1→4)10 mL及び水を加えて50 mLとし、検液とする。別に、鉄標準液5.0 mL、塩酸(1→4)10 mL及び水を加えて50 mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法(フレイム方式)により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

#### 操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

## 7. マンガン及びクロム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Mnとして50 $\mu$ g/g以下(タール色素試験法、マンガン及び鉄(1))」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、マンガンが、Mnとして50 $\mu$ g/g以下で

あることを示す。

### 操作法

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせA液とする。先のろ紙上の残留物をろ紙とともに白金製のろつぼに入れ、105℃で乾燥後、150℃から 500℃まで徐々に温度を上げ、試料がほとんど炭化するまで加熱した後、電気炉に入れ、450～550℃で強熱して灰化する。これに炭酸ナトリウム 0.8 g を加え、800℃以上で強熱し融解させ、冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるろつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A液に加え、更に水を加えて 50 mL とし、試料液とする。

(1) マンガン 試料液 10 mL を量り、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、マンガン標準液 1.0 mL、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

#### 操作条件

光源ランプ マンガン中空陰極ランプ

分析線波長 279.5 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) クロム 別に規定するもののほか、試料液 10 mL を量り、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、クロム標準液 4.0 mL、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

#### 操作条件

光源ランプ クロム中空陰極ランプ

分析線波長 クロム 357.9 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

## 6.8. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 $As_2O_3As$  として  $4.0 \pm 0.3 \mu\text{g/g}$  以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、 $As_2O_3As$  として  $4.0 \pm 0.3 \mu\text{g/g}$  以下であることを示す。

### 操作法

試料 0.50 g を正確に量り、~~石英製又は磁製のろつぼ~~又は耐熱性ガラスビーカーに入れ、これに硝

酸マグネシウムの硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) 20mL を加え、エタノールに点火して燃焼させ、燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要があればふたを用いる。その後、150℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、ほとんど炭化するまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉に入れ 450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸 6 mL を加え、必要があれば水約 10 mL を加え、ふたをし、水浴上で加温加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 25 mL とし、検液とする。別に、ヒ素標準液 2.0 mL、塩酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、及び比較液及び空試験液につき、それぞれの液 4 mL に塩酸 3 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→10) 1 mL を加え、室温で 30 分間放置した後、L (+) -アスコルビン酸溶液 (1→10) 2 mL 及び水を加えて 20 mL とし、ヒ素試験法の装置 C を用いて、試験を行うとき、検液から得られた液と空試験液から得られた液の吸光度の差は、比較液から得られた液の吸光度以下である。

装置により検液、空試験液及び比較液に加える塩酸、ヨウ化カリウム溶液及び L (+) -アスコルビン酸溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液、比較液、塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液の流量や濃度が異なる場合もある。

#### 7. ~~他の色素~~

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素試験法、他の色素(1))」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。~~

##### ~~操作法~~

~~(1) 試料 0.10 g を正確に量り、水に溶かして 100 mL とし、検液とする。検液 2 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/1%アンモニア溶液/無水エタノール混液 (6 : 3 : 2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2 号を用い、展開溶媒が約 15 cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。~~

~~(2) 25%エタノール/5%アンモニア溶液混液 (1 : 1) を展開溶媒として(1)と同様に行う。~~

~~(3) 試料 0.30 g を量り、水に溶かして 100 mL とし、この液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とし、検液とし、アセトン/酢酸イソアミル/イソアミルアルコール/水/プロピオン酸混液 (20 : 13 : 5 : 5 : 2) を展開溶媒として(1)と同様に行う。ただし、展開溶媒が約 30 cm 上昇したとき展開をやめる。~~

~~(4) 試料 0.10 g を量り、水に溶かして 200 mL とし、検液とし、(1)と同様に行う。~~

#### 8.9. ~~副成色素~~

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素試験法、副成色素(1)) とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。

(1) 別に規定する量の試料約 0.1 g を精密に量り、別に規定する溶液に溶かして酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) で正確に 100 mL とし、検液とする。別に規定された副成色素を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥し、それぞれ 0.0100 g 約 10 mg を精密に量り、別に規定した溶液酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) にそれぞれ溶かして正確に 100 mL とし、標準原液とする。これらの標準原液 0.5 mL、1 mL、2 mL、及び 5 mL 及び 10 mL を正確に量り、標準原液の調製に用いた溶液酢酸ア

ンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100~~mL~~とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~20 $\mu$ L~~一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液のそれぞれの色素のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の副成色素のピーク面積を測定し、検量線からそれぞれの色素量を求め、その合計値を求める。

操作条件

検出器 可視吸光光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C/40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

流量 1 ~~mL~~ mL/分

移動相A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

(2) 別に規定するもののほか、試料 0.1 g を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 20mL とし、検液とする。検液の一定量を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主色素ピーク面積の 1000 分の 1 を A とする。検液中の、別に規定する面積測定範囲内に現れる A より大きいピーク面積の総和を  $A_T$  とし、主色素ピーク以外のピークを副成色素としてそのピーク面積の和を  $A_S$  とし、次式により副成色素の量を求める。

$$\text{副成色素の量 (\%)} = \frac{A_S}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

操作条件

検出器 可視吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

面積測定範囲 成分規格・保存基準各条に規定

#### 9.10. 未反応原料及び反応中間体

別に規定する量の試料約 0.1 g を精密に量り、別に規定する溶液に溶かして正確に 100~~mL~~とし、検液とする。別に規定された未反応原料及び反応中間体を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥し、それぞれ ~~0.0100 g~~ 約 10mg を精密に量り、別に規定した溶液に溶かしてするもののほか、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、それぞれ酢酸アンモニウム

試液 (0.02mol/L) で正確に 100mL とし、標準原液とする。これらの標準原液 0.5mL, 1 mL, 2 mL, ~~及び 5 mL 及び 10mL~~ を正確に量り、標準原液の調製に用いた溶液酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~20μL~~ 一定量 ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

ただし、検量線の直線性が得られるように注入量を調節する。最低濃度の標準液で得られたピーク面積を A とし、検液中の A より大きい未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 成分規格・保存基準各条に規定)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C40°C付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L),

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

#### 1011. 非スルホン化芳香族第一級アミン

- (1) 本試験法を用いる場合において、例えば、「アニリンとして 0.01%以下 (タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、非スルホン化芳香族第一級アミンが、アニリンとして 0.01%以下であることを示す。

#### 操作法

試料 2.0 g を量り、水 100mL の入った分液漏斗に入れ、更に水 50mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 ~~(4→100)~~ (1→25) 5 mL 及び酢酸エチル 50mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル 50mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、水酸化ナトリウム溶液 ~~(4→1,000)~~ (1→250) で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液を、塩酸 (3→10) 10mL で 3 回抽出し、塩酸抽出液を合わせ、水を加えて正確に 100mL とし、試料液とする。試料液 10 mL を正確に試験管に とり量り、10 分間水中で冷やし、臭化カリウム溶液 (1→2) 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1→30) ~~0.05mL~~ 50μL を加えて混和し、10 分間水中で放置する。この混和液を、あらかじめ ~~0.05mol/L~~ 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム 溶液試液 (0.05mol/L) 1 mL 及び ~~無水~~ 炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 10mL を入れた ~~メスフラスコ~~ ネスラー管 に、水で洗い移して正確に 25mL とし、15 分間暗所で放置し、検液とする。別に、アニリン ~~0.010g~~ 0.10 g を量り、塩酸 (3→10) 30mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この溶液 2 mL を正確に量り、塩酸 (3→10) 30mL を加えて、更に水を加えて正確に 100mL とし、する。更にこの溶液 10mL を正確に量り、塩酸 (3→10) 30mL を加えて、更に水を加えて正確に 100mL とする。 この液を試料液と同様に操作して比較液とする。検液測定の場合は、試料液 10mL を ~~メスフラスコ~~ ネスラー管 に正確に とり量り、~~0.05mol/L~~ 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナト

リウム溶液試液 (0.05mol/L) 1 mL 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を入れ、水を加えて正確に 25 mL とし、対照液とする。比較液測定の場合は、塩酸 (3→10) 3 mL に、~~0.05mol/L~~ 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム溶液試液 (0.05mol/L) 1 mL 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を入れ、水を加えて正確に 25 mL とし、対照液とする。それぞれの液につき、510nm で吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

(2) 本試験法を用いる場合において、例えば、「~~α=1-~~ナフチルアミンとして 1.0µg/g 以下 (タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、~~α=1-~~ナフチルアミンが 1.0µg/g 以下であることを示す。

### 操作法

~~試料約 1 g を精密に量り、水 50 mL の入った分液漏斗に入れ、更に水 50 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (4→100) 5 mL 及び酢酸エチル 50 mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル 50 mL を加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を合わせ、水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液に希硫酸 (0.15→1,000) 0.5 mL を加え、45°C で減圧乾固し、直ちにリン酸二水素ナトリウム溶液 (0.3→100) とメタノールの等量混合液 1.0 mL を加え、検液とする。別に α-ナフチルアミン 0.010 g を量り、塩酸 (3→10) 3 mL に溶かし、更に水を加えて正確に 10 mL とし、標準原液とする。この標準原液 1 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000) を加え、正確に 100 mL とする。この溶液 1 mL、2 mL、5 mL 及び 10 mL を正確に量り、これに操作条件に示す移動相を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液とする。~~試料約 2.5 g を精密に量り、ビーカーに入れ、水 25 mL を加えて溶かし、あらかじめ水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 滴及びメタノール 1 mL を入れた 50 mL のメスフラスコに移す。ビーカーを水 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水で 50 mL とし、試料液とする。20 mL のクロマトグラフィー用ケイソウ土を充填した吸着管に、試料液 20 mL を正確に量って注ぎ、流出させる。1 時間放置後、この吸着管にヘキサン 100 mL を注ぎ、流出液を 200 mL のナス型フラスコに採取する。流出液に硫酸 (3→20000) 0.5 mL を加え、約 1 mL となるまで約 40°C の水浴中で減圧下に濃縮後、フラスコに残留するヘキサンを留去させる。残留物に酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) / アセトニトリル混液 (3 : 2) を加えて溶かし、正確に 2 mL とし、検液とする。別に、1-ナフチルアミン約 10 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) / アセトニトリル混液 (3 : 2) を加え、正確に 50 mL とする。この液を酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) / アセトニトリル混液 (3 : 2) で正確に希釈して 1 mL 中に 1-ナフチルアミン 0.05~1 µg を含むように調製して、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 100 µL 一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液の ~~α=1-~~ナフチルアミンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の ~~α=1-~~ナフチルアミンのピークの保持時間に現れるピーク面積を測定し、検量線からその量を ~~α=1-~~ナフチルアミンとして求める。

### 操作条件

検出器 紫外吸光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 304nm)

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

カラム管 内径 4.6mm、長さ 15~25cm のステンレス管



カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 ~~メタノール500mlを量り、これに酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加え、1,000mlとしたもの。~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) /アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 1 ~~ml~~μL/分

- (3) 本試験法を用いる場合において、例えば、「~~p~~p-~~クレシジン~~クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンとして10μg/g以下(タール色素試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、~~p~~p-~~クレシジン~~クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンが10μg/g以下であることを示す。

### 操作法

~~試料約1gを精密に量り、水50mlの入った分液漏斗に入れ、更に水50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(4→100)5ml及び酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を合わせ、水酸化ナトリウム溶液(4→1,000)で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液に希硫酸(0.15→1,000)0.5mlを加え、45°Cで減圧乾固し、直ちにリン酸二水素ナトリウム(0.3→100)とメタノールの等量混合液1.0mlを加え、検液とする。別に~~p~~p-~~クレシジン~~クレシジン0.100gを量り、塩酸(3→10)30mlに溶かし、更に水を加えて正確に100mlとし、標準原液とする。この標準原液10mlを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加え、正確に100mlとする。この溶液1ml、2ml、5ml及び10mlを正確に量り、これに操作条件に示す移動相を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。試料約2.5gを精密に量り、ビーカーに入れ、水25mlを加えて溶かし、あらかじめ水酸化ナトリウム溶液(1→25)5滴及びメタノール1mlを入れた50mlのメスフラスコに移す。ビーカーを水10mlずつで2回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水で50mlとし、試料液とする。20mlのクロマトグラフィー用ケイソウ土を充填した吸着管に、試料液20mlを正確に量って注ぎ、流出させる。1時間放置後、この吸着管にヘキサン100mlを注ぎ、流出液を200mlのナス型フラスコに採取する。流出液に硫酸(3→20000)0.5mlを加え、約1mlとなるまで約40°Cの水浴中で減圧下に濃縮後、フラスコに残留するヘキサンを留去させる。残留物に酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) /アセトニトリル混液(3 : 2)を加えて溶かして正確に2mlとし、検液とする。別に、2-メトキシ-5-メチルアニリン約10mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。標準原液を酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) /アセトニトリル混液(3 : 2)で正確に希釈して1ml中に2-メトキシ-5-メチルアニリン0.5~10μgを含むように調製して、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ~~100μl~~100μl一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液の~~p~~p-~~クレシジン~~クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の~~p~~p-~~クレシジン~~クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンのピークの保持時間に現れるピーク面積を測定し、検量線からその量を~~p~~p-~~クレシジン~~クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンとして求める。~~

### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 290nm)

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

カラム管 内径4.6mm、長さ15~25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 ~~メタノール400mlを量り、これに酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加え、1,000mlとしたもの。~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) /アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 1 mL/分

## 12. 色素前駆体 (ロイコ体)

10. 未反応原料及び反応中間体の検液を用いて、試験を行う。別に規定する色素前駆体標準原液を酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に希釈して 1 mL 中に色素前駆体 50 $\mu$ g を含むように調製して比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の色素前駆体のピーク面積は比較液の色素前駆体面積以下である。ただし、色素前駆体ピークが複数の場合はその合計面積を用いる。

### 操作条件

検出器 紫外吸光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 成分規格・保存基準各条に規定

## 11.13. 定量法

### (1) 三塩化チタン塩化チタン (III) 法

(i) 別に規定する量の検液を正確に量り、500 $\pm$ 0.1 mL の広口三角フラスコに入れ、クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物 15 g 及び水を加えて、必要があれば超音波処理で溶かし、水で約 200 $\pm$ 0.1 mL とし、この液中に二酸化炭素又は窒素を通じながら、かつ同時に激しく煮沸しながら沸騰させながら 0.1mol/L 三塩化チタン塩化チタン (III) 溶液で滴定する。終点は、試料の固有の色が消えるときとする。

(ii) クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物の代わりに酒石酸水素ナトリウム (+) -酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて (i) と同様に行う。

(iii) クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物の代わりに酒石酸水素ナトリウム (+) -酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて (i) と同様に行う。ただし、指示薬としてライトグリーン SF 黄口ライトグリーン S F イエロー (1 $\rightarrow$ 1,000) 10 $\pm$ 0.1 mL を用い、別に空試験を行い補正する。

(iv) クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物の代わりに酒石酸ナトリウム (+) -酒石酸ナトリウム二水和物 20 g を用いて (i) と同様に行う。終点は、試料の固有の色が消え、だいたい色を呈したときとする。

(2) 質量法 あらかじめめつば成型ガラスろ過器 (4G 4) を 135 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥し、デシケータ中で放冷した後、質量を精密に量る。別に規定する量の検液を正確に量り、500 $\pm$ 0.1 mL のビーカーに入れ、煮沸した沸騰させた後、塩酸 (1 $\rightarrow$ 50) 25 $\pm$ 0.1 mL を加え、再び煮沸する。次にビーカーの内壁を水約 5 $\pm$ 0.1 mL で洗い、時計皿で覆い、水浴上で約 5 時間加熱した後、放冷する。沈殿は先のガラスろ過器でろ過し、容器及び沈殿を塩酸 (1 $\rightarrow$ 200) 10 $\pm$ 0.1 mL ずつで 3 回洗い、更に水約 10 $\pm$ 0.1 mL ずつで 2 回洗う。この沈殿をガラスろ過器とともに 135 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、デシケータ中で放冷した後、質量を精密に量る。

## 24. タール色素製剤試験法

タール色素製剤試験法は、タール色素の製剤の確認試験及び純度試験に用いる。

### 1. 他の色素

検液 2  $\mu$ L につき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) /エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 15cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2 号を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合は、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

### 2. 他の色素レーキ

(1) 別に規定する量の試料を量り、酢酸 (1→3) 60mL を加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて 100mL とし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液 2  $\mu$ L につき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) /エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 15cm 上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2 号を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合は、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

(2) 酢酸 (1→3) の代わりにアンモニア水 (1→25) を用い、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒として (1) と同様に行う。

(3) 酢酸 (1→3) の代わりに酢酸 (1→20) を用い、(1) と同様に行う。

### 3. 重金属

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (タール色素製剤試験法、重金属)」とあるのは、次の方法によるとき、重金属が、Pb として 20 $\mu$ g/g 以下であることを示す。

#### 操作法

#### (1) 検液及び比較液の調製

##### (i) アルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤の場合

試料 2.5 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100°C から 500°C の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450~550°C で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸 (1→4) 5 mL 及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、これに水を加えて 50 mL とし、試料液とする。試料液 20 mL を量り、ネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、更に酢酸 (1→4) 2 mL を加え、必要があればろ過し、ろ紙を水で洗い、水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、試料を用いずに試料液の調製と同様に操作し、これを A 液とする。A 液 20 mL を量り、ネスラー管に入れる。鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 mL を正確に量り、先のネスラー管に入れ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、検液の調

製と同様に操作して、比較液とする。

(ii) タール色素アルミニウムレーキを含むタール色素の製剤の場合

試料 2.5 g を量り、(i)と同様に灰化する。冷後、残留物に塩酸 5 mL 及び硝酸 1 mL を加えて塊を十分に砕き、加熱して蒸発乾固し、必要があれば、電気炉に入れ、450～550℃で1時間強熱する。更に、塩酸 5 mL を加えて塊を十分に砕き、再度加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)10mL を加え、加熱して溶かし、冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)約 30mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、加熱して蒸発乾固する。次にこの残留物に塩酸(1→4)10mL を加え、加熱して溶かし、冷後、ろ過する。更に容器及びろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5 mL 及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50mL とし、試料液とする。試料液 20mL を量り、ネスラー管に入れ、酢酸アンモニウム溶液(2→15)を加えて pH を約 4 とした後、水を加えて 50mL とし、検液とする。別に、試料を用いずに試料液の場合と同様に操作し、これを A 液とする。A 液 20mL を量り、ネスラー管に入れる。鉛標準液(重金属試験用) 2.0mL を量り、A 液を入れたネスラー管に入れ、検液の調製と同様に操作して、比較液とする。

(2) 試験

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液を 2 滴ずつ加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

#### 4. マンガン及びクロム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Mn として 50µg/g 以下(タール色素製剤試験法、マンガン及びクロム(1))」とあるのは、次の方法(1)によるとき、Mn として 50µg/g 以下であることを示す。

(1) マンガン

試料 2.5 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。なお、灰化後、炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ A 液とする。先のろ紙上の残留物をろ紙とともに白金製のろつぼに入れ、105℃で乾燥後、約 450℃で加熱灰化する。これに炭酸ナトリウム 2 g を加え、800℃以上で強熱し融解させ、冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるろつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A 液に加え、更に水を加えて 50 mL とし、試料液とする。また、試料を用いずに試料液の調製と同様に操作し、B 液とする。色素の含有量が 50% を超える場合は、試料液 4.0 mL を量り、塩酸(1→4)10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、B 液 4.0 mL、マンガン標準液 1.0 mL、塩酸(1→4)10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。色素の含有量が 50% 以下の場合は、試料液及び B 液をそれぞれ 8.0 mL ずつ量り、検液及び比較液を調製する。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ マンガン中空陰極ランプ

分析線波長 279.5 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

## (2) クロム

色素の含有量が 50%を超える場合は、(1)の試料液 10mL を量り、塩酸(1→4)10mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。別に、(1)の B 液 10mL、クロム標準液 10mL、塩酸(1→4) 10mL 及び水を加えて 50mL とし、比較液とする。色素の含有量が 50%以下の場合は、(1)の試料液及び(1)の B 液をそれぞれ 20mL ずつ量り、検液及び比較液を調製する。検液、比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ クロム中空陰極ランプ

分析線波長 クロム 357.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

## 2425. タール色素レーキ試験法

タール色素レーキ試験法は、タール色素レーキの純度試験及び定量に用いる。

### 1. 塩酸及びアンモニア不溶物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.5%以下(タール色素レーキ試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、塩酸及びアンモニア不溶物が、0.5%以下であることを示す。

**操 作 法**

あらかじめつぼ形型ガラスろ過器(464G 4)を 135℃で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

試料約 2 g を精密に量り、水 20mL を加えて混和した後、塩酸 20mL を加えてよくかき混ぜ、更に熱湯 300mL を加えてよく振り混ぜる。次に容器を時計皿で覆い、水浴上で 30 分間加熱した後、放冷し、遠心分離し、上澄液を先のつぼ形型ガラスろ過器でろ過する。必要があれば、数回に分けて遠心分離し、順次上澄液をろ過してもよい。容器内の不溶物は少量の水で遠心管に移し、更に水を加えて約 50mL とし、遠心分離し、上澄液をろ過器でろ過した後、容器内の不溶物を少量の水を用いてろ過器に移す。更に容器・ガラスろ過器上の不溶物を水 5 mL ずつで 2 回洗い、その後ガラスろ過器上の不溶物を 1%アンモニア水(1→25)溶液で洗液がほとんど無色となるまで洗った後、塩酸(1→35) 10mL で洗う。ただし、残渣が多く、水で洗う時にろ過に時間を要する場合は、アンモニア水(1→25)でガラスろ過器の内容物を溶解させながら、ろ過しても良い。次に洗液が硝酸銀溶液(1→50)で変化しなくなるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに 135℃で 3 時間乾燥し、デシケーター中に放冷した後、質量を精密に量る。

### 2. ヨウ化物

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「0.20%以下(タール色素レーキ試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、ヨウ化ナトリウムが、0.20%以下であることを示す。

**操 作 法**

試料約 ~~0.06~~0.1 g を精密に量り、水 ~~40~~25 mL を正確に量って加え、約 30 分間時々振り混ぜた後、乾燥ろ紙でろ過し、このろ液 5 mL を正確に量り、水に溶かして正確に 50 mL とし、検液とする。別にヨウ化物イオン標準原液 ~~0.5 mL, 1 mL, 10 mL 及び 50 mL~~0.5 mL, 1 mL, 2 mL 及び 4 mL を正確に量り、それぞれ水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液及び標準原液をそれぞれ ~~100~~1 一定量 ずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。まずそれぞれの次に標準液及び標準原液のヨウ化物イオンのピーク 高さ面積又はピーク 面積高さを測定し、検量線を作成する。次に更に検液のヨウ化物イオンのピーク 高さ面積又はピーク 面積高さを測定し、検量線からイオンの量を求め、得られたイオン量に 1.18 を乗じ、検液中のヨウ化ナトリウムの濃度を求め、試料中の含量を算出する。ただし、操作は直射日光を避け、検液の調製は遮光した容器を用い、調製後直ちに試験を行う。

操作条件

検出器 電気伝導度計

カラム充 ~~てん~~填剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径 4.6~6.0 mm, 長さ 5~10 cm のステンレス管又はプラスチック管

ガードカラム カラムと同一の内径で同一の充 ~~てん~~填剤を充 ~~てん~~填したもの。

移動相 ~~2.5 mmol/L フタル酸と 2.4 mmol/L トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタンを含む水溶液~~フタル酸 0.42 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.29 g を水 1000 mL に溶かす (pH 4.0)。

カラム温度 40℃

流量 1.5 mL/分

### ~~3. 重金属~~

#### 3. 鉛

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として 5 µg/g 以下（タール色素レーキ試験法、鉛）」とあるのは、次の方法によるとき、鉛が、Pb として 5 µg/g 以下であることを示す。

#### 操作法

##### (1) 検液、比較液及び空試験液の調製

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、内容物を、必要があればガラス棒で碎きながら、ほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、灰化容器を電気炉に入れ、徐々に加熱して 500~600℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉で強熱して灰化する。なお、500~550℃で灰化操作を行う場合は耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。冷後、残留物に塩酸（1→4）30 mL を加え、必要があればふたをし、加熱して溶かし、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10 mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加え約 100 mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10 mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液 5 mL を正確に量り、検液の調製と同様に操作し、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作した液を空試験液とする。

## (2) 試験

検液、比較液及び空試験液につき、原子吸光光度法（フレイム方式）により次の操作条件で吸光度を測定するとき、検液と空試験液の吸光度の差は比較液の吸光度以下である。

### 操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

## 4. 亜鉛及び鉄

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Zn として 50 $\mu$ g/g 以下(タール色素レーキ試験法、重金属亜鉛及び鉄(1))」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、重金属亜鉛が、Zn として 50 $\mu$ g/g 以下であることを示す。

### 操作法

試料 ~~2.5g~~1.0 g を量り、白金製、石英製又は若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカー に入れ、硫酸少量を少しずつ加えて試料全体を潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸 1ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、100℃から 500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、灰化容器を電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で灰化するまで強熱し、放冷する。これ強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 5 ml 及び硝酸 1 ml を加えて塊を十分に砕き、水浴上で加熱して蒸発乾固する。更に、塩酸 5 ml を加えて塊を十分に砕き、再度水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）~~10 ml~~を加え、加熱して溶かし、冷後、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）約 ~~30 ml~~ で洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。次にこの残留物に塩酸（1→4）~~10 ml~~ を加え、加熱して溶かし、冷後、ろ過する。更に容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）~~5 ml~~ 及び水 ~~5 ml~~ で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて ~~50 ml~~ とし、試料液とする。

~~また、空試験液を試料液の場合と同様に操作して調製する。~~

- (1) 亜鉛 試料液 ~~10.0 ml~~ を量り、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 4 mL 及び水を加えて ~~50 ml~~ 20 mL とし、検液とする。別に空試験液 ~~10.0 ml~~ を量り、亜鉛標準液 ~~2.5 ml~~ 1.0 mL、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 4 mL 及び水を加えて ~~50 ml~~ 20 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して調製した液を空試験液とする。検液、及び比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

### 操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (2) 鉄 試料液 ~~4.0 ml~~ 10 mL を量り、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 及び水を加えて ~~50 ml~~ とし、検液とする。別に空試験液 ~~4.0 ml~~ を量り、鉄標準液 ~~5.0 ml~~、塩酸（1→4）~~10 ml~~ 及び水を加えて ~~50 ml~~

とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して調製した液を空試験液とする。検液及び、比較液及び空試験液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレーム方式）により試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

### (3) その他の重金属

~~試料液 20ml を量り、ネスラー管に入れ、酢酸アンモニウム溶液（1→10）を加えて約 pH4 とした後、水を加えて 50ml とし、検液とする。別に空試験液 20ml 及び鉛標準液 2.0ml を量り、ネスラー管に入れ、検液の場合と同様に操作して、比較液とする。両液に硫化ナトリウム試液を 2 滴ずつ加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。~~

## 4.5. バリウム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Ba として 500 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、バリウムが、Ba として 500 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下であることを示す。

操作法

~~試料約 10.10 g を精密に量り、白金製のるつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸 1ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、電気炉に入れ、450～550 $^{\circ}\text{C}$  で 3 時間加熱する。冷後、無水炭酸ナトリウム 5g を加えてよく混和した後、ふたをして加熱し、融解する。更に 10 分間加熱を続け、冷後、水 20ml を加え、水浴上で加熱し、融解物を溶かす。冷後、定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が硫酸塩の反応を呈さなくなるまで水で洗う。次にろ紙上の残留物をろ紙とともにビーカーに移し、塩酸（1→4）30ml を加え、よく振り混ぜた後、煮沸する。冷後、ろ過し、ろ紙上の残留物を水 10ml で洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 5ml を加えて溶かし、必要があればろ過し、塩酸（1→4）0.25ml を加え、よく混和した後、水を加えて 25ml とし、検液とする。硝酸 5 mL を加え、100 $^{\circ}\text{C}$  で 5 時間加熱する。冷後、水で正確に 100 mL とし検液とする。別に、バリウム標準液 0.5ml、塩酸（1→20）0.25ml 及び水を加えて 25ml 1 mL を正確に量り、水で正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水約 50 mL を加え、更に硝酸 5 mL を加え、冷後、水を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作した液を空試験液とする。検液及び、比較液及び空試験液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法発光分光分析法により試験を行うとき、検液と空試験液の発光強度の差は、比較液の発光強度以下である。~~

## 6. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下であることを示す。

操作法

試料 0.50 g を量り、~~石英性又は~~磁製のるつぼ又は耐熱性ガラスビーカーに入れ、これに硝酸マグ



ネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10) 20mLを加え、エタノールに点火して燃焼させた後、燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要があればふたを用いる。その後、150℃から500℃の範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、ほとんど炭化するまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して450～550℃で強熱して灰化する。なお炭化物が残るとき場合は、少量の硝酸で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び強熱して電気炉に入れ、450～550℃で強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸6mLを加え、必要があれば水約10mLを加え、ふたをし、水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて25mLとし、検液とする。別に、ヒ素標準液2.0mL、塩酸6mL及び水を加えて25mLとし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、及び比較液及び空試験液につき、それぞれの液4mLに塩酸3mL及びヨウ化カリウム溶液(1→10)1mLを加え、室温で30分間放置した後、L(+)-アスコルビン酸溶液(1→10)2mL及び水を加えて20mLとし、ヒ素試験法の装置Cを用いる方法により、試験を行うとき、検液から得られた液と空試験液から得られた液の吸光度の差は、比較液から得られた液の吸光度以下である。

装置により検液及び比較液に加える塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びL(+)-アスコルビン酸溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液、比較液、塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液の流量や濃度が異なる場合もある。

#### 6. ~~他の色素レーキ~~

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「(タール色素レーキ試験法、他の色素レーキ(1))」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。~~

##### ~~操作法~~

- ~~(1) 試料のタール色素として0.10gを含む量を量り、酢酸(1→3)60mLを加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて100mLとし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液2μLを量り、対照液を用いず、1-ブタノール/1%アンモニア溶液/無水エタノール混液(6:3:2)を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用2号を用い、展開溶媒が約15cm上昇したとき展開をやめ、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。~~
- ~~(2) 酢酸(1→3)の代わりに1%アンモニア溶液を用い、25%エタノール/5%アンモニア溶液混液(1:1)を展開溶媒として(1)と同様に行う。~~
- ~~(3) 試料の色素酸としての0.050gを含む量を量り、(1)と同様に行う。~~
- ~~(4) 酢酸(1→3)の代わりに酢酸(1→20)を用い、(1)と同様に行う。~~

#### 7. 定量法

- (1) 別に規定する量の試料を精密に量り、500mLの広口三角フラスコに入れ、硫酸(1→20)20mLを加え、よく振り混ぜた後、熱湯50mLを加え、加熱して溶かす。更に熱湯150mLを加えた後、クエン酸ナトリウム・クエン酸三ナトリウム二水和物15gを加えて、必要があれば超音波処理で溶かし、この液中に二酸化炭素又は窒素を通じながら、かつ同時に激しく煮沸しながら沸騰させながら0.1mol/L 三塩化チタン塩化チタン(III)溶液で滴定する。終点は、試料の固有の色が消えたときとする。
- (2) クエン酸ナトリウム・クエン酸三ナトリウム二水和物の代わりに酒石酸水素ナトリウム(+) - 酒石酸水素ナトリウム一水和物15gを用いて(1)と同様に行う。
- (3) クエン酸ナトリウム・クエン酸三ナトリウム二水和物の代わりに酒石酸水素ナトリウム(+) -

酒石酸水素ナトリウム一水和物 15 g を用いて(1)と同様に行う。ただし、指示薬として~~ライトグリーン~~  
~~⇒SF 黄口溶液~~ライトグリーンSFイエロー (1→1,000) 10-mLを用い、別に空試験を行い補正する。

## 2526. 窒素定量法

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で加熱分解し、窒素をアンモニア性窒素とした後、アルカリにより遊離させ、水蒸気蒸留法により捕集した硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを滴定法により定量する方法である。

### (1) ケルダール法

#### 装 置

概略は、次の図による。ただし、接続部は、すり合わせにしてもよい。

A : ~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコ (硬質ガラス製 容量約 300mL)

B : ガラス管

C : アルカリ溶液注入用漏斗

D : ゴム管 (BとCを連結する。途中にピンチコックが付けてある。)

E : しぶき止め

F : 蒸留管

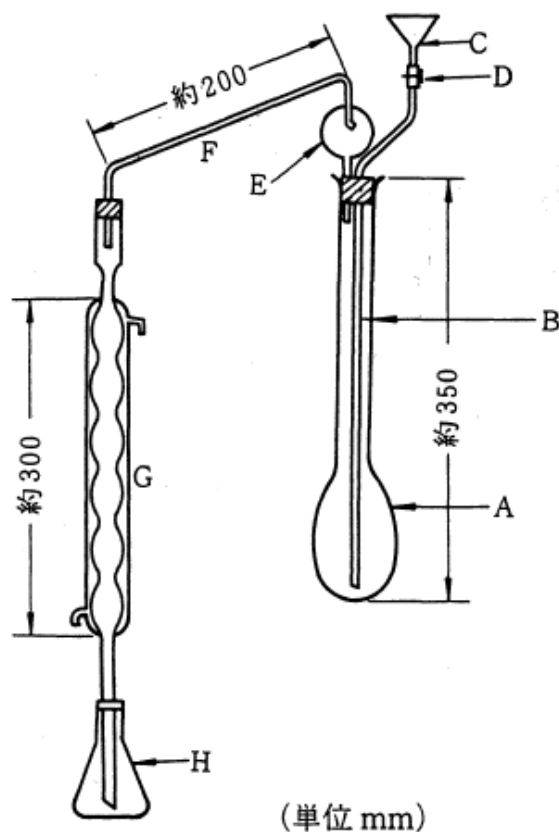
G : 冷却器

H : 吸収用フラスコ (容量約 300mL)

#### 操 作 法

別に規定するもののほか、窒素約~~0.02~~0.020~~~0.03~~30mgに対応する量の試料を精密に量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコAに入れ、硫酸カリウムの粉末 5 g、硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g 及び硫酸 20mLを加える。次にAを約 45° に傾け、泡立ちがほとんどやむまで穏やかに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色の透明な液となった後、更に1~2時間加熱する。冷後、水 150mLを徐々に加え、冷却する。冷後、沸騰石又は粒状の亜鉛 2~3粒を加え、装置を組み立てる。

吸収用フラスコHに 0.05mol/L硫酸 25mLを正確に量って入れ、更に水約 50mLを加え、冷却器Gの下端をこの液中に浸す。次に、漏斗Cから水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 85mLを徐々に加え、更に少量の水で洗い込み、ゴム管Dの部分のピンチコックを閉じ、Aを軽く揺り動かして内容物を混和した後、穏やかに加熱し、沸騰し始め



たならば加熱を強めて、内容物の約2/3容量が留出するまで蒸留する。次にGの下端をHの液面から離し、更にしばらく蒸留を続けた後、Gの下端を少量の水で洗い込み、Hの液中の過量の酸過量の硫酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の判定確認は、~~通例、電位差計を用いる。~~又は指示薬（ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液3滴）を用いる。指示薬を用いる場合の終点は、液の赤紫色が微灰黄色を経て微灰緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 1.401mg N

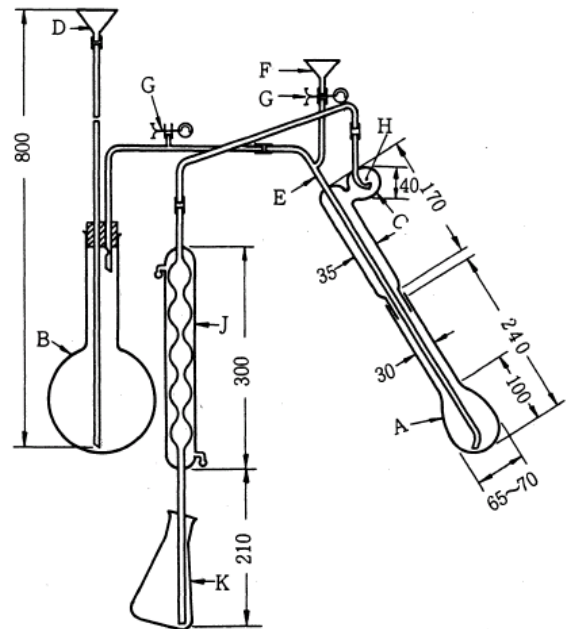
(2) セミマイクロケルダール法

装置

~~総硬質ガラス製で、その概略は、次の図による。ただし、総硬質ガラス製で、~~接続部は、~~すり合わせにしてもよい。~~装置に用いるゴムは、すべて水酸化ナトリウム溶液（1→25）中で10～30分間煮沸し、次に水中で30～60分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。

ただし、有機物の分解、生成したアンモニアの蒸留及びその定量における滴定終点検出法等に自動化された装置を用いることもできる。

- A : ケルダールフラスコ
- B : 水蒸気発生器（硫酸2～3滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。）
- C : しぶき止め
- D : 給水用漏斗
- E : 蒸気管
- F : アルカリ溶液注入用漏斗
- G : ピンチコック付きゴム管
- H : 小孔（径は、管の内径にほぼ等しい。）
- J : 冷却器（下端は、斜めに切つてある。）
- K : ~~受器吸収用フラスコ~~



(単位 mm)

操作法

別に規定するもののほか、窒素2～3mgに対応する量の試料を精密に量るか、又はピペットで正確に量り、ケルダールフラスコAに入れ、これに硫酸カリウム10gと硫酸銅(II)五水和物1gの混合物の粉末1gを加え、Aの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にAの内壁に沿って硫酸7 mLを加える。

次にAを振り動かしながら、過酸化水素1 mLを少量ずつ内壁に沿って注意して加える。Aをセラミック金網又はセラミック板上で徐々に加熱し、更にAの首で硫酸が液化する程度に加熱する。液が青色澄明を経てあざやかな緑色透明となり、Aの内壁に炭化物を認めなくなったとき、加熱をやめる後、更に1～2時間加熱を続ける。必要ならば、冷却した後、過酸化水素少量を追加し、再び加熱する。冷後、水20 mLを注意しながら加えて冷却する。

次に、Aを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器吸収用フラスコKにはホウ酸溶液（1→25）15 mLを入れ、適量の水を加え、冷却器Jの下端をこの液に浸す。漏斗Fか

ら水酸化ナトリウム溶液（2→5）30mLを加え、注意して水10mLで洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管Gのピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液80～100mLを得るまで蒸留する。Jの下端を液面から離し、更にしばらく蒸留を続けた後、少量の水でJの下端を洗い込み、0.005mol/L硫酸で滴定する。終点の判定確認は、~~通例、電位差計を用いる。~~又は指示薬（ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液3滴）を用いる。指示薬を用いる場合の終点は、液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.005mol/L硫酸1mL=0.1401mgN

ただし、自動化された装置を用いる場合、その操作法はそれぞれの装置の指示に従って行う。

## 2627. 定性反応試験法

定性反応試験法は、確認試験などにおいて用いる試験法である。別に規定するもののほか、試料の液の濃度は、約1%として行う。通例、規定された液2～5mLを量り、内径8.0～18mmの試験管内で試験を行う。液性調整には、反応の妨げとならない酸性又はアルカリ性の溶液を用いる。

### 亜鉛塩

- (1) 亜鉛塩の中性～アルカリ性の溶液に硫化アンモニウム試液又は硫化ナトリウム試液を加えると、帯白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これに酢酸（1→20）を加えるとき溶けないが、更に塩酸（1→4）を加えるとき溶ける。
- (2) 亜鉛塩の溶液に新たに調製した~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水合物溶液（1→10）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に塩酸（1→4）を加えるとき溶けないが、他の一部に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき溶ける。

### 亜塩素酸塩

- (1) 亜塩素酸塩の溶液（1→20）5mLに塩酸（1→4）5mLを加えるとき、黄色のガスを発生し、液は黄褐色を呈する。
- (2) 亜塩素酸塩の溶液（1→20）5mLに過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.1mLを加え、これに硫酸（1→20）1mLを加えるとき、液の赤紫色は消える。

### 亜硝酸塩

- (1) 亜硝酸塩の溶液（1→20）に硫酸（1→20）を加えて酸性とするとき、特異なおいのある黄褐色のガスを発生し、~~硫酸第一鉄~~硫酸鉄(II)七水和物の結晶少量を追加するとき、液は暗褐色を呈する。
- (2) 亜硝酸塩の溶液にヨウ化カリウム試液2～3滴を加え、塩酸（1→4）を滴加するとき、液は黄褐色となり、次に黒紫色の沈殿を生じ、デンプン試液を追加する加えるとき、液は濃青色を呈する。

### 亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩

- (1) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の酢酸酸性溶液にヨウ素・ヨウ化カリウム試液を滴加するとき、試液の色は消える。
- (2) 亜硫酸塩又は亜硫酸水素塩の溶液（1→20）を酢酸で酸性とし、調製した溶液と等容量の塩酸（1→4）を加えるとき、二酸化硫黄のにおいを発生し、液は濁らない。これに硫化ナトリウム試液1滴を追加するとき、液は直ちに白濁し、次にこの白濁は、黄色の沈殿に変わる。

### アルミニウム塩

- (1) アルミニウム塩の溶液（1→20）に塩化アンモニウム溶液（1→10）及びアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) アルミニウム塩の溶液（1→20）に水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム溶液（1→25）を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) アルミニウム塩の溶液にわずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加え、アリザリンS-アリザリンレッドS溶液（1→1000）5滴を追加するとき、沈殿の色は赤色に変わる。

#### 安息香酸塩

- (1) 安息香酸塩の溶液（1→20）に塩酸（1→4）を加えて酸性とするとき、結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、冷水でよく洗い、乾燥し、融点を測定するとき、~~約121~123~~120~124°Cである。
- (2) 安息香酸塩の溶液（1→20）を中和し、塩化第二鉄塩化鉄(III)六水和物溶液（1→10）を加えるとき、淡黄赤色の沈殿を生じ、塩酸（1→4）を追加するとき、白色の沈殿に変わる。

#### アンモニウム塩

アンモニウム塩に過量の水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えて加温するとき、アンモニアのにおいのあるガスを発生し、このガスは、水で潤した赤色リトマス紙リトマス紙(赤色)を青変する。

#### 塩化物

- (1) 塩化物の溶液（1→20）に硫酸及び過マンガン酸カリウムを加えて加熱するとき、塩素のにおいのあるガスを発生し、このガスは、水で潤したヨウ化カリウム・デンプン紙を青変する。
- (2) 塩化物の溶液に硝酸銀溶液（1→50）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に硝酸（1→10）を追加するとき溶けないが、他の一部に過量のアンモニア試液を追加するとき溶ける。

#### 過酸化物

- (1) 過酸化物の溶液に等容量の酢酸エチル及び重二クロム酸カリウム溶液（3→40）1～2滴を加え、更に硫酸（1→20）を加えて酸性とするとき、水層は青色を呈し、直ちに振り混ぜて放置するとき、青色は酢酸エチル層は青色を呈するに移る。
- (2) 過酸化物の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム溶液（1→300）を滴加するとき、泡立ち、液の色は消える。

#### カリウム塩

- (1) カリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、淡紫色を呈する。炎が黄色のときは、コバルトガラスを用いて観察すると赤紫色を呈する。
- (2) カリウム塩の溶液（1→20）を中和し、新たに調製した酒石酸水素ナトリウム(+)-酒石酸水素ナトリウム一水和物溶液（1→10）を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる（ガラス棒で試験管の内壁をこすると、沈殿の生成が速くなる。）。沈殿を分離し、これにアンモニア試液、水酸化ナトリウム溶液（1→25）又は無水炭酸ナトリウム溶液（1→8）を加えるとき溶ける。

#### カルシウム塩

- (1) カルシウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄赤色を呈する。
- (2) カルシウム塩の溶液にシュウ酸アンモニウム、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（1→30）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これに酢酸（1→20）を加えるとき溶けないが、塩酸（1→4）を追加するとき溶ける。

#### クエン酸塩

- (1) クエン酸塩の溶液（1→20）1～2滴にピリジン／無水酢酸混液（3：1）20mLを加え、2～

3分間放置するとき、液は赤褐色を呈する。

- (2) クエン酸塩の溶液 (1→10) を中和し、等容量の~~希硫酸~~ 10%硫酸試液を加え、その約 2/3 容量の過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) を加え、液の色が消えるまで加熱した後、全量の 1/10 容量の臭素試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じる。

#### グリセロリン酸塩

- (1) グリセロリン酸塩の溶液にモリブデン酸アンモニウム試液を加えるとき、冷時は沈殿を生じないが、長く~~煮沸する~~ 沸騰させるとき、黄色の沈殿を生じる。
- (2) グリセロリン酸塩に等容量の硫酸水素カリウムの粉末を混ぜ、直火で穏やかに加熱するとき、アクロレインの刺激臭を発する。

#### コハク酸塩

コハク酸塩の溶液 (1→20) を pH 6～7 に調整し、この液 5 mL に 塩化第二鉄塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

#### 酢酸塩

- (1) 酢酸塩の溶液に硫酸 (1→2) を加えて加温するとき、酢酸のにおいを発する。
- (2) 酢酸塩に 硫酸及び少量のエタノール (95) 及び少量の硫酸を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。
- (3) 酢酸塩の溶液 (1→20) を中和し、塩化第二鉄塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) を加えるとき、液は赤褐色を呈し、~~煮沸する~~ 沸騰させるとき、赤褐色の沈殿を生じる。これに塩酸を追加するとき、沈殿は溶け、液の色は黄色に変わる。

#### 次亜塩素酸塩

- (1) 次亜塩素酸塩溶液 5 mL に塩酸 2 mL を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。
- (2) 次亜塩素酸塩の溶液 (1→1000) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→2500) 1 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は黄色となり、これにデンプン試液 0.5 mL を加えるとき、液は濃青色を呈する。
- (3) 次亜塩素酸塩の溶液 (1→4) 5 mL に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 0.1 mL を加え、これに硫酸 (1→20) 1 mL を加えるとき、液の赤紫色は退色しない (亜塩素酸塩との区別)。

#### 臭素酸塩

- (1) 臭素酸塩の溶液 (1→20) を硝酸で酸性とし、硝酸銀溶液 (1→50) 2～3 滴を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じ、加熱するとき、沈殿は溶ける。これに新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 1 滴を追加するとき、淡黄色の沈殿を生じる。
- (2) 臭素酸塩の溶液 (1→20) を硝酸で酸性とし、新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 5～6 滴を加えるとき、液は黄～赤褐色を呈する。

#### 酒石酸塩

- (1) 酒石酸塩の溶液 (1→20) を中和し、これに硝酸銀溶液 (1→50) を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に硝酸を加えるとき、沈殿は溶ける。また他の一部にアンモニア試液を加えて加温するとき、沈殿は溶け、徐々に銀鏡を生じる。
- (2) 酒石酸塩の溶液 (1→20) に酢酸 (1→4) 2 滴、硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 試液 1 滴及び過酸化水素試液 2～3 滴を加え、更に過量の水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えるとき、液は赤紫～紫色を呈する。
- (3) 酒石酸塩の溶液 (1→20) 2～3 滴に、あらかじめ 硫酸 5 mL に ~~ベンゾルシン~~ レゾルシノール 溶液

(1→50) 2～3滴及び臭化カリウム溶液(1→10) 2～3滴を加えた硫酸5ml液を加え、水浴上で5～10分間加熱するとき、液は濃青色を呈する。これを冷却した後、過量の水の中に注ぐとき、液は赤色を呈する。

#### 硝酸塩

- (1) 硝酸塩の溶液に等容量の硫酸を加えてよく振り混ぜ、冷却した後、硫酸第一鉄硫酸鉄(II)試液を層積するとき、接界面に暗褐色の輪帯を生じる。
- (2) 硝酸塩の硫酸酸性溶液に過マンガン酸カリウム溶液(1→300)を加えても、液の赤紫色は退色しない(亜硝酸塩との区別)。

#### 炭酸塩

- (1) 炭酸塩に塩酸(1→4)を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる(炭酸水素塩と共通)。
- (2) 炭酸塩の溶液(1→20)に~~硫酸マグネシウム~~硫酸マグネシウム七水和物溶液(1→10)を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸(1→20)を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 炭酸塩の溶液は、フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は著しく紅赤色を呈する(炭酸水素塩との区別)。

#### 炭酸水素塩

- (1) 炭酸水素塩に塩酸(1→4)を加えるとき、ガスを発生して泡立つ。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる(炭酸塩と共通)。
- (2) 炭酸水素塩の溶液(1→20)に~~硫酸マグネシウム~~硫酸マグネシウム七水和物溶液(1→10)を加えるとき、常温では沈殿を生じないが、~~煮沸する~~沸騰させるとき、白色の沈殿を生じる。
- (3) 炭酸水素塩の溶液は、フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は赤紅色を呈さず、又は赤紅色を呈しても極めて薄い(炭酸塩との区別)。

#### チオシアン酸塩

- (1) チオシアン酸塩の溶液に過量の硝酸銀溶液(1→10)を加えるとき、白色の沈殿を生じ、沈殿を分離し、この一部に硝酸(1→10)を追加したとき溶けないが、他の一部にアンモニア水を追加するとき溶ける。
- (2) チオシアン酸塩の溶液に~~塩化第二鉄~~塩化鉄(III)六水和物溶液(1→10)を加えるとき、液は赤色を呈し、これに、塩酸を加えるとき液の赤色は退色しない。

#### ~~鉄塩、第一鉄(II)塩~~

- (1) ~~第一鉄塩鉄(II)塩~~の弱酸性溶液に新たに調製した~~フェリシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液(1→10)を加えるとき、青色の沈殿を生じ、これに塩酸(1→4)又は硝酸(1→10)を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) ~~第一鉄塩鉄(II)塩~~の溶液に水酸化ナトリウム溶液(1→25)又はアンモニア試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じる(これを振り混ぜるとき、沈殿の色は、速やかに灰緑色となり、次第に赤褐色に変わる)。これに硫化ナトリウム試液を追加するとき、黒色の沈殿を生じる。沈殿を分離し、塩酸(1→4)を追加するとき、沈殿は溶ける。

#### ~~鉄塩、第二鉄(III)塩~~

- (1) ~~第二鉄塩鉄(III)塩~~の弱酸性溶液に新たに調製した~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)を加えるとき、青色の沈殿を生じ、これに塩酸(1→4)又は硝酸(1→10)を追加するとき、沈殿は溶けない。

- (2) 第二鉄塩鉄(III)塩の溶液に水酸化ナトリウム溶液(1→25)又はアンモニア試液を加えると、赤褐色のゲル状の沈殿を生じ、硫化ナトリウム試液を追加するとき、沈殿の色は黒色に変わる。沈殿を分離し、これに塩酸(1→4)を加えるとき、沈殿は溶け、白濁する。
- (3) 第二鉄塩鉄(III)塩の中性～弱酸性溶液にチオシアン酸アンモニウム溶液(2→25)を加えるとき、液は赤色を呈し、これに、塩酸を加えるとき液の赤色は退色しない。

#### 銅塩、第二銅(II)塩

- (1) 第二銅塩銅(II)塩の塩酸酸性溶液によく磨いた鉄片を浸して放置するとき、その表面に黄赤色の金属が析出する。
- (2) 第二銅塩銅(II)塩の溶液に少量のアンモニア試液を加えるとき、淡青色の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶け、液は濃青色を呈する。
- (3) 第二銅塩銅(II)塩の溶液に新たに調製した~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じ、この一部に酢酸(1→20)を追加するとき、沈殿は溶けないが、他の一部にアンモニア試液を追加するとき溶け、液は濃青色を呈する。

#### ナトリウム塩

- (1) ナトリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄色を呈する。
- (2) ナトリウム塩の溶液(1→20)を中和し、~~ピロアンチモン酸水素カリウム~~ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる(ガラス棒で試験管の内壁をこすると沈殿の生成が早くなる。)

#### 乳酸塩

乳酸塩の溶液(1→20)を硫酸で酸性とし、過マンガン酸カリウム溶液(1→50)を加えて加熱するとき、アセトアルデヒドのにおいを発する。

#### マグネシウム塩

マグネシウム塩の溶液に塩化アンモニウム溶液(1→10)及び炭酸アンモニウム試液を加えるとき、沈殿を生じないが、~~リン酸二ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水溶液(1→10)を追加するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、これにアンモニア試液を加えても溶けない。

#### 硫酸塩

- (1) 硫酸塩の溶液に~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液(3→25)を加えるとき、白色の沈殿を生じ、塩酸又は硝酸(1→10)を追加するとき、沈殿は溶けない。
- (2) 硫酸塩の中性溶液に酢酸鉛(II)試液を加えるとき、白色の沈殿を生じ、酢酸アンモニウム溶液(1→10)を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 硫酸塩の溶液に等容量の塩酸(1→4)を加えるとき、白濁を生じない(チオ硫酸塩との区別)。また二酸化硫黄のにおいを発しない(亜硫酸塩との区別)。

#### リン酸塩(正リン酸塩)

- (1) リン酸塩の中性溶液に硝酸銀溶液(1→50)を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、硝酸(1→10)又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (2) リン酸塩の中性～硝酸酸性溶液にモリブデン酸アンモニウム試液を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じ、水酸化ナトリウム溶液(1→25)又はアンモニア試液を追加するとき、沈殿は溶ける。



## 2728. 鉄試験法

鉄試験法は、試料添加物中に混在する鉄化合物の許容される限量を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Feとして10 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第1法, 比較液鉄標準液1.0mL)」とあるのは、本品1.0gを量り、試料とし、第1法により操作し、比較液には、鉄標準液1.0mLを用いて試験を行うとき、Feとして10 $\mu$ g/g以下であることを示す。

### 操作法

#### (1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、鉄試験用pH4.5の酢酸鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液(pH4.5) 30mLを加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。比較液は別に規定する量の鉄標準液をとり量り、鉄試験用pH4.5の酢酸鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液(pH4.5) 30mLを加えて比較液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、塩酸(1→4)10mLを加え、必要があれば加温して溶かす。次に酒石酸L(+)-酒石酸0.5gを加えて溶かした後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、更に鉄試験用pH4.5の酢酸鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液(pH4.5) 20mLを加えて検液とする。比較液の調製は別に規定する量の鉄標準液をとり量り、塩酸(1→4)10mLを加えた後、検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

#### (2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液をそれぞれネスラー管にとり、鉄試験用アスコルビン酸L(+)-アスコルビン酸溶液(1→100) 2mLを加えて混和し、30分間放置した後、 $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ジピリジルのエタノール溶液 2, 2'-ビピリジル・エタノール(95)溶液(1→200) 1mL及び水を加えて50mLとし、30分間放置後、白色の背景を用いて液の色を比較するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

## 2829. 鉛試験法(原子吸光光度法)

鉛試験法は、試料添加物中に混在する鉛の許容される限量を原子吸光光度法により試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして2 $\mu$ g/g以下(2.0g, 第1法, 比較液鉛標準液4.0mL, フレーム方式)とあるのは、本品2.0gを量り、試料とし、第1法により検液を調製し、比較液の調製に鉛標準液4.0mLを用い、フレーム方式により試験を行うとき、Pbとして2 $\mu$ g/g以下であることを示す。

### 操作法

#### 第1法

##### (1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製するによる。

#### 第1法

別に規定する量の試料を量り、白金製又は、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れ、~~る。~~硫酸少量（1→4）を加えて試料全体を潤した後、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど灰化した後、~~放冷し、更に硫酸1mlを加え、~~温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸（1→4）を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。なお、液体試料及び炭化しにくい試料等の場合には、硫酸（1→4）の代わりに硫酸を用いてもよい。また、試料が水溶液の場合には、穏やかに加熱して蒸発乾固させた後に硫酸を加えて炭化してもよい。試料が炭化した後、容器に緩くふたをして電気炉に入れ、徐々に加熱して温度を上げて450～600℃で~~灰化するまで強熱する。~~強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で砕き、硫酸（1→4）1mL及び硝酸1mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→~~450~~100）を加え、加温して溶かし、~~冷後、~~更に硝酸（1→~~450~~100）を加えて正確に10mLとし、検液とする。

なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。  
~~また、~~別に規定するもののほか、量の鉛標準液 1.0mL を正確に量り、硝酸（1→~~450~~100）を加えて正確に10mLとし、~~たものを~~比較液とする。

## 第2法

別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。徐々に加熱し、炭化し始める前に加熱をやめ、硫酸1mLを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。容器に緩くふたをして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で砕き、硫酸（1→4）1mL及び硝酸1mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→100）を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸（1→100）を加えて正確に10mLとし、検液とする。

なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて正確に10mLとしたものを比較液とする。

## 第3法

別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸（1→4）又は硫酸を加えて試料全体を潤した後、徐々に温度を上げ、試料がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸（1→4）を更に加え、この操作を繰り返す。なお、疎水性物質及び炭化しにくい試料等の場合には、穏やかに加熱して試料を融解させ、冷後、硫酸（1→4）または硫酸を用いて炭化してもよい。容器にふたをして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で砕き、硫酸（1→4）1mL及び硝酸1mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）20mLを入れ、容器を時計皿等で覆い、加温して溶かし、試料液とする。なお、残留物が溶けない場合には、容器を時計皿等で覆い、5分間沸騰させ、冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mLを加える。指示薬としてチモー

ルブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。変色点が見にくい場合には、pH試験紙又はpH計を用いてpH 8～9に調整する。この液を分液漏斗または遠心管に移し、灰化容器を少量の水または温水で洗い、洗液を合わせる。沈殿が生じる場合には、更に水を加え約100mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを正確に加えて5分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

#### 第4法

別に規定する量の試料を量り、ケルダールフラスコ又は耐熱ガラス製のビーカー若しくはコンカルフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5 mL を加えて赤褐色の煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸 2 mL を追加して、液が透明になり濃厚な白煙が発生するまで加熱する。なお、加熱中に内容物が黒化する場合には、硝酸 2 mL ずつ追加して加熱を続ける。冷後、塩酸（1→4）10mL を加えて、容器を時計皿等で覆い、沈殿が溶けるまで加熱する。必要があれば塩酸（1→4）を更に加えてもよい。冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mL を加える。チモールブルー試液 1 mL を指示薬として、液の色が黄色から緑色に変わるまでアンモニア水を加える。変色点が見にくい場合には、pH 試験紙又は pH 計を用いて pH 8～9に調整する。この液を分液漏斗または遠心管に移し、灰化容器を少量の水または温水で洗い、洗液を合わせる。沈殿が生じる場合には、更に水を加え約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mL を加えて5分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて5分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、検液とする。

なお、試料液の調製に自動化された湿式灰化装置を用いることもできる。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

#### 第5法

別に規定する方法で試料液を調製する。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の黄色が淡黄緑色に変わるまで加える。変色点が見にくい場合には、pH 試験紙又は pH 計を用いて pH 8～9に調整する。冷後、内容物を分液漏斗または遠心管に移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 mL を加えて5分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて5分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。

別に規定する量の鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

#### (2) 試験

別に規定するもののほか、~~検液及び比較液につき、原子吸光光度法（フレイム方式）により次の条件で吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。~~

次の方法により試験を行う。

#### フレイム方式

原子吸光光度法（フレイム方式）により次の条件で検液及び比較液の吸光度を測定する。

検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

#### 操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm  
支燃性ガス 空気  
可燃性ガス アセチレン

#### 電気加熱方式

原子吸光光度法（電気加熱方式）の標準添加法により次の条件で試験を行う。ただし、標準液は鉛標準液適量を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて調製する。また、測定用溶液には同容積の硝酸パラジウム試液を加え、よく混ぜ合わせる。硝酸（1→100）を用いて空試験を行い、補正する。

#### 操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm

乾燥温度 110℃

灰化温度 600℃

原子化温度 2100℃

#### 第2法

##### (1) 検液の調製

~~別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。~~

~~別に規定するもののほか、次の方法により検液を調製する。~~

~~別に規定する量の試料を量り、ポリテトラフルオロエチレン製分解容器に入れ、硝酸0.5mlを加えて溶かした後、密封し、150℃で5時間加熱する。冷後、水を加えて正確に5mlとし、検液とする。~~

##### (2) 試験

~~別に規定するもののほか、次の方法により試験を行う。~~

~~検液3個以上をとり、原子吸光光度法（電気加熱方式）の標準添加法により次の条件で試験を行う。ただし、標準液は鉛標準液適量を正確に量り、水を加えて調製する。また、測定用溶液には同容積の硝酸パラジウム試液を加え、よく混ぜ合わせる。硝酸10mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとした溶液を用いて空試験を行い、補正する。~~

#### 操作条件

~~光源ランプ 鉛中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 283.3nm~~

~~乾燥温度 110℃~~

~~灰化温度 600℃~~

~~原子化温度 2,100℃~~

## 2930. 粘度測定法

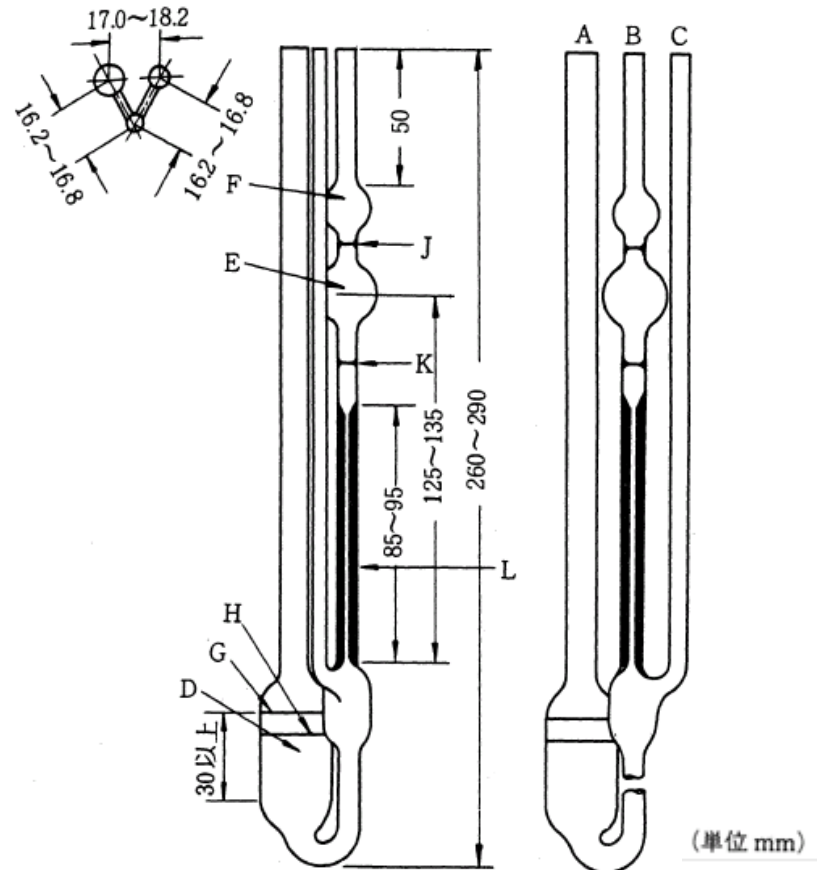
粘度測定法は、粘度計により試料の動粘度及び（絶対）粘度を測定する方法である。その単位は、通例、それぞれ平方ミリメートル毎秒（ $\text{mm}^2/\text{s}$ ）及びミリパスカル秒（ $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ）を用いる。

### 第1法 毛細管粘度計法

この測定法は、ニュートン液体の動粘度を測定する方法で、一定体積の液体が、毛細管を通して流下するのに要する時間を測定し、動粘度を算出する。

装 置

別に規定するもののほか、この測定法は、ニュートン液体の動粘度を測定する方法で、次の図に示すウベローデ型粘度計を用いる。



- A, B及びC : 管部
- D, E及びF : 球部
- G, H, J及びK : 標線
- L : 毛細管部

毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲との大体的関係を表に示す。毛細管の内径は、表に示したものでなくてもよいが、流下時間が200~1,000秒になるような粘度計を選ぶ。

毛細管の内径 (mm) [許容差: ±10%]	動粘度の範囲 (mm <sup>2</sup> /s)
0.586~0.60	2~10
0.735~0.79	6~30
0.885~0.89	10~50
1.037~1.13	20~100
1.3640~1.46	60~300
1.5561~1.67	100~500

1. <del>83.92</del> ~ <del>1.98</del>	200~1,000
2. <del>43.63</del> ~ <del>2.71</del>	600~3,000
<u>2.75</u> <del>3.01</del> ~ <del>3.11</del>	1,000~5,000
3. <del>27.58</del> ~ <del>3.66</del>	2,000~10,000
4. <u>32.68</u> ~ <del>4.88</del>	6,000~30,000
5. <u>20.33</u> ~ <del>5.55</del>	10,000~50,000
6. <u>25.41</u> ~ <del>6.67</del>	20,000~100,000

## 操 作 法

試料を泡が入らないように注意しながらA管に入れ、粘度計を垂直にしたとき試料の液面が球部Dの標線中GとHの間にくるようにする。この粘度計を別に規定する温度(±0.1℃)の恒温槽中にB管の球部Fが水中に没するまで入れ、垂直に固定し、試料が規定温度になるまで約20分間放置する。C管を指で閉じ、B管から静かに試料を吸い上げ、液面が球部Fのほぼ中心に達したとき、C管の管口を開き、直ちにB管の管口を閉じる。毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後の試料が流下したとき、B管の管口を開き、液面が標線Jから標線Kまで流下するの~~に~~要する時間t(秒)を測定し、次式により動粘度(ν)を求める。

$$\nu = K k t$$

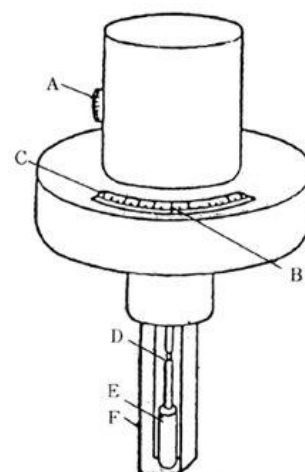
ただし、 $K$  ( $\text{mm}^2/\text{s}^2$ )  $k$ は、粘度計の定数であり、あらかじめ蒸留水又は粘度計校正用のわかっている標準液を用いて同様に操作して定めておく。このときの温度は、試料の測定時の温度と異なっても差し支えない。

## 第2法 回転粘度計法

この測定法は、ニュートン液体又は非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力(トルク)をバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する原理等を応用した測定法である。

## 装 置

~~この測定法は、ニュートン液体又は非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに働く液体の粘性抵抗により生ずるトルクをバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する。~~次の図に示すブルックフィールド型粘度計を用いる。ローターの種類及び回転数は可変になっており、試料に適したものを選ぶ。



A : 回転数切り換えつまみ

B : 指針

C : 目盛

D : 液浸マーク

E : ローター

F : ガード

## 操 作 法

成分規格・保存基準各条で規定するローターEとガードF(低粘度用アダプター使用時を除く)

をとり付ける。回転数切り換えつまみAを成分規格・保存基準各条で規定する回転数に設定する。試料を入れた容器中にEを静かに入れ、試料の液面を液浸マークDに一致させる。スイッチを入れ、Eを回転させると指針Bは0より動き始める。成分規格・保存基準各条に規定するように、Bが安定するか、一定時間経過後、回転をやめ、Bの示す目盛りCを読む。この指示値に、使用したEの種類及び回転数によって定まる表の換算定数を乗じて、試料の粘度を算出する。

例えば、成分規格・保存基準各条で、 $1,500 \sim 2,500 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ （2号、12回転、30秒間）と規定した場合は、2号ローターを用い、1分間12回転で回転した時、30秒後の粘度が $1,500 \sim 2,500 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることを示す。また、成分規格・保存基準各条で $30,000 \sim 40,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ （4号、12回転、安定）と規定した場合は、4号ローターを用い、1分間12回転で回転し、指針の目盛り示度が安定した時の粘度が $30,000 \sim 40,000 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ であることを示す。

回転数	60	30	12	6
ローターの種類				
アダプター	0.1	0.2	0.5	1.0
1号	1	2	5	10
2号	5	10	25	50
3号	20	40	100	200
4号	100	200	500	1,000

### 3031. 薄層クロマトグラフィー

薄層クロマトグラフィーは、適当な固定相で作られた薄層を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験等に用いる。

#### 薄層板の調製

別に規定するもののほか、次の方法により調製し、~~湿気を避けて保存~~する。

適当な器具を用い、別に規定する担体に水適当量を加えて懸濁液を作り、これを50mm×200mm又は200mm×200mmの平滑で均一な厚さのガラス板に0.2～0.3mmの厚さで均一に塗布し、風乾後、更に別に規定する条件で乾燥する。薄層板は湿気を避けて保存し、作成後の日数が経過したものは、加熱乾燥して用いる。ガラス板の代わりに適当なプラスチック板も使うことができる。

更に、別に規定された担体をガラス板、プラスチック板又はアルミニウムシートにあらかじめ塗布あるいは熔着させた薄層板を使うこともできる。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法で行う。

薄層板の一端から約20mmの位置を原線とし、両側から少なくとも10mm離し、原線上に別に規定する量の検液及び対照液をマイクロピペット等を用いて10mm以上の適当な間隔で、~~スポットの~~直径が約3mmの円形状になるように付け、風乾する。次に原線のある部分を下にして、この薄層板を展開用容器に入れ、密閉して展開を行う。展開用容器にはあらかじめ別に規定する展開溶媒を10mmの深さに入れ、展開溶媒の蒸気で飽和しておく。展開溶媒の先端が原線から別に規定する距離まで上昇したとき、

薄層板を取り出し、風乾した後、別に規定する方法により、検液と対照液とのそれぞれから得られたスポットの位置及び色などを比較観察する。 $R_f$  値は次の式によって求める。

原線からスポット中心までの距離

$$R_f = \frac{\text{原線からスポット中心までの距離}}{\text{原線から溶媒先端までの距離}}$$

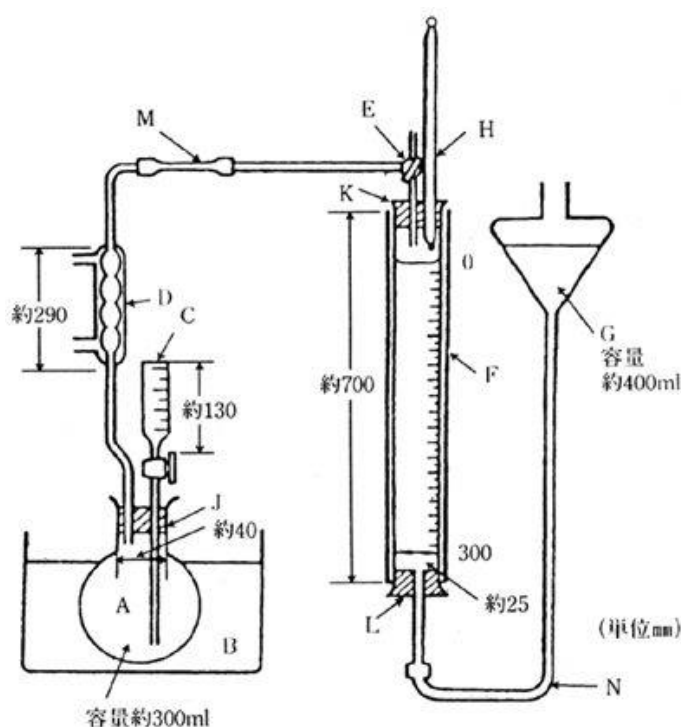
### 3132. 発生ガス測定法

発生ガス測定法は、合成膨脹剤から発生するガス量を測定する方法である。

#### 装 置

概略は、次の図による。

- A : ガス発生用丸底フラスコ  
(容量約 300mL)
- B : 水浴
- C : 酸滴加漏斗
- D : 冷却器
- E : 三方コック
- F : 外とう管付ガスビュレット  
(容量約 300mL で 1 mL ごとに目盛を付けたもの)
- G : 水準瓶 (容量約 400mL)
- H : 温度計
- J, K 及び L : ゴム栓
- M 及び N : ゴム管



#### 置換溶液の調製

塩化ナトリウム 100 g を量り、水 350 mL を加えて溶かし、炭酸水素ナトリウム 1 g を加え、メチルオレンジ試液に対してわずかに酸性を呈するまで塩酸 (1 → 3) を加える。

#### 操作法

あらかじめ水 100 mL を入れたガス発生用フラスコ A に試料 (二剤式合成膨脹剤の場合は、使用時の混合割合に混合したものを試料とする。) 2.0 g を和紙等、測定の妨げとならない紙に包んで投入し、装置を連結し、三方コック E を開放にして、水準瓶 G を上下して内部の置換溶液を移動させ、ガスビュレット F の目盛の 0 に合わせる。冷却器 D に水を流し、三方コック E を回して冷却器 D とガスビュレット F を貫通させた後、滴加漏斗 C から塩酸 (1 → 3) 20 mL を滴加し、直ちに滴加漏斗のコックを閉じ、時々フラスコを緩やかに振り動かしながら、75°C の水浴中で加熱し、ガスビュレット F 中の液面の低下に応じて水準瓶 G を下げる。3 分後にガスビュレット F と水準瓶 G の液面を平衡にしたときの液面の目盛  $V$  (mL) を読み、同時に温度計 H で発生ガスの温度  $t$  °C を読み取る。次式により標準状態における発生ガス量  $V_0$  (mL) を求める。別に空試験値  $v$  (mL) を求め補正する。



$$V_0 \text{ (mL)} = (V - v) \times \frac{101}{101} \times \frac{273+t}{273+t}$$

ただし、P：測定時における大気圧 (kPa)

p：t℃における水の蒸気圧 (kPa)

### 3233. pH測定法

pHは、水素イオン濃度 (mol/L) の値に、活動度係数を乗じた値、すなわち水素イオン活量の逆数の常用対数で定義され、実用的には、溶液中の水素イオン濃度の尺度として用いられる。~~ガラス電極による pH 計を用いて測定する。~~

検液の pH は、基本的には溶液中の水素イオン活量を表す値であり、次式で定められている。この値は、希薄溶液においては溶液中の水素イオン濃度をその逆数の常用対数で示した値とかなりよく一致する標準液の pH (pH<sub>s</sub>) と関連づけて次の式で表され、ガラス電極を用いて pH 計により測定される。

$$E - E_s$$

$$\text{pH} = \text{pH}_s + \frac{E - E_s}{2.3026 R T / F}$$

pH<sub>s</sub>：pH 標準液の pH 値

E：試料の液の中でガラス電極と比較電極を組み合わせた電池の起電力 (ボルト) で、電池の構成は次に示される。

ガラス電極 | 試料の液 || 比較電極

E<sub>s</sub>：pH 標準液中でガラス電極と比較電極を組み合わせた電池の起電力 (ボルト) で、電池の構成は、次に示される。

ガラス電極 | pH 標準液 || 比較電極

R：気体定数

T：絶対温度

F：ファラデー定数

各温度における 2.3026 R T / F の値 (ボルト) は、表のとおりである。

液温	2.3026RT/F	液温	2.3026RT/F
5℃	0.05519	35℃	0.06114
10℃	0.05618	40℃	0.06213
15℃	0.05717	45℃	0.06313
20℃	0.05817	50℃	0.06412
25℃	0.05916	55℃	0.06511
30℃	0.06015	60℃	0.06610

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、pH6.0～7.5 (1.0 g, 水 20mL) と規定する場合は、本品 1.0 g を量り、水 20mL を加えて溶かした液の液性が、pH6.0～7.5 であることを示す。

#### pH 標準液の調製

pH 標準液は、液性 pH の基準として用いる。pH 標準液の調製に用いる水は、導電率  $2 \mu\text{S}/\text{cm}$  ( $25^\circ\text{C}$ ) 以下の水を用いる。精製水を蒸留し、留液を 15 分間以上煮沸し、二酸化炭素を追い出した後、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けて冷却する。pH 標準液は、硬質ガラス瓶又はポリエチレン瓶に保存する。長期間の保存によって液性が変化することがあるため、通例、酸性の pH 標準液は、3 か月以内に使用し、塩基性の pH 標準液は、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けて保存し、1 か月以内にホウ酸塩 pH 標準液、炭酸塩及び水酸化カルシウム pH 標準液の場合には、導電率  $2 \mu\text{S}/\text{cm}$  ( $25^\circ\text{C}$ ) 以下の水を 15 分間以上煮沸した後、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰管）を付けて冷却した水を使用する。

pH 標準液の調製方法は、次によるが、計量法に規定する pH 標準液を用いてもよい。

pH 標準液は、上質の硬質ガラス製又はポリエチレン製の瓶中に密閉して保存する。pH 標準液は、長期間の保存によって pH 値が変化することがあるので、調製後長期にわたるものは新たに調製したものと比較して、pH 値が同一であることを確認してから使用する必要がある。

シュウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用四シュウ酸カリウム、pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物をめのう乳鉢ですりつぶし粉末とし、デシケーターで 18 時間以上保存する。乾燥した後、その 12.60671 g を正確に量り、少量の水にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に  $1,000 \text{ mL}$  とする。

フタル酸塩 pH 標準液 あらかじめ pH 測定用フタル酸水素カリウムを  $120^\circ\text{C}$  で約 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷する。粉末とし、 $110^\circ\text{C}$  で恒量になるまで乾燥した後、その 10.11921 g を正確に量り、少量の水にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に  $1,000 \text{ mL}$  とする。

中性リン酸塩 pH 標準液 あらかじめ pH 測定用リン酸一カリウム、pH 測定用リン酸二水素カリウムを  $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  で 2 時間、及び pH 測定用無水リン酸二ナトリウム、pH 測定用リン酸水素二ナトリウムはを粉末とし、 $110^\circ\text{C}$  で恒量になるまで乾燥した後 2 時間それぞれ加熱し、デシケーター中で放冷する。リン酸一カリウム、pH 測定用リン酸二水素カリウム 3.4390 g ( $0.025$  グラム分子量) 及びリン酸二ナトリウム、pH 測定用リン酸水素二ナトリウム 3.5536 g を正確に量り、少量の水にを加えて溶かし、正確に  $1,000 \text{ mL}$  とするこの液をメスフラスコに入れ、水を加えて  $1000 \text{ mL}$  とする。

リン酸塩 pH 標準液 あらかじめ pH 測定用リン酸二水素カリウムを  $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  で 2 時間、pH 測定用リン酸水素二ナトリウムは  $110^\circ\text{C}$  で 2 時間それぞれ加熱し、デシケーター中で放冷する。pH 測定用リン酸二水素カリウム 1.179 g 及び pH 測定用リン酸水素二ナトリウム 4.302 g を量り、少量の水に溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて  $1000 \text{ mL}$  とする。

ホウ酸塩 pH 標準液 pH 測定用ホウ酸ナトリウム四ホウ酸ナトリウム十水和物をめのう乳鉢ですりつぶし、デシケーター（水で潤した臭化ナトリウム飽和溶液に、更に臭化ナトリウムを加えた溶液を入れたデシケーター中に放置して、恒量とするした後、その 3.8041 g を正確に量り、少量の水（二酸化炭素除去）にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に  $1,000 \text{ mL}$  とする。

炭酸塩 pH 標準液 pH 測定用炭酸水素ナトリウムを、デシケーター中で恒量になるまで乾燥する。約 3 時間放置し、その 2.9210 g を正確に量る。別に pH 測定用炭酸ナトリウムを  $300 \sim 500^\circ\text{C}$  で白金製のるつぼに入れ、 $600^\circ\text{C}$  で加熱して恒量としになるまで乾燥し、その 2.6405 g を正確に量る。両者を合わせ、少量の水（二酸化炭素除去）にを加えて溶かし、この液をメスフラスコに入れ、水を加えて正確に  $1,000 \text{ mL}$  とする。

水酸化カルシウム pH 標準液 pH 測定用水酸化カルシウムを粉末とし、その 5 g をフラスコに入れ、

水 (二酸化炭素除去) ~~1,000mL~~mLを加え、よく振り混ぜ、23~27°Cとし、十分に飽和した後、その温度で上澄液をろ過し、澄明なろ液 (約 0.02mol/L) を用いる。

これらの pH 標準液の各温度における pH 値を次の表に示す。この表にない温度の pH 値は、表の値から内挿法により求める ことができる。

温度	シュウ酸塩 pH 標準液	フタル酸塩 pH 標準液	中性リン酸 塩 pH 標準液	リン酸塩 pH 標準液	ホウ酸塩 pH 標準液	炭酸塩 pH 標準液	水酸化カルシウ ム pH 標準液
0℃	1.67	4.01	6.98	<a href="#">7.53</a>	9.46	10.32	13.43
5℃	1.67	4.01	6.95	<a href="#">7.50</a>	9.39	10.25	13.21
10℃	1.67	4.00	6.92	<a href="#">7.47</a>	9.33	10.18	13.00
15℃	1.67	4.00	6.90	<a href="#">7.43</a>	9.27	10.12	12.81
20℃	1.68	4.00	6.88	<a href="#">7.43</a>	9.22	10.07	12.63
25℃	1.68	4.01	6.86	<a href="#">7.41</a>	9.18	10.02	12.45
30℃	1.69	4.01	6.85	<a href="#">7.40</a>	9.14	9.97	12.30
35℃	1.69	4.02	6.84	<a href="#">7.39</a>	9.10	9.93	12.14
40℃	1.70	4.03	6.84	<a href="#">7.38</a>	9.07		11.99
50℃	1.71	4.06	6.83	<a href="#">7.37</a>	9.01		11.70
60℃	1.73	4.10	6.84		8.96		11.45

## 装置 pH計の構造

pH 計は、通例、ガラス電極及び比較電極からなる検出部と、検出された起電力を増幅する増幅部及び測定結果を表示に対応する pH を指示する指示部からなる。指示部には、ゼロ校正用つまみ及びスパン（感度）校正用つまみがある。その他、装置によっては温度補償用つまみ等を備えたもの非対称電位調整用及び温度補償用つまみがあり、また感度調整用つまみを備えるものがある。

pH 計は、次の操作法に従い、任意の種類の pH 標準液の pH を、毎回検出部を水でよく洗った後、5 回繰り返し測定するとき、その再現性が  $\pm 0.05$  以内のものを用いる。

## 操作法

ガラス電極は、あらかじめ水に数時間以上浸しておく。pH 計には、電源を入れて、装置が安定したことを確認した後 5 分間以上たってから、使用する。検出部をよく水で洗い、付着した水は、ろ紙などで軽くふきとる。

pH 計の校正は、2 種類の pH 標準液を用いて、通例、次のように行う。検出部 1 点で調整する場合は、温度補償用つまみを pH 標準液の温度と一致させ、検出部を試料の液の pH 値に近い pH 標準液中に浸し、2 分間以上たってから pH 計の指示が、その温度における pH 標準液の液性になるように非対称電位調整用つまみを調整する。2 点で調整する場合は、まず温度補償用つまみを液温に合わせ、通例、を中性リン酸塩 pH 標準液に浸し、ゼロ校正用つまみを用いて、非対称電位調整用つまみを用いて液性を一致させ pH 標準液の温度に対応する値に一致させる。次に、予想される検試料の液の pH 値に近いを挟むような pH 値をもつ pH 標準液を第二の標準液として同様の条件でその pH を測定する。得られた pH が pH 標準液の温度に対応する値に一致しないとき、スパン校正用つまみを用いて、規定の pH に一致させる。二つの pH 標準液の pH が、調整操作なしに規定された pH 値に  $\pm 0.05$  以内で一致するまで同様の操作を繰り返す。なおに浸し、感度調整用つまみ又は標準液の温度にかかわらず、温度補償用

つまみがある装置を用いる場合、目盛値を pH 標準液の温度に合わせた後、校正を行う。また、自動化された装置において、以上の操作を自動的に行を用いて同様に操作する。機能を有している場合、二つの pH 標準液の pH が、規定された pH 値に  $\pm 0.05$  以内で一致することを定期的に確認する必要がある。

以上の調整校正が終了した後、終われば検出部をよく水で洗い、付着した水は、ろ紙などで軽くふきとる。取った後、検出部を検液試料の液に浸し、安定な指示値を与えていることを確認した後、その測定値を読み取る。

#### 操作上の注意

- (1) pH 計の構造及び操作法の細部は、それぞれの pH 計によって異なる。
- (2) pH11 以上で、アルカリ金属イオンを含む液は、誤差が大きいため、アルカリ誤差の少ない電極を用い、更に必要な補正を行う。
- (3) 検液試料の液の温度は、校正に用いた pH 標準液の温度と等しいことが望ましくさせる必要がある ( $\pm 2^\circ\text{C}$  以内)。

### 3334. 比重測定法

比重  $d_t$  とは、物質の質量とその物質と等体積の標準物質の質量との比をいう。本試験法では比重 ( $d_t$ ) とは、試料と蒸留水とのそれぞれの温度  $t^\circ\text{C}$  及び、 $t^\circ\text{C}$  における等体積の質量の比をいい、単に比重と記載した場合は、別に規定するもののほか、試料と蒸留水との  $20^\circ\text{C}$  における等体積の質量比 ( $d_{20}^{20}$ ) をいう。比重の測定は、別に規定するもののほか、第 1 法、第 2 法又は第 4 法を用い、数値に約を付記してある場合は、第 3 法を用いてもよい。

#### 第 1 法 比重瓶 (ピクノメーター) による測定法

比重瓶は、通例、容量  $10\sim 100\text{mL}$  の瓶ガラス製容器で、温度計付きのすり合わせの栓と、標線及びすり合わせのふたのある側管とがある。

あらかじめ清浄にし、乾燥した比重瓶の質量 ( $\#M$ ) を精密に量る。次に栓とふたを取り、試料を満たして規定温度 ( $t^\circ\text{C}$ ) より  $1\sim 3^\circ\text{C}$  低くし、泡が残らないように注意して栓をする。次に徐々に温度をあげ、温度計が規定の温度を示したとき、標線より上部の試料を側管から除き、側管にふたをする。次に外部をよくふいた後、質量 ( $\#M_1$ ) を精密に量る。更に、同じ比重瓶で蒸留水を用いて同様に操作し、その規定温度 ( $t^\circ\text{C}$ ) における質量 ( $\#M_2$ ) を精密に量り、次式により比重 ( $d_t$ ) を求める。

$$d_t = \frac{\#M_1 - \#M}{\#M_2 - \#M}$$

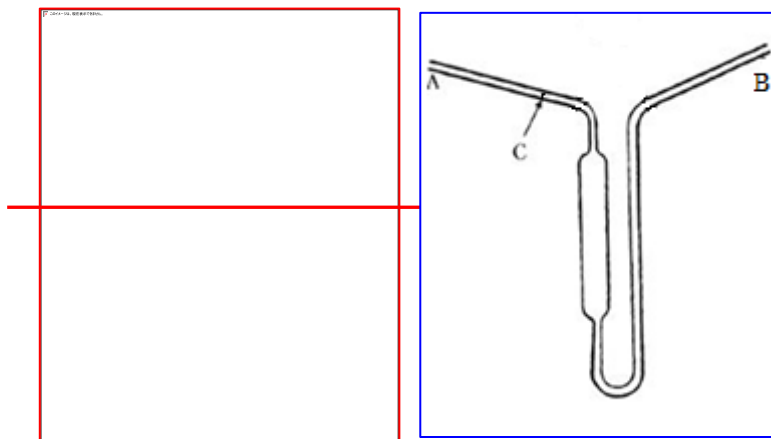
#### 第 2 法 シュプレングル・オストワルドピクノメーターによる測定法

シュプレングル・オストワルドピクノメーター (図) は、通例、容量  $1\sim 10\text{mL}$  で、両端は、肉厚細管となっており、その一方の細管 A には標線 C がある。これにひょう量するとき、化学はかりのかぎに掛けるように白金線 D (又はアルミニウム線などでもよい) を付ける。

あらかじめ清浄にし、乾燥したピクノメーターの質量 ( $\#M$ ) を精密に量る。次に規定温度より  $3\sim 5^\circ\text{C}$  低くした試料中に標線のない方の細管 B を浸し、す。他方の細管 A にはゴム管又はすり合わせの

細管を付けて、泡が入らないように注意しながら試料を標線Cの上まで静かに吸い上げる。次に規定温度（ $t$  °C）に保った水浴中にピクノメーターを15分間浸した後、細管Bの端にろ紙片を当て、試料の端を標線Cと一致させる。次に水浴から取り出し、外部をよくふいた後、質量（ $M_1$ ）を精密に量る。更に同じピクノメーターで蒸留水を用いて同様に操作し、その規定温度（ $t$  °C）における質量（ $M_2$ ）を精密に量り、次式により比重（ $d_t'$ ）を求める。

$$d_t' = \frac{M_1 - M}{M_2 - M}$$



### 第3法 浮きばかりによる測定法

規定温度用の浮きばかりで、要求される精度をもつものを用いる。浮きばかりは、エタノール (95) 又はジエチルエーテルで清浄にして用いる。

試料をよく振り混ぜ、泡がなくなってから浮きばかりを浮かべ、規定された温度において浮きばかりが静止したとき、メニスカスの上端で比重を読む。ただし、読み方が規定してある浮きばかりの場合にはその方法に従う。

### 第4法 振動式密度計による測定法

振動式密度比重計による比重の測定は、液体又は気体試料を含むセルの固有振動周期 $T$  ( $s$ ) を測定することにより、試料の密度を求め、標準物質の質量から比重を求める方法である。密度を測定しようとする液体又は気体を導入された試料セルに振動を与えるとき、試料セルは試料の質量に依存した固有振動周期をもって振動する。試料セルの振動する部分の体積を一定とすれば、そのときの固有振動周期の二乗と試料の密度との間には直線関係が成立する。

本法によって試料の密度を測定するためには、あらかじめ、規定温度 $t$  °Cにおいて2種類の標準物質（密度 $\rho_{S1}$ 、 $\rho_{S2}$ ）につき、それぞれの固有振動周期 $T_{S1}$ 及び $T_{S2}$ を測定し、試料セル定数 $K_t$  ( $g \cdot cm^{-3} s^{-2}$ ) を次式より定めておく必要がある。

$$K_t = \frac{\rho_{S1}^v - \rho_{S2}^v}{T_{S1}^2 - T_{S2}^2}$$

通例、標準物質として水及び乾燥空気が用いられる。温度 $t$  °Cにおける水の密度 $\rho_{S1}^v$ は別表より求め、乾燥空気の密度 $\rho_{S2}^v$ は次式より計算する。ただし乾燥空気の気圧を $p$  kPaとする。

$$\rho_{S2}^v = 0.0012932 \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{p}{101.325}$$

次にセル定数が定められた試料セルに試料を導入し、同様にして試料の固有振動周期 $T_T$ を測定すれ

ば、先に求めた標準物質の固有振動周期  $T_{S1}$  及び規定温度  $t$  °Cにおける水の密度  $\rho_{S1}^t$  を用い、次式より試料の密度  $\rho_T^t$  を求めることができる。

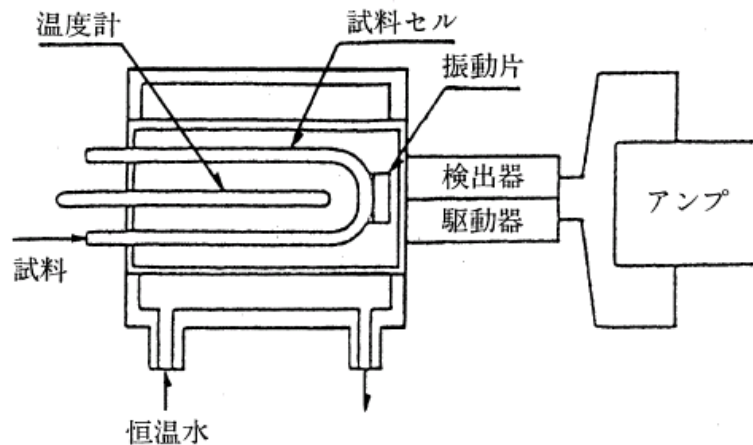
$$\rho_T^t = \rho_{S1}^t + K_{t'} \cdot (T_T^2 - T_{S1}^2)$$

温度  $t$  °Cの水に対する試料の比重  $d_t^t$  は、別表に示した温度  $t$  °Cの水の密度  $\rho_{S1}^t$  を用いて次式より求められる。

$$d_t^t = \frac{\rho_T^t}{\rho_{S1}^t}$$

## 装 置

振動式密度比重計は、通例、内容積約 1 mL の管状でその一端を固定したガラス製の試料セル、試料セルに初期振動を与える発振器、固有振動周期の検出部及び温度調節部から構成される。振動式密度比重計の試料セル室周辺の構造を図に示す。



## 操 作 法

試料セル、水及び試料を測定温度  $t$  °Cにあらかじめ調整しておく。試料セルを水又は適当な溶媒を用いて洗浄した後、乾燥空気を通気して十分に乾燥する。乾燥空気の流れを止め、一定温度が保持されていることを確認した後、乾燥空気の与える固有振動周期  $T_{S2}$  を測定する。別に、測定場所の大気圧  $p$  kPa を測定しておく。次に試料セルに水を導入し、水の与える固有振動周期  $T_{S1}$  を測定する。水及び乾燥空気についてのこれらの値を用いて試料セル定数  $K_{t'}$  を定める。

次に試料セル中に試料を導入し、一定温度が保持されていることを確認した後、試料の与える固有振動周期  $T_T$  を測定する。水及び試料の固有振動周期、水の密度  $\rho_{S1}^t$  並びに試料セル定数  $K_{t'}$  より、試料の密度  $\rho_T^t$  を求める。また、~~必要があれば、~~温度  $t$  °Cの水に対する試料の比重  $d_t^t$  は、表に示した水の密度  $\rho_{S1}^t$  を用いて計算される。

なお、試料セル中に試料又は水を導入するとき、気泡が入らないよう注意する必要がある。

温度 (°C)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	温度 (°C)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	温度 (°C)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	温度 (°C)	密度 (g/cm <sup>3</sup> )
0	0.99984	10	0.99970	20	0.99820	30	0.99565
1	0.99990	11	0.99961	21	0.99799	31	0.99534

2	0.99994	12	0.99950	22	0.99777	32	0.99503
3	0.99996	13	0.99938	23	0.99754	33	0.99470
4	0.99997	14	0.99924	24	0.99730	34	0.99437
5	0.99996	15	0.99910	25	0.99704	35	0.99403
6	0.99994	16	0.99894	26	0.99678	36	0.99368
7	0.99990	17	0.99877	27	0.99651	37	0.99333
8	0.99985	18	0.99860	28	0.99623	38	0.99297
9	0.99978	19	0.99841	29	0.99594	39	0.99259

### 3435. 微生物限度試験法

微生物限度試験法は、試料中に存在する増殖能力を有する特定の微生物の定性試験及び定量試験に用いる。本試験法には、生菌数試験(細菌及び真菌)及び、真菌数試験、大腸菌群試験、大腸菌試験及びサルモネラ試験が含まれる。試験を行うに当たっては、外部からの微生物汚染が起こらないように、細心の注意を払う必要がある。また、被検試料が抗菌作用を有する示し、試験結果に影響を及ぼすような場合又は抗菌作用を持つ物質が混在する場合は、希釈、ろ過、中和又は不活化などの手段により可能な限りその影響を除去しなければならない。それぞれの原料又は製品の任意に選択した異なる数箇所から採取したものを混和し、て試料として、次に示す試験法により試験を行う。試料を液体培地で希釈する場合は、速やかに試験を行う。また、本試験を行うに当たっては、効果的な精度管理を確保するとともにバイオハザード防止に十分留意する。

#### 1. 生菌数試験

本試験は、好气的条件において増殖し得る中温性の細菌及び真菌を測定する試験である。本試験では、低温菌、高温菌、好塩菌、嫌気性菌、特殊な成分を増殖に要求する菌等は、大量に存在していても陰性となる集落を形成しないことがある。本試験法には、メンブランフィルター法、寒天平板混釈法、寒天平板表面塗抹法及び液体培地段階希釈法(最確数法)の4つの方法がある。試験を行うときは、その目的に応じて適当と思われる方法を用いる。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度及び精度を有する場合は、自動化した方法等の代替法の適用も可能である。細菌と真菌(かび及び酵母)では使用培地及び培養温度が異なる。液体培地段階希釈法(最確数法)は細菌のみに用い得る試験法である。

#### 試料液の調製

試料の溶解又は希釈には、リン酸緩衝液(pH7.2)、ペプトン食塩緩衝液又は使用する液体培地を用いる。別に規定するもののほか、試料は10g又は10mlを使用する。次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液等で分散させたり、これと異なる量のもの試料を使用しなければならない場合がある。必要に応じてブレンダーなどで均一に分散させることも可能である。適当な界面活性剤(例えば、0.1w/v%ポリソルベート80)を加えて乳化させてもよい。この場合45℃以下の温度であれば加温して乳化させてもよい。ただし、30分間以上試料を加



温してはならない。 試料液は、pH 6～8に調整する。~~試料液はし、~~ 調製後1時間以内に使用しなければならぬ。

~~液状試料及び可溶性固形試料：10g又は10mlを量り、上記の緩衝液又は液体培地と混和して100mlとし、試料液とする。不溶性物質を含む液状試料の場合、混和直前によく振り、十分に均一化する。~~

~~不溶性固形試料：10gを量り、不溶性物質をできるだけ細かく摩砕して、上記の緩衝液又は液体培地中に分散させて100mlとし、試料液とする。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の緩衝液又は液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで浮遊液を均一に分散させることも可能である。適当な界面活性剤(例えば、0.1w/v%ポリソルベート80)を加えて乳化させてもよい。~~

~~脂質製品：脂質が主要な構成物質である半固形試料及び液状試料などは10g又は10mlを量り、ポリソルベート20又はポリソルベート80のような界面活性剤を用いて、上記の緩衝液又は液体培地中に乳化させて100mlとし、試料液とする。この場合45℃以下の温度であれば加温して乳化させてもよい。ただし、30分以上試料を加温してはならない。~~

第1法 試料10gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液90mLと混合し、均一に分散させて試料液とする。

第2法 試料1.0gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液100mLと混合し、均一に分散させて試料液とする。

第3法 試料1.0g以上を量り、9倍量又は100倍量のリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液と混合し、均一に分散させて試料液とする。また、これらの試料液で試験法の適合性が得られない場合は、試料1.0gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液で200倍以上に希釈して適当な濃度としたものを試料液とするか、又は、下記の操作法の(2)メンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

## 操作法

別に規定するもののほか、次の(1)の方法を用いる。

なお、試料中の抗菌性物質除去のためろ過が必要な場合は、別に規定するもののほか、下記の(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターを標準寒天培地の表面に置き、(1)の培養条件により試験を行う。

### (1) 寒天平板混積法

本試験法では、直径9～10cmのペトリ皿を、一希釈段階につきそれぞれ2枚以上使用する。1mLの試料液又は試料液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ45℃以下に保温した標準寒天培地15～20mLを加えて混和する。寒天の固化後、35±1℃で48±2時間培養する。出現集落数を計測し、試料1g当たりの生菌数を算出する。多数の集落が出現するときは、一平板当たりの出現集落数が25～250の平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する。

### ~~(1)~~(2) メンブランフィルター法

本試験法は、試料に抗菌性物質が含まれる場合にこれをろ過することにより除去して試験する方法である。メンブランフィルターは、孔径0.45µm以下の適当な材質のものを使用する。メンブランフィルターの直径は約50mmのものが望ましいが、異なる直径のものも使用できる。メンブランフィルター、フィルター装置、培地などはすべて十分に滅菌されていなければならない。通

例、20mLの試料液を量り、2枚のメンブランフィルターでそれぞれ10mLずつろ過する。必要に応じて試料液を希釈してもよい。菌濃度が高い場合は、1枚のメンブランフィルター当たりの出現集落数が10~100個の集落が出現するようになるように希釈することが望ましい。試料液をろ過した後、各メンブランフィルターは、~~ペプトン食塩緩衝液、リン酸緩衝液又は使用する液体培地、0.1%ペプトン水、ペプトン食塩緩衝液~~などを洗浄液として用いて、3回以上ろ過洗浄する。

1回のろ過洗浄に使用する洗浄液の量は約100mLとするが、メンブランフィルターの直径が約50mmと異なる場合には、大きさに従って洗浄液の量を調整する。脂質を含む試料の場合には、洗浄液にポリソルベート80などを添加してもよい。ろ過後、細菌の試験を行うときはソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地の、真菌の試験を行うときは、通常抗生物質を添加した、サブロー・ブドウ糖寒天培地、ポテト・デキストロース寒天培地又はGP寒天培地のいずれかの表面にフィルターを置く。なお、水分活性の低い食品で発生しやすい好乾菌(乾燥した条件を好むかび)を対象とする場合には、真菌用の培地としてM40Y寒天培地、ジクロラン・グリセリン(DG18)寒天培地等を用いる。細菌の試験は30~35℃で、真菌の試験は20~25℃でそれぞれ少なくとも5日間培養後、集落数を計測する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後5日以前の計測値を用いてもよい。

#### (2) 寒天平板混釈法

本試験法では、直径9~10cmのペトリ皿を使用する。希釈段階につき2枚以上の寒天培地を使用する。1mLの試料液又は試料液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ45℃以下に保温されて融けた状態にある滅菌した寒天培地15~20mLを加えて混和する。寒天培地としては、細菌の検出を目的とする場合はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地を、真菌の検出を目的とする場合は、通常抗生物質を添加し、サブロー・ブドウ糖寒天培地、ポテト・デキストロース寒天培地又はGP寒天培地のいずれかを使用する。なお、水分活性の低い食品で発生しやすい好乾菌(乾燥した条件を好むかび)を対象とする場合には、真菌用の培地としてM40Y寒天培地、ジクロラン・グリセリン(DG18)寒天培地等を用いる。寒天の固化後、細菌の試験は30~35℃、真菌の試験は20~25℃でそれぞれ少なくとも5日間培養する。多数の集落が出現するときは、細菌の場合は一平板当たり300個以下の集落を持つ平板から、真菌の場合は一平板当たり100個以下の集落を持つ平板から得られる計測結果を用いて生菌数を算出する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、培養後5日以前の計測値を用いてもよい。

#### (3) 寒天平板表面塗抹法

本試験法は、固化させ表面を乾燥させた寒天培地上に0.05~0.2mLの試料液を載せ、コンラージ棒などで均等に塗抹する方法である。ペトリ皿、使用寒天培地、培養温度、培養時間、生菌数算出法等は、寒天平板混釈法と同様である。

#### (4) 液体培地段階希釈法(最確数法)

本試験法では、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を10mL入れた試験管を10本使用する。試料液(試料10倍希釈液)を更に10倍段階希釈し、試料100倍及び1000倍希釈液を調製する。各希釈段階において、10mLの培地が入った3本の試験管それぞれに1mLの試料希釈液を加える。10mLの培地が入った残りの1本の試験管は、対照として用いる。これらの試験管は30~35℃で5日間以上培養する。対照の試験管で微生物の増殖が観察されてはならない。結果の判定が難しい場合又はあいまいな結果の場合は、寒天培地又は液体培地に約0.1mLを移植し、30~35℃で24~72時間培養し、増殖の有無を判定する。表から1g又は1mL当たりの最確数を求める。

## 培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験試験法の適合性

### (1) 試験菌液の調製

*Escherichia coli* (NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545), *Bacillus subtilis* (NBRC 3134, ATCC 6633, NCIMB 8054), *Staphylococcus aureus* subsp. aureus (NBRC 13276, ATCC 6538, NCIMB 9518), *Candida albicans* (NBRC 1594, ~~ATCC 2091,~~ ATCC 10231), ~~*Aspergillus niger*~~ *Aspergillus brasiliensis* (NBRC 9455, ATCC 16404) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。細菌はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 ~~又は,~~ ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地 ~~又は標準寒天培地~~ を用い, 30~35±1℃ で 18~24 時間, *C. albicans* はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地, サブロー・ブドウ糖 ~~ブロス液体培地,~~ 又はサブロー・ブドウ糖寒天培地 ~~又はジクロラン・グリセリン寒天培地~~ を用い, 20~25±1℃ で 2~3 日間, ~~*A. niger*~~ *A. brasiliensis* はサブロー・ブドウ糖寒天培地 ~~又は,~~ ポテト・デキストロース寒天培地 ~~又はジクロラン・グリセリン寒天培地~~ を用い, 20~25±1℃ で 5~7 日間, 又は良好な孢子形成が認められるまで 培養する。

培養液の培養した菌を それぞれをペプトン食塩緩衝液又はリン酸緩衝液で希釈し, ~~1ml 当たり 50~200 個 (*A. niger* は 10~100 個) 前後の生菌を含む菌液~~ 適切な濃度の試験菌液 を調製する。*A. niger* *A. brasiliensis* の孢子を懸濁する場合には, 希釈液に ~~0.05% の~~ ポリソルベート 80 を 0.05% 加えても良い。 調製した菌液は 2 時間以内又は冷蔵保存した場合には 24 時間以内に使用する。また, *B. subtilis* や ~~*A. niger*~~ *A. brasiliensis* は安定な孢子液を使用しても良い。使用する培地は, ~~菌液を 1ml 接種し, 指定された温度で 5 日間培養したときに, 十分な増殖及び接種菌数の回収が認められなければならない。試料存在下での菌数が試料非存在下での菌数の 1/5 以下の場合, 希釈, ろ過, 中和, 不活化等の手段によってその影響を除去しなければならない。培地,~~ 希釈液の無菌性及び試験が無菌的に遂行されているかを検証するために, 使用したペプトン食塩緩衝液又はリン酸緩衝液を対照とする。

### (2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は, 操作法の項に従い, 試料液の代わりに, 1 mL 当たりの出現集落数が 100 以下となるように調製した試験菌液 1 mL を加えて混和し, 35±1℃, 46 時間以内で培養するとき, 十分な増殖及び接種菌数の回収が認められなければならない。

### (3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は, 以下の方法により行う。また, 試験結果に影響を及ぼすような製品の原料, 製造工程又は成分組成の変更があった場合には, 再度, 適合性を確認する。

一平板当たりの接種菌の出現集落数が 100 以下となるように, 試験菌液を, 試料液及び対照にそれぞれ加える。接種する試験菌液の量は試料液量の 1% を超えてはならない。対照には, 試料液の調製に用いたリン酸緩衝液, 0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液を用いる。

試験菌株ごとに, 操作法の項に従って試験を行い, 35±1℃, 46 時間以内で培養後, 菌数を測定する。試料液から回収された菌数と対照から回収された菌数とを比較する。試料存在下での菌数が対照の菌数の 1/2 ~ 2 倍以内に無い場合, 希釈, ろ過, 中和, 不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし, 希釈, ろ過, 中和, 不活化等の手段によっても, 上記の基準に満たない場合には, 微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度, 及び基準に最も近くなる試験条件で試料の試験を行う。

## 2. 真菌 (酵母及びカビ) 数試験

本試験は、好氣的条件において増殖し得る中温性の真菌を測定する試験である。なお、ここに示した方法と同等以上の検出感度及び精度を有する場合は、自動化した方法等の代替法の適用も可能である。

#### 試料液の調製

別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の試料液の調製の項に従って調製する。

#### 操作法

本試験法では、直径9～10cmのペトリ皿を、一希釈段階につきそれぞれ2枚以上使用する。1 mLの試料液又は試料液を希釈した液を無菌的にペトリ皿に分注する。これにあらかじめ45℃以下に保温したジクロラン・グリセリン寒天培地15～20mLを加えて混和する。寒天の固化後、25±1℃で5～7日間培養する。信頼性の高い集落数の計測値が得られたと判断される場合に限り、5日間培養後の計測値を用いてもよい。出現集落数を計測し、試料1 g当たりの真菌数を算出する。多数の集落が出現するときは、一平板当たりの出現集落数が10～150の平板から得られる計測結果を用いて真菌数を算出する。

なお、試料中の抗菌性物質除去のための過が必要な場合は、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターをジクロラン・グリセリン寒天培地の表面に置き、本操作法の培養条件により試験を行う。

#### 培地の性能及び試験法の適合性

##### (1) 試験菌液の調製

*Candida albicans* (NBRC 1594, ATCC 10231), *Aspergillus brasiliensis* (NBRC 9455, ATCC 16404) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。各試験菌液は、1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(1)に従って調製する。

##### (2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は、操作法の項に従い、試料液の代わりに、1 mL当たりの出現集落数が100以下となるように調製した試験菌液1 mLを加えて混和し、25±1℃、5日間以内で培養するとき、十分な増殖及び接種菌数の回収が認められなければならない。

##### (3) 試験法の適合性

1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(3)に準じて行う。ただし、培養は25±1℃、5日間以内で行う。

### **2-3. 大腸菌群及び大腸菌試験**

本試験は、大腸菌群 (Coliforms) 及び大腸菌 (*Escherichia coli*) を測定する試験である。本試験で検出の目的とする大腸菌群及び大腸菌は、最終製品だけではなく、原料、製造工程の中間体等における微生物汚染を評価する場合に重要であり、それらの中に存在することは好ましくない。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「大腸菌群は認めない。」とあるのは、大腸菌群の確認試験を行うとき、大腸菌群が陰性であることを示し、「大腸菌は認めない。」とあるのは、大腸菌の確認試験を行うとき、大腸菌が陰性であることを示す。

#### 試料液の調製

~~別に規定するもののほか、生菌数試験の試料液の調製の項を適用する。試料の溶解又は希釈に液体培地を使用する場合は、別に規定するもののほか、乳糖ブイヨン培地又はBGLB培地を使用する。~~

#### 前培養液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量より

も大量の液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで均一に分散させることも可能である。試料と混合した培地の pH は 6～8 に調整し、混合後 1 時間以内に培養しなければならない。

なお、試料中の抗菌性物質除去のための過が必要な場合は、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従って過洗浄したメンブランフィルターをラウリル硫酸ブイオン培地に入れ、pH を 6～8 に調整し、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。

第 1 法 1. 生菌数試験の試料液の調製の第 1 法に従って調製した試料液 10mL をラウリル硫酸ブイオン培地 90mL と混合し、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。

第 2 法 試料 1.0 g をラウリル硫酸ブイオン培地 100mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。

第 3 法 1. 生菌数試験の試料液の調製の第 1 法に従って調製した試料液 10mL をラウリル硫酸ブイオン培地 90mL と混合し、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。なお、試料の量に限りがある（すなわち、1000 g 未満）場合は、試料の量の 1%（ただし、1.0 g 以上）を量り、9 倍量のリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液と混合して均一に分散させて試料液とする。この液 10mL をラウリル硫酸ブイオン培地 90mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。また、これらの前培養液で試験法の適合性が得られない場合は、試料 0.20 g をラウリル硫酸ブイオン培地 100mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行うか、又はメンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

### **試験の手順操作法**

#### **(1) 大腸菌群の確認試験**

前培養液を軽く振った後、1 白金耳量をとって BGLB 培地に接種し、35±1℃で 48±2 時間培養する。培養後、ガス発生の有無を確認する。ガスの発生を認めない場合は大腸菌群陰性と判定する。ガスの発生を認めた場合は標準寒天平板培地に塗抹し、35±1℃で 18～24 時間培養した後、発育した集落についてグラム染色性を確認し、グラム陰性無芽胞桿菌である場合は大腸菌群陽性と判定する。

#### **(2) 大腸菌の確認試験**

~~試料液 10ml (試料 1g 又は 1ml 相当量) を量り、乳糖ブイオン培地又は BGLB 培地を加えて 100ml とし、30～35℃で 24～72 時間培養する。増殖が観察された場合は、培養液を軽く振った後、白金耳等でとり、マッコンキー寒天培地上に塗抹し、30～35℃で 18～24 時間培養する。周囲に赤味がかつた沈降線の帯を持つ赤レンガ色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合は、大腸菌陰性と判定する。上記の特徴を持つ集落が検出された場合は、EMB 寒天培地上にそれぞれの集落を塗抹し、30～35℃で 18～24 時間培養する。EMB 寒天培地上で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びた集落が観察されない場合は大腸菌陰性と判定する。上記の平板で大腸菌が疑われる集落については、IMViC 試験(インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験)及び 44.5℃での生育試験を行い、IMViC 試験のパターンが「++--」で 44.5℃での生育が陽性の場合を大腸菌と判定する。また、大腸菌迅速同定用キットの使用も可能である。~~

前培養液を軽く振った後、1 白金耳量をとって EC 培地に接種し、45.5±0.2℃で 24±2 時間

培養する。培養後、ガス又は濁りの発生の有無を確認し、ガス及び濁りの発生を認めない場合は更に48±2時間まで培養を継続して再度判定する。再判定の結果、ガス及び濁りの発生を認めない場合は大腸菌陰性とする。ガス又は濁りの発生を認めた場合は、その試験管から1白金耳量をEMB寒天培地上に塗抹し、35±1℃で18～24時間培養する。EMB寒天培地上で中心部が暗色(金属光沢の有無は問わない)の集落が観察されない場合は大腸菌陰性と判定する。EMB寒天培地上で大腸菌が疑われる集落については、2個以上をそれぞれ標準寒天斜面培地に移植し、35±1℃で18～24時間培養した後、グラム染色性を確認する。また、ラウリル硫酸ブイオン培地に接種し、35±1℃で48±2時間培養した後、ガス発生の有無を確認する。グラム陽性の場合又はガスの発生を認めない場合は大腸菌陰性とする。ガスの発生を認めたグラム陰性菌についてIMViC試験(インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験)を行い、IMViC試験のパターンが「++--」の場合を大腸菌と判定する。また、IMViC試験の代わりに、大腸菌迅速同定用キットを用いてもよい。

#### 培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験

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

#### 再試験

~~不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は、初回の2.5倍量の試料を用いて再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地などの量を増加させて行う。~~

#### 培地の性能及び試験法の適合性

##### (1) 試験菌液の調製

*Escherichia coli* (NBRC 3972, ATCC 8739, NCIMB 8545) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。試験菌液は、1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(1)に従い、1mL当たりの出現集落数が1000以下となるように調製する。

##### (2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は、上記の操作法に従い、試料液又は試料の代わりに、試験菌液0.1mLを加え、規定された最短培養期間で培養するとき、十分な増殖及び接種菌の回収が認められなければならない。このとき、BGLB培地及びラウリル硫酸ブイオン培地では、ガスの発生が認められなければならない。

##### (3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は、以下の方法により行う。また、試験結果に影響を及ぼすような製品の原料、製造工程又は成分組成の変更があった場合には、再度、適合性を確認する。

試料液又は試料を混合したラウリル硫酸ブイオン培地、及び対照に、試験菌液0.1mLをそれぞれ接種し、上記の前培養液の調製に準じて前培養を行う。接種する試験菌液の量は試料液量の1%を超えてはならない。対照には、ラウリル硫酸ブイオン培地に試料液の調製に用いたリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液を混合したもの、又はラウリル硫酸ブイオン培地を用いる。

操作法の項に従って、規定された最短培養期間で試験する。試料の存在下において、対照と同様な試験菌の十分な発育が認められない場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によっても、上記の基準に満たない場合には、微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度、及び基準に最も近くなる試験条件で試料の試験を行う。

#### **4. サルモネラ試験**

本試験は、サルモネラ (*Salmonella*) を測定する試験である。本試験で検出の目的とするサルモネラは、最終製品だけではなく、原料、製造工程の中間体等における微生物汚染を評価する場合に重要であり、それらの中に存在することは好ましくない。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「サルモネラは認めない。」とあるのは、サルモネラが陰性であることを示す。

##### **前培養液の調製**

別に規定するもののほか、次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダーなどで均一に分散させることも可能である。試料と混合した培地の pH は 6～8 に調整し、混合後 1 時間以内に培養しなければならない。

なお、試料中の抗菌性物質除去のためろ過が必要な場合は、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターを乳糖ブイオン培地に入れ、pH を 6～8 に調整し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養したものを前培養液とする。

第1法 試料 25 g を乳糖ブイオン培地 225mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養したものを前培養液とする。

第2法 試料 25 g を乳糖ブイオン培地 225mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養したものを前培養液とする。なお、試料の量に限りがある(すなわち、2500 g 未満)場合は、試料の量の 1% (ただし、1.0 g 以上) を量り、9 倍量の乳糖ブイオン培地(ただし、100mL 以上) と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養したものを前培養液とする。また、これらの前培養液で試験法の適合性が得られない場合は、試料 0.20 g を乳糖ブイオン培地 100mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行うか、又は、メンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

##### **操作法**

###### **(1) サルモネラ集落の確認**

前培養液を軽く振った後、0.1mL をラパポート・バシリアジス液体培地 10mL に接種し、 $42 \pm 0.2^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養する。また、前培養液 1mL をテトラチオネート液体培地 10mL に接種し、 $43 \pm 0.2^\circ\text{C}$  (試料の菌量が多い場合) 又は  $35 \pm 2^\circ\text{C}$  (試料の菌量が少ない場合) でそれぞれ  $24 \pm 2$  時間培養する。培養後、それぞれの液体培地から亜硫酸ビスマス寒天培地、XLD寒天培地及びヘクトエン・エンテリック寒天培地上に塗抹し、 $35 \pm 2^\circ\text{C}$  で  $24 \pm 2$  時間培養する。それぞれの寒天培地上の定型的集落(下表参照) 又はサルモネラが疑われる集落の有無を確認する。定型的集落又はサルモネラが疑われる集落が認められない場合は、非定型的集落(下表参照)の有無を確認する。亜硫酸ビスマス寒天培地で  $24 \pm 2$  時間培養しても定型的集落又はサルモネラが疑われる集落が認められない場合は、更に  $24 \pm 2$  時間追加培養する。いずれの培地上においても集落が認め

られない場合はサルモネラ陰性と判定する。

定型的又は非定型的なサルモネラ集落の形態学的特徴

選択培地	定型的集落の特徴	非定型的集落の特徴
亜硫酸ビスマス寒天培地	褐色，灰色，又は黒色を呈し，金属光沢が見られる場合がある。周辺の培地は，初めは通常褐色であるが，培養が進むと黒色になり，いわゆるハローを形成することがある。菌株によっては緑色を呈するが，周辺の培地が暗色になることはないか，又はほとんどない。	
XLD寒天培地	桃色を呈し，中央部が黒色又は黒色でない場合がある。多くは中央に大きな光沢のある黒色部分を有するか，又は黒色に見えることがある。	黄色を呈し，中央部が黒色又は黒色でない場合がある。
ヘクトエン・エンテリック寒天培地	青緑～青色を呈し，中央部は黒色又は黒色でない場合がある。多くは中央に大きな光沢のある黒色部分を有するか，又は黒色に見えることがある。	黄色を呈し，中央部が黒色又は黒色でない場合がある。

(2) 寒天半斜面培地による確認

定型的集落又はサルモネラが疑われる集落を2個以上釣菌し，それぞれTSI寒天培地及びLIA培地の高層部と斜面に接種し，35±1℃で24±2時間培養する。また，亜硫酸ビスマス寒天培地で合計48±2時間培養，あるいは，XLD寒天培地又はHE寒天培地で24±2時間培養しても，定型的集落又はサルモネラが疑われる集落が認められない場合は，2個以上の非定型集落を釣菌し，それぞれTSI寒天培地及びLIA培地の高層部と斜面に接種し，35±1℃で24±2時間培養する。TSI寒天培地では，サルモネラが存在する場合，高層部は酸性（黄色）反応，斜面部はアルカリ（赤色）反応が認められ，硫化水素は産生される場合とされない場合がある。LIA培地では，サルモネラが存在する場合，試験管の高層部でアルカリ（紫色）反応が認められる。試験管の高層部が明らかに黄色になった場合に限り酸性（陰性）反応とみなす。ほとんどのサルモネラはLIA培地で硫化水素を産生する。

サルモネラの可能性がある結果が得られた場合は，キット使用を含む，更に詳細な生化学的試験と血清学的試験を併用することで，サルモネラの同定，型別試験を行うことが望ましい。

培地の性能及び試験法の適合性

(1) 試験菌液の調製

*Salmonella enterica* subsp. *enterica* serovar Typhimurium (ATCC 14028) 又は *Salmonella enterica* subsp. *enterica* serovar Abony (NBRC 100797, NCTC 6017) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。試験菌液は，1. 生菌数試験，培地の性能及び試験法の適合性の(1)に従い，1 mL当たりの出現集落数が1000以下となるように調製する。

(2) 培地の性能試験



試験に使用する各培地は、操作法の項に従い、試料の代わりに、試験菌液0.1mLを加え、規定された最短培養期間で培養するとき、十分な増殖及び接種菌の回収が認められなければならない。

### (3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は、以下の方法により行う。また、試験結果に影響を及ぼすような製品の原料、製造工程又は成分組成の変更があった場合には、再度、適合性を確認する。

試料を混合した乳糖ブイヨン培地、及び対照に、試験菌液 0.1mL をそれぞれ接種する。接種する試験菌液の量は培地量の 1 % を超えてはならない。対照には、乳糖ブイヨン培地を用いる。

操作法の項に準じて試験を行い、規定された最短培養期間で試験する。試料の存在下において、対照と同様な試験菌の十分な発育が認められない場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によっても、上記の基準に満たない場合には、微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度、及び基準に最も近くなる試験条件で試料の試験を行う。

## 3.5. 緩衝液と培地

微生物限度試験用の緩衝液及び培地は次のものを用いる。他の培地でも、類似の栄養成分を含み、試験対象となる微生物に対して類似の選択性及び増殖性を持つものは使用して差し支えない。緩衝液及び培地に配合する試薬・試液は、微生物限度試験に適したものを用いる。また、以下の調製法において高圧蒸気滅菌を行う場合は、あらかじめ、混和した成分を、必要に応じて加熱又は煮沸し、均一に分散又は溶解しておく。

### (1) 緩衝液

#### (i) リン酸緩衝液(pH7.2)

保存溶液：~~リン酸~~カリウムリン酸二水素カリウム 34 g を水約 500mL に溶かす。水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 約 175mL を加え、pH7.1~7.3 に調整し、水を加えて 1,000mL とし、~~保存溶液とする。~~121°C で 15~20 分間高圧蒸気滅菌後、冷所で保存する。用時、~~保存溶液この液を~~水を 800 倍に希釈し、121°C で 15~20 分間滅菌して用いる。

#### (ii) ペプトン食塩緩衝液(pH7.0)

ペプトン	1.0 g
<del>リン酸</del> カリウムリン酸二水素カリウム	<del>3.563.6 g</del>
リン酸二ナトリウム	18.23g
リン酸水素二ナトリウム二水和物	7.2 g
塩化ナトリウム	4.30 g
<del>ペプトン</del>	<del>1.0 g</del>
水	1,000mL

全成分を混和し、121°C で 15~20 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性 pH は pH6.9~7.1 とする。~~0.1~1.0w/v% のポリソルベート 20 又はポリソルベート 80 を添加しても差し支えない。~~

#### (iii) 0.1% ペプトン水

ペプトン	1.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、121°C で 15~20 分間高圧蒸気滅菌する。

### (2) 培地

(i) 標準寒天培地

トリプトン	5.0 g
酵母エキス	2.5 g
D (+) - グルコース	1.0 g
寒天	15.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 6.8～7.2 とする。

~~(i) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地~~

<del>カゼイン製ペプトン</del>	<del>15.0 g</del>
<del>ダイズ製ペプトン</del>	<del>5.0 g</del>
<del>塩化ナトリウム</del>	<del>5.0 g</del>
<del>水</del>	<del>1,000ml</del>

~~全成分を混和し、121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性は pH7.1～7.5。~~

(ii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地

<del>カゼイン製ペプトン</del> <u>ペプトン (カゼイン製)</u>	17.0 g
<del>ダイズ製ペプトン</del> <u>ペプトン (ダイズ製)</u>	3.0 g
D (+) - グルコース	2.5 g
リン酸水素二カリウム	2.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
<del>リン酸二カリウム</del>	<del>2.5 g</del>
<del>ブドウ糖</del>	<del>2.5 g</del>
水	1,000mL

全成分を混和し、121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性 pH は pH7.1～7.5 とする。

(iii) ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地

<u>ペプトン (カゼイン製)</u>	15.0 g
<u>ペプトン (ダイズ製)</u>	5.0 g
<u>塩化ナトリウム</u>	5.0 g
<u>寒天</u>	15.0 g
<u>水</u>	1000mL

全成分を混和し、1分間煮沸する。121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の pH は 7.1～7.5 とする。

~~(iii) 抗生物質添加サブロー・ブドウ糖寒天培地~~

<del>ペプトン(肉製品及びカゼイン製)</del>	<del>10.0g</del>
<del>ブドウ糖</del>	<del>40.0g</del>
<del>寒天</del>	<del>15.0g</del>
<del>水</del>	<del>1,000ml</del>

~~全成分を混和し、121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性は pH5.4～5.8。使用直前に培地 1L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10g とテトラサイクリン 0.10g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1L 当た~~

~~リクロラムフェニコール0.050gを加えても差し支えない。~~

(iv) サブロー・ブドウ糖 ~~ブロス~~ 液体培地

<u>ペプトン</u>	10.0 g
<u>D (+) -グルコース</u>	20.0 g
<del>ペプトン(肉製品及びカゼイン製)</del>	<del>10.0g</del>
<del>ブドウ糖</del>	<del>20.0g</del>
<u>水</u>	<u>1,000mL</u>

全成分を混和し、121°Cで15~20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性 pH は pH5.4~5.8 とする。

~~(v) 抗生物質添加ポテト・デキストロース寒天培地~~

<del>ポテトエキス</del>	<del>4.0g</del>
<del>ブドウ糖</del>	<del>20.0g</del>
<del>寒天</del>	<del>15.0g</del>
<del>水</del>	<del>1,000ml</del>

~~全成分を混和し、121°Cで15~20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性は pH5.4~5.8。使用直前に培地 1L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10g 及びテトラサイクリン 0.10g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1L 当たりクロラムフェニコール 0.050g を加えても差し支えない。~~

~~(vi) 抗生物質添加 GP (グルコース・ペプトン) 寒天培地~~

<del>ブドウ糖</del>	<del>20.0g</del>
<del>酵母エキス</del>	<del>2.0g</del>
<del>硫酸マグネシウム</del>	<del>0.5g</del>
<del>ペプトン</del>	<del>5.0g</del>
<del>リン酸=カリウム</del>	<del>1.0g</del>
<del>寒天</del>	<del>15.0g</del>
<del>水</del>	<del>1,000ml</del>

~~全成分を混和し、121°Cで15~20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性は pH5.6~5.8。使用直前に培地 1L 当たりベンジルペニシリンカリウム 0.10g 及びテトラサイクリン 0.10g を滅菌溶液として加える。ベンジルペニシリンカリウムとテトラサイクリンの代わりに培地 1L 当たりクロラムフェニコール 0.050g を加えても差し支えない。~~

~~(vii) M40Y 寒天培地~~

<del>麦芽エキス</del>	<del>20.0g</del>
<del>酵母エキス</del>	<del>2.5g</del>
<del>白糖</del>	<del>400.0g</del>
<del>寒天</del>	<del>20.0g</del>
<del>水</del>	<del>1,000ml</del>

~~全成分を混和し、加温溶解後 121°C で 15~20 分間高圧蒸気滅菌する。~~

(v) サブロー・ブドウ糖寒天培地

<u>ペプトン</u>	10.0 g
<u>D (+) -グルコース</u>	40.0 g

寒天 15.0 g

水 1000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは5.4～5.8とする。

(vi+ii) ジクロラン・グリセリン (DG18) 寒天培地

ペプトン 5.0 g

ブドウ糖D (+) -グルコース 10.0 g

リン酸二水素カリウム 1.0 g

硫酸マグネシウム七水和物 0.5 g

ジクロラン 2.0mg

~~グリセリン 220.0 g~~

~~寒天 15.0 g~~

クロラムフェニコール 0.10 g

寒天 15.0 g

水 1,000mL

~~グリセリン及びクロラムフェニコール以外の全成分を混和し、加温溶解後、グリセリン 220 g及び6mlのエタノールで溶解したクロラムフェニコールを添加し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性pHはpH5.4～5.8とする。~~

~~(ix) 乳糖ブイヨン培地~~

~~肉エキス 3.0g~~

~~ゼラチン製ペプトン 5.0g~~

~~乳糖 5.0g~~

~~水 1,000ml~~

~~全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH<sub>6.7</sub>～7.1。滅菌後はできるだけ速やかに冷却する。~~

(vii) ポテト・デキストロース寒天培地

ジャガイモ浸出液 200mL

D (+) -グルコース 20.0 g

寒天 20.0 g

水 1000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは5.4～5.8とする。

(viii) ラウリル硫酸ブイヨン培地

トリプトース又はトリプチケース 20.0 g

ラクトース 5.0 g

リン酸水素二カリウム 2.75 g

リン酸二水素カリウム 2.75 g

塩化ナトリウム 5.0 g

ラウリル硫酸ナトリウム 0.1 g

水 1000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。ガス発生の確認に用いる場合は発酵管を入れて滅菌する。滅菌後のpHは6.6～7.0とする。

(ix) BGLB (ブリリアントグリーン・ラクトース・バイル) 培地

ペプトン	10.0 g
乳糖ラクトース	10.0 g
乾燥ウシ胆汁末	20.0 g
ブリリアントグリーン	0.0133g13.3mg
水	1,000mL

全成分を混和し、121°Cで15~20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性pHはpH7.0~7.4とする。

~~(xi) マッコノキ寒天培地~~

<del>ゼラチン製ペプトン</del>	<del>17.0g</del>
<del>カゼイン製ペプトン</del>	<del>1.5g</del>
<del>肉製ペプトン</del>	<del>1.5g</del>
<del>乳糖</del>	<del>10.0g</del>
<del>デソキシコール酸ナトリウム</del>	<del>1.5g</del>
<del>塩化ナトリウム</del>	<del>5.0g</del>
<del>寒天</del>	<del>13.5g</del>
<del>ニュートラルレッド</del>	<del>0.03g</del>
<del>クリスタルバイオレット</del>	<del>1.0mg</del>
<del>水</del>	<del>1,000mL</del>

~~全成分を混和し、1分間煮沸し、混和した後、121°Cで15~20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH7.0~7.3。~~

(x) EC培地

トリプトース又はトリプチケース	20.0 g
ラクトース	5.0 g
胆汁酸塩	1.5 g
リン酸水素二カリウム	4.0 g
リン酸二水素カリウム	1.5 g
塩化ナトリウム	5.0 g
水	1000 mL

全成分を混和し、発酵管を入れて121°Cで15~20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.7~7.1とする。

(xi) EMB (エオシン・メチレンブルー) 寒天培地

<del>ゼラチン製ペプトン</del>	10.0 g
乳糖	10.0 g
<del>リン酸二カリウム</del> リン酸水素二カリウム	2.0 g
<del>乳糖</del>	<del>10.0g</del>
<del>寒天</del>	<del>15.0g</del>
エオシンY	0.40 g
メチレンブルー	0.065g65mg
寒天	15.0 g

水 1,000mL

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。50℃に冷却後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。滅菌後の液性pHはpH6.9～7.3とする。

(xii) 乳糖ブイヨン培地

<u>ペプトン</u>	<u>5.0 g</u>
<u>肉エキス</u>	<u>3.0 g</u>
<u>ラクトース</u>	<u>5.0 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和し、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.7～7.1とする。

(xiii) ラパポート・バシリアジス液体培地

<u>トリプトン</u>	<u>5.0 g</u>
<u>リン酸二水素カリウム</u>	<u>1.6 g</u>
<u>塩化ナトリウム</u>	<u>8.0 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和した液に、更に、塩化マグネシウム六水和物 400 g と水 1000mL を混合した溶液及びマラカイトグリーンシュウ酸塩 400mg と水 100mL を混合した溶液をそれぞれ 100mL 及び 10mL 加えて混和し、115℃で15分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは5.3～5.7とする。

(xiv) テトラチオネート液体培地

<u>ポリペプトン</u>	<u>5.0 g</u>
<u>胆汁酸塩</u>	<u>1.0 g</u>
<u>炭酸カルシウム</u>	<u>10.0 g</u>
<u>チオ硫酸ナトリウム五水和物</u>	<u>30.0 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和し、沸騰するまで加熱して均一な懸濁液とした後、45℃以下に冷却する。高圧蒸気滅菌をしてはならない。懸濁液のpHは8.2～8.6とする。

使用当日に、水 20mL にヨウ化カリウム 5 g 及びヨウ素 6 g を溶かした液を加える。更にブリリアントグリーン 0.1 g と水 100mL を混合して滅菌した溶液 10mL を加え、混和する。その後は培地に熱を加えてはならない。

(xv) 亜硫酸ビスマス (BS) 寒天培地

<u>ポリペプトン又はペプトン</u>	<u>10.0 g</u>
<u>肉エキス</u>	<u>5.0 g</u>
<u>D (+) -グルコース</u>	<u>5.0 g</u>
<u>リン酸水素二ナトリウム</u>	<u>4.0 g</u>
<u>硫酸鉄 (II)</u>	<u>0.3 g</u>
<u>亜硫酸ビスマス・インジケーター</u>	<u>8.0 g</u>
<u>ブリリアントグリーン</u>	<u>25mg</u>
<u>寒天</u>	<u>20.0 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和し、煮沸して均一な懸濁液とした後、50℃に冷却する。高圧蒸気滅菌をしてはならない。この液のpHは7.5～7.9とする。冷却後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平

板を作製する。

(xvi) XLD (キシロース・リシン・デオキシコール酸) 寒天培地

<u>酵母エキス</u>	<u>3.0 g</u>
<u>L-リシン</u>	<u>5.0 g</u>
<u>D-キシロース</u>	<u>3.75 g</u>
<u>スクロース</u>	<u>7.5 g</u>
<u>ラクトース</u>	<u>7.5 g</u>
<u>デオキシコール酸ナトリウム</u>	<u>2.5 g</u>
<u>クエン酸鉄 (III) アンモニウム</u>	<u>0.8 g</u>
<u>チオ硫酸ナトリウム</u>	<u>6.8 g</u>
<u>塩化ナトリウム</u>	<u>5.0 g</u>
<u>フェノールレッド</u>	<u>80mg</u>
<u>寒天</u>	<u>15.0 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和し、沸騰するまで加熱して溶かす。高圧蒸気滅菌をしてはならない。過剰な加熱は避ける。溶解後の pH は 7.2~7.6 とする。50°C に冷却した後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。

(xvii) ヘクトエン・エンテリック (HE) 寒天培地

<u>ペプトン</u>	<u>12.0 g</u>
<u>酵母エキス</u>	<u>3.0 g</u>
<u>スクロース</u>	<u>12.0 g</u>
<u>ラクトース</u>	<u>12.0 g</u>
<u>胆汁酸塩</u>	<u>9.0 g</u>
<u>クエン酸鉄 (III) アンモニウム</u>	<u>1.5 g</u>
<u>チオ硫酸ナトリウム</u>	<u>5.0 g</u>
<u>酸性フクシン</u>	<u>0.1 g</u>
<u>サリシン</u>	<u>2.0 g</u>
<u>塩化ナトリウム</u>	<u>5.0 g</u>
<u>プロモチモールブルー</u>	<u>64mg</u>
<u>寒天</u>	<u>13.5 g</u>
<u>水</u>	<u>1000mL</u>

全成分を混和し、沸騰するまで加熱して溶かす (1分以上煮沸しない)。過剰な加熱は避ける。溶解後の pH は 7.4~7.8 とする。50°C に冷却した後、十分に混和してペトリ皿に分注し、平板を作製する。

(xviii) TSI (トリプル・シュガー・アイアン) 寒天培地

<u>ポリペプトン</u>	<u>20.0 g</u>
<u>D (+) -グルコース</u>	<u>1.0 g</u>
<u>スクロース</u>	<u>10.0 g</u>
<u>ラクトース</u>	<u>10.0 g</u>
<u>硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物</u>	<u>0.2 g</u>

チオ硫酸ナトリウム	0.2 g
塩化ナトリウム	5.0 g
フェノールレッド	25mg
寒天	13.0 g
水	1000mL

全成分を混和し、試験管に分注して118℃で15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後のpHは7.1～7.5とする。半斜面培地として使用する。なお、上記の組み合わせに加えて、肉エキス及び酵母エキス各3.0gを含むものを使用しても差し支えない。ただし、この場合の高压蒸気滅菌温度は121℃とする。

(xiv) L I A (リシン鉄寒天) 培地

ペプトン	5.0 g
酵母エキス	3.0 g
D (+) - グルコース	1.0 g
L - リシン塩酸塩	10.0 g
クエン酸鉄 (III) アンモニウム	0.5 g
チオ硫酸ナトリウム	40mg
プロモクレゾールパープル	20mg
寒天	12.5 g
水	1000mL

全成分を混和し、試験管に分注して121℃で12～15分間高压蒸気滅菌する。滅菌後のpHは6.5～6.9とする。半斜面培地として使用する。

~~35. 比旋光度測定法 22. 旋光度測定法 →名称変更のため 22. へ移動~~

36. ヒ素試験法

ヒ素試験法は、~~試料添加物~~中に混在するヒ素の許容される限度量を試験する方法である。~~その量は、三酸化ヒ素 (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の量として表す。~~

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~3μg/g 以下 (~~0.50~~0.25 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置BA)」とあるのは、本品 ~~0.25~~0.50 g を量り、試料とし、第1法により検液を調製し、標準色の調製にヒ素標準液 3.0mL を用い、装置BAを用いる方法により試験を行うとき、ヒ素が、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 3~~4.0~~μg/g 以下であることを示す。

~~装 置 A~~

~~概略は、図 1 による。~~



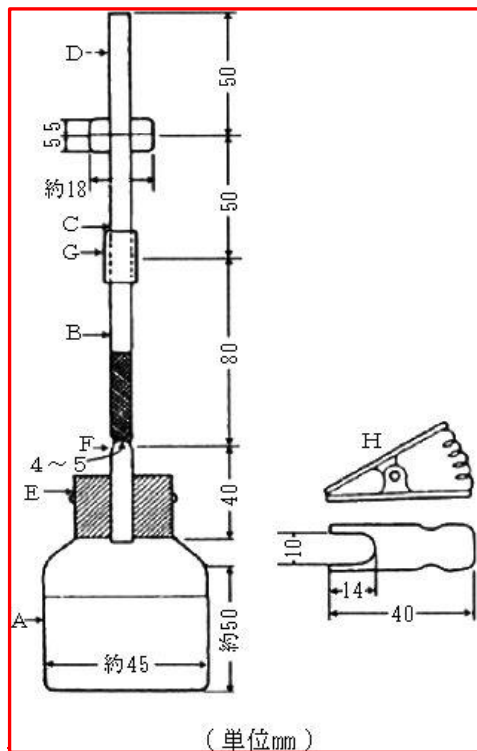


図1

A: 発生瓶 (容量約 60ml で、40ml の標線があるもの)

B: 内径約 6.5mm のガラス管

C 及び D: 接続部が内径 6.5mm、外径約 18mm で、すり合わせとなっているガラス管で、接続部の内縁と外縁が同心円をなしているもの

E: ゴム栓

F: ガラス管 B に付けたへこみで、ガラス繊維を支える。

G: ゴム管

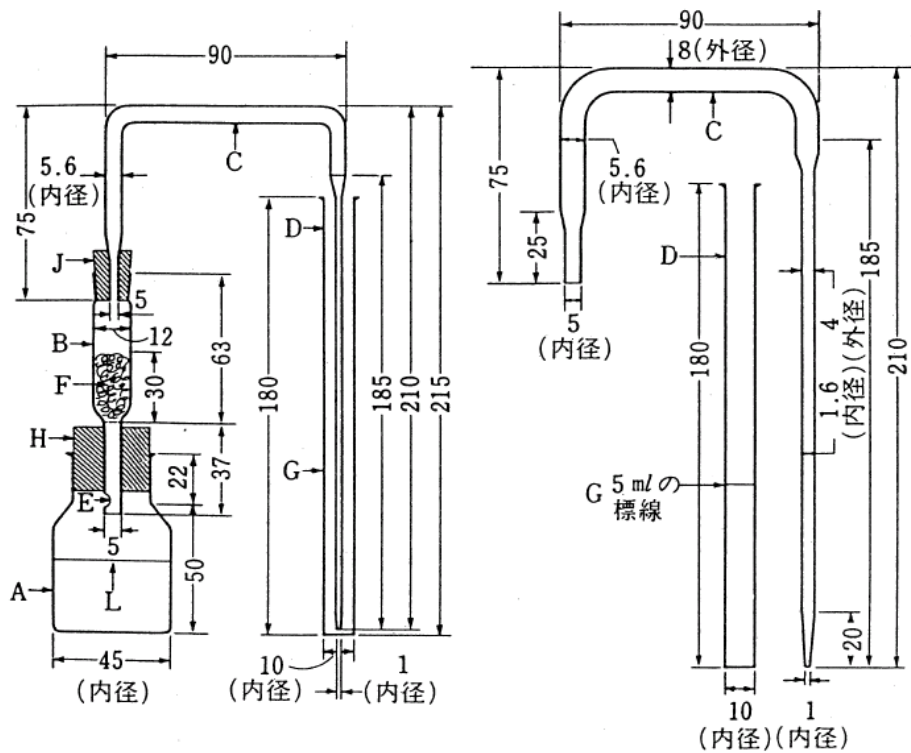
H: クリップ

ガラス管 B にはガラス繊維を F 部から約 30mm の高さまで詰め、酢酸鉛 (II) 試液及び水の等容量の混液で均等に潤し、管の下端から静かに吸引してガラス繊維及び器壁から過量の液を除いておく。

使用の直前、ガラス管 C 及び D の接続部に臭化第二水銀紙を挟み、クリップ H で両管を固定する。

## 装置 B

概略は、図 21 による。



(単位 mm)

図 21

A : 発生瓶 (肩までの容量約 70 mL)

B : 排気管

C : ガラス管 (内径 5.6mm, 吸接管に入れる部分は先端を内径 1mm に引き伸ばす。)

D : 吸接管 (内径 10mm)

E : 小孔

F : ガラス繊維 (約 0.2 g)

G : 5 mL の標線

H 及び J : ゴム栓

L : 40 mL の標線

排気管 B に約 30mm の高さにガラス繊維 F を詰め、酢酸鉛 (II) 試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓 H の中心に垂直に差し込み、B の下部の小孔 E は下にわずかに突きでるようにして発生瓶 A に付ける。B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける。C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする。

### 装置 C

概略は、図 22 による。

A : 定量ポンプ

B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> : ミクシングジョイント

C : 反応管

D : 圧力計

E：流量計

F：気液セパレータ

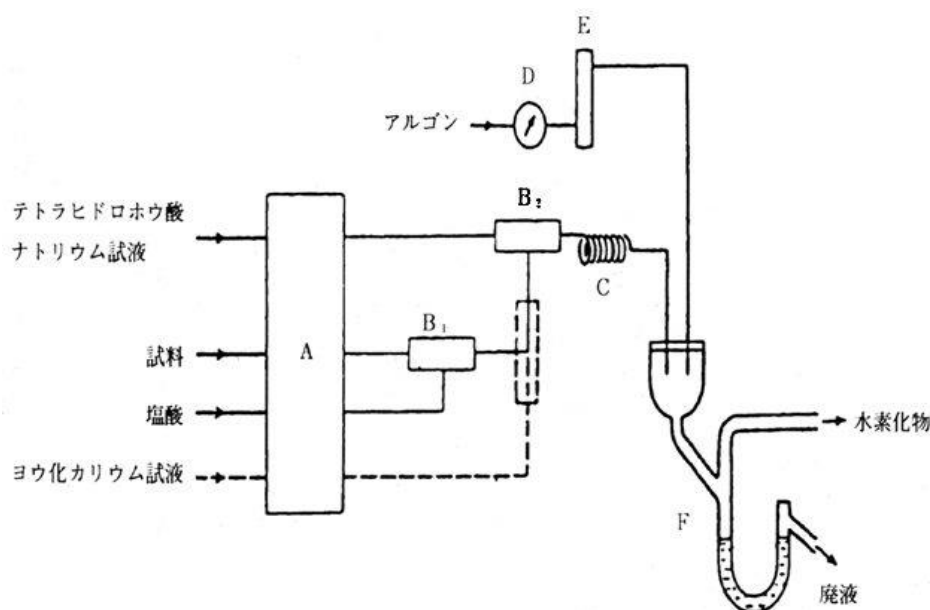


図 3.2

## 操作法

### (1) 検液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 別に規定する量の試料を量り、水 5 mL を加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。

第2法 別に規定する量の試料を量り、水 5 mL 及び硫酸 1 mL を加える。ただし、無機酸の場合には硫酸を加えない。これに亜硫酸水 10 mL を加え、小ビーカーに入れ、水浴上で加熱して亜硫酸がなくなり約 2 mL となるまで蒸発し、水を加えて 5 mL とし、検液とする。

第3法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化し、電気炉に入れて 450～550℃ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) で潤し、再び強熱して 450～550℃ で灰化する同様の操作を繰り返し、灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温加熱して溶かし、検液とする。

第4法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、炭化し、電気炉に入れて 450～550℃ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→50) で潤し、再び強熱して、450～550℃ で灰化する同様の操作を繰り返し、灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温加熱して溶かし、検液とする。

第5法 別に規定する量の試料を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して炭化し、電気炉に入れて 450～550℃ で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸

マグネシウム六水和物・エタノール (95) 溶液 (1→10) で潤し、同様の操作を繰り返し、灰化する。なお炭化物が残るときは、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、検液とする。なお、残留物が塩酸に溶けない場合は、水 10 mL を加えて懸濁し、冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 3 mL ずつを用いて 2 回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水 5 mL で洗い、検液とする。

## (2) 試 験

別に規定するもののほか、次の方法による。

- (i) ~~装置 A を用いる方法~~ 検液を発生瓶に入れ、~~ブロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、アンモニア水、アンモニア試液又は塩酸 (1→4) で中和し、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、2～3 分間放置した後、酸性塩化第一スズ (II) 試液 5 mL を加えて 10 分間放置する。次に水を加えて 40 mL とし、無ヒ素亜鉛 2 g を加え、直ちにガラス管 B、C 及び D を付けたゴム栓 E を施し、25°C の水中に発生瓶の肩まで浸し、1 時間放置した後、直ちに臭化第二水銀紙の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。~~

~~標準色の調製は、検液の試験と同時に行い、ヒ素標準液 1.0 mL を量り、発生瓶に入れ、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して得た臭化第二水銀紙の呈色を標準色とする。~~

- ~~(ii) 装置 B を用いる方法~~ 検液を発生瓶に入れ、ブロモフェノールブルー試液 1 滴を加え、アンモニア水、アンモニア試液又は塩酸 (1→4) で中和し、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、2～3 分間放置した後、装置 A を用いる方法と同様に操作し、酸性塩化第一スズ試液塩化スズ (II) 試液 (酸性) 5 mL を加えて室温で 10 分間放置したのち後、次に水を加えて 40 mL とし、無ヒ素亜鉛ヒ素分析用亜鉛 2 g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶に付ける。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5 mL を入れた吸接管 D の底に達するように入れておく。次に発生瓶は 25°C の水中に肩まで浸し、1 時間放置する。吸接管をはずし、必要があればピリジンを加えて 5 mL とし、吸収液の色を観察するとき、この色は、次の標準色より濃くない。

標準色の調製は、検液の試験と同時に行い、う。別に規定するもののほか、別に規定する量のヒ素標準液 2.0 mL を正確に量り、発生瓶に入れ、塩酸 (1→2) 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 5 mL を加えて 2～3 分間放置した後、酸性塩化第一スズ試液塩化スズ (II) 試液 (酸性) 5 mL を加え、室温で 10 分間放置する。以下検液の場合と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。

- ~~(iii)~~ (ii) 装置 C を用いる方法 別に規定するもののほか、検液及び成分規格・保存基準各条に規定する方法で調製した比較液 4 mL に塩酸 1 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→10) 1 mL を加え、水浴上 70°C で 4 分間加温した後、水を加えて 20 mL とする。装置にアルゴンを流しながら、これらの溶液及び適当な濃度の塩酸 (1～6 mol/L)、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、定量ポンプ A を用いてそれぞれ 1～10 mL/分の適当な流量で連続的に装置内に導入して順々に混合させ、水素化ヒ素ヒ化水素を発生させる。なお、ヨウ化カリウム溶液 (1→10) を定量ポンプで連続的に装置内に導入する方式にあっては、検液及び比較液を直接又は水で適当な濃度に希釈後、これらの溶液及び適当な濃度の塩酸 (1～6 mol/L)、ヨウ化カリウム溶液 (1→10)、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液を、上と同様な操作で装置に導入して順々に混合させ、水素化ヒ素ヒ化水素を発生させる。発生した水素化ヒ素ヒ化水素と廃液を気液セパレータ F で分離した後、水素化ヒ素ヒ化水素を含む気体を加熱吸収セルを取り付けた原子吸光度測定装置に導入し、波長 193.7 nm の指示値を読むにおける吸光度を測定するとき、その値検液の吸光度は、比較液のもの吸光度より大きくない。

~~ただし、比較液の調製は、検液の試験と同時にを行い、別に規定する量のヒ素標準液を用いて、検液の場合と同様に操作して行う。~~

#### 操作上の注意

- (1) 試験に用いる器具・試薬及び試液は、ヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要があれば空試験を行う。
- (2) ~~装置 A を用いる場合は発生ガスが漏れないように、臭化第二水銀紙を挟むすり合わせ部は、緊密につなぐ。~~
- (3) ~~装置 A を用いる場合は臭化第二水銀紙の呈色は、光、熱、湿気などによって退色するので、比色は、速やかに行う。デシケーター中に光を遮っておけば、しばらく保存することができる。~~
- (4) ~~装置 C を用いる場合は、装置により試料、検液及び比較液に加える塩酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液、~~ヨウ化カリウム溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液及び比較液、塩酸、テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液及びヨウ化カリウム溶液の流量や、濃度が異なる場合もある。~~塩酸及びヨウ化カリウム溶液の濃度は異なり、更にテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液とは異なる濃度のテトラヒドロホウ酸ナトリウム溶液を使用する場合もある。~~

### 3637. 沸点測定法及び蒸留試験法

沸点測定及び蒸留試験は、別に規定するもののほか、次の第1法又は第2法による。

沸点は、別に規定するもののほか、最初の留液5滴を留出したときを最低とし、蒸留フラスコ中の液が少なくなり、十分な蒸発量が得られなくなる直前の温度を最高とする。

また、蒸留試験は、規定の温度範囲の留分の容量を量るものである。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「55.5～57.0℃（第1法）」とあるのは、本品は、沸点測定法及び蒸留試験法中の第1法により測定するとき、その沸点が、55.5～57.0℃であることを示す。また、「64～70℃で95vol%以上を留出する。（第2法）」とあるのは、本品は、沸点測定法及び蒸留試験法中の第2法により測定するとき、64～70℃で95vol%以上を留出することを示す。

#### 第1法

この方法は、規定の温度範囲が5℃未満のときの液体の沸点の測定及び蒸留試験に用いる。

#### 装 置

概略は、次の図による。

A：硬質ガラス製蒸留フラスコ（容量50～60mL）

B：浸線付温度計（棒状）

C：浸線

D：栓

E：冷却器

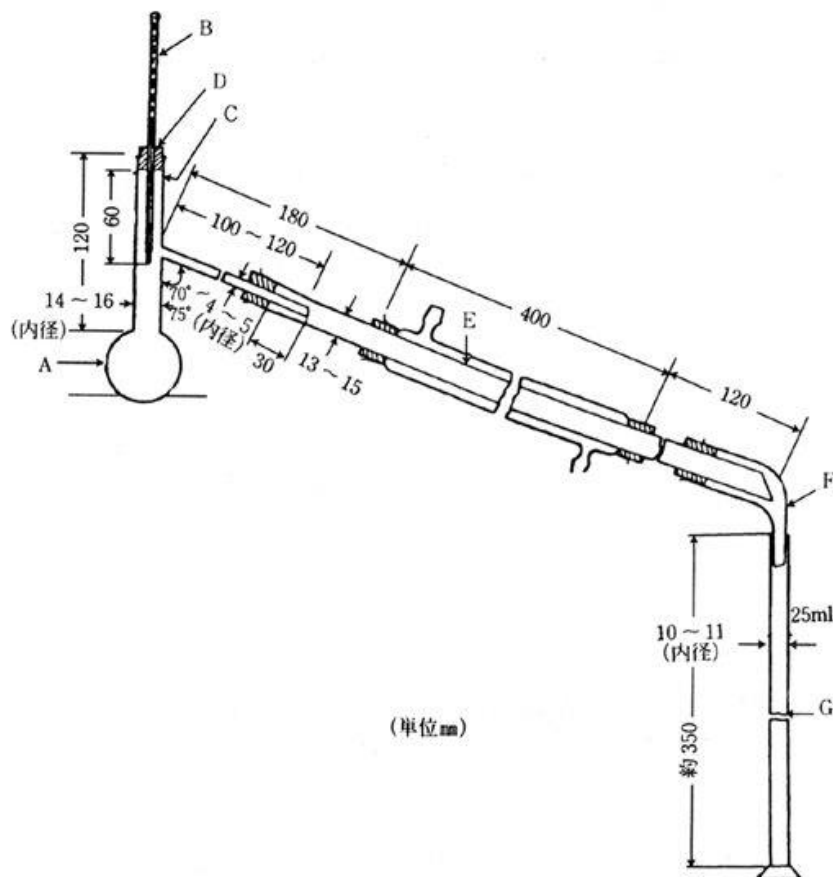
F：アダプター

G：メスシリンダー（25mL，0.1mLの目盛りのあるもの）

ガラス器具類は、よく乾燥したものを用いる。浸線付温度計Bは、浸線Cが栓Dの下端にくるように、また水銀球の上端が留出口の中央部にくるように付け、蒸留フラスコAに冷却器Eを連結し、EにはアダプターFを接続し、Fの先端は、受器のメスシリンダーGの口にわずかに空気が流通す

るようにして差し込む。

Aには沸騰石又は毛細管を入れ、Aを覆う高さの風よけを付け、適当な熱源を用いてAを加熱する。ただし、直火で加熱するときは、Aをセラミックセラミックス板（150mm×150mmの金網に厚さ6mmのセラミックセラミックスを固着し、中央部に直径30mmの円形の穴を開けたもの）の穴に載せて加熱する。



## 操作法

あらかじめ液温を測定した試料 25mL を G を用いて量り、A に入れ、G は、洗わずにそのまま受器として用いる。装置が整ったならば、E に水を通し、A を加熱し、約 10 分で留出を始め、別に規定するもののほか、測定温度 200℃ 未満のものは 1 分間 4～5 mL、200℃ 以上のものは 1 分間 3～4 mL の留出速度で蒸留し、留液の温度を初めの試料の液温と等しくし、留分の容量を量る。

80℃ 以下で蒸留し始める液では、あらかじめ試料を 10～15℃ に冷却してその容量を量り、蒸留中は G の上部から 25mm 以下を氷冷する。

気圧に対する温度の補正は、0.36kPa につき 0.1℃ とし、気圧 101kPa 未満のときはこれを加え、101kPa を超えるときはこれを減じる。

## 第2法

この方法は、規定の温度範囲が 5℃ 以上のときの液体の沸点の測定及び蒸留試験に用いる。

### 装置

第1法と同様の装置を用いる。ただし、蒸留フラスコ A は容量 200mL、首の内径 18～24mm で内径 5～6 mm の留出管が付いているものを用いる。また、直火で加熱するとき用いるセラミックセラミックス板は、中央部に直径 50mm の円形の穴を開けたものとする。

また、受器に用いるメスシリンダー G は、100mL で、1 mL の目盛りのあるものとする。

## 操作法

あらかじめ液温を測定した試料  $100\text{mL}$  を  $1\text{mL}$  の目盛りのある G を用いて量り、第 1 法と同様に操作する。

### 3738. メトキシ基定量法

メトキシ基定量法は、試料にヨウ化水素酸を加えて加熱し、生じるヨウ化メチルを臭素で酸化し、生じたヨウ素酸をチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定してメトキシ基を定量する方法である。

#### 装置

概略は、次の図による。

- A : 分解フラスコ
- B : ガス導入管
- C : すり合わせ連結部
- D : 空冷部
- E : ガス洗浄部
- F : ガラス栓
- G : 球面すり合わせ連結部
- H : ガス導管
- J : 吸収管
- K : 排ガス管

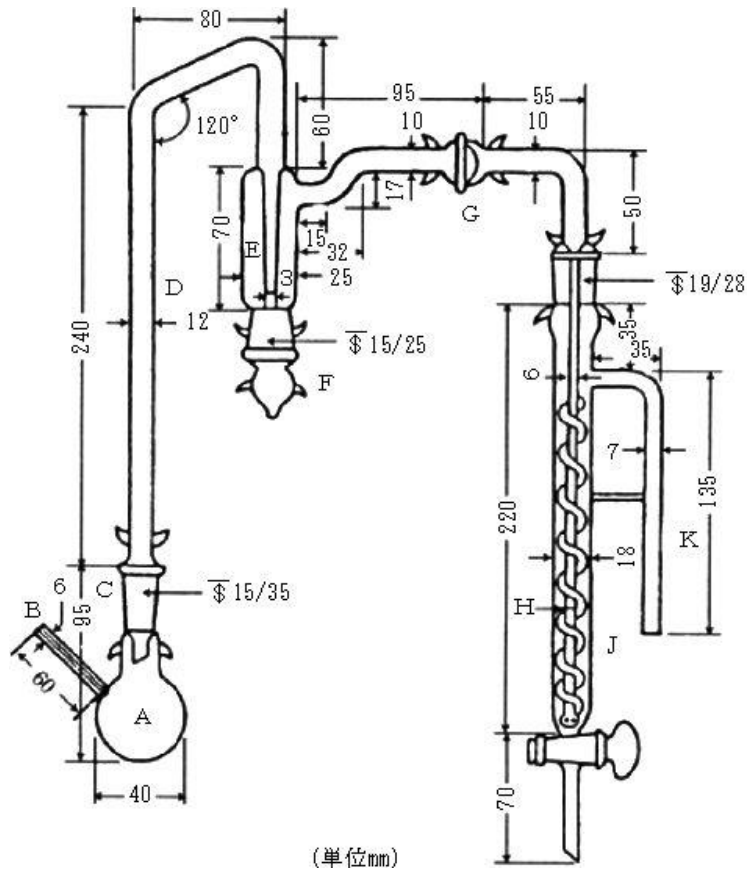
#### 洗浄液及び吸収液の調製

洗浄液 赤リン  $1\text{g}$  を量り、水  $100\text{mL}$  に懸濁させる。

吸収液 酢酸カリウム  $15\text{g}$  を量り、酢酸/無水酢酸混液 (9 : 1)  $150\text{mL}$  を加えて溶かし、この液  $145\text{mL}$  を量り、臭素  $5\text{mL}$  を加える。用時調製する。

#### 操作法

ガス洗浄部 E に洗浄液を約  $1/2$  の高さまで入れ、また吸収管 J に吸収液約  $20\text{mL}$  を入れる。メトキシ基 ( $\text{CH}_3\text{O} : 31.03$ ) として約  $6.5\text{mg}$  に対応する量の試料を精密に量り、分解フラスコ A に入れ、次に沸騰石及びヨウ化水素酸約  $6\text{mL}$  を加える。A のすり合わせ連結部 C をヨウ化水素酸 1 滴でぬらして空冷部 D に接続し、更に球面すり合わせ連結部 G を適当なグリース (シリコーン油) を付けて連結し、装置を組み立てる。ガス導入管 B より窒素又は二酸化炭素を通じ、適当な調節器を用いて E 中に出る気泡が 1 秒につき 2 個程度になるように調整する。A を油浴に浸し、浴の温度が 20~30 分後に  $150^\circ\text{C}$  になるように加熱し、更に A 内の液を 60 分間煮沸する沸騰させる。油浴を外し、ガスを通したまま放冷し、冷後、G を取り外し、J の内容物を、あらかじめ酢酸ナトリウム酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1 → 5)  $10\text{mL}$  を入れた  $500\text{mL}$  の共栓三角フラスコに流し出し、水で数回洗い込み、更に水を加えて約  $200\text{mL}$  とする。振り混ぜながら臭素の赤色が消えるまでギ酸を滴加した後、更に  $1\text{mL}$



を加える。次にヨウ化カリウム 3 g 及び硫酸 (1 → 20) 15mL を加え、栓をして軽く振り混ぜ、5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 0.5172mg  $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}$

### 3839. 融点測定法

融点とは、次の方法により測定するとき、固体がその温度又は温度の範囲内で完全に融解する温度をいう。比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質の融点は第 1 法により、水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第 2 法により測定する。

測定は、別に規定するもののほか、第 1 法により行う。~~測定の便宜上、固体物質を次の 2 種類に分ける。~~

~~第 1 種物質 粉末にしやすいもの~~

~~第 2 種物質 脂肪、脂肪酸、パラフィン、ろう等のような粉末にしにくいもの~~

#### 第 1 法 (1) 第 1 種物質の場合

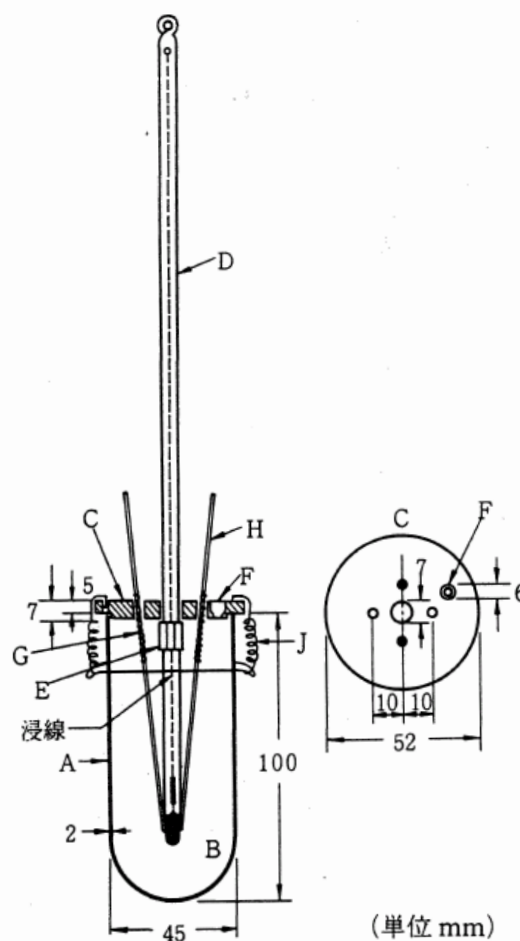
通例、粉末にしやすいものに適用する。

#### 装置

概略は、次の図による。

- A : 加熱容器 (硬質ガラス製)
- B : 浴液 (常温における動粘度  $50 \sim 100 \text{mm}^2/\text{s}$  の澄明なシリコーン油を用いる。)
- C : テフロン製ふた
- D : 浸線付温度計 (棒状、融点が  $50^\circ\text{C}$  未満のときは 1 号、 $40^\circ\text{C}$  以上  $100^\circ\text{C}$  未満のときは 2 号、 $90^\circ\text{C}$  以上  $150^\circ\text{C}$  未満のときは 3 号、 $140^\circ\text{C}$  以上  $200^\circ\text{C}$  未満のときは 4 号、 $190^\circ\text{C}$  以上  $250^\circ\text{C}$  未満のときは 5 号、 $240^\circ\text{C}$  以上  $320^\circ\text{C}$  未満のときは 6 号を用いる。)
- E : 温度計固定ばね
- F : 浴液量加減用小孔
- G : コイルスプリング
- H : 毛細管 (内径  $0.8 \sim 1.2 \text{mm}$ 、長さ  $120 \text{mm}$ 、壁の厚さ  $0.2 \sim 0.3 \text{mm}$  で一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。)
- J : テフロン製ふた固定ばね

#### 操作法





試料を微細な粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーターで約 24 時間乾燥する。また、成分規格・保存基準各条において乾燥物とある場合は、それぞれの成分規格・保存基準各条において規定する乾燥減量の条件で乾燥したものをを用いる。

次に、この試料を毛細管 H に入れ、閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた約 70cm のガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、厚さ 2.5～3.5mm の層となるようにできるだけ堅く詰めする。成分規格・保存基準各条などに（封管中）とある場合は、開いている方の一端を閉じる。また（減圧封管中）とある場合は、開いている方の一端から、減圧（0.67kPa 以下）にしながら開いている方の一端を弱く加熱して閉じる。

浴液 B を加熱して予想される融点の約 10℃以下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計 D の浸線を浴液のメニスカスに合わせ、試料を入れた H をコイルスプリング G に差し込み、試料を詰めた部分が D の水銀球の中央にくるようにする。次に 1 分間に約 3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想される融点より約 5℃低い温度から 1 分間に 1℃上昇するように加熱を続ける。

H の内壁と試料との接触部にわずかに浸潤又は崩壊を認めたときの温度を融解し始めの温度とし、試料が完全に融解して透明となったときの温度を融解し終わりの温度とし、融解し終わりの温度を融点とする。

## 第 2 法(2) — 第 2 種物質の場合

脂肪、脂肪酸、パラフィン、ろう等のような粉末にしにくいものに適用する。

### 操作法

試料をできるだけ低温で融解し、これを、泡が入らないようにして両端の開いた毛細管（第 1 法で規定したものと同等なもので、種物質の場合の装置で両端を開いたもの）中に吸い上げて約 10mm の高さとする。この毛細管から試料が流出しないように保ち、を約 10℃以下で約 24 時間放置するか、少なくとも 2 時間氷冷した後、試料の位置が水銀球の中央外側になるようにゴム輪で温度計に取り付け、これを水を入れたビーカーに入れ、試料の上端を水面下約 10mm の位置に保つ。水を絶えずかき混ぜながら加温し、予想される融点より約 5℃低い温度に達した後は、2 分間に 1℃ずつ上昇するように加熱する。H 中で試料が浮上するときの温度を融点とする。

## 3940. 誘導結合プラズマ発光強度測定分光分析法

誘導結合プラズマ発光強度測定分光分析法は、試料中に含まれる被検元素を、誘導結合プラズマ(ICP)により原子化し、及び気化励起し、これらにより得られた原子発光スペクトル線の発光強度を測定することにより定量分析を、また、波長をから被検元素同定量(濃度)を測定することにより定性分析を行う方法である。

### 装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部、及び表示記録データ処理部及び制御システム部からなる。励起源部は、試料を励起させ、発光させる発光部を維持するために電気エネルギーを供給し制御する電源回路及び、制御系及び回路からなり、付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部は発光部に試料を導入するための部分で、ネブライザー、スプレーチャンバー及び噴霧室ドレントラップからなる。発光部は、検液中の被検元素を励起・発光させるための部分で、トーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。トーチは三重管からなり、中心の管から検液が導入される。

プラズマを形成するためのガスにはアルゴンを用いる。発光部からの光の観測方式には、プラズマの側面の光を観測する横方向観測方式とプラズマの中心の光を観測する軸方向観測方式がある。分光測光部は発光部から放射された光を効率よく分光部に導く集光系計、スペクトルを分離する回折格子等の分光器及び検出器からなる。分光器には、波長走査形分光器（モノクロメーター）と波長固定型の同時測定形分光器（ポリクロメーター）がある。なお、190nm以下の真空紫外領域のスペクトル線を測定する場合、分光器内は、真空排気を行うか、アルゴン又は窒素により、空気を置換する必要がある。データ処理部は、データ処理を行い、検量線及び測定結果等を表示する。制御システム部は、最適な条件下で装置を使用するために、ガス流量、トーチ測光位置、励起源部の電力等を制御する。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部には、ディスプレイ、記録装置等がある。方式として、波長走査形分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査形分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

## 操作法

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後、励起源部及び冷却装置の電源スイッチを入れる。真空型分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には、発光部と分光器の間の光軸をアルゴン又は窒素で十分に置換しておく。アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを生成点灯する。水銀ランプの発光線装置に指示された方法を用いて分光器の波長校正を行う。

別に規定する方法で調製した検液、標準液又は比較液を導入し、適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。

定量は、通例、次のいずれかの方法による。なお、定量に際しては、干渉及びバックグラウンドを考慮する必要がある。

- (1) 検量線法 3種以上の濃度の異なる標準液を調製し、それぞれの標準液につき、その発光強度を測定し、得られた値から検量線を作成する。次に測定可能な濃度範囲に調製した検液の発光強度を測定した後、検量線から被検元素量（濃度）を求める。
- (2) 標準添加法 同量の検液3個以上をとり、それぞれに被検元素が段階的に含まれるように標準液を添加し、更に溶媒を加えて一定容量とする。それぞれの溶液につき、発光強度を測定し、横軸に添加した標準被検元素量（濃度）、縦軸に発光強度をとり、グラフにそれぞれの値をプロットする。プロットから得られた回帰線を延長し、横軸との交点と原点との距離から被検元素量（濃度）を求める。ただし、この方法は、(1)による検量線が原点を通る直線の場合のみに適用できる。
- (3) 内標準法 内標準元素の一定量に対して標準被検元素を段階的に加えた標準液を数種類調製する。それぞれの液につき、各元素の分析線波長で標準被検元素による発光強度及び内標準元素による発光強度を同一条件で測定し、標準被検元素による発光強度と内標準元素による発光強度の比を求める。横軸に標準被検元素量（濃度）、縦軸に発光強度の比をとり、検量線を作成する。次に、標準液の場合と同量の内標準元素を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件で得た被検元素による発光強度と内標準元素による発光強度との比を求め、検量線から被検元素量（濃度）を求める。

注意：試験に用いる試薬・試液及びガスは測定の妨げとならないものを用いる。

## 4041. 油脂類試験法

油脂類試験法は、香料以外の脂肪酸、高級脂肪族アルコール類、脂肪酸のエステル類などの油脂類のエステル価、けん化価、酸価、水酸基価及びヨウ素価を測定する方法である。

### 1. エステル価

エステル価とは、試料 1 g 中のエステルをけん化するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「125～164 (油脂類試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、エステル価が、125～164であることを示す。

#### 操作法

別に規定するもののほか、けん化価及び酸価を測定し、次式によりエステル価を求める。

$$\text{エステル価} = \text{けん化価} - \text{酸価}$$

### 2. けん化価

けん化価とは、試料 1 g 中のエステルのけん化及び遊離酸の中和に要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約 1 g を精密に量り、三角フラスコに入れ、エタノール (95) 40mL を加え、必要があれば加温して溶かし、~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ 3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液 20mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間、時々フラスコを振り混ぜながら加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液数滴を加え、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5mol/L 塩酸で滴定する。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。別に空試験を行い、次式によりけん化価を求める。

$$(a-b) \times 28.05$$

$$\text{けん化価} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、a：空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

b：本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (mL)

### 3. 酸 価

酸価とは、試料 1 g を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「15 以下 (油脂類試験法)」とあるのは、次の方法によるとき、酸価が、15 以下であることを示す。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の酸価に応じて表の試料の採取量を精密に量り、エタノール (95) / ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 50mL を加え、必要があれば加温して溶かし、検液とする。冷後、フェノールフタレイン試液 数 2～3 滴を加え、~~0.1mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 で 30 秒間持続する 紅淡赤 色を呈するまで滴定し、次式により酸価を求める。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。使用する溶媒は、あらかじめ使用前にフェノールフタレイン試液 2～3 滴を指示薬として 30 秒間持続する 淡赤紅 色を呈するまで ~~0.1mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 を加える。

$$\text{酸価} = \frac{0.1\text{mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量 (mL)} \times 5.611}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

表

酸価	試料の採取量
5 未満	10 g
5 以上 15 未満	5 g
15 以上 50 未満	3 g
50 以上 120 未満	1 g
120 以上	0.5 g

#### 4. 水酸基価

水酸基価とは、試料 1 g を次の条件でアセチル化するとき、水酸基と結合した酢酸を中和するに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数である。

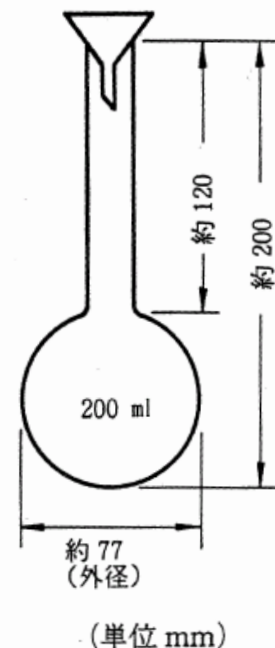
以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「155～187 (油脂類試験法) ただし、酸価は 0 とみなす。」とあるのは、次の方法によるとき、酸価は 0 とみなして ~~た~~ ~~と~~ ~~き~~ 水酸基価が 155～187 であることを示す。

##### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料約 1 g を精密に量り、図のようなに示す丸底フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液 5 mL を正確に量って加え、フラスコの口に小漏斗を載せ、95～100℃の油浴中に底部を約 1 cm 浸して 1 時間加熱する。冷後、水 1 mL を加えてよく振り混ぜ、更に 10 分間加熱し、冷後、漏斗及びフラスコの首部をエタノール (95) 5 mL で洗い込み、過量の酢酸を ~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 1 mL)。別に空試験を行い、次式により水酸基価を求める。

$$\text{水酸基価} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{試料の採取量 (g)}} + \text{酸価}$$



- ただし、a : 空試験における ~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 の消費量 (mL)  
 b : 本試験における ~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 の消費量 (mL)

#### 5. ヨウ素価

ヨウ素価とは、次の条件で測定するとき、試料 100 g に吸収されるハロゲンの量をヨウ素 (I) に換算した g 数である。

### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料のヨウ素価に応じて、表の試料の採取量を小ガラス容器に正確精密に量り、500mLの共栓三角フラスコ中に容器と共に入れ、シクロヘキサン 20mLを加えて溶かし、正確にウイス試液 25mLを加え、よく混和する。密栓して遮光し、20~30℃で30分間（ヨウ素価が100以上のときは1時間）時々振り混ぜて放置する。次にヨウ化カリウム溶液（1→10）20mL及び水 100mLを加えて振り混ぜた後、遊離したヨウ素を 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬デンプン試液 1mL）。別に空試験を行い、次式によりヨウ素価を求める。

$$(a - b) \times 1.269$$

$$\text{ヨウ素価} = \frac{\quad}{\quad}$$

試料の採取量 (g)

ただし、a : 空試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

表

ヨウ素価	試料の採取量
30 未満	1.0 <u>g</u>
30 以上 50 未満	0.6 g
50 以上 100 未満	0.3 g
100 以上	0.2 g

### ☆42. 濁度試験法

**濁度濁度**試験法は、成分規格・保存基準各条の溶状の項に定めた溶媒に対する溶解性を科学的、客観的に判定するための方法である。溶状を観察することにより、物質固有の性状、不純物の存在などを簡単に判別することができる。

以下、本試験法を用いる場合の溶状の項において、例えば、「ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)」とあるのは、本品 1.0 g を量り、水 20mLを加えて溶かした液は、ほとんど澄明であることを示す。

### 操作法

#### (1) 検液の調製

別に規定するもののほか、溶状の項に規定した溶液をネスラー管又は適当な容器内で調製し、必要があれば 20mL をネスラー管にとり、検液とする。

#### (2) 標準液の調製

**濁度標準原液** 0.1mol/L塩酸 14.1mLを正確に量り、水を加えて正確に 50mLとする。この液 1 mLは、塩素 (Cl) 1 mg を含む。

**濁度標準液** **濁度標準原液** 1 mLを正確に量り、水を加えて正確に 100mLとする。この液 1 mL

は、塩素 (Cl) 0.01mg を含む。

### (3) 基準液の調製

澄明 濁度標準液 0.2mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

ほとんど澄明 濁度標準液 0.5mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

わずかに微濁 濁度標準液 1.2mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

微濁 濁度標準液 6 mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

混濁 濁度標準原液 0.3mL を量り、水を加えて 20mL とする。この液に硝酸 (1→3) 1 mL, ~~2w/v%デキストリン~~デキストリン水和物溶液 (1→50) 0.2mL 及び ~~2w/v%~~硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加え、振り混ぜた後、直射日光を避けて 15 分間放置する。

### (4) 試験

別に規定するもののほか、検液と同容量の基準液をネスラー管にとり、直射日光を避けて、30 秒～5 分間振り混ぜた後、上方及び側方から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、規定する用語に対応する基準液の示す濁度より濃くない。また、澄明又はほとんど澄明と規定された液は、浮遊物などの異物の混入をほとんど認めない。

## 4243. 硫酸塩試験法

硫酸塩試験法は、試料添加物中に混在する硫酸塩の許容限度量を試験する方法である。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「 $\text{SO}_4$ として 0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50mL)」とあるのは、本品 1.0 g を量り、試料とし、試験を行い、比較液には、0.005mol/L 硫酸 0.50mL を用いて試験を行うとき、硫酸塩が、 $\text{SO}_4$ として 0.024%以下であることを示す。

### 操作法

#### (1) 検液及び比較液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

試料の量のみを規定する場合は、規定する量の試料を量り、ネスラー管に入れ、水約 30mL を加えて溶かし、液がアルカリ性の場合は、塩酸 (1→4) を加えて中和し、更に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。また、試料液を調製する場合は、試料液をネスラー管に入れ、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。別のネスラー管に別に規定する量の 0.005mol/L 硫酸を量って入れ、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、比較液とする。検液が澄明でない場合は、両液を同じ条件でろ過する。

#### (2) 試験

別に規定するもののほか、検液及び比較液に~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液（3→25）2 mLずつを加えてよく混和し、10 分間放置した後、両ネスラー管を、黒色を背景とし、~~側方~~上方及び~~上方~~側方から観察して濁度を比較するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

#### 4344. 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、試料を硫酸に溶かすとき、硫酸によって容易に呈色する不純物の許容限度を試験する方法である。

##### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

あらかじめ無色の硬質試験管を~~94.5～95.5%硫酸~~硫酸呈色物用硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体の場合は、試験管に~~94.5～95.5%硫酸~~硫酸呈色物用硫酸 5 mLを入れ、別に規定する量の試料を粉末として少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合は、別に規定する量を量り、試験管に入れ、~~94.5～95.5%硫酸~~硫酸呈色物用硫酸 5 mLを加えて振り混ぜる。この間、発熱して温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15 分間放置する。別に規定する比色標準液を別の同質同形の試験管に入れ、比較液とする。両管を、白色を背景とし、上方及び側方から観察して比色するとき、試料の呈する色は、比較液の色より濃くない。

また、試料を硫酸と加熱して溶かすように規定した場合は、試料と硫酸とを試験管に入れ、規定に従い加熱した後、比色する。

#### 4445. ろ紙クロマトグラフィー

ろ紙クロマトグラフィーは、ろ紙を用い、混合物を移動相で展開させてそれぞれの成分に分離する方法であり、物質の確認又は純度の試験などに用いる。

##### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

別に規定するクロマトグラフィー用ろ紙の一端から 40mm の~~所~~ところに鉛筆で線を引き、この線上に別に規定する量の検液と対照液をマイクロピペット又は毛细管を用いて付け、風乾する。このとき、検液を付けたスポットと対照液を付けたスポットとの中心間の距離は、約 25mm とする。次に、あらかじめ別に規定する展開溶媒を入れ、その蒸気で飽和させておいた高さ約 500mm の展開用容器に、このろ紙を入れ、ろ紙が器壁に接触しないように注意して、糸又は針金で栓に垂直につるし、ろ紙の下端約 10mm を展開溶媒中に浸し、容器を密閉して放置する。展開溶媒が試料を付けた点より別に規定する距離まで上昇したとき、ろ紙を容器から取り出し、風乾した後、別に規定する方法によって検液と対照液とのそれぞれから得られたスポットの位置及び色などを比較観察する。

## C 試薬・試液等

別に規定するもののほか、試験に用いる試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、標準品、クロマトグラフィー用担体／充填剤、温度計、ろ紙、ろ過器、ふるい、検知管式ガス測定器、~~付表~~及び参照赤外吸収スペクトルは、次に示すものを用いる。

なお、日本工業規格試薬の規格に適合するもの試薬については、その規格番号を付記した。~~日本工業規格試薬の種類が、特級又は、1級以外である場合には、pH標準液用等の種類のある場合には、種類も付記した。日本工業規格試薬から規格が削除された試薬については、旧規格番号及び最終改正年（西暦）を付記した。~~本規格で用いる試薬の名称が日本工業規格試薬の名称と異なるものには、本規格で用いるの名称の次に日本工業規格の試薬の名称を付記してあるた。認証標準物質は、JIS Q0034に適合しJIS Q0031に規定する認証書が添付されたものをいう。計量法に規定する標準液又は標準ガスは、JIS Q0034に適合し、計量法（昭和26年法律第207号）第144条第1項に基づく証明書が添付されたものをいう。

試薬・試液、容量分析用標準液及び標準液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛及びヒ素をできるだけ含まないものを用いる。

### 1. 試薬・試液

ABTS試液 2, 2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸二アンモニウム) 41mgを量り、少量の水を加えて溶かし、水を加えて10mLとする。用時調製する。

☆BANASS・ブリリアントエロー試液 4, 4'-ビス(4-アミノ-1-ナフチルアゾ)-2, 2'-スチルベンスルホン酸 0.10g及びブリリアントエロー~~0.020g~~20mgを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→250) 3 mLを加えて溶かした後、水 7 mLを加え、メタノールを加えて100 mLとする。褐色ガラス瓶に保存する。

1, 4-BTMSB-d<sub>4</sub> C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>D<sub>4</sub>Si<sub>2</sub> 国際単位系へのトレーサビリティが確保された重水素化1, 4-ビス(トリメチルシリル)ベンゼン。

CHE S緩衝液(0.5mol/L) 2-シクロヘキシルアミノエタンスルホン酸 103gを量り、水 600mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液(1mol/L)で、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整し水を加えて1000mLとする。

CHE S緩衝液(0.1mol/L) 2-シクロヘキシルアミノエタンスルホン酸 20.7gを量り、水 900mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液(1mol/L)で、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整し水を加えて1000mLとする。

DSS-d<sub>6</sub> C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>D<sub>6</sub>NaO<sub>3</sub>SSi [284664-85-3]

国際単位系へのトレーサビリティが確保された3-(トリメチルシリル)-1-プロパン-1, 1, 2, 2, 3, 3-d<sub>6</sub>-スルホン酸ナトリウム

HEPES緩衝液(0.05mol/L) 2-[4-(2-ヒドロキシエチル)-1-ピペラジニル]エタンスルホン酸 11.9gを量り、水 600mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液(0.05mol/L)で、成分規格・保存基準各条等に規定するpHに調整し、水を加えて1000mLとする。

MES緩衝液(0.05mol/L, pH 6.0, 塩化ナトリウム含有) 2-(N-モルホリノ)エタンスルホン酸 n水和物 9.8g及び塩化ナトリウム 17.5gを量り、水 900mLを加えて溶かし、ポリオキ



シエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→20) 1.5mL を加え、pH6.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.04mol/L) 3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸 8.4 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加え 1000mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム含有) 硫酸マグネシウム七水和物 62.3 g 及び塩化ナトリウム 25.3 g を量り、pH7.0 の MOP S 緩衝液 (0.04mol/L) 200mL を加え、温めながらゆっくり溶かす。水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 又は塩酸試液 (2 mol/L) で pH7.0 に調整し、更に pH7.0 の MOP S 緩衝液 (0.04mol/L) を加えて 250mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム・塩化コバルト含有) 塩化コバルト (II) 六水和物溶液 (1→10) 0.1mL を量り、MOP S 緩衝液 (0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム含有) を加えて混和し、10mL とする。

MOP S 緩衝液 (0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有) 硫酸マグネシウム七水和物 123 g 及び 3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸 21.0 g を量り、水 4.8L を加えて溶かし、ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル 50 g を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) で pH7.0 に調整し、水を加え 5 L とする。

☆NN指示薬 2-ヒドロキシー-1-(2-ヒドロキシー-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 0.5 g と硫酸カリウム 50 g を混ぜ、均一になるまでよくすりつぶす。

☆pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 ~~ホウ酸ナトリウム、pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物~~、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用水酸化カルシウム 水酸化カルシウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用炭酸水素ナトリウム 炭酸水素ナトリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物 ~~四シュウ酸カリウム、pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物~~、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用フタル酸水素カリウム フタル酸水素カリウム、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用リン酸水素二ナトリウム ~~リン酸二ナトリウム、無水、pH 測定用リン酸水素二ナトリウム~~、pH 測定用を見よ。

☆pH 測定用リン酸二水素カリウム ~~リン酸二ナトリウム、pH 測定用リン酸二水素カリウム~~、pH 測定用を見よ。

亜鉛 Zn [K8012, 特級] [7440-66-6]

亜鉛, ヒ素分析用 Zn [~~ヒ素分析用~~, K8012, ひ素分析用] [7440-66-6] 【無ヒ素亜鉛, 亜鉛, 無ヒ素】

~~1,000~1,410µm~~ 砂状のものを用いる。ただし、多孔性のものは、一般に溶解が速すぎるので使用しない。操作終了後なお少量が溶けきれずに残り、水素の発生が持続しているものがよい。

亜鉛 (標準試薬標準物質) Zn [容量分析用標準物質, K8005] [7440-66-6] 【亜鉛 (標準試薬)】  
J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

~~亜鉛, 無ヒ素 亜鉛, ヒ素分析用を見よ。~~

亜鉛粉末 Zn [K8013, ひ素分析用] [7440-66-6] 【亜鉛末】

~~亜鉛末~~ 亜鉛粉末を見よ。

~~亜鉛用ジチゾン試液~~ ジチゾン試液, 亜鉛用を見よ。

アカルボース  $C_{25}H_{43}NO_{18}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ アクリフラビン塩酸塩  $C_{27}H_{28}Cl_4N_6$  [8063-24-9] 【塩酸アクリフラビン】

本品は、濃赤褐色の結晶性の粉末である。本品の溶液（1→100）は、赤褐色を呈する。この液1 mLを量り、水30 mLを加えるとき、黄色となり、蛍光を發し、更に塩酸1 mLを加えるとき、蛍光は消える。また本品の溶液（1→10）に炭酸水素ナトリウム溶液（1→20）を加えるとき、泡立つ。

アクリル酸エステル系吸着用樹脂 吸着剤用に製造された多孔性樹脂。

亜酸化窒素  $N_2O$  [10024-97-2]

本品は、無色の気体で、においはない。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いる。

アジ化ナトリウム  $NaN_3$  [K9501, 特級] [26628-22-8]

本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく。

融点 275°C, ~~融点以下で分解する。~~ (分解)

~~亜ジチオン酸ナトリウム~~ ~~亜二チオン酸ナトリウム~~ → 「アニリン」の前に移動

2, 2'-アジノビス(3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸二アンモニウム)  $C_{18}H_{16}N_4O_6S_4 \cdot (NH_4)_2$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

アジピン酸  $HOOC(CH_2)_4COOH$  [124-04-9] 「アジピン酸」

亜硝酸ナトリウム  $NaNO_2$  [K8019, 特級] [7632-00-0]

~~L-アスコルビン酸~~ L (+)-アスコルビン酸  $C_6H_8O_6$  [K9502] [50-81-7] 【L-アスコルビン酸, 鉄試験用アスコルビン酸, アスコルビン酸, 鉄試験用】 ~~「L-アスコルビン酸」~~

L-アスコルビン酸 2-グルコシド, 定量用  $C_{12}H_{18}O_{11}$  [129499-78-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-アスコルビン酸 2-グルコシド ( $C_{12}H_{18}O_{11}$ ) 99.9%以上を含む。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→50）5 mLに過マンガン酸カリウム溶液（1→300）1滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。また、本品の水溶液（1→50）5 mLに ~~2, 6-ジクロロ~~ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2滴を加えるとき、液の色は、直ちに消える。

(2) 沸騰フェーリング試液 5 mLに本品の水溶液（5→40）2～3滴を加え、約5分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき、波数 ~~3, 300~~  $cm^{-1}$ , ~~1, 770~~  $cm^{-1}$ , ~~1, 700~~  $cm^{-1}$ , ~~1, 110~~  $cm^{-1}$  及び ~~1, 060~~  $cm^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 50 mL)

(2) 遊離 L-アスコルビン酸及び遊離 D-グルコース 本品 0.50 g を量り、操作条件に示した移動相に溶かし、正確に 25 mL とし、検液とする。別に ~~L-アスコルビン酸~~ L (+)-アスコルビン酸 0.50 g を量り、移動相に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 1.0 mL を正確に ~~と~~ 量り, 移動相を加えて正確に 100 mL とし、L-アスコルビン酸標準原液とする。この液

1.0~~mL~~は、L-アスコルビン酸 0.2mg を含む。別に~~ブドウ糖~~D (+) -グルコース 0.50 g を移動相に溶かし、正確に 25~~mL~~とする。この液 1.0~~mL~~を正確にとり量り、移動相を加えて正確に 100~~mL~~とし、D-グルコース標準原液とする。この液 1.0~~mL~~は、D-グルコース 0.2mg を含む。これらのL-アスコルビン酸標準原液及びD-グルコース標準原液それぞれ 10~~mL~~を正確にとり量り、移動相を加えて正確に 100~~mL~~とし、~~アスコルビン酸及びD-グルコース標準液~~混合標準液とする。検液、~~アスコルビン酸及びD-グルコース標準液~~混合標準液 10~~µL~~をとり量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの液のL-アスコルビン酸及びD-グルコースのピーク面積を測定するとき、検液のL-アスコルビン酸及びD-グルコースの保持時間に一致する保持時間のピーク面積は、~~アスコルビン酸及びD-グルコース標準液~~混合標準液のL-アスコルビン酸及びD-グルコースの各々のピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん~~ん~~填剤 5~10µm の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4~5mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル/リン酸二水素カリウム・0.5vol%リン酸溶液 (5.44→1,000) 混液 (3 : 2)

流量 0.7~~mL~~/分付近の一定流量

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 2時間)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水 30~~mL~~を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液で 30 秒持続する淡赤色を呈するまで滴定する。

0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 67.65mg  $C_{12}H_{18}O_{11}$

L (+) -アスコルビン酸試液 L (+) -アスコルビン酸 70mg にメタリン酸 1.5 g 及び酢酸 4 mL を加え、水で 100mL とする。

~~アスコルビン酸, 鉄試験用  $C_6H_8O_6$  [L-アスコルビン酸, K9502]~~

アスパラギナーゼ, 酵素活性測定用 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*に限る。) が本来有するアスパラギナーゼ遺伝子を増幅させて生産性を向上させた糸状菌 (*A. niger* ASP-72 株に限る。) より得られた、黄~褐色の澄明な液体又はごくうすい灰色若しくはごくうすい黄色を帯びた白色の顆粒である。本品は、既知の酵素活性を有する。本品の 1 単位は、L-アスパラギンを基質として、pH5.0、37°Cにおいて 1 分間に 1 µmol のアンモニアを遊離する酵素量とする。

~~アスパラギナーゼ活性試験用次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液~~ ~~次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液, アスパラギナーゼ活性試験用をみよ。~~

L-アスパラギン 1 水和物 L-アスパラギン一水和物  $C_4H_8N_2O_3 \cdot H_2O$  [K8021] [5794-13-8]

L-アスパラギン酸ナトリウム L (+) -アスパラギン酸ナトリウム一水和物  $C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$  [3792-50-5] 【L-アスパラギン酸ナトリウム】 「L-アスパラギン酸ナトリウム」

L-α-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル  $C_{14}H_{18}N_2O_5$  [22839-65-2]

本品は、白色の結晶性の粉末で、水に溶ける。

融点 142.0~145.0°C

純度試験 他のアミノ酸又はペプチド化合物 本品の溶液（1→1,000）を検液とし、検液2 ~~μ~~Lにつき、対照液を用いず、クロロホルム/メタノール/水/酢酸混液（32：15：3：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、80℃で30分間乾燥した後、ニンヒドリン試液を噴霧し、80℃で10分間乾燥して自然光下で観察するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

~~アスパルテーム C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 「アスパルテーム」~~

アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン 本品は小麦由来アラビノキシランにアズリンを架橋したものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

アセチルアセトン C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> [K8027]

アセチルアセトン試液 アセチルアセトン1mLと炭酸ナトリウム試液（0.5mol/L）50mLを量り、混和する。用時調製する。

~~N-アセチルグルコサミン、定量用 C<sub>9</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>5</sub> 白色の粉末又は結晶性の粉末である。~~

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

~~純度試験~~

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

~~(2) 類縁物質 本品0.1gを水10mLに溶かし、検液とする。この液1.5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。~~

~~操作条件 「N-アセチルグルコサミン」の定量法を準用する。~~

~~乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 3時間)~~

2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール C<sub>9</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [94944-70-4]

本品は、灰白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノール又はエタノール(95)に溶けやすく、水にやや溶けにくい。

融点 234～236℃

純度試験 本品10.0mgをカルボニル基除去メタノール100 ~~μ~~Lに溶かし、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール以外のピークを認めない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 280nm）

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

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管

移動相 ~~0.2w/v%リン酸~~メタノール/0.2w/v%リン酸混液（45:60:45）

流量 0.6 ~~μ~~L/分

2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン C

$^{15}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_8$

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン0.50 gに塩酸1 mLを加えてかくはんし, エタノール (95) 10mLを加えて水浴中で加熱して溶かした後, 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール0.1 gを加えて溶かす。この溶液を室温まで放冷した後, 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール2, 4-ジニトロフェニルヒドラジンの結晶をろ取する。次にエタノール (95) 5 mLに塩酸1滴を加えた液を用いて再結晶を2回以上繰り返す。得られた結晶をデシケーター中, 室温で24時間乾燥する。冷所に保存し, 調製後1年以内に使用する。

純度試験 類縁物質 「カラメルIII」の純度試験(8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール(ii)操作法に規定する操作条件に従い, 液体クロマトグラフィーにより試験を行う。主ピークの保持時間の4倍の範囲について, 各々のピーク面積を測定し, 面積百分率により主ピークの量を求めるとき, 98%以上である。

N-アセチル-DL-トリプトファン  $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

N-アセチル-DL-メチオニン  $\text{CH}_3\text{SCH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{NHCOCH}_3)\text{COOH}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

アセチレン ~~溶解アセチレンを見よ。~~ $\text{C}_2\text{H}_2$  [溶解アセチレン, K1902] [74-86-2]

アセトアルデヒド  $\text{CH}_3\text{CHO}$  [K8030] [75-07-0]

2-アセトキシ-2-メチルアセト酢酸エチル  $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{O}_5$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

アセトニトリル  $\text{CH}_3\text{CN}$  [K8032, 特級] [75-05-8]

アセトニトリル (HPLC用)  $\text{CH}_3\text{CN}$  [75-05-8]

本品は, 無色澄明の液体である。

含量 99.8%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき, 波数  $3000\text{cm}^{-1}$ ,  $2250\text{cm}^{-1}$ ,  $1440\text{cm}^{-1}$ ,  $1380\text{cm}^{-1}$ ,  $1040\text{cm}^{-1}$ ,  $920\text{cm}^{-1}$ 及び  $750\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

密度 0.780~0.783 g/mL (20°C)

吸光度 蒸留水を対照として本品の吸光度を測定するとき, 波長 200nmで0.05以下, 220nmで0.02以下及び240nmで0.005以下である。

定量法 本品0.2 $\mu\text{L}$ につき, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し, 面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm, 長さ約30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25 $\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの。

カラム温度 60°C

注入口温度 110°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.2mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:200

乾燥減量 1.0%以下 (0.1g, 減圧, 24時間)

アセトン  $\text{CH}_3\text{COCH}_3$  [K8034, 特級] [67-64-1]

亜セレン酸ナトリウム  $\text{Na}_2\text{SeO}_3$  [10102-18-8]

本品は、白色の結晶性の粉末で水にやや溶けやすい。

含量 97.0%以上

純度試験 (1) 溶状 澄明 (2.0 g, 水 20 mL)

(2) セレン酸塩及び硫酸塩 本品 2.0 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、この液 (1) の検液 5 mL を正確に量り、水 10 mL を加えた後、塩酸 (1 → 3) を加えて pH 6.0 に調整し、塩酸 (2 → 3) 1 mL を加え、更に水を加えて正確に 25 mL とする。この液に塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液 (1 → 10) 2 mL を加えて 30 分間放置するとき、濁りを生じない ( $\text{SeO}_4$  として約 0.3% 以下又は  $\text{SO}_4$  として約 0.05% 以下)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、200 mL のヨウ素瓶又は 200 mL の共栓三角フラスコヨウ素フラスコに入れ、水 80 mL、ヨウ化カリウム 3 g 及び塩酸 (2 → 3) 5 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 5 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 0.5 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加える。終点は、液の青色が消えたときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 4.324 mg  $\text{Na}_2\text{SeO}_3$

アゾカゼイン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アゾキシストロビン, 定量用  $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$  [131860-33-8]

本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、アゾキシストロビン ( $\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5$ ) 99.0% 以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $2,723\text{cm}^{-1}$ ,  $1,625\text{cm}^{-1}$ ,  $1,587\text{cm}^{-1}$ ,  $1,201\text{cm}^{-1}$ ,  $1,155\text{cm}^{-1}$  及び  $840\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収を認める。

融点 115~119°C

定量法 本品約 20 mg 及び 1, 4-B TMS B -  $d_4$  約 4 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化アセトニトリル 2 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件操作条件でプロトン共鳴周波数 400 MHz 以上の装置を用いて  $^1\text{H}$  NMR スペクトルを測定する。

1, 4-B TMS B -  $d_4$  のシグナルを  $\delta$  0.23 ppm とし、 $\delta$  3.40~3.80 ppm,  $\delta$  6.43 ppm 及び  $\delta$  8.28 ppm 付近のシグナルの面積強度をそれぞれ  $A_1$  (水素数 6 に相当),  $A_2$  (水素数 1 に相当) 及び  $A_3$  (水素数 1 に相当) とするとき、 $(A_1/6)/A_2$ ,  $(A_1/6)/A_3$  及び  $A_2/A_3$  がそれぞれ 1.0 となることを確認する。1, 4-B TMS B -  $d_4$  のシグナルの面積強度を 18.00 としたときの  $A_1$ ,  $A_2$  及び  $A_3$  の和を  $I$  とし、水素数の和を  $N$ , 1, 4-B TMS B -  $d_4$  の純度を  $P$  (%) とし、次式によりアゾキシストロビンの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

$$\text{アゾキシストロビン } (\text{C}_{22}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5) \text{ の含量 } (\%) = \frac{1, 4\text{-BTMSB-}d_4 \text{ の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 1.781 - (\%)$$

## 測定条件操作条件

スピニング オフ  
<sup>13</sup>C核デカップリング あり  
取り込み時間 4秒以上  
観測スペクトル幅 -5~15ppmを含む20ppm以上  
パルス角 90°  
繰り返しパルス待ち時間 64秒以上  
ダミースキャン 1回以上  
積算回数 8回以上

## アゾコラーゲン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アドバンテームアシッド C<sub>28</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 本品は、N-[3-(3-ヒドロキシ-4-メトキシフェニル)プロピル]-L-α-アスパルチル-L-フェニルアラニンで、白~黄色の粉末である。

含量 本品を無水物換算したものは、アドバンテームアシッド94%以上を含む。

純度試験 (1) 塩化物 Clとして1.0%以下

本品約0.01g-10mgを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウム約0.016g-16mgを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mLとし、標準液Aとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準液Bとする。検液並びに標準液A及びBをそれぞれ30μLずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。標準液A及びBの塩化物イオンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に検液の塩化物イオンのピーク面積を測定し、検量線から検液中の塩化物の濃度を求め、次式により塩化物の量を求める。

$$\text{塩化物の量 (\%)} = \frac{\text{検液中の塩化物の濃度 (g/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10,000$$

## 操作条件

検出器 電気伝導度検出器

カラム充填剤 6μmの液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのポリエーテルケトン管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 炭酸水素ナトリウム201.62mg及び無水炭酸ナトリウム264.98mgを水1,000mLに溶かす。

流量 塩化物イオンの保持時間が約7分になるように調整する。

(2) ナトリウム Naとして5.0%以下

本品約0.01g-10mgを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウム約0.006g-6mgを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に100mLとし、標準液Aとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準液Bとする。検液並びに標準液A及びBをそれぞれ30μLずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。標準液A及びBのナトリウムイオンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に検液のナトリウムイオンのピーク面積を測定し、検量線から検液中のナトリウムの濃度を求め、次式によりナトリウムの量を求める。

$$\text{ナトリウムの量 (\%)} = \frac{\text{検液中のナトリウムの濃度 (g/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10,000$$

操作条件

検出器 電気伝導度検出器

カラム充填剤 3 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のポリエーテルケトン管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 L-ヒスチジン 77.58mg にメタンスルホン酸溶液 (24 $\rightarrow$ 125) 1.25mLを加え, 更に水 1,000mLを加える。

流量 ナトリウムイオンの保持時間が約4分になるように調整する。

水分 1.0%以下 (0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品 0.01g-10mgを量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3)を加えて溶かし, 正確に 50mLとし, 検液とする。検液 20 $\mu$ Lを量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定する。すべての成分のピーク面積の総和を 100とし, それに対する主ピークの面積百分率を求め, C (%)とする。ただし, 面積測定範囲はアドバンテームアシッドの保持時間の6倍までとする。次式により含量を求める。

アドバンテームアシッドの含量 (%)

$$C (\%) = \frac{100 - \text{塩化物の量} - \text{ナトリウムの量} - \text{水分}}{100} \times 100$$

操作条件 「アドバンテーム」の定量法の操作条件を準用する。

アドバンテーム, 定量用  $C_{24}H_{30}N_2O_7 \cdot H_2O$  [714229-20-6]

本品は白~帯黄白色の粉末である。

含量 本品を無水物換算したものは, アドバンテーム ( $C_{24}H_{30}N_2O_7$ ) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定するとき, 波数 3,405 $cm^{-1}$ , 3,320 $cm^{-1}$ , 2,945 $cm^{-1}$ , 1,717 $cm^{-1}$ , 1,661 $cm^{-1}$ , 1,582 $cm^{-1}$ , 1,376 $cm^{-1}$ , 1,242 $cm^{-1}$ , 1,131 $cm^{-1}$ 及び703 $cm^{-1}$ 付近に吸収帯を認める。

~~純度試験 (1)~~ 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -39 \sim -46^\circ$  (0.2g, エタノール (99.5), 100mL, 無水物換算)

純度試験 類縁物質 アドバンテームアシッドとして1.0%以下

本品約0.1gを精密に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3)を加えて溶かし, 正確に 100mLとし, 検液とする。別にアドバンテームアシッド約 0.1gを精密に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3)を加えて溶かし, 正確に 100mLとする。この液 2mLを正確に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3)を加えて正確に 20mLとする。この液 2mLを正確に量り, 水/アセトニトリル混液 (7:3)を加えて正確に 20mLとし, 標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 $\mu$ Lずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のアドバンテーム以外のピークの合計面積及び標準液のアドバンテームアシッドのピーク面積  $A_T$ 及び  $A_S$ を測定し, 次式により類縁物質の量を求める。ただし, 面積測定範囲はアドバンテームアシ



ツドの保持時間の3倍までとする。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{\text{WM}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S}$$

ただし、WM: アドバンテームアシッドの採取量 (g)

操作条件 「アドバンテーム」の純度試験(3)の操作条件を準用する。

水分 5.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.2%以下 (550°C, 3時間)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、エタノール 100mL を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、~~通例~~、電位差計を用いる、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 45.85mg  $C_{24}H_{30}N_2O_7$

アデノシン 3'-リン酸ナトリウム塩  $C_{10}H_{14}N_5O_7P \cdot 2Na^+$  [4958-39-8] 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アデノシン 5'-リン酸ナトリウム塩  $C_{10}H_{14}N_5O_7P \cdot mNa^+ \cdot nH_2O$  [149022-20-8] 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-アニシジン  $CH_3OC_6H_4NH_2$  [104-94-9]

本品は、白～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

~~純度試験~~—融点 57～60°C

p-アニシジン・フタル酸試液 p-アニシジン 1.23 g 及びフタル酸 1.66 g を量り、メタノールに溶かし、100mL とする。密栓し、遮光して、冷所に保存する。

~~p-アニスアルデヒド-4-メトキシベンズアルデヒドを見よ。~~

~~0.5%p-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液-0.5%4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液を見よ。~~

~~p-アニスアルデヒド・硫酸試液-4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を見よ。~~

☆亜二チオン酸ナトリウム  $Na_2S_2O_4$  ~~[K8737]~~ [7775-14-6] 【ヒドロサルファイトナトリウム, 亜ジチオン酸ナトリウム】

本品は、白～灰白色の結晶性の粉末で、二酸化硫黄の強い刺激臭がある。

含量 85.0%以上

定量法 ホルムアルデヒド液 10mL 及び水 (溶存酸素除去) 10mL に、指示薬としてフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で中和した後、本品約 1.5 g を精密に量り、密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、正確に 250mL とし、検液とする。検液 25mL を正確に量り、塩酸試液 (1 mol/L) 4 mL を加え、0.05mol/L ヨウ素溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに、指示薬としてデンプン試液 3 mL を加え、終点は液の色が青色となるときとする。別に空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 4.353mg  $Na_2S_2O_4$

アニリン  $C_6H_5NH_2$  [K8042, 特級] [62-53-3]

アニリンアゾシフェアール塩色素  $C_{16}H_{11}N_2NaO_4S$  [1934-20-9]

本品は、6-ヒドロキシ-5-(フェニルアゾ)-2-ナフトレンスルホン酸一ナトリウムで、

だいだい赤黄赤～赤みの黄色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (483nm付近 480～486nm の極大吸収部) = 595450 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、~~た液は、~~波長 480～486nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 480～486nm の極大吸収部における吸光度を測定する。~~し、~~比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の色素~~ A 液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて正確に 100mL とする。この液 20 $\mu$ L を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 5 号中の純度試験 (5) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5mg を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 25mL とし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～40 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピーク的面積百分率を求めるとき、95.0% 以上である。

操作条件

検出器 可視吸光度計 (測定波長 485nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル (HPLC 用)

濃度勾配 A : B (65 : 35) で 10 分間保持し、A : B (65 : 35) から (10 : 90) までの直線濃度勾配を 10 分間行い、A : B (90 : 10) で 20 分間保持する。

流量 1.0mL/分

アミドール試液 2, 4-ジアミノフェノール二塩酸塩 0.50g 及び亜硫酸水素ナトリウム 10.0g を量り、水を加えて溶かし、50mL とした後、ろ過する。用時調製する。

アミドブラック 10B  $C_{22}H_{14}N_6O_9S_2Na_2$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

アミドブラック試液 アミドブラック 10B 0.1g を量り、エタノール (95) / 水混液 (1 : 4) 50mL を加えて溶かす。

アミド硫酸 (標準物質)  $HOSO_2NH_2$  [容量分析用標準物質, アミド硫酸, K8005] [5329-14-6]

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

アミド硫酸アンモニウム  $NH_4OSO_2NH_2$  [K8588, 特級] [7773-06-0] 【スルファミン酸アンモニウム】

2-アミノ安息香酸  $C_7H_7NO_2$  [118-92-3]

本品は白～褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (335nm 付近の極大吸収部) = 0.55 以上

本品約 0.2 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かして正確に 100mL とする。この液につき、エタノール (95) を対照として波長 335nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

純度試験 溶状 ほとんど澄明 (1 g, エタノール (95) 20mL)

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、エタノール (99.5) 15mL を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 13.71mg  $C_7H_7NO_2$

4-アミノアンチピリン  $C_{11}H_{13}N_3O$  [4-アミノ-2,3-ジメチル-1-フェニル-5-ピラゾロン, K8048, 特級] [83-07-8]

4-アミノアンチピリン試液 (0.009mol/L) 4-アミノアンチピリン 1.83 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。ガラス容器に遮光して、30°C で保存する。調製し、24 時間放置した後使用する。

~~アミノ化ポリビニルアルコールゲル, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル~~ → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~アミノ基結合型シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル~~ → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

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

2-アミノ-5-スルホ安息香酸  $C_7H_7NO_5S$  [3577-63-7]

本品は、白～うすい赤みの黄色の結晶、粉末又は塊である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (256~262nm の極大吸収部) = 522~638

本品約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に 100mL とし、A液とする。A液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 50mL とした液は、波長 256~262nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 256~262nm の極大吸収部における吸光度  $A_B$  を測定し、次式により比吸光度を求める。

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = A_B \times \frac{10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 比吸光度の A 液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 20μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~30 分の間に現れるピーク面積を測定する。A 液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0% 以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 260nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液/アセトニトリル  
(HPLC用) 混液 (80:20)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 2.0%以下 (50mg, 135°C, 6時間)

~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~ 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物  $C_{10}H_8NNaO_3S \cdot 4H_2O$  [130-13-2] 【4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム】

本品は、白～類白うすい赤色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\%}^{1cm}$  (~~319nm~~316~322nm 付近の極大吸収部) = ~~338~~280 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その~~0.0100g~~約10mgを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、~~吸光度を測定する。また、た液は、~~波長~~237~~234~240nm及び~~319~~316~322nmのそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長316~322nmの極大吸収部における、吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の芳香族化合物~~A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mLとする。この液20μLを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色2号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

(1)溶状 ほとんど澄明(10mg, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) 100mL)

(2)類縁物質 本品5mgを量り、移動相を加えて正確に50mLとし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~20分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 238nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L):アセトニトリル(HPLC用)(19:1)

流量 1.0mL/分

水分 20.5~24.4%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸  $C_{10}H_5(NH_2)(OH)SO_3H$  [K8050, 特級]  
[116-63-2]

1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸0.2gを量り、亜硫酸水素ナトリウム溶液(3→20) 195mL及び~~無水亜硫酸ナトリウム~~亜硫酸ナ

トリウム溶液 (1→5) 5 ml を加えて溶かし、必要があればろ過する。密栓して冷暗所に保存する。調製後 10 日以内に使用する。

2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール  $\text{H}_2\text{NC}(\text{CH}_2\text{OH})_3$  [K9704, 特級] [77-86-1] 【トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン】

4-アミノベンゼンスルホン酸  $\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$  [121-57-3]

本品は、白～類白わずかにうすい褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (248nm付近 245~251nm の極大吸収部) = 869850 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、これを A 液とする。A 液 10ml を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とし、吸光度を測定する。た液は、波長 245~251nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、248nm 付近波長 245~251nm の極大吸収部における吸光度を測定するし、比吸光度を求める。

純度試験 他の芳香族化合物—A 液 10ml を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて正確に 100ml とする。この液 20 $\mu$ l を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 4 号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。 (1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5mg を量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ 10 $\mu$ l ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~20 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピーク的面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 250nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル (HPLC用) 混液 (4:1)

流量 1.0mL/分

4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸  $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_4\text{S}$  [6471-78-9]

本品は、類白～うすい黄色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (250nm付近 247~253nm の極大吸収部) = 362 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、これを A 液とする。A 液 10ml を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とした液は、波長 248 209~215nm, 250 247~253nm 及び 291 288~294nm のそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 250nm 付近 247~253nm の極大吸収部におけ

る吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の芳香族化合物~~ A液1.0mLを正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）~~を加えて正確に100mlとする。~~この液20μlを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色40号中の純度試験(8)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸のピーク以外を認めない。~~

(1)溶状 ほとんど澄明（10mg、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）100mL）

(2)類縁物質 本品 10mg を量り、移動相を加えて正確に 25mL とし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～20 分間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 290nm）

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

カラム 内径 4.6mm，長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル（HPLC用）混液（3：1）

流量 1.0mL/分

水分 5.0%以下（50mg，電量滴定法）

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン，水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

#### アミラーゼ（結晶）

~~本品は、枯草菌液化型アミラーゼで、白色の結晶性の粉末で、においが無い。~~

~~あらかじめ、デンプン約 1g を精密に量り、105℃で 4 時間乾燥してその減量を測定する。別に乾燥物 2.0g に対応するデンプンの量を量り、ネスラー管に入れ、リン酸緩衝液（pH7）5ml 及び水を加えて 50ml とし、時々振り混ぜながら水浴中で 10 分間加熱した後、40℃で 30 分間放置する。この液に本品の溶液（1→1,000）0.5ml を加えてよく振り混ぜ、40℃で 30 分間放置した後、水酸化ナトリウム溶液（1→25）1ml を加えて振り混ぜ、冷却し、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えて 2 回倒立させるとき、均等な紅色を呈する。~~

α-アミラーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち、いずれかを使用する。

①pH4.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）

②pH5.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）

③pH6.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）

④pH7.0 のリン酸緩衝液（1 / 3 mol/L）

⑤リン酸緩衝液（塩化ナトリウム含有）

⑥酢酸緩衝液（0.2mol/L，pH6.0，塩化カルシウム・塩化ナトリウム含有）

⑦pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液（0.5mol/L）

β-アミラーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち、いずれかを使用する。

①pH4.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）

- ②pH5.0の酢酸緩衝液(1mol/L)
- ③pH5.5の酢酸緩衝液(1mol/L)
- ④pH6.0の酢酸緩衝液(1mol/L)
- ⑤pH7.0のリン酸緩衝液(1/3mol/L)
- ⑥リン酸緩衝液(塩化ナトリウム含有)

~~アミラーゼ試液 アミラーゼ(結晶)0.2gを量り、水100mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。用時調製する。~~

α-アミラーゼ用試料希釈液 以下のうち、いずれかを使用する。

- ①炭酸カルシウム0.84g及び塩化ナトリウム0.29gを量り、水を加えて溶かし100mLとし、更に水を加えて500倍容量に薄める。
- ②硫酸カルシウム二水和物0.34g、ホウ酸0.53g及び四ホウ酸ナトリウム十水和物0.14gを量り、水を加えて溶かし、ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル溶液(1→10)0.5mL及び水を加えて1000mLとする。
- ③ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル25mg及び塩化カルシウム二水和物4.41gを量り、水を加えて溶かし1000mLとする。
- ④冷却した塩化ナトリウム溶液(3→500)
- ⑤酢酸カルシウム試液(0.2mol/L)5mL、酢酸ナトリウム試液(1mol/L)20mL及び塩化ナトリウム試液(2mol/L)50mLを量り、約800mLの水に加え、酢酸試液(0.1mol/L)でpH6.0に調整した後、水を加え1000mLとする。
- ⑥pH7.0のリン酸緩衝液(0.02mol/L)
- ⑦塩化カルシウム二水和物0.29gを量り、水800mLを加えて溶かし、塩化ナトリウム試液(2mol/L)5mL、pH6.0の酢酸緩衝液(1mol/L)2mL及び水を加えて1000mLとする。
- ⑧塩化ナトリウム1.46gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.1mol/L)250mLを加えて溶かす。
- ⑨ウシ血清アルブミン(酵素用)1.0gを量り、マレイン酸試液(0.05mol/L、pH5.6)100mLを加えて溶かす。
- ⑩pH7.0のリン酸緩衝液(0.1mol/L)
- ⑪塩化カルシウム二水和物0.15gを量り、水800mLを加えて溶かし、pH6.0の酢酸緩衝液(1mol/L)50mL及び水を加え1000mLとする。

β-アミラーゼ用試料希釈液 以下のうち、いずれかを使用する。

- ①アルブミン(卵由来)1.0g及びL-システイン塩酸塩一水和物0.35gを量り、pH6.0の酢酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて溶かし、1000mLとする。
- ②炭酸カルシウム0.84g及び塩化ナトリウム0.29gを量り、水を加えて溶かし100mLとし、更に水を加えて500倍容量に薄める。

~~アミルアルコール、イソ-3-メチル-1-ブタノールを見よ。~~

アミロース 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アミロース試液 アミロース1.2gを量り、ジメチルスルホキシド100mLを加えてよく混合し、70℃、20分加温した後、遠心分離(10000×g、10分間)して不溶物を除き、25℃で保管する。

L-アラニル-プロリル-グリシン C<sub>10</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アラビアゴム 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アラビアゴム試液 塩化ナトリウム17.9g及びリン酸二水素カリウム0.41gを量り、水400mL及び

グリセリン 540mL を加え溶かし、かくはんしながらアラビアゴム 6.0 g を少量ずつ加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。

**L-アラビトール**  $C_5H_{12}O_5$  [7643-75-6]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 20ml)

融点 102~104°C

水分 0.5%以下 (~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下 (2 g)

アラビナン 本品はアラビノースを主体とする多糖類である。酵素活性試験法に適するものを用いる。

**L-アラビノース, 定量用**  $C_5H_{10}O_5$  [87-72-9]

白色の結晶又は粉末である。

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

純度試験 (2) 類縁物質 本品 1.0 g を水 25ml に溶かし, 検液とする。この液 1 ml を正確に量り, 水を加えて正確に 100ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10ul ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「L-アラビノース」の定量法の操作条件を準用する。

アラビノガラクトラン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アラビノキシラン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~アリザリン S~~ ~~アリザリンレッド S~~ を見よ。

~~アリザリンエロ CG~~  $C_{13}H_8N_3NaO_6$  ~~[K8056]~~

~~アリザリンエロ CG 試液~~ ~~アリザリンエロ CG 0.1 g を量り, エタノール (95) 100ml を加えて溶かし, 必要があればろ過する。~~

~~アリザリンエロ CG・チモールフタレイン試液~~ ~~アリザリンエロ CG 試液 10ml とチモールフタレイン試液 20ml とを混和する。~~

**アリザリンレッド S**  $C_{14}H_5O_2(OH)_2SO_3Na \cdot H_2O$  [K8057, 特級] [130-22-3] **【アリザリン S】**

~~亜硫酸亜硫酸水~~  $H_2SO_3$  ~~[亜硫酸水, K8058]~~ [7782-99-2] **【亜硫酸】**

本品は、無色透明な液体で刺激臭があり, 空気中で徐々に酸化される。

含量  $SO_2$  として 5.0% 以上

定量法 水 10mL に 0.05mol/L ヨウ素溶液 25mL を正確に加え, 直ちに密栓し, 質量を精密に量る。

更に, 本品 1 mL を加え, 再び直ちに密栓し, 質量を精密に量る。0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに, 指示薬としてデンプン試液 3 mL を加え, 終点は, 液の色が消えるときとする。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 3.203mg  $SO_2$

**亜硫酸水素ナトリウム**  $NaHSO_3$  [K8059, 特級] [7631-90-5]

~~亜硫酸水素ナトリウム試液~~ ~~亜硫酸水素ナトリウム 10 g を量り, 水を加えて溶かし, 30ml とする。用時調製する。~~



~~亜硫酸ナトリウム, 無水亜硫酸ナトリウム~~  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  [~~亜硫酸ナトリウム, K8061~~] [7757-83-7]

~~【無水亜硫酸ナトリウム, 亜硫酸ナトリウム, 無水】~~

~~アルカリ性クエン酸銅試液—クエン酸銅試液, アルカリ性を見よ。~~

~~アルカリ性ピロガロール溶液—ピロガロール溶液, アルカリ性を見よ。~~

L-アルギニン塩酸塩  $\text{H}_2\text{N}(\text{HN})\text{CNH}(\text{CH}_2)_3\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}\cdot\text{HCl}$  [~~l=アルギニン=塩酸塩, K9046:1972~~] [1119-34-2]

本品は、白色の微細結晶である。~~又は結晶性の粉末で, 水に溶解しやすい。~~

~~確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) に 30w/v% 水酸化ナトリウム溶液 5ml を加えて煮沸するとアンモニアを発生する。~~

~~(2) 本品の水溶液 (1→100) 1ml を氷水中で冷却し, 10w/v% 水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1ml と 0.02w/v%  $\alpha$ -ナフトール溶液 (1→5000) 1ml を加え, 次亜塩素酸ナトリウム溶液 (有効塩素 5%) 0.3ml を加えて振り混ぜると赤だいたい色を呈する。~~

~~純度試験 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +22.3 \sim +23.0$  (105°C, 3時間乾燥後測定する)~~

含量 99.0%以上

純度試験 他のアミノ酸 本品 0.10g を量り, 水で正確に 10mL とし, 検液とする。薄層板の下端から約 20mm 上の位置を原線とし, 原線上の左右両端から少なくとも 10mm 離れた位置に, 検液 5 $\mu$ L を 10mm 以上の間隔で 2~6mm の円形状にスポットし, 乾燥する。展開容器の内壁に沿ってろ紙を巻き, ろ紙を展開溶媒で湿らせ, 更に展開溶媒を約 10mm の深さに入れ, 展開容器を密閉した後, 室温で約 1 時間放置して展開溶媒の蒸気を飽和させる。展開溶媒は, 1-ブタノール/アセトン/水/ジシクロヘキシルアミン混液 (10:10:5:2), 1-プロパノール/アンモニア水混液 (67:33) 又はエタノール (99.5) /水/アンモニア水 (28) /1-ブタノール混液 (2:1:1:1) とする。これに薄層板を器壁に触れないように入れ, 容器を密閉し, 室温で放置して展開させる。展開溶媒の先端が原線から約 10cm の距離まで上昇したとき, 薄層板を取り出し, 直ちに溶媒の先端の位置に印を付けて風乾後, 100°C で 30 分間乾燥し, 放冷する。これに, ニンヒドリン・アセトン溶液 (1→50) を噴霧し, 80°C で 10 分間加熱して発色させたとき, スポットは 1 つより多く検出しない。ただし, 薄層板には, 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし, 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.1g を精密に量り, ギ酸 2mL に溶かし, 0.1mol/L 過塩素酸 15mL を正確に加え, 水浴上で 30 分間加熱する。冷後, 酢酸 45mL を加え, 過量の過塩素酸を 0.1mol/L 酢酸ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極はガラス電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 10.53mg  $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2\cdot\text{HCl}$

アルギン酸ナトリウム ( $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_6\text{Na}$ )<sub>n</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

アルデヒドデヒドロゲナーゼ 本品は, 白色の粉末である。

酵素活性 本品は, 1mg 当たり 2 単位以上の酵素活性を有する。

酵素活性測定法

(i) 試料溶液

本品約 20mg を精密に量り, 水 1mL に溶かし, 氷冷したウシ血清アルブミン溶液 (1→100) を加えて正確に 200mL とする。

(ii) 操作法

$\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド 20.0mg を量り、水に溶かして正確に 1 mL とする。この液 0.20 mL, ピラゾール溶液 (17→2500) 0.10 mL 及び試料溶液 0.10 mL をピロリン酸塩緩衝液 (pH9.0) 2.50 mL に入れ、かき混ぜた後、密栓して  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  で 2 分間放置する。この液にアセトアルデヒド溶液 (3→1,000) 0.01 mL を加えてかき混ぜた後、密栓し、紫外可視吸光度測定法により波長 340nm における吸光度を 30 秒毎に測定し、時間と吸光度の関係が直線を示す部分より 1 分間当たりの吸光度の変化 ( $\Delta A$ ) を求め、次式により酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にアセトアルデヒド 1  $\mu\text{mol}$  を酸化させる酵素量を 1 単位とする。

$$2.91 \times \Delta A \times 200$$

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/mg)} = \frac{\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/mg)} \times 2.91 \times \Delta A \times 200}{6.3 \times \text{試料の採取量 (g)} \times 0.10 \times 1,000}$$

**アルデヒドデヒドロゲナーゼ試液** アルデヒドデヒドロゲナーゼ 70 単位に相当する量をとり量り、水 10 mL に溶かす。用時調製する。

**アルブミン (卵由来)** オボアルブミン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

**アルブミン試液** 新鮮な鶏の卵 1 個から注意して卵白を分取し、水 100 mL を加え、よく振り混ぜて卵白が水と混和した後、ろ過する。用時調製する。

~~アルミナ 本品は、白色の粉末で、ほとんどにおいがなく、味もない。水又は有機溶媒に溶けない。粉末度 本品は、標準網ふるい 150 $\mu\text{m}$  を通過し、標準網ふるい 75 $\mu\text{m}$  をほとんど通過しない。液性 pH11.0 以下~~

~~本品 50 g を量り、水 200 mL を加え、30 分間煮沸し、冷後、ろ過した液について測定する。~~

~~吸着度 0.1~0.2~~

~~内径 18mm のガラス管の一端にガラス綿を詰め、その中に本品 30 g を入れ、軽くたたいてその層の高さが変わらなくなるまで詰める。次にこのアルミナ層の表面を小円形紙で覆い、これにベンゼンを入れ、流下させる。アルミナ層が完全に潤され、ベンゼンの液面がアルミナ層の上面に達したとき、直ちにピクリン酸・ベンゼン溶液 (1→20) 20 mL を流下させる。ピクリン酸・ベンゼン溶液 (1→20) の液面がアルミナ層の上面に達したとき、更にベンゼン 20 mL を流下させ、その後アルミナ層及びピクリン酸の吸着した層の高さを測定し、それぞれの値を L 及び 1 とし、次式によって吸着度を求める。~~

$$\text{吸着度} = L / (1 \times 30)$$

~~アルミニウム Al [K8069]~~

~~安息香酸  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$  [K8073]~~

**安息香酸メチル  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOCH}_3$  [93-58-3]**

無色澄明の液体である。

屈折率  $n_D^{20} = 1.515 \sim 1.520$

比重  $d_4^{20} = 1.087 \sim 1.095$

純度試験 本品 0.1 mL を「チアミン塩酸塩」の定量法の移動相に溶かし、50 mL とする。この液 10  $\mu\text{L}$  につき、「チアミン塩酸塩」の定量法の操作条件に従い、液体クロマトグラフィーによ

り試験を行う。主ピークの保持時間の約2倍の範囲について、各々のピーク面積を測定し、安息香酸メチルの量を求めるとき、99.0%以上である。

アントラキノン C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> [84-65-1]

本品はうすい黄～うすい黄褐色の粉末である。

溶状 ほとんど澄明 (0.1 g, 水浴中加熱 トルエン 20mL)

融点 282～288℃

アントロン C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O ~~[K8082]~~ [90-44-8]

本品は、淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 1660 cm<sup>-1</sup>, 1600cm<sup>-1</sup>, 1470cm<sup>-1</sup>, 1400cm<sup>-1</sup>, 1310cm<sup>-1</sup>, 1170cm<sup>-1</sup>, 930cm<sup>-1</sup>及び710cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

融点 154～160℃

純度試験 (1) 類縁物質 本品 0.1 g を量り、200mL のメスフラスコに入れ、硫酸 (2→3) 100mL に溶かし、硫酸 (2→3) で 200mL としたものを A 液とする。D (+) -グルコース 0.50 g を水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加え正確に 100mL とする。この液 1 mL を 50mL の共通すり合わせ平底試験管に正確に量り、A 液 25mL を正確に加えて、検液とする。水 1 mL を 50mL の共通すり合わせ平底試験管に正確に量り、A 液 25mL を正確に加えて、空試験液とする。検液及び空試験液それぞれを振り混ぜ、水浴中で 10 分間加熱後、氷水中で冷却する。検液は、紫外可視吸光度測定法により、空試験液を対照として、波長 625nm における吸光度を測定する。空試験液は、紫外可視吸光度測定法により、水を対照として、波長 625nm における吸光度を測定する。このとき、検液の吸光度は 0.70 以上及び空試験液の吸光度は 0.05 以下である。

(2) アントラキノン 1.0%以下

本品 0.50 g を量り、アセトニトリルで正確に 100mL にする。その 20mL を正確に量り、アセトニトリルで正確に 200mL とし、検液とする。別に、アントラキノン 50mg を量り、アセトニトリル 80mL で溶かし、アセトニトリルで正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り、検液 20mL を正確に量って加え、アセトニトリルで正確に 200mL とし、比較液とする。

検液及び比較液をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、それぞれのピーク面積を測定する。検液及び比較液の示すアントラキノンのピーク面積の A<sub>1</sub> 及び A<sub>2</sub> を求めるとき、A<sub>1</sub> は A<sub>2</sub> - A<sub>1</sub> より大きくない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用フェニル基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30～40℃の一定温度

移動相 アセトニトリル 60mL に水 140mL を加え、水酸化テトラブチルアンモニウム・メタノール試液 2.5mL を加えた液を、リン酸 (1→2) で pH3.0 に調整する。

流量 1.0mL/分

アントロン試液 アントロン ~~0.05~~50mg～0.2 g を量り、硫酸 100~~mL~~mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~アンモニウム緩衝液 (pH10.7) →「イオンクロマトグラフィー用精製水」の前に移動

アンモニア試液 アンモニア水 (28) 400mL を量り、水を加えて 1,000mL とする。

アンモニア水  $\text{NH}_4\text{OH}$  [K8085, 特級又はK9903] [1336-21-6]

~~アンモニア水~~ アンモニア水 (28)  $\text{NH}_4\text{OH}$  [K8085, 特級, 濃度 28% 比重約 0.90] [1336-21-6] 【アンモニア水】

アンモニア水・塩化アンモニウム試液 塩化アンモニウム 7.0 g にアンモニア水 57mL を加え、水で 100mL にする。ポリエチレン瓶に密栓して保存する。

☆アンモニウム緩衝液 (pH10.0) 【塩化アンモニウム緩衝液 (pH10)】 塩化アンモニウム 5.4 g を量り、アンモニア水 (28) 21mL 及び水を加えて溶かして 100mL とする。

☆アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 【アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)】 塩化アンモニウム 67.5 g を量り、アンモニア水 (28) 570mL を加えて溶かし、新たに煮沸し冷却した水を加えて 1,000mL とする。

イオンクロマトグラフィー用精製水 精製水を蒸留したもので、電気伝導度が  $1\ \mu\text{s}/\text{cm}$  以下のもの等、イオンクロマトグラフィーに適したものをを用いる。

~~イソアミルアルコール 3-メチル-1-ブタノールを見よ。~~

~~イソオクタン 2, 2, 4-トリメチルペンタンを見よ。~~

~~イソオクタン試液 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液~~ → 「トルエン」の前に移動

イソクエルシトリン  $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}$  [482-35-9]

本品は、淡黄～黄色の粉末である。

確認試験 本品及び定量用ルチン約 10mg ずつを量り、少量のメタノールに溶かした後、水/アセトニトリル/リン酸混液 (80 : 20 : 0.1) を加えて 10mL とし、それぞれ検液及び標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10 $\mu\text{L}$  につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。ただし、検出器は、フォトダイオードアレイ検出器を用いる。測定波長 254nm で測定するとき、検液の主ピークの保持時間は標準液のルチンのピークの保持時間より遅い。また、このピークの測定波長 200～400nm の吸収スペクトルを標準液のルチンのピークの吸収スペクトルと比較するとき、同一波長のところに吸収の極大を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験の検液 10 $\mu\text{L}$  につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、75.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

イソチオシアン酸アリル, 定量用  $\text{C}_4\text{H}_5\text{NS}$  [57-06-7]

本品は、無～黄褐色の透明な液体で、催涙性及び刺激臭がある。

含量 99.0%以上

定量法 本品を 1 $\mu\text{L}$  量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸アリルの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して 20%メチルフェニルシリコーンポリマー

担体 180～250 $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3mm, 長さ 2 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 120℃

検出器温度 250℃

注入口温度 200℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 20mL/分

測定時間 主ピークの保持時間の3倍までの時間とする。

イソチオシアン酸 sec-ブチル C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NS [4426-79-3]

本品は、無～黄褐色、透明な液体である。

含量 99.0%以上

定量法 本品を1μLを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸 sec-ブチルの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して20%メチルフェニルシロコンポリマー

担体 180～250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3mm、長さ2mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 120℃

検出器温度 250℃

注入口温度 200℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 20mL/分

測定時間 主ピークの保持時間の3倍までの時間とする。

イソチオシアン酸 3-ブテニル C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>NS [3386-97-8]

本品は、無～黄色の透明な液体である。

含量 95.0%以上

定量法 本品0.5μLを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸 3-ブテニルの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.2～0.25mm、長さ50～60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.2～0.4μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 80℃で注入し、毎分4℃で250℃まで昇温する。

検出器温度 250℃

注入口温度 100℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸 3-ブテニルの保持時間が10～30分になるように調節する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:50

測定時間 42分

~~イソブチルアルコール 2-メチル-1-プロパノールを見よ。~~

~~イソプロピルアルコール 2-プロパノールを見よ。~~

~~イソプロピルアルコール, ビタミンA測定用 2-プロパノール, ビタミンA測定用を見よ。~~

イソマルツロース  $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$  6-O- $\alpha$ -D-グルコピラノシル-D-フルクトース  
酵素活性試験法に適するものを用いる。

一酸化炭素 CO [630-08-0]

本品は、無色の気体である。ギ酸に硫酸を作用させて発生する気体を水酸化ナトリウム試液層に通して調製する。耐圧金属製密封容器に入れたものを用いてもよい。

~~二酸化鉛 酸化鉛 (II) を見よ。~~

イヌリン (ダリア由来)  $(C_6H_{10}O_5)_n$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

イヌリン (チコリ由来)  $(C_6H_{10}O_5)_n$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

myo-イノシトール, 定量用  $C_6H_{12}O_6$  [87-89-8]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

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

純度試験 類縁物質 本品 0.2 g を水 20~~mL~~mL に溶かし、検液とする。この液 1 ~~mL~~mL を正確に量り、水を加えて正確に 100~~mL~~mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10~~µL~~µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、各ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピークの面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件 「myo-イノシトール」の定量法の操作条件を準用する。

~~5'-イノシン酸二ナトリウム 5'-イノシン酸二ナトリウム n 水和物  $C_{10}H_{11}N_4Na_2O_8P \cdot 6\cancel{=}8\cancel{=}nH_2O$  [4691-65-0] 【5'-イノシン酸二ナトリウム】「5'-イノシン酸二ナトリウム」~~

イミダゾール, 水分測定用  $C_3H_4N_2$  [288-32-4]

白色の結晶性の粉末で、水又はメタノールに極めて溶けやすい。

融点 89~92°C

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (313nm) = 0.031 以下 (8 g, 水, 100~~mL~~mL)。-

水分 本品 1 ~~mL~~mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

☆ 2, 2'-イミノジエタノール塩酸塩  $C_4H_{11}NO_2 \cdot HCl$  [14426-21-2] 【塩酸ジエタノールアミン】

淡黄色の液体である。

屈折率  $n_D^{20}$  = 1.515~1.519

比重  $d_{20}^{20}$  = 1.259~1.263

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

~~陰イオン交換樹脂, 強塩基性強塩基性陰イオン交換樹脂 → 「強酢酸第二銅試液」の前に移動~~

~~陰イオン交換樹脂, 弱塩基性弱塩基性陰イオン交換樹脂 (OH型) → 「弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体」の前に移動~~

インジゴカルミン  $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$  [K8092, 特級] [860-22-0]

インジゴカルミン試液 インジゴカルミン ( $C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ ) 0.18 g に対応する量のインジゴ

カルミンを量り、水を加えて溶かし、100~~mL~~mLとする。調製後2か月以内に用いる。

**ウィイス試液** 三塩化ヨウ素7.9g及びヨウ素8.9gを~~とり量り~~、それぞれを酢酸に溶かした後、両液を混和し、更に酢酸を加えて1~~=000mL~~mLとする。遮光したガラス容器に入れて保存する。

**ウシ血清アルブミン** ウシ血清から得られたもので、アルブミン95%以上を含む。

**ウシ血清アルブミン(酵素用)** 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ウシ胆汁末 微生物試験用に製造したもの。~~

**ウラニン**  $C_{20}H_{10}Na_2O_5$  [K8830, 特級] [518-47-8]

**ウラニン試液** ウラニン0.20gを量り、水を加えて溶かして100mLとする。褐色ガラス製瓶に保存する。

**エールリッヒ試液** *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド0.8gを量り、エタノール(99.5)30mLを加えて溶かし、塩酸30mLを加え、冷却する。用時調製する。

~~エオシン エオシンYを見よ。~~

**エオシンY**  $C_{20}H_6Br_4Na_2O_5$  [~~K8651-1988~~] [17372-87-1] 【エオシン】

本品は、赤～類赤褐色の塊又は粉末である。本品の水溶液は、517nm付近に極大吸収部がある。  
~~乾燥減量 16%以下 (105°C, 4時間)~~

**確認試験** 本品0.10gを量り、水を加えて正確に100mLとする。その1mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとした液は、514～518nmに極大吸収部がある。

**吸光度** 確認試験の検液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長515nmにおける吸光度は、吸光度は0.50～0.80である。

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

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

~~液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル オクチルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂 強塩基性陰イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂 強酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂 弱酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用シリカゲル シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用を見よ。~~

**エステル化ペクチン** 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~エタノール エタノール(95)を見よ。~~

**エタノール(95)**  $C_2H_5OH$  [K8102, 特級及び1級] [64-17-5] 【エタノール】

**エタノール(99.5)**  $C_2H_5OH$  [K8101, 特級] [64-17-5] 【エタノール, 無水, 無水エタノール】

ール】

~~エタノール~~、中和エタノール (中和) 【中和エタノール, エタノール, 中和】 ~~エタノール~~エタノール(95)を適量量り, フェノールフタレイン試液数滴を加えた後, 水酸化ナトリウム溶液(1→1,250)を液が淡紅赤色を呈するまで加える。用時調製する。

~~エタノール~~、無アルデヒドエタノール (無アルデヒド) — $C_2H_5OH$ —【無アルデヒドエタノール】 ~~エタノール~~1,000mLを量り, ~~硫酸 5 mL 及び水 20 mL~~を加えて蒸留する。~~この留液 1,000 mL に硝酸銀 10 g 及び水酸化カリウム 1 g を加え, 還流冷却器を付けて 3 時間煮沸した後, 蒸留する。 [K8001~~エタノール (アルデヒド及びケトン試験用)] ~~エタノール (99.5) 500 mL に 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 10 g 及び塩酸 0.2 mL を加え, 還流冷却器を付けて 2 時間還流した後, 蒸留する。初留 100 mL を捨て, 続く中留 300 mL を用いる。中留は着色してはならない ( $CH_3COCH_3$ : 質量分率約 1 ppm 以下)。~~

~~エタノール~~、~~無水~~ ~~エタノール (99.5)~~ を見よ。

~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ ~~水酸化カリウム試液~~, ~~エタノール製~~を見よ。

~~エタノール製 10% 水酸化カリウム試液~~ ~~水酸化カリウム試液~~, ~~エタノール製~~を見よ。

~~エタノール不含クロロホルム~~ ~~クロロホルム~~, ~~エタノール不含~~を見よ。

3- [N-エチル-N-(4-スルホフェニル) アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム  $C_{15}H_{15}CaNO_6S_2$

本品は, 白〜うすい赤みの黄色の粉末である。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品10mgを量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に100mLとし, 検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ20μLずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 0~35分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた, すべての成分のピーク面積の総和を100とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 60.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 260nm)

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

カラム管 内径4.6 mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (95 : 5) から (60 : 40) までの直線濃度勾配を 20 分間行い, A : B (60 : 40) で 15 分間保持する。

流量 1.0mL/分

水分 15.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

N-エチルマレイミド  $C_4H_2O_2NC_2H_5$  [128-53-0]

本品は, 白色の結晶で, ~~エタノール~~エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶解しやすい。本品の溶液 (1→10,000) は, 波長 298~302nm に極大吸収部がある。

融点 44.0~46.0°C

N-エチル-N-(1-メチルエチル) プロパン-2-アミン  $C_8H_{19}N$  [7087-68-5]



本品は、無色又はわずかにうすい黄色の澄明な液体である。

含量 95.0%以上

密度 0.750～0.760  $\text{g/mL}$  (20°C)

定量法 本品 1  $\mu\text{L}$ につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム 内径 0.53mm、長さ 15mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5 $\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50°Cで注入し、毎分 10°Cで 150°Cまで昇温する。

注入口温度 200°C

検出器温度 250°C

注入方式 スプリット (120 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 5  $\text{mL}/\text{分}$

測定時間 15分

~~エチルメチルケトン 2-ブタノンを見よ。~~

エチレングリコール  $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  [K8105, 特級] [107-21-1]

エチレングリコール, 水分測定用 エチレングリコールを蒸留し、195～198°Cの留分をとる。本品 1  $\text{mL}$ 中の水分は、1.0mg以下である。

エチレングリコールキチン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~エチレングリコールモノメチルエーテル 2-メトキシエタノールを見よ。~~

エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム四水和物  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{Na}_4\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2水和物を見よ。~~

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2水和物~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物  
 $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物~~, K8107]  
[6381-92-6] 【エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム, エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 2水和物】

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液 エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 37.2gを水に溶かし、1,000 $\text{mL}$ とする。~~

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.2 $\text{mol/L}$ ) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74.4gを量り、水を加えて溶かし、1000 $\text{mL}$ とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.005 $\text{mol/L}$ ) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1.86gを量り、水を加えて溶かし、1000 $\text{mL}$ とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・塩酸試液 (0.001 $\text{mol/L}$ ) エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.37gを量り、塩酸試液 (0.01 $\text{mol/L}$ ) 100 $\text{mL}$ を加えて溶かし、水を加えて 1000 $\text{mL}$ とする。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1g及び水酸化ナトリウム 1.2gを水に溶かし、1000 $\text{mL}$ とする。

☆エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 【EDTA・トリス試液】 ~~エチレン~~

~~ジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 18.6 g と ~~2-~~  
アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロ  
パンジオール 6.05 g を 正確に 量り、これを 250 mL ビーカーに入れ、熱湯 200 mL を加えて、溶  
けるまで 攪拌かくはん する。その後、水酸化ナトリウム溶液（1→5）で pH7.5~7.6 に調整する。  
冷後、更に、水酸化ナトリウム溶液（1→5）で pH8.0 に調整し、250 mL メスフラスコに移し、  
水を加えて 250 mL とする。よく混合させ、プラスチック容器に保管する。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅~~ エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 4水和物 を見よ。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 4水和物~~  $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$

~~本品は、青色の粉末である。~~

~~含量 98.0%以上~~

~~液性 pH=7.0~9.0~~

~~溶状 本品 0.10 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき、液は青色澄明である。~~

~~定量法 本品約 0.45 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量  
り、水 100 mL 及び希硝酸を加えて約 pH1.5 とし、オルトフェナントロリンのメタノール溶液（1  
→20）5 mL を加え、0.01 mol/L 硝酸ビスマス溶液で滴定する（指示薬 キシレノールオレン  
ジ試液 2 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。~~

~~0.01 mol/L 硝酸ビスマス溶液 1 mL = 4.698 mg  $C_{10}H_{12}CuN_2Na_2O_8 \cdot 4H_2O$~~

2-（2-エトキシエトキシ）エタノール  $C_2H_5(OCH_2CH_2)_2OH$  [111-90-0]

沸点が約 203°C の無色澄明の液体である。水と混和する。

屈折率  $n_D^{20} = 1.425 \sim 1.429$

比重  $d_4^{20} = 0.990 \sim 0.995$

酸（ $CH_3COOH$  として） 0.01% 以下

**NN 指示薬** → 「pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物」の前に移動

(-) -エピカテキン  $C_{15}H_{14}O_6$  [490-46-0]

本品は、白～うすい黄褐色の粉末である。

確認試験 定量用 (+) -カテキンの確認試験(1)を準用する。

純度試験 類縁物質 本品 20mg に水/メタノール（HPLC用）/ギ酸混液（500：500：1）20mL  
を加えて溶かし、検液とする。検液 10μL につき、定量用 (+) -カテキンの純度試験(2)の操作  
条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピー  
クの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピ  
ークの保持時間の 2 倍までとする。

(-) -エピカテキンガレート  $C_{22}H_{18}O_{10}$  [1257-08-5]

本品は、灰白色の粉末である。

確認試験 定量用 (+) -カテキンの確認試験(1)を準用する。

純度試験 類縁物質 本品 20mg に水/メタノール（HPLC用）/ギ酸混液（500：500：1）20mL  
を加えて溶かし、検液とする。検液 10μL につき、定量用 (+) -カテキンの純度試験(2)の操作  
条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピー  
クの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピ  
ークの保持時間の 2 倍までとする。

エリオクロムブラック T  $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$  [K8736, 特級] [1787-61-7]

エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 エリオクロムブラック T 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ、均一になるまでよくすりつぶす。

エリオクロムブラック T 試液 エリオクロムブラック T 0.5 g 及び ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム 4.5 g を量り、~~エタノール~~ エタノール (95) 100 ~~ml~~ mL を加えて溶かす。遮光した容器に保存する。

~~エリスリトール *meso* エリトリトールを見よ。~~

*meso*-エリトリトール  $C_4H_{10}O_4$  [149-32-6] 【エリスリトール】

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 20 ~~ml~~ mL)

融点 118~120°C

水分 0.5%以下 (~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下 (2 g)

塩化亜鉛  $ZnCl_2$  [K8111, 特級] [7646-85-7]

塩化亜鉛試液 塩化亜鉛 27mg を量り、水を加えて溶かし、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→10) 0.75mL 及び水を加え、1000mL とする。

塩化亜鉛試液 (pH3.0) 塩化亜鉛 1.0 g を量り、水 19mL を加え、塩酸 (1→2) で pH3.0 に調整する。

~~塩化アセチル, リナロオール定量用  $CH_3COCl$  酢酸 128ml を量り, 300ml の三口フラスコに入れ, すり合わせの滴加漏斗及び還流冷却器を付け, 氷水中で冷却し, 10°C以下に保ちながら三塩化リン 100 g を徐々に滴加した後, 30 分間放置する。次に 30 分間煮沸した後, 静置して二層に分離する。その上澄液を静かに分取し, 酢酸 5ml を加え, 沸点測定法及び蒸留試験法中の第 2 法により蒸留する。45°C以上の留分に, 新たに加熱融解した無水酢酸ナトリウム 5 g を加え, 再び同様の方法で蒸留し, 50°C以上の留分をとる。ただし, アダプターは, 三つまたの枝付を用い, 容量約 100ml のフラスコを付けて受器とし, 留分を分取できるように装置し, アダプターの枝には塩化カルシウム管を付け, 装置は, すべてすり合わせとする。用時調製する。~~

~~塩化アルミニウム 塩化アルミニウム (III) 6 水和物を見よ。~~

~~塩化アルミニウム (III) 6 水和物~~ 塩化アルミニウム (III) 六水和物  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  [塩化アルミニウム (III) 六水和物, K8114, 特級] [7784-13-6] 【塩化アルミニウム (III) 6 水和物, 塩化アルミニウム】

~~塩化アンチモン (III)  $SbCl_3$  [K8400]~~

塩化アンモニウム  $NH_4Cl$  [K8116, 特級] [12125-02-9]

塩化アンモニウム緩衝液 (pH10) アンモニウム緩衝液 (pH10.0) →「アンモニウム緩衝液 (pH10.7)」の前に移動

塩化カリウム  $KCl$  [K8121, 特級及び電気伝導率測定用] [7447-40-7]

塩化カリウム・塩酸試液 塩化カリウム 250 g を量り、塩酸 8.5 ~~ml~~ mL 及び水 750 ~~ml~~ mL を加えて溶かす。

~~塩化カルシウム 塩化カルシウム 2 水和物を見よ。~~

~~塩化カルシウム 2 水和物~~ 塩化カルシウム二水和物 →「塩化カルシウム試液 (1 mol/L)」の前に移動

塩化カルシウム, 水分測定用  $CaCl_2$  [塩化カルシウム (水分測定用), K8125] [10043-52-4]

☆塩化カルシウム二水和物  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [~~塩化カルシウム二水和物~~, K8122, 特級] [10035-04-8] **【塩化カルシウム, 塩化カルシウム 2 水和物】**

塩化カルシウム試液 (1 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 147 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

塩化カルシウム試液 (0.32 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 47.0 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

塩化カルシウム試液 (0.22 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 32.3 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

塩化カルシウム試液 (0.1 mol/L) 塩化カルシウム二水和物 14.7 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

~~塩化コバルト (II) 塩化コバルト (II) 6 水和物を見よ。~~

~~塩化コバルト (II) 6 水和物~~塩化コバルト (II) 六水和物  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  [~~塩化コバルト (II) 六水和物~~, K8129, 特級] [7791-13-1] **【塩化コバルト (II), 塩化コバルト (II) 6 水和物, 塩化第一コバルト】**

~~塩化コバルト試液 塩化コバルト (II) 2.0 g を量り, 塩酸 1ml 及び水を加えて溶かして 100ml とする。~~

塩化コバルト (II) 試液 (0.5 mmol/L) 塩化コバルト (II) 六水和物 0.12 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。用時調製する。

塩化コバルト (II) 試液 (0.1 mol/L) 塩化コバルト (II) 六水和物 23.8 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

塩化コリン  $[(\text{CH}_3)_3\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}]\text{Cl}$  [~~K8130-1081~~] [67-48-1]

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, ~~わずかに特異なにおい~~がある。

含量 ~~98.0~101.0~~95.0%以上

110°Cで3時間乾燥した本品約0.2 gを精密に量り, ~~0.05 mol/L 硫酸で滴定する。~~非水滴定用酢酸 20mL を加えて溶かし, 無水酢酸 50mL を加えて, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定を行う。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極はガラス電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

~~0.05~~0.1 mol/L 硫酸過塩素酸 1 ml = 0.01396 g13.962 mg  $[(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}]\text{Cl}$

Cl

塩化コリン, 水分測定用  $[(\text{CH}_3)_3\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{OH}]\text{Cl}$  [67-48-1]

本品は, 白色の結晶性の粉末である。

融点 303~305°C (分解)。

水分 本品 1 g 中, 水分は 1 mg 以下とする。

塩化水銀 (II)  $\text{HgCl}_2$  [K8139, 特級] [7487-94-7] **【塩化第二水銀】**

~~塩化スズ (II) 塩化スズ (II) 2 水和物を見よ。~~

~~塩化スズ (II) 2 水和物~~塩化スズ (II) 二水和物  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [~~塩化スズ (II) 二水和物~~塩化スズ (II) 二水和物, K8136, 特級, 水銀分析用] [10025-69-1] **【塩化第一スズ, 塩化スズ (II) 2 水和物, 塩化スズ (II)】**

塩化スズ (II)・塩酸試液 塩化スズ (II) 二水和物 10 g を量り, 塩酸を加えて溶かして 100mL とする。密栓して保存する。

塩化スズ (II) 試液 塩化スズ (II) 二水和物 0.1 g を量り, pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) 6.2mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~塩化第一コバルト 塩化コバルト (II) を見よ。~~

~~塩化第一スズ 塩化スズ (II) を見よ。~~

~~塩化第一スズ・塩酸試液, 水溶性アサト 用 塩化スズ (II) 40 g を量り, 塩酸を加えて溶かして 100mL とする。密栓して保存する。~~

塩化第一スズ試液 塩化スズ (II)・硫酸試液 → 「塩化第二水銀 (II)」の前に移動

塩化第一スズ試液, 酸性 塩化スズ (II) 試液 (酸性) 【酸性塩化第一スズ試液, 塩化第一スズ試液, 酸性】 塩化スズ (II) 二水和物 4 g を量り, 無ヒ素塩酸 (無ヒ素) 125mL を加えて溶かして水を加えて 250mL とし, 共栓瓶に入れ, 密栓して保存する。調製後 1 か月以内に用いる。

☆ 塩化スズ (II)・硫酸試液 【塩化第一スズ試液】 ~~塩化スズ (II)~~ 塩化スズ (II) 二水和物 10 g を量り, 硫酸 (3→200) を加えて溶かし, 100mL とする。

~~塩化第二水銀 (II) 塩化水銀 (II) を見よ。~~

~~塩化第二鉄 塩化鉄 (III) 6 水和物を見よ。~~

~~塩化第二鉄・塩酸試液 塩化鉄 (III)・塩酸試液を見よ。~~

☆ 塩化チタン (III) 溶液 ~~塩化チタン (III) を見よ。~~ TiCl<sub>3</sub> [ ~~塩化チタン (III) 溶液, K8401, 特級~~ ~~1961~~ ] [7705-07-9] 【三塩化チタン溶液】

~~本品は, 暗紫色の液体である。~~

~~含量 20%以上~~

~~確認試験 本品に 10 倍量の水を加え, 過酸化水素試液を少量ずつ加えるとき, 液の紫色は退色し, 更に過酸化水素試液を加えるとき赤褐色を呈する。~~

~~定量法 本品約 3 g を精密に量り, 酸素を含まない水 250mL と塩酸 (2→3) 5 mL を加えて炭酸ガス気流中で 0.2mol/L 硫酸鉄 (III) アンモニウムで滴定する (指示薬 40% チオシアン酸アンモニウム溶液)~~

~~0.2mol/L 硫酸鉄 (III) アンモニウム 1 mL = 30.85mg TiCl<sub>3</sub>~~

~~遮光した共栓瓶に保存する。~~

~~塩化鉄 (III) 塩化鉄 (III) 6 水和物を見よ。~~

☆ 塩化鉄 (III) 六水和物 FeCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O [ ~~塩化鉄 (III) 六水和物, K8142, 特級, りん酸分析用~~ ] [10025-77-1] 【塩化第二鉄, 塩化鉄 (III), 塩化鉄 (III) 6 水和物】

塩化鉄 (III)・塩酸試液 ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 5 g を量り, 塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし, 100mL とする。

10w/v % 塩化鉄 (III)・塩酸試液 塩化鉄 (III) 六水和物 16.7 g を量り, 塩酸 (2→3) 9 mL 及び水を加えて溶かし, 水で 100mL とする。

塩化鉄 (III) 試液 ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 9 g を量り, 水に溶かし, 水を加えて 100mL とする。

塩化鉄 (III) 試液 (トランスグルタミナーゼ活性試験用) 塩化鉄 (III) 六水和物 5.0 g を量り, 塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて溶かし, 100mL とする。この液, 塩酸 (57→200) 及びトリクロロ酢酸溶液 (3→25) を等量量り, 混和する。

~~塩化鉄 (III) 試液, 希~~ 0.2w/v % 塩化鉄 (III) 試液 【希塩化鉄 (III) 試液, 塩化鉄 (III) 試

液, 希] 塩化鉄 (III) 試液 2 ~~mL~~ mL を量り, 水を加えて 100 ~~mL~~ mL とする。用時調製する。

~~塩化鉄 (III) 6 水和物~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 → 「塩化鉄 (III) ・塩酸試液」の前に移動

~~塩化銅 (II) 塩化銅 (II) 2 水和物を見よ。~~

~~塩化銅 (II) 2 水和物~~ 塩化銅 (II) 二水和物  $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  [~~塩化銅 (II) 二水和物,~~ K8145, 特級] [10125-13-0] 【塩化銅 (II) 2 水和物】

塩化ナトリウム  $\text{NaCl}$  [K8150, 特級] [7647-14-5]

塩化ナトリウム (標準試薬標準物質)  $\text{NaCl}$  [容量分析用標準物質, K8005] [7647-14-5] 【塩化ナトリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

塩化ナトリウム試液 (2 mol/L) 塩化ナトリウム 116.9 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

塩化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 塩化ナトリウム 29.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

塩化ニッケル (II) 六水和物  $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  [K8152, 特級] [7791-20-0]

~~塩化バリウム 塩化バリウム 2 水和物を見よ。~~

~~塩化バリウム 2 水和物~~ 塩化バリウム二水和物  $\text{BaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  [~~塩化バリウム二水和物,~~ K8155, 特級] [10326-27-9] 【塩化バリウム 2 水和物, 塩化バリウム】

塩化ヒドロキシルアンモニウム  $\text{HONH}_3\text{Cl}$  [K8201, 特級] [5470-11-1] 【塩酸ヒドロキシルアミン】

塩化 1, 10-フェナントロリニウム一水和物  $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{ClN}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [K8202, 特級] [3829-86-5]

塩化フェニルヒドラジニウム  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH}_2 \cdot \text{HCl}$  [K8203, 特級] [59-88-1] 【塩酸フェニルヒドラジン】

☆ 塩化フェニルヒドラジニウム・酢酸ナトリウム試液 【塩酸フェニルヒドラジン・酢酸ナトリウム試液】 ~~塩酸フェニルヒドラジン~~ 塩化フェニルヒドラジニウム 0.5 g を量り, ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 溶液 (2 → 15) 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。必要があればろ過する。用時調製する。

~~塩化マグネシウム 塩化マグネシウム 6 水和物を見よ。~~

~~塩化マグネシウム 6 水和物~~ 塩化マグネシウム六水和物  $\text{MgCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  [~~塩化マグネシウム六水和物,~~ K8159, 特級] [7791-18-6] 【塩化マグネシウム 6 水和物, 塩化マグネシウム】

塩化マグネシウム試液 (0.1 mol/L) 塩化マグネシウム六水和物 20.3 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

塩化マンガン (II) 四水和物  $\text{MnCl}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  [K8160, 特級] [13446-34-9]

塩化リチウム  $\text{LiCl}$  [~~塩化リチウム, K8162-1002]~~ [7447-41-8]

本品は, 白色の結晶又は小塊で, 潮解性がある。

含量 本品を乾燥したものは, 塩化リチウム ( $\text{LiCl}$ ) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 100) 5 ~~mL~~ mL に硝酸銀溶液 (1 → 50) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき, 白色の沈殿を生じ, 更にアンモニア水 (28) (2 → 5) 10 ~~mL~~ mL を加えるとき, 沈殿は溶ける。

乾燥減量 2.0%以下 (130°C, 42 時間)

定量法 130°C で 4 時間乾燥した本品約 0.80.5 g を精密に量り, 水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。

この液 ~~20mL~~ を正確に量り、水 ~~50mL~~ を加え、検液とする。0.1mol/L 硝酸銀溶液 ~~50mL~~ ~~40mL~~ を正確に量る。 ~~り、この液を、~~ 検液 ~~にかきを振り~~ 混ぜながら徐々に加え、硝酸 (1→3) ~~9mL~~ ~~9mL~~ 及びニトロベンゼン ~~3mL~~ ~~3mL~~ を加え、~~過量の硝酸銀を~~ 0.1mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 ~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液~~ ~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・硝酸試液 3 mL~~)。 終点は、液の色が無色から赤色に変わるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/L ~~チオシアン酸アンモニウム溶液~~ ~~硝酸銀溶液~~ ~~1mL~~ = 4.239mgLiCl

~~塩基性酢酸鉛試液~~ ~~酢酸鉛試液、~~ ~~塩基性を見よ。~~

塩基性硝酸ビスマス  $\text{Bi}_5\text{H}_9\text{N}_4\text{O}_{22}$  [1304-85-4]

本品は、白色の微細な結晶性の粉末で、湿らせた ~~青色リトマス紙~~ ~~リトマス紙 (青色)~~ を赤変する。  
強熱残分 79.0~82.0%

~~塩基性フェノール・ニトロプルシド試液~~ ~~フェノール・ニトロプルシド試液、~~ ~~塩基性を見よ。~~

塩酸 HCl [K8180, 特級及びひ素分析用] [7647-01-0]

塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L)

第1液: 塩酸 9mL に水を加え 1000mL とする。

第2液: 酢酸ナトリウム三水和物 13.6g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

塩酸試液 (6mol/L) 塩酸 540mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (4mol/L) 塩酸 ~~360mL~~ ~~360mL~~ を量り、水を加えて ~~1,000mL~~ ~~1,000mL~~ とする。

塩酸試液 (3mol/L) 塩酸 270mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (2mol/L) 塩酸 ~~180mL~~ ~~180mL~~ を量り、水を加えて ~~1,000mL~~ ~~1,000mL~~ とする。

塩酸試液 (1mol/L) 塩酸 ~~90mL~~ ~~90mL~~ を量り、水を加えて ~~1,000mL~~ ~~1,000mL~~ とする。

塩酸試液 (0.5mol/L) 塩酸 45mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.3mol/L) 塩酸 27mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.2mol/L) 塩酸 18mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.1mol/L) 塩酸 9mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.05mol/L) 塩酸 4.5mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.02mol/L) 塩酸試液 (0.2mol/L) 100mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.01mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) 100mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.025mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) 250mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液 (0.004mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) を量り、水を加えて 25 倍容量に薄める。

塩酸試液 (0.001mol/L) 塩酸試液 (0.1mol/L) 10mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

~~塩酸、希 10% 塩酸試液~~ → 「~~塩酸ジエタノールアミン~~」の前に移動

~~塩酸、精製塩酸 (精製)~~ HCl **【精製塩酸、塩酸、精製】** 塩酸 (1→2) ~~1,000mL~~ ~~1,000mL~~ を量り、過マンガン酸カリウム 0.3g を加えた後蒸留し、初留液 ~~250mL~~ ~~250mL~~ を捨て、次の留液 ~~500mL~~ ~~500mL~~ をとる。

~~塩酸、無ヒ素塩酸 (無ヒ素)~~ HCl ~~-(塩酸、ヒ素分析用)-~~ [K8180, ひ素分析用] [7647-01-0]  
【無ヒ素塩酸、塩酸、無ヒ素】

~~塩酸アタリフラビン~~ ~~アクリフラビン塩酸塩~~ → 「~~アクリル酸エステル系吸着用樹脂~~」の前に移動

~~塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5)~~ ~~酢酸アンモニウム 25g を量り、6mol/L 塩酸 45mL を加えて溶かして水を加えて 100mL とする。~~

☆10% 塩酸試液 **【塩酸、希、希塩酸】** 塩酸 ~~23.6mL~~ ~~23.6mL~~ を量り、水を加えて ~~100mL~~ ~~100mL~~ とする。~~(10%)~~

塩酸ジエタノールアミン 2, 2'-イミノジエタノール塩酸塩 →「陰イオン交換樹脂, 強塩基性」

の前に移動

~~塩酸システイン  $\text{L}$ -システイン塩酸塩 1 水和物を見よ。~~

~~塩酸ジメチルアミン  $(\text{CH}_3)_2\text{NH}\cdot\text{H}_2\text{O}\cdot\text{HCl}$  本品は, 白色の結晶で, 潮解性があり, 水には極めてよく溶ける。本品の融点は,  $170\sim 172^\circ\text{C}$ である。~~

塩酸パラフェニレンジアミン  $p$ -フェニレンジアミン二塩酸塩 →「フェノール」の前に移動

~~塩酸ヒドロキシルアミン 塩化ヒドロキシルアンモニウムを見よ。~~

~~塩酸フェニルヒドラジン 塩化フェニルヒドラジニウムを見よ。~~

塩酸フェニルヒドラジン・酢酸ナトリウム試液塩化フェニルヒドラジニウム・酢酸ナトリウム試液  
→「塩化マグネシウム」の前に移動

塩酸  $N$ -ベンゾイル- $\text{L}$ -アルギニンエチルエステル  $\alpha$ - $N$ -ベンゾイル- $\text{L}$ -アルギニンエチルエステル塩酸塩 →「ペンタエリスリトール」の前に移動

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

塩素酸カリウム  $\text{KClO}_3$  [K8207, 特級] [3811-04-9]

塩類試液 酢酸カルシウム一水和物 0.18 g, 酢酸ナトリウム三水和物 2.72 g 及び塩化ナトリウム 5.84 g を量り, 水を加えて溶かし 1000mL とした後, 酢酸 (1→10) 10mL を混和する。

~~黄色酸化第二水銀 酸化第二水銀, 黄色を見よ。~~

王水 塩酸 3 容量に硝酸 1 容量を混和する。用時調製する。

オキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液 臭素・臭化カリウム試液, オキシエチレン測定用を見よ。

オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, オキシエチレン測定用を見よ。

6, 6'-オキシビス (2-ナフタレンスルホン酸) 二ナトリウム  $\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{Na}_2\text{O}_7\text{S}_2$  [61551-82-4]

本品は, 類白色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (240nm 付近の極大吸収部) = 2,020 以上オクタン

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後, その ~~0.0100g 約 10mg~~ を精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし, これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は, 波長 220nm 付近及び 240nm 付近のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A 液 1.0mL を正確に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20 $\mu\text{L}$  を量り, 成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験 (87) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき, 6, 6'-オキシビス (2-ナフタレンスルホン酸) 二ナトリウムのピーク以外を認めない。

オクタコサン  $\text{C}_{28}\text{H}_{58}$  [630-02-4]

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点  $60.0\sim 63.0^\circ\text{C}$



~~オクタデシルシリル化シリカゲル,液体クロマトグラフィー用~~~~液体クロマトグラフィー用~~オクタデシルシリル化シリカゲル →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~オクタデシルシリル化シリカゲル,薄層クロマトグラフィー用~~~~薄層クロマトグラフィー用~~オクタデシルシリル化シリカゲル →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

オクタン  $C_8H_{18}$  [111-65-9]

比重  $d_4^{20}=0.700\sim0.705$

純度試験 本品2 ~~μL~~につき、「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に従い、ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりオクタンの量を求めるとき、99.0%以上である。

オクタン酸  $CH_3(CH_2)_6COOH$  [124-07-2]

本品は、アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は、無～淡黄色で、澄明の液体である。

凝固点  $15\sim17^\circ C$

1-オクタンスルホン酸ナトリウム  $C_8H_{17}NaO_3S$  [5324-84-5]

本品は、白色の粉末である。

溶状 澄明 (1.1 g, 50mL)

含量 98.0%以上

105°Cで2時間乾燥した本品約0.4 gを精密に量り、水25mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウムで滴定する(指示薬 フェノールフタレイン溶液2～3滴)。終点は、液の色が微赤色を15秒間保つときとする。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mL=21.672 mg  $CH_3(CH_2)_7SO_3Na$

~~オクチルシリル化シリカゲル,液体クロマトグラフィー用~~~~液体クロマトグラフィー用~~オクチルシリル化シリカゲル →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

☆オクテニルコハク酸無水物  $C_{12}H_{18}O_3$  [26680-54-6]【無水オクテニルコハク酸】

本品は、cis及びtrans型~~無水オクテニルコハク酸~~オクテニルコハク酸無水物の混合物である。無～微黄色の液体である。

含量 本品は、~~無水オクテニルコハク酸~~オクテニルコハク酸無水物 ( $C_{12}H_{18}O_3$ ) 95.0%以上を含む。

屈折率  $n_D^{20}=1.468\sim1.470$

比重  $d_{20}^{20}=1.025\sim1.028$

定量法 本品約1.5 gを精密に量り、200~~μL~~mLの共栓三角フラスコに入れる。~~0.5mol/Lメタノール製モルホリン溶液~~0.5mol/Lモルホリン・メタノール溶液25~~μL~~mLを正確に加えて溶かし、1時間放置後、過量のモルホリンを~~0.5mol/Lメタノール製塩酸溶液~~0.5mol/L塩酸・メタノール溶液で滴定し、その消費量をS ~~μL~~mLとする(指示薬 BANASS ~~==~~・ブリリアントエロー試液)。終点は、液の赤色が青紫色に変わるときとする。別に空試験を行い、~~0.5mol/Lメタノール製塩酸溶液~~0.5mol/L塩酸・メタノール溶液の消費量をB ~~μL~~mLとして、次式により、含量を求める。

~~無水オクテニルコハク酸~~オクテニルコハク酸無水物 ( $C_{12}H_{18}O_3$ ) の含有量 (%)

$$\begin{aligned} & (B - S) \times 0.1051 \\ & = \frac{\quad}{\quad} \times 100 \text{---}(\%) \text{---} \\ & \text{試料の採取量 (g)} \end{aligned}$$

### ~~オスミウム酸 $\text{OsO}_4$~~

~~本品は、白～黄色の結晶である。~~

~~含量 本品は、オスミウム酸 ( $\text{OsO}_4$ ) 57.0%以上を含む。~~

~~溶状 澄明~~

~~本品 0.5 g を量り、共栓付試験管に入れ、水 15 mL を加えて振り混ぜた後、一夜放置し、検液とする。~~

~~融点 40～43℃~~

~~定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、四塩化炭素 10 mL、水 100 mL 及び塩酸 (2→3) 3 mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 1 g を加え、時々激しく振り混ぜながら 10 分間冷暗所に放置した後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点は、白金電極を用いた電位差計で確認する。~~

~~— 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 6.355 mg  $\text{OsO}_4$~~

### オリブ油 酵素活性試験法に適するものを用いる。

### オルシノール $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [6153-39-5] 【オルシン、オルシノール】

本品は、無色の結晶で、空気中では酸化されて赤くなる。水、~~エタノール~~エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶ける。~~オルシン・エタノール溶液は、用時調製する。~~

融点 107～108℃

### オルシノール・エタノール試液 【オルシン・エタノール溶液 (1→10)】

オルシノール水和物 0.1 g を量り、エタノール (95) 1 mL を加えて溶かす。用時調製する。

### ~~オルシン オルシノールを見よ。~~

### ☆ オルト過ヨウ素酸 $\text{HIO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ I (OH)<sub>5</sub>O [過よう素酸 (2 水和物), K8284:1978] — [K8284 はくえん酸水素三アンモニウム] [10450-60-9] 【過ヨウ素酸 2 水和物, 過ヨウ素酸】

本品は、白色の潮解性の結晶である。~~又は結晶性の粉末で潮解性があり、水に溶けやすく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。~~

含量 ~~98.5~~99.0%以上

~~確認試験 本品の溶液に過剰の炭酸水素ナトリウムを加え、更にヨウ化カリウム溶液を加えるとき、ヨウ素を遊離する。~~(1) 本品 2 g を水 20 mL に溶かし、検液とする。検液 10 mL に炭酸水素ナトリウム 0.1 g を加え、硝酸銀溶液 (1→50) 0.1 mL を加えると、黒褐色の沈殿が生じる。

(2) 検液 10 mL に塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (1→10) 0.1 mL を加えると黄褐色が現れる。

~~純度試験 (1) 他のハロゲン Cl として 0.010% 以下 本品 1.0 g に水 100 mL を加え、過酸化水素 8 mL 及びリン酸 1 mL を加え、ヨウ素の色が完全に消えるまで穏やかに煮沸する。冷後、水で器壁を洗い、過酸化水素 0.5 mL を加え穏やかに 10 分間加熱する。冷却し、水で正確に 100 mL とする。この液 20 mL をとり、硝酸 (1→3) 5 mL、2 w/v % 硝酸銀溶液 1 mL を正確に量って加え 15 分間放置した液の濁度は、塩化物イオン標準原液 1 mL を正確に量り水 100 mL を加えて同様に操作したものの濁度を超えない。~~

~~(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.010% 以下 本品 1.0 g を量り、水 20 mL、10 w/v % 炭酸ナトリウム溶液 0.2 mL 及び塩酸 (2→3) 10 mL を加え水浴上で蒸発乾固する。冷後、水 10 mL 及び塩酸 (2→3) 5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。ヨウ素の色が無くなるまで、この操作を繰り返す。塩酸 (2→3) 0.6 mL と水を加えて正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、エ~~

~~エタノール 3 ml 及び 10 w/v % 塩化バリウム溶液 2 ml を加え、1 時間放置したものの濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液は、10 w/v % 炭酸ナトリウム溶液 0.1 ml に塩酸 (2 → 3) 8 ml を加え水浴上で蒸発乾固したものに、塩酸 (2 → 3) 0.3 ml 及び硫酸イオン標準原液 0.5 ml を正確に量って加え、水を加えて正確に 25 ml とし、エタノール 3 ml 及び 10 w/v % 塩化バリウム溶液 2 ml を加え、1 時間放置する。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、200 mL のヨウ素ビンフラスコに入れ、硫酸 (1 → 6) 5 mL、水 30 mL 及び、ヨウ化カリウム 3 g 及び硫酸 (1 → 6) 5 mL を加え、直ちに密栓をして穏やかに振り混ぜ、暗所に 15 10 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 2.8493 mg  $\text{HIO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{I}(\text{OH})_5\text{O}$

~~オルトクレゾール~~ → クレゾールを見よ。

~~オルトトルエンスルホンアミド~~ → トルエンスルホンアミドを見よ。

~~オルトフェナントロリン 1, 10~~ → フェナントロリン 1 水和物を見よ。

~~オルトフェナントロリン試液 1, 10~~ → フェナントロリン試液 → 「1-フェニルアゾ-2-ナフトレンール」の前に移動

オレイン酸メチル  $\text{C}_{19}\text{H}_{36}\text{O}_2$  [112-62-9]

本品は、無～微黄色の液体である。

屈折率  $n_D^{20} = 1.452$

比重  $d_{20}^{20} = 0.88$

カードラン  $(-\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5-)_n$

本品は *Alcaligenes faecalis* var. *myxogenes* によって生産される直鎖 β-1, 3-グルカン構造を持つ水不溶性の多糖類である。酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~海砂 [K8222]~~

本品は、白色、灰色、褐色及び黒色などの粒の混ざったものである。

強熱減量 0.4% 以下

定量法 恒量にしたるつぼ又は蒸発皿に本品約 1.0 g を精密に量り、100°C で 1 時間乾燥する。乾燥した本品を入れたるつぼ又は蒸発皿を 600～700°C に調節した電気炉に入れ、徐々に温度を上げて強熱する。2 時間強熱した後、るつぼ又は蒸発皿を速やかにデシケーターに移して放冷する。放冷後、デシケーターから取り出し、その質量を精密に量る。恒量になるまで、強熱を繰り返す。この場合、強熱時間は約 1 時間とする。

過塩素酸  $\text{HClO}_4$  [K8223, 特級] [7601-90-3]

☆加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液 ~~モリブデン酸アンモニウム, 加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液, 加工デンプン用~~を見よ。

加工デンプン用ニンヒドリン試液 ニンヒドリン試液, 加工デンプン用を見よ。

~~加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液~~加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液 → 「加工デンプン用ニンヒドリン試液」の前に移動

過酸化水素  $\text{H}_2\text{O}_2$  [過酸化水素水 (30%), K8230, 特級] [7722-84-1]

過酸化水素試液 日本薬局方オキシドールを用いる。

~~ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~ ケイソウ土, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~ガスクロマトグラフィー用シリカゲル~~ シリカゲル, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~ガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂~~ スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~ガスクロマトグラフィー用ゼオライト~~ ゼオライト, ガスクロマトグラフィー用を見よ。

~~カゼイン, 乳製~~ カゼイン (乳製) を見よ。

カゼイン (乳製) ~~[K8234]~~ [9005-46-3] 【乳製カゼイン, カゼイン, 乳製】

本品は, 白～淡黄色の粉末又は小粒である。

確認試験 本品約 0.1 g を水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5 mL に溶かし, 10w/v%硫酸銅 (II)

試液 1 滴を加えるとき, 紫色を呈する。また, 本品を燃やすとたん白質特有のにおいを発する。

純度試験 窒素含量 13.0～16.0% (乾燥後)

### 装置

概略は, 次の図による。

A : ケルダールフラスコ (容量 300mL)

B : 連結導入管

C : すり合わせコック

D : 注入漏斗

E : ケルダール形トラップ球 (E' : 小孔)

F : 球管冷却器

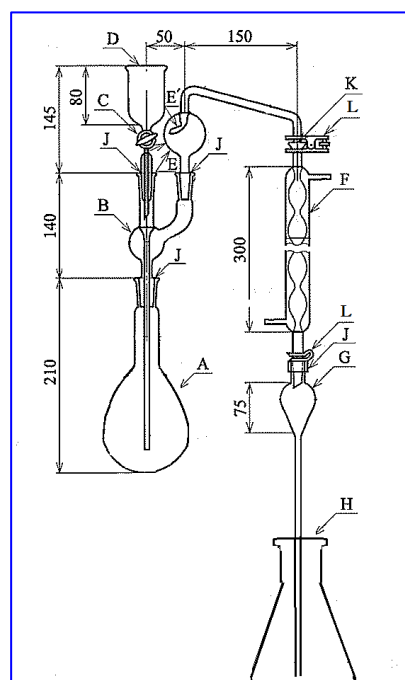
G : 逆流止め (約 50mL)

H : 受器 (三角フラスコ 300mL)

J : 共通すり合わせ

K : 共通テーパー球面すり合わせ

L : 抑えばね



105°Cで乾燥した本品 0.15 g をケルダールフラスコ A に量る。粉末にした硫酸カリウム 10 g に粉末にした硫酸銅

(II) 五水和物 1 g を加えてよく混合したもの 5.5 g 及び硫酸 20 mL を加え, ケルダールフラスコ A を約 45° に傾けて, 内容物が淡緑色になるまで穏やかに加熱し, 更に 3 時間加熱する。放冷後, 水 150 mL を徐々に加える。沸騰石 2～3 粒を加え, 蒸留装置に連結する。受器 H に吸収液 (0.05 mol/L 硫酸 20 mL を正確に量り, プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液 0.2 mL 及び水 100 mL を加えたもの。) を入れ, 逆流止め G の先端を浸す。水酸化ナトリウム溶液 (3→10) 100 mL を注入漏斗 D から加える。注入漏斗 D を水 10 mL で洗い, すり合わせコック C を閉じる。ケルダールフラスコ A を徐々に加熱して蒸留し, 初留約 100 mL を留出させる (ケルダールフラスコ内の内容物が突沸を始めたときには, そこで蒸留を止める。)。逆流止め G を液面から離し, 球管冷却器 F 及び逆流止め G を装置から外し, 少量の水を用いて洗う。これを 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は, 液の色が赤色から赤紫色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 1.4007 mg N

乾燥減量 14.0%以下 (1 g, 105°C, 2 時間)

カゼイン試液 (pH 2.0) ~~乳製カゼイン~~カゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り, 105°C で 2 時間乾燥し,

その乾燥減量を測定する。乾燥物 1.2 g に相当する 乳製カゼインカゼイン (乳製) を 正確に 量り、乳酸試液 12 mL 及び 水 150 mL を加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸 塩酸試液 (1 mol/L) を加えて pH2.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 200 mL にする。用時調製する。

**カゼイン試液 (pH7.0)** 乳製カゼインカゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105°C で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 0.6 g に相当する 乳製カゼインカゼイン (乳製) を 正確に 量り、0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 80 mL を加え、水浴中で 20 分間加温して溶解する。流水で冷却した後、1 mol/L 塩酸 塩酸試液 (1 mol/L) を加えて pH7.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 100 mL とする。用時調製する。

**カゼイン試液 (pH8.0)** 乳製カゼインカゼイン (乳製) 約 1 g を精密に量り、105°C で 2 時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物 1.2 g に相当する 乳製カゼインカゼイン (乳製) を 正確に 量り、0.05 mol/L リン酸二ナトリウム溶液 リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 160 mL を加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) を加えて pH8.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 200 mL とする。用時調製する。

~~カゼイン製ペプトン ペプトン、カゼイン製を見よ。~~

**活性炭** 日本薬局方薬用炭を用いる。

**(+) -カテキン, 定量用**  $C_{15}H_{14}O_6 \cdot nH_2O$  [154-23-4]

本品は、白～うすい褐色又はうすい黄緑色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 5 mg に水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL に対してバニリン・メタノール溶液 (1 → 25) 6 mL 及び塩酸 3 mL を加えて振り混ぜた液は、淡赤～赤色を呈する。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $1690\text{cm}^{-1}$ ,  $1610\text{cm}^{-1}$ ,  $1520\text{cm}^{-1}$ ,  $1450\text{cm}^{-1}$ ,  $1350\text{cm}^{-1}$ ,  $1240\text{cm}^{-1}$ ,  $1150\text{cm}^{-1}$ ,  $1100\text{cm}^{-1}$ ,  $1040\text{cm}^{-1}$ ,  $830\text{cm}^{-1}$  及び  $770\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

**純度試験** (1) 溶状 無～黄色, 澄明 (50mg, 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 1 mL)

(2) 類縁物質 本品 20mg に水/メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (500 : 500 : 1) 20mL を加えて溶かし、検液とする。別に検液 1 mL を正確に量り、水/メタノール/ギ酸混液 (500 : 500 : 1) を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークと溶媒ピークとを除くピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。無水物換算が必要な場合は換算する。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 280nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 A 水/ギ酸混液 (1000 : 1)

移動相 B メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (1000 : 1)

濃度勾配 A : B (90:10) から (60 : 40) までの直線濃度勾配を 40 分間行う。

流量 主ピークの保持時間が約 15 分になるように調整する。

(一) -カテキンガレート  $C_{22}H_{18}O_{10}$  [130405-40-2]

本品は、白～淡黄又は淡赤色の粉末である。

確認試験 定量用 (+) -カテキンの確認試験(1)を準用する。

純度試験 類縁物質 本品 20mg に水/メタノール (HPLC用) /ギ酸混液 (500:500:1) 20mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10 $\mu$ Lにつき、定量用 (+) -カテキンの純度試験の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間までとする。

~~カテコール 1, 2-ベンゼンジオール~~ → 「塩酸 N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル」の前に移動

カフェインカフェイン水和物  $C_8H_{10}N_4O_2 \cdot H_2O$  [5743-12-4] 【カフェイン】

日本薬局方カフェイン水和物を用いる。

過マンガン酸カリウム  $KMnO_4$  [K8247, 特級] [7722-64-7]

可溶性デンプン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

pH 4.5~7.5 (2%水溶液)

強熱残分 0.6%以下

乾燥減量 15%以下 (105°C, 2時間)

~~過ヨウ素酸~~ ~~過ヨウ素酸 2 水和物~~を見よ。

過ヨウ素酸カリウム  $KIO_4$  [過よう素酸カリウム, K8249, 特級] [7790-21-8]

☆ 過ヨウ素酸ナトリウム  $NaIO_4$  [過よう素酸ナトリウム, K8256, 特級] [7790-28-5] 【メタ過ヨウ素酸ナトリウム】

☆ 過ヨウ素酸ナトリウム試液 【メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液】 ~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム~~ ~~過ヨウ素酸ナトリウム~~ 1.25 g を量り、水を加えて溶かし、100~~mL~~mL とする。

過ヨウ素酸ナトリウム試液, グリセリン用 ~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム~~ ~~過ヨウ素酸ナトリウム~~ 6 g を量り、あらかじめ硫酸 (3→1,000) 12~~mL~~mL を新たに煮沸し冷却した水 38~~mL~~mL に加えた液に加えて溶かし、新たに煮沸し冷却した水を加えて 100~~mL~~mL とする。必要があれば過する。

~~過ヨウ素酸 2 水和物~~ オルト過ヨウ素酸 → 「オルトクレゾール」の前に移動

ガラクトサン 本品は、ガラクトースを主体 (80%以上) とする多糖類である。酵素活性試験法に適するものを用いる。

ガラクトトール  $C_6H_{14}O_6$  [608-66-2]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 30~~mL~~mL)

融点 188~189°C

水分 0.5%以下 (~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下 (2 g)

D-ガラクトツロン酸, 定量用  $C_6H_{10}O_7 \cdot H_2O$  [685-73-4]

本品は、白～微褐色の粉末である。

含量 98.0%以上

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で

滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL=21.215mg  $C_6H_{10}O_7 \cdot H_2O$

~~過硫酸アンモニウム-ペルオキシ二硫酸アンモニウムを見よ。~~

カルバゾール  $C_{12}H_9N$  [86-74-8]

本品は、白色の葉状若しくは板状の結晶又は粉末である。

含量 95.0%以上

定量法 本品約 25mg を精密に量り、アセトンで正確に 5 mL とし、検液とする。検液を 1  $\mu$ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からカルバゾールの含量を求める。別に空試験を行い補正する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm、長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 5% フェニルポリシルフェニレン-シロキサンを 1.0 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 120°C で注入し、2 分間保持した後、毎分 10°C で 200°C まで昇温し、200°C を 10 分間保持する。その後、毎分 10°C で 300°C まで昇温し、300°C を 5 分間保持する。

検出器温度 300°C

注入口温度 200°C

キャリアーガス ヘリウム

流速 6 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:5

測定時間 35 分

カルバゾール・エタノール試液 カルバゾール 1.0 g をエタノール (99.5) 800mL に溶かす。

カルボキシメチルセルロース  $(C_8H_{16}O_8)_x$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

カルボキシメチルセルロースナトリウム  $[C_6H_7O_2(OH)_3-x(OCH_2COONa)_x]_n$

x : 置換度 (エーテル化度)

n : 重合度

酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~カルボニル基除去メタノール-メタノール、カルボニル基除去を見よ。~~

N-カルボベンゾキシー-L-グルタミン-L-チロシン  $C_{22}H_{24}N_2O_8$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

カロブビーンガム [9000-40-2] 「カロブビーンガム」

還元型グルタチオン  $C_{10}H_{17}N_3O_6S$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -16 \sim -19^\circ$  (1 g, 水, 100mL)

乾燥減量 0.5% 以下 (1.0 g, 減圧, 乾燥剤 酸化リン, 室温, 4 時間)

強熱残分 0.2% 以下

乾燥菌体

*Bacillus subtilis* K168 株を LB 培地 50mL で、約 18 時間培養 (500mL 容三角フラスコ, 37°C,

毎分 160 回転) する。この培養液 10mL を LB 培地 500mL に植菌し、4～5 時間培養 (3 L 容バツフル付き三角フラスコ, 37℃, 毎分 80 回転) する。波長 660nm における吸光度が約 1.8 になることを確認する。この培養液を遠心分離 (毎分 8000 回転, 15 分, 10℃) し、菌体を回収する。菌体を 50mL の水で洗浄した後、遠心分離 (毎分 8000 回転, 15 分, 10℃) し、菌体を回収する。この菌体を 50mL のアセトンに均一に分散させ、遠心分離 (毎分 8000 回転, 15 分, 10℃) し、菌体を回収する。同じアセトン分散操作をもう一度繰り返す。得られたアセトン処理菌体を一晩室温で真空乾燥し、*Bacillus subtilis* K168 株のアセトン処理乾燥菌体とする。

#### LB 培地

トリプトン 1%

酵母エキス 0.5%

塩化ナトリウム 1%

pH 無調整。殺菌条件: 121℃, 20 分

#### 乾燥酵母 (グルカナナーゼ活性試験用)

*Candida utilis* NBRC 0396 を培養し、増殖した菌体を遠心分離により集め、水で洗浄したのち、凍結乾燥する。乾燥物を粉砕し、粒子を揃える。

#### 乾燥用合成ゼオライト 合成ゼオライト, 乾燥用を見よ。

寒天 [K8263, 特級] [9002-18-0]

~~カンフル  $C_{10}H_{16}O$~~

~~日本薬局方 dl-カンフルを用いる。~~

カンペステロール  $C_{28}H_{48}O$  [474-62-4]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品及びスチグマステロール 20mg にそれぞれアセトン 5 mL を加えて溶かし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2  $\mu$ L ずつ量り、「植物性ステロール (遊離体高濃度品)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、標準液のスチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 0.95 である。

融点 160～166℃

純度試験 類縁物質 確認試験の検液 2  $\mu$ L につき、「植物性ステロール (遊離体高濃度品)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、93.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

~~希塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 試液, 希を見よ。~~

~~希塩酸 塩酸, 希を見よ。~~

~~希酢酸 酢酸, 希を見よ。~~

ギ酸  $HC O O H$  [ぎ酸, K8264, 特級] [64-18-6]

ギ酸エチル  $HC O O C_2 H_5$  [109-94-4]

無色透明な液体で、特有のにおいがある。

含量 本品は、ギ酸エチル ( $HC O O C_2 H_5 = 74.08$ ) 97%以上を含む。

屈折率  $n_D^{20} = 1.3595 \sim 1.3601$

比重  $d_4^{20} = 0.915 \sim 0.924$

沸点 53～54℃



定量法 本品約 5.0 g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。

(けん化価－酸価)

$$\text{ギ酸エチル (HCOOC}_2\text{H}_5\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{けん化価} - \text{酸価}}{561.1} \times 74.08 \text{ (\%)} - \text{酸価}$$

~~ギ酸緩衝液 (pH2.5) ギ酸 4ml を量り、水 90ml を加え、アンモニア水で pH2.5 に調整した後、水を加えて 1,000ml とする。~~

ギ酸試液 (15mol/L) ギ酸 705 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

ギ酸ナトリウム HCOONa [ギ酸ナトリウム, K8267, 特級] [141-53-7]

~~希硝酸 硝酸, 希を見よ。~~

キシラン ポリ (β-D-キシロピラノース [1→4]) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

キシレノールオレンジ C<sub>31</sub>H<sub>30</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>13</sub>S [K9563, 特級] [1611-35-4]

キシレノールオレンジ試液 キシレノールオレンジ 0.1 g を量り、水を加えて溶かし、~~100ml~~ 100mL とする。

キシレン C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> [K8271, 1級] [1330-20-7]

o-キシレン C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> [95-47-6]

無色澄明の液体である。

屈折率 n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1.501~1.506

比重 d<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0.875~0.885

蒸留試験 143~146°C, 95vol%以上

キシレンシアノール F F C<sub>25</sub>H<sub>27</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>6</sub>S<sub>2</sub> [K8272, 特級] [2650-17-1]

キシロース C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~希水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム試液, 希を見よ。~~

キトサン ポリ (1→4) -β-D-グルコサミン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

キナルジンレッド C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>IN<sub>2</sub> [117-92-0]

本品は、結晶性の粉末でエタノール (95) に溶けやすい。本品のメタノール溶液 (0.005→~~1,000~~) は、526nm 付近に極大吸収部がある。また、当該極大吸収部で吸光度を測定するとき、0.5 以上である。

キナルジンレッド試液 キナルジンレッド 0.1 g を量り、酢酸 ~~100ml~~ 100mL を加えて溶かす。用時調製する。

キノリン C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N [K8279, 特級] [91-22-5]

~~希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液, 希を見よ。~~

~~希メチレンブルー試液 メチレンブルー試液, 希を見よ。~~

~~強塩基性陰イオン交換樹脂 陰イオン交換樹脂, 強塩基性を見よ。~~

強塩基性陰イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂 →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

☆強塩基性陰イオン交換樹脂 【陰イオン交換樹脂, 強塩基性】 本品は、強塩基性のポリスチレンの 4 級アンモニウム塩で、黄~黄褐色で、その粉末度は、標準網ふるい 600μm を通過し、標準網ふるい 425μm をほとんど通過しない。

本品約 50 g を量り、水に 30 分間浸した後、内径約 2.5cm のクロマトグラフィー用ガラス管に水

とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに水酸化ナトリウム溶液（1→25）2,000~~mL~~を注ぎ、1分間約30~~mL~~の速さで流出させる。これを洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10~~mL~~を量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L塩酸70~~mL~~を1分間約2~~mL~~の速さで流出させた液はpH4.0～8.0である。

~~強酢酸第二銅試液—酢酸銅（II）試液，強を見よ。~~

~~強酸性陽イオン交換樹脂—陽イオン交換樹脂，強酸性を見よ。~~

~~強酸性陽イオン交換樹脂（微粒）—陽イオン交換樹脂，強酸性（微粒）を見よ。~~

☆強酸性陽イオン交換樹脂 【陽イオン交換樹脂，強酸性】 本品は、強酸性のポリスチレンスルホン酸のナトリウム塩で、淡黄～黄褐色で、その粉末度は、標準網ふるい600 $\mu\text{m}$ を通過し、標準網ふるい425 $\mu\text{m}$ をほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に30分間浸した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸（1→4）250~~mL~~を注ぎ、1分間約4~~mL~~の速さで流出させた後、洗液がブロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10~~mL~~を量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液80~~mL~~を1分間約2~~mL~~の速さで流出させた液はpH5.0～6.5である。

~~強酸性陽イオン交換樹脂，液体クロマトグラフィー用~~液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂 →5. クロマトグラフィー用担体／充填剤の項に移動

☆強酸性陽イオン交換樹脂（微粒） 【陽イオン交換樹脂（微粒），強酸性】 本品は、強酸性のポリスチレンスルホン酸の水素イオン型で、淡黄～黄褐色で、その粉末度は、標準網ふるい150 $\mu\text{m}$ を通過し、標準網ふるい75 $\mu\text{m}$ をほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に約1時間浸し、その上澄液が澄明になるまで2～3回傾斜した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸（1→4）250~~mL~~を注ぎ、1分間約4~~mL~~の速さで流出させた後、洗液がブロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10~~mL~~を量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液80~~mL~~を1分間約2~~mL~~の速さで流出させた液はpH4.0～6.5である。

~~強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体—リン酸化セルロース陽イオン交換体（—O—P<sub>3</sub>H<sub>2</sub>型），強酸性を見よ。~~

☆強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体（—O—P<sub>3</sub>H<sub>2</sub>型） 【強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体，リン酸化セルロース陽イオン交換体（—O—P<sub>3</sub>H<sub>2</sub>型），強酸性】 多孔性を有するセルロースにリン酸基を導入した強酸性陽イオン交換体を用いる。

~~希硫酸—硫酸，希を見よ。~~

~~5'-グアニル酸二ナトリウム，5'-グアニル酸二ナトリウム *n*水和物~~  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_8\text{P} \cdot 4\sim 7\text{H}_2\text{O}$  [5550-12-9]【5'-グアニル酸二ナトリウム】「5'-グアニル酸二ナトリウム」  
グアノシン2'-及び3'-リン酸ナトリウムの混合物 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~クエン酸—クエン酸1水和物を見よ。~~

クエン酸一水和物 クエン酸一水和物  $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [くえん酸一水和物, K8283, 特級]  
[5949-29-1] 【クエン酸一水和物, クエン酸】

#### クエン酸・塩酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：塩酸 9 mL を量り, 水を加えて 1000 mL とする。

第2液：クエン酸水素二ナトリウム水 (2/3) 26.3 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### ~~クエン酸緩衝液~~

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

~~第2液：リン酸二ナトリウム 28.4 g を量り, 水を加えて溶かして 1,000 mL とする。~~

~~第1液 11 容量と第2液 389 容量とを混和する。~~

#### クエン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：クエン酸一水和物 21.0 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

第2液：クエン酸三ナトリウム二水和物 29.4 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### クエン酸緩衝液 (0.05mol/L)

第1液：クエン酸一水和物 10.5 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

第2液：クエン酸三ナトリウム二水和物 14.7 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

第1液と第2液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

クエン酸緩衝液 (pH2.2) ~~クエン酸ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 1.4 g, ~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 13 g 及び塩化ナトリウム 10.9 g を量り, 合わせ, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

#### クエン酸緩衝液 (pH3.0)

第1液：~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 21 g を量り, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

第1液 159 容量と第2液 41 容量とを混和する。

#### クエン酸緩衝液 (pH5.0)

第1液：~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 21 g を量り, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

第1液 97 容量と第2液 103 容量とを混和する。

クエン酸緩衝液 (pH5.28) ~~クエン酸ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 34.3 g を量り, 水 400 ~~mL~~ を加えて溶かし, 塩酸 7.5 ~~mL~~, ベンジルアルコール 5 ~~mL~~ 及び水を加えて ~~1,000 mL~~ とした後, 塩酸 (1→4) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で pH5.28±0.03 に調整する。

#### クエン酸緩衝液 (pH6.0)

第1液：~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 21 g を量り, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り, 水を加えて溶かし, ~~1,000 mL~~ とする。

第1液 72 容量と第2液 128 容量とを混和する。必要ならば, 更にいずれかの液を加えて pH6.0

に調整する。

#### クエン酸緩衝液 (pH7.0)

第1液：~~クエン酸~~クエン酸一水和物 21 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

第2液：~~リン酸三ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000mL~~とする。

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

☆クエン酸三ナトリウム二水和物  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [くえん酸三ナトリウム二水和物，K 8288，特級] [6132-04-3] 【クエン酸三ナトリウム 2 水和物，クエン酸ナトリウム，クエン酸三ナトリウム】

クエン酸三ナトリウム試液 (1 mol/L) クエン酸三ナトリウム二水和物 294 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2 mol/L) クエン酸一水和物 42 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

~~クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH5.0)~~クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1 mol/L) ~~クエン酸 1 水和物~~クエン酸一水和物 21 g を量り，水 500mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で ~~pH5.0~~，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1,000mL とする。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05 mol/L, pH5.0, システイン含有) クエン酸一水和物 10.5 g，ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→100) 0.23 g 及び L-システイン 3.0 g を量り，約 900mL の水に溶かし，水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) で pH5.0 に調整し，水を加えて 1000mL とする。

クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02 mol/L) クエン酸一水和物 4.2 g を量り，水 500mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

クエン酸水素二ナトリウム一水 (2/3)  $2\text{NaOCCOCH}_2\text{C}(\text{OH})(\text{COOH})\text{CH}_2\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

クエン酸水素二アンモニウム  $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_7$  [くえん酸水素二アンモニウム，K8284，特級] [3012-65-5]

~~クエン酸銅試液，アルカリ性~~クエン酸銅 (II) 試液 (アルカリ性) 【クエン酸銅試液，アルカリ性，アルカリ性クエン酸銅試液】 ~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物 173 g 及び ~~炭酸ナトリウム~~炭酸ナトリウム十水和物 117 g を量り，水 100mL を加え，加熱して溶かし，必要があればろ過する。この液を，あらかじめ ~~硫酸銅~~硫酸銅 (II) 五水和物 17.3 g を量り，水 700mL を加えて溶かした液にかき混ぜながら徐々に加えた後，冷却し，水を加えて ~~1,000mL~~ とする。

~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム 2 水和物を見よ。

~~クエン酸三ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム 2 水和物を見よ。

~~クエン酸三ナトリウム 2 水和物~~クエン酸三ナトリウム二水和物 → 「クエン酸三ナトリウム試液 (1 mol/L)」の前に移動

クエン酸用プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー試液，クエン酸用を見よ。

### クエン酸・リン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：クエン酸一水和物 21.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

### ~~クペロン $C_6H_9N_3O_2$ [K8289]~~

~~クペロン試液 クペロン 6 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。用時調製する。~~

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

### グリシン $H_2NCH_2COOH$ [K8291, 特級] [56-40-6]

グリシン・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.25mol/L, pH10.0, 塩化ナトリウム含有) グリシン 18.8 g 及び塩化ナトリウム 14.6 g を量り、水 700mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で pH 10.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

グリシン・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.025mol/L, pH10.0, 塩化ナトリウム含有) グリシン 1.88 g 及び塩化ナトリウム 1.46 g を量り、水 700mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) で pH 10.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

### クリスタルバイオレット $C_{25}H_{30}ClN_3 \cdot 9H_2O$ [K8294, 特級] [548-62-9]

クリスタルバイオレット・酢酸試液 クリスタルバイオレット ~~0.050g~~ 50mg を量り、酢酸 100mL を加えて溶かす。

### グリセリン $CH_2(OH)CH(OH)CH_2OH$ [K8295, 特級] [56-81-5] 【グリセロール】

グリセリン用過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム試液、グリセリン用を見よ。

### グリチルリチン酸、薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{62}O_{16} \cdot nH_2O$

白色の結晶性の粉末で、特異な甘味がある。熱湯又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 213~218°C (分解)

純度試験 類縁物質 本品 ~~0.010 g~~ 10mg を水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 5 mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、対照液とする。検液及び対照液 10  $\mu$ L につき、「カンゾウ抽出物」の確認試験を準用し、試験を行うとき、検液から得た Rf 値約 0.3 の主スポット以外のスポットは、対照液から得たスポットより濃くない。

### グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド、定量用 $C_{36}H_{54}O_{10}$ [34096-83-8]

本品は、白色の結晶である。

純度試験 (1) 本品 1 mg を量り、エタノール(95) (1→2) 4 mL に溶かし、検液とする。検液 2  $\mu$ L を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (7 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (主波長 254nm) 下で観察するとき、スポットの数は 1 個である。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を担体とし 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

(2) 本品 1 mg を量り、移動相 0.2 mL に溶かし、検液とする。検液 2  $\mu$ L を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からグリチルレチン酸 3-O-グルクロニドの含量を求めるとき、99.0% 以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの

後ろから、主ピークの保持時間の3倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル (HPLC用) /酢酸 (54 : 45 : 1)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 1%以下 (デシケーターで減圧, 2時間)

β-グルカン (大麦由来) (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub> 本品は大麦から得られたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

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

☆D (+) -グルコース C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub> [50-99-7] 【ブドウ糖】

日本薬局方ブドウ糖を用いる。

グルコースオキシダーゼ 本品は, *Penicillium* 属から得られた, 白色の粉末である。本品の1単位は, D-グルコースを基質として, pH7.0, 25°Cにおいて1分間に1 μmol のD-グルコノ-1, 5-ラク톤を生成する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ (Aspergillus 由来) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は, *Aspergillus* 属から得られたものである。本品の1単位は, D (+) -グルコースを基質として, pH7.0, 37°Cにおいて1分間に1 μmol のD (+) -グルコースを酸化する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ (Aspergillus niger 由来) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は, *Aspergillus niger* から得られたものである。本品の1単位は, D (+) -グルコースを基質とし, pH5.1, 35°Cにおいて, 1分間に1 μmol のD-グルコノラクトンと過酸化水素に酸化する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ試液 グルコースオキシダーゼ (*Aspergillus niger* 由来) 9000~15000 単位, パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, ピロガロール基質) 1000~3000 単位, 2, 2'-アジノビス (3-エチルベンゾチアゾリン-6-スルホン酸二アンモニウム) 1.00 g を量り, pH 7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶かし, 1000mL とする。

D-グルコース測定用試液 (グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ含有) グルコースオキシダーゼ (*Aspergillus* 由来) 550 単位, パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, ピロガロール基質) 125 単位を量り, pH7.2 のトリス・リン酸緩衝液 40mL を加えて溶かし, 0.4w/v % 4-アミノアンチピリン溶液 1 mL 及びフェノール溶液 (1→20) 1.4mL を加えた後, pH7.2 のトリス・リン酸緩衝液を加え 50mL とする。用時調製する。

D-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) ヘキソキナーゼ, グルコース-6-リン酸デヒドロゲナーゼ, アデノシン三リン酸, 及びニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) を含むグルコース測定用試液で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) ムタロターゼ (ブタ腎臓由来), グルコースオキシダーゼ (*Penicillium* 属由来), パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来), アスコルビン酸オキシ

ダーゼ（カボチャ由来）、4-アミノアンチピリン及びフェノールを含むD-グルコース測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

**D-グルコース定量用発色試液** フェノール 0.50 g, ムタロターゼ 130 単位, グルコースオキシダーゼ 9,000 単位, ペルオキシダーゼ 650 単位及び4-アミノアンチピリン 0.1 g をリン酸緩衝液 (pH7.1) に溶かし, 正確に 1,000  $\mu$ L とする。2~10°C で保存し, 1 ~~ヶ~~か月以内に使用する。

**$\alpha$ -D-グルコース 1, 6-ニリン酸カリウム塩  $n$ 水和物**  $C_6H_{10}K_4O_{12}P_2 \cdot nH_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

**D-グルコース・D-フルクトース測定用試液** ヘキソキナーゼ, グルコース-6-リン酸脱水素酵素, トリエタノールアミン緩衝液 (pH7.6), ニコチンアミドアデニンジヌクレオチドリン酸 (酸化型), アデノシン三リン酸及び硫酸マグネシウムを含む試液で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

**$\alpha$ -D-グルコース 1-リン酸測定用試液**  $\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) 0.199 g, 塩化マグネシウム六水和物 0.305 g,  $\alpha$ -D-グルコース 1, 6-ニリン酸カリウム塩  $n$ 水和物 0.51mg を量り, 水 50mL 及びトリス緩衝液 (0.05mol/L, pH7.0) 40mL を加えて混和し, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.2mol/L) 1.5mL, ホスホグルコムターゼ 0.3mL 及びグルコース-6-リン酸脱水素酵素 0.4mL を添加した後, 水を加えて 100mL とする。

**グルコース-6-リン酸脱水素酵素** 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は, *Leuconostoc mesenteroides* から得られたものである。本品の 1 単位は, グルコース-6-リン酸と  $\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型) を基質として, 25°C, pH7.8 において, 1 分間に 1  $\mu$ mol のグルコース-6-リン酸を酸化する酵素量とする。

本品は, 1  $\mu$ L 当たり 1 単位の活性を有し, 比活性は 1 mg 当たり 550 単位である。本品は, 3.2mol/L 硫酸アンモニウムを含む。

**グルタミルバリルグリシン, 定量用**  $C_{12}H_{21}N_3O_6$  本品は, 白~淡赤色の粉末である。

含量 本品を乾燥物換算したものは, グルタミルバリルグリシン ( $C_{12}H_{21}N_3O_6$ ) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の**臭化カリウム錠剤法**により測定するとき, 3,321 $cm^{-1}$ , 3,282 $cm^{-1}$ , 1,712 $cm^{-1}$ , 1,654 $cm^{-1}$ , 1,619 $cm^{-1}$ 及び 1,541 $cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 0.50%以下

本品 25mg を量り, 水を加えて溶かして 25  $\mu$ L とし, 検液とする。検液 5  $\mu$ L を正確に量り, 水を加えて正確に 50  $\mu$ L とする。この液 5  $\mu$ L を正確に量り, 水を加えて正確に 50  $\mu$ L とし, 比較液とする。検液及び比較液 20  $\mu$ L につき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 検液の主ピーク以外のピークの面積及び比較液の主ピーク的面積を測定し, 次式より類縁物質の量を求める。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{\text{検液の主ピーク以外のピークの合計面積}}{\text{比較液の主ピーク的面積}}$$

操作条件 「グルタミルバリルグリシン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 1時間)

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かし、酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、~~通例、~~電位差計を用いる、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 30.33 mg  $C_{12}H_{21}N_3O_6$

L-グルタミル-L-チロシル-L-グルタミン酸  $C_{19}H_{25}N_3O_9$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

L (+) -グルタミン  $C_5H_{10}N_2O_3$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

L-グルタミン酸、定量用  $C_5H_9NO_4$  L-グルタミン酸 [K9047, 特級] [56-86-0]

L-グルタミン酸測定用試液 L-グルタミン酸オキシダーゼ (*Streptomyces* 属由来)、パーオキシダーゼ、4-アミノアンチピリン及び N-エチル-N-(2-ヒドロキシ-3-スルホプロピル)-3, 5-ジメチルアニリンナトリウム塩を含む L-グルタミン酸測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~L-グルタミン酸ナトリウム L-グルタミン酸ナトリウム 1 水和物を見よ。~~

~~L-グルタミン酸ナトリウム 1 水和物~~ L-グルタミン酸ナトリウム 1 水和物  $C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$  [6106-04-3] 【L-グルタミン酸ナトリウム 1 水和物, L-グルタミン酸ナトリウム】 「L-グルタミン酸ナトリウム」

グルタル酸  $HOOC(CH_2)_3COOH$  [110-94-1]

本品は、白色の結晶性の粉末で、水に溶ける。

融点 95~99°C

クレアチン-水和物  $C_4H_9N_3O_2 \cdot H_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~p-クレシジン 2-メトキシ-5-メチルアニリンを見よ。~~

クレシジンアゾシェファー塩色素  $C_{18}H_{15}N_2NaO_5S$  本品は、6-ヒドロキシ-5-(2-メトキシ-5-メチルフェニルアゾ)-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウムで、赤~赤褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (500nm 付近 498~504 の極大吸収部) = 597440 以上

本品を減圧デシケター中で 24 時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて溶かして正確に 100 mL とし、これを A 液とする。A 液 10 mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて正確に 100 mL とした液は、波長 498~504 nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を対照とし、波長 498~504 の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の色素-A 液 1.0 ml を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて正確に 100 ml とする。この液 20  $\mu$ l を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験 (6) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンアゾシェファー塩色素のピーク以外を認めない。~~

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) 100 mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加えて正確に 50 mL と



し、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～30 分間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

#### 操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 510nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (80 : 20) から A : B (20 : 80) の直線勾配を 20 分間行い、A : B (20 : 80) で 10 分間保持する。

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

クレシジンスルホン酸アゾG塩色素  $C_{18}H_{13}N_2Na_3O_{11}S_3$  本品は、7-ヒドロキシ-8-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-1,3-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウムで、**だいたい赤～赤みの黄色**の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (~~500nm付近~~ 497～503 の極大吸収部) = ~~461~~440 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 $\Rightarrow$ 2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10~~mL~~mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 $\Rightarrow$ 2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100~~mL~~mL とした液は、波長 ~~498 $\sim$ 502~~497～503nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 497～503nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の色素—A 液 1.0mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3 $\Rightarrow$ 2,000) を加えて正確に 100mL とする。この液 20 $\mu$ L を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験 (65) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンスルホン酸アゾG 塩色素のピーク以外を認めない。~~

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5mg を量り、移動相を加えて正確に 25mL とし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～20 分間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

#### 操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 505nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル  
(HPLC用) 混液 (3:2)

流量 1.0mL/分

水分 5.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし, 水分測定用陽極液には, 炭酸プロピレン及びジエタノールアミン, 水分測定用陰極液には, メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

**クレシジンスルホン酸アゾR塩色素**  $C_{18}H_{13}N_2Na_3O_{11}S_3$  本品は, 3-ヒドロキシ-4-(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホフェニルアゾ)-2,7-ナフタレンジスルホン酸三ナトリウムで, 赤褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (~~515nm付近~~512~518nmの極大吸収部) = ~~494~~420以上

本品を減圧デシケター中で24時間乾燥した後, その~~0.0100g~~約10mgを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし, これをA液とする。A液10mLを正確に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとした液は, 波長~~513~517~~512~518nmに極大吸収部がある。また, この液につき, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし, 波長512~518nmの極大吸収部における吸光度を測定し, 比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の色素—A液1.0mlを正確に量り, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mlとする。この液20μlを量り, 成分規格・保存基準各条の項の食用赤色40号中の純度試験(6)に規定するに規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき, クレシジンスルホン酸アゾR塩色素のピーク以外を認めない。~~

(1)溶状 ほとんど澄明(10mg, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mL)

(2)類縁物質 本品5mgを量り, 移動相を加えて正確に25mLとし, 検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10μLずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 0~20分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた, すべての成分のピーク面積の総和を100とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 95.0%以上である。操作条件

検出器 可視吸光度計(測定波長515nm)

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

カラム 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル  
(HPLC用) 混液 (3:2)

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (30mg, 電量滴定法)

ただし, 水分測定用陽極液には, 炭酸プロピレン及びジエタノールアミン, 水分測定用陰極液には, メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

**クレシジンスルホン酸アゾβ-ナフトール色素**  $C_{18}H_{15}N_2NaO_5S$  本品は, 4-(2-ヒドロキシ-1-ナフチルアゾ)-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸一ナトリウムで, 赤~赤

褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (~~501nm付近~~ 497~503nm の極大吸収部) = 644530 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~ 約 10mg を精密に量り、~~メタノール 5 mL を加えて溶かし、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とした液は、波長 ~~499~~ 497~503nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 497~503nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の色素—A液 1.0mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(6)に規定するに規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クレシジンスルホン酸アゾ β-ナフトール色素のピーク以外を認めない。~~

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 50mL とし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 10μL ずつ量り、クレシジンアゾシェファー塩色素の純度試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~30 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0% 以上である。

水分 5.0% 以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

~~m-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$  [K4305]~~

~~o-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$  [K8304]~~

p-クレゾール  $\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$  [K8306, 特級] [106-44-5] 【パラクレゾール】

クレゾールレッド  $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$  [K8308, 特級] [1733-12-6]

クレゾールレッド・チモールブルー試液 クレゾールレッド 0.1 g 及びチモールブルー 0.3 g を量り、合わせ、エタノール (95) 100mL を加えて溶かし、更に水を加えて 400mL とする。必要があればろ過する。

~~クロマトグラフィー用ケイソウ土—ケイソウ土、クロマトグラフィー用を見よ。~~

クロム酸カリウム  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  [K8312, 特級] [7789-00-6]

~~クロモトロープ酸—クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

クロモトロープ酸試液 クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物 クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物 0.5 g を量り、硫酸 (40→15 2→3) を加え 50mL とし、振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を用いる。用時調製する。

~~クロモトロープ酸二ナトリウム—クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物 クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物  $\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{O}_8\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [~~クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物~~, K8316, 特級] [5808-22-0] 【クロモトロープ酸, クロモトロープ酸二ナトリウム 2 水和物】

~~クロラミンT p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム3水和物を見よ。~~

~~クロラミンT試液 p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液~~ →トレハロース二水和物の前に移動。

クロラムフェニコール  $C_{11}H_{12}Cl_2N_2O_5$  [56-75-7]

日本薬局方クロラムフェニコールを用いる。

クロロゲン酸-水 (2/1)  $2 C_{16}H_{18}O_9 \cdot 1 H_2O$  5-カフェオイルキナ酸-水 (2/1) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ 1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン  $C_6H_3(NO_2)_2Cl$  ~~[1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン, K8478]~~ [97-00-7] 【2, 4-ジニトロクロロベンゼン】

本品は、淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、ジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

含量 99.0%以上

定量法 本品 1 g を量り、アセトンで正確に 10 mL としたものを検液とする。検液及びアセトンをそれぞれ 1  $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液注入後、測定時間に現れる、アセトン由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する 1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼンのピーク面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 5.0  $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 150°C で注入し毎分 10°C で 250°C まで昇温し、250°C で 10 分間保持する。

注入口温度 280°C

検出器温度 280°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 3 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 45

測定時間 20 分

クロロホルム  $CHCl_3$  [K8322, 特級] [67-66-3]

~~クロロホルム, エタノール不含クロロホルム (エタノール不含)  $CHCl_3$  【エタノール不含クロロホルム, クロロホルム, エタノール不含】~~ クロロホルム 20 mL を量り、水 20 mL を加えて 3 分間穏やかによく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、更に水 20 mL ずつを加えて同様の操作を 2 回繰り返す。クロロホルム層を乾燥ろ紙でろ過し、~~無水硫酸ナトリウム~~ 硫酸ナトリウム 5 g を加えて 5 分間よく振り混ぜ、2 時間放置した後、乾燥ろ紙でろ過する。

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

クロロホルム 1000 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置後、澄明なクロロホルムを分取する。湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中に水分は 0.1 mg 以下とする。

~~クロロホルム、無水  $\text{CHCl}_3$ 、クロロホルム 20mL を量り、水 20mL を加えて 3 分間穏やかによく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、更に水 20mL ずつを加えて同様の操作を 2 回繰り返す。クロロホルム層を乾燥ろ紙でろ過し、新たに強熱した無水炭酸カリウム 5 g を加えて密栓し、遮光して一夜放置した後、乾燥ろ紙でろ過し、ろ液をなるべく遮光して蒸留する。~~

ケイソウ土、ガスクロマトグラフィー用 ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土 → 5. クロマトグラフィー用担体／充填剤の項に移動

ケイソウ土、クロマトグラフィー用 クロマトグラフィー用ケイソウ土 → 5. クロマトグラフィー用担体／充填剤の項に移動

1-ケストース  $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_{16}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

結晶セルロース 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ゲニポシド  $\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{O}_{10}$  [24512-63-8]

本品は、白色の結晶 ~~また~~ 又は 結晶性の粉末で、においが無い。

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

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

本品約 ~~0.01 g~~ 10 mg を精密に量り、メタノール (1 → 2) を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液の 波長 240 nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

純度試験 (2) 類縁物質 本品約 ~~0.01 g~~ 10 mg を精密に量り、水／アセトニトリル混液 (17 : 3) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、検液とする。検液 2 mL を正確に量り、水／アセトニトリル混液 (17 : 3) を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピークのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 238 nm)

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

カラム管 内径 4 ~ 5 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管

温度 40 °C

移動相 水／アセトニトリル混液 (17 : 3)

流量 ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

合成ゼオライト、乾燥用

6 (Na<sub>2</sub>O) · 6 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) · 12 (SiO<sub>2</sub>) と 6 (K<sub>2</sub>O) · 6 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) · 12 (SiO<sub>2</sub>) の混合物で乾燥用として製造したもの。通例、結合剤を加えて直径約 2 mm の球状に成形したものをを用いる。白色 ~ 灰白色であるが、水分の吸着によって変色する変色料を加えたものもある。平均細孔径は約 0.3 nm, 表面積は 1 g につき 500 ~ 700 m<sup>2</sup> である。

強熱減量 2.0% 以下 (2 g, 550 ~ 600 °C, 4 時間, 放冷はデシケーター (酸化リン (V)))

酵素活性測定用アスパラギナーゼ アスパラギナーゼ, 酵素活性測定用を見よ。

酵母エキス

適当な条件下で酵母 (Saccharomyces) の産出物のペプトンのような給水溶性物質を澄明液とし、蒸

~~発乾燥し、粉末としたもので、本品1 gは原料酵母7.5 g以上から得たものである。帯赤黄～褐色の粉末で腐敗臭のない特異なにおいがある。水に溶けて黄～褐色の弱酸性の液となる。本品には特別に炭水化物を加えない。~~

~~純度試験 (1) 塩化物 5%以下 (NaClとして)~~

~~(2) 凝固性たん白質 本品の水溶液(1⇒20)を沸騰するまで加熱するとき、沈殿を生じない。~~

~~乾燥減量 5%以下 (105°C, 恒量)~~

~~強熱残分 15%以下 (0.5 g)~~

~~窒素含量 7.2～9.5% (105°C, 恒量, 乾燥後, 窒素定量法)~~

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。

~~コバルチ亜硝酸ナトリウム~~ ~~ヘキサニトロコバルト(III)酸ナトリウム~~を見よ。

~~コバルチ亜硝酸ナトリウム試液~~ ヘキサニトロコバルト(III)酸ナトリウム試液 →「1-ヘキサノール」の前に移動

コリンオキシダーゼ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、*Alcaligenes* sp. から得られたものである。本品の1単位は、コリンを基質として、pH8.0、37°Cにおいて、1分間に1 μmolの過酸化水素を生成する酵素量とする。

コレスタノール  $C_{27}H_{48}O$  5 $\alpha$ -コレスタン-3 $\beta$ -オール [80-97-7]

本品は白色の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし、スチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約0.79である。

融点 133～138°C

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

5 $\alpha$ -コレスタン  $C_{27}H_{48}$  [481-21-0]

本品は白～乳白色の粉末である。

含量 97.0%以上

確認試験 本品及びスチグマステロール0.1 gをそれぞれ酢酸エチル100 mLに溶かし、検液及び標準液とする。これらの液各2 μLにつき、「植物性ステロール(遊離体高濃度物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、スチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約0.53である。

融点 77～83°C

定量法 確認試験の検液2 μLにつき、「植物性ステロール(遊離体高濃度物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の3倍までとする。

コレステロール コレステロール、定量用を見よ。

コレステロール, 定量用  $C_{27}H_{46}O$  [57-88-5]

含量 90.0%以上

本品は、白～わずかに淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数3420 cm<sup>-1</sup>、2930 cm<sup>-1</sup>、1470 cm<sup>-1</sup>、1380 cm<sup>-1</sup>、1060 cm<sup>-1</sup>、1020 cm<sup>-1</sup>、960 cm<sup>-1</sup>、840 cm<sup>-1</sup>及び800 cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認

める。

比旋光度  $[\alpha]_D^{25} = -34 \sim -39^\circ$  本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、1, 4-ジオキサンを加えて正確に 25 mL とし、旋光度を測定する。

融点 146~149°C

純度試験 酸 本品 1 g にエタノール (95) / ジイソプロピルエーテル混液 (1 : 1) 50 mL, フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を淡赤色になるまで加えた後、直ちに栓をして振り混ぜ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.2 mL を加えるとき、検液は淡赤~赤色を示す。

乾燥減量 0.2%以下 (1 g, 105°C, 2時間)

定量法 本品 0.1 g を量り、ピリジン 1 mL を加えた後、N, O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド 0.5 mL を注射器を用いてすばやく加え、水浴中で 5 分間加熱したものを検液とする。別に空試験液を調製する。検液及び空試験液それぞれ 1  $\mu$ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のコレステロールのピーク面積と総ピーク面積から、コレステロールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm, 長さ約 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25  $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 300°C

注入口温度 300°C

検出器温度 300°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

測定時間 主ピークの保持時間の 3 倍までの時間とする。

再蒸留水 蒸留水を総硬質ガラス製の蒸留装置で蒸留する。

酢酸  $\text{CH}_3\text{COOH}$  [K8355, 特級] [64-19-7]

~~酢酸, 希酢酸試液 (1 mol/L)~~ → 「~~酢酸試液 (0.75 mol/L)~~」の前に移動

酢酸, 非水滴定用 酢酸 1,000 mL を量り、~~三酸化クロム~~酸化クロム (VI) 5 g を加え、一夜放置した後、ろ過して蒸留し、115°C 以上の留分に無水酢酸 20 g を加え、再蒸留し、117~118°C で定沸点になった留分をとる。

~~酢酸亜鉛—酢酸亜鉛 2 水和物を見よ。~~

☆ 酢酸亜鉛二水和物  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [~~酢酸亜鉛二水和物,~~ K8356, 特級] [5970-45-6] 【酢酸亜鉛, 酢酸亜鉛 2 水和物】

酢酸亜鉛試液 ~~酢酸亜鉛 2 水和物~~ 酢酸亜鉛二水和物 120 g を量り、水 880 mL に溶かし、使用前に定量用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過する。

~~酢酸亜鉛 2 水和物~~ 酢酸亜鉛二水和物 → 「酢酸亜鉛試液」の前に移動

酢酸アンモニウム  $\text{CH}_3\text{COONH}_4$  [K8359, 特級] [631-61-8]

~~酢酸アンモニウム緩衝液—酢酸アンモニウム 77 g を量り、酢酸 10 mL 及び水を加えて溶かして 1,000 mL~~

~~とする。~~

~~酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.0)~~

~~第1液：酢酸アンモニウム 10 g を量り、水を加えて溶かして 100ml とする。~~

~~第2液：酢酸 31.0 g に水を加えて 100ml とする。~~

~~第1液と第2液とを混和し、両液を用いて pH3.0 に調整する。~~

酢酸アンモニウム試液 (0.1mol/L) 酢酸アンモニウム 7.7 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 酢酸アンモニウム 1.54 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

酢酸アンモニウム試液 (0.01mol/L) 酢酸アンモニウム 0.77 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液 酢酸アンモニウム 1.54 g 及びテトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物 3.22 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

~~酢酸イソアミル 酢酸 3-メチルブチルを見よ。~~

酢酸エチル  $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$  [K8361, 特級] [141-78-6]

酢酸・塩化カリウム・硫酸亜鉛試液 塩化カリウム 70 g 及び硫酸亜鉛七水和物 20 g を量り、水 700mL を加えて溶かし、酢酸 200mL を加え、水で 1000mL とする。

酢酸カリウム  $\text{CH}_3\text{COOK}$  [K8363, 特級] [127-08-2]

~~酢酸カルシウム 酢酸カルシウム 1水和物を見よ。~~

酢酸カルシウム 1水和物 酢酸カルシウム 一水和物  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [酢酸カルシウム 一水和物, K8364, 特級] [62-54-4] 【酢酸カルシウム 1 水和物, 酢酸カルシウム】

酢酸カルシウム試液 (0.2mol/L) 酢酸カルシウム一水和物 35.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

酢酸緩衝液 ~~無水酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム 82 g を量り、水 140mL を加えて溶かし、酢酸 25mL 及び水を加えて 250mL とした後、酢酸又は ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 溶液 (2 → 15) で pH5.51 ± 0.03 に調整する。

酢酸緩衝液 (1 mol/L)

第1液：酢酸ナトリウム 82 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸 60 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.2mol/L)

第1液：酢酸ナトリウム 16.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸 12.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.2mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム・塩化ナトリウム含有) 酢酸ナトリウム三水和物 27.2 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、酢酸 (1 → 100) で pH6.0 に調整し、塩化カルシウム 二水和物 75mg 及び塩化ナトリウム 0.6 g を加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：酢酸ナトリウム 8.2 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。

第2液：酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。



第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

**酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH4.0, エタノール含有)**

第1液：酢酸 6.0 g を量り、エタノール (99.5) 200mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

第2液：酢酸ナトリウム三水和物 13.6 g を量り、水を加えて溶かし、更にエタノール (99.5) 200mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

第1液と第2液を混和して pH4.0 に調整する。

**酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有)**

第1液：酢酸ナトリウム 8.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和して pH4.3 に調整し、更にポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテルを 0.1w/v% 加える。

**酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, アルブミン含有)** ウシ血清アルブミン (酵素用) 0.1 g 及びアジ化ナトリウム 0.33 g を量り、水 500mL を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 100mL 及び水を加えて 1000mL とする。

**酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有)**

第1液：酢酸 6.0 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.74 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸ナトリウム 8.2 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.74 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和して pH6.0 に調整する。

**酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル・塩化ナトリウム含有)** 塩化ナトリウム 11.7 g を量り、水を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 100mL, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

**酢酸緩衝液 (0.05mol/L)**

第1液：酢酸ナトリウム 4.1 g を量り、水を加えて溶かし 1000mL とする。

第2液：酢酸 3.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

**酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有)** pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 50mL と塩化カルシウム試液 (1 mol/L) 20mL を混和し、水を加えて 1000mL とする。

**酢酸緩衝液 (0.02mol/L)**

第1液：酢酸ナトリウム 1.64 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸 1.20 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

**酢酸緩衝液 (0.02mol/L, pH5.0, アルブミン含有)** ウシ血清アルブミン (酵素用) 25mg を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及び水 490mL を加えて溶かす。冷所に保存し 1 か月以内に使用する。

**酢酸緩衝液 (0.01mol/L)**

第1液：酢酸ナトリウム 0.82 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸 0.60 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH5.5, 塩化カルシウム含有) pH5.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及び塩化カルシウム試液 (0.1mol/L) 10mL を量って混和し、水を加えて1000mLとする。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH5.5, 塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有) 塩化マグネシウム六水和物 1.0g 及び塩化カルシウム二水和物 0.74g を量り、水を加えて溶かし、pH5.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及びポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→20) 10mL を加え、塩酸試液 (2 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH5.5 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有) pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL 及びポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 1 mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

酢酸緩衝液 (0.005mol/L)

第1液：酢酸ナトリウム 0.41g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：酢酸 0.30g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

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

酢酸緩衝液 (pH4.5)

第1液：酢酸 6.0g ~~を量り~~、水を加えて、1,000~~mL~~ とする。

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

第1液と第2液を混ぜ、両液を用いて pH4.5 に調整する。

酢酸緩衝液 (pH5.4)

第1液：酢酸 5.78~~mL~~ ~~を量り~~、水を加えて、1,000~~mL~~ とする。

第2液：~~無水酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム 8.5g を量り、水を加えて溶かし、1,000~~mL~~ とする。

第1液 176 容量と第2液 824 容量とを混和し、必要があれば、更にいずれかの液を加えて、pH5.4 に調整する。

酢酸緩衝液 (pH5.5) 酢酸ナトリウム三水和物 10g を量り、酢酸試液 (1 mol/L) 10mL 及び水を加えて溶かし、1000mL とする。必要ならば pH を 5.5 に調整する。

酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛含有) 酢酸 0.60g, 酢酸ナトリウム三水和物 12.3g 及び硫酸亜鉛七水和物 0.29g を量り、水を加えて溶かし、1000 mL とする。使用する際に pH5.6 であることを確認する。

酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛・アルブミン含有) ウシ血清アルブミン (酵素用) 溶液 (1→100) 20mL を量り、酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛含有) を加えて 1000mL とする。用時調製する。

酢酸・クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH4.2) 酢酸 60g 及びクエン酸一水和物 6.3g を量り、水 700mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で pH4.2 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

~~酢酸水銀 (II)  $\text{Hg}(\text{CH}_3\text{COO})_2$  [K8369]~~

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5), 鉄試験用 酢酸 75.4~~mL~~ 及び~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 111g を量り、水 ~~を~~加えて溶かし、1,000~~mL~~ とする。

酢酸試液 (6 mol/L) 酢酸 360g を量り、水を加えて 1000mL とする。

☆酢酸試液 (1 mol/L) 【希酢酸, 酢酸, 希】  $\text{CH}_3\text{COOH}$

酢酸 6 g を量り、水を加えて 100mL とする。

酢酸試液 (0.75mol/L) 酢酸 45 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

酢酸試液 (0.1mol/L) 酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (2mol/L) 酢酸 120 g を量り、水 500mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (1mol/L)

第 1 液：酢酸 60 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 2 液：水酸化ナトリウム 40 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L) 酢酸 30 g を量り、水を加えて 600mL とし、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.4mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 酢酸 24 g 及び塩化カルシウム二水和物 7.4 g を量り、水 600mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で pH6.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L)

第 1 液：酢酸 12 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 2 液：水酸化ナトリウム 8.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液：酢酸 6.0 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 2 液：水酸化ナトリウム 4.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) 酢酸 2.8 g 及び塩化ナトリウム 2.9 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2mol/L) で pH4.3 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) 酢酸 3.0 g を量り、水 800mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L, pH5.8, 塩化ナトリウム含有) 酢酸 2.8 g 及び塩化ナトリウム 12.9 g を量り、水 900mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2mol/L) で pH5.8 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.025mol/L) 酢酸 1.5 g を量り、水 900mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加え 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02mol/L) 酢酸 1.2 g を量り、水 900mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加え 1000mL とする。

酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.01mol/L, pH4.0, アルカール含有) アルカール 0.26 g を

量り、pH4.0の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液(0.02mol/L) 50mLを加えて溶かし、水を加えて100mLとする。

~~酢酸第三水銀—酢酸水銀(II)を見よ。~~

~~酢酸第三水銀試液、非水滴定用—酢酸水銀(II) 6gを量り、非水滴定用酢酸を加えて溶かして100mLとする。~~

~~酢酸第二銅—酢酸銅(II) 1水和物を見よ。~~

~~酢酸銅(II)—酢酸銅(II) 1水和物を見よ。~~

~~酢酸銅(II) 1水和物~~酢酸銅(II) 一水和物  $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [~~酢酸銅(II) 一水和物~~, K8370] [6046-93-1] **【酢酸第二銅, 酢酸銅(II), 酢酸銅(II) 1水和物】**

本品は、青緑色の結晶又は結晶性の粉末で、水にやや溶けやすい。

確認試験 (1) 本品1gに硫酸(1→2) 10mLを加えて溶かした液を加熱すると、酢酸のにおいが発生する。

(2) 本品0.1gに水20mLを加えて溶かした液に、アンモニア水(2→3) 5mLを加えると、深い青になる。

定量法 本品0.4gを量り、水を加えて溶かし、正確に250mLとする。その25mLを正確に量り、水75mL及びアンモニア水(1→15) 5mLを加え、0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬50mg)。終点は、液の色が黄緑から赤紫に変わるときとする。

0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 1.9965mg ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{Cu} \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

~~酢酸銅(II) 試液, 強~~酢酸銅(II) 試液 **【強酢酸第二銅試液, 酢酸銅(II) 試液, 強】** ~~酢酸銅(II)—~~酢酸銅(II) 一水和物 13.3gを量り、酢酸 5mL及び水 195mLを加えて溶かす。

~~酢酸 dl- $\alpha$ -トコフェロールトコフェロール酢酸エステル~~ → 「ドデシルベンゼン」の前に移動

~~酢酸ナトリウム—酢酸ナトリウム 3水和物を見よ。~~

~~酢酸ナトリウム 3水和物~~酢酸ナトリウム三水和物 → 「酢酸ナトリウム試液(1mol/L)」の前に移動

~~酢酸ナトリウム, 無水~~酢酸ナトリウム  $\text{CH}_3\text{COONa}$  [~~酢酸ナトリウム~~, K8372, 特級] [127-09-3] **【無水酢酸ナトリウム, 酢酸ナトリウム, 無水】**

☆酢酸ナトリウム三水和物  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [~~酢酸ナトリウム三水和物~~, K8371, 特級] [6131-90-4] **【酢酸ナトリウム 3水和物, 酢酸ナトリウム】**

酢酸ナトリウム試液(1mol/L) 酢酸ナトリウム82.0gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

酢酸ナトリウム試液(0.5mol/L) 酢酸ナトリウム41.0gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

~~酢酸鉛—酢酸鉛(II) 3水和物を見よ。~~

~~酢酸鉛(II) 3水和物~~酢酸鉛(II) 三水和物  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [~~酢酸鉛(II) 三水和物~~, K8374, 特級] [6080-56-4] **【酢酸鉛, 酢酸鉛(II) 3水和物】**

酢酸鉛試液酢酸鉛(II) 試液 **【酢酸鉛試液】** ~~酢酸鉛~~酢酸鉛(II) 三水和物 11.8gを量り、水を加えて溶かして100mLとし、酢酸(1→4) 2滴を加える。密栓して保存する。

酢酸鉛試液, 塩基性酢酸鉛(II) 試液(塩基性) **【塩基性酢酸鉛試液, 酢酸鉛試液, 塩基性】**

~~酢酸鉛~~ 酢酸鉛 (II) 三水和物 3 g 及び ~~一酸化鉛~~ 酸化鉛 (II) 1 g を量り、水 0.5 ~~mL~~ mL を加え、すり混ぜて得た類黄色の混和物をビーカーに入れ、時計皿で覆い、水浴上で加熱する。内容物が均一な白～帯赤白色となったとき、熱湯 9.5 ~~mL~~ mL を少量ずつ加え、再び時計皿で覆い、放置した後、上澄液を傾斜してとり、水を加えてその比重  $d_{25}^{25}$  を 1.23～1.24 とする。密栓して保存する。

酢酸ビスマス (III)  $(\text{CH}_3\text{CO}_2)_3\text{Bi}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

酢酸ビニル  $\text{CH}_3\text{COOCHCH}_2$  [K6724] [108-05-4]

本品は、無色の液体で、トルエンに溶ける。

屈折率  $n_D^{20} = 1.393 \sim 1.397$

酢酸ブチル  $\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$  [K8377, 特級] [123-86-4]

~~酢酸マグネシウム~~ ~~酢酸マグネシウム 4 水和物~~ を見よ。

~~酢酸マグネシウム 4 水和物~~ 酢酸マグネシウム四水和物  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  [酢酸マグネシウム (4 水和物), K8380:1978] [16674-78-5] 【酢酸マグネシウム, 酢酸マグネシウム 4 水和物】

本品は、無色若しくは白色の潮解性の結晶又は粉末である、潮解性があり、水に溶けやすい。

含量 99.0%以上 ~~101.0%~~

確認試験 本品は、酢酸塩及びマグネシウム塩の反応を呈する。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2 mL を加え、0.01 mol/L EDTA 溶液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴)。終点は、液の赤色が青色になるときとする。

0.01 mol/L EDTA 溶液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 21.47 mg  $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

~~酢酸 3-メチルブチル  $\text{CH}_3\text{COOC}_4\text{H}_9$~~  酢酸 3-メチルブチル  $\text{CH}_3\text{COO}(\text{CH}_2)_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$  [K8358] [123-92-2] 【酢酸イソアミル】

含量 98.0%以上

性状 本品は、無色澄明な揮発性の液体である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数  $2958\text{cm}^{-1}$ 、 $1743\text{cm}^{-1}$ 、 $1465\text{cm}^{-1}$ 、 $1309\text{cm}^{-1}$ 、 $1245\text{cm}^{-1}$ 、 $1056\text{cm}^{-1}$  及び  $605\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

密度 本品を比重測定法第 4 法により測定するとき  $0.868 \sim 0.879 \text{ g/mL}$  ( $20^\circ\text{C}$ ) である

定量法 本品 1  $\mu\text{L}$  を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。注入後、測定時間内に現れるすべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する酢酸 3-メチルブチルのピーク面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm、長さ 15m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを  $1.5\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度  $50^\circ\text{C}$  で注入し、毎分  $10^\circ\text{C}$  で  $150^\circ\text{C}$  まで昇温する。

注入口温度  $200^\circ\text{C}$

検出器温度  $250^\circ\text{C}$

キャリアーガス ヘリウム

流量 5 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:20

測定時間 10分

~~酢酸リチウム 酢酸リチウム 2水和物を見よ。~~

~~酢酸リチウム 2水和物~~ 酢酸リチウム二水和物  $\text{CH}_3\text{COOLi} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [内容が不十分な試薬]

[6108-17-4] 【酢酸リチウム 2水和物, 酢酸リチウム】

本品は、無～白色の結晶で、水によく溶ける。

融点 70℃

溶状 無色、ほとんど澄明 (0.5 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~酢酸リチウム緩衝液 酢酸リチウム 40.8 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とした後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で pH9 に調整する。~~

サラシ粉  $\text{CaCl}_2 \cdot \text{O}_2$  ~~[K8388 ÷ 1961]~~ [7778-54-3, 高度さらし粉]

本品は、白色又は類白色の粉末で塩素のにおいがする。

含量 本品は、有効塩素 (Cl として 30%60 以上を含む)。

確認試験 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて振りまぜ、これにリトマス紙 (赤色) を浸すとき、リトマス紙は青変し、次に退色する。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、乳鉢に入れ、水 50 mL を加えてよくすり混ぜた後、メスフラスコに移し、水を加えて 500 mL とする。よく振り混ぜ、直ちにその 50 mL をヨウ素フラスコに正確に入れ、ヨウ化カリウム溶液 10 mL 及び 10% 塩酸試液 10 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに、デンプン試液 3 mL を加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.4543 mg Cl

D (-) - サリシン  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_5 \cdot \text{OC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{OH}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

サリチルアルダジン  $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$  [959-36-4]

融点 213～219℃

純度試験 本品 ~~0.09 g~~ 90 mg を量り、トルエンに溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とし、この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、トルエンを加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~μL~~ μL を量り、「ポリビニルピロリドン」の純度試験 ~~(6)~~ (5) を準用し、試験を行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。

サリチルアルデヒド  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CHO}$  [K8390, 特級] [90-02-8]

サリチル酸  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOH}$  [K8392, 特級] [69-72-7]

サリチル酸・メタノール試液 サリチル酸 10 g を量り、水分測定用メタノール 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。用時調製する。

サリチル酸メチル  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_3$  ~~[K8398 ÷ 1981]~~ [119-36-8]

本品は、無～微わずかに淡黄色の油状の物質で特異なにおいがある。水に溶けにくく、ジエチルエーテルとよく混和する。

~~比重 1.182～1.192~~

含量 98.0%以上

定量法 本品 1 μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。サリチル酸メチルのピーク面積と総ピーク面積から、サリチル酸メチルの含量を求める。

## 操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 15m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C で注入し毎分 10°C で 250°C まで昇温する。

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 5 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 20

測定時間 15 分

サルササポゲニン, 定量用  $C_{27}H_{44}O_3$  [126-19-2]

本品は、白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品 5 mg を量り、酢酸エチル 5 mL に溶かす。この液 2  $\mu$ L につき、ヘキサン/酢酸エチル混液 (2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 8 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、~~p-アニスアルデヒド・硫酸試液~~ 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110°C で 10 分間加熱した後、観察するとき、Rf 値 0.55 付近に黄緑～青緑色の主スポットを認める。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

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

水分 8.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

~~三塩化アンチモン 塩化アンチモン (III) を見よ。~~

~~三塩化アンチモン試液 無水クロロホルムで三塩化アンチモン (III) の表面を洗い、洗液が澄明となった後、三塩化アンチモン (III) に無水クロロホルムを加えて飽和溶液とする。遮光した容器に密栓して冷所に保存する。用時調製する。~~

~~三塩化チタン溶液~~ 塩化チタン (III) 溶液 → 「塩化鉄 (III) 」の前に移動

三塩化ヨウ素  $ICl_3$  [三塩化よう素, K8403, 特級] [865-44-1]

~~三塩化リン  $PCl_3$  [三塩化りん, K8404:1962] 本品は、無色透明な液体で刺激性のにおいがある。空气中で発煙する。~~

~~留分 75~78°C で 95vol% 以上を留出する。~~

酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液, ポリソルベート用

本品は、無色透明の液体である。揮発性が高いため、開封後速やかに操作する。

含量 本品は、1,000 mL 中酸化エチレン ( $C_2H_4O$ ) 約 44.05 g を含む (1 mol/L)。

定量法 ドライアイスを入れたメタノールで冷却した本品を検液とし、外径 2 mm のガラス管に入れ、フッ素樹脂製のシールテープで密封する。ドライアイスを入れたメタノールで冷却しておいた NMR スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム を外径 5 mm の NMR 試料管に

入れ、更に本品を入れたガラス管を入れてふたをし、密閉する。その後、直ちに<sup>1</sup>H NMRスペクトルを測定する。本品のシグナル面積強度 (2.85ppm 付近) を1としたときのテトラヒドロフランのシグナル面積強度 (3.95ppm 付近) をAとし、次式により、酸化エチレンの含量を求める。

$$\text{酸化エチレン (C}_2\text{H}_4\text{O) の含量 (g/L)} = (11.01 / (12.24 + 20.26 \times A)) \times 1,000 \text{ (g/L)}$$

**酸化カルシウム** CaO [~~生石灰~~, K8410, 特級] [1305-78-8]

~~酸化クロム~~ **三酸化ニクロム** → 「三酸化ニヒ素」の前に移動

**酸化クロム (VI)** CrO<sub>3</sub> [~~K8434-1080~~] [1333-82-0] **【三酸化クロム】**

本品は、暗い赤紫色の潮解しやすい細い針状・りょう柱状の結晶又は塊である。フレークで、水に溶けやすい。可燃性の有機溶媒と接すると発火の危険がある。

含量 8.0%以上

~~確認試験 本品の水溶液に酢酸鉛試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。~~

~~純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 10ml)~~

~~(2) アルカリ土金属 0.1%以下~~

~~本品 1.0 g を三角フラスコにとり、水 17ml, 塩酸 (1→3) 5ml, エタノール 5ml を加え、還流冷却器をつけて1時間加熱する。加熱後、エタノールを留去し、熱湯 70ml 及びアンモニア水 (2→5) 7ml を加え、水浴上でアンモニア臭が無くなるまで加熱後、蒸発乾固する。残留物に熱湯 30ml を加えてろ過し、ろ液をあらかじめ質量を量ってある蒸発皿にとる。ろ紙は、熱湯 10ml ずつで3回洗い、洗液はろ液と合わせる。水浴上で蒸発乾固し、硫酸 0.5ml を加え、熱板上で蒸発、強熱した残分は 1mg 以下である。~~

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り、メスフラスコに入れ 100mL にしたものを、検液とする。300mL の共通すり合わせヨウ素フラスコに検液 10mL (本品 70mg) を正確に入れ、水 100mL, 塩酸 5mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、直ちに栓をして 15 分間暗所に放置し、水 100mL を加え、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。指示薬は、デンプン試液 3mL を用いる。デンプン試液は、終点間際で液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は液の色が緑色となるときとする。別に水 110mL を用いて空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1mL = 3333 mg CrO<sub>3</sub>

~~酸化水銀 (II), 黄色 HgO [酸化水銀 (II) (黄色), K8418]~~

~~酸化第二水銀, 黄色 酸化水銀 (II), 黄色を見よ。~~

**酸化チタン (IV)** TiO<sub>2</sub> [K8703, 特級] [13463-67-7]

**酸化鉛 (II)** PbO [K8090, 特級] [1317-36-8] **【一酸化鉛】**

**酸化バリウム** BaO [~~K8428-1061, 乾燥用~~] [1304-28-5]

本品は、白色、黄白色又は灰白～淡黄色の吸湿性の粉末で、空气中で湿気及び二酸化炭素を吸収する。水に溶けやすい。水溶液は、アルカリ性である。

含量 90.0%以上

~~確認試験 (1) 本品の水溶液はアルカリ性を呈する。~~

~~(2) 本品を塩酸酸性の水に溶かし、硫酸を加えるとき白色の沈殿を生じる。~~

~~(3) 本品は、炎色反応試験を行うとき、緑色を呈する。~~

定量法 水 30mL に本品約 0.5 g を精密に量って加え、塩酸 (1→4) 20mL を加えて溶かし、冷後、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。別に空試験を行い補正し、過酸化バリウムの



含量 (C) を求める。

$0.02\text{mol/L}$  過マンガン酸カリウム溶液  $1\text{ mL} = 8.466\text{mgBaO}_2$

次に、本品約  $2.0\text{ g}$  を精密に量り、あらかじめ水 (二酸化炭素除去)  $100\text{ mL}$  を入れた  $300\text{ mL}$  の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、 $1\text{ mol/L}$  塩酸で滴定し (指示薬 フェノールフタレイン試液 2, 3 滴)、次式により酸化バリウムの含量を求める。

$$\text{酸化バリウムの含量 (\%)} = \frac{76.66 \times v}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 - C \times 0.9055$$

ただし、 $v$  :  $1\text{ mol/L}$  塩酸の消費量 (mL)

酸化マグネシウム  $\text{MgO}$  [K8432, 特級] [1309-48-4]

~~酸化モリブデン (III)~~ 酸化モリブデン (VI)  $\text{MoO}_3$  [~~三酸化モリブデン, K8436 : 1979~~] [1313-27-5] 【三酸化モリブデン】

本品は、白～類黄緑色の粉末で、水に溶けにくい。

含量 99.0%以上

純度試験 リン酸塩 ( $\text{PO}_4$ ) 0.0005%以下

本品  $1.5\text{ g}$  を量り、 $200\text{ mL}$  のポリエチレン製のビーカーに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1→10)  $10\text{ mL}$  を加えて溶かし、水  $30\text{ mL}$  を加え、pH 試験紙を用いて塩酸 (1→10) で pH 4～5 に調整する。更に、臭素試液  $2\text{ mL}$  を加え、pH 計を用いて塩酸 (1→10) で pH 1.7～1.9 に調整した液を  $200\text{ mL}$  のガラス製のビーカーに移し、沸騰し始めるまで加熱した後、約  $20^\circ\text{C}$  に冷却し、水を加えて  $90\text{ mL}$  にする。この液を  $200\text{ mL}$  の分液漏斗に移し、塩酸  $10\text{ mL}$  及びジエチルエーテル  $20\text{ mL}$  を加え、3 分間激しく振り混ぜて放置後、ジエチルエーテル層を分取し、塩酸 (1→10)  $10\text{ mL}$  で 4 回洗浄後、ジエチルエーテル層に塩化スズ (II) 二水和物・塩酸溶液 (1→50)  $0.2\text{ mL}$  を加え、30 秒間激しく振り混ぜて放置後、分取したジエチルエーテル層をジエチルエーテルで  $25\text{ mL}$  としたものを、検液とする。別に、本品  $0.5\text{ g}$  を量り、 $200\text{ mL}$  のポリエチレン製のビーカーに入れ水酸化ナトリウム溶液 (1→10)  $10\text{ mL}$  を加えて溶かし、リン酸塩標準液  $0.5\text{ mL}$  及び水  $30\text{ mL}$  を加え、pH 試験紙を用いて塩酸 (1→10) で pH 4～5 に調整する。更に、臭素試液  $2\text{ mL}$  を加え、pH 計を用いて塩酸 (1→10) で pH 1.7～1.9 に調整した液を  $200\text{ mL}$  のガラス製のビーカーに移し、沸騰し始めるまで加熱後、約  $20^\circ\text{C}$  に冷却し、水を加えて  $90\text{ mL}$  にする。この液を  $200\text{ mL}$  の分液漏斗に移し、塩酸  $10\text{ mL}$  及びジエチルエーテル  $20\text{ mL}$  を加え、3 分間激しく振り混ぜて放置後、ジエチルエーテル層を分取し、塩酸 (1→10)  $10\text{ mL}$  で 4 回洗浄後、ジエチルエーテル層に塩化スズ (II) 二水和物・塩酸溶液 (1→50)  $0.2\text{ mL}$  を加え、30 秒間激しく振り混ぜて放置後、分取したジエチルエーテル層をジエチルエーテルで  $25\text{ mL}$  としたものを、標準液とする。検液の青色は、標準液の青色より濃くない。

定量法 本品約  $0.15\text{ g}$  を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→10)  $2\text{ mL}$  を加えて溶かし、ヘキサメチレンテトラミン溶液 (1→10)  $5\text{ mL}$  を加え、硝酸 (1→11) を用いて pH 5～6 に調整し、液を  $50\sim 70^\circ\text{C}$  に加温し、指示薬として 4-(2-ピリジルアゾ) レソルシノール試液を加えて  $0.05\text{ mol/L}$  硝酸鉛 (II) 溶液で滴定する。終点は、液の色が黄色から帯黄赤色になるときとする。

$0.05\text{ mol/L}$  硝酸鉛 (II) 溶液  $1\text{ mL} = 7.198\text{mgMoO}_3$

酸化ランタン (III)  $\text{La}_2\text{O}_3$  [1312-81-8]

本品は、白色の結晶である。

強熱減量 0.5%以下 (1 g, 1,000°C, 1時間)

**酸化ランタン試液** 酸化ランタン (III) 5.86 gを100mLのメスフラスコに入れ、水2～3mLを加えて潤し、塩酸25mLをゆっくり加え、完全に溶けるまで揺り動かす。水を加えて100mLとする。

**酸化リン (V)**  $P_2O_5$  [酸化りん (V), K8342, 特級] [1314-56-3]

~~三酸化クロム  $Cr_2O_3$  酸化クロム (VI) を見よ。~~

☆**三酸化ニクロム**  $Cr_2O_3$  [~~三酸化ニクロム (酸化クロム), 1種, K1401, 1種~~] [1308-38-9]  
【酸化クロム】

**三酸化二ヒ素**  $As_2O_3$  [三酸化二ひ素, K8044, 特級] [1327-53-3] 【三酸化ヒ素】

~~三酸化二ヒ素 (標準試薬)  $As_2O_3$  [容量分析用標準物質, 酸化ひ素 (III), K8005]~~

~~三酸化ヒ素  $As_2O_3$  三酸化二ヒ素を見よ。~~

~~三酸化ヒ素 (標準試薬) 三酸化二ヒ素 (標準試薬) を見よ。~~

**三酸化ヒ素試液薬** 三酸化二ヒ素1gを量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→40) 30mLを加え、加熱して溶かし、冷後酢酸を徐々に加えて100mLとする。

~~三酸化モリブデン 酸化モリブデン (III) を見よ。~~

~~酸性塩化第一スズ試液 塩化第一スズ試液, 酸性を見よ。~~

~~酸性硫酸第一鉄試液 硫酸第一鉄試液, 酸性を見よ。~~

**三フッ化ホウ素**  $BF_3$  [7637-07-2]

本品は、無色の気体で、刺激性のにおいがある。

沸点 -100.3°C

融点 -127.1°C

**三フッ化ホウ素・メタノール試液** 三フッ化ホウ素を14g量り、メタノールを加えて溶かし、100mLとする。

**次亜塩素酸ナトリウム**  $NaClO$  [7681-52-9] 「次亜塩素酸ナトリウム」

ただし、有効塩素5%以上のものを用いる。

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

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

~~次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液, アスパラギナーゼ活性試験用~~ **次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 (アスパラギナーゼ活性試験用)** 次亜塩素酸ナトリウム試液2.5mLに水を加えて10mLとする。この液の採取量を3mLとし、以下「次亜塩素酸ナトリウム」の定量法に準じて標定し、0.32～0.38mol/L次亜塩素酸ナトリウムになるように調製した後、適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液を用いてpH12.5に調整する。この液3mLに水85mLを加え、適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液を用いてpH12.5に調整した後、水を加えて100mLとする。冷暗所に保存する。

**次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 (ウレアーゼ活性試験用)** 水酸化ナトリウム10g及び次亜塩素酸ナトリウム試液15mLを量り、水を加えて溶かし1000mLとする。用時調製する。

**ジアシルグリセロール試液** 1, 2-ジパルミトイル-rac-グリセリン3.0mgを量り、クロロホルム/メタノール混液 (2:1) 1mLを加えて溶かす。

4-4'-~~(ジアゾアミノ)~~ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム  $C_{12}H_9N_3Na_2O_6S_2$  [56120-28-6] 【4-4'-~~(ジアゾアミノ)~~ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム】

本品は、白～類白赤みの黄色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (358nm付近 356~362nm の極大吸収部) = 677640 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その 0.0100g 約 10mg を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これをA液とする。A液 10mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。また、た液は、 波長 240 238~244nm 及び 358 356~362nm のそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 356~362nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 他の芳香族化合物 A液 10mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (4→1,000) を加えて正確に 100mL とする。この液 20μL を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色4号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

(1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5mg を量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~20分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 360nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) : アセトニトリル (HPLC用) (19 : 1)

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

シアニジン 3-グルコシド塩化物  $C_{21}H_{21}ClO_{11}$  [7084-24-4]

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

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

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

(4) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 378  $cm^{-1}$ 、1640  $cm^{-1}$ 、1332  $cm^{-1}$ 、1070  $cm^{-1}$  及び 630  $cm^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験(1)の液を検液とする。検液 1mL を正確に量り、クエン酸緩衝液

(pH3.0)を加えて正確に100~~mL~~とし、比較液Aとする。検液及び比較液Aにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液Aの主ピークのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の3倍までとする。

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

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

4, 4'-ジアミノジフェニルアミン試液 4, 4'-ジアミノジフェニルアミン硫酸塩に少量のエタノール (95)を加えてよくすり混ぜ、更にエタノール (95)を加え、還流冷却器を付けて水浴上で加熱し、飽和溶液とする。

4, 4'-ジアミノジフェニルアミン硫酸塩  $C_{12}H_{13}N_3 \cdot H_2SO_4$  ~~〔K8476-1962〕~~ 〔53760-27-3〕

本品は、無～帯灰青色の結晶性の粉末である。~~、~~ 水に溶けにくい。希鉍酸に温時溶ける。

~~本品1gを希硫酸10mlに温めながら溶かし、過剰のアンモニア水を加え、しばらく加熱したのち冷却するとき結晶を生じ、その融点は157～160℃である。~~

溶状 澄明

本品1.0gを量り、硫酸(1→16)20mLを加え、加熱して溶かし、検液とする。

強熱残分 0.1%以下(1g)

ただし、硫酸は加えず、砂浴上で徐々に加熱し、灰化後、強熱する。

2, 3-ジアミノナフタレン  $C_{10}H_9N_2$  〔771-97-1〕

本品は淡黄褐色の結晶又は粉末である。

融点 193～198℃

感度 ~~セレン0.060gを正確に量り、硝酸(1→2)100mlを加え、必要ならば水浴上で加熱して溶かし、水を加えて正確に1,000mlとする。セレン標準液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。~~この液5~~mL~~10mLを正確に量り、水を加えて正確に200~~mL~~50mLとする。この液1~~mL~~を正確に量り、硝酸(1→60)50~~mL~~を加えて標準原液A液とする。標準原液A液及び硝酸(1→60)50~~mL~~40mLずつを正確に量り、それぞれにアンモニア水を加えてpH1.8～2.2とした後、水を加えて約60~~mL~~とする。これらの液をそれぞれ分液漏斗に移し、容器を水10~~mL~~を用いてビーカーをで洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。~~それぞれに塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム~~0.2gを加えて静かに振り混ぜて溶かし、次に2, 3-ジアミノナフタレン0.10g及び~~塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム~~0.5gを0.1mol/L塩酸試液(0.1mol/L)に加えて100~~mL~~とし、ろ過した液5~~mL~~を加え、振り混ぜた後、100分間放置する。それぞれの液にシクロヘキサン5.0~~mL~~を加えて、2分間よく振り混ぜて抽出する。それぞれの液のシクロヘキサン層をとり、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上層を標準液及び対照液とす~~とる。標準A液から得たシクロヘキサン層につき、硝酸(1→60)から得たシクロヘキサン層を対照液を用いてとし、~~紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長378nmにおける吸光度は0.08以上である。

2, 3-ジアミノナフタレン試液 2, 3-ジアミノナフタレン 0.10 g 及び塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.5 g ~~を~~を量り、塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて 100mL とし、必要があればろ過する。用時調製する。

2, 4-ジアミノフェノール二塩酸塩  $C_6H_{10}C_{12}N_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~次亜リン酸ホスフィン酸~~ → 「没食子酸」の前に移動

シアン化カリウム KCN [K8443, 特級] [151-50-8]

ジイソプロピルエーテル [K9528, 特級] [108-20-3]

ジエタノールアミン  $C_4H_{11}NO_2$  [111-42-2]

無色の粘性のある液体である。

融点 27~30°C

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

ジエチルエーテル  $C_2H_5OC_2H_5$  [K8103, 特級] [60-29-7]

ジエチルエーテル, ビタミンA測定用 ジエチルエーテルを蒸留し、初留 10% 及び残留分 10% を捨てる。再蒸留水を対照にして吸光度を測定するとき、300~350nm で 0.01 以下である。

過酸化水素 本品 5 ~~ml~~ mL を量り、硫酸鉄(II)試液 5 ~~ml~~ mL 及びチオシアン酸アンモニウム溶液 (2→25) 5 mL を加えるとき、赤色を呈さない。

N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀  $C_5H_{10}AgNS_2$  [K9512, 特級] [1470-61-7] 【ジエチルジチオカルバミン酸銀】

~~ジエチルジチオカルバミン酸銀~~ ~~N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀~~ を見よ。

ジエチルジチオカルバミン酸銀・キノリン試液 微粉末とした硝酸銀 0.050g/50mg を量り、キノリン 100 ~~ml~~ mL に溶かし、~~ジエチルジチオカルバミン酸銀~~ N, N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.2 g を加える。用時調製する。

~~ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム~~ ~~N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3水和物~~ を見よ。

~~N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3水和物~~ N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3水和物  $(C_2H_5)_2NCS_2Na \cdot 3H_2O$  [~~N, N-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム 3水和物~~, K8454, 特級] [20624-25-3] 【ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム, N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム 3水和物】

☆ N, N-ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩  $C_{18}H_{24}N_2O_4$  [~~N, N-ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩~~, K8694:1992] [29473-53-8] 【N-1-ナフチル-N'-ジエチルエチレンジアミンシュウ酸塩】

本品は、白色の結晶性の粉末で、~~光によってしだいに着色する。~~ ある。

含量 98.0%以上

~~確認試験~~ (1) ~~本品 0.1 g に水 20ml を加え、加熱して溶かす。これに酢酸 (1→3) 1 ml 及び塩化カルシウム溶液 (1→10) 1 ml を加えるとき、白色沈殿を生じる。~~

(2) ~~本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、3,340 $cm^{-1}$ , 1,720 $cm^{-1}$ , 1,580 $cm^{-1}$ , 1,530 $cm^{-1}$ , 1,410 $cm^{-1}$ , 1,280 $cm^{-1}$ , 770 $cm^{-1}$  及び 720 $cm^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

~~融点~~ 約 167°C

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 100 ~~ml~~ mL を加えて、水浴中で加熱して溶かし、0.1mol/L

水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。~~る。~~指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 33.24mg C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

ジエチレングリコールモノエチルエーテル、水分測定用 2-(2-エトキシエトキシ)エタノール 1000mLに乾燥用合成ゼオライト 30gを加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約8時間放置し、更に約16時間静置後、澄明な2-(2-エトキシエトキシ)エタノールを分取する。湿気を避けて保存する。

本品 1 mL 中の水分は 0.3mg 以下とする。

~~四塩化炭素—CCl<sub>4</sub>—[K8459]~~

~~ジオキサン—1,4—ジオキサンを見よ。~~

1,4-ジオキサン C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub> [K8461, 特級] [123-91-1] 【ジオキサン】

~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタ~~紫外吸収スペクトル測定用 2,2,4-トリメチルペンタン →「紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン」の前に移動

紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド ジメチルスルホキシド、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

☆紫外吸収スペクトル測定用 2,2,4-トリメチルペンタン 2,2,4-トリメチルペンタン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

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

紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン ヘキサン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

ジギトニン C<sub>56</sub>H<sub>92</sub>O<sub>29</sub> ~~[K8452]~~ [11024-24-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3400cm<sup>-1</sup>, 2930cm<sup>-1</sup>, 1640cm<sup>-1</sup>, 1370cm<sup>-1</sup>, 1070cm<sup>-1</sup> 及び 890cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

比旋光度 [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> = -47~-50° 本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 2 g を精密に量り、酢酸 (3→4) を加えて正確に 50mL とし、旋光度を測定する。

純度試験 鋭敏度 本品 0.5 g を量り、エタノール (95) 20mL を加え、加温して溶かし、エタノール (95) で 50mL としたものを、検液とする。コレステロール 20mg を量り、エタノール (95) で 100mL とする。この液 10mL を量り、検液 0.5mL を加え、約 10°C に冷却後、時々激しく振り混ぜながら 30 分間放置すると、沈殿が生じる。

α-シクロデキストリン, 定量用 C<sub>36</sub>H<sub>60</sub>O<sub>30</sub> [10016-20-3]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ を加え、水浴中で ~~加温~~加熱して溶かした後、~~室温に放置~~冷水に浸して冷却するとき、~~青紫色~~暗赤紫色の沈殿を生じる。

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

純度試験 (2) 類縁物質 本品約 1.5 g をとり精密に量り、水を加えて溶かして 100 ~~mL~~ とし、検液とする。この液 1 ~~mL~~ を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ とし、比較液とする。検液及び比較液 20~100 ~~μL~~ につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きく

ない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「 $\alpha$ -シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0%以下 (~~1.0 g, 105°C, 0.67kPa 以下, 4時間~~ 120°C, 2時間)

**$\beta$ -シクロデキストリン, 定量用**  $C_{42}H_{70}O_{35}$  [7585-39-9]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で ~~加温加熱~~ して溶かした後、~~室温に放置~~ 冷水に浸して冷却するとき、~~黄褐色赤褐色~~ の沈殿を生じる。

~~純度試験 (1)~~ 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。~~

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

操作条件 「 $\beta$ -シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0%以下 (~~1.0 g, 105°C, 0.67kPa 以下, 4時間~~ 120°C, 2時間)

**$\gamma$ -シクロデキストリン, 定量用**  $C_{48}H_{80}O_{40}$  [17465-86-0]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

確認試験 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ mL を加え、~~加温加熱~~ して溶かした後、~~室温に放置~~ 冷水に浸して冷却するとき、~~青紫色褐色~~ の沈殿を生じる。

~~純度試験 (1)~~ 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。~~

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

操作条件 「 $\gamma$ -シクロデキストリン」の定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 14.0%以下 (~~105°C, 0.67kPa 以下, 4時間~~ 120°C, 2時間)

**シクロヘキササン**  $C_6H_{12}$  [K8464, 特級] [110-82-7]

2-シクロヘキシルアミノエタンスルホン酸  $C_8H_{17}NO_3 \cdot S$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物  $C_{12}H_6Cl_2NNaO_2 \cdot 2H_2O$  ~~〔2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム二水和物, K8469〕~~ [620-45-1] **【2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム, 2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム2水和物】**

金属光沢のある緑から暗緑色の結晶性粉末である。密栓し、遮光して保存する。

含量 本品を乾燥物換算したものは、2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム ( $C_{12}H_6Cl_2NNaO_2 = 290.08$ ) 95.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $3370\text{cm}^{-1}$ ,

2940cm<sup>-1</sup>, 1700cm<sup>-1</sup>, 1450cm<sup>-1</sup>, 1370cm<sup>-1</sup>, 1240cm<sup>-1</sup>, 1170cm<sup>-1</sup>, 1080cm<sup>-1</sup>, 1030cm<sup>-1</sup>及び890 cm<sup>-1</sup>付近に主な吸収を認める。

純度試験 (1) 水不溶物 0.3%以下

あらかじめガラスろ過器 (G 4) を 105℃で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 0.5 g を量り、水 200mL を加え、100℃以下で加熱して溶かし、冷後、不溶物をガラスろ過器 (G 4) でろ取し、熱湯 30mL で洗い、105℃で恒量になるまで乾燥し、その質量を量る。

(2) エタノール不溶物 0.3%以下

本品 0.5 g を量り、フラスコに入れ、エタノール (95) 120mL を加えて環流冷却器を付け、15 分間加熱した後冷却する。105±2℃で恒量にしたるつぼ型ガラスろ過器 (G 4) でこれを吸引ろ過し、ガラスろ過器 (G 4) をエタノール (95) で洗浄した後エタノールを揮散させ、105±2℃で恒量にして残分の質量を求める。

(3) 妨害色素 試料 50 mg を量り、炭酸水素ナトリウム溶液 (1→100) 4 mL に水 50mL を加えて溶かし、水で正確に 200mL にする。定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、最初の 20mL を捨て、次のろ液 15mL をとり、L (+) -アスコルビン酸試液 5 mL を加え、20℃で 5 分間放置する。波長 500nm における吸光度を、水を対照として測定するとき、吸光度は 0.05 以下である。

乾燥減量 10~14.5% (0.50 g, 120℃, 3 時間)

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。終点は、変曲点とする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.01mg C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>C<sub>12</sub>NNaO<sub>2</sub>

☆2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 【2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液】 ~~2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム~~ 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 0.1 g を量り、水 100mL を加え、加温した後、ろ過する。褐色瓶に保存、3 日以内に使用する。

2, 6-ジクロロキノクロイミド C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>NO [101-38-2]

融点 65~67℃

溶状 澄明 (0.10 g, エタノール (95) 10mL)

強熱残分 0.2%以下

~~2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム 2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム二水和物を見よ。~~

2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 → 「2, 6-ジクロロキノクロイミド」の前に移動

2, 6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム二水和物 2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム二水和物 → 「2, 6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液」の前に移動

ジクロロメタン CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> [K8161, 特級] [75-09-2]

~~四シユウ酸カリウム, pH 測定用 二シユウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用を見よ。~~

L-システイン C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>S 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~L-システイン塩酸塩 L-システイン塩酸塩 1 水和物を見よ。~~



~~L-システイン塩酸塩一水和物~~ L-システイン塩酸塩一水和物  $C_{23}H_{47}NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$  [~~L-システイン塩酸塩一水和物~~, K8470, 特級] [7048-04-6] 【L-システイン塩酸塩一水和物, 塩酸システイン, L-システイン塩酸塩】

L-システイン塩酸塩試液 L-システイン塩酸塩一水和物 1 g を量り, 水を加えて溶かし, 5 mL とする。用時調製する。

システイン・硫酸試液 ~~L-システイン塩酸塩~~ L-システイン塩酸塩一水和物 0.30 g を量り, 水 10 mL を加えて溶かす。この液 0.5 mL に 86 vol% 硫酸水溶液 25 mL を加えて混和する。用時調製する。

~~ジチゾン  $C_{13}H_{12}N_4S$  [K8490]~~

~~ジチゾン試液, 亜鉛用~~ ~~ジチゾン 0.01 g を量り, クロロホルム 100 mL を加えて溶かす。着色した共栓瓶に保存する。~~

ジチオスレイトール  $C_4H_{10}O_2S_2$  [27565-41-9]

本品は, 結晶である。

融点 42~43°C

シトスタノール  $C_{29}H_{52}O$  [83-45-4]

本品は, 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし, 標準液のスチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 1.13 である。

融点 133~138°C

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

$\beta$ -シトステロール  $C_{29}H_{50}O$  [83-46-5]

本品は, 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし, 標準液のスチグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約 1.12 である。

融点 136~142°C

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

シトリニン  $C_{13}H_{14}O_3$   $C_{13}H_{14}O_3$  [518-75-2]

本品は, 黄色の結晶で, においはない。水に極めて溶けやすい。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数  $1,634\text{cm}^{-1}$ ,  $1,492\text{cm}^{-1}$ ,  $1,266\text{cm}^{-1}$ ,  $1,018\text{cm}^{-1}$ ,  $818\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品約 0.01 g 10 mg を精密に量り, メタノールを加えて溶かして正確に 100 mL とし, 検液とする。この液 1 mL を正確に量りメタノールを加えて正確に 100 mL とし, 比較液とする。検液及び比較液 5  $\mu\text{L}$  につき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク及びメタノール以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 蛍光光度計 (励起波長 330 nm, 蛍光波長 500 nm)

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

カラム 内径 3.9~4.6 mm, 長さ 25~30 cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 アセトニトリル/水/トリフルオロ酢酸混液 (100 : 100 : 0.1)

流量 1.0 ~~mL~~ mL/分

**3, 5-ジニトロ塩化ベンゾイル**  $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{COCl}$  ~~〔K9477:1961〕~~ [99-33-2]

本品は、わずかに黄色みを帯びた結晶性の粉末である。、ジエチルエーテルに溶ける。

~~融点 67~69°C~~

~~強熱残分 0.10%以下~~

~~2, 4-ジニトロクロロベンゼン~~ **1-クロロ-2, 4-ジニトロベンゼン** →「クロロホルム」の前に移動

**3, 5-ジニトロサリチル酸**  $(\text{NO}_2)_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})\text{COOH}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

**3, 5-ジニトロサリチル酸試液** 3, 5-ジニトロサリチル酸 10.0 g を量り、水 400 mL を加えてかくはんしながら加温して懸濁し、水酸化ナトリウム溶液 (8→75) 150 mL を徐々に加え、50°C を超えないように、かくはんしながら加温して溶かす。次に (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 300 g を量り、徐々に加えて溶かし、更に水を加えて液量を 950 mL とし、50°C を超えないようにかくはんしながら加温して溶かす。室温まで冷却した後、水を加えて 1000 mL とし、ガラスろ過器でろ過する。褐色瓶に入れ、密栓して暗所に室温で保存する。(6 か月以内に使用する。)

**3, 5-ジニトロサリチル酸試液 (ペクチナーゼ活性試験用)** 水酸化ナトリウム 1.6 g を量り、水 50 mL を加えて溶かし、3, 5-ジニトロサリチル酸 1.0 g を徐々に加えて溶かした後、水を加えて 100 mL とする。

**3, 5-ジニトロサリチル酸・酒石酸ナトリウムカリウム試液** 3, 5-ジニトロサリチル酸 0.1 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 6.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 20 mL 及び水 10 mL を加えて溶かす。

**3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液**

第 1 液: 3, 5-ジニトロサリチル酸 44.0 g を量り、水を加えて溶かし 4.4 L とし、(+)-酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 1275 g を加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液 (9→200) 1500 mL を加えて混和する。

第 2 液: フェノール 45 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 110 mL に加えて溶かした後、水を加えて 500 mL とする。

第 1 液に第 2 液 345 mL 及び炭酸ナトリウム 34.5 g を加えて溶かし、2 日間暗所にて保存後、ろ紙でろ過する。褐色瓶に入れ、密栓して、室温で暗所に保存する。調製後、1 年以内に使用する。

**3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 (アガラーゼ活性試験用)** 3, 5-ジニトロサリチル酸 10.6 g 及び水酸化ナトリウム 19.8 g を量り、水 1416 mL を加えて溶かし、次に (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 306 g 及びピロ亜硫酸ナトリウム 8.3 g を加えて溶かす。次いで、フェノール 7.6 g を加えて溶かした後、ろ紙にてろ過し、遮光して 1 日放置した後使用する。使用時に沈殿が生じている場合は、ろ紙にてろ過して用いる

**3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 (セルラーゼ活性試験用)** 3, 5-ジニトロサリチル酸 31.8 g を量り、水 4 L にかくはんしながら加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム 59.4 g を加えて溶かす。これに (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 918 g、フェノール 22.8 mL 及びピロ亜硫酸ナトリウム 24.9 g を加えて溶かし、水を加えて 5 L とした後、ろ過し、1 日以上放置したものを使用する。

**3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液** ラクトース一水和物 1.20 g を量り、水を加えて溶か

し100mLとし、その1mLに水を加え100mLとする。この液50mLと3, 5-ジニトロサリチル酸試液150mLを混和する。用時調製する。

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン  $C_6H_6N_4O_4$  [K8480, 特級] [119-26-6]

2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試液 100mLの三角フラスコに塩酸10mLを入れ、2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン5gを加え、遊離塩基(赤色)が塩酸塩(黄色)に変換するまで静かに振り混ぜ、エタノール(95)100mLを加え、水浴上で加熱溶解する。放冷し、室温で結晶化させた後、ろ過し、ジエチルエーテルで洗う。室温で乾燥した後、デシケーター中に保管し、2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試薬とする。保管中に塩酸塩が徐々に遊離塩基に変換するが、遊離塩基は、1, 2-ジメトキシエタンで洗浄することにより、除去することができる。5%メタノール含有1, 2-ジメトキシエタン試液15mLに2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試薬0.5gを加えて溶かし、冷蔵庫に保管する。

1, 2-ジパルミトイル-rac-グリセリン  $C_{35}H_{68}O_5$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

L- $\alpha$ -ジパルミトイルホスファチジルコリン  $C_{40}H_{80}NO_8P$  1, 2-ジパルミトイル-sn-グリセロ-3-ホスホコリン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

2-(2, 4-ジヒドロキシ-3, 5-ジヨードベンゾイル)安息香酸  $C_{14}H_8I_2O_5$  [3480-21-5]

本品は、ごくうすい黄～黄褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (348～354nmの極大吸収部) = 426～520

本品約20mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かして正確に10mLとし、この液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に100mLとし、A液とする。A液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に50mLとした液は、波長348～354nmに極大吸収部がある。また、この液につき、アセトニトリル5mLに酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとし、その5mLに酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液を対照とし、波長348～354nmの極大吸収部における吸光度 $A_B$ を測定し、次式により比吸光度を求める。

$$E_{1cm}^{1\%} = A_B \times \frac{20}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{水分 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 澄明 (20mg, アセトニトリル10mL)

(2) 類縁物質 比吸光度のA液及びアセトニトリル5mLに酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液をそれぞれ20 $\mu$ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～30分間に現れるピーク面積を測定する。A液中のアセトニトリル及び酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 350nm)

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

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) / アセトニトリル (HPLC用) 混液 (85 :

15)

流量 1.0mL/分

水分 1.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

1, 3-ジヒドロキシナフタレン  $C_{10}H_6(OH)_2$  [132-86-5] 【ナフトレゾルシン】

本品は、赤褐色の結晶又は灰～灰褐色の粉末で、水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすい。

融点 122～124°C (分解)

鋭敏度 酒石酸 L (+) -酒石酸溶液 (1 → 1,000) 2 滴に本品の硫酸溶液 (1 → 10,000) 1 mL を加え、90°C で 1 時間加熱するとき、青緑～緑青色を呈する。

2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1H-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物  $C_{10}H_4NNaO_5S \cdot 2H_2O$  [207399-16-4]

本品は、赤みの黄色～赤褐色の結晶又は粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (241～247nm の極大吸収部) = 852～1040

本品約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に 100mL とし、A 液とする。A 液 5mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 50mL とした液は、波長 241～247nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 241～247nm の極大吸収部における吸光度  $A_B$  を測定し、次式により比吸光度を求める。

$$E_{1cm}^{1\%} = A_B \times \frac{100}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 本品約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かし、正確に 100mL としたとき、液は澄明である。

(2) 類縁物質 比吸光度の A 液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～40 分の間に現れるピーク面積を測定する。A 液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0% 以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 245nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (85 : 15)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 9.8～14.8% (50mg, 135°C, 6 時間)

~~α, α'-ジピリジル, 2, 2'-ビピリジルを見よ。~~

~~1, 3-ジ(4-ピリジル)プロパン~~ 1, 3-ジ(4-ピリジル)プロパン  $C_{13}H_{14}N_2$  [17252]

-51-6]

淡黄色の粉末である。

融点 61~62°C

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

~~ジフェニルビフェニルを見よ。~~

ジフェニルアミン (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NH [K8487, 特級] [122-39-4]

~~ジフェニルアミン試液 ジフェニルアミン 1 g を量り、硫酸 100 ml を加えて溶かす。本液は、無色である。~~

ジフェニルエーテル C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>O [101-84-8]

本品は、無色の結晶で、特異なおいがある。

~~純度試験 (1)~~ 沸点 254~259°C

~~(2)~~ 融点 25~28°C

純度試験 (3) 類縁物質 本品 1.0 g を酢酸エチル 100 ~~μ~~ mL に溶かし、検液とする。この液 1 ~~μ~~ mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 100 ~~μ~~ mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 0.5 ~~μ~~ L ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53 mm, 長さ 12 m の ケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面 にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.0 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C から ~~300°C~~ まで毎分 10°C で 300°C まで昇温する。

注入口温度 300°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 ジフェニルエーテルのピークが約 3 分後に現れるように調整する。

ジブチルエーテル [CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>]<sub>2</sub>O [142-96-1]

本品は、無色澄明の液体である。

屈折率 n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1.398~1.400

比重 d<sub>4</sub><sup>20</sup> = 0.764~0.770

沸点 141~143°C

ジブチルヒドロキシトルエン C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>O [128-37-0]

本品は、白~微黄色の結晶、粉末又は粒状である。

含量 98.0% 以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき、波数 2,960 cm<sup>-1</sup>, 1,743 cm<sup>-1</sup>, 1,736 cm<sup>-1</sup>, 1,723 cm<sup>-1</sup>, 1,715 cm<sup>-1</sup>, 1,712 cm<sup>-1</sup>, 1,703 cm<sup>-1</sup>, 880 cm<sup>-1</sup>, 870 cm<sup>-1</sup>, 770 cm<sup>-1</sup> 及び 580 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収帯を認める。

融点 69~72°C

溶状 ほとんど澄明 (1 g, エタノール (99.5) 20 ~~μ~~ mL)

定量法 本品 1 g を量り、アセトンを加えて 10 ~~μ~~ mL とし、検液とする。検液 1 ~~μ~~ L を量り、次の

操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の3倍までとする。別に空試験を行い補正する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm,長さ約 30mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 190 $^{\circ}$ C

注入口温度 240 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

注入方式 スプリット (100 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33~~mL~~mL/分

~~2, 6-ジブromoキノクロイミド 2, 6-ジブromo-N-クロロ-p-ベンゾキノノンモノイミンを見よ。~~

2, 6-ジブromo-N-クロロ-p-ベンゾキノノンモノイミン  $C_6H_2Br_2ClNO$  [K8491, 特級] [537-45-1] 【2, 6-ジブromoキノクロイミド】

~~四ホウ酸ナトリウム 10 水和物~~四ホウ酸ナトリウム十水和物  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  [四ほう酸ナトリウム十水和物, K8866, 特級及び pH 標準溶液用] [1303-96-4] 【ホウ酸ナトリウム, 四ホウ酸ナトリウム 10 水和物】

~~四ホウ酸ナトリウム 10 水和物, pH 測定用~~四ホウ酸ナトリウム十水和物, pH 測定用  $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$  [四ほう酸ナトリウム十水和物, pH 標準溶液用, K8866, pH 標準溶液用] [1303-96-4] 【ホウ酸ナトリウム, pH 測定用, 四ホウ酸ナトリウム 10 水和物, pH 測定用】

四ホウ酸ナトリウム試液 (0.1mol/L) 四ホウ酸ナトリウム十水和物 38.1 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.95 g を硫酸 100mL に溶かす。

~~ジメチルアニリン  $C_6H_5N(CH_3)_2$  [N, N-ジメチルアニリン, K8493 : 1980] 本品は, 特異なおいがる液体で, 新たに蒸留したものは無色であるが, 次第に赤~赤褐色となる。~~

~~凝固点  $-1.9^{\circ}C$ 以上~~

~~屈折率  $n_D^{20} = 1.556 \sim 1.560$~~

~~比重  $0.955 \sim 0.960$~~

~~p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒドを見よ。~~

4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド  $C_{11}H_{13}NO$  [6023-18-5] 【4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド】

だいたい色の結晶又は結晶性の粉末で, 特異なおいがる。

融点 140~142 $^{\circ}$ C

純度試験 溶状 本品 0.2 g をエタノール (95) 20~~mL~~mL に溶かすとき, 液は澄明である。

乾燥減量 0.5%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2時間)

強熱残分 0.10%以下 (1 g)

窒素含量 7.8~8.1% (105 $^{\circ}$ C, 2時間, 乾燥後, 窒素定量法)

p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 ~~4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド~~ p-ジメチルアミノシンナムアルデヒド ~~0.5~~・エタノール (95) 溶液 (1→2,000) 10~~mL~~mL ~~を~~量り，用時酢酸 1~~mL~~を加える。

~~p-ジメチルアミノベンズリデンロダニン C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S<sub>2</sub> [K8495]~~

~~p-ジメチルアミノベンズアルデヒド 4-ジメチルアミノベンズアルデヒドを見よ。~~

~~4-ジメチルアミノベンズアルデヒド~~ p-ジメチルアミノベンズアルデヒド (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>CHO [~~p-ジメチルアミノベンズアルデヒド~~, K8496, 特級] [100-10-7] 【パラジメチルアミノベンズアルデヒド, 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド】

☆ p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 【パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液】 ~~パラ~~ ~~ジメチルアミノベンズアルデヒド~~ p-ジメチルアミノベンズアルデヒド 125mg を量り，冷した硫酸 (13→20) 100~~mL~~mL を加えて溶かし，塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) ~~0.05mL~~50μL を加える。本液は，調製後 7 日以内に用いる。

N, N-ジメチルカゼイン 乳製ジメチルカゼイン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ジメチルグリオキシム (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>(NOH)<sub>2</sub> [K8498, 特級] [95-45-4]

~~ジメチルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り)~~ 薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル (蛍光剤入り) → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ジメチルスルホキシド (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SO [K9702, 特級] [67-68-5]

☆ ジメチルスルホキシド, 紫外吸収スペクトル測定用

~~本品は，無色透明の結晶又は液体で，吸湿性が強く，特異なにおいがある。本品の水分は，0.1% 以下で，凝固点は，18.3℃である。蒸留水を対照として窒素を飽和して直ちにその吸光度を測定するとき，270nm で 0.20 以下，275nm で 0.09 以下，280nm で 0.06 以下及び 300nm で 0.015 以下である。また，260～350nm で特異な吸収を認めない。~~

本品は，無色澄明の液体である。

本品につき，赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき，波数 2990cm<sup>-1</sup>, 2910cm<sup>-1</sup>, 1440cm<sup>-1</sup>, 1310cm<sup>-1</sup>, 1050cm<sup>-1</sup>, 950cm<sup>-1</sup>, 700cm<sup>-1</sup> 及び 670cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

密度 1.098～1.103 g/mL (20℃)

吸光度 0.20 以下

本品を水を対照として波長 280nm における吸光度を測定するとき，0.20 以下である。

純度試験 溶状 澄明 (2 mL, 水 20mL)

水分 0.05% 以下 (10 g, 容量滴定法, 直接滴定)

ジメチルスルホキシド試液 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300~~mL~~mL を 1 L の分液漏斗に入れ，リン酸 75~~mL~~mL を加え，振り混ぜた後 10 分間放置する。~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン~~ 紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン 150~~mL~~mL を加えて振り混ぜ，更に 10 分間放置し，下層を分離し，ガラス瓶に密栓して蓄える。

ジメチルスルホキシド, 紫外吸収スペクトル測定用 → 「ジメチルスルホキシド試液」の前に移動  
~~N- (3, 3-ジメチルブチル) -L-α-アスパルチル-L-フェニルアラニン~~ ~~N- [N- (3, 3-ジメチルブチル) -L-α-アスパルチル] -L-フェニルアラニン~~ ~~を見よ。~~

~~N- [N- (3, 3-ジメチルブチル) -L-α-アスパルチル] -L-フェニルアラニン~~ C<sub>19</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

主としてネオテームをアルカリ条件下で加水分解して得られる。本品は，白～灰白色の粉末であ

る。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定するとき、波数  $3=290\text{cm}^{-1}$ ,  $3=150\text{cm}^{-1}$ ,  $2=960\text{cm}^{-1}$ ,  $1=690\text{cm}^{-1}$ ,  $1=560\text{cm}^{-1}$ ,  $750\text{cm}^{-1}$ 及び $700\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品約0.1gを「ネオテーム」の定量法中の移動相と同一組成の液100mLに溶かし、検液とする。この液1mLを正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ25μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の5倍までとする。

操作条件 「ネオテーム」の定量法の操作条件を準用する。ただし、流量は、 $N-(3,3\text{-ジメチルブチル})-\text{L}-\alpha\text{-アスパルチル}-\text{L}-\text{フェニルアラニン}$ の保持時間が約4分間になるように調整する。

強熱残分 0.2%以下

~~ジメチルホルムアミド  $N, N$ -ジメチルホルムアミドを見よ。~~

$N, N$ -ジメチルホルムアミド  $\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$  [K8500, 特級] [68-12-2] 【ジメチルホルムアミド】

1, 2-ジメトキシエタン  $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$  [110-71-4]

本品は、無色透明の液体でジエチルエーテルようのにおいがあり、水、エタノール (95) 及び炭化水素系の溶媒に溶けやすい。

含量 本品は、1, 2-ジメトキシエタン ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_2$ ) 99.0%以上を含む。

沸点 82~83°C

定量法 本品につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん 填剤

液相 担体に対して10%のポリエチレングリコール20M

担体 177~250 $\mu\text{m}$ のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径3~4mm, 長さ2mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 70~80°Cの一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 50mL/分

ジメドン  $\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_2$  [126-81-8]

本品は、白~微黄色の結晶性の粉末である。

融点 145~149°C

ジメドン試液 ジメドン5gを量り、エタノール(99.5)を加えて溶かして, 100mLとする。用時調製する。

☆弱塩基性DEAE-セルロース陰イオン交換体 ( $-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ 型) 【弱塩基性ジエチルアミノエチル-セルロース陰イオン交換体, DEAE-セルロース陰イオン交換体 ( $-\text{O}$



—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>—N (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>型), 弱塩基性】

多孔性を有するセルロースにジエチルアミノエチル基を導入した弱塩基性陰イオン交換体を用いる。

~~弱塩基性陰イオン交換樹脂 陰イオン交換樹脂, 弱塩基性を見よ。~~

☆弱塩基性陰イオン交換樹脂 (OH型) 本品は、弱塩基性のポリスチレンポリアミンで、黄～黄褐色で、の粒状の物質である。その粉末粒度は、標準網ふるい600 $\mu$ mを通過し、標準網ふるい425 $\mu$ mをほとんど通過しない。

~~本品約50gを量り、水に30分間浸した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに水酸化ナトリウム溶液(1→25)500mLを注ぎ、1分間約8mLの速さで流出させた後、洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、次の試験を行う。~~

確認試験 この樹脂本品10mLを量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L塩酸70mLを1分間約2mLの速さで流出させた液はpH4.0～8.0である。

総イオン交換容量 1.2ミリ当量/mL以上

本品5.0mLを量り、ろ紙で付着水を除き、0.2mol/L塩酸500mLを正確に量って加え、時々振り混ぜながら12時間放置する。その上澄液10mLを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液3滴)。別に空試験を行い、次式によって総イオン交換容量を求める。ただし、固形分(%)は、本品10.0gを量り、40℃で4kPaの減圧デシケター中で12時間乾燥した時の、乾燥前の質量に対する質量分率とする。

総イオン交換容量 (ミリ当量/mL)

空試験における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

一本試験における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

＝ ————— × 5

試料の採取量 (mL) × 固形分 (%) / 100

~~弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体—DEAE—セルロース陰イオン交換体  
(—O—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>—N (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>型), 弱塩基性を見よ。~~

~~弱酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂~~ →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒) —陽イオン交換樹脂, 弱酸性 (微粒) を見よ。~~

☆弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)

本品は、弱酸性のメタクリル系カルボン酸の水素イオン型で、白色で、その粉末度は、標準網ふるい150 $\mu$ mを通過し、標準網ふるい75 $\mu$ mをほとんど通過しない。

本品約50gを量り、水に約1時間浸し、その懸濁している上澄液が澄明になるまで2～3回傾斜した後、内径約25mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸(1→4)250mLを注ぎ、1分間約4mLの速さで流出させた後、洗液がプロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行う。

この樹脂10mLを量り、内径15mmのクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込み、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液80mLを1分間約2mLの速さで流出させた液はpH4.0～6.5である。

臭化カリウム KBr [K8506, 特級] [7758-02-3]

臭化カリウム, 赤外吸収スペクトル測定用 臭化カリウム単結晶又は臭化カリウムを砕き, 標準網ふるい 75 $\mu$ m を通過したものを集め, 120°C で 10 時間又は 500°C で 5 時間乾燥した粉末である。これを用いて成形した錠剤の赤外吸収スペクトルは, 特異な吸収を認めない。

~~臭化シアン試液, チアミン定量用 氷冷した水 100ml を量り, 臭素 2ml を加え, 激しく振り混ぜた後, 氷冷したチオシアン酸カリウム溶液 (1→10) を臭素の色がまさに脱色するまで滴加する。本液は, ドラフト中で調製し, 1 か月以内に用いる。本液の蒸気は, 極めて有毒であるから取扱いに際し, 吸入しないように注意する~~

~~臭化水銀 (II) HgBr<sub>2</sub> [K8513]~~

~~臭化第二水銀 臭化水銀 (II) を見よ。~~

~~臭化第二水銀紙 臭化水銀 (II) 5 g を量り, エタノール 100ml を加え, 穏やかに加熱して溶かす。この液にクロマトグラフィー用ろ紙を幅約 3cm, 長さ約 10cm に切ったものを浸し, ときどき揺り動かしながら約 1 時間暗所に放置した後, 取り出し, 暗所で水平に保って自然乾燥し, 直径約 18mm の円形に切り, 褐色瓶に入れ, 密栓して暗所に保存する。呈色を試験する部分に手を触れてはならない。~~

臭化テトラメチルアンモニウム C<sub>4</sub>H<sub>12</sub>BrN [64-20-0]

含量 98.0%以上

性状 本品は, 白色～帯黄白色の結晶で, 揮発性がある。

確認試験 (1) 本品 1 g に水 20mL を加えて溶かす。本液 10mL に塩酸 (1→6) 1 mL 及び *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 1 mL を加え, 更に酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜるとき, 酢酸エチル層は褐色を呈する。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき, 波数 1490cm<sup>-1</sup>, 1400cm<sup>-1</sup> 及び 950cm<sup>-1</sup> 付近に主な吸収を認める。

純度試験 溶状 澄明 (1 g, 20mL)

乾燥減量 0.5%以下 (1 g, 105°C, 2 時間)

定量法 本品 0.3 g を量り, 水 50mL 及び硝酸 (1→3) 5 mL を加えて溶かし, 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極は銀電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 0.015405 g [N (C H<sub>3</sub>)<sub>4</sub>] Br

臭化ナトリウム NaBr [K8514, 特級] [7647-15-6]

~~重クロム酸カリウム 二クロム酸カリウムを見よ。~~

~~重クロム酸カリウム (標準試薬) 二クロム酸カリウム (標準試薬) を見よ。~~

~~シュウ酸 シュウ酸 2 水和物を見よ。~~

シュウ酸 2 水和物 シュウ酸二水和物 HOOC COOH · 2 H<sub>2</sub>O [しゅう酸二水和物, K8519, 特級] [6153-56-6] 【シュウ酸, シュウ酸 2 水和物】

~~シュウ酸アンモニウム シュウ酸アンモニウム 1 水和物を見よ。~~

シュウ酸アンモニウム 1 水和物 シュウ酸アンモニウム一水和物 H<sub>4</sub>NOOC COONH<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O [しゅう酸アンモニウム一水和物, K8521, 特級] [6009-70-7] 【シュウ酸アンモニウム 1 水和物, シュウ酸アンモニウム】

シュウ酸ナトリウム (標準試薬標準物質) NaO C O C O O Na [容量分析用標準物質, しゅう酸ナ

トリウム, K8005] [62-76-0] 【シュウ酸ナトリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

重水素化アセトニトリル  $CD_3CN$  [2206-26-0]

NMR スペクトル測定用に製造したもの。

重水素化クロロホルム, ~~NMR スペクトル測定用~~  $CDCl_3$  [865-49-6] 【NMR スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム, NMR スペクトル測定用】 NMR スペクトル測定用に製造したもの。

重水素化ジメチルスルホキシド  $C_2D_6OS$  [2206-27-1]

NMR スペクトル測定用に製造したもの。

重水素化メタノール  $CD_3OD$  [811-98-3]

NMR スペクトル測定用に製造したもの。

臭素  $Br_2$  [K8529, 特級] [7726-95-6]

~~臭素・塩酸試液 臭素・臭化カリウム試液 1ml を量り, 無ヒ素塩酸 100ml を加える。~~

臭素酸カリウム  $KBrO_3$  [K8530, 特級] [7758-01-2]

臭素酸カリウム・臭化カリウム試液 臭素酸カリウム 1.4 g 及び臭化カリウム 8.1 g を量り, 合わせ, 水を加えて溶かし, 100ml とする。

臭素試液 臭素の飽和溶液である。栓にワセリンを塗布した共栓瓶に臭素 2 ~ 3 ml を入れ, 冷水 100 ml を加え, 密栓して振り混ぜ, 水層を用いる。遮光してなるべく冷所に保存する。

~~臭素・臭化カリウム試液 臭素 30g 及び臭化カリウム 30g を量り, 合わせ, 水を加えて溶かし 100ml とする。~~

臭素・臭化カリウム試液, オキシエチレン測定用 臭素 1 ml を量り, 臭化カリウム 5 g で飽和した酢酸 300 ml に加える。用時調製する。

~~酒石酸  $\underline{L}$  酒石酸を見よ。~~

~~$\underline{L}$  酒石酸 L (+) - 酒石酸  $HOOCCH(OH)CH(OH)COOH$  [ ~~$\underline{L}$  = (+) 酒石酸, K8532, 特級] [87-69-4] 【酒石酸, L - 酒石酸】~~~~

~~酒石酸アンモニウム  $H_4NOOCCH(OH)CH(OH)COONH_4$  [(+) 酒石酸アンモニウム, K8534]~~

~~酒石酸カリウムナトリウム 酒石酸カリウムナトリウム 4 水和物を見よ。~~

~~酒石酸カリウムナトリウム 4 水和物 (+) - 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 → 「硝酸」の前に移動~~

~~酒石酸水素ナトリウム 酒石酸水素ナトリウム 1 水和物を見よ。~~

~~酒石酸水素ナトリウム 1 水和物 (+) - 酒石酸水素ナトリウム一水和物  $HOOCCH(OH)CH(OH)COONa \cdot H_2O$  [(+) 酒石酸水素ナトリウム一水和物, K8538] [526-94-3] 【酒石酸水素ナトリウム 1 水和物, 酒石酸水素ナトリウム】~~

本品は, 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, 水にやや溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

含量 99.0%以上

定量法 本品約 4.0 g を精密に量り, 水 (二酸化炭素除去) 200mL を加え, 加熱して溶かし, 冷後, 指示薬としてフェノールフタレイン試液 3 滴を加え, 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は, 液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=190.08mgHOOCCH(OH)CH(OH)COONa·H<sub>2</sub>O

~~酒石酸ナトリウム—酒石酸ナトリウム2水和物を見よ。~~

~~酒石酸ナトリウム2水和物~~ (+)—酒石酸ナトリウム二水和物 NaOOCCH(OH)CH(OH)COONa·2H<sub>2</sub>O [~~(+)~~—~~酒石酸ナトリウム二水和物~~, K8540, 特級] [6106-24-7] 【酒石酸ナトリウム2水和物, 酒石酸ナトリウム】

☆ (+)—酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 NaOOCCH(OH)CH(OH)COOK·4H<sub>2</sub>O [~~(+)~~—~~酒石酸ナトリウムカリウム四水和物~~, K8536, 特級] [6381-59-5] 【酒石酸カリウムナトリウム4水和物, 酒石酸カリウムナトリウム】

硝酸 HNO<sub>3</sub> [K8541, 特級] [7697-37-2]

~~硝酸, 希10%硝酸試液~~ →「硝酸ストロンチウム」の前に移動

硝酸アンモニウム NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> [K8545, 特級] [6484-52-2]

硝酸カリウム KNO<sub>3</sub> [K8548, 特級] [7757-79-1]

硝酸銀 AgNO<sub>3</sub> [K8550, 特級] [7761-88-8]

硝酸銀アンモニア試液 硝酸銀 1 gを量り, 水 20~~mL~~を加えて溶かし, かき混ぜながら, 沈殿がほとんど溶けるまでアンモニア試液を滴加し, ろ過する。遮光した容器に密栓して保存する。

硝酸銀・エタノール試液 硝酸銀 15 gを水 50~~mL~~に溶かし, エタノール (95) 400~~mL~~を加えて混合し, 硝酸数滴を加え, 褐色瓶に保存する。

~~硝酸コバルト—硝酸コバルト(II)6水和物を見よ。~~

~~硝酸コバルト(II)6水和物~~ 硝酸コバルト(II)六水和物 Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O [~~硝酸コバルト(II)六水和物~~, K8552, 特級] [10026-22-9] 【硝酸コバルト(II)6水和物, 硝酸コバルト】

硝酸試液(1 mol/L) 濃度 69~70%の硝酸の場合は 6.4mL, 濃度 65~66%の硝酸の場合は 6.9mL, 濃度 60~61%の硝酸の場合は 7.6mLを量り, 水を加えて 100mLとする。

~~硝酸試液(0.1 mol/L)—濃度 69~70%の硝酸の場合は 6.4mlを量り, 水を加えて 1,000 mlとし, 濃度 65~66%の硝酸の場合は 6.9 mlを量り, 水を加えて 1,000 mlとし, 濃度 60~61%の硝酸の場合は 7.6 mlを量り, 水を加えて 1,000 mlとする。~~

☆ 10%硝酸試液 【希硝酸, 硝酸, 希】 硝酸 10.5~~mL~~を量り, 水を加えて 100~~mL~~とする。~~(10%)~~

硝酸ストロンチウム Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> [K8554, 特級] [10042-76-9]

~~硝酸セリウムアンモニウム—硝酸セリウム(IV)アンモニウムを見よ。~~

~~硝酸セリウム(IV)アンモニウム~~ 硝酸二アンモニウムセリウム(IV) →「硝酸パラジウム」の前に移動

~~硝酸第二水銀試液—黄色酸化第二水銀 40 gを量り, 硝酸 32ml 及び水 15ml を加えて溶かす。遮光した共栓瓶に保存する。(4 mol/L)~~

~~硝酸鉛—硝酸鉛(II)を見よ。~~

硝酸鉛(II) Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> [K8563, 特級] [10099-74-8] 【硝酸鉛】

☆ 硝酸二アンモニウムセリウム(IV) Ce(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>6</sub> [~~硝酸二アンモニウムセリウム(IV)~~, K8556, 特級] [16774-21-3] 【硝酸セリウムアンモニウム, 硝酸セリウム(IV)アンモニウム】

硝酸パラジウム Pd(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ~~[K9069-1957]~~ [10102-05-3]

本品は, 黒褐色の潮解性の結晶で, 水に混濁して溶ける。

含量 97.0～102.0%

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、塩酸 (2→3) 2 mL 及び水 50 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却後、メスフラスコに入れ 200 mL にする。その 40 mL を正しく量り、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 40 mL を正しく加え、水 50 mL を加えた後、酢酸ナトリウム溶液 (1→5) で pH 5 に調整し、5 分間煮沸し冷却後、水 80 mL を加え、指示薬としてキシレノールオレンジ試液を加え、pH 5 に保ちながら 0.01 mol/L 酢酸亜鉛溶液で滴定する。終点は液の黄色が帯赤黄色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 2.3043 mg Pd (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>

硝酸パラジウム試液 硝酸パラジウム 0.108 g を量り、硝酸 (1→2) 10 mL を加え、水を加えて正確に 500 mL とする。この溶液 20 mL を正確にとり量り、水を加えて正確に 200 mL とする。

~~硝酸ビスマス 硝酸ビスマス 5 水和物を見よ。~~

~~硝酸ビスマス 5 水和物~~ 硝酸ビスマス五水和物 Bi (NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O [~~硝酸ビスマス五水和物~~, K8566, 特級] [10035-06-0] 【硝酸ビスマス, 硝酸ビスマス 5 水和物】

硝酸ビスマス試液 ~~硝酸ビスマス~~ 硝酸ビスマス五水和物 5 g を量り、水 25 mL 及び酢酸 25 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 250 mL とする。

~~硝酸マグネシウム 硝酸マグネシウム 6 水和物を見よ。~~

~~硝酸マグネシウム 6 水和物~~ 硝酸マグネシウム六水和物 Mg (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · 6 H<sub>2</sub>O [~~硝酸マグネシウム六水和物~~, K8567, 特級] [13446-18-9] 【硝酸マグネシウム, 硝酸マグネシウム 6 水和物】

蒸留水 日本薬局方精製水を用いる。

~~ジラール試薬 P~~ [~~C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>NCH<sub>2</sub>CONHNH<sub>2</sub>~~]~~Cl~~

~~本品は、白～淡黄だいたい色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、水に溶けやすい。また、メタノールにやや溶けにくく、エタノールにほとんど溶けない。~~

~~含量 本品は、塩化 1-(2-ヒドラジノ-2-オキソエチル)ピリジニウム (C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>ClN<sub>3</sub>O) 95.0% 以上を含む。~~

~~融点 200～203℃~~

~~定量法 105℃で恒量になるまで乾燥した本品約 0.3 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、硝酸 (1→3) 3 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。~~

~~0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 18.76 mg C<sub>7</sub>H<sub>10</sub>N<sub>3</sub>OCl~~

シリカゲル SiO<sub>2</sub> [Z0701] [7631-86-9]

日本工業規格包装用シリカゲル乾燥剤 A 形をあらかじめ 170～190℃で約 2 時間加熱し、デシケーター中で放冷したものをを用いる。

~~シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用~~ 液体クロマトグラフィー用シリカゲル → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~シリカゲル, ガスクロマトグラフィー用~~ ガスクロマトグラフィー用シリカゲル → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用~~ 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

~~シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用 (蛍光剤入り)~~ 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 10~25mm のポリエチレン製のカラム管に、シリカゲル 0.5 g を充填したもの、又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

#### シリコーン樹脂 【シリコン樹脂】

淡灰色半透明の粘性の液又はペースト状の物質で、においがほとんどない。

屈折率及び粘度 本品 15 g をソックスレー抽出器に入れ、四塩化炭素 150 mL で 3 時間抽出し、抽出液を水浴上で蒸発本品 20 g を量り、ヘキサン 100 mL を加えて毎分約 200 回の往復振とうで 3 時間振とうした後、毎分 10000 回転で 30 分間遠心分離する。上澄液をとり、沈殿物にヘキサン 50 mL を加えてよくかき混ぜて分散させた後、遠心分離する。上澄液を合わせ、減圧下、50~60℃の水浴中で加温してヘキサンを留去し、105℃で 1 時間乾燥して得た液体の動粘度は 100~1.100 mm<sup>2</sup> / s (25℃)、屈折率は 1.400~1.410 (25℃) である。

比重  $d_{20}^{20} = 0.98 \sim 1.02$

乾燥減量 屈折率及び粘度の項の抽出残留物につき 0.45~2.25 g (100℃, 1 時間)

~~シリコン樹脂~~ ~~シリコーン樹脂を見よ。~~

シリコーン油 本品は、無色透明の液で、においが無い。

動粘度 50~100 mm<sup>2</sup> / s

シリル化試液 N, O-ビス (トリメチルシリル) アセトアミド 3 mL を量り、ジメチルホルムアミド N, N-ジメチルホルムアミド 2 mL を加えて溶かす。用時調製する。

水酸化カリウム KOH [K8574, 特級] [1310-58-3]

水酸化カリウム溶液 (高純度) KOH [1310-58-3]

含量 40.0~50.0%

定量法 本品約 2 g を精密に量り、200 mL の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、水 (二酸化炭素除去) 50 mL を加えて溶かし、栓をして 5 分間放置する。この液を 1 mol / L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (フェノールフタレイン溶液 3 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

$1 \text{ mol / L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 56.11 \text{ mg KOH}$

水酸化カリウム溶液 (半導体用) KOH [1310-58-3]

含量 40.0~50.0%

定量法 本品約 2 g を精密に量り、200 mL の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、水 (二酸化炭素除去) 50 mL を加えて溶かし、栓をして 5 分間放置する。この液を 1 mol / L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (フェノールフタレイン溶液 3 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

$1 \text{ mol / L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 56.11 \text{ mg KOH}$

~~水酸化カリウム試液, エタノール製 3.5 w / v % 水酸化カリウム・エタノール試液~~ → 「35% 水酸化カリウム試液, メタノール製」の前に移動

~~10% 水酸化カリウム試液, エタノール製 10 w / v % 水酸化カリウム・エタノール試液~~ 【エタノール製 10% 水酸化カリウム試液, 10% 水酸化カリウム試液, エタノール製】 水酸化カリウム 10 g を量

り、エタノール (95) を加えて溶かし、100mLとする。用時調製する。

☆3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液 【エタノール製水酸化カリウム試液、水酸化カリウム試液、エタノール製】 水酸化カリウム 35g を量り、水 20mL を加えて溶かし、エタノール (95) を加えて 1,000mL とする。密栓して保存する。

水酸化カリウム試液 (0.01mol/L) 1mol/L 水酸化カリウム溶液に水 (二酸化炭素除去) を加えて 100 倍容量に薄める。ポリエチレン等の樹脂製容器で密栓して保存する。

~~35%水酸化カリウム試液、メタノール製~~

~~水酸化カリウム 35g を量り、水 25ml を加えて溶かし、メタノールを加えて 100ml とする。~~

水酸化カルシウム  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  [K8575, 特級] [1305-62-0]

水酸化カルシウム, pH 測定用  ~~$\text{Ca}(\text{OH})_2$  [水酸化カルシウム, K8575]~~

23~27℃で得た飽和溶液で 25℃において pH12.45 のものを用いる。

水酸化カルシウム試液 酸化カルシウム 10g を量り、新たに煮沸し冷却した水 40mL を加えてしばらく放置し、更に新たに煮沸し冷却した水 1,000mL を加え、密栓して振り混ぜた後静置する。上澄液を傾斜して除き、更に新たに煮沸し冷却した水 1,000mL を加え、密栓し、時々強く振り混ぜながら 1 時間放置する。用時上澄液を傾斜又はろ過して用いる。

水酸化テトラブチルアンモニウム・メタノール試液

本品は無色～わずかにうすい黄色の液体である。

含量 10%以上

本品 5g を量り、水 50mL を加え、0.1mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 塩酸 1mL = 25.947mg [  $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_4\text{N}$ ] OH

水酸化ナトリウム  $\text{NaOH}$  [K8576, 特級] [1310-73-2]

水酸化ナトリウム溶液 (高純度)  $\text{NaOH}$  [高純度試薬-水酸化ナトリウム溶液, K9906] [1310-73-2]

水酸化ナトリウム溶液 (半導体用)  $\text{NaOH}$  [1310-73-2]

含量 40.0~50.0%

定量法 本品約 2g を精密に量り、200mL の共通すり合わせ三角フラスコに入れ、水 (二酸化炭素除去) 50mL を加えて溶かし、栓をして 5 分間放置する。この液を 1mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (フェノールフタレイン溶液 3 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。

1mol/L 塩酸 1mL = 40.00mgNaOH

水酸化ナトリウム試液 (10mol/L) 水酸化ナトリウム 400g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (5mol/L) 水酸化ナトリウム 200g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (4mol/L) 水酸化ナトリウム 160g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (3 mol/L) 水酸化ナトリウム 12.6 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 水酸化ナトリウム 80 g を量り、水を加えて溶かし、1,000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 水酸化ナトリウム 4.3 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

~~水酸化ナトリウム試液, 0.5 mol/L~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 水酸化ナトリウム 22 g を量り、水を加えて溶かし、1,000mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

~~水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.2 mol/L) 水酸化ナトリウム 8.0 g を量り、新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1,000mL とする。用時調製する。

水酸化ナトリウム試液 (0.12 mol/L) 水酸化ナトリウム 4.8 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

~~水酸化ナトリウム試液, 希~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 【希水酸化ナトリウム試液, 水酸化ナトリウム試液, 希】 水酸化ナトリウム 4.3 g を量り、新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1,000mL とする。用時調製する。~~(0.1 mol/L)~~

水酸化ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) 10mL を量り、水を加えて 100mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.04 mol/L) 水酸化ナトリウム 1.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.02 mol/L) 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 200mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (0.01 mol/L) 水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 10mL を量り、水を加えて 1000mL とする。用時製する。

~~5%水酸化ナトリウム試液, メタノール製~~ 水酸化ナトリウム 5 g を量り、水 5mL を加えて溶かし、メタノールを加えて 100mL として静置した後、上澄液を用いる。

~~水酸化バリウム~~ 水酸化バリウム 8 水和物を見よ。

~~水酸化バリウム 8 水和物~~ 水酸化バリウム 8 水和物  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  [水酸化バリウム 8 水和物, K8577, 特級] [12230-71-6] 【水酸化バリウム, 水酸化バリウム 8 水和物】

水素  $\text{H}_2$  [K0512] [1333-74-0]

含量 99.99vol%以上のもを用いる。

水分測定用イミダゾール イミダゾール, 水分測定用を見よ。

水分測定用エチレングリコール エチレングリコール, 水分測定用を見よ。

水分測定用塩化カルシウム 塩化カルシウム, 水分測定用を見よ。

水分測定用塩化コリン 塩化コリン, 水分測定用を見よ。

水分測定用クロロホルム クロロホルム, 水分測定用を見よ。

水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル ジエチレングリコールモノエチルエーテル, 水分測定用を見よ。

~~水分測定用試液~~ ヨウ素 63 g を量り、水分測定用ピリジン 100mL を加えて溶かし、氷冷し、乾燥した二酸化硫黄をその増量が 32.3 g に達するまで通した後、水分測定用メタノールを加えて 500mL とし、24 時間以上放置した後用いる。日時の経過とともに変化するので用時標定する。遮光して湿気を避



~~け、冷所に保存する。~~

~~標定 水分測定法の操作法に従い、水分測定用メタノール 25mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を終点まで注意して加える。次に水約 50mg を精密に量って速やかに加え、湿気を遮り、水分測定用試液で終点まで滴定する。水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H<sub>2</sub>O) の mg 数 f を次式によって求める。~~

$$f = \frac{\text{水 (H}_2\text{O) の採取量 (mg)}}{\text{水に対する水分測定用試液の滴定量 (mL)}}$$

次のいずれかの方法により調製する。なお、同等以上の精度がある場合には、他の調製方法による水分測定用試液を使用することができる。

(i) 調製法 1 ヨウ素 63 g を水分測定用ピリジン 100 mL に溶かし、氷冷し、乾燥した二酸化硫黄を通じ、その増量が 32 g に達したとき、水分測定用クロロホルムを加えて 500 mL とし、24 時間以上放置した後用いる。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。日時の経過とともに変化するので用時標定する。

(ii) 調製法 2 水分測定用イミダゾール 102 g を水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 350 mL に溶かし、氷冷し、液温を 25～30℃ に保ちながら、乾燥した二酸化硫黄を通じ、その増量が 64 g に達したとき、ヨウ素 50 g を加えて溶かし、24 時間以上放置した後用いる。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。日時の経過とともに変化するので用時標定する。

(iii) 調製法 3 水分測定用炭酸プロピレン 220 mL に乾燥した二酸化硫黄を通じ、その増量が 32 g に達したとき、水分測定用 2-メチルアミノピリジン 81 g を水分測定用炭酸プロピレン又は水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル 180 mL に溶かして氷冷した液に加え、更にヨウ素 36 g を加えて溶かし、24 時間以上放置した後用いる。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。日時の経過とともに変化するので用時標定する。

標定 水分測定法の操作法に従い、水分測定用メタノール適量を乾燥滴定フラスコにとる。これにあらかじめ水分測定用試液を終点まで滴加してフラスコ内を無水の状態にしておく。次に水約 30 mg を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、激しくかき混ぜながら水分測定用試液で終点まで滴定する。水分測定用試液の 1 mL に対応する水 (H<sub>2</sub>O) のミリグラム数 f (mg/mL) を次の式により求める。

水分測定用炭酸プロピレン 炭酸プロピレン，水分測定用を見よ。

水分測定用ピリジン ピリジン，水分測定用を見よ。

水分測定用メタノール メタノール，水分測定用を見よ。

水分測定用 2-メチルアミノピリジン 2-メチルアミノピリジン，水分測定用を見よ。

~~水溶性アナトー用塩化第一スズ・塩酸試液~~ 塩化第一スズ・塩酸試液，~~水溶性アナトー用を見よ。~~

スクシニルトリアラニンパラニトロアニリド C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>8</sub> N-スクシニル-L-アラニル-L-アラニル-L-アラニン 4-ニトロアニリド 酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ スクロース C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>11</sub> [K8383] [57-50-1] 【白糖】

日本薬局方精製白糖を用いる。

スチグマステロール スチグマステロール，定量用を見よ。

スチグマステロール，定量用 C<sub>29</sub>H<sub>48</sub>O [83-48-7]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品 5 mg をヘキサン 2 mL に溶かし、無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は、直ちに赤紫色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

融点 165～170℃

純度試験 類縁物質 本品 80mg にアセトン 20mL を加えて溶かし、検液とする。検液 1.5mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 2μL ずつ量り、「植物性ステロール（遊離体高濃度品）」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

スチレンージビニルベンゼン系吸着用樹脂 吸着剤用に製造された多孔性樹脂。

~~スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用~~ ガスクロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂 → 5. クロマトグラフィー用担体／充填剤の項に移動

ステアリン酸  $C_{18}H_{36}O_2$  [K8585, 特級] [57-11-4]

ステアリン酸メチル  $C_{19}H_{38}O_2$  [112-61-8]

本品は、白～黄色の結晶状の塊である。

融点 38℃付近

ステビオシド  $C_{38}H_{60}O_{18}$  [57817-89-7]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $2940cm^{-1}$ 、 $1750cm^{-1}$ 、 $1660cm^{-1}$ 、 $1450cm^{-1}$ 、 $1230cm^{-1}$ 、 $1170cm^{-1}$ 、 $1080cm^{-1}$ 、 $1040cm^{-1}$ 、 $890cm^{-1}$  及び  $630cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、メタノール 0.5mL、クロロホルム 0.5mL 及び水 0.1mL を加えて溶かす。この液 5μL につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.6 付近に主スポットを認める。

純度試験 類縁物質 本品 5mg に水／アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10μL につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

ステビオシド、定量用  $C_{38}H_{60}O_{18}$  [57817-89-7]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 ~~本品 0.6g を水 100mL に溶かし、1-ブタノール 100mL を加え、よく振り混ぜた後、放置する。1-ブタノール層 5mL を試験管にとり、アントロン試液 5mL を管壁に沿って静かに加え層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。~~ ステビオシドの確認試験の(1)及び(2)を準用する。

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

~~操作条件「ステビア抽出物」の定量法の操作条件を準用する。ただし、流量は、ステビオシドの保持時間が約 10 分になるように調整する。~~ 本品 5mg に水／アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10μL につき、「ステビア抽出物」の定量法

の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、99.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

乾燥減量 5.0%以下 (50mg, 105°C, 2時間)

ステビオール配糖体4種混合液 ステビオシド, レバウジオシドA, レバウジオシドC及びズルコシドAを水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) に溶かしてそれぞれ0.1mg/mLとなるように調製する。

ステビオール配糖体9種混合液 ステビオシド, レバウジオシドA, レバウジオシドB, レバウジオシドC, レバウジオシドD, レバウジオシドF, ズルコシドA, ルブソシド及びステビオールビオシドを水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) に溶かしてそれぞれ0.1mg/mLとなるように調製する。

ステビオールビオシド  $C_{32}H_{50}O_{13}$  [41093-60-1]

本品は、白～淡褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $3370\text{cm}^{-1}$ ,  $2940\text{cm}^{-1}$ ,  $1700\text{cm}^{-1}$ ,  $1450\text{cm}^{-1}$ ,  $1370\text{cm}^{-1}$ ,  $1240\text{cm}^{-1}$ ,  $1170\text{cm}^{-1}$ ,  $1080\text{cm}^{-1}$ ,  $1030\text{cm}^{-1}$  及び  $890\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品10mgを量り、1, 4-ジオキササン1mLに溶かす。この液5 $\mu\text{L}$ につき、メタノール/クロロホルム/水混液 (27:20:3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、水/硫酸混液 (20:1) を噴霧し、200°Cで10分間加熱した後、観察するとき、Rf値0.7付近に主スポットを認める。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 類縁物質 本品5mgに水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) 5mLを加えて混合し、検液とする。検液10 $\mu\text{L}$ につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから40分間までとする。

~~NMRスペクトル測定用重水素化クロロホルム、重水素化クロロホルム、NMRスペクトル測定用を見よ。~~

ズルコシドA  $C_{38}H_{60}O_{17}$  [64432-06-0]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $3400\text{cm}^{-1}$ ,  $2920\text{cm}^{-1}$ ,  $1730\text{cm}^{-1}$ ,  $1640\text{cm}^{-1}$ ,  $1450\text{cm}^{-1}$ ,  $1340\text{cm}^{-1}$ ,  $1230\text{cm}^{-1}$ ,  $1080\text{cm}^{-1}$ ,  $900\text{cm}^{-1}$ ,  $810\text{cm}^{-1}$  及び  $640\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品10mgを量り、メタノール0.5mL, クロロホルム0.5mL及び水0.1mLを加えて溶かす。この液5 $\mu\text{L}$ につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf値0.7付近に主スポットを認める。

純度試験 類縁物質 本品5mgに水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7:3) 5mLを加えて溶かし、検液とする。検液10 $\mu\text{L}$ につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

スルファニル酸  $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$  [K8586, 特級] [121-57-3]

スルファニル酸アゾG塩色素  $C_{16}H_9N_2Na_3O_{10}S_3$  [84030-17-1] 本品は、7-ヒドロキシ-8-(4-スルホフェニルアゾ)-1,3-ナフタレンスルホン酸三ナトリウムで、だいたい赤～赤みの黄色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (475nm付近472～478nmの極大吸収部) = 303 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その0.0100g約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。た液は、波長472～478nmに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長472～478nmの極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 他の色素—A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mLとする。この液20μLを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色5号中の純度試験(5)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

(1)溶状 ほとんど澄明(10mg, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) 100mL)

(2)類縁物質 本品5mgを量り、移動相を加えて正確に25mLとし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～20分間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピーク的面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 可視吸光光度計(測定波長490nm)

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

カラム 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル(HPLC用)混液(3:2)

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下(50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

スルファニル酸アゾR塩色素  $C_{16}H_9N_2Na_3O_{10}S_3$  [50880-65-4]

本品は、3-ヒドロキシ-4-(4-スルホフェニルアゾ)-2,7-ナフタレンスルホン酸三ナトリウムで、だいたい赤～黄赤色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (488nm付近485～491nmの極大吸収部) = 432410 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その0.0100g約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。た液は、波長485～491nmに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長485～491nmの極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 他の色素—A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確

~~に100mlとする。この液 20 $\mu$ l を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色5号中の純度試験(5)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。~~

(1)溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2)類縁物質 本品 5 mgを量り、移動相を加えて正確に25mLとし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10 $\mu$ Lずつ量り、スルファニル酸アゾG塩色素の純度試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~20分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

水分 10.0%以下 (10mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

スルファニル酸アゾ  $\beta$ -ナフトール色素  $C_{16}H_{11}N_2NaO_4S$  [633-96-5] 本品は、4-(2-ヒドロキシ-1-ナフチルアゾ)ベンゼンスルホン酸ナトリウムで、~~だいたい赤黄赤~赤みの~~黄色の粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (~~484nm付近~~ 481~487nm の極大吸収部) = ~~640~~500 以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~ 約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 $\rightarrow$ 2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし、これをA液とする。A液 10mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3 $\rightarrow$ 2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし、~~吸光度を測定する。た液は、波長 481~487nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 481~487nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。~~

純度試験 ~~他の色素~~ ~~A液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3 $\rightarrow$ 2,000) を加えて正確に100mlとする。この液 20 $\mu$ l を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色5号中の純度試験(5)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。~~

(1)溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2)類縁物質 本品約 5 mg を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 25mL とし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り、アニリンアゾシエファー塩色素の純度試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~40分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

~~スルファニル酸試液~~ ~~スルファニル酸 0.50 g に希塩酸 20mL を加え、加温して溶かし、水を加えて 100mL とする。~~

~~スルファミン酸アンモニウム~~ ~~アミド硫酸アンモニウムを見よ。~~

~~青色リトマス紙~~ ~~リトマス紙、青色を見よ。~~

~~精製塩酸~~ ~~塩酸、精製を見よ。~~

精製水 日本薬局方精製水を用いる。

生理食塩水 日本薬局方生理食塩液を用いる。

~~ゼオライト、ガスクロマトグラフィー用~~ガスクロマトグラフィー用ゼオライト →5. クロマトグラフィー用担体／充填剤の項に移動

石英砂  $\text{SiO}_2$  [14808-60-7]

本品は、白色の粒状である。

確認試験 (1) すりつぶして粉末とした本品 0.5 g を白金皿にとり、フッ化水素酸 20 mL を加え、水浴上で蒸発乾固すると、本品はほとんど揮散する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10 mL を加えて加熱し、この液の一部に七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (11→100) 1 mL 及び塩酸 (2→3) 4 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 粒度 600 $\mu\text{m}$  通過分 50%以下, 600~850 $\mu\text{m}$  50%以上, 850 $\mu\text{m}$  残留分 10%以下  
目開き 850 $\mu\text{m}$  のふるいが上段になるように、ふるいを受け皿の上に重ねる。最上段のふるいに本品 10 g を装入し、ふたをする。ふるい分け装置に装着後、10 分間振動し、ふるい分けを行う。ふるい分け終了後、ふるいをふるい装置から引き出し、各ふるいの上及び下の質量を量る。

強熱残分 2.0%以下

本品 1 g を白金製のるつぼに量り、硫酸 0.2 mL を加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム 臭化カリウム、赤外吸収スペクトル測定用を見よ。

~~赤色リトマス紙~~リトマス紙、赤色を見よ。

石油エーテル [K8593, 特級] [8032-32-4]

~~石油エーテル、ビタミンA測定用~~石油エーテルを蒸留した 40.0~60.0°C の留分である。

石油ベンジン [K8594, 特級] [8030-30-6]

赤リン P [~~赤りん, K8595: 1961~~] [7723-14-0]

本品は、暗赤色の粉末で、~~においはない。~~く、水に溶けない。

含量 98.0%以上

純度試験 ~~遊離リン酸~~  $\text{H}_3\text{PO}_4$  として 0.5%以下

~~本品約 5 g を精密に量り、20%塩化ナトリウム溶液 10 mL を加えてよくかき混ぜる。更に 20%塩化ナトリウム溶液 50 mL を加え、1 時間放置後ろ過し、ろ紙上の残留物を 20%塩化ナトリウム溶液 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液とろ液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 チモールブルー試液)。~~

~~0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 4.900 g  $\text{H}_3\text{PO}_4$~~

定量法 ~~本品約 0.5 g を精密に量り、臭素を飽和した硝酸 30 mL を加えて 1 時間放置する。その後、臭素の色がなくなるまで水浴上で加熱し、冷後塩素酸カリウム 1 g と塩酸 10 mL を加えて 10 分間放置する。水浴上で徐々に加熱して約 5 mL になるまで濃縮し、水 200 mL を加えて少し加温後冷却する。ろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせる。これに水を加えて正確に 500 mL とする。その 25 mL を正確に量り、クエン酸 0.5 g を加え、アンモニア水で中和し (指示薬 ブロモチモールブルー試液)、これにマグネシア試液 10 mL をかき混ぜながら徐々に加える。これに、アンモニア水 (1→10) を滴下して沈殿を完全に生成させる。これに、アンモニア水を全容量の約 1/10 量加え、かき混ぜた後 3 時間放置する。ろ過し、沈殿をアンモニア水 (1→10) で洗った後、強熱し、冷後、その質量を精密に量る。(1) 遊離リン酸 本品 5.0 g~~

を量り、塩化ナトリウム溶液（1→5）10mLを加え、かき混ぜた後、塩化ナトリウム溶液（1→2）50mLを加え、室温で1時間放置した後、ろ過する。塩化ナトリウム溶液（1→5）10mLずつで3回洗浄を行い、ろ液と洗液を合わせた液に指示薬としてチモールブルー試液を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。

$0.1\text{mol/L}$ 水酸化ナトリウム溶液  $1\text{mL}=4.900\text{mgH}_3\text{PO}_4$

(2) 黄リン 本品 10.0 gを量り、ベンゼン 50mLを加え、還流冷却器をつけて水浴上で3時間加熱し、冷後、ろ過する。ベンゼン 10mLずつで3回洗浄を行い、ろ液と洗液を合わせて分液漏斗に入れ、臭素 0.5mLを加えて振り混ぜる。更に、水 20mLを加え、振り混ぜた後、放置し、下層（水層）を分取する。上層（ベンゼン層）を水 20mLずつで3回洗浄を行い、先の分取した水層と洗液を合わせたものに臭素飽和硝酸 10mLを加え、水浴上で約 10mLになるまで蒸発し、水 20mL及びアンモニア水 10mLを加え、硝酸で中和し、更に硝酸 1mLを加えて約 60℃に加温し、約 60℃に加温した七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（11→100）15mLをかき混ぜながら加え、水浴上で約 60℃で1時間加温し、ろ過する。沈殿及びろ紙を、硝酸アンモニウム溶液（1→10）でよく洗浄し、200mLの三角フラスコに移す。水 50mLを加え、ろ紙を十分に破壊し、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を少し過剰に加えて沈殿を溶解し、0.1mol/L硝酸で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液）。別に空試験を行い補正し、黄リンの含量（C）を求める。

$0.1\text{mol/L}$ 硝酸 =  $0.13467\text{mg P}$ （黄リン）

(3) ピロリン酸マグネシウム（総リン） 本品約 0.5 gを精密に量り、局所廃棄装置の下又はドラフト内で、臭素飽和硝酸 30mLを加えて1時間放置し、臭素の赤色がなくなるまで水浴上で加熱し、冷却後、塩素酸カリウム 1 g及び塩酸 30mLを加えて10分間放置する。その液を、水浴上で約 5mLになるまで徐々に加熱蒸発した後、水 200mLを加えて10分間加熱し、冷後ろ過する。沈殿及びろ紙を水で洗浄し、ろ液と洗液を合わせて、メスフラスコに入れ 500mLにする。その 25mLを正確に量り、クエン酸一水和物 0.5 gを加え、指示薬としてプロモチモールブルー試液 3滴を加え、アンモニア水（28）（2→5）で中和する。更に、マグネシア試液（赤リン定量用）10mLをかき混ぜながら徐々に加え、アンモニア水（28）（1→10）を1滴ずつ滴加し沈殿を完全に生成させた後、アンモニア水（28）（2→5）を全容量の約 1/5量を加え、3時間放置後、ろ過する。塩素イオンの反応を認めなくなるまで、沈殿をアンモニア水（28）（1→10）でよく洗浄する。あらかじめ 105℃で加熱して恒量とした磁製のろつばに、沈殿の入ったろ紙を入れ、105℃で乾燥し、徐々に加熱して灰化し、強熱する。デシケーター中で放冷後、質量を精密に量り、ピロリン酸マグネシウム（総リン）の含量を求める。

(4) 赤リン 次式により、赤リンの含量を求める。なお、ピロリン酸マグネシウム ( $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) からリンへの換算係数は、0.2783であり、遊離リン酸 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) からリンへの換算係数は、0.3161である。

赤リンの含量 (%) =  $(A \times 0.2783) - (B \times 0.3161 + C)$

ただし、A : ピロリン酸マグネシウムの含量 (%)

B : 遊離リン酸の含量 (%)

C : 黄リンの含量 (%)

赤リン (P) の含量 (%) =  $((\text{沈殿 } (\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7) \text{ の質量 (g)} \times 0.2783 \times 20) / \text{試料の採取量 (g)}) \times 100 - \text{遊離リン酸量 (\%)} \times 0.3161 - \text{(\%)} -$

ゼラチン [9000-70-8]

~~日本薬局方ゼラチンを用いる。~~

本品は、淡黄～黄褐色の結晶、結晶性の粉末又は塊である。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 1.0 g を量り、水 40 mL を加え、水浴中で加熱して溶かした液は微濁である。

(2) 重金属 Pb として 50 µg / g 以下

本品 0.5 g を磁製のるつぼに入れて、徐々に加熱、炭化後、放冷する。硝酸 2 mL 及び硫酸 0.5 mL を加えて、注意しながら白煙が生じなくなるまで加熱し、強熱灰化後、放冷する。これに塩酸 3 滴及び水 10 mL を加えて 2 分間水浴中で加熱し、水で 30 mL とする。必要があればろ過する。フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア水を淡赤色になるまで加え、酢酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えて 5 分間放置したものを検液とする。硝酸 2 mL を磁製のるつぼに入れ、硫酸 0.5 mL を加えて加熱蒸発、放冷する。塩酸 3 滴及び水 10 mL を加え、鉛標準液 2.5 mL を加えた後、水で 30 mL とする。フェノールフタレイン試液 1 滴及びアンモニア水を淡赤色になるまで加え、酢酸ナトリウム溶液 (1 → 5) 2 mL 及び硫化ナトリウム試液 1 滴を加えて 5 分間放置したものを比較液とする。このとき検液の色は、比較液の色より暗くない。

(3) ヒ素 As として 1 µg / g 以下

本品 15 g に塩酸 (1 → 5) 60 mL を加えて加熱溶解し、臭素試液 15 mL を加えて加熱し、過剰の臭素を除く。アンモニア試液を中和するまで加え、リン酸水素二ナトリウム・12 水 1.5 g を加えて放冷する。マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置する。沈殿をろ取り、沈殿をアンモニア水 (1 → 4) 10 mL ずつで 5 回洗う。洗った沈殿に塩酸 (1 → 4) 3 mL を加えて振り混ぜ、水で 50 mL とする。この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。ただし、標準色は次により調製する。ヒ素標準液 30 mL に塩酸 (1 → 5) 60 mL 及び臭素試液 15 mL を加えて加熱して過剰の臭素を除き、アンモニア水 (2 → 5) を中和するまで加え、リン酸水素二ナトリウム・12 水 1.5 g を加えて放冷する。マグネシア試液 30 mL を加えて 1 時間放置し、沈殿をろ取り、沈殿をアンモニア水 (1 → 4) 10 mL ずつで 5 回洗う。塩酸 (1 → 4) 3 mL を加えて振り混ぜ、水で 50 mL とし、以下検液と同様に操作する。

乾燥減量 15.0%以下

110°C で 3 時間乾燥した石英砂 10 g の質量を精密に量り、本品 1 g を加えて質量を精密に量る。これに水 20 mL を加えて、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、時々振り混ぜながら水浴上蒸発乾固し、110°C で 3 時間乾燥する。

ゼラチン試液 ゼラチン 1 g を量り、水 50 mL に静かに加熱しながら溶かし、必要があればろ過する。用時調製する。

~~ゼラチン製ペプトン ペプトン、ゼラチン製を見よ。~~

~~セレン Se [K 8598]~~

D- (+) -セロビオース  $C_{12}H_{22}O_{11}$  4-O-β-D-グルコピラノシル-D-グルコース 酵素活性試験法に適するものを用いる。

全多孔性陰イオン交換体 → 5. クロマトグラフィー用担体 / 充填剤の項に移動

ソーダ石灰 [K 8603, 二酸化炭素吸収用及び元素分析用] [8006-28-8]

ソモギー試液 (I) 硫酸銅 (II) 五水和物 4.0 g, 炭酸ナトリウム 24 g, 炭酸水素ナトリウム 16 g, 硫酸ナトリウム 180 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 12 g を量り、水を加えて溶かし、900 mL とする。この液を 10 分間沸騰させた後、水を加えて 1000 mL とし、密栓して 1 週



間放置した後、ガラスろ過器でろ過し、遮光して保存する。

**ソモギー試液 (II)** 炭酸ナトリウム 25 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 25 g を量り、水 150mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 40mL、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→10) 60mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1→5) 25mL を加えて混和し、更に、硫酸ナトリウム溶液 (9→25) 500mL、ヨウ素酸カリウム試液 (0.05 mol/L) 50mL 及び水を加えて 1000mL とする。調製後 2 日間室温に放置し、ろ紙でろ過して使用する。

**ソモギー試液 (III)** 硫酸銅 (II) 五水和物 4.0 g、炭酸ナトリウム 24 g、炭酸水素ナトリウム 16 g、硫酸ナトリウム 18 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 12 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。この液を 10 分間煮沸し、遮光密栓して 1 週間放置した後、ろ紙 (No. 2) を 2 枚重ねて 2 回ろ過する。遮光密栓して保存する。

**ソモギー銅試液** リン酸水素二ナトリウム・12 水 71 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 40 g を量り、水 650mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 100mL を加える。硫酸銅 (II) 溶液 (1→10) 80mL をかき混ぜながら加えて加温した後、硫酸ナトリウム 180 g を加えて溶かし、水を加えて 1000mL とする。室温で 2 日間放置した後、ろ紙 (No. 2) でろ過し、遮光密栓して保存する。

**D-ソルビトール**  $C_6H_{14}O_6$  [50-70-4] 「D-ソルビトール」

**D-ソルビトール, 定量用**  $C_6H_{14}O_6$  「D-ソルビトール」80 g を量り、500 mL のフラスコに入れ、90%メタノール 220 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴で加温して溶かし、冷後、500 mL のビーカーに移し、種晶として「D-ソルビトール」40mg を加え、混和し、72 時間静置する。析出した結晶を吸引ろ過し、メタノール 50 mL で洗う。次に得られた再結晶品 40 g を量り、90%メタノール 110 mL を加え、以下先の操作を繰り返す。再々結晶品を得る。ただし、種晶には 80°C で 5 時間減圧乾燥した再結晶品を用いる。得られた再々結晶品を 80°C で 5 時間減圧乾燥する。

~~ダイズ製ペプトン ペプトン, ダイズ製を見よ。~~

**脱脂粉乳** 生乳、牛乳などの乳脂肪分を除去したものからほとんどすべての水分を除去し、粉末状にしたもの。

~~タンダステン酸ナトリウム~~ ~~タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

~~タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物~~ **タンダステン (VI) 酸ナトリウム二水和物**  $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$  [タンダステン (VI) 酸ナトリウム二水和物, K8612, 特級] [10213-10-2] 【タンダステン酸ナトリウム, タンダステン (VI) 酸ナトリウム 2 水和物】

**炭酸アンモニウム**  $(NH_4)_2CO_3$  [K8613, 特級] [506-87-6]

**炭酸アンモニウム試液** 炭酸アンモニウム 20 g を量り、アンモニア試液 20 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。

~~炭酸カリウム, 無水~~ **炭酸カリウム**  $K_2CO_3$  [炭酸カリウム, K8615, 特級] [584-08-7] 【無水炭酸カリウム】

**炭酸カルシウム**  $CaCO_3$  [K8617, 特級] [471-34-1]

**炭酸水素ナトリウム**  $NaHCO_3$  [K8622, 特級] [144-55-8]

**炭酸水素ナトリウム, pH 測定用**  $NaHCO_3$  [pH 標準液用, K8622, pH 標準液用] [144-55-8]

~~炭酸ナトリウム~~ ~~炭酸ナトリウム 10 水和物を見よ。~~

**炭酸ナトリウム試液** → 「炭酸ナトリウム試液 (1 mol/L)」の前に移動

~~炭酸ナトリウム 10 水和物~~ **炭酸ナトリウム十水和物** → 「炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢

**酸二水素二ナトリウム試液」の前に移動**

☆**炭酸ナトリウム**  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  [~~炭酸ナトリウム~~, K8625, 特級] [497-19-8] 【無水炭酸ナトリウム, 炭酸ナトリウム, 無水】

炭酸ナトリウム, pH測定用  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  [pH標準液用, K8625, pH標準液用] [497-19-8]

炭酸ナトリウム (標準試薬標準物質)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  [容量分析用標準物質, K8005] [497-19-8] 【炭酸ナトリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

~~炭酸ナトリウム, 無水炭酸ナトリウム~~ → 「炭酸ナトリウム, pH測定用」の前に移動

☆**炭酸ナトリウム十水和物**  $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  [~~炭酸ナトリウム十水和物~~, K8624, 特級] [6132-02-1] 【炭酸ナトリウム, 炭酸ナトリウム 10水和物】

**炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液** 炭酸ナトリウム 50 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 37.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

☆**炭酸ナトリウム試液** ~~無水炭酸ナトリウム~~炭酸ナトリウム 10.6 g を量り, 水を加えて溶かして 100mL とする。

**炭酸ナトリウム試液 (1 mol/L)** 炭酸ナトリウム 106 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

**炭酸ナトリウム試液 (0.55 mol/L)** 炭酸ナトリウム 58.3 g を量り, 水を加えて溶かし 1000mL とする。

**炭酸ナトリウム試液 (0.5 mol/L)** 炭酸ナトリウム 53 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

**炭酸ナトリウム試液 (0.25 mol/L)** 炭酸ナトリウム 26.5 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

**炭酸ナトリウム試液 (0.2 mol/L)** 炭酸ナトリウム 21.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

**炭酸バリウム**  $\text{BaCO}_3$  [K1415] [513-77-9]

本品は, 白色の粉末である。

含量 99.0%以上

純度試験 (1) ナトリウム 0.01%以下

本品 1.0 g に塩酸 (1→10) を加えて溶かし 100mL とし, 検液とする。本品 1.0 g にナトリウム標準液 (0.1mg/mL) 1 mL, カリウム標準液 (0.1mg/mL) 1 mL, カルシウム標準液 (0.1mg/mL) 1 mL 及びストロンチウム標準液 (5.0mg/mL) 1 mL を加え, 次いで塩酸 (1→10) を加えて溶かし 100mL とし, 比較液とする。検液及び比較液につき, 次の操作条件で原子吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) カリウム 0.01%以下

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

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ

分析線波長 766.5nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(3) カルシウム 0.01%以下

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

操作条件

光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ

分析線波長 422.7nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(4) ストロンチウム 0.5%以下

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

操作条件

光源ランプ ストロンチウム中空陰極ランプ

分析線波長 460.7nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(5) 水酸化バリウム 0.02%以下

本品 5 g に 二酸化炭素を含まない水 (二酸化炭素除去) 50 mL を加え 5 分間振り混ぜる。定量ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過した後、ろ液を 0.05 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 プロモチモールブルー試液 1 mL)。

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

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水 50 mL 及び 1 mol/L 塩酸 40 mL を加えて煮沸し冷却する。

この液を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 プロモチモールブルー試液 1 mL)。別に空試験を行い補正する。

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

**炭酸プロピレン** C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> [108-32-7]

無色の液体である。

沸点 240~242°C

水分 本品 1 g 中、水分は 1 mg 以下とする。

炭酸プロピレン、水分測定用 炭酸プロピレン 100 mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置した後、澄明な炭酸プロピレンを分取する。湿気を避けて保存する。

本品 1 mL 中の水分は 0.3mg 以下とする。

#### 炭酸マグネシウム

~~日本薬局方炭酸マグネシウムを用いる。~~

~~タンニン酸~~ タンニン酸  $n$ 水和物  $C_{14}H_{10}O_9 \cdot nH_2O$  ~~[K8629]~~ [1401-55-4] 【タンニン酸】

本品は、白～淡黄色の粉末、又はほとんど無色の光沢のある小葉片である。

確認試験 (1) 本品 2 g に水を加えて溶かして 10 mL とし、水浴中で加熱溶解する。この 5 mL に 10 w/v % 塩化鉄 (III)・塩酸試液 1 mL を加えると、青黒色になり、放置すると青黒色の沈殿が生じる。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき、波数  $1710\text{cm}^{-1}$ ,  $1610\text{cm}^{-1}$ ,  $1540\text{cm}^{-1}$ ,  $1180\text{cm}^{-1}$ ,  $1080\text{cm}^{-1}$ ,  $1020\text{cm}^{-1}$ ,  $870\text{cm}^{-1}$  及び  $760\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 糖類及びデキストリン

本品 2 g を量り、水 10 mL 及びエタノール (95) 100 mL を加えて 1 時間放置したとき、液は澄明となる。また、これにジエチルエーテル 5 mL を加えると直ちに混濁しない。

乾燥減量 12.0%以下 (1 g,  $105^\circ\text{C}$ , 2 時間)

強熱残分 1.0%以下

本品 1 g を白金製のるつぼに量り、硫酸 0.2 mL を加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

タンニン酸・酢酸試液 タンニン酸  $n$ 水和物 ~~0.010g~~ 10mg を量り、酢酸 80 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜて溶かし、リン酸 32 ~~mL~~ mL を加える。用時調製する。

タンニン酸試液 タンニン酸  $n$ 水和物 1.0 g をエタノール (95) 1 mL に溶かし、水を加えて 10 mL とする。用時調製する。

~~チオシアン定量用臭化シアン試液~~ ~~臭化シアン試液~~, ~~チオシアン定量用を見よ。~~

チオシアン酸アンモニウム  $\text{NH}_4\text{SCN}$  [K9000, 特級] [1762-95-4]

~~チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液~~ チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 【チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液】 チオシアン酸アンモニウム 17.4 g 及び ~~硝酸コバルト~~ 硝酸コバルト (II) 六水和物 2.8 g を量り、合わせ、水を加えて溶かし、~~100 mL~~ 100 mL とする。

チオシアン酸カリウム  $\text{KSCN}$  [K9001, 特級] [333-20-0]

2, 2'-チオジエタノール  $\text{S}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$  [111-48-8]

本品は、アミノ酸分析用に製造したものである。

性状 本品は、無～微黄色で、澄明の液体である。

比重  $d_4^{20} = 1.178 \sim 1.188$

水分 0.7%以下 (0.1 g, 電量滴定法)

~~チオ硫酸ナトリウム~~ ~~チオ硫酸ナトリウム 5 水和物を見よ。~~

~~チオ硫酸ナトリウム 5 水和物~~ チオ硫酸ナトリウム五水和物  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  [~~チオ硫酸ナトリウム 5 水和物~~, K8637, 特級] [10102-17-7] 【チオ硫酸ナトリウム 5 水和物, チオ硫酸ナトリウム】

チオ硫酸ナトリウム試液 (0.1 mol/L) チオ硫酸ナトリウム五水和物 26 g 及び炭酸ナトリウム 0.2 g を新たに煮沸して冷却した水に溶かし、1000 mL とする。

チオ硫酸ナトリウム試液 (0.05 mol/L) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 2 倍容量に薄める。

チオ硫酸ナトリウム試液 (0.02 mol/L) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却

した水を加えて5倍容量に薄める。

窒素  $N_2$  [7727-37-9]

日本薬局方窒素を用いる。

チモール  $C_{10}H_{14}O$  [89-83-8]

日本薬局方チモールを用いる。

チモールフタレイン  $C_{28}H_{30}O_4$  [K8642, 特級] [125-20-2]

チモールフタレイン試液 チモールフタレイン 0.1 g を量り、エタノール (95) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

チモールブルー  $C_{27}H_{30}O_5S$  [K8643, 特級] [76-61-9]

チモールブルー試液 チモールブルー 0.1 g を量り、エタノール (95) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

チモール・硫酸試液 チモール 0.5 g を量り、硫酸 5 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、エタノール (95) を加えて 100 ~~mL~~ mL とする。

~~中和エタノール—エタノール，中和を見よ。~~

$\beta$ -ツヤプリシン, 定量用  $C_{10}H_{12}O_2$  [499-44-5]

~~純度試験 (1) —~~ 沸点 140~141°C (1.3kPa)

~~(2) —~~ 融点 51~53°C

純度試験 (3) 類縁物質 本品 0.2 g を量り、エタノール (95) を加えて溶かし 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 0.5  ~~$\mu$ L~~  $\mu$ L ずつ量り、「ツヤプリシン (抽出物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の2倍までとする。

~~DEAE—セルロース陰イオン交換体 (—O—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>—N (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>型), 弱塩基性弱塩基性DEAE—セルロース陰イオン交換体 (—O—C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>—N (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>型) → 「弱塩基性陰イオン交換樹脂」の前に移動~~

定量用L-アスコルビン酸2-グルコシド L-アスコルビン酸2-グルコシド, 定量用を見よ。

~~定量用N-アセチルグルコサミン—C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>6</sub>—N-アセチルグルコサミン, 定量用を見よ。~~

定量用アゾキシストロビン アゾキシストロビン, 定量用を見よ。

定量用アドバンテーム アドバンテーム, 定量用を見よ。

定量用L-アラビノース L-アラビノース, 定量用を見よ。

定量用myo-イノシトール myo-イノシトール, 定量用を見よ。

定量用イソチオシアン酸アリル イソチオシアン酸アリル, 定量用を見よ。

定量用 (+) -カテキン (+) -カテキン, 定量用を見よ。

定量用D-ガラクトロン酸 D-ガラクトロン酸, 定量用を見よ。

定量用グリチルレチン酸3-O-グルクロニド グリチルレチン酸3-O-グルクロニド, 定量用を見よ。

定量用グルタミルバリルグリシン グルタミルバリルグリシン, 定量用を見よ。

定量用L-グルタミン酸 L-グルタミン酸, 定量用を見よ。

定量用コレステロール コレステロール, 定量用を見よ。

定量用サルササポゲニン サルササポゲニン，定量用を見よ。

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

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

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

定量用スチグマステロール スチグマステロール，定量用を見よ。

定量用ステビオシド ステビオシド，定量用を見よ。

定量用D-ソルビトール D-ソルビトール，定量用を見よ。

定量用  $\beta$ -ツヤプリシン  $\beta$ -ツヤプリシン，定量用を見よ。

定量用  $d$ - $\alpha$ -トコフェロール  $d$ - $\alpha$ -トコフェロール，定量用を見よ。

定量用  $d$ - $\beta$ -トコフェロール  $d$ - $\beta$ -トコフェロール，定量用を見よ。

定量用  $d$ - $\gamma$ -トコフェロール  $d$ - $\gamma$ -トコフェロール，定量用を見よ。

定量用  $d$ - $\delta$ -トコフェロール  $d$ - $\delta$ -トコフェロール，定量用を見よ。

定量用ネオテーム ネオテーム，定量用を見よ。

定量用ピリメタニル ピリメタニル，定量用を見よ。

定量用フェルラ酸 フェルラ酸，定量用を見よ

定量用部分加水分解サポニン 部分加水分解サポニン，定量用を見よ。

定量用フルジオキシニル フルジオキシニル，定量用を見よ。

定量用ベタイン ~~ベタイン1水和物~~ベタイン，定量用を見よ。

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

~~定量用マルトール マルトール，定量用を見よ。~~

定量用D-マンニトール D-マンニトール，定量用を見よ。

定量用ミリシトリン ミリシトリン，定量用を見よ。

定量用メナキノン-4 メナキノン-4，定量用を見よ。

定量用モグロシドV モグロシドV，定量用を見よ。

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

定量用ヨウ化イソプロピル ヨウ化イソプロピル，定量用を見よ。

~~定量用ヨウ化メチル~~定量用ヨードメタン ~~ヨウ化メチル，定量用ヨードメタン，定量用~~を見よ。

定量用ラクトフェリン ラクトフェリン，定量用を見よ。

定量用L-ラムノース L-ラムノース，定量用を見よ。

定量用D-リボース D-リボース，定量用を見よ。

定量用ルチン ルチン，定量用を見よ。

定量用レバウジオシドA レバウジオシドA，定量用を見よ。

☆デオキシコール酸ナトリウム  $C_{24}H_{39}NaO_4$  [302-95-4]【デオキシコール酸ナトリウム】

本品は，白色の結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数  $3,400\text{cm}^{-1}$ ， $2,940\text{cm}^{-1}$ ， $1,562\text{cm}^{-1}$ 及び $1,408\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液比較液とする。これらの液につき，薄層クロマトグラフィーを行う。試料溶液及び標準溶液比較液 10  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/メタノール

ール／酢酸混液（80：40：1）を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し、105℃で10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液比較液から得たスポットより濃くない。

デオキシコール酸ナトリウム試液（3.3mmol/L） デオキシコール酸ナトリウム1.38gを量り、水を加えて溶かし1000mLとする。

デオキシコール酸ナトリウム試液（0.016mol/L） デオキシコール酸ナトリウム6.7gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。

~~鉄試験用アスコルビン酸 アスコルビン酸、鉄試験用を見よ。~~

デカン  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$  [124-18-5]

本品は、無色透明な液体である。

含量 99.5%以上

定量法 本品1μLを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からデカンの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃で注入し、毎分10℃で150℃まで昇温する。

検出器温度 250℃

注入口温度 200℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 3.4mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 10分

デキストラン（分子量70000）  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$

本品は *Leuconostoc spp.* より得られたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

デキストラン（分子量2000000）  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$

本品は *Leuconostoc spp.* より得られたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~デキストリン デキストリン水和物を見よ。~~

デキストリン水和物  $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n \cdot n\text{H}_2\text{O}$  [K8646, 特級] [9004-53-9] 【デキストリン】

デキストリン試液 デキストリン水和物5.0gを量り、トリス緩衝液（0.005mol/L, pH7.0, 塩化カルシウム含有）を加えて溶かし、200mLとする。

~~デオキシコール酸ナトリウム~~ デオキシコール酸ナトリウム → 「デオキシコール酸ナトリウム試液（3.3mmol/L）」の前に移動

鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（pH4.5） 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（pH4.5），鉄試験用を見よ。

鉄片 Fe 片状のものを用いる。Fe97.7%以上。磁石により吸引される。

~~テトラサイクリン~~  $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_8$

~~日本薬局方テトラサイクリン塩酸塩を用いる。ただし、本品の量（力価）は、テトラサイクリン~~

~~塩酸塩 ( $C_{22}H_{24}N_2O_8 \cdot HCl$ ) としての量 (力価) で示す。~~

テトラヒドロフラン  $C_4H_8O$  [K9705, 特級] [109-99-9]

テトラヒドロフラン (BHT含有) [K9705, 特級] [109-99-9]

ジブチルヒドロキシルエン (BHT) を 0.025% 含有するものを用いる。

テトラヒドロホウ酸ナトリウム  $NaBH_4$  (原子吸光分析用) [16940-66-2]

テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用  $NaBH_4$  [16940-66-2]

本品は, アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は, 白色の結晶性粉末である。

テトラヒドロホウ酸ナトリウム試液 テトラヒドロホウ酸ナトリウム 5 g ~~に~~を量り, ~~0.1mol/L~~ 水酸化ナトリウム水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 500 ~~mL~~ を加えて溶かす。

テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物 [ $CH_3(CH_2)_3$ ]<sub>4</sub>NBr [1643-19-2]

本品は白色の結晶又は粉末である。

含量 98.0%以上

融点 102~106°C

純度試験 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)

強熱残分 0.1%以下

白金製のるつぼを 500±50°C で 30 分間以上強熱し, デシケーター中で放冷した後, その質量を精密に量る。

試料約 1 g を先のるつぼに入れ, その質量を精密に量り, ホットプレート上で徐々に温度を上げて試料を揮散又は分解させる。るつぼを熱板から下ろして室温まで放冷後, 硫酸約 0.2mL を添加し, 再び穏やかに加熱し, 白煙が出なくなるまで加熱を続ける。るつぼを電気炉内に入れ, 500±50°C で 1 時間強熱する。電気炉から取り出したるつぼを速やかにデシケーターに移し, 放冷後, デシケーターから取り出し, その質量を精密に量る。ただし, 得られた値が規定値に適合していない場合は, 更に上記と同様の硫酸による湿潤, 加熱及び強熱操作を繰り返し, 前後の秤量差が 0.3mg 以下になるか, 又は規格値以下になったときに試験を終了する。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 水 50mL に溶かし, 硝酸 (1→3) 5 mL を加え, 強く振り混ぜながら 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 32.24mg  $C_{16}H_{36}NBr$

~~テトラベース・クエン酸試液 4, 4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン 0.25 g 及びクエン酸 1 g を量り, 合わせ, 水 500mL を加えて溶かす。~~

~~4, 4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン  $C_{17}H_{22}N_2$~~

~~本品は, 白~帯青白色の光輝ある葉状結晶で, 水に溶けにくく, ジエチルエーテル, エタノール及びベンゼンに溶ける。~~

~~融点 90~91°C~~

デバルダ合金 [K8653, 窒素分析用] [8049-11-4]

デンプン [でんぷん, K8658, 特級] [9005-84-9]

デンプン (溶性) [でんぷん (溶性), K8659, 特級及び 1 級] [9005-84-9]

デンプン試液 デンプン (溶性) 1 g を量り, 冷水 10 ~~mL~~ を加えてよくすり混ぜ, これを熱湯 200 ~~mL~~ 中にかき混ぜながら徐々に加え, 液が半透明となるまで煮沸し, 放冷し, 静置した後, 上澄液を用いる。用時調製する。



**銅試液 (キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用)** リン酸水素二ナトリウム・12水 71 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 40 g を量り、水 650mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 100mL を加え、静かにかき混ぜながら硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→10) 80mL を徐々に加え、硫酸ナトリウム 180 g を加えて溶かした後、ヨウ素酸カリウム溶液 (9→250) 25mL を加え、水を加え 1000mL とする。25~35°C で 2 日間放置した後、沈殿物をろ過して除き、25~35°C で保存する。

**銅試液 (マルトトリオヒドロラーゼ活性試験用)**

第 1 液 : 炭酸ナトリウム 25 g, (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 25 g, 炭酸水素ナトリウム 20 g 及び硫酸ナトリウム 200 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液 : 硫酸銅 (II) 五水和物 30 g を量り、水 150mL に加え溶かした後、硫酸 4 滴を加え、更に水を加えて 200mL とする。

使用時に第 1 液 25 容量と第 2 液 1 容量とを混和する。

**同定用レバウジオシド C** レバウジオシド C, 同定用を見よ。

**同定用レバウジオシド D** レバウジオシド D, 同定用を見よ。

**同定用レバウジオシド F** レバウジオシド F, 同定用を見よ。

**銅片** ~~Cu [銅, K8660] 片状のものを用いる。~~

**Cu-PAN** ~~1 - (2-ピリジルアゾ) -2-ナフトール (遊離酸) 1 g 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅 4 水和物 11.1 g を混合して調製する。灰だいたい黄色、灰赤褐色又は淡灰紫色の粉末である。~~

~~吸光度 本品 0.50 g をとり、ジオキサン (1→2) に溶かし、正確に 50mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 470nm における吸光度は 0.48 以上である。~~

~~純度試験 溶状 本品 0.5 g をジオキサン (1→2) 50mL に溶かすとき、液は黄褐色、澄明である。~~

~~**Cu-PAN 試液** Cu-PAN 1 g をジオキサン (1→2) 100mL に溶かす。~~

**d- $\alpha$ -トコフェロール, 定量用** C<sub>29</sub>H<sub>50</sub>O<sub>2</sub> [59-02-9]

本品は、淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かして正確に 10 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に ~~とり量り~~, 更に ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とした液の吸光度を測定するとき、波長 292nm 付近に極大吸収部がある。

比吸光度 E<sub>1%</sub><sup>1cm</sup> (292nm 付近の極大吸収部) = 67~82

本品約 5 mg を精密に量り、~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かして正確に 10 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に ~~とり量り~~, 更に ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。この液 1.5 ~~mL~~ mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、比較液とする。検液及び比較液 20  ~~$\mu$ L~~  $\mu$ L につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の ~~約~~ 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)  
カラム 内径 3～6 mm, 長さ 15～25cm のステンレス管  
カラム充てん剤 5～10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用シリカゲル  
カラム温度 室温 (一定)  
移動相 ヘキサン/2-プロパノール混液 (200 : 1)  
流量 主ピークの保持時間が約 5 分になるように調整する。

**d- $\beta$ -トコフェロール, 定量用**  $C_{28}H_{48}O_2$  [\[16698-35-4\]](#)

本品は, 淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り, [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて溶かし正確に 10  $\mu$ L とする。この液 1  $\mu$ L を正確にとり量り, 更に [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて正確に 10  $\mu$ L とした液の吸光度を測定するとき, 波長 296nm 付近に極大吸収部がある。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (296nm 付近の極大吸収部) = 77～95

本品約 5 mg を精密に量り, [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて溶かして正確に 10  $\mu$ L とする。この液 1  $\mu$ L を正確にとり量り, 更に [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて正確に 10  $\mu$ L とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り, ヘキサンを加えて溶かして正確に 100  $\mu$ L とし, 検液とする。この液 1.5  $\mu$ L を正確に量りヘキサンを加えて正確に 100  $\mu$ L とし, 比較液とする。検液及び比較液 20  $\mu$ L につき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)  
カラム 内径 3～6 mm, 長さ 15～25cm のステンレス管  
カラム充てん剤 5～10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用シリカゲル  
カラム温度 室温 (一定)  
移動相 ヘキサン/2-プロパノール混液 (200 : 1)  
流量 主ピークの保持時間が約 10 分になるように調整する。

**d- $\gamma$ -トコフェロール, 定量用**  $C_{28}H_{48}O_2$  [\[7616-22-0\]](#)

本品は, 淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約 5 mg を精密に量り, [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて溶かして正確に 10  $\mu$ L とする。この液 1  $\mu$ L を正確にとり量り, 更に [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて正確に 10  $\mu$ L とした液の吸光度を測定するとき, 波長 297nm 付近に極大吸収部がある。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (297nm 付近の極大吸収部) = 83～103

本品約 5 mg を精密に量り, [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて溶かし正確に 10  $\mu$ L とする。この液 1  $\mu$ L を正確にとり量り, 更に [無水エタノール \(99.5\)](#) を加えて正確に 10  $\mu$ L とした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り, ヘキサンを加えて溶かして正確に 100  $\mu$ L とし, 検液とする。この液 1.5  $\mu$ L を正確に量り, ヘキサンを加えて正確に 100  $\mu$ L とし, 比較液とする。検液及び比較液 20  $\mu$ L につき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より

大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 292nm）

カラム 内径3～6mm，長さ15～25cmのステンレス管

カラム充てん剤 5～10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム温度 室温（一定）

移動相 ヘキサン／2-プロパノール混液（200：1）

流量 主ピークの保持時間が約11分になるように調整する。

**d- $\delta$ -トコフェロール，定量用**  $C_{27}H_{46}O_2$  [\[119-13-1\]](#)

本品は、淡黄色の粘稠な液体である。

確認試験 本品約5mgを精密に量り、[無水エタノール](#) (99.5)を加えて溶かして正確に10mLとする。この液1mLを正確にとり量り、更に[無水エタノール](#) (99.5)を加えて正確に10mLとした液の吸光度を測定するとき、波長298nm付近に極大吸収部がある。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (298nm付近の極大吸収部) = 83～101

本品約5mgを精密に量り、[無水エタノール](#) (99.5)を加えて溶かして正確に10mLとする。この液1mLを正確にとり量り、更に[無水エタノール](#) (99.5)を加えて正確に10mLとした液の吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品約~~0.05g~~50mgを精密に量り、ヘキサンを加えて溶かして正確に100mLとし、検液とする。この液1.5mLを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液20 $\mu$ Lにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 292nm）

カラム 内径3～6mm，長さ15～25cmのステンレス管

カラム充てん剤 5～10 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム温度 室温（一定）

移動相 ヘキサン／2-プロパノール混液（200：1）

流量 主ピークの保持時間が約20分になるように調整する。

☆**トコフェロール酢酸エステル**  $C_{31}H_{52}O_3$  [\[7695-91-2\]](#) **【酢酸 d1- $\alpha$ -トコフェロール】**

日本薬局方トコフェロール酢酸エステルを用いる。

**ドデシルベンゼン**  $C_{18}H_{30}$  [\[123-01-3\]](#)

本品は、無色の液体である。

比重  $d_4^{20}$  0.855～0.859

**n-ドデシルベンゼンスルホン酸**  $C_{18}H_{30}O_3S$  [\[27176-87-0\]](#)

本品は、白色の粉末又は塊である。

確認試験 (1) 本品1gを強熱し、その残分に水20mLを加えて溶解したものをA液とする。A液10mLに塩酸(2→3)1mL及び塩化バリウム二水和物溶液(1→10)1mLを加えると、白い沈殿が生じる。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2920 $\text{cm}^{-1}$ 、1180 $\text{cm}^{-1}$ 、

1130cm<sup>-1</sup>, 1040cm<sup>-1</sup> 及び 1010cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) ドデシルベンゼン C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>として 0.1%以下

本品 0.5 g に水を 10mL 加え, エタノール (99.5) 10mL 及びヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) 5 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜ, 5 分間放置後, ヘキサン層をとり, B 液とする。ドデシルベンゼン 0.1 g を量り, ヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) で 100mL とし, C 液とする。B 液及び C 液それぞれ 5 µL につき, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき, B 液のドデシルベンゼンのピークの高さは, C 液のドデシルベンゼンのピークの高さの 1/10 以下である。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して 0.5%リン酸及び 10%ジエチレングリコールサクシネート

担体 180~250µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 150°C

注入口温度 200°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 45mL/分

(2) 本品 20mg を水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (50 : 50) 100mL を加えて溶かし, 検液とする。検液 20µL につき, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき, 4 つの主ピークを認める。溶媒ピークを除く最大不純物ピークの面積は, 4 つの主ピークのうちの最小ピークの面積の 10%以下である。別に空試験を行い補正する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 222nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 25°C

移動相 水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (50 : 50) 500mL に臭化テトラメチルアンモニウム 1 g を加える。

流量 1.0mL/分

ドデシル硫酸ナトリウム (酵素用) C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>NaO<sub>4</sub>S 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ドデシル硫酸ナトリウム・ウシ血清アルブミン試液 ドデシル硫酸ナトリウム (酵素用) 1 g とウシ血清アルブミン (酵素用) 1 g を, かくはんしながら水に溶かし, 1000mL とする。この間, 泡立たないように注意する。用時調製する。

ドラーゲンドルフ試液

第 1 液 : 塩基性硝酸ビスマス 0.85 g を量り, 酢酸 10 ~~mL~~ mL 及び水 40 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。

第 2 液 : ヨウ化カリウム 8 g を量り, 水 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。

用時, 第 1 液 5 ~~mL~~ mL, 第 2 液 5 ~~mL~~ mL, 酢酸 20 ~~mL~~ mL 及び水 100 ~~mL~~ mL を混和する。

~~トリエタノールアミン 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノールを見よ。~~

トリエチルアミン (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>N [121-44-8]

無色透明の液で、強いアミン臭がある。メタノール、エタノール（95）又はジエチルエーテルと混和する。

比重  $d_4^{25}=0.722\sim 0.730$

沸点  $89\sim 90^{\circ}\text{C}$

トリクロロ酢酸  $\text{CCl}_3\text{COOH}$  [K8667, 特級] [76-03-9]

トリクロロ酢酸試液 無水酢酸ナトリウム酢酸ナトリウム 18 g, 1 mol/Lトリクロロ酢酸溶液 110 mL 及び酢酸 19 mL を量り, 約 600 mL の水に溶かし, 1 mol/L水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH4.0 に調整した後, 1,000 mL とする。

トリクロロ酢酸試液 (プロテアーゼ活性試験用) トリクロロ酢酸 18.0 g 及び酢酸ナトリウム 18.0 g を量り, 酢酸試液 (6 mol/L) 55 mL 及び水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

トリクロロ酢酸・ドデシル硫酸ナトリウム試液 トリクロロ酢酸 100 g 及びドデシル硫酸ナトリウム (酵素用) 100 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

トリクロロ酢酸・硫酸試液

第1液: トリクロロ酢酸 163 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

第2液: 硫酸 49.0 g を量り, 水約 700 mL に徐々に加え混和し, 水を加えて 1000 mL とする。

第1液 400 mL と第2液 250 mL を混和し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (1 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 121 g を量り, 水 600 mL を加えて溶かし, 塩酸試液 (1 mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (1 mol/L, pH8.0, エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム含有) エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム四水和物 22.6 g を量り, pH8.0 のトリス緩衝液 (1 mol/L) に溶かし, 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.2 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 24.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 塩酸試液 (4 mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (1/7 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 17.3 g を量り, 水を加えて溶かし, 塩酸試液 (1 mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.1 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 12.1 g を量り, 水を加えて溶かし, 塩酸試液 (1 mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.1 mol/L, pH7.8, 塩化カルシウム含有) 塩化カルシウム二水和物溶液 (1→80) 4 mL 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール溶液 (97→2000) 200 mL 及び水 600 mL を混合し, 塩酸試液 (1 mol/L) で pH7.8 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.1 mol/L, pH8.0, 塩化カルシウム含有) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 12.1 g 及び塩化カルシウム二水和物 1.47 g を量り, 水を加えて溶かし, 塩酸試液 (1 mol/L) で pH8.0 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.05 mol/L) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.1 g を量り, 水 600 mL を加えて溶かし, 10%塩酸試液で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液 (0.05mol/L, pH7.5, 塩化カルシウム・ポリエチレングリコール含有) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.1 g, 塩化カルシウム二水和物 0.11 g 及びポリエチレングリコール 8000 10 g を量り, 水 800mL を加えて溶かし, 塩酸試液 (0.5mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) で pH7.5 に調整し, 水を加えて 1000mL とする。

トリス緩衝液 (0.005mol/L, pH7.0, 塩化カルシウム含有) 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.61 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.56 g を量り, 水 800mL を加えて溶かし, 塩酸試液 (0.1mol/L) で pH7.0 に調整した後, 水を加えて 1000mL とする。

トリス緩衝液 (pH7.0), ペクチン測定用 ~~2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオール~~ 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 6.055 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.147 g を量り, 水約 750mL に溶かし, 1 mol/L 塩酸を加えて pH7.0 に調整した後, 水を加えて 1000mL とする。

**EDTA・トリス試液** エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 → 「エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム銅」の前に移動

~~トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタン 2-アミノ-2-ヒドロキシメチルプロパンジオールを見よ。~~

トリス・マレイン酸緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 1.21 g 及びマレイン酸 1.16 g を量り, 水を加えて溶かし 100mL とする。この液 25mL を量り, 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 100mL とする。

トリス・リン酸緩衝液 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 36.3 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 50.0 g を量り, 水 900mL を加えて溶かし, 塩酸試液 (2 mol/L) で, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し, 水を加えて 100mL とする。

~~2, 4, 6-トリニトロフェノール (NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>OH [K8759:1984] 本品は, 淡黄色の結晶で, においはない。徐々に熱すると昇華し, 急激に熱すると爆発的に燃える。  
融点 121~123°C~~

~~トリフェニルクロロメタン~~ トリフェニルクロロメタン (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>CCl [76-83-5] [トリフェニルクロロメタン, K8674:1978]

本品は, 白~帯灰白色若しくは類黄色の結晶又は結晶性の粉末である。酢酸に溶け, 水に分解して溶ける。

~~確認試験 (1) 本品の飽和酢酸溶液 5mL に水 1mL を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。~~

~~(2) 本品の飽和酢酸溶液 5mL に塩酸 1mL を加えるとき, 黄色の沈殿を生じる。~~

~~融点 105~113°C~~

含量 98.0%以上

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り, エタノール (95) 40mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 10mL を入れ, 時計皿でふたをして水浴上で 3 時間加熱し, 冷後, 硝酸 (1→3) で中和した液に硝酸 (1→3) 3mL を加え, 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極は銀電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 27.878mg (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>CCl

トリフェニルホスフィンオキシド C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>O<sub>2</sub>P [791-28-6]

本品は、極わずか褐色みを帯びた白色の粉末である。

融点 156～158°C

~~純度試験 (1) 融点 156～158°C~~

~~(2) (1) 溶状 淡褐色，澄明（1 g，アセトン 10 mL）~~

~~(3) (2) 類縁物質 本品をデシケーター中で減圧下 24 時間乾燥し，その 0.01g 10mg をメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリル／水混液（67：33）を加えて正確に 100 mL とし，検液とする。検液 2 mL を正確に量り，アセトニトリル／水混液（67：33）を加えて正確に 100 mL とし，比較液とする。検液及び比較液 20 µL につき，「スクラロース」の純度試験のトリフェニルホフオスフィンオキシドの操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，主ピークの保持時間の 2 倍までとする。~~

トリブチリン (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>COO)<sub>3</sub>C<sub>3</sub>H<sub>5</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~トリプトン~~

~~微生物試験用に製造したもの。~~

トリフルオロ酢酸 CF<sub>3</sub>COOH [76-05-1]

本品は，無色透明の液体で，水に極めて溶けやすく，刺激性のにおいがある。

含量 本品は，トリフルオロ酢酸（CF<sub>3</sub>COOH）99.0%以上を含む。

確認試験 (1) 本品は，酸性である。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき，~~波長波数~~ ~~3, 180cm<sup>-1</sup>~~，~~1, 785cm<sup>-1</sup>~~，~~1, 458cm<sup>-1</sup>~~，~~1, 170cm<sup>-1</sup>~~，~~811cm<sup>-1</sup>~~及び~~687cm<sup>-1</sup>~~付近に吸収帯を認める。

純度試験 不揮発物 0.02%以下

本品 10.0 g を量り，蒸発した後，100°C で 2 時間乾燥後，デシケーター中で約 30 分間放冷した後，その残留物の質量を量る。

定量法 本品約 3 g を精密に量り，水 30 mL を加えて 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴）。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 114.0mg CF<sub>3</sub>COOH

トリメチル化シリカゲル イオン交換系吸着剤用に製造されたもの。

トリメチルクロロシラン (CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>SiCl ~~〔クロロトリメチルシラン，K9555：1992〕~~ [75-77-4]

本品は，無～ほとんど無色の液体で，~~湿った空気中で発煙する。ジエチルエーテルに極めて溶けやすく，刺激臭があり，水及びエタノールと反応する。~~

~~確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，2, 970cm<sup>-1</sup>，1, 410cm<sup>-1</sup>，1, 260cm<sup>-1</sup>，850cm<sup>-1</sup>，760cm<sup>-1</sup>及び700cm<sup>-1</sup>のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

~~純度試験 本品 1 µl につき，次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し，面積百分率法により主ピークの量を求めるとき，98.0%以上である。~~

~~操作条件~~

~~検出器 熱伝導度検出器~~

~~カラム 充てん塩剤~~

~~液相 担体に対して 15～20% の 25% フェニルメチルシリコンポリマー~~

~~担体 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~  
~~カラム管 内径 2~4 mm, 長さ 2~3 m のガラス管又はステンレス管~~  
~~カラム温度 70~80 $^{\circ}$ C の一定温度~~  
~~試料気化室 80~100 $^{\circ}$ C の一定温度~~  
~~検出器温度 80~100 $^{\circ}$ C の一定温度~~  
~~キャリアーガス ヘリウム~~  
~~流量 30~40 mL / 分の一定量~~

含量 98.0%以上

定量法 本品 0.5 $\mu$ L を量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。トリメチルクロロシランのピーク面積と総ピーク面積から, トリメチルクロロシランの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に, ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

注入口温度 80 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL / 分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

測定時間 主ピークの示す保持時間の 3 倍までの時間とする。

2, 2, 4-トリメチルペンタン ~~-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH-(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CH<sub>3</sub>~~ CH<sub>3</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>3</sub> [K9703, 特級] [540-84-1] 【イソオクタン】

本品は, 無色の液で, 水にほとんど溶けない。クロロホルム又はジエチルエーテルと混和する。  
純度試験 本品につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき, 波長 230nm, 250nm 及び 280nm における吸光度は, それぞれ 0.050, 0.010 及び 0.005 以下である。

2, 2, 4-トリメチルペンタン, 紫外吸収スペクトル測定用 CH<sub>3</sub>C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)CH<sub>3</sub> [K9703, 特級] [540-84-1]

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

☆ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液 【イソオクタン試液】 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300 ~~mL~~ mL を 1 L の分液漏斗に入れ, リン酸 75 ~~mL~~ mL を加え, 振り混ぜた後 10 分間放置する。~~紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン~~ 紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン 150 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ, 更に 10 分間放置し, 上層を分離し, ガラス瓶に密栓して蓄える。

トルエン C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>3</sub> [K8680, 特級] [108-88-3]

o-トルエンスルホンアミド C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>S [88-19-7] 【オルトルエンスルホンアミド】



本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

融点 157～160°C

純度試験 ~~パラトルエンスルホンアミド~~ p-トルエンスルホンアミド 本品の酢酸エチル溶液（1→5,000）につき、成分規格・保存基準各条の項のサッカリンナトリウム中の純度試験(6)に規定する操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミドのピーク以外を認めない。

p-トルエンスルホンアミド  $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$  [70-55-3]

本品は、白～わずかにうすい褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 135～140°C

純度試験 o-トルエンスルホンアミド 本品の酢酸エチル溶液（1→5000）につき、成分規格・保存基準各条の項のサッカリンカルシウム中の純度試験(5)に規定する操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、p-トルエンスルホンアミドのピーク以外を認めない。

~~p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物~~ p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物  $\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [~~p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物~~, K8318] [7080-50-4] [p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物, クロラミンT]

☆ p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 【クロラミンT試液】~~クロラミンT~~ p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 1.25 g を量り、水を加えて溶かし、100 ~~mL~~ mL とする。用時調製する。

トレハロース二水和物  $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

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

納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3) ~~クエン酸三ナトリウム~~ クエン酸三ナトリウム二水和物 6.19 g，塩化ナトリウム 5.66 g，~~クエン酸~~ クエン酸一水和物 19.80 g，エタノール (95) 130.0 ~~mL~~ mL，2，2'-チオジエタノール 5.0 ~~mL~~ mL，ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液（1→4）4.0 ~~mL~~ mL，及びオクタン酸 0.1 ~~mL~~ mL を量り、水を加えて溶かし、1,000 ~~mL~~ mL とする。

~~七モリブデン酸六アンモニウム四水和物~~ 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  [~~七モリブデン酸六アンモニウム四水和物~~, K8905, 特級] [12054-85-2] [七モリブデン酸六アンモニウム四水和物, モリブデン酸アンモニウム]

☆ 七モリブデン酸六アンモニウム試液，加工デンプン用 【加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液, モリブデン酸アンモニウム試液, 加工デンプン用】 ~~モリブデン酸アンモニウム~~ 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 50 g を量り、温水 900 ~~mL~~ mL に溶かし、室温まで冷却し、水を加えて ~~1 L~~ 1000 mL とする。

ナフタレン  $\text{C}_{10}\text{H}_8$  [~~K8690-1976~~] [91-20-3]

本品は、無色の葉状又は光沢のある棒状の結晶で、特異なおいがある。常温で徐々に揮散し、点火すると煤すすの多い炎をあげて燃える。水にほとんど溶けない。

~~凝固点~~ 79.5°C以上

含量 99.0%以上

定量法 本品 1.0 g を量り、アセトンで正確に 10 mL としたものを検液とする。検液及びアセトンそれぞれ 1  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液注入後、測定時間に現れる、アセトン由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それ

に対するナフタレンのピーク面積百分率を求め、含量とする。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 200 $^{\circ}$ C

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

注入方式 スプリット

流量 1.33mL/分

スプリット比 1:100

測定時間 主ピークの示す保持時間の3倍までの時間とする。

~~$\alpha$ -ナフチルアミン 1-ナフチルアミンを見よ。~~

1-ナフチルアミン  $C_{10}H_9N$  [K8692, 特級] [134-32-7] 【 $\alpha$ -ナフチルアミン】

N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩  $C_{12}H_{14}N_2 \cdot 2HCl$  [K8197, 特級] [1465-25-4] 溶液は、用時調製する。

~~N-1-ナフチル-N'-ジエチルエチレンジアミンシュウ酸塩~~ N, N'-ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩  $\rightarrow$  「ジエチレングリコールモノエチルエーテル, 水分測定用」の前に移動

1-ナフトール  $C_{10}H_7OH$  [K8698, 特級] [90-15-3] 【 $\alpha$ -ナフトール】

遮光して保存する。

~~2-ナフトール  $C_{10}H_7OH$  [K8699]~~

遮光して保存する。

~~$\alpha$ -ナフトール 1-ナフトールを見よ。~~

~~$\beta$ -ナフトール 2-ナフトールを見よ。~~

ナフトール・クレアチン試液 1-ナフトール 5 g 及びクレアチン水和物 0.5 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 500mL を加えて溶かす。用時調製し、遮光する。

~~$\alpha$ -ナフトールベンゼイン p-ナフトールベンゼインを見よ。~~

p-ナフトールベンゼイン  $C_{24}H_{20}O_2$   $C_{27}H_{18}O_2$  [K8693, 特級] [145-50-6] 【 $\alpha$ -ナフトールベンゼイン】

~~$\alpha$ -ナフトールベンゼイン試液~~ p-ナフトールベンゼイン試液 【 $\alpha$ -ナフトールベンゼイン試液】

~~$\alpha$ -ナフトールベンゼイン~~ p-ナフトールベンゼイン 1 g を量り、非水滴定用酢酸を加えて溶かし、100mLとする。

~~ナフトレゾルシン 1, 3-ジヒドロキシナフタレンを見よ。~~

ナリンギン n 水和物  $C_{27}H_{32}O_{14} \cdot nH_2O$  ナリンゲニン 7-ラムノグルコシド水和物 酵素活性試験法に適するものを用いる。

#### 肉エキス

~~牛肉エキス又はこれと同等のもの。~~

~~肉製ペプトン ペプトン, 肉製を見よ。~~

二クロム酸カリウム  $K_2Cr_2O_7$  [K8517, 特級] [7778-50-9] 【重クロム酸カリウム】

二クロム酸カリウム (標準試薬標準物質)  $K_2Cr_2O_7$  [容量分析用標準物質, K8005] [7778-50-9] 【重クロム酸カリウム (標準試薬), 二クロム酸カリウム (標準試薬)】

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか, 容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

$\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド  $C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$  [ $\beta$ -NAD<sup>+</sup>, K9802] [53-84-9]

$\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド (酸化型)  $C_{21}H_{27}N_7O_{14}P_2$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

$\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液  $\beta$ -ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド 0.04g 40mg を水 10mL に溶かす。用時調製する。

二酸化硫黄  $SO_2$  [7446-09-5]

本品は, 無色の気体で, 特異なおいがある。本品は, 亜硫酸水素ナトリウムの濃溶液に硫酸を滴加して調製する。

二酸化ケイ素  $SiO_2$  [K8885, 特級] [7631-86-9]

二酸化セレン  $SeO_2$  ~~[K8706-1004]~~ [7446-08-4]

本品は, 白色の結晶で, 水に溶けやすい。熱すると昇華する。

~~強熱残分 0.05% 以下~~

二酸化炭素  $CO_2$  [124-38-9] 「二酸化炭素」

~~ニシュウ酸三水素カリウム 2 水和物, pH 測定用~~ ニシュウ酸三水素カリウム二水和物, pH 測定用  $KH_3(C_2O_4)_2 \cdot 2H_2O$  [二しゅう酸三水素カリウム二水和物, ~~pH 標準液用,~~ K8474, pH 標準液用] [6100-20-5] 【四シュウ酸カリウム, pH 測定用, ニシュウ酸三水素カリウム 2 水和物, pH 測定用, pH 測定用四シュウ酸カリウム】

2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール  $(CH_2CH_2OH)_3N$  [K8663, 特級] [102-71-6] 【トリエタノールアミン】

1-ニトロソ-2-ナフトール-3, 6-ジスルホン酸二ナトリウム  $C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$  ~~[K8714]~~ [525-05-3]

本品は, 黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき, 波数 3400 $cm^{-1}$ , 1639 $cm^{-1}$ , 1451 $cm^{-1}$ , 1270 $cm^{-1}$ , 1231 $cm^{-1}$ , 1173 $cm^{-1}$ , 1049 $cm^{-1}$ , 848 $cm^{-1}$  及び 662 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 鋭敏度 本品 0.2 g を量り, メスフラスコに入れ 100mL としたものを, 検液とする。コバルト標準液 5mL を量り, 酢酸ナトリウム 0.5 g 及び酢酸 (1→3) 0.2mL を加え, 検液 1.0mL を加えたとき, 液の色は赤くなる。

5-ニトロソ-8-ヒドロキシキノリン  $C_9H_6N_2O_2$  ~~[K8715-1962]~~ [3565-26-2]

本品は, ~~暗緑灰色の結晶性の粉末である。~~ 水にほとんど溶けない。

~~確認試験 レゾルシンの 0.1% エタノール溶液 0.05mL をるつぼにとり, 水浴上で蒸発乾固し, 冷却する。これに, 本品 0.10 g を硫酸 100mL に溶かしたものの 0.05mL を加え, 加温するとき, 赤紫色となる。~~

~~分解点 約 245°C~~

鋭敏度 本品 0.1g を硫酸 100mL に溶かし、検液とする。レソルシノール・エタノール (99.5) 溶液 (1→1000) 0.05mL を小型試験管等に入れ、水浴上で蒸発乾固させる。検液 0.05mL を加え、加温するとき、液の色は赤紫色となる。

p-ニトロフェニル 2-アセトアミド-2-デオキシ-β-D-グルコピラノシド  $C_{14}H_{18}N_2O_8$ 、p-ニトロフェニル-N-アセチル-β-D-グルコサミニド 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル α-D-ガラクトピラノシド  $C_{12}H_{15}NO_8$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル α-D-グルコピラノシド  $C_{12}H_{15}NO_8$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

o-ニトロフェニル β-D-ガラクトピラノシド  $C_{12}H_{15}NO_8$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル β-D-グルコピラノシド  $C_{12}H_{15}NO_8$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニルジ-N-アセチル-β-キトビオシド 酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニル-α-D-マルトヘプトシド-酵素 p-ニトロフェニル-α-D-マルトヘプトシド 54.5mg 及び α-グルコシダーゼ 125 単位 (pH6.0) を含む α-アミラーゼ活性試験用試薬で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ニトロフェニルリン酸二ナトリウム六水和物  $O_2NC_6H_4OPO(ONa)_2 \cdot 6H_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ニトロプルシドナトリウム~~ ~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物を見よ。~~

~~ニトロプルシドナトリウム試液~~ ~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液~~ → 「**ホウ酸**」の前に移動

~~o-ニトロベンズアルデヒド~~ ~~2-ニトロベンズアルデヒド~~  $O_2NC_6H_4CHO$  本品は、微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、アルコール又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に溶けにくい。

~~融点~~ ~~42~44°C~~

ニトロベンゼン  $C_6H_5NO_2$  [K8723, 特級] [98-95-3]

ニトロメタン  $CH_3NO_2$  [K9523, 特級] [75-52-5]

乳酸  $CH_3CH(OH)COOH$  [K8726, 特級] [598-82-3]

乳酸試液 乳酸 12.0g を量り、水を加えて溶かし、~~100mL~~ 100mL とする。

乳酸リチウム  $LiC_3H_5O_3$  [867-55-0]

本品は、白色の粉末又は結晶で、においはない。

~~液性~~ pH = 6.0~7.5 (1.0g, 水 20~~mL~~mL)

強熱残分 56.5~58.0% (105°C, 4時間乾燥した試料を使用)

~~乳製カゼイン~~ ~~カゼイン, 乳製を見よ。~~

~~乳糖~~ ~~乳糖 1 水和物を見よ。~~

~~乳糖 1 水和物~~ ~~ラクトース 1 水和物~~ → 「**ラクトフェリン, 定量用**」の前に移動

~~乳糖ブイヨン~~ 普通ブイヨンに乳糖 1 水和物を 0.5% の割合に加えた後、培地 1,000mL に対し、プロモチモールブル-水酸化ナトリウム試液約 12mL を加える。次に発酵管に約 10mL ずつ分注し、蒸気がまを用いて 100°C で 15~30 分間、1 日 1 回、3 日間、開けつ滅菌するか、又は 121°C で約 20

~~分間高圧蒸気滅菌を行い、速やかに冷水に浸して冷却する。~~

ニュートラルレッド  $C_{15}H_{17}ClN_4$  ~~[K8720-1002]~~ [553-24-2]

本品は、わずかに金属光沢のある暗緑色の粉末又は小塊である。、水にややとけやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験—本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、1,620 $cm^{-1}$ 、1,500 $cm^{-1}$ 、1,360 $cm^{-1}$ 、1,320 $cm^{-1}$ 、1,200 $cm^{-1}$ 、1,140 $cm^{-1}$ 、1,010 $cm^{-1}$ 、880 $cm^{-1}$ 、830 $cm^{-1}$ 及び730 $cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

変色範囲—本品0.10gに水80mlを加え、加温して溶かす。室温まで冷却し、水を加えて100mlとして検液とする。~~検液0.1mlずつをリン酸緩衝液(pH6.8)10ml、リン酸緩衝液(pH7.4)10ml及びリン酸緩衝液(pH8.0)10mlに加えるとき、それぞれ赤色、だいたい色、黄だいたい色を呈する。~~

吸光度 0.50 以上 (乾燥物換算)

本品約0.1gを精密に量り、水80mlを入れ、水浴中で加熱して溶かし、冷却し、メスフラスコに移し、水15mlで洗い入れ、100mlにする。その液10mlをメスフラスコに正確に入れ、リン酸緩衝液(pH6.4)で100mlにし、約5分間放置したものを、検液とする。検液は、紫外可視吸光度測定法により、リン酸緩衝液(pH6.4)を対照として、波長525nmにおける吸光度を測定する。

乾燥減量 10.0%以下 (105℃, 4時間)

尿素  $NH_2CONH_2$  [K8731, 特級] [57-13-6]

~~二硫化炭素  $CS_2$  [K8732]~~

ニンヒドリン  $C_9H_6O_4$  [K8870] [485-47-2]

ニンヒドリン・2-メトキシエタノール・クエン酸緩衝液試液 ニンヒドリン1.0gを量り、2-メトキシエタノール25mlを加えて溶かした後、pH5.0のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)25mlを加え混和する。

~~ニンヒドリン・エチレングリコールモノメチルエーテル試液~~ ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液 →「ネオテーム、定量用」の前に移動

ニンヒドリン・酢酸試液 ~~ニンヒドリン2gを水50mlに溶かし、酢酸緩衝液(酢酸ナトリウム32.8gを水に溶かし、酢酸10ml及び水を加えて100mlとしたもの)25ml~~ 酢酸ナトリウム三水和物8.2gを量り、水に溶かし、酢酸2.5mlを加える。この液にニンヒドリン2gを加え、更に水を加えて100mlとする。

ニンヒドリン試液 ニンヒドリン1gを量り、水を加えて溶かし、~~1,000ml~~ 1,000mlとする。

ニンヒドリン試液, 加工デンプン用 ニンヒドリン3.0gを量り、亜硫酸水素ナトリウム溶液(1→20)に溶かし、100mlとする。

ニンヒドリン試液, 納豆菌ガム定量用

第1液: ニンヒドリン39g, アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム ~~0.081g~~ 81mg を量り、1-メトキシ-2-プロパノール979mlに溶かし、窒素を通じながら混合する。

第2液: 酢酸リチウム酢酸リチウム三水和物 204g, 酢酸 123ml, 1-メトキシ-2-プロパノール401ml にを量り、水を加えて1,000mlとし、窒素を通じながら混合する。

第1液と第2液を1:1の割合で混合する。

~~ニンヒドリン・ヒドリンダンチン試液~~ ~~ニンヒドリン2gを量り、ジメチルスルホキシド75mlを加えて溶かした後、ヒドリンダンチン62mgを加えて溶かし、酢酸リチウム緩衝液を加えて100ml~~

~~とする。~~

☆ニンヒドリン・2-メトキシエタノール試液 【ニンヒドリン・エチレングリコールモノメチルエーテル試液】 ~~エチレングリコールモノメチルエーテル~~ 2-メトキシエタノール 750~~μ~~mL を量り、酢酸緩衝液 250~~μ~~mL を加えた後、窒素を通じながらニンヒドリン 20 g、次に~~塩化スズ (II)~~ 塩化スズ (II) 二水和物 0.38 g を加えて溶かす。冷暗所で 24 時間放置した後使用する。遮光して保存する。

ネオテーム、定量用  $C_{20}H_{30}N_2O_5$  [165450-17-9]

主としてアスパルテームと 3, 3-ジメチルブチルアルデヒドとの一段階反応で得られる。本品は、白～灰白色の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定するとき、波数 3,320 $cm^{-1}$ 、2,960 $cm^{-1}$ 、1,730 $cm^{-1}$ 、1,690 $cm^{-1}$ 、1,590 $cm^{-1}$ 、1,210 $cm^{-1}$ 、760 $cm^{-1}$  及び 700 $cm^{-1}$  の~~それぞれの~~付近に吸収~~帯~~を認める。

純度試験 類縁物質 本品約 0.1 g を「ネオテーム」の定量法中の移動相と同一組成の液 100~~μ~~mL に溶かし、検液とする。この液 1 ~~μ~~mL を正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に 100~~μ~~mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 25~~μ~~μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 1.5 倍までとする。

操作条件 「ネオテーム」の定量法の操作条件を準用する。

~~ネスラー試液~~ ~~ヨウ化カリウム 10 g を量り、水 10mL を加えて溶かし、かき混ぜながら、塩化水銀 (II) 飽和溶液を徐々に加え、生じた赤色沈殿の一部が溶けないで残る程度になったならばやめ、水酸化カリウム 30 g を加えて溶かす。次に、塩化水銀 (II) 飽和溶液 1mL 及び水を加えて 200mL とする。静置して上澄液を用いる。~~

~~本液 2mL をアンモニア (NH<sub>3</sub>) 0.05mg を含む水 50mL 中に加えるとき、液は直ちに黄褐色を呈する。~~

ネルソン試液 セモリブデン酸六アンモニウム四水和物、ヒ酸二ナトリウム を含む糖定量用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

ノルビキシシ  $C_{24}H_{28}O_4$  [542-40-5]

含量 70%以上

性状 本品は、こい黄みの赤色の粉末である。

確認試験 本品 5.0mg を水酸化カリウム水溶液 (1→200) に溶かして正確に 25mL とし、これを A 液とする。A 液 1 mL に水酸化カリウム水溶液 (1→200) を加えて 50mL にした液は、波長 448～456nm 及び 476～484nm に極大吸収部がある。

定量法 A 液 10 $\mu$ L を量り、次の操作条件に従い液体クロマトグラフィーを行い、クロマトグラム の全ピークに対する主ピークの面積比を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 可視部吸収検出器 (測定波長 460nm)

カラム 内径 4.6mm、長さ 250mm のステンレス管

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

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル／酢酸（1→50）混液（13：7）

流量 主ピークの保持時間が約 10 分となるように調整する。

パーオキシダーゼ（西洋ワサビ由来，グアヤコール基質） 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は，西洋ワサビから得られたものである。本品の 1 単位は，グアヤコールを基質として，pH7.0，25℃において 1 分間に 1 μmol のグアヤコールを酸化する酵素量とする。

パーオキシダーゼ（西洋ワサビ由来，ピロガロール基質） 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は，西洋ワサビから得られたものである。本品の 1 単位は，ピロガロールを基質として，pH6.0，20℃において 20 秒間に 1 mg のプルプロガリンを生成する酵素量とする。

パーオキシダーゼ試液（25 単位/mL） パーオキシダーゼ（西洋ワサビ由来，ピロガロール基質）を  
水に溶かし，その活性を 1 mL 当たり 25 単位とする。

~~ハイドロサルファイトナトリウム 亜ジチオン酸ナトリウムを見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル~~ ~~オクタデシルシリル化シリカゲル，薄~~  
~~層クロマトグラフィー用を見よ。~~

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用を見よ。

~~薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）~~ ~~ジメチルシリル化シリカゲ~~  
~~ル，薄層クロマトグラフィー用（蛍光剤入り）を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル~~ ~~シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）~~ ~~シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用（蛍~~  
~~光剤入り）を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロース~~ ~~微結晶セルロース，薄層クロマトグラフィー用を見よ。~~

~~薄層板，ユッカフォーム抽出物用ユッカフォーム抽出物用薄層板~~ ~~→5. クロマトグラフィー用担体~~  
~~／充填剤の項に移動~~

白糖スクロース ~~→「スチグマステロール」の前に移動~~

バナジン（V）酸アンモニウム  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  〔K8747，特級〕 [7803-55-6] 【メタバナジン酸ア  
ンモニウム】

バナジン酸試液 ~~メタバナジン酸アンモニウム~~ バナジン（V）酸アンモニウム 2.5 g を量り，沸騰水  
600 mL に溶かし，60～70℃に冷却後，硝酸 20 mL を加え，室温まで冷却後水を加えて 1,000 mL  
とする。

バナジン酸・モリブデン酸試液 ~~メタバナジン酸アンモニウム~~ バナジン（V）酸アンモニウム 1.12  
g を量り，温湯約 300 mL を加えて溶かし，硝酸 250 mL を加えた液と，~~モリブデン酸アンモニウ~~  
~~ム七モリブデン酸六アンモニウム四水和物~~の粉末 27 g を量り，温湯約 400 mL を加えて溶かした液  
とを混和し，冷後，水を加えて 1,000 mL とする。着色瓶褐色瓶に入れて保存し，3～4 日経過し  
た後用いる。

BANASS = ・プリリアントエロー試液 ~~→「1，4-BTMSB-d 4」の前に移動~~

バニリン  $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$  ~~〔K9544〕~~ [121-33-5]

含量 98.0%以上

性状 本品は，白～淡黄色の結晶性の粉末で，特有なにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき，波数 3180 $\text{cm}^{-1}$ ，  
1670 $\text{cm}^{-1}$ ，1590 $\text{cm}^{-1}$ ，1510 $\text{cm}^{-1}$ ，1270 $\text{cm}^{-1}$ ，1160 $\text{cm}^{-1}$  及び 860 $\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

融点 80.5～83.5℃

定量法 塩化ヒドロキシアンモニウム 5 g に水 10mL 及びエタノール (95) 50mL を加え、プロモフェノールブルー試液 5 滴を加えた後、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を淡緑色になるまで加える。これに本品約 3 g を精密に加え、20 分間放置し、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は液の色が淡緑色になるときとする。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 152.15 mg C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>

パノース C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>O<sub>16</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~パラクレゾール p-クレゾールを見よ。~~

~~パラジメチルアミノベンジリデンロダニン p-ジメチルアミノベンジリデンロダニンを見よ。~~

~~パラジメチルアミノベンジリデンロダニン試液 パラジメチルアミノベンジリデンロダニン 0.02g を量り、アセトンを加えて溶かし、100mL とする。~~

~~パラジメチルアミノベンズアルデヒド p-ジメチルアミノベンズアルデヒドを見よ。~~

~~パラジメチルアミノベンズアルデヒド試液 p-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液~~ → 「N, N-ジメチルカゼイン」の前に移動

~~パラフィン、流動流動パラフィン~~ → 「リン酸」の前に移動

~~パラフェニルフェノール p-フェニルフェノール~~ → 「p-フェニルフェノール試液」の前に移動

~~パラフェニルフェノール試液 p-フェニルフェノール試液~~ → 「25%フェニルメチルシリコンポリマー」の前に移動

パラローズアニリン塩酸塩 C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub> · HCl [569-61-9]

融点 268~270°C

パラローズアニリン・ホルムアルデヒド試液 パラローズアニリン塩酸塩 40mg を量り、塩酸 20mL に溶かし、水を加えて 100mL とする。この液に、等量の用時調製したホルマリン溶液ホルムアルデヒド液 (3→500) を混合する。

バルビタールナトリウム C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>3</sub> 5, 5-ジエチルバルビツール酸ナトリウム 酵素活性試験法に適するものを用いる

バルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液: バルビタールナトリウム 20.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液: 塩酸 9 mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

バルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 (pH5.0, 酢酸ナトリウム・塩化ナトリウム含有) バルビタールナトリウム 5.9 g 及び酢酸ナトリウム 2.3 g を量り、水 400mL を加えて溶かし、塩化ナトリウム溶液 (85→1000) 80mL を混和し、塩酸試液 (1 mol/L) で pH5.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

パルミチン酸 C<sub>16</sub>H<sub>32</sub>O<sub>2</sub> [K8756, 特級] [57-10-3]

パルミチン酸 p-ニトロフェニル C<sub>22</sub>H<sub>35</sub>NO<sub>4</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

パルミチン酸メチル C<sub>17</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub> [112-39-0]

本品は、白~黄色の結晶状の塊である。

屈折率  $n_D^{20} = 1.451$

融点 30°C 付近

バレイショデンプン 酵素活性試験法に適するものを使用する。

~~pH 測定用四シュウ酸カリウム pH 測定用二シュウ酸三水素カリウム二水和物~~ → 「pH 測定用水酸化カ



ルシウム」の前に移動

pH 測定用水酸化カルシウム → 「pH 測定用炭酸水素ナトリウム」の前に移動

pH 測定用炭酸水素ナトリウム → 「pH 測定用炭酸ナトリウム」の前に移動

pH 測定用炭酸ナトリウム → 「pH 測定用フタル酸水素カリウム」の前に移動

pH 測定用フタル酸水素カリウム → 「pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物」の前に移動

~~pH 測定用ホウ酸ナトリウム~~ pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 → 「pH 測定用リン酸水素二ナトリウム」の前に移動

~~pH 測定用無水リン酸二ナトリウム~~ pH 測定用リン酸水素二ナトリウム → 「pH 測定用リン酸二水素カリウム」の前に移動

~~pH 測定用リン酸カリウム~~ pH 測定用リン酸二水素カリウム → 「亜鉛」の前に移動

ヒ化水素吸収液 ジエチルジチオカルバミン酸銀 *N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50 g を量り、ピリジンに溶かし、100 mL とする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

~~ピクリン酸 2, 4, 6-トリニトロフェノールを見よ。~~

ビキシシ  $C_{25}H_{30}O_4$  [6983-79-5]

含量 70%以上

性状 本品は、こい赤色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品 5.0 mg をアセトンに溶かして正確に 25 mL とし、これを A 液とする。A 液 1 mL にアセトンを加えて 50 mL とした液は、452~460 nm 及び 482~490 nm に極大吸収部がある。

定量法 A 液 10  $\mu$ L を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、クロマトグラム全体のピークに対する主ピークの面積比を求める。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件

検出器 可視部吸収検出器 (測定波長 460 nm)

カラム 内径 4.6 mm, 長さ 250 mm のステンレス管

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

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13 : 7)

流量 主ピークの保持時間が約 20 分となるように調整する。

~~微結晶セルロース, 薄層クロマトグラフィー用~~ 薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロース → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

4, 4'-ビス (4-アミノ-1-ナフチルアゾ) -2, 2'-スチルベンスルホン酸  $C_{34}H_{26}N_6O_6S_2$  [5463-64-9]

本品は、金属光沢のある黒色の粒である。本品を水酸化ナトリウム溶液 (1→250) に溶かした液は、波長 516 nm 付近に極大吸収部がある。

非水滴定用酢酸 酢酸, 非水滴定用を見よ。

~~非水滴定用酢酸第三水銀試液~~ 酢酸第三水銀試液, 非水滴定用を見よ。

*N,O*-ビス (トリメチルシリル) アセトアミド  $CH_3C [NSi (CH_3)_3] OSi (CH_3)_3$  [10416-59-8]

本品は、無色の液体である。

屈折率  $n_D^{20} = 1.414 \sim 1.418$

比重  $d_{20}^{20}=0.825\sim 0.835$

沸点 71.0~73.0°C (4.7kPa)

~~N, O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド~~ N, O-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド  $\text{CF}_3\text{CO} [\text{Si} (\text{CH}_3)_3] \text{N} [\text{Si} (\text{CH}_3)_3]$  [25561-30-2] 【N, O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセタミド】

~~本品は、無色の液体である。~~ 本品は無~わずかにうすい黄色の澄明な液体である。

~~屈折率  $n_D^{20}=1.414\sim 1.418$~~

~~比重 0.825~0.835~~

~~沸点 71~73°C~~

含量 97.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき定するとき、波数  $2960\text{cm}^{-1}$ ,  $1750\text{cm}^{-1}$ ,  $1330\text{cm}^{-1}$ ,  $1250\text{cm}^{-1}$ ,  $1200\text{cm}^{-1}$ ,  $1150\text{cm}^{-1}$ ,  $940\text{cm}^{-1}$ ,  $850\text{cm}^{-1}$ ,  $760\text{cm}^{-1}$ ,  $640\text{cm}^{-1}$ 及び  $500\text{cm}^{-1}$ 付近に主な吸収を認める。

定量法 本品 1 $\mu\text{L}$  を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の N, O-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミドのピーク面積と総ピーク面積から、N, O-ビス (トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミドの純度を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ約 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 (50%フェニル) メチルポリシロキサンを 0.25 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80°C

注入口温度 200°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 主ピークの保持時間の3倍までの時間とする。

L-ヒスチジン  $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$  [71-00-1]

本品は白色の結晶又は粉末である。

含量 本品は、L-ヒスチジン 98.0%以上を含む。

~~純度試験~~ 比旋光度  $[\alpha]_D^{20}=+12.0\sim +13.0^\circ$  (1 g, 塩酸, 10mL)

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 2mL に溶かし、酢酸 50mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、~~通例~~、電位差計を用いる、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1ml = 15.52mg  $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2$

~~ビス (1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン)~~ ~~ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン)~~ を見よ。

ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン)  $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_2$  [K9545, 特級] [7477-67

-0] 【ビス (1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン)】

☆ヒ素分析用亜鉛 ~~亜鉛, 無ヒ素亜鉛~~, ヒ素分析用を見よ。

~~ビタミンA測定用イソプロピルアルコール~~ ~~プロピルアルコール, イソ~~, ~~ビタミンA測定用~~を見よ。

ビタミンA測定用ジエチルエーテル ジエチルエーテル, ビタミンA測定用を見よ。

~~ビタミンA測定用石油エーテル~~ ~~石油エーテル~~, ~~ビタミンA測定用~~を見よ。

ビタミンA 測定用 2-プロパノール 2-プロパノール, ビタミンA測定用を見よ。

4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸  $C_6H_8N_2O_3S$  [98-71-5]

本品は, 白~類白わずかにうすい褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (253nm付近 250~256nmの極大吸収部) = 749730以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後, その0.0100g約10mgを精密に量り, 酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mlとし, これをA液とする。A液10mlを正確に量り, 酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)を加えて正確に100mlとし, 吸光度を測定する。た液は, 波長250~256nmに極大吸収部がある。また, この液につき, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)を対照とし, 波長250~256nmの極大吸収部における吸光度を測定し, 比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の芳香族化合物~~ ~~A液10ml~~を正確に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~を加えて正確に100mlとする。~~この液20μl~~を量り, 成分規格・保存基準各条の項の食用黄色4号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき, 一つのピークのみを認める。

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品5mgを量り, 移動相を加えて正確に25mLとし, 検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10μLずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 0~40分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた, すべての成分のピーク面積の総和を100とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長254nm)

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

カラム 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 酢酸アンモニウム1.54g及びテトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物3.22gに水900mLを加えて溶かし, 水/酢酸混液(10:1)でpH6に調整し, 水で1000mLとする。この液850mLにアセトニトリル(HPLC用)150mLを加える。

流量 1.0mL/分

乾燥減量 3.6~5.4%以下 (50mg, 105°C, 2時間)

~~ヒドラジン (抱水)~~ ~~ヒドラジン1水和物~~を見よ。

~~ヒドラジン1水和物~~ ヒドラジン一水和物  $NH_2NH_2 \cdot H_2O$   $H_2NNH_2 \cdot H_2O$  [~~ヒドラジン一水和物, K8871:1980~~] [7803-57-8] 【ヒドラジン1水和物, ヒドラジン (抱水)】

本品は, 無色の吸湿性の液体で特異なおいがある。空気中で発煙する。水に極めて溶けやすいが, ジエチルエーテルと混和しない。

含量 本品は, ~~ヒドラジン1水和物~~ ヒドラジン一水和物 ( $H_2NNH_2 \cdot H_2O$ ) 98%以上を含む。

~~確認試験 本品は、フェーリング液を還元する。~~

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、300 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 20 mL 及び塩酸 30 mL を加えて冷却する。冷後、0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム溶液で滴定する。終点は、終点近くにクロロホルム 5 mL を加え、絶えず振り混ぜ、クロロホルム層の紅赤色が消えたるときとする。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム溶液 1 mL = 2.503 mg  $\text{H}_2\text{NNH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

~~ヒドリンダンチン  $\text{C}_{18}\text{H}_{10}\text{O}_6$~~

~~本品は、白色の粉末で、水にはほとんど溶けないが、ジオキサンにはよく溶ける。~~

~~純度試験 ニンヒドリン陽性物質 本品 7 mg を量り、ニンヒドリン・エチレングリコールモノメチルエーテル試液 10 mL を加えて溶かし、3 分間加熱するとき、液は呈色しない。~~

~~鋭敏度 本品のエチレングリコールモノメチルエーテル溶液 (1→10,000) 10 mL にアンモニア試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。~~

~~乾燥減量 2.0% 以下 (105°C, 3 時間)~~

p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{CONHNH}_2$  4-ヒドロキシベンズヒドラジド  
酵素活性試験法に適するものを用いる。

p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド試液 酢酸ビスマス (III) 0.14 g, p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド 0.5 g 及び (+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 1.25 g それぞれ量り、水酸化ナトリウム試液 (0.5 mol/L) を加えて溶かし 25 mL とする。

p-ヒドロキシ安息香酸プロピル  $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$  [94-13-3]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 95.0% 以上

定量法 本品約 1.0 g を精密に量り、アセトンで正確に 10 mL にして、検液する。検液を 1  $\mu\text{L}$  量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積から p-ヒドロキシ安息香酸プロピルの含量を求める。別に空試験を行い補正する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25  $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C で注入し、毎分 10°C で 250°C まで昇温する。

検出器温度 250°C

注入口温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 15 分

2-[4-(2-ヒドロキシエチル)-1-ピペラジニル]エタンスルホン酸  $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$  [K 9804]

5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸  $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_6\text{S}$  [21951-33-7]

本品は、白～類白うすい黄色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (~~261nm付近~~256～266nmの極大吸収部) = 494 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、これを A 液とする。A 液 10ml を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とし、~~吸光度を測定する。~~た液は、波長 256～266nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 256～266nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の芳香族化合物—A液 10ml を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とする。この液 20μl を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色 4 号中の純度試験 (6) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。~~

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～20 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピーク的面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 260nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル (HPLC用) 混液 (13:7)

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム  $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$  [135-51-3]

本品は、白～類白灰みの黄みを帯びた緑色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (~~281nm付近~~278～284nmの極大吸収部) = ~~126~~110 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、これを A 液とする。A 液 10ml を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とし、~~吸光度を測定する。~~た液は、波長 ~~236~~233～239nm, ~~273~~270～276nm, ~~281~~278～284nm 及び ~~340~~337～343nm のそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 278～284nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の芳香族化合物—A液 10 ml を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて正確に 100ml とする。この液 20μl を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 2 号中の~~

~~純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。~~

(1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 50mL とし, 検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 5 $\mu$ L ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 0~55 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 由来のピークを除いた, すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 235nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (100 : 0) で 5 分間保持し, A : B (100 : 0) から (70 : 30) までの直線勾配を 50 分間行う。

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし, 水分測定用陽極液には, 炭酸プロピレン及びジエタノールアミン, 水分測定用陰極液には, メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム (非スルホン化芳香族第一級アミン分析用)  $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$  [135-51-3]

本品は, 白~灰みの黄みを帯びた緑色の粉末である。

確認試験 本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後, その約 10mg を精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし, これを A 液とする。A 液 10mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし, 吸光度を測定する。また, 波長 233~239nm, 270~276nm, 278~284nm 及び 337~343nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 類縁物質 A 液 10mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とする。この液 20 $\mu$ L を量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し, 0~35 分の間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を 100 とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 85.0%以上である。

操作条件

検出器 可視吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル/水混液(7:3)

濃度勾配 A:B(100:0)で10分間保持し、A:B(100:0)から(50:50)の直線濃度勾配を20分間行い、A:B(50:50)で5分間保持する。

7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム  $C_{10}H_6Na_2O_7S_2$  [842-19-3]

本品は、白～類白黄緑色の粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (288nm付近285~291nmの極大吸収部) = 150130以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その0.0100g約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長237234~240nm, 288285~291nm及び336333~339nmのそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長285~291nmの極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 他の芳香族化合物—A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mLとする。この液20μLを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色2号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

(1)溶状 澄明(10mg, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mL)

(2)類縁物質 本品5mgを量り、移動相を加えて正確に50mLとし、検液とする。検液及び移動相をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~20分間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長235nm)

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

カラム 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 30℃

移動相 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液・アセトニトリル(HPLC用)混液(13:7)

流量 1.0mL/分

水分 15.0%以下(50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム試液(0.05mol/L) 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム(非スルホン化芳香族第一級アミン分析用)1.74gを量り、水に溶かし100mLとする。

6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム  $C_{10}H_7NaO_4S$  [135-76-2]

本品は、類白白～わずかにうすい褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (280nm付近277~283nmの極大吸収部) = 200190以上

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その0.0100g約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし、これをA液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を対照とし、波長285~291nmの極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

~~アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、これを A 液とする。A 液 10ml を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とした液は、波長 ~~280~~277~283nm 及び ~~330~~327~333nm のそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 277~283nm の極大吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 ~~他の芳香族化合物~~ A 液 1.0ml を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.1mol/L) を加えて正確に 100ml とする。~~この液 20μl を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 40 号中の純度試験(8)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウムのピーク以外を認めない。~~

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 10mg を量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 25mL とし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~50 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B メタノール (HPLC 用)

濃度勾配 A : B (100 : 0) から (0 : 100) までの直線勾配を 50 分間行う。

流量 1.0mL/分

水分 20.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム  $C_{10}H_5Na_3O_{10}S_3$  [31894-34-5]

本品は、白~類白うすい灰色の粉末である。

比吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (~~288nm 付近~~285~291nm の極大吸収部) = 105 以上

本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その ~~0.0100g~~約 10mg を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、これを A 液とする。A 液 10ml を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100ml とし、~~吸光度を測定する。また、~~た液は、波長 ~~240~~237~243nm, ~~288~~285~291nm 及び ~~344~~341~347nm のそれぞれに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 285~291nm の極大



吸収部における吸光度を測定し、比吸光度を求める。

純度試験 他の芳香族化合物 A液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) を加えて正確に 100mL とする。この液 20 $\mu$ L を量り、成分規格・保存基準各条の項の食用赤色 2 号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、一つのピークのみを認める。

(1) 溶状 ほとんど澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5mg を量り、酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液を加えて正確に 50mL とし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~60 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 240nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 A 酢酸アンモニウム・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液

移動相 B アセトニトリル (HPLC 用)

濃度勾配 A : B (70 : 30) で 30 分間保持し、A : B (70 : 30) から A : B (50 : 50) の直線勾配を 10 分間行い、A : B (50 : 50) で 20 分間保持する。

流量 1.0mL/分

水分 15.0%以下 (10mg, 電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液には、炭酸プロピレン及びジエタノールアミン、水分測定用陰極液には、メタノール及びエチレングリコールを含むものを用いる。

2-ヒドロキシ-1-(2-ヒドロキシ-4-スルホ-1-ナフチルアゾ)-3-ナフトエ酸 C<sub>21</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S [K8776, 特級] [3737-95-9]

ヒドロキシルアミン試液 ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~塩化ヒドロキシルアンモニウム 20g を量り、水 40mL を加えて溶かし、エタノール (95) 400mL, 0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 300mL 及びブロモフェノールブルー・水酸化ナトリウム試液 2.5mL を加え、30 分間放置した後、ろ過する。用時調製する。

1-ビニル-2-ピロリドン C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>NO [88-12-0]

本品は、澄明の液体である。

純度試験 本品 0.5 $\mu$ L につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により 1-ビニル-2-ピロリドンの量を求めるとき、99.0%以上である。ただし、検出感度は本品 0.5 $\mu$ L から得た 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク高さがフルスケールの約 70%になるように調整する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレ

ングリコールを 1.0 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80℃で 1 分間保持した、その後、毎分 10℃で 190℃まで昇温し、190℃に到達後を 20 分間保持する。

注入口温度 190℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 1-ビニル-2-ピロリドンのピークが約 15 分後に現れるように調整する。

**2, 2'-ビピリジル** (C<sub>5</sub>H<sub>4</sub>N)<sub>2</sub> [K8486, 特級] [366-18-7] [ $\alpha$ ,  $\alpha'$ -ジピリジル]

~~ビフェニル C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub> ガスクロマトグラフィー用に製造された上質のものを用いる。~~

**ピラゾール** C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub> [288-13-1]

本品は、白～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 67～71℃

~~1-(2-ピリジルアゾ)-2-ナフトール C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O~~

~~だいたい黄色又はだいたい赤色の粉末である。~~

~~吸光度 本品 0.025 g を量り、メタノールに溶かし、正確に 100ml とする。この液 2.0ml にメタノールを加えて正確に 50ml とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 470nm における吸光度は 0.55 以上である。~~

~~融点 137～140℃~~

~~純度試験 溶状 本品 0.025 g をメタノール 100ml に溶かすとき、液はだいたい黄色、澄明である。~~

~~強熱残分 1.0% 以下~~

~~鋭敏度 本品のメタノール溶液 (1→4,000) 0.2ml に水 50ml、メタノール 30ml 及び酢酸緩衝液 10ml を加えるとき、液は黄色を呈する。これに塩化銅 (II) 2 水和物溶液 (1→600) 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈し、更に薄めたエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液 (1→10) 1 滴を加えるとき、黄色に戻る。~~

**4-(2-ピリジルアゾ)レソルシノールナトリウム塩一水和物** C<sub>11</sub>H<sub>8</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O [16593-81-0]

本品は、橙色の粉末固体である。

溶状 ほとんど澄明

本品 0.1 g を量り、水に溶かして 100mL とし、検液とする。

鋭敏度 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 10.0mL を量り、水を加えて 100mL とする。硝酸 (3→25) で pH4.0 に調整し、ヘキサメチレンテトラミン飽和溶液で pH5～6 にし、溶状の検液 0.2mL を加え、検液とする。検液を 60℃に加熱して、0.1mol/L 硝酸鉛溶液で滴定するとき、検液は黄色から淡赤色に変わる。0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 0.05mL を加えるとき、液は黄色に変わる。

**4-(2-ピリジルアゾ)レソルシノール試液** 4-(2-ピリジルアゾ)レソルシノールナトリウム塩一水和物 0.1 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とする。

**ピリジン** C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N [K8777, 特級] [110-86-1]

**ピリジン・水酸化ナトリウム試液** 水酸化ナトリウム 1.2 g を量り、水 200mL に溶かし、ピリジン 100mL を加えて混和する。

**ピリジン, 水分測定用** C<sub>5</sub>H<sub>5</sub>N 水分 0.1w/v% 以下のピリジンを用い、又はピリジンに水酸化カリウム若しくは酸化バリウムを加え、密栓して数日間放置した後、そのまま湿気を遮って蒸留して調製し

~~たものを用いる。湿気を避けて保存する。~~ピリジンに水酸化カリウム又は酸化バリウムを加え、密栓して数日間放置した後、そのまま湿気をさえぎって蒸留し、湿気を避けて保存する。

本品 1 mL 中の水分は 1 mg 以下とする。

~~ピリジン、無水ピリジン (無水)~~  $C_5H_5N$  ~~[K8777]~~ **【無水ピリジン】** ピリジン 100 mL を量り、水酸化カリウム 10 g を加え、24 時間放置した後、上澄液を傾斜してとり、蒸留する。

**ピリジン・ピラゾロン試液** ~~1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン~~ 0.20 g を量り、約 75°C の水 100 mL を加え、振り混ぜて溶かした後、室温まで冷却する (完全に溶けなくても差し支えない)。これに、あらかじめ ~~ビス (1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン)~~ **ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン)** 0.020 g (20 mg) を量り、ピリジン 20 mL を加えて溶かした液を加えて混和する。

**ピリメタニル、定量用**  $C_{12}H_{13}N_3$  [53112-28-0]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

含量 本品は、ピリメタニル ( $C_{12}H_{13}N_3$ ) 99.0% 以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき、**波数** 3,263  $cm^{-1}$ , 1,588  $cm^{-1}$ , 1,496  $cm^{-1}$ , 1,251  $cm^{-1}$ , 757  $cm^{-1}$  及び 715  $cm^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

融点 96~98°C

定量法 本品約 20 mg 及び 1, 4-B TMS B- $d_4$  約 4 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化メタノール 2 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の**測定条件操作条件**でプロトン共鳴周波数 400 MHz 以上の装置を用いて  $^1H$  NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS B- $d_4$  のシグナルを  $\delta$  0.23 ppm とし、 $\delta$  2.32 ppm,  $\delta$  6.56 ppm,  $\delta$  6.80~7.40 ppm 及び  $\delta$  7.66 ppm 付近のシグナルの面積強度をそれぞれ  $A_1$  (水素数 6 に相当),  $A_2$  (水素数 1 に相当),  $A_3$  (水素数 3 に相当),  $A_4$  (水素数 2 に相当) とするとき、 $(A_1/6)/A_2$ ,  $(A_1/6)/(A_3/3)$ ,  $(A_1/6)/(A_4/2)$ ,  $A_2/(A_3/3)$ ,  $A_2/(A_4/2)$  及び  $(A_3/3)/(A_4/2)$  がそれぞれ 1.0 となることを確認する。1, 4-B TMS B- $d_4$  のシグナルの面積強度を 18.00 としたときの  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  及び  $A_4$  の和を  $I$  とし、水素数の和を  $N$ , 1, 4-B TMS B- $d_4$  の純度を  $P$  (%) とし、次式によりピリメタニルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

ピリメタニル ( $C_{12}H_{13}N_3$ ) の含量 (%)

$$= \frac{1, 4-B TMS B-d_4 \text{ の採取量 (mg)} \times I \times P}{\text{試料の採取量 (mg)} \times N} \times 0.8797 \text{ (％)}$$

**測定条件操作条件**

スピニング オフ

$^{13}C$  核デカップリング あり

取り込み時間 4 秒以上

観測スペクトル幅 -5~15 ppm を含む 20 ppm 以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上

ダミースキャン 1回以上

積算回数 8回以上

ピロ亜硫酸ナトリウム  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ピロアンチモン酸水素カリウム~~ ~~ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム~~を見よ。

ピロアンチモン酸水素カリウム試液 ヘキサヒドロキソアンチモン(V)酸カリウム試液 → 「ヘキサメチルジシラザン」の前に移動

ピロガロール  $\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})_3$  [K8780, 特級] [87-66-1]

ピロガロール溶液, アルカリ性ピロガロール試液(アルカリ性) 【アルカリ性ピロガロール溶液, ピロガロール溶液, アルカリ性】 ピロガロール 4.5 g をガス洗浄瓶に入れ、窒素を2～3分間ガス洗浄瓶に吹き込んで空気を追い出す。次に、水酸化カリウム 65 g を水 85 ml に溶かした液をガス洗浄瓶に加える。更にガス洗浄瓶に窒素を吹き込んで完全に空気を追い出す。

ピロガロール・水酸化ナトリウム試液 ピロガロール 10 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (3→10) 80 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (3→10) で 100 mL とする。用時調製する。

ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム  $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}_2$  [5108-96-3] (原子吸光分析用)

ピロリドンカルボン酸DL-2-ピロリドン-5-カルボン酸  $\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$  [149-87-1] 【ピロリドンカルボン酸】

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

含量 本品を乾燥したものは、2-ピロリドン-5-カルボン酸 ( $\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$ ) 97.0%以上を含む。

確認試験 本品の赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3,400\text{cm}^{-1}$ ,  $1,720\text{cm}^{-1}$ ,  $1,655\text{cm}^{-1}$ ,  $1,420\text{cm}^{-1}$  及び  $1,230\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

乾燥減量 1.5%以下 (105°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。  
0.05 mol/L 硫酸 1 ml = 12.91 mg  $\text{C}_5\text{H}_7\text{NO}_3$

ピロリン酸塩緩衝液 (pH9.0) ピロリン酸カリウム 3.3 g, ジチオスレイトール 15 mg 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム ~~2~~ 2 水和物 40 mg を量り、水を加えて溶かし、70 ml とした後、クエン酸 ~~1~~ 1 水和物溶液 (21→100) を加えて、pH9.0 に調整し、更に水を加えて、正確に 100 ml とする。用時調製する。

ピロリン酸カリウム  $\text{K}_4\text{O}_7\text{P}_2$  [7320-34-5]

本品は、白色の結晶性の粉末で、水に極めて溶けやすい。

融点  $1,109^\circ\text{C}$

ピロリン酸カリウム・塩酸緩衝液 (0.05 mol/L, pH9.0) ピロリン酸カリウム 0.83 g を水 40 ml に溶かす。これに塩酸試液 (1 mol/L) を加えて pH9.0 に調整し、水を加えて 50 ml とする。使用前に温度を  $22 \pm 2^\circ\text{C}$  にする。

ピロール  $\text{C}_4\text{H}_4\text{NH}$  ~~[K8787-1061]~~ [109-97-7]

本品は、無色透明な液体で特異なにおいがある。空気中で次第に褐色となる。水に溶けないが、ジエチルエーテルに溶ける。

確認試験 ~~本品 0.5 g を 50 vol% エタノール 5 ml に溶かし、ニトロプルバンドナトリウム試液 1 ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 5 ml を加えるとき、液の色は緑黄色から次第に緑色となる。煮沸後酢酸を加えて酸性にすると青色を呈する。~~

~~比重 0.965～0.975~~

含量 99.0%以上

定量法 本品 1μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。ピロールのピーク面積と総ピーク面積から、ピロールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃で注入し、毎分 10℃で 230℃まで昇温する。

注入口温度 150℃

検出器温度 250℃

キャリアーガスヘリウム

流量 0.5mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1：100

測定時間 18分

フィチン酸ナトリウム塩水和物  $C_6H_{18}O_{24}P_6 \cdot mNa^+ \cdot nH_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

フィトナジオン  $C_{31}H_{46}O_2$  [84-80-0]

日本薬局方フィトナジオンを用いる。

~~1, 10-フェナントロリン 1 水和物~~ 1, 10-フェナントロリン 1 水和物  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$  [1, 10-フェナントロリン 1 水和物, K8789, 特級] [3829-86-5, 無水物] 【1, 10-フェナントロリン 1 水和物, オルトフェナントロリン】

☆ 1, 10-フェナントロリン 試液 【オルトフェナントロリン 試液】 ~~オルトフェナントロリン 1, 10-フェナントロリン 1 水和物~~ 0.15 g を量り、新たに調製した 硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 七水和物 溶液 (37→2,500) 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。用時調製する。

1-フェニルアゾ-2-ナフタレノール  $C_{16}H_{12}N_2O$  スダン I [842-07-9]

本品は黄みの赤色の粉末又は塊である。

含量 98.0%以上

確認試験 本品約 0.1 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて超音波処理をして溶かし、正確に 100mL とする。この液 1 mL をエタノール (95) で 100mL とした液は、波長 477～483nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 溶状 本品 0.10 g を量り、エタノール (95) を加えて超音波処理をして溶かし、正確に 100mL としたとき、液はほとんど澄明である。

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り、アセトニトリル (HPLC用) に溶かし正確に 100mL とし、検液とする。検液及びアセトニトリル (HPLC用) をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～30 分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中のアセトニトリル由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、98.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 230nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル (HPLC用) / 水混液 (9 : 1)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 2.0%以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 4時間)

L-フェニルアラニン C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub> [63-91-2] 「L-フェニルアラニン」

フェニルヒドラジン C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NHNH<sub>2</sub> ~~[K8795-1980]~~ [100-63-0]

本品は、無~~〜~~希~~淡~~黄色の透明な液体でわずかに芳香がある。ジエチルエーテルにやや溶けやすく、  
水に溶けにくい。

~~凝固点 -18 $\sim$ 20 $^{\circ}$ C~~

含量 99.0%以上

定量法 本品 1 $\mu$ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。フェニルヒドラジンの  
ピーク面積と総ピーク面積から、フェニルヒドラジンの含量を求める。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 15m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメ  
チルポリシロキサンを 1.5 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100 $^{\circ}$ C で注入し、毎分 10 $^{\circ}$ C で 250 $^{\circ}$ C まで昇温する。

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 5.0mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 20

測定時間 15 分

☆ p-フェニルフェノール C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>OH [92-69-3] 【パラフェニルフェノール】

本品は、昇華性を有する白色の結晶である。エタノール (95)、ジエチルエーテル~~及びクロロホルム~~  
~~ム~~に溶け、石油エーテルに溶けにくい。

融点 163 $\sim$ 167 $^{\circ}$ C

水分 0.2%以下

強熱残分 0.20%以下

☆ p-フェニルフェノール試液 【パラフェニルフェノール試液】 ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェ  
ニルフェノール 0.75 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 25) 50~~mL~~mL を加えて溶かす。必要があ  
ればろ過する。用時調製する。

~~25%フェニルメチルシリコーンポリマー~~ ~~ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものを用い~~  
~~る。~~

~~1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン~~ ~~3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン~~ ~~を見よ。~~

☆ p-フェニレンジアミン二塩酸塩 C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · 2HCl [624-18-0] 【塩酸パラフェ

## ニレンジアミン】

本品は、白～淡黄色又は白～淡紅赤色の結晶性の粉末で、水によく溶ける。

溶状 澄明 (1.0 g, 水 10mL)

分子吸光係数 本品 ~~0.060g~~60mg を量り、水 100mL を加えて溶かし、この液 1.0mL を量り、リン酸緩衝液 (pH 7) を加えて 50mL とする。この液をリン酸緩衝液 (pH 7) を対照液として波長 237～241nm における吸光度を測定するとき、本品の分子吸光係数は、8,000 以上である。

フェノール  $C_6H_5OH$  [K8798, 特級] [108-95-2]

フェノール試液 (0.25mol/L) フェノール 23.5 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。ガラス容器に、遮光して、30℃で保存する。調製後 24 時間放置後に使用する。

~~フェノール・ニトロプルシド試液, 塩基性~~フェノール・ニトロプルシド試液 (塩基性) 水酸化ナトリウム溶液 (13→50) 8～10mL をとり量り、ニトロプルシドナトリウム溶液 (1→100) 0.1mL を加えてかくはんし、フェノール・エタノール溶液 (5→8) 10mL を加えた後、水を加えて 50mL とする。用時調製する。

フェノールフタレイン  $C_{20}H_{14}O_4$  [K8799, 特級] [77-09-8]

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1 g を量り、エタノール (95) 100mL を加えて溶かす。

2 w/v % フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 2.0 g を量り、エタノール (99.5) 100mL を加えて溶かす。

フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 2 w/v % フェノールフタレイン試液 0.5mL 及び炭酸ナトリウム試液 (0.5mol/L) 0.5mL を量り、水を加えて 100mL とする。用時調製する。

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 フェノール 5 g 及び~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム 2 水和物~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物 0.025 g 25mg を量り、水にを加えて溶かし、500mL とする。冷暗所に保存する。

フェノールレッド  $C_{19}H_{14}O_5S$  [K8800, 特級] [143-74-8]

フェノールレッド試液 フェノールレッド 0.1 g を量り、エタノール (95) 100mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

~~フェノールレッド試液, 希~~フェノールレッド試液 (pH4.7) 【希フェノールレッド試液, フェノールレッド試液, 希】

第 1 液: フェノールレッド ~~0.033 g~~33mg を量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→25) 1.5mL 及び水を加えて溶かし、100mL とする。

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

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

~~フェリシアン化カリウム—ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウムを見よ。~~

## フェーリング試液

銅液: 硫酸銅硫酸銅 (II) 五水和物 の細かい結晶 34.66 g を量り、水を加えて溶かし、~~で~~ 500mL とする。共栓瓶にほとんど全満して保存する。

アルカリ性酒石酸塩液: ~~酒石酸カリウムナトリウム 4 水和物~~ (+) 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 173 g 及び水酸化ナトリウム 50 g を量り、合わせ、水を加えて溶かして 500mL とする。

ゴム栓をして保存する。

用時、両液の等容量を混和する。

フェルラ酸，定量用  $C_{10}H_{10}O_4$  [1135-24-6]

本品は、白～淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液（1→200000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 215～219nm，231nm～235nm 及び 318～322nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg，メタノール 10mL)

(2) 類縁物質 本品 1mg にメタノール 1mL を加えて溶かし、検液とする。検液 2 $\mu$ L につき、対照液を用いず、酢酸エチル／アセトン／水混液（20：12：3）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、硫酸を均等に噴霧し、105℃で 5 分間加熱乾燥し、紫外線（主波長 365nm）を照射して観察するとき、 $R_f$  値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをを担体とし、110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

(3) 本品 5mg を水／メタノール（HPLC 用）混液（1：1）10mL に溶かし、検液とする。検液 1mL を正確に量り、水／メタノール（HPLC 用）混液（1：1）を加えて正確に 100mL とし、比較溶液とする。検液及び比較溶液 10 $\mu$ L ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較溶液の主ピーク面積より大きくない。ただし、検液及び比較溶液の調製は遮光下で行う。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 240nm）

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

カラム管 内径 4.6mm，長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8g に水 1000mL を加えて溶かし、リン酸 2mL を加えた溶液 850mL にアセトニトリル（HPLC 用）150mL を加える。

流量 1.0mL／分

フェルラ酸シクロアルテニル  $C_{40}H_{58}O_4$  [21238-33-5]

性状 本品は、白～淡褐色の末である。

確認試験 (1) 本品のヘプタン溶液（1→50000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 229～233nm，289nm～293nm 及び 313～317nm に極大吸収部がある。ただし、試験は遮光下で行う。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 2940 $cm^{-1}$ ，1691 $cm^{-1}$ ，1511 $cm^{-1}$  及び 1270 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明（2mg，アセトン 2mL）

(2) 類縁物質

本品 2.0mg をアセトン 2mL に溶かし、検液とする。この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 5 $\mu$ L ずつ量り、ヘキサン／アセトン混液（5：2）を展開溶媒として、薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに展開した後、風乾する。これに紫外線（主波長 365nm）を照射す



るとき、検液から得た Rf 値約 0.4 の主スポット以外のスポットは、比較液から得たスポットより濃くない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体として使用する。

- (3) 本品 2 mg にアセトン 2 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 5  $\mu$ L につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、98.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 2 倍までとする。別に空試験を行い補正する。

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 315nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液 (40:7:3)

流量 1.2mL/分

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 1時間)

**フェロイン試液** 硫酸鉄 (II) 七水和物 0.70 g に水 70mL 及び塩化 1, 10-フェenantトロリニウム一水和物 1.78 g を加えて溶かし、水で 100mL とする。

~~フェロシアン化カリウム—ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウムを見よ。~~

**フォリン試液** ~~タンゲステン酸ナトリウム~~タンゲステン (VI) 酸ナトリウム二水和物 20 g 及び~~モリブデン酸ナトリウム~~モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物 5 g を量り、300~~mL~~mL のフラスコに入れ、水約 140~~mL~~mL, リン酸 (17→20) 10~~mL~~mL 及び塩酸 20~~mL~~mL を加え、すり合わせの還流冷却器を付け、10 時間緩やかに煮沸する。次に~~硫酸リチウム~~硫酸リチウム一水和物 30 g 及び水 10~~mL~~mL を加え、更に臭素ごく少量を加えて濃緑色の液を黄色とし、冷却器を付けずに 15 分間煮沸して過量の臭素を除く。冷後、水を加えて 200~~mL~~mL とし、~~ガラスろ過器~~定性分析用ろ紙 (2 種) でろ過し、密栓して保存する。

**フクシン**  $C_{20}H_{20}ClN_3$  [632-99-5]

光沢のある緑色の結晶性粉末又は塊で、水又はエタノール (95) に溶けにくい。

乾燥減量 17.5~20.0% (1 g, 105°C, 4時間)

強熱残分 0.1%以下 (1 g)

**フクシン・亜硫酸水素ナトリウム試液** フクシン 0.2 g を量り、熱湯 120~~mL~~mL を加えて溶かす。冷後、亜硫酸水素ナトリウム 2 g 及び塩酸 2~~mL~~mL を加え、更に水を加えて 200~~mL~~mL とする。少なくとも 1 時間放置した後使用する。褐色瓶に入れ、冷所に保存する。

~~ブタノール—1—ブタノールを見よ。~~

**1-ブタノール**  $CH_3(CH_2)_2CH_2OH$  [K8810, 特級] [71-36-3] 【ブタノール】

**2-ブタノール**  $CH_3CH_2CH(OH)CH_3$  [K8812, 特級] [78-92-2]

~~tert—ブタノール—tert—ブチルアルコールを見よ。~~

**2-ブタノン**  $CH_3CO C_2H_5$  [K8900, 特級] [78-93-3] 【メチルエチルケトン, エチルメチルケトン】

**o-フタルアルデヒド**  $C_6H_4(CHO)_2$  [643-79-8]

本品は、淡黄~黄色の結晶である。

純度試験 類縁物質 本品 1 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶剤溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の 7 倍までとする。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充てん 填剤

液相 担体に対して 10% のメチルシリコーンポリマー

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

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 180°C 付近の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

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

**フタルアルデヒド試液** *o*-フタルアルデヒド 0.040 g (40 mg) をメタノール 1 mL に溶かした液に ~~ホウ酸ナトリウム~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物 溶液 (1→50) 1 mL 及び 2-メルカプトエタノール 0.05 mL (50 µL) を加えて混和する。遮光した容器に密栓して保存する。調製後、1 週間以内に使用する。

***o*-フタルアルデヒド試液 (ペプチダーゼ活性試験用)** *o*-フタルアルデヒド 40 mg を量り、エタノール (99.5) 1 mL を加えて溶かし、四ホウ酸ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 25 mL, ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1→5) 2.5 mL 及び 2-メルカプトエタノール 0.1 mL を加え、水を加えて 50 mL とする。

**フタル酸** C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub> [88-99-3]

本品は、白色の結晶性の粉末で、メタノールに溶けやすいが、水又はジエチルエーテルに溶けにくい。

含量 本品は、フタル酸 (C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>) 99.0% 以上を含む。

純度試験 他の芳香族化合物 本品 0.0100 g (10 mg) を量りメタノール 30 mL に溶かした後、酢酸 (1→100) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10.0 mL を量り、酢酸 (1→100) / メタノール混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL とした液につき、成分規格・保存基準各条の項の安息香酸中の純度試験 (6) に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、フタル酸のピーク以外を認めない。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、~~中和~~ エタノール (中和) 50 mL を加えて溶かした後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2~3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 8.307 mg C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>4</sub>

~~フタル酸水素カリウム C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(COOK)(COOH) [K8809]~~

**フタル酸水素カリウム, pH 測定用** C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(COOK)(COOH) [~~pH 標準液用,~~ K8809, pH 標準液用] [877-24-7]

**フタル酸水素カリウム (標準物質)** C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(COOK)(COOH) [容量分析用標準物質, フタル酸水素カリウム, K8005] [877-24-7]

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使

用することができる。

☆無水フタル酸無水物  $C_6H_4(CO)_2O$  ~~〔K8887〕~~ [85-44-9] 【無水フタル酸】

含量 99.5%以上

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末又は薄片である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $1860cm^{-1}$ 、 $1770cm^{-1}$ 、 $1610cm^{-1}$ 、 $1480cm^{-1}$ 、 $1370cm^{-1}$ 、 $1260cm^{-1}$ 、 $1120cm^{-1}$ 、 $910cm^{-1}$  及び  $720cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

融点  $131\sim 133^{\circ}C$

定量法 本品約 2.0g を精密に量り、 $1mol/L$  水酸化ナトリウム溶液 50mL を正確に加え、 $1mol/L$  塩酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。終点は液の赤色が消えるときとする。

$1mol/L$  水酸化ナトリウム溶液 1mL =  $74.06mg C_6H_4(CO)_2O$

~~α-ブチルアルコール 2-メチル-2-プロパノール~~ → 「4-メチル-2-ペンタノン」の前に移動

~~α-ブチルアルコール、イソ-2-メチル-1-プロパノールを見よ。~~

~~普通ブイヨン 肉エキス 5g 及びペプトン 10g を水 1,000mL に加え、穏やかに加温して溶かし、滅菌後に pH6.4~7.0 となるように調整し、冷後、蒸発した水を補い、ろ過する。この液を  $121^{\circ}C$  で 30 分間高圧蒸気滅菌する。~~

フッ化水素酸 HF [ふっ化水素酸, K8819, 特級] [7664-39-3]

フッ化ナトリウム NaF [ふっ化ナトリウム, K8821, 特級] [7681-49-4]

~~ブドウ糖 D (+) -グルコース~~ → 「グルコースオキシダーゼ」の前に移動

部分加水分解サポニン, 定量用 本品は、白色の結晶で、わずかににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3,240cm^{-1}$ 、 $2,920cm^{-1}$ 、 $1,640cm^{-1}$ 、 $1,150cm^{-1}$ 、 $1,080cm^{-1}$  及び  $1,020cm^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 類縁物質 本品 ~~0.010g~~ 10mg を 0.1% リン酸/アセトニトリル混液 (65:35) 20mL に溶かし、検液とする。この液 4mL を正確に量り 0.1% リン酸/アセトニトリル混液 (65:35) を加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液 20μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒が検出されてから 30 分間までとする。主ピークは、溶媒が検出されてから約 10 分後に現れる。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径 4~6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度  $40^{\circ}C$

移動相 0.1% リン酸/アセトニトリル混液 (65:35)

流量 部分加水分解サポニンの保持時間が約 10 分となるように調整する。

乾燥減量 2.0% 以下 ( $105^{\circ}C$ , 3 時間)

フモニシン B<sub>1</sub>  $C_{34}H_{59}NO_{15}$  [116355-83-0]

本品は、白～黄白色の粉末である。

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

純度試験 本品 0.010g 10mg を水／アセトニトリル混液（1：1）10mL に溶かし、検液とする。検液 10μL を量り、対照液を用いず、メタノール／水混液（7：3）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。これにバニリン1gを硫酸／エタノール (95) 混液（4：1）100mL に溶かした液を噴霧し、自然光下で観察するとき、一つのスポット以外のスポットを認めない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを担体として使用する。

#### ブラシカステロール C<sub>28</sub>H<sub>46</sub>O [474-67-9]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 カンペステロールの確認試験を準用する。ただし、標準液のシグマステロールの保持時間に対する検液の主ピークの相対保持時間は約0.85である。

融点 148～154℃

純度試験 カンペステロールの純度試験を準用する。

#### ブリリアントエロー C<sub>26</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub> [3051-11-4]

橙茶色の粉末で、水に溶ける。本品を水酸化ナトリウム溶液（1→2500）に溶かした液は、波長492nm付近に極大吸収部がある。

#### ブリリアントグリーン C<sub>27</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S [633-03-4]

微細な光沢ある黄色の結晶で、水又はエタノール (95) に溶ける。

極大吸収波長 623nm

#### フルオレセイン C<sub>20</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub> [2321-07-5]

本品は、黄赤～赤褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (487～493nm 極大吸収部) = 2173～2655

本品約20mgを精密に量り、アンモニア水(28)(1→25)に溶かし10mLとし、A液とする。A液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に200mLとした液は、波長487～493nmに極大吸収部がある。またこの液につき、アンモニア水(28)(1→25)5mLを酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に100mLとし、この液5mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に200mLとした液を対照とし、波長487～493nmの極大吸収部における吸光度A<sub>B</sub>を測定し、次式により比吸光度を求める。

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = A_B \times \frac{10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{100 - \text{乾燥減量 (\%)}}$$

純度試験 (1) 溶状 本品を乾燥した後、その約20mgを精密に量り、アンモニア水(28)(1→25)に溶かし10mLとしたとき、液は澄明である。

(2) 類縁物質 比吸光度のA液1mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確

に50mLとし、検液とする。検液及びアンモニア水(28)(1→25)1mLを酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)で正確に50mLとした液をそれぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0～25分間に現れるピーク面積を測定する。検液中のアンモニア水及び酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長230nm)

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

カラム 内径4.6mm,長さ15cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相A 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)

移動相B アセトニトリル(HPLC用)

濃度勾配 A:B(95:5)から(30:70)の直線濃度勾配を15分間行い、A:B(30:70)で10分間保持する。

流量 1.0mL/分

乾燥減量 10.0%以下(50mg,135℃,6時間)

D(-)-フルクトース  $C_6H_{12}O_6$  [57-48-7] 日本薬局方果糖を用いる。

フルクトース(酵素用)  $C_6H_{12}O_6$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

$\alpha$ -D-フルクトフラノースβ-D-フルクトフラノース1,2'-:2,3'-二無水物  $C_{12}H_{20}O_{10}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

フルジオキシニル,定量用  $C_{12}H_6F_2N_2O_2$  [131341-86-1]

本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末である。

含量 本品は、フルジオキシニル( $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ )99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数3,289 $cm^{-1}$ ,2,223 $cm^{-1}$ ,1,652 $cm^{-1}$ ,1,530 $cm^{-1}$ 及び1,236 $cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

融点 200～201℃

定量法 本品約20mg及びDSS-d<sub>6</sub>約4mgをそれぞれ精密に量り、重水素化ジメチルスルホキシド2mlを加えて溶かす。この液を外径5mmのNMR試料管に入れ、密閉し、次の測定条件操作条件でプロトン共鳴周波数400MHz以上の装置を用いて<sup>1</sup>HNMRスペクトルを測定する。DSS-d<sub>6</sub>のシグナルをδ0ppmとし、δ7.31～7.40ppm,δ7.56ppm及びδ7.85ppm付近のシグナル面積強度をそれぞれA1(水素数3に相当),A2(水素数1に相当)及びA3(水素数1に相当)とすると、(A1/3)/A2及び(A1/3)/A3及びA2/A3がそれぞれ1.0となることを確認する。DSS-d<sub>6</sub>のシグナル面積強度を9.000としたときのA1,A2及びA3の和をIとし、水素数の和をDSS-d<sub>6</sub>の純度をP(%)とし、次式によりフルジオキシニルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾きよう雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナル面積強度及び水素数は定量に用いない。

フルジオキシニル( $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ )の含量(%)

DSS-d<sub>6</sub>の採取量(mg)×I×P

=—————×1.106—(%)—

試料の採取量 (mg) × N

測定条件操作条件

スピニング オフ  
<sup>13</sup>C核デカップリング あり  
取り込み時間 4秒以上  
観測スペクトル幅 -5~15ppmを含む20ppm以上  
パルス角 90°  
繰り返しパルス待ち時間 60秒以上  
ダミーキャン 1回以上  
積算回数 8回以上

~~ブルシン~~ ~~ブルシン n水和物を見よ。~~

ブルシン n水和物  $C_{23}H_{26}N_2O_4 \cdot nH_2O$  [K8832, 特級] [357-57-3, 無水物] 【ブルシン】  
プルラナーゼ [9075-68-7]

本品は、細菌 (*Bacillus*, *Klebsiella*, *Sulfolobus solfataricus*) の培養物より得られたプルランを分解する酵素 (*pullulan 6-glucanohydrolase*, EC3. 2. 1. 41) である。本品は、プルランの  $\alpha-1, 6$ -グルコシド結合を加水分解し、マルトトリオースを生成する。

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

プルラナーゼ試液 プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1 ~~ml~~ mL当たり10単位とする。

プルラナーゼ試液 (100 単位/mL) プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1 mL当たり100単位とする。ただし1単位は、プルランを基質とし、pH6.0, 40°Cにおいて、1分間に1  $\mu$ mol のグルコースに相当する還元糖を生成する酵素量とする。

プルラン [(C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>)<sub>n</sub>]<sub>m</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

プルラン (還元処理) 本品は、プルランを還元剤を用いて処理し、プルラナーゼ活性試験時の還元糖測定への影響を軽減させたものである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

プルラン (赤色) 本品は、部分加水分解されたプルランを、30糖残基に3-(フェニルアゾ)-4-ヒドロキシ-5-(4,6-ジクロロ-1,3,5-トリアジン-2-イルアミノ)ナフタレン-2,7-ビス(スルホン酸ナトリウム)1分子程度の割合で染色したものである。赤色を呈する。酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ブレインハートインフュージョン寒天~~ ~~微生物試験用に製造したもの。~~

プロテアーゼ用基質溶液 以下のうち、いずれかを使用する。

①カゼイン試液 (pH2.6, pH3.0)

カゼイン (乳製) 約1gを精密に量り、105°Cで2時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物0.60gに対応するカゼイン (乳製) を量り、乳酸試液6mL及び水75mLを加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) でpH2.6又はpH3.0に調整し、水を加えて100mLとする。

②カゼイン試液 (pH6.0, pH7.0, pH8.0, pH10.0)

カゼイン (乳製) 約1gを精密に量り、105°Cで2時間乾燥し、その乾燥減量を測定する。乾燥物0.60gに対応するカゼイン (乳製) を量り、リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05mol/L) 80mLを加え、水浴中で加温して溶解する。流水で冷却した後、塩酸試液 (1mol/L) 又は水酸化ナト

リウム試液 (1 mol/L) で pH6.0, pH7.0, pH8.0 又は pH10.0 に調整し, 水を加えて 100mL とする。

③ジメチルカゼイン試液 (pH7.0, pH8.0)

N, N-ジメチルカゼイン 3.2 g を量り, 熱湯 200mL に加えて溶かす。四ホウ酸ナトリウム十水和物 25.9 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 13.3 g を量り, 水 400mL を加えて溶かし, この中に上記の冷めた N, N-ジメチルカゼイン溶液全量及びポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→10) 0.6mL を加え混和する。塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH7.0 又は pH8.0 に調整し, 水を加え 1000mL とする。

プロテアーゼ用試料希釈液 以下のうち, いずれかを使用する。

①pH8.0 のリン酸緩衝液 (0.02mol/L)

②酢酸カルシウム一水和物 0.35 g 及び塩化ナトリウム 0.58 g を量り, 水を加えて溶かし, 塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH6.0 に調整し, 水を加えて 1000mL とする。

③亜硫酸ナトリウム溶液 (1→50)

④塩酸試液 (0.1mol/L) に水を加え, 50 倍容量に薄め, これを氷冷して用いる。

⑤塩化カルシウム二水和物 0.29 g を量り, 水を加えて溶かし 1000mL とする。

⑥硫酸カルシウム二水和物 0.34 g 及び塩化ナトリウム 0.59 g を量り, 水を加えて溶かし, pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 2 mL, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→10) 0.5 mL 及び水を加えて 1000mL とする。

⑦塩化カリウム 112 g 及びホウ酸 30.9 g を量り, 水 700mL を加えて溶かし, 更に水酸化ナトリウム 8.6 g を加えて溶かし, 水を加えて 1000mL とする。この液に亜硫酸ナトリウム溶液 (1→5) 1000mL, ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル溶液 (3→10) 7.5mL 及び水を加え 10 L とする。塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH9.0 に調整する。

⑧pH2.6 の塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L)

~~プロパノール 1=プロパノールを見よ。~~

1-プロパノール  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$  [K8838, 特級] [71-23-8] 【プロパノール】

2-プロパノール  $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$  [K8839] [67-63-0] 【イソプロピルアルコール, プロピルアルコール, イソ】

2-プロパノール, ビタミンA測定用 【イソプロピルアルコール, ビタミンA測定用, ビタミンA測定用イソプロピルアルコール, プロピルアルコール, イソ, ビタミンA測定用】 再蒸留水を対照にして吸光度を測定するとき, 320~350nm で 0.01 以下, 300nm で 0.05 以下である。

プロピオン酸  $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH}$  [79-09-4] 「プロピオン酸」

~~プロピルアルコール, イソ 2=プロパノールを見よ。~~

~~プロピルアルコール, イソ, ビタミンA測定用 2=プロパノール, ビタミンA測定用を見よ。~~

プロピレングリコール  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$  [K8837, 特級] [57-55-6]

プロピレンクロロヒドリン  $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{Cl}$  [127-00-4]

本品は, 無~微黄色の液体で, 水, エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶ける。

含量 本品は 1-クロロ-2-プロパノールを 70%以上, 2-クロロ-1-プロパノールを約 25% 含有する。

屈折率  $n_D^{20}=1.439\sim1.441$

比重  $d_4^{20}=1.111\sim 1.115$

沸点  $126\sim 127^{\circ}\text{C}$

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

ブromokresolgreen  $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$  [K8840, 特級] [76-60-8]

ブromokresolgreen試液 ブromokresolgreen ~~0.050g~~50mg を量り、エタノール (95) 100mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

ブromokresolgreen試液 (シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験用) ブromokresolgreen 70mg を量り、エタノール (99.5) 4mL を加えて溶かし、水 16mL を加えて混和する。超音波処理を 30 分間行い、0.45 $\mu\text{m}$  フィルターでろ過する。

ブromokresolgreen・メチルレッド混合試液 ブromokresolgreen試液及びメチルレッド試液の等容量を混和する。

ブromochromoblu  $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$  [K8842, 特級] [76-59-5]

ブromochromoblu試液 ブromochromoblu 0.1g を量り、50vol%エタノール 100mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

~~ブromochromoblu・水酸化ナトリウム試液~~ ブromochromoblu を粉末とし、その 0.2g に水酸化ナトリウム溶液 (4.3→1,000) 5mL を加え、更に少量の水を加え、50 $^{\circ}\text{C}$  の水浴中で振り混ぜながら溶かした後、水を加えて 100mL とする。

ブromophenolbl  $\text{C}_{19}\text{H}_{10}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$  [K8844, 特級] [115-39-9]

ブromophenolbl試液 ブromophenolbl 0.1g を量り、50vol%エタノール 100mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

ブromophenolbl試液, クエン酸用 ブromophenolbl試液に等容量のエタノール (95) を加え、0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液 (0.01mol/L) を加えて pH7.0 とする。

ブromophenolbl・水酸化ナトリウム試液 ブromophenolbl 0.1g を量り、0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液 (0.05mol/L) 3mL を加え、よく振り混ぜて溶かし、水を加えて 25mL とする。

L-プロリン p-ニトロアニリドトリフルオロ酢酸塩  $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\cdot\text{C}_2\text{HF}_3\text{O}_2$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

分枝デキストリン 本品は、デンプン加水分解物より低分子成分を除去することにより得られた高分子のデキストリンである。酵素活性試験法に適するものを用いる。

ヘキサクロロベンゼン  $\text{C}_6\text{Cl}_6$  [118-74-1]

本品は、ヘキサクロロベンゼン 98%以上を含む。

融点  $226^{\circ}\text{C}$

~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム~~ ~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3 水和物~~ を見よ。

☆ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]\cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物~~, K8802, 特級] [14459-95-1] 【フェロシアン化カリウム, ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム, ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3 水和物】

ヘキサシアノ鉄 (II) 酸ナトリウム十水和物  $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]\cdot 10\text{H}_2\text{O}$  [14434-22-1]

本品は、わずかにうすい黄～黄色の結晶又は結晶性の粉末である。



含量 95.0%以上

溶状 微濁 (1 g, 20mL)

定量法 本品 1 g を量り, 硫酸 (1→21) 210mL を加えて溶かし, 0.02mol/L 過マンガン酸カリウムで滴定する。終点は液の淡赤色が 15 秒間残るときとする。別に空試験を行い補正する。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1mL = 48.41 mg  $\text{Na}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム  $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$  [K8801, 特級] [13746-66-2] 【フェリシアン化カリウム】

~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3 水和物~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 3 水和物 → 「ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム」の前に移動

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.05mol/L) ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 16.5 g 及び炭酸ナトリウム 22 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.025mol/L) ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 1.65 g 及び炭酸ナトリウム 2.12 g を量り, 水を加えて溶かし, 200mL とする。暗所に 2~3 日間放置した後使用する。

ヘキサデカン, 紫外吸収スペクトル測定用  $\text{C}_{16}\text{H}_{34}$  [544-76-3]

本品 1 mL に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタンを加えて正確に 25 mL とし, 検液とする。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタンを対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき, 波長 280~400nm において  $0.00\text{cm}^{-1}$  以下である。必要があれば, 液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充てんしたカラムを通すか又は蒸留によって精製する。

~~ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフィー用~~液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル, → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム  $\text{Na}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]$  [K8347] [13600-98-1] 【コバルチ亜硝酸ナトリウム】

本品は, 黄褐色の粉末で, 水に極めて溶けやすい。

鋭敏度 本品 1.0 g に水 20mL を加え, 検液とする。検液 4 mL を量り, カリウム標準液 1 mL を加え, 水を加えて 10mL にする。更に, エタノール (95) 10mL を加え, 振り混ぜて, 15°C 以下で 30 分間放置するとき, 液に濁りが生じる。

☆ヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム試液 【コバルチ亜硝酸ナトリウム試液】

コバルチ亜硝酸ナトリウムヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム 30 g を量り, 水を加えて溶かし, 100 mL とする。用時調製する。

1-ヘキサノール  $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}$  [111-27-3]

本品は, 無色透明の液体である。

比重  $d_4^{20} = 0.818 \sim 0.819$

沸点 157°C

ヘキサヒドロキソアンチモン (V) 酸カリウム  $\text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6]$  [K8778-1980] [12208-13-8] 【ピロアンチモン酸水素カリウム】

本品は, 白色の粒又は結晶性の粉末である。水にやや溶けにくい。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) の炎色反応を行うとき, 炎の色は紫色を呈する。

~~(2) (1)の液 20ml に 10%塩化カリウム溶液 10ml を加えるとき、15 分以内に沈殿を生じない。~~

~~(3) (1)の液 20ml にアンモニア水数滴と 10%塩化アンモニウム溶液 10ml を加えるとき、15 分以内に沈殿を生じない。~~

鋭敏度 本品 1.0 g に水を加えて 100mL としたものを、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。検液 20mL を量り、20°C に保ちながら塩化ナトリウム溶液 (1→10) 0.2mL を加え、10 分間放置するとき、結晶が生じる。

☆ ヘキサヒドロキノアンチモン (V) 酸カリウム試液 【ピロアンチモン酸水素カリウム試液】

~~ピロアンチモン酸水素カリウム~~ ヘキサヒドロキノアンチモン (V) 酸カリウム 2 g を量り、水 100~~ml~~mL を加え、約 5 分間煮沸した後、速やかに冷却し、水酸化カリウム溶液 (3→20) 10~~ml~~mL を加え、24 時間放置した後、ろ過する。

~~ヘキサメチルジシラザン~~ 1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザン  $(\text{C}_6\text{H}_{12})_3\text{SiNH}_2\text{Si}(\text{CH}_3)_3$  ~~[1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザン, K9556]~~ [999-97-3] 【ヘキサメチルジシラザン】

本品は、無～ほとんど無色の液体である。密栓し、遮光して保存する。

含量 95.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 3370 $\text{cm}^{-1}$ 、2940 $\text{cm}^{-1}$ 、1700 $\text{cm}^{-1}$ 、1450 $\text{cm}^{-1}$ 、1370 $\text{cm}^{-1}$ 、1240 $\text{cm}^{-1}$ 、1170 $\text{cm}^{-1}$ 、1080 $\text{cm}^{-1}$ 、1030 $\text{cm}^{-1}$  及び 890  $\text{cm}^{-1}$  付近に主な吸収を認める。

密度 (20°C) 0.772～0.776 g/mL

定量法 本品 1 $\mu\text{L}$  を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザンのピーク面積と総ピーク面積から、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザンの純度を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm、長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 5.0 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50°C で注入し、毎分 10°C で 200°C まで昇温し、200°C を 5 分間保持する。

注入口温度 200°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 3.0mL/分

スプリット比 1:45

測定時間 20 分

ヘキサメチレンテトラミン  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$  [K8847, 特級] [100-97-0]

~~ヘキサ~~ ~~ヘキサン~~ ~~を見よ。~~

ヘキサン  $\text{C}_6\text{H}_{14}$  [K8848, 特級] [110-54-3] 【n-ヘキサン】

ヘキサン (HPLC用)  $\text{C}_6\text{H}_{14}$  [K8848] [110-54-3]

本品は、無色澄明、揮発性の液体である。

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数 2960 $\text{cm}^{-1}$ 、1470 $\text{cm}^{-1}$ 、1380 $\text{cm}^{-1}$  及び 730 $\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

密度 (20℃) 0.658~0.662 g/mL (振動式密度計)

水分 0.01%以下 (20 g, 容量滴定法, 直接滴定)

吸光度 210nm : 0.25 以下, 230nm : 0.04 以下, 240nm : 0.02 以下

本品を水を対照として, それぞれの波長における吸光度を測定するとき, 210nm : 0.25 以下, 230nm : 0.04 以下, 240nm : 0.02 以下である。

ヘキサン (残留農薬・PCB試験用) C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> [K8825] [110-54-3]

ヘキサン, 紫外吸収スペクトル測定用

蒸留水を対照として本品の吸光度を測定するとき, 220nm で 0.10 以下, 260nm で 0.02 以下である。

また 260~350nm で特異な吸収を認めない。

ペクチン (かんきつ類由来) かんきつ類由来のペクチンで, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ペクチン (リンゴ由来) リンゴ由来のペクチンで, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ペクチン酸 (かんきつ類由来) (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>)<sub>n</sub> かんきつ類由来のペクチン酸で, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ペクチン酸リアーゼ [9015-75-2]

Aspergillus sp. から得たもので, 酵素安定剤として ~~グリセロール~~ グリセリン を添加した水溶液製品である。本品の 1 単位は, ~~ポリガラクトuron酸~~ ポリガラクトuron酸 を基質として, pH ~~10.88.0~~ 8.0, 40℃ において 1 分間に非還元末端に 4-デオキシ-α-D-ガラクター 4-エンウロン酸残基を持つウロン酸重合体を 1 μmol 脱離する酵素量とする。

ペクチン酸リアーゼ溶液, ペクチン測定用 ペクチン酸リアーゼ ~~120~~ 1400 単位をペクチン測定用トリス緩衝液 (pH7.0) に溶かし, 100 ~~mL~~ mL とする。

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

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

ヘスペリジン C<sub>28</sub>H<sub>34</sub>O<sub>15</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~ベタイン 1水和物~~ ベタイン, 定量用 C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O [590-47-6] **【ベタイン 1水和物】**

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

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

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん ~~ん~~ ん 剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 70℃

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

乾燥減量 12.0~14.6% (105°C, 減圧, 3時間)

~~ベタイン, 定量用~~ ~~ベタイン1水和物を見よ。~~

ヘプタン  $C_7H_{16}$  [K9701, 特級] [\[142-82-5\]](#)

1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム  $C_7H_{15}NaO_3S$  [\[22767-50-6\]](#)

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 98.0%以上

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

乾燥減量 3.0%以下 (1 g, 105°C, 3時間)

定量法 乾燥した本品約0.4 gを精密に量り, 水 50 ~~mL~~ mLに溶かし, これを, カラムクロマトグラフィ用強酸性イオン交換樹脂 (425~600 $\mu$ m, H型) 10 ~~mL~~ mLを内径9 mm, 高さ160 mmのクロマトグラフ管に充てん~~ん~~填したクロマトグラフ柱に入れ, 1分間に約4 ~~mL~~ mLの速度で流す。次に, クロマトグラフ柱を水 150 ~~mL~~ mLを用いて1分間に約4 ~~mL~~ mLの速度で洗う。洗液を先の流出液に合わせ, 0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 プロモチモールブルー試液 10滴)。終点は, 液の色が黄色から青色に変わるときとする。

0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 20.23 mg  $C_7H_{15}NaO_3S$

~~ペプトン~~

~~微生物試験用に製造したもの。~~

~~ペプトン, カゼイン製~~

~~灰黄色の粉末で, 特異なにおいがあるが腐敗臭はない。水に溶けるが, エタノール又はジエチルエーテルに溶けない。~~

~~乾燥減量 7%以下 (0.5 g, 105°C, 恒量)~~

~~強熱残分 15%以下 (0.5 g)~~

~~消化度 本品 1 gを水 10 mLに溶かし, 試料溶液とし, 次の試験を行う。~~

- ~~(1) 試料溶液 1 mLをとり, 水/エタノール混液 (1:1) 10 mLに酢酸 1 mLを加えた液 0.5 mLを層積するとき, 境界面に輪帯又は沈殿を生じない。また, この液を振り混ぜるとき混濁しない。~~
- ~~(2) 試料溶液 1 mLに硫酸亜鉛飽和溶液 4 mLを加えるとき, 少量の沈殿を生じる(プロテオース)。~~
- ~~(3) (2)の混液をろ過し, ろ液 1 mLに水 3 mL及び臭素試液 4滴を加えるとき, 液は赤紫色を呈する。~~

~~窒素含量 10%以上 (105°C, 恒量, 乾燥後, 窒素定量法)~~

~~ペプトン, ゼラチン製~~ ~~微生物試験用に製造したもの。~~

~~ペプトン, ダイズ製~~ ~~微生物試験用に製造したもの。~~

~~ペプトン, 肉製~~ ~~微生物試験用に製造したもの。~~

ヘモグロビン (ウシ由来) ウシ由来ヘモグロビンで, 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ヘリウム He [\[7440-59-7\]](#)

含量 99.995 vol%以上のものを用いる。

ペルオキシダーゼ [\[9003-99-0\]](#)

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

ペルオキシ二硫酸アンモニウム  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  [K8252, 特級] [7727-54-0]

~~ベルトラン試液A 硫酸銅の細かい結晶 40 g を量り、水を加えて溶かして 1,000ml とする。共栓瓶にほとんど全満して保存する。~~

~~ベルトラン試液B 酒石酸カリウムナトリウム 200g 及び水酸化ナトリウム 150 g を量り、水を加えて溶かして 1,000ml とする。ゴム栓をして保存する。~~

~~ベルトラン試液C 硫酸鉄 (III) 50 g を量り、水約 500ml を加えて溶かし、硫酸 200ml を徐々に加えて振り混ぜ、冷後、ベルトラン試液 D を液がわずかに赤褐色を呈するまで滴加した後、水を加えて 1,000ml とする。~~

~~ベルトラン試液D 過マンガン酸カリウム 5 g を量り、水を加えて溶かし、1,000ml とする。  
標定 シュウ酸アンモニウム 0.25 g を正確に量り、水 100ml を加えて溶かし、硫酸 2ml を加えて 60~70°C に加温した後、この過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、その滴定量を aml とすれば、本液 1ml は、Cu (0.2238/a) g に対応する。~~

~~ベンジジン  $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2$~~

~~本品は、白色又はわずかに紅色を帯びた結晶性粉末で、空气中で光により次第に暗色に変わる。  
確認試験 本品 0.1 g を酢酸 10ml に溶かし、重クロム酸カリウム溶液を加えるとき、深緑色の沈殿を生じる。~~

~~純度試験 融点 127~129°C~~

ベンジルアルコール  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{OH}$  [K8854] [100-51-6]

本品は、無色透明な液体で、特異なおいがある。ジエチルエーテルに極めて溶けやすく、水にやや溶けやすい。

含量 99.0%以上

定量法 本品 0.5 $\mu\text{L}$  を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。ベンジルアルコールのピーク面積と総ピーク面積から、ベンジルアルコールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 130°C

注入口温度 180°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 30 分

ベンジルオキシカルボニル-L-グルタミンリグリン  $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_6$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 180~188°C

乾燥減量 0.5%以下 (0.5 g, 減圧, 乾燥剤 酸化リン, 室温, 16 時間)

5-ベンジル-3,6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸  $C_{13}H_{14}N_2O_4$  [\[5262-10-2\]](#)

本品は、白～灰色の結晶性の粉末で、酸性の水に溶けにくい、中性～アルカリ性の水に溶けやすく、ジメチルスルホキシドに溶ける。

融点 242～246°C

純度試験 他のアミノ又はイミノ化合物 本品の溶液（1→1,000）を検液とし、検液10~~μ~~Lにつき、対照液を用いず、クロロホルム/メタノール/水/酢酸混液（32：15：3：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、30分間風乾する。これを、あらかじめサラシ粉約3gを入れ、塩酸1~~μ~~mLを静かに加えて塩素ガスを発生させ、30秒間密閉して充満させたビーカーの中に入れ、密閉して20分間放置する。薄層板を取り出し、10分間放置し、エタノール(95)を噴霧して風乾した後、ヨウ化カリウム・デンプン試液を噴霧して自然光下で観察するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板は、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用い、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

~~ベンジルペニシリンカリウム  $C_{16}H_{17}KN_2O_4S$~~

~~日本薬局方ベンジルペニシリンカリウムを用いる。~~

ベンゼン  $C_6H_6$  [K8858, 特級] [\[71-43-2\]](#)

☆ [1,2-ベンゼンジオール](#)  $C_6H_4(OH)_2$  ~~[1,2-ベンゼンジオール, K8240]~~ [\[120-80-9\]](#)

[【カテコール】](#)

[本品は、白～黄褐色の結晶である。](#)

[含量 99.0%以上](#)

[確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数3400 \$cm^{-1}\$ , 1639 \$cm^{-1}\$ , 1451 \$cm^{-1}\$ , 1270 \$cm^{-1}\$ , 1231 \$cm^{-1}\$ , 1173 \$cm^{-1}\$ , 1049 \$cm^{-1}\$ , 848 \$cm^{-1}\$ 及び662 \$cm^{-1}\$ 付近に吸収を認める。](#)

[凝固点 23～26°C](#)

[定量法 本品1gを量り、エタノール\(99.5\)で溶かして10mLとし、検液とする。検液1 \$\mu\$ Lを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の1,2-ベンゼンジオールのピーク面積と総ピーク面積\(エタノール\(99.5\)の面積は除く。\)から、1,2-ベンゼンジオールの含量を求める。](#)

[操作条件](#)

[検出器 水素炎イオン化検出器](#)

[カラム 内径0.25mm,長さ約30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25 \$\mu\$ mの厚さで被覆したもの。](#)

[カラム温度 200°Cで注入し、毎分10°Cで250°Cまで昇温し、250°Cを15分間保持する。](#)

[注入口温度 250°C](#)

[検出器温度 250°C](#)

[キャリアーガス ヘリウム](#)

[流量 1.0mL/分](#)

[注入方式 スプリット](#)

[スプリット比 1:140](#)

[測定時間 20分](#)

☆  [\$\alpha\$ -N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル塩酸塩](#)  $C_{15}H_{22}N_4O_3 \cdot HCl$  [\[2645-08\]](#)

—1] 【塩酸N-ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル】

本品は、白色の結晶性の粉末である。

融点 128～133℃

純度試験 本品 0.10 g に水を加えて溶かし、正確に 10~~ml~~ml とし、検液とする。検液 10~~μl~~μl につき、対照液を用いず、1-ブタノール/酢酸/水混液（4：1：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、30 秒間ヨウ素蒸気中に放置するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O<sub>4</sub> ~~〔K1510〕~~ 〔115-77-5〕 【ペンタエリスリトール】

含量 47～51%

性状 本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は顆粒である。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、ピリジン/無水酢酸混液（9：1）20mL を加え、水浴中で 1 時間加熱して、冷却後、水 1 mL を加え、更に、水浴中で 10 分間加熱し、冷却後、エタノール（95）5 mL を加え、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。別に空試験を行い補正する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液=0.017007 g C (CH<sub>2</sub>OH)<sub>4</sub>

~~ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム2水和物~~ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 Na<sub>2</sub> [Fe (CN)<sub>5</sub>NO] · 2 H<sub>2</sub>O ~~〔ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物, K8722, 特級〕~~ 〔13755-38-9〕 【ニトロプルシドナトリウム, ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム2水和物】

☆ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液 【ニトロプルシドナトリウム試液】 ~~ニトロプルシドナトリウム~~ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物 ~~1.0 g~~ を量り、水を加えて溶かし、~~20ml~~20ml とする。用時調製する。

ホウ酸 H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 〔ほう酸, K8863, 特級〕 〔10043-35-3〕

ホウ酸緩衝液 (0.02mol/L)

第 1 液：ホウ酸 1.24 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：四ホウ酸ナトリウム十水和物 7.63 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

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

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 ホウ酸 12.36 g 及び水酸化ナトリウム 4.00 g を量り、合わせ、水を加えて溶かして ~~1,000ml~~1000ml とする。

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) ホウ酸 12.4 g を量り、水を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000mL とする。

~~ホウ酸ナトリウム—四ホウ酸ナトリウム10水和物を見よ。~~

~~ホウ酸ナトリウム, pH測定用—四ホウ酸ナトリウム10水和物, pH測定用を見よ。~~

ホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液 (0.1mol/L) 四ホウ酸ナトリウム十水和物 38.1 g を量り、水 600mL

を加えて溶かし、塩酸試液（1 mol/L）で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

**ホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液**（0.01 mol/L, pH8.5, ポリソルベート含有） 四ホウ酸ナトリウム十水和物 3.8 g を量り、水 800 mL を加えて溶かし、ポリソルベート 80 50 μL を加え、塩酸試液（0.5 mol/L）で pH8.5 に調整し、水を加え 1000 mL とする。

~~抱水クロラール~~  $\text{CCl}_3\text{CHO} \cdot \text{H}_2\text{O}$  ~~〔K8869:1961〕~~

~~本品は、無色透明又は白色の結晶で、刺激性の芳香がある。~~

~~含量 99.5%～101.0%~~

~~本品約 5 g を精密に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 mL を正確に量って加え、2 分間放置する。0.5 mol/L 硫酸で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試薬）。~~

~~1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 165.4 mg  $\text{CCl}_3\text{CHO} \cdot \text{H}_2\text{O}$~~

**L-α-ホスファチジルイノシトール ナトリウム塩** 酵素活性試験法に適するものを用いる。

**ホスホグルコムターゼ** 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、ウサギ筋肉から得られたものである。本品の 1 単位は、α-D-グルコース-1-リン酸を基質として、pH7.4、30℃において、1 分間に 1 μmol の α-D-グルコース-6-リン酸に変換する酵素量とする。

本品は、1 mL 当たり 2.0～15.0 mg のたん白質を含み、たん白質 1 mg 当たり 100 単位以上の活性を有する。

本品は 0.01 w/v % エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物及び 3.2 mol/L 硫酸アンモニウムを含む。

**ホスホリパーゼ活性試験用緩衝液** 以下のうち、いずれかを使用する。

① pH5.5 のトリス・マレイン酸緩衝液

② 酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.4 mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有）

☆ **ホスフィン酸**  $\text{H}_3\text{PO}_2$  ~~〔ホスフィン酸, K8440〕~~ [6303-21-5] 【次亜リン酸】

本品は、無～ごく淡黄色の粘性のある液体で、密度は約 1.13 g/mL である。

含量 30.0～32.0%

定量法 本品約 1.0 g を精密に量り、水を加えて正確に 250 mL とする。その 25 mL を正確に量り、300 mL の共通すり合わせヨウ素フラスコに入れ、0.05 mol/L 臭素溶液 40 mL を正確に加え、水 100 mL 及び硫酸（1→6）10 mL を加え、穏やかに振り混ぜた後、3 時間暗所に放置し、ヨウ化カリウム溶液（1→10）20 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点間際で液の色がうすい黄色になったときに、指示薬としてデンプン試液 3 mL を加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 = 1.6499 mg  $\text{H}_3\text{PO}_2$

**没食子酸没食子酸一水和物**  $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ~~〔K8898:1961〕~~ [149-91-7] 【没食子酸】

含量 98.0～103.0%

性状 本品は、白～微黄白淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1→50/1000）5 mL に塩化第二鉄塩化鉄（III）六水和物溶液（1→500）

±3 滴を加えるとき、青黒色の沈殿を生じる暗青色を示す。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、沸騰させ、検液とする。



(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.02%以下

本品1.0gに加温した水45mLを加えて、かきまぜながら氷冷し、水で50mLとする。これをろ過し、初めのろ液10mLを除いたろ液25mLに塩酸(2→3)0.3mL、エタノール(95)3mL及び塩化バリウム二水和物溶液(1→10)2mLを加えて30分間放置したものを検液とする。別に、硫酸イオン標準原液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準液とする。標準液10mLに塩酸(2→3)0.3mL、水15mL、エタノール(95)3mL及び塩化バリウム二水和物溶液(1→10)2mLを加えて30分間放置したものを比較液とする。検液に生じる白濁は、比較液に生じるものより濃くない。

(3) タンニン酸 本品1.0gに水20mLを加えて良く振り混ぜ、ろ過する。ろ液に1%温ゼラチン溶液ろ過した液に温めたゼラチン溶液(1→100)5～6滴を加えるたとき濁らない、微濁する。

乾燥減量 ~~10%~~8.0～11.0%以下 (1g, 105°C, ~~3~~2時間)

強熱残分 0.1%以下 (1g)

本品1gを白金製のろつばに量り、硫酸0.2mLを加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

定量法 本品約0.3gを精密に量り、エタノール(中和)50mL及び水50mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=18.813mg  $\text{C}_6\text{H}_2(\text{OH})_3\text{COOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$

~~ポテトエキス~~ 微生物試験用に製造したもの。

ポリエチレングリコール20M →5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

ポリエチレングリコール600 [25322-68-3]

本品は、平均分子量560～640のポリエチレングリコールである。

性状 無～微黄色の澄明な液体又は白色の塊である。

確認試験 本品0.05g50mgを希塩酸10%塩酸試液5mLに溶かし、塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液~~(12→100)~~(3→25)1mLを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸n水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、黄緑色の沈殿を生じる。

純度試験~~(1)~~液性 pH 4.0～7.0 (5g, 水100mL, 25°C)

~~(2)~~粘度(25°C) 100～150mm<sup>2</sup>/s

本品200mLにつき、回転粘度計により測定する。

~~(3)~~凝固点 15～25°C

純度試験(4) 酸  $\text{CH}_3\text{COOH}$ として0.1%以下

本品10gを二酸化炭素を含まない水(二酸化炭素除去)50mLに溶かし、これにフェノールフタレイン溶液3滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mLは、 $\text{CH}_3\text{COOH}$ として~~0.006005g~~6.005mgに相当する。

水分 0.3%以下 (2g, 容量滴定法, 直接滴定)

平均分子量 560～640 無水フタル酸無水物42gをとり量り、新たに蒸留したピリジン300mLを正確に入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。この液25mLを正確に量り、約200mLの耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約2.4gを

精密に量って加え、密栓し、これを丈夫な布で包み、あらかじめ  $98 \pm 2^\circ\text{C}$  に加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。 $98 \pm 2^\circ\text{C}$  で 30 分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に  $0.5\text{mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液  $50\text{mL}$  を正確に加え、更にフェノールフタレイン・ピリジン溶液 (1 → 100) 5 滴を加え、この液につき、 $0.5\text{mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が 15 秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で別に空試験を行う。

$$\text{平均分子量} = \text{試料の量 (g)} \times 4000 / (a - b)$$

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

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

**ポリエチレングリコール 6000** → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

**ポリエチレングリコール 8000**  $\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$

酵素活性試験法に適するものを用いる。

**ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル**  $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}$  4-(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチル)フェニル-ポリエチレングリコール

酵素活性試験法に適するものを用いる。

**ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル試液** ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル 10 g を量り、pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 ( $0.2\text{mol/L}$ ) に溶かし、100mL とする。

**ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル** [9002-92-0]

日本薬局方ラウロマクロゴールを用いる。

**ポリガラクトロン酸ナトリウム塩**

かんきつ類由来で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

**ポリソルベート 20** [9005-64-5]

主としてモノラウリン酸ソルビタンに酸化エチレンを付加重合して得られる。微黄～黄色の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品  $0.5\text{g}$  に水  $10\text{mL}$  及び水酸化ナトリウム試液 ( $1\text{mol/L}$ )  $10\text{mL}$  を加え、5 分間煮沸した後、希塩酸-10%塩酸試液を加えて酸性にするとき、油分を分離する。

(2) 本品  $5\text{g}$  をとり量り、油脂類試験法に準じてけん化した後、エタノールを十分に留去する。これに水  $50\text{mL}$  を加えて溶かした後、塩酸酸性 (メチルオレンジ) とし、ジエチルエーテル  $30\text{mL}$  で 2 回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ、水  $20\text{mL}$  ずつで洗液が中性となるまで洗った後、水浴上でジエチルエーテルを留去し、残留物の酸価を測定するとき  $275 \sim 285$  である。ただし、けん化にはエタノール製水酸化カリウム試液  $3.5\text{w/v}\%$  水酸化カリウム・エタノール試液  $50\text{mL}$  を用いる。

酸価 4.0 以下

けん化価  $43 \sim 55$  (油脂類試験法)

乾燥減量 3.0%以下 ( $5\text{g}$ ,  $105^\circ\text{C}$ , 1 時間)

強熱残分 本品約  $3\text{g}$  を精密に量り、初めは弱く加熱し、徐々に赤熱 ( $800 \sim 1200^\circ\text{C}$ ) して完全に灰化する。炭化物が残るときは、熱湯を加えて浸出し、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、残留物をろ紙とともに赤熱する。これにろ液を加えた後、蒸発乾固し、炭化物がなくなるまで注意しながら赤熱する。なお、炭化物が残るときは、エタノール (95)  $15\text{mL}$  を加え、ガラス棒で炭化物を砕き、エタノールを燃焼させ、更に注意しながら赤熱する。これをデシケーター (シ

リカゲル) 中で放冷した後、質量を精密に量るとき、残分は 1.0% 以下である。

~~50%ポリソルベート 20 溶液~~ 50%ポリソルベート 20 試液 ポリソルベート 20 と水を 1 : 1 の重量比で混合し、121℃で 15 分間高圧蒸気滅菌する。

ポリソルベート 80 [9005-65-6]

日本薬局方ポリソルベート 80 を用いる。

ポリソルベート用酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液 酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液、ポリソルベート用を見よ。

ポリビニルアルコール I ( $-\text{CH}_2\text{CHOH}-$ ) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、無～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加熱するとき、澄明な粘性の液となる。本品は吸湿性である。

粘度  $25.0\sim 31.0\text{mm}^2/\text{s}$  本品を乾燥し、その 4.00 g を量り、水 95mL を加え、30 分間放置した後、還流冷却器を付け水浴上で 2 時間かき混ぜながら加熱して溶かす。冷後、水を加えて 100.0 g とし、混和する。静置して泡を除き、20℃で粘度測定法第 1 法によって試験を行う。

pH 本品 1.0 g を水 25mL に溶かした液の pH は 5.0～8.0 である。

けん化度 98.0～99.0mol% 本品を乾燥し、その約 3.0 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 100mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 25mL を加え、密栓して 2 時間放置する。次に硫酸試液 (0.05mol/L) 30mL を加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行い補正する。ただし、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) の消費量が 25mL 以上の場合、試料約 2.0 g をとる。

44.05A

$$\text{けん化度 (mol\%)} = 100 - \frac{\quad}{60.05 - 0.42A}$$

$$A = \frac{0.6005 \times (a - b) \quad f}{\quad}$$

試料の秤取量 (g)

a : 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) の消費量 (mL)

b : 空試験における水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) の消費量 (mL)

f : 水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) のファクター

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20mL に加え、よくかき混ぜて分散させた後、60～80℃で 2 時間加温し、冷却するとき、液は無色澄明である。

ポリビニルアルコール II ( $-\text{CH}_2\text{CHOH}-$ ) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、無～白色若しくは微黄色の粒又は粉末で、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加温するとき、澄明な粘性の液となる。本品は吸湿性である。

粘度  $4.6\sim 5.4\text{mm}^2/\text{s}$  本品を乾燥し、その 4.00 g を量り、水 95mL を加え、30 分間放置した後、60～80℃で 2 時間かき混ぜて溶かす。冷後、水を加えて 100.0 g とし、混和する。静置して泡を除き、20℃で粘度測定法第 1 法によって試験を行う。

pH 本品 1.0 g を水 25mL に溶かした液の pH は 5.0～8.0 である。

けん化度 86.5~89.5mol%

本品を乾燥し、その約2gを精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水100mLを加え、2時間かき混ぜながら加温する。冷後、水酸化ナトリウム試液(0.5mol/L)25mLを加え、密栓して2時間放置する。次に硫酸試液(0.25mol/L)30mLを加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液(0.5mol/L)で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液3滴)。別に空試験を行い補正する。

44.05A

$$\text{けん化度 (mol\%)} = 100 - \frac{\quad}{60.05 - 0.42A}$$

$$3.0025 \times (a - b) f$$

$$A = \frac{\quad}{\quad}$$

試料の秤取量 (g)

a : 水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) の消費量 (mL)

b : 空試験における水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) の消費量 (mL)

f : 水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) のファクター

純度試験 溶状 本品1.0gを水20mLに加え、よくかき混ぜて分散させた後、水浴上で2時間加熱し、冷却するとき、液は無色澄明である。

ポリビニルアルコールI試液 ポリビニルアルコールI20gを量り、水800mLを加え、かき混ぜながら75~80°Cで約1時間加熱して溶かす。冷後、必要ならば過し、水を加えて1000mLとする。

ポリビニルアルコールI・ポリビニルアルコールII試液 ポリビニルアルコールI18g及びポリビニルアルコールII2gを量り、水800mLを加え、かき混ぜながら75~80°Cで約1時間加熱して溶かす。冷後、必要ならば過し、水を加えて1000mLとする。

ポリフェノールオキシダーゼ活性試験用緩衝液 以下のうち、いずれかを使用する。

①pH4.5の酢酸緩衝液(1mol/L)

②pH6.0の酢酸緩衝液(1mol/L)

③pH7.0のリン酸カリウム緩衝液(1mol/L)

ε-ポリリシン塩酸塩, 定量用 [26124-78-7]

本品は、白~淡黄色の粉末である。

確認試験 本品0.1gをリン酸緩衝液(pH6.8)100mLに溶かした液1mLにメチルオレンジ試液1mLを加えるとき、赤褐色の沈殿を生ずる。

純度試験 類縁物質 本品0.015g-15mgを量り、移動相と同一組成の液100mLに溶かし、検液とする。この液2mLを正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液それぞれを100μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件 「ε-ポリリシン」の定量法の操作条件を準用する。

~~ホルマリン~~ ~~ホルムアルデヒド液を見よ。~~

~~ホルマリン~~ ~~ホルムアルデヒド液~~・硫酸試液 → 「マグネシア試液」の前に移動

2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウム C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>O<sub>5</sub>Na [119557-97-0]

本品は、白~うすい褐色の粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (335~341nmの極大吸収部) = 286以上

本品約10mgを精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に100mLとし、A液とする。A液10mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に50mLとした液は、波長226~231nm, 288~294nm及び335~341nmに極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長226~231nm, 288~294nm及び335~341nmの極大吸収部における吸光度 $A_B$ を測定し、次式により比吸光度を求める。

5 100

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = A_B \times \frac{100}{5} \times \frac{1}{100}$$

試料の採取量 100-水分 (%)

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mgを酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして25mLとし、検液とする。検液及び酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) をそれぞれ10 $\mu$ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、0~30分の間に現れるピーク面積を測定する。検液中の酢酸アンモニウム由来のピークを除いた、すべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 285nm)

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

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C

移動相A リン酸・テトラ-n-ブチルアンモニウム臭化物試液

移動相B アセトニトリル (HPLC用)

濃度勾配 A : B (70 : 30) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を 20 分間行い、A : B (40 : 60) で 10 分間保持する。

流量 1.0mL/分

水分 10.0%以下 (50mg, 電量滴定法)

2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム  $C_7H_5O_4SNa$  [1008-72-6]

本品は、白~うすい褐色の結晶、粉末又は塊である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (249~255nmの極大吸収部) = 396~484

本品約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かし正確に 100mL とし、A液とする。A液 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 50mL とした液は、波長 249~255nm に極大吸収部がある。また、この液につき、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を対照とし、波長 249~255nm の極大吸収部における吸光度 $A_B$ を測定し、次式により比吸光度を求める。

10 100

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = A_B \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{100}$$

試料の採取量 (g) 100-乾燥減量 (%)

純度試験 (1) 溶状 澄明 (10mg, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100mL)

(2) 類縁物質 本品 5 mg を量り, 移動相を加えて 50mL とし, 検液とする。検液及び移動相をそれぞれ 20 $\mu$ L ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 0~25 分間に現れるピーク面積を測定する。検液中の移動相由来のピークを除いた, すべての成分のピーク面積の総和を 100 とし, それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき, 95.0%以上である。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 252nm)

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

カラム 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 リン酸・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液/アセトニトリル(HPLC用)

混液 (75 : 25)

流量 1.0mL/分

乾燥減量 2.0%以下 (50mg, 135 $^{\circ}$ C, 6時間)

ホルムアルデヒド液 HCHO [K8872, 特級] [50-00-0] 【ホルマリン】

~~☆ホルマリン~~ホルムアルデヒド液・硫酸試液 【ホルマリン・硫酸試液】 ~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液 0.2~~mL~~mL を量り, 硫酸 10~~mL~~mL を加えて混和する。用時調製する。

マグネシア試液 ~~塩化マグネシウム~~塩化マグネシウム六水和物 5.5 g 及び塩化アンモニウム 7 g を量り, 合わせ, 水 65~~mL~~mL を加えて溶かし, アンモニア試液 35~~mL~~mL を加え, 密栓して数日間放置した後, ろ過する。液が澄明でない場合は, 用時ろ過する。

マグネシア試液 (赤リン定量用) 塩化マグネシウム六水和物 50 g に塩化アンモニウム 100 g 及び水 800mL を加えて溶かし, フェノールフタレイン試液 3 滴を加え, 液が濃赤色になるまでアンモニア水 (2 $\rightarrow$ 5) を加え, 2 昼夜放置する。その液をろ過し, ろ液に水を加えて 1000mL とする塩酸 (1 $\rightarrow$ 11) を用いて, 液の pH を 6~7 に調整する。

マグネシウム粉末 Mg [K8876, 特級] [7439-95-4] 【マグネシウム末】

~~マグネシウム末~~ ~~マグネシウム粉末を見よ。~~

マッキルバイン緩衝液

第 1 液 : クエン酸一水和物 21.0 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液 : リン酸水素二ナトリウム 28.4 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

マッキルバイン緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液 : リン酸水素二ナトリウム・12 水 35.8 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液 : クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かし, 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

マッキルバイン緩衝液 (0.02mol/L)

第 1 液 : クエン酸一水和物 4.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液 : リン酸水素二ナトリウム 5.7 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

マラカイトグリーンシュウ酸塩  $C_{52}H_{54}N_4O_{12}$  [マラカイトグリーン (しゅう酸塩), K8878, 特級] [2437-29-8]

D (+) -マルトース一水和物  $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~マルトール, 定量用 「マルトール」 1 g, 水 10ml 及び活性炭 1 g の割合で量り, ビーカーに入れ, 95°C に加熱して溶かし, 熱時ろ過した後, ろ液を 10°C に冷却し, 析出した結晶をろ取する。再結晶品について同様の操作を繰り返した後, 得られた再々結晶品を 1.3kPa 以下の減圧下, 40°C で 8 時間乾燥する。~~

マルトテトラオース  $C_{24}H_{42}O_{21}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

マルトトリオース  $C_{18}H_{32}O_{16}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

マルトペンタオース  $C_{30}H_{52}O_{26}$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

マレイン酸  $HOOCCH:CHCOOH$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

マレイン酸試液 (0.05mol/L, pH5.6) マレイン酸 6.7 g, 塩化ナトリウム 2.92 g 及び塩化カルシウム二水和物 0.29 g を量り, 水を加えて溶かし, pH5.6 に調整後, 更に水を加え 1000ml とする。

マレイン酸・硫酸マグネシウム・塩化コバルト試液 マレイン酸 23.2 g を量り, 水 800ml を加えて溶かし, 硫酸マグネシウム七水和物 4.9 g 及び塩化コバルト (II) 試液 (0.1mol/L) 10ml を加え溶かした後, 水酸化ナトリウム溶液 (8→25) で pH6.9 に調整し, 水を加え 1000ml とする。

~~D-マンニトール~~ D (-) -マンニトール  $C_6H_{14}O_6$  [K8882, 特級] [69-65-8]

D-マンニトール, 定量用 「D-マンニトール」 40 g を量り, 300ml のフラスコに入れ, 水 100ml を加え, 水浴中で加温して溶かした後, 40°C に冷却する。次にこの液を 300ml のビーカーに移し, 「D-マンニトール」 0.020 g 20mg を加え, 混和し, 24 時間静置する。析出した結晶を吸引ろ過し, 冷水 10ml で洗う。得られた再結晶品を 105°C で 4 時間減圧乾燥する。

水 (二酸化炭素除去) 次の 1)~4) のいずれか, 又はそれらの二つ以上を組み合わせたものを用い, 使用時に調製する。

- 1) 水をフラスコに入れ, 加熱し, 沸騰が始まってから 5 分間以上その状態を保つ。加熱を止め, フラスコの口を時計皿で軽くふたをして少し放置して沸騰が止まった後に, ガス洗浄瓶に水酸化カリウム溶液 (1→4) を入れたもの, 又はソーダ石灰管を連結して空気中の二酸化炭素を遮り, 冷却したもの。
- 2) 水をフラスコに入れ, 水の中に窒素を 15 分間以上通じたもの。
- 3) 二酸化炭素分離膜を持つガス分離管を用いて水から二酸化炭素を除いたもの。
- 4) 18MΩ·cm 以上の抵抗率のある脱イオン化された水を, 窒素を通じた三角フラスコに泡立てないように採取したもの。ただし, 採水後速やかに用いる。

水 (溶存酸素除去) 次の 1)~5) のいずれか, 又はそれらの二つ以上を組み合わせたものを用い, 使用時に調製する。

- 1) 水をフラスコに入れ, 加熱し, 沸騰が始まってから 5 分間以上その状態を保つ。加熱を止め, フラスコの口を時計皿で軽くふたをして少し放置して沸騰が止まった後に, ガス洗浄瓶にピロロール・水酸化ナトリウム試液を入れたものを連結するなどして空気中の酸素を遮り, 冷却したもの。
- 2) 水をフラスコに入れ, 水の中に窒素を 15 分間以上通じたもの。
- 3) 酸素分離膜を持つガス分離管を用いて水から溶存酸素を除いたもの。
- 4) 水を超音波振動装置で十分に脱気を行ったもの。

5) 18MΩ・cm以上の抵抗率のある脱イオン化された水を、窒素を通じた三角フラスコに泡立てないように採取したもの。ただし、採水後速やかに用いる。

ミリシトリン、定量用  $C_{21}H_{20}O_{12}$  ~~→  $nH_2O$~~  [17912-87-7]

本品は、淡灰黄～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

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

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

減圧デシケーター中で24時間乾燥した本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

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

操作条件 「ヤマモモ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

~~無アルデヒドエタノール~~ エタノール、無アルデヒドを見よ。

~~無水亜硫酸ナトリウム~~ 亜硫酸ナトリウム、無水を見よ。

~~無水エタノール~~ エタノール、無水を見よ。

~~無水オクタテニルコハク酸~~ オクテニルコハク酸無水物 → 「オスミウム酸」の前に移動

~~無水クロロホルム~~ クロロホルム、無水を見よ。

無水酢酸  $(CH_3CO)_2O$  [K8886, 特級] [108-24-7]

~~無水酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム、無水を見よ。

無水酢酸・ピリジン試液 無水酢酸 25 g を量り、~~無水ピリジン~~ ピリジン (無水) を加えて 100 mL とする。用時調製する。

~~無水炭酸カリウム~~ 炭酸カリウム、無水を見よ。

~~無水炭酸ナトリウム~~ 炭酸ナトリウム、無水を見よ。

~~無水ピリジン~~ ピリジン、無水を見よ。

~~無水フタル酸無水物~~ → 「t-ブチルアルコール」の前に移動

~~無水硫酸銅~~ 硫酸銅、無水を見よ。

~~無水硫酸ナトリウム~~ 硫酸ナトリウム、無水を見よ。

~~無水リン酸三ナトリウム~~ リン酸三ナトリウム、無水を見よ。

ムタロターゼ [9031-76-9]

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

~~無ヒ素亜鉛~~ ヒ素分析用亜鉛 → 「ビタミンA 測定用イソプロピルアルコール」の前に移動



~~無ヒ素塩酸 塩酸、無ヒ素を見よ。~~

ムレキシド  $C_8H_8N_6O_6$  [3051-09-0]

赤紫色の粉末で、水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

吸光度 本品 10mg を量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 522nm 付近に極大吸収部があり、その吸光度は 0.35 以上である。

乾燥減量 2.0%以下 (105℃, 恒量)

ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 ムレキシド 0.1 g と塩化ナトリウム 10 g を混ぜ、均質になるまですりつぶして調製する。遮光して保存する。

~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム 過ヨウ素酸ナトリウム → 「過ヨウ素酸ナトリウム試液」の前に移動~~

~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム試液 → 「過ヨウ素酸ナトリウム試液、グリセリン用」の前に移動~~

メタノール  $CH_3OH$  [K8891, 特級] [67-56-1]

メタノール (HPLC用)

本品は、無色澄明、揮発性の液体である。

本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数  $2950cm^{-1}$ ,  $2830cm^{-1}$ ,  $1450cm^{-1}$ ,  $1030cm^{-1}$  及び  $660cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

密度 (20℃) 0.789~0.792g/mL (振動式密度計)

水分 0.05%以下 (10 g 電量滴定)

吸光度 210nm : 0.25 以下, 230nm : 0.04 以下, 240nm : 0.02 以下

本品を水を対照として、吸収セル 10mm を用い、それぞれの波長における吸光度を測定するとき、210nm : 0.60 以下, 230nm : 0.15 以下, 240nm : 0.06 以下, 260~400nm : 0.01 以下である。

~~メタノール、カルボニル基除去 メタノール 500mL にジラール試薬 P 5-g と塩酸 0.2mL を加え、2時間還流する。短いヴィグリュウカラムを用いて蒸留した後、ガラス瓶に密栓し保管する。~~

メタノール、水分測定用  $CH_3OH$  メタノール 1000mL に乾燥用合成ゼオライト 30 g を加えて密栓し、時々穏やかに振り混ぜ、約 8 時間放置し、更に約 16 時間静置後、澄明なメタノールを分取する。湿気を避けて保存する。本品 1 mL 中の水分は 0.1mg 以下とする。水分測定用試液に含まれる成分 (二酸化硫黄、ピリジンなど) を含むものを用いてもよい。

5%メタノール含有=1, 2-ジメトキシエタン試液 メタノール 5 mL を量り、1, 2-ジメトキシエタンを加えて 100 mL とする。冷蔵保存するとき、少なくとも 3 か月間は安定である。

~~メタノール製 35%水酸化カリウム試液 35%水酸化カリウム試液、メタノール製を見よ。~~

~~メタノール製 5%水酸化ナトリウム試液 5%水酸化ナトリウム試液、メタノール製を見よ。~~

~~メタバナジン酸アンモニウム バナジン (V) 酸アンモニウムを見よ。~~

メタリン酸  $HPO_3$  [メタリン酸, K8890] [37267-86-0]

含量 本品は、メタリン酸として 32.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の塊状で、潮解性がある。

確認試験 本品 0.5 g に水 50mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10mL をアンモニア水 (2→5) で中和し、硝酸銀溶液 (1→50) 5 mL を加えるとき、白の沈殿が生じる。また、検液 10mL にアルブミン試液 10mL を加えるとき、白のにかわ状の沈殿が生じる。

純度試験 過マンガン酸還元性物質 共通すり合わせ平底試験管に、本品 2.0 g を量り、水 10mL,

硫酸（1→16）5 mL 及び0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液0.1mLを加え、振り混ぜ、熱板上又は水浴上で5分間加熱し、検液とする。白の背景を用いて、検液から得られた液を共通すり合わせ平底試験管の上方又は側方から観察すると、液が赤色を保つ（ $H_3PO_3$ として約0.02%以下）。

定量法 本品約6 gを精密に量り、水75mLを加えて溶かし、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mL=79.98mg  $HPO_3$

**メタンスルホン酸**  $CH_4O_3S$  [75-75-2]

本品は、無～うすい黄褐色の澄明な液体である。

含量 本品は、メタンスルホン酸98.0%以上を含む。

定量法 本品約2 gを精密に量り、水40mLに混和し、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 ブロモチモールブルー試液2滴）。別に空試験を行い補正する。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mL=96.11mg  $CH_4O_3S$

**2-メチルアミノピリジン**  $C_6H_8N_2$  [4597-87-9]

淡黄色の液体である。

比重  $d_4^{20}=1.050\sim1.065$

沸点 200～202°C

水分 本品1 g中、水分は1 mg以下である。

**2-メチルアミノピリジン、水分測定用** 2-メチルアミノピリジンをそのまま湿気をさえぎって蒸留し、湿気を避けて保存する。

本品1 mL中の水分は1 mg以下とする。

~~メチルイエロー~~→~~メチルエロー~~ →「メチルエチルケトン」の前に移動

メチルイエロー試液 ~~メチルイエロー~~→~~メチルエロー~~0.10 gを量り、エタノール (95) 200mLに溶かす。

~~メチルイソブチルケトン~~→~~4-メチル~~→~~2-ペンタノン~~を見よ。

**2-メチルイミダゾール**  $C_4H_6N_2$  [693-98-1]

本品は、白～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。水、エタノール (95)、酢酸エチル、アセトンに溶け、吸湿性がある。

含量 本品は、2-メチルイミダゾール ( $C_4H_6N_2$ ) 98%以上を含む。

沸点 267～268°C

融点 142～145°C

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

0.1mol/L過塩素酸液1 mL=8.211mg  $C_4H_6N_2$

**4-メチルイミダゾール**  $C_4H_6N_2$  [822-36-6]

本品は、淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。水、エタノール (95)、アセトン又はクロロホルムに溶けやすく、吸湿性がある。

含量 本品は、4-メチルイミダゾール ( $C_4H_6N_2$ ) 97%以上を含む。

沸点 262～264°C

融点 46~48°C

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

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ~~ml~~ mL = 8.211 mg  $C_4H_6N_2$

☆ メチルエロ  $C_{14}H_{15}N_3$  [~~メチルエロ~~, K8494, 特級] [60-11-7]

~~メチルエチルケトン-2=ブタノンを見よ。~~

メチルオレンジ  $C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$  [K8893, 特級] [547-58-0]

メチルオレンジ・インジゴカルミン試液 メチルオレンジ 0.1 g 及びインジゴカルミン 0.25 g を量り、合わせ、水を加えて 100 ~~ml~~ mL とする。遮光して保存し、調製後 15 日以内に使用する。

メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 メチルオレンジ 1 g 及びキシレンシアノール F F 1.4 g を量り、合わせ、50 vol% エタノール 500 ~~ml~~ mL を加えて溶かす。

メチルオレンジ試液 メチルオレンジ 0.1 g を量り、水 100 ~~ml~~ mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

$\alpha$ -メチル-D (+)-グルコシド  $C_7H_{14}O_6$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

メチルシリコーンポリマー → 5. クロマトグラフィー用担体/充填剤の項に移動

3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン  $C_{10}H_{10}N_2O$  [K9548, 特級] [89-25-8] [1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン]

3-メチル-1-ブタノール  $(CH_3)_2CHCH_2CH_2OH$  [K8051, 特級] [123-51-3] [アミルアルコール, イソ, イソアミルアルコール]

2-メチル-1-プロパノール  $(CH_3)_2CHCH_2OH$  [K8811, 特級] [78-83-1]

☆ 2-メチル-2-プロパノール  $(CH_3)_3COH$  [~~K8813~~] [75-65-0] [tert-ブタノール]

本品は、白色の塊である。融解すると無色透明な液体で、特異なおいがある。水及びジエチルエーテルに極めて溶けやすい。

含量 99.0%以上

定量法 本品 0.5  $\mu$ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。2-メチル-2-プロパノールのピーク面積と総ピーク面積から、2-メチル-2-プロパノールの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm, 長さ 30m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25  $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80°C

注入口温度 130°C

検出器温度 250°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 1.33 mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 30 分

4-メチル-2-ペンタノン  $CH_3COCH_2CH(CH_3)_2$  [K8903, 特級] [108-10-1] [メチルイソブチルケトン]

メチルレッド  $C_{15}H_{15}N_3O_2$  [K8896, 特級] [493-52-7]

メチルレッド試液 メチルレッド 0.1 g を量り、エタノール (95) 100 mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

メチルレッド・メチレンブルー混合試液 メチルレッド試液及びメチレンブルー試液の等容量を混和する。

メチレンブルー  $C_{16}H_{18}N_3S \cdot Cl \cdot 3H_2O$  [K8897, 特級] [7220-79-3]

メチレンブルー試液 メチレンブルー 0.1 g を量り、エタノール (95) 100 mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。

~~メチレンブルー試液, 希 0.001 w/v %~~ メチレンブルー試液【希メチレンブルー試液, メチレンブルー試液, 希】 メチレンブルー試液 1 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。

2-メトキシエタノール  $CH_3OCH_2CH_2OH$  [K8895, 特級] [109-86-4] 【エチレングリコールモノメチルエーテル】

1-メトキシ-2-プロパノール  $C_5H_{12}O_2$  [107-98-2]

本品は、無色澄明の液体である。

比重  $d_{20}^{20} = 0.920 \sim 0.925$

屈折率 1.402~1.405

水分 0.5%以下 (0.1 g, 電量滴定法)

4-メトキシベンズアルデヒド  $C_8H_8O_2$  [123-11-5] 【p-アニスアルデヒド】

本品は、無~淡黄色澄明の液で、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和し、水にはほとんど溶けない。

含量 97.0%以上

比重  $d_4^{20} = 1.123 \sim 1.129$

定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、ヒドロキシルアミン試液 7.5 mL を正確に加え、よく振り混ぜて、30 分間放置した後、0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄緑色になるときとする。同様の方法で別に 空試験を行う。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 68.08 mg  $C_8H_8O_2$

0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液 【0.5% p-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液】 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL と酢酸エチル 99.5 mL を混合して調製する。

4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 【p-アニスアルデヒド・硫酸試液】 エタノール (95) 9 mL ~~に~~ を量り, 4-メトキシベンズアルデヒド 0.5 mL 及び硫酸 0.5 mL を加え、よく混和する。

2-メトキシ-5-メチルアニリン  $C_8H_{11}NO$  [120-71-8] 【p-クレシジン】

本品は、白~灰色の結晶性の粉末で、水に溶けにくく、メタノール及びエタノール (95) に溶ける。

確認試験 (1) 本品をメタノール/~~0.01 mol/L 酢酸アンモニウム~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.01 mol/L) 混液 (1 : 1) を加えて溶解した液は、波長 290 nm 付近に極大吸収部がある。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の ~~臭化カリウム~~ 錠剤法により測定するとき、波数  $3_{\neq} 410 \text{ cm}^{-1}$ ,  $2_{\neq} 950 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1_{\neq} 630 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1_{\neq} 520 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1_{\neq} 230 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1_{\neq} 030 \text{ cm}^{-1}$  及び  $780 \text{ cm}^{-1}$  の ~~それ~~ ぞれ の付近に吸収帯を認める。

融点 47~54°C

メナキノン-4, 定量用  $C_{31}H_{40}O_2$  [\[863-61-6\]](#)

本品は、黄色の粉末又は結晶性の粉末である。

融点 36.0~38.0°C

純度試験 (1) 溶状 黄色, 澄明 (0.10 g, ヘキサン 1 mL)

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 0.1 g を量り, 2-プロパノール 50 mL に溶かし, 更に無水エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 無水エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, 2-プロパノール 4 mL を正確に加えて, 検液とする。検液 2 mL を正確に量り, 2-プロパノール/エタノール (95) 混液 (2:1) を加えて, 正確に 100 mL とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20 µL ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「メナキノン (抽出物)」の定量法の操作条件を準用する。

メリビオース  $C_{12}H_{22}O_{11}$  [6-O- \$\alpha\$ -D-ガラクトピラノシル-D-グルコース](#)  
[酵素活性試験法に適するものを用いる。](#)

2-メルカプトエタノール  $HSCH_2CH_2OH$  [\[60-24-2\]](#)

本品は, 無色澄明の液体である。

比重  $d_4^{20}$  = 1.112~1.117

モグロシドV, 定量用  $C_{60}H_{102}O_{29}$  [\[88901-36-4\]](#)

本品は, 白~淡黄色の粉末で, 味は甘い。

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

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

操作条件 「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

モノグルコシルヘスペリジン, 定量用  $C_{34}H_{44}O_{20}$

本品は, 淡黄~黄褐色の粉末で, わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5 mg を水 10 mL に溶かし, ~~希塩化鉄 (III) 試液~~ 0.2 w/v % 塩化鉄 (III) 試液 1~2 滴を加えるとき, 液は褐色を呈する。

(2) 本品 0.01g/10mg を水 500 mL に溶かした液は, 波長 280~286nm に極大吸収部がある。

乾燥減量 6.0%以下 (2.7kPa 以下, 120°C, 2 時間)

純度試験 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り, 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80:20:0.01) に溶かして正確に 200 mL とし, 検液とする。検液 1 mL を正確に量り, 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80:20:0.01) に溶かして正確に 50 mL とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれ

ぞれ 10~~μ~~μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「酵素処理ヘスペリジン」の定量法の操作条件を準用する。

### モノグルコシルルチン

本品は、黄～黄褐色の粉末である。

確認試験 本品約 10mg を水/アセトニトリル/リン酸混液 (80 : 20 : 0.1) に溶かして 10mL とし、検液とする。別に定量用ルチン約 10mg を量り、少量のメタノールに溶かした後、水/アセトニトリル/リン酸混液 (80 : 20 : 0.1) を加えて 10mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10~~μ~~μL につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。ただし、検出器は、フォトダイオードアレイ検出器を用いる。測定波長 254nm で測定するとき、検液の主ピークの保持時間は標準液のルチンのピークの保持時間より早い。また、このピークの測定波長 200～400nm の吸収スペクトルを標準液のルチンのピークの吸収スペクトルと比較するとき、同一波長のところに吸収の極大を認める。

純度試験 類縁物質 確認試験の検液 10~~μ~~μL につき、「酵素処理ルチン (抽出物)」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、65.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の2倍までとする。

~~モリブデン酸アンモニウム~~ ~~七モリブデン酸六アンモニウム 4 水和物~~ を見よ。

モリブデン酸アンモニウム試液 ~~三酸化モリブデン~~ 酸化モリブデン (VI) の粉末 6.5 g を量り、水 14~~μ~~μL 及びアンモニア水 (28) 14.5~~μ~~μL の混液を加えて溶かす。この液を冷却し、硝酸 32~~μ~~μL 及び水 40~~μ~~μL の冷混液にかき混ぜながら徐々に加え、48 時間放置した後、ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過する。本液は、長期の保存に耐えない。本液 5 ~~μ~~μL を量り、~~リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム・12 水 溶液 (1 → 8) 2 ~~μ~~μL を加えるとき、直ちに、又はわずかに加温した後、多量の黄色沈殿を生じなければ、この液は、使用できない。遮光して保存する。沈殿が生じた場合は、上澄液を用いる。

~~モリブデン酸アンモニウム試液、加工デンブ用~~ ~~七モリブデン酸六アンモニウム試液、加工デンブ用~~ → 「ナフタレン」の前に移動

~~モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液~~ ~~モリブデン酸アンモニウム 18.8 g を量り、水 300ml を加えて溶かし、硫酸 150ml を加え、更に水を加えて 500ml とする。~~

モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 (フィターゼ活性試験用) 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (3 → 250) 100mL, 硫酸 (3 → 20) 100mL 及びアセトン 200mL を混和し、直ちに水中で冷却する。用時調製する。

モリブデン酸アンモニウム・硫酸鉄 (II) 試液 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 10 g を量り、水 800mL を加えて溶かし、硫酸 32mL を加え、更に水を加えて 1000mL とする。別に、硫酸鉄 (II) 七水和物 7.32 g を量り、この液を加えて溶かし 100mL とする。用時調製する。

~~モリブデン酸ナトリウム~~ ~~モリブデン (VI) 酸二ナトリウム 2 水和物~~ を見よ。

モリブデン (VI) 酸二ナトリウム 2 水和物 モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物 Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>・2H<sub>2</sub>O [モリブデン (VI) 酸二ナトリウム二水和物, K8906, 特級] [10102-40-6] 【モリブデン (VI) 酸二ナトリウム 2 水和物, モリブデン酸ナトリウム】

2 - (N-モルホリノ) エタンスルホン酸 n水和物  $C_6H_{13}NO_4S \cdot nH_2O$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸  $C_7H_{15}NO_4S$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

モルホリン  $C_4H_9NO$  [110-91-8]

本品は、塩基性の無色の液体で、アンモニアようのにおいがあり、水に溶ける。

屈折率  $n_D^{20} = 1.452 \sim 1.457$

比重  $d_4^{20} = 0.998 \sim 1.005$

遊離脂肪酸測定用試液A アシル-CoA シンセターゼ (微生物由来), コエンザイムA (微生物由来), アデノシン5'-三リン酸二ナトリウム三水和物 (微生物由来), 4-アミノアンチピリン, アスコルビン酸オキシダーゼ (カボチャ由来) 及びリン酸緩衝液 (pH7.0) を含む遊離脂肪酸測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

遊離脂肪酸測定用試液B アシル-CoA オキシダーゼ (微生物由来), ペルオキシダーゼ (西洋ワサビ由来), 3-メチル-N-エチル-N-(2-ヒドロキシエチル)-アニリンを含む遊離脂肪酸測定用試液で、酵素活性試験法に適するものを用いる。

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

~~陽イオン交換樹脂, 強酸性強酸性陽イオン交換樹脂~~ → 「強酸性陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフィー用」の前に移動

~~陽イオン交換樹脂, 強酸性 (微粒)—強酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)~~ → 「強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体」の前に移動

~~陽イオン交換樹脂, 弱酸性 (微粒)—弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)~~ → 「臭化カリウム」の前に移動

ヨウ化亜鉛・デンプン試液 水 100 mL を煮沸し, これにヨウ化カリウム溶液 (3→20) 5 mL 及び塩化亜鉛溶液 (1→5) 10 mL を加え, 煮沸しながら, あらかじめデンプン (溶性) 5 g を量り, 冷水 30 mL を加えて均一に懸濁した液をかき混ぜながら加え, 更に2分間煮沸した後冷却する。密栓して冷所に保存する。

~~溶解アセチレン  $C_2H_2$ —[K1902]~~

ヨウ化イソプロピル, 定量用  $C_3H_7I$  [75-30-9]

無色澄明の液で, 光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール (95), ジエチルエーテル又は石油ベンジンと混和し, 水と混和しない。蒸留して 89.0~89.5°C の留分を用いる。

含量 本品は, ヨウ化イソプロピル ( $C_3H_7I$ ) 98.0%以上を含む。

比重  $d_4^{20} = 1.700 \sim 1.710$

純度試験 本品 1 mL につき, 「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に従い, ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりヨウ化イソプロピルの量を求めるとき, 99.8%以上である。ただし, 検出感度は本品 1 mL から得たヨウ化イソプロピルのピーク高さがフルスケールの約 80%になるように調整する。

定量法 褐色メスフラスコにエタノール (95) 10 mL を入れ, その質量を精密に量り, これに本品 1 mL を加え再び精密に量る。次にエタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし, その 20 mL を褐色メスフラスコに正確に量り, 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 50 mL を正確に加え, 更に硝酸 2 mL

を加えて栓をし、2時間暗所で時々振り混ぜた後、暗所で一夜放置する。次に2時間時々振り混ぜた後、水を加えて正確に100~~mL~~mLとし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液20~~mL~~mLを除き、次のろ液50~~mL~~mLを正確に量り、過量の硝酸銀を0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する（指示薬 ~~硫酸第二鉄アンモニウム試液~~硫酸アンモニウム鉄(III)・硫酸試液2~~mL~~mL）。~~同様の方法で別に~~空試験を行う。

0.1mol/L硝酸銀溶液1~~mL~~mL=17.00mgC<sub>3</sub>H<sub>7</sub>I

ヨウ化カリウム KI [よう化カリウム, K8913, 特級] [7681-11-0]

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム16.5gを量り、水を加えて溶かし、~~て~~100~~mL~~mLとする。遮光して保存する。

ヨウ化カリウム試液(β-アミラーゼ・インペルターゼ活性試験用) ヨウ化カリウム30gを量り、水70mLを加えて溶かす。用時調製する。

50w/v%ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム50gを量り、水を加えて溶かし100mLとし、水酸化ナトリウム溶液(1→2)を2滴加える。

ヨウ化カリウム・デンプン紙 新たに調製したヨウ化カリウム・デンプン試液にろ紙を浸して清浄な室で乾燥する。共栓瓶に入れ、光及び湿気を避けて保存する。

ヨウ化カリウム・デンプン試液 デンプン(溶性)0.5gを量り、水50~60~~mL~~mLを加え、加熱して溶かし、ヨウ化カリウム0.5g及び水を加えて溶かして100~~mL~~mLとする。

~~ヨウ化水銀カリウム試液 塩化水銀(II)1.358gを量り、水60mLを加えて溶かし、ヨウ化カリウム溶液(1→2)10mLを加え、水を加えて100mLとする。~~

ヨウ化水素酸 HI [よう化水素酸, K8917, 特級] [10034-85-2]

ヨウ化ナトリウム NaI ~~[よう化ナトリウム, K8918+1004]~~ [7681-82-5]

本品は、白色の結晶性の粉末で、潮解性がある。

含量 本品を乾燥したものは、ヨウ化ナトリウム(NaI)99.5%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液(1→200)を無色炎中で熱するとき、炎の色は黄色を呈する。

乾燥減量 0.5%以下(110℃, 2時間)

定量法 乾燥した本品約0.5gを精密に量り、300~~mL~~mLの共栓フラスコに入れ、水25~~mL~~mLを加えて溶かし、5℃以下に冷却する。5℃以下に冷却した塩酸35~~mL~~mL及びクロロホルム5~~mL~~mLを加えて、~~良くよく~~振りながら0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液で滴定する。水層のヨウ素の色が消えるまで滴定し、栓をして激しく振る。次に1滴加えるたびに激しく振り混ぜ、クロロホルム層の紫色が完全に脱色した点を終点とする。

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液1~~mL~~mL=14.99mgNaI

~~ヨウ化メチル, 定量用~~ヨードメタン, 定量用 CH<sub>3</sub>I [K8919, 特級] [74-88-4] 【定量用ヨウ化メチル, ヨウ化メチル, 定量用】

本品は、無色澄明の液で、光によりヨウ素を遊離して褐色となる。エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和し、水にやや溶けにくい。蒸留して42.2~42.6℃の留分をとる。

含量 本品は、ヨウ化メチル(CH<sub>3</sub>I)98.0%以上を含む。

比重  $d_{25}^{25}=2.27\sim 2.28$

純度試験 本品1~~mL~~μLにつき、「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」の定量法に規定する操作条件に従い、ガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法によりヨウ化メチルの量を求めるとき、99.8%以上である。ただし、検出感度は本品1~~mL~~μLから得たヨ



ウ化メチルのピーク高さがフルスケールの約 80%になるように調整する。  
定量法 定量用ヨウ化イソプロピルの定量法と同様に操作し、試験を行う。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 14.19mg C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>I

溶性デンプン試液 可溶性デンプン 1 g を量り、冷水 10mL とよくすり混ぜ、これを熱湯 90mL に絶えずかき混ぜながら徐々に注ぎ込み、3 分間穏やかに沸騰させ、冷却する。用時調製する。

ヨウ素 I<sub>2</sub> [よう素, K8920, 特級] [7553-56-2]

ヨウ素酸カリウム KIO<sub>3</sub> [よう素酸カリウム, K8922, 特級] [7758-05-6]

ヨウ素酸カリウム (標準試薬標準物質) KIO<sub>3</sub> [容量分析用標準物質, よう素酸カリウム, K8005] [7758-05-6] **【ヨウ素酸カリウム (標準試薬)】**

J I S K8005 の容量分析用標準物質のほか、容量分析に用いることが可能な認証標準物質を使用することができる。

ヨウ素酸カリウム試液 ~~ヨウ素酸カリウム (標準試薬)~~ ヨウ素酸カリウム (標準物質) 7.1 g を量り、  
水を加えて溶かし、1,000 mL とする。遮光して保存する。

ヨウ素酸カリウム試液 (0.05mol/L) ヨウ素酸カリウム 1.07 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。遮光して保存する。

ヨウ素試液 ヨウ素 14 g を量り、ヨウ化カリウム溶液 (2→5) 100 mL を加えて溶かし、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 1,000 mL とする。遮光して保存する。

ヨウ素試液 (2.75mmol/L) ヨウ化カリウム 20.0 g 及びヨウ素 7.0 g を量り、水 50mL を加えて溶かし、10%塩酸試液 0.5mL 及び水を加えて 500mL とする。この液に水を加えて 20 倍容量に薄める。

ヨウ素試液 (0.005mol/L) 0.05mol/L ヨウ素溶液に水を加えて 10 倍容量に薄める。

ヨウ素試液 (イソアミラーゼ活性試験用) ヨウ化カリウム 8.30 g 及びヨウ素 0.635 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とした液と塩酸 (1→120) を容量比 2 : 8 に混和する。遮光して保存する。

ヨウ素試液 (α-グルコシルトランスフェラーゼ活性試験用) ヨウ化カリウム 26 g を量り、水を加えて溶かし、更にヨウ素 2.6 g を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 0.5mL と塩酸試液 (1 mol/L) 2 mL を混和し、水を加えて 260mL とする。

~~ヨウ素・四塩化炭素試液~~ ~~ヨウ素 12.5 g を量り、四塩化炭素 1,000mL を加えて一夜放置して溶かす。~~

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 ヨウ素 0.5 g 及びヨウ化カリウム 1.5 g を量り、水 25 mL を加えて溶かす。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.4mmol/L) ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.08mol/L) に水を加えて 200 倍容量に薄める。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.2mmol/L) ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.04mol/L) に水を加えて 200 倍容量に薄める。用時調製する。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.08mol/L) ヨウ化カリウム 10.0 g 及びヨウ素 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。遮光して保存する。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.04mol/L) ヨウ化カリウム 5.0 g 及びヨウ素 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。

ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (α-アミラーゼ活性試験用) ヨウ素 5.5 g 及びヨウ化カリウム 11 g を量り、水を加えて溶かし、250mL とする。この溶液 1 mL とヨウ化カリウム溶液 (1→20) 200mL を混和し、水を加えて 250mL とする。

ライトグリーン・SF 黄口 ライトグリーン SF イエロー C<sub>37</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub> [5141-20-8] **【ラ**

### イトグリーン・SF黄口

本品は、4-（ビス{4- [N-エチル-N-（3-スルホナトフェニルメチル）アミノ]フェニル}メチリウムイリ）ベンゼンスルホン酸二ナトリウムで暗緑色の粒又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1→1,000）5 ~~mL~~ mL に水酸化ナトリウム溶液（1→10）1 ~~mL~~ mL を加えるとき、液は淡緑色に変わる。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ （633nm 付近の極大吸収部）=606 以上

本品 ~~0.0100g~~ 10mg を量り、~~酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）~~ 酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L） を加えて溶かして正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~mL~~ mL を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液（3→2,000）~~ 酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L） を加えて 100 ~~mL~~ mL とした液は、波長 631～635nm に極大吸収部がある。

### ラウリル硫酸ナトリウム $C_{12}H_{25}NaO_4S$ [151-21-3]

日本薬局方ラウリル硫酸ナトリウムを用いる。

ラウリル硫酸ナトリウム・プロピレングリコール試液 ラウリル硫酸ナトリウム 1 g を量り、水 80 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、次にプロピレングリコール 20 ~~mL~~ mL を加えて混和する。

### ラウリン酸メチル $C_{13}H_{26}O_2$ [111-82-0]

本品は、無～黄色の液体である。

屈折率  $n_D^{20}$  = 1.431

比重  $d_4^{20}$  = 0.87

融点 5℃付近

酪酸 p-ニトロフェニル  $NO_2C_6H_4OCO(CH_2)_2CH_3$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

☆ラクトース水和物  $C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$  [64044-51-5, α-及びβ-乳糖水和物の混合物] 【乳糖 1 水和物, 乳糖】

日本薬局方乳糖水和物を用いる。

### ラクトフェリン, 定量用

本品は、牛乳から得られたラクトフェリンを主成分とするものである。本品は、淡赤黄色～黄赤色の結晶性の粉末又は粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 0.1 g を量り、塩化ナトリウム溶液（3→100） で正確に 50mL にし、検液とする。 検液 20μL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からラクトフェリンの含量を求めるとき、95.0%以上である。別に空試験を行い補正する。

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 280nm）

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 室温

移動相A 塩化ナトリウム試液（0.5mol/L）/アセトニトリル（HPLC用）/トリフルオロ酢酸混液（9000 : 1000 : 3）

移動相B 塩化ナトリウム試液（0.5mol/L）/アセトニトリル（HPLC用）/トリフルオロ酢酸混液（5000 : 5000 : 3）

濃度勾配 A : B (50 : 50) から, (0 : 100) までの直線濃度勾配を 25 分間行い, (50 : 50) までの直線濃度勾配を 10 分間行う。

流量 1.0mL/分

L-ラムノース, 定量用  $C_6H_{12}O_5 \cdot H_2O$  [6014-42-2]

本品は, 白色の結晶又は粉末である。

純度試験 類縁物質 本品 50mg を量り, 水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (2 : 8) で正確に 10mL とし, 検液とする。検液 20 $\mu$ L を量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積から L-ラムノースの含量を求めるとき, 98.0%以上である。別に空試験を行い補正する。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 6 mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル (HPLC用) / 水混液 (8 : 2)

流量 1.0mL/分

卵黄 酵素活性試験法に適するものを用いる。

卵白 正常な卵白を用いる。

卵白試液 卵白 10 g を量り, 水 40mL を加えて振り混ぜる。

~~L-リシン塩酸塩 L-リシン塩酸塩を見よ。~~

L-リシン塩酸塩  $H_2N(CH_2)_4CH(NH_2)COOH \cdot HCl$  [~~L-(+)-リシン塩酸塩, K9053 : 1993~~] [657-27-2] 【L-リシン塩酸塩】

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である, 水に溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

含量 本品を乾燥したものは, L-リシン塩酸塩 ( $H_2N(CH_2)_4CH(NH_2)COOH \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含む。

~~確認試験 (1) 本品は, 塩化物の反応を呈する。~~

~~(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 2,100 $cm^{-1}$ , 1,630 $cm^{-1}$ , 1,500 $cm^{-1}$ , 1,420 $cm^{-1}$ 及び 1,330 $cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。~~

~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +20.5 \sim +21.5^{\circ}$  (乾燥後, 4 g, 塩酸 (1 $\rightarrow$ 2), 50ml)~~

~~乾燥減量 0.5%以下 (105 $^{\circ}$ C, 3時間)~~

~~定量法 本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, ギ酸 3ml を加えて溶かし, 0.1mol/L 過塩素酸液 20ml を正確に量って加え, 水浴上で 30 分間加熱する。冷後, 非水滴定用酢酸を加えて 60ml とし, 過量の過塩素酸を 0.1mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1ml) を用いる場合は, 液の黄色が黄緑色を経て青緑色に変わるときとする。別に空試験を行う。~~

~~0.1mol/L 過塩素酸液 1ml = 9.133mg  $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$~~

純度試験 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水で正確に 50mL とし, 検液とする。薄層板の下端から約 20mm 上の位置を原線とし, 原線上の左右両端から少なくとも 10mm 離れた位置に検液 5 $\mu$ L をマイクロシリンジ, マイクロピペット等を用いて 10mm 以上の間隔で 2~6 mm の円形状にスポットし,

乾燥する。展開容器の内壁に沿ってろ紙を巻き、ろ紙を展開溶媒で湿らせ、更に展開溶媒を約 10mm の深さに入れ、展開容器を密閉した後、室温で約 1 時間放置して展開溶媒の蒸気を飽和させる。展開溶媒は、アセトン/アンモニア水 (28) /水/1-ブタノール混液 (10:5:2:10) とする。これに薄層板を器壁に触れないように入れ、容器を密閉し、室温で放置して展開させる。展開溶媒の先端が原線から約 10cm の距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、直ちに溶媒の先端の位置に印を付けて風乾後、100℃で 30 分間乾燥し、放冷する。これに、ニンヒドリン・アセトン溶液 (1→50) を噴霧し、80℃で 10 分間加熱して発色させるとき、スポットは、1 つより多く検出しない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

定量法 滴定用ビーカーに、105℃で 3 時間乾燥した本品約 0.1 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を入れ、0.1 mol/L 過塩素酸 20 mL を正確に入れて溶かし、時計皿でふたをして加熱して溶かした後、冷却する。非水滴定用酢酸で 60 mL とし、0.1 mol/L 酢酸ナトリウム溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.132 mg  $\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_4\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH} \cdot \text{HCl}$

リゾチウム用基質試液 *Micrococcus luteus* の乾燥菌体適量にリン酸緩衝液 (pH 6.2) を加えて均一に懸濁させた後、波長 640 nm における透過率が 10% になるように調整する。用時調製する。

L- $\alpha$ -リゾホスファチジルコリン 1-アシル-sn-グリセロ-3-ホスホコリン

酵素活性試験法に適するものを用いる。

リトマス ~~〔K 8940-1961〕~~ [1393-92-6]

本品は、青～帯紫青色の粉末又は塊で、水又はエタノール (95) に溶け、その溶液は青～紫青色を呈する。

確認試験 本品 0.5 g を温水 50 mL に溶かし、赤色を呈するまで希硫酸-10%硫酸試液を滴加し、10 分間煮沸する。この間青色を呈するときは赤色となるまで希硫酸-10%硫酸試液を滴加する。さらに、紫色を呈するまで水酸化バリウム飽和溶液を加えてろ過し、A 液とする。煮沸して冷却した水 100 mL に A 液 0.5 mL 及び塩酸 (1→120) 0.055 mL を加えるとき、赤色を呈する。また、煮沸して冷却した水 100 mL に A 液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 0.055 mL を加えるとき、青色を呈する。

~~リトマス紙、青色リトマス紙 (青色)~~ [リトマス紙、~~青色リトマス紙、~~K 9071、青色リトマス紙]  
【青色リトマス紙】

~~リトマス紙、赤色リトマス紙 (赤色)~~ [リトマス紙、~~赤色リトマス紙、~~K 9071、赤色リトマス紙]  
【赤色リトマス紙】

リトマスミルク 脱脂粉乳 10 g、リトマス ~~0.05 g~~ 50 mg 及び無水硫酸ナトリウム硫酸ナトリウム ~~0.05 g~~ 50 mg に水 100 mL を加えて混和する。用時調製する。

~~リナロオール定量用塩化アセチル~~ 塩化アセチル、リナロオール定量用を見よ。

リノール酸  $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_2$  酵素活性試験法に適するものを用いる。

D-リボース、定量用  $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5$  [50-69-1]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

**純度試験(1)**—比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -18 \sim -22^\circ$

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

**純度試験(2)** 類縁物質 本品 0.5 g を水 25 mL に溶かし、検液とする。検液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 2 倍までとする。

操作条件 「D-リボース」の定量法の操作条件を準用する。

水分 1.0%以下 (1 g, [容量滴定法](#), 直接滴定)

**硫化アンモニウム試液**  $(\text{NH}_4)_2\text{S}$  [[硫化アンモニウム溶液 \(無色\)](#), K8943, [1 級](#)] 遮光した小瓶に全満して保存する。

**硫化水素**  $\text{H}_2\text{S}$  [[7783-06-4](#)]

本品は、無色の特異なおいがある気体で、空気より重く、水に溶ける。[硫化鉄](#)[硫化鉄 \(II\)](#) に硫酸 (1 → 20) 又は塩酸 (1 → 4) を作用させて調製する。

**硫化水素試液** 硫化水素の飽和溶液を用いる。遮光した小瓶にほとんど全満し、なるべく冷所に保存する。強い硫化水素のにおいがある。

~~硫化鉄—[硫化鉄 \(II\)](#) を見よ。~~

**硫化鉄 (II)**  $\text{FeS}$  [~~硫化水素発生用~~, K8948, [硫化水素発生用](#)] [[1317-37-9](#)] **【[硫化鉄](#)】**

~~硫化ナトリウム—[硫化ナトリウム 9 水和物](#) を見よ。~~

~~硫化ナトリウム 9 水和物~~**硫化ナトリウム 9 水和物**  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  [~~硫化ナトリウム 9 水和物~~, K8949, [特級](#)] [[1313-84-4](#)] **【[硫化ナトリウム](#), [硫化ナトリウム 9 水和物](#)】**

**硫化ナトリウム試液** ~~硫化ナトリウム 5 g を量り、水 10 mL 及びグリセリン 30 mL の混液を加えて溶かす。又は水酸化ナトリウム 5 g を量り、水 30 mL 及びグリセリン 90 mL の混液を加えて溶かし、この液の半容量に冷却しながら硫化水素を飽和した後、残りの半容量を混和する。遮光した小瓶にほとんど全満し、密栓して保存する。調製後 3 か月以内に使用する。グリセリン 30 mL に水 10 mL を加えた溶液に硫化ナトリウム 9 水和物 5 g を加えて溶かす。放置後、上澄液を用いる。冷所に保存し 3 か月以内に使用する。~~

**硫酸**  $\text{H}_2\text{SO}_4$  [K8951, [特級](#)] [[7664-93-9](#)]

~~硫酸~~, ~~希 10% 硫酸試液~~ → 「[70 vol% 硫酸試液](#)」の前に移動

~~硫酸亜鉛—[硫酸亜鉛 7 水和物](#) を見よ。~~

~~硫酸亜鉛 7 水和物~~**硫酸亜鉛 7 水和物**  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸亜鉛 7 水和物~~, K8953, [特級](#)] [[7446-20-0](#)] **【[硫酸亜鉛](#), [硫酸亜鉛 7 水和物](#)】**

**硫酸亜鉛・塩化ナトリウム・ヨウ化カリウム試液** 塩化ナトリウム 50 g, 硫酸亜鉛 7 水和物 10 g 及びヨウ化カリウム 5.0 g を量り、水を加えて溶かし、200 mL とする。

~~硫酸アルミニウムカリウム—[硫酸カリウムアルミニウム 12 水和物](#) を見よ。~~

**硫酸アンモニウム**  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  [K8960, [特級](#)] [[7783-20-2](#)]

☆**硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物**  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物~~, K8979, [特級](#)] [[7783-85-9](#)] **【[硫酸第一鉄アンモニウム](#), [硫酸アンモニウム鉄 \(II\) 6 水和物](#), [硫酸鉄 \(II\) アンモニウム](#)】**

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水~~, K8982, 特級] [7783-83-7] 【硫酸鉄 (III) アンモニウム, 硫酸アンモニウム鉄 (III) 12水和物, 硫酸第二鉄アンモニウム】

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 【硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1000)】 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水 50mg を量り, 塩酸 50mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・硝酸試液 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液」の前に移動

硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液, オキシエチレン測定用 ~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 12水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水 8g を量り, 水に溶かし, 100mL とする。

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・硝酸試液 【硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液】 ~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 12水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水 10g を量り, 硝酸 (1→3) 10mL 及び水 80mL を加えて溶かす。

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液 【硫酸第二鉄アンモニウム試液】 ~~硫酸鉄 (III) アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水 14g を量り, 水 100mL を加え, よく振り混ぜて溶かした後, ろ過し, 硫酸 10mL を加える。褐色瓶に保存する。

☆硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸 (1→35) 試液

~~硫酸鉄 (III) アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水 15g を量り, 水 90mL を加えて溶かした後, ろ過し, 硫酸 (1→35) 10mL を加える。

~~硫酸アンモニウム鉄 (II) 6水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水」の前に移動

~~硫酸アンモニウム鉄 (III) 12水和物~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12水 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液」の前に移動

硫酸カリウム  $\text{K}_2\text{SO}_4$  [K8962, 特級] [7778-80-5]

~~硫酸カリウムアルミニウム 12水和物~~ 硫酸カリウムアルミニウム・12水  $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  [硫酸カリウムアルミニウム・12水, K8255, 特級] [7784-24-9] 【硫酸カリウムアルミニウム 12水和物, 硫酸アルミニウムカリウム】

硫酸カルシウム二水和物  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [K8963, 特級] [10101-41-4]

~~硫酸銀  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$~~  [K8965]

85%硫酸試液 硫酸の含量を下記の試験方法で計算し, 85%になるように水に硫酸を加えて調製する。

共通すり合わせ三角フラスコ 100 mL の質量を 0.1 mg の桁まで量り, 硫酸 1.0g を入れ, 再び 0.1mg の桁まで質量を量る。共通すり合わせ三角フラスコを冷却しながら水 20 mL を徐々に加える。1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 数滴)。終点は液の色が黄から帯青緑色に変わる点とする。

硫酸の含量は, 次の式により算出する。

$$\text{硫酸の含量 (\%)} = V \times f \times 0.04904 \times 100 / (m_2 - m_1)$$

ただし, V: 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

f: 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m<sub>2</sub>: 試料を入れた共通すり合わせ三角フラスコの質量 (g)

m<sub>1</sub>: 共通すり合わせ三角フラスコの質量 (g)

☆10%硫酸試液 【希硫酸, 硫酸, 希】 硫酸 5.7mL を量り, 水 10mL に徐々に加え, 冷後, 水

を加えて100mLとする。

70vol%硫酸試液 氷水中で冷却下、水30mLに硫酸70mLをかき混ぜながら徐々に加える。

硫酸試液(2mol/L) 硫酸110mLを量り、水に徐々に加え、冷後、更に水を加えて1000mLとする。

硫酸試液(1mol/L) 硫酸56mLを量り、水に徐々に加え、冷後、更に水を加えて1000mLとする。

硫酸試液(0.5mol/L) 硫酸30mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後、放冷する。

硫酸試液(0.25mol/L) 硫酸15mLを水1000mL中にかき混ぜながら徐々に加えた後、放冷する。

硫酸試液(0.05mol/L) 硫酸試液(0.5mol/L)100mLに水を加えて1000mLとする。

硫酸試液(0.025mol/L) 硫酸試液(0.25mol/L)100mLに水を加えて1000mLとする。

硫酸試液(5.5mmol/L) 硫酸0.3mLを量り、水に徐々に加え、冷後、更に水を加えて1000mLとする。

硫酸試液(0.005mol/L) 硫酸試液(0.5mol/L)10mLに水を加えて1000mLとする。

硫酸水素カリウム  $\text{KHSO}_4$  [K8972, 特級] [7646-93-7]

硫酸水素テトラブチルアンモニウム  $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{N}]\text{HSO}_4$  [32503-27-8]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

含量 本品は、硫酸水素テトラブチルアンモニウム  $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{N}]\text{HSO}_4$  98.0%以上を含む。

純度試験 (1) 溶状 ~~本品1gの水溶液(1→20)はほとんど澄明である。(1.0g, 水20mL)~~

(2) 塩化物 Clとして0.001%以下

本品2gの水溶液(1→10)に硝酸(1→3)5mL及び硝酸銀溶液(1→50)1mLを加え15分間放置したときに生じる白濁は、塩化物イオン標準原液(1→10)2mLに硝酸(1→3)5mL及び硝酸銀溶液(1→50)1mLを加え15分間放置したときに生じる白濁より濃くない。

定量法 本品約0.7gを精密に量り、あらかじめ水をフラスコに入れ15分間沸騰させた後、ソーダ石灰管を連結して空気中の二酸化炭素を遮り、冷却した水(使用時に調製する。)100mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=0.03395g  $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{N}]\text{HSO}_4$

硫酸水素テトラブチルアンモニウム試液(0.01mol/L) 硫酸水素テトラブチルアンモニウム3.4gを量り、水を加えて1000mLとする。

~~硫酸水素ナトリウム—硫酸水素ナトリウム1水和物を見よ。~~

~~硫酸水素ナトリウム1水和物  $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [硫酸水素ナトリウム—水和物, K8973:1992]~~

~~本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、その水溶液は酸性を呈する。~~

~~含量 98.0~102.0%~~

~~確認試験—本品の水溶液(1→10)5mLに塩化バリウム溶液(1→10)1mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。~~

~~定量法—本品約4gを精密に量り、新たに煮沸して冷却した水50mLを加えて溶かし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬—ブロモチモールブルー—試液1~2滴)。~~

~~1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=138.1mg  $\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$~~

~~硫酸セリウム(IV)アンモニウム—硫酸セリウム(IV)アンモニウム2水和物を見よ。~~

~~硫酸セリウム(IV)アンモニウム2水和物  $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [硫酸四アンモニウムセリウム(IV)二水和物, K8977]~~

~~硫酸第一鉄—硫酸鉄 (II) 7 水和物を見よ。~~

~~硫酸第一鉄アンモニウム—硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物を見よ。~~

~~硫酸第一鉄試液~~硫酸鉄 (II) 試液 →「硫酸鉄 (III)」の前に移動

~~硫酸第一鉄試液，酸性—硫酸 7.5mL を量り，水 100mL に加え，加熱しながら，硫酸第一鉄約 80 g を溶解する。次に，硝酸 7.5mL を量り，水 20mL に加え混ぜ，加温する。更に，先の硫酸第一鉄溶液を加え，混合液が赤色の蒸気を発し，液色が黒色から赤色に変わるまで濃縮する。第一鉄塩の反応を呈さなくなるまで，硝酸数滴を加えて，再び加温する。冷後，この濃縮液に水を加えて 110mL とする。用時調製する。~~

~~硫酸第二水銀試液~~

~~黄色酸化第二水銀 5 g を量り，水 40mL を加え，かき混ぜながら硫酸 20mL を徐々に加え，更に水 40mL を加えてよくかき混ぜて溶かす。~~

~~硫酸第二セリウムアンモニウム—硫酸セリウム (IV) アンモニウムを見よ。~~

~~硫酸第二鉄—硫酸鉄 (III) を見よ。~~

~~硫酸第二鉄アンモニウム—硫酸鉄 (III) アンモニウムを見よ。~~

~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 →「硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液」の前に移動

~~硫酸第二鉄アンモニウム試液~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液 →「硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸 (1→35) 試液」の前に移動

~~硫酸第二鉄アンモニウム・硫酸試液 (1→35)~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸 (1→35) 試液 →「硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物」の前に移動

~~硫酸第二鉄試液~~硫酸鉄 (III) 試液 →「硫酸鉄 (II) アンモニウム」の前に移動

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

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

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 49.04mg  $H_2SO_4$

~~硫酸鉄 (II)—硫酸鉄 (II) 7 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (II) 7 水和物~~硫酸鉄 (II) 七水和物  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  [~~硫酸鉄 (II) 七水和物~~, K8978, 特級] [7782-63-0] 【硫酸鉄 (II), 硫酸鉄 (II) 7 水和物, 硫酸第一鉄】

☆硫酸鉄 (II) 試液 【硫酸第一鉄試液】 ~~硫酸鉄 (II)~~硫酸鉄 (II) 七水和物 8 g を量り，新たに煮沸し冷却した水 100mL を加えて溶かす。用時調製する。

~~硫酸鉄 (III)—硫酸鉄 (III) n 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (III) n 水和物~~  $Fe_2(SO_4)_3 \cdot nH_2O$  [K8981, 特級] [15244-10-7] 【硫酸鉄 (III)】

☆硫酸鉄 (III) 試液 【硫酸第二鉄試液】 ~~硫酸鉄 (III)~~硫酸鉄 (III) n 水和物 50 g を量り，水約 500mL を加えてよく振り混ぜ，次に硫酸 200mL を加え，よく振り混ぜて溶かし，水を加えて 1,000mL とする。

~~硫酸鉄 (II) アンモニウム—硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (III) アンモニウム—硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物を見よ。~~

~~硫酸鉄 (II) 試液—硫酸第一鉄試液を見よ。~~

~~硫酸銅—硫酸銅 (II) 5 水和物を見よ。~~



~~硫酸銅・アンモニア試液~~ 硫酸銅 0.4 g を量り、クエン酸溶液 (1→5) / アンモニア試液混液 (3:2) 50ml を加えて溶かす。

☆硫酸銅 (II)  $\text{CuSO}_4$  [~~硫酸銅 (II)~~, K8984, 1 級] [7758-98-7] **【無水硫酸銅, 硫酸銅, 無水】**

~~硫酸銅 (II) 5 水和物~~ 硫酸銅 (II) 五水和物  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸銅 (II) 五水和物~~, K8983, 特級] [7758-99-8] **【硫酸銅, 硫酸銅 (II) 5 水和物】**

~~硫酸銅, 無水~~ 硫酸銅 (II) → 「硫酸銅 (II) 五水和物」の前に移動

10w/v % 硫酸銅 (II) 試液 硫酸銅 (II) 五水和物 15.6 g を量り、水を加えて溶かし、100mL とする。

~~硫酸ナトリウム~~ 硫酸ナトリウム 10 水和物を見よ。

☆硫酸ナトリウム  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  [~~硫酸ナトリウム~~, K8987, 特級] [7757-82-6] **【無水硫酸ナトリウム, 硫酸ナトリウム, 無水】**

~~硫酸ナトリウム 10 水和物~~ 硫酸ナトリウム十水和物  $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸ナトリウム十水和物~~, K8986, 特級] [7727-73-3] **【硫酸ナトリウム, 硫酸ナトリウム 10 水和物】**

~~硫酸ナトリウム, 無水~~ 硫酸ナトリウム → 「硫酸ナトリウム十水和物」の前に移動

~~硫酸ニッケルアンモニウム~~ 硫酸ニッケル (II) アンモニウム 6 水和物を見よ。

~~硫酸ニッケル (II) アンモニウム 6 水和物~~  $\text{NiSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸ニッケル (II) アンモニウム六水和物~~, K8990]

硫酸ヒドラジニウム  $\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4$  [K8992, 特級] [10034-93-2] **【硫酸ヒドラジン】**

~~硫酸ヒドラジン~~ 硫酸ヒドラジニウムを見よ。

~~硫酸マグネシウム~~ 硫酸マグネシウム 7 水和物を見よ。

☆硫酸マグネシウム七水和物  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸マグネシウム七水和物~~, K8995, 特級] [10034-99-8] **【硫酸マグネシウム, 硫酸マグネシウム 7 水和物】**

硫酸マグネシウム試液 ~~硫酸マグネシウム~~ 硫酸マグネシウム七水和物 11 g を量り、水 50mL を加えて溶かし、100mL とする。(0.5mol/L)

硫酸マグネシウム試液 (0.1mol/L) 硫酸マグネシウム七水和物 24.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

~~硫酸マグネシウム 7 水和物~~ 硫酸マグネシウム七水和物 → 「硫酸マグネシウム試液」の前に移動

~~硫酸マンガン~~ 硫酸マンガン (II) 5 水和物を見よ。

~~硫酸マンガン試液~~ 硫酸マンガン 90 g を量り、水約 200ml, リン酸約 175ml 及び硫酸 (1→2) 約 350ml を加えて溶かし、水を加えて 1,000ml とする。

~~硫酸マンガン (II) 5 水和物~~ 硫酸マンガン (II) 五水和物  $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸マンガン (II) 五水和物~~, K8997, 特級] [15244-36-7] **【硫酸マンガン, 硫酸マンガン (II) 5 水和物】**

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

~~硫酸リチウム~~ 硫酸リチウム 1 水和物を見よ。

~~硫酸リチウム 1 水和物~~ 硫酸リチウム一水和物  $\text{Li}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  [~~硫酸リチウム一水和物~~, K8994, 特級] [10102-25-7] **【硫酸リチウム, 硫酸リチウム 1 水和物】**

~~流動パラフィン~~ パラフィン, 流動を見よ。

☆流動パラフィン [8042-47-5] **【パラフィン, 流動】**

~~日本薬局方軽質流動パラフィンを用いる。~~

本品は、無色澄明の液体である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数  $2923\text{cm}^{-1}$ 、 $2854\text{cm}^{-1}$ 、 $1461\text{cm}^{-1}$ 、 $1376\text{cm}^{-1}$  及び  $725\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

密度 0.825～0.850 g/mL (20°C)

純度試験 (1) 多核芳香族炭化水素

使用する器具は全てヘキサンで洗っておく。本品 25mL を 100mL の分液漏斗に入れ、ヘキサン (HPLC用) 25mL を加えて激しく振り混ぜる。紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 5mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜ、15 分間放置する。下層を 50mL の分液漏斗に移し、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 2mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜ、2 分間放置する。下層を栓付遠沈管に移し、毎分 2500～3000 回転で約 10 分間遠心分離し、上澄液を分離したものを検液とする。紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 25mL に紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 5mL を加え、以下同一操作によって調製した上澄液を分離したものを比較液とする。吸収セル 10mm を用い、波長 260～350nm で比較液を対照として、検液の吸光度を測定すると、0.10 以下である。

(2) 硫酸着色物質

本品 10g をあらかじめ 85%硫酸試液で洗ったネスラー管に入れ、85%硫酸試液 10mL を加えて水浴中で 10 分間加熱する (試験管内の液面が水浴の水面以下になるように浸し、その間に 2～3 回激しく振り混ぜる)。試験管を水浴からとり出したとき、硫酸層の色は、比色標準液 D の色より濃くない。

リン酸  $\text{H}_3\text{PO}_4$  [りん酸, K9005, 特級] [7664-38-2]

~~リン酸二アンモニウム  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  [りん酸水素二アンモニウム, K9016]~~

~~リン酸二アンモニウム緩衝液 リン酸二アンモニウム 150g を量り、水 700mL を加えて溶かし、塩酸 (1→2) で pH5.5 に調整し、水を加えて 1,000mL とする。~~

リン酸カリウム緩衝液 (1 mol/L)

第 1 液：リン酸水素二カリウム 174g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：リン酸二水素カリウム 136g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.4 mol/L)

第 1 液：リン酸二水素カリウム 54.4g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：リン酸水素二カリウム 69.7g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.2 mol/L)

第 1 液：リン酸二水素カリウム 27.2g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 2 液：リン酸水素二カリウム 34.8g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸カリウム緩衝液 (0.1 mol/L) リン酸二水素カリウム 5.3g 及びリン酸水素二カリウム 10.6g を量り、水 950mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 又は塩酸試液 (2 mol/L) で、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し、水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム緩衝液 (0.05 mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 6.80 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二カリウム 8.71 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸カリウム緩衝液 (0.02mol/L)

第1液：リン酸水素二カリウム 3.5 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 2.7 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 0.68 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二カリウム 0.87 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L, pH7.0, 硫酸亜鉛含有) 硫酸亜鉛七水和物溶液 (18→3125)

1 mL を量り，pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.005mol/L) を加え 1000mL とする。

#### リン酸カリウム緩衝液 (pH6.5, 硫酸マグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有)

リン酸二水素カリウム 8.8 g 及びリン酸水素二カリウム 6.1 g を量り，水 900mL を加えて溶かし，硫酸マグネシウム試液 (0.1mol/L) 10mL 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 (0.005mol/L) 10mL 及び水を加えて 1000mL とする。pH が 6.50±0.05 であることを確認する。

#### リン酸カリウム・リン酸緩衝液 (1 mol/L) リン酸二水素カリウム 136 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，リン酸 (67→1000) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) リン酸二水素カリウム 27.2 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) リン酸二水素カリウム 13.6 g を量り，水 800mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整し，水を加えて 1000mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH7.0, フェノール含有) リン酸二水素カリウム 1.36 g を量り，水 80mL を加えて溶かし，フェノール溶液 (1→20) 3 mL 及びポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 3 mL を加え，水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH7.0 に調整した後，水を加えて 100mL とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH7.0, フェノール含有) リン酸二水素カリウム 1.36 g を量り，水 80mL を加えて溶かし，フェノール溶液 (1→20) 3 mL 及びポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→20) 3 mL を加え，水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH7.0 に調整した後，水を加えて 100mL とする。

リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>型)，強酸性強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体 (—O—PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>型) → 「希硫酸」の前に移動

リン酸—カリウムリン酸二水素カリウム → 「リン酸二水素カリウム，pH測定用」の前に移動

リン酸—カリウム，pH測定用リン酸二水素カリウム，pH測定用 → 「リン酸二水素カリウム試液 (0.2mol/L，エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有)」の前に移動

リン酸二カリウムリン酸水素二カリウム → 「リン酸水素二ナトリウム・12水」の前に移動

#### リン酸緩衝液 (0.5mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 71.0 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 68.0 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.4mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 54.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 143 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (1 / 3mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 47.3 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 45.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.2mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 28.4 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 27.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 14.2 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 13.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (1 / 15mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 9.1 g を量り、水を加えて加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム 9.5 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.05mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 6.8 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 17.9 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.02mol/L)

第1液：リン酸水素二ナトリウム 2.84 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸二水素カリウム 2.72 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.01mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 1.36 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 3.58 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH2.6)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g を量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。

第2液：リン酸 1.15 g を量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。

第1液1容量と第2液1容量とを混和し、両液を用いて pH2.6 に調整する。

#### リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH7.0, アルブミン含有) ウシ血清アルブミン (酵素用) 0.1 g を量

り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 10mL 及び水を加えて溶かし、100mL とする。この液 10mL

と、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 100mL を混和し、水を加えて 1000mL とする。

#### リン酸緩衝液 (0.005mol/L)

第1液：リン酸二水素カリウム 0.68 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 1.79 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

第1液と第2液を混和し，成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸緩衝液（塩化ナトリウム含有） リン酸水素二ナトリウム 33.0 g，リン酸二水素カリウム 14.0 g 及び塩化ナトリウム 3.3 g を量り，水を加えて溶かし，1000mL とする。

リン酸緩衝液（pH3.3） ~~リン酸一ナトリウム~~リン酸二水素ナトリウム二水和物 12 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000 mL~~ とする。これにリン酸を混和し，pH3.3 に調整する。

~~リン酸塩緩衝液（pH6.2）~~リン酸緩衝液（pH6.2） **【リン酸塩緩衝液（pH6.2）】**

第1液：~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 9.08 g ~~を~~量り，水を加えて溶かし，~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~無水リン酸二ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム 9.46 g ~~を~~量り，水を加えて溶かし，~~1,000 mL~~ とする。

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

リン酸緩衝液（pH6.4）

第1液：リン酸二水素カリウム 6.80 g（含量 100%相当）を水（二酸化炭素除去）で正確に 500mL にする。

第2液：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液：水 30mL を 100mL のポリエチレン製瓶に入れ，水酸化ナトリウム 36 g を少量ずつ加えて溶かし，栓をして 4～5 日放置する。その上澄液 10mL を 1000mL のポリエチレン製容器に入れ，水 1000mL を加え，A液とする。アミド硫酸（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.4～0.5 g を精密に量り，100mL のコニカルビーカー等に移し，水 25mL を加えて溶かした後，指示薬としてプロモチモールブルー試液数滴を加え，A液で滴定する。終点は，液の色が黄色から帯青緑色になるときとする。A液のファクターを，次式により計算する。

$$f = m / (0.019419 \times V) \times A / 100$$

ただし，f：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m：アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A：アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

第1液 50mL 及び第2液 6.3mL（第2液のファクターが，1.000 でない場合は，第2液のファクターを用いて，加える体積を補正する。）を正確に量り，メスフラスコに入れ，水（二酸化炭素除去）で 100mL にする。

リン酸緩衝液（pH6.5） リン酸水素二ナトリウム・12水 10.5 g 及びリン酸二水素カリウム 5.8 g を水 750mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）を加えて pH6.5 に調整した後，水を加えて 1000mL とする。

リン酸緩衝液（pH6.8） ~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 3.40 g 及び~~無水リン酸二ナトリウム~~リン酸水素二ナトリウム 3.55 g を量り，合わせ，水を加えて溶かし，~~1,000 mL~~ とする。

リン酸緩衝液（pH7）

第1液：pH測定用~~リン酸一カリウム~~リン酸二水素カリウム 27.218 g を量り，水を加えて溶かし，~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) を用いる。

第1液 50.0 ~~mL~~ と第2液 29.54 ~~mL~~ を混和し、水を加えて 200 ~~mL~~ とする。必要ならば、更にいずれかの液を加えて pH7 に調整する。

#### リン酸緩衝液 (pH7.1)

第1液：リン酸二ナトリウム リン酸水素二ナトリウム・12水 21.2 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 8.2 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~ とする。

第1液 2 容量と第2液 1 容量とを混和し、両液を用いて pH7.1 に調整する。

#### ~~リン酸緩衝液 (pH7.4)~~

~~第1液：pH測定用リン酸一カリウム 6.80 g を量り、水を加えて溶かして 500 mL とする。~~

~~第2液：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液を用いる。~~

~~第1液 50.0 mL と第2液 19.75 mL を混和し、水を加えて 100 mL とする。~~

#### リン酸緩衝液 (pH7.5)

第1液：リン酸二ナトリウム リン酸水素二ナトリウム・12水 53.7 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 20.4 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~ とする。

第1液 21 容量と第2液 4 容量とを混和し、両液を用いて pH7.5 に調整する。

#### リン酸緩衝液 (pH7.6)

第1液：~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 4.54 g を量り、水を加えて溶かし、~~500 mL~~ とする。

第2液：~~無水リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム 4.73 g を量り、水を加えて溶かし、~~500 mL~~ とする。

第1液 13 容量と第2液 87 容量とを混和し、両液を用いて pH7.6 に調整する。

#### リン酸緩衝液 (pH8)

第1液：~~無水リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム 23.88 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~ とする。

第2液：~~リン酸一カリウム~~ リン酸二水素カリウム 9.07 g を量り、水を加えて溶かし、~~1,000 mL~~ とする。

第1液 50 容量と第2液 7 容量とを混和し、両液を用いて pH8 に調整する。

#### ~~リン酸水素アンモニウムナトリウム 4水和物~~ リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物 $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ~~〔りん酸水素アンモニウムナトリウム四水和物, K9013:2002〕~~ [7783-13-3] 【リン酸水素アンモニウムナトリウム 4水和物】

本品は、白い結晶又は粒で、空気中で風解しやすい。く、水に溶けやすい。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液 (1→20) 5 mL に硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、更に硝酸 (1→3) 1 mL 又は (2→5) 5 mL を加えるとき、沈殿は溶ける。~~

~~(2) 本品の水溶液 (1→20) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加え、加熱するとき、アンモニアが発生する。~~

~~(3) 本品の水溶液 (1→20) はナトリウム塩(1)の反応を呈する。~~ 本品 1 g を量り、先端を湿らせ

た白金線に試料を付着させ、バーナーで融解させ、冷却するとき、無色透明な球となる。

~~純度試験—溶状—澄明 (1.0 g, 水 20ml)—~~

~~リン酸一ナトリウム~~ リン酸二水素ナトリウム二水和物 → 「リン酸三ナトリウム 12 水和物」の前  
に移動

☆ リン酸水素二カリウム  $K_2HPO_4$  [りん酸水素二カリウム, K9017, 特級] [7758-11-4]

~~リン酸二ナトリウム~~ リン酸水素二ナトリウム・12 水 → 「リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05mol/L)」の前に移動

~~リン酸二ナトリウム, 無水~~ リン酸水素二ナトリウム  $Na_2HPO_4$  [りん酸水素二ナトリウム, K9020, 特級] [7558-79-4] 【リン酸二ナトリウム, 無水, 無水リン酸二ナトリウム】

~~リン酸二ナトリウム, 無水, pH 測定用~~ リン酸水素二ナトリウム, pH 測定用  $Na_2HPO_4$  [りん酸水素二ナトリウム pH 標準液用, K9020, pH 標準液用] [7558-79-4] 【リン酸二ナトリウム, 無水, pH 測定用, pH 測定用無水リン酸二ナトリウム】

~~リン酸三ナトリウム 12 水和物~~  $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$  — [りん酸三ナトリウム・十二水和物, K9012]—

リン酸水素二ナトリウム・12 水  $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$  [りん酸水素二ナトリウム・12 水, K9019, 特級] [10039-32-4] 【リン酸二ナトリウム】

リン酸水素二ナトリウム試液 (0.2mol/L, アルブミン含有) リン酸水素二ナトリウム 28.4 g 及び  
ウシ血清アルブミン (酵素用) 0.5 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

リン酸水素二ナトリウム試液 (0.05mol/L) リン酸水素二ナトリウム 7.098 g を量り, 水を加えて  
溶かし, 1000mL とする。

リン酸水素二ナトリウム試液 (0.01mol/L) リン酸水素二ナトリウム 1.42 g を量り, 水を加えて  
溶かし, 1000mL とする。

リン酸水素二ナトリウム試液 (0.01mol/L, アルブミン含有) リン酸水素二ナトリウム 1.4 g 及び  
ウシ血清アルブミン (酵素用) 0.5 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

リン酸・テトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物試液 リン酸 1 mL 及びテトラ-*n*-ブチルアンモニウム臭化物 3.22 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L)

第 1 液: リン酸二水素ナトリウム二水和物 78 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液: リン酸水素二ナトリウム・12 水 179 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L)

第 1 液: リン酸二水素ナトリウム二水和物 31.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液: リン酸水素二ナトリウム・12 水 71.6 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L)

第 1 液: リン酸二水素ナトリウム二水和物 15.6 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液: リン酸水素二ナトリウム 14.2 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 1 液と第 2 液を混和し, 成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L)

第 1 液: リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第 2 液: リン酸水素二ナトリウム 7.1 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.01mol/L, pH7.0, エチレングリコール含有) pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.2mol/L) 50mL とエチレングリコール 100mL を混和し、水を加えて 1000mL とする。

リン酸ナトリウム緩衝液 (0.004mol/L)

第1液：リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.62 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：リン酸水素二ナトリウム・12水 1.43 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

☆リン酸二水素カリウム  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  [りん酸二水素カリウム, K9007, 特級] [7778-77-0] 【リン酸一カリウム】

☆リン酸二水素カリウム, pH 測定用  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  [りん酸二水素カリウム, pH 標準液用, K9007, pH 標準液用] [7778-77-0] 【pH 測定用リン酸一カリウム, リン酸一カリウム, pH 測定用】

リン酸二水素カリウム試液 (0.2mol/L, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) リン酸二水素カリウム 5.4 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74mg を量り、水を加えて溶かし、200mL とする。

リン酸二水素カリウム試液 (0.02mol/L) リン酸二水素カリウム 2.72 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

リン酸二水素テトラ-*n*-ブチルアンモニウム試液 (0.5mol/L) 本品は、無～微黄色の澄明な液体である。

確認試験 (1) 本品 10mL にアンモニア水 (2→5) 1 mL 及びマグネシア試液 2 mL を加え、振り混ぜると白い沈殿が生じる。

(2) 本品 10mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えて熱すると、アンモニアのにおいが発生する。

吸光度 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法より試験を行うとき、波長 240nm, 245nm, 300nm 及び 350nm は、それぞれ 0.50, 0.30, 0.15 及び 0.10 以下である。

純度試験 (1) 臭化物 Br 0.1% 以下

本品 0.2 g を量り、水で 20mL とし、硝酸 (2→3) 5 mL 及び硝酸銀溶液 (1→10) 1 mL を加えて 15 分間放置したものを検液とする。別に、臭化物イオン標準原液 2 mL に水を加えて 20mL とし、硝酸 (2→3) 5 mL 及び硝酸銀溶液 (1→10) 1 mL を加えて 15 分間放置したものを比較液とする。このとき検液に生じる濁りは、比較液に生じる濁りより濃くない。

(2) モル濃度 0.45～0.55mol/L

本品 25mL を正確に量り、水で 50mL としたものを 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 339.45mg  $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3]_4\text{NH}_2\text{P}\text{O}_4$

濃度は、次の式によって算出する。

$$A = \frac{0.33945 \times a \times f}{25 \times 1000}$$
$$B = \frac{A}{\quad}$$



339.45

ただし、A:濃度 (g/L)

B:モル濃度 (mol/L)

a:1 mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

f:1 mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

☆リン酸二水素ナトリウム二水和物  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  [りん酸二水素ナトリウム二水和物, K9009, 特級] [13472-35-0] 【リン酸一ナトリウム】

リン脂質測定用試液 コリンオキシダーゼ 3単位, パーオキシダーゼ (西洋ワサビ由来, グアヤコール基質) 6単位, フェノール 1mg 及び 4-アミノアンチピリン 0.6mg を量り, pH7.4 の HEPES 緩衝液 (0.05mol/L) 4mL を加えて溶かす。

~~リンモリブデン酸リンモリブデン酸  $n$ 水和物~~  $\text{H}_3(\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ~~-(12+ $n$ モリブド-(VI)りん酸  $n$ 水和物, K9026:1991)~~ [51429-74-4] 【リンモリブデン酸】

~~本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。、水及びジエチルエーテルに溶けやすい。~~

~~純度試験 (1) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.005% 以下~~

~~本品 3.0g を正確に量り、塩酸 (2→3) 1.5mL 及び水を加えて溶かして 60mL にし、これを A 液とする。A 液 20mL をとり、これにエタノール (95) 3mL と塩化バリウム溶液 (1→10) 2mL を加え、更に水を加えて 30mL とする。これを 1 時間放置して検液とする。別に A 液 20mL をとり、塩化バリウム溶液 (1→10) 2mL を加えて沸騰するまで加熱する。1 時間放置した後、水で湿した定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、ろ液にエタノール (95) 3mL を加える。これに硫酸イオン標準原液 0.5mL を加え、水を加えて 30mL とし、比較液とする。検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。~~

~~(2) カルシウム 0.02% 以下~~

~~本品 1.0g に水を加えて溶かして 100mL とし、検液とする。本品 1.0g に水 50mL を加えて溶かし、カルシウム標準液 (0.1mg/mL) 1mL を加え、次いで水を加えて 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 422.7nm~~

~~支燃性ガス 亜酸化窒素~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mL に、アンモニア試液 0.5mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液 2mL を加えるとき、沈殿は溶ける。更に硝酸 (1→2) 5mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5mL にアンモニア試液 1mL 及びマグネシア試液 1mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

ルチン, 定量用  $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  [250249-75-3]

本品は、淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である。

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

~~れ~~の付近に吸収帯を認める。

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

本品を 135°C, 2 時間乾燥し, その約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り, メタノールに溶かして正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100mL とし, 紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定する。

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

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8~12 分になるように調整する。

ルブソシド  $C_{32}H_{50}O_{13}$  [64849-39-4]

本品は, 白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき, 波数  $2940\text{cm}^{-1}$ ,  $1720\text{cm}^{-1}$ ,  $1660\text{cm}^{-1}$ ,  $1450\text{cm}^{-1}$ ,  $1240\text{cm}^{-1}$ ,  $1210\text{cm}^{-1}$ ,  $1170\text{cm}^{-1}$ ,  $1070\text{cm}^{-1}$  及び  $890\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り, メタノール 1 mL を加えて溶かす。この液 5μL につき, ステビオールビオシドの確認試験 (2) を準用し, 試験を行うとき, Rf 値 0.7 付近に主スポットを認める。

純度試験 類縁物質 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC 用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし, 検液とする。検液 10μL につき, 「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し, 面積百分率法により主ピークの量を求めるとき, 95.0% 以上である。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

L-α-レシチン (ダイズ由来) L-α-ホスファチジルコリン 酵素活性試験法に適するものを用いる。

~~レゾルシノール~~ レゾルシノール  $C_6H_4(OH)_2$  [~~レゾルシノール~~, K9032, 特級] [108-46-3]  
【レゾルシノール, レゾルシン】

~~レゾルシン~~ ~~レゾルシノールを見よ。~~

レバウジオシド A  $C_{44}H_{70}O_{23}$  [58543-16-1]

本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

~~融点 239~244°C~~

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $3350\text{cm}^{-1}$ 、 $2920\text{cm}^{-1}$ 、 $1730\text{cm}^{-1}$ 、 $1450\text{cm}^{-1}$ 、 $1210\text{cm}^{-1}$ 、 $1030\text{cm}^{-1}$  及び  $890\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、水 1 mL を加えて溶かす。この液 5  $\mu\text{L}$  につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.5 付近に主スポットを認める。

純度試験 類縁物質 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10  $\mu\text{L}$  につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

レバウジオシドA, 定量用  $\text{C}_{44}\text{H}_{70}\text{O}_{23}$  [58543-16-1]

本品は、白色の結晶又は粉末である。

確認試験 レバウジオシドAの確認試験の(1)及び(2)を準用する。

純度試験 類縁物質 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10  $\mu\text{L}$  につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、99.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

乾燥減量 5.0%以下 (50mg,  $105^{\circ}\text{C}$ , 2時間)

レバウジオシドB  $\text{C}_{38}\text{H}_{60}\text{O}_{18}$  [58543-17-2]

本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $3400\text{cm}^{-1}$ 、 $1700\text{cm}^{-1}$ 、 $1370\text{cm}^{-1}$ 、 $1240\text{cm}^{-1}$ 、 $1080\text{cm}^{-1}$ 、 $1040\text{cm}^{-1}$  及び  $890\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品 10mg を量り、メタノール 1 mL を加えて溶かす。この液 5  $\mu\text{L}$  につき、ステビオールビオシドの確認試験(2)を準用し、試験を行うとき、Rf 値 0.7 付近に主スポットを認める。

純度試験 類縁物質 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 10  $\mu\text{L}$  につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、95.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 40 分間までとする。

レバウジオシドC  $\text{C}_{44}\text{H}_{70}\text{O}_{22}$  [63550-99-2]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数  $2920\text{cm}^{-1}$ 、 $1730\text{cm}^{-1}$ 、 $1640\text{cm}^{-1}$ 、 $1450\text{cm}^{-1}$ 、 $1370\text{cm}^{-1}$ 、 $1230\text{cm}^{-1}$ 、 $1210\text{cm}^{-1}$ 、 $1080\text{cm}^{-1}$ 、 $900\text{cm}^{-1}$  及び  $580\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

(2) 本品 5mg に水/アセトニトリル (HPLC用) 混液 (7 : 3) を加えて 5 mL とし、検液とする。検液 10  $\mu\text{L}$  につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークの保持時間は同定用レバウジオシドCの保持時間と一致する。

純度試験 類縁物質 確認試験(2)の検液 10  $\mu\text{L}$  につき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから 30 分間までとする。

レバウジオシドC, 同定用  $\text{C}_{44}\text{H}_{70}\text{O}_{22}$  [63550-99-2]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) レバウジオシドCの確認試験の(1)を準用する。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液1 $\mu$ Lにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークのマススペクトルに、脱プロトン分子[M-H]<sup>-</sup>のシグナル( $m/z$  949)を認める。

操作条件

検出器 質量分析計(エレクトロスプレーイオン化法)。ただし、電圧値等のパラメータを調整しあらかじめ最適化しておく。

走査質量範囲  $m/z$ 100~1500(負イオン)

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

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 ギ酸(0.02mol/L)/アセトニトリル(HPLC用)混液(17:8)

流量 0.5mL/分

純度試験 確認試験(2)の検液10 $\mu$ Lにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、90.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

レバウジオシドD C<sub>50</sub>H<sub>80</sub>O<sub>28</sub> [63279-13-0]

本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数3400 $cm^{-1}$ 、2920 $cm^{-1}$ 、1730 $cm^{-1}$ 、1660 $cm^{-1}$ 、1450 $cm^{-1}$ 、1370 $cm^{-1}$ 、1230 $cm^{-1}$ 、1080 $cm^{-1}$ 及び890 $cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液10 $\mu$ Lにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークの保持時間は同定用レバウジオシドDの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 210nm)

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

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 A リン酸緩衝液(0.01mol/L, pH2.6)

移動相 B アセトニトリル(HPLC用)

濃度勾配 A:B(75:25)で12分間保持した後、A:B(75:25)から(50:50)までの直線濃度勾配を13分間行い、更にA:B(50:50)で15分間保持する。

流量 1.0mL/分

純度試験 確認試験(2)の検液10 $\mu$ Lにつき、確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから40分間までとする。

レバウジオシドD, 同定用 C<sub>50</sub>H<sub>80</sub>O<sub>28</sub> [63279-13-0]

本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) レバウジオシドDの確認試験の(1)を準用する。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液1μLにつき、レバウジオシドCの確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークのマスペクトルに、脱プロトン分子[M-H]<sup>-</sup>のシグナル(m/z1128)を認める。

純度試験 確認試験(2)の検液10μLにつき、レバウジオシドDの確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから40分間までとする。

レバウジオシドF C<sub>43</sub>H<sub>68</sub>O<sub>22</sub> [438045-89-7]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2920cm<sup>-1</sup>、1730cm<sup>-1</sup>、1640cm<sup>-1</sup>、1450cm<sup>-1</sup>、1370cm<sup>-1</sup>、1230cm<sup>-1</sup>、1210cm<sup>-1</sup>、1080cm<sup>-1</sup>、900cm<sup>-1</sup>及び580cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液10μLにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークの保持時間は同定用レバウジオシドFの保持時間と一致する。

純度試験 確認試験(2)の検液10μLにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

レバウジオシドF、同定用 C<sub>43</sub>H<sub>68</sub>O<sub>22</sub> [438045-89-7]

本品は、白～淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1)レバウジオシドFの確認試験の(1)を準用する。

(2) 本品5mgに水/アセトニトリル(HPLC用)混液(7:3)5mLを加えて溶かし、検液とする。検液1μLにつき、レバウジオシドCの確認試験(2)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、主ピークのマスペクトルに、脱プロトン分子[M-H]<sup>-</sup>のシグナル(m/z936)を認める。

純度試験 確認試験(2)の検液10μLにつき、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求めるとき、70.0%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークが検出されてから30分間までとする。

L-ロイシル-グリシル-グリシン C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 酵素活性試験法に適するものを用いる。

L-ロイシル-p-ニトロアニリド塩酸塩 C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>·HCl 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ローカストビーンガム(酵素用) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ワキシコーンスターチ 酵素活性試験法に適するものを用いる。

ワキシコーンスターチ(リントナー可溶化) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

本品は、モチトウモロコシ(Zea mays L. var. ceratina Sturt.)の種子から得られたデンプンを酸で処理した後、脱脂したものである。

性状 本品は、白色～淡黄色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品1gに水50mLを加えて煮沸し、放冷するとき、ほとんど溶解し、無色澄明又はわずかに白濁した粘性の液体となる。

(2) 本品にヨウ素試液 (0.005mol/L) を滴加するとき、赤紫色を呈する。

純度試験 本品を鏡検するとき、他のデンプン粒を認めない。また、原植物の組織の破片を含むことがあっても、極めてわずかである。鏡検は、日本薬局方一般試験法生薬試験法「鏡検」に準じて行う。

乾燥減量 5.0%以下 (4 g, 105°C, 6時間)

## 2. 容量分析用標準液

容量分析用標準液は、次のいずれかの方法によって調製し、規定された濃度 (mol/L) からのずれの度合いは、ファクターにより表す。通例、ファクターが 0.970~1.030 の範囲にあるように調製する。容量分析用標準液を使用するときは、その標準液の消費量 (滴定量) にファクターを乗じる。

0.1mol/L 亜鉛溶液 1000mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 6.538 g を含む。

亜鉛 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 3.3 g を精密に量り、水 25mL 及び硝酸 (1→3) 40mL を加え、冷却管を付けて水浴上で加熱して溶かす。更に穏やかに沸騰させて窒素酸化物を除いた後、放冷し、500mL のメスフラスコに移し、溶かすために使用した三角フラスコ及び冷却管を水洗し、洗液を先の 500mL のメスフラスコに加え、更に水を標線まで加えて混合する。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 3.2690 \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛 (標準物質) の採取量 (g)

A : 亜鉛 (標準物質) の含量 (%)

0.05mol/L 亜鉛溶液 1000mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 3.269 g を含む。

亜鉛 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 1.7 g を精密に量り、水 25mL 及び硝酸 (1→3) 25mL を加え、冷却管を付けて水浴上で加熱して溶かす。更に穏やかに沸騰させて窒素酸化物を除いた後、放冷し、500mL のメスフラスコに移し、溶かすために使用した三角フラスコ及び冷却管を水洗し、洗液を先の 500mL のメスフラスコに加え、更に水を標線まで加えて混合する。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 1.6345 \times A / 100$$

ただし、f : 0.05mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛 (標準物質) の採取量 (g)

A : 亜鉛 (標準物質) の含量 (%)

0.02mol/L 亜鉛溶液 1000mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 1.3076 g を含む。

亜鉛 (標準物質) の採取量を 0.66 g とし、0.05mol/L 亜鉛溶液に準じて調製する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 0.6538 \times A / 100$$

ただし、f : 0.02mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛 (標準物質) の採取量 (g)

A : 亜鉛 (標準物質) の含量 (%)

0.01mol/L 亜鉛溶液 1000mL 中亜鉛 (Zn, 分子量 65.38) 0.6538 g を含む。

亜鉛 (標準物質) の採取量を 0.33 g とし, 0.05mol/L 亜鉛溶液に準じて調製する。

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / 0.3269 \times A / 100$$

ただし, f : 0.01mol/L 亜鉛溶液のファクター

m : 亜鉛 (標準物質) の採取量 (g)

A : 亜鉛 (標準物質) の含量 (%)

0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 【0.1mol/L EDTA 溶液】

1,000mL 中エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> · 2H<sub>2</sub>O, 分子量 372.24) 37.22 g を含む。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 38 g を量り, 新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 1,000mL とする。ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 本液 20mL を正確に量り, アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし, 0.05mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。

規定度係数 = (0.05mol/L 塩化亜鉛溶液の消費量 (mL)) / (0.1mol/L EDTA 溶液の採取量 (mL) × 2) - 0.1mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り, 水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 10mL を加えて, 本液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は, 液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし, f : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.1mol/L 亜鉛溶液のファクター

V : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 【0.05mol/L EDTA 溶液】

1,000mL 中エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> · 2H<sub>2</sub>O, 分子量 372.24) 18.61 g を含む。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物

18.76 g を量り, 新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 1,000mL とする。ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 本液 20mL を正確に量り, アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし, 0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。

規定度係数 = (0.025mol/L 塩化亜鉛溶液の消費量 (mL)) / (0.05mol/L EDTA 溶液の採取量 (mL) × 2) - 0.05mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り, 水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 5mL を加えて, 本液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は, 液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 $f : 0.05\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$f_1 : 0.05\text{mol/L}$ 亜鉛溶液のファクター

$V : 0.05\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

**0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液** 【0.02mol/L EDTA溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 372.24) 7.445 g を含む。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 7.5 g を用い、~~0.05mol/L EDTA 溶液に準じて調製する。~~ 量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 ~~本液 25mL を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴)。~~ 0.02mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り、水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 5mL を加えて、本液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 $f : 0.02\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$f_1 : 0.02\text{mol/L}$ 亜鉛溶液のファクター

$V : 0.02\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

**0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液** 【0.01mol/L EDTA溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 372.24) 3.722 g を含む。

~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 3.8 g を用い、~~0.05mol/L EDTA 溶液に準じて調製~~ 量り、水を加えて溶かして 1000mL とする。ポリエチレン等の樹脂製の瓶に保存する。

標定 ~~本液 50mL を正確に量り、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.025mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴)。~~ 0.01mol/L 亜鉛溶液 25mL を正確に量り、水 75mL を加える。アンモニア水・塩化アンモニウム試液 5mL を加え、本液で滴定する (エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 $f : 0.01\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$f_1 : 0.01\text{mol/L}$ 亜鉛溶液のファクター

$V : 0.01\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化カリウム溶液、エタノール製を見よ。

~~0.1mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液、エタノール製を見よ。

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

~~0.05mol/L 塩化亜鉛溶液~~ 1,000mL 中 ~~塩化亜鉛~~ ( $\text{ZnCl}_2$ , 分子量 136.32) 6.816 g を含む。



~~亜鉛（標準試薬）約 1.6 g を精密に量り、ビーカーに入れ、塩酸（1→4）30mL を加え、時計皿で覆い、放置して水素ガスの発生が緩やかになってから水浴上で穏やかに加熱して溶かした後、時計皿及びビーカーの内壁を水洗し、水浴上でほとんど乾固するまで濃縮し、冷後、水を加えて正確に 500mL とする。~~

~~0.025mol/L 塩化亜鉛溶液 1,000mL 中塩化亜鉛（ $ZnCl_2$ 、分子量 136.32）3.408 g を含む。~~

~~亜鉛（標準試薬）約 1.6 g を精密に量り、0.05mol/L 塩化亜鉛溶液の調製と同様に操作し、冷後、水を加えて正確に 1,000mL とする。~~

☆0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液 【0.1mol/L 三塩化チタン溶液】

1,000mL 中三塩化チタン塩化チタン (III) ( $TiCl_3$ 、分子量 154.24) 15.42 g を含む。

三塩化チタン塩化チタン (III) 溶液 75mL を量り、塩酸 75mL を加え、新たに煮沸し冷却した水（二酸化炭素除去）を加えて 1,000mL とし、ビュレット付きの遮光した瓶に入れ、空気を窒素又は水素で置換し、2日間放置した後使用する。用時標定する。

標定 硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 3 g を量り、500mL の広口三角フラスコに入れ、二酸化炭素又は窒素を通じながら、新たに煮沸し冷却した水（二酸化炭素除去）50mL を加えて溶かし、硫酸（27→100）25mL を加え、二酸化炭素又は窒素を通じながら速やかに 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 40mL を正確に量り加え、この三塩化チタン溶液本液でほとんど終点近くまで滴定した後、直ちにチオシアン酸アンモニウム 5 g を加え、この三塩化チタン溶液本液で滴定を続け、終点は、液の色の消えたるときを終点とする。別に空試験を行い補正する。

~~規定度係数 = (0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の添加量 (mL)) / (0.1mol/L 三塩化チタン溶液の消費量 (mL))~~

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 40 / V$$

ただし、f : 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液のファクター

$f_1$  : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液 1,000mL 中塩化ナトリウム ( $NaCl$ 、分子量 58.44) 5.844 g を含む。

塩化ナトリウム（標準試薬）を 110°C で 2 時間乾燥し、塩化ナトリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 5.844 g を正確に精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 1,000mL とする。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 5.844 \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液のファクター

m : 塩化ナトリウム（標準物質）の採取量 (g)

A : 塩化ナトリウム（標準物質）の含量 (%)

又は塩化ナトリウム 5.9 g を量り、水に溶かして 1000mL とし、標定する。密栓して保存する。

標定 本液 25mL を正確に量り、水 50mL を加えてよく混ぜ、0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計又は、指示薬（ウラン試液数滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複

合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は、水 15mL を加えてよく混ぜ、0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定を行う。終点は、液の色が赤みを帯びるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液のファクター

$f_1$  : 0.1mol/L 硝酸銀溶液のファクター

$V$  : 0.1mol/L 硝酸銀溶液の消費量 (mL)

☆0.5mol/L 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 【0.5mol/L 塩酸ヒドロキシルアミン溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム ( $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ , 分子量 69.49) 34.75 g を含む。

~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム 35 g を正確に量り、水 40mL を加え、約 65°C に加熱加温して溶かし、冷後、ブロモフェノールブルー・水酸化ナトリウム試液 15mL を加え、更にエタノール (95) を加えて正確に ~~1,000mL~~ とする。用時調製する。

0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液 ~~1,000mL~~ 中 ~~塩化マグネシウム~~ 塩化マグネシウム六水和物 ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 203.30) 10.17 g を含む。

~~塩化マグネシウム~~ 塩化マグネシウム六水和物 10.2 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 (二酸化炭素除去) を加えて溶かし、~~1,000mL~~ とする。

標定 本液 25mL を正確に量り、水 50mL, ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニア水・塩化アンモニウム試液 3mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 ~~0.04g~~ 50mg を加え、液温を約 40°C に保ちながら、0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する。~~ただし、終点近くでゆっくりと滴定し、~~ 終点は、液の色が赤紫色がから青紫色に変わるときを終点とする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液のファクター

$f_1$  : 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$V$  : 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~6 mol/L 塩酸 1,000mL 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 218.8 g を含む。~~

~~塩酸 540mL を用い、1 mol/L 塩酸に準じて調製し、標定する。~~

2 mol/L 塩酸 1000mL 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 72.92 g を含む。

塩酸 180mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

標定 炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 2.6~2.8 g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定する (指示薬ブロモフェノールブルー試液 2 滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、直ちに滴定を続ける。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色に変わるときとする。

なお、滴定時は炭酸ガス (二酸化炭素) が大量に発生するので、注意する。

$$2 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 105.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.10599 \times V) \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 2 mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 2 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

**1 mol/L 塩酸** ~~1,000 mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 36.46 g を含む。

塩酸 ~~90 mL~~ を量り, 水を加えて ~~1,000 mL~~ とする。

標定 ~~あらかじめ約 270°C で 1 時間乾燥した炭酸ナトリウム (標準試薬) 約 1.5 g~~ 炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 1.3~1.4 g を精密に量り, 水 ~~70+100 mL~~ を加えて溶かし, ~~この塩酸本液~~ で滴定する。ただし, 被滴定液を激しくかき混ぜながら行い, 煮沸は行わない。終点の確認は, 電位差計又は指示薬 (プロモフェノールブルー試液 2 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は, 指示電極はガラス電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は, 水 50 mL を加えて溶かし, 本液で滴定する。ただし, 終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後, 直ちに滴定を続ける。終点は, 液の色が青紫色から帯青緑色に変わるときとする。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 52.99 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.05299 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 1 mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 1 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

**0.5 mol/L 塩酸** ~~1,000 mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 18.23 g を含む。

塩酸 ~~45 mL~~ を用い, 1 mol/L 塩酸に準じて調製し, ~~標定~~ する。

炭酸ナトリウム (標準物質) は, 0.6~0.7 g を精密に量り, 1 mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 26.497 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.026497 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 0.5 mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.5 mol/L 塩酸の消費量 (mL)

**0.2 mol/L 塩酸** ~~1,000 mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 7.292 g を含む。

1 mol/L 塩酸に水を加えて 5 倍容量に薄めるか, 又は塩酸 ~~18 mL~~ を用いて, 1 mol/L 塩酸に準じて調製する。炭酸ナトリウム (標準物質) は, 0.26~0.30 g を精密に量り, 1 mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.2 mol/L 塩酸 1 mL = 10.60 mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.01060 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 0.2 mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.2mol/L 塩酸の消費量 (mL)

**0.1mol/L 塩酸** ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 3.646 g を含む。

1 mol/L 塩酸に水を加えて 10 倍容量に薄めるか、又は塩酸 ~~9.0mL~~ を用いて、1 mol/L 塩酸に準じて調製する。炭酸ナトリウム (標準物質) は、0.13~0.16 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.1mol/L 塩酸 1 mL = 5.299mgNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005299 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 塩酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 塩酸の消費量 (mL)

**0.05mol/L 塩酸** 1000mL 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 1.823 g を含む。

0.1mol/L 塩酸に水を加えて 2 倍容量に薄め、標定は行わず、0.1mol/L 塩酸のファクターを用いるか、又は 1 mol/L 塩酸に水を加えて 20 倍容量に薄め、標定は行わず、1 mol/L 塩酸のファクターを用いる。

**0.02mol/L 塩酸** ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 0.7292 g を含む。

0.1mol/L 塩酸に水を加えて 5 倍容量に薄め、~~1mol/L 塩酸に準じて標定する。~~標定は行わず、0.1mol/L 塩酸のファクターを用いるか、又は 1 mol/L 塩酸に水を加えて 50 倍容量に薄め、標定は行わず、1mol/L 塩酸のファクターを用いる。

**0.01mol/L 塩酸** ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 0.3646 g を含む。

0.1mol/L 塩酸に水を加えて 10 倍容量に薄め、~~1mol/L 塩酸に準じて標定する。~~標定は行わず、0.1mol/L 塩酸のファクターを用いるか、又は 1 mol/L 塩酸に水を加えて 100 倍容量に薄め、標定は行わず、1 mol/L 塩酸のファクターを用いる。

~~0.5mol/L 塩酸~~ **ヒドロキシルアミン溶液** 0.5mol/L 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 ~~→0.05mol/L 塩化マグネシウム溶液の前に移動~~

~~0.5mol/L 塩酸溶液、メタノール製~~ **0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液** 【0.5mol/L メタノール製塩酸溶液】 ~~1,000mL~~ 中塩酸 (HCl, 分子量 36.46) 18.23 g を含む。

塩酸 ~~45mL~~ を量り、水 ~~45mL~~ を加えた後、メタノールを加えて ~~1,000mL~~ とする。用時、1 0.5mol/L 塩酸に準じて標定する。

0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液 1 mL = 26.497mgNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.026497 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.5mol/L 塩酸・メタノール溶液の消費量 (mL)

**0.1mol/L 過塩素酸液** ~~1,000mL~~ 中過塩素酸 (HClO<sub>4</sub>, 分子量 100.46) 10.05 g を含む。

~~過塩素酸約 8.5mL を量り、1,000mL のメスフラスコに入れ、酢酸 950mL を加えてよく振り混ぜ、~~

~~無水酢酸 15ml を 1 ml ずつよく振り混ぜながら加えた後、酢酸を加えて 1,000ml とし、一夜放置する。~~

~~標定 あらかじめ 120℃ で 1 時間乾燥したフタル酸水素カリウム約 0.4 g を精密に量り、酢酸 50ml を加え、水浴上で加熱して溶かし、この過塩素酸液で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1ml）。終点は、液の紫色が青色になるときとする。~~

~~規定度係数 = (フタル酸水素カリウムの採取量 (g) × 1,000 × 10) / (0.1mol/L 過塩素酸液の消費量 (ml) × 204.2)~~

あらかじめ水分を測定した非水滴定用酢酸 1000 g を量る。濃度既知の過塩素酸（含量 70～72%）14 g を加え、次の式によって算出した無水酢酸を加え混合した後、密栓して保存する。調製後 1 時間以上放置したものを用いる。

$$m = \{ (1000 \times W_1 / 100 + 14 \times W_2 / 100) - 0.5 \} \times 5.7$$

ただし、m：無水酢酸の質量（g）（水分含量 0.05% に調節するための量）

W<sub>1</sub>：非水滴定用酢酸の水分（%）

W<sub>2</sub>：[100 - 過塩素酸の濃度（%）] から求めた過塩素酸の水分（%）

標定 フタル酸水素カリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.5～0.6 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50ml を加え、本液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.422mg フタル酸水素カリウム

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / \{ 0.020422 \times (V - V_0) \} \times A / 100$$

ただし、f：0.1mol/L 過塩素酸のファクター

m：フタル酸水素カリウム（標準物質）の採取量（g）

A：フタル酸水素カリウム（標準物質）の含量（%）

V：0.1mol/L 過塩素酸の消費量（mL）

V<sub>0</sub>：空試験の 0.1mol/L 過塩素酸の消費量（mL）

**0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液** ~~1,000ml~~ 1050ml 中過マンガン酸カリウム (KMnO<sub>4</sub>, 分子量 158.03) 3.161 g を含む。

~~過マンガン酸カリウム約 3.32 g を量り、水 1,000ml 1050ml を加えて溶かし、15 分間煮沸し、密栓したフラスコ中に少なくとも 2 日間放置した後、1～2 時間穏やかに沸騰させた後、約 18 時間暗所に放置する。その上澄液をガラスろ過器（G 4）を用いてろ過する。遮光した共栓瓶に保存し、たびたび標定し直す。~~この場合、ガラスろ過器は、ろ過の前に水洗はしない。熱水などで洗浄し、乾燥した褐色瓶に密栓して保存する。

~~標定 あらかじめ 110℃ で恒量になるまで乾燥したシュウ酸ナトリウム（標準試薬）約 0.2 g を精密に量り、水約 250ml を加えて溶かし、硫酸 7ml を加え、約 70℃ に加熱し、熱時、この過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。~~シュウ酸ナトリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.20～0.24 g を精密に量り、水 200ml を加えて溶かす。硫酸（1→2）20ml を加え、液を 70℃ に加熱する。直ちに、調製した本液を、緩くかき混ぜながら、滴定所要量の約 2 ml 手前まで加える。液の赤色が消えるまで放置後、引き続き本液で滴定する。終点は、液の淡赤色が約 15 秒間残るときとする。又は、終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は白金電極を、

参照電極は銀-塩化銀電極又はガラス電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。別に空試験を行い補正する。

なお、いずれの滴定においても終点の液の温度は、60℃以上とする。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 6.700mgNa<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>  
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / \{0.006700 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし、f : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

m : シュウ酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : シュウ酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量 (mL)

V<sub>0</sub> : 空試験の 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量 (mL)

~~15mol/L 酢酸 1,000mL 中酢酸 (HCOOH, 分子量 46.03) 690.4g を含む。~~

~~酢酸 705g を量り、水を加えて 1,000mL とする。~~

~~標定 本液 1mL を正確に量り、水を加えて 50mL とし、0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。~~

0.1mol/L 酢酸亜鉛溶液 1,000mL 中酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物 (Zn (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O, 分子量 219.530) 21.95g を含む。

酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物約 22g を量り、酢酸 2mL 及び水 100mL 及び酢酸 (1→20) 10mL を加えて溶かした後、水を加えて 1,000mL とする。密栓して保存する。

標定 本液 20mL 25mL を正確に量り、水 75mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 6mL アンモニア水・塩化アンモニウム試液 2mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.1mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴 エリオクロムブラック T ・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 酢酸亜鉛溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.02mol/L 酢酸亜鉛溶液 1,000mL 中酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物 (Zn (CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O, 分子量 219.530) 4.3914.390g を含む。

酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物 4.43g を量り、酢酸 2mL 及び水 20mL 100mL 及び酢酸 (1→20) 2mL を加えて溶かし、水を加えて 1,000mL とする。その後、密栓して保存する。

標定 本液 25mL mL を正確に量り、水 75mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニア水・塩化アンモニウム試液 2mL mL 及び水を加えて約 100mL とし、0.02mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴 エリオクロムブラック T ・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f : 0.02\text{mol/L}$ 酢酸亜鉛溶液のファクター

$f_1 : 0.02\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$V : 0.02\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.01mol/L 酢酸亜鉛溶液 1,000mL 中酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物 ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 219.53) 2.195 g を含む。

酢酸亜鉛酢酸亜鉛二水和物約2.2 g を量り、酢酸 2 mL 及び水 1000mL を加えて溶かして1,000mL とするた後、密栓して保存する。

標定 本液 25mL を正確に量り、水 75mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニア水・塩化アンモニウム試液 2 mL 及び水を加えて約100mLとし、0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3滴エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は、液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f : 0.01\text{mol/L}$ 酢酸亜鉛溶液のファクター

$f_1 : 0.01\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$V : 0.01\text{mol/L}$ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L 酢酸ナトリウム溶液 1,000mL 中酢酸ナトリウム ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 136.0882.03) 13.618.203 g を含む。

酢酸ナトリウム 8.20 g を量り、非水滴定用酢酸 1000mL を加えて溶かして1,000mL とするた後、密栓して保存する。

標定 本液 25mL を正確に量り、酢酸 50mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸液 0.1mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬  $\alpha$ -ナフトールベンゼイン試液 1mL)。終点は、液の黄褐色が黄色を経て緑色を呈するときとする。空試験を行い補正する。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極はガラス電極、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f : 0.1\text{mol/L}$ 酢酸ナトリウム溶液のファクター

$f_1 : 0.1\text{mol/L}$ 過塩素酸のファクター

$V : 0.1\text{mol/L}$ 過塩素酸の消費量 (mL)

0.1mol/L 酢酸マグネシウム溶液 1,000mL 中酢酸マグネシウム酢酸マグネシウム四水和物 ( $\text{Mg}(\text{C}_2\text{H}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 214.465) 21.45 g を含む。

酢酸マグネシウム酢酸マグネシウム四水和物 21.5 g を量り、水を加えて溶かして1,000mL とする。

標定 本液 10mL 25mL を正確に量り、水約 50mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) アンモニア水・塩化アンモニウム試液 3 mL を加える。約 40°C に加熱しながら指示薬を加え、0.05mol/L EDTA 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3滴エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 50mg)。終点は液の色が赤色から青色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.1mol/L 酢酸マグネシウム溶液のファクター

$$f_1 : 0.1\text{mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター}$$

$$V : 0.1\text{mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)}$$

~~0.1mol/L 三塩化チタン溶液~~ 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液 → 0.1mol/L 塩化ナトリウム溶液  
の前に移動

次亜硫酸ナトリウム用 0.05mol/L ヨウ素溶液 0.05mol/L ヨウ素溶液, 次亜硫酸ナトリウム用を見よ。

~~1/60mol/L 重クロム酸カリウム溶液~~ 1/60mol/L 二クロム酸カリウム溶液 → 0.5mol/L メタノール製塩酸溶液の前に移動

0.05mol/L シュウ酸溶液 1,000mL 中 ~~シュウ酸~~ シュウ酸二水和物 ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ , 分子量 126.07) 6.303 g を含む。

~~シュウ酸~~ シュウ酸二水和物 6.45 g を量り, 水を加えて溶かして 1,000mL とする。遮光した共栓瓶に密栓して保存する。

標定 本液 25mL を正確に量り, ~~硫酸 (1→20) 200mL を加え, 約 70°C に加熱し, 熱時, 新たに標定した 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。~~ 硫酸 (1→21) 200mL を加えた後, 液温を 70°C にし, 緩くかき混ぜながら 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液を, 滴定所要量の約 2mL 手前まで加える。液の赤色が消えるまで放置後, 引き続き 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は, 液の淡赤色が約 30 秒間残るときとする。別に空試験を行い補正する。なお, いずれの滴定においても終点の液の温度は, 60°C 以上とする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/L シュウ酸溶液のファクター

$$f_1 : 0.02\text{mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター}$$

$$V : 0.02\text{mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量 (mL)}$$

0.05mol/L 臭素溶液 1000mL 中臭素 ( $Br_2$ , 分子量 159.81) 7.990 g を含む。

臭素酸カリウム 3 g 及び臭化カリウム 15 g を量り, 水を加えて溶かし, 1000mL とする。褐色瓶に密栓して保存する。

標定 本液 25mL を正確に量り, 水 100mL 及び硫酸 (1→5) 10mL を加え, 直ちに栓をして穏やかに振り混ぜる。次にヨウ化カリウム 2 g を加えて, 直ちに栓をして穏やかに振り混ぜ, 暗所に 2~3 分放置した後, 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3 mL)。ただし, デンプン試液は, 終点近くで液がうすい黄色になったときに加え, 終点は, 液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times (V - V_0) / 25$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/L 臭素溶液のファクター

$$f_1 : 0.1\text{mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター}$$

$$V : 0.1\text{mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)}$$

$$V_0 : \text{空試験の } 0.1\text{mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)}$$



0.1mol/L硝酸 1000mL 中硝酸 (HNO<sub>3</sub>, 分子量 63.01) 6.301 g を含む。

硝酸 7 mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

標定 炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.13～0.16 g を精密に量り、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定する。ただし、被滴定液を激しくかき混ぜながら行い、煮沸は行わない。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (プロモフェノールブルー試液 2 滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合は、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定する。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、直ちに滴定を続ける。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色になるときとする。

0.1mol/L硝酸 1 mL = 5.299mgNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005299 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L硝酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L硝酸の消費量 (mL)

0.1mol/L硝酸銀溶液 ~~1,000mL~~ 中硝酸銀 (AgNO<sub>3</sub>, 分子量 169.87) 16.99 g を含む。

硝酸銀 ~~約 17.5 g~~ を量り、水 ~~1,000mL~~ を加えて溶かして 1000mL とする。 ~~密栓し、遮光して暗所に保存する。~~

標定 ~~0.1mol/L塩化ナトリウム溶液 25mL を正確に量り、水 50mL 及びクロム酸カリウム溶液 (1→20) 1 mL を加え、振り混ぜながらこの硝酸銀溶液で持続する淡赤褐色を呈するまで滴定する。~~  
塩化ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.14～0.17 g を精密に量り、水 70mL を加えて溶かし、本液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計又は、指示薬 (ウラニン試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極は白金電極又は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の色が赤みを帯びるときとする。

0.1mol/L硝酸銀溶液 1 mL = 5.844mgNaCl

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005844 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L硝酸銀溶液のファクター

m : 塩化ナトリウムの採取量 (g)

A : 塩化ナトリウムの含量 (%)

V : 0.1mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L硝酸銀溶液 1000mL 中硝酸銀 (AgNO<sub>3</sub>, 分子量 169.87) 8.495 g を含む。

硝酸銀 8.5 g を量り、水を加えて溶かして 1000mL とした後、密栓し、遮光して暗所に保存する。

標定 塩化ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.07～0.09 g を精密に量り、水 70mL を加えて溶かし、本液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (ウラニン試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることがで

きる。指示薬を用いる場合は、水 50mL を加えて溶かし、本液で滴定を行う。終点は、液の色が赤みを帯びるときとする。

$0.05\text{mol/L}$  硝酸銀溶液 1 mL = 2.922mgNaCl

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.002922 \times V) \times A / 100$$

ただし、 $f$  :  $0.05\text{mol/L}$  硝酸銀溶液のファクター

$m$  : 塩化ナトリウムの採取量 (g)

$A$  : 塩化ナトリウムの含量 (%)

$V$  :  $0.05\text{mol/L}$  硝酸銀溶液の消費量 (mL)

$0.05\text{mol/L}$  硝酸鉛 (II) 溶液 1000mL 中硝酸鉛 (II) ( $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 、分子量 331.21) 16.56 g を含む。

硝酸鉛 (II) 17.0 g を量り、メスフラスコに入れ、硝酸 (1→51) 25mL を加えて溶かし、水で 1000mL とする。

標定 本液 25mL を正確に量り、ヘキサメチレンテトラミン溶液 (1→10) 10mL を加え、硝酸 (1→11) を用いて pH5.2~5.4 に調整し、 $0.05\text{mol/L}$  エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 キシレノールオレンジ試液数滴)。終点は、液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  :  $0.05\text{mol/L}$  硝酸鉛 (II) 溶液のファクター

$f_1$  :  $0.05\text{mol/L}$  エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

$V$  :  $0.05\text{mol/L}$  エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

☆ $0.1\text{mol/L}$  硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 溶液 【 $0.1\text{mol/L}$  硫酸第二セリウム溶液】

~~1,000mL~~ 中 ~~硫酸第二セリウム ( $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 、分子量 332.24) 33.22 g~~ 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) ( $\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$  分子量 548.22) 54.82 g を含む。

~~硝酸セリウムアンモニウム~~ 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 567 g を量り、~~ビーカー~~ に入れ、~~硫酸 31mL (3→53) 500mL~~ を加えて 混和し溶かし、~~水 20mL ずつを注意深く加えて溶かす。ビーカーにふたをして一夜放置した後、ガラスろ過器を用いてろ過し、~~ 水を加えて 1,000mL とする。~~し、~~ 約 18 時間放置した後、必要ならばろ過する。密栓して保存する。

標定 ~~あらかじめ 100°C で 1 時間乾燥した三酸化ヒ素 (標準試薬) 約 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→25) 25mL を加え、振り混ぜて溶かす。次に水 100mL を加え、硫酸 (1→3) 10mL、オルトフェナントロリン試液 2 滴及びオスミウム酸・ $0.05\text{mol/L}$  硫酸溶液 (1→400) 2 滴を加え、この硫酸第二セリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤色が淡青色になるときとする。~~  
 $0.1\text{mol/L}$  硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 25mL を正確に量り、リン酸 5mL を加え、本液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約 0.2mL)。終点は、液の色が赤褐色から青緑色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 $f$  :  $0.1\text{mol/L}$  硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 溶液のファクター

$f_1$  :  $0.1\text{mol/L}$  硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)

~~規定度係数 = (三酸化ヒ素の採取量 (g) × 1,000) / (0.1mol/L 硫酸第三セリウム溶液の消費量 (mL) × 4.946)~~

0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液 ~~1,000mL~~ mL 中 ~~硝酸ビスマス~~ 硝酸ビスマス五水和物 (Bi(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O, 分子量 485.07) 4.851 g を含む。

~~硝酸ビスマス~~ 硝酸ビスマス五水和物 4.869 g を量り, 硝酸 (1 → ~~10~~ 3) ~~60mL~~ 20mL を加えて ~~溶かし~~, 水 1000mL を加えて溶かした後 ~~1,000mL~~ と密栓して保存する。

標定 本液 25 ~~mL~~ mL を正確に量り, ~~水 50mL~~ を加えて, 硝酸 (1 → 3) を用いて pH 1 ~ 2 に調整する。

0.01mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 キシレノールオレンジ試液 ~~1~~ 数滴)。終点は, 液の色が赤色から黄色に変わるときとする。

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし, f : 0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

1 mol/L 水酸化カリウム溶液 ~~1,000mL~~ mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 56.11 g を含む。

~~水酸化カリウム約 70 g を用い, 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し, 標定する。~~

水酸化カリウム, 水酸化カリウム溶液 (高純度) 又は水酸化カリウム溶液 (半導体用) の水酸化カリウムとして 70 g に相当する量をポリエチレン等の樹脂製容器に量り, 水 (二酸化炭素除去) 1000mL を加えて溶かした後, 密栓して二酸化炭素を遮り, 4 ~ 5 日間放置する。その上澄液をポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 アミド硫酸 (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 2.4 ~ 2.6 g を精密に量り, 水 70mL を加えて溶かした後, 本液で滴定をする。終点の確認は, 電位差計又は指示薬 (プロモチモールブルー試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は, 指示電極はガラス電極を, 参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし, 指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は, 液の色が黄色から帯青緑色に変わるときとする。

1 mol/L 水酸化カリウム溶液 1 mL = 97.09mg HO S O<sub>2</sub> N H<sub>2</sub>

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = m / (0.09709 \times V) \times A / 100$$

ただし, f : 1 mol/L 水酸化カリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 1 mol/L 水酸化カリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.5mol/L 水酸化カリウム溶液 1,000mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 28.05 g を含む。~~

~~1 mol/L 水酸化カリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 2 倍容量に薄めるか, 又は水酸化カリウム約 35 g を用いて 1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L 水酸化カリウム溶液に準じて標定する。~~

0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 ~~1,000mL~~ mL 中水酸化カリウム (KOH, 分子量 56.11) 5.611 g を含

む。

~~1 mol/L水酸化カリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて10倍容量に薄めるか、又は水酸化カリウム約7gを用いて1 mol/L水酸化カリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L水酸化カリウム溶液に準じて標定する。~~

水酸化カリウム、水酸化カリウム溶液（高純度）又は水酸化カリウム溶液（半導体用）の水酸化カリウムとして7gに相当する量を用い、1 mol/L水酸化カリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸（標準物質）の採取量を約0.24~0.26gとし、1 mol/L水酸化カリウム溶液に準じて標定する。

0.1 mol/L水酸化カリウム溶液 1 mL = 9.709 mg  $\text{HO SO}_2\text{NH}_2$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.009709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1 mol/L水酸化カリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 0.1 mol/L水酸化カリウム溶液の消費量（mL）

~~0.5 mol/L水酸化カリウム溶液、エタノール製~~0.5 mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 【0.5 mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液】 ~~1,000 mL~~1 mL 中水酸化カリウム(KOH, 分子量 56.11) 28.05 gを含む。

~~水酸化カリウム約35gを量り、水20mLを加えて溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて1,000mLとし、共栓又はゴム栓で密栓した容器に入れて24時間放置し、上澄液を別の瓶に速やかに傾斜し、ゴム栓で密栓し、遮光して保存する。~~

~~標定 0.5 mol/L塩酸 25 mLを正確に量り、水 50 mLを加え、このエタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 2滴）。~~

水酸化カリウム 35 gを高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水（二酸化炭素除去）20 mLを加えて溶かした後、エタノール（無アルデヒド）を加えて1000 mLとし、混合する。密栓して二酸化炭素を遮り、2~3日間放置した後、その上澄液を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 0.25 mol/L硫酸 25 mLを正確に量り、水（二酸化炭素除去）50 mLを加え、本液で滴定する。

終点の確認は、電位差計又は指示薬（フェノールフタレイン溶液 3滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極（非水滴定用）を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、f : 0.5 mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液のファクター

$f_1$  : 0.25 mol/L硫酸のファクター

V : 0.5 mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量（mL）

~~0.1 mol/L水酸化カリウム溶液、エタノール製~~0.1 mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 【0.1 mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液】 ~~1,000 mL~~1 mL 中水酸化カリウム(KOH, 分子量 56.11) 5.611 gを含む。

~~水酸化カリウム約7gを用い、0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液に準じて調製し、標定する。~~

水酸化カリウム7gを高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水（二酸化炭素除去）20mLを加えて溶かした後、エタノール（無アルデヒド）を加えて1000mLとし、混合する。密栓して二酸化炭素を遮り、2～3日間放置した後、その上澄液を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 0.05mol/L硫酸25mLを正確に量り、水（二酸化炭素除去）50mLを加え、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬（フェノールフタレイン溶液3滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極（非水滴定用）を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、f：0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液のファクター

f<sub>1</sub>：0.05mol/L硫酸のファクター

V：0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量（mL）

~~0.02mol/L水酸化カリウム溶液、エタノール製0.02mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液~~

【0.02mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液】 1,000mL中水酸化カリウム（KOH、分子量56.11）1.122gを含む。

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

0.1mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液にエタノール（無アルデヒド）を加えて5倍容量に薄める。

標定 0.01mol/L硫酸25mLを正確に量り、水（二酸化炭素除去）50mLを加え、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬（フェノールフタレイン溶液3滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極（非水滴定用）を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の淡赤色が約30秒間残るときとする。用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、f：0.02mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液のファクター

f<sub>1</sub>：0.01mol/L硫酸のファクター

V：0.02mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液の消費量（mL）

1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1,000mL中水酸化ナトリウム（NaOH、分子量40.00）40.00gを含む。

~~水酸化ナトリウム45gを量り、水約950mLを加えて溶かし、新たに調製した水酸化バリウム飽和溶液を、沈殿がもはや生じなくなるまで加える。液をよく振り混ぜた後、密栓し、一夜放置する。上澄液を傾斜するか、又は液をろ過する。本液は、ゴム栓で密栓するか、又は二酸化炭素吸接管（ソダ石灰）を付けた瓶に保存し、たびたび標定し直す。水酸化ナトリウム40gを高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水（二酸化炭素除去）100mLを加えて溶かし、冷却後、高密度ポリエチ~~

レン等の樹脂製気密容器に移し、一昼夜以上放置する。その液を高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に移し、水（二酸化炭素除去）を加えて1000mLとし、混合する。密栓して保存する。

水酸化ナトリウム溶液（高純度）又は水酸化ナトリウム溶液（半導体用）の水酸化ナトリウムとして40gに相当する量を、水（二酸化炭素除去）1000mLに溶かし、その液を約1時間かくはんする。必要があれば、約24時間放置後、0.2μmのフィルターでろ過する。高密度ポリエチレン等の樹脂製容器に密栓して保存する。

又は、水酸化ナトリウム165gをポリエチレン等の樹脂製容器に量り、水（二酸化炭素除去）150mLを加えて溶かした後、密栓して二酸化炭素を遮り4～5日間放置する。その上澄液54mLを1000mLのポリエチレン等の樹脂製容器に入れ、水（二酸化炭素除去）を加えて1000mLとし、混合する。高密度ポリエチレンなどの樹脂製容器に密栓して保存する。

標定 ~~フタル酸水素カリウムを粉末とし、100℃で3時間乾燥し、その約5gを精密に量り、新たに煮沸し冷却した水75mLを加えて溶かし、この水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬フェノールフタレイン試液2滴）。~~アミド硫酸（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その2.4～2.6gを精密に量り、水70mLを加えて溶かした後、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬（プロモチモールブルー試液数滴）を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極は複合型のものを用いることができる。指示薬を用いる場合の終点は、液の色が黄色から帯青緑色に変わるときとする。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 97.09 mg H O S O<sub>2</sub> N H<sub>2</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.09709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000 mL~~ 中水酸化ナトリウム（NaOH、分子量 40.00）20.00 g を含む。

~~水酸化ナトリウム約22gを用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し、標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~

水酸化ナトリウム20g、水酸化ナトリウム溶液（高純度）の上澄液27mL又は水酸化ナトリウム溶液（半導体用）の上澄液27mLを用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸（標準物質）の採取量を約1.2～1.3gとし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 48.55 mg H O S O<sub>2</sub> N H<sub>2</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.04855 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

0.45mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 18.00 g を含む。

~~水酸化ナトリウム約 20 g を用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製し、標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~

水酸化ナトリウム 18 g, 水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 24.3 mL 又は水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 24.3 mL を用い、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を約 1.08~1.17 g とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 43.69 mg  $\text{HOSO}_2\text{NH}_2$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.04369 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 9.999 g を含む。

~~1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて4倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約 11 g を用いて1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて4倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約 10 g, 水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 13.5 mL 若しくは水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 13.5 mL を用いて1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を約 0.60~0.65 g とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 24.27 mg  $\text{HOSO}_2\text{NH}_2$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.02427 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.25mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1,000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 7.999 g を含む。

~~1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて5倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約 9 g を用いて1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて5倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約 8 g, 水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 10.8 mL 若しくは水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 10.8 mL を用いて1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を 0.48~0.52 g とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=19.42mgHOSO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>  
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.01942 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1=000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 4.000 g を含む。

~~1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて10倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約4.5gを用いて1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて10倍容量に薄めるか、又は水酸化ナトリウム約4.5g, 又は水酸化ナトリウム溶液 (高純度) の上澄液 5.4mL 若しくは水酸化ナトリウム溶液 (半導体用) の上澄液 5.4mL を用いて1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて調製する。アミド硫酸 (標準物質) の採取量を 0.24~0.26 g とし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=9.709mgHOSO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>  
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.009709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1=000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 2.000 g を含む。

~~1 mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて20倍容量に薄める。1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水 (二酸化炭素除去) を加えて20倍容量に薄める。標定は行わず、1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクターを用いる。又はアミド硫酸 (標準物質) の採取量を 0.12~0.13 g とし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=4.855mgHOSO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>  
ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.004855 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸 (標準物質) の採取量 (g)

A : アミド硫酸 (標準物質) の含量 (%)

V : 0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液 ~~1=000mL~~ 中水酸化ナトリウム (NaOH, 分子量 40.00) 0.7999 g を含む。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて5倍容量に薄める。~~1mol~~



~~1 mL水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水（二酸化炭素除去）を加えて5倍容量に薄める。標定は行わず、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクターを用いる。又はアミド硫酸（標準物質）の採取量を48~52mgとし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=1.942mgHOSO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.001942 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

**0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液** ~~1,000mL~~中水酸化ナトリウム（NaOH、分子量40.00）0.400gを含む。

~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて10倍容量に薄める。1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定し、保存する。本液は、たびたび標定し直す。~~に水（二酸化炭素除去）を加えて10倍容量に薄める。標定は行わず、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクターを用いる。又はアミド硫酸（標準物質）の採取量を24~26mgとし、1mol/L水酸化ナトリウム溶液に準じて標定する。

0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=0.9709mgHOSO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.0009709 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

m : アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）

A : アミド硫酸（標準物質）の含量（%）

V : 0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）

**0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液** ~~1,000mL~~中チオシアン酸アンモニウム（NH<sub>4</sub>SCN、分子量76.12）7.612gを含む。

チオシアン酸アンモニウム約8gを量り、水~~1,000mL~~を加えて溶かす。~~本液は、0.1mol/Lチオシアン酸カリウム溶液で代用してもよい。~~した後、密栓して保存する。

標定 0.1mol/L硝酸銀溶液 ~~30mL~~25mLを正確に量り、~~共栓フラスコに入れ、水50mL~~25mL、硝酸~~2mL~~及びニトロベンゼン10mLを加え、~~硫酸第三鉄アンモニウム試液2mL~~を加え、~~振り混ぜながら、このチオシアン酸アンモニウム溶液で液が持続する赤褐色を呈するまでよくかき混ぜながら~~本液で滴定する（指示薬 硫酸アンモニウム鉄（III）・硝酸試液2mL）。終点は、液の色が褐色になるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、f : 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.1mol/L硝酸銀溶液のファクター

V : 0.1mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液の消費量（mL）

**0.05mol/Lチオシアン酸アンモニウム溶液** 1000mL中チオシアン酸アンモニウム（NH<sub>4</sub>SCN、分

子量 76.12) 3.806 g を含む。

チオシアン酸アンモニウム 4 g を量り、水 1000mL を加えて溶かした後、密栓して保存する。

標定 0.05mol/L 硝酸銀溶液 25mL を正確に量り、水 25mL、硝酸 2 mL 及びニトロベンゼン 10mL を加え、よくかき混ぜながら本液で滴定する(指示薬 硫酸アンモニウム鉄(III)・硝酸試液 2 mL)。終点は、液の色が褐色になるときとする。必要に応じて、用時標定する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times 25 / V$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクター

$f_1$  : 0.05mol/L 硝酸銀溶液のファクター

$V$  : 0.05mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1,000mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 ~~248.19~~248.18) 24.82 g を含む。

チオ硫酸ナトリウム五水和物約 26 g 及び無水炭酸ナトリウム炭酸ナトリウム 0.2 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 (溶存酸素除去) 1000mL を加えて溶かして 1,000mL とした後、密栓して保存する。本液は、たびたび標定し直す。調製後 2 日間放置したものを用いる。

標定 本液で 0.05mol/L ヨウ素溶液を滴定するか、又は次のように 1/60mol/L 重クロム酸カリウム溶液を滴定して標定する。

1/60mol/L 重クロム酸カリウム溶液 30mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、水 50mL、ヨウ化カリウム 2 g 及び塩酸 5 mL を加え、密栓して 10 分間放置する。次に水 100mL を加え、このチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 4 mL)。ヨウ素酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.9~1.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。その 25mL を正確に量り、水 75mL、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸 (1 → 2) 2 mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所に 5 分間放置し、本液で滴定する(指示薬 デンプン試液 3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に水 100mL を用いて空試験を行い補正する。

$$0.1\text{mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 } 1\text{ mL} = 3.5667\text{mg K I O}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = (m \times 25 / 250) / \{0.0035667 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$m$  : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の採取量 (g)

$A$  : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の含量 (%)

$V$  : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

$V_0$  : 空試験の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1000mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 248.18) 12.41 g を含む。

チオ硫酸ナトリウム五水和物 13 g 及び炭酸ナトリウム 0.2 g を量り、水 (溶存酸素除去) 1000mL を加えて溶かした後、密栓して保存する。調製後 2 日間放置したものを用いる。

標定 ヨウ素酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.4 ~ 0.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。その 25mL を正確に量り、水 75mL、ヨウ化カリウム 1 g 及び硫酸 (1 → 2) 2 mL を加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所

に5分間放置し、本液で滴定する（指示薬 デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に水100mLを用いて空試験を行い補正する。

$0.05\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液  $1\text{mL}=1.7833\text{mg K I O}_3$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = (m \times 25 / 250) / \{0.0017833 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし、 $f$ ： $0.05\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$m$ ：ヨウ素酸カリウムの採取量（g）

$A$ ：ヨウ素酸カリウムの含量（%）

$V$ ： $0.05\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（mL）

$V_0$ ：空試験の  $0.05\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（mL）

**0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液** ~~1,000mL~~中~~チオ硫酸ナトリウム~~チオ硫酸ナトリウム五水和物（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，分子量 ~~248.19~~248.18）2.482 gを含む。

~~0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて10倍容量に薄め、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に準じて用時標定する。~~チオ硫酸ナトリウム五水和物2.6gと炭酸ナトリウム0.2gを量り、水（溶存酸素除去）1000mLを加えて溶かした後、密栓して保存する。調製後2日間放置したものを用いる。

標定 ヨウ素酸カリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その0.3~0.4gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に250mLとする。その25mLを正確に量り、水75mL、ヨウ化カリウム1g及び硫酸（1→2）2mLを加え、直ちに栓をして穏やかに振り混ぜて、暗所に5分間放置し、本液で滴定する（指示薬 デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に水100mLを用いて空試験を行い補正する。

$0.01\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液  $1\text{mL}=0.35667\text{mg K I O}_3$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = (m \times 25 / 250) / \{0.00035667 \times (V - V_0)\} \times A / 100$$

ただし、 $f$ ： $0.01\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$m$ ：ヨウ素酸カリウムの採取量（g）

$A$ ：ヨウ素酸カリウムの含量（%）

$V$ ： $0.01\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（mL）

$V_0$ ：空試験の  $0.01\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（mL）

**0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液** ~~1,000mL~~中~~チオ硫酸ナトリウム~~チオ硫酸ナトリウム五水和物（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，分子量 ~~248.19~~248.18）1.241 gを含む。

~~0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に新たに煮沸し冷却した水を加えて20倍容量に薄め、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に準じて用時標定する。~~10mLを200mLのメスフラスコに正確に量り、水（溶存酸素除去）を標線まで加えて混合する。用時調製する。標定は行わず、 $0.1\text{mol/L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液のファクターを用いる。

☆**1/60mol/Lニクロム酸カリウム溶液** 【**1/60mol/L重クロム酸カリウム溶液**】~~1,000mL~~中~~重クロム酸カリウム~~ニクロム酸カリウム（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，分子量294.18）4.903 gを含む。

~~重クロム酸カリウム（標準試薬）を粉末にして120°Cで恒量になるまで乾燥し、その4.903gニク~~

ロム酸カリウム（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その4.9～5.0 gを正確に精密に量り、水を加えて溶かして正確に1,000 mLとする。密栓して保存する。

$$1/60 \text{ mol/L 二クロム酸カリウム溶液 } 1 \text{ mL} = 4.903 \text{ mg K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 4.903 \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 1/60 mol/L 二クロム酸カリウム溶液のファクター

$m$  : 二クロム酸カリウム（標準物質）の採取量 (g)

$A$  : 二クロム酸カリウム（標準物質）の含量 (%)

又は、二クロム酸カリウム 5 g を量り、水（溶存酸素除去）を加えて溶かし、水（溶存酸素除去）で 1000 mL にする。密栓して保存する。

標定 本液 25 mL を 300 mL の共通すり合わせ三角フラスコに正確に量り、水 50 mL 及びヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かした後、硫酸（1→6）6 mL を加える。直ちに栓をして穏やかに振り混ぜ、暗所に 5 分間放置した後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の色が青緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$f_1 = f_2 \times (V - V_0) / 25$$

ただし、 $f_1$  : 1/60 mol/L 二クロム酸カリウム溶液のファクター

$f_2$  : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$V_1$  : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

$V_0$  : 空試験の 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.5 mol/L メタノール製塩酸溶液~~ 0.5 mol/L 塩酸溶液、メタノール製を見よ。

~~0.5 mol/L メタノール製モルホリン溶液~~ 0.5 mol/L モルホリン溶液、メタノール製を見よ。

~~0.5 mol/L モルホリン溶液~~、メタノール製 0.5 mol/L モルホリン・メタノール溶液 【0.5 mol/L メタノール製モルホリン溶液】 1,000 mL 中モルホリン ( $\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}$ , 分子量 87.12) 43.56 g を含む。

モルホリン 11 mL を量り、メタノールを加えて 250 mL とする。

0.05 mol/L ヨウ素溶液 1,000 mL 中ヨウ素 ( $\text{I}_2$ , ~~原子量 126.90~~ 分子量 253.81) 12.69 g を含む。

~~ヨウ素約 14 g を量り、ヨウ化カリウム溶液（9→25）100 mL を加えて溶かし、塩酸 3 滴及び水を加えて 1,000 mL とする。本液は、共栓瓶に保存し、たびたび標定し直す。ヨウ化カリウム 40 g を量り、水 25 mL 及びヨウ素 13 g を加えて溶かした後、水を加えて 1000 mL とする。これに塩酸 3 滴を加えて混合した後、密栓し、遮光して暗所に保存する。たびたび標定し直す。~~

標定 ~~三酸化ヒ素（標準試薬）を粉末とし、100°C で恒量になるまで乾燥した後、その約 0.15 g を精密に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20 mL を加え、必要があれば加熱して溶かす。次に水約 40 mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加え、更に液の黄色が淡紅色となるまで塩酸（1→4）を加える。更に炭酸水素ナトリウム 2 g、水約 50 mL 及びデンプン試液 3 mL を加えた後、このヨウ素溶液で液が持続する青色を呈するまで滴定する。~~

~~0.05 mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 4.946 mg  $\text{As}_2\text{O}_3$~~  本液 25 mL を正確に量り、塩酸試液（1 mol/L）1 mL を加える。0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が

消えるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/Lヨウ素溶液のファクター

$f_1$  : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$V$  : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用 1,000mL中ヨウ素 ( $I_2$ , ~~原子量126.90~~分子量 253.81) 12.69 gを含む。

~~ヨウ素約13gを量り、~~ヨウ化カリウム 40 g ~~に~~を量り、水 25mL及びヨウ素 13 gを加えて溶かした液に加えて溶かし後、~~塩酸0.5mL及び~~水を加えて 1,000mLとする。~~本液は、褐色瓶に入れ、これに塩酸3滴を加えて混合した後、~~密栓し、遮光して暗所に保存する。

標定 本液 25mLを正確に量り、塩酸試液 (1mol/L) 1 mLを加える。0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3mL)。ただし、~~液の色が微黄色になってから指示薬を加える。~~デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用のファクター

$f_1$  : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$V$  : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

0.005mol/Lヨウ素溶液 1000mL中ヨウ素 ( $I_2$ , 分子量 253.81) 1.269 gを含む。

0.05mol/Lヨウ素溶液に水を加えて10倍容量に薄め、標定は行わず、0.05mol/Lヨウ素溶液のファクターを用いる。用時調製する。

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液 1000mL中ヨウ素酸カリウム ( $KIO_3$ , 分子量 214.00) 10.70 gを含む。

ヨウ素酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 10.7~10.8 gを精密に量り、1000mLのメスフラスコに入れ、水 (溶存酸素除去) を加えて溶かし、更に水 (溶存酸素除去) を標線まで加えて混合する。密栓して保存する。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / 10.700 \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液のファクター

$m$  : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の採取量 (g)

$A$  : ヨウ素酸カリウム (標準物質) の含量 (%)

又は、ヨウ素酸カリウム 10.7 gを量り、水 (溶存酸素除去) を加えて溶かし、水 (溶存酸素除去) で 1000mLにする。密栓して保存する。

標定 本液 10mLを200mLの共通すり合わせ三角フラスコなどに正確に量り、水 30mLを加える。ヨウ化カリウム 3 gを加え、直ちに硫酸 (1→6) 5mLを加え、速やかに栓をして、緩く振り混ぜて溶かし、暗所に5分間放置後、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$f_1 = f_2 \times (V - V_0) / 30$$

ただし、 $f_1$  : 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液のファクター

$f_2$  : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$V$  : 滴定に要した0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の体積 (mL)

$V_0$  : 空試験の0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の体積 (mL)

0.5mol/L硫酸 1,000mL中硫酸 ( $H_2SO_4$ , 分子量 98.08) 49.04 g を含む。

水約 1,000mL を量り、かき混ぜながら硫酸 30mL を徐々に加え、20℃になるまで放冷する。密栓して保存する。

標定 ~~1mol/L塩酸に準じて標定するか、又は次の方法で標定する。~~

~~本液 20mL を正確に量り、500mL のビーカーに入れ、水 250mL 及び塩酸 1mL を加え、沸騰するまで加熱し、絶えずかき混ぜながら徐々に温塩化バリウム溶液 (3→25) を沈殿が完結するまで加え、水浴上で 1 時間加熱する。沈殿を定量分析用ろ紙を用いてろ取し、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、ろ紙とともに乾燥した後、恒量になるまで強熱し、 $BaSO_4$  として精密に質量を量る。炭酸ナトリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 1.3~1.6 g を精密に量り、水 70mL を加えて溶かし、本液で滴定する。終点の確認は、電位差計又は指示薬 (プロモフェノールブルー試液数滴) を用いる。電位差計を用いる場合は、指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いて、被滴定液を激しくかき混ぜながら本液で滴定を行い、煮沸はしない。終点は第 2 変曲点とする。指示薬を用いる場合は、終点付近で煮沸して二酸化炭素を除き、冷却した後に滴定を行う。終点は、液の色が青紫色から帯青緑色に変わるときとする。~~

$$0.5\text{mol/L 硫酸 } 1\text{ mL} = 52.99\text{mgNa}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.05299 \times V) \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 0.5mol/L硫酸のファクター

$m$  : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

$A$  : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

$V$  : 0.5mol/L硫酸の消費量 (mL)

0.25mol/L硫酸 1,000mL中硫酸 ( $H_2SO_4$ , 分子量 98.08) 24.52 g を含む。

硫酸 15mL を用い、0.5mol/L硫酸に準じて調製し、~~標定~~する。炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量を 0.65~0.80 g とし、0.5mol/L硫酸に準じて標定する。

$$0.25\text{mol/L 硫酸 } 1\text{ mL} = 26.497\text{mgNa}_2\text{CO}_3$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.026497 \times V) \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 0.25mol/L硫酸のファクター

$m$  : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

$A$  : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

$V$  : 0.25mol/L硫酸の消費量 (mL)

0.1mol/L硫酸 1,000mL中硫酸 ( $H_2SO_4$ , 分子量 98.08) 9.808 g を含む。

硫酸 6mL を用い、0.5mol/L硫酸に準じて調製し、~~標定~~する。炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量を 0.26~0.32 g とし、0.5mol/L硫酸に準じて標定する。

0.1mol/L 硫酸 1 mL = 10.599mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.010599 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.1mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.1mol/L 硫酸の消費量 (mL)

**0.05mol/L 硫酸** ~~1,000mL~~ 中硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 分子量 98.08) 4.904 g を含む。

0.5mol/L 硫酸に水を加えて 10 倍容量に薄めるか、又は硫酸 3 ~~mL~~ を用いて 0.5mol/L 硫酸に準じて調製する。炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量を 0.13~0.16 g とし、0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 5.299mg Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.005299 \times V) \times A / 100$$

ただし、f : 0.05mol/L 硫酸のファクター

m : 炭酸ナトリウム (標準物質) の採取量 (g)

A : 炭酸ナトリウム (標準物質) の含量 (%)

V : 0.05mol/L 硫酸の消費量 (mL)

**0.025mol/L 硫酸** ~~1,000mL~~ 中硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 分子量 98.08) 2.452 g を含む。

0.05mol/L 硫酸に水を加えて 2 倍容量に薄め、~~0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。標定は行わず、0.05mol/L 硫酸のファクターを用いる。用時調製する。~~

**0.01mol/L 硫酸** 1000mL 中硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 分子量 98.08) 0.9808 g を含む。

0.1mol/L 硫酸に水を加えて 10 倍容量に薄め、標定は行わず、0.1mol/L 硫酸のファクターを用いる。

**0.005mol/L 硫酸** ~~1,000mL~~ 中硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 分子量 98.08) 0.4904 g を含む。

0.05mol/L 硫酸に水を加えて 10 倍容量に薄め、標定は行わず、0.05mol/L 硫酸のファクターを用いる。用時調製する。~~0.5mol/L 硫酸に準じて標定する。~~

**0.1mol/L 硫酸亜鉛溶液** ~~1,000mL~~ 中硫酸亜鉛硫酸亜鉛七水和物 (ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O, 分子量 287.58) 28.76 g を含む。

硫酸亜鉛硫酸亜鉛七水和物 28.829 g を量り、水を加えて溶かして 1,000mL とする。

標定 本液 25 ~~mL~~ を正確に量り、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 ~~mL~~ 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 ~~g~~ 40mg を加え、0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する。終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 硫酸亜鉛溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL)

~~0.01mol/L 硫酸亜鉛溶液 1,000mL 中硫酸亜鉛 (ZnSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O, 分子量 287.58) 2.876 g を含む。~~

~~硫酸亜鉛 2.9 g を量り、水を加えて溶かして 1,000ml とする。~~

~~標定 アルミニウム約 0.5 g を精密に量り、塩酸 20ml を加え、穏やかに加熱して溶かし、水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 10ml を正確に量り、あらかじめ水 90ml 及び塩酸 3ml を入れたビーカーにとり、メチルオレンジ試液 1 滴及び 0.02mol/L EDTA 溶液 25ml を加える。アンモニア試液を液の赤色がだいたい黄色に変わるまで滴加した後、酢酸アンモニウム緩衝液 10ml 及びリン酸二アンモニウム緩衝液 10ml を加え、5 分間煮沸して急冷し、キシレノールオレンジ試液 3 滴を加えて混和し、この硫酸亜鉛溶液を液の黄色が赤色を帯びるまで滴加する。次にフッ化ナトリウム 2 g を加え、2~5 分間煮沸して急冷し、遊離した EDTA をこの硫酸亜鉛溶液で液の黄色が赤色を帯びるまで滴定し、次式によって 0.01mol/L 硫酸亜鉛溶液 1ml に対応する酸化アルミニウム ( $Al_2O_3$ ) の量 (mg) T を求める。~~

$$T = (18.895 \times \text{アルミニウムの採取量 (g)}) / (0.01 \text{mol/L 硫酸亜鉛溶液の滴定量 (ml)}) \text{ (mg/ml)}$$

0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 1,000ml 中硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 ( $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ , 分子量 392.14) 39.21 g を含む。

水 300ml を量り、硫酸 30ml をかき混ぜながら徐々に加えた後、冷却する。次に硫酸第一鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 40 g を量り、冷却した硫酸 (1→2) 100ml を加えて溶かし、及び水を加えて 1,000ml とする。

標定 本液 25ml を正確に量り、0.1mol/L 硫酸第二セリウム溶液で滴定する (指示薬 オルトフェナントロリン試液 2 滴)。終点は、液の赤色が淡青色に変わるときとする。二クロム酸カリウム (標準物質) の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その 0.12 g を精密に量り、水 100ml を加えて溶かした後、硫酸 30ml をかき混ぜながら徐々に加えて冷却し、本液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約 0.2ml)。終点は、液の色が青緑色から赤褐色に変わるときとする。

$$0.1 \text{mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 } 1 \text{ mL} = 4.903 \text{mg K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = m / (0.004903 \times V) \times A / 100$$

ただし、 $f$  : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

$m$  : 二クロム酸カリウム (標準物質) の採取量 (g)

$A$  : 二クロム酸カリウム (標準物質) の含量 (%)

$V$  : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の消費量 (mL)

又は、本液 25ml を正確に量り、水 25ml 及びリン酸 5ml を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液にうすい赤色が 15 秒間残るときとする。

ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、 $f$  : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

$f_1$  : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

$V$  : 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の消費量 (mL)

0.1mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム溶液 1,000ml 中硫酸第二セリウムアンモニウム ( $Ce(NH_4)_4(SO_4)_4 \cdot 2H_2O$ , 分子量 632.55) 63.26 g を含む。

硫酸第二セリウムアンモニウム 64 g を量り、0.5mol/L 硫酸を加えて溶かして 1,000ml とする。用時標定する。



~~標定 本液 25ml を正確に量り、水 20ml 及び硫酸 (1→20) 20ml を加え、次にヨウ化カリウム 1 g を加えて溶かし、直ちに 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。終点の近くで液が淡黄色になったとき、指示薬としてデンプン試液 3 ml を加え、終点は、液の青色が消えたときとする。別に空試験を行い補正する。~~

~~0.01mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム溶液 1,000ml 中硫酸硫酸第二セリウムアンモニウム  $(\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 632.55) 6.326 g を含む。~~

~~0.1mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム溶液に 0.5mol/L 硫酸を加えて 10 倍容量に薄める。~~

~~0.1mol/L 硫酸第二セリウム溶液~~ **0.1mol/L 硝酸二アンモニウムセリウム (IV) 溶液** ~~→0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液の前に移動~~

~~0.1mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム溶液 1,000ml 中硫酸第二鉄アンモニウム  $(\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 482.19) 48.22 g を含む。~~

~~硫酸第二鉄アンモニウム 49 g を硫酸 6 ml 及び水 300ml の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1,000ml とする。~~

~~標定 調製した硫酸第二鉄アンモニウム溶液 25ml をヨウ素瓶に正確に量り、塩酸 5 ml を加えて振り混ぜ、ヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かし、密栓して 10 分間放置した後、水 50ml を加え、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったときにデンプン試液 3 ml を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い補正する。遮光して保存し、たびたび標定し直す。~~

### 3. 標準液 (30130718 標準液.doc 反映)

標準液は、食品添加物公定書における試験において、試験の比較の基礎として用いる液である。標準液の調製に計量法に規定する標準液を用いる場合は、酸濃度、安定剤の有無などが使用目的に一致することを確認する。

**亜鉛標準液** 硫酸亜鉛七水和物 4.40 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、亜鉛 (Zn) 0.01 mg 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [亜鉛 (Zn) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL に亜鉛 (Zn) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

~~アルミニウム標準原液 アルミニウム 1.0 g をとり、塩酸 (1 → 2) 60 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 30 mL 及び酢酸アンモニウム緩衝液 (pH 3.0) 5 mL を加え、アンモニア試液を滴加して、約 pH 3 に調整する。更に Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え、煮沸しながら 0.01 mol/L EDTA 溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり、1 分間以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。~~

~~0.01 mol/L EDTA 溶液 1 mL = 0.2698 mg Al~~

硫酸カリウムアルミニウム・12 水 17.6 g を量り、水 10 mL 及び塩酸 (2 → 3) 15 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。本液 1 mL は、アルミニウム (Al) 1 mg を含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [アルミニウム (Al) の濃度 1000 mg/L] を用いてもよい。

**アンモニウム標準液** 塩化アンモニウム 2.97 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、これに水を加えて正確に 1,000 mL とする。この本液 1 mL はアンモニウム (NH<sub>4</sub>) 0.01 mg 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [アンモニウム (NH<sub>4</sub>) の濃度 1000 mg/L] を、1 mL にアンモニウム (NH<sub>4</sub>) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

**塩化物イオン標準原液** ~~あらかじめ 500 ~ 600 °C で 1 時間加熱乾燥した塩化ナトリウム (標準試薬) 塩化ナトリウム (標準物質) を、認証書等に記載された乾燥方法を用いて乾燥した後、その 0.165 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、塩化物イオン (Cl<sup>-</sup>) 100 µg 0.1 mg を含む。~~

計量法に規定する標準液 [塩化物イオン (Cl<sup>-</sup>) の濃度 1000 mg/L] を、1 mL に塩化物イオン (Cl<sup>-</sup>) 0.1 mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

~~塩酸ジメチルアミン標準液 塩酸ジメチルアミン 1.116 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、ジメチルホルムアミド (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO) として 1 µg を含む。~~

**カリウム標準液** ~~(0.1 mg/mL)~~ 塩化カリウム 1.91 g を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL は、カリウム (K) として 0.1 mg を含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [カリウム (K) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にカリウ

ム (K) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~カルシウム標準液— (0.1mg/mL) 炭酸カルシウム2.50g に塩酸(1→10)100mLを量り、水50mL及び塩酸(2→3)15mLを加えて溶かし、沸騰しない程度に加熱して二酸化炭素を除いた後、冷却後し、水を加えてで正確に1,000mLとし、する。この液10mLにを正確に量り、水を加えて溶かして正確に100mLとする。本液1mLは、カルシウム (Ca) 0.1mgを含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。~~

計量法に規定する標準液 [カルシウム (Ca) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にカルシウム (Ca) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~希ホルムアルデヒド標準液—ホルムアルデヒド標準液、希を見よ。~~

~~クロム標準液 クロム酸カリウム0.934gを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→10)1滴及び水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。この液10mLを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→10)1滴及び水を加えて正確に1,000mLとする。二クロム酸カリウム2.83gを量り、水50mL及び硝酸(1→3)5mLを加えて溶かし、水で1000mLとする。この液25mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとし、この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。本液1mLは、クロム (Cr) 2.5µgを含む。~~

計量法に規定する標準液 [クロム (Cr) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にクロム (Cr) 2.5µg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

ケイ素標準原液 900~1000℃で強熱し冷却した二酸化ケイ素0.214gを量り、炭酸ナトリウム1gを加え、白金製のるつぼ中で加熱融解する。冷却後、水に溶かして正確に100mLにする。本液1mLは、ケイ素 (Si) 1mgを含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

~~シアン標準液 シアン(CN)10mgに相当するシアン標準原液10mLを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→25)100mL及び水を加えて正確に1,000mLとする。用時調製する。本液1mLは、シアン (CN) 0.01mg10µgを含む。~~

~~シアン標準原液 シアン化カリウム2.50g (質量分率100%相当)を量り、水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。本液1mLは、シアンイオン (CN<sup>-</sup>) 1mgを含む。用時標準し、密栓して冷暗所に保存する。~~

~~標定—本液100mLを正確に量り、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する (指示薬—パラジメチルアミノベンジリデンロダニン p=ジメチルアミノベンジリデンロダニン試液0.5mL)。終点は、液が赤色を呈するときとする。~~

~~0.1mol/L硝酸銀溶液1mL=5.204mgCN~~

~~臭化物イオン標準原液 あらかじめ110℃で2時間乾燥した臭化ナトリウム0.129gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。本液1mLは、臭化物イオン (Br<sup>-</sup>) 100µg0.1mgを含む。~~

計量法に規定する標準液 [臭化物イオン (Br<sup>-</sup>) の濃度 1000mg/L] を、1 mL に臭化物イオン (Br<sup>-</sup>) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをういてもよい。

~~硝酸イオン標準原液 硝酸塩標準液を見よ。~~

~~硝酸塩標準液 硝酸カリウム1.631gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。本液1mLは、硝酸根イオン (NO<sub>3</sub>) 0.1mgを含む。~~

計量法に規定する標準液 [硝酸イオン (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) の濃度 1000mg/L] を、硝酸イオン (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)

0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

食用青色 1 号色素前駆体標準原液 食用青色 1 号 (色素前駆体量 0.5%以下) 約 0.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液を、タール色素試験法の定量法の(1)塩化チタン(III)法(ii)により定量し、0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液消費量を V とする。滴定後、更に 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液を 1～2 滴加え、十分にかくはんし、冷後、水を加えて 500mL とし、食用青色 1 号ロイコ体標準原液とする。以下の手順に従い、食用青色 1 号色素前駆体標準原液中の色素前駆体の濃度を求める。まず、次式により、0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液による還元滴定により生成した色素前駆体濃度 A (mg/mL) を求める。

$$A \text{ (mg/mL)} = \frac{V \times 0.1 \times F \times 408.4}{500}$$

ただし、V : 塩化チタン (III) 溶液消費量 (mL)

F : 塩化チタン (III) 溶液のファクター

次に、食用青色 1 号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用青色 1 号約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして 100mL とし、検液とする。別に、食用青色 1 号色素前駆体標準原液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で 100mL とし、標準液 (1) とする。標準液 (1) 25mL, 5mL 及び 0.5mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で 50mL とし標準液 (2), (3) 及び (4) とする。標準液 (4) 2 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で 20mL とし標準液 (5) とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で、液体クロマトグラフィーを行う。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計またはフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C 付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 A : B (90 : 10) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を 25 分間行い、5 分間保持する。

各標準液の色素前駆体のピーク面積を測定し、ピーク面積を縦軸に、A (mg/mL) を元にした色素前駆体濃度 (mg/mL) を横軸にとり、検量線を作成する。次に、検液の色素前駆体のピーク面積を測定し、得られた検量線から、検液中に含まれる色素前駆体濃度 B (mg/mL) を求め、次式により、食用青色 1 号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用青色 1 号中に含まれる色素前駆体含量 C (%) を求める。

$$C \text{ (\%)} = \frac{B \times 10}{M t} \times \frac{1 + B}{M t \times 10}$$

ただし、M t : 食用青 1 号採取量 (g)

次式により、食用青色 1 号色素前駆体標準原液中の色素前駆体の濃度 D (mg/mL) を求める。なお、食用青色 1 号色素前駆体標準原液は冷暗所で保存すれば 1 年間安定である。

$$D \text{ (mg/mL)} = \frac{(V \times 0.1 \times F \times 408.4) + (C \times M_t \times 0.01 \times 1000)}{500}$$

ただし、 $V$ ：塩化チタン (III) 溶液消費量 (mL)

$F$ ：塩化チタン (III) 溶液のファクター

$C$ ：食用青色 1 号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用青色 1 号中に含まれていた中の色素前駆体含量 (%)

$M_t$ ：滴定に用いた食用青色 1 号の採取量 (g)

**食用緑色 3 号色素前駆体標準原液** 食用緑色 3 号 (色素前駆体量 0.5%以下) 約 0.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液を、タール色素試験法の定量法(1)塩化チタン (III) 法(ii)により定量し、0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液消費量を  $V$  とする。滴定後、更に 0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液を 1～2 滴加え、十分にかくはんし、冷後、水で 500mL とし、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液とする。以下の手順に従い、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液中の色素前駆体の濃度を求める。まず、次式により、0.1mol/L 塩化チタン (III) 溶液による還元滴定により生成した色素前駆体濃度  $A$  (mg/mL) を求める。

$$A \text{ (mg/mL)} = \frac{V \times 0.1 \times F \times 416.4}{500}$$

ただし、 $V$ ：塩化チタン (III) 溶液消費量 (mL)

$F$ ：塩化チタン (III) 溶液のファクター

次に、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用緑色 3 号約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして 100mL とし、検液とする。別に、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で 100mL とし、標準液 (1) とする。標準液 (1) 25mL, 5 mL 及び 0.5mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で 50mL とし標準液 (2), (3) 及び (4) とする。標準液 (4) 2 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で 20mL とし標準液 (5) とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で、液体クロマトグラフィーを行う。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254 nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配

濃度勾配 A : B (85 : 15) で 5 分間保持し、A : B (85 : 15) から (65 : 35) までの直線濃度勾配を 10 分間行い、A : B (65 : 35) で 20 分間保持する。

各標準液の色素前駆体のピーク面積を測定し、ピーク面積を縦軸に、 $A$  (mg/mL) を元にした色素前駆体濃度 (mg/mL) を横軸にとり、検量線を作成する。次に、検液の色素前駆体のピーク面積

を測定し、得られた検量線から、検液中に含まれる色素前駆体濃度 B (mg/mL) を求め、次式により、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液の調製に用いた食用緑色 3 号中に含まれる色素前駆体含量 C (%) を求める。

$$C (\%) = \frac{B \times 10}{M t} \times \frac{1 + B}{M t \times 10}$$

ただし、M t : 食用緑色 3 号採取量 (g)

次式により、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液中の色素前駆体の濃度 D (mg/mL) を求める。なお、食用緑色 3 号色素前駆体標準原液は冷暗所で保存すれば 1 年間安定である。

$$D (\text{mg/mL}) = \frac{(V \times 0.1 \times F \times 416.4) + (C \times M t \times 0.01 \times 1000)}{500}$$

ただし、V : 塩化チタン (III) 溶液消費量 (mL)

F : 塩化チタン (III) 溶液のファクター

C : 食用緑色 3 号ロイコ体標準原液の調製に用いた食用緑色 3 号中に含まれていた中のロイコ体含量 (%)

M t : 滴定に用いた食用緑色 3 号の採取量 (g)

**水銀標準液** 塩化第二水銀塩化水銀 (II) 0.135g 1.35 g を正確に量り、硝酸 (1→10) 10mL 硝酸 (1→3) 25 mL 及び水を加えて溶かし、水で正確に 1,000mL とし、する。この液 10mL を正確に量り、硝酸 (1→10) 10mL 硝酸 (1→3) 25mL 及び水を加えて正確に 1,000mL とする。この液 10mL を正確に量り、硝酸 (1→10) 10mL 硝酸 (1→3) 25mL 及び水を加えて、水で正確に 100mL 1000mL とする。本液 1 mL は、水銀 (Hg) 0.1μg を含む。用時調製する。

計量法に規定する標準液 [水銀 (Hg) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL に水銀 (Hg) 0.1μg を含むよう、硝酸 (1→3) 25mL 及び水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

**ストロンチウム標準液** (5.01.0mg/mL) 硝酸ストロンチウム 2.42 g を量り、水を加えて溶かし、水で正確に 200mL 1000mL とする。本液 1 mL は、ストロンチウム (Sr) 1 mg を含む。

計量法に規定する標準液 [ストロンチウム (Sr) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

**セレン標準液** 亜セレン酸ナトリウム 2.19 g を量り、硝酸試液 (0.1mol/L) を加えて溶かして正確に 1,000mL とする。この液 1 mL はセレン (Se) 1 mg を含む。セレン標準原液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000mL とする。本液 1 mL は、セレン (Se) 10μg を含む。

**セレン標準原液** 亜セレン酸ナトリウム 2.19 g (質量分率 100% 相当) を量り、水に溶かして正確に 1000mL にする。本液 1 mL は、セレン (Se) 1 mg を含む。

計量法に規定する標準液 [セレン (Se) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

**チタン標準液** チタン標準原液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000mL とする。本液 1 mL は、チタン (Ti) 10μg を含む。用時調製する。

**チタン標準原液** 酸化チタン (IV) 0.167 g を量り、硫酸アンモニウム 5 g 及び硫酸 10mL を加え、加熱して溶かす。冷却後、水に溶かして 100mL にする。本液 1 mL は、チタン (Ti) 1 mg を含む。

**チロシン標準液** チロシン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その 0.050g 50mg を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて溶かし、て正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は、チロシン (C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>) 50μg

を含む。

**鉄標準液** 硫酸第三鉄アンモニウム硫酸アンモニウム鉄(III)・12水 8.63 g を正確に量り、硝酸(1→10) 20mL 硝酸(1→3) 25mL 及び水を加えて溶かし、水で正確に 1,000mL とする。この液 10mL を正確に量り、硝酸(1→10) 20mL 硝酸(1→3) 25mL 及び水を加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL は、鉄(Fe) 0.01mg 10µg を含む。遮光して保存する。

計量法に規定する標準液 [鉄(Fe) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL に鉄(Fe) 10µg を含むよう、硝酸(1→3) 25mL 及び水で正確に希釈したものを用いてもよい。

**ナトリウム標準液**— (0.1mg/mL) 塩化ナトリウム 2.54 g を正確に量り、水を加えて正確に 1,000mL とし、この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は、ナトリウム(Na) 0.1mg を含む。ポリエチレンなどの樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [ナトリウム(Na) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にナトリウム(Na) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものを用いてもよい。

**鉛標準液** 鉛標準原液 10mL を正確に量り、水硝酸(1→100) を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は、鉛(Pb) 10µg 1µg を含む。用時調製する。

**鉛標準液(重金属試験用)** 鉛標準原液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。本液 1 mL は、鉛(Pb) 10µg を含む。用時調製する。

**鉛標準原液** 硝酸鉛(II) 0.1599g 0.160g を量り、硝酸(1→10) 10mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL は、鉛(Pb) 0.1mg を含む。本液の調製及び保存には可溶性鉛(II) 塩を含まないガラス器具を用いる。

計量法に規定する標準液 [鉛(Pb) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL に鉛(Pb) 0.1mg を含むよう、水で正確に希釈したものを用いてもよい。

**ニッケル標準液** 硫酸ニッケルアンモニウム 6.73g 塩化ニッケル(II) 六水和物 4.05g (質量分率 100%相当) を正確に量り、塩酸(2→3) 10mL 及び水を加えて溶かし、水を加えて正確に 1,000mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000mL とする。本液 1 mL はニッケル(Ni) 0.005mg 5µg を含む。

計量法に規定する標準液 [ニッケル(Ni) の濃度 1000mg/L 又は 100mg/L] を、1 mL にニッケル(Ni) 5µg を含むよう、水で正確に希釈したものを用いてもよい。

**乳酸リチウム標準液** 乳酸リチウムを 105°C で 4 時間乾燥した後、その 0.1066 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000mL とする。本液 1 mL は、乳酸(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>) 0.1mg を含む。用時調製する。

**バリウム標準液** 塩化バリウム 塩化バリウム二水和物 1.779g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000mL とする。この本液 1 mL は、バリウム(Ba) 1mg を含む。

計量法に規定する標準液 [バリウム(Ba) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

**比色標準液** 表に従い、別記の方法によって調製した各比色標準原液及び水の規定量を 0.1mL 以下の目盛のあるビュレット又はピペットを用いて試験管にとり、混和して調製する。

比色標準液の記号	<u>塩化第一コバルト塩</u> <u>化コバルト(II) 比色標準原液 (mL)</u>	<u>塩化第三鉄塩化鉄(III) 比色標準原液 (mL)</u>	<u>硫酸銅(II) 比色標準原液 (mL)</u>	水 (mL)
A	0.1	0.4	0.1	4.4

B	0.3	0.9	0.3	3.5
C	0.1	0.6	0.1	4.2
D	0.3	0.6	0.4	3.7
E	0.4	1.2	0.3	3.1
F	0.3	1.2	0.0	3.5
G	0.5	1.2	0.2	3.1
H	0.2	1.5	0.0	3.3
I	0.4	2.2	0.1	2.3
J	0.4	3.5	0.1	1.0
K	0.5	4.5	0.0	0.0
L	0.8	3.8	0.1	0.3
M	0.1	2.0	0.1	2.8
N	0.0	4.9	0.1	0.0
O	0.1	4.8	0.1	0.0
P	0.2	0.4	0.1	4.3
Q	0.2	0.3	0.1	4.4
R	0.3	0.4	0.2	4.1
S	0.2	0.1	0.0	4.7
T	0.5	0.5	0.4	3.6

**比色標準原液** 比色標準原液は、次の方法で調製し、共栓瓶に保存する。

**塩化第一コバルト** **塩化コバルト (II)** 比色標準原液 **塩化コバルト (II)** 六水和物 59.5 g (質量分率 100%相当) を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かし、塩酸 (1→40) で正確に 1000mL とする。又は **塩化第一コバルト** **塩化コバルト (II)** 六水和物 約 65 g を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かして 1000mL とする。この液 5mL を正確に量り、250mL の共栓フラスコに入れ、過酸化水素試液 5mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 15mL を加え、10 分間煮沸した沸騰させた後、冷却し、ヨウ化カリウム 2 g 及び硫酸 (1→4) 20mL を加え、沈殿が溶けた後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1～3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1mL は、**塩化第一コバルト** **塩化コバルト (II)** 六水和物 ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 237.93) 23.79mg に対応する。次にこの **塩化第一コバルト** **塩化コバルト (II)** 六水和物 溶液の残りの液に、1mL 中の **塩化第一コバルト** **塩化コバルト (II)** 六水和物 ( $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) の含量が 59.5mg になるように塩酸 (1→40) を加える。

**塩化第二鉄** **塩化鉄 (III)** 比色標準原液 **塩化鉄 (III)** 六水和物 45.0 g (質量分率 100%相当) を量り、塩酸 (1→40) を加えて溶かし、塩酸 (1→40) で正確に 1000mL とする。又は **塩化第二鉄** **塩化**



鉄(III)六水和物約 55 g を量り、塩酸(1→40)を加えて溶かして 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、250 mL の共栓フラスコに入れ、水 15 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL は、塩化第二鉄塩化鉄(III)六水和物 ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 270.30) 27.03 mg に対応する。次にこの塩化第二鉄塩化鉄(III)六水和物溶液の残りの液に、1 mL 中の塩化第二鉄塩化鉄(III)六水和物 ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) の含量が 45.0 mg になるように塩酸(1→40)を加える。

**硫酸銅(II)比色標準原液** 硫酸銅(II)五水和物 62.4 g (質量分率 100%相当)を量り、塩酸(1→40)を加えて溶かして、塩酸(1→40)で正確に 1000 mL とする。又は硫酸銅(II)五水和物約 65 g を量り、塩酸(1→40)を加えて溶かして 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、250 mL の共栓フラスコに入れ、水 40 mL を加え、更に酢酸(1→4) 4 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色がうすい黄色になったときに加え、終点は液の青色が消えるときとする。0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL は、硫酸銅(II)五水和物 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , 分子量 249.69) 24.97 mg に対応する。次にこの硫酸銅(II)五水和物溶液の残りの液に、1 mL 中の硫酸銅(II)五水和物 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) の含量が 62.4 mg になるように塩酸(1→40)を加える。

**ヒ素標準液** ~~ヒ素標準原液 10 mL を正確に量り、硫酸(1→20) 10 mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、三酸化ヒ素 ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) 1 µg を含む。用時調製し、共栓瓶に保存する。~~ヒ素標準原液 5 mL を正確に量り、硫酸(1→20) 10 mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1000 mL とする。本液 1 mL は、ヒ素 (As) 0.5 µg を含む。

**ヒ素標準原液** ~~三酸化ヒ素を微細な粉末とし、105°C で 4 時間乾燥し、その 0.10 g を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→5) 5 mL を加えて溶かす。この液を硫酸(1→20)で中和し、更に硫酸(1→20) 10 mL を追加し、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、三酸化ヒ素 ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) 0.1 mg を含む。三酸化二ヒ素 1.32 g に水酸化ナトリウム溶液(1→10) 6 mL を加えて溶解する。水 500 mL 及び塩酸(1→4)で、pH 3~5 に調節し、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。本液 1 mL は、ヒ素 (As) 0.1 mg を含む。又は、計量法に規定する標準液 [ヒ素(As)の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にヒ素 (As) 0.1 mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。~~

**フッ化物イオン標準原液** あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210 g を量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200 mL を加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000 mL とする。本液 1 mL はフッ素 (F) 1 mg を含む。ポリエチレン製容器に保存する。

**ホルムアルデヒド標準液、希ホルムアルデヒド標準液 (2 µg/mL)** ~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液 (HCHO 質量分率 37%相当) 0.54 g を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、ホルムアルデヒド (HCHO) 2 µg を含む。用時調製する。

計量法に規定する標準液 [ホルムアルデヒド (HCHO) の濃度 1000 mg/L] を、1 mL にホルムアルデヒド (HCHO) 2 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

**マンガン標準液** ~~過マンガン酸カリウム 0.2877 g を正確に量り、水 100 mL 及び硫酸 1 mL を加えて溶かし、亜硫酸水素ナトリウム 0.5 g を加えて煮沸し、冷後、水を加えて正確に 200 mL とし、この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 1 mL は、マンガン (Mn) 0.01 mg を含む。~~

塩化マンガン (II) 四水和物 3.60 g を量り、硝酸 (1 → 2) 15 mL 及び水を加えて溶かし、水で正確に 1000 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、塩酸 (2 → 3) 15 mL 及び水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は、マンガン (Mn) 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [マンガン (Mn) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にマンガン (Mn) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

**水・メタノール標準液** 水分測定用メタノール 500 mL を量り、1,000 mL の乾燥メスフラスコに入れ、水 2 mL を量って加え、水分測定用メタノールを加えて 1,000 mL とする。この液の標定は、水分測定用試液の標定に続いて行う。遮光して湿気を避け、冷所に保存する。

標定 水分定量法の操作法に従い、水分測定用メタノール 25 mL を乾燥滴定フラスコに入れ、水分測定用試液を終点まで注意して加える。次に水分測定用試液 10 mL を正確に量って加え、この水・メタノール標準液で終点まで滴定する。水・メタノール標準液 1 mL 中の水 (H<sub>2</sub>O) の mg 数  $f'$  を次式によって求める。

$$f' = \frac{f \times 10}{\text{水・メタノール標準液の滴定量 (mL)}}$$

ただし、 $f$  : 水分測定用試液 1 mL に対応する水 (H<sub>2</sub>O) の mg 数

国際単位系にトレーサビリティを持つ水標準液を用いてもよい。

**ヨウ化物イオン標準原液** あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したヨウ化ナトリウム 0.118 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。用時調製する。本液 1 mL は、ヨウ化物イオン (I<sup>-</sup>) ~~100 µg~~ 0.1 mg を含む。

**硫酸イオン標準原液** あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥した硫酸ナトリウム 十水和物 0.148 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、硫酸イオン (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) ~~100 µg~~ 0.1 mg を含む。

計量法に規定する標準液 [硫酸イオン (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL に硫酸イオン (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) 0.1 mg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

~~リン酸=カリウム標準液~~ **リン標準液** ~~リン酸=カリウム~~ リン酸二水素カリウム 4.394 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、リン (P) 1 mg を含む。

**リン酸塩標準液** ~~リン酸=カリウム~~ リン酸二水素カリウム 0.1433 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。本液 1 mL は、リン酸根イオン (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) 0.01 mg 10 µg を含む。

計量法に規定する標準液 [リン酸イオン (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) の濃度 1000 mg/L 又は 100 mg/L] を、1 mL にリン酸イオン (PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) 10 µg を含むよう、水で正確に希釈したものをを用いてもよい。

#### 4. 標準品

(1) 次に掲げる標準品

別に厚生労働大臣が定めるところにより厚生労働大臣の登録を受けた者が製造する標準品を用いる。

イ キシリトール標準品

ロ 食用赤色2号標準品

ハ 食用赤色3号標準品

ニ 食用赤色40号標準品

ホ 食用赤色102号標準品

ヘ 食用赤色104号標準品

ト 食用赤色105号標準品

チ 食用赤色106号標準品

リ 食用黄色4号標準品

ヌ 食用黄色5号標準品

ル 食用緑色3号標準品

ヲ 食用青色1号標準品

ワ 食用青色2号標準品

カ ナイシン標準品

ヨ ナタマイシン標準品

(2) 含糖ペプシン標準品 日本薬局方含糖ペプシン標準品を用いる。

(3) グリチルリチン酸標準品 日本薬局方グリチルリチン酸標準品を用いる。

(4) シアノコバラミン標準品 日本薬局方シアノコバラミン標準品を用いる。

(5) チアミン塩酸塩標準品 日本薬局方チアミン塩化物塩酸塩標準品を用いる。

(6) チロシン標準品 日本薬局方チロジン標準品を用いる。

(7) *dl*- $\alpha$ -トコフェロール標準品 日本薬局方トコフェロール標準品を用いる。

(8) トコフェロール酢酸エステル標準品 日本薬局方トコフェロール酢酸エステル標準品を用いる。

(9) ニコチン酸アミド標準品 日本薬局方ニコチン酸アミド標準品を用いる。

(10) パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品 日本薬局方パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品を用いる。

(11) 葉酸標準品 日本薬局方葉酸標準品を用いる。

(12) リゾチーム標準品 日本薬局方リゾチーム標準品を用いる。

(13) リボフラビン標準品 日本薬局方リボフラビン標準品を用いる。

## 5. クロマトグラフィー用担体／充填剤等

- ☆[液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用アミノプロピル基化学結合型シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[液体クロマトグラフィー用強塩基性陰イオン交換樹脂](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂](#) 液体クロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。
- ☆[液体クロマトグラフィー用シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用フェニル基結合型シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用ブチル化ポリビニルアルコールポリマーゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルアミドプロピルシリル化シリカゲル](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 \(Ag 型\)](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 \(Ca 型\)](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 \(H型\)](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- [液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 \(Na 型\)](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[ガスクロマトグラフィー用ケイソウ土](#) ケイソウ土を精製加工してガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。
- ☆[液体クロマトグラフィー用弱酸性陽イオン交換樹脂](#) 液体クロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[ガスクロマトグラフィー用シリカゲル](#) ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[ガスクロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂](#) ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[ガスクロマトグラフィー用ゼオライト](#)  $\text{AlNaO}_6\text{Si}_2$  [1318-02-1] 天然又は合成ゼオライトをガスクロマトグラフィー用に製造したものを用いる。
- ☆[クロマトグラフィー用ケイソウ土](#) 白～灰白色の上質のものを用いる。
- ☆[全多孔性陰イオン交換体](#) イオンクロマトグラフィー用に製造したもの。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル](#) 薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

- ☆[薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）](#) 薄層クロマトグラフィー用に製造したジメチルシリル化シリカゲルに蛍光剤を添加したものをを用いる。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用シリカゲル](#) シリカゲルを薄層クロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）](#) 薄層クロマトグラフィー用に製造したシリカゲルに蛍光剤を添加したものをを用いる。
- ☆[薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロース](#) 微結晶セルロースを薄層クロマトグラフィー用に製造したものをを用いる。
- ☆[ポリエチレングリコール 20M](#) ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[ポリエチレングリコール 6000](#) [\[25322-68-3\]](#)  
ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[メチルシリコンポリマー](#) ガスクロマトグラフィー用に製造した上質のものをを用いる。
- ☆[ユッカフォーム抽出物用薄層板](#) 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径5～7 μm）をあらかじめ塗布して調製した10cm×10cmの薄層板。

## 5.6. 温度計

通例、浸線付温度計（棒状）又は日本工業規格の全浸没式水銀温度計（棒状）の器差試験を行ったものを用いる。ただし、凝固点測定法、沸点測定法及び蒸留試験法、及び融点測定法（[第1種物質第1法](#)）には浸線付温度計（棒状）を用いる。

浸線付温度計（棒状）は、次に示すものとする。

浸線付温度計規格

	1号	2号	3号	4号	5号	6号
液体	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀	水銀
液上に満たす気体	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン	窒素又はアルゴン
温度範囲	-17~50℃	40~100℃	90~150℃	140~200℃	190~250℃	240~320℃
最小目盛り	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃
長目盛線	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと	1℃ごと
目盛数字	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと	2℃ごと
全長 (mm)	280~300	280~300	280~300	280~300	280~300	280~300
幹の直径 (mm)	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3	6.0±0.3
水銀球の長さ (mm)	12~18	12~18	12~18	12~18	12~18	12~18
水銀球の下端から最低目盛線までの距離 (mm)	75~90	75~90	75~90	75~90	75~90	75~90
温度計の上端から最高目盛線までの距離 (mm)	35~65	35~65	35~65	35~65	35~65	35~65
水銀球の下端から浸没線までの距離 (mm)	58~62	58~62	58~62	58~62	58~62	58~62
頂部形状	環状	環状	環状	環状	環状	環状
検査温度	-15℃, 15℃, 45℃	45℃, 70℃, 95℃	95℃, 120℃, 145℃	145℃, 170℃, 195℃	195℃, 220℃, 245℃	245℃, 280℃, 315℃
許容誤差	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.2℃	0.3℃ (ただし、検査温度195℃のとき、0.2℃)	0.4℃ (ただし、検査温度315℃のとき、0.5℃)

備考：補助温度計としては、水銀温度計で、温度範囲0~360℃、最小目盛り1℃以下の適当な形状のものを用いる。

## 6.7. ろ紙

ろ紙は、次に示す規格のものを用いる。なお、ろ紙と記載し、特にその種類を示さないものは、定性分析用ろ紙を示す。ろ紙は、ガスなどによって汚染されないように保存する。

**定性分析用ろ紙** 日本工業規格のろ紙（化学分析用）の定性分析用の規格に適合するものを用いる。

**定量分析用ろ紙** 日本工業規格のろ紙（化学分析用）の定量分析用の規格に適合するものを用いる。

**クロマトグラフィー用ろ紙** 定量分析用ろ紙の規格及び次に示す規格に適合するものを用いる。

種類	1号	2号	3号	4号
α 繊維素含量 (%)	90 以上	95 以上	95 以上	95 以上
銅価 (%)	1.6 以下	1.4 以下	1.4 以下	1.4 以下
pH	5～8	5～8	5～8	5～8
灰分量 (%)	0.02 以下	0.12 以下	0.12 以下	0.12 以下
ろ水時間 (秒)	330±132	240±96	120±48	100±40
湿潤破裂強さ (cm)	13 以上	20 以上	12 以上	15 以上
吸水高度 (cm)	6±1.2	5.5±1.1	7±1.4	7.5±1.5

ただし、α 繊維素含量、銅価、pH、灰分量、ろ水時間及び湿潤破裂強さの試験は、日本工業規格に規定の方法により、吸水高度の試験は、次に示す方法により行う。

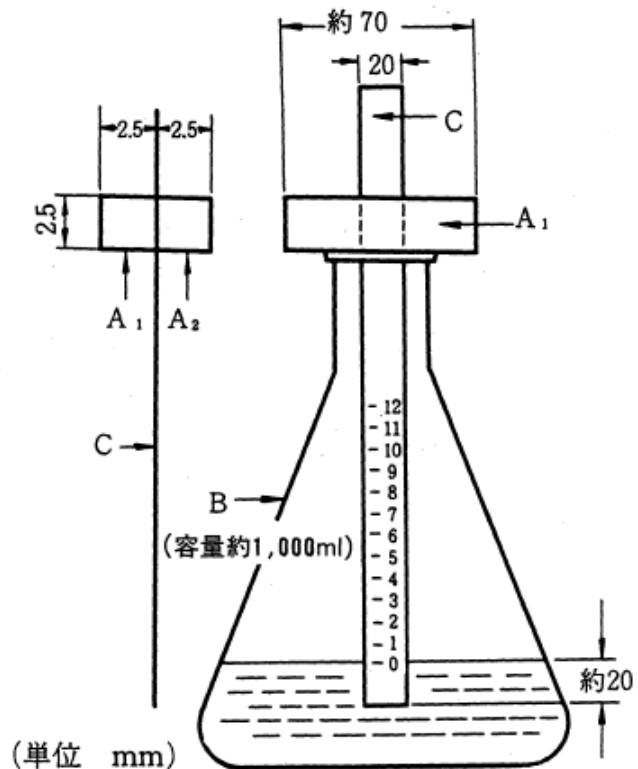
吸水高度の試験

装置 概略は、次の図による。

A<sub>1</sub> 及び A<sub>2</sub> : ろ紙保持用ガラスブロック

B : 三角フラスコ (容量約 1,000mL)

C : 試料ろ紙



操作法 三角フラスコBに蒸留水約 300mLを入れ、フラスコの口の上ろ紙保持用ガラスブロ

ック 2 個 A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> を並べて置く。あらかじめ鉛筆で 1 cm ごとに目盛を付けた試料ろ紙をガラスブロックの間に挟み、初めは静かにすべらせ、ろ紙の下端が水面に着いたならば、速やかに滑らせて、目盛の 0 点を水面に一致させて固定し、蒸留水が 10 分間に上昇する高さを測定する。

メンブランフィルター 次に示す規格に適合するものを用いる。

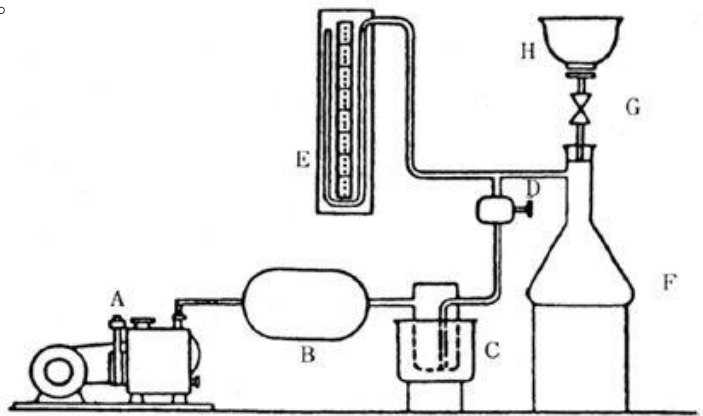
孔径 (μm)	厚さ (μm)	水の流量 ( <del>mL</del> mL/分 / cm <sup>2</sup> )	バブルポイント (N/mm <sup>2</sup> )
1.0 又は 1.2	100~170	150~300	5.9×10 <sup>-2</sup> ~14.7×10 <sup>-2</sup>
0.45	130~170	20~60	16.7×10 <sup>-2</sup> ~34.3×10 <sup>-2</sup>
0.10	90~150	1.0~5.0	49.0×10 <sup>-2</sup> ~294.2×10 <sup>-2</sup>
0.05	70~150	0.1~2.0	98.1×10 <sup>-2</sup> ~490.3×10 <sup>-2</sup>

ただし、厚さの試験は、日本工業規格の紙の厚さと密度の試験方法により、水の流量及びバブルポイントの試験は、次に示す方法により行う。

#### 水の流量の試験

装置 概略は、次の図による。

- A : 真空ポンプ
- B : ため (容量 10L 以上)
- C : コールドトラップ
- D : 真空調整器
- E : マノメーター
- F : 吸引ろ過瓶 (容量 1~4 L)
- G : 弁



H : ろ過装置 (ステンレススチール支持スクリーン付き内径 47mm のフィルターホルダーを装着した容量 1,000~~mL~~ mL のもの)

操作法 弁 G を閉じ、真空調整器 D を全開して真空ポンプ A で系内を減圧し、次に D により系内の圧を 69±0.7kPa に調整する。あらかじめ空気が入らないようにして水で潤した試料メンブランフィルターをフィルターホルダーに装着してろ過装置を組み立て、あらかじめ試料メンブランフィルターと同じか、又はそれ以下の孔径のメンブランフィルターを用いて 2 回ろ過した水 500~~mL~~ mL を量り、ろ過装置に入れる。次に弁 G を開き、ろ過が終了するまでの時間を測り、次式により水の流量を計算する。

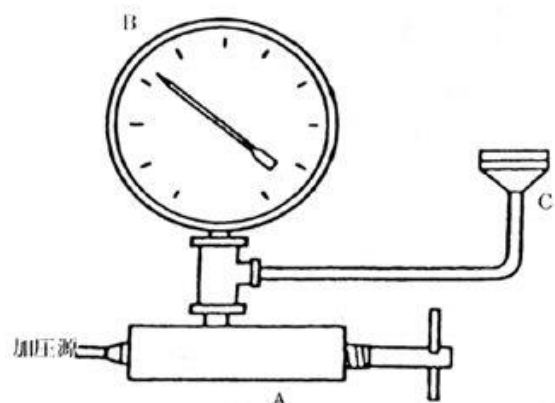
$$\text{水の流量 (mL/分/cm}^2\text{)} = \frac{(500 \text{ (mL)} \times 60)}{(\text{ろ過時間 (秒)} \times \text{有効ろ過面積 (cm}^2\text{)})}$$

$$\text{水の流量 (mL/分/cm}^2\text{)} = \frac{500 \text{ (mL)} \times 60}{\text{ろ過時間 (秒)} \times \text{有効ろ過面積 (cm}^2\text{)}}$$

#### バブルポイントの試験

装置 概略は、第 1~2 図による。

- A : 調整器
- B : 圧力計
- C : フィルターホルダー (有効ろ過面積が

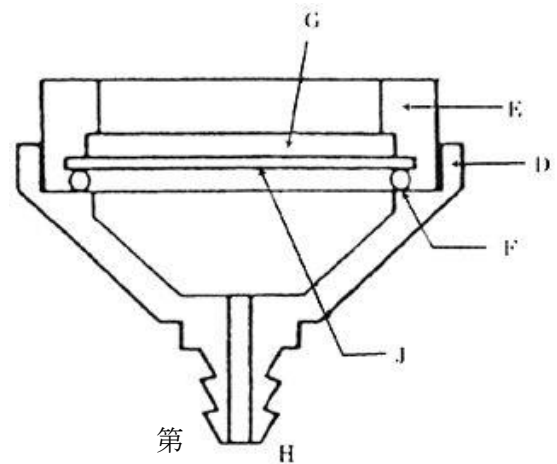




9.5±0.5cm<sup>2</sup>のもので、概略は、第2図による。)

- D：基部
- E：ロックリング
- F：シリコンOーリング
- G：サポートディスク
- H：空気流入口
- J：試料メンブランフィルター

操作法 試料メンブランフィルターを水で完全に潤し、フィルターホルダーに装着し、サポートディスクG上に深さ2～3mmになるように水を入れる。次に調整器Aにより予想されるバブルポイント以下に圧力を調整し、1秒間に $0.14 \times 10^{-2}$  N/mm<sup>2</sup>ずつ圧力を増加し、試料メンブランフィルターの中央部から安定した起泡が始まるときの圧力をバブルポイントとする。



第1図

第

第2図

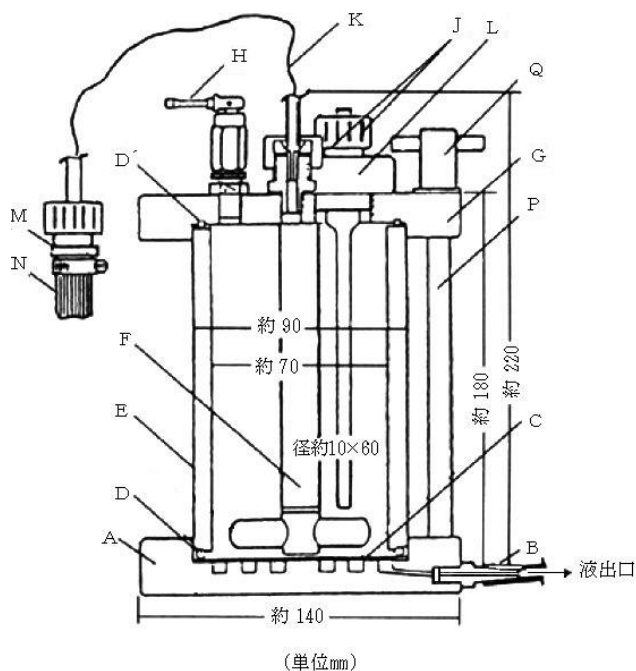
## 78. ろ過器

**ガラスろ過器** 日本工業規格の化学分析用ガラス器具のガラスろ過器の規格に適合するものを用いる。

**加圧ろ過器** 加圧ろ過器は、次の方法により操作する。

装置概略は、次の図による。

- A : 底板
- B : 液出口チューブ
- C : サポートスクリーン
- D, D' : シリコンオーリング
- E : セル
- F : かくはん支柱
- G : かくはん子
- HG : 上ぶた
- IH : 安全弁
- KL : チューブジョイントキャップ
- LK : 耐圧チューブ
- ML : 試料投入口
- NM : 加圧源コネクター
- PN : 耐圧ホース
- QP : 締め付けシャフト
- RQ : 締め付け十字ナット



**操作法** 底板Aに液出口チューブBを付け、メンブランフィルターをサポートスクリーンC上に置き、シリコンオーリングDをメンブランフィルター表面に取り付け、セルEをDの上に置き、かくはん装置支柱F及びG、安全弁IHなどを取り付けた上ぶたHGにシリコンオーリングD'を取り付け、Eの上に置く。更に締め付けシャフトQPをHGに立ち上げ、締め付け用十字ナットRQで均一に締め付ける。次に、加圧ろ過器をかくはん器の上に置き、試料投入口MLより試料の液を流し込む。次に加圧源（窒素ポンプなど）と加圧ろ過器とを耐圧ホースPNと耐圧チューブLKを用いて接続し、少しずつ圧力を上げ、所定の圧力まで加圧し、ろ過する。ろ過は、かくはん器で泡立ちを生じない程度にゆっくりかき混ぜながら行う。

## 89. ふるい

日本工業規格のふるいの規格に適合するものを用いる。

## 910. 検知管式ガス測定器

検知管式ガス測定器は、日本工業規格の検知管式ガス測定器の規格に適合するものを用いる。

10. 付表

ベルトラン糖類定量表

糖類 —(mg)—	各糖類に相当する銅質量—(mg)—				
	転化糖	ブドウ糖	ガラクト —ス	麦芽糖	乳糖
10	20.6	20.4	19.3	11.2	14.4
11	22.6	22.4	21.2	12.3	15.8
12	24.6	24.3	23.0	13.4	17.2
13	26.5	26.3	24.9	14.5	18.6
14	28.5	28.3	26.7	15.6	20.0
15	30.5	30.2	28.6	16.7	21.4
16	32.5	32.2	30.5	17.8	22.8
17	34.5	34.2	32.3	18.9	24.2
18	36.4	36.2	34.2	20.0	25.6
19	38.4	38.1	36.0	21.1	27.0
20	40.4	40.1	37.9	22.2	28.4
21	42.3	42.0	39.7	23.3	29.8
22	44.2	43.9	41.6	24.4	31.1
23	46.1	45.8	43.4	25.5	32.5
24	48.0	47.7	45.2	26.6	33.9
25	49.8	49.6	47.0	27.7	35.2
26	51.7	51.5	48.9	28.9	36.6
27	53.6	53.4	50.7	30.0	38.0
28	55.5	55.3	52.5	31.1	39.4
29	57.4	57.2	54.4	32.2	40.7
30	59.3	59.1	56.2	33.3	42.1
31	61.1	60.9	58.0	34.4	43.4
32	63.0	62.8	59.7	35.5	44.8
33	64.8	64.6	61.5	36.5	46.1
34	66.7	66.5	63.3	37.6	47.4
35	68.5	68.3	65.0	38.7	48.7

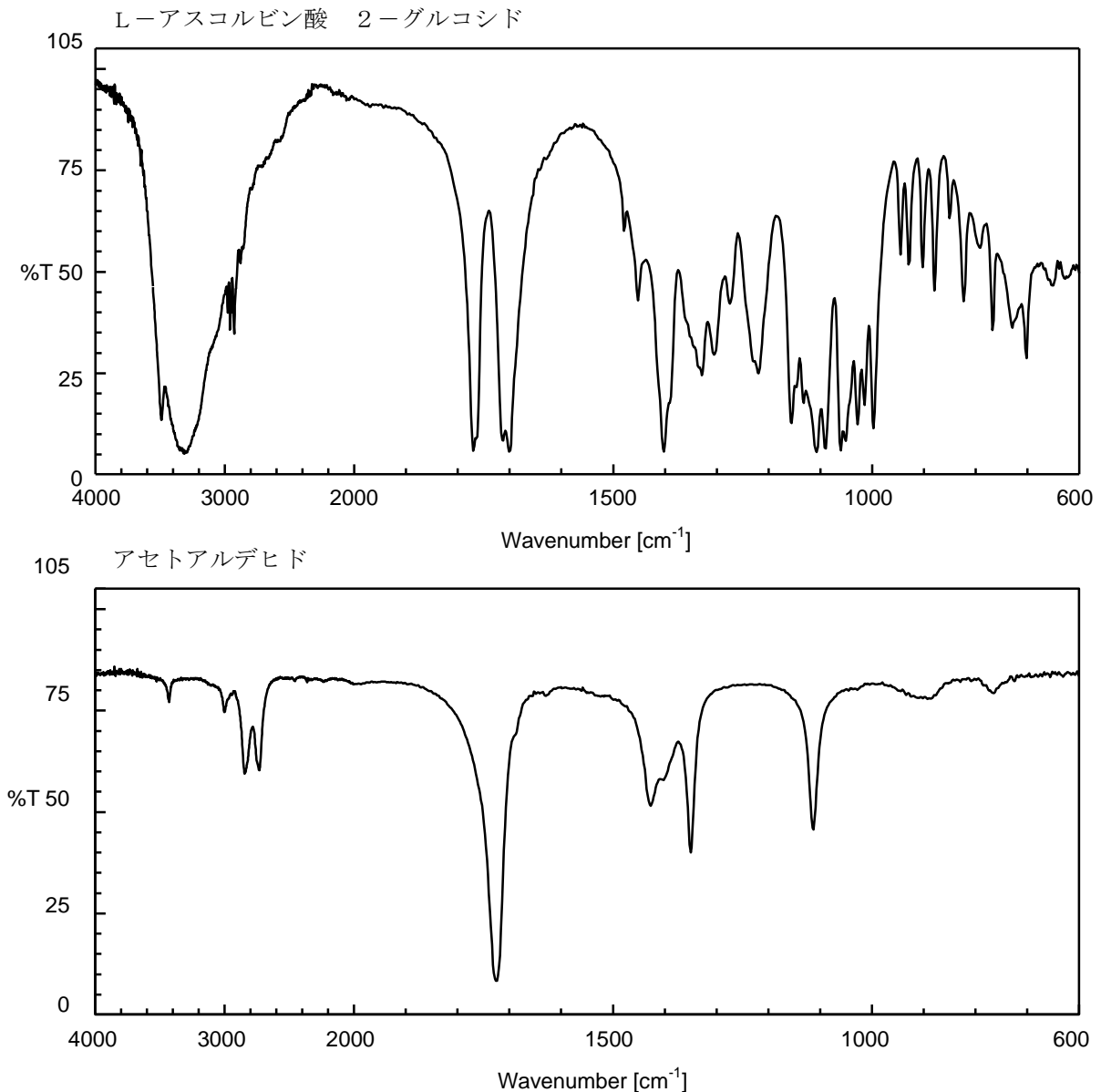
36	70.3	70.1	66.8	39.8	50.1
37	72.2	72.0	68.6	40.9	51.4
38	74.0	73.8	70.4	41.9	52.7
39	75.9	75.7	72.1	43.0	54.1
40	77.7	77.5	73.9	44.1	55.4
41	79.5	79.3	75.6	45.2	56.7
42	81.2	81.1	77.4	46.3	58.0
43	83.0	82.9	79.1	47.4	59.3
44	84.4	84.7	80.8	48.5	60.6
45	86.5	86.4	82.5	49.5	61.9
46	88.3	88.2	84.3	50.6	63.3
47	90.1	90.0	86.6	51.7	64.6
48	91.9	91.8	87.7	52.8	65.9
49	93.6	93.6	89.5	53.9	67.2
50	95.4	95.4	91.2	55.0	68.5
51	97.1	97.1	92.9	56.1	69.8
52	98.8	98.9	94.6	57.1	71.1
53	100.6	100.6	96.3	58.2	72.4
54	102.2	102.3	98.0	59.3	73.7
55	104.0	104.1	99.7	60.3	74.9
56	105.7	105.8	101.5	61.4	76.2
57	107.4	107.6	103.2	62.5	77.5
58	109.2	109.3	104.9	63.5	78.8
59	110.9	111.1	106.2	64.6	80.1
60	112.6	112.8	108.3	65.7	81.4
61	114.3	114.5	110.0	66.8	82.7
62	115.9	116.2	111.6	67.9	83.9
63	117.6	117.9	113.3	68.9	85.2
64	119.2	119.6	115.0	70.0	86.5
65	120.9	121.3	116.6	71.1	87.7
66	122.6	123.0	118.3	72.2	89.0

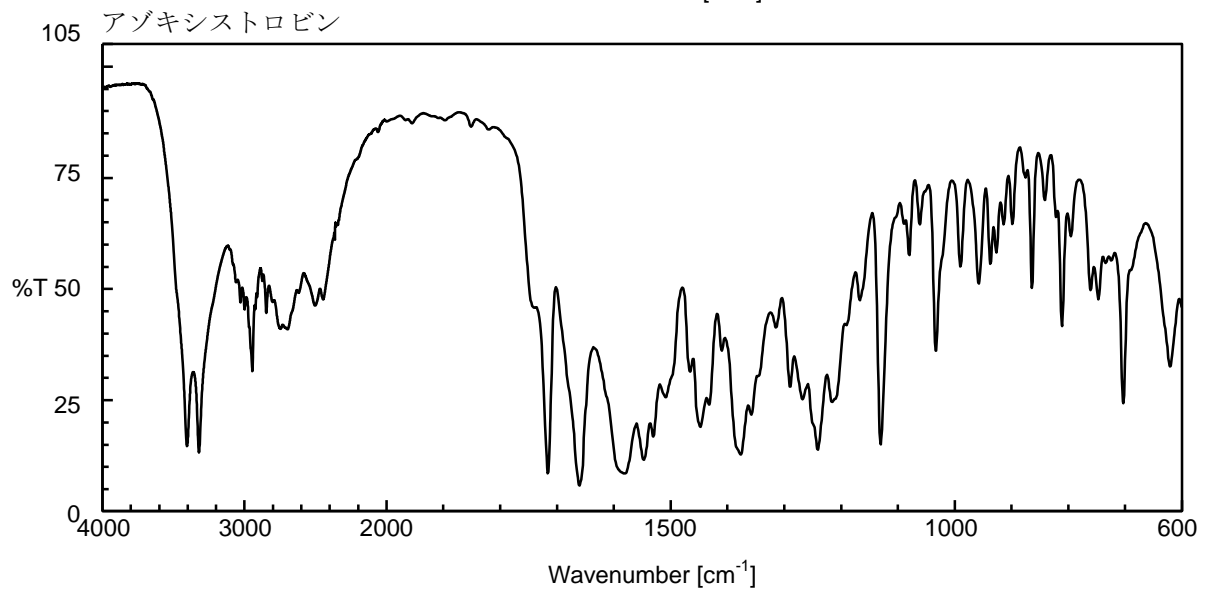
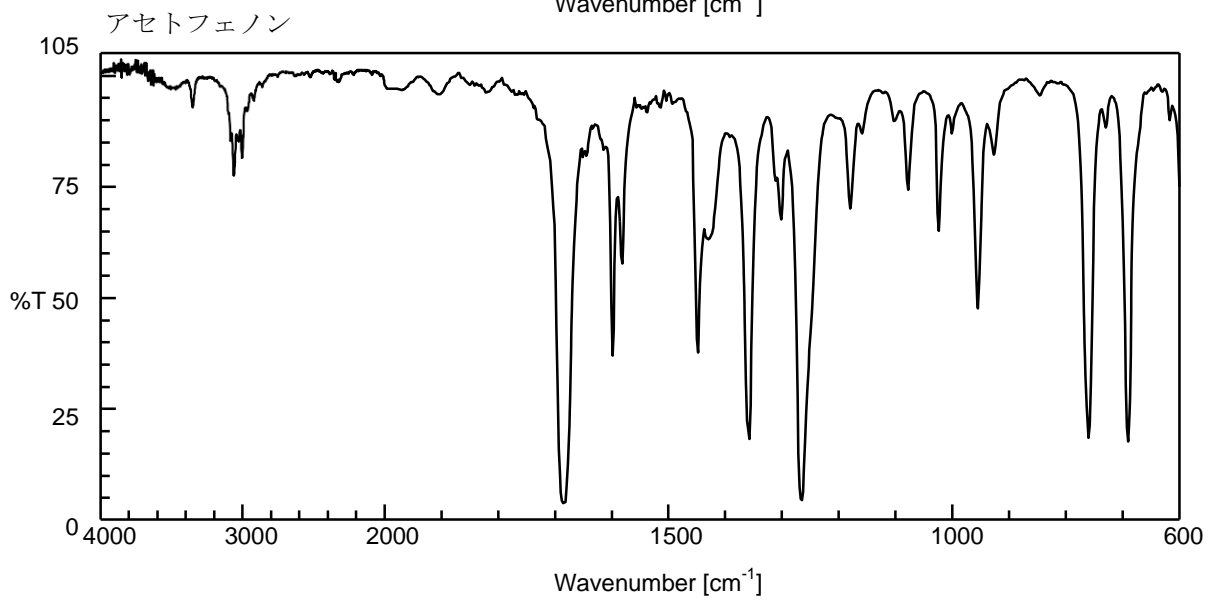
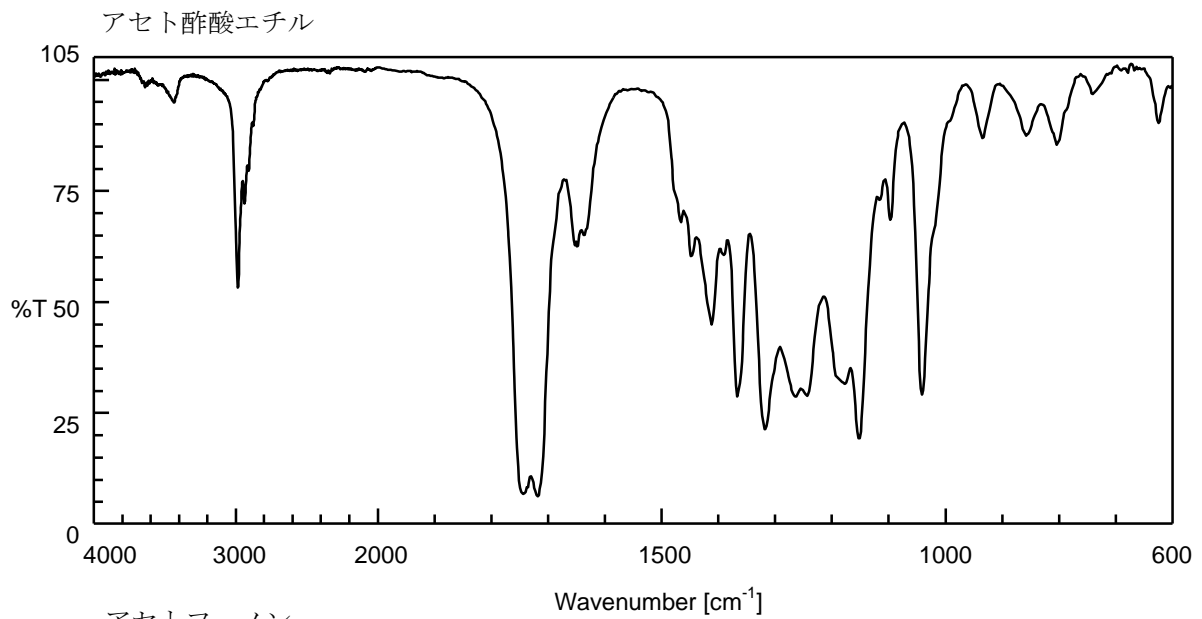
67	<del>124.2</del>	<del>124.7</del>	<del>120.0</del>	<del>73.3</del>	<del>90.3</del>
68	<del>125.9</del>	<del>126.4</del>	<del>121.7</del>	<del>74.3</del>	<del>91.6</del>
69	<del>127.5</del>	<del>128.1</del>	<del>123.3</del>	<del>75.4</del>	<del>92.8</del>
70	<del>129.2</del>	<del>129.8</del>	<del>125.0</del>	<del>76.5</del>	<del>94.1</del>
71	<del>130.8</del>	<del>131.4</del>	<del>126.6</del>	<del>77.6</del>	<del>95.4</del>
72	<del>132.4</del>	<del>133.1</del>	<del>128.3</del>	<del>78.6</del>	<del>96.7</del>
73	<del>134.0</del>	<del>134.7</del>	<del>130.0</del>	<del>79.7</del>	<del>98.0</del>
74	<del>135.6</del>	<del>136.3</del>	<del>131.5</del>	<del>80.8</del>	<del>99.1</del>
75	<del>137.2</del>	<del>137.9</del>	<del>133.1</del>	<del>81.8</del>	<del>100.4</del>
76	<del>138.9</del>	<del>139.6</del>	<del>134.8</del>	<del>82.9</del>	<del>101.7</del>
77	<del>140.5</del>	<del>141.2</del>	<del>136.4</del>	<del>84.0</del>	<del>102.9</del>
78	<del>142.1</del>	<del>142.8</del>	<del>138.0</del>	<del>85.1</del>	<del>104.2</del>
79	<del>143.7</del>	<del>144.5</del>	<del>139.7</del>	<del>86.1</del>	<del>105.4</del>
80	<del>145.3</del>	<del>146.1</del>	<del>141.3</del>	<del>87.2</del>	<del>106.7</del>
81	<del>146.9</del>	<del>147.7</del>	<del>142.9</del>	<del>88.3</del>	<del>107.9</del>
82	<del>148.5</del>	<del>149.3</del>	<del>144.6</del>	<del>89.4</del>	<del>109.2</del>
83	<del>150.0</del>	<del>150.9</del>	<del>146.2</del>	<del>90.4</del>	<del>110.4</del>
84	<del>151.6</del>	<del>152.5</del>	<del>147.8</del>	<del>91.5</del>	<del>111.7</del>
85	<del>153.2</del>	<del>154.0</del>	<del>149.4</del>	<del>92.6</del>	<del>112.9</del>
86	<del>154.8</del>	<del>155.6</del>	<del>151.1</del>	<del>93.7</del>	<del>114.1</del>
87	<del>156.4</del>	<del>157.2</del>	<del>152.7</del>	<del>94.8</del>	<del>115.4</del>
88	<del>157.9</del>	<del>158.3</del>	<del>154.3</del>	<del>95.8</del>	<del>116.6</del>
89	<del>159.5</del>	<del>160.4</del>	<del>156.0</del>	<del>96.9</del>	<del>117.9</del>
90	<del>161.1</del>	<del>162.0</del>	<del>157.6</del>	<del>98.0</del>	<del>119.1</del>
91	<del>162.6</del>	<del>163.6</del>	<del>159.2</del>	<del>99.0</del>	<del>120.3</del>
92	<del>164.2</del>	<del>165.2</del>	<del>160.8</del>	<del>100.1</del>	<del>121.6</del>
93	<del>165.7</del>	<del>166.7</del>	<del>162.4</del>	<del>101.1</del>	<del>122.8</del>
94	<del>167.3</del>	<del>168.3</del>	<del>164.0</del>	<del>102.2</del>	<del>124.0</del>
95	<del>168.8</del>	<del>169.9</del>	<del>165.6</del>	<del>103.2</del>	<del>125.2</del>
96	<del>170.3</del>	<del>171.5</del>	<del>167.2</del>	<del>104.2</del>	<del>126.5</del>
97	<del>171.9</del>	<del>173.1</del>	<del>168.8</del>	<del>105.3</del>	<del>127.7</del>

<del>98</del>	<del>173.4</del>	<del>174.6</del>	<del>170.4</del>	<del>106.3</del>	<del>128.9</del>
<del>99</del>	<del>175.0</del>	<del>176.2</del>	<del>172.0</del>	<del>107.4</del>	<del>130.2</del>
<del>100</del>	<del>176.5</del>	<del>177.8</del>	<del>173.6</del>	<del>108.4</del>	<del>131.4</del>

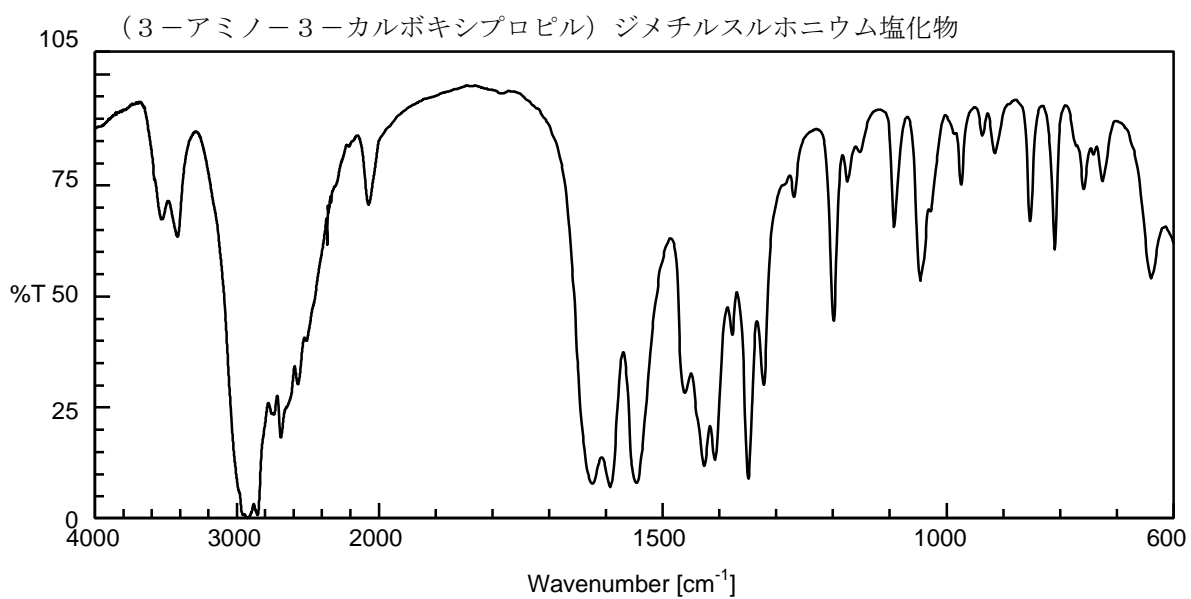
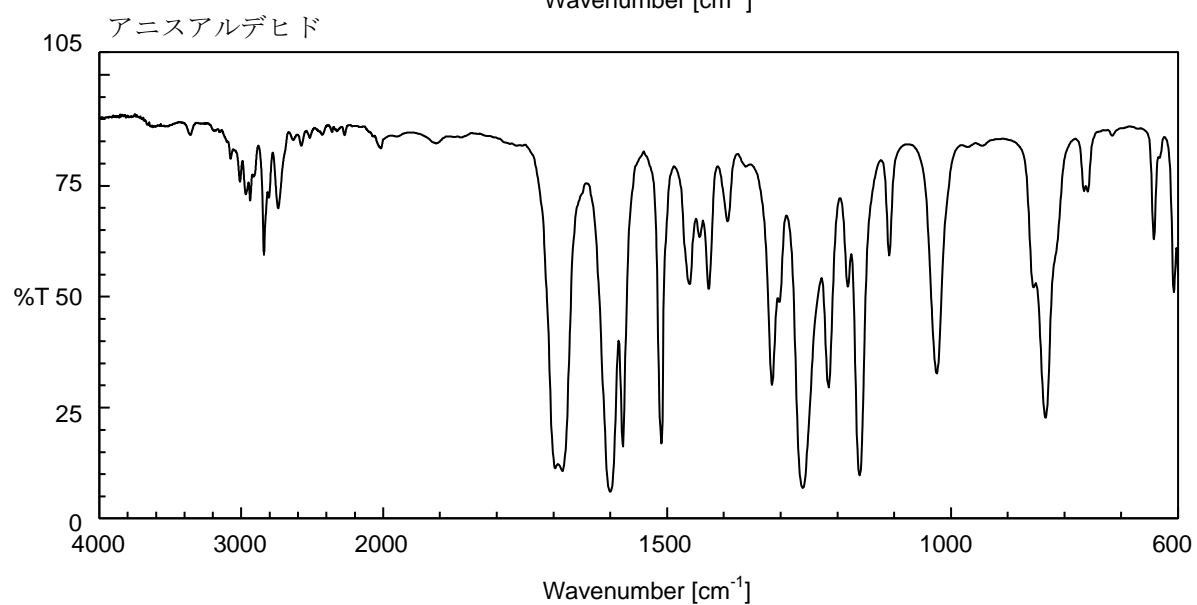
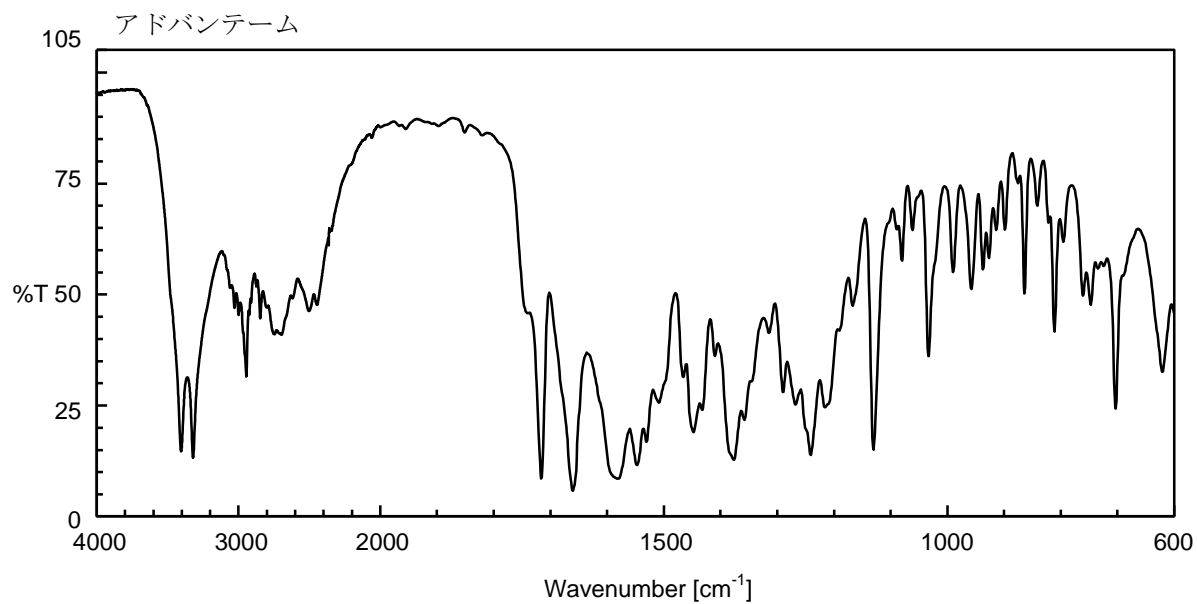
## 11. 参照赤外吸収スペクトル

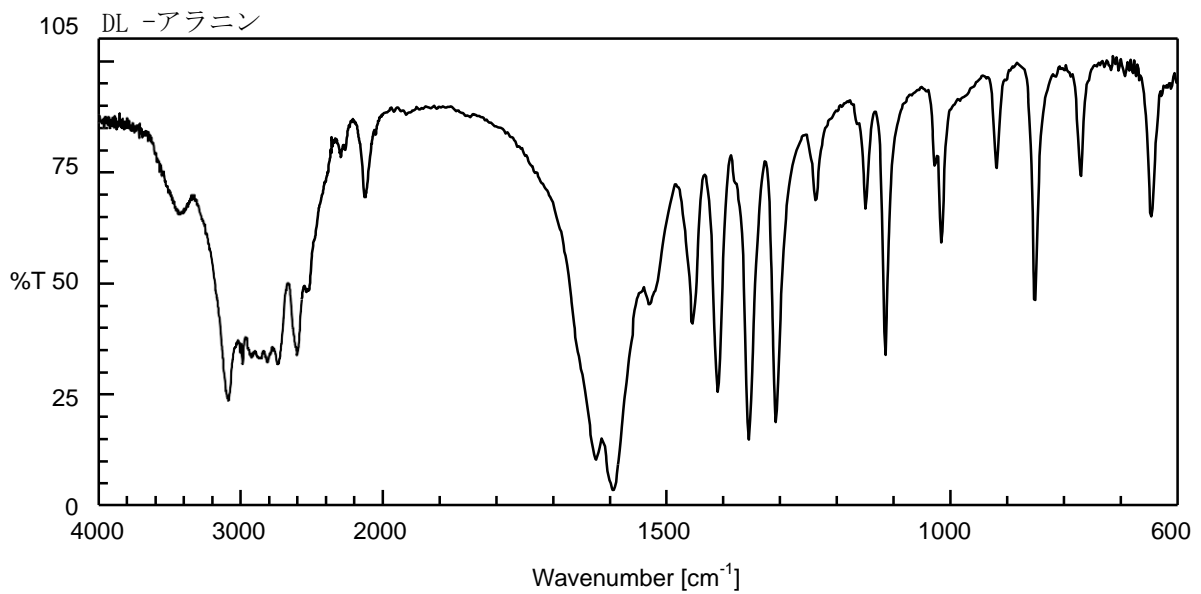
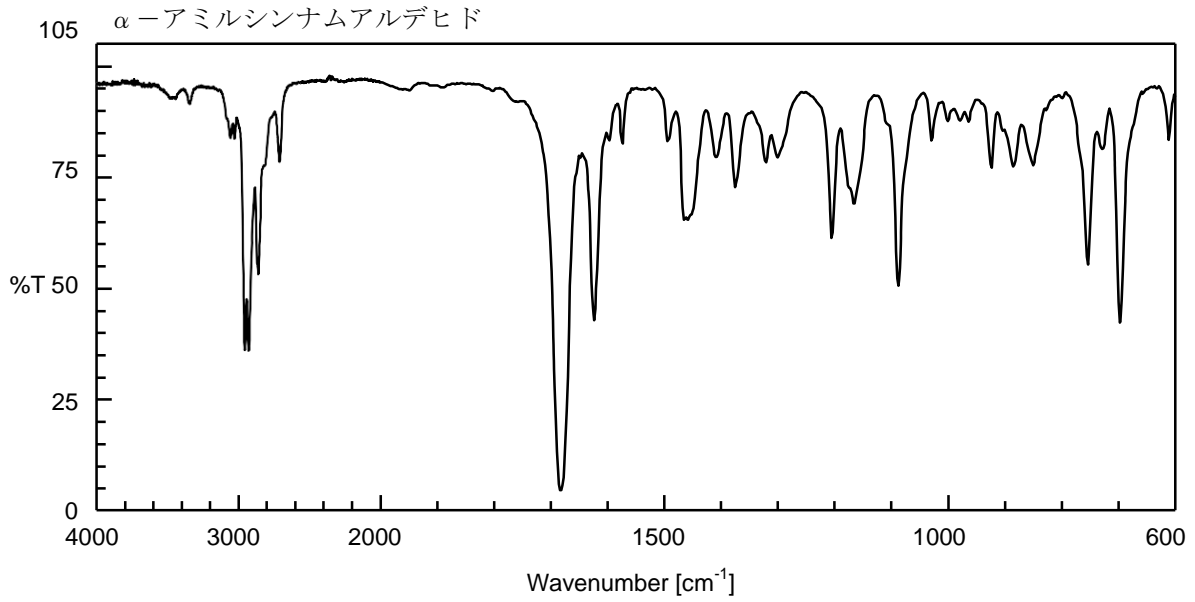
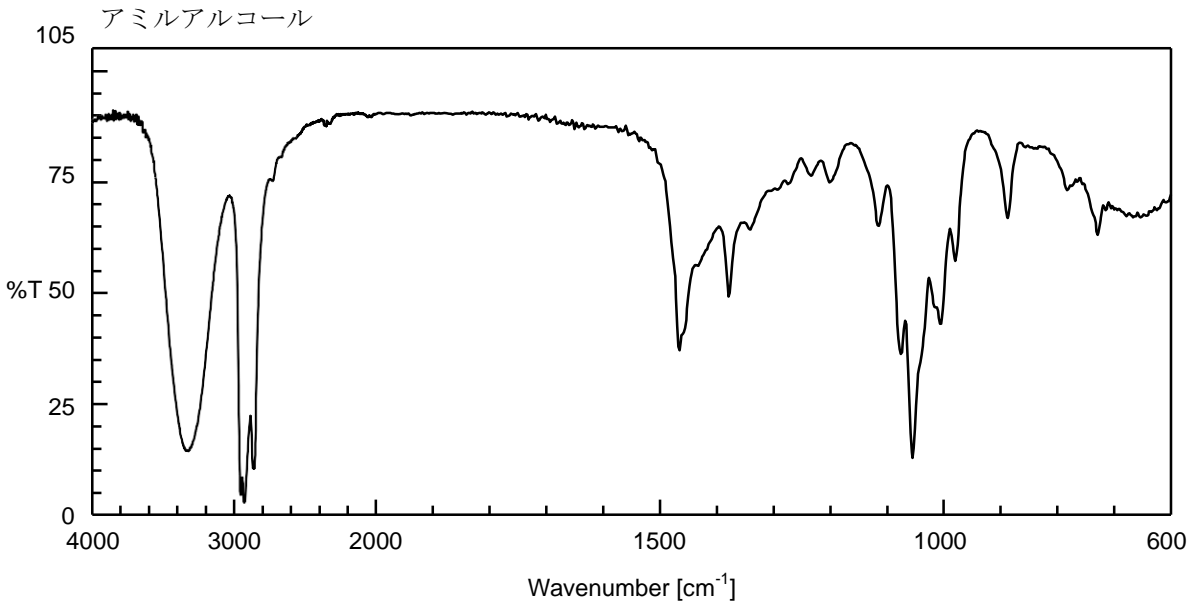
ここに掲げる参照スペクトルは、フーリエ変換形赤外分光光度計を用い、成分規格・保存基準各条に規定する方法により試料を調製し、装置の分解能を  $4\text{ cm}^{-1}$  として測定して得られたスペクトルで、横軸に波数 ( $\text{cm}^{-1}$ )、縦軸に透過率 (%) を取り、図示したものである。対照には、~~臭化カリウム~~錠剤法 (直径 10mm) では、試料を含まない臭化カリウム錠剤を、ペースト法、薄膜法及び液膜法では、窓板 1 枚を用いた。

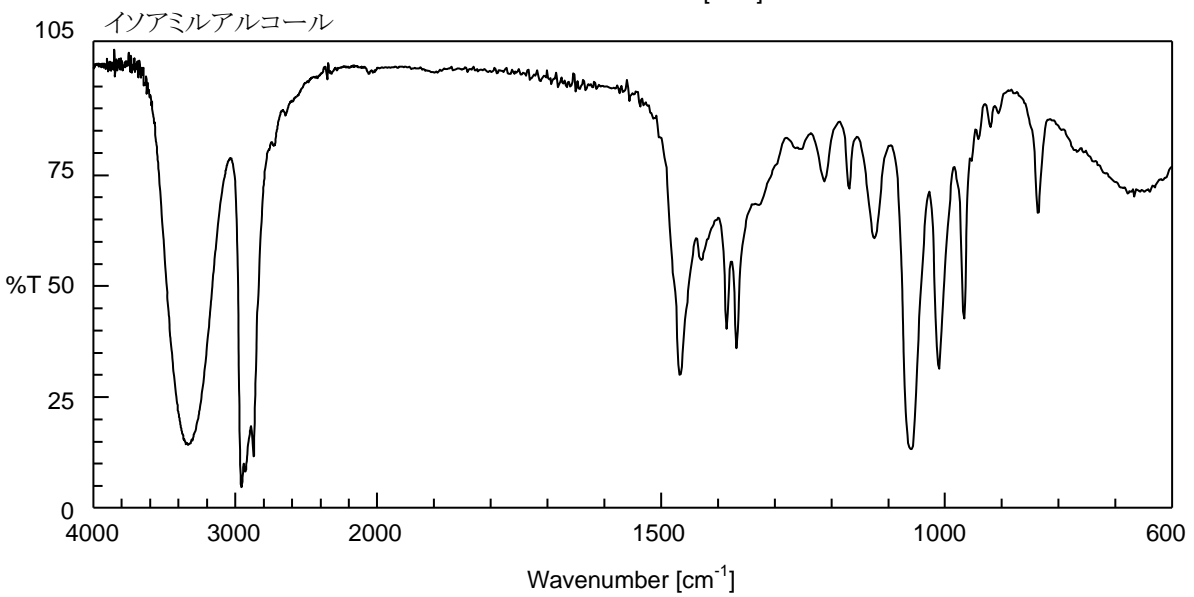
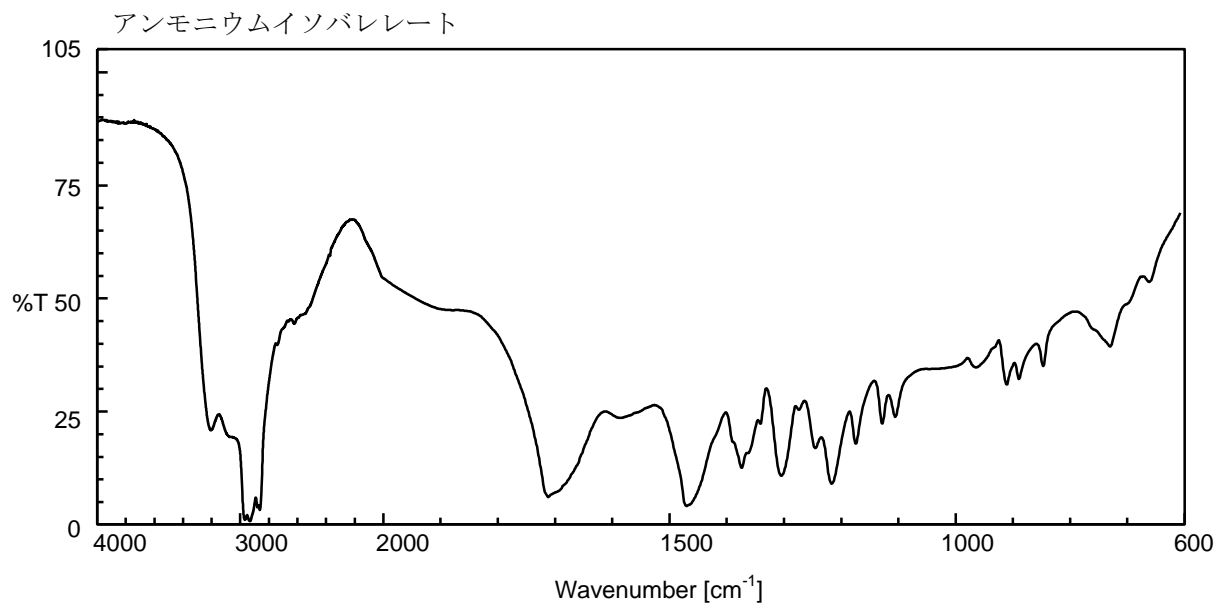
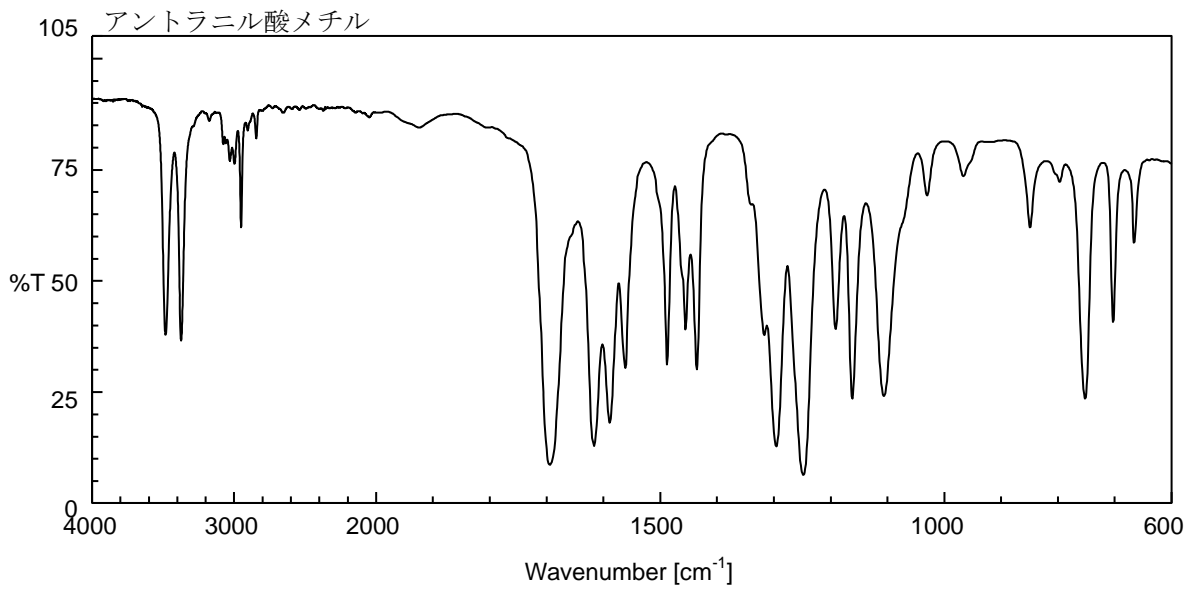


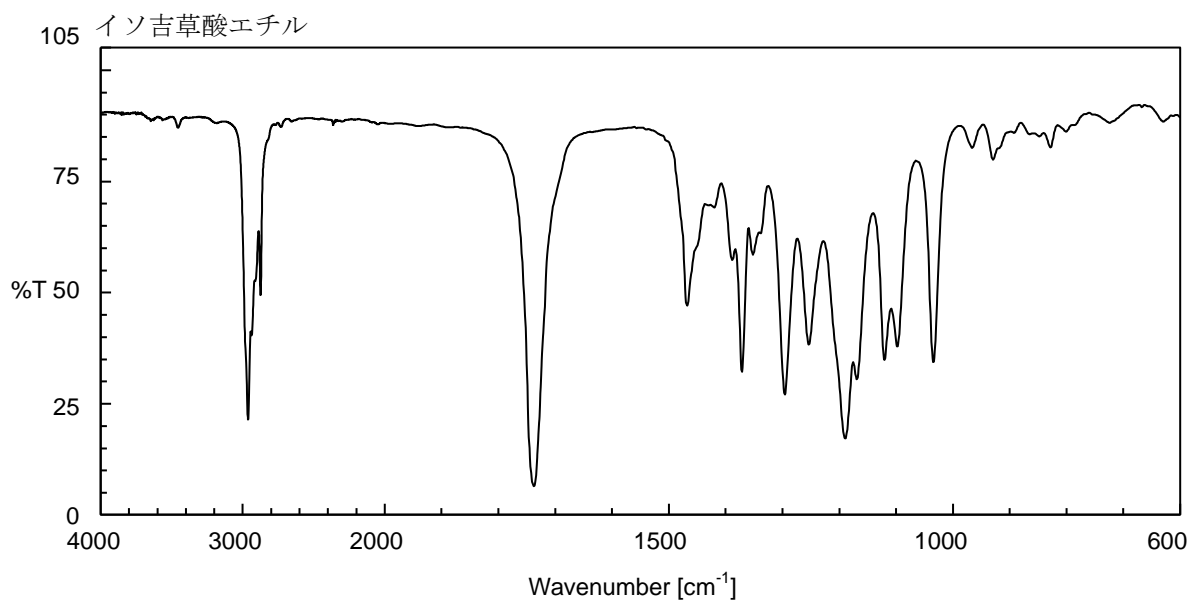
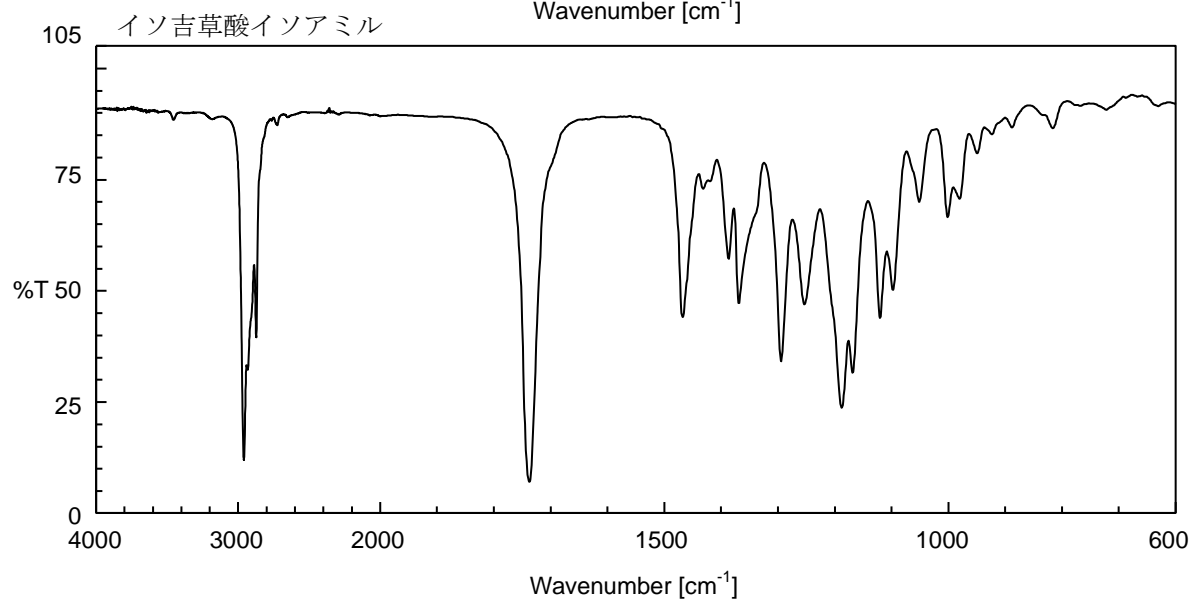
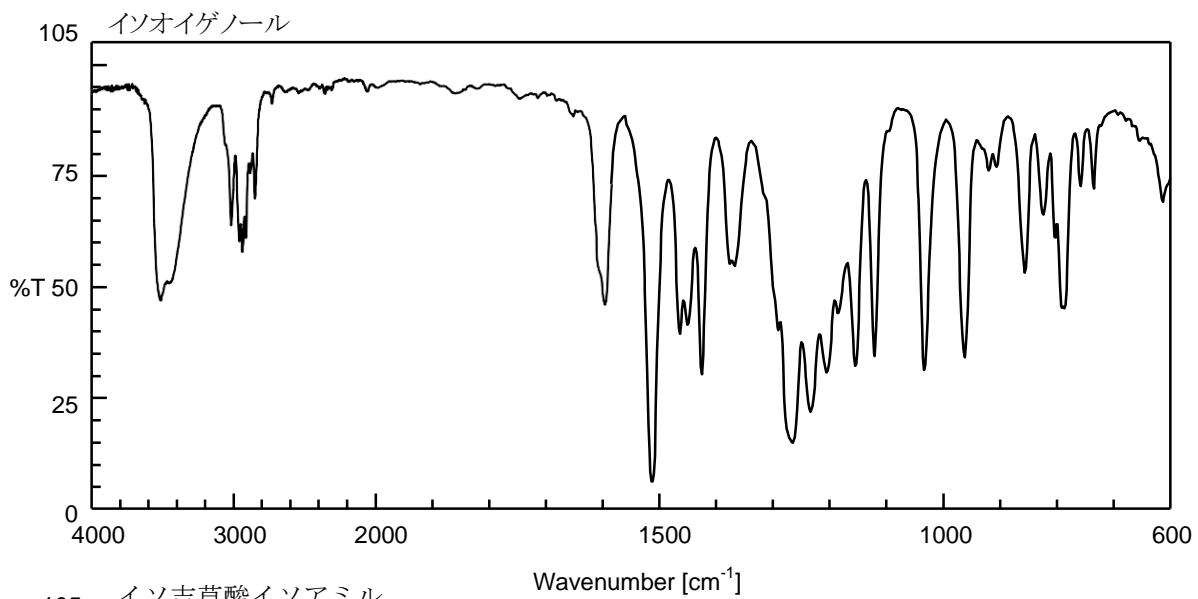


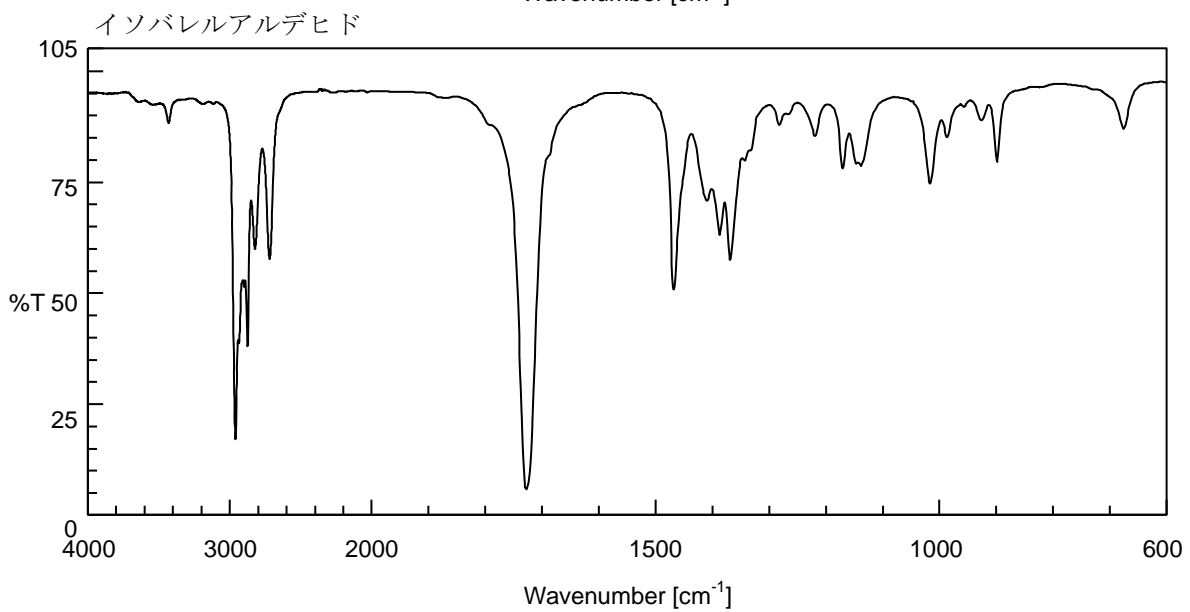
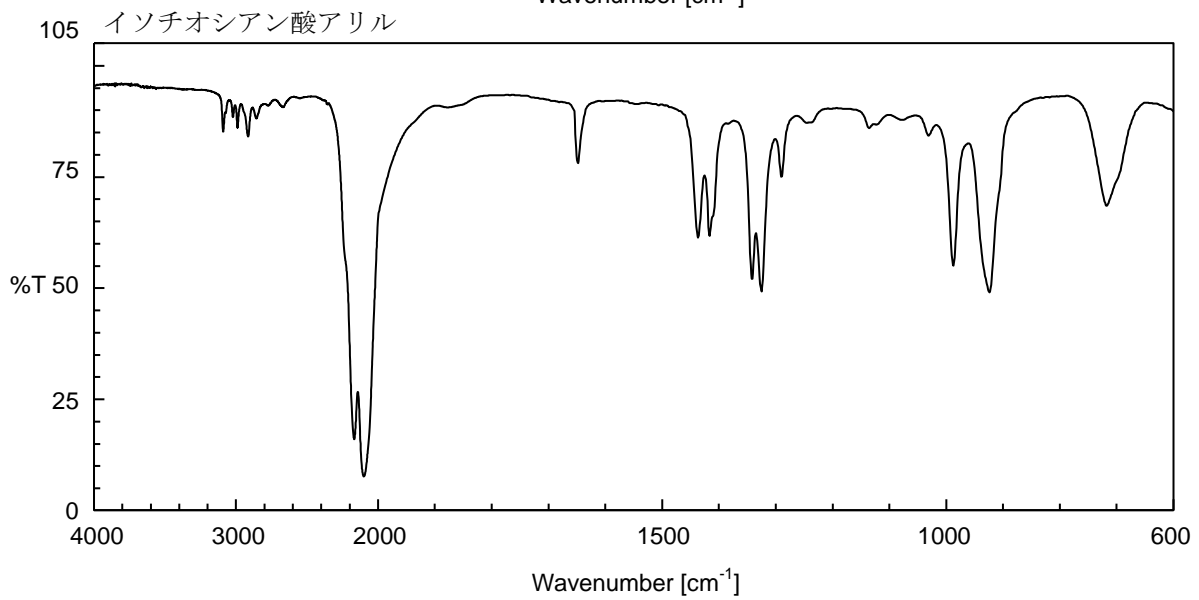
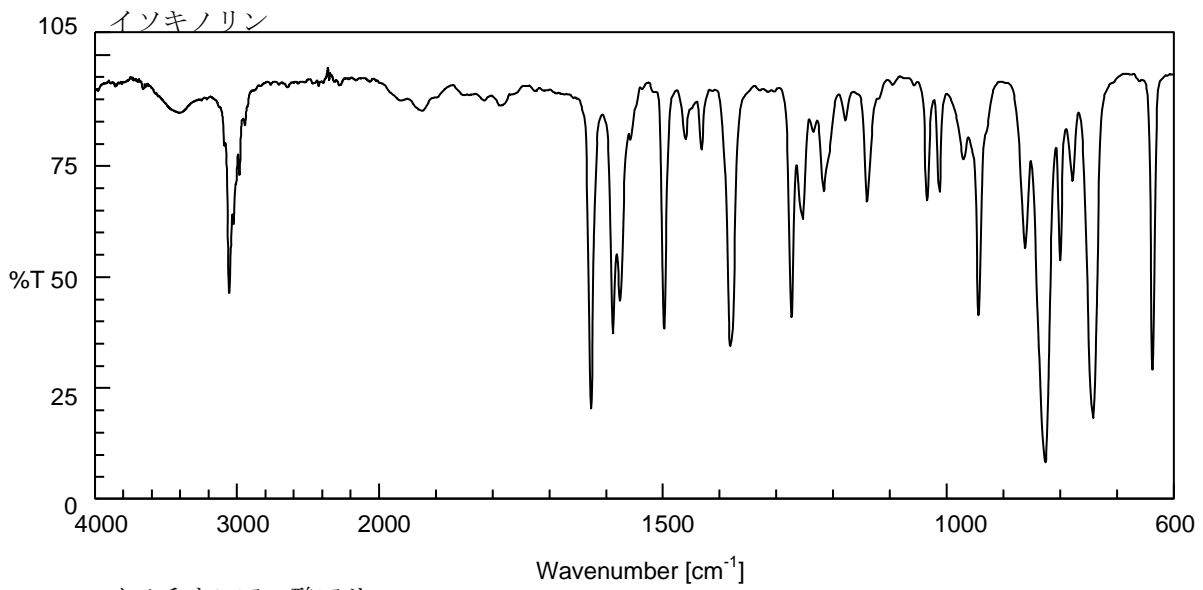


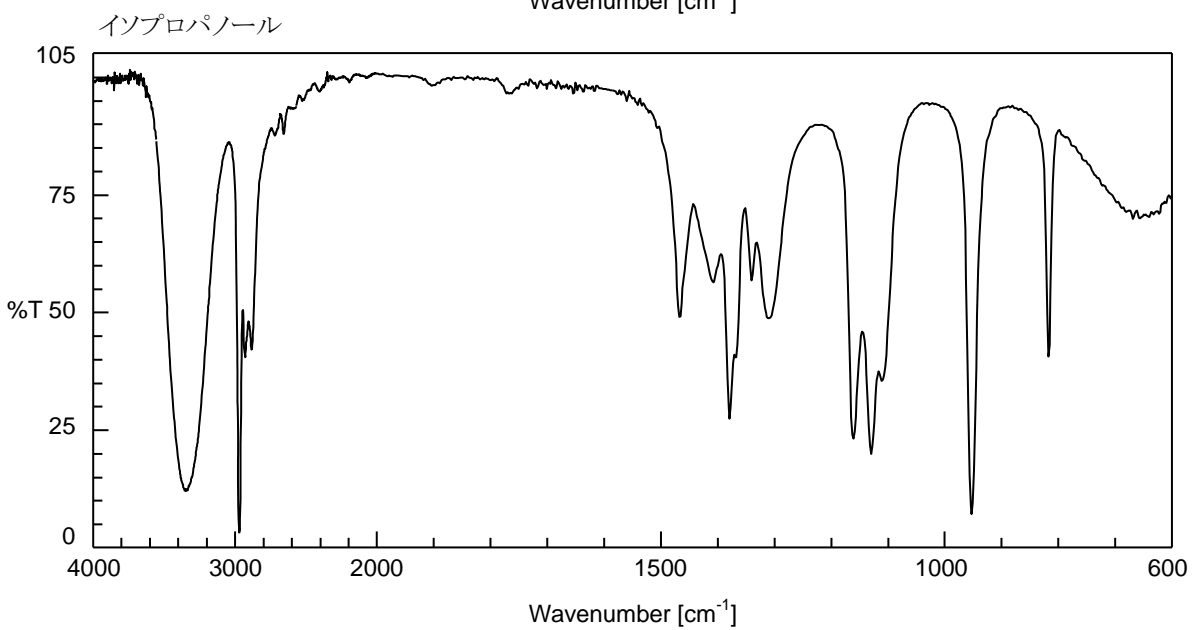
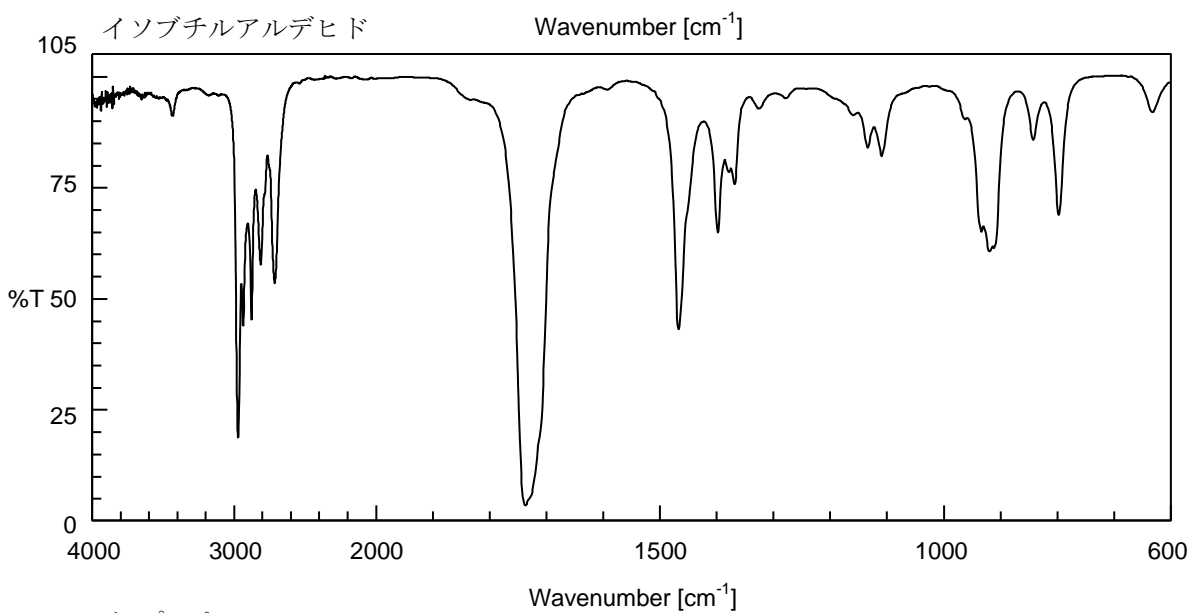
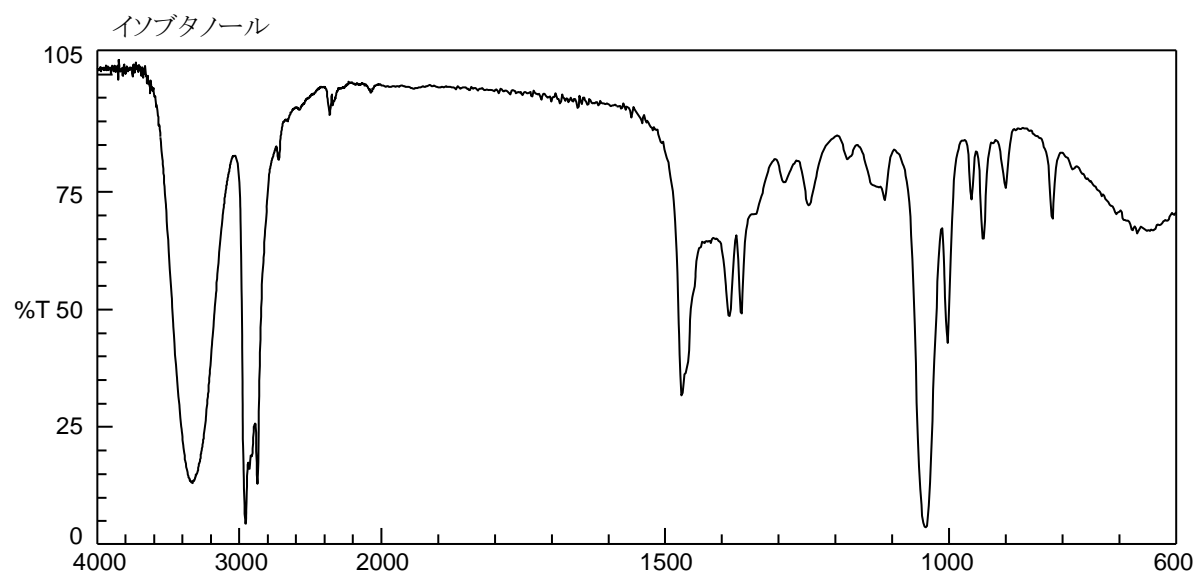


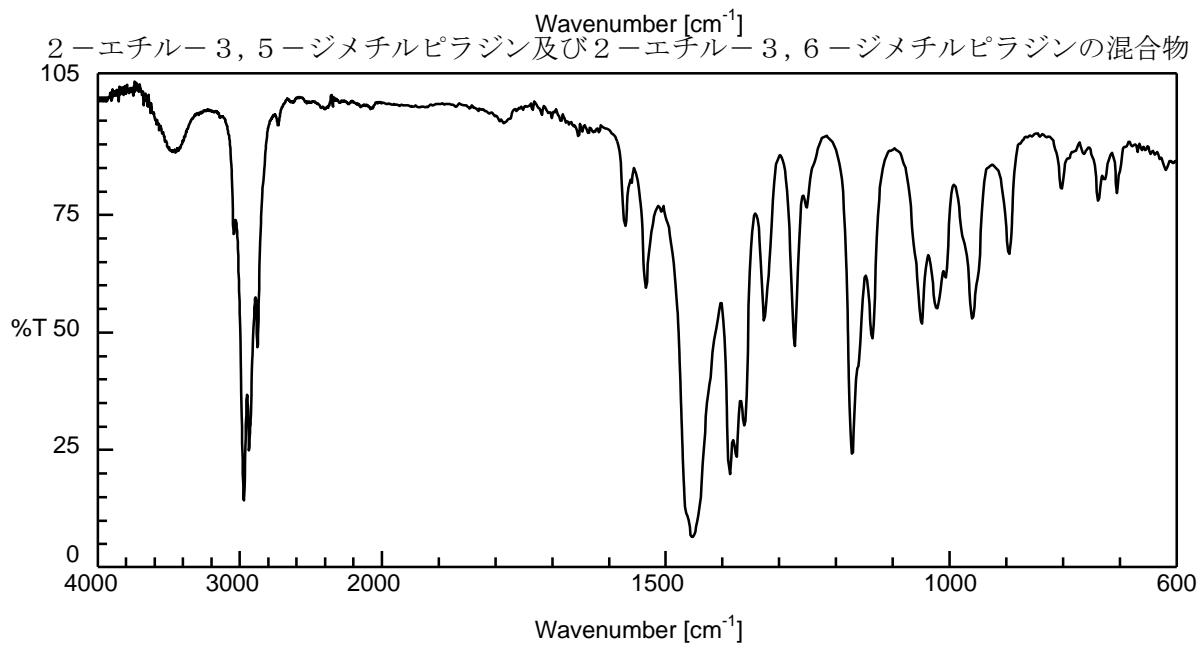
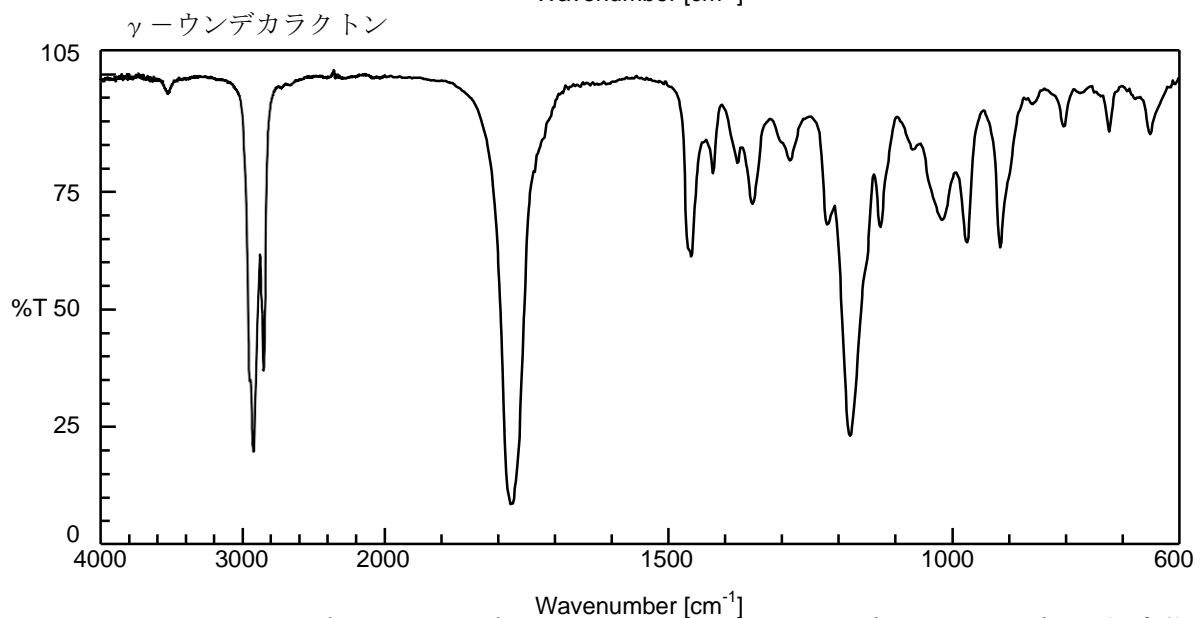
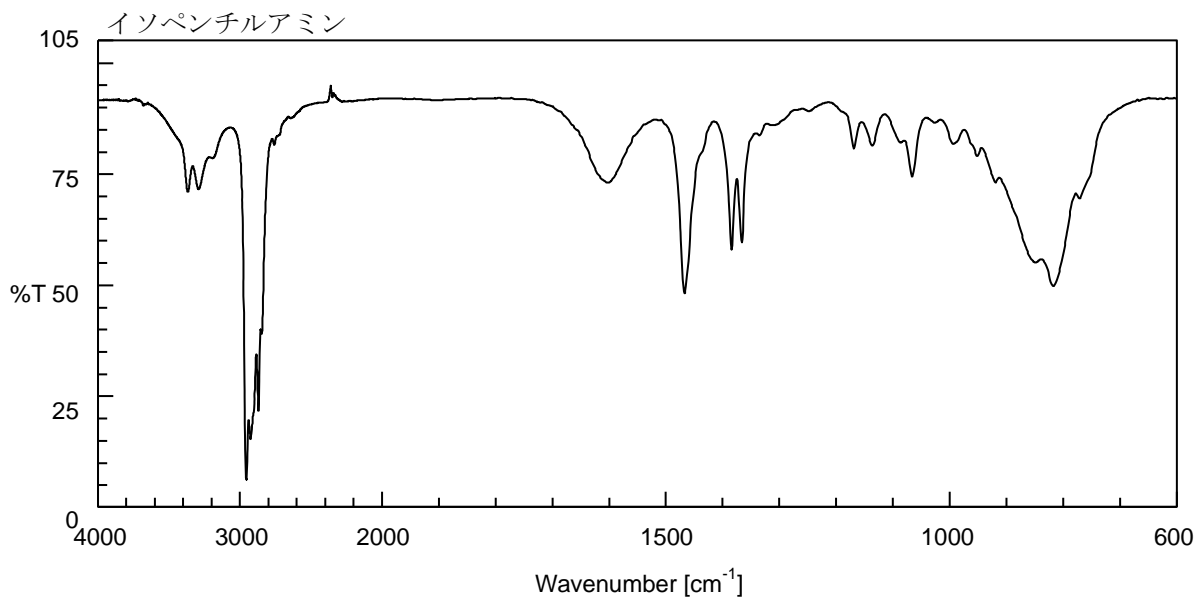


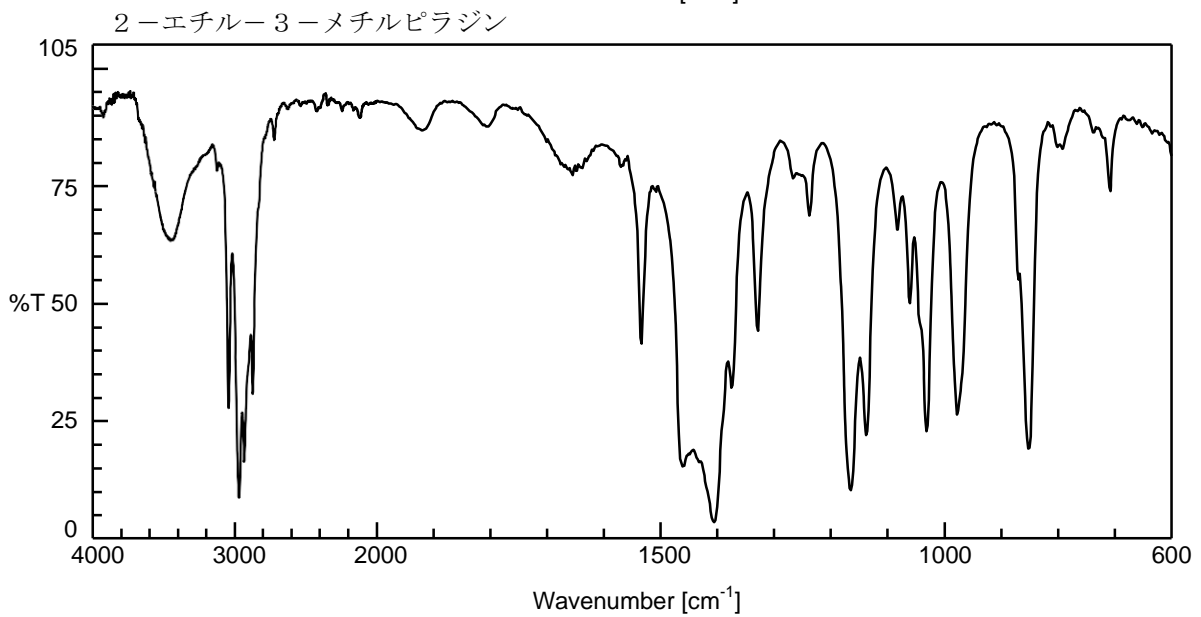
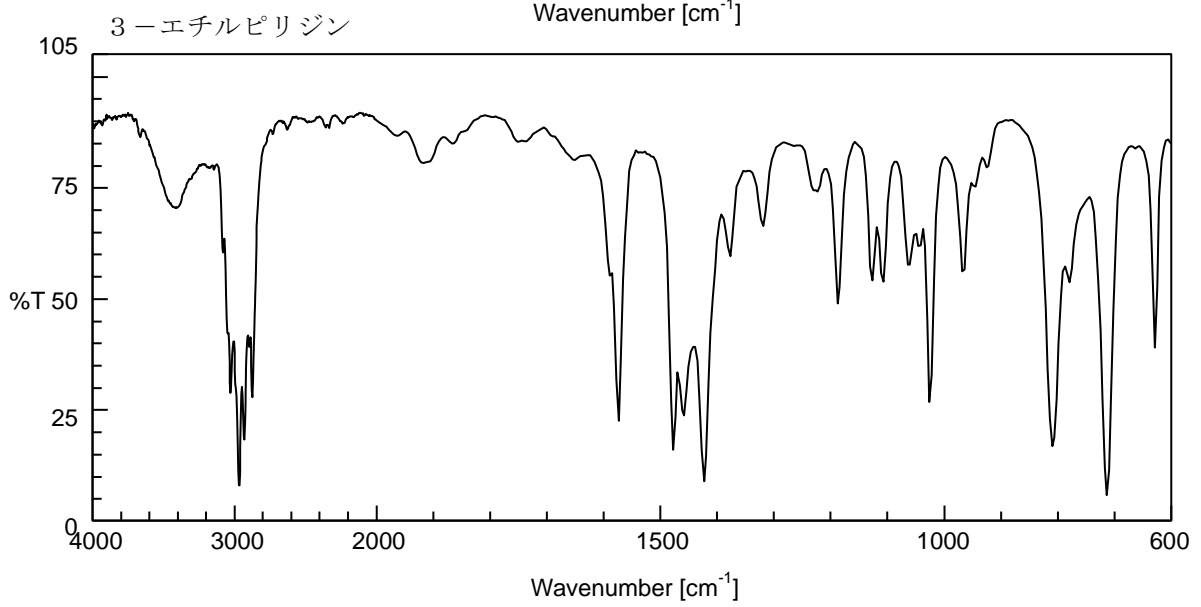
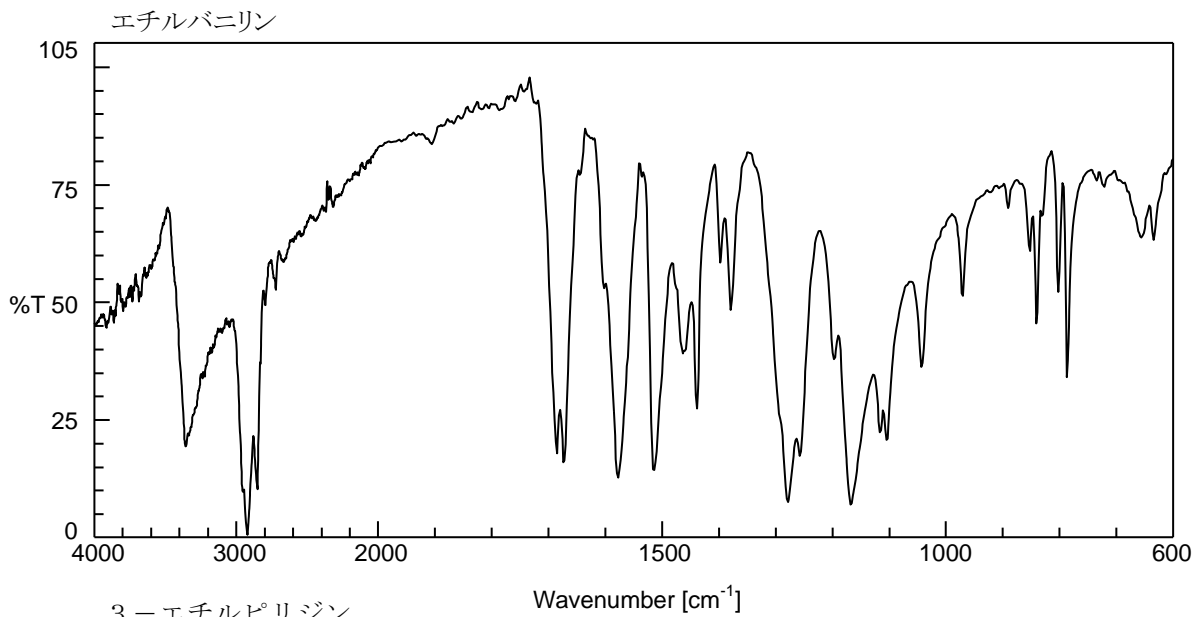




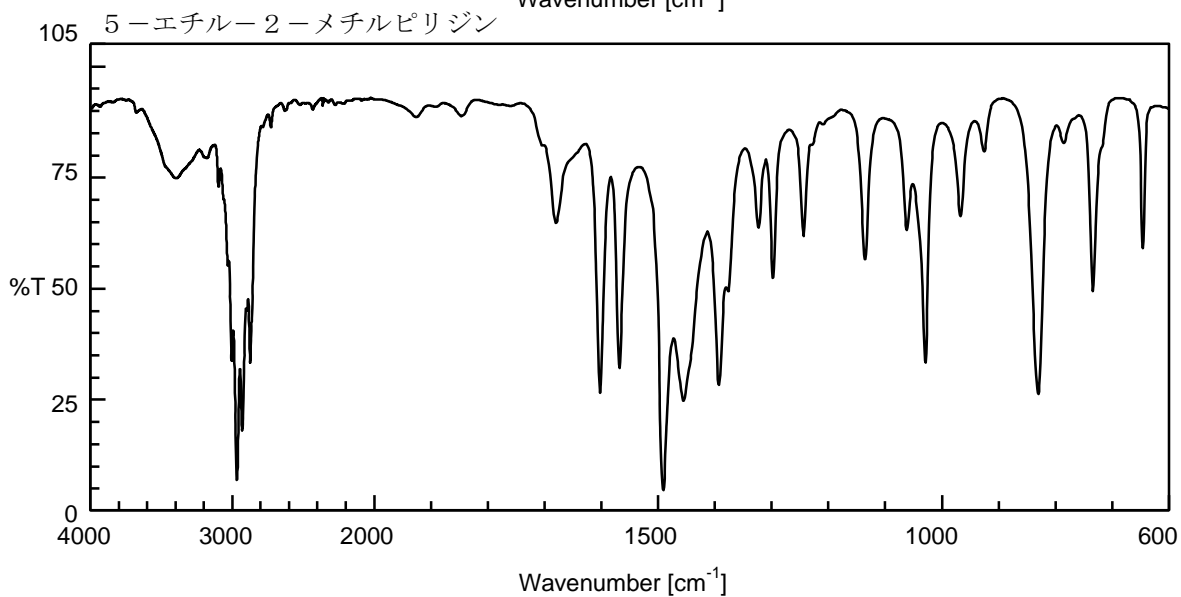
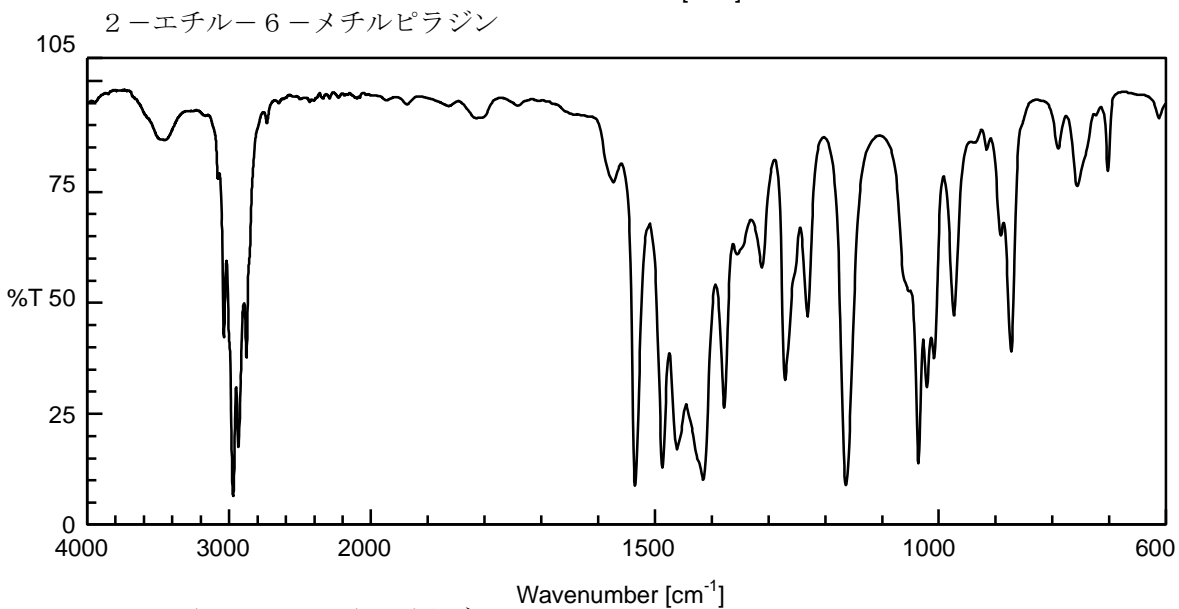
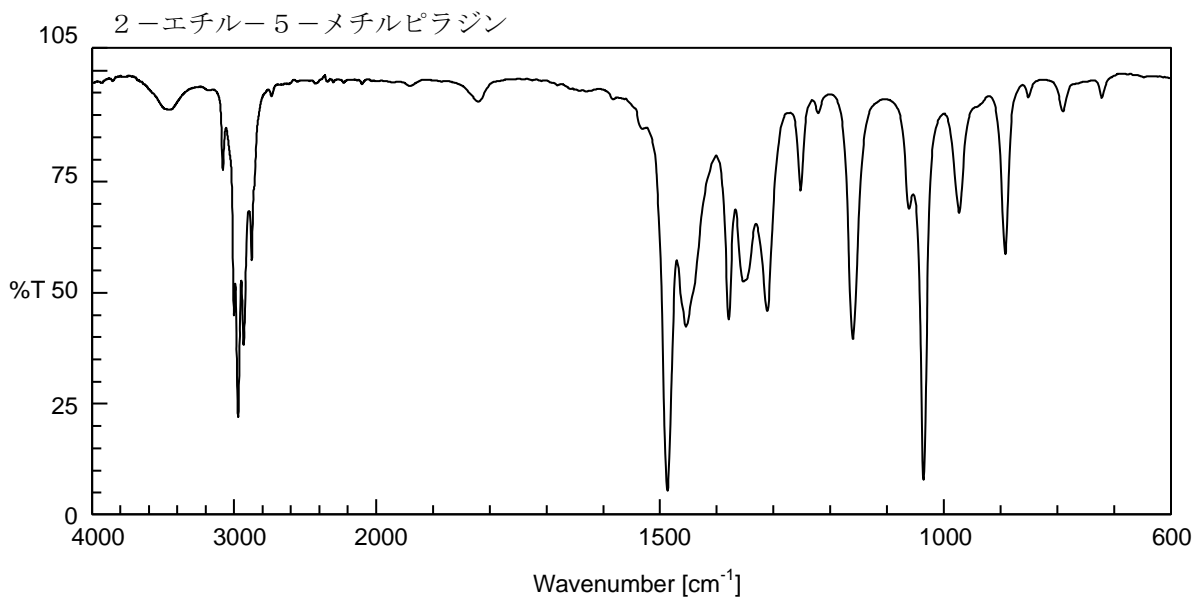


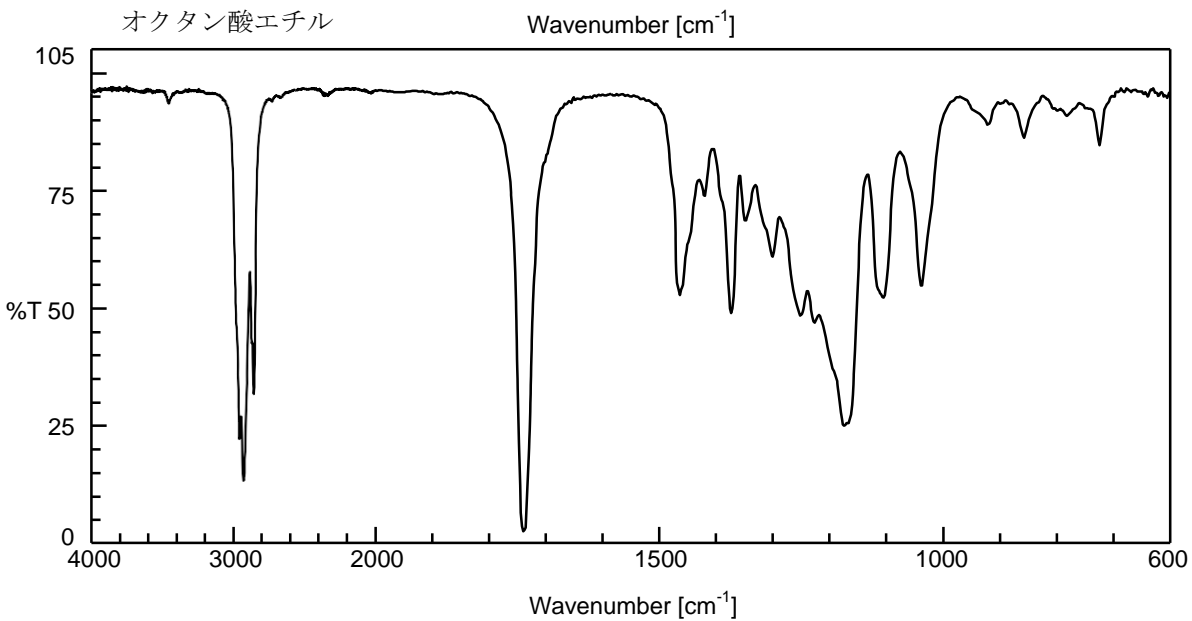
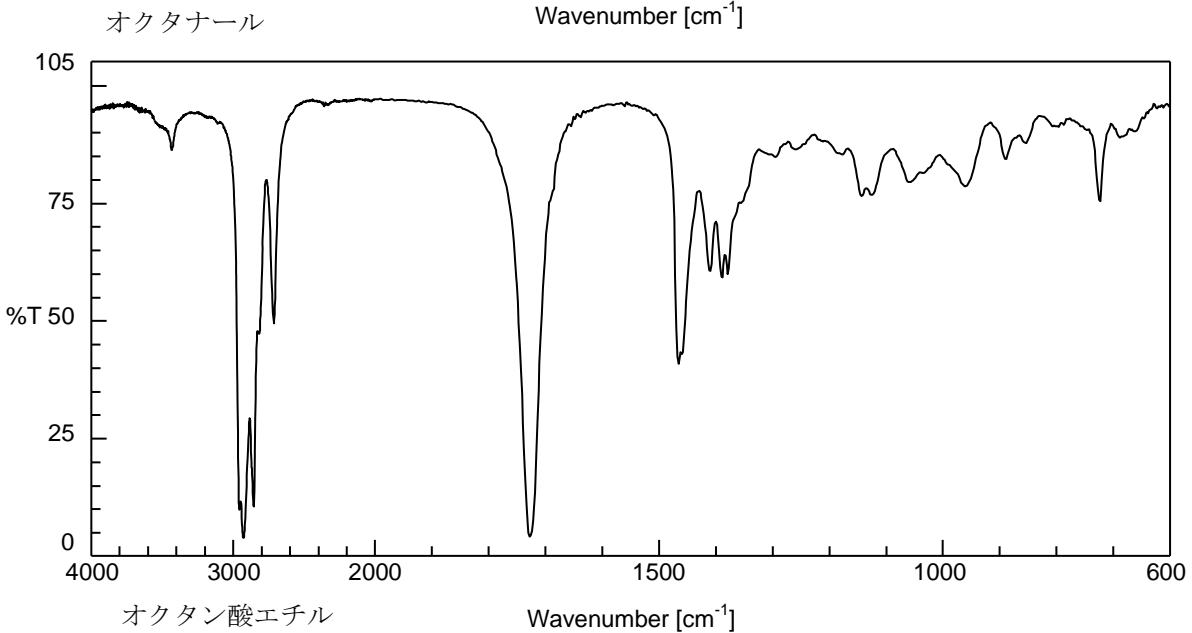
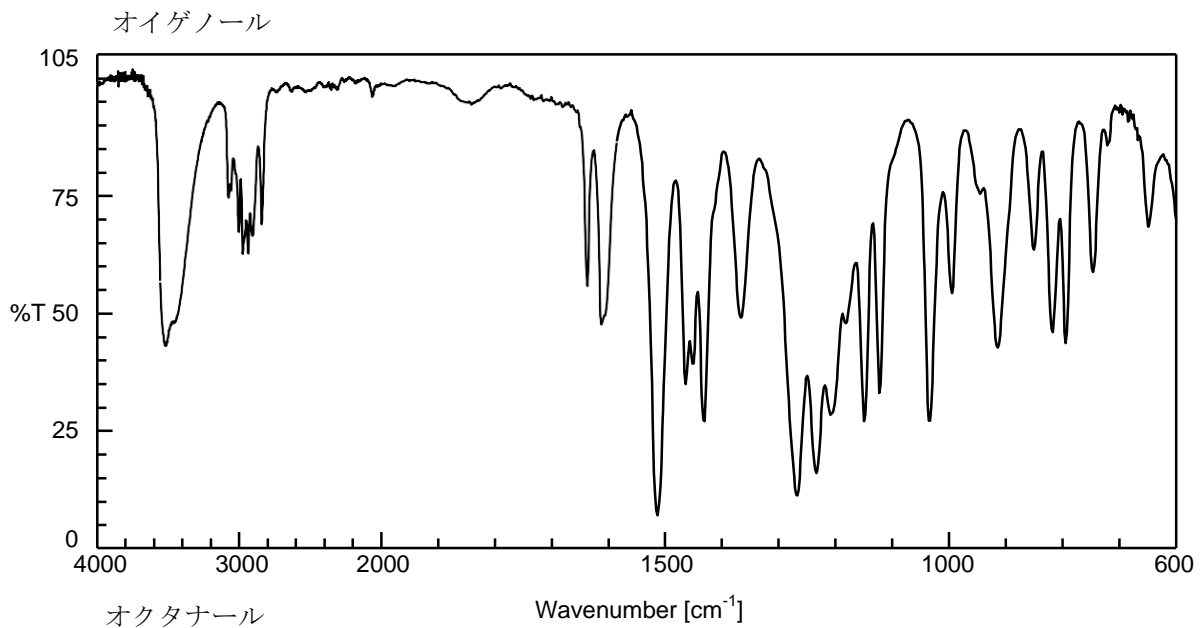


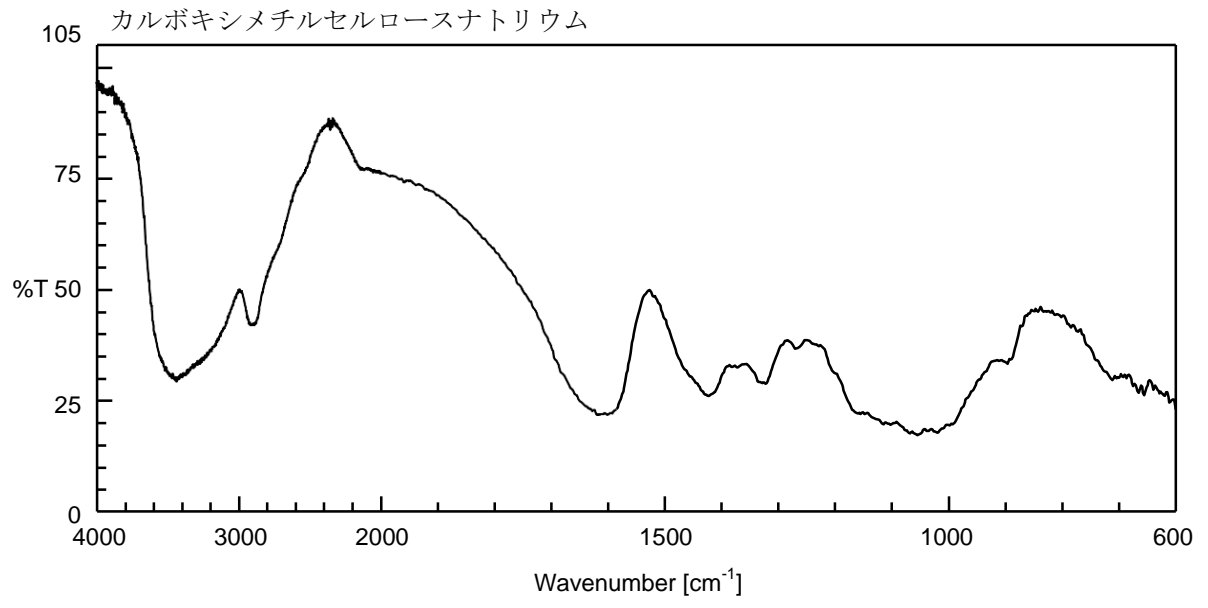
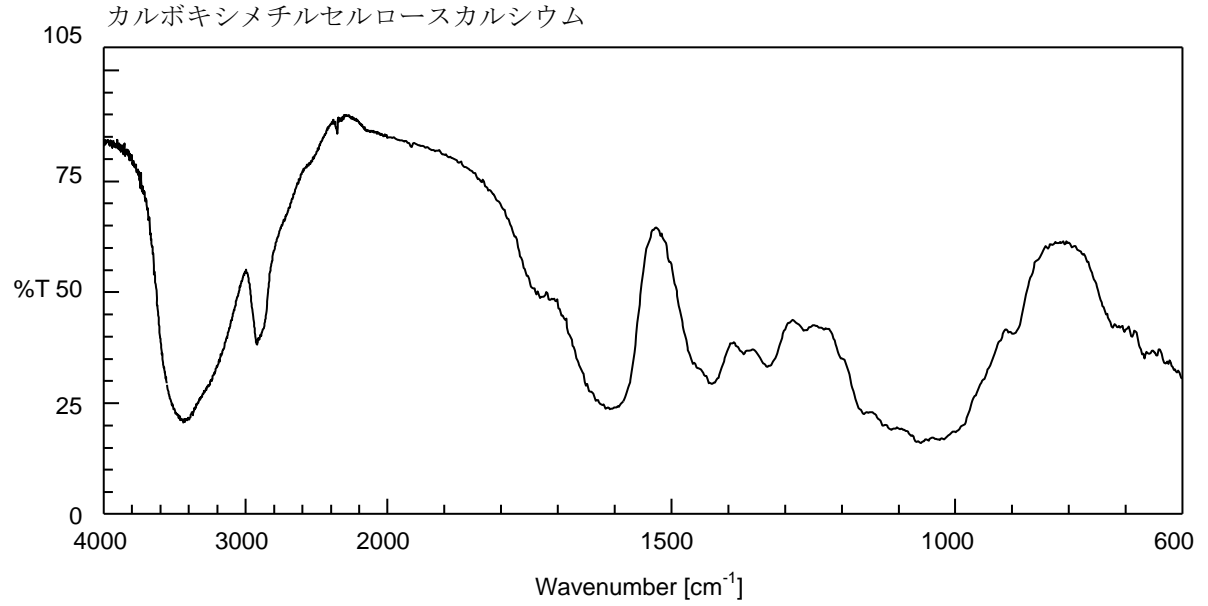
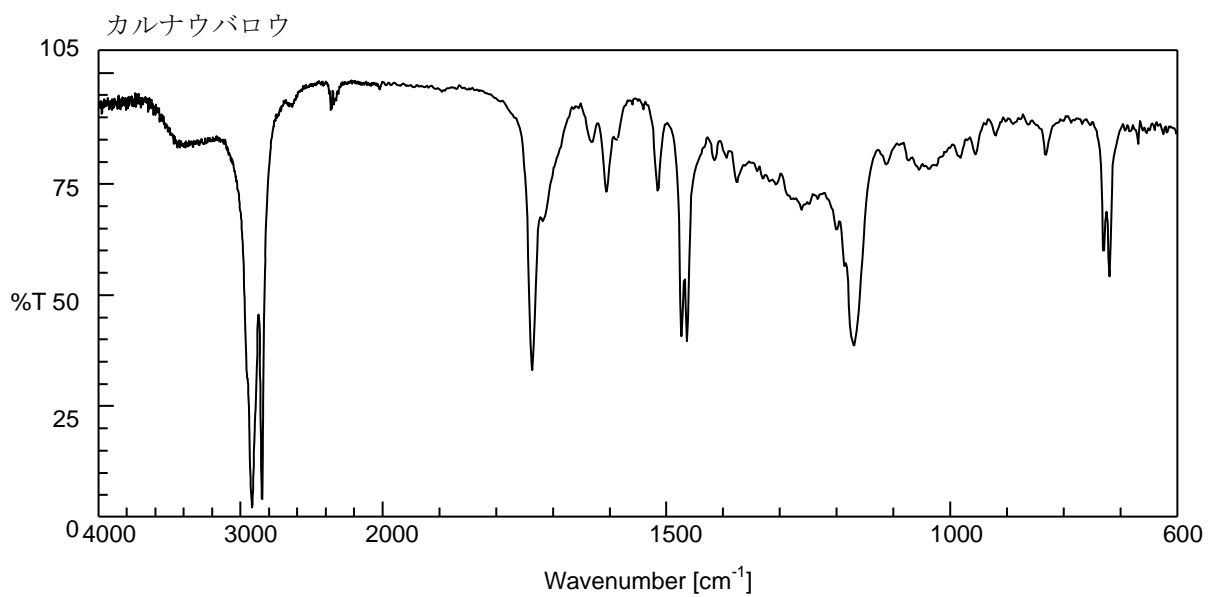


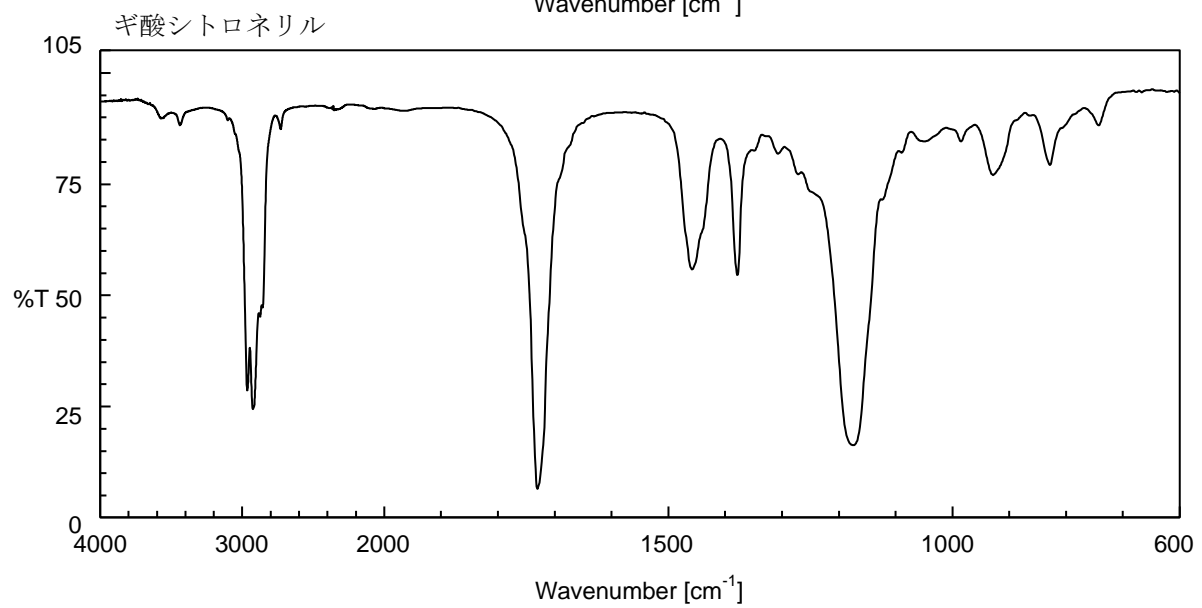
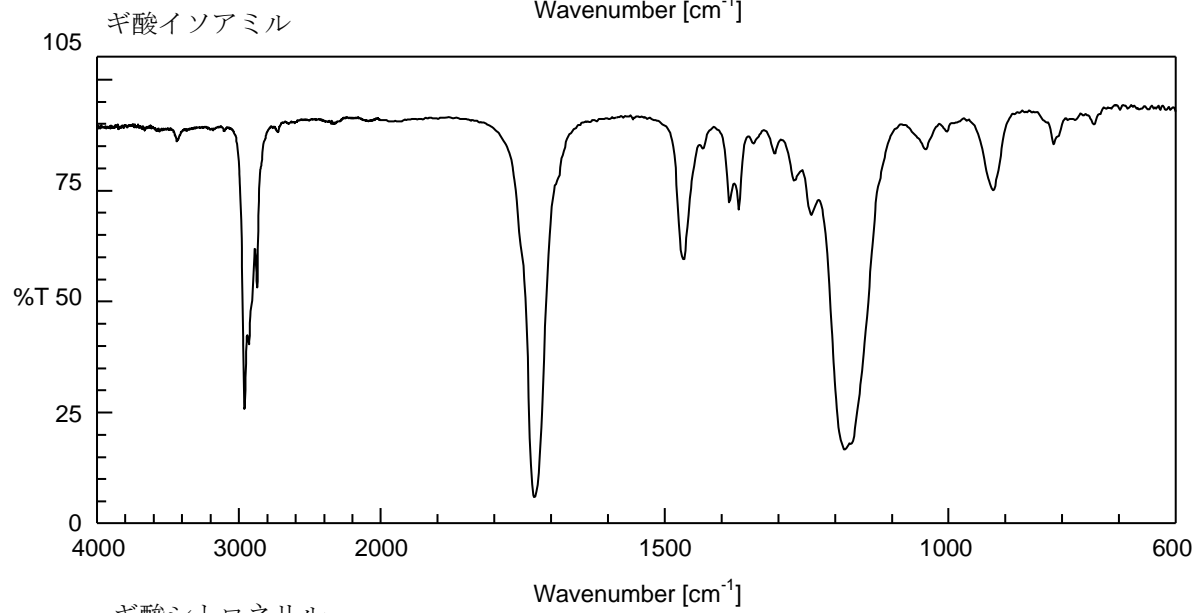
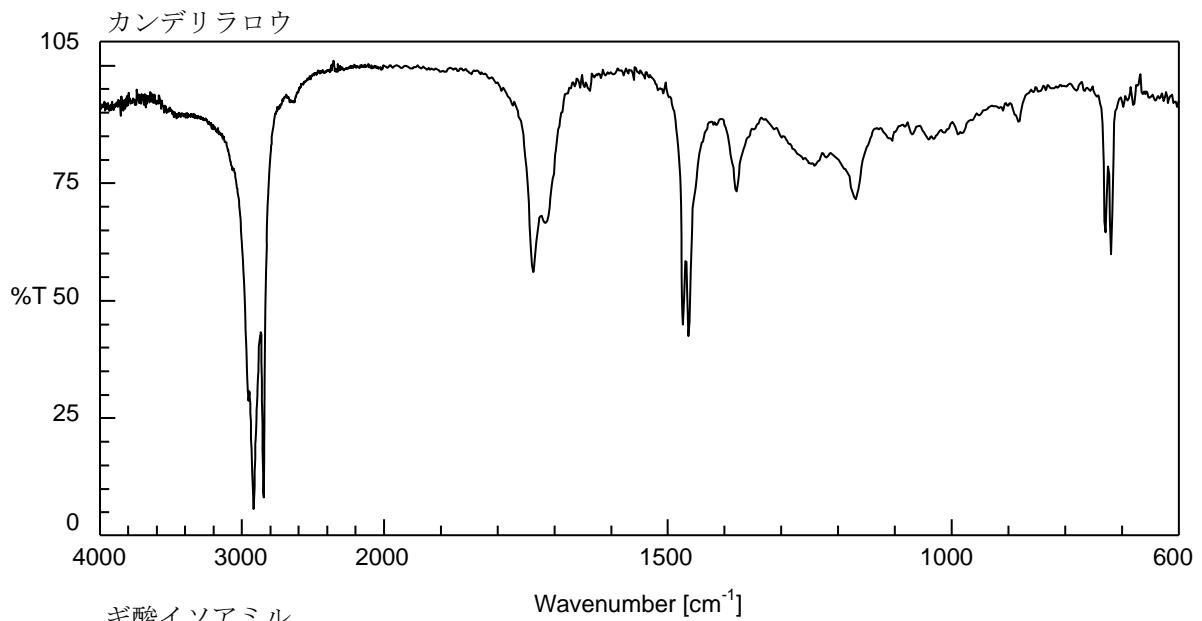


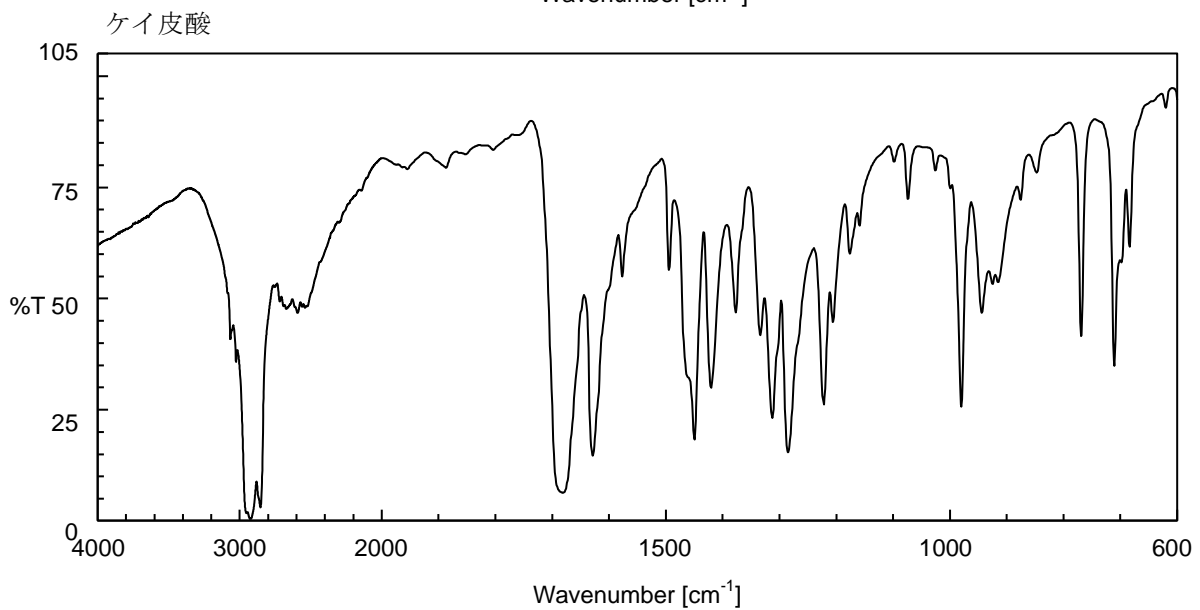
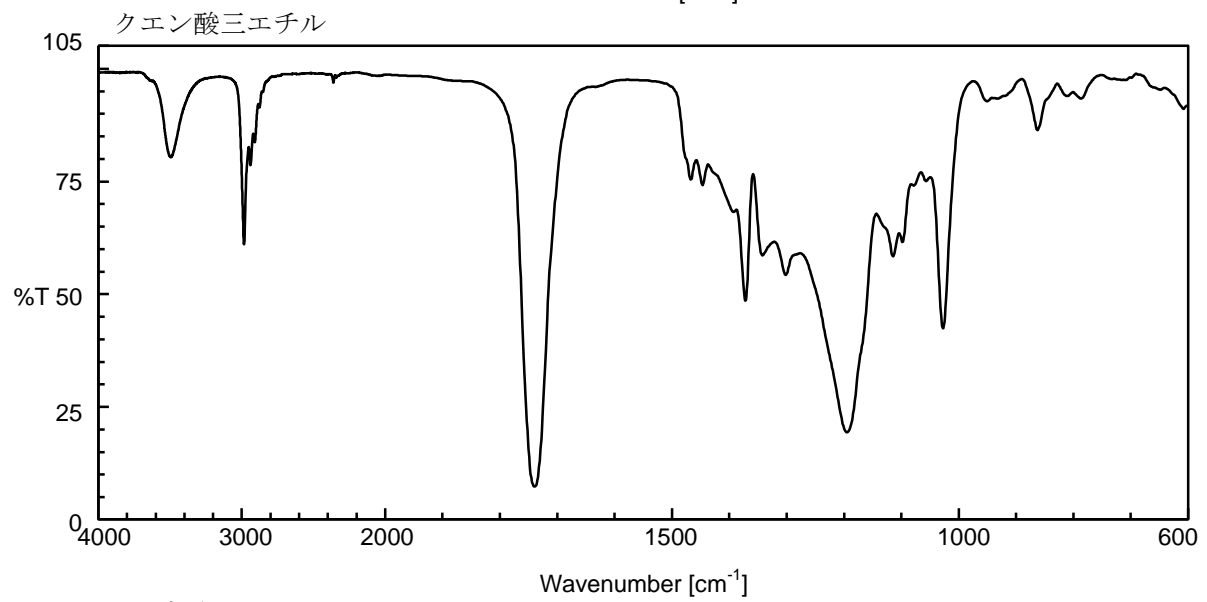
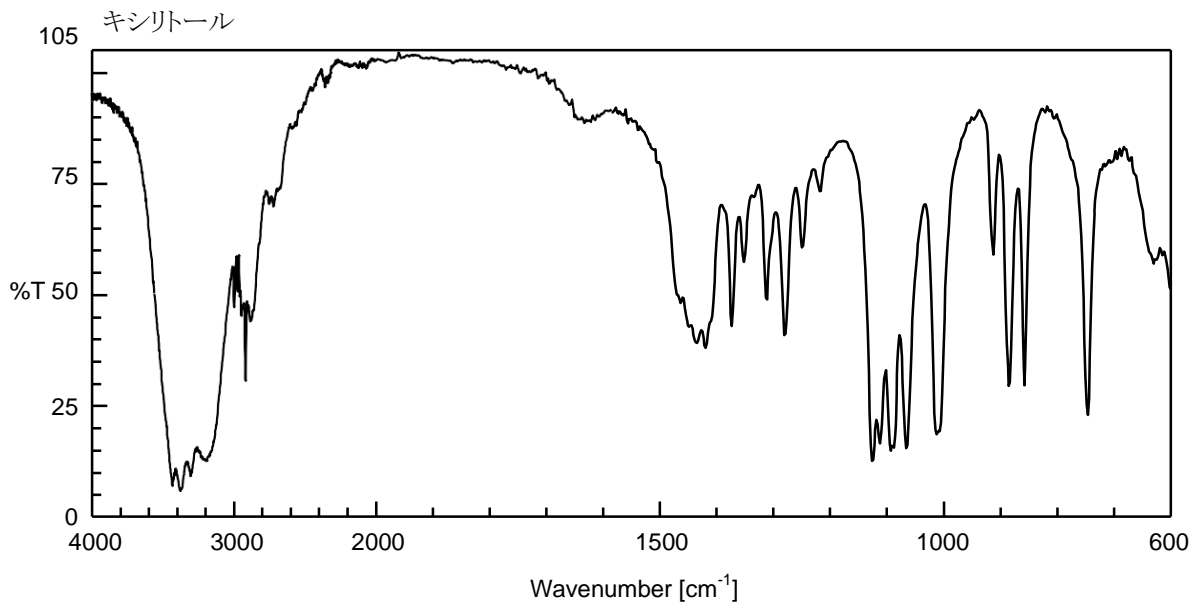


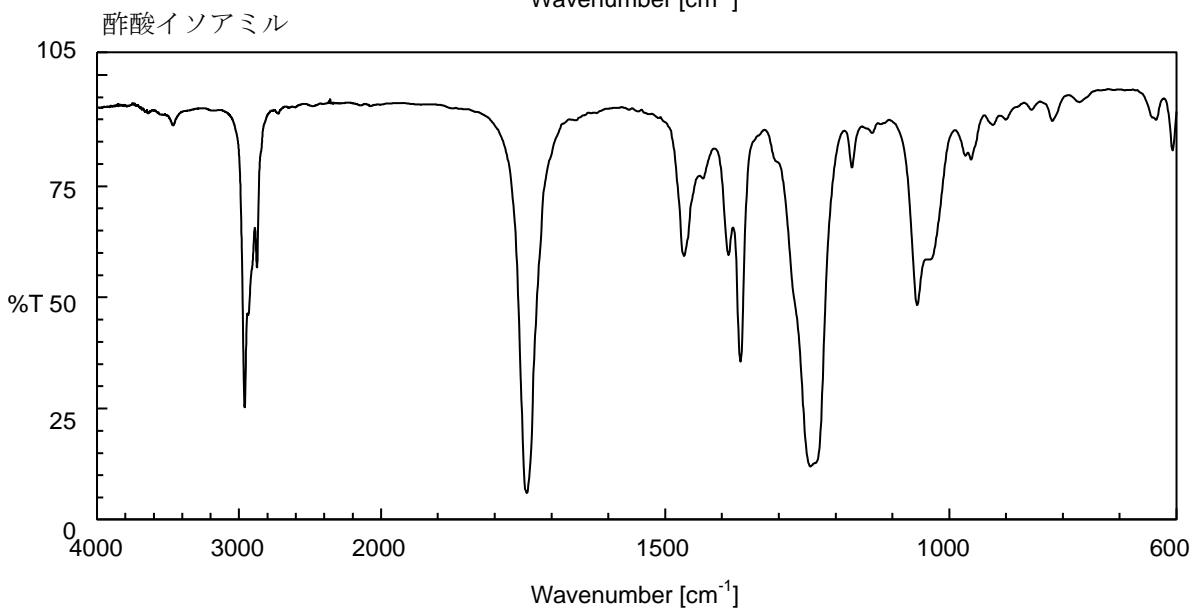
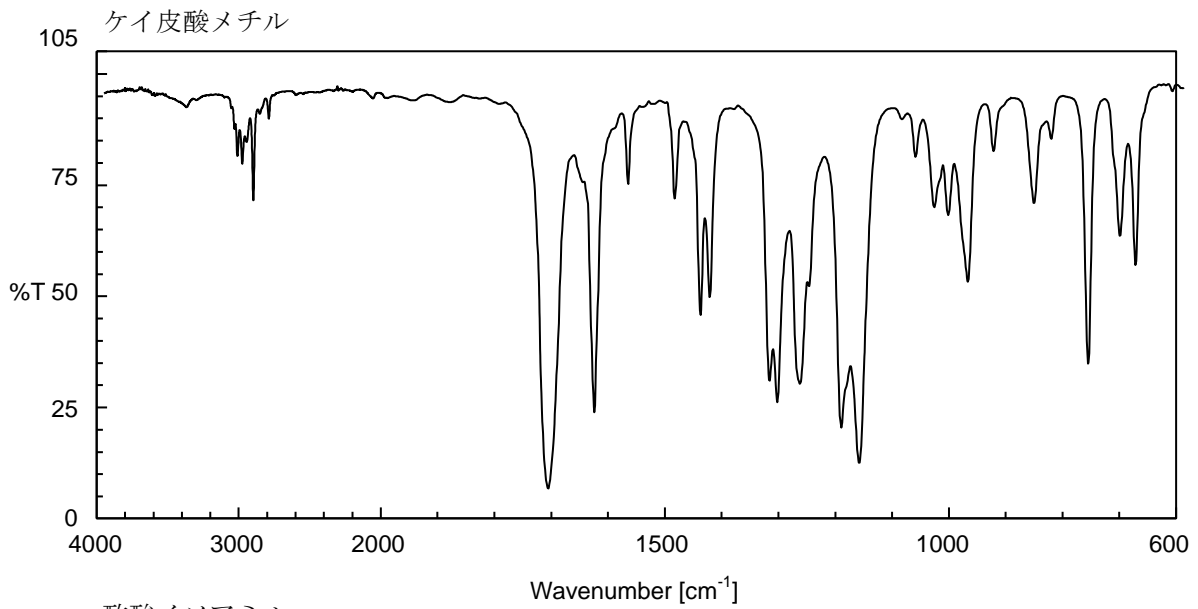
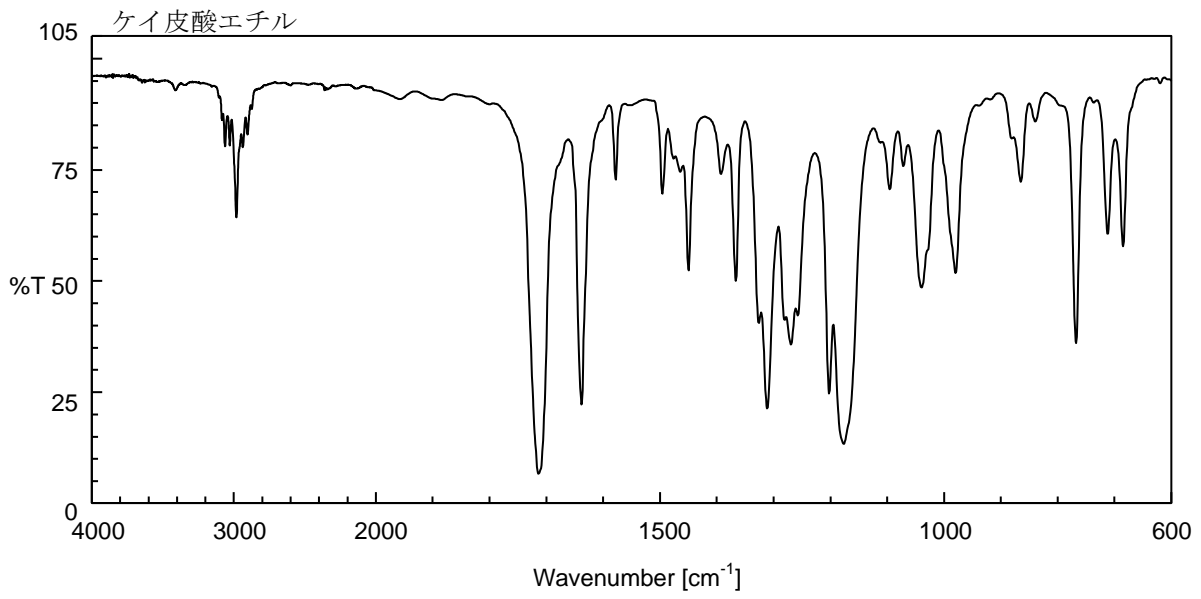


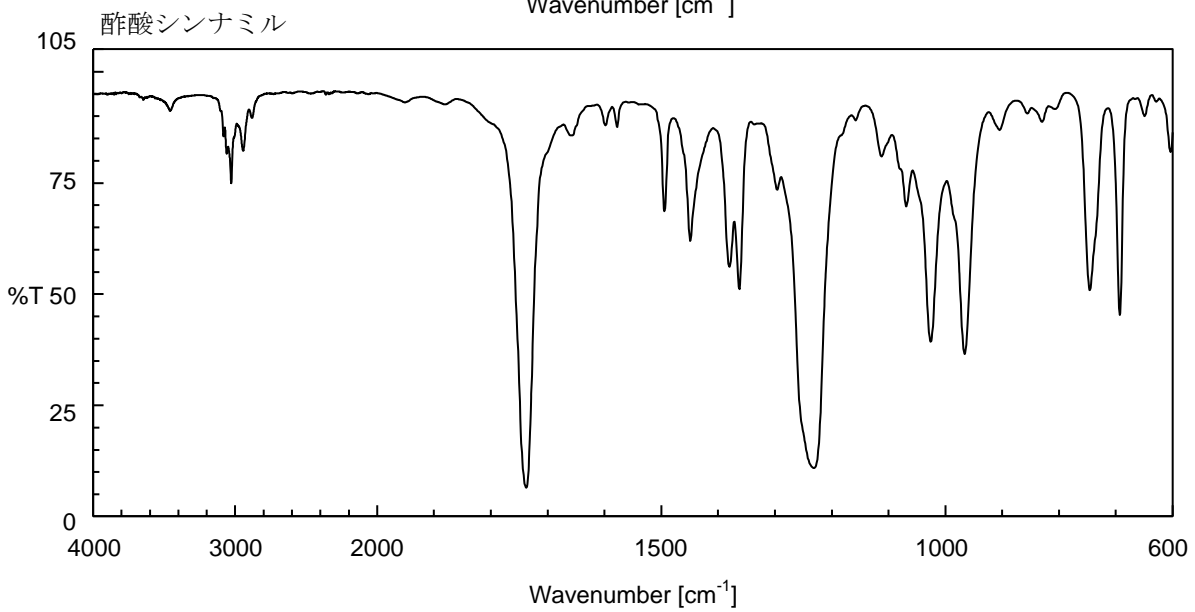
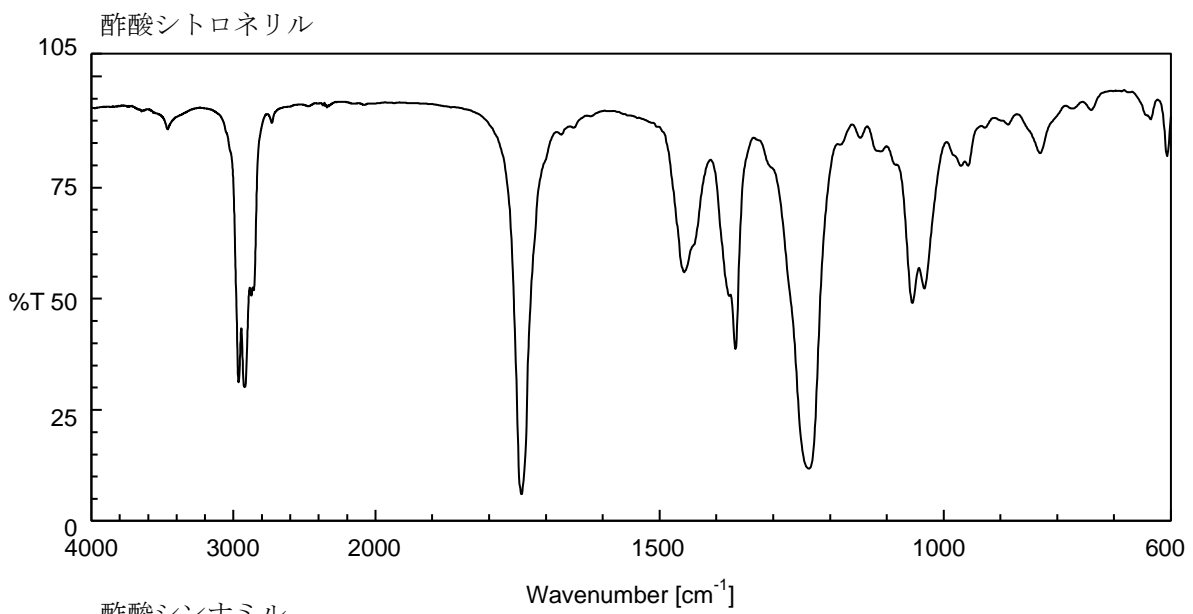
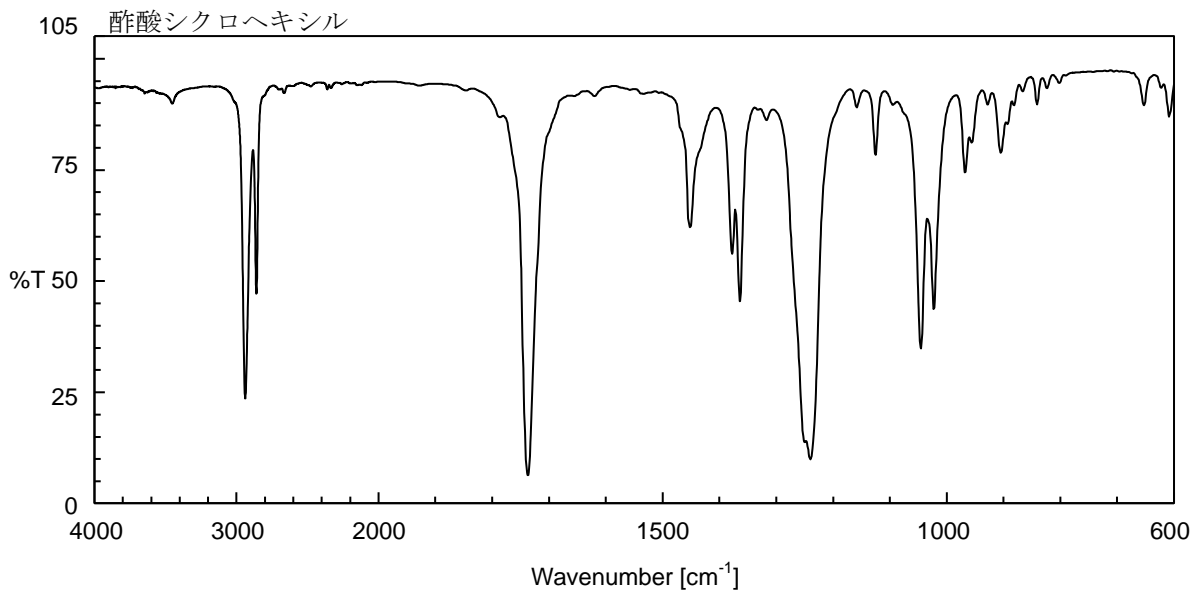


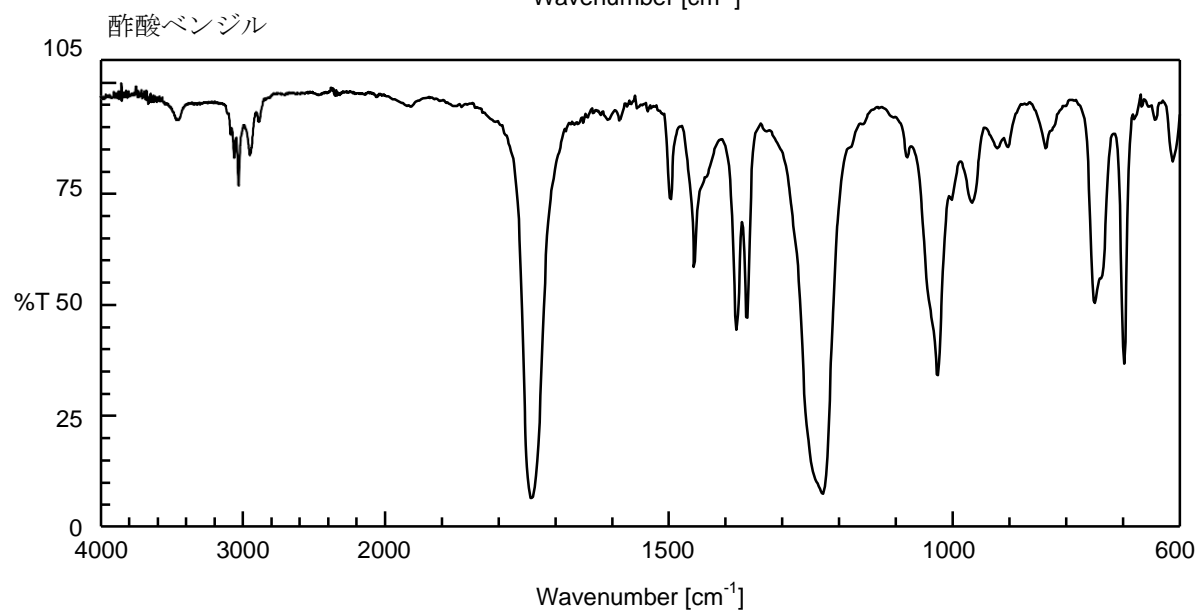
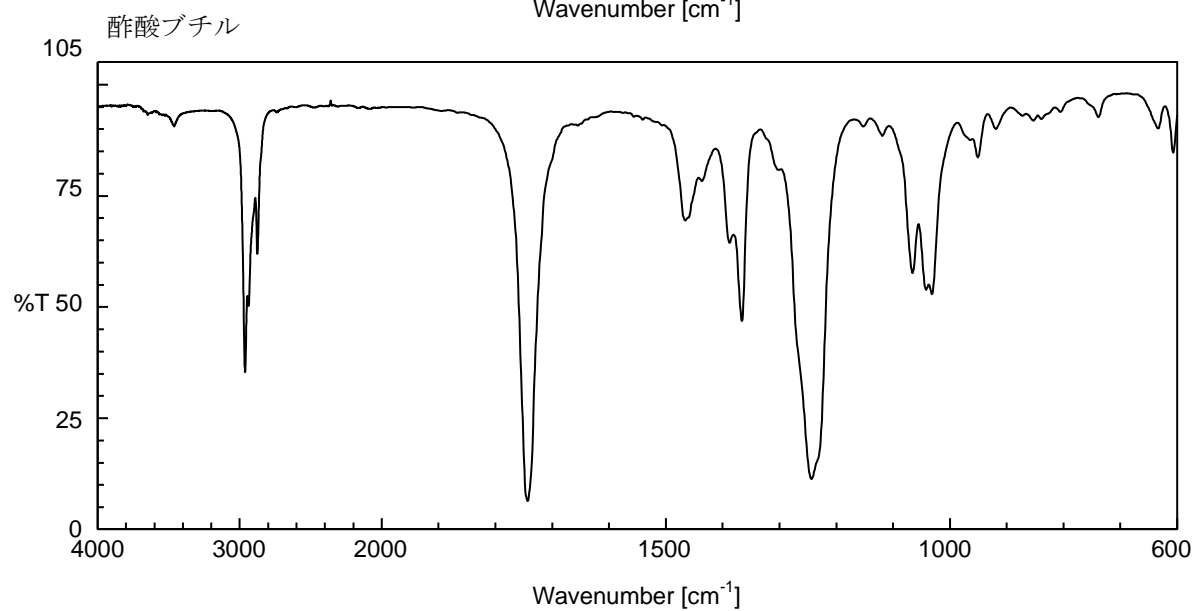
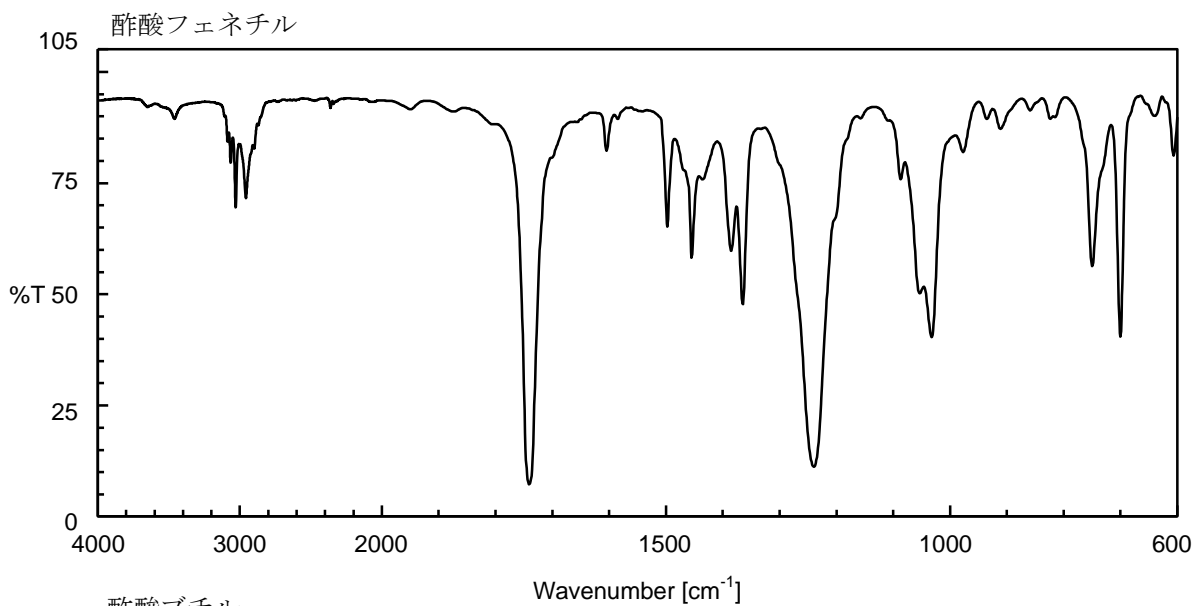




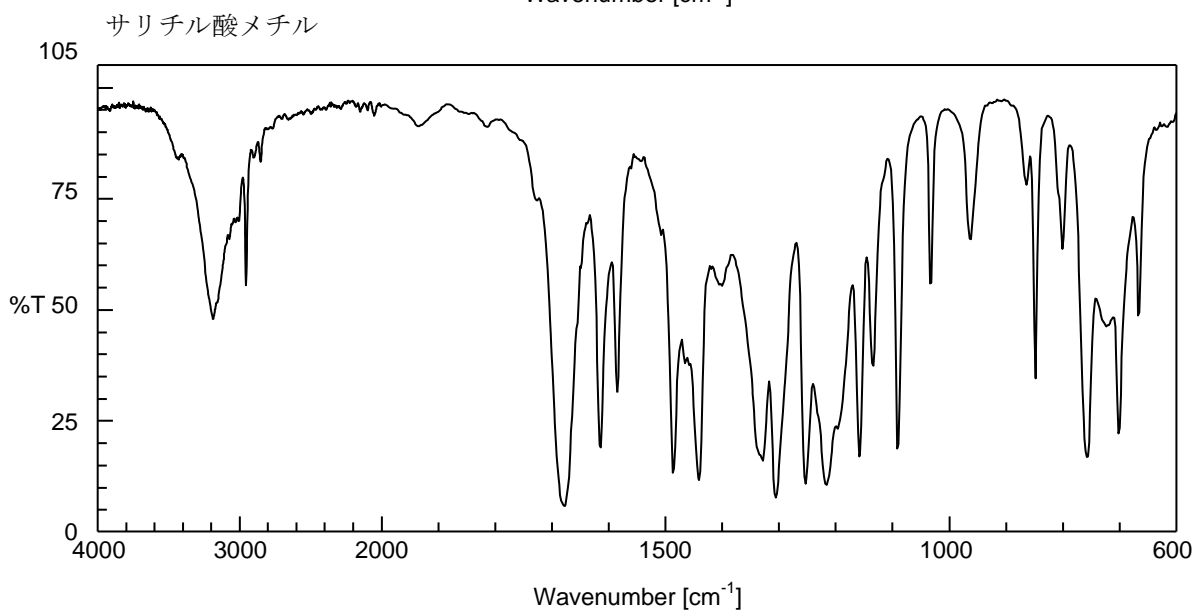
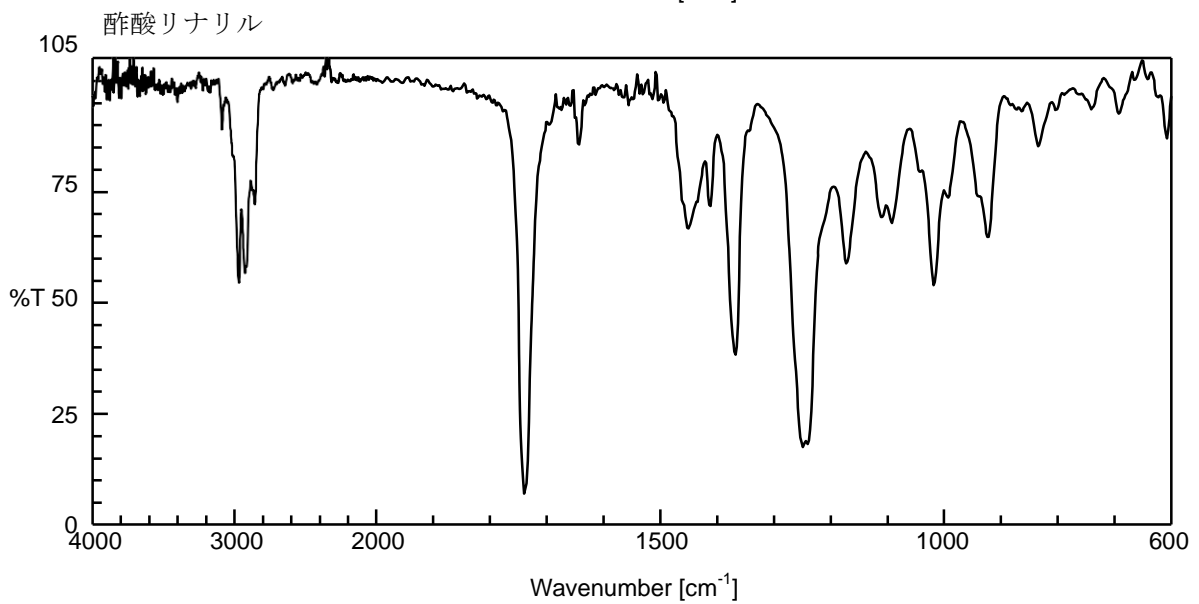
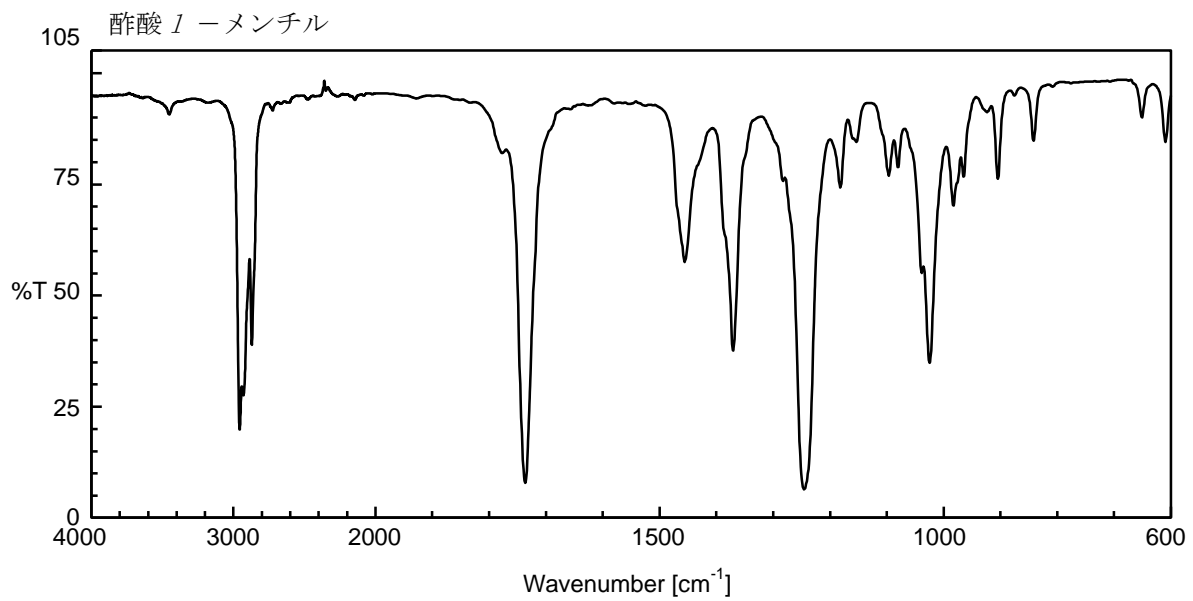


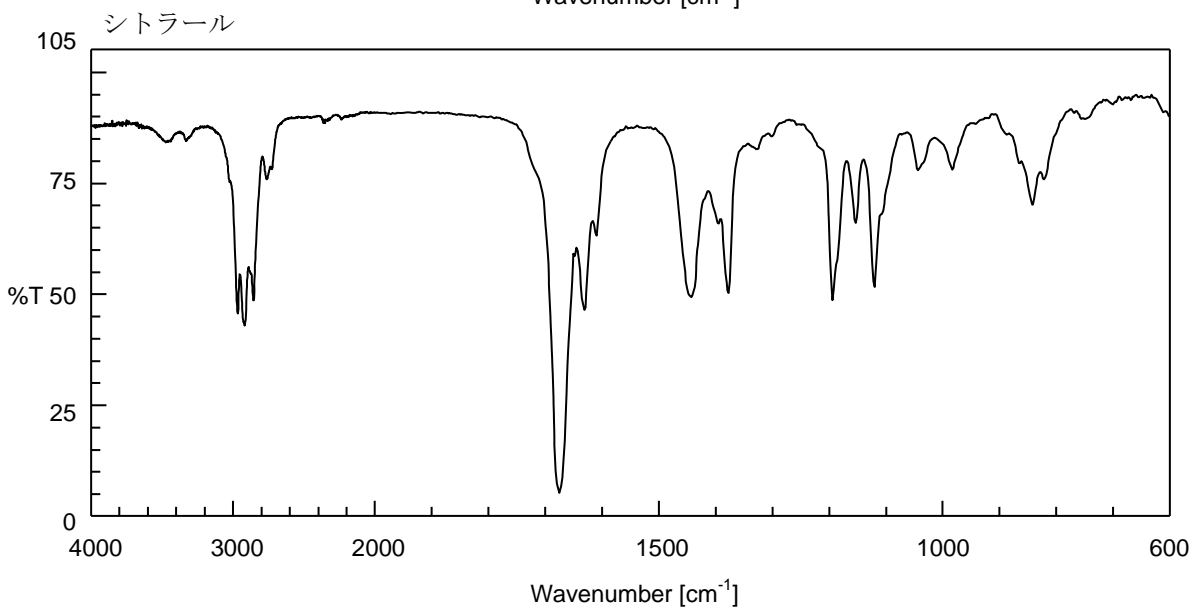
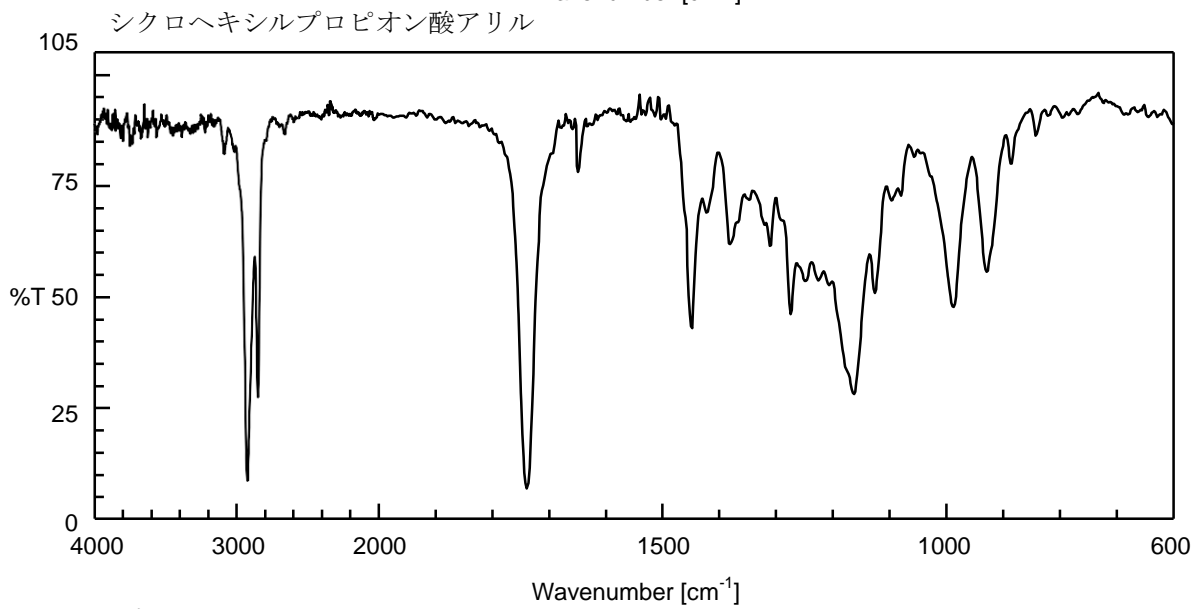
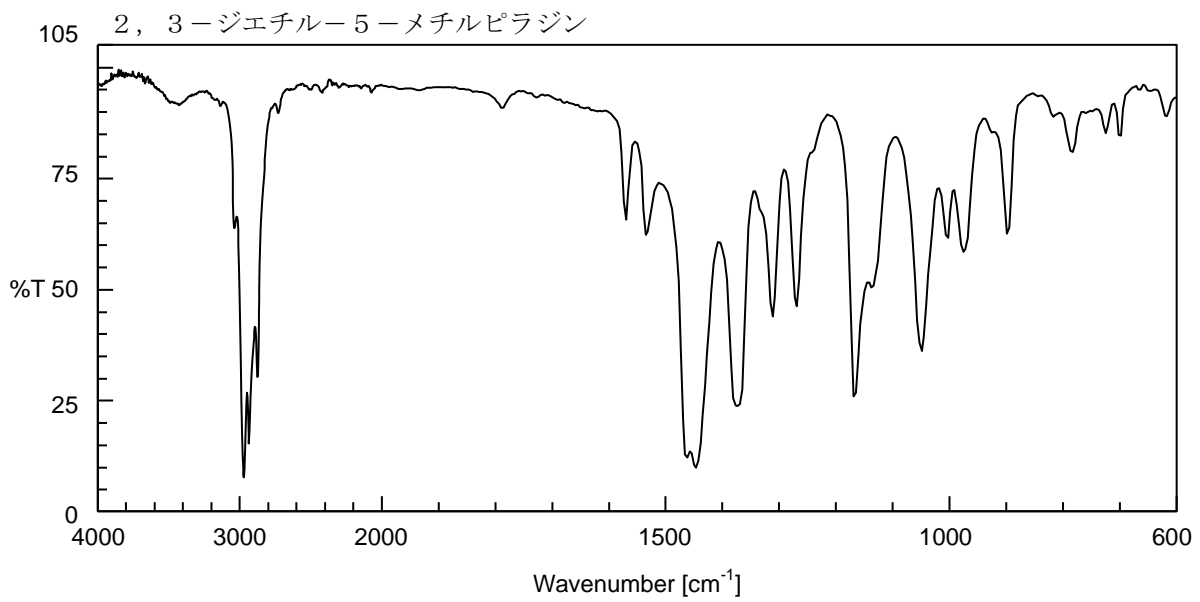


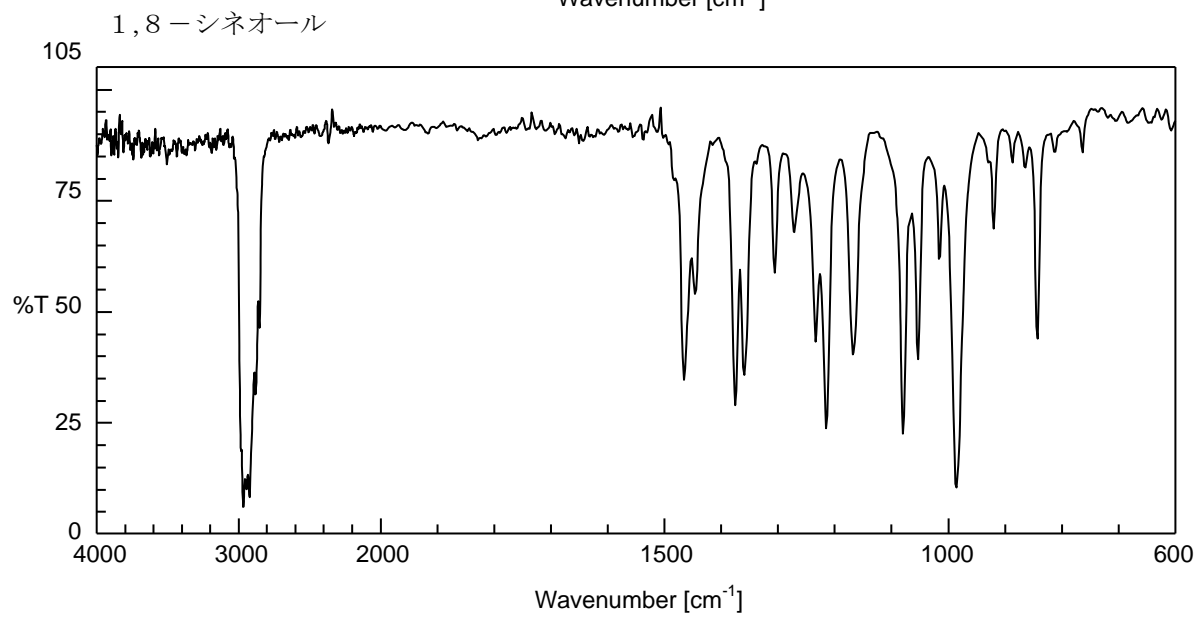
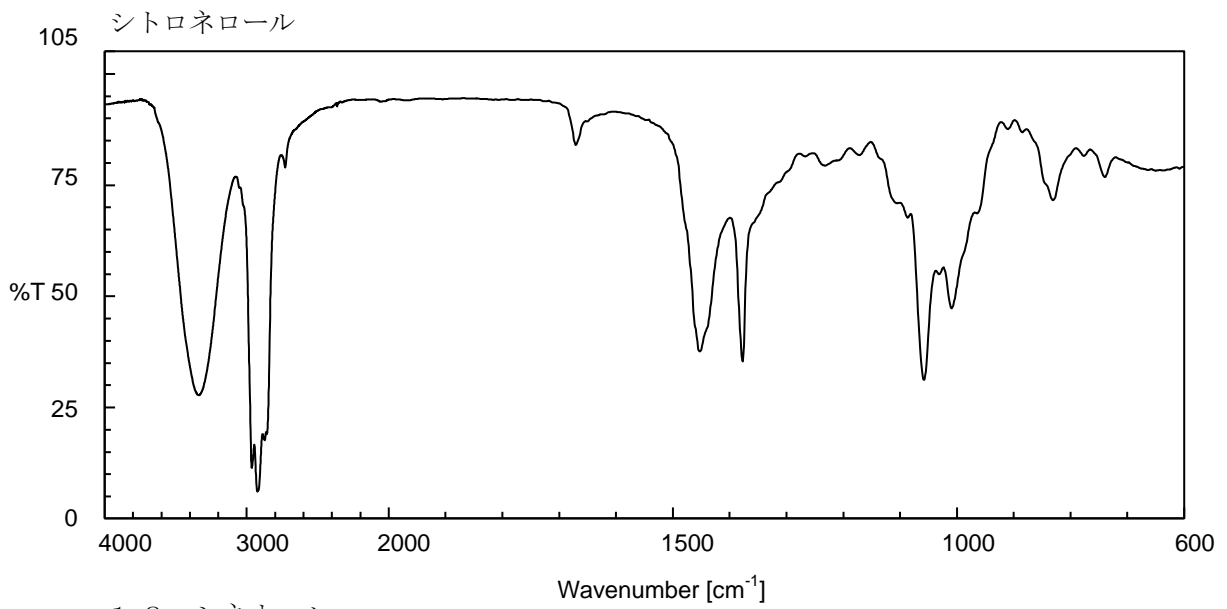
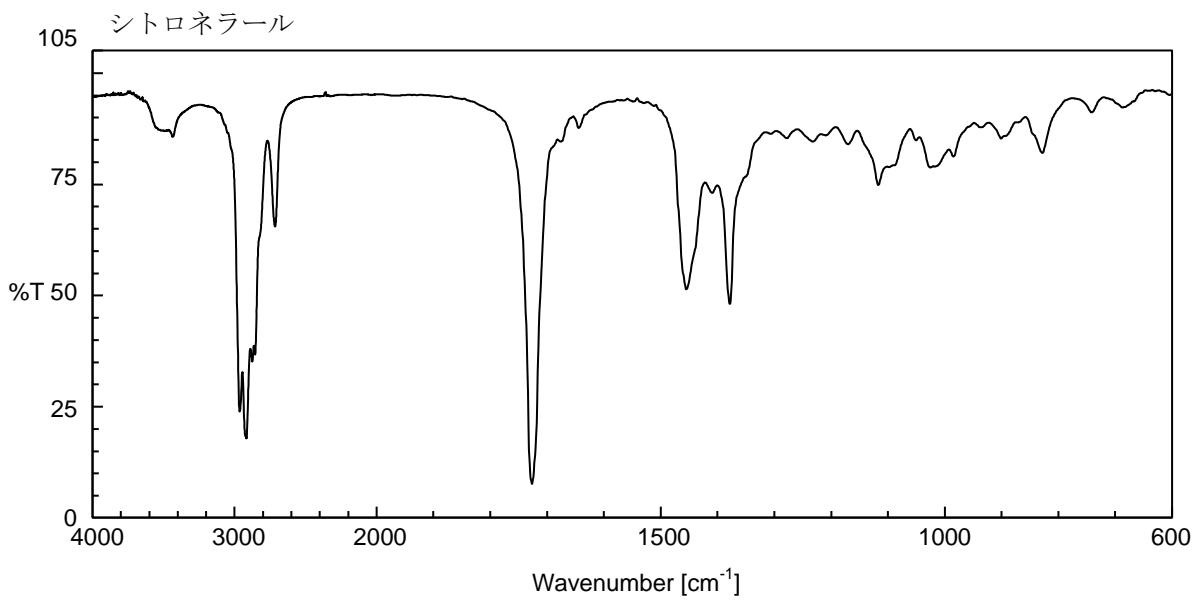


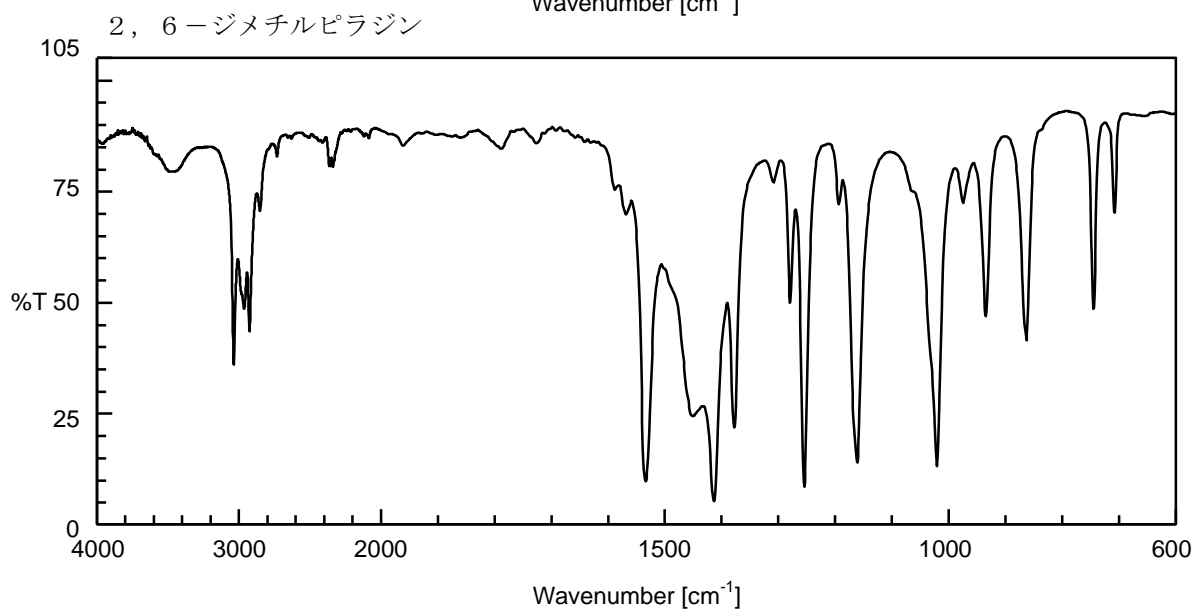
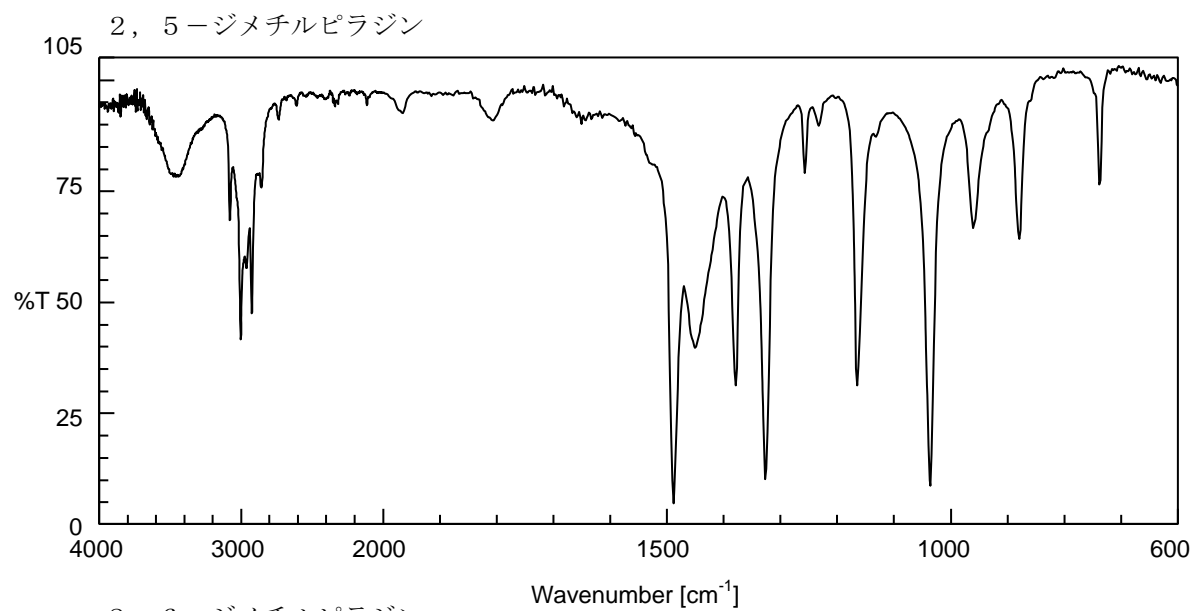
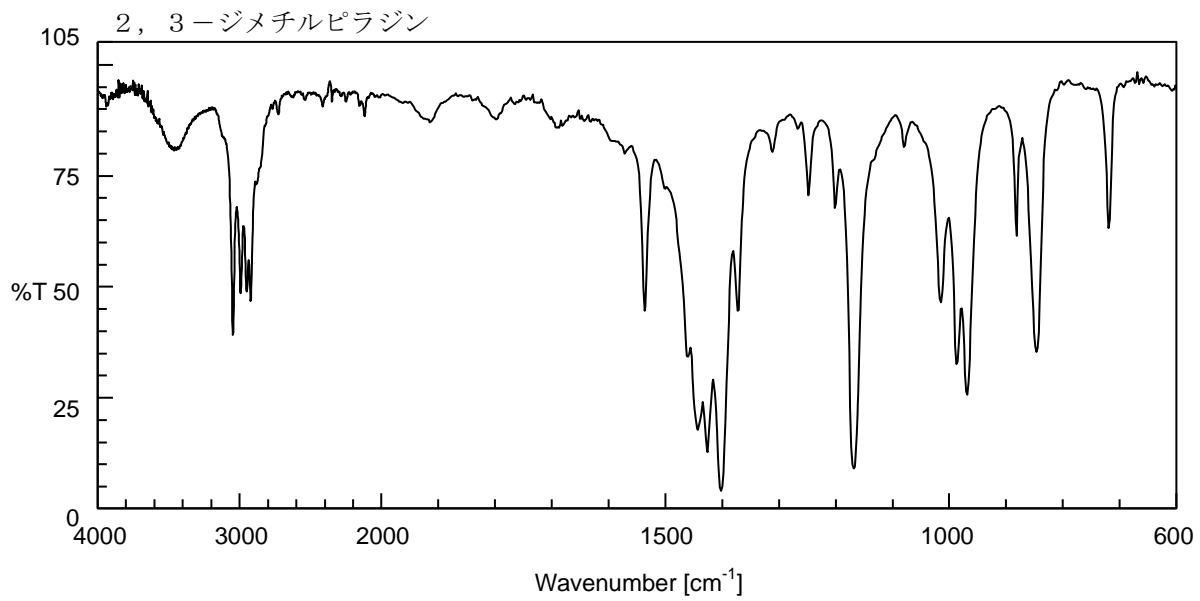


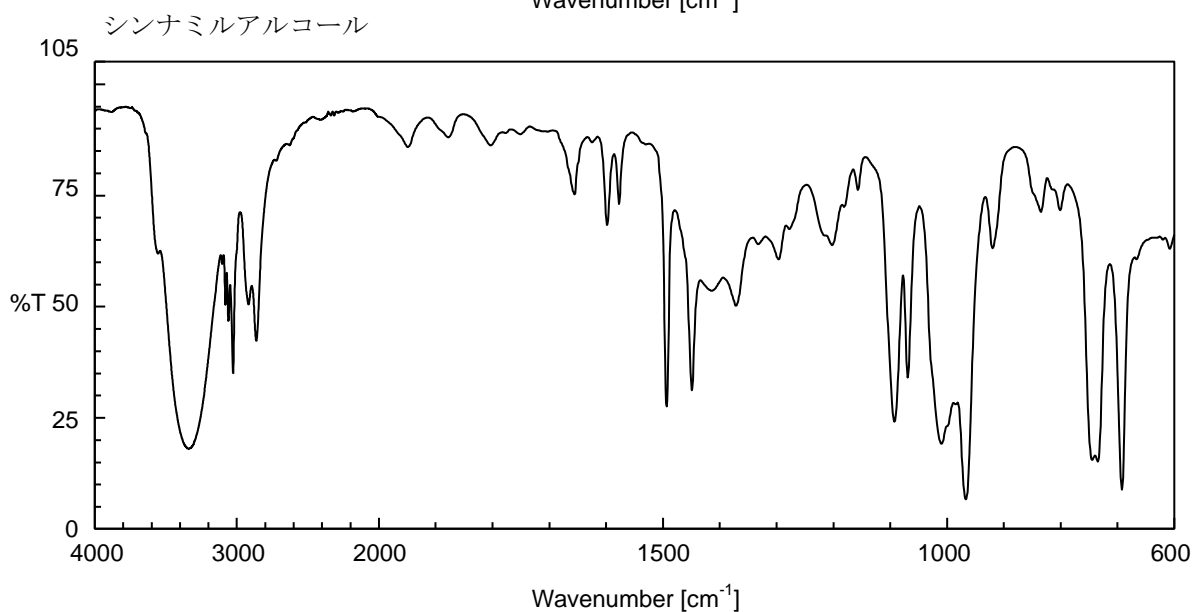
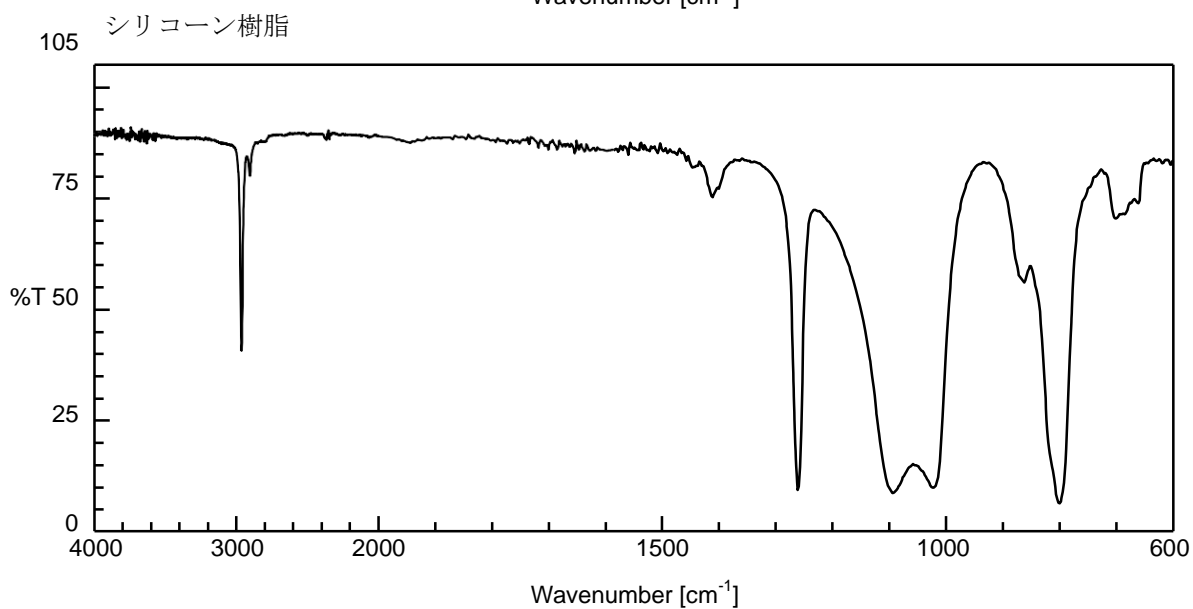
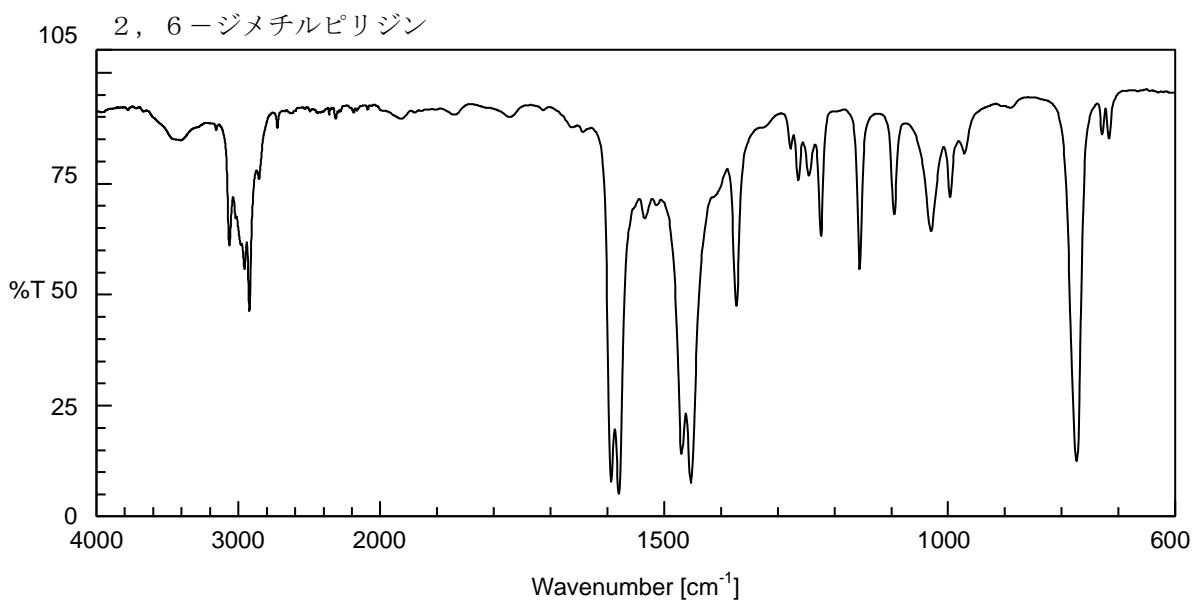


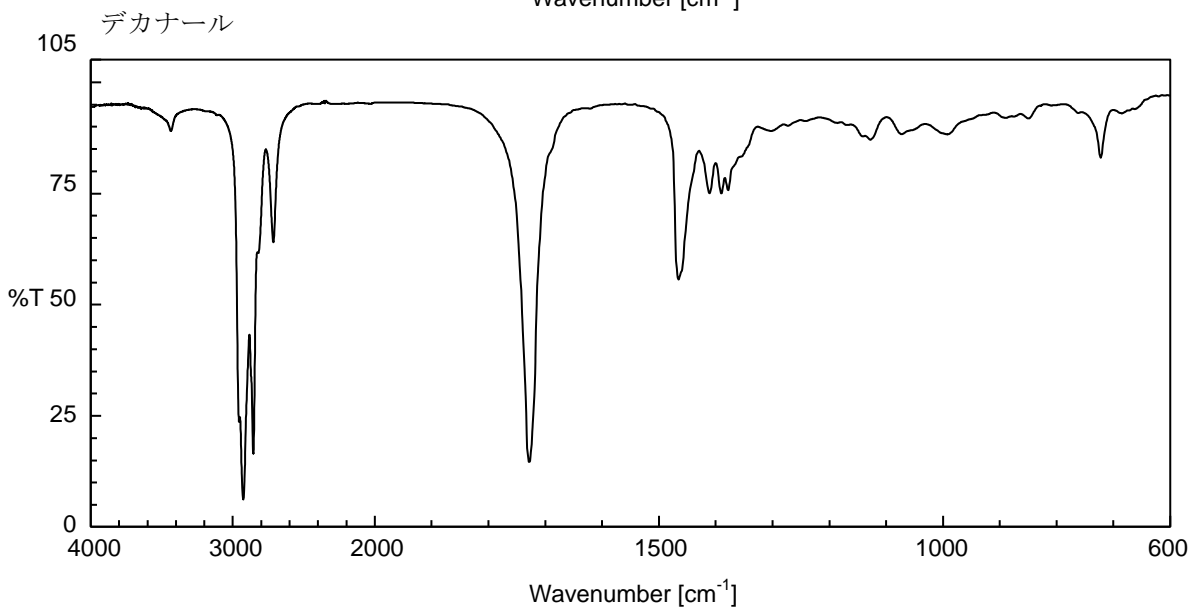
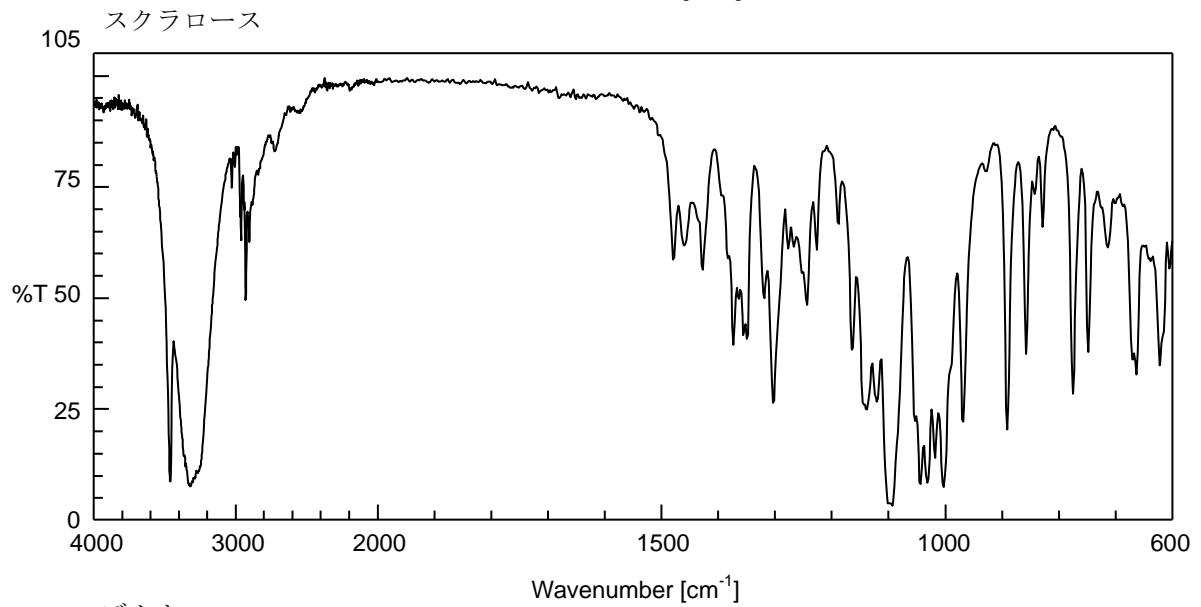
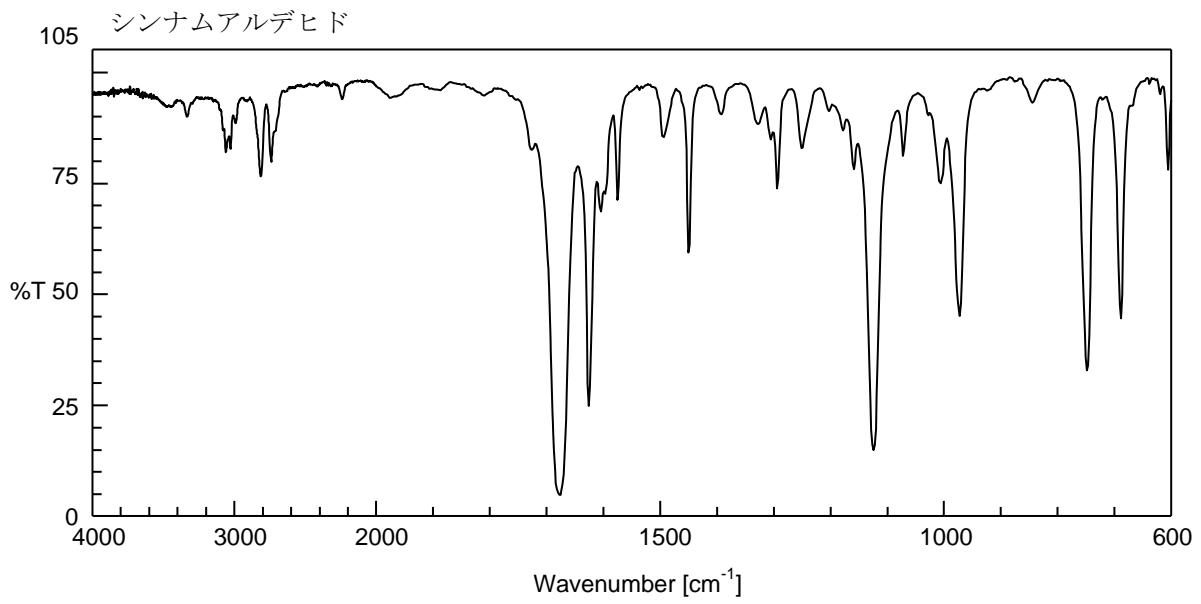


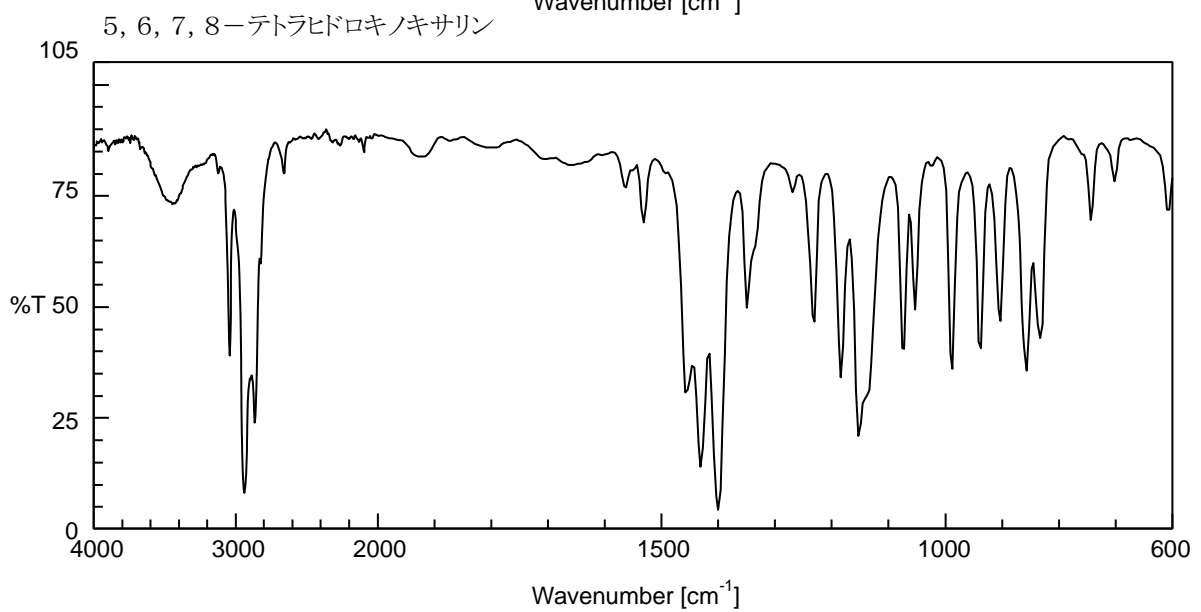
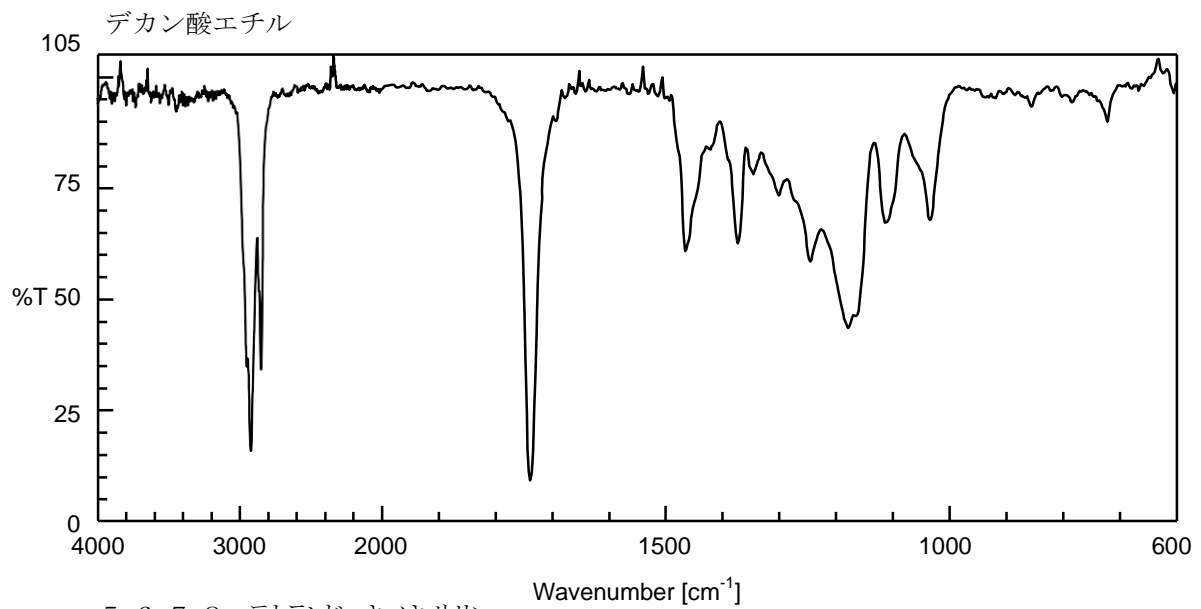
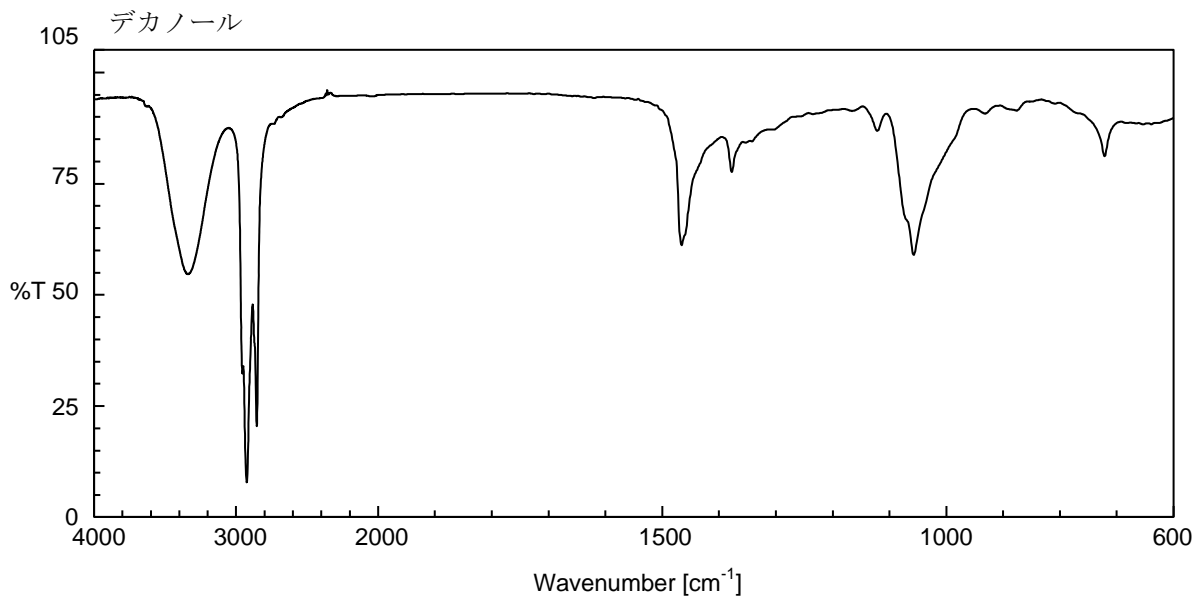


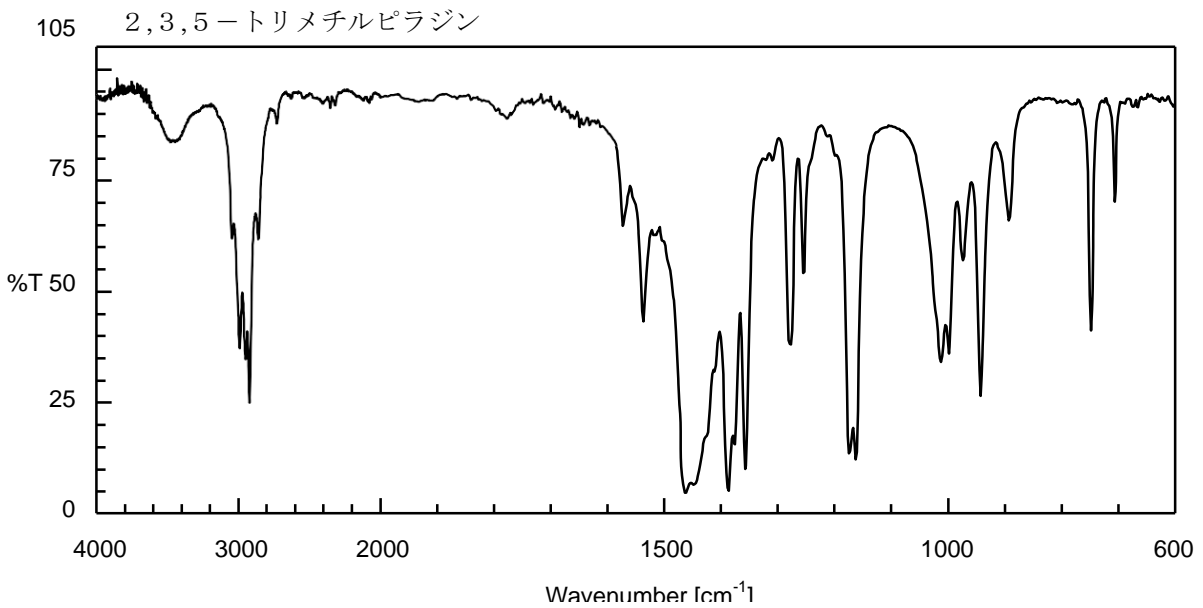
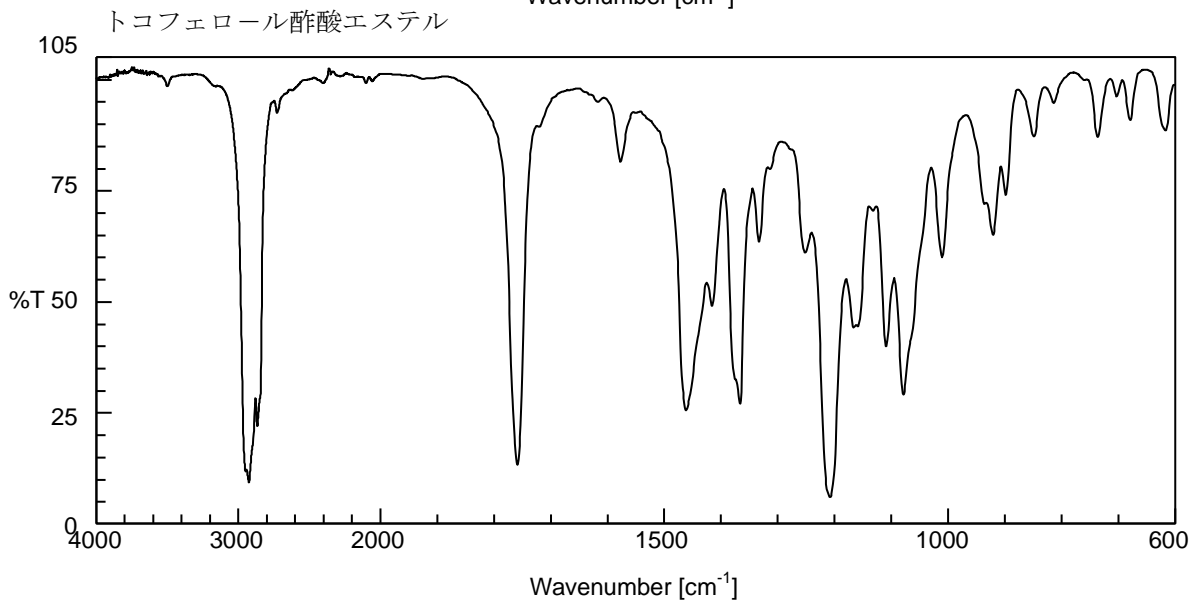
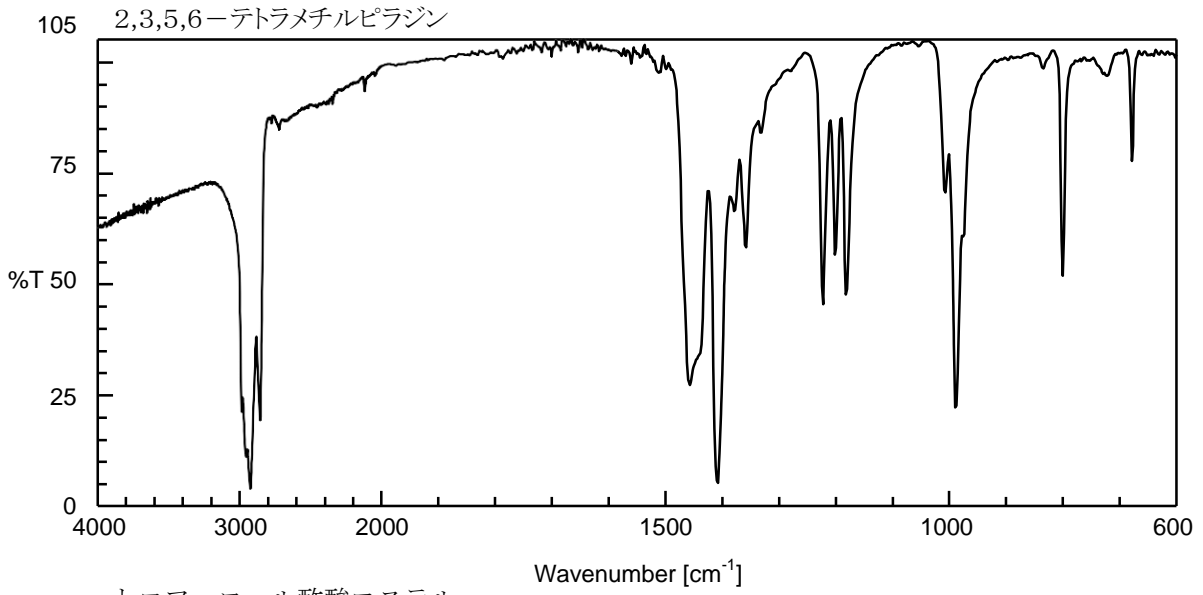




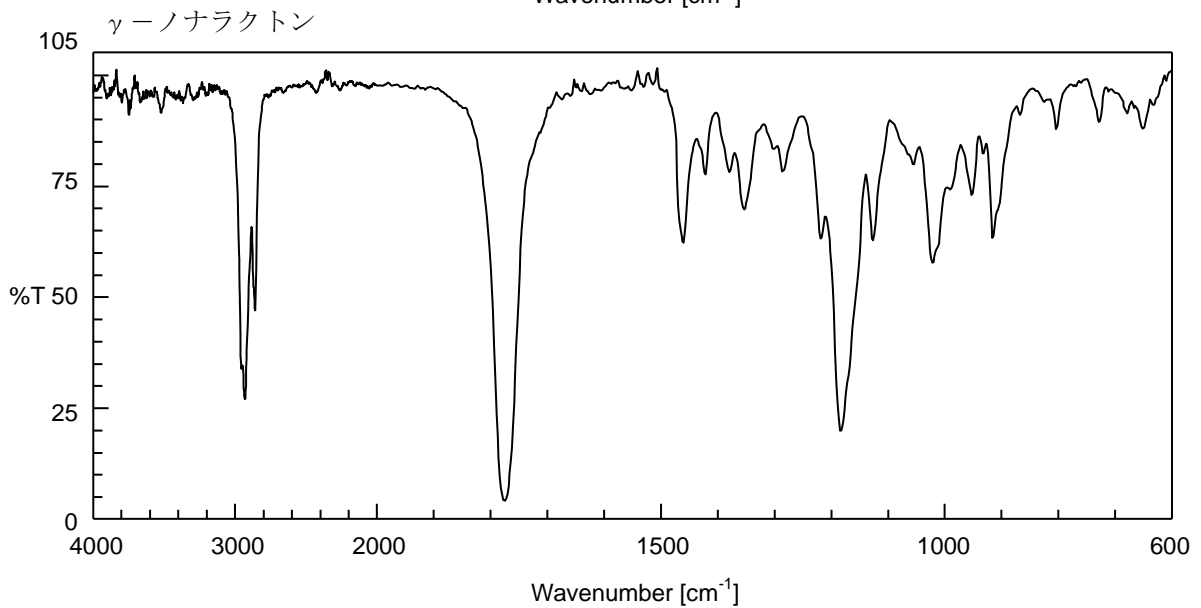
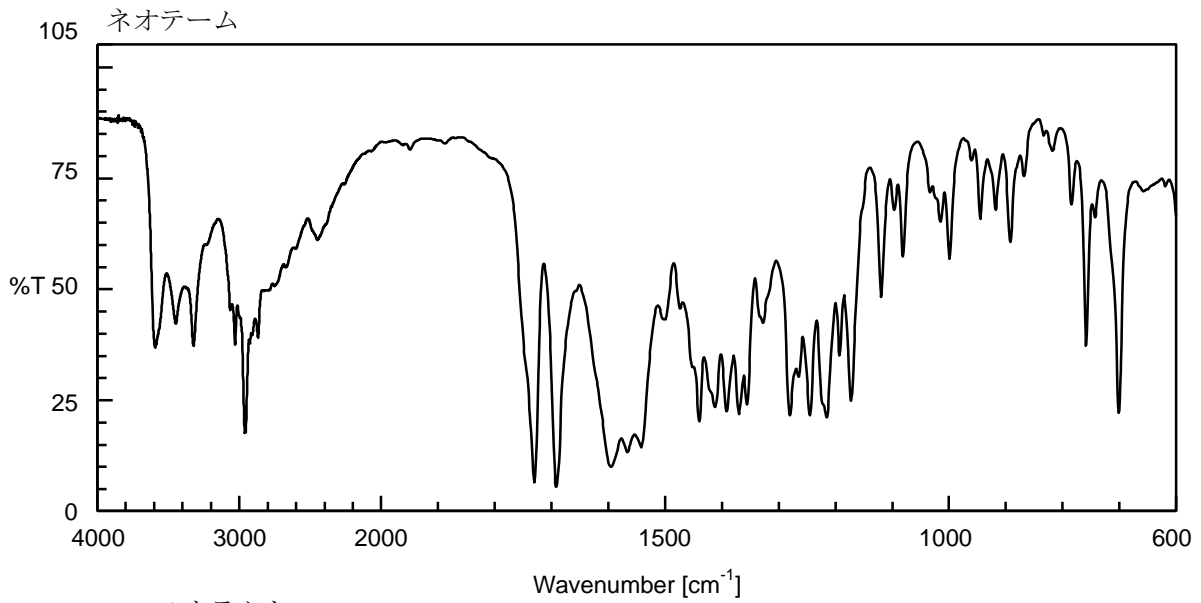
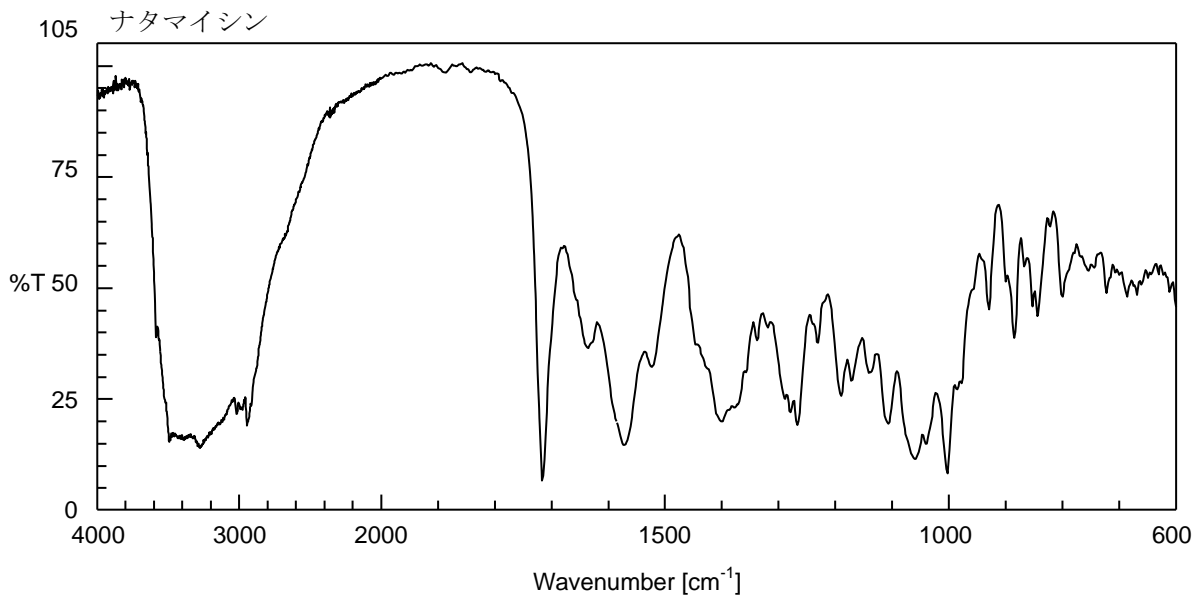


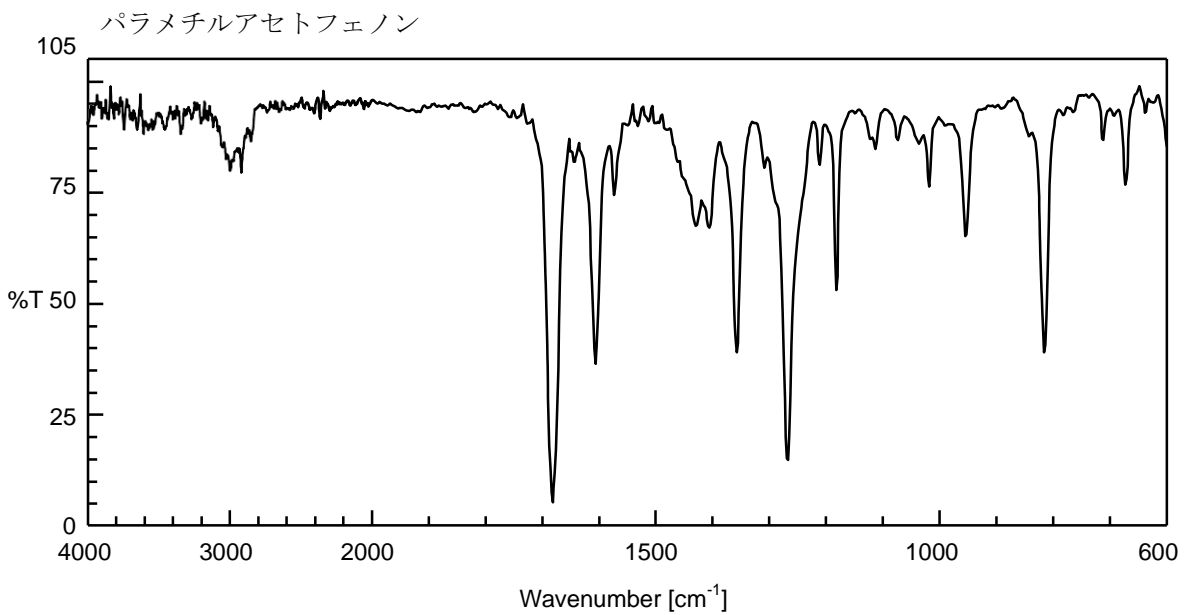
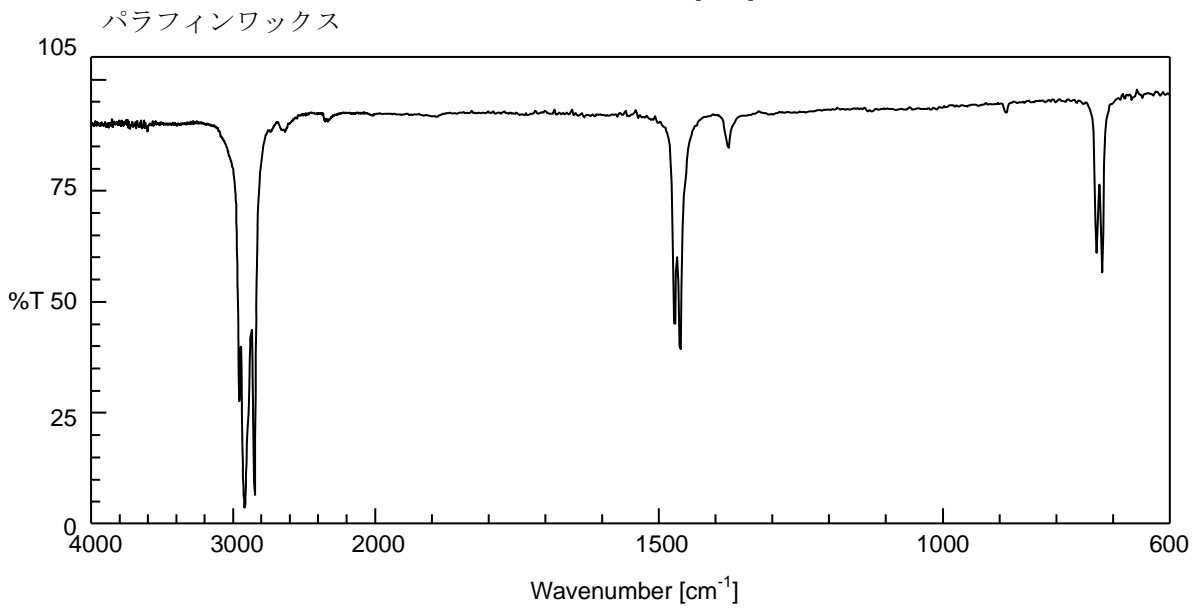
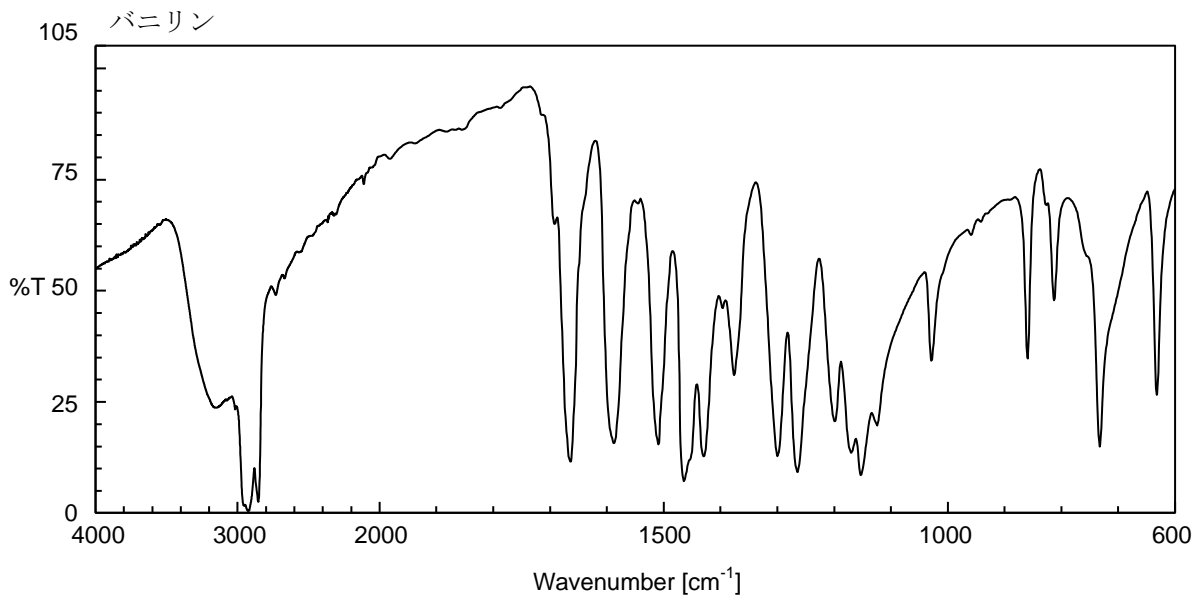


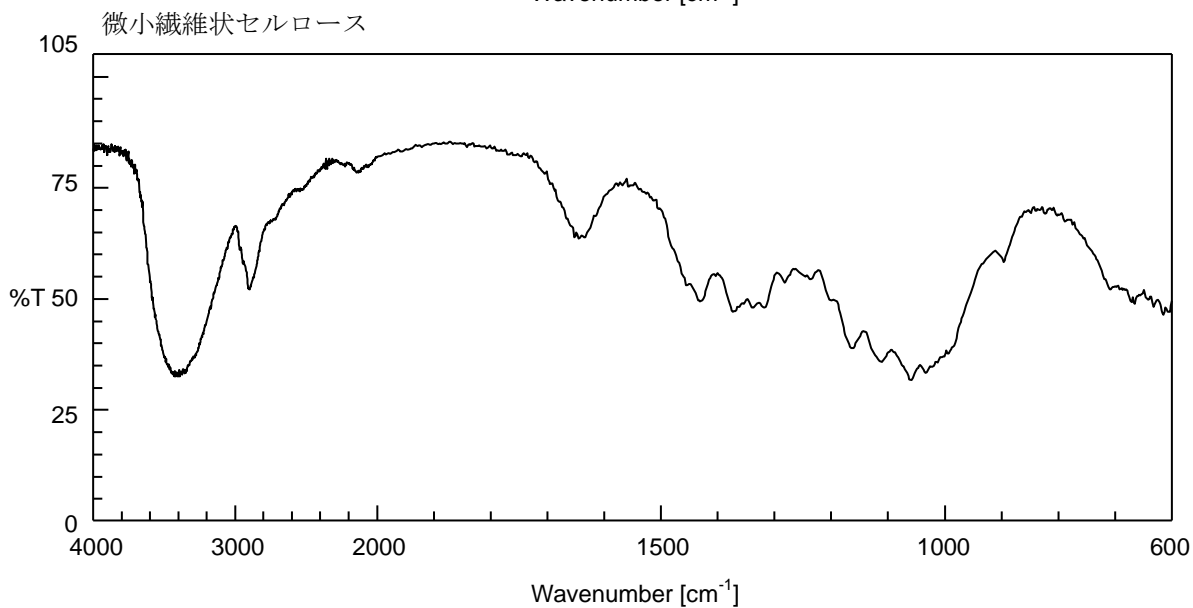
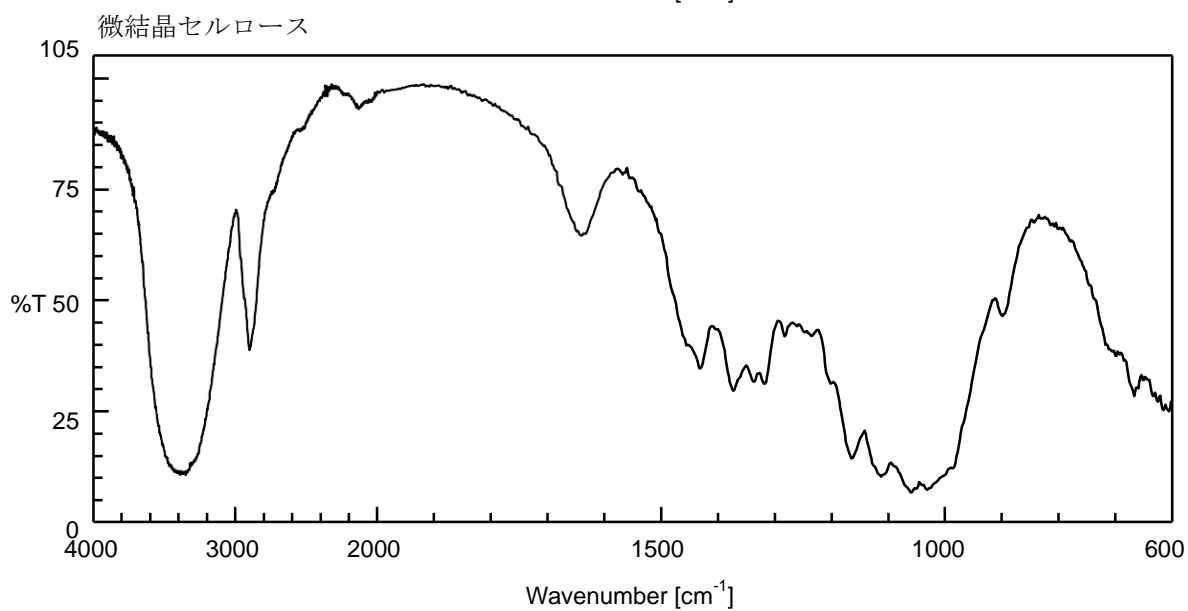
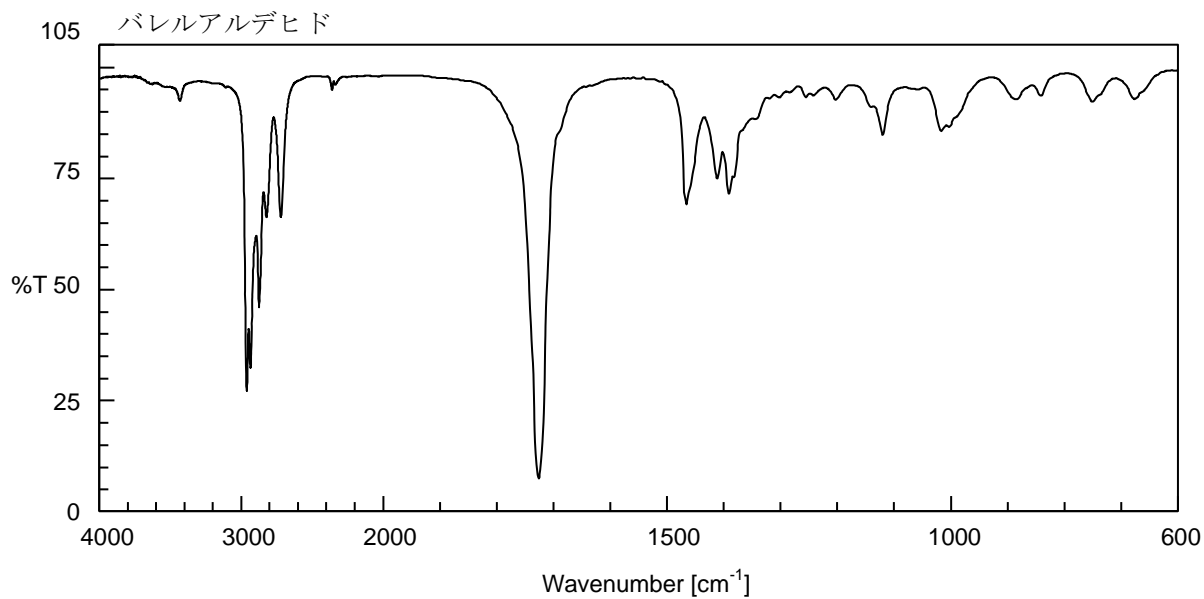


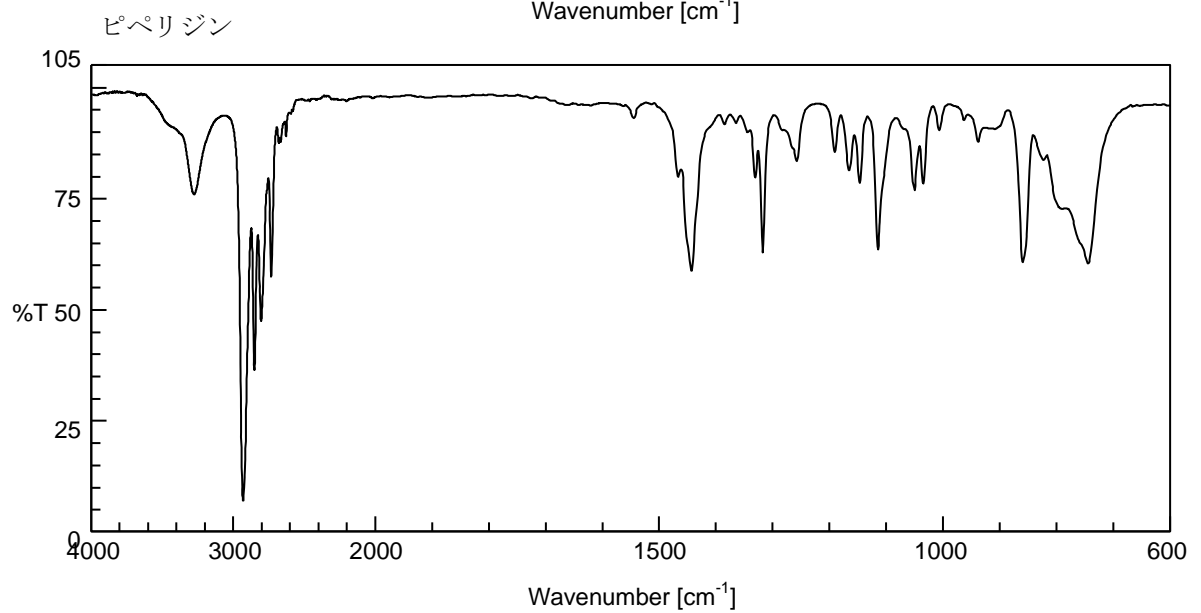
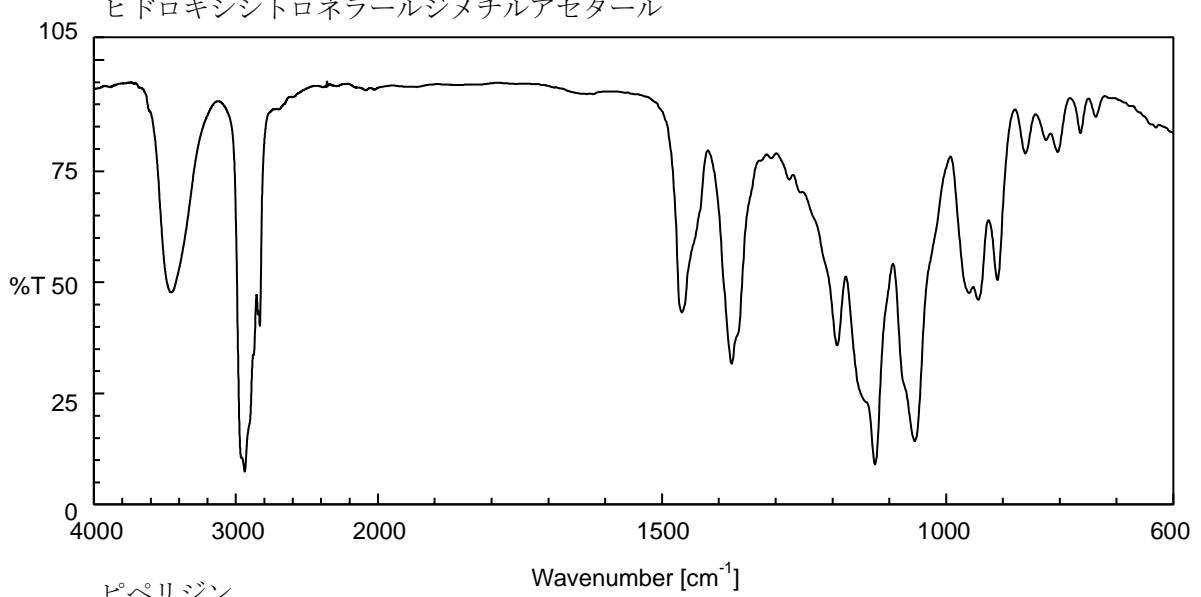
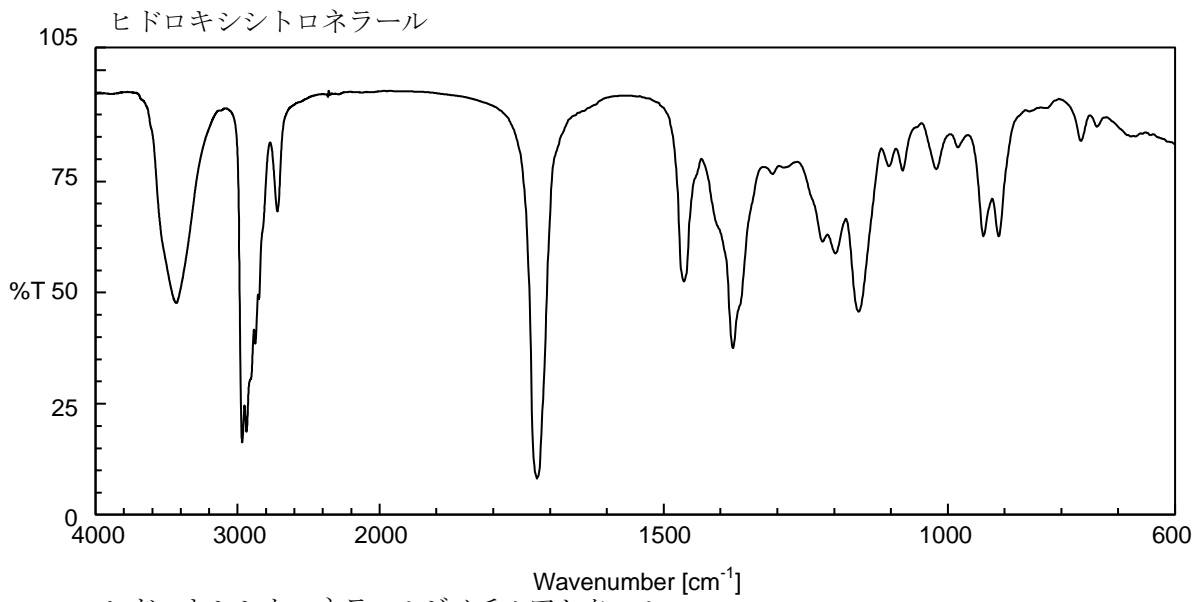


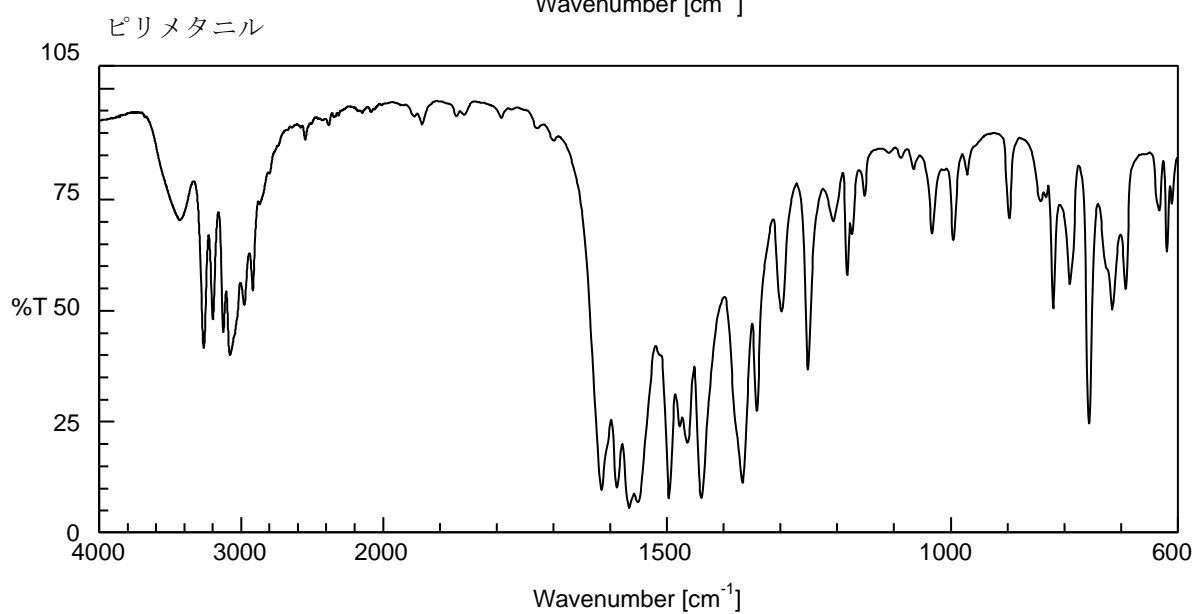
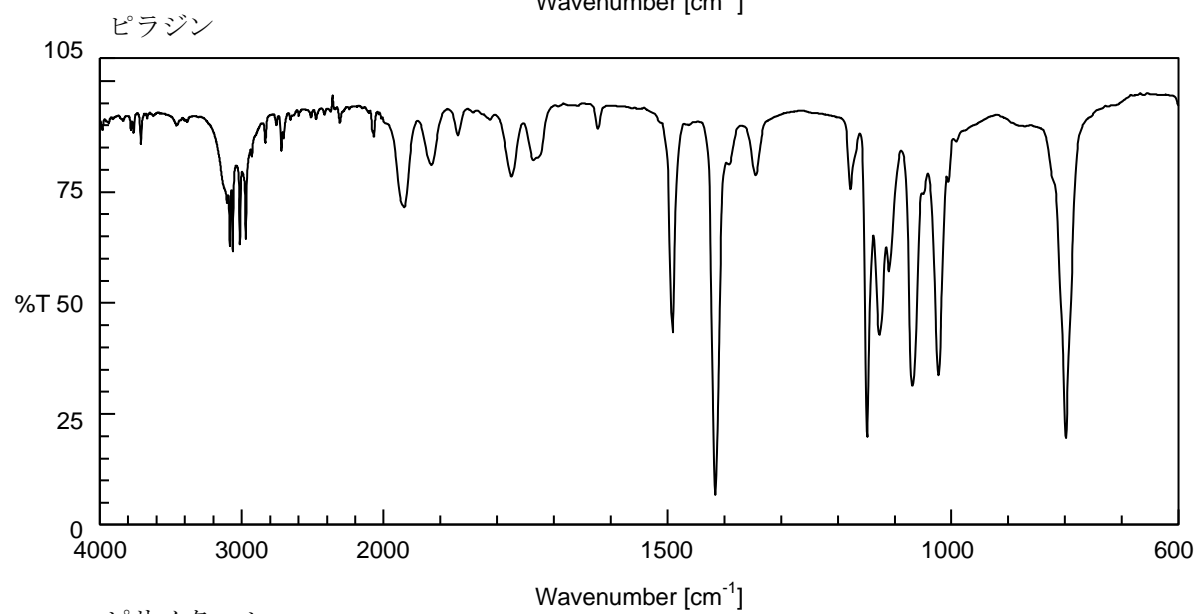
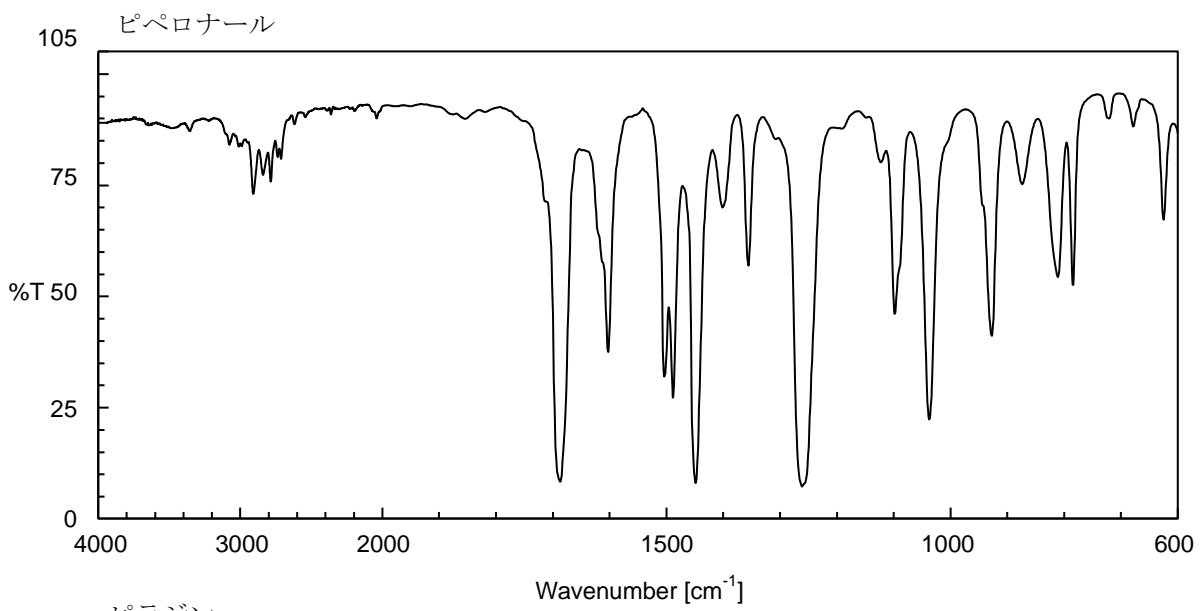


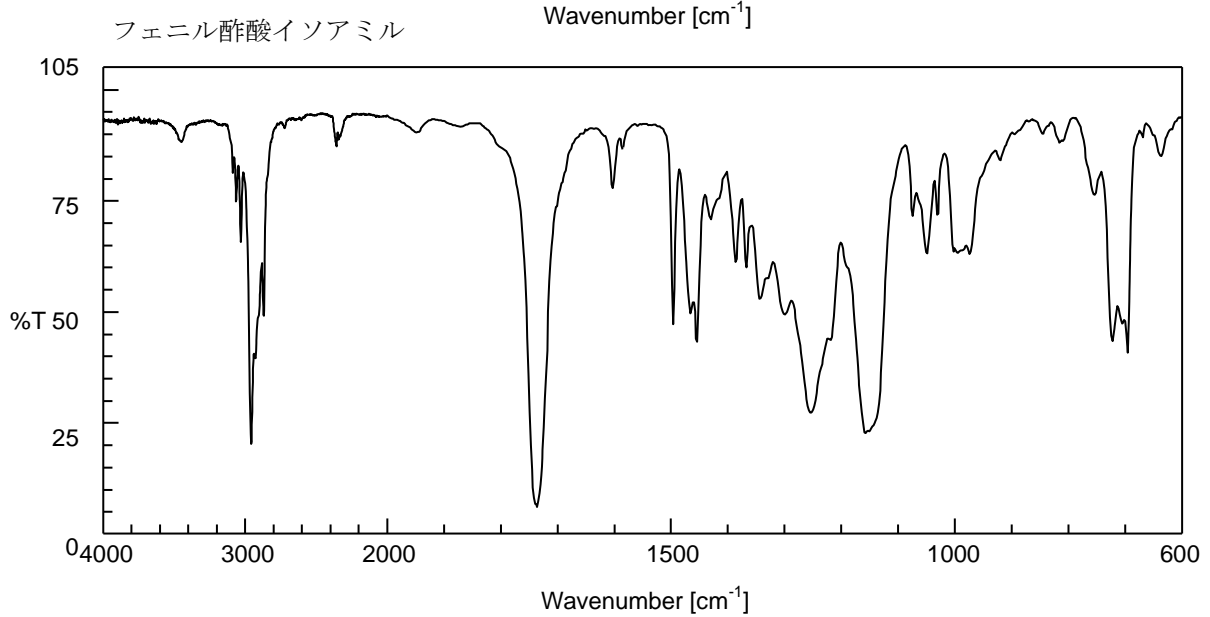
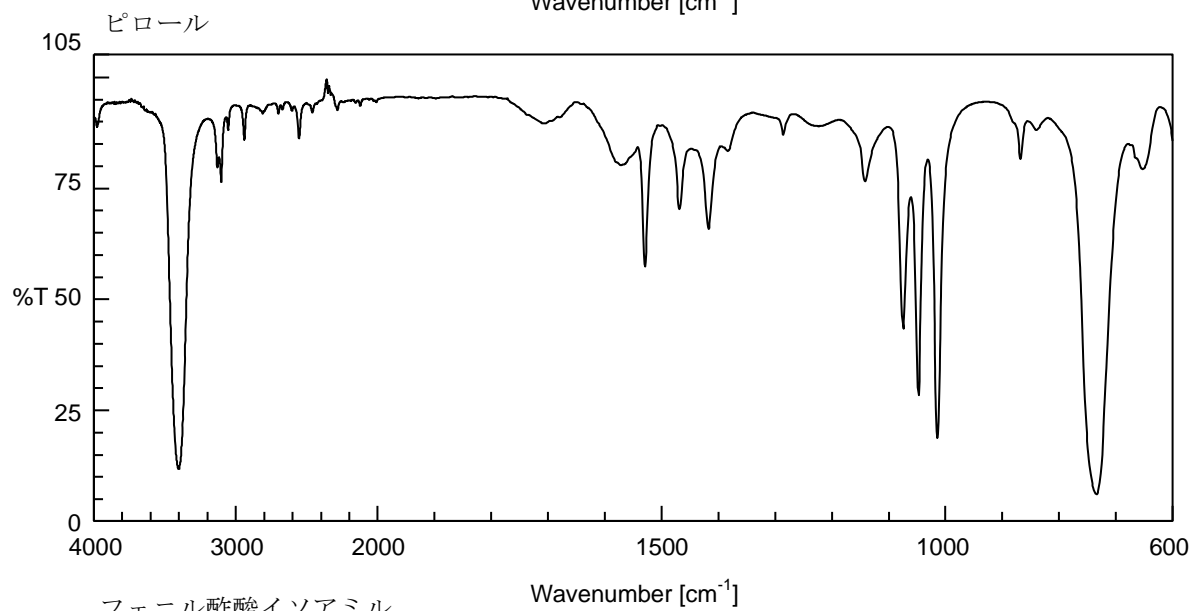
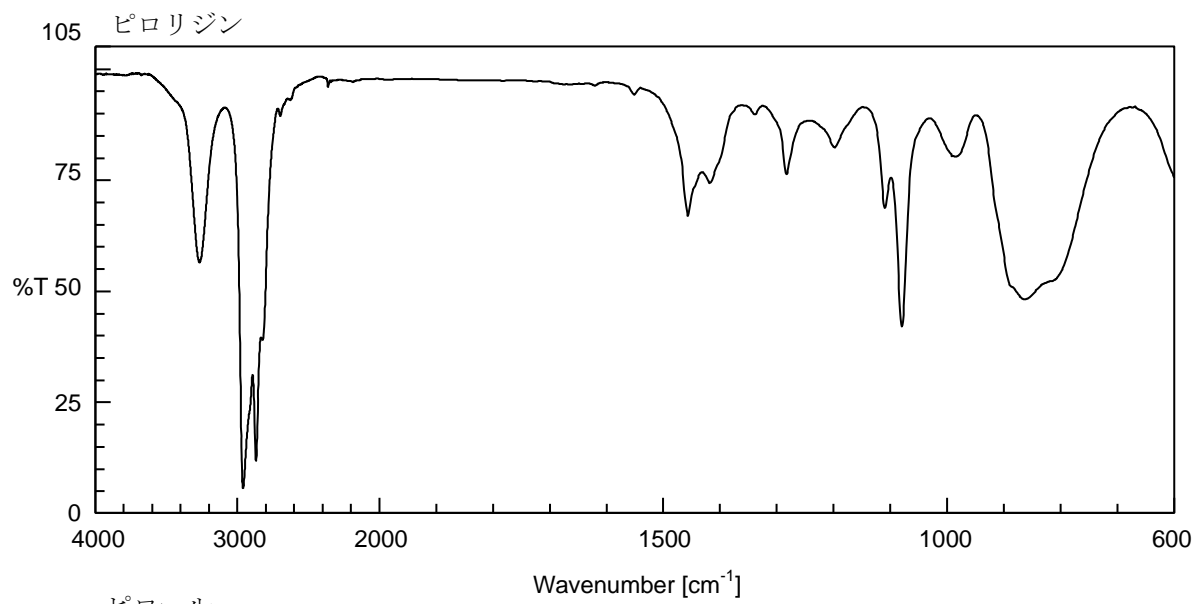


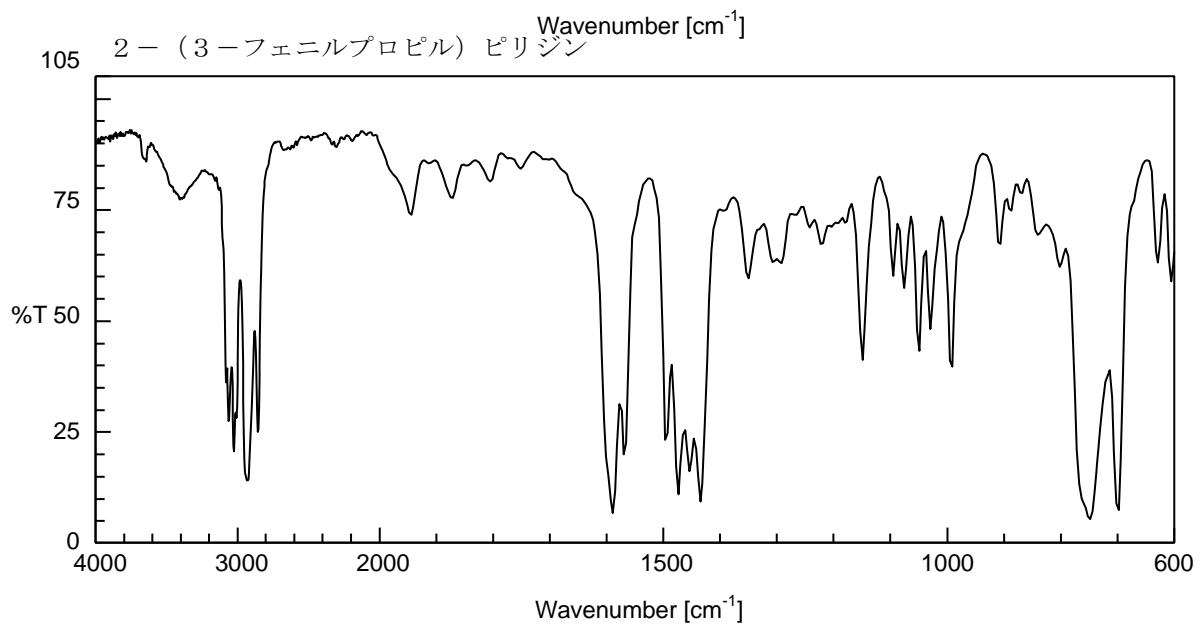
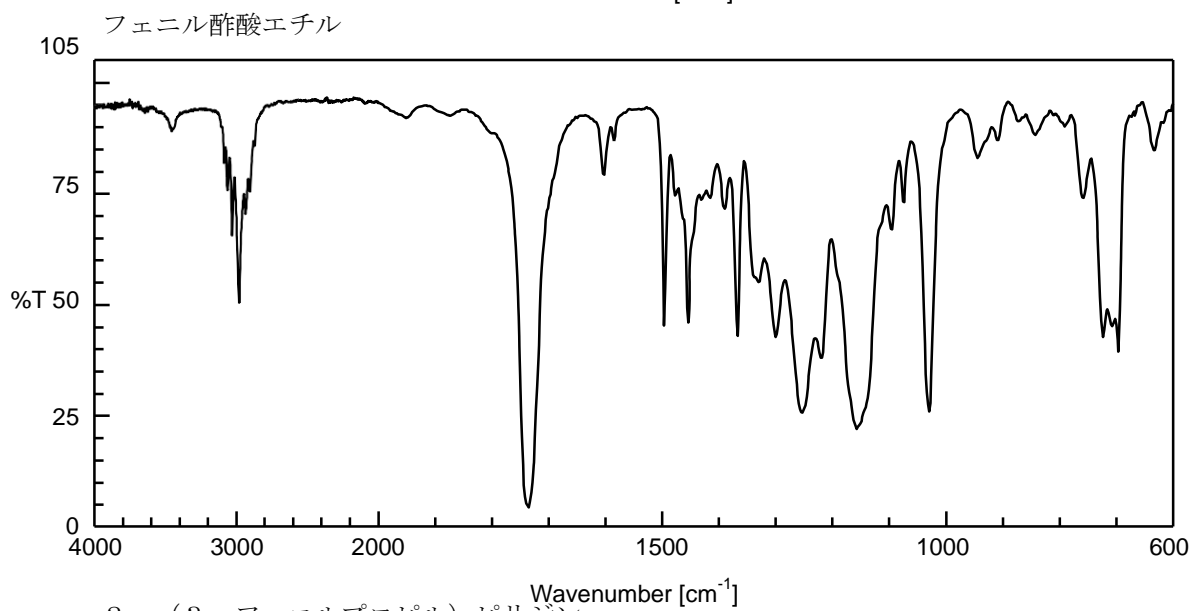
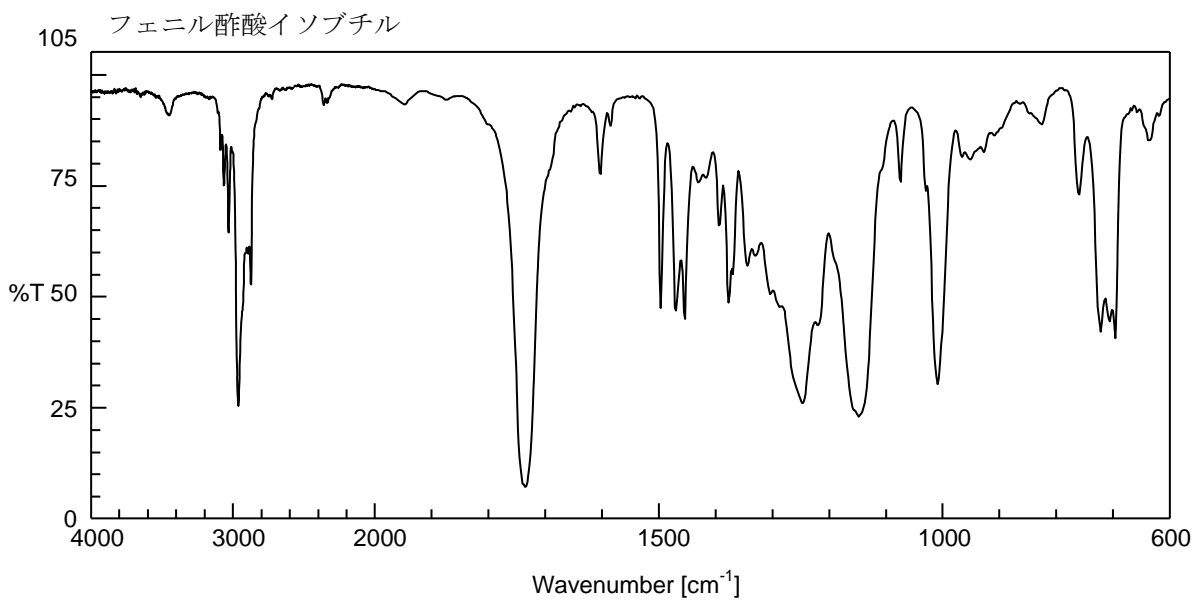




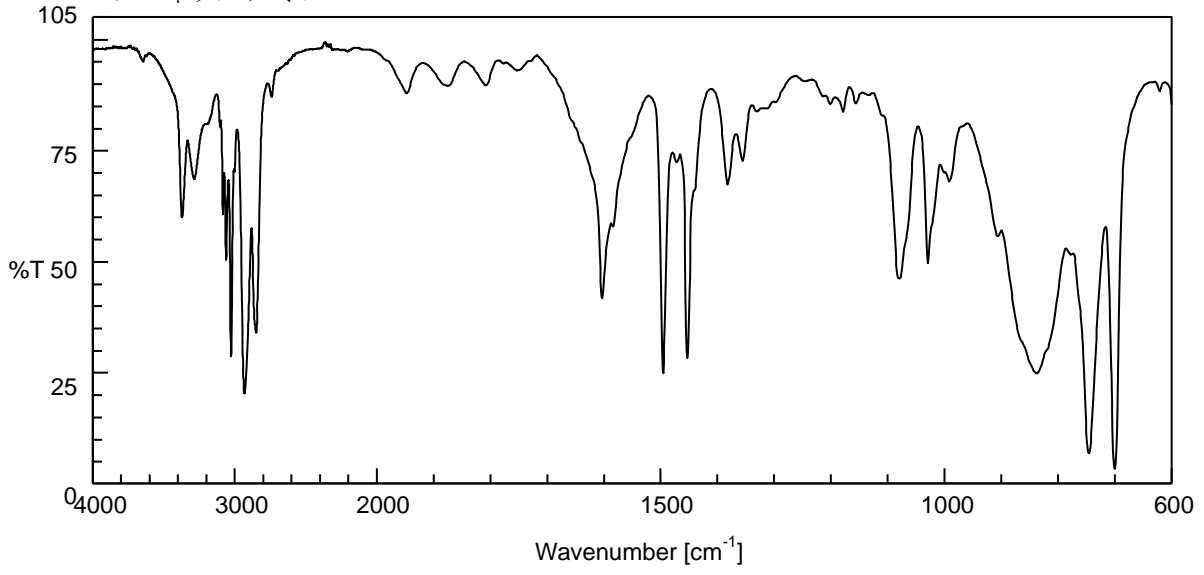




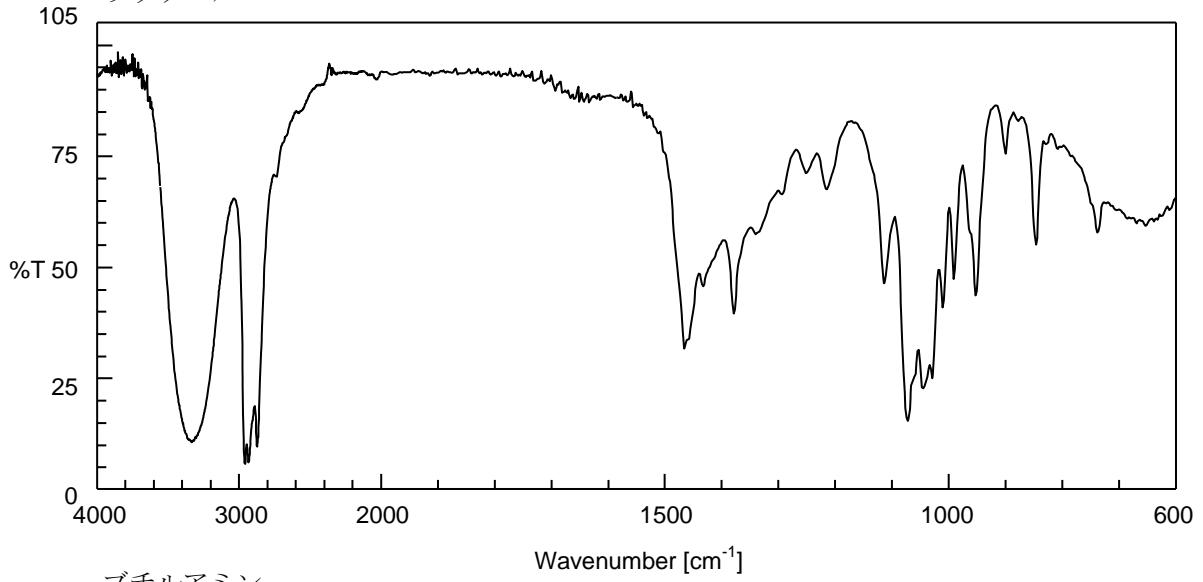




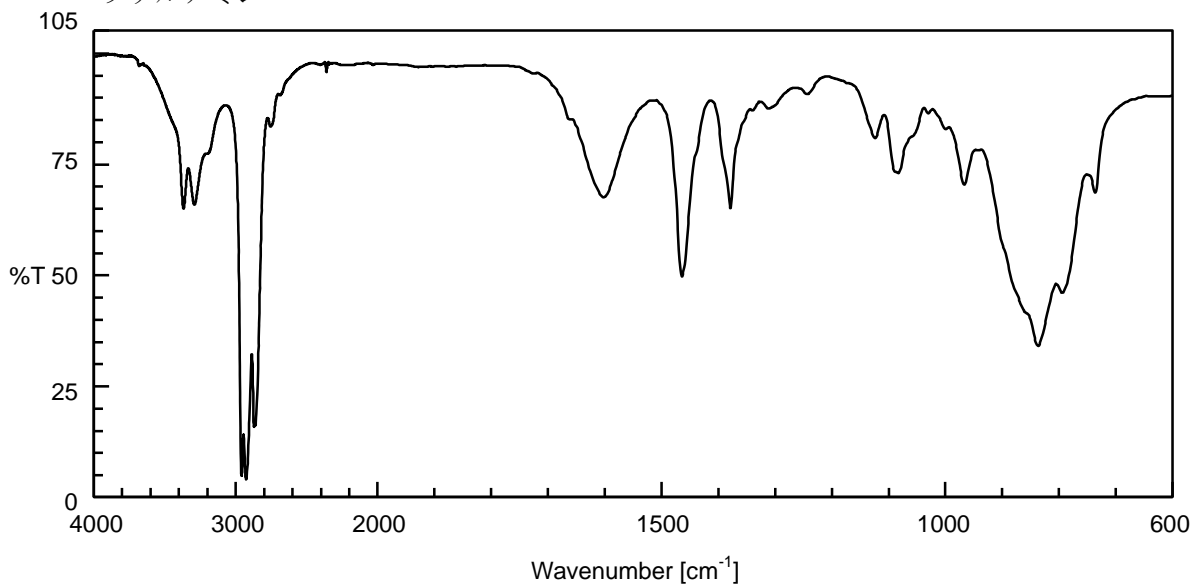
フェネチルアミン



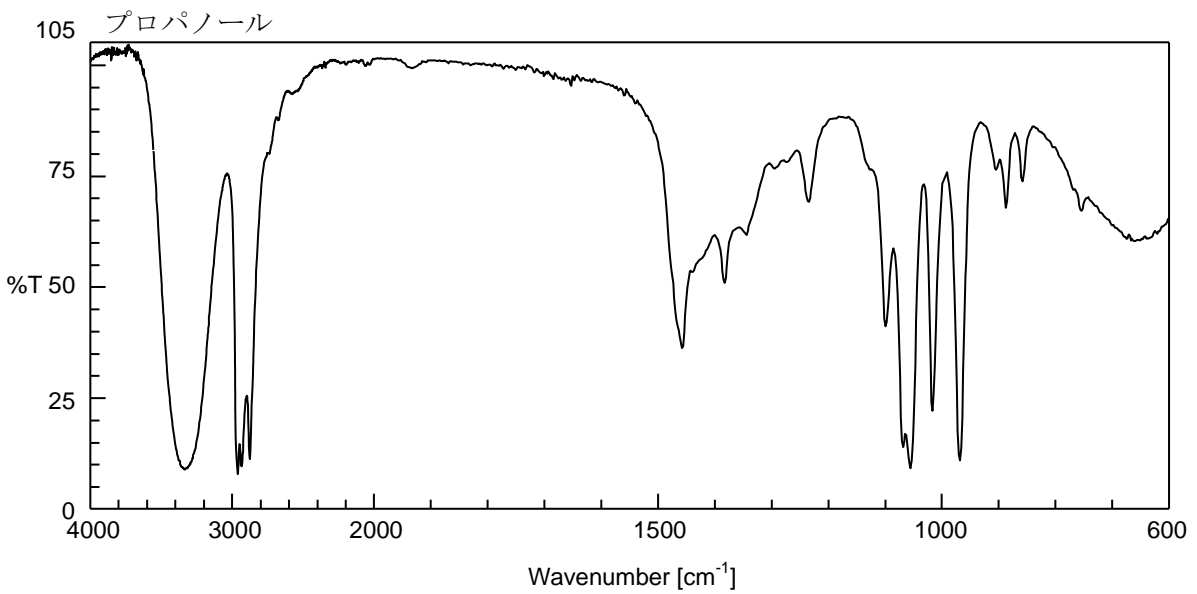
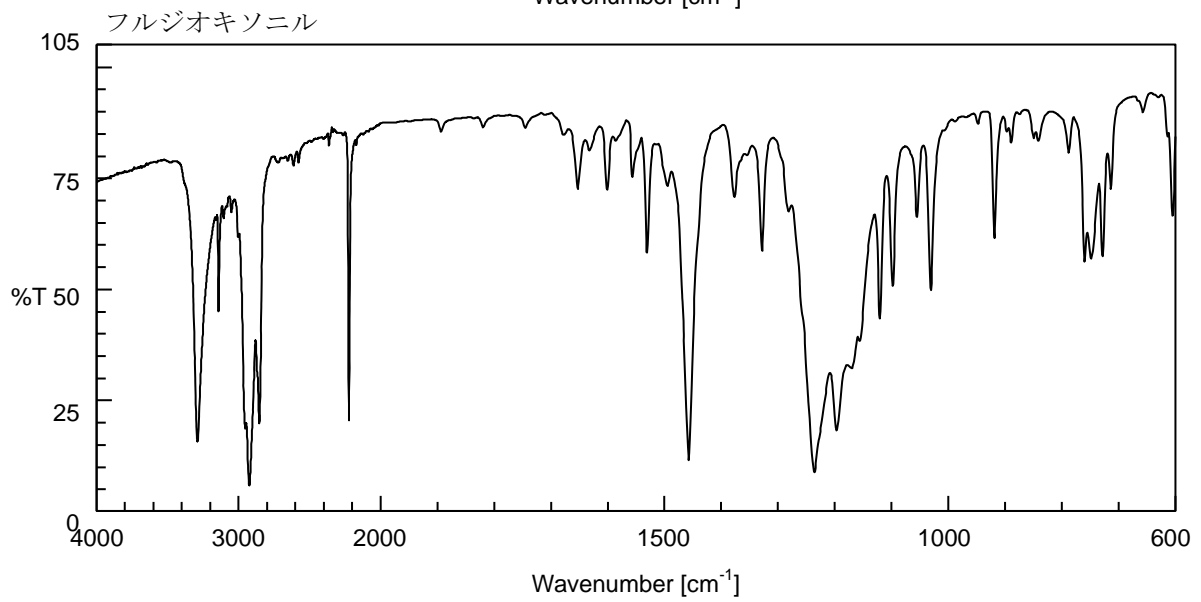
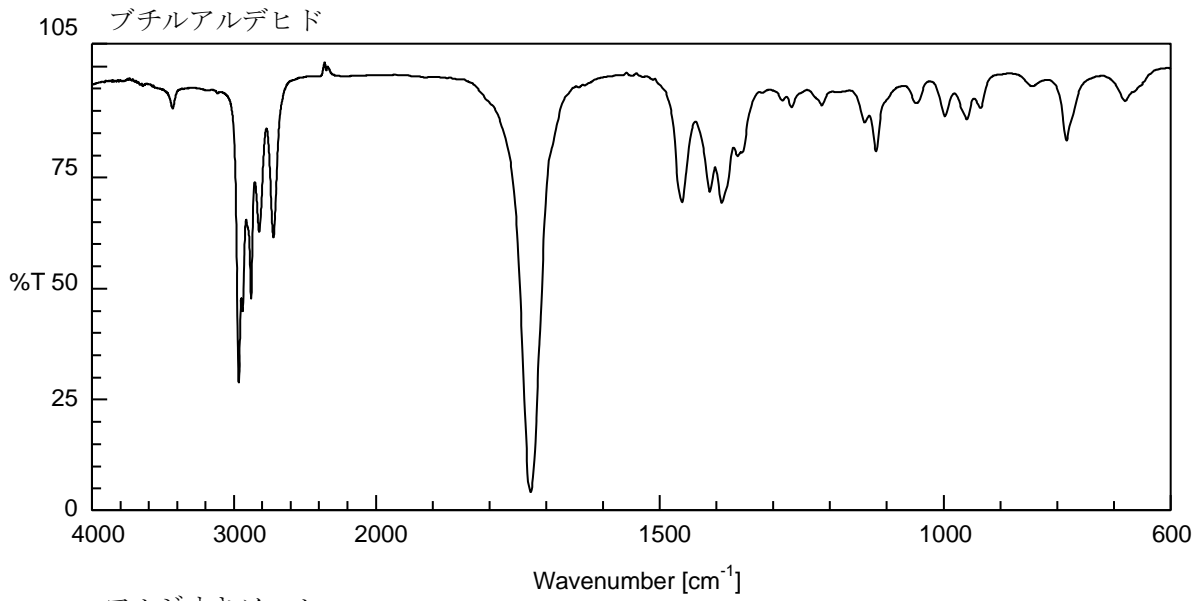
ブタノール

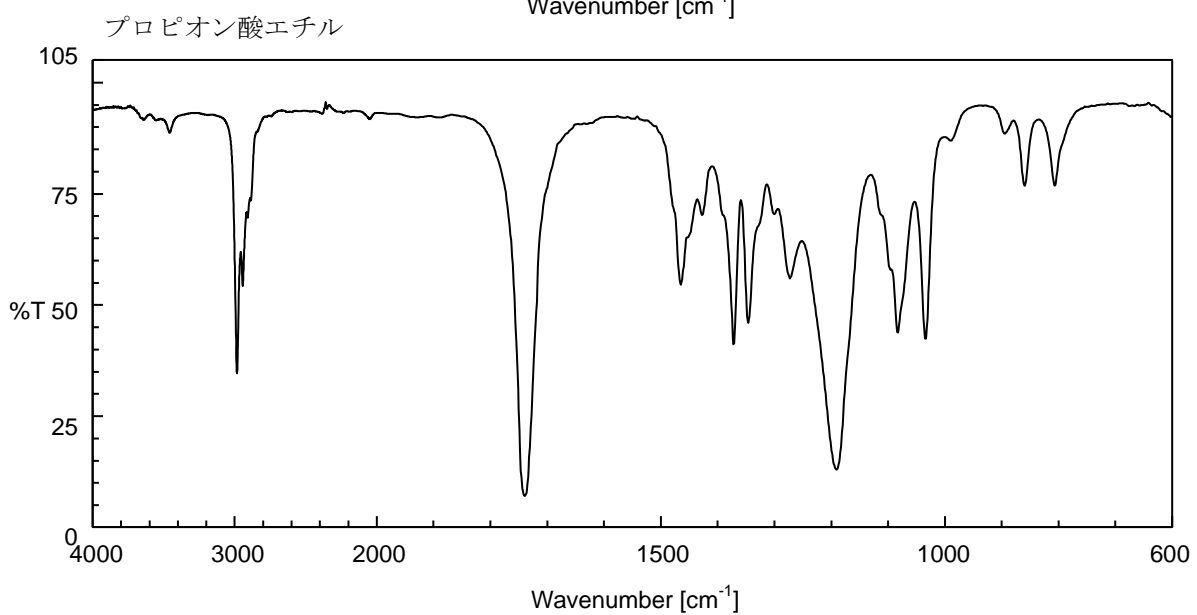
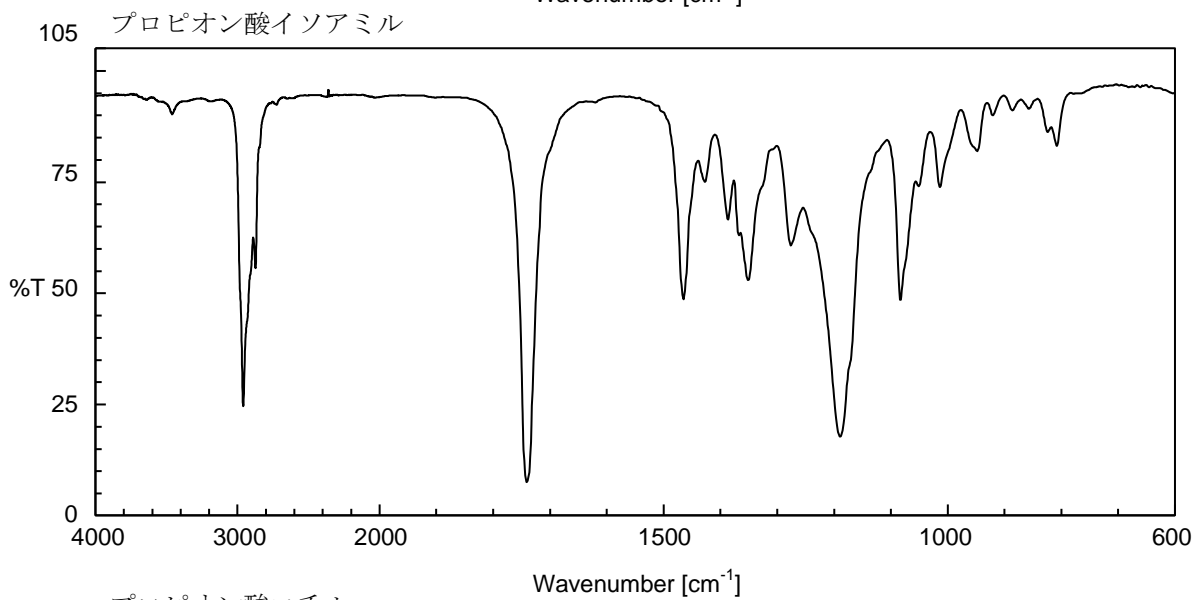
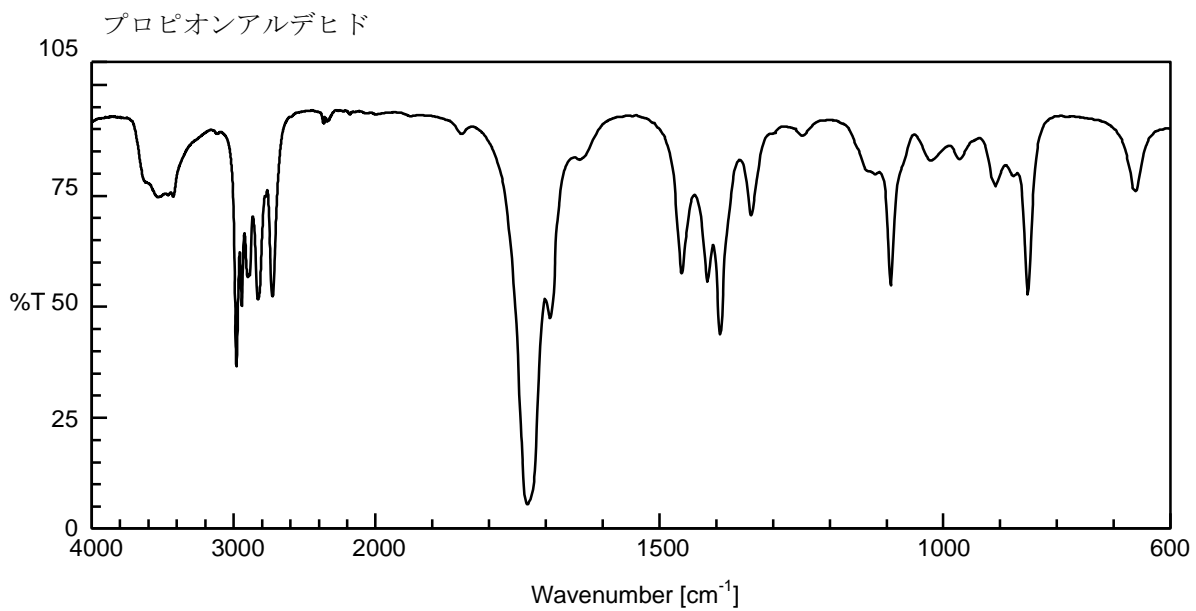


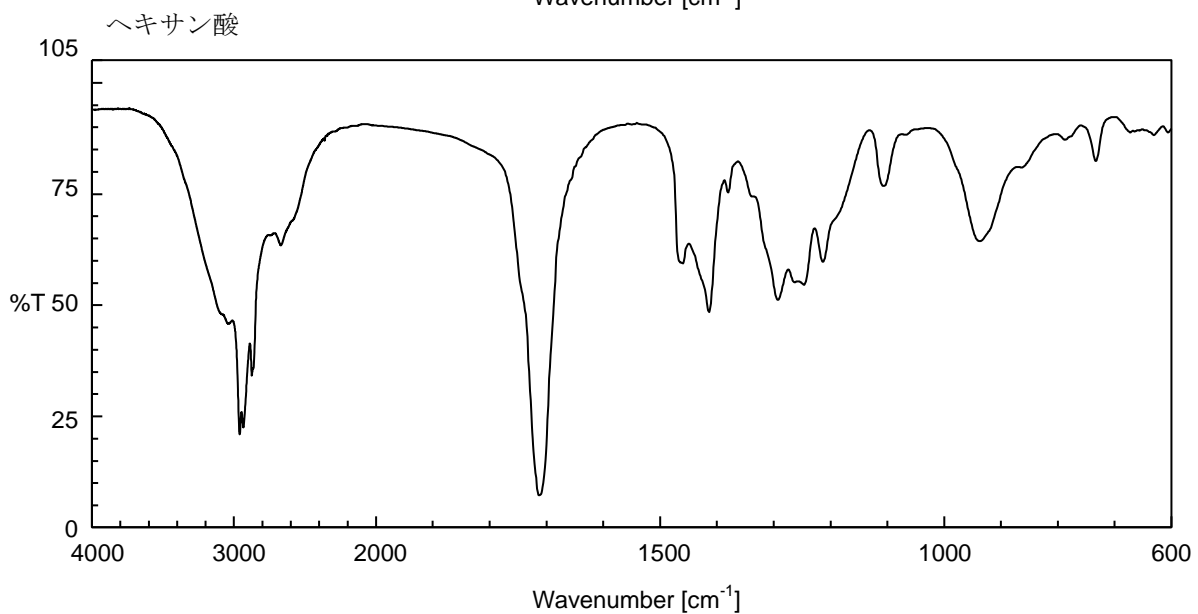
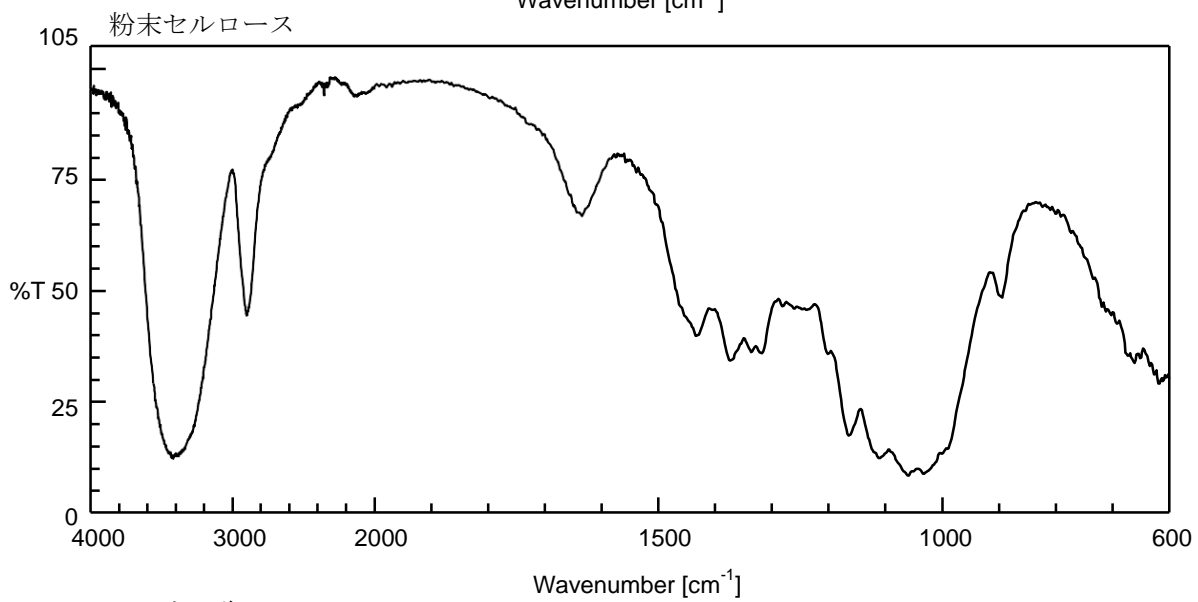
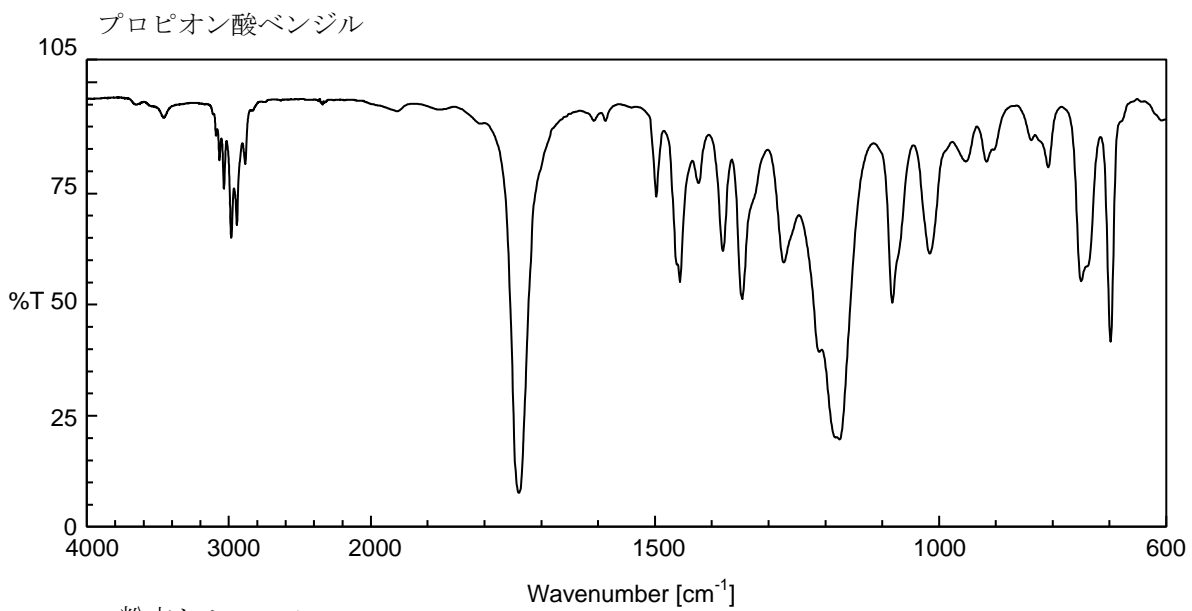
ブチルアミン

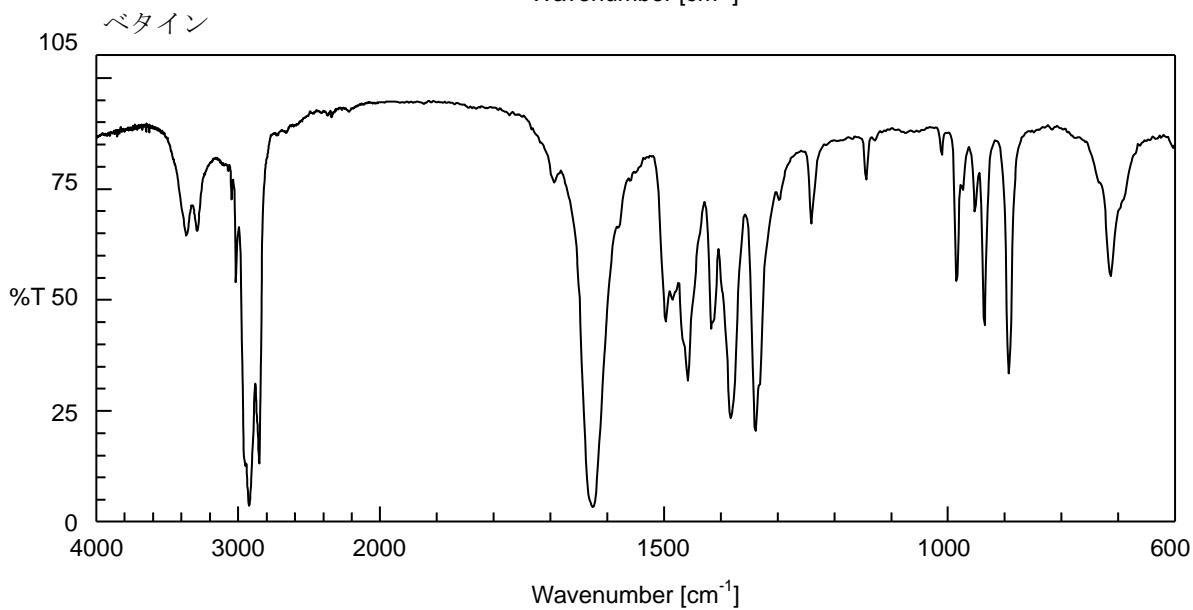
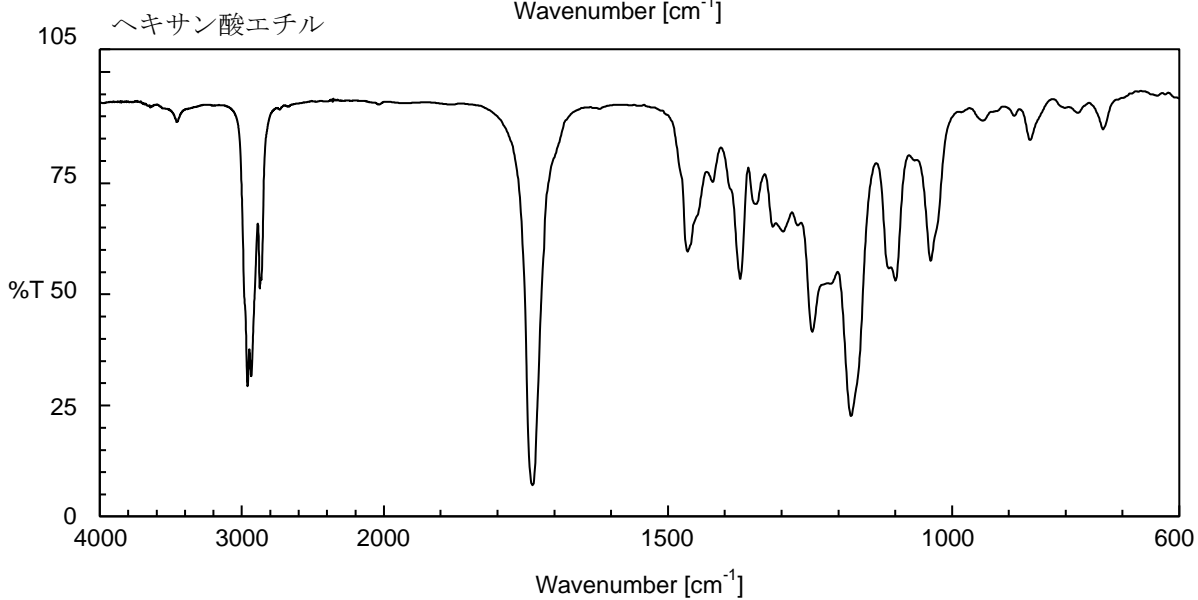
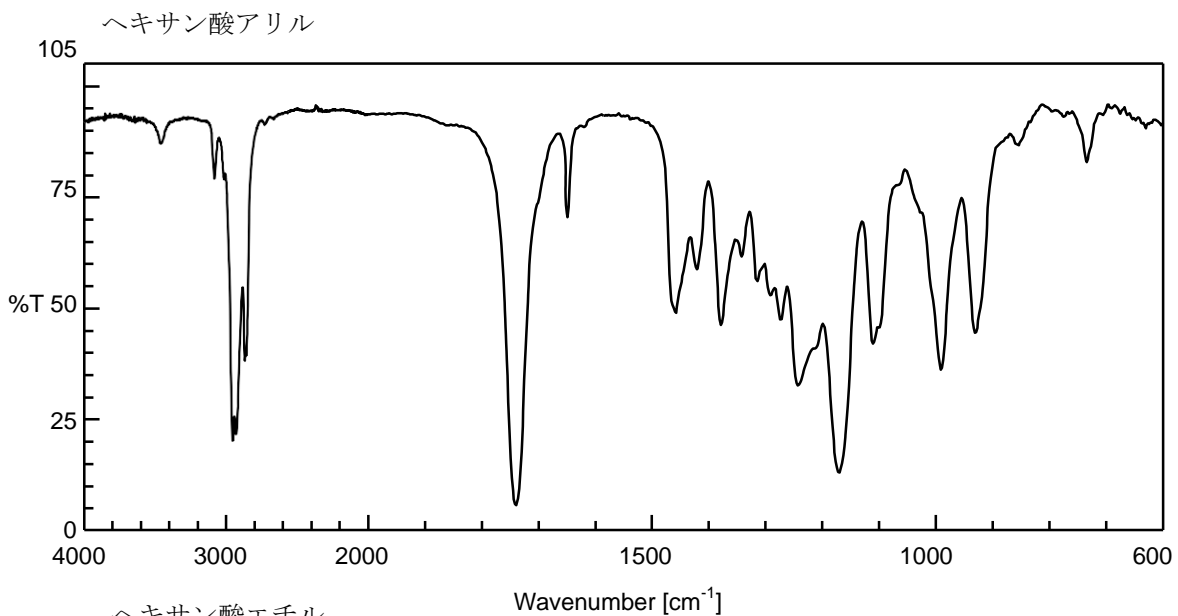


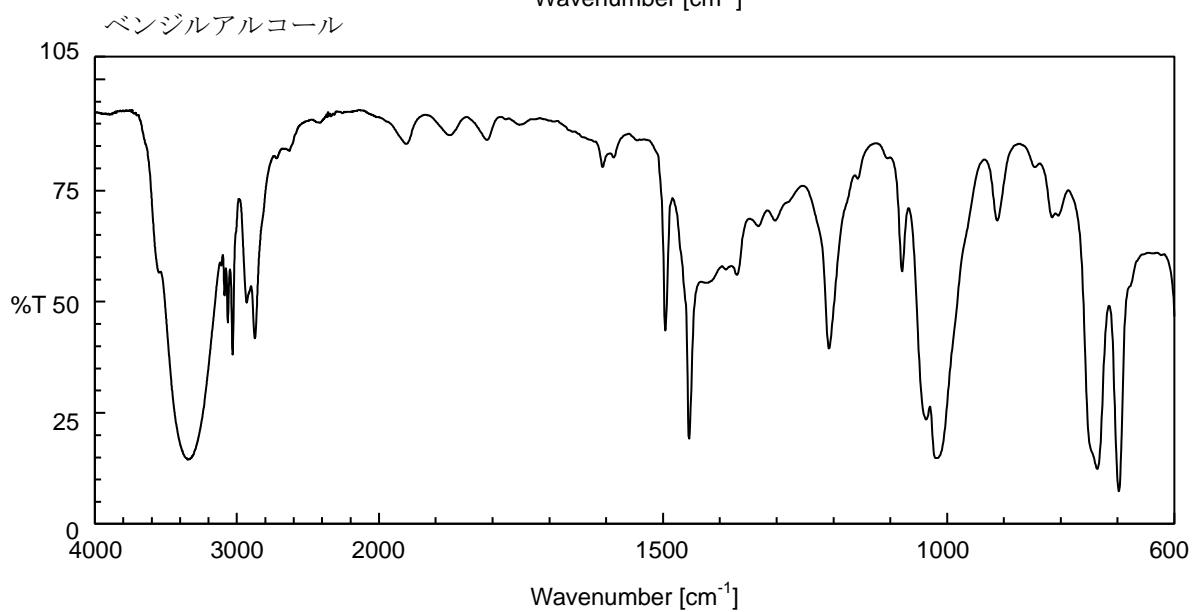
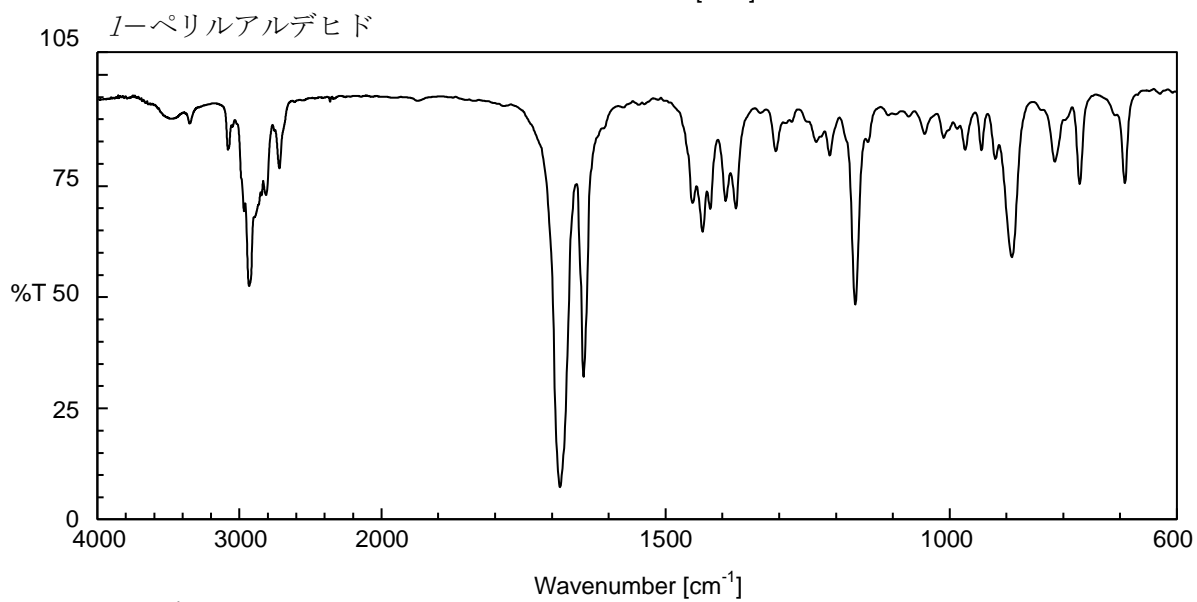
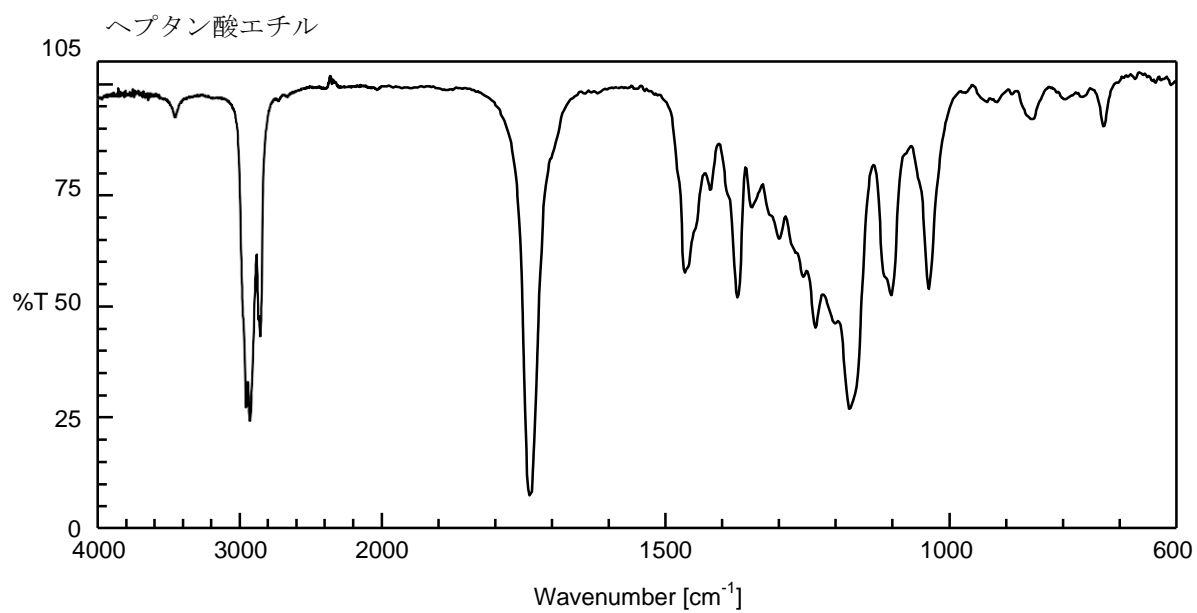


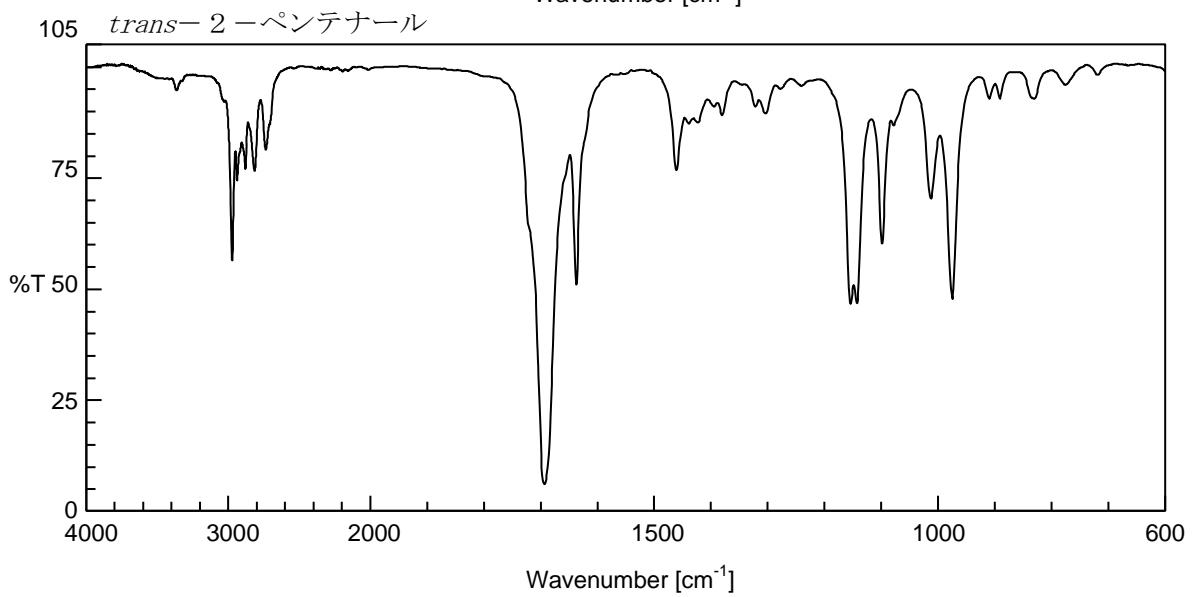
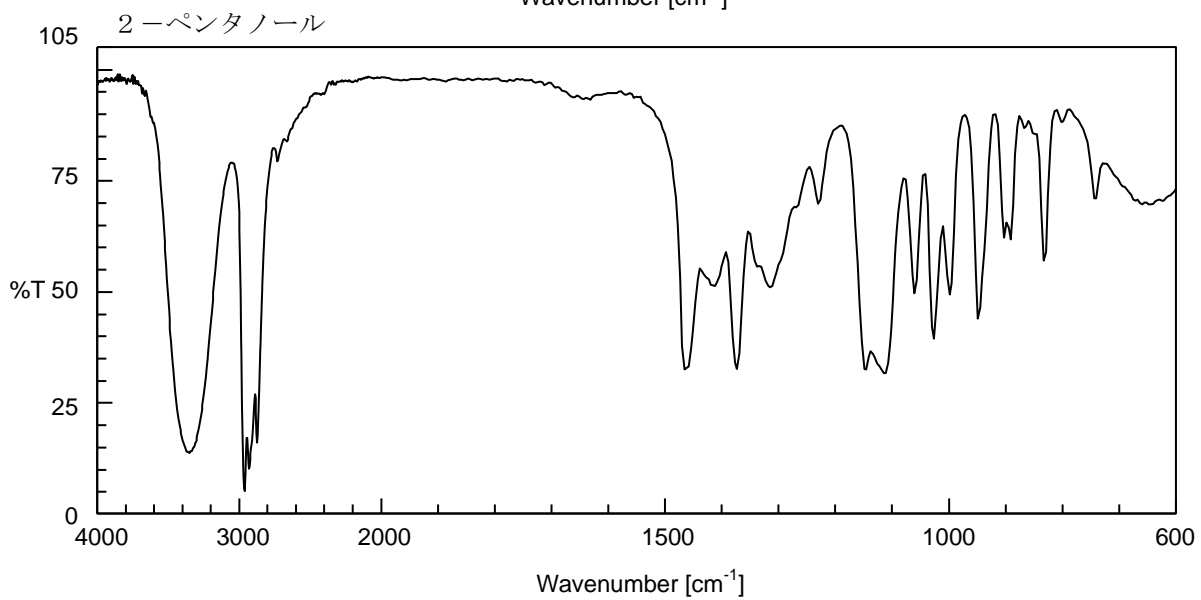
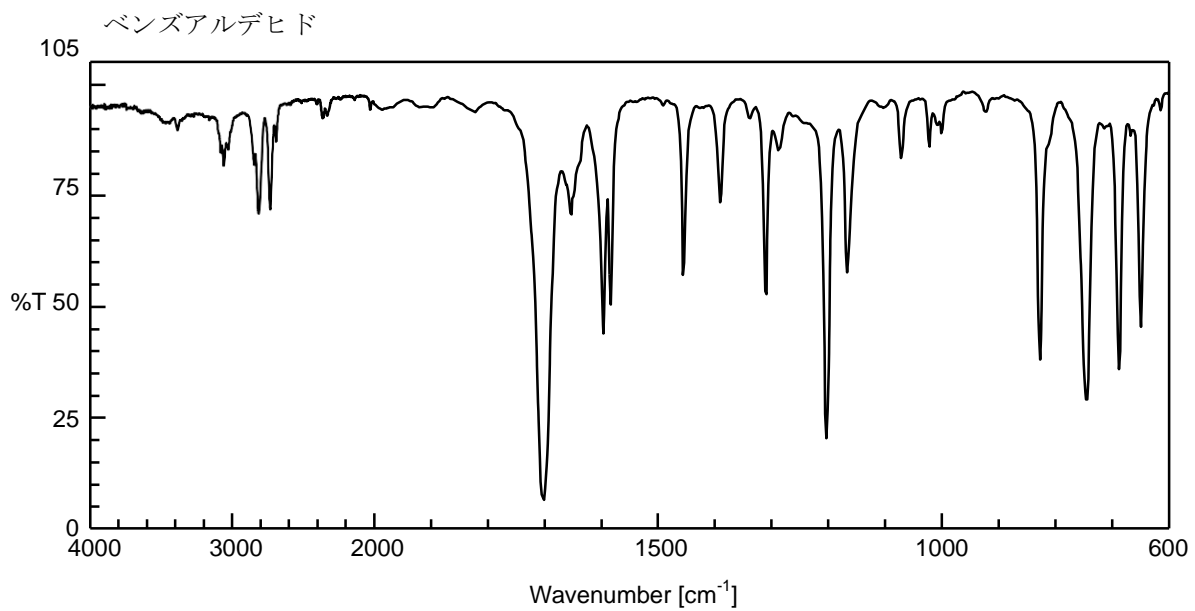


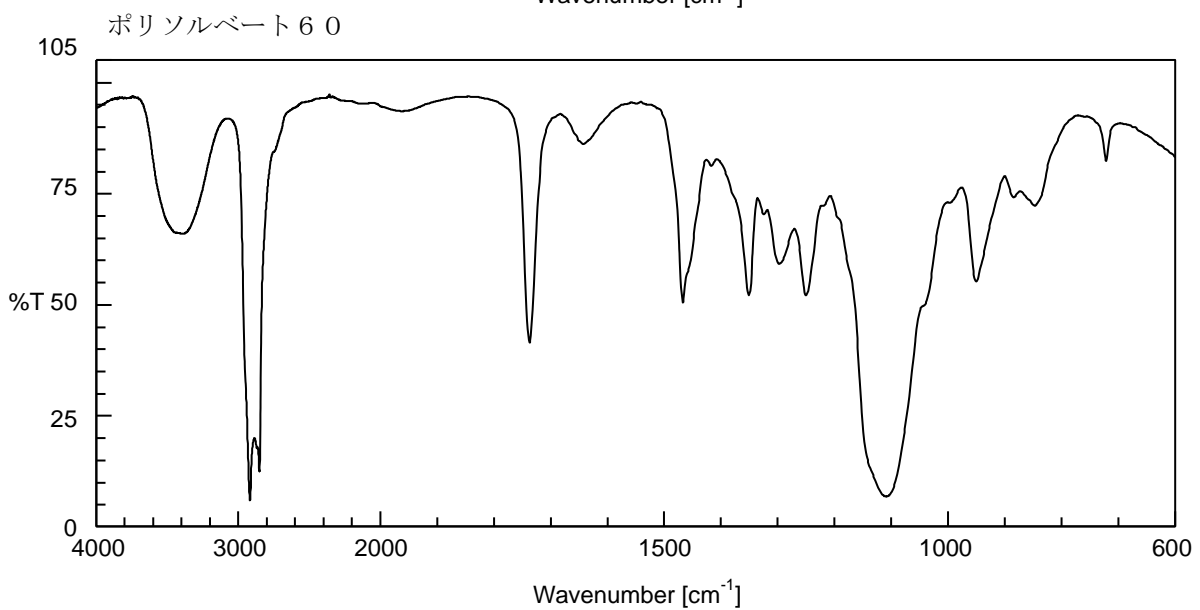
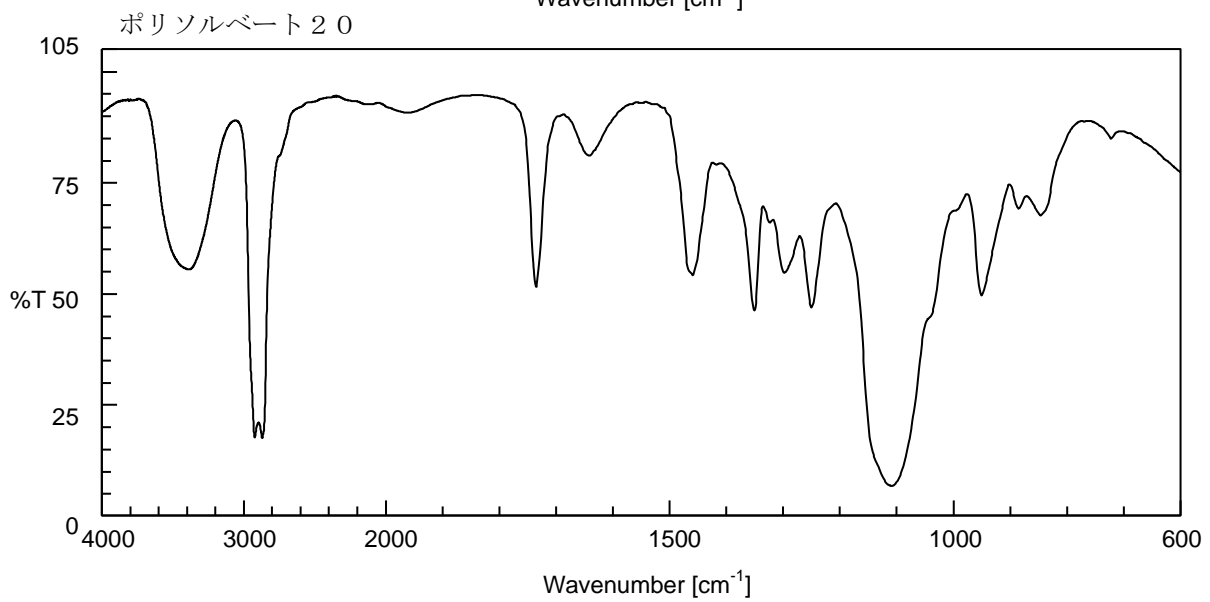
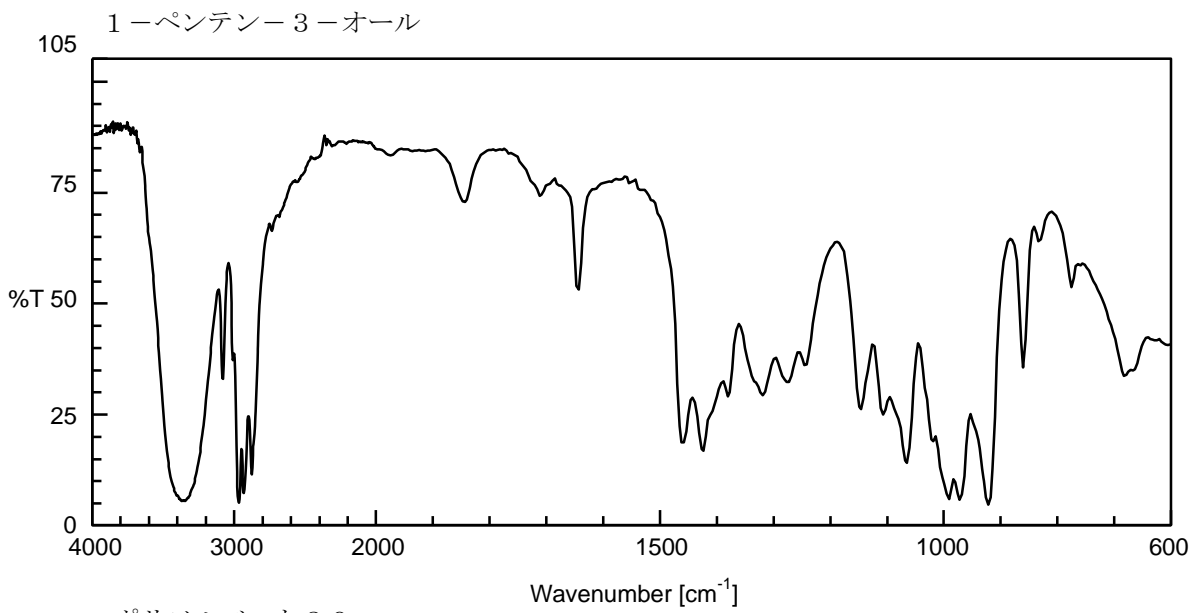


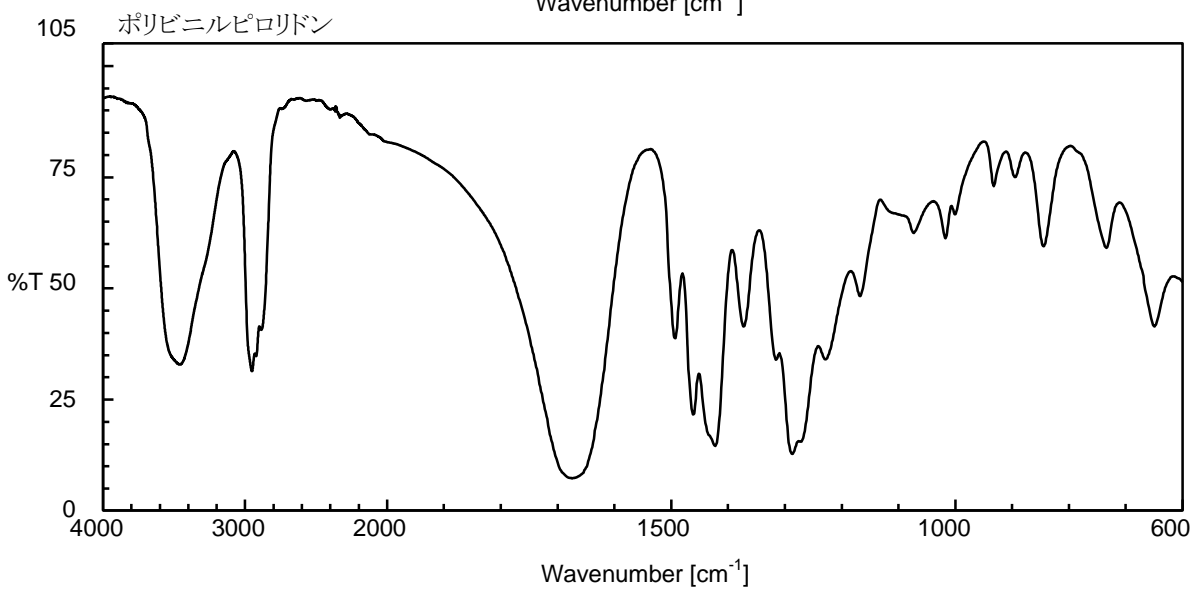
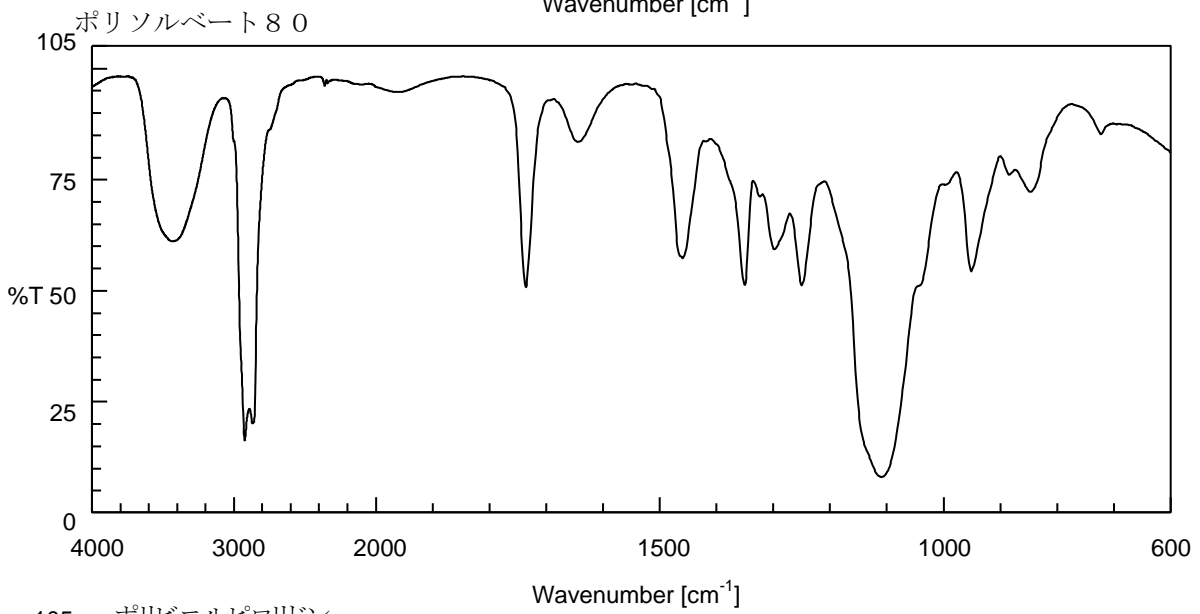
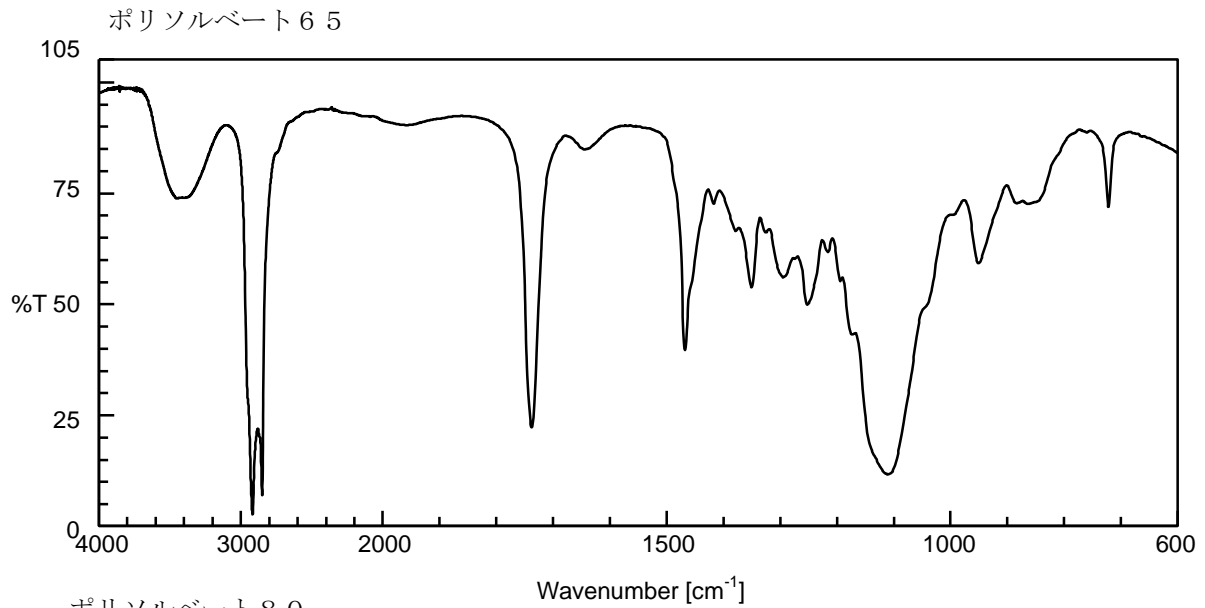




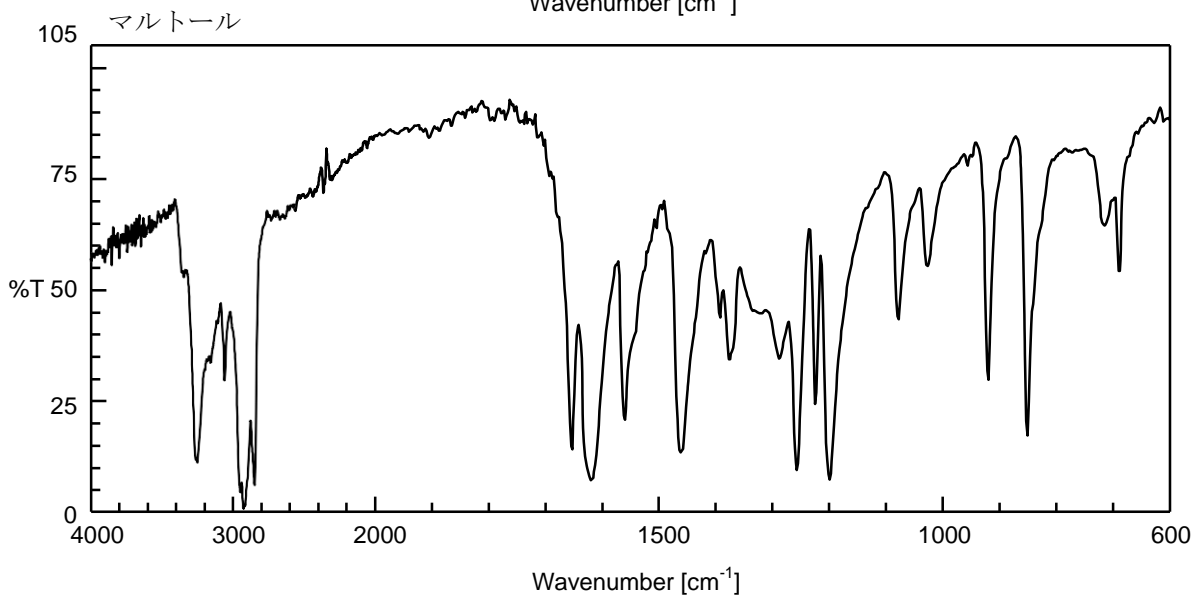
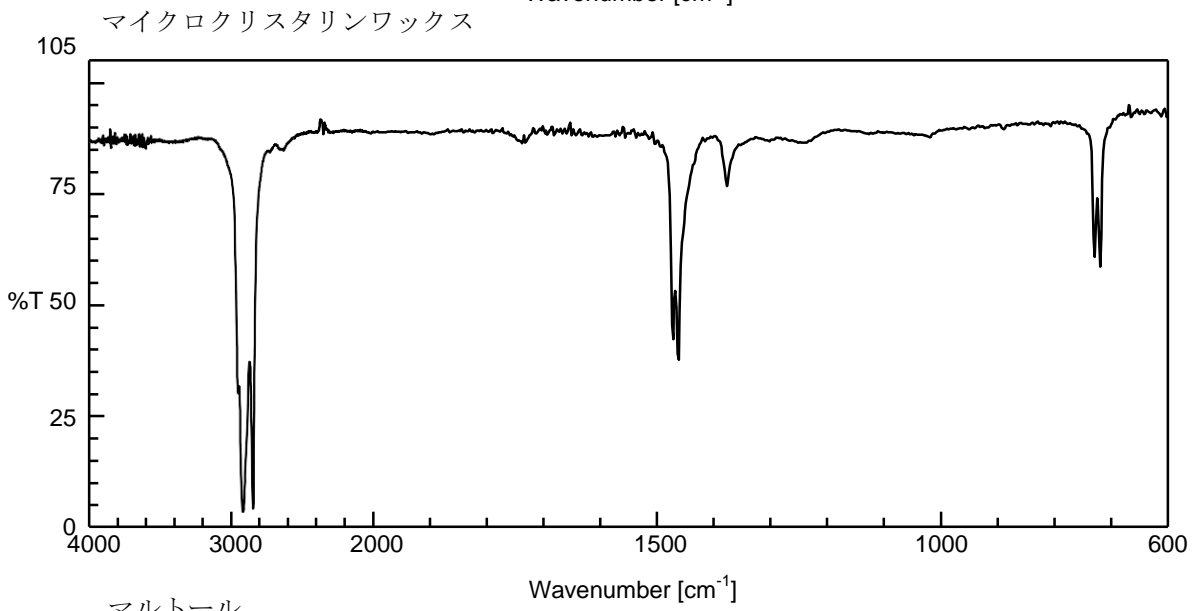
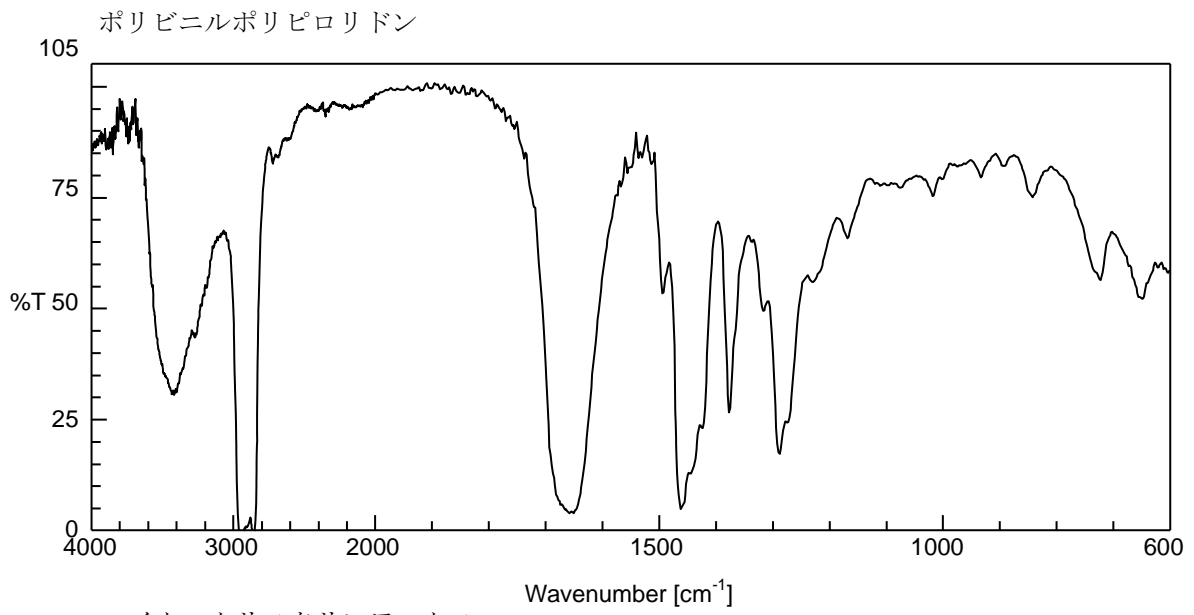


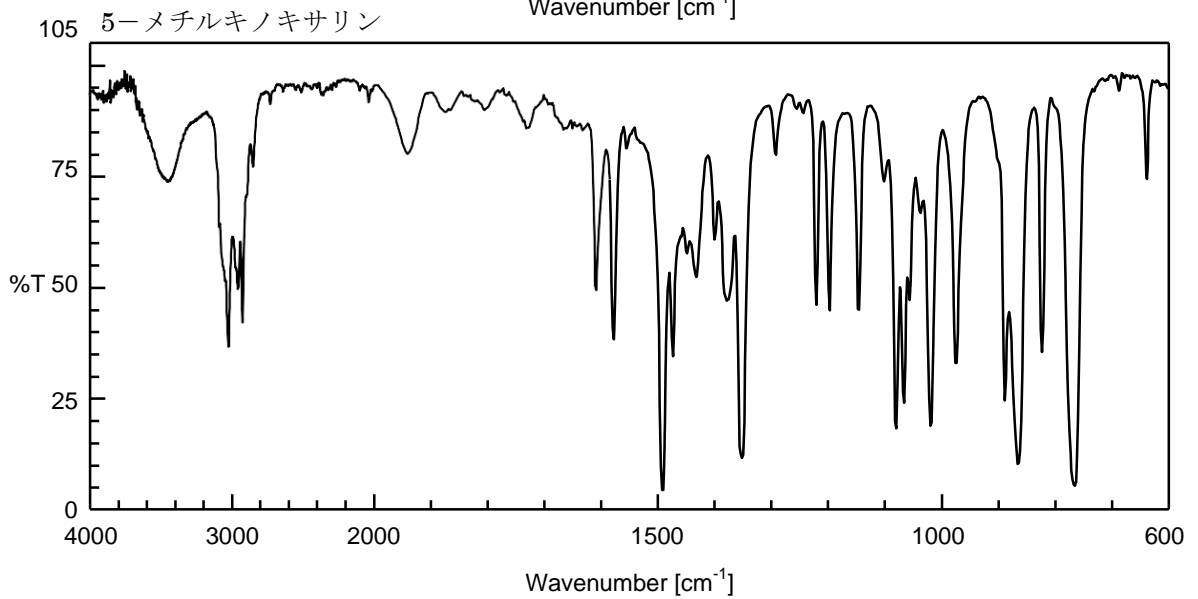
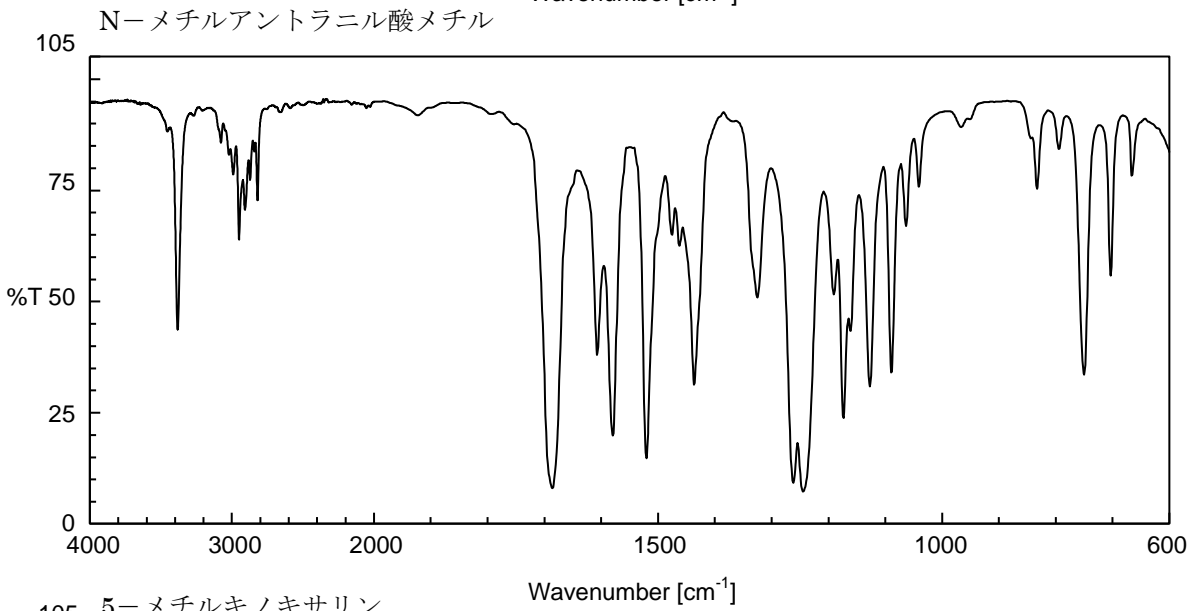
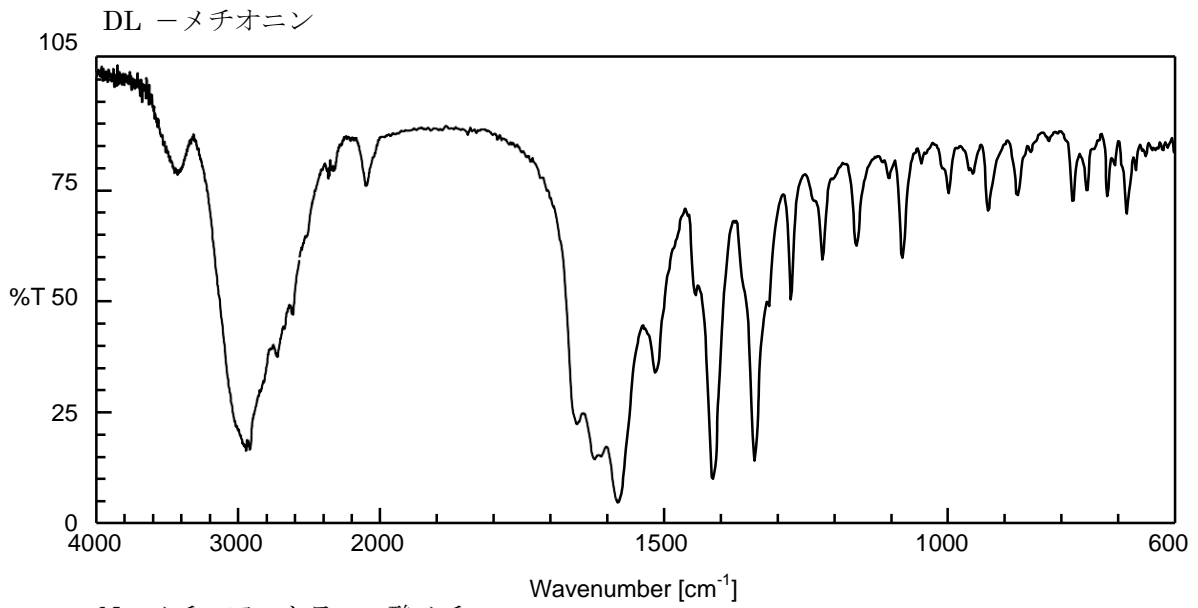


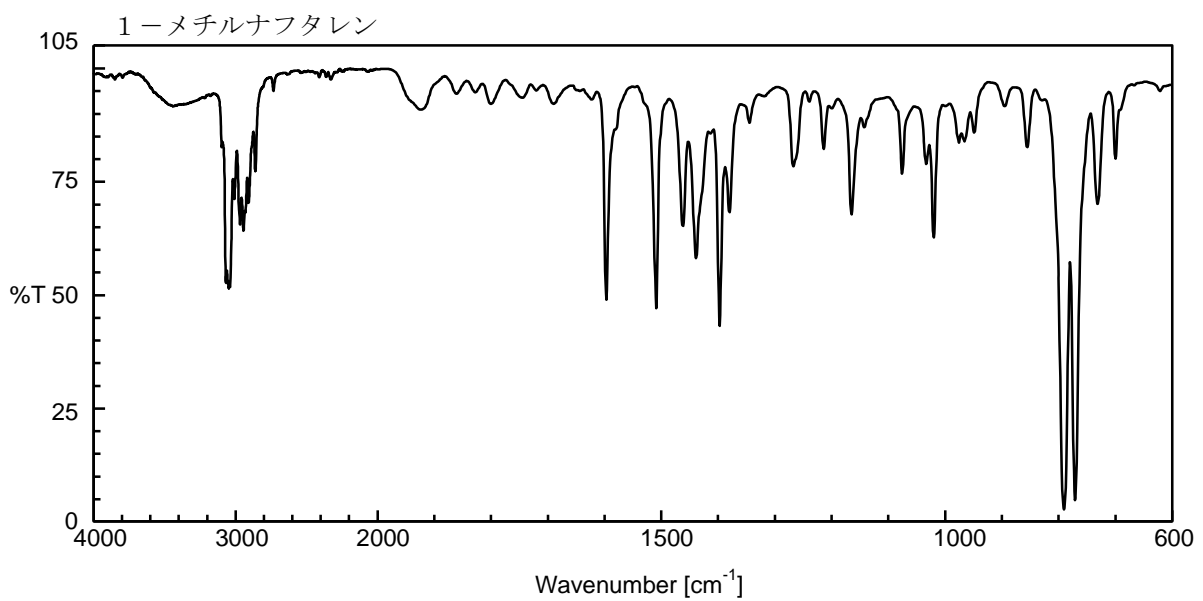
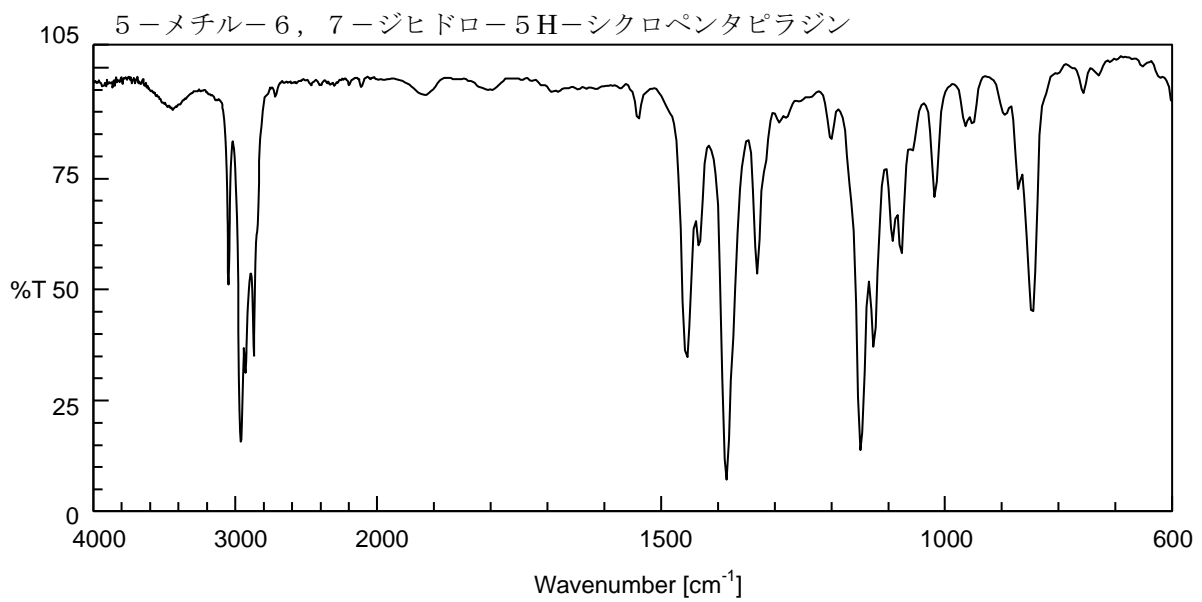
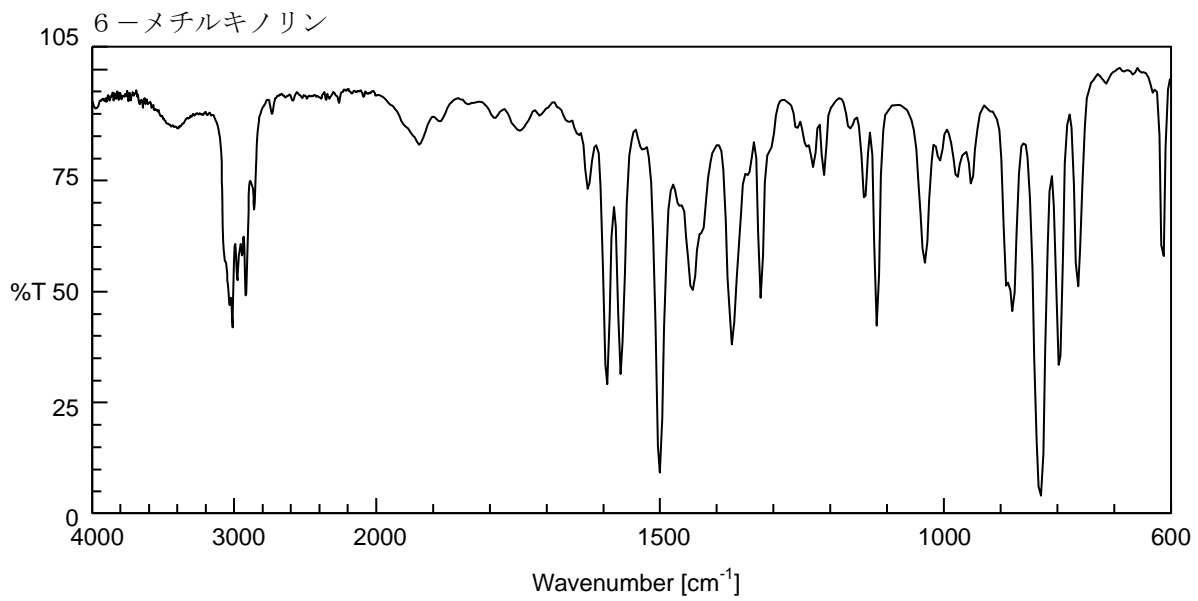


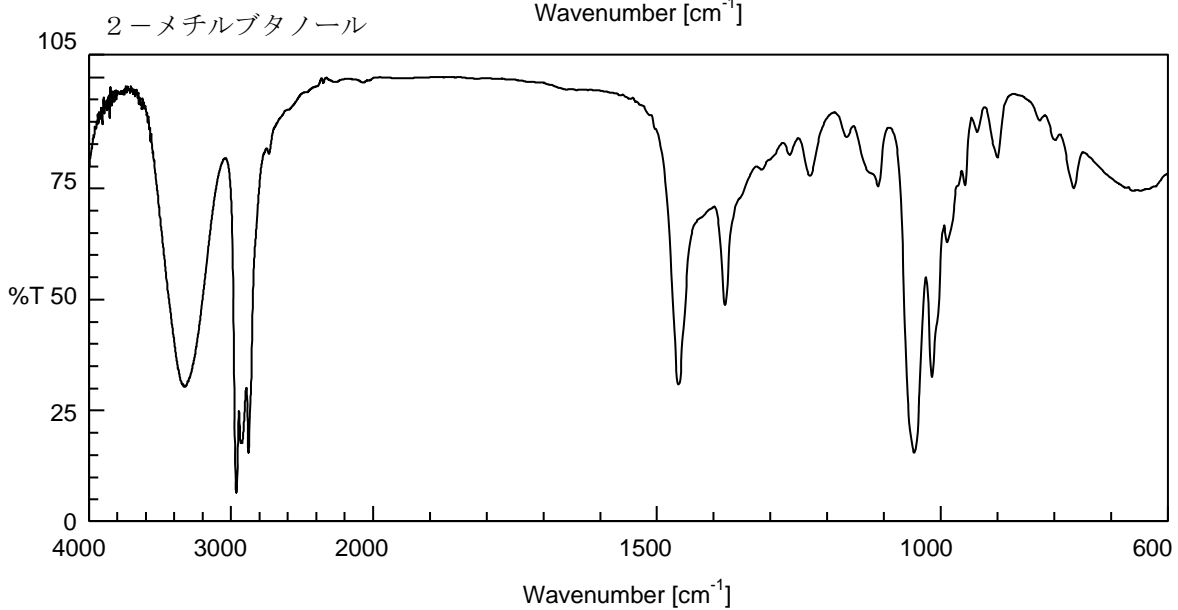
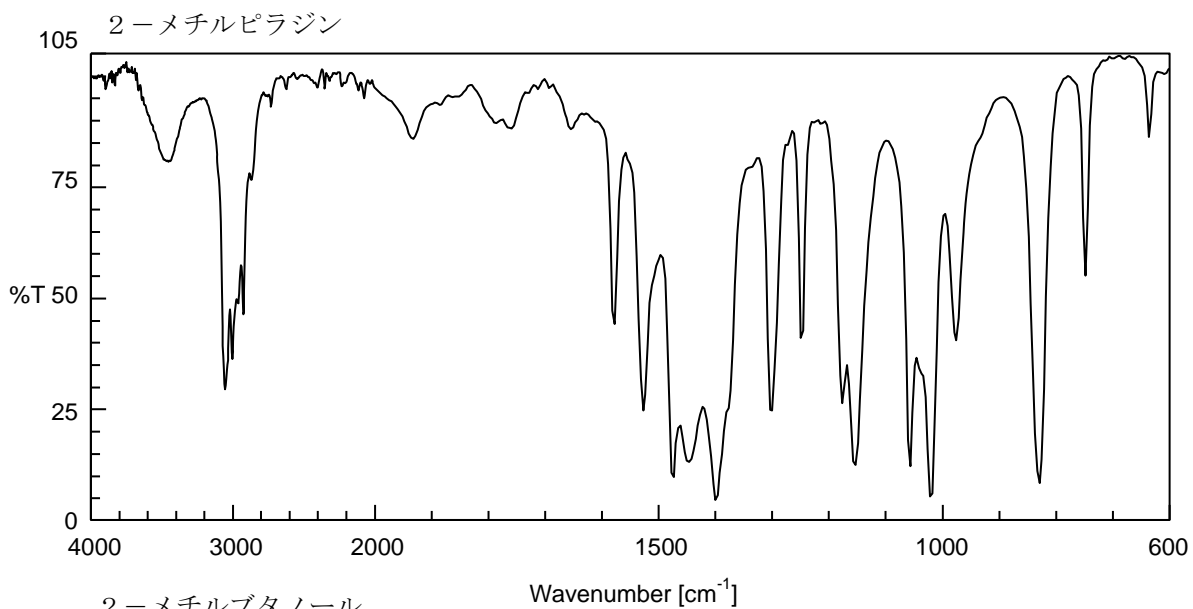
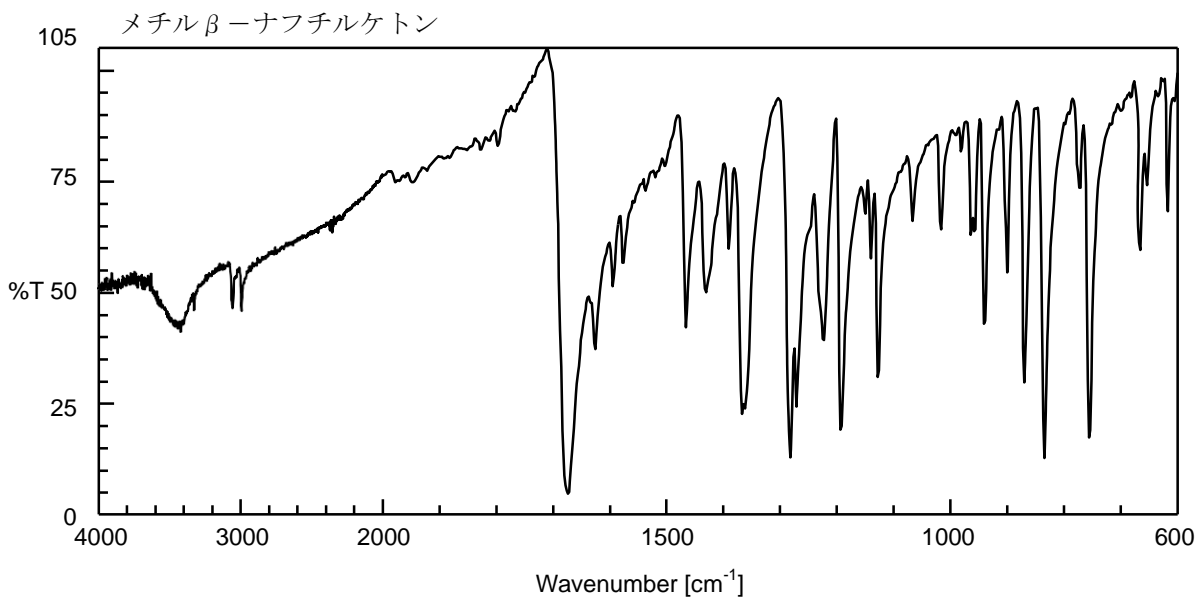


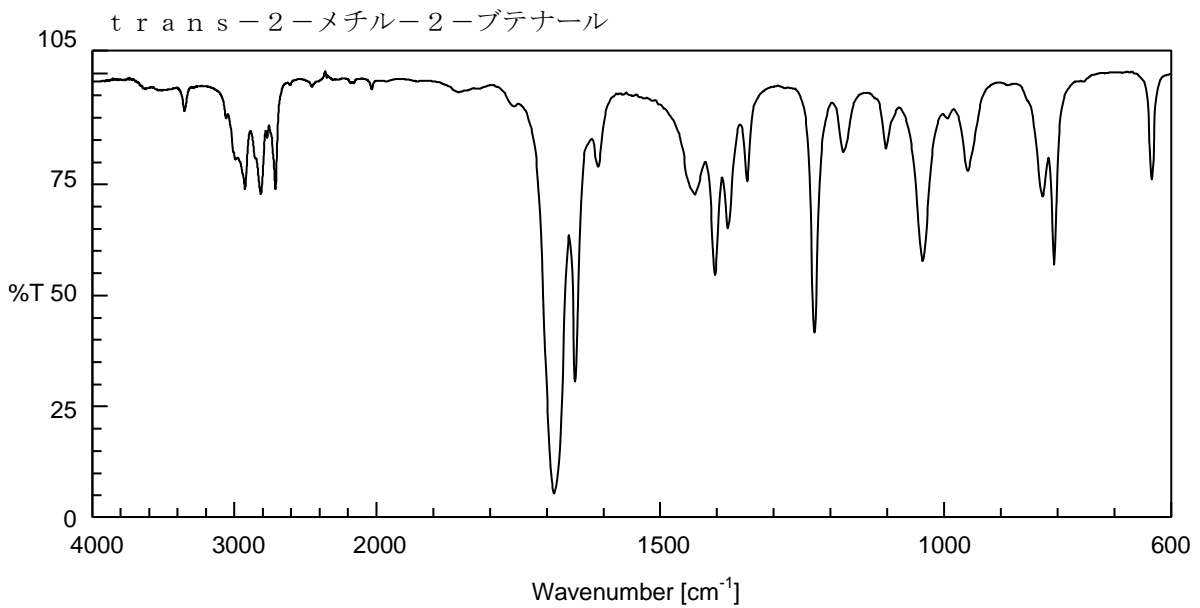
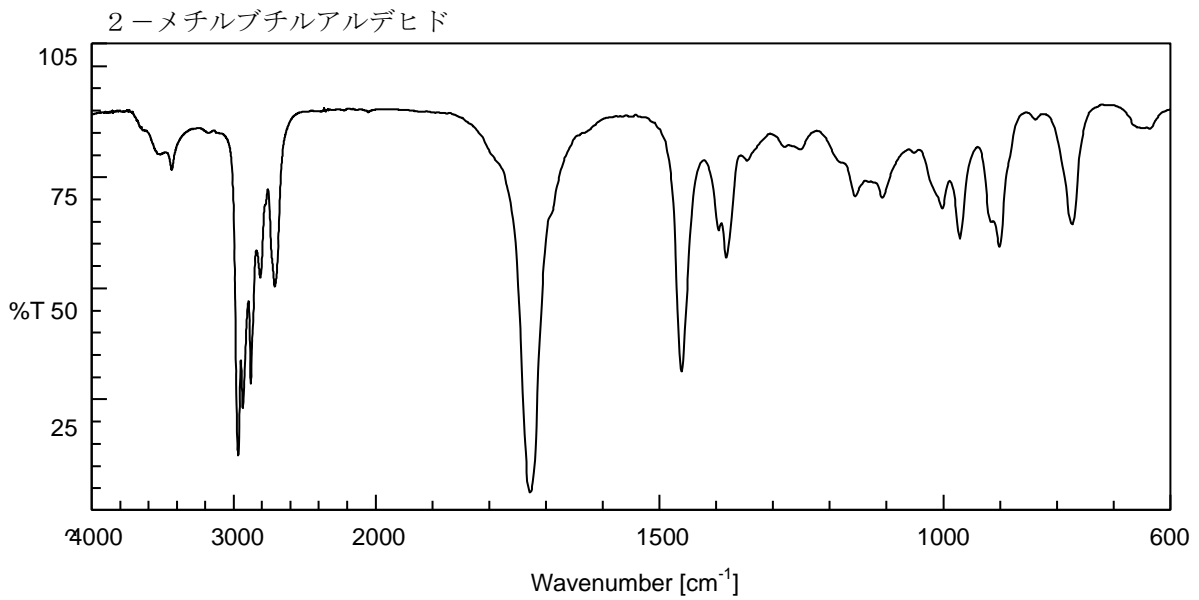
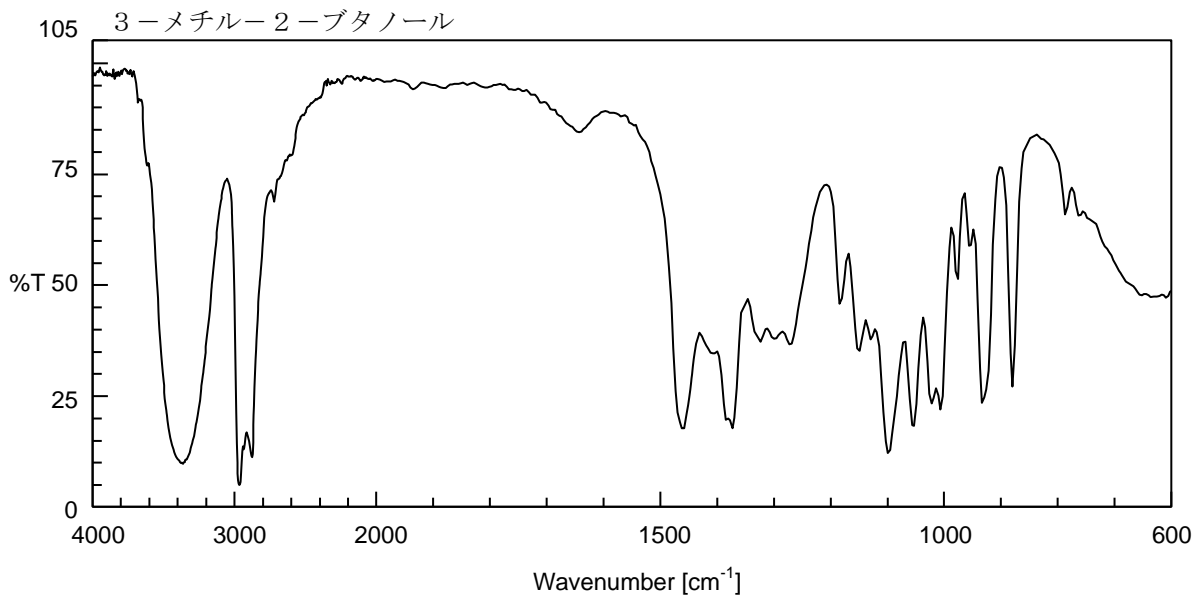


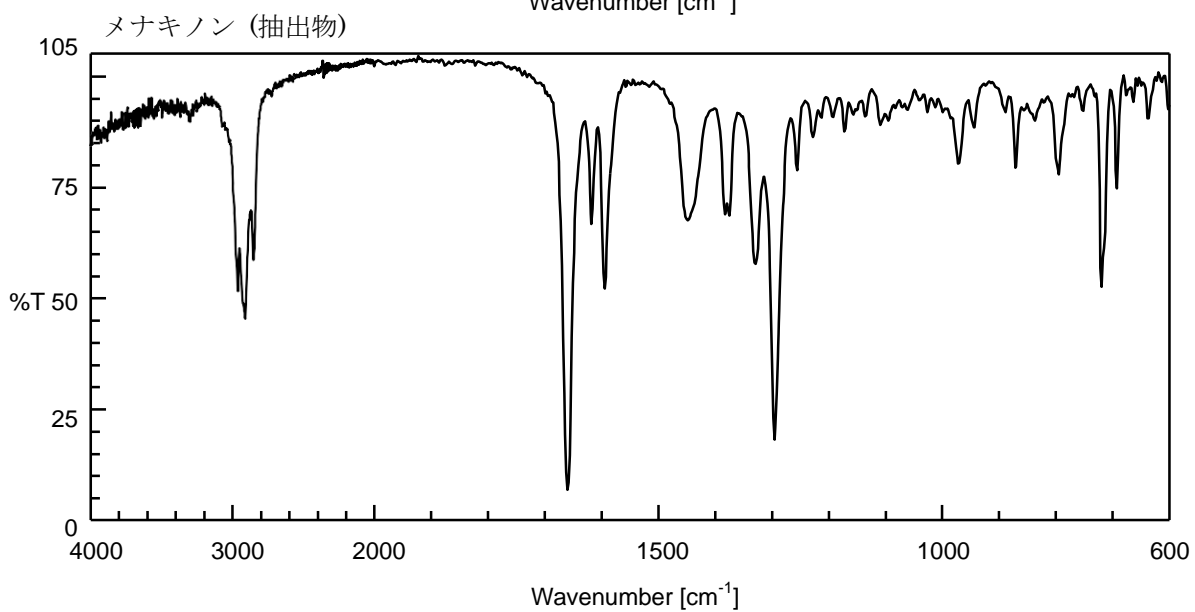
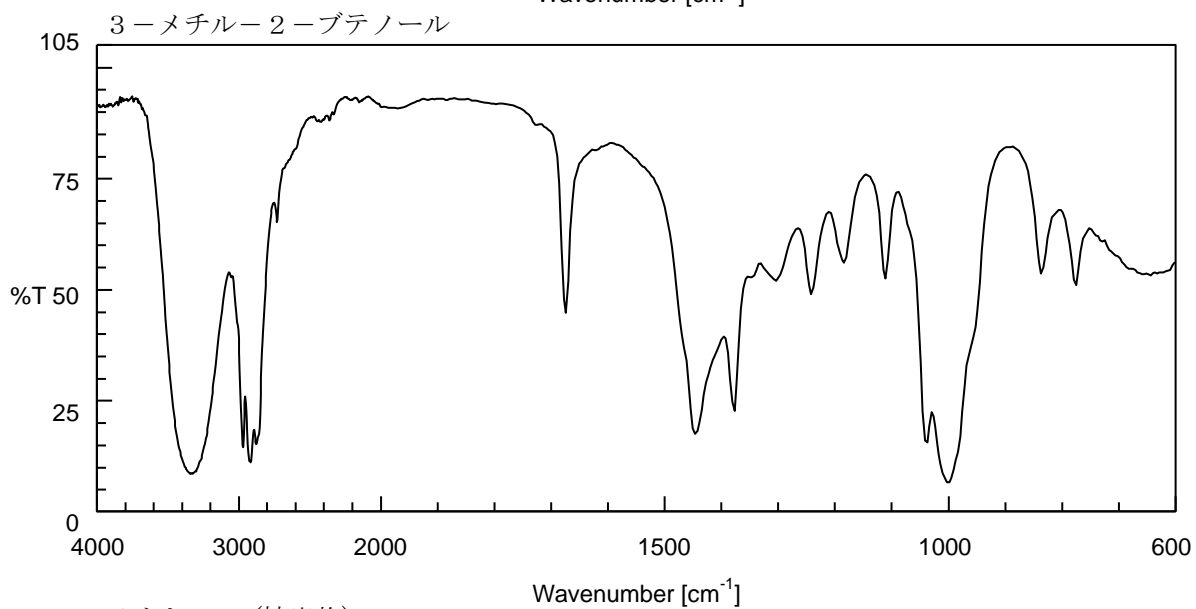
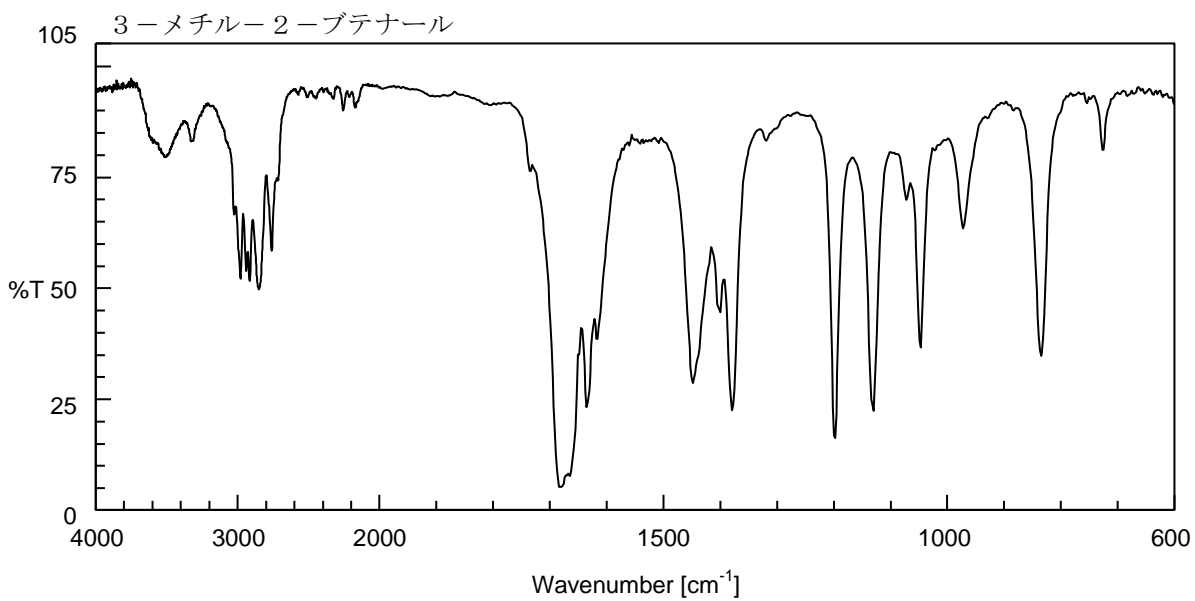


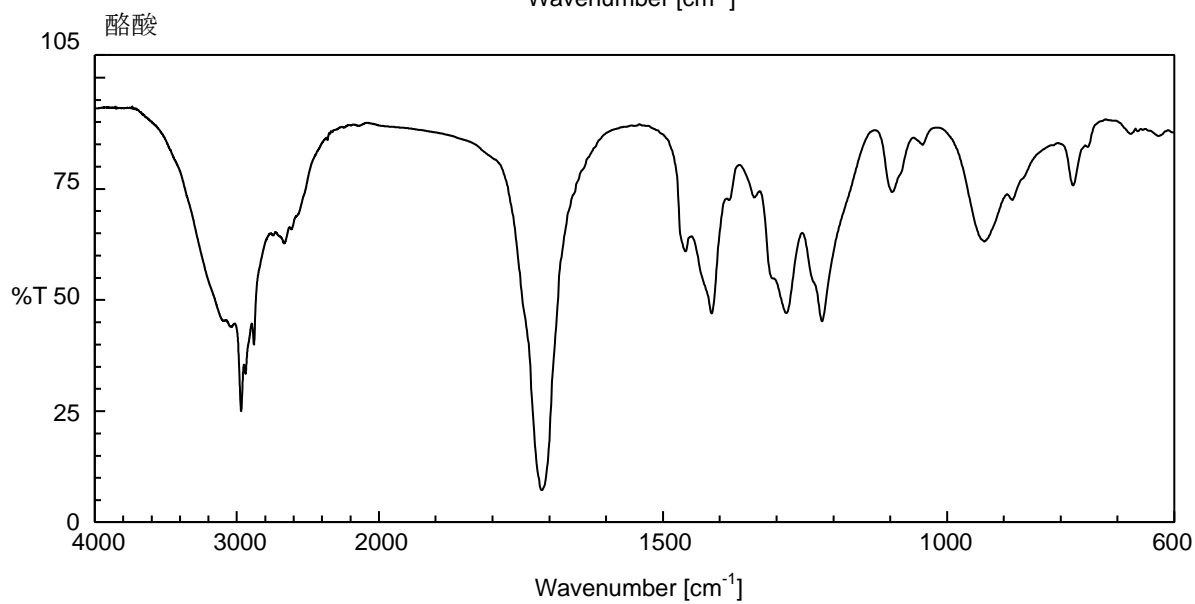
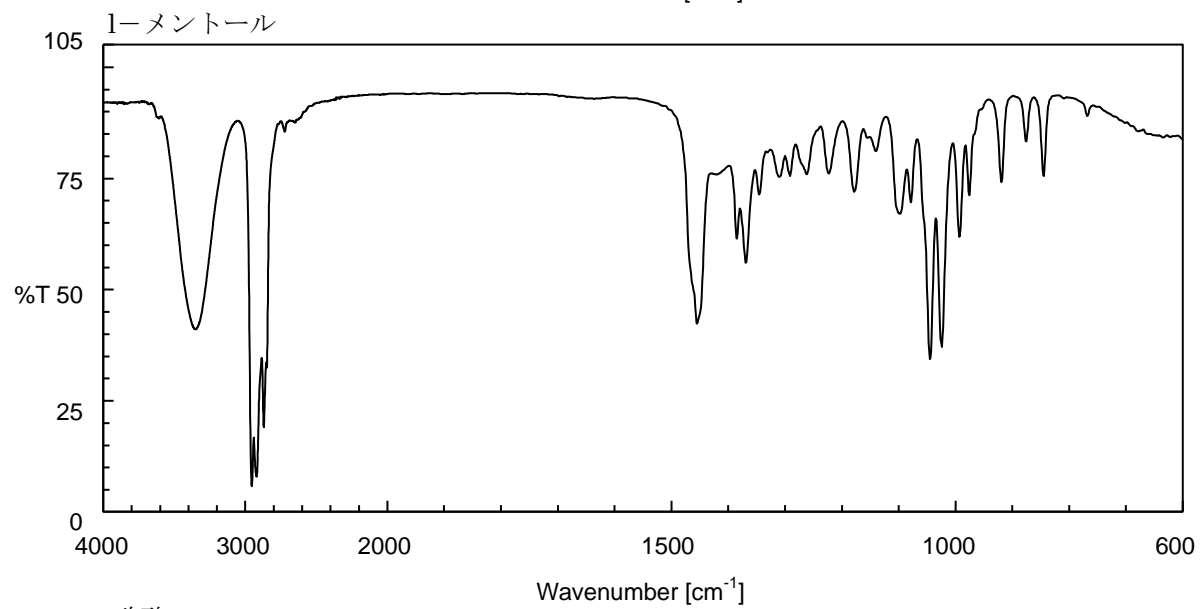
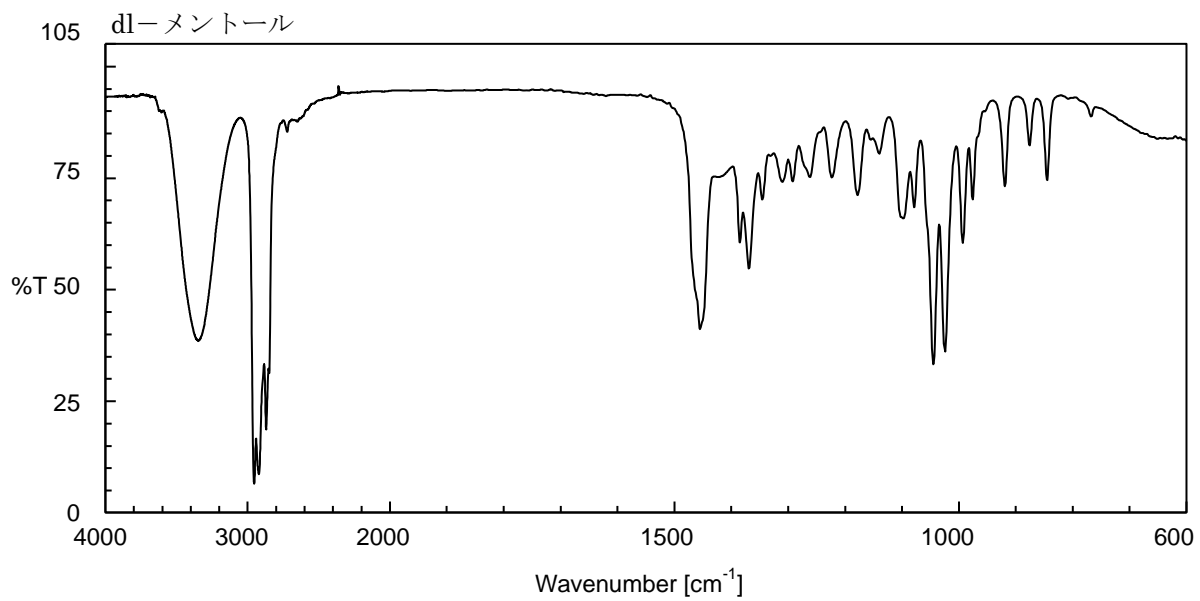


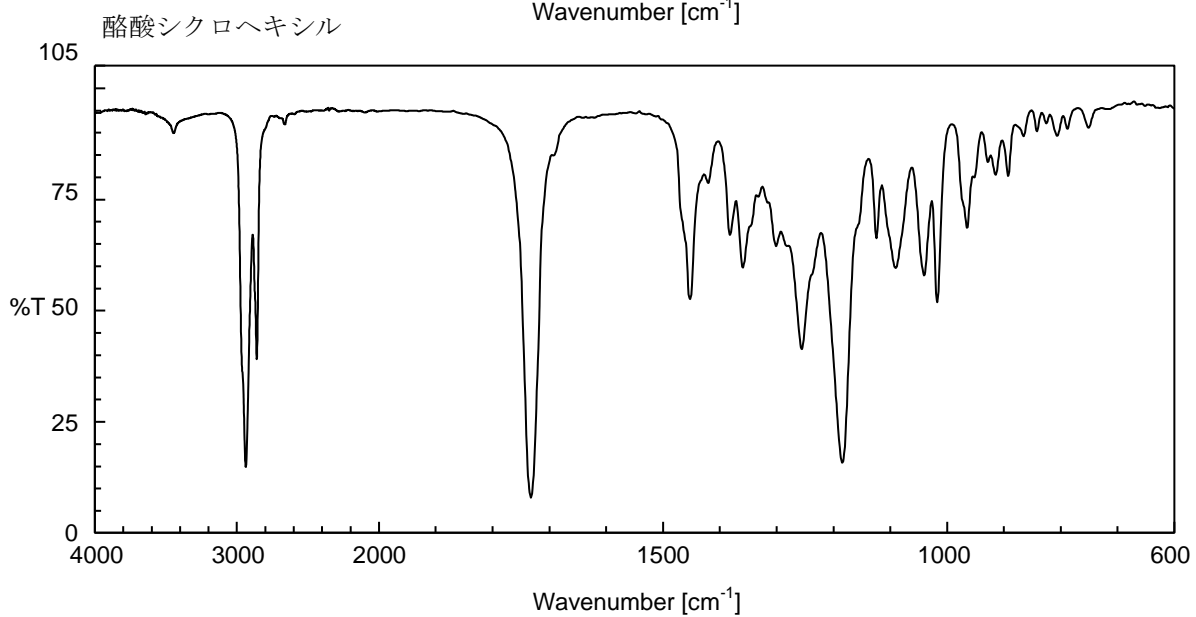
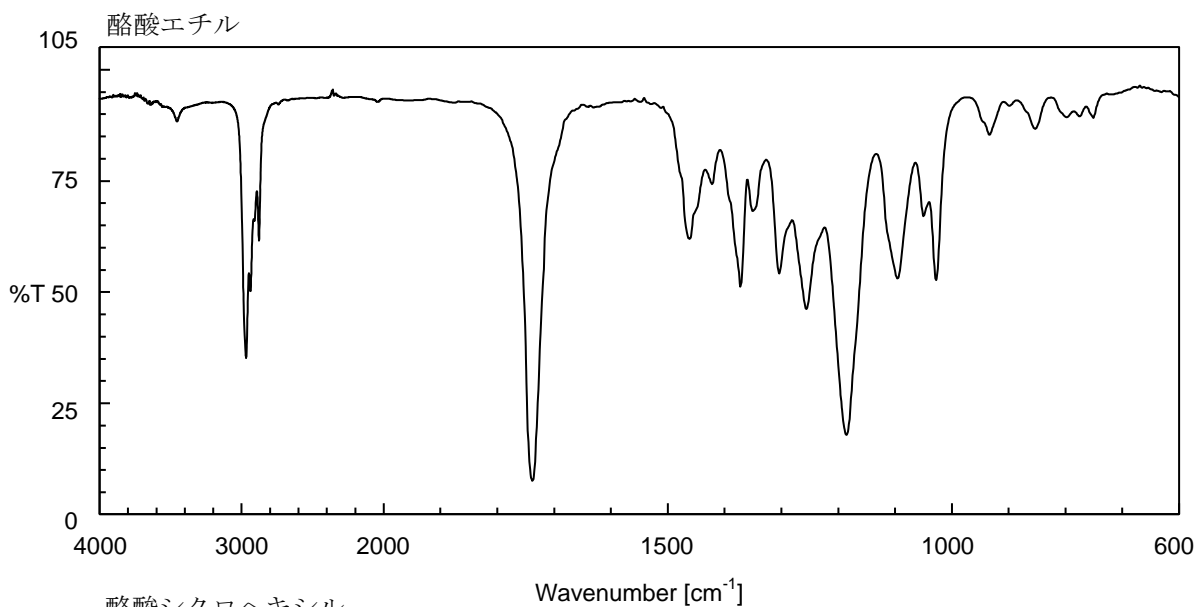
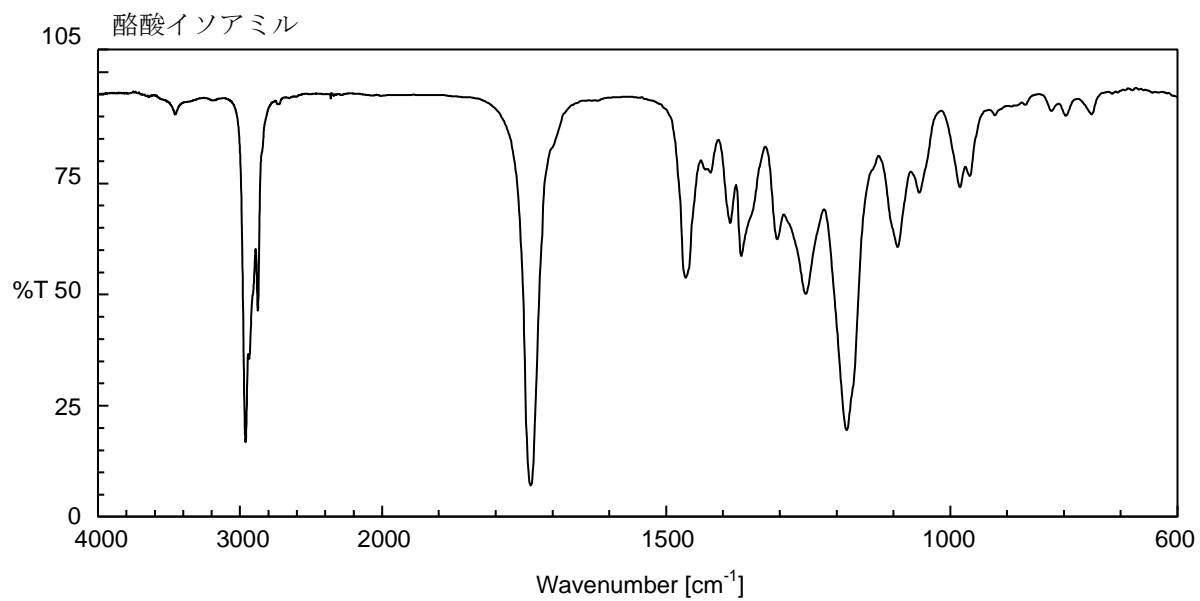




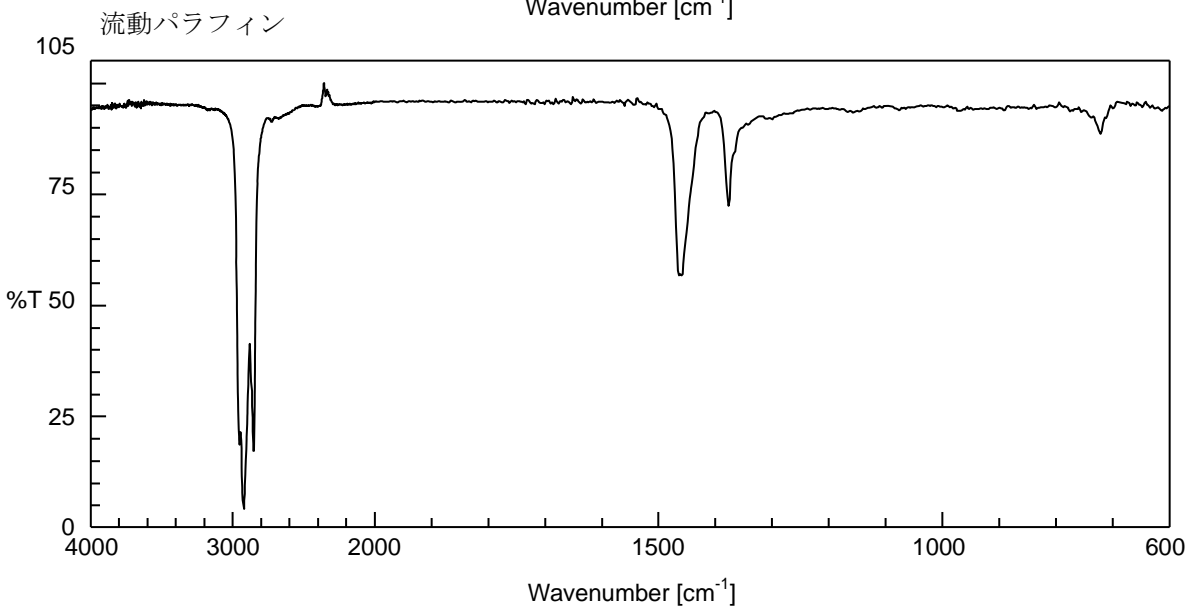
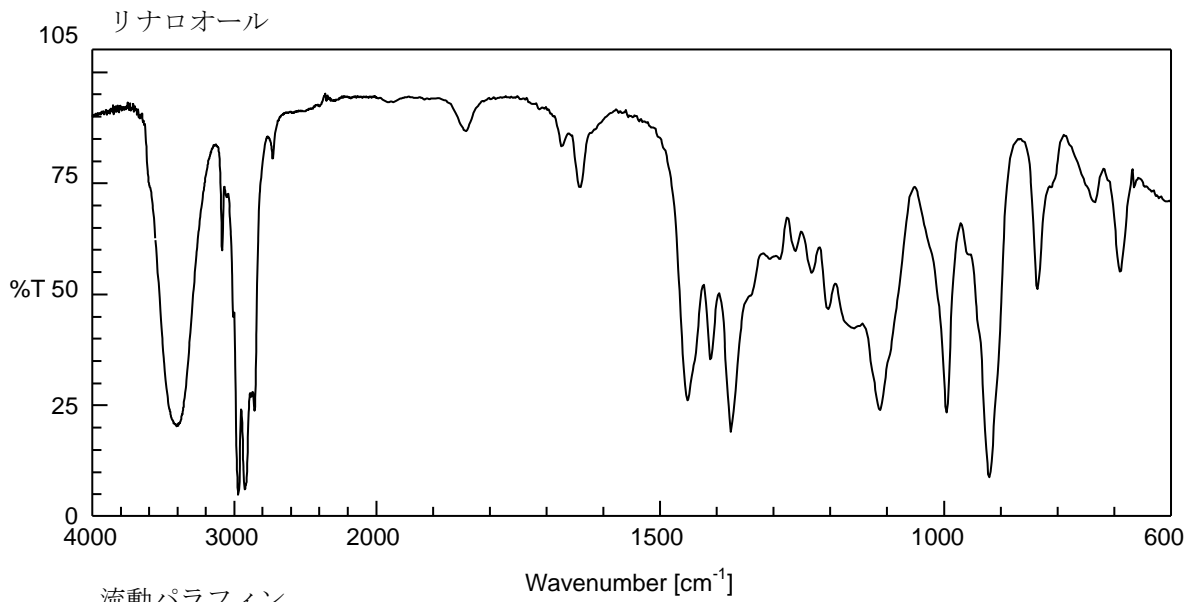
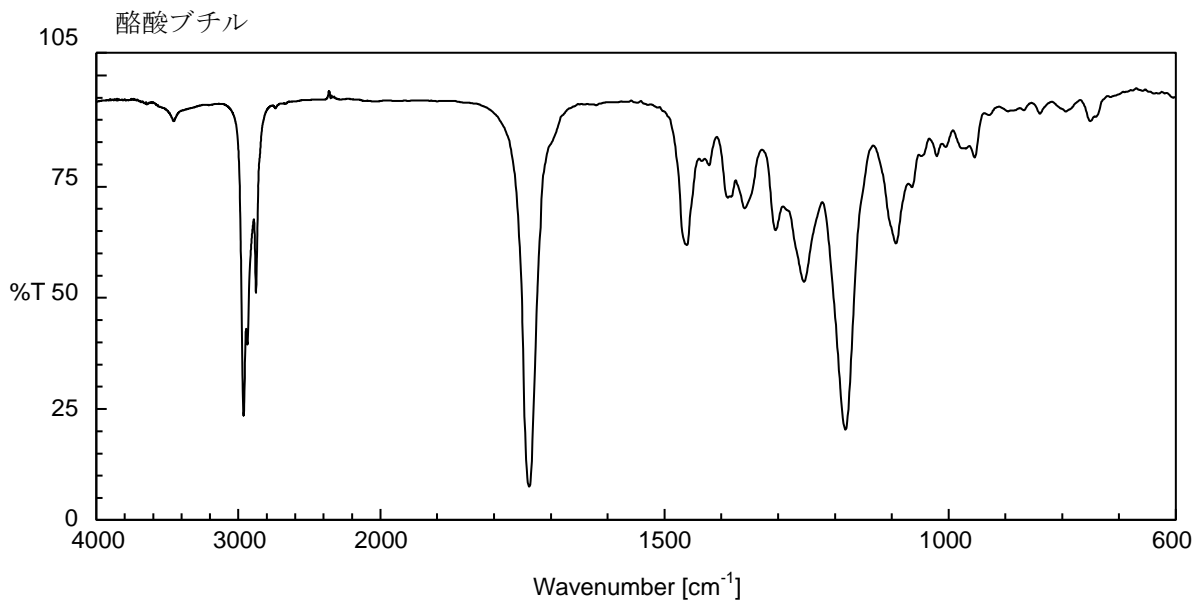












## D 成分規格・保存基準各条

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

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

### 亜塩素酸水 (2013年2月1日告示)

Chlorous Acid Water

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

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

**性状** 本品は、うすい黄緑～黄赤色の透明な液体で、塩素のにおいがある。

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

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

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

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

(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~1.00~~ 0.8  $\mu\text{g/g}$  以下 (~~2.0~~ 2.5 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 4.0 mL, 装置B)

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

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 1.711 mg  $\text{HClO}_2$

## 亜塩素酸ナトリウム

Sodium Chlorite

NaClO<sub>2</sub>

分子量 90.44

Sodium chlorite [7758-19-2]

**含量** 本品は、亜塩素酸ナトリウム (NaClO<sub>2</sub>) 70.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末で、においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 2 mL にリン酸緩衝液 (pH 8) 100 mL を加えた液は、波長 258～262nm に極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

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

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

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

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 1.00.8 µg/g 以下 (2.5 g, 標準色 ヒ素標準液 4.0 mL, 装置 B)

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

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

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 2.261 mg NaClO<sub>2</sub>

## 亜塩素酸ナトリウム液

Sodium Chlorite Solution

**含量** 本品は、亜塩素酸ナトリウム (NaClO<sub>2</sub> = 90.44) 4.0～25.0% で、その表示量の 95～100% を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の澄明な液体で、においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品は、アルカリ性である。

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

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

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 10 $\mu$ g/g  $\cdot$  NaClO<sub>2</sub> 以下~~

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

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

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

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 1.00.8 $\mu$ g/g  $\cdot$  NaClO<sub>2</sub> 以下 (亜塩素酸ナトリウム (NaClO<sub>2</sub>) 2.5 g に対応する量, 標準色 ヒ素標準液 4.0ml, 装置 B)

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

**定量法** ~~本品約 10 g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、試料液とする。~~ NaClO<sub>2</sub> として約 ~~0.06g~~60mg に対応する量の ~~試料液~~本品 を ~~正確~~精密 に量り、ヨウ素 ~~ビン~~フラスコ に入れ、硫酸 (3 $\rightarrow$ 100) 12~~ml~~ml を加え液量が約 55~~ml~~ml となるように水を加えた後、ヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓をして暗所に 15 分間放置し、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3ml)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。 別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~ml~~ml = 2.261mg NaClO<sub>2</sub>

### アカキャベツ色素

Red Cabbage Color

ムラサキキャベツ色素

**定義** 本品は、キャベツ (~~Brassica oleracea Linné~~ Brassica oleracea var. capitata L.) の葉より ~~弱酸性水溶液で~~抽出して得られた ~~ものであり、~~シアニジンアシルグリコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) は 50 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

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

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100~~ml~~ml に溶かした液は、赤~暗紫赤色を呈する。

(2) (1) の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑~薄い黄緑色に変わる。

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

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

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

~~(3)~~(2) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 520～540nm の極大吸収部

### アガラーゼ

#### Agarase

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

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

**確認試験** 本品は、アガラーゼ活性試験法に適合する。

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

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

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

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

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

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

## アクチニジン

### Actinidin

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

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

**確認試験** 本品は、アクチニジン活性試験法に適合する。

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

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

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

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

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

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

## 亜酸化窒素

### Nitrous Oxide

N<sub>2</sub>O

分子量 44.01

Nitrous oxide [10024-97-2]

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

の耐圧金属製密封容器に入れたものである。

**含量** 本品は、亜酸化窒素 (N<sub>2</sub>O) 97.0vol%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の気体で、においはない。

**確認試験** (1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

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

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

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

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

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

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

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

カラム管 内径約 3 mm、長さ約 3 m のガラス管

カラム温度 50℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 水素又はヘリウム

流量 一酸化炭素のピークが約 20 分後に現れるように調整する。

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

**定量法** 本品の採取は純度試験を準用する。

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

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

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器

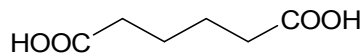
カラム充てん ~~ん~~ 填剤 300~500 μm のガスクロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径約 3 mm、長さ約 3 m のガラス管

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

### アジピン酸

Adipic Acid



C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>

分子量 146.14

Hexanedioic acid [124-04-9]

含量 本品は、アジピン酸 (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>) 99.6~101.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

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

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

融点 151.5~154℃

純度試験 ~~(1) 融点 151.5~154℃~~

~~(2) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

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

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

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

水分 0.20%以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

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

0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 36.54mg C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>

### 亜硝酸ナトリウム

Sodium Nitrite

NaNO<sub>2</sub>

分子量 69.00

Sodium nitrite [7632-00-0]

含量 本品を乾燥したものは、亜硝酸ナトリウム (NaNO<sub>2</sub>) 97.0%以上を含む。



**性状** 本品は、白～淡黄色の結晶性の粉末又は粒状若しくは棒状の塊である。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及び亜硝酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.71% 以下

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

(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.24% 以下

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

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

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

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

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

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

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

**乾燥減量** 3.0% 以下 (100°C, 5 時間)

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

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 3.450 mg NaNO<sub>2</sub>

## アシラーゼ

### Acylase

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

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

確認試験 本品は、アシラーゼ活性試験法に適合する。

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

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

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

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。

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

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

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

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

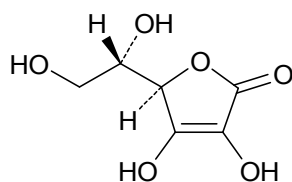
試料液1 mLを量り、pH8.0のバルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 ( $0.1\text{mol}/\text{L}$ ) 2 mL及び塩化コバルト (II) 試液 ( $0.5\text{mmol}/\text{L}$ ) 1 mLを加えて37°Cで5分間加温した後、基質溶液1 mLを加えて振り混ぜる。この液を37°Cで30分間加温した後、1 mLを量り、直ちに水浴中で3分間加熱し、冷後、検液とする。別に試料液1 mLを量り、pH8.0のバルビタールナトリウム・塩酸緩衝液 ( $0.1\text{mol}/\text{L}$ ) 2 mL及び塩化コバルト (II) 試液 ( $0.5\text{mmol}/\text{L}$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

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

## L-アスコルビン酸

L-Ascorbic Acid

ビタミンC



$C_6H_8O_6$

分子量 176.12

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

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

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

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

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

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

**融点** 187～192℃

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

~~(2) 融点 187～192℃~~

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

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

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

**乾燥減量** 0.40%以下 (減圧, 3時間)

**強熱残分** 0.10%以下

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

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

アスコルビン酸オキシダーゼ

Ascorbate Oxidase

アスコルベートオキシダーゼ

ビタミンCオキシダーゼ

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

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

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

**確認試験** 本品は、アスコルビン酸オキシダーゼ活性試験法に適合する。

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

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

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

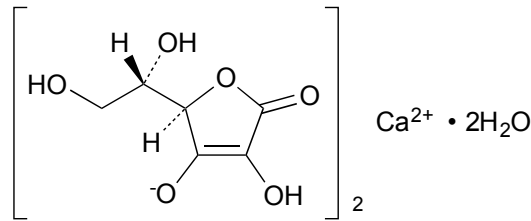
L(+) -アスコルビン酸88mgを量り、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・塩酸試液(0.001mol/L)を加えて溶かし50mLとする。この液をリン酸二水素カリウム試液(0.2mol/L, エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有)で10倍に希釈したものを基質溶液とする。用時調製する。

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

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

## L-アスコルビン酸カルシウム

Calcium L-Ascorbate



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

分子量 426.34

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

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

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

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

(2) 本品の水溶液 (1→10) は、カルシウム塩の反応を呈する。

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

pH 6.0～7.5 (2.0 g, 水 20mL)

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

~~(2) 液性 pH6.0～7.5 (2.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) (1) 鉛 Pbとして 2.0 2  $\mu\text{g/g}$  以下 (5.0 g, 第1法 2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(4) (2) 砒素  $As_2O_3$ として 4.0 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 砒素標準液 3.0mL, 装置B)~~

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

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

比較液は、次により調製する。

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

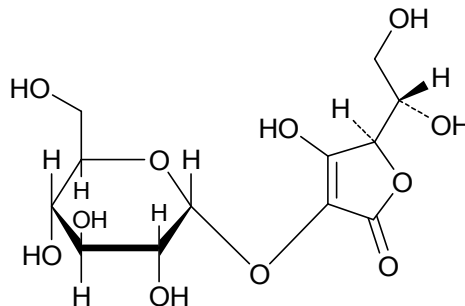
△二水和物溶液（1→4）15mLを加えて混合する。塩酸（1→10）又は水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を100mLのメスフラスコに移し、水を加えて100mLとする。この液50mLをポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

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

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

### L-アスコルビン酸2-グルコシド

L-Ascorbic Acid 2-Glucoside



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

分子量 338.26

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

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

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

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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

**融点** 158～163℃

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

~~(2) 融点 158～163℃~~

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

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

~~(4)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として1.00.8 $\mu$ g/g以下（2.02.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液4.0mL, 装置B）~~

**乾燥減量** 1.0%以下（105℃, 2時間）

**強熱残分** 0.10%以下

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

により含量を求める。

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4～8 mm, 長さ 20～50 cm のステンレス管

カラム温度 35℃

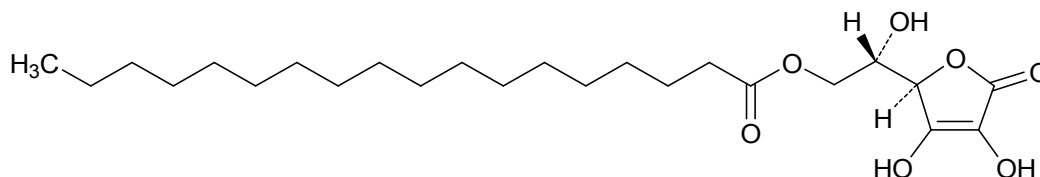
移動相 硝酸 (1→10,000)

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

### L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル

L-Ascorbyl Stearate

ビタミンCステアレート



C<sub>24</sub>H<sub>42</sub>O<sub>7</sub>

分子量 442.59

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

含 量 本品は、L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル (C<sub>24</sub>H<sub>42</sub>O<sub>7</sub>) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末である。

- 確認試験 (1) 本品 0.1 g にラウリル硫酸ナトリウム・プロピレングリコール試液 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、この液 5 mL に、液がわずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を滴加する。この液は、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→1,000) 1 滴及びピロール 1 滴を加えて 50～60℃ に 5 分間加温するとき、青～青緑色を呈する。
- (2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 10 mL に、2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム試液 2,6-ジクロロインドフェノールナトリウム試液 1～2 滴を加えた液は、青色を呈し、その色は直ちに消える。

融 点 114～119℃

純度試験 (1) 融点 114～119℃

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

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

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装

置B)

強熱残分 0.10%以下

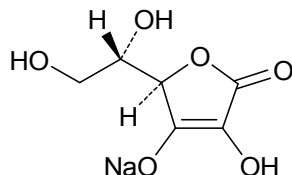
定量法 本品約0.2gを精密に量り、エタノール(95) 30mLを加え、必要があれば加温して溶かし、メタリン酸溶液(1→5) 15mL及び硫酸(1→2) 10mLを加え、更にヨウ素酸カリウム試液 10mLを正確に量って加え、よく振り混ぜて暗所に10分間放置する。この液にヨウ化カリウム試液 10mL及び水 100mLを加え、暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 10mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

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

### L-アスコルビン酸ナトリウム

Sodium L-Ascorbate

ビタミンCナトリウム



$C_6H_7NaO_6$

分子量 198.11

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

[134-03-2]

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

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

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

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

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

pH 6.5~8.0 (2.0g, 水 20mL)

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

~~(2) 液性 pH6.5~8.0 (2.0g, 水 20mL)~~

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

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

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

乾燥減量 0.50%以下 (減圧, 24時間)

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



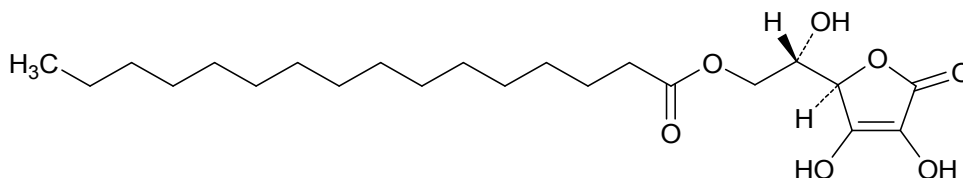
かし、0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1mL）。

0.05mol/Lヨウ素溶液 1mL = 9.905mg C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>NaO<sub>6</sub>

### L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル

L-Ascorbyl Palmitate

ビタミンCパルミテート



C<sub>22</sub>H<sub>38</sub>O<sub>7</sub>

分子量 414.53

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

**含量** 本品は、L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル (C<sub>22</sub>H<sub>38</sub>O<sub>7</sub>) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～黄白色の粉末である。

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

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

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

**融点** 107～117℃

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

~~(2) 融点 107～117℃~~

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

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

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

**強熱残分** 0.10%以下

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

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

### アスパラギナーゼ (2014年11月17日告示)

Asparaginase

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

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

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

**確認試験** 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

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

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

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

**微生物限度** ~~微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 50,000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。なお、サルモネラの試験は、「ナイシン」の微生物限度試験を準用する。微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。~~

**酵素活性測定法** (4) 基質溶液

~~L-アスパラギン1水和物~~ L-アスパラギン-1水和物 1.50 g を量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (~~pH5.0~~) を加え、かくはんして完全に溶かした後、更に pH5.0 のクエン酸・水酸

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

(2ii) 試料溶液

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

(3iii) 比較原液

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

(4iv) 硫酸アンモニウム標準液

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

(5v) 操作法

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

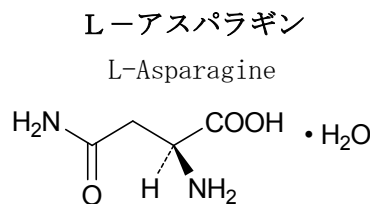
試料の酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、L-アスパラギンから、1分間にアンモニア 1 μmol を遊離させる酵素量を 1 単位とする。

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

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

$D_f$ ：試料溶液又は比較原液の希釈係数

**WM**：試料又は酵素活性測定用アスパラギナーゼの採取量（g）



$C_4H_8N_2O_3 \cdot H_2O$

分子量 150.13

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

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

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

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

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

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

**pH** 3.5～5.5 (1.0 g, 水 100mL)

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

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

~~(2)(1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 50 mL)~~

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

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

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

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

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

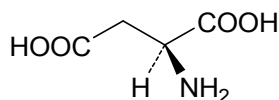
**乾燥減量** 11.5～12.5% (130℃, 3時間)

**強熱残分** 0.10% 以下

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

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

L-アスパラギン酸  
L-Aspartic Acid



$C_4H_7NO_4$

分子量 133.10

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

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

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

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

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

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

**pH** 2.5~3.5 (飽和水溶液)

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

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

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 1 mol/L 塩酸 5 mL, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL)~~

~~(3) 液性 pH 2.5~3.5 (飽和水溶液)~~

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

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

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

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

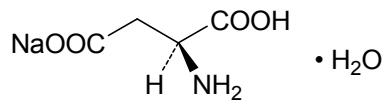
**乾燥減量** 0.30% 以下 (105°C, 3時間)

**強熱残分** 0.10% 以下

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

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

L-アスパラギン酸ナトリウム  
Monosodium L-Aspartate



$C_4H_6NNaO_4 \cdot H_2O$

分子量 173.10

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

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

**性状** 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異な味がある。

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

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

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

pH 6.0～7.5 (1.0 g, 水 20mL)

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

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

~~(3) 液性 pH6.0～7.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

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

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

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

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

**乾燥減量** 0.30%以下 (減圧, 5時間)

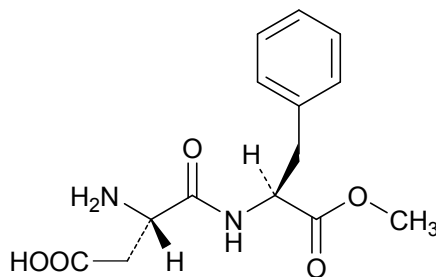
**定量法** 本品約0.1gを精密に量り、ギ酸3 ~~mL~~ 及び酢酸100 ~~mL~~ を加え、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

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

## アスパルテーム

Aspartame

L- $\alpha$ -アスパルチル-L-フェニルアラニンメチルエステル



$C_{14}H_{18}N_2O_5$

分子量 294.30

Methyl L- $\alpha$ -aspartyl-L-phenylalaninate [22839-47-0]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、アスパルテーム (C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒で、においがなく、強い甘味がある。

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

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

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

ただし、30分以内に測定する。

pH 4.5~6.0 (1.0 g, 水 125mL)

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

~~ただし、30分以内に測定する。~~

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

~~(3) 液性 pH 4.5~6.0~~

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

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

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

~~(5)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 ~~3~~ µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

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

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

~~操作条件~~

~~検出器 水素炎イオン化検出器~~

~~カラム 充てん剤~~

~~液相 担体に対して 3% のメチルシリコーンポリマー~~

~~担体 149~177µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~

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

~~カラム温度 195~205°C の一定温度~~

~~キャリアーガス ヘリウム又は窒素~~

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

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

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

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径4.6mm, 長さ250mmのステンレス管

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

流量 2mL/分

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

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

#### 操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 570nm)

カラム充填剤 17 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径9mm, 長さ55cmのガラス管

カラム温度 55 $^{\circ}$ C

移動相 クエン酸緩衝液(pH5.28)

流量 1 $\mu$ mL/分

反応コイル 内径0.5mm, 長さ29mのテフロン管

反応槽温度 100 $^{\circ}$ C

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

検液及び比較液の注入量 50~500 $\mu$ Lの一定量

乾燥減量 4.5%以下(105 $^{\circ}$ C, 4時間)

強熱残分 0.20%以下

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

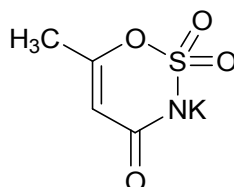
0.1mol/L過塩素酸液1 $\mu$ mL=29.43mg C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

#### アセスルファムカリウム



Acesulfame Potassium

アセスルファムK



$C_4H_4KNO_4S$

分子量 201.24

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

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

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、強い甘味がある。

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

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

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

**pH** 5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)

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

~~(2) 液性 pH5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)~~

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

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

~~(5)(3) 砒素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0~~3µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 砒素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(6)(4) フッ化物 Fとして 3.0µg/g以下~~

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

比較液は、次により調製する。

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

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

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

本品約 $1g$ を精密に量り、水を加えて溶かして正確に $100mL$ とし、検液とする。検液を水で $50,000$ 倍に希釈し、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ $20\mu L$ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液で得られた主ピークの保持時間の3倍の時間以内の、主ピーク以外のピークの面積の合計は、比較液で得られた主ピークの面積を超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光度計（測定波長 $227nm$ ）

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

カラム管 内径 $4.6mm$ 、長さ $25cm$ のステンレス管

カラム温度  $40^{\circ}C$

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

流量  $1mL/分$

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

乾燥減量  $1.0\%$ 以下（ $105^{\circ}C$ 、2時間）

定量法 本品を乾燥し、その約 $0.15g$ を精密に量り、酢酸 $50mL$ を加えて溶かし、 $0.1mol/L$ 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬（クリスタルバイオレット・酢酸試液2滴）を用いる場合の終点は、液の色が濃いこい青色を経て緑色が30秒以上持続するときとする。別に空試験を行い補正する。

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

### アセチル化アジピン酸架橋デンプン

Acetylated Distarch Adipate

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

性状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

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

(2) 本品 $2.5g$ を、塩酸（1→10） $10mL$ 及び水 $70mL$ を加えて懸濁し、還流冷却管を付けて約3時間加熱する。冷後、この液 $0.5mL$ を沸騰したフェーリング試液 $5mL$ に加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

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

を加えるとき、酢酸のにおいを発する。

#### 純度試験 (1) アジピン酸基 0.135%以下

##### (i) 総アジピン酸測定用検液

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

##### (ii) 遊離アジピン酸測定用検液

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

##### (iii) 標準液

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

総アジピン酸測定用検液、遊離アジピン酸測定用検液及び 4 種類濃度の標準液をそれぞれ 1 mL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。4 種類濃度の標準液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比と標準液に含まれるアジピン酸の量から検量線を作成する。総アジピン酸測定用検液及び遊離アジピン酸測定用検液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比を求め、検量線より両検液中のアジピン酸の量(g)を求める。次式によりアジピン酸基の含量を求める。

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

ただし、 $C_T$ ：総アジピン酸測定用検液中のアジピン酸の量（g）

$C_F$ ：遊離アジピン酸測定用検液中のアジピン酸の量（g）

$WM_T$ ：総アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料の採取量（g）

$WM_F$ ：遊離アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料の採取量（g）

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250℃

カラム 内径 0.25mm, 長さ 15m の ケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に, ガスクロマトグラフィー用 50%ジフェニル-50%ジメチルポリシロキサンを 0.25 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

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

注入口温度 250℃

注入方式 スプリット (30 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

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

#### (2) アセチル基 2.5%以下

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

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

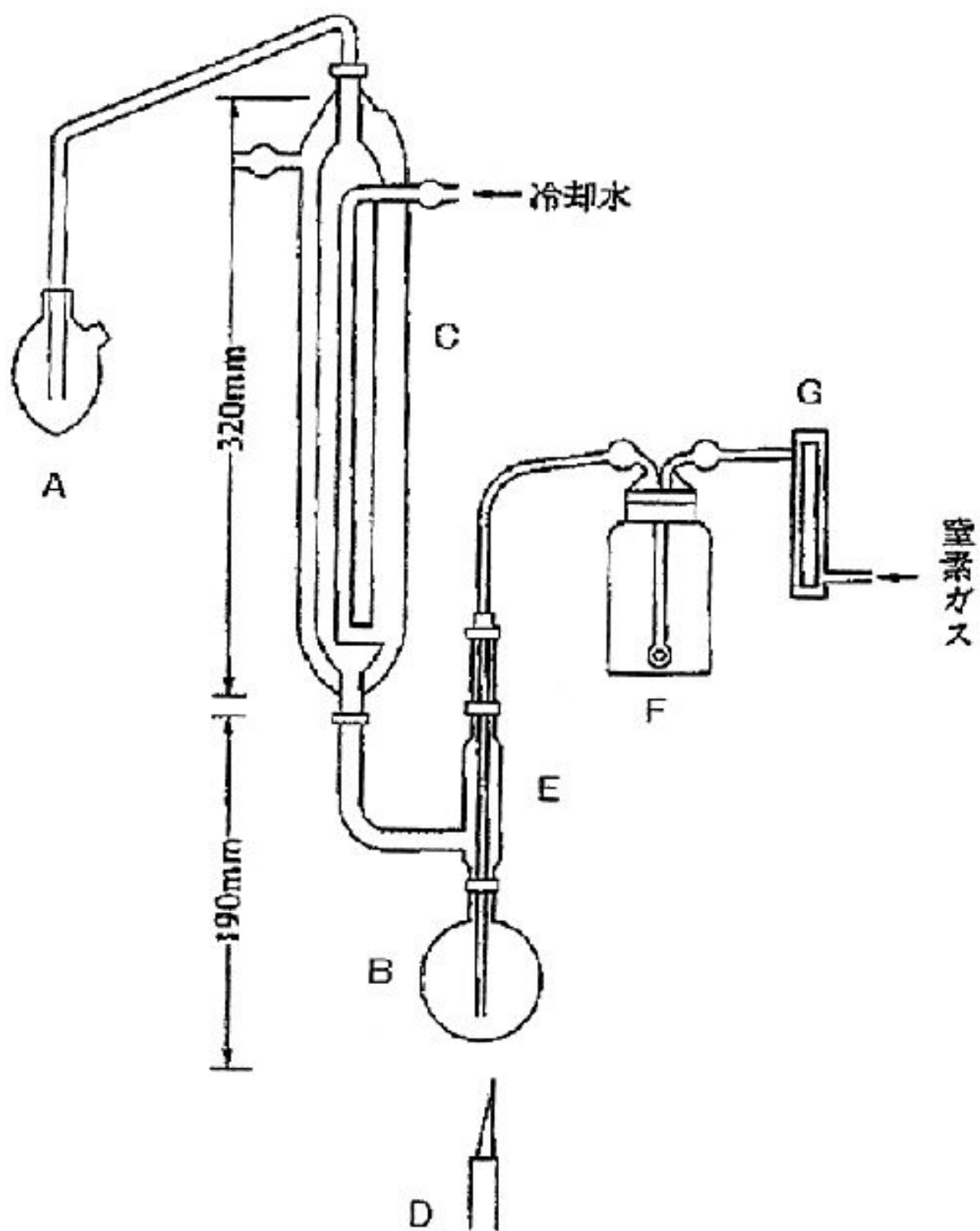
アセチル基 ( $\text{CH}_3\text{CO}^-$ ) の含量 (%) =  $\frac{\quad}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}}$   $\times 100$  ~~(%)~~

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

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として 4.0~~3~~ $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5) 二酸化硫黄  $50\mu\text{g/g}$ 以下

(i) 装置 概略は, 次の図による。



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

G：流量計

(ii) 操作法

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

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

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

### アセチル化酸化デンプン

Acetylated Oxidized Starch

Acetylated Oxidized Starch [68187-08-6]

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

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒でわずかににおいがある。

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

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

(4) カルボキシ基

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

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

**純度試験** (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) カルボキシ基 1.3%以下

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

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

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

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

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

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

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>~~O<sub>3</sub>~~として ~~4.0~~3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5) 二酸化硫黄 50 $\mu$ g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

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

**アセチル化リン酸架橋デンプン**

Acetylated Distarch Phosphate

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

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

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

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

**純度試験** (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

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

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

カラム 内径0.25mm、長さ10mの~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼンポリマーを3 $\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの。

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

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$

注入方式 スプリット（10：1）

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 酢酸ビニルのピークが9～11分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 70 $^{\circ}\text{C}$

バイアル内平衡時間 30分間

(3) リン Pとして0.14%以下

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



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

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

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

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

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

### アセトアルデヒド

Acetaldehyde

Ethanal

H<sub>3</sub>C—CHO

C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O

分子量 44.05

Acetaldehyde [75-07-0]

含 量 本品は、アセトアルデヒド (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

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

屈折率  $n_D^{20} = 1.330 \sim 1.364$

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

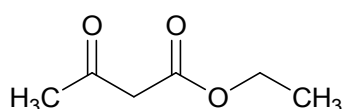
~~(2)~~ 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

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

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

### アセト酢酸エチル

Ethyl Acetoacetate



$C_6H_{10}O_3$

分子量 130.14

Ethyl 3-oxobutanoate [141-97-9]

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

**性状** 本品は、無色~~透明な~~澄明の液体で、特有のにおいがある。

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

**屈折率**  $n_D^{20}=1.418\sim1.421$

**比重**  $d_{25}^{25}=1.024\sim1.029$

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

~~(2) 比重  $1.027\sim1.032$~~

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

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

**純度試験** 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

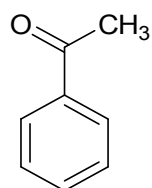
**定量法** 本品約0.8gを精密に量り、~~香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

0.5mol/L塩酸1ml=65.07mg  $C_6H_{10}O_3$

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

アセトフェノン

Acetophenone



$C_8H_8O$

分子量 120.15

1-Phenylethanone [98-86-2]

**含量** 本品は、アセトフェノン ( $C_8H_8O$ ) 98.0%以上を含む。

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

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

**屈折率**  $n_D^{20}=1.530\sim1.535$

比重  $d_{25}^{25}=1.022\sim 1.028$

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

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

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

~~(4) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

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

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

### $\alpha$ -アセトラクタートデカルボキシラーゼ

#### $\alpha$ -Acetolactate Decarboxylase

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

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

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

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

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

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

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

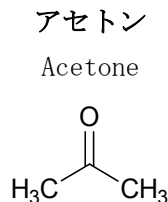
本品0.50gを量り、ME S緩衝液 (0.05mol/L, pH 6.0, 塩化ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

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

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

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

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



C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O

分子量 58.08

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

含 量 本品は，アセトン（C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O）99.0%以上を含む。

性 状 本品は，無色澄明な揮発性の液体で，特有のにおいがある。

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

比 重  $d_{20}^{20}=0.790\sim 0.795$

沸 点 55.5～57.0℃（第1法）

純度試験 ~~(1) 比重 0.790～0.795~~

~~(2) 沸点 55.5～57.0℃（第1法）~~

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

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

~~(5)~~ (3) 蒸発残留物 0.0016w/v%以下

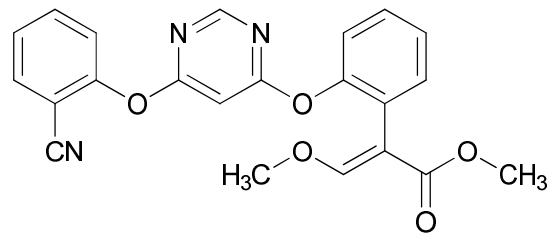
本品125 mLを量り，注意しながら蒸発した後，残留物を105℃で2時間乾燥し，その質量を量る。

定 量 法 本品約1 gを精密に量り，あらかじめ水20 mLを入れたフラスコに入れ，水を加えて正確に1,000 mLとする。この液10 mLを正確に量り，共栓フラスコに入れ，水酸化ナトリウム溶液（1→25）25 mLを加えて5分間放置する。次に0.05mol/Lヨウ素溶液25 mLを正確に量って加え，栓をして10分間冷暗所に放置した後，硫酸（3→100）30 mLを加え，0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液1～3 mL）。ただし，デンプン試液は，終点近くで液がうすい黄色になったときに加え，終点は，液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.05mol/Lヨウ素溶液1 mL=0.9680mg C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O

アゾキシストロビン（2013年3月12日告示）

Azoxystrobin



$C_{22}H_{17}N_3O_5$

分子量 403.39

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

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

**性 状** 本品は、白～黄赤色の粉末で、においが無い。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定するとき、波数  $2,230\text{cm}^{-1}$ ,  $1,625\text{cm}^{-1}$ ,  $1,587\text{cm}^{-1}$ ,  $1,201\text{cm}^{-1}$ ,  $1,155\text{cm}^{-1}$  及び  $840\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

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

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

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

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

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

**操作条件**

~~検出器 紫外吸光光度計 (測定波長  $260\text{ nm}$ )~~

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

~~カラム管 内径  $4.6\text{ mm}$ , 長さ  $15\text{ cm}$  のステンレス管~~

~~カラム温度  $40^\circ\text{C}$~~

~~移動相 水/アセトニトリル混液 (11:9)~~

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

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

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

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

試料の採取量 (g)

A<sub>s</sub>

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 260nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40℃

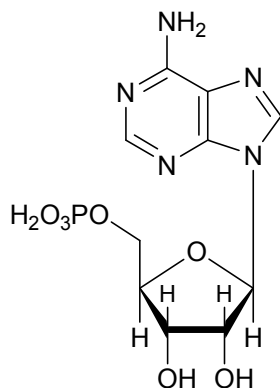
移動相 水/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量 アゾキシストロビンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

5´-アデニル酸

5´-Adenylic Acid

アデノシン 5´-リン酸



C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>P

分子量 347.22

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

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

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、5´-アデニル酸 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>P) 98.0~102.0%を含む。

**性 状** 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

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

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

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

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

~~(2) 重金属 Pbとして10μg/g以下~~

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

~~較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

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

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.03\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

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

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

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 g を量り、水酸化ナトリウム試液 ( $1\text{mol/L}$ ) 0.5 ~~mL~~を加えて溶かし、水を加えて 20 ~~mL~~とし、検液とする。検液 1 ~~mL~~を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6 : 5 : 2) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を担体とし、 $110^\circ\text{C}$  で 1 時間乾燥したものを使用する。

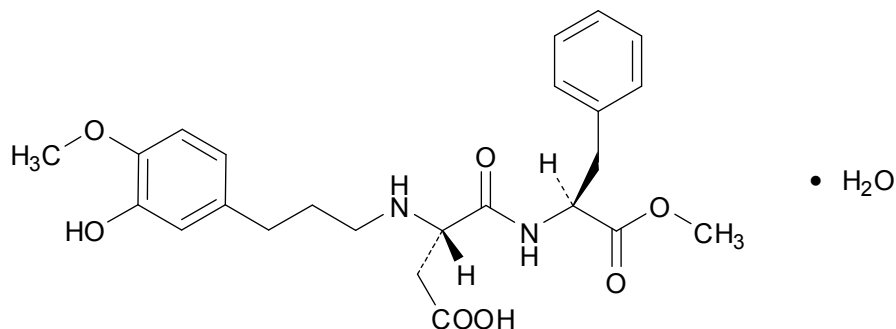
乾燥減量 6.0%以下 ( $120^\circ\text{C}$ , 4時間)

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

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

### アドバンテーム (2014年6月18日告示)

Advantame



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

分子量 476.52

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

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

を含む。

**性状** 本品は、白～帯黄白色の粉末である。

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

**純度試験** ~~(1)~~ **比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = -39 \sim -46^\circ$  (0.2 g, エタノール (99.5), 100 ml, 無水物換算)

~~(2)~~ **純度試験** (1) 鉛 Pbとして 1. ~~0~~ μg/g 以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

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

~~(3)~~ (2) アドバンテームアシッド 1.0%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて溶かし、正確に 100 ml とし、検液とする。別にアドバンテームアシッド約 0.1 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて溶かし、正確に 100 ml とする。この液 2 ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて正確に 20 ml とする。この液 2 ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて正確に 20 ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 μl ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のアドバンテームアシッドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式によりアドバンテームアシッドの量を求める。

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

ただし、 $WM$  : アドバンテームアシッドの採取量 (g)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 50°C 付近の一定温度

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



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

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

流量 1.0mL/分

(4)(3) アドバンテームアシッド以外の類縁物質 1.5%以下

純度試験(3)(2)の検液及び標準液を検液及び標準液とし、それぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のアドバンテーム及びアドバンテームアシッドのピーク以外のピークの合計面積 $A_{sum}$ 及び標準液のアドバンテームアシッドのピーク面積 $A_s$ を測定し、次式によりアドバンテームアシッド以外の類縁物質の量を求める。ただし、面積測定範囲はアドバンテームアシッドの保持時間の3倍までとする。

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

ただし、WM: アドバンテームアシッドの採取量 (g)

操作条件 純度試験(3)の操作条件を準用する。

水分 5.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.2%以下 (550°C, 3時間)

定量法 本品約 0.04g 40mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて正確に 50mL とし、検液とする。別に定量用アドバンテーム約 0.04g 40mg を精密に量り、検液の調製と同様に操作して、標準液とする。ただし、内標準溶液は、安息香酸 0.04g 40mg を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて 50mL としたものを用いる。検液及び標準液をそれぞれ 20μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の安息香酸のピーク面積に対するアドバンテームのピーク面積比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め、次式により含量を求める。

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

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

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

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

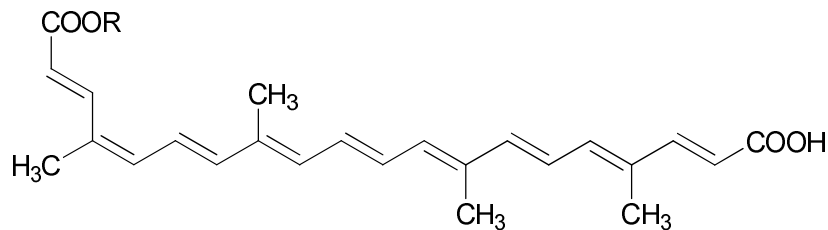
移動相 B ~~リン酸—カリウム~~リン酸二水素カリウム 13.6 g を水 1,000mL に溶かし、リン酸で pH2.8 に調整する。この液 500mL にアセトニトリル 500mL を加える。

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

流量 1.0 ~~mL~~ mL / 分

### アナトー色素 (新規)

#### Annatto Extract



ノルビキシン : R = H

ビキシン : R = CH<sub>3</sub>

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

#### ノルビキシン

##### Norbixin

C<sub>24</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>

分子量 380.48

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

含量 (色価) 本品は、ノルビキシン (C<sub>24</sub>H<sub>28</sub>O<sub>4</sub>) として 15%以上又は色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) 4305 以上で、

その表示量の 90~120%を含む。

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

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

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

### 操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 460nm)

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

カラム管 内径 4～5 mm, 長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 35°C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13 : 7)

流量 1.0～1.5mL/分の一定量

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

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

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

(3) 水銀 Hg として 1.0 μg/g 以下

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

### 操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7nm

キャリアーガス 空気

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

### 操作条件

測定溶媒 水酸化カリウム溶液 (1→200)

測定波長 波長 476～484nm の極大吸収部

ビキシン

Bixin

C<sub>25</sub>H<sub>30</sub>O<sub>4</sub>

分子量 394.50

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

**含量 (色価)** 本品は、ビキシシ (C<sub>25</sub>H<sub>30</sub>O<sub>4</sub>) として 25%以上又は色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) 7725 以上で、その表示量の 90~120%を含む。

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

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

(2) 本品の表示量から、ビキシシ含量 25%に換算して 20mg に相当する量を量り、N, N-ジメチルホルムアミド 25mL に溶かした後、必要があれば遠心分離又はろ過し、この溶液 5 mL に N, N-ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とし、更にアセトニトリル 25mL を加えて検液とする。別に、ビキシシ 10mg を量り、N, N-ジメチルホルムアミド 25mL に溶かした後、この溶液 5 mL に N, N-ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とし、更にアセトニトリル 25mL を加えて標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10 $\mu$ L ずつを量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のビキシシのピークの保持時間と一致する。

**操作条件**

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 460nm)

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

カラム管 内径 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 35 $^{\circ}$ C

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

流量 1.0~1.5mL/分の一定量

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

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

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

(3) 水銀 Hg として 1.0 $\mu$ g/g 以下

「ノルビキシシ」の純度試験 (3) を準用する。

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

**操作条件**

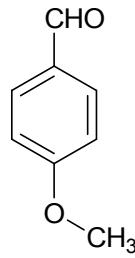
測定溶媒 アセトン

測定波長 波長 482~490nm の極大吸収部

アニスアルデヒド

Anisaldehyde

パラメトキシベンズアルデヒド



$C_8H_8O_2$

分子量 136.15

4-Methoxybenzaldehyde [123-11-5]

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

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品5滴に亜硫酸水素ナトリウム試液1mlを加えて振り混ぜるとき、結晶塊となり、更に水7mlを加えて振り混ぜるとき、ほとんど透明に溶ける。~~ 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.570\sim 1.574$

**比重**  $d_{25}^{25}=1.119\sim 1.127$

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

~~(2) 比重 1.122～1.127~~

~~(3) 溶状 透明 (1.0ml, 60vol%エタノール5ml)~~

~~(4) 酸価 6.0以下 (香料試験法)~~

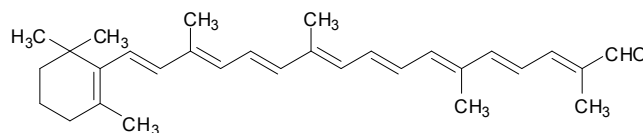
**定量法** ~~本品約0.8gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸1ml=68.07mg  $C_8H_8O_2$~~

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

**$\beta$ -アポ-8'-カロテナル (2014年6月18日告示)**

$\beta$ -Apo-8'-carotenal



$C_{30}H_{40}O$

分子量 416.64

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

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

**性状** 本品は、金属光沢があり、暗紫色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

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

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

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

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

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

(4) 副成色素 3% 以下

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

操作条件

検出器 可視吸光度計 (測定波長 463nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30℃

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

流量 主ピークの保持時間が 7～9 分になるように調整する。

**強熱残分** 0.10% 以下

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

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

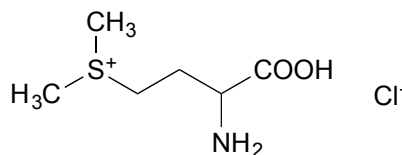
$$\beta\text{-アポ-8'-カロテナール (C}_{30}\text{H}_{40}\text{O) の含量 (\%)} \\ = \frac{200}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{2,640} \times 100$$

**保存基準** 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

### (3-アミノ-3-カルボキシプロピル) ジメチルスルホニウム塩化物

(2012年12月28日告示)

(3-Amino-3-carboxypropyl)dimethylsulfonium chloride



C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>ClNO<sub>2</sub>S

分子量 199.70

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

**含 量** 本品を乾燥したものは、(3-アミノ-3-カルボキシプロピル)ジメチルスルホニウム塩化物 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>ClNO<sub>2</sub>S) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色の結晶又は粉末で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を減圧デシケーター中で3時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。ただし、窓板は塩化ナトリウムを使用する。

**純度試験—融 点** 138~143°C (分解)

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

0.1mol/L水酸化カリウム溶液1mL=19.970mg C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>ClNO<sub>2</sub>S

### アミノペプチダーゼ

## Aminopeptidase

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

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

**確認試験** 本品は、アミノペプチダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

### 第1法

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

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

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

### 第2法

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

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



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

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

### 第 3 法

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

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

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

### α-アミラーゼ

α-Amylase

液化アミラーゼ

G 3 分解酵素

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

る。)を含むことがある。

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

**確認試験** 本品は、 $\alpha$ -アミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

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

#### 第1法

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

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

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

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

#### 第2法

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

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

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

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

### 第3法

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

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

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

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

### 第4法

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

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

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

### 第5法

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

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

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

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

### β-アミラーゼ

#### β-Amylase

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

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

**確認試験** 本品は、β-アミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

### β-アミラーゼ活性試験法

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

#### 第1法

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

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

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

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

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

## 第2法

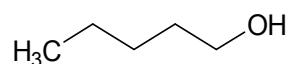
本品 0.50 g を量り、水、氷冷水又はβ-アミラーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水、氷冷水又は同希釈液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

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

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

アミルアルコール

Amyl Alcohol



C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O

分子量 88.15

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

**含量** 本品は、アミルアルコール (C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

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

**屈折率**  $n_D^{20}=1.407\sim1.412$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.810\sim0.816$

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

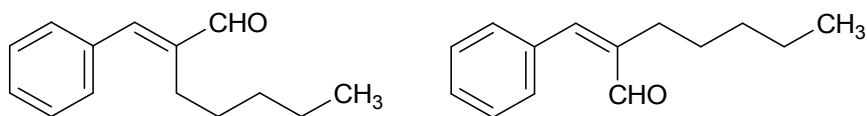
~~(2) 比重  $d_{25}^{25}=0.810\sim0.816$~~

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

### α-アミルシンナムアルデヒド

α-Amylcinnamaldehyde

α-アミルシンナミックアルデヒド



C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O

分子量 202.29

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

**含量** 本品は、α-アミルシンナムアルデヒド (C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O) ~~98.0%~~ 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、淡黄～黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

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

**屈折率**  $n_D^{20}=1.554\sim1.562$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.962\sim0.969$

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

~~(2) 比重  $0.967\sim0.972$~~

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

~~(4) 酸価 1.05.0以下 (香料試験法)~~

~~**強熱残分** 0.05%以下~~

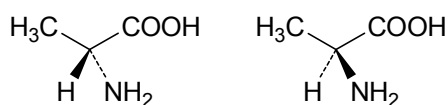
**定量法** 本品約1.5gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、加熱時間は、30分間とする。

~~0.5mol/L塩酸1ml=101.1mg-C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O~~

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

### DL-アラニン

DL-Alanine



$C_3H_7NO_2$

分子量 89.09

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

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

**性状** 本品は、無~白色の結晶性の粉末で、甘味がある。

**確認試験** 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**pH** 5.5~7.0 (1.0 g, 水 20mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10mL)

~~(2) 液性 pH5.5~7.0 (1.0 g, 水 20ml)~~

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

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

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

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

**乾燥減量** 0.30%以下 (105°C, 3時間)

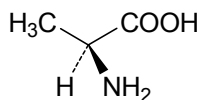
**強熱残分** 0.20%以下

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

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

L-アラニン

L-Alanine



$C_3H_7NO_2$

分子量 89.09

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

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

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

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

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

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

pH 5.7~6.7 (1.0 g, 水 20mL)

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

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

~~(2)~~ (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10mL)

~~(3) 液性 pH5.7~6.7 (1.0 g, 水 20ml)~~

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

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

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

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

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.20%以下

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

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

### L-アラニン液

L-Alanine Solution

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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



0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 8.909mg C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>

### アラビアガム

Gum Arabic

Arabic Gum

Acacia Gum

アカシアガム

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

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

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

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 1.0% 以下

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

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

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

(5) デンプン及びデキストリン

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

**乾燥減量** 17.0% 以下 (105°C, 6 時間)

**灰 分** 4.0% 以下

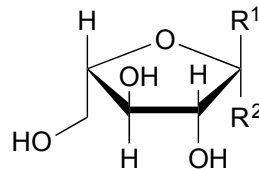
**酸不溶性灰分** 0.5% 以下

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

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

### L-アラビノース

L-Arabinose



$\beta$ -L-アラビノース :  $R^1 = H, R^2 = OH$

$\alpha$ -L-アラビノース :  $R^1 = OH, R^2 = H$

$C_5H_{10}O_5$

分子量 150.13

L-Arabinofuranose [87-72-9]

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

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

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

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

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

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

ただし、室温で24時間放置後、測定する。

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

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

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

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

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

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

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

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

**乾燥減量** 1.0%以下（105°C, 3時間）

**強熱残分** 0.20%以下（5 g, 600°C, 8時間）

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

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充~~てん~~填剤 7~11 $\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径4~8 mm, 長さ25~35 cmのステンレス管

カラム温度 60~70 $^{\circ}\text{C}$ の一定温度

移動相 水

流量 L-アラビノースの保持時間が10~15分になるように調整する。

### 亜硫酸水素カリウム液

Potassium Hydrogen Sulfite Solution

重亜硫酸カリウム液

酸性亜硫酸カリウム液

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

**性状** 本品は、淡黄色の液体で、二酸化硫黄のにおいがある。

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

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

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

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

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

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

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として~~2.0~~1.5 $\mu\text{g/g}$ 以下 (10 g, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B)

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

**定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 ~~mL~~mL = 6.009mg  $\text{KHSO}_3$

### 亜硫酸水素ナトリウム液

Sodium Hydrogen Sulfite Solution

酸性亜硫酸ソーダ液

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

**性状** 本品は，淡黄色の液体で，二酸化硫黄のにおいがある。

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

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

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

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

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

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

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~2.0~~1.5 $\mu\text{g/g}$  以下 (10 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

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

**定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 ~~mL~~mL = 5.203mg  $\text{NaHSO}_3$

### 亜硫酸ナトリウム

Sodium Sulfite

亜硫酸ソーダ

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

分子量 7 水和物 252.15 無水物 126.04

Disodium sulfite heptahydrate [10102-15-5]

Disodium sulfite [7757-83-7]

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

**含量** 本品を無水物換算したものは，亜硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は，無～白色の結晶又は白色の粉末である。

**確認試験** 本品は，ナトリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

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

(1) 溶状 無色，ほとんど澄明 (0.50 g，水 10 mL)

~~(2) 重金属 Pbとして10µg/g以下(無水物換算)~~

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

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

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

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

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

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

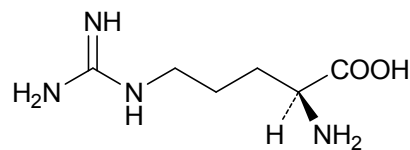
$$\text{亜硫酸ナトリウム (Na}_2\text{SO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times (50 - b)}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10} \quad \text{---(\%)} \text{---}$$

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

b : 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

L-アルギニン

L-Arginine



$C_6H_{14}N_4O_2$

分子量 174.20

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

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

性状 本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なおい及び味がある。

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

(2) 本品の水溶液はアルカリ性である。

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

pH 10.5~12.5 (1.0 g，水 10mL)

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

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

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(3) 液性 pH 10.5 ~ 12.5 (1.0 g, 水 20 mL)~~

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

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

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

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

~~(6) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 3 時間)

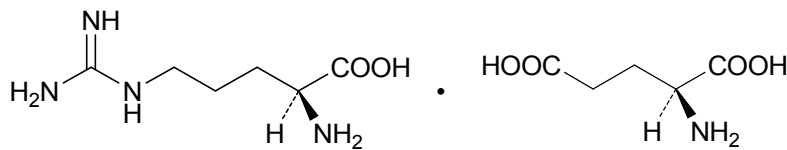
強熱残分 0.20% 以下

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

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 8.710 mg C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>

### L-アルギニン L-グルタミン酸塩

L-Arginine L-Glutamate



C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>N<sub>5</sub>O<sub>6</sub>

分子量 321.33

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

[4320-30-3]

含量 本品を無水物換算したものは、L-アルギニン L-グルタミン酸塩 (C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>N<sub>5</sub>O<sub>6</sub>) 98.0 ~ 102.0% を含む。

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

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

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

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

pH 6.0~7.5 (1.0 g, 水 10mL)

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

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

~~(3) 液性 pH6.0~7.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

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

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

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

~~(6) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

水分 15.4%以下 (0.3 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 0.30%以下

定量法 「DL-アラニン」の定量法により測定し, 無水物換算を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 10.71mg C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>N<sub>5</sub>O<sub>6</sub>

### アルギン酸

Alginic Acid

昆布類粘質物

[9005-32-7]

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

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

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

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

pH 2.0~3.4 (3%懸濁液)

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

~~(2) 液性 pH2.0~3.4 (3%懸濁液)~~

~~(3) (1) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.96%以下~~

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

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

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

~~(5) 重金属 Pbとして40µg/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

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

~~(7) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 15.0%以下 (105°C, 4時間)

強熱残分 10.0%以下 (乾燥物換算)

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

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

~~A: ソーダ石灰管~~

~~B: 水銀バルブ~~

~~C: ゴム連結管~~

~~D: 反応フラスコ~~

~~E: マントルヒーター~~

~~F: 還流冷却器~~

~~G: 滴下管~~

~~H: ストップコック~~

~~I: トラップ (860µm以下の亜鉛末を25g充てん)~~

~~J: 吸収管~~

~~K: コニカルフラスコ~~

~~L: ソーダ石灰管~~

~~M: 三方ストップコック~~

~~N: 流量調整弁~~

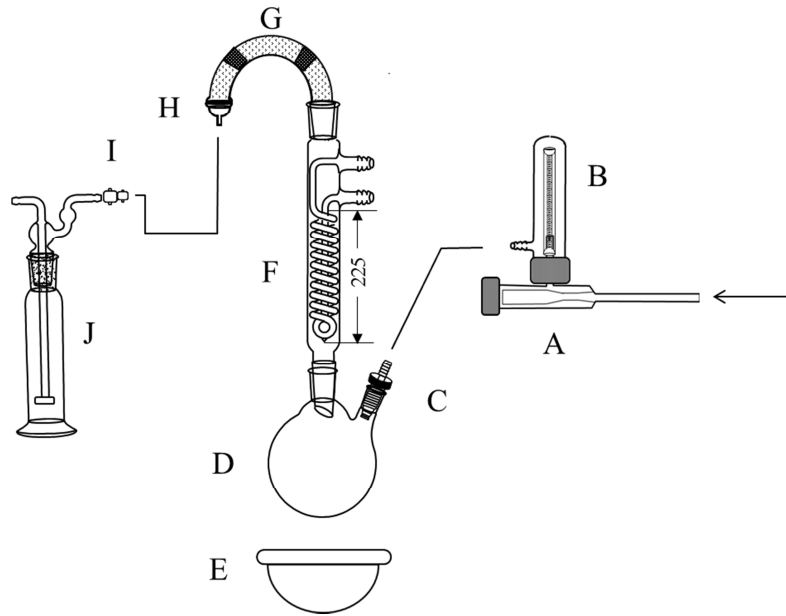
~~(2) 操作法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、反応フラスコDに入れ、塩酸(1→120) 25mLと数個の沸石を入れて還流冷却器Fに接続する。接続部をリン酸でぬらす。ストップコックMから空気を圧送して水銀バルブBの水銀を管内に約5cm上昇させてストップコックMを閉じ、1~2分間水銀面が下がらないことを確かめる。二酸化炭素を除いた空気を1時間に3~6Lの流量で吸引しながら装置内に流し、マントルヒーターEで加熱し、試料を穏やかに3分間煮沸する。その後、試料を15分間放冷する。滴下管Gに塩酸23mLを入れ、吸収管Jを外して速やかに0.25mol/L水酸化ナトリウム溶液25mLを正確に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



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

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

定量法 (1) 装置 概略は、次の図による。



A : キャピラリーバルブ

B : 流量計

C : コネクター

D : 反応フラスコ

E : マントルヒーター

F : 還流冷却器

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

H : アダプター

I : コネクター

J : 吸収管

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

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

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

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

### アルギン酸アンモニウム

Ammonium Alginate

Ammonium Alginate [9005-34-9]

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

**性状** 本品は、白～淡黄褐色の繊維状、粒状、又は粉末である。

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

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

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

(2) 本品は、アンモニウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 水不溶物 2.0%以下 (乾燥物換算)

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

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

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0\text{ }\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**乾燥減量** 15.0%以下 (105℃, 4 時間)

**強熱残分** 7.0%以下 (3g, 800℃, 15 分間, 乾燥物換算)

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

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

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

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

~~培地の性能試験及び発育阻止物質の確認試験~~

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

**定量法** 「アルギン酸」の定量法を準用する。

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

### アルギン酸カリウム

Potassium Alginate

Potassium Alginate [9005-36-1]

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

**性状** 本品は、白～帯黄白色の繊維状、粒状、又は粉末である。

**確認試験** (1) 「アルギン酸アンモニウム」の確認試験(1)を準用する。

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

**純度試験** (1) 水不溶物 2.0%以下 (乾燥物換算)

「アルギン酸アンモニウム」の純度試験(1)を準用する。

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

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 15.0%以下 (105℃, 4時間)

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

**定量法** 「アルギン酸」の定量法を準用する。

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

### アルギン酸カルシウム

Calcium Alginate

Calcium Alginate [9005-35-0]

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

**性状** 本品は、白～帯黄白色の繊維状、粒状、又は粉末である。

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

(2) 本品 1 g を  $550\sim 600^\circ\text{C}$  で 3 時間強熱して得た残留物に水  $10\text{ mL}$  及び酢酸（1→3） $5\text{ mL}$  を加えて溶かし、必要があればろ過する。次に煮沸し、冷後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

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

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

(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.03\mu\text{g/g}$  以下 ( $0.50\text{ g}$ , 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液  $3.0\text{ mL}$ , 装置 B)

**乾燥減量** 15.0%以下 ( $105^\circ\text{C}$ , 4 時間)

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

**定量法** 「アルギン酸」の定量法を準用する。

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

### アルギン酸ナトリウム

Sodium Alginate

Sodium Alginate [9005-38-3]

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

**性 状** 本品は、白～帯黄白色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

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

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

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

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

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**pH** 6.0～8.0

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

**純度試験** ~~(1) 液性 pH6.0～8.0~~

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

~~(2)~~ (1) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.96% 以下

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

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

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

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

~~(5)~~ (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 15.0% 以下 (105℃, 4 時間)

**強熱残分** 33.0～37.0% (乾燥物換算)

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

**定量法** 「アルギン酸」の定量法を準用する。

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

アルギン酸プロピレングリコールエステル

Propylene Glycol Alginate

**性状** 本品は、白～帯黄白色の粗又は微細な粉末で、ほとんどにおいが無い。

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

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

**純度試験** (1) エステル化度 40.0%以上

次式により求める

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

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

a : 遊離アルギン酸の含量 (%)

b : アルギン酸ナトリウムの含量 (%)

c : 不溶性灰分の量 (%)

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

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

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

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

(2) 不溶性灰分 1.5% 以下

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

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

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

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 20.0% 以下 (105℃, 4 時間)

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

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

### アルギン酸リアーゼ

#### Alginate Lyase

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

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

**確認試験** 本品は、アルギン酸リアーゼ活性試験法に適合する。

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

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

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

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

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

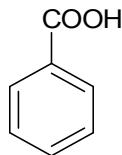
基質溶液4.5mLを量り、 $37^\circ\text{C}$ で5分間加温した後、試料液0.15mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液を $37^\circ\text{C}$ で30分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 ( $0.1\text{mol}/\text{L}$ ) 4.65mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液4.5mLを量り、 $37^\circ\text{C}$ で5分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 ( $0.1\text{mol}/\text{L}$ ) 4.65mLを加え、更に試料液0.15mLを加えて直ちに振り混ぜ、 $37^\circ\text{C}$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

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

て測定する。

### 安息香酸

Benzoic Acid



$C_7H_6O_2$

分子量 122.12

Benzenecarboxylic acid [65-85-0]

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

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

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

**融点** 121~123°C

**純度試験** ~~(1) 融点 121~123°C~~

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下~~

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

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

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

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

~~(5) (4)~~ 塩素化合物 Cl として 0.014% 以下

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

~~(6) (5)~~ フタル酸 50 µg/g 以下

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



→100) を加えて正確に 100~~mL~~ とする。この液 1.0~~mL~~ を量り、酢酸 (1 → 100) / メタノール混液 (3 : 2) を加えて正確に 100~~mL~~ とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 20~~μL~~ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のフタル酸のピーク高さは、比較液のフタル酸のピーク高さを超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 228nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸 (1 → 100) / メタノール混液 (7 : 3)

流量 1 ~~mL~~ / 分

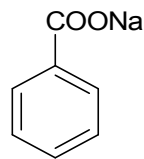
乾燥減量 0.50% 以下 (3 時間)

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

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 12.21mg C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>

### 安息香酸ナトリウム

Sodium Benzoate



C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>2</sub>

分子量 144.10

Monosodium benzenecarboxylate [532-32-1]

含量 本品を乾燥したものは、安息香酸ナトリウム (C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>2</sub>) 99.0% 以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及び安息香酸塩の反応を呈する。

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

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

(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.30% 以下

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

~~(4) 重金属 Pb として 10μg/g 以下~~

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

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

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

(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.03\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

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

(6) 易酸化物 「安息香酸」の純度試験(4)(3)を準用する。

(7) 塩素化合物 Clとして0.014%以下

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

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

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

**乾燥減量** 1.5%以下(105°C, 4時間)

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

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

## アントシアナーゼ

### Anthocyanase

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

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

**確認試験** 本品は、アントシアナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

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

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

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品 1 gにつき, 生菌数は50000以下である。  
また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサ  
ルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

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

#### 第1法

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

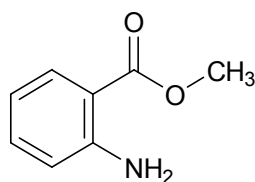
#### 第2法

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

### アントラニル酸メチル

Methyl Anthranilate

アンスラニル酸メチル



$C_8H_9NO_2$

分子量 151.16

Methyl 2-aminobenzoate [134-20-3]

**含 量** 本品は, アントラニル酸メチル ( $C_8H_9NO_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は, 無~淡黄色の結晶塊又は澄明な液体で, ブドウようのにおいがある。液体は, 青紫色の蛍光を発する。

**確認試験** ~~(1) 本品 0.1 g に塩酸 (1 $\rightarrow$ 40) 10mL を加えて溶かす。この液に, 新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 10) 1mL 及び  $\beta$ -ナフトール 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 25) 5mL を加えて溶かした液 2mL を加えるとき, だいたい赤色の沈殿を生じる。~~

~~(2) 本品 1 g にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5mL を加え, 水浴中で 5 分間加熱し, 熱時, 水 5mL を加える。冷後, 塩酸 (1 $\rightarrow$ 4) 4mL を加えるとき, 白~灰白色の沈殿を生じる。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.581\sim 1.585$

**比重**  $d_{25}^{25}=1.161\sim 1.169$

**純度試験** ~~(1) 凝固点 22 $^{\circ}$ C以上~~

~~(2) 屈折率  $n_D^{20}=1.580\sim 1.585$~~

~~(3) 溶状 澄明~~

~~本品を 30℃ に加温して溶かし、その 1.0ml を量り、60vol% エタノール 5.0ml を加えて溶かし、  
検液とする。~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 75.58mg - C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

## アンモニア

Ammonia

NH<sub>3</sub>

分子量 17.03

Ammonia [7664-41-7]

性状 本品は、無色の気体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品に塩酸で潤したガラス棒を近づけると、白煙を生じる。

(2) 本品は、水で潤した ~~赤色リトマス紙~~ リトマス紙 (赤色) を青変する。

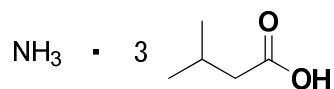
純度試験 本品を 20℃ の水に飽和し、検液とし、次の試験を行う。

(1) 硫黄化合物 検液 5 ~~ml~~ ml を量り、硝酸銀アンモニア試液 5 ~~ml~~ ml を加え、光を避けてよく振り混ぜながら、60℃ で 5 分間加熱するとき、液は、褐色を呈さない。

(2) 易酸化物 検液 3.0 ~~ml~~ ml を量り、水 7 ~~ml~~ ml を加え、更に硫酸 (1→20) 30 ~~ml~~ ml を徐々に加えて振り混ぜる。この液に、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 0.10 ~~ml~~ ml を加えるとき、液の ~~紅赤~~ 赤 色は消えない。

## アンモニウムイソバレレート (2015年7月29日告示)

Ammonium ~~±~~ Isovalerate



C<sub>15</sub>H<sub>33</sub>NO<sub>6</sub>

分子量 323.43

Ammonia-isovaleric acid (1/3) [1449430-58-3]

含量 本品を乾燥したものは、アンモニウムイソバレレート (C<sub>15</sub>H<sub>33</sub>NO<sub>6</sub>) 97.0 ~ 102.0% を含む。

性状 本品は、潮解性の無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特有のおいがある。

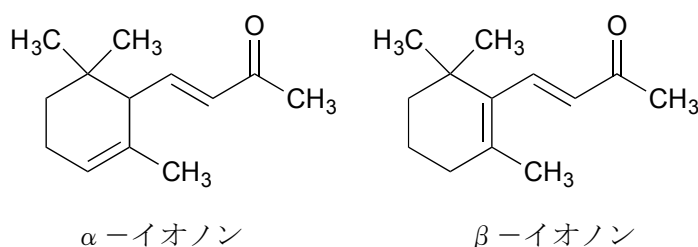
確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 融点 65~68℃

**定量法** 本品をデシケーター中で24時間乾燥した後、その約0.2gを精密に量り、水50mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化カリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。ただし、終点は、第1変曲点とする。

0.1mol/L水酸化カリウム溶液1mL=16.17mg  $C_{15}H_{33}NO_6$

イオノン  
Ionone  
ヨノン



$C_{13}H_{20}O$

分子量 192.30

Mixture of (3E)-4-(2,6,6-trimethylcyclohex-2-en-1-yl)but-3-en-2-one ( $\alpha$ -Ionone) and (3E)-4-(2,6,6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)but-3-en-2-one ( $\beta$ -Ionone) [8013-90-9]

**含量** 本品は、イオノン ( $C_{13}H_{20}O$ ) 90.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、 $2960cm^{-1}$ 、 $1696cm^{-1}$ 、 $1674cm^{-1}$ 、 $1363cm^{-1}$ 、 $1255cm^{-1}$ 及び $982cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.497\sim1.522$

**比重**  $d_{20}^{20}=0.930\sim0.948$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.497\sim1.522$~~

~~(2) 比重  $0.930\sim0.948$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール4.0mL)~~

**定量法** 本品約1.3gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、加熱時間は、1時間とする。

0.5mol/L塩酸1mL=96.15mg  $C_{13}H_{20}O$

イオン交換樹脂

Ion Exchange Resin

**定義** 本品には粒状物、粉状物及び懸濁液があり、それぞれをイオン交換樹脂 (粒状)、イオン交換樹脂 (粉状) 及びイオン交換樹脂 (懸濁液) と称する。

イオン交換樹脂 (粒状)

**性状** 本品は、黒色、褐色、淡赤褐色又は白色の球状、塊状又は粒状の物質で、ほとんどにない。

**確認試験** 以下の(I)又は(II)の試験を行うことにより、陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂かを確認する。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品 5 ~~mL~~ mL を内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに、塩酸 (1 → 10) 25 ~~mL~~ mL を 1 分間約 5 ~~mL~~ mL の速さで流出させる。次に水 100 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させて水洗した後、水酸化カリウム溶液 (1 → 15) 25 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させ、更に水 75 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液 5 ~~mL~~ mL に酢酸 (1 → 20) 2 ~~mL~~ mL を加え、次に ~~コバルチ亜硝酸ナトリウムヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム~~ 試液 3 滴を加えるとき、液は、黄色の濁りを生じない。樹脂柱の樹脂 2 ~~mL~~ mL を試験管に入れ、塩酸 (1 → 10) 5 ~~mL~~ mL を加え、5 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。次にろ紙上の樹脂を水洗し、洗液をろ液に合わせ、約 5 ~~mL~~ mL とする。この液に、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 4 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、酢酸 (1 → 20) 2 ~~mL~~ mL を加え、次に ~~コバルチ亜硝酸ナトリウムヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム~~ 試液 3 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品 5 ~~mL~~ mL を内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに、塩酸 (1 → 10) 25 ~~mL~~ mL を 1 分間約 5 ~~mL~~ mL の速さで流出させ、次に水 100 ~~mL~~ mL を同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液 5 ~~mL~~ mL に硝酸 (1 → 10) 1 ~~mL~~ mL を加え、次に硝酸銀溶液 (1 → 50) 3 滴を加えるとき、白濁しない。樹脂柱の樹脂 1 ~~mL~~ mL を試験管に入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 3 ~~mL~~ mL を加え、5 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。次にろ紙上の樹脂を水洗し、洗液をろ液に合わせ、約 5 ~~mL~~ mL とする。この液に、硝酸 (1 → 10) 3 ~~mL~~ mL を加え、次に硝酸銀溶液 (1 → 50) 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** 陽イオン交換樹脂は (I)、陰イオン交換樹脂は (II) でそれぞれ基準型を作り、水によく浸した後、ろ紙で付着水を除き、検体とし、試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品 30 ~~mL~~ mL を量り、内径約 3 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に入れ、塩酸 (1 → 10) 1,000 ~~mL~~ mL を 1 分間 15 ~ 20 ~~mL~~ mL の速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液 10 ~~mL~~ mL を量り、塩化物の試験を行い、その量が 0.01 mol / L 塩酸 0.3 ~~mL~~ mL に対応する量以下になるまで水洗し、基準型 (H型) を作る。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品 30 ~~mL~~ mL を量り、内径約 3 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) 1,000 ~~mL~~ mL を 1 分間 15 ~ 20 ~~mL~~ mL の速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、基準型 (OH型) を作る。

(1) 固形分 25%以上

検体 本品 10.0 g を量り、陽イオン交換樹脂の場合は 100°C で 12 時間、陰イオン交換樹脂の場合は 40°C で 4 kPa の減圧デシケーター中で 12 時間乾燥した後、質量を量る。

(2) 水可溶物 0.50%以下

検体 10.0 g を量り、これを内径 28mm、長さ 10cm の円筒ろ紙に入れ、水 1,000 ~~mL~~ mL の中につるし、時々振り混ぜながら 5 時間抽出する。この抽出液 50 ~~mL~~ mL を量り、注意しながら蒸発した後、110°C で 3 時間乾燥し、その残留物の質量を量る。ただし、別に空試験を行い補正する。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg / g 以下 (検体 1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg / g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

- (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.03 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (検体  $0.50 \text{ g}$ , 第3法, 標準色 ヒ素標準液  $3.0 \text{ mL}$ , 装置B)

**総イオン交換容量** 陽イオン交換樹脂は(I), 陰イオン交換樹脂は(II)により試験を行う。

- (I) 陽イオン交換樹脂  $1.0$  ミリ当量/ $\text{g}$  以上

純度試験の検体約  $5 \text{ g}$  を精密に量り,  $0.2 \text{ mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液  $500 \text{ mL}$  を正確に量って加え, 時々振り混ぜながら  $12$  時間放置する。その上澄液  $10 \text{ mL}$  を正確に量り,  $0.05 \text{ mol/L}$  硫酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ試液  $3$  滴)。別に空試験を行い, 次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/ $\text{g}$ )

$$= \frac{\text{空試験における } 0.05 \text{ mol/L 硫酸の消費量 (mL)} - \text{本試験における } 0.05 \text{ mol/L 硫酸の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

- (II) 陰イオン交換樹脂  $1.0$  ミリ当量/ $\text{g}$  以上

純度試験の検体約  $5 \text{ g}$  を精密に量り,  $0.2 \text{ mol/L}$  塩酸  $500 \text{ mL}$  を正確に量って加え, 時々振り混ぜながら  $12$  時間放置する。その上澄液  $10 \text{ mL}$  を正確に量り,  $0.1 \text{ mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液  $3$  滴)。別に空試験を行い, 次式によって総イオン交換容量を求める。

$$\text{総イオン交換容量} = \frac{((\text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}) / (\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100)) \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}}{}$$

総イオン交換容量 (ミリ当量/ $\text{g}$ )

$$= \frac{\text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

### イオン交換樹脂 (粉状)

**性状** 本品は, 黒色, 褐色, 淡赤褐色又は白色の粉状の物質で, ほとんどにおいが無い。

**確認試験** 以下の(I)又は(II)の試験を行うことにより, 陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂かを確認する。

- (I) 陽イオン交換樹脂 本品  $2 \text{ g}$  を内径約  $7.5 \text{ cm}$  のメンブランフィルター (孔径  $1 \mu\text{m}$ ) を装着した加圧ろ過器に水とともに流し込んで樹脂層を作る。これに, 塩酸 (1→10)  $25 \text{ mL}$  を  $1$  分間約  $5 \text{ mL}$  の速さで流出させ, 次に水  $100 \text{ mL}$  を同様の速さで流出させて水洗する。更に水酸化カリウム溶液 (1→15)  $25 \text{ mL}$  を同様の速さで流出させ, 次に水  $75 \text{ mL}$  を同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液  $5 \text{ mL}$  に酢酸 (1→20)  $2 \text{ mL}$  を加え, 次にコバルト亜硝酸ナトリウムヘキサニトロコバルト (III) 酸ナトリウム試液  $3$  滴を加えるとき, 黄色の濁りを生じない。樹脂層の樹脂  $0.5 \text{ g}$  を試験管に入れ, 塩酸 (1→10)  $5 \text{ mL}$  を加え,  $5$  分間よく振り混ぜた後, ろ過する。次に, ろ紙上の樹脂を水洗し, 洗液をろ液に合わせ, 約  $5 \text{ mL}$  とする。この液に, 水酸化ナトリ

ウム溶液（1→25）4 mLを加えて振り混ぜ、酢酸（1→20）2 mLを加え、次にコバルトヘキサニトロコバルト（III）酸ナトリウム試液3滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品2 gを内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器に水とともに流し込んで樹脂層を作る。これに、塩酸（1→10）25 mLを1分間約5 mLの速さで流出させ、次に水100 mLを同様の速さで流出させて水洗する。最終洗液5 mLに硝酸（1→10）1 mLを加え、次に硝酸銀溶液（1→50）3滴を加えるとき、白濁しない。樹脂層の樹脂0.5 gを試験管に入れ、水酸化ナトリウム溶液（1→25）3 mLを加え、5分間よく振り混ぜた後、ろ過する。次に、ろ紙上の樹脂を水洗し、洗液をろ液に合わせ、約5 mLとする。この液に、硝酸（1→10）3 mLを加え、次に硝酸銀溶液（1→50）3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** 陽イオン交換樹脂は（I）、陰イオン交換樹脂は（II）でそれぞれ基準型を作り、水によく浸した後、ろ紙で付着水を除き、検体とし、試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品30 gを量り、内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器に入れ、塩酸（1→10）1,000 mLを1分間15～20 mLの速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液10 mLを量り、塩化物の試験を行い、その量が0.01 mol/L塩酸0.3 mLに対応する量以下になるまで水洗し、基準型（H型）を作る。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品30 gを量り、内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器に入れ、水酸化ナトリウム溶液（1→25）1,000 mLを1分間15～20 mLの速さで流出させた後、更に水を同様の速さで流出させて水洗する。洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、基準型（OH型）を作る。

(1) 固形分 25%以上

「イオン交換樹脂（粒状）」の純度試験(1)を準用する。

(2) 水可溶物 0.50%以下

検体10.0 gを量り、水1,000 mLを加えて懸濁し、時々かき混ぜながら5時間抽出する。この懸濁液を内径約7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器を用いてろ過する。このろ液50 mLを量り、注意しながら蒸発した後、110℃で3時間乾燥し、その残留物の質量を量る。

~~(3) 重金属 Pbとして20 μg/g以下（検体1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0 mL）~~

(3) 鉛 Pbとして2 μg/g以下（2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液4.0 mL, フレーム方式）

(4) ヒ素  $As_2O_3$ として4.03 μg/g以下（~~検体~~0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B）

**総イオン交換容量** 陽イオン交換樹脂は（I）、陰イオン交換樹脂は（II）により試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g以上

純度試験の検体約5 gを精密に量り、0.2 mol/L水酸化ナトリウム溶液500 mLを正確に量って加え、時々振り混ぜながら12時間放置する。この懸濁液を内径7.5cmのメンブランフィルター（孔径1 μm）を装着した加圧ろ過器を用いてろ過する。このろ液10 mLを正確に量り、0.05 mol/L硫酸で滴定する（指示薬 メチルオレンジ試液3滴）。別に空試験を行い、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 （ミリ当量/g）



$$= \frac{\text{空試験における} 0.05\text{mol/L 硫酸の消費量 (mL)} - \text{本試験における} 0.05\text{mol/L 硫酸の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

(II) 陰イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g 以上

純度試験の検体約 5 g を精密に量り、0.2mol/L 塩酸 500 mL を正確に量って加え、時々振り混ぜながら 12 時間放置する。この懸濁液を内径 7.5cm のメンブランフィルター（孔径 1 μm）を装着した加圧ろ過器を用いてろ過する。このろ液 10 mL を正確に量り、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。別に空試験を行い、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/g)

空試験における 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL) - 本試験における 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

$$= \frac{\text{空試験における} 0.1\text{mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{本試験における} 0.1\text{mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 5 \text{ (ミリ当量/g)}$$

### イオン交換樹脂（懸濁液）

**性状** 本品は、褐色、淡赤褐色又は白色の懸濁液で、ほとんどにおいが無い。

**確認試験** 以下の (I) 又は (II) の試験を行うことにより、陽イオン交換樹脂又は陰イオン交換樹脂かを確認する。

(I) 陽イオン交換樹脂 本品 0.5 mL に水 5 mL 及び強酸性陽イオン交換樹脂 1 mL を加え、しばしば振り混ぜながら 1 時間反応させた後、脱脂綿を載せた漏斗でろ過する。このろ液に塩化ナトリウム 0.3 g を加え、3 分間振り混ぜた後、メチルレッド試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、赤色を呈する。

(II) 陰イオン交換樹脂 本品 0.5 mL に水 5 mL 及び強塩基性陰イオン交換樹脂 1 mL を加え、しばしば振り混ぜながら 1 時間反応させた後、脱脂綿を載せた漏斗でろ過する。このろ液に塩化ナトリウム 0.3 g を加え、3 分間振り混ぜた後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は、**紅赤色**を呈する。

**純度試験** (1) 固形分 4.0% 以上

本品 1.0 g を量り、105°C で 5 時間乾燥した後、質量を量る。

(2) 水可溶物 0.50w/v % 以下

本品 100 mL を量り、内径約 7.5cm のメンブランフィルター（孔径 0.05 μm）を装着した加圧ろ過器でろ過する。このろ液 10 mL を量り、注意しながら蒸発した後、105°C で 3 時間乾燥し、その残留物の質量を量る。

~~(3) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**総イオン交換容量** 陽イオン交換樹脂は (I)、陰イオン交換樹脂は (II) により試験を行う。

(I) 陽イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g 以上

固形分約 0.2 g に対応する量の本品を精密に量り、あらかじめ強酸性陽イオン交換樹脂 10 mL を充填した内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に 1 分間約 2 mL の速さで流出させた後、水約 20 mL を同様の速さで流出させる。更に、水約 80 mL を 1 分間 15～20 mL の速さで流して水洗する。流出液及び洗液は、すべてビーカーに合わせ、塩化ナトリウム約 1 g を加えた後、pH 計を用いて 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH7.0 になるまで滴定を行う。別に空試験を行い補正し、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/g)

$$= \frac{\text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} - \text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 0.1 \text{ (ミリ当量/g)}$$

(II) 陰イオン交換樹脂 1.0 ミリ当量/g 以上

固形分約 0.2 g に対応する量の本品を精密に量り、あらかじめ強塩基性陰イオン交換樹脂 10 mL を充填した内径約 1 cm のクロマトグラフィー用ガラス管に 1 分間約 2 mL の速さで流出させた後、水約 20 mL を同様の速さで流出させる。更に水約 80 mL を 1 分間 15～20 mL の速さで流して水洗する。流出液及び洗液は、すべてビーカーに合わせ、塩化ナトリウム約 1 g を加えた後、pH 計を用いて 0.1 mol/L 塩酸で pH7.0 になるまで滴定を行う。別に空試験を行い補正し、次式によって総イオン交換容量を求める。

総イオン交換容量 (ミリ当量/g)

$$= \frac{\text{本試験における } 0.1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (mL)} - \text{空試験における } 0.1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times \text{固形分 (\%)} / 100} \times 0.1 \text{ (ミリ当量/g)}$$

イソアミラーゼ

Isoamylase

枝切り酵素

定 義 本品は、細菌 (*Bacillus* 属, *Flavobacterium odoratum*, *Naxibacter* sp., *Pseudomonas amyloclavata* に限る。) の培養物より得られた、デンプン系多糖類の α-1, 6-グルコシド結合を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、イソアミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 μg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。  
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合は、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

イソアミラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、この液を更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

ワキシコーンスターチ 0.50 g を量り、50mL の水に懸濁し、かくはんしながら加熱して完全に溶解する。この液に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製し、調製後は 45°C に保温する。

あらかじめ 45°C に加温した酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 0.1mL を量り、基質溶液 0.35mL 及び試料液 0.1mL を加え、直ちに振り混ぜた後、45°C で 15 分間加温する。この液にヨウ素試液 (イソアミラーゼ活性試験用) 0.5mL を加え、室温で 15 分間放置後、水 10mL を加えて混合し、検液とする。別に酢酸緩衝液 (0.05mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 0.1mL を量り、基質溶液 0.35mL を加え、45°C で 15 分間加温した後、ヨウ素試液 (イソアミラーゼ活性試験用) 0.5mL を加える。この液に試料液 0.1mL を加え、直ちに振り混ぜ、室温で 15 分間放置後、水 10mL を加えて混合し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 610nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、この液を更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

分枝デキストリン 0.40 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) 40mL を加えて溶かした後、同緩衝液を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 6 mL を量り、50°C で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、50°C で 30 分加温した後、トリクロロ酢酸・硫酸試液 2mL を加えてよく振り混ぜる。この液にヨウ素試液 (2.75mmol/L) 1mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 15 分間放置し、検液とする。別に試料液 1mL を量り、トリクロロ酢酸・硫酸試液 2mL を加えて混和した後、基質溶液 6 mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 15 分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 610nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第3法

本品 1.5 g を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し、500mL

としたもの、又は、この液を更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

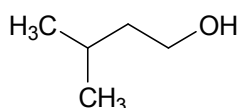
ワキシーコーンスターチ（リントナー可溶化）4.2 g を量り、300mL の水に懸濁し、かくはんしながら加熱し、5 分間沸騰させた後、冷却する。この液に pH3.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）50mL 及び水を加えて 500mL としたものを基質溶液とする。用時調製し、調製後は 40℃ に保温する。

あらかじめ 40℃ に加温した基質溶液 3 mL を量り、試料液 0.5mL を加え直ちに振り混ぜ、40℃ で 30 分間加温する。この液 0.5mL を量り、硫酸（1→1800）15mL に加え、ヨウ素試液（0.005mol/L）0.5mL を加えて、25℃ で 15 分間放置し、検液とする。別にあらかじめ 40℃ に加温した基質溶液 3mL を量り、試料液 0.5mL を加えて振り混ぜ、直ちにその 0.5mL を量り、硫酸（1→1800）15mL に加え、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 610nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### イソアミルアルコール

Isoamyl Alcohol



$C_5H_{12}O$

分子量 88.15

3-Methylbutan-1-ol [123-51-3]

**含量** 本品は、イソアミルアルコール（ $C_5H_{12}O$ ）98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

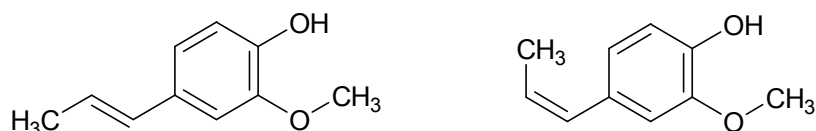
~~純度試験~~—(1)—**屈折率**  $n_D^{20}=1.404\sim 1.410$

—(2)—**比重**  $d_{25}^{25}=0.806\sim 0.813$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### イソオイゲノール

Isoeugenol



$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

2-Methoxy-4-(prop-1-en-1-yl)phenol [97-54-1]

含 量 本品は、イソオイゲノール (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>) ~~99.0vol~~98.5以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄褐色の透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.572\sim 1.577$

比 重  $d_{25}^{25}=1.081\sim 1.087$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.572\sim 1.577$~~

~~(2) 比重 1.083～1.090~~

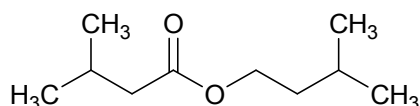
~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)~~

~~定量法 香料試験法中のフェノール類含量により定量する。ただし、30分間放置する代わりに、30分間水浴中で加熱した後、室温まで放冷する。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### イソ吉草酸イソアミル

Isoamyl Isovalerate



C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>

分子量 172.26

3-Methylbutyl 3-methylbutanoate [659-70-1]

含 量 本品は、イソ吉草酸イソアミル (C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

~~確認試験 本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなり、3-メチル-1-ブタノールのにおいを発する。この液に硫酸 (1→20) を加えて酸性とするとき、イソ吉草酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.411\sim 1.414$

比 重  $d_{25}^{25}=0.851\sim 0.857$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.411\sim 1.414$~~

~~(2) 比重 0.855～0.858~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール8.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.02.0 以下 (香料試験法)~~

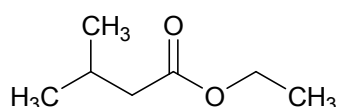
~~定量法 本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=86.13g-C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### イソ吉草酸エチル

Ethyl Isovalerate



$C_7H_{14}O_2$

分子量 130.18

Ethyl 3-methylbutanoate [108-64-5]

**含量** 本品は、イソ吉草酸エチル ( $C_7H_{14}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

**確認試験** ~~本品1mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液5mlを加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなる。冷後、硫酸(1→20)を加えて酸性とするとき、イソ吉草酸のにおいを発する。~~ 本品を赤外吸収スペクトル法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.395\sim 1.399$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.861\sim 0.865$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.393\sim 1.399$~~

~~(2) 比重  $0.865\sim 0.869$~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール6.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.02.0以下 (香料試験法)~~

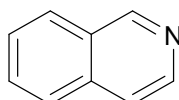
**定量法** ~~本品約0.7gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~$0.5\text{mol/L}$ エタノール製水酸化カリウム溶液1ml=65.09mg  $C_7H_{14}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

イソキノリン

Isoquinoline



$C_9H_7N$

分子量 129.16

Isoquinoline [119-65-3]

**含量** 本品は、イソキノリン ( $C_9H_7N$ ) 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の液体又は白色～淡黄色の固体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。なお、固体の場合は40℃の水浴中で加温して融解し、試料とする。

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{30}=1.618\sim 1.624$~~

~~(2) 比重  $d_{30}^{30}=1.093\sim 1.099$~~

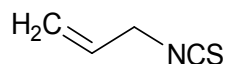
**定量法** 本品 0.1gを量り、エタノール1mlを加えて溶かしのエタノール(95)溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラム温度は、150℃からで注入し、毎分5℃で 230℃まで昇温し、230℃に到達後、を

24 分間保持する。

### イソチオシアン酸アリル

Allyl Isothiocyanate

揮発ガイン油



C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NS

分子量 ~~99.16~~ 99.15

Allyl isothiocyanate [57-06-7]

**含量** 本品は、イソチオシアン酸アリル (C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NS) 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、カラシのような強い刺激性のにおいがある。

**確認試験** ~~(1) 本品 3ml をとり、冷却しながら徐々に硫酸 4ml を加えて振り混ぜるとき、ガスを発生し、液は、黄色透明で、次第に粘稠となり、カラシのような強い刺激性のにおいはなくなる。~~

~~(2) 本品 2ml にエタノール 3ml 及びアンモニア試液 4ml を加え、約 50℃ に加温した後放置するとき、初めは透明であるが、約 3 時間後に結晶の析出を認める。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.528 \sim 1.532$

**比重**  $d_{20}^{20} = 1.018 \sim 1.024$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.528 \sim 1.531$~~

~~(2) 比重 1.018 ~ 1.023~~

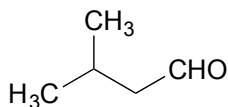
~~(3) フェノール類及びチオシアン酸化合物~~ 本品 1.0 ~~ml~~ ml を量り、エタノール (95) 5 ml を加えて溶かし、~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、赤色又は青色を呈さない。

**定量法** 本品約 3 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かして正確に 100 ~~ml~~ ml とする。この液 5 ~~ml~~ ml を正確に量り、アンモニア試液 5 ~~ml~~ ml を加え、更に 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 50 ~~ml~~ ml を正確に量って加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱する。冷後、水を加えて正確に 100 ~~ml~~ ml とし、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液約 10 ~~ml~~ ml を捨て、次のろ液 50 ~~ml~~ ml を正確に量り、硝酸 5 ~~ml~~ ml 及び~~硫酸第二鉄アンモニウム試液~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液 2 ml を加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 ~~ml~~ ml = 4.958 mg C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NS

### イソバレラルデヒド

Isovaleraldehyde



C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 86.13

3-Methylbutanal [590-86-3]

**含 量** 本品は、イソバレルアルデヒド (C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O) 95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.387\sim1.408$

**比 重**  $d_{20}^{20}=0.795\sim0.815$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.387\sim1.408$~~

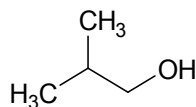
~~(2) 比重  $0.795\sim0.815$~~

~~(3) 酸価 10.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件~~(2)~~(3)により定量する。

### イソブタノール

Isobutanol



C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 74.12

2-Methylpropan-1-ol [78-83-1]

**含 量** 本品は、イソブタノール (C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>O) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.392\sim1.398$

**比 重**  $d_{25}^{25}=0.799\sim0.801$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.392\sim1.398$~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25}=0.799\sim0.801$~~

~~(3) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)~~

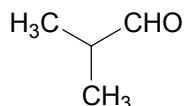
**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### イソブチルアルデヒド

Isobutyraldehyde

Isobutanal

イソブタナル





C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O

分子量 72.11

2-Methylpropanal [78-84-2]

**含量** 本品は、イソブチルアルデヒド (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.369 \sim 1.379$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.783 \sim 0.791$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.369 \sim 1.379$~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.783 \sim 0.791$~~

~~(3) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

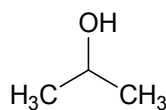
**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(23)により定量する。

### イソプロパノール

Isopropanol

イソプロピルアルコール

2-プロパノール



C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O

分子量 60.10

Propan-2-ol [67-63-0]

**含量** 本品は、イソプロパノール (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O) 99.7%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.380$

**比重**  $d_{20}^{20} = 0.784 \sim 0.788$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.380$~~

~~(2) 比重  $0.784 \sim 0.788$~~

~~(3) (1) 遊離酸~~ 本品 15.0 mL に新たに煮沸し冷却した水 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20 mL を加えるとき、液は、赤色に変わる。

~~(4) (2) 鉛 Pb~~ として ~~1.0~~ 1 μg/g 以下 (4.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品を加熱して蒸発乾固する。残留物に硫酸 1 mL を加えて、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉に入れ、500°C で 3 時間加熱する。塩酸 (1 → 4) 10 mL を加え、加熱して蒸発乾固した後、硝酸 (1 → 150) を加えて溶かして 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確

に量り、硝酸(1→150)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

~~本品10.0gを量り、加熱して蒸発乾固する。冷後、硫酸1mlを加え、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉に入れ、500℃で3時間加熱する。塩酸(1→4)10mlを加え、加熱して蒸発乾固した後、硝酸(1→150)を加えて10mlとし、検液とする。別に鉛標準液1.0mlを量り、硝酸(1→150)を加えて10mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(5)(3) 蒸発残留物 0.002w/v%以下

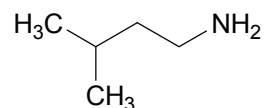
あらかじめ105℃で30分間加熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量った蒸発皿に本品100mLを入れ、水浴上で蒸発乾固し、105℃で30分間又は恒量になるまで加熱し、その質量を量る。

水分 0.20%以下 (10g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### イソペンチルアミン

Isopentylamine



C<sub>5</sub>H<sub>13</sub>N

分子量 87.16

Isopentylamine [107-85-7]

含量 本品は、イソペンチルアミン(C<sub>5</sub>H<sub>13</sub>N)98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～微黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

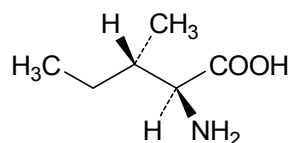
~~純度試験~~ (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.405 \sim 1.411$

~~(2) 比重~~  $d_{20}^{20} = 0.747 \sim 0.753$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。ただし、カラムは、内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25～1μmの厚さで被覆したものを使用~~す~~用いる。

### L-イソロイシン

L-Isoleucine



C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>

分子量 131.17

(2S,3S)-2-Amino-3-methylpentanoic acid [73-32-5]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-イソロイシン (C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあ  
り、わずかに苦味がある。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3  
分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +38.0 \sim +41.5^\circ$  (2 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

**pH** 5.5~7.0 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +38.0 \sim +41.5^\circ$  (2 g, 塩酸 (1→2), 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.50 g, 水 20mL 塩酸試液 (1 mol/L) 10mL)~~

~~(3) 液性 pH 5.5~7.0 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30 mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 加温溶解, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装  
置 B)~~

**乾燥減量** 0.30%以下 (105°C, 3時間)

**強熱残分** 0.10%以下

**定量法** 本品約 0.25 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 13.12mg C<sub>6</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>

## イヌリナーゼ

Inulinase

イヌラーゼ

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus phoenicis*, *Penicillium purpurogenum*, *Trichoderma* 属に限る。) の培養物より得られた、イヌリンを加水分解する酵素である。食  
品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化,  
希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいいか  
又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、イヌリナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第3法により  
操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。  
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサ  
ルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

イヌリナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

イヌリン (チコリ由来) 1.50 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加え、水浴中で混ぜながら加熱して溶かし、更に同緩衝液を加え 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 0.2mL を量り、50°C で 5 分間加温し、試料液 0.2mL を加え直ちに振り混ぜ、50°C で 30 分間加温する。この液に 3, 5 - ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.2mL を加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 8.4mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に試験管に 3, 5 - ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.2mL を量り、基質溶液 0.2mL 及び試料液 0.2mL を加え直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 8.4mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

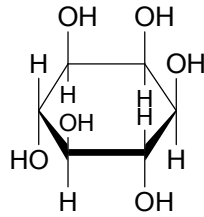
イヌリン (ダリア由来) 0.56 g を量り、水 70mL にかき混ぜながら徐々に加え、水浴中で加熱して溶かし、pH4.5 の酢酸緩衝液 (1mol/L) 10mL を加え、更に水を加え 100mL としたものを基質溶液とする。試験管に基質溶液 1.8mL を量り、40°C で 5 分間加温し、試料液 0.2mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 20 分間加温する。この液に 3, 5 - ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、検液とする。別に試験管に試料液 0.2mL を量り、40°C で 5 分間加温し、3, 5 - ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液に基質溶液 1.8mL を加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

*myo*-イノシトール

*myo*-Inositol

*myo*-イノシット



$C_6H_{12}O_6$

分子量 180.16

(1*R*, 2*S*, 3*S*, 4*R*, 5*R*, 6*S*)-cyclohexane-1, 2, 3, 4, 5, 6-hexol [87-89-8]

**定義** 本品は、イノシトールのうち、*myo*-イノシトールを成分とするものであり、イネ (*Oryza sativa* Linné *Oryza sativa* L.) の種子より得られた米ぬか若しくはトウモロコシ (*Zea mays* Linné *Zea mays* L.) の種子から得られたフィチン酸を分解したものより、又はテンサイ (*Beta vulgaris* Linné *Beta vulgaris* L.) の糖液若しくは糖蜜より、分離して得られたものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、*myo*-イノシトール ( $C_6H_{12}O_6$ ) 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

**確認試験** 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3\bar{=}380\text{cm}^{-1}$ 、 $3\bar{=}220\text{cm}^{-1}$ 、 $1\bar{=}446\text{cm}^{-1}$ 、 $1\bar{=}147\text{cm}^{-1}$ 、 $1\bar{=}114\text{cm}^{-1}$ 及び $1\bar{=}049\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**融点** 223~227°C

**純度試験** ~~(1) 融点 223~227°C~~

~~(2)~~ (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

~~(3)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.005%以下 (2.0 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL)

~~(4)~~ (3) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.006%以下 (4.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL)

~~(5) 重金属 Pb として 25 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.5 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (5) 鉄 Fe として 5.0 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉄標準液 0.5 mL)

~~(7)~~ (6) カルシウム 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、シュウ酸アンモニウム、シュウ酸アンモニウム水和物溶液 (1→30) 1 mL を加え、1 分間放置するとき、液は、澄明である。

~~(8)~~ (7) ヒ素  $As_2O_3$  として 2.0 1.5 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(9)~~ (8) 還元性物質 本品 0.50 g を水 10 mL に溶かし、フェーリング試液 5 mL を加えて 3 分間加熱した後 30 分間放置するとき、帯黄だいたい~赤色の沈殿を生じない。

**乾燥減量** 0.50%以下 (105°C, 4 時間)

**強熱残分** 0.10%以下

**定量法** 本品及び定量用 *myo*-イノシトールを乾燥し、それぞれ約 0.2 g を精密に量り、水 30 mL と 1-プロパノール溶液 (3→25) 5 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて正確に 50 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 1-プロパノールのピーク面積に対する *myo*-イノシトールのピーク面積比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式により含量を求める。

*myo*-イノシトール ( $C_6H_{12}O_6$ ) の含量 (%)

定量用 *myo*-イノシトールの採取量 (g)  $Q_T$

$$= \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{Q_s} \times 100 \text{ (％)}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 6~8 μm の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 8mm, 長さ 30cm のステンレス管

カラム温度 65℃付近の一定温度

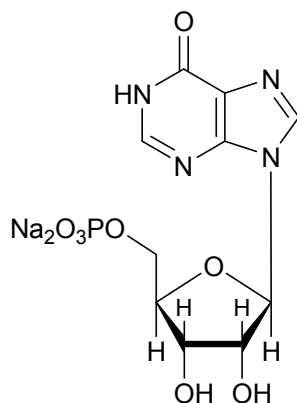
移動相 水

流量 *myo*-イノシトールの保持時間が約 9 分になるように調整する。

5'-イノシン酸二ナトリウム

Disodium 5'-Inosinate

5'-イノシン酸ナトリウム



$C_{10}H_{11}N_4Na_2O_8P$

分子量 392.17

Disodium inosine 5'-monophosphate [4691-65-0]

含量 本品を無水物換算したものは、5'-イノシン酸二ナトリウム ( $C_{10}H_{11}N_4Na_2O_8P$ ) 97.0 ~102.0% を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 mL に オルシン・エタノール溶液 (1→10) オルシノー  
ル・エタノール試液 0.2 mL を加え、更に 硫酸第三鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000) 硫酸ア  
ンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は、緑色を呈す  
る。

(2) 本品の水溶液 (1→20) 5 mL にマグネシア試液 2 mL を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7 mL を加え、10 分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。

(3) 本品 0.02g 20mg に塩酸 (1→1,000) 1,000 mL を加えて溶かした液は、波長 248~252nm に極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (0.50 g, 水 10~~mL~~)

~~(2) 液性 pH7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして1 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5)(4) 吸光度比 本品 0.020g20mgを量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして1,000~~mL~~とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nmにおけるそれぞれの吸光度A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>及びA<sub>3</sub>を測定するとき, A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>は 1.55~1.65, A<sub>3</sub>/A<sub>2</sub>は 0.20~0.30 である。

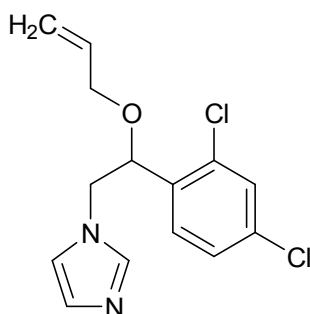
(6)(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 gを量り, 水を加えて溶かして20~~mL~~とし, 検液とする。検液 1~~mL~~を量り, 対照液を用いず, 1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6:5:2)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約 10cmの高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, 暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき, 一つのスポットのみを認める。ただし, 薄層板には, ~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り)を担体とし, 110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

水分 29.0%以下 (0.15 g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし, 水分測定用試液を過量に加え, 20分間かき混ぜた後, 滴定を行う。

定量法 本品約 0.5 gを精密に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして正確に1,000~~mL~~とする。この液 10~~mL~~を正確に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて正確に 250~~mL~~とし, 検液とする。波長 250nmにおける検液の吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

$$\frac{5 \text{ } \mu\text{-イノシン酸二ナトリウム (C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{P) の含量 (\%)}{250 \times A} \times 100 \text{ (\%)} \\ = \frac{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \times 310.0}{250 \times A} \times 100 \text{ (\%)}$$

イマザリル  
Imazalil



C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O

分子量 297.18

1-[(2RS)-2-(Allyloxy)-2-(2,4-dichlorophenyl)ethyl]-1H-imidazole [35554-44-0]

含量 本品は, イマザリル (C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O) 97.5%以上を含む。

性状 本品は, 淡黄~淡褐色の結晶性の粉末又は塊で, においが無い。

**確認試験** 本品 ~~0.04g~~40mg に ~~0.1mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.1mol/L) 10~~mL~~mL を加えて溶かし、更に 2-プロパノールを加えて溶かし、100~~mL~~mL とした液は、波長 263~267nm, 270~274nm 及び 278~282nm に極大吸収部がある。

**融点** 49~54°C

**純度試験** (1) ~~融点~~ 49~54°C

~~(2) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (粉末 1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 1.0ml)~~  
鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

**強熱残分** 0.10% 以下

**定量法** 本品約 0.7 g を精密に量り、~~メチルエチルケトン~~2-ブタノン/酢酸混液 (7 : 3) を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 ~~α-ナフトールベンゼイン試液~~p-ナフトールベンゼイン試液 10 滴)。終点は、液のだいたい色が緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.72mg C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O

### インベルターゼ

Invertase

サッカラーゼ

シュークラーゼ

スクラーゼ

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus japonicus*に限る。), 酵母 (*Kluyveromyces lactis*, *Saccharomyces cerevisiae*に限る。) 又は細菌 (*Arthrobacter*属, *Bacillus*属に限る。) の培養物より得られた、β-D-フラクトフラノシドの非還元末端側の残基を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、インベルターゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

**インベルターゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認め



られる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

スクロース 20.0 g を量り、水に溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 5 mL を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 4 mL を加え、30°C で 5 分間放置した後、試料液 1 mL を加えて混和し、30°C で 10 分間放置する。この液に水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 10mL を加えてよく振り混ぜ、フェーリング試液 20mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し、冷後、この液にヨウ化カリウム試液 (β-アミラーゼ・インベルターゼ活性試験用) 5 mL を加え、次に硫酸 (4→25) 10mL を加えてよく振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液 5 mL を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 4 mL 及び水 1 mL を加え、30°C で 15 分間放置する。この液に水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 10mL を加えてよく振り混ぜ、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 溶性デンプン試液 2～3 滴) するとき、検液の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水で 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

スクロース 11.2 g を量り、水 70mL を加えて溶かし、pH4.5 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL を加え、更に水を加え 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1.8mL を量り、30°C で 5 分間放置した後、試料液 0.2mL を加えて直ちに振り混ぜ、30°C で 10 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、検液とする。別に試料液の代わりに水 0.2mL を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### ウェランガム (新規)

Welan Gum

ウェラン多糖類

**定 義** 本品は、スフィンゴモナス属細菌 (*Sphingomonas* sp. に限る。) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性 状** 本品は、白～褐色の粉末で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 g を水 100mL にかき混ぜながら加えるとき、粘稠な溶液となる。

(2) (1) の溶液 1 mL を量り、水を加えて 10mL とする。この液 2 mL にアセトン 5 mL を加え、よく振り混ぜるとき、白色綿状の沈殿を生じる。

(3) 水 9 mL に水酸化カルシウム 1 g を分散させた液に(1)の溶液 10 mL を加えよくかき混ぜるとき、ゲルを生成することなく粘稠な溶液となる。

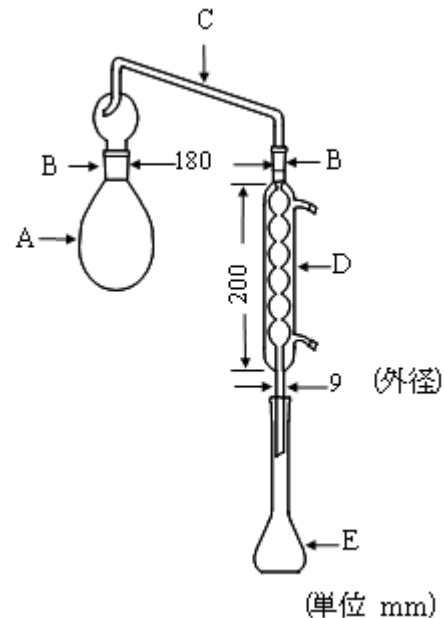
純度試験 (1) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(3) 2-プロパノール 0.50% 以下

(i) 装置

概略は次の図による。



A : ナス型フラスコ (300 mL)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (100 mL)

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2 ~ 3 mL の留出速度で蒸留して、留液約 90 mL を採り、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチルー 2-プロパノール溶液 (1 → 1000) とする。別に、2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチルー 2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比  $Q_T$  と  $Q_S$  を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量 (\%)} = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180 ~ 250  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 2時間)

灰 分 10.0%以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき, 本品 1 g につき, 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験及び真菌数試験は, 本品 1 g をリン酸緩衝液, 0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は, 本品 1 g をラウリル硫酸ブイヨン培地 300mL と混合して均一に分散させ, 35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は, 本品 1 g を乳糖ブイヨン培地 300mL と混合して均一に分散させ, 35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし, この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

### ウコン色素

Curcumin

Turmeric Oleoresin

クルクミン

ターメリック色素

**定 義** 本品は, ウコン (~~*Cureuma longa Linné*~~*Curcuma longa L.*) の根茎から得られた, クルクミンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は ~~1,500~~ 以上で, その表示量の 90~110%を含む。

**性 状** 本品は, 黄~暗赤褐色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, 特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から, 色価 ~~1,500~~ に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り, エタノール (95) 200~~mL~~mL を加えて溶かした液は, 黄色を呈し, 淡緑色の蛍光がある。

(2) 本品にエタノール (95) を加えて溶かした液は, 波長 420~430nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から, 色価 ~~1,500~~ に換算して 1 g に相当する量を とり量り, エタノール (95) 100~~mL~~mL を加えて溶かした液に, 塩酸を液の色がわずかにだいたい色を呈するまで加え, 検液とする。検液にホウ酸を加えるとき, 液は赤だいたい色を呈する。

(4) 本品の表示量から, 色価 ~~1,500~~ に換算して 1 g に相当する量を とり量り, エタノール (95) 100~~mL~~mL を加えて溶かした液を, 毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離し, 上澄液を検液とする。検液 5~~mL~~μL を量り, 対照液を用いず, エタノール (95) / 3-メチルー 1-ブタノール / 水 / アンモニア水 (28) 混液 (4 : 4 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, 自然光及び紫外線 (波長 366nm 付近) で観察するとき, Rf 値が 0.40~0.85 の範囲に 2 個以上の黄色のスポットを認め, 紫外線下で, すべてのスポットは黄色の蛍光を発する。ただし, 薄層板には, ~~担体として~~ 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 担体とし, 110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 10μg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法) 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛

標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(9)~~(2) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

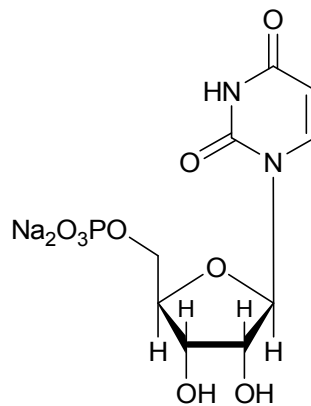
測定溶媒 エタノール (95)

測定波長 波長 420~430nm の極大吸収部

5´-ウリジル酸二ナトリウム

Disodium 5´-Uridylate

5´-ウリジル酸ナトリウム



$C_9H_{11}N_2Na_2O_9P$

分子量 ~~368.15~~368.14

Disodium uridine 5´-monophosphate [3387-36-8]

含量 本品を無水物換算したものは、5´-ウリジル酸二ナトリウム ( $C_9H_{11}N_2Na_2O_9P$ ) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (3→10~~000~~) 3~~mL~~mLに塩酸 1~~mL~~mL及び臭素試液 1~~mL~~mLを加え、水浴上で30分間加熱し、空気を吹きこんで臭素を除いた後、~~ホルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ホルシノール・エタノール試液 0.2~~mL~~mLを加える。この液に~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3~~mL~~mLを加え、水浴中で20分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) 5~~mL~~mLにマグネシア試液 2~~mL~~mLを加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7~~mL~~mLを加えて10分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25)を加えて中和した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

(3) 本品 ~~0.02g~~20mgに塩酸 (1→1~~000~~) 1~~000~~mLを加えて溶かした液は、波長 260~264nmに極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど透明 (0.50 g, 水 10~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH7.0～8.5 (1.0g, 水20ml)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

~~(5)(4) 吸光度比 本品 0.020g-20mgを量り, 塩酸(1→1,000)を加えて溶かして1,000mLとする。この液の波長250nm, 260nm及び280nmにおけるそれぞれの吸光度A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>及びA<sub>3</sub>を測定するとき, A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>は0.70～0.78, A<sub>3</sub>/A<sub>2</sub>は0.34～0.42である。~~

~~(6)(5) 他の核酸分解物 本品0.10gを量り, 水を加えて溶かして10mLとし, 検液とする。検液1µLを量り, 対照液を用いず, エタノール(95)/エチレンジグリコールモノメチルエーテル2-メトキシエタノール/塩酸(1→10)混液(2:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, 暗所で紫外線(波長約250nm)下で観察するとき, 一つのスポットのみを認める。ただし, 薄層板には, 担体として薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロースを担体とし, 60～80℃で20分間乾燥したものを使用する。~~

水分 26.0%以下 (0.15g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし, 水分測定用試液を過量に加え, 20分間かき混ぜた後, 滴定を行う。

定量法 本品約0.5gを精密に量り, 塩酸(1→1,000)を加えて溶かして正確に1,000mLとする。この液10mLを正確に量り, 塩酸(1→1,000)を加えて正確に250mLとし, 検液とする。波長260nmにおける検液の吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & 5\text{-ウリジル酸二ナトリウム (C}_9\text{H}_{11}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_9\text{P) の含量 (\%)} \\ & \frac{0.5 \times 1.859 \times A}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 \end{aligned}$$

## ウレアーゼ

### Urease

定義 本品は, 細菌 (*Arthrobacter*属, *Lactobacillus fermentum*に限る。) の培養物より得られた, 尿素を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は, 白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で, においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は, ウレアーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)  
ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下 (0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品1gにつき, 生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**ウレアーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 1.0 g を量り、水又は酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH4.0, エタノール含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

尿素 0.6 g を水に溶かして 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 0.5 mL に酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH4.0, エタノール含有) 2.5 mL を加え、37°C で 5 分間加温した後、あらかじめ 37°C で加温した基質溶液 1.0 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 37°C で 30 分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液 (1→10) 4 mL を加えて振り混ぜる。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、4 mL を量り、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 2 mL を加え静かに振り混ぜた後、次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 (ウレアーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 30 分間加温し室温まで冷却し、検液とする。別に試料液 0.5 mL に酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH4.0, エタノール含有) 2.5 mL を加え、37°C で 35 分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液 (1→10) 4 mL を加えて振り混ぜ、基質溶液 1.0 mL を加える。この液 2 mL を量り、水を加えて 20 mL とし、4 mL を量り、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 2 mL を加え静かに振り混ぜた後、次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 (ウレアーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 30 分間加温し室温まで冷却し、比較液とする。

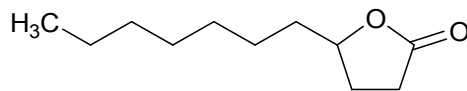
検液及び比較液につき、波長 640 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液上清について測定する。

γ-ウンデカラクトン

γ-Undecalactone

ウンデカラクトン



$C_{11}H_{20}O_2$

分子量 184.28

5-Heptyldihydrofuran-2(3H)-one [104-67-6]

**含量** 本品は、γ-ウンデカラクトン ( $C_{11}H_{20}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、モモようのにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.448 \sim 1.453$

比重  $d_{25}^{25}=0.941\sim 0.944$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.449\sim 1.455$~~

~~(2) 比重  $0.944\sim 0.948$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 60vol%エタノール5.0mL)~~

~~(4) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1mL=92.14mg  $C_{14}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### エキソマルトテトラオヒドロラーゼ

Exomaltotetrahydrolase

G4生成酵素

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。)

若しくは細菌 (*Pseudomonas stutzeri*に限る。)の培養物より得られた、デンプンに作用し、非還元末端からマルトテトラオース単位で加水分解する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、エキソマルトテトラオヒドロラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第5法, 比較液 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

エキソマルトテトラオヒドロラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品1.0gを量り、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.004mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に先の緩衝液で10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン1.0gを量り、50mLの水に懸濁し、デンプンが沈殿しないように時々振り混ぜながら加熱し、5分間沸騰させる。冷後、この液にpH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)10mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

試料液0.5mLを40℃に加温した基質溶液10mLに加え、振り混ぜながら40℃で20分間加温する。この液を水浴中で10分間加熱した後、室温まで冷却し、メンブランフィルター（孔径0.45μm）でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液0.5mLを基質溶液10mLに加えて直ちに水浴中で10分間加熱した後、室温まで冷却し、メンブランフィルター（孔径0.45μm）でろ過し、比較液とする。別にマルトテトラオース50mgを量り、水を加えて溶かし10mLとし、標準液とする。検液、比較液及び標準液をそれぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、マルトテトラオースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のマルトテトラオースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 約25μmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂（Ag型）

カラム管 内径約5～20mm、長さ20～40cmのステンレス管

カラム温度 50～80℃

移動相 水

流量 0.3～1.0mL/分

#### 第2法

本品0.50gを量り、水又はpH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液（0.004mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

乾燥物5.0gに対応する可溶性デンプンを量り、300mLの水に懸濁し、デンプンが沈殿しないように時々振り混ぜながら5分間沸騰させ、冷後、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液（0.004mol/L）50mL及び水を加えて500mLとしたものを基質溶液とする。

40℃に加温した基質溶液5mLに試料液0.2mLを加えて混和し、40℃で20分間加温し、この液1mLを量り、ソモギー銅試液2mLを入れた試験管に直ちに加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で10分間加熱する。冷後、ネルソン試液2mLを加え混和し、室温で30分間放置した後、水5mLを加え、検液とする。別に40℃に加温した基質溶液5mLに試料液0.2mLを加えて混和し、直ちにこの液1mLを量り、ソモギー銅試液2mLを入れた試験管に加えて混和し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長520nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### エステラーゼ

#### Esterase

**定義** 本品は、動物の肝臓、魚類、糸状菌（*Aspergillus*属に限る。）、酵母（*Candida*属、*Torulopsis*属に限る。）若しくは細菌（*Pseudomonas*属に限る。）の培養物より得られた、エステルを加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいい



又は特異なおいがある。

**確認試験** 本品は、エステラーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。  
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**エステラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50gを量り、水又はpH6.5のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し30mL又は50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

クロロゲン酸-水(2/1)50mgを量り、メタノール1.0mLを加えて溶かし、pH6.5のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.5mLを量り、30℃で2分間放置した後、あらかじめ30℃で加温した試料液0.03mLを加え直ちに振り混ぜ、30℃で30分間放置する。この液に80vol%メタノール10mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液0.5mLを量り、30℃で30分間放置した後、80vol%メタノール10mLを加えて直ちに振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長350nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## エステルガム

Ester Gum

**定義** 本品は、ロジン又はその重合物~~など等~~の誘導体のエステル化合物である。本品には使用するアルコールによりグリセリン系エステルガム、~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール系エステルガム、メタノール系エステルガム~~など等~~がある。

**性状** 本品は、白～帯黄白色の粉末、淡黄～淡褐色のガラス状の塊又は澄明で、粘稠な液体で、においがなく又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品0.1gに無水酢酸10~~mL~~mLを加え、水浴中で加熱して溶かし、冷後、硫酸1滴を加えるとき、紫赤色を呈する。

(2) 本品1gに水酸化ナトリウム溶液(1→25)5~~mL~~mL及び水5~~mL~~mLを加えて激しく振り混ぜるとき、白～淡黄色に濁り、持続する泡を生じる。

(3) グリセリン系エステルガム又は~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール系エステルガムの場合 本品約5gを量り、100~~mL~~mLフラスコに入れ、水酸化カリウム・1-ヘキサノール溶液(1→10)40~~mL~~mLを加え、還流冷却器をつけて2時間還流する。この液にジエチルエーテル40~~mL~~mL

及び水 40~~mL~~mLを加えて混合した後、分液漏斗に移し、塩酸（1→4）で pH1.0～1.5 に調整し、放置する。2層に分離した後、下層の水層部をとり、減圧下で加熱して水分を留去し、乾固する。この乾固物約 0.1 g にシリル化試液 1 ~~mL~~mLを加え、70℃で 20 分間加温し、シリル化し、検液とする。別にグリセリン系エステルガムの場合はグリセリン、~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール系エステルガムの場合は~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール約 ~~0.05g~~50mgを量り、シリル化試液 1 ~~mL~~mLを加え、検液の~~場合調製~~と同様にシリル化し、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のシリル化グリセリン又はシリル化~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトールのピークの保持時間と一致する。ただし、溶媒由来のピークは除く。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充~~てん~~填剤

液相 担体に対して 5%~~の~~メチルシリコンポリマー

担体 149～177 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 2mm, 長さ 2m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 150℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 約 50~~mL~~mL/分

- (4) メタノール系エステルガムの場合 本品約 5 g を量り、100~~mL~~mL フラスコに入れ、水酸化カリウム・1-ヘキサノール溶液（1→10）40~~mL~~mLを加え、還流冷却器をつけて 2 時間還流する。減圧下（15kPa）分留し、50℃での留分をとる。この留分に 1-ヘキサノール 5 g を加えて、検液とする。別にメタノール・1-ヘキサノール溶液（1→10）を調製し、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のメタノールのピークの保持時間と一致する。ただし、溶媒由来のピークは除く。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充~~てん~~填剤

液相 担体に対して 5%~~の~~メチルシリコンポリマー

担体 149～177 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 2mm, 長さ 2m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 50℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 約 50~~mL~~mL/分

#### 純度試験 (1) 溶状 澄明

本品 10 g を量り、トルエン 10~~mL~~mLを加え、70～75℃に加温して溶かし、温時ろ過し、24 時間放置し、検液とする。

#### (2) 酸価 ~~8.0 以下~~

グリセリン系エステルガム 8.0 以下

~~ペンタエリスリトール~~ペンタエリトリトール系エステルガム 18.0 以下

メタノール系エステルガム 8.0 以下

本品約 3 g を精密に量り、トルエン/エタノール (95) 混液 (2 : 1) 50 mL を量って加えて溶かし、検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

~~(3) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

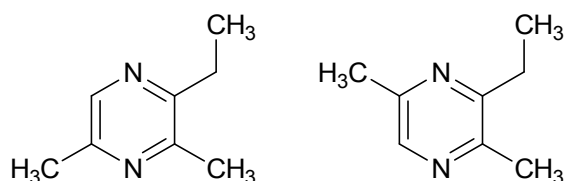
(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

強熱残分 0.10% 以下

### 2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物

2-Ethyl-3, (5 or 6)-dimethylpyrazine



C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>

分子量 ~~136.20~~ 136.19

Mixture of 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine and 2-ethyl-3,6-dimethylpyrazine [55031-15-7]

含量 本品は、2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物 (C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>) 95.0% 以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

#### 純度試験

~~(1) 屈折率~~  $n_D^{20} = 1.496 \sim 1.506$

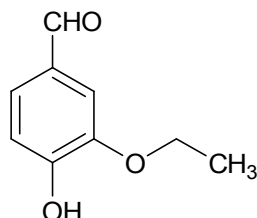
~~(2) 比重~~  $d_{20}^{20} = 0.950 \sim 0.980$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### エチルバニリン

Ethylvanillin

エチルワニリン



C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>

分子量 166.17

3-Ethoxy-4-hydroxybenzaldehyde [121-32-4]

**含量** 本品は、エチルバニリン (C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～淡黄色のりん片状の結晶又は結晶性の粉末で、バニラようのにおいと味がある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融点** 76～78℃

~~(1) 融点 76～78℃~~

~~(2) 溶状 澄明 (1.0 g, 60vol%エタノール10ml)~~

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0µg/g以下 (0.50 g, 第4法, 装置B)~~

~~乾燥減量 0.5%以下 (4時間)~~

~~強熱残分 0.05%以下~~

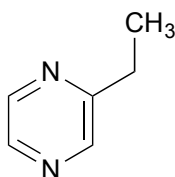
~~定量法 本品約1 gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸1 ml = 83.09mg C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 2-エチルピラジン

2-Ethylpyrazine



C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>

分子量 108.14

2-Ethylpyrazine [13925-00-3]

**含量** 本品は、2-エチルピラジン (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**純度試験**

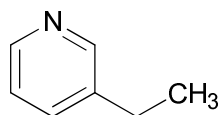
~~(1) 屈折率 n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1.493～1.508~~

~~(2) 比重 d<sub>25</sub><sup>25</sup> = 0.981～1.000~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 3-エチルピリジン (2013年8月6日告示)

3-Ethylpyridine



$C_7H_9N$

分子量 107.15

3-Ethylpyridine [536-78-7]

**含量** 本品は、3-エチルピリジン ( $C_7H_9N$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～褐色の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

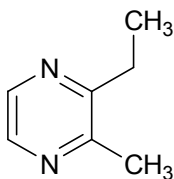
~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率**  $n_D^{20}=1.499\sim1.505$

~~(2)~~ **比重**  $d_{25}^{25}=0.937\sim0.943$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 2-エチル-3-メチルピラジン

2-Ethyl-3-methylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

2-Ethyl-3-methylpyrazine [15707-23-0]

**含量** 本品は、2-エチル-3-メチルピラジン ( $C_7H_{10}N_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～黄色の**澄明な**液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

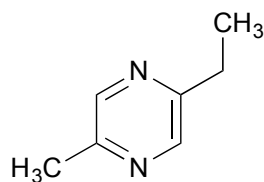
~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率**  $n_D^{20}=1.502\sim1.505$

~~(2)~~ **比重**  $d_{25}^{25}=0.978\sim0.988$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 2-エチル-5-メチルピラジン

2-Ethyl-5-methylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

2-Ethyl-5-methylpyrazine [13360-64-0]

**含量** 本品は、2-エチル-5-メチルピラジン ( $C_7H_{10}N_2$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

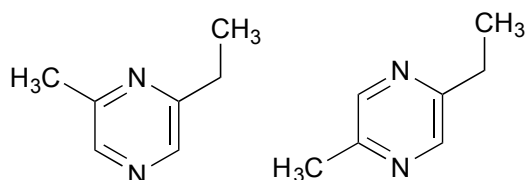
~~純度試験~~ (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.491 \sim 1.501$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25} = 0.960 \sim 0.970$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラムは、内径 0.25～0.53 mm、長さ 30～60m のケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25～1 μm の厚さで被覆したものを使用~~す~~用いる。

### 2-エチル-6-メチルピラジン (2012年12月28日告示)

2-Ethyl-6-methylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

Mixture of 2-ethyl-6-methylpyrazine and 2-ethyl-5-methylpyrazine [36731-41-6]

**定義** 本品は、2-エチル-6-メチルピラジン及び2-エチル-5-メチルピラジンの混合物である。

**含量** 本品は、2-エチル-6-メチルピラジン及び2-エチル-5-メチルピラジン ( $C_7H_{10}N_2$ ) の合計量として 95.0 %以上を含む。

**性状** 本品は、無～微黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

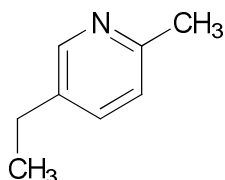
~~純度試験~~ (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.492 \sim 1.502$

~~(2)~~ 比重  $d_{25}^{25} = 0.960 \sim 0.973$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 5-エチル-2-メチルピリジン

5-Ethyl-2-methylpyridine



$C_8H_{11}N$

分子量 121.18

5-Ethyl-2-methylpyridine [104-90-5]

含量 本品は、5-エチル-2-メチルピリジン ( $C_8H_{11}N$ ) 96.5%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

#### 純度試験

~~(1)~~ 屈折率  $n_D^{20} = 1.495 \sim 1.502$

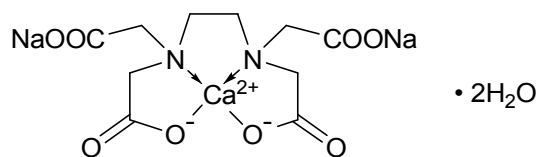
~~(2)~~ 比重  $d_{25}^{25} = 0.917 \sim 0.923$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム

Calcium Disodium Ethylenediaminetetraacetate

EDTAカルシウム二ナトリウム



$C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 \cdot 2H_2O$

分子量 410.30

Disodium (ethylenediaminetetraacetato) calciate(2-)dihydrate [62-33-9, 無水物]

含量 本品を無水物換算したものは、エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム ( $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8 = 374.27$ ) 97.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白~類白色の結晶性の粉末又は粒で、においがなく、わずかに塩味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→20)は、カルシウム塩(2)の反応及びナトリウム塩の反応を呈する。

- (2) 本品 ~~0.05g~~50mg を、あらかじめ水 5 ~~mL~~mL にチオシアン酸アンモニウム溶液 (2→25) 2 滴及び ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 2 滴を加えた液に入れて振り混ぜるとき、液の赤色は消える。

pH 6.5～8.0

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 15mL とした液について測定する。

~~純度試験 (1) 液性 pH6.5～8.0~~

~~本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 15mL とした液について測定する。~~

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(2)~~ (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) マグネシウム錯化物質 本品 1.0 g を量り、水 5 ~~mL~~mL を加えて溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 ~~mL~~mL を加え、0.1mol/L 酢酸マグネシウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴) とき、その消費量は、2.0 ~~mL~~mL 以下である。

水分 13.0%以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)

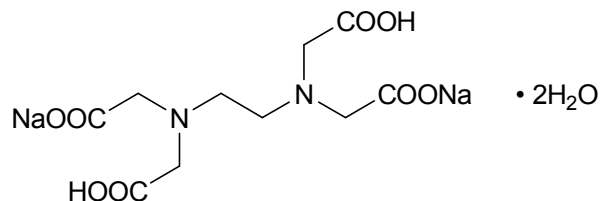
定量法 本品約 1 g を精密に量り、250 ~~mL~~mL のメスフラスコに入れ、水を加えて溶かして 250 ~~mL~~mL とする。この液 25 ~~mL~~mL を正確に量り、硝酸 (1→10) を用いて pH 約 2 に調整し、0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液で滴定する (指示薬 キシレノールオレンジ試液 3 滴)。終点は、液の色が赤色を呈するときとする。更に無水物換算を行う。

0.01mol/L 硝酸ビスマス溶液 1 ~~mL~~mL = 3.743mg C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

### エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム

Disodium Ethylenediaminetetraacetate

EDTA 二ナトリウム



C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> • 2 H<sub>2</sub>O

分子量 372.24

Disodium dihydrogen ethylenediaminetetraacetate dihydrate [6381-92-6]

含量 本品は、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> • 2 H<sub>2</sub>O) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白～類白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(2) 「エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム」の確認試験(2)を準用する。

pH 4.3～4.7

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 100mL とした液について測定する。



純度試験 (1) ~~液性 pH4.3~4.7~~

~~本品1.0gを量り、水を加えて溶かして100mlとした液について測定する。~~

(2) ~~重金属 Pbとして20µg/g以下~~

~~「エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

(1) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)~~(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下

~~「エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~ (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) シアン化物 CNとして1.0µg/g以下

本品1.0gを量り、丸底フラスコに入れ、水 100mLを加えて溶かし、リン酸 10mLを加えて蒸留する。受器にはあらかじめ水酸化ナトリウム溶液(1→50) 15mLを入れた100mLのメスシリンダーを用い、これに冷却器の先端を浸し、全量が100mLとなるまで蒸留し、検液試料液とする。検液試料液 20mLを量り、共栓試験管に入れ、フェノールフタレイン試液1滴を加え、酢酸(1→20)で中和し、リン酸緩衝液(pH6.8) 5mL及びクロラミンT-p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(1→500) 1mLを加えて直ちに栓をして穏やかに混和した後、2~3分間放置する。この液にピリジン・ピラゾロン試液 5mLを加えてよく混和し、20~30℃で50分間放置するとき、し、検液とする。検液の色は、比較液の色より濃くない。比較液の調製は、シアン標準液 1.0mLを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→50) 15mL及び水を加えて1,000mLとし、この液 20mLを量り、共栓試験管に入れ、以下検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

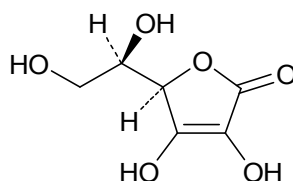
定量法 本品約0.4gを精密に量り、水 20mLを加えて溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7)~~アンモニウム緩衝液(pH10.7) 10mLを加え、0.05mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液2滴)。終点は、液の青色が赤色に変わるときとする。

0.05mol/L 塩化亜鉛溶液 1mL=18.61mg C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·2H<sub>2</sub>O

エリソルビン酸

Erythorbic Acid

イソアスコルビン酸



C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>

分子量 176.12

~~(5R)-3,4-Dihydroxy-5-[(1R)-1,2-dihydroxyethyl]furan-2(5H)-one~~

(5R)-5-[(1R)-1,2-Dihydroxyethyl]-3,4-dihydroxyfuran-2(5H)-one [89-65-6]

含量 本品を乾燥したものは、エリソルビン酸(C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品0.1gにメタリン酸溶液(1→50) 100mLを加えて溶かした液 5mLに液がわ

ずかに黄色を呈するまでヨウ素試液を滴加する。この液は、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→1,000) 1滴及びピロール1滴を加え、水浴中で50~60℃で5分間加温するとき、青~青緑色を呈する。  
(2) 本品の水溶液(1→100) 10 mLに過マンガン酸カリウム溶液(1→300) 1 mLを加えた液は、紅赤色を呈し、その色は直ちに消える。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -16.2 \sim -18.2^\circ$  (乾燥後, 1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10 mL)

融点 166~172℃ (分解)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -16.2 \sim -18.2^\circ$  (乾燥後, 1 g, 新たに煮沸し冷却した水, 10 mL)~~

~~(2) 融点 166~172℃ (分解)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20 µg/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(1) 鉛 Pbとして2 µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(4)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 3 µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 0.40%以下 (減圧, 3時間)

強熱残量分 0.30%以下

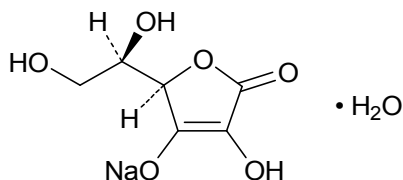
定量法 本品を乾燥し、その約0.4 gを精密に量り、メタリン酸溶液(1→50)を加えて溶かして正確に100 mLとし、この液50 mLを正確に量り、0.05 mol/Lヨウ素溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1 mL)。

0.05 mol/Lヨウ素溶液 1 mL = 8.806 mg C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>6</sub>

### エリソルビン酸ナトリウム

Sodium Erythorbate

イソアスコルビン酸ナトリウム



C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>NaO<sub>6</sub> · H<sub>2</sub>O

分子量 216.12

Monosodium (2R)-2-[(1R)-1,2-dihydroxyethyl]-4-hydroxy-5-oxo-2,5-dihydrofuran-3-olate monohydrate ~~[6381-77-7, 無水物]~~ [63524-04-9]

含量 本品を乾燥したものは、エリソルビン酸ナトリウム(C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>NaO<sub>6</sub> · H<sub>2</sub>O) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の結晶性の粉末, 粒又は細粒で、においがなく、わずかに塩味がある。

確認試験 (1) 「エリソルビン酸」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +95.5 \sim +98.0^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 10 mL)

pH 6.0~8.0 (1.0 g, 水 20 mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +95.5 \sim +98.0^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 10 mL)~~

~~(2)(1) 溶状~~ (1) 溶状 本品 1.0 g を量り、水 10 mL を加えて溶かした液は、澄明で、液の色は、比色標準

液Jより濃くない。

~~(3) 液性 pH6.0~8.0 (1.0g, 水20ml)~~

~~(4) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0ml, フレーム方式)

~~(5)~~(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0ml, 装置B)

乾燥減量 0.25%以下 (減圧, 24時間)

定量法 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, メタリン酸溶液(1→50)を加えて溶かし, 正確に250mLとし, この液50mLを正確に量り, 0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1mL)。

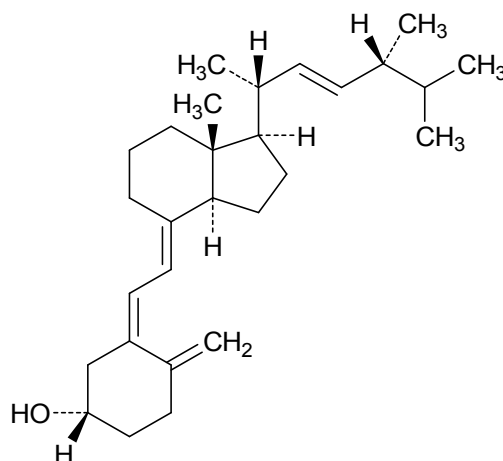
0.05mol/Lヨウ素溶液1mL=10.81mg C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>NaO<sub>6</sub>·H<sub>2</sub>O

### エルゴカルシフェロール

Ergocalciferol

ビタミンD<sub>2</sub>

カルシフェロール



C<sub>28</sub>H<sub>44</sub>O

分子量 396.65

(3S, 5Z, 7E, 22E)-9, 10-Secoergosta-5, 7, 10(19), 22-tetraen-3-ol [50-14-6]

性状 本品は, 白色の結晶で, においが無い。

確認試験 (1) 本品0.5mgにトルエン5mLを加えて溶かし, 無水酢酸0.3mL及び硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき, 液は, 赤色を呈し, 直ちに紫色, 青色を経て緑色に変わる。

(2) 本品0.05g50mgに無水ピリジンピリジン(無水)1mLを加えて溶かし, あらかじめ3, 5-ジニトロ塩化ベンズイル0.05g50mgを無水ピリジンピリジン(無水)1mLに溶かした液を加え, 還流冷却器を付け, 水浴上で10分間加熱した後, 室温まで冷却する。この液を分液漏斗に移し, 塩酸(1→10)15mL及びジエチルエーテル30mLを加えて振り混ぜ, 抽出する。ジエチルエーテル抽出液を塩酸(1→10)15mLずつで3回洗った後, 水30mLで洗い, 無水硫酸ナトリウム5gを加えて20分間放置した後, 脱脂綿を用いてろ過し, 少量のジエチルエーテルで洗い, ろ液及び洗液を合わせ, ジエチルエーテルを減圧留去する。残留物をアセトンから2回再結晶し,

デシケーター（減圧）で2時間乾燥するとき、その融点は、147～149℃である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (265nm) = 445～485

本品約 0.1 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かして正確に 200mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +102.0 \sim +107.0^\circ$  (0.3 g, エタノール (95), 20mL)

融点 115～118℃

~~純度試験 (1) 比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (265nm) = 445～485~~

~~本品約 0.1 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かして正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。~~

~~(2) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +102.0 \sim +107.0^\circ$  (0.3 g, エタノール, 20mL)~~

~~(3) 融点 115～118℃~~

~~(4) エルゴステロール 本品 ~~0.010g~~ 10mg を量り、90vol%エタノール 2 mL を加えて溶かし、あらかじめジギトニン ~~0.020g~~ 20mg を量り、90vol%エタノール 2 mL を加えて溶かした液を加えて 18 時間放置するとき、沈殿を生じない。~~

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換し、冷所に保存する。

## 塩化アンモニウム

Ammonium Chloride

NH<sub>4</sub>Cl

分子量 53.49

Ammonium chloride [12125-02-9]

含量 本品を乾燥したものは、塩化アンモニウム (NH<sub>4</sub>Cl) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末又は結晶塊で、塩味及び清涼味がある。

確認試験 本品は、アンモニウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (2.0 g, 水 20 mL)

~~(2) 重金属 Pb として 20μg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3μg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 2.0%以下 (4時間)

強熱残分 0.5%以下

定量法 本品を乾燥し、その約 3 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 10 mL を加え、あらかじめ 0.1mol/L 硫酸 40 mL を正確に量って入れた受器を接続した蒸留装置に直ちに連結し、加熱してアンモニアを硫酸中に留出させる。受器中の過量の硫酸を 0.2mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド試液 3 滴)。

0.1mol/L 硫酸 1 mL = 10.70mg NH<sub>4</sub>Cl

## 塩化カリウム

## Potassium Chloride

KC 1

分子量 74.55

Potassium chloride [7447-40-7]

**含量** 本品を乾燥したものは、塩化カリウム (KC 1) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の粉末で、においがなく、塩味がある。

**確認試験** 本品は、カリウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

**純度試験** (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 5.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき、液は、**紅赤色**を呈さない。更に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.30 mL を加えるとき、液は、**紅赤色**を呈する。

(2) 臭化物 Br として 0.13% 以下 本品 0.75 g を **正確に**量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 5 mL を量り、~~希フェノールレッド試液~~**フェノールレッド試液 (pH4.7)** 2 mL 及び~~タロラミン F~~**p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10,000)** 1 mL を加え、直ちに混和し、2 分間放置後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15 mL を加えて混和した後、水を加えて 10 mL とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110°C で 4 時間乾燥した後、その 2.979 g を **正確に**量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とし、更に、この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、**フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1 mL を加え**、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 590 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

(3) ヨウ化物 本品 5 g を量り、亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 0.15 mL、~~希硫酸~~**10% 硫酸試液** 1 mL、デンプン試液 25 mL 及び水 25 mL を用時混合したものを **滴下滴加**して湿らせる。5 分後、自然光下で観察するとき、青色を呈さない。

~~(4) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

**(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)**

**本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。**

(5) カルシウム又はマグネシウム 本品 0.20 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 2 mL、~~シュウ酸アンモニウム~~**シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→30)** 2 mL 及び~~リン酸三ナトリウム~~**リン酸水素二ナトリウム・12 水溶液 (1→8)** 2 mL を加え、5 分間放置するとき、液は、混濁しない。

(6) ナトリウム 本品 0.20 g を量り、水 100 mL を加えて溶かし、炎色反応の試験を行うとき、持続する黄色を呈さない。

(7) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~**3** µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, **標準色** **ヒ素標準液 3.0 mL**, 装置 B)

**乾燥減量** 1.0% 以下 (105°C, 2 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀溶液 50 mL を正確に量って振り混ぜながら加え、更に振り混ぜながら硝酸 3 mL 及びニトロベンゼン 5 mL を加えた後、激しく振り混ぜる。次に**硫酸第二鉄アンモニウム試液****硫酸アンモニウム鉄 (III)・硫酸試液** 2 mL を加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 7.455mg KC1

## 塩化カルシウム

Calcium Chloride

CaCl <sub>2</sub> · nH <sub>2</sub> O (n = 2, 1, 1/2, 1/3 又は 0)	分子量	2水和物	147.01
Calcium chloride dihydrate [10035-04-8]		無水物	110.98
Calcium chloride monohydrate			
Calcium chloride hemihydrate			
Calcium chloride 1/3 hydrate			
Calcium chloride [10043-52-4]			

**含量** 本品は、塩化カルシウム (CaCl<sub>2</sub>) 70.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶、粉末、片、粒又は塊で、においが無い。

**確認試験** 本品は、カルシウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁 (1.0g, 水 20 mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 1.0g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 2.0 mL を加えるとき、**紅赤**色を呈する。

(ii) 液が**紅赤**色ならば、その色は、0.02mol/L 塩酸 2.0 mL を加えるとき消える。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 5.0%以下

本品 1.0g を量り、水 50 mL を加えて溶かし、塩化アンモニウム 0.50g を混和し、1分間煮沸する。~~シユウ酸~~シユウ酸二水和物溶液 (3→50) 40 mL を速やかに加え、激しくかき混ぜて沈殿を生じさせ、直ちにメチルレッド試液 2 滴及びアンモニア試液を滴加して**微アルカリ性**と中和した後、冷却する。この液を 100 mL のメスシリンダーに移し、水を加えて 100 mL とし、4時間～1夜放置し、上澄液を乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 50 mL を量り、硫酸 0.5 mL を加え、蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その残留物の質量を量る。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50g, 第1法, **標準色** ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**定量法** 本品約 1.5g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

0.05mol/L ~~EDTA~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 5.549mg CaCl<sub>2</sub>

## 塩化第二鉄

Ferric Chloride

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量 ~~270.29~~270.30

Iron(III) chloride hexahydrate [10025-77-1]

**含量** 本品は、塩化第二鉄 ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 98.5~102.0%を含む。

**性状** 本品は、潮解性の黄褐色の結晶又は塊である。

**確認試験** 本品は、第二鉄塩鉄(III)塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→100) 10 mL を加え、加熱して溶かし、検液とする。

(2) 遊離酸 本品 2.0 g を量り、水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア水 (28) で湿したガラス棒を近づけるととき、発煙しない。

(3) 硝酸塩 本品 5.0 g を量り、水 25 mL を加えて溶かし、煮沸した後、アンモニア水 (28) 25 mL に加える。冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過し、試料液とする。試料液 5.0 mL を量り、水 5 mL、インジゴカルミン試液 0.1 mL 及び硫酸 10 mL を加えるとき、液は、5 分間以上持続する青色を呈する。

(4) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.019% 以下

(3) の試料液 20 mL を量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 3 mL を加え、水浴中で蒸発乾固し、更に白煙の発生がやむまで小火炎で加熱する。冷後、水 10 mL 及び塩酸 (1→4) 3 mL を加え、水浴中で蒸発乾固した後、塩酸 (1→4) 0.3 mL 及び水を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→2) 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸 (1→2) 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次に水層をジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、更に 20 mL で 1 回洗い、洗液を捨てる。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴中で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1→2) を滴加した後、酢酸 (1→20) 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(6) 亜鉛 Zn として 30 µg/g 以下

(3) の試料液 20 mL を量り、ネスラー管に入れ、塩酸で中和した後、水を加えて 30 mL とする。これに塩酸 (1→4) 3 mL 及び新たに調製した フェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液 (1→10) 0.2 mL を加えて検液とし、15 分間放置するとき、検液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液の調製は、亜鉛標準液 3.0 mL を量り、ネスラー管に

入れ、水を加えて 30~~mL~~とし、以下検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

(7) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ を量り、に 水 20~~mL~~ を加えて溶かした後、L (+) -アスコルビン酸 0.2 g を加えて溶かし、検液とする。ただし、アンモニア水で中和する操作は行わない。標準色は、ヒ素標準液 ~~2.0mL~~ に水 20~~mL~~ を加え、更に L (+) -アスコルビン酸 0.2 g を加えて溶かし、以下検液の場合と同様に操作して調製する。

(8) 遊離塩素 本品 2.0 g を量り、水 5 ~~mL~~ を加えて溶かした液を加熱し、ヨウ化亜鉛・デンプン試液に浸したろ紙を近づけると、青色を呈さない。

**定量法** 本品約 0.6 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水約 50~~mL~~ を加えて溶かし、塩酸 3 ~~mL~~ 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 27.03mg  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

### 塩化マグネシウム

Magnesium Chloride

$\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

分子量 203.30

Magnesium chloride hexahydrate [7791-18-6]

**含量** 本品は、塩化マグネシウム ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 95.0~103.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無~白色の結晶、粉末、片、粒又は塊である。

**確認試験** 本品は、マグネシウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 微濁 (1.0 g, 水 10~~mL~~)

~~(2) 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 亜鉛 Zn として 70 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下

本品 4.0 g を量り、水を加えて溶かし、40~~mL~~ とし、試料液とする。試料液 30~~mL~~ を量り、酢酸 5 滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20) 2 ~~mL~~ を加えて振り混ぜ、10 分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液 14~~mL~~ を量り、試料液 10~~mL~~ 及び水を加えて 30~~mL~~ とし、酢酸 5 滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20) 2 ~~mL~~ を加えて振り混ぜ、10 分間放置した液の濁度以下である。

~~(4) カルシウム 本品 0.50 g を量り、水を加えて溶かして 50~~mL~~ とし、この液 5~~mL~~ を量り、シュウ酸アンモニウム溶液 (1→25) 1~~mL~~ を加えて 5 分間放置した液は、わずかに微濁である。~~

カルシウム 0.5% 以下

定量法の A 液 50mL を正確に量り、L (+) -酒石酸溶液 (1→5) 0.6mL を加え、更に 2, 2



、2-ニトリロトリエタノール溶液（3→10）10mL、水酸化カリウム溶液（1→10）10mL を加え、5分間放置した後、マイクロビューレットを用いて 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 NN指示薬 0.1g）。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとする。次式によりカルシウムの量を求める。

カルシウム (Ca) の含量 (%) =

0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液の消費量 (mL) × 0.08016

試料の採取量 (g)

(5) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)  
**定量法** 本品約 0.3 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 100mL とし、A液とする。~~この~~  
A液 20mL を正確に量り、水 50mL 及び ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモ  
ニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリ  
ウム溶液 で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴)。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。次式により含量を求める。

塩化マグネシウム ( $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) の含量 (%)

0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 の消費量 (mL)

× 1.017

= ————— ~~(%)~~

試料の採取量 (g)

### 塩酸

Hydrochloric Acid

Hydrochloric acid [7647-01-0]

**含量** 本品は、表示量の 90~120% の塩化水素 ( $HCl=36.46$ ) を含む。

**性状** 本品は、無~淡黄色の液体で、刺激性のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) は、強酸性である。

(2) 本品は、塩化物の反応を呈する。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.48w/v% 以下

本品 1.0mL を量り、水を加えて 100mL とする。この液 5.0mL を量り、水 20mL を加え、アンモニア試液を加えて中和し、試料液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50mL を用いる。

~~(2) 重金属 Pb として 10 $\mu\text{g/ml}$  以下~~

~~本品 2.0mL を量り、水 20mL を加え、アンモニア試液を加えて中和する。更に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 1 $\mu\text{g/ml}$  以下 (4.0mL, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品を正確に量り、蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝

酸 (1→100) を加えて正確に 10mL とし、比較液とする。

(3) 鉄 Fe として 30µg/mL 以下 (1.0mL, 第 1 法, 比較液 鉄標準液 3.0mL)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.01.5µg/mL 以下 (1.0mL, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

強熱残分 0.02% 以下 (100 g)

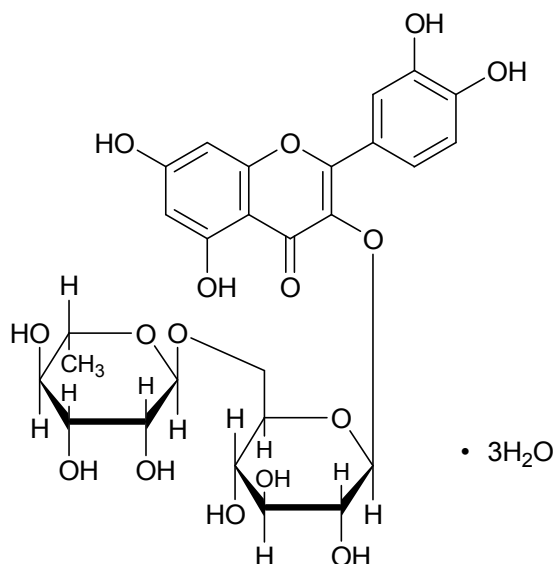
定量法 あらかじめ共栓フラスコに水 20mL を入れて質量を精密に量り、これに本品約 3mL を加えて再び質量を精密に量る。次に水 25mL を加え、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモチモールブルー試液 3～5 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1mL = 36.46mg HCl

### エンジュ抽出物

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract



C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>O<sub>16</sub> · 3 H<sub>2</sub>O

分子量 664.56

5,7-Dihydroxy-2-(3,4-dihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yl

α-L-rhamnopyranosyl-(1→6)-β-D-glucopyranoside trihydrate [153-18-4, ルチン無水物]

定義 本品は、ルチン (抽出物) のうちエンジュ (*Sophora japonica* Linné *Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ又は花より、水、エタノール又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分はルチンである。

含量 本品を乾燥したものは、ルチン (C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>O<sub>16</sub> = 610.52) 95.0～105.0% を含む。

性状 本品は淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.02g 20mg をエタノール (95) 10mL に溶かした液は、黄色を呈し、塩化鉄(III) 塩化鉄(III) 六水和物溶液 (1→50) 1～2 滴を加えるとき、液は、帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 0.02g 20mg をエタノール (95) 5mL に加温して溶かした液は、黄色を呈し、塩酸 2mL 及びマグネシウム末 マグネシウム粉末 0.05g 50mg を加えるとき、液は、徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 ~~0.01g~~10mg をエタノール (95) ~~100mL~~ に溶かした液は、波長 257nm 付近及び 361nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

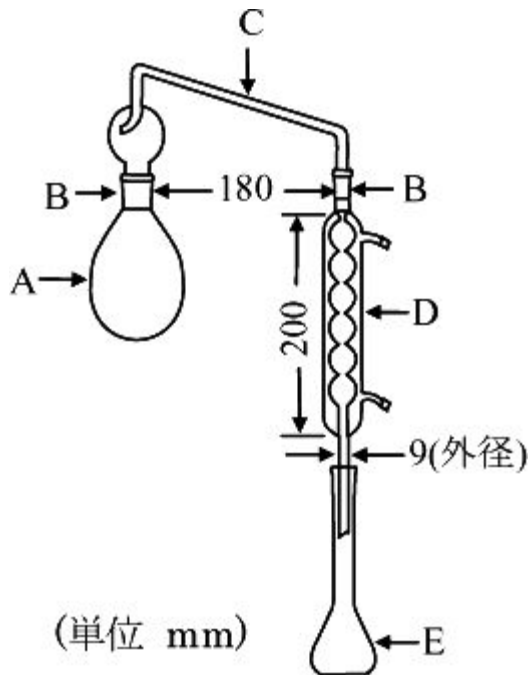
~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として ~~5.0~~2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ メタノール 0.015% 以下

(i) 装置

概略は次の図による。



A : ナス型フラスコ (200mL)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (50mL)

(ii) 操作法

本品約 5 g をナス型フラスコ A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準溶液 2 mL を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2 ~ 3 mL の留出速度で、留分が約 45 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、~~tert-ブタノールの水溶液~~ 2-メチル-2-プロパノール溶液 (1 → 1,000) とする。別にメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて 100 mL とする。この液 3 mL 及び内標準溶液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール のピーク面積に対するメタノールのピーク面積比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次

式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.15 \text{ (\%)} -$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

乾燥減量 9.0%以下 (135 $^{\circ}\text{C}$ , 2 時間)

強熱残分 0.30%以下 (550 $^{\circ}\text{C}$ , 4 時間)

定量法 本品及び定量用ルチンを 135 $^{\circ}\text{C}$  で 2 時間乾燥し, それぞれ約 ~~0.05g~~ 50mg ずつを精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に 50 ~~mL~~ mL とする。それぞれの液 5 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1) を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とし, 検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20  ~~$\mu\text{L}$~~   $\mu\text{L}$  ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のルチンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し, 次式により含量を求める。

$$\text{ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} -$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 5~10 $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

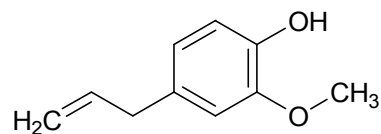
カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8~12 分になるように調整する。

オイゲノール

Eugenol



$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$

分子量 164.20

4-Allyl-2-methoxyphenol [97-53-0]

**含量** 本品は、オイゲノール (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>) 98.0~~vol~~%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄褐色の透明澄明な液体で、クローブようのにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.540\sim1.542$

**比重**  $d_{25}^{25}=1.062\sim1.068$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.539\sim1.542$~~

~~(2) 比重 1.065～1.071~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)~~

**定量法** 香料試験法中のフェノール類含量により定量する。~~ただし、30分間放置する代わりに30分間水浴中で加熱した後、室温まで放冷する。~~

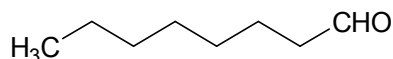
香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### オクタナール

Octanal

オクチルアルデヒド

カプリルアルデヒド



C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O

分子量 128.21

Octanal [124-13-0]

**含量** 本品は、オクタナール (C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O) 92.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.417\sim1.425$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.810\sim0.830$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.417\sim1.425$~~

~~(2) 比重 0.821～0.833~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)~~

~~(4) 酸価 10.0 以下 (香料試験法)~~

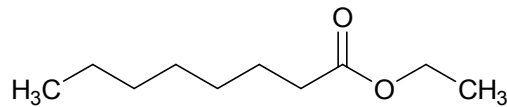
**定量法** 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第1法により定量する。~~ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=64.11mg C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### オクタン酸エチル

Ethyl Octanoate  
カプリル酸エチル



$C_{10}H_{20}O_2$

分子量 172.26

Ethyl octanoate [106-32-1]

**含量** 本品は、オクタン酸エチル ( $C_{10}H_{20}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、ブランデーよう  
のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペ  
クトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.417\sim 1.419$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.863\sim 0.866$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.417\sim 1.419$~~

~~(2) 比重  $0.867\sim 0.871$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール8.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0以下 (香料試験法)~~

**定量法** ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=86.13mg  $C_{10}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

オクテニルコハク酸デンプンナトリウム

Starch Sodium Octenyl Succinate

**定義** 本品は、デンプンを無水オクテニルコハク酸オクテニルコハク酸無水物でエステル化して  
得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) 残存オクテニルコハク酸 0.8%以下

本品約0.1gを精密に量り、メタノール20mLを加え、18時間以上振とうする。毎分約3000  
回転で5分間遠心分離し、上澄液10mLを正確に量り、減圧下、40℃で乾固し、水を加えて溶か  
し、正確に5mLとし、検液とする。別に、無水オクテニルコハク酸オクテニルコハク酸無水物  
約~~0.02g~~20mgを精密に量り、水酸化カリウム溶液(7→1250)10mLを加え、80℃で3時間加  
熱する。冷後、リン酸(1→200)8mLを加え、更に水を加えて正確に20mLとする。この液  
2mLを正確に量り、水を加えて20mLとする。この液1mL, 2mL, 5mL及び10mL  
を正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20μL  
ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。標準液のオクテニルコハク酸の二つ

のピークの面積を測定し、ピークの合計面積と標準液に含まれる無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物濃度から、無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物の検量線を作成する。検液のオクテニルコハク酸の二つのピークの合計面積を求め、検量線を用いて検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物としての濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を求める。次式により試料中の残存オクテニルコハク酸の含量を求める。

$$\frac{\text{検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \quad (\%)$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 205nm)

カラム充てん剤 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 リン酸 (1  $\rightarrow$  1,000) / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量 主ピークの保持時間が約9分になるように調整する。

#### (2) オクテニルコハク酸基 3.0%以下

本品約 0.02g (20mg) を精密に量り、水酸化カリウム溶液 (7  $\rightarrow$  1,250) 10 mL を加えて溶かし、密栓して 80°C で3時間加熱する。冷後、リン酸 (1  $\rightarrow$  200) 8 mL を加えて、更に水を加えて正確に 20 mL とし、検液とする。純度試験(1)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のオクテニルコハク酸の二つのピークの面積を測定し、その和から、純度試験(1)の検量線を用いて検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物としての濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を求める。次式により試料中の総オクテニルコハク酸の含量 (%) を求め、更に試料中のオクテニルコハク酸基の含量 (%) を求める。

$$\frac{\text{総オクテニルコハク酸 } (\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_4) \text{ の含量 } (\%) \times \text{検液中の無水オクタデシルコハク酸オクテニルコハク酸無水物濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL}) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 500} \quad (\%)$$

$$\text{オクテニルコハク酸基の含量 } (\%) = \text{総オクテニルコハク酸の含量} - \text{残存オクテニルコハク酸の含量 } (\%)$$

(3) 鉛 Pb として 2.0  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (5.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 120°C, 4時間)

$\gamma$ -オリザノール (新規)

$\gamma$ -Oryzanol

**定 義** 本品は、米ぬか又は胚芽油から得られた、ステロールとフェルラ酸及びトリテルペンアルコールとフェルラ酸の各エステルを主成分とするものである。

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、フェルラ酸エステルとして96.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白～帯黄白色の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品10mgに3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液10mLを加え、加温して溶かすとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品10mgを酢酸エチル2mLに溶かし、硫酸0.2mLを加えて振り混ぜるとき、液は黄～だいたい色を呈する。この液に無水酢酸1mLを加えるとき、液は、赤紫色から紫色を経て、徐々に緑色に変わる。

(3) 本品のヘプタン溶液(1→100000)は、波長229～233nm, 289～293nm及び313～317nmに極大吸収部がある。

(4) 本品60mgに酢酸エチルを加えて溶かし10mLとした液を検液とする。別にフェルラ酸シクロアルテニル15mgを量り、酢酸エチルを加えて溶かし50mLとした液を対照液とする。検液及び対照液5μLにつき、ヘキサン/酢酸エチル/酢酸混液(70:30:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。硫酸・エタノール(95)溶液(1→10)を噴霧し、110°Cで10分間加熱するとき、検液は、対照液のフェルラ酸シクロアルテニルと同位置に主スポットを認める。ただし、薄層板は、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして1.5μg/g以下(1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) 類縁物質 確認試験(4)において、検液及び対照液につき、薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液は、対照液のフェルラ酸シクロアルテニルと同位置以外にスポットを認めないか、又は他のスポットを認めても対照液のフェルラ酸シクロアルテニルのスポットより濃くない。

**乾燥減量** 0.5%以下(1g, 105°C, 3時間)

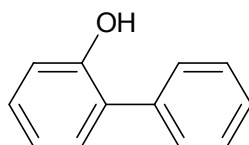
**強熱残分** 0.1%以下(1g, 600°C, 3時間)

**定 量 法** 本品約20mgを精密に量り、200mLの三角フラスコに入れ、ヘプタン約170mLを加えた後、三角フラスコの口を覆い、時々かくはんしながら70～80°Cの水浴中で30分間加温する。その後、20分間超音波処理を行って溶かし、20～30°Cに冷却した後、ヘプタンを加えて正確に200mLとする。続いてこの液10mLを正確に量り、ヘプタンを加えて正確に100mLとし、検液とする。検液につき、ヘプタンを対照として、波長315nm付近の吸収極大波長における吸光度Aを測定し、次式によりフェルラ酸エステルの含量を求める。ただし、吸光度の測定は、検液調製後15分以内に行う。

$$\text{フェルラ酸エステルの含量 (\%)} = \frac{A \times 20 \times 1000}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)} \times 359} \times 100$$

オルトフェニルフェノール  
o-Phenylphenol





C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 170.21

2-Phenylphenol [90-43-7]

含 量 本品は、オルトフェニルフェノール (C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色、淡黄色又は淡紅赤色の粉末、薄片又は塊で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 1 mL に ~~ホウ酸ナトリウム~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物 溶液 (1→500) 4 mL 及び 2, 6-ジクロロキノクロイミドの小結晶を加えて振り混ぜるとき、液は、青～青紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 1 mL に ~~ホルマリン~~ ホルムアルデヒド液・硫酸試液 1 mL を層積するとき、接界面は、紅赤色を呈する。

融 点 57～59℃

純度試験 ~~(1) 融点 57～59℃~~

~~(2) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (粉末 1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2) パラフェニルフェノール及びその他の有機性不純物 パラフェニルフェノール p-フェニルフェノール として 0.1% 以下~~

本品 1.0 g を量り、エタノール (95) 5 mL 及び ~~カフェイン~~ カフェイン・水和物・エタノール (95) 溶液 (1→1,000) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。別に ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール・エタノール (95) 溶液 (1→5,000) 5 mL を量り、~~カフェイン~~ カフェイン・水和物・エタノール (95) 溶液 (1→1,000) 5 mL を加えて比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール のピーク面積及び ~~オルトフェニルフェノール~~ o-フェニルフェノール のピーク位置とカフェインのピーク位置の間に現れるピークの面積の総和 (A) とカフェインのピーク面積 (A<sub>s</sub>) との比 A/A<sub>s</sub> は、比較液の ~~パラフェニルフェノール~~ p-フェニルフェノール のピーク面積 (A') とカフェインのピーク面積 (A'<sub>s</sub>) との比 A'/A'<sub>s</sub> を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充 ~~てん~~ 填剤

液相 担体に対して 3% のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

担体 177～250 µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3～4 mm, 長さ 1 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 195～250℃ の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 カフェインのピークが約 12 分後に現れるように調整する。

強熱残分 0.05% 以下 (5 g)

定 量 法 本品の粉末約 2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 25 mL を加え、必要が

あれば加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 500~~mL~~とし、検液とする。検液 25~~mL~~を正確に量り、ヨウ素~~ビンフラスコ~~に入れ、臭素酸カリウム溶液（1→350）30~~mL~~を正確に量って加え、更に臭化カリウム溶液（2→25）5~~mL~~及びメタノール 50~~mL~~を加えてよく振り混ぜる。次に塩酸（1→2）約 10~~mL~~を速やかに加え、直ちに栓をして軽く振り混ぜ、30 秒間反応させる。ヨウ素~~ビンフラスコ~~の上部にヨウ化カリウム試液 15~~mL~~を入れ、栓をゆるめて流し込み、栓及びフラスコの口を水でよく洗った後、よく振り混ぜて 5 分間放置する。遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 4~~mL~~）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

オルトフェニルフェノール（C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O）の含量（%）

$$4.255 \times (a - b) \\ = \frac{\quad}{\quad} \times 100 \text{ ~~(%)~~}$$

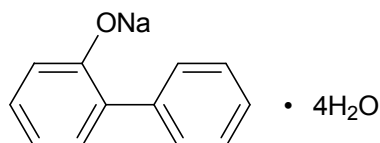
試料の採取量（g）× 5

ただし、a：空試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（~~mL~~）

b：本試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量（~~mL~~）

### オルトフェニルフェノールナトリウム

Sodium *o*-Phenylphenate



C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>NaO · 4 H<sub>2</sub>O

分子量 264.25

Monosodium 2-phenylphenolate tetrahydrate [132-27-4, 無水物]

**含 量** 本品を無水物換算したものは、オルトフェニルフェノールナトリウム（C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>NaO = 192.19）95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色又は淡~~紅赤~~～~~紅赤~~色の粉末、薄片又は塊で、特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 「オルトフェニルフェノール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**pH** 11.1～12.2 (1.0 g, 水 50mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH11.1～12.2 (1.0 g, 水 50ml)~~

~~(2)~~ (1) オルトフェニルフェノール 本品 1.0 g を量り、水 50~~mL~~を加えて溶かし、弱酸性になるまで塩酸（1→4）を加えた後、1 時間放置する。生じた沈殿をろ取し、少量の水で洗い、デシケーター（硫酸）で 24 時間乾燥するとき、その融点は、55～58℃である。

~~(2)~~ (2) 水酸化ナトリウム 1.0%以下

本品の粉末約 5 g を精密に量り、50vol%エタノール 50~~mL~~を加えて溶かし、1 mol/L 塩酸で滴定し（指示薬 プロモフェノールブルー試液 1~~mL~~），次式により含量を求める。

水酸化ナトリウム（NaOH）の含量（%）

$$1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (} \text{~~mL~~ \text{)} - (\text{試料の採取量 (g)}) \quad 0.04$$

$$= \frac{\quad}{0.264} \times \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100(\%)$$

~~(4) 重金属 Pbとして20µg/g以下(粉末1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(2.5g, 標準色 ヒ素標準液 15mL, 装置B)~~

本品の粉末 ~~5.0~~2.5 gを量り, ~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ, 硝酸 ~~20mL~~20mLを加え, 内容物が流動状となるまで弱く加熱する。冷後, 硫酸 ~~5mL~~5mLを加えて白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈するときは, 冷後, 硝酸 ~~5mL~~5mLを加えて加熱する。この操作を液が無〜淡黄色となるまで繰り返す。冷後, ~~シュウ酸アンモニウム~~シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→25) ~~15mL~~15mLを加え, 再び白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水を加えて ~~25mL~~25mLとし, この液 ~~5mL~~5mLを量り, 検液とする。~~装置Bを用いる。標準色は、別に、~~ヒ素標準液 ~~10mL~~10mLを~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ, 硝酸 ~~20mL~~20mL及び硫酸 ~~5mL~~5mLを加えて白煙が発生するまで加熱する。冷後, シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→25) ~~15mL~~15mLを加え, 再び白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水を加えて ~~25mL~~25mLとし, この液 ~~5mL~~5mLを量り, 以下検液の場合と同様に操作し, 標準色として調製する。

~~(6)(5) パラフェニルフェノール及びその他の有機性不純物 オルトフェニルフェノール~~o-フェニルフェノールに対し, ~~パラフェニルフェノール~~p-フェニルフェノールとして0.1%以下

本品2.0gを量り, 水 ~~100mL~~100mLを加えて溶かし, 弱酸性になるまで塩酸(1→4)を加えた後, 1時間放置する。生じた沈殿をろ取り, 少量の水で洗い, デシケーター(硫酸)で24時間乾燥する。この1.0gを量り, エタノール (95) ~~5mL~~5mL及び~~カフェイン~~カフェイン一水和物・エタノール (95) 溶液(1→1,000) ~~5mL~~5mLを加えて溶かし, これを検液とし, 以下「オルトフェニルフェノール」の純度試験 ~~(9)~~(2)を準用する。

**水分** 25.0~28.0% (0.1g, 容量滴定法, 直接滴定) ただし, 水分測定用メタノール ~~25mL~~25mLの代わりに水分測定用メタノール ~~20mL~~20mL及び酢酸 ~~10mL~~10mLを用いる。

**定量法** 本品の粉末約3gを精密に量り, 水酸化ナトリウム溶液(1→25)数滴及び水を加えて溶かし, 正確に ~~500mL~~500mLとする。これを検液とし, 以下「オルトフェニルフェノール」の定量法を準用する。

o-フェニルフェノールナトリウム~~オルトフェニルフェノールナトリウム~~ (C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>NaO) の含量 (%)

$$4.805 \times (a - b)$$

$$= \frac{\quad}{\quad} \times 100(\%)$$

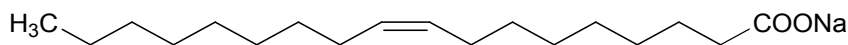
無水物換算した試料の採取量 (g) × 50

ただし, a : 空試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~mL)

b : 本試験における 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~mL)

### オレイン酸ナトリウム

Sodium Oleate



C<sub>18</sub>H<sub>33</sub>NaO<sub>2</sub>

分子量 304.44

Monosodium(9Z)-octadec-9-enoate [143-19-1]

**性状** 本品は、白～帯黄色の粉末又は淡褐色の粒若しくは塊で、特異なおいと味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液~~(2→50)~~ (2→25) 50~~mL~~mLにかき混ぜながら硫酸(1→20) 5~~mL~~mLを加え、あらかじめ水で潤したろ紙を用いてろ過する。残留物を、洗液がメチルオレンジ試液に対し酸性を示さなくなるまで水洗する。油状の残留物を乾燥ろ紙を用いてろ過し、その油液2～3滴を小試験管にとり、硫酸約1~~mL~~mLを層積するとき、その接界面に褐赤帯を生じる。また油液1～3滴をとり、酢酸(1→4) 3～4~~mL~~mLを加えて溶かし、これに~~三酸化クロム~~酸化クロム(VI)・酢酸溶液(1→10) 1滴を加え、更に振り混ぜながら硫酸10～30滴を加えるとき、暗紫色を呈する。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明(0.50 g, 水20~~mL~~mL)

(2) 遊離アルカリ 0.5%以下

本品を粉末とし、その約5 gを精密に量り、中和エタノールエタノール(中和) 100~~mL~~mLを加え、加熱して溶かす。不溶物を熱時ろ過し、約40℃の中和エタノールエタノール(中和)で洗液が無色となるまで洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、この液を0.05mol/L硫酸で滴定し、その消費量を~~a mL~~a mLとする。更に先の残留物を熱湯10~~mL~~mLずつで5回洗い、全洗液を合わせ、冷後、ブロモフェノールブルー試液3滴を加え、0.05mol/L硫酸で滴定し、その消費量を~~b mL~~b mLとする。次式によって遊離アルカリの量を求める。

遊離アルカリの含量(%) = ((0.0040 × a + 0.0053 × b) / 試料の採取量(g)) × 100~~(%)~~

~~(3) 重金属 Pbとして40µg/g以下(0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3µg/g以下(5.0 g, 標準色 ヒ素標準液 15mL, 装置B)

本品~~5.0 gを量り、~~に熱湯30~~mL~~mLを加え、よくかき混ぜて溶かす。これに硫酸(1→20) 6~~mL~~mLを滴加し、析出する脂肪酸をジエチルエーテルで抽出して除き、水を加えて50~~mL~~mLとする。この液5~~mL~~mLを量り、検液とする。~~装置Bを用いる。ただし、標準色は、別に、ヒ素標準液に10.0mLを量り、~~水30~~mL~~mL及び硫酸(1→20) 6~~mL~~mLを加え、水を加えて50~~mL~~mLとする。この液10.0~~mL~~mLを量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とするして調製する。

**強熱残分** 22.0～25.0%

### 貝殻焼成カルシウム

Calcinated Shell Calcium

**定義** 本品は、焼成カルシウムのうち、貝殻を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウムである。

**含量** 本品を強熱したものは、酸化カルシウム(CaO=56.08)として91.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～灰白色の塊、粒又は粉末である。

**確認試験** (1) 本品1 gに水5~~mL~~mLを加え懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品1 gに水20~~mL~~mL及び酢酸(1→3) 10~~mL~~mLを加えて溶かした後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品5.0 gを量り、水100~~mL~~mLを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5分間煮沸する。冷後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過~~し、~~する。ろ紙上の残留物を、

洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後洗い，ろ紙と共に徐々に加熱して炭化した後，450℃～550℃で3時間強熱し，残留物の質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品 1.0 g に少量の水を加えて破碎し，水 50 ~~mL~~ mL とよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の塩酸（1→4）を加えるとき，著しく泡立たない。

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~本品 2.0 g を量り，塩酸（1→4）20mL を加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 40mL を加えて溶かし，必要があればろ過し，酢酸（1→20）2mL 及び水を加えて 50mL とし，検液とする。比較液は，鉛標準液 2.0mL を量り，酢酸（1→20）2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下（2.0 g，第5法，比較液 鉛標準液 4.0mL，フレイム方式）

本品に塩酸（1→4）20mL を加えて，超音波処理した後，蒸発乾固する。残留物に水 20mL を加え，試料液とする。ただし，第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）の量を 50 mL に変更する。指示薬としてプロモチモールブルー試液 1 mL を用い，アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 （0.50 g，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置 B）

本品 ~~0.50 g を量り，~~塩酸（1→4）5 ~~mL~~ mL を加えて溶かし，検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**強熱減量** 10.0%以下（900℃，30分間）

**定量法** 本品を強熱し，その約 1.5 g を精密に量り，塩酸（1→4）30 ~~mL~~ mL を加え，加熱して溶かす。冷後，水を加えて正確に 250 ~~mL~~ mL とし，検液とする。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

0.05mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 2.804mg CaO

## カオリン

Kaolin

白陶土

**定義** 本品は，天然の含水ケイ酸アルミニウムを精製したものである。

**性状** 本品は，白～類白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 0.2 g に ~~無水~~炭酸ナトリウム及び ~~無水~~炭酸カリウムの等量混合物 1.5 g を混和し，白金製又はニッケル製のろつぼに入れ，完全に融解するまで加熱する。冷後，水 5 ~~mL~~ mL を加え，約 3分間放置した後，ろつぼの底を弱く加熱してはがれた融塊を水とともにビーカーに移し，泡が生じなくなるまで少量ずつ塩酸を加える。更にこの液に塩酸 10 ~~mL~~ mL を加え，水浴上で蒸発乾固する。これに水 200 ~~mL~~ mL を加えて煮沸し，ろ過する。ゲル状の残留物を白金皿に移し，フッ化水素酸 5 ~~mL~~ mL を加えるとき溶け，加熱するときほとんど蒸発する。

(2) (1)のろ液は，アルミニウム塩の反応を呈する。

(3) 本品 8 g に水 5 ~~mL~~ mL を加えてよく混和したものは，可塑性となる。

**pH** 6.0～8.0

本品 10.0 g を量り，水 100mL を加え，蒸発する水を補いながら，水浴上で時々振り混ぜて 2時間加熱する。冷後，直径 47mm のメンブランフィルター（孔径 0.45µm）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは，同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器

及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとし、検液とする。

**純度試験** ~~(1) 液性 pH6.0～8.0~~

~~本品10.0gを量り、水100mLを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて2時間加熱する。冷後、直径47mmのメンブレンフィルター(孔径0.45μm)を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとした液をA液とする。A液について測定する。~~

~~(2) (1) 水可溶物 0.30%以下~~

~~(1) pHのA液検液50mLを正確に量り、蒸発乾固し、残留物を105℃で2時間乾燥し、その質量を量る。~~

~~(2) (2) 硫酸可溶物 2.0%以下~~

~~本品1.0gを量り、硫酸(1→15)20mLを加え、15分間振り混ぜてろ過する。容器及びろ紙上の残留物を、少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて20mLとする。この液10mLを量り、蒸発乾固し、更に恒量になるまで550℃で強熱し、残留物の質量を量る。~~

~~(4) 重金属 Pbとして10μg/g以下~~

~~本品4.0gを量り、水70mLを加え、塩酸10mL及び硝酸5mLを加え、水浴上で15分間振り混ぜながら加熱し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとする。この液50mLを量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20)2mL及び水20mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(3) 鉛 Pbとして5μg/g以下(0.80g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(5) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

~~本品0.50gを量り、に水2.5mL及び硫酸0.5mLを加え、ホットプレート上で白煙を生じるまで加熱する。冷後、水を加えて5mLとし、検液とする。装置Bを用いる。~~

~~(6) (5) 異物 本品5gを量り、水300mLを加えてかき混ぜた後、30秒間放置する。微粒子を含んだ液の大部分を傾斜して捨て、器の底に残った部分を先を平らにしたガラス棒で圧するとき、砂石による音がしない。~~

**強熱減量** 15.0%以下(550℃, 恒量)

### カカオ色素(新規)

Cacao Color

ココア色素

**定義** 本品は、カカオ(*Theobroma cacao* L.)の種子(カカオ豆)を発酵後、焙焼したものより、アルカリ性水溶液で抽出し、中和して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価(E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>)は50以上で、その表示量の90～120%を含む。

**性状** 本品は、赤褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価50に換算して0.2 gに相当する量を量り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 100mLに溶かした液は、褐色を呈する。

(2) 本品の表示量から、色価50に換算して0.4 gに相当する量を量り、水100mLに溶かし、この溶液 5 mLに塩酸 2～3滴を加えて放置するとき、褐～暗褐色の沈殿を認める。

(3) (2)の溶液 5 mLに塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 2～3滴を加えるとき、液の色は直ちに暗褐色に変わる。更に30分以上放置し、毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、暗褐色の沈殿を認める。

(4) 本品の表示量から、色価50に換算して0.4 gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 100mLに溶かす。この液 5 mLに塩酸 (9→1000) 10mLを加え、更に塩化亜鉛試液 (pH3.0) 0.1 mLを加えてかくはん後、栓をして50℃で20分間加温する。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、黄褐～暗褐色の沈殿を認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置B)

(3) 水銀 Hgとして 1.0 µg/g 以下

本品 0.50 gを量り、硝酸 10 mL, 硫酸 5 mL, 過塩素酸 2.5 mLを加え、還流冷却器を付け、静かに加熱し、溶液が淡黄色になるまで分解する。放冷後、水を加えて正確に 100 mLとし、検液とする。別に水銀標準液 5 mLを正確に量り、硫酸 (1→2) 10 mLを加え、水を用いて正確に 100 mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液に塩化スズ (II)・硫酸試液 5 mLを加え、次の操作条件で、還元気化法の原子吸光度法による試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

**操作条件**

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7 nm

キャリアーガス 空気

(4) アセトン 30 µg/g 以下 (色価50に換算)

本品の表示量から、色価50に換算して1.00 gに相当する量を10 mLのメスフラスコに入れ、水を加えて溶かす。内標準液 2 mLを正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて10 mLとし、試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム (500 mg) にメタノール 4 mL, 続いて水10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に 1 mLの試料液を注入し、流出液を 5 mLのメスフラスコに入れる。次に、カラムに水を注ぎ、流出液の総量が 5 mLになるまでカカオ色素が溶出ししないような速さで流し、得られた流出液を検液とする。別にアセトン0.15 gを量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液 1 mLを正確に量り、水を加えて100 mLとする。更にこの液 2 mLを正確に量り、内標準液 2 mLを正確に加えた後、水を加えて正確に50 mLとし、比較液とする。ただし、エタノール (99.5) 2.5 gを量り、水を加えて100 mLとし、更にこの液 1 mLを量り、水を加えて100 mLとし、内標準液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のエタノールのピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比は、比較液のエタノールのピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比を超えない。

**操作条件**

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3~4 mm, 長さ2~3 mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近

キャリアーガス 窒素

流量 アセトンの保持時間が9~11分になるように調整する。

色価測定 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH7.0)

測定波長 波長 500nm

### 加工ユーケマ藻類

Semirefined Carrageenan

Processed Eucheuma Algae

Processed Red Algae

**定 義** 本品は、カラギナン（イバラノリ属（*Hypnea* 属）、キリンサイ属（*Eucheuma* 属）、ギンナンソウ属（*Iridaea* 属）、スギノリ属（*Gigartina* 属）又はツノマタ属（*Chondrus* 属）の藻類の全藻から得られた、 $\iota$ -カラギナン、 $\kappa$ -カラギナン及び $\lambda$ -カラギナンを主成分とするものをいう。）の一つである。

**性 状** 本品は、白~淡褐色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品 4 g を水 200  $\text{mL}$  に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80℃ に保ち、均一な粘稠液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、粘稠な溶液又はゲルになる。  
(2) 本品 0.1 g を水 20  $\text{mL}$  に加え、塩酸（1→5）5  $\text{mL}$  を加えて 5 分間煮沸し、必要があれば沈殿を除き、この液に塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液（3→25）3  $\text{mL}$  を加えるとき、白濁又は白色の結晶性の沈殿を生じる。

**純度試験—(1) 粘 度** 5.0  $\text{mPa} \cdot \text{s}$  以上

乾燥物換算した本品 7.5 g を水 450  $\text{mL}$  に加え、10~20 分間かくはんして分散させる。更に水を加えて内容物を 500 g とし、連続的にかくはんしながら水浴中で 80℃ まで加熱する。水を加えて蒸発水分を補正した内容物の 75℃ における粘度を、粘度測定法の第 2 法により求める。ただし、あらかじめ約 75℃ まで加熱したローター 1 号及びアダプターを粘度計に装着し、所定の位置までローターを沈め、1 分間当たり 30 回転で測定を開始し、6 回転（12 秒）後の値を読み取る。粘度が低すぎるときには、低粘度用アダプターを用い、粘度が高すぎるときにはローター 2 号を用いる。

**純度試験 (1) (2)** カルシウム  $\text{Ca}$  として 1.5% 以下

本品を乾燥し、その約 10 g を精密に量り、ろつぽに入れ、穏やかに加熱し炭化させた後、400~500℃ で約 5 時間加熱し灰化する。灰化物に水 10  $\text{mL}$  及び  $1 \text{ mol/L}$  硝酸試液（ $1 \text{ mol/L}$ ）5  $\text{mL}$  を加え、3 分間煮沸する。これをろ過し、水を用いて正確に 50  $\text{mL}$  とする。この液 1  $\text{mL}$



を正確に量り、~~1mol/L~~硝酸試液(1mol/L) 1 mLを加え、水を用いて正確に100 mLとし、検液とする。別に炭酸カルシウムを180℃で1時間乾燥し、この2.497 gを正確に量り、塩酸(1→4) 20 mLを加えて溶かし、水を加えて正確に1,000 mLとする。この液の適量を正確に量り、~~1mol/L~~硝酸試液(1mol/L) 1 mLを加えて1 mL中にカルシウム(Ca=40.08) 1~3 μgを含むように正確に薄め、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のカルシウム量を求める。

操作条件

光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ

分析線波長 422.7nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

### (3)(2) ナトリウム 1.0%以下

本品を乾燥し、その約1 gを精密に量り、ろつぼに入れ、穏やかに加熱し炭化させた後、400~500℃で約5時間加熱し灰化する。灰化物に~~3mol/L~~塩酸試液(3mol/L) 5 mLを加えて分散させ、3分間煮沸する。これを下に50 mLのメスフラスコを受器をおき、底にガラス繊維ガラスウールを入れた内径12mm、高さ70mmのクロマトグラフ管に~~3mol/L~~塩酸試液(3mol/L)少量を用いて完全に洗いこむ。更に~~3mol/L~~塩酸試液(3mol/L)を用いて液量が約45 mLとなるまで溶出する。次に水を加えて正確に50 mLとする。この液2 mLを正確に量り、~~0.02mol/L~~塩酸試液(0.02mol/L)を加えて正確に500 mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥し、この0.2542 gを正確に量り、~~0.02mol/L~~塩酸試液(0.02mol/L)に溶かし、正確に1,000 mLとする。この液の適量を正確に量り、~~0.02mol/L~~塩酸試液(0.02mol/L)を加えて1 mL中にナトリウム(Na=22.99) 1~3 μgを含むように正確に薄め、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のナトリウム量を求める。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

### (4)(3) 硫酸基 15~40% (乾燥物換算)

本品約1 gを精密に量り、100 mLのケルダールフラスコに入れる。塩酸(1→10) 50 mLを加えて還流冷却管を付け、1時間煮沸する。10vol%過酸化水素溶液25 mLを加え、更に5時間煮沸する。必要があれば分離液をろ過し、ろ液を500 mLのビーカーに移し、煮沸しながら塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液(3→25) 10 mLを徐々に加える。水浴中で2時間加熱し、冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温水で洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙とともに乾燥し、磁製のろつぼに入れ、内容物が白く灰化するまで焼いた後、硫酸バリウムとして秤量し、次式により硫酸基(SO<sub>4</sub>)の含量を求め、乾燥物換算する。

硫酸バリウムの量(g) × 0.4116

硫酸基(SO<sub>4</sub>)の含量(%) =  $\frac{\text{硫酸バリウムの量(g)} \times 0.4116}{\text{乾燥物の量(g)}} \times 100$  (%)

試料の採取量 (g)

~~(5)~~(4) 酸不溶物 8～18%

本品約 2 g を精密に量り, 水 150 mL 及び硫酸 1.5 mL を入れた 300 mL のビーカーに加える。このビーカーを時計皿で ~~おおい~~覆い, 水浴中で 6 時間加熱する。時々ガラスかくはん棒を用いてビーカーの内壁に付いたものをすり落としながら水で洗い流し, 蒸発によって失われた水の量を補正する。あらかじめ 105°C で 3 時間乾燥したクロマトグラフィー用ケイソウ土約 0.5 g を精密に量り, 試料液に加えて十分かくはんする。あらかじめ 105°C で 3 時間乾燥したガラスろ過器 (1 G 3) の質量を測定した後, このガラスろ過器を用いて, 吸引ろ過し, 残留物を温水でガラスろ過器に洗い込む。残留物を集めたガラスろ過器を 105°C で 3 時間乾燥後, デシケーター中で放冷し, 総質量を量り, 次式により酸不溶物の含量を求める。

総質量 (g) - (クロマトグラフィー用ケイソウ土の質量 (g) + ガラスろ過器の質量 (g))

$$\text{酸不溶物の含量 (\%)} = \frac{\text{総質量 (g) - (クロマトグラフィー用ケイソウ土の質量 (g) + ガラスろ過器の質量 (g))}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

試料の採取量 (g)

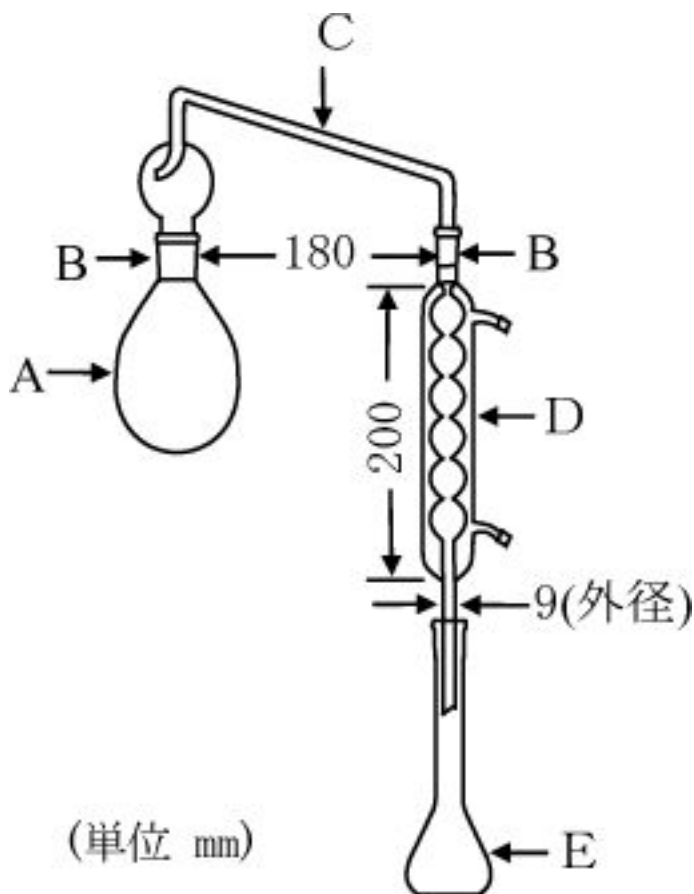
~~(6) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(7)~~(5) 鉛 Pb として ~~5.0~~5 µg/g 以下 (~~2.00~~0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(8)~~(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(9)~~(7) 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10% 以下

(i) 装置 概略は次の図による。



(単位 mm)

- A : ナス型フラスコ (300 mL)
- B : すり合わせ連結部
- C : しぶき止め付き蒸留管
- D : 冷却器
- E : メスフラスコ (100 mL)

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準溶液 4 mL を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2 ~ 3 mL の留出速度で、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準溶液は ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール 溶液 (1 → 1,000) とする。別に 2-プロパノール及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL 及び内標準溶液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール のピーク面積に対する 2-プロパノール及びメタノールのピーク面積比  $Q_{T1}$ 、 $Q_{T2}$  及び  $Q_{S1}$ 、 $Q_{S2}$  を求め、以下の式により、2-プロパノール及びメタノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量} = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{---}} \times \frac{Q_{T1}}{\text{---}} \times 0.4 (\%)$$

試料の採取量 (g)

$Q_{S1}$

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 0.4 (\%)$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分, 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 12.0% 以下 (105 $^{\circ}\text{C}$ , 4 時間)

灰分 15.0~35.0% (乾燥物換算)

酸不溶性灰分 2.0% 以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき, 本品 1 g につき, 細菌数は 10,000 以下, 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験及び真菌数試験は, 本品 10 g をリン酸緩衝液, 0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は, 本品 10 g をリン酸緩衝液, 0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させ, この液 20 mL をラウリル硫酸ブイオン培地 200 mL と混合し, 35 $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$  で 48 $\pm$ 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は, 本品 25 g を乳糖ブイオン培地 475 mL と混合して均一に分散させ, 35 $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$  で 24 $\pm$ 2 時間培養したものを前培養液とする。

## 過酸化水素

Hydrogen Peroxide

Hydrogen peroxide [7722-84-1]

含量 本品は, 過酸化水素 ( $\text{H}_2\text{O}_2=34.01$ ) 35.0~36.0% を含む。

性状 本品は, 無色澄明な液体で, においがなく又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 $\rightarrow$ 10) 1 mL に硫酸 (1 $\rightarrow$ 20) 5 mL 及び過マンガン酸カリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 300) 1 mL を加えるとき, 泡立ち, 液の色は, 消える。

(2) 本品は, 過酸化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 3 mL を正確に量り, 新たに煮沸し冷却した水 50 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加え, 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定するとき, その消費量は, 1.0 mL 以下である。

(2) リン酸塩  $\text{PO}_4$  として 62.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$  以下

本品 8 mL を正確に量り、水 10 mL 及び塩酸 3 mL を加えて水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固する。残留物に温湯約 30 mL を加えて溶かし、冷後、更に水を加えて 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、ネスラー管に入れ、検液とし、硫酸（1→6）4 mL 及びモリブデン酸アンモニウム七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（1→20）1 mL を加えてよく振り混ぜ、3 分間放置する。更に 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、60℃の水浴中で 10 分間加温した後、流水で冷却するとき、検液の呈する青色は、比較液の呈する色より濃くない。比較液は、リン酸塩標準液 5.0 mL を量り、ネスラー管に入れ、検液の場合と同様に操作して調製する液を用いる。

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/ml 以下~~

~~本品 2ml を正確に量り、水 10ml を加え、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で泡立ちがやむまで穏やかに加温した後、酢酸（1→20）2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸（1→20）2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(3) 鉛 Pb として 4 µg/mL 以下 (1.0mL, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に水 10mL を加え、穏やかに加温した後、塩酸を約 1/4 容加えて蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→100）を加え、5 分間加温する。冷後、更に硝酸（1→100）を加えて正確に 10mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて正確に 10mL とし、比較液とする。

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/mL 以下 (0.50mL, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 0.5ml を正確に量り、~~に~~水を加えて 10 mL とし、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固した後、残留物に少量の水を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

(5) 蒸発残留物 0.030% 以下

本品 10 mL を量り、水約 20 mL を加え、これを少量ずつ白金製のるつぼに入れ、水浴上で徐々に加熱して蒸発乾固し、残留物を 105℃で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 250 mL とし、この液 25 mL を正確に量り、硫酸（1→20）10 mL を加え、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 1.701 mg H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

## カゼイン

Casein

**含量** 本品を乾燥したものは、窒素（N=14.01）13.8～16.0%を含む。

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

**確認試験** (1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液（1→10）10 mL を加えて溶かし、酢酸（1→3）8 mL を加えるとき、白色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液（1→10）10 mL を加えて溶かし、硫酸銅（II）五水和物溶液（1→8）1 滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は、紫色を呈する。

(3) 本品 0.1 g を 450～550℃で強熱するとき、発煙し、特異なにおいを発生する。煙が発生しなくなった後、加熱をやめ、冷後、黒色の残留物に硝酸（1→10）5 mL を加え、加温して溶かした

後、ろ過する。ろ液にモリブデン酸アンモニウム試液  $1\text{ mL}$  を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

pH 3.7~6.5

本品  $1.0\text{ g}$  を量り、水  $50\text{ mL}$  を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、微濁

本品を減圧デシケーターで4時間乾燥した後、微細な粉末とし、その  $0.1\text{ g}$  を量り、水  $30\text{ mL}$  を加えて振り混ぜ、約10分間放置し、水酸化ナトリウム溶液(1→250)  $2\text{ mL}$  を加え、~~ときどき時々~~振り動かしながら  $60^\circ\text{C}$  で1時間加温して溶かし、冷後、水を加えて  $100\text{ mL}$  とし、検液とする。

~~(2) 液性 pH3.7~6.5~~

~~本品  $1.0\text{ g}$  を量り、水  $50\text{ mL}$  を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして  $20\mu\text{g/g}$  以下 ( $1.0\text{ g}$ , 第2法, 比較液 鉛標準液  $2.0\text{ mL}$ )~~

(2) 鉛 Pbとして  $2\mu\text{g/g}$  以下 ( $2.0\text{ g}$ , 第1法, 比較液 鉛標準液  $4.0\text{ mL}$ , フレーム方式)

~~(4)~~(3) 水可溶物 1.0%以下

本品  $1.5\text{ g}$  を量り、水  $30\text{ mL}$  を加え、10分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液  $20\text{ mL}$  を量り、水浴上で蒸発乾固し、 $100^\circ\text{C}$  で恒量になるまで乾燥し、質量を量る。

~~(5)~~(4) 脂肪 1.52.0%以下

~~あらかじめフラスコを  $100^\circ\text{C}$  で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。次に本品約  $2.5\text{ g}$  を精密に量り、別の容器に入れ、塩酸(2→3)  $15\text{ mL}$  を加え、直火で穏やかに加熱して溶かした後、水浴中で20分間加熱する。冷後、エタノール  $10\text{ mL}$  を加え、リョーリッヒ管に移し、ジエチルエーテル  $25\text{ mL}$  を加え、1分間激しく振り混ぜる。次に石油エーテル  $25\text{ mL}$  を加え、30秒間激しく振り混ぜた後、放置する。側枝管Aよりとった上層液をろ紙を用いてろ過し、ろ液を先のフラスコに入れる。更にジエチルエーテル  $15\text{ mL}$  及び石油エーテル  $15\text{ mL}$  ずつを用いて同様の操作を2回繰り返す。上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上でジエチルエーテル及び石油エーテルを留去し、残留物を  $98\sim 100^\circ\text{C}$  で4時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。~~

あらかじめフラスコを  $102\pm 2^\circ\text{C}$  で1時間乾燥し、デシケーター中で1時間放冷した後、質量を精密に量る。次に、本品約  $2.5\text{ g}$  を精密に量り、塩酸(3→4) 約  $10\text{ mL}$  でマジョニア管に洗い込む。マジョニア管にガラス栓をして水浴中で穏やかに振り混ぜて溶かした後、更に20分間水浴中で加熱する。冷後、エタノール(95)  $10\text{ mL}$  を加えて穏やかに混合し、次にジエチルエーテル  $25\text{ mL}$  を加え、1分間激しく振とうする。次に石油エーテル  $25\text{ mL}$  を加え、30秒間激しく振とうした後、30分間以上放置、又はマジョニア管の外周部が  $70\times\text{g}$  になる回転数で5分間遠心分離し、上層液を先のフラスコにとる。更にジエチルエーテル  $15\text{ mL}$  及び石油エーテル  $15\text{ mL}$  を用いて同様の抽出操作を繰り返す。上層液を少量の硫酸ナトリウムをのせたろ紙(5種A)を用いてろ過し、ろ液を先のフラスコに合わせる。漏斗内のろ紙と硫酸ナトリウムを少量のジエチルエーテル/石油エーテル混液(1:1)で洗い、洗液を先のフラスコに合わせる。マジョニア管のガラス栓をはずした際とマジョニア管から抽出液をフラスコに移した際には、抽出液と接触したガラス栓、マジョニア管口、フラスコ口及び漏斗を少量のジエチルエーテル/石油エーテル混液(1:1)で洗い、洗液を合わせる。フラスコ内の溶媒を減圧留去した後、残留物を  $102\pm 2^\circ\text{C}$  で1時間乾燥し、デシケーター中で1時間放冷し、質量を精密に量る。乾燥・放冷・質量測定を、前回の秤量値か

らの変化が1 mg 以下の減少であるか増加するまで行い、その際の最小値を用いる。

乾燥減量 12.0%以下 (100°C, 3時間)

強熱残分 2.5%以下 (乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15 gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。  
0.05mol/L 硫酸 1 ~~mL~~mL=1.401mg N

### カゼインナトリウム

Sodium Caseinate

[9005-46-3]

含量 本品を乾燥したものは、窒素 (N=14.01) 14.5~15.8%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末、粒又は片で、においや味がないか又はわずかに特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 「カゼイン」の確認試験(1)、(2)及び(3)を準用する。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 6.0~7.5 (1.0 g, 水 50mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁

「カゼイン」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 液性 pH6.0~7.5 (1.0 g, 水 50mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.01.5µg/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(5)(4)~~ (4) 脂肪 1.52.0%以下

「カゼイン」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

乾燥減量 15.0%以下 (100°C, 3時間)

強熱残分 6.0%以下 (乾燥物)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15 gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量する。  
0.05mol/L 硫酸 1 ~~mL~~mL=1.401mg N

### カタラーゼ

Catalase

定義 本品は、ブタの肝臓、又は糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus foetidus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus phoenicis*, *Penicillium amagasakiense*に限る。), 酵母 (*Saccharomyces*属に限る。) 若しくは細菌 (*Micrococcus luteus*, *Micrococcus lysodeikticus*に限る。) の培養物より得られた、過酸化水素を分解する酸化還元酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色若しくは無~暗緑色の液体

で、おおいがないか又は特異なおおいがある。

**確認試験** 本品は、カタラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1 $\rightarrow$ 100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**カタラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品1.0gを量り、水又はpH7.0のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

過酸化水素0.135mLを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

分光光度計の恒温セルホルダーを25 $^{\circ}$ C、測定波長を240nmに設定する。石英セル(層長10mm)に、基質溶液2.9mLを量り、25 $^{\circ}$ Cで5分間放置した後、試料液0.1mLを加えて混和する。反応を開始する。試料液添加直後及び1分後の波長240nmにおける吸光度を測定するとき、試料液添加直後の吸光度は1分後の吸光度より大きい。

#### 第2法

本品1.0gを量り、水、冷水又はリン酸ナトリウム緩衝液(0.01mol/L, pH7.0, エチレングリコール含有)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水、冷水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

過酸化水素1.25mLを量り、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)を加えて混和し100mLとする。この液10mLを量り、pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

30 $^{\circ}$ Cで5分間加温した試料液1mLにあらかじめ30 $^{\circ}$ Cで加温した基質溶液5mLを加えて混和し、5分間放置した後、硫酸試液(0.5mol/L) 2mLを激しく振り混ぜながら加え、検液とする。別に試料液1mLに硫酸試液(0.5mol/L) 2mLを加えて混和した後、基質溶液5mLを加え、比較液とする。検液及び比較液にヨウ化カリウム試液(1 $\rightarrow$ 10) 1mL及び七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(1 $\rightarrow$ 100) 1滴をそれぞれ加え、0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定(指示薬 溶性デンプン試液5滴)するとき、検液の0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。終点は、青色が消えるときとする。

### 活性炭

Active Carbon



**性 状** 本品は、黒色の粉末、粒又は繊維状の物質で、におい及び味がない。

**確認試験** (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し、その約 0.1 g を量り、~~希メチレンブルー試液~~ 0.001 w/v %メチレンブルー試液 10 mL 及び塩酸 (1 → 4) 2 滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し、その約 0.5 g を量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

**純度試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒又は繊維状の物質の場合はよく粉砕し、110～120℃で 3 時間乾燥した後、その 4.0 g を量り、硝酸 (1 → 100) 0.1 mL を加えた水 180 mL を加え、わずかに沸騰が持続する程度に約 10 分間加熱する。冷後、水を加えて 200 mL とし、乾いた定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過する。初めのろ液約 30 mL を捨て、残りのろ液を A 液として次の (1)～(3)、(5) の試験を行う。

(1) 塩化物 Cl として 0.53% 以下

A 液 1.0 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を用いる。

(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.48% 以下

A 液 2.5 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を用いる。

(3) 亜鉛 Zn として 0.10% 以下

A 液 2.0 mL を量り、硝酸 (1 → 100) 0.1 mL を加えた水で 200 mL とし、検液とする。別に亜鉛標準液 4.0 mL を量り、硝酸 (1 → 100) 0.1 mL を加えた水で 200 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 亜鉛中空陰極ランプ

分析線波長 213.9 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン又は水素

(4) 鉛 Pb として ~~10~~ 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~A 液 50 mL を量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸 (1 → 150) 10 mL を加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 mL に硝酸 (1 → 150) を加えて 10 mL とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

本品に塩酸 (1 → 4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

A 液 25 mL を量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。 ~~第 2 法, 装置 B を用いる。~~

## 活性白土

Activated Acid Clay

**定義** 本品は、酸性白土を硫酸処理して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

**性状** 本品は、類白～灰色の粉末又は粒状である。

**確認試験** 本品 1.0 g に無水炭酸ナトリウム 3.0 g 及びホウ酸 0.4 g を混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸 10 mL を加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

**pH** 2.0～6.0

本品 10.0 g を量り、水 100 mL を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 2 時間加熱し、冷後、直径 47 mm のメンブランフィルター（孔径 0.45 μm）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、検液とする。

**純度試験** ~~(1) 液性 pH 2.0～6.0~~

~~本品 10.0 g を量り、水 100 mL を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 2 時間加熱し、冷後、直径 47 mm のメンブランフィルター（孔径 0.45 μm）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、検液とする。~~

~~(2) (1) 水可溶物 1.6%以下~~

~~(1) の pH の検液 50 mL を正確に量り、蒸発乾固し、残留物を 110℃で 2 時間乾燥し、その質量を量る。~~

~~(3) (2) 鉛 Pb として 40 μg/g 以下 (0.10 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→25) 20 mL 及び水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、30 分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、A 液とする。A 液 25 mL を量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸 (1→10) を加えて溶かして 20 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 mL に塩酸 (1→10) を加えて 20 mL とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

~~本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。~~

~~(4) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 μg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~本品に塩酸 (1→25) 20 mL 及び水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、30 分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、(3) の A この液 50 mL を量り、水浴上で蒸発して 5 mL とし、検液とする。装置 B を用いる。~~

**強熱減量** 35.0%以下 (110℃, 3 時間, 次に 550℃, 3 時間)

ガティガム

Gum Ghatti

**定 義** 本品は、ガティノキ (~~Anogeissus latifolia Wallich~~Anogeissus latifolia (Roxb. ex DC.) Wall. ex Bedd.) の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

**性 状** 本品は、灰～帯赤灰色の粉末若しくは粒又は淡～暗褐色の塊で、ほとんどにおいが無い。

**確認試験** (1) 本品 1 g に水 5 ~~mL~~ を加えるとき、粘稠な液体となる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ に ~~薄めた塩基性酢酸鉛試液~~ 酢酸鉛 (II) 試液 (塩基性) (1→5) 0.2 ~~mL~~ を 滴下 したとき、沈殿は生じないか又はごくわずかの沈殿を生じるが、これにアンモニア試液 0.5 ~~mL~~ を加えると、乳白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→50) をクロマトグラフィー用ケイソウ土でろ過した溶液は、左旋性を示す。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~10~~ 2 µg/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(2)~~ (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 14.0% 以下 (105°C, 5 時間)

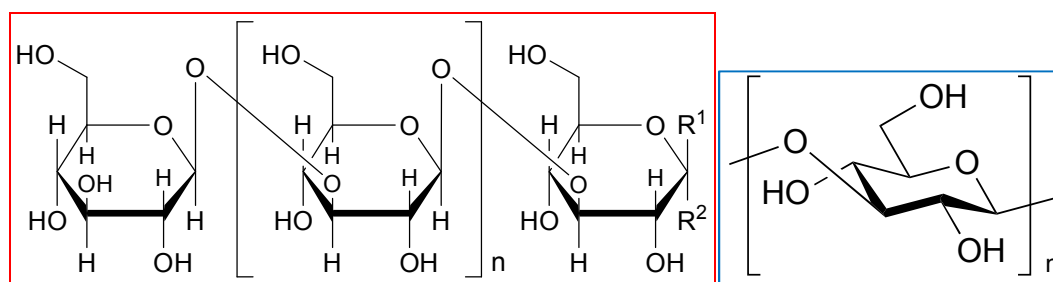
**灰 分** 6.0% 以下

**酸不溶性灰分** 1.0% 以下

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下~~ 生菌数は 10000 以下, 真菌数は 1000 以下 である。また、大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第 1 法により調製する。

### カードラン

Curdlan



(3→1)-β-D-Glucopyranan [54724-00-4]

**定 義** 本品は、アグロバクテリウム属細菌 (Agrobacterium biovar 1 に限る。) 又はリゾビウム属細菌 (Rhizobium radiobacter に限る。) の培養液から得られた、β-1,3-グルカンを主成分とするものである。

**含 量** 本品は、カードラン 80.0% 以上を含む。

**性 状** 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においはない。

- 確認試験** (1) 本品 0.2 g に水 5 mL を加えてよくかき混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3→25) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、溶解する。
- (2) 本品の 2% 懸濁液 10 mL を水浴中で 10 分間加熱するとき、ゲルを形成する。
- (3) 本品の 2% 懸濁液 10 mL に硫酸 5 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱した後、冷却する。この液 1 mL に水 100 mL 及び炭酸バリウムを加えて中和した後、900×g で 10 分間遠心分離する。この上澄液 5 mL にフェーリング試液 5 mL を加えて水浴中で 5 分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

**pH** 6.0～7.5 (1% 懸濁液)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH6.0～7.5 (1% 懸濁液)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pb として 0.5 μg/g 以下 (~~208.0~~ g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(2)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4)(3)~~ 総窒素 0.3% 以下

本品約 0.5 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

**乾燥減量** 10.0% 以下 (~~60°C~~, 減圧, 60°C, 5 時間)

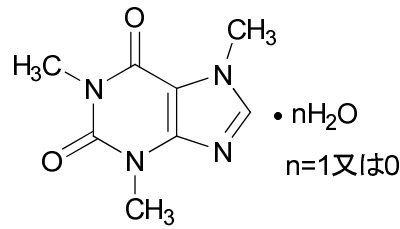
**強熱残分** 6.0% 以下

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 1,000 以下、生菌数は 1000 以下、真菌数は 100 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 10 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 10 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 190 mL と混合して均一に分散させ、この液 20 mL をラウリル硫酸ブイオン培地 200 mL と混合し、35 ± 1 °C で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 25 g を乳糖ブイオン培地 475 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1 °C で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

**定量法** 本品約 0.1 g を精密に量り、~~0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) を加えて振り混ぜて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、フェノール溶液 (1→20) 1 mL 及び硫酸 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、氷水中で冷やし、検液とする。~~対照液は、水 0.1 mL を用いて検液の場合と同様に操作し調製する。~~別に ブドウ糖 D (+) - グルコース 約 0.1 g を精密に量り、これを用いて検液の場合調製と同様に操作して標準液とする。検液及び標準液につき、水 0.1 mL を用いて検液の調製と同様に操作して得た液を対照として の波長 490 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{カードランの含量(\%)} = \frac{\text{ブドウ糖 D (+) - グルコースの採取量 (g)} \times A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times A_S} \times 0.900 \times 100 (\%)$$

カフェイン (抽出物) (新規)  
Caffeine (Extract)



分子量 1水和物 212.21

C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>·nH<sub>2</sub>O (n=1又は0) 無水物 194.19

1,3,7-Trimethyl-1H-purine-2,6 (3H,7H) -dione monohydrate [5743-12-4]

1,3,7-Trimethyl-1H-purine-2,6 (3H,7H) -dione [58-08-2]

**定 義** 本品は、コーヒノキ属 (*Coffea* 属) の植物の種子又はチャノキ (*Camellia sinensis* (L.) Kuntze) の葉から得られた、カフェインを主成分とするものである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、カフェイン (C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>N<sub>4</sub>O<sub>2</sub>) 98.5%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色の針状結晶又は粉末である。

#### 確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1→500) 2 mLにタンニン酸試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける。
- (2) 本品10mgに過酸化水素試液10滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2～3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 2～3 滴を加えるとき、消える。
- (3) 本品10mgを水に溶かし50mLとする。この液 5 mLに酢酸 (1→100) 3 mL及びピリジン (1→10) 5 mLを加えて混和した後、次亜塩素酸ナトリウム試液 (1→2) 2 mLを加え、1 分間放置する。これにチオ硫酸ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 2 mL及び水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 5 mLを加えるとき、黄色を呈する。

**融 点** 235～238℃ (乾燥後)

**純度試験** (1) 塩化物 Clとして0.01%以下 本品2.0 gを熱湯80mLに溶かし、20℃に急冷し、水を加えて100mLとし、試料液とする。試料液40mLに硝酸 (1→10) 6 mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L 塩酸0.25 mLを用いる。

(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.024%以下 (1)の試料液40mLに塩酸 (1→4) 1 mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.005 mol/L 硫酸0.40 mLを用いる。

(3) 鉛 Pbとして2 μg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 Asとして1.5 μg/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B)

(5) 類縁物質 本品0.10 gをトルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) 10 mLに溶かし、検液とする。この液 1 mLを正確に量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて正確に10 mLとする。この液 1 mLを正確に量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて正確に10 mLとする。この液 1 mLを正確に量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (1:1) を加えて正確に10 mLとし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ10 μLずつ量り、トルエン/エタノール (99.5) 混液 (7:3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より10 cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、紫外線 (波長254 nm) 下で観

察するとき、検液から得た主スポット以外のスポットは、対照液から得たスポットより濃くない。  
ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を担体とし、110℃で  
1時間乾燥したものを使用する。

(6) 硫酸呈色物 本品0.50 gを量り、試料とし、比色標準液Dを用いて試験を行う。

**乾燥減量** 8.5%以下（1 g, 80℃, 4時間）

**強熱残分** 0.1%以下（0.5 g）

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.4 gを精密に量り、無水酢酸／酢酸混液（6：1）70mLに溶かし、  
0.1mol/L過塩素酸で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸溶液（1→100）3滴）。  
ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、  
補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL=19.42mg  $C_8H_{10}N_4O_2$

### α-ガラクトシダーゼ

α-Galactosidase

メリビアーゼ

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus phoenicis*, *Mortierella*属に限る。) 又は細菌 (*Bacillus stearothermophilus*に限る。) の培養物より得られた、糖類の非還元末端のα-D-ガラクトシド結合を加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、α-ガラクトシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下（0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式）  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下（0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B）

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**α-ガラクトシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し250mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

メリビオース1.0 gを量り、pH5.0の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）を加えて溶かし100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.5mLを量り、40℃で5分間加温し、試料液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、40℃で

30 分間加温した後、水浴中で 10 分間加熱し、流水で室温まで冷却する。この液に D-グルコース測定用試液（ムタローターゼ含有）6 mL を加えてよく振り混ぜ、40℃で 15 分間加温し、検液とする。別に基質溶液 0.5 mL を量り、試料液 0.5 mL を加えて直ちに振り混ぜ、直ちに水浴中で 10 分間加熱し、流水で室温まで冷却する。この液を以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第 2 法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、10000 倍、若しくは 100000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル- $\alpha$ -D-ガラクトピラノシド 0.21 g を量り、pH 5.5 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05 mol/L）を加えて溶かし、100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 2 mL を量り、37℃で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、37℃で 15 分間加温する。この液に炭酸ナトリウム溶液（11→1000）5 mL を加えて直ちに混和し、検液とする。別に基質溶液 2 mL を量り、炭酸ナトリウム溶液（11→1000）5 mL を加えて振り混ぜ、次に試料液 1 mL を加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 405 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## $\beta$ -ガラクトシダーゼ

$\beta$ -Galactosidase

ラクターゼ

**定 義** 本品は、動物の臓器、又は糸状菌（*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Penicillium multicolor*, *Rhizopus oryzae*に限る。）、酵母（*Kluyveromyces fragilis*, *Kluyveromyces lactis*, *Saccharomyces* 属、*Sporobolomyces singularis*に限る。）若しくは細菌（*Bacillus circulans*, *Streptococcus* 属に限る。）の培養物より得られた、 $\beta$ -D-ガラクトシドのガラクトシド結合を加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、 $\beta$ -ガラクトシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5  $\mu$ g/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3  $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。  
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合は、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

**$\beta$ -ガラクトシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、酢酸緩衝液 (0.1 mol/L, pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル・塩化ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50 mL としたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

ラクトース一水和物 12.63 g を量り、水 80 mL を加えて水浴中で加熱して溶かし、流水で冷却した後、pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10 mL を加え、水を加えて 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 5 mL を量り、40°C で 10 分間加温し、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、水酸化ナトリウム溶液 (43→500) 1 mL を加えて直ちに混和する。この液を 40°C で 5 分間加温した後、氷水中で冷却し、塩酸 (9→50) 1 mL を加えて振り混ぜ、氷水中で冷却し、この液 0.1 mL に D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) 3 mL を加えて混和し、40°C で 20 分間加温し、検液とする。別に基質溶液 5 mL を量り、水酸化ナトリウム溶液 (43→500) 1 mL を加えて振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 40°C で 5 分間加温した後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 0.14 g を量り、リン酸カリウム緩衝液 (pH6.5, 硫酸マグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

o-ニトロフェニル  $\beta$ -D-ガラクトピラノシド 0.25 g を量り、リン酸カリウム緩衝液 (pH6.5, 硫酸マグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム含有) を加えて溶かし 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

30°C で 5～15 分間加温した試料液 1 mL を量り、あらかじめ 30°C で加温した基質溶液 5 mL を加えて混和し、30°C で 10 分間加温する。この液に炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 2 mL を加え、検液とする。別に 30°C で 5～15 分間加温した試料液 1 mL を量り、炭酸ナトリウム・エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 2 mL を加え、次に基質溶液 5 mL を加え混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、調製後 30 分以内に波長 420 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。



### 第3法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 250mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

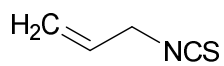
o-ニトロフェニルβ-D-ガラクトピラノシド 0.37 g を量り、pH4.5 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 2 mL を量り、37°C で 10 分間加温し、試料液 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°C で 15 分間加温する。この液に炭酸ナトリウム溶液 (1→10) 2.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、水 20mL を加え、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、15 分以内に波長 420 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### カラシ抽出物 (新規)

Mustard Extract



$C_4H_5NS$

分子量 99.16

Allyl isothiocyanate [57-06-7]

**定 義** 本品は、カラシナ (*Brassica juncea* (L.) Czern.) の種子から得られた、イソチオシアン酸アリルを主成分とするものである。

**含 量** 本品は、イソチオシアン酸アリル ( $C_4H_5NS$ ) 93.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、からしよりの強い刺激性のにおいがある。

**確認試験** 本品 0.15 g を量り、シクロヘキサン 20mL を加えて検液とする。定量用イソチオシアン酸アリル、イソチオシアン酸 sec-ブチル、イソチオシアン酸 3-ブテニルそれぞれ 0.15 g を量り、シクロヘキサン 20mL を加えてそれぞれ標準液 A, B, C とする。検液及び標準液 A をそれぞれ 0.5μL ずつを量り、定量法の操作条件を準用してガスクロマトグラフィーを行う。ただし、カラム温度は、80°C で注入し、毎分 4°C で 250°C まで昇温する。このとき、検液の主ピークは標準液 A の主ピークと保持時間が一致する。また、検液、標準液 B 及び標準液 C それぞれ 0.5μL ずつを量り、同様の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、検液には標準液 B 及び標準液 C の主ピークと保持時間が一致するピークを認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As として 3μg/g 以下 (0.50 g, 第 4 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**定 量 法** 本品約 0.15 g を精密に量り、内標準液 10mL を正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に 20mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、デカン・シクロヘキサン溶液 (1→100) とする。別に、定量用イソチオシアン酸アリル約 0.15 g を精密に量り、内標準液 10mL を正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に 20mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 1μL ずつを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液におけるイソチオシアン酸アリルのピーク面積のデカンのピーク面積に対する比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式によりイソチオシアン酸アリルの含量を求める。

イソチオシアン酸アリルの含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用イソチオシアン酸アリルの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm, 長さ60mのフューズドシリカ管の内面に, ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25 $\mu$ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 80 $^{\circ}$ Cで注入し, 毎分4 $^{\circ}$ Cで180 $^{\circ}$ Cまで昇温する。

注入口温度 100 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸アリルの保持時間が7~8分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:50

測定時間 30分

**カaramel I**

Caramel I (~~plain~~ Plain caramel)

カaramel

[8028-89-5]

**定 義** 本品は, でん粉加水分解物, 糖蜜又は糖類の食用炭水化物を, 熱処理して得られたもの, 又は酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので, 亜硫酸化合物及びアンモニウム化合物を使用していないものである。

**性 状** 本品は, 暗褐〜黒色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり, 味がいいか又はわずかに特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) は, 淡褐〜黒褐色を呈する。

(2) あらかじめ測定する吸光度が約0.5になるように本品を量り, ~~0.025mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.025mol/L) を加えて正確に100~~mL~~ mL とし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を用い, A液とする。A液20~~mL~~ mL を量り, ~~弱塩基性ジエチルアミノエチルセルロース陰イオン交換体~~ 弱塩基性DEAEセルロース陰イオン交換体 (-O-C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>-N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>型) 0.20g (0.7~~meq~~ mリ当量/g 交換容量, セルロース交換容量に比例して使用量を調整する) を加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液をとり, B液とする。A液及びB液を ~~0.025mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.025mol/L) を対照とし, ~~液層の長さ~~ 層長 1cm で波長560nmにおける吸光度A<sub>A</sub>及びA<sub>B</sub>を測定するとき, (A<sub>A</sub>-A<sub>B</sub>)/A<sub>A</sub>は0.75以下を示す。

(3) 本品0.20~0.30gを量り, ~~0.025mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.025mol/L) を加えて正確に100~~mL~~ mL とし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を用い, C液とする。C液40~~mL~~ mL を量り, ~~強酸性~~ リ

~~ソルゲル~~酸化セルロース陽イオン交換体強酸性リン酸化セルロース陽イオン交換体 ( $-O-PO_3H_2$ 型)

2.0 g (0.85 meq ミリ当量 / g 交換容量, セルロース交換容量に比例して使用量を調整する) を加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液をとり, D液とする。C液及びD液を  $0.025 \text{ mol/L}$  塩酸塩酸試液 ( $0.025 \text{ mol/L}$ ) を対照とし, 液層の長さ層長 1 cm で波長 560nm における吸光度  $A_c$  及び  $A_D$  を測定するとき,  $(A_c - A_D) / A_c$  は 0.50 以下を示す。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として  $25 \mu\text{g/g}$  以下 ( $2.0 \text{ g}$ , 第2法, 比較液 鉛標準液  $5.0 \text{ mL}$ )~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として  $2.0 \mu\text{g/g}$  以下 ( $5.0 \text{ g}$ , 第1法, 比較液 鉛標準液  $4.0 \text{ mL}$ , フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素  $As_2O_3$  として  $1.0 \mu\text{g/g}$  以下 ( $2.0 \text{ g}$ , 第3法, 標準色 ヒ素標準液  $4.0 \text{ mL}$ , 装置 B)

~~(4)~~ (3) 固形物含量 55%以上

あらかじめ海砂  $30.0 \text{ g}$  を量り, ~~ひょう量秤量~~皿に入れ, その合計質量  $WM_s$  を精密に量る。本品  $1.5 \sim 2.0 \text{ g}$   $WM_c$  を精密に量り, 少量の水を加えてよくかき混ぜ, 水浴上で乾固するまで加熱し, ~~恒量になるまで~~  $60^\circ\text{C}$  で 5 時間減圧乾燥し, その質量  $WM_f$  を精密に量り, 次式により固形物含量を算出する。

$$\text{固形物含量 (\%)} = ((WM_f - WM_s) / WM_c) \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

~~(5)~~ (4) 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

酸化マグネシウム  $1 \sim 3 \text{ g}$  又は ~~硝酸マグネシウム~~硝酸マグネシウム六水和物  $6.4 \sim 19.2 \text{ g}$ , 白糖スクロース  $1 \text{ g}$  及び硝酸  $50 \text{ mL}$  を蒸発皿にとり, 本品  $5 \sim 10 \text{ g}$  を精密に量って加え, 水浴上でペースト状になるまで濃縮する。冷えた電気炉 (常温) に蒸発皿を入れ, 徐々に加熱 ( $525^\circ\text{C}$  以下) し, 全ての二酸化窒素の発煙が無くなるまで加熱を続ける。蒸発皿を冷却し, ~~塩酸 (1→25)~~塩酸 (2→5) で溶解し, 中和し, 更に  $5 \text{ mL}$  を加える。ろ過し, 沸騰するまで加熱し, ~~10%塩化バリウム溶液~~塩化バリウム二水和物溶液 (1→10)  $5 \text{ mL}$  を滴下しながら加える滴加する。 $100 \text{ mL}$  まで濃縮し, 一夜放置し, 定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過し, 温湯で洗浄し, ろ紙及び残留物をあらかじめ質量を測定したるつぼに入れ, 恒量になるまで強熱して硫酸バリウムとして質量を精密に量る。次式により総硫黄を求め, 更に固形物換算する。別に空試験を行う。

$$\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.1374$$

$$\text{総硫黄 (\%)} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.1374}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

試料の採取量 (g)

~~(6)~~ (5) 総窒素 4.0%以下 (固形物換算)

本品約  $1 \text{ g}$  を精密に量り, 窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

~~(7)~~ (6) 4-メチルイミダゾール

$150 \text{ mL}$  ポリプロピレンビーカーに固形分約  $10 \text{ g}$  に対応する量の本品を精密に量り, ~~3.0 mol/L~~ ~~水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液 ( $3 \text{ mol/L}$ )  $5 \text{ mL}$  を加え, 均一に混合し, pH12 以上とする。ビーカーにクロマトグラフィー用ケイソウ土  $20 \text{ g}$  を加え, 内容物が半乾燥の混合物になるまで混合する。これを, ガラスウールを底に詰めた内径約  $2 \text{ cm}$  のクロマトグラフィー用ガラス管 (テフロン製コック付き) に入れ, 内容物が約  $25 \text{ cm}$  の高さになるように充てん填する。酢酸エチルで先の試料ビーカーを洗浄しながら, 酢酸エチルをガラス管に流し込む。溶媒がガラス管の底に達したとき, コックを閉じ, 5 分間放置する。コックを開け, ガラス管に酢酸エチルを注ぎ, 流出液の総量が約  $200 \text{ mL}$  になるまで流出液を集める。流出液に内標準溶液  $1 \text{ mL}$  を正確

に加えた後、ナス型フラスコに移し、酢酸エチルを 35℃以下で留去する。残留物にアセトンを加えて溶かし、正確に 5 ~~mL~~ mL とし、検液とする。別に 4-メチルイミダゾール ~~約 0.02g~~ 20mg を精密に量り、内標準溶液 20 ~~mL~~ mL を正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。ただし、内標準溶液は、2-メチルイミダゾール ~~0.050g~~ 50mg を量り、酢酸エチルを加えて溶かし、正確に 50 ~~mL~~ mL としたものとす。検液及び標準液をそれぞれ 5 ~~μL~~ μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液には 4-メチルイミダゾールのピークを認めない。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 7.5% のポリエチレングリコール 20M と 2% 水酸化カリウムの混合物

担体 150~160μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 4 mm, 長さ 1 m のガラス管

カラム温度 180℃

注入口温度 200℃

キャリアーガス 窒素

流量 50 ~~mL~~ mL / 分

## カラメル II

Caramel II (~~caustic sulfite process~~ Sulfite caramel)

カラメル

### [8028-89-5]

**定義** 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、亜硫酸化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので、アンモニウム化合物を使用していないものである。

**性状** 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異なおおいがあり、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメル I」の確認試験 (2) を準用する。ただし、その値は 0.50 以上である。

(3) 本品 0.10 g を量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を用い、A 液とする。A 液 5 ~~mL~~ mL を量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、B 液とする。A 液を水を対照とし、液層の長さ層長 1 cm で波長 560nm における吸光度  $A_A$  を、又 B 液を水を対照とし、液層の長さ層長 1 cm で波長 280nm における吸光度  $A_B$  をそれぞれ測定するとき、 $A_B \times 20 / A_A$  は 50 以上を示す。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 25 μg / g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 5.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 2.0 ~~2~~ μg / g 以下 (5.0 ~~2.0~~ g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素  $As_2O_3$  として 1.0 ~~0.8~~ μg / g 以下 (2.0 ~~2.5~~ g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 4.0 mL, 装置 B)

~~(4)~~(3) 固形物含量 65%以上

「カラメル I」の純度試験~~(4)~~(3)を準用する。

~~(5)~~(4) 総硫黄 2.5%以下 (固形物換算)

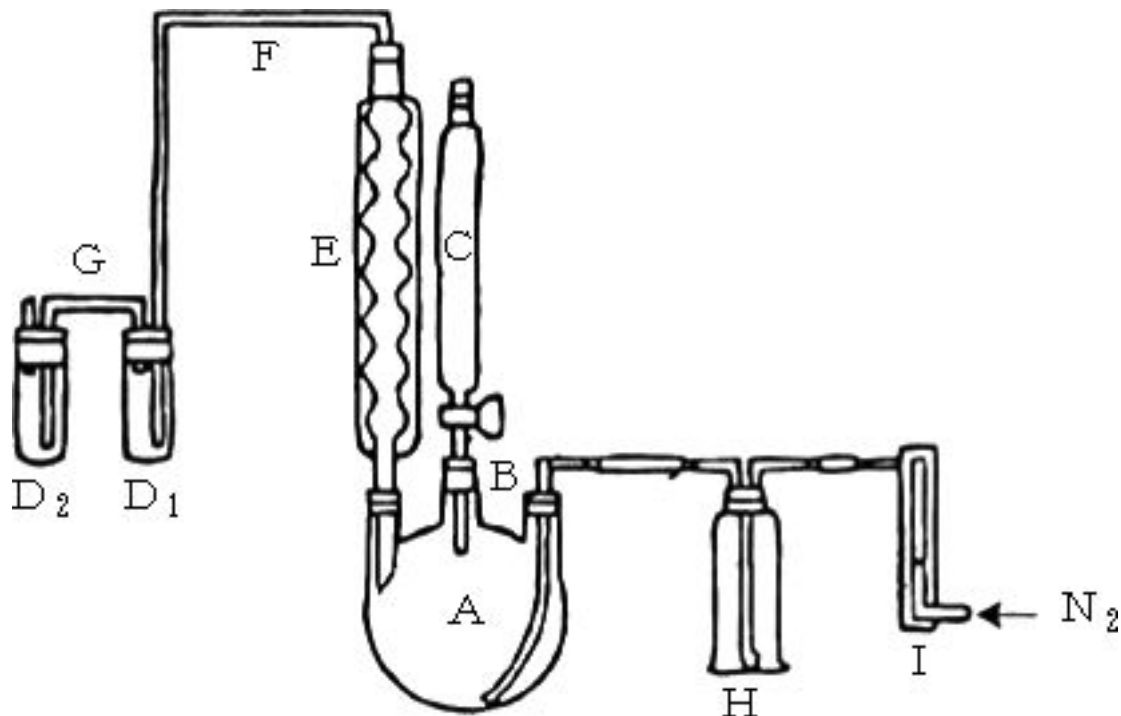
「カラメル I」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

~~(6)~~(5) 総窒素 0.2%以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験~~(6)~~(5)を準用する。

~~(7)~~(6) 二酸化硫黄 0.2%以下 (固形物換算)

(i) 装置 概略は次の図による。



A : 三つ口フラスコ (1000mL)

B : 栓 (シリコン製)

C : 分液漏斗 (円筒形, 100~~mL~~mL 容量)

D : 受器 (遠沈管, 50~~mL~~mL 容量)

E : アリーン氏冷却管 (300mm)

F, G : 接続管

H : ガス洗浄瓶 (250~~mL~~mL 容量)

I : 流量計

(ii) 操作法

三つ口フラスコ(A)に水 180~~mL~~mL 及びリン酸 (1→4) 25~~mL~~mL を入れ、受器(D<sub>1</sub>, D<sub>2</sub>)には過酸化水素試液 20~~mL~~mL ずつを入れる。次に窒素 (アルカリ性ピロガロール溶液ピロガロール試液 (アルカリ性)) で酸素を除いたものを流量 200±10~~mL~~mL/分で通じながら、冷却管(E)から還流してくる水滴が1分間に80~90滴になるようにマントルヒーターの温度を制御しながら三つ口フラスコ(A)を加熱し、約3分間煮沸する。冷後、本品約10gを精密に量り、三つ口フラスコ(A)中に速やかに入れ、先の窒素を流量 200±10~~mL~~mL/分で通じながら三つ口フラスコ(A)を加熱して静かに沸騰させ、60分間加熱を続けた後、冷却管(E)の水を止め、

しばらく加熱を続け、接続管(F)の冷却管側に水蒸気の水滴が付き、冷却管(E)の上部が60～70℃に達したとき、受器(D<sub>1</sub>, D<sub>2</sub>)を取り外し、接続管(G, F)を少量の水で洗い、受器中の捕集液をビーカーに移し、メチルレッド試液2滴を加え、~~1mol/L水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液(1mol/L)を液の色が黄色に変わるまで加える。この液に~~1mol/L塩酸溶液~~塩酸試液(1mol/L)4滴を加えて煮沸し、~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液(1→6)2mLを徐々に加える。この液を水浴上で1時間加熱し、冷後、一夜放置し、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温水で洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、恒量となるまで強熱し、硫酸バリウムとして質量を精密に量り、次式により計算する。更に固形物換算する。

$$\text{二酸化硫黄 (SO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.2745}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

### カラメル III

Caramel III (~~ammonia process~~Ammonia caramel)

カラメル

[8028-89-5]

**定義** 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、アンモニウム化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので、亜硫酸化合物を使用していないものである。

**性状** 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→100)は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメル I」の確認試験(2)を準用する。ただし、その値は0.50以下である。

(3) 「カラメル I」の確認試験(3)を準用する。ただし、その値は0.50以上である。

**純度試験** (1) ~~重金属 Pbとして25μg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液5.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~2μg/g以下(~~5.0~~2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~1.0~~0.8μg/g以下(~~2.0~~2.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液4.0mL, 装置B)

(4)(3) 固形物含量 53%以上

「カラメル I」の純度試験(4)(3)を準用する。

(5)(4) アンモニア性窒素 0.4%以下(固形物換算)

0.05mol/L硫酸25mLを500mLの捕集用フラスコに入れ、ケルダール接続部と冷却管からなる蒸留装置につなぎ、冷却管の先が捕集用フラスコの酸液に浸るようにする。本品約2gを精密に量り、800mLのケルダール分解フラスコに移し、酸化マグネシウム2g、水200mL及び沸騰石数個を加える。分解フラスコケルダールフラスコをよく振り内容物を混合した後、速やかに蒸留装置に接続する。分解フラスコケルダールフラスコを液が沸騰するまで加熱し、捕集用フラスコに留出液約100mLを受ける。留出管の先端を水2～3mLで洗い、捕集用フラスコに洗液を受け、メチルレッド試液4～5滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定

量 (~~mL~~) を S とする。同様の方法で空試験を行い 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の滴定量 (~~mL~~) を B とする。次式によりアンモニア性窒素の含量を求め、固形物換算する。

$$\text{アンモニア性窒素の含量 (\%)} = \frac{(B - S) \times 0.0014}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

~~(6)~~ (5) 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験 ~~(5)~~ (4) を準用する。

~~(7)~~ (6) 総窒素 6.8%以下 (固形物換算)

本品約 0.5 g を精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

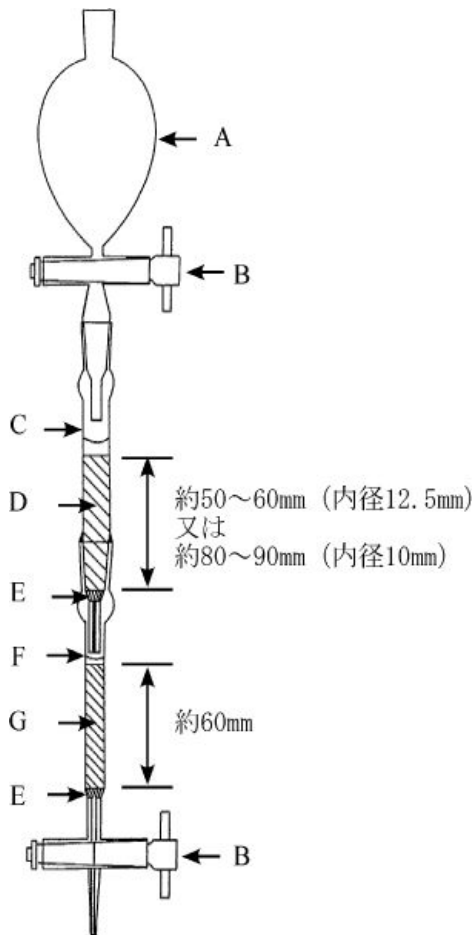
~~(8)~~ (7) 4-メチルイミダゾール 0.30 mg/g 以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験 ~~(7)~~ (6) を準用し、同様の操作を行う。ただし、4-メチルイミダゾール約 ~~0.02g~~ 20mg、約 ~~0.06g~~ 60mg 及び約 0.1 g を それぞれ 精密に量り、内標準溶液 ~~20 mL~~ 20 mL を正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、正確に ~~100 mL~~ 100 mL とし、これらの液を標準液とする。また、内標準溶液は、2-メチルイミダゾール ~~0.050g~~ 約 0.10 g を精密に量り、酢酸エチルを加えて溶かし、正確に ~~50 mL~~ 100 mL としたものをを用いる。検液及び標準液をそれぞれ ~~5 μL~~ 5 μL ずつ量り、ガスクロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液の 2-メチルイミダゾールのピーク面積に対する 4-メチルイミダゾールのピーク面積比と標準液に含まれる 4-メチルイミダゾール濃度から検量線を作成する。検液の 2-メチルイミダゾールのピーク面積に対する 4-メチルイミダゾールのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

~~(9)~~ (8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシピチルイミダゾール 40 μg/g 以下 (固形物換算)

(i) 装置 組合わせカラム

概略は次の図による。ただし、部品の接続部は標準すり合わせガラス接続とする。



- A : ~~滴下~~滴加漏斗 (100~~mL~~mL)  
 B : テフロン製コック  
 C : ガラスカラム 内径 12.5mm, 長さ 150mm (接続部分を含む)  
 又は内径 10mm, 長さ 200mm (接続部分を含む)  
 D : 弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)  
 E : 綿栓  
 F : ガラスカラム 内径 10mm, 長さ 175mm (接続部分を含む)  
 G : 強酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)

(ii) 操作法

本品 0.20~0.25 g を精密に量り, 水 3~~mL~~mL を加えて溶かし, 試料液とする。試料液を組合わせカラムの上側のカラム C に定量的に移す。カラムを水約 100~~mL~~mL で洗浄する。上側のカラム C を外し, ~~滴下~~滴加漏斗 A を下側のカラム F に接続した後, カラム F を ~~0.5mol/L 塩酸溶液~~塩酸試液 (0.5mol/L) で溶出する。最初の溶出液 10~~mL~~mL を捨て, その後に溶出液 35~~mL~~mL を集める。その溶液を 40°C, 2.0kPa で乾燥状態まで濃縮する。そのシロップ状の残留物を ~~カルボニル基除去~~メタノール ~~250 $\mu$ L~~0.25mL で溶解し, 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試液 ~~250 $\mu$ L~~0.25mL を加える。その反応混合物をセプタムキャップ付きのガラス瓶に移し室温で 5 時間保管し, 検液とする。別に ~~2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン 0.50 g を塩酸 1 mL に加えてかくはんした後, エタノール 10 mL を加えて, 水浴上で溶液になるまで加熱する。2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 0.1 g をその熱い溶液に加える。数分で 2-ア~~



~~セチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール-2,4-ジニトロフェニルヒドラゾンの~~  
~~結晶化が始まり、室温まで冷却し結晶化が完全になったら、ろ過分離する。この2-アセチル~~  
~~-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール-2,4-ジニトロフェニルヒドラゾンをエタノ~~  
~~ール5ml当たり塩酸1滴を加えたエタノールから再結晶することにより精製する。精製した結~~  
~~晶をろ過分離し、デシケーター中で乾燥する。この2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチ~~  
~~ルイミダゾール2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン約0.01g10mgを精密に量り、カルボニル基~~  
~~除去メタノールで正確に100mlとする。この溶液をカルボニル基除去メタノールで希釈して、~~  
0, 20, 40, 60, 80  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , ~~100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  0.1mg/mL~~ の標準液を調製する。検液及び標準液をそれ  
ぞれ5  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のピ  
ーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のピーク面積を測定し、検量線を用いて2-アセ  
チル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾールの量を求める。ただし、2-アセチル-4-  
テトラヒドロキシブチルイミダゾール-2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン ~~100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  0.1mg~~  
~~/mL~~ は2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 47.58  $\mu\text{g}/\text{mL}$  に相当する。  
操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 385nm)

カラム充てん填剤 10 $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 常温

移動相 ~~0.1mol/L~~ リン酸 (17→2500) /メタノール混液 (1 : 1)

流量 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール2,4-ジニトロフェニル  
ヒドラゾンの保持時間が 6.3 $\pm$ 0.1 分となるように調整する。

#### カラメル IV

Caramel IV (~~sulfite ammonia process~~ Sulfite ammonia caramel)

カラメル

[8028-89-5]

**定 義** 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、亜硫酸化合物及びアンモニ  
ウム化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたものである。

**性 状** 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、においがいいか又はわずかに特異  
なにおいがいい、味がいいか又はわずかに特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメル I」の確認試験(2)を準用する。ただし、その値は 0.50 以上である。

(3) 「カラメル II」の確認試験(3)を準用する。ただし、その値は 50 以下である。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 25  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 5.0ml)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (5.0 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム  
方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~1.0~~ 0.8  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 2.5 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 4.0ml,  
装置 B)

~~(4)~~ (3) 固形物含量 40%以上

「カラメル I」の純度試験~~(4)~~(3)を準用する。

~~(5)~~(4) アンモニア性窒素 2.8%以下(固形物換算)

「カラメル III」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

~~(6)~~(5) 総硫黄 10.0%以下(固形物換算)

「カラメル I」の純度試験~~(5)~~(4)を準用する。

~~(7)~~(6) 総窒素 7.5%以下(固形物換算)

「カラメル III」の純度試験~~(7)~~(6)を準用する。

~~(8)~~(7) 二酸化硫黄 0.5%以下(固形物換算)

「カラメル II」の純度試験~~(7)~~(6)を準用する。

~~(9)~~(8) 4-メチルイミダゾール 1.0mg/g以下(固形物換算)

「カラメル III」の純度試験~~(9)~~(7)を準用する。ただし、4-メチルイミダゾール約~~0.02g~~20mg, 約~~0.06g~~60mg, 約0.1g, 及び約0.2gを精密に量り、内標準溶液20~~mL~~mLを正確に加えた後、アセトンを加えて溶かし、正確に100~~mL~~mLとし、これらの液を標準液とする。

### カラヤガム

Karaya Gum

[9000-36-6]

**定義** 本品は、カラヤ (~~*Stereulia urens Roxburgh*~~*Stereulia urens Roxb.*) 若しくはその同属植物又はキバナワタモドキ (~~*Cochlospermum gossypium de Candolle*~~*Cochlospermum religiosum (L.) Alston*) 若しくはその同属植物の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

**性状** 本品は、淡灰～淡赤褐色の粉末又は淡黄～淡赤褐色の塊で、酢酸のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の粉末1gを水50~~mL~~mLに加えてかき混ぜるとき、粘稠な液となり、その液は酸性を呈する。

(2) 本品の粉末0.4gをエタノール~~(95)~~6~~mL~~mLに懸濁し、かき混ぜながら水4~~mL~~mLを加えるとき、膨潤する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 3.0%以下

本品の粉末約5gを精密に量り、塩酸(1→10)100~~mL~~mLを入れた三角フラスコに加えて溶かし、時計皿で覆い、ガム質が溶解するまで、徐々に加熱し煮沸する。あらかじめ105℃で1時間乾燥したガラスろ過器(1G3)の質量を測定した後、このガラスろ過器を用いて温時吸引ろ過し、残留物を温水でよく洗い、ガラスろ過器とともに105℃で1時間乾燥し、その質量を量る。

~~(2) 重金属 Pbとして40 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(3)~~(2) 鉛 Pbとして10~~2~~2 $\mu$ g/g以下(1.0~~2.0~~2.0g, 第~~1~~3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~3~~3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~(5)~~(4) デンプン及びデキストリン

本品0.2gを水10~~mL~~mLに加えて煮沸し、冷後、ヨウ素試液2滴を加えるとき、液は暗青色又は赤紫色を呈さない。

**乾燥減量** 20.0%以下(105℃, 5時間)

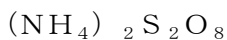
灰 分 8.0%以下

酸不溶性灰分 1.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下である。~~生菌数は 10000 以下、真菌数は 3000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第 2 法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイヨン培地 100mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とする。

### 過硫酸アンモニウム

Ammonium Persulfate



分子量 228.20

Diammonium peroxodisulfate [7727-54-0]

含 量 本品は、過硫酸アンモニウム (~~(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>~~) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~ mL を加えて加熱するとき、アンモニアのにおいがするガスを発生し、そのガスは、水で潤した ~~赤色リトマス紙~~ リトマス紙 (赤色) を青変する。

(2) 硫酸 (1→20) 5 ~~mL~~ mL に ~~硫酸マンガン~~ 硫酸マンガン (II) 五水和物 溶液 (1→100) 2～3 滴を加え、更に硝酸銀溶液 (1→50) 1 滴及び本品 0.2 g を加えて加温するとき、液は、~~紅赤色~~ 赤色 を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(2) 重金属 Pb として 30µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、初め徐々に加熱し、次に白煙の発生がやむまで微赤熱し、残留物に塩酸 1 mL 及び硝酸 5 滴を加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 5 mL を加え、再び水浴上で蒸発乾固する。次に残留物に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水約 20 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0 mL に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品を量り、白煙が発生しなくなるまで加熱する。残留物に塩酸 1 mL 及び硝酸 5 滴を加えて蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→4) 5 mL を加え、再び蒸発乾固する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~本品 1.0 g を量り、に水 10 mL を加えて溶かし、硫酸 1 mL 及び亜硫酸亜硫酸水 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。~~

強熱残分 0.20%以下

定 量 法 本品約 1.5 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 50 ~~mL~~ mL を正確に量り、~~0.05 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 40 mL~~ 0.05 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 40 mL を正確に量って加え、更にリン酸 5 ~~mL~~ mL を加えた後、過量の 硫酸第一鉄アンモニウム 硫

酸アンモニウム鉄(II)を0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。

~~0.05mol/L硫酸第一鉄アンモニウム溶液~~0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄(II)溶液 1 ~~mL~~mL =  
11.41mg (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

### カルナウバロウ

Carnauba Wax

Brazil Wax

カルナウバワックス

ブラジルワックス

[8015-86-9]

**定 義** 本品は、ブラジルロウヤシ (~~Copernicia prunifera H. E. Moore (Copernicia cerifera Martius)~~Copernicia prunifera (Mill.) H. E. Moore (Copernicia cerifera (Arruda) Mart.)) の葉から得られた、ヒドロキシセロチン酸セリルを主成分とするものである。

**性 状** 本品は、淡黄～淡褐色の明瞭な破断面のある硬くてもろい固体で、芳香がある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融 点** 80～86°C

**けん化価** 78～95

本品約1gを精密に量り、エタノール(95)/キシレン混液(5:3)50mL及び0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液25mLを正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら1時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

**純度試験** ~~(1) 融点 80～86°C~~

~~(2)~~(1) 酸価 10以下

本品約1gを精密に量り、エタノール(95)/キシレン混液(5:3)80~~mL~~mLを加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。

~~(3) けん化価 78～95~~

~~本品約1gを精密に量り、エタノール/キシレン混液(5:3)50mL及び0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム試液25mLを正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら1時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。~~

~~(4) 重金属 Pbとして20µg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(5)~~(2) 鉛 Pbとして10.2µg/g以下(~~1.0~~2.0g, 第1~~2~~法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~3~~µg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**強熱残分** 0.25%以下

### カルボキシペプチダーゼ

Carboxypeptidase

**定 義** 本品は、コムギ (*Triticum aestivum* L.) の種皮及び果皮 (ふすま) 、又は糸状菌 (*Aspergillus* 属に限る。) 、酵母 (*Pseudozyma hubeiensis*, *Saccharomyces cerevisiae*に限る。) 、放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) の培養物より得られた、たん白質及びペプチドをカルボキシ末端から分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、カルボキシペプチダーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**カルボキシペプチダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

N-カルボベンゾキシー-L-グルタミン-L-チロシン 23mgを量り、メタノール5 mLを加えて溶かし、更にpH3.5の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L) 10mLを加え、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液1 mLを量り、40°Cで5分間加温し、試料液0.1 mLを加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして40°Cで20分間加温した後、ニンヒドリン試液0.5 mLを加えて直ちに振り混ぜ、水浴中で15分間加熱する。冷後、この液に水5 mLを加えて振り混ぜて5分間放置し、検液とする。別に試験管に基質溶液1 mLを量り、40°Cで5分間加温し、ニンヒドリン試液0.5 mL及び試料液0.1 mLを加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で15分間加熱し、冷後、この液に水5 mLを加えて振り混ぜて5分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長570nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### カルボキシメチルセルロースカルシウム

Calcium Carboxymethylcellulose

繊維素グリコール酸カルシウム

[9050-04-8]

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末又は繊維状の物質で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1 g を 550～600℃で 3 時間強熱して得た残留物に水 10 ~~mL~~ mL 及び酢酸 (1→3) 5 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、必要があればろ過する。次に煮沸し、冷後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 遊離アルカリ 本品 1.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 50 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は、~~紅赤~~ 色を呈さない。

(2) 塩化物 Cl として 0.35% 以下

本品 0.10 g を量り、水 10 ~~mL~~ mL を加えてよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、硝酸 (1→10) で弱酸性とする。この液に過酸化水素 0.5 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 20 ~~mL~~ mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 ~~mL~~ mL を用いる。

(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.96% 以下

本品 0.10 g を量り、水 10 ~~mL~~ mL を加えてよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、塩酸 (1→4) で弱酸性とする。この液に過酸化水素 0.5 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 20 ~~mL~~ mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 ~~mL~~ mL を用いる。

(4) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (~~5.0 g, 第 1 法 2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式~~)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 10.0% 以下 (105℃, 3 時間)

**強熱残分** 10.0～20.0% (乾燥物, 1 g)

### カルボキシメチルセルロースナトリウム

Sodium Carboxymethylcellulose

繊維素グリコール酸ナトリウム

[9004-32-4]

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末又は粒状若しくは繊維状の物質で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1 g を 550～600℃で 3 時間強熱して得た残留物は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 6.0～8.5

本品 0.50 g を量り、水 50 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜながら 20 分間加温して均等とし、放冷した液について測定する。

**純度試験** ~~(1) 液性 pH 6.0～8.5~~

~~本品 0.50 g を量り、水 50 mL にかき混ぜながら少量ずつ加えた後、60～70℃で時々かき混ぜなが~~

~~ら 20 分間加温して均等とし、放冷した液について測定する。~~

~~(2)~~ (1) 塩化物 Cl として 0.64% 以下

本品 0.10 g を量り、水 20 mL 及び過酸化水素 0.5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 25 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を用いる。

~~(3)~~ (2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.96% 以下

純度試験 ~~(2)~~ (1) で得たるろ液 20 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を用いる。

~~(4)~~ (3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~5.0 g~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレー ム方式)

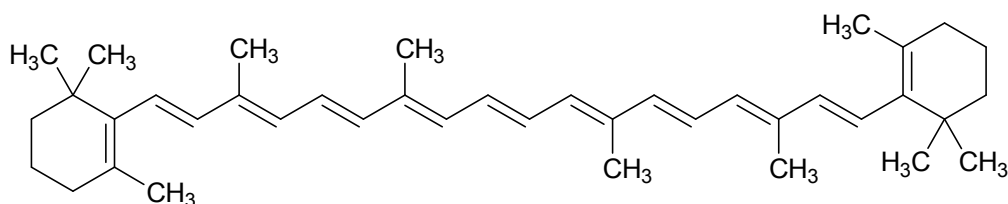
~~(5)~~ (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 12.0% 以下 (105°C, 4 時間)

$\beta$ -カロテン

$\beta$ -Carotene

$\beta$ -カロチン



$\text{C}_{40}\text{H}_{56}$

分子量 536.87

(1E, 3E, 5E, 7E, 9E, 11E, 13E, 15E, 17E)-3, 7, 12, 16-Tetramethyl-1, 18-bis(2, 6, 6-trimethylcyclohex-1-en-1-yl)octadeca-1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, 17-nonaene [7235-40-7]

含量 本品を乾燥したものは、 $\beta$ -カロテン ( $\text{C}_{40}\text{H}_{56}$ ) 96.0% 以上を含む。

性状 本品は、赤紫～暗赤色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいと味がある。

確認試験 (1) 本品のアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) の溶液 (1 → 1,000) は、だいたい色を呈する。この液をアセトンで希釈した液 (1 → 25) 5 mL に 5% 亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 1 mL, 続けて 0.5 mol/L 硫酸硫酸試液 (0.5 mol/L) 1 mL を加えるとき、直ちに脱色される。

(2) 本品のアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) の溶液 (1 → 250) 0.5 mL にシクロヘキサン 1,000 mL を加えた液は、波長 454~456 nm 及び 482~484 nm に極大吸収部がある。

融点 176~183°C (減圧封管中, 分解)

純度試験 ~~(1) 融点 176~183°C (減圧封管中, 分解)~~

~~(2)~~ (1) 溶状 澄明 (~~0.010 g~~ 10 mg, アセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 10 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレー ム方式)

~~(4)~~ (3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装

置B)

~~(5)~~(4) 吸光度比 本品を乾燥し、その約 ~~0.04g~~40mg を精密に量り、アセトン/シクロヘキサン混液(1:1) 10~~mL~~mL を加えて溶かし、シクロヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この液 5~~mL~~mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~mL とし、検液とする。検液 10~~mL~~mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~mL とし、希釈検液とする。検液の波長 340nm 及び 362nm における吸光度  $A_1$  及び  $A_2$ 、並びに希釈検液の波長 434nm, 455nm 及び 483nm における吸光度  $A_3$ ,  $A_4$  及び  $A_5$  を測定するとき、 $A_2/A_1$  は 1.00 以上、 $A_4 \times 10/A_1$  は 15.0 以上、 $A_4/A_3$  は 1.30~1.60、 $A_4/A_5$  は 1.05~1.25 である。

乾燥減量 1.0%以下(減圧, 4時間)

強熱残分 0.1~~0~~%以下

定量法 純度試験~~(5)~~(4) で用いた希釈検液につき、波長 454~456nm の極大吸収部における吸光度  $A$  を測定し、次式により含量を求める。

$$\beta\text{-カロテン (C}_{40}\text{H}_{56}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{200}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{2500} \times 100\text{(\%)}\text{---}$$

保存基準 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

### カロブ色素 (新規)

Carob Germ Color

定義 本品は、イナゴマメ (*Ceratonia siliqua* L.) の種子の胚芽を粉砕して得られたものである。  
デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は30以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は、淡黄~淡黄褐色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価30に換算して0.5gに相当する量を量り、70vol%メタノール50mLを加えて振り混ぜ、遠心分離して得られる上澄液は、淡黄~黄色を呈する。

(2) (1)の上澄液に水酸化ナトリウム溶液(1→20)を加えてアルカリ性にするとき、液の色は濃黄色に変わる。

(3) (1)の上澄液に塩酸(1→3)を加えて酸性にするとき、液の色は無色に変わる。

(4) (1)の上澄液5mLに塩化鉄(III)六水和物溶液(1→10)1mLを加えるとき、液の色は黄褐色に変わる。

(5) 本品の表示量から色価30に換算して0.1gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液(1→1250)100mLを加えた後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、波長385~400nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) デンプン 本品の表示量から、色価30に換算して0.10gに相当する量を量り、水10mLを加えて沸騰するまで加熱する。冷後、ヨウ素試液を2滴加えるとき、青色を呈さない。

乾燥減量 12.0%以下(105°C, 5時間)



灰 分 8.0%以下

色価測定 本品約0.5 gを精密に量り、70vol%メタノールを加えて正確に50mLとし、10分間超音波処理した後、毎分5000回転で10分間遠心分離を行う。上澄液5 mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液(0.01mol/L)を加えて正確に50mLとし、濁りが認められる場合は、メンブランフィルター(孔径0.20μm)でろ過し、検液とする。水酸化ナトリウム試液(0.01mol/L)を対照とし、波長385~400nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

#### カロブビーンガム

Carob Bean Gum

Locust Bean Gum

ローカストビーンガム

**定義** 本品は、イナゴマメ (~~Ceratonia siliqua Linné~~ Ceratonia siliqua L.) の種子の胚乳を粉砕し、又は溶解し、沈殿して得られたものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性状** 本品は、白~わずかに黄褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品2 gに2-プロパノール4 mLを加えてよく混ぜた後、よくかき混ぜながら水200 mLを加え、更に均一に分散するまでよくかき混ぜるとき、やや粘性のある液となる。この液100 mLを水浴上で約10分間加熱した後、室温まで冷却するとき、その粘性は加熱前より増加する。

(2) (1)で得た加熱冷却後の液10 mLに~~ホウ酸ナトリウム~~ 四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(1→20) 2 mLを加え、混和して放置するとき、ゼリー状となる。

**純度試験** (1) たん白質 7.0%以下 本品約0.2 gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754mg たん白質

(2) 酸不溶物 4.0%以下 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)(4)を準用する。

(3) 鉛 Pbとして ~~2.0~~ 2 μg/g以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 μg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5) デンプン 本品0.10 gを量り、水10 mLを加えて沸騰するまで加熱し、冷後、ヨウ素試液2滴を加えるとき、青色を呈さない。

(6) 2-プロパノール 1.0%以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)(7)を準用する。

(ii) 操作法

本品約2 gをナス型フラスコAに精密に量り、水200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約1 mLを入れ、よく混和する。内標準溶液4 mLを正確に量り、メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管Cに入らない

ように調整しながら1分間に2～3 mLの留出速度で、留分が約90 mLになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に100 mLとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール溶液（1→1000）とする。別に2-プロパノール約0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとする。この液20 mL及び内標準溶液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比 $Q_T$ と $Q_S$ を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量}(\%) = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4(\%)$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250µm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3 mm、長さ2 mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約10分になるように調整する。

乾燥減量 14.0%以下（105℃、5時間）

灰分 1.2%以下（800℃、3～4時間）

微生物限度 微生物限度試験法（試験法の適合性試験を除く。）により試験を行うとき、本品1 gにつき、~~細菌数は10,000以下である。~~ 生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品5 gを乳糖ブイヨン培地500 mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

#### かんすい

Kansui

定義 本品は、「炭酸カリウム（無水）」、「炭酸水素ナトリウム」、「炭酸ナトリウム」、~~「炭酸水素ナトリウム」~~及び「リン酸類のカリウム塩又はナトリウム塩」のうち1種以上を含む。

本品には、固形かんすい、液状かんすい及び小麦粉で希釈した希釈粉末かんすいがある。

#### 固形かんすい

性状 本品は、無～白色の結晶、粉末、塊又はこれらの混合物である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→10)は、アルカリ性である。

(2) 本品の水溶液(1→10)は、カリウム塩(1)の反応又はナトリウム塩(1)の反応を呈する。

(3) 炭酸塩又は炭酸水素塩を含む本品の水溶液(1→10)は、炭酸塩(1)の反応を呈する。

(4) リン酸塩を含む本品の水溶液(1→10)に硝酸(1→10)を加えて酸性とした液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

**純度試験** 本品 10 g を量り、水を加えて溶かして 200 ~~mL~~ mL とした液を A 液とする。

(1) 溶状 わずかに微濁

A 液 20 ~~mL~~ mL を量り、検液とする。

(2) 水酸化アルカリ A 液 40 ~~mL~~ mL を量り、~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液(3→25) 50 ~~mL~~ mL 及び水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、激しく振り混ぜた後、ろ過する。このろ液 50 ~~mL~~ mL を量り、0.1 mol/L 塩酸 3 滴及びフェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき、液は、~~紅赤~~ 色を呈さない。

(3) 塩化物 Cl として 0.35% 以下 (A 液 1.0 ~~mL~~ mL, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 ~~mL~~ mL)

(4) ケイ酸塩 A 液 10 ~~mL~~ mL を量り、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、生じた ~~紅赤~~ 色が消えるまで塩酸(1→4)を加えた後、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、液が ~~紅赤~~ 色を呈するときは、~~紅赤~~ 色が消えるまで更に塩酸(1→4)を加える。この液にメチレンブルー試液 1 滴及び塩化アンモニウム飽和溶液 10 ~~mL~~ mL を加えて 2 時間放置するとき、有色の沈殿又は有色の混濁を生じない。

(5) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下

A 液 10 ~~mL~~ mL を量り、塩酸(1→4) 3 ~~mL~~ mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、その残留物を酢酸(1→20) 2 ~~mL~~ mL 及び水 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 ~~mL~~ mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 ~~mL~~ mL を量り、酢酸(1→20) 2 ~~mL~~ mL 及び水を加えて 50 ~~mL~~ mL とする。

(6) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

A 液 10 ~~mL~~ mL を量り、検液とする。 ~~装置 B を用いる。~~

### 液状かんすい

**性状** 本品は、無色澄明な液体である。

**確認試験** 「固形かんすい」の確認試験(1)から(4)を準用する。

**比重**  $d_{20}^{20} = 1.20 \sim 1.33$

**純度試験**

~~(1) 比重 1.20～1.33~~

~~(2) 本品の比重によって、表 1 に示す量の本品を量り、水を加えて 200 ~~mL~~ mL とした液を B 液とし、次の試験を行う。~~

(i) 水酸化アルカリ B 液 40 ~~mL~~ mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(2)を準用する。

(ii) 塩化物 固形分に対し Cl として 0.35% 以下 (B 液 1.0 mL, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL)  
~~B 液 1.0 mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(3)を準用する。~~

(iii) ケイ酸塩 B 液 10 ~~mL~~ mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(4)を準用する。

(iv) 重金属 Pb として 40 µg/g 固形分以下

B 液 10 ~~mL~~ mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(5)を準用する。

(v) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 固形分以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

B液 10~~mL~~mLを量り、~~以下「固形かんすい」の純度試験(6)を準用する。検液とする。~~

表 1

比重	試料の採取量 ( <del>mL</del> <u>mL</u> )	比重	試料の採取量 ( <del>mL</del> <u>mL</u> )	比重	試料の採取量 ( <del>mL</del> <u>mL</u> )
1.20	39.8	1.25	31.0	1.30	25.4
1.21	37.6	1.26	29.8	1.31	24.4
1.22	35.6	1.27	28.6	1.32	23.6
1.23	34.0	1.28	27.4	1.33	22.8
1.24	32.4	1.29	26.4		

### 希釈粉末かんすい

**性 状** 本品は、白～淡黄色の均等な粉末である。

**確認試験** (1) 本品 1 g にヨウ素試液 1 滴を加えるとき、紫色を呈する。

(2) 本品 10 g に水 50~~mL~~mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、このろ液について「固形かんすい」の確認試験(1)から(4)を準用する。

**比 重** 本品 60 g を量り、水を加えて 200mL とし、よく振り混ぜた後、ろ過した液の比重は、 $d_{20}^{20}=1.12\sim 1.17$  である。

**純度試験** ~~(1) 比重 本品 60 g を量り、水を加えて 200mL とし、よく振り混ぜた後、ろ過した液の比重は、1.12～1.17 である。~~

~~(2)~~ (1) 不溶性物質 2.0%以下

本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→100) 100~~mL~~mLを加え、15 分間煮沸し、30 分間放置するとき、沈殿を認めない。もし沈殿がある場合は、定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで水洗した後、その残留物をろ紙と共に恒量になるまで約 550°C で強熱し、その質量を量る。

~~(3)~~ (2) ~~(1) 本品~~の比重によって、表 2 に示す量の ~~(1) 比重試験~~のろ液を量り、水を加えて 100~~mL~~mLとした液を C 液とし、次の試験を行う。

(i) 水酸化アルカリ C 液 40~~mL~~mLを量り、以下「固形かんすい」の純度試験(2)を準用する。

(ii) 塩化物 水溶性固形分に対し Cl として 0.35% 以下 (C 液 1.0mL, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50mL)

~~C 液 1.0mL を量り、以下「固形かんすい」の純度試験(3)を準用する。~~

(iii) ケイ酸塩 C 液 10~~mL~~mLを量り、以下「固形かんすい」の純度試験(4)を準用する。

表 2

比重	ろ液の採取量 ( <del>mL</del> <u>mL</u> )	比重	ろ液の採取量 ( <del>mL</del> <u>mL</u> )	比重	ろ液の採取量 ( <del>mL</del> <u>mL</u> )
1.12	34.3	1.14	29.2	1.16	25.4
1.13	31.7	1.15	27.2	1.17	23.7

~~(4)~~ (3) 重金属 Pb として 30 $\mu\text{g}$ /g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 (重金属試験用) 3.0~~mL~~mL)

~~(5)~~(4) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~2.51.9~~2.01.5  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~2.00.79~~2.01.5  $\text{g}$ , 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B) ~~ただし、標準色の調製にはヒ素標準液5mLを用いる。~~

#### カンゾウ抽出物

Licorice Extract

カンゾウエキス

グリチルリチン

リコリス抽出物

**定 義** 本品は、ウラルカンゾウ (~~*Glycyrrhiza uralensis Fischer*~~*Glycyrrhiza uralensis Fisch. ex DC.*), チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin), ヨウカンゾウ (~~*Glycyrrhiza glabra Linné*~~*Glycyrrhiza glabra L.*), 又はそれらの近縁植物の根若しくは根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものである。本品には、粗製物と精製物がある。

#### 粗製物

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、グリチルリチン酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}=822.93$ ) 5.0%以上, 50.0%未満を含む。

**性 状** 本品は、黄～黒褐色の粉末, 薄片, 粒, 塊, ペースト又は液体である。

**確認試験** 本品 0.01～0.10 g を ~~50%エタノール~~50vol%エタノール 10mL に溶かし, 検液とする。別に薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 5 mg を ~~50%エタノール~~50vol%エタノール 10mL に溶かし, 対照液とする。これらの液 2  ~~$\mu\text{L}$~~  $\mu\text{L}$  につき, 1-ブタノール/水/酢酸混液 (7 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, 暗所で紫外線 (主波長 254nm) 下で観察するとき, 検液から得た数個のスポットのうち 1 個は, 対照液から得た暗紫色のスポット (グリチルリチン酸) と色調及び Rf 値が等しい。ただし, 薄層板には, ~~担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル~~ (蛍光剤入り) を 担体とし, 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**pH** 2.5～7.0 (固体試料 1.0 g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 1.0 g, 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 100mL)

**純度試験** (1) 不溶物 本品を乾燥し, その 5.0 g を ~~50%エタノール~~50vol%エタノール 100mL に溶かし, 質量既知のろ紙を用いてろ過し, ~~50%エタノール~~50vol%エタノール で洗った後, 残留物を 105°C で 5 時間乾燥するとき, その量は 1.25 g 以下である。

~~(2) 液性 pH2.5～7.0 (固体試料 1.0g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 1.0g, 50vol%エタノール 100mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として  $10\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (固体試料 2.0g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として  $10\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (固体試料 0.50 g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 0.50 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 5.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~(3) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~2.01.5~~2.01.5  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (固体試料 1.0 g 又はペースト若しくは液体試料を乾燥したものの 1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 固体試料 8.0%以下 (105°C, 2時間)

ペースト又は液体試料 60.0%以下 (105°C, 5時間)

強熱残分 15.0%以下 (固体試料又はペースト若しくは液体試料を乾燥したもの)

定量法 本品 ~~0.0440mg~~ ~ 0.4 g を精密に量り, ~~50%エタノール~~ 50vol%エタノール に溶かして正確に ~~100mL~~ とし, 検液とする。別にグリチルリチン酸標準品 (別途水分を測定しておく) 約 ~~0.02g~~ 20mg を精密に量り, ~~50%エタノール~~ 50vol%エタノール に溶かして正確に ~~100mL~~ とし, 標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~20μL~~ ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のグリチルリチン酸のピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し, 次式により含量を求める。

グリチルリチン酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}$ ) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算したグリチルリチン酸標準品の採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 ~~填充~~ 5~10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4~6 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 酢酸 (1→50) / アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 グリチルリチン酸の保持時間が約 10 分となるように調整する。

カラム選定 グリチルリチン酸標準品 5 mg 及び ~~「パラオキシ安息香酸プロピル」~~ p-ヒドロキシ安息香酸プロピル 1 mg を ~~50%エタノール~~ 50vol%エタノール ~~20mL~~ に溶かす。この液 ~~20μL~~ につき, 上記の条件で試験するとき, グリチルリチン酸, ~~パラオキシ安息香酸プロピル~~ p-ヒドロキシ安息香酸プロピル の順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

### 精製物

含量 本品を乾燥物換算したものは, グリチルリチン酸 ( $C_{42}H_{62}O_{16}$  = 822.93) 50.0~80.0% を含む。

性状 本品は, 白~黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品 5~10mg を量り, 以下「粗製物」の確認試験を準用する。

pH 2.5~5.0 (1.0 g, 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 100mL)

純度試験 ~~(1) 液性 pH2.5~5.0 (1.0 g, 50vol%エタノール100ml)~~

~~(2) 重金属 Pbとして10μg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(1) 鉛 Pbとして10μg/g以下 (0.50 g, 第1法, 比較液 鉛標準液5.0mL, フレーム方式)

~~(2) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.01.5μg/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

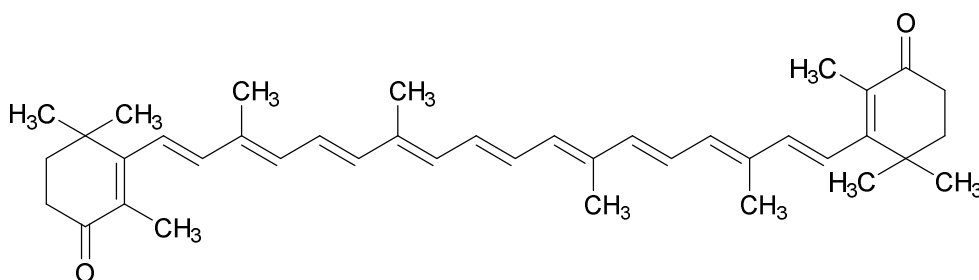
乾燥減量 8.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 15.0%以下

定量法 本品 ~~0.0220~~ ~ ~~0.04g~~ 40mg を精密に量り, 以下「粗製物」の定量法を準用する。

カンタキサンチン (2015年2月20日告示)

Canthaxanthin



$C_{40}H_{52}O_2$

分子量 564.84

$\beta, \beta$ -Carotene-4,4'-dione [514-78-3]

**含量** 本品は、カンタキサンチン ( $C_{40}H_{52}O_2$ ) 96.0%以上を含む。

**性状** 本品は、暗紫色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 本品のアセトン溶液 (1→25,000) は、だいたい色を呈する。この液 5 mL に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) 1 mL, 続けて 0.5 mol/L 硫酸硫酸試液 (0.5 mol/L) 1 mL を加えるとき、直ちに脱色される。

(2) 本品のシクロヘキサン溶液 (1→400,000) は、波長 470nm 付近に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 2.0  $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品 2.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。徐々に加熱し、炭化し始める前に加熱をやめ、硫酸 1 mL を加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸 (1→4) 1 mL 及び硝酸 1 mL で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸 (1→4) 10 mL を入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL としたものを比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(2) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0  $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(3) 副成色素 5%以下

本品 0.020 g (20 mg) を量り、ジクロロメタン 25 mL に溶かし、検液とする。検液 400  $\mu$ L を量り、薄層板の原線上に幅約 3 mm の帯状になるように付け、対照液を用いず、ジクロロメタン/ジエチルエーテル混液 (95:5) を展開溶媒として、薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 15 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。その後、主成分である一番色の

濃い部分を削り取り、栓付遠心管に入れ、ジクロロメタン 40mL を正確に加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液 10mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とし、A 液とする。次に、薄層板上の残りの着色部分の担体を削り取り、別の栓付遠心管に入れ、ジクロロメタン 20mL を正確に加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を B 液とする。A 液及び B 液につき、ジクロロメタンを対照として波長 485nm における吸光度 ( $A_A$  及び  $A_B$ ) を測定し、次式により副成色素の量を求める。ただし、操作は、光を避け、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

$$\text{副成色素の量 (\%)} = \frac{A_B}{A_A \times 10 + A_B} \times 100$$

強熱残分 0.10% 以下

**定量法** 本品約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、クロロホルム 10mL を加えて溶かし、シクロヘキサンを加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100mL とし、検液とする。検液につき、シクロヘキサンを対照として波長 470nm 付近の極大吸収部における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{カンタキサンチン (C}_{40}\text{H}_{52}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{200}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{2-200} \times 100$$

**保存基準** 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

### カンデリラロウ

Candelilla Wax

カンデリラワックス

キャンデリラロウ

キャンデリラワックス

**定義** 本品は、カンデリラ (~~*Euphorbia antisyphilitica* Zuccarini~~ 又は ~~*Euphorbia corifera* Alcocer~~ *Euphorbia antisyphilitica* Zucc. (*Euphorbia corifera* Alcocer)) の茎から得られた、ヘントリアコンタンを主成分とするものである。

**性状** 本品は、淡黄～褐色の固体で、光沢があり、加熱するとき、芳香を発する。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融点** 68～73°C

**けん化価** 43～65

本品約 1 g を精密に量り、エタノール (95) / キシレン混液 (5 : 3) 50mL 及び 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら 1 時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

**純度試験** (1) ~~融点 68～73°C~~



~~(2)~~(1) 酸価 12~22

本品約 3 g を精密に量り、エタノール (95) / キシレン混液 (5 : 3) 80 mL を加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。

~~(3) けん化価 43~65~~

~~「カルナウバロウ」の純度試験(3)を準用する。~~

(4)(2) エステル価 31~43 (油脂類試験法)

~~(5) 重金属 Pb として 40 µg / g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)~~

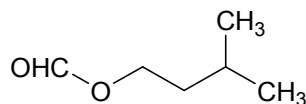
(6)(3) 鉛 Pb として 10.2 µg / g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(7)~~(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03 µg / g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

強熱残分 0.30% 以下

### ギ酸イソアミル

Isoamyl Formate



$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

3-Methylbutyl formate [110-45-2]

含 量 本品は、ギ酸イソアミル ( $C_6H_{12}O_2$ ) 95.092.0% 以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.396 \sim 1.400$

比重  $d_{25}^{25} = 0.876 \sim 0.884$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.396 \sim 1.399$~~

~~(2) 比重 0.880 ~ 0.886~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0 ml, 70 vol% エタノール 4.0 ml)~~

~~(4) 酸価 1.03.0 以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡紅赤色を呈するまで滴定する。~~

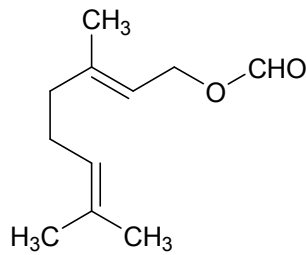
定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。

~~ギ酸イソアミル ( $C_6H_{12}O_2$ ) の含量 = ((けん化価 - 酸価) / 561.1) × 116.2 (%)~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### ギ酸ゲラニル

Geranyl Formate



$C_{11}H_{18}O_2$

分子量 182.26

(2E)-3,7-Dimethylocta-2,6-dien-1-yl formate [105-86-2]

**含量** 本品は、ギ酸ゲラニル ( $C_{11}H_{18}O_2$ ) 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 ~~mL~~ に エタノール製 10%水酸化カリウム試液 10w/v %水酸化カリウム・エタノール試液 10 ~~mL~~ を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、ゲラニオールのおいを発する。

(2) 本品 1 ~~mL~~ に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10 ~~mL~~ を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱した後静置する。下層の水溶液 1 ~~mL~~ に塩酸 (1→4) 1.5 ~~mL~~ を加え、更に マグネシウム末 20mg を数回にわけて加える。泡の発生がなくなった後、硫酸 (3→5) 3 ~~mL~~ 及び クロモトローブ酸二ナトリウム二水和物 10mg を加えて振り混ぜ、温湯中で 10 分間加温するとき、液は、紅赤紫色を呈する。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.466$

**比重**  $d_{20}^{20} = 0.909 \sim 0.917$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.466$~~

~~(2) 比重  $0.909 \sim 0.917$~~

(1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定する。

~~(2) 溶状 澄明 (1.0 ~~mL~~, 80vol%エタノール 3.0 ~~mL~~)~~

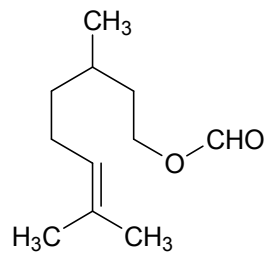
~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡紅色を呈するまで滴定する。~~

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{ギ酸ゲラニル (C}_{11}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{けん化価} - \text{酸価}}{561.1} \times 182.3 \text{ (\%)} \text{---}$$

ギ酸シトロネリル

Citronellyl Formate



$C_{11}H_{20}O_2$

分子量 184.28

3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl formate [105-85-1]

**含量** 本品は、ギ酸シトロネリル ( $C_{11}H_{20}O_2$ ) ~~86.0~~90.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~(1) 本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 10ml を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、シトロネロールのにおいを発する。~~

~~(2) 「ギ酸ゲラニル」の確認試験(2)を準用する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.443\sim 1.452$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.890\sim 0.903$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.444\sim 1.450$~~

~~(2) 比重  $0.891\sim 0.900$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール 3.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.03.0以下 (香料試験法) ただし、滴定は、氷水中で冷却しながら行い、10 秒間持続する淡紅赤色を呈するまで滴定する。~~

**定量法** ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のけん化価及び酸価の試験を行い、次式により含量を求める。~~

~~ギ酸シトロネリル ( $C_{11}H_{20}O_2$ ) の含量 = ((けん化価 - 酸価) / 561.1) × 184.3 (%)~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### キサントタンガム

Xanthan Gum

キサントタン多糖類

ザンサンガム

[11138-66-2]

**定義** 本品は、キサントモナス属細菌 (*Xanthomonas campestris* に限る。) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**含量** 本品を乾燥したものは、キサントタンガム 72.0~108.0%含む。

**性状** 本品は、白~類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

**確認試験** あらかじめ水 300ml を 80℃まで加熱し、500ml のビーカーの中でかくはん機により高

速でかくはんしながら、本品 1.5 g 及びカロブビーンガム 1.5 g の粉末を混合したものを添加する。混合物が溶解するまで 60℃ 以上でかくはんした後、30 分間以上 60℃ 以上でかくはんを続ける。かくはん後、室温になるまで 2 時間放置する。その後、4℃ 以下まで混合物を冷却するとき、弾力性のあるゲルが形成されるが、カロブビーンガムを添加せずに、対照として同様に調製した 1% 溶液では弾力性のあるゲルが形成されない。

**純度試験** (1) 総窒素 1.5% 以下 (約 0.2 g, セミマイクロケルダール法)

(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 µg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(4) 2-プロパノール 0.05% 以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(9)~~ (7) を準用する。

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 mL, 数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準溶液 4 mL を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2 ~ 3 mL の留出速度で、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール 溶液 (1 → 1,000) とする。別に 2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL 及び内標準溶液 8 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール のピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q<sub>T</sub> と Q<sub>S</sub> を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.2 \text{ (\%)} -$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250µm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

**乾燥減量** 15.0% 以下 (105℃, 2.5 時間)

**灰分** 16.0% 以下 (105℃, 4 時間乾燥後)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下 である。また、大腸菌及び

サルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

**定量法** あらかじめガラスろ過器（1 G 4）を 80℃で 30 分間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。乾燥した本品約 0.5 g を精密に量り、水酸化カリウム溶液（1→25）10mL を加えて溶かし、水 90mL を加える。この液に塩酸（1→3）15mL 及び無水エタノールエタノール（99.5）を 300mL を加えてよくかき混ぜた後、2 時間放置し、毎分 4,000 回転で 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し、更に無水エタノールエタノール（99.5）を加え、以下同様の操作を上澄液が塩化物の反応を呈さなくなるまで繰り返す。得られた沈殿を無水エタノールエタノール（99.5）を用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物をアセトンで洗った後、80℃で 1.5 時間減圧乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

残留物の質量（g）

$$\text{キサントガムの含量 (\%)} = \frac{\text{残留物の質量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

### 希釈過酸化ベンゾイル

Diluted Benzoyl Peroxide

[94-36-0, 過酸化ベンゾイル]

**定義** 本品は、過酸化ベンゾイルを「ミョウバン」、「リン酸のカルシウム塩類」、「硫酸カルシウム」、「炭酸カルシウム」、「炭酸マグネシウム」及びデンプンのうち 1 種以上のもので希釈したものである。

**含量** 本品は、過酸化ベンゾイル（C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub> = 242.23）19.0～22.0% を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末である。

**確認試験** 本品 0.2 g を試験管に入れ、クロロホルム 7 mL を加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、試験管の底に白色の不溶物が残る。更に 4, 4'-ジアミノジフェニルアミン試液 2.0 mL を加えるとき、液及び不溶物は、青緑色を呈する。

**pH** 6.0～9.0

本品 3.0 g を量り、水 30mL を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。

**純度試験** (1) 粉末度 本品 5.0 g を量り、乾燥した標準網ふるい 53µm に入れ、2 分間強く上下左右に振り、時々受皿の底をたたく。次に 1 分間放置して微粉末を沈着させた後、ふるい上の残留物を量るとき、1.0 g 以下である。

(2) 延焼状態 本品 1.0 g を量り、ガラス板上に置き、高さ 3 mm、幅 10 mm とし、一端に点火するとき、他端まで延焼しない。

(3) 塩酸不溶物 本品 0.20 g を量り、塩酸（1→4）10 mL を加えてよく振り混ぜ、徐々に加熱して約 1 分間煮沸する。冷後、この液にジエチルエーテル約 8 mL を加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、両液層は、いずれも澄明で、接界面に著明な浮遊物を認めない。

~~(4) 液性 pH6.0～9.0~~

~~本品 3.0 g を量り、水 30ml を加え、3 分間振り混ぜた後、ろ過した液について測定する。~~

~~(5)(4) アンモニウム塩 本品 0.20 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 3 ml を加えて煮沸するとき、発生するガスは、水で潤した赤色リトマス紙リトマス紙 (赤色) を青変しない。~~

~~(6) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 7ml 及び水 10ml を加え、よく振り混ぜた後、穏やかに煮沸し、冷後、水を加えて 50ml とし、ろ過する。ろ液 25ml を量り、アンモニア試液で pH4.0~4.5 とした後、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式)

~~(7)(6) バリウム 本品 2.0 g を量り、硝酸 (1→10) 15 ml を加え、振り混ぜた後、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 40 ml とする。この液をアンモニア試液で pH2.4~2.8 とした後、水を加えて 50 ml とし、硫酸 (1→20) 1 ml を加えて 10 分間放置するとき、濁らない。~~

~~(8)(7) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0ml, 装置 B)~~

~~本品 0.50 g を量り、に塩酸 (1→4) 5 ml を加えて穏やかに加熱し、速やかに氷水中で冷却した後ろ過し、残留物を水 15 ml で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 40 ml とする。この液 20 ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。ただし、アンモニア水又はアンモニア試液で中和する操作は行わない。~~

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 50 ml を加えて振り混ぜる。この液にクエン酸一水和物・メタノール溶液 (1→10) 0.5 ml 及びヨウ化カリウム溶液 (1→2) 2 ml を加え、直ちに密栓し、時々振り混ぜながら暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 ml)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 12.11 mg C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>

## キシラナーゼ

### Xylanase

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Disporotrichum dimorphosporum*, *Humicola insolens*, *Rasamsonia emersonii*, *Trichoderma koningii*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride*に限る。) 又は放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。) の培養物より得られた、キシランを分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、キシラナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下（0.50 g，第5法，標準色 ヒ素標準液3.0mL，装置B）

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

キシラナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50 gを量り、pH4.5の酢酸緩衝液（0.01mol/L）又は水を加えて溶解又は均一に分散し5 mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて10倍、100倍、1000倍、10000倍、若しくは100000倍に希釈したものを試料液とする。

キシラン又はアラビノキシラン4.0 gを量り、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）50mLにかくはんしながら徐々に加えて溶かした後、フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液2滴を加える。この液を塩酸試液（1 mol/L）で中和した後、酢酸緩衝液（pH4.5）100mLを加え、水を加えて200mLとしたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液2 mLを量り、40°Cで5分間加温し、試料液1 mLを加えてよく振り混ぜ、40°Cで30分間加温した後、硫酸（3→50）0.5mLを加えてよく振り混ぜる。この液を10分間放置した後、フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液1滴を加え、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）で中和し、水を加えて5 mLとした後、銅試液（キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用）5 mLを加えてよく振り混ぜる。試験管に軽く栓をして、時々振り混ぜながら20分間水浴中で加熱した後、20～30°Cに急冷する。冷後、この液にヨウ化カリウム溶液（1→40）2 mLを加えて振り混ぜ、更に硫酸（3→50）1.5mLを加え直ちに激しく振り混ぜ、液が澄明になったとき、検液とする。別に試験管に基質溶液2 mLを量り、硫酸（3→50）0.5mLを加えて振り混ぜた後、試料液1 mLを加えてよく振り混ぜる。この液にフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液1滴を加え、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液でそれぞれ滴定し、液が微黄色になったとき、デンプン試液1 mLを加え、青色が消えるまで滴定を続けるとき、検液の0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の0.005mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

#### 第2法

本品0.50 gを量り、pH4.7の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.025mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

試料液1 mLを量り、40°Cで5分間加温した後、アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン100mgを加えて40°Cで10分間静置した後、2 w/v% 2-アミノ-2-ヒドロキシメチルー1, 3-プロパンジオール溶液10mLを加えて直ちにかくはんする。この液を室温で5分間放置した後、かくはんしてろ紙でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液1 mLを量り、2 w/v% 2-アミノ-2-ヒドロキシメチルー1, 3-プロパンジオール溶液10mLを加えてよく振り混ぜ、アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン100mgを加えて10分間放置した後、ろ紙でろ過し、比較液とする。

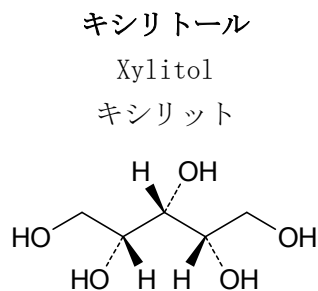
検液及び比較液につき、波長 590nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 第3法

「ヘミセルラーゼ」のヘミセルラーゼ活性試験法第1法を準用する。

### 第4法

「ヘミセルラーゼ」のヘミセルラーゼ活性試験法第2法を準用する。



C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>

分子量 152.15

Meso-Xylitol [87-99-0]

含量 本品を無水物換算したものは、キシリトール (C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>) 98.5~~~101.0~~%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品 5 g に塩酸/~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液混液 (1 : 1) 10~~mL~~を加えて溶かし、50℃で2時間加温した後、エタノール (95) 25~~mL~~を加えるとき、結晶を析出する。この結晶をろ取し、水 10~~mL~~を加え、加温して溶かし、エタノール (95) 50~~mL~~を加える。析出した結晶をろ取し、エタノール (95) を用いて2回再結晶し、105℃で2時間乾燥するとき、その融点は、195~201℃である。

(2) 本品を減圧下、酸化リン (V) デシケータ中で24時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルをキシリトール標準品のスペクトル又は参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 92~96℃

pH 5.0~7.0 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 ~~(1) 融点 92~96℃~~

~~(2) (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 2.0~~mL~~)~~

~~(3) 液性 pH5.0~7.0 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4) 重金属 Pbとして10~~µg~~/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(5) (2) 鉛 Pbとして1.0~~µg~~/g以下 (10.0~~µg~~ g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(6) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~µg~~/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~(7) (4) ニッケル Niとして2.0~~µg~~/g以下~~

本品 50.0 g を量り、水/~~希酢酸~~酢酸試液 (1 mol/L) 混液 (1 : 1) を加えて溶かして 500~~mL~~とし、これをA液とする。A液 100~~mL~~を分液漏斗に分取し、~~1w/v%~~ピロリジンジチオカルバミ



ン酸アンモニウム溶液 (1→100) 2.0 mL 及び ~~メチルイソブチルケトン~~ 4-メチル-2-ペンタノン 10 mL を加えて振り混ぜ、~~メチルイソブチルケトン~~ 4-メチル-2-ペンタノン層をとり、検液とする。別にA液 100 mL ずつを3本の分液漏斗に分取し、ニッケル標準液 0.5, 1.0 及び 1.5 mL をそれぞれ加え、以下検液の 場合調製 と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法 (フレイム方式) により試験を行い、標準添加法を用いて検液のニッケル含量を求める。

操作条件

光源ランプ ニッケル中空陰極ランプ

分析線波長 232.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

~~(9)~~ (5) 他の糖アルコール 1.0%以下

L-アラビトール、ガラクトール、~~D-マンニトール~~ D (-) -マンニトール及びD-ソルビトールについて定量法を準用して、これらの含量 (%) を計算し、その合計を他の糖アルコールの含量 (%) とする。ただし、比較液の調製にあつては、それぞれ約 ~~0.01g~~ 10mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。

~~(9)~~ (6) 還元糖 D-グルコースとして 0.2%以下

本品 1.0 g を量り、フラスコに入れ、水 25 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる。上澄液はガラスろ過器 (1 G 4) でろ過する。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加え、洗浄し、先のガラスろ過器でろ過し、洗液を捨てる。洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで同様の操作を繰り返す。次にフラスコ内の沈殿に直ちに 硫酸第二鉄硫酸鉄 (III) 試液 20 mL を加えて溶かし、先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 0.6 mL を加えるとき、液の 紅赤 色は直ちに消えない。

水分 0.50%以下 (~~1.0~~ 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に量って加え、約 60℃の水浴中で減圧下に濃縮し、乾固する。これに 無水ピリジン ピリジン (無水) 1.0 mL 及び無水酢酸 1.0 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で1時間加熱し、冷後、検液とする。ただし、内標準溶液は、エリスリトール meso-エリトリトール 約 0.2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 25 mL とする。別にキシリトール標準品約 0.2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、以下検液の 場合調製 と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。それぞれの液の エリスリトール エリトリトール 誘導体のピーク面積に対するキシリトール誘導体のピーク面積比、 $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式により含量を求める。更に無水物換算を行う。

キシリトール ( $C_5H_{12}O_5$ ) の含量 (%)

$$= \frac{\text{キシリトール標準品の採取量 (g)} \times 10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

## 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m の ~~ケイ酸ガラス製の細管~~ フューズドシリカ管の内面 に, ガスクロマトグラフィー用 14%シアノプロピルフェニル 86%ジメチルポリシロキサンを 0.25 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 180 $^{\circ}$ Cで2分間保持し, ~~その後,~~ 毎分 10 $^{\circ}$ Cで 220 $^{\circ}$ Cまで昇温し, 220 $^{\circ}$ Cに到達後, を 15分間保持する。

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

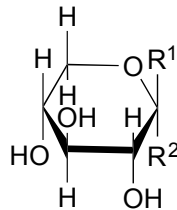
注入方式 スプリット (20 : 1)

キャリアガス ヘリウム

流量 ~~エリスリトール~~ エリトリトール誘導体のピークが約6分後に現れるように調整する。

## D-キシロース

D-Xylose



$\alpha$ -D-キシロピラノース :  $R^1 = H, R^2 = OH$

$\beta$ -D-キシロピラノース :  $R^1 = OH, R^2 = H$

$C_5H_{10}O_5$

分子量 150.13

D-Xylopyranose [58-86-6]

**含量** 本品を乾燥したものは, D-キシロース ( $C_5H_{10}O_5$ ) 98.0~~~101.0~~ %以上を含む。

**性状** 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においがなく, 甘味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1 $\rightarrow$ 20) 2~3滴を沸騰したフェーリング試液 5 ~~mL~~ mL に加えるとき, 赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 1 g に新たに煮沸し冷却した水 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は, 右旋性である。

(3) 本品 1 g に水 3 ~~mL~~ mL を加え, 温めて溶かし, 塩酸 (1 $\rightarrow$ 4) /ジフェニルアミン・エタノール (95) 溶液 (1 $\rightarrow$ 40) 混液 (5 : 2) 3 ~~mL~~ mL を加え, 水浴中で5分間加熱するとき, 液は, 黄~淡だいたい色を呈する。

(4) 本品 0.5 g に水 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, ~~塩酸フェニルヒドラジン~~ 塩化フェニルヒドラジニウム・酢酸ナトリウム試液 30 ~~mL~~ mL 及び酢酸 (1 $\rightarrow$ 20) 10 ~~mL~~ mL を加え, 水浴中で約2時間加熱し, 生じた沈殿を水から再結晶するとき, その融点は, 160~163 $^{\circ}$ Cである。

**純度試験** (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (4.0 g, 水 20 ~~mL~~ mL)

(2) 遊離酸 本品 1.0 g を量り, 新たに煮沸し冷却した水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, フェノールフタレイン試液 1滴を加え, 0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液 1滴を加えるとき, 液は, ~~紅赤~~ 紅赤色を呈する。

(3) 硫酸塩  $SO_4$ として 0.005%以下

本品 1.0 g を量り、水 30 mL を加えて溶かし、検液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.10 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(6) 他の糖類 本品 0.5 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とし、検液とする。検液 0.1 mL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/ピリジン/水混液 (6 : 4 : 3) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つの紅赤色スポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙 2 号を用い、展開溶媒の先端が検液を付けた点から約 15 cm に達したとき展開をやめ、先端の位置に印をつける。ろ紙を風乾した後、再び同じ展開溶媒で展開し、展開溶媒が前の印のところに達したとき展開をやめる。更に同様の操作を 1 回繰り返した後、呈色液を噴霧し、100~125°C で 5 分間乾燥した後、自然光下で上方から観察する。呈色液は、アニリン 0.93 g 及び無水フタル酸無水物 1.66 g を量り、水を飽和した 1-ブタノール 100 mL を加えて溶かして調製する。

**乾燥減量** 1.0% 以下 (105°C, 3 時間)

**強熱残分** 0.05% 以下 (5 g)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、チオ硫酸ナトリウム五水和物溶液 (1 → 400) 50 mL を正確に量って加え、更に硫酸 1 mL を加えて水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム 2.5 g を加え、よく振り混ぜた後、冷暗所に 15 分間放置し、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 1.877 mg C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>

### キチナーゼ

#### Chitinase

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma reesei*に限る。)、放線菌 (*Amycolatopsis orientalis*, *Streptomyces*属に限る。) 若しくは細菌 (*Aeromonas*属, *Paenibacillus taichungensis*に限る。) の培養物より得られた、キチン質を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、キチナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ーただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1 → 100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**キチナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

エチレングリコールキチン 0.50 gを量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 0.5mL を量り、37°Cで 5 分間加温した後、試料液 0.05mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°Cで 2 時間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.65mL を加え直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加温する。冷後、水 8.8mL を加え、検液とする。別に試験管に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 1.65mL を量り、基質溶液 0.5mL 及び試料液 0.05mL を加えて直ちに振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 15 分間加温する。冷後、水 8.8mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.2mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル 2-アセトアミド-2-デオキシ-β-D-グルコピラノシド 17mg を量り、水を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1.5mL 及びリン酸二水素カリウム試液 (0.02mol/L) 0.4mL を量り、37°Cで 5 分加温した後、試料液 0.1mL を加えて振り混ぜ、37°Cで 10 分間加温する。冷後、この液に 5% トリクロロ酢酸溶液 0.1mL を加えて振り混ぜ、pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液 (0.2mol/L) 2.8mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水 0.1mL を用いて以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 400nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第3法

本品 1.0 gを量り、水又は pH7.0 のトリス緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニルジ-N-アセチル-β-キトビオシド 55mg を量り、pH7.0 のトリス緩衝液

(0.05mol/L)を加えて溶かし100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液1.4mLを量り、37℃で5分加温した後、試料液0.1mLを加えて振り混ぜる。この液を37℃で30分間加温した後、炭酸ナトリウム試液(0.2mol/L)1.5mLを加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水0.1mLを用いて以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長405nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## キトサナーゼ

### Chitosanase

**定 義** 本品は、糸状菌(*Aspergillus niger*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride*, *Verticillium* 属に限る。), 放線菌(*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。)又は細菌(*Aeromonas*属, *Bacillus*属に限る。)の培養物より得られた、キトサンを加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、キトサナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**キトサナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0gを量り、水を加えて溶かし100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

キトサン0.50gを量り、酢酸試液(0.75mol/L)90mLに加えてかくはんして溶かし、水酸化ナトリウム試液(10mol/L)でpH5.6に調整し、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に基質溶液0.5mLを量り、40℃で5分間加温した後、あらかじめ40℃で10分間加温した試料液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、40℃で10分間加温した後、アセチルアセトン試液1mLを加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で20分間加熱する。冷後、エタノール(99.5)3mLを加えて振り混ぜ、エールリッヒ試液1mLを加えて振り混ぜ、直ちに67℃の水浴中で10分間加温

する。冷後、この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別に試験管に基質溶液0.5mLを量り、アセチルアセトン試液1 mLを加えて振り混ぜた後、試料液0.5mLを加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で20分間加熱する。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長530nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### キラヤ抽出物

Quillaia Extract

Quillaja Extract

キラヤサポニン

**定義** 本品は、キラヤ (*Quillaja saponaria* Molina) の樹皮から得られた、サポニンを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、部分加水分解サポニン 30.0%以上を含む。

**性状** 本品は、赤淡褐色の粉末又は褐色の液体で、特異な刺激性の味がある。

**確認試験** (1) 粉末試料 1.0 g に等量の水を加え、室温でかくはんするとき、わずかに懸濁して溶ける。

(2) 粉末試料 0.50 g 又は液状試料を乾燥したもの 0.50 g を、水 20 mL に溶かす。この液 2 mL を量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール (95) /水/酢酸混液 (30 : 16 : 8 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が約 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、p-アニスアルデヒド・硫酸試液 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 を均等に噴霧し、110°C で 10 分間加熱した後、観察するとき、Rf 値が 0.1~0.5 付近に帯状に連続する紫褐色のスポットが 4 個検出される。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**pH** 4.5~5.5 (粉末試料 4.0 g 又は液状試料を乾燥したもの 4.0 g, 水 100mL)

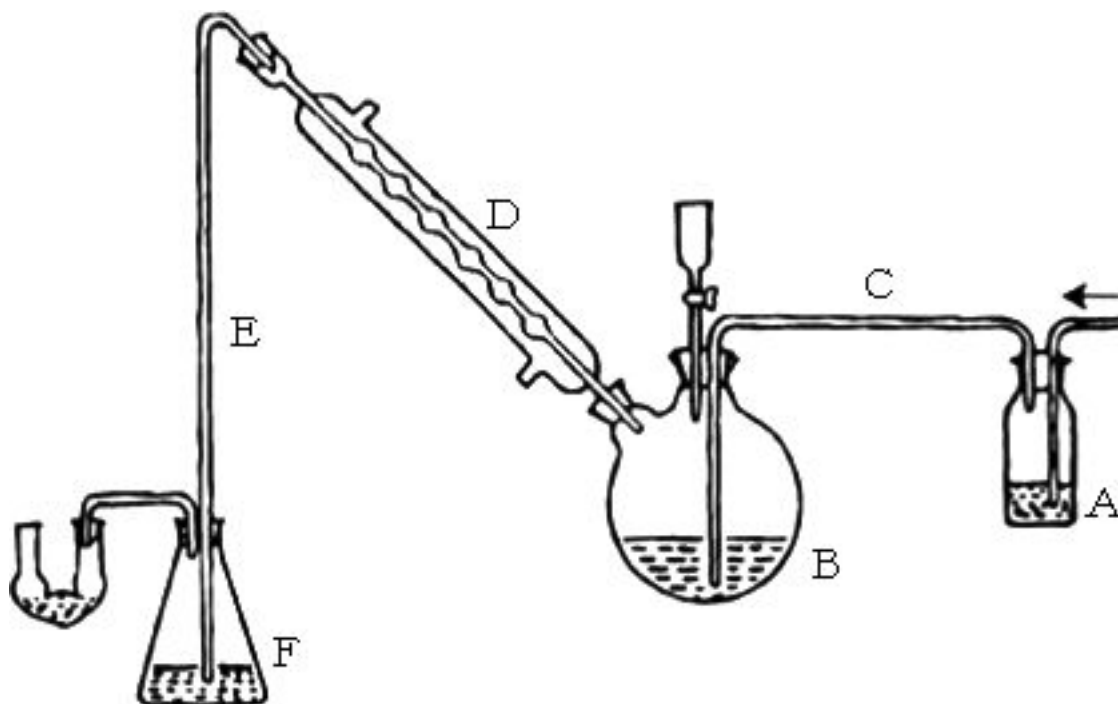
**純度試験** ~~(1) 液性 pH4.5~5.5 (粉末試料 4.0g 又は液状試料を乾燥したもの 4.0g, 水 100mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 2 µg/g 以下 (粉末試料 2.0 g 又は液状試料を乾燥したもの 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~2.6~~ 2 µg/g 以下 (粉末試料 0.75 g 又は液状試料を乾燥したもの 0.75 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) 二酸化硫黄 30µg/g 以下

(i) 装置 概略は、次の図による。



- A : ガス洗浄器  
 B : 丸底フラスコ  
 C : ガス導入管  
 D : 還流冷却器  
 E : ガラス製ジョイント  
 F : 吸収用フラスコ

(ii) 操作法

本品約 100 g を精密に量り、 $1,000\text{ mL}$  の丸底フラスコ B に入れ、メタノール  $500\text{ mL}$  を加え懸濁させる。次にガス導入管 C をフラスコのほぼ底まで届くように付け、フラスコ B の首部に還流冷却器 D を付ける。あらかじめメチルレッド試液で中性を確認した過酸化水素試液  $10\text{ mL}$  を吸収用フラスコ F に入れ、ガラス製ジョイント E を接続する。ガス導入管 C より二酸化炭素又は窒素を一定流量で流し、装置内の空気が流し出されたら、直ちに塩酸 (1→3)  $30\text{ mL}$  を丸底フラスコ B に加え、還流冷却器 D にガラス製ジョイント E を接続する。メタノールが還流し始めるまでゆっくりと加熱した後、穏やかに 2 時間加熱し、吸収用フラスコ F をはずし、 $0.01\text{ mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド試液 3 滴)。

$0.01\text{ mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液  $1\text{ mL} = 0.3203\text{ mg SO}_2$

水分 粉末試料 6.0% 以下 ( $1.0\text{ g}$ , 容量滴定法, 直接滴定)

乾燥減量 液体試料 50.1~70.0% ( $1.0\text{ g}$ ,  $105^\circ\text{C}$ , 5 時間)

強熱残分 10.0% 以下 (粉末試料  $1.0\text{ g}$  又は液状試料を乾燥したもの  $1.0\text{ g}$ )

定量法 粉末試料約  $2\text{ g}$  又は液状試料を乾燥したもの約  $2\text{ g}$  を精密に量り、水を加えて溶かして正確に  $100\text{ mL}$  とする。この液  $10\text{ mL}$  を正確に量り、~~2% 水酸化カリウム溶液~~ 水酸化カリウム溶液 (1→50)  $10\text{ mL}$  を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 2 時間加熱する。冷後、エタノール (95)  $25\text{ mL}$  を加えて溶かし、リン酸  $0.5\text{ mL}$  を加えた後、更に水を加えて正確に  $50\text{ mL}$  とし、検液とする。別に定量用部分加水分解サポニン を  $105^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約 ~~0.02g~~  $20\text{ mg}$  を精密に量り、50vol%

エタノールを加えて溶かし、正確に 50 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。検液及び標準液 20 ~~μL~~ μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の部分加水分解サポニンのピーク面積  $A_{T1}$  及び類縁体サポニン（部分加水分解サポニンに対する相対保持時間が約 0.95）のピーク面積  $A_{T2}$  並びに標準液の部分加水分解サポニンのピーク面積  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned}
 & \text{部分加水分解サポニンの含量 (\%)} \\
 & = \frac{\text{部分加水分解サポニンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{(A_{T1} + A_{T2}) \times 10}{A_S} \times 100 \text{ ~~(\%)~~ }
 \end{aligned}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 210nm）

カラム充 ~~てん~~ 填剤 5～10μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4～6 mm，長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 0.1%リン酸／アセトニトリル混液（13：7）

流量 部分加水分解サポニンの保持時間が約 10 分となるように調整する。

#### グァーガム

Guar Gum

グァーフラワー

グァルガム

**定義** 本品は、グァー (~~*Cyamopsis tetragonolobus* Taubert~~ *Cyamopsis tetragonoloba* (L.) Taub.) の種子から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖，ブドウ糖，乳糖又はデキストリンを含むことがある。

**性状** 本品は、白～わずかに黄褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「カロブビーンガム」の確認試験(1)と同様に操作するとき、粘性のある液体となる。この液 100 ~~mL~~ mL を水浴上で約 10 分間加熱した後、室温まで冷却するとき、その粘性は加熱前とほとんど変わらない。

(2) 「カロブビーンガム」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) たん白質 7.0%以下 本品約 0.15 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 ~~mL~~ mL = 0.8754mg たん白質

(2) 酸不溶物 7.0%以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(5)~~ (4) を準用する。

(3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g，第 1 法，比較液 鉛標準液 4.0mL，フレイム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g，第 3 法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置 B)

(5) デンプン 「カロブビーンガム」の純度試験(5)を準用する。

(6) 2-プロパノール 1.0%以下 「カロブビーンガム」の純度試験(6)を準用する。

**乾燥減量** 14.0%以下 (105℃，5 時間)

**灰分** 1.5%以下 (800℃，3～4 時間)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g に

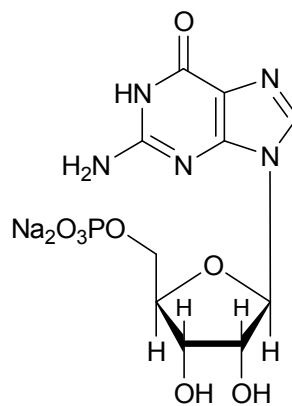


つき、~~細菌数は10,000以下~~生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品1gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液200mLと混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品1gをラウリル硫酸ブイオン培地200mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品1gを乳糖ブイオン培地200mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

5´-グアニル酸二ナトリウム

Disodium 5´-Guanylate

5´-グアニル酸ナトリウム



C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P

分子量 407.18

Disodium guanosine 5´-monophosphate [5550-12-9]

**含量** 本品を乾燥したものは、5´-グアニル酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) 97.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末で、特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 ~~mL~~ mL に ~~オルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ オルシノール・エタノール試液 0.2 ~~mL~~ mL を加え、更に ~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で10分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ mL にマグネシア試液 2 ~~mL~~ mL を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 7 ~~mL~~ mL を加え、10分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。

(3) 本品 ~~0.02g~~ 20mg に塩酸 (1→1,000) 1,000 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、波長 254～258nm に極大吸収部がある。

(4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 7.0～8.5 (1.0g, 水 20mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.10g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(2) 液性 pH7.0～8.5 (1.0g, 水 20ml)~~

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(2) 鉛 Pbとして1 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(5)(4)~~ 吸光度比 本品 ~~0.020 g~~ 20mgを量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして 1,000mLとする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度 A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub> 及び A<sub>3</sub>を測定するとき, A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub>は 0.95~1.03, A<sub>3</sub>/A<sub>2</sub>は 0.63~0.71 である。

~~(6)(5)~~ 他の核酸分解物 「5'-イノシン酸二ナトリウム」の純度試験 ~~(6)(5)~~を準用する。

乾燥減量 25.0%以下 (120°C, 4時間)

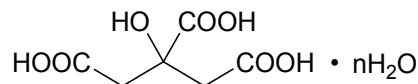
定量法 本品約 0.5 gを精密に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて溶かして正確に 1,000mLとする。この液 10mLを正確に量り, 塩酸 (1→1,000)を加えて正確に 250mLとし, 検液とする。波長 260nm における検液の吸光度Aを測定し, 次式により含量を求める。

~~5'-グアニル酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 = (250/乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × (A/289.8) × 100 (%)~~

$$\begin{aligned} & \text{5'-グアニル酸二ナトリウム (C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_8\text{P) の含量 (\%)} \\ & = \frac{250}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A}{289.8} \times 100 \text{ (\%)} \end{aligned}$$

### クエン酸

Citric Acid



n = 1 又は 0

C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub> · nH<sub>2</sub>O (n=1 又は 0)

分子量 1水和物 210.14  
無水物 192.12

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid monohydrate [5949-29-1]

2-Hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid [77-92-9]

定義 本品には結晶物 (1水和物) 及び無水物があり, それぞれをクエン酸 (結晶) 及びクエン酸 (無水) と称する。

含量 本品を無水物換算したものは, クエン酸 (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) 99.5%以上を含む。

性状 本品は, 無色透明の結晶, 粒若しくは塊又は白色の粉末で, においがなく, 強い酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は, 酸性である。

(2) 本品は, クエン酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50mL)

~~(2) 重金属 Pbとして 10 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして 0.5 $\mu$ g/g以下 (8.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) カルシウム 本品 1.0 gを量り, 水 10mLを加えて溶かし, アンモニア試液を加えて中和し

た後、~~シュウ酸アンモニウム~~、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（1→30）1 mLを加えるとき、濁らない。

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03  $\mu\text{g/g}$  以下（0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置B）

(5) シュウ酸塩 本品 1.0 g を量り、水 10 mL を加えて溶かし、塩化カルシウム 二水和物 溶液（2→25）2 mL を加えるとき、濁らない。

(6) イソクエン酸 本品 0.5 g を量り、105°C で3時間加熱し、冷後、アセトン 10 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 5  $\mu\text{L}$  を量り、対照液を用いず、ろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外に他のスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用2号を用い、展開溶媒が約25cm上昇したとき展開をやめ、十分に風乾した後、クエン酸用ブロモフェノールブルー試液を噴霧する。なお、展開溶媒は、1-ブタノール/ギ酸/水混液（8：3：2）を一夜静置した後、その上層を用いる。

~~(7) 多環芳香族炭化水素 本品 25 g を量り、水 30 mL を加え、約 50°C に加温して溶かす。冷後、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 20 mL ずつで3回抽出を行い、それぞれ毎分 2,500~3,000 回転で約 10 分間遠心分離する。全ヘキサン層を合わせ、ヘキサンを留去して 1~2 mL となるまで濃縮する。冷後、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加えて 10 mL とし、検液とする。検液につき 260~350 nm の波長範囲の吸光度を測定するとき、0.05 以下である。ただし、対照液には試料を除いて同様に操作した液を用いる。~~

~~(8)~~ (7) 硫酸呈色物 本品 0.5 g を量り、硫酸呈色物用硫酸 5 mL を加え、 $90 \pm 1^\circ\text{C}$  で1時間加熱して溶かした液の色は、比色標準液Kより濃くない。

強熱残分 0.10%以下

水分 結晶物 8.8%以下（0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定）

無水物 0.5%以下（2 g, 容量滴定法, 直接滴定）

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 mL とし、この液 25 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 2~3 滴）。更に無水物換算を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 6.404 mg  $C_6H_8O_7$

### クエン酸イソプロピル

Isopropyl Citrate

Mixture of 1-methylethyl esters of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid and glycerol esters of fatty acids

定義 本品は、クエン酸イソプロピル及びグリセリン脂肪酸エステル混合物である。

性状 本品は、無～白色の油状又はろう状の物質で、においがなく、静置するとき、結晶が析出することがある。

確認試験 ~~(1) 本品 3 g に水酸化ナトリウム溶液（1→25）50 mL を加え、1時間還流し、冷後、硫酸（1→20）で中和した液は、クエン酸塩(2)の反応を呈する。~~

~~(2) 本品 2 g に水酸化ナトリウム溶液（1→25）50 mL を加え、1時間還流した後、蒸留して留分 20 mL をとる。この液 5 mL を、あらかじめ酸化クロム 8 g、水 15 mL 及び硫酸 2 mL を入れた還流冷却器付フラスコに還流冷却器を通じて徐々に加え、30分間還流する。冷後、蒸留して留分 2 mL~~

~~をとり、水 3 ml 及び硫酸第二水銀試液 10 ml を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、3 分以内に白～黄色の沈殿を生じる。~~

(1) 本品 2 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 50 ml を加えて加熱、蒸留して留液 20 ml をとり、A 液とする。冷後、残留液に硫酸 (1→20) を加えて中和した液はクエン酸塩 (2) の反応を呈する。

(2) (1) の A 液を検液とする。別に 2-プロパノールの希釈液 (1→5) を調製し、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液の 2-プロパノールのピークの保持時間と一致する。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm、長さ 60 m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 25% ジフェニル 75% ジメチルポリシロキサンを 1.40 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40℃ で 6 分間保持した後、毎分 5℃ で 110℃ まで昇温し、110℃ を 10 分間保持する。

注入口温度 200℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 100

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 30 μg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、ろつぼに入れ、硫酸 2 ml を加えて潤し、徐々に加熱してほとんど灰化した後、放冷する。更に硫酸 1 ml を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで 450～550℃ に強熱する。冷後、残留物に塩酸 2 ml 及び硝酸 0.4 ml を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に硝酸 (1→10) 2 ml 及び水 30 ml を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色になるまでアンモニア試液を滴加した後、水を加えて 50 ml とし、試料液とする。試料液 25 ml を量り、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0 ml に酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 10 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 ml, フレーム方式)~~

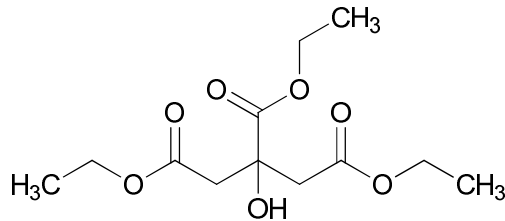
~~(1) の試料液 10 ml を量り、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 ml に水を加えて 25 ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 1.3 1 μg/g 以下 (1.5 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 ml, 装置 B)~~

**強熱残分** 0.30% 以下

クエン酸三エチル (2015年5月19日告示)

Triethyl citrate



$C_{12}H_{20}O_7$

分子量 276.28

1,2,3-Triethyl 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [77-93-0]

**含量** 本品は、クエン酸三エチル ( $C_{12}H_{20}O_7$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の油状の液体で、においがいいか又はわずかに特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~(1)~~ **純度試験** (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.440\sim1.444$

~~(2)~~ **比重**  $d_{25}^{25}=1.135\sim1.139$

~~(3)~~ **純度試験** (1) 遊離酸 クエン酸として0.02%以下

本品32.0 gを正確に量り、エタノール (95) 30 mLを加え、0.1 mol/L水酸化カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、1.0 mL以下である。ただし、エタノール (95) は、ブロモチモールブルー試液数滴を指示薬として黄緑色を呈するまで0.1 mol/L水酸化カリウム溶液を加える。

~~(4)~~ (2) 鉛 Pbとして2.0  $\mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液10mL, フレーム方式)

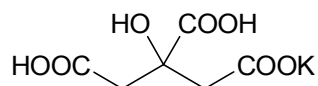
~~(5)~~ (3) ヒ素  $As_2O_3$ として4.0  $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.5 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**水分** 0.25%以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラム温度は、150°Cから毎分5°Cで昇温し、230°Cに到達後、24分間保持する。

### クエン酸一カリウム

Monopotassium Citrate



$C_6H_7KO_7$

分子量 230.21

Monopotassium dihydrogen 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [866-83-1]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、クエン酸一カリウム ( $C_6H_7KO_7$ ) 99.0%~~~101.0%~~以上を含む。

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがいい。

**確認試験** 本品は、カリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 3.0~4.2 (1.0 g, 水 20mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(2)~~ **液性** ~~pH3.0~4.2 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(3)~~ (2) 硫酸塩  $SO_4$ として0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L硫酸 0.50 mL)

~~(4)~~ **重金属** Pbとして10  $\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, ~~比較液 鉛標準液 2.0ml~~)

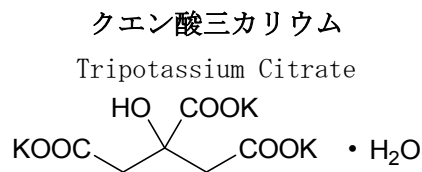
(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.5%以下 (105°C, 3時間)

定量法 本品約0.4gを精密に量り, 非水滴定用酢酸30~~mL~~mLを加え, 加温して溶かし, 冷後, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液1~~mL~~mL) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1~~mL~~mL=23.02mg C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>KO<sub>7</sub>



C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>K<sub>3</sub>O<sub>7</sub> • H<sub>2</sub>O

分子量 324.41

Tripotassium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate monohydrate ~~-[866-84-2, 無水物]~~

[6100-05-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは, クエン酸三カリウム (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>K<sub>3</sub>O<sub>7</sub>=306.39) 99.0~~~~~  
+01.0%以上を含む。

性状 本品は, 無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においが無い。

確認試験 本品は, カリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0g, 水 20~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)~~

~~(3)~~ (2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.024%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50~~mL~~mL)

~~(4) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

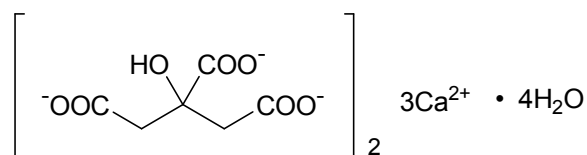
乾燥減量 6.5%以下 (200°C, 2時間)

定量法 本品約0.2gを精密に量り, 非水滴定用酢酸30~~mL~~mLを加え, 加温して溶かし, 冷後, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液1~~mL~~mL) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1~~mL~~mL=10.21mg C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>K<sub>3</sub>O<sub>7</sub>

クエン酸カルシウム

Calcium Citrate



$\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Ca}_3\text{O}_{14} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

分子量 570.49

Tricalcium bis(2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate) tetrahydrate ~~〔813-94-5, 無水物〕~~  
[5785-44-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、クエン酸カルシウム( $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{Ca}_3\text{O}_{14}$ =498.43)97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品を300~400℃で1時間強熱して得た残留物は、カルシウム塩の反応を呈する。

(2) 本品0.5gに水10mL及び硝酸(1→10)2.5mLを加えて溶かした液は、クエン酸塩(2)の反応を呈する。

**pH** 5.5~8.0 (5%懸濁液)

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.060%以下

本品5.0gを量り、塩酸10mL及び水50mLを加え、30分間水浴上で加熱した後、水を加えて200mLとし、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後洗い、ろ紙と共に徐々に加熱して炭化した後、~~300~400~~450~550℃で~~1.3~~時間強熱し、その残留物の質量を量る。

~~(2) 液性 pH5.5~8.0 (5%懸濁液)~~

~~(3)(2)~~ 塩化物 Clとして0.007%以下

本品1.0gを量り、硝酸(1→10)10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.01mol/L塩酸0.20mLに硝酸(1→10)6mL及び水を加えて50mLとする。

~~(4)(3)~~ 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.024%以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.005mol/L硫酸0.50mLに塩酸(1→4)1mL及び水を加えて50mLとする。

~~(5) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(4) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)の量を50mLに変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液1mLを用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

~~(6)(5)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として~~4.0~~3µg/g以下 (0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品~~0.50g~~を量り、に塩酸(1→4)5mLを加え、加熱して溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

**乾燥減量** 10.0~14.0% (150℃, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 10 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 8.307 mg  $C_{12}H_{10}Ca_3O_{14}$

### クエン酸第一鉄ナトリウム

Sodium Ferrous Citrate

クエン酸鉄ナトリウム

Iron(II) sodium salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid

**含量** 本品は、鉄 (Fe=55.85) 10.0~11.0% を含む。

**性状** 本品は、緑白~帯緑黄色の粉末で、においがなく、弱い鉄味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 5 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び新たに調製したフェリシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液 (1→10) 0.5 mL を加えるとき、液は、青色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 mL にアンモニア水 2 mL を加えるとき、液は、赤褐色を呈するが、沈殿は生じない。

(3) 本品 3 g を 500~600°C で 3 時間強熱して得た残留物は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(4) 本品 0.5 g に水 5 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1→25) 10 mL を加え、よくかき混ぜながら 10 分間水浴中で加熱し、冷後、ろ過する。ろ液の一部をとり、酢酸 (1→2) で中和し、過量の塩化カルシウム二水和物溶液 (3→40) を加えて煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿を分離し、この一部に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えるとき、沈殿は溶けないが、他の一部に塩酸 (1→4) を加えるとき、溶ける。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.48% 以下

本品 0.40 g を量り、水 50 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、塩酸 (1→4) 1 mL 及び塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.1 g を加え、1 分間煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(2) ~~第二鉄塩鉄(III)塩~~ 本品 2.0 g を量り、共栓フラスコに入れ、塩酸 5 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム 4 g を加え、栓をして暗所に 15 分間放置する。次にデンプン試液 2 mL を加えてよく振り混ぜるとき、着色しても、これに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1.0 mL を加えるとき、色は消える。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→2) 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸 (1→2) 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次に水層をジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、更に 20 mL で 1 回洗い、洗液を捨てる。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴中で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1→2) を滴加した後、酢酸 (1→20) 4 mL を加えてよく振り混ぜ、水を加えて 50 mL とし、必要があればろ過し、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、~~



~~磁製皿に入れ、硫酸 1mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 6.0mL, 装置B)

~~本品 1.0 g を量り、に水 10mL, 硫酸 1 mL 及び亜硫酸亜硫酸水 10mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10mL とする。この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。標準色は、別に、ヒ素標準液 4.0mL を量り、に水 10mL, 硫酸 1 mL 及び亜硫酸亜硫酸水 10mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10mL とする。この液 5 mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とするして調製する。~~

(5) 酒石酸塩 本品 1.0 g を量り、水 5 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1→15) 10 mL を加え、よくかき混ぜながら 10 分間水浴中で加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL を量り、酢酸 (1→4) で弱酸性とし、酢酸 2 mL を加えて 24 時間放置するとき、白色の結晶性の沈殿を生じない。

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、硫酸 (1→20) 25 mL 及び硝酸 2 mL を加え、10 分間煮沸する。冷後、水 20 mL 及びヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行ない補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 5.585 mg Fe

### クエン酸鉄

Ferric Citrate

Iron(III) salt of 2-hydroxypropane-1, 2, 3-tricarboxylic acid

**含量** 本品は、鉄 (Fe=55.85) 16.5~18.5% を含む。

**性状** 本品は、褐色の粉末又は赤褐色の透明な小葉片である。

**確認試験** 本品は、第二鉄塩鉄 (III) 塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.48% 以下

「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験(1)を準用する。

(3) アンモニウム塩 本品 1.0 g を量り、水 10 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1→15) 5 mL を加えて煮沸するとき、アンモニアのにおいがしない。

~~(4) 重金属 Pbとして 20 $\mu$ g/g 以下~~

~~「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(4) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~本品 1.0 g を量り、に水 5 mL, 硫酸 1 mL 及び亜硫酸亜硫酸水 10mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B~~

~~を用いる。~~

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、塩酸 5 ~~mL~~ 及び水 30 ~~mL~~ を加え、加熱して溶かす。冷後、ヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 ~~mL~~ を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1～3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 5.585 mg Fe

### クエン酸鉄アンモニウム

Ferric Ammonium Citrate

Ammonium iron(III) salt of 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylic acid [1185-57-5]

**含量** 本品は、鉄 (Fe=55.85) 14.5～21.0% を含む。

**性状** 本品は、緑色、赤褐色、深赤色、褐色又は帯褐黄色で、透明なりん片状結晶、粉末、粒又は塊で、においがなく又はわずかにアンモニア臭があり、弱い鉄味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~ を加えて加熱するとき、アンモニアのにおいを発し、赤褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) にアンモニア試液を加えるとき、黒色を呈し、沈殿を生じない。

(3) 本品の水溶液 (1→10) 10 ~~mL~~ に水酸化カリウム溶液 (1→15) 4 ~~mL~~ を加えて加熱し、ろ過する。ろ液 4 ~~mL~~ をとり、酢酸 (1→4) を加えて微酸性とし、冷後、塩化カルシウム 二水和物 溶液 (3→40) 2 ~~mL~~ を加えて煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.48% 以下

「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 重金属 Pb として 20  $\mu\text{g/g}$  以下~~

~~「クエン酸第一鉄ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(2) 鉛 Pb として 2  $\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~本品 1.0 g を量り、に水 5 ~~mL~~, 硫酸 1 ~~mL~~ 及び 亜硫酸亜硫酸水 10 ~~mL~~ を加え、約 2 ~~mL~~ になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 ~~mL~~ とし、この液 5 ~~mL~~ を量り、検液とする。装置 B を用いる。~~

(4) ~~クエン酸鉄~~クエン酸鉄 (III) 本品 0.10 g を量り、水 10 ~~mL~~ を加えて溶かし、新たに調製した ~~フェロシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム 三水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、青色の沈殿を生じない。

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水 25 ~~mL~~ を加えて溶かす。塩酸 5 ~~mL~~ 及びヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 ~~mL~~ を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1～3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消

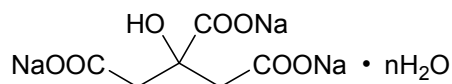
えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 5.585mg Fe

### クエン酸三ナトリウム

Trisodium Citrate

クエン酸ナトリウム



n = 2 又は 0

分子量 2水和物 294.10

無水物 258.07

$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  (n = 2 又は 0)

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate dihydrate [6132-04-3]

Trisodium 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [68-04-2]

**定義** 本品には結晶物(2水和物)及び無水物があり,それぞれをクエン酸三ナトリウム(結晶)及びクエン酸三ナトリウム(無水)と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは,クエン酸三ナトリウム( $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$ ) 99.0~~~101.0~~%以上を含む。

**性状** 本品は,無色の結晶又は白色の粉末で,においがなく,清涼な塩味がある。

**確認試験** 本品は,ナトリウム塩の反応及びクエン酸塩(2)の反応を呈する。

pH 7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色,ほとんど澄明 (1.0g, 水 20~~mL~~ mL)

~~(2) 液性 pH7.6~9.0 (1.0g, 水 20mL)~~

~~(3)~~ (2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.024%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50~~mL~~ mL)

~~(4) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として~~4.0~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 結晶物 10.0~13.0% (180°C, 2時間)

無水物 1.0%以下 (180°C, 2時間)

**定量法** 本品を乾燥し,その約0.2gを精密に量り,非水滴定用酢酸 30~~mL~~ mLを加え,加温して溶かし,冷後,0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は,通例,電位差計を用いる。指示薬(クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 ~~mL~~ mL)を用いる場合の終点は,液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ~~mL~~ mL = 8.602mg  $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$

### クチナシ青色素

Gardenia Blue

**定 義** 本品は、クチナシ (~~Gardenia augusta Merrill~~ ~~又は~~ ~~Gardenia jasminoides Ellis~~ Gardenia jasminoides J. Ellis (Gardenia augusta Merr.)) の果実から得られたイリドイド配糖体とタンパク質分解物の混合物に  $\beta$ -グルコシダーゼを添加して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 50 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

**性 状** 本品は、暗紫~青色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 100 mL に溶かした液は、青~青紫色を呈する。

(2) 本品をクエン酸緩衝液 (pH7.0) に溶かした液は、波長 570~610nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 mL とし、この液 5 mL に塩酸 1~2 滴を加えた後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1~3 滴を加えるとき、速やかに色が消える。

(4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 mL とし、この液 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 mL を加え、40~43°C で 20 分間加熱するとき、明らかな色の変化は認められない。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 8.0 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.25 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4)~~ (3) メタノール 0.10% 以下 (色価 50 に換算)

本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.00 g に相当する量を 10 mL のメスフラスコに正確に量り、水を加えて溶かし、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、更に水を加えて 10 mL とし、試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム (500mg) にエタノール (95) 4 mL、続いて水 10 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に 1 mL の試料液を注入し、流出液を 5 mL のメスフラスコにとる。次に、水を注ぎ、流出液の総量が 5 mL になるまで青色素が溶出しなような速さで流し、得られた流出液を検液とする。別にメタノール 0.50 g を量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、水を加えて正確に 50 mL とし、比較液とする。ただし、2-プロパノール 0.50 g を量り、水を加えて 100 mL とし、更にこの液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とし、内標準溶液とする。検液及び比較液をそれぞれ 2.0  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比は、比較液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん填剤 180~250 $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3~4 mm, 長さ 1~2 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 160～200℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が2～4分になるように調整する。

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH7.0)

測定波長 波長 570～610nm の極大吸収部

### クチナシ赤色素

Gardenia Red

**定義** 本品は、クチナシ (~~Gardenia augusta Merrill~~ ~~又は~~ ~~Gardenia jasminoides Ellis~~ Gardenia jasminoides J. Ellis (Gardenia augusta Merr.)) の果実から得られたイリドイド配糖体のエステル加水分解物とタンパク質分解物の混合物に β-グルコシダーゼを添加して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 50 以上で、その表示量の 90～110% を含む。

**性状** 本品は、暗赤紫～赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、酢酸緩衝液 (pH4.0) 100 ~~mL~~ mL に溶かした液は、赤～赤紫色を呈する。

(2) 本品を酢酸緩衝液 (pH4.0) に溶かした液は、波長 520～545nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、この液 5 ~~mL~~ mL に塩酸 1～2 滴を加えた後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1～3 滴を加えるとき、速やかに色が消える。

(4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。検液 5 ~~mL~~ mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~ mL を加えてアルカリ性にするとき、濁りを生じる場合があるが、明らかな色の変化は認められない。また、検液 5 ~~mL~~ mL に塩酸 1～3 滴を加えるとき、濁りを生じる場合があるが、明らかな色の変化は認められない。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 8.0 2 μg/g 以下 (1.25 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 酢酸緩衝液 (pH4.0)

測定波長 波長 520～545nm の極大吸収部

### クチナシ黄色素

Gardenia Yellow

**定 義** 本品は、クチナシ (~~Gardenia augusta Merrill~~又は ~~Gardenia jasminoides Ellis~~Gardenia jasminoides J. Ellis (Gardenia augusta Merr.)) の果実から得られた、クロシン及びクロセチンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は 100 以上で、その表示量の 90~120%を含む。

**性 状** 本品は、黄~暗赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

- 確認試験** (1) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、~~0.02mol/L~~水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L)~~100mL を加えるとき、黄色を呈する。
- (2) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、~~0.02mol/L~~水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L)~~100mL を加えて 50℃ の水浴中で 20 分間加温し、振り混ぜながら溶かした液は、波長 410~425nm に極大吸収部がある。
- (3) 本品の表示量から色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、必要があれば水浴上で蒸発乾固し、冷却した後、硫酸 5mL を加えるとき、青色を呈し、次いで紫色を経て褐色に変わる。
- (4) 本品の表示量から色価 100 に換算して 1 g に相当する量を とり量り、~~0.02mol/L~~水酸化ナトリウム溶液~~水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L)~~100mL を加えて 50℃ の水浴中で 20 分間加温し、必要があれば振り混ぜて溶かし、検液とする。検液 5μL を量り、対照液を用いず、テトラヒドロフラン/アセトニトリル/~~シュウ酸~~シュウ酸二水和物溶液 (1→80) 混液 (8 : 7 : 7) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.4~0.6 付近に黄色のスポットを認める。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを 担体とし、110℃ で 1 時間乾燥したものを使用する。

- 純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~  
~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として 8μg/g 以下 (~~1.25~~0.50 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)  
~~(3) (2)~~ ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)  
~~(4) (3)~~ ゲニポシド 0.5% 以下 (色価 100 に換算)

本品の表示量から色価 100 に換算して 1.0 g に相当する量を とり量り、水/アセトニトリル混液 (17 : 3) を加えて正確に 25mL とし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。別にゲニポシドをデシケーターで 24 時間乾燥した後、その約 ~~0.01g~~10mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (17 : 3) に溶かし、正確に 100mL とする。更にこの液 1mL、5mL、10mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17 : 3) を加えて、それぞれ正確に 100mL とした液を標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のゲニポシドのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のゲニポシドのピーク面積から検液中のゲニポシドの濃度 (μg/mL) を求め、次式によりゲニポシドの量を求める。

$$\text{ゲニポシドの量 (色価 100 に換算)} (\%) = \text{検液中のゲニポシド濃度 (}\mu\text{g/}\underline{\text{mL}}\text{)} \times 0.0025$$

~~(%)~~

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 238nm)

カラム充てん 填剤 5μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4～5mm, 長さ15～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル混液 (17:3)

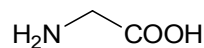
流量 ゲニポンドの保持時間が約15分になるように調整する。

**色価測定法** 本品の表示量から, 色価100に換算して約5gに相当する量を精密に量り, ~~0.02mol/L~~ ~~水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L) 50~~mL~~mLを加えて50℃の水浴中で20分間加温し, 必要があれば振り混ぜながら溶かし, 水を加えて正確に100~~mL~~mLとする。その1~~mL~~mLを正確に量り, 50vol%エタノールを加えて正確に100~~mL~~mLとし, 必要があれば遠心分離し, その上澄液を検液とする。50vol%エタノールを対照として, 波長410～425nmの極大吸収部における, 液層の長さ層長1cmでの吸光度Aを測定し, 次式により色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A \times 1000}{\text{試料の採取} \text{料} \text{量} \text{ (g)}}$$

グリシン

Glycine



C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>

分子量 75.07

Aminoacetic acid [56-40-6]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは, グリシン (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>) 98.5～101.5%を含む。

**性状** 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 甘味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5~~mL~~mLにニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1~~mL~~mLを加え, 3分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5~~mL~~mLに塩酸 (1→4) 5滴及び新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 1~~mL~~mLを加えるとき, 無色のガスを発する。この液5滴を小試験管に入れ, しばらく煮沸し, 次に水浴上で蒸発乾固し, 冷後, 残留物にクロモトローブ酸試液5～6滴を加え, 水浴中で10分間加熱するとき, 濃紫色を呈する。

pH 5.5～7.0 (1.0g, 水20mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0g, 水10~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH5.5～7.0 (1.0g, 水20mL)~~

~~(3)~~(2) 塩化物 Clとして0.021%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30~~mL~~mL)

~~(4) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (1.0g, 第4法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

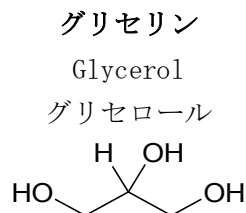
~~(5)~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~3~~3μg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 0.30%以下 (105℃, 3時間)

**強熱残分** 0.10%以下

**定量法** 本品約0.15gを精密に量り, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 7.507mg C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>



C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>

分子量 92.09

Propane-1,2,3-triol [56-8-5]

**含量** 本品は、グリセリン (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の粘稠な液体で、においがなく、甘味がある。

**確認試験** 本品2～3滴に硫酸水素カリウム0.5gを加えて加熱するとき、アクロレインのようににおいを発する。

**比重**  $d_{20}^{20}=1.250\sim1.264$

**純度試験** ~~(1) 比重 1.250～1.264~~

~~(2) 重金属 Pbとして5.0μg/g以下 (5.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.5mL)~~

(1) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下 (10g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

本品 ~~10gを量り、~~に水を加えて100mLとし、この液5mLを量り、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

~~(4)(3) 塩素化合物 Clとして0.003%以下~~

本品5.0gを量り、還流冷却器付フラスコに入れ、モルホリン15mLを加えて3時間穏やかに加熱還流する。冷後、水10mLで還流冷却器を洗い、洗液をフラスコに入れ、次に内容液を硝酸で酸性とする。この液をネスラー管に入れ、硝酸銀溶液(1→50)0.5mLを加え、更に水を加えて50mLとした液の濁度は、比較液より濃くない。比較液は、0.01mol/L塩酸0.40mLを用い、加熱還流を除き、試料と同様に操作して調製する。

~~(5)(4) 還元性物質~~ 本品3.0mLを量り、水5mLを加えて溶かし、アンモニア試液0.5mLを加え、60℃の水浴中で5分間加熱するとき、液は、黄色を呈さない。次に硝酸銀溶液(1→10)0.5mLを加えて振り混ぜ、暗所に5分間放置した液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液の調製は、ピロガロール・グリセリン溶液(3→100,000)を用い、検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

**強熱残分** 0.01%以下 (10g)

**定量法** 本品約0.5gを速やかに精密に量り、水を加えて正確に500mLとする。この液50mLを正確に量り、水約200mLを加え、硫酸(3→1,000)又は水酸化ナトリウム溶液(1→250)を用い、pH7.9±0.1に調整する。次にグリセリン用過ヨウ素酸ナトリウム試液50mLを加え、穏やかにかき混ぜ、時計皿でふた蓋をし、暗所に30分間放置した後、水/エチレングリコール混液(1:1)10mLを加えて振り混ぜ、更に20分間暗所に放置する。次にギ酸ナトリウム溶液(1→15)5mLを加え、pH7.9±0.2になるまで0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。別に空試験を行う。なお、試験にはすべて新たに煮沸し冷却した水を用いる。



0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=9.209mg  $C_3H_8O_3$

### グリセリン脂肪酸エステル

Glycerol Esters of Fatty Acids

**定義** 本品は、脂肪酸とグリセリン又はポリグリセリンのエステル及びその誘導体である。本品には、グリセリン脂肪酸エステル、グリセリン酢酸脂肪酸エステル、グリセリン乳酸脂肪酸エステル、グリセリクエン酸脂肪酸エステル、グリセリコハク酸脂肪酸エステル、グリセリンジアセチル酒石酸脂肪酸エステル、グリセリン酢酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びポリグリセリン縮合リシノール酸エステルがある。

**性状** 本品は、無～褐色の粉末、薄片、粒、粒状若しくはろう状の塊、半流動体、又は液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品約5g(グリセリン酢酸エステルの場合は1.5g)に~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ 3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液 50 mLを加え、還流冷却器を付け、水浴中で1時間加熱した後、ほぼ乾固状態になるまでエタノールを留去する。次に塩酸(1→10) 50 mLを加えてよく振り混ぜ、生じた脂肪酸を石油エーテル/~~メチルエチルケトン~~ 2-ブタノン混液(7:1) 40 mLずつで3回抽出して分離する。この水層をよくかき混ぜ、水酸化ナトリウム溶液(1→9)を加えてほぼ中性にした後、水浴中で減圧下に濃縮して、残留物を得る。この残留物のメタノール溶液(1→10)を検液とする。検液5 µLにつき、メタノール/グリセリン混液(9:1)を対照液とし、アセトン/水混液(9:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、110°Cで10分間加熱して溶媒を除き、冷後、チモール・硫酸試液を噴霧した後、110°Cで20分間加熱して呈色させるとき、グリセリンエステルの場合は対照液と同位置に褐色のスポットを認め、また、ポリグリセリンエステルの場合は対照液と同位置以下に褐色のスポット又は褐色の帯状のスポットを認める。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

(2) グリセリン酢酸エステルの場合を除き、(1)で分離して得た石油エーテル・~~メチルエチルケトン~~ 2-ブタノン層を合わせ、溶媒を留去するとき、油状物又は白～黄白色の固体が残る。この残留物0.1gにジエチルエーテル 5 mLを加えて振り混ぜるとき溶ける。

(3) グリセリン脂肪酸エステル及びポリグリセリンエステルの場合を除き、(1)の残留物0.1gを~~0.005mol/L硫酸~~硫酸試液(0.005mol/L) 2 mLに溶かし、検液とする。別にグリセリン酢酸脂肪酸エステル及びグリセリン酢酸エステルの場合は酢酸 0.01g 10mgを、グリセリン乳酸脂肪酸エステルの場合は「乳酸ナトリウム」 0.02g 20mgを、グリセリクエン酸脂肪酸エステルの場合は~~クエン酸~~クエン酸一水和物 0.01g 10mgを、グリセリコハク酸脂肪酸エステルの場合は「コハク酸」 0.01g 10mgを、グリセリンジアセチル酒石酸脂肪酸エステルの場合は酢酸 0.01g 10mg及び~~酒石酸~~L(+)-酒石酸 0.01g 10mgを量り、それぞれ~~0.005mol/L硫酸~~硫酸試液(0.005mol/L) 2 mLに溶かし、それぞれの標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、標準液に認められるピークと同一の保持時間のところにピークを認める。

操作方法

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 8 mm, 長さ 30 cm のステンレス管

カラム温度 60°C

移動相  $0.005 \text{ mol/L}$  硫酸 硫酸試液 ( $0.005 \text{ mol/L}$ )

流量  $0.7 \text{ mL/分}$

- (4) ポリグリセリン縮合リシノール酸エステルの場合, (1) で分離して得た石油エーテル・メチルエチルケトン 2-ブタノン 層を合わせ, この液を水  $50 \text{ mL}$  ずつで 2 回洗浄し, 無水硫酸ナトリウム で脱水し, ろ過し, 減圧下で加温して溶媒を除去する。残留物約 1 g を精密に量り, 油脂類試験法の水酸基価の試験を行うとき, その値は, 150~170 である。ただし, 酸価の測定には残留物約 0.5 g を用いる。

**純度試験** (1) 酸価 グリセリン脂肪酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

グリセリン酢酸脂肪酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

グリセリン乳酸脂肪酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

グリセリン酢酸エステル 6.0 以下 (油脂類試験法)

ポリグリセリン脂肪酸エステル 12 以下 (油脂類試験法)

ポリグリセリン縮合リシノール酸エステル 12 以下 (油脂類試験法)

グリセリンクエン酸脂肪酸エステル 100 以下 (油脂類試験法)

グリセリンコハク酸脂肪酸エステル 60~120 (油脂類試験法)

グリセリンジアセチル酒石酸脂肪酸エステル 60~120 (油脂類試験法)

~~(2) 重金属 Pb として  $10 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として  $2 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

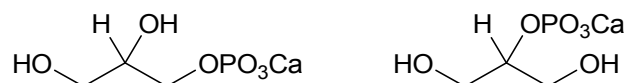
(3) ヒ素  $\text{As}_{2-\text{O}_3}$  として  $4.0 \text{ } \mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

- (4) ポリオキシエチレン 本品 1.0 g を量り,  $200 \text{ mL}$  のフラスコに入れ, エタノール製水酸化カリウム試液  $3.5 \text{ w/v} \%$  水酸化カリウム・エタノール試液  $25 \text{ mL}$  を加え, すり合わせの還流冷却器を付け, 水浴上で時々振り混ぜながら 1 時間 煮沸加熱 する。次に, 水浴上又は減圧下でほぼ乾固状態になるまでエタノールを留去し, 硫酸 (3→100)  $20 \text{ mL}$  を加えて加温しながらよく振り混ぜる。これにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液  $15 \text{ mL}$  を加え, よく振り混ぜた後, クロロホルム  $10 \text{ mL}$  を加え, 再び振り混ぜ, 放置するとき, クロロホルム層は, 青色を呈さない。

**強熱残分** 1.5% 以下

### グリセリン酸カルシウム

Calcium Glycerophosphate



$\text{C}_3\text{H}_7\text{CaO}_6\text{P}$

分子量 210.14

Mixture of monocalcium 2,3-dihydroxypropanyl phosphate and monocalcium 1,3-dihydroxypropan-2-yl phosphate [27214-00-2]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、グリセロリン酸カルシウム ( $C_3H_7CaO_6P$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末で、においがなく、わずかに苦味がある。

**確認試験** 本品 1 g に 5℃以下の水 10~~ml~~ml を加え、よく振り混ぜ、検液とする。

- (1) 検液を煮沸するとき、白色の結晶を析出する。
- (2) 検液 3~~ml~~ml に酢酸鉛 (II) 試液 2～3 滴を加えるとき、白色の凝乳状の沈殿を生じ、これに硝酸 3~~ml~~ml を追加するとき、沈殿は溶ける。
- (3) 検液は、カルシウム塩の反応及びグリセロリン酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁 (1.0 g, 水 50~~ml~~ml)

- (2) エタノール可溶物 1.0%以下

本品 1.0 g を量り、~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 25~~ml~~ml を加えて振り混ぜてろ過する。ろ液を水浴上で蒸発し、残留物を 60℃で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

- (3) 遊離アルカリ 本品 1.0 g を量り、水 60~~ml~~ml を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 5 滴を加えて 0.05mol/L 硫酸で滴定するとき、その消費量は、1.5~~ml~~ml 以下である。
- (4) 塩化物  $Cl$  として 0.071%以下 (0.25 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50~~ml~~ml)
- (5) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50~~ml~~ml)
- (6) リン酸塩  $PO_4$  として 0.040%以下

本品 1.0 g を量り、硝酸 (1→10) 10~~ml~~ml を加えて溶かし、冷モリブデン酸アンモニウム試液 10~~ml~~ml を加えて 10 分間放置するとき、その液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。比較液は、~~リン酸→カリウム~~リン酸二水素カリウム 0.192 g を量り、水 100~~ml~~ml を加えて溶かし、この液 3.0~~ml~~ml を量り、硝酸 (1→10) を加えて 100~~ml~~ml とする。この液 10~~ml~~ml を量り、冷モリブデン酸アンモニウム試液 10~~ml~~ml を加えて 10 分間放置する。

~~(7) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下~~

~~本品 0.50 g を量り、酢酸 (1→20) 3ml を加えて溶かし、水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0ml に酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(7) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20ml を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30ml を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20ml を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30ml を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 ml に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 ml を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(8) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~3  $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0ml, 装置 B)

本品 ~~1.0 g を量り、~~に水 25~~ml~~ml を加えて溶かし、硫酸 1~~ml~~ml 及び~~亜硫酸~~亜硫酸水 10~~ml~~ml を加え、約 2~~ml~~ml になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10~~ml~~ml とする。この液 5~~ml~~ml を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 13%以下 (0.5 g, 150℃, 4 時間)

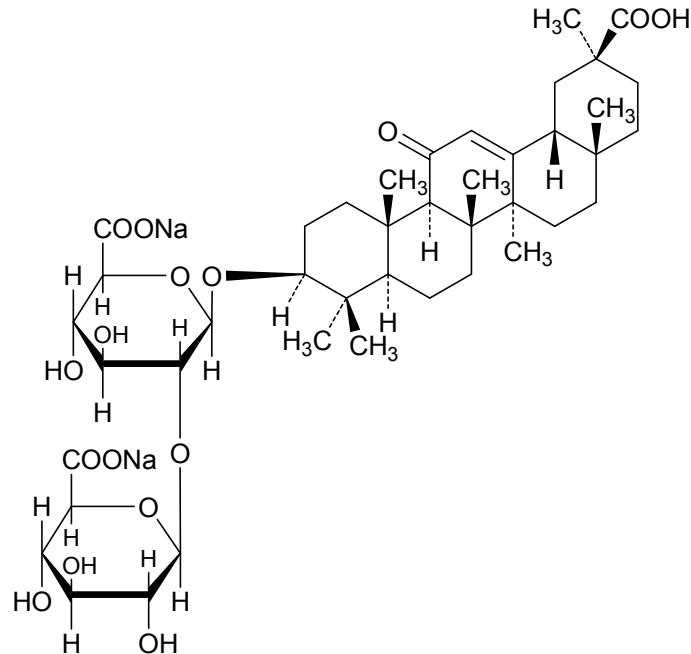
**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 10~~ml~~ml を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 50~~ml~~ml とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。更に乾燥物換算を行う。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1~~ml~~ml = 10.51mg  $C_3H_7$

CaO<sub>6</sub>P

グリチルリチン酸二ナトリウム

Disodium Glycyrrhizinate



C<sub>42</sub>H<sub>60</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>16</sub>

分子量 866.90

20 β-Carboxy-11-oxo-30-norolean-12-en-3 β-yl (sodium β-D-glucopyranosyluronate)-(1→2)-(sodium β-D-glucopyranosiduronate)

**含量** 本品を無水物換算したものは、グリチルリチン酸二ナトリウム (C<sub>42</sub>H<sub>60</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>16</sub>) 95.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末で、味が極めて甘い。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g に塩酸 (1→10) 10 ~~ml~~ mL を加え、10 分間穏やかに煮沸した後、冷却し、ろ過する。ろ紙上の残留物は、よく水洗し、105℃で1時間乾燥する。乾燥物のエタノール (95) 溶液 (1→1,000) 1 ~~ml~~ mL にジブチルヒドロキシルエン・エタノール (95) 溶液 (1→100) 0.5 ~~ml~~ mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 1 ~~ml~~ mL を加え、水浴中でエタノールを揮散させながら 30 分間加熱するとき、残留液中に赤紫～紫色の浮遊物を生じる。

(2) (1)のろ液 1 ~~ml~~ mL に ~~ナフトレゾルシン~~ 1,3-ジヒドロキシナフタレン 0.010g 10mg 及び塩酸 5 滴を加え、1分間穏やかに煮沸した後、5分間放置し、直ちに冷却する。この液にトルエン 3 ~~ml~~ mL を加えて振り混ぜるとき、トルエン層は、赤紫色を呈する。

(3) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 5.5～6.5 (1.0 g, 水 20mL)

**純度試験** (1) 溶状 本品 0.50 g を量り、水 5 ~~ml~~ mL を加えて溶かした液は、澄明で、液の色は、比色標準液 I より濃くない。

~~(2) 液性 pH5.5～6.5 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(3) (2) 塩化物 Cl として 0.014%以下~~

本品 0.50 g を量り、硝酸(1→10) 6 mL 及び水 10 mL を加えて 10 分間穏やかに煮沸した後、ろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、液が着色している場合は、過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、析出物をろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に硝酸(1→10) 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(4)~~(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.029% 以下

本品 0.50 g を量り、塩酸(1→4) 5 mL 及び水 10 mL を加え、10 分間穏やかに煮沸した後、ろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、アンモニア試液で中和する。液が着色している場合は、過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、必要があればろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL に塩酸(1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 30 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 3.0 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (1.5 g, 標準色 ヒ素標準液 9.0 mL, 装置 B)

本品 ~~2.0 g~~ を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硫酸 10 mL 及び硝酸 10 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈する場合は、冷後、硝酸 2 mL を追加して加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、~~シュウ酸アンモニウム~~シュウ酸アンモニウム水和物溶液(1→25) 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 10 mL を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。別に、標準色は、次により調製する。~~ヒ素標準液 ~~9.0 mL~~ を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硫酸 10 mL 及び硝酸 10 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム水和物溶液(1→25) 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 10 mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とするして調製する。

水分 13.0% 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 15.0～18.0% (無水物換算)

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、検液とする。別にニコチン酸アミド標準品を減圧デシケーター中で 4 時間乾燥した後、その約 ~~0.05 g~~ 50 mg を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準液とする。検液につき、水を対照液として波長 259 nm における吸光度  $A_T$  を測定する。次に標準液につき、水を対照液として波長 261 nm における吸光度  $A_S$  を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{グリチルリチン酸二ナトリウム (C}_{42}\text{H}_{60}\text{Na}_2\text{O}_{16}) \text{ の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{ニコチン酸アミドの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{2 A_T}{A_S \times F} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(%)~~$$

ただし、 $F=1.093$

グルカナーゼ

Glucanase

**定 義** 本品は、担子菌 (*Pycnoporus coccineus*に限る。), 糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Geosmithia emersonii*, *Humicola insolens*, *Penicillium emersonii*, *Penicillium funiculosum*, *Rasamsonia emersonii*, *Rhizopus delemar*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride*に限る。), 酵母 (*Saccharomyces*属に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。) 又は細菌 (*Arthrobacter*属, *Bacillus amyloliquefaciens*, *Bacillus subtilis*, *Cellulosimicrobium cellulans*, *Lysobacter enzymogenes*, *Paenibacillus curdlanolyticus*, *Pseudomonas paucimobilis*に限る。) の培養物より得られた,  $\beta$ -D-グルカンを加水分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は, 白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で, においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は, グルカナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸(1→100) 5 mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品1 gにつき, 生菌数は50000以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**グルカナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 基質, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50 gを量り, 水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの, 又は, これを更に水を用いて10倍, 100倍, 1000倍, 若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

カードラン2.0 gを量り, 水を加えて100mLとし, よく振り混ぜ均一に懸濁させたものを基質懸濁液とする。用時調製する。

L字型試験管に基質懸濁液1 mLを量り, pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)又はpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 5 mLを加え, 37°Cで5分間加温した後, 振とうしながら試料液1 mLを加える。この液を振とうしながら37°Cで30分間加温した後, 塩酸試液(0.5mol/L) 1 mLを加えて混和した後, 毎分3500回転で15分間遠心分離し, 上澄液1 mLにフェノール溶液(1→20) 1 mLをそれぞれ加え, 更に硫酸5 mLを速やかに加えて激しくかき混ぜ検液とする。別に基質懸濁液1 mLを量り, pH7.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)又はpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 5 mLを加え, 塩酸試液(0.5mol/L) 1 mLを加えて混和した後, 試料液1 mLを加えて毎分3500回転で15分間遠心分離し, 以下検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長490nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

## 第2法

本品 0.50 g を量り、水又は pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

$\beta$ -グルカン (大麦由来) 3.75 g を量り、水 150mL に懸濁し、水浴中で振り混ぜながら 10 分間加熱して溶かす。冷後、この液に pH5.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 25mL を加え、更に水を加えて 250mL としたものを基質溶液とする。冷蔵保存で 2 週間以内に使用する。

試験管に基質溶液 1.75mL を量り、50°C で 5 分間加温した後、試料液 0.25mL を加えて直ちに混和して 50°C で 10 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸試液 2 mL を加えてよく混和し、試験管にガラス玉をのせ蓋をして水浴中で 15 分間加熱した後、水中で冷却した後、水 10mL を加え、検液とする。別に試験管に基質溶液 1.75mL を量り、3, 5-ジニトロサリチル酸試液 2 mL を加えてよく混和した後、試料液 0.25mL を加えて、試験管にガラス玉をのせ蓋をして水浴中で 15 分間加熱した後、水中で冷却した後、水 10mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第3法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

乾燥酵母 (グルカナーゼ活性試験用) を pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.005mol/L) に懸濁させたものを基質懸濁液とする。ただし、基質懸濁液の波長 660nm における吸光度が 0.45~0.55 の範囲になるように、乾燥酵母 (グルカナーゼ活性試験用) 又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.005mol/L) の量を調整する。氷水中に保存し、調製後 15 分以内に使用する。

試験管に基質懸濁液 10mL を量り、40°C で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えてかくはんした後、40°C で 15 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し比較液とする。40°C で 15 分加温後の検液及び比較液につき、直ちにそれぞれよくかくはんして波長 660nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

## 第4法

本品 0.50 g を量り、水又は酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, アルブミン含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同試料希釈液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

$\beta$ -グルカン (大麦由来) 1.0 g を量り、水 60mL に懸濁し、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱して溶かす。冷後、この液に pH6.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を用いて pH 6.0 に調整し、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に試料液 0.5mL を量り、40°C で 10 分間加温した後、あらかじめ 40°C に加温した基質溶液 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 30 分間加温する。この液にソモギー試液 (III) 1 mL を加えてよく振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 30 分間加熱し、冷後、ネルソン試液 1 mL を加え、ゆるやかに振り混ぜて赤色の沈殿物を完全に溶かし、30 分間放置した後、水 2 mL を加え混合する。この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別

に試験管に試料液 0.5mL を量り、ソモギー試液 (III) 1 mL を加えてよく振り混ぜた後、基質溶液 0.5mL を加えて振り混ぜ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 30 分間加熱し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

#### 第5法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

β-グルカン (大麦由来) 1.0 g を量り、水 30mL を加えて 1 時間かくはんした後、水浴中で 5 分間加熱して溶かす。冷後、pH5.0 のリン酸カリウム・リン酸緩衝液 (1 mol/L) 10mL を加え、更に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 15mL を量り、45°C にて 20 分間加温した後、試料液 2 mL を加えて振り混ぜ、45°C で 15 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作して調製したものを比較液とする。検液及び比較液を 45°C で 15 分加温し、加温後の検液及び比較液につき、それぞれ直ちに一般試験法粘度測定法第 1 法の毛細管粘度計法により操作し、流下時間を測定するとき、検液の流下時間は比較液の流下時間よりも小さい。ただし、45°C で試験する。

### グルコアミラーゼ

Glucoamylase

糖化アミラーゼ

**定 義** 本品は、担子菌 (*Corticium rolfssii* に限る。)、糸状菌 (*Acremonium* 属, *Aspergillus* 属, *Humicola grisea*, *Rhizopus delemar*, *Rhizopus niveus*, *Rhizopus oryzae* に限る。)、酵母 (*Saccharomyces* 属に限る。) 又は細菌 (*Bacillus* 属, *Pseudomonas* 属に限る。) の培養物より得られた、デンプン等のグルコシド結合を加水分解して、グルコースを生成する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、グルコアミラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

**グルコアミラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。



## 第1法

本品 0.50 g を量り、水、塩類試液又は冷却した塩類試液を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水、塩類試液又は冷却した塩類試液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン 2.0 g を量り、水 20mL を加え、よくかき混ぜながら約 40mL の沸騰水中に徐々に加え、沸騰し始めてから約 2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 1 mL に pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 0.2mL を加え、40°C で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 40°C で 20 分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、室温で 30 分間放置した後、塩酸試液 (1 mol/L) 0.1mL を加えて中和し、この液 0.2mL に D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) 6 mL を加えて混和し、40°C で 40 分間加温する。室温まで冷却して検液とする。

別に基質溶液 1 mL に pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 0.2mL を加え、40°C で 5 分間加温した後、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 0.1mL を加え、次に試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、室温で 30 分間放置したのち、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第2法

本品 0.50 g を量り、水又はポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1 → 1000) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又はポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1 → 1000) を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -マルトース-水和物 2.16 g を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.1mL を量り、37°C で 8 分間加温した後、試料液 0.02mL を加えて 37°C で 6 分間加温し、水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 0.02mL を加え、更に 1 分後に D-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) 0.11mL を加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに試料液の調製に用いた水又はポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1 → 1000) を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を調製後、それぞれ 37°C で 7 分間加温し、波長 340nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第3法

本品 0.50 g を量り、水又は酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル α-D-グルコピラノシド 55mg を量り、酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) を加えて溶かし 500mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 0.2mL に酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L, pH4.3, 塩化ナトリウム含有) 0.25mL を加えて混合し、30°C で 5 分間加温した後、基質溶液 0.5mL を加え直ちに振り混ぜ、30°C で 10 分間加温した後、四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 1 mL を加え、検液とする。

別に試料液の代わりに試料の希釈に用いた希釈液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 400nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第4法

「β-アミラーゼ」のβ-アミラーゼ活性試験法第1法を準用する。

#### 第5法

「β-アミラーゼ」のβ-アミラーゼ活性試験法第2法を準用する。

### α-グルコシダーゼ

#### α-Glucosidase

#### マルターゼ

**定 義** 本品は、糸状菌 (*Absidia* 属, *Acremonium* 属, *Aspergillus* 属に限る。), 酵母 (*Saccharomyces* 属に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus* 属, *Burkholderia ginsengisoli*, *Halomonas aquamarina*, *Pseudomonas* 属に限る。) の培養物より得られた、マルトースやオリゴ糖の非還元末端に存在するα-D-グルコシド結合を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、α-グルコシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

**α-グルコシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) , pH4.0 のマッキルバイン緩衝液 (0.02mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -マルトース一水和物 2.1 g を量り、少量の水を加えてかくはんして溶かし、pH7.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L) 10mL 及び水を加えて 100mL としたものの、あるいは、D (+) -マルトース一水和物 2.1 g を量り、水を加えてかくはんして溶かし、pH4.0 のマッキルバイン緩衝液 10mL 及び水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

37°C で 5 分間加温した基質溶液 1 mL にあらかじめ 37°C で加温した試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 10 分間加温した後、この液に塩酸試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて直ちに混和し、冷後、この液に水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて振り混ぜ、この液 1 mL を量り、D-グルコース測定用試液 (ムタローゼ含有) 4 mL を加えて混和し、37°C で 20 分間加温し、検液とする。別に 37°C で 5 分間加温した基質溶液 1 mL に塩酸試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 10 分間加温した後、あらかじめ 37°C に保温した試料液 1 mL を加えて混和し、冷後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、冷水を加えて溶解又は均一に分散し 200mL としたものの、又は、これを更に冷水を用いて 10 倍、若しくは 100 倍に希釈したものを試料液とする。

α-メチル-D (+) -グルコシド 2.0 g を量り、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 1 mL を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.02mol/L) 1 mL を加えて 40°C で 10~15 分間加温し、試料液 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 60 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱し、流水中で冷却する。この液 0.1mL に D-グルコース測定用試液 (グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ含有) 3 mL を加えてよく振り混ぜ、40°C で 20 分間加温し、検液とする。別に pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.02mol/L) 1 mL を量り、試料液 0.5mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し、流水中で冷却し、基質溶液 1 mL を加える。この液 0.1mL に D-グルコース測定用試液 (グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ含有) 3 mL をそれぞれ加えてよく振り混ぜ、40°C で 20 分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 500nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### β-グルコシダーゼ

$\beta$ -Glucosidase  
ゲンチオビアーゼ  
セロビアーゼ

**定義** 本品は、ソテツ (*Cycas revoluta* Thunb.)、又は糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus pulverulentus*, *Penicillium decumbens*, *Penicillium multicolor*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*に限る。)、放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*に限る。)若しくは細菌 (*Bacillus* 属に限る。)の培養物より得られた、糖類の $\beta$ -D-グルコシド結合を加水分解する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、 $\beta$ -グルコシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**$\beta$ -グルコシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

**第1法**

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

D(一) -サリシン 0.50 gを量り、水を加えて溶かし50mLとしたものを基質溶液とする。

50mLのネスラー管にpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 3mLを量り、基質溶液1mLを加えて40°Cで10分間加温した後、試料液1mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで30分間加温する。この液にソモギー試液(I) 2mLを加えて振り混ぜ、ネスラー管の口に軽く蓋をして、水浴中で20分間加熱し、冷後、この液にネルソン試液1mLを加えて亜酸化銅の赤色沈殿が完全に溶けるまでよく振り混ぜ、室温で約20分間放置した後、水を加えて25mLとし、検液とする。別に50mLのネスラー管にpH4.0の酢酸緩衝液(0.1mol/L) 3mLを量り、基質溶液1mLを加え、ソモギー試液(I) 2mLを加えて振り混ぜた後、試料液1mLを加えて、ネスラー管の口に軽く蓋をして、水浴中で20分間加熱し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長500nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液に

ついて測定する。

## 第2法

本品 0.50 g を量り，pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを，又は，これを更に同緩衝液を用いて 10 倍，100 倍，若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニル-β-D-グルコピラノシド 0.151 g を量り，水を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.5mL を量り，pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 1 mL を加えて 50°C で 5 分間加温し，試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液を 50°C で 20 分間加温した後，炭酸ナトリウム溶液 (53→500) 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ，検液とする。別に基質溶液 0.5mL を量り，pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 1 mL 及び炭酸ナトリウム溶液 (53→500) 1 mL を加えて振り混ぜた後，試料液 0.1mL を加えて振り混ぜ，この液を 50°C で 20 分間加温し，冷後比較液とする。検液及び比較液につき，波長 400nm における吸光度を測定するとき，検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお，吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は，遠心分離を行い，その上澄液について測定する。

## 第3法

本品 1.0 g を量り，pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 250mL としたものを，又は，更に同緩衝液を用いて 10 倍，若しくは 100 倍に希釈したものを試料液とする。

D-(+)-セロビオース 0.20 g を量り，pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.05mL を量り，50°C で 3 分間加温し，試料液 0.025mL を加えて 50°C で 10 分間加温し，この液に D-グルコース測定用試液 (ヘキソキナーゼ含有) 0.175mL を加えて直ちに振り混ぜ，5 分間放置し，検液とする。別に試料液の代わりに pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 0.025mL を用いて検液の調製と同様に操作し，比較液とする。検液及び比較液につき，波長 340nm における吸光度を測定するとき，検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお，吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は，遠心分離を行い，その上澄液について測定する。

### α-グルコシルトランスフェラーゼ

α-Glucosyltransferase

4-α-Glucanotransferase

6-α-Glucanotransferase

4-α-グルカノトランスフェラーゼ

6-α-グルカノトランスフェラーゼ

定 義 本品は，バレイシヨ (*Solanum tuberosum* L.) の塊茎，又は放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 若しくは細菌 (*Agrobacterium radiobacter*, *Arthrobacter* 属, *Bacillus* 属, *Erwinia* 属, *Geobacillus pallidus*, *Geobacillus stearothermophilus*, *Gluconobacter oxydans*,

Leuconostoc mesenteroides, Paenibacillus alginolyticus, Pimelobacter 属, Protaminobacter 属, Pseudomonas 属, Serratia 属, Sporosarcina globispora, Thermus 属に限る。) の培養物より得られた、グルコシル基、又はグルカン鎖を転移する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、 $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により試験を行う。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

**$\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品1.0gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.02mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。用時調製し、調製後30分以内に試験に用いる。

スクロース5.0gを量り、水を加えてよく振り混ぜ均一に溶かし100mLとしたもの、又は、可溶性デンプン5.0gを量り、加熱した水を加えてよく振り混ぜ均一に溶かした後、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.1mLを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.5mol/L)0.08mLを加えて混和し、37°Cで5分間加温する。この液に試料液0.02mLを加えて37°Cで15分間更に加温した後、水浴中で5分間加熱し、冷後、pH7.0のトリス緩衝液(0.05mol/L)2.2mLを加えて混和する。この液に $\alpha$ -D-グルコース1-リン酸測定用試液1.2mLを加えてよく振り混ぜ、30°Cで30分間加温し、検液とする。

別に基質溶液0.1mLを量り、pH7.0のトリス緩衝液(0.05mol/L)0.08mLを加えて混和し、37°Cで5分間加温する。この液に試料液0.02mLを加えて直ちに水浴中で5分間加熱し、冷後、pH7.0のトリス緩衝液(0.05mol/L)2.2mLを加えて混和する。この液に $\alpha$ -D-グルコース1-リン酸測定用試液1.2mLを加えてよく振り混ぜ、30°Cで30分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長340nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液につい

て測定する。

## 第2法

本品 1.0 g を量り、pH7.5 のリン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものを、又は、これを更に先の緩衝液で 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。用時調製する。調製後 30 分以内に試験に用いる。

アミロース試液 1 mL に pH7.5 のリン酸カリウム緩衝液 (0.05mol/L) 2 mL を加えてよく混合し、水を加えて 10mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.1mL を量り、50°C で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加え、直ちに振り混ぜ、50°C で 10 分間加温した後、塩酸試液 (0.004mol/L) 2 mL を加えて直ちに振り混ぜる。この液にヨウ素試液 ( $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜたものを検液とする。別に基質溶液 0.1mL を量り、塩酸試液 (0.004mol/L) 2 mL 及び試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、更にヨウ素試液 ( $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ活性試験用) 2 mL を加えて振り混ぜたものを比較液とする。検液及び比較液につき、波長 660nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第3法

本品 1.0 g を量り、pH6.0 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 10mL としたものを試料液とする。

スクロース 8.6 g を量り、水を加えて溶かし 100mL にしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 1 mL に 20°C で 15 分間加温した基質溶液 4 mL を加えて直ちに振り混ぜ、20°C で 10 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、メンブランフィルター (孔径 0.45 $\mu$ m) を用いてろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液 1 mL を基質溶液 4 mL に加えて直ちに水浴中で 5 分間加熱した後、室温まで冷却し、メンブランフィルター (孔径 0.45 $\mu$ m) でろ過したものを比較液とする。別にイソマルツロース 0.10 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液を次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液にはイソマルツロースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のイソマルツロースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用アミノプロピル基化学結合型シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 20~40°C

移動相 アセトニトリル/水 (85 : 15)

検液及び比較液の注入量 10~15 $\mu$ L の一定量

流量 1 mL/分

## 第4法

本品 0.50 g を量り、水又は pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは

10000 倍に希釈したものを試料液とする。

マルトペンタオース 5.0 g を量り、水 300mL を加えて溶かし、pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 50mL 及び水を加えて 500mL としたものを基質溶液とする。

50℃に加温した基質溶液 5 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、50℃で 60 分間加温した後、この液 0.5mL を量り、水 5 mL を加えて直ちに水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液 0.5mL をソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして、水浴中で 10 分間加熱し、冷後、ネルソン試液 2 mL を加えてよく混和し 30 分間放置した後、水 5mL を加えたものを検液とする。

別に 50℃に加温した基質溶液 5 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、この液 0.5mL を量り、水 5 mL に加えて直ちに水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液 0.5mL をソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 10 分間加熱し、冷後、ネルソン試液 2 mL を加えてよく混和し 30 分間放置した後、水 5 mL を加えたものを比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第5法

本品 1.0 g を量り、水又は pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 5 mL としたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

トレハロース二水和物 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

60℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、60℃で 30 分間加温した後、この液 1.0mL を量り、ソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液にネルソン試液 2 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、水 5 mL を加え、検液とする。別に 60℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、直ちにこの液 1.0mL を量り、ソモギー銅試液 2 mL を入れた試験管に入れ、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液にネルソン試液 2 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、水 5 mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第6法

本品 1.0 g を量り、水又は pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

パノース 1.0 g を量り、pH6.0 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。

35℃に加温した基質溶液 2 mL に試料液 0.2mL を加えて混和し、35℃で 30 分間加温した後、この液 0.5mL を量り、水浴中で 10 分間加熱し室温まで冷却する。この液に D-グルコース測定用試



液（ムタロターゼ含有）2 mLを加えてよく振り混ぜ、37℃で10分間加温し、検液とする。別に35℃に加温した基質溶液2 mLに試料液0.2 mLを加えて混和し、直ちにこの液0.5 mLを量り、水浴中で10分間加熱し室温まで冷却する。この液にD-グルコース測定用試液（ムタロターゼ含有）2 mLを加えてよく振り混ぜ、37℃で10分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長505nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第7法

本品1.0 gを量り、水又はpH6.0の酢酸緩衝液（0.05mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し100 mLとしたもの、又は、これを更に水又はpH6.0の酢酸緩衝液（0.05mol/L）を用いて10倍、100倍、1000倍若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

マルトテトラオース1.0 gを量り、pH6.0の酢酸緩衝液（0.05mol/L）を加えて溶かし50 mLとしたものを基質溶液とする。

35℃に加温した基質溶液0.5 mLに試料液0.5 mLを加えて混和し、35℃で60分間加温した後、水浴中で10分間加熱し、冷後、検液とする。別に基質溶液0.5 mLに試料液0.5 mLを加えて直ちに水浴中で10分間加熱し、冷後、比較液とする。別にマルトトリオース50 mgを量り、水を加えて溶かし100 mLとし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液をそれぞれ20 µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、マルトトリオースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のマルトトリオースのピーク面積より大きい。なお、検液の液体クロマトグラフィーにおいてマルトトリオースのピークが明確に判別できないときは除タンパク又は脱塩を行う。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 11~25 µmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂（Ag型）

カラム管 内径5~20 mm、長さ20~40 cmのステンレス管

カラム温度 50~85℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0 mL/分 マルトトリオースの保持時間が10~50分になるように調整する。

#### 第8法

本品0.50 gを量り、水又は酢酸緩衝液（0.05mol/L、pH6.0、塩化カルシウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し100 mLとしたもの、又は、これを更に水又は酢酸緩衝液（0.05mol/L、pH6.0、塩化カルシウム含有）で10倍、100倍、1000倍若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

マルトテトラオース1.0 gを量り、酢酸緩衝液（0.05mol/L、pH6.0、塩化カルシウム含有）を加えて溶かし50 mLとしたものを基質溶液とする。

40℃に加温した基質溶液0.5 mLに試料液0.5 mLを加えて混和し、40℃で30分間加温した後、水浴中で10分間加熱し、冷後、検液とする。別に基質溶液0.5 mLに試料液0.5 mLを加えて直ちに水浴中で10分間加熱し、冷後、比較液とする。別にD（+）-マルトース水和物50 mgを量り、水を加えて溶かし100 mLとし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液をそれぞれ20 µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、D（+）-マルトースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、

比較液のD (+) -マルトースのピーク面積より大きい。なお、検液の液体クロマトグラフィーにおいてD (+) -マルトースのピークが明確に判別できないときは除タンパク又は、脱塩を行う。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 6 μmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (Na型)

カラム管 内径8 mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 40~60℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0mL/分 D (+) -マルトース-水和物の保持時間が約15分になるように調整する。

### α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア

α-Glucosyltransferase Treated Stevia

酵素処理ステビア

**定義** 本品は、「ステビア抽出物」に、α-グルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。α-グルコシル~~ステビオシド~~化ステビオール配糖体を主成分とする。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、α-グルコシル~~化~~ステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体 (ステビオシド、ズルコシドA、レバウジオシドA、レバウジオシドC) の総量として80.0%以上を含み、α-グルコシルステビオール配糖体65.0%以上を含む。4種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドC及びズルコシドA各々のα-グルコシル化物) 及びそれらの未反応のステビオール配糖体4種の合計量として80.0%以上を含み、かつ、α-グルコシル化ステビオール配糖体4種の合計量として65.0%以上を含む。

**性状** 本品は白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、におい~~は~~がないか又はわずかに~~特有の特異な~~においがあり、強い甘味がある。

**確認試験** (1) 本品0.1gを~~水20mL~~水/アセトニトリル混液(7:3)100mLに溶かし、検液とする。検液~~及び定量法の標準液Aをそれぞれ10μLにつきμLずつ量り~~、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液では、ステビオシド又はレバウジオシドAより遅い早い保持時間に複数のピークを認める。~~ただし、定量用ステビオシド及びレバウジオシドAのそれぞれ5mgを水10mLに溶かし、標準液とする。~~

(2) ~~(1)の検液の残りの液に、グルコアミラーゼ20,000単位を加え、55℃で約45分間放置し、室温まで冷却した後、検液とする。↓定量法の検液A10μLにつき、(1)と同じ操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、(1)でステビオシド又はレバウジオシドAより遅い早い~~保持時間に認められた~~複数の~~複数のピークの合計面積は~~減少し、(1)の検液の場合より小さく~~、ステビオシド又はレバウジオシドAのいずれか、あるいは両方のピーク面積が~~増大するは、(1)の検液の場合より大きい。~~

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして10μg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(1) 鉛 Pbとして1μg/g以下 (4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

- (2) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~2.0~~ 1  $\mu\text{g/g}$  以下 (~~1.0~~ 1.5 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 (1)  ~~$\alpha$ -グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量の定量~~  
本品約 1 g を精密に量り, 水 50mL に溶かす。この溶液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂又はスチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂 50mL を充てんした内径約 25mm のガラス管に注ぎ, 1 分間に 3 mL 以下の速さで流出させ, 次いで水 250mL で洗浄した後, 50vol% エタノール 250mL を 1 分間に 3 mL 以下の速さで流す。この溶出液を約 100mL まで濃縮し, 酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に加え, 更に水を加えて約 180mL とする。この液を 55°C で約 5 分間放置した後, グルコアミラーゼ 20,000 単位を加え, 55°C で約 45 分間放置する。更に 95°C で約 30 分間加熱した後, 室温まで冷却し, 水を加えて正確に 200mL とし, 検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 200mL とし, ステビオシド標準液とする。検液及びステビオシド標準液をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り, 「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体量を求め。次に, 検液 20 $\mu$ L を量り, D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後, 37°C で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後, 波長 505nm における吸光度を測定する。対照液は, 水 20 $\mu$ L を用いて検液と同様に操作して調製する。別に空試験を行い補正する。ただし, 空試験液は, 酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に量り, 水を加えて約 180mL としたものを 55°C で約 5 分間放置した後, グルコアミラーゼ 20,000 単位を加え, 55°C で約 45 分間放置し, 更に 95°C で約 30 分間加熱し, 室温まで冷却し, 水を加えて正確に 200mL とした液とする。空試験液を検液と同様に操作して, 吸光度を測定する。別にブドウ糖約 1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 100mL とする。この液 5 mL, 10mL, 20mL 及び 30mL を正確に量り, 水を加えてそれぞれ正確に 100mL とし, 標準液とする。これらの標準液につき, 検液と同様に操作して吸光度を測定し, 検量線を作成する。この検量線と補正した検液の吸光度から検液中の D-グルコース濃度を求め, 次式により検液中の  $\alpha$ -グルコシル残基量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシル残基量} = ((\text{検液中の D-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200) / (\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1,000)) \times 0.900 \times 100 (\%)$$

~~$\alpha$ -グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量を次式により求める。~~

$$\alpha\text{-グルコシルステビオール配糖体及び未反応のステビオール配糖体の総量 (\%)} = \text{ステビオール配糖体量 (\%)} + \alpha\text{-グルコシル残基量 (\%)} -$$

- (2)  ~~$\alpha$ -グルコシルステビオール配糖体の定量~~

~~本品約 1 g を精密に量り, 水を加えて正確に 200mL とし, 検液とする。検液及び(1)のステビオシド標準液 10 $\mu$ L ずつにつき, 「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体量を測定し, その値を未反応のステビオール配糖体量とする。次式により  $\alpha$ -グルコシルステビオール配糖体の含量を求める。~~

$$\alpha\text{-グルコシルステビオール配糖体含量 (\%)} = \text{ステビオール配糖体量 (\%)} + \alpha\text{-グルコシル残基量 (\%)} - \text{未反応のステビオール配糖体量 (\%)} -$$

- (1) グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体 4 種の合計量

本品約 0.1 g を精密に量り, 水 20mL に溶かし, 酢酸緩衝液 (pH4.5) 10mL を正確に加える。

この液にグルコアミラーゼ 2000 単位を加え、55℃で約 45 分間放置する。更に 95℃で約 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水／アセトニトリル混液（7：3）を加えて正確に 100mL とし、検液 A とする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシド A を乾燥し、それぞれ約 50mg ずつを精密に量り、水／アセトニトリル混液（7：3）に溶かして正確に 100mL とし、標準液 A とする。検液 A 及び標準液 A について「ステビア抽出物」の定量法を準用し、ステビオール配糖体 4 種（ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A）の合計量を求める。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基の量

本品約 1 g を精密に量り、水 50mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂 50mL を充填した内径約 25mm のガラス管に注ぎ、1 分間に 3 mL 以下の速さで流出させた後、水 250mL で洗浄する。次に、50vol%エタノール 250mL を 1 分間に 3 mL 以下の速さで流し、得られた流出液を約 100mL になるまで濃縮し、酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に加え、更に水を加えて約 180mL とする。この液を 55℃で約 5 分間放置した後、グルコアミラーゼ 20000 単位を加え、55℃で約 45 分間放置する。更に 95℃で約 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 200mL とし、検液 B とする。検液 B 20μL を量り、D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後、37℃で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後、水 20μL を用いて検液 B と同様に操作した液を対照として、波長 505nm における吸光度を測定する。別に空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、酢酸緩衝液 (pH4.5) 40mL を正確に量り、水を加えて約 180mL としたものを 55℃で約 5 分間放置した後、グルコアミラーゼ 20000 単位を加え、55℃で約 45 分間放置し、更に 95℃で約 30 分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に 200mL とした液とする。空試験液を検液 B と同様に操作して、吸光度を測定する。別に D (+) -グルコース約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100mL とする。この液 5 mL、10mL、20mL 及び 30mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液 B とする。これらの標準液 B につき、検液 B と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。検液 B 中の D-グルコース濃度を検量線から求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基の量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する } \alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)} \\ & \text{検液 B 中の D-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200 \\ = & \frac{\text{検液 B 中の D-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100 \end{aligned}$$

(3) 未反応のステビオール配糖体 4 種の合計量

本品約 0.5 g を精密に量り、水／アセトニトリル混液（7：3）を加えて正確に 100mL とし、検液 C とする。検液 C 及び(1)の標準液 A について「ステビア抽出物」の定量法を準用し、未反応のステビオール配糖体 4 種（ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A）の合計量を求める。

(4) α-グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量

次式により α-グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \alpha\text{-グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量 (\%)} \\ = & \text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体 4 種の合計量 (\%)} \end{aligned}$$

+グルコアミラーゼ処理により遊離する $\alpha$ -グルコシル残基の量 (%)

(5)  $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量

次式により $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量を求める。

$\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量 (%)

=グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体4種の合計量 (%)

+グルコアミラーゼ処理により遊離する $\alpha$ -グルコシル残基の量 (%)

- 未反応のステビオール配糖体4種の合計量 (%)

### $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビオール配糖体

$\alpha$ -Glucosyltransferase Treated Steviol Glycosides

酵素処理ステビオール配糖体

**定義** 本品は、「ステビオール配糖体」に、 $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。 $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体を主成分とする。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、 $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体9種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド各々の $\alpha$ -グルコシル化物)及びそれらの未反応のステビオール配糖体9種の合計量として95.0%以上を含み、かつ、 $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体9種の合計量として80.0%以上を含む。

**性状** 本品は白色の粉末、薄片又は粒で、においがいいか又はわずかに特異なおいがあり、強い甘味がある。

**確認試験** 「 $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $1\mu\text{g/g}$ 以下(4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして $1\mu\text{g/g}$ 以下(1.5g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 6.0%以下(105°C, 2時間)

**強熱残分** 1.0%以下

**定量法** (1) グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体9種及び8種の合計量

本品約0.1gを精密に量り、水20mLに溶かし、酢酸緩衝液(pH4.5)10mLを正確に加える。この液にグルコアミラーゼ2000単位を加え、55°Cで約45分間放置する。更に95°Cで約30分間加熱した後、室温まで冷却し、水/アセトニトリル混液(7:3)を加えて正確に100mLとし、検液Aとする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシドAを乾燥し、それぞれ約50mgずつを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)に溶かして正確に100mLとし、標準液Aとする。検液A及び標準液Aについて「ステビオール配糖体」の定量法を準用し、ステビオール配糖体9種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量及びステビオール配糖体8種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量を求める。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する $\alpha$ -グルコシル残基の量

「α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア」の定量法を準用し、グルコアミラーゼ処理により遊離するα-グルコシル残基の量を求める。

(3) 未反応のステビオール配糖体9種の合計量

本品約0.5gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(7:3)に溶かして正確に100mLとし、検液Cとする。検液C及び(1)の標準液Aについて「ステビオール配糖体」の定量法を準用し、未反応のステビオール配糖体8種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量を求める。次式により、未反応のステビオール配糖体9種(ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシド)の合計量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{未反応のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)} \\ & = \text{未反応のステビオール配糖体8種の合計量 (\%)} \\ & \quad \times \frac{\text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)}}{\text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体8種の合計量 (\%)}} \end{aligned}$$

(4) α-グルコシル化ステビオール配糖体9種及び未反応のステビオール配糖体9種の含量

次式によりα-グルコシル化ステビオール配糖体9種及び未反応のステビオール配糖体9種の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \alpha\text{-グルコシル化ステビオール配糖体9種及び未反応のステビオール配糖体9種の含量 (\%)} \\ & = \text{グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)} \\ & \quad + \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)} \end{aligned}$$

(5) α-グルコシル化ステビオール配糖体9種の含量

次式によりα-グルコシル化ステビオール配糖体9種の含量を求める。

$$\begin{aligned} & \alpha\text{-グルコシル化ステビオール配糖体9種の含量 (\%)} = \text{グルコアミラーゼ処理後のステビ} \\ & \text{オール配糖体9種の合計量 (\%)} + \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残} \\ & \text{基の量 (\%)} - \text{未反応のステビオール配糖体9種の合計量 (\%)} \end{aligned}$$

グルコースイソメラーゼ

Glucose Isomerase

定 義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus* 属に限る。)、放線菌 (*Actinoplanes missouriensis*, *Streptomyces griseofuscus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces murinus*, *Streptomyces phaeochromogenes*, *Streptomyces rubiginosus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*, *Streptomyces* sp.に限る。)又は細菌 (*Arthrobacter globiformis*, *Bacillus coagulans*に限る。)の培養物より得られた、グルコースを異性化する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルコースイソメラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸 (1 $\rightarrow$ 100) 5 mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品 1 gにつき, 生菌数は50000以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

グルコースイソメラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 gを量り, 水又はpH7.0のリン酸緩衝液 (0.05mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの, 又は, これを更に水又は先の緩衝液にて10倍, 100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -グルコース 3.6 gを量り, pH7.0のリン酸緩衝液 (0.4mol/L) 25mL及び硫酸マグネシウム試液 (0.1mol/L) 20mLを加えて溶かした後, 水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1 mLを量り, 水 0.8mLを加えて混和し, 試験管にガラス玉をのせて蓋をして70°Cで5分間加温し, 試料液 0.2mLを加え, 試験管にガラス玉をのせて蓋をして70°Cで30分間加温した後, 氷冷する。この液に過塩素酸 (9 $\rightarrow$ 200) 4 mLを加えて混和した後, 水を加えて10mLとする。ただし, 過塩素酸は濃度70%のものを用いる。この液 0.5mLを試験管にとり, 水 0.5mLを加えて混和し, 氷水中で70vol%硫酸試液 6 mLを加えよく振り混ぜ, 更に氷水中でL-システイン塩酸塩試液 0.1mLを加えて混和した後, 50°Cで10分間加温し, 室温まで冷却し, 検液とする。

別に試験管に基質溶液 1 mLを量り, 水 0.8mLを加えて混和し, 過塩素酸 (9 $\rightarrow$ 200) 4 mLを加えた後, 試料液 0.2mLを加えて試験管にガラス玉をのせて蓋をして70°Cで30分間加温した後, 水を加えて10mLとする。この液 0.5mLを試験管にとり, 以下検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長410nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお, 吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は, 遠心分離を行い, その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 1.0 gを量り, 水又はマレイン酸・硫酸マグネシウム・塩化コバルト試液を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの, 又は, これを更に水又は同希釈液又を用いて10倍, 100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -グルコース 216.2 gを量り, マレイン酸・硫酸マグネシウム・塩化コバルト試液を加え500mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液 1.0mLを量り, 60°Cで2分間加温し, 試料液 0.25mLを加えて混和し, 60°Cで30分間加温した後, 塩酸 (1 $\rightarrow$ 5) 0.25mLを加えて振り混ぜ, 冷後, メンブランフィルター (孔径0.2 $\mu$ m) でろ過し, ろ液を検液とする。別に試料液の代わりに水又はマレイン酸・硫酸マグネシウム・塩

化コバルト試液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。別にフルクトース（酵素用）0.10 g を量り、水を加えて溶かし 100mL とし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、フルクトースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のフルクトースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 約 9 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂（Ca型）

カラム管 内径約 8 mm, 長さ30cm のステンレス管

カラム温度 80 $^{\circ}$ C

移動相 水

流量 0.6mL/分

#### 第3法

本品 1.0 g を量り、水又は MOP S 緩衝液（0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

フルクトース（酵素用）3.8 g を量り、MOP S 緩衝液（0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有）を加えて溶かし 25mL としたものを基質溶液とする。

MOP S 緩衝液（0.04mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム・塩化ナトリウム・塩化コバルト含有）3.1mL を量り、試料液 1.9mL を加え 37 $^{\circ}$ C で 5 分間加温し、グルコースオキシダーゼ・パーオキシダーゼ試液 15mL を加えて 37 $^{\circ}$ C で 8 分加温する。この液に基質溶液 3.7mL を加え、37 $^{\circ}$ C で 5 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに MOP S 緩衝液（0.02mol/L, pH7.0, 硫酸マグネシウム含有）を用いて以下検液の調製と同様に操作し比較液とする。検液及び比較液につき、基質溶液添加 5 分後の波長 405 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### グルコースオキシダーゼ

#### Glucose Oxidase

定義 本品は、糸状菌 (*Acremonium chrysogenum*, *Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus niger*, *Penicillium* 属に限る。) の培養物より得られた、グルコースを酸化する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH 調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色若しくは白～淡黄色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、グルコースオキシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 $\mu$ g/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)



ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下（0.50 g，第5法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置B）

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。また、生菌数試験は、標準寒天培地の代わりにソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地を用いて行う。

**グルコースオキシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50 gを量り、pH7.0のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L），冷却したpH7.0のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L）又は水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

D（+）-グルコース2.50 gを量り、水を加えて溶かして25mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.5mL，リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L，pH7.0，フェノール含有）2mL，パーオキシダーゼ試液（25単位/mL）0.5mL及び4-アミノアンチピリン溶液（1→250）0.1mLを石英セルに入れ、37°Cで10分間加温する。この液に試料液0.1mLを加えてよく混ぜて37°Cで加温し、検液とする。別に試料液の代わりにpH7.0のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液（0.1mol/L）又は水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、試料液添加2分後及び5分後の波長500nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度の差は比較液の吸光度の差より大きい。

#### 第2法

本品1.0 gを量り、水又は酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L，pH5.8，塩化ナトリウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D（+）-グルコース2.80 gを量り、酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L，pH5.8，塩化ナトリウム含有）100mLを加えて溶かしたものを基質溶液とする。

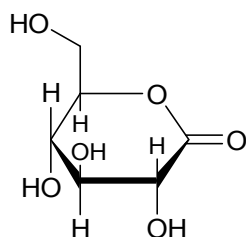
あらかじめ35°Cに加温した基質溶液25mLに試料液1 mLを加えて、毛細管で通気しながら35°Cで15分間加温した後、10mLの水で毛細管を洗い、毛細管を取り外し、洗液を合わせる。この液に直ちに水酸化ナトリウム試液（0.1mol/L）10mLを加え35°Cで60分間加温し、検液とする。別に基質溶液25mLに水10mL及び水酸化ナトリウム試液（0.1mol/L）10mLを加えた後、試料液1 mLを加え35°Cで60分間加温し、比較液とする。

検液及び比較液を塩酸試液（0.1mol/L）で滴定（指示薬 フェノールフタレイン試液2滴）するとき、検液の塩酸試液（0.1mol/L）の消費量は比較液の塩酸試液（0.1mol/L）の消費量よりも小さい。

### グルコノデルタラクトン

Glucono- $\delta$ -Lactone

グルコノラクトン



$C_6H_{10}O_6$

分子量 178.14

D-glucono-1,5-lactone [90-80-2]

**含量** 本品を乾燥したものは、グルコノデルタラクトン ( $C_6H_{10}O_6$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、味は初め甘く、次にわずかに酸味を呈する。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→50) 1 mL に塩化鉄(III)-塩化鉄(III)六水和物溶液 (1→10) 1滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 mL に酢酸 0.7 mL 及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン 1 mL を加え、水浴上で30分間加熱し、冷後、ガラス棒で内壁をこするとき、結晶を析出する。結晶をろ取り、熱湯 10 mL を加えて溶かし、活性炭少量を加えてろ過する。冷後、ガラス棒で内壁をこすり、析出する結晶を乾燥するとき、その融点は、192~202°C (分解) である。

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.035%以下 (0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL)

(3) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL)

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 30 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、微紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ヒ素  $As_{2-3}$  として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(6) ショ糖又は還元糖 本品 0.50 g を量り、水 10 mL 及び塩酸 (1→4) 2 mL を加えて2分間煮沸する。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 5 mL を加え、5分間放置した後、水を加えて 20 mL とする。この液 5 mL を量り、フェーリング試液 2 mL を加えて1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄~赤色の沈殿を生じない。

**乾燥減量** 1.0%以下 (105°C, 2時間)

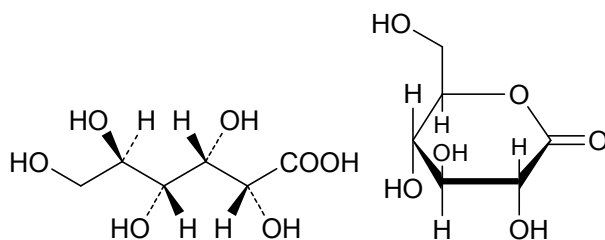
**強熱残分** 0.10%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 30 mL を正確に量って加えて溶かし、20分間放置し、過量のアルカリを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 17.81 mg  $C_6H_{10}O_6$

グルコン酸

Gluconic Acid  
グルコン酸液



**定 義** 本品は、グルコン酸及びグルコノデルタラク톤の水溶液である。

**含 量** 本品は、グルコン酸 ( $C_6H_{12}O_7=196.16$ ) として 50.0~52.0%を含む。

**性 状** 本品は、無~淡黄色の澄明なシロップ状の液体で、においがなく又はわずかににおいがあり、酸味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→25) 1 mL に塩化鉄(III)-塩化鉄(III)六水和物溶液 (1→10) 1滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品 1 mL に水 4 mL を加え、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) 塩化物 Cl として 0.035%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50 mL)

(2) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.024%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 30ml を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、微紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2ml を加え、水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

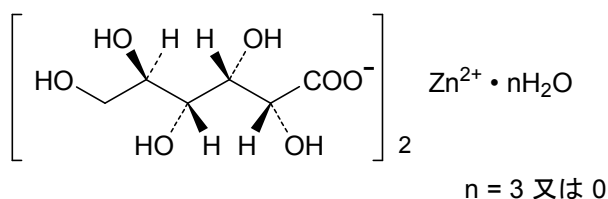
(5) ショ糖又は還元糖 本品 1.0 g を量り、以下「グルコノデルタラクトン」の純度試験(6)を準用する。

**強熱残分** 0.10%以下 (5 g)

**定 量 法** 本品約 1 g を精密に量り、水 30 mL 及び 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 40 mL を正確に量って加え、振り混ぜ、20 分間放置した後、過量のアルカリを 0.05mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 19.62mg  $C_6H_{12}O_7$

グルコン酸亜鉛  
Zinc Gluconate



$C_{12}H_{22}O_{14}Zn \cdot nH_2O$  ( $n = 3$  又は  $0$ )

Monozinc bis(D-gluconate) trihydrate

分子量 3水和物 ~~509.75~~ 509.72

Monozinc bis(D-gluconate) [~~82139-35-3~~4468-02-4]

無水物 ~~455.70~~

455.67

**含量** 本品を無水物換算したものは、グルコン酸亜鉛 ( $C_{12}H_{22}O_{14}Zn$ ) 97.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→20) は、亜鉛塩の反応を呈する。

(2) 本品の温水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として ~~40.2~~ 2  $\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 40mL を加え、時計皿等で覆い、10 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から緑色に変わるまで加える。冷後、ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加え、生じた白色沈殿が溶けるまでアンモニア水を加える。この液を分液漏斗に移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、約 150mL とする。酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

~~本品 1.00 g を量り、硝酸 1 mL 及び水 20 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。検液につき、鉛試験法第 2 法により試験を行う。~~

(2) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.03~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(3) 還元糖 D-グルコースとして 1.0% 以下

本品 1.0 g を量り、250 ~~mL~~ mL の三角フラスコに入れ、水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、~~アルカリ性クエン酸銅試液~~ クエン酸銅 (II) 試液 (アルカリ性) 25 ~~mL~~ mL を加え、小型のビーカーで蓋をして正確に 5 分間穏やかに煮沸した後、室温まで急冷する。この液に酢酸 (1→10) 25 ~~mL~~ mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素溶液 10 ~~mL~~ mL を正確に量って加え、更に塩酸 (1→4) 10 ~~mL~~ mL 及びデンプン試液 3 ~~mL~~ mL を加えた後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、6.3 ~~mL~~ mL 以上である。

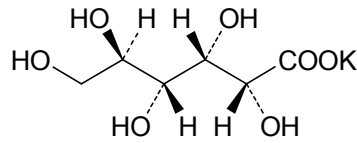
**水分** 11.6% 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

**定量法** 本品約 0.7 g を精密に量り、水 100 ~~mL~~ mL を加え、必要があれば加温して溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 ~~mL~~ mL を加え、0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 0.1 ~~mL~~ mL)。終点は、液が青色を呈するときとする。更に無水物換算を行う。

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 ~~mL~~ mL = 22.79 mg  $C_{12}H_{22}O_{14}Zn$

グルコン酸カリウム

Potassium Gluconate



$C_6H_{11}KO_7$

分子量 234.25

Monopotassium D-gluconate [299-27-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、グルコン酸カリウム ( $C_6H_{11}KO_7$ ) 97.0~103.0%を含む。

**性状** 本品は、白~黄白色の結晶性の粉末又は粒で、においはない。

**確認試験** (1) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

**pH** 7.3~8.5 (1.0 g, 水 10mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(2) 液性 pH7.3~8.5 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして 20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(4) (2)~~ 鉛 Pbとして ~~10~~ 2  $\mu$ g/g以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5) (3)~~ ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~ 3  $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(6) (4)~~ 還元糖 D-グルコースとして 0.50%以下

本品 1.0 g を量り、以下「グルコン酸亜鉛」の純度試験 (3) を準用する。過量のヨウ素を 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、8.15 ~~mL~~ mL 以上である。

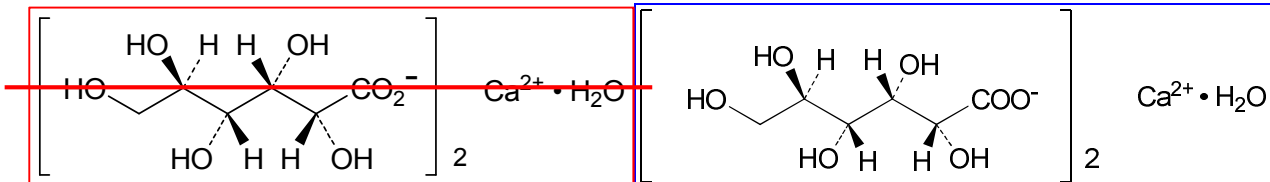
**乾燥減量** 3.0%以下 (105°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 75 ~~mL~~ mL を加え、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する (指示薬 キナルジンレッド試液 10滴)。終点は液の赤色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ~~mL~~ mL = 23.43mg  $C_6H_{11}KO_7$

### グルコン酸カルシウム

Calcium Gluconate



$C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$

分子量 448.39

Monocalcium bis(D-gluconate)monohydrate [299-28-5, 無水物]

**含量** 本品を乾燥したものは、グルコン酸カルシウム ( $C_{12}H_{22}CaO_{14} \cdot H_2O$ ) 98.0~104.0%を

含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末又は粒状の粉末で、においがなく、味がない。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→40) 1 ~~mL~~ mL に ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品の温水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL を とり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

(3) 本品の水溶液 (1→40) は、カルシウム塩の反応を呈する。

pH 6.0~8.0(1.0 g, 水 20mL)

本品に水を加え、60°Cに加温して溶かし、冷後、測定する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20 ~~mL~~ mL を加え、60°Cに加温して溶かし、検液とする。

~~(2) 液性 pH6.0~8.0~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20mL を加え、60°Cに加温して溶かし、冷後、測定する。~~

~~(3)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.071%以下 (0.30 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60 ~~mL~~ mL)

~~(4)~~ (3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50 ~~mL~~ mL)

~~(5) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

~~(6)~~ (5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に 水 5 ~~mL~~ mL を加え、加温して溶かす。この液に硫酸 (3→50) 5 ~~mL~~ mL 及び臭素試液 1 ~~mL~~ mL を加え、水浴上で加熱濃縮して 5 ~~mL~~ mL とし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

~~(7)~~ (6) ショ糖又は還元糖 「グルコノデルタラクトン」の純度試験 (6) を準用する。

**乾燥減量** 0.50%以下 (80°C, 2 時間)

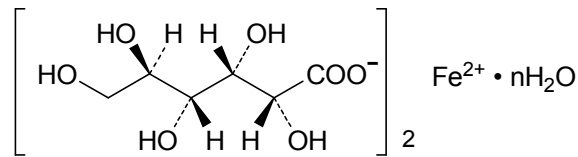
**定量法** 本品を乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。ただし、水酸化カリウム溶液 (1→10) 15mL を加えて約 1 分間放置して試験を行う。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 ~~mL~~ mL = 22.42mg C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CaO<sub>14</sub> · H<sub>2</sub>O

グルコン酸第一鉄

Ferrous Gluconate

グルコン酸鉄



$n = 2$  又は  $0$

$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14} \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=2$  又は  $0$ )

Monoiron(II)bis(D-gluconate) dehydrate

分子量 2水和物 482.17

Monoiron(II)bis(D-gluconate) [299-29-6]

無水物 446.14

**含量** 本品を乾燥したものは、グルコン酸第一鉄 ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14}$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、黄灰～緑黄色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の温水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験(2)を準用する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) は、第一鉄塩鉄(II)塩の反応を呈する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下~~

~~本品1.0gを量り、るつぼに入れ、硫酸2mLを加えて潤し、徐々に加熱してほとんど灰化した後、放冷し、更に硫酸1mLを加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで450～550℃に強熱する。冷後、残留物に塩酸(1→2)5mLを加えて溶かし、分液漏斗に移す。るつぼは、塩酸(1→2)5mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル40mLずつで2回、次にジエチルエーテル20mLで振り混ぜた後、放置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05gを加えて溶かし、水浴上で10分間加熱した後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加し、酢酸(1→20)4mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(1) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(2) 第二鉄塩Fe<sup>3+</sup>鉄(III)塩 Fe<sup>3+</sup>として2.0%以下

本品5.0gを量り、水100 ~~mL~~ mL 及び塩酸10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム3gを加えて振り混ぜた後、5分間暗所に放置し、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1～3mL)とき、その量は、18 ~~mL~~ mL 以下である。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として ~~4.03~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) シュウ酸塩 本品1.0gを量り、水10 ~~mL~~ mL 及び塩酸2 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、分液漏斗に入れ、ジエチルエーテル50 ~~mL~~ mL 及び20 ~~mL~~ mL で2回抽出する。抽出液を合わせ、水10 ~~mL~~ mL を加え、水浴上でジエチルエーテルを留去した後、酢酸1滴及び酢酸カルシウム酢酸カルシウム一水和物溶液(1→20)1 ~~mL~~ mL を加えるとき、5分以内に濁らない。

(5) ショ糖又は還元糖 本品0.5gを量り、水10 ~~mL~~ mL を加え、加温して溶かし、アンモニア試液1 ~~mL~~ mL を加え、硫化水素を通じた後、30分間放置し、ろ過する。ろ紙上の残留物を水5 ~~mL~~ mL ず

つで2回洗い、洗液をろ液に合わせ、塩酸で中和し、更に塩酸（1→4）2 mLを加える。この液を約10 mLに濃縮し、冷後、無水炭酸ナトリウム溶液（1→8）5 mL及び水20 mLを加えてろ過し、ろ液に水を加えて100 mLとする。この液5 mLにフェーリング試液2 mLを加え、1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄～赤色の沈殿を生じない。

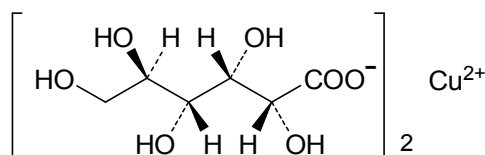
**乾燥減量** 10.0%以下（105℃，4時間）

**定量法** 本品を乾燥し、その約1.5 gを精密に量り、水75 mL及び硫酸（1→20）15 mLを加えて溶かし、更に亜鉛末亜鉛粉末0.25 gを加える。20分間放置した後、あらかじめ薄く亜鉛末亜鉛粉末を積層したろ過器（1 G 4）で吸引ろ過し、硫酸（1→20）10 mL、次に水10 mLで残留物を洗い、洗液をろ液に合わせ、オルトフェナントロリン試液1、10-フェナントロリン試液2滴を加え、必要があれば吸引ろ過し、直ちに0.1 mol/L硫酸第二セリウム溶液0.1 mol/L硝酸二アンモニウムセリウム（IV）溶液で滴定する。別に空試験を行い補正する。

~~0.1 mol/L硫酸第二セリウム溶液0.1 mol/L硝酸二アンモニウムセリウム（IV）溶液1 mL =~~  
44.61 mg C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>FeO<sub>14</sub>

### グルコン酸銅

Copper Gluconate



C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CuO<sub>14</sub>

分子量 453.84

Monocopper (II) bis (D-gluconate)

**含量** 本品は、グルコン酸銅（C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CuO<sub>14</sub>）98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、淡青色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品は、第二銅塩銅（II）塩 (1) 及び(3)の反応を呈する。

(2) 本品の温水溶液（1→10）5 mLをとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明（1.0 g，水10 mL）

(2) 鉛 Pbとして ~~10.2~~ 2 µg/g 以下（2.0 g，第1法，比較液 鉛標準液4.0 mL，フレイム方式）

~~本品1.0 gを量り、水を加えて20 mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0 mLに水を加えて20 mLとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下（0.50 g，第1法標準色 ヒ素標準液3.0 mL，装置B）

本品に水5 mLを加えて溶かし、酢酸2 mL及びヨウ化カリウム1.5 gを加え、5分間放置した後、L（+）-アスコルビン酸0.2 gを加えて溶かし、検液とする。

(4) 還元糖 D-グルコースとして1.0%以下

本品1.0 gを量り、250 mLの三角フラスコに入れ、水10 mLを加えて溶かし、アルカリ性クエン酸銅試液クエン酸銅（II）試液（アルカリ性）25 mLを加え、小型のビーカーで蓋をして正確に5分間穏やかに煮沸した後、室温まで急冷する。この液に酢酸（1→10）25 mLを加え、0.05 mol/Lヨウ素溶液10 mLを正確に量って加え、更に塩酸（1→4）10 mL及びデンプン試



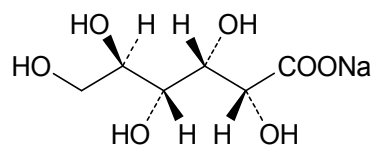
液 3 mL を加えた後、過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、6.3 mL 以上である。

**定量法** 本品約 1.5 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水約 100 mL を加えて溶かした後、酢酸 2 mL 及びヨウ化カリウム 5 g を加えて溶かし、直ちに密栓して暗所に 5 分間放置する。この液を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で淡黄色を呈するまで滴定し、チオシアン酸アンモニウム 2 g を加えて溶かし、次にデンプン試液 3 mL を加え、更に 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で乳白色を呈するまで滴定する。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 45.38mg  $C_{12}H_{22}CuO_{14}$

### グルコン酸ナトリウム

Sodium Gluconate



$C_6H_{11}NaO_7$

分子量 218.14

Monosodium D-gluconate [527-07-1]

**含量** 本品を乾燥したものは、グルコン酸ナトリウム ( $C_6H_{11}NaO_7$ ) 98.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白~帯黄白色の結晶性の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 mL をとり量り、以下「グルコノデルタラクトン」の確認試験 (2) を準用する。

**pH** 6.2~7.8 (1.0 g, 水 10 mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

~~(2) 液性 pH 6.2~7.8 (1.0 g, 水 10 mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(4) (2)~~ 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.02 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(5) (3)~~ ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(6) (4)~~ 還元糖 D-グルコースとして 0.50% 以下

本品 1.0 g を量り、以下「グルコン酸亜鉛」の純度試験 (3) を準用する。過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、8.15 mL 以上である。

**乾燥減量** 0.30% 以下 (105°C, 2 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 75 mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 キナルジンレッド試液 10 滴)。終点は液の赤色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 21.81mg  $C_6H_{11}NaO_7$

## グルタミナーゼ

### Glutaminase

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus* 属に限る。)、酵母 (*Candida* 属に限る。 ) 又は細菌 (*Bacillus amyloliquefaciens*, *Bacillus circulans*, *Bacillus subtilis* に限る。 ) の培養物より得られた、L-グルタミンを加水分解してL-グルタミン酸とアンモニアを生成する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。 ) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。 ) を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、グルタミナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**グルタミナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0 gを量り、水又は酢酸緩衝液 ( $0.01\text{mol/L}$ , pH6.0, ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル含有) を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

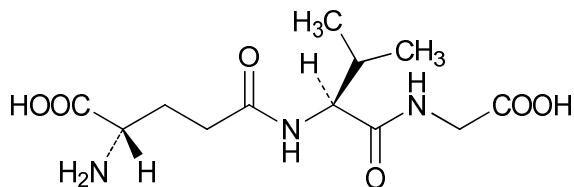
L (+) -グルタミン2.0 gを量り、水70mLを加えて溶かし、pH6.0の酢酸緩衝液 ( $1\text{mol/L}$ ) 10mLを加え、水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液 1 mLを量り、37°Cの水浴中で5分間加温し、あらかじめ37°Cに加温した基質溶液 1 mLを加えて、直ちに振り混ぜ、更に37°Cで10分間加温した後、過塩素酸 (83→1000) 1 mLを加えて振り混ぜ、直ちに氷水中で1分間以上冷却する。ただし、過塩素酸は濃度60%のものを用いる。この液に水酸化ナトリウム溶液 (3→100) 1 mLを加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液 1 mLを量り、過塩素酸 (83→1000) 1 mLを加えて振り混ぜ、37°Cの水浴中で5分間加温した後、基質溶液 1 mLを加えて振り混ぜ、氷水中で1分間以上冷却する。この液に水酸化ナトリウム溶液 (3→100) 1 mLを加えて振り混ぜ、比較液とする。L-グルタミン酸測定用試液 3 mLを分注した試験管に、検液及び比較液0.2 mLをそれぞれ加えて振り混ぜ、常温で10分間放置した後、波長600nmにおける吸光度を測定するとき、検液を加えて得られた液の吸光度は比較液を加えて得られた液の吸光度より大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上清について測定する。

## グルタミルバリルグリシン

Glutamyl-valyl-glycine  
L- $\gamma$ -Glutamyl-L-valyl-glycine



$C_{12}H_{21}N_3O_6$

分子量 303.31

(2S)-2-Amino-4-{(1S)-1-[(carboxymethyl)carbamoyl]-2-methylpropyl}carbamoylbutanoic acid  
[38837-70-6]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、グルタミルバリルグリシン ( $C_{12}H_{21}N_3O_6$ ) 95.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白~淡赤色の粉末である。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3,321\text{cm}^{-1}$ 、 $3,282\text{cm}^{-1}$ 、 $1,712\text{cm}^{-1}$ 、 $1,654\text{cm}^{-1}$ 、 $1,619\text{cm}^{-1}$ 及び  $1,541\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として  $1.0\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 4.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸 (1→4) を加えて試料全体を潤した後、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸 (1→4) を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。試料が炭化した後、必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 450~600°C で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸 (1→4) 1 mL 及び硝酸 1 mL で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸 (1→4) 10 mL を入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(2) ヒ素  $As_2O_3$  として  $1.00.8\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.5 g, 標準色 ヒ素標準液 4.0mL, 装置B)

~~本品 2.0 g を量り、に水 20 mL を加え、加温し、必要があれば超音波処理して溶かし、検液とする。装置Bを用いる。~~

**乾燥減量** 1.0%以下 (105°C, 1時間)

**定量法** 本品及び定量用グルタミルバリルグリシン約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に 50 mL とする。それぞれの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに水を加え、正確に 20 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のグルタミルバリルグリシンのピーク面積A

$A_T$ 及び $A_S$ を測定し、次式により含量を求める。

グルタミルバリルグリシン ( $C_{12}H_{21}N_3O_6$ ) の含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥物換算した定量用グルタミルバリルグリシンの採取量 (g)} \times \frac{A_T}{A_S}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充てん剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

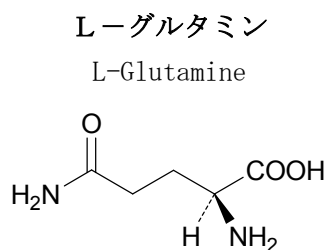
カラム温度 30~40°C の一定温度

移動相 A ~~リン酸=カリウム~~ リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 1,000 mL に溶かし、リン酸で pH3.0 に調整する。

移動相 B 移動相 A 400 mL にアセトニトリル 600 mL を加える。

濃度勾配 A : B (100 : 0) で 25 分間保持した後、A : B (100 : 0) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 25 分間行う。

流量 1.0 mL / 分



$C_5H_{10}N_2O_3$

分子量 146.14

(2S)-2-Amino-4-carbamoylbutanoic acid [56-85-9]

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、L-グルタミン ( $C_5H_{10}N_2O_3$ ) 98.0~102.0% を含む。

**性 状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、紫色を呈する。

(2) 「L-アスパラギン」の確認試験(2)を準用する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +6.3 \sim +7.3^\circ$

本品約 4 g を精密に量り、水を加えて加温して溶かし、速やかに冷却した後、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。更に乾燥物換算を行う。

**pH** 4.5~6.0 (1.0 g, 水 50mL)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +6.3 \sim +7.3^\circ$~~

~~本品約 4 g を精密に量り、水を加えて加温して溶かし、速やかに冷却した後、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 50 mL)~~

~~(3) 液性 pH4.5~6.0 (1.0 g, 水 50mL)~~

~~(4)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (~~0.07g~~70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

~~(5) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

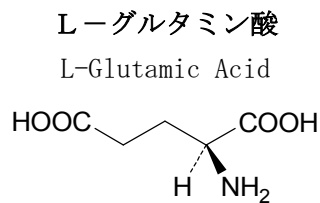
~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3 時間)

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 14.61mg C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>

分子量 147.13

(2S)-2-Aminopentanedioic acid [56-86-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-グルタミン酸 (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>) 99.0% 以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, わずかに特異な味と酸味がある。

確認試験 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え, 3 分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +31.5 \sim +32.5^\circ$  (10 g, 塩酸試液 (2 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

pH 3.0~3.5 (飽和溶液)

純度試験 ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +31.5 \sim +32.5^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→6), 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 塩酸試液 (2 mol/L) 10mL)~~

~~本品 0.50 g を量り, 水 50mL を加えて加温しながら溶かし, 検液とする。~~

~~(3) 液性 pH3.0~3.5 (飽和溶液)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.021% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 1 $\mu$ g/g 以下 (4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

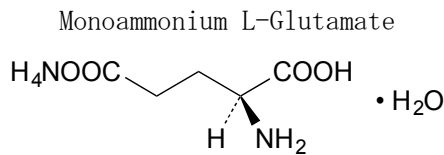
乾燥減量 0.20% 以下 (105°C, 3 時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, ギ酸 6 mL を加えて溶かし, 以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 14.71mg C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>4</sub>

L-グルタミン酸アンモニウム



$C_5H_{12}N_2O_4 \cdot H_2O$

分子量 182.18

Monoammonium monohydrogen (2S)-2-aminopentanedioate monohydrate [139883-82-2]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-グルタミン酸アンモニウム ( $C_5H_{12}N_2O_4 \cdot H_2O$ ) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) を検液とする。別に L-グルタミン酸ナトリウム L-グルタミン酸ナトリウム一水和物 溶液 (1→200) を対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 1 ~~μ~~μL ずつ量り、1-ブタノール/水/酢酸混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇した時展開をやめ、風乾する。更に 80°C で 30 分間乾燥した後、ニンヒドリン溶液 (1→500) を均等に噴霧し、80°C で 10 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た赤紫色のスポットと色調及び Rf 値が等しい。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

(2) 本品は、アンモニウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.4 \sim +26.4^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→6), 100mL, 乾燥物換算)

pH 6.0～7.0 (1.0 g, 水 20mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.4 \sim +26.4^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→6), 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) 液性 pH6.0～7.0 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3)(1) 鉛 Pb として 2.0 1 μg/g 以下 (5.0 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(4)(2) ヒ素  $As_2O_3$  として 2.5 1.9 μg/g 以下 (0.8 0.79 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

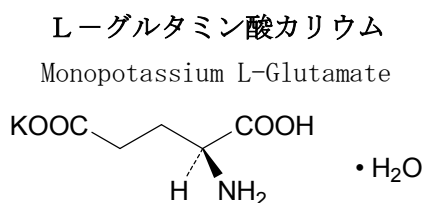
~~(5)(3) ピロリドンカルボン酸 本品 0.50 g を量り、水に溶かして 100 ~~μ~~μL とし、検液とする。別に L-グルタミン酸ナトリウム L-グルタミン酸ナトリウム一水和物 0.50 g 及び ピロリドンカルボン酸 DL-2-ピロリドン-5-カルボン酸 2.5mg を量り、水に溶かして正確に 100 ~~μ~~μL とし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 2 ~~μ~~μL ずつ量り、1-ブタノール/水/酢酸混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、更に 120°C で 30 分間加熱して溶媒を除く。次亜塩素酸ナトリウム 5 ~~μ~~μL の入った 50 ~~μ~~μL のビーカー及びこの薄層板を、別の展開用容器に入れる。このとき、薄層板のガラス面をビーカーに向けるように入れる。ビーカーに塩酸約 2 ~~μ~~μL を静かに加えて 塩素ガス 塩素 を発生させ、展開用容器に蓋をして 20 分間放置する。薄層板を取り出し、10 分間放置した後、エタノール (95) を均一に噴霧し、風乾する。ヨウ化カリウム・デンプン試液を噴霧し、自然光下で観察するとき、検液には、対照液のピロリドンカルボン酸と同位置にスポットを認めない。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。~~

乾燥減量 0.5%以下 (50°C, 4時間)

強熱残分 0.1%以下 (800°C, 15分)

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 9.109mg C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O



C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>NKO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O

分子量 203.23

Monopotassium monohydrogen (2S)-2-aminopentanedioate monohydrate [6382-01-0]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-グルタミン酸カリウム (C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>NKO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O) 99.0 ~ 101.0% 以上を含む。

性状 本品は, 無~白色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で, 特異な味があり, 吸湿性がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1 → 1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1 → 1,000) 1 mL を加え, 3分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。

(2) 本品は, カリウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +22.5 \sim +24.0^\circ$  (10 g, 塩酸 (1 → 4), 100mL, 乾燥物換算)

pH 6.7 ~ 7.3 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +22.5 \sim +24.0^\circ$  (10 g, 塩酸 (1 → 4), 100mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 液性 pH 6.7 ~ 7.3 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.10% 以下 (0.07g 70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

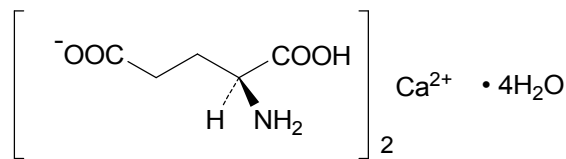
~~(6)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.51.9µg/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

乾燥減量 0.5%以下 (80°C, 5時間)

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り, ギ酸 3 mL を加えて溶かし, 非水滴定用酢酸 50 mL を加え, 0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は, 液の褐色が緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 10.16mg C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>NKO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O

L-グルタミン酸カルシウム  
Monocalcium Di-L-Glutamate



$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{CaO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

分子量 404.38

Monocalcium bis[monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate] tetrahydrate [69704-19-4]

含 量 本品を無水物換算したものは、L-グルタミン酸カルシウム ( $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{CaO}_8 = 332.32$ ) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、無~白色の柱状結晶又は白色の結晶で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +27.4 \sim +29.2^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 無水物換算)

pH 6.7~7.3 (1.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +27.4 \sim +29.2^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 無水物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 液性 pH6.7~7.3 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.10%以下 (0.070g70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 15分間沸騰させる。冷後, 水 30mL を加え, 試料液とする。なお, 試料が溶けない場合は, 蒸発乾固し, 残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 5分間沸騰させる。冷後, 水 30mL を加え, 試料液とする。ただし, 第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50mL に変更し, 指示薬はプロモチモールブルー試液 1mL を用い, アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

~~(6) (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 2.51.9µg/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

水 分 19%以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定 量 法 本品約 0.2 g を精密に量り, 水約 50 mL を加えて溶かし, ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 約 2 mL を加え, 0.02mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~ EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3滴)。終点は, 液の赤色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に無水物換算を行う。

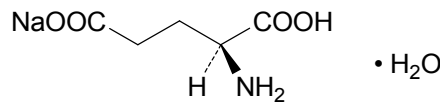
0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 6.646mg  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{CaO}_8$

L-グルタミン酸ナトリウム

Monosodium L-Glutamate

グルタミン酸ソーダ





$C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$

分子量 187.13

Monosodium monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate monohydrate [6106-04-3]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-グルタミン酸ナトリウム ( $C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~ mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +24.8 \sim +25.3^\circ$  (10 g, 塩酸試液 (2 mol/L), 100 mL, 乾燥物換算)

**pH** 6.7～7.2 (1.0 g, 水 20 mL)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +24.8 \sim +25.3^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→5), 100 mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) (1) 溶状~~ 無色，澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(3) 液性~~ pH 6.7～7.2 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(4) (2) 塩化物~~ Cl として 0.041% 以下 (0.30 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.35 ~~mL~~ mL)

~~(5) 重金属~~ Pb として 10  $\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)

(3) 鉛 Pb として 1  $\mu\text{g/g}$  以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6) (4) ヒ素~~  $As_2O_3$  として 2.51.9  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

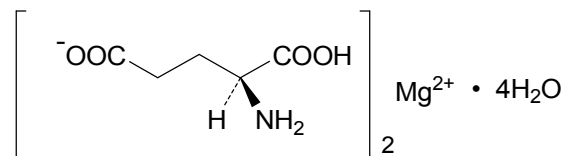
**乾燥減量** 0.5% 以下 (97～99°C, 5時間)

**定量法** 本品約 0.15 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ mL = 9.356 mg  $C_5H_8NNaO_4 \cdot H_2O$

### L-グルタミン酸マグネシウム

Monomagnesium Di-L-Glutamate



$C_{10}H_{16}N_2MgO_8 \cdot 4H_2O$

分子量 388.61

Monomagnesium bis[monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate] tetrahydrate

[129160-51-6]

**含量** 本品を無水物換算したものは、L-グルタミン酸マグネシウム ( $C_{10}H_{16}N_2MgO_8 = 316.55$ ) 95.0～105.0% を含む。

**性状** 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶で、特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~ mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ mL を加え、

3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、マグネシウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +28.8 \sim +30.7^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 無水物換算)

pH 6.5~7.5 (1.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +28.8 \sim +30.7^\circ$  (10 g, 塩酸 (1→4), 100mL, 無水物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(3) 液性 pH6.5~7.5 (1.0 g, 水 10mL)~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.10%以下 (0.070g70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 1 $\mu$ g/g 以下 (4.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。なお, 試料が溶けない場合は, 蒸発乾固した後, 残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 穏やかに 5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

~~(6) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.51.9 $\mu$ g/g 以下 (0.800.79 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

水分 24%以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 水約 50mL を加えて溶かし, ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 約 2 mL を加え, 0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 3 滴)。終点は, 液の赤色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に無水物換算を行う。

0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 6.331mg C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>MgO<sub>8</sub>

## クロロフィル

Chlorophyll

定義 本品は, 緑色植物より得られた, クロロフィル類を主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

色価 本品の色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) は 600 以上で, その表示量の 90~110% を含む。

性状 本品は, 緑~暗緑色の粉末, 塊, ペースト又は液体で, わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から, 色価 600 に換算して 1 g に相当する量を とり量り, ヘキサン 100mL を加えて溶かした液は, 緑色を呈し, 塩酸 0.5mL を加えて振り混ぜるとき, 液の色は帯緑黄色に変わる。

(2) 本品の表示量から, 色価 600 に換算して 1 g に相当する量を とり量り, 酢酸エチル 100mL を加えて溶かした液は, 赤色の蛍光を発する。

(3) 本品にヘキサンを加えて溶かした液は, 波長 410~430nm 及び 660~670nm の両者に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から, 色価 600 に換算して 1 g に相当する量を とり量り, ヘキサン 30mL を加えて溶かし, 検液とする。検液 2  $\mu$ L を量り, 対照液を用いず, ヘキサン/アセトン/~~tert~~ ブタノール 2-メチル-2-プロパノール 混液 (10:1:1) を展開溶媒として薄層クロマトグ

ラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.3 付近、0.4 付近及び 0.65 付近に黄緑色（クロロフィル b）、緑色（クロロフィル a）及び灰色（フェオフィチン）のスポットを認め、これらのスポットは、暗所で紫外線（波長 366nm 付近）を照射するとき、赤色の蛍光を発する。また、Rf 値が 0.25 及び 0.95 付近に黄色（キサントフィル）及び黄だいたい色（β-カロテン）のスポットを認め、これらのスポットは、暗所で紫外線（波長 366nm 付近）を照射するとき、蛍光を発しない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として ~~10.5~~ 5 µg/g 以下 (~~1.0~~ 0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 ヘキサン

測定波長 波長 660～670nm の極大吸収部

## ケイ酸カルシウム

Calcium Silicate

Calcium Silicate [1344-95-2]

定義 本品は、二酸化ケイ素と酸化カルシウムの化合物である。

含量 本品を乾燥したものは、二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>=60.08) として 50.0～95.0%、酸化カルシウム (CaO=56.08) として 3.0～35.0% を含む。

性状 本品は、白～灰白色の微粉末で、吸湿性がある。

確認試験 (1) 本品 0.5 g を無水炭酸ナトリウム 0.2 g 及び無水炭酸カリウム 2 g と混合する。この混合物を白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、完全に融解するまで加熱する。冷後、水 5 mL を加え、約 3 分間放置した後、ろつぼの底を弱く加熱し、融塊をはがし、水約 50 mL を用いてビーカーに移す。これに泡が生じなくなるまで、少量ずつ塩酸を加える。更に、塩酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。冷後、これに水 20 mL を加えて煮沸し、ろ過する。ろ紙上のゲル状の残留物を白金皿に移し、フッ化水素酸 5 mL を加えるとき溶ける。この溶液を加熱しながら、ガラス棒の先に水 1 滴を付けたものをその蒸気中に入れるとき、水滴は曇る。

(2) (1) のろ液にメチルレッド試液 2 滴を加え、アンモニア試液で中和した後、希塩酸 10% 塩酸試液を滴下加して酸性とする。これにシュウ酸アンモニウム・シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (7→200) を加えるとき、白色顆粒状の沈殿が生じる。この沈殿を分離し、一部に酢酸を加えるときは溶けないが、他の一部に塩酸を加えるときは溶ける。

pH 8.4～12.5 (5% 懸濁液)

純度試験 ~~(1) 液性 pH 8.4～12.5 (5% 懸濁液)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 µg/g 以下 (5.0 g, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

本品 5.0 g を正確に量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1→4) 50 mL を加えてかくはんする。時

計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させ煮沸した後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過し、50mLのメスフラスコに入れる。ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水塩酸(1→4)を加えて正確に50mLとし、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、塩酸(1→4)を加えて20mLとし、比較液とする。比較液は、鉛標準液5mLを量り、塩酸(1→4)を加えて100mLとする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法(フレイム方式)により吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下となるである。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 217nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) (2) ヒ素  $As_2O_3$ として4.03 $\mu$ g/g以下(標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(1)の検液5mLを正確に量り、検液とする。装置Bを用いる。

(3) フッ化物 Fとして50 $\mu$ g/g以下

本品2gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水40mLを加える。この液を15分間かくはんした後、懸濁液を50mLのメスフラスコに移し、水を加えて50mLとする。この液を遠心分離し、上澄液30mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液15mLを加え、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ110°Cで2時間乾燥したフッ化ナトリウム2.210gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水200mLを加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて1,000mLとし、ポリエチレン製容器に入れて比較原液とする。使用時に、比較原液2mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000mLとする。この液30mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液15mLを加え、比較液とする。

乾燥減量 10.0%以下(105°C, 2時間)

強熱減量 5.0~14.0%(1,000°C, 恒量, 乾燥物)

定量法 (1) 二酸化ケイ素 本品を乾燥させ、その約0.4gを精密に量り、ビーカーに入れ、水5mLと過塩素酸10mLを加え、白煙が生じるまで加熱する。ビーカーを時計皿で覆い、更に15分間加熱する。冷後、水30mLを加えて定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、残留物を熱湯200mLで洗う。ろ液と洗液を合しA液とする。ろ紙上の残留物をろ紙と共に白金製のろつぼに入れてゆっくりと加熱する。ろ紙が炭化した後冷却し、硫酸数滴を加えて約1,300°Cで恒量になるまで強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量W<sub>M</sub>(g)を量る。残留物に硫酸5滴とフッ化水素酸15mLを加え、約1,000°Cで恒量になるまで加熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量w<sub>m</sub>(g)を量り、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{W_M \text{ (g)} - w_m \text{ (g)}}{\quad} \times 100 \text{ (\%)}$$

試料の採取量 (g)

(2) 酸化カルシウム (1)で得たA液を水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和し、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 15~~mL~~mL 及びNN指示薬 0.3 g を加え、0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となる時とする。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 2.804mgCaO

### ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

Magnesium silicate [1343-88-0]

**定義** 本品は、ケイ酸ナトリウムと可溶性マグネシウム塩の沈殿反応によって製造される、酸化マグネシウムと二酸化ケイ素のモル比が約2 : 5の合成化合物である。

**含量** 本品を強熱物換算したものは、酸化マグネシウム (MgO=40.30) として15.0%以上、二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>=60.08) として67.0%以上を含む

**性状** 本品は、白色の微細な粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品0.5gに希塩酸-10%塩酸試液 10~~mL~~mL を加えてかくはんした後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中和した液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

(2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム4水和物 リン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の結晶を載せ、ブンゼンバーナーの炎中で加熱し、融解球をつくる。この融解球に本品を付け、再び融解するとき、融解球中に不溶解の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網目状の模様を生じる。

**pH** 7.0~11.0 (10%懸濁液)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH7.0~11.0 (10%懸濁液)~~

~~(2)~~ (1) 水可溶物 3.0%以下

本品約10.0gを量り、ビーカーに入れ、水150~~mL~~mLを加え、時計皿で覆い、穏やかに15分間煮沸する。冷後、蒸発した水を補い、15分間放置した後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、ろ過を繰り返す。ろ液75~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に100~~mL~~mLとし、A液とする。A液50~~mL~~mLを正確に量り、あらかじめ質量を量った白金皿に入れ、蒸発乾固し、450~550℃で3時間強熱し、冷後、残留物の質量を量るとき、その値は~~0.075g~~75mgを超えない。

~~(3)~~ (2) 遊離アルカリ NaOHとして1.0%以下

~~(2)~~ (1)のA液20~~mL~~mLにフェノールフタレイン試液2滴を加える。液の色が消えるまで0.1mol/L塩酸を加えるとき、その消費量は2.5~~mL~~mL以下である。

~~(4)~~ (3) フッ化物 Fとして10µg/g以下

本品2.0gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水60~~mL~~mLを加えて15分間かくはんした後、懸濁液を100~~mL~~mLのメスフラスコに移し、水を加えて100~~mL~~mLとする。懸濁液50~~mL~~mLを毎分約5,000回転で15分間遠心分離し、上澄液20~~mL~~mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 10~~mL~~mLを加え、検液とする。~~電位を比較電極及び~~ 指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化

銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210 g を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200 mL を加えてかき混ぜながら溶かす。この溶液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000 mL とし、ポリエチレン製容器に入れて比較原液とする。使用時に、比較原液 2 mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、EDTA・トリス試液エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・トリス試液 10 mL を加え、比較液とする。

~~(5)~~(4) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 µg/g 以下 (5.0 g, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

本品 ~~5.0 g~~ を正確に量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1 → 4) 50 mL を加えてかくはんする。時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させ煮沸した後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いて吸引ろ過し、50 mL のメスフラスコに入れる。ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水塩酸 (1 → 4) を加えて正確に 50 mL とし、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、塩酸 (1 → 4) を加えて 20 mL とし、比較液とする。~~比較液は、鉛標準液 5 mL を量り、塩酸 (1 → 4) を加えて 100 mL とする。~~検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法 ~~(フレーム方式)~~ により吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下となるのである。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ  
分析線波長 217nm  
支燃性ガス 空気  
可燃性ガス アセチレン

~~(6)~~(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.03~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ を量り、塩酸 (1 → 4) 5 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、毎分 3,000 回転で 5 分間遠心分離する。上澄液をとり、残留物に塩酸 (1 → 4) 5 mL を加えてよく振り混ぜ、遠心分離し、洗液を先の上澄液に合わせる。更に水 10 mL を加え、同様の操作を行い、洗液を上澄液に合わせ、水浴上で加熱濃縮して 5 mL とし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 15% 以下 (105°C, 2 時間)

強熱減量 15% 以下 (乾燥物, 900~1,000°C, 20 分間)

定量法 (1) 酸化マグネシウム 本品約 1.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 硫酸 50 mL を正確に量って加え、水浴上で 1 時間加熱する。室温まで冷却した後、メチルオレンジ試液を加え、過量の ~~酸硫酸~~ 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

酸化マグネシウム (MgO) の含量 (%)

$$(a - b) \times 2.015$$

= ~~(%)~~

$$\frac{(a - b) \times 2.015}{\text{試料の採取量 (g)} \times (1 - \text{乾燥減量 (\%)} / 100) \times (1 - \text{強熱減量 (\%)} / 100)}$$

ただし、a：空試験における1 mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~)

b：本試験における1 mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (~~mL~~)

- (2) 二酸化ケイ素 本品約0.7 gを精密に量り、ビーカーに入れ、硫酸(3→100) 20~~mL~~を加え、水浴上で90分間加熱する。上澄液をメンブランフィルター(孔径0.1 $\mu$ m)を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過し、ビーカー中の残留物に熱湯10~~mL~~を加えてかき混ぜ、上澄液を傾斜してろ過する。更に、ビーカー中の残留物を同様に熱湯10~~mL~~ずつで2回洗い、上澄液を傾斜してろ過する。次に、ビーカー中の残留物に水25~~mL~~を加えて水浴上で15分間加熱した後、残留物をメンブランフィルター上に移し、洗液が硫酸塩(1)の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗い、メンブランフィルター上の残留物をメンブランフィルターとともに白金製のろつぼに入れ、乾燥するまで加熱し、灰化し、30分間強熱し、冷後、その質量 $WM_1$ (g)を量る。残留物を水で潤し、フッ化水素酸6~~mL~~及び硫酸3滴を加え、蒸発乾固した後、5分間強熱し、冷後その質量 $WM_2$ (g)を量り、次式により含量を求める。

二酸化ケイ素(SiO<sub>2</sub>)の含量(%)

$$= \frac{WM_1 - WM_2}{\text{試料の採取量 (g)} \times (1 - \text{乾燥減量 (\%)} / 100) \times (1 - \text{強熱減量 (\%)} / 100)} \times 100(\%)$$

## ケイソウ土

Diatomaceous Earth

**定義** 本品は、ケイソウに由来する二酸化ケイ素で、乾燥品、焼成品及び融剤焼成品があり、それぞれをケイソウ土(乾燥品)、ケイソウ土(焼成品)及びケイソウ土(融剤焼成品)と称する。

焼成品は、800~1,200°Cで焼成したものであり、融剤焼成品は、少量の炭酸のアルカリ塩を添加して800~1,200°Cで焼成したものである。融剤焼成品のうち酸洗い品については、焼成品の規定(性状を除く)を準用する。

**性状** 乾燥品は、類白~淡灰色の粉末であり、焼成品は、淡黄~淡だいたい色又は~~紅赤~~~淡褐色の粉末であり、融剤焼成品は、白~淡赤褐色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品0.2 gを白金製のろつぼにとり、フッ化水素酸5~~mL~~を加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

(2) 本品を100~200倍の顕微鏡で観察するとき、特有な多孔質のケイソウ骨格を認める。

~~純度試験 (1) 液性~~ pH 乾燥品及び焼成品 pH5.0~10.0 融剤焼成品 pH8.0~11.0

本品を乾燥し、その10.0 gを量り、水100~~mL~~を加え、かくはん機を用いてかき混ぜながら、更に蒸発する水を補いながら、2時間穏やかに煮沸する。冷後、直径47mmのメンブランフィルター(孔径0.45 $\mu$ m)を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100~~mL~~とし、~~A液検液~~とする。~~A液につき測定する。~~

~~純度試験 (1) (2)~~ 水可溶物 0.50%以下

~~(1) pHのA液検液~~ 50~~mL~~を量り、蒸発乾固し、残留物を105°Cで2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(3)(2)~~ 塩酸可溶物 2.5%以下

本品を乾燥し、その2.0gを量り、塩酸(1→4) 50~~mL~~mLを加え、時々振り混ぜながら50℃で15分間加温する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物を塩酸(1→4) 3~~mL~~mLで洗い、洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸(1→20) 5~~mL~~mLを加えて蒸発乾固し、更に恒量になるまで450～550℃で強熱し、残留物の質量を量る。

~~(4) 重金属 Pbとして50 $\mu$ g/g以下~~

~~本品2.0gを量り、塩酸(1→4) 50mLを加え、時計皿で覆い、かくはんしながら70℃で15分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯10mLずつを用いて3回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水15mLで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて100mLとし、B液とする。B液20mLを量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20) 2mL及び水20mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、更に水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20) 2mL及び水を加えて50mLとする。~~

~~(5)(3)~~ 鉛 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (0.40g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(4)のB液25mLを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸(1→10)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mLに塩酸(1→10)を加えて20mLとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~107.5~~107.5 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4)のB液本品に塩酸(1→4) 50mLを加え、時計皿で覆い、かくはんしながら70℃で15分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯10mLずつを用いて3回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水15mLで洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて100mLとし、この液10~~mL~~mLを量り、検液とする。装置Bを用いる。

**乾燥減量** 乾燥品 10.0%以下 (105℃, 2時間)

焼成品及び融剤焼成品 3.0%以下 (105℃, 2時間)

**強熱減量** 本品を105℃で2時間乾燥した後、これを試料とし、直ちに試験を行う。

乾燥品 7.0%以下 (1~~000~~000℃, 30分間)

焼成品及び融剤焼成品 2.0%以下 (1~~000~~000℃, 30分間)

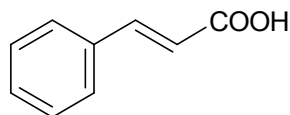
**フッ化水素酸残留物** 25.0%以下

あらかじめ白金製のろつぼを1~~000~~000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品約0.2gを精密に量り、先の白金製のろつぼに入れ、質量を精密に量る。次にフッ化水素酸5~~mL~~mL及び硫酸(1→2) 2滴を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固し、冷後、残留物にフッ化水素酸5~~mL~~mLを加え、蒸発乾固した後、550℃で1時間加熱し、更に徐々に温度を上げ、1~~000~~000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

ケイ皮酸

Cinnamic Acid





$C_9H_8O_2$

分子量 148.16

(2E)-3-Phenylprop-2-enoic acid [140-10-3]

**含量** 本品を乾燥したものは、ケイ皮酸 ( $C_9H_8O_2$ ) ~~99.0~~98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~(1) 本品 0.5 g に硫酸 1ml を加え、水浴中で加熱して溶かした液は、黄緑色となり、加熱を続けるとき、暗赤色に変わる。~~

~~(2) 本品 0.1 g に水酸化カリウム溶液 (1→15) 2ml を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 5ml を加えて温湯中で加温するとき、ベンズアルデヒドのにおいを発する。~~

**純度試験** (1) **融点** ~~132~135°C~~132°C以上

~~(2) 溶状 澄明 (1.0 g, エタノール, 7.0ml)~~

~~澄明 (0.20 g, 無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 2.0ml 及び水 8.0ml)~~

~~(3) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及びエタノールを加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及びエタノール (を加えて 50ml とする。~~

~~(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0µg/g 以下 (0.50 g, 第 4 法, 装置 B)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

**乾燥減量** ~~1.0%以下 (4 時間)~~

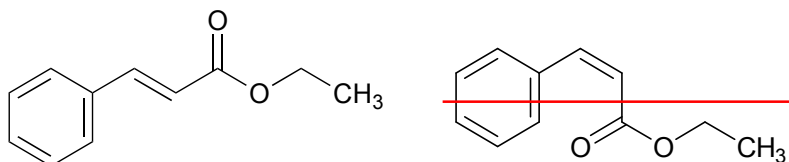
**強熱残分** ~~0.05%以下~~

**定量法** ~~本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、中和エタノール 10ml 及び水 10ml を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。~~  
~~0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1ml = 14.82mg  $C_9H_8O_2$~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### ケイ皮酸エチル

Ethyl Cinnamate



$C_{11}H_{12}O_2$

分子量 176.21

Ethyl (2E)-3-phenylprop-2-enoate [~~103-36-6~~4192-77-2]

含 量 本品は、ケイ皮酸エチル (C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 10ml を加え、水浴中で加熱するとき、本品は溶け、白色の沈殿を生じ、特有のにおいはなくなる。温時、水 10ml を加えるとき、この沈殿は溶ける。この液を硫酸 (1→20) で酸性とするととき、白色の結晶性の沈殿を生じる。~~

屈折率  $n_D^{20}=1.558\sim 1.562$

比 重  $d_{25}^{25}=1.044\sim 1.051$

純度試験 (1) ~~屈折率~~  $n_D^{20}=1.559\sim 1.561$

~~(2) 比重 1.049～1.052~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

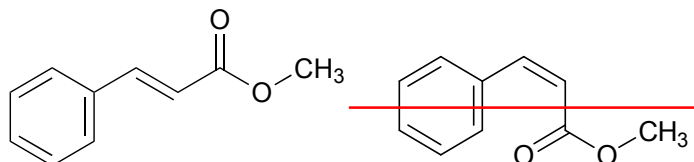
定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱前に水 5ml を加える。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=88.11mg C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

#### ケイ皮酸メチル

Methyl Cinnamate



C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>

分子量 162.19

Methyl (2E)-3-phenylprop-2-enoate [~~103-26-41754-62-7~~]

含 量 本品は、ケイ皮酸メチル (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の固体で、マツタケようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

~~本品 1g にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 10ml を加え、水浴中で加熱するとき、本品は溶け、白色の沈殿を生じ、マツタケようのにおいはなくなる。温時、10ml を加えるとき、この沈殿は溶ける。この液を硫酸 (1→20) で酸性とするととき、白色の結晶性の沈殿を生じる。~~

融 点 33℃以上

純度試験 (1) ~~凝固点 33.8℃以上~~

~~(2) 溶状 ほとんど澄明~~

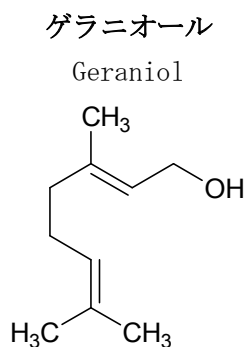
~~本品 1.0g を量り、70vol%エタノール 3.0ml を加え、40℃に加温して溶かし、検液とする。~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** ~~本品約0.9gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱前に水5mlを加える。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=81.09mg-C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>~~

本品のアセトン溶液（1→10）を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。



C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O

分子量 154.25

(2E)-3,7-dimethylocta-2,6-dien-1-ol [106-24-1]

**含量** 本品は、グラニオール（C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O）85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品1 mLに無水酢酸1 mL及びリン酸1滴を加えて10分間微温に保った後、水1 mLを加え、温湯中で5分間振り混ぜる。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液（1→8）で微アルカリ性とするとき、酢酸ゲラニルのにおいを発する。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.469\sim1.478$

**比重**  $d_{20}^{20}=0.870\sim0.885$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.469\sim1.478$~~

~~(2) 比重 0.870～0.885~~

(1) 酸価 1.0 以下（香料試験法）

~~(3)(2)~~ 溶状 澄明（1.0 mL, 70vol%エタノール 3.0 mL）

~~(4) 酸価 1.0 以下（香料試験法）~~

~~(5)(3)~~ エステル価 3.0 以下（5.0 g, 香料試験法）

~~(6)(4)~~ アルデヒド類 本品約5 gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量するとき、0.5mol/L塩酸の消費量は、0.65 mL以下である。ただし、放置時間は、15分間とする。

**定量法** 本品は、香料試験法中のアルコール類含量の第1法により定量する。ただし、アセチル化油約1 gを用いる。

合成膨張剤

Baking Powder

一剤式合成膨張剤

性 状 本品は、白～灰白色の粉末又は粉末の集まった崩れやすい塊である。

pH 5.0～8.5

本品 1.0 g を量り、水 50 mL を加え、水浴中で泡立たなくなるまで加熱し、冷却した液について測定する。

純度試験 (1) 硝酸不溶物 2.0%以下

本品 5.0 g を量り、水 30 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、不溶物をろ過し、二酸化炭素を十分に吹き込んだ水でよく洗う。次に、ろ紙の底に穴をあけ、不溶物を硝酸 (1→10) 40 mL でビーカーに流し込み、1 分間煮沸する。冷後、定量用ろ紙 (5 種 B) でろ過し、洗液が酸性を呈さなくなるまで水で洗い、残留物をろ紙とともに質量を精密に量った磁製のるつぼに入れ、恒量になるまで約 550°C で強熱し、その質量を量る。

~~(2) 液性 pH5.0～8.5~~

~~本品 1.0 g を量り、水 50 mL を加え、水浴中で泡立たなくなるまで加熱し、冷却した液について測定する。~~

~~(3) (2) 重金属~~ 本品の少量を量り、加熱し、炭化するときは(i)により、炭化しないときは(ii)により試験を行う。

(i) Pbとして40µg/g以下 (0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 mL)

(ii) Pbとして40µg/g以下

本品 2.0 g を量り、硝酸 5 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱し、冷後、水 5 mL を加え、ろ過し、ろ紙上の残留物を水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。この液にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、液がわずかに紅赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えた後、塩酸 (1→4) 5 mL を加える。次にアンモニア試液で pH2.5～3.5 とした後、酢酸 (1→20) 8 mL 及び水を加えて 100 mL とする。この液 25 mL を量り、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 (重金属試験用) 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(4) (3) ヒ素~~ 本品の少量を量り、加熱し、炭化するときは(i)により、炭化しないときは(ii)により試験を行う。

(i)  $As_2O_3$ として 4.03 µg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(ii)  $As_2O_3$ として 4.03 µg/g以下 (5.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 5.0 g を量り、100 mL のフラスコに入れ、水 10 mL を加え、泡立たなくなるまで加熱した後、塩酸 (1→4) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和する。次に塩酸 5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、水を加えて 25 mL とする。この液 5 mL を量り、亜硫酸亜硫酸水 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。ただし、アンモニア水又はアンモニア試液で中和するときは、液を pH2.5～3.5 に調整する。

~~(5) (4) ガス発生量~~ 発生ガスの測定を行うとき、その量は、70 mL 以上である。

## 二剤式合成膨脹剤

使用時の混合割合に混和した本品につき、「一剤式合成膨脹剤」の規定を準用する。

## アンモニア系合成膨脹剤

「一剤式合成膨脹剤」の規定を準用する。ただし、~~純度試験(2)液性は、~~pHは6.0～9.0とし、純度試験~~(5)~~(4)のガス発生量の測定には置換溶液として水を用いて行う。

## 酵素処理イソクエルシトリン

Enzymatically Modified Isoquercitrin

糖転移イソクエルシトリン

**定義** 本品は、「ルチン酵素分解物」とでん粉又はデキストリンの混合物に、シクロデキストリングルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。主成分はα-グルコシルイソクエルシトリンである。

**含量** 本品を乾燥したものは、α-グルコシルイソクエルシトリンをルチン(C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>O<sub>16</sub>=610.52)として60.0%以上を含む。

**性状** 本品は、黄～黄だいたい色の粉末、塊又はペースト状で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品5mgを水10mLに溶かした液は、黄～黄だいたい色を呈し、~~塩化鉄(III)-塩化鉄(III)~~六水和物溶液(1→50)1～2滴を加えるとき、液の色は、黒褐色に変わる。

(2) 本品5mgを水5mLに溶かした液は、黄～黄だいたい色を呈し、塩酸2mL及び~~マダネシウム末~~マダネシウム粉末0.05g50mgを加えるとき、液の色は、徐々にだいたい～赤色に変わる。

(3) 本品0.1gを0.5mol/L硫酸硫酸試液(0.5mol/L)100mLに溶かし、2時間煮沸し、冷却するとき、黄色の析出物を生じる。

(4) 本品0.01g10mgをリン酸溶液(1→1,000)500mLに溶かした液は、波長255nm付近及び350nm付近に極大吸収部がある。

(5) 本品0.1gを水20mLに溶かし、検液とする。検液5μLにつき定量用ルチン~~の~~メタノール溶液(1→20)2μLを対照液とし、1-ブタノール/酢酸/水混液(4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、塩化鉄(III)・塩酸試液を噴霧するとき、定量用ルチンの主スポットよりも大きいRf値を示す褐色のスポットを認め、また定量用ルチンの主スポットと同じ、又は小さいRf値を示す褐色のスポットを複数認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして10μg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして5.02μg/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.01.5μg/g以下(1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 50.0%以下(135℃, 2時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.05g50mgを精密に量り、水に溶かして正確に100mLとする。必要があればろ過する。この液4mLを正確に量り、リン酸溶液(1→1,000)を加えて正確に100mLとし、検液とする。別に定量用ルチンを135℃で2時間乾燥し、その約0.05g50mgを精密に量り、メタノールに溶かして正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、リン酸溶液(1→1,000)

を加えて正確に 100 ~~mL~~ とし、標準液とする。検液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により、リン酸 ~~溶液~~ (1 → 1 ~~=~~ 000) を対照として、波長 351nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式によりルチンとして  $\alpha$ -グルコシルイソクエルシトリンの含量を求める。

$$\alpha\text{-グルコシルイソクエルシトリンの含量 (ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{として) } \underline{(\%)}$$

$$= \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \underline{(\%)}$$

### 酵素処理ヘスペリジン

Enzymatically Modified Hesperidin

糖転移ヘスペリジン

糖転移ビタミンP

**定 義** 本品は、柑橘類の果皮、果汁又は種子より、アルカリ性水溶液で抽出して得られるヘスペリジンに、シクロデキストリングルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、総ヘスペレチン配糖体として 30.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、ごくうすい黄～黄褐色粉末で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 5mg を水 10 ~~mL~~ に溶かし、~~希塩化鉄(III)試液 0.2w/v%塩化鉄(III)試液~~ 1～2滴を加えるとき、液は、褐色を呈する。

(2) 本品 0.5 g を水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) 100 ~~mL~~ に溶かし、検液とする。別に定量用モノグルコシルヘスペリジン ~~0.05g~~ 50mg を水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) 250 ~~mL~~ に溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 ~~μL~~ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、本品はモノグルコシルヘスペリジンの位置に波長 280～286nm に極大吸収部を有するピークを認める。

操作条件

検出器 フォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 280nm, 200～400nm)

カラム充てん ~~填~~ 剤 5～10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3.9～4.6mm, 長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01)

流量 モノグルコシルヘスペリジンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (0.5 g, 水 100 ~~mL~~)

~~(2) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(3)~~ (2) 鉛 Pb として ~~10~~ 2 $\mu$ g/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~ (3) ヒ素 As ~~2~~ 0.5 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**乾燥減量** 6.0%以下 (2.7kPa 以下, 120℃, 2時間)

**定量法** (1) ヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンの定量

乾燥した本品約 1 g を精密に量り、水 100 mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂 50 mL を充填した内径約 25mm のガラス管に注ぎ、1 分間に 2.5 mL 以下の速さで流出させた後、水 250 mL で洗浄する。次に、50 vol% エタノール 200 mL を 1 分間に 2.5 mL 以下の速さで流し、吸着画分を溶出する。この溶出液を濃縮して全量を約 40 mL とする。この液にグルコアミラーゼ 10,000 単位を添加し、55°C で正確に 30 分間放置する。更に 95°C で 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 50 mL とし、A 液とする。この液 3 mL を正確に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別に乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジン約 0.05 g (50 mg) を精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01) に溶かして正確に 250 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンのピーク面積  $A_{TH}$  及び  $A_{TM}$  並びに標準液のモノグルコシルヘスペリジンのピーク面積  $A_S$  を測定し、次式によりヘスペリジン及びモノグルコシルヘスペリジンの含量を求める。ただし、モノグルコシルヘスペリジンに対するヘスペリジンの相対保持時間は約 1.1 である。

ヘスペリジンの含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジンの採取量 (g)} \times \frac{A_{TH}}{A_S} \times \frac{10}{3} \times 0.790 \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} (\%)$$

モノグルコシルヘスペリジンの含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用モノグルコシルヘスペリジンの採取量 (g)} \times \frac{A_{TM}}{A_S} \times \frac{10}{3} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 5~10µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3.9~4.6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水/アセトニトリル/酢酸混液 (80 : 20 : 0.01)

流量 モノグルコシルヘスペリジンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基量の定量

定量法(1)で得られた A 液を検液とする。検液 20 µL を量り、D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後、37°C で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後、波長 505nm における吸光度を測定する。対照液には、水 20 µL を用いて検液の場合と同様に操作して調製した液を用いる。空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、水約 40 mL にグルコアミラーゼ 10,000 単位を添加し、55°C に 30 分間放置した後、95°C で約 30 分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に 50 mL とした液とする。空試験液を検液と同様に操作して吸光度を測定する。別にブドウ糖 D (+) -グルコース約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。この液 5 mL, 10 mL, 20 mL 及び 30 mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液とする。この標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成

する。この検量線と補正した検液の吸光度から検液中の ~~D-グルコース~~ D (+) -グルコース 濃度を求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離する  $\alpha$ -グルコシル残基量を求める。

$$\frac{\text{検液中の } \underline{\text{D-グルコース D (+) -グルコース}} \text{ (mg/mL)} \times 50}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100 \text{ (\%)} -$$

(3) 総ヘスペレチン配糖体の含量 (乾燥物)

次の計算式により総ヘスペレチン配糖体の含量を求める。

総ヘスペレチン配糖体の含量 (乾燥物) (%) = ヘスペリジンの含量 (%) + モノグルコシルヘスペリジンの含量 (%) + グルコアミラーゼ処理により遊離する  $\alpha$ -グルコシル残基量 (%)

### 酵素処理ルチン (抽出物) (新規)

Enzymatically Modified Rutin (Extract)

糖転移ルチン (抽出物)

**定義** 本品は、ルチン (抽出物) (アズキ (*Vigna angularis* (Willd.) Ohwi & H. Ohashi) の全草, エンジュ (*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ若しくは花又はソバ (*Fagopyrum esculentum* Moench) の全草から得られた, ルチンを主成分とするものをいう。) から得られた,  $\alpha$ -グルコシルルチンを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、クエルセチン配糖体 ( $\alpha$ -グルコシルルチン, ルチン及びイソクエルシトリン) を 70.0% 以上含み,  $\alpha$ -グルコシルルチンを 50.0% 以上含む。

**性状** 本品は、黄～黄褐色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 5mg に水 10mL を加えて溶かし、塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→50) 1～2 滴を加えるとき、液は褐～黒褐色を呈する。

(2) 本品約 0.2g を量り、定量法の操作条件に示す移動相に溶かして 100mL とし、検液とする。別にモノグルコシルルチン 10mg を量り、移動相に溶かして 10mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 $\mu$ L ずつ量り、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。ただし、検出器は、フォトダイオードアレイ検出器を用いる。測定波長 254nm で測定するとき、検液には標準液のモノグルコシルルチンのピークと保持時間の一致するピークを認め、このピークの測定波長 200～400nm の吸収スペクトルを標準液のモノグルコシルルチンのピークの吸収スペクトルと比較するとき、同一波長のところに吸収の極大を認める。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (0.5g, 水 100mL)

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As として 1.5 $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 6.0% 以下 (2.7kPa 以下, 120 $^{\circ}$ C, 2時間)

**定量法** (1) グルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量

乾燥した本品約 0.5g を精密に量り、水 50mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂 50mL を充填した内径約 25mm のガラス管に注ぎ、1分間に 2.5mL 以下の速さで流出させた後、水 250mL で洗浄する。次に、80vol% エタノール 200mL を 1分間に 2.5mL 以下の速さで流し、吸着画分を溶出する。この溶出液を濃縮して全量を約 40mL とする。この液にグルコアミラーゼ 50000 単



位を添加し、55℃で約 60 分間放置する。更に 95℃で 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 100mL とし、A液とする。この液 5mL を正確に量り、操作条件に示す移動相を加えて正確に 50mL とし、検液とする。別に乾燥した定量用ルチン約 20mg を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準液 1 とする。また、モノグルコシルルチン約 10mg を量り、移動相に溶かして 10mL とし、標準液 2 とする。イソクエルシトリン約 10mg を量り、少量のメタノールに溶かした後、移動相を加えて 10mL とし、標準液 3 とする。検液及び標準液 1、2 及び 3 をそれぞれ 10μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のルチン、モノグルコシルルチン及びイソクエルシトリンを標準液との保持時間の比較により同定し、それぞれのピーク面積  $A_{TR}$ 、 $A_{TM}$  及び  $A_{TI}$  並びに標準液 1 のルチンのピーク面積  $A_S$  を測定し、次式によりグルコアミラーゼ処理後のルチン、モノグルコシルルチン及びイソクエルシトリンの量を求め、更にグルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量を求める。

グルコアミラーゼ処理後のルチンの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TR}}{A_S} \times \frac{50}{5} \times 100$$

グルコアミラーゼ処理後のモノグルコシルルチンの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TM}}{A_S} \times \frac{50}{5} \times 1.266 \times 100$$

グルコアミラーゼ処理後のイソクエルシトリンの量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_{TI}}{A_S} \times \frac{50}{5} \times 0.7606 \times 100$$

グルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量 (%)

$$= \text{グルコアミラーゼ処理後のルチンの量 (\%)} \\ + \text{グルコアミラーゼ処理後のモノグルコシルルチンの量 (\%)} \\ + \text{グルコアミラーゼ処理後のイソクエルシトリンの量 (\%)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3.9~4.6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (80 : 20 : 0.1)

流量 0.5mL/分

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する α-グルコシル残基の量

定量法(1)で得られた A液を検液とする。検液 20μL を量り、D-グルコース定量用発色試液 3mL

を正確に加えて振り混ぜた後、37℃で正確に5分間放置する。室温まで冷却した後、波長505nmにおける吸光度を測定する。対照には、水20μLを用いて検液と同様に操作した液を用いる。空試験を行い、補正する。ただし、空試験液は、水約40mLにグルコアミラーゼ50000単位を添加し、55℃で約60分間放置した後、更に95℃で30分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に100mLとした液とする。空試験液を検液と同様に操作して吸光度を測定する。別にD(+)-グルコース約1gを精密に量り、水に溶かして正確に100mLとする。この液5mL、10mL、20mL、30mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。この標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。検液中のD-グルコース濃度を検量線から求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離するα-グルコシル残基の量を求める。

$$\frac{\text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)}}{\text{検液中のD-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 100} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100$$

### (3) クエルセチン配糖体含量

次式の計算式によりクエルセチン配糖体含量を求める。

$$\frac{\text{クエルセチン配糖体含量 (乾燥物) (\%)}}{\text{グルコアミラーゼ処理後のクエルセチン配糖体の量 (\%)}} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100 + \text{グルコアミラーゼ処理により遊離する}\alpha\text{-グルコシル残基の量 (\%)}$$

### (4) α-グルコシルルチン含量

本品約0.2gを精密に量り、(1)の操作条件に示す移動相に溶かして正確に100mLとし、検液とする。検液、(1)の標準液1及び3をそれぞれ10μLずつ量り、(1)と同様の条件でルチン及びイソクエルシトリンのピーク面積を測定し、次式によりルチン及びイソクエルシトリンの量を求め、更にα-グルコシルルチン含量を求める。

$$\frac{\text{ルチンの量 (\%)}}{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{A_{TR}}{A_S} \times 100$$

$$\frac{\text{イソクエルシトリンの量 (\%)}}{\text{乾燥した定量用ルチンの採取量 (g)}} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 100}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{A_{TI}}{A_S} \times 0.7606 \times 100$$

$$\frac{\alpha\text{-グルコシルルチン含量 (\%)}}{\text{クエルセチン配糖体含量 (\%) - ルチンの量 (\%) - イソクエルシトリンの量 (\%)}}$$

## 酵素分解カンゾウ (新規)

Enzymatically Hydrolyzed Licorice Extract

**定義** 本品は、カンゾウ抽出物（ウルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* Fisch. ex DC.）、チヨウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin)、ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* L.）、又はそれらの近縁植物の根又は根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものをいう。）を酵素分解して得られたグリチルレチン酸3-O-グルクロニドを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、グリチルレチン酸配糖体として40%以上を含み、グリチルレチン酸3-O-グルクロニドはグリチルレチン酸配糖体の25%以上である。

**性状** 本品は、白～黄褐色の粉末である。

**確認試験** 本品につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の二つの主ピークの保持時間は、標準液のグリチルレチン酸3-O-グルクロニド及びグリチルリチン酸のピークの保持時間と一致する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして1µg/g以下 (4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 8.0%以下 (105°C, 1時間)

**強熱残分** 15.0%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、50vol%エタノールに溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に定量用グリチルレチン酸3-O-グルクロニド（別途水分を測定しておく）約20mg及びグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約20mgを精密に量り、メスフラスコに合わせて入れ、50vol%エタノールに溶かして100mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のグリチルレチン酸3-O-グルクロニドのピーク面積 $A_{T1}$ 及び $A_{S1}$ 並びにグリチルリチン酸のピーク面積 $A_{T2}$ 及び $A_{S2}$ を測定し、次式により含量を求める。更に、グリチルレチン酸3-O-グルクロニドのグリチルレチン酸配糖体に対する比率（%）を求める。

グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの含量（%）

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの採取量 (g)} \quad A_{T1}}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_{S1}} \times \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times 100$$

グリチルリチン酸の含量（%）

$$= \frac{\text{無水物換算したグリチルリチン酸標準品の採取量 (g)} \quad A_{T2}}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_{S2}} \times \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times 100$$

グリチルレチン酸配糖体の含量（%）

$$= \text{グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの含量（%）} + \text{グリチルリチン酸の含量（%）}$$

**操作条件**

**検出器** 紫外吸光光度計（測定波長 254nm）

**カラム充填剤** 5～10µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

**カラム管** 内径4～6mm, 長さ15～30cmのステンレス管

**カラム温度** 42°C

**移動相** 2%酢酸/アセトニトリル混液（1：1）

**流量** グリチルレチン酸3-O-グルクロニドの保持時間が約15分になるように調整する。

カラム選定 定量用グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド 5 mg, 薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸 5 mg 及び p-ヒドロキシ安息香酸プロピル 1 mg を 50% エタノール (95) に溶かして 20 mL とする。この液 20 µL につき, 上記の操作条件で試験するとき, グリチルリチン酸, p-ヒドロキシ安息香酸プロピル, グリチルレチン酸 3-O-グルクロニドの順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

### 酵素分解レシチン

Enzymatically Decomposed Lecithin

**定義** 本品は、アブラナ (*Brassica rapa* Linné 又は *Brassica napus* Linné *Brassica rapa* var. *oleifera* DC. 又は *Brassica napus* L.) 若しくはダイズ (*Glycine max* Merrill *Glycine max* (L.) Merr.) の種子から得られた植物レシチン又は卵黄から得られた卵黄レシチンから得られた、ホスファチジン酸及びリゾレシチンを主成分とするものである。本品には, 酵素分解植物レシチンと酵素分解卵黄レシチンがある。

**性状** 本品は、白～褐色の粉末、粒若しくは塊又は淡黄～暗褐色の粘稠な液体で、特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 g を 分解フラスコケルダールフラスコ に入れ、これに粉末とした硫酸カリウム 5 g, 硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g 及び硫酸 20 mL を加える。次にフラスコを約 45° に傾け、泡立ちがほとんどやむまで穏やかに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色の澄明な液となった後、更に 1～2 時間加熱する。冷後、等容量の水を加え、この液 5 mL に モリブデン酸アンモニウム七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 溶液 (1→5) 10 mL を加えて加熱するとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 脂肪酸 本品 1 g に エタノール製水酸化カリウム試液 3.5 w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液 25 mL を加え、1 時間還流後、氷冷するとき、カリウム石けんの沈殿又はにごりを生ずる。

**純度試験** (1) 酸価 65 以下

本品約 2 g を精密に量り、酵素分解植物レシチンの場合はトルエン 50 mL に溶かして検液とし、酵素分解卵黄レシチンの場合はメタノール 50 mL を加えて、60°C 以下の水浴中で加温して溶かして検液とし、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) アセトン可溶物 60% 以下

本品約 2 g を精密に量り、50 mL 目盛付共栓遠心管に入れ、酵素分解植物レシチンの場合はトルエン 3 mL を加え、酵素分解卵黄レシチンの場合はメタノール 3 mL を加え、必要があれば 60°C 以下の水浴中で加温して、溶かす。この液にアセトン 15 mL を加えてよくかき混ぜた後、氷水中に 15 分間放置する。これにあらかじめ 0～5°C に冷却したアセトンを加えて 50 mL とし、よくかき混ぜ、氷水中に 15 分間放置した後、毎分約 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上層液をフラスコにとる。なお、共栓遠心管の沈殿物に 0～5°C のアセトンを加えて 50 mL とし、氷水中で冷却しながらよくかき混ぜた後、同様に遠心分離する。この上層液を先のフラスコに合わせ、水浴上で蒸留し、残留物を 105°C で 1 時間乾燥し、その質量を精密に量る。

(3) 過酸化物価 10 以下

本品約 5 g を精密に量り、250 mL 共栓三角フラスコに入れ、クロロホルム/酢酸混液 (2 : 1) 35 mL を加え、静かに振り混ぜて溶解又は均一に分散する。次に窒素を通じて器内の空気を

十分に置換し、窒素を通じながらヨウ化カリウム試液 1 mL を正確に量って加える。次に窒素をとめ、直ちに栓をして1分間振り混ぜた後、暗所に5分間放置する。この液に水 15 mL を加え、再び栓をして激しく振り混ぜた後、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し(指示薬 デンプン試液 1~3 mL), 次式によって過酸化物価を求める。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{0.01\text{mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10$$

~~(4) 重金属 Pbとして 40µg/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(5) (4) 鉛 Pbとして 10µg/g以下 (1.0g, 第1法) 2µg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6) (5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~乾燥減量 4.0%以下 (105°C, 1時間)~~

本品が粉末の場合は、乾燥減量測定試験法により試験を行う。本品が粒若しくは塊又は粘稠な液体の場合には、本品約 3 g をあらかじめ質量を精密に量った海砂約 15 g 及び質量を精密に量った小ガラス棒と共にひょう量秤量瓶に入れて、その質量を精密に量り、小ガラス棒を用いて速やかに粉碎して 2 mm 以下の大きさにし、又は均一に混合した後、小ガラス棒と共に加熱し、乾燥減量を測定する。

### 高度サラシ粉

High-Test Hypochlorite

**含 量** 本品は、有効塩素 60.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末又は粒で、塩素のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ、これに赤色リトマス紙リトマス紙 (赤色) を浸すとき、赤色リトマス紙リトマス紙 (赤色) は青変し、次に退色する。

(2) 本品 0.1 g に酢酸 (1→4) 2 mL を加えるとき、ガスを発生して溶ける。これに水 5 mL を加えてろ過した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**定 量 法** 本品の有効塩素として 0.7~1.3 g に対応する量を精密に量り、水約 50 mL と乳鉢中でよくすり混ぜた後、水を加えて正確に 500 mL とする。次によく振り混ぜ、その 50 mL を正確に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸 (1→2) 10 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.545mg Cl

### 酵母細胞壁

Yeast Cell Wall

**定義** 本品は、サッカロミセス属酵母 (*Saccharomyces cerevisiae*, *Saccharomyces bayanus* 又は *Saccharomyces pastorianus* に限る。) の細胞壁から得られた、多糖類を主成分とするものである。

**性状** 本品は、類白～類茶褐色の粉末又は懸濁液で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の粉末試料 1 g に水 100 mL を加え、かくはん機により高速でかき混ぜて得た懸濁液又は本品の懸濁試料を 200～400 倍の顕微鏡で観察するとき、長径 1～12 μm の卵型若しくは扁平形の単細胞又はこれらが破碎された断片を認める。

(2) 本品の粉末試料 1 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1 g に、リン酸緩衝液 (pH6.8) 50 mL を加え、かくはん機により高速でかき混ぜた後、30 分間放置するとき、膨潤する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (粉末試料 1.0 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 5.0 μg/g 以下 (粉末試料 2.0 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.0 μg/g 以下 (粉末試料 1.0 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~(4) (3) 総窒素 5.6% 以下 (乾燥物換算, 約 1.0 g, セミマイクロケルダール法)~~

~~(5) (4) デンプン 本品の粉末試料 1.0 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0 g を量り, ヨウ素試液 1 滴を加え, これを検鏡するとき, 黒紫色に染まる粒子を認めないか又は認めてもわずかである。~~

**乾燥減量** 粉末試料 8.0% 以下 (120℃, 2 時間)

懸濁液試料 92.0% 以下 (120℃, 2 時間)

**灰分** 10.0% 以下 (粉末試料 1.0 g 又は懸濁液試料を乾燥したもの 1.0 g)

**微生物限度** 微生物限度試験 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第 1 法により調製する。

### コウリヤン色素 (新規)

Kaoliang Color

キビ色素

**定義** 本品は、コウリヤン (*Sorghum bicolor* (L.) Moench (*Sorghum nervosum* Besser ex Schult. & Schult. f., *Sorghum vulgare* Pers.)) の実及び殻から水若しくは含水エタノール若しくは酸性含水エタノールで抽出して得られたもの、又はアルカリ性水溶液で抽出し、中和して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\%}^{10\text{cm}}$ ) は 50 以上で、その表示量の 90～110% を含む。

**性状** 本品は、褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1 g に相当する量を量り、水/エタノール (95 混液 (3 : 2) 500 mL を加えた液は、黄褐～赤褐色を呈する。

(2) (1) の液 10 mL に、塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、褐～暗褐色を呈

する。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.4 g に相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 250) 100 mL に溶かす。この液 5 mL に塩酸 (9 → 1000) 10 mL を加え、更に塩化亜鉛試液 (pH 3.0) 0.1 mL を加えてかくはんした後、栓をして 50°C で 20 分間加温し、必要があれば毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離を行うとき、黄褐～暗褐色の沈殿を認める。

(4) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2 g に相当する量を量り、水/エタノール (95) 混液 (3 : 2) 100 mL を加える。この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を試料液とする。試料液 5 mL に塩酸・1-ブタノール溶液 (1 → 20) 5 mL を加えてかくはんした後、栓をして水浴中で 30 分間加熱する。冷後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。この液は、波長 475～500 nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として  $5 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As として  $3 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**色価測定** 色価測定法により試験を行う。ただし、検液は次のように調製する。本品を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L) 10 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。試料液又は試料液の希釈液を、必要があれば遠心分離又はろ過し、上澄液又はろ液を検液とする。次の操作条件により測定を行う。

**操作条件**

対照 水

測定波長 波長 500 nm

#### コチニール色素

Cochineal Extract

Carminic Acid

カルミン酸色素

**定義** 本品は、エンジムシ (*Dactylopius coccus* Costa (*Coccus cacti* Linnaeus)) から得られた、カルミン酸を主成分とするものである。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 80 以上で、表示量の 95～115% を含む。

**性状** 本品は赤～暗赤色の粉末、塊、液体又はペースト状の物質で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 80 に換算して 0.5 g に相当する量をとり量り、~~0.1 mol/L~~ 塩酸 塩酸試液 (0.1 mol/L) ~~1,000 mL~~ を加えて溶かし、遠心分離して得られる上澄液は、だいたい色を呈し、波長 490～497 nm に極大吸収部がある。

(2) 本品の表示量から、色価 80 に換算して 1 g に相当する量をとり量り、水 ~~100 mL~~ を加えて振り混ぜた液はだいたい赤～暗赤褐色を呈し、この液に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、紫～紫赤色に変わる。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として  $40 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として  $10.2 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 ~~1~~ 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) たん白質 2.2%以下

本品約 1 g を精密に量り, 窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 ~~mL~~ = 0.8754mg たん白質

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 ~~0.1mol/L 塩酸~~ 塩酸試液 (0.1mol/L)

測定波長 波長 490~497nm の極大吸収部

### 骨焼成カルシウム (新規)

#### Calcinated Bone Calcium

#### 骨カルシウム

**定義** 本品は, 獣骨又は魚骨を, 焼成して得られたものである。主成分はリン酸カルシウムである。

**含量** 本品を乾燥したものは, リン酸三カルシウム ( $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2=310.18$ ) として 95.0~105.0% を含む。

**性状** 本品は, 白~灰白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 0.1 g に 10%硝酸試液 5 mL を加え, 加温して溶かし, モリブデン酸アンモニウム試液 2 mL を加えるとき, 黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に酢酸 (1→4) 5 mL を加えて沸騰させ, 冷後ろ過し, ろ液にシュウ酸アンモニウム-水和物溶液 (1→30) 5 mL を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0 g を量り, 水 100 mL を加え, 振り混ぜながら, それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後, 5分間沸騰させる。冷後, 定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過し, ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後, ろ紙と共に灰化し, 残留物の質量を量る。

(2) 鉛 Pbとして  $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 15分間沸騰させる。冷後, 水 30 mL を加え, 試料液とする。なお, 試料が溶けない場合は, 蒸発乾固し, 残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 5分間沸騰させる。冷後, 水 30 mL を加え, 試料液とする。ただし, 第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し, 指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い, アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(3) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品に塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし, 検液とする。

**乾燥減量** 2.0%以下 (200°C, 3時間)

**定量法** 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 塩酸 (1→4) 10 mL を加えて溶かし, 更に水を加えて正確に 200 mL とし, 検液とする。カルシウム塩定量法の第2法により定量する。



## 骨炭

Bone Charcoal

**定義** 本品は、ウシ (~~Bos taurus Linne~~Bos taurus Linnaeus) の骨を、炭化し、粉碎して得られたものである。主成分はリン酸カルシウム及び炭末である。

**性状** 本品は、黒色の粉末又は粒で、におい及び味がない。

**確認試験** (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約0.1gを量り、~~希メチレンブルー試液~~0.001w/v%メチレンブルー試液 10mL及び塩酸(1→4)2滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約0.5gを量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

(3) 本品を灰化し、その0.1gに塩酸(1→7)10mLを加え、加温して溶かし、振り混ぜながらアンモニア試液2.5mLを加えた後、シュウ酸アンモニウムシュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→30)5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品を灰化し、その0.1gに~~希硝酸~~10%硝酸試液 5mLを加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液2mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

**純度試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、110～120℃で3時間乾燥した後、その4.0gを量り、硝酸(1→100)0.1mLを加えた水180mLを加え、わずかに沸騰が持続する程度に約10分間加熱する。冷後、水を加えて200mLとし、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約30mLを捨て、残りのろ液をA液として次の(1)～(4)の試験を行う。

(1) 塩化物 Clとして0.53%以下

A液1.0mLを量り、検液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを用いる。

(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.48%以下

A液2.5mLを量り、検液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを用いる。

(3) 鉛 Pbとして~~10~~5μg/g以下 (0.80g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)  
~~A液50mLを量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸(1→150)10mLを加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mLに硝酸(1→150)を加えて10mLとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

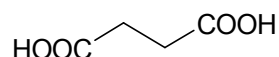
本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3μg/g以下 (第2法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

A液25mLを量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。~~第2法, 装置Bを用いる。~~

## コハク酸

Succinic Acid



$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$

分子量 118.09

Butanedioic acid [110-15-6]

**含量** 本品は、コハク酸 ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、特異な酸味がある。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→20) 5 ~~mL~~ mL にアンモニア試液を加えて pH 約 7 とし、~~塩化鉄 (III) 塩~~ 化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 2～3 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

**融点** 185～190℃

**純度試験** ~~(1) 融点 185～190℃~~

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (5.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ 易酸化物 本品 1.0 g を量り、水 25 ~~mL~~ mL 及び硫酸 (1→20) 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 4.0 ~~mL~~ mL を加えるとき、液の紅赤色は 3 分以内に消えない。

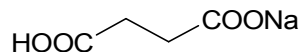
**強熱残分** 0.025%以下 (5 g)

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 25 ~~mL~~ mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 5.904 mg  $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4$

コハク酸一ナトリウム

Monosodium Succinate



$\text{C}_4\text{H}_5\text{NaO}_4$

分子量 140.07

Monosodium monohydrogen butanedioate [2922-54-5]

**含量** 本品は、コハク酸一ナトリウム ( $\text{C}_4\text{H}_5\text{NaO}_4$ ) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、特異な味がある。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及びコハク酸塩の反応を呈する。

**pH** 4.3～5.3 (1.0 g, 水 20 mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH 4.3～5.3 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(2) (1)~~ 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.40 ~~mL~~ mL)

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下~~

~~本品1.0gを量り、水20mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20)2mlを加え、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~(5)(4)~~ 易酸化物 本品2.0gを量り、水25mL及び硫酸(1→20)25mLを加えて溶かし、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mLを加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。

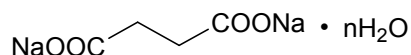
強熱残分 49.5～51.5%

定量法 本品約0.3gを精密に量り、水30mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=14.01mg C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>4</sub>

### コハク酸二ナトリウム

Disodium Succinate



n = 6 又は 0

C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · nH<sub>2</sub>O (n = 6 又は 0)

Disodium butanedioate hexahydrate

分子量 6水和物 270.14

Disodium butanedioate [150-90-3]

無水物 162.05

定義 本品には結晶物(6水和物)及び無水物があり、それぞれをコハク酸二ナトリウム(結晶)及びコハク酸二ナトリウム(無水)と称する。

含量 本品を乾燥したものは、コハク酸二ナトリウム(C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 98.0～101.0%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末で、においがなく、特異な味がある。

確認試験 本品は、ナトリウム塩の反応及びコハク酸塩の反応を呈する。

pH 7.0～9.0(1.0g, 水20mL)

純度試験 ~~(1) 液性 pH7.0～9.0(1.0g, 水20ml)~~

~~(2)(1)~~ 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.019%以下

本品1.0gを量り、水30mLを加えて溶かし、塩酸(1→40)で中和し、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.40mLを用いる。

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下~~

~~本品1.0gを量り、水20mlを加えて溶かし、塩酸(1→40)で中和した後、酢酸(1→20)2mlを加え、水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(4)~~(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.0\text{--}3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(5)~~(4) 易酸化物 本品 2.0 gを量り, 水  $20\text{--}1\text{mL}$ 及び硫酸(1→20)  $30\text{--}1\text{mL}$ を加えて溶かし, 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液  $4.0\text{--}1\text{mL}$ を加えるとき, 液の紅赤色は3分以内に消えない。

**乾燥減量** 結晶物 37.0～41.0% (120°C, 2時間)

無水物 2.0%以下 (120°C, 2時間)

**定量法** 本品を乾燥し, その約0.15 gを精密に量り, 非水滴定用酢酸  $30\text{--}1\text{mL}$ を加えて溶かし, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液  $1\text{--}1\text{mL}$ )。終点は, 液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液  $1\text{--}1\text{mL}$  = 8.103mg  $\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_4$

### コメヌカ油抽出物 (新規)

Rice Bran Oil Extract

コメヌカ油不けん化物

**定義** 本品は, 米ぬか油から抽出して得られた, フェルラ酸及びそのエステルを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは, フェルラ酸 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_4=194.18$ ) として60%以上を含む。

**性状** 本品は, 白～帯黄白色の粉末で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品10mgに3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液10mLを加え, 加温して溶かすとき, 液は淡黄～黄色を呈する。

(2) 本品10mgをアセトン2mLに溶かし, 塩化鉄(III)六水和物・エタノール(95)溶液(1→50)0.1mLを加えるとき, 液は褐～赤褐色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1→100000)は, 波長231～235nm及び319～323nmに極大吸収部がある。

(4) 本品60mgに酢酸エチルを加えて溶かし10mLとした液を検液とする。別に定量用フェルラ酸15mg及びフェルラ酸シクロアルテニル15mgを量り, それぞれ酢酸エチルを加えて溶かし50mLとした液を対照液とする。検液及び対照液5 $\mu\text{L}$ につき, 「 $\gamma$ -オリザノール」の確認試験(4)を準用し, 薄層クロマトグラフィーを行うとき, 検液は, 対照液のフェルラ酸及びフェルラ酸シクロアルテニルと同位置に主な二つのスポットを認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして  $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして  $1.5\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) 類縁物質 確認試験(4)において, 検液及び対照液につき, 薄層クロマトグラフィーを行うとき, 検液は, 対照液のフェルラ酸及びフェルラ酸シクロアルテニルと同位置以外にスポットを認めないか, 又は他のスポットを認めても対照液のフェルラ酸のスポットより濃くない。

**乾燥減量** 2.0%以下 (105°C, 3時間)

**強熱残分** 0.5%以下 (1 g)

**定量法** 本品約30mgを精密に量り, エタノール(95)70mLに加温して溶かし, 冷後, 正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り, エタノール(95)を加えて正確に100mLとし, 検液とする。別に定量用フェルラ酸を105°Cで3時間乾燥し, その約20mgを精密に量り, エタノール(95)を加え

て溶かし、正確に100mLとする。この液1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL及び5 mLを正確に量り、それぞれにエタノール(95)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。これらの標準液につき、波長322nm付近の極大吸収部における吸光度を測定して検量線を作成する。

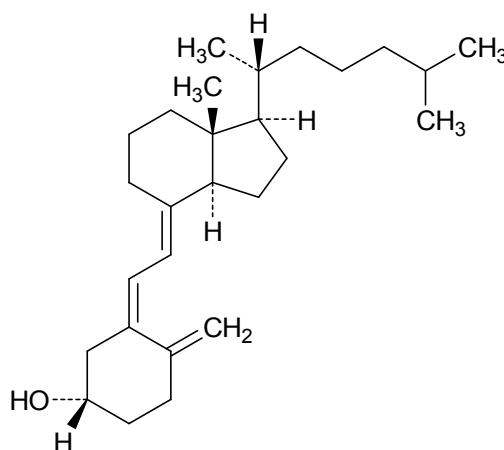
検液の波長322nm付近の極大吸収部における吸光度を測定し、検量線から検液中のフェルラ酸濃度を求め、次式により試料中のフェルラ酸の含量を求める。

$$\text{フェルラ酸の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のフェルラ酸濃度 (mg/mL)} \times 50 \times 100}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

コレカルシフェロール

Cholecalciferol

ビタミンD<sub>3</sub>



C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O

分子量 384.64

(3S, 5Z, 7E)-9, 10-Secocholesta-5, 7, 10(19)-trien-3-ol [67-97-0]

性状 本品は、白色の結晶で、においが無い。

確認試験 (1) 「エルゴカルシフェロール」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「エルゴカルシフェロール」の確認試験(2)を準用する。ただし、その融点は、133~135°Cである。

~~純度試験~~ (1) ~~比吸光度~~  $E_{1\text{cm}}^{1\%} (265\text{nm}) = 450 \sim 490$

本品約0.1gを精密に量り、エタノール(95)を加えて溶かして正確に200~~mL~~とする。この液2~~mL~~を正確に量り、エタノール(95)を加えて正確に100~~mL~~とし、吸光度を測定する。

~~(2) 比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +103.0 \sim +112.0^\circ$  (0.1g, エタノール(95), 20~~mL~~)

~~(3) 融点~~ 84~88°C

~~純度試験~~ (4) 7-デヒドロコレステロール 本品0.010~~g~~10mgを量り、90vol%エタノール2~~mL~~を加えて溶かし、あらかじめジギトニン0.020~~g~~20mgを量り、90vol%エタノール2~~mL~~を加えて溶かした液を加えて18時間放置するとき、沈殿を生じない。

**保存基準** 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換し、冷所に保存する。

### コンドロイチン硫酸ナトリウム

Sodium Chondroitin Sulfate

**含量** 本品を乾燥したものは、窒素 (N=14.01) 2.5~3.8%及び硫黄 (S=32.07) 5.5~7.0%を含む。

**性状** 本品は、白~類白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ mL に ~~塩酸アクリフラビン~~ アクリフラビン塩酸塩 溶液 (1→200) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、黄褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~ mL に塩酸 1 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で10分間加熱し、冷後、~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 0.10 g を量り、水 20 ~~mL~~ mL を加え、よく振り混ぜて溶かし、検液とする。

~~(2) 液性 pH5.5~7.5 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.14%以下

本品 ~~0.050g~~ 50mg を量り、水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、エタノール (95) 15 ~~mL~~ mL 及び硝酸 (1→10) 6 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜた後ろ過する。残留物は、50vol%エタノールで洗い、洗液をろ液に合わせ、更に50vol%エタノールを加えて 50 ~~mL~~ mL とし、検液とする。比較液は、0.01mol/L 塩酸 0.20 ~~mL~~ mL に硝酸 (1→10) 6 ~~mL~~ mL 及び 50vol%エタノールを加えて 50 ~~mL~~ mL とする。

~~(4)~~ (3) 無機硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.24%以下

本品 0.10 g を量り、水 15 ~~mL~~ mL に溶かし、塩酸 1 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜる。次に ~~塩化アルミニウム~~ 塩化アルミニウム (III) 六水和物 溶液 (1→5) 2 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜ、更にアンモニア試液 5 ~~mL~~ mL を少量ずつ振り混ぜながら加えた後、遠心分離する。上澄液をとり、残留物に水 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、洗液を先の上澄液に合わせる。更に水 5 ~~mL~~ mL を用いて同様の操作を行い、洗液を上澄液に合わせ、塩酸 (1→4) を加えて中和し、試料液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50 ~~mL~~ mL を用い、硫酸塩試験法により試験を行う。

~~(5) 重金属 Pb として 40µg/g 以下 (乾燥後 0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**乾燥減量** 10.0%以下 (105°C, 4時間)

**強熱残分** 23.0~31.0% (乾燥物)

**定量法** (1) 窒素 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。

0.05mol/L 硫酸 1 ~~mL~~ mL = 1.401mg N

(2) 硫黄 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、~~分解フラスコ~~ ケルダールフラスコ に入れ、水 30 ~~mL~~ mL を加えて溶かした後、塩素酸カリウム 5 g を加え、更に硝酸 30 ~~mL~~ mL を少量ずつ加え、

液が約 5 mL になるまで加熱する。冷後、塩酸 25 mL を用いて定量的にビーカーに移し、約 5 mL になるまで水浴上で濃縮する。この液に水 100 mL を加え、アンモニア試液で中和し、塩酸 (1→10) 5 mL を加え、煮沸しながら塩化バリウム塩化バリウム二水和物溶液 (3→25) 5 mL を加える。次にビーカーを時計皿で覆い、水を補給しながら水浴上で 2 時間加熱する。冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、ビーカー及びろ紙上の残留物は、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、残留物をろ紙とともに乾燥した後、恒量となるまで 450~550°C で強熱し、その質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{硫黄 (S) の含量 (\%)} = \frac{\text{残留物の質量 (g)} \times 0.1374}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

### サイリウムシードガム

Psyllium Seed Gum

サイリウムハスク

**定 義** 本品は、ブロードサイリウム (~~Plantago ovate Forsskal~~ Plantago ovate Forssk.) の種皮から得られた、多糖類を主成分とするものをいう。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性 状** 本品は類白～淡黄褐色の粉体又は粒で、においがいいか、わずかに特有なにおいがある。

**確認試験** 本品 2 g を 400 mL ビーカーに入れ、200 mL の水を加え、80°C で 10 分間かき混ぜて溶かし、室温まで放冷するとき、流動性のある特有のゾル又はゲル状となる。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.5 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.02 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ たん白質 2.0% 以下

本品約 1 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754 mg たん白質

**乾燥減量** 12.0% 以下 (105°C, 5 時間)

**灰 分** 5.0% 以下 (乾燥物換算)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下 である。また、大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液は、いずれも第 2 法により調製する。また、大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 200 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1°C で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 200 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1°C で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

## 酢酸

Acetic Acid

**含量** 本品は、酢酸 ( $C_2H_4O_2=60.05$ ) 29.0~31.0%を含む。

**性状** 本品は、無色澄明の液体で、特異な刺激性のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品は、酸性である。

(2) 本品は、酢酸塩の反応を呈する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (3.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 3.0ml)~~

(1) 鉛 Pbとして0.5 $\mu$ g/g以下 (8.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3  $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) 易酸化物 本品 20mLを量り, 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液 0.30mLを加えるとき, 液の紅赤色は30分以内に消えない。

(4) 蒸発残留物 0.010%以下

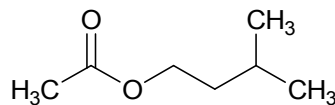
本品 20.0 gを量り, 蒸発した後, 100°Cで2時間乾燥し, その残留物の質量を量る。

**定量法** 本品約 3 gを精密に量り, 水 15mLを加え, 1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2滴)。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 60.05mg  $C_2H_4O_2$

## 酢酸イソアミル

Isoamyl Acetate



$C_7H_{14}O_2$

分子量 130.18

3-Methylbutyl acetate [123-92-2]

**含量** 本品は、酢酸イソアミル ( $C_7H_{14}O_2$ ) ~~98.0~~95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、バナナようのにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え, 水浴中で振り混ぜながら加熱するとき, バナナようのにおいはなくなり, 3-メチル-1-ブタノールのにおいを発する。冷後, 水 10ml 及び塩酸 (1→4) 0.5ml を加えた液は, 酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.399\sim 1.403$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.868\sim 0.878$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.398\sim 1.404$~~

~~(2) 比重 0.872~0.878~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** ~~本品約 0.5 gを精密に量り, 香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

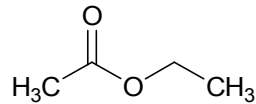


~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=65.09mg C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### 酢酸エチル

Ethyl Acetate



C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

分子量 88.11

Ethyl acetate [141-78-6]

**含量** 本品は、酢酸エチル (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な液体で、果実ようのにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 ~~ml~~ mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 25 ~~ml~~ mL を加え、水浴中で5分間加熱する。冷後、塩酸 (1→4) で中和し、~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III)六水和物 溶液 (1→10) 5滴を加えるとき、液は、深赤色を呈する。

(2) 本品 1 ~~ml~~ mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 5 ~~ml~~ mL を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなる。この液を硫酸 (1→20) で酸性とし、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、酢酸のにおいを発する。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.370\sim 1.375$

**比重**  $d_{20}^{20}=0.900\sim 0.904$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.370\sim 1.375$~~

~~(2) 比重 0.900~0.904~~

~~(3) 酸価 0.1以下~~

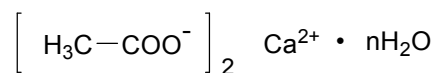
本品 20 g を量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

**定量法** あらかじめ 100 ~~ml~~ mL のフラスコにエタノール (95) 10 ~~ml~~ mL を入れて質量を精密に量る。次に本品約 1 g を先のフラスコに入れて質量を精密に量り、~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 40 ~~ml~~ mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて 78~82°C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、過量のアルカリを 0.5mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2~3 滴)。別に空試験を行う。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 1 ~~ml~~ mL = 44.05mg C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

### 酢酸カルシウム (2013年12月4日告示)

Calcium Acetate



n=1 又は 0

分子量 1 水和物 176.18

$C_4H_6CaO_4 \cdot nH_2O$  ( $n = 1$  又は  $0$ )

無水物 158.17

Calcium acetate monohydrate [5743-26-0]

Calcium acetate [62-54-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、酢酸カルシウム ( $C_4H_6CaO_4$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶、粉末又は粒で、わずかに酢酸のにおいがある。

**確認試験** 本品は、カルシウム塩の反応及び酢酸塩の反応を呈する。

**pH** 6.0~9.0 (2.0 g, 水 20mL)

**純度試験** (1) ~~液性 pH6.0~9.0 (2.0 g, 水 20ml)~~

(2) 水不溶物 0.30%以下

あらかじめ、るつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) を  $105^{\circ}C$  で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品約 10 g を精密に量り、温湯 100ml を加えてよく振り混ぜた後、不溶物を先のガラスろ過器でろ取り、水 30ml で洗い、ガラスろ過器とともに  $105^{\circ}C$  で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

(3)(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2  $\mu g/g$  以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、超音波処理した後、蒸発乾固する。残留物に水 20mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更する。

~~本品 2.0 g を量り、100ml のビーカーに入れ、塩酸 (1→4) 20ml を加えて、超音波処理して溶かし、蒸発乾固した後、残留物に水 20ml を加えて溶かし、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 50ml を加え、チモールブルー試液 ml を指示薬として、アンモニウム水を液の色が黄緑色に変わるまで加える。この液を 200ml の分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100ml とする。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5ml を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10ml を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とする。この液 4 ml を正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

(4)(3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu g/g$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5)(4) 易酸化物  $HCOOH$  として ~~1,000~~ 1,000  $\mu g/g$  以下

本品約 5 g を精密に量り、水 100ml を加えて溶かし、~~無水~~炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて振り混ぜる。これに  $0.02mol/L$  過マンガン酸カリウム溶液 10ml を正確に加えて振り混ぜ、水浴上で 15 分間加熱する。冷後、硫酸 (9→100) 25ml とヨウ化カリウム 0.3 g を加えてよく振り混ぜた後、 $0.1mol/L$  チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。滴定の終点は液が帯黄白色になったとき、デンプン試液 3ml を加え、脱色されるときとする。別に空試験を行い、次式により易酸化物の量をギ酸 ( $HCOOH$ ) として求める。

$$\text{易酸化物の量} = \frac{(a - b) \times 2,301}{\text{試料の採取量 (g)}} (\mu g/g)$$

ただし、

a : 空試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

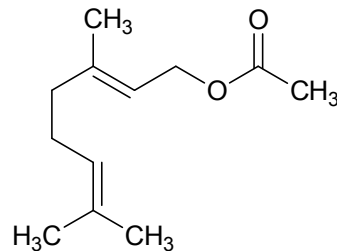
**乾燥減量** 11.0%以下 (200°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 4 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 250 mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。

0.05mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 7.908mg C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>CaO<sub>4</sub>

### 酢酸ゲラニル

Geranyl Acetate



C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>

分子量 196.29

(*E*)-3,7-Dimethylocta-2,6-dien-1-yl acetate [105-87-3]

**含量** 本品は、酢酸ゲラニル (C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>) 90.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品 1 mL に エタノール製 10% 水酸化カリウム試液 10 w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液 5 mL を加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、ゲラニオールのにおいを発する。冷後、水 2 mL 及び塩酸 (1→4) 2 mL を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.464$

**比重**  $d_{20}^{20} = 0.903 \sim 0.917$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.457 \sim 1.464$~~

~~(2) 比重  $0.903 \sim 0.917$~~

(1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(3)(2) 溶状 澄明 (1.0 mL, 80vol%エタノール 4.0 mL)~~

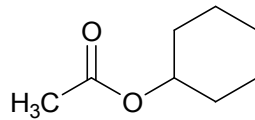
~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 1 mL = 98.14mg C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>

### 酢酸シクロヘキシル

Cyclohexyl Acetate



$C_8H_{14}O_2$

分子量 142.20

Cyclohexyl acetate [622-45-7]

**含量** 本品は、酢酸シクロヘキシル ( $C_8H_{14}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、~~無色又はわずかに黄色を帯びた透明~~無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~(1) 本品約 2ml を蒸発皿にとり、これに硝酸 1ml を加えて水浴中で 20 分間加熱し、更にホットプレート上で炭化しないように注意しながら蒸発乾固する。冷後、水 4ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 0.5ml を加えて溶かし、更に硝酸 (1→10) を加えて微酸性とした後、試験管に移し、硝酸銀溶液 (1→50) 1ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに硝酸 (1→10) を加えて強酸性とするとき、沈殿は溶ける。~~

~~(2) 本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8ml 及び塩酸 (1→4) 1ml を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.436 \sim 1.443$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.965 \sim 0.972$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.439 \sim 1.442$~~

~~(2) 比重 0.970 ~ 0.973~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

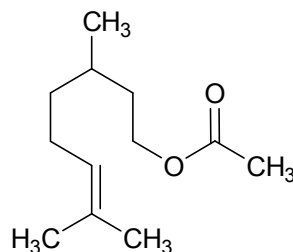
**定量法** ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 71.  $C_8H_{14}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 酢酸シトロネリル

Citronellyl Acetate



$C_{12}H_{22}O_2$

分子量 198.30

3,7-Dimethyloct-6-en-1-yl acetate [150-84-5]

**含 量** 本品は、酢酸シトロネリル (C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>) ~~95.0~~92.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無色~~透明な~~澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、シトロネロールのにおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1→4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。~~

**屈折率**  $n_D^{20}=1.440\sim 1.450$

**比 重**  $d_{25}^{25}=0.883\sim 0.893$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.443\sim 1.451$~~

~~(2) 比重 0.888 $\sim$ 0.894~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 7.0 ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

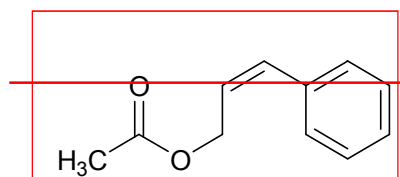
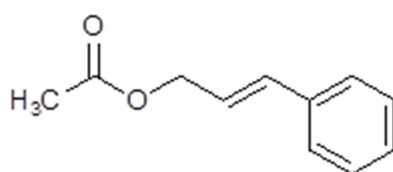
**定量法** ~~本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 99.15 mg C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (4) により定量する。

### 酢酸シンナミル

Cinnamyl Acetate



C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>

分子量 176.21

~~3~~ (2E)-3-Phenylprop-2-en-1-yl acetate [~~103-54-8~~21040-45-9]

**含 量** 本品は、酢酸シンナミル (C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、~~無色又はわずかに黄色を帯びた~~透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 1.5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 5 ml 及び塩酸 (1→4) 1.2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.539\sim 1.544$

**比 重**  $d_{25}^{25}=1.047\sim 1.054$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.539\sim 1.543$~~

~~(2) 比重 1.053 $\sim$ 1.057~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0 ml, 70 vol% エタノール 6.0 ml)~~

~~(4) 酸価 1.03.0~~以下 (香料試験法)

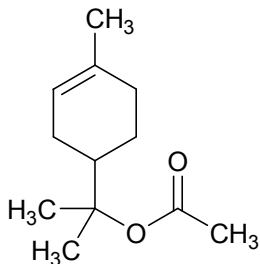
~~定量法~~ 本品約 1 g を精密に量り、~~香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=88.11mg=C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>~~

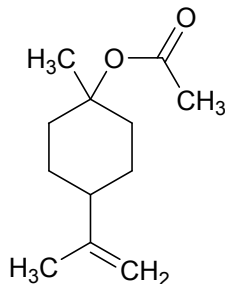
香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 酢酸テルピニル

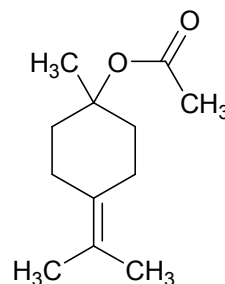
Terpinyl Acetate



酢酸 α-テルピニル



酢酸 β-テルピニル



酢酸 γ-テルピニル

C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>

分子量 196.29

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-yl acetate (α-terpinyl acetate), 1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexyl acetate (β-terpinyl acetate) and 1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexyl acetate (γ-terpinyl acetate)

[8007-35-0]

含 量 本品は、酢酸テルピニル (C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 0.5ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなり、テルピネオールのにおいを発する。冷後、水 6ml 及び塩酸 (1⇒4) 2ml を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、2970cm<sup>-1</sup>、2935cm<sup>-1</sup>、1730cm<sup>-1</sup>、1360cm<sup>-1</sup>、1270cm<sup>-1</sup>、1220cm<sup>-1</sup>及び 1135cm<sup>-1</sup>のそれぞれの付近に吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.464\sim 1.467$

比 重  $d_{20}^{20}=0.956\sim 0.965$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.464\sim 1.467$~~

~~(2)  $d_{20}^{20}$ =比重 0.956～0.965~~

(1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(3)(2) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

定 量 法 本品約 0.7 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

ただし、~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 20mlを使用し、加熱時間は、2時間とする。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 1 ml  
=98.14mg C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>

### 酢酸デンプン

Starch Acetate

[9045-28-7]

**定義** 本品は、デンプンを無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

**純度試験** (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル (アルファー化デンプンの場合を除く) 0.1µg/g以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pbとして ~~2.0~~ 2µg/g以下 (~~5.0~~ 2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

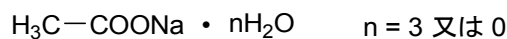
(5) 二酸化硫黄 50µg/g以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

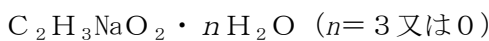
**乾燥減量** 21.0%以下 (~~120°C,~~ 13.3kPa以下, 120°C, 4時間)

### 酢酸ナトリウム

Sodium Acetate



~~n=3 又は 0~~



Monosodium acetate trihydrate [6131-90-4]

分子量 3水和物 136.08

Monosodium acetate [127-09-3]

無水物 82.03

**定義** 本品には結晶物(3水和物)及び無水物があり、それぞれを酢酸ナトリウム(結晶)及び酢酸ナトリウム(無水)と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは、酢酸ナトリウム(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>NaO<sub>2</sub>) 98.5%以上を含む。

**性状** 結晶物は、無色透明の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の結晶性の粉末又は塊で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品を徐々に加熱すると融解し、次に分解してアセトンのにおいを発する。また残留物の水溶液は、アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酢酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水 ~~20~~ 20mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 結晶物の場合は2.0 g, 無水物の場合は1.2 gを量り, 新たに煮沸し冷却した水 20 mLを加えて溶かし, フェノールフタレイン試液2滴を加え, この液を10°Cに保ち, 次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば, 0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 0.10 mLを加えるとき, 紅赤色を呈する。

(ii) 液が紅赤色ならば, その色は, 0.1 mol/L塩酸 0.10 mLを加えるとき, 消える。

~~(2) 重金属 Pbとして10 µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置B)

**乾燥減量** 結晶物 36.0~42.0% (120°C, 4時間)

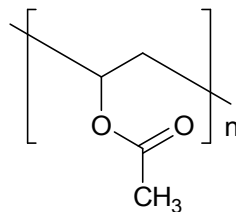
無水物 2.0%以下 (120°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し, その約0.2 gを精密に量り, 酢酸 40 mLを加えて溶かし, 0.1 mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L過塩素酸液 1 mL = 8.203 mg C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>NaO<sub>2</sub>

### 酢酸ビニル樹脂

Polyvinyl Acetate



Poly(1-acetoxyethylene)

**定義** 本品は, 酢酸ビニルの重合体である。

**性状** 本品は, 無~淡黄色の粒又はガラス状の塊である。

**確認試験** 本品約1 gに酢酸エチル 5 mLを加えて溶かし, 赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定するとき, 1,725cm<sup>-1</sup>, 1,730cm<sup>-1</sup>, 1,7015cm<sup>-1</sup>, 937cm<sup>-1</sup>及び785cm<sup>-1</sup>のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**純度試験** (1) 遊離酸 CH<sub>3</sub>COOHとして0.20%以下

本品約2 gを精密に量り, メタノール 50 mLを加え, 時々振り混ぜて溶かし, 水 10 mLを加え, 0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液4~5滴)。別に空試験を行い補正する。次式によって遊離酸の含量を酢酸 (CH<sub>3</sub>COOH) として計算する。

$$\text{遊離酸の含量 (\%)} = \frac{0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 60}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10 \times 1000} \times 100 (\%)$$

~~(2) 重金属 Pbとして10 µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 µg/g以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)



- (3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.0 \pm 0.3 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)  
(4) 残存モノマー  $5 \mu\text{g/g}$  以下

酢酸ビニル樹脂を薬包紙及びラップフィルムで包み、木槌で叩いて細かく砕き、その2.5 gを正確に量り、トルエンを加えて溶解したのち後、正確に  $25 \text{ mL}$  とし、検液とする。別に酢酸ビニル  $0.050 \text{ g}$   $50 \text{ mg}$  を正確に量り、トルエンを加えて正確に  $50 \text{ mL}$  とし、A液とする。A液  $1.0 \text{ mL}$ ,  $0.3 \text{ mL}$ ,  $0.1 \text{ mL}$ ,  $0.03 \text{ mL}$  及び  $0.01 \text{ mL}$  を量り、トルエンを加えて、それぞれ正確に  $100 \text{ mL}$  とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ  $1 \mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。標準液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の酢酸ビニルのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを  $5 \mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度  $100^\circ\text{C}$  で8分間保持し、~~その後~~, 毎分  $20^\circ\text{C}$  で  $250^\circ\text{C}$  まで昇温し、 $250^\circ\text{C}$  に到達後を 5分間保持する。

注入口温度  $150^\circ\text{C}$

注入方式 スプリット (8 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 酢酸ビニルのピークが約7分後に現れるように調整する。

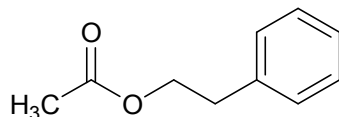
乾燥減量 1.0%以下 ( $0.7 \text{ kPa}$  以下,  $80^\circ\text{C}$ , 3時間)

強熱残分 0.05%以下 (5 g)

#### 酢酸フェネチル

Phenethyl Acetate

酢酸フェニルエチル



$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$

分子量 164.20

2-Phenylethyl acetate [103-45-7]

含量 本品は、酢酸フェネチル ( $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品 1mL にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 20 分間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、水 8mL 及び塩酸 (1→4) 1mL を加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

~~(2) 本品 1mL に水酸化カリウム 0.5 g を加え、穏やかに沸騰させるとき、スチレンのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.496\sim 1.502$

比重  $d_{25}^{25}=1.030\sim 1.034$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.497\sim 1.501$~~

~~(2) 比重 1.033~1.037~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール2.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

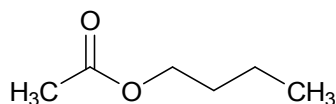
~~定量法 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=82.10mg  $C_{10}H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 酢酸ブチル

Butyl Acetate



$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

Butyl acetate [123-86-4]

含量 本品は、酢酸ブチル ( $C_6H_{12}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

~~確認試験 本品1mlにエタノール製10%水酸化カリウム試液5mlを加え、水浴中で加熱するとき、特有のにおいはなくなり、1-ブタノールのにおいを発する。冷後、水10ml及び塩酸(1→4)0.5mlを加えた液は、酢酸塩(3)の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.393\sim 1.396$

比重  $d_{25}^{25}=0.877\sim 0.881$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.392\sim 1.395$~~

~~(2) 比重 0.880~0.884~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.02.0 以下 (香料試験法)~~

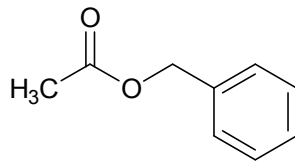
~~定量法 本品約0.5gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=58.08mg  $C_6H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### 酢酸ベンジル

Benzyl Acetate



$C_9H_{10}O_2$

分子量 150.17

Phenylmethyl acetate [140-11-4]

**含量** 本品は、酢酸ベンジル ( $C_9H_{10}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.500 \sim 1.504$

**比重**  $d_{25}^{25} = 1.049 \sim 1.059$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.501 \sim 1.504$~~

~~(2) 比重  $1.055 \sim 1.059$~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

**定量法** ~~本品約 0.8 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

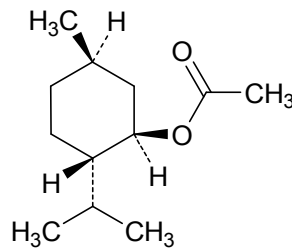
~~$0.5 \text{ mol/L}$  エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 75.09mg  $C_9H_{10}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 酢酸 *l*-メンチル

*l*-Menthyl Acetate

*l*-酢酸メンチル



$C_{12}H_{22}O_2$

分子量 198.30

(1*R*, 2*S*, 5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexyl acetate [2623-23-6]

**含量** 本品は、酢酸 *l*-メンチル ( $C_{12}H_{22}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1 ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5 ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、清涼感のあるにおいはなくなり、メントールのにおいを発する。冷後、水 2 ml 及び塩酸 (1 → 4) 2 ml を加えた液は、酢酸塩 (3) の反応を呈する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.445\sim1.449$

旋光度  $\alpha_D^{20}=-69^\circ$  以下

比重  $d_{25}^{25}=0.921\sim0.926$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.445\sim1.448$~~

~~(2) 旋光度  $[\alpha]_D^{20}=-70\sim-75^\circ$~~

~~(3) 比重 0.924~0.928~~

~~(4) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール7.0ml)~~

~~(5) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

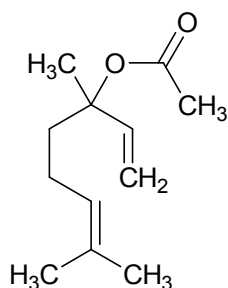
定量法 ~~本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱時間は、2 時間とする。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=99.15mg  $C_{12}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 酢酸リナリル

Linalyl Acetate



$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

3,7-Dimethylocta-1,6-dien-3-yl acetate [115-95-7]

含量 本品は、酢酸リナリル ( $C_{12}H_{20}O_2$ ) ~~90.0~~95.0%以上を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.448\sim1.452$

比重  $d_{25}^{25}=0.895\sim0.914$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.449\sim1.457$~~

~~(2) 比重 0.902~0.917~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

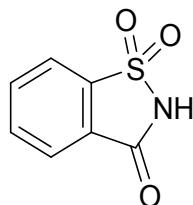
定量法 ~~本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=98.14mg  $C_{12}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

## サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$

分子量 ~~183.19~~183.18

1,2-Benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [81-07-2]

**含 量** 本品を乾燥したものは、サッカリン ( $C_7H_5NO_3S$ ) 99.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに芳香がある。味は極めて甘い。

**確認試験** (1) 本品 ~~0.02g~~20mg に ~~レゾルシン~~レゾルシノール ~~0.040g~~40mg を混和し、硫酸 10 滴を加え、混合物が暗緑色となるまで穏やかに加熱する。冷後、水 10mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10mL を加えて溶かすとき、液は、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mL を加えて溶かし、穏やかに加熱して蒸発乾固し、更に炭化しないように注意しながら融解し、アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後、水約 20mL を加えて溶かし、塩酸 (1→10) で中和した後、ろ過し、ろ液に ~~塩化鉄 (III)~~塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、紫～赤紫色を呈する。

**融 点** 226～230℃

**純度試験** (1) ~~融点~~226～230℃

(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 熱湯 30mL)

無色、澄明 (1.0 g, エタノール (95) 35mL)

(3) ~~重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、エタノール 40ml に溶かし、試料とし、以下第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0ml を用いる。~~

(2) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (10 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10mL, フレーム方式)

(4) (3) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03µg/g 以下 (5.0 g, 標準色 ヒ素標準液 15mL, 装置 B)

本品 ~~5.0 g~~ を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5mL を加えて加熱する。液がなお褐色を呈する場合は、冷後、硝酸 1mL を追加して加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返した後、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 10mL 及びシュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、この液 5mL を量り、検液とする。~~別に、装置 B を用いる。標準色は、次により調製する。~~ヒ素標準液 10mL 15mL を量り、~~分解フラスコ~~ケルダールフラスコに入れ、硝酸 10mL 及び硫酸 5mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 10mL 及びシュウ酸アンモニウム飽和溶液 15mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 50mL とし、この液 10mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とする。して調製する。ただし、10mL

を量り試験に用いる。

(5)(4) 安息香酸及びビサリチル酸 本品 0.5 g を量り、熱湯 15 mL に溶かし、~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 (1→10) 3 滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6)(5) オルトトルエンスルホンアミド ~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミド として 25 µg/g 以下

本品 10 g を水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 70 mL に溶かす。この液を、酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液 (1→4) 30 mL で洗い、~~無水~~硫酸ナトリウム約 10 g を加え、振り混ぜた後、酢酸エチル層を定量的にナス型フラスコに移す。酢酸エチルを留去し、残留物に~~カフェイン~~ カフェイン水和物・酢酸エチル溶液 (1→4,000) 1.0 mL を加えて溶かし、検液とする。別に~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミド・酢酸エチル溶液 (1→4,000) 1.0 mL を量り、水浴上で加熱して酢酸エチルを除いた後、残留物に~~カフェイン~~ カフェイン水和物・酢酸エチル溶液 (1→4,000) 1.0 mL を加えて溶かし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の~~カフェイン~~ カフェイン水和物のピーク高さ (H<sub>s</sub>) と~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミドのピーク高さ (H) との比 H/H<sub>s</sub> は、比較液のカフェインのピーク高さ (H<sub>s</sub>) と~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミドのピーク高さ (H) との比 H/H<sub>s</sub> を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 3% のコハク酸ジエチレングリコールポリエステル

担体 177～250 µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3～4 mm, 長さ 1 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 195～205℃の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 カフェインのピークが約 6 分後に現れるように調整する。

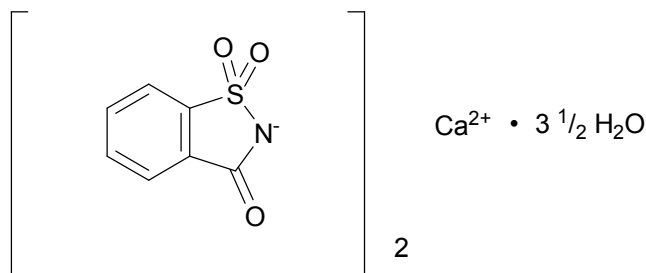
乾燥減量 1.0%以下 (105℃, 2 時間)

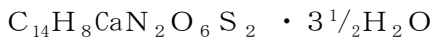
定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、熱湯 75 mL を加えて溶かし、冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 18.32 mg C<sub>7</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>3</sub>S

### サッカリンカルシウム (2012 年 12 月告示)

Calcium Saccharin





分子量 467.48

Calcium bis(3-oxo-3H-1,2-benzothiazol-2-ide) 1,1-dioxide hemiheptahydrate [6381-91-5]

**含量** 本品を乾燥したものは、サッカリンカルシウム ( $\text{C}_{14}\text{H}_8\text{CaN}_2\text{O}_6\text{S}_2$ ) 98.0%以上を含む。**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。味は極めて甘い。**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mL に塩酸 1 mL を加え、生じた結晶性の沈殿をろ取し、冷水でよく洗い、105°C で 2 時間乾燥し、融点を測定するとき、融解し始めの温度は 226°C 以上であり、融解し終わりの温度は 230°C 以下である。(2) 本品 ~~0.02 g 20mg~~ に ~~レゾルシノール~~ レゾルシノール 0.04 g 40mg を混和し、硫酸 10 滴を加え、200°C で 3 分間加熱する。冷後、水 10 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10 mL を加えるとき、液は、緑色の蛍光を発する。(3) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 mL を加えて、穏やかに加熱して蒸発乾固し、更に炭化しないように注意しながら融解し、アンモニアのにおいが発しなくなるまで加熱を続ける。冷後、水約 20 mL を加えて、塩酸 (1→10) で弱酸性とした後、ろ過し、ろ液に ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、紫～赤紫色を呈する。

(4) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

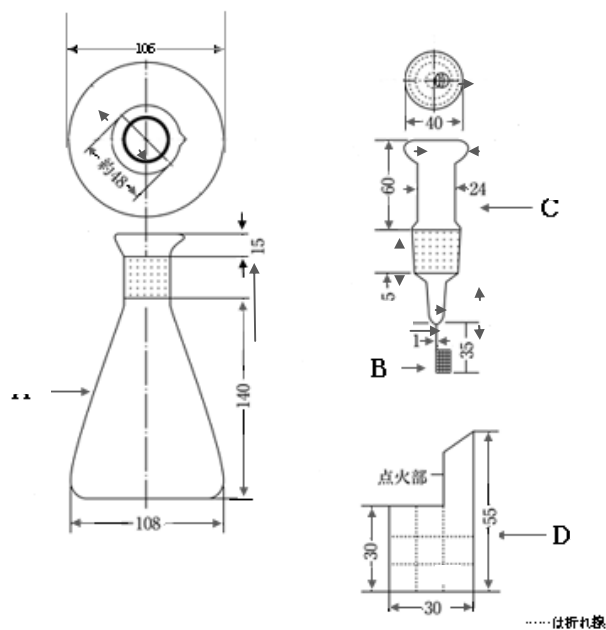
**純度試験** (1) 鉛 Pb として ~~1.0 1~~ 1.0 1  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (4.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品 2.0 g を量り、300 mL のケルダールフラスコに入れ、硝酸 10 mL 及び硫酸 5 mL を加えて、茶褐色の煙が発生し、更に溶液が淡黄色になるまで加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 10 mL を加えて、15 分間煮沸し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10 mL を加え、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、この液を 200 mL の分液漏斗に移し、ケルダールフラスコを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100 mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10 mL を加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

(2) セレン Se として 30  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下

(i) 装置

概略は、次の図による。



(単位 mm)

A : 内容量 500mL の無色，肉厚 (約 2 mm) の硬質ガラス製のフラスコで，口の上部を受け皿状にしたもの

B : 白金製のかご又は白金網筒 (白金線を用いて栓 C の下端につす。)

C : 硬質ガラス製の共栓

D : ろ紙

(ii) 操作法

乾燥した本品 ~~0.050 g~~ 50mg を折れ線に沿って折り目を付けたろ紙 D の中央部に 正確に 量り，こぼれないように折れ線に沿って包み，白金製のかご又は白金網筒 B の中に，点火部を外に出して入れる。吸収液として硝酸 (1→30) 25mL をフラスコ A に入れ，A 内にあらかじめ酸素を充満させ，共栓 C のすり合わせ部分を水で潤した後，点火部に点火し，直ちに A 中に入れ，完全に燃焼が終わるまで気密に保持する。次に，A 内の白煙が発生しなくなるまで時々振り混ぜた後，15～30 分間放置する。A の上部に水 10mL を入れ，注意して C をとり，A 内の液をビーカーに移す。水 20mL で，C，B 及び A の内壁を洗い込み，洗液をビーカーに合わせる。この液を 10 分間穏やかに煮沸した後，室温まで冷却し，試料液とする。別に ~~セレン 0.060g を量り，硝酸 (1→2) 100mL を加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かし，水を加えて正確に 1,000mL とする。~~ セレン標準液 6 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする。 この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200mL とする。この液 1 mL を正確に量り，硝酸 (1→60) 50mL を加えて比較原液とする。試料液及び比較原液にアンモニア水を加えて pH1.8～2.2 とした後，水を加えて約 60mL とする。これらをそれぞれ分液漏斗に移し，水 10mL を用いてビーカーを洗い，洗液を分液漏斗に合わせる。それぞれに ~~塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム~~ 塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 0.2 g を加えて静かに振り混ぜて溶かし，次に 2，3-ジアミノナフタレン試液 5 mL を加え，振り混ぜた後，100 分間放置する。それぞれにシクロヘキサン 5.0mL を加えて 2 分間よく振り混ぜる。シクロヘキサン層をとり，毎分 3,000 回転で 10



分間遠心分離し、上澄液を検液及び比較液とする。これらの液につき、硝酸（1→60）50mLを用いて試料液と同様に操作して得た液を対照として波長 378nm 付近の極大吸収波長における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度より大きくない。

- (3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)
- (4) 安息香酸及びサリチル酸 本品 0.5 g を水 10mL に溶かし、酢酸 5 滴及び 塩化鉄 (III) - 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 3 滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。
- (5) トルエンスルホンアミド類 *o*-トルエンスルホンアミド及び *p*-トルエンスルホンアミドとして  $25\mu\text{g/g}$  以下

本品 10.0 g を水 50mL に溶かす。この液を、酢酸エチル 30mL ずつで 3 回抽出を行い、全酢酸エチル層を合わせ、塩化ナトリウム溶液 (1→4) 30mL で洗い、酢酸エチル層を乾燥したフラスコに移す。これに 無水 硫酸ナトリウム 約 10 g を加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液をナス型フラスコに移す。ろ紙上の残留物を酢酸エチル 10mL ずつで 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、減圧下に濃縮して酢酸エチルを除去する。この残留物にカフェイン 一水和物・酢酸エチル溶液 (1→~~4~~, 000) 1.0mL を正確に加えてかき混ぜた後、1 分間放置し、上澄液を検液とする。必要があれば遠心分離する。別に *o*-トルエンスルホンアミド及び *p*-トルエンスルホンアミド 約 ~~0.025 g~~ 25mg ずつを精密に量り、酢酸エチルを加えて溶かして正確に 100mL とする。この液 1 mL を正確に量り、減圧下に濃縮して酢酸エチルを除去した後、残留物にカフェイン 一水和物・酢酸エチル溶液 (1→~~4~~, 000) 1.0mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m の ケイ酸ガラス製の細管 フューズドシリカ管の内面 に、ガスクロマトグラフィー用 5% ジフェニル 95% ジメチルポリシロキサンを 0.25 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 185°C

注入口温度 250°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 カフェインのピークが約 10 分後に現れるように調整する。

検液及び標準液のカフェインのピーク面積に対する *o*-トルエンスルホンアミド及び *p*-トルエンスルホンアミドのピーク面積比  $Q_{T1}$  と  $Q_{T2}$  及び  $Q_{S1}$  と  $Q_{S2}$  を求め、次式により、トルエンスルホンアミド類の含量を求める。

$$= \left[ \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times \underline{WM}_{S1} + \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times \underline{WM}_{S2} \right] \times \frac{1}{\text{試料の採取量}} \times 100 \text{ (}\underline{\%}\text{)}$$

ただし、 $\underline{WM}_{S1}$  : 標準液 1 mL 当たりの *o*-トルエンスルホンアミドの採取量 (g)

$\underline{WM}_{S2}$  : 標準液 1 mL 当たりの *p*-トルエンスルホンアミドの採取量 (g)

(6) 硫酸呈色物 本品0.20 gを硫酸呈色物用硫酸5 mLに溶かし、48～50℃で10分間保つとき、液の色は、比色標準液Aより濃くない。

**乾燥減量** 15.0%以下 (120℃, 4時間)

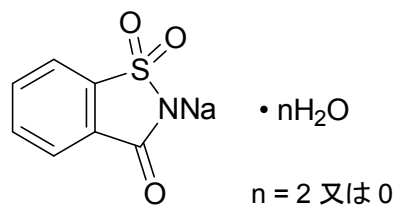
**定量法** 本品を乾燥し、その約0.3 gを精密に量り、非水滴定用酢酸40 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L過塩素酸液1 mL=20.22 mg  $C_{14}H_8CaN_2O_6S_2$ .

### サッカリンナトリウム

Sodium Saccharin

溶性サッカリン



$C_7H_4NNaO_3S \cdot nH_2O$  ( $n = 2$  又は  $0$ ) 分子量 2水和物 241.20 無水物 205.17

2-Sodio-1,2-benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide dihydrate [6155-57-3]

2-Sodio-1,2-benzo[d]isothiazol-3(2H)-one 1,1-dioxide [128-44-9]

**含量** 本品を乾燥したものは、サッカリンナトリウム ( $C_7H_4NNaO_3S$ ) 99.0～~~101.0~~%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の粉末で、味は極めて甘い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) 10mLに塩酸 (1→4) 1mLを加えて1時間放置し、生じた白色の結晶性の沈殿をろ過し、ろ紙上の残留物をよく水洗し、105℃で2時間乾燥したものの融点は、226～230℃である。

(2) 「サッカリン」の確認試験(1)を準用する。

(3) 「サッカリン」の確認試験(2)を準用する。

(4) 本品の溶液 (1→10) は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (粉末1.0 g, 水1.5mL)

無色、澄明 (粉末1.0 g, エタノール (95) 70mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品1.0 gを量り、新たに煮沸し冷却した水10mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈さない。更に0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈する。

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして1µg/g以下 (4.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素  $As_2O_3$ として 4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(5) 安息香酸塩及びサリチル酸塩 本品0.5 gを水10mLに溶かし、酢酸5滴及び塩化鉄(III) 塩化鉄(III) 六水和物溶液 (1→10) 3滴を加えるとき、沈殿を生じず、紫～赤紫色も呈さない。

(6) オルトトルエンスルホンアミド ~~オルトトルエンスルホンアミド~~ o-トルエンスルホンアミ

ドとして 25µg/g 以下

本品 10 g を水 50 ~~mL~~ mL に溶かし、以下「サッカリン」の純度試験 ~~(6)~~ (5) を準用する。

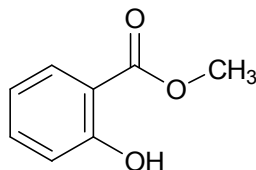
**乾燥減量** 15.0% 以下 (120°C, 4 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 2 滴)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ mL = 20.52 mg C<sub>7</sub>H<sub>4</sub>NNaO<sub>3</sub>S

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>

分子量 152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate [119-36-8]

**含量** 本品は、サリチル酸メチル (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>) 98.0% 以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、清涼感のあるにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.534 \sim 1.538$

**比重**  $d_{25}^{25} = 1.176 \sim 1.185$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.535 \sim 1.538$~~

~~(2) 比重 1.183 ~ 1.189~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol% エタノール 8.0ml)~~

~~(4) 酸価 0.52.0 以下 (香料試験法) ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。~~

**定量法** ~~本品約 0.9 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、指示薬は、フェノールレッド試液を用いる。~~

~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 76.07 mg C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 酸化カルシウム (2013 年 10 月 22 日告示)

Calcium Oxide

CaO

分子量 56.08

Calcium Oxide [1305-78-8]

**含量** 本品を強熱したものは、酸化カルシウム (CaO) 95.0% 以上を含む。

**性状** 本品は、白～うすい灰色の粉末、粒又は塊である。

**確認試験** (1) 本品 1 g を水で潤すとき発熱し、更にこれに 5 ~~mL~~ mL の水を加えて懸濁した液は、ア

ルカリ性を呈する。

- (2) 本品 1 g に水 20mL を加え、酢酸を滴加して沈殿を溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 1.0%以下

あらかじめ、るつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) を 105°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 5.0 g を量り、水 100mL を加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、沸騰させる。冷後、必要があれば、塩酸を加えて酸性とし、先のガラスろ過器でろ過する。ガラスろ過器上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水で洗い、ガラスろ過器とともに 105°C で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

- (2) フッ化物 F として 150µg/g 以下

本品 0.10 g を量り、ビーカーに入れ、塩酸 (1 → 10) 10mL を加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これに クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物 溶液 (1 → 4) 15mL 及び エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 溶液 (1 → 40) 10mL を加えて混合し、塩酸 (1 → 10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) で pH 5.4 ~ 5.6 に調整する。この液を 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

フッ化物イオン標準原液 5mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000mL とする。この液 3mL を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物 (1 → 4) 15mL 及び エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 溶液 (1 → 40) 10mL を加えて混合し、塩酸 (1 → 10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) で pH 5.4 ~ 5.6 に調整する。この液を 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

- (3) 鉛 Pb として 2.0 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1 → 4) 20mL を加えて、超音波処理した後、蒸発乾固する。残留物に水 20mL を加え、試料液とする。第 5 法により試験を行う。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) の量を 50mL に変更する。指示薬としてプロモチモールブルー試液 1mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

~~本品 2.0 g を量り、100mL のビーカーに入れて、塩酸 (1 → 4) 20mL を少しずつ加えて、超音波処理して溶かし、蒸発乾固した後、残留物に水 20mL を加えて溶かし、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) 50mL 及びプロモチモールブルー試液 1mL を加え、液が黄緑色を呈するまでアンモニア水を加える。この液を 200mL の分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100mL とする。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3 → 100) 5mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液 1mL~~

~~を正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液4mlを正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 3.6%以下

本品約0.5gを精密に量り、水30mL及び塩酸(1→4)15mLを加えて溶かす。この液を加熱し、1分間沸騰させた後、直ちにシュウ酸二水和物溶液(3→50)40mLを加え、激しくかき混ぜる。これにメチルレッド試液2滴を加え、液が黄色を呈するまでアンモニア試液を滴加してカルシウムを沈殿させる。この液を水浴上で1時間加熱し、冷後、水を加えて100mLとし、よく混合した後、ろ過する。ろ液50mLをあらかじめ800°Cで30分強熱して、デシケーター中で放冷し質量を精密に量った白金製のろつぼに入れ、硫酸0.5mLを加え蒸発乾固した後、恒量になるまで800°Cで強熱し、その残留物の質量を量る。

(5) バリウム Baとして300µg/g以下

本品約1.0gを精密に量り、塩酸(1→10)を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、硝酸(1→150)を加えて正確に100mLとし、検液とする。別にバリウム標準液1mLを正確に量り、硝酸(1→150)を加えて1,000mLとする。この液30mLを正確に量り、硝酸(1→150)を加えて100mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定分光分析法により試験を行うとき、検液の発光強度は、比較液の発光強度以下である。

(6) ヒ素  $As_2O_3$ として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~本品0.50gを量り、に塩酸(1→4)8mLを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。~~

**強熱減量** 10.0%以下(800°C, 恒量)

**定量法** 本品を強熱し、その約1.5gを精密に量り、塩酸(1→4)30mLを加えて溶かし、更に水を加えて正確に250mLとし、検液とする。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

0.05mol/L ~~E-D-T-A~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 2.804mg CaO

### 酸化デンプン

Oxidized Starch

**定義** 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) カルボキシ基

「アセチル化酸化デンプン」の確認試験(4)を準用する。

**純度試験** (1) カルボキシ基 1.1%以下

「アセチル化酸化デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして2.02µg/g以下(5.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $As_2O_3$ として4.03µg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) 二酸化硫黄 50µg/g以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (~~120°C~~, 13.3kPa 以下, 120°C, 4時間)

### 酸化マグネシウム

Magnesium Oxide

Mg O

分子量 40.30

Magnesium oxide [1309-48-4]

含量 本品を強熱したものは、酸化マグネシウム (Mg O) 96.0%以上を含む。

性状 本品は、白色又は類白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品 1 g に塩酸 (1→4) 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 水可溶物 2.0%以下

本品 2.0 g を量り、水 100 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で5分間加熱した後、直ちにろ過する。冷後、ろ液 25 ~~mL~~ mL を量り、水浴中で蒸発乾固する。残留物を 105°C で1時間乾燥し、その質量を量る。

(2) 塩酸不溶物 1.0%以下

本品 2.0 g を量り、水 75 ~~mL~~ mL を加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5分間煮沸する。冷後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、する。ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで 水でよく洗った後熱湯で洗い、ろ紙と共に 徐々に加熱して炭化した後、450~550°C で3時間強熱し、残留物の質量を量る。

(3) 遊離アルカリ (1)のろ液 50 ~~mL~~ mL を量り、メチルレッド試液2滴を加え、0.05mol/L 硫酸 2.0 ~~mL~~ mL を加えるとき、液の色は、赤色を呈する。

~~(4) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 25mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固し、蒸発終了近くに残留物をよくかき混ぜて微粉末にする。これに水 20mL を加えて溶かし、同様に蒸発乾固した後、残留物に水 20mL を加えて溶かす。必要があればろ過し、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) 酸化カルシウム 1.5%以下

定量法のA液 50 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて 300 ~~mL~~ mL とし、酒石酸 L (+) - 酒石酸 溶液 (1→5) 0.6 ~~mL~~ mL を加え、更に トリエタノールアミン 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール 溶液 (3→10) 10 ~~mL~~ mL, 水酸化カリウム溶液 (1→2) 10 ~~mL~~ mL を加え、5分間放置した後、マイクロビューレットを用いて 0.01mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1 g), その消費量を b ~~mL~~ mL とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるとし、次式により含量を求める。

$$b (\text{mL}) \times 0.5608$$

$$\text{酸化カルシウム (CaO) の含量 (\%)} = \frac{\quad}{\quad} \text{---(\%)} \text{---}$$

試料の採取量 (g)

(6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.03 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に塩酸 (1→4) ~~5 mL~~ を加えて溶かし、~~検液とする。装置 B を用いる。~~

**強熱減量** 10.0%以下 (1,000°C, 30 分間)

**定量法** 本品を強熱し、その約 0.5 g を精密に量り、水 ~~5 mL~~ で潤し、塩酸 ~~10 mL~~ と過塩素酸 ~~10 mL~~ を加え、時計皿で蓋をして徐々に加熱し、濃厚な白煙が出始めてから、更に 10 分間加熱する。冷後、温水約 ~~50 mL~~ と塩酸 (1→2) ~~5 mL~~ を加え、少し加熱して直ちに定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、ろ液に水を加えて正確に ~~500 mL~~ とし、A 液とする。A 液 ~~10 mL~~ を正確に量り、水を加えて ~~100 mL~~ とし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) ~~5 mL~~ とエリオクロムブラック T 試液 2 滴を加え、直ちに 0.01mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定し、その消費量 ~~a mL~~ を求める。終点は、液の赤色が青色となるときとする。純度試験 (5) で得た消費量 ~~b mL~~ を用い、次式により含量を求める。

$$(a - 0.2b) \times 2.015$$

酸化マグネシウム (MgO) の含量 (%) =  $\frac{\quad}{\quad} \times 100$  (%)

試料の採取量 (g)

### サンゴ未焼成カルシウム (新規)

Non-calcinated Coral Calcium

コーラルカルシウム

サンゴカルシウム

**定義** 本品は、イシサンゴ目の造礁サンゴを、殺菌、乾燥し、粉末にして得られたものである。  
主成分は炭酸カルシウムである。

**含量** 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム ( $\text{CaCO}_3=100.09$ ) として 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～帯黄白色の粉末である。

**確認試験** 本品 1 g に水 10mL 及び酢酸 (1→4) 7 mL を加えるとき、泡立って溶ける。この液を沸騰させて二酸化炭素を追い出した後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 3.0%以下

本品 5.0 g を量り、水 10mL を加え、かき混ぜながら徐々に塩酸 12mL を滴加し、更に水を加えて全量を 200mL とする。この液を定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その質量を量る。

(2) 鉛 Pb として  $2 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(3) アルカリ金属及びマグネシウム 12.0%以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→10) 30mL を徐々に加えて溶かし、沸騰させて二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→25) 60mL を加

え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて100mLとし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液50mLを量り、硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その質量を量る。

(4) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品を水1mLで潤し、塩酸(1→4) 5mLを加えて沸騰させ、冷後、必要があればろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、検液とする。

**乾燥減量** 2.0%以下 (105°C, 3時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、塩酸(1→4) 10mLに徐々に加えて溶かす。必要があればろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせる。水を加えて正確に100mLとし、検液とする。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

$0.05\text{mol/L}$  エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 5.004mg  $\text{CaCO}_3$

### 酸性白土

Acid Clay

**定義** 本品は、モンモリロナイト系粘土鉱物を精製して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

**性状** 本品は、灰白～黄褐色の粉末又は粒状である。

**確認試験** (1) 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mLを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

(2) 本品2.0gを、水100mLを入れた100mL共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、24時間放置するとき、下層に分離する沈降物は15mL以下である。

**純度試験** (1) ~~液性~~ pH 4.0～10.0

本品10.0gを量り、水100mLを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上でときどき時々振り混ぜて2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター(孔径0.45 $\mu\text{m}$ )を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mLとし、検液とする。

**純度試験** (1) ~~(2)~~ 水可溶物 0.50%以下

~~(1)~~ pHの検液50mLを量り、蒸発乾固し、残留物を110°Cで2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(3)~~ (2) 鉛 Pb として  $40\mu\text{g/g}$  以下 (0.10 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品1.0gを量り、塩酸(1→25) 20mL及び水50mLを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとし、A液とする。A液25mLを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸(1→10)を加えて溶かして20mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mLに塩酸(1→10)を加えて20mLとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

本品に塩酸(1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(4)~~ (3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)



(3)のA本品に塩酸(1→25) 20mL及び水 50mLを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mLとし、この液 50mLを量り、水浴上で蒸発して5mLとし、検液とする。装置Bを用いる。

**強熱減量** 35.0%以下(110℃, 3時間, 次に 550℃, 3時間)

### 酸性ホスファターゼ

Acid Phosphatase

ホスホモノエステラーゼ

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*に限る。), 若しくは細菌 (*Escherichia coli*に限る。)の培養物より得られた、リン酸モノエステルを分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においが無いか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、酸性ホスファターゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして 5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして 3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**酸性ホスファターゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し500mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

p-ニトロフェニルリン酸二ナトリウム六水和物0.186gを量り、pH4.5の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液(0.2mol/L)を加えて溶かし、50mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.5mLを量り、37℃で5分間加温し、試料液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、37℃で10分間加温した後、炭酸ナトリウム試液(0.25mol/L) 4mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液0.5mLを量り、37℃で10分間加温し、炭酸ナトリウム試液(0.25mol/L) 4mLを加えて直ちに振り混ぜ、次に試料液0.5mLを加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長405nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### 三二酸化鉄

Iron Sesquioxide

三酸化二鉄  
ベンガラ

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

分子量 159.69

Iron(III)oxide [1309-37-1]

**含量** 本品は、三酸化鉄(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、赤～黄褐色の粉末である。

**確認試験** 本品1 gに塩酸(1→2) 3 mLを加え、加熱して溶かした液は、第二鉄塩鉄(III)塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 水可溶物 0.75%以下

本品5.0 gを量り、水200 mLを加えて5分間煮沸する。冷後、水を加えて250 mLとし、ろ過し、初めのろ液約50 mLを捨て、残りのろ液100 mLを正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残留物を、105～110℃で2時間乾燥し、その質量を量る。

~~(2) 重金属 Pbとして40 µg/g以下~~

~~本品1.0 gを量り、磁製皿に入れ、塩酸(1→2) 20 mLを加え、加熱して溶かし、約1 mLになるまで蒸発濃縮した後、王水6 mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→2) 5 mLを加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿は塩酸(1→2) 5 mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル40 mLずつで2回、次にジエチルエーテル20 mLを用いて振り混ぜた後、放置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05 gを加えて溶かし、水浴上で10分間加熱した後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加し、酢酸(1→20) 4 mLを加えてよく振り混ぜ、必要があればろ過し、水を加えて50 mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液4.0 mLに塩酸(1→2) 20 mLを加え、検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(2) 鉛 Pbとして10 µg/g以下 (0.40 g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20 mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4) 20 mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.0 1.5 µg/g以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液3.0 mL, 装置B)

~~本品1.0 gを量り、に塩酸(1→2) 30 mL及び硝酸1 mLを加え、加熱して溶かし、水浴上で蒸発濃縮して約5 mLとし、水15 mLを加え、ろ過する。ろ紙上の不溶物は温湯5 mLずつで3回洗い、洗液はろ液に合わせる。この液に、硫酸1 mLを加え、白煙が発生しなくなるまで蒸発濃縮する。次に亜硫酸亜硫酸水 10 mLを加え、約2 mLになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて5 mLとし、これを検液とする。装置Bを用いる。~~

**定量法** 本品約0.2 gをヨウ素瓶フラスコに精密に量り、塩酸5 mLを加え、水浴上で加温加熱して溶かし、水25 mL及びヨウ化カリウム3 gを加え、密栓し、暗所で15分間放置した後、水100 mLを加え、遊離したヨウ素を0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色うすい黄色になったとき、デンプン試液3 mLを加え、生じた青色が脱色されるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1 mL=7.984 mg Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## 次亜塩素酸水

Hypochlorous Acid Water

**定義** 本品は、塩酸又は塩化ナトリウム水溶液を電解することにより得られる、次亜塩素酸を主成分とする水溶液である。本品には、強酸性次亜塩素酸水（0.2%以下の塩化ナトリウム水溶液を有隔膜電解槽（隔膜で隔てられた陽極及び陰極により構成されたものをいう。以下この項において同じ。）内で電解して、陽極側から得られる水溶液をいう。）、弱酸性次亜塩素酸水（適切な濃度の塩化ナトリウム水溶液を有隔膜電解槽内で電解して、陽極側から得られる水溶液又は陽極側から得られる水溶液に陰極側から得られる水溶液を加えたものをいう。）及び微酸性次亜塩素酸水（適切な濃度の塩酸又は適切な濃度の塩酸に塩化ナトリウム水溶液を加えて適切な濃度に調整した水溶液を無隔膜電解槽内で電解して得られる水溶液をいう。）がある。

**含量** 強酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 20～60mg/kg を含む。

弱酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 10～60mg/kg を含む。

微酸性次亜塩素酸水 本品は、有効塩素 10～80mg/kg を含む。

**性状** 本品は、無色の液体で、においがなく又はわずかに塩素のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→2,500）1 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は、黄色を呈する。更にデンプン試液 0.5 mL を加えるとき、液は、濃青色を呈する。

(2) 本品 5 mL に過マンガン酸カリウム溶液（1→300）0.1 mL を加え、これに硫酸（1→20）1 mL を加えるとき、液の赤紫色は退色しない。

(3) 本品 90 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→5）10 mL を加えた液は、波長 290～294nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 液性 pH 強酸性次亜塩素酸水 pH2.7 以下

弱酸性次亜塩素酸水 pH2.7～5.0

微酸性次亜塩素酸水 pH5.0～6.5

**純度試験** (2) 蒸発残留物 0.25%以下

本品 20.0 g を量り、蒸発した後、110℃で2時間乾燥し、その残留物の質量を量る。

**定量法** 本品約 200 g を精密に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸（1→4）10 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 0.3545mg Cl

## 次亜塩素酸ナトリウム

Sodium Hypochlorite

次亜塩素酸ソーダ

NaClO

分子量 74.44

Sodium hypochlorite

**含量** 本品は、有効塩素 4.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡緑黄色の液体で、塩素のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品は、ナトリウム塩の反応(1)及び次亜塩素酸塩の反応を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→25) 4 mL にリン酸緩衝液(pH8) 100 mL を加えた液は、波長 291～294nm に極大吸収部がある。

(3) 本品に赤色リトマス紙リトマス紙(赤色)を浸すとき、赤色リトマス紙リトマス紙(赤色)は青変し、次に退色する。

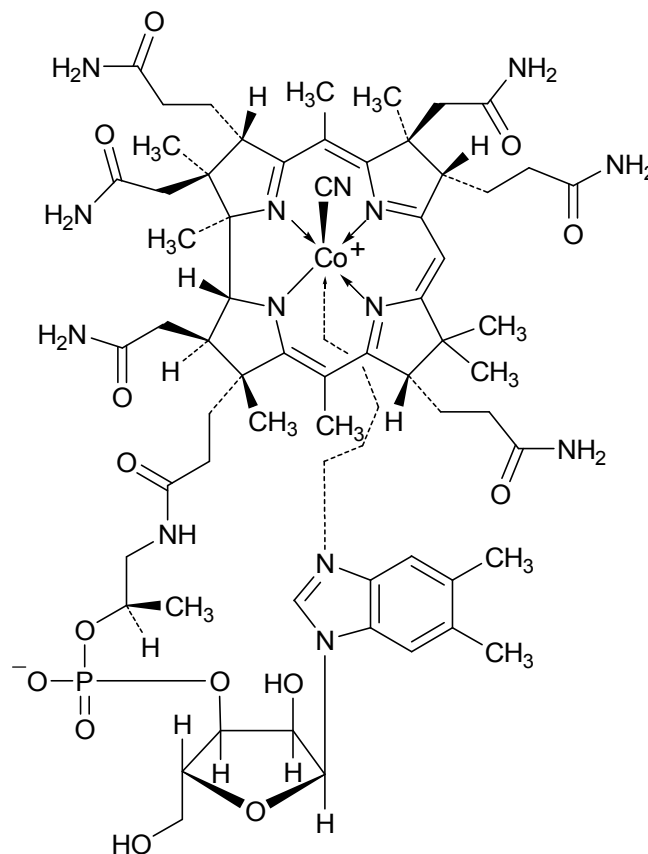
**定量法** 本品約 3 g を精密に量り、水 50 mL を加え、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸(1→4) 10 mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 mL = 3.545mg Cl

### シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミン B<sub>12</sub>



C<sub>63</sub>H<sub>88</sub>CoN<sub>14</sub>O<sub>14</sub>P

分子量 1355.37

Co α-[α-(5,6-Dimethyl-1H-benzimidazol-1-yl)]-Co β-cyanocobamide [68-19-9]

**定義** 本品は、放線菌 (*Streptomyces* 属に限る。) 又は細菌 (*Agrobacterium* 属, *Bacillus* 属, *Flavobacterium* 属, *Propionibacterium* 属又は *Rhizobium* 属に限る。) の培養液より、分離して得

られたものである。成分はシアノコバラミンである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、シアノコバラミン ( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ ) 96.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、暗赤色の結晶又は粉末である。

**確認試験** (1) 定量法の検液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、本品の吸収スペクトルは標準品の吸収スペクトルと同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム ~~0.05 g~~ 50 mg を加えて混和し、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 3 mL を加え、煮沸して溶かす。フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を滴加し、~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g、酢酸 (3→50) 0.5 mL 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液 (1→500) 0.5 mL を加えるとき、液は直ちに赤~だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5 mL を追加し、1 分間煮沸しても液の色は消えない。

(3) 本品 5 mg を 50 mL の蒸留フラスコにとり、水 5 mL を加えて溶かし、~~次亜リン酸~~ ホスフィン酸 2.5 mL を加えた後、短い冷却器を付け、冷却器の先端を試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 1 mL 中に浸す。次いで、10 分間穏やかに煮沸し、留液 1 mL を得るまで蒸留する。試験管中の液に ~~硫酸第一鉄アンモニウム~~ 硫酸アンモニウム鉄 (II) 飽和溶液 4 滴を加えて穏やかに振り混ぜ、フッ化ナトリウム ~~0.03 g~~ 30 mg を加えて沸騰するまで加熱した後、直ちに硫酸 (1→~~6.7~~) を液が澄明になるまで滴加し、更に硫酸 (1→~~6.7~~) 3~5 滴を追加するとき、液は青~青緑色を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 赤色、澄明 (~~0.020 g~~ 20 mg, 水 10 mL)

~~(2) プソイドシアノコバラミン 本品 1.0 mg を水 20 mL に溶かし、分液漏斗に入れ、m-クレゾール/四塩化炭素混液 (1:1) 5 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜた後、放置して下層を別の分液漏斗に移し、硫酸 (1→7) 5 mL を加え、激しく振り混ぜた後静置する。必要があれば遠心分離するとき、上層は無色か、又は比較液より濃くない。~~

~~比較液: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.6 mL に水を加えて 1,000 mL とする。~~

(2) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品 10 mg を移動相 10 mL に溶かし、検液とする。この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20  $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、検液のシアノコバラミン以外のピークの合計面積は、標準液のシアノコバラミンのピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒のピークの後からシアノコバラミンの保持時間の 4 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 361 nm)

カラム充填剤 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 30°C 付近の一定温度

移動相 リン酸水素二ナトリウム 10 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 3.5 に調整する。

この液 147 mL にメタノール 53 mL を加える。

流量 シアノコバラミンの保持時間が約 7 分になるよう調整する。

## システム適合性

検出の確認：検液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20  $\mu$ L から得たシアノコバラミンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のシアノコバラミンのピーク面積の 7～13% になることを確認する。

システムの性能：本操作は溶液調製後、速やかに行う。本品 25 mg に水 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、冷後、p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液 0.5 mL 及び塩酸試液 (0.05 mol/L) 0.5 mL を加え、更に水を加えて 25 mL とし、振り混ぜる。5 分間静置後、この液 1 mL に移動相を加えて 10 mL とした液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、2 本の主ピークを示し、それらのピークの分離度は 2.5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

**乾燥減量** 12.0% 以下 (~~0.050 g~~ 50 mg, 0.67 kPa 以下, 乾燥剤 酸化リン (V), 100°C, 4 時間)

**定量法** 本品約 ~~0.02 g~~ 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000 mL とし、検液とする。別にあらかじめ乾燥減量を測定したシアノコバラミン標準品約 ~~0.02 g~~ 20 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000 mL とし、標準液とする。検液及び標準液につき、水を対照として波長 361 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式により含量を求める。

シアノコバラミン ( $C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$ ) の含量 (%)

$$= \frac{\text{乾燥物換算したシアノコバラミン標準品の採取量 (g)} \quad A_T}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times \frac{100}{\text{---}} \times 100 \text{---} (\%)$$

## 次亜硫酸ナトリウム

Sodium Hydrosulfite

ハイドロサルファイト

$Na_2S_2O_4$

分子量 174.11

Sodium dithionite [7775-14-6]

**含量** 本品は、次亜硫酸ナトリウム ( $Na_2S_2O_4$ ) 85.0% 以上を含む。

**性状** 本品は、白～明るい灰白色の結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに二酸化硫黄のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→20) 2 mL を加えるとき、液の色は、灰黒色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 mL を加えるとき、液の色は直ちに消える。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 微濁

あらかじめホルマリンホルムアルデヒド液 10 mL に水 10 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和した液 10 mL に本品 0.50 g を量って加えて溶かし、5 分間放置し、検液とする。

(2) ~~重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下~~

~~本品5.0gを量り、熱湯30mlを加えて溶かし、塩酸5mlを加えて水浴上で蒸発乾固し、残留物に熱湯15ml及び塩酸5mlを加えて再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に水を加えて溶かし、約20mlとし、ろ過し、水を加えて25mlとし、試料液とする。試料液10mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)40mLを加え、蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 亜鉛 Znとして80 $\mu$ g/g以下

(2)の試料液5mLを量り、アンモニア試液0.1mLを加え、ろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、水を加えて20mLとし、塩酸(1→4)5mL及び新たに調製したフェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)0.1mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、比較液の濁度より濃くない。

比較液は、亜鉛標準液8.0mLを量り、ネスラー管に入れ、水を加えて20mLとし、塩酸(1→4)5mL及び新たに調製したフェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム三水和物溶液(1→10)0.1mLを加え、15分間放置する。

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下(5.0g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品5.0gを量り、~~に~~水を加えて~~に~~溶かし、25mLとする。この液5mLを量り、硫酸1mLを加え、約2mLになるまで蒸発濃縮した後、水を加えて10mLとする。この液5mLを量り、~~検液とする。装置Bを用いる。~~

(5) ~~エチレンジアミン四酢酸三ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物

本品0.5gを量り、水5mLに溶かし、クロム酸カリウム溶液(1→200)2mL及び三酸化ヒ素試液2mLを加えて水浴中で2分間加熱するとき、液は、紫色を呈さない。

(6) ギ酸塩 HCHOとして0.050%以下

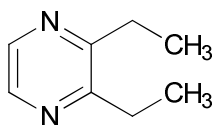
本品1.0gを量り、水に溶かし、1,000mLとする。この液10mLを量り、塩酸(1→2)5mLを加え、次に~~マグネシウム末~~マグネシウム粉末約0.3gを少量ずつ加え、泡の発生がほとんど認められなくなった後、時計皿で覆い、2時間放置し、検液とする。この液1mLを量り、硫酸2mL及びクロモトロープ酸試液0.5mLを加え、水浴中で10分間加熱するとき、液の色は比較液を検液と同様に操作した液の色より濃くない。比較液は、~~希ホルムアルデヒド標準液~~ホルムアルデヒド標準液(2 $\mu$ g/mL)1.0mLを量り、塩酸(1→2)5mLを加え、~~以下検液の場合と同様に操作して調製するた液を用いる。~~

**定量法** あらかじめ~~ホルマリン~~ホルムアルデヒド液10mLに水10mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→25)で中和した液に本品約2gを精密に量って加え、更に水を加えて溶かし、正確に500mLとする。この液25mLを正確に量り、塩酸(1→10)を加えてpH1.1~1.5に調整した後、次亜硫酸ナトリウム用0.05mol/Lヨウ素溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。

0.05mol/Lヨウ素溶液1mL=4.353mg Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

2,3-ジエチルピラジン (2014年11月17日告示)

2,3-Diethylpyrazine



$C_8H_{12}N_2$

分子量 136.19

2,3-Diethylpyrazine [15707-24-1]

**含量** 本品は、2,3-ジエチルピラジン ( $C_8H_{12}N_2$ ) 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

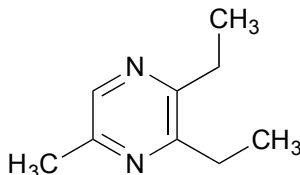
~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率**  $n_D^{20} = 1.492 \sim 1.509$

~~(2)~~ **比重**  $d_{25}^{25} = 0.956 \sim 0.976$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

2,3-ジエチル-5-メチルピラジン

2,3-Diethyl-5-methylpyrazine



$C_9H_{14}N_2$

分子量 150.22

2,3-Diethyl-5-methylpyrazine [18138-04-0]

**含量** 本品は、2,3-ジエチル-5-メチルピラジン ( $C_9H_{14}N_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験~~ ~~(1)~~ **屈折率**  $n_D^{20} = 1.493 \sim 1.505$

~~(2)~~ **比重**  $d_{25}^{25} = 0.938 \sim 0.957$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

シェラック

Shellac



## セラック

**定義** 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、アレウリチン酸とシェロール酸又はアレウリチン酸とジャラール酸のエステルを主成分とするものである。

本品には、白セラック及び精製セラックがあり、ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

## 白セラック

**性状** 本品は、白～淡黄色の顆粒状又は小粒状の細片で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 12 g にエタノール (95) 60 mL を加えて振り混ぜるとき、常温で3時間以内に溶ける。また、本品 12 g にトルエン 60 mL を加えて同様に操作するとき、溶けない。ただし、含ロウ品にあつてはロウの微細粒子が分散した溶液となる。

(2) 本品 0.05 g を 170°C の熱板上で加熱して熔融し、更に続けて加熱するとき、熱重合してゴム状になる。冷後、これにエタノール (95) 1 mL を加えて振り混ぜるとき、溶けない。

**純度試験** (1) 酸価 73～89

本品約 1 g を精密に量り、中和エタノールエタノール (中和) 50 mL を加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、30 秒間持続する紅赤色を呈するまで滴定するか、又は電位差計を用いて滴定する。

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.0 1.5 µg/g 以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(4) ロウ 含ロウ品 5.5% 以下 脱ロウ品 0.2% 以下

本品 10.0 g に炭酸ナトリウム炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1→60) 150 mL を加え、水浴上で振り混ぜて溶かし、更に時計皿で覆い、静置したまま3時間加熱した後、水で1時間以上冷却する。浮遊するロウをろ取り、ロウ及びろ紙を水で洗った後、ビーカーに入れ、ほとんど水分がなくなるまで 65°C 以下で乾燥し、ロウをろ紙とともにソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる。ビーカーにはヘキサンを適量注ぎ、加温してロウを溶かし、先の円筒ろ紙に入れ、ヘキサンで2時間抽出する。ヘキサン液を蒸発乾固し、残留物を 105°C で3時間乾燥し、質量を測定する。

(5) ロシン 本品 2.0 g を無水エタノールエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、振り混ぜながらヘキサン 50 mL を徐々に加える。この液を 200 mL の分液漏斗に入れ、水 50 mL ずつで2回洗い、上層液をとり、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物に無水酢酸 5 mL を加え、必要があれば水浴上で加温加熱して溶かす。溶けた液を試験管に移し、硫酸1滴を加えるとき、液の色は紫赤色から紫色を経て黄土色への変化を呈さない。

**乾燥減量** 6.0% 以下 (40°C で4時間乾燥後、デシケーターで15時間乾燥する。)

**灰分** 1.0% 以下

## 精製セラック

性状 本品は、黄～暗褐色の細片で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 「白シェラック」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験 (1) 酸価 60～80 「白シェラック」の純度試験(1)を準用する。ただし、終点の確認は、電位差計を用いる。

~~(2) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下(5.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液10mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.01.5 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) ロウ 含ロウ品5.5%以下 脱ロウ品0.2%以下

「白シェラック」の純度試験(4)を準用する。

(5) ロシン 「白シェラック」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 2.0%以下(40℃で4時間乾燥後、デシケーターで15時間乾燥する。)

灰分 1.0%以下

### ジェランガム

Gellan Gum

ジェラン多糖類

[71010-52-1]

定義 本品は、スフィンゴモナス属細菌(*Sphingomonas elodea* に限る。)の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、ジェランガム85.0～108.0%を含む。

性状 本品は、白～類褐色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 水に溶けて粘稠な液になる。

(2) 本品1gを量り、100~~mL~~mLの水を加えて2時間かき混ぜる。この液の少量をピペットにとり、~~10%~~塩化カルシウム溶液塩化カルシウム二水和物溶液(1→10)に加えるとき、線状のゲルが直ちに生じる。

(3) (2)で得られた液90~~mL~~mLに、塩化ナトリウム0.50gを加え、この液をかき混ぜながら80℃に加熱し、1分間保持した後、かき混ぜずに室温まで放冷するとき、ゲルを生じる。

純度試験 (1) 総窒素 3%以下

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~2 $\mu$ g/g以下(~~5.0~~2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) 2-プロパノール 0.075%以下

(i) 装置 「加工ユーケマ藻類」の純度試験~~(9)~~(8)の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約2gをナス型フラスコAに精密に量り、水200~~mL~~mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約1~~mL~~mLを入れ、よく混和する。内標準溶液4~~mL~~mLを正確に量り、メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管Cに入らないように調整しながら1分間に2～3~~mL~~mLの留出速度で蒸留して、留分が約90~~mL~~mLになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に100~~mL~~mLとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、

~~tert~~-ブタノール-2-メチル-2-プロパノール溶液（1→1,000）とする。別に、2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50~~mL~~とする。この液 5~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に 50~~mL~~とする。この液 3~~mL~~及び内標準溶液 8~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に 200~~mL~~とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0~~μL~~ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert~~-ブタノール-2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比  $Q_T$  と  $Q_S$  を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.3 \text{ (\%)} -$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

**乾燥減量** 15.0%以下 (105 $^{\circ}\text{C}$ , 2.5 時間)

**灰分** 16.0%以下 (乾燥物換算)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下、生菌数は 10000 以下、真菌数は 400 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35 $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$ で 48 $\pm$ 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35 $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$ で 24 $\pm$ 2 時間培養したものを前培養液とし、5 回試験を行う。なお、先の試料液又は前培養液の調製時に試料が均一に分散しない場合には、試料と混合する希釈用の液又は培地をそれぞれ 500mL として調製を行い、真菌数試験では、平板への試料液の分注量を 2 mL とし、サルモネラ試験は、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

**定量法** あらかじめクロマトグラフィー用ケイソウ土約 1 g を精密に量り、ガラスろ過器 (1 G 3) に加えて均一になるように広げ、105 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。乾燥した本品約 0.2 g を精密に量り、水 50~~mL~~を加え水浴中でかき混ぜて溶解し、60~70 $^{\circ}\text{C}$ に加温した 2-プロパノール 200~~mL~~を加えてよくかき混ぜた後、一夜放置する。得られた沈殿を 78vol% 2-プロパノールを用いて、先のガラスろ過器でろ過する。残留物を 20~~mL~~の 78vol% 2-プロパノールで 3 回洗った後、10~~mL~~の 78vol% 2-プロパノールで 2 回洗う。このガラスろ過器を 105 $^{\circ}\text{C}$ で一夜乾燥した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

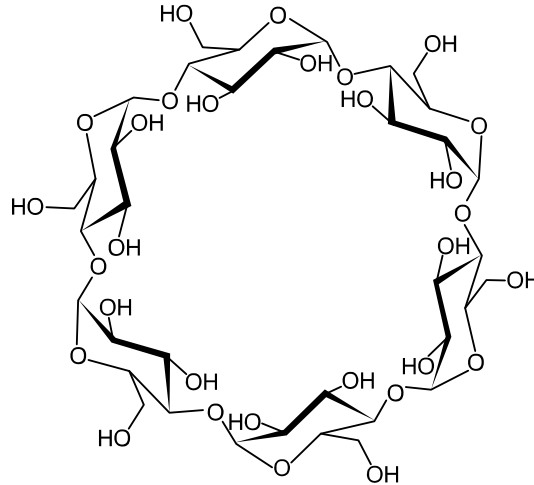
$$\text{残留物の質量 (g)}$$

$$\text{ジェランガムの含量 (\%)} = \frac{\text{---}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{---} (\%)$$

**α-シクロデキストリン**

α-Cyclodextrin

α-サイクロデキストリン



C<sub>36</sub>H<sub>60</sub>O<sub>30</sub>

分子量 ~~972.85~~ 972.84

Cyclomaltohexaose [10016-20-3]

**定義** 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち6個のD-グルコースの単位からなる環状オリゴ糖である。

**含量** 本品を乾燥したものは、α-シクロデキストリン (C<sub>36</sub>H<sub>60</sub>O<sub>30</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

**確認試験** 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で ~~加温加熱~~ して溶かした後、室温に放置冷水に浸して冷却するとき、~~青紫色~~ 暗赤紫色の沈殿を生じる。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

ただし, 30 分以内に測定する。

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$~~

~~本品を乾燥し, その約 1 g を精密に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, 30 分以内に旋光度を測定する。~~

~~(2) (1)~~ 溶状 無色, 澄明 (0.50 g, 水 50 ~~mL~~ mL)

~~(3) (2)~~ 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25 ~~mL~~ mL)

~~(4) 重金属 Pb として 5.0 μg/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(5) (3)~~ 鉛 Pb として 1.0 1 μg/g 以下 (~~10.0 g, 第 1 法~~ 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレイム方式)

~~(6) (4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 1.3 1 μg/g 以下 (1.5 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(7) (5)~~ 還元物質 本品を乾燥し, その 1.0 g を 正確に量り, 水 25 ~~mL~~ mL に溶かし, フェーリング試液 40 ~~mL~~ mL を加え, 3 分間穏やかに煮沸する。冷後, 沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意

しながら、上澄液をガラスろ過器（1 G 4）を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第三鉄（III）試液 20 mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は 3.2 mL 以下である。

**乾燥減量** 14.0%以下（~~105℃、0.67kPa 以下、4時間~~ 120℃、2時間）

**強熱残分** 0.10%以下（550℃）

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、加熱した水約 35 mL を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別に定量用 α-シクロデキストリンを乾燥し、約 0.7 g を精密に量り、加熱した水約 45 mL を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、標準液とする。更にこの標準液 5 mL ずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10 mL 及び 20 mL とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液の α-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の α-シクロデキストリンのピーク面積から検液中の α-シクロデキストリンの量（g）を求め、次式により含量を求める。

$$\alpha\text{-シクロデキストリンの含量(\%)} = \frac{\text{検液中の}\alpha\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 9 ~ 1030 μm の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 5 ~ 10mm, 長さ 20 ~ 50cm のステンレス管

カラム温度 50 ~ 80℃の一定温度

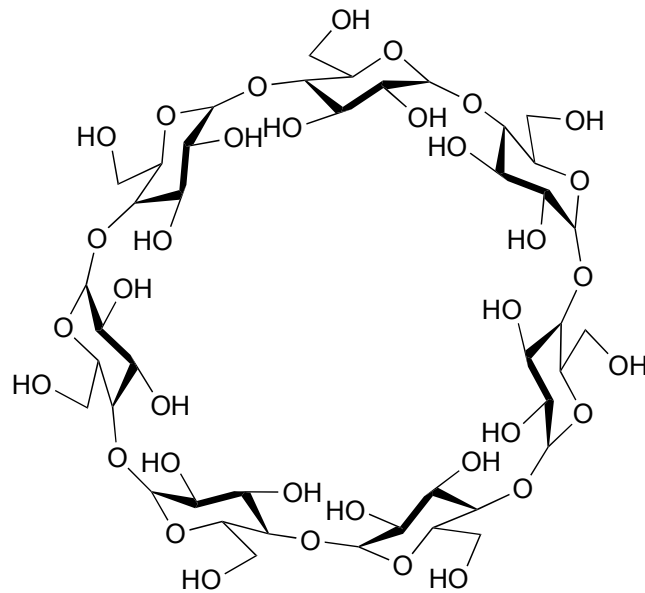
移動相 水

流量 0.3 ~ 1.0 mL / 分の一定量

β-シクロデキストリン

β-Cyclodextrin

β-サイクロデキストリン



$C_{42}H_{70}O_{35}$

分子量 1134.98

Cyclomaltoheptaose [7585-39-9]

**定義** 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち7個のD-グルコース単位からなる環状オリゴ糖である。

**含量** 本品を乾燥したものは、 $\beta$ -シクロデキストリン ( $C_{42}H_{70}O_{35}$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

**確認試験** 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 mL を加え、水浴中で加熱して溶かした後、室温に放置冷水中に浸して冷却するとき、黄褐色赤褐色の沈殿を生じる。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

ただし、30 分以内に測定する。

**純度試験** (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +160 \sim +164^\circ$~~

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、30 分以内に旋光度を測定する。~~

(2)(1) 溶状 無色、澄明 (0.50 g, 水 50 mL)

(3)(2) 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL)

~~(4) 重金属 Pb として 5.0  $\mu$ g/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(5)(3) 鉛 Pb として 1.0  $\mu$ g/g 以下 (4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(6)(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 1.0  $\mu$ g/g 以下 (1.5 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(7)(5) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0 g を正確に量り、水 25 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1 G 4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄 (III) 試液 20 mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、

水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は3.2mL以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105℃, 0.67kPa 以下, 4時間 120℃, 2時間)

強熱残分 0.10%以下 (550℃)

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、加熱した水約35mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、検液とする。別に定量用β-シクロデキストリンを乾燥し、約0.7gを精密に量り、加熱した水約45mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、標準液とする。更にこの標準液5mLずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に10mL及び20mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のβ-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のβ-シクロデキストリンのピーク面積から検液中のβ-シクロデキストリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。

~~β-シクロデキストリン(C<sub>42</sub>H<sub>70</sub>O<sub>35</sub>)の含量 = (検液中のβ-シクロデキストリンの量(g)) / 試料の採取量(g) × 100 (%)~~

β-シクロデキストリン(C<sub>42</sub>H<sub>70</sub>O<sub>35</sub>)の含量(%) = 
$$\frac{\text{検液中の}\beta\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100$$
 (%)

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 9~1030μmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80℃の一定温度

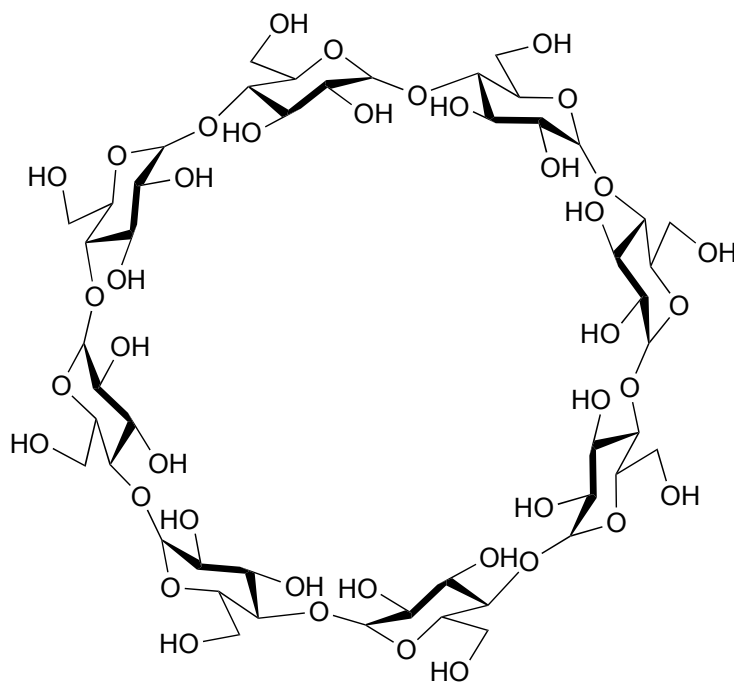
移動相 水

流量 0.3~1.0mL/分の一定量

γ-シクロデキストリン

γ-Cyclodextrin

γ-サイクロデキストリン



$C_{48}H_{80}O_{40}$

分子量 ~~1297.14~~1297.12

Cyclomaltooctaose [17465-86-0]

**定 義** 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち8個のD-グルコース単位からなる環状オリゴ糖である。

**含 量** 本品を乾燥したものは、 $\gamma$ -シクロデキストリン ( $C_{48}H_{80}O_{40}$ ) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに甘味がある。

**確認試験** 本品 0.2 g にヨウ素試液 2 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で加温加熱して溶かした後、室温に放置冷水中に浸して冷却するとき、赤褐色褐色の沈殿を生じる。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$  (乾燥後, 1 g, 水, 100mL)

ただし、30 分以内に測定する。

**純度試験** (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$~~

~~本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、30 分以内に旋光度を測定する。~~

(2) (1) 溶状 無色、澄明 (0.50 g, 水 50 ~~mL~~ mL)

(3) (2) 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25 ~~mL~~ mL)

~~(4) 重金属 Pb として 5.0  $\mu$ g/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(5) (3) 鉛 Pb として 1.0 1  $\mu$ g/g 以下 (~~10.0 g, 第 1 法~~ 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(6) (4) ヒ素  $As_2O_3$  として 1.3 1  $\mu$ g/g 以下 (1.5 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(7) (5) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0 g を正確に量り、水 25 ~~mL~~ mL に溶かし、フェーリング試液 40 ~~mL~~ mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1 G 4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を



呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第三鉄(III)試液 20mLを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は3.2mL以下である。

**乾燥減量** 14.0%以下 (105℃, 0.67kPa 以下, 4時間, 120℃, 2時間)

**強熱残分** 0.10%以下 (550℃)

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、加熱した水約35mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、検液とする。別に定量用γ-シクロデキストリンを乾燥し、約0.7gを精密に量り、加熱した水約45mLを加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に50mLとし、標準液とする。更にこの標準液5mLずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に10mL及び20mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のγ-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のγ-シクロデキストリンのピーク面積から検液中のγ-シクロデキストリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\gamma\text{-シクロデキストリンの含量(\%)} = \frac{\text{検液中の}\gamma\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 9~1030μmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0mL/分の一定量

### シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ

#### Cyclodextrin glucanotransferase

**定義** 本品は、放線菌 (*Streptomyces thermoviolaceus*に限る。) 若しくは細菌 (*Anoxybacillus caldiproteolyticus*, *Bacillus* 属, *Brevibacterium* 属, *Corynebacterium* 属, *Geobacillus stearothermophilus*, *Paenibacillus campinasensis*, *Paenibacillus macerans*に限る。) の培養物より得られた、デンプン等からシクロデキストリンを生成する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下（0.50 g，第5法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置B）

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法，大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品1.0 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン3.0 gを量り、少量の水に懸濁し、約70mLの沸騰水中に徐々に加え、5分間沸騰させる。冷後、この液にpH5.5の酢酸緩衝液（1mol/L）10mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液6 mLを量り、40°Cで10分間加温した後、試料液3 mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで加温しながら、試料液添加後3分後より12分後まで1分間隔でこの液0.3mLを量り、氷水中で冷却したヨウ素試液0.1mLを入れた試験管に入れる。これらの液10 $\mu$ Lをそれぞれスライドグラスにとり、23°Cにて乾燥し、40倍又は100倍の顕微鏡で観察するとき、いずれかのスライドグラスに針状結晶が生じることを確認する。

#### 第2法

本品1.0 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン1.0 gを量り、水50mLを加え、加熱して完全に溶かした後、pH6.0のリン酸カリウム緩衝液（0.4mol/L）12.5mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.9mLを量り、40°Cで5分間加温した後、試料液0.1mLを加えて直ちに振り混ぜ、40°Cで10分間加温した後、水酸化ナトリウム試液（0.04mol/L）2.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液0.9mLに水酸化ナトリウム試液（0.04mol/L）2.5mLを加えた後、試料液0.1mLを加え、比較液とする。検液及び比較液にそれぞれフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液0.3mLを加え、直ちに波長550nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第3法

本品1.0 gを量り、グリシン・水酸化ナトリウム緩衝液（0.025mol/L，pH10.0，塩化ナトリウム含有）を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン1.5 gを量り、水50mLを加え、加熱して完全に溶解する。この液にグリシン・

水酸化ナトリウム緩衝液 (0.25mol/L, pH10.0, 塩化ナトリウム含有) 10mL 及び水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 0.45mL を量り、40°C で 5 分間加温した後、試料液 0.05mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、塩酸試液 (0.05mol/L) 0.5mL を加えて直ちに振り混ぜ、プロモクレゾールグリーン試液 (シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験用) 0.1mL を添加し、20 分間室温に放置する。この液に酢酸・クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH4.2) 2mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液 0.45mL 及び塩酸試液 (0.05mol/L) 0.5mL を混和した後、試料液 0.05mL を加え、プロモクレゾールグリーン試液 (シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ活性試験用) 0.1mL を加え、20 分間室温に放置する。この液に酢酸・クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (pH4.2) 2mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 630 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第4法

本品 1.0mL を量り、水又は酢酸緩衝液 (0.01mol/L, pH5.5, 塩化カルシウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍に希釈したものを試料液とする。

バレイシヨデンプン 1.0 g を量り、水 20mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 5 mL をかくはんしながら徐々に加えて糊状とする。かくはんしながら水浴中で 3 分間加熱した後、水 25mL を加え、冷後、酢酸試液 (1 mol/L) で pH5.5 に調整し、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

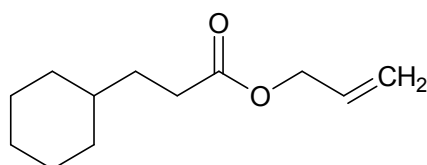
基質溶液 10mL を量り、40°C で 10 分間加温し、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、この液 1 mL を量り、塩酸試液 (0.1 mol/L) 10mL に加えて直ちに振り混ぜる。この液 1 mL を量り、ヨウ素・ヨウ化カリウム試液 (0.4mmol/L) 10mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。

検液及び比較液につき、波長 660nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### シクロヘキシルプロピオン酸アリル

Allyl Cyclohexylpropionate



$C_{12}H_{20}O_2$

分子量 196.29

Allyl 3-cyclohexylpropionate [2705-87-5]

含量 本品は、シクロヘキシルプロピオン酸アリル (C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.457\sim1.462$

比重  $d_{25}^{25}=0.945\sim0.950$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.457\sim1.462$~~

~~(2) 比重 0.948～0.953~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.05.0 以下 (香料試験法)~~

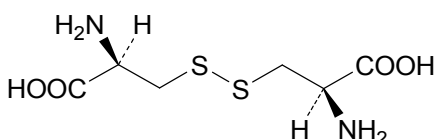
定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1 ml = 98.14mg C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### L-シスチン

L-Cystine



C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>

分子量 240.30

(2R, 2R')-3, 3'-Disulfanylbis[2-amino-3-sulfanylpropanoic acid] [56-89-3]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-シスチン (C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>) 98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味はないかわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の飽和溶液 5 ml にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 ml を加え、水浴中で3分間加熱するとき、紫色を呈する。

(2) 本品の ~~2mol/L塩酸溶液~~ 塩酸試液 (2 mol/L) 溶液 (1→30) 3 ml に ~~亜鉛末~~ 亜鉛粉末 ~~0.04g~~ 40mg を加え、水浴中で10分間加熱し、冷後、必要があればろ過し、水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 10 ml を加えて振り混ぜた後、~~ニトロプルシドナトリウム試液~~ ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液 を1滴加えるとき、赤紫色を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -215\sim-230^\circ$  (2 g, 塩酸試液 (1 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

pH 5.0～6.5

本品 20mg に水 50mL を加えて懸濁した液について測定する。

純度試験 (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -215\sim-230^\circ$~~

~~本品約 2 g を精密に量り、1 mol/L塩酸を加えて溶かして正確に 100ml とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2) (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 1 mol/L塩酸 20ml)~~

~~(3) 液性 pH5.0～6.5 (飽和水溶液)~~

~~(4)(2)~~ 塩化物 Clとして0.1%以下 (~~0.07g~~70mg, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.20~~mL~~mL)

~~(5) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

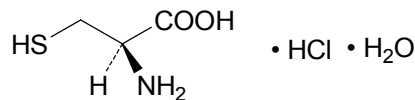
強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約0.3gを精密に量り, 窒素定量法中のケルダール法により定量し, 更に乾燥物換算を行う。ただし, 分解促進剤として二酸化セレン0.2gを加え, 4時間加熱して分解する。

0.05mol/L硫酸 1 ~~mL~~mL=12.02mg C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub>

### L-システイン塩酸塩

L-Cysteine Monohydrochloride



C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>S • HCl • H<sub>2</sub>O

分子量 ~~175.64~~175.63

(2R)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid monohydrochloride monohydrate [7048-04-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-システイン塩酸塩 (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub>S • HCl =157.62) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, 特異なにおいと味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 ~~mL~~mL にピリジン0.5~~mL~~mL及びニンヒドリン溶液 (1→100) 1 ~~mL~~mLを加え, 5分間加熱するとき, 液は, 紫~紫褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→1,000) 10~~mL~~mLに水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 ~~mL~~mL及び~~ニトロプルシドナトリウム~~ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム二水和物溶液 (1→20) 2滴を加えるとき, 液は, 紫赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→50) 10~~mL~~mLに過酸化水素 1 ~~mL~~mLを加え, 水浴中で10分間加熱した液は, 塩化物(2)の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +5.0 \sim +8.0^\circ$  (4.0 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

純度試験 ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +5.0 \sim +8.0^\circ$  (4.0 g, 塩酸 (1→10), 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1)~~ 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20~~mL~~mL)

~~(3) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g~~を量り, 分解フラスコケルダールフラスコに入れ, 硫酸 5 ~~mL~~mL及び硝酸 5 ~~mL~~mLを加えて加熱し, 更に時々硝酸 2~3 ~~mL~~mLずつを追加し, 液が無~淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後, シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15~~mL~~mLを加え, 白煙を発生するまで加熱濃縮して 2~3 ~~mL~~mLとする。冷後, 水を加えて 10~~mL~~mLとする。~~この液 5 mLを量りし~~, 検液とする。装置Bを用いる。別に, ~~ただし, 標準色は, 次により調製する。~~ヒ素標準液 ~~2.0mL~~3.0mLを量り, 分解フラス

コケルダールフラスコに入れ、硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加えて加熱し白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱濃縮して 2～3 mL とする。冷後、水を加えて 10 mL とし、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とする。調製する。

(5)(4) シスチン 本品 0.20 g を量り、N-エチルマレイミド溶液 (1→50) を加えて溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり量り N-エチルマレイミド溶液 (1→50) を加えて 20 mL とし、30 分間放置し、検液とする。検液 5 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (2:1:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 15 cm の高さに上昇したとき展開をやめる。薄層板を 80°C で 30 分間乾燥した後、ニンヒドリンのメタノール/酢酸混液 (97:3) の溶液 (1→100) を噴霧し、80°C で 10 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

乾燥減量 8.0～12.0% (0.7kPa 以下, 24 時間)

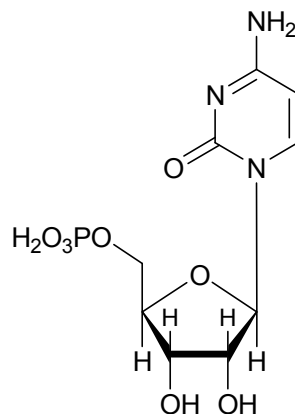
強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 4 g を加えて溶かす。この液に塩酸 (1→4) 5 mL 及び 0.05 mol/L ヨウ素溶液 25 mL を正確に量って加え、氷水中で 20 分間暗所に放置した後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。更に乾燥物換算を行う。

0.05 mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 15.76 mg  $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

### 5'-シチジル酸

5'-Cytidylic Acid



$C_9H_{14}N_3O_8P$

分子量 323.20

Cytidine 5'-monophosphoric acid [63-37-6]

定義 本品は、酵母 (*Candida utilis* に限る。) の菌体より、食塩存在下、水で抽出した核酸を酵素で加水分解した後、分離して得られたものである。成分は 5'-シチジル酸である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、5'-シチジル酸 ( $C_9H_{14}N_3O_8P$ ) 98.0～102.0% を含む。

**性 状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 ~~0.010g~~10mg を塩酸 (1→1,000) ~~1,000mL~~ に溶かした液は、波長 277～281nm に極大吸収部がある。

(2) 本品 0.25 g を水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~1 mL~~ に溶かし、水 ~~5 mL~~ を加えた液に、マグネシア試液 ~~2 mL~~ を加えるとき、沈殿を生じない。次に、硝酸 ~~7 mL~~ を加え、10 分間煮沸した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~2 mL~~ を加えて溶かし、水を加えて ~~20 mL~~ とし、検液とする。

~~(2) 重金属 Pb として 10µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 8mL 及び水 30mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に 塩酸 (1→4) ~~5 mL~~ を加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

(4) 吸光度比 本品 ~~0.010g~~10mg を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして ~~1,000 mL~~ とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ  $A_1$ ,  $A_2$  及び  $A_3$  とするとき、 $A_1/A_2$  は 0.40～0.52,  $A_3/A_2$  は 1.85～2.20 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~0.5 mL~~ を加えて溶かし、水を加えて ~~20 mL~~ とし、検液とする。検液 ~~1 µL~~ を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6 : 5 : 2) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を 担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**乾燥減量** 6.0%以下 (120°C, 4時間)

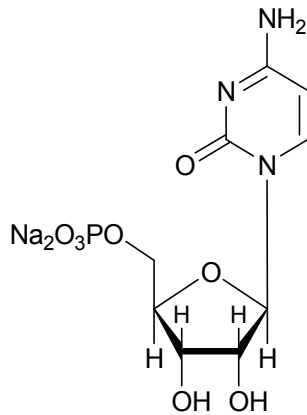
**定量法** 本品約 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) ~~1 mL~~ を加えて溶かし、水を加えて正確に ~~200 mL~~ とする。この液 ~~2 mL~~ を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に ~~100 mL~~ とし、検液とする。波長 280nm における検液の吸光度  $A$  を測定し、次式により含量を求める。

$$5\text{-シチジル酸}(C_9H_{14}N_3O_8P)\text{の含量}(\%) = \frac{0.2 \times 1.224 \times A}{\text{乾燥物換算した試料の採取量}(g)} \times 100(\%)$$

5'-シチジル酸二ナトリウム

Disodium 5'-Cytidylate

5'-シチジル酸ナトリウム



$C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$

分子量 367.16

Disodium cytidine 5'-monophosphate [6757-06-8]

**含量** 本品を無水物換算したものは、5'-シチジル酸二ナトリウム ( $C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$ ) 97.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異な味がある。

- 確認試験** (1) 本品の水溶液 (3→10,000) 3 ~~mL~~ mL に塩酸 1 ~~mL~~ mL 及び臭素試液 1 ~~mL~~ mL を加えて水浴中で 30 分間加熱し、空気を吹きこんで臭素を除いた後、~~オルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ オルシノール・エタノール試液 0.2 mL を加え、更に ~~硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 mL を加え、水浴中で 20 分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1→20) 5 ~~mL~~ mL にマグネシア試液 2 ~~mL~~ mL を加えるとき、沈殿を生じない。次に硝酸 7 ~~mL~~ mL を加えて 10 分間煮沸した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて中和した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。
- (3) 本品 ~~0.02g~~ 20mg に塩酸 (1→1,000) 1,000 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、波長 277～281nm に極大吸収部がある。
- (4) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**pH** 8.0～9.5 (1.0 g, 水 20mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.50 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

~~(2) 液性 pH8.0～9.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ (3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(5)(4)~~ (4) 吸光度比 本品 ~~0.020 g~~ 20mg を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして 1,000 ~~mL~~ mL とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm におけるそれぞれの吸光度  $A_1$ ,  $A_2$  及び  $A_3$  を測定するとき、 $A_1/A_2$  は 0.40～0.52,  $A_3/A_2$  は 1.85～2.20 である。

~~(6)(5)~~ (5) 他の核酸分解物 「5'-イノシン酸二ナトリウム」の純度試験 ~~(6)(5)~~ (5) を準用する。

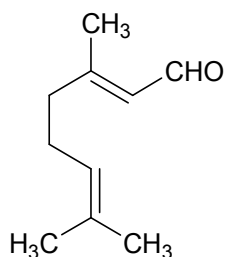
**水分** 26.0%以下 (0.15 g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし、水分測定用試液を過量に加え、20 分間かき混ぜた後、滴定を行う。



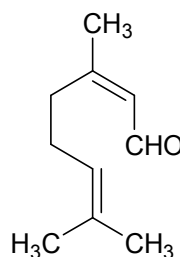
**定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り、塩酸 (1 → 1,000) を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、塩酸 (1 → 1,000) を加えて正確に 250 mL とし、検液とする。波長 280nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\frac{0.5 \times 1.446 \times A}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 = (\%)$$

シトラール  
Citral



trans-異性体



cis-異性体

C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O

分子量 152.23

Mixture of (2E)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal (trans-isomer) and (2Z)-3,7-dimethylocta-2,6-dienal (cis-isomer) [5392-40-5]

**含量** 本品は、シトラール (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O) 96.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、レモンようのにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.486 \sim 1.490$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.885 \sim 0.891$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.486 \sim 1.490$~~

(2) ~~比重 0.880 ~ 0.894~~

(3) ~~溶状 透明 (1.0ml, 60vol%エタノール10ml)~~

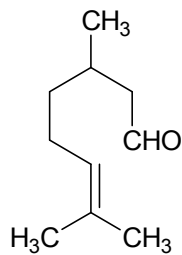
(4) ~~酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** ~~本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸 1ml = 76.12mg C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

シトロネラール  
Citronellal



$C_{10}H_{18}O$

分子量 154.25

3,7-Dimethyloct-6-enal [106-23-0]

**含量** 本品は、シトロネロール ( $C_{10}H_{18}O$ ) 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品1mlに亜硫酸水素ナトリウム試液2ml及び無水炭酸ナトリウム溶液(1→8)2滴を加えて振り混ぜるとき、発熱して白色の結晶塊となる。これに亜硫酸水素ナトリウム試液10mlを追加して水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、結晶塊は溶ける。~~ 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.446\sim 1.452$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.850\sim 0.860$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.446\sim 1.452$~~

~~(2) 比重  $0.852\sim 0.859$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール5.0ml)~~

~~(4) 酸価 3.0以下 (香料試験法)~~

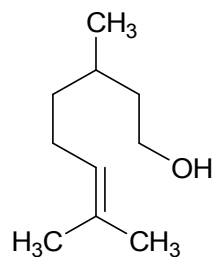
**定量法** ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。~~

~~$0.5\text{mol/L}$ 塩酸1ml=77.12mg  $C_{10}H_{18}O$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

シトロネロール

Citronellol



$C_{10}H_{20}O$

分子量 156.27

3,7-Dimethyloct-6-en-1-ol [106-22-9]

**含量** 本品は、シトロネロール ( $C_{10}H_{20}O$ ) ~~94.0~~90.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

~~確認試験 本品 1ml に無水酢酸 1ml 及びリン酸 1 滴を加え、10 分間微温に保った後、水 1ml を加え、温湯中で 5 分間振り混ぜる。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1⇒8) を加えて微アルカリ性とするとき、酢酸シトロネリルのおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.453\sim 1.462$

比重  $d_{25}^{25}=0.850\sim 0.860$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.453\sim 1.462$~~

~~(2) 比重 0.853~0.863~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(5) エステル価 4.0 以下 (5 g, 香料試験法)~~

~~(6) アルデヒド類 本品約 5 g を正確に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量するとき、0.5mol/L 塩酸の消費量は、0.7ml 以下である。~~

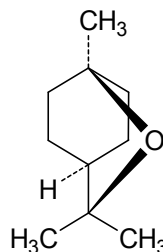
~~定量法 香料試験法中のアルコール類含量の第 1 法により定量する。ただし、アセチル化油約 1g を用いる。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

## 1, 8 - シネオール

### 1,8-Cineole

ユーカリプトール



$C_{10}H_{18}O$

分子量 154.25

1,3,3-Trimethyl-2-oxabicyclo[2.2.2]octane [470-82-6]

含量 本品は、1, 8 - シネオール ( $C_{10}H_{18}O$ ) 85.098.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、ユーカリの葉ようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.454\sim 1.460$

比重  $d_{25}^{25}=0.921\sim 0.924$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.454\sim 1.462$~~

~~(2) 旋光度  $[\alpha]_D^{20}=-3.0\sim +10.0^\circ$~~

~~(3) 比重 0.915~0.929~~

~~(4) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 6.0ml)~~

~~(5) フェランドレン 本品 2.5ml を量り、石油ベンジン 5ml を加えて溶かす。この液に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) 10ml を加え、徐々に酢酸 5ml を加えるとき、10 分以内に結晶を析出しない。~~

~~(6) レゾルシン 本品 1.0ml を量り、水 5ml を加えホウ酸ナトリウム溶液 (1→500) 4ml 及び 2,6-ジクロロキノントクロイミドの小結晶を加えて振り混ぜるとき、液の色は青～青紫色を呈さない。~~

**定量法** ~~本品 3.0 g を正確に量り、直径約 15mm、長さ約 8～16cm の試験管 (A) に入れ、加温して溶かしたオルトクレゾール 2.1 g を加え、温度計 (B) を水銀球が液の中心よりやや下にくるようにコルク栓 (E) で固定する。温度計で液を静かにかき混ぜ、結晶が析出し始める温度を読む。(A) を加熱して結晶を完全に融解させた後、コルク栓 (C) を付けた広口瓶 (D) に入れ、温度を徐々に低下させる。再び結晶が析出し始めるか、又は最初に記録した温度に達したとき、激しく温度計を上下して管壁を摩擦すると、温度は、やや上り、しばらくの間一定温度を示す。このとき温度計の示す温度を読み取る。同様の操作を繰り返して得られた温度のうちの最高温度から次の表により、1,8-シネオール~~の含量を算出する。

~~1,8-シネオール %~~

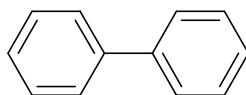
温度	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
47	80.0	80.2	80.4	80.6	80.8	81.1	81.3	81.5	81.7	81.9
48	82.1	82.3	82.5	82.7	82.9	83.2	83.4	83.6	83.8	84.0
49	84.2	84.4	84.6	84.8	85.0	85.3	85.5	85.7	85.9	86.0
50	86.3	86.6	86.8	87.1	87.3	87.6	87.8	88.1	88.3	88.6
51	88.8	89.1	89.3	89.6	89.8	90.1	90.3	90.6	90.8	91.1
52	91.3	91.6	91.8	92.1	92.3	92.6	92.8	93.1	93.3	93.6
53	93.8	94.1	94.3	94.6	94.8	95.1	95.3	95.6	95.8	96.1
54	96.3	96.6	96.9	97.2	97.5	97.8	98.1	98.4	98.7	99.0
55	99.3	99.7	100.0	—	—	—	—	—	—	—

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

ジフェニル

Diphenyl

ビフェニル



C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>

分子量 154.21

Biphenyl [92-52-4]

**含 量** 本品は、ジフェニル (C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>) 98.0～102.0%を含む。

**性 状** 本品は、無～白色の結晶、結晶性の粉末又は結晶塊で、特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の酢酸エチル溶液 (1→100) 2 滴に酢酸 0.5 mL 及び硝酸 1 mL を加え、70°C で 30 分間加熱した後、冷却し、水 5 mL 及び酢酸エチル 10 mL を加えて振り混ぜた後、酢酸エチル層 5 mL をとり、酢酸エチルを留去する。残留物にエタノール (95) 1 mL を加えて溶かし、塩酸 (1→2) 2 mL 及び**亜鉛末亜鉛粉末** 0.2 g を加え、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液に水 50 mL を加えた後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1→100) 1 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、~~スルファミン酸アンモニウム~~**アミド硫酸アンモニウム** 溶液 (1→40) 1 mL を加え、5 分間放置する。次に N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 1 g を塩酸 (1→4) 100 mL に溶かした液 2 mL を加え、よく振り混ぜて 20 分間放置するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の酢酸エチル溶液 (1→100) 1 mL に**ホルマリン**~~ホルムアルデヒド液~~・硫酸試液 1 mL を層積するとき、下層は、青～緑青色を呈する。

**純度試験** (1) ~~融~~ 点 69～71°C

~~(2) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品の粉末 1.0 g を量り、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸 1 mL を加えて潤し、徐々に強熱してできるだけ低温でほとんど灰化する。放冷後、更に硫酸 1 mL を加え、徐々に加熱して白煙がほとんど発生しなくなった後、残留物が灰化するまで 450～550°C に強熱する。冷後、残留物に塩酸 1 mL 及び硝酸 0.2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水 15 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色になるまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ナフタレン及びその誘導体 本品 2.5 g を量り、クロロホルム 50 mL を加えて溶かし、サリチル酸メチル・クロロホルム溶液 (1→50) 2.0 mL を加え、更にクロロホルムを加えて 100 mL とし、検液とする。別にナフタレン・クロロホルム溶液 (1→1,000) 5 mL を量り、サリチル酸メチル・クロロホルム溶液 (1→50) 2.0 mL を加え、更にクロロホルムを加えて 100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液のナフタレンのピーク面積及びサリチル酸メチルのピーク位置とジフェニルのピーク位置の間に現れるピークの面積の総和 (A) とサリチル酸メチルのピーク面積 (A<sub>S</sub>) の比 A/A<sub>S</sub> は、比較液のナフタレンのピーク面積 (A<sup>ˆ</sup>) とサリチル酸メチルのピーク面積 (A<sup>ˆ</sup><sub>S</sub>) の比 A<sup>ˆ</sup>/A<sup>ˆ</sup><sub>S</sub> を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん填剤

液相 担体に対して 10% のポリエチレングリコール 6,000

担体 177～250 µm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3～4 mm, 長さ 2～3 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 160～180°C の間の一定温度

キャリアーガス 窒素

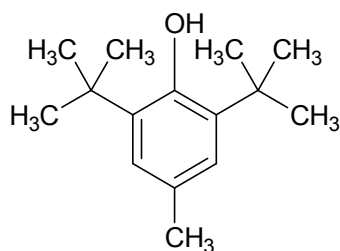
流量 サリチル酸メチルのピークが約 5 分後に現れるように調整する。

**定量法** 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし正確に ~~1,000 mL~~ とし、この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液につき、メタノールを対照として波長 248 nm における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ジフェニル (C}_{12}\text{H}_{10}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{A}{1118} \times \frac{20 \times 10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)}$$

### ジブチルヒドロキシトルエン

Butylated Hydroxytoluene



C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>O

分子量 220.35

2,6-Bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol [128-37-0]

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末若しくは塊で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 5 mg に 5-ニトロソ-8-ヒドロキシキノリン・硫酸溶液 (1→100) 1～2 滴を加えるとき、溶けながら黄色を呈し、次に赤褐色に変わる。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→30) 1 mL に ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→500) 3～4 滴を加えるとき、呈色しない。この液に ~~α, α'-ジピリジル~~ 2, 2'-ビピリジル の結晶を加えるとき、液は、赤色を呈する。ただし、~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物溶液 は、空試験で呈色しないものを用いる。

**融点** 69～72°C

**純度試験** ~~(1) 融点 69～72°C~~

~~(2)(1)~~ 溶状 無色、澄明 (1.0 g, エタノール (95) 10 mL)

~~(3)(2)~~ 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.019% 以下

本品 0.50 g を量り、水 30 mL を加え、ときどき時々 振り混ぜながら水浴中で 5 分間加熱し、冷後ろ過し、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 10 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

~~(5)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(6)(5)~~ パラクレゾール ~~パラクレゾール~~ p-クレゾール として 0.10% 以下

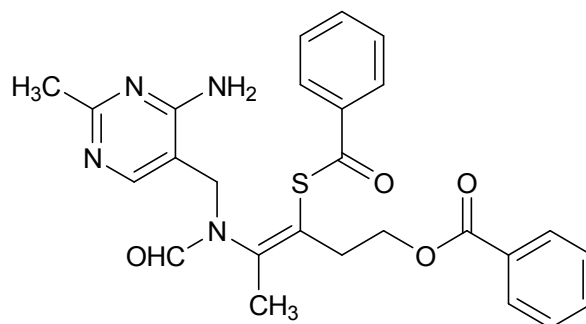
本品 1.0 g を量り、水 10 mL 及びアンモニア水 (28) 1 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 3 分間加熱し、冷後ろ過する。ろ紙上の残留物は、少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、試料液とする。試料液 3.0 mL を量り、ネスラー管に入れ、リンモリ

ブデン酸 n水和物・エタノール (95) 溶液 (1→20) 1 ml 及びアンモニア試液 0.2 ml を加えて振り混ぜ、更に水を加えて 50 ml として 10 分間放置するとき、その液の色は、~~パラクレゾール~~ ~~p~~-~~クレゾール~~ 溶液 (1→100,000) 3.0 ml を量り、試料液と同様に操作して得た液の色より濃くない。

強熱残分 0.05%以下

### ジベンゾイルチアミン

Dibenzoyl Thiamine



$C_{26}H_{26}N_4O_4S$

分子量 ~~490.58~~490.57

4-[N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)formamido]-3-(benzoylsulfanyl)pent-3-en-1-yl benzoate [299-88-7]

含 量 本品を乾燥したものは、ジベンゾイルチアミン ( $C_{26}H_{26}N_4O_4S$ ) 97.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品 ~~0.03g~~30mg に塩酸 (1→100) 7 ml を加え、水浴中で加熱して溶かす。この液に ~~塩酸ヒドロキシルチアミン~~ ~~塩化ヒドロキシルチアミン~~ ~~塩化ヒドロキシルチアミン~~ ~~塩化ヒドロキシルチアミン~~ 溶液 (3→20) / 水酸化ナトリウム溶液 (3→20) 混液 (1:1) 2 ml を加え、1 分間振り混ぜた後、塩酸 0.8 ml 及び ~~塩化鉄(III)~~ ~~塩化鉄(III)~~ ~~六水和物~~ 溶液 (1→10) 0.5 ml を加えるとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg にメタノール 1 ml を加え、加温して溶かし、水 2 ml、~~塩酸システイン~~ ~~L~~-~~システイン~~ ~~塩酸塩~~ ~~一水和物~~ 溶液 (1→100) 2 ml 及びリン酸緩衝液 (pH 7) 2 ml を加えて振り混ぜ、30 分間放置する。この液に新たに調製した ~~フェリシアン化カリウム~~ ~~ヘキサシアノ鉄(III)~~ ~~酸カリウム~~ 溶液 (1→10) 1 ml、水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 5 ml 及び 2-メチル-1-プロパノール 5 ml を加え、2 分間強く振り混ぜ、放置して液を 2 層に分離させ、上方から紫外線を照射し、照射の方向と直角の方向から上層液の上部を観察するとき、青紫色の蛍光を認める。その蛍光は、液を酸性にすると消え、アルカリ性にすると再び現われる。

融 点 163~174°C (分解)

純度試験 (1) ~~融点~~ ~~163~174°C~~ (分解)

~~(2)~~ (1) 塩化物 Cl として 0.053%以下

本品 0.40 g を量り、メタノール 20 ml を加えて溶かし、硝酸 (1→10) 6 ml 及び水を加えて 50 ml とし、これを検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.60 ml にメタノール 20 ml、硝酸 (1→10) 6 ml 及び水を加えて 50 ml とする。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

乾燥減量 3.0%以下 (105 $^{\circ}\text{C}$ , 2時間)

強熱残分 0.20%以下

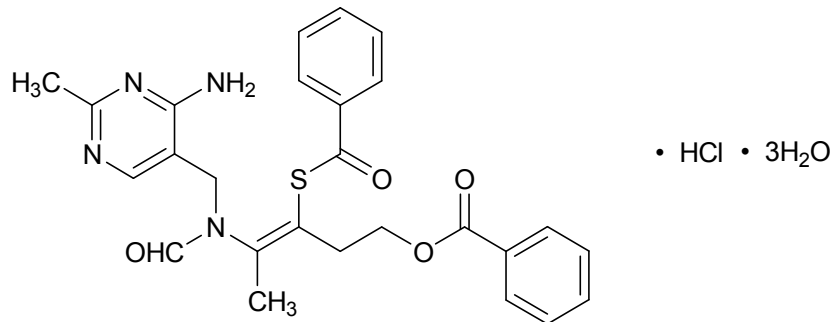
定量法 本品を乾燥し, その約0.4gを精密に量り, メタノール40~~mL~~及び塩酸(1 $\rightarrow$ 100)40~~mL~~を加えて溶かし, 水を加えて正確に1,000~~mL~~とする。この液5~~mL~~を正確に量り, 塩酸(1 $\rightarrow$ 100)を加えて正確に250~~mL~~とし, 検液とする。検液につき, 水を対照として波長237nmにおける吸光度Aを測定する。別に空試験を行い, その吸光度をA<sub>0</sub>とし, 次式により含量を求める。

ジベンゾイルチアミン (C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>S) の含量 (%)

$$= \frac{(A - A_0) \times 0.4}{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.452} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

ジベンゾイルチアミン塩酸塩

Dibenzoyl Thiamine Hydrochloride



C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>S • HCl • 3H<sub>2</sub>O

分子量 581.08

4-[N-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)formamido]-3-(benzoylsulfanyl)pent-3-en-1-yl benzoate monohydrochloride trihydrate [35660-60-7]

含量 本品を乾燥したものは, ジベンゾイルチアミン塩酸塩 (C<sub>26</sub>H<sub>26</sub>N<sub>4</sub>O<sub>4</sub>S • HCl = ~~527.04~~527.03) 97.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の結晶性の粉末で, においが無い。

確認試験 (1) 「ジベンゾイルチアミン」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品0.1gにメタノール10~~mL~~を加えて溶かし, 硝酸(1 $\rightarrow$ 10)1~~mL~~を加えた後, 硝酸銀溶液(1 $\rightarrow$ 50)1~~mL~~を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明

本品1.0gを量り, 水10~~mL~~を加え, 水浴中で加熱して溶かし, 検液とする。

~~(2) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

乾燥減量 11.0%以下 (減圧, 24時間)

強熱残分 0.20%以下

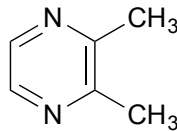
定量法 本品を乾燥し, その約0.4gを精密に量り, 以下「ジベンゾイルチアミン」の定量法を準用し, 次式により含量を求める。



$$\frac{\text{ジベンゾイルチアミン塩酸塩 (C}_{26}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}) \text{ の含量 (\%)} \times 0.4}{\text{試料の採取量 (g)} \times 0.421} \times 100 \text{ (\%)} = \text{---}$$

### 2,3-ジメチルピラジン

2,3-Dimethylpyrazine



C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>

分子量 108.14

2,3-Dimethylpyrazine [5910-89-4]

**含 量** 本品は、2,3-ジメチルピラジンを主成分とし、2,3-ジメチルピラジン、2,5-ジメチルピラジン及び2,6-ジメチルピラジンの混合物 (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>) 95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

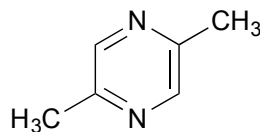
~~純度試験~~ ~~(1)~~ 屈折率  $n_D^{20} = 1.501 \sim 1.510$

~~(2)~~ 比重  $d_{25}^{25} = 0.997 \sim 1.030$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 2,5-ジメチルピラジン

2,5-Dimethylpyrazine



C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>

分子量 108.14

2,5-Dimethylpyrazine [123-32-0]

**含 量** 本品は、2,5-ジメチルピラジンを主成分とし、2,5-ジメチルピラジン、2,3-ジメチルピラジン及び2,6-ジメチルピラジンの混合物 (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

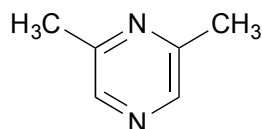
~~純度試験~~ ~~(1)~~ 屈折率  $n_D^{20} = 1.497 \sim 1.503$

~~(2)~~ 比重  $d_{25}^{25} = 0.982 \sim 1.000$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 2,6-ジメチルピラジン

2,6-Dimethylpyrazine



$C_6H_8N_2$

分子量 108.14

2,6-Dimethylpyrazine [108-50-9]

**含量** 本品は、2,6-ジメチルピラジンを主成分とし、2,6-ジメチルピラジン、2,3-ジメチルピラジン及び2,5-ジメチルピラジンの混合物 ( $C_6H_8N_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～黄色の結晶で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を加温して溶かした後、あらかじめ加温した2枚の窓板の間に挟み、直ちに赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により固化しないように注意しながら測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

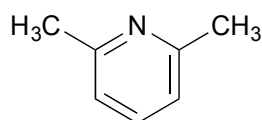
~~純度試験 (1) 融点~~ 35～40℃

~~定量法~~ 本品約0.2gを精密に量り、エタノールを加えて溶かして正確に20mlとし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

本品のエタノール(95)溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 2,6-ジメチルピリジン

2,6-Dimethylpyridine



$C_7H_9N$

分子量 107.15

2,6-Dimethylpyridine [108-48-5]

**含量** 本品は、2,6-ジメチルピリジン ( $C_7H_9N$ ) 98.5%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.495\sim1.501$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25}=0.917\sim0.923$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

シュウ酸  
Oxalic Acid  
HOOC-COOH · 2H<sub>2</sub>O

C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O

分子量 126.07

Ethanedioic acid dihydrate [6153-56-6]

含量 本品は、シュウ酸 (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O) 99.5~101.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶で、においが無い。

確認試験 (1) 本品は、加熱するとき、昇華する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 1 mL に硫酸 2 滴を加え、これに過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 1 mL を加えて加熱するとき、液の紅赤色は消える。

(3) 本品の水溶液 (1→10) をアンモニア試液でアルカリ性とし、塩化カルシウム二水和物溶液 (3→40) 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、煮沸して溶かし、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.077% 以下

本品 1.0 g を量り、水 20 mL 及び無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱し、更に 600~700°C に強熱する。この残留物に水 10 mL 及び硝酸 0.5 mL を加えて煮沸し、更に塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。次にこの残留物に水を加えて 100 mL とし、ろ過し、ろ液 25 mL を量り、試料液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸 1 mL 及び硝酸 0.2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、塩酸 (1→4) 1 mL 及び水 30 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、必要があればろ過し、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

強熱残分 0.30% 以下 (1.0 g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 50 mL を正確に量り、硫酸 3 mL を加え、約 80°C に加温し、熱時 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL = 6.303 mg C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O

臭素酸カリウム  
Potassium Bromate

KBrO<sub>3</sub>

分子量 167.00

Potassium bromate [7758-01-2]

**含量** 本品を乾燥したものは、臭素酸カリウム ( $\text{KBrO}_3$ ) 99.0~~~101.0~~%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品は、カリウム塩の反応及び臭素酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 5.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 60~~mL~~mLを加えて加温しながら溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1.2~~mL~~mLを加えるとき、紅赤色を呈する。

(ii) 液が紅赤色ならば、0.01mol/L 塩酸 0.40~~mL~~mLを加えるとき、その色は消える。

(2) 臭化物 本品 2.0 g を量り、水 40~~mL~~mLを加えて溶かし、硫酸 (3→100) 0.25~~mL~~mLを加え、メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は、紅赤色を呈する。更に振り混ぜるとき、液の色は直ちに消えない。

~~(3) 重金属 Pbとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水 10mL を加えて加温しながら溶かし、塩酸 10mL を加えて水浴上で蒸発乾固した後、水 20mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pbとして4 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.0~~3~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に水 5 ~~mL~~mLを加えて加温しながら溶かし、塩酸 5 ~~mL~~mLを加えて水浴上で蒸発乾固した後、水 5 ~~mL~~mLを加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

**乾燥減量** 0.50%以下 (105°C, 2時間)

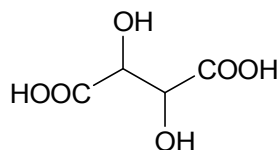
**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、200~~mL~~mLの共栓フラスコに入れ、水 50~~mL~~mL、ヨウ化カリウム 1.5 g 及び硫酸 (1→5) 10~~mL~~mLを加え、直ちに密栓し、暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 2.783mg  $\text{KBrO}_3$

### DL-酒石酸

DL-Tartaric Acid

d l-酒石酸



$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

分子量 150.09

2,3-Dihydroxybutanedioic acid [133-37-9]

含 量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、旋光性がない。

(2) 本品の水溶液 (1→10) は、酸性である。

(3) 本品は、酒石酸塩の反応を呈する。

融 点 200~206℃ (分解)

純度試験 ~~(1) 融点 200~206℃ (分解)~~

~~(2)(1) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.50mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸1mL及び硝酸0.2mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4) 1mL及び水30mLを加えて溶かし、必要があればろ過する。この液にフェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20) 2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20) 2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(5)(4) 易酸化物 本品1.0 gを量り、水25mL及び硫酸(1→20) 25mLを加えて溶かす。この液を20℃に保ちながら0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mLを加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。~~

乾燥減量 0.50%以下 (3時間)

強熱残分 0.10%以下 (2.0 g)

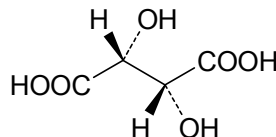
定量法 本品を乾燥し、その約1.5 gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に250mLとし、この液25mLを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液2~3滴)。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=7.504mg C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>

### L-酒石酸

L-Tartaric Acid

d-酒石酸



C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>

分子量 150.09

(2R,3R)-2,3-Dihydroxybutanedioic acid [87-69-4]

含 量 本品を乾燥したものは、酒石酸L-酒石酸 (C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の微細な結晶性の粉末で、においがなく、酸味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、右旋性である。

(2) 「DL-酒石酸」の確認試験(2)及び(3)を準用する。

~~純度試験 (1) 比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +11.5 \sim +13.5^\circ$  (乾燥後, 10 g, 水, 50mL)

~~本品を乾燥し、その約 10 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50mL とし、測定する。~~

~~純度試験 (1) (2) 硫酸塩~~  $\text{SO}_4$  として 0.048% 以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50mL)

~~「DL-酒石酸」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pb として 10 $\mu\text{g}$ /g 以下~~

~~「DL-酒石酸」の純度試験(3)を準用する。~~

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu\text{g}$ /g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4) (3)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3 $\mu\text{g}$ /g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(5) (4)~~ シュウ酸塩 本品 1.0 g を量り、水 10~~mL~~ mL を加えて溶かし、~~塩化カルシウム~~ 塩化カルシウム二水和物溶液 (2→25) 2~~mL~~ mL を加えるとき、濁らない。

乾燥減量 0.50% 以下 (3 時間)

強熱残分 0.10% 以下 (2.0 g)

定量法 「DL-酒石酸」の定量法を準用する。

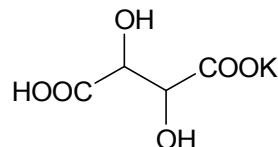
0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1~~mL~~ mL = 7.504mg  $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$

#### DL-酒石酸水素カリウム

Potassium DL-Bitartrate

dL-酒石酸水素カリウム

DL-重酒石酸カリウム



$\text{C}_4\text{H}_5\text{KO}_6$

分子量 188.18

Monopotassium monohydrogen 2,3-dihydroxybutanedioate

含量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸水素カリウム ( $\text{C}_4\text{H}_5\text{KO}_6$ ) 99.0~~~101.0~~ %以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、清涼な酸味がある。

確認試験 (1) 本品 1 g にアンモニア試液 10~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、旋光性がない。

(2) 本品 0.5 g を徐々に加熱すると、ショ糖を焼くようなにおいを発して炭化する。この残留物に水 5~~mL~~ mL を加えてよくかき混ぜた液は、アルカリ性である。この液に塩酸 (1→4) を加えて中和した後、ろ過した液は、カリウム塩の反応を呈する。

(3) 本品は、酒石酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.50 g, アンモニア試液 3.0~~mL~~ mL)

(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.019% 以下

本品 0.50 g を量り、塩酸 (1→4) 2~~mL~~ mL 及び水 30~~mL~~ mL を加え、加熱して溶かし、更に水を

加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.005mol/L硫酸0.20mLに塩酸(1→4)2mL及び水を加えて50mLとする。

(3) アンモニウム塩 本品0.50gを量り、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mLを加えて加熱するとき、アンモニアのにおいを発しない。

~~(4) 重金属 Pbとして20µg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(4) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、に水10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、検液とする。装置Bを用いる。

(6) 易酸化物 本品2.0gを量り、水20mL及び硫酸(1→20)30mLを加えて溶かし、これを20°Cに保ち、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液4.0mLを加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。

乾燥減量 0.50%以下(105°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、熱湯20mLを加えて溶かし、熱時、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2~3滴)。

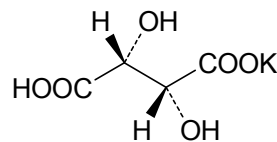
0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=18.82mg C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>6</sub>

#### L-酒石酸水素カリウム

Potassium L-Bitartrate

d-酒石酸水素カリウム

L-重酒石酸カリウム



C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>6</sub>

分子量 188.18

Monopotassium monohydrogen(2R,3R)-2,3-dihydroxybutanedioate [868-14-4]

含量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸水素カリウム(C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>6</sub>)99.0~101.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、清涼な酸味がある。

確認試験 (1) 本品1gにアンモニア試液10mLを加えて溶かした液は、右旋性である。

(2) 「DL-酒石酸水素カリウム」の確認試験(2)及び(3)を準用する。

~~純度試験(1)比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +32.5 \sim +35.5^\circ$

本品を乾燥し、その約5gを精密に量り、アンモニア試液10mL及び水を加えて溶かし、正確に50mLとし、旋光度を測定する。

純度試験 (1)-(2) 溶状 無色、ほとんど澄明(0.50g, アンモニア試液3.0mL)

~~「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(3)(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.019%以下

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(2)を準用する。

~~(4)(3)~~ アンモニウム塩 「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(3)を準用する。

~~(5) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下~~

~~「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(4)を準用する。~~

(4) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

「DL-酒石酸水素カリウム」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 3時間)

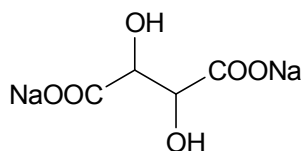
定量法 「DL-酒石酸水素カリウム」の定量法を準用する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 18.82mg C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>KO<sub>6</sub>

### DL-酒石酸ナトリウム

Disodium DL-Tartrate

d l-酒石酸ナトリウム



C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>6</sub>

分子量 194.05

Disodium 2,3-dihydroxybutanedioate

含量 本品を乾燥したものは、DL-酒石酸ナトリウム (C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、旋光性がない。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酒石酸塩の反応を呈する。

pH 7.0~9.0 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(2) 液性 pH7.0~9.0 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3)(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.40 mL)~~

~~(4) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(6)(5) 易酸化物 本品 2.0 g を量り, 水 20 mL 及び硫酸 (1→20) 30 mL を加えて溶かし, 20°C に保ちながら 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 4.0 mL を加えるとき, 液の紅赤色は3分以内に消えない。~~

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, ギ酸 3 mL を加え, 加温して溶かし, 非水滴定用酢酸 50 mL を加えた後, 0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

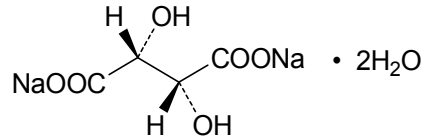


0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 9.703mg C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>6</sub>

L-酒石酸ナトリウム

Disodium L-Tartrate

d-酒石酸ナトリウム



C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>6</sub> · 2H<sub>2</sub>O

分子量 230.08

Disodium(2R,3R)-2,3-dihydroxybutanedioate dihydrate [6106-24-7]

含量 本品を乾燥したものは、L-酒石酸ナトリウム (C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>6</sub> = 194.05) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、右旋性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応及び酒石酸塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.5^\circ$  (5 g, 水, 50mL)

pH 7.0~9.0

「DL-酒石酸ナトリウム」の pH を準用する。

純度試験 (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +27.5^\circ$  (5 g, 水, 50mL)~~

(2) (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20mL)

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(3) ~~液性 pH7.0~9.0~~

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

(4) (2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40mL)

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

~~(5) 重金属 Pbとして 10µg/g以下~~

~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(6) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B) ~~「DL-酒石酸ナトリウム」の純度試験(5)を準用する。~~

(7) (5) シュウ酸塩 本品 1.0 g を量り, 水 10 mL を加えて溶かし, ~~塩化カルシウム~~塩化カルシウム二水和物溶液 (2→25) 2 mL を加えるとき, 濁らない。

乾燥減量 14.0~17.0% (150°C, 3時間)

定量法 「DL-酒石酸ナトリウム」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液 1 mL = 9.703mg C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>6</sub>

硝酸カリウム

Potassium Nitrate

KNO<sub>3</sub>

分子量 101.10

Potassium nitrate [7757-79-1]

**含量** 本品を乾燥したものは、硝酸カリウム (KNO<sub>3</sub>) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の柱状結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、塩味及び清涼味がある。

**確認試験** 本品は、カリウム塩の反応及び硝酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試験液とする。

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に水 3 mL を加えて溶かし、硫酸 2 mL を加え、白煙の発生するまで加熱し、更に少量の水を加えて溶かした後、白煙の発生するまで加熱する。冷後、水 5 mL を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 1.0%以下 (105°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、500 mL の丸底フラスコに入れ、水約 300 mL を加えて溶かし、デバルダ合金の粉末 3 g 及び水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 15 mL を加え、直ちに、あらかじめシブキ止めと冷却器を付けて 0.05mol/L 硫酸 50 mL を正確に量って入れた受器を接続した蒸留装置に連結し、2時間放置する。その後、留分約 250 mL を得るまで蒸留し、過量の 酸硫酸 を 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド・メチレンブルー混合試液 3 滴)。別に空試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 10.11mg KNO<sub>3</sub>

## 硝酸ナトリウム

Sodium Nitrate

NaN<sub>3</sub> 分子量 84.99

Sodium nitrate [7631-99-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、硝酸ナトリウム (NaN<sub>3</sub>) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく、わずかに塩味がある。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及び硝酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

~~「硝酸カリウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(2) 塩化物 Cl として 0.21%以下 (0.10 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~「硝酸カリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

「硝酸カリウム」の純度試験(3)を準用する。

(4) ヒ素  $As_2O_3$ として  $4.03 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品に水 3 mL を加えて溶かし, 硫酸 2 mL を加え, 白煙の発生するまで加熱し, 更に少量の水を加えて溶かした後, 白煙の発生するまで加熱する。冷後, 水 5 mL を加えて溶かし, 検液とする。—「硝酸カリウム」の純度試験(4)を準用する。—

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 4時間)

定量法 「硝酸カリウム」の定量法を準用する。

0.05mol/L 硫酸 1 mL = 8.499mg  $NaNO_3$

### 植物性ステロール (新規)

Vegetable Sterol

フィトステロール

定義 本品は, 油糧種子から得られた, フィトステロール類を主成分とするものである。本品には, 遊離体高濃度品と遊離体低濃度品がある。

#### 遊離体高濃度品

含量 本品は, 遊離フィトステロール 85.0%以上を含む。

性状 本品は, 白~帯黄白色の結晶, 粉末, 薄片又は粒で, においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品 5 mg をヘキササン 2 mL に溶かし, 無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき, 下層は直ちに赤紫色を呈し, 青色を経て緑色に変わる。

純度試験 (1) 酸価 5.0以下

本品約 2.5 g を精密に量り, エタノール (99.5) / トルエン混液 (1 : 1) 50 mL を加え, 加温して溶かして検液とし, 直ちに油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 溶状 微濁 本品 0.50 g を共栓フラスコに量り, エタノール (99.5) 50 mL を加えて水浴中で 15 分間加熱した後, 20~40°C で 2 時間放置し, 検液とする。

(3) 鉛 Pbとして  $1 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 Asとして  $3 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(5) 1-プロパノール, ヘキササン及びメタノールの合計量  $50 \mu\text{g}/\text{g}$  以下

(i) 装置 概略は次の図による。

A : ナス型フラスコ (100 mL)

B : すり合わせ連結部

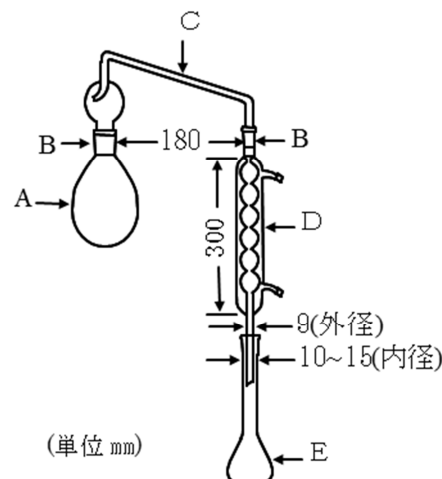
C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : 広口メスフラスコ (25 mL)

(ii) 操作法

本品約 10 g をナス型フラスコ A に精密に量り,



1-ブタノール10mLを入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液2mLを正確に量り、広口メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を1-ブタノールでぬらす。Aを180℃に加熱し約1時間かけて、留分が約9mLになるまで蒸留する。留分を集めた広口メスフラスコEに1-ブタノールを加えて25mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、2-ブタノール・1-ブタノール溶液(3→10000)とする。別に1-プロパノール、ヘキサン及びメタノール約0.5gを精密に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液10mL及び内標準液2mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて25mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2μLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積比 $Q_{T1}$ 、 $Q_{T2}$ 、 $Q_{T3}$ 、及び標準液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積比 $Q_{S1}$ 、 $Q_{S2}$ 、 $Q_{S3}$ を求め、次式により1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの量を求める。

$$1\text{-プロパノールの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{1\text{-プロパノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 1000$$

$$\text{ヘキサンの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{ヘキサンの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 1000$$

$$\text{メタノールの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}} \times 1000$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用25%フェニル75%メチルポリシロキサンを1.40μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃で注入し、3分間保持した後、毎分5℃で110℃まで昇温し、更に毎分15℃で200℃まで昇温し、200℃を4分間保持する。

注入口温度 150℃付近の一定温度

検出器温度 150℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-ブタノールの保持時間が約12分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 20

乾燥減量 3.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.5%以下

定量法 本品約 80mg 及び定量用スチグマステロール約 25mg を精密に量り、それぞれに内標準液 20mL を正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて 50mL とし、検液及び標準液とする。ただし、内標準液は、5 $\alpha$ -コレスタン 50mg を量り、酢酸エチルを加えて溶かし、正確に 50mL としたものとす。また、ブラシカステロール、カンペステロール、定量用スチグマステロール、 $\beta$ -シトステロール及びシトスタノールを酢酸エチルにそれぞれ約 0.1mg/mL となるように溶かし、フィトステロール混合液とする。検液、標準液及びフィトステロール混合液をそれぞれ 2 $\mu$ L ずつ正確に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液中の 6 種のフィトステロール (ブラシカステロール、カンペステロール、カンペスタノール、スチグマステロール、 $\beta$ -シトステロール及びシトスタノール) の総ピーク面積の 5 $\alpha$ -コレスタンのピーク面積に対する比  $Q_T$  及び標準液のスチグマステロールのピーク面積の 5 $\alpha$ -コレスタンのピーク面積に対する比  $Q_S$  を求め、次式により含量を求める。ただし、検液中の各フィトステロールは、フィトステロール混合液中の各フィトステロールの保持時間と一致することにより確認する。また、スチグマステロールの保持時間に対する相対保持時間が約 0.96 のピークをカンペスタノールとする。

$$\text{遊離フィトステロールの含量 (\%)} = \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \times Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \times Q_S} \times 100$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25 $\mu$ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 280°C

注入口温度 290°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 スチグマステロールの保持時間が約12分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 50

#### 遊離体低濃度品

含量 本品は、遊離フィトステロール 85.0%未満を含み、総フィトステロール類として 85.0% ~102.0%を含む。

性状 本品は、白~黄色の結晶、粉末、薄片、粒、ろう状の塊又はペーストで、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品 5mg をヘキサン 2mL に溶かし、無水酢酸 1mL 及び硫酸 1~2 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は直ちに赤紫色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

純度試験 (1) 酸価 5.0以下

本品約2.5gを精密に量り、エタノール (99.5) /トルエン混液 (1 : 1) 50mLを加え、加温

して溶かして検液とし、直ちに油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 鉛 Pbとして1 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) 1-プロパノール, ヘキサン及びメタノールの合計量 50 $\mu$ g/g以下

「遊離体高濃度品」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 3.0%以下 (105°C, 2時間)

**強熱残分** 0.5%以下

**定量法** (1) 遊離フィトステロール

本品約70mgを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えて溶かし、ヘキサンを加えて正確に25mLとし、試料液とする。シリカゲルミニカラム (500mg) にヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) 2mL, 続いてヘキサン6mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、続いてヘキサン/酢酸エチル混液 (95 : 5) 6mLを注入し、流出液は捨てる。次に、ヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) 10mLを注入し、流出液をナス型フラスコにとる。ミニカラムの流出口外側に析出が見られた場合は、ヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) で洗い、洗液を先のフラスコに加える。溶媒を減圧留去した後、酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) 10mLを加えて溶かし、検液とする。定量用スチグマステロール約25mgを精密に量り、内標準液20mLを正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて50mLとし、標準液とする。ただし、内標準液はコレスタノール50mgを量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に50mLとしたものとする。検液及び標準液につき、遊離体高濃度品の定量法を準用して6種のフィトステロールを測定し、次式により遊離フィトステロールの含量を算出する。ただし、検液中の6種のフィトステロール (ブラシカステロール, カンペステロール, カンペスタノール, スチグマステロール,  $\beta$ -シトステロール及びシトスタノール) の総ピーク面積のコレスタノールのピーク面積に対する比を $Q_T$ とし、標準液のスチグマステロールのピーク面積のコレスタノールのピーク面積に対する比を $Q_S$ とする。

定量用スチグマステロールの採取量 (mg)  $Q_T$

$$\text{遊離フィトステロールの含量 (\%)} = \frac{\text{遊離フィトステロールの採取量 (mg)} \times 2}{\text{試料の採取量 (mg)} \times Q_S} \times 100$$

(2) 総フィトステロール類

本品約150mgをナス型フラスコに精密に量り、エタノール (99.5) 70mL, 水酸化カリウム溶液 (9→10) 10mL及び数個の沸騰石を加える。還流冷却器を付け、沸騰水浴中で60分間加熱して加水分解する。終了後、速やかに冷却し、内標準液20mLを正確に加え、分液漏斗Aに移す。フラスコは水25mLずつで2回、更にジエチルエーテル35mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗Aに移し、激しく振り混ぜた後静置する。水層を分液漏斗Bに移し、ジエチルエーテル50mLを加え、激しく振り混ぜた後静置する。水層を先のナス型フラスコに移し、ジエチルエーテル層を分液漏斗Aに合わせる。ナス型フラスコの水層を分液漏斗Bに移し、ナス型フラスコは水10mL, ジエチルエーテル25mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗Bに入れて激しく振り混ぜた後静置する。分液漏斗Bの水層を除去し、ジエチルエーテル層を分液漏斗Aに合わせる。分液漏斗Bは水25mLずつで2回洗い、分液漏斗Aに入れる。分液漏斗Aを2~3回静かに倒立した後静置し、水層を除く。水50mLずつで、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで分液漏斗Aのジエチルエーテル層を水洗いする。ジエチルエーテル層を300mLナス型フラスコに移し、分液漏斗Aはジエチルエーテル10mLずつで2回洗い、洗液をナス型フラスコに合わせる。ナス型フラスコの溶媒を減圧留去した後、酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) 50mLを加えて溶かし、検液とする。定量用スチグマステロール約25mgを精密に量り、内標準液20mLを正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて

50mLとし、標準液とする。ただし、内標準液はコレスタノール50mgを量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に50mLとしたものとする。検液及び標準液につき、定量法(1)を準用して6種のフィトステロールの含量を測定し、その値を加水分解物中のフィトステロールの含量とする。更に次式により総フィトステロール類の含量を算出する。

加水分解物中のフィトステロールの含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \quad Q_S} \times 100$$

総フィトステロール類の含量 (%)

= 遊離フィトステロールの含量

+ { (加水分解物中のフィトステロールの含量 - 遊離フィトステロールの含量) × 1.64 }

### 植物タンニン

Vegetable Tannin

**定 義** 本品は、タンニン（抽出物）のうち五倍子、タラ末又は没食子から得られた、タンニン及びタンニン酸を主成分とするものである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、タンニン酸として96%以上を含む。

**性 状** 本品は、黄白～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味が極めて渋い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液（1→20）5 mLに塩化鉄(III) 塩化鉄(III) 六水和物溶液（1→10）2滴を加えるとき、液は、帯青黒色を呈し、放置するとき、沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液（1→20）5 mLずつにそれぞれアルブミン試液1滴、ゼラチン試液1滴又はデンプン試液1 mLを加えるとき、それぞれ沈殿を生じる。

(3) 本品1 gを水100 mLに溶かし、塩酸（1→2）5 mLを加えて80～90℃で2時間加熱した後、検液とする。別に没食子酸没食子酸一水和物0.1 gを水100 mLに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ5 μLずつ量り、ギ酸エチル／トルエン／ギ酸混液（5：4：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、紫外線（波長254nm付近）で観察するとき、Rf値が0.35付近にスポットを認め、紫外線下で青紫色の蛍光を発する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（蛍光剤入り）を担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

(4) 本品0.050g50mgを水3 mLに溶かし、水酸化カルシウム試液1 mLを加えよく振り混ぜるとき、液は、黄色又は赤色を呈さない。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして40μg/g以下 (0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして~~10~~2μg/g以下 (~~1.0~~2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3μg/g以下 (0.50 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)~~(3) ガム質又はデキストリン

本品 3.0 g を熱湯 15 mL に溶かすとき、液は混濁してもわずかである。この液を冷却してろ過し、ろ液 5 mL にエタノール (95) 5 mL を加えるとき、液は混濁しない。

~~(5)~~(4) 樹脂状物質

~~(4)~~(3)のろ液 5 mL に水 10 mL を加えるとき、液は混濁しない。

乾燥減量 7.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 本品 0.100 g 及び没食子酸没食子酸一水和物 0.001 g 1 mg を正確に量り、水/メタノール混液 (4 : 1) を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、検液及び比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 mL 量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。没食子酸のピークが保持時間 2.2~2.5 分に現れることを確認する。検液注入後、0~30 分の間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を 100 とし、10~25 分に現れるすべてのピークをタンニン酸のピークとしてその面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 7 µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 室温

移動相 A 0.1w/v %リン酸溶液,

移動相 B 0.1w/v %リン酸含有メタノールリン酸・メタノール溶液

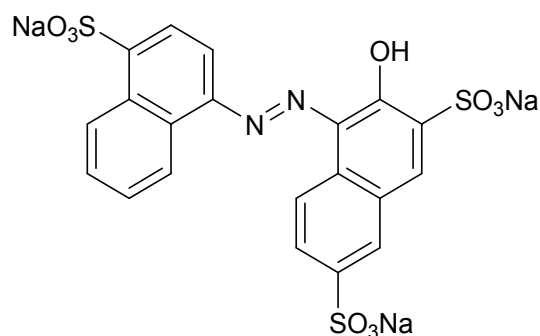
濃度勾配 A : B (80 : 20) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 30 分間行う。

流量 1.0 mL/分

食用赤色 2 号

Food Red No. 2

アマランス



C<sub>20</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>10</sub>S<sub>3</sub>

分子量 604.48604.47

Trisodium 3-hydroxy-4- [(4-sulfonatophthalen-1-yl) diazenyl] naphthalene-2,7-disulfonate [915-67-3]

定義 本品は、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸をジアゾ化し、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、3-



ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウムを主成分とする。

**含量** 本品は、3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2,7-ジスルホン酸三ナトリウム ( $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$ ) として 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、~~赤褐～暗赤褐色~~ごく暗い黄赤～ごく暗い赤色の粉末又は粒で、においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品の水溶液 (1→1,000) は、帯紫赤色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液 (1→100) は、紫色を呈し、この液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、帯紫赤色を呈する。~~

~~(3) 本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100ml を加えて溶かし、この液は、こい赤～こい紫みの赤色を呈し、この液 1 ml に酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100ml とした液は、波長 518～522nm に極大吸収部がある。~~

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~3µg/g 以下 (タール色素試験法)

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))~~

(5) 副成色素 3%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

#### 操作条件

測定波長 510nm

濃度勾配 A : B (100 : 0) で 10 分間保持し、A : B (100 : 0) から (50 : 50) までの直線濃度勾配を 20 分間行い、A : B (50 : 50) で 5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後、0～35 分の間

(6) 未反応原料及び反応中間体 ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム~~ 総量として 0.5%以下

本品約 0.1g を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100ml とし、検液とする。別に減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム~~ をそれぞれ 0.0100g 約 10mg ずつを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (1.54→1,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、それぞれ正確に 100ml とし、標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により、検液の ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸~~

トリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

~~移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル~~

~~濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後, A : B (100 : 0) から (70 : 30) (40 : 60) までの直線濃度勾配を5030分間行う。行い, A : B (40 : 60) で5分間保持する。A : B (100 : 0) で10分間保持し, A : B (100 : 0) から (50 : 50) の直線濃度勾配を20分間行い, A : B (50 : 50) で5分間保持する。~~

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下, ~~α-ナフチルアミン~~ 1-ナフチルアミンとして1.0μg/g以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.7gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に250mLとし, この液50mLを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III)法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液1mL=15.11mg  $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$

### 食用赤色2号アルミニウムレーキ

Food Red No.2 Aluminium Lake

アマランスアルミニウムレーキ

定義 本品は, アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ, これに「食用赤色2号」を吸着させ, ろ過, 乾燥, 粉碎して得られたものである。

含量 本品は, 3-ヒドロキシ-4-[(スルホナトナフタレン-1-イル)ジアゼニル]ナフタレン-2, 7-ジスルホン酸三ナトリウム( $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3=604.487$ )として10.0%以上を含む。

性状 本品は, 帯紫赤色の微細な粉末で, においが無い。

~~確認試験 (1) 本品0.1gに硫酸5mLを加え, 水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき, 液は, 紫色を呈する。冷後, 上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき, 液は, 帯紫赤色を呈する。~~

~~(2)(1)~~ (1) 本品0.1gに硫酸(1→20) 5mLを加え, よくかき混ぜた後, ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に, 測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように, この液1~10mLを量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は, 波長518~522nmに極大吸収部がある。

~~(3)(2)~~ (2) 本品 0.10.2 gに塩酸(1→4) 10mL20mLを加え, 水浴中で 5分間加熱して後, よく振り混ぜて大部分を溶かし, 活性炭 0.51.0 gを加え, よく振り混ぜた後, ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和, pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は, アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

(2) ~~重金属 Pbとして20µg/g以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~ 鉛 Pbとして5µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Baとして500µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))~~

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6時間)

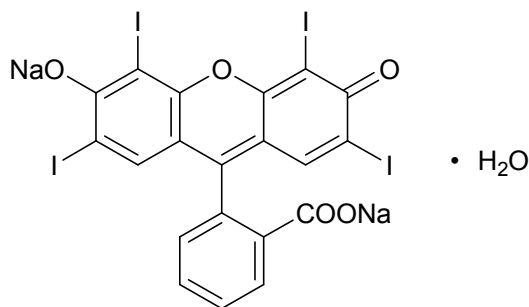
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 15.11mg C<sub>20</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>10</sub>S<sub>3</sub>

### 食用赤色3号

Food Red No. 3

エリスロシン



C<sub>20</sub>H<sub>6</sub>I<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>5</sub> • H<sub>2</sub>O

分子量 897.87

Disodium 2-(2,4,5,7-tetraiodo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate monohydrate

[16423-68-0, 無水物]

定義 本品は, 2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサテン-9-イル)安息香酸二ナトリウム ~~1~~2水和物を主成分とする。

含量 本品は, 2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサテン-9-イル)安息香酸二ナトリウム ~~1~~2水和物 (C<sub>20</sub>H<sub>6</sub>I<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>5</sub> • H<sub>2</sub>O) として85.0%以上を含む。

性状 本品は, ~~赤~褐色~~こい黄赤~こい赤色の粉末又は粒で, においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→1,000)は, 帯青赤色を呈する。~~

(2) ~~本品の水溶液(1→1,000)5mLに塩酸1mLを加えるとき, 赤色の沈殿を生じる。~~

(3) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は, 褐黄色を呈し, この液2~3滴を水5mLに加えるとき, だいたい赤色の沈殿を生じる。~~

(4) 本品0.1gに~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) 500mLを加えて溶かし, た液は, あざやかな黄みの赤色を呈する。この液3 mLに~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて200mLとした液は, 波長524~528nmに極大吸収部がある。

pH 6.5~10.0 (1.0g, 水100mL)

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

~~(2) 液性 pH6.5~10.0(1.0g, 水 100ml)~~

~~(3)(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 2.0%以下 (タール色素試験法)~~

試料約 0.1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 100mL とし, この液 20mL を正確に量り, 水に溶かして正確に 50mL とし検液とし, タール色素試験法により試験を行う。

~~(4)(3) ヨウ化物 0.4%以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 重金属 Zn として 200 $\mu$ g/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(1))~~

~~Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (タール色素試験法, 第 2 法)

(5) 亜鉛 Zn として 200 $\mu$ g/g 以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(1))

~~(6)(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 $\mu$ g/g 以下 (タール色素試験法)~~

~~(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))~~

(7) 副成色素 4%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 530nm

濃度勾配 A : B (80 : 20) で 30 分間保持し, A : B (80 : 20) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を 8 分間行い, A : B (30 : 70) で 12 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後, 0~50 分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 レソルシノール, フタル酸, フルオレセイン 総量として 0.1% 以下

2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸 0.2%以下

本品約 0.1 g を精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かして正確に 100mL とし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で 24 時間乾燥したレソルシノール, フタル酸, フルオレセイン及び 2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸それぞれ約 10mg ずつを精密に量り, レソルシノール, フタル酸及び 2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸はアセトニトリル 5 mL に, フルオレセインはアンモニア水 (1 → 25) 5 mL にそれぞれ溶かして酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に 100mL とする。これらの液 10mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし, 標準原液とする。標準原液 1 mL, 5 mL, 10mL 及び 50mL を正確に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし, 標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り, 以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により検液のフタル酸, レソルシノール, フルオレセイン及び 2 - (2, 4 - ジヒドロキシ - 3, 5 - ジョードベンゾイル) 安息香酸の量をそれぞれ求める。

操作条件

測定波長 223nm

濃度勾配 A : B (80 : 20) で 30 分間保持し, A : B (80 : 20) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を 8 分間行い, A : B (30 : 70) で 12 分間保持する。

乾燥減量 12.0%以下 (135°C, 6 時間)

定量法 本品約 1 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 100mL とし, この液 50mL を正

確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の質量法により定量する。

$$\text{食用赤色 3 号 (C}_{20}\text{H}_6\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 2.148}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

### 食用赤色 3 号アルミニウムレーキ

Food Red No. 3 Aluminium Lake  
エリスロシンアルミニウムレーキ

**定 義** 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用赤色 3 号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

**含 量** 本品は、2- (2, 4, 5, 7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサンテン-9-イル) 安息香酸二ナトリウム ~~1-~~水和物 (C<sub>20</sub>H<sub>6</sub>I<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>5</sub> · H<sub>2</sub>O = 897.87) として 10.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、あざやかな紫みの赤～あざやかな赤色の微細な粉末で、においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品 0.1g に硫酸 5ml を加え、水浴中で時々振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、液は、淡褐だいたい色を呈する。冷後、上澄液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、だいたい赤色の沈殿が生じる。~~

~~(2)~~ (1) 本品 0.1g に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 5 ~~ml~~ ml を加え、水浴 ~~中~~ 中 で加熱して溶かし、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 ~~ml~~ ml とする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が 0.2～0.7 の範囲になるように、この液 0.5～5 ~~ml~~ ml を量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 ~~ml~~ ml とした液は、波長 524～528nm に極大吸収部がある。

~~(3)~~ (2) 本品 ~~0.10.2~~ g に塩酸 (1→4) ~~10ml~~ 20ml を加え、水浴中で 5 分間加熱して後、よく振り混ぜて 大部分を溶かし、活性炭 ~~0.51.0~~ g を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて 中和 pH 試験紙を用いて pH 3～4 に調整 した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

(2) ヨウ化物 0.2%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(3) 重金属 Zn として 50µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(1))  
Pb として 20µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(3) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) バリウム Ba として 500µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(5) 亜鉛 Zn として 50µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5)~~ (6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(6) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(2))~~

**乾燥減量** 30.0%以下 (135°C, 6 時間)

**定 量 法** 本品約 0.1g を精密に量り、100 ~~ml~~ ml のビーカーに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 50 ~~ml~~ ml を加えて溶かし、500 ~~ml~~ ml のメスフラスコに移す。次に ~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) でビーカーを洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、~~酢酸アンモ~~

~~ニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 500~~mL~~ とし、試料液とする。次に、測定する吸光度が 0.2~0.7 の範囲になるように試料液 10~20~~mL~~ の一定量を正確に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 200~~mL~~ とし、検液とする。検液の波長 526nm における吸光度 A を測定し、次式により含量を求め

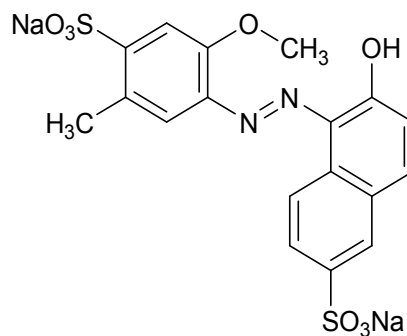
$$\text{食用赤色 3 号 (C}_{20}\text{H}_6\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{A \times 0.1}{0.111 \times S \times \text{試料の摂取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

ただし、S：検液の調製に用いた試料液の ~~mL~~ 数

### 食用赤色 40 号

Food Red No. 40

アルラレッド AC



$\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$

分子量 496.42

Disodium 6-hydroxy-5- [(2-methoxy-5-methyl-4-sulfonatophenyl) diazenyl] naphthalene-2-sulfonate [25956-17-6]

**定 義** 本品は、4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものであり、6-ヒドロキシ-5- [(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル) ジアゼニル] ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

**含 量** 本品は、6-ヒドロキシ-5- [(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル) ジアゼニル] ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$ ) として 85.0% 以上を含む。

**性 状** 本品は、暗い黄赤~暗い赤色又はこい黄みの赤色の粉末又は粒で、においが無い。

**確認試験** (1) ~~本品の水溶液(1→1,000)は、赤色を呈する。~~

(2) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は、暗赤紫色を呈し、この液 2~3 滴を水 5mL に加えるとき、液は、赤色を呈する。~~

(3) ~~本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 100~~mL~~ を加えて溶かし、た液は、あざやかな黄みの赤~あざやかな赤色を呈する。 この液 1 ~~mL~~ に ~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) を加えて 100~~mL~~ とした液は、波長 497~501nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

~~(4)(3)~~ 鉛 Pbとして~~10~~2 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

~~(5)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法)

~~(6)(5)~~ 低スルホン化副成色素 1.0%以下

本品約0.1gを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 $\Rightarrow$ 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100mLとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素をそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 $\Rightarrow$ 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, それぞれ正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素(1))により, 検液のクレシジンスルホン酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素の量を求め, その合計値を求める。

操作条件

測定波長 ~~515~~510nm

移動相—A ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 $\Rightarrow$ 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)

移動相 B ~~メタノール~~アセトニトリル/水混液(7:3)

濃度勾配 A:B(100:0)で10分間保持し, A:B(100:0)から~~(0:100)~~(40:60)までの直線濃度勾配を~~50~~40分間行い, 10分間保持する。

~~(7)(6)~~ 高スルホン化副成色素 1.0%以下

~~(6)(5)~~の検液20 $\mu$ lを量り, ~~検液とする。~~を用いて試験を行う。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素をそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 $\Rightarrow$ 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, それぞれ正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素(1))により, ~~(6)(5)~~の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 検液のクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素の量を求め, その合計値を求める。

~~(8)(7)~~ 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム 0.3%以下

~~(6)(5)~~の検液20 $\mu$ lを量り, ~~検液とする。~~を用いて試験を行う。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム~~0.0100g約10mg~~を精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 $\Rightarrow$ 1,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, 正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により, 検液の6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウムの量を求める。

操作条件

測定波長 ~~290~~238nm

移動相 A ~~酢酸アンモニウム溶液(7.7 $\Rightarrow$ 1,000)~~, ~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~

移動相 B ~~メタノール~~アセトニトリル/水混液(7:3)

濃度勾配 A:B(100:0)で10分間保持し, A:B(100:0)から~~(0:100)~~(40:60)までの直線濃度勾配を~~50~~40分間行い, 10分間保持する。

~~(9)(8)~~ 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下

~~(6)~~(5)の検液  $20\mu\text{l}$  を量り、~~検液とする~~を用いて試験を行う。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸  $0.0100\text{g}$  約  $10\text{mg}$  を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、正確に  $100\text{mL}$  とし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により、~~(8)~~(7)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸の量を求める。

~~(10)~~(9) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 1.0%以下

~~(6)~~(5)の検液  $20\mu\text{l}$  を量り、~~検液とする~~を用いて試験を行う。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム  $0.0100\text{g}$  約  $10\text{mg}$  を精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて溶かし、正確に  $100\text{mL}$  とし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により、~~(8)~~(7)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウムの量を求める。

~~(11)~~(10) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下、2-メトキシ-5-メチルアニリンとして  $10\mu\text{g/g}$  以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に  $250\text{mL}$  とし、この液  $50\text{mL}$  を正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法(i)により定量する。

$0.1\text{mol/L}$  ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液  $1\text{mL}$  =  $12.41\text{mg}$   $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$

### 食用赤色 40 号アルミニウムレーキ

Food Red No. 40 Aluminium Lake

アルラレッドACアルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用赤色 40 号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、6-ヒドロキシ-5-[(2-メトキシ-5-メチル-4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2$  = 496.42) として10.0%以上を含む。

性状 本品は、だいたいあざやかな黄赤～あざやかな黄みの赤色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.1gに硫酸5mLを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、暗紫赤色を呈する。冷後、上澄液2～3滴を水5mLに加えるとき、液は、赤色を呈する。~~

~~(2)~~(1) 本品0.1gを量り、アンモニア水 (~~4.1~~→10025)  $60\text{mL}$  を加え、沸騰するまで加熱し、約  $40\text{mL}$  とした後、放冷して遠心分離する。その上澄液をとり、残留物に水  $10\text{mL}$  を加えてよく混和し、再度遠心分離する。両上澄液を合わせ、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて  $100\text{mL}$  とする。次に、測定する吸光度が0.2～0.7の範囲になるように、この液  $1\sim 10\text{mL}$  を量り、~~酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて  $100\text{mL}$  とした液は、波長497～501nmに極大吸収部がある。

~~(3)~~(2) 本品  $0.10.2\text{g}$  に塩酸 (1→4)  $10\text{mL}$   $20\text{mL}$  を加え、水浴中で 5分間加熱して後、よく振り混



ぜて溶かし、活性炭 ~~0.5~~1.0 g を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて 中和 pH 試験紙を用いて pH3 ~ 4 に調整 した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

~~(3)(2) 鉛 Pb として 10~~5 µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2)の試料液 10ml を量り, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 1.0ml に塩酸(1→4)を加えて 20ml とする。検液及び比較液につき, 鉛試験法第1法により試験を行う。~~

~~(4)(3) バリウム Ba として 500µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)~~

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>として 4.0~~3 µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(6) 低スルホン化副成色素 1.0%以下(含量 85.0%として)~~

~~本品 0.10g を量り, アンモニア水(4→100)60ml を加え, 沸騰するまで加熱し, 約 40ml とした後, 放冷して遠心分離する。その上澄液をとり, 残留物にメタノール 10ml を加えて, よく混和し, 再度遠心分離する。両上澄液を合わせ, 酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000)を加えて正確に 100ml とし, これを検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(6)を準用する。~~

~~(7) 高スルホン化副成色素 1.0%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(7)を準用する。~~

~~(8) 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸-ナトリウム 0.3%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(8)を準用する。~~

~~(9) 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(9)を準用する。~~

~~(10) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 1.0%以下(含量 85.0%として)~~

~~(6)の検液 20µl を量り, 検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(10)を準用する。~~

~~(11) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして 0.01%以下(含量 85.0%として)~~

~~タール色素として本品 0.85g を量り, 酢酸エチル 70ml を加え, 時々振り混ぜながら 1 時間放置した後, 乾いた定量分析用ろ紙(5 種 C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を酢酸エチル 10ml ずつで 3 回洗い, 洗液を先のろ液に加える。このろ液を, 塩酸(3→10)10ml で 3 回抽出し, 塩酸抽出液を合わせ, 水を加えて正確に 50ml とし, 試料液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(11)を準用する。~~

**乾燥減量** 30.0%以下 (135°C, 6 時間)

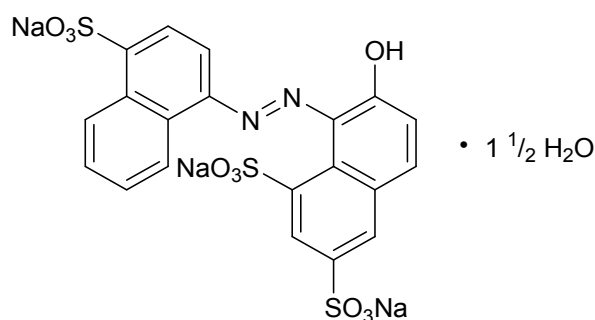
**定量法** 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約 20ml となるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 ml = 12.41mg  $C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$

食用赤色 102 号

Food Red No. 102

ニューコクシン



$C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$

分子量 631.50

Trisodium 7-hydroxy-8- [(4-sulfonatophenyl)diazenyl] naphthalene-1,3-disulfonate sesquihydrate [2611-82-7, 無水物]

**定 義** 本品は、4-アミノ-1-ナフトレンスルホン酸をジアゾ化し、7-ヒドロキシ-1,3-ナフトレンジスルホン酸とカップリングさせた後、塩析し、精製して得られたものである。7-ヒドロキシ-8-[(4-スルホナトナフトレン-1-イル)ジアゼニル]ナフトレン-1,3-ジスルホン酸三ナトリウム  $1\frac{1}{2}$ 水和物を主成分とする。

**含 量** 本品は、7-ヒドロキシ-8-[(4-スルホナトナフトレン-1-イル)ジアゼニル]ナフトレン-1,3-ジスルホン酸三ナトリウム  $1\frac{1}{2}$ 水和物 ( $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$ ) として85.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、~~赤~~暗赤 こい黄赤～こい赤色の粉末又は粒で、においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は、赤色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は、紫赤色を呈し、この液2～3滴を水5mLに加えるとき、液は、黄赤色を呈する。~~

(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mLを加えて溶かし、た液はあざやかな黄赤～あざやかな赤色を呈する。この液1mLに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は、波長506～510nmに極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として8.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4)(3) 鉛 Pbとして10.2μg/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) ヒ素  $As_2O_3$ として4.0.3μg/g以下 (タール色素試験法)

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))~~

(5) 副成色素 1%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により以下の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 510nm

濃度勾配 A : B (100 : 0)から(40 : 60)までの直線勾配を30分間行い、A : B (40 : 60)で5分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後0～35分の間

- (6) 未反応原料及び反応中間体 ~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし正確に100mLとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウムをそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)~~ 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし、それぞれ正確に100mLとし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により、検液の~~4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム~~、4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸ナトリウム四水和物、7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム及び7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

~~移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル~~

濃度勾配 ~~A液を100%で5分間保持した後, A : B (100 : 0)から(70 : 30)~~ (40 : 60) までの直線濃度勾配を50分間行う。い, A : B (40 : 60) で5分間保持する。

- (7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下 ~~α-ナフチルアミン~~ 1-ナフチルアミンとして1.0μg/g以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

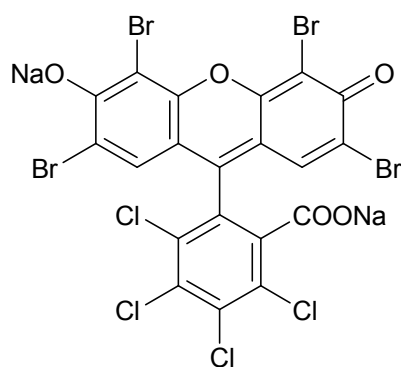
定量法 本品約1.7gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mLとし、この液50mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~ 塩化チタン(III)法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン(III) 溶液 1mL = 15.79mg  $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3 \cdot 1 \frac{1}{2}H_2O$

食用赤色 104 号

Food Red No. 104

フロキシシ



$C_{20}H_2Br_4Cl_4Na_2O_5$

分子量 829.63

Disodium 3,4,5,6-tetrachloro-2-(2,4,5,7-tetrabromo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate  
[18472-87-2]

**定義** 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラブロモ-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウムを主成分とする。

**含量** 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラブロモ-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウム ( $C_{20}H_2Br_4Cl_4Na_2O_5$ ) として 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、~~赤～暗赤褐~~こい黄赤～こい赤色の粉末又は粒で、においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は、だいたい赤色を呈し、緑黄色の蛍光を発する。~~

~~(2) 本品の水溶液(1→1,000)5mlに塩酸1mlを加えるとき、淡赤色の沈殿を生じ、蛍光は消える。~~

~~(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は、帯褐黄色を呈し、蛍光は発せず、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、淡赤色の沈殿を生じ、蛍光は発しない。~~

~~(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)200mlを加えて溶かし、た液はあざやかな黄みの赤色を呈し、あざやかな黄赤色の蛍光を発する。この液1mlに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mlとした液は、波長536～540nmに極大吸収部がある。~~

**pH** 6.5～10.0 (1.0g, 水100mL)

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

~~(2) 液性 pH6.5～10.0 (1.0g, 水100ml)~~

~~(3)~~ (2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(4)~~ (3) 臭化物 1.0%以下 (タール色素試験法)

~~(5) 重金属 Znとして200μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(1))~~

~~Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (タール色素試験法, 第2法)

(5) 亜鉛 Znとして200μg/g以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(1))

(6) ヒ素  $As_2O_3$ として 4.03μg/g以下 (タール色素試験法)

~~(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))~~

(7) 副成色素, 未反応原料及び反応中間体 6%以下

本品約0.1gを精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)に溶かして正確に100mlと

し検液とする。検液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主色素ピーク面積の1000分の1をAとし、検液注入後、0～30分の間に現れるAより大きいピーク面積の総和をA<sub>T</sub>とし、主色素ピーク以外のピークを副成色素、未反応原料及び反応中間体としてその面積の和をA<sub>O</sub>とし、次式によりその含量を求める。

$$\text{副成色素, 未反応原料及び反応中間体の量 (\%)} = \frac{A_O}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

濃度勾配 A:B (75:25) から (10:90) までの直線濃度勾配を25分間行い、A:B (10:90) で5分間保持する。

流量: 1 mL/分

面積測定範囲 検液注入後0～30分の間

(8) ヘキサクロロベンゼン 5.0µg/g以下

本品約 0.02g20mg を精密に量り、50mLの遠心管に入れ、水 30mLを加えて溶かし、ヘキサン 10mLを正確に加え、5分間振り混ぜる。ヘキサン層を栓付試験管にとり、無水硫酸ナトリウム 0.5gを加えて振り混ぜ、ヘキサン層をとる。別にヘキサクロロベンゼン 0.01g約 10mg を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mLとし、この液 5mLを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mLとし、この液 1mLを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100mLとする。この液 1mL, 1mL, 2mL, 3mL及び6mLを正確に量り、ヘキサンを加えてそれぞれ正確に 50mL, 10mL, 10mL, 10mL及び10mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。次に標準液のヘキサクロロベンゼンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のヘキサクロロベンゼンのピーク面積から検液中のヘキサクロロベンゼンの量を求める。

#### 操作条件

検出器 電子捕獲型検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 5%ジフェニル 95%ジメチルポリシロキサンを 0.25µmの厚さで被覆したものの。

カラム温度 60℃で1分間保持し、その後、280℃まで昇温し、280℃に到達後、を5分間保持する。昇温条件は、ヘキサクロロベンゼンのピークが他のピークと分離し、10～15分後に現れるように調整する。

注入口温度 260℃

検出器温度 300℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素

流量 ヘキサクロロベンゼンのピークが10～15分後に現れるように調整する。

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

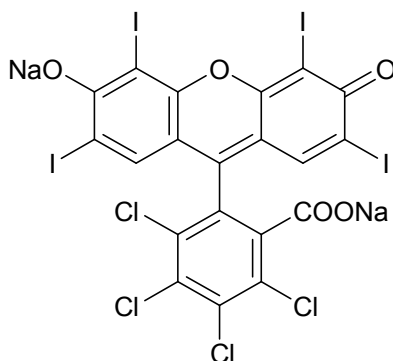
定量法 本品約1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mLとし、この液50mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の質量法により定量する。

$$\text{食用赤色 104 号 (C}_{20}\text{H}_2\text{Br}_4\text{Cl}_4\text{Na}_2\text{O}_5\text{) の含量(\%)} = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 2.112}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100(\%)$$

### 食用赤色 105 号

Food Red No. 105

ローズベンガル



$\text{C}_{20}\text{H}_2\text{Cl}_4\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5$

分子量 1017.64

Disodium 3,4,5,6-tetrachloro-2-(2,4,5,7-tetraiodo-6-oxido-3-oxo-3H-xanthen-9-yl)benzoate  
[632-69-9]

定義 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、3,4,5,6-テトラクロロ-2-(2,4,5,7-テトラヨード-6-オキシド-3-オキソ-3H-キサナンテン-9-イル)安息香酸二ナトリウム ( $\text{C}_{20}\text{H}_2\text{Cl}_4\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5$ ) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~帯紫赤～赤褐~~ごく暗い黄赤～暗い紫みの赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→1,000)は、帯青赤色を呈する。~~

(2) ~~本品の水溶液(1→1,000)5mlに塩酸1mlを加えるとき、帯青赤色の沈殿を生じる。~~

(3) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は、褐黄色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、帯青赤色の沈殿を生じる。~~

(4) 本品 0.1g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L) 200mLを加えて溶かし、た液は、あざやかな黄みの赤～赤色を呈し、この液 1mLに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて 100mLとした液は、波長 546～550nm に極大吸収部がある。

pH 6.5～10.0 (1.0g, 水 100mL)

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) ~~液性 pH6.5～10.0(1.0g, 水 100ml)~~

~~(3)(2)~~ 塩化物及び硫酸塩 総量として 5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(4)(3)~~ ヨウ化物 0.4%以下 (タール色素試験法)

~~(5) 重金属 Znとして 200µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(1))~~

~~Pbとして 20µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(4) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(5) 亜鉛 Znとして 200µg/g以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(1))

(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g以下 (タール色素試験法)

~~(7) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(2))~~

(7) 副成色素, 未反応原料及び反応中間体 4.5%以下

本品約0.1gを精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) に溶かして正確に100mLとし  
検液とする。検液の一定量を量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主  
色素ピーク面積の1000分の1をAとし, 検液注入後, 0~30分の間に現れるAより大きいピーク  
面積の総和をA<sub>T</sub>とし, 主色素ピーク以外のピークを副成色素, 未反応原料及び反応中間体とし  
てその面積の和をA<sub>O</sub>とし, 次式によりその含量を求める。

$$\text{副成色素, 未反応原料及び反応中間体の量 (\%)} = \frac{A_O}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

濃度勾配 A : B (75 : 25) から (10 : 90) までの直線濃度勾配を25分間行い, A : B (10 : 90)  
で5分間保持する。

流量 : 1 mL/分

面積測定範囲 検液注入後0~30分の間

(8) ヘキサクロロベンゼン 6.5µg/g以下

「食用赤色104号」の純度試験(8)を準用する。

**乾燥減量** 10.0%以下(135°C, 6時間)

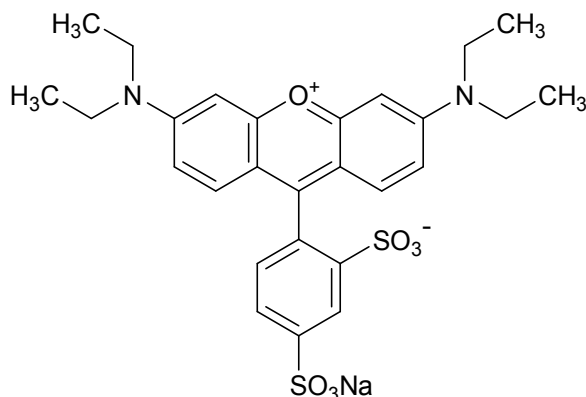
**定量法** 本品約1gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に100mLとし, この液50mLを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の質量法により定量する。

$$\text{食用赤色105号 (C}_{20}\text{H}_2\text{Cl}_4\text{I}_4\text{Na}_2\text{O}_5\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 2.090}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

#### **食用赤色106号**

Food Red No.106

アシッドレッド



$C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$

分子量 580.65

Monosodium 6- [3,6-bis(diethylamino)xanthenium-9-yl] benzene-1, 3-disulfonate [3520-42-1]

**定義** 本品は、6- [3, 6-ビス (ジエチルアミノ) キサンテニウム-9-イル] ベンゼン-1, 3-ジスルホン酸-ナトリウムを主成分とする。

**含量** 本品は、6- [3, 6-ビス (ジエチルアミノ) キサンテニウム-9-イル] ベンゼン-1, 3-ジスルホン酸-ナトリウム ( $C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$ ) として85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、紫褐色暗い黄赤～暗い黄みの赤色，又はごく暗い赤みの紫～ごく暗い赤紫色の粉末又は粒で，においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は，帯青赤色を呈し，淡黄色の蛍光を発する。~~

~~(2) 本品の水溶液(1→1,000)5mLに塩酸1mLを加えるとき，液は，赤色に変わり，蛍光色は変わらない。~~

~~(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は，だいたい黄色を呈し，緑黄色の蛍光を発し，この液2～3滴を水5mLに加えるとき，液は，帯青赤色を呈し，わずかに緑黄色の蛍光を発する。~~

(4) 本品 0.1g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 500mLを加えて溶かした液は，こい赤紫色を呈し，この液 3 mL に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 200mLとした液は，波長 564～568nm に極大吸収部がある。

pH 6.5～10.0 (1.0g, 水 100mL)

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

~~(2) 液性 pH6.5～10.0(1.0g, 水 100ml)~~

~~(3) (2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 5.0%以下 (タール色素試験法)~~

~~(4) 重金属 Cr として 25µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(2))~~

~~Mn として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(4))~~

~~Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

~~ただし，クロムの試験の場合，試料液及び空試験液は，それぞれ 10.0mL ずつを用いる。~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) マンガン Mn として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

(5) クロム Cr として 25µg/g 以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

試料液 20mL, 塩酸 (1→4) 10mL 及び水を加えて 50mL とし，検液とする。空試験液は，試料



を用いずに検液の調製と同様に操作した液とする。別に、クロム標準液 4 mL、塩酸（1→4）10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。検液、比較液及び空試験液につき、タール色素試験法に準じて試験を行うとき、検液と空試験液の吸光度の差は、比較液の吸光度以下である。

~~(5)~~(6) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下（タール色素試験法）

~~(6)~~—他の色素（タール色素試験法、他の色素(3)）

(7) 副成色素，未反応原料及び反応中間体 10%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) を加え、必要があれば超音波処理で溶かし、酢酸アンモニウム試液 (0.02 mol/L) で正確に 100 mL とし検液とする。検液の一定量を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中の主色素ピーク面積の 1000 分の 1 を A とし、検液注入後、0～35 分の間に見れる A より大きいピーク面積の総和を  $A_T$  とし、主色素ピーク以外のピークを副成色素，未反応原料及び反応中間体としてその面積の和を  $A_O$  とし、次式によりその含量を求める。

$$\text{副成色素，未反応原料及び反応中間体の量 (\%)} = \frac{A_O}{A_T} \times \text{含量 (\%)}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光度計又はフォトダイオードアレイ検出器（測定波長 254 nm）

カラム充填剤 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 40°C 付近の一定温度

濃度勾配 A : B (70 : 30) から (20 : 80) までの直線濃度勾配を 30 分間行い、A : B (20 : 80) で 5 分間保持する

流量：1 mL/分

面積測定範囲 検液注入後 0～35 分の間

乾燥減量 10.0%以下 (135°C，6 時間)

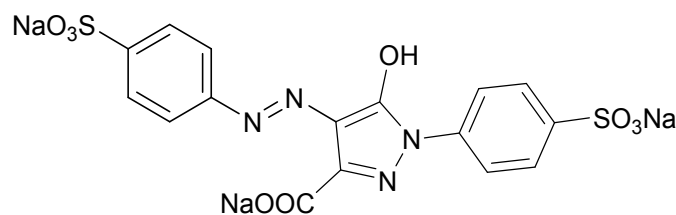
定量法 本品約 3 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 mL とし、この液 50 mL を正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 法 (iv) により定量する。

0.1 mol/L ~~三塩化チタン~~ 塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 29.03 mg  $C_{27}H_{29}N_2NaO_7S_2$

#### 食用黄色 4 号

Food Yellow No. 4

タートラジン



$C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

分子量 ~~534.37~~ 534.36

Trisodium 5-hydroxy-1-(4-sulfonatophenyl)-4-[(4-sulfonatophenyl) diazenyl]-1H-pyrazole-3-carboxylate [1934-21-0]

**定 義** 本品は、4-アミノベンゼンスルホン酸をジアゾ化し、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸とカップリングさせ、塩析、精製して得られたものであり、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウムを主成分とする。

**含 量** 本品は、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム (C<sub>16</sub>H<sub>9</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>9</sub>S<sub>2</sub>) として 85.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、~~だいたい黄~~だいたいあざやかな赤みの黄～あざやかな黄赤色の粉末又は粒、においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は、黄色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は、黄色を呈し、この液2～3滴を水5mlに加えるとき、液は、黄色を呈する。~~

~~(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mlを加えて溶かした液はあざやかな黄色を呈し、この液1mlに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mlとした液は、波長426～430nmに極大吸収部がある。~~

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として6.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (タール色素試験法、重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (タール色素試験法、第1法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下 (タール色素試験法)

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法、他の色素(1))~~

(5) 副成色素1%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 430nm

濃度勾配 A : B (100 : 0) から (65 : 35) までの直線勾配を30分間行い、A : B (65 : 35) で5分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後0～35分の間

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り、~~酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて溶かし正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノベンゼンスルホン酸、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムをそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り、~~4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムは水酸化ナトリウム溶液(4→1,000)を加~~

~~えて溶かし、他は酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて溶かし、それぞれ正確に100mLとし、標準原液とする。ただし、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-~~(ジアゾアミノ)-~~ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの標準原液は用時調製する。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により検液の4-アミノベンゼンスルホン酸、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸、4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4,4'-~~(ジアゾアミノ)-~~ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

~~移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)、B アセトニトリル~~

濃度勾配 ~~A液を100%で5分間保持した後、~~A : B (100 : 0) から (65 : 35) までの直線勾配を30分間行い、A : B (65 : 35) で5分間保持する。

(7) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下(タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に250mLとし、この液50mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)法(iii)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)溶液1mL=13.36mg  $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$

#### 食用黄色4号アルミニウムレーキ

Food Yellow No. 4 Aluminium Lake

タートラジナルミニウムレーキ

定義 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用黄色4号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

含量 本品は、5-ヒドロキシ-1-(4-スルホナトフェニル)-4-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]-1H-ピラゾール-3-カルボン酸三ナトリウム( $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2=534.376$ )として10.0%以上を含む。

性状 本品は、~~黄あざやかな黄~~明い黄赤色の微細な粉末で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.1gに硫酸5mLを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、黄色を呈する。冷後、上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき、液は、黄色を呈する。~~

~~(2)(1)~~ 本品0.1gに硫酸(1→20) 5mLを加え、よくかき混ぜた後、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて100mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液1~10mLを量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)~~を加えて100mLとした液は、波長426~430nmに極大吸収部がある。

~~(3)(2)~~ 本品0.10.2gに塩酸(1→4) 10mL20mLを加え、水浴中で5分間加熱して後、よく振り混ぜて溶かし、活性炭0.51.0gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(2) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Baとして500 $\mu$ g/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))~~

乾燥減量 30.0%以下 (135°C, 6時間)

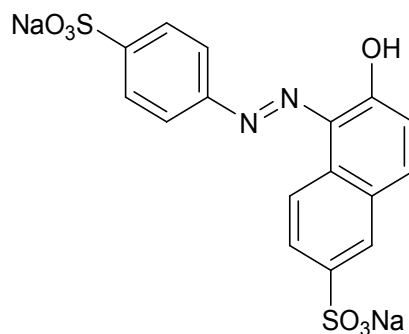
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り, タール色素レーキ試験法中の定量法(3)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1mL=13.36mg C<sub>16</sub>H<sub>9</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>3</sub>O<sub>9</sub>S<sub>2</sub>

### 食用黄色5号

Food Yellow No. 5

サンセットイエローFCF



C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>

分子量 452.37

Disodium 6-hydroxy-5-[(4-sulfonatophenyl) diazenyl]naphthalene-2-sulfonate [2783-94-0]

定義 本品は, 4-アミノベンゼンスルホン酸をジアゾ化し, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸とカップリングさせた後, 塩析し, 精製して得られたものであり, 6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は, 6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム (C<sub>16</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>) として85.0%以上を含む。

性状 本品は, ~~だいたいあざやかな黄赤～あざやかな黄みの赤色~~, 又はこい黄みの赤～こい赤色の粉末又は粒で, においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→1,000)は, だいたい色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は, だいたい赤色を呈し, この液2～3滴を水5mLに加えるとき, 液は, だいたい黄色を呈する。~~

~~(3) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mLを加えて溶かし~~液はあざやかな黄赤色を呈し, この液1mLに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は, 波長480～484nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法)

(5) 副成色素 スルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素 総量として5%以下。ただし, スルファニル酸アゾR塩以外の色素は2%以下

本品約0.1gを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(1.54 $\rightarrow$ 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かして正確に100 $\pm$ 1 $\mu$ Lとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素,~~及びスルファニル酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素を~~それぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(1.54 $\rightarrow$ 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かしてそれぞれ正確に100 $\pm$ 1 $\mu$ Lとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素(1))により, 検液のスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素の量を求め, その合計値を求める。ただし, 本条件ではアニリンアゾシェファー塩色素及びスルファニル酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素が分離しないため, スルファニル酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素をスルファニル酸アゾ $\beta$ -ナフトール色素として量を求める。

操作条件

測定波長 482nm

~~移動相 A-酢酸アンモニウム溶液(1.54 $\rightarrow$ 1,000), B-アセトニトリル~~

濃度勾配 A : B (100 : 0) で10分間保持し, A : B (100 : 0) から~~(0 : 100)~~ (40 : 60) までの直線濃度勾配を50分間行い, 10分間保持する。

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム, 6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンジスルホン酸)二ナトリウム及び4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 総量として0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り, ~~酢酸アンモニウム溶液(1.54 $\rightarrow$ 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, 正確に100 $\pm$ 1 $\mu$ Lとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1, 3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンジスルホン酸一ナトリウム, 6, 6'-オキシビス(2-ナフタレンジスルホン酸)二ナトリウム及び4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムをそれぞれ0.0100g約10mgずつを精密に量り, ~~4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムは水酸化ナトリウム溶液(4 $\rightarrow$ 1,000)を加えて溶かし, 他は酢酸アンモニウム溶液(1.54 $\rightarrow$ 1,000, pH8.0)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, それぞれ正確に100 $\pm$ 1 $\mu$ Lとし, 標準原液とする。ただし, 4, 4'- (ジアゾアミノ) -ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの標準原液は用時調製する。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)

により、検液の4-アミノベンゼンスルホン酸、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム、6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウムの量を求め、その合計値を求める。

#### 操作条件

測定波長 ~~4-アミノベンゼンスルホン酸 232nm~~  
~~7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム 232nm~~  
~~3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム 232nm~~  
~~6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム 232nm~~  
~~6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム 232nm~~  
~~4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム 358nm~~ 238nm

移動相 ~~A 酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000), B アセトニトリル~~

濃度勾配 A : B (100 : 0) で10分間保持し, A : B (100 : 0) から(0 : 100) (40 : 60) までの直線濃度勾配を50分間行い, 10分間保持する。

#### (7) 1-フェニルアゾ-2-ナフタレノール (スタン I) 1 µg/g 以下

試料約0.5gを精密に量り, 50mLの遠心管に入れ, 水10mLを加え, 超音波処理して溶解する。これにアセトニトリル5mLを加えよく混合する。更に酢酸エチル20mLを加えて1分間振とうした後, 毎分3000回転で1分間遠心分離し, 上層を分取する。下層に酢酸エチル20mLを加えて1分間振とうして, 遠心分離し, 上層を先の上層に合わせ, 40°Cで減圧下に蒸発乾固する。残留物をアセトニトリル/水混液(7 : 3)に溶解し, 正確に2mLとし, ポリテトラフルオロエチレン製メンブランフィルター(孔径0.45µm)でろ過し, 検液とする。別に1-フェニルアゾ-2-ナフタレノールを24時間減圧下で乾燥し, 約10mgを精密に量り, アセトニトリルを加え, 超音波処理して完全に溶解し, 正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り, アセトニトリル/水混液(7 : 3)を加えて正確に100mLとする。この液の適量を正確に量り, アセトニトリル/水混液(7 : 3)を加えて1mL中に1-フェニルアゾ-2-ナフタレノール0.05~0.5µgを含むように正確に希釈し, 標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20µLずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のピーク面積を測定し, 検量線を作成する。検液の1-フェニルアゾ-2-ナフタレノールのピーク面積を測定し, 検量線からその量を求める。

#### 操作条件

検出器 可視吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 485nm)

カラム充填剤 5µmのオクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ15~25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 アセトニトリル/水混液(7 : 3)

流量 1mL/分

#### (8) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして0.01%以下 (タール色素試験法)

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約1.3gを精密に量り, 水を加えて溶かして正確に250mLとし, この液50mLを正

確に量り，検液とし，タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法(i)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1mL=11.31mg  $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

### 食用黄色 5 号アルミニウムレーキ

Food Yellow No.5 Aluminium Lake

サンセットイエローFCF アルミニウムレーキ

**定義** 本品は，アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ，これに「食用黄色 5 号」を吸着させ，ろ過，乾燥，粉碎して得られたものである。

**含量** 本品は，6-ヒドロキシ-5-[(4-スルホナトフェニル)ジアゼニル]ナフタレン-2-スルホン酸二ナトリウム( $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2=452.37$ )として 10.0%以上を含む。

**性状** 本品は，~~だいたい黄あざやかな黄赤～あざやかな黄みの赤色又はこい黄みの赤～こい赤色~~の微細な粉末で，においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品 0.1g に硫酸 5mL を加え，水浴中で時々振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき，液は，だいたい赤色を呈する。冷後，上澄液 2～3 滴を水 5mL に加えるとき液は，だいたい黄色を呈する。~~

~~(2) (1)~~ 本品 0.1g に硫酸 (~~1~~→20) 5 mL を加え，よくかき混ぜた後，~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 mL とする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に，測定する吸光度が 0.2～0.7 の範囲になるように，この液 1～10 mL を量り，~~酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100 mL とした液は，波長 480～484nm に極大吸収部がある。

~~(3) (2)~~ 本品 ~~0.10.2~~g に塩酸 (1→4) ~~10mL~~20mL を加え，水浴中で ~~5 分間加熱して後~~，よく振り混ぜて溶かし，活性炭 ~~0.5~~1.0g を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて ~~中和~~pH 試験紙を用いて pH 3～4 に調整した液は，アルミニウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 20μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法，重金属(3))~~

~~(2) 鉛 Pb として 5μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)~~

(3) バリウム Ba として 500μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~3μg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 副成色素—スルファニルアゾ G 塩色素，スルファニル酸アゾ R 塩色素，スルファニル酸アゾ β-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファール塩色素—総量として 5%以下 (含量 85.0%として)。ただし，スルファニルアゾ R 塩色素以外の色素は 2%以下 (含量 85.0%として)。~~

~~本品約 0.1g を精密に量り，アンモニア水 (4→100) (1→25) 60mL を加え，沸騰するまで加熱し，約 40mL に濃縮した後，放冷して遠心分離する。その上澄液をとり，残留物に水 10mL を加えてよく混和し，再度遠心分離する。両上澄液を合わせ，酢酸アンモニウム溶液 (7.7→1,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて正確に 100mL とし，これを検液とする。以下「食用黄色 5 号」の純度試験(5)を準用する。~~

**乾燥減量** 30.0%以下(135℃，6時間)

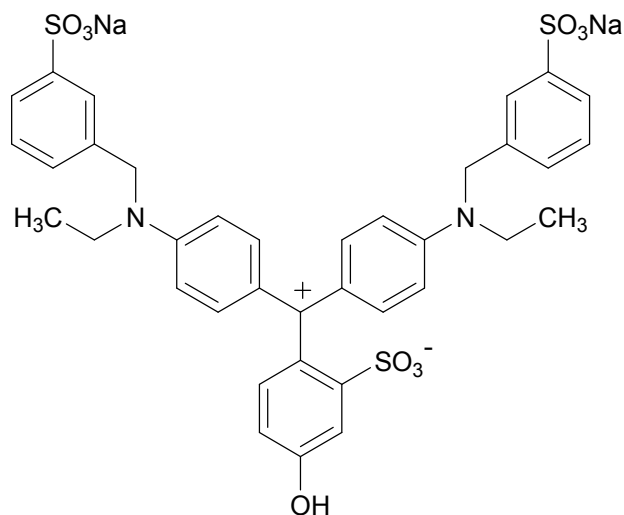
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約 20mL となるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(1)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 11.31mg  $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

### 食用緑色 3 号

Food Green No. 3

ファストグリーン FCF



$C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3$

分子量 808.85

Disodium

2-(bis{4-[N-ethyl-N-(3-sulfonatophenylmethyl)amino]phenyl}methyliumyl)-5-hydroxybenzenesulfonate [2353-45-9]

定義 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム ( $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3$ ) として 85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~金属光沢があり、ごく暗い赤みの黄~ごく暗い黄赤色又は暗い緑~暗い青緑色暗緑色の~~粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→2,000)は、青緑色を呈する。~~

(2) ~~本品の水溶液(1→1,000)5ml に塩酸 1ml を加えるとき、液は、褐色に変わる。~~

(3) ~~本品の水溶液(1→1,000)5ml に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1ml を加えるとき、液は、青紫色に変わる。~~

(4) ~~本品の硫酸溶液(1→100)は、だいたい色を呈し、この液 2~3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、緑色を呈する。~~

(5) ~~本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 200mL を加えて溶かした液は暗い青緑~こい青緑色を呈し、この液 1 mL に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 622~626nm~~



に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として5.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Crとして50 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(2))~~

~~Mnとして50 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(4))~~

~~Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) マンガン Mnとして50 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

(5) クロム Crとして50 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

~~(4)(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(4))~~

(7) 副成色素 6%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 625nm

濃度勾配 A : B (85 : 15) で5分間保持し, A : B (85 : 15) から (65 : 35) までの直線濃度勾配を10分間行い, (65 : 35) で20分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後, 0~35分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸 総量として0.5%以下, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸 0.3%以下, 2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸 0.5%以下

本品約0.1gを精密に量り, 酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし, 正確に100mLとし, 検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム及び2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウムをそれぞれ約10mgずつ精密に量り, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムは, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム (C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>CaNO<sub>6</sub>S<sub>2</sub>) として約10mgに対応する量を精密に量り, 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) でそれぞれ正確に100mLとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により検液の2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム並びに2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウムの量を求める。ただし, 2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムに対する3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの相対保持時間は約0.66及び約0.69であり, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムは2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの検量線によりその量を求める。

ここに得た2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの量に0.894, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムの量に0.907, 2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸ナトリウムの量に0.9023を乗じて, 2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸並びに2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸の

量を求める。

#### 操作条件

測定波長 2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸及び3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸 254nm

2-ホルミル-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸 300nm

濃度勾配 A : B (85 : 15) で5分間保持し, A : B (85 : 15) から (65 : 35) までの直線濃度勾配を10分間行い, (65 : 35) で20分間保持する。

#### (9) 色素前駆体 (ロイコ体) 5%以下

(8)の検液を検液とする。食用緑色3号ロイコ体標準原液を用い, 以下タール色素試験法(色素前駆体)により, (8)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 検液の色素前駆体の量を求める。

乾燥減量 10.0%以下(135°C, 6時間)

定量法 本品約4.7gを精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に250mLとし, この液50mLを正確に量り, 検液とし, タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)法(ii)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)溶液 1mL=40.44mg  $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3$

### 食用緑色3号アルミニウムレーキ

Food Green No.3 Aluminium Lake

ファストグリーンFCFアルミニウムレーキ

定義 本品は, アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ, これに「食用緑色3号」を吸着させ, ろ過, 乾燥, 粉碎して得られたものである。

含量 本品は, 2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイリ)-5-ヒドロキシベンゼンスルホン酸二ナトリウム( $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_{10}S_3=808.85$ )として10.0%以上を含む。

性状 本品は, 暗緑青色の微細な粉末で, においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.1gに塩酸(1→4)5mLを加え, 水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき, ほとんど澄明に溶けて, 液は, 暗緑色を呈する。冷後, アンモニア試液を加えて中和するとき, 液は, 青緑色を呈し, 同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

~~(2) 本品0.1gに硫酸5mLを加え, 水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき, 液は, 暗だいたい色を呈する。冷後, 上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき, 液は, 緑色を呈する。~~

~~(3) 本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え, 水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき, ほとんど澄明に溶けて, 液は, 紫赤色を呈する。冷後, 塩酸(1→4)を加えて中和するとき, 液は, 青緑色を呈し, 同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

(4)(1) 本品0.1gに硫酸(1→20) 5mLを加え, よくかき混ぜた後, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて200mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に, 測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように, この液1~10mLを量り, 酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は, 波長622~626nmに極大吸収部がある。

~~(5)(2)~~ 本品 ~~0.10.2~~ g に塩酸 (1→4) ~~10ml~~20mL を加え、水浴中で ~~5分間~~加熱して後、よく振り混ぜて溶かし、活性炭 ~~0.51.0~~ g を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて ~~中和~~ pH 試験紙を用いて pH 3～4 に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(2) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Ba として 500µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0.3~~ µg/g 以下 (タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(3))~~

乾燥減量 30.0%以下(135°C, 6時間)

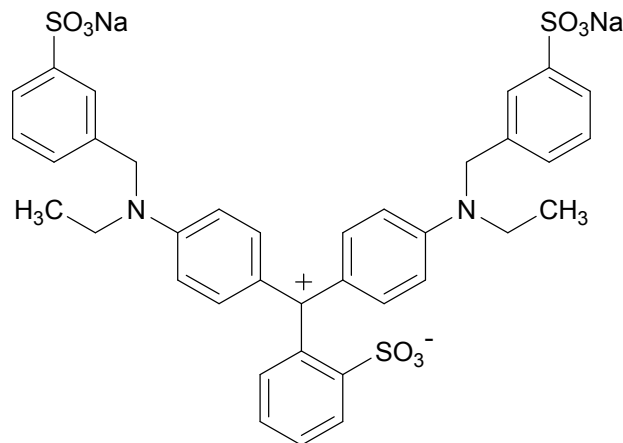
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液の消費量が約 20~~ml~~mL となるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(2)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 ~~ml~~mL = 40.44mg C<sub>37</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>10</sub>S<sub>3</sub>

### 食用青色1号

Food Blue No. 1

ブリリアントブルーFCF



C<sub>37</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub>

分子量 792.85

Disodium 2-(bis {4- [N-ethyl-N-(3-sulfonatophenyl)methyl] amino} phenyl} methyliumyl) benzenesulfonate [3844-45-9]

定義 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)ベンゼンスルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイル)ベンゼンスルホン酸二ナトリウム(C<sub>37</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub>)として85.0%以上を含む。

性状 本品は、金属光沢があり、~~帯赤~~暗い紫～暗い紫みの赤色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品の水溶液(1→2,000)は、青色を呈する。~~

- ~~(2) 本品の水溶液(1→1,000)5ml に塩酸 1ml を加えるとき、液は、暗黄緑色に変わる。~~
- ~~(3) 本品の硫酸溶液(1→100)は、暗だいたい色を呈し、この液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、緑色を呈する。~~
- ~~(4) 本品の水溶液(1→1,000)5ml に水酸化ナトリウム溶液(1→5)5ml を加えて水浴中で加熱するとき、液は、紫赤色に変わる。~~
- (5) 本品 0.1 g に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) 200mL を加えて溶かした液はあざやかな青～こい青色を呈し、この液 1mL に酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は、波長 628～632nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 4.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Cr として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(2))~~

~~Mn として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(4))~~

~~Pb として 20µg/g 以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) マンガン Mn として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

(5) クロム Cr として 50µg/g 以下 (タール色素試験法, マンガン及びクロム)

~~(4)(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03µg/g 以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(4))~~

(7) 副成色素 6%以下

タール色素試験法 (副成色素(2)) により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定波長 630nm

濃度勾配 A : B (90 : 10) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を 25 分間行い、5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後、0～30 分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 2-、3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸 総量として 1.5%以下、3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸 0.3%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて溶かし、正確に 100mL とし、検液とする。別に減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した 2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムは、約 10mg を精密に量り、3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムは 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウム(C<sub>15</sub>H<sub>15</sub>CaNO<sub>6</sub>S<sub>2</sub>)として約 10mg に対応する量を精密に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) でそれぞれ正確に 100mL とし標準原液とする。以下、タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により、検液の 2-、3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウム並びに 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムの量を求める。ただし、2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムについては標準原液 0.5mL、5mL、10mL 及び 20mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えてそれぞれ正確に 100mL とし、標準液とする。また、2-ホルミルベンゼ

ンスルホン酸ナトリウムに対する 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの相対保持時間は約 0.68 及び約 0.72 であり、3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムは2-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの検量線によりその量を求める。ここに得た2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸ナトリウムの量に 0.894, 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸カルシウムの量に 0.9073 を乗じて、2-, 3-及び4-ホルミルベンゼンスルホン酸並びに 3-[N-エチル-N-(4-スルホフェニル)アミノ]メチルベンゼンスルホン酸の量を求める。

(9) 色素前駆体 (ロイコ体) 5%以下

(8)の検液を検液とする。以下タール色素試験法 (色素前駆体) により検液の色素前駆体の量を求める。

操作条件

測定波長 254nm

濃度勾配 A : B (90 : 10) から (40 : 60) までの直線濃度勾配を 25 分間行い、5 分間保持する。

**乾燥減量** 10.0%以下(135°C, 6時間)

**定量法** 本品約 4.8g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とし、この液 50mL を正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の 三塩化チタン塩化チタン (III) 法(ii) により定量する。

0.1mol/L 三塩化チタン塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 39.64mg  $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$

**食用青色 1 号アルミニウムレーキ**

Food Blue No.1 Aluminium Lake

ブリリアントブルーFCF アルミニウムレーキ

**定義** 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用青色 1 号」を吸着させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

**含量** 本品は、2-(ビス{4-[N-エチル-N-(3-スルホナトフェニルメチル)アミノ]フェニル}メチリウムイリ)ベンゼンスルホン酸二ナトリウム ( $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3 = 792.85$ ) として 10.0%以上を含む。

**性状** 本品は、あざやかな青色の微細な粉末で、においが無い。

**確認試験** ~~(1) 本品 0.1g に塩酸(1→4)5ml を加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、ほとんど透明に溶け、液は、緑～暗緑色を呈する。冷後、アンモニア試液を加えて中和するとき、液は、青色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

~~(2) 本品 0.1g に硫酸 5ml を加え、水浴中で時々振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、液は、暗黄～暗灰褐色を呈する。冷後、上澄液 2～3 滴を水 5ml に加えるとき、液は、青～青緑色を呈する。~~

~~(3) 本品 0.1g に水酸化ナトリウム溶液(1→10)5ml を加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約 5 分間加熱するとき、ほとんど透明に溶けて、液は、紫赤～赤紫色を呈する。冷後、塩酸(1→4)を加えて中和するとき、液は、青～赤紫色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

~~(4)~~ (1) 本品 0.1g に硫酸 (1→20) 5 mL を加え、よくかき混ぜた後、酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 200mL とする。液が透明でないとき

は遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液1~10mLを量り、~~酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)~~酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は、波長628~632nmに極大吸収部がある。

~~(5)(2)~~本品0.10.2gに塩酸(1→4)10mL20mLを加え、水浴中で5分間加熱して後、よく振り混ぜて溶かし、活性炭0.51.0gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下(タール色素レーキ試験法)

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下(タール色素レーキ試験法, 重金属(3))~~

(2) 鉛 Pbとして5µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(3) バリウム Baとして500µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(タール色素レーキ試験法)

~~(5) 他の色素レーキ(タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(3))~~

乾燥減量 30.0%以下(135°C, 6時間)

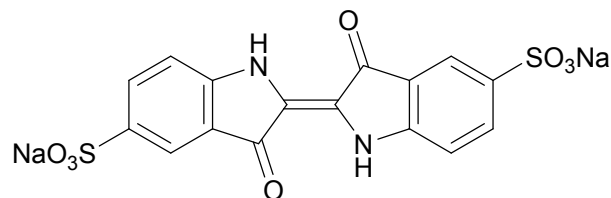
定量法 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(2)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III)溶液1mL=39.64mg C<sub>37</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub>

### 食用青色2号

Food Blue No.2

インジゴカルミン



C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>

分子量 466.35

Disodium 2, 2'-bi(3-oxo-1H-indolin-2-ylidene)-5, 5'-disulfonate [860-22-0]

定義 本品は、2, 2'-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 5'-ジスルホン酸二ナトリウムを主成分とする。

含量 本品は、2, 2'-ビ(3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン)-5, 5'-ジスルホン酸二ナトリウム(C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>)として85.0%以上を含む。

性状 本品は、~~暗紫青~暗紫褐~~ごく暗い紫みの青~ごく暗い紫色の粉末又は粒で、においが無い。

確認試験 (1) ~~本品の水溶液(1→2,000)は、紫青色を呈する。~~

~~(2) 本品の硫酸溶液(1→100)は、濃紫色を呈し、この液2~3滴を水5mLに加えるとき、液は、紫青色を呈する。~~

~~(3) 本品の水溶液(1→1,000)5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mLを加えるとき、液は、黄緑色に変わる。~~

~~(4) 本品0.1gに酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)100mL~~

を加えて溶かした液はこい緑みの青～こい青色，又はごく暗い緑みの青～ごく暗い青色を呈し，この液 1mL に 酢酸アンモニウム溶液 (3→2,000) 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) を加えて 100mL とした液は，波長 610～614nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 水不溶物 0.20%以下 (タール色素試験法)

(2) 塩化物及び硫酸塩 総量として 7.0%以下 (タール色素試験法)

~~(3) 重金属 Feとして 500µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(3))  
Pbとして 20µg/g以下 (タール色素試験法, 重金属(5))~~

(3) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (タール色素試験法, 第1法)

(4) 鉄 Feとして 500µg/g以下 (タール色素試験法, 亜鉛及び鉄(2))

~~(4)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g以下 (タール色素試験法)~~

~~(5) 他の色素 (タール色素試験法, 他の色素(1))~~

(6) 異性体 ((2, 2´-ビ (3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン) -5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウム) 18%以下)

本品約 0.1 g を精密に量り酢酸 (1→1000) に溶かして正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り，酢酸 (1→1000) を加えて正確に 20mL とし，検液とする。ただし，検液は用時調製する。検液を一定量ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液の主ピーク面積の 1000 分の 1 を A とし，検液中の，面積測定範囲内にある A より大きいピーク面積の総和を A<sub>T</sub> とし，2, 2´-ビ (3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン) -5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムのピーク面積を A<sub>B</sub> とする。次式により 2, 2´-ビ (3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン) -5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムの量を求める。ただし，食用青色 2 号に対する 2, 2´-ビ (3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン) -5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムの相対保持時間は約 1.22 である。

2, 2´-ビ (3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン) -5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムの量(%)

$$= \frac{A_B}{A_T} \times \text{含量} (\%)$$

#### 操作条件

検出器 可視吸光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 610 nm)

カラム充填剤 5µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

流量 1 mL/分

移動相 A 酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L)

移動相 B アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

濃度勾配 A : B (95 : 5) で 5 分間保持し, A : B (95 : 5) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を 25 分間行い, 5 分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後, 0～35 分の間

(7) 副成色素 1%以下 (2, 2´-ビ (3-オキソ-1H-インドリン-2-イリデン) -5, 7´-ジスルホン酸二ナトリウムを除く)

タール色素試験法（副成色素(2)）により次の操作条件で試験を行う。ただし、(6)の検液を検液とし、検液中の主色素ピーク及び2, 2'-ビ（3-オキソ-1*H*-インドリン-2-イリデン）-5, 7'-ジスルホン酸二ナトリウムのピーク以外のピーク面積の和をA<sub>s</sub>とする。

#### 操作条件

測定波長 610nm

濃度勾配 A : B (95 : 5) で5分間保持し、A : B (95 : 5) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を25分間行い、5分間保持する。

面積測定範囲 検液注入後、0～35分の間

(8) 未反応原料及び反応中間体 2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸、2-アミノ-5-スルホ安息香酸及び2-アミノ安息香酸 総量として0.5%以下本品約0.1gを精密に量り、酢酸（1→1000）を加えて溶かし、正確に100mLとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物、2-アミノ-5-スルホ安息香酸及び2-アミノ安息香酸それぞれ約10mgを精密に量り、2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物、及び2-アミノ-5-スルホ安息香酸は酢酸（1→1000）を加えて溶かし、2-アミノ安息香酸はアセトニトリル5mLを加えて溶かし、酢酸（1→1000）でそれぞれ正確に100mLとし、標準原液とする。これらの標準原液0.5mL、1mL、2mL及び5mLを正確に量り、酢酸（1→1000）を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。ただし、標準液及び検液は用時調製とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。検液の2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物、2-アミノ-5-スルホ安息香酸及び2-アミノ安息香酸の量を求める。ここに得た2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸ナトリウム二水和物の量に0.923を乗じて2, 3-ジヒドロ-2, 3-ジオキソ-1*H*-インドール-5-スルホン酸の量とする。

#### 操作条件

測定波長 254 nm

濃度勾配 A : B (95 : 5) で5分間保持し、A : B (95 : 5) から (30 : 70) までの直線濃度勾配を25分間行い、5分間保持する。

**乾燥減量** 10.0%以下(135℃, 6時間)

**定量法** 本品約2.7gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に500mLとし、この液100mLを正確に量り、検液とし、タール色素試験法中の定量法の~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 法(ii)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン (III) 溶液 1 mL = 23.32mg C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>

#### **食用青色2号アルミニウムレーキ**

Food Blue No.2 Aluminium Lake

インジゴカルミンアルミニウムレーキ

**定義** 本品は、アルミニウム塩の水溶液にアルカリを作用させ、これに「食用青色2号」を吸着



させ、ろ過、乾燥、粉碎して得られたものである。

**含量** 本品は、2, 2'-ビ(3-オキソ-1*H*-インドリン-2-イリデン)-5, 5'-ジスルホン酸二ナトリウム (C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>=466.35) として10.0%以上を含む。

**性状** 本品は、~~帯紫こい~~青色の微細な粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) ~~本品0.1gに硫酸5mLを加え、水浴中で時々振り混ぜながら約5分間加熱するとき、液は、濃紫青色を呈する。冷後、上澄液2~3滴を水5mLに加えるとき、液は、紫青色を呈する。~~

(2) ~~本品0.1gに水酸化ナトリウム溶液(1→10)5mLを加え、水浴中でときどき振り混ぜながら約5分間加熱するとき、ほとんど澄明に溶け、液は、黄褐色を呈する。冷後、塩酸(1→4)を加えて中和するとき、液は、紫青~淡緑色を呈し、同色のゲル状の沈殿が生じる。~~

(3) (1) 本品0.1gに硫酸(1→20)5mLを加え、よくかき混ぜた後、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとする。液が澄明でないときは遠心分離する。次に、測定する吸光度が0.2~0.7の範囲になるように、この液1~10mLを量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)酢酸アンモニウム試液(0.02mol/L)を加えて100mLとした液は、波長610~614nmに極大吸収部がある。

(4) (2) 本品~~0.10.2~~gに塩酸(1→4)~~10mL20mL~~を加え、水浴中で5分間加熱して後、よく振り混ぜて大部分を溶かし、活性炭~~0.51.0~~gを加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。無色のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和pH試験紙を用いてpH3~4に調整した液は、アルミニウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸及びアンモニア不溶物 0.5%以下 (タール色素レーキ試験法)

(2) ~~重金属 Feとして250µg/g以下 (タール色素レーキ試験法、重金属(2))~~

~~Pbとして20µg/g以下 (タール色素レーキ試験法、重金属(3))~~

~~ただし、鉄の試験の場合、試料液及び空白試験液は、それぞれ4.0mLずつを用いる。~~

(2) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(3) 鉄 Feとして250µg/g以下 (タール色素レーキ試験法、亜鉛及び鉄(2))

(3) (4) バリウム Baとして500µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(4) (5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (タール色素レーキ試験法)

(5) ~~他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法、他の色素レーキ(4))~~

**乾燥減量** 30.0%以下(135°C, 6時間)

**定量法** 0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III) 溶液の消費量が約20mLとなるように本品を精密に量り、タール色素レーキ試験法中の定量法(2)により定量する。

0.1mol/L ~~三塩化チタン~~塩化チタン(III) 溶液1mL=23.32mg C<sub>16</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>

### ショ糖脂肪酸エステル

Sucrose Esters of Fatty Acids

**定義** 本品には、脂肪酸とショ糖のエステル及びショ糖酢酸イソ酪酸エステルがある。

**性状** 本品は、白~黄褐色の粉末状若しくは塊状の物質又は無~赤褐色の粘稠な樹脂状若しくは液状の物質で、においが無いか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品1gに~~エタノール製水酸化カリウム試液~~3.5w/v%水酸化カリウム・エタノー

ル試液 25mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で1時間加熱する。この液に水 50mL を加え、残留液が約 30mL になるまで蒸留する。冷後、残留液に塩酸 (1→4) 10mL を加えてよく振り混ぜた後、塩化ナトリウムを加えて飽和溶液とし、ジエチルエーテル 30mL ずつで2回抽出する。ジエチルエーテル層を合わせ、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL で洗った後、無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて脱水し、ジエチルエーテルを留去する。更に送風してジエチルエーテルを十分に除き、残留物を 10℃ に冷却するとき、脂肪酸とショ糖のエステルの場合は油滴又は無～淡黄褐色の固体を析出し、ショ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合は酢酸のにおい及びイソ酪酸のにおいを有する液体が残る。

- (2) (1)のジエチルエーテル層を分離した水層 2mL を試験管にとり、水浴中でジエチルエーテルのにおいがなくなるまで加温し、冷後、アントロン試液 1mL を管壁に沿って静かに加えて層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。

#### 純度試験 (1) 酸価 6.0 以下

本品約 3 g を精密に量り、2-プロパノール/水混液 (2 : 1) 60mL を加えて溶かし、検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

- (2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (~~5.02.0~~ g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)  
(3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.03~~ µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)  
(4) 遊離ショ糖 5.0% 以下

~~本品約 2 g を精密に量り、1-ブタノール 40mL を加え、水浴上で加温して溶かし、塩化ナトリウム溶液 (1→20) 20mL ずつで2回抽出し、抽出液を合わせ、塩酸 (1→4) 2mL を加えて水浴中で30分間加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液 2～3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和し、水を加えて正確に 100mL とし、試料液とする。試料液 20mL を正確に量り、ベルトラン試液 A 20mL 及びベルトラン試液 B 20mL を加え、3分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる (この際上澄液は、紫青色を呈している)。次に上澄液をガラスろ過器 (1-G-4) でろ過し、フラスコ内の沈殿を洗液がアルカリ性を示さなくなるまで温湯で洗い、洗液は、ガラスろ過器でろ過する (亜酸化銅は、なるべく空気に触れさせないように注意する)。次にフラスコ内の沈殿にベルトラン試液 C 20mL を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、ベルトラン試液 D で滴定する。その消費量から銅量を算定し、付表により転化糖の量を求め、次式により遊離ショ糖の量を求める。~~

$$\text{遊離ショ糖の量} = ((\text{転化糖の量 (g)} \times 0.95 \times 5) / \text{試料の採取量 (g)}) \times 100 (\%)$$

本品約 40mg を遠心管に精密に量り、内標準液 1 mL と N, N-ジメチルホルムアミド 1 mL, 及び N, O-ビス (トリメチルシリル) アセトアミド 0.4mL 並びにトリメチルクロロシラン 0.2mL を添加後、激しく振り混ぜ、室温で5分放置したものを検液とする。ただし、内標準液は、オクタコサン 0.25 g を 50mL のメスフラスコに入れ、テトラヒドロフラン 25mL を加えてオクタコサンを溶解後、テトラヒドロフランを加えて正確に 50mL とする。別にスクロース約 50mg を精密に量り、N, N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10mL とし、この液 1, 2, 5 mL を採り、更に N, N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10mL とする。この液 1 mL に内標準液 1 mL を加え、以下検液の調製と同様に操作し、シリル化スクロース標準液を調製する。検液とシリル化スクロース標準液をそれぞれ 1µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のショ糖のピーク面積を測定し、内標準法により、検量線から遊離ショ糖の量を求め、次式により含量を求める。

$$\text{遊離シヨ糖の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中の遊離シヨ糖の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm, 長さ30mのフューズドシリカ管の内面に, ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25 $\mu$ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 100 $^{\circ}$ Cで1分保持した後, 毎分12 $^{\circ}$ Cで300 $^{\circ}$ Cまで昇温し, 300 $^{\circ}$ Cを45分間保持する。

注入口温度 280 $^{\circ}$ C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 シヨ糖の誘導体のピークが約19分後に現れるように調整する。

- (5) ジメチルスルホキシド シヨ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合を除き, ジメチルスルホキシドとして2.0 $\mu$ g/g以下

本品約5gを精密に量り, テトラヒドロフランに溶かして正確に25 $\pm$ 0.1mLとし, 検液とする。別にジメチルスルホキシド約0.1gを精密に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 $\pm$ 0.1mLとする。この液1 $\pm$ 0.1mLを正確に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 $\pm$ 0.1mLとし, 標準原液とする。この標準原液0.5 $\pm$ 0.1mL, 1 $\pm$ 0.1mL, 2 $\pm$ 0.1mL及び5 $\pm$ 0.1mLを正確に量り, それぞれにテトラヒドロフランを加え, それぞれを正確に50 $\pm$ 0.1mLとし, 標準液とする。検液及び4濃度の標準液をそれぞれ3 $\pm$ 0.1 $\mu$ Lずつ量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。標準液のジメチルスルホキシドのピーク高さ又はピーク面積を測定し, 検量線を両対数方眼紙上で作成する。検液のジメチルスルホキシドのピーク高さ又はピーク面積を測定し, 検量線からその量を求める。

#### 操作条件

検出器 炎光光度検出器 (硫黄フィルター装着)

カラム充てん剤

液相 担体に対して10%のポリエチレングリコール20M及び3%の水酸化カリウム

担体 180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用 $\Delta$ ケイソウ土

カラム管 内径3mm, 長さ2mのガラス管

カラム温度 150~170 $^{\circ}$ Cの一定温度

注入口温度 210 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 窒素

流量 ジメチルスルホキシドのピークが約3分後に現れるように調節する。

- (6) ジメチルホルムアミド ~~ジメチルホルムアミド~~ N, N-ジメチルホルムアミドとして1.0 $\mu$ g/g以下

本品約2gを精密に量り, テトラヒドロフランに溶かして正確に20 $\pm$ 0.1mLとし, 検液とする。別に, ~~ジメチルホルムアミド~~ N, N-ジメチルホルムアミド約0.1gを精密に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 $\pm$ 0.1mLとする。この液1 $\pm$ 0.1mLを正確に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に100 $\pm$ 0.1mLとし, 標準原液とする。この標準原液0.5 $\pm$ 0.1mL, 1 $\pm$ 0.1mL及び2 $\pm$ 0.1mLを正確に量り, それぞれにテトラヒドロフランを加え, 正確に100 $\pm$ 0.1mLとし, 標準液とする。検液及び3濃

度の標準液をそれぞれ1 ~~μ~~μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。標準液の~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドのピーク面積を測定し、検量線から~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドの量を求める。

#### 操作条件

検出器 窒素リン検出器

カラム 内径 0.32mm, 長さ 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.5μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 40°Cで2分間保持し、~~その後~~、毎分 20°Cで 160°Cまで昇温し、160°Cに到達後、を 2分間保持する。

注入口温度 180°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 ~~ジメチルホルムアミド~~N, N-ジメチルホルムアミドのピークが約6分後に現れるように調整する。

- (7) その他の溶媒（シヨ糖酢酸イソ酪酸エステルの場合を除く）

~~エチルメチルケトン~~2-ブタノン 10μg/g 以下

酢酸エチル, 2-プロパノール及びピロピレングリコール 合計量として 0.035%以下

メタノール 10μg/g 以下

2-メチル-1-プロパノール 10μg/g 以下

- (i) ~~エチルメチルケトン~~2-ブタノン, 酢酸エチル, 2-プロパノール, メタノール及び2-メチル-1-プロパノール

~~エチルメチルケトン~~2-ブタノン, 酢酸エチル, 2-プロパノール, メタノール及び2-メチル-1-プロパノールをそれぞれ約0.2gずつ精密に量り、混合し、水を加えて正確に50~~μ~~μLとし、標準液Aとする。標準液A 5~~μ~~μL及び10~~μ~~μLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に20~~μ~~μLとし、それぞれを標準液B及び標準液Cとする。専用バイアル瓶に本品1.00gを量り、水5~~μ~~μLを正確に加え、検液とする。同様に、別の3本の専用バイアル瓶に本品1.00gずつを量り、それぞれに標準液A, 標準液B及び標準液Cを5~~μ~~μLずつ正確に加え、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準検液の各溶媒成分のピーク面積を測定し、検液及び各標準検液中の各溶媒添加量を横軸に、そのピーク面積を縦軸にとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の各溶媒の量を求める。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 1.5μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40°C

注入口温度 110°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素

流量 2-メチル1-プロパノールのピークが約5分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 80°C

バイアル内平衡時間 40分

注入量 1.0 ~~mL~~ mL

(ii) プロピレングリコール

本品約1 gを精密に量り、内標準溶液 0.1 ~~mL~~ mLを添加し、ピリジンに溶かして正確に10 ~~mL~~ mLとする。この液0.5 ~~mL~~ mLを正確に量り、1, 1, 1, 3, 3, 3-ヘキサメチルジシラザン 0.25 ~~mL~~ mL, トリメチルクロシラン 0.1 ~~mL~~ mLを加えて激しく振り混ぜ、室温で30分放置した後、遠心分離し、その上層を検液とする。ただし、内標準溶液は、エチレングリコール ~~0.025 g~~ 25mgを量り、ピリジンを加えて正確に50 ~~mL~~ mLとする。別にプロピレングリコール約 ~~0.025 g~~ 25mgを精密に量り、ピリジンを加えて正確に50 ~~mL~~ mLとする。この液40 ~~µL~~ µL, ~~2000.2~~ 2 ~~mL~~ mL, ~~5000.5~~ 5 ~~mL~~ mL及び ~~1.000~~ 1 ~~mL~~ mLを正確に量り、それぞれに内標準溶液 0.1 ~~mL~~ mLを添加し、更にピリジンを加えて正確に10 ~~mL~~ mLとし、以下検液の場合調製と同様に操作して標準液とする。検液と4濃度の標準液をそれぞれ1 ~~µL~~ µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。内標準法により、検量線からプロピレングリコールの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25µmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60°Cで5分間保持し、~~その後~~、毎分20°Cで250°Cまで昇温し、250°Cに到達後、~~を~~5分間保持する。

注入口温度 230°C

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 プロピレングリコールの誘導体のピークが約8分後に現れるように調整する

水分 4.0%以下 (0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 2.0%以下

しらこたん白抽出物

Milt Protein

しらこたん白

しらこ分解物

プロタミン

定義 本品は、アイナメ (*Hexagrammos otakii* Jordan et Starks), カラフトマス (*Oncorhynchus gorbuscha* (Walbaum)), シロザケ (*Oncorhynchus keta* (Walbaum)), ベニザケ (*Oncorhynchus nerka* (Walbaum)), カツオ (*Katsuwonus pelamis* (Linnaeus)) 又はニシン (*Clupea pallasii* Valenciennes) の精巢から得られた、塩基性タンパク質を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、プロタミンとして50%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末で、わずかに特有の味がある。

確認試験 (1) 本品 1 mg を水 2 mL に溶かし、~~α-ナフトール~~ 1-ナフトール 0.1 g をエタノール (95) 溶液 (7→10) 100 ml に溶かした液 5 滴及び次亜塩素酸ナトリウム試液 5 滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を加えてアルカリ性とするとき、液は鮮赤色を呈する。

(2) 本品 5 mg に水 1 mL を加え加温して溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 滴及び硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→7) 2 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無～淡黄色、混濁 (0.5 g, 水 50 mL, 5 分間かき混ぜる)

(2) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 7.0%以下 (100°C, 3 時間)

灰分 15.0%以下

定量法 本品約 0.1～0.15 g を精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。次式により含量を求める。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 1.401 mg N

窒素量 (mg) × 3.19

プロタミンの含量 (%) =  $\frac{\text{窒素量 (mg)} \times 3.19}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$  (%)

### シリコーン樹脂

Silicone Resin

ポリジメチルシロキサン

性状 本品は、無～淡灰色で、透明若しくは半透明の粘稠な液体又はペースト状の物質で、ほとんどにおいが無い。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 屈折率 抽出シリコーン油の屈折率  $n_D^{25} = 1.400 \sim 1.410$

~~本品 15 g を量り、ソックスレー抽出器に入れ、四塩化炭素 150 mL で 3 時間抽出し、抽出液を水浴上で蒸発し、検液とし、~~本品 20 g を量り、ヘキサン 100 mL を加えて毎分約 200 回の往復振とうで 3 時間振とうした後、毎分 10000 回転で 30 分間遠心分離する。上澄液をとり、沈殿物にヘキサン 50 mL を加えてよくかき混ぜて分散させた後、遠心分離する。上澄液を合わせ、減圧下、50～60°C の水浴中で加温してヘキサンを留去し、105°C で 1 時間乾燥したものを検液とし、屈折率を測定する。

比重  $d_{20}^{20} = 0.96 \sim 1.02$

(2) 動粘度 抽出シリコーン油の動粘度 100～1,100 mm<sup>2</sup>/s

(1) 屈折率の検液の 25°C における動粘度を測定する。

(3) 比重 0.96～1.02

純度試験 (1) 鉛 Pb として 1 μg/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) (2) 二酸化ケイ素 15.0%以下

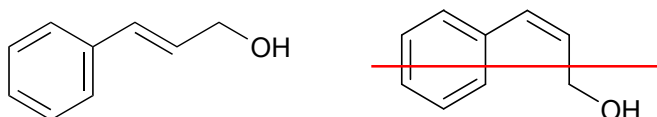
(1) で抽出した後の残留物を約 100°C 本品約 2 g を精密に量り、あらかじめ質量を精密に量ったフ

ッ素樹脂製遠心管に入れ、10w/v% *n*-ドデシルベンゼンスルホン酸・ヘキサン溶液 10mL を加えて、毎分約 200 回の往復振とうで 5 時間振とうした後、毎分 10000 回転で 20 分間遠心分離し、上澄液を除去する。沈殿物にヘキサン 10mL を加えてよくかき混ぜて分散させた後、遠心分離し、上澄液を除去する操作を 3 回繰り返す。沈殿物の入った遠心管を 105°C で 1 時間乾燥し、その質量を量る。

### シンナミルアルコール

Cinnamyl Alcohol

ケイ皮アルコール



$C_9H_{10}O$

分子量 134.18

(2E)-3-Phenylprop-2-en-1-ol [~~104-54-14407-36-7~~]

含量 本品は、シンナミルアルコール ( $C_9H_{10}O$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体又は白～淡黄色の結晶塊で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

~~本品 0.2 g に過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5 mL 及び硫酸 (1→25) 1 mL を加えるとき、シンナムアルデヒドのにおいを発する。~~

融点 30°C以上

~~純度試験 (1) 凝固点 31°C以上~~

~~(2) 溶状 澄明~~

~~本品 1.0 g を量り、50 vol% エタノール 3.0 mL を加え、35°C に加温して溶かし、検液とする。~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~(4) シンナムアルデヒド シンナムアルデヒド ( $C_9H_8O=132.16$ ) として 1.5% 以下~~

~~本品約 5 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 1 法の試験を行う。ただし、放置時間は、15 分間とする。~~

定量法 ~~香料試験法中のアルコール類含量の第 2 法により定量する。ただし、試料の採取量は、0.5 g とする。~~

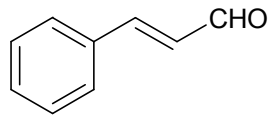
~~0.5 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1 mL = 67.09 mg  $C_9H_{10}O$~~

本品のエタノール (95) 溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (4) により定量する。

### シンナムアルデヒド

Cinnamaldehyde

ケイ皮アルデヒド



$C_9H_8O$

分子量 132.16

(2E)-3-Phenylprop-2-enal [14371-10-9]

**含量** 本品は、シナムアルデヒド ( $C_9H_8O$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、シナモンようのにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.619\sim1.625$

**比重**  $d_{25}^{25}=1.046\sim1.053$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.619\sim1.625$~~

~~(2) 比重 1.051～1.056~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 60vol%エタノール7.0mL)~~

~~(4) 酸価 5.0-10.0 以下 (香料試験法)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

**定量法** 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第1法により定量する。ただし、放置時間は、15分間とする。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1mL=66.08mg  $C_9H_8O$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 水酸化カリウム

Potassium Hydroxide

カセイカリ

KOH

分子量 56.11

Potassium hydroxide [1310-58-3]

**含量** 本品は、水酸化カリウム (KOH) 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の小球状、片状、棒状、その他の塊又は白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→50) は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品50gを量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、250mLとし、試料液とする。試料液5mLを量り、水20mLを加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸カリウム 定量法で得られる炭酸カリウム ( $K_2CO_3$ ) の含量が2.0%以下

~~(3) 重金属 Pbとして30 $\mu$ g/g以下~~

~~(1)の試料液5mLを正確に量り、塩酸(1→4)を徐々に加えて中和し、更に酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液3.0mLに酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~



(4)(3) 鉛 Pbとして ~~10.2~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 5.0 g を量り, 塩酸 (2→3) を徐々に加えて中和し, 更に塩酸 (2→3) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし, 検液とする。比較液は鉛標準液 5.0 mL を量り, 塩酸 (2→3) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。検液及び比較液につき, 鉛試験法第1法により試験を行う。~~

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

(5)(4) 水銀 Hg として 0.10  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下

(1)の試料液 10 mL を正確に量り, 過マンガン酸カリウム溶液 (3→50) 1 mL 及び水約 30 mL を加えて振り混ぜる。この液に精製塩酸 (精製) を徐々に加えて中和し, 更に硫酸 (1→2) 5 mL を加え, 冷後, これを 検液試料液 とする。次に, 検液試料液 中の過マンガン酸カリウムの紫色が消え, かつ, 二酸化マンガンの沈殿が溶けるまで 塩化ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム 溶液 (1→5) を加えた後, 水を加えて 100 mL とし, 検液とする。原子吸光分析装置の検水瓶に入れる。~~更に塩化第一スズ試液 10 mL を加え, 直ちに原子吸光分析装置を連結し, ダイアフラムポンプを作動させて空気を循環させ, 記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定する。このとき得られた吸光度は, 別に水銀標準液 2.0 mL を量り, 過マンガン酸カリウム溶液 (3→50) 1 mL, 水 30 mL 及び検液, 試料液の調製に用いた量の精製塩酸 (精製) 及び硫酸 (1→2) 5 mL を加え, 検液の調製と同様に操作して得られた, 比較液とする。検液及び比較液につき, 原子吸光光度法 (冷蒸気方式) により試験を行う。検液及び比較液をそれぞれ, 原子吸光分析装置の検水瓶に入れ, 塩化スズ (II)・硫酸試液 10 mL を加え, 直ちに原子吸光分析装置に連結し, 密閉状態でポンプを作動させて空気を循環し, 次の操作条件で吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。~~

操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7 nm

キャリアーガス 空気

(6)(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(1)の試料液 2.5 mL を正確に量り, 水 5 mL を加え, 更に塩酸を徐々に加えて中和し, 検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**定量法** 本品約 50 g を精密に量り, 新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし, 正確に 1,000 mL とし, 試料液とする。試料液 25 mL を正確に量り, 新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加え, 1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 1 mL), 中和点に達した後, 更に 1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に量って加え, 約 5 分間煮沸する。冷後, 過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し, 1 mol/L 塩酸の消費量 a mL を求める。別に試料液 25 mL を正確に量り, 共栓フラスコに入れ, 新たに煮沸し冷却した水 25 mL を加える。この液に 塩化バリウム塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 10 mL を加え, 栓をして静かに振り混ぜ, 1 mol/L 塩酸で滴定し (指示薬 フェノールフタレイン試液 1 mL), その消費量を b mL とする。

$$0.05611 \times b \times 40$$

$$\text{水酸化カリウム (KOH) の含量 } (\%) = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

$$\text{炭酸カリウム (K}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.06910 \times (a - b) \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

### 水酸化カリウム液

Potassium Hydroxide Solution

カセイカリ液

**含 量** 本品は、表示量の 95～120% の水酸化カリウム (KOH=56.11) を含む。

**性 状** 本品は、無色又はわずかに着色した液体である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→50) は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品に新たに煮沸し冷却した水を加え、表示量から計算し、KOHとして 20w/v % となるように調製し、試料液とする。試料液 5 mL を量り、水 20 mL を加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸カリウム 定量法で得られる水酸化カリウム (KOH) 当たりの炭酸カリウム (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) の含量が K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> として KOH 当たり 2.0% 以下

~~「水酸化カリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pb として 30 μg/g · KOH 以下~~

~~「水酸化カリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

~~(4)(3) 鉛 Pb として 10.2 μg/g · KOH 以下 (水酸化カリウム (KOH) 2.0 g に対応する量, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

~~「水酸化カリウム」の純度試験(4)を準用する。~~

~~(5)(4) 水銀 Hg として 0.10 μg/g · KOH 以下~~

~~「水酸化カリウム」の純度試験(5)(4)を準用する。~~

~~(6)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 μg/g · KOH 以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

(1)の試料液 2.5 mL を正確に量り、水 5 mL を加え、更に塩酸を徐々に加えて中和し、検液とする。

~~「水酸化カリウム」の純度試験(6)を準用する。~~

**定 量 法** 水酸化カリウム (KOH) として約 5 g に対応する量の本品を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。試料液 25 mL を正確に量り、以下「水酸化カリウム」の定量法により測定し、次式により求める。

$$\begin{aligned} & 0.05611 \times b \times 4 \\ \text{水酸化カリウム (KOH) の含量 (\%)} &= \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---} \\ & \text{水酸化カリウム (KOH) 当たりの炭酸カリウム (K}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} \\ &= \frac{0.06910 \times (a - b) \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{\text{水酸化カリウムの含量 (\%)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---} \end{aligned}$$

## 水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

消石灰

Ca(OH)<sub>2</sub>

分子量 74.09

Calcium hydroxide [1305-62-0]

含量 本品は、水酸化カルシウム  $(\text{Ca(OH)}_2)$  95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品に3～4倍量の水を加えるとき、泥状になり、アルカリ性を呈する。

(2) 本品1gに水20mL及び酢酸(1→3)6mLを加えて溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品2.0gを量り、塩酸10mL及び水20mLを加えて溶かし、煮沸する。冷後、水を加えて200mLとし、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗った後、ろ紙と共に灰化し徐々に加熱して炭化した後、450～550℃で3時間強熱し、その質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品2.0gを量り、水50mLを加えてよく振り混ぜた後、塩酸(1→4)25mLを加えるとき、著しく泡立たない。

~~(3) 重金属 Pbとして40µg/g以下~~

~~本品0.50gを量り、塩酸(1→4)10mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸(1→20)2mL及び水20mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)の量を50mLに変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液1mLを用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 6.0%以下

本品0.50gを量り、塩酸(1→10)30mLを加えて溶かし、1分間煮沸する。シュウ酸二水和物溶液(3→50)40mLを速やかに加え、以下「塩化カルシウム」の純度試験(4)を準用する。

(5) バリウム Baとして0.030%以下

本品1.50gを量り、塩酸(1→4)15mLを加えて溶かし、水を加えて30mLとし、ろ過する。ろ液20mLを量り、検液とし、酢酸ナトリウム三水合物2g、酢酸(1→20)1mL及びクロム酸カリウム溶液(1→20)0.5mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mLを量り、水を加えて20mLとし、以下検液の場合と同様に操作して調製する液を用いる。

(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に塩酸（1→4）5 ~~mL~~を加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~  
定量法 本品約 2 g を精密に量り、塩酸（1→4）30 ~~mL~~を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 250 ~~mL~~とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

0.05mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~溶液 1 ~~mL~~=3.705mg Ca(OH)

2

## 水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

カセイソーダ

分子量 1水和物 58.01

無水物 40.00

NaOH · nH<sub>2</sub>O (n=1 又は 0)

Sodium hydroxide monohydrate [12200-64-5]

Sodium hydroxide [1310-73-2]

**定義** 本品には結晶物及び無水物があり、それぞれを水酸化ナトリウム（結晶）及び水酸化ナトリウムと称する。結晶物は、水酸化ナトリウムと水酸化ナトリウム1水和物の混合物である。

**含量** 結晶物は、水酸化ナトリウム (NaOH) 70.0~75.0%を、無水物は、水酸化ナトリウム (NaOH) 95.0%以上を含む。

**性状** 結晶物は、白色の結晶性の粉末又は粒であり、無水物は、白色の小球状、片状、棒状、その他の塊又は白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液（1→50）は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 50 g を量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 250 ~~mL~~とし、試料液とする。

試料液 5.0 ~~mL~~を量り、水 20 ~~mL~~を加えて混和し、検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム 定量法で得られる炭酸ナトリウム (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) の含量が 2.0%以下

~~(3) 重金属 Pbとして 30µg/g以下~~

~~(1)の試料液 5mL を正確に量り、塩酸(1→4)を徐々に加えて中和し、更に酢酸(1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0mL に酢酸(1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) 水銀 Hgとして 0.10µg/g以下

(1)の試料液 10 ~~mL~~を正確に量り、過マンガン酸カリウム溶液(3→50) 1 ~~mL~~及び水約 30 ~~mL~~を加えて振り混ぜる。この液に精製塩酸(精製)を徐々に加えて中和し、更に硫酸(1→2) 5 ~~mL~~を加え、冷後、これを検液試料液とする。次に検液試料液中の過マンガン酸カリウムの紫色が消え、かつ、二酸化マンガンの沈殿が溶けるまで塩酸ヒドロキシルアミン塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→5)を加えた後、水を加えて 100 ~~mL~~とし、検液とする。原子吸光分析装置の検水瓶に入れる。更に、塩化第一スズ試液 10mL を加え、直ちに原子吸光分析装置を連結し、

~~ダイヤフラムポンプを作動させて空気を循環させ、記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定する。このとき得られた吸光度は、比較液の吸光度よりも大きくない。比較液は、別に水銀標準液 2.0 mL を量り、過マンガン酸カリウム溶液（3→50） 1 mL、水 30 mL 及び検液、試料液の調製に用いた量の精製塩酸（精製）及び硫酸（1→2） 5 mL を加え、検液の調製と同様に操作して調製、比較液とする。検液及び比較液につき、原子吸光度法（冷蒸気方式）により試験を行う。検液及び比較液をそれぞれ、原子吸光分析装置の検水瓶に入れ、塩化スズ（II）・硫酸試液 10 mL を加え、直ちに原子吸光分析装置に連結し、密閉状態でポンプを作動させて空気を循環し、次の操作条件で吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。~~

操作条件

光源ランプ 水銀中空陰極ランプ

分析線波長 253.7nm

キャリアーガス 空気

(5) ヒ素  $As_{2-3}$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(1)の試料液 2.5 mL を正確に量り、水 5 mL を加え、更に塩酸を徐々に加えて中和し、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**定量法** 本品約 50 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に ~~1,000~~ 1 mL とし、試料液とする。試料液 25 mL を正確に量り、新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加え、1 mol/L 塩酸で滴定し（指示薬 プロモフェノールブルー試液 1 mL）、中和点に達した後、更に 1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に量って加え、約 5 分間煮沸する。冷後、過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、1 mol/L 塩酸の消費量 a mL を求める。別に試料液 25 mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、新たに煮沸し冷却した水 25 mL を加える。この液に ~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液（3→25） 10 mL を加え、栓をして静かに振り混ぜ、1 mol/L 塩酸で滴定し（指示薬 フェノールフタレイン試液 1 mL）、その消費量を b mL とする。

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) の含量 (\%)} = \frac{0.04000 \times b \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

$$\text{炭酸ナトリウム (Na}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.05299 \times (a - b) \times 40}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

**水酸化ナトリウム液**

Sodium Hydroxide Solution

カセイソーダ液

**含量** 本品は、表示量の 95~120% の水酸化ナトリウム (NaOH=40.00) を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに着色した液体である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液（1→50）は、強アルカリ性である。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色, ほとんど澄明

本品に新たに煮沸し冷却した水を加え, 表示量から計算し, NaOHとして 20w/v%となるように調製し, 試料液とする。試料液 5.0~~mL~~mLを量り, 水 20~~mL~~mLを加えて混和し, 検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム 定量法で得られる水酸化ナトリウム (NaOH) 当たりの炭酸ナトリウム (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) の含量が Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>として NaOH当たり 2.0%以下

~~「水酸化ナトリウム」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして 30~~μg~~μg/g・NaOH以下~~

~~「水酸化ナトリウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして 2~~μg~~μg/g・NaOH以下 (水酸化ナトリウム (NaOH) 2.0gに対応する量, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mLを加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 15分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

(4) 水銀 Hgとして 0.10~~μg~~μg/g・NaOH以下

「水酸化ナトリウム」の純度試験(4)を準用する。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~3~~μg~~μg/g・NaOH以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

「水酸化ナトリウム」の純度試験(5)を準用する。

**定量法** 水酸化ナトリウム (NaOH) として約 5gに対応する量の試料を精密に量り, 新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 100~~mL~~mLとし, 試料液とする。試料液 25~~mL~~mLを正確に量り, 以下「水酸化ナトリウム」の定量法により測定し, 次式により求める。

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) の含量 (\%)} = \frac{0.04000 \times b \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

$$\text{水酸化ナトリウム (NaOH) 当たりの炭酸ナトリウム (Na}_2\text{CO}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.05299 \times (a - b) \times 4}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100}{\text{水酸化ナトリウムの含量 (\%)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

**水酸化マグネシウム**

Magnesium Hydroxide

Mg (OH)<sub>2</sub> 分子量 58.32

Magnesium hydroxide [1309-42-8]

**含量** 本品を乾燥したものは, 水酸化マグネシウム (~~Mg~~ (OH)<sub>2</sub> ~~)~~ 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は, 白色の粉末で, においが無い。

**確認試験** (1) 本品 0.1gに水 10~~mL~~mLを加え, 振り混ぜた液は, アルカリ性である。

(2) 本品 1gに~~希塩酸~~10%塩酸試液 20~~mL~~mLを加えて溶かした液は, マグネシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 遊離アルカリ及び可溶性塩 本品 2.0gを量り, ビーカーに入れ, 水 100~~mL~~mLを加え, 時計皿で覆い, 水浴中で 5分間加熱した後, 直ちにろ過する。冷後, ろ液 50~~mL~~mLを量り, メチ

ルレッド試液 2 滴を加えて 0.05mol/L 硫酸で滴定するとき、その消費量は、2.0mL 以下である。また、ろ液 25mL を正確に量り、蒸発乾固し、残留物を 105°C で 3 時間乾燥するとき、その質量は 0.010g 以下である。

(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品 5.0 g を量り、200mL のビーカーに入れる。塩酸 (12→25) 40mL を加えて溶かし、時計皿で覆い、5 分間沸騰させる。冷後、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10mL を加え、チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、この液を 200mL の分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を加えて 5 分間振とうした後、静置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

本品に塩酸 (1→2) 40mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 酸化カルシウム 1.5% 以下

乾燥した本品約 0.35 g を精密に量り、~~希塩酸 10% 塩酸試液~~ 6 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水 300mL 及び ~~酒石酸 L (+) 酒石酸溶液 (1→5) 3 mL~~ を加え、更に 2, 2', 2'' - ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10mL 及び水酸化カリウム溶液 (1→2) 10mL を加え、5 分間放置した後、0.01mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~ 溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1 g)、酸化カルシウムの含量を求める。終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~ 溶液 1 mL = 0.5608mg CaO

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~本品 0.50 g を量り、希塩酸 10% 塩酸試液 8 mL を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。~~

乾燥減量 2.0% 以下 (105°C, 2 時間)

強熱減量 30.0~33.0% (800°C, 恒量)

定量法 乾燥した本品約 0.3 g を精密に量り、水 10mL 及び ~~希塩酸 10% 塩酸試液~~ 4.0mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 25mL を正確に量り、水 50mL 及び ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.05mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~ 溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 ~~0.04g~~ 40mg)。また、これとは別に空試験を行う。純度試験 (3) で得られた酸化カルシウム (CaO) の量を用い、次式により含量を求める。

$$\text{水酸化マグネシウム [Mg(OH)}_2\text{] の含量 (\%)} = \frac{(a - b - c \times \text{試料の採取量 (g)} \times 0.9) \times 1.1664}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

ただし、a: 本試験における 0.05mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~ 溶液の消費量 (mL)

b: 空試験における 0.05mol/L ~~EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム~~ 溶液の消

費量 (~~mL~~)

c: 純度試験(3)で得られた酸化カルシウム (CaO) の量 (%)

### 水溶性アナトー

Annatto, Water-soluble

**定義** 本品は、ベニノキ (~~*Bixa orellana* Linné~~*Bixa orellana* L.) の種子の赤色被覆物から加水分解を経て作られ、その色素成分は、ノルビキシンのカリウム塩又はナトリウム塩である。

**含量** 本品は、ノルビキシシン ( $C_{24}H_{28}O_4 = 380.48$ ) として表示量の ~~100~125~~95~120%を含む。

**性状** 本品は、赤褐～褐色の粉末、塊、液体又はペースト状の物質で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 ~~0.5~~ 1 g ~~を~~ に 水 ~~20~~40 mL ~~を加えて~~ に 溶かし、硫酸 (1→20) ~~2~~4 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ紙上の残留物を水 ~~20~~40 mL ずつで3回洗う。

(i) 残留物の一部に水酸化ナトリウム 溶液 (1→2,=500) を加えて溶かした液は、波長 452~456nm 及び 480~484nm 付近に吸収を認める。

(ii) 残留物の一部をエタノール (95) ~~10~~10 mL に溶かし、その1滴をろ紙上にスポットした後、風乾する。次に ~~5%~~ 5% 亜硝酸ナトリウム 溶液 (1→20) 2~3滴、続けて ~~0.5mol/L~~ 0.5mol/L 硫酸 硫酸試液 (0.5mol/L) 2~3滴を ~~滴下~~ 滴下 滴加するとき、ろ紙上の黄色は脱色される。

(2) (1)の残留物約 10mg を量り、N, N-ジメチルホルムアミド 25mL に溶かした後、必要があれば遠心分離又はろ過し、アセトニトリル 25mL を加えて検液とする。検液 10μL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、ノルビキシシンとして保持時間 5~10 分付近に主色素成分ピークを認める。

#### 操作条件

検出器 可視吸光度計 (測定波長 460nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 35°C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1→50) 混液 (13:7)

流量 1.0~1.5mL/分の一定量

~~本品 1 g に水 50mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に塩酸 (1→4) 2 mL を加えるとき、赤褐～黄褐色の沈殿を生じる。~~

**純度試験** (1) 遊離アルカリ 本品 10 g を量り、水 ~~100~~100 mL を加えて振り混ぜ、~~1~~1 mol/L 塩酸 塩酸試液 (1 mol/L) ~~8~~8 mL を加えてよくかき混ぜ、30 分間放置した後、ろ過した液は pH7.0 以下である。

~~(2) 重金属 Pb として 10μg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、試料とし、必要があれば水浴上で蒸発乾固した後、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を用いる。~~

(2) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 μg/g 以下 (タール色素試験法 0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)



~~(4) 吸光度比 確認試験(1)の(i)と同様に操作して波長480~484nm及び452~456nmにおける極大吸収部の吸光度をそれぞれA<sub>1</sub>及びA<sub>2</sub>とするとき、A<sub>2</sub>/A<sub>1</sub>は1.11~1.25である。~~

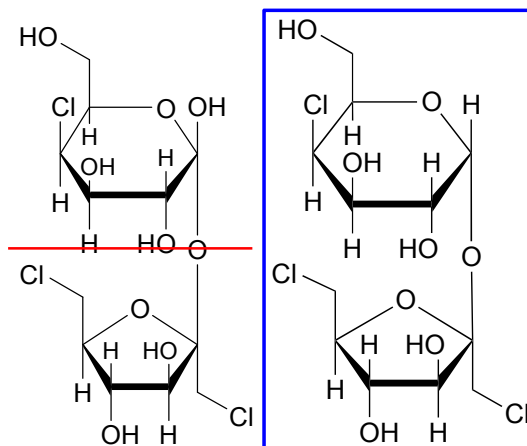
**定量法** ~~本品0.1~1gを精密に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mLとし、よく混和する。この液1mLを正確に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mLとする。この液の波長454nm付近測定する吸光度が0.3~0.7の範囲になるように、本品を精密に量り、水酸化カリウム溶液(1→200)を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、水酸化カリウム溶液(1→200)を加えて正確に100mLとし、検液とする。水酸化カリウム溶液(1→200)を対照とし、波長476~484nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式によりノルビキシンの含量を求める。~~

$$\text{ノルビキシンの含量 (\%)} = \frac{A}{3.4732870} \times \frac{100}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

### スクラロース

Sucralose

トリクロロガラクトスクロース



C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>Cl<sub>3</sub>O<sub>8</sub>

分子量 ~~397.64~~ 397.63

1,6-Dichloro-1,6-dideoxy-β-D-fructofuranosyl-4-chloro-4-deoxy-α-D-galactopyranoside  
[56038-13-2]

**含量** 本品を無水物換算したものは、スクラロース (C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>Cl<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白~淡灰白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$  (1g, 水, 10mL, 無水物換算)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$  (1.0g, 水, 10mL, 無水物換算)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして ~~1.0~~ 1μg/g以下 (10.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 10.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3μg/g以下 (1.0g, 比較液 ヒ素標準液 6.0mL, 装置C) ~~(0.50~~

~~g, 第4法, 装置C)~~

本品を量り、白金製、石英製又は磁製のろつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10)10mLを加え、エタノール(95)に点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、450~550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→50)で潤し、再び加熱して、450~550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸3mLを加え、水浴上で加熱して溶かし、水で正確に10mLとし、検液とする。別に、ヒ素標準液に塩酸3mLを加え、水で正確に10mLとし、比較液とする。

~~(4)(3)~~ 他の塩化二糖類 0.5%以下

本品1.0gにメタノール10mLを加えて溶かし、検液とする。検液0.5mLを量り、メタノールを加えて100mLとし、対照液とする。検液及び対照液5μLにつき、塩化ナトリウム溶液(1→20)/アセトニトリル混液(7:3)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、溶媒を除き、15%硫酸・メタノール試液を噴霧した後、125℃で10分間加熱するとき、検液は、対照液と同位置以外にスポットを認めないか又は他のスポットを認める場合であっても、対照液のスポットよりも濃くない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

~~(5)(4)~~ 塩化単糖類 果糖D(-)-フルクトースとして0.16%以下

本品2.5gを量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、検液とする。別にD-マンニトールD(-)-マンニトール10.0gを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、対照液(A)とする。また、D-マンニトールD(-)-マンニトール10.0g及び果糖D(-)-フルクトース0.040g40mgを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、対照液(B)とする。検液、対照液(A)及び対照液(B)を、厚さ0.25mmのシリカゲル薄層板に、それぞれ1μLずつ付け、風乾する。この操作を更に4回繰り返す。この薄層板にp-アニシジン・フタル酸試液を噴霧後、98~102℃で約10分間加熱して呈色させるとき、検液のスポットは、対照液(B)のスポットよりも濃くない。なお、試験に供した対照液(A)に、スポットが現れた場合は、再度薄層板を製作し、同様の操作を繰り返す。

~~(6)(5)~~ トリフェニルホスフィンオキシド 0.015%以下

本品約0.1gを精密に量り、アセトニトリル/水混液(67:33)に溶かして正確に10mLとし、検液とする。別にトリフェニルホスフィンオキシド0.100gを正確に量り、アセトニトリル/水混液(67:33)に溶かして正確に10mLとする。この液1mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液(67:33)を加えて正確に100mLとする。更にこの液1mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液(67:33)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ25μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のトリフェニルホスフィンオキシドのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を求め、次式によりトリフェニルホスフィンオキシドの量を求める。

$$\text{トリフェニルホスフィンオキシド (C}_{18}\text{H}_{15}\text{OP) の量 (\%)} \\ = \frac{1}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{A_T}{A_S} \times \text{---(\%)} \text{---}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 220nm)

カラム充てん~~てん~~ 充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 アセトニトリル/水混液 (67 : 33)

流量 1.5 ~~mL~~ mL / 分

~~(7)~~ (6) メタノール 0.10%以下

本品約 ~~2.0~~ 2 g を精密に量り, 水を加えて正確に 10 ~~mL~~ mL とし, 混和し, 検液とする。別にメタノール 2.0 g を ~~正確に~~ 量り, 水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし, 混和する。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし, 混和し, 比較液とする。検液及び比較液を 1 ~~μL~~ μL ずつ量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び比較液のメタノールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を求め, 次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{2.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ ~~(\%)~~}$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん~~てん~~ 充填剤 150~180 μm のガスクロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 2~4 mm, 長さ約 2 m のガラス管

カラム温度 140~160°C の一定温度

~~カラム入口~~ 注入口温度 200°C

キャリア~~ア~~ ガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールのピークが約 4 分後に現れるように調整する。

強熱残分 0.7%以下

水分 2.0%以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品約 1 g を精密に量り, 水を加えて溶かして正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~mL~~ mL を正確に量り, 水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 10 ~~mL~~ mL を加え, 還流冷却器を付けて 30 分間穏やかに煮沸する。冷後, ~~希硝酸~~ 10%硝酸試液 で中和し, 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 で滴定を行う。終点の確認は, 電位差計を用い, 指示電極には銀電極, 参照電極には銀-塩化銀電極を用い, ~~0.1 mol/L 硝酸銀溶液~~ で滴定する。別に空試験を行い補正し, 更に無水物換算を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 ~~mL~~ mL = 13.25 mg  $C_{12}H_{19}Cl_3O_8$

### ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

定義 本品は, 主としてステアリン酸及びパルミチン酸のカルシウム塩である。

含量 本品を乾燥物換算したものは, カルシウム (Ca=40.08) 6.4~7.1%を含む。

性状 本品は, 白色の軽くてかさ高い粉末で, においはないか, 又はわずかに特異なにおいがあ

る。

**確認試験** (1) 本品 3.0 g に塩酸 (1→2) 20 mL 及びジエチルエーテル 30 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置する。分離した水層はカルシウム塩の反応(1)を呈する。

(2) (1)のジエチルエーテル層を分取し、~~希塩酸~~10%塩酸試液 20 mL, 10 mL, 次に水 20 mL を用いて順次洗った後、水浴上でジエチルエーテルを留去するとき、残留物の融点は 54°C 以上である。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g をとり、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL, 鉛標準液 1.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ に塩酸 (1→2) 5 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、放置して水層を分取し、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

(3) 遊離脂肪酸 ステアリン酸として 3.0% 以下

本品約 2 g を精密に量り、100 mL の三角フラスコに入れ、アセトン 50 mL を加え、冷却管を付けて水浴中で 10 分間加熱し、冷却する。定量分析用ろ紙 (5 種 C) を二重に重ねてその内容物をろ過し、フラスコ、残留物及びろ紙をアセトン 50 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。フェノールフタレイン試液 2~3 滴と水 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。アセトン 100 mL と水 5 mL の混液を用いて空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 28.45 mg  $C_{18}H_{36}O_2$

**乾燥減量** 4.0% 以下 (105°C, 3 時間)

**定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り、ろつぼに入れ、初めは弱く注意しながら加熱し、電気炉に入れ、700°C で 3 時間加熱して完全に灰化する。冷後、残留物に~~希塩酸~~10%塩酸試液 10 mL を加え、水浴上で 10 分間加温した後、温湯 10 mL, 10 mL 及び 5 mL を用いてフラスコに移し入れ、液がわずかに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加え、更に 0.05 mol/L EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 25 mL, ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 10 mL, エリオクロムブラック T 試液 4 滴及びメチルイエロー試液 5 滴を加えた後、直ちに過量の EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 塩化マグネシウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が消え、赤色を呈するときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05 mol/L ~~EDTA~~ EDTA エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 2.004 mg Ca

### ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

**定義** 本品は、主としてステアリン酸及びパルミチン酸のマグネシウム塩である。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、マグネシウム (Mg=24.31) 4.0~5.0% を含む。

**性状** 本品は、白色の軽くてかさ高い粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 5.0 g を丸底フラスコにとり、過酸化物を含まないジエチルエーテル 50 mL、希硝酸-10%硝酸試液 20 mL 及び水 20 mL を加え、還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する。冷後、フラスコの内容物を分液漏斗に移し、振り混ぜた後、放置して水層を分取する。ジエチルエーテル層は水 4 mL で 2 回抽出し、抽出液を先の水層に合わせる。この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル 15 mL で洗った後、水を加えて正確に 50 mL とした後、振り混ぜて検液とする。この液はマグネシウム塩の反応を呈する。

(2) 純度試験(5)において、検液及び標準液につき、ガスクロマトグラフィーを行うとき、検液は、ステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間にピークを認める。

**純度試験** (1) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え、振り混ぜながら水浴上で 1 分間加熱し、冷後、ろ過する。このろ液 10 mL にプロモチモールブルー試液 ~~0.05~~ 50 µL を加える。この液に 0.1 mol/L 塩酸又は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液溶液 ~~0.05~~ 50 µL を正確に加えるとき、液の色は変わる。

(2) 塩化物 Cl として 0.10% 以下

確認試験(1)で得た検液 10.0 mL につき試験を行う。比較液には 0.02 mol/L 塩酸 1.40 mL を用いる。

(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 1.0% 以下

確認試験(1)で得た検液 10.0 mL につき試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 硫酸 10.2 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g をとり、初めは弱く加熱し、次に約 500 ± 25°C で強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、2 分間加温し、冷後、ろ過し、ろ紙を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ステアリン酸・パルミチン酸含量比

本品 0.10 g を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘプタン 4.0 mL を加え、約 10 分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム飽和溶液 20 mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘプタン層を、あらかじめヘプタンで洗った約 0.1 g の無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1.0 mL を 10 mL のメスフラスコにとり、ヘプタンを加えて 10 mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にステアリン酸及びパルミチン酸それぞれ ~~0.050 g~~ 50 mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、以下、検液の調製と同様に操作し、それぞれ、ステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積 A<sub>A</sub>、パルミチン酸メチルのピーク面積 A<sub>B</sub> 及び得られた全ての脂肪酸エステル<sub>T</sub>のピーク面積 A<sub>T</sub> (検出した全てのピーク面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率 (%) 及びステアリン酸とパルミチン酸の合計の比率 (%) を求める。

$$\text{ステアリン酸の比率 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100 \text{ (\%)} -$$

$$\text{ステアリン酸とパルミチン酸の合計の比率 (\%)} = \frac{A_A + A_B}{A_T} \times 100 \text{ (\%)} -$$

ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルのピークの合計面積は、得られた全ての脂肪酸エステルピークの合計面積の、それぞれ40%以上及び90%以上である。ただし、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後ろからステアリン酸メチルの保持時間の約1.5倍までとする。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径約0.32mm、長さ約30mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール15,000-ジエポキシドを0.5µmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 70℃で約2分間保持し、その後、毎分5℃で240℃まで昇温し、240℃に到達後、を5分間保持する。

注入口温度 220℃付近の一定温度

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス ヘリウム

流量 ステアリン酸メチルのピークが約32分後に現れるように流量を調整する。

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

定量法 本品約0.5gを精密に量り、無水エタノールエタノール(99.5)/1-ブタノール混液(1:1) 50mL、アンモニア水(28) 5mL及び塩化アンモニウム緩衝液(pH10)-アンモニウム緩衝液(pH10.0) 3mLを加える。この液に0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 30.0mLを正確に量って加え、振り混ぜる。この液が澄明となるまで45~50℃で加熱し、冷後、0.1mol/L 硫酸亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液1~2滴)。終点は、液の青色が赤紫色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 2.431mg Mg

#### ステアロイル乳酸カルシウム

Calcium Stearoyl Lactylate

ステアリル乳酸カルシウム

[5793-94-2]

定義 本品は、ステアロイル乳酸類のカルシウム塩を主成分とし、これとその関連酸類及びそれらのカルシウム塩との混合物である。

性状 本品は、白~帯黄色の粉末又は固体で、においがなく又は特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品1gを500℃で1時間強熱して得た残留物に塩酸(1→4) 5mLを加えて溶かした液は、カルシウム塩の反応を呈する。

- (2) 本品 2 g に塩酸 (1→4) 10 mL を加え、よくかき混ぜ、水浴中で加熱し、熱時ろ過する。ろ紙上の残留物に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 30 mL を加え、かき混ぜながら 95℃ 以上の水浴中で 30 分間加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 20 mL を加え、ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL で水洗した後、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液を水浴上で加熱し、ジエチルエーテルを蒸発させて除き、残留物の融点を測定するとき、54～69℃ である。
- (3) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 酸価 50～86

本品の粉末約 0.5 g を精密に量り、エタノール (95) / ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 20 mL を加えて溶かし、検液とし、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、終点は、20 秒間紅赤色の持続するときとする。

- (2) エステル価 125～164 (油脂類試験法) ただし、酸価は、純度試験 (1) の測定値を用いる。けん化価は、本品約 1 g を精密に量り、試料とし、油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。けん化価の試験においては、エタノール製水酸化カリウム試液を加える際に生じる析出物が器壁に固着しないように注意し、滴定は、熱時行うものとする。
- (3) 総乳酸 乳酸 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>) として 32～38%

本品約 0.2 g を精密に量り、100 mL のフラスコに入れ、エタノール製水酸化カリウム試液 3.5 w/v % 水酸化カリウム・エタノール試液 10 mL 及び水 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 45 分間加熱する。フラスコ及び冷却器を水 40 mL で洗い、洗液をフラスコに加え、液量が 3 分の 1 以下になるまで加熱する。これに硫酸 (1→2) 6 mL を加えて混和し、更に石油エーテル 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、全量を分液漏斗に移し、放置して二層に分離させる。水層を 100 mL のメスフラスコに移し、石油エーテル層は、水 20 mL ずつで 2 回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、更に水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。検液 1 mL を正確に量り、共栓試験管に入れ、硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→8) 1 滴を加えて混和する。これに硫酸 9 mL を速やかに加え、緩く栓をして 90℃ の水浴中で正確に 5 分間加熱した後、直ちに氷水中で 20℃ まで冷却する。次にパラフェニルフェノール試液 p-フェニルフェノール試液 0.2 mL を加えてよく振り混ぜ、30℃ の水浴中で 30 分間保つ。この間内容を 2～3 回振り混ぜる。次に 90℃ の水浴中で正確に 90 秒間加熱し、直ちに氷水中で室温まで冷却し、30 分間放置した後、波長 570nm における吸光度を測定する。対照液には、検液の代わりに水 1.0 mL を用い、検液と同様に操作して調製した液を用いる。

別に乳酸リチウム標準液 5 mL, 7 mL 及び 10 mL をそれぞれ正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とする。これらの液 1 mL ずつを正確に量り、それぞれ共栓試験管に入れ、検液の場合と同様に操作してそれぞれの吸光度を測定し、検量線を作成する。

この検量線と検液の吸光度から検液中の乳酸の量 (mg) を求め、次式により総乳酸 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>) の量を求める。

$$\text{総乳酸 (C}_3\text{H}_6\text{O}_3\text{) の量 (\%)} = \frac{\text{検液中の乳酸の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10} \times 100 (\%)$$

~~(4) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0\text{--}3\text{ }\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)  
強熱残分 14.3~17.7% (800°C)

ステアロイル乳酸ナトリウム  
Sodium Stearoyl Lactylate

[25383-99-7]

**定義** 本品は、ステアロイル乳酸類のナトリウム塩を主成分とし、これとその関連酸類及びそれらのナトリウム塩との混合物である。

**性状** 本品は、白~微黄色の粉末又はもろい固体で、特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 2 g に塩酸 (1→4) 10 mL を加え、水浴中で5分間加熱し、ろ過する。このろ液は、炎色反応で黄色を呈する。また、このろ液を中和し、ピロアンチモン酸水素カリウムヘキサヒドロキソアンチモン(V) 酸カリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

(2) (1)のろ過の残留物に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 30 mL を加え、かき混ぜながら 95°C 以上の水浴中で 30 分間加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 20 mL を加え、ジエチルエーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、水 20 mL で洗浄した後、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ液を水浴上で加熱し、ジエチルエーテルを蒸発させて除き、残留物の融点を測定するとき、54~69°C である。

(3) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 酸価 60~130

本品約 1 g を精密に量り、中和エタノールエタノール (中和) 25 mL を加えて、加温して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 5 滴を加えて、速やかに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で淡紅赤色が 30 秒間持続するまで滴定し、次式により酸価を求める。

$$0.1\text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 5.611$$

$$\text{酸価} = \frac{\quad}{\quad}$$

試料の採取量 (g)

(2) エステル価 90~190 (油脂類試験法) ただし、酸価は、純度試験(1)の測定値を用いる。けん化価は、本品約 1 g を精密に量り、試料とし、油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。けん化価の試験においては、エタノール製水酸化カリウム試液を加える際に生じる析出物が器壁に固着しないように注意し、滴定は、熱時行うものとする。

(3) 総乳酸 乳酸 ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$ ) として 15~40%

「ステアロイル乳酸カルシウム」の純度試験(3)を準用する。ただし、乳酸リチウム標準液の採取量は 1 mL, 2 mL, 5 mL 及び 10 mL とする。

(4) ナトリウム Na として 2.5~5.0%

本品約 0.25 g を精密に量り、ビーカーに入れ、エタノール (95) 10 mL を加えて加温して溶かす。この液を 25 mL のメスフラスコに移し、ビーカーをエタノール (95) 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、エタノール (95) を加えて正確に 25 mL とし、十分かくはんする。この液 1 mL を正確に量り、あらかじめ酸化ランタン試液 10 mL を入れた 100 mL のメスフラスコに入れ、水を加えて正確に 100 mL とした後、定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過し、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130°C で 2 時間乾燥した後、その 1.271 g を正確に量り、



水を加えて溶かして正確に 500~~mL~~ mL とする。この液 10~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 100~~mL~~ mL とし、標準原液とする。標準原液 2~~mL~~ mL、4~~mL~~ mL 及び 6~~mL~~ mL をそれぞれ正確に量り、酸化ランタン試液 10~~mL~~ mL 及び水を加えてそれぞれ正確に 100~~mL~~ mL とし、標準液とする。標準液は用時調製する。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のナトリウム濃度を求め、次式によりナトリウムの含量を求める。

$$\text{ナトリウム (Na) の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のナトリウム濃度 } (\mu\text{g}/\text{mL})}{\text{試料の採取量 (g)} \times 4} \times 100 (\%)$$

#### 操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (5) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 ~~1~~ 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレイム方式)
- (6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

#### ステビア抽出物

Stevia Extract

ステビアエキス

~~ステビオサイド~~

~~ステビオシド~~

~~レバウジオシド~~

~~レバウディオサイド~~

**定義** 本品は、ステビア (~~Stevia rebaudiana Bertoni~~ Stevia rebaudiana (Bertoni) Bertoni) の葉から抽出して得られた、ステビオール配糖体を主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体 4種 (ステビオシド, レバウジオシド A, レバウジオシド C 及びズルコシド A) の合計量として 80.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、においがいいか又はわずかに ~~特有の~~ 特異な においがあり、強い甘味がある。

**確認試験** ~~本品 0.5 g を水 100mL に溶かし、検液とする。定量用ステビオシド及びレバウジオシド A のそれぞれ 5 mg を水 10mL に溶かし、標準液とする。定量法の~~ 検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステビオシド及びレバウジオシド A の 両方あるいは一方のいずれかの ピークの保持時間と一致する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 1  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~5.0~~ 4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレイム方式)

(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~2.0~~ 1  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~4.0~~ 1.5 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 ~~本品 0.06~0.12 g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4 : 1) に溶かして正確に 100 mL とし、検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4 : 1) に溶かして正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のステビオシドのピーク面積  $A_a$ 、レバウジオシド A のピーク面積  $A_c$ 、レバウジオシド A の保持時間を 1.0 としたとき、相対保持時間 0.25~0.40 に溶出するピーク (ズルコシド A) の面積  $A_b$ 、0.63~0.80 に溶出するピーク (レバウジオシド C) の面積  $A_d$ 、及び標準液のステビオシドのピーク面積  $A_s$  を測定し、次式によりステビオール配糖体の含量を求める。ただし、 $A_b$  及び  $A_d$  にあつては、規定の相対保持時間内に 2 つのピークを認める場合は、先に溶出するピークの面積を用いることとする。~~

~~ステビオシドの含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × (A<sub>a</sub> / A<sub>s</sub>) × 100 (%)~~

~~ズルコシド A の含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × ((A<sub>b</sub> × 0.98) / A<sub>s</sub>) × 100 (%)~~

~~レバウジオシド A の含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × ((A<sub>c</sub> × 1.20) / A<sub>s</sub>) × 100 (%)~~

~~レバウジオシド C の含量 = (定量用ステビオシドの採取量 (g) / 乾燥物換算した試料の採取量 (g)) × ((A<sub>d</sub> × 1.18) / A<sub>s</sub>) × 100 (%)~~

本品約 50mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、検液とする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシド A を乾燥し、約 50mg ずつを精密に量り、それぞれ水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、標準液とする。検液、標準液及びステビオール配糖体 4 種混合液をそれぞれ 10µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。標準液のステビオシド及びレバウジオシド A のピーク面積  $A_{s1}$  及び  $A_{s2}$ 、並びに検液のステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A の各ピーク面積  $A_x$  を測定し、以下の式によりステビオール配糖体 4 種の含量を求める。ただし、検液中の各ステビオール配糖体は、ステビオール配糖体 4 種混合液中の各ステビオール配糖体の保持時間と一致することにより確認する。また、各ステビオール配糖体の定量用の係数  $f_x$  は、1.00 (ステビオシド)、1.18 (レバウジオシド C) 及び 0.98 (ズルコシド A) とする。

各ステビオール配糖体 (レバウジオシド A を除く) の含量 (%) =

$$\frac{\text{定量用ステビオシドの採取量 (mg)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_x \times f_x}{A_{s1}} \times 100$$

レバウジオシド A の含量 (%) =

$$\frac{\text{定量用レバウジオシド A の採取量 (mg)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_x}{A_{s2}} \times 100$$

ステビオール配糖体4種の含量 (%)

=ステビオシドの含量 (%) +レバウジオシドAの含量 (%) +レバウジオシドCの含量 (%)  
+ズルコシドAの含量 (%)

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用 ~~アミノ基結合型シリカゲル~~ オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ ~~15~~25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 ~~アセトニトリル/水混液 (4 : 1)~~ リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH2.6) /アセトニトリル混液 (17 : 8)

流量 ~~レバウジオシドAの保持時間が約21分になるように調整する。~~ 1.0 mL/分

#### カラム選定

定量用ステビオシド標準液と定量用レバウジオシドA標準液を1 : 1の割合で混合した液を用い、上記の操作条件で試験するとき、ステビオシド及びレバウジオシドAが分離するものを用いる。

### ステビオール配糖体

Steviol Glycosides

ステビオシド

レバウジオシド

定義 本品は、ステビア (*Stevia rebaudiana* (Bertoni) Bertoni) の葉から抽出して得られた、ステビオール配糖体を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体4種 (ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドC及びズルコシドA) の合計量として80.0%以上を含み、かつ、ステビオール配糖体9種 (ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールビオシド) の合計量として95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末、薄片又は結晶で、においがないか又はわずかに特異なおいがあり、強い甘味がある。

確認試験 「ステビア抽出物」の確認試験を準用する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして1 μg/g以下 (4.0 g, 第1法, 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして1 μg/g以下 (1.5 g, 第3法 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 本品約 50mg を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、検液とする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシドAを乾燥し、約 50mg ずつを精密に量り、それぞれ水/アセトニトリル混液 (7 : 3) に溶かして正確に 100mL とし、標準液と

する。検液、標準液及びステビオール配糖体9種混合液をそれぞれ10 $\mu$ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。標準液のステビオシド及びレバウジオシドAのピーク面積 $A_{s1}$ 及び $A_{s2}$ 、並びに検液のステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドB、レバウジオシドC、レバウジオシドD、レバウジオシドF、ズルコシドA、ルブソシド及びステビオールピオシドの各ピーク面積 $A_x$ を測定し、「ステビア抽出物」の定量法を準用してステビオール配糖体4種の含量を求め、更に、以下の式によりステビオール配糖体9種の含量を求める。ただし、検液中の各ステビオール配糖体は、ステビオール配糖体9種混合液中の各ステビオール配糖体の保持時間と一致することにより確認する。また、各ステビオール配糖体の定量用の係数 $f_x$ は、1.00（レバウジオシドB）

1.40（レバウジオシドD）、1.16（レバウジオシドF）、0.80（ルブソシド、ステビオールピオシド）とする。

ステビオール配糖体9種の含量（%）

$$= \frac{\text{ステビオシドの含量（\%）} + \text{レバウジオシドAの含量（\%）} + \text{レバウジオシドBの含量（\%）} + \text{レバウジオシドCの含量（\%）} + \text{レバウジオシドDの含量（\%）} + \text{レバウジオシドFの含量（\%）} + \text{ズルコシドAの含量（\%）} + \text{ルブソシドの含量（\%）} + \text{ステビオールピオシドの含量（\%）}}{1.00 + 1.40 + 1.16 + 0.80}$$

### スピルリナ色素

Spirulina Color

スピルリナ青色素

**定義** 本品は、スピルリナ（~~*Spirulina platensis* Geitler~~ *Arthrospira platensis* (*Spirulina platensis*)) の全藻から得られた、フィコシアニンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は25以上で、その表示量の90~110%を含む。

**性 状** 本品は、青色の粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価25に換算して0.4gに相当する量をとり量り、クエン酸緩衝液 (pH6.0) 100~~mL~~mLに溶かした液は、青色を呈し、赤色の蛍光を発する。

(2) (1)の溶液を、90°Cで30分間加熱するとき、蛍光は消える。

(3) (1)の溶液5~~mL~~mLに微粉末にした硫酸アンモニウム3.3gを少量ずつ加えて溶かし、~~静置~~放置するとき、青色の不溶物を生じる。

(4) (1)の溶液5~~mL~~mLに塩化鉄(III)試液1~~mL~~mLを加えて20分間放置するとき、青緑~暗紫色に変わる。

(5) (1)の溶液5~~mL~~mLに次亜塩素酸ナトリウム試液0.1~~mL~~mLを加えるとき、液の色は淡黄色に変わる。

(6) 本品をクエン酸緩衝液 (pH6.0) に溶かした液は、波長610~630nmに極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして40 $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(2)(1) 鉛 Pbとして8.0~~2.0~~ $\mu$ g/g以下 (1.25~~2.0~~g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~3~~ $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装~~

置B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH6.0)

測定波長 波長 610~630nmの極大吸収部

### 精製カラギナン

Purified Carrageenan

Refined Carrageenan

**定義** 本品は、カラギナン (イバラノリ属 (*Hypnea* 属), キリンサイ属 (*Eucheuma* 属), ギンナンソウ属 (*Iridaea* 属), スギノリ属 (*Gigartina* 属) 又はツノマタ属 (*Chondrus* 属) の藻類の全藻から得られた,  $\iota$ -カラギナン,  $\kappa$ -カラギナン及び  $\lambda$ -カラギナンを主成分とするものをいう。) の一つである。ショ糖, ブドウ糖, マルトース, 乳糖又はデキストリンを含むことがある。

**性状** 本品は, 白~淡褐色の粉末又は粒で, においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 「加工ユーケマ藻類」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 0.1 g を水 20 mL に加えて ~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 3 mL 及び塩酸 (1→5) 5 mL を加えてよく混和し, 必要があれば沈殿を除き, この液を 5 分間煮沸するとき, 白色の結晶性の沈殿を生ずる。

~~純度試験 (1) 粘~~ **度** 5.0 mPa・s 以上「加工ユーケマ藻類」の ~~純度試験 (1) 粘~~ 度 を準用する。

純度試験 (1) (2) 硫酸基 15~40%

本品約 8 g を精密に量り, 60 vol% 2-プロパノール 400 mL 中に分散する。穏やかに 4 時間かき混ぜ, 定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過する。ろ紙上の残留物を 60 vol% 2-プロパノール 10 mL で 2 回, 2-プロパノール 10 mL で 2 回洗浄し, 105°C で恒量になるまで乾燥し, 試料とする。得られた試料約 1 g を精密に量り, 100 mL のケルダールフラスコに入れる。塩酸 (1→10) 50 mL を加えて還流冷却管を付け, 1 時間煮沸する。10 vol% 過酸化水素溶液 25 mL を加え, 更に 5 時間煮沸する。必要があれば分離液をろ過し, ろ液を 500 mL ビーカーに移し, 煮沸しながら ~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (3→25) 10 mL を徐々に加える。水浴中で 2 時間加熱し, 冷後, 定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し, ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙と共に乾燥し, 磁製のつぼに入れ, 内容物が白く灰化するまで焼いた後, 硫酸バリウムとして秤量し, 次式により硫酸基 (SO<sub>4</sub>) の量を求める。

硫酸バリウムの量 (g) × 0.4116

$$\text{硫酸基 (SO}_4\text{) の量 (\%)} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)} \times 0.4116}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

~~(3) (2)~~ 酸不溶物 2.0% 以下

純度試験 ~~(2) (1)~~ で得られた試料約 2 g を精密に量り, 以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(5) (4)~~ を準用する。

~~(4) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(5) (3)~~ 鉛 Pb として 5.0 5 µg/g 以下 (2.00.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~(4) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

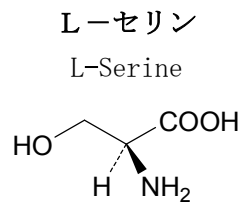
~~(7)~~(5) 2-プロパノールとメタノール 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10%以下「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(9)~~(7)を準用する。

乾燥減量 12.0%以下 (105°C, 4時間)

灰分 15.0~40.0% (純度試験 ~~(2)~~(1)で得られた試料 2.0 g)

酸不溶性灰分 1.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき, 本品 1 gにつき, ~~細菌数は 10,000 以下~~生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験及び真菌数試験は, 本品 1 gをリン酸緩衝液, 0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mLと混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は, 本品 1 gをラウリル硫酸ブイオン培地 200mLと混合して均一に分散させ, 35±1°Cで48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は, 本品 1 gを乳糖ブイオン培地 200mLと混合して均一に分散させ, 35±1°Cで24±2時間培養したものを前培養液とし, この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。



$C_3H_7NO_3$

分子量 105.09

(2S)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid [56-45-1]

含量 本品を乾燥物換算したものは, L-セリン ( $C_3H_7NO_3$ ) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においがなく, 味はわずかに甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) ~~5 mL~~5 mLにニンヒドリン溶液 (1→50) ~~1 mL~~1 mLを加え水中で3分間加熱するとき, 青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) ~~10 mL~~10 mLに~~過ヨウ素酸~~オルト過ヨウ素酸 0.2 gを加えて加熱するとき, ホルマリンのにおいを発する。

~~純度試験 (1) 比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +13.5 \sim +16.0^\circ$  (10 g, 塩酸試液 (2 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)

~~本品約 10 gを精密に量り, 2 mol/L塩酸を加えて溶かし, 正確に 100 mLとし, 旋光度を測定し, 更に乾燥物換算を行う。~~

pH 5.2~6.2 (1.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) (2)~~ 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 ~~20 mL~~20 mL)

~~(3) 液性 pH5.2~6.2 (1.0 g, 水 10 mL)~~

~~(4) (2)~~ 塩化物 Clとして 0.1%以下 (~~0.07 g~~70mg, 比較液 0.01 mol/L塩酸 0.20 ~~mL~~mL)

~~(5) 重金属 Pbとして 20  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pbとして 2  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)~~(4) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~mL=10.51mg  $C_3H_7NO_3$

### セルラーゼ

Cellulase

繊維素分解酵素

定義 本品は, 担子菌 (*Corticium* 属, *Irpex* 属, *Pycnoporus coccineus* に限る。), 糸状菌 (*Acremonium cellulolyticus*, *Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Humicola insolens*, *Penicillium funiculosum*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma insolens*, *Trichoderma koningii*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride* に限る。), 放線菌 (*Actinomyces* 属, *Streptomyces* 属に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus circulans*, *Bacillus subtilis* に限る。) の培養物より得られたセルロースを加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は, 白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で, においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は, セルラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして  $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸 (1→100) 5mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品 1 g につき, 生菌数は 50000 以下である。

また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

セルラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 基質, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 0.50 g を量り, 水, pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.05mol/L), pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は, pH5.0 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたもの, 又は, これを更に水, 又は同緩衝液を用いて 10 倍, 100 倍, 若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

カルボキシメチルセルロースナトリウム 0.67 g を量り, 水 50mL を加えて加温して溶かし, 冷後, pH4.2 の酢酸緩衝液 (1mol/L), pH4.5 の酢酸緩衝液 (1mol/L) 又は pH5.0 の酢酸緩衝

液（1 mol/L）10 mL を加え、水を加えて 100 mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 4 mL を量り、37°C で 10 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°C で 30 分間加温し、ソモギー試液（I）2 mL を加えて混和し、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、この液にネルソン試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、水酸化ナトリウム試液（0.5 mol/L）3 mL を加え振り混ぜて沈殿を溶かして 20 分間放置した後、pH4.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）を加えて 25 mL とし、この液 1 mL を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液（1 mol/L）9 mL を加えて混和し、検液とする。別に試料液 1 mL を量り、ソモギー試液（I）2 mL を加えて振り混ぜた後、基質溶液 4 mL を加え混和し、水浴中で 30 分間加熱する、冷後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 750 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第2法

本品 0.50 g を量り、水又は pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し 50 mL としたものの、又は、これを更に水、又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

約 1 × 6 cm に切り出したろ紙片 50 mg を基質ろ紙片とする。

試験管に pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）1 mL を量り、試料液 0.5 mL を加え混和し、基質ろ紙片 1 枚を加えてかくはんして試験管内で液中に完全に浸し、50°C で 60 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 3 mL を加え直ちにかくはんし、水浴中で 5 分間加熱した後、冷後、水 16 mL を加えて混和し、検液とする。別に試験管に試料液 0.5 mL を量り、3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 3 mL 及び pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）1 mL を加えて直ちに混和した後、水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 16 mL を加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## 第3法

本品 0.50 g を量り、水、pH4.8 のクエン酸緩衝液（0.05 mol/L）又は pH5.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し 50 mL としたものの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

カルボキシメチルセルロースナトリウムを基質とする場合は、カルボキシメチルセルロースナトリウム 10.0 g を量り、水 800 mL にかき混ぜながら徐々に加えて溶かし、酢酸試液（1 mol/L）100 mL を加えた後、水酸化ナトリウム試液（0.1 mol/L）を加え pH4.0 又は pH4.5 に調整し、水を加えて 1000 mL としたものを基質溶液とする。

カルボキシメチルセルロースを基質とする場合は、カルボキシメチルセルロース 0.75 g を量り、水 45 mL にかき混ぜながら徐々に加えて溶かし、pH5.0 の酢酸緩衝液（1 mol/L）5 mL を加えて 50 mL としたものを基質溶液とする。

試験管に試料液 1 mL を量り、40°C で 5 分間加温し、同温度で 5 分間加温した基質溶液 1 mL を加えて直ちによく振り混ぜる。この液を 40°C で 10 分間又は 30 分間加温した後、3, 5-ジニトロ



サリチル酸・ラクトース試液又は3, 5-ジニトロサリチル酸試液4 mLを加えて混和し, 試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で15分間加熱し, 冷後, 検液とする。別に試験管に試料液1 mLを量り, 3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液又は3, 5-ジニトロサリチル酸試液4 mLを加えて振り混ぜた後, 基質溶液1 mLを加えてよく振り混ぜ, 試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で15分間加熱し, 冷後, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長540nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお, 吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は, 遠心分離を行い, その上澄液について測定する。

#### 第4法

本品1.0 gを量り, 水又はpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの, 又は, これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍, 100倍, 若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

85°Cで加温したpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)約700mLに, カルボキシメチルセルロース35 gをかくはんしながら徐々に加え, 85°Cで30分間加温し, かくはんしながら放冷する。この液にpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を加え950mLとした後, 塩酸試液(2mol/L)又は水酸化ナトリウム試液(2mol/L)を加えてpH6.0に調整し, pH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を加えて1000mLとし, カルボキシメチルセルロースを完全に溶解させたものを基質溶液とする。用時調製する。なお, 使用前に気泡がないことを確認する。

試験管に試料液0.5mLを量り, あらかじめ25°Cで加温した基質溶液4 mLを加え, 25~30秒間かくはんした後, 40°Cで30分間加温し, 検液とする。別に試料液の代わりにpH6.0のリン酸ナトリウム緩衝液(0.1mol/L)を用いて検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液の入った試験管を振動式粘度計にそれぞれ設置し, 振動している検出端子を試験管の中央に位置させた状態で20秒間経過した時点での値を読み取るとき, 検液の値は比較液の値より小さい。

#### 第5法

本品1.0 gを量り, 水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの, 又は, これを更に水を用いて10倍, 100倍, 若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

結晶セルロース2.0 g及びD (+) -グルコース40mgを量り, 水を加えてよくかき混ぜ100mLとしたものを基質懸濁液とする。用時懸濁する。

L字型試験管に基質懸濁液2.5mLを量り, pH4.5の酢酸緩衝液(0.05mol/L)2 mLを加え, 振とうしながら50°Cで10分間加温する。この液に試料液0.5mLを加え, 振とうしながら50°Cで30分間加温した後, 水酸化ナトリウム試液(0.5mol/L)0.5mLを加えて混和し, 遠沈管にとり毎分3000回転で10分間遠心分離し, 上澄液0.5mLに3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液(セルラーゼ活性試験用)1.5mLを加えよくかき混ぜた後, 水浴中で5分間加熱し, 冷後, 水4 mLを加えて混和し, 検液とする。別にL字型試験管に試料液0.5mLを量り, 水酸化ナトリウム試液(0.5mol/L)0.5mLを加えた後, pH4.5の酢酸緩衝液(0.05mol/L)2 mL及び基質懸濁液2.5mLを加えて混和し, 遠沈管にとり毎分3000回転で10分間遠心分離し, 以下検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長540nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 粗製海水塩化マグネシウム

Crude Magnesium Chloride (Sea Water)

塩化マグネシウム含有物

**定 義** 本品は、海水から塩化カリウム及び塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化マグネシウムを主成分とするものである。

**含 量** 本品は、塩化マグネシウム ( $MgCl_2=95.21$ ) として 12.0~30.0% を含む。

**性 状** 本品は、無~淡黄色の液体で、苦味がある。

**確認試験** (1) 本品に水酸化ナトリウム試液 ( $1\text{ mol/L}$ ) を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液 ( $1\text{ mol/L}$ ) を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $SO_4$  として 4.8% 以下

本品 0.25 g を量り、水を加えて溶かして  $100\text{ mL}$  とする。この液  $2.0\text{ mL}$  を量り、検液とする。比較液には、 $0.005\text{ mol/L}$  硫酸  $0.50\text{ mL}$  を用いる。

(2) 臭化物  $Br$  として 2.5% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして  $500\text{ mL}$  とする。この液  $10\text{ mL}$  を量り、水を加えて  $100\text{ mL}$  とする。更にこの液  $2\text{ mL}$  を量り、水  $3\text{ mL}$ 、希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液 (pH4.7)  $2\text{ mL}$  及び クロラミン T p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 溶液 (1→10,000)  $1\text{ mL}$  を加え、直ちに混和し、2分間放置後、 $0.1\text{ mol/L}$  チオ硫酸ナトリウム溶液  $0.15\text{ mL}$  を加えて混和した後、水を加えて  $10\text{ mL}$  とし、検液とする。別に臭化カリウムを  $110^\circ\text{C}$  で4時間乾燥した後、その  $2.979\text{ g}$  を正確に量り、水を加えて溶かして正確に  $1,000\text{ mL}$  とし、更にこの液  $1\text{ mL}$  を正確に量り、水を加えて正確に  $1,000\text{ mL}$  とする。この液  $5\text{ mL}$  を正確に量り、希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液 (pH4.7)  $2\text{ mL}$  及び クロラミン T p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 溶液 (1→10,000)  $1\text{ mL}$  を加え、直ちに振り混ぜる。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長  $590\text{ nm}$  における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

~~(3) 重金属  $Pb$  として  $20\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛  $Pb$  として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) 亜鉛  $Zn$  として  $70\mu\text{g/g}$  以下

本品 4.0 g を量り、水を加えて  $40\text{ mL}$  とし、試料液とする。試料液  $30\text{ mL}$  を量り、酢酸5滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20)  $2\text{ mL}$  を加えて振り混ぜ、10分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液  $14\text{ mL}$  を量り、試料液  $10\text{ mL}$  及び水を加えて  $30\text{ mL}$  とし、酢酸5滴及び ~~フェロシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物 溶液 (1→20)  $2\text{ mL}$  を加えて振り混ぜ、10分間放置した液の濁度以下である。

(5) カルシウム  $Ca$  として 4.0% 以下

定量法のA液  $20\text{ mL}$  を正確に量り、水を加えて  $100\text{ mL}$  とし、酒石酸 L (+) -酒石酸 溶液 (1

→5) 0.2 mL を加え、更に 2, 2', 2'' -ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10 mL, 水酸化カリウム溶液 (1→10) 10 mL を加え、5 分間放置した後、直ちに 0.01 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1 g), その消費量を b mL とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし、次式によりカルシウムの量を求める。

$$\text{カルシウム (Ca) の量} = \frac{(b \times 0.4008)}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

$$\text{カルシウム (Ca) の量 (\%)} = \frac{b \times 0.4008}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

(6) ナトリウム Na として 4.0% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、1,000 mL とする。この液 10 mL を量り、水を加えて 200 mL とし、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130°C で 2 時間乾燥した後、その 2.542 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1,000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ  
 分析線波長 589.0 nm  
 支燃性ガス 空気  
 可燃性ガス アセチレン

(7) カリウム K として 6.0% 以下

純度試験 (6) の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを 105°C で 2 時間乾燥した後、その 1.907 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1,000 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ  
 分析線波長 766.5 nm  
 支燃性ガス 空気  
 可燃性ガス アセチレン

(8) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**定量法** 本品約 2 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、A 液とする。A 液 5 mL を正確に量り、水 50 mL 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) - アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え、0.01 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴), その消費量 a mL を求める。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。純度試験 (5) で得た消費量 b mL を用い、次式により含量を求める。

$$\text{塩化マグネシウム (MgCl}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{(a - 0.25b) \times 3.803}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

ソルビタン脂肪酸エステル  
Sorbitan Esters of Fatty Acids

**定義** 本品は、脂肪酸とソルビタンとのエステルである。

**性状** 本品は、白～黄褐色の粉末、薄片、粒、ろう状の塊又は液体である。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g に ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 5 ~~mL~~ mL を加えて加熱して溶かし、硫酸 (1→20) 5 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で 30 分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を析出する。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき溶ける。

(2) (1) で油滴又は固体を分離した残りの液 2 ~~mL~~ mL を とり量り、新たに調製した カテコール 1, 2-ベンゼンジオール 溶液 (1→10) 2 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、更に硫酸 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき、液は、紅赤～赤褐色を呈する。

**純度試験** (1) 酸価 15 以下 (油脂類試験法)

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

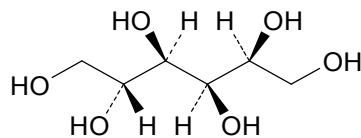
(4) ポリオキシエチレン 本品 1.0 g を量り、~~イソオクタン~~ ジクロロメタン 10 ~~mL~~ mL に溶かし、水 20 ~~mL~~ mL を加え、加温してよく振り混ぜ、冷後、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト (II) 試液 10 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜた後、放置するとき、必要があれば遠心分離し、観察するとき、イソオクタン ジクロロメタン 層は、青色を呈さない。

**強熱残分** 1.5% 以下

D-ソルビトール

D-Sorbitol

D-ソルビット



$C_6H_{14}O_6$

分子量 182.17

D-Glucitol [50-70-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、D-ソルビトール ( $C_6H_{14}O_6$ ) 90.0% 以上を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末又は粒で、においがなく、清涼な甘味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (7→10) 1 ~~mL~~ mL に 硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 試液 2 ~~mL~~ mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、液は、青緑色を呈するが、濁らない。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 1 ~~mL~~ mL に、新たに調製した カテコール 1, 2-ベンゼンジオール 溶液 (1→10) 1 ~~mL~~ mL を加え、よく振り混ぜた後、硫酸 2 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき、液は、直ちに赤色を呈する。

**純度試験** (1) 遊離酸 本品 5 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は、30 秒以上持続する紅赤色を呈する。

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 1 µg/g 以下 (4.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ニッケル 本品 0.50 g を量り、水 5 mL を加えて溶かし、ジメチルグリオキシム・エタノール (95) 溶液 (1 → 100) 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は、紅赤色を呈さない。

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(5) 還元糖 D-グルコースとして 0.68% 以下

本品 1.0 g を量り、フラスコに入れ、水 25 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸した後、放置して亜酸化銅を沈殿させる。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器 (1 G 4) でろ過し、ろ液は捨てる。フラスコ内の沈殿に直ちに温湯を加えて洗浄し、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら先のガラスろ過器でろ過する。洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで同様の操作を繰り返し、洗液は捨てる。次にフラスコ内の沈殿に直ちに 硫酸第一鉄硫酸鉄 (II) 試液 20 mL を加えて溶かし、先のガラスろ過器でろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせる。これを 80°C に加熱し、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 2.0 mL を加えるとき、液の紅赤色は直ちに消えない。

(6) 糖類 D-グルコースとして 4.4% 以下

本品 10 g を量り、水 25 mL を加えて溶かし、塩酸 (1 → 4) 8 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱し、冷後、メチルオレンジ試液 1 滴を指示薬として水酸化ナトリウム溶液 (1 → 25) で中和する。次に水を加えて 100 mL とし、この液 10 mL を量り、水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸した後、以下純度試験 (5) を準用する。ただし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の量は 13 mL とする。

**乾燥減量** 3.0% 以下 (0.7 kPa 以下, 80°C, 3 時間)

**強熱残分** 0.02% 以下 (5 g)

**定量法** 本品及び定量用 D-ソルビトールを乾燥し、それぞれ約 1 g ずつを精密に量り、水に溶かしてそれぞれ正確に 50 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 µL ずつ正確に量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の D-ソルビトールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{D-ソルビトール (C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{定量用 D-ソルビトールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

**操作条件**

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 5 ~ 12 µm の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4 ~ 8 mm, 長さ 20 ~ 50 cm のステンレス管

カラム温度 40 ~ 85°C の一定温度

移動相 水

流量 0.5～1.0 ~~mL~~ / 分の一定量

### D-ソルビトール液

D-Sorbitol Syrup

D-ソルビット液

**含量** 本品は、D-ソルビトール (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub> = 182.17) 50.0～75.0%を含む。

**性状** 本品は、無色澄明のシロップ状の液体で、冷時には無色の結晶を析出することがある。本品は、においがなく、甘味がある。

**確認試験** 「D-ソルビトール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

**比重**  $d_{25}^{25} = 1.285 \sim 1.315$

**純度試験** ~~(1) 比重  $d_{25}^{25} = 1.285 \sim 1.315$~~

~~(2) (1) 遊離酸 「D-ソルビトール」の純度試験(1)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下~~

~~「D-ソルビトール」の純度試験(2)を準用する。~~

(2) 鉛 Pbとして1 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4) (3) ニッケル 「D-ソルビトール」の純度試験(3)を準用する。~~

(5) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B) 「D-ソルビトール」の純度試験(4)を準用する。

~~(6) (5) 還元糖 D-グルコースとして0.68%以下~~

「D-ソルビトール」の純度試験(5)を準用する。

~~(7) (6) 糖類 D-グルコースとして6.8%以下~~

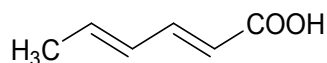
「D-ソルビトール」の純度試験(6)を準用する。ただし、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液の量は20 ~~mL~~ とする。

**強熱残分** 0.02%以下 ただし、本品約5 gを精密に量り、硫酸2～3滴を加え、穏やかに加熱して煮沸し、点火して燃焼させ、冷後、試験を行う。

**定量法** 本品約1 gを精密に量り、以下「D-ソルビトール」の定量法を準用する。

### ソルビン酸

Sorbic Acid



C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

分子量 112.13

(2E, 4E)-Hexa-2, 4-dienoic acid [110-44-1]

**含量** 本品を無水物換算したものは、ソルビン酸 (C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の針状結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品のアセトン溶液 (1→100) 1 ~~mL~~ に水 1 ~~mL~~ 及び臭素試液2滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品の2-プロパノール溶液(1→400,000)は、波長 252～256nmに極大吸収部がある。

融点 132～135℃

純度試験 (1) ~~融点~~ 132～135℃

~~(2)~~ (1) 溶状 本品0.20gを量り、アセトン5.0mLを加えて溶かした液の色は、比色標準液Cより濃くない。

~~(3)~~ (2) 塩化物 Clとして0.014%以下

本品1.50gを量り、水120mLを加え、煮沸して溶かし、冷後、水を加えて120mLとし、ろ過し、ろ液40mLを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを用いる。

~~(4)~~ (3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.048%以下

~~(3)~~ (2)のろ液40mLを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを用いる。

~~(5) 重金属 Pbとして10μg/g以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸1mL及び硝酸0.2mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。これに塩酸(1→4)1mL及び水15mLを加え、加熱して溶かす。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20)2mLを加え、必要があればろ過し、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(4) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(6)~~ (5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

水分 0.50%以下 (~~2.0~~ 2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

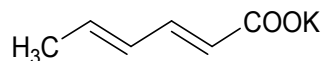
強熱残分 0.20%以下

定量法 本品約1gを精密に量り、~~中和エタノール~~ エタノール(中和)を加えて溶かし、正確に100mLとし、この液25mLを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬フェノールフタレイン試液2～3滴)。更に、無水物換算を行う。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=11.21mg C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

ソルビン酸カリウム

Potassium Sorbate



C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>KO<sub>2</sub>

分子量 150.22

Monopotassium(2E,4E)-hexa-2,4-dienoate [24634-61-5]

含量 本品を乾燥したものは、ソルビン酸カリウム(C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>KO<sub>2</sub>)98.0～102.0%を含む。

性状 本品は、白～淡黄褐色のりん片状結晶、結晶性の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)にアセトン1mLを加え、これに塩酸(1→4)を滴加して弱酸性とした後、臭素試液2滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 本品0.20gを量り、水5.0mLを加えて溶かした液の色は、比色標準液Fよ

り濃くない。

(2) 遊離アルカリ 本品 1.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、~~紅赤~~色を呈しても、その色は、0.05 mol/L 硫酸 0.40 mL を加えるとき、消える。

(3) 塩化物 Cl として 0.018% 以下

本品 1.0 g を量り、水約 30 mL を加えて溶かし、よく振り混ぜながら硝酸 (1→10) 11 mL を加え、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に硝酸 (1→10) 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.038% 以下

本品 0.50 g を量り、水約 30 mL を加えて溶かし、よく振り混ぜながら塩酸 (1→4) 3 mL を加え、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

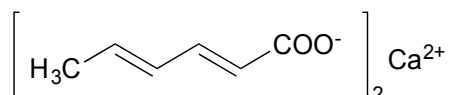
乾燥減量 1.0% 以下 (105°C, 3 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 ~~α-ナフトールベンゼイン試液~~ p-ナフトールベンゼイン試液 10 滴)。終点は、液の褐色が緑色になるときとする。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 15.02 mg C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>KO<sub>2</sub>

### ソルビン酸カルシウム

Calcium Sorbate



C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>CaO<sub>4</sub>

分子量 262.32

Monocalcium bis[(2E,4E)-hexa-2,4-dienoate] [7492-55-9]

含量 本品を乾燥したものは、ソルビン酸カルシウム (C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>CaO<sub>4</sub>) 98.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白色の微細な結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 2 mL に臭素試液 2 滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品は、カルシウム塩(1)の反応を、本品の水溶液 (1→200) は、カルシウム塩(2)の反応を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→200) 100 mL に塩酸 (1→4) 15 mL を加えて、生じた沈殿を吸引ろ過し、水でよく洗い、デシケーター (減圧) で 4 時間乾燥するとき、その融点は、132~135°C である。

純度試験 (1) フッ化物 F として 10 µg/g 以下

本品 1.00 g を正確に量り、ビーカーに入れ、水 10 mL を加えてしばらくかき混ぜる。その後、



塩酸（1→20）20~~mL~~mLを徐々に加えて溶かす。この液を加熱し、1分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これに~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→40）10~~mL~~mL及び~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物溶液（1→4）15~~mL~~mLを加えて混合する。塩酸（1→10）又は水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を100~~mL~~mLのメスフラスコに移し、水を加えて100~~mL~~mLとする。この液約50~~mL~~mLをポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。~~電位を比較電極及び指示電極は~~フッ素イオン電極を、~~参照電極は銀-塩化銀電極を~~接続した電位差計で~~電位を~~測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ110℃で2時間乾燥したフッ化ナトリウム2.210gを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水200~~mL~~mLを加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて1,000~~mL~~mLとし、ポリエチレン製容器に入れ、比較原液とする。使用時に、比較原液5~~mL~~mLを正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて1,000~~mL~~mLとする。この液2~~mL~~mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→40）10~~mL~~mL及び~~クエン酸ナトリウム~~クエン酸三ナトリウム二水和物溶液（1→4）15~~mL~~mLを加えて混合する。塩酸（1→10）又は~~水酸化ナトリウム溶液（4→10）~~水酸化ナトリウム溶液（2→5）でpH5.4～5.6に調整する。この液を100~~mL~~mLのメスフラスコに移し、水を加えて100~~mL~~mLとする。この液約50~~mL~~mLをポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~本品1.0gを量り、300mLのケルダールフラスコに入れ、硝酸10mL及び硫酸5mLを加えて赤褐色の煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸2mLを追加して濃厚な白煙が発生するまで加熱する。冷後、塩酸（1→2）10mLを加えて、10分間煮沸し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10mLを加える。チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、内容物を200mLの分液漏斗に移し、ケルダールフラスコを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約100mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを加えて5分間振とうした後、静置する。その後、酢酸ブチル層をとり、検液とする。別に、鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として~~4.0~~3µg/g以下 (0.50 g, 第4法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) アルデヒド ホルムアルデヒドとして0.1%以下

本品の水溶液（3→500）を塩酸（1→12）でpH4に調整し、ろ過して、その5~~mL~~mLを正確に量り、検液とする。別に、ホルムアルデヒド液2.5~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000~~mL~~mLとし、この液3~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に500~~mL~~mLとし、その5~~mL~~mLを正確に量り、比較液とする。検液及び比較液にフクシン・亜硫酸水素ナトリウム試液2.5~~mL~~mLずつを加え、15～30分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

**乾燥減量** 1.0%以下（105℃，3時間）

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、酢酸35~~mL~~mL及び無水酢酸4~~mL~~mLを加え、45～50℃で加熱して溶かす。冷後、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレ

ット・酢酸溶液（1→100）2滴）。終点は、液の青色が緑色になるときとする。

0.1mol/L過塩素酸液 1 ~~mL~~mL = 13.12mg  $C_{12}H_{14}CaO_4$

## タウマチン

Thaumatococcoside

ソーマチン

**定 義** 本品は、タウマトコッカス・ダニエリ (*Thaumatococcus daniellii* Benth. & Hook. f.) の種子から得られた、タウマチンを主成分とするものである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、タウマチン 94%以上を含む。

**性 状** 本品は、淡黄褐～灰褐色の粉末又は薄片で、においがなく、強い甘味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 2 mL にニンヒドリン・酢酸試液 2 mL 及び ~~硫酸ヒド~~ 硫酸ヒド ラジニウム 溶液 (13→25000) 2 mL を加え、水浴中で加熱するとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10000) の味は甘い。

**比吸光度**  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (278nm) = 11.5~13.0 (0.1 g, 水, 200mL)

**純度試験** (1) ~~比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (278nm 付近の極大吸収部) = 11.5~13.0~~

~~本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 200 mL とし、吸光度を測定する。~~

(2)(1) アルミニウム Al として 100 µg/g 以下

本品約 2 g を精密に量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸少量を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450~550°C で強熱して灰化する。その後、0.2 mol/L 塩酸で正確に 25 mL とし、検液とする。別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にアルミニウム (Al = 26.98) 2.0~10.0 µg を含むように調製して、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でフレイム方式の原子吸光光度法により試験を行い、標準液の吸光度から得た検量線を用いて検液のアルミニウム含量を求める。

光源ランプ アルミニウム中空陰極ランプ

分析線波長 309.3 nm

支燃性ガス 亜酸化窒素

可燃性ガス アセチレン

(3)(2) 炭水化物 3.0% 以下

本品約 0.5 g を精密に量り、あらかじめ塩酸を加えて pH 3 に調整した水に溶かして正確に 50 mL とする。この液 0.10 mL をとり量り、システイン・硫酸試液 6 mL を正確に加え、水浴中で 3 分間加熱した後、冷水で 5 分間冷却し、検液とする。別に 1 mL 中に ブドウ糖 D (+) - グルコース 10~100 µg を含むように薄めた溶液を複数調製し、これらの液 0.10 mL をとり量り、以下検液の調製と同様に操作して、標準液とする。検液及び標準液につき波長 400 nm における吸光度を測定し、標準液の吸光度から得た検量線を用いて、炭水化物の含量を D-グルコースとして求める。ただし、対照液には試料を除いて同様に操作した液を用いる。

(4)(3) 鉛 Pb として ~~10~~ 3 µg/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 6.0 mL, フレイム方式)

(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 6.0 mL, 装置 C) (~~1.0~~)

~~g, 第3法, 装置C, 比較液—ヒ素標準液 4.0mL—~~

本品を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→10) 10mLを加え、エタノール(95)に点火して燃焼させた後、徐々に加熱した後、450～550℃で灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸マグネシウム六水和物・エタノール(95)溶液(1→50)で潤し、再び加熱して、450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸3mLを加え、水浴上で加熱して溶かし、水で正確に10mLとして検液とする。別に、ヒ素標準液に塩酸3mLを加え、水で正確に10mLとし、比較液とする。

乾燥減量 9.0%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 2.0%以下

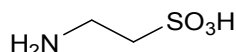
定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行い、次式より含量を求める。

タウマチンの含量 (%)

$$= \frac{0.1\text{mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 1.401 \times 6.25}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100$$

タウリン (抽出物)

Taurine (Extract)



$\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$

分子量 125.15

2-Aminoethanesulfonic acid [107-35-7]

定義 本品は、魚介類又は哺乳動物の臓器又は肉から得られた、タウリンを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものはタウリン ( $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$ ) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→20) 5mLに希塩酸10%塩酸試液5滴及び亜硝酸ナトリウム試液(1→10) 5滴を加えるとき、泡立ち、発生するガスは無色である。

(2) 本品0.5gに水酸化ナトリウム試液(1mol/L) 7.5mLを加え、徐々に加熱して蒸発乾固し、更に500℃で2時間強熱して分解し、残留物に水5mLを加え、振り混ぜた後、ろ過し、ニトロプルシドナトリウム試液ペンタシアノニトロシル鉄(III) 酸ナトリウム試液1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (0.5g, 水 20mL)

(2) 塩化物 Clとして0.011%以下 (1.0g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30mL)

(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.014%以下 (1.5g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.45mL)

(4) アンモニウム  $\text{NH}_4$ として0.020%以下

本品0.10gをフラスコにとり、水70mLを加えて溶かし、酸化マグネシウム1gを加え、蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶液(1→200) 10mLを入れて冷却器の下端をこの液に浸し、1分間5～7mLの留出速度に調節しながら留分30mLを得るまで蒸留し、水を加えて50mLとする。この液30mLをネスラー管にとり、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(III)

酸ナトリウム試液 6.0 mL を加えて混和する。次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、混和した後 60 分間放置する。このとき液の呈する色は比較液の色より濃くない。比較液はアンモニウム標準液 2.0 mL を試料と同様に操作して調製する。

(5) 硫酸呈色物

本品 0.10 g を 94.5~95.5% 硫酸硫酸呈色物用硫酸 1 mL に溶かすとき、呈色しない。

~~(6) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(6) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(7) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 0.20% 以下 (105°C, 2 時間)

強熱残分 0.50% 以下 (+1.0 g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、ホルマリンホルムアルデヒド液 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 12.52 mg C<sub>2</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>3</sub>S

タマネギ色素 (新規)

Onion Color

定義 本品は、タマネギ (*Allium cepa* L.) のりん茎から水若しくは含水エタノールで抽出して得られたもの、又はアルカリ性水溶液で抽出し、中和して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色価 本品の色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) は 50 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

性状 本品は、褐〜暗褐色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1 g に相当する量を量り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 500 mL に溶かした液は、黄褐〜赤褐色を呈する。

(2) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1 g に相当する量を量り、水 500 mL に溶かすとき、黄褐〜赤褐色を呈する。この液 10 mL に塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、褐〜暗褐色を呈する。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.8 g に相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 100 mL に溶かす。この液 5 mL に塩酸 (9→1000) 10 mL を加え、更に塩化亜鉛試液 (pH3.0) 0.1 mL を加えてかくはん後、栓をして 50°C で 20 分間加温し、必要があれば毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離を行うとき、褐〜暗褐色の沈殿を認める。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 8 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

色価測定 色価測定法により試験を行う。ただし、検液は次のように調製する。本品を精密に量り、炭酸ナトリウム溶液 (1→1000) 50 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。試料液を正確にクエン酸緩衝液 (pH7.0) で希釈し、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。次の操作条件により測定を行う。

操作条件

対照 クエン酸緩衝液 (pH7.0)

測定波長 波長 480~500nmの極大吸収部。極大吸収部を認めない場合は、波長 490nm

### タマリンド色素 (新規)

Tamarind Color

**定 義** 本品は、タマリンド (*Tamarindus indica* L.) 種子を焙焼したものより、アルカリ性水溶液で抽出し、中和して得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) は20以上で、その表示量の90~110%を含む。

**性 状** 本品は、赤褐~暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を量り、水100mLに溶かした液は、赤褐~暗褐色を呈する。

(2) (1)の液5mLに塩酸2~3滴を加えて放置するとき、赤褐~暗褐色の沈殿を認める。

(3) (1)の液5mLに塩化鉄(III)六水和物溶液(1→50)2mLを加えるとき、暗褐色を呈する。

(4) 本品の表示量から、色価20に換算して1gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液(1→250)100mLに溶かす。この液5mLに塩酸(9→1000)10mLを加え、更に塩化亜鉛試液(pH3.0)0.1mLを加えてかくはんした後、栓をして50℃で20分間加温し、必要があれば毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、赤褐~暗褐色の沈殿を認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**色価測定** 色価測定法により試験を行う。ただし、検液は次のように調製する。本品を精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。試料液を正確にクエン酸緩衝液(pH7.0)/水混液(1:1)で希釈し、必要があれば毎分3000回転で10分間遠心分離し、その上澄液を検液とする。次の操作条件により測定を行なう。

操作条件

対照 水

測定波長 波長500nm

### タマリンドシードガム

Tamarind Seed Gum

タマリンドガム

タマリンド種子多糖類

**定 義** 本品は、タマリンド (~~*Tamarindus indica* Linné~~*Tamarindus indica* L.) の種子から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性 状** 本品は、白~淡褐色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品2gを水酸化ナトリウム溶液(1→125)100~~mL~~mLに徐々に加え、激しくかき混ぜて溶液とする。この液5~~mL~~mLに飽和硫酸ナトリウム溶液硫酸ナトリウム飽和溶液3~~mL~~mLを注

ぐとき、白色の塊を生ずる。

- (2) (1)で得た溶液にヨウ素・ヨウ化カリウム試液数滴を静かに滴下滴加するとき、滴下滴加液面で濃青緑色の塊が生じる。これをかき混ぜるとき色は消える。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして102 $\mu$ g/g以下(1.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~(4)(3)~~ たん白質 3.0%以下

本品約0.5gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L硫酸1mL=0.8754mg たん白質

**乾燥減量** 14.0%以下(105°C, 5時間)

**灰分** 5.0%以下(乾燥物換算)

**微生物限度** 微生物限度試験法(試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は10,000以下生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品1gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液200mLと混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品1gをラウリル硫酸ブイオン培地200mLと混合して均一に分散させ、35±1°Cで48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品1gを乳糖ブイオン培地200mLと混合して均一に分散させ、35±1°Cで24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

## タラガム

Tara Gum

**定義** 本品は、タラ (*Caesalpinia spinosa* Kuntze *Caesalpinia spinosa* (Molina) Kuntze) の種子から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

**確認試験** (1) 「カロブベーンガム」の確認試験(1)と同様に操作するとき、粘性のある液体となる。この液100mLを水浴上で約10分間加熱した後、室温まで冷却するとき、その粘性は加熱前より増加する。

(2) 「カロブベーンガム」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) 酸不溶物 5.0%以下 「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)(4)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして2.02 $\mu$ g/g以下(5.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) たん白質 3.5%以下

本品約0.2gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L硫酸1mL=0.7984mg たん白質

(5) デンプン 本品0.10gに水10mLを加え、かき混ぜながら加熱して溶かし、放冷後、ヨウ素

試液 2 滴を加えるとき青色を呈さない。

乾燥減量 15.0%以下 (105°C, 5 時間)

灰 分 1.5%以下 (550°C, 1 時間)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 10,000 以下、生菌数は 10000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200 mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1°C で 48±2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 200mL と混合して均一に分散させ、35±1°C で 24±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

## タルク

Talc

定 義 本品は、天然の含水ケイ酸マグネシウムを精選したもので、ときに少量のケイ酸アルミニウムを含む。

性 状 本品は、白～灰白色の微細な結晶性の粉末で、滑らかな触感を持ち、においが無い。

確認試験 本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.9 g 及び無水炭酸カリウム 1.3 g を混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、熱湯約 5 mL でビーカーに移し、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。冷後、水 20 mL を加えて煮沸し、ろ過するとき、ゲル状の物質が残り、ろ液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

~~純度試験 (1) 液性 pH 7.5～9.5~~

~~本品 10.0 g を量り、水 100 mL を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて、2 時間加熱し、冷後、直径 47mm のメンブランフィルター (孔径 0.45µm) を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、これを A 液検液とする。A 液について測定する。~~

純度試験 (1)(2) 水可溶物 0.20%以下

~~(1) の A 液 pH の検液 50 mL を量り、蒸発乾固し、残留物を 105°C で 2 時間乾燥し、その質量を量る。~~

(3)(2) 塩酸可溶物 2.0%以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 20 mL を加え、50°C で 15 分間振り混ぜながら加温し、冷後ろ過する。容器及びろ紙上の残留物は、少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 20 mL とする。この液 10 mL を量り、硫酸 (1→20) 1 mL を加えて蒸発乾固し、更に恒量になるまで 550°C で強熱し、残留物の質量を量る。

~~(4) 重金属 Pb として 40µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、塩酸 (1→4) 16ml 及び水 20ml を加えてよく振り混ぜた後、穏やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100ml とし、B 液とす~~



~~る。B液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に酢酸 (1→20) 2ml 及び水 20ml を加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

~~(5)(3) 水溶性鉄 (1)のA液 pHの検液 20ml を量り、塩酸で弱酸性とし、新たに調製した フェロシアン化カリウムヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物溶液 (1→10) 1 滴を加えるとき、液は、青色を呈さない。~~

~~(6)(4) 鉛 Pb として 10 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式) (4)のB液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→10) を加えて溶かして 10ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0ml に塩酸 (1→10) を加えて 20ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

本品に塩酸 (1→4) 20ml を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 ml で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(7)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0ml, 装置 B) 本品 0.50 g を量り、に硫酸 (3→50) 5 ml を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、速やかに冷却した後、ろ過する。残留物をはじめに硫酸 (3→50) 5 ml、次に水 10 ml で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発して 5 ml とし、検液とする。装置 B を用いる。~~

強熱減量 6.0%以下 (550°C, 恒量)

### タール色素の製剤

#### Preparations of Tar Colors

**確認試験** 次の表の第 1 欄に掲げるタール色素の区分に応じ、それぞれ同表の第 2 欄に掲げる操作を行う。この操作により得られたスポット及びそのタール色素の標準品を用いて同様に操作して得られたスポットについて、両者を比較する とき、色調及びRf値が等しい。

第 1 欄	第 2 欄
食用赤色 2 号, 食用赤色 3 号, 食用赤色 40 号, 食用赤色 102 号, 食用赤色 104 号, 食用赤色 105 号, 食用黄色 4 号, 食用黄色 5 号及び食用青色 2 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を、タール色素として 0.1% 溶液 (不溶物がある場合は、毎分 3,000~3,500 回転で遠心分離を行い、不溶物を除去する。) とし、検液として <u>タール色素タール色素製剤</u> 試験法中の他の色素 (1) に準じてより展開を行う。 <u>タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。</u>
食用赤色 106 号	第 1 欄に掲げるものの製剤を、タール色素として 0.03% 溶液 (不溶物がある場合は、毎分 3,000~3,500 回転で遠心分離を行い、不溶物を除去する。) とし、検液として <u>タール色素タール色素製剤</u> 試験法中の他の色素 (1) に準じてより展開を行う。 <u>タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素試験法中の他の色素 (2) に準じて展開を行う。</u>

	<del>素(2)に準じて展開を行う。</del>
食用緑色3号及び食用青色1号	第1欄に掲げるものの製剤を、タール色素として0.05%溶液(不溶物がある場合は、毎分3,000~3,500回転で遠心分離を行い、不溶物を除去する。)とし、検液として <del>タール色素</del> <u>タール色素製剤</u> 試験法中の他の色素(1)に準じてより展開を行う。 <del>タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素試験法中の他の色素(2)に準じて展開を行う。</del>
食用赤色2号アルミニウムレーキ、食用赤色40号アルミニウムレーキ、食用黄色4号アルミニウムレーキ、食用黄色5号アルミニウムレーキ、食用緑色3号アルミニウムレーキ及び食用青色1号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第1欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水50 <u>ml</u> を加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000~3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50 <u>ml</u> を加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に3回繰り返した後、残留物を試料として <del>タール色素レーキ</del> <u>タール色素製剤</u> 試験法中の他の色素レーキ(1)に準じてより検液を調製し、展開を行う。 <del>タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。</del>
食用赤色3号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第1欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水50 <u>ml</u> を加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000~3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50 <u>ml</u> を加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に3回繰り返した後、残留物を試料として <del>タール色素レーキ</del> <u>タール色素製剤</u> 試験法中の他の色素レーキ(2)に準じてより検液を調製し、展開を行う。
食用青色2号アルミニウムレーキ	タール色素のアルミニウムレーキとして0.5gに対応する第1欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水50 <u>ml</u> を加えてよく振り混ぜた後、毎分3,000~3,500回転で約10分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水50 <u>ml</u> を加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に3回繰り返した後、残留物を試料として <del>タール色素レーキ</del> <u>タール色素製剤</u> 試験法中の他の色素レーキ(4)(3)に準じてより検液を調製し、展開を行う。 <del>タール色素の分離が十分でない場合は、タール色素レーキ試験法中の他の色素レーキ(2)に準じて展開を行う。</del>

純度試験 ~~(1) タロム色素の含有量が50%を超える場合はCrとして50µg/g以下、50%以下の場合はCrとして25µg/g以下  
この試験は、食用赤色106号、食用緑色3号及び食用青色1号を含む製剤について行う。~~

~~(2)の試料液及び空試験液 5.0ml ずつ(製剤中の上記のタール色素の含有量が 50%以下の場合は 10.0ml ずつ)を量り、タール色素試験法中の重金属(2)の試験を行う。~~

~~(2)(1) 重金属 Pbとして 20 $\mu$ g/g 以下 (タール色素製剤試験法, 重金属)~~

~~タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の重金属(5)、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中の重金属(3)の試験を行う。~~

~~(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0 $\mu$ g/g 以下~~

~~タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。~~

~~(4)(2) マンガン 食用赤色 106 号, 食用緑色 3 号及び食用青色 1 号を含む製剤 色素の含有量が 50%を超える場合は Mn として 50 $\mu$ g/g 以下, 50%以下の場合は Mn として 25 $\mu$ g/g 以下 (タール色素製剤試験法, マンガン及びクロム(1))~~

~~この試験は、食用赤色 106 号, 食用緑色 3 号及び食用青色 1 号を含む製剤について行う。~~

~~(2)の試料液及び空試験液 4.0ml ずつ(製剤中の上記のタール色素の含有量が 50%以下の場合は 8.0ml ずつ)を量り、タール色素試験法中の重金属(4)の試験を行う。~~

~~(3) クロム 食用赤色 106 号, 食用緑色 3 号及び食用青色 1 号を含む製剤 色素の含有量が 50%を超える場合は Cr として 50 $\mu$ g/g 以下, 50%以下の場合は Cr として 25 $\mu$ g/g 以下 (タール色素製剤試験法, マンガン及びクロム(2))~~

~~(4) ヒ素 Asとして 3 $\mu$ g/g 以下~~

~~タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつてはタール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつてはタール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。~~

## 炭酸アンモニウム

Ammonium Carbonate

**含 量** 本品は、アンモニア (NH<sub>3</sub>=17.03) 30.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色又は半透明の結晶、結晶性の粉末又は塊で、アンモニアのにおいがある。

**確認試験** 本品は、アンモニウム塩の反応及び炭酸塩の反応(1)を呈する。また、本品の溶液(1→20)に硫酸マグネシウム試液を加えて加熱するとき、沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明 (2.0 g, 水 20~~ml~~ mL)

(2) 塩化物 Clとして 0.004%以下 (2.0 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20~~ml~~ mL)

~~(3) 重金属 Pbとして 10 $\mu$ g/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水浴上で揮散させ、残留物に酢酸 (1→20) 1ml を加え、水浴上で蒸発乾固する。その残留物に酢酸 (1→20) 2ml を加えて溶かし、水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

~~(3) 鉛 Pbとして 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。~~

- (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

強熱残分 0.01%以下 (10 g)

定量法 あらかじめ水 ~~約~~ 30 mL を入れて精密に質量を量った共栓フラスコに本品約 2.5 g を量って入れた後, その質量を精密に量り, 250 ~~mL~~ mL のメスフラスコに移し, 水を加えて正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 25 ~~mL~~ mL を正確に量り, 0.1mol/L 塩酸 50 ~~mL~~ mL を正確に量って徐々に加え, 過量の塩酸を 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 4~5 滴)。

0.1mol/L 塩酸 1 ~~mL~~ mL = 1.703mg  $\text{NH}_3$

### 炭酸カリウム (無水)

Potassium Carbonate, Anhydrous

$\text{K}_2\text{CO}_3$

分子量 138.21

Potassium carbonate [584-08-7]

含量 本品を乾燥したものは, 炭酸カリウム ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) 99.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の粉末又は粒である。

確認試験 本品の水溶液 (1→10) は, カリウム塩の反応及び炭酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 ~~mL~~ mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.053%以下

本品 0.20 g を量り, 硝酸 (1→10) 3 ~~mL~~ mL を加えて ~~煮沸し~~ 沸騰させ, 冷後, 試料液とする。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.30 ~~mL~~ mL を用いる。

~~(3) 重金属 Pb として 20  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下~~

~~本品 1.0 g を量り, 水 2mL 及び塩酸 (1→4) 6mL を加えて溶かし, 水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸 (1→20) 2mL 及び水約 30mL を加えて溶かし, 更に水を加えて 50mL とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0mL を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。なお, 試料が溶けない場合は, 蒸発乾固した後, 残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 穏やかに 5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~2.0 g を量り,~~ に 水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, 塩酸 2 ~~mL~~ mL を徐々に加えた後, 水を加えて 20 ~~mL~~ mL とする。この液 5 ~~mL~~ mL を量り, 検液とする。 ~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 5.0%以下 (180°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し, その約 1 g を精密に量り, 水 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, 0.25mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 3滴)。ただし, 終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後, 冷却して滴定を続ける。

0.25mol/L 硫酸 1 ~~mL~~ mL = 34.55mg  $\text{K}_2\text{CO}_3$

### 炭酸カルシウム

## Calcium Carbonate

CaCO<sub>3</sub>

分子量 100.09

Calcium carbonate [471-34-1]

**含量** 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム (CaCO<sub>3</sub>) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の微細な粉末で、においが無い。

**確認試験** 本品 1 g に水 10 mL 及び酢酸 (1→4) 7 mL を加えるとき、泡立って溶ける。この液を煮沸した後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.20%以下

本品 5.0 g を量り、水 10 mL を加え、かき混ぜながら徐々に塩酸 12 mL を滴加し、更に水を加えて全量を 200 mL とする。この液を定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後洗い、ろ紙と共に灰化し徐々に加熱して炭化した後、450~550℃で3時間以上強熱し、その質量を量る。

(2) 遊離アルカリ 本品 3.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 30 mL を加え、3分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 20 mL を量り、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、紅赤色を呈しても、その色は、0.1 mol/L 塩酸 0.20 mL を加えるとき消える。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 8 mL を加えて溶かし、水を加えて約 20 mL とし、振り混ぜながら、わずかに白濁を生じるまでアンモニア試液を滴加し、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 3 µg/g 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 6.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 1.0%以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→10) 30 mL を徐々に加えて溶かし、煮沸して二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、~~シュウ酸アンモニウム~~ シュウ酸アンモニウム一水和物 溶液 (1→25) 60 mL を加え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて 100 mL とし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液 50 mL を量り、硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固した後、600℃で恒量になるまで強熱し、その質量を量る。

(5) バリウム Ba として 0.030%以下

本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 8 mL を加えて溶かし、水を加えて 20 mL とし、検液とする。検液に ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 2 g, 酢酸 (1→20) 1 mL 及びクロム酸カリウム溶液 (1→20) 0.5 mL を加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の呈する濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液 0.30 mL に水を加えて 20 mL とし、以下検液の場合と同様に操作して調製する液を用いる。

(6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.03 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g~~を量り, 水 ~~1 mL~~で潤し, 塩酸 (1→4) ~~4 mL~~を加えて溶かし, これを検液とする。~~装置Bを用いる。~~

乾燥減量 2.0%以下 (200°C, 4時間)

定量法 本品を乾燥し, その約 1 gを精密に量り, 塩酸 (1→4) ~~10 mL~~に徐々に加えて溶かし, 水を加えて正確に ~~100 mL~~とし, 検液とする。カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

$0.05\text{mol}/\text{L}$  ~~EDTA~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 ~~1 mL~~=5.004mg  $\text{CaCO}_3$

### 炭酸水素アンモニウム

Ammonium Bicarbonate

重炭酸アンモニウム

$\text{NH}_4\text{HCO}_3$

分子量 79.06

Ammonium hydrogencarbonate [1066-33-7]

含量 本品は, アンモニア ( $\text{NH}_3=17.03$ ) 20.0~30.0%を含む。

性状 本品は, 白色又は半透明の結晶, 結晶性の粉末又は塊で, アンモニアのにおいがある。

確認試験 本品は, アンモニウム塩の反応及び炭酸水素塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (2.0 g, 水 20mL)

~~「炭酸アンモニウム」の純度試験(1)を準用する。~~

(2) 塩化物 Clとして 0.004%以下 (2.0 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

~~「炭酸アンモニウム」の純度試験(2)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pbとして  $10 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下~~

~~「炭酸アンモニウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして  $2 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mLを加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに 15分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.03 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~「炭酸アンモニウム」の純度試験(4)を準用する。~~

強熱残分 0.01%以下 (10 g)

定量法 「炭酸アンモニウム」の定量法を準用する。

$0.1\text{mol}/\text{L}$  塩酸 ~~1 mL~~=1.703mg  $\text{NH}_3$

### 炭酸水素ナトリウム

Sodium Bicarbonate

重炭酸ナトリウム

重炭酸ソーダ

$\text{NaHCO}_3$

分子量 84.01

Sodium hydrogencarbonate [144-55-8]

**含量** 本品を乾燥したものは、炭酸水素ナトリウム ( $\text{NaHCO}_3$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末又は結晶塊である。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及び炭酸水素塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

(2) 塩化物 Clとして0.021%以下

本品 0.50 g を量り、硝酸 (1→10) 5 mL を加えて煮沸し、冷後、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を用いる。

(3) 炭酸塩 本品 1.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL を注意しながら加え、15°C以下の温度で水平に揺り動かして溶かす。この液に 0.1 mol/L 塩酸 2.0 mL を加え、次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、直ちに紅赤色を呈さない。

(4) アンモニウム塩 本品 1.0 g を量り、加熱するとき、アンモニアのにおいを発しない。

~~(5) 重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~本品 2.0 g を量り、水 5 mL 及び塩酸 (1→4) 20 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸 (1→20) 2.0 mL 及び水約 30 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(5) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~に水 3 mL 及び塩酸 2 mL を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 0.25%以下 (4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、水 25 mL を加えて溶かし、0.5 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 ブロモフェノールブルー試液 3 滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 84.01 mg  $\text{NaHCO}_3$

### 炭酸ナトリウム

Sodium Carbonate

結晶物：炭酸ソーダ

無水物：ソーダ灰

分子量 1 水和物 124.00

無水物 105.99

$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=1$  又は 0)

Sodium carbonate monohydrate [5968-11-6]

Sodium carbonate [497-19-8]

**定義** 本品には、結晶物 (1 水和物) 及び無水物があり、それぞれを炭酸ナトリウム (結晶) 及び炭酸ナトリウム (無水) と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは、炭酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 結晶物は、白色の結晶性の粉末又は無～白色の結晶塊であり、無水物は、白色の粉末又は粒である。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及び炭酸塩の反応(1)及び(3)を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、わずかに微濁 (1.0 g, 水 20~~ml~~ml)

(2) 塩化物 Clとして0.35%以下

本品0.50 gを量り、硝酸(1→10) 6~~ml~~mlを加えて煮沸し、冷後、水を加えて100~~ml~~mlとする。この液10~~ml~~mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.50~~ml~~mlを用いる。

~~(3) 重金属 Pbとして20~~µg~~µg/g以下~~

~~本品1.0 gを量り、水10mlを加えて溶かし、塩酸(1→4) 7.5mlを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に酢酸(1→20) 2ml及び水30mlを加えて溶かし、更に水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(3) 鉛 Pbとして2~~µg~~µg/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0ml, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20mlを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4) 20mlを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) ヒ素  $As_2O_3$ として4.0~~3~~3µg/g以下(0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0ml, 装置B)

**乾燥減量** 17.0%以下(105°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.6 gを精密に量り、水50~~ml~~mlを加えて溶かし、0.5mol/L塩酸で滴定する(指示薬 プロモフェノールブルー試液3滴)。ただし、終点付近で一度煮沸して二酸化炭素を追い出した後、冷却して滴定を続ける。

0.5mol/L塩酸1~~ml~~ml=26.50mg  $Na_2CO_3$

### 炭酸マグネシウム

Magnesium Carbonate

**含量** 本品は、酸化マグネシウム(MgO=40.30)として40.0～44.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末又はもろい塊である。

**確認試験** 本品0.2 gに塩酸(1→4) 3~~ml~~mlを徐々に加えるとき、泡立って溶ける。この液にアンモニア試液を加えてアルカリ性とした液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁

本品1.0 gを量り、塩酸(2→3) 10~~ml~~mlを加えて溶かし、更に水10~~ml~~mlを加え、検液とする。

(2) 水可溶物 1.0%以下

本品2.0 gを量り、新たに煮沸し冷却した水100~~ml~~mlを加え、かき混ぜながら5分間煮沸し、冷後ろ過し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100~~ml~~mlとする。この液50~~ml~~mlを量り、水浴中で蒸発乾固する。残留物を105°Cで1時間乾燥し、その質量を量る。

~~(3) 重金属 Pbとして30~~µg~~µg/g以下~~

~~本品1.0 gを量り、塩酸(1→4) 10mlを加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に水約40mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液3.0mlに酢酸(1→20) 2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(3) 鉛 Pbとして2~~µg~~µg/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0ml, フレーム方式)



本品に塩酸（1→4）20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) 酸化カルシウム CaOとして0.60%以下

本品0.600gを正確に量り、水35mL及び塩酸（1→4）6mLを加えて溶かし、更に水250mL及び酒石酸L（+）-酒石酸溶液（1→5）5mLを加える。この液にトリエタノールアミン2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール溶液（3→10）10mL及び水酸化カリウム溶液（1→2）10mLを加え、5分間放置した後、0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し（指示薬 NN指示薬0.1g）、酸化カルシウムの含量を求める。終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液1mL=0.5608mg CaO

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下（0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B）

本品0.50gを量り、水1.5mLで潤し、塩酸（1→4）3.5mLを加えて溶かし、検液とする。  
~~装置Bを用いる。~~

**定量法** 本品約0.4gを精密に量り、水10mL及び塩酸（1→4）3.5mLを加えて溶かし、水を加えて正確に500mLとする。この液25mLを正確に量り、水50mL及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液（pH10.7）-アンモニウム緩衝液（pH10.7）5mLを加え、0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04g/40mg）。別に空試験を行い補正して消費量a mLを求め、更に純度試験(4)で得た0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液消費量をb mLとし、次式により含量を求める。

$$(a - 0.033b) \times 0.8061$$

$$\text{酸化マグネシウム (MgO) の含量 (\%)} = \frac{\text{---} (\%)}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

## タンナーゼ

### Tannase

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Aspergillus niger* var. *awamori*, *Aspergillus oryzae* に限る。) の培養物より得られた、タンニン類のデプシド結合を加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト状又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、タンナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下（0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式）

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下（0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B）

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**タンナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

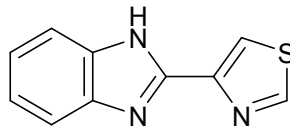
本品1.0gを量り、pH5.5のクエン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同希釈液を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

タンニン酸 $n$ 水和物0.320gを量り、pH5.5のクエン酸緩衝液(0.05mol/L)約10mLを加え、加温又はかくはんして溶かし、pH5.5のクエン酸緩衝液(0.05mol/L)を加え100mLとしたものを基質溶液とする。

あらかじめ30°Cで約10分間加温した基質溶液4mLに試料液1mLを加えよく振り混ぜ、30°Cで加温する。10分後及び20分後、この液1mLを量り、水/エタノール(99.5)混液(1:4)9mLをそれぞれ加えよく振り混ぜ、更に水/エタノール(99.5)混液(1:4)を用い、正確に10倍に希釈し、水/エタノール(99.5)混液(1:4)を対照として波長310nmにおける吸光度を測定する。このとき、10分後の波長310nmにおける吸光度は20分後の吸光度よりも大きい。

### チアベンダゾール

Thiabendazole



$C_{10}H_7N_3S$

分子量 201.25

2-(1,3-Thiazol-4-yl)-1H-benzo[d]imidazole [148-79-8]

**含量** 本品を乾燥したものは、チアベンダゾール( $C_{10}H_7N_3S$ ) 98.0~~~101.0~~以上を含む。

**性状** 本品は、白~類白色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品5mgに塩酸(1→100) 5~~mL~~mLを加えて溶かし、更に~~塩酸パラフェニレンジアミン~~p-フェニレンジアミン二塩酸塩 3mgを加えて溶かし、次に~~亜鉛末~~亜鉛粉末約0.1gを加え、2分間放置するとき、硫化水素のにおいがする。これに~~硫酸第二鉄アンモニウム~~硫酸試液~~硫酸アンモニウム鉄(III)~~硫酸(1→35)試液 0.5~~mL~~mLを加えるとき、液は、青~青紫色を呈する。  
(2) 本品5mgに塩酸(1→100) 1~~mL~~mLを加えて溶かした液は、波長298~306nm及び239~247nmに極大吸収部があり、波長254~262nmに極小吸収部がある。

**融点** 296~303°C(分解)

**純度試験** ~~(1) 融点 296~303°C(分解)~~

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

**乾燥減量** 0.50%以下(減圧, 24時間)

**強熱残分** 0.20%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、非水滴定用酢酸10~~mL~~mLを加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸50~~mL~~mL及び非水滴定用酢酸第二水銀試液1~~mL~~mLを加えた後、0.1mol/L過塩素

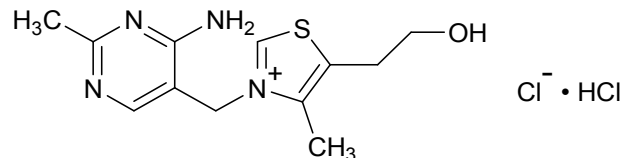
酸液で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL）。終点は、紫色から青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 20.12mg C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>S

### チアミン塩酸塩

Thiamine Hydrochloride

ビタミンB<sub>1</sub>塩酸塩



C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>4</sub>O S · HCl

分子量 337.27

3-[(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl]-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium chloride monohydrochloride [67-03-8]

含量 本品を無水物換算したものは、チアミン塩酸塩 (C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>4</sub>O S · HCl) 98.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白~帯黄白色の微細な結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→500) 1 mL に酢酸鉛 (II) 試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、液は、黄色となり、水浴上で加温加熱するとき、褐色に変わり、更に放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2.5 mL 及び新たに調製したフェリシアン化カリウムヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム溶液 (1→10) 0.5 mL を加えた後、2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え、2分間強く振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、2-メチル-1-プロパノール層は、青紫色の蛍光を発する。その蛍光は、液を酸性にすると消え、アルカリ性になると再び現われる。

(3) 本品は、塩化物の反応を呈する。

pH 2.7~3.4 (1.0 g, 水 100mL)

### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、10 mL とした液は、澄明で、その色は 1/60 mol/L 重クロム酸カリウム二クロム酸カリウム溶液 1.5 mL を量り、水を加えて 1,000 mL とした液の色より濃くない。

~~(2) 液性 pH 2.7~3.4 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3) (2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.011% 以下 (1.5 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL)~~

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

水分 5.0% 以下 (0.50 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.20% 以下

**定量法** 本品及びチアミン塩酸塩標準品（あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。）約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相と同一組成の液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに安息香酸メチル・メタノール溶液（1→50） 5 mL を正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて 50 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の安息香酸メチルのピーク面積に対するチアミンのピーク面積の比、 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め、次式により含量を求める。

$$\text{チアミン塩酸塩 (C}_{12}\text{H}_{17}\text{ClN}_4\text{O}_5 \cdot \text{HCl}) \text{の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

**操作条件**

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 254nm）

カラム充填剤 5～10µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径約 4 mm，長さ 15～30cm のステンレス管

カラム温度 25℃付近の一定温度

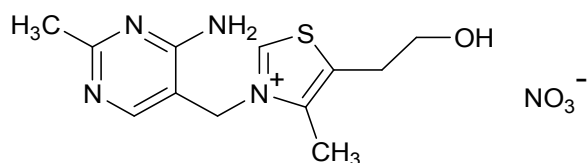
移動相 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を酢酸（1→100） 1,000 mL に溶かし、この液 600 mL にメタノール／アセトニトリル混液（3：2） 400 mL を加える。

流量 チアミンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

**チアミン硝酸塩**

Thiamine Mononitrate

ビタミン B<sub>1</sub> 硝酸塩



C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>S

分子量 327.36

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium nitrate

[532-43-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、チアミン硝酸塩（C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>S） 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品は、硝酸塩の反応を呈する。

**pH** 6.5～8.0 (1.0 g, 水 50mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH6.5～8.0 (1.0 g, 水 50ml)~~

~~(2)~~ (1) 塩化物 Cl として 0.057%以下 (0.25 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.40 mL)

~~(3) 重金属 Pbとして20µg/g以下(1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0ml, フレーム方式)

乾燥減量 1.0%以下(105°C, 2時間)

強熱残分 0.20%以下

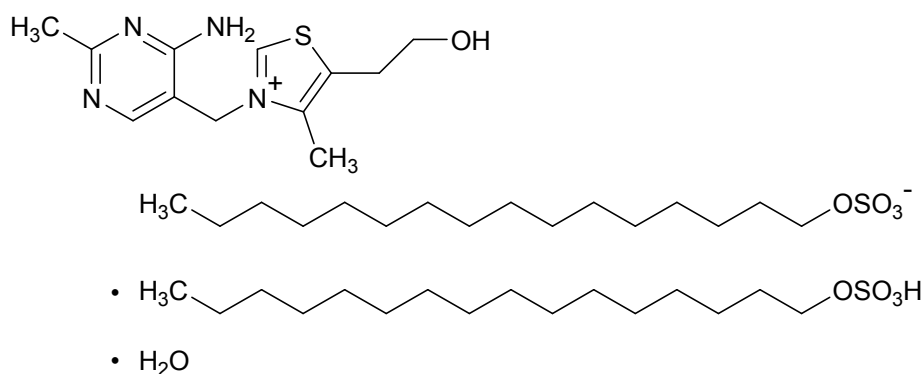
定量法 本品を乾燥したもの及びチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gずつを精密に量り,以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し,次式により含量を求める。

$$\frac{\text{チアミン硝酸塩 (C}_{12}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_4\text{S) の含量 (\%)} \times \text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.9706 \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

### チアミンセチル硫酸塩

Thiamine Dicetylsulfate

ビタミンB<sub>1</sub>セチル硫酸塩



C<sub>44</sub>H<sub>84</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O

分子量 927.37

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium dihexadecylsulfate monohydrate

含量 本品を乾燥したものは,チアミンセチル硫酸塩(C<sub>44</sub>H<sub>84</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O)96.0~102.0%を含む。

性状 本品は,無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で,においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gに塩化カリウム・塩酸試液20mLを加え,約30分間穏やかに煮沸し,冷後ろ過する。ろ液1mLに酢酸鉛(II)試液1mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→10)1mLを加えるとき,液は,黄色となり,水浴上で加温加熱すると褐色に変わり,更に放置するとき,黒褐色の沈殿を生じる。

(2) (1)のろ液1mLに水酸化ナトリウム溶液(1→50)5mL及び新たに調製したフェリシアン化カリウムヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液(1→10)0.5mLを加えた後,2-メチル-1-プロパノール5mLを加え,2分間強く振り混ぜて放置し,紫外線下で観察するとき,2-

メチルー1-プロパノール層は、青紫色の蛍光を発する。その蛍光は、液を酸性にすると消え、アルカリ性にすると再び現われる。

- (3) 本品 1 g に水 30 mL 及び塩酸 15 mL を加え、還流冷却器を付けて約 4 時間煮沸する。冷後、ジエチルエーテル 15 mL ずつで 2 回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせて水洗した後、水浴上でジエチルエーテルを蒸発させて除く。残留物を 100°C で 15 分間乾燥した後、冷却し、融点を測定するとき、46~56°C である。

**純度試験** (1) 塩化物 Cl として 0.057% 以下

本品 0.25 g を量り、水 30 mL を加えてよく振り混ぜ、10 分間放置した後、硝酸 (1→10) 6 mL を加えて溶かし、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に硝酸 (1→10) 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(2) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

**乾燥減量** 2.0% 以下 (24 時間)

**強熱残分** 0.30% 以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.14 g を精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液 40 mL を加え、しばしば振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱し、冷後ろ過し、水 50 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、安息香酸メチル・メタノール溶液 (1→1,000) 5 mL を正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品 (あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 0.05 g 50 mg を精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液 40 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、安息香酸メチル・メタノール溶液 (1→1,000) 5 mL を正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

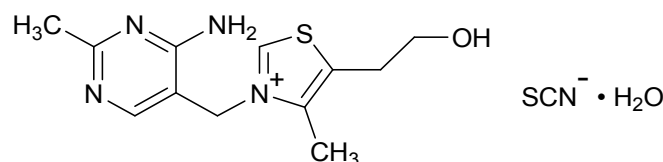
チアミンセチル硫酸塩 (C<sub>44</sub>H<sub>84</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2.750 \times 100 \text{ (\%)}$$

**チアミンチオシアン酸塩**

Thiamine Thiocyanate

ビタミン B<sub>1</sub> ロダン酸塩



C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O S<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O

分子量 341.45

3-[(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl]-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium thiocyanate monohydrate [130131-60-1]

**含量** 本品を乾燥したものは、チアミンチオシアン酸塩 (C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O S<sub>2</sub>=323.44) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品の飽和溶液は、チオシアン酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

本品0.25gを量り、水1.5mL、硝酸アンモニウム0.3g及び水酸化ナトリウム溶液(2→5)0.9mLを加えた後、振り混ぜながら過酸化水素3mLを徐々に滴加する。次に時々振り混ぜながら30分間水浴上で加熱し、冷後、硝酸(2→3)3mL及び水を加えて50mLとする。これにデキストリンデキストリン水和物溶液(1→50)0.1mL及び硝酸銀溶液(1→50)0.5mLを加えて5分間放置するとき、し、検液とする。この検液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液の調製は、0.01mol/L塩酸0.40mLを量り、以下検液の場合調製と同様に操作して調製する行う。

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

**乾燥減量** 6.0%以下(105℃, 2時間)

**強熱残分** 0.20%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、塩酸(1→10,000)を加えて溶かして正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、安息香酸メチルメタノール溶液(1→50)5mLを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて50mLとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gを精密に量り、以下検液の調製と同様に調製操作して標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

チアミンチオシアン酸塩 (C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O S<sub>2</sub>) の含量 (%)

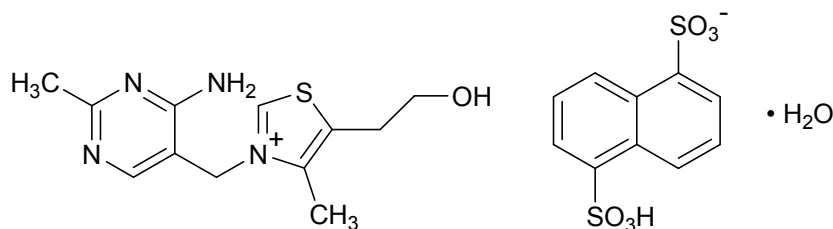
$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.9590 \times 100 \text{ (％)}$$

### チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩

Thiamine Naphthalene-1,5-disulfonate

チアミンナフタリン-1,5-ジスルホン酸塩

ビタミンB<sub>1</sub>ナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩



C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>4</sub>O<sub>7</sub>S<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O

分子量 570.66

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium  
naphthalene-1,5-disulfonate monohydrate

**含 量** 本品を乾燥したものは、チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>4</sub>O<sub>7</sub>S<sub>3</sub>=552.65) 98.0~102.0%を含む。

**性 状** 本品は、白色の微細な結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 「チアミン塩酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品 ~~0.01g~~ 10mg に塩酸(1→10,000) 100mL を加えて溶かす。この液 5mL に塩酸(1→10,000)を加えて 100mL とした液は、波長 225~227nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 塩化物 Cl として 0.057%以下

「チアミンセチル硫酸塩」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

**乾燥減量** 5.0%以下 (105℃, 2時間)

**強熱残分** 0.20%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.16g を精密に量り、塩酸(1→1,000) 30mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、塩酸(1→1,000)を加えて正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、塩酸(1→1,000) 50mL を加えた後、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 25mL を正確に量り、安息香酸メチル ~~φ~~・メタノール溶液(1→200) 5mL を正確に加えた後、水を加えて 50mL とし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約 0.1g を精密に量り、塩酸(1→1,000)に溶かして正確に 50mL とする。以下検液の調製と同様に調製操作して標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

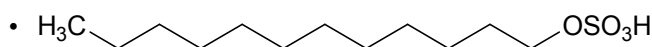
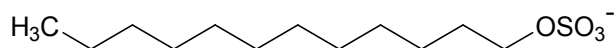
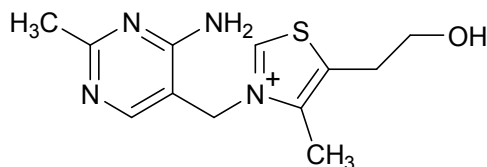
チアミンナフタレン-1,5-ジスルホン酸塩 (C<sub>22</sub>H<sub>24</sub>N<sub>4</sub>O<sub>7</sub>S<sub>3</sub>) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1.639 \times 100 \text{ ~~(%)~~}$$

### チアミンラウリル硫酸塩

Thiamine Dilaurylsulfate

ビタミンB<sub>1</sub>ラウリル硫酸塩





C<sub>36</sub>H<sub>68</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O

分子量 815.16

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium  
didodecylsulfate monohydrate

**含量** 本品を乾燥したものは、チアミンラウリル硫酸塩 (C<sub>36</sub>H<sub>68</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 「チアミンセチル硫酸塩」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 「チアミンセチル硫酸塩」の確認試験(3)を準用する。ただし、その融点は、20～28℃である。

**純度試験** (1) 塩化物 Clとして0.057%以下

「チアミンセチル硫酸塩」の純度試験(1)を準用する。

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

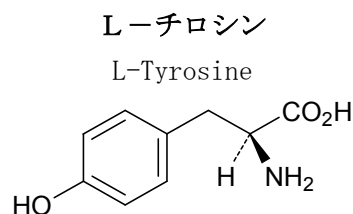
**乾燥減量** 2.0%以下 (24時間)

**強熱残分** 0.30%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.12gを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mLを加え、しばしば振り混ぜながら水浴上で30分間加熱し、冷後ろ過し、水50mLで洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、安息香酸メチル・メタノール溶液(1→1,000)5mLを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mLとし、検液とする。別にチアミン塩酸塩標準品(あらかじめ「チアミン塩酸塩」と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.05g50mgを精密に量り、塩化カリウム・塩酸試液40mLを加えて溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、安息香酸メチル・メタノール溶液(1→1,000)5mLを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mLとし、標準液とする。検液及び標準液を用い、以下「チアミン塩酸塩」の定量法により測定し、次式により含量を求める。

チアミンラウリル硫酸塩 (C<sub>36</sub>H<sub>68</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>S<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算したチアミン塩酸塩標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2.417 \times 100 \text{ (％)}$$



C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>

分子量 181.19

(2S)-2-Amino-3-(4-hydroxyphenyl)propanoic acid [60-18-4]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-チロシン (C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、味はないかわずかに特異な味が

ある。

**確認試験** (1) 本品の飽和溶液 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え、水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

(2) 本品の飽和水溶液 5 mL に ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→20) 1 mL を加え加熱するとき、液は、暗赤色を呈する。

**純度試験** ~~(1)~~ 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -10.5 \sim -12.5^\circ$  (5 g, 塩酸試液 (1 mol/L), 100 mL, 乾燥物換算)

~~本品約 5 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

**pH** 5.0~6.5 (飽和水溶液)

**純度試験** (1) ~~(2)~~ 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 1 mol/L 塩酸 20 mL)

~~(3) 液性 pH 5.0~6.5 (飽和水溶液)~~

~~(4) (2)~~ 塩化物 Cl として 0.10% 以下 (~~0.070 g~~ 70 mg, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL)

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6) (4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 0.30% 以下 (105°C, 3 時間)

**強熱残分** 0.10% 以下

**定量法** 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

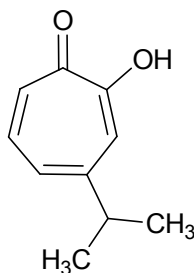
0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 18.12 mg C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>

ツヤプリシン (抽出物)

Thujaplicin (Extract)

Hinokitiol (Extract)

ヒノキチオール (抽出物)



C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>

分子量 164.20

2-Hydroxy-4-(1-methylethyl)cyclohepta-2,4,6-trien-1-one [499-44-5]

**定義** 本品は、アスナロ (ヒバ) (~~Thujaopsis dolabrata Siebold et Zuccarini~~ Thujaopsis dolabrata (L. f.) Siebold & Zucc.) の幹枝又は根から得られた、ツヤプリシン類を主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、β-ツヤプリシン (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub> = 164.20) 98.0%~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白~黄色の結晶、結晶性の粉末又は塊で、特異なおいがある。

**確認試験** 本品 0.1 g にエタノール (95) 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (1.0 g, エタノール (95) 5.0 ~~mL~~ mL)

~~(2) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 0.5% 以下 (1 g, 1.7~2.0 kPa, ~~シリカゲル~~, 4 時間)

**強熱残分** 0.05% 以下 ~~(2 g)~~

あらかじめ白金製、石英製又は磁製のるつぼを別に規定する強熱条件に準じて約 30 分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量を精密に量る。本品約 2 g を先のるつぼに入れ、その質量を精密に量り、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化又は揮散させ、冷後、硫酸で潤し、完全に灰化し、電気炉に入れ、450~550°C で 3 時間強熱する。次にるつぼをデシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。ただし、得られた値が規定値に適合していない場合は、残留物が恒量になるまで強熱する。

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、内標準溶液 1 ~~mL~~ mL を正確に加え、更にエタノール (95) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、検液とする。別に定量用 β-ツヤプリシンを乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、内標準溶液 1 ~~mL~~ mL を正確に加え、更にエタノール (95) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。ただし、内標準溶液は、ジフェニルエーテル 1.0 g を 正確に 量り、~~無~~ ~~非~~ エタノール エタノール (99.5) を加えて 5 ~~mL~~ mL としたものをを用いる。検液及び標準液をそれぞれ 0.5 ~~mL~~ µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のジフェニルエーテルのピーク面積に対する β-ツヤプリシンのピーク面積比 Q<sub>T</sub> 及び Q<sub>S</sub> を求め、次式により含量を求める。

β-ツヤプリシン (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>) の含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用 } \beta\text{-ツヤプリシンの採取量 (g)}}{\text{資料試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 ~~(\%)~~$$

**操作条件**

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m の ~~ケイ酸ガラス製の細管~~ フューズドシリカ管の内面 に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25µm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C で 注入し ~~から~~, 毎分 10°C で 250°C まで ~~毎分 10°C~~ で昇温する。

注入口温度 250°C

~~注入方式~~ ~~スプリット (10:1)~~

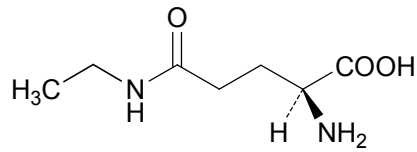
キャリアーガス ヘリウム

流量 β-ツヤプリシンのピークが約 7 分後に現れるように調整する。

スプリット比 1:10

L-テアニン

L-Theanine



$C_7H_{14}N_2O_3$

分子量 174.20

(2S)-2-Amino-4-(N-ethylcarbamoyl)butanoic acid [3081-61-6]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-テアニン ( $C_7H_{14}N_2O_3$ ) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、わずかに特異な味と甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品約 1 g に塩酸 (1→2) 10 mL を加えて溶かし、還流冷却器を付けて水浴上で6時間加熱した後、水を加えて 20 mL とする。この液 5 mL を試験管に入れ、水酸化ナトリウム 2 g を加え、試験管の内部に水で潤した 赤色リトマス紙 リトマス紙 (赤色) をつるし、試験管の口を覆い、5分間水浴中で加熱するとき、赤色リトマス紙 リトマス紙 (赤色) は青変する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +7.7 \sim +8.5^\circ$  (2.5 g, 水, 50 mL, 乾燥物換算)

pH 5.0~6.0 (1.0 g, 水 100 mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +7.7 \sim +8.5^\circ$  (2.5 g, 水, 50 mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(3) 液性 pH 5.0~6.0 (1.0 g, 水 100 mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.021% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 0.50% 以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 17.42 mg  $C_7H_{14}N_2O_3$

## 5'-デアミナーゼ

### 5'-Deaminase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus melleus*, *Aspergillus oryzae* に限る。) 又は放線菌 (*Streptomyces aureus*, *Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces murinus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) の培養物より得られた、5'-アデニル酸を脱アミノ化して5'-イノシン酸を生成する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, 又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整, 又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいい

又は特異なおいがある。

**確認試験** 本品は、5´-デアミナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**5´-デアミナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.5 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

アデノシン5´-リン酸ナトリウム塩を105℃で4時間乾燥し、その0.33 gを量り、約25mLの水を加えて溶かした後、塩酸試液 (0.1mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) でpH5.6に調整し、水を加えて50mLとする。この液にpH5.6のリン酸緩衝液 (1/15mol/L) を1:2の割合で加えて混合したものを基質溶液とする。

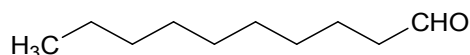
基質溶液3 mLを量り、37℃で5分間加温した後、試料液1 mLを加えて直ちに振り混ぜ、更に37℃で15分間加温した後、過塩素酸 (1→30) 4 mLを加えて振り混ぜる。ただし、過塩素酸は濃度60%のものを用いる。この液2 mLを量り、水を加えて100mLとし、検液とする。別に基質溶液3 mLを量り、過塩素酸 (1→30) 4 mLを加えた後、試料液1 mLを加えて振り混ぜ、この液2 mLを量り、水を加えて100mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、波長265nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも小さい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### デカナール

Decanal

デシルアルデヒド



C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O

分子量 156.27

Decanal [112-31-2]

**含量** 本品は、デカナール (C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O) 93.092.0%以上含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。本品1mLに亜硫酸水素ナ

~~トリウム試液 3ml を加えて振り混ぜるとき、直ちに発熱して結晶塊となる。~~

屈折率  $n_D^{20}=1.426\sim1.430$

比重  $d_{25}^{25}=0.823\sim0.832$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.427\sim1.435$~~

~~(2) 比重  $0.826\sim0.835$~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 6.0ml)~~

(4) 酸価 10.0 以下 (香料試験法)

定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、放置時間は、15 分間とする。~~

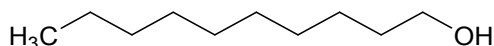
~~0.5mol/L 塩酸 1ml = 78.13mg  $C_{10}H_{20}O$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

デカノール

Decanol

デシルアルコール



$C_{10}H_{22}O$

分子量 158.28

Decan-1-ol [112-30-1]

含量 本品は、デカノール ( $C_{10}H_{22}O$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~本品 2～3 滴に過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5ml 及び硫酸 (1→20) 1ml を加えて振り混ぜるとき、デカノールのにおいを発する。~~

屈折率  $n_D^{20}=1.435\sim1.439$

比重  $d_{25}^{25}=0.826\sim0.831$

純度試験 (1) ~~凝固点  $5^{\circ}C$  以上~~

~~(2) 屈折率  $n_D^{20}=1.435\sim1.438$~~

~~(3) 比重  $0.826\sim0.831$~~

~~(4) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(5) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

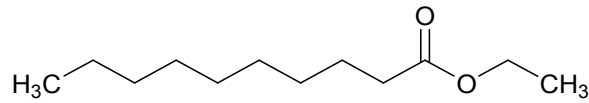
定量法 ~~香料試験法中のアルコール類含量の第 1 法により定量する。ただし、アセチル化油約 1g を用いる。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

デカン酸エチル

Ethyl Decanoate

カプリン酸エチル



$C_{12}H_{24}O_2$

分子量 200.32

Ethyl decanoate [110-38-3]

含 量 本品は、デカン酸エチル ( $C_{12}H_{24}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、ブランデーようのにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.424\sim 1.427$

比重  $d_{25}^{25}=0.860\sim 0.865$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.424\sim 1.427$~~

~~(2) 比重  $0.864\sim 0.867$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 80vol%エタノール 4.0mL)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

定量法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~$0.5\text{mol/L}$ エタノール製水酸化カリウム溶液 1mL = 100.2mg  $C_{12}H_{24}O_2$~~

~~香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。~~

デキストラナーゼ

Dextranase

定 義 本品は、糸状菌 (*Chaetomium erraticum*, *Chaetomium gracile*, *Penicillium lilacinum*に限る。) の培養物より得られた、デキストランを分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においが無いか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、デキストラナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

デキストラナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行う

ことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、リン酸緩衝液 (0.01mol/L, pH7.0, アルブミン含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

デキストラン (分子量 2000000) 2.5 g を量り、pH5.1 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) に溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に基質溶液 2 mL を量り、40°C で約 10 分間加温し、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、40°C で 10 分間加温した後、硫酸試液 (1 mol/L) 0.5mL を加え振り混ぜ、約 10 分間放置する。この液にフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 1 滴を加え、水酸化ナトリウム試液 (5 mol/L) で中和し、銅試液 (キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用) 5 mL を加えて混和し、試験管に軽く栓をして水浴中で 20 分間加熱する。この液を流水中で冷却した後、沈殿が管底に溜まるまで 40°C で加温しながら 10 分以上静置し、冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1→40) 2 mL を加え、硫酸試液 (1 mol/L) 1.5mL を加え、液が褐色澄明になるまでかき混ぜ、検液とする。別に試験管に基質溶液 2 mL を量り、40°C で約 10 分間加温し、硫酸試液 (1 mol/L) 0.5mL を加えた後、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、約 10 分間放置する。この液を検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を 0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬、溶性デンプン試液 0.5mL) するとき、検液の 0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

デキストラン (分子量 70000) 1.0 g を量り、水を加えて溶かし 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 10mL を量り、pH5.8 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 4 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 10～15 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて混和して 37°C で 30 分間加温する。この液 2 mL を量り、水 3 mL 及びヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.025mol/L) 5 mL を加えよく振り混ぜた後、水浴中で 15 分間加熱し、冷後、硫酸亜鉛・塩化ナトリウム・ヨウ化カリウム試液 5 mL 及び酢酸 (1→20) 3 mL を加え、検液とする。別に試料液の代わりに水 1 mL を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 デンプン試液 5 滴) し、青色が消えるまで滴定を続けるとき、検液の 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

### デキストラン

Dextran

**定 義** 本品は、グラム陽性細菌 (*Leuconostoc mesenteroides* 又は *Streptococcus equinus* に限る。) の培養液より、分離して得られたものである。成分はデキストランである。

**性 状** 本品は、白～淡黄色の粉末又は粒で、においが無い。



**確認試験** 本品の水溶液（1→3,000）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき、液は青緑色を呈し、徐々に暗青緑色に変わる。更に硫酸（1→2）1 mL 又は酢酸 1 mL を加えても液の色は変わらない。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~  
~~(2)(1) 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.02.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~  
~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~  
~~(4)(3) 総窒素 1.0% 以下~~

本品約 0.5 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

**乾燥減量** 10.0% 以下 (105°C, 6 時間)

**強熱残分** 2.0% 以下

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 1,000 以下~~ 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下 である。また、大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第1法により調製する。

## 鉄クロロフィリンナトリウム

Sodium Iron Chlorophyllin

**性状** 本品は、緑黒色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 g を磁製のろつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱し、できるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷する。更に硫酸 1 mL を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、放冷する。この残留物に塩酸（1→4）10 mL を加えて水浴上で加熱して溶かし、必要があればろ過し、水を加えて 10 mL とし、試料液とする。試料液をアンモニア試液で弱アルカリ性とした後、硫化水素試液 10 mL を加えて 30 分間放置し、ろ過する。ろ液及びろ紙上の残留物について、次の試験を行う。

(i) ろ液に塩酸（1→4）1 mL を加え、この液につき、炎色反応試験を行うとき、黄色を呈する。

(ii) ろ紙上の残留物に硝酸（1→10）2 mL を加えて溶かし、水を加えて 5 mL とする。この液にチオシアン酸アンモニウム溶液（2→25）2～3 滴を加えるとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→1,000）1 mL にリン酸緩衝液（pH7.5）を加えて 100 mL とした液の吸光度を測定するとき、波長 396～400 nm 及び 652～658 nm に極大吸収部がある。それぞれの極大吸収部における吸光度を A<sub>1</sub> 及び A<sub>2</sub> とするとき、A<sub>1</sub>/A<sub>2</sub> は 9.5 以下である。

~~純度試験 (1) 比吸光度~~  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (398 nm 付近の極大吸収部) = 400 以上 (乾燥物換算)

本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、リン酸緩衝液（pH7.5）を加えて正確に 100 mL とし、速やかに吸光度を測定する。ただし、操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

~~(2) 液性~~ pH 9.5～11.0 (1.0 g, 水 100 mL)

**純度試験** ~~(1)(3)~~ 無機鉄塩 Fe として 0.09% 以下

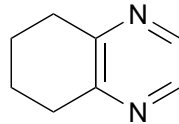
本品 1.0 g を量り、水 60 mL を加えて溶かし、検液とする。検液 2 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液（4：2：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、~~フェロシアン化ナトリウム~~ヘキサシアノ鉄(II)酸ナトリウム十水和物溶液（1→1,000）を噴霧するとき、青色のスポットを認めない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

(4)(2) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03 μg/g 以下（0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、装置 B）

乾燥減量 5.0%以下（105°C、2 時間）

### 5, 6, 7, 8-テトラヒドロキノキサリン

5, 6, 7, 8-Tetrahydroquinoxaline



$C_8H_{10}N_2$

分子量 134.18

5, 6, 7, 8-Tetrahydroquinoxaline [34413-35-9]

含量 本品は、5, 6, 7, 8-テトラヒドロキノキサリン（ $C_8H_{10}N_2$ ）98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

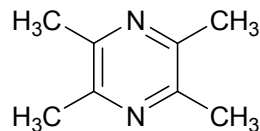
純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.540 \sim 1.550$

(2) 比重  $d_{25}^{25} = 1.078 \sim 1.088$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(14)により定量する。

### 2, 3, 5, 6-テトラメチルピラジン

2, 3, 5, 6-Tetramethylpyrazine



$C_8H_{12}N_2$

分子量 ~~136.20~~136.19

2, 3, 5, 6-Tetramethylpyrazine [1124-11-4]

含量 本品は、2, 3, 5, 6-テトラメチルピラジン（ $C_8H_{12}N_2$ ）95.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は粉末で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

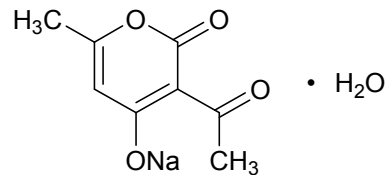
**純度試験**—融 点 85～90℃

**定量法** ~~本品約0.2gを精密に量り、エタノールを加えて溶かして正確に20mLとし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。~~

本品のエタノール(95)溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### デヒドロ酢酸ナトリウム

Sodium Dehydroacetate



$C_8H_7NaO_4 \cdot H_2O$

分子量 208.14

Monosodium 3-acetyl-4-oxido-6-methyl-2H-pyran-2-one monohydrate ~~[4418-26-2]~~ [64039-28-7]

**含量** 本品を無水物換算したものは、デヒドロ酢酸ナトリウム ( $C_8H_7NaO_4=190.13$ ) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品0.1gに水1 ~~mL~~ mL, サリチルアルデヒド・エタノール (95) 溶液(1→5) 3～5滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→3) 0.5 ~~mL~~ mLを加えて水浴中で加熱するとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→100) 2 ~~mL~~ mLに酒石酸カリウムナトリウム (+)—酒石酸ナトリウムカリウム四水和物溶液(7→50) 3滴及び強酢酸第二銅酢酸銅 (II) 試液2滴を加えて振り混ぜるとき、帯白紫色の沈殿を生じる。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

(4) 本品0.5gを量り、水10mLを加えて溶かし、塩酸(1→4) 1mLを加え、生じた沈殿をろ過し、水でよく洗うとき、その融点は、109～112℃である。

**純度試験** (1) 溶状 無色(0.50g, 水10 ~~mL~~ mL)

~~(2) デヒドロ酢酸 本品0.5gを量り、水10mLを加えて溶かし、塩酸(1→4) 1mLを加え、生じた沈殿をろ過し、水でよく洗うとき、その融点は、109～112℃である。~~

~~(3)~~ (2) 遊離アルカリ 本品1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水20 ~~mL~~ mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴を加えるとき、紅赤色を呈しても、その色は、0.05mol/L硫酸0.30 ~~mL~~ mLを加えるとき消える。

~~(4)~~ (3) 塩化物 Clとして0.011%以下

本品1.0gを量り、水30 ~~mL~~ mLを加えて溶かし、よく振り混ぜながら硝酸(1→10) 9.5 ~~mL~~ mLを滴加し、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて50 ~~mL~~ mLとし、検液とする。比較液は、0.01mol/L塩酸0.30 ~~mL~~ mLに硝酸(1→10) 6 ~~mL~~ mL及び水を加えて50 ~~mL~~ mLとする。

~~(5)~~ (4) 硫酸塩  $SO_4$ として0.014%以下

本品 1.0 g を量り、水 30 mL を加えて溶かし、よく振り混ぜながら塩酸（1→4）3 mL を滴加し、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL に塩酸（1→4）1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(6) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(7)(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~(8)(7) 硫酸呈色物~~ 本品 0.30 g を量り、試料とし、比色標準液 C を用いて試験を行う。

水分 8.3～10.0% (0.3 g, 容量滴定法, 逆滴定)

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する（指示薬 ~~α-ナフトールベンゼイン試液~~ p-ナフトールベンゼイン試液 10 滴）。終点は、液の褐色が緑色になるときとする。更に無水物換算を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 19.01 mg C<sub>8</sub>H<sub>7</sub>NaO<sub>4</sub>

### デュナリエラカロテン

Dunaliella Carotene

藻類カロチン

藻類カロテン

デュナリエラカロチン

ドナリエラカロチン

ドナリエラカロテン

抽出カロチン

抽出カロテン

定義 本品は、デュナリエラ (*Dunaliella bardawil* 又は *Dunaliella salina*) の全藻から得られた、β-カロテンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含量 (色価) 本品は、β-カロテン (C<sub>40</sub>H<sub>56</sub> = 536.88) として 10% 以上又は色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) 2,500 以上で、その表示量の 95～115% を含む。

性状 本品は、暗だいたい～赤褐色の懸濁した油状の物質で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 2,500 に換算して ~~0.05 g~~ 50 mg に相当する量をとり量り、アセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 5 mL を加えて溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) 本品の表示量から、1 mL 当たり β-カロテンとして約 1 mg に相当する量の本品を含むアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 溶液又は色価約 1 に相当する量の本品を含むアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 溶液を調製する。この液 1 mL にアセトンを加えて 5 mL とし、5% 亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) 1 mL, 続けて 0.5 mol/L 硫酸硫酸試液 (0.5 mol/L) 1 mL を加えるとき、液の色は直ちに脱色される。

(3) 本品にシクロヘキサンを加えて溶かした液は、波長 446～457 nm 及び 472～486 nm のいずれか、又は両者に極大吸収部がある。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2)(1) 鉛 Pb として 10 5 µg/g 以下 (1.0 0.80 g, 第 1 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

ム方式)

(3)(2) ヒ素  $As_{2}O_{3}$ として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第4法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**定量法 (色価測定法)** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。色価又は色価を 250 で除して  $\beta$ -カロテンの含量を求める。

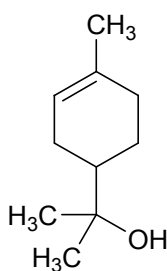
操作条件

測定溶媒 シクロヘキサン

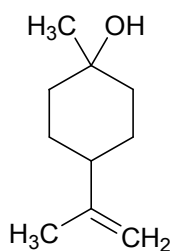
測定波長 波長 446~457nm の極大吸収部

テルピネオール

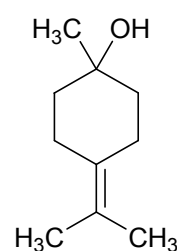
Terpineol



$\alpha$ -テルピネオール



$\beta$ -テルピネオール



$\gamma$ -テルピネオール

$C_{10}H_{18}O$

分子量 154.25

Mixture of 2-(4-methylcyclohex-3-en-1-yl)propan-2-ol ( $\alpha$ -terpineol), 1-methyl-4-(1-methylethenyl)cyclohexan-1-ol ( $\beta$ -terpineol) and 1-methyl-4-(1-methylethylidene)cyclohexan-1-ol ( $\gamma$ -terpineol)

**含 量** 本品は、テルピネオール ( $C_{10}H_{18}O$ ) 97.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無~淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1mL に無水酢酸 1mL 及びリン酸 1 滴を加え、30°C で 10 分間放置した後、水 1mL を加え、振り混ぜながら温湯中で 5 分間加温する。冷後、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 8mL を加えるとき、酢酸テルピニルのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、3380 $\text{cm}^{-1}$ 、2965 $\text{cm}^{-1}$ 、2925 $\text{cm}^{-1}$ 、2835 $\text{cm}^{-1}$ 、1385 $\text{cm}^{-1}$ 、1377 $\text{cm}^{-1}$ 、1150 $\text{cm}^{-1}$ 及び1135 $\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収を認める。

~~純度試験~~ (1) ~~屈折率~~  $n_D^{20}=1.482\sim 1.484$

~~(2) 比重~~  $d_{20}^{20}=0.932\sim 0.938$

**純度試験** 溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール 2.0mL)

**定量法** 本品 5.0 g 及びキシレン 20.0 g を 正確に量り、フラスコに入れ、無水酢酸 10mL 及び 無水酢酸ナトリウム 1 g を加え、還流冷却器を付けて 6 時間穏やかに煮沸する。冷後、水 10mL を加えて時々振り混ぜながら水浴中で 15 分間加熱する。冷後、内容を分液漏斗にとり、水層を分離する。油層を 無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) で洗液がアルカリ性となるまで洗い、更に塩化ナト

リウム溶液（1→10）で洗液が中性になるまで洗った後、乾燥した容器に入れ、~~無水~~硫酸ナトリウム約2 gを加えて振り混ぜ、約30分間放置し、ろ過する。このろ液約5 gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。ただし、加熱時間は、4時間とし、別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{テルピネオール (C}_{10}\text{H}_{18}\text{O) の含量 (\%)} = \frac{154.2 \times (a - b) \times 0.5}{[S - (a - b) \times 0.02102] \times 5 / 25 \times 1000} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

ただし、a：空試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (~~mL~~)

b：本試験における0.5mol/L塩酸の消費量 (~~mL~~)

S：ろ液の採取量 (g)

### デンプングリコール酸ナトリウム

Sodium Carboxymethylstarch

**性状** 本品は、白色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液（1→1,000）5 ~~mL~~ に塩酸（1→4）5滴及びヨウ素試液1滴を加えて振り混ぜるとき、液は、青～赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→500）1 ~~mL~~ にクロモトローブ酸試液5 ~~mL~~ を加え、水浴中で10分間加熱するとき、液は、紫～~~赤紫~~紅色を呈する。

(3) 本品の水溶液（1→500）5 ~~mL~~ に硫酸銅(II)五水和物溶液（1→20）5 ~~mL~~ を加えて振り混ぜるとき、淡青色の沈殿を生じる。

(4) 本品1 gを450～550℃で3時間強熱して得た残留物は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 6.0～8.5 (1.0 g, 水 50mL)

~~純度試験 (1) 液性 pH6.0～8.5 (1.0 g, 水 50mL)~~

~~(2)(1)~~ 塩化物 Cl として0.43%以下

本品0.10 gを量り、水10 ~~mL~~ 及び硝酸1 ~~mL~~ を加え、水浴中で10分間加熱した後冷却し、必要があればろ過する。残留物を少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100 ~~mL~~ とする。この液25 ~~mL~~ を量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30 ~~mL~~ を用いる。

~~(3)(2)~~ 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.96%以下

本品0.10 gを量り、水10 ~~mL~~ 及び塩酸1 ~~mL~~ を加え、水浴中で10分間加熱した後冷却し、必要があればろ過する。残留物を少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50 ~~mL~~ とする。この液10 ~~mL~~ を量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.40 ~~mL~~ を用いる。

~~(4) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 3µg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 10.0%以下 (105℃, 4時間)

### トウガラシ色素

Paprika Color  
Paprika Oleoresin  
カプシカム色素  
パプリカ色素

**定義** 本品は、トウガラシ (~~Capsicum annuum Linné~~Capsicum annuum L.) の果実から得られた、カプサンチン類を主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 300 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

**性 状** 本品は、暗赤色の粘稠な液体で、特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 300 に換算して 0.1 g に相当する量を とり量り、アセトン 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、黄だいたい色を呈する。

(2) 本品 0.5 g を量り、トルエン 2 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液に硫酸 0.2 ~~mL~~ mL を加えるとき、暗青色を呈する。

(3) 本品のアセトン溶液は、波長 450~460nm 及び 465~475nm のいずれか又は両者に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から、色価 300 に換算して 0.2 g に相当する量を とり量り、アセトン 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液を検液とする。検液 5 ~~μL~~ μL を量り、対照液を用いず、エタノール (95) / シクロヘキサン混液 (1 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.88~0.96 及び 0.75~0.90 に黄赤色の主スポットを認める。このスポットの色は、~~5%~~ 5% 亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) を噴霧し、続けて ~~0.5mol/L~~ 0.5mol/L 硫酸 硫酸試液 (0.5mol/L) を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、~~担体として~~ 薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 担体とし、110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 10.2 μg/g 以下 (1.02.0 g, 第 1.2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0.3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 アセトン

測定波長 波長 460nm 付近の極大吸収部

銅クロロフィリンナトリウム  
Sodium Copper Chlorophyllin

**性 状** 本品は、青黒~緑黒色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 g を磁製のるつぼに入れ、硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱し、できるだけ低温でほとんど灰化した後、放冷する。更に、硫酸 1 ~~mL~~ mL を加え、徐々に加熱して硫酸の蒸気がほとんど発生しなくなった後、放冷する。この残留物に塩酸 (1→4) 10 ~~mL~~ mL を加えて水浴上

で加熱して溶かし、必要があればろ過し、水を加えて10mLとし、検液として次の試験を行う。

(i) 検液は、炎色反応試験を行うとき、初め緑色、続いて黄色を呈する。

(ii) 検液5mLにジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム、N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水合物溶液（1→1,000）0.5mLを加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液（1→1,000）1mLにリン酸緩衝液（pH7.5）を加えて100mLとした液の吸光度を測定するとき、波長403～407nm及び627～633nmに極大吸収部がある。それぞれの極大吸収部における吸光度を $A_1$ 及び $A_2$ とすると、 $A_1/A_2$ は4.0以下である。

**純度試験** (1) **比吸光度**  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ （波長405nm付近の極大吸収部）=508以上（乾燥物換算）

本品約0.1gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、リン酸緩衝液（pH7.5）を加えて正確に100mLとし、速やかに吸光度を測定する。ただし、操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

~~(2) 液性~~ pH 9.5～11.0（1.0g，水100mL）

**純度試験** (1) **鉛** Pbとして5 $\mu\text{g/g}$ 以下（0.80g，第1法，比較液 鉛標準液4.0mL，フレイム方式）

~~(3)(2)~~ 無機銅塩 Cuとして0.03%以下

本品1.0gを量り、水60mLを加えて溶かし、検液とする。検液2 $\mu\text{L}$ を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液（4：2：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム、N, N-ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム三水合物溶液（1→1,000）を噴霧するとき、淡褐色のスポットを認めない。ただし、薄層板は、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

~~(4)(3)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下（0.50g，第3法，標準色 ヒ素標準液3.0mL，装置B）

**乾燥減量** 5.0%以下（105℃，2時間）

### 銅クロロフィル

Copper Chlorophyll

**性状** 本品は、青黒～緑黒色の粉末，片，塊又は粘稠な物質で，特異なおいがある。

**確認試験** (1) 「銅クロロフィリンナトリウム」の確認試験(1)の(ii)を準用する。

(2) 本品0.010g10mgにジエチルエーテル50mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム・メタノール溶液（1→100）2mLを加えて振り混ぜ、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する。冷後、水10mLずつで3～5回抽出し、抽出液を合わせ、リン酸緩衝液（pH7.5）を加えて200mLとした液の吸光度を測定するとき、波長403～407nm及び630～640nmに極大吸収部がある。それぞれの極大吸収部における吸光度を $A_1$ 及び $A_2$ とすると、 $A_1/A_2$ は4.0以下である。

**純度試験** (1) **比吸光度**  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ （波長405nm付近の極大吸収部）=62.0以上（乾燥物換算）

本品約0.1gを精密に量り、ジエチルエーテル50mLを加えて溶かし、~~水酸化ナトリウム・メタノール溶液（2→100）~~ 水酸化ナトリウム・メタノール溶液（1→50）10mLを加えて振り混ぜ、還流冷却器を付けて水浴上で30分間加熱する。冷後、水20mLずつで4回抽出し、抽出液を合わせ、水を加えて正確に100mLとする。この液をろ過し、ろ液5.0mLを正確に量り、リ



ン酸緩衝液 (pH7.5) を加えて正確に 100mL とし、速やかに吸光度を測定する。ただし、この操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) 無機銅塩 Cu として 0.03% 以下

「銅クロロフィリンナトリウム」の純度試験(3)(2)を準用する。ただし、検液は、本品 1.0 g を量り、アセトン 60mL を加えて溶かした液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

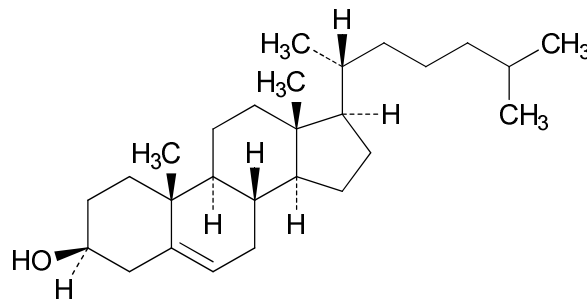
(4) クロロフィリン塩 本品 1.0 g を量り、ジエチルエーテル 30mL を加えて溶かし、水 20mL を加えて振り混ぜる。静置した後、水層を水で湿らせたろ紙でろ過するとき、ろ液は、着色しない。

乾燥減量 3.0% 以下 (105°C, 2 時間)

### 動物性ステロール (新規)

Cholesterol

コレステロール



C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O

分子量 386.65

Cholest-5-en-3β-ol [57-88-5]

定義 本品は、魚油又はラノリン (ヒツジ (*Ovis aries* Linnaeus) の毛に付着するろう様物質から得られた、高級アルコールと α-ヒドロキシ酸のエステルを主成分とするものをいう。) から得られたコレステロールを主成分とするものである。

含量 本品は、コレステロール (C<sub>27</sub>H<sub>46</sub>O) 90.0~102.0% を含む。

性状 本品は、白~淡黄白色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品 5 mg にヘキサン 2 mL を加えて溶かし、無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は初め赤色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

融点 145~150°C

純度試験 (1) 溶状 本品 0.5 g を共栓フラスコにとり、加温したエタノール (99.5) 50 mL に溶かし、室温で 2 時間放置するとき、混濁しない。

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 3.0% 以下 (105°C, 2 時間)

強熱残分 0.5% 以下

**定量法** 本品約 0.1 g を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準液 5 mL を正確に加えて検液とする。ただし、内標準液は、5 $\alpha$ -コレスタン・ヘキサン溶液（1 $\rightarrow$ 1000）とする。別に定量用コレステロール約 0.1 g を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準液 5 mL を正確に加えて標準液とする。検液及び標準液 1  $\mu$ L について、次のガスクロマトグラフィーにより試験を行い、5 $\alpha$ -コレスタンのピーク面積に対するコレステロールのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\text{コレステロール (C}_{27}\text{H}_{46}\text{O) の含量 (\%)} = \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{M_S}{M_T} \times 100$$

$M_S$  : 定量用コレステロールの採取量 (g)

$M_T$  : 試料の採取量 (g)

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25 mm, 長さ 15.0 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.10  $\mu$ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 250 $^{\circ}$ C

注入口温度 280 $^{\circ}$ C

検出器温度 280 $^{\circ}$ C

キャリアーガス ヘリウム

流量 5 $\alpha$ -コレスタンの保持時間がおおよそ 3 分になるようにキャリアーガス流量を調整する。

スプリット比 1 : 200

### トコトリエノール

Tocotrienol

**定義** 本品は、イネ (~~*Oryza sativa* Linné~~*Oryza sativa* L.) の米ぬか油、アブラヤシ (~~*Elaeis guineensis* Jacquin~~*Elaeis guineensis* Jacq.) のパーム油等より分別精製して得られたものである。

主成分はトコトリエノールである。食用油脂を含むことがある。

**含量** 本品は、総トコトリエノールとして 25% 以上を含む。

**性状** 本品は、黄～赤褐色の粘性の液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品 ~~0.05 g~~ 50 mg を ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 10 mL に溶かして、硝酸 2 mL を加え、約 75 $^{\circ}$ C で 15 分間加熱するとき、液は、だいたい～赤色を呈する。

**比重**  $d_{20}^{20} = 0.94 \sim 0.99$

**純度試験** ~~(1) 比重 0.94～0.99~~

~~(2)~~ (1) 酸価 5.0 以下

本品約 2.5 g を精密に量り、エタノール (95) / ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 50 mL を加え、検液とする。フェノールフタレイン試液数滴を加え、~~0.02 mol / L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.02 mol / L 水酸化カリウム・エタノール溶液 で 30 秒間持続する 紅赤色 を呈するまで滴定し、次式により酸価を求める。ただし、使用する溶媒は、あらかじめ使用前にフェノールフタレイン試液 2～3 滴 を指示薬として 30 秒間持続する 紅赤色 を呈するまで ~~0.02 mol / L エタノール製~~

水酸化カリウム溶液 0.02mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液を加える。

0.02mol/L ~~エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 水酸化カリウム・エタノール溶液の消費  
量 (~~mL~~) × 5.611

酸価 =  $\frac{\text{試料の採取量 (g)} \times 5}{\text{消費量 (mL)} \times 5.611}$

~~(3) 重金属 Pbとして 20µg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 2.01.5µg/g以下 (1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

**定量法** 本品の総トコトリエノール約 ~~0.025g~~ 25mg に対応する量を褐色メスフラスコに精密に量り、ヘキサンに溶かして、正確に 100~~mL~~ とし、検液とする。別に定量用 *d*-α-トコフェロール、定量用 *d*-β-トコフェロール、定量用 *d*-γ-トコフェロール及び定量用 *d*-δ-トコフェロールをそれぞれ約 ~~0.05g~~ 50mg ずつ精密に量り、それぞれ褐色メスフラスコに入れ、ヘキサンを加えて正確に 100~~mL~~ とし、標準原液とする。試料中のトコトリエノール同族体の組成比と、対応するトコフェロール同族体の組成比がほぼ同じになるように、標準原液を正確に量って混合し、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20~~µL~~ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液の *d*-α-トコトリエノール、*d*-β-トコトリエノール、*d*-γ-トコトリエノール及び *d*-δ-トコトリエノールのピーク面積  $A_{T\alpha}$ 、 $A_{T\beta}$ 、 $A_{T\gamma}$  及び  $A_{T\delta}$  並びに標準液の *d*-α-トコフェロール、*d*-β-トコフェロール、*d*-γ-トコフェロール及び *d*-δ-トコフェロールのピーク面積  $A_{S\alpha}$ 、 $A_{S\beta}$ 、 $A_{S\gamma}$  及び  $A_{S\delta}$  を測定し、次式により含量を求める。ただし、*d*-α-トコフェロール、*d*-β-トコフェロール、*d*-γ-トコフェロール及び *d*-δ-トコフェロールの各トコフェロールの保持時間に対する *d*-α-トコトリエノール、*d*-β-トコトリエノール、*d*-γ-トコトリエノール及び *d*-δ-トコトリエノールの各トコトリエノールの相対保持時間は、それぞれ約 1.1~1.3 である。

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 292nm)

カラム充てん剤 5~10µm の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径 3~6mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 ~~ヘキサン/ジオキサン/2-プロパノール混液 (985:10:5)~~ ヘキサン/1,4-ジオキサン/2-プロパノール混液 (197:2:1)

流量 *d*-α-トコフェロールの保持時間が約 7~8 分になるように調整する。

総トコトリエノールの含量 (%) =

$$\left( \frac{A_{T\alpha}}{A_{S\alpha}} \times S_{\alpha} + \frac{A_{T\beta}}{A_{S\beta}} \times S_{\beta} + \frac{A_{T\gamma}}{A_{S\gamma}} \times S_{\gamma} + \frac{A_{T\delta}}{A_{S\delta}} \times S_{\delta} \right) \times \frac{1}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

ただし、 $S_{\alpha}$  : 標準液 100~~mL~~ 当たりの *d*-α-トコフェロールの量 (g)

$S_{\beta}$  : 標準液 100~~mL~~ 当たりの *d*-β-トコフェロールの量 (g)

$S_{\gamma}$  : 標準液 100~~mL~~ 当たりの *d*-γ-トコフェロールの量 (g)

$S_{\delta}$  : 標準液 100~~mL~~ 当たりの *d*-δ-トコフェロールの量 (g)

## *d*- $\alpha$ -トコフェロール

*d*- $\alpha$ -Tocopherol

$\alpha$ -ビタミンE

[59-02-9]

**定 義** 本品は、油糧種子から得られた植物性油脂又はミックストコフェロール（植物性油脂から得られた *d*- $\alpha$ -トコフェロール、*d*- $\beta$ -トコフェロール、*d*- $\gamma$ -トコフェロール及び *d*- $\delta$ -トコフェロールを主成分とするものをいう。）より分離して得られた、*d*- $\alpha$ -トコフェロールを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**含 量** 本品は、総トコフェロールとして40%以上を含み、*d*- $\alpha$ -トコフェロールは総トコフェロールの50%以上である。

**性 状** 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な粘性のある液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品 ~~0.05g~~50mg を ~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 10mL に溶かし、硝酸 ~~2 mL~~ を加え、約75°Cで15分間加熱するとき、液は、だいたい～赤色を呈する。

**純度試験** (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +24^\circ$  以上

総トコフェロール約0.1gに対応する量の本品を精密に量り、分液漏斗に入れ、ジエチルエーテル 50mL に溶かす。~~フェリシアン化カリウム~~ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム 2g を水酸化ナトリウム溶液(1→125) 20mL に溶かし、先の分液漏斗に加え、3分間振り混ぜる。水 50mL で4回洗い、ジエチルエーテル層をとり、~~無水~~硫酸ナトリウム約2gを加えて脱水した後、ろ過し、ろ液からジエチルエーテルを留去する。残留物を直ちに ~~イソオクタン~~2,2,4-トリメチルペンタン 5mL に溶解し、旋光度を測定する。ただし、測定した液中の総トコフェロールの濃度 (g/mL) を用いて比旋光度を求める。

**純度試験** (1) ~~(2)~~ 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験 ~~(2)~~ (1) を準用する。

~~(3) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10mL, フレーム方式)~~

~~(4)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

**定量法** 総トコフェロール約 ~~0.05g~~50mg に対応する量の本品を精密に量り、褐色メスフラスコに入れ、ヘキサンを加えて正確に100mLとし、検液とする。別に定量用 *d*- $\alpha$ -トコフェロール、定量用 *d*- $\beta$ -トコフェロール、定量用 *d*- $\gamma$ -トコフェロール及び定量用 *d*- $\delta$ -トコフェロールをそれぞれ約 ~~0.05g~~50mg ずつ精密に量り、それぞれ褐色メスフラスコに入れ、ヘキサンを加えて正確に100mLとし、標準原液とする。試料中のトコフェロールの組成比とほぼ同じになるように標準原液を正確に量って混合し、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20~~μL~~μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液の *d*- $\alpha$ -トコフェロール、*d*- $\beta$ -トコフェロール、*d*- $\gamma$ -トコフェロール及び *d*- $\delta$ -トコフェロールのピーク面積  $A_{T\alpha}$ 、 $A_{T\beta}$ 、 $A_{T\gamma}$  及び  $A_{T\delta}$  並びに標準液の *d*- $\alpha$ -トコフェロール、*d*- $\beta$ -トコフェロール、*d*- $\gamma$ -トコフェロール及び *d*- $\delta$ -トコフェロールのピーク面積  $A_{S\alpha}$ 、 $A_{S\beta}$ 、 $A_{S\gamma}$  及び  $A_{S\delta}$  を測定し、次式により含量を求める。更に、*d*- $\alpha$ -トコフェロールの総トコフェロールに対する比率 (%) を求める。

総トコフェロールの含量 (%)

$$= \left( \frac{A_{T\alpha}}{A_{S\alpha}} \times S_{\alpha} + \frac{A_{T\beta}}{A_{S\beta}} \times S_{\beta} + \frac{A_{T\gamma}}{A_{S\gamma}} \times S_{\gamma} + \frac{A_{T\delta}}{A_{S\delta}} \times S_{\delta} \right) \times \frac{1}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (％)}$$

ただし、 $S_{\alpha}$  : 標準液 100 ~~mL~~ 当たりの  $d-\alpha$  -トコフェロールの量 (g)

$S_{\beta}$  : 標準液 100 ~~mL~~ 当たりの  $d-\beta$  -トコフェロールの量 (g)

$S_{\gamma}$  : 標準液 100 ~~mL~~ 当たりの  $d-\gamma$  -トコフェロールの量 (g)

$S_{\delta}$  : 標準液 100 ~~mL~~ 当たりの  $d-\delta$  -トコフェロールの量 (g)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム充 ~~てん~~ 填剤 5~10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径 3~6 mm, 長さ 15~25cm のステンレス管

カラム温度 室温 (一定)

移動相 ヘキサン / 2-プロパノール混液 (200 : 1)

流量  $d-\alpha$  -トコフェロールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

### $d-\gamma$ -トコフェロール

$d-\gamma$ -Tocopherol

$\gamma$ -ビタミン E

**定 義** 本品は、油糧種子から得られた植物性油脂又はミックストコフェロール (植物性油脂から得られた  $d-\alpha$  -トコフェロール,  $d-\beta$  -トコフェロール,  $d-\gamma$  -トコフェロール及び  $d-\delta$  -トコフェロールを主成分とするものをいう。) より分離して得られた,  $d-\gamma$  -トコフェロールを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**含 量** 本品は、総トコフェロールとして 40%以上を含み,  $d-\gamma$  -トコフェロールは総トコフェロールの 70%以上である。

**性 状** 本品は、淡黄~赤褐色の澄明な粘性のある液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品 ~~0.05g~~ 50mg を ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 10 ~~mL~~ に溶かし, 硝酸 2 ~~mL~~ を加えて, 約 75°C で 15 分間加熱するとき, 液は, だいたい~赤色を呈する。

~~純度試験 (1) 比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +20^{\circ}$  以上

「 $d-\alpha$  -トコフェロール」の ~~純度試験 (1) 比旋光度~~ を準用する。

~~純度試験 (1) (2)~~ 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験 ~~(2) (1)~~ を準用する。

~~(3) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10mL, フレーム方式)

~~(4) (3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**定 量 法** 「 $d-\alpha$  -トコフェロール」の定量法を準用する。

### $d-\delta$ -トコフェロール

*d*- $\delta$ -Tocopherol  
 $\delta$ -ビタミンE

**定義** 本品は、油糧種子から得られた植物性油脂又はミックストコフェロール（植物性油脂から得られた *d*- $\alpha$ -トコフェロール、*d*- $\beta$ -トコフェロール、*d*- $\gamma$ -トコフェロール及び *d*- $\delta$ -トコフェロールを主成分とするものをいう。）より分離して得られた、*d*- $\delta$ -トコフェロールを成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**含量** 本品は、総トコフェロールとして40%以上を含み、*d*- $\delta$ -トコフェロールは総トコフェロールの60%以上である。

**性状** 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な粘性のある液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品 ~~0.05g~~50mg を ~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 10mL に溶かし、硝酸 2 mL を加えて、約75°Cで15分間加熱するとき、液は、だいたい～赤色を呈する。

**純度試験** ~~(1)~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +20^\circ$  以上

「*d*- $\alpha$ -トコフェロール」の純度試験 ~~(1)~~比旋光度 を準用する。

**純度試験** ~~(1)~~ ~~(2)~~ 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験 ~~(2)~~ ~~(1)~~ を準用する。

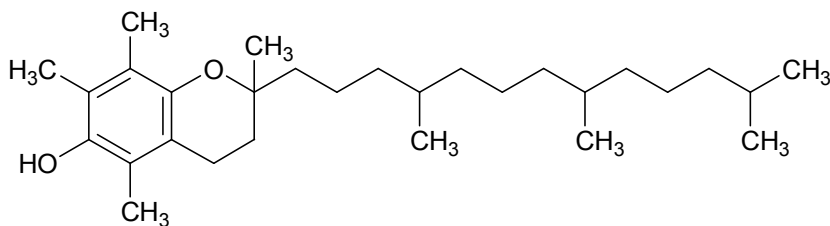
~~(3)~~ 重金属 Pb として  $20\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)

~~(2)~~ 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

~~(4)~~ ~~(3)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**定量法** 「*d*- $\alpha$ -トコフェロール」の定量法を準用する。

*d* 1- $\alpha$ -トコフェロール  
*d*l- $\alpha$ -Tocopherol



$\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$

分子量 430.71

2,5,7,8-Tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-ol

**含量** 本品は、*d*l- $\alpha$ -トコフェロール ( $\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$ ) 96.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、淡黄～黄褐色の粘稠な液体で、においが無い。

**確認試験** 「*d*- $\alpha$ -トコフェロール」の確認試験を準用する。

**純度試験** ~~(1)~~比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%} (292\text{nm}) = 71.0 \sim 76.0$

本品約0.1gを精密に量り、~~無水エタノール~~エタノール (99.5) に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、~~無水エタノール~~エタノール (99.5) を加えて正確に100mLとし、吸光度を測定する。

~~(2)~~ 屈折率  $n_D^{20}=1.503\sim 1.507$

純度試験 (1) ~~(3)~~ 溶状 澄明 (0.10 g, ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) ~~10mL~~ 10mL)

~~(4) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液10mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

定量法 本品及び dl- $\alpha$ -トコフェロール標準品約 ~~0.05g~~ 50mg ずつを精密に量り, それぞれを褐色メスフラスコに入れ, ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) で正確に ~~50mL~~ 50mL とし, 検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~20 $\mu$ L~~ 20 $\mu$ L ずつ正確に量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の dl- $\alpha$ -トコフェロールのピークの高さ  $H_T$  及び  $H_S$  を測定し, 次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{dl-}\alpha\text{-トコフェロール (C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{dl-}\alpha\text{-トコフェロール標準品の採取量 (g)} \quad H_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad H_S} \times 100 \end{aligned}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長: 292nm)

カラム充てん剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

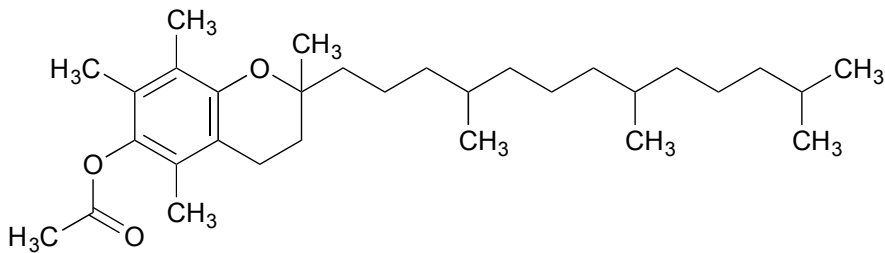
移動相 メタノール/水混液 (49:1)

流量 dl- $\alpha$ -トコフェロールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定 本品及び ~~酢酸 dl- $\alpha$ -トコフェロール 0.05g~~ トコフェロール酢酸エステル 50mg ずつを ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) ~~50mL~~ 50mL に溶かす。この液 ~~20 $\mu$ L~~ 20 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, dl- $\alpha$ -トコフェロール, ~~酢酸 dl- $\alpha$ -トコフェロール~~ トコフェロール酢酸エステル の順に溶出し, その分離度が 2.6 以上のものを用いる。なお, 上記の条件で標準液につき, 試験を 5 回繰り返すとき, dl- $\alpha$ -トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8% 以下である。

#### トコフェロール酢酸エステル

All-rac- $\alpha$ -Tocopheryl Acetate



C<sub>31</sub>H<sub>52</sub>O<sub>3</sub>

分子量 472.74

2, 5, 7, 8-Tetramethyl-2-(4, 8, 12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl acetate [7695-91-2]

**含 量** 本品は、トコフェロール酢酸エステル (C<sub>31</sub>H<sub>52</sub>O<sub>3</sub>) 96.0~102.0%を含む。

**性 状** 本品は、無~黄色の澄明な粘性のある液体で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品 ~~0.05g~~50mg を ~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 10mL に溶かし、硝酸 2 mL を加え、約 75°C で 15 分間加熱するとき、液はだいたい~赤色を呈する。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルをトコフェロール酢酸エステルの参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→10) は、旋光性がない。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.494\sim 1.499$~~

~~(2) 比吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}(284\text{nm})=41.0\sim 45.0$~~

本品約 ~~0.01g~~10mg を精密に量り、~~無水エタノール~~エタノール (99.5) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、吸光度を測定する。

屈折率  $n_D^{20}=1.494\sim 1.499$

~~(3) 比 重  $d_{20}^{20}=0.952\sim 0.966$~~

~~(4) 重金属 Pb として  $20\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第 4 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

純度試験 (1) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(5) (2)~~  $\alpha$ -トコフェロール 本品 0.10 g を正確に量り、ヘキサン 10 mL を正確に加えて溶かし、検液とする。別に  $d1-\alpha$ -トコフェロール標準品 ~~0.05g~~50mg を正確に量り、ヘキサンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 10 mL とし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 10  $\mu$ L ずつ量り、トルエン/酢酸混液 (19:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾する。これに塩化鉄 (III) ~~六水和物~~の無水エタノールエタノール (99.5) 溶液 (1→500) を均等に噴霧した後、更に  ~~$\alpha$ ,  $\alpha'$ -ジピリジルの無水エタノール溶液 2, 2'-ジピリジルのエタノール (99.5) 溶液 (1→200)~~ を均等に噴霧して 2~3 分間放置するとき、対照液から得たスポットに対応する検液のスポットは、対照液のスポットより小さくなく、かつ濃くない。ただし、薄層板には 担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし, 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**定 量 法** 本品及びトコフェロール酢酸エステル標準品約 ~~0.05g~~50mg ずつを精密に量り、それぞれを ~~無水エタノール~~エタノール (99.5) に溶かし、正確に 50 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20  $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のトコフェロール酢酸エステルのピーク高さ  $H_T$  及び  $H_S$  を測定し、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トコフェロール酢酸エステル (C}_{31}\text{H}_{52}\text{O}_3\text{) の含量 } (\%) \\ & = \frac{\text{トコフェロール酢酸エステル標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{H_T}{H_S} \times 100 \text{ } (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 284nm)



カラム充填剤 5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

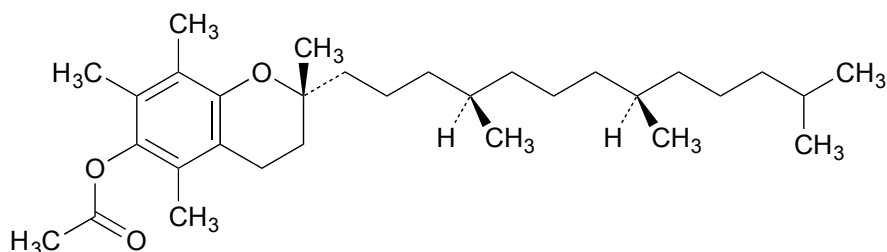
移動相 メタノール/水混液 (49 : 1)

流量 トコフェロール酢酸エステル~~の~~保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定 本品及び *d*l- $\alpha$ -トコフェロール標準品 ~~0.05g~~50mg ずつを ~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 50mL に溶かす。この液 20 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, *d*l- $\alpha$ -トコフェロール, トコフェロール酢酸エステル~~の~~順に溶出し, その分離度が 2.6 以上のものを用いる。なお, 上記の条件で標準液につき, 試験を 5 回繰り返すとき, トコフェロール酢酸エステル~~の~~のピーク高さの相対標準偏差は 0.8% 以下である。

### *d*- $\alpha$ -トコフェロール酢酸エステル

*R, R, R*- $\alpha$ -Tocopheryl Acetate



C<sub>31</sub>H<sub>52</sub>O<sub>3</sub>

分子量 472.74

(2*R*)-2,5,7,8-Tetramethyl-2-[(4*R*,8*R*)-4,8,12-trimethyltridecyl]chroman-6-yl acetate

含量 本品は, *d*- $\alpha$ -トコフェロール酢酸エステル (C<sub>31</sub>H<sub>52</sub>O<sub>3</sub>) 96.0~102.0% を含む。

性状 本品は, 無~黄色の澄明な粘性のある液体で, 冷却するとき固化することがあり, においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 「トコフェロール酢酸エステル」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.494\sim 1.499$~~

~~(2) 比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(284\text{nm})=41.0\sim 45.0$~~

「トコフェロール酢酸エステル」の ~~純度試験(2)比吸光度~~ を準用する。

屈折率  $n_D^{20}=1.494\sim 1.499$

~~(3) 比重 0.952~0.966~~

~~(4) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20}=(d-\alpha\text{-トコフェロール換算値})+24^{\circ}$  以上~~

本品約 0.22 g をナス型フラスコに精密に量り, ~~硫酸~~・~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 溶液 (3 $\rightarrow$ 50) 50mL を加えて溶かし, 還流冷却器を付けて 3 時間還流する。冷後, 水 100mL を加え, ジエチルエーテル 50mL ずつで 3 回抽出する。ジエチルエーテル層を分液漏斗に合わせ, 水 50mL を加え, 静かに 2~3 回倒立した後, 静置し, 分離した水層を除く。更に水 50mL ずつで, 回の進むにつれて次第に強く振り, 3 回洗う。水層を除き, ~~ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウムを 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かした液 (1 $\rightarrow$ 10)~~ ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム・水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) 溶液 (1 $\rightarrow$ 10) 40mL を加え, 3 分間激しく振り混ぜた後, 水層を除く。ジエチルエーテル層を水 50mL ずつで 4 回洗った後, 三角フラスコに移す。

分液漏斗はジエチルエーテル 10~~mL~~ずつで2回洗い、三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥し、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナス型フラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル 10~~mL~~ずつで2回洗い、洗液をナス型フラスコに合わせ、約 40℃の水浴中で減圧下、液量が 7～8~~mL~~になるまで濃縮する。その後、熱を加えずに減圧下、溶媒を留去し、残留物に直ちに 2, 2, 4-トリメチルペンタン 10~~mL~~を正確に加えて溶かす。この液につき、旋光度測定法により測定する。

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{1000 \times \alpha}{WM \times P \times 0.911}$$

ただし、 $\alpha$  : 偏光面を回転した角度 (°)

WM : 試料の採取量 (g)

P : 試料中の *d*- $\alpha$ -トコフェロール酢酸エステルの含量 (%)

0.911 : *d*- $\alpha$ -トコフェロール換算の係数

**比重**  $d_{20}^{20} = 0.952 \sim 0.966$

~~(5) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 4 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6) (2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~2.0~~1.5 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(7) (3)~~  $\alpha$ -トコフェロール 「トコフェロール酢酸エステル」の純度試験 ~~(5) (2)~~ を準用する。

**定量法** 「トコフェロール酢酸エステル」の定量法を準用する。

### トマト色素

Tomato Color

トマトリコピン

**定義** 本品は、トマト (~~*Lycopersicon esculentum* Miller~~ *Lycopersicon esculentum* Mill. (*Solanum lycopersicum* L.)) の果実から得られた、リコピンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は 300 以上で、その表示量の 95～115% を含む。

**性状** 本品は、褐～暗赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 300 に換算して 0.1 g に相当する量をとり量り、酢酸エチル 10~~mL~~ に溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) 本品をヘキサンに溶かした液は、波長 438～450nm, 465～475nm 及び 495～505nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 300 に換算して 0.1 g に相当する量をとり量り、酢酸エチル 10~~mL~~ に溶かし、検液とする。検液 5 ~~$\mu$ L~~ を量り、対照液を用いず、ヘキサン/アセトン混液 (7 : 3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さ上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.7～0.8 付近に黄赤色のスポット (リコピン)

を認める。このスポットの色は、~~5%~~亜硝酸ナトリウム溶液 (~~1~~→~~20~~) を噴霧し、続けて ~~0.5mol/L~~ ~~硫酸~~硫酸試液 (~~0.5mol/L~~) を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** (~~1~~) ~~重金属 Pbとして40μg/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~  
(~~2~~) (1) 鉛 Pbとして ~~8.0~~ 1 μg/g以下 (~~1.25~~ 4.0 g, 第~~1~~ 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)  
(~~3~~) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 μg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**色価測定法** 本品を精密に量り、アセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 25mLを加えて溶かし、ヘキサンを加えて正確に100mLとする。その2mLを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に100mLとし、必要があれば遠心分離し、その上澄液を検液とする。色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 ヘキサン

測定波長 波長 465～475nm の極大吸収部

## トラガントガム

Tragacanth Gum

[9000-65-1]

**定義** 本品は、トラガント (~~Astragalus gummifer Labillardiere~~ Astracantha gummifera (Labill.) Podl. (Astragalus gummifer Labill.)) の分泌液から得られた、多糖類を主成分とするものである。

**性状** 本品は、白～帯白色の粉末又は白～淡黄白色で、半透明の平板若しくは薄片で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品の粉末1gに水50mLを加えるとき、ほとんど均一のやや混濁した粘性の液となる。

(2) 本品の粉末約1.0gを水/グリセリン混液 (1 : 1) 2～3滴及びヨウ素試液1滴を滴下滴加した時計皿にとり、気泡が入らないように小ガラス棒の先でよくかき混ぜた後、10分間以上放置して試料を膨張させる。膨張した試料の少量をガラス棒の先でスライドガラスに塗抹し、その上に水/グリセリン混液 (1 : 1) 1滴を滴下滴加した後、気泡が封入されないように注意してカバーガラスで覆い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、青色を呈する少数のでん粉粒を認める。ただし、対物レンズは10倍又は40倍を、接眼レンズは10倍を用いる。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 2.0%以下

あらかじめガラスろ過器 (1 G 3) を110℃で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品の粉末約2gを精密に量り、メタノール95mLを加え湿潤した後、60mLの塩酸及び沸騰石を加え、還流冷却器を付けて水浴中で時々振り混ぜながら3時間加熱する。先のガラスろ過器で温時吸引ろ過し、残留物を温水でよく洗い、更にメタノール40mLで洗い、ガラスろ過器とともに105℃で2時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

(2) カラヤガム 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて均一な粘稠な液となるまで加熱し、これに塩酸 5 mL を加えて 5 分間煮沸するとき、液は淡紅赤～赤色を呈さない。

~~(3) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(4)(3) 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.02.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 17.0%以下 (105°C, 5 時間)

灰分 4.0%以下

酸不溶性灰分 0.5%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 10,000 以下である。~~生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第 2 法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイヨン培地 100 mL と混合して均一に分散させ、35 ± 1 °C で 24 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

### トランスグルコシダーゼ

#### Transglucosidase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Aspergillus usarii* に限る。) 細菌 (*Sulfolobus solfataricus* に限る。) の培養物より得られた、マルトースやオリゴ糖のグルコシド結合を加水分解し、同時にグルコシル基を転移する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、トランスグルコシダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1 → 100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

トランスグルコシダーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第 1 法

本品 1.0 g を量り、酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.01 mol/L, pH 4.0, アカルボース含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて

10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -マルトース-水和物1.00 gを量り、酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.01mol/L, pH4.0, アカルボース含有) を加えて25mLとしたものを基質溶液とする。

50℃で10分間加温した基質溶液0.5mLに試料液0.5mLを加えて混和し50℃で60分間加温した後、水浴中で10分間加熱し、冷後、硫酸試液 (5.5mmol/L) 9 mLを加え穏やかに混和し、検液とする。別に50℃で60分間加温した基質溶液0.5mLに試料液0.5mLを加えて混和した後、直ちに振り混ぜ、この液を水浴中で10分間加熱し、冷後、硫酸試液 (5.5mmol/L) 9 mLを加え穏やかに混和し、比較液とする。別にパノース0.100 gを量り、硫酸試液 (0.005mol/L) を加えて溶かし100mLとし、標準液とする。

検液、比較液及び標準液をメンブランフィルター (孔径0.45μm) でろ過し、ろ液を次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液にはパノースの保持時間にピークを認め、そのピークの面積は、比較液のパノースのピークの面積より大きい。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 9 μmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (H型)

カラム管 内径7.8mm, 長さ30cmのステンレス管

カラム温度 60℃

移動相 硫酸試液 (0.005mol/L)

流量 0.7mL/分

第2法

「α-グルコシダーゼ」のα-グルコシダーゼ活性試験法第2法を準用する。

### トランスグルタミナーゼ

Transglutaminase

**定義** 本品は、動物の肝臓より、又は放線菌 (*Streptomyces* 属, *Streptoverticillium mobaraense* に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus* 属に限る。) の培養物より得られ、たん白質又はペプチド中のグルタミン残基のγ-カルボキシアミド基をアシル供与体とし、アミン化合物の第1級アミノ基やたん白質又はペプチド中のリジン残基のε-アミノ基をアシル受容体とするアシル転移反応を触媒する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、トランスグルタミナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**トランスグルタミナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.10 gを量り、pH6.0のトリス緩衝液 (0.2mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し10mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液 (0.2mol/L, pH6.0) を用いて10倍、若しくは100倍に希釈したものを試料液とする。

ベンジルオキシカルボニル-L-グルタミニルグリシン4.048 g、塩化ヒドロキシルアンモニウム2.780 g、還元型グルタチオン1.229 g、塩化カルシウム二水和物0.295 g、及び2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール9.688 gを量り、水を加えて溶かし、塩酸を加えてpH6.0に調整し、400mLとしたものを基質溶液とする。

試料液0.2mLを量り、37°Cで1分間加温する。これにあらかじめ37°Cで10分間加温した基質溶液を2mL加えて直ちによく振り混ぜ、37°Cで10分間加温した後、塩化鉄(III)試液(トランスグルタミナーゼ活性試験用)を2mL加えて直ちによく振り混ぜる。この液を毎分3000回転で遠心分離し、上澄液を検液とする。別に基質溶液2mLを37°Cで10分間加温した後、塩化鉄(III)試液(トランスグルタミナーゼ活性試験用)2mLを加えて直ちによく振り混ぜ、次に試料液0.2mLを加えてよく振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液を比較液とする。検液及び比較液につき、波長525nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

## トリプシン

Trypsin

**定義** 本品は動物の膵臓又は魚類若しくは甲殻類の臓器から得られた、たん白質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

**酵素活性** 本品は、1 g 当たり 600,000 単位以上の酵素活性を有する。

**性状** 本品は、白～黄褐色の粉末若しくは顆粒又は淡褐～褐色の液体若しくはペーストである。

**確認試験** 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 48% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 1,000 mL とし、この液 50 mL を検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 50 mL を用いる。

(2) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5  $\mu\text{g/g}$  以下 (~~2.00~~ 0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4 mL, フレーム方式)  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1/100) 5 mL に溶けない場合は、鉛試験法第3法により試験を行う。

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 50,000 以下である。また大腸菌は認めない。微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**酵素活性測定法**

(i) 基質溶液

~~塩酸  $N$ -ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル~~  $\alpha$ - $N$ -ベンゾイル-L-アルギニンエチルエステル塩酸塩 ~~0.0857g~~85.7mg に水を加えて溶かし、正確に 100~~mL~~mL とする。この液 10~~mL~~mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH7.6) を加えて正確に 100~~mL~~mL とする。

(ii) 試料溶液

本品 5,000~6,000 単位に対応する量を精密に量り、~~0.001mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.001mol/L) に溶かし、正確に 100~~mL~~mL とする。

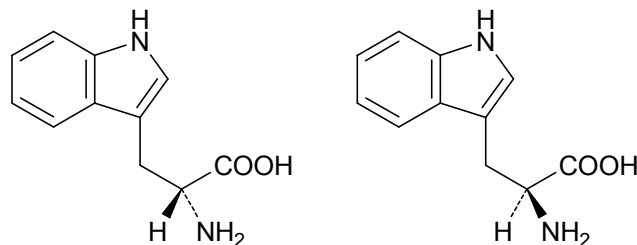
(iii) 操作法

~~0.001mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.001mol/L) 0.20~~mL~~mL を正確に量り、基質溶液 3.0~~mL~~mL を加え混和し、水を対照とし、 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$  で波長 253nm における吸光度が 0.050 になるように調整する。次に、試料溶液 0.20~~mL~~mL を正確に量り、基質溶液 3.0~~mL~~mL を加え混和し、同様に吸光度を 30 秒毎に 5 分間測定し、時間と吸光度の関係が直線を示す部分より 1 分間当たりの吸光度の変化 ( $\Delta A$ ) を求め、次式により酵素活性を求める。ただし、その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に吸光度を 0.003 変化させる酵素量を 1 単位とする。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g)} = \frac{\Delta A \times 100}{0.003 \times \text{試料の採取量 (mg)} \times 0.2} \times 1,000$$

DL-トリプトファン

DL-Tryptophan



$\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$

分子量 204.23

(2*RS*)-2-Amino-3-(1*H*-indol-3-yl)propanoic acid [54-12-6]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、DL-トリプトファン ( $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ ) 98.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、わずかに甘味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5~~mL~~mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1~~mL~~mL を加え、3 分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に水 100~~mL~~mL を加え、加温して溶かした液 10~~mL~~mL に ~~パラジメチルアミノベンズアルデヒド~~  $p$ -ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 5~~mL~~mL 及び塩酸 (1→4) 2~~mL~~mL を加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は、赤紫~青紫色を呈する。

(3) 本品 0.2 g に水 100~~mL~~mL を加え、加温して溶かした液は、旋光性がない。

**pH** 5.5~7.0

本品 0.20 g に水 100mL を加え、加温して溶かした液について測定する。

**純度試験** (1) 溶状 本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 10mL を加えて溶かした液は、ほとんど澄明で、液の色は、比色標準液 C より濃くない。

~~(2) 液性 pH5.5~7.0~~

~~本品 0.20 g に水 100mL を加え、加温して溶かした液について測定する。~~

~~(3)(2) 塩化物 Cl として 0.021% 以下~~

本品 0.50 g を量り、硝酸 (1→10) 6mL を加えて溶かし、水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.30mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第 4 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

本品 ~~0.50 g を量り、~~に塩酸 (1→20) 5mL を加え、加熱しながら溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 0.30% 以下 (105°C, 3 時間)

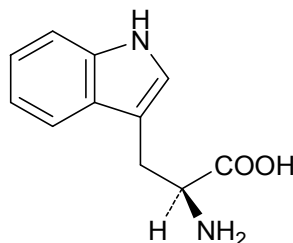
**強熱残分** 0.10% 以下

**定量法** 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1mL = 20.42mg C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

### L-トリプトファン

L-Tryptophan



C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

分子量 204.23

(2S)-2-Amino-3-(1H-indol-3-yl)propanoic acid [73-22-3]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-トリプトファン (C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 98.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、わずかに苦味がある。

**確認試験** (1) 「DL-トリプトファン」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品 1.0 g に水 100mL を加え、加温して溶かした液は、左旋性であるが、これに水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えてアルカリ性になると、右旋性になる。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = -30.0 \sim -33.0^\circ$

本品約 0.5 g を精密に量り、水約 40mL を加えて加温しながら溶かし、冷後、水を加えて正確に 50mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。

**pH** 5.5~7.0



本品 1.0 g を量り、水 100 mL を加え、加温して溶かした液について測定する。

純度試験 (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = -30.0 \sim -33.0^\circ$

~~本品約 0.5 g を精密に量り、水約 40 mL を加えて加温しながら溶かし、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

(2)(1) 溶状 本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) 10 mL を加えて溶かした液は、ほとんど澄明で、液の色は、比色標準液 C より濃くない。

(3) ~~液性~~ pH 5.5 ~ 7.0

~~本品 1.0 g を量り、水 100 mL を加え、加温して溶かした液について測定する。~~

(4)(2) 塩化物 Cl として 0.021% 以下

~~「DL-トリプトファン」の純度試験(3)を準用する。~~ 本品 0.50 g を量り、硝酸 (1 → 10) 6 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を用いる。

(5) ~~重金属~~ Pb として 20 µg/g 以下

~~「DL-トリプトファン」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(6)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~本品 0.50 g を量り、に 1 mol/L 塩酸~~ 塩酸試液 (1 mol/L) 3 mL 及び水 2 mL を加え、加熱して溶かし、検液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3 時間)

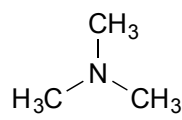
強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 20.42 mg C<sub>11</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

### トリメチルアミン (2012 年 12 月 28 日告示)

Trimethylamine



C<sub>3</sub>H<sub>9</sub>N

分子量 59.11

Trimethylamine [75-50-3]

含量 本品は、トリメチルアミン (C<sub>3</sub>H<sub>9</sub>N) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、無色の気体で、特有のにおいがある。

確認試験 定量法を準用して試験を行うとき、主ピークのマススペクトルに、分子イオンピーク ( $m/z$  59), 基準ピーク ( $m/z$  58) 及びフラグメントピーク ( $m/z$  15,  $m/z$  30 及び  $m/z$  42) を認める。

定量法 0 ~ 4°C に冷却した水 1 mL に -20°C に冷却した本品 0.1 g を加えて溶かし、次の操作条件により定量する。ただし、検液注入後、0 ~ 40 分の間に現れる水由来のピークを除いたピーク面積の総和を 100 とし、それに対する被検成分のピーク面積百分率を求め、含量とする。

## 操作条件

検出器 質量分析計（電子衝撃イオン化法）

走査質量範囲  $m/z$  10.00～300.00

カラム 内径0.25～0.53mm,長さ30～60mの~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に,  
ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はポリエチレングリコールを0.25～1  
~~μm~~の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃で5分間保持し,~~その後,~~毎分5℃で,~~230℃~~まで昇温する。

注入口温度 125～175℃

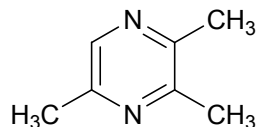
注入方式 スプリット (~~30÷1~~ : 30～~~250÷1~~ : 250)。ただし、いずれの成分もカラムの許容量を  
超えないように設定する。

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが3～20分の間に見えるように調整する。

## 2, 3, 5-トリメチルピラジン

2, 3, 5-Trimethylpyrazine



$C_7H_{10}N_2$

分子量 122.17

2, 3, 5-Trimethylpyrazine [14667-55-1]

含 量 本品は、2, 3, 5-トリメチルピラジン ( $C_7H_{10}N_2$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペ  
クトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験—(1)—屈折率  $n_D^{20}=1.500\sim 1.509$

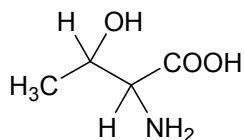
—(2)—比重  $d_4^{25}=0.960\sim 0.990$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量  
する。

## DL-トレオニン

DL-Threonine

DL-スレオニン



$C_4H_9NO_3$

分子量 119.12

2-Amino-3-hydroxybutanoic acid [80-68-2]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、DL-トレオニン (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、わずかに甘味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→10) 5 mL に過ヨウ素酸カリウム 0.5 g を加えて水浴中で加熱するとき、発生するガスは水で潤した赤色リトマス紙リトマス紙 (赤色) を青変する。

(3) 本品の水溶液 (1→25) は、旋光性がない。

pH 5.0~6.5 (1.0 g, 水 20 mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(2) 液性 pH5.0~6.5 (1.0 g, 水 20 mL)~~

~~(3) (2) 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL)~~

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(5) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~(6) (5) アロトレオニン~~ 本品 0.10 g を量り、水を加えて溶かして 50 mL とし、検液とする。検液 5 µL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/メチルエチルケトン/2-ブタノン/水/アンモニア試液混液 (5 : 3 : 1 : 1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 30 cm 上昇したとき展開をやめ、ろ紙を風乾し、更に 100°C で 20 分間乾燥した後、ニンヒドリン・アセトン溶液 (1→50) を噴霧し、100°C で 5 分間乾燥した後、自然光下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙 2 号を使用する。

乾燥減量 0.20%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

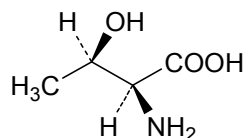
定量法 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 11.91 mg C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>

L-トレオニン

L-Threonine

L-スレオニン



C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>

分子量 119.12

(2S,3R)-2-Amino-3-hydroxybutanoic acid [72-19-5]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-トレオニン (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、わずかに甘味がある。

**確認試験** (1) 「DL-トレオニン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 0.5 g に水 5 mL を加え、加温して溶かし、以下「DL-トレオニン」の確認試験(2)を準用する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = -26.0 \sim -29.0^\circ$  (3 g, 水, 50mL, 乾燥物換算)

**pH** 5.0~6.5 (0.2 g, 水 20mL)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -26.0 \sim -29.0^\circ$  (3.0 g, 水, 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3) 液性 pH5.0~6.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30mL)~~

~~「DL-トレオニン」の純度試験(3)を準用する。~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下~~

~~「DL-トレオニン」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(6)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 0.50 g を量り、に塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

~~(7)(5) アロトレオニン 「DL-トレオニン」の純度試験(6)(5)を準用する。~~

**乾燥減量** 0.20%以下 (105°C, 3時間)

**強熱残分** 0.10%以下

**定量法** 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 11.91mg C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>

## トレハロースホスホリラーゼ

### Trehalose Phosphorylase

**定義** 本品は、細菌 (*Paenibacillus* sp., *Plesiomonas* 属に限る。) の培養物より得られた、トレハロースを加リン酸分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、トレハロースホスホリラーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 $\mu$ g/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**トレハロースホスホリラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試

験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.05mol/L)又は水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

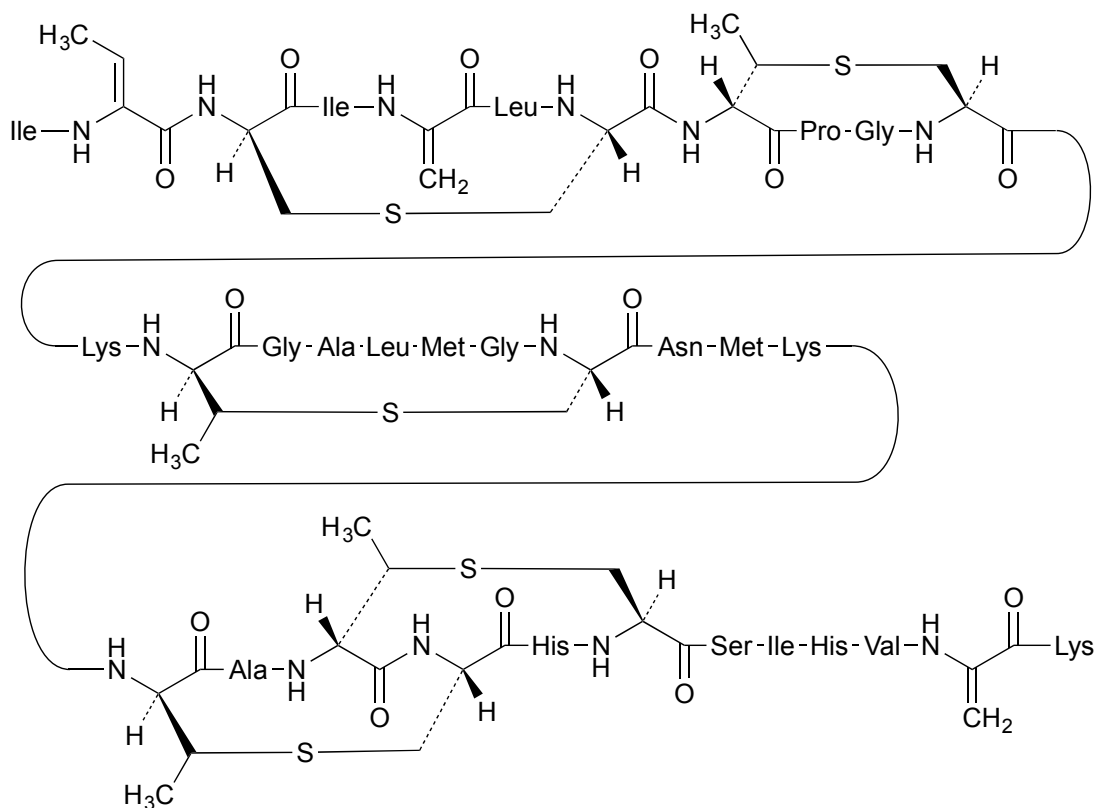
トレハロース二水和物3.78gを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.05mol/L)を加えて溶かし500mLとしたものを基質溶液とする。

あらかじめ50℃で5分間加温した基質溶液 0.5mLに試料液0.01mLを加えて直ちに振り混ぜ、50℃で15分間加温した後、水浴中で3分間加熱し、冷後、D-グルコース測定用試液(ムタロターゼ含有) 2mLを加えて混和し、37℃で10分間加温し、検液とする。別に基質溶液0.5mLを量り、試料液0.01mLを加えて直ちに水浴中で3分間加熱し、冷後、D-グルコース測定用試液(ムタロターゼ含有) 2mLを加えて混和し、37℃で10分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長505nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### ナイシン

Nisin



$C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$

[1414-45-5]

分子量 3354.07

**定義** 本品は、ラクトコッカス属細菌 (Lactococcus lactis subsp. lactis に限る。) の培養液から得られた抗菌性ポリペプチドの塩化ナトリウムとの混合物である。無脂肪乳培地又は糖培地由来の成分を含む。主たる抗菌性ポリペプチドはナイシンA ( $C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$ ) である。

**力価及び含量** 本品は、1 mg 当たり 900 単位以上の力価を有する。本品の力価 1 単位はナイシンA ( $C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$ ) を含む抗菌性ポリペプチド 0.025 $\mu$ g に対応する。また、塩化ナトリウム 50% 以上を含む。

**性状** 本品は、白～うすい黄赤色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 0.100 g を 正確に 量り、塩酸 (1→600) 80 mL に懸濁する。2 時間室温に置き、更に塩酸 (1→600) を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。

(i) 試料液を水浴中で 5 分間加熱する。加熱した試料液 1 mL を正確に量り、塩酸 (1→600) を加えて正確に 200 mL とし、検液とする。この検液につき、定量法に示す方法により力価を求めるとき、検液の力価は、定量法の検液の力価の 100 $\pm$ 5% である。

(ii) (i) の加熱した試料液の残りの液に、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えて pH11 に調整した後、65 $^{\circ}$ C、30 分間加熱する。冷後、塩酸を加えて pH2.0 に調整し、この液 1 mL を量り、塩酸 (1→600) を用いて 200 mL とし、検液とする。定量法に示す方法により、力価を測定するとき、その活性は失われている。

(2) 滅菌した脱脂粉乳の懸濁液 (1→10) 中で *Lactococcus lactis* (ATCC11454 又は NCIM B8586) を 30 $^{\circ}$ C、18 時間培養し、試験菌液とする。リトマスミルク 100 mL を入れたフラスコを 121 $^{\circ}$ C で 15 分間高圧蒸気滅菌する。滅菌したリトマスミルクに本品 0.1 g を加え、室温に 2 時間放置する。この液に試験菌液を 0.1 mL 加え、30 $^{\circ}$ C、24 時間培養するとき、*Lactococcus lactis* の生育を認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として ~~1.0~~ 1  $\mu$ g/g 以下 (4.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品 10.0 g を量り、硫酸 5 mL を入れた耐熱性ビーカーに入れ、徐々に加熱し、更に硫酸少量を加え、できるだけ低温でほとんど灰化する。更に 500 $^{\circ}$ C で灰化するまで強熱した後、放冷する。残留物に 40 mL の水を加えて溶かし、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10 mL を加え、チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、この液を 200 mL の分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100 mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10 mL を加えて 5 分間振とうした後、静置する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

(2) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~2.0~~ 1.5  $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 3.0% 以下 (105 $^{\circ}$ C, 2 時間)

**微生物限度** 微生物限度試験法による試験 (発育阻止物質の確認試験試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は生菌数は 100 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。

ただし、細菌数については、生菌数試験のは、メンブランフィルター法により求める。試料液

~~は、~~本品 1 g を量り、ペプトン食塩緩衝液と混和して ~~1,000~~~~mL~~ としたものを試料液とする。試料液 ~~100~~~~mL~~ をセルロース混合エステル製メンブランフィルターでろ過した後、フィルターをろ過洗浄し、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地の表面に置き、30～35℃で少なくとも 5 日間培養する。

また、~~大腸菌試験については、~~ 次の操作法により行う。 本品 1 g を量り、乳糖ブイヨン培地を加えて ~~100~~~~mL~~ とし、30～35℃で 24～72 時間培養する。増殖が観察された場合は、培養液を軽く振った後、白金耳等でとり、マッコンキー寒天培地上に塗抹し、30～35℃で 18～24 時間培養する。周囲に赤味がかかった沈降線の帯を持つ赤レンガ色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合は、大腸菌陰性と判定する。上記の特徴を持つ集落が検出された場合は、EMB 寒天培地上にそれぞれの集落を塗抹し、30～35℃で 18～24 時間培養する。EMB 寒天培地上で金属光沢を持つ集落又は透過光下で青黒色を帯びた集落が観察されない場合は大腸菌陰性と判定する。上記の平板で大腸菌が疑われる集落については、IMV i C 試験（インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーゲス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験）及び 44.5℃での生育試験を行い、IMV i C 試験のパターンが「++-」で 44.5℃での生育が陽性の場合を大腸菌と判定する。また、大腸菌迅速同定用キットの使用も可能である。培地の性能試験は、一般試験法、3. 大腸菌群及び大腸菌試験、培地の性能及び試験法の適合性、(1) 試験菌液の調製の項で調製した試験菌液 0.1mL を培地に混和し、上記の操作法に従って最短培養期間で培養して行う。なお、不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は、初回の 2.5 倍量の試料を用いて再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地等の量を増加させて行う。

#### 培地 (i) マッコンキー寒天培地

ペプトン (ゼラチン製) 17.0 g

ペプトン (カゼイン製) 1.5 g

ペプトン (肉製) 1.5 g

ラクトース 10.0 g

デオキシコール酸ナトリウム 1.5 g

塩化ナトリウム 5.0 g

ニュートラルレッド 30mg

クリスタルバイオレット 1.0mg

寒天 13.5 g

水 1000mL

全成分を混和し、1 分間煮沸し、混和した後、121℃で 15～20 分間高压蒸気滅菌する。

滅菌後の pH は 6.9～7.3 とする。

~~更に、下記の試験を行うとき、サルモネラは認めない。~~

~~試験の手順~~ 更に、サルモネラ試験は、次の操作法により行う。 試料本品 10 g を量り、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を加えて ~~500~~~~mL~~ とし、30～35℃で 24～72 時間培養する。増殖が観察された場合は、培養液を軽く振った後、~~1~~~~mL~~ ずつを ~~10~~~~mL~~ のテトラチオネート液体培地及びラパポート液体培地に接種し、30～35℃で 18～24 時間培養する。培養後、それぞれの液体培地からブリリアントグリーン寒天培地及び X L D 寒天培地上に塗抹し、30～35℃で 42～48 時間培養する。ブリリアントグリーン寒天培地上で小型で無色透明又は不透明で白～桃色の集落、又は X L D 寒天培地上で赤色の集落が見出されない場合はサルモネラ陰性と判定する。なお、ブ

リアントグリーン寒天培地上に見られる小型で無色透明又は不透明で白～桃色の集落には、しばしば周囲に桃～赤色の帯が形成され、XLD寒天培地上で見られる赤色の集落には、中心部に黒点が現れる場合がある。これらの特徴を有するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合は白金線を用いてTSI斜面寒天培地の深部と斜面に疑われる集落を接種し、35～37℃で18～24時間培養する。サルモネラが存在する場合、深部は黄色となり、斜面部は赤色のまま変化しない。通常、深部でガスの産生が見られるが、硫化水素は産生される場合とされない場合がある。キット使用を含む、更に詳細な生化学的試験及び血清学的試験を併用することで、サルモネラの同定、型別試験を行うことが望ましい。培地の性能試験は、一般試験法、4.サルモネラ試験、培地の性能及び試験法の適合性、(1)試験菌液の調製の項で調製した試験菌液0.1mLを培地に混和し、上記の操作法に従って最短培養期間で培養して行う。

~~培地の性能試験 試験には、非病原性又は病原性の弱いサルモネラ菌株を、乳糖ブイヨン培地を用い、30～35℃で18～24時間培養して使用する。次に、ペプトン食塩緩衝液、リン酸緩衝液、乳糖ブイヨン培地等を用いて、1mL当たり約1,000個の生菌を含む菌液を調製する。必要に応じて、約1,000個/mLの生菌を含むサルモネラの菌液0.1mLを混和して培地の有効性を試験する。~~

~~再試験~~ なお、不確定な結果やあいまいな結果が得られた場合は、初回の2.5倍量の試料を用いて再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地などの量を増加させて行う。

培地 ~~(i) テトラチオネート液体培地~~

~~カゼイン製ペプトン 2.5 g~~

~~肉製ペプトン 2.5 g~~

~~デソキシコール酸ナトリウム 1.0 g~~

~~炭酸カルシウム 10.0 g~~

~~チオ硫酸ナトリウム5水和物 30.0 g~~

~~水 1,000mL~~

~~全成分を煮沸して溶かす。使用当日に水20mLにヨウ化カリウム5g及びヨウ素6gを溶かした液を加える。更に滅菌ブリアントグリーン溶液(1→1,000)10mLを加え、混和する。その後は培地に熱を加えてはならない。~~

~~(ii)~~ (i) ラポート液体培地

~~ダイズ製ペプトン~~ ペプトン (ダイズ製) 5.0 g

リン酸二水素カリウム 1.6 g

塩化ナトリウム 8.0 g

~~リン酸一カリウム 1.6 g~~

マラカイトグリーンシュウ酸塩 0.12 g

~~塩化マグネシウム6水和物~~ 塩化マグネシウム六水和物 40.0 g

水 1,000mL

マラカイトグリーンシュウ酸塩と塩化マグネシウム6水和物塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ別々に水に溶かして、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後、混和して使用する。液性はpH滅菌後のpHは5.4～5.8とする。

~~(iii)~~ (ii) ブリアントグリーン寒天培地

ペプトン (肉製及びカゼイン製) 10.0 g



酵母エキス 3.0 g  
~~塩化ナトリウム~~ 5.0 g  
乳糖 ~~水和物~~ ラクトース 10.0 g  
白糖 スクロース 10.0 g  
塩化ナトリウム 5.0 g  
フェノールレッド ~~0.080g~~ 80mg  
ブリリアントグリーン ~~0.0125g~~ 12.5mg  
寒天 20.0 g  
水 ~~1,000mL~~ mL

全成分を混和し、1分間煮沸する。使用直前に121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH pHは 6.7～7.1 とする。約50℃に冷却してペトリ皿に分注する。

~~(iv) XLD (キシロース・リジン・デソキシコール酸) 寒天培地~~

~~D-キシロース~~ 3.5g  
~~塩酸L-リジン~~ 5.0g  
~~乳糖 1水和物~~ 7.5g  
~~白糖~~ 7.5g  
~~塩化ナトリウム~~ 5.0g  
~~酵母エキス~~ 3.0g  
~~フェノールレッド~~ 0.080g  
~~デソキシコール酸ナトリウム~~ 2.5g  
~~チオ硫酸ナトリウム 5水和物~~ 6.8g  
~~タエン酸アンモニウム鉄 (III)~~ 0.80g  
~~寒天~~ 13.5g  
~~水~~ 1,000ml

全成分を混和し、煮沸して溶かす。煮沸後の液性はpH7.2～7.6。高圧蒸気滅菌をしてはならない。過剰な加熱は避ける。約50℃に冷却してペトリ皿に分注する。

~~(v) TSI (トリプルシュガーアイアン) 寒天培地~~

~~カゼイン製ペプトン~~ 10.0g  
~~肉製ペプトン~~ 10.0g  
~~乳糖 1水和物~~ 10.0g  
~~白糖~~ 10.0g  
~~ブドウ糖~~ 1.0g  
~~硫酸アンモニウム鉄 (II) 6水和物~~ 0.20g  
~~塩化ナトリウム~~ 5.0g  
~~チオ硫酸ナトリウム 5水和物~~ 0.20g  
~~フェノールレッド~~ 0.025g  
~~寒天~~ 13.0g  
~~水~~ 1,000ml

全成分を混和し、煮沸して溶かした後、小試験管に分注して、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後の液性はpH7.1～7.5。斜面寒天培地として使用する。なお、上記の組合せ

~~に加えて、肉エキスや酵母エキス 3 g を含むものや、硫酸アンモニウム鉄 (II) 6 水和物の代わりにクエン酸アンモニウム鉄 (III) を含むものも使用して差し支えない。~~

**定量法** (1) 力価 穿孔寒天平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標として、抗菌活性を測定する。水、試薬・試液及び計器・器具は、必要に応じ、滅菌したものをを用いる。

- (i) 試験菌 *Micrococcus luteus* (ATCC 10240, NCIMB 8166) を用いる。
- (ii) 培地 培地の液性は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 又は塩酸 (1→10) を用いて調整し、滅菌後の液性 pH が規定の値になるようにする。なお、規定の培地と類似の成分を有し、同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる。滅菌は高圧蒸気法で行う。

種層用寒天培地

トリプトン 10 g

肉汁 3 g

塩化ナトリウム 3 g

酵母エキス 1.5 g

~~ショ糖~~スクロース 1 g

寒天 15 g

水 1,000 mL

全成分を混和し、121℃、15 分間滅菌する。滅菌後の液性 pH は pH7.4~7.6 とする。滅菌後、培地と同温度の ~~50%ポリソルベート 20 溶液~~50%ポリソルベート 20 試液 2 mL 添加する。

試験菌移植用斜面寒天培地

ブレインハートインフュージョン寒天 52 g

水 1,000 mL

全成分を混和し、121℃、15 分間滅菌する。滅菌後の液性 pH は pH7.2~7.6 とする。この寒天培地 9 mL を内径約 16mm の試験管に分注して斜面とする。

- (iii) 試験菌液の調製 試験菌を試験菌移植用斜面寒天培地を用いて 30℃で 48 時間培養する。この菌を滅菌した生理食塩水 7 mL に懸濁させ、試験菌液とする。菌を移植した試験菌移植用斜面寒天培地は 4℃で最大 14 日間保存することができる。

- (iv) 種層寒天培地の調製 試験菌液を生理食塩水で希釈した液 (1→10) 2 mL を 48~51℃に保った種層用寒天培地 100 mL に加え、十分に混合し、種層寒天培地とする。

- (v) 穿孔寒天平板の調製 内径 90mm で高さ 20mm のペトリ皿に約 20 mL の種層寒天培地を入れ、寒天が水平になるように広げて室温にて固化させたものを種層寒天平板とする。種層寒天平板上の半径約 25~28mm の円周上に、円筒をその中心間の距離が 30mm 以上となるように一定間隔で 4 個並べる。円筒を置いた状態で種層寒天培地 20 mL を分注し、固化させた後、4℃にて 30~60 分保持し、滅菌したピンセット等を用いて培地より円筒を静かに抜き、穿孔寒天平板とする。円筒は、外径 7.9~8.1mm、内径 5.9~6.1mm、高さ 9.9~10.1mm のステンレス製のもので、試験に支障をきたさないものを用いる。穿孔寒天平板は用時調製する。

- (vi) ナイシン標準液の調製 ナイシン標準品約 0.1 g を精密に量り、塩酸 (1→600) 80 mL に懸濁する。2 時間室温に置き、塩酸 (1→600) を加えて 100 mL とし、これを標準原液とする。更に 1.25, 2.5, 5, 10, 20 (単位/mL) となるよう、標準原液を塩酸 (1→600) を用いて希釈し、標準液とする。ナイシン標準液は用時調製する。

- (vii) ナイシン標準曲線の作成 穿孔寒天平板 5 枚を 1 組として用いる。ナイシン標準液を濃度

ごとに異なる穿孔寒天平板へ0.2mLずつ4箇所穴に入れる。標準液分注後、プレートに蓋をし、30°Cで18時間培養する。培養後、形成された阻止円の直径をノギスを用いて0.1mm単位で測定する。ナイシン濃度x(単位/mL)の常用対数值logxを横軸に、阻止円の直径y(mm)を縦軸にとり、ナイシン標準曲線(y=αlogx+β)を作成し、定数α及びβを求める。

(viii) 検液の調製 本品0.100gを正確に量り、塩酸(1→600)80mLに懸濁する。2時間室温に置き、更に塩酸(1→600)を加えて正確に100mLとし、試料液とする。試料液1mLを正確に量り、塩酸(1→600)を加えて正確に200mLとし、検液とする。検液は用時調製する。

(ix) 力価の算出 標準曲線の作成の手法に従い、検液の阻止円の直径を測定し、以下の式により、本品の力価を求める。

$$I = (\text{阻止円の直径 (mm)} - \beta) / \alpha$$

$$\text{検液の力価} = 10^I \text{ (単位/mL)}$$

$$\text{検液の力価 (単位/mL)} \times 20$$

$$\text{本品の力価} = \frac{\text{検液の力価 (単位/mL)} \times 20}{\text{試料の採取量 (g)}} \text{ (単位/mg)}$$

$$\text{試料の採取量 (g)}$$

(2) 塩化ナトリウムの定量

本品約0.1gを精密に量り、水100mLを加えて溶かし、さら更に硝酸を加えて酸性とし、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極には銀電極、参照電極には銀・塩化銀電極を用い、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。別に空試験を行い補正して消費量amLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{塩化ナトリウム (NaCl) の含量 (\%)} = \frac{(a - b) \times 5.85}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10} \text{ (\%)} - \text{(\%)}$$

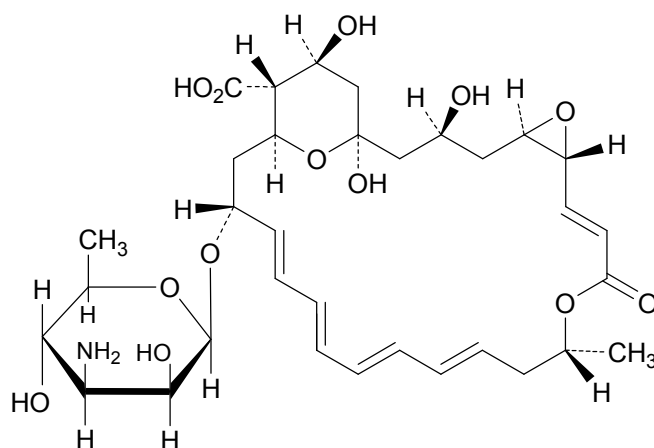
ただし、a : 本試験における0.1mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)

b : 空試験における0.1mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)

ナタマイシン

Natamycin

ピマリシン



$C_{33}H_{47}NO_{13}$

分子量 665.73

(1*R*\*, 3*S*\*, 5*R*\*, 7*R*\*, 8*E*, 12*R*\*, 14*E*, 16*E*, 18*E*, 20*E*, 22*R*\*, 24*S*\*, 25*R*\*, 26*S*

\*)-22-(3-Amino-3,6-dideoxy-β-D-mannopyranosyloxy)-1,3,26-trihydroxy-12-methyl-10-oxo-6,11,28-trioxatricyclo [22.3.1.0<sup>5,7</sup>] octacosane-8,14,16,18,20-pentaene-25-carboxylic acid [7681-93-8]

**含量** 本品を無水物換算したものは、ナタマイシン ( $C_{33}H_{47}NO_{13}$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～黄白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 1 mg に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg を酢酸・メタノール溶液 (1→1000) 1.000 mL に溶かした液は、波長 290, 303, 318 nm 付近に極大吸収部がある。

(3) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +250 \sim +295^\circ$  (1 g, 酢酸, 100 mL, 無水物換算)

**pH** 5.0～7.5 (1%懸濁液)

**純度試験** (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +250 \sim +295^\circ$  (1 g, 酢酸, 100 mL, 無水物換算)~~

(2) ~~液性 pH 5.0～7.5 (1%懸濁液)~~

(3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2.0 μg/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

**水分** 6.0～9.0% (~~0.03~~ 30 mg, 電量滴定)

**強熱残分** 0.5%以下

**定量法** 本品及びナタマイシン標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 ~~0.02~~ 20 mg ずつを精密に量り、それぞれにテトラヒドロフラン 5 mL を加え、10分間超音波を照射し、メタノール 60 mL を加えて溶かし、更に水 25 mL を加えて室温まで放冷する。それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 μL ずつ量り、次の操作条件で速やかに液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のナタマイシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、更に無水物換算を行い、次式によりナタマイシンの含量を求める。ただし、操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

ナタマイシン ( $C_{33}H_{47}NO_{13}$ ) の含量 (%)

無水物換算したナタマイシン標準品の採取量 (g)  $A_T$

$$= \frac{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}}{A_s} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 303nm)

カラム充填剤 5~10 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 室温

移動相 酢酸アンモニウム 3.0 g 及び塩化アンモニウム 1.0 g を水 760 mL に溶かし, テトラヒドロフラン 5.0 mL 及びアセトニトリル 240 mL を加える。

流量 2 mL / 分

保存基準 遮光した容器に入れ, 冷所に保存する。

### 納豆菌ガム

Bacillus Natto Gum

納豆菌粘質物

**定義** 本品は, 納豆菌 (*Bacillus subtilis*) の培養液から得られた, ポリグルタミン酸を主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥したものは, ポリグルタミン酸 70.0% 以上を含む。

**性状** 本品は, 白~淡褐色の吸湿性の強い粉末, 塊又は粒で, においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 mL を栓付試験管に入れ, 塩酸 5 mL を加えた後, 密封し, 110°C で 24 時間加水分解する。冷後, 水酸化ナトリウム溶液 (6→25) を加え, 弱酸性に調整する。この液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え, 水浴中で 5 分間加熱するとき, 液は紫色を呈する。

(2) 本品 1 g を水 50 mL に加えて 30 分間かき混ぜるとき, 液は澄明になる。

(3) 本品 1 g を塩酸 10 mL に加えて 30 分間かき混ぜるとき, 液は濁るか又は沈殿を生じる。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 4 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 10.2 $\mu$ g/g 以下 (1.02.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

**乾燥減量** 15.0% 以下 (減圧, 40°C, 24 時間)

**強熱残分** 43.0% 以下

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき, 本品 1 g につき, ~~細菌数は 10,000 以下~~ 生菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下 である。また, 大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし, 生菌数試験と真菌数試験の試料液, 及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は, いずれも第 1 法により調製する。

**定量法** 本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 水に溶かして正確に 10 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 加水分解用試験管耐圧試験管 に入れ, 塩酸 5 mL を正確に量って加えた後,

密封し、110°Cで24時間加水分解する。冷後、この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に200 mLとし、検液とする。別に乾燥した定量用L-グルタミン酸約0.1 gを精密に量り、塩酸(1→6) 1 mL及び水20 mLを加えて溶かし、更に水を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に200 mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定し、次式により含量を求める。

ポリグルタミン酸の含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用L-グルタミン酸の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.8775 \times 100 \text{ (\%)} - (\%)$$

#### 操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 570nm)

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 6 cm のステンレス管

カラム温度 55°C付近の一定温度

化学反応槽温度 135°C付近の一定温度

移動相 納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3)

反応試薬 納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液

移動相流量 グルタミン酸の保持時間が約7分になるように調整する。

反応試薬流量 0.35 mL/分

#### ナトリウムメトキシド

Sodium Methoxide

ナトリウムメチラート

H<sub>3</sub>C-ONa

CH<sub>3</sub>ONa

分子量 54.02

Sodium methoxide [124-41-4]

**含 量** 本品は、ナトリウムメトキシド (CH<sub>3</sub>ONa) 95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色の微粉末で、吸湿性がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) は、アルカリ性である。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 1滴に硫酸 (1→20) 0.1 mL及び過マンガン酸カリウム溶液 (1→300) 0.2 mLを加えて5分間放置する。これに無水亜硫酸ナトリウム亜硫酸ナトリウム溶液 (1→5) 0.2 mL及び硫酸 3 mLを加え、更にクロモトロープ酸試液 0.2 mLを加えるとき、液は、赤紫～紫色を呈する。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁

本品 5.0 gを量り、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、100 mLとし、試料液とする。試料液 20 mLを量り、新たに煮沸し冷却した水 30 mLを加え、検液とする。

(2) 炭酸ナトリウム Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>として0.5%以下  
定量法(iii)に準じる。

(3) 水酸化ナトリウム NaOHとして2.0%以下  
定量法(iv)に準じる。

~~(4) 重金属 Pbとして25µg/g以下~~

~~(1)の試料液16mlを正確に量り、塩酸(1→4)を徐々に加えて中和し、更に酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mlを量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。~~

(4) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(1)の試料液10mLを量り、塩酸(1→4)を徐々に加えて中和した後、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水5mLを加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

**定量法** (i) 水分測定用滴定フラスコを用いて本品約0.5gを精密に手早く量り、直ちにサリチル酸・メタノール試液10mLを加え、密栓して溶かし、冷後、水分測定法(カールフィッシャー法)中の容量滴定法の直接滴定と同様の方法により試験を行う。別にサリチル酸・メタノール試液10mLについて空試験を行い、次式により水酸化ナトリウム及び炭酸ナトリウムの含量の和(A)を水酸化ナトリウム~~(NaOH)~~として求める。

$$(a - b) f \times 2.222$$

$$A \text{ (\%)} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

ただし、a : 本試験における水分測定用試液の消費量 (mL)

b : 空試験における水分測定用試液の消費量 (mL)

f : 水分測定用試液の1 mLに対応する水のmg数

(ii) 共栓三角フラスコを用いて本品約2gを精密に手早く量り、直ちに新たに煮沸し冷却した水約50mLを静かに加えて溶かす。この液に~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液(3→25)10mLを加え、栓をして5分間放置した後、1mol/L塩酸で滴定し(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)、次式によりナトリウムメトキシド及び水酸化ナトリウムの含量の和(B)をナトリウムメトキシド(CH<sub>3</sub>ONa)として求める。

$$0.054 \times 1 \text{ mol/L 塩酸の消費量 (} \text{---} \text{ mL)}$$

$$B \text{ (\%)} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

(iii) (ii)の滴定後の液に1mol/L塩酸1 mLを加え、穏やかに約5分間煮沸し、冷却した後、過量の酸を0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、次式により炭酸ナトリウム(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)の含量(C)を求める。

$$0.053 (1 - 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (} \text{---} \text{ mL)}) \times 0.1$$

$$C \text{ (\%)} = \frac{\quad}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

(iv) 次式により水酸化ナトリウム~~(NaOH)~~の含量(D)を求める。

$$D \text{ (\%)} = A - (C \times 0.377) \text{ (\%)} \text{---}$$

(v) 次式によりナトリウムメトキシド(CH<sub>3</sub>ONa)の含量(E)を求める。

$$E \text{ (\%)} = B - (D \times 1.350) \text{ (\%)} \text{---}$$

**保存基準** 密封容器に入れ、保存する。

## ナリンジナーゼ

Naringinase

## ナリンギナーゼ

**定 義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus usamii*, *Penicillium decumbens*に限る。) の培養物より得られた、ナリンジンを分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ナリンジナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により試験を行う。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**ナリンジナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

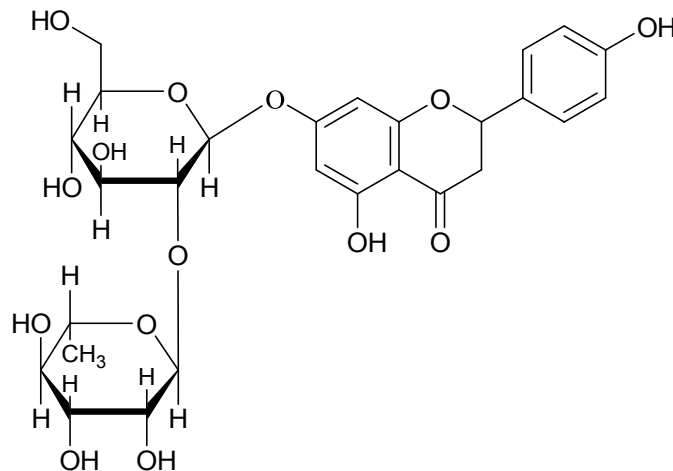
ナリンジン  $n$  水和物0.125 gを量り、水25mL及び水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 12.5mLを加えて溶かし、pH3.5のマッキルバイン緩衝液37.5mLを加え、塩酸試液 (1 mol/L) でpH3.5に調整した後、pH3.5のマッキルバイン緩衝液を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。調製後、直ちに使用する。

基質溶液 4 mLを量り、40°Cで10～15分間加温し、試料液 1 mLを加えて振り混ぜ、40°Cで30分間加温した後、ソモギー試液 (II) 5 mLを加えて水浴中で20分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1→200) 1.5mL及び硫酸試液 (1 mol/L) 3 mLをそれぞれ加えよく振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりに水 1 mLを用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 溶性デンプン試液 3滴) するとき、検液の0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。終点は青色が消えるときとする。なお、試料液を希釈して試験しても、多量の亜酸化銅の赤色沈殿が生じ、0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液による滴定が不能な場合は、試料液を透析又は限外ろ過して用いる。

## ナリンジン



Naringin  
ナリンギン



$C_{27}H_{32}O_{14}$

分子量 580.53

5-Hydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxochroman-7-yl

$\alpha$ -L-rhamnopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 2)- $\beta$ -D-glucopyranoside [10236-47-2]

**定 義** 本品は、グレープフルーツ (~~Citrus × paradisi Macfadyen~~ Citrus × paradisi Macfad.) の果皮、果汁又は種子より、水又はエタノール (95) 若しくはメタノールで抽出し、分離して得られたものである。成分はナリンギンである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、ナリンギン ( $C_{27}H_{32}O_{14}$ =580.53) 90~110%を含む。

**性 状** 本品は、白~微黄色の結晶である。

- 確認試験** (1) 本品 5mg を 50vol%エタノール 10mL に溶かし、~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 溶液 (1 $\rightarrow$ 500) 1~2滴を加えるとき、液は褐色を呈する。
- (2) 本品 5mg を水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 5mL に溶かすとき、液は黄~だいたい色を呈する。
- (3) 本品 ~~0.010g~~ 10mg を水 500mL に溶かした液は、わずかに苦味がある。また、その液は波長 280~285nm に極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 5.0~~ 2  $\mu$ g/g 以下 (~~1.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3) (2) 砒素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.0~~ 1.5  $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第3法, 標準色 砒素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4) (3) メタノール 50 $\mu$ g/g 以下~~

(i) 装置

「エンジュ抽出物」の純度試験 ~~(4)~~ (3) の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約 5g をナス型フラスコAに精密に量り、水 100mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂 3~4滴を入れ、よく混和する。内標準溶液 2mL を正確に量り、メスフラスコEに入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管Cに入らない

ように調整しながら1分間に2~3 mLの留出速度で留分が約45 mLになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に50 mLとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、~~tert~~-ブタノール-2-メチル-2-プロパノール溶液(1→1000)とする。別に、メタノール約0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液2 mL及び内標準溶液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の~~tert~~-ブタノール-2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500 \text{ } (\mu\text{g/g})$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250µm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3 mm, 長さ2 m のガラス管

カラム温度 120°C付近の一定温度

注入口温度 200°C付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約2分になるように調整する。

**乾燥減量** 10%以下 (105°C, 3時間)

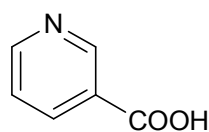
**定量法** 本品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.2 gを精密に量り、50vol%エタノールに溶かして正確に100 mLとする。この液をメンブランフィルター(孔径0.45µm)でろ過して、その1 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、水を対照に波長280nmにおける吸光度Aを測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ナリンジン (C}_{27}\text{H}_{32}\text{O}_{14}) \text{ の含量 } (\%) = \frac{A}{28.0} \times \frac{10}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ } (\%)$$

#### ニコチン酸

Nicotinic Acid

ナイアシン



C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>

分子量 123.11

Pyridine-3-carboxylic acid [59-67-6]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、ニコチン酸 ( $C_6H_5NO_2$ ) 99.5~~~101.0~~%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく、わずかに酸味がある。

**確認試験** (1) 本品 5 mg に ~~2,4-ジニトロクロロベンゼン~~ 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 10mg を加えて混ぜ、数秒間加熱して融解し、冷後、~~エタノール製水酸化カリウム試液~~ 3.5w/v% 水酸化カリウム・エタノール試液 4 ~~mL~~ を加えるとき、液は、暗紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→400) 20 ~~mL~~ に水酸化ナトリウム溶液 (1→250) を加えて中和した後、硫酸銅 (II) 五水和物 溶液 (1→8) 3 ~~mL~~ を加えるとき、徐々に青色の沈殿を生じる。

**融点** 234~238°C

**純度試験** ~~(1) 融点 234~238°C~~

~~(2)(1)~~ 塩化物 Cl として 0.021% 以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30 ~~mL~~)

~~(3)(2)~~ 硫酸塩  $SO_4$  として 0.019% 以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.20 ~~mL~~)

~~(4) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (5.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 10mL, フレーム方式)

**乾燥減量** 1.0% 以下 (105°C, 1時間)

**強熱残分** 0.10% 以下

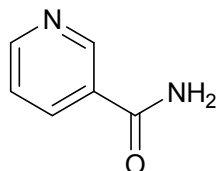
**定量法** 本品約 0.3 g を精密に量り、水 50 ~~mL~~ を加えて溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬フェノールフタレイン試液 5 滴)。更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 12.31mg  $C_6H_5NO_2$

### ニコチン酸アミド

Nicotinamide

ナイアシンアミド



$C_6H_6N_2O$

分子量 122.12

Pyridine-3-carboxamide [98-92-0]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、ニコチン酸アミド ( $C_6H_6N_2O$ ) 98.5~~~101.0~~%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、苦味がある。

**確認試験** (1) 「ニコチン酸」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 ~~0.02g~~ 20mg に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~ を加えて穏やかに煮沸するとき、アンモニアのにおいを発する。

~~純度試験 (1) 融点 128~131°C~~

~~(2) 液性 pH 6.0~7.5~~

本品 1.0 g を量り、水を加えて 20 ~~mL~~ とした液について測定する。

**融点** 128~131°C

~~(3) 重金属 Pb として 30 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 3.0mL)~~

純度試験 (1) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方

式)

~~(4)(2)~~ 硫酸呈色物 本品 0.20 g を量り、試料とし、比色標準液Aを用いて試験を行う。

乾燥減量 0.50%以下 (4時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸 30~~mL~~ を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1~~mL~~)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1~~mL~~ = 12.21mg  $C_6H_6N_2O$

## 二酸化ケイ素

Silicon Dioxide

シリカゲル

SiO<sub>2</sub>

分子量 60.08

Silicon dioxide

含量 本品を強熱したものは、二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>) 94.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末、粒又はコロイド状の液体で、においが無い。

確認試験 本品 0.2 g を白金製のろつぼに入れ、フッ化水素酸 5~~mL~~ を加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

純度試験 (1) 水可溶物 乾燥物に対し 5.0%以下

本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その 5.0 g を量り、水 150~~mL~~ を加え、電磁式かくはん機で 15 分間よくかき混ぜた後、直径 47mm のメンブランフィルター (孔径 0.45μm) を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 250~~mL~~ とする。この液 50~~mL~~ を量り、蒸発乾固し、残留物を 105°C で 2 時間乾燥し、その質量を量る。

~~(2) 重金属 Pb として 30μg/g 乾燥物以下~~

~~本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その 5.0 g を量り、塩酸 (1→4) 50mL を加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜて 1 時間加熱する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100mL とし、これを A 液とする。A 液 20mL を量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に酢酸 (1→20) 2mL 及び水 20mL を加えて溶かし、必要があればろ過し、更に水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 3.0mL に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 5μg/g 以下 (0.80 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03μg/g 乾燥物以下 (標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(2) の A 液~~ 本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その 5.0 g を量り、塩酸 (1→4) 50mL を加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜて 1 時間加熱する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100mL とし、この液 10~~mL~~ を正確に量り、検液とする。装置 B を用いる。

**強熱減量** 70.0%（コロイド状の液体にあつては83.0%）以下（105℃、2時間、次に1,000℃、30分間）

**定量法** 本品を強熱し、その約1gを精密に量り、あらかじめ1,000℃で30分間強熱してデシケーター中で放冷した白金製のるつぼに入れ、質量 $\overline{WM}$ （g）を精密に量り、エタノール(95) 4滴及び硫酸2滴を加え、更に十分量のフッ化水素酸を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固する。冷後、残留物にフッ化水素酸5  $\overline{mL}$ を加え、蒸発乾固した後、550℃で1時間加熱し、更に徐々に温度を上げ、1,000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷する。次に質量 $\overline{m}$ （g）を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\overline{WM} \text{ (g)} - \overline{m} \text{ (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} -$$

### 二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO<sub>2</sub>

分子量 44.01

Carbon dioxide [124-38-9]

**含量** 本品は、二酸化炭素（CO<sub>2</sub>）99.5vol%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の気体で、においが無い。

**確認試験** 本品を水酸化カルシウム試液中に通すとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿を分取し、酢酸（1→4）を加えると、気泡を発生しながら溶ける。

**純度試験** 本品の採取量は、20℃で気圧101.3kPaの容量に換算したものとする。

- (1) 遊離酸 新たに煮沸し冷却した水50  $\overline{mL}$ をネスラー管に入れる。内径約1mmのガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から2mm以内の所に保持し、15分間で本品1,000  $\overline{mL}$ を通した後、メチルオレンジ試液0.1  $\overline{mL}$ を加えるとき、液の色は、比較液の呈する色より濃くない。比較液は、0.01mol/L塩酸1.0  $\overline{mL}$ にメチルオレンジ試液0.1  $\overline{mL}$ を加え、更に新たに煮沸し冷却した水50  $\overline{mL}$ を加え、調製する。
- (2) リン化水素、硫化水素及び還元性有機物 硝酸銀アンモニア試液25  $\overline{mL}$ 及びアンモニア試液3  $\overline{mL}$ をネスラー管に入れ、本品1,000  $\overline{mL}$ を光を避けて(1)と同様の方法で通すとき、液は、褐色を呈さない。
- (3) 一酸化炭素 本品5  $\overline{mL}$ をガスクロマトグラフィー用ガス計量管又は注射器中に量り、次の条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、一酸化炭素のピーク位置にピークを認めない。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器：0.02vol%の窒素を含む水素又はヘリウム4  $\overline{mL}$ を導入したとき、記録紙上のピーク高さがフルスケールの50%以上であること。

カラム充填剤 297～500 $\mu\text{m}$ のガスクロマトグラフィー用ゼオライト

カラム管 内径3～4mm、長さ1～3mのガラス管又はステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

キャリアーガス 水素又はヘリウム

流量 30~80~~mL~~/分の一定量

**定量法** 本品の採取には純度試験を準用する。

適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液(1→3)を入れる。次に本品 100~~mL~~以上を、あらかじめ塩化ナトリウム溶液(3→10)を満した 100~~mL~~以上のガスビュレット中に正確に量り、これをガスピペットに移し、よく振り混ぜる。吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき、その容量を量り、V (~~mL~~)とし、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化炭素 (CO}_2\text{) の含量 (vol\%)} = \frac{\text{試料の採取量 (mL)} - V (\text{mL})}{\text{試料の採取量 (mL)}} \times 100 - \text{vol\%}$$

## 二酸化チタン

Titanium Dioxide

TiO<sub>2</sub>

分子量 79.87

Titanium dioxide [13463-67-7]

**含量** 本品を乾燥したものは、酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素を除き、二酸化チタン (TiO<sub>2</sub>) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末で、においがなく、味がない。

**確認試験** 本品 0.5 g に硫酸 5 ~~mL~~ を加え、硫酸の蒸気が発生するまで穏やかに加熱する。冷後、水を徐々に加えて約 100~~mL~~ とし、ろ過する。このろ液 5 ~~mL~~ に過酸化水素試液を加えるとき、黄赤~だいたい赤色を呈する。

**純度試験** (1) 水可溶物 0.25%以下

本品 4.0 g を量り、水 50~~mL~~ を加えて振り混ぜた後、一夜放置する。次に塩化アンモニウム溶液(1→10) 2 ~~mL~~ を加えて振り混ぜる。~~二酸化チタンの沈殿が析出物が~~沈降しない場合は、更に塩化アンモニウム溶液(1→10) 2 ~~mL~~ を追加する。放置して~~沈殿析出物が~~沈降した後、水を加えて 200~~mL~~ とし、振り混ぜながらろ過する。初めのろ液 10~~mL~~ を捨て、~~次の得られたろ液の~~100~~mL~~ を、あらかじめ質量を量った白金製のろつぼに入れ、蒸発乾固し、恒量になるまで強熱し、残留物の質量を量る。

(2) 塩酸可溶物 0.50%以下

本品 5.0 g を量り、塩酸(1→20) 100~~mL~~ を加えて振り混ぜ、水浴上で 30 分間時々かき混ぜながら加熱し、ろ過する。残留物を塩酸(1→20) 10~~mL~~ ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、残留物の質量を量る。

~~(3) 重金属 Pb として 10 $\mu$ g/g 以下~~

~~本品 10.0 g を量り、250ml のビーカーに入れ、塩酸(1→20) 50ml を加え、時計皿でふたをして煮沸するまで加熱し、更に 15 分間穏やかに煮沸した後、遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、用いたビーカー及び残留物を熱湯 10ml ずつで 3 回洗い、同一のろ紙を用いてろ過する。更に用いたろ紙を 10~15ml の熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて 100ml とし、これを試料液とする。試料液 20ml を量り、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後、酢酸(1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。標準液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸(1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml~~

~~七する。~~

(3) 鉛 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→20) 50mLを加え、時計皿等で蓋をして20分間沸騰させる。遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、用いた容器及び残留物を熱湯10mLで3回洗い、同一のろ紙を用いてろ過する。更に用いたろ紙を10~15mLの熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて100mLとし、これを試料液とする。試料液10mLを量り、塩酸を1/4容加え、穏やかに加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100)を加えて加温する。冷後、更に硝酸 (1→100)を加えて正確に10mLとし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸 (1→100)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~1.3~~ 1 $\mu$ g/g以下 (10 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(3)の~~本品を量り、250mLのビーカーに入れ、塩酸 (1→20) 50mLを加え、時計皿で蓋をして煮沸するまで加熱し、更に15分間穏やかに煮沸した後、遠心分離して不溶物を沈降させる。上澄液をろ過し、用いたビーカー及び残留物を熱湯10mLずつで3回洗い、同一のろ紙を用いてろ過する。更に用いたろ紙を10~15mLの熱湯で洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて100mLとし、これを試料液とする。この試料液 ~~15~11~~ mLを量り、検液とする。装置Bを用いる。

(5) 酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素 2.0%以下

本品を乾燥し、その約0.5gを白金製又はニッケル製のるつぼに精密に量り、水酸化カリウム5g及びホウ酸2gを加えて混和し、加熱して完全に融解する。冷後、るつぼを250mLのポリプロピレン製又はポリテトラフルオロエチレン製のビーカーに入れ、熱湯150mLを加えて必要があれば加温しながらるつぼを揺り動かして、るつぼ内の固形物を溶解又は懸濁させる。るつぼをビーカーから取り出し、少量の水で洗い、その洗液をビーカーに入れる。塩酸50mLをビーカーに加えてかくはんし、ポリプロピレン製のメスフラスコに移して水を加えて250mLとし、試料液とする。試料液を塩酸 (1→20)で正確に4倍に希釈し、検液とする。別にアルミニウム標準原液及びケイ素標準原液適量を正確に量り、塩酸 (1→20)を加えて1mL中にアルミニウム及びケイ素それぞれ0.2~10 $\mu$ gを含む3種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検量線を作成し、検液中のアルミニウム濃度C<sub>A</sub> ( $\mu$ g/mL)及びケイ素濃度C<sub>B</sub> ( $\mu$ g/mL)を求め、次式により酸化アルミニウムと二酸化ケイ素の合計量を求める。

$$\text{酸化アルミニウムと二酸化ケイ素の合計量 (\%)} = \frac{C_A \times 1.889 + C_B \times 2.139}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10}$$

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 3時間)

強熱減量 0.50%以下 (乾燥物, 775~825°C)

定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、500mLの三角フラスコに移し、水5mLを加え、振り混ぜて乳状とし、硫酸30mL及び硫酸アンモニウム12gを加え、始めは徐々に加熱し、最後に強熱して溶かす。冷後、水120mL、塩酸40mLを加えて振り混ぜ、金属アルミニウム棒又は金属アルミニウム線3gを加え、直ちにゴム栓付きU字管を差し込み、他端は炭酸水素ナトリウム溶液 (飽和)を入れた広口瓶に差し込み、水素を発生させる。金属アルミニウムが完全に溶けて液が澄明な

~~紫色になった後、数分間放置し、流水で 50℃以下になるまで冷却後、ゴム栓付 U 字管を取り外し、指示薬としてチオシアン酸カリウム溶液（飽和） 3 mL を加え、直ちに 0.1 mol/L 硫酸第三鉄アンモニウム溶液で滴定し、液の薄い褐色が約 30 秒消えない点を終点とする。~~

$$\text{二酸化チタン (TiO}_2\text{) の含量} = \frac{((7.987 \times 0.1 \text{ mol/L 硫酸第三鉄アンモニウム溶液の滴定量 (mL))}{(\text{試料の採取量 (g)} \times 1,000))} \times 100 \text{ (\%)} \text{}$$

純度試験 (5) で得た試料液を塩酸 (1→20) で正確に 1000 倍に希釈し、検液とする。別にチタン標準液を正確に量り、塩酸 (1→20) を加えて 1 mL 中にチタン 0.2～2 μg を含む 3 種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検量線を作成し、検液中のチタン濃度 C (μg/mL) を求め、次式により二酸化チタン含量を求める。

$$\text{二酸化チタン含量 (\%)} = \frac{C \times 25 \times 1.668}{\text{試料の採取量} \times (100 - a)} \times 100$$

ただし、C : 検液中のチタン濃度 (μg/mL)

M : 試料の採取量 (g)

a : 酸化アルミニウム及び二酸化ケイ素の合計量 (%)

## 乳酸

Lactic Acid

**定義** 本品は、乳酸及び乳酸重縮合物の混合物である。

**含量** 本品は、乳酸 (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub> = 90.08) として 40.0% 以上でその表示量の 95～105% を含む。

**性状** 本品は、白～淡黄色の固体又は無～淡黄色の澄明な液体で、においがいいか又はわずかに不快でないにおいがあり、酸味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) は、酸性である。

(2) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

**純度試験** ~~本品を濃度が 40.0% となるように水を加え、必要があれば水浴中で加熱し、溶かして A 液とし、次の試験を行う。~~

(1) 溶状 ~~A 液~~ 本品 を濃度が 80% となるように濃縮し、又は水を加えて希釈する。必要があれば水浴中で加熱して溶かす。 その液 10 g を量り、ジエチルエーテル 12 ~~mL~~ mL を加えて混和するとき、その液は、澄明であるか、又は次の試験に適合する。ジエチルエーテルと混和した液をガラスろ過器 (G 3) でろ過し、残留物をジエチルエーテル 10 ~~mL~~ mL ずつで 3 回、次にアセトン 10 ~~mL~~ mL で 1 回洗浄した後、ろ過器とともに 50℃ で 14 時間減圧乾燥するとき、その残留物は、~~0.07g~~ 70mg 以下である。(ジエチルエーテル不溶物 80% 乳酸に対し、0.7% 以下)

(2) クエン酸、シュウ酸、酒石酸及びリン酸 本品を濃度が 40.0% となるように水を加え、必要があれば水浴中で加熱して溶かし、A 液とする。 A 液 2.0 g を量り、水 8 ~~mL~~ mL 及び水酸化カルシウム試液 40 ~~mL~~ mL を加えて 2 分間煮沸するとき、濁らない。



- (3) 硫酸塩 80%乳酸に対し、 $\text{SO}_4$ として0.010%以下(A液2.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.20mL)
- (4) シアン化物 A液2.0gを量り, 水を加えて100mLとし, この液10mLを量り, ネスラー管に入れ, フェノールフタレイン試液1滴を加えた後, 水酸化ナトリウム溶液(1→10)を液が紅赤色を呈するまで加える。更に水酸化ナトリウム溶液(1→10)1.5mL及び水を加えて20mLとし, 水浴中で10分間加熱する。冷後, 酢酸(1→20)で中和し, 液の紅赤色が消えた後, 更に1滴を加える。次にリン酸緩衝液(pH6.8)10mL及びクロラミンT試液p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.25mLを加えて密栓して静かに振り混ぜ, 3~5分間放置した後, ピリジン・ピラゾロン試液15mL及び水を加えて50mLとし, 約25°Cで30分間放置するとき, 液は, 青色を呈さない。
- ~~(5) 重金属 80%乳酸に対し, Pbとして10µg/g以下  
A液4.0gを量り, フェノールフタレイン試液1滴を加え, 液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後, 酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液2.0mLを量り, 酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~
- (5) 鉛 80%乳酸に対し, Pbとして2µg/g以下(A液4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)
- (6) 鉄 80%乳酸に対し, Feとして10µg/g以下(A液2.0g, 第1法, 比較液 鉄標準液1.0mL)
- (7) ヒ素 80%乳酸に対し,  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.03µg/g以下(標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)  
A液2.0gを量り, 水を加えて10mLとし, この液5mLを量り, 検液とする。~~装置Bを用いる。~~
- (8) 揮発性脂肪酸 A液5.0gを量り, 水浴上で加熱するとき, 酪酸ようのにおいを発しない。
- (9) メタノール 80%乳酸に対し,  $\text{CH}_3\text{OH}$ として0.20v/w%以下  
A液10gを量り, 水8mL及び炭酸カルシウム5gを加え, これを蒸留して初留分約5mLを量り, 水を加えて100mLとし, 検液とする。検液1.0mLを量り, リン酸(1→20)0.1mL及び過マンガン酸カリウム溶液(1→300)0.2mLを加え, 10分間放置した後, 無水亜硫酸ナトリウム溶液(1→5)0.4mL及び硫酸3mLを加え, 更にクロモトローブ酸試液0.2mLを加えるとき, 液の色は, 比較液を検液と同様に操作して調製した液の色より濃くない。比較液は, メタノール1.0mLを量り, 水を加えて100mLとし, この液1.0mLを量り, 水を加えて100mLとする。
- (10) 硫酸呈色物 A液5.0gを量り, 15°Cにし, あらかじめ15°Cにした硫酸5mLに徐々に層積し, 15°Cに保つとき, 15分以内に接界面に輪帯を生じないか, 又は15分以内に接界面に輪帯を生じても, その輪帯は, 暗灰色を呈さない。

強熱残分 0.10%以下

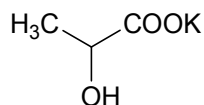
定量法 本品の乳酸約1.2gに対応する量を精密に量り, 1mol/L水酸化ナトリウム溶液20mLを正確に量って加え, 更に水を加えて100mLとし, 水浴上で20分間加熱し, 熱時, 過量のアルカリを0.5mol/L硫酸で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液1~2滴)。別に空試験を行う。

1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=90.08mg  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$

乳酸カリウム (2013年5月15日告示)

Potassium Lactate

乳酸カリウム液



$\text{C}_3\text{H}_5\text{KO}_3$

分子量 128.17

Monopotassium 2-hydroxypropanoate [996-31-6]

**含量** 本品は、乳酸カリウム ( $\text{C}_3\text{H}_5\text{KO}_3$ ) 50.0%以上で、その表示量の95~110%を含む。

**性状** 本品は、無色澄明のやや粘性のある液体で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、カリウム塩の反応及び乳酸塩の反応を呈する。

#### 純度試験

(1) 遊離酸 本品の乳酸カリウム 0.60 g に対応する量を正確に量り、新たに煮沸し冷却した水 20 mL 及びフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定するとき、その消費量は、0.2 mL 以下である。

(2) 鉛 60%乳酸カリウムに対し、Pb として  $2.0 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (乳酸カリウム 1.2 g に対応する量, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品の乳酸カリウム 3.0 g に対応する量を量り、ろつぼに入れ、硫酸 2 mL を少量ずつ加えて、徐々に加熱してできるだけ低温でほとんど炭化し、白煙が発生しなくなった後、電気炉に入れ、450~550°C で灰化するまで強熱する。冷後、残留物に塩酸 (1→4) 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に硝酸 (1→150) を加えて、超音波処理して溶かし、更に硝酸 (1→150) を加えて正確に 10 mL とし、検液とする。別に鉛標準液 1 mL を正確に量り、硝酸 (1→150) を加えて正確に 10 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(3) ヒ素 60%乳酸カリウムに対し、 $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (乳酸カリウム 0.60 g に対応する量, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~本品の乳酸カリウム 0.60 g に対応する量を量り、に水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。~~

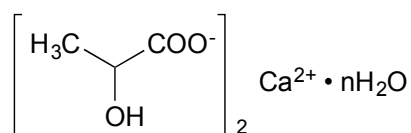
(4) 還元性物質 本品 5 滴をフェーリング試液 10 mL に加えて 5 分間煮沸するとき、赤色の沈殿を生じない。

**定量法** 本品の乳酸カリウム約 0.3 g に対応する量を精密に量り、水浴上で蒸発乾固し、これに酢酸/無水酢酸混液 (5 : 1) 60 mL を加えて完全に溶かした後、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合の終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 12.82 mg  $\text{C}_3\text{H}_5\text{KO}_3$

乳酸カルシウム

Calcium Lactate



(n=5,3,1 又は 0)

$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{CaO}_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  (n=5, 3, 1 又は 0) 分子量 5水和物 308.29

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) pentahydrate [5743-47-5] 無水物 218.22

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) trihydrate [139061-06-6]

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) monohydrate

Monocalcium bis(2-hydroxypropanoate) [814-80-2]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、乳酸カルシウム( $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{CaO}_6$ ) ~~97.0~101.0%~~ 以上を含む。

性 状 本品は、白色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品の水溶液(1→20)は、カルシウム塩の反応及び乳酸塩の反応を呈する。

pH 6.0~8.0

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却した液について測定する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明

本品 1.0 g を量り、水 ~~20 mL~~ 20 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

~~(2) 液性 pH6.0~8.0~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却した液について測定する。~~

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水約 35 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

~~(4) (3) アルカリ金属及びマグネシウム 1.0% 以下~~

本品 1.0 g を量り、水約 ~~40 mL~~ 40 mL を加えて溶かし、塩化アンモニウム 0.5 g を加えて煮沸し、これに~~シュウ酸アンモニウム~~ シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→25) 約 ~~20 mL~~ 20 mL を加え、水浴上で 1 時間加熱し、冷後、水を加えて ~~100 mL~~ 100 mL とし、ろ過する。ろ液 ~~50 mL~~ 50 mL を量り、硫酸 0.5 ~~mL~~ mL を加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで 450~550°C で強熱し、残留物の質量を量る。

~~(5) (4) ヒ素 As として 4.0 3 µg/g 以下~~ (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に 水 ~~2 mL~~ 2 mL 及び塩酸 ~~3 mL~~ 3 mL を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

~~(6) (5) 揮発性脂肪酸の塩~~ 本品 0.5 g を量り、硫酸 ~~1 mL~~ 1 mL を加えて水浴中で加熱するとき、酪酸

ようのにおいを発しない。

**乾燥減量** 30.0%以下 (120°C, 4時間)

**定量法** 本品約 2 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 20 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法中の第 1 法により定量し、更に乾燥物換算を行う。

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 10.91 mg  $C_6H_{10}CaO_6$

### 乳酸鉄

Iron Lactate

**含量** 本品は、鉄 (Fe=55.85) 15.5~20.0% を含む。

**性状** 本品は、帯緑白~黄褐色の粉末又は塊で、わずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g を 450~550°C で 1 時間強熱して得た残留物に塩酸 (1→2) 3 mL を加えて加熱して溶かした液は、第二鉄塩鉄 (III) 塩 の反応を呈する。

(2) 本品は、乳酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、検液とする。

(2) 塩化物 Cl として 0.071% 以下 (0.10 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL)

(3) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.48% 以下

本品 0.20 g を量り、水 5 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 10 mL とする。この液 2.0 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 50 µg/g 以下~~

~~本品 0.40 g を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→2) 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸 (1→2) 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次にジエチルエーテルを加えて振り混ぜた後、放置し、分離したジエチルエーテル層を除く操作を、ジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、更にジエチルエーテル 20 mL で 1 回行う。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴中で 10 分開加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1→2) を滴加した後、酢酸 (1→20) 4 mL を加えてよく振り混ぜ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(4) 鉛 Pb として 1 µg/g 以下 (4.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3 µg/g 以下 (1.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~1.0 g を量り、~~に水 25 mL を加えて溶かし、更に硫酸 1 mL 及び 亜硫酸亜硫酸水 10 mL を加え、約 2 mL になるまで蒸発濃縮した後、水を加えて 10 mL とし、この液 5 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。

(6) 硫酸呈色物及び酪酸塩 粉末とした本品 0.5 g を量り、硫酸 1 mL を混和するとき、呈色しない。また酪酸ようのにおいを発しない。

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、徐々に加熱して炭化し、硝酸 1 mL を加え、液が飛散しないように注意しながら蒸発乾固した後、強熱する。残留物に塩酸 (1→2) 10 mL を加え、不溶物がほ

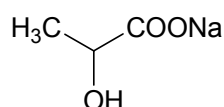
とんど無くなるまで煮沸した後、水 20 ~~mL~~ mL を加えてろ過する。不溶物を水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 25 ~~mL~~ mL を正確に量り、共栓フラスコに入れ、ヨウ化カリウム 2 g を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、水 100 ~~mL~~ mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液 1～3 mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行ない補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 5.585 mg Fe

### 乳酸ナトリウム

Sodium Lactate

乳酸ナトリウム液



C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>3</sub>

分子量 112.06

Monosodium 2-hydroxypropanoate [72-17-3]

**含量** 本品は、乳酸ナトリウム (C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>3</sub>) 40.0% 以上で、その表示量の 95～110% を含む。

**性状** 本品は、無色澄明のシロップ状の液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及び乳酸塩の反応を呈する。

~~純度試験 (1) 液性~~ pH 6.5～7.5

本品 1.0 ~~mL~~ mL を量り、水 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜた液について測定する。

**純度試験 (1) (2)** 硫酸塩 60% 乳酸ナトリウムに対し、SO<sub>4</sub> として 0.012% 以下（乳酸ナトリウム 0.60 g に対応する量、比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.25 ~~mL~~ mL）

~~(3) 重金属 60% 乳酸ナトリウムに対し、Pb として 20 μg/g 以下（乳酸ナトリウム 0.60 g に対応する量、第 1 法、比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

**(2) 鉛** 60% 乳酸ナトリウムに対し、Pb として 2 μg/g 以下（乳酸ナトリウム 1.2 g に対応する量、第 3 法、比較液 鉛標準液 4.0 mL、フレイム方式）

~~(4) (3)~~ **鉄** 60% 乳酸ナトリウムに対し、Fe として 10 μg/g 以下（乳酸ナトリウム 0.60 g に対応する量、第 1 法、比較液 鉄標準液 1.0 ~~mL~~ mL）

~~(5) (4)~~ **ヒ素** 60% 乳酸ナトリウムに対し、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 ~~3~~ μg/g 以下（乳酸ナトリウム 0.60 g に対応する量、標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、装置 B）

本品の ~~乳酸ナトリウム 0.60 g に対応する量を量り、~~ に水を加えて 10 ~~mL~~ mL とし、この液 5 ~~mL~~ mL を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

~~(6) (5)~~ **揮発性脂肪酸の塩** 本品 5 g を量り、硫酸（1→20）2 ~~mL~~ mL を加え、水浴上で加熱するとき、酪酸ようのにおいを発しない。

~~(7) (6)~~ **メタノール** 60% 乳酸ナトリウムに対し、CH<sub>3</sub>OH として 0.20 v/w% 以下

本品の乳酸ナトリウム 3.0 g に対応する量を量り、水 8 ~~mL~~ mL を加え、これを蒸留して初留液約 5 ~~mL~~ mL を量り、水を加えて 100 ~~mL~~ mL とする。この液 1.0 ~~mL~~ mL を量り、以下「乳酸」の純度試験 (9)

を準用する。

**定量法** 本品の乳酸ナトリウム約 0.3 g に対応する量を精密に量り、水浴上で蒸発乾固し、これに酢酸/無水酢酸混液 (4 : 1) 60 mL を加えて完全に溶かした後、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット/酢酸試液 1 mL)。終点は、液が青色となったときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 - 1 mL = 11.21 mg  $C_3H_5NaO_3$

### ニンジンカロテン

Carrot Carotene

キャロットカロチン

キャロットカロテン

ニンジンカロチン

抽出カロチン

抽出カロテン

**定義** 本品は、ニンジン (*~~Daucus carota Linné~~Daucus carota L.*) の根から得られた、カロテンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**含量 (色価)** 本品は、 $\beta$ -カロテン ( $C_{40}H_{56}$  = 536.87) として 0.80% 以上又は色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) 200 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

**性状** 本品は、赤褐~褐色の懸濁した油状の物質でわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 200 に換算して 1 g に相当する量をとり量り、アセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 10 mL を加えて溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) (1) で調製したアセトン/シクロヘキサン混液 (1 : 1) 溶液をアセトンで希釈した溶液 (1 → 25) 5 mL に 5% 亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) 1 mL を加え、続けて 0.5 mol/L 硫酸硫酸試液 (0.5 mol/L) 1 mL を添加するとき、液は直ちに脱色される。

(3) 本品にシクロヘキサンを加えて溶かした液は、波長 445~460 nm 若しくは 465~485 nm のいずれか、又は両者に極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 10.5  $\mu$ g/g 以下 (1.00.80 g, 第 1.2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03  $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

**定量法 (色価測定法)** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。色価又は色価を 250 で除して  $\beta$ -カロテンの含量を求める。

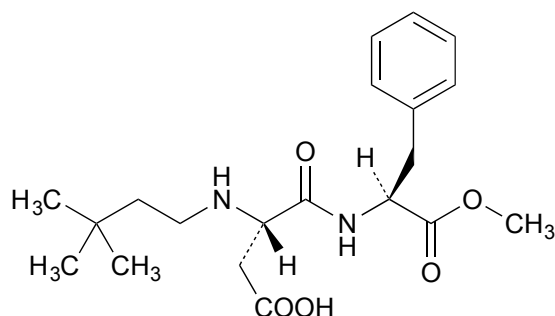
操作条件

測定溶媒 シクロヘキサン

測定波長 波長 445~460 nm の極大吸収部

ネオテーム

Neotame



$C_{20}H_{30}N_2O_5$

分子量 378.46

Methyl *N*-(3,3-dimethylbutyl)-*L*- $\alpha$ -aspartyl-*L*-phenylalaninate [165450-17-9]

**含量** 本品を無水物換算したものは、ネオテーム ( $C_{20}H_{30}N_2O_5$ ) 97.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白〜灰白色の粉末である。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波~~長数~~のところに同様の強度の吸収を認める。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = -40.0 \sim -43.4^\circ$  (0.25 g, 水, 50mL, 無水物換算)

**pH** 5.0~7.0 (1.0 g, 水 200mL)

**純度試験** (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -40.0^\circ \sim -43.4^\circ$  (0.25 g, 水, 50mL, 無水物換算)~~

(2) ~~液性 pH5.0~7.0 (1.0 g, 水 200mL)~~

(3) (1) 鉛 Pbとして ~~1.0~~ 1  $\mu\text{g/g}$  以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~鉛試験法第1法による。ただし、検液の調製においては、試料は10.0 gとし、放冷後に加える硫酸の量は5 mLとする。~~

(4) (2) ヒ素  $As_{2O_3}$ として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(5) (3) *N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニン 1.5% 以下

定量法のA液を検液とする。別に*N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニン(あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。)約 ~~0.03g~~ 30mg を精密に量り、定量法中の移動相と同一組成の液に溶かして正確に ~~50 mL~~ 50 mL とする。この液 ~~10 mL~~ 10 mL を正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に ~~100 mL~~ 100 mL とし、標準原液とする。標準原液 2, 10, 25 及び ~~50 mL~~ 50 mL を正確に量り、それぞれに移動相と同一組成の液を加えて正確に ~~100 mL~~ 100 mL とし、標準液とする。検液、標準液及び標準原液をそれぞれ ~~25  $\mu\text{L}$~~  25  $\mu\text{L}$  ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。標準液及び標準原液の*N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。次に、検液の*N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニンのピーク面積を測定し、検量線から検液中の*N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニンの濃度 ~~WM~~ WM ( $\text{mg/mL}$ ) を求め、次式により*N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニンの含量を求める。

*N*-(3,3-ジメチルブチル)-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニンの 含量 (%)

$$= \frac{WM}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times 5 \text{ (}\% \text{)}$$

操作条件 定量法の操作条件を準用する。ただし、流量は、*N*-（3，3-ジメチルブチル）-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニンの保持時間が約4分間になるように調整する。

~~(6)~~(4) その他の不純物 2.0%以下

定量法のA液及び標準液を検液及び標準液とし、それぞれ25~~μ~~μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のネオテーム、*N*-（3，3-ジメチルブチル）-*L*- $\alpha$ -アスパルチル-*L*-フェニルアラニン及び溶媒以外のピークの合計面積 $A_{\text{sum}}$ 及び標準液のネオテームのピーク面積 $A_S$ を測定し、次式によりその他の不純物の量を求める。ただし、面積測定範囲は、ネオテームの保持時間の1.5倍までとする。

$$\text{その他の不純物の量 (}\% \text{)} = \frac{\text{無水物換算した定量用ネオテームの採取量 (g)} \cdot A_{\text{sum}}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \cdot A_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

操作条件 定量法の操作条件を準用する。

水分 5.0%以下 (0.25 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.2%以下 (1 g, 800°C, 1時間)

定量法 本品約0.1gを精密に量り、移動相と同一組成の液に溶かして正確に50~~μ~~μLとし、A液とする。A液25~~μ~~μLを正確に量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に50~~μ~~μLとし、検液とする。別に定量用ネオテーム（あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。）約~~0.05g~~50mgを精密に量り、移動相と同一組成の液に溶かして正確に50~~μ~~μLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ25μlずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のネオテームのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定し、次式により含量を求める。

ネオテーム ( $C_{20}H_{30}N_2O_5$ ) の含量 (}\% \text{)}

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用ネオテームの採取量 (g)} \cdot A_T}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)} \cdot A_S} \times 200 \text{ (}\% \text{)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充てん~~てん~~填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ10cmのステンレス管

カラム温度 45°C付近の一定温度

移動相 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム3.0gを水740~~μ~~μLに溶かし、トリエチルアミン3.8~~μ~~μLを加え、リン酸でpHを3.5に調整した後、更に水を加えて750~~μ~~μLとする。この液にアセトニトリル250~~μ~~μLを加え、リン酸でpHを3.7に調整する。

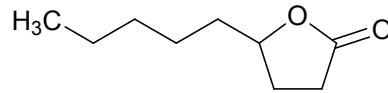
流量 ネオテームの保持時間が約12分になるように調整する。



γ-ノナラクトン

γ-Nonalactone

ノナラクトン



$C_9H_{16}O_2$

分子量 156.22

5-Pentylidihydrofuran-2(3H)-one [104-61-0]

含 量 本品は、γ-ノナラクトン ( $C_9H_{16}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、甘いココナツようなにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.446\sim 1.450$

比 重  $d_{25}^{25}=0.958\sim 0.966$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.446\sim 1.450$~~

~~(2) 比重 0.965～0.970~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)~~

(4) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

定 量 法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=78.11mg  $C_9H_{16}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

パーオキシダーゼ

Peroxidase

ペルオキシダーゼ

定 義 本品は、キュウリ (*Cucumis sativus* L.)、セイヨウワサビ (*Armoracia rusticana* P. Gaertn., B. Mey. & Scherb.)、ダイコン (*Raphanus sativus* L.) 若しくはダイズ (*Glycine max* (L.) Merr.)、又は、担子菌 (*Coprinus cinereus*)、糸状菌 (*Alternaria* 属、*Aspergillus oryzae*、*Oidiodendron* 属に限る。) 、放線菌 (*Streptomyces thermoviolaceus*、*Streptomyces violaceoruber*に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus* 属に限る。) の培養物より得られた、過酸化水素を還元分解する酵素である。食品 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、パーオキシダーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により

操作する。

(2) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品 1 g につき, 生菌数は 50000 以下である。

また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**パーオキシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 0.10 g を量り, 水又は pH7.0 のリン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 ( $0.1\text{mol/L}$ ) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの, 又は, これを更に水又は同緩衝液を用いて 10倍, 100倍, 1000倍, 若しくは 10000倍に希釈したものを試料液とする。

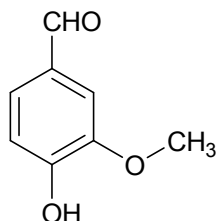
過酸化水素 0.1mL を量り, 水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

リン酸カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 ( $0.1\text{mol/L}$ , pH7.0, フェノール含有) 2mL, 基質溶液 1mL 及び 4-アミノアンチピリン溶液 (1→250) 0.1mL を石英セルに入れ,  $37^\circ\text{C}$  で 10分間加温する。この液に試料液 0.1mL を加えてよく混ぜ,  $37^\circ\text{C}$  で加温するとき, 試料液添加 2分後の波長 500nm における吸光度は試料液添加 5分後の波長 500nm における吸光度よりも小さい。

バニリン

Vanillin

ワニリン



$\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$

分子量 152.15

4-Hydroxy-3-methoxybenzaldehyde [121-33-5]

**含量** 本品は, バニリン ( $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$ ) ~~98.0~~97.0% 以上を含む。

**性状** 本品は, 白～淡黄色の針状結晶又は結晶性の粉末で, バニラのようにおいと味がある。

**確認試験** ~~(1) 本品 0.5 g に水 10mL を加え, 加温して溶かし, 塩化鉄 (III) 溶液 (1→10) 3 滴を加えるとき, 液は, 青紫色を呈する。この液を約  $80^\circ\text{C}$  に 5 分間加熱するとき, 褐色となり, 白～灰白色の沈殿を生じる。~~

~~(2) 本品 1 g に亜硫酸水素ナトリウム試液 5mL を加え, 温湯中で加温しながら振り混ぜて溶かす。この液に硫酸 (1→20) 10mL を加え,  $60\sim 70^\circ\text{C}$  で約 5 分間加温した後, 放置するとき, 結晶が析出する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**純度試験** ~~(1) 融点~~ 81～83~~84~~ $^\circ\text{C}$

~~(2) 溶状 澄明~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、80°C に加熱して溶かし、検液とする。~~

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 4 法, 装置 B)~~

~~乾燥減量 0.5% 以下 (4 時間)~~

~~強熱残分 0.05% 以下~~

~~定量法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、放置時間は、15 分間とする。~~

~~0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 76.07 mg C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (4) により定量する。

## パパイン

Papain

**定義** 本品は、パパイヤ (*Carica papaya* Linné *Carica papaya* L.) の果実より得られた、たんぱく質分解酵素である。乳糖、又はデキストリン、又は添加物 (安定化の目的に限る) を含むことがある。

**酵素活性** 本品は、1 g 当たり 300,000 単位以上の酵素活性を有する。

**性状** 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** ~~(1) 酢酸溶液 (3→50) を加えて、pH 5.5 に調整した脱脂粉乳 20% を含む乳液 10 mL に、本品 0.01 g を加え、37°C に加温するとき、この乳液は凝固する。~~

~~(2) 本品の水溶液 (1→500) は、波長 270～280 nm に極大吸収部がある。~~

本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5 µg/g 以下 (~~2.00~~ 80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**微生物限度** ~~微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、細菌数は 50,000 以下である。また大腸菌は認めない。~~ 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

### 酵素活性測定法

(i) 試料溶液

~~L-システイン塩酸塩~~ L-システイン塩酸塩一水和物 8.75 g を水約 800 ~~mL~~ mL に加えて溶かし、~~エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 2.23 g を加えて溶解した後、~~1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液~~ 水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH 4.5 に調整し、水を加えて ~~1,000 mL~~ mL とし、希釈液とする。

次に本品約 0.50 g を精密に量り、希釈液を加えて溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、希釈液を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とする。この液を、必要があれば遠心分離し、上澄液を希釈液で希釈して 1 ~~mL~~ mL 中に 20～100 単位を含む液を調製する。

(ii) 操作法

カゼイン試液 (pH8.0) 5 ~~mL~~ mL を正確に量り、試験管に入れ、37±0.5°Cで5分間加温し、試料溶液 1 ~~mL~~ mL を加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5°Cで10分間反応させた後、トリクロロ酢酸試液 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜ、再び 37±0.5°Cで30分間放置した後、定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過する。最初の 3 ~~mL~~ mL を除いたろ液につき、水を対照とし、波長 275nm における吸光度  $A_T$  を測定する。別に試料溶液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、トリクロロ酢酸試液 5 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜた後、更にカゼイン試液 (pH8.0) 5 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜて、37±0.5°Cで30分間放置し、以下同様に操作して、吸光度  $A_b$  を測定する。また、チロシン標準液につき、水を対照とし、波長 275nm における吸光度  $A_s$  を測定する。更に ~~0.1mol/L~~ 塩酸塩酸試液 (0.1mol/L) につき、水を対照とし、波長 275nm における吸光度  $A_{s0}$  を測定し、次式により酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1分間にチロシン 1µg に相当する吸光度の増加を与える酵素量を1単位とする。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g)} = \frac{(A_T - A_b) \times 50}{A_s - A_{s0}} \times \frac{11}{10} \times \frac{1000}{WM}$$

ただし、 $WM$  : 試料溶液 1 ~~mL~~ mL 中の試料の量 (mg)

パーム油カロテン

Palm Oil Carotene

パーム油カロチン

抽出カロチン

抽出カロテン

**定義** 本品は、アブラヤシ (~~Elaeis guineensis Jacquin~~ Elaeis guineensis Jacq.) の果実から得られた、カロテンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**含量 (色価)** 本品は、β-カロテン (C<sub>40</sub>H<sub>56</sub>=536.87) として30%以上又は色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) ~~7,500~~ 以上で、その表示量の95~115%を含む。

**性状** 本品は、赤褐~褐色の懸濁した油状の物質で、わずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 ~~7,500~~ に換算して ~~0.015 g~~ 15mg に相当する量を ~~とり量り~~、アセトン/シクロヘキサン混液 (1:1) 5 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、だいたい色を呈する。

(2) 「デュナリエラカロテン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「デュナリエラカロテン」の確認試験(3)を準用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2)(1) 鉛 Pb として 10.5µg/g 以下 (1.0.80 g, 第1.2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0.3µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**定量法 (色価測定法)** 「デュナリエラカロテン」の定量法 (色価測定法) を準用する。

パーライト

## Perlite

**定義** 本品は、鉱物性二酸化ケイ素を 800～1,200℃で焼成したものである。

**性状** 本品は、白色又は淡灰色の粉末である。

**確認試験** 本品 0.2 g を白金製のろつぼにとり、フッ化水素酸 5 mL を加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

**純度試験** ~~(1) 液性~~ pH 5.0～9.0

本品 10.0 g を量り、水 100 mL を加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜながら 2 時間加熱し、冷後、直径 47mm のメンブランフィルター（孔径 0.45μm）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、これを A 液とし、検液とする。~~A 液について測定する。~~

**純度試験** (1) ~~(2)~~ 水可溶物 0.20% 以下

~~(1) の A 液~~ pH の検液 50 mL を量り、蒸発乾固し、残留物を 105℃で 2 時間乾燥し、その質量を量る。

~~(3)~~ (2) 塩酸可溶物 2.5% 以下

本品 2.0 g を量り、塩酸（1→4）50 mL を加え、時々振り混ぜながら 50℃で 15 分間加温する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）3 mL で洗い、洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸（1→20）5 mL を加え、蒸発乾固し、更に恒量になるまで 450～550℃で強熱し、残留物の質量を量る。

~~(4) 重金属 Pb として 50μg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、塩酸（1→4）50 mL を加え、時計皿で覆い、かくはんしながら 70℃で 15 分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 10 mL ずつを用いて 3 回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 100 mL とし、B 液とする。B 液 20 mL を量り、水浴上で蒸発乾固した後、酢酸（1→20）2 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸（1→20）2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

~~(5)~~ (3) 鉛 Pb として 10μg/g 以下 (0.40 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(4) の B 液 25 mL を量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして 10 mL とし、検液とする。比較液は鉛標準液 1.0 mL に塩酸（1→10）を加えて 20 mL とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

本品に塩酸（1→4）20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(6)~~ (4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (2.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品に塩酸（1→4）50 mL を加え、時計皿で覆い、かくはんしながら 70℃で 15 分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 10 mL ずつを用いて 3 回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水 15 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 100 mL とし、この ~~(4) の B 液 25 mL~~ を量り、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

強熱減量 3.0%以下 (105℃, 2時間, 次に1,000℃, 30分間)

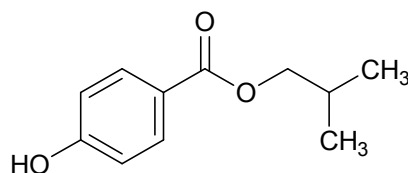
フッ化水素酸残留物 37.5%以下

あらかじめ白金製のるつぼを1,000℃で30分間強熱し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品約0.2gを精密に量り、先の白金製のるつぼに入れ、質量を精密に量る。次にフッ化水素酸5mL及び硫酸(1→2)2滴を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固する。冷後、残留物にフッ化水素酸5mLを加え、穏やかにホットプレート上で蒸発乾固した後、550℃で1時間加熱し、徐々に温度を上げ、1,000℃で30分間強熱する。デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

### パラオキシ安息香酸イソブチル

Isobutyl *p*-Hydroxybenzoate

パラヒドロキシ安息香酸イソブチル



C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>

分子量 194.23

2-Methylpropyl 4-hydroxybenzoate [4247-02-3]

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸イソブチル(C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>)99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) ~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の確認試験(1)を準用する。~~本品0.5gに水酸化ナトリウム溶液(1→25)10mLを加え、30分間煮沸した後、蒸発濃縮して約5mLとする。冷後、硫酸(1→20)で酸性とし、生じた沈殿をろ取り、水でよく洗い、105℃で1時間乾燥するとき、その融点は、213~217℃である。

(2) 本品0.05g50mgに酢酸2滴及び硫酸5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸イソブチルのにおいを発する。

融点 75~78℃

純度試験 (1) ~~融点75~77℃~~

(2)(1) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として0.55%以下

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(2)を準用する。~~本品0.75gを量り、水15mLを加え、沸騰水浴中で1分間加熱し、冷却し、ろ過するとき、ろ液は、酸性又は中性である。ろ液10mLを量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液0.20mL及びメチルレッド試液2滴を加えるとき、その液は、黄色を呈する。

(3)(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.024%以下

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(3)を準用する。~~本品1.0gを量り、熱湯100mLを加え、よく振り混ぜながら5分間加熱し、冷後、水を加えて100mLとし、ろ過し、ろ液40mLを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.20mLを用いる。

(4) ~~重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。~~

乾燥減量 0.50%以下 (5時間)

強熱残分 0.10%以下

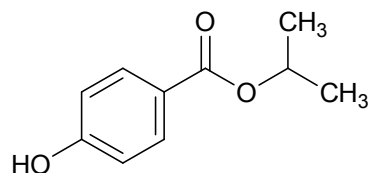
定量法 ~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の定量法を準用する。~~本品を乾燥し、その約2 gを精密に量り、1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 40mLを正確に量って加え、30分間煮沸し、冷後、過量のアルカリを0.5 mol/L硫酸で滴定する(指示薬 プロモチモールブルー試液 5滴)。終点の色は、リン酸緩衝液 (pH6.5) に同じ指示薬を加えたときの色とする。別に空試験を行う。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 194.2mg  $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_3$

### パラオキシ安息香酸イソプロピル

Isopropyl *p*-Hydroxybenzoate

パラヒドロキシ安息香酸イソプロピル



$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$

分子量 180.20

1-Methylethyl 4-hydroxybenzoate [4191-73-5]

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸イソプロピル ( $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_3$ ) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) ~~「パラオキシ安息香酸ブチル」~~パラオキシ安息香酸イソプロピルの確認試験(1)を準用する。  
(2) 本品 ~~0.05g~~50mg に酢酸 2滴及び硫酸 5滴を加え、5分間加温するとき、液は、酢酸イソプロピルのにおいを発する。

融点 84~86°C

純度試験 (1) ~~融点 84~86°C~~

~~(2) 遊離酸~~ パラオキシ安息香酸として 0.55%以下

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」~~パラオキシ安息香酸イソプロピルの純度試験~~(2)~~(1)を準用する。

~~(3)(2) 硫酸塩~~  $\text{SO}_4$ として 0.024%以下

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」~~パラオキシ安息香酸イソプロピルの純度試験~~(3)~~(2)を準用する。

~~(4) 重金属~~ Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。~~

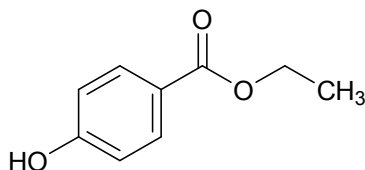
乾燥減量 0.50%以下 (5時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の定量法を準用する。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 180.2mg C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>

パラオキシ安息香酸エチル  
Ethyl *p*-Hydroxybenzoate  
パラヒドロキシ安息香酸エチル



C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>

分子量 166.17

Ethyl 4-hydroxybenzoate [120-47-8]

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸エチル (C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 ~~0.05g~~50mg に酢酸 2 滴及び硫酸 5 滴を加え、5 分間加温するとき、液は、酢酸エチルのにおいを発する。

融点 115~118°C

純度試験 (1) ~~融点 115~118°C~~

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として 0.55%以下

「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の純度試験(2)(1)を準用する。

(3)(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.024%以下

「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の純度試験(3)(2)を準用する。

~~(4) 重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして 2µg/g 以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g 以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。~~

乾燥減量 0.50%以下 (80°C, 2時間)

強熱残分 0.05%以下 (5g)

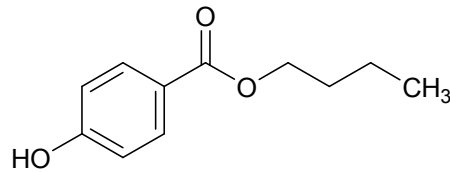
定量法 「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の定量法を準用する。

1 mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 166.2mg C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>O<sub>3</sub>

パラオキシ安息香酸ブチル



Butyl *p*-Hydroxybenzoate  
パラヒドロキシ安息香酸ブチル



C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>

分子量 194.23

Butyl 4-hydroxybenzoate [94-26-8]

**含量** 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸ブチル (C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

**確認試験** 「パラオキシ安息香酸イソブチル」の確認試験を準用する。 (1) ~~本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10 ml を加え、30 分間煮沸した後、蒸発濃縮して約 5 ml とする。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とし、生じた沈殿をろ取り、水でよく洗い、105°C で 1 時間乾燥するとき、その融点は、213~217°C である。~~

(2) ~~本品 0.05 g に酢酸 2 滴及び硫酸 5 滴を加え、5 分間加温するとき、液は、酢酸ブチルのにおいを発する。~~

**融点** 69~72°C

**純度試験** (1) ~~融点 69~72°C~~

(2) (1) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として 0.55% 以下

「パラオキシ安息香酸イソブチル」の純度試験(1)を準用する。

~~本品 0.75 g を量り、水 15 ml を加え、沸騰水浴中で 1 分間加熱し、冷却し、ろ過するとき、ろ液は、酸性又は中性である。ろ液 10 ml を量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20 ml 及びメチルレッド試液 2 滴を加えるとき、その液は、黄色を呈する。~~

(3) (2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.024% 以下

「パラオキシ安息香酸イソブチル」の純度試験(2)を準用する。

~~本品 1.0 g を量り、熱湯 100 ml を加え、よく振り混ぜながら 5 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 ml とし、ろ過し、ろ液 40 ml を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.20 ml を用いる。~~

(4) ~~重金属 Pb として 10 µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り、アセトン 25 ml を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 ml にアセトン 25 ml、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(5) (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 0.50% 以下 (5 時間)

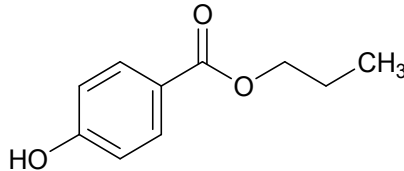
**強熱残分** 0.10% 以下

**定量法** ~~本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 40 ml を正確に量って加え、30 分間煮沸し、冷後、過量のアルカリを 0.5 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬 ブロモ~~

~~チモールブルー試液 5 滴)。終点の色は、リン酸緩衝液 (pH6.5) に同じ指示薬を加えたときの色とする。別に空試験を行う。「パラオキシ安息香酸イソブチル」の定量法を準用する。~~

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 194.2mg C<sub>11</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>

パラオキシ安息香酸プロピル  
Propyl *p*-Hydroxybenzoate  
パラヒドロキシ安息香酸プロピル



C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>

分子量 180.20

Propyl 4-hydroxybenzoate [94-13-3]

含量 本品を乾燥したものは、パラオキシ安息香酸プロピル (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 ~~0.05g~~50mg に酢酸 2 滴及び硫酸 5 滴を加え、5 分間加温するとき、液は、酢酸プロピルのにおいを発する。

融点 95~98°C

純度試験 (1) ~~融点 95~98°C~~

(2) 遊離酸 パラオキシ安息香酸として 0.55%以下

「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の純度試験(2)(1)を準用する。

(3)(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.024%以下

「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の純度試験(3)(2)を準用する。

~~(4) 重金属 Pbとして 10µg/g以下~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~「パラオキシ安息香酸ブチル」の純度試験(5)を準用する。~~

乾燥減量 0.50%以下 (5 時間)

強熱残分 0.05%以下 (5 g)

定量法 「~~パラオキシ安息香酸ブチル~~パラオキシ安息香酸イソブチル」の定量法を準用する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 180.2mg C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>

パラフィンワックス

Paraffin Wax

パラフィン

**定義** 本品は、石油の常圧及び減圧蒸留出油から得た固形の炭化水素の混合物で、主として直鎖状の飽和炭化水素からなる。

**性状** 本品は、室温で無色又は白色のやや透明性を帯びた固体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融点** 43~75°C (第2法)

**純度試験** (1) ~~融点 43~75°C (第2種物質)~~

(2)(1) 鉛 Pbとして ~~3.0~~ 3 μg/g以下 (~~3.0~~ 3.0 g, 第~~1~~ 2法, 比較液 鉛標準液 9.0mL, フレーム方式)

(3)(2) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~2.0~~ 1.5 μg/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4)(3) 硫黄化合物 本品 4.0 gに~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 2 mLを加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) に~~一酸化鉛~~ 酸化鉛 (II) を飽和した透明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜて80°Cで10分間加温した後、放冷するとき、液は、暗褐色を呈さない。

(5)(4) 多環芳香族炭化水素

本操作に使用する全ての器具類は使用前に紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタンで洗浄し、紫外線下で観察して蛍光汚染の検出が無いことを確認する。この試験で検出される多環芳香族炭化水素の一部は光酸化を非常に受けやすいので、全操作は減光下で実施する。

試料 150 gを量り、500 mLのビーカーに入れ、加熱融解し、均一にする。融解した試料 25 g ± 0.2 gを500 mL分液漏斗に入れ、ジメチルスルホキシド試液 100 mLを加え、試料を融解状態に保つように加温しながら、~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液 50 mLを加え、2分間激しく振とうした後、放置する。3個の300 mL分液漏斗にそれぞれ~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液を30 mL入れたものを準備する。500 mL分液漏斗中の液相が分離し、ろう様物質が析出するまで放冷する。下層 (ジメチルスルホキシド試液層) を漏斗中に緩く詰めたガラスウール又はあらかじめ紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタンで洗浄したろ紙でろ過して、先に準備した1番目の300 mLの分液漏斗に移して1分間振とうした後、放置する。分離した下層を、2番目の分液漏斗に入れ、~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液で洗浄し、放置して分離した下層を3番目の分液漏斗に移して~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液 30 mLで同様に洗浄を行う。洗浄後、下層を2L分液漏斗に移す。なお、それぞれの300 mL分液漏斗中の上層 (~~イソオクタン~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液層) は再度使用するので分液漏斗に入れたまま保存しておく。

先の500 mL分液漏斗の~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液層を新たなジメチルスルホキシド試液 100 mLで抽出し、抽出液を先と同様にろ過後、3個の300 mL分液漏斗に保存しておいた~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液層で順次洗浄する。この洗浄済ジメチルスルホキシド試液層を、先の2L分液漏斗に移す。更にもう一度、500 mL分液漏斗の~~イソオクタン試液~~ 2, 2, 4-トリメチルペンタン試液層を新たなジメチルスルホキシド試液 100 mLを用いて抽出し、ろ過後、先と同様に洗浄し、洗浄済ジメチルスルホキシド試

液層を、先の2L分液漏斗に移す。最後に300~~mL~~mL分液漏斗の~~イソオクタン~~試液2, 2, 4-トリメチルペンタン試液層は捨てる。

合計300~~mL~~mLのジメチルスルホキシド試液層の入った2L分液漏斗に水480~~mL~~mL及び紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン80~~mL~~mLを加えて2分間激しく振とうし、1回目の~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタンによる抽出を行う。静置後、下層を別の2L分液漏斗に移し、これに新たな紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン80~~mL~~mLを加えて2分間激しく振とうし、2回目の~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出を行う。下層は捨てる。最初の2L分液漏斗に残してあった上層を水100~~mL~~mLで1分間振とうして洗浄する操作を3回繰り返し、1回目~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出液とする。洗浄に使用した水は捨てる。同様に、2回目の~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出で得た上層を水100~~mL~~mLで1分間ずつ振とうして洗浄する操作を3回繰り返す。これを2回目~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出液とする。

1回目~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出液を、紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタンであらかじめ洗浄した無水硫酸ナトリウム35gを詰めた30~~mL~~mLのガラスろ過器(G3)を通して、300~~mL~~mL三角フラスコに入れる。最初の2L分液漏斗を2回目~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出液で洗浄し、先の無水硫酸ナトリウムを通し、先の三角フラスコに入れる。更に20~~mL~~mLの紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタンで2番目及び最初の2L分液漏斗を続けて洗浄し、洗液を先の無水硫酸ナトリウムを通して先の三角フラスコに入れる。蒸留フラスコの中に合わせた~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン抽出液に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン1~~mL~~mLを加えた後、窒素気流下で残留物が1~~mL~~mLになるまで~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタンを蒸発させる。残留物に紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン10~~mL~~mLを加え、再び1~~mL~~mLになるまで蒸発させる。更に紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタン10~~mL~~mLを加え、1~~mL~~mLになるまで蒸発させる。

残留物を紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタンに溶かし、25~~mL~~mLのメスフラスコに移し、紫外吸収スペクトル測定用~~イソオクタン~~2, 2, 4-トリメチルペンタンを加えて正確に25~~mL~~mLとし、検液とする。別に試料なしで検液の調製と同様に操作して得られた液を対照液とする。光路長5cmのセルを用いて検液の吸光度を測定するとき、下記の値を越えない。

波長 (nm)	吸光度/cm 光路長
280~289	0.15
290~299	0.12
300~359	0.08
360~400	0.02

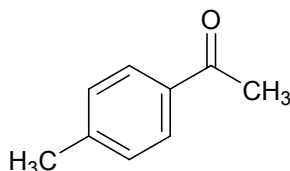
(6)(5) 硫酸呈色物 本品5.0gをネスラー管に入れ、80℃の水浴中で加温して融解した後、~~94.5~~~95.5%硫酸硫酸呈色物用硫酸5~~mL~~mLを加える。これを80℃の水浴中で1分間加温した後、とり出して直ちに数秒間激しく振り混ぜる。更にこの操作を3回繰り返した後、80℃の水浴中で30秒間放置するとき、分離する硫酸層の色は、塩化第二鉄塩化鉄(III)比色標準原液3.0~~mL~~mL、塩化第一コバルト塩化コバルト(II)比色標準原液1.5~~mL~~mL及び硫酸銅(II)比色標準原液0.5~~mL~~mL

をネスラー管中で混合した液の色より濃くない。

強熱残分 0.10%以下

### パラメチルアセトフェノン

*p*-Methylacetophenone



$C_9H_{10}O$

分子量 134.18

1-(4-Methylphenyl)ethanone [122-00-9]

含量 本品は、パラメチルアセトフェノン ( $C_9H_{10}O$ ) ~~98.0~~95.0%以上を含む。

性状 本品は、~~無色又はわずかに黄色を帯びた透明無~~無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

比重  $d_{25}^{25}=0.999\sim 1.010$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.532\sim 1.535$~~

~~(2) 比重  $1.005\sim 1.008$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)~~

~~(4) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

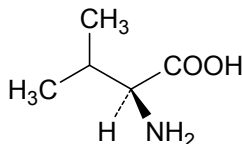
定量法 本品約1gを精密に量り、~~香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により~~定量する。~~ただし、加熱時間は、1時間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸1ml=67.09mg  $C_9H_{10}O$~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### L-バリン

L-Valine



$C_5H_{11}NO_2$

分子量 117.15

(2S)-2-Amino-3-methylbutanoic acid [72-18-4]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-バリン ( $C_5H_{11}NO_2$ ) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においが無いか又はわずかに特異なにおいがある。

り、わずかに特異な味がある。

**確認試験** 本品の水溶液（1→1,000）5 mL にニンヒドリン溶液（1→1,000）1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +26.5 \sim +29.0^\circ$ （4 g, 塩酸試液（6 mol/L）, 50 mL, 乾燥物換算）

**pH** 5.5～7.0（0.5 g, 水 20 mL）

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +26.5 \sim +29.0^\circ$ （4.0 g, 塩酸（1→2）, 50 mL, 乾燥物換算）~~

~~(2) (1) 溶状 無色, 澄明（0.50 g, 水 20 mL）~~

~~(3) 液性 pH 5.5～7.0（1.0 g, 水 30 mL）~~

~~(4) (2) 塩化物 Cl として 0.021% 以下（0.50 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL）~~

~~(5) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下（1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

**(3) 鉛** Pb として 2 μg/g 以下（2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式）

~~(6) (4) 砒素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 μg/g 以下（0.50 g, 第2法, 標準色 砒素標準液 3.0 mL, 装置 B）~~

**乾燥減量** 0.30% 以下（105°C, 3時間）

**強熱残分** 0.10% 以下

**定量法** 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

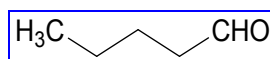
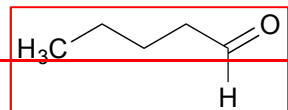
0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 11.71 mg C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>

### バレラルデヒド

Valeraldehyde

Pentanal

ペンタナール



C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 86.13

Pentanal [110-62-3]

**含量** 本品は、バレラルデヒド（C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O）95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.390 \sim 1.400$~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.805 \sim 0.820$~~

**純度試験 (3) 酸価** 5.0 以下（香料試験法）

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (23) により定量する。

### パンクレアチン

Pancreatin

**定 義** 本品は、動物のすい臓より得られた、たん白質、デンプン及び脂肪を分解する酵素である。  
食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、パンクレアチン活性試験法の第1法、第2法及び第3法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

### パンクレアチン活性試験法

#### 第1法

「β-アミラーゼ」のβ-アミラーゼ活性試験法第1法を準用する。ただし、試料希釈液は塩化ナトリウム溶液(29→5000)を使用し、基質はバレイショデンプンを使用する。

#### 第2法

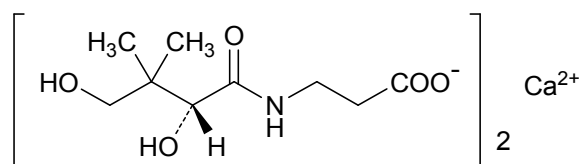
「プロテアーゼ」のプロテアーゼ活性試験法第1法を準用する。ただし、基質溶液はカゼイン試液(pH8.0)、沈殿試液はトリクロロ酢酸試液(プロテアーゼ活性試験用)を使用する。

#### 第3法

「リパーゼ」のリパーゼ活性試験法第1法を準用する。ただし、オリブ油乳化液として、ポリビニルアルコールI・ポリビニルアルコールII試液を使用する。

### パントテン酸カルシウム

Calcium Pantothenate



C<sub>18</sub>H<sub>32</sub>CaN<sub>2</sub>O<sub>10</sub>

分子量 476.53

Monocalcium bis{3-[(2R)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate} [137-08-6]

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、窒素(N=14.01)5.7~6.0%及びカルシウム(Ca=40.08)8.2~8.6%を含む。

**性 状** 本品は、白色の粉末で、においがなく、わずかに苦味がある。

**確認試験** (1) 本品 0.05g 50mg に水酸化ナトリウム溶液(1→25) 5 mL を加えて溶かし、硫酸銅(II)五水和物溶液(1→10) 1滴を加えるとき、液は、青紫色を呈する。

(2) 本品 ~~0.05g~~50mg に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5 ~~mL~~mL を加え、1 分間煮沸し、冷後、塩酸 (1→4) 2 ~~mL~~mL 及び ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 2 滴を加えると、液は、濃黄色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→20) は、カルシウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +28.5^\circ$  (乾燥後, 1.25 g, 水, 25mL)

pH 7.0~9.0 (2.0 g, 水 10mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +28.5^\circ$  (乾燥後, 1.25 g, 水, 25mL)~~

~~(2) 液性 pH7.0~9.0~~

~~本品 2.0 g を量り、水を加えて 10mL とした液について測定する。~~

~~(3) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3  $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(5) (3) アルカロイド~~ 本品 ~~0.050g~~50mg を量り、水 5 ~~mL~~mL を加えて溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液 0.5 ~~mL~~mL 及びリン酸 (1→10) 0.5 ~~mL~~mL を加えるとき、白色の混濁を生じない。

乾燥減量 5.0%以下 (105°C, 3 時間)

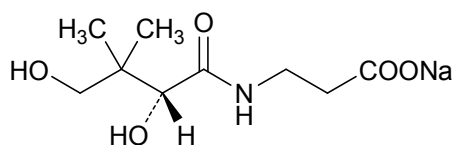
定量法 (1) 窒素 本品約 ~~0.05g~~50mg を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。

(2) カルシウム 本品約 2.5 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 5 ~~mL~~mL 及び水 20 ~~mL~~mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 50 ~~mL~~mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法中の第 1 法により定量し、更に乾燥物換算を行う。

0.05mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 ~~mL~~mL = 2.004mg Ca

### パントテン酸ナトリウム

Sodium Pantothenate



C<sub>9</sub>H<sub>16</sub>NNaO<sub>5</sub>

分子量 241.22

Monosodium 3-[(2R)-2,4-dihydroxy-3,3-dimethylbutanoylamino]propanoate [75033-16-8]

含量 本品を乾燥物換算したものは、窒素 (N=14.01) 5.6~6.0%及びナトリウム (Na=22.99) 9.3~9.7%を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく、わずかに酸味がある。



確認試験 (1) 「パントテン酸カルシウム」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

(2) 本品の水溶液(1→20)は、ナトリウム塩の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +28.5^\circ$  (乾燥後, 1.25 g, 水, 25mL)

pH 8.5~10.0 (2.0 g, 水10mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +25.0 \sim +28.5^\circ$  (乾燥後, 1.25 g, 水, 25mL)~~

~~(2) 液性 pH9.0~10.0~~

~~本品2.0gを量り, 水を加えて10mLとした液について測定する。~~

~~(3)(1) カルシウム~~ 本品1.0gを量り, 水10mLを加えて溶かし, 酢酸(1→20)0.5mL及びシユウ酸アンモニウムシユウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→25)0.5mLを加えるとき, 沈殿を生じない。

~~(4) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

~~(6)(4) アルカロイド~~ 「パントテン酸カルシウム」の純度試験~~(5)(3)~~を準用する。

乾燥減量 5.0%以下(減圧, 24時間)

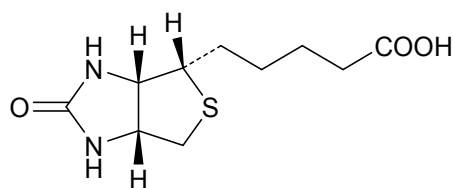
定量法 (1) 窒素 本品約~~0.05g~~50mgを精密に量り, 窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し, 更に乾燥物換算を行う。

(2) ナトリウム 本品約0.6gを精密に量り, 酢酸50mLを加えて溶かした後, 0.1mol/L過塩素酸液で滴定する(指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液1mL)。終点は, 液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し, 更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/L過塩素酸液1mL=2.299mg Na

### ビオチン

Biotin



C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S

分子量 244.31

5-[(3a*S*, 4*S*, 6a*R*)-2-oxohexahydro-1*H*-thieno[3,4-*d*]imidazol-4-yl] pentanoic acid [58-85-5]

含量 本品を乾燥したものは, ビオチン(C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S) 98.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, におい及び味はない。

確認試験 (1) 本品のエタノール(95)溶液(1→1000) 5mLに *p*-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液1mL及び硫酸3滴を加えて振り混ぜるとき, 液は, だいたい~赤色を呈する。

(2) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 3,315cm<sup>-1</sup>, 1,708cm<sup>-1</sup>, 1,687cm<sup>-1</sup>, 1,481cm<sup>-1</sup>, 1,320cm<sup>-1</sup>及び1,274cm<sup>-1</sup>のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +89 \sim +93^\circ$  (0.4 g, 水酸化ナトリウム試液 (0.1 mol/L), 20 mL, 乾燥物換算)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +89 \sim +93^\circ$  (0.4 g, 希水酸化ナトリウム試液, 20 mL, 乾燥物換算)~~

~~(2) (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 10 mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして  $10 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) 鉛 Pbとして  $2 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(4) (3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $2.82.1 \mu\text{g/g}$  以下 (0.71 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

本品 ~~0.70 g~~ をケルダールフラスコに入れ, 硝酸 ~~5 mL~~ 及び硫酸 ~~2 mL~~ を加えて, フラスコの口に小漏斗をのせ, 白煙が発生するまで加熱する。冷後, 硝酸 ~~2 mL~~ ずつを2回加えて加熱し, 更に過酸化水素 ~~2 mL~~ ずつを数回加えて液が無~微黄色となるまで加熱を続ける。冷後, 飽和シユウ酸アンモニウム飽和溶液 ~~2 mL~~ を加え, 再び白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後, 水を加えて ~~5 mL~~ とし, 検液とする。装置 B を用いる。

~~(5) (4) 類縁物質~~

本品 0.10 g を量り, アンモニア水 (28) (7→100) を加えて溶かし, 正確に ~~10 mL~~ とし, 検液とする。検液 ~~1 mL~~ を正確に量り, アンモニア水 (28) (7→100) を加えて正確に ~~500 mL~~ とし, 標準液とする。検液及び標準液 ~~5  $\mu\text{L}$~~  を量り, 1-ブタノール/水/酢酸混液 (5:2:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約 10 cm の高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾し, 更に  $105^\circ\text{C}$  で 30 分間乾燥した後, *p*-ジメチルアミノシンナムアルデヒド・エタノール (95) 溶液 (1→500) / 硫酸・エタノール (95) 溶液 (1→50) 混液 (1:1) を均等に噴霧するとき, 一つの赤色のスポットを認めるか, 又は他のスポットを認めても標準液から得たスポットより濃くない。ただし, 薄層板には, 担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし,  $110^\circ\text{C}$  で 1 時間乾燥したものを使用する。

**乾燥減量** 0.50% 以下 ( $105^\circ\text{C}$ , 4 時間)

**強熱残分** 0.10% 以下

**定量法** 本品を乾燥し, その約 0.25 g を精密に量り, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 ~~20 mL~~ を正確に加えて溶かし, 過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液溶液 ~~1 mL~~ = 24.43 mg  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$

### 微結晶セルロース

Microcrystalline Cellulose

結晶セルロース

**定義** 本品は, パルプから得られた, 結晶セルロースを主成分とするものである。本品には, 乾燥物及び含水物がある。

**性状** 乾燥物は, 白~類白色の流動性がある結晶性の粉末であり, 含水物は, 白~類白色の湿った綿状又は湿った餅状の塊で, においが無い。

**確認試験** (1) 乾燥物の場合は, 本品 20 g を標準網ふるい  $38 \mu\text{m}$  に入れ, 減圧吸引型ふるい分け機を用い 5 分間操作する。ふるい上の残留物の質量が 5% 以上の時は本品 30 g に水 ~~270 mL~~ を加え, 又は 5% 未満の時は本品 45 g に水 ~~255 mL~~ を加え, あらかじめスパーテルで軽くかき混ぜる。含

水物の場合は、乾燥物換算して 30 g に対応する量の本品に水を加えて 300 g とし、あらかじめスターテルで軽くかき混ぜる。その後、かき混ぜ機を用いて高速度（毎分 18,000 回転）で 5 分間かき混ぜ、その 100 mL を 100 mL のメシリンダーに入れ、3 時間放置するとき、液は白色不透明で、気泡のない分散状態を呈し、液の分離を認めない。

- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**pH** 5.0~7.5

乾燥物換算して 5.0 g に対応する量の本品を量り、新たに煮沸し冷却した水 40 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、遠心分離して得た上澄液について測定する。

**純度試験** (1) ~~液性 pH5.0~7.5~~

~~乾燥物換算して 5.0 g に対応する量の本品を量り、新たに煮沸し冷却した水 40 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、遠心分離して得た上澄液について測定する。~~

~~(2) (1) 水可溶物 0.26% 以下~~

乾燥物換算して約 5.0 g に対応する量の本品を精密に量り、水を加えて 85 g とし、10 分間振り混ぜた後、ろ紙（5 種 C）を用いて吸引ろ過する。あらかじめ乾燥し質量を精密に量ったビーカーにろ液を入れ、焦がさないように蒸発乾固した後、105°C で 1 時間乾燥し、デシケーターで放冷後、質量を精密に量る。別に空試験を行い、補正する。

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下（乾燥物換算して 2.0 g に対応する量、第 2 法、比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下（乾燥物換算して 2.0 g に対応する量、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0 mL、フレイム方式）

~~(4) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下（乾燥物換算して 0.50 g に対応する量、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、装置 B）~~

~~(5) (4) デンプン 確認試験 (1) で得られた液 20 mL にヨウ素試液を数滴加え、かき混ぜるとき、青紫色又は青色を呈さない。~~

**乾燥減量** 乾燥物 7.0% 以下（105°C，3 時間）

含水物 40.0~70.0%（4 g，105°C，3 時間）

**強熱残分** 0.05% 以下（乾燥物換算して 2 g に対応する量）

### 微小繊維状セルロース

Microfibrillated Cellulose

**定義** 本品は、パルプ又は綿を微小繊維状にして得られた、セルロースを主成分とするものである。

**性状** 本品は、白色の湿った綿状である。

**確認試験** (1) 本品を薄い皮膜状に乾燥し、細かく切断又はほぐしたものにつき、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。ただし、主な吸収帯の透過率が 30~80% の範囲になるように錠剤を調製する。

- (2) 乾燥物換算して 5.0 g に対応する量の本品を量り、全体が 100 g になるように水を加え、羽根

刃直径約 35mm, カップ容量約 150~~mL~~ (カップ: 上部内径約 59mm, 下部内径約 44mm, 深さ約 75mm) のホモジナイザーにより毎分 10,000~12,000 回転で 3 分間強制的にかき混ぜるとき, 混合物は白色不透明の分散状態となり, 3 時間後も分離せずその状態を保つ。

- (3) 乾燥物換算して 1.0 g に対応する量の本品を量り, 水を加えて 100 g とし, 確認試験(2)と同様のホモジナイザーにより毎分 10,000~12,000 回転で 3 分間かき混ぜて得られた白濁液を静止状態の直径 20cm, 受器付き標準網ふるい 25 $\mu$ m にのせ, 10 秒間横方向に軽く振動を加えてこし, 通過する澄明又は白濁した液を蒸発乾固するとき, 残留物の質量は 0.30 g 以下である。

pH 5.0~8.0 (2.0 g, 水 100mL 懸濁液)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH5.0~8.0 (2.0 g, 水 100mL 懸濁液)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 $\mu$ g/g 以下 (乾燥物換算して ~~5.0~~ 2.0 g に対応する量, 第 1 法, 比較液鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~2.0~~ 1.5 $\mu$ g/g 以下 (乾燥物換算して 1.0 g に対応する量, 第 3 法, 標準色ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

~~(4)(3)~~ 水可溶物 0.50% 以下

乾燥物換算して 4.0 g に対応する量の本品を量り, 水 200~~mL~~ を加え, 長さ約 13mm, 最大幅約 16mm の羽 4 枚からなる高速分散機により毎分 5,000 回転で 5 分間かき混ぜた分散液を定量分析用ろ紙 (5 種 C) で吸引ろ過し, ろ液 50~~mL~~ をとり水浴上で蒸発乾固する。残留物を 120°C で 1 時間乾燥し, デシケーターで放冷後, 質量を精密に量る。

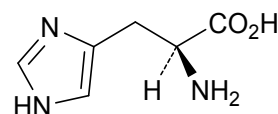
**乾燥減量** 60.0~92.0% (5 g, 120°C, 5 時間)

**灰分** 0.50% 以下 (乾燥物換算して 2.0 g に対応する量)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき, 本品 1 g につき, ~~細菌数は 5,000 以下~~ 細菌数は 5000 以下, 真菌数は 500 以下 である。また, 大腸菌及びサルモネラ は認めない。ただし, 細菌数試験と真菌数試験の試料液, 及び大腸菌試験とサルモネラ試験の前培養液は, いずれも第 1 法により調製する。

L-ヒスチジン

L-Histidine



C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>

分子量 155.15

(2S)-2-Amino-3-(1H-imidazol-4-yl)propanoic acid [71-00-1]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは, L-ヒスチジン (C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>) 98.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においがなく, 味はわずかに苦い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5~~mL~~ にニンヒドリン溶液 (1→50) 1~~mL~~ を加え, 水浴中で 3 分間加熱するとき, 紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5~~mL~~ に臭素試液 2~~mL~~ を加えるとき, 黄色を呈し, 穏やかに加熱するとき, 無色となり, 次に赤褐色を経て類黒色の沈殿を生じる。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +11.5 \sim +13.5^\circ$  (11 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 100mL, 乾燥物換算)



pH 3.5~4.5 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +8.5 \sim +10.5^\circ$  (5.5 g, 塩酸 (1→2), 50mL, 乾燥物換算)

(2) (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)

(3) ~~液性~~ pH 3.5~4.5 (1.0 g, 水 20mL)

(4) ~~重金属~~ Pbとして 20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)

(2) 鉛 Pbとして 2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(5) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0 3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

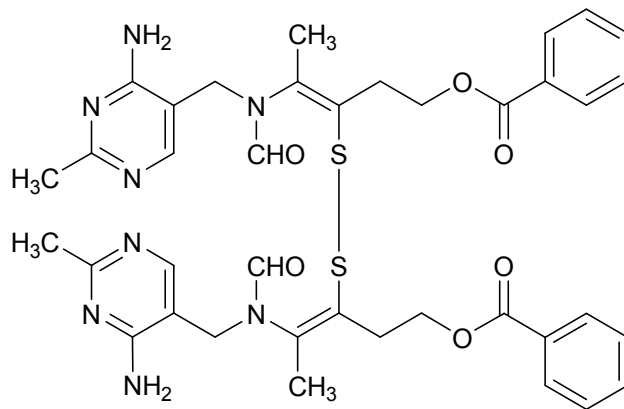
定量法 本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, ギ酸 2 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸液 15 mL を正確に量って加え, 水浴上で 30 分間加熱する。冷後, 酢酸を加えて 60 mL とし, 過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する。終点の確認は, 通例, 電位差計を用いる。指示薬 (クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL) を用いる場合は, 液の黄色が黄緑色を経て青緑色になるときとする。別に空試験を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 10.48 mg C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> · HCl · H<sub>2</sub>O

### ビスベンチアミン

Bisbentiamine

ベンゾイルチアミンジスルフィド



C<sub>38</sub>H<sub>42</sub>N<sub>8</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub>

分子量 770.92

*N, N'*-(Disulfanediy)bis{2-[2-(benzyloxy)ethyl]-1-methylethene-2,1-diyl}bis{*N*-(4-amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl}formamide} [2667-89-2]

含量 本品を乾燥したものは, ビスベンチアミン (C<sub>38</sub>H<sub>42</sub>N<sub>8</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub>) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においがなく, 味はやや苦い。

確認試験 (1) 本品 0.05g 50mg にメタノール 5 mL を加え, 加温して溶かし, 水酸化ナトリウム溶液 (3→20) / ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液 (3→20) 混液 (1 : 1) 2 mL を加え, 50~60°C の水浴中で 2 分間加温する。この液に塩酸 0.8 mL 及び ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物溶液 (1→10) 0.5 mL を加え, 更に水 8 mL を加えるとき, 液は, 赤

紫色を呈する。

- (2) 本品 5mg にメタノール 1 ~~ml~~ mL を加え、加温して溶かし、水 2 ~~ml~~ mL、~~塩酸システイン L-システイン塩酸塩一水和物~~ 溶液 (1→100) 2 ~~ml~~ mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1 ~~ml~~ mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。この液に新たに調製した ~~フェリシアン化カリウムヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム~~ 溶液 (1→10) 1 ~~ml~~ mL 及び 2-メチル-1-プロパノール 5 ~~ml~~ mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、2-メチル-1-プロパノール層は、青紫色の蛍光を発する。その蛍光は、酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

融点 140~145°C (分解)

~~純度試験 (1) 融点 140~145°C (分解)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (0.10 g, メタノール 20 ~~ml~~ mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2  $\mu$ g/g 以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

乾燥減量 0.50% 以下 (24 時間)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 50 ~~ml~~ mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 ~~ml~~ mL)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 ~~ml~~ mL = 38.55 mg  $C_{38}H_{42}N_8O_6S_2$

### ビタミンA脂肪酸エステル

Vitamin A Esters of Fatty Acids

レチノール脂肪酸エステル

定義 本品には、ビタミンAの酢酸エステル及びビタミンAのパルミチン酸を主体とする脂肪酸エステルがある。

含量 本品 1 g は、ビタミンAとして 450mg 以上を含有し、表示量の 90~120% のビタミンAを含む。ただし、ビタミンA 300mg は、100 万国単位に相当する。

性状 本品は、淡黄〜帯赤淡黄色の結晶又は油脂状の物質で、わずかに特異なおいがある。

- 確認試験 (1) 本品のビタミンAとして 1,500 単位に相当する量をとり量り、石油エーテル 5 ~~ml~~ mL に溶かし、検液とする。検液 5 ~~ml~~ mL を量り、シクロヘキサン/ジエチルエーテル混液 (4 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行ない、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、紫外線照射 (主波長 : 254nm) により検出するとき、Rf 値が 0.09 付近、0.45 付近及び 0.62 付近に、それぞれビタミンA、ビタミンA酢酸エステル及びビタミンAパルミチン酸エステルに対応するスポットを認める。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を担体とし、105°C で 2 時間乾燥したものを使用する。
- (2) 本品 ~~0.05g~~ 50mg にビタミンA測定用 2-プロパノールを加えて溶かし、その 1 ~~ml~~ mL 当たりビタミンAを約 3  $\mu$ g 含むように調製した液は、波長 324~328nm に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 酸価 2.8 以下

本品約 2 g を精密に量り、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

- (2) 吸光度比 本品のビタミンAとして ~~0.06g~~ 約 60mg に相当する量を精密に量り、ビタミンA測

定用 2-プロパノールに溶かし、正確に 100 ~~ml~~ mL とする。この液 1 ~~ml~~ mL を正確に とり量り、ビタミン A 測定用 2-プロパノールを加えて正確に 200 ~~ml~~ mL とし、検液とする。この液につき、波長 300nm, 310nm, 320nm, 326nm, 330nm, 340nm 及び 350nm における吸光度を測定し、波長 326nm の吸光度 A を 1.000 としたときの各波長における吸光度の比を求めるとき、それぞれの吸光度比は、表に示す値の ±0.030 の範囲にある。

波長 (nm)	吸光度の比	
	ビタミン A 酢酸エステル	ビタミン A パルミチン酸エステル
300	0.578	0.590
310	0.815	0.825
320	0.948	0.950
326	1.000	1.000
330	0.972	0.981
340	0.786	0.795
350	0.523	0.527

**定量法** 純度試験 (2) の検液の波長 326nm における吸光度 A より、次式により含量を求める。

$$\text{ビタミン A の含量 (mg)} = \frac{A \times V}{\text{WM} \times 100} \times 0.570$$

ただし、V : 測定に用いた検液の総 ~~ml~~ mL 数

WM : 検液 V ~~ml~~ mL 中の試料の g 数

### ビタミン A 油

Vitamin A in Oil

油性ビタミン A 脂肪酸エステル

**定義** 本品は、水産動物の新鮮な肝臓や幽門垂 など等 から得られた脂肪油、そのビタミン A (レチノール) 濃縮分、それらを食用油脂に溶かしたものの若しくはビタミン A 脂肪酸エステル (レチノール脂肪酸エステル) 又はこれらを食用油脂に溶かしたものである。

**含量** 本品 1 g は、ビタミン A として 30mg 以上を含有し、表示量の 90~120% のビタミン A を含む。ただし、ビタミン A 300mg は、100 万国単位に相当する。

**性状** 本品は、淡黄～帯赤淡黄色の油脂状の物質で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 「ビタミン A 脂肪酸エステル」の確認試験 (1), (2) を準用する。

**純度試験** (1) 酸価 2.8 以下

本品約 2 g を精密に量り、油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

~~「ビタミン A 脂肪酸エステル」の純度試験 (1) を準用する。~~

(2) 吸光度比 ビタミン A 脂肪酸エステルを含む場合は、「ビタミン A 脂肪酸エステル」の純度試



験(2)を準用する。

**定量法** 本品のビタミンAとして0.15mg以上に相当し、油脂1g以下を含む量を精密に量り、フラスコに入れ、~~無アルデヒドエタノール~~エタノール(無アルデヒド) 30~~mL~~mL及びピロガロール・エタノール(95)溶液(1→10) 1~~mL~~mLを加える。次に水酸化カリウム溶液(9→10) 3~~mL~~mLを加え、還流冷却器を付け、水浴上で30分間加熱し、けん化する。速やかに常温まで冷却し、水 30~~mL~~mLを加え、分液漏斗Aに移し、フラスコは水 10~~mL~~mL、次にビタミンA測定用ジエチルエーテル 40~~mL~~mLで洗い、洗液を分液漏斗Aに入れ、よく振り混ぜて放置する。水層を分液漏斗Bに分取し、ビタミンA測定用ジエチルエーテル 30~~mL~~mLでフラスコを洗った後、洗液を分液漏斗Bに入れ、振り混ぜて抽出する。水層はフラスコに分取し、ジエチルエーテル層は分液漏斗Aに合わせ、分取した水層は分液漏斗Bに入れ、ビタミンA測定用ジエチルエーテル 30~~mL~~mLを加え、振り混ぜて抽出する。ジエチルエーテル層は、分液漏斗Aに合わせる。これに水 10~~mL~~mLを加え、静かに2～3回倒立した後、放置し、分離した水層を除く。更に水 50~~mL~~mLずつで3回洗い、回が進むにつれて次第に強く振る。更に洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 50~~mL~~mLずつで洗った後、10分間放置する。水をできるだけ除き、ジエチルエーテル層を三角フラスコに移し、分液漏斗は、ビタミンA測定用ジエチルエーテル 10~~mL~~mLずつで2回洗い、洗液は、先の三角フラスコに合わせ、~~無水~~硫酸ナトリウム 5gを加えて振り混ぜた後、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナス型フラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはビタミンA測定用ジエチルエーテル 10~~mL~~mLずつで2回以上洗い、洗液をフラスコに合わせる。ジエチルエーテル抽出液を45℃の水浴中で振り動かしながら、アスピレーターを用いて濃縮して約 1~~mL~~mLとし、直ちにビタミンA測定用2-プロパノールを加えて溶かし、1~~mL~~mL中にビタミンA約3µgを含むように正確に薄め、検液とする。検液につき波長310nm、325nm及び334nmにおける吸光度A<sub>1</sub>、A<sub>2</sub>及びA<sub>3</sub>を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ビタミンAの含量 (mg/g)} = E_{1\text{cm}}^{1\%} (325\text{nm}) \times 0.549 \frac{(\text{mg/g})}{\text{g}}$$

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} (325\text{nm}) = \frac{A_2}{\text{WM}} \times \frac{V}{100} \times f$$
$$f = 6.815 - 2.555 \times \frac{A_1}{A_2} - 4.260 \times \frac{A_3}{A_2}$$

ただし、f：補正係数

V：検液の総~~mL~~mL数

WM：検液V~~mL~~mL中の試料のg数

なお、ビタミンA脂肪酸エステルを含む場合は、「ビタミンA脂肪酸エステル」の定量法を準用する。

**保存基準** 遮光した密封容器に入れ、空気を不活性ガスで置換して保存する。

### ビートレッド

Beet Red

アカビート色素

**定義** 本品は、ビート (~~Beta vulgaris Linné~~ Beta vulgaris L.) の根から得られた、イソベタ

ニン及びベタニンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 15 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

**性 状** 本品は、赤紫~暗紫色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 15 に換算して 1 g に相当する量を とり量り、酢酸緩衝液 (pH5.4) 50 mL を加えて溶かした液は、赤紫色を呈する。

(2) (1) の溶液 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、黄色に変わる。

(3) 本品に酢酸緩衝液 (pH5.4) を加えて溶かした液は、波長 525~540nm に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から、色価 15 に換算して 1 g に相当する量を とり量り、水 5 mL を加えて溶かし、更にメタノール 20 mL を加えてかき混ぜた後、毎分約 3,000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液 8 μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4:3:2) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値が 0.3~0.5 付近に紫色のスポットを認める。この薄層板をアンモニア蒸気を充満させた容器に入れ、30 分間以上放置するとき、スポットの赤紫色が淡灰~暗茶色に変わる。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロースを担体とし、60~80°C で 20 分間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として 10.2 μg/g 以下 (1.02.0 g, 第 1.2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ 硝酸塩 色価 15 当たり、 $\text{NO}_3$  として 0.27% 以下

本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、検液とする。別に硝酸イオン標準原液 0.2 mL、1 mL、10 mL 及び 50 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液、標準液及び標準原液をそれぞれ 20 μL ずつ量り、次の操作条件でイオンクロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液及び標準原液の硝酸イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線を作成する。更に検液の硝酸イオンのピーク高さ又はピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

操作条件

検出器 電気伝導度検出器

カラム充てん 填剤 全多孔性陰イオン交換体

カラム管 内径 4.6~6.0mm, 長さ 5~10cm のステンレス管

ガードカラム カラム管と同一の内径で同一の充てん 填剤 を充てん 填 したもの。

カラム温度 40°C

溶離液 ~~2.5mmol/L フタル酸と 2.4mmol/L トリス (ヒドロキシメチル) アミノメタンを含む水溶液 (pH4.0)~~ フタル酸 0.42 g 及び 2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール 0.29 g を水 1000mL に溶かす (pH4.0)。

流量 1.5 mL / 分

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

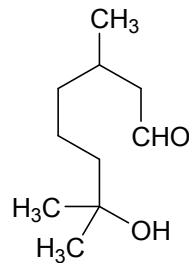
操作条件

測定溶媒 酢酸緩衝液 (pH5.4)

測定波長 波長 525～540nm の極大吸収部

### ヒドロキシシトロネラル

Hydroxycitronellal



$C_{10}H_{20}O_2$

分子量 172.26

7-Hydroxy-3,7-dimethyloctanal [107-75-5]

**含量** 本品は、ヒドロキシシトロネラル ( $C_{10}H_{20}O_2$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、スズランようのにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~本品 1ml に亜硫酸水素ナトリウム試液 5ml を加えて振り混ぜるとき、発熱して溶け、冷却するとき、結晶塊となる。~~

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.447 \sim 1.450$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.918 \sim 0.923$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.447 \sim 1.450$~~

~~(2) 比重 0.921～0.926~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0ml, 50vol%エタノール 3.0ml)~~

~~(4) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

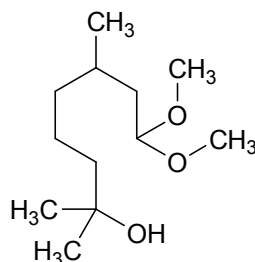
**定量法** ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、放置時間は、1 時間とする。~~

~~0.5mol/L 塩酸 1ml = 86.13mg  $C_{10}H_{20}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール

Hydroxycitronellal Dimethylacetal



C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub>

分子量 218.33

8,8-Dimethoxy-2,6-dimethyloctan-2-ol [141-92-4]

**含量** 本品は、ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール (C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub>) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、弱いスズランよ  
うのにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1mL にエタノール 1mL 及び 0.25mol/L 硫酸 1mL を加え、水浴中で振り混ぜながら約  
3分間加熱するとき、ヒドロキシシトロネラルのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比  
較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.441\sim1.444$

**比重**  $d_{20}^{20}=0.928\sim0.934$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.441\sim1.444$~~

~~(2) 比重 0.928～0.934~~

~~(3) 溶状 澄明 (2.0mL, 50vol%エタノール 4.0mL)~~

~~(4) (1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

(2) 溶状 澄明 (2.0mL, 50vol%エタノール 4.0mL)

~~(5) (3) ヒドロキシシトロネラル~~ 本品約 5 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又は  
ケトン類含量の第 2 法により定量するとき、試料 1 g に対応する 0.5mol/L 塩酸の消費量は、  
0.60~~mL~~以下である。ただし、放置時間は 1 時間とする。

**定量法** 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 1 法によ  
り定量し、次式により含量を求める。ただし、加熱時間は 5 分間とする。

ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール (C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>O<sub>3</sub>) の含量 (%)

$$\frac{(a - b) \times 109.2}{1,000} \times 100 \text{ ~~(%)~~}$$

ただし、a : 試料 1 g に対応する ~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L 水酸化  
カリウム・エタノール溶液 の消費量 (~~mL~~)

b : 純度試験 (5) で得た試料 1 g に対応する 0.5mol/L 塩酸の消費量 (~~mL~~)

### ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン

Hydroxypropyl Distarch Phosphate

[53124-00-8]

**定義** 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化し、酸化  
プロピレンでエーテル化して得られたものである。

**性状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験 (2) を準用する。

**純度試験** (1) ヒドロキシプロピル基 7.0%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、硫酸（1→36）25 mL を加えて水浴中で加熱して溶かし、冷後、水で正確に 100 mL とする。必要に応じてヒドロキシプロピル基が 4 mg/100 mL 以上とならないように希釈し、試料液とする。試料液 1 mL を正確に量り、25 mL の目盛り付試験管に入れ、冷水で冷却しながら硫酸 8 mL を滴下滴加する。よくかくはんした後、水浴中で正確に 3 分間加熱し、直ちに氷水中で冷却する。冷後、加工デンプン用ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意しながら管壁に沿って加え、直ちに振り混ぜ、25℃の水浴中に 100 分間放置する。硫酸を加えて 25 mL とし、栓をして静かに数回上下を反転させ、検液とし、直ちに吸光度測定用のセルに移し、正確に 5 分後に、~~対照液に対する~~ 590nm の吸光度を測定する。ただし、~~対照液は、~~同じ植物を基原とする未加工デンプンを用いて検液の場合調製と同様に操作し~~調製する~~て得た液を対照とする。別にプロピレングリコール約 ~~0.025 g~~ 25mg を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、この液 2 mL、4 mL、6 mL、8 mL 及び 10 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 50 mL とする。これらの液 1 mL ずつを正確に量り、25 mL の目盛り付試験管に入れ、冷水中で硫酸 8 mL を滴下滴加し、以下検液の場合調製と同様に操作して標準液とし、検量線を作成する。検量線から、検液中のプロピレングリコール濃度 (µg/mL) を求め、次式によりヒドロキシプロピル基の含量を求める。

ヒドロキシプロピル基の含量 (%)

$$= \frac{\text{検液中のプロピレングリコール濃度 (µg/mL)} \times 0.7763 \times \text{希釈率}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 100} \quad \text{---(\%)} \text{---}$$

(2) プロピレンクロロヒドリン類 1.0 µg/g 以下

本品 50.0 g を正確に量り、三角フラスコに入れ、硫酸（1→18）125 mL 加え、内容物をよく分散させる。緩く栓をして水浴中で 10 分間加熱し、内容物をよく混合し、更に 30 分間加熱する。ただし、コムギ由来のデンプン等、加水分解を受けにくいデンプンでは、加熱時間を長くする。冷後、水酸化ナトリウム溶液（1→4）を加えて pH 7 とする。ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過し、別のフラスコに入れる。元のフラスコ及びろ紙上の残留物を水 25 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。この液に無水硫酸ナトリウム 30 g を加え、5～10 分間かくはんした後、分液漏斗に移し、フラスコを水 25 mL で洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。沈殿が残る場合には、少量の水を加えて溶かし、ジエチルエーテル 50 mL で 5 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 3 g を加え、ろ紙を用いてろ過し、フラスコとろ紙をジエチルエーテル 25 mL で洗い、洗液をろ液に合わせる。約 40℃の水浴中で大気圧下にて、4 mL に濃縮し、冷後、ジエチルエーテルを加えて正確に 5 mL とし、検液とする。別にプロピレンクロロヒドリン約 ~~0.05 g~~ 50mg を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準原液とする。未加工ワキシコーンスターチ 50.0g ずつを 5 個の三角フラスコに量り、硫酸（1→18）125 mL を加える。各フラスコに、標準原液 0 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL 又は 5 mL を正確に加え、以下検液の場合調製と同様に操作して標準液を調製とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 mL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。標準液のプロピレンクロロヒドリンの 1-クロロ-2-プロパノールと 2-クロロ-1-プロパノールのピーク面積を測定し、ピークの合計面積と標準液に含まれるプロピレンクロロヒドリン濃度から、検量線を作成する。検液の 1-クロロ-2-プロパノールと 2-クロロ-1-プロパノールのピークの合計面積を求め、検量線を用いて検液中のプロピレンクロロヒドリン類の

濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) を求め、次式により試料中のプロピレンクロロヒドリン類の含量を求める。

プロピレンクロロヒドリン類の含量 ( $\mu\text{g}/\text{g}$ )

検液中のプロピレンクロロヒドリン類の濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )  $\times 5$

$= \frac{\quad}{\quad} \text{---} (\mu\text{g}/\text{g}) \text{---}$

乾燥物換算した試料の採取量 (g)

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 230°C

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m の ~~ケイ酸ガラス製の細管~~ フューズドシリカ管の内面 に, ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40°C で 2 分間保持した 後, 毎分 5°C で 80°C まで 昇温し, 80°C に到達後を 8 分間保持する。 その後更に, 毎分 25°C で 230°C まで 昇温し, 230°C に到達後を 5 分間保持する。

注入口温度 150°C

注入方式 スプリットレス (注入 1 分後にページ開始)

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 1-クロロ-2-プロパノールの保持時間が約 15 分になるように調整する。

(3) リン P として 0.14% 以下

「アセチル化リン酸架橋デンブン」の純度試験 ~~(4)~~ (3) を準用する。

(4) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(6) 二酸化硫黄 50 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンブン」の純度試験 (5) を準用する。

乾燥減量 21.0% 以下 (~~120°C,~~ 13.3kPa 以下, 120°C, 4 時間)

### ヒドロキシプロピルセルロース

Hydroxypropyl Cellulose

2-Hydroxypropyl ether of cellulose [9004-64-2]

**定義** 本品は、セルロースのヒドロキシプロピルエーテルである。

**含量** 本品を乾燥させたものは、ヒドロキシプロポキシ基 ( $-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}=75.09$ ) 80.5% 以下を含む。

**性状** 本品は、白～帯黄白色の粉末又は粒で、においが無い。本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁した粘稠な液体となる。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  1000) を激しく振り混ぜるとき、持続する泡を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  500) 5  $\text{mL}$  に硫酸銅 (II) 五水和物 溶液 (1  $\rightarrow$  20) 5  $\text{mL}$  を加えるとき、沈殿を生じない。

pH 5.0~8.0 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH5.0~8.0 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(2)~~ (1) プロピレンクロロヒドリン 1.0 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下

本品 1.0 g を量り、ジエチルエーテル 5  $\text{mL}$  を正確に加えて栓をし、10 分間超音波抽出する。

この液を遠心分離し、上澄液を検液とする。別にプロピレンクロロヒドリン ~~0.030g~~30mg を量り、ジエチルエーテルを加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この液 1~~mL~~mL を正確に量り、ジエチルエーテルを加えて正確に 50~~mL~~mL とする。更に、この液 1~~mL~~mL を正確に量り、ジエチルエーテルを加えて正確に 20~~mL~~mL とし、標準液とする。

検液及び標準液をそれぞれ 1~~μL~~μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、プロピレンクロロヒドリンのピーク面積を測定する。検液のピーク面積は標準液のピーク面積を超えない。

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 230℃

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40℃で2分間保持した後、毎分 5℃で 80℃まで昇温し、80℃に到達後、~~を~~を 8分間保持する。その後、毎分 25℃で 230℃まで昇温し、230℃に到達後、~~を~~を 5分間保持する。

注入口温度 150℃

注入方式 スプリットレス

キャリアーガス 窒素

流量 プロピレンクロロヒドリンのピークが約 15 分後に現れるように調整する。

~~(3)~~(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~2μg/g 以下 (~~5.0~~2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

乾燥減量 5.0%以下 (105℃, 4 時間)

強熱残分 0.50%以下

#### 定量法 (1) 装置

分解瓶: 5~~mL~~mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20mm、首部までの高さが 50mm、高さ約 30mm までの容積が 2~~mL~~mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。加熱時に内容物が漏れないことをあらかじめ確認する。

加熱器: 厚さ 60~80mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6mm、深さ 32mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を有するもの。

(2) 操作法 本品を乾燥し、その約 ~~0.065g~~65mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 ~~0.065g~~65mg、内標準溶液 2.0~~mL~~mL 及びヨウ化水素酸 2.0~~mL~~mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。ただし、内標準溶液はオクタン・*o*-キシレン溶液 (1→25) とする。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150℃で 5 分ごとに振り混ぜながら 30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が ~~0.010g~~10mg 以下であることを確認し、上層を検液とする。別にアジピン酸 ~~0.065g~~65mg、内標準溶液 2.0~~mL~~mL 及びヨウ化水素酸 2.0~~mL~~mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 50~~μL~~μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準液とする。検液及び標準液を 1~~μL~~μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_T$  及び標準液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_S$  を求め、次式によりヒドロキシプロポキシ基の含量を求める。

ヒドロキシプロポキシ基 ( $-OC_3H_6OH$ ) の含量 (%) =

$$\frac{WM_s}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 44.17 \text{ (％)}$$

ただし、 $WM_s$  : 標準液中のヨウ化イソプロピルの量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 20% のメチルシリコーンポリマー

担体 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径約 3mm, 長さ約 3m のガラス管

カラム温度 100 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 オクタンピークが約 10 分後に現れるように調整する。

カラムの選定 標準液 1  $\mu$ L につき, 上記の操作条件で操作するとき, ヨウ化イソプロピル, オクタンの順に流出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

### ヒドロキシプロピルデンプン

Hydroxypropyl Starch

[9049-76-7]

**定義** 本品は, デンプンを酸化プロピレンでエーテル化して得られたものである。

**性状** 本品は, 白~類白色の粉末, 薄片又は顆粒で, においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) ヒドロキシプロピル基 7.0%以下

「ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(1)を準用する。

(2) プロピレンクロロヒドリン類 1.0 $\mu$ g/g 以下

「ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2.0 $\mu$ g/g 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3.0 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50 $\mu$ g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (~~120~~  $^{\circ}$ C, 13.3kPa 以下, 120 $^{\circ}$ C, 4時間)

### ヒドロキシプロピルメチルセルロース

Hydroxypropyl Methylcellulose

A mixed methyl and 2-hydroxypropyl ether of cellulose [9004-65-3]

**定義** 本品は, セルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである。

**含量** 本品を乾燥したものは, メトキシ基 (-OCH<sub>3</sub>=31.03) 19.0~30.0%及びヒドロキシプロ



ロポキシ基 ( $-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}=75.09$ ) 3.0~12.0%を含む。

**性状** 本品は、白~帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか又はわずかに特異なにおいがある。本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁した粘稠な液体となる。

**確認試験** (1) 本品 1 g に熱湯 100 mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却し、試料液とする。試料液 5 mL にアントロン試液を穏やかに加えるとき、境界面は青~青緑色を呈する。  
(2) (1) で得た試料液 0.1 mL に硫酸 (9→10) 9 mL を加えて振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水中で冷却し、ニンヒドリン溶液 (1→50) 0.6 mL を注意して加え、振り混ぜて 25℃ で放置するとき、液は初め紅赤色を呈し、更に 100 分間以内に紫色に変わる。  
(3) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 $3,465\text{cm}^{-1}$ 、 $2,900\text{cm}^{-1}$ 、 $1,375\text{cm}^{-1}$  及び  $1,125\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**pH** 5.0~8.0 (1.0 g, 熱湯 100 mL)

**純度試験** (1) ~~液性 pH5.0~8.0 (1.0 g, 熱湯 100 mL)~~

~~(2)~~ (1) 塩化物 Cl として 0.28% 以下

本品 1.0 g に熱湯 30 mL を加えてよくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜してろ過する。残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL に希硝酸 10% 硝酸試液 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を用いる。

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(4)~~ (3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 2.01.5 µg/g 以下 (1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 8.0% 以下 (105℃, 1 時間)

**強熱残分** 1.5% 以下 (乾燥物換算)

**定量法** (1) 装置

分解瓶: 5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm, 首部までの高さが 50 mm, 高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。加熱時に内容物が漏れないことをあらかじめ確認する。

加熱器: 厚さ 60~80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm, 深さ 32 mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を ±1℃ の範囲で調節できる構造を有するもの。

(2) 操作法 本品を乾燥し、その約 0.065 g 65 mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065 g 65 mg, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。ただし、内標準溶液はオクタン・o-キシレン溶液 (1→25) とする。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150℃ で 5 分ごとに振り混ぜながら 30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 0.010 g 10 mg 以下であることを確認し、上層を検液とする。別にアジピン酸 0.065 g 65 mg, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 15 µL を加え、その質量を精密に量り、同様にして定量用ヨウ化メチル 定量用ヨードメタン 45 µL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準液とする。検液及び標準液を 2 µL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比  $Q_{\text{Ta}}$  及び  $Q_{\text{Tb}}$  並びに標準液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル

及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 $Q_{Sa}$ 及び $Q_{Sb}$ を求め、以下の式によりメトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基の含量を求める。

$$\begin{aligned} \text{メトキシ基}(-\text{CH}_3\text{O})\text{の含量}(\%) &= \frac{WM_{Sa}}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times 21.86(\%) \\ \text{ヒドロキシプロポキシ基}(-\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2)\text{の含量}(\%) &= \frac{WM_{Sb}}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times 44.17(\%) \end{aligned}$$

ただし、 $WM_{Sa}$ ：標準液中のヨウ化メチルの量(g)

$WM_{Sb}$ ：標準液中のヨウ化イソプロピルの量(g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して20%メチルシリコーンポリマー

担体 180~250 $\mu\text{m}$ のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径約3mm、長さ約3mのガラス管

カラム温度 100 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアガス ヘリウム

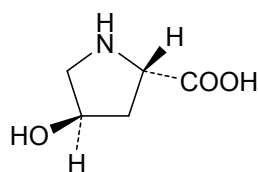
流量 オクタンのピークが約10分後に現れるように調整する。

カラムの選定 標準液2 $\mu\text{L}$ につき、上記の操作条件で操作するとき、ヨウ化メチル、ヨウ化イソプロピル、オクタンの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

### L-ヒドロキシプロリン

L-Hydroxyproline

L-オキシプロリン



$\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3$

分子量 131.13

(2*S*,4*R*)-4-Hydroxypyrrolidine-2-carboxylic acid [51-35-4]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-ヒドロキシプロリン( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3$ )98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに甘い。

**確認試験** 本品の水溶液(1→1,000)5 $\mu\text{L}$ にニンヒドリン溶液(1→50)1 $\mu\text{L}$ を加え、水浴中で3分間加熱するとき、黄色を呈する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = -74.0 \sim -77.0^{\circ}$  (4g, 水, 100mL, 乾燥物換算)

pH 5.0~6.5 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = -74.0 \sim -77.0^\circ$

~~本品約 4 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 100mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

(2) (1) 溶状 無色，ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)

(3) ~~液性 pH5.0~6.5 (1.0 g, 水 10mL)~~

(4) (2) 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (~~0.070g~~ 70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

(5) ~~重金属 Pb として 20μg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(6) (4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3μg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 3 時間)

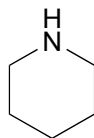
強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 13.11mg  $C_5H_9NO_3$

ピペリジン

Piperidine



$C_5H_{11}N$

分子量 85.15

Piperidine [110-89-4]

含量 本品は、ピペリジン ( $C_5H_{11}N$ ) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) ~~屈折率~~  $n_D^{20} = 1.450 \sim 1.454$

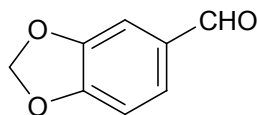
(2) ~~比重~~  $d_{25}^{25} = 0.858 \sim 0.862$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件 (2) により定量する。

ピペロナル

Piperonal

ヘリオトロピン



C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>

分子量 150.13

Benzo[d][1,3]dioxole-5-carbaldehyde [120-57-0]

含 量 本品を乾燥したものは、ピペロナル (C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>) 99.098.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は塊で、ヘリオトロップのようにおいがある。

確認試験 (1) ~~本品 0.1g に硫酸 2ml を加えて溶かし、ベンゾルシン・エタノール溶液 (1→20) 2 滴を加えるとき、液は、暗赤色を呈する。~~

(2) ~~本品 1g を加温して溶かし、亜硫酸水素ナトリウム試液 5ml を加え、振り混ぜながら水浴中で加熱するとき、白色の結晶塊を生じる。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

純度試験 (1) ~~融 点 36~37.5°C~~

(2) ~~溶状 澄明 (1.0g, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(3) ~~重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(4) ~~ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0µg/g 以下 (0.50g, 第 4 法, 装置 B)~~

純度試験 酸価 3.0 以下 (香料試験法)

乾燥減量 ~~0.50% 以下 (4 時間)~~

強熱残分 ~~0.05% 以下~~

定量法 ~~本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、放置時間は 15 分間とする。~~

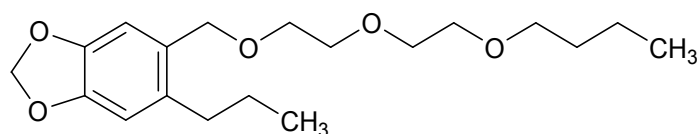
~~0.5mol/L 塩酸 1ml = 75.07mg C<sub>8</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>~~

本品のアセトン溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

ピペロニルブトキシド

Piperonyl Butoxide

ピペロニルブトキサイド



C<sub>19</sub>H<sub>30</sub>O<sub>5</sub>

分子量 338.44

5- {[2-(2-Butoxyethoxy)ethoxy] methyl} -6-propylbenzo[d][1,3]dioxole [51-03-6]

性 状 本品は、淡黄無～淡褐色の透明な油状の液体で、においがいいか又はわずかににおいがあ

確認試験 (1) 本品のメタノール溶液 (1→1,000) 0.5ml にタンニン酸・酢酸試液 20ml を加え、水浴中で時々振り混ぜながら加熱するとき、液は、青色を呈する。

(2) 本品の 90vol%メタノール溶液 (1→100,000) は、波長 236~240nm 及び 288~292nm に極大

吸収部があり、236～240nmにおける吸光度と288～292nmにおける吸光度との比は、~~1.22~~1.13～1.24である。

屈折率  $n_D^{20}=1.497\sim1.512$

比重  $d_{20}^{20}=1.05\sim1.07$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.497\sim1.512$~~

~~(2) 比重 1.05～1.07~~

~~(3) (1) 色調~~ 本品の色調は、~~塩化第一コバルト~~塩化コバルト (II) 比色標準原液 1.4mL、~~塩化第二鉄~~塩化鉄 (III) 比色標準原液 4.3mL 及び硫酸銅 (II) 比色標準原液 0.3mL を混和した液の色調より濃くない。

~~(4) 重金属~~ 本品 15mL を量り、分液漏斗に入れ、水 15mL 及び塩酸 (1→4) 3 滴を加えて 3 分間激しく振り混ぜ、静置した後、上層をとる。これにアセトン 5mL を加え、硫化ナトリウム試液 2 滴を加えるとき、液は濁らない。また暗色を呈さない。

(2) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5) (3) 塩素化合物 Cl~~ として 0.035% 以下

本品 0.50 g を量り、磁製のるつぼに入れ、~~無水~~炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 2 mL を加え、時々揺り動かしながら水浴上で 1 時間加熱し、ほとんど蒸発乾固する。これに炭酸カルシウム 1 g を加え、弱く加熱してほとんど炭化した後、約 600°C に加熱してほとんど灰化する。冷後、残留物に硝酸 (1→10) 35 mL を徐々に加えて溶かし、ろ過する。不溶物を水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に炭酸カルシウム 1 g を量り、~~無水~~炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 2 mL を加え、硝酸 (1→10) 35 mL を徐々に加えて溶かし、ろ過する。不溶物を水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、0.01mol/L 塩酸 0.50 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。両液に硝酸銀溶液 (1→50) 0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

~~(6) (4) 蒸留試験~~ 194°C までの蒸留残留物 85.0% 以上、203°C までの蒸留残留物 5.0% 以下

本品 25 g を量り、あらかじめ質量を精密に量った 100 mL のナス形~~型~~フラスコに入れて質量を精密に量り、0.53kPa の減圧下で 194°C まで蒸留し、フラスコ内の残留物の質量を精密に量る。更に 0.53kPa の減圧下で 203°C まで蒸留し、フラスコ内の残留物の質量を精密に量る。

### 氷酢酸

Glacial Acetic Acid

$\text{H}_3\text{C}-\text{COOH}$

$\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$

分子量 60.05

Acetic acid [64-19-7]

**含量** 本品は、酢酸 ( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ) 99.0% 以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶塊又は無色澄明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→4) は、酸性である。

(2) 本品の水溶液 (1→4) は、酢酸塩の反応を呈する。

**凝固点** 14.5°C 以上

**純度試験** ~~(1) 凝固点 14.5°C 以上~~

~~(2) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pbとして0.5 $\mu$ g/g以下 (8.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4)(3) 易酸化物 本品2.0gを量り, 水10mLを加えて溶かし, 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液0.10mLを加えるとき, 液の紅赤色は30分以内に消えない。

~~(5)(4)~~ 蒸発残留物 0.010%以下

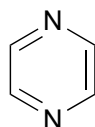
本品20.0gを量り, 蒸発した後, 100°Cで2時間乾燥し, 残留物の質量を量る。

**定量法** 本品約1gを精密に量り, 水40mLを加え, 1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)。

1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mL=60.05mg C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>

ピラジン

Pyrazine



C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>

分子量 80.09

Pyrazine [290-37-9]

**含量** 本品は, ピラジン (C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は, 白~淡黄色の固体で, 特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を粉末にして窓板に挟み, 加温して溶解させ, 冷後, 赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

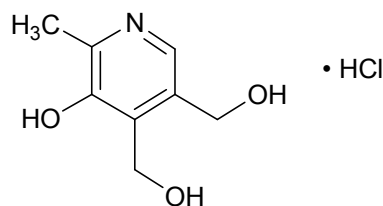
~~純度試験~~融点 51~55°C

**定量法** 本品0.1gを量り, ~~エタノール1mLを加えて溶かしのエタノール (95) 溶液 (1→10) を検液とし~~, 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

ピリドキシン塩酸塩

Pyridoxine Hydrochloride

ビタミンB6



C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub> · HCl

分子量 205.64

(5-Hydroxy-6-methylpyridine-3,4-diyl)dimethanol monohydrochloride [58-56-0]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、ピリドキシリン塩酸塩 ( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10,000) 1 mL に、2,6-ジブロモキノロンクロロイミド 2,6-ジブロモ-N-クロロ-p-ベンゾキノノイミン・エタノール (95) 溶液 (1→4,000) 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えるとき、液は、青色を呈する。また、あらかじめホウ酸飽和溶液 1 mL を加えた後、この試験を行うとき、液は、青色を呈さない。

(2) 本品は、塩化物の反応を呈する。

~~純度試験 (1) 融 点 203~209°C (分解)~~

~~(2) 液性 pH 2.5~3.5 (0.50 g, 水 25 mL)~~

~~(3) 重金属 Pb として 30 µg/g 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 3.0 mL)~~

純度試験 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

乾燥減量 0.50%以下 (4時間)

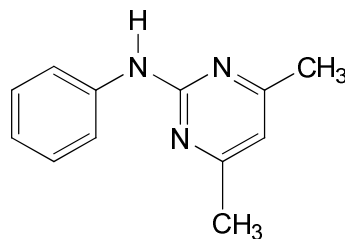
強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、酢酸 5 mL 及び無水酢酸 5 mL を加え、穏やかに煮沸して溶かす。冷後、無水酢酸 30 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する (指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 1 mL)。終点は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正し、更に乾燥物換算を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 20.56 mg  $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$

### ピリメタニル (2013年8月6日告示)

Pyrimethanil



$C_{12}H_{13}N_3$

分子量 199.25

*N*-(4,6-dimethylpyrimidin-2-yl)aniline [53112-28-0]

含 量 本品は、ピリメタニル ( $C_{12}H_{13}N_3$ ) 96.0~101.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末で、においが無い。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融 点 96~98°C

~~純度試験 (1) 融点 96~98°C~~

~~(2) 鉛 Pb として 2.0 2 µg/g 以下 (5.0 g, 第1法)~~ (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

水分 1.0%以下 (2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

定量法 本品及び定量用ピリメタニル約 ~~0.05 g~~ 50mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50mL とする。これらの液 1 mL ずつを正確に量り、それぞれアセトニトリル／水混液 (3 : 1) を加えて正確に 20mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のピリメタニルのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ピリメタニル (C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{定量用ピリメタニルの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 100 \text{ (\%)} \quad \text{---}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 268nm)

カラム充てん剤 5µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 24~40°C 付近の一定温度

移動相 アセトニトリル 750mL に水 250mL を加え、更に酢酸アンモニウム 2 g を加えて溶かす。

流量 ピリメタニルの保持時間が 5~6 分になるように調整する。

#### 微粒二酸化ケイ素

Silicon Dioxide (fine)

微粒シリカゲル

SiO<sub>2</sub>

分子量 60.08

Silicon dioxide

含量 本品を強熱したものは、二酸化ケイ素 (SiO<sub>2</sub>) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、平均粒子径 15µm 以下の滑らかな触感をもつ白色の微細な粉末で、においがなく、味がない。

確認試験 本品 0.2 g を白金製のろつぼにとり、フッ化水素酸 5 mL を加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

純度試験 (1) 水可溶物 乾燥物に対し 5.0%以下

本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その 2.0 g を量り、水 60 mL を加え、電磁式かくはん機で 15 分間よくかき混ぜた後、メンブランフィルター (孔径 0.45µm) を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っている場合は、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に加え、更に水を加えて 100 mL とする。この液 50 mL を量り、蒸発乾固し、残留物を 105°C で 2 時間乾燥し、質量を量る。

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品を 105°C で 2 時間乾燥し、その 5.0 g を量り、塩酸 (1→4) 50ml を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 1 時間加熱し、冷後、ろ過する。容器及びろ紙上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に加え、更に水を加えて 100ml とし、これを A 液とする。A 液 20ml を量り、~~



~~酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(2) 鉛 Pb として  $5\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.80 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20ml を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5ml で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $2.01.5\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (5.0 g (105°C, 2 時間乾燥), 標準色 ヒ素標準液 3.0ml, 装置 B)

乾燥した本品に塩酸 (1→4) 50ml を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 1 時間加熱し、冷後、ろ過する。容器及びろ紙上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に加え、更に水を加えて 100ml とし、これを A 液とする。~~(2) の A 液 20ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。~~

(4) ナトリウム  $\text{Na}_2\text{O}$  として 0.20% 以下

~~(2)(3) の A 液 5ml に水を加えて 100ml とし、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130°C で 2 時間乾燥した後、その 1.886 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000ml とする。この液 5.0ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ  
分析線波長 589.0nm  
支燃性ガス 空気  
可燃性ガス アセチレン

(5) アルミニウム  $\text{Al}_2\text{O}_3$  として 0.20% 以下

~~(2)(3) の A 液 20ml に水を加えて 100ml とし、検液とする。別に硫酸アルミニウムカリウム 12 水和物硫酸カリウムアルミニウム・12 水 2.33 g を正確に量り、塩酸 5ml 及び水を加えて溶かして正確に 100ml とする。この液 2.0ml を正確に量り、水を加えて正確に 250ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

操作条件

光源ランプ アルミニウム中空陰極ランプ  
分析線波長 309.3nm  
支燃性ガス 亜酸化窒素  
可燃性ガス アセチレン

(6) 鉄  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  として  $0.50\text{mg}/\text{g}$  以下

~~(2)(3) の A 液 20ml に水を加えて 100ml とし、検液とする。別に硫酸第三鉄アンモニウム 12 水和物硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 6.04 g を正確に量り、塩酸 20ml 及び水を加えて溶かして正確に 1,000ml とする。この液 5.0ml を正確に量り、塩酸 10ml 及び水を加えて正確に 1,000ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。~~

### 操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

乾燥減量 7.0%以下 (105°C, 2時間)

強熱減量 8.5%以下 (~~105°C, 2時間~~, 次に1,000°C乾燥物, 1000°C, 30分間)

定量法 本品を強熱し, その約1gを精密に量り, あらかじめ1,000°Cで30分間強熱してデシケーター中で放冷した白金製のるつぼに入れ, 質量~~w~~M (g)を精密に量り, エタノール (95) 4滴及び硫酸2滴を加え, 更に十分量のフッ化水素酸を加え, 水浴上で蒸発乾固する。冷後, 残留物にフッ化水素酸 5 mLを加え, 蒸発乾固した後, 550°Cで1時間加熱し, 更に徐々に温度を上げ, 1,000°Cで30分間強熱し, デシケーター中で放冷する。次に質量~~w~~m (g)を精密に量り, 次式により含量を求める。

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{WM (g)} - \text{wm (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

### ピロ亜硫酸カリウム

Potassium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸カリウム

$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$

分子量 222.33

Potassium disulfite [16731-55-8]

含量 本品は, ピロ亜硫酸カリウム ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) 93.0%以上を含む。

性状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 本品は, カリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0g, 水 10 mL)

~~(2) 重金属 Pbとして10µg/g以下~~

~~本品2.0gを量り, 熱湯15mLを加えて溶かし, 塩酸5mLを加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯10mL及び塩酸2mLを加え, 再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸(1→20)2mL及び水を加えて溶かして50mLとし, 必要があればろ過し, 検液とする。比較液は, 鉛標準液2.0mLを量り, 酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え, 時計皿等で覆い, 穏やかに5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。なお, 試料が溶けない場合は, 蒸発乾固した後, 残留物に塩酸(1→4)20mLを加え, 穏やかに5分間沸騰させる。冷後, 試料液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (5.0g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~本品5.0gを量り, に水を加えて溶かして25mLとする。この液5mLを量り, 硫酸1mLを加え, 約2mLになるまで蒸発濃縮した後, 水を加えて10mLとし, この液5mLを量り, 検液とする。装置Bを用いる。~~

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 5.558mg  $K_2S_2O_5$

### ピロ亜硫酸ナトリウム

Sodium Metabisulfite

Sodium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸ナトリウム

酸性亜硫酸ソーダ

$Na_2S_2O_5$

分子量 190.11

Sodium disulfite [7681-57-4]

含量 本品は，ピロ亜硫酸ナトリウム ( $Na_2S_2O_5$ ) 93.0%以上を含む。

性状 本品は，白色の粉末で，二酸化硫黄のにおいがある。

確認試験 本品は，ナトリウム塩の反応及び亜硫酸塩の反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 わずかに微濁 (0.50 g, 水 10 mL)

~~(2) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下~~

~~本品 2.0 g を量り，熱湯 15 mL を加えて溶かし，塩酸 5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に熱湯 10 mL 及び塩酸 2 mL を加え，再び水浴上で蒸発乾固する。この残留物に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし，更に水を加えて 50 mL とし，必要があればろ過し，検液とする。比較液は，鉛標準液 2.0 mL を量り，酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え，時計皿等で覆い，穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後，試料液とする。なお，試料が溶けない場合は，蒸発乾固した後，残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え，穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後，試料液とする。

(3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

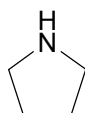
本品 ~~0.50 g を量り，~~ に 水 10 mL を加えて溶かし，硫酸 1 mL を加え，ホットプレート上で白煙を生じるまで加熱し，水を加えて 5 mL とし，検液とする。~~装置 B を用いる。~~

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り，亜硫酸塩定量法により定量する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 mL = 4.753mg  $Na_2S_2O_5$

### ピロリジン

Pyrrolidine



$C_4H_9N$

分子量 71.12

Pyrrolidine [123-75-1]

含 量 本品は、ピロリジン (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>N) 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}$  = 1.440 ~ 1.446~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25}$  = 0.853 ~ 0.863~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。ただし、カラムは、内径 0.25 ~ 0.53 mm、長さ 30 ~ 60m の ケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面 に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25 ~ 1 μm の厚さで被覆したものを 使用 ~~す~~ 用 いる。

ピロリン酸四カリウム  
Potassium Pyrophosphate  
ピロリン酸カリウム

K<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

分子量 330.34

Potassium diphosphate [7320-34-5]

含 量 本品を乾燥したものは、ピロリン酸四カリウム (K<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) 98.0 ~ ~~101.0~~ % 以上 を含む。

性 状 本品は、無 ~ 白色の結晶性の粉末若しくは塊又は白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.1 g に水 ~~10 mL~~ 1 mL 及び硝酸 2 ~ 3 滴を加えて溶かし、硝酸銀溶液 (1 → 50) 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

pH 10.0 ~ 10.7 (1.0 g, 水 100 mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、微濁 (0.50 g, 水 ~~20 mL~~ 1 mL)

~~(2) 液性 pH 10.0 ~ 10.7 (1.0 g, 水 100 mL)~~

~~(3) (2) 塩化物 Cl として 0.011% 以下 (1.0 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL)~~

~~(4) (3) 正リン酸塩 本品 1.0 g を量り、硝酸銀溶液 (1 → 50) 2 ~ 3 滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。~~

~~(5) (4) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.019% 以下 (1.0 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL)~~

~~(6) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 30 mL 及び硝酸 3 ~ 4 滴を加えて溶かし、酢酸 (1 → 20) 又はアンモニア試液を加えて中和し、更に酢酸 (1 → 20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1 → 20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(5) 鉛 Pb として 4 μg/g 以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に硝酸 5 mL 及び水 25 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

~~(7) (6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 7.0% 以下 (110°C, 4 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 3 g を精密に量り、水 ~~75 mL~~ 1 mL を加えて溶かし、約 15°C に保ち、1

mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 3~4 滴)。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 165.2 mg  $K_4P_2O_7$

### ピロリン酸二水素カルシウム

Calcium Dihydrogen Pyrophosphate

酸性ピロリン酸カルシウム

$CaH_2P_2O_7$

分子量 216.04

Calcium dihydrogendiphosphate [14866-19-4]

**含 量** 本品を乾燥したものは、ピロリン酸二水素カルシウム ( $CaH_2P_2O_7$ ) 90.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色の結晶又は粉末である。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g に水 10 mL を加え、振り混ぜた液は、酸性である。

(2) 本品 0.2 g に硝酸 (1→10) 5 mL を加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液 2 mL を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.3 g に水 9 mL 及び塩酸 (1→4) 1 mL を加え、加温して溶かし、冷後ろ過し、ろ液に ~~シュウ酸アンモニウム~~ シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→30) 3 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じ、これに塩酸 (1→30) 5 mL を追加するとき、沈殿は溶ける。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.40%以下

あらかじめガラスろ過器 (1 G 4) を 110°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 5.0 g を量り、塩酸 (1→4) 100 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置する。不溶物は先のガラスろ過器でろ取し、水 30 mL で洗い、ガラスろ過器と共に 110°C で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

(2) 正リン酸塩 本品 1.0 g を量り、硝酸銀溶液 (1→50) 2~3 滴を滴加するとき、著しい黄色を呈さない。

~~(3) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、塩酸 (1→4) 3.5 mL 及び水 30 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、ろ過する。ろ液に振り混ぜながらわずかに沈殿が生じるまでアンモニア試液を滴加した後、少量の塩酸 (1→4) を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 4 µg/g 以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はブロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。 ~~装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 5.0%以下 (150°C, 4 時間)

**定 量 法** 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 20 mL を加えて煮沸し、冷後、

水を加えて正確に 200~~mL~~とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第2法により定量する。

0.02mol/L ~~EDTA~~エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 ~~mL~~=4.321mg CaH<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

7

### ピロリン酸二水素二ナトリウム

Disodium Dihydrogen Pyrophosphate

酸性ピロリン酸ナトリウム

Na<sub>2</sub>H<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

分子量 221.94

Sodium dihydrogendiphosphate [7758-16-9]

**含量** 本品を乾燥したものは、ピロリン酸二水素二ナトリウム (Na<sub>2</sub>H<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 10~~mL~~に硝酸銀溶液 (1→50) 1 ~~mL~~を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 3.8~4.5 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** (1) 水不溶物 0.80%以下

あらかじめガラスろ過器 (1 G 4) を 110°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 5.0 g を量り、水 100~~mL~~を加えて溶かし、時々振り混ぜながら 1 時間放置する。不溶物は先のガラスろ過器でろ取し、水 30~~mL~~で洗い、ガラスろ過器と共に 110°C で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

~~(2) 液性 pH3.8~4.5 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.057%以下 (0.25 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.40~~mL~~)

~~(4)(3)~~ 正リン酸塩 本品 1.0 g を量り、硝酸銀溶液 (1→50) 2~3 滴を滴加するとき、著しい黄色を呈さない。

~~(5)(4)~~ 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.038%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40~~mL~~)

~~(6) 重金属 Pbとして 20µg/g以下~~

~~本品 1.0 g を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水 30mL を加えて溶かし、必要があればろ過し、水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(5) 鉛 Pbとして 4µg/g以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に硝酸 5 mL 及び水 25mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

~~(7)(6)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~3µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**乾燥減量** 5.0%以下 (110°C, 4 時間)

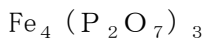
**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、硝酸 5 ~~mL~~及び水 25~~mL~~を加え、蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸し、冷後、水を加えて正確に 500~~mL~~とし、必要があれば乾燥ろ紙でろ過し、検液とする。検液 5 ~~mL~~を正確に量り、バナジン酸・モリブデン酸試液 20~~mL~~及び水を加えて正確に 100~~mL~~とし、よく振り混ぜて 30 分間放置した後、波長 400nm における吸光度を測定す

る。対照液には、水 5 mL を用いて検液の場合と同様に操作し、~~調製するた液を用いる~~。別にリン酸~~カリウム~~リン標準液 10 mL を正確に量り、硝酸（1→25）20 mL を加え、更に水を加えて正確に 250 mL とする。この液 10 mL、15 mL 及び 20 mL をそれぞれ正確に量り、検液の場合と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液 5 mL 中のリン（P）の質量（g）を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned}
 & \text{ピロリン酸二水素二ナトリウム (Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7) \text{ の含量 (\%)} \\
 & \frac{\text{検液 5 mL 中のリン (P) の質量 (g)} \times 3.583 \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)}
 \end{aligned}$$

### ピロリン酸第二鉄

Ferric Pyrophosphate



分子量 745.21

Iron(III)diphosphate

**含 量** 本品を強熱したものは、ピロリン酸第二鉄 ( $\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3$ ) 95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、黄～黄褐色の粉末で、においがなく、わずかに鉄味がある。

**確認試験** (1) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム溶液（1→25）10 mL を加え、生じた赤褐色の沈殿をろ過する。ろ紙上の残留物に塩酸（1→4）を加えて溶かした液は、第二鉄塩鉄(III)塩の反応を呈する。

(2) (1)のろ液を硝酸（1→10）で弱酸性とし、これに硝酸銀溶液（1→50）を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁

本品 0.10 g を量り、塩酸（1→2）5.0 mL を加えて溶かし、水を加えて 20 mL とし、検液とする。

(2) 塩化物 Cl として 3.55%以下

本品 1.00 g を量り、硝酸（1→2）5 mL を加えて水浴中で加熱して溶かす。これにフェノールフタレイン試液数滴及び水酸化ナトリウム溶液（1→25）50 mL を加え、よく振り混ぜた後、水を加えて 100 mL とし、約 10 分間放置した後、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。この液 2.0 mL を量り、硝酸（1→10）で中和し、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を用いる。

(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.12%以下

(2)のろ液 40 mL を量り、塩酸（1→4）で中和し、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 0.50 g を量り、磁製皿に入れ、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴中で穏やかに蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→2）5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸（1→2）5 mL ずつで 3 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次にジエチルエーテルを加えて振り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く操作を、ジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、更にジエチルエーテル 20 mL ずつで 3 回行う。この水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.2 g を加えて溶かし、水浴中で~~

~~10分間加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。次にほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加した後、塩酸(1→2)1mlを加え、酢酸(1→20)4ml、酢酸ナトリウム溶液(2→15)4ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlを量り、磁製皿に入れ、王水3mlを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。ただし、塩酸(1→2)をほとんど無色となるまで滴加した後、更に加える塩酸(1→2)の量は、0.5mlとする。~~

(4) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に硝酸5mL及び水25mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、に塩酸(1→2)5mLを加えて溶かした後、~~に~~アスコルビン酸L(+)-アスコルビン酸0.2gを加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~ただし、アンモニア水で中和する操作は行わない。~~別に、標準色は、次により調製する。~~ヒ素標準液2.0mlを量り、に塩酸(1→2)5mLを加え、更に~~に~~アスコルビン酸L(+)-アスコルビン酸0.2gを加えて溶かし、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とする。~~して調製する。~~

強熱減量 20.0%以下(1時間)

定量法 本品を強熱し、直ちにその約0.3gを精密に量り、塩酸(1→2)20mLを加えて溶かし、水20mLで共栓フラスコに移す。次にヨウ化カリウム3gを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、水100mLを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=18.63mg Fe<sub>4</sub>(P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)<sub>3</sub>

### ピロリン酸第二鉄液

#### Ferric Pyrophosphate Solution

含量 本品は、ピロリン酸第二鉄(~~Fe<sub>4</sub>(P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)<sub>3</sub>=745.22~~745.21)2.5~3.5%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の乳状の液体で、においがなく、わずかに鉄味がある。

確認試験 (1) 本品に過量の水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加え、生じた赤褐色の沈殿をろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1→4)に溶かした液は、第二鉄塩鉄(III)塩の反応を呈する。  
(2) (1)のろ液を硝酸(1→10)で弱酸性とし、硝酸銀溶液(1→50)を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品2.0gを量り、塩酸(1→2)5.0mLを加えて溶かし、水を加えて20mLとし、検液とする。

(2) 塩化物 Clとして0.35%以下

本品10gを量り、フェノールフタレイン試液数滴及び水酸化ナトリウム溶液(1→25)7mLを加え、よく振り混ぜた後、水を加えて100mLとし、約10分間放置し、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液10mLを量り、水を加えて100mLとする。この液2.0mLを量り、硝酸(1→10)で中和し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.20mLを用いる。



(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.002%以下

(2)のろ液40mLを量り、塩酸(1→4)で中和し、試料液とする。比較液には0.005mol/L硫酸0.20mLを用いる。

~~(4) 重金属 Pbとして4.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下~~

~~本品5.0gを量り、磁製皿に入れ、王水5mLを加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→2)5mLを加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸(1→2)5mLずつで2回洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。次にジエチルエーテルを加えて振り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く操作を、ジエチルエーテル40mLずつで2回、更にジエチルエーテル20mLで1回行う。この水層に塩酸ヒドロキシルアミン0.05gを加えて溶かし、水浴中で10分間加熱した後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸(1→2)を滴加した後、酢酸(1→20)4mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、磁製皿に入れ、王水5mLを加え、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(4) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に硝酸5mL及び水25mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として0.2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(7.5g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~本品107.5gを量り、にL-アスコルビン酸L(+)-アスコルビン酸0.2gを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。ただし、アンモニア水で中和する操作は行わない。別に、標準色は、次により調製する。ヒ素標準液2.0mLを量り、水4mLを加え、更にL-アスコルビン酸L(+)-アスコルビン酸0.1gを加えて溶かし、以下検液の場合と同様に操作し、標準色として調製する。~~

**定量法** 本品約10gを精密に量り、水約30mLで共栓フラスコに移し、塩酸10mLを加えて溶かす。次にヨウ化カリウム3gを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、水100mLを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う~~い~~補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=18.63mg  $\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3$

### ピロリン酸四ナトリウム

Sodium Pyrophosphate

ピロリン酸ナトリウム

$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=10$  又は  $0$ )

Sodium diphosphate decahydrate [13472-36-1]

分子量 10水和物 446.06

Sodium diphosphate [7722-88-5]

無水物 265.90

**定義** 本品には結晶物(10水和物)及び無水物があり、それぞれをピロリン酸四ナトリウム(結晶)及びピロリン酸四ナトリウム(無水)と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは、ピロリン酸四ナトリウム( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ )97.0%以上を含む。

**性状** 結晶物は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の粉末又は塊

である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 10 mL に酢酸 (1→20) を加えて弱酸性とし、硝酸銀溶液 (1→50) 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 9.9~10.7 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** 本品を乾燥した後、試験を行う。

(1) 溶状 無色、微濁 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(2) 液性 pH9.9~10.7 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)(2) 塩化物 Cl として 0.21%以下 (0.10 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60 mL)~~

~~(4)(3) 正リン酸塩 本品 1.0 g を量り、硝酸銀溶液 (1→50) 2~3 滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。~~

~~(5)(4) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.038%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40 mL)~~

~~(6) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 20mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) で中和し、更に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(5) 鉛 Pb として 4µg/g 以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に硝酸 5 mL 及び水 25mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

~~(7)(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**乾燥減量** 結晶物 42.0%以下 (110°C, 4 時間)

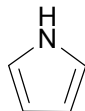
無水物 5.0%以下 (110°C, 4 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 3 g を精密に量り、水 75 mL を加えて溶かし、約 15°C に保ち、1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 3~4 滴)。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 133.0 mg Na<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

ピロール

Pyrrole



C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>N

分子量 67.09

Pyrrole [109-97-7]

**含量** 本品は、ピロール (C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>N) 98.0 % 以上を含む。

**性状** 本品は、無~黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率 n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1.507~1.511~~

—(2)—比 重  $d_{25}^{25}=0.955\sim 0.975$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### フィシン

Ficin

ファイシン

定義 本品は、イチジク (*Ficus carica* L.) 又はヒゴ (*Ficus insipida* Willd. (*Ficus glabrata* Kunth) の樹液より得られたたん白質を分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、フィシン活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

フィシン活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50 gを量り、「パパイン」の酵素活性測定法における希釈液を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に同希釈液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

以下、「パパイン」の酵素活性測定法 (ii) 操作法を準用して、吸光度  $A_T$  及び吸光度  $A_b$  を測定するとき、 $A_T$  は  $A_b$  より大きい。

なお、吸光度を測定する液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### フィターゼ

Phytase

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*に限る。) の培養物より得られた、フィチン酸を分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか

又は特異なおいがある。

**確認試験** 本品は、フィターゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。  
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**フィターゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.40 gを量り、pH5.5の酢酸緩衝液 ( $0.005\text{mol/L}$ ) を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更にpH5.5の酢酸緩衝液 ( $0.005\text{mol/L}$ ) を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

フィチン酸ナトリウム塩水和物0.200 gを量り、pH5.5の酢酸緩衝液 ( $0.2\text{mol/L}$ ) 約50mLを加えて溶かし、酢酸 (3→250) を加えてpH5.5に調整後、同緩衝液を加え100mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

試料液0.5mLを量り、37°Cで5分間加温した後、基質溶液0.5mLを加えて直ちに振り混ぜ、37°Cで10分間加温する。この液に氷水中で冷却したモリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 (フィターゼ活性試験用) 2 mLを加えてよく振り混ぜ、検液とする。別に試料液0.5mLを量り、氷中で冷却したモリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 (フィターゼ活性試験用) 2 mLを加えてよく振り混ぜ、基質溶液0.5mLを加えてよく振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、クエン酸一水和物溶液 (21→100) 0.1mLをそれぞれ加えてよく振り混ぜ、波長380nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上清について測定する。

### フィチン酸 (新規)

Phytic Acid

**定義** 本品は、イネ (*Oryza sativa* L.) の種子より得られた米ぬか又はトウモロコシ (*Zea mays* L.) の種子より水又は酸性水溶液で抽出し、精製して得られたイノシトールヘキサリン酸を主成分とするものである。本品には液体品と粉末品があり、粉末品はデキストリン又は還元水飴を含むことがある。

液体品

**含量** 本品は、フィチン酸 (イノシトールヘキサリン酸) ( $\text{C}_{66}\text{H}_{118}\text{O}_{24}\text{P}_6=660.04$ ) 48.0~52.0%を含む。

**性 状** 本品は、無～淡黄褐色の澄明なシロップ状の液体で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) は、酸性である。

(2) 本品の水溶液 (1→10) にフェノールフタレイン試液 3 滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて中和し、硝酸銀溶液 (1→100) を滴加するとき、白色のコロイド性沈殿を生じる。

(3) 本品 1 mL を 300 mL のケルダールフラスコに入れ、硫酸 3 mL を加えて、3 時間加熱して本品を分解する。冷後、水 8 mL を加えて、フェノールフタレイン試液 3 滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて中和した液は、リン酸塩 (2) の反応を呈する。

(4) 本品 3 mL 及び 30% 硫酸 7 mL を耐圧試験管に入れて密栓し、130°C で 5 時間加熱し、分解した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて中和し、更に水を加えて 50 mL とする。この液に、活性炭 0.5 g を加えて 10 分間かき混ぜた後、ろ過する。ろ液 30 mL をとり、塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 0.5 mL を加えて蒸発乾固するとき、残留物はうすい赤色を呈する。

**純度試験** (1) 塩化物 Cl として 0.040% 以下 (0.40 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL)

(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.072% 以下 (0.40 g, 比較液 0.005 mol/L 硫酸 0.60 mL)

(3) 鉛 Pb として  $2 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As として  $1.5 \mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(5) 遊離無機リン 1.0% 以下

本品 0.5 g を量り、水を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、L (+) - アスコルビン酸溶液 (1→100) 5 mL を加え、次に七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 1 g を硫酸試液 (0.025 mol/L) 100 mL に溶かした液 5 mL を加え、更に酢酸緩衝液 (pH 4.0) を加えて正確に 50 mL とし、15 分間放置した後、検液とし、波長 750 nm における吸光度を測定する。対照には、L (+) - アスコルビン酸溶液 (1→100) 5 mL に、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 1 g を硫酸試液 (0.025 mol/L) 100 mL に溶かした液 5 mL を加え、更に酢酸緩衝液 (pH 4.0) を加えて 50 mL とした液を用いる。別に、リン標準液 5 mL を正確に量り、水を加えて 1000 mL とする。この液 5 mL, 10 mL, 20 mL をそれぞれ正確に量り、それぞれに L (+) - アスコルビン酸溶液 (1→100) 5 mL を正確に加え、以下検液の調製と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から、検液中の遊離無機リン濃度を求め、更に試料中の遊離無機リン量 (%) を求める。

**定量法** 本品約 1.5 g を精密に量り、300 mL のケルダールフラスコに入れ、硫酸 10 mL, 硝酸 2.5 mL を加えて、液が透明になるまで加熱し、分解する。冷後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、100 mL メスフラスコに入れ、アンモニア水 (1→4) で中和した後、硝酸 (1→10) を加えて微酸性とする。この液に、バナジン酸・モリブデン酸試液 20 mL を加え、更に水を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜて 30 分間放置した後、検液とする。波長 420 nm における検液の吸光度を測定する。別に、リン標準液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL, 10 mL, 20 mL をそれぞれ正確に量り、100 mL メスフラスコに入れ、以下検液の調製と同様に操作して発色させた後、波長 420 nm における吸光度を測定し、検量線を作成する。

この検量線と検液の吸光度から、検液中の総リン濃度を求め、更に試料中の総リン量 (%) を求める。次に、総リン量 (%) 及び純度試験 (5) で求めた遊離無機リン量 (%) から次式によりフィチン酸の含量を求める。

フィチン酸 (イノシトールヘキサリン酸) ( $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{O}_{24}\text{P}_6$ ) の含量 (%)

$$= (\text{総リン量}(\%) - \text{遊離無機リン量}(\%)) \times 3.552$$

### 粉末品

**含量** 本品は、フィチン酸(イノシトールヘキサリン酸)( $C_6H_{18}O_{24}P_6=660.04$ )として27.0%以上でその表示量の90~110%を含む。

**性状** 本品は、淡黄~褐色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→10)は、酸性である。

(2) 本品の水溶液(1→10)にフェノールフタレイン試液3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和し、硝酸銀溶液(1→100)を滴加するとき、白色のコロイド性沈殿を生じる。

(3) 本品1.5gを300mLのケルダールフラスコに入れ、硫酸3mLを加えて、3時間加熱して本品を分解する。冷後、水8mLを加えて、フェノールフタレイン試液3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液(1→10)を加えて中和した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。

(4) 本品3.5gを量り、水100mLを加えて溶かす。この溶液をあらかじめ、弱塩基性陰イオン交換樹脂(OH型)42mLを充填したカラムに注ぎ、1時間に100~200mLの速さで流す。次いで、水200mLで同様の速さで流して洗浄した後、硫酸試液(0.5mol/L)100mL、次いで水100mLを同様の速さで流す。この溶出液200mLを減圧下で加温して水分を留去し、10mLまで濃縮し、耐压試験管に入れて密栓し、以下「液体品」の確認試験(4)を準用する。

**純度試験** (1) 塩化物 Clとして0.040%以下(0.40g, 比較液0.01mol/L 塩酸0.45mL)

(2) 硫酸塩  $SO_4$ として0.072%以下(0.40g, 比較液0.005mol/L 硫酸0.60mL)

(3) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 Asとして $1.5\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

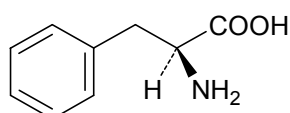
(5) 遊離無機リン 1.0%以下

「液体品」の純度試験(5)を準用する。

**定量法** 「液体品」の定量法を準用する。

### L-フェニルアラニン

L-Phenylalanine



$C_9H_{11}NO_2$

分子量 165.19

(2S)-2-Amino-3-phenylpropanoic acid [63-91-2]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-フェニルアラニン( $C_9H_{11}NO_2$ )98.5~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに苦味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→1,000)5mLにニンヒドリン溶液(1→1,000)1mLを加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

- (2) 本品 ~~0.010g~~10mg に硝酸カリウム 0.5 g 及び硫酸 ~~2 mL~~ を加え、水浴上で 20 分間加熱し、冷後、  
~~塩酸~~ヒドロキシルアミン~~塩化~~ヒドロキシルアンモニウム溶液 (1→10) ~~5 mL~~ を加えて氷水中に  
10 分間放置した後、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) ~~9 mL~~ を加えて放置するとき、液は、赤紫  
色を呈する。
- (3) 本品の水溶液 (1→100) ~~5 mL~~ に過マンガン酸カリウム溶液 (1→100) ~~1 mL~~ を加えて煮  
沸するとき、特異なにおいを発する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -33.0 \sim -35.2^\circ$  (1 g, 水, 50mL, 乾燥物換算)

pH 5.4~6.0 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = -33.0 \sim -35.2^\circ$  (1 g, 水 50mL, 乾燥物換算)

~~(2)(1)~~ 溶状 無色、ほとんど澄明 (~~0.200.50 g~~, ~~水 20mL~~ 塩酸試液 (1 mol/L) 10mL)

~~(3)~~ 液性 pH5.4~6.0 (1.0 g, 水 100mL)

~~(4)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.021%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30~~mL~~)

~~(5)~~ 重金属 Pb として ~~20 $\mu$ g/g~~ 以下

~~本品 1.0 g を量り、水 40mL を加えて加温して溶かし、酢酸 (1→20) 2mL を加える。更に水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.03~~ 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g~~ を量り、~~に~~塩酸 (1→4) ~~5 mL~~ を加えて溶かし、検液とする。~~装置 B を用いる。~~

乾燥減量 0.30%以下 (105°C, 3 時間)

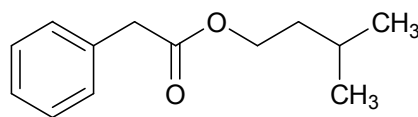
強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 ~~1 mL~~ = 16.52mg C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>

### フェニル酢酸イソアミル

Isoamyl Phenylacetate



C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>

分子量 206.28

3-Methylbutyl 2-phenylacetate [102-19-2]

含量 本品は、フェニル酢酸イソアミル (C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>) 98.097.0% 以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.483 \sim 1.490$

比重  $d_{25}^{25} = 0.975 \sim 0.981$

純度試験 (1) ~~屈折率~~  $n_D^{20} = 1.485 \sim 1.487$

~~(2)~~ ~~比重~~ 0.978~0.980

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 80vol%エタノール4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

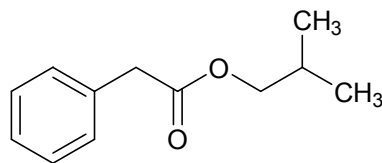
~~定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 103.1mg  $C_{13}H_{18}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### フェニル酢酸イソブチル

Isobutyl Phenylacetate



$C_{12}H_{16}O_2$

分子量 192.25

2-Methylpropyl 2-phenylacetate [102-13-6]

含 量 本品は、フェニル酢酸イソブチル ( $C_{12}H_{16}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.484 \sim 1.488$

比 重  $d_{25}^{25} = 0.984 \sim 0.988$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.486 \sim 1.488$~~

~~(2) 比重 0.987 ~ 0.991~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール8.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

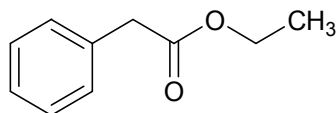
~~定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 96.13mg  $C_{12}H_{16}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### フェニル酢酸エチル

Ethyl Phenylacetate



$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

Ethyl 2-phenylacetate [101-97-3]

含 量 本品は、フェニル酢酸エチル ( $C_{10}H_{12}O_2$ ) 98.097.0%以上を含む。



性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.494\sim 1.500$

比重  $d_{25}^{25}=1.027\sim 1.032$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.496\sim 1.500$~~

~~(2) 比重  $1.031\sim 1.036$~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール3.0ml)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

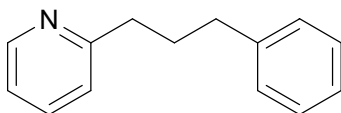
定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 82.10mg  $C_{10}H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

## 2 - (3 - フェニルプロピル) ピリジン

2-(3-Phenylpropyl)pyridine



$C_{14}H_{15}N$

分子量 197.28

2-(3-Phenylpropyl)pyridine [2110-18-1]

含量 本品は、2 - (3 - フェニルプロピル) ピリジン ( $C_{14}H_{15}N$ ) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

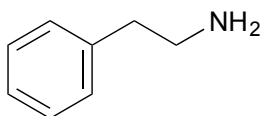
純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.558\sim 1.563$~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25}=1.012\sim 1.020$~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)(4)により定量する。ただし、カラム温度は、180℃から毎分5℃で230℃まで昇温し、230℃に到達後、を30分間保持する。

## フェネチルアミン

Phenethylamine



$C_8H_{11}N$

分子量 121.18

2-Phenylethylamine [64-04-0]

**含量** 本品は、フェネチルアミン (C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

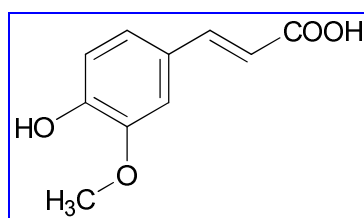
**純度試験**—(1)—**屈折率**  $n_D^{25}$  = 1.526～1.532

—(2)—**比重**  $d_{20}^{20}$  = 0.961～0.967

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### フェルラ酸 (新規)

#### Ferulic Acid



C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>

分子量 194.18

(2E)-3-(4-Hydroxy-3-methoxyphenyl)prop-2-enoic acid [537-98-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、フェルラ酸 (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白～帯黄白色の粉末で、においがないか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品10mgに3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液10mLを加え、加温して溶かすとき、液は淡黄色を呈する。

(2) 本品10mgをアセトン2mLに溶かし、塩化鉄(III)六水和物・エタノール(95)溶液(1→50)0.1mLを加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1→100000)は、波長231～235nm及び318～322nmに極大吸収部がある。

(4) 本品60mgに酢酸エチルを加えて溶かし10mLとした液を検液とする。別に定量用フェルラ酸15mgを量り、酢酸エチルを加えて溶かし50mLとした液を対照液とする。検液及び対照液5μLにつき、「γ-オリザノール」の確認試験(4)を準用し、薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液は、対照液のフェルラ酸と同位置に主スポットを認める。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして1.5μg/g以下(1.0g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) 類縁物質 確認試験(4)において、検液及び対照液につき、薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液は、対照液のフェルラ酸と同位置以外にスポットを認めないか、又は他のスポットを認めても対照液のフェルラ酸のスポットより濃くない。

**乾燥減量** 0.5%以下(105℃, 3時間)

**強熱残分** 0.1%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、50vol%エタノール50mLを加え、水浴上で加

熱して溶かす。冷後、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 ブロモチモールブルー一試液3滴）。別に空試験を行って補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1 mL=19.42mg C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>

フェロシアン化カリウム  
Potassium Ferrocyanide  
ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム

K<sub>4</sub> [Fe (CN)<sub>6</sub>] · 3 H<sub>2</sub>O

分子量 422.39

Potassium hexacyanoferrate(II) trihydrate [13943-58-3]

含 量 本品は、フェロシアン化カリウム (K<sub>4</sub> [Fe (CN)<sub>6</sub>] · 3 H<sub>2</sub>O) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10 ~~mL~~ mL に塩化鉄 (III) 試液 1 ~~mL~~ mL を加えるとき、濃青色の沈殿を生ずる。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) シアン 硫酸銅 (II) 五水和物 ~~0.010g~~ 10mg に水 8 ~~mL~~ mL 及びアンモニア試液 2 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。この液にろ紙片を浸し、当該ろ紙片を硫化水素にさらすとき、当該ろ紙片は褐色を呈する。このろ紙片に、本品の水溶液 (1→100) 1滴を ~~滴下~~ 滴加するとき、白色の輪を生じない。

(2) フェリシアン化塩 ~~本品 0.010g を水 10mL に溶解する。この溶液 1 滴に硝酸鉛 (II) 溶液 (1→100) 1 滴を滴下する。更に、ベンジジンを飽和した 2 mol/L 酢酸数滴を滴下するとき、青色を呈さない。~~本品 10mg を量り、水に溶かして正確に 100mL とし、検液とする。別にヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 10mg を量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のヘキサシアノ鉄 (III) 酸イオンのピーク面積は、比較液のヘキサシアノ鉄 (III) 酸イオンのピーク面積を超えない。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 205nm)

カラム充填剤 5µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水 200mL に pH 7 のリン酸緩衝液 (0.05mol/L) 325mL、リン酸二水素テトラ-*n*-ブチルアンモニウム試液 (0.5mol/L) 20mL 及びアセトニトリル 350mL を加え、水を加えて 1000mL とする。

流量 1 mL/分

(3) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (0.80 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)  
本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

定 量 法 本品約 1 g を精密に量り、水 200 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。この液に硫酸 10 ~~mL~~ mL を加え、

0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅淡赤色が30秒間持続するときとする。

0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 42.24mg  $K_4 [Fe (CN)_6] \cdot 3 H_2O$

### フェロシアン化カルシウム

Calcium Ferrocyanide

ヘキサシアノ鉄 (II) 酸カルシウム

$Ca_2 [Fe (CN)_6] \cdot 12H_2O$

分子量 508.29

Calcium hexacyanoferrate (II) dodecahydrate [13821-08-4, 無水物]

**含量** 本品は、フェロシアン化カルシウム ( $Ca_2 [Fe (CN)_6] \cdot 12H_2O$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 「フェロシアン化カリウム」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) シアン

「フェロシアン化カリウム」の純度試験(1)を準用する。

(2) フェリシアン化塩

「フェロシアン化カリウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (0.80g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

「フェロシアン化カリウム」の純度試験(3)を準用する。

**定量法** 本品約1gを精密に量り、水200~~mL~~ mLを加えて溶かす。この液に硫酸10~~mL~~ mLを加え、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の紅淡赤色が30秒間持続するときとする。

0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 50.83mg  $Ca_2 [Fe (CN)_6] \cdot 12H_2O$

### フェロシアン化ナトリウム

Sodium Ferrocyanide

ヘキサシアノ鉄 (II) 酸ナトリウム

$Na_4 [Fe (CN)_6] \cdot 10H_2O$

分子量 484.06

Sodium hexacyanoferrate(II)decahydrate [13601-19-9]

**含量** 本品は、フェロシアン化ナトリウム ( $Na_4 [Fe (CN)_6] \cdot 10H_2O$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 「フェロシアン化カリウム」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) シアン

「フェロシアン化カリウム」の純度試験(1)を準用する。

(2) フェリシアン化塩

「フェロシアン化カリウム」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pbとして5µg/g以下 (0.80g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

「フェロシアン化カリウム」の純度試験(3)を準用する。

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、水 200 ~~mL~~ を加えて溶かす。この液に硫酸 10 ~~mL~~ を加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。終点は、液の ~~紅~~淡色が 30 秒間持続するときとする。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 ~~mL~~ = 48.41mgNa<sub>4</sub> [Fe (CN)<sub>6</sub>] · 10H<sub>2</sub>O

### フクロノリ抽出物

Fukuronori Extract

**定義** 本品は、フクロフノリ (*Gloiopeltis furcata* ~~J. Agardh~~) の全藻から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性状** 本品は、白～褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品 4 g を水 200 ~~mL~~ に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80℃ に保ち、均一な粘稠な液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、粘稠な液のままである。

(2) (1) で得た溶液 50 ~~mL~~ に塩化カリウム 0.2 g を加え、再び加温し、よくかき混ぜた後、室温まで冷却するとき、粘稠な液のままである。

(3) 本品 0.1 g を水 20 ~~mL~~ に加えて、~~塩化バリウム~~塩化バリウム二水和物溶液 (3→25) 3 ~~mL~~ 及び塩酸 (2→5) 5 ~~mL~~ を加えてよく混和し、必要があれば沈殿を分離して分離液を 10 分間煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生ずる。

**粘度** 5.0 mPa·s 以上 (1.5%, 75℃)

乾燥物換算した本品 7.5 g を水 450mL に加え、10～20 分間かくはんして分散させる。更に水を加えて内容物を 500 g とし、連続的にかくはんしながら水浴中で 80℃ まで加熱する。水を加えて蒸発水分を補正した内容物の 75℃ における粘度を、粘度測定法の第 2 法により求める。ただし、あらかじめ約 75℃ まで加熱したローター 1 号及びアダプターを粘度計に装着し、所定の位置までローターを沈め、1 分間当たり 60 回転、60 秒後の値を読み取る。粘度が低すぎるときには、低粘度用アダプターを用い、粘度が高すぎるときにはローター 2 号を用いる。

**純度試験** ~~(1) 粘度 5.0mPa·s 以上 (1.5%, 75℃)~~

~~(2)(1)~~ 硫酸基 5～30%

「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(4)(3)~~ を準用する。

~~(3)(2)~~ 酸不溶物 2.0% 以下

「加工ユーケマ藻類」の純度試験 ~~(6)(4)~~ を準用する。

~~(4) 重金属 Pb として 40µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(5)(3)~~ 鉛 Pb として 10.2 µg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0.3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**乾燥減量** 12.0% 以下 (105℃, 5 時間)

**灰分** 5～30% (乾燥物換算)

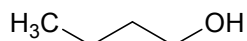
**酸不溶性灰分** 1.0% 以下

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g に

つき、~~細菌数は10,000以下~~生菌数は10000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品5gを乳糖ブイヨン培地500mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

ブタノール

Butanol



$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$

分子量 74.12

Butan-1-ol [71-36-3]

**含量** 本品は、~~1-~~ブタノール ( $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$ ) 99.5%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.393\sim 1.404$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25}=0.807\sim 0.809$

~~純度試験 (3) (1) 酸価~~ 2.0以下 (香料試験法)

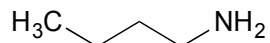
~~(4) (2) ジブチルエーテル~~ 0.15%以下

定量法を準用してガスクロマトグラフィーを行うとき、ジブチルエーテルのピーク面積は、全ピークの合計面積の0.15%以下である。ただし、~~ジブチルエーテル・ブタノール溶液 (15→10,000)~~ ジブチルエーテル・1-ブタノール溶液 (3→2000) 1 mLにつき、試験するとき、1-ブタノールとジブチルエーテルのピークが完全に分離する操作条件を用いる。

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

ブチルアミン

Butylamine



$\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}$

分子量 73.14

Butylamine [109-73-9]

**含量** 本品は、ブチルアミン ( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

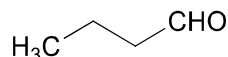
**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.398\sim 1.404$

—(2)—比 重  $d_{25}^{25}=0.732\sim 0.740$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。ただし、カラムは、内径 0.25～0.53 mm、長さ 30～60mの~~ケイ酸ガラス製の細管にフューズドシリカ管の内面に~~、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 0.25～1 μm の厚さで被覆したものを~~使用する~~いる。

ブチルアルデヒド  
Butyraldehyde Butanal



$C_4H_8O$

分子量 72.11

Butanal [123-72-8]

**含量** 本品は、ブチルアルデヒド ( $C_4H_8O$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

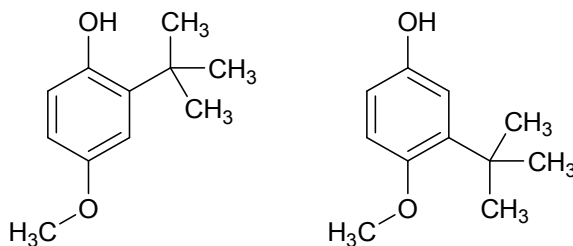
~~純度試験~~ (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.377\sim 1.387$

—(2)—比 重  $d_{25}^{25}=0.797\sim 0.802$

~~純度試験~~ (3) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(23)により定量する。

ブチルヒドロキシアニソール  
Butylated Hydroxyanisole



$C_{11}H_{16}O_2$

分子量 180.24

Mixture of 2-(1,1-dimethylethyl)-4-methoxyphenol and 3-(1,1-dimethylethyl)-4-methoxyphenol  
[25013-16-5]

**性状** 本品は、無色若しくはわずかに黄褐色を帯びた結晶若しくは塊、又は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100) 2～3 mL に~~ホウ酸ナトリウム~~、~~四ホウ酸ナトリウム~~十水和物溶液 (1→50) 2～3 滴及び 2, 6-ジクロロキノククロイミドの結晶を加えて振り混ぜるとき、液は、紫青色を呈する。

(2) 「ジブチルヒドロキシトルエン」の確認試験(2)を準用する。

**融点** 57~65°C

**純度試験** (1) ~~融点~~ 57~65°C

~~(2)~~ (1) 溶状 無色，澄明 (0.50 g，エタノール (95) 10mL)

~~(3)~~ (2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.019%以下

本品0.50 gを量り，アセトン 35mLを加えて溶かし，塩酸 (1→4) 1 mL及び水を加えて50 mLとし，検液とする。比較液は，0.005mol/L硫酸0.20 mLにアセトン 35 mL，塩酸 (1→4) 1 mL及び水を加えて50 mLとする。

~~(4)~~ ~~重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g，第2法，比較液 鉛標準液2.0ml)~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (5.0 g，第2法，比較液 鉛標準液10mL，フレイム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 3µg/g以下 (0.50 g，第3法，標準色 ヒ素標準液3.0mL，装置B)

~~(6)~~ (5) ~~パラヒドロキシアニソール~~ p-ヒドロキシアニソール 本品1.0 gを量り，ジエチルエーテル/石油ベンジン混液 (1 : 1) 20 mLを加えて溶かし，更に水 10 mL及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1 mLを加え，よく振り混ぜた後，静置し，下層をとる。この液にジエチルエーテル/石油ベンジン混液 (1 : 1) 20 mLを加え，よく振り混ぜた後，静置し，下層をとり，水を加えて50 mLとする。この液1.0 mLを量り，ネスラー管に入れ，水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 2 mL，ホウ酸溶液 (3→100) 5 mL及び水を加えて30 mLとする。更に4-アミノアンチピリン溶液 (1→1,000) 5 mLを加えて振り混ぜた後，~~フェリシアン化カリウム~~ ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム溶液 (1→100) 1 mLを加えて振り混ぜ，水を加えて50 mLとし，15分間放置するとき，その液の色は，~~塩化第一コバルト~~ 塩化コバルト (II) 比色標準原液0.6 mLに水を加えて50 mLとした液の色より濃くない。

**強熱残分** 0.05%以下

### ブドウ果皮色素

Grape Skin Extract

Grape Skin Color

エノシアン

**定義** 本品は，アメリカブドウ (~~Vitis labrusca Linné~~ Vitis labrusca L.) 又はブドウ (~~Vitis vinifera Linné~~ Vitis vinifera L.) の果皮から得られた，アントシアニンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価 (E<sub>1cm</sub><sup>10%</sup>) は50以上で，その表示量の90~120%を含む。

**性状** 本品は，赤~暗赤色の粉末，塊，ペースト又は液体で，わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から，色価50に換算して1 gに相当する量をとり量り，クエン酸緩衝液 (pH3.0) 1,000 mLを加えて溶かした液は，赤~赤紫色を呈する。

(2) (1)の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき，暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は，波長520~534nmに極大吸収部がある。

**純度試験**



~~(1) 重金属 Pbとして40 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

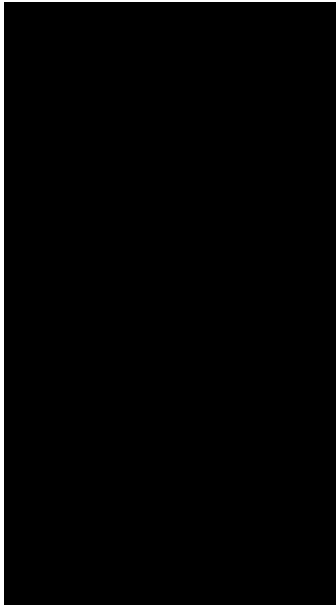
(2)(1) 鉛 Pbとして40 $\mu$ g/g以下(1.02.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として40 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4)(3) 二酸化硫黄 色価1当たり0.005%以下

(i) 装置

概略は次の図による。ただし、硬質ガラス製で、接合部はすり合わせにしてもよい。



A : 蒸留フラスコ

B : しぶき止め連結導入管

C : 小孔

D : 冷却器

E : 逆流止め

F : メスシリンダー

G : コック付き漏斗

H : シリコンゴム栓

J : シリコンゴム栓

K : シリコンゴム管

(ii) 操作法

本品1~3gを精密に量り、500 $\mu$ Lの飛沫止めが付いた蒸留フラスコAにとり、水100 $\mu$ Lを加え、蒸留装置を連結する。受器Fには吸収液として酢酸鉛酢酸鉛(II)三水合物溶液(1→50)25 $\mu$ Lを入れ、冷却器に付した逆流止めEの下端を吸収液に浸し、コック付き漏斗よりリン酸溶液(2→7)25 $\mu$ Lを加え、F中の液量が100 $\mu$ Lになるまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込む。この液に塩酸5 $\mu$ Lを加え、直ちに0.005mol/Lヨウ素溶液で滴定する(指示薬 デンプン溶液試液1~3mL)。

0.005mol/Lヨウ素溶液1 $\mu$ L=0.3203mg SO<sub>2</sub>

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 520～534nm の極大吸収部

### ブドウ種子抽出物 (新規)

#### Grape Seed Extract

**定義** 本品は、アメリカブドウ (*Vitis labrusca* L.) 又はブドウ (*Vitis vinifera* L.) の種子から得られた、プロアントシアニジンを中心とするものである。デキストリン、果糖又はブドウ糖を含むことがある。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、プロアントシアニジン 25%以上を含む。

**性状** 本品は、淡黄～濃褐色の粉末である。

**確認試験** 本品約10mgに水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 10mLを加えてよく混合し、この液 1 mLに対して1-ブタノール/塩酸混液 (95 : 5) 10mLを加えた液は、無～淡黄褐色であり、これを95℃以上の水浴中で30分間加熱するとき、液は淡赤～赤色又は赤紫色を呈する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 8.0%以下(105℃, 5時間)

#### 定量法

##### (1) 総フラバノールの定量

本品約0.1gを精密に量り、水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) を加えて正確に100mLとし、試料液とする。試料液は用時調製する。試料液1.0mLを褐色試験管に正確に量り、バニリン・メタノール溶液 (1→25) 6.0mLを加え、よく振り混ぜる。この液に塩酸 3.0mLを速やかに加え、直ちに密栓してよく振り混ぜる。これを20～40分間の範囲で一定時間静置して検液とする。水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) を対照として波長500nmにおける検液の吸光度  $A_T$  を測定する。別に試料液の代わりに水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 1.0mLを量り、検液の調製と同様に操作した液の吸光度  $A_B$  を測定する。また別に試料液1.0mLを褐色試験管に正確に量り、バニリン・メタノール溶液 (1→25) の代わりにメタノール6.0mLを加え、検液の調製と同様に操作した液の吸光度  $A_C$  を測定する。次式により総フラバノールに対応する吸光度  $A$  を求める。

$$A = A_T - A_B - A_C$$

無水物換算して約10mg, 20mg, 30mgに対応する量の定量用 (+) -カテキンを精密に量り、水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。これら標準液をそれぞれ1.0mLずつ正確に量り、検液の場合と同様に操作して総フラバノールに対応する吸光度を求め、検量線を作成する。

吸光度  $A$  と検量線から、乾燥物換算した試料中の総フラバノール量 (%) を求める。ただし、検液の吸光度  $A$  が検量線の範囲を超える場合は、検量線範囲に収まるように、水/エタノー

ル (95) 混液 (1 : 1) を用いて試料液を希釈し、この液について測定を行う。検量線から得られた値について、希釈倍率を用いて換算する。なお、定量用 (+) -カテキンは、別に直接滴定法又は電量滴定法により水分を測定する。

## (2) 総カテキン類の定量

本品約0.1 gを精密に量り、ジメチルスルホキシドを加えかくはんして溶かし、正確に10mLとし、試料液とする。試料液0.5mLを正確に量り、三角フラスコに入れ、酢酸エチル10mLを加えて振り混ぜる。この懸濁液をメンブランフィルター（孔径0.45μm、材質ポリテトラフルオロエチレン）を装着したガラスシリンジを用いてろ過し、ろ液をナス型フラスコに受ける。なお、メンブランフィルターは、あらかじめ酢酸エチル10mLを通して洗浄しておく。先の三角フラスコに酢酸エチル10mLを加えてよく洗い、この洗液も同一のメンブランフィルターを用いてろ過し、先のナス型フラスコに受ける。得られたろ液中の酢酸エチルを減圧下で留去し、ナス型フラスコに残ったジメチルスルホキシド溶液に水を加えて正確に10mLとし、検液とする。定量用 (+) -カテキン約5 mgを精密に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、カテキン標準液とする。なお、定量用 (+) -カテキンは、別に直接滴定法又は電量滴定法により水分を測定する。また、別に (-) -エピカテキン、(-) -カテキンガレート及び (-) -エピカテキンガレートをそれぞれ2 mgずつ量り、それぞれメタノールを加えて100mLとし、それぞれの標準液とする。検液及び各標準液をそれぞれ10μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液中のカテキン、エピカテキン、カテキンガレート及びエピカテキンガレートのピーク面積  $A_{TC}$ 、 $A_{TEC}$ 、 $A_{TCG}$ 、 $A_{TECG}$ 並びにカテキン標準液のピーク面積  $A_{SC}$ を測定し、以下の式により総カテキン類の含量 (%)を求める。ただし、検液中のカテキン、エピカテキン、カテキンガレート及びエピカテキンガレートは、それぞれの標準液の主ピークの保持時間と一致することにより確認する。

$$\text{総カテキン類の含量 (\%)} = \frac{\left\{ A_{TC} + \frac{A_{TEC}}{0.99} + \frac{442.37}{290.27} \left( \frac{A_{TCG}}{4.03} + \frac{A_{TECG}}{3.58} \right) \right\} \times S_C \times 2}{A_{SC} \times \text{乾燥物換算した試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

ただし、

$S_C$  : 無水物換算した定量用 (+) -カテキンの採取量 (mg)

## 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280 nm)

カラム充填剤 5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25 cmのステンレス管

カラム温度 40°C

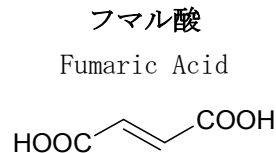
移動相 A 水/ギ酸混液 (1000 : 1)

移動相 B メタノール/ギ酸混液 (1000 : 1)

濃度勾配 A : B (90 : 10)から (50 : 50) までの直線濃度勾配を40分間行う。  
流量 カテキンガレートの保持時間が約30分になるように調整する。

上の(1)及び(2)で得た総フラバノール量及び総カテキン類量の値から、次式によりプロアントシアニジンの含量を求める。

$$\text{プロアントシアニジンの含量 (\%)} = \text{総フラバノール量 (\%)} - \text{総カテキン類量 (\%)}$$



$C_4H_4O_4$

分子量 116.07

(2E)-But-2-enedioic acid [110-17-8]

**含 量** 本品は、フマル酸 ( $C_4H_4O_4$ ) 99.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、特異な酸味がある。

**確認試験** (1) 本品を加熱するとき、昇華する。

(2) 本品を  $105^\circ\text{C}$  で3時間乾燥するとき、その融点は、 $287\sim 302^\circ\text{C}$  (封管中、分解) である。

(3) 本品 0.5 g に水  $10\text{ mL}$  を加え、煮沸して溶かし、熱時臭素試液 2～3滴を加えるとき、液の色は消える。

(4) 本品  $0.05\text{ g}$   $50\text{ mg}$  を試験管に入れ、~~ベンゾシンレソルシノール~~ 2～3 mg 及び硫酸  $1\text{ mL}$  を加えて振り混ぜ、 $120\sim 130^\circ\text{C}$  で5分間加熱し、冷後、水を加えて  $5\text{ mL}$  とする。この液に冷却しながら水酸化ナトリウム溶液 (3→10) を滴加してアルカリ性とし、更に水を加えて  $10\text{ mL}$  とするとき、液は、紫外線下で緑青色の蛍光を発する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (0.50 g, 水酸化ナトリウム溶液 (1→25)  $10\text{ mL}$ )

(2) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.010%以下

本品 1.0 g を量り、水  $30\text{ mL}$  を加えて振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 1滴を加え、液がわずかに紅赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、試料液とする。比較液には  $0.005\text{ mol/L}$  硫酸  $0.20\text{ mL}$  を用いる。

~~(3) 重金属 Pb として  $10\mu\text{g/g}$  以下~~

~~本品  $2.0\text{ g}$  を量り、水  $30\text{ mL}$  を加えて振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、酢酸 (1→20)  $2\text{ mL}$  及び水を加えて  $50\text{ mL}$  とし、検液とする。比較液は、鉛標準液  $2.0\text{ mL}$  を量り、酢酸 (1→20)  $2\text{ mL}$  及び水を加えて  $50\text{ mL}$  とする。~~

(3) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液  $4.0\text{ mL}$ , フレーム方式)

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として  $4.0\text{ } 3\mu\text{g/g}$  以下 ( $0.50\text{ g}$ , 標準色 ヒ素標準液  $3.0\text{ mL}$ , 装置 B)

本品  ~~$0.50\text{ g}$  を量り、~~ 水  $10\text{ mL}$  を加え、加熱して溶かし、冷後、これを検液とする。~~装置 B を用いる。~~ただし、酸性塩化第一スズ試液塩化スズ (II) 試液 (酸性) は  $10\text{ mL}$ , 無ヒ素亜鉛ヒ素分析用亜鉛 は 3 g を用いる。

**強熱残分** 0.05%以下 (5 g)

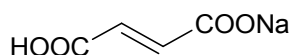
**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 25 ~~mL~~ mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴）。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 5.804 mg  $C_4H_4O_4$

フマル酸一ナトリウム

Monosodium Fumarate

フマル酸ナトリウム



$C_4H_3NaO_4$

分子量 138.05

Monosodium monohydrogen(2E)-but-2-enedioate [5873-57-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、フマル酸一ナトリウム ( $C_4H_3NaO_4$ ) 98.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末で、においがなく、特異な酸味がある。

**確認試験** (1) 「フマル酸」の確認試験(3)及び(4)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 3.0~4.0 (1.0 g, 水 30mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明

本品 0.50 g を量り、水 10 ~~mL~~ mL を加え、40℃ に加温して 10 分間振り混ぜて溶かし、検液とする。

~~(2) 液性 pH3.0~4.0 (1.0 g, 水 30mL)~~

~~(3) (2) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.010% 以下~~

「フマル酸」の純度試験(2)を準用する。

~~(4) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、以下、「フマル酸」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pb として 2  $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5) (4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3  $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に水 10 ~~mL~~ mL を加え、加温して溶かし、冷後、これを 検液とする。装置 B を用  
いる。ただし、酸性塩化第一スズ試液塩化スズ (II) 試液 (酸性) は 10 ~~mL~~ mL、無ヒ素亜鉛ヒ素分  
析用亜鉛 は 3 g を用いる。

**乾燥減量** 0.5% 以下 (120℃, 4 時間)

**強熱残分** 50.5~52.5% (乾燥物)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 30 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴）。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 13.81 mg  $C_4H_3NaO_4$

ブラックカーラント色素

Black Currant Color

**定義** 本品は、クロフサスグリ (~~Ribes nigrum Linné~~ Ribes nigrum L.) の果実より得られた、

デルフィニジン 3-ールチノシド等を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 40 以上で、その表示量の 90~110%を含む。

**性 状** 本品は暗赤色の粉末、粘稠なペースト、又は液体でわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 40 に換算して 1 g に相当する量をとり量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100 mL を加えて溶かした液は赤~赤紫色を呈する。

(2) (1) の溶液に、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は、波長 510~520nm に極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2)(1) 鉛 Pb として 10.2 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.02.0g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

~~(4)(3) 二酸化硫黄 色価 1 当たり 0.005% 以下~~

「ブドウ果皮色素」の純度試験 ~~(4)(3)~~ を準用する。

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 510~520nm の極大吸収部

### フルクトシルトランスフェラーゼ

#### Fructosyl Transferase

**定 義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus* 属, *Penicillium roqueforti* に限る。) 又は細菌 (*Arthrobacter* 属, *Bacillus* 属, *Microbacterium saccharophilum*, *Zymomonas mobilis* に限る。) の培養物より得られた、糖のフルクトシル基を転移する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白~濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液体で、においがいか又は特異なおいがある。

**確認試験** 本品は、フルクトシルトランスフェラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合は、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

フルクトシルトランスフェラーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液又は反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 1.0 g を量り、水又は pH6.5 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

キシロース 40 g を量り、pH6.5 のリン酸ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) 50mL を加えて 40°C で加温して溶かす。冷後、この液に塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加えて pH6.5 に調整した後、スクロース 20 g を加え 40°C で加温して溶かす。冷後、塩酸試液 (1 mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を用いて pH6.5 に調整し、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。なお、不溶物が認められる場合はろ紙でろ過する。

試料液 0.2mL を量り、40°C で 2 分間加温し、あらかじめ 40°C で加温した基質溶液 0.2mL を加え混和して 40°C で 10 分間加温する。この液 0.1mL をあらかじめ水浴中で約 10 分間加熱した水 1.9mL に加え、水浴中で 20 分間加熱し、室温まで冷却する。この液 0.04mL を量り、D-グルコース・D-フルクトース測定用試液 1.168mL を加えて混和し、室温で 10~15 分間放置し、検液とする。別に水 1.9mL を量り、試料液 0.05mL を加えて水浴中で 10 分間加熱した後、基質溶液を 0.05mL 加え、水浴中で 20 分間加熱し、室温まで冷却する。この液 0.04mL を量り、D-グルコース・D-フルクトース測定用試液 1.168mL を加えて混和し、室温で 10~15 分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 340nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、水又は pH5.5 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍若しくは 100 倍に希釈したものを試料液とする。

イヌリン (ダリア由来) 又はイヌリン (チコリ由来) 10 g を量り、水を加えて加温して溶解する。冷却後、100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 0.5mL に pH5.5 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) 0.45mL を加えて混和して 60°C で 10 分間加温し、試料液 0.05mL を加えて振り混ぜ、60°C で 10 分間加温した後、水浴中で 5 分間加熱し、メンブランフィルター (孔径 0.45µm) でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液の代わりに水又は pH5.5 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.1mol/L) を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。別に α-D-フルクトフラノース β-D-フルクトフラノース 1, 2´ : 2, 3´-二無水物 0.5 g を量り、水に溶かして 100mL とし、メンブランフィルター (孔径 0.45µm) でろ過し、ろ液を標準液とする。

検液、比較液及び標準液をそれぞれ 5µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、α-D-フルクトフラノース β-D-フルクトフラノース 1, 2´ : 2, 3´

1-無水物の保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液のα-D-フルクトフラノースβ-D-フルクトフラノース1, 2´:2, 3´-無水物の保持時間にあるピークの面積より大きい。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 約6µmの液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂 (Na型)

カラム管 内径4~8mm, 長さ25~35cmのステンレス管

カラム温度 60~80°Cの一定温度

移動相 水

流量 0.5~1.2mL/分 α-D-フルクトフラノースβ-D-フルクトフラノース1, 2´:2, 3´-無水物の保持時間が約7分になるように調整する。

#### 第3法

本品1.0gを量り、水又はマッキルバイン緩衝液を加えて溶解し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍または10000倍に希釈したものを試料液とする。

スクロース25.0gを量り、水を加えて溶かし100mLとしたものを基質溶液とする。

pH5.0のマッキルバイン緩衝液(0.1mol/L)2.0mLを量り、試料液1.0mLを加えて混和して40°Cで2分間加温し、あらかじめ40°Cに加温した基質溶液2.0mLを加え、40°Cで加温しながら毎分30回の往復振とうで1時間振とうした後、直ちに水浴中で10分間加熱し、冷後、メンブランフィルター(孔径0.45µm)でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液の代わりに水又はpH5.0のマッキルバイン緩衝液(0.1mol/L)を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。別に1-ケストース0.40gを量り、水を加えて溶かし20mLとしたものを標準液とする。

検液、比較液及び標準液をそれぞれ10µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には、1-ケストースの保持時間にピークを認め、そのピーク面積は、比較液の1-ケストースの保持時間にあるピークの面積より大きい。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5µmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピル基化学結合型シリカゲル

カラム管 内径4mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40°C

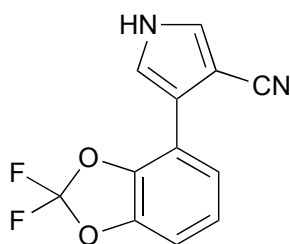
移動相 アセトニトリル/水混液(7:3)

流速:1.0mL/分

フルジオキシニル

Fludioxonil





C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

分子量 248.19

4-(2,2-difluorobenzo[d][1,3]dioxol-4-yl)-1H-pyrrole-3-carbonitrile [131341-86-1]

**含量** 本品は、フルジオキシニル (C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 97.0~101.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は白～やわらかい黄色の粉末で、においが無い。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 融点~~ 199～201℃

~~純度試験 (2)~~ 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品 1.0 g を量り、300 mL のケルダールフラスコに入れ、硝酸 10 mL 及び硫酸 5 mL を加えて赤褐色の煙がほとんど発生しなくなるまで加熱する。冷後、硝酸 2 mL を追加して濃厚な白煙が発生するまで加熱する。冷後、塩酸 (1→4) 10 mL を加えて、15 分間煮沸し、冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10 mL を加える。チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、内容物を 200 mL の分液漏斗に移し、ケルダールフラスコを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約 100 mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10 mL を加えて 5 分間振とうした後、放置する。その後、酢酸ブチル層をとり、検液とする。別に、鉛標準原液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

**水分** 0.50% 以下 (~~2.0~~ 2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

**定量法** 本品及び定量用フルジオキシニル約 ~~0.06 g~~ 60 mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のフルジオキシニルのピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定し、次式により含量を求める。

フルジオキシニル (C<sub>12</sub>H<sub>6</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) の含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用フルジオキシニルの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 100 \text{ (％)}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 270 nm)

カラム充てん剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管

カラム温度 25～40℃ 付近の一定温度

移動相 リン酸二水素カリウム 3.8 g 及び 無水リン酸二ナトリウム、リン酸水素ナトリウム 5.8 g に水を加えて溶かし、1 L とする。この液 100 mL に水 500 mL、アセトニトリル 300 mL 及びメタノール 350 mL を加える。

流量 1 mL/分

## プルラナーゼ

### Pullulanase

**定義** 本品は、細菌 (*Bacillus* 属, *Klebsiella* 属, *Pullulanibacillus naganoensis*, *Sulfolobus solfataricus* に限る。) の培養物より得られた、プルランを分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、プルラナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

**プルラナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第 1 法

本品 1.0 g を量り、水又は pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02 mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

プルラン 0.40 g を量り、pH5.0 のクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.02 mol/L) を加えて溶かし 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に基質溶液 1 mL を量り、40°C で加温し、あらかじめ 40°C で加温した試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 30 分間加温し、ソモギー試液 (I) 2 mL を加えて混和した後、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 20 分間加熱し室温まで冷却する。この液にネルソン試液 2 mL を加え、赤色沈殿物を溶かした後、水 4 mL を加えて 30 分間放置し、検液とする。別に試験管に試料液 1 mL を量り、ソモギー試液 (I) 2 mL を加えて混和した後、基質溶液 1 mL を加えて混和し、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 20 分間加熱し室温まで冷却する。この液にネルソン試液 2 mL を加え、赤色沈殿物を溶かした後、水 4 mL を加えて 30 分間放置し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の

吸光度よりも大きい。

### 第2法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

プルラン（赤色）1.0 g を量り、pH5.0 の酢酸緩衝液（0.2mol/L）50mL を加えて溶かしたものを基質溶液とする。

試料液 1 mL を量り、基質溶液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、40℃で 20 分間加温する。この液にエタノール（99.5）4.0mL を加えて混和し、室温で 5 分間放置した後、遠心分離し、上澄液を検液とする。別に試料液の代わりに pH5.0 の酢酸緩衝液（0.2mol/L）を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 510nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 第3法

本品 1.0 g を量り、クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L、pH5.0、システイン含有）を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液を用いて 5 倍に希釈したものを試料液とする。

プルラン（還元処理）を 0.3 g 量り、クエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L、pH5.0、システイン含有）を加えて溶かし 50mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 3.3mL を量り、50℃で 8 分間加温し、試料液 0.6mL を加えて 50℃で 20 分間加温する。この液に p-ヒドロキシ安息香酸ヒドラジド試液 1.8mL を加えて直ちに振り混ぜ、室温で 20 分間放置し、検液とする。別に試料液の代わりにクエン酸・水酸化ナトリウム緩衝液（0.05mol/L、pH5.0、システイン含有）を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 405 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

## プルラン

Pullulan

**定 義** 本品は、糸状菌（*Aureobasidium pullulans* に限る。）の培養液より、分離して得られた多糖類である。成分はプルランである。

**性 状** 本品は、白～淡黄白色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

- 確認試験** (1) 本品 10 g を水 100 ~~mL~~ mL にかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき、粘稠な溶液となる。
- (2) (1) で得た溶液 10 ~~mL~~ mL にプルラナーゼ試液 0.1 ~~mL~~ mL を加えて混和し放置するとき、粘性がなくなる。
- (3) 本品の水溶液（1→50）10 ~~mL~~ mL にポリエチレングリコール 600 を 2 ~~mL~~ mL 加えるとき、直ちに白色の沈殿を生じる。

**純度試験** ~~(1) 動粘度~~ 15～180mm<sup>2</sup>/s

本品を乾燥した後、その 10.0 g を 正確に 量り、水を加えて溶かし、正確に 100 g とし、30±0.1℃で粘度を測定する。

~~(2) 重金属 Pb として 5.0µg/g 以下 (4.0 g、第 2 法、比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

純度試験 (1)(3) 鉛 Pbとして 2.0 1µg/g以下 (4.0 4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 2.0 1.5µg/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5)(3) 総窒素 0.05%以下

本品約 3 gを精密に量り, 窒素定量法セミマイクロケルダール法により試験を行う。ただし, 分解に用いる硫酸の量は 12mLとし, 加える水酸化ナトリウム溶液の量は 40mLとする。

(6)(4) 単糖類及び少糖類 12.0%以下

本品を乾燥し, その 0.800 gを水 100mLに溶かして試料原液とする。試料原液 1 mLに塩化カリウム飽和溶液 0.1mLを加えた後, メタノール 3 mLを加えて激しく振り混ぜる。この液を遠心分離し, その上澄液を試料液とする。別に試料原液 1 mLを正確に量り, 水を加えて正確に 50mLとし, 標準原液とする。試料液 0.2mLを正確に量り, 氷水中で冷却したアントロン・硫酸 (3→4) 溶液 (1→500) 5 mLに静かに加えて直ちに混和し, 90°Cで 10 分間加温した後, 直ちに冷却し, 検液とする。試料原液の代わりに標準原液及び水をそれぞれ 0.2mLずつ正確に量り, 検液の場合調製と同様に操作してそれぞれを標準液及び空試験液とする。検液, 標準液及び空試験液につき水を対照として波長 620nmにおけるそれぞれの吸光度 A<sub>T</sub>, A<sub>S</sub>及び A<sub>0</sub>を測定し, 次式により含量を求める。

$$\text{単糖類及び少糖類の含量 (\%)} = \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 8.2 \text{ (\%)} -$$

乾燥減量 8.0%以下 (90°C, 減圧, 6 時間)

強熱残分 5.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき, 本品 1 gにつき, 細菌数は 10,000 以下生菌数は 5000 以下, 真菌数は 100 以下である。また, 大腸菌群及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験と真菌数試験の試料液, 及び大腸菌群試験とサルモネラ試験の前培養液は, いずれも第1法により調製する。

### プロテアーゼ

Protease

たん白分解酵素

定義 本品は, 動物, 魚類若しくは甲殻類の筋肉若しくは臓器, 又は担子菌 (*Pycnoporus coccineus*に限る。), 糸状菌 (*Aspergillus melleus, Aspergillus niger, Aspergillus oryzae, Aspergillus phoenicis, Aspergillus saitoi, Aspergillus sojae, Monascus pilosus, Monascus purpureus, Mucor circinelloides, Mucor javanicus, Mucor miehei, Mucor rouxii, Penicillium citrinum, Penicillium duponti, Rhizomucor miehei, Rhizopus chinensis, Rhizopus delemar, Rhizopus niveus, Rhizopus oryzae*に限る。), 酵母 (*Saccharomyces* 属に限る。), 放線菌 (*Streptomyces* 属に限る。)若しくは細菌 (*Bacillus amyloliquefaciens, Bacillus clausii, Bacillus coagulans* J4, *Bacillus halodurans, Bacillus lentus, Bacillus licheniformis, Bacillus polymyxa, Bacillus stearothermophilus, Bacillus subtilis, Bacillus thermoproteolyticus, Geobacillus caldoproteolyticus, Geobacillus stearothermophilus, Lysobacter*

enzymogenes, Pseudomonas paucimobilisに限る。)の培養物より得られた、たん白質を分解する酵素である。食品(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で, においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、プロテアーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品1gにつき, 生菌数は50000以下である。また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**プロテアーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 基質, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50gを量り, 水, 冷却した水, 又はプロテアーゼ用試料希釈液を加えて溶解又は均一に分散し, 50mLとしたもの, 又は, これを更に水, 冷却した水, 又は同希釈液を用いて10倍, 100倍, 若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

プロテアーゼ用基質溶液5mLを量り, 37°Cで10分間加温した後, 試料液1mLを加え直ちに振り混ぜる。この液を37°Cで10分間加温した後, トリクロロ酢酸溶液(9→125)又はトリクロロ酢酸試液(プロテアーゼ活性試験用)5mLを加えて振り混ぜ, 同温度で30分間加温した後, ろ過する。初めのろ液3mLを除き, 次のろ液2mLを量り, 炭酸ナトリウム試液(0.55mol/L)5mL及びフオリン試液(1→3)1mLを加えて混和し, 37°Cで30分間加温し, 検液とする。別に試料液1mLを量り, 検液の調製に用いたトリクロロ酢酸溶液(9→125)又はトリクロロ酢酸試液(プロテアーゼ活性試験用)5mLを加えて振り混ぜ, プロテアーゼ用基質溶液5mLを加えて直ちに混和し, 37°Cで30分間加温した後, ろ過する。以下検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液につき, 波長660nmにおける吸光度を測定するとき, 検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお, 吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は, 遠心分離を行い, その上澄液について測定する。

#### 第2法

本品0.50gを量り, 水又はpH4.7の酢酸緩衝液(0.1mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し, 50mLとしたもの, 又は, これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍, 100倍, 若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

ヘモグロビン(ウシ由来)4.0gを量り, 水100mLを加えて10分間かき混ぜながら溶かし, 塩酸試液(0.3mol/L)を用いてpH1.7に調整し, 10分間かくはんする。この液を酢酸ナトリウム試液(0.5mol/L)を用いてpH4.7に調整した後, 更に水を加えて200mLとしたものを基質溶液とする。

栓付試験管に基質溶液10mLを入れ, 40°Cで約5分間加温した後, 試料液2mLを加え, 栓をして緩やかに30秒間混ぜた後, 40°Cで30分間加温する。この液にトリクロロ酢酸溶液(7→50)10mLを加

えて約40秒間よく振り混ぜ、約10分毎に振り混ぜながら室温で60分間放置した後、激しく振り混ぜて内容物を分散させてろ過し、ろ液のうち、最初の半量は同じろ紙で再ろ過し、得られたろ液全量を検液とする。別に栓付試験管に基質溶液10mLを入れ、40℃で30分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液（7→50）10mLを加え約40秒間よく振り混ぜた後、あらかじめ40℃で30分間加温した試料液2 mLを加えよく振り混ぜ、約10分毎に振り混ぜながら室温で60分間放置した後、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。

検液及び比較液につき、波長275nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。なお、吸光度測定のための対照には、栓付試験管に基質溶液10mLを入れ、40℃で5分間加温した後、試料液の代わりに水又はpH4.7の酢酸緩衝液（0.1mol/L）2 mLを加え、以下検液の調製と同様に操作した液を用いる。

### 第3法

本品1.0 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

アゾカゼイン又はアゾコラーゲン0.5 gを量り、トリス緩衝液（0.05mol/L、pH7.5、塩化カルシウム・ポリエチレングリコール含有）を加えて溶解又は懸濁し、塩酸試液（0.5mol/L）又は水酸化ナトリウム試液（0.5mol/L）を用いてpH7.5に調整し、同緩衝液を加え100mLとしたものを基質溶液とする。

試料液0.2mLを量り、30℃で2分間加温した後、あらかじめ30℃に加温した基質溶液1 mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液を30℃で5分間加温した後、トリクロロ酢酸溶液（1→10）0.2mLを加えて振り混ぜ、室温に5分間放置し、毎分14000回転で5分間遠心分離し、上澄液1 mLを量り、水酸化ナトリウム試液（0.5mol/L）0.25mLを加え、検液とする。別に試料液の代わりにトリス緩衝液（0.05mol/L、pH7.5、塩化カルシウム・ポリエチレングリコール含有）を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長420nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 第4法

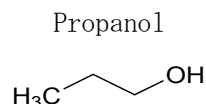
本品1.5 gを量り、ホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液（0.01mol/L、pH8.5、ポリソルベート含有）を加えて溶解又は均一に分散し、50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

スクシニルトリアラニンパラニトロアニド30mgを量り、ジメチルスルホキシド1 mLを加えて溶かし、ホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液（0.01mol/L、pH8.5、ポリソルベート含有）15mLを加えたものを基質溶液とする。

試料液0.1mLを量り、25℃で3分間加温した後、基質溶液1 mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液を25℃で10分間加温した後、酢酸（1→5）0.25mLを加えて振り混ぜ、検液とする。別に試料液の代わりにホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液（0.01mol/L、pH8.5、ポリソルベート含有）を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長405nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

プロパノール



$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$

分子量 ~~60.09~~60.10

Propan-1-ol [71-23-8]

**含量** 本品は、プロパノール ( $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

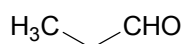
~~純度試験 (1) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.383\sim 1.388$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25}=0.800\sim 0.805$

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### プロピオンアルデヒド

Propionaldehyde



$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$

分子量 58.08

Propanal [123-38-6]

**含量** 本品は、プロピオンアルデヒド ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ) 97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.360\sim 1.380$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25}=0.796\sim 0.814$

~~純度試験 (3) 酸価~~ 5.0 以下 (香料試験法)

**定量法** ~~香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法により次の操作条件で定量する。なお、検液注入後、0～60分間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対するプロピオンアルデヒドのピーク面積百分率を求め、含量とする。~~

**操作条件**

~~検出器~~ 水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器

~~カラム~~ 内径 0.25～0.53mm、長さ 30～60m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はポリエチレングリコールを 0.25～1 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

~~カラム温度~~ 50℃で 5 分間保持し、その後毎分 5℃で昇温し、230℃に到達後、19 分間保持する。

~~注入口温度~~ 125～175℃

~~検出器温度~~ 250～300℃

~~注入方式~~ スプリット (30 : 1～250 : 1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えない

~~ように設定する。~~

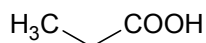
~~キャリアーガス—ヘリウム又は窒素~~

~~流量—被検成分のピークが5～10分間に現れるように調整する。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(3)により定量する。

### プロピオン酸

Propionic Acid



$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$

分子量 74.08

Propanoic acid [79-09-4]

含 量 本品は、プロピオン酸 ( $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$ ) 99.5%以上を含む。

性 状 本品は、油状の澄明な液体で、特異なおいがある。

確認試験 本品 1 ~~ml~~ に硫酸 3 滴及びエタノール (95) 1 ~~ml~~ を加え、加熱するとき、芳香を發する。

比 重  $d_{20}^{20}=0.993\sim0.997$

純度試験 ~~(1) 比重 0.993～0.997~~

~~(2) (1) 蒸留試験 138.5～142.5℃で95vol%以上を留出する。(第2法)~~

~~(3) 重金属—Pbとして10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下~~

~~本品 2.0ml を量り、水 10ml 及びアンモニア試液を加えて中和した後、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(4) (3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.0 3 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 以下 (0.50~~ml~~, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(5) (4) アルデヒド類 プロピオンアルデヒドとして0.2%以下~~

本品 10~~ml~~ を量り、あらかじめ水 50~~ml~~ 及び亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1→80) 10~~ml~~ を入れた 250~~ml~~ の共栓三角フラスコに入れ、栓をして激しく振り混ぜた後、30 分間放置し、液の色が黄褐色になるまで 0.05mol/L ヨウ素溶液で滴定するとき、その消費量は、7 ~~ml~~ 以下である。別に空試験を行い補正する。

~~(6) (5) 蒸発残留物 0.01%以下~~

本品 20g を量り、140℃で恒量になるまで蒸発し、その残留物の質量を量る。

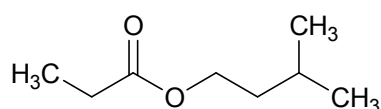
定 量 法 本品約 3g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水 40~~ml~~ を加えて溶かし、1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。

1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~ml~~ = 74.08mg  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$

### プロピオン酸イソアミル

Isoamyl Propionate





$C_8H_{16}O_2$

分子量 144.21

3-Methylbutyl propanoate [105-68-0]

**含量** 本品は、プロピオン酸イソアミル ( $C_8H_{16}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明な澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、特有のにおいはなくなり、3-メチル-1-ブタノールのにおいを発する。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、プロピオン酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.405\sim1.409$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.864\sim0.869$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.404\sim1.408$~~

(2) ~~比重 0.868～0.872~~

(3) ~~溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

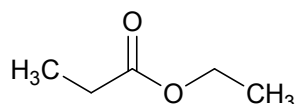
**定量法** ~~本品約 0.7g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 72.11mg  $C_8H_{16}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

プロピオン酸エチル

Ethyl Propionate



$C_5H_{10}O_2$

分子量 102.13

Ethyl propanoate [105-37-3]

**含量** 本品は、プロピオン酸エチル ( $C_5H_{10}O_2$ ) 98.097.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、温湯中で加温するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、プロピオン酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.383\sim1.385$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.886\sim0.889$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.383\sim1.385$~~

~~(2) 比重 0.890～0.893~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 50vol%エタノール 3.0mL)~~

~~(4) 酸価 1.02.0 以下 (香料試験法)~~

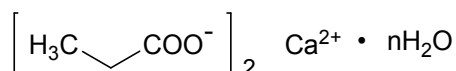
**定量法** ~~本品約1gを精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1mL=51.07mg—C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### プロピオン酸カルシウム

Calcium Propionate



n = 1 又は 0

C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>CaO<sub>4</sub> · nH<sub>2</sub>O (n = 1 又は 0)

Monocalcium dipropanoate monohydrate

分子量 1 水和物 204.23

Monocalcium dipropanoate [4075-81-4]

無水物 186.22

**含量** 本品を乾燥したものは、プロピオン酸カルシウム (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>CaO<sub>4</sub>) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶、粉末又は顆粒で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→10) 5 ~~mL~~ mL に硫酸 (1→10) 5 ~~mL~~ mL を加えて加熱するとき、特異なにおいを発する。

(2) 本品は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 水不溶物 0.30%以下

本品 10.0 g を量り、水 100 ~~mL~~ mL を加え、時々振り混ぜて 1 時間放置した後、不溶物をガラスろ過器 (1 G 4) でろ取し、水 30 ~~mL~~ mL で洗い、180°C で 4 時間乾燥し、その質量を量る。

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 2.0 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.30 ~~mL~~ mL を加えるとき、液は、無色である。この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.6 ~~mL~~ mL を加えるとき、液の色は、赤色に変わる。

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 ~~3~~ µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 9.5%以下 (120°C, 2 時間)

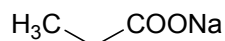
**定量法** 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 ~~mL~~ mL とする。こ

の液 25~~mL~~を正確に量り、水 75~~mL~~及び水酸化ナトリウム溶液（1→10）15~~mL~~を加えて約1分間放置し、NN指示薬0.1gを加え、直ちに0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する。終点は、赤色が完全に消失して青色となったときとする。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1~~mL~~=9.311mg C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>CaO<sub>4</sub>

### プロピオン酸ナトリウム

Sodium Propionate



C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>2</sub>

分子量 96.06

Monosodium propanoate [137-40-6]

**含量** 本品を乾燥したものは、プロピオン酸ナトリウム（C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>2</sub>）99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は顆粒で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 「プロピオン酸カルシウム」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、微濁（1.0g、水 20~~mL~~）

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 「プロピオン酸カルシウム」の純度試験(2)を準用する。

~~(3) 重金属 Pbとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~「プロピオン酸カルシウム」の純度試験(3)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして5 $\mu\text{g/g}$ 以下（0.80g、第3法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式）

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu\text{g/g}$ 以下（0.50g、第1法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B）

~~「プロピオン酸カルシウム」の純度試験(4)を準用する。~~

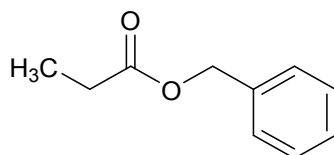
**乾燥減量** 5.0%以下（105℃、1時間）

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、非水滴定用酢酸 40~~mL~~を加えて溶かし、必要があれば加温し、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する（指示薬 クリスタルバイオレット・酢酸試液 2滴）。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液 1~~mL~~=9.606mg C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>NaO<sub>2</sub>

### プロピオン酸ベンジル

Benzyl Propionate



C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>

分子量 164.20

Phenylmethyl propanoate [122-63-4]

含 量 本品は、プロピオン酸ベンジル (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~本品 1mL にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5mL を加え、温湯中で 20 分間加温するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、プロピオン酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.495\sim1.500$

比 重  $d_{25}^{25}=1.028\sim1.033$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.496\sim1.500$~~

~~(2) 比重 1.032~1.036~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール 5.0mL)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

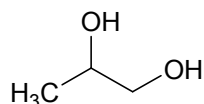
定 量 法 ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1mL=82.10mg C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### プロピレングリコール

Propylene Glycol



C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

分子量 76.09

Propane-1,2-diol [57-55-6]

含 量 本品は、プロピレングリコール (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色澄明な粘稠な液体で、においがなく、わずかに苦味及び甘味がある。

確認試験 (1) 本品 1 ~~mL~~ mL に硫酸水素カリウム 0.5 g を加えて加熱するとき、果実よのにおいを発する。

(2) 本品 2~3 滴にトリフェニルクロロメタン 0.7 g を混和し、ピリジン 1 ~~mL~~ mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間加熱する。冷後、アセトン 20 ~~mL~~ mL を加え、加温して溶かし、活性炭 ~~0.02g~~ 20mg を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液が約 10 ~~mL~~ mL になるまで濃縮し、冷却する。析出した結晶をろ取し、デシケーター中で 4 時間乾燥するとき、その融点は 174~178℃である。

比 重  $d_{20}^{20}=1.036\sim1.040$

純度試験 (1) ~~比重 1.036~1.040~~

~~(2) (1) 蒸留試験 185~189℃で 95vol%以上を留出する。(第 2 法)~~

~~(3) (2) 遊離酸 水 50 ~~mL~~ mL にフェノールフタレイン試液 1 ~~mL~~ mL を加え、液が 30 秒間持続する紅赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→2,500) を加えた後、本品 10 ~~mL~~ mL を正確に量って加え、混和する。次に 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20 ~~mL~~ mL を加えるとき、液は、30 秒以上~~

持続する紅赤色を呈する。

~~(4) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

水分 0.20%以下 (10 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.05%以下 (10 g)

定量法 本品約1 gを精密に量り、水を加えて正確に250mLとする。この液10mLを正確に量り、共栓フラスコに入れ、~~メタ過ヨウ素酸ナトリウム~~過ヨウ素酸ナトリウム試液10mLを正確に量って加え、更に硫酸(1→2)4mLを加えてよく振り混ぜ、40分間放置する。この液にヨウ化カリウム5 gを量って加え、直ちに密栓してよく振り混ぜた後、暗所に5分間放置し、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1mL)。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$(a - b) \times 3.805 \times 25$$

プロピレングリコール (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>) の含量 (%) =  $\frac{\text{---}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000}$  × 100 ~~(%)~~

ただし、

a : 空試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

### プロピレングリコール脂肪酸エステル

Propylene Glycol Esters of Fatty Acids

定義 本品は、脂肪酸とプロピレングリコールとのエステル又は油脂とプロピレングリコールとのエステル交換物である。

性状 本品は、白～淡黄褐色の粉末、薄片、粒、~~若しくは~~ろう状の塊又は無～淡黄褐色の粘稠な液体で、においがいい又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1 gにエタノール (95) 2mLを加えて加温して溶かし、硫酸(1→20) 5mLを加え、水浴中で30分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を生じる。この油滴又は固体を分離し、これにジエチルエーテル3mLを加えて振り混ぜるとき溶ける。  
(2) 本品約5 gに~~エタノール製水酸化カリウム試液~~3.5w/v%水酸化カリウム・エタノール試液 50mLを加え、還流冷却器を付け、水浴中で1時間加熱する。この液のメタノール溶液(1→5)を検液とする。メタノール/プロピレングリコール混液(9:1)及びメタノール/グリセリン混液(9:1)を対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ5µLずつ量り、アセトン/水混液(9:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行う。展開溶媒の先端が原線より約15cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、110°Cで10分間加熱して溶媒を除く。冷後、チモール・硫酸試液を噴霧した後、110°Cで20分間加熱して呈色させ、観察するとき、対照液のプロピレングリコールと同位置に黄色のスポットを認める。また、更に対照液のグリセリンと同位置の黄褐色のスポットを認める場合もある。ただし、薄層板には、~~担体として~~担体とし、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 酸価 8.0 以下 (油脂類試験法)

~~(2) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下(5.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液10.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(4) ポリオキシエチレン 「ソルビタン脂肪酸エステル」の純度試験(4)を準用する。

強熱残分 1.5%以下

## ブロメライン

Bromelain

定 義 本品は、パイナップル (~~Ananas comosus Merrill~~Ananas comosus (L.) Merr.) の果実又は根茎より得られた、たん白質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

酵素活性 本品は、1g 当たり 500,000 単位以上の酵素活性を有する。

性 状 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 ~~「パパイニン」の確認試験(1)を準用する。~~本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5.05 $\mu$ g/g以下(~~2.00.80~~g, 第1法, 比較液 鉛標準液4mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、鉛試験法第3法により操作する。

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(3) シアン化物 本品5.0gを量り、蒸留フラスコに入れ、酒石酸L(+)-酒石酸2g及び水50mLを加え、必要があればシリコーン樹脂1滴を加え、あらかじめ冷却器を付けて1mol/L水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液(1mol/L)2mL及び水10mLを入れた受器を接続した蒸留装置に連結し、留分25mLを得るまで蒸留し、この留分に水を加えて50mLとする。この液25mLに硫酸第一鉄硫酸鉄(II)試液0.5mL、塩化鉄(III)溶液(0.18→100)塩化鉄(III)六水和物溶液(9→5000)0.5mL及び希硫酸10%硫酸試液1mLを加えるとき、液は青色を呈さない。

微生物限度 ~~微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は50,000以下である。また大腸菌は認めない。~~微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

### 酵素活性測定法

(i) 検液

L-システイン塩酸塩L-システイン塩酸塩一水和物5.27g、エチレンジアミン四酢酸三ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物2.23g及び塩化ナトリウム23.4gを水に溶かし、1mol/L水酸化ナトリウム試液(1mol/L)でpH4.5に調整し、水を加えて1,000mLとし、希釈液とする。本品約0.1gを精密に量り、乳鉢に入れ、希釈液を加えてかき混ぜた後、正確に100mLとする。この液を、必要があれば遠心分離し、上澄液を希釈液で希釈して1mL中に30～50単位を含む液を調製する。

(ii) 操作法

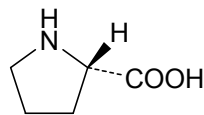
検液 1 mL を正確に量り、試験管に入れ、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  で 5 分間加温した後、あらかじめ  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温したカゼイン試液 (pH7.0) 5 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  で正確に 10 分間反応させた後、トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、再び  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  で 40 分間放置した後、定量分析用紙 (5 種 C) を用いてろ過する。最初の 3 mL を除いたろ液につき、水を対照とし、波長 275nm における吸光度  $A_T$  を測定する。別に検液 1 mL を正確に量り、トリクロロ酢酸試液 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、更にカゼイン試液 (pH7.0) 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜて、 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  で 40 分間放置し、以下同様に操作して、吸光度  $A_0$  を測定する。また、チロシン標準液につき、水を対照とし、波長 275nm における吸光度  $A_S$  を測定する。更に 0.1mol/L 塩酸 試液 (0.1mol/L) につき、水を対照とし、波長 275nm における吸光度  $A_{S_0}$  を測定し、次式により酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間にチロシン 1  $\mu\text{g}$  に相当するアミノ酸を生成する酵素量を 1 単位とする。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g)} = \frac{(A_T - A_0) \times 50}{A_S - A_{S_0}} \times \frac{11}{10} \times \frac{1000}{WM}$$

ただし、WM : 検液 1 mL 中の試料の量 (mg)

L-プロリン

L-Proline



$\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$

分子量 115.13

(2S)-pyrrolidine-2-carboxylic acid [147-85-3]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-プロリン ( $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_2$ ) 98.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに甘い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え、水浴中で 1 分間加熱するとき、黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→500) 1 mL に ~~炭酸ナトリウム溶液~~ 炭酸ナトリウム十水和物溶液 (1→50) 1 mL、~~ニトロプルシドナトリウム~~ ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物溶液 (1→100) 1 mL 及びアセトアルデヒド 溶液 (1→10) 1 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -84.0 \sim -86.0^\circ$  (4 g, 水, 100mL, 乾燥物換算)

pH 5.9~6.9 (1.0 g, 水 10mL)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -84.0 \sim -86.0^\circ$~~

~~本品約 4 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2)(1)~~ 溶状 無色，澄明 (1.0 g，水 10~~mL~~)

~~(3) 液性 pH5.9~6.9 (1.0 g，水 10mL)~~

~~(4)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.1%以下 (~~0.07g~~70mg，比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20~~mL~~)

~~(5) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g，第 1 法，比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g，第 1 法，比較液 鉛標準液 4.0mL，フレイム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g，第 1 法，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置 B)

乾燥減量 0.30%以下 (105°C，3 時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り，以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ = 11.51mg C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>

### L-プロリン液

L-Proline Solutionm

含量 本品は，L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>=115.13) 50%以下で，その表示量の 95~110%を含む。

性状 本品は，無色の液で，においがなく又はわずかに特異なにおいがあり，味はわずかに甘い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5 ~~mL~~ にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 ~~mL~~ を加え，水浴中で 1 分間加熱するとき，黄色を呈する。

(2) 本品 4 g に水 100~~mL~~ を加え，混和した液は，左旋性である。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) 当たり 20 $\mu$ g/g 以下~~

~~L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) として 1.0 g に対応する量の本品を量り，水 40mL を加え，更に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし，検液とする。比較液は，鉛標準液 2.0mL に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g · C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub> 以下 (L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) 2.0 g に対応する量，第 1 法，比較液 鉛標準液 4.0mL，フレイム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) 当たり 4.03 $\mu$ g/g · C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub> 以下 (L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) 0.50 g に対応する量，標準色 ヒ素標準液 3.0mL，装置 B)

~~L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) として 0.50 g に対応する量の本品を量り，に水 5 ~~mL~~ を加え，必要があれば加温して溶かし，検液とする。装置 B を用いる。~~

強熱残分 L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) 当たり 0.10%以下

定量法 L-プロリン (C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>) として約 0.25 g に対応する量の本品を精密に量り，以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~ = 11.51mg C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>

### 粉末セルロース

Powdered Cellulose



**定 義** 本品は、パルプを分解して得られた、セルロースを主成分とするものである。

**性 状** 本品は、白色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品 10 g に水 290 mL を加え、かき混ぜ機を用いて高速度（毎分 12,000 回転以上）で 5 分間かき混ぜた後、その 100 mL を 100 mL のメスシリンダーに入れ、1 時間放置するとき、液は分離し、澄明～白色の上澄液と沈殿を生じる。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**pH** 5.0～7.5

本品 10.0 g を量り、水 90 mL を加え、時々かき混ぜる。1 時間後に遠心分離し、その上澄液について測定する。

**純度試験** ~~(1) 液性 pH5.0～7.5~~

~~本品 10.0 g を量り、水 90 mL を加え、時々かき混ぜる。1 時間後に遠心分離し、その上澄液について測定する。~~

~~(2)(1)~~ 水可溶物 1.5%以下

本品を乾燥し、その約 6 g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 90 mL を加え、10 分間時々かき混ぜた後、ガラスろ過器（1 G 4）でろ過し、最初の 10 mL を除いたろ液を得る。必要があれば、更に先のガラスろ過器でろ過し、澄明なる液を得る。あらかじめ乾燥し、質量を精密に量った蒸発皿にろ液 15 mL を入れ、焦がさないように水浴上で加熱し、蒸発乾固した後、105℃で 1 時間乾燥し、質量を精密に量る。別に空試験を行い、補正する。

~~(3) 重金属 Pb として 10 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(4)(3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(5)(4)~~ デンプン 確認試験(1)で得られた液 20 mL にヨウ素試液を数滴加え、かき混ぜるとき、液の色は、青紫色又は青色を呈さない。

**乾燥減量** 10.0%以下 (105℃, 3 時間)

**灰 分** 0.30%以下 (約 800℃, 2 時間)

### 粉末ビタミンA

Dry Formed Vitamin A

**定 義** 本品は、ビタミンA脂肪酸エステルを粉末化したもの又はビタミンA油を粉末化したものである。

**含 量** 本品は、表示量の 90～120%のビタミンAを含む。

**性 状** 本品は、淡黄～淡赤褐色の粉末である。

**確認試験** 本品のビタミンA 1,500 単位に相当する量を とり量り、乳鉢ですりつぶし、温湯 10 mL を加え、よくかき混ぜて乳状とし、エタノール (95) 10 mL を加えて乳化状態をなくす。この液をフラスコに移し、更にヘキサン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、静置するか、又は遠心分離して二層に分ける。ヘキサン層を採り、水 20 mL を加えてよく振り混ぜて洗い、水層を分離し、ヘキサン層を減圧下で蒸発乾固する。残留物を石油エーテル 5 mL に溶かし、検液とする。以下ビタミンA脂肪酸

エステルの確認試験(1)を準用する。

純度試験 (1) 変敗 本品は、不快なおいがない。

~~(2) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (1.5 g, 標準色 ヒ素標準液9.0mL, 装置B)

本品 ~~2.0 g~~ を量り、~~分解フラスコ~~ ケルダールフラスコ に入れ、硝酸 20 ~~mL~~ mL を加え、内容物が流動状となるまで弱く加熱する。冷後、硫酸 5 ~~mL~~ mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。液がなお褐色を呈するときは、冷後、硝酸 5 ~~mL~~ mL を追加し、加熱する。この操作を液が無～淡黄色となるまで繰り返す。冷後、~~シュウ酸アンモニウム~~ シュウ酸アンモニウム一水和物 溶液 (1→25) 15 ~~mL~~ mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 ~~mL~~ mL とし、この液 10 ~~mL~~ mL を量り、検液とする。~~装置Bを用いる。別に、~~ヒ素標準液 ~~8.0mL~~ を量り、~~分解フラスコ~~ ケルダールフラスコ に入れ、硝酸 20mL 及び硫酸 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液 (1→25) 15mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25mL とし、この液 10mL を量り、以下検液の場合と同様に操作し、標準色とする。~~調製する。~~

乾燥減量 5.0%以下 (減圧, 4時間)

強熱残分 5.0%以下

定量法 本品約 5 g を精密に量り、少量の温湯を加えてよく振り混ぜて乳状とし、フラスコに入れ、以下「ビタミンA油」の定量法を準用する。

保存基準 遮光した密封容器に入れ、保存する。

## ヘキサン

Hexane

定義 本品は、主として *n*-ヘキサン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>) を含む。

性状 本品は、無色澄明な揮発性の液体で、特異なおいがある。

屈折率  $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.386$

比重  $d_{20}^{20} = 0.659 \sim 0.687$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.374 \sim 1.386$~~

~~(2) 比重  $0.659 \sim 0.687$~~

~~(3)~~ (1) 蒸留試験 64～70℃で 95vol%以上を留出する。(第2法)

~~(4)~~ (2) 硫黄化合物 本品 5 ~~mL~~ mL を量り、硝酸銀アンモニア試液 5 ~~mL~~ mL を加え、よく振り混ぜながら光を避けて 60℃で 5分間加熱するとき、液の色は、褐色を呈さない。

(3) 鉛 Pbとして1 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品を加熱して蒸発乾固する。残留物に硫酸 1mL を加えて、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉に入れ、500℃で3時間加熱する。塩酸 (1→4) 10mL を加え、加熱して蒸発乾固した後、硝酸 (1→150) を加えて溶かして 10mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸 (1→150) を加えて正確に 10mL とし、比較液とする。

~~(5)~~ (4) ベンゼン ベンゼンとして 0.25vol%以下

本品 50 ~~mL~~ mL を正確に量り、内標準溶液 50 ~~mL~~ mL を正確に量って加えて混和し、検液とする。た

だし、内標準溶液は、4-メチルー2-ペンタノン 0.5 mL を量り、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加えて 100 mL とする。別にベンゼン 0.25 mL を正確に量り、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 50 mL を正確に量り、内標準溶液 50 mL を正確に量って加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液中のベンゼンに相当するピークの示すピーク高さ $Q_T$ と4-メチルー2-ペンタノンの示すピーク高さとの比 $Q_T$ は、比較液中のベンゼンの示すピーク高さ $Q_S$ と4-メチルー2-ペンタノンの示すピーク高さとの比 $Q_S$ を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤

液相 担体に対して 10% のポリエチレングリコール 6,000

担体 177~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3~4 mm, 長さ 2~3 m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 50~70 $^{\circ}$ C の一定温度

キャリアーガス 窒素

流量 ベンゼンのピークが約 5 分後に現れるように調整する。

~~(6)~~ (5) 蒸発残留物 0.0013 w/v % 以下

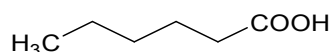
本品 150 mL を量り、注意しながら蒸発した後、105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、残留物の質量を量る。

~~(7)~~ (6) 硫酸呈色物 本品 5 mL を量り、試料とし、比色標準液 B を用いて試験を行う。

### ヘキサン酸

Hexanoic Acid

カプロン酸



$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

Hexanoic acid [142-62-1]

含量 本品は、ヘキサン酸 ( $C_6H_{12}O_2$ ) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品 2 mL に 50 vol% エタノール 6 mL を加えて溶かした液は、弱酸性である。~~

~~(2) 本品 1 mL にエタノール 1 mL 及び硫酸 3 滴を加え、温湯中で 5 分間加温するとき、ヘキサン酸エチルのおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.415 \sim 1.418$

比重  $d_{25}^{25} = 0.923 \sim 0.928$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.415 \sim 1.418$~~

~~(2) 比重 0.926 ~ 0.931~~

~~(3) アルカリ不溶物 10% 以下~~

~~本品 5.0ml を量り、150ml のカシアフラスコに入れ、よく振り混ぜながら炭酸水素ナトリウム溶液 (1→20) 75ml を 3 回に分けて加え、更に 5 分間よく振り混ぜる。30 分間放置した後、水を徐々に加え、不溶性の油分をカシアフラスコの日盛部に上昇させ、1 時間放置した後、その容量を測定する。~~

**定量法** ~~本品約 1g を精密に量り、中和エタノール 10ml を加えて溶かし、0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。~~

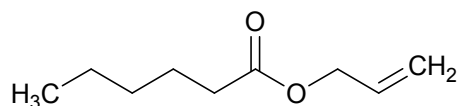
~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 58.08mg  $C_6H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

#### ヘキサン酸アリル

Allyl Hexanoate

カプロン酸アリル



$C_9H_{16}O_2$

分子量 156.22

Prop-2-en-1-yl hexanoate [123-68-2]

**含量** 本品は、ヘキサン酸アリル ( $C_9H_{16}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、パイナップルようなにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.422 \sim 1.426$

比重  $d_{25}^{25} = 0.884 \sim 0.890$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.422 \sim 1.426$~~

~~(2) 比重 0.887～0.893~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール7.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** ~~本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

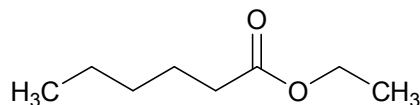
~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 78.11mg  $C_9H_{16}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

#### ヘキサン酸エチル

Ethyl Hexanoate

カプロン酸エチル



$C_8H_{16}O_2$

分子量 144.21

Ethyl hexanoate [123-66-0]

**含 量** 本品は、ヘキサン酸エチル ( $C_8H_{16}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1mL にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5mL を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、ヘキサン酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.406\sim 1.409$

**比 重**  $d_{25}^{25}=0.867\sim 0.871$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.406\sim 1.409$~~

(2) ~~比重 0.871～0.875~~

(3) ~~溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール 4.0mL)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

**定 量 法** ~~本品約 0.7g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1mL = 72.11mg  $C_8H_{16}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### ペクチナーゼ

#### Pectinase

**定 義** 本品は、担子菌 (*Corticium*属に限る。)、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus alliaceus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus carbonarius*, *Aspergillus japonicus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus pulverulentus*, *Aspergillus usamii*, *Rhizopus oryzae*, *Trichoderma*属に限る。)、酵母 (*Geotrichum klebahnii*, *Trichosporon*属に限る。)、放線菌 (*Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber*に限る。)若しくは細菌 (*Bacillus subtilis*に限る。)の培養物より得られた、ペクチン及びペクチン酸を分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ペクチナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1gにつき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ペクチナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 0.50 g を量り、pH4.0 のクエン酸・塩酸緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

ペクチン (かんきつ類由来)、又はペクチン酸 (かんきつ類由来) 0.6 g を量り、pH4.0 のクエン酸・塩酸緩衝液 (0.1mol/L) 80mL を加えて溶かし、クエン酸三ナトリウム試液 (1 mol/L)、又は塩酸試液 (0.1mol/L) を用いて pH4.0 に調整した後、pH4.0 のクエン酸・塩酸緩衝液 (0.1 mol/L) を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 10mL を 40°C で 5 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて直ちに混和し、40°C で 30 分間加温した後、炭酸ナトリウム試液 (1 mol/L) 3 mL を加える。この液に 0.05mol/L ヨウ素溶液 6 mL を加えてよく振り混ぜ、暗所に 30 分間放置した後、硫酸試液 (2 mol/L) 6 mL を加え、検液とする。別に炭酸ナトリウム試液 (1 mol/L) 3 mL に試料液 1 mL を加えて混和し、基質溶液 10mL 及び 0.05mol/L ヨウ素溶液 6 mL を加えてよく振り混ぜ、暗所に 30 分間放置した後、硫酸試液 (2 mol/L) 6 mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、0.02mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 溶性ゲンブレン試液 1~2 滴) するとき、検液の 0.02mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.02mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。終点は、生じた青色が消えるときとする。

#### 第2法

本品 1.0 g を量り、冷水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に冷水を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

ペクチン (かんきつ類由来)、又はペクチン (リンゴ由来) 0.95 g を量り、あらかじめ 70~90°C に加温した水約 70mL 中に入れて溶かし、冷後、クエン酸一水和物溶液 (21→1000) 又はリン酸水素二ナトリウム溶液 (71→2500) を用いて pH3.5 に調整し、pH3.5 のマッキルバイン緩衝液 10mL 及び水を加え 100mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 6 mL 及び pH3.5 のマッキルバイン緩衝液 6 mL を量り、一般試験法粘度測定法第 1 法の毛細管粘度計の管 A から静かに入れ、粘度計を 40°C の恒温水槽中に垂直に設置し、10~15 分間放置した後、試料液 2 mL を加え、管 C を指で閉じ、管 B より空気を吹き込み内容液を混合する。40°C で加温しながら、同粘度測定法により操作して流下に要する時間 (秒) を測定し、この操作を連続して 5 回繰り返す、その平均を検液の流下時間とする。別に試料液の代わりに水 2 mL を用いて検液の調製と同様に操作して流下に要する時間 (秒) の平均を求め、これを比較液の流下時間とする。このとき、検液の流下時間は比較液の流下時間よりも小さい。

#### 第3法

本品 0.83 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 25 倍に希釈したものを試料液とする。

エステル化ペクチン 5.0 g を量り、あらかじめ 40°C に加温した水 800mL に徐々に加え懸濁させ、更にかくはんしながら加温し 60°C 以下で溶かす。冷後、この液に塩化マグネシウム六水和物 2.03 g を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で pH を 4.80±0.04 にあわせた後、水を加え

て 1000mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 20mL を量り、30℃で 15 分間加温した後、pH 電極を浸す。この液を 0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いて pH4.80±0.04 に調整した後、試料液 1 mL を加える。試料液添加後 2 分間 pH4.80±0.04 に保持するように、0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液を連続して滴加し、その消費量を検液の消費量とする。別に試料液の代わりに水 1 mL を用いて検液の調製と同様に操作したときの 0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量を比較液の消費量とする。このとき、検液の消費量は比較液の消費量よりも大きい。なお、すべての操作はかくはんしながら行う。

#### 第4法

本品 0.71 g を量り、酢酸緩衝液 (0.02mol/L, pH5.0, アルブミン含有) を加えて溶解又は均一に分散し 250mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

ポリガラクトロン酸ナトリウム塩 0.5 g を水約 80mL にかくはんしながら徐々に加え、5 分間で懸濁する。この懸濁液を 80~85℃で 2 分間加温した後、常温まで急冷する。この中に pH5.0 の酢酸緩衝液 (1 mol/L) を 5mL 加え、更に水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。

40℃で 1 分加温した試料液 0.5mL にあらかじめ 40℃で加温した基質溶液 0.5mL を加え、直ちにかくはん後、40℃で 10 分間放置する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸試液 (ペクチナーゼ活性試験用) 1 mL を加えて混和し水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水 5 mL を加え、検液とする。別に試料液の代わりに酢酸緩衝液 (0.02mol/L, pH5.0, アルブミン含有) を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第5法

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 50 倍に希釈したものを試料液とする。

pH5.5 のクエン酸・リン酸緩衝液 (0.1mol/L) 100mL に水 50mL を加えて 60℃に加温し、ペクチン (リング由来) 1 g を徐々に加えて約 20 分間かくはんして完全に溶かし、冷後、水を加えて 200mL としたものを基質溶液とする。

試料液 0.5mL にあらかじめ 45℃で加温した基質溶液 2.5mL を加え、45℃で 10 分間加温した後、塩酸試液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて混和し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 235nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。なお、吸光度の測定は 45℃で行い、また、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第6法

本品 1.0 g を量り、トリス緩衝液 (0.1mol/L, pH7.8, 塩化カルシウム含有) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

2-アミノ-2-ヒドロキシメチルー-1, 3-プロパンジオール溶液 (969→20000) 30mL を量

り、塩酸試液（1 mol/L）6.6 mL 及び水 10 mL を加えて混和する。この液にポリガラクトロン酸ナトリウム塩 0.27 g を加え、室温で 20 分以上かくはんして溶かした後、塩酸試液（1 mol/L）を用いて pH7.8 に調整し、水を加えて 60 mL としたものを基質溶液とする。

基質溶液 0.9 mL に塩化カルシウム二水和物溶液（1→10000）0.9 mL を加えて混和し、37°C で約 5 分間加温する。この液に試料液 0.2 mL を加えて混和し、37°C で 10 分間加温した後、塩酸試液（0.05 mol/L）2 mL を加え、検液とする。別に基質溶液 0.9 mL に塩化カルシウム二水和物溶液（1→10000）0.9 mL を加えて混和し、37°C で 15 分間加温した後、塩酸試液（0.05 mol/L）2 mL を加え、次いで試料液 0.2 mL を加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、調製後 30 分間以内に波長 235 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## ペクチン

Pectin

**定義** 本品は、かんきつ類、リンゴ等から得られた、部分的にメチルエステル化されたポリガラクトuron酸ポリガラクトuron酸など等の水溶性多糖類を成分とするものである。ショ糖，ブドウ糖，乳糖又はデキストリンを含むことがある。

**性状** 本品は、白～淡褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品 ~~0.05g~~ 50mg を量り、2-プロパノール 1 mL を加える。更に電磁式かくはん機でかきまぜながら、水 50 mL を加える。~~0.5 mol/L~~ 水酸化ナトリウム溶液 水酸化ナトリウム試液（0.5 mol/L）を加えて pH12 に調整した後、15 分間放置する。~~0.5 mol/L~~ 塩酸 塩酸試液（0.5 mol/L）を加えて pH7.0 に調整した後、水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。ペクチン測定用トリス緩衝液（pH7.0）0.5 mL を石英セルに入れ、試料液 1.0 mL、水 0.5 mL 及びペクチン測定用ペクチン酸リアーゼ溶液 0.5 mL を加えて混合し、検液とする。別にペクチン測定用トリス緩衝液（pH7.0）0.5 mL を石英セルに入れ、試料液 1.0 mL、水 1.0 mL を加えて混合し、酵素空試験液とする。また、ペクチン測定用トリス緩衝液（pH7.0）0.5 mL を石英セルに入れ、水 1.5 mL 及び酵素溶液 0.5 mL を加えて混合し、試料空試験液とする。検液、酵素空試験液及び試料空試験液の波長 235 nm における吸光度を測定する。更に 10 分後に波長 235 nm における吸光度を測定し、次式により 0 分の吸光度  $A_0$  及び 10 分後の吸光度  $A_{10}$  を求めるとき、吸光度の変化（ $A_{10} - A_0$ ）の値は、0.023 以上である。

0 分の吸光度  $A_0 = 0$  分の検液の吸光度 - （0 分の酵素空試験液の吸光度 + 0 分の試料空試験液の吸光度）

10 分後の吸光度  $A_{10} = 10$  分後の検液の吸光度 - （10 分後の酵素空試験液の吸光度 + 10 分後の試料空試験液の吸光度）

**純度試験** (1) アミド基 総カルボキシル基に対して 25% 以下

本品約 5 g を精密に量り、ビーカーに入れ、塩酸 5 mL 及び 60 vol% エタノール 100 mL を加え、10 分間かき混ぜた後、ガラスろ過器（1 G 3）を用いてろ過し、残留物を 60 vol% エタノール/塩酸混液（20 : 1）15 mL ずつで 6 回洗う。次に、60 vol% エタノールで先のガラスろ過器



上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで洗う。更にエタノール (95) 20 mL で洗い、105°C で ~~2.5時間~~ 150 分乾燥し、冷後、質量を測定する。この約 10 分の 1 に当たる量を精密に量り、その質量を  $WM$  (mg) とする。これにエタノール (95) 2 mL を加えて湿らせ、煮沸して冷却した水 100 mL を加え、時々振り混ぜてよく水和させた後、フェノールフタレイン試液を 5 滴加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定値を  $V_1$  とする。次に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20 mL を正確に量って加え、よく振り混ぜ、15 分間静置する。更に 0.5 mol/L 塩酸 20 mL を正確に量って加え、液の桃色が消えるまで振り混ぜ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定値を  $V_2$  とする。終点は、激しく振り混ぜるとき、液がわずかに桃色を呈するときとする。窒素定量法中のケルダール法の装置に従い、滴定した液を 500 mL の分解フラスコ ~~ニケルダールフラスコ~~ に移し、しぶき止め及び冷却器を付ける。あらかじめ 0.1 mol/L 塩酸 20 mL 及び新たに煮沸して冷却した水 150 mL を吸収用フラスコに入れ、冷却器の下端をこの液中に浸す。水酸化ナトリウム ~~(1→10)~~ 溶液 (1→10) 20 mL を分解フラスコ ~~ニケルダールフラスコ~~ に入れ、泡立ち過ぎないように注意しながら加熱し、80~120 mL が留出するまで蒸留する。メチルレッド試液を数滴加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定値を  $S$  とする。別に空試験を行い、滴定値を  $B$  とする。

$$\text{総カルボキシル基に対するアミド基の含量 (\%)} = ((B - S) / (V_1 + V_2 + (B - S))) \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

- (2) ~~ガラクトキロン酸~~ ガラクトロン酸 65%以上

純度試験(1)で得られた  $WM$ ,  $V_1$ ,  $V_2$ ,  $B$ ,  $S$  を用いて、次式により求める。

$$\text{ガラクトキロン酸} \text{---} \text{ガラクトロン酸の含量 (\%)} = ((19.41 \times \{V_1 + V_2 + (B - S)\}) / WM) \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

- (3) 総窒素 2.5%以下

本品約 2 g を量り、塩酸 5 mL 及び 60 vol% エタノール 100 mL を加え、10 分間かき混ぜた後、ガラスろ過器 (1 G 3) を用いてろ過する。ガラスろ過器上の残留物を 60 vol% エタノール/塩酸混液 (20 : 1) 15 mL ずつで 6 回洗い、更に洗液が塩化物の反応を示さなくなるまで 60 vol% エタノールで洗った後、エタノール (95) 20 mL で洗う。残留物をガラスろ過器と共に 105°C で ~~2.5時間~~ 150 分乾燥した後、その約 0.2 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法で測定する。

- (4) 鉛 Pb として ~~5.0~~ 5  $\mu\text{g/g}$  以下 (~~2.00~~ 0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

- (5) 二酸化硫黄 50  $\mu\text{g/g}$  以下

「キラヤ抽出物」の純度試験 ~~(4)~~ (3) を準用する。

- (6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

- (7) 総不溶物 3.0%以下

本品 1 g を 250 mL ビーカーに量り、2-プロパノール 5 mL を加え、分散する。電磁式かくはん機でかき混ぜながら、あらかじめガラス繊維ろ紙でろ過した ~~0.1% エチレンジアミン四酢酸ナトリウムを含む~~ 0.03 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 100 mL を加える。30 分間かき混ぜた後、沸騰するまで加熱する。泡立ちが激しい場合は加熱を弱める。直ちに又は熱時、あらかじめ 105°C の乾燥機に約 1 時間入れた後、デシケーター中で冷却し、質量を測定した直径 70 mm のガラス繊維ろ紙を用いて減圧ろ過す

る。ビーカーを、あらかじめガラス繊維ろ紙でろ過した温湯 100~~mL~~ずつで5回洗い、それぞれの洗液を先のろ紙でろ過した後、その残留物をろ紙と共に 105℃で1時間乾燥する。デンケータ一中で冷却した後、その質量を精密に量る。

$$\text{総不溶物 } (\%) = \frac{\text{残留物の質量 (g)} - \text{ろ紙の質量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ } (\%)$$

(8) 2-プロパノールとメタノールの合計量 1.0%以下

本品約 0.1 g を精密に量り、~~薄めた~~内標準溶液 (1→25) 10~~mL~~を正確に加え、密栓し、均一に分散するまでかき混ぜる。この液を遠心式限外ろ過ユニットに移し、毎分 5,000 回転で 30 分間遠心ろ過し、ろ液を検液とする。ただし、内標準溶液は ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール溶液 (1→1,000) とする。別に 2-プロパノール及びメタノールをそれぞれ約 0.1 g ずつ精密に量り、水を加えて正確に 100~~mL~~とする。この液 10~~mL~~及び内標準溶液 4~~mL~~を正確に量り、水を加えて正確に 100~~mL~~とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0~~µL~~ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノール及びメタノールのピーク面積比  $Q_{T1}$  と  $Q_{T2}$  及び  $Q_{S1}$  と  $Q_{S2}$  を求め、次式により 2-プロパノール及びメタノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 } (\%) = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \text{ } (\%)$$

$$\text{メタノールの量 } (\%) = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \text{ } (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン検出器

カラム充~~てん~~填剤 180~250µm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニル系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分, 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 12.0%以下 (105℃, 2時間)

酸不溶性灰分 1.0%以下

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、~~細菌数は 5,000 以下~~細菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、細菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第 2 法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 5 g を乳糖ブイヨン培地 500mL と混合して均一に分散させ、35±1℃で 24±2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

## ペクチン分解物 (新規)

### Pectin Digests

**定義** 本品は、ペクチン (サトウダイコン (*Beta vulgaris* L. var. *rapa* Dum.), ヒマワリ (*Helianthus annuus* L.), アマダイダイ (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck), グレープフルーツ (*Citrus × paradisi* Macfad.), ライム (*Citrus aurantiifolia* (Christm.) Swingle), レモン (*Citrus limon* (L.) Burm. f.) 又はリンゴ (*Malus pumila* Mill.) より、水又は酸性水溶液で抽出したものより得られたもの又はこれをアルカリ性水溶液若しくは酵素で分解したものより得られたメチル化ポリガラクトuron酸等の多糖類を成分とするものをいう。)を酵素で分解して得られた、ガラクトuron酸を主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、ガラクトuron酸 ( $C_6H_{10}O_7=194.14$ ) 40%以上を含む。

**性状** 本品は、褐～黒褐色の液体である。

**確認試験** (1) 本品 1 g を水 9 mL に加えてよくかき混ぜるとき、ゲルを形成しない。

(2) 氷冷した四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 5 mL に、本品の水溶液 (1→1000) 1 mL を加え、水浴中で10分間加熱した後、直ちに冷水で冷却する。この液にカルバゾール・エタノール試液 0.2 mL を加えて水浴中で15分間加熱するとき、紫色になる。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 Asとして 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置B)

**乾燥減量** 70%以下 (105°C, 3時間)

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。試験管に四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 5 mL を正確にとって氷冷し、試料液 1 mL を正確に加え、試験管に蓋をして水浴中で 10 分間加熱した後、直ちに氷上で 5 分間冷却する。この液にカルバゾール・エタノール試液 0.2 mL を加えて水浴中で 15 分間加熱し、氷上で 5 分間冷却して検液とする。別に定量用ガラクトuron酸を無水物として、0.01, 0.05, 0.1 及び 0.2 mg/mL となるよう水に溶かし、検液の調製と同様に操作して標準液とする。検液と各標準液の 530nm における吸光度を測定する。標準液の吸光度から検量線を作成する。検液中のガラクトuron酸濃度を検量線から求め、更に乾燥物換算を行う。

## ヘスペリジナーゼ

### Hesperidinase

**定義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus*属, *Penicillium decumbens*に限る。)の培養物より得られた、ヘスペリジン分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ヘスペリジナーゼ活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

ただし, 検液の調製において, 残留物が硝酸(1 $\rightarrow$ 100)5mLに溶けない場合は, 第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき, 本品1gにつき, 生菌数は50000以下である。

また, 大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし, 生菌数試験の試料液は第3法, 大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は, それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ヘスペリジンゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお, 記載された方法で確認試験を行うことができない場合, 試料希釈倍率, 緩衝液及び反応温度については, 科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0gを量り, 水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの, 又は, これを更に水を用いて10倍, 100倍, 1000倍, 若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

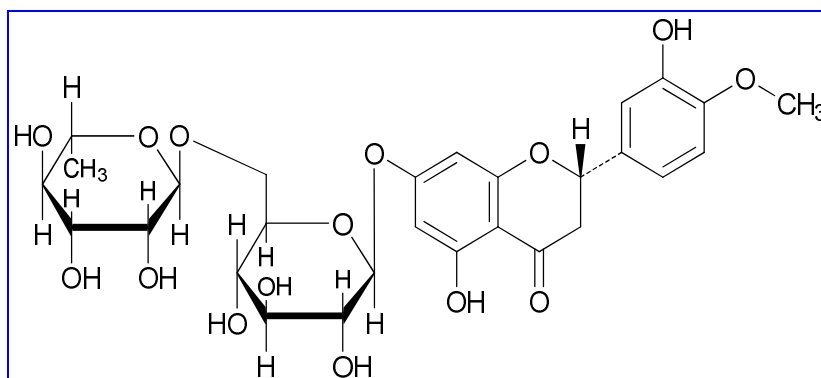
ヘスペリジン0.125gを量り, 水25mL及び水酸化ナトリウム試液(1mol/L)12.5mLを加えて溶かし, pH3.8のマッキルバイン緩衝液37.5mLを加え, 塩酸試液(1mol/L)でpH3.8に調整した後, pH3.8のマッキルバイン緩衝液を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。調製後60分以内に使用する。

基質溶液4mLを量り, 40 $^{\circ}$ Cで10~15分間加温し, 試料液1mLを加えて振り混ぜ, 40 $^{\circ}$ Cで30分間加温した後, ソモギー試液(II)5mLを加えて水浴中で20分間加熱する。冷後, ヨウ化カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 200)1.5mL及び硫酸試液(1mol/L)3mLをそれぞれ加えよく振り混ぜ, 検液とする。別に試料液の代わりに水1mLを用いて検液の調製と同様に操作し, 比較液とする。検液及び比較液を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定(指示薬 溶性デンプン試液3滴)するとき, 検液の0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。終点は青色が消えるときとする。

### ヘスペリジン (新規)

Hesperidin

ビタミンP



C<sub>28</sub>H<sub>34</sub>O<sub>15</sub>

分子量610.57

(2S)-5-hydroxy-2-(3-hydroxy-4-methoxyphenyl)-4-oxochroman-7-yl  $\alpha$ -L-rhamnopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 6)-

$\beta$ -D-glucopyranoside [520-26-3]

**定義** 本品は、柑橘の果皮、果汁又は種子から得られた、ヘスペリジンを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、ヘスペリジン ( $C_{28}H_{34}O_{15}$ ) 95.0~110.0%を含む。

**性状** 本品は、無~淡黄色の結晶又は白~淡黄白色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品は水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 又は加熱した炭酸ナトリウム溶液 (1→100) に溶け、液は帯赤黄~赤黄色を呈する。

(2) 本品0.1gにエタノール (95) 5mL及び水酸化ナトリウム溶液 (1→20) 1mLを加えて、2~3分間煮沸し、冷後ろ過するとき、ろ液は黄色を呈する。

(3) 本品0.1gにエタノール (95) 5mLを加えて加熱し、冷後ろ過する。ろ液4mLに塩酸1mL及びマグネシウム粉末10mgを加えて放置するとき、液は赤色を呈する。

(4) 本品0.1gに塩酸 (1→9) 10mLを加えて5分間煮沸する。冷後ろ過し、ろ液を水酸化ナトリウム溶液 (1→4) で中和し、フェーリング試液4mLを加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生ずる。

**純度試験** (1) 溶状 帯赤黄~黄褐色、ほとんど澄明 (1.0g, 水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) 10mL)

(2) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 5.0%以下 (105°C, 3時間)

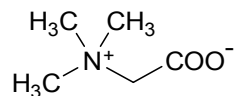
**強熱残分** 0.3%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約50mgを精密に量り、水酸化カリウム試液 (0.01mol/L) に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水酸化カリウム試液 (0.01mol/L) で正確に50mLとし、波長286nmにおける吸光度Aを測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ヘスペリジン (C}_{28}\text{H}_{34}\text{O}_{15}\text{) の含量 (\%)} = \frac{A}{25} \times \frac{251.7}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

ベタイン

Betaine



$C_5H_{11}NO_2$

分子量 117.15

2-(N,N,N-Trimethylammonio)acetate [107-43-7]

**定義** 本品は、テンサイ (*Beta vulgaris* Linné *Beta vulgaris* L.) の糖蜜より、分離して得られたものである。成分はベタインである。

**含量** 本品を乾燥したものは、ベタイン ( $C_5H_{11}NO_2$ ) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、吸湿性と潮解性がある白色の結晶で、わずかににおいがあり、甘味とわずかな苦味がある。

**確認試験** 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクト

ルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 5.0~7.0(1.0g, 水20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH5.0~7.0 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(3)(2) 塩化物 Clとして0.005%以下 (1.0 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.15~~mL~~mL)~~

~~(4)(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.01%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.20~~mL~~mL)~~

~~(5) 重金属 Pbとして5.0 $\mu$ g/g以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(4) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~3~~3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

乾燥減量 3.0%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下 (500°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、水に溶かして正確に100~~mL~~mLとし、検液とする。別に定量用ベタインを減圧下で105°C, 3時間乾燥し、その約0.5g及び1.0gを正確精密に量り、それぞれ水に溶かして正確に100~~mL~~mLとし、標準液とする。検液及び標準液を10~~mL~~mLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。2濃度の標準液におけるベタインのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のベタインのピーク面積から検液中のベタインの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\text{ベタイン(C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{)の含量(\%)} = \frac{\text{検液中のベタインの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100 = \frac{(\%)}{(\%)}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん~~てん~~填剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径4mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 70°C

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

### ベニコウジ黄色素 (新規)

Monascus Yellow

モナスカス黄色素

定義 本品は、ベニコウジカビ属糸状菌 (*Monascus pilosus* 又は *Monascus purpureus* に限る。) の培養液から得られた、キサントモナシン類を主成分とするものである。

色 価 本品の色価 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) は70以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は、黄~黄褐色の粉末, 塊, ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール(95) 100mLに溶かした液は、黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLに溶かし、更に水酸化

ナトリウム溶液（1→25）1 mLを加えて振り混ぜるとき、液の色は赤褐色に変わる。

(3) 本品の表示量から、色価70に換算して1 gに相当する量を量り、水5 mLに溶かし、更に硫酸0.1 mLを加えて振り混ぜるとき、黄～黄褐色の濁りを生ずる。

(4) 本品を50vol%エタノールに溶かした液は、波長458～468nmに極大吸収部がある。

(5) 本品の表示量から、色価70に換算して1 gに相当する量を量り、エタノール（95）10 mLに溶かす。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液5 μLを量り、対照液を用いず、エタノール（95）／3-メチルー1-ブタノール／水／アンモニア水（28）混液（4：4：2：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値が0.8付近に蛍光を帯びた黄色のスポットを認め、紫外線（波長366nm付近）を照射するとき、このスポットは黄緑色の蛍光を発する。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

#### 純度試験

(1) 鉛 Pbとして2 μg/g以下（2.0 g，第1法，比較液 鉛標準液 4.0 mL，フレイム方式）

(2) ヒ素 Asとして3 μg/g以下（0.50 g，第3法，標準色 ヒ素標準液 3.0 mL，装置B）

色価測定 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

#### 操作条件

測定溶媒 50vol%エタノール

測定波長 波長 458～468nmの極大吸収部

### ベニコウジ色素

Monascus Color

モナスカス色素

**定 義** 本品は、ベニコウジカビ属糸状菌（*Monascus pilosus* 又は *Monascus purpureus* に限る。）の培養液から得られた、アンカフラビン類及びモナスコルブリン類を主成分とするものである。

**色 価** 本品の色価（ $E_{1cm}^{10\%}$ ）は50以上で、その表示量の90～110%を含む。

**性 状** 本品は暗赤色の粉末、ペースト又は液体でわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価50に換算して1 gに相当する量をとり量り、水／エタノール（95）混液（1：1）100 mLを加えて溶かした液は赤だいたい～暗赤色を呈する。

(2) (1)の液1 mLに、アンモニア水1 mL及びアセトン1 mLを加え、45～55℃で1分間加熱するとき、液の色は黄だいたい色を呈し、10分間放置するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(3) (1)の液0.1 mLに硝酸3 mLを加えて直ちに振りまぜるとき、液の色は黄色を呈する。

(4) 本品に水／エタノール（95）混液（1：1）を加えて溶かした液は、波長480～520 nmに極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして40 μg/g以下（0.50 g，第2法，比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

~~(2) (1) 鉛 Pbとして10.2 μg/g以下（1.02.0 g，第1法，比較液 鉛標準液 4.0 mL，フレイム方式）~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 μg/g以下（0.50 g，第3法，標準色 ヒ素標準液 3.0 mL，装置B）~~

(4)(3) シトリニン 0.2 $\mu$ g/g 以下 (色価 50 に換算)

メタノールで洗浄し、水置換したスチレンージビニルベンゼン系又はアクリル酸エステル系吸着用樹脂を、内径 1 cm のガラス管に樹脂高 10cm となるよう充てん填する。本品の表示量から、色価 50 に換算して約 1 g に相当する量を精密に量り、ガラス管の樹脂上に積層する。次にメタノール/水混液 (7 : 3) を流量 2 ~ 3 mL/分 で流下させ、初めの流出液 20 mL を採取する。なお、吸着用樹脂については、シトリニンが 20 mL 以内に流出することを確認する。この液を孔径 0.5 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過して検液とする。別にシトリニン 0.0100g 10mg を正確に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/水混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 1.0 mL, 5.0 mL 及び 10.0 mL を正確に量り、メタノール/水混液 (7 : 3) を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 5  $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で速やかに液体クロマトグラフィーを行う。次にシトリニンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。ただし、検液のシトリニンのピークは、他のピークのテーリングの影響を受けるため、シトリニンの定量は、テーリング上のピークとしての面積処理を行った上で、検量線を用いて行う。

操作条件

検出器 蛍光検出器 (励起波長 330nm, 蛍光波長 500nm)

カラム充てん填剤 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3.9~4.6mm, 長さ 25~30cm のステンレス管

カラム温度 常温

移動相 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液 (1000 : 1000 : 0.1)

流量 1 mL/分

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 水/エタノール (95) 混液 (1 : 1)

測定波長 波長 480~520nm の極大吸収部

ベニバナ赤色素

Carthamus Red

カーサマス赤色素

定義 本品は、ベニバナ (~~Carthamus tinctorius Linné~~ Carthamus tinctorius L.) の花から得られた、カルタミンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色価 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は 500 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

性状 本品は、暗赤~暗紫色の粉末、塊又はペーストで、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 500 に換算して 0.1 g に相当する量の本品をとり量り、ジメチルホルムアミド N, N-ジメチルホルムアミド 200 mL を加えて溶かした液は、赤色を呈し、波長 525~535nm に極大吸収部がある。

(2) 本品の表示量から、色価 500 に換算して 0.01g 10mg に相当する量をとり量り、水 50 mL を加えて得られた液は、赤色を呈する。この液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、暗黄色に変わる。この液に希塩酸 10% 塩酸試液を加えて酸性にすると



き、液の色は、赤色に変わる。

- (3) 本品の表示量から、色価 500 に換算して 1 g に相当する量をとり量り、ジメチルホルムアミド N, N-ジメチルホルムアミド 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、検液とする。検液 2 ~~μL~~ μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値 0.4 付近にだいたい赤色のスポットを認め、このスポットは、紫外線 (波長 255nm 付近) を照射するとき、赤紫色の蛍光を発する。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~  
~~(2)(1)~~ 鉛 Pb として 10.5 μg/g 以下 (~~1.00.80~~ g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)  
~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 ジメチルホルムアミド N, N-ジメチルホルムアミド

測定波長 波長 525~535nm の極大吸収部

#### ベニバナ黄色素

Carthamus Yellow

カーサマス黄色素

**定義** 本品は、ベニバナ (~~Carthamus tinctorius Linné~~ Carthamus tinctorius L.) の花から得られた、サフライエロー類を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は 100 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

**性状** 本品は、黄~暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 100 に換算して 0.1 g に相当する量をとり量り、クエン酸緩衝液 (pH5.0) 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、黄色を呈し、波長 400~408nm に極大吸収部がある。

(2) (1) の液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、ややだいたい色を増す。

(3) 本品の表示量から、色価 100 に換算して 1 g に相当する量をとり量り、水 1 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、更にメタノール 10 ~~mL~~ mL を加えてかき混ぜた後、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離して得られる上澄液を検液とする。検液 2 ~~μL~~ μL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値 0.20~0.50 付近に 2 個以上の黄色のスポットを認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロースを担体とし、60~80°C で 20 分間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~  
~~(2)(1)~~ 鉛 Pb として 10.5 μg/g 以下 (~~1.00.80~~ g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム

方式)

~~(3)~~(2) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH5.0)

測定波長 波長 400~408nm の極大吸収部

ペプシン

Pepsin

定義 本品は、動物又は魚類から得られた、たん白質分解酵素である。乳糖又はデキストリンを含むことがある。

酵素活性 本品は、1 g 当たり 110,000 単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、弱い吸湿性のある白~淡黄褐色の粉末又は淡黄褐~褐色のペースト若しくは液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 ~~本品を酢酸緩衝液 (pH5.4) に溶かした液 (1→500~1,000) は、波長 272~278nm に極大吸収部がある。~~本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして ~~5.0~~5 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~2.00~~0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、鉛試験法第3法により操作する。

(2) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

微生物限度 ~~微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、細菌数は50,000以下である。また大腸菌は認めない。~~微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

酵素活性測定法

(i) 検液

約 1,250 単位の酵素活性に対応する量の本品を精密に量り、氷冷した ~~0.01mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.01mol/L) を加え、正確に 50~~mL~~mL とする。

(ii) 操作法

約 1,250 単位の酵素活性に対応する量の含糖ペプシン標準品を精密に量り、氷冷した ~~0.01mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.01mol/L) を加え、正確に 50~~mL~~mL とし、標準液とする。氷冷しながら検液及び標準液をそれぞれ 1 ~~mL~~mL ずつ正確に量り、あらかじめ正確に量り 37±0.5°C で 10 分間加温したカゼイン試液 (pH2.0) 5 ~~mL~~mL ずつにそれぞれ加え、直ちに振り混ぜる。これらの液を 37±0.5°C で正確に 10 分間反応させ、~~トリクロロ酢酸溶液 (7.2→100)~~ トリクロロ酢酸溶液 (9→125) 5 ~~mL~~mL を正確に加えて振り混ぜ、再び 37±0.5°C で 30 分間放置した後、定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過する。最初の 3 ~~mL~~mL を除いたろ液 2 ~~mL~~mL ずつをそれぞれ正確に量り、~~0.55mol/L~~炭酸ナトリウム溶液炭酸ナトリウム試液 (0.55mol/L) 5 ~~mL~~mL 及びフォルリン試液

溶液 (1→3) 1 mL をそれぞれに正確に加え、37±0.5℃で30分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、波長660nmにおける吸光度を測定し、それぞれの吸光度をA<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>とする。

別に検液及び標準液 1 mL ずつをそれぞれ正確に量り、~~トリクロロ酢酸溶液 (7.2→100)~~ トリクロロ酢酸溶液 (9→125) 5 mL をそれぞれに正確に加えて振り混ぜる。次に、カゼイン試液 (pH2.0) 5 mL をそれぞれに正確に加え、37±0.5℃で30分間放置した後、定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過する。最初の 3 mL を除いたろ液 2 mL ずつをそれぞれ正確に量り、以下同様に操作して、それぞれの吸光度A<sub>TB</sub>及びA<sub>SB</sub>を測定し、次式により酵素活性を求める。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g)} = \frac{U_S \times (A_T - A_{TB})}{A_S - A_{SB}} \times \frac{1}{WM}$$

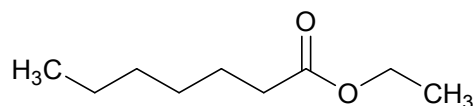
ただし、U<sub>S</sub> : 標準液 1 mL 中の単位数

WM : 検液 1 mL 中の試料の量 (g)

ヘプタン酸エチル

Ethyl Heptanoate

エナント酸エチル



C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>

分子量 158.24

Ethyl heptanoate [106-30-9]

含量 本品は、ヘプタン酸エチル (C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、ワインのようににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.411 \sim 1.415$

比重  $d_{25}^{25} = 0.864 \sim 0.869$

純度試験 (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.411 \sim 1.416$~~

(2) ~~比重 0.869～0.874~~

(3) ~~溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール5.0mL)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 0.8g を精密に量り、~~香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1mL = 79.12mg C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

ペプチダーゼ

Peptidase

**定 義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus sojiae*, *Rhizopus oryzae* に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 又は細菌 (*Bacillus* 属, *Lactococcus lactis* に限る。) の培養物より得られた、たん白質及びペプチドを分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ペプチダーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**ペプチダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

「アミノペプチダーゼ」のアミノペプチダーゼ活性試験法第1法を準用する。

#### 第2法

「アミノペプチダーゼ」のアミノペプチダーゼ活性試験法第2法を準用する。

#### 第3法

「アミノペプチダーゼ」のアミノペプチダーゼ活性試験法第3法を準用する。

### ヘマトコッカス藻色素

Haematococcus Algae Color

**定 義** 本品は、ヘマトコッカス (*Haematococcus* spp.) の全藻から得られた、アスタキサンチン類を主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 600 以上で、その表示量の 95～115%を含む。

**性 状** 本品は、だいたい～暗褐色の塊, ペースト又は液体で、わずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 600 に換算して 0.4 g に相当する量をとり量り、アセトン  $100\text{mL}$  に溶かした液は、だいたい黄～赤だいたい色を呈する。  
(2) (1)の液  $0.1\text{mL}$  に、硫酸  $5\text{mL}$  を加えるとき、液の色は青緑～暗青色に変わる。  
(3) 本品をアセトンに溶かした液は、波長 460～480nm に極大吸収部がある。  
(4) 本品の表示量から、色価 600 に換算して 0.4 g に相当する量をとり量り、アセトン  $10\text{mL}$  に溶かし、検液とする。検液  $5\mu\text{L}$  を量り、対照液を用いず、ヘキサン/アセトン混液 (7 : 3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上

昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf 値が 0.4~0.6 付近に赤だいたい色のスポットを認める。このスポットの色は~~5%~~亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) を噴霧し、次に ~~0.5mol/L~~ 硫酸試液 (0.5mol/L) を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 8.05µg/g 以下 (1.250.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 アセトン

測定波長 波長 460~480nm の極大吸収部

### ヘミセルラーゼ

Hemicellulase

ペントサナーゼ

**定 義** 本品は、担子菌 (*Corticium* 属, *Pycnoporus coccineus* に限る。), 糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*, *Aspergillus awamori*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus usamii*, *Humicola insolens*, *Penicillium multicolor*, *Trichoderma harzianum*, *Trichoderma koningii*, *Trichoderma longibrachiatum*, *Trichoderma reesei*, *Trichoderma viride* に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 又は細菌 (*Bacillus halodurans*, *Bacillus mannanilyticus*, *Bacillus subtilis* に限る。) の培養物より得られた、ヘミセルロースを加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白~濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無~濃褐色の液状で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ヘミセルラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

**ヘミセルラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

### 第1法

本品 0.50 g を量り、水又は pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

キシラン又はアラビノキシラン 1.0 g を量り、水 20mL に懸濁させ、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 5 mL を加えて 5 分間かくはん後、75°C で加温しながら更に 30 分間かくはんする。冷後、この液に pH4.5 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (1 mol/L) 20mL を加え、塩酸試液 (1 mol/L) で pH4.5 に調整し、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に基質溶液 1.9mL を量り、40°C で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 10 分間加温する。この液に 3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて混和した後、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 15 分間加熱し、冷後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別に試験管に試料液 0.1mL を量り、3, 5-ジニトロサリチル酸・ラクトース試液 4 mL を加えて混和した後、基質溶液 1.9mL を加え、試験管にガラス玉をのせて蓋をして水浴中で 15 分間加熱し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 540nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 第2法

本品 0.50 g を量り、水、pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) 又は pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.02mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

キシラン又はアラビノキシラン 0.50 g を量り、水約 30mL を加えてかき混ぜながら加熱し、沸騰し始めてから 3 分間煮沸する。冷後、この液に水を加えて 50mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 1 mL を量り、酢酸緩衝液 (pH4.5) 3 mL を加えて 40°C で 10 分間加温した後、試料液 1 mL を加え振り混ぜ、40°C で 30 分間加温する。この液にソモギー試液 (III) 2 mL を加えて混和し、試験管に栓をして水浴中で 20 分間加熱し、直ちに冷却する。冷後、この液にネルソン試液 1 mL を加え、赤色沈殿が完全に溶けるまでよく振りまぜ、室温で約 20 分間放置した後、水を加えて 25mL とする。この液を 25°C で毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別に試験管に基質溶液 1 mL を量り、酢酸緩衝液 (pH4.5) 3 mL 及びソモギー試液 (III) 2 mL を加えて振り混ぜた後、試料液 1 mL を加え、試験管に栓をして水浴中で 20 分間加熱し、直ちに冷却する。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 500nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 第3法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、10000 倍、若しくは 100000 倍に希釈したものを試料液とする。

ローカストビーンガム (酵素用) 0.66 g を量り、水約 240mL にかき混ぜながら徐々に加え、懸濁した後、水を加えて 300mL とする。この液を水浴中で 3 分間以上加熱して溶かし、基質溶液とする。なお、溶解液中に不溶物が認められる場合は、少量のケイソウ土 (融剤焼成品) をろ過助剤として用い、ろ紙 (5 種 A) でろ過し、ろ液を基質溶液とする。用時調製する

試験管に基質溶液 10mL を量り、pH4.5 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.5mol/L) 1 mL を加えて振り混ぜ、40°C で 5 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、検液とする。直ち

に検液を 40℃で 5 分間加温したキャノンフェンスケ型粘度計 (No. 200) に移し、試料液添加後、40℃で 2 分、4 分及び 6 分の各流下時間  $F_2$ 、 $F_4$ 、 $F_6$  を測定する。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。比較液につき、同様にして 40℃で流下時間  $F_0$  を測定するとき、 $F_2$ 、 $F_4$ 、 $F_6$  は  $F_0$  より小さい。

#### 第 4 法

本品 50mg を量り、pH9.0 の CHE S 緩衝液 (0.1mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

ローカストビーンガム (酵素用) 0.5 g を量り、水 60mL を加えて 15 分間かくはんした後、80℃で 15 分間加温する。冷後、この液に塩酸試液 (1mol/L) 1 mL を加え 15 分間かくはんし、pH9.0 の CHE S 緩衝液 (0.5mol/L) 20mL を加え、水酸化ナトリウム試液 (1mol/L) で pH9.0 に調整した後、水を加えて 100mL とする。この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を基質溶液とする。

試験管に基質溶液 0.9mL を量り、40℃で 3 分間加温した後、試料液 0.1mL を加え直ちに振り混ぜる。この液を 40℃で 10 分間加温した後、3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 3mL を加え直ちに振り混ぜ、試験管が 10 cm 以上浸る程度の水浴中で 5 分間加熱した後に、氷水中で直ちに冷却する。冷後、流水中で 10 分間放置した後、水 16mL を加え、検液とする。別に試験管に試料液 0.1mL を量り、3, 5-ジニトロサリチル酸・フェノール試液 3mL を加えた後、基質溶液 0.9mL を加えて直ちに振り混ぜ、水浴中で 5 分間加熱した後、氷水中で直ちに冷却する。冷後、流水中で 10 分間放置した後、水 16mL を加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第 5 法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解若しくは均一に分散し、50mL としたものを、又は、これを更に水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

ローカストビーンガム (酵素用) 0.20 g を量り、水 50mL を加え、15 分間かくはんした後、水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) を加えて pH5.0 に調整し、pH5.0 の酢酸緩衝液 (1mol/L) 2 mL を加え、更に水を加えて 100mL とする。この液を毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を基質溶液とする。用時調製する。

50mL のネスラー管に基質溶液 4 mL を量り、40℃で 10 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、40℃で 10 分間加温する。この液にソモギー試液 (I) 2 mL を加えて振り混ぜ、ネスラー管の口に軽く栓をして、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、この液にネルソン試液 2 mL を加えて振り混ぜ、20 分間放置した後、水を加えて 50mL とし、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を検液とする。別に 50mL のネスラー管に試料液 1 mL を量り、ソモギー試液 (I) 2 mL を加えて振り混ぜた後、基質溶液 4 mL を加えて振り混ぜ、ネスラー管の口に軽く栓をして、水浴中で 30 分間加熱し、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 750nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

#### 第 6 法

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に水

を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

ガラクトサン又はアラビノガラクトサン1.0gを量り、水100mLを加えて15分間かくはんして懸濁させた後、更に60℃で30分間加温しながらかくはんして溶かしたものを基質溶液とする。用時調製する。なお、アラビナンを基質として用いる場合は、アラビナン1.0gを量り、水100mLを加えて20分間かくはんして溶かしたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液0.1mLを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.2mol/L)0.09mL及び試料液0.01mLを加え直ちによく振り混ぜる。この液を40℃で15分間加温した後、3,5-ジニトロサリチル酸・酒石酸ナトリウムカリウム試液0.4mLを加えて混和し、水浴中で5分間加熱し、冷後、水1.8mLを加え、検液とする。別に試料液0.01mLを量り、pH7.0のリン酸緩衝液(0.2mol/L)0.09mL及び3,5-ジニトロサリチル酸・酒石酸ナトリウムカリウム試液0.4mLを加えて直ちによく振り混ぜた後、基質溶液0.1mLを加えて混和し、水浴中で5分間加熱し、冷後水1.8mLを加え、比較液とする。検液及び比較液につき、波長525nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### 第7法

「キシラナーゼ」のキシラナーゼ活性試験法第1法を準用する。

#### 第8法

「キシラナーゼ」のキシラナーゼ活性試験法第2法を準用する。

### ヘム鉄

Heme Iron

**定 義** 本品は、ヘモグロビンをタンパク分解酵素で処理したものより、分離して得られたものである。主成分はヘム鉄である。

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、鉄(Fe=55.85)1.0~2.6%を含む。

**性 状** 本品は、褐~黒褐色の粉末又は粒で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 ~~0.010g~~10mg に硫酸(1→20) 1 ~~mL~~mL 及び硝酸 1 ~~mL~~mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物を塩酸(1→2) 10 ~~mL~~mL に溶かした液にチオシアン酸アンモニウム溶液(2→25)を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 5mg にピリジン・水酸化ナトリウム試液 10 ~~mL~~mL を加えて溶かし、~~次亜硫酸ナトリウム~~亜二チオン酸ナトリウム 0.1gを加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 本品 ~~0.010g~~10mg に硝酸 5 ~~mL~~mL を加えて加熱するとき、液は黄色を呈し、冷後、アンモニア水を加えてアルカリ性とするとき、液の色はだいたい黄色に変わる。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3µg/g 以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 5.0%以下 (105℃, 5時間)

**強熱残分** 12.0%以下

**定 量 法** 本品約 10g を精密に量り、硫酸(1→20) 5 ~~mL~~mL 及び硝酸 5 ~~mL~~mL を加えて潤し、白煙が



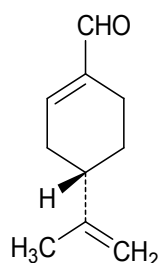
生じなくなるまで注意して加熱した後、450～550℃で強熱して灰化する。残留物に塩酸（1→2）10mLを加え、不溶物がほとんどなくなるまで煮沸した後、水20mLを加えてろ過する。不溶物を水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mLとする。この液25mLを正確に量り、共栓フラスコに入れ、ヨウ化カリウム2gを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、水100mLを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液1～3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、補正する。更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=5.585mg Fe

### 1-ペリラルデヒド

1-Perillaldehyde

1-ペリラルデヒド



C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O

分子量 150.22

(4S)-4-(1-Methylethenyl)cyclohex-1-ene-1-carbaldehyde [18031-40-8]

含量 本品は、1-ペリラルデヒド（C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O）90.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、強いシソようのにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品0.5mLに亜硫酸水素ナトリウム試液3mLを加えて振り混ぜるとき、白色の結晶塊を生じる。~~

~~(2) 本品0.5mLにヒドロキシルアミン試液10mLを加え、還流冷却器を付けて水浴中で10分間加熱した後、エタノールの大部分を留去し、水50mLを加えて5℃以下に放置するとき、結晶が析出する。これをろ取し、エタノールを用いて再結晶するとき、その融点は、100～103℃である。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.504\sim1.510$

旋光度  $\alpha_D^{20}=-110.0\sim-150.0^\circ$

比重  $d_{25}^{25}=0.962\sim0.970$

純度試験 ~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.504\sim1.510$~~

~~(2) 旋光度  $\alpha_D^{20}=-110.0\sim-150.0^\circ$~~

~~(3) 比重 0.965～0.975~~

~~(4) 溶状 澄明 (1.0mL, 70vol%エタノール3.0mL)~~

~~(5) 酸価 3.0以下 (香料試験法)~~

定量法 本品約1gを精密に量り、~~香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第2法により~~

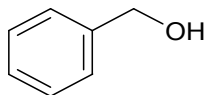
~~定量する。ただし、加熱時間は、30分間とする。~~

~~0.5mol/L塩酸 1ml=75.11mg C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

ベンジルアルコール

Benzyl Alcohol



C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O

分子量 108.14

Phenylmethanol [100-51-6]

含 量 本品は、ベンジルアルコール (C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O) 98.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、弱い特有のにおいがある。

~~確認試験 本品 2~3 滴を過マンガン酸カリウム溶液 (1→20) 5ml に加え、硫酸 (1→20) を加えて酸性とするととき、ベンズアルデヒドのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.536\sim1.541$

比 重  $d_4^{25}=1.040\sim1.050$

純度試験 酸価 0.5 以下 (香料試験法)

~~(1) 屈折率  $n_D^{20}=1.538\sim1.541$~~

~~(2) 比重 1.045~1.050~~

~~(3) 溶状 本品 1.0ml を量り、水 35ml を加えて溶かすとき、濁っても油分を直ちに分離しない。~~

~~(4) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 10ml を量り、中和エタノール 10ml を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は、紅色を呈さない。この液に 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20ml を加えて振り混ぜるとき、液は、紅色を呈する。~~

~~(5) アルデヒド類 本品 5 g を正確に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量するとき、0.5mol/L 塩酸の消費量は、0.20ml 以下である。~~

~~(6) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

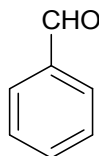
~~定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のアルコール類含量の第 2 法により定量する。~~

~~0.5mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=54.07mg C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

ベンズアルデヒド

Benzaldehyde



C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O

分子量 106.12

Benzaldehyde [100-52-7]

**含 量** 本品は、ベンズアルデヒド (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O) ~~97.0~~98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無色~~透明~~澄明の液体で、アーモンドようのにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.544\sim 1.547$

比 重  $d_{25}^{25}=1.040\sim 1.047$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.544\sim 1.547$~~

~~(2) 比重  $1.044\sim 1.049$~~

~~(3) 酸価 5.0 以下 (香料試験法)~~

~~(4) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

~~定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、放置時間は、10 分間とする。~~

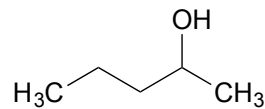
~~$0.5\text{mol/L}$  塩酸  $1\text{ml}=53.06\text{mg}$  C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 2-ペンタノール

2-Pentanol

sec-アミルアルコール



C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O

分子量 88.15

Pentan-2-ol [6032-29-7]

**含 量** 本品は、2-ペンタノール (C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O) 98.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無色~~透明な~~澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.403\sim 1.409$~~

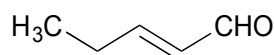
~~(2) 比 重  $d_{25}^{25}=0.802\sim 0.809$~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### *trans*-2-ペンテナール (2012年11月告示)

*trans*-2-Pentenal

(*E*)-2-Pentenal



C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O

分子量 84.12

(2E)-Pent-2-enal [1576-87-0]

**含量** 本品は、*trans*-2-ペンテナール (C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O) 95.0 %以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{21} = 1.440 \sim 1.447$

**比重**  $d_{21}^{21} = 0.850 \sim 0.856$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{21} = 1.440 \sim 1.447$~~

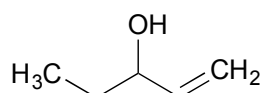
~~(2) 比重  $d_{21}^{21} = 0.850 \sim 0.858$~~

~~(3) 酸価 6.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)(3)により定量する。ただし、カラムは内径 0.25～0.53mm、長さ 50～60m のケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25～1 μm の厚さで被覆したものをを用いる。~~カラム温度は、50℃で5分間保持し、その後毎分5℃で昇温し、230℃に到達後19分間保持する。検液注入後、0～60分間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する被検成分のピーク面積百分率を求め、含量とする。~~

### 1-ペンテン-3-オール

1-Penten-3-ol



C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 86.13

Pent-1-en-3-ol [616-25-1]

**含量** 本品は、1-ペンテン-3-オール (C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.419 \sim 1.427$~~

~~(2) 比重  $d_{20}^{25} = 0.834 \sim 0.840$~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

ベントナイト

## Bentonite

**定 義** 本品は、鉱床より採掘して得られたベントナイトを乾燥して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

**性 状** 本品は、白～淡黄褐色の粉末又はフレーク状で、湿らすと、土や粘土ようのにおいがする。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g に硫酸 (1→3) 3 mL を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水 20 mL を加えてろ過し、ろ液 5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。これにアリザリンSアリザリンレッドS溶液 (1→1000) を加えるとき、沈殿の色は赤色に変わる。

(2) (1)のろ過残留物を水で洗い、メチレンブルー溶液 (1→1000) 2 mL を加え、次に水で洗うとき、残留物は青色を呈する。

(3) 本品 6.0 g に酸化マグネシウム 0.3 g を混和し、水 200 mL を入れた 500 mL の共栓メスリンダーに数回に分けて加え、1時間振とうした後、この懸濁液 100 mL を 100 mL のメスリンダーに移し、24時間放置するとき、上層に分離する澄明な液は、2 mL 以下である。

**pH** 8.5～10.5 (2%懸濁液)

**純度試験** (1) ~~液性 pH8.5～10.5 (2%懸濁液)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 40µg/g 以下 (0.10 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~本品 2.0 g を量り、塩酸 (1→10) 12 mL 及び水 8 mL を加え、蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸した後、蒸発乾固し、更に 100°C で 1 時間乾燥する。残留物に塩酸 (1→10) 20 mL を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液をろ過する。残留物に、更に塩酸 (1→10) 10 mL を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液を先のろ紙でろ過する。ろ液を合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、A 液とする。A 液 25 mL を量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸 (1→10) を加えて溶かして 20 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0 mL に塩酸 (1→10) を加えて 10 mL とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行う。~~

~~本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (2.0 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~本品に塩酸 (1→10) 12 mL 及び水 8 mL を加え、蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸した後、蒸発乾固し、更に 100°C で 1 時間乾燥する。残留物に塩酸 (1→10) 20 mL を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液をろ過する。残留物に、更に塩酸 (1→10) 10 mL を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液を先のろ紙でろ過する。ろ液を合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、この(2)のA液 25 mL を量り、検液とする。装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 12.0%以下 (105°C, 2時間)

## ホスホジエステラーゼ

### Phosphodiesterase

**定 義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger*, *Leptographium procerum*, *Penicillium citrinum* に限る。)又は放線菌 (*Streptomyces aureus*, *Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamoneus*,

Streptomyces griseus, Streptomyces thermoviolaceus, Streptomyces violaceoruberに限る。)  
の培養物より得られた、核酸等のリン酸ジエステル結合を加水分解する酵素である。食品(賦形、  
粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安  
定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがな  
いか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ホスホジエステラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5 $\mu$ g/g以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合は、第3法により  
操作する。

(2) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。  
また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及び  
サルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**ホスホジエステラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行  
うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由  
であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し25mLとしたもの、又は、これを更に水  
を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

アデノシン3'-リン酸ナトリウム塩20mgを量り、バルビタールナトリウム・塩酸緩衝液  
(pH5.0, 酢酸ナトリウム・塩化ナトリウム含有)10mL又はpH7.0のトリス緩衝液(1/7mol/L)  
10mLを加えて溶かし、メンブランフィルター(孔径0.45 $\mu$ m)でろ過したものを基質溶液と  
する。用時調製する。

基質溶液0.4mLを量り、55℃で5分間加温した後、試料液0.1mLを加えて直ちに振り混ぜ、更  
に同温度で15分間加温した後、過塩素酸(1→10)4mLを加えて振り混ぜる。ただし、過塩素  
酸は濃度60%のものを用いる。この液にアミドール試液0.4mLを加えて振り混ぜ、七モリブデン  
酸六アンモニウム四水和物溶液(83→1000)0.2mLを加えて振り混ぜ、流水中で15分間冷却し、  
検液とする。別に基質溶液0.4mLを量り、過塩素酸(1→10)4mLを加えて振り混ぜた後、試料  
液0.1mLを加えて振り混ぜる。この液にアミドール試液0.4mLを加えて振り混ぜ、以下検液の調  
製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長750nmにおける吸光度を測定す  
るとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。なお、検液及び比較液を作成する過程で、  
過塩素酸(1→10)を加えた液に濁りがある場合は、毎分14000回転で3分間遠心分離後、上澄  
液2mLをとり、アミドール試液0.2mL及び七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(83→1000)  
0.1mLを加えて振り混ぜ、流水中で15分間冷却し、以下同様に測定する。

#### 第2法

本品0.25gを量り、酢酸緩衝液(pH5.6, 硫酸亜鉛・アルブミン含有)を加えて溶解又は均一  
に分散し、20mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、若しくは100  
倍に希釈したものを試料液とする。

グアノシン2'-及び3'-リン酸ナトリウムの混合物0.18gを量り、酢酸緩衝液(pH5.6,

硫酸亜鉛含有) 40mL を加えて溶かし、酢酸試液 (0.1mol/L) 又は水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) を加えて pH5.6 に調整し、酢酸緩衝液 (pH5.6, 硫酸亜鉛含有) を加えて 50mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.9mL を量り、65°C で 5 分間加温した後、試料液 0.1mL を加えて混和し、65°C で 10 分間加温した後、トリクロロ酢酸・ドデシル硫酸ナトリウム試液 1 mL を加え、冷後、この液にモリブデン酸アンモニウム・硫酸鉄 (II) 試液 2 mL を加えて混ぜ合わせ、室温で 5 分以上放置し、検液とする。別に基質溶液 0.9mL を量り、トリクロロ酢酸・ドデシル硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えて混和した後、試料液 0.1mL を加え、65°C で 15 分間加温し、冷後、この液を以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 750 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

#### ホスホリパーゼ

Phospholipase

ホスファチダーゼ

レシチナーゼ

**定 義** 本品は、動物のすい臓、キャベツ (*Brassica oleracea* L.) 若しくはダイズ (*Glycine max* (L.) Merr.)、又は担子菌 (*Corticium* 属に限る。)、糸状菌 (*Aspergillus oryzae*, *Aspergillus niger* に限る。)、放線菌 (*Actinomadura* 属, *Kitasatospora* sp., *Nocardiosis* 属, *Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamomeus*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces lividans*, *Streptomyces polychromogenes*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 若しくは細菌 (*Bacillus* 属に限る。) の培養物より得られた、レシチンを加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ホスホリパーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5 $\mu$ g/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

**ホスホリパーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うこ

とができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

### 第1法

本品 1.0 g を量り、水又は pH4.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

L- $\alpha$ -レシチン (ダイズ由来) 1.0 g を量り、ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 (1→25) 50mL にかくはんしながら徐々に加えて溶かしたものを基質溶液とする。

基質溶液 0.5mL を量り、pH4.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 0.25mL 及び塩化カルシウム二水和物溶液 (147→10000) 0.05mL を加えて 37°C で約 5 分間加温する。この液に試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°C で 10 分間加温した後、塩酸 (9→100) 0.1mL を加えて混和する。この液 0.028mL を量り、遊離脂肪酸測定用試液 A 1.2mL を加えて混和し、37°C で 3 分間暗所で加温した後、遊離脂肪酸測定用試液 B 0.6mL を加えて混和して 37°C で 4.5 分間暗所で加温し、検液とする。別に基質溶液 0.5mL を量り、pH4.0 の酢酸緩衝液 (0.2mol/L) 0.25mL 及び塩化カルシウム二水和物溶液 (147→10000) 0.05mL を加えて 37°C で約 5 分間加温する。この液に塩酸 (9→100) 0.1mL を加え、次に試料液 0.1mL を加えて混和する。この液 0.028mL を量り、遊離脂肪酸測定用試液 A 1.2mL を加えて混和し、37°C で 3 分間暗所で加温した後、遊離脂肪酸測定用試液 B 0.6mL を加えて混和して 37°C で 4.5 分間暗所で加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 第2法

本品 1.0 g を量り、水またはホスホリパーゼ活性試験用緩衝液を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍又は 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

L- $\alpha$ -レシチン (ダイズ由来) 0.5 g を量り、水 9.5mL を加えて溶かし、一夜放置したものを基質溶液とする。

基質溶液 0.1mL を量り、ホスホリパーゼ活性試験用緩衝液 0.1mL、塩化カルシウム試液 (0.1mol/L) 0.05mL 及び 7.5w/v % ポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテル溶液 0.15mL を加えてよく振り混ぜ 37°C で 5 分間加温する。この液に試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°C で 10 分間加温した後、トリス緩衝液 (1mol/L, pH8.0, エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム含有) 0.2mL を加えて混和し、直ちに水浴中で 5 分間加熱する。この液を 37°C に冷却した後、リン脂質測定用試液 4mL を加えて混和し、37°C で 20 分間加温し、検液とする。別に試料液の代わりに水またはホスホリパーゼ活性試験用緩衝液を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 500nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

### 第3法

本品 1.0 g を量り、水又は塩酸試液 (0.001mol/L) を加えて溶かし 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍又は 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

L- $\alpha$ -レシチン (ダイズ由来) 10.0 g を量り、水 200mL、塩化カルシウム試液 (0.32mol/L)



10mL及びデオキシコール酸ナトリウム試液(0.016mol/L) 100mLを加えて溶かした後、水を加えて500mLとしたものを基質溶液とする。卵黄を基質とする場合は、卵黄1個に水91mL及び塩化カルシウム試液(0.22mol/L) 6mLを加え、乳化器を用いて冷却しながら毎分2500回転10分間泡立たないようにかくはんし、この液25mLにデオキシコール酸ナトリウム試液(3.3mmol/L) 2.5mL及び水2.5mLを加えたものを基質溶液とする。調製後、冷所に保存し、1週間以内に使用する。

基質溶液25mLを量り、40°Cで15分間(卵黄を基質とする場合は30分間)加温した後、pH電極を浸す。この液を0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を用いて40°CでpH8.00±0.05に調整した後、直ちに試料液2mLを加える。試料液添加後40°Cで5分間pH8.00±0.05に保持するように、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を連続して滴加し、その消費量を検液の消費量とする。

別に試料液の代わりに水又は塩酸試液(0.001mol/L) 2mLを用いて検液の調製と同様に操作したときの0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量を比較液の消費量とする。このとき、検液の消費量は比較液の消費量よりも大きい。なお、すべての操作はかくはんしながら行う。

#### 第4法

本品1.0gを量り、水又はpH8.0のトリス緩衝液(1mol/L)に水を加えて100倍希釈した緩衝液を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍又は1000倍に希釈したものを試料液とする。

L-α-ジパルミトイルホスファチジルコリン又はL-α-ホスファチジイノシトールナトリウム塩3.0mgを量り、pH8.0のトリス緩衝液(1mol/L) 0.02mL及び塩化マグネシウム試液(0.1mol/L) 0.01mLを加え、水0.97mLを加えたものを基質溶液とする。

基質溶液1mLに試料液0.1mLを加えてかくはんしながら37°Cで60分間加温する。冷後、この液にクロロホルム/メタノール混液(2:1) 1mLを添加し、2分間振り混ぜ、静置後、下層をとり、検液とする。別にジアシルグリセロール試液3mgを量り、クロロホルム/メタノール混液(2:1) 1mLに溶かし、標準液とする。検液及び標準液10μLを量り、ヘプタン/ジエチルエーテル/酢酸(30:20:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アミドブラック試液を噴霧して観察するとき、検液から得たスポットは、標準液から得たスポットとRf値が等しい。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体として使用する。

#### 第5法

本品1.0gを量り、水又は酢酸緩衝液(0.01mol/L, pH5.5, 塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同希釈液を用いて10倍、100倍又は1000倍に希釈したものを試料液とする。

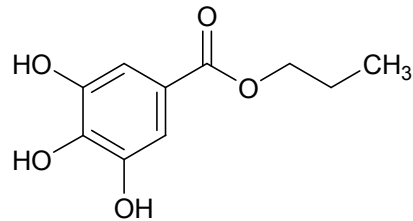
L-α-リゾホスファチジルコリン0.10gを量り、酢酸緩衝液(0.01mol/L, pH5.5, 塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有)20mLを加えて溶かし、塩酸試液(2mol/L)及び水酸化ナトリウム試液(1mol/L)を用いてpHを5.5に調整したものを基質溶液とする。

あらかじめ37°Cで約5分間加温した基質溶液1.0mLに試料液0.1mLを加えて直ちに振り混ぜ、37°Cで5分間加温する。この液0.05mLを量り、遊離脂肪酸測定用試液A0.5mLを加えて混和し、37°Cで5分間暗所で加温した後、遊離脂肪酸測定用試液B1.0mLを加えて混和し、37°Cで5分間暗所で加温し、検液とする。別に試料液の代わりに酢酸緩衝液(0.01mol/L, pH5.5, 塩化マグネシウム・塩化カルシウム含有)を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び

比較液の波長 550nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

### 没食子酸プロピル

Propyl Gallate



$C_{10}H_{12}O_5$

分子量 212.20

Propyl 3,4,5-trihydroxybenzoate [121-79-9]

**含量** 本品を乾燥したものは、没食子酸プロピル ( $C_{10}H_{12}O_5$ ) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白~淡褐黄色の結晶性の粉末で、においがなく、わずかに苦味がある。

**確認試験** (1) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、これを蒸留して初留分約 4 ~~mL~~ mL をとるとき、その液は、澄明で、加熱するとき、プロパノールのにおいを発する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→50) 5 ~~mL~~ mL に ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III)六水和物 溶液 (1→500) 1 滴を加えるとき、液は、紫色を呈する。

**融点** 146~150°C (乾燥物)

**純度試験** ~~(1) 融点 146~150°C (乾燥物)~~

~~(2)(1)~~ (1) 溶状 本品 0.50 g を量り、エタノール (95) 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かした液は、比色標準液 C より濃くない。

~~(3)(2)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.028% 以下

本品 1.50 g を量り、水 75 ~~mL~~ mL を加え、約 70°C に 5 分間加温した後、約 20°C に冷却してろ過する。ろ液 25 ~~mL~~ mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 ~~mL~~ mL を用いる。

~~(4)(3)~~ (3) 硫酸塩  $SO_4$  として 0.048% 以下

~~(3)(2)~~ (2) のろ液 25 ~~mL~~ mL を量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 ~~mL~~ mL を用いる。

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品の強熱残分に塩酸 1 mL 及び硝酸 0.2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水 15 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、水を加えて 50 mL とする。この液 25 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL を加え、必要があればろ過し、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)(5)~~ (5) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 1.5% 以下 (105°C, 2 時間)

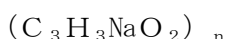
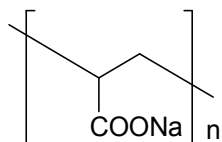
強熱残分 0.10%以下

**定量法** あらかじめガラスろ過器（1 G 4）を 110°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水 150 mL を加えて煮沸する。これを強にかき混ぜながら硝酸ビスマス試液 50 mL を加え、更に数分間かき混ぜ、沈殿を先のガラスろ過器でろ過し、氷冷した硝酸（1→300）5 mL ずつで 2 回洗い、次に青色リトマス紙リトマス紙（青色）が赤色を呈さなくなるまで氷水で洗った後、110°C で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{没食子酸プロピル (C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_5) \text{ の含量 } (\%) = \frac{\text{沈殿の質量 (g)} \times 0.4865}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

### ポリアクリル酸ナトリウム

Sodium Polyacrylate



Poly(sodium 1-carboxylatoethylene)

**性状** 本品は、白色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液（1→500）10 mL に硫酸マグネシウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品の強熱残分は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 遊離アルカリ 本品 0.20 g を量り、水 60 mL を加え、よく振り混ぜて溶かし、塩化カルシウム塩化カルシウム二水和物溶液（3→40）3 mL を加え、水浴上で約 20 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ紙上の残留物は、水洗し、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、これを A 液とする。A 液 50 mL を量り、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は紅赤色を呈さない。

(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.48% 以下

(1) の A 液 20 mL を正確に量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を用いる。

~~(3) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(5) 残存モノマー 1.0% 以下

本品約 1 g を精密に量り、300 mL のヨウ素瓶フラスコに入れ、水 100 mL を加え、時々振り混ぜながら約 24 時間放置して溶かす。この液に臭素酸カリウム・臭化カリウム試液 10 mL を正確に量って加え、よく振り混ぜ、塩酸 10 mL を手早く加え、直ちに密栓して再びよく振り混ぜた

後、ヨウ素瓶フラスコの上部にヨウ化カリウム試液 20mLを入れ、暗所で 20 分間放置する。次に栓を緩めてヨウ化カリウム試液を流し込み、直ちに密栓をしてよく振り混ぜた後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{残存モノマーの含量 (\%)} = \frac{0.0047 \times (a - b)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} - \text{(\%)} -$$

ただし、a : 空試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

(6) 低重合物 5.0%以下

あらかじめガラスろ過器 (1 G 4) を 105°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。次に本品約 2 g を精密に量り、水 200mL を加え、時々振り混ぜて溶かす。この液にかき混ぜながら塩酸 50mL を加え、約 40°C の水浴中でかき混ぜながら 30 分間加温した後、24 時間放置する。この液をろ過し、ろ液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、わずかに紅赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) を加えた後、紅赤色が消えるまで塩酸 (1 → 30) を滴加する。次に水 200mL を加え、かき混ぜながら塩化カルシウム塩化カルシウム二水和物溶液 (3 → 40) 25mL を滴加した後、約 40°C の水浴中でかき混ぜながら 30 分間加温する。この液を先のガラスろ過器を用いて吸引ろ過し、残留物は、水 10mL ずつで 3 回洗った後、105°C で 3 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量り、次式により含量を求める。

$$\text{低重合物の含量 (\%)} = \frac{\text{残留物の質量 (g)} \times 1.032}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} - \text{(\%)} -$$

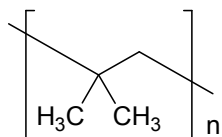
**乾燥減量** 10.0%以下 (105°C, 4 時間)

**強熱残分** 76.0%以下 (乾燥物換算)

**ポリイソブチレン**

Polyisobutylene

ブチルゴム



Poly(1,1-dimethylethylene) [9003-27-4]

**定義** 本品は、イソブチレンの重合物である。重合成分としてイソブレンを 2% まで含むことがある。

**性状** 本品は、無~淡黄色の弾力性のあるゴム性の半固体又は粘稠な物質で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味が無い。

**確認試験** 本品約 1 g にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定するとき、 $1,393\text{cm}^{-1}$ 、 $1,370\text{cm}^{-1}$ 、 $1,230\text{cm}^{-1}$ 、 $950\text{cm}^{-1}$ 及び $920\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収帯を認める。

**純度試験** (1) 溶状 微濁

本品 0.50 g を量り、ヘキサン 50 mL を加え、約 80°C の水浴中で加熱しながら溶かし、検液とする。

~~(2) 重金属 Pb として  $10\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10.0 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.03\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(4) 塩素化合物 Cl として 0.028% 以下

本品 0.50 g 及び炭酸カルシウム 0.7 g を量り、磁製のるつぼに入れ、少量の水を加えて混ぜ合わせ、100°C で乾燥した後、約 600°C で 10 分間加熱する。冷後、残留物に硝酸 (1→10) 20 mL を加えて溶かしてろ過し、不溶物を水約 15 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に炭酸カルシウム 0.7 g を量り、硝酸 (1→10) 20 mL を加えて溶かし、必要があればろ過し、0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。検液及び比較液それぞれに硝酸銀溶液 (1→50) 0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の呈する濁度は、比較液の呈する濁度より濃くない。

(5) 総不飽和物 2.0% 以下

本品を切断して細片とし、その約 0.5 g を精密に量り、シクロヘキサン 100 mL を加え、密栓して一夜放置し、溶かす。不溶物が残る場合は、約 1 時間振り混ぜて完全に溶かし、この溶液を 500 mL の共栓フラスコに入れ、少量のシクロヘキサンで洗いこんだ後、ウィイス試液 15 mL を正確に加えてよく混和する。溶液が澄明にならないときは、シクロヘキサンを添加して澄明にし、密栓して遮光し、20~30°C で時々振り混ぜて 30 分間放置した後、ヨウ化カリウム溶液 (1→10) 20 mL 及び水 100 mL を加えて振り混ぜ、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1~3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正し、次式により総不飽和物の含量を求める。

$$\text{総不飽和物の含量 (\%)} = ((1.87 \times (a - b) \times 0.1) / \text{試料の採取量 (g)}) \text{ (\%)} \text{---}$$

ただし、a : 空試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 本試験における 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

(6) 低重合物 1.2% 以下

本品約 10 g を精密に量り、シクロヘキサン 40 mL を加え、還流冷却器を付け、時々振り混ぜながら水浴上で加熱して溶かす。冷後、メタノール 40 mL を加え、よく振り混ぜ、冷所に 1 時間放置した後、ろ過する。このろ液を、あらかじめ乾燥し、質量を精密に量ったフラスコにとり、約 50°C で減圧下に蒸発乾固した後、減圧デシケーター中で 20 時間乾燥し、残留物の質量を精密に量る。

**強熱残分** 0.20% 以下

ポリソルベート 20

Polysorbate 20

Polyoxyethylene (20) sorbitan monolaurate

[9005-64-5]

**定義** 本品は、D-ソルビトール及び無水D-ソルビトールの水酸基の一部を主としてラウリン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

**含量** 本品は、オキシエチレン基 ( $-\text{OCH}_2\text{CH}_2=44.05$ ) 70.0~74.0%を含む。

**性状** 本品は、無〜だいたい黄色の油状の液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 0.1 g を量り、フラスコに入れ、水酸化ナトリウム・メタノール溶液 (1→50) 2 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 30 分間加熱する。還流冷却器から三フッ化ホウ素・メタノール試液 2 mL を加え、30 分間加熱する。次に還流冷却器からヘプタン 4 mL を加えて 5 分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム飽和溶液 10 mL を加えて約 15 秒間振り混ぜる。更に、飽和塩化ナトリウム飽和溶液を加え、上層をフラスコの口まで上昇させる。上層 2 mL をとり、水 2 mL で 3 回洗った後、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水したものを検液とする。別に、ラウリン酸メチル 0.05 g 50 mg、パルミチン酸メチル 0.05 g 50 mg、ステアリン酸メチル 0.08 g 80 mg 及びオレイン酸メチル 0.10 g を量り、ヘプタンを加えて 50 mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 1 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液は、主としてラウリン酸メチルの保持時間にピークを認める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.5μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80°C からで注入し、毎分 10°C で 220°C まで昇温し、220°C に到達後、を 40 分間保持する。

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

注入方式 スプリット (50 : 1)

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 ラウリン酸メチルのピークが約 10 分後に現れ、ステアリン酸メチルとオレイン酸メチルが分離するように調整する。

けん化価 40~55 (2.0 g, 香料試験法)

水酸基価 96~108 (油脂類試験法)

**純度試験** ~~(1) けん化価 40~55 (2.0 g, 香料試験法)~~

~~(2) (1) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)~~

~~(3) 水酸基価 96~108 (油脂類試験法)~~

~~(4) (2) 鉛 Pb として 2.0 2 μg/g 以下 (5.0 2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(5) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

(6)(4) 酸化エチレン 1.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下、~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサン 10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品約 1 g を専用バイアル瓶に精密に量り、水 1 ~~mL~~ mL を正確に加え、検液とする。別に、ポリソルベート用酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液 2.5 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。更に、この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、酸化エチレン標準原液とする。また、~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサン約 1 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 ~~mL~~ mL とし、~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサン標準原液とする。酸化エチレン標準原液 5 ~~mL~~ mL 及び~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサン標準原液 10 ~~mL~~ mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とし、標準液とする。本品約 1 g を専用バイアル瓶に精密に量り、標準液 1 ~~mL~~ mL を正確に加え、比較液とする。検液及び比較液を密栓し、加温しながら均一となるまでかくはんし、次の条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行う。検液の酸化エチレンのピーク面積  $A_{Te}$  及び~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサンのピーク面積  $A_{Td}$  並びに比較液の酸化エチレンのピーク面積  $A_{Re}$  及び~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサンのピーク面積  $A_{Rd}$  をそれぞれ測定し、次式により試料中の酸化エチレン及び~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサンの量を求める。

$$\text{酸化エチレンの量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \frac{A_{Te} \times C_e}{(A_{Re} \times \text{WM}_T) - (A_{Te} \times \text{WM}_R)} \quad \text{---}(\mu\text{g}/\text{g})\text{---}$$

ただし、 $\text{WM}_T$  : 検液中の試料採取の量 (g)

$\text{WM}_R$  : 比較液中の試料採取の量 (g)

$C_e$  : 比較液に添加された酸化エチレンの量 ( $\mu\text{g}$ )

$$\text{~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサンの量 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \frac{A_{Td} \times C_d}{(A_{Rd} \times \text{WM}_T) - (A_{Td} \times \text{WM}_R)} \quad \text{---}(\mu\text{g}/\text{g})\text{---}$$

ただし、 $\text{WM}_T$  : 検液中の試料採取の量 (g)

$\text{WM}_R$  : 比較液中の試料採取の量 (g)

$C_d$  : 比較液に添加された~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサンの量 ( $\mu\text{g}$ )

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 60m の~~ケイ酸ガラス製の細管~~フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 25%-ジフェニル-75%-ジメチルポリシロキサンを 1.4 $\mu\text{m}$  の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$  で 10 分間保持した~~後~~、その後毎分 10 $^{\circ}\text{C}$  で 100 $^{\circ}\text{C}$  まで昇温し、100 $^{\circ}\text{C}$  に到達後、~~を~~ 10 分間保持する。その後、毎分 20 $^{\circ}\text{C}$  で 230 $^{\circ}\text{C}$  まで昇温する。

注入口温度 150 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入方式 スプリット (20 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 ~~ジオキサン~~1, 4-ジオキサンのピークが約 22 分後に現れるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 70 $^{\circ}\text{C}$

バイアル内平衡時間 45分

注入ライン温度 80℃

注入量 1.0~~mL~~mL

カラム選定 標準液 1.0~~mL~~mLを専用バイアル瓶に量り、用時調製したアセトアルデヒド  
~~(2→1,000,000)~~ (1→500000) 0.10~~mL~~mLを加える。密栓して混和し、上記の条件で試験する  
とき、アセトアルデヒド、酸化エチレン、~~ジオキサン~~1,4-ジオキサン~~の順に溶出し、~~  
それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

水分 3.0%以下 (1 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5 g, 800℃, 15分間)

定量法 (1) 装置 概略は、次の図による。

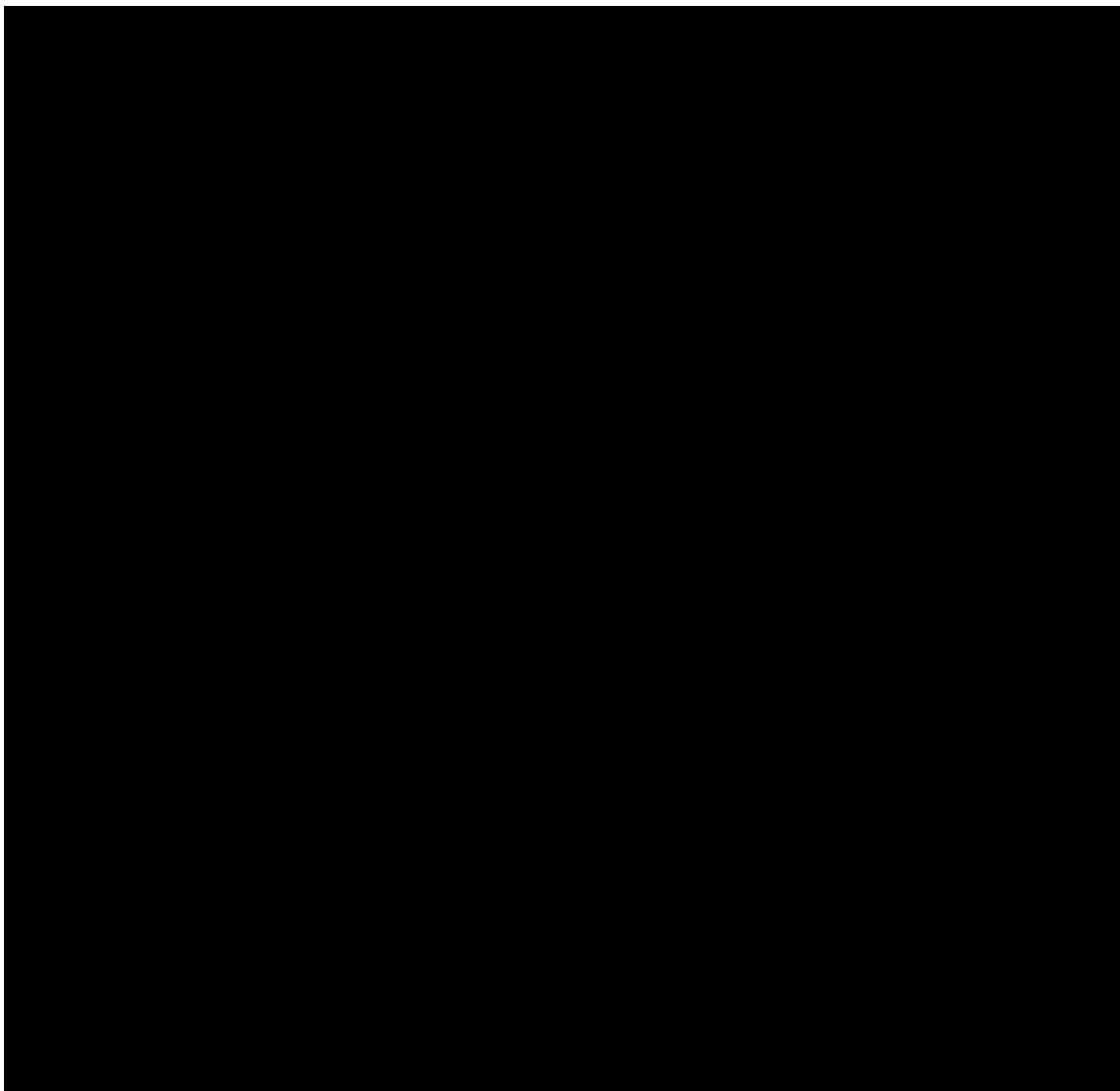
A : 側管付反応フラスコ

B : 冷却捕集管

C : 吸尿管

D : 吸尿管 (活栓は、シリコーングリースを塗っておく。)

E : 最終吸尿管





(2) 操作法 冷却捕集管 B に赤リン ~~0.06g~~60mg を水 100mL に懸濁したものを満たし、吸水管 C に硝酸銀・エタノール試液 10mL, 吸水管 D にオキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液 15mL, 吸水管 E にヨウ化カリウム溶液 (1→10) 10mL をそれぞれ正確に入れる。試料約 ~~0.065g~~65mg を精密に量り、反応フラスコ A に入れ、ヨウ化水素酸 10mL と沸騰石を加え、反応フラスコ A を冷却捕集管 B に接続し、二酸化炭素をほぼ 1 秒間に泡が一つ出る速度で装置内に流す。反応フラスコ A を油浴中でゆっくりと 140~150℃ に加熱し、この温度で 40 分以上反応させる。冷却捕集管 B 内の曇りが消え、吸水管 C の上清がほとんど完全に澄明になるまで加熱する。反応終了 5 分前に吸水管 C を水浴中で 50~60℃ に加温し、溶存するオレフィンを完全に留去する。分解反応終了後、吸水管 D, C をこの順に注意してはずし、その後、二酸化炭素の供給を止め、反応フラスコ A を油浴からははずす。吸水管 D の下の接続部を、あらかじめ水 150mL とヨウ化カリウム溶液 (1→10) 10mL を入れた 500mL のヨウ素瓶フラスコに接続する。吸水管 E をはずし、吸水管 D の側管を水で洗い、洗液を吸水管 E に合わせる。吸水管 D 内の溶液をヨウ素瓶フラスコに注ぎ、吸水管 D の内管及び蛇管を水で洗い、洗液をヨウ素瓶フラスコに合わせる。吸水管 E 内の溶液をヨウ素瓶フラスコに加え、吸水管 E を水で洗い、洗液をヨウ素瓶フラスコに合わせ、密栓して 5 分間放置する。希硫酸 10% 硫酸試液 5mL を加え、直ちに 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 2mL)。また、これとは別に空試験を行い補正する。吸水管 C 内の溶液をフラスコに移し、吸水管 C を水で洗い、洗液をフラスコに合わせ、水を加えて 150mL とし、加熱沸騰させる。冷後、0.05mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 3mL)。また、これとは別に空試験を行い補正する。

次式により、試料中のオキシエチレン含量を計算する。

$$\text{オキシエチレンの含量 (\%)} = \frac{(B - S) \times 0.05 \times 2.203}{WM} + \frac{(B' - S') \times 0.05 \times 4.405}{WM} (\%)$$

ただし、B : 空試験における 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

S : 本試験における 0.05mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)

B' : 空試験における 0.05mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (mL)

S' : 本試験における 0.05mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (mL)

WM : 試料の採取量 (g)

### ポリソルベート 60

Polysorbate60

Polyoxyethylene(20)sorbitan monostearate

[9005-67-8]

**定 義** 本品は、D-ソルビトール及び無水D-ソルビトールの水酸基の一部を主としてステアリン酸とパルミチン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

**含 量** 本品は、オキシエチレン基 ( $-OCH_2CH_2=44.05$ ) 65.0~69.5% を含む。

**性 状** 本品は、無~だいたい色の油状の液体又は半ゲル状の物質であり、わずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品を必要があれば加温して溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一**波長波数**のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 「ポリソルベート 20」の確認試験(2)を準用する。ただし、検液は、主としてステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間にピークを認める。

**けん化価** 45～55 (2.0 g, 香料試験法)

**水酸基価** 81～96 (油脂類試験法)

**純度試験** ~~(1) けん化価 45～55 (2.0 g, 香料試験法)~~

~~(2) (1) 酸価 2.0 g以下 (香料試験法)~~

~~(3) 水酸基価 81～96 (油脂類試験法)~~

~~(4) (2) 鉛 Pbとして 2.0 2μg/g以下 (5.0 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(5) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0 3μg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(6) (4) 酸化エチレン 1.0μg/g以下, ジオキサン 1, 4-ジオキサン 10μg/g以下~~

「ポリソルベート 20」の純度試験 ~~(6) (4)~~ を準用する。

**水分** 3.0%以下 (1 g, 容量滴定法, 逆滴定)

**強熱残分** 0.25%以下 (5 g, 800℃, 15 分間)

**定量法** 試料約 ~~0.065g~~ 65mg を精密に量り、以下「ポリソルベート 20」の定量法を準用する。

## ポリソルベート 65

Polysorbate65

Polyoxyethylene(20)sorbitan tristearate

[9005-71-4]

**定義** 本品は、D-ソルビトール及び無水D-ソルビトールの水酸基の一部を主としてステアリン酸とパルミチン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

**含量** 本品は、オキシエチレン基 (-OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>=44.05) 46.0～50.0%を含む。

**性状** 本品は、白～黄褐色の固体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品を加温して溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一**波長波数**のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 「ポリソルベート 20」の確認試験(2)を準用する。ただし、検液は、主としてステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルの保持時間にピークを認める。

**凝固点** 29～33℃

**けん化価** 88～98 (2.0 g, 香料試験法)

**水酸基価** 40～60 (油脂類試験法)

**純度試験** ~~(1) 凝固点 29～33℃~~

~~(2) けん化価 88～98 (2.0 g, 香料試験法)~~

~~(3) (1) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)~~

~~(4) 水酸基価 40～60 (油脂類試験法)~~

~~(5) (2)~~ 鉛 Pbとして ~~2.0~~ 2 μg/g以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6) (3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 μg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(7) (4)~~ 酸化エチレン 1.0 μg/g以下, ~~ジオキサン 1, 4-ジオキサン~~ 1, 4-ジオキサン 10 μg/g以下  
「ポリソルベート 20」の純度試験 ~~(6) (4)~~ (4) を準用する。

水分 3.0%以下 (1 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5 g, 800°C, 15 分間)

定量法 試料約 ~~0.09g~~ 90mg を精密に量り, 以下「ポリソルベート 20」の定量法を準用する。

### ポリソルベート 80

Polysorbate 80

Polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate

[9005-65-6]

定義 本品は, D-ソルビトール及び無水D-ソルビトールの水酸基の一部を主としてオレイン酸でエステル化し, 酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

含量 本品は, オキシエチレン基 (-OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>=44.05) 65.0～69.5%を含む。

性状 本品は, 無～だいたい黄色の油状の液体で, わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波長波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 「ポリソルベート 20」の確認試験(2)を準用する。ただし, 検液は, 主としてオレイン酸メチルの保持時間にピークを認める。

けん化価 45～55 (2.0 g, 香料試験法)

水酸基価 65～80 (油脂類試験法)

純度試験 ~~(1) けん化価 45～55 (2.0 g, 香料試験法)~~

~~(2) (1)~~ 酸価 2.0g以下 (香料試験法)

~~(3) 水酸基価 65～80 (油脂類試験法)~~

~~(4) (2)~~ 鉛 Pbとして ~~2.0~~ 2 μg/g以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5) (3)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3 μg/g以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(6) (4)~~ 酸化エチレン 1.0 μg/g以下, ~~ジオキサン 1, 4-ジオキサン~~ 1, 4-ジオキサン 10 μg/g以下  
「ポリソルベート 20」の純度試験 ~~(6) (4)~~ (4) を準用する。

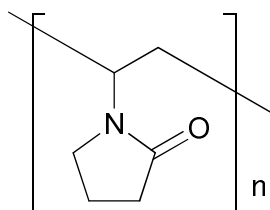
水分 3.0%以下 (1 g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5 g, 800°C, 15 分間)

定量法 試料約 ~~0.065g~~ 65mg を精密に量り, 以下「ポリソルベート 20」の定量法を準用する。

ポリビニルピロリドン (2014年6月18日告示)

Polyvinylpyrrolidone  
ポビドン



Poly[1-(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene] [9003-39-8]

**含量** 本品を無水物換算したものは、窒素 (N=14.01) 11.5~12.8%を含む。

**性状** 本品は、白~微黄色の粉末である。

**確認試験** 本品を 105°Cで6時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**pH** 3.0~7.0 (1.0 g, 水 20mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH3.0~7.0 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(2)(1) 粘性~~ 無水物換算して 1.00 g に対応する量の本品を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100mLとし、60分間放置し、検液とする。検液及び水につき、25°Cで粘度測定法第1法により試験を行い、次式によりK値を求めるとき、表示K値の90~108%である。

$$K = \frac{1.5 \log v_{rel} - 1}{0.15 + 0.003 c} + \frac{\sqrt{300 c \log v_{rel} + (c + 1.5 \log v_{rel})^2}}{0.15 c + 0.003 c^2}$$

ただし、c : 検液 100mL中の無水物換算した試料の量 (g)

$v_{rel}$  : 水の動粘度に対する検液の動粘度比

~~(3)(2) 鉛 Pbとして 2.0µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~本品 2.0 gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸を加えて試料全体を潤した後、ホットプレート上で、徐々に温度を上げながら、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。これを電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 500~600°Cで灰化するまで強熱する。残留物に塩酸 (1→4) 10mlを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。その残留物に少量の硝酸 (1→100)を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸 (1→100)を加えて正確に 10mlとし、検液とする。別に、鉛標準原液 1mlを正確に量り、水を加えて正確に 100mlとする。この液 4mlを正確に量り、硝酸 (1→100)を加えて正確に 10mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

~~(4)(3) アルデヒド アセトアルデヒドとして 500µg/g以下~~

本品約 1 gを精密に量り、ピロリン酸カリウム・塩酸緩衝液 (0.05mol/L, pH9.0) に溶かし、正確に 100mLとし、密栓して、60°Cで60分間加温した後、室温になるまで放冷し、検液とする。別に、新たに蒸留したアセトアルデヒド 0.100 gを量り、4°Cの水に溶かして正確に 100mLと

する。この液を 4℃で約 20 時間放置し、その 1 mL を正確に量り、ピロリン酸カリウム・塩酸緩衝液 (0.05mol/L, pH9.0) を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液、標準液及び水 0.5 mL ずつを別々のセルに入れ、ピロリン酸カリウム・塩酸緩衝液 (0.05mol/L, pH9.0) 2.5 mL 及び β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド試液 0.2 mL をそれぞれに正確に加えてかき混ぜた後、密栓し、22±2℃で 2~3 分間放置する。これらの液につき、水を対照として波長 340nm におけるそれぞれの吸光度 A<sub>T1</sub>、A<sub>S1</sub>及び A<sub>B1</sub>を測定する。更に、それぞれの液にアルデヒドデヒドロゲナーゼ試液 0.05 mL を加え、かき混ぜた後、密栓して 22±2℃で 5 分間放置し、同様に操作し、それぞれの吸光度 A<sub>T2</sub>、A<sub>S2</sub>及び A<sub>B2</sub>を測定し、次式によりアルデヒドの量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{アルデヒドの量 (}\mu\text{g/g)} \\ & = \frac{1,000}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{(A_{T2} - A_{T1}) - (A_{B2} - A_{B1})}{(A_{S2} - A_{S1}) - (A_{B2} - A_{B1})} \end{aligned}$$

(5)(4) 1-ビニル-2-ピロリドン 1-ビニル-2-ピロリドンとして 10µg/g 以下

本品約 0.25 g を精密に量り、メタノール (1→5) に溶かして正確に 10 mL とし、検液とする。別に、1-ビニル-2-ピロリドン 0.050 g (50mg) を正確に量り、メタノールを加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。更に、この液 5 mL を正確に量り、メタノール (1→5) を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 50 µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 1-ビニル-2-ピロリドンのピーク面積 A<sub>T</sub>及び A<sub>S</sub>を測定し、次式により 1-ビニル-2-ピロリドンの量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{1-ビニル-2-ピロリドンの量 (}\mu\text{g/g)} \\ & = \frac{2.5}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5 µm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル

カラム管 内径約 4mm, 長さ約 25cm のステンレス管

ガードカラム カラム管と同一の内径で同一の充填剤を充填したもの。

カラム温度 40℃付近の一定温度

移動相 水/メタノール混液 (4 : 1)

流量 1-ビニル-2-ピロリドンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定 本品 0.010 g (1-ビニル-2-ピロリドン 10mg) 及び酢酸ビニル 0.5 g をメタノール 100 mL に溶かす。この液 1 mL をとり量り、メタノール (1→5) を加えて 100 mL とする。この液 50 µL につき、上記の条件で操作するとき、1-ビニル-2-ピロリドン、酢酸ビニルの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。なお、上記の条件で標準液につき、試験を 6 回繰り返すとき、1-ビニル-2-ピロリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2% 以下である。

ガードカラムの洗浄 試験後、移動相をガードカラムに上記の流量で約 30 分間、試験操作と逆

の方向に流して洗浄する。

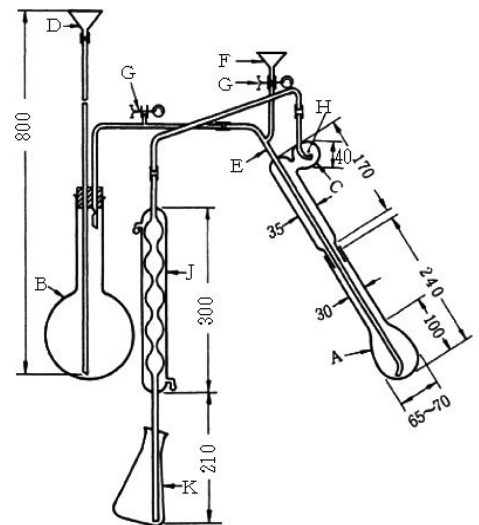
~~(6)~~(5) ヒドラジン ヒドラジンとして  $1\mu\text{g/g}$  以下

本品約  $2.5\text{g}$  を精密に量り、 $50\text{mL}$  の遠心管に入れ、水  $25\text{mL}$  を加え、かき混ぜて溶かす。これにサリチルアルデヒドのメタノール溶液（1→20） $500\mu\text{L}$  を加えてかき混ぜ、 $60^\circ\text{C}$  の水浴中で15分間加温する。冷後、トルエン  $2.0\text{mL}$  を加え、密栓して2分間激しく振り混ぜ、遠心分離し、その上層を検液とする。別に、サリチルアルダジン  $0.090\text{g}$ （ $90\text{mg}$ ）を量り、トルエンに溶かし、正確に  $100\text{mL}$  とし、この液  $1\text{mL}$  を正確に量り、トルエンを加えて正確に  $100\text{mL}$  とし、標準液とする。検液及び標準液  $10\mu\text{L}$  を量り、メタノール溶液（2→3）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約  $15\text{cm}$  の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線（波長  $365\text{nm}$ ）下で観察するとき、標準液から得たスポットに対応する位置の検液から得たスポットの蛍光は標準液のそれよりも濃くない。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用ジメチルシリル化シリカゲル（蛍光剤入り）を  $110^\circ\text{C}$  で1時間乾燥したものを使用する。

水分 5.0%以下（ $0.5\text{g}$ ，容量滴定法，直接滴定）

強熱残分 0.1%以下（ $1\text{g}$ ， $600\pm 50^\circ\text{C}$ ）

定量法 (1) 装置 総硬質ガラス製でその概略は次の図による。ただし、接続部は、すり合わせにしてもよい。装置に用いるゴムは、すべて水酸化ナトリウム溶液（1→25）中で10～30分間煮沸し、次に水中で30～60分間煮沸し、最後に水でよく洗ってから用いる。



(単位mm)

A：ケルダールフラスコ

B：水蒸気発生器（硫酸2～3滴を加えた水を入れ、突沸を避けるために沸騰石を入れる。）

C：しぶき止め

D：給水用漏斗

E：蒸気管

F：アルカリ溶液注入用漏斗

G：ピンチコック付きゴム管

H：小孔（径は、管の内径にほぼ等しい。）

J：冷却器（下端は、斜めに切つてある。）

K：吸収用フラスコ

(2) 操作法 本品約  $0.1\text{g}$  を精密に量り、ケルダールフラスコAに入れ、これに硫酸カリウム  $33\text{g}$ ，硫酸銅(II)  $5\text{g}$  水和物  $1\text{g}$  及び酸化チタン(IV)  $1\text{g}$  の混合物の粉末  $5\text{g}$  を加え、Aの首

に付着した試料を少量の水で洗い込み，更にAの内壁に沿って硫酸7 mLを加える。Aを徐々に加熱し，液が黄緑色澄明となり，Aの内壁に炭化物を認めなくなった後，更に45分間加熱を続ける。冷後，水20 mLを注意しながら加えて冷却する。Aを，あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。吸収用フラスコKにはホウ酸溶液（1→25）30 mL及びブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合試液3滴を入れ，適量の水を加え，冷却器Jの下端をこの液に浸す。漏斗Fから水酸化ナトリウム溶液（2→5）30 mLを加え，注意して水10 mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管Gのピンチコックを閉じ，水蒸気を通じて留液80～100 mLを得るまで蒸留する。Jの下端を液面から離し，少量の水でJの下端を洗い込み，0.025mol/L硫酸で滴定する。終点の判定は，液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.025mol/L硫酸1 mL = 0.7003mgN

### ポリビニルポリピロリドン

Polyvinylpolypyrrolidone

Cross linked poly[(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene] [25249-54-1]

**含 量** 本品を無水物換算したものは，窒素（N=14.01）11.0～12.8%を含む。

**性 状** 本品は，白～微黄白色の粉末で，においはない。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し，本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき，同一波数のところに，同様の強度の吸収を認める。

**pH** 5.0～8.0（1.0g，水100mL）

**純度試験** ~~(1) 液性 pH5.0～8.0（1.0g，水100mL）~~

~~(2) 重金属 Pbとして10µg/g以下（2.0g，第2法，比較液 鉛標準液2.0mL）~~

(1) 鉛 Pbとして2µg/g以下（2.0g，第1法，比較液 鉛標準液4.0mL，フレイム方式）

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下（0.50g，第2法，標準色 ヒ素標準液3.0mL，装置B）

~~(4)(3)~~ 水可溶物 1.5%以下

本品約25gを精密に量り，平底フラスコに入れ，これに水225 mLを加え，還流冷却器を付け，かくはん機を用いてかき混ぜながら20時間穏やかに煮沸する。冷後，これをメスフラスコに移し，水を加えて正確に250 mLとし，15分間放置した後，上澄液を遠心管に移し，10,000×gで1時間遠心分離する。この上澄液をメンブランフィルター（孔径0.45µm）でろ過し，ろ液50 mLを正確に量り，あらかじめ精密に質量を量ったガラス製蒸発皿に入れ，蒸発乾固し，90℃で3時間乾燥し，デシケーター中で放冷した後，質量を精密に量る。

~~(5)(4)~~ ビニルピロリドン 0.1%以下

本品約4gを精密に量り，水30 mLを加え，15分間かき混ぜる。これを遠心管に移し，水20 mLを加えて遠心分離し，上澄液をろつぼ型ガラスろ過器（1G4）でろ過する。遠心管の残留物及びろ過器上の残留物を水50 mLずつで洗う。ろ液と洗液を合わせ，これに酢酸ナトリウム酢酸ナトリウム三水和物0.50gを加え，0.05mol/Lヨウ素溶液をヨウ素の色が消えなくなるまで加える。更に3.0 mLの0.05mol/Lヨウ素溶液を加え，10分間静置し，過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定するとき，0.05mol/Lのヨウ素溶液の消費量は0.72 mL以下で

ある（指示薬 デンブレン試液 3 ~~ml~~）。別に空試験を行い補正する。

水分 6.0%以下（1 g, 容量滴定法, 直接滴定）

強熱残分 0.40%以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により窒素を定量し、更に無水物換算を行う。

0.05mol/L 硫酸 1 ~~ml~~ = 1.401mg N

### ポリフェノールオキシダーゼ

Polyphenol Oxidase

フェノラーゼ

**定義** 本品は、担子菌 (*Cyathus*属, *Polyporus cinereus*, *Pycnoporus coccineus*, *Polyporus versicolor*, *Trametes*属に限る。), 糸状菌 (*Alternaria*属, *Aspergillus niger*, *Coriolus*属, *Myrothecium verrucaria*に限る。) 又は放線菌 (*Streptomyces avermitilis*に限る。) の培養物より得られた、ポリフェノールの水酸基を酸化する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色若しくは白～帯緑白色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがなく又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ポリフェノールオキシダーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 5  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

**ポリフェノールオキシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 1.0 g を量り、pH8.0 のホウ酸緩衝液 (0.02mol/L) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて 10 倍, 100 倍, 若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

フェノール試液 (0.25mol/L) 1 mL をガラスセルに入れ、4-アミノアンチピリン試液 (0.009mol/L) 1 mL 及びポリフェノールオキシダーゼ活性試験用緩衝液 0.5mL を加えて混合し 30°C で 10 分間加温した後、あらかじめ 30°C に加温した試料液 0.5mL を加えて混合する。試料液添加 10 秒後及び 40 秒後の波長 505nm における吸光度を測定するとき、10 秒後の吸光度は 40 秒後の吸光度よりも小さい。



ポリブテン  
Polybutene  
ポリブチレン

**定義** 本品は、イソブチレンを主成分とする重合体である。

**性状** 本品は、無～微黄色の粘稠な液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味がない。

**確認試験** 本品約 1 g にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定するとき、 $1,393\text{cm}^{-1}$ 、 $1,370\text{cm}^{-1}$ 、 $1,230\text{cm}^{-1}$ 、 $950\text{cm}^{-1}$  及び  $920\text{cm}^{-1}$  のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (0.50 g, ヘキサン 5.0 mL)

~~(2) 重金属 Pb として  $10\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.03\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

(4) 塩素化合物 Cl として 0.014% 以下

「ポリイソブチレン」の純度試験(4)を準用する。ただし、0.01 mol/L 塩酸は 0.20 mL を用いる。

(5) 低重合体 0.40% 以下

本品約 10 g を精密に量り、メタノール 10 mL を加え、還流冷却器を付け、時々振り混ぜながら水浴上で 1 時間加熱し、冷所に 1 時間放置した後、ろ過する。このろ液を、あらかじめ乾燥し、質量を精密に量ったフラスコにとり、約  $50^\circ\text{C}$  で減圧下に蒸発乾固した後、減圧デシケーター中で 20 時間乾燥し、その残留物の質量を精密に量る。

**強熱残分** 0.05% 以下 (5 g)

$\epsilon$ -ポリリシン  
 $\epsilon$ -Polylysine  
 $\epsilon$ -ポリリジン

**定義** 本品は、放線菌 (*Streptomyces albulus* に限る。) の培養液より、イオン交換樹脂を用いて吸着、分離して得られたものである。成分は  $\epsilon$ -ポリリシンである。デキストリンを含むことがある。

**含量** 本品は、 $\epsilon$ -ポリリシン 25% 以上で、その表示量の 95～115% を含む。

**性状** 本品は、淡黄色の液体又は吸湿性の強い淡黄色の粉末で、わずかに苦味を有する。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 1 mL にドラーゲンドルフ試液 1 mL を加えるとき、赤褐色の沈殿を生ずる。

(2) 本品 0.1 g をリン酸緩衝液 (pH 6.8) 100 mL に溶かした液 1 mL にメチルオレンジ試液 1 mL を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 1 mL に塩酸 1 mL を加え、 $110^\circ\text{C}$  で 24 時間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えて pH 6～8 に調整し、検液とする。別に  $\epsilon$ -リシン塩酸塩  $0.010\text{g}$   $\epsilon$ -リシン塩酸塩 10 mg を水 10 mL に溶解し、対照液とする。検液及び対照液 2 mL ずつ

つを量り、1-ブタノール/水/酢酸混液(4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、ニンヒドリン・アセトン溶液(1→50)を均等に噴霧し、90℃で10分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た赤紫色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (ε-ポリリシン2.0gに対応する量, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(1) 鉛 Pbとして2µg/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(ε-ポリリシン0.5gに対応する量, 第3法, 標準色ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**強熱残分** 1.0%以下(ε-ポリリシン0.5gに対応する量)

**定量法** ε-ポリリシンとして約0.25gに対応する量の本品を精密に量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液1mLを量り、内標準溶液10mLを加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に50mLとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、L-フェニルアラニン0.15gを量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に100mLとし、更にこの液5mLを量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mLとする。別に定量用ε-ポリリシン塩酸塩を105℃で3時間乾燥し、その約0.3gを精密に量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液25mLを量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mLとする。この液6mL、8mL及び10mLを正確に量り、それぞれに内標準溶液10mLを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に50mLとし、標準液とする。ε-ポリリシン塩酸塩に対するε-ポリリシンの質量比を0.7785としてε-ポリリシン濃度を算出する。検液及び標準液をそれぞれ100µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。3濃度の標準液のL-フェニルアラニンのピーク面積に対するε-ポリリシンのピーク面積比と標準液に含まれるε-ポリリシン濃度から検量線を作成する。検液のL-フェニルアラニンのピーク面積に対するε-ポリリシンのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

**操作条件**

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 215nm)

カラム充填剤 5~10µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

移動相 ~~リン酸二カリウム~~リン酸水素二カリウム1.74g及び硫酸ナトリウム十水和物1.42gを水約800mLに溶かし、リン酸でpH3.4に調整した後、水を加えて1,000mLとする。この液920mLにアセトニトリル80mLを加える。

流量 ε-ポリリシンの保持時間が約4分になるように調整する。

### ポリリン酸カリウム

Potassium Polyphosphate

**含量** 本品を乾燥したものは、酸化リン(V) (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>=141.94)として43.0~76.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の繊維状の結晶若しくは粉末又は無～白色のガラス状の片若しくは塊である。

**確認試験** (1) 本品 0.1 g に ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 0.4 g 及び水 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) を加えて弱酸性とし、硝酸銀溶液 (1→50) 3 ~~mL~~ mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、わずかに微濁 (1.0 g, ~~酢酸ナトリウム~~ 酢酸ナトリウム三水和物 4.0 g 及び水 100 ~~mL~~ mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.11% 以下 (0.10 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.30 ~~mL~~ mL)

(3) 正リン酸塩 本品 1.0 g を量り、硝酸銀溶液 (1→50) 2～3 滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.096% 以下

本品 0.20 g を量り、水 30 ~~mL~~ mL 及び塩酸 (1→4) 2 ~~mL~~ mL を加え、1 分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて 50 ~~mL~~ mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 ~~mL~~ mL に塩酸 (1→4) 1 ~~mL~~ mL 及び水を加えて 50 ~~mL~~ mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 20  $\mu\text{g/g}$  以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 30 mL 及び硝酸 3～4 滴を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL に塩酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(5) 鉛 Pb として 4  $\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に硝酸 5 mL 及び水 25 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 5.0% 以下 (110°C, 4 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、硝酸 5 ~~mL~~ mL 及び水 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸し、冷後、水を加えて正確に 500 ~~mL~~ mL とし、必要があれば乾燥ろ紙でろ過し、検液とする。検液 5 ~~mL~~ mL を正確に量り、バナジウム・モリブデン酸試液 20 ~~mL~~ mL 及び水を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし、よく振り混ぜて 30 分間放置した後、波長 400 nm における吸光度を測定する。対照液には、水 5 ~~mL~~ mL を用いて検液の場合と同様に操作し、~~調製するた液を用いる。~~別にリン酸~~ナトリウム~~ リン 標準液 10 ~~mL~~ mL を正確に量り、硝酸 (1→25) 20 ~~mL~~ mL を加え、更に水を加えて正確に 250 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~mL~~ mL、15 ~~mL~~ mL 及び 20 ~~mL~~ mL をそれぞれ正確に量り、検液の場合と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液 5 ~~mL~~ mL 中のリン (P) の質量 (g) を求め、次式により含量を求める。

酸化リン (V) ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) の含量 (%) = ((検液 5 ~~mL~~ mL 中のリン (P) の質量 (g) × 2.291 × 100) / 試料の採取量 (g)) × 100 ~~(%)~~

### ポリリン酸ナトリウム

Sodium Polyphosphate

**含量** 本品を乾燥したものは、酸化リン (V) ( $\text{P}_2\text{O}_5 = 141.94$ ) として 53.0～80.0% を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末又は無～白色のガラス状の片若しくは塊である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→100) 10 mL に酢酸(1→20)を加えて弱酸性とし、硝酸銀溶液(1→50) 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、わずかに微濁

本品の粉末 1.0 g を量り、水 20 mL を加え、加熱して溶かし、検液とする。

(2) 塩化物 Cl として 0.21% 以下(粉末 0.10 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL)

(3) 正リン酸塩 本品の粉末 1.0 g を量り、硝酸銀溶液(1→50) 2～3 滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.048% 以下

本品の粉末 0.40 g を量り、水 30 mL 及び塩酸(1→4) 2 mL を加え、1 分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸(1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品の粉末 1.0 g を量り、水 20 mL を加えて溶かし、酢酸(1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸(1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸(1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(5) 鉛 Pb として 4 µg/g 以下(1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

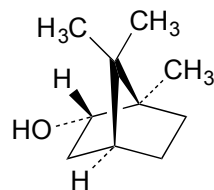
(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下(粉末 0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 5.0% 以下(110°C, 4 時間)

**定量法** 「ポリリン酸カリウム」の定量法を準用する。

d-ボルネオール

d-Borneol



C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O

分子量 154.25

(1R, 2S, 4R)-1, 7, 7-Trimethylbicyclo[2. 2. 1]heptan-2-ol [464-43-7]

**含量** 本品は、d-ボルネオール(C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O)として 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は塊で、リュウノウのようなにおいがある。

**確認試験** (1) 本品を等量のチモールとすり混ぜるとき、液状となる。

(2) 本品約 0.1 g を試験管にとり、約 45° に傾けて底部をブンゼンバーナーの無色炎中で 1 分間加熱するとき、試験管上部に白色の昇華物が付着する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +16.0 \sim +37.0^\circ$  (2.5 g, エタノール (95), 25mL)

融点 205~210°C

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +16.0 \sim +37.0^\circ$  (2.5 g, エタノール 25mL)~~

~~(2) 融点 205~210°C~~

~~(3) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第4法, 装置B)~~

**定量法** 本品約1 gを精密に量り, 200mLの共栓フラスコに入れ, 無水酢酸・ピリジン試液5 mLを正確に量って加え, 還流冷却器を付け, すり合わせの部分~~を~~2~3滴のピリジンでぬらし, 水浴中で3時間加熱する。冷後, 冷却器を通じて水10 mLで洗い込み, 常温まで冷却する。更に水10 mLを加え, 栓をしてよく振り混ぜた後, 中和エタノール エタノール (中和) 5 mLですり合わせ部分及びフラスコの内壁を洗い込み, 0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液で滴定する。(指示薬 クレゾールレッド・チモールブルー試液10滴)。別に空試験を行う。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 1 mL = 77.12mg C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O

### マイクロクリスタリンワックス

Microcrystalline Wax

マイクロクリスタリンワックス

**定義** 本品は, 石油の減圧蒸留の残渣油又は重質留出油から得られた固形の炭化水素の混合物で, 主として分枝状及び直鎖状の飽和炭化水素からなる。

**性状** 本品は, 室温で無色又は白~黄色のやや透明性を帯びた固体で, わずかに特異なにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し, 本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき, 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 70~95°C (第2法)

~~純度試験 (1) 融点 70~95°C (第2種物質)~~

~~(2)(1) 鉛 Pbとして3.03 $\mu$ g/g以下 (3.32.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 6.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.01.5 $\mu$ g/g以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

~~(4)(3) 多環芳香族炭化水素 「パラフィンワックス」の純度試験(5)(4)を準用する。~~

**強熱残分** 0.10%以下

### マクロホモプシスガム

Macrophomopsis Gum

マクロホモプシス多糖類

**定義** 本品は, マクロホモプシス属糸状菌 (Macrophomopsis 属 (Fusicoccum Fusicoccum 属)) の

培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性状** 本品は、淡黄～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品0.5gを熱湯100~~mL~~mLにかき混ぜながら徐々に加えた後、室温まで冷却するとき、粘稠な液体となる。

(2) 本品0.1gを熱湯100~~mL~~mLにかき混ぜながら徐々に加えた後、ホモジナイザーを用いて毎分8,000回転以上で15分間かき混ぜ、溶解する。冷後、この液5~~mL~~mLを試験管にとり、2-プロパノール1~~mL~~mLを加えてよく混ぜ、水浴中で10分間加熱し、再びよく混ぜた後、室温に2時間放置するとき、ゲルを形成する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(2)(1)~~ 鉛 Pbとして5.0~~2~~2 $\mu$ g/g以下(2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(2)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0~~3~~3 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~(4)(3)~~ 総窒素 1.0%以下(乾燥物換算)

本品約0.3gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

~~(5)(4)~~ 2-プロパノール 0.50%以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験~~(9)(7)~~(9)(7)の装置を準用する。

(ii) 操作法

「加工ユーケマ藻類」の純度試験~~(9)(7)~~(9)(7)の操作法を準用して検液及び内標準溶液を調製する。別に2-プロパノール約0.5gを精密に量り、水を加えて正確に50~~mL~~mLとする。この液5~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に50~~mL~~mLとする。この液10~~mL~~mL及び内標準溶液4~~mL~~mLを正確に量り、水を加えて正確に100~~mL~~mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0 ~~$\mu$ L~~ $\mu$ Lずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の~~t<sub>ret</sub>~~t<sub>ret</sub>と~~2-メチル-2-プロパノール~~2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比Q<sub>T</sub>及びQ<sub>S</sub>を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = (\text{2-プロパノールの採取量 (g)} / \text{試料の採取量 (g)}) \times (Q_T / Q_S) \times 2 \text{ ~~(\%)~~}$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん~~てん~~てん剤 180~250 $\mu$ mのガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3mm, 長さ2mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約10分になるように調整する。

**乾燥減量** 15.0%以下(105℃, 2.5時間)

**灰分** 10.0%以下(乾燥物換算)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき、本品1gに

つき、~~細菌数は10,000以下~~生菌数は10000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。~~ただし、大腸菌の場合、本品1gを量り、試料液を調製する。~~ただし、生菌数試験と真菌数試験の試料液、及び大腸菌試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品5gを乳糖ブイヨン培地500mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

## マリーゴールド色素

Marigold Color

**定 義** 本品は、マリーゴールド (*Tagetes patula* Linné *Tagetes patula* L. 若しくは *Tagetes erecta* Linné *Tagetes erecta* L. 又はそれらの種間雑種) の花から得られた、キサントフィルを主成分とするものである。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は2,500以上で、その表示量の95～115%を含む。

**性 状** 本品は、暗褐色の固体又は液体で、特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価2,500に換算して0.1gに相当する量をとり量り、エタノール (95) /ヘキサン混液 (1 : 1) 100~~mL~~mLを加えて溶かした液は、濃黄色を呈する。

(2) 本品にエタノール (95) /ヘキサン混液 (1 : 1) を加えて溶かした液は、波長469～475nm及び441～447nmに極大吸収部がある。これらの極大吸収部に加えて波長420～426nmに極大吸収部があるものもある。

(3) 本品の表示量から、色価2,500に換算して0.1gに相当する量をとり量り、エタノール (95) /ヘキサン混液 (1 : 1) 10~~mL~~mLを加えて溶かし、検液とする。検液5~~mL~~μLを量り、対照液を用いず、トルエン/酢酸エチル/エタノール (95) 混液 (15 : 4 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾するとき、Rf値が0.8付近 (ルテインの脂肪酸エステル) 及び0.35付近 (ルテイン) の両方又はそのいずれかに黄色のスポットを認める。これらのスポットの色は5%亜硝酸ナトリウム溶液 (1→20) を噴霧し、続けて0.5mol/L硫酸硫酸試液 (0.5mol/L) を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、~~担体として~~薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として40μg/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として10.3μg/g以下 (1.02.0g, 第1.2法, 比較液 鉛標準液6.0mL, フレーム方式)

~~(3)~~ (2) ヒ素  $As_2O_3$  として4.03μg/g以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 エタノール (95) /ヘキサン (1 : 1)

測定波長 波長441～447nmの極大吸収部

## マルトースホスホリラーゼ

## Maltose Phosphorylase

**定義** 本品は、細菌 (*Paenibacillus* sp., *Plesiomonas* 属に限る。) の培養物より得られた、マルトースを加リン酸分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末, 粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、マルトースホスホリラーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして  $5\mu\text{g/g}$  以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**マルトースホスホリラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 1.0 g を量り、pH7.0のリン酸緩衝液 ( $0.05\text{mol/L}$ ) 又は水を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液又は水にて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

D (+) -マルトース一水和物 3.60 g を量り、pH7.0のリン酸緩衝液 ( $0.05\text{mol/L}$ ) を加えて溶かし500mLとしたものを基質溶液とする。

あらかじめ  $50^{\circ}\text{C}$  で 5 分間加温した基質溶液 0.5mL に試料液 0.01mL を加えて直ちに振り混ぜ、 $50^{\circ}\text{C}$  で 15 分間加温した後、水浴中で 3 分間加熱し、冷後、D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) 2 mL を加えて混和し、 $37^{\circ}\text{C}$  で 10 分間加温し、検液とする。別に基質溶液 0.5mL を量り、試料液 0.01mL を加えて直ちに水浴中で 3 分間加熱し、冷後、D-グルコース測定用試液 (ムタロターゼ含有) 2 mL を加えて混和し、 $37^{\circ}\text{C}$  で 10 分間加温し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 505nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## マルトトリオヒドロラーゼ

### Maltotriohydrolase

#### G3生成酵素

**定義** 本品は、糸状菌 (*Penicillium* 属に限る。), 放線菌 (*Streptomyces avermitilis*, *Streptomyces cinnamomensis*, *Streptomyces griseus*, *Streptomyces thermoviolaceus*, *Streptomyces violaceoruber* に限る。) 又は細菌 (*Bacillus subtilis*, *Cellulosimicrobium cellulans*,



Microbacterium 属に限る。)の培養物より得られた、デンプン等を加水分解しマルトトリオースを生成する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、マルトトリオヒドロラーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下(0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

ただし、除菌を行わない本品を、自家消費にて食品に使用する場合で、最終食品の完成前に除菌又は殺菌を行う場合には、生菌数の規格を適用しない。

**マルトトリオヒドロラーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品0.50gを量り、トリス緩衝液(0.005mol/L, pH7.0, 塩化カルシウム含有)を加えて溶解又は均一に分散し50mLとしたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

デキストリン試液30mLを量り、プルラーゼ試液(100単位/mL)0.1mL及び試料液0.1mLを加えて混和して50°Cで24時間加温した後、この液10mLを量り、水浴中で10分間加熱し、冷後、検液とする。なお、検液に濁りがある場合は、ろ過又は限外ろ過したそのろ液、あるいは遠心分離を行い、その上澄液を検液とする。別にマルトトリオース0.25gを量り、水を加えて溶かし50mLとしたものを標準液とする。

検液及び標準液をそれぞれ10 $\mu\text{L}$ 量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間とマルトトリオース標準液のピークの保持時間は一致する。

#### 操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 11～25 $\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用陽イオン交換樹脂(Ag型)

カラム管 内径5～20mm, 長さ20～40cmのステンレス管

カラム温度 50～85°Cの一定温度

移動相 水

流量 0.3～1.0mL/分 マルトトリオースの保持時間が10分～50分になるように調整する。

#### 第2法

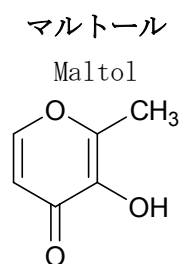
本品0.50gを量り、冷却した酢酸緩衝液(0.1mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有)又は水を加

えて溶解又は均一に分散し 50mL としたものを、又は、これを更に同緩衝液又は水を用いて 10 倍、100 倍、若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

可溶性デンプン 1.0 g を量り、少量の水を加えて懸濁し、約 50mL の沸騰水中に加え 5 分間沸騰させ、冷後、水を加えて 100mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 0.5mL を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 0.4mL を加えて混和し、40°C で 15 分間加温した後、試料液 0.1mL を加えて直ちに振り混ぜ、40°C で 15 分間加温する。この液に銅試液 (マルトトリオヒドロラーゼ活性試験用) 1mL を加えて混和し、水浴中で 20 分間加熱し、冷後、この液にネルソン試液 1mL を加えてよく振り混ぜ、室温で 20 分間放置し、水を加えて 25mL とし、検液とする。別に基質溶液 0.5mL を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L, pH6.0, 塩化カルシウム含有) 0.4mL を加えて混和し、銅試液 (マルトトリオヒドロラーゼ活性試験用) 1mL を加えて振り混ぜた後、試料液 0.1mL を加え混和し、水浴中で 20 分間加熱し、冷後、この液を以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 520nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。



$C_6H_6O_3$

分子量 126.11

3-Hydroxy-2-methyl-4H-pyran-4-one [118-71-8]

含 量 本品は、マルトール ( $C_6H_6O_3$ ) 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色又はわずかに黄色を帯びた白～淡黄色の針状結晶又は結晶性の粉末で、甘いにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融 点 160～164°C

~~純度試験 (1) 融点 160～163°C~~

~~(2) 溶状 澄明 (0.10 g, 70vol%エタノール 5.0mL)~~

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(4) ヒ素  $As_2O_3$ として4.0µg/g以下 (0.50 g, 第4法, 装置B)~~

~~乾燥減量 0.5%以下 (4時間)~~

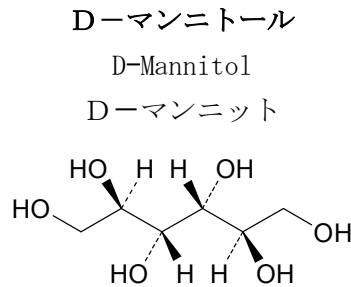
~~強熱残分 0.05%以下~~

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、~~0.1mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 500mL とし、更にこの液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて正確に 200mL とし、検液とする。別に定量用マルトール約 0.2 g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 500mL とし、更にこの液 5mL~~

を正確に量り、~~0.1mol/L塩酸を加えて正確に200mlとし、標準液とする。0.1mol/L塩酸を対照液として、検液及び標準液の波長274nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定し、次式により含量を求める。~~

$$\text{マルトール (C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6\text{) の含量} = \frac{\text{定量用マルトールの採取量 (g)} \times (A_T/A_S)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

本品のエタノール (95) 溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。



C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>

分子量 182.17

D-Mannitol [69-65-8]

**含量** 本品を乾燥したものは、D-マンニトール (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>) 96.0~~~101.0~~以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は粉末で、においがなく、清涼な甘味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→5) ~~3 mL~~ を、あらかじめ~~塩化鉄 (III)~~塩化鉄 (III) 六水合物溶液 (1→10) ~~1 mL~~ を入れた試験管に加え、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1.5~~mL~~を加えると、黄色の沈殿を生じる。更に激しく振り混ぜるとき、沈殿は溶けて黄色の澄明な液となり、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を追加しても、沈殿を生じない。

(2) 本品 0.5 g に無水酢酸 ~~3 mL~~ 及びピリジン ~~1 mL~~ を加え、水浴中で時々振り混ぜながら加熱して完全に溶かす。更に5分間加熱を続けた後、冷却する。この液に水 ~~20 mL~~ を加え、よく混和して5分間放置した後、生じた結晶をろ取し、水で洗い、ジエチルエーテルから再結晶するとき、その融点は、120~125°Cである。

**融点** 165~169°C

**純度試験** ~~(1) 融点 165~169°C~~

~~(2)~~ (1) **遊離酸** 本品 5 g を量り、新たに煮沸し冷却した水 ~~50 mL~~ を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.5~~mL~~ を加えて振り混ぜるとき、液は、30 秒以上持続する~~紅赤~~紅赤色を呈する。

~~(3) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) **鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)**

~~(4)~~ (3) **ニッケル** 本品 0.5 g を量り、水 ~~5 mL~~ を加えて溶かし、ジメチルグリオキシム・エタノール (95) 溶液 (1→100) 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて5分間放置するとき、液は、~~紅赤~~紅赤色を呈さない。

~~(5)~~ (4) **ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)**

~~(6)~~(5) 糖類 本品 0.5 g を量り、水 10 ~~mL~~ 及び塩酸 (1 → 4) 2 ~~mL~~ を加えて 2 分間煮沸し、冷後、~~無水~~炭酸ナトリウム溶液 (1 → 8) 5 ~~mL~~ を加える。5 分間放置した後、フェーリング試液 2 ~~mL~~ を加えて 1 分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄～赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 0.30% 以下 (105°C, 4 時間)

強熱残分 0.02% 以下 (5 g)

定量法 本品及び定量用 D-マンニトールを乾燥し、約 1 g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かして正確に 50 ~~mL~~ とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 ~~μL~~ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の D-マンニトールピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{D-マンニトール (C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{定量用 D-マンニトールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} \text{---}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん~~てん~~ 剤 5~12 $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4~8 mm, 長さ 20~50 cm のステンレス管

カラム温度 40~85°C の一定温度

移動相 水

流量 0.5~1.0 ~~mL~~ / 分の一定量

### ミックストコフェロール

Mixed Tocopherols

ミックソビタミン E

定義 本品は、植物性油脂から得られた、 $d-\alpha$ -トコフェロール、 $d-\beta$ -トコフェロール、 $d-\gamma$ -トコフェロール及び  $d-\delta$ -トコフェロールを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

含量 本品は、総トコフェロールとして 34% 以上を含む。

性状 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な粘性のある液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 「 $d-\alpha$ -トコフェロール」の確認試験を準用する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +20^\circ$  以上

「 $d-\alpha$ -トコフェロール」の比旋光度を準用する。

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +20^\circ$  以上~~

~~「 $d-\alpha$ -トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。~~

~~(2)(1) 酸価 5.0 以下~~

~~「トコトリエノール」の純度試験(2)(1)を準用する。~~

~~(3) 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu\text{g/g}$  以下 (5.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 10 mL, フレーム方式)

(4)(3) ヒ素  $As_2O_3$  として  $4.03 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(5)(4) 抗酸化力価 40 以上

総トコフェロール約 ~~0.030g~~ 30mg に対応する量の本品を精密に量り, 200 ~~mL~~ mL 褐色メスフラスコに入れ, ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて溶かし, 200 ~~mL~~ mL とする。この液及び ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 2 ~~mL~~ mL を 25 ~~mL~~ mL 褐色メスフラスコに正確に とり量り, 塩化鉄(III) 六水和物の・無水エタノールエタノール (99.5) 溶液 (1→500) 1 ~~mL~~ mL を加え, 直ちに  ~~$\alpha, \alpha'$ -ジピリジルの無水エタノール溶液 2, 2'-ビピリジル・エタノール (99.5) 溶液 (1→200) 1 mL~~ を加えて軽く振り混ぜた後, ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を加えて正確に 25 ~~mL~~ mL とし, それぞれ検液及び比較液とする。塩化鉄(III) 六水和物の・無水エタノールエタノール (99.5) 溶液を加えてから正確に 10 分後に, ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) を対照として, 検液及び比較液の波長 520nm における吸光度  $A$  及び  $A'$  を測定し, 次式により抗酸化力価を求める。

$$\text{抗酸化力価} = ((A - A') / \text{試料の採取量 (g)}) \times 2.82 \times 2$$

定量法 「 $d-\alpha$ -トコフェロール」の定量法を準用する。

ミツロウ

Bees Wax

オウロウ

ビースワックス

ベースワックス

定義 本品は, ミツバチ (*Apis* spp.) の巣から得られた, パルミチン酸ミリシルを主成分とするものである。

性状 本品は, 白～黄白色又は黄～淡褐色の固体で, はちみつ特有のにおいがある。

確認試験 本品 1 g に 2-プロパノール 50 ~~mL~~ mL を加え, 水浴中で  $65^\circ\text{C}$  に加温して溶かした後, かき混ぜながら微温湯 5 ~~mL~~ mL を加えるとき, 白色の浮遊物を生じる。

融点  $60\sim 67^\circ\text{C}$

けん化価  $77\sim 103$  (油脂類試験法)

純度試験 ~~(1) 融点  $60\sim 67^\circ\text{C}$~~

~~(2)(1) 酸価 5～24 (油脂類試験法)~~

~~「カンデリラロウ」の純度試験(2)を準用する。~~

本品約 3 g を精密に量り, エタノール (95) / キシレン混液 (5 : 3) 80mL を加えて溶かし, 検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし, 冷時濁りを生じるときは, 温時滴定する。

~~(3)(2) 過酸化物価 5 以下~~

本品約 5 g を精密に量り, 200 ~~mL~~ mL 共栓三角フラスコに入れ, 酢酸 / クロロホルム混液 (3 : 2) 30 ~~mL~~ mL を加え, 栓をして温湯中で加熱し, 静かに振り混ぜて溶かす。冷後, 窒素を通じて器内の空気を十分に置換し, 窒素を通じながらヨウ化カリウム試液 1 ~~mL~~ mL を正確に量って加える。次に窒素をとめ, 直ちに栓をして 1 分間振り混ぜた後, 暗所に 5 分間放置する。この液に水 30 ~~mL~~ mL を加え, 再び栓をして激しく振り混ぜた後,  $0.01\text{mol/L}$  チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し (指示

薬 デンプン試液 1～3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液がうすい黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。次式によって過酸化物価を求める。別に空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{0.01\text{mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10$$

~~(4) けん化価 77～103 (油脂類試験法)~~

~~(5) 重金属 Pbとして  $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(6)(3) 鉛 Pbとして  $102\mu\text{g/g}$ 以下 (1.02.0 g, 第1.2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(7)(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(8)(5) 脂質, 石けん, モクロウ及びロシン~~

本品 1 g に水酸化ナトリウム溶液 (1→7) ~~35mL~~を加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて 30 分間加熱する。冷後、この液をろ過し、塩酸を加えて酸性にするとき、沈殿が生じない。

強熱残分 0.10%以下

### ムラサキイモ色素

Purple Sweet Potato Color

**定義** 本品は、サツマイモ (~~*Ipomoea batatas* Poir.~~*Ipomoea batatas* (L.) Poir.) の塊根から得られた、シアニジンアシルグルコシド及びペオニジンアシルグルコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 50 以上で、その表示量の 90～110%を含む。

**性 状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.0 g に相当する量をとり量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) ~~100mL~~に溶かした液は、赤～暗紫赤色を呈する。

(2) (1)の液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 515～535nm に極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして  $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2)(1) 鉛 Pbとして  $8.02\mu\text{g/g}$ 以下 (1.252.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3)(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $4.03\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 515～535nm の極大吸収部

## ムラサキトウモロコシ色素

Purple Corn Color

ムラサキコーン色素

**定 義** 本品は、トウモロコシ (~~Zea mays Linné~~Zea mays L.) の種子 又は雌穂 から得られた、シアニジン 3-β-D-グルコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ) は 30 以上で、その表示量の 90~120% を含む。

**性 状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 30 に換算して 1 g に相当する量を とり量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100 mL に溶かした液は、赤~暗赤だいたい色を呈する。

(2) (1) の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 505~525nm に極大吸収部がある。

(4) (1) の溶液 10 mL を とり量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 100 mL とし、検液とする。別にシアニジン 3-β-D-グルコシド塩化物 1 mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 5 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のシアニジン 3-β-D-グルコシド塩化物のピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 515nm)

カラム充 てん 填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 4% リン酸 溶液 / メタノール混液 (73 : 27)

流量 シアニジン 3-β-D-グルコシド塩化物の保持時間が約 10 分になるように調整する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 μg / g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1) 鉛 Pb として 8.0 8 μg / g 以下 (1.25 0.50 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)~~

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 μg / g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

~~(4) (3) フモニシン B<sub>1</sub> 0.3 μg / g 以下 (色価 30 に換算)~~

本品の表示量から、色価 30 に換算して約 5 g に相当する量を精密に量り、メタノール / 水混液 (3 : 1) 80 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて pH 8~9 に調整し、メタノール / 水混液 (3 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、試料液とする。内径約 15mm のガラスあるいはポリプロピレン製のカラムにトリメチルアミノプロピル化シリカゲル約 2 g を充 てん 填し、メタノール及びメタノール / 水混液 (3 : 1) で順次洗浄する。試料液 10 mL をカラムに注ぎ、流出液は捨てる。このカラムをメタノール / 水混液 (3 : 1) 20 mL、次いでメタノール 10 mL で洗浄する。その後メタノール / 酢酸混液 (99 : 1) 20 mL を注ぐ。流出液を 40°C 未満、減圧状態で乾固させた後、水 / アセトニトリル混液 (1 : 1) 0.2 mL を加えて溶かし、

検液とする。別にフモニシンB<sub>1</sub>約 ~~0.01g~~10mg を精密に量り、水／アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に100~~mL~~mLとする。更にこの液10~~mL~~mL、5~~mL~~mL、1~~mL~~mLを正確に量り、水／アセトニトリル混液（1：1）を加えてそれぞれ正確に200~~mL~~mLとし、標準液とする。検液及び標準液のそれぞれ0.1~~mL~~mLに対し、~~フタルアルデヒド試薬~~フタルアルデヒド試液0.1~~mL~~mLを加えて混和する。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ20~~μL~~μLずつ量り、~~フタルアルデヒド試薬~~フタルアルデヒド試液添加後1分以内に、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。3濃度の標準液のフモニシンB<sub>1</sub>のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のフモニシンB<sub>1</sub>のピーク面積を測定し、検量線から検液中のフモニシンB<sub>1</sub>量を求める。

#### 操作条件

検出器 蛍光光度計（励起波長 335nm, 蛍光波長 440nm）

カラム充てん~~り~~充填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管

温度 25℃

移動相 メタノール／リン酸緩衝液（pH3.3）混液（7：3）

流量 フモニシンB<sub>1</sub>の保持時間が約17分になるように調整する。

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

#### 操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液（pH3.0）

測定波長 波長505～525nmの極大吸収部

## ムラミダーゼ

### Muramidase

**定 義** 本品は、放線菌（Actinomyces属、Streptomyces属に限る。）、細菌（Bacillus属に限る。）の培養物より得られた、ムコ多糖類を加水分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ムラミダーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして5μg/g以下（0.80g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式）  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下（0.50g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B）

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**ムラミダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品1.0gを量り、水又はpH6.2のリン酸緩衝液（1/15mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し



100mLとしたもの、更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

波長640nmにおける吸光度が1.2～1.4になるように、乾燥菌体30mgをpH6.2のリン酸緩衝液（1／15mol／L）に均一に分散又は懸濁したもの、又はリゾチーム用基質試液を基質溶液とする。基質溶液は用時調製し、氷冷して30分以内に使用する。

基質溶液3.8mLを量り、35℃で3分間加温した後、試料液0.2mLを加えて振り混ぜ、検液とする。検液を石英セルに直ちに移し、35℃で加温し、試料液添加3分後及び10分後の波長640nmにおける吸光度を測定する。別に試料液の代わりに水又はpH6.2のリン酸緩衝液（1／15mol／L）0.2mLを用いて以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。比較液を石英セルに直ちに移し、検液と同様に操作して3分後及び10分後の吸光度を測定する。検液及び比較液の10分後の吸光度の差は、検液及び比較液の3分後の吸光度の差よりも小さい。

### メタリン酸カリウム

Potassium Metaphosphate

**含 量** 本品を乾燥したものは、酸化リン（V）（ $P_2O_5=141.94$ ）として53.0～80.0%を含む。

**性 状** 本品は、白色の繊維状の結晶若しくは粉末又は無～白色のガラス状の片若しくは塊である。

**確認試験** (1) 本品0.1gに酢酸ナトリウム酢酸ナトリウム三水和物0.4g及び水10mLを加えて溶かし、酢酸（1→20）又は水酸化ナトリウム溶液（1→20）を加えて弱酸性とし、卵白試液5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品は、カリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、わずかに微濁

本品の粉末1.0gを量り、水50mLを加え、水浴中で加熱し、激しくかき混ぜながら溶かす。この液に水酸化ナトリウム溶液（1→25）50mLを徐々に加え、更にときどき時々かき混ぜて、10分間水浴中で加熱した後、35～45℃に冷却し、検液とする。

(2) 塩化物 Cl として0.11%以下（粉末0.10g、比較液 0.01mol／L塩酸0.30mL）

(3) 正リン酸塩 本品の粉末1.0gを量り、硝酸銀溶液（1→50）2～3滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。

(4) 硫酸塩  $SO_4$ として0.096%以下

本品の粉末0.20gを量り、水30mL及び塩酸（1→4）2mLを加え、1分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、0.005mol／L硫酸0.40mLに塩酸（1→4）1mL及び水を加えて50mLとする。

~~(5) 重金属 Pbとして20μg／g以下~~

~~本品1.0gを量り、水30mLを加えて溶かす。溶けにくい場合は、硝酸2～3滴を加えて溶かす。この液に酢酸（1→20）又はアンモニア試液を加えて中和し、更に酢酸（1→20）2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸（1→20）2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(5) 鉛 Pbとして4μg／g以下（1.0g、第5法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式）

本品に塩酸（1→4）20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上

の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

- (6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.03  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)  
乾燥減量 5.0%以下 (110°C, 4 時間)  
定量法 「ポリリン酸カリウム」の定量法を準用する。

メタリン酸ナトリウム  
Sodium Metaphosphate

- 含量 本品を乾燥したものは、酸化リン (V) ( $\text{P}_2\text{O}_5=141.94$ ) として 60.0~83.0%を含む。  
性状 本品は、白色の繊維状の結晶若しくは粉末又は無~白色のガラス状の片若しくは塊である。  
確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→40) に酢酸 (1→20) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を加えて弱酸性とし、卵白試液 5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。  
(2) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

- 純度試験 (1) 溶状 無色、わずかに微濁 (粉末 1.0 g, 水 20 mL)  
(2) 塩化物 Cl として 0.21%以下 (粉末 0.10 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL)  
(3) 正リン酸塩 本品の粉末 1.0 g を量り、硝酸銀溶液 (1→50) 2~3 滴を加えるとき、著しい黄色を呈さない。  
(4) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.048%以下  
本品の粉末 0.40 g を量り、水 30 mL 及び塩酸 (1→4) 2 mL を加え、1 分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

~~(5) 重金属 Pb として 20  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下~~

~~本品の粉末 1.0 g を量り、水 30 mL を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(5) 鉛 Pb として 4  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に硝酸 5 mL 及び水 25 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

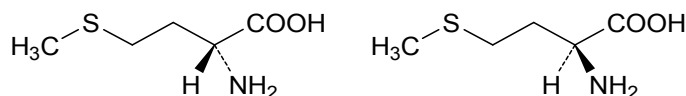
- (6) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.03  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (粉末 0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 5.0%以下 (110°C, 4 時間)

定量法 「ポリリン酸カリウム」の定量法を準用する。

DL-メチオニン

DL-Methionine



$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$

分子量 149.21

(2R)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid [59-51-8]

**含量** 本品を乾燥したものは、DL-メチオニン ( $C_5H_{11}NO_2S$ ) 98.5~~~101.0~~101.0%以上を含む。  
**性状** 本品は、白色の薄片状結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあり、わずかに甘味がある。

**確認試験** (1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1→100) は、旋光性がない。

pH 5.6~6.1 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (0.50 g, 水 ~~20~~1mL)

~~(2) 液性 pH5.6~6.1 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)~~(2) 塩化物 Cl として 0.021%以下

本品 0.50 g を量り、硝酸 (1→10) ~~6~~1mL 及び水を加えて溶かし、~~40~~1mL とし、検液とする。比較液は、0.01mol/L 塩酸 0.30~~mL~~mL に硝酸 (1→10) ~~6~~1mL 及び水を加えて ~~40~~1mL とする。ただし、硝酸銀溶液 (1→50) は、~~10~~1mL を用いる。

~~(4) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第1法, 加温溶解, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 標準液 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

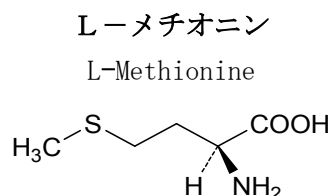
「L-システイン塩酸塩」の純度試験~~(4)~~(3)を準用する。

**乾燥減量** 0.5%以下 (105°C, 3時間)

**強熱残分** 0.10%以下

**定量法** 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 ~~1~~1mL = 14.92mg  $C_5H_{11}NO_2S$



$C_5H_{11}NO_2S$

分子量 149.21

(2S)-2-Amino-4-(methylsulfanyl)butanoic acid [63-68-3]

**含量** 本品を乾燥したものは、L-メチオニン ( $C_5H_{11}NO_2S$ ) 98.5~~~101.0~~101.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の薄片状結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあり、わずかに苦味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→~~1000~~1000) ~~5~~1mL にニンヒドリン溶液 (1→~~1000~~1000) ~~1~~1mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品 ~~0.025 g~~25mg に~~無水~~硫酸銅 (II) 飽和硫酸溶液 ~~1~~1mL を加えるとき、液は、黄色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1→100) ~~2~~1mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) ~~2~~1mL を加えて振り混ぜ、

更にニトロプルシドナトリウムペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物溶液(1→20) 0.3mLを加えて再び振り混ぜる。1～2分間放置し、塩酸(1→10) 4mLを加えると、液は、赤紫色を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +21.0 \sim +25.0^\circ$  (1 g, 塩酸試液(6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

pH 5.6～6.1 (0.5 g, 水 20mL)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +21.0 \sim +25.0^\circ$  (1.0 g, 塩酸(1→2), 50mL, 乾燥物換算)~~

~~(2)(1) 溶状 無色, 澄明 (0.50 g, 水 20mL)~~

~~(3) 液性 pH5.6～6.1 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Clとして0.021%以下~~

「DL-メチオニン」の純度試験(3)(2)を準用する。

~~(5) 重金属 Pbとして20μg/g以下~~

~~「DL-メチオニン」の純度試験(4)を準用する。~~

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03μg/g以下 (0.50 g, 標準液 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

「L-システイン塩酸塩」の純度試験(4)(3)を準用する。

乾燥減量 0.5%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.10%以下

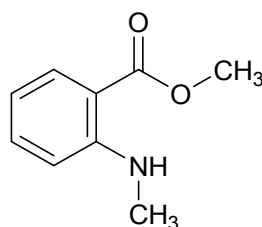
定量法 本品約0.3gを精密に量り、以下「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L過塩素酸液1mL=14.92mg C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>S

### N-メチルアントラニル酸メチル

Methyl N-Methylantranilate

N-メチルアンスラニル酸メチル



C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>

分子量 165.19

Methyl 2-(methylamino)benzoate [85-91-6]

含量 本品は、N-メチルアントラニル酸メチル(C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>2</sub>) 98.0～101.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な結晶塊又は液体で、ブドウようのにおいがある。液体は、青紫色の蛍光を発する。

確認試験 ~~本品1mLにエタノール製10%水酸化カリウム試液5mLを加え、還流冷却器を付けて1時間加熱するとき、ブドウようのにおいはなくなる。冷後、塩酸(1→4)を加えて酸性にするとき、結晶が析出する。この結晶をろ取し、50vol%エタノールを用いて再結晶するとき、その融点は、164～174°Cである。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと

比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 凝固点~~ 11℃以上

~~(2) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.578\sim 1.581$

~~(3) 比重~~  $d_{20}^{20}=1.129\sim 1.135$

純度試験 (1) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

~~(4)(2) 溶状~~ 澄明 (1.0 ~~mL~~ mL, 70vol%エタノール 10 ~~mL~~ mL)

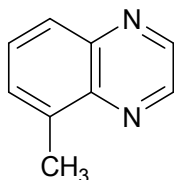
~~(5) 酸価~~ 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液~~ 0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール溶液 1 ~~mL~~ mL = 82.60mg  $C_9H_{11}NO_2$

### 5-メチルキノキサリン

5-Methylquinoxaline



$C_9H_8N_2$

分子量 144.17

5-Methylquinoxaline [13708-12-8]

含量 本品は、5-メチルキノキサリン ( $C_9H_8N_2$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～だいたい色の液体又は結晶塊で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

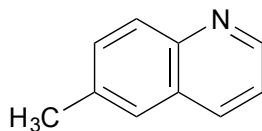
~~純度試験 (1) 屈折率~~  $n_D^{20}=1.615\sim 1.625$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25}=1.102\sim 1.132$

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(14)により定量する。

### 6-メチルキノリン

6-Methylquinoline



$C_{10}H_9N$

分子量 143.19

6-Methylquinoline [91-62-3]

含量 本品は、6-メチルキノリン ( $C_{10}H_9N$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}$  = 1.611 ~ 1.617~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25}$  = 1.060 ~ 1.066~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。~~により次の操作条件で定量する。~~

操作条件

~~検出器 水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器~~

~~カラム 内径 0.25 ~ 0.53mm, 長さ 30 ~ 60m のケイ酸ガラス製の細管に, ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25 ~ 1 $\mu$ m の厚さで被覆したもの。~~

~~カラム温度 150°C から毎分 5°C で昇温し, 230°C に到達後, 24 分間保持する。~~

~~注入口温度 225 ~ 275°C~~

~~検出器温度 250 ~ 300°C~~

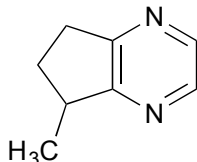
~~注入方式 スプリット (30 : 1 ~ 250 : 1)。ただし, いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。~~

~~キャリアーガス ヘリウム又は窒素~~

~~流量 被検成分のピークが 5 ~ 20 分の間に見えるように調整する。~~

### 5-メチル-6,7-ジヒドロ-5H-シクロペンタピラジン

5-Methyl-6,7-dihydro-5H-cyclopentapyrazine



$C_8H_{10}N_2$

分子量 134.18

5-Methyl-6,7-dihydro-5H-cyclopenta[b]pyrazine [23747-48-0]

**含量** 本品は、5-メチル-6,7-ジヒドロ-5H-シクロペンタピラジン ( $C_8H_{10}N_2$ ) 97.0% 以上を含む。

**性状** 本品は、淡黄～褐色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}$  = 1.525 ~ 1.535~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25}$  = 1.048 ~ 1.059~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

メチルセルロース

## Methyl Cellulose

Methyl ether of cellulose [9004-67-5]

**含量** 本品を乾燥したものは、メトキシ基 ( $-\text{OCH}_3=31.03$ ) 25.0~33.0%を含む。

**性状** 本品は、白~類白色の粉末又は繊維状の物質で、においが無い。

**確認試験** 本品 1.0 g を約 70°C の水 100 mL に加えてよくかき混ぜた後、振り混ぜながら冷却し、更に均等な糊状となるまで冷所に放置し、検液とする。

(1) 検液約 10 mL を水浴中で加熱するとき、白濁するか又は白色の沈殿を生じ、これを冷却するとき、この白濁又は沈殿は、溶けて再び均等な糊状の液となる。

(2) 検液約 2 mL にアントロン試液 1 mL を静かに管壁に沿って加えて層積するとき、接界面は、青~緑色を呈する。

**純度試験** ~~(1)~~ **動粘度** 粘度の表示がある場合、次の試験を行うとき、 $100\text{mm}^2/\text{s}$  以下のものでは表示量の 80~120%、 $100\text{mm}^2/\text{s}$  を超えるものでは表示量の 70~140% である。

本品の乾燥物換算して 2 g に対応する量を正確に量り、85°C の水 50 mL を加えてかくはん機を用いて 10 分間かき混ぜる。次に水 40 mL を加えて 40 分間かき混ぜながら氷水中で試料を溶かした後、更に水を加えて正確に 100 mL とし、必要があれば遠心分離して泡を除き、 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$  で動粘度を測定する。

**純度試験** ~~(1)~~ ~~(2)~~ **塩化物** Cl として 0.57% 以下

本品 0.50 g を量り、ビーカーに入れ、熱湯 30 mL を加えてよくかき混ぜ、熱時保温漏斗でろ過し、ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯 15 mL ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、A 液とする。この液 5 mL を正確に量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を用いる。

~~(3)~~ ~~(2)~~ **硫酸塩**  $\text{SO}_4$  として 0.096% 以下

~~(2)~~ ~~(1)~~ の A 液 40 mL を正確に量り、試料液とする。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を用いる。

~~(4)~~ **重金属** Pb として  $20\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)

**(3) 鉛** Pb として  $2\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(5)~~ ~~(4)~~ **ヒ素**  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.03\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 8.0% 以下 (105°C, 1 時間)

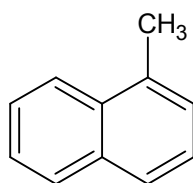
**強熱残分** 1.5% 以下 (乾燥物換算)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 ~~0.025 g~~ 25 mg を精密に量り、メトキシ基定量法により定量する。  
メトキシ基 ( $-\text{OCH}_3$ ) の含量 (%)

$$= \frac{0.01\text{mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 0.0517}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

1-メチルナフタレン

1-Methylnaphthalene



C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>

分子量 142.20

1-Methylnaphthalene [90-12-0]

**含量** 本品は、1-メチルナフタレン (C<sub>11</sub>H<sub>10</sub>) 96.0 %以上を含む。

**性状** 本品は、無～微黄色の透明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.612 \sim 1.618$

**比重**  $d_{25}^{25} = 1.017 \sim 1.025$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.612 \sim 1.618$~~

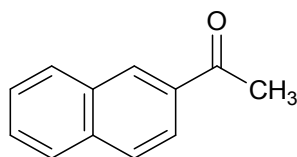
~~(2) 比重  $d_{25}^{25} = 1.017 \sim 1.025$~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラム温度は、150℃から毎分5℃で 230℃まで昇温し、~~230℃に到達後、を~~ 24 分間保持する。

メチル β-ナフチルケトン

Methyl β-Naphthyl Ketone



C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 170.21

1-(Naphthalen-2-yl)ethanone [93-08-3]

**含量** 本品は、メチル β-ナフチルケトン (C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>O) ~~99.0~~97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の~~臭化カリウム~~錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融点** 52～56℃

**純度試験** ~~(1) 融点 52～54℃~~



~~(2) 溶状 澄明~~

~~本品 0.10 g を量り、70vol%エタノール 10ml を加え、30°C に加温して溶かし、検液とする。~~

~~(3) 重金属 Pb として 10µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0µg/g 以下 (0.50 g, 第 4 法, 装置 B)~~

~~(5) ハロゲン化合物 香料試験法による~~

~~乾燥減量 0.5% 以下 (4 時間)~~

~~強熱残分 0.05% 以下~~

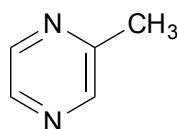
~~定量法 本品約 1 g を精密に量り、香料試験法中のアルデヒド類又はケトン類含量の第 2 法により定量する。ただし、加熱時間は、1 時間とする。~~

~~0.5mol/L 塩酸 1ml = 85.10mg C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>O~~

本品のエタノール (95) 溶液 (1→10) を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 2-メチルピラジン

2-Methylpyrazine



C<sub>5</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>

分子量 94.11

2-Methylpyrazine [109-08-0]

含 量 本品は、2-メチルピラジン (C<sub>5</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>) 98.0% 以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

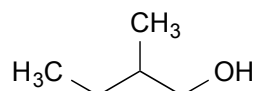
~~純度試験 (1) 屈折率 n<sub>D</sub><sup>20</sup> = 1.501 ~ 1.509~~

~~(2) 比重 d<sub>25</sub><sup>25</sup> = 1.007 ~ 1.033~~

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### 2-メチルブタノール

2-Methylbutanol



C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O

分子量 88.15

2-Methylbutan-1-ol [137-32-6]

含 量 本品は、2-メチルブタノール (C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>O) 99.0% 以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.409 \sim 1.412$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.815 \sim 0.820$

**純度試験** ~~(1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.409 \sim 1.412$~~

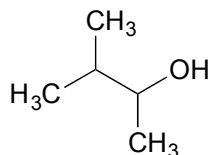
~~(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.815 \sim 0.820$~~

~~(3) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### 3-メチル-2-ブタノール

3-Methyl-2-butanol



$C_5H_{12}O$

分子量 88.15

3-Methylbutan-2-ol [598-75-4]

**含量** 本品は、3-メチル-2-ブタノール ( $C_5H_{12}O$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

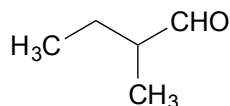
~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.406 \sim 1.412$~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.815 \sim 0.821$~~

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### 2-メチルブチルアルデヒド

2-Methylbutyraldehyde



$C_5H_{10}O$

分子量 86.13

2-Methylbutanal [96-17-3]

**含量** 本品は、2-メチルブチルアルデヒド ( $C_5H_{10}O$ ) 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.388 \sim 1.396$

比重  $d_{25}^{25} = 0.799 \sim 0.815$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.388 \sim 1.396$~~

~~(2) 比重  $d_{25}^{25} = 0.799 \sim 0.815$~~

~~(3) 酸価 10.0 以下 (香料試験法)~~

~~定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法により次の操作条件で定量する。なお、検液注入後、0～60分間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する2-メチルブチルアルデヒドのピーク面積百分率を求め、含量とする。~~

~~操作条件~~

~~検出器 水素炎イオン化検出器又は熱伝導度検出器~~

~~カラム 内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサン又はポリエチレングリコールを0.25～1 $\mu$ mの厚さで被覆したもの。~~

~~カラム温度 50℃で5分間保持し、その後毎分5℃で昇温し、230℃に到達後、19分間保持する。~~

~~注入口温度 125～175℃~~

~~検出器温度 250～300℃~~

~~注入方式 スプリット (30:1～250:1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。~~

~~キャリアガス ヘリウム又は窒素~~

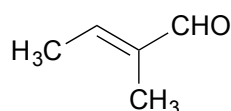
~~流量 被検成分のピークが5～10分間に現れるように調整する。~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(3)により定量する。

*trans*-2-メチル-2-ブテナール (2012年12月28日告示)

*trans*-2-Methyl-2-butenal

(*E*)-2-Methyl-2-butenal



$C_5H_8O$

分子量 84.12

(*2E*)-2-Methylbut-2-enal [497-03-0]

**含量** 本品は、*trans*-2-メチル-2-ブテナール ( $C_5H_8O$ ) 97.0 %以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20} = 1.445 \sim 1.450$

比重  $d_{20}^{20} = 0.866 \sim 0.873$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20} = 1.445 \sim 1.450$~~

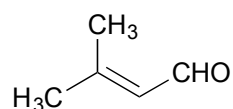
~~(2) 比重  $d_{20}^{20} = 0.866 \sim 0.873$~~

~~(3) 酸価 3.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** 本品のアセトン溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(23)により定量する。ただし、カラムは内径0.25～0.53mm、長さ50～60mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.5～1μmの厚さで被覆したものをを用い、カラム温度は、50℃で15分間保持した後、その後毎分10℃で230℃まで昇温し、230℃に到達後、を27分間保持し、する。流量は、被検成分のピークが10～30分の間に現れるように調整する。検液注入後、0～60分の間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する被検成分のピーク面積百分率を求め、含量とする。

### 3-メチル-2-ブテナール

3-Methyl-2-butenal



C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O

分子量 84.12

3-Methylbut-2-enal [107-86-8]

**含量** 本品は、3-メチル-2-ブテナール(C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O)97.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.458 \sim 1.464$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.870 \sim 0.875$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.458 \sim 1.464$~~

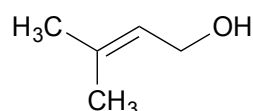
(2) ~~比重  $d_{25}^{25} = 0.870 \sim 0.875$~~

(3) 酸価 5.0以下(香料試験法)

**定量法** 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)(3)により定量する。ただし、カラムは、内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25～1μmの厚さで被覆したものを使用する用いる。

### 3-メチル-2-ブテノール

3-Methyl-2-butenol



C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O

分子量 86.13

3-Methylbut-2-en-1-ol [556-82-1]

含 量 本品は、3-メチル-2-ブテノール (C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O) 98.5%以上を含む。

性 状 本品は、無色透明な澄明の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験~~ (1) ~~屈折率~~  $n_D^{20}=1.438\sim 1.448$

~~(2) 比重~~  $d_{25}^{25}=0.855\sim 0.863$

~~(3) 純度試験~~ 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。ただし、カラムは、内径 0.25~0.53mm、長さ 30~60m のケイ酸ガラス製の細管フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.25~1 μm の厚さで被覆したものを使用しない。

### メチルヘスペリジン

Methyl Hesperidin

溶性ビタミンP

含 量 本品を乾燥したものは、メチルヘスペリジン 97.5~103.0%を含む。

性 状 本品は、黄~だいたい黄色の粉末で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.01g(10mg) に硫酸 2 mL を加えるとき、液は、赤色を呈し、更に過酸化水素試液 1~2 滴を加えるとき、濃赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g にエタノール (95) 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 1 mL を加えて 3 分間煮沸し、冷後ろ過するとき、ろ液は、黄~だいたい黄色を呈する。更にろ液に塩酸 1 mL 及びマグネシウム末(マグネシウム粉末) 0.010g(10mg) を加えて放置するとき、液は、紅赤色を呈する。

(3) 本品 0.1 g に塩酸 (1→4) 10 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後ろ過し、ろ液を水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えて中和し、フェーリング試液 2 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 mL)

(2) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.019% 以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40 mL)

~~(3) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

乾燥減量 3.0% 以下 (減圧, 24 時間)

強熱残分 0.5% 以下

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 1,000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、波長 300nm における吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

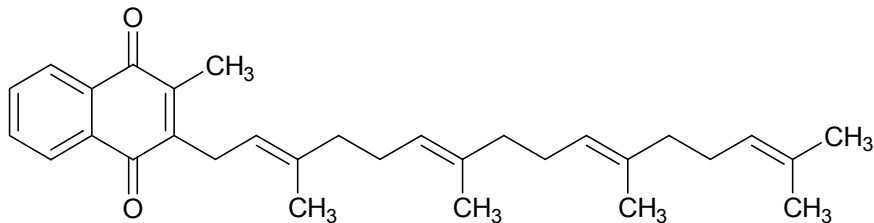
$$\text{メチルヘスペリジンの含量 (\%)} = \frac{A \times 0.754}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \text{ (\%)} - \text{(\%)} -$$

メナキノン (抽出物)

Menaquinone (Extract)

Vitamin K<sub>2</sub> (Extract)

ビタミンK<sub>2</sub> (抽出物)



C<sub>31</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>

分子量 444.65

2-Methyl-3-[(2E,6E,10E)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-2,6,10,14-tetraenyl]  
naphthalene-1,4-dione [863-61-6]

**定 義** 本品は、アルトロバクター属細菌 (*Arthrobacter nicotianae* に限る。) の培養液から得られた、メナキノン-4 を主成分とするものである。

**含 量** 本品を無水物換算したものは、メナキノン-4 (C<sub>31</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>) 98.0~102.0% を含む。

**性 状** 本品は、黄色の結晶、結晶性の粉末、ろう様の塊又は油状の物質である。

**確認試験** 本品を酸化リン (V) を乾燥剤としたデシケーター中で減圧下、40℃、24 時間放置し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~2.0~~ 1.5µg/g 以下 (1.0 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(3) メナジオン 本品 0.20 g に ~~無水エタノール~~ エタノール (99.5) 溶液 (1→2) 5 ~~mL~~ mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 0.5 ~~mL~~ mL に 3-メチルー1-フェニルー5-ピラゾロン ~~の~~ 無水エタノール・エタノール (99.5) 溶液 (1→20) 1 滴及びアンモニア水 1 滴を加え、2 時間放置するとき、液は青紫色を呈さない。

**水 分** 0.50% 以下 (0.50 g, 容量滴定法, 直接滴定)

**強熱残分** 0.10% 以下

**定 量 法** 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行なう。本品及び定量用メナキノン-4 (あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを 2-プロパノール 50 ~~mL~~ mL に溶かし、更に 無水エタノール・エタノール (99.5) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~mL~~ mL ずつを正確に量り、それぞれに 無水エタノール・エタノール (99.5) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 2 ~~mL~~ mL ずつを正確に量り、それぞれにフィトナジオン ~~の~~ 2-プロパノール溶液 (1→20=000) 4 ~~mL~~ mL を正確に加えて、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 ~~µL~~ µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のフィトナジオンのピーク面積に対するメナキノン-4 のピーク面積比 Q<sub>T</sub> 及び Q<sub>S</sub> を求め、次式により含量を求める。

メナキノン-4 (C<sub>31</sub>H<sub>40</sub>O<sub>2</sub>) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用メナキノン-4の採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光度計 (測定波長 270nm)

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管

カラム温度 40℃ 付近の一定温度

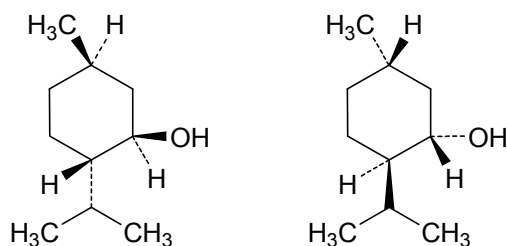
移動相 メタノール

流量 メナキノン-4 の保持時間が約 7 分になるように調整する。

#### d l-メントール

dl-Menthol

dl-ハッカ脳



C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O

分子量 156.27

(1*RS*, 2*SR*, 5*RS*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexan-1-ol [89-78-1]

含量 本品は、dl-メントール (C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O) 98.095.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の柱状若しくは針状の結晶又は白色の結晶性の粉末で、ハッカようのにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品を等量のカンフル又はチモールとすり混ぜるとき、液状となる。~~

~~(2) 本品 1g に硫酸 20ml を加えて振り混ぜるとき、液は、濁って類黄赤色を呈するが、24 時間後にはメントールのにおいのない澄明な油層を分離する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

凝固点 27~28℃

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -2.0 \sim +2.0^\circ$  (2.5 g, エタノール (95), 25mL)

純度試験 ~~(1) 凝固点 27~28℃~~

~~(2) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -2.0 \sim +2.0^\circ$  (2.5 g, エタノール, 25ml)~~

~~(3) 重金属 Pb として 10μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0μg/g 以下 (0.50 g, 第 4 法, 装置 B)~~

~~(5) チモール 本品 0.20 g を量り、酢酸 2ml, 硫酸 6 滴及び硝酸 2 滴の冷混液に加えるとき、着色~~

~~しない。~~

~~定量法~~ 本品約1gを精密にはかり、香料試験法中のアルコール類含量の第2法により定量する。

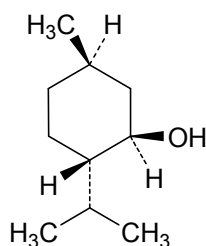
~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=78.13mg-C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O~~

本品のエタノール(95)溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

l-メントール

l-Menthol

ハッカ脳



C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O

分子量 156.27

(1*R*, 2*S*, 5*R*)-5-Methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexan-1-ol [2216-51-5]

含量 本品は、l-メントール(C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O) ~~98.0~~95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の柱状若しくは針状の結晶又は白色の結晶性の粉末で、ハッカのように清涼感のある味がある。

~~確認試験 (1) 本品のエタノール溶液(1→10)は、左旋性である。~~

~~(2) 「dl-メントール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。なお、固体の場合は加温して融解し、試料とする。

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = -45.0 \sim -51.0^\circ$  ~~-40.0 \sim -52.0^\circ~~ (2.5 g, エタノール(95), 25ml)~~

~~(2) 融点 ~~42~~41~44°C~~

~~(3) 重金属-Pbとして10µg/g以下(2.0g, 第2法, 比較液-鉛標準液2.0ml)~~

~~(4) ヒ素-As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0µg/g以下(0.50g, 第4法, 装置B)~~

~~(5) チモール 「dl-メントール」の純度試験(5)を準用する。~~

~~定量法~~ 本品約1gを精密に量り、香料試験法中のアルコール類含量の第2法により定量する。

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液1ml=78.13mg-C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O~~

本品のエタノール(95)溶液(1→10)を検液とし、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

モルホリン脂肪酸塩

Morpholine Salts of Fatty Acids



**性 状** 本品は、淡黄～黄褐色のろう状又は油状の物質である。

**確認試験** (1) 本品 2 g に塩酸 (3→5) 10 ~~mL~~ mL を加え、時々かき混ぜて、水浴中で 10 分間加熱する。放冷後、析出した油状又は固形の部分を分離して除き、残りの液を水酸化ナトリウム溶液 (1→25) でアルカリ性とする。この液のメタノール溶液 (1→3) を検液とする。別にモルホリンのメタノール溶液 (1→200) を調製し、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1.0 ~~μL~~ μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のモルホリンのピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m の ~~ケイ酸ガラス製の細管~~ フューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 5%ジフェニル 95%ジメチルポリシロキサンを 0.25μm の厚さで被覆したものの。

カラム温度 50℃に 1 分間保持した~~後~~、その後毎分 10℃で 250℃まで昇温し、更に毎分 5℃で 325℃まで昇温する。

キャリアーガス 窒素

流量 約 1.2 ~~mL~~ mL / 分の一定量

(2) 本品 1 g にエタノール (95) 2 ~~mL~~ mL を加え、加熱して溶かし、硫酸 (1→20) 5 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で 30 分間加熱した後、冷却するとき、油滴又は白～黄白色の固体を析出する。この油滴又は固体を分離し、ジエチルエーテル 5 ~~mL~~ mL を加えて振り混ぜるとき溶ける。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

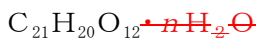
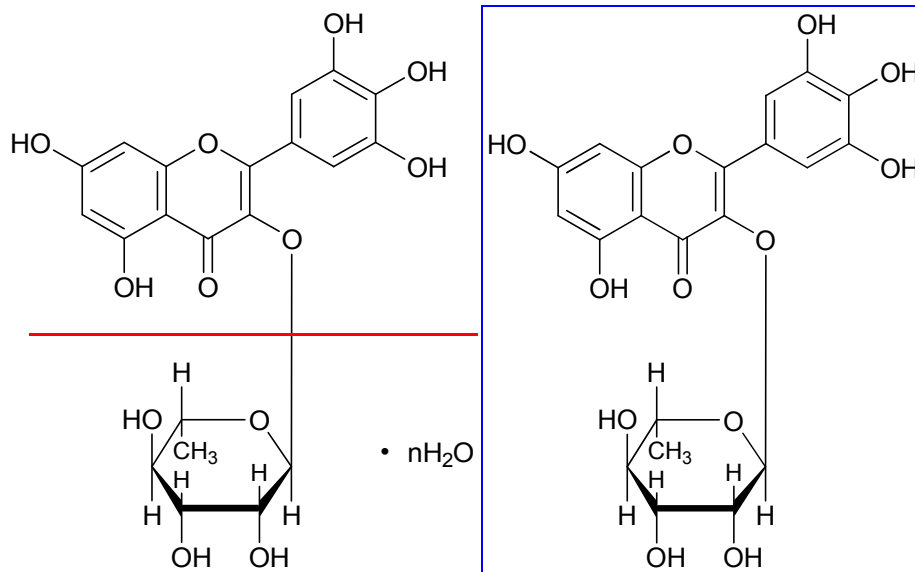
(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 ~~3~~ μg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

本品 0.50 g を量り、に硫酸 (1→20) 5 ~~mL~~ mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、析出した脂肪酸をジエチルエーテルで抽出して除く。残りの液を水浴上で加熱し、ジエチルエーテルを除去した後、検液とする。装置 B を用いる。

**強熱残分** 1.0%以下

### ヤマモモ抽出物

Chinese Bayberry Extract



分子量 464.38

5,7-Dihydroxy-2-(3,4,5-trihydroxyphenyl)-4-oxo-4*H*-chromen-3-yl  $\alpha$ -L-rhamnopyranoside-hydrate [17912-87-7, ミリシトリン無水物]

**定義** 本品は、ヤマモモ (~~*Myrica rubra* Siebold et Zuccarini~~ *Myrica rubra* (Lour.) Siebold & Zuccarini) の果実、樹皮又は葉から抽出して得られたものである。主成分はミリシトリンである。

**含量** 本品を無水物換算したものは、ミリシトリン ( $C_{21}H_{20}O_{12}$  = 464.38) 95.0~105.0% を含む。

**性状** 本品は、ごくうすい黄色の粉末又は塊で、わずかに特異なおいがある。

- 確認試験** (1) 本品 5mg をエタノール (95) 10mL に溶かした液は、淡黄~褐色を呈し、塩化鉄 (III)・塩酸試液 1~2 滴を加えるとき、液の色は帯緑黒色に変わる。
- (2) 本品 5mg をエタノール (95) 5 mL に溶かした液は、淡黄~褐色を呈し、塩酸 2 mL 及び ~~ダネシウム末~~ マグネシウム粉末 0.05g 50mg を加えるとき、液の色は徐々に赤色に変わる。
- (3) 本品 0.01g 10mg をメタノール 1,000 mL に溶かした液は、波長 257nm 付近及び 354nm 付近に極大吸収部がある。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 10 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

~~(2) (1)~~ 鉛 Pb として 5.0 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第 1 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.0 1.5 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(4) (3)~~ メタノール 50 $\mu$ g/g 以下

(i) 装置

「エンジュ抽出物」の純度試験 ~~(4) (3)~~ の装置を準用する。

(ii) 操作法

本品約 5 g をナス型フラスコ A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100 mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。メスフラスコ E に内標準溶液 2 mL を正確に量って入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2~3 mL の留出速度で留分が約 45 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて 50 mL とし、検液とする。ただし、内

標準溶液は、~~tert-ブタノール~~の水溶液 2-メチル-2-プロパノール 溶液 (1→1,000) とする。別にメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ とし、この液 5 ~~mL~~ を正確に量り、水を加えて 100 ~~mL~~ とする。この液 2 ~~mL~~ 及び内標準溶液 4 ~~mL~~ を正確に量り、水を加えて正確に 100 ~~mL~~ とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 ~~μL~~ ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の ~~tert-ブタノール~~ 2-メチル-2-プロパノール のピーク面積に対するメタノールのピーク面積比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500 \text{ } (\mu\text{g/g})$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

水分 8.0% 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)

**定量法** 本品及び定量用ミリシトリン約 ~~0.05 g~~ 50 mg を精密に量り、それぞれメタノールに溶かして正確に 100 ~~mL~~ とする。それぞれの液 5 ~~mL~~ を正確に量り、水/アセトニトリル/リン酸混液 (800:200:1) を加えて正確に 50 ~~mL~~ とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20 ~~μL~~ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のミリシトリンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式によりミリシトリン含量を求める。なお、定量用ミリシトリンは、別に 水分測定法 (カールフィッシャー法) 中の容量滴定法 の直接滴定法により水分を測定する。

$$\text{ミリシトリン (C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}) \text{ の含量 } (\%) = \frac{\text{無水物換算した定量用ミリシトリンの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ } (\%)$$

#### 操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254 nm)

カラム充てん剤 5~10 $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 3~6 mm, 長さ 15~25 cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800:200:1)

流量 ミリシトリンの保持時間が 8~12 分になるように調整する。

## ユッカフォーム抽出物

Yucca Foam Extract

ユッカ抽出物

**定義** 本品は、~~ユッカ・ブレヴィフォリア (Yucca brevifolia Engelm.)~~ ヨシユアノキ (Yucca brevifolia Engelm.) 又はユッカ・シジゲラ (Yucca schidigera Roez l ex Ortgies) の全草から得られた、サポニンを主成分とするものである。

**含量** 本品を無水物換算したものは、ユッカサポニン 3.0%以上を含む。

**性状** 本品は、黄～褐色の粉末又は褐色の液体で、特異なおいがある。

**確認試験** (1) 無水物換算して 0.6 g に対応する量の本品を量り、メタノール/水混液 (9 : 1) 10 ~~mL~~ mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 ~~μL~~ μL を量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール (95) /水/酢酸混液 (40 : 16 : 8 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 8 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、~~p-アニスアルデヒド・硫酸試液~~ 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 を噴霧し、110°C で 10 分間加熱した後、観察するとき、Rf 値 0.4~0.6 付近に黄緑～青緑色のスポットが 4 個以上検出される。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

(2) 定量法で得られた A 液 3 ~~mL~~ mL を量り、その溶媒を留去し、酢酸エチル 0.1 ~~mL~~ mL に溶かして、検液とする。別に定量法で得られた B 液を対照液とする。検液及び対照液の 2 ~~μL~~ μL ずつを量り、ヘキサン/酢酸エチル混液 (2 : 1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 8 cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、~~p-アニスアルデヒド・硫酸試液~~ 4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液 を噴霧し、110°C で 10 分間加熱した後、観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た黄緑～青緑色のスポットと色調及び Rf 値が等しい。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**pH** 3.5~5.0 (無水物換算 1.0 g, 水 100 mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH3.5~5.0 (無水物換算 1.0 g, 水 100 mL)~~

~~(2) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (無水物換算 1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(1) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.0 1.5 μg/g 以下 (無水物換算 1.0 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

**水分** 液体試料 60%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

粉末試料 8.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)

**強熱残分** 5.0%以下 (無水物換算 2 g)

**定量法** 無水物換算して約 0.2 g に対応する量の本品を精密に量り、水 5 ~~mL~~ mL に溶かし、あらかじめスチレンージビニルベンゼン系吸着用樹脂 20 ~~mL~~ mL を充てん填した内径 15mm のガラス管に注ぐ。水 100 ~~mL~~ mL, 水/メタノール混液 (3 : 2) 100 ~~mL~~ mL の順に毎分 2 ~~mL~~ mL 以内の流量で洗浄した後、メタノール/水混液 (9 : 1) 100 ~~mL~~ mL で溶出する。溶出液の溶媒を留去後、残留物をエタノール (95) に溶かして正確に 20 ~~mL~~ mL とする。この液 10 ~~mL~~ mL を正確に量り、~~2 mol/L 塩酸~~ 塩酸試液 (2 mol/L) 10 ~~mL~~ mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する。冷後ジエチルエーテル

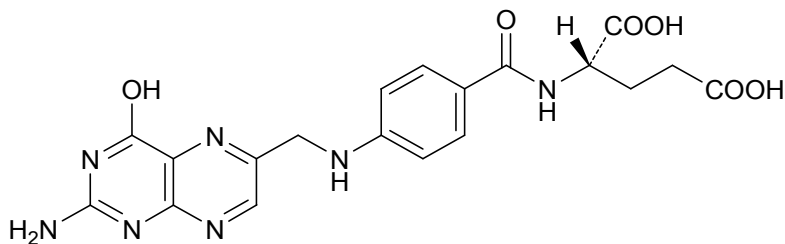
80mLで2回抽出し、ジエチルエーテル層を合わせて水20mLで洗浄した後、無水硫酸ナトリウム20gを加えて脱水後、ジエチルエーテルを留去する。残留物を酢酸エチルに溶かして正確に50mLとし、A液とする。A液1mLを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に10mLとして、検液とする。別に無水物換算して約5mgに対応する量の定量用サルササポゲニンを精密に量り、酢酸エチルに溶かして正確に5mLとし、B液とする。B液1mLを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に200mLとして、標準液とする。空試験液は酢酸エチルとする。検液、標準液及び空試験液をそれぞれ2mLずつ正確に量り、それぞれに0.5%p-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液0.5%、4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液及び硫酸/酢酸エチル混液(1:1)1mLずつを正確に加え、60℃の水浴中で正確に10分間緩やかに振り混ぜる。室温の水浴中で正確に10分間冷却後、直ちに酢酸エチルを対照液として430nmにおける吸光度を測定する。検液、標準液及び空試験液の吸光度 $A_T$ 、 $A_S$ 及び $A_0$ を求め、次式により含量を求める。

ユッカサポニンの含量 (%)

$$= \frac{\text{サルササポゲニンの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 2.10 \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

葉酸

Folic Acid



$C_{19}H_{19}N_7O_6$

分子量 441.40

*N*-{4-[ (2-Amino-4-hydroxypteridin-6-ylmethyl) amino] benzoyl} -L-glutamic acid [59-30-3]

**含量** 本品は、葉酸 ( $C_{19}H_{19}N_7O_6$ ) 98.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、黄~だいたい黄色の結晶性の粉末で、においが無い。

**確認試験** 本品1.5mgに水酸化ナトリウム溶液(1→250)を加えて溶かし、100mLとした液は、波長255~257nm, 281~285nm及び361~369nmに極大吸収部がある。

**純度試験** 遊離アミン 1.0%以下

パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品を減圧下デシケーター中で4時間乾燥する。その約0.05g50mgを精密に量り、40vol%エタノールを加えて溶かし、正確に100mLとし、この液3mLを正確に量り、水を加えて正確に1=000mLとする。この液4mLを正確に量り、以下定量法のS<sub>2</sub>液と同様に操作して吸光度 $A_S$ を測定する。 $A_S$ と定量法で得られた $A_C$ から次式により遊離アミンの量を求める。

$$\text{遊離アミンの量} = \frac{\text{パラアミノベンゾイルグルタミン酸標準品の採取量 (g)}}{\text{遊離アミンの量}} \times \frac{A_C}{\text{遊離アミンの量}}$$

無水物換算した定量法における試料の採取量 (g)

$A_s$

水分 8.5%以下 (0.2 g, [容量滴定法](#), 逆滴定) ただし, 水分測定用メタノール 20 ~~mL~~ の代わりに水分測定用ピリジン 5 ~~mL~~ 及び水分測定用メタノール 20 ~~mL~~ を用い, 過量の水分測定用試液の一定量を加えた後, 逆滴定前に 30 分間かき混ぜる。

強熱残分 0.50%以下

定量法 本品及び葉酸標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。) 約 ~~0.05g~~ 50mg ずつを精密に量り, それぞれに水酸化ナトリウム溶液 (1→250) 50 ~~mL~~ を加え, よく振り混ぜて溶かし, 更に水酸化ナトリウム溶液 (1→250) を加えて正確に 100 ~~mL~~ ずつとし,  $T_1$  液及び  $S_1$  液とする。  $T_1$  液及び  $S_1$  液 30 ~~mL~~ ずつを正確に量り, それぞれに塩酸 (1→4) 20 ~~mL~~ ずつ及び水を加えて正確に 100 ~~mL~~ ずつとする。それぞれの液 60 ~~mL~~ ずつを正確に量り, それぞれに [亜鉛未亜鉛粉末](#) 0.5 g ずつを加え, しばしば振り混ぜ 20 分間放置する。次に, それぞれの液を乾燥ろ紙を用いてろ過し, 初めのろ液 10 ~~mL~~ ずつを除き, 次のろ液 10 ~~mL~~ ずつを正確に量り, 水を加えて正確に 100 ~~mL~~ ずつとし,  $T_2$  液及び  $S_2$  液とする。  $T_2$  液及び  $S_2$  液 4 ~~mL~~ ずつを正確に量り, それぞれに水 1 ~~mL~~ ずつ, 塩酸 (1→4) 1 ~~mL~~ ずつ及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ ずつを加え, 混和した後, 2 分間放置し, 次に [スルファミン酸アンモニウムアミド硫酸アンモニウム](#) 溶液 (1→200) 1 ~~mL~~ ずつを加え, よく振り混ぜた後, 2 分間放置する。それぞれの液に [N-\(1-ナフチル\)-N'-ジエチルエチレンジアミンシュウ酸塩](#)  $N, N$ -ジエチル-N'-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩 溶液 (1→1,000) 1 ~~mL~~ ずつを加え, 振り混ぜた後, 10 分間放置し, 水を加えて正確に 20 ~~mL~~ ずつとし,  $T_3$  液及び  $S_3$  液とする。別に  $T_1$  液 30 ~~mL~~ を正確に量り, 塩酸 (1→4) 20 ~~mL~~ 及び水を加えて正確に 100 ~~mL~~ とし, この液 4 ~~mL~~ を正確に量り,  $T_2$  液から  $T_3$  液を作る操作と同様にして得た液を C 液とする。別に水 4 ~~mL~~ を量り,  $T_2$  液から  $T_3$  液を作る操作と同様にして得た液を対照とし,  $T_3$  液,  $S_3$  液及び C 液の波長 550nm における吸光度  $A_T$ ,  $A_S$  及び  $A_C$  を測定し, 次式により含量を求める。

葉酸 ( $C_{19}H_{19}N_7O_6$ ) の含量 (%)

$$= \frac{\text{無水物換算した葉酸標準品の採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T - 0.1 \times A_C}{A_S} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$$

### ラカンカ抽出物

Luohanguo Extract

ラカンカエキス

定義 本品は, ラカンカ (~~*Siraitia grosvenorii* C. Jeffrey ex A. M. Lu & Zhi Y. Zhang (Momordica grosvenori Swingle)~~ [Siraitia grosvenorii \(Swingle\) C. Jeffrey ex A. M. Lu & Zhi Y. Zhang \(Momordica grosvenorii Swingle\)](#)) の果実から得られた, モグロシド類を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは, モグロシド V ( $C_{60}H_{102}O_{29}$  = 1,287.43) 20% 以上を含む。

性状 本品は, 淡黄～淡褐色の粉末で, 味は甘い。

確認試験 (1) 本品を乾燥し, その 5～10mg に, 無水酢酸 2 ~~mL~~ を加え, 2 分間加温した後, 硫酸 0.5 ~~mL~~ を静かに加えるとき, 接界面は赤褐色を呈する。

(2) 本品 ~~0.05~~50mg～0.1 g を量り，70vol%メタノール 1～3 ~~mL~~mL に懸濁し，検液とする。別に定量用モグロシドV 5～10mg を 70vol%メタノール 1～3 ~~mL~~mL に溶かし，対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ 2 ~~μL~~μL ずつ量り，メタノール/酢酸ブチル/水混液 (15 : 15 : 4) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い，展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，硫酸 (1→10) を均等に噴霧し，105℃で 10 分間加熱した後，観察するとき，検液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは，対照液から得た暗紫色のスポット (モグロシドV) と色調及び R<sub>f</sub> 値が等しい。ただし，薄層板には，担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし，110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として 10μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 1.0ml)~~

(1) 鉛 Pb として 1μg/g 以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~1.00~~0.8μg/g 以下 (~~2.02~~5 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 4.0mL, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (105℃, 2 時間)

強熱残分 2.0%以下

定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，70vol%メタノールに懸濁して正確に 100~~mL~~mL とした後，メンブランフィルター (孔径 0.45μm) でろ過し，検液とする。別に定量用モグロシドV を乾燥し，その約 5 mg を精密に量り，70vol%メタノールに溶かして正確に 10~~mL~~mL とし，標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 20~~μL~~μL ずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のモグロシドV のピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定し，次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{モグロシドV (C}_{60}\text{H}_{102}\text{O}_{29}) \text{ の含量 } (\%) \\ & = \frac{\text{定量用モグロシドV の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 10 \times 100 \text{ } \text{---} (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 203nm)

カラム充てん剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

カラム管 内径 4～6 mm, 長さ 25～30cm のステンレス管

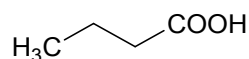
カラム温度 40℃

移動相 ~~アセトニトリル/水混液 (74 : 26)~~ アセトニトリル/水混液 (37 : 13)

流量 モグロシドV の保持時間が 15～20 分になるように調整する。

酪酸

Butyric Acid



C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>

分子量 88.11

Butanoic acid [107-92-6]

含量 本品は，酪酸 (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>) ~~98.0~~99.0%以上を含む。

性状 本品は，無色透明な澄明の液体で，特有のにおいがある。

**確認試験** (1) ~~本品 1ml に水 2ml を加えるとき、溶け、その液は、強酸性である。~~

(2) ~~本品 1ml にエタノール 1ml 及び硫酸 3 滴を加え、温湯中で加温するとき、酪酸エチルのにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.397 \sim 1.399$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.954 \sim 0.958$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.398 \sim 1.401$~~

(2) ~~比重  $0.958 \sim 0.961$~~

(3) ~~硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.002% 以下 (10 g, 比較液  $0.005\text{mol/L}$  硫酸 0.40ml)~~

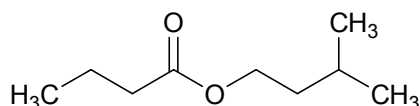
**定量法** ~~本品約 1g を精密に量り、水 40ml を加え、 $1\text{mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。~~

~~$1\text{mol/L}$  水酸化ナトリウム溶液 1ml = 88.11mg  $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### 酪酸イソアミル

Isoamyl Butyrate



$\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}_2$

分子量 158.24

3-Methylbutyl butanoate [106-27-4]

**含量** 本品は、酪酸イソアミル ( $\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなり、3-メチル-1-ブタノールのにおいを発する。冷後、硫酸 (1⇒20) で酸性とするとき、酪酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20} = 1.409 \sim 1.413$

**比重**  $d_{25}^{25} = 0.859 \sim 0.864$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20} = 1.409 \sim 1.413$~~

(2) ~~比重  $0.863 \sim 0.867$~~

(3) ~~溶状 澄明 (1.0ml, 70vol% エタノール 5.0ml)~~

(4) ~~酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

**定量法** ~~本品約 0.8g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

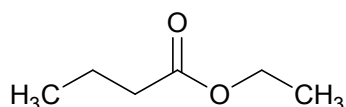
~~$0.5\text{mol/L}$  エタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 79.12mg  $\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。



### 酪酸エチル

Ethyl Butyrate



$C_6H_{12}O_2$

分子量 116.16

Ethyl butanoate [105-54-4]

**含量** 本品は、酪酸エチル ( $C_6H_{12}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

**確認試験** ~~本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とするとき、酪酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**屈折率**  $n_D^{20}=1.391\sim 1.394$

**比重**  $d_{25}^{25}=0.873\sim 0.880$

**純度試験** (1) ~~屈折率  $n_D^{20}=1.390\sim 1.394$~~

(2) ~~比重 0.875～0.882~~

(3) ~~溶状 澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)

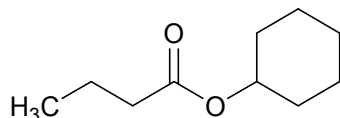
**定量法** ~~本品約 0.5 g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml = 58.08mg  $C_6H_{12}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

### 酪酸シクロヘキシル

Cyclohexyl Butyrate



$C_{10}H_{18}O_2$

分子量 170.25

Cyclohexyl butanoate [1551-44-6]

**含量** 本品は、酪酸シクロヘキシル ( $C_{10}H_{18}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに黄色を帯びた透明無～淡黄色の澄明な液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** (1) ~~本品 1ml にエタノール製 10% 水酸化カリウム試液 5ml を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱するとき、特有のにおいはなくなる。冷後、硫酸 (1→20) を加えて酸性とし、温湯中で振り混ぜるとき、酪酸のにおいを発する。~~

(2) ~~本品 0.2ml を蒸発皿にとり、硝酸 1ml を加え、水浴中で 20 分間加熱し、ホットプレート上で~~

~~炭化しないように注意しながら蒸発乾固する。冷後、水 4ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 0.5ml を加えて溶かし、硝酸 (1→10) を加えて微酸性とした後、これを試験管に移し、硝酸銀溶液 (1→50) 1ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに硝酸 (1→10) を加えて強酸性とすると、沈殿は溶ける。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.439\sim1.451$

比重  $d_{25}^{25}=0.936\sim0.942$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.441\sim1.444$~~

~~(2) 比重 0.941~0.945~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 5.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

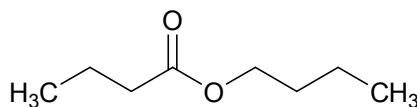
~~定量法 本品約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=85.12mg  $C_{10}H_{18}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。

### 酪酸ブチル

Butyl Butyrate



$C_8H_{16}O_2$

分子量 144.21

Butyl butanoate [109-21-7]

含量 本品は、酪酸ブチル ( $C_8H_{16}O_2$ ) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明澄明な液体で、果実ようのにおいがある。

~~確認試験 本品 1ml にエタノール製 10%水酸化カリウム試液 5ml を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいはなくなり、1-ブタノールのにおいを発する。冷後、硫酸 (1→20) で酸性とすると、酪酸のにおいを発する。~~

本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}=1.405\sim1.407$

比重  $d_{25}^{25}=0.867\sim0.871$

~~純度試験 (1) 屈折率  $n_D^{20}=1.405\sim1.407$~~

~~(2) 比重 0.867~0.872~~

~~(3) 溶状 澄明 (1.0ml, 70vol%エタノール 4.0ml)~~

~~(4) 酸価 1.0 以下 (香料試験法)~~

~~定量法 本品約 0.7g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。~~

~~0.5mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液 1ml=72.11mg  $C_8H_{16}O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

## ラクトパーオキシダーゼ

### Lactoperoxidase

**定義** 本品は、ほ乳類の乳より得られた、過酸化水素を還元分解する酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むことがある。

**性状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、ラクトパーオキシダーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**ラクトパーオキシダーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品0.50 gを量り、水を加えて溶解又は均一に分散し300mLとしたもの、又は、これを更に水を用いて10倍、100倍、1000倍、若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

過酸化水素70 $\mu\text{L}$ を量り、水を加えて50mLとしたものを基質溶液とする。用時調製する。

pH5.5のクエン酸緩衝液 (0.1mol/L) 3 mLを量り、基質溶液0.05mL及びA B T S試液0.2mLを加え混和し、37°Cで10分間加温した後、試料液0.1mLを加えてよく混ぜ37°Cで加温する。この液につき、波長413nmにおける吸光度を測定するとき、試料液添加1分後の吸光度は試料液添加3分後の吸光度よりも小さい。

## ラクトフェリン濃縮物 (新規)

### Lactoferrin Concentrates

**定義** 本品は、ほ乳類の乳から得られたラクトフェリンを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、窒素 (N=14.01) 14.0～16.5%を含み、ラクトフェリン85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、淡赤だいたい～濃赤褐色の粉末で、においがいい。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mLに水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1 mLを加え、更に硫酸銅 (II) 五水和物溶液 (1→8) 1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。

(2) 本品1 gに水20mLを徐々に加えて溶かした後、10%塩酸試液を1 mL加えるとき、溶液の赤色は消える。

pH 5.2~7.2 (1.0 g, 水 50mL)

### 純度試験

(1) 鉄 Fe として 0.050%以下

本品 0.50 g を量り、水を加えて溶かし、塩酸 1 mL 及び水を加えて 100mL とし、検液とする。別に鉄標準液 25mL を正確に量り、塩酸 1 mL 及び水を加えて正確に 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

#### 操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素 As として 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第2法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 5時間)

強熱残分 2.5%以下

定量法 (1) 窒素 本品約 20mg を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。

(2) ラクトフェリン

本品約 0.1 g を精密に量り、塩化ナトリウム溶液 (3→100) を加えて溶かし、正確に 50mL とし、検液とする。別に定量用ラクトフェリン約 0.2 g を精密に量り、塩化ナトリウム溶液 (3→100) を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液及びこの液 5 mL ずつを正確に量り、塩化ナトリウム溶液 (3→100) を加えてそれぞれ正確に 10mL 及び 20mL とした液を、3濃度の標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ 25 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のラクトフェリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のラクトフェリンの面積から検液中のラクトフェリンの量 (g) を求め、次式により含量を求める。

ラクトフェリンの含量 (%) =

検液中の乾燥物換算したラクトフェリンの量 (g)

× 定量用ラクトフェリンの含量 (%)

乾燥物換算した試料の採取量 (g)

#### 操作条件

検出器 紫外部吸収検出器 (測定波長 280nm)

カラム充填剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用ブチル化ポリビニルアルコールポリマーゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 30~40°C の一定温度

移動相A 塩化ナトリウム溶液 (3→100) / アセトニトリル (HPLC用) / トリフルオロ酢酸混液 (9000 : 1000 : 3)

移動相B 塩化ナトリウム溶液 (3→100) / アセトニトリル (HPLC用) / トリフルオロ酢酸混液 (5000 : 5000 : 3)

濃度勾配 A : B (50 : 50) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 25 分間行う。

流量 0.8mL/分

### ラック色素

Lac Color

ラッカイン酸

**定義** 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、ラッカイン酸類を主成分とするものである。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 1,000 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

**性状** 本品は、赤~暗赤色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

- 確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して ~~0.05g~~50mg に相当する量をとり量り、~~0.1mol/L~~水酸化ナトリウム溶液水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 500~~mL~~mL に溶かした液は、帯紫赤色を呈する。
- (2) (1) の溶液 10~~mL~~mL を量り、~~0.1mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.1mol/L) 20~~mL~~mL を加えるとき、液の色は、だいたい色に変わり、波長 485~495nm に極大吸収部がある。
- (3) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1 g に相当する量をとり量り、エタノール (95) 10~~mL~~mL に溶かした液を遠心分離し、その上澄液を検液とする。検液 2~~mL~~mL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 10cm に上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値 0.4 付近に帯黄赤~赤色のスポットを認める。Rf 値 0.2 付近にも、スポットが認められることがある。これらのスポットの色は、アンモニア水により暗赤紫色に変わる。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用ろ紙 2 号を使用する。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 40 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

~~(2)(1) 鉛 Pb として 8.0 $\mu$ g/g 以下 (1.250.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)~~

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**色価測定法** 測定する吸光度が 0.3~0.7 の範囲になるように、本品を精密に量り、~~無水~~炭酸ナトリウム溶液 (1→200) 20~~mL~~mL に溶かした後、水を加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この溶液 5~~mL~~mL を正確に量り、~~0.1mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて正確に 50~~mL~~mL とし、必要があれば遠心分離してその上澄液を用い、検液とする。色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

対照液 ~~0.1mol/L~~塩酸塩酸試液 (0.1mol/L)

測定波長 波長 485~495nm の極大吸収部

### ラノリン

Lanolin

羊毛ロウ

**定義** 本品は、ヒツジ (*Ovis aries* Linnaeus) の毛に付着するろう様物質から得られた、高級

アルコールと  $\alpha$ -ヒドロキシ酸のエステルを主成分とするものである。

**性状** 本品は、淡黄～微黄褐色の粘性のあるペースト状の物質で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 本品のシクロヘキサン溶液（1→50）1 mL を注意して硫酸 2 mL の上に層積するとき、境界面は赤褐色を呈し、硫酸層は緑色の蛍光を発する。

**融点** 37～44℃（第2法）

**ヨウ素価** 18～36

本品約 0.8 g を 500 mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン 10 mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

**純度試験** ~~(1) 融点 37～44℃（融点測定法、第2種物質）~~

~~(2)~~ (1) 酸価 1.0 以下

本品約 5 g を精密に量り、エタノール (95) / キシレン混液（1：1）80 mL を加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、滴定は温時に行う。

~~(3) ヨウ素価 18～36~~

~~本品約 0.8 g を 500 mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン 10 mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。~~

~~(4) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g / g 以下（1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

(2) 鉛 Pb として 2  $\mu$ g / g 以下（4.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 8.0 mL, フレーム方式）

~~(5)~~ (3) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3  $\mu$ g / g 以下（0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B）

**強熱残分** 0.10% 以下

### ラムザンガム

Rhamsan Gum

ラムザン多糖類

**定義** 本品は、スフィンゴモナス属細菌（*Sphingomonas* sp. に限る。）の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性状** 本品は、類白～類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品 0.3 g を水 100 mL に激しくかき混ぜながら徐々に加えるとき、粘稠な液となる。次いで、この溶液を 80℃ まで加熱するとき、液の粘稠の程度はほとんど変わらない。

(2) (1) の 80℃ まで加熱した液にカロブベーンガム 0.3 g を激しくかき混ぜながら徐々に加え、更に 10 分間かき混ぜた後、約 10℃ まで冷却するとき、この液はゲル化しない。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g / g 以下（1.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

~~(2)~~ (1) 鉛 Pb として 5.0 2  $\mu$ g / g 以下（2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式）

~~(3)~~ (2) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0 3  $\mu$ g / g 以下（0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B）

~~(4)~~ (3) 総窒素 5.0% 以下（乾燥物換算）

本品約 1 g を精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

~~(5)~~ (4) 2-プロパノール 0.10% 以下

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)(7)の試験法を準用する。ただし、メタノールに関する試験は行わない。

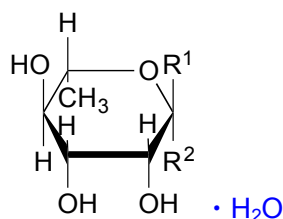
乾燥減量 15.0%以下 (105°C, 2.5 時間)

灰 分 16.0%以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法(試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき、本品 1 gにつき、細菌数は10,000以下、生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、大腸菌の場合、本品1 gを量り、試料を調製する。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 gをリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプト食塩緩衝液 500 mLと混合して均一に分散させたものを試料液とする。真菌数試験では、平板への試料液の分注量は2 mLとする。大腸菌試験は、本品 1 gをラウリル硫酸ブイオン培地 500mLと混合して均一に分散させ、35±1°Cで48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 gを乳糖ブイオン培地 500mLと混合して均一に分散させ、35±1°Cで24±2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

### L-ラムノース (新規)

L-Rhamnose



$\alpha$ -L-ラムノピラノース : R<sup>1</sup>=OH, R<sup>2</sup>=H

$\beta$ -L-ラムノピラノース : R<sup>1</sup>=H, R<sup>2</sup>=OH

$C_6H_{12}O_5 \cdot H_2O$

分子量 182.17

L-Rhamnopyranose monohydrate [10030-85-0]

定義 本品は、ルチン(抽出物)(アズキ(*Vigna angularis* (Willd.) Ohwi & H. Ohashi)の全草、エンジュ(*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.))のつぼみ若しくは花又はソバ(*Fagopyrum esculentum* Moench)の全草から得られた、ルチンを主成分とするものをいう。)又はアマダイダイ(*Citrus sinensis* (L.) Osbeck)若しくはウンシュウミカン(*Citrus unshiu* (Swingle) S. Malcov.)の果皮、樹皮若しくは花に含まれる配糖体、又は大豆油、菜種油若しくはコーン油を発酵、濃縮分離して得られたラムノ脂質を、加水分解し、分離して得られたものである。成分はL-ラムノースである。

含量 本品を乾燥したものは、L-ラムノース( $C_6H_{12}O_5 \cdot H_2O$ ) 98.0~101.5%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なおいがあり、味は甘い。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のL-ラムノースのピークの保持時間と一致する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +7.7 \sim +8.6^\circ$  (乾燥後, 2 g, 水, 50mL)

ただし、約1時間後に測定する。

純度試験 (1) 溶状 無色, 澄明 (1 g, 水 10mL)

(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50mL)

(3) 鉛 Pb として  $1\mu\text{g/g}$  以下 (4.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(4) ヒ素 As として  $1.5\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第1法, ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 0.3%以下 (24時間)

強熱残分 0.1%以下 (500~550°C, 3時間)

定量法 本品及び定量用 L-ラムノースを乾燥し, それぞれ約 0.5 g を精密に量り, それぞれをアセトニトリル/水混液 (4 : 1) に溶かし, 正確に 50mL とし, 検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 $\mu\text{L}$  ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の L-ラムノースのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し, 次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{L-ラムノース (C}_6\text{H}_{12}\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{定量用 L-ラムノースの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 100 \end{aligned}$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 約 5 $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4~6 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 35°C 付近の一定温度

移動相 アセトニトリル/水混液 (4 : 1)

流量 L-ラムノースの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定 定量用 L-ラムノース 0.8 g 及びスクロース 80mg をアセトニトリル/水混液 (4 : 1) 50mL に溶かす。この液 20 $\mu\text{L}$  につき, 上記の操作条件で試験するとき, L-ラムノース, スクロースの順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

## 卵殻焼成カルシウム

Calcinated Eggshell Calcium

**定義** 本品は, 焼成カルシウムのうち, 卵殻を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウムである。

**含量** 本品を強熱したものは, 酸化カルシウム ( $\text{CaO} = 56.08$ ) として 95.0%以上を含む。

**性状** 本品は, 白~灰白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 1 g を水で潤すとき発熱し, 更にこれに 5 mL の水を加え懸濁した液は, アルカリ性を呈する。

(2) 本品 1 g に水 20 mL 及び酢酸 (1 → 3) 10 mL を加えて溶かした後, アンモニア試液で中和した液は, カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0 g を量り, 水 100 mL を加え, 振り混ぜながら, それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後, 5 分間煮沸する。冷後, 定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し, ろ紙上の残留物を, 洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水でよく洗った後熱湯で洗い, ろ紙と共に徐々に加



熱して炭化した後、450～550℃で3時間強熱し、残留物の質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品2.0gを量り、水50mLを加えてよく振り混ぜた後、塩酸(1→4)25mLを加えるとき、著しく泡立たない。

~~(3) 重金属 Pbとして10μg/g以下~~

~~本品2.0gを量り、塩酸(1→4)20mLを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水40mLを加えて溶かし、必要があればろ過し、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)の量を50mLに変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液1mLを用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素  $As_2O_3$ として4.03μg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

本品0.50gを量り、塩酸(1→4)5mLを加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

強熱減量 10.0%以下(900℃, 30分間)

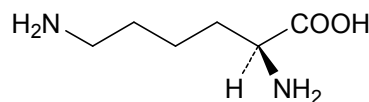
定量法 本品を強熱し、その約1.5gを精密に量り、塩酸(1→4)30mLを加えて溶かし、水を加えて正確に250mLとし、検液とする。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液1mL=2.804mg CaO

L-リシン

L-Lysine

L-リジン



$C_6H_{14}N_2O_2$

分子量 146.19

(2S)-2,6-Diaminohexanoic acid [56-87-1]

含量 本品を無水物換算したものは、L-リシン( $C_6H_{14}N_2O_2$ )97.0～103.0%を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なにおい及び味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1000)5mLにニンヒドリン溶液(1→50)1mLを加え、水浴中で3分間加熱するとき、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液はアルカリ性である。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20}=+23.3\sim+29.3^\circ$  (2g, 塩酸試液(6mol/L), 100mL, 無水物換算)

~~純度試験 (1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20}=+23.3\sim+29.3^\circ$~~

~~本品約2gを精密に量り、6mol/L塩酸を加えて溶かして正確に100mLとし、旋光度を測定し、更に無水物換算を行う。~~

(2)(1) 溶状 無色、ほとんど澄明(1.0g, 水40mL)

~~(3)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (~~0.070g~~70mg, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.20mL)

~~(4) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(5)(4)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3µg/g 以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

水分 8.0% 以下 (0.20g, 容量滴定法, 逆滴定)

強熱残分 0.20% 以下

定量法 本品約 0.2g を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用し, 無水物換算を行う。

0.1mol/L 過塩素酸液 1mL = 7.310mg C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

### L-リシン液

L-Lysine Solution

L-リジン液

含量 本品は, L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 146.19) 80% 以下で, その表示量の 95~110% を含む。

性状 本品は, 黄色の液で, 特異なおいと味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→200) 5mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1mL を加え, 水浴中で 3 分間加熱するとき, 赤紫色を呈する。

(2) 本品 5g に塩酸 (1→2) 50mL を加え, 混和した液は右旋性である。

純度試験 ~~(1) 重金属 Pb として L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 当たり 20µg/g 以下~~

~~L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として 1.0g に対応する量の本品を量り, 水約 30mL を加えて混和し, フェノールフタレイン試液 1 滴を加え, 塩酸 (1→4) で中和する。この液に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0mL に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(1) 鉛 Pb として 2µg/g 以下 (L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として 2.0g に対応する量, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3µg/g · C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 以下 (L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として 0.50g に対応する量, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~(L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として 0.50g に対応する量) を量り, に水 5mL を加え, 必要があれば加温して溶かし, 検液とする。装置Bを用いる。~~

強熱残分 L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 当たり 0.20% 以下

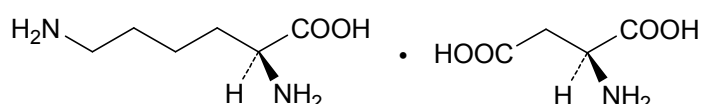
定量法 L-リシン (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) として約 0.2g に対応する量の本品を精密に量り, 以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1mL = 7.310mg C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

L-リシンL-アスパラギン酸塩

L-Lysine L-Aspartate

L-リジンL-アスパラギン酸塩



$C_{10}H_{21}N_3O_6$

分子量 279.29

(2S)-2,6-Diaminohexanoic acid mono[(2S)-2-aminobutanedioate]

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、L-リシンL-アスパラギン酸塩 ( $C_{10}H_{21}N_3O_6$ ) 98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、特異な味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→500) を検液とする。検液 5 mL をとり量り、別に L-アスパラギン酸ナトリウム L (+) -アスパラギン酸ナトリウム水合物 0.1 g 及び L-リシン塩酸塩 L-リシン一塩酸塩 0.1 g を量り、水を加えて溶かし、100 mL とした液を対照液とする。1-ブタノール/水/酢酸混液 (5 : 2 : 1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 30cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾し、更に 100°C で 20 分間乾燥する。ニンヒドリン・アセトン溶液 (1→50) を噴霧し、100°C で 5 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、対照液から得たスポットに対応する二つのスポットを認める。ただし、ろ紙には、クロマトグラフィー用ろ紙 2 号を使用する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +24.0 \sim +26.5^\circ$  (4 g, 塩酸 (1→2), 50 mL, 乾燥物換算)

**pH** 5.0～7.0 (1.0 g, 水 20 mL)

**純度試験** (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +24.0 \sim +26.5^\circ$  (4.0 g, 塩酸 (1→2), 50 mL, 乾燥物換算)~~

(2) (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

(3) ~~液性 pH 5.0～7.0 (1.0 g, 水 20 mL)~~

(4) (2) 塩化物 Cl として 0.041% 以下 (0.30 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL)

(5) ~~重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 μg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

(6) (4) ヒ素  $As_{2O_3}$  として 4.03 μg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 0.5% 以下 (減圧, 5 時間)

**強熱残分** 0.30% 以下

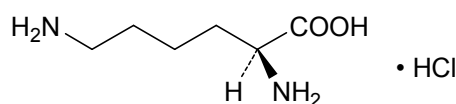
**定量法** 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 9.310 mg  $C_{10}H_{21}N_3O_6$

L-リシン塩酸塩

L-Lysine Monohydrochloride

L-リジン塩酸塩



C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>·HCl

分子量 182.65

(2S)-2,6-Diaminohexanoic acid monohydrochloride [657-27-2]

含量 本品を乾燥したものは、L-リシン塩酸塩 (C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>·HCl) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがあり、わずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、塩化物の反応を呈する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +19.0 \sim +21.5^\circ$  (4 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

pH 5.0~6.0 (1.0 g, 水 10mL)

純度試験 (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +19.0 \sim +21.5^\circ$  (乾燥後, 4 g, 塩酸 (1→2), 50mL)~~

(2) (1) 溶状 無色, 澄明 (1.0 g, 水 10mL)

(3) ~~液性 pH5.0~6.0 (1.0 g, 水 20mL)~~

(4) ~~重金属 Pbとして 10µg/g以下 (2.0 g, 第4法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして 2µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(5) (3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.03µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.30%以下

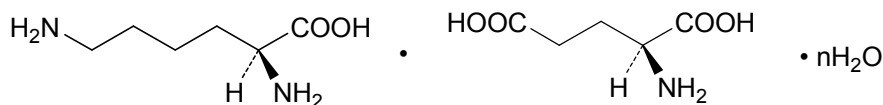
定量法 「L-ヒスチジン塩酸塩」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 mL = 9.132mg C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>·HCl

L-リシンL-グルタミン酸塩

L-LysineL-Glutamate

L-リジンL-グルタミン酸塩



n = 2 又は 0

C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>·nH<sub>2</sub>O (n = 2 又は 0)

分子量 2水和物 329.35 無水物 293.32

(2S)-2,6-Diaminohexanoic acid mono[(2S)-2-aminopentanedioate] dihydrate

(2S)-2,6-Diaminohexanoic acid mono[(2S)-2-aminopentanedioate]

含量 本品を乾燥物換算したものは、L-リシンL-グルタミン酸塩 (C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においがなく又はわずかににおいがあり、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→1,000) 1 mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 「L-リシンL-アスパラギン酸塩」の確認試験(2)を準用する。ただし、対照液は、~~L-グルタミン酸ナトリウム~~L-グルタミン酸ナトリウム一水和物 0.1 g 及び ~~L-リシン塩酸塩~~L-リシン一塩酸塩 0.1 g に水を加えて溶かして 100~~mL~~mL とする。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +27.5 \sim +29.5^\circ$  (4 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 50mL, 乾燥物換算)

pH 6.0~7.5 (1.0 g, 水 20mL)

純度試験 (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = +27.5 \sim +29.5^\circ$  (4.0 g, 塩酸 (1→2), 50mL, 乾燥物換算)

~~(2)(1)~~ 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20~~mL~~mL)

~~(3)~~ 液性 ~~pH6.0~7.5 (1.0 g, 水 20mL)~~

~~(4)(2)~~ 塩化物 Cl として 0.041%以下 (0.30 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.35~~mL~~mL)

~~(5)~~ 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第1法, 比較液 ~~鉛標準液 2.0mL~~)

(3) 鉛 Pb として 2 $\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(6)(4)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

乾燥減量 11.4%以下 (105°C, 5時間)

強熱残分 0.30%以下

定量法 「DL-アラニン」の定量法を準用する。

0.1mol/L 過塩素酸液 1 ~~mL~~mL = 9.777mg  $\text{C}_{11}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_6$

### リゾチーム

Lysozyme

卵白リゾチーム

定義 本品は、卵白より、アルカリ性水溶液及び食塩水で処理し、樹脂精製して得られたもの、又は樹脂処理若しくは加塩処理した後、カラム精製若しくは再結晶により得られたもので、細菌の細胞壁物質を溶解する酵素である。

酵素活性 本品を乾燥したものは、1 mg 当たり 0.9mg (力価) 以上の酵素活性を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においはない。

確認試験 ~~本品を酢酸緩衝液 (pH5.4) に溶かした液 (1→10,000) は、波長 279~281nm に極大吸収部がある。~~ 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

pH 5.0 以上 (3.0 g, 水 200mL)

純度試験 (1) 溶状 本品の水溶液 (1→100) 5 ~~mL~~mL に必要があれば ~~希塩酸~~10%塩酸試液 を加えて pH3.0 に調整するとき、波長 660nm での透過率は 80.0% 以上である。

~~(2)~~ 液性 ~~pH5.0 以上 (3.0 g, 水 200mL)~~

~~(3)(2)~~ 塩化物 Cl として 4.5%以下

本品約 0.5 g を精密に量り、水 50~~mL~~mL を加えて溶かす。この液に ~~10%~~ クロム酸カリウム溶液 (1→10) 0.1~~mL~~mL を加え、0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。終点は、液の色が淡赤褐色を呈するときとする。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 ~~mL~~mL = 3.545mg Cl

~~(4)(3)~~ 鉛 Pb として ~~5.0~~5 $\mu\text{g/g}$ 以下 (~~2.00~~0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mL に溶けない場合は、鉛試験法第3法により試験を行う。

(5)(4) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

乾燥減量 6.0%以下 (1.0 g, 減圧, 2時間)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

#### 酵素活性測定法

##### (i) 検液

乾燥した本品約 50mg (力価) に対応する量を精密に量り、リン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この液 2 ~~mL~~mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて正確に 100~~mL~~mL とし、更にこの液 2 ~~mL~~mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて正確に 50~~mL~~mL とする。

##### (ii) 標準液

リゾチーム標準品約 0.1 g をデシケーター中、減圧下で約 2 時間乾燥した後、約 50mg (力価) に対応する量を精密に量り、リン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて正確に 100~~mL~~mL とする。この液 2 ~~mL~~mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて正確に 100~~mL~~mL とし、更にこの液 2 ~~mL~~mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH6.2) を加えて正確に 50~~mL~~mL とする。

##### (iii) 操作法

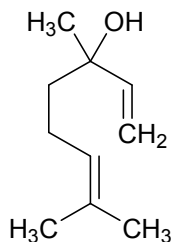
リゾチーム用基質試液 3 ~~mL~~mL ずつを正確に量り、3 本の試験管に入れ、35°C で 3 分間加温する。別に検液、標準液及びリン酸緩衝液 (pH6.2) を 35°C で 3 分間加温し、その 3 ~~mL~~mL ずつを正確に量り、それぞれをリゾチーム用基質試液を入れた試験管に加え、35°C で  $10 \pm 0.1$  分間反応した後、直ちに水を対照として波長 640nm でそれぞれの吸光度  $A_T$ 、 $A_S$  及び  $A_0$  を測定する。試験を 3 回繰返し、その平均値から次式により酵素活性を計算する。

$$\frac{\text{乾燥した本品中の酵素活性 (mg (力価) / mg)}}{\text{乾燥した標準品の採取量 [mg (力価)]}} \times \frac{(A_0 - A_T)}{(A_0 - A_S)} = \frac{\text{乾燥した試料の採取量 (mg)}}{\text{乾燥した標準品の採取量 [mg (力価)]}} \times \frac{(A_0 - A_T)}{(A_0 - A_S)}$$

リナロオール

Linalool

リナロール



C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O

分子量 154.25

3,7-Dimethylocta-1,6-dien-3-ol [78-70-6]

**含量** 本品は、リナロオール (C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O) ~~92.0~~95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色~~透明な~~澄明の液体で、特有のにおいがある。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

~~純度試験~~ (1) ~~屈折率~~  $n_D^{20}=1.461\sim 1.465$

~~(2) 比重~~  $0.860\sim 0.876$   ~~$d_{25}^{25}=0.858\sim 0.867$~~

~~(3) 溶状~~ ~~澄明 (2.0ml, 70vol%エタノール4.0ml)~~

~~(4) 酸価~~ 1.0以下 (香料試験法)

~~(5) エステル価~~ 2.0以下 (5.0g, 香料試験法)

~~(6) ハロゲン化合物~~ 香料試験法による

**定量法** ~~本品 10ml を正確に量り、フラスコに入れ、氷水中で 10 分間放置した後、ジメチルアニリン 20ml を加えてよく振り混ぜる。これにリナロオール定量用塩化アセチル 10ml 及び無水酢酸 5ml を加え、すり合せの空気冷却器を付けてよく振り混ぜ、氷水中に 5 分間放置する。次に 30 分間室温に放置した後、50°C の水浴中で 4 時間加熱する。冷後、内容物を分液漏斗に移し、氷水 75ml ずつを用いて 3 回洗う。更に油層を硫酸 (1→20) 25ml ずつで洗う。洗液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性とするとき、濁りを認めなくなるまでこの操作を繰り返す。次に無水炭酸ナトリウム溶液 (1→8) 10ml ずつで洗液がアルカリ性となるまで洗う。更に塩化ナトリウム溶液 (1→10) 25ml ずつで洗液が中性となるまで洗った後、油層を乾燥したフラスコに移す。これに無水硫酸ナトリウム 2g を加えてよく振り混ぜ、30 分間放置した後、乾燥ろ紙でろ過する。このろ液約 1g を精密に量り、香料試験法中のエステル含量により定量する。別に空試験を行い、次式により含量を求める。~~

$$\text{リナロオール (C}_{10}\text{H}_{18}\text{O) の含量} = \left( \frac{(a-b) \times 77.12}{\{S - (a-b) \times 0.02102\} \times 1,000} \right) \times 100 (\%)$$

~~ただし、a: 空試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (ml)~~

~~b: 本試験における 0.5mol/L 塩酸の消費量 (ml)~~

~~S: ろ液の採取量 (g)~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。

### リパーゼ

Lipase

脂肪分解酵素

**定義** 本品は、動物若しくは魚類の臓器、又は動物の舌下部、又は糸状菌 (*Aspergillus awamori*, *Aspergillus japonicus*, *Aspergillus niger*, *Aspergillus oryzae*, *Aspergillus phoenicis*, *Aspergillus usamii*, *Geotrichum candidum*, *Humicola* 属, *Mucor circinelloides* f. *circinelloides*, *Mucor javanicus*, *Mucor miehei*, *Penicillium camemberti*, *Penicillium chrysogenum*, *Penicillium roqueforti*, *Rhizomucor miehei*, *Rhizopus arrhizus*, *Rhizopus delemar*, *Rhizopus japonicus*, *Rhizopus miehei*, *Rhizopus niveus*, *Rhizopus oryzae* に限る。)、酵母 (*Candida* 属 に限る。)、

放線菌 (Streptomyces 属に限る。) 若しくは細菌 (Alcaligenes 属, Arthrobacter 属, Bacillus subtilis, Burkholderia plantarii, Burkholderia pyrrocinia, Burkholderia ubonensis, Chromobacterium viscosum, Geobacillus thermocatenulatus, Pseudomonas 属, Serratia marcescens に限る。) の培養物より得られた、油脂を加水分解する酵素である。食品 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存又は力価調整の目的に限る。) 又は添加物 (賦形, 粉末化, 希釈, 安定化, 保存, pH 調整又は力価調整の目的に限る。) を含むことがある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、リパーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして 5 $\mu$ g/g 以下 (0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして 3 $\mu$ g/g 以下 (0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 gにつき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**リパーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液又は反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

#### 第1法

本品 0.50 g を量り、水、冷水、氷冷した pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は氷冷した塩化ナトリウム溶液 (1→100) を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたものを、又は、これを更に水又は同液を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

オリブ油 75mL 及び乳化液 (ポリビニルアルコール I 試液又はポリビニルアルコール I・ポリビニルアルコール II 試液) 225mL を乳化器の容器に入れ、10°C以下に冷却しながら、毎分 12000～16000 回転で 10 分間連続的又は間欠的にかくはんして乳化させたものを基質溶液とする。この基質溶液は、冷所 (5～10°C) で 1 時間放置し、油層が分離しないことを確認した後に使用する。

基質溶液 5 mL に緩衝液 (pH6.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L), pH7.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L), pH8.0 のリン酸緩衝液 (0.1mol/L) 又は pH7.0 のマッキルバイン緩衝液) 4 mL を加えて振り混ぜ、37°Cで 10 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて直ちに振り混ぜ、37°Cで 20 分間加温する。この液にエタノール (95) /アセトン混液 (1 : 1) 10mL を加えて振り混ぜた後、0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液 10mL を加え、更にエタノール (95) /アセトン混液 (1 : 1) 10mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に基質溶液 5 mL に検液の場合と同一の緩衝液 4 mL を加えて振り混ぜ、37°Cで 30 分間加温し、エタノール (95) /アセトン混液 (1 : 1) 10mL を加えた後、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液 10mL を加え、更にエタノール (95) /アセトン混液 (1 : 1) 10mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液を塩酸試液 (0.05mol/L) で滴定 (指示薬 フェノールフタレイン試液 2～3 滴。pH 計を用いる場合には、滴定の終点を pH10.0 とする。) するとき、検液の塩酸試液 (0.05mol/L) の消費量は比較液の塩酸試液 (0.05mol/L) の消費量よりも小さい。

#### 第2法



本品 0.50 g を量り、試料希釈液（冷水、冷却した pH7.0 のリン酸緩衝液（0.02mol/L）又はドデシル硫酸ナトリウム・ウシ血清アルブミン試液）を加えて溶解又は均一に分散し 5 mL としたもの、又は、これを更に同希釈液で 10 倍、100 倍、1000 倍若しくは 10000 倍に希釈したものを試料液とする。

トリブチリン 15mL に水 235mL 及びアラビアゴム試液 50mL を加え、乳化器により毎分 11000～13000 回転で約 2 分 30 秒間かくはんし、乳化させたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 30mL を量り、30℃で 15 分間加温し、0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液をかくはんしながら加え、30℃で pH7.00±0.05 に調整し、試料液 2 mL を加え、検液とする。別に試料液の代わりに試料液の調製に用いた水、pH7.0 のリン酸緩衝液（0.02mol/L）又は、ドデシル硫酸ナトリウム・ウシ血清アルブミン試液）2 mL を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、それぞれの pH を 30℃で 5 分間 pH7.00±0.05 に保持するように 0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液を連続して滴加するとき、検液の 0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量よりも大きい。

### 第 3 法

本品 1.0 g を量り、pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液（0.02mol/L）を加えて溶解又は均一に分散し 100mL としたもの、又は、これを更に同緩衝液を用いて 10 倍、100 倍若しくは 1000 倍に希釈したものを試料液とする。

酪酸 p-ニトロフェニル又はパルミチン酸 p-ニトロフェニル 50mg を量り、ポリソルベート 20 溶液（1→1000）50mL に加え、氷冷下で 1 分間超音波を照射し、分散させたものを基質溶液とする。

pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液（0.02mol/L）0.2mL 及び基質溶液 0.75mL を混合し、37℃で 5 分間加温した後、試料液 0.05mL を加えて振り混ぜ、37℃で 30 分間加温する。この液にトリクロロ酢酸溶液（1→20）0.05mL を加えて振り混ぜた後、ポリオキシエチレン（10）オクチルフェニルエーテル試液 1.4mL を加えて振り混ぜ、検液とする。別に pH7.0 のリン酸カリウム緩衝液（0.02mol/L）0.2mL 及び基質溶液 0.75mL を混合し、37℃で 5 分間加温し、トリクロロ酢酸溶液（1→20）0.05mL を加えた後、試料液 0.05mL を加えて振り混ぜ、ポリオキシエチレン（10）オクチルフェニルエーテル試液 1.4mL を加えて振り混ぜ、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 400nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合は、遠心分離を行い、その上澄液について測定する。

## リポキシゲナーゼ

Lipoxygenase

リポキシダーゼ

定 義 本品は、植物油粕、又は糸状菌（*Rhizopus*属に限る。）の培養物より得られた、*cis, cis*-1, 4-ペンタジエン構造を有する不飽和脂肪酸に分子状酸素を添加し、ヒドロペルオキシド基を導入する酸化還元酵素である。食品（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。）又は添加物（賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。）を含むこと

がある。

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 本品は、リポキシゲナーゼ活性試験法に適合する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.80 g, 第1法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式) ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100) 5 mLに溶けない場合は、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50 g, 第5法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

**リポキシゲナーゼ活性試験法** 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

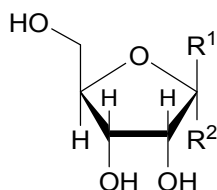
本品1.0 gを量り、水又はpH9.0のホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液(0.1mol/L)を加えて溶解又は均一に分散し100mLとしたもの、又は、これを更に水又は同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

アンモニア水1.4mL及びリノール酸2.8 gを30°Cに保温したpH9.0のホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液(0.1mol/L)を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液をpH9.0のホウ酸ナトリウム・塩酸緩衝液(0.1mol/L)で正確に500倍希釈したものを基質溶液とする。

基質溶液を三角フラスコに入れ、25°Cに保ち、これに先端を極細にしたガラス管の先端を浸し、酸素ガスを5分間吹き込む。溶存酸素を飽和させた基質溶液3 mLを正確に量り、25°Cで5分間放置した後、試料液0.3mLを加えて直ちに振り混ぜる。この液を25°Cに保持した石英セルに移し、波長234nmにおける吸光度を測定するとき、試料液添加3分後の吸光度は試料液添加5分後の吸光度よりも小さい。なお、吸光度測定の対照には基質溶液を用いる。

D-リボース

D-Ribose



$\alpha$ -D-リボース :  $R^1=\text{H}, R^2=\text{OH}$

$\beta$ -D-リボース :  $R^1=\text{OH}, R^2=\text{H}$

$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5$

分子量 150.13

D-Ribofuranose [50-69-1]

**定 義** 本品は、**グラム陽性**細菌 (*Bacillus pumilus* 又は *Bacillus subtilis* に限る。) によるD-グルコースの発酵培養液より、分離して得られたものである。成分はD-リボースである。

**含量** 本品を無水物換算したものは、D-リボース (C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>) 90.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→20) 2~3滴を沸騰したフェーリング試液 5 ~~ml~~ mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→50)は、左旋性である。

**純度試験** ~~(1) 重金属 Pbとして 20µg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

~~(2)(1)~~ **(1)** 鉛 Pbとして ~~10~~ 2µg/g以下 (~~1.0~~ 2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ **(2)** ヒ素 As ~~2~~ 3µg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

~~(4)(3)~~ **(3)** 他の糖類 定量法を準用して液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のD-リボースの保持時間の2倍までに現れるD-リボース以外のピークの合計面積は、全ピークの合計面積の10.0%以下である。

**水分** 5.0%以下 (1g, 容量滴定法, 直接滴定)

**強熱残分** 1.0%以下

**定量法** 本品約1g及び定量用D-リボース約1gを精密に量り、それぞれに水を加えて溶かし、正確に50 ~~ml~~ mLとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 ~~µl~~ µLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のD-リボースのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{D-リボース (C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{無水物換算した定量用D-リボースの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} \text{ ~~(\%)~~}$$

**操作条件**

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 約6µmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径8mm, 長さ25~35cmのステンレス管

カラム温度 80℃

移動相 水

流量 D-リボースの保持時間が約14分になるように調整する。

5´-リボヌクレオチドカルシウム

Calcium 5´-Ribonucleotide

5´-リボヌクレオタイドカルシウム

**定義** 本品は、5´-イノシン酸カルシウム、5´-グアニル酸カルシウム、5´-シチジル酸カルシウム及び5´-ウリジル酸カルシウムの混合物又は5´-イノシン酸カルシウム及び5´-グアニル酸カルシウムの混合物である。

**含量** 本品を無水物換算したものは、5´-リボヌクレオチドカルシウム 97.0~102.0%を含み、

5´-リボヌクレオチドカルシウムの95.0%以上は、5´-イノシン酸カルシウム及び5´-グアニル酸カルシウムである。

**性状** 本品は、白～類白色の結晶又は粉末で、においがなく、わずかに特異な味がある。

- 確認試験** (1) 本品0.1gに水200~~mL~~mLを加え、水浴中で加熱して溶かす。冷後、この液1~~mL~~mLに~~オルシン・エタノール溶液(1→10)~~オルシノール・エタノール試液0.2~~mL~~mLを加え、次に~~硫酸第三鉄アンモニウム・塩酸溶液(1→1,000)~~硫酸アンモニウム鉄(III)・塩酸試液3~~mL~~mLを加え、水浴中で10分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。
- (2) 本品0.1gに塩酸(1→4)200~~mL~~mLを加えて溶かし、この液2~~mL~~mLに~~亜鉛末~~亜鉛粉末0.1gを加え、以下「5´-リボヌクレオチドナトリウム」の確認試験(2)を準用する。
- (3) 本品0.1gに水500~~mL~~mLを加え、水浴中で加熱して溶かす。冷後、この液1~~mL~~mLに塩酸(1→4)1~~mL~~mLを加え、水浴中で10分間加熱し、冷後、フオリン試液0.5~~mL~~mL及び炭酸ナトリウム飽和溶液2~~mL~~mLを加えるとき、液は、青色を呈する。
- (4) 本品0.1gに水5~~mL~~mL及び硝酸5~~mL~~mLを加え、10分間穏やかに煮沸し、冷後、アンモニア水又はアンモニア試液で中和した液は、リン酸塩(2)の反応を呈する。
- (5) 本品0.1gに水200~~mL~~mLを加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**pH** 7.0～8.0

本品0.10gを量り、水200mLを加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却した液について測定する。

**純度試験** ~~(1) 液性 pH7.0～8.0~~

~~本品0.10gを量り、水200mLを加え、水浴中で加熱して溶かし、冷却した液について測定する。~~

~~(2) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下~~

~~本品1.0gを量り、ろっぽに入れ、硫酸アンモニウム1gで覆い、水0.5mLを加える。穏やかに加熱して炭化し、白煙が発生しなくなった後、硫酸3滴及び硝酸3滴を加え、徐々に加熱して灰化する。冷後、塩酸1mL及び硝酸0.2mLを加えて水浴上で蒸発乾固する操作を3回繰り返す。残留物に塩酸(1→4)1mL及び水15mLを加え、水浴上で10分間加熱する。冷後、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加する。次に酢酸(1→20)2mLを加えた後、ろ過し、ろ紙上の残留物を少量の水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、ろっぽに入れ、以下検液の場合と同様に操作して調製する。~~

(1) 鉛 Pbとして1 $\mu$ g/g以下(4.0g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

~~(3)(2)~~ ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~本品0.50gを量り、に塩酸(1→4)5~~mL~~mLを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。~~

~~(4)(3)~~ 水可溶物 16%以下

~~本品1.0gを量り、水50~~mL~~mLを加え、時々振り混ぜながら10分間放置した後、乾燥定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ液25~~mL~~mLを量り、蒸発乾固し、残留物を105℃で1時間乾燥し、その質量を量る。~~

**水分** 23.0%以下(0.15g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし、水分測定用試液を過量に加え、20分間かき混ぜた後、滴定を行う。

**定量法** 次の(1)、(2)及び(3)で得たI<sub>Ca</sub>、G<sub>Ca</sub>及びP<sub>Ca</sub>の値から、次式により5´-リボヌクレオチドカルシウムの含量並びに5´-イノシン酸カルシウム(C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>CaN<sub>4</sub>O<sub>8</sub>P)及び5´-グアニ

ル酸カルシウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>5</sub>O<sub>8</sub>P) の含量を求める。

$$5\text{-リボヌクレオチドカルシウムの含量 (\%)} = \frac{I_{Ca} + G_{Ca} + P_{Ca}}{100 - \text{水分 (\%)}} \times 100 \text{ (\%)} - \text{(\%)} -$$

5'-イノシン酸カルシウム (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>CaN<sub>4</sub>O<sub>8</sub>P) 及び5'-グアニル酸カルシウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>5</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 (%)

$$= \frac{I_{Ca} + G_{Ca}}{100 - \text{水分 (\%)}} \times 100 \text{ (\%)} - \text{(\%)} -$$

- (1) 5'-イノシン酸カルシウム 本品約 0.65 g を精密に量り、塩酸 (1→100) を加えて溶かし、正確に 500 ~~mL~~ mL とし、試料液とする。以下「5'-リボヌクレオチド二ナトリウム」の定量法(1)を準用する。ここに得た5'-イノシン酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 (%) に 0.985 を乗じて5'-イノシン酸カルシウム (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>CaN<sub>4</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 I<sub>Ca</sub> (%) を求める。
- (2) 5'-グアニル酸カルシウム (1)の試料液 1 ~~mL~~ mL を正確に量り、以下「5'-リボヌクレオチド二ナトリウム」の定量法(2)を準用する。ここに得た5'-グアニル酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 (%) に 0.986 を乗じて5'-グアニル酸カルシウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>5</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 G<sub>Ca</sub> (%) を求める。
- (3) 5'-シチジル酸カルシウム及び5'-ウリジル酸カルシウム 本品約 1.5 g を精密に量り、塩酸 (1→10) 10 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、~~リン酸一ナトリウム~~ リン酸二水素ナトリウム二水和物 溶液 (3→5) 1 ~~mL~~ mL を加えた後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えて pH7.0 にした後ろ過する。ろ紙上の残留物を水 10 ~~mL~~ mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて正確に 50 ~~mL~~ mL とし、試料液とする。以下「5'-リボヌクレオチド二ナトリウム」の定量法(3)を準用する。ここに得た5'-シチジル酸二ナトリウム (C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>P) 及び5'-ウリジル酸二ナトリウム (C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>9</sub>P) の含量 (%) に 0.984 を乗じて5'-シチジル酸カルシウム (C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>3</sub>O<sub>8</sub>P) 及び5'-ウリジル酸カルシウム (C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>CaN<sub>2</sub>O<sub>9</sub>P) の含量 P<sub>Ca</sub> (%) を求める。

### 5'-リボヌクレオチド二ナトリウム

Disodium 5'-Ribonucleotide

5'-リボヌクレオチド二ナトリウム

5'-リボヌクレオチドナトリウム

**定 義** 本品は、5'-イノシン酸二ナトリウム、5'-グアニル酸二ナトリウム、5'-シチジル酸二ナトリウム及び5'-ウリジル酸二ナトリウムの混合物又は5'-イノシン酸二ナトリウム及び5'-グアニル酸二ナトリウムの混合物である。

**含 量** 本品を無水物換算したものは、5'-リボヌクレオチド二ナトリウム 97.0～102.0% を含み、5'-リボヌクレオチド二ナトリウムの 95.0% 以上は、5'-イノシン酸二ナトリウム及び5'-グアニル酸二ナトリウムである。

**性 状** 本品は、白～類白色の結晶又は粉末で、においがなく、特異な味がある。

- 確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→2,000) 1 mL に ~~オルシン・エタノール溶液 (1→10)~~ オルシノール・エタノール試液 0.2 mL を加え、次に ~~硫酸第三鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1→1,000)~~ 硫酸アンモニウム鉄 (III)・塩酸試液 3 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は、緑色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1→1,000) 1 mL に塩酸 (1→4) 2 mL 及び ~~亜鉛末~~ 亜鉛粉末 0.1 g を加え、水浴中で 10 分間加熱した後、ろ過し、ろ液を氷水中で冷却する。この液に ~~亜硝酸ナトリウム溶液 (3→1,000)~~ 1 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、~~スルファミン酸アンモニウム~~ アミド硫酸アンモニウム 溶液 (1→200) 1 mL を加え、よく振り混ぜて 5 分間放置する。この液に ~~N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩~~ 溶液 (1→500) 1 mL を加えるとき、液は、紫赤色を呈する。
- (3) 本品の水溶液 (1→5,000) 1 mL に塩酸 (1→4) 1 mL を加えて水浴中で 10 分間加熱し、冷後、~~フォルリン試液 0.5 mL~~ 及び ~~炭酸ナトリウム飽和溶液 2 mL~~ を加えるとき、液は、青色を呈する。
- (4) 本品の水溶液 (1→20) 5 mL に ~~マグネシア試液 2 mL~~ を加えるとき、沈殿を生じない。更に ~~硝酸 7 mL~~ を加え、10 分間煮沸した後、~~水酸化ナトリウム溶液 (1→25)~~ を加えて中和した液は、~~リン酸塩 (2) の反応を呈する。~~
- (5) 本品の水溶液 (1→10) は、~~ナトリウム塩の反応を呈する。~~

**pH** 7.0~8.5 (1.0 g, 水 20mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH7.0~8.5 (1.0 g, 水 20ml)~~

~~(2) 重金属 Pb として 20µg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)~~

(1) 鉛 Pb として 1µg/g 以下 (4.0 g, 第 3 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

~~(3) (2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**水分** 27.0% 以下 (0.15 g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし、水分測定用試液を過量に加え、20 分間かき混ぜた後、滴定を行う。

**定量法** 次の(1)、(2)及び(3)で得た I、G 及び P の値から、次式により 5'-リボヌクレオチド二ナトリウムの含量並びに 5'-イノシン酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) 及び 5'-グアニル酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) の含量を求める。

$$5\text{'-リボヌクレオチド二ナトリウムの含量 } (\%) = \frac{I + G + P}{100 - \text{水分 } (\%)} \times 100 \text{ } \text{---} (\%)$$

5'-イノシン酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) 及び 5'-グアニル酸二ナトリウム (C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P) の含量 (%)

$$= \frac{I + G}{100 - \text{水分 } (\%)} \times 100 \text{ } \text{---} (\%)$$

- (1) 本品約 0.65 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とし、試料液とする。試料液 1 mL を正確に量り、塩酸 (1→2) 4 mL 及び水を加えて正確に 10 mL とし、水浴中で 40 分間加熱し、冷後、~~亜鉛末~~ 亜鉛粉末 0.4 g を加え、時々激しく振り混ぜて、50 分間放置し、水を加えて正確に 20 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL を正確に量り、塩酸 (1→2) 1 mL を加え、

氷冷しながら亜硝酸ナトリウム溶液（3→1,000）1 mLを加え、よく振り混ぜて10分間放置する。次にスルファミン酸アンモニウムアミド硫酸アンモニウム溶液（1→200）1 mLを加えてよく振り混ぜた後、5分間放置する。これにN-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液（1→500）1 mLを加え、よく振り混ぜた後、15分間放置し、水を加えて正確に20 mLとし、検液とする。別に試料液の代わりに水1 mLを量り、以下検液の場合調製と同様に操作して調製した液を対照液として波長515nmにおける検液の吸光度を測定する。別に5'-イノシン酸二ナトリウムn水和物及び5'-グアニル酸二ナトリウムn水和物約0.03g30mgずつを精密に量り、それぞれ塩酸（1→1,000）を加えて溶かし、正確に1,000 mLずつとし、それぞれの液の吸光度を測定する。ただし、5'-イノシン酸二ナトリウムについては250nm、5'-グアニル酸二ナトリウムについては260nmの波長を用いる。ここに得た吸光度より分子吸光係数E<sub>I</sub>及びE<sub>G</sub>を求め、次式により5'-イノシン酸二ナトリウム及び5'-グアニル酸二ナトリウムのそれぞれの含量を求める。

$$5\text{'-イノシン酸二ナトリウム (C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{P) の含量 (\%)} = \frac{E_I}{12160} \times 100 (\%)$$

$$5\text{'-グアニル酸二ナトリウム (C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{Na}_2\text{O}_8\text{P) の含量 (\%)} = \frac{E_G}{11800} \times 100 (\%)$$

次にそれぞれの含量に基づき、5'-イノシン酸二ナトリウムn水和物及び5'-グアニル酸二ナトリウムn水和物の無水物としてそれぞれ約0.05g50mgに対応する量をそれぞれ精密に量り、両者を合わせ、水を加えて溶かして正確に200 mLとし、標準原液とする。試料液の代わりに標準原液1 mL、2 mL及び3 mLをそれぞれ正確に量り、塩酸（1→2）4 mL及び水を加えてそれぞれ正確に10 mLとする。以下検液の場合調製と同様に操作して標準液を調製とし、検液の場合と同一の対照液を用い、波長515nmにおけるそれぞれの吸光度を測定し、検量線を作成する。ここに得た検量線及び検液の吸光度から、試料中の5'-イノシン酸二ナトリウム（C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P）の含量I（%）を求める。

- (2) 5'-グアニル酸二ナトリウム (1)の試料液1 mLを正確に量り、塩酸（1→6）4 mL及び水を加えて正確に10 mLとし、水浴中で30分間加熱する。冷後、フォルイン試液2 mL及び炭酸ナトリウム飽和溶液5 mLを加え、15分間放置した後、水を加えて正確に50 mLとし、必要があれば遠心分離し、この上澄液を検液とする。別に試料液の代わりに水1 mLを量り、以下検液の場合調製と同様に操作して調製した液を対照液として波長750nmにおける検液の吸光度を求める。(1)の標準原液1 mL、2 mL及び3 mLをそれぞれ正確に量り、塩酸（1→6）4 mL及び水を加えてそれぞれ正確に10 mLとする。これらを用いて以下検液の場合調製と同様に操作し標準液を調製とし、検液の場合と同一の対照液を用い、波長750nmにおけるそれぞれの吸光度を測定し、検量線を作成する。ここに得た検量線と検液の吸光度とにより、試料中の5'-グアニル酸二ナトリウム（C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>P）の含量G（%）を求める。
- (3) 5'-シチジル酸二ナトリウム及び5'-ウリジル酸二ナトリウム 本品約1.5gを精密に量り、水を加えて正確に50 mLとし、試料液とする。試料液1 mLを正確に量り、ヒドラジン-（抱水）-ヒドラジン-水和物2 mLを加え、水浴中で1時間加熱し、冷後、塩酸（1→10）を加えて弱酸性とし、塩酸（1→1,000）を加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に

量り，塩酸（1→1,000）を加えて正確に100mLとし，検液とする。別に試料液の代わりに水10mLを量り，以下検液の場合調製と同様に操作して調製した液を対照液として波長260nm及び280nmにおける検液の吸光度 $A_{260}$ 及び $A_{280}$ を求める。

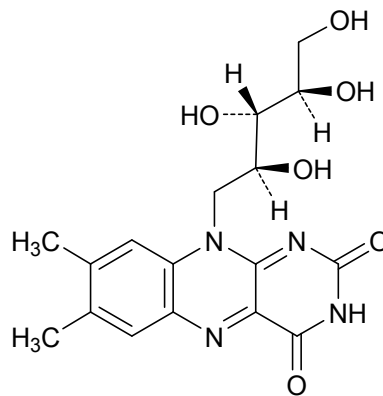
また，試料液1mLを正確に量り，塩酸（1→1,000）を加えて正確に100mLとし，この液10mLを正確に量り，塩酸（1→1,000）を加えて正確に100mLとし，波長260nm及び280nmにおける吸光度 $A'_{260}$ 及び $A'_{280}$ を求め，次式により試料中の5'-シチジル酸二ナトリウム（ $C_9H_{12}N_3Na_2O_8P$ ）及び5'-ウリジル酸二ナトリウム（ $C_9H_{11}N_2Na_2O_9P$ ）の含量P（%）を求める。

$$P(\%) = \frac{170.5 \times (A'_{260} - A_{260}) + 68.6 \times (A'_{280} - A_{280})}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

### リボフラビン

Riboflavin

ビタミンB<sub>2</sub>



$C_{17}H_{20}N_4O_6$

分子量 376.36

7,8-Dimethyl-10-[(2S,3S,4R)-2,3,4,5-tetrahydroxypentyl]benzo[g]pteridine-2,4(3H,10H)-dione  
[83-88-5]

**含量** 本品を乾燥したものは，リボフラビン（ $C_{17}H_{20}N_4O_6$ ）98.0～102.0%を含む。

**性状** 本品は，黄～だいたい黄色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかににおいがあり，苦味がある。

**確認試験** 本品の水溶液（1→100,000）は，淡黄緑色で，強い帯黄緑色の蛍光を發し，その蛍光は，塩酸（1→4）又は水酸化ナトリウム溶液（1→25）を加えるとき消える。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = -128.0 \sim -142.0^\circ$

本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水酸化カリウム溶液（1→150）4mLを加えて溶かし，新たに煮沸し冷却した水10mLを加えた後，液を十分振り混ぜながらエタノール（95）4mLを加え，新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に20mLとし，30分以内に旋光度を測定する。

**純度試験** (1) ~~比旋光度~~  $[\alpha]_D^{20} = -128.0 \sim -142.0^\circ$

~~本品を乾燥し，その約0.1gを精密に量り，水酸化カリウム溶液（1→150）4mLを加えて溶か~~



~~し、新たに煮沸し冷却した水 10mL を加えた後、液を十分振り混ぜながらエタノール (95) 4mL を加え、新たに煮沸し冷却した水を加えて正確に 20mL とし、30 分以内に旋光度を測定する。~~

- (1) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)
- (2) ルミフラビン 本品 ~~0.025 g~~ 25mg を量り, ~~エタノール不含タクロホルムクロロホルム (エタノール不含)~~ 10mL を加え, 5 分間振り混ぜた後, ろ過するとき, ろ液の色は,  $1/60\text{mol/L}$  ~~重クロム酸カリウム~~ 二クロム酸カリウム 溶液 3.0mL に水を加えて ~~1,000mL~~ とした液の色より濃くない。

乾燥減量 1.5%以下 (105°C, 2 時間)

強熱残分 0.30%以下

定量法 本品を乾燥し, その約 ~~0.015 g~~ 15mg を精密に量り, 酢酸 (1→400) 800mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, 水を加えて正確に ~~1,000mL~~ とし, 検液とする。別にリボフラビン標準品を用いて約 15mg を精密に量り, 以下検液の場合調製と同様に操作して標準液とする。検液及び標準液につき, 水を対照液として波長 445nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定した後, それぞれの液 5mL ずつに ~~ハイドロサルファイトナトリウム~~ 亜二チオン酸ナトリウム ~~0.02g~~ 20mg ずつを加え, よく振り混ぜて脱色し, 直ちに吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し, 次式により含量を求める。

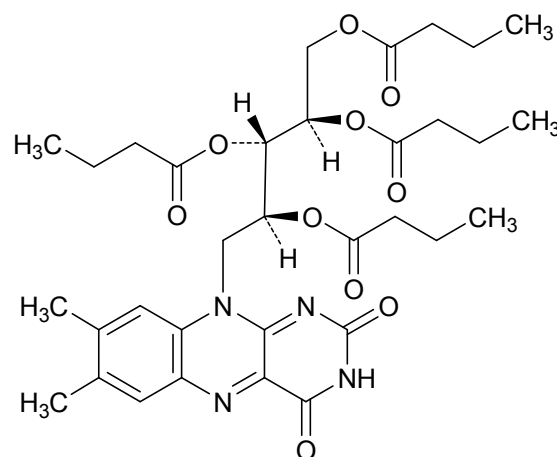
ただし, これらの操作は直射日光を避け, 遮光した容器を用いて行う。

$$\begin{aligned} & \text{リボフラビン (C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_4\text{O}_6) \text{ の含量 } (\%) \\ & \frac{\text{リボフラビン標準品の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T - A_T'}{A_S - A_S'} \times 100 (\%) \end{aligned}$$

### リボフラビン酪酸エステル

Riboflavin Tetrabutyrate

ビタミン B<sub>2</sub> 酪酸エステル



$\text{C}_{33}\text{H}_{44}\text{N}_4\text{O}_{10}$

分子量 656.72

(2R, 3S, 4S)-5-(7, 8-Dimethyl-2, 4-dioxo-3, 4-dihydrobenzo[g]pteridin-10(2H)-yl)pentane-1, 2, 3, 4-tetrayl tetrabutanoate [752-56-7]

**含量** 本品を乾燥したものは、リボフラビン酪酸エステル ( $C_{33}H_{44}N_4O_{10}$ ) 97.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、黄だいたい色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味がほとんどない。

**確認試験** (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→500) 5 mL に ~~塩酸ヒドロキシルアミン~~ 塩化ヒドロキシルアンモニウム 溶液 (3→20) / 水酸化ナトリウム溶液 (3→20) 混液 (1 : 1) 2 mL を加え、よく振り混ぜた後、塩酸 0.8 mL, ~~塩化鉄 (III)~~ 塩化鉄 (III) 六水和物 溶液 (1→10) 0.5 mL 及びエタノール (95) 8 mL を加えるとき、液は、濃赤褐色を呈する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1→100,000) は、淡黄緑色で、強い帯黄緑色の蛍光を発し、その蛍光は、塩酸 (1→4) 又は水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えるとき消える。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (0.10 g, クロロホルム 10 mL)

(2) 吸光度比 本品 0.10 g を量り、エタノール (95) を加えて溶かし、200 mL とした液 10 mL を量り、エタノール (95) を加えて 200 mL とするとき、その液は、波長 270nm, 350nm 及び 445nm に極大吸収部がある。またそれぞれの極大波長における吸光度を  $A_1$ ,  $A_2$  及び  $A_3$  とするとき、 $A_1/A_3$  は 2.47~2.77,  $A_1/A_2$  は 3.50~3.90 及び  $A_2/A_3$  は 0.65~0.75 である。

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

**乾燥減量** 1.0%以下 (減圧, 4時間)

**強熱残分** 0.50%以下

**定量法** 本品を乾燥し、その約 ~~0.04g~~ 40mg を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別にリボフラビン標準品を 105°C で 2 時間乾燥した後、その約 ~~0.05g~~ 50mg を精密に量り、酢酸 (1→40) 160 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 mL とし、標準液とする。エタノール (95) を対照液として検液及び標準液の波長 445nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定し、次式により含量を求める。

ただし、これらの操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

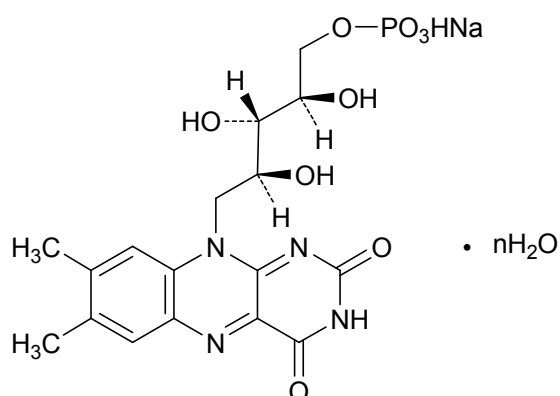
$$\begin{aligned} & \text{リボフラビン酪酸エステル (C}_{33}\text{H}_{44}\text{N}_4\text{O}_{10}) \text{ の含量 (\%)} \\ & \frac{\text{リボフラビン標準品の採取量 (g)} \quad A_T \times 1.745}{\text{試料の採取量 (g)} \times 2} \times \frac{\quad}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} \end{aligned}$$

リボフラビン 5'-リン酸エステルナトリウム

Riboflavin 5'-Phosphate Sodium

リボフラビンリン酸エステルナトリウム

ビタミン B<sub>2</sub> リン酸エステルナトリウム



$n = 2$  又は  $0$

$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P \cdot nH_2O$  ( $n = 2$  又は  $0$ )      分子量    2 水和物    514.36    無水物    478.33

Monosodium(2*R*, 3*S*, 4*S*)-5-(7, 8-dimethyl-2, 4-dioxo-3, 4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)

-2, 3, 4-trihydroxypentyl monohydrogenphosphate dihydrate

Monosodium(2*R*, 3*S*, 4*S*)-5-(7, 8-dimethyl-2, 4-dioxo-3, 4-dihydrobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2, 3,

4-trihydroxypentyl monohydrogenphosphate    [130-40-5]

**含 量** 本品を無水物換算したものは、リボフラビン 5´-リン酸エステルナトリウム ( $C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$ ) 95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、黄～だいだい色の結晶又は結晶性の粉末で、ほとんどにおいがなく、苦味がある。

**確認試験** (1) 「リボフラビン」の確認試験を準用する。

(2) 本品 ~~0.050g~~50mg に硝酸 ~~10mL~~ を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に強熱する。残留物に硝酸 (1→50) ~~10mL~~ を加えて、5分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必要があればろ過するとき、液は、ナトリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

**比旋光度**  $[\alpha]_D^{20} = +38.0 \sim +43.0^\circ$  (0.3 g, 塩酸 (9→20), 20mL, 無水物換算)

**純度試験** ~~(1) 比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +38.0 \sim +43.0^\circ$  (0.30 g, 塩酸 (9→20), 20mL, 無水物換算)~~

~~(2)(1)~~ 溶状 澄明 (0.20 g, 水 ~~10mL~~)

~~(2)~~ (2) 鉛 Pb として  $2 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.03~~3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) ルミフラビン 本品 ~~0.035g~~35mg を量り、以下「リボフラビン」の純度試験(2)を準用する。

**水 分** 10.0%以下 (0.100 g, 容量滴定法, 逆滴定) ただし、水分測定用メタノール ~~20mL~~ の代わりに水分測定用メタノール/水分測定用エチレングリコール混液 (1 : 1) ~~25mL~~ を用いる。

**定 量 法** 本品約 ~~0.02g~~20mg を精密に量り、以下「リボフラビン」の定量法を準用し、次式により含量を求める。

$$\frac{\text{リボフラビン標準品の採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T - A_T'}{A_S - A_S'} \times 1.271 \times 100 \text{ (％)}$$

硫酸

## Sulfuric Acid

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

分子量 98.08

Sulfuric acid [7664-93-9]

**含量** 本品は、硫酸 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 94.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色又はわずかに褐色を帯び、澄明若しくはほとんど澄明な、粘稠な液体である。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) は、強酸性である。

(2) 本品の水溶液 (1→100) は、硫酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩化物 Cl として 0.005%以下 (2.0 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30mL)

(2) 硝酸塩 NO<sub>3</sub> として 10μg/g 以下

水 8mL に本品 5 g を量って徐々に加え、ブルシン n水和物・硫酸溶液 (1→500) 1 mL 及び硫酸を加えて 25mL とし、よく振り混ぜ、約 80°C で 10 分間加温するとき、その液の色は、硝酸塩標準液 0.50mL を量り、水 8mL を加えた後、硫酸 5 mL を徐々に加え、ブルシン n水和物・硫酸溶液 (1→500) 1 mL 及び硫酸を加えて 25mL とし、よく振り混ぜ、約 80°C で 10 分間加温した液より濃くない。

~~(3) 重金属 Pb として 20μg/g 以下~~

~~水 10mL に本品 1.0 g を量って加え、アンモニア試液を加えて中和した後、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品を正確に量り、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。残留物に塩酸 (1→4) 10mL を加え、蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸 (1→100) を加え、加温する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に 10mL とし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に 10mL とし、比較液とする。

(4) 鉄 Fe として 0.010%以下 (0.10 g, 第 2 法, 比較液 鉄標準液 1.0mL)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~ 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(6) 易酸化物 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> として 40μg/g 以下

冷水 10mL に本品 8 g を量って冷却しながら加え、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 0.10mL を加えるとき、液の紅赤色は 5 分以内に消えない。

**強熱残分** 0.02%以下 (10 g)

**定量法** 本品約 2 g を精密に量り、水 50mL に加え、冷後、水を加えて正確に 100mL とする。

この液 25mL を正確に量り、0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 プロモチモールブルー試液 1～2 滴)。

0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 24.52mg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

## 硫酸亜鉛

Zinc Sulfate

ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O

分子量 ~~287.58~~ 287.55

Zinc sulfate heptahydrate [7446-20-0]

含 量 本品を無水物換算したものは、硫酸亜鉛 ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ~~=161.47~~) 98.0~102.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品は、亜鉛塩の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸 本品 0.25 g を量り、水 5 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は、赤色を呈さない。

(2) 鉛 Pb として ~~10.2~~  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~本品 1.00 g を量り、硝酸 1 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、検液とする。鉛試験法第 2 法により試験を行う。~~

本品に塩酸 (1→4) 40 mL を加え、時計皿等で覆い、10 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10 mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から緑色に変わるまで加える。冷後、ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加え、生じた白色沈殿が溶けるまでアンモニア水を加える。この液を分液漏斗に移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、約 150 mL とする。酢酸ブチル 10 mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置または遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。

(3) アルカリ金属及びアルカリ土類金属 0.50% 以下

本品 2.0 g を量り、水 150 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、沈殿が生じなくなるまで硫化アンモニウム試液を加え、水を加えて 200 ~~mL~~ mL とし、乾燥ろ紙でろ過する。初めのろ液 20 ~~mL~~ mL を捨て、次のろ液 100 ~~mL~~ mL をとり、蒸発乾固し、450~550°C で恒量になるまで強熱し、残留物の質量を量る。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.03~~  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~水分 43.5% 以下 (0.1 g, 直接滴定)~~

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、水 100 ~~mL~~ mL を加え、必要があれば加温して溶かし、~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 ~~mL~~ mL を加え、0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 0.1 ~~mL~~ mL)。終点は、液が青色を呈するときとする。~~更に無水物換算を行う。~~

0.05 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = ~~8.074~~ 14.38 mg  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

### 硫酸アルミニウムアンモニウム

Aluminium Ammonium Sulfate

結晶物：アンモニウムミョウバン

乾燥物：焼アンモニウムミョウバン

$\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=12, 10, 4, 3, 2$  又は 0)

分子量 12 水和物 453.33

Aluminium ammonium sulfate dodecahydrate [7784-26-1]

無水物 237.15

Aluminium ammonium sulfate decahydrate

Aluminium ammonium sulfate tetrahydrate

Aluminium ammonium sulfate trihydrate

Aluminium ammonium sulfate dihydrate

Aluminium ammonium sulfate [7784-25-0]

**定義** 本品には結晶物及び乾燥物があり、それぞれを硫酸アルミニウムアンモニウム及び硫酸アルミニウムアンモニウム（乾燥）と称する。

**含量** 本品を 200℃で4時間乾燥したものは、硫酸アルミニウムアンモニウム ( $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2$ ) 96.5%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶、粉末、片、顆粒又は塊で、においがなく、味がやや渋く、収れん性がある。

**確認試験** 本品の水溶液（1→20）は、アルミニウム塩の反応、アンモニウム塩の反応並びに硫酸塩（1）及び（3）の反応を呈する。

**純度試験**（1） 溶状又は水不溶物

結晶物 溶状 無色、ほとんど澄明（1.0 g、水 10 mL）

乾燥物 水不溶物 2.0%以下

本品 2.0 g を量り、約 80℃の水 200 mL を加え、かき混ぜながら水浴中で 10 分間加熱し、冷後、あらかじめ 105℃で 30 分間乾燥して冷後質量を精密に量ったガラスろ過器（1 G 4）でろ過し、不溶物を水 100 mL で洗い、ガラスろ過器と共に 105℃で 2 時間乾燥し、不溶物の質量を量る。

~~(2) 重金属 Pb として 40 µg/g 以下（粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの 0.50 g、第1法、比較液 鉛標準液 2.0 mL）~~

(2) 鉛 Pb として 3 µg/g 以下（粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの 2.0 g、第5法、比較液 鉛標準液 6.0 mL、フレイム方式）

本品に塩酸（1→4）20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸（1→4）20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 鉄 Fe として 0.019%以下（粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの ~~0.052 g~~ 52 mg、第1法、比較液 鉄標準液 1.0 mL）

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下（~~粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの~~ 0.50 g （200℃、4時間乾燥、粉末）、第1法、標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、装置 B）

**定量法** 本品を粉末とし、200℃で4時間乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、水 100 mL を加え、振り混ぜながら水浴中で加熱して溶かし、ろ過し、水で不溶物を洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて正確に 200 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、以下「硫酸アルミニウムカリウム」の定量法を準用する。

0.01 mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 2.371 mg  $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2$

### 硫酸アルミニウムカリウム

Aluminium Potassium Sulfate

結晶物：カリミョウバン、ミョウバン

乾燥物：焼ミョウバン

分子量 12 水和物 474.39

$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=12, 10, 6, 3, 2$  又は 0)

無水物 258.21

Aluminium potassium sulfate dodecahydrate [7784-24-9]

Aluminium potassium sulfate decahydrate

Aluminium potassium sulfate hexahydrate

Aluminium potassium sulfate trihydrate

Aluminium potassium sulfate dihydrate

Aluminium potassium sulfate [10043-67-1]

**定義** 本品には結晶物及び乾燥物があり、それぞれを硫酸アルミニウムカリウム及び硫酸アルミニウムカリウム（乾燥）と称する。

**含量** 本品を 200℃で4時間乾燥したものは、硫酸アルミニウムカリウム ( $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2$ ) 96.5%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶、粉末、片、顆粒又は塊で、においがなく、味はやや渋く、収れん性がある。

**確認試験** 本品の水溶液（1→20）は、アルミニウム塩の反応、カリウム塩(1)の反応並びに硫酸塩(1)及び(3)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状又は水不溶物

結晶物 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10mL)

~~「硫酸アルミニウムアンモニウム」の純度試験(1)を準用する。~~

乾燥物 水不溶物 2.0%以下

~~「硫酸アルミニウムアンモニウム」の純度試験(1)を準用する。~~本品 2.0 g を量り、約 80℃の水 200mL を加え、かき混ぜながら水浴中で 10 分間加熱し、冷後、あらかじめ 105℃で 30 分間乾燥して冷後質量を精密に量ったガラスろ過器（1 G 4）でろ過し、不溶物を水 100mL で洗い、ガラスろ過器と共に 105℃で 2 時間乾燥し、不溶物の質量を量る。

~~(2) 重金属 Pb として 40µg/g 以下（粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの 0.5 g、第1法、比較液 鉛標準液 2.0mL）~~

(2) 鉛 Pb として 5µg/g 以下（粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの 0.80 g、第5法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式）

本品に塩酸（1→4）20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸（1→4）20mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) 鉄 Fe として 0.019%以下（粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの ~~0.054g~~54mg、第1法、比較液 鉄標準液 1.0mL）

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.03~~3 µg/g 以下（~~粉末とし、200℃で4時間乾燥したもの~~ 0.50 g（200℃、4時間乾燥、粉末）、第1法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B）

**定量法** 本品を粉末とし、200℃で4時間乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、水 100mL を加え、振り混ぜながら水浴中で加熱して溶かし、ろ過し、不溶物を水でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて正確に 200mL とする。この液 25mL を正確に量り、0.01mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 50mL を正確に加えて沸騰するまで加熱し、冷後、酢酸ナトリウム酢酸ナトリウム三水和物溶液（2→15）7 mL 及 ~~無水エタノール~~エタノール (99.5) 85mL を加え、過量の EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.01mol/L 酢酸亜鉛溶液で滴定する（指示薬 キシレノールオレンジ試液 3 滴）。終点は、液の黄色が赤色に変わるときとする。

0.01mol/L ~~EDTA~~-エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ = 2.582mg AlK (S  
O<sub>4</sub>)<sub>2</sub>

### 硫酸アンモニウム

Ammonium Sulfate

(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

分子量 132.14

Ammonium sulfate [7783-20-2]

**含量** 本品は、硫酸アンモニウム (~~(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>~~) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の塊である。

**確認試験** 本品は、アンモニウム塩の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0g, 水 20~~mL~~)

~~(2) 重金属 Pbとして20µg/g以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0mL)~~

(2) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として ~~4.0~~ 3µg/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**強熱残分** 0.25%以下

**定量法** 本品約3gを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に250~~mL~~とする。この液25~~mL~~を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (2→5) 10~~mL~~を加え、直ちに、あらかじめシブキ止めと冷却器を付け、0.1mol/L硫酸40~~mL~~を正確に量って入れた受器を接続した蒸留装置に連結し、加熱してアンモニアを硫酸中に留出させ、過量の硫酸を0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 メチルレッド試液3滴)。

0.1mol/L硫酸 1 ~~mL~~ = 13.21mg (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

### 硫酸カリウム (2013年5月15日告示)

Potassium Sulfate

K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

分子量 174.26

Potassium Sulfate [7778-80-5]

**含量** 本品は、硫酸カリウム (K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無～白色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品は、カリウム塩の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

pH 5.5～8.5 (1.0g, 水20mL)

**純度試験** ~~(1) 液性 pH5.5～8.5 (1.0g, 水20mL)~~

(2)(1) 鉛 Pbとして ~~2.0~~ 2µg/g以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 40mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

~~本品5.0gを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、塩酸(1→4)40mLを加えて溶かし、時計皿で覆い、5分間沸騰させ、冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)10mLを加え、~~



~~チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、この液を200mlの分液漏斗に移し、ビーカーを水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約100mlとする。これに、ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100)5mlを加えて5分間放置する。その後、酢酸ブチル10mlを加えて5分間振り混ぜた後、静置し、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液1mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液10mlを正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(3)(2) セレン Seとして30 $\mu$ g/g以下

本品0.20gを量り、ビーカーに入れ、塩酸試液(4mol/L)25mLを加えて振り混ぜた後、水25mLを加えて、試料液とする。別にセレン標準液3mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000mLとする。この液2mLを正確に量り、ビーカーに入れ、塩酸試液(2mol/L)50mLを加えて比較原液とする。ドラフト中で、試料液及び比較原液に、注意しながらアンモニア水5mLを加え、冷後、アンモニア水(1→2)を加えてpH1.8~2.2に調整した後、水を加えて60mLとする。これらをそれぞれ分液漏斗に移し、水10mLを用いてビーカーを洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。それぞれに塩化ヒドロキシルアンモニウム0.2gを加え、静かに振り混ぜて溶かす。次に2,3-ジアミノナフタレン試液5mLを加え、振り混ぜた後、100分間放置する。それぞれにシクロヘキサン5.0mLを加えて2分間よく振り混ぜる。シクロヘキサン層をとり、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、それぞれの上層を検液及び比較液とする。これらの液につき、別に塩酸試液(2mol/L)50mLを用いて試料液と同様に操作して得られた溶液を対照として波長378nm付近の極大吸収部における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

(4)(3) ヒ素  $As_2O_3$ として34.0 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

**定量法** 本品約0.5gを精密に量り、水200mLを加えて溶かし、更に塩酸1mLを加えて沸騰させる。この液に塩化バリウム二水和物溶液(3→25)8mLをかき混ぜながら少量ずつ加えた後、水浴上で1時間加熱する。冷後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水洗する。ろ紙及び残留物をあらかじめ強熱し質量を測定したるつぼに入れ、残留物をろ紙とともに乾燥した後、恒量になるまで500~600°Cで強熱し、その質量を精密に量り、次式により含量を求める。

残留物の質量(g)  $\times 0.7466$

硫酸カリウム( $K_2SO_4$ )の含量(%) =  $\frac{\text{残留物の質量(g)} \times 0.7466}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100$ (%)

### 硫酸カルシウム

Calcium Sulfate

$CaSO_4 \cdot 2H_2O$

分子量 172.17

Calcium sulfate dihydrate [7778-18-9]

**含量** 本品は、硫酸カルシウム( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ )98.0~105.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品1gに水100mLを加え、よく振り混ぜた後、ろ過した液は、カルシウム塩の反応及

び硫酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明

本品 0.20 g を量り、塩酸 (1→4) 10 mL を加え、加熱して溶かし、検液とする。

(2) 遊離アルカリ 本品 0.5 g を量り、水 100 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 10 mL を量り、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えるとき、液は、**紅赤色**を呈さない。

(3) 塩化物 Cl として 0.21% 以下

本品 0.20 g を量り、水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 5 mL を量り、試料液とする。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を用いる。

(4) 炭酸塩 本品 0.5 g を量り、塩酸 (1→4) 5 mL を加えるとき、泡立たない。

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 10 mL 及び塩酸 2 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後ろ過し、ろ液をアンモニア試液で中和した後、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、必要があればろ過し、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、酢酸 (1→20) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(6) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**強熱減量** 18.0~24.0%

**定量法** 本品約 1 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 40 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第 1 法により定量する。

0.05 mol/L ~~EDTA~~ エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 8.609 mg  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$

## 硫酸第一鉄

Ferrous Sulfate

$FeSO_4$

Iron(II) sulfate hydrate [13463-43-9]

**定義** 本品には結晶物 (7 水和物) 及び乾燥物 (1~1.5 水和物) があり、それぞれを硫酸第一鉄 (結晶) 及び硫酸第一鉄 (乾燥) と称する。

**含量** 結晶物は、硫酸第一鉄 (結晶) ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O = 278.02$  278.01) 98.0~104.0% を含み、乾燥物は、硫酸第一鉄 ( $FeSO_4 = 151.91$ ) 85.0% 以上を含む。

**性状** 結晶物は、帯白緑色の結晶又は結晶性の粉末で、乾燥物は、灰白色の粉末である。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→100) は、第一鉄塩鉄 (II) 塩 の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

pH 3.4 以上の酸性 (結晶物 1.0 g, 水 10 mL)

~~純度試験 (1) 液性 pH 3.4 以上の酸性 (結晶物 1.0 g, 水 10 mL)~~

~~(2) 重金属 結晶物 Pbとして40 $\mu$ g/g以下  
乾燥物 Pbとして60 $\mu$ g/g以下~~

~~結晶物 0.50g 又は乾燥物 0.33g を量り、磁製皿に入れ、王水 3ml を加えて溶かし、水浴中で蒸発乾固する。残留物に塩酸 (1→2) 5ml を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を塩酸 (1→2) 5ml ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル 40ml ずつで 2 回、次にジエチルエーテル 20ml で振り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水を加える。冷後、ほとんど無色となるまで塩酸 (1→2) を滴加し、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0ml を量り、磁製皿に入れ、王水 3ml を加え、以下検液の場合と同様に操作し、調製する。~~

(1) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

~~(3)(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03 $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

**定量法** 本品約 0.5g を精密に量り、あらかじめ硫酸 (1→25) 25~~mL~~mL 及び新たに煮沸し冷却した水 25~~mL~~mL を混和した液に溶かし、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

結晶物 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1~~mL~~mL = 27.80mg FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O

乾燥物 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1~~mL~~mL = 15.19mg FeSO<sub>4</sub>

## 硫酸銅

Cupric Sulfate

CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O

分子量 249.69

Copper(II)sulfate pentahydrate [7758-99-8]

**含量** 本品は、硫酸銅 (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) 98.5~104.5% を含む。

**性状** 本品は、青色の結晶若しくは粒又は濃青色の結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品は、第二銅塩銅 (II) 塩 の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 ほとんど澄明 (1.0g, 水 10mL)

~~「グルコン酸銅」の純度試験(1)を準用する。~~

(2) 遊離酸 本品 1.0g を量り、水 20~~mL~~mL を加えて溶かし、メチルオレンジ試液 2 滴を加えた液は、緑色を呈する。

(3) アルカリ金属及びアルカリ土類金属 0.30% 以下

本品 6.0g を量り、水 150~~mL~~mL を加えて溶かし、硫酸 3~~mL~~mL を加え、約 70°C に加温しながら飽和するまで硫化水素を通ずる。冷後、水を加えて 280~~mL~~mL とし、ろ過し、ろ液に水を加えて 300~~mL~~mL とする。この液 100~~mL~~mL を量り、ホットプレート上で蒸発乾固した後、450~550°C で恒量になるまで強熱し、残留物の質量を量る。

(4) 鉛 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (0.40g, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に硝酸(1→100)を加えて10mLとし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸(1

→100)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

~~「グルコン酸銅」の純度試験(2)を準用する。~~

(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として ~~4.03~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

本品 ~~0.50 g~~ を量り、に水 5 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、酢酸 2 ~~mL~~ mL 及びヨウ化カリウム 1.5 g を加え、5 分間放置した後、~~1~~ 2  $\text{mL}$  ~~のアスコルビン酸 L (+) -アスコルビン酸~~ 0.2 g を加えて溶かし、検液とする。~~装置Bを用いる。~~

**定量法** 本品約 0.7 g を精密に量り、以下「グルコン酸銅」の定量法を準用する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 24.97mg  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

## 硫酸ナトリウム

Sodium Sulfate

分子量 10 水和物 ~~322.20~~ 322.19

$\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=10$  又は 0)

無水物 142.04

Sodium sulfate decahydrate [7727-73-3]

Sodium sulfate [7757-82-6]

**定義** 本品には結晶物 (10 水和物) 及び無水物があり、それぞれを硫酸ナトリウム (結晶) 及び硫酸ナトリウム (無水) と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは、硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 結晶物は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の粉末である。

**確認試験** 本品は、ナトリウム塩の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

**純度試験** 結晶物は、乾燥した後、試験を行う。

(1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~ mL)

(2) 塩化物 Cl として 0.11%以下 (0.10 g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.30 ~~mL~~ mL)

~~(3) 重金属 Pb として  $10\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として ~~4.03~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 結晶物 51.0~57.0% (105°C, 4 時間)

無水物 5.0%以下 (105°C, 4 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 200 ~~mL~~ mL を加えて溶かし、更に塩酸 1 ~~mL~~ mL を加えて煮沸し、~~塩化バリウム~~ 塩化バリウム二水和物 溶液 (1→6) 30 ~~mL~~ mL を徐々に加える。この液を水浴中で 1 時間加熱し、冷後、定量分析用ろ紙 (5 種C) を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、残留物をろ紙と共に乾燥した後、恒量となるまで強熱し、硫酸バリウム ( $\text{BaSO}_4$ ) として質量を精密に量る。

$\text{BaSO}_4$  の量 (g)  $\times 0.6086$

硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) の含量 (%) =  $\frac{\text{BaSO}_4 \text{ の量 (g)} \times 0.6086}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$  ~~(%)~~

試料の採取量 (g)

## 硫酸マグネシウム

Magnesium Sulfate

分子量 7水和物 ~~246.48~~ 246.47

$\text{MgSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=7$ 又は $3$ )

3水和物 174.41

Magnesium sulfate heptahydrate [10034-99-8]

Magnesium sulfate trihydrate

**定義** 本品には結晶物（7水和物）及び乾燥物（3水和物）があり、それぞれを硫酸マグネシウム（結晶）及び硫酸マグネシウム（乾燥）と称する。

**含量** 本品を強熱したものは、硫酸マグネシウム ( $\text{MgSO}_4=120.37$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 結晶物は、無色の柱状又は針状の結晶で、塩味及び苦味があり、乾燥物は、白色の粉末で、塩味及び苦味がある。

**確認試験** 本品は、マグネシウム塩の反応及び硫酸塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 結晶物 無色、ほとんど澄明 (1.0 g, 水 ~~10mL~~ 10mL)

乾燥物 無色、わずかに微濁 (1.0 g, 水 ~~10mL~~ 10mL)

(2) 塩化物 Clとして0.014%以下 (1.0 g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.40 ~~mL~~ mL)

~~(3) 重金属 Pbとして10µg/g以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~

(3) 鉛 Pbとして2µg/g以下 (2.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として ~~4.0~~ 3 µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**強熱減量** 結晶物 40.0~52.0% (100°C, 2時間, 次に300~400°C, 4時間)

乾燥物 25.0~35.0% (300~400°C, 4時間)

**定量法** 本品を強熱し、その約0.6gを精密に量り、塩酸 (1→4) ~~2 mL~~ 2 mL及び水を加えて溶かし、正確に100 ~~mL~~ mLとする。この液25 ~~mL~~ mLを正確に量り、水50 ~~mL~~ mL, ~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 ~~mL~~ mLを加え、0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液5滴)。終点は、液の赤紫色が青色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 6.018mg  $\text{MgSO}_4$

## 流動パラフィン

Liquid Paraffin

ミネラルオイルホワイト

**定義** 本品は、石油から得た炭化水素類の混合物である。

**性状** 本品は、無色のほとんど蛍光を発しない澄明で、粘稠な液体で、におい及び味がない。

**確認試験** 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**純度試験** (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品10 ~~mL~~ mLを量り、熱湯約10 ~~mL~~ mL及びフェノールフタ

レイン試液 1 滴を加え、激しく振り混ぜるとき、液は、**紅赤色**を呈さない。更にこの液に 0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 0.20 ~~mL~~ を加えて振り混ぜるとき、液は**紅赤色**を呈する。

(2) **鉛 Pb**として 1  $\mu\text{g/g}$  以下 (4.0 g, 第 2 法, 比較液 **鉛標準液 4.0mL**, フレーム方式)

~~(2)(3)~~ **ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**として ~~4.0~~ **3**  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, **標準色** **ヒ素標準液 3.0mL**, 装置 B)

~~(3)(4)~~ **硫黄化合物** 本品 4.0 ~~mL~~ を量り, ~~無水エタノール~~ **エタノール (99.5)** 2 ~~mL~~ を加え, 水酸化ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  5) に ~~一酸化鉛~~ **酸化鉛 (II)** を飽和した澄明な液 2 滴を加え, しばしば振り混ぜて, 70°C で 10 分間加熱した後, 放冷するとき, 液は, 暗褐色を呈さない。

~~(4)(5)~~ **多環芳香族炭化水素** 本品 25 ~~mL~~ を 25 ~~mL~~ のメスシリンダーにとり, 100 ~~mL~~ の分液漏斗に移す。次に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 25 ~~mL~~ を同じメスシリンダーにとり, 分液漏斗に移し, よく振り混ぜる。これに紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 5 ~~mL~~ を加え, 2 分間激しく振り混ぜた後, 15 分間静置する。下層を 50 ~~mL~~ の分液漏斗に移し, 紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 2 ~~mL~~ を加え, 2 分間激しく振り混ぜた後, 2 分間静置する。下層を 10 ~~mL~~ の栓付遠心管に移し, 毎分 2,500  $\sim$  3,000 回転で約 10 分間遠心分離し, この上澄液を密栓付セルに入れる。 ~~を,~~ **検液とする。** 別に, 紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン 25 ~~mL~~ に紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 5 ~~mL~~ を加え, 以下検液の **場合調製** と同様に操作して **調製した液** を **対照液** として直ちに波長 260  $\sim$  350nm における吸光度を測定するとき, その値は, 0.10 を超えない。

~~(5)(6)~~ **硫酸呈色物** 本品 5 ~~mL~~ を量り, ネスラー管に入れ, ~~94.5  $\sim$  94.9%~~ **硫酸硫酸呈色物用硫酸 (94.5  $\sim$  94.9%)** 5 ~~mL~~ を加え, 水浴中で 2 分間加熱した後, 直ちに 5 秒間激しく上下に振り混ぜる。更にこの操作を 4 回繰り返すとき, 流動パラフィン層の色は変わらない。また硫酸層の色は, ~~塩化第二鉄~~ **塩化鉄 (III)** 比色標準原液 3.0 ~~mL~~, ~~塩化第一コバルト~~ **塩化コバルト (II)** 比色標準原液 1.5 ~~mL~~ 及び硫酸銅 **(II)** 比色標準原液 0.5 ~~mL~~ をネスラー管中で混合した液の色より濃くない。

### DL-リンゴ酸

DL-Malic Acid

*d* l-リンゴ酸



$\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$

分子量 134.09

(2*RS*)-2-Hydroxybutanedioic acid [6915-15-7]

**含量** 本品は, DL-リンゴ酸 ( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$ ) 99.0%以上を含む。

**性状** 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においがなく又はわずかに特異なにおいがあり, 特異な酸味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  20) 1 ~~mL~~ を磁製皿に入れ, アンモニア試液で中和した後, スルファニル酸 ~~0.010g~~ **10mg** を加え, 水浴上で数分間加熱する。この液に亜硝酸ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  5) 5 ~~mL~~ を加え, わずかに加熱した後, 水酸化ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  25) でアルカリ性とする。

るとき、液は、赤色を呈する。

- (2) 本品の水溶液 (1→20) 1 mL を試験管に入れ、~~レゾルシン~~レゾルシノール 2～3 mg 及び硫酸 1 mL を加えて振り混ぜ、120～130℃で5分間加熱し、冷後、水を加えて5 mL とする。この液に冷却しながら水酸化ナトリウム溶液 (3→10) を滴加してアルカリ性とし、更に水を加えて10 mL とするとき、液は、紫外線下で淡青色の蛍光を発する。

**融点** 127～132℃

**純度試験** (1) ~~融点 127～132℃~~

~~(2)~~ (1) 溶状 澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

~~(3)~~ (2) 塩化物 Cl として 0.004% 以下 (1.0 g, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL)

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 40 ml を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加する。この液に酢酸 (1→20) 2 ml を加え、水を加えて 50 ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 ml を量り、酢酸 (1→20) 2 ml 及び水を加えて 50 ml とする。~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(5)~~ (4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

~~(6)~~ (5) 易酸化物 本品 0.10 g を量り、水 25 mL 及び硫酸 (1→20) 25 mL を加えて溶かし、これを 20℃に保ち、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1.0 mL を加えるとき、液の紅赤色は3分以内に消えない。

**強熱残分** 0.05% 以下 (5 g)

**定量法** 本品約 1.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 2 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 6.704 mg C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>

### DL-リンゴ酸ナトリウム

Sodium DL-Malate

d l-リンゴ酸ナトリウム



n = 3 1/2

分子量 3水和物 232.10  
1/2水和物 187.06

C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>5</sub> · nH<sub>2</sub>O (n = 3 又は 1/2)

Disodium(2*RS*)-2-hydroxybutanedioate trihydrate

Disodium(2*RS*)-2-hydroxybutanedioate hemihydrate

[676-46-0, 無水物]

**定義** 本品には 3 水和物及び 1/2 水和物がある。

**含 量** 本品を乾燥したものは、DL-リンゴ酸ナトリウム ( $C_4H_4Na_2O_5=178.05$ ) 98.0～102.0%を含む。

**性 状** 本品は、白色の結晶性の粉末又は塊で、においがなく、塩味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液(1→20) 1 ~~mL~~mLを磁製皿に入れ、スルファニル酸 ~~0.010g~~10mgを加え、以下「DL-リンゴ酸」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「DL-リンゴ酸」の確認試験(2)を準用する。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 10 ~~mL~~mL)

(2) 遊離アルカリ  $Na_2CO_3$ として0.2%以下

本品1.0 gを量り、新たに煮沸し冷却した水 20 ~~mL~~mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴を加えるとき、~~紅赤~~紅赤色を呈しても、その色は、0.05mol/L硫酸0.40 ~~mL~~mLを加えるとき消える。

(3) 塩化物 Clとして0.011%以下 (1.0 g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30 ~~mL~~mL)

~~(4) 重金属 Pbとして20 $\mu$ g/g以下~~

~~本品1.0 gを量り、水30mLを加えて溶かし、塩酸(1→100)で中和した後、酢酸(1→20) 2mLを加え、水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20) 2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(4) 鉛 Pbとして2 $\mu$ g/g以下 (2.0 g, 第3法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

(5) ヒ素  $As_2O_3$ として ~~4.0~~3 $\mu$ g/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

(6) 易酸化物 本品0.10 gを量り、水 25 ~~mL~~mL及び硫酸(1→20) 25 ~~mL~~mLを加えて溶かし、これを20℃に保ち、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液1.0 ~~mL~~mLを加えるとき、液の~~紅赤~~紅赤色は3分以内に消えない。

**乾燥減量** 3水和物 20.5～23.5% (~~130℃, 4時間~~120℃, 1時間の後, 160℃, 2時間)

1/2水和物 7.0%以下 (~~130℃, 4時間~~120℃, 1時間の後, 160℃, 2時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.15 gを精密に量り、非水滴定用酢酸30 ~~mL~~mLを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸液で滴定する。終点の確認は、通例、電位差計を用いる。指示薬(クリスタルバイオレット・酢酸試液1 ~~mL~~mL)を用いる場合は、液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸液1 ~~mL~~mL=8.903mg  $C_4H_4Na_2O_5$

## リン酸

Phosphoric Acid

$H_3PO_4$

分子量 98.00

Phosphoric acid [7664-38-2]

**含 量** 本品は、リン酸 ( $H_3PO_4$ ) 75.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無色澄明なシロップ状の液体で、においが無い。

**確認試験** 本品の水溶液(1→20)にフェノールフタレイン試液2～3滴を加え、水酸化ナトリウム溶液(1→25)で中和した液は、リン酸塩の反応を呈する。

比 重  $d_{20}^{20}=1.579$  以上



純度試験 (1) ~~比重 1.579 以上~~

~~(2)~~ (1) 溶状 無色，ほとんど澄明 (4.0 ~~mL~~ mL，エタノール (95) 16 ~~mL~~ mL)

~~(3)~~ (2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.14% 以下

本品 0.20 g を量り，水を加えて 50 ~~mL~~ mL とし，検液とする。比較液は，0.005 mol/L 硫酸 0.60 ~~mL~~ mL に塩酸 (1 → 4) 1 ~~mL~~ mL 及び水を加えて 50 ~~mL~~ mL とする。

~~(4) 重金属 Pb として 10  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下~~

~~本品 2.0 g を量り，水 10 mL を加えて振り混ぜ，フェノールフタレイン試液 2 滴を加え，液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加した後，酢酸 8 mL 及び水を加えて 40 mL とする。これに硫化水素試液 10 mL を加えて 5 分間放置するとき，その液の色は，鉛標準液 2.0 mL を量り，酢酸 (1 → 20) 2 mL 及び水を加えて 40 mL とし，硫化水素試液 10 mL を加えて 5 分間放置した液の色より濃くない。~~

(3) 鉛 Pb として  $4 \mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.0 g，第 5 法，比較液 鉛標準液 4.0 mL，フレイム方式)

本品に塩酸 (1 → 4) 20 mL を加え，時計皿等で覆い，時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ，上澄液をろ過し，不溶物を除き，ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い，洗液をろ液に合わせて冷後，試料液とする。

~~(5)~~ (4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g，第 1 法，標準色 ヒ素標準液 3.0 mL，装置 B)

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り，水 25 ~~mL~~ mL を加えて溶かし，約 15°C に保ち，1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 チモールフタレイン試液 5 滴)。終点は，液の色が淡青色になるときとする。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~ mL = 49.00 mg  $\text{H}_3\text{PO}_4$

### リン酸架橋デンプン

Distarch Phosphate

[55963-33-2]

定義 本品は，デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化して得られたものである。

性状 本品は，白～類白色の粉末，薄片又は顆粒で，においが無い。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験 (2) を準用する。

純度試験 (1) リン P として 0.5% 以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験 (3) を準用する。

(2) 鉛 Pb として ~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (~~5.0~~ 2.0 g，第 1 法，比較液 鉛標準液 4.0 mL，フレイム方式)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g，第 3 法，標準色 ヒ素標準液 3.0 mL，装置 B)

(4) 二酸化硫黄  $50 \mu\text{g}/\text{g}$  以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験 (5) を準用する。

乾燥減量 21.0% 以下 (~~120°C~~，~~13.3 kPa~~ 以下，120°C，4 時間)

### リン酸化デンプン

## Monostarch Phosphate

[63100-01-6]

**定 義** 本品は、デンプンをオルトリン酸、そのカリウム塩若しくはナトリウム塩又はトリポリリン酸ナトリウムでエステル化して得られたものである。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) リン Pとして0.5%以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) 二酸化硫黄  $50\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (~~120°C,~~ 13.3kPa 以下, 120°C, 4時間)

## リン酸三カリウム

Tripotassium Phosphate

第三リン酸カリウム

分子量 3水和物 266.31

無水物 212.27

$\text{K}_3\text{PO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n=3, 1\frac{1}{2}, 1$  又は 0)

Tripotassium phosphate trihydrate

Tripotassium phosphate sesquihydrate

Tripotassium phosphate monohydrate

Tripotassium phosphate [7778-53-2]

**含 量** 本品を強熱したものは、リン酸三カリウム ( $\text{K}_3\text{PO}_4$ ) 97.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、無～白色の結晶若しくは塊又は白色の粉末である。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→20) は、カリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 11.5~12.5 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色, わずかに微濁 (1.0 g, 水 ~~20~~ 1 mL)

~~(2) 液性 pH11.5~12.5 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)~~ (2) 塩化物 Clとして0.011%以下 (1.0 g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.30 ~~1~~ 1 mL)

~~(4)~~ (3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.40 ~~1~~ 1 mL)

~~(5) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下~~

~~本品 1.0 g を量り, 水 30mL を加えて溶かし, 酢酸 (1→20) で中和し, 更に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0mL を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pbとして4 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 時々かくはんしながら穏やかに 15 分間

沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(6)~~(5) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**強熱減量** 23.0%以下 (120°C, 2 時間, 次に 300~400°C, 1 時間)

**定量法** 本品を強熱し、その約 2 g を精密に量り、水 ~~50 mL~~ を加えて溶かし、約 15°C に保ち、1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 3~4 滴)。

1 mol/L 塩酸 ~~1 mL~~ = 106.1 mg  $K_3PO_4$

### リン酸三カルシウム

Tricalcium Phosphate

第三リン酸カルシウム

**定義** 本品は、ほぼ  $10CaO \cdot 3P_2O_5 \cdot H_2O$  の組成を持つリン酸カルシウムである。

**含量** 本品を乾燥したものは、リン酸三カルシウム ~~( $Ca_3(PO_4)_2 = 310.18$ )~~ として 98.0~103.0% を含む。

**性状** 本品は、白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品を硝酸銀溶液 (1→50) で湿らせるとき、黄色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に酢酸 (1→4) ~~5 mL~~ を加えて煮沸し、冷後ろ過し、ろ液に ~~シュウ酸アンモニウム~~ シュウ酸アンモニウム一水和物 溶液 (1→30) ~~5 mL~~ を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 溶状 微濁

本品 2.0 g を量り、水 ~~15 mL~~ 及び塩酸 ~~5.0 mL~~ を加え、水浴中で 5 分間加熱して溶かし、検液とする。

(2) 炭酸塩 本品 2.0 g を量り、水 ~~5 mL~~ を加えて煮沸し、冷後、塩酸 ~~2 mL~~ を加えるとき、泡立たないか、泡立ってもわずかに泡立つ程度を超えない。

~~(3) 重金属 Pb として  $20\mu\text{g}/\text{g}$  以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 5 mL 及び塩酸 (1→4) 7 mL を加えて加熱して溶かす。冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の塩酸 (1→4) を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として  $4\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素  $As_2O_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に 塩酸 (1→4) ~~5 mL~~ を加えて溶かし、検液とする。 装置 B を用いる。

乾燥減量 10.0%以下 (200°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、塩酸(1→4) 10mLを加えて溶かし、更に水を加えて正確に200mLとし、検液とし、カルシウム塩定量法の第2法により定量する。

0.02mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL = 2.068mg Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>

### リン酸三マグネシウム

Trimagnesium Phosphate

第三リン酸マグネシウム

分子量 8水和物 406.98

4水和物 334.92

Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · nH<sub>2</sub>O (n = 8, 5又は4)

Trimagnesium phosphate octahydrate [13446-23-6]

Trimagnesium phosphate pentahydrate

Trimagnesium phosphate tetrahydrate [13465-22-0]

定義 本品には結晶物(8水和物, 5水和物及び4水和物)がある。

含量 本品を強熱したものは、リン酸三マグネシウム・無水物(Mg<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> = 262.86) 98.0 ~ 101.5%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.2gを希硝酸10%硝酸試液10mLに溶かした液は、モリブデン酸アンモニウム試液を滴下滴加するとき黄色の沈殿を生じ、アンモニア試液を加えるとき、黄色の沈殿は溶け、白色の沈殿が生成する。

(2) 本品0.1gを希酢酸酢酸試液(1mol/L)0.7mLと水20mLを加えて溶かし、塩化鉄(III)試液1mLを加えて5分間放置後ろ過する。ろ液は、マグネシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 混濁

本品2.0gを量り、水16mL及び希塩酸10%塩酸試液4.0mLを加え、水浴上で5分間加熱して溶かし、検液とする。

~~(2) 重金属 Pbとして30µg/g以下~~

~~本品1.33gを量り、水20mLに分散させ、希塩酸を加えてpH3~4に調整して溶かす。この液をろ過後、水を加えて正確に40mLとする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、ろ液10mLを正確に加え、水を加えて正確に40mLとする。残りのろ液30mLに水を加えて正確に40mLとし、検液とする。~~

(2) 鉛 Pbとして4µg/g以下(1.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.03µg/g以下(0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~本品0.50gを量り、に希塩酸10%塩酸試液5mLを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。~~

(4) フッ化物 Fとして5.0µg/g以下

本品1.0gを量り、ビーカーに入れ、塩酸(1→10)10mLを加えて溶かす。この液を加熱し、

1 分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物溶液 (1→4) 15mL、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液 (1→40) 10mL を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2→5) で pH5.4~5.6 に調整し、100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ 110°C で 2 時間乾燥したフッ化ナトリウム 2.210 g を量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水 200mL を加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて 1,000mL とし、ポリエチレン製容器に移して比較原液とする。比較原液 5 mL を正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて 1,000mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物溶液 (1→4) 15mL 及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液 (1→40) 10mL を加えて混合する。塩酸 (1→10) 又は水酸化ナトリウム溶液 (2→5) で pH5.4~5.6 に調整する。この液を 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて 100mL とする。この液 50mL をポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

**強熱減量** 4 水和物 15%~23% (1.0 g, 425°C, 3 時間)

5 水和物 20%~27% (1.0 g, 425°C, 3 時間)

8 水和物 30%~37% (1.0 g, 425°C, 3 時間)

**定量法** 本品を強熱し、その約 0.3 g を精密に量り、水 50mL 及び塩酸 (2→3) 5 mL を加えて溶かし、更に 0.1 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 40mL を加えて、50°C の水浴中で 30 分間加熱する。冷後、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7)—アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 約 10mL を加え、0.1 mol/L 酢酸亜鉛溶液で滴定する (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 5 滴)。終点は、液の青色が青紫色と変わるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 8.762 mg  $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2$

### リン酸水素二アンモニウム

Diammonium Hydrogen Phosphate

リン酸二アンモニウム

$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$

分子量 132.06

Diammonium hydrogenphosphate [7783-28-0]

**含量** 本品は、リン酸水素二アンモニウム ( $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ) 96.0~102.0% を含む。

**性状** 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においがなく又はアンモニアのにおいがある。

**確認試験** 本品は、アンモニウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 7.6~8.4 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH7.6~8.4 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)(2) 塩化物 Cl として 0.035%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50~~mL~~mL)~~

~~(4)(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.038%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40~~mL~~mL)~~

~~(5) 重金属 Pbとして 20~~µg~~µg/g以下~~

~~本品 1.0 g を量り, 水約 25mL を加えて溶かし, 酢酸 (1→20) で中和し, 更に酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0mL を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pbとして 4~~µg~~µg/g以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ, 上澄液をろ過し, 不溶物を除き, ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い, 洗液をろ液に合わせて冷後, 試料液とする。

~~(6)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0~~3~~3µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)~~

定量法 本品約 2 g を精密に量り, 水 50~~mL~~mL を加えて溶かし, 約 15°C に保ち, 1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 3~4 滴)。

1 mol/L 塩酸 1 ~~mL~~mL = 132.1mg (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>

### リン酸二水素アンモニウム

Ammonium Dihydrogen Phosphate

リン酸一アンモニウム

NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>

分子量 115.03

Ammonium dihydrogenphosphate [7722-76-1]

含量 本品は, リン酸二水素アンモニウム (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) 96.0~102.0% を含む。

性状 本品は, 無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品は, アンモニウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 4.1~5.0 (1.0 g, 水 100mL)

純度試験 (1) 溶状 無色, ほとんど澄明 (1.0 g, 水 20~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH4.1~5.0 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)(2) 塩化物 Cl として 0.035%以下 (0.50 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.50~~mL~~mL)~~

~~(4)(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として 0.038%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40~~mL~~mL)~~

~~(5) 重金属 Pbとして 20~~µg~~µg/g以下~~

~~本品 1.0 g を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水 30mL を加えて溶かし, 更に水を加えて 50mL とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0mL を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pbとして 4~~µg~~µg/g以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ, 上澄液をろ過し, 不溶物を除き, ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い, 洗液をろ液に合わせて冷後, 試料液とする。

~~(6)(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0~~3~~3µg/g以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装~~

置B)

**定量法** 本品約3gを精密に量り、水30~~mL~~を加えて溶かし、塩化ナトリウム5gを加えてよく振り混ぜ、約15°Cに保ち、1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 フェノールフタレイン試液2滴)。

1mol/L水酸化ナトリウム溶液1~~mL~~=115.0mg  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$

**リン酸水素二カリウム**  
Dipotassium Hydrogen Phosphate  
リン酸二カリウム

$\text{K}_2\text{HPO}_4$

分子量 174.18

Dipotassium hydrogenphosphate [7758-11-4]

**含量** 本品を乾燥したものは、リン酸水素二カリウム( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶、粉末又は塊である。

**確認試験** 本品の水溶液(1→20)は、カリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 8.7~9.3 (1.0g, 水100mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、わずかに微濁(1.0g, 水20~~mL~~)

~~(2) 液性 pH8.7~9.3 (1.0g, 水100mL)~~

~~(3)(2) 塩化物 Clとして0.011%以下(1.0g, 比較液 0.01mol/L塩酸0.30~~mL~~)~~

~~(4)(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.019%以下(1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸0.40~~mL~~)~~

~~(5) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品1.0gを量り、水30mLを加えて溶かし、酢酸(1→20)で中和し、更に酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(4) 鉛 Pbとして4 $\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(6)(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.03 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)~~

**乾燥減量** 5.0%以下(105°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約3gを精密に量り、水50~~mL~~を加えて溶かし、約15°Cに保ち、1mol/L塩酸で滴定する(指示薬 メチルオレンジ・インジゴカルミン試液2~3滴)。

1mol/L塩酸1~~mL~~=174.2mg  $\text{K}_2\text{HPO}_4$

**リン酸二水素カリウム**  
Potassium Dihydrogen Phosphate  
リン酸一カリウム

$\text{KH}_2\text{PO}_4$

分子量 136.09

Potassium dihydrogenphosphate [7778-77-0]

**含量** 本品を乾燥したものは、リン酸二水素カリウム ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) 98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→20) は、カリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 4.4~4.9 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** (1) 溶状 無色、わずかに微濁 (1.0 g, 水 20~~mL~~mL)

~~(2) 液性 pH4.4~4.9 (1.0 g, 水 100mL)~~

(3)(2) 塩化物 Cl として 0.011%以下 (1.0 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30~~mL~~mL)

(4)(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.019%以下 (1.0 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.40~~mL~~mL)

~~(5) 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水約 30mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0mL を量り、酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 4 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(6)(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0~~3~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**乾燥減量** 0.5%以下 (105°C, 4時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 3 g を精密に量り、水 30~~mL~~mL を加えて溶かし、塩化ナトリウム 5 g を加えてよく振り混ぜて溶かし、約 15°C に保ち、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 チモールブルー試液 3~4 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ~~mL~~mL = 136.1mg  $\text{KH}_2\text{PO}_4$

### リン酸一水素カルシウム

Calcium Monohydrogen Phosphate

第二リン酸カルシウム

分子量 2水和物 172.09

$\text{CaHPO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n = 2, 1 \frac{1}{2}, 1, \frac{1}{2}$  又は 0)

無水物 136.06

Calcium hydrogenphosphate dihydrate [7789-77-7]

Calcium hydrogenphosphate sesquihydrate

Calcium hydrogenphosphate monohydrate

Calcium hydrogenphosphate hemihydrate

Calcium hydrogenphosphate [7757-93-9]

**含量** 本品を乾燥したものは、リン酸一水素カルシウム ( $\text{CaHPO}_4$ ) 98.0~103.0%を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶又は粉末である。

**確認試験** (1) 本品を硝酸銀溶液 (1→50) で湿らせるとき、黄色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に酢酸 (1→4) 5 ~~mL~~mL を加えて煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液に~~シュウ酸アンモニ~~



ウムシユウ酸アンモニウム一水和物溶液（1→30）5 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 溶状 わずかに微濁

本品 2.0 g を量り、水 16 mL 及び塩酸 4.0 mL を加え、水浴中で5分間加熱して溶かし、検液とする。

(2) 炭酸塩 本品 2.0 g を量り、水 5 mL を加え、煮沸し、冷後、塩酸 2 mL を加えるとき、泡立たない。

~~(3) 重金属 Pb として 20  $\mu\text{g/g}$  以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 5 mL 及び塩酸 (1→4) 5 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の塩酸 (1→4) を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用紙 (5種C) でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(3) 鉛 Pb として 4  $\mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として ~~4.0~~ 3  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 ~~0.50 g を量り、~~ に 塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。 ~~装置 B を用いる。~~

**乾燥減量** 22.0%以下 (200°C, 3時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 12 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 200 mL とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第2法により定量する。

0.02 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 mL = 2.721 mg CaH P O<sub>4</sub>

### リン酸二水素カルシウム

Calcium Dihydrogen Phosphate

第一リン酸カルシウム

分子量 1 水和物 252.07

無水物 234.05

$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n = 1$  又は  $0$ )

Calcium bis(dihydrogenphosphate) monohydrate ~~[-7758-23-8]~~ [10031-30-8]

Calcium bis(dihydrogenphosphate) [7758-23-8]

**含量** 本品を乾燥したものは、リン酸二水素カルシウム ( $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ ) 95.0~105.0% を含む。

**性状** 本品は、無~白色の結晶又は白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品を硝酸銀溶液 (1→50) で湿らせるとき、黄色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、~~シユウ酸アンモニウム~~ シユウ酸アンモ

ニウム一水和物溶液（1→30）5 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁

本品 2.0 g を量り、水 18 mL 及び塩酸 2.0 mL を加え、水浴中で5分間加熱して溶かし、検液とする。

(2) 遊離酸及び第二塩リン酸一水素塩 本品 1.0 g を量り、水 3 mL を加えてすり混ぜ、これに水 100 mL を加えて振り混ぜ5分間かくはんして分散させ、メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は、淡黄赤色を呈する。更にこの液に 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1.0 mL を加えるとき、液の色は、淡黄色に変わる。

(3) 炭酸塩 本品 2.0 g を量り、水 5 mL を加えて煮沸し、冷後、塩酸 2 mL を加えるとき、泡立たない。

~~(4) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り、水 5 mL 及び塩酸 (1→4) 5 mL を加えて加熱して溶かす。冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の塩酸 (1→4) を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用紙 (5 種 C) でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2.0 mL を量り、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 (pH3.5) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 4 µg/g 以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30 mL を加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) の量を 50 mL に変更し、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

本品 0.50 g を量り、塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 17.0% 以下 (180°C, 3 時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 6 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 200 mL とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第2法により定量する。

0.02 mol/L EDTA-エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 4.681 mg Ca (H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>

### リン酸水素二ナトリウム

Disodium Hydrogen Phosphate

リン酸二ナトリウム

分子量 12 水和物 358.14

無水物 141.96

Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> · nH<sub>2</sub>O (n=12, 10, 8, 7, 5, 2 又は 0)

Disodium hydrogenphosphate dodecahydrate [10039-32-4]

Disodium hydrogenphosphate decahydrate

Disodium hydrogenphosphate octahexahydrate

書式  
し線

Disodium hydrogenphosphate heptahydrate [7782-85-6]

Disodium hydrogenphosphate pentahydrate

Disodium hydrogenphosphate dihydrate [10028-24-7]

Disodium hydrogenphosphate [7558-79-4]

**定 義** 本品には結晶物（12, 10, 8, 7, 5又は2水和物）及び無水物があり、それぞれをリン酸水素二ナトリウム（結晶）及びリン酸水素二ナトリウム（無水）と称する。

**含 量** 本品を乾燥したものは、リン酸水素二ナトリウム（ $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ）98.0%以上を含む。

**性 状** 結晶物は、無～白色の結晶又は結晶塊であり、無水物は、白色の粉末である。

**確認試験** 本品の水溶液（1→20）は、ナトリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 9.0～9.6 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** 結晶物は、乾燥した後、試験を行う。

(1) 溶状 無色、ほとんど澄明 (0.50 g, 水 ~~20~~1mL)

~~(2) 液性 pH9.0～9.6 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)(2)~~ 塩化物 Clとして0.21%以下 (0.10 g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.60~~m~~1mL)

~~(4)(3)~~ 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として0.038%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.40~~m~~1mL)

~~(5) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下~~

~~本品1.0gを量り、水30mLを加えて溶かし、酢酸(1→20)で中和し、更に酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2.0mLを量り、酢酸(1→20)2mL及び水を加えて50mLとする。~~

(4) 鉛 Pbとして4 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第5法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~(6)(5)~~ ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として~~4.0~~3 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第1法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

**乾燥減量** 結晶物 61.0%以下 (40°C, 3時間, 次に120°C, 4時間)

無水物 2.0%以下 (120°C, 4時間)

**定 量 法** 本品を乾燥し、その約3gを精密に量り、水50~~m~~1mLを加えて溶かし、約15°Cに保ち、1 mol/L塩酸で滴定する（指示薬 メチルオレンジ・インジゴカルミン試液2～3滴）。

1 mol/L塩酸 1 ~~m~~1mL = 142.0mg  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$

### リン酸二水素ナトリウム

Sodium Dihydrogen Phosphate

リン酸一ナトリウム

分子量 2水和物 156.01

$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  ( $n = 2$ 又は0)

無水物 119.98

Sodium dihydrogenphosphate dihydrate [13472-35-0]

Sodium dihydrogenphosphate [7558-80-7]

**定 義** 本品には結晶物（2水和物）及び無水物があり、それぞれをリン酸二水素ナトリウム（結

晶) 及びリン酸二水素ナトリウム (無水) と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは、リン酸二水素ナトリウム ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ) 98.0~103.0%を含む。

**性状** 結晶物は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末であり、無水物は、白色の粉末又は粒である。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→20) は、ナトリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 4.3~4.9 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** 結晶物は乾燥した後、試験を行う。

(1) 溶状 無色, わずかに微濁 (2.0 g, 水 20mL)

~~(2) 液性 pH4.3~4.9 (1.0 g, 水 100mL)~~

~~(3)(2) 塩化物 Cl として 0.11%以下 (0.20 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60mL)~~

~~(4)(3) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 0.048%以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50mL)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水 30mL を加えて溶かし, 更に水を加えて 50mL とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0mL を量り, 酢酸 (1→20) 2mL 及び水を加えて 50mL とする。~~

(4) 鉛 Pb として 4µg/g 以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ, 上澄液をろ過し, 不溶物を除き, ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い, 洗液をろ液に合わせて冷後, 試料液とする。

~~(6)(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**乾燥減量** 結晶物 22.0~24.0% (40°C, 16 時間, 次に 120°C, 4 時間)

無水物 2.0%以下 (120°C, 4 時間)

**定量法** 本品を乾燥し, その約 3 g を精密に量り, 水 30mL を加えて溶かし, 塩化ナトリウム 5 g を加え, よく振り混ぜて溶かし, 約 15°C に保ち, 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 チモールブルー試液 3~4 滴)。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1mL = 120.0mg  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$

### リン酸一水素マグネシウム (2012年11月告示)

Magnesium Monohydrogen Phosphate

$\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

Magnesium monohydrogen phosphate trihydrate [7782-75-4]

分子量 174.33

**含量** 本品を強熱したものは、リン酸マグネシウム ( $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) 96.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** (1) 本品 0.1 g に 希酢酸酢酸試液 (1 mol/L) 0.5mL 及び水 20mL を加え, 塩化鉄 (III) 試液 1mL を加えて 5 分間放置後ろ過する。ろ液は, マグネシウム塩の反応を呈する。

(2) 本品 0.2 g を 希硝酸 10% 硝酸試液 10mL に溶かした液は, モリブデン酸アンモニウム試液を滴加するとき黄色の沈殿を生じる。沈殿を分離し, これにアンモニア試液を加えるとき, 沈殿は溶ける。

**純度試験** (1) フッ化物 F として 25µg/g 以下

本品 0.20 g を 正確に 量り, ビーカーに入れ, 塩酸 (1→10) 10mL を加えて溶かす。この液を加

熱し、1分間沸騰させた後、ポリエチレン製のビーカーに移して直ちに氷冷する。これにクエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物溶液(1→4) 15mL及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→40) 10mLを加えて混合する。塩酸(1→10)又は水酸化ナトリウム溶液(2→5)でpH5.4～5.6に調整する。この液を100mLのメスフラスコに移し、水を加えて100mLとする。この液50mLをポリエチレン製のビーカーにとり、検液とする。電位を比較電極及び指示電極はフッ素イオン電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を接続した電位差計で電位を測定するとき、検液の電位は、比較液の電位以上である。

比較液は、次により調製する。

あらかじめ110℃で2時間乾燥したフッ化ナトリウム2.210gを量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、水200mLを加えてかき混ぜながら溶かす。この液をメスフラスコに入れ、水を加えて1,000mLとし、ポリエチレン製容器に入れて比較原液とする。使用時に、比較原液5mLを正確に量り、メスフラスコに入れ、水を加えて1000mLとする。この液1mLを正確に量り、ポリエチレン製のビーカーに入れ、クエン酸ナトリウムクエン酸三ナトリウム二水和物溶液(1→4) 15mL及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→40) 10mLを加えて混合する。塩酸(1→10)又は水酸化ナトリウム溶液(2→5)でpH5.4～5.6に調整する。この液を100mLのメスフラスコに移し、水を加えて100mLとする。この液50mLをポリエチレン製のビーカーにとり比較液とする。

(2) 鉛 Pb として 4.04µg/g 以下 (1.0g, 第5法, 比較液 鉛標準液4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸(1→4) 20mLを加え、時計皿等で覆い、時々かくはんしながら穏やかに15分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ、上澄液をろ過し、不溶物を除き、ろ紙上の残留物と容器を熱湯5mLで洗い、洗液をろ液に合わせて冷後、試料液とする。

~~本品2.5gを正確に量り、200mLのビーカーに入れる。塩酸(12→25) 40mLを加えて溶かし、時計皿で覆い、5分間沸騰させる。冷後、クエン酸水素三アンモニウム溶液(1→2) 10mLを加え、チモールブルー試液を指示薬として、アンモニア水で弱アルカリ性とする。冷後、沈殿がなるべくビーカー内に残るように注意しながら、上澄液を200mLの分液漏斗に移し、沈殿を水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、約100mLとする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100) 5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを加えて5分間振とうした後、静置する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、試料液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。~~

(3) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.03µg/g 以下 (0.50g, 標準色 ヒ素標準液3.0mL, 装置B)

~~本品0.50gを量り、に希塩酸10%塩酸試液5mLを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。~~

**強熱減量** 29～36% (800±25℃, 3時間)

**定量法** 本品を強熱し、その約0.5gを精密に量り、水50mL及び塩酸2mLを加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に100mLとする。この液50mLをビーカーに移し、水100mLを加え、55～60℃に加熱する。ビュレットを用いて0.1mol/L EDTAエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液15mLを加え、電磁式かくはん器機でかき混ぜながら水酸化ナトリウム試液(1mol/L)でpH10に調整する。~~アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7)~~ アンモニウム緩衝液(pH10.7) 10mLを加え、0.1mol/L EDTAエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液12滴)。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。

0.1mol/L EDTAエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム 溶液 1 ml = ~~22.26~~ 11.13 mg Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

### リン酸三ナトリウム

Trisodium Phosphate

第三リン酸ナトリウム

分子量 12 水和物 380.12

Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> · nH<sub>2</sub>O (n=12, 6 又は 0)

無水物 163.94

Trisodium phosphate dodecahydrate [10101-89-0]

Trisodium phosphate hexahydrate

Trisodium phosphate [7601-54-9]

**定義** 本品には結晶物 (12, 6 水和物) 及び無水物があり, それぞれをリン酸三ナトリウム (結晶) 及びリン酸三ナトリウム (無水) と称する。

**含量** 本品を乾燥したものは, リン酸三ナトリウム (Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) 97.0~103.0% を含む。

**性状** 結晶物は, 無~白色の結晶又は結晶性の粉末であり, 無水物は, 白色の粉末又は粒である。

**確認試験** 本品の水溶液 (1→20) は, ナトリウム塩の反応及びリン酸塩の反応を呈する。

pH 11.5~12.5 (1.0 g, 水 100mL)

**純度試験** 結晶物は, 乾燥した後, 試験を行う。

(1) 溶状 無色, わずかに微濁 (0.50 g, 水 20ml)

~~(2) 液性 pH11.5~12.5 (1.0 g, 水 100ml)~~

~~(3) (2) 塩化物 Cl として 0.071% 以下 (0.30 g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.60ml)~~

~~(4) (3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub> として 0.058% 以下 (0.50 g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.60ml)~~

~~(5) 重金属 Pb として 20µg/g 以下~~

~~本品 1.0 g を量り, 水 20ml を加えて溶かし, 酢酸 (1→20) で中和し, 更に酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし, 検液とする。比較液は, 鉛標準液 2.0ml を量り, 酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。~~

(4) 鉛 Pb として 4µg/g 以下 (1.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20mL を加え, 時計皿等で覆い, 時々かくはんしながら穏やかに 15 分間沸騰させる。この液を遠心分離して不溶物を沈降させ, 上澄液をろ過し, 不溶物を除き, ろ紙上の残留物と容器を熱湯 5 mL で洗い, 洗液をろ液に合わせて冷後, 試料液とする。

~~(6) (5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)~~

**乾燥減量** 結晶物 58.0% 以下 (120°C, 2 時間, 次に 200°C, 5 時間)

無水物 5.0% 以下 (200°C, 5 時間)

**定量法** 本品を乾燥し, その約 2 g を精密に量り, 水 50ml を加えて溶かし, 約 15°C に保ち, 1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 メチルオレンジ・キシレンシアノール F F 試液 3~4 滴)。

1 mol/L 塩酸 1 ml = 81.97mg Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>

リン酸モノエステル化リン酸架橋デンブ

## Phosphated Distarch Phosphate

**定 義** 本品は、デンプンをオルトリン酸、そのカリウム塩若しくはナトリウム塩又はトリポリリン酸ナトリウムでエステル化し、トリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化して得られたものである。

**性 状** 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

**確認試験** (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

**純度試験** (1) リン Pとして0.5%以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして~~2.0~~ 2  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (~~5.0~~ 2.0 g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として~~4.0~~ 3  $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(4) 二酸化硫黄  $50\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

**乾燥減量** 21.0%以下 (~~120°C~~, 120°C, 13.3kPa以下, 4時間)

## ルチン酵素分解物

### Enzymatically Decomposed Rutin

**定 義** 本品は、ルチン(抽出物)(アズキ (~~*Vigna angularis* Ohwi et H. Ohashi~~ *Vigna angularis* (Willd.) Ohwi & H. Ohashi) の全草, エンジュ (~~*Sophora japonica* Linné~~ *Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ若しくは花又はソバ (*Fagopyrum esculentum* Moench) の全草から得られた, ルチンを主成分とするものをいう。)を酵素処理した後, 精製して得られたものである。主成分はイソクエルシトリンである。

**含 量** 本品を乾燥したものは, イソクエルシトリン ( $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}=464.38$ ) 91.0~103.0%を含む。

**性 状** 本品は, 淡黄～黄色の粉末, 塊又はペースト状で, わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品 5mg をエタノール (95) ~~10~~ 1 mL に溶かした液は, 黄色を呈し, ~~塩化鉄(III)~~ 塩化鉄(III) 六水和物 溶液 (1→50) 1~2滴を加えるとき, 液は帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 5mg をエタノール (95) ~~5~~ 1 mL に溶かした液は, 黄色を呈し, 塩酸 ~~2~~ 1 mL 及び ~~マグネシウム末~~ マグネシウム粉末 0.05g 50mg を加えるとき, 液は徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 ~~0.01g~~ 10mg をエタノール (95) ~~500~~ 1 mL に溶かした液は, 波長 258nm 付近及び 362nm 付近に極大吸収部がある。

(4) 本品 1.0g をメタノール ~~20~~ 1 mL に溶かし, 必要があればろ過し, 検液とする。検液 ~~2~~ 1  $\mu\text{L}$  を量り, 定量用ルチン ~~の~~ メタノール 溶液 (1→20) ~~2~~ 1  $\mu\text{L}$  を対照液とし, 1-ブタノール/酢酸/水混液 (4:2:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い, 展開溶媒の先端が原線より約 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, 塩化鉄(III)・塩酸試液を噴霧し, 観察するとき, 定量用ルチンの主スポットよりも大きい Rf 値を示す褐色の主スポットを認める。ただし, 薄層板には, ~~担体として~~ 薄層クロマトグラフィー用シリカゲル を 担体とし, 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

**純度試験** (~~(1) 重金属 Pb として 20 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0mL)~~)

~~(2)~~(1) 鉛 ~~5.0~~2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 ~~1~~2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(3)~~(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として ~~4.0~~3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

**乾燥減量** 50.0% 以下 (135°C, 2 時間)

**定量法** 本品を乾燥し, その約 ~~0.05~~50 mg を精密に量り, メタノールに溶かして正確に 100 ~~mL~~ mL とする。必要があればろ過する。この液 4 ~~mL~~ mL を正確に量り, リン酸溶液 (1 → 1,000) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし, 検液とする。別に定量用ルチンを 135°C, 2 時間乾燥し, その約 ~~0.05~~50 mg を精密に量り, メタノールに溶かして正確に 100 ~~mL~~ mL とする。この液 4 ~~mL~~ mL を正確に量り, リン酸溶液 (1 → 1,000) を加えて正確に 100 ~~mL~~ mL とし, 標準液とする。検液及び標準液につき, 紫外可視吸光度測定法により, リン酸溶液 (1 → 1,000) を対照として, 波長 351 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定し, 次式により含量を求める。

$$\frac{\text{イソクエルシトリン (C}_{21}\text{H}_{20}\text{O}_{12}) \text{ の含量 (\%)} \times \text{定量用ルチンの採取量 (g)} \times 0.761}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 \text{ (\%)} =$$

レシチン

Lecithin

**定義** 本品は, 油糧種子又は動物原料から得られたもので, その主成分は, リン脂質である。

**性状** 本品は, 白～褐色の粉末若しくは粒, 淡黄～暗褐色の塊又は淡黄～暗褐色の粘稠な液状の物質で, わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 「酵素分解レシチン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 本品 0.5 g に塩酸 (1 → 2) 5 ~~mL~~ mL を加え, 水浴中で 2 時間加熱した後, ろ過し, 検液とする。

検液 10 ~~mL~~ mL につき, 塩化コリン溶液 (1 → 200) を対照液とし, 1-ブタノール/水/酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行う。展開溶媒が約 25 cm 上昇したとき展開をやめ, 風乾した後, ドラーゲンドルフ試液を噴霧して呈色させ, 自然光下で観察するとき, 対照液から得たスポットに対応する赤だいたい色のスポットを認める。ただし, ろ紙は, クロマトグラフィー用 2 号を使用する。

**純度試験** (1) 酸価 40 以下

本品約 2 g を精密に量り, 石油エーテル 50 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, 次にエタノール (95) 50 ~~mL~~ mL を加えて検液とする。油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) トルエン不溶物 0.30% 以下

本品約 10 g を精密に量り, トルエン 100 ~~mL~~ mL を加えて溶かす。不溶物をろつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) でろ過し, トルエン 25 ~~mL~~ mL を用いて数回洗い, ガラスろ過器と共に 105°C で 1 時間乾燥した後, デシケーター中で放冷し, その質量を精密に量る。

(3) アセトン可溶物 40% 以下

本品約 2 g を精密に量り, 50 ~~mL~~ mL 目盛付共栓遠心管に入れ, 石油エーテル 3 ~~mL~~ mL を加えて溶かし, アセトン 15 ~~mL~~ mL を加え, 以下「酵素分解レシチン」の純度試験(2)を準用する。



(4) 過酸化物价値 10 以下

本品約 5 g を精密に量り、250 mL 共栓三角フラスコに入れ、クロロホルム／酢酸混液（2 : 1）35 mL を加え、静かに振り混ぜて溶かす。以下「酵素分解レシチン」の純度試験(3)を準用する。

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(5) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)  
ただし、検液は第 2 法で示す硝酸（1→100）で正確に 5 mL としたものとする。

(6) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.03 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

乾燥減量 2.0% 以下 「酵素分解レシチン」の乾燥減量を準用する。

### レンネット

Rennet

キモシン

レンニン

定 義 本品は、反すう動物の第四胃、又は担子菌 (*Irpex lacteus*に限る。)、糸状菌 (*Cryphonectria parasitica*, *Mucor miehei*, *Mucor pusillus* Lindt, *Mucor* spp., *Rhizomucor miehei*, *Rhizomucor pusillus*に限る。)、酵母 (*Kluyveromyces lactis*に限る。)、若しくは細菌 (*Bacillus cereus*, *Escherichia coli*に限る。)の培養物より得られた、凝乳させる酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性 状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、レンネット活性試験法に適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)  
ただし、検液の調製において、残留物が硝酸（1→100）5 mL に溶けない場合は、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 3 µg/g 以下 (0.50 g, 第 5 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 50000 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第 3 法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第 3 法及び第 2 法により調製する。

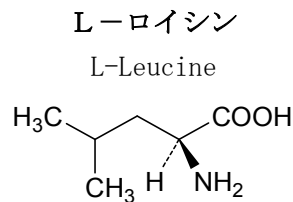
レンネット活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

本品 5.0 g を量り、酢酸緩衝液 (pH 5.5) を加えて溶解又は均一に分散し 100 mL としたもの、又は、これを更に酢酸緩衝液 (pH 5.5) を用いて 10 倍に希釈したものを試料液とする。

脱脂粉乳 110.0 g を量り、塩化カルシウム二水和物溶液 (1→2000) 100 mL を加えて均一に混和する。この液に塩化カルシウム二水和物溶液 (1→2000) 900 mL を加え、30 分間泡立たないようにかくはん後、30 分間暗所に放置したものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 25 mL を量り、透明なガラス容器に入れ、32°C で 15 分間加温した後、試料液 0.5 mL を加えて

泡立たないようにかき混ぜる。この液を更に32℃で加温したとき、ガラス容器の壁面の基質溶液の膜に凝乳の微粒片ができる。



$C_6H_{13}NO_2$  分子量 131.17

(2S)-2-Amino-4-methylpentanoic acid [61-90-5]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、L-ロイシン ( $C_6H_{13}NO_2$ ) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 5 mL にニンヒドリン溶液 (1→50) 1 mL を加え、水浴中で3分間加熱するとき、青紫色を呈する。

(2) 本品 0.3 g に水 10 mL を加え、加温して溶かし、これに塩酸 (1→4) 10 滴及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1→10) 2 mL を加えるとき、泡立って無色のガスを発生する。

比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +14.5 \sim +16.5^\circ$  (4 g, 塩酸試液 (6 mol/L), 100 mL, 乾燥物換算)

pH 5.5~6.5 (1.0 g, 水 100 mL)

純度試験 (1) ~~比旋光度  $[\alpha]_D^{20} = +14.5 \sim +16.5^\circ$~~

~~本品約 4 g を精密に量り、6 mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。~~

~~(2)(1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 50 mL)~~ 0.5 g, 塩酸試液 (1 mol/L) 10 mL

~~(3) 液性 pH 5.5~6.5 (1.0 g, 水 100 mL)~~

~~(4)(2) 塩化物 Cl として 0.1% 以下 (0.070 g)~~ 70 mg, 比較液 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL

~~(5) 重金属 Pb として 20 µg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 mL)~~

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

~~(6)(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 µg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0 mL, 装置 B)~~

乾燥減量 0.30% 以下 (105℃, 3 時間)

強熱残分 0.10% 以下

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、以下「L-アスパラギン」の定量法を準用する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 13.12 mg  $C_6H_{13}NO_2$

## E 製造基準

### 添加物一般

1. 添加物を製造し、又は加工する場合は、その製造又は加工に必要不可欠な場合以外には、酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、砂、ケイソウ土、二酸化ケイ素若しくは炭酸マグネシウム又はこれらに類似する不溶性の鉱物性物質を使用してはならない。
2. 別に規定するもののほか、添加物の製剤は、添加物（法第10条に基づき指定されたもの、天然香料、一般に食品として飲食に供されている物であって添加物として使用されるもの及び既存添加物名簿に記載されているものに限る）及び食品（いずれも法第11条第1項に基づき規格が定められているものにあつては、その規格に合うもの、及び水にあつては食品製造用水に限る。）以外のものを用いて製造してはならない。
3. 組換えDNA技術によって得られた微生物を利用して添加物を製造する場合は、厚生労働大臣が定める基準に適合する旨の確認を得た方法で行わなければならない。
4. 微生物を用いて酵素を製造する場合は、微生物の菌株として、非病原性の培養株以外のものを用いてはならない。また、微生物の菌株として毒素を産生する可能性のある培養株を用いる場合は、精製の過程で毒素を除去しなければならない。
- 5.4. 添加物を製造し、又は加工する場合は、特定牛の脊柱を原材料として使用してはならない。ただし、次のいずれかに該当するものを原材料として使用する場合は、この限りでない。
  - (1) 特定牛の脊柱に由来する油脂を、高温かつ高圧の条件の下で、加水分解、けん化又はエステル交換したもの
  - (2) 月齢が30月以下の特定牛の脊柱を、脱脂、酸による脱灰、酸若しくはアルカリ処理、ろ過及び138℃以上で4秒間以上の加熱殺菌を行つたもの又はこれらと同等以上の感染性を低下させる処理をして製造したもの

### 亜塩素酸水

亜塩素酸水を製造する場合に原料として用いる塩化ナトリウムは、日本薬局方塩化ナトリウム又は日本薬局方で定める基準に適合するものでなければならない。

かんすい（化学的合成品に限る。）

かんすいを製造又は加工する場合は、それぞれの成分規格に適合する炭酸カリウム（無水）、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、リン酸類のカリウム塩若しくはナトリウム塩を原料とし、その1種若しくは2種以上を混合したもの又はこれらの水溶液若しくは小麦粉で希釈したものでなければならない。

### タルク

タルクを製造し又は加工する場合は、アスベストを含まない不溶性の鉱物性物質を原料としなければならない。

ウコン色素、オレガノ抽出物、オレンジ色素、カラシ抽出物、カンゾウ抽出物、カンゾウ油性抽出物、クチナシ黄色素、クローブ抽出物、香辛料抽出物、ゴマ油不けん化物、シソ抽出物、ショウガ抽出物、精油除去ウイキョウ抽出物、セイヨウワサビ抽出物、セージ抽出物、タマネギ色素、タマリンド色素、タンニン（抽出物）、トウガラシ色素、トウガラシ水性抽出物、ニガヨモギ抽出物、ニンジンカロテ

ン、ローズマリー抽出物、~~及び天然香料~~（アサノミ、アサフェチダ、アジョワン、アニス、アンゼリカ、ウイキョウ、ウコン、オールスパイス、オレガノ、オレンジピール、カシヨウ、カッシア、カモミール、カラシナ、カルダモン、カレーリーフ、カンゾウ、キャラウエー、クチナシ、クミン、クレソン、クローブ、ケシノミ、ケーパー、コシヨウ、ゴマ、コリアンダー、サッサfras、サフラン、サボリー、サルビア、サンショウ、シソ、シナモン、シャロット、ジュニパーベリー、ショウガ、スターアニス、スペアミント、セイヨウワサビ、セロリー、ソーレル、タイム、タマネギ、タマリンド、タラゴン、チャイブ、チャービル、ディル、トウガラシ、ナツメグ、ニガヨモギ、ニジェラ、ニンジン、ニンニク、バジル、パセリ、ハッカ、バニラ、パプリカ、ヒソップ、フェネグreek、ペパーミント、ホースミント、マジョラム、ミョウガ、ラベンダー、リンデン、レモングラス、レモンバーム、ローズ、ローズマリー、ローレル又はワサビから得られた物に限る。以下この項において同じ。)

ウコン色素、オレガノ抽出物、オレンジ色素、カラシ抽出物、カンゾウ抽出物、カンゾウ油性抽出物、クチナシ黄色素、クローブ抽出物、香辛料抽出物、ゴマ油不けん化物、シソ抽出物、ショウガ抽出物、精油除去ウイキョウ抽出物、セイヨウワサビ抽出物、セージ抽出物、タマネギ色素、タマリンド色素、タンニン（抽出物）、トウガラシ色素、トウガラシ水性抽出物、ニガヨモギ抽出物、ニンジンカロテン、ローズマリー抽出物、~~及び天然香料~~を製造又は加工する場合は、表に掲げるもの以外の溶媒を使用して抽出してはならない。更に、メタノール及び2-プロパノールにあつては50µg/g、アセトンにあつては30µg/g、ジクロロメタン及び1, 1, 2-トリクロロエテンにあつてはその合計量が30µg/g、ヘキサンにあつては25µg/gを、それぞれ超えて残存しないように使用しなければならない。

亜酸化窒素

アセトン

エタノール

~~エチルメチルケトン~~ 2-ブタノン

グリセリン

酢酸エチル

酢酸メチル

ジエチルエーテル

シクロヘキサン

ジクロロメタン

食用油脂

1, 1, 1, 2-テトラフルオロエタン

1, 1, 2-トリクロロエテン

二酸化炭素

1-ブタノール

2-ブタノール

ブタン

1-プロパノール

2-プロパノール

プロパン

プロピレングリコール  
ヘキサン  
水  
メタノール

## F 使用基準

### 添加物一般

- 別に規定するもののほか、添加物の製剤に含まれる原料たる添加物について、使用基準が定められている場合は、当該添加物の使用基準を当該製剤の使用基準とみなす。
- 次の表の第1欄に掲げる添加物を含む第2欄に掲げる食品を、第3欄に掲げる食品の製造又は加工の過程で使用する場合は、それぞれ第1欄に掲げる添加物を第3欄に掲げる食品に使用するものとみなす。

第1欄	第2欄	第3欄
亜硫酸ナトリウム，次亜硫酸ナトリウム，二酸化硫黄，ピロ亜硫酸カリウム及びピロ亜硫酸ナトリウム（以下「亜硫酸塩等」という。）	甘納豆，えび，果実酒，乾燥果実（干しぶどうを除く。），乾燥じゃがいも，かんぴょう，キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。），5倍以上に希釈して飲用に供する天然果汁，コンニャク粉，雑酒，ゼラチン，ディジョンマスタード，糖化用タピオカでんぷん，糖蜜，煮豆，水あめ及び冷凍生かに	第2欄に掲げる食品以外の食品
サッカリンカルシウム及びサッカリンナトリウム	フラワーペースト類（小麦粉，でん粉，ナッツ類若しくはその加工品，ココア，チョコレート，コーヒー，果肉又は果汁を主要原料とし，これに砂糖，油脂，粉乳，卵，小麦粉等を加え，加熱殺菌してペースト状にし，パン又は菓子に充てん又は塗布して食用に供するものをいう。）	菓子
ソルビン酸，ソルビン酸カリウム及びソルビン酸カルシウム	みそ	みそ漬の漬物
すべての添加物	すべての食品	乳及び乳製品の成分規格等に関する省令第2条に規定する乳及び乳製品（アイスクリーム類を除く。）

## 亜塩素酸水

亜塩素酸水は、精米、豆類、野菜（きのこ類を除く。以下この目において同じ。）、果実、海藻類、鮮魚介類（鯨肉を含む。以下この目において同じ。）、食肉、食肉製品及び鯨肉製品並びにこれらを塩蔵、乾燥その他の方法によって保存したもの以外の食品に使用してはならない。亜塩素酸水の使用量は、亜塩素酸として、精米、豆類、野菜、果実、海藻類、鮮魚介類、食肉、食肉製品及び鯨肉製品並びにこれらを塩蔵、乾燥その他の方法により保存したものにあっては、浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.40g以下でなければならない。また、使用した亜塩素酸水は、最終食品の完成前に分解し、又は除去しなければならない。

## 亜塩素酸ナトリウム

亜塩素酸ナトリウムは、かずのこの加工品（干しかずのこ及び冷凍かずのこを除く。）、かんきつ類果皮（菓子製造に用いるのものに限る。）、さくらんぼ、生食用野菜類、卵類（卵殻の部分に限る。以下この目において同じ。）、ふき、ぶどう及びもも以外の食品に使用してはならない。亜塩素酸ナトリウムの使用量は、亜塩素酸ナトリウムとして、かずのこの加工品（干しかずのこ及び冷凍かずのこを除く。）、生食用野菜類及び卵類にあっては浸漬液1kgにつき0.50g以下でなければならない。また、使用した亜塩素酸ナトリウムは、最終食品の完成前に分解し、又は除去しなければならない。

## 亜酸化窒素

[亜酸化窒素は](#)、ホイップクリーム類（乳脂肪分を主成分とする食品又は乳脂肪代替食品を主要原料として泡立てたものをいう。）以外の食品に使用してはならない。

## 亜硝酸ナトリウム

亜硝酸ナトリウムは、食肉製品、鯨肉ベーコン、魚肉ソーセージ、魚肉ハム、いくら、すじこ及びたらこ（スケトウダラの卵巣を塩蔵したものをいう。以下この目において同じ。）以外の食品に使用してはならない。

亜硝酸ナトリウムは、亜硝酸根として、食肉製品及び鯨肉ベーコンにあってはその1kgにつき0.070gを超える量を、魚肉ソーセージ及び魚肉ハムにあってはその1kgにつき0.050gを超える量を、いくら、すじこ及びたらこにあってはその1kgにつき0.0050gを超える量を残存しないように使用しなければならない。

## アセスルファムカリウム

アセスルファムカリウムの使用量は、食品表示基準（平成27年内閣府令第10号）第2条第1項第11号に規定する栄養機能食品（以下「栄養機能食品」という。）（錠剤に限る。）にあってはその1kgにつき6.0g以下、あん類、菓子及び生菓子にあってはその1kgにつき2.5g以下（チューインガムにあってはその1kgにつき5.0g以下）、アイスクリーム類、ジャム類、たれ、漬け物、氷菓及びフラワーペーストにあってはその1kgにつき1.0g以下、果実酒、雑酒、清涼飲料水、乳飲料、乳酸菌飲料及びはっ酵乳（希釈して飲用に供する飲料水にあっては、希釈後の飲料水）にあってはその1kgにつき0.50g以下、砂糖代替食品（コーヒー、紅茶等に直接加え、砂糖に代替する食品として用いられるものをいう。）にあってはその1kgにつき15g以下、その他の食品にあってはその1kgにつき0.35g以下でなければならない。ただし、健康増進法（平成14年法律第103号）第26条第1項の規定による特別用途表示の許可又は同法第29条第1項の規定による特別用途表示の承認（以下「特別用途表示の許可又は承認」という。）を受けた場合は、この限りでない。

## アセトアルデヒド

アセトアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

### アセト酢酸エチル

アセト酢酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### アセトフェノン

アセトフェノンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### アセトン

アセトンは、ガラナ飲料を製造する際のガラナ豆の成分を抽出する目的及び油脂の成分を分別する目的以外に使用してはならない。また、使用したアセトンは、最終食品の完成前にこれを除去しなければならない。

### アゾキシストロビン

アゾキシストロビンは、かんきつ類（みかんを除く。）以外の食品に使用してはならない。

アゾキシストロビンは、アゾキシストロビンとして、かんきつ類（みかんを除く。）1 kgにつき 0.010 g を超えて残存しないように使用しなければならない。

### アニスアルデヒド

アニスアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

### $\beta$ -アポ-8'-カロテナール

$\beta$ -アポ-8'-カロテナールは、こんぶ類、食肉、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、豆類、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

### (3-アミノ-3-カルボキシプロピル)ジメチルスルホニウム塩化物

(3-アミノ-3-カルボキシプロピル)ジメチルスルホニウム塩化物は着香の目的以外に使用してはならない。

### アミルアルコール

アミルアルコールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### $\alpha$ -アミルシンナムアルデヒド

$\alpha$ -アミルシンナムアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 亜硫酸ナトリウム

亜硫酸ナトリウムは、ごま、豆類及び野菜に使用してはならない。ごま、豆類及び野菜以外の食品に使用する場合は、食品中に二酸化硫黄として、かんぴょうにあつてはその1 kgにつき 5.0 g 以上、乾燥果実（干しぶどうを除く。）にあつてはその1 kgにつき 2.0 g 以上、干しぶどうにあつてはその1 kgにつき 1.5 g 以上、コンニャク粉にあつてはその1 kgにつき 0.90 g 以上、乾燥じゃがいも、ゼラチン及びディジョンマスタードにあつてはその1 kgにつき 0.50 g 以上、果実酒（果実酒の製造に用いる酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）及び雑酒にあつてはその1 kgにつき 0.35 g 以上、キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）及び糖蜜にあつてはその1 kgにつき 0.30 g 以上、糖化用タピオカでんぷんにあつてはその1 kgにつき 0.25 g 以上、水あめにあつてはその1 kgにつき 0.20 g 以上、5倍以上に希釈して飲用に供する天然果汁にあつてはその1 kgにつき 0.15 g 以上、甘納豆及び煮豆にあつてはその1 kgにつき 0.10 g 以上、えび及び冷凍生かにかにあつてはそのむき身の1 kgにつき 0.10 g 以上、その他の食品（キャンデッドチェリーの製造に用いるさくらんぼ、ビールの製造に用いるホップ並びに果実酒の製造に用いる果汁、酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）にあつてはその1 kgにつき 0.030 g（第2添加物の部F使用基準 添加物一般の表の亜硫酸塩等の項に掲げる

場合であって、かつ、同表の第3欄に掲げる食品（コンニャクを除く。）1kg中に同表の第1欄に掲げる添加物が、二酸化硫黄として、0.030g以上残存する場合は、その残存量）以上残存しないように使用しなければならない。

#### **アルギン酸プロピレングリコールエステル**

アルギン酸プロピレングリコールエステルの使用量は、アルギン酸プロピレングリコールエステルとして、食品の1.0%以下でなければならない。

#### **安息香酸**

安息香酸は、キャビア、マーガリン、清涼飲料水、シロップ及びしょう油以外の食品に使用してはならない。

安息香酸の使用量は、安息香酸として、キャビアにあつてはその1kgにつき2.5g以下、マーガリンにあつてはその1kgにつき1.0g（ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、ソルビン酸カルシウム又はこれらのいずれかを含む製剤を併用する場合は、安息香酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が1.0g）以下、清涼飲料水、シロップ及びしょう油にあつてはその1kgにつき0.60g以下でなければならない。

#### **安息香酸ナトリウム**

安息香酸ナトリウムは、菓子の製造に用いる果実ペースト（果実をすり潰し、又は裏ごししてペースト状としたものをいう。以下この目において同じ。）及び果汁（濃縮果汁を含む。以下この目において同じ。）、キャビア、しょう油、シロップ、清涼飲料水並びにマーガリン以外の食品に使用してはならない。

安息香酸ナトリウムの使用量は、安息香酸として、キャビアにあつてはその1kgにつき2.5g以下、菓子の製造に用いる果実ペースト及び果汁並びにマーガリンにあつてはその1kgにつき1.0g（マーガリンにあつては、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム又はソルビン酸カルシウムを併用する場合は、安息香酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が1.0g）以下、しょう油、シロップ及び清涼飲料水にあつてはその1kgにつき0.60g以下でなければならない。

#### **アントラニル酸メチル**

アントラニル酸メチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **アンモニウムイソバレレート**

アンモニウムイソバレレートは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **イオノン**

イオノンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **イオン交換樹脂**

イオン交換樹脂は、最終食品の完成前に除去しなければならない。

#### **イソアミルアルコール**

イソアミルアルコールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **イソオイゲノール**

イソオイゲノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **イソ吉草酸イソアミル**

イソ吉草酸イソアミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **イソ吉草酸エチル**

イソ吉草酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。



#### イソキノリン

イソキノリンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イソチオシアネート類

イソチオシアネート類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イソチオシアン酸アリル

イソチオシアン酸アリルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イソバレルアルデヒド

イソバレルアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イソブタノール

イソブタノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イソブチルアルデヒド

イソブチルアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イソプロパノール

イソプロパノールは、着香及び食品成分の抽出の目的以外に使用してはならない。

イソプロパノールは、抽出の目的で使用する場合、ホップにあってはホップ抽出物（ビール及び発泡酒（発泡性を有する酒類を含む。）の製造に当たり、麦汁に加えるものに限る。以下この目において同じ。）1 kgにつき20 g、魚肉にあっては魚肉たん白濃縮物（魚肉から水分及び脂肪を除去したものをいう。以下この目において同じ。）1 kgにつき0.25 g、その他の食品にあっては抽出後の食品及びこれを原料とした食品（ホップ抽出物又は魚肉たん白濃縮物を原料としたものを除く。）1 kgにつき0.2 gを、それぞれ超えて残存しないように使用しなければならない。

#### イソペンチルアミン

イソペンチルアミンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### イマザリル

イマザリルは、かんきつ類（みかんを除く。）及びバナナ以外の食品に使用してはならない。

イマザリルは、イマザリルとして、かんきつ類（みかんを除く。）にあってはその1 kgにつき0.0050 g、バナナにあってはその1 kgにつき0.0020 gを、それぞれ超えて残存しないように使用しなければならない。

#### インドール及びその誘導体

インドール及びその誘導体は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### γ-ウンデカラクトン

γ-ウンデカラクトンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### エステルガム

エステルガムは、チューインガム基礎剤以外の用途に使用してはならない。

#### エステル類

エステル類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### 2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物

2-エチル-3,5-ジメチルピラジン及び2-エチル-3,6-ジメチルピラジンの混合物は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### エチルバニリン

エチルバニリンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## 2-エチルピラジン

2-エチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## 3-エチルピリジン

3-エチルピリジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## 2-エチル-3-メチルピラジン

2-エチル-3-メチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## 2-エチル-5-メチルピラジン

2-エチル-5-メチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## 2-エチル-6-メチルピラジン

2-エチル-6-メチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## 5-エチル-2-メチルピリジン

5-エチル-2-メチルピリジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

## エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウム

エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウムは、缶詰又は瓶詰食品以外の食品に使用してはならない。

エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウムの使用量は、エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウムとして、缶詰又は瓶詰の清涼飲料水にあつてはその1kgにつき0.035g以下、その他の缶詰又は瓶詰食品にあつてはその1kgにつき0.25g以下でなければならない。

## エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムは、缶詰又は瓶詰食品以外の食品に使用してはならない。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムの使用量は、エチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウムとして、缶詰又は瓶詰の清涼飲料水にあつてはその1kgにつき0.035g以下、その他の缶詰又は瓶詰食品にあつてはその1kgにつき0.25g以下でなければならない。また、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウムは、最終食品の完成前にエチレンジアミン四酢酸カルシウム二ナトリウムにしなければならない。

## エーテル類

エーテル類は、着香の目的以外に使用してはならない。

## エリソルビン酸

エリソルビン酸は、魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。）及びパンにあつては栄養の目的に使用してはならない。その他の食品にあつては、酸化防止の目的以外に使用してはならない。

## エリソルビン酸ナトリウム

エリソルビン酸ナトリウムは、魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。）及びパンにあつては栄養の目的に使用してはならない。その他の食品にあつては、酸化防止の目的以外に使用してはならない。

## 塩化カルシウム

塩化カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

塩化カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

## 塩酸

塩酸は、最終食品の完成前に中和又は除去しなければならない。

#### **オイゲノール**

オイゲノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **オクタナール**

オクタナールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **オクタン酸エチル**

オクタン酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **オルトフェニルフェノール**

オルトフェニルフェノールは、かんきつ類以外の食品に使用してはならない。

オルトフェニルフェノールは、オルトフェニルフェノールとして、かんきつ類 1 kg につき 0.010 g を超えて残存しないように使用しなければならない。

#### **オルトフェニルフェノールナトリウム**

オルトフェニルフェノールナトリウムは、かんきつ類以外の食品に使用してはならない。

オルトフェニルフェノールナトリウムは、オルトフェニルフェノールとして、かんきつ類 1 kg につき 0.010 g を超えて残存しないように使用しなければならない。

#### **オレイン酸ナトリウム**

オレイン酸ナトリウムは、果実及び果菜の表皮の被膜剤以外の用途に使用してはならない。

#### **過酸化水素**

過酸化水素は、最終食品の完成前に過酸化水素を分解し、又は除去しなければならない。

#### **過酸化ベンゾイル**

過酸化ベンゾイルは、ミョウバン、リン酸のカルシウム塩類、硫酸カルシウム、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム及びデンプンのうち 1 種又は 2 種以上を配合して希釈過酸化ベンゾイルとして使用する場合以外に使用してはならない。

#### **過硫酸アンモニウム**

過硫酸アンモニウムは、小麦粉以外の食品に使用してはならない。

過硫酸アンモニウムの使用量は、過硫酸アンモニウムとして、小麦粉 1 kg につき 0.30 g 以下でなければならない。

#### **カルボキシメチルセルロースカルシウム**

カルボキシメチルセルロースカルシウムの使用量は、食品の 2.0% 以下でなければならない。ただし、カルボキシメチルセルロースカルシウムをカルボキシメチルセルロースナトリウム、デンプングリコール酸ナトリウム及びメチルセルロースの 1 種以上と併用する場合にあっては、それぞれの使用量の和が食品の 2.0% 以下でなければならない。

#### **カルボキシメチルセルロースナトリウム**

カルボキシメチルセルロースナトリウムの使用量は、食品の 2.0% 以下でなければならない。ただし、カルボキシメチルセルロースナトリウムをカルボキシメチルセルロースカルシウム、デンプングリコール酸ナトリウム及びメチルセルロースの 1 種以上と併用する場合にあっては、それぞれの使用量の和が食品の 2.0% 以下でなければならない。

#### **β-カロテン**

β-カロテンは、こんぶ類、食肉、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、豆類、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **カンタキサンチン**

カンタキサンチンは、魚肉ねり製品（かまぼこに限る。以下この目において同じ。）以外の食品に使用してはならない。

カンタキサンチンの使用量は、魚肉ねり製品の1 kgにつき0.035 g以下でなければならない。

#### **ギ酸イソアミル**

ギ酸イソアミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ギ酸ゲラニル**

ギ酸ゲラニルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ギ酸シトロネリル**

ギ酸シトロネリルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **希釈過酸化ベンゾイル**

希釈過酸化ベンゾイルは、小麦粉以外の食品に使用してはならない。

希釈過酸化ベンゾイルの使用量は、小麦粉の1 kgにつき0.30 g以下とする。

#### **グアヤク脂**

グアヤク脂は、油脂及びバター以外の食品に使用してはならない。

グアヤク脂の使用量は、グアヤク脂として、油脂及びバターの1 kgにつき1.0 g以下でなければならない。

#### **クエン酸イソプロピル**

クエン酸イソプロピルは、油脂及びバター以外の食品に使用してはならない。

クエン酸イソプロピルの使用量は、クエン酸モノイソプロピルとして、油脂及びバターにあつてはその1 kgにつき0.10 g以下でなければならない。

#### **クエン酸三エチル**

クエン酸三エチルは、通常の食品形態でない食品（カプセル及び錠剤（チュアブル錠を除く。）に限る。以下この目において同じ。）、液卵（殺菌したものに限る。以下この目において同じ。）、乾燥卵（液卵を乾燥して製造したものに限る。以下この目において同じ。）及び清涼飲料水以外の食品に使用してはならない。ただし、着香の目的で使用する場合は、この限りでない。

クエン酸三エチルの使用量は、通常の食品形態でない食品にあつてはその1 kgにつき3.5 g以下、液卵及び乾燥卵にあつてはその1 kgにつき2.5 g以下、清涼飲料水（希釈して飲用に供する清涼飲料水にあつては、希釈後の清涼飲料水）にあつてはその1 kgにつき0.2 g以下でなければならない。

#### **クエン酸カルシウム**

クエン酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **グリセロリン酸カルシウム**

グリセロリン酸カルシウムは、栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

グリセロリン酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **グリチルリチン酸二ナトリウム**

グリチルリチン酸二ナトリウムは、しょう油及びみそ以外の食品に使用してはならない。

#### **グルコン酸亜鉛**

グルコン酸亜鉛は、母乳代替食品並びに健康増進法に規定する特別用途表示の許可等に関する内閣府令（平成21年内閣府令第57号）第2条第1項第5号に規定する特定保健用食品（以下「特定保健

用食品」という。)、特別用途表示の許可又は承認を受けた食品(病者用のものに限る。)及び栄養機能食品以外の食品に使用してはならない。

グルコン酸亜鉛は、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令別表の二 乳等の成分規格並びに製造、調理及び保存の方法の基準の部(五) 乳等の成分又は製造若しくは保存の方法に関するその他の規格又は基準の款(6)の規定による厚生労働大臣の承認を受けて調製粉乳に使用する場合を除き、母乳代替食品を標準調乳濃度に調乳したとき、その1Lにつき、亜鉛として6.0mgを超える量を含有しないように使用しなければならない。

グルコン酸亜鉛は、特定保健用食品又は栄養機能食品に使用するとき、当該食品の1日当たりの摂取目安量に含まれる亜鉛の量が15mgを超えないようにしなければならない。

#### **グルコン酸カルシウム**

グルコン酸カルシウムは、栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

グルコン酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **グルコン酸第一鉄**

グルコン酸第一鉄は、オリーブ、母乳代替食品、離乳食品及び妊産婦・授乳婦用粉乳以外の食品に使用してはならない。

グルコン酸第一鉄の使用量は、鉄として、オリーブにあつてはその1kgにつき0.15g以下でなければならない。

#### **グルコン酸銅**

グルコン酸銅は、母乳代替食品並びに特定保健用食品及び栄養機能食品以外の食品に使用してはならない。

グルコン酸銅は、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令別表の二 乳等の成分規格並びに製造、調理及び保存の方法の基準の部(五) 乳等の成分又は製造若しくは保存の方法に関するその他の規格又は基準の款(6)の規定による厚生労働大臣の承認を受けて調製粉乳に使用する場合を除き、母乳代替食品を標準調乳濃度に調乳したとき、その1Lにつき、銅として0.60mgを超える量を含有しないように使用しなければならない。

グルコン酸銅は、特定保健用食品又は栄養機能食品に使用するとき、当該食品の1日当たりの摂取目安量に含まれる銅の量が5mgを超えないようにしなければならない。

#### **L-グルタミン酸カルシウム**

L-グルタミン酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **ケイ酸カルシウム**

ケイ酸カルシウムは、母乳代替食品及び離乳食品に使用してはならない。

ケイ酸カルシウムの使用量は、食品(特定保健用食品たるカプセル及び錠剤並びに栄養機能食品たるカプセル及び錠剤を除く。以下この目において同じ。)の2.0%以下でなければならない。また、微粒二酸化ケイ素と併用する場合は、それぞれの使用量の和が食品の2.0%以下でなければならない。

#### **ケイ酸マグネシウム**

ケイ酸マグネシウムは、油脂のろ過助剤以外の用途に使用してはならない。また、ケイ酸マグネシウムは、最終食品の完成前にこれを除去しなければならない。

#### **ケイ皮酸**

ケイ皮酸は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ケイ皮酸エチル**

ケイ皮酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ケイ皮酸メチル**

ケイ皮酸メチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ケトン類**

ケトン類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ガラニオール**

ガラニオールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **コンドロイチン硫酸ナトリウム**

コンドロイチン硫酸ナトリウムは、魚肉ソーセージ、マヨネーズ及びドレッシング以外の食品に使用してはならない。

コンドロイチン硫酸ナトリウムの使用量は、コンドロイチン硫酸ナトリウムとして、魚肉ソーセージにあつてはその1 kgにつき3.0 g以下、マヨネーズ及びドレッシングにあつてはその1 kgにつき20 g以下でなければならない。

#### **酢酸イソアミル**

酢酸イソアミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **酢酸エチル**

酢酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。ただし、酢酸エチルを柿の脱渋に使用するアルコール、結晶果糖の製造に使用するアルコール、香辛料の顆粒<sup>9</sup>若しくは錠剤の製造に使用するアルコール、コンニャク粉の製造に使用するアルコール、ジブチルヒドロキシトルエン若しくは、ブチルヒドロキシアニソールの溶剤として使用するアルコール又は食酢の醸造原料として使用するアルコールを変性する目的で使用する場合、酵母エキス（酵母の自己消化により得られた水溶性の成分をいう。以下この目において同じ。）の製造の際の酵母の自己消化を促進する目的で使用する場合及び酢酸ビニル樹脂の溶剤の用途に使用する場合は、この限りでない。また、酵母エキスの製造に使用した酢酸エチルは、最終食品の完成前にこれを除去しなければならない。

#### **酢酸ガラニル**

酢酸ガラニルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **酢酸シクロヘキシル**

酢酸シクロヘキシルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **酢酸シトロネリル**

酢酸シトロネリルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **酢酸シンナミル**

酢酸シンナミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **酢酸テルピニル**

酢酸テルピニルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **酢酸ビニル樹脂**

酢酸ビニル樹脂は、チューインガム基礎剤及び果実又は果菜の表皮の被膜剤以外の用途に使用してはならない。

#### **酢酸フェネチル**

酢酸フェネチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### 酢酸ブチル

酢酸ブチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### 酢酸ベンジル

酢酸ベンジルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### 酢酸1-メンチル

酢酸1-メンチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### 酢酸リナリル

酢酸リナリルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### サッカリン

サッカリンは、チューインガム以外の食品に使用してはならない。

サッカリンの使用量は、サッカリンとして、チューインガム1kgにつき0.050g以下でなければならない。

#### サッカリンカルシウム

サッカリンカルシウムは、アイスクリーム類(原料たる液状ミックス及びミックスパウダーを含む。)、あん類、海藻加工品、菓子(原料たる液状ミックス及びミックスパウダーを含む。)、魚介加工品、ジャム、しょう油、シロップ、酢、清涼飲料水、ソース、つくだ煮、漬物、煮豆、乳飲料、乳酸菌飲料、はっ酵乳、氷菓(原料たる液状ミックス及びミックスパウダーを含む。)、フラワーペースト類(小麦粉、でん粉、ナッツ類若しくはその加工品、ココア、チョコレート、コーヒー、果肉又は果汁を主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓자에充てん又は塗布して食用に供するものをいう。)、粉末清涼飲料及びみそ、これらの食品以外の缶詰又は瓶詰食品並びに特別用途表示の許可又は承認を受けた食品以外の食品に使用してはならない。

サッカリンカルシウムは、サッカリンナトリウムとして、こうじ漬、酢漬及びたくあん漬の漬物にあつてはその1kgにつき2.0g以上、粉末清涼飲料にあつてはその1kgにつき1.5g以上、かす漬、みそ漬及びしょう油漬の漬物並びに魚介加工品(魚肉ねり製品、つくだ煮、漬物及び缶詰又は瓶詰食品を除く。)にあつてはその1kgにつき1.2g以上、海藻加工品、しょう油、つくだ煮及び煮豆にあつてはその1kgにつき0.50g以上、魚肉ねり製品、シロップ、酢、清涼飲料水、ソース、乳飲料、乳酸菌飲料及び氷菓にあつてはその1kgにつき0.30g(5倍以上に希釈して飲用に供する清涼飲料水及び乳酸菌飲料の原料に供する乳酸菌飲料又ははっ酵乳にあつては1.5g、3倍以上に希釈して使用する酢にあつては0.90g)以上、アイスクリーム類、あん類、ジャム、漬物(かす漬、こうじ漬、しょう油漬、酢漬、たくあん漬又はみそ漬を除く。)、はっ酵乳(乳酸菌飲料の原料に供するはっ酵乳を除く。)、フラワーペースト類及びみそにあつてはその1kgにつき0.20g以上、菓子にあつてはその1kgにつき0.10g以上、これらの食品以外の食品及び魚介加工品の缶詰又は瓶詰にあつてはその1kgにつき0.20g以上残存しないように使用しなければならない。また、サッカリンナトリウムと併用する場合にあつては、それぞれの残存量の和がサッカリンナトリウムとしての基準値以上であつてはならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### サッカリンナトリウム

サッカリンナトリウムは、アイスクリーム類(原料たる液状ミックス及びミックスパウダーを含む。)、あん類、海藻加工品、菓子(原料たる液状ミックス及びミックスパウダーを含む。)、魚介加工品、ジャム、しょう油、シロップ、酢、清涼飲料水、ソース、つくだ煮、漬物、煮豆、乳飲料、乳酸菌飲料、

はっ酵乳，氷菓（原料たる液状ミックス及びミックスパウダーを含む。），フラワーペースト類（小麦粉，でん粉，ナッツ類若しくはその加工品，ココア，チョコレート，コーヒー，果肉又は果汁を主要原料とし，これに砂糖，油脂，粉乳，卵，小麦粉等を加え，加熱殺菌してペースト状とし，パン又は菓子に充てん又は塗布して食用に供するものをいう。），粉末清涼飲料及びみそ，これらの食品以外の缶詰又は瓶詰食品並びに特別用途表示の許可又は承認を受けた食品以外の食品に使用してはならない。

サッカリンナトリウムは，サッカリンナトリウムとして，こうじ漬，酢漬及びたくあん漬の漬物にあつてはその1kgにつき2.0g以上，粉末清涼飲料にあつてはその1kgにつき1.5g以上，かす漬，みそ漬及びしょう油漬の漬物並びに魚介加工品（魚肉ねり製品，つくだ煮，漬物及び缶詰又は瓶詰食品を除く。）にあつてはその1kgにつき1.2g以上，海藻加工品，しょう油，つくだ煮及び煮豆にあつてはその1kgにつき0.50g以上，魚肉ねり製品，シロップ，酢，清涼飲料水，ソース，乳飲料，乳酸菌飲料及び氷菓にあつてはその1kgにつき0.30g（5倍以上に希釈して飲用に供する清涼飲料水及び乳酸菌飲料の原料に供する乳酸菌飲料又ははっ酵乳にあつては1.5g，3倍以上に希釈して使用する酢にあつては0.90g）以上，アイスクリーム類，あん類，ジャム，漬物（かす漬，こうじ漬，しょう油漬，酢漬，たくあん漬又はみそ漬を除く。），はっ酵乳（乳酸菌飲料の原料に供するはっ酵乳を除く。），フラワーペースト類及びみそにあつてはその1kgにつき0.20g以上，菓子にあつてはその1kgにつき0.10g以上，これらの食品以外の食品及び魚介加工品の缶詰又は瓶詰にあつてはその1kgにつき0.20g以上残存しないように使用しなければならない。また，サッカリンカルシウムと併用する場合にあつては，それぞれの残存量の和がサッカリンナトリウムとしての基準値以上であつてはならない。ただし，特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は，この限りでない。

#### **サリチル酸メチル**

サリチル酸メチルは，着香の目的以外に使用してはならない。

#### **三二酸化鉄**

三二酸化鉄は，バナナ（果柄の部分に限る。）及びコンニャク以外の食品に使用してはならない。

#### **次亜塩素酸水**

次亜塩素酸水は，最終食品の完成前に除去しなければならない。

#### **次亜塩素酸ナトリウム**

次亜塩素酸ナトリウムは，ごまに使用してはならない。

#### **次亜硫酸ナトリウム**

次亜硫酸ナトリウムは，ごま，豆類及び野菜に使用してはならない。ごま，豆類及び野菜以外の食品に使用する場合は，食品中に二酸化硫黄として，かんぴょうにあつてはその1kgにつき5.0g以上，乾燥果実（干しぶどうを除く。）にあつてはその1kgにつき2.0g以上，干しぶどうにあつてはその1kgにつき1.5g以上，コンニャク粉にあつてはその1kgにつき0.90g以上，乾燥じゃがいも，ゼラチン及びディジョンマスタードにあつてはその1kgにつき0.50g以上，果実酒（果実酒の製造に用いる酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）及び雑酒にあつてはその1kgにつき0.35g以上，キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）及び糖蜜にあつてはその1kgにつき0.30g以上，糖化用タピオカでんぷんにあつてはその1kgにつき0.25g以上，水あめにあつてはその1kgにつき0.20g以上，5倍以上に希釈して飲用に供する天然果汁にあつてはその1kgにつき0.15g以上，甘納豆及び煮豆にあつてはその1kgにつき0.10g以上，えび及び冷凍生かにかにあつてはそのむき身の1kgにつき0.10g以上，その他の食品（キャン



デッドチェリーの製造に用いるさくらんぼ、ビールの製造に用いるホップ並びに果実酒の製造に用いる果汁、酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。) にあつてはその1kgにつき0.030g(第2添加物の部F使用基準 添加物一般の表の亜硫酸塩等の項に掲げる場合であつて、かつ、同表の第3欄に掲げる食品(コンニャクを除く。)1kg中に同表の第1欄に掲げる添加物が、二酸化硫黄として、0.030g以上残存する場合は、その残存量)以上残存しないように使用しなければならない。

### 2,3-ジエチルピラジン

2,3-ジエチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 2,3-ジエチル-5-メチルピラジン

2,3-ジエチル-5-メチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### シクロヘキシルプロピオン酸アリル

シクロヘキシルプロピオン酸アリルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### L-システイン塩酸塩

L-システイン塩酸塩は、パン及び天然果汁以外の食品に使用してはならない。

### シトラール

シトラールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### シトロネラール

シトロネラールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### シトロネロール

シトロネロールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 1,8-シネオール

1,8-シネオールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ジフェニル

ジフェニルは、グレープフルーツ、レモン及びオレンジ類の貯蔵又は運搬の用に供する容器の中に入れる紙片に浸潤させて使用する場合以外に使用してはならない。

ジフェニルは、食品の1kgにつき0.070g以上残存しないように使用しなければならない。

### ジブチルヒドロキシトルエン

ジブチルヒドロキシトルエンは、油脂、バター、魚介乾製品、魚介塩蔵品、魚介冷凍品(生食用冷凍鮮魚介類及び生食冷凍かきを除く。以下この目において同じ。)、鯨冷凍品(生食用冷凍鯨肉を除く。以下この目において同じ。)、チューインガム及び乾燥裏ごしいも以外の食品に使用してはならない。

ジブチルヒドロキシトルエンの使用量は、ジブチルヒドロキシトルエンとして、油脂、バター、魚介乾製品、魚介塩蔵品及び乾燥裏ごしいもにあつてはその1kgにつき0.2g(ブチルヒドロキシアニソール又はこれを含む製剤を併用する場合は、ジブチルヒドロキシトルエンとしての使用量及びブチルヒドロキシアニソールとしての使用量の合計量が0.2g)以下、魚介冷凍品及び鯨冷凍品にあつては浸漬<sup>せき</sup>液1kgにつき1g(ブチルヒドロキシアニソール~~また~~又はこれを含む製剤を併用する場合は、ジブチルヒドロキシトルエンとしての使用量及びブチルヒドロキシアニソールとしての使用量の合計量が1g)以下、チューインガムにあつてはその1kgにつき0.75g以下でなければならない。

### 脂肪酸類

脂肪酸類は、着香の目的以外に使用してはならない。

### 脂肪族高級アルコール類

脂肪族高級アルコール類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **脂肪族高級アルデヒド類**

脂肪族高級アルデヒド類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **脂肪族高級炭化水素類**

脂肪族高級炭化水素類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **2,3-ジメチルピラジン**

2,3-ジメチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **2,5-ジメチルピラジン**

2,5-ジメチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **2,6-ジメチルピラジン**

2,6-ジメチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **2,6-ジメチルピリジン**

2,6-ジメチルピリジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **シュウ酸**

シュウ酸は、最終食品の完成前に除去しなければならない。

#### **臭素酸カリウム**

臭素酸カリウムは、パン（小麦粉を原料として使用するものに限る。）以外の食品に使用してはならない。

臭素酸カリウムの使用量は、臭素酸として、小麦粉1kgにつき0.030g以下でなければならない。また、使用した臭素酸カリウムについては、最終食品の完成前に臭素酸カリウムを分解又は除去しなければならない。

#### **硝酸カリウム**

硝酸カリウムは、チーズ、清酒、食肉製品及び鯨肉ベーコン以外の食品に使用してはならない。

硝酸カリウムの使用量は、硝酸カリウムとして、チーズにあっては原料に供する乳1Lにつき0.20g以下、清酒にあっては酒母1Lにつき0.10g以下でなければならない。また、硝酸カリウムは、亜硝酸根として、食肉製品及び鯨肉ベーコンにあってはその1kgにつき0.070g以上残存しないように使用しなければならない。

#### **硝酸ナトリウム**

硝酸ナトリウムは、チーズ、清酒、食肉製品及び鯨肉ベーコン以外の食品に使用してはならない。

硝酸ナトリウムの使用量は、硝酸ナトリウムとして、チーズにあっては原料に供する乳1Lにつき0.20g以下、清酒にあっては酒母1Lにつき0.10g以下でなければならない。また、硝酸ナトリウムは、亜硝酸根として、食肉製品及び鯨肉ベーコンにあってはその1kgにつき0.070g以上残存しないように使用しなければならない。

#### **食用赤色2号**

食用赤色2号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色2号アルミニウムレーキ**

食用赤色2号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、

みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 3 号**

食用赤色 3 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 3 号アルミニウムレーキ**

食用赤色 3 号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 40 号**

食用赤色 40 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 40 号アルミニウムレーキ**

食用赤色 40 号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 102 号**

食用赤色 102 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 104 号**

食用赤色 104 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 105 号**

食用赤色 105 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用赤色 106 号**

食用赤色 106 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用黄色 4 号**

食用黄色 4 号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用黄色 4 号アルミニウムレーキ**

食用黄色 4 号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、

みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用黄色5号**

食用黄色5号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用黄色5号アルミニウムレーキ**

食用黄色5号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用緑色3号**

食用緑色3号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用緑色3号アルミニウムレーキ**

食用緑色3号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用青色1号**

食用青色1号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用青色1号アルミニウムレーキ**

食用青色1号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用青色2号**

食用青色2号は、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **食用青色2号アルミニウムレーキ**

食用青色2号アルミニウムレーキは、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **シリコーン樹脂**

シリコーン樹脂は、消ほうの目的以外に使用してはならない。

シリコーン樹脂の使用量は、シリコーン樹脂として、食品の1kgにつき0.050g以下でなければならない。

#### **シンナミルアルコール**

シンナミルアルコールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **シンナムアルデヒド**

シンナムアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### 水酸化カリウム

水酸化カリウムは、最終食品の完成前に中和又は除去しなければならない。

#### 水酸化カルシウム

水酸化カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

水酸化カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### 水酸化ナトリウム

水酸化ナトリウムは、最終食品の完成前に中和又は除去しなければならない。

#### 水溶性アナトー

水溶性アナトーは、こんぶ類、食肉、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、豆類、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### スクラロース

スクラロースの使用量は、生菓子及び菓子にあってはその1kgにつき1.8g以下（チューインガムにあってはその1kgにつき2.6g以下）、ジャムにあってはその1kgにつき1.0g以下、清酒、合成清酒、果実酒、雑酒、清涼飲料水、乳飲料及び乳酸菌飲料（希釈して飲用に供する飲料水にあっては、希釈後の飲料水）にあってはその1kgにつき0.40g以下、砂糖代替食品（コーヒー、紅茶等に直接加え、砂糖に代替する食品として用いられるものをいう。）にあってはその1kgにつき12g以下並びにその他の食品にあってはその1kgにつき0.58g以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### ステアリン酸マグネシウム

ステアリン酸マグネシウムは、特定保健用食品たるカプセル剤及び錠剤並びに栄養機能食品たるカプセル剤及び錠剤以外の食品に使用してはならない。

#### ステアロイル乳酸カルシウム

ステアロイル乳酸カルシウムは、菓子（小麦粉を原料としたものに限る。以下この目において同じ。）のうちばい焼したもの若しくは油脂で処理したもの、生菓子（米を原料としたものに限る。以下この目において同じ。）、パン、ミックスパウダー（菓子のうちばい焼したもの若しくは油脂で処理したもの、生菓子、パン、蒸しパン（小麦粉を原料とし、蒸したパンをいう。以下この目において同じ。）又は蒸しまんじゅう（小麦粉を原料とし、蒸したまんじゅうをいう。以下この目において同じ。）の製造に用いるものに限る。）、蒸しパン、蒸しまんじゅう又はめん類（即席めん又はマカロニ類以外の乾めんを除く。以下この目において同じ。）以外の食品に使用してはならない。

ステアロイル乳酸カルシウムの使用量は、ステアロイル乳酸カルシウムとして、生菓子の製造に用いるミックスパウダーにあってはその1kgにつき10g以下、スポンジケーキ、バターケーキ又は蒸しパンの製造に用いるミックスパウダーにあってはその1kgにつき8.0g以下、生菓子にあってはその1kgにつき6.0g以下、菓子のうち油脂で処理したもの又はパンの製造に用いるミックスパウダー、スポンジケーキ、バターケーキ及び蒸しパンにあってはその1kgにつき5.5g以下、菓子のうちばい焼したもの（スポンジケーキ及びバターケーキを除く。）の製造に用いるミックスパウダーにあってはその1kgにつき5.0g以下、めん類（マカロニ類を除く。）にあってはゆでめん1kgにつき4.5g以下、

・ ・ ・ ・ ・ 鞠鞆抱 ・ ・ ・ 廊g扱 ・ ・ ・ I・佈 ・ ・ ・ ・ 廿N愀 ・ ・ ・ 養h・s・廊gQ・佗 ・ ・

ン並びにマカロニ類にあつてはその1kg（マカロニ類にあつては乾めん1kg）につき4.0g以下，蒸しまんじゅうの製造に用いるミックスパウダーにあつてはその1kgにつき2.5g以下，蒸しまんじゅうにあつてはその1kgにつき2.0g以下でなければならない。また，ステアロイル乳酸ナトリウムと併用する場合にあつては，それぞれの使用量の和がステアロイル乳酸カルシウムとしての基準値以下でなければならない。

### ステアロイル乳酸ナトリウム

ステアロイル乳酸ナトリウムは，菓子（小麦粉を原料としたものに限る。以下この目において同じ。）のうちばい焼したもの若しくは油脂で処理したもの，生菓子（米を原料としたものに限る。以下この目において同じ。），パン，ミックスパウダー（菓子のうちばい焼したもの若しくは油脂で処理したもの，生菓子，パン，蒸しパン（小麦粉を原料とし，蒸したパンをいう。以下この目において同じ。）又は蒸しまんじゅう（小麦粉を原料とし，蒸したまんじゅうをいう。以下この目において同じ。）の製造に用いるものに限る。），蒸しパン，蒸しまんじゅう又はめん類（即席めん及びマカロニ類以外の乾めんを除く。以下この目において同じ。）以外の食品に使用してはならない。

ステアロイル乳酸ナトリウムの使用量は，ステアロイル乳酸カルシウムとして，生菓子の製造に用いるミックスパウダーにあつてはその1kgにつき10g以下，スポンジケーキ，バターケーキ又は蒸しパンの製造に用いるミックスパウダーにあつてはその1kgにつき8.0g以下，生菓子にあつてはその1kgにつき6.0g以下，菓子のうち油脂で処理したもの又はパンの製造に用いるミックスパウダー，スポンジケーキ，バターケーキ及び蒸しパンにあつてはその1kgにつき5.5g以下，菓子のうちばい焼したもの（スポンジケーキ及びバターケーキを除く。）の製造に用いるミックスパウダーにあつてはその1kgにつき5.0g以下，めん類（マカロニ類を除く。）にあつてはゆでめん1kgにつき4.5g以下，菓子のうちばい焼したもの（スポンジケーキ及びバターケーキを除く。）及び油脂で処理したもの，パン並びにマカロニ類にあつてはその1kg（マカロニ類にあつては乾めん1kg）につき4.0g以下，蒸しまんじゅうの製造に用いるミックスパウダーにあつてはその1kgにつき2.5g以下，蒸しまんじゅうにあつてはその1kgにつき2.0g以下でなければならない。また，ステアロイル乳酸カルシウムと併用する場合にあつては，それぞれの使用量の和がステアロイル乳酸カルシウムとしての基準値以下でなければならない。

### ソルビン酸

ソルビン酸は，甘酒（3倍以上に希釈して飲用するものに限る。以下この目において同じ。），あん類，うに，果実酒，かす漬，こうじ漬，塩漬，しょう油漬，酢漬及びみそ漬の漬物，キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。），魚介乾製品，魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。以下この目において同じ。），鯨肉製品，ケチャップ，雑酒，ジャム，食肉製品，シロップ，スープ（ポタージュスープを除く。以下この目において同じ。），たくあん漬（生大根又は干し大根を塩漬にした後，これを調味料，香辛料，色素などを加えたぬか又はふすまで漬けたものをいう。ただし，一丁漬たくあん及び早漬たくあんを除く。以下この目において同じ。），たれ，チーズ，つくだ煮，つゆ，煮豆，乳酸菌飲料（殺菌したものを除く。），ニョッキ，はっ酵乳（乳酸菌飲料の原料に供するものに限る。以下この目において同じ。），フラワーペースト類（小麦粉，でん粉，ナッツ類若しくはその加工品，ココア，チョコレート，コーヒー，果肉，果汁，いも類，豆類又は野菜類を主要原料とし，これに砂糖，油脂，粉乳，卵，小麦粉等を加え，加熱殺菌してペースト状とし，パン又は菓子に充てん又は塗布して食用に供するものをいう。以下この目において同じ。），干しすもも，マーガリン

並びにみそ以外の食品に使用してはならない。

ソルビン酸の使用量は、ソルビン酸として、チーズにあってはその1kgにつき3.0g（プロピオン酸、プロピオン酸カルシウム又はプロピオン酸ナトリウムを併用する場合は、ソルビン酸としての使用量及びプロピオン酸としての使用量の合計量が3.0g）以下、うに、魚肉ねり製品、鯨肉製品及び食肉製品にあってはその1kgにつき2.0g以下、いかくん製品及びたこくん製品にあってはその1kgにつき1.5g以下、あん類、かす漬、こうじ漬、塩漬、しょう油漬及びみそ漬の漬物、キャンデッドチェリー、魚介乾製品（いかくん製品及びたこくん製品を除く。）、ジャム、シロップ、たくあん漬、つくだ煮、煮豆、ニョッキ、フラワーペースト類、マーガリン並びにみそにあってはその1kgにつき1.0g（マーガリンにあっては、安息香酸又は安息香酸ナトリウムを併用する場合は、安息香酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が1.0g）以下、ケチャップ、酢漬の漬物、スープ、たれ、つゆ及び干しすももにあってはその1kgにつき0.50g以下、甘酒及びはっ酵乳にあってはその1kgにつき0.30g以下、果実酒及び雑酒にあってはその1kgにつき0.20g以下、乳酸菌飲料（殺菌したものを除く。以下この目において同じ。）にあってはその1kgにつき0.050g（乳酸菌飲料の原料に供するものにあっては0.30g）以下でなければならない。

#### ソルビン酸カリウム

ソルビン酸カリウムは、甘酒（3倍以上に希釈して飲用するものに限る。以下この目において同じ。）、あん類、うに、果実酒、菓子の製造に用いる果実ペースト（果実をすり潰し、又は裏ごししてペースト状としたものをいう。以下この目において同じ。）及び果汁（濃縮果汁を含む。以下この目において同じ。）、かす漬、こうじ漬、塩漬、しょう油漬、酢漬及びみそ漬の漬物、キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）、魚介乾製品、魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。以下この目において同じ。）、鯨肉製品、ケチャップ、雑酒、ジャム、食肉製品、シロップ、スープ（ポタージュスープを除く。以下この目において同じ。）、たくあん漬（生大根又は干し大根を塩漬にした後、これを調味料、香辛料、色素などを加えたぬか又はふすまで漬けたものをいう。ただし、一丁漬たくあん及び早漬たくあんを除く。以下この目において同じ。）、たれ、チーズ、つくだ煮、つゆ、煮豆、乳酸菌飲料（殺菌したものを除く。）、ニョッキ、はっ酵乳（乳酸菌飲料の原料に供するものに限る。以下この目において同じ。）、フラワーペースト類（小麦粉、でん粉、ナッツ類若しくはその加工品、ココア、チョコレート、コーヒー、果肉、果汁、いも類、豆類又は野菜類を主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓子に充てん又は塗布して食用に供するものをいう。以下この目において同じ。）、干しすもも、マーガリン並びにみそ以外の食品に使用してはならない。

ソルビン酸カリウムの使用量は、ソルビン酸として、チーズにあってはその1kgにつき3.0g（プロピオン酸、プロピオン酸カルシウム又はプロピオン酸ナトリウムを併用する場合は、ソルビン酸としての使用量及びプロピオン酸としての使用量の合計量が3.0g）以下、うに、魚肉ねり製品、鯨肉製品及び食肉製品にあってはその1kgにつき2.0g以下、いかくん製品及びたこくん製品にあってはその1kgにつき1.5g以下、あん類、菓子の製造に用いる果実ペースト及び果汁、かす漬、こうじ漬、塩漬、しょう油漬及びみそ漬の漬物、キャンデッドチェリー、魚介乾製品（いかくん製品及びたこくん製品を除く。）、ジャム、シロップ、たくあん漬、つくだ煮、煮豆、ニョッキ、フラワーペースト類、マーガリン並びにみそにあってはその1kgにつき1.0g（マーガリンにあっては、安息香酸又は安息香酸ナトリウムを併用する場合は、安息香酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量

が 1.0 g) 以下、ケチャップ、酢漬の漬物、スープ、たれ、つゆ及び干しすももにあつてはその 1 kg につき 0.50 g 以下、甘酒及びはっ酵乳にあつてはその 1 kg につき 0.30 g 以下、果実酒及び雑酒にあつてはその 1 kg につき 0.20 g 以下、乳酸菌飲料（殺菌したものを除く。以下この目において同じ。）にあつてはその 1 kg につき 0.050 g（乳酸菌飲料の原料に供するものにあつては、0.30 g）以下でなければならない。

#### ソルビン酸カルシウム

ソルビン酸カルシウムは、甘酒（3倍以上に希釈して飲用するものに限る。以下この目において同じ。）、あん類、うに、果実酒、菓子の製造に用いる果実ペースト（果実をすり潰し、又は裏ごししてペースト状としたものをいう。以下この目において同じ。）及び果汁（濃縮果汁を含む。以下この目において同じ。）、かす漬、こうじ漬、塩漬、しょう油漬、酢漬及びみそ漬の漬物、キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）、魚介乾製品、魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。以下この目において同じ。）、鯨肉製品、ケチャップ、雑酒、ジャム、食肉製品、シロップ、スープ（ポタージュスープを除く。以下この目において同じ。）、たくあん漬（生大根又は干し大根を塩漬にした後、これを調味料、香辛料、色素などを加えたぬか又はふすまで漬けたものをいう。ただし、一丁漬たくあん及び早漬たくあんを除く。以下この目において同じ。）、たれ、チーズ、つくだ煮、つゆ、煮豆、乳酸菌飲料（殺菌したものを除く。）、ニョッキ、はっ酵乳（乳酸菌飲料の原料に供するものに限る。以下この目において同じ。）、フラワーペースト類（小麦粉、でん粉、ナッツ類若しくはその加工品、ココア、チョコレート、コーヒー、果肉、果汁、いも類、豆類又は野菜類を主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓子に充てん又は塗布して食用に供するものをいう。以下この目において同じ。）、干しすもも、マーガリン並びにみそ以外の食品に使用してはならない。

ソルビン酸カルシウムの使用量は、ソルビン酸として、チーズにあつてはその 1 kg につき 3.0 g（プロピオン酸、プロピオン酸カルシウム又はプロピオン酸ナトリウムを併用する場合は、ソルビン酸としての使用量及びプロピオン酸としての使用量の合計量が 3.0 g）以下、うに、魚肉ねり製品、鯨肉製品及び食肉製品にあつてはその 1 kg につき 2.0 g 以下、いかくん製品及びたこくん製品にあつてはその 1 kg につき 1.5 g 以下、あん類、菓子の製造に用いる果実ペースト及び果汁、かす漬、こうじ漬、塩漬、しょう油漬及びみそ漬の漬物、キャンデッドチェリー、魚介乾製品（いかくん製品及びたこくん製品を除く。）、ジャム、シロップ、たくあん漬、つくだ煮、煮豆、ニョッキ、フラワーペースト類、マーガリン並びにみそにあつてはその 1 kg につき 1.0 g（マーガリンにあつては、安息香酸又は安息香酸ナトリウムを併用する場合は、安息香酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が 1.0 g）以下、ケチャップ、酢漬の漬物、スープ、たれ、つゆ及び干しすももにあつてはその 1 kg につき 0.50 g 以下、甘酒及びはっ酵乳にあつてはその 1 kg につき 0.30 g 以下、果実酒及び雑酒にあつてはその 1 kg につき 0.20 g 以下、乳酸菌飲料（殺菌したものを除く。以下この目において同じ。）にあつてはその 1 kg につき 0.050 g（乳酸菌飲料の原料に供するものにあつては、0.30 g）以下でなければならない。

#### 炭酸カルシウム

炭酸カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

炭酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして、チューインガムにあつては 10% 以下、その他の食



品にあつては1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **チアベンダゾール**

チアベンダゾールは、かんきつ類及びバナナ以外の食品に使用してはならない。

チアベンダゾールは、チアベンダゾールとして、かんきつ類にあつてはその1kgにつき0.010g、バナナにあつてはその1kgにつき0.0030g及びその果肉1kgにつき0.0004gを、それぞれ超えて残存しないように使用しなければならない。

#### **チオエーテル類**

チオエーテル類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **チオール類**

チオール類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **着色料（化学的合成品を除く。）**

着色料は、こんぶ類、食肉、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、豆類、野菜及びわかめ類に使用してはならない。ただし、のり類に金を使用する場合は、この限りでない。

#### **デカナール**

デカナールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **デカノール**

デカノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **デカン酸エチル**

デカン酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **鉄クロロフィリンナトリウム**

鉄クロロフィリンナトリウムは、こんぶ類、食肉、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、豆類、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

#### **5，6，7，8-テトラヒドロキノキサリン**

5，6，7，8-テトラヒドロキノキサリンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **2，3，5，6-テトラメチルピラジン**

2，3，5，6-テトラメチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **デヒドロ酢酸ナトリウム**

デヒドロ酢酸ナトリウムは、チーズ、バター及びマーガリン以外の食品に使用してはならない。

デヒドロ酢酸ナトリウムの使用量は、デヒドロ酢酸として、チーズ、バター又はマーガリンの1kgにつき0.50g以下でなければならない。

#### **テルピネオール**

テルピネオールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **テルペン系炭化水素類**

テルペン系炭化水素類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **デンプングリコール酸ナトリウム**

デンプングリコール酸ナトリウムの使用量は、食品の2.0%以下でなければならない。ただし、デンプングリコール酸ナトリウムをカルボキシメチルセルロースカルシウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム及びメチルセルロースの1種以上と併用する場合にあつては、それぞれの使用量の和が食品の2.0%以下でなければならない。

### 銅クロロフィリンナトリウム

銅クロロフィリンナトリウムは、あめ類、果実類又は野菜類の貯蔵品、魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。以下この目において同じ。）、こんぶ、シロップ、チューインガム、チョコレート、生菓子（菓子パンを除く。以下この目において同じ。）及びみつ豆缶詰又はみつ豆合成樹脂製容器包装詰中の寒天以外の食品に使用してはならない。

銅クロロフィリンナトリウムの使用量は、銅として、こんぶにあつてはその無水物 1 kg につき 0.15 g 以下、果実類又は野菜類の貯蔵品にあつてはその 1 kg につき 0.10 g 以下、シロップにあつてはその 1 kg につき 0.064 g 以下、チューインガムにあつてはその 1 kg につき 0.050 g 以下、魚肉ねり製品にあつてはその 1 kg につき 0.040 g 以下、あめ類にあつてはその 1 kg につき 0.020 g 以下、チョコレート及び生菓子にあつてはその 1 kg につき 0.0064 g 以下、みつ豆缶詰又はみつ豆合成樹脂製容器包装詰中の寒天にあつてはその 1 kg につき 0.0004 g 以下でなければならない。

### 銅クロロフィル

銅クロロフィルは、果実類又は野菜類の貯蔵品、魚肉ねり製品（魚肉すり身を除く。以下この目において同じ。）、こんぶ、チューインガム、チョコレート、生菓子（菓子パンを除く。以下この目において同じ。）及びみつ豆缶詰又はみつ豆合成樹脂製容器包装詰中の寒天以外の食品に使用してはならない。

銅クロロフィルの使用量は、銅として、こんぶにあつてはその無水物 1 kg につき 0.15 g 以下、果実類又は野菜類の貯蔵品にあつてはその 1 kg につき 0.10 g 以下、チューインガムにあつてはその 1 kg につき 0.050 g 以下、魚肉ねり製品にあつてはその 1 kg につき 0.030 g 以下、生菓子にあつてはその 1 kg につき 0.0064 g 以下、チョコレートにあつてはその 1 kg につき 0.0010 g 以下、みつ豆缶詰又はみつ豆合成樹脂製容器包装詰中の寒天にあつてはその 1 kg につき 0.0004 g 以下でなければならない。

### *d*l- $\alpha$ -トコフェロール

*d*l- $\alpha$ -トコフェロールは、酸化防止の目的以外に使用してはならない。ただし、 $\beta$ -カロテン、ビタミンA、ビタミンA脂肪酸エステル及び流動パラフィンの製剤中に含まれる場合は、この限りでない。

### トコフェロール酢酸エステル

トコフェロール酢酸エステルは、特定保健用食品及び栄養機能食品以外の食品に使用してはならない。

トコフェロール酢酸エステルは、当該食品の一日当たりの摂取目安量に含まれる  $\alpha$ -トコフェロールの量が 150mg を超えないようにしなければならない。

### *d*- $\alpha$ -トコフェロール酢酸エステル

*d*- $\alpha$ -トコフェロール酢酸エステルは、特定保健用食品及び栄養機能食品以外の食品に使用してはならない。

*d*- $\alpha$ -トコフェロール酢酸エステルは、当該食品の一日当たりの摂取目安量に含まれる  $\alpha$ -トコフェロールの量が 150mg を超えないようにしなければならない。

### トリメチルアミン

トリメチルアミンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 2, 3, 5-トリメチルピラジン

2, 3, 5-トリメチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ナイシン

ナイシンは、穀類及びでん粉を主原料とする洋生菓子、食肉製品、ソース類、卵加工品、チーズ、ドレッシング、ホイップクリーム類（乳脂肪分を主成分とする食品を主要原料として泡立てたものをいう。以下この目において同じ。）、マヨネーズ、味噌及び洋菓子以外の食品に使用してはならない。ナイシンの使用量はナイシンAを含む抗菌性ポリペプチドとして、食肉製品、チーズ（プロセスチーズを除く。）及びホイップクリーム類にあつては1kgにつき0.0125g以下、ソース類、ドレッシング及びマヨネーズにあつては1kgにつき0.010g以下、プロセスチーズ、洋菓子にあつては1kgにつき0.00625g以下、卵加工品及び味噌にあつては1kgにつき0.0050g以下、穀類及びでん粉を主原料とする洋生菓子にあつては1kgにつき0.0030g以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りではない。

#### **ナタマイシン**

ナタマイシンは、ナチュラルチーズ（ハード及びセミハードの表面部分に限る。）以外の食品に使用してはならない。

ナタマイシンは、食品の1kgにつき0.020g以上残存しないように使用しなければならない。

#### **ナトリウムメトキシド**

ナトリウムメトキシドは、最終食品の完成前にナトリウムメトキシドを分解し、これによって生成するメタノールを除去しなければならない。

#### **ニコチン酸**

ニコチン酸は、食肉及び鮮魚介類（鯨肉を含む。）に使用してはならない。

#### **ニコチン酸アミド**

ニコチン酸アミドは、食肉及び鮮魚介類（鯨肉を含む。）に使用してはならない。

#### **二酸化硫黄**

二酸化硫黄は、ごま、豆類及び野菜に使用してはならない。ごま、豆類及び野菜以外の食品に使用する場合、食品中に二酸化硫黄として、かんぴょうにあつてはその1kgにつき5.0g以上、乾燥果実（干しぶどうを除く。）にあつてはその1kgにつき2.0g以上、干しぶどうにあつてはその1kgにつき1.5g以上、コンニャク粉にあつてはその1kgにつき0.90g以上、乾燥じゃがいも、ゼラチン及びディジョンマスタードにあつてはその1kgにつき0.50g以上、果実酒（果実酒の製造に用いる酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）及び雑酒にあつてはその1kgにつき0.35g以上、キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）及び糖蜜にあつてはその1kgにつき0.30g以上、糖化用タピオカでんぷんにあつてはその1kgにつき0.25g以上、水あめにあつてはその1kgにつき0.20g以上、5倍以上に希釈して飲用に供する天然果汁にあつてはその1kgにつき0.15g以上、甘納豆及び煮豆にあつてはその1kgにつき0.10g以上、えび及び冷凍生かにかにあつてはそのむき身の1kgにつき0.10g以上、その他の食品（キャンデッドチェリーの製造に用いるさくらんぼ、ビールの製造に用いるホップ並びに果実酒の製造に用いる果汁、酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）にあつてはその1kgにつき0.030g（第2添加物の部F使用基準 添加物一般の表の亜硫酸塩等の項に掲げる場合であつて、かつ、同表の第3欄に掲げる食品（コンニャクを除く。）1kg中に同表の第1欄に掲げる添加物が、二酸化硫黄として、0.030g以上残存する場合は、その残存量）以上残存しないように使用しなければならない。

#### **二酸化塩素**

二酸化塩素は、小麦粉以外の食品に使用してはならない。

### 二酸化ケイ素

二酸化ケイ素（微粒二酸化ケイ素を除く。）は、ろ過助剤の目的で使用するとき以外は使用してはならない。

二酸化ケイ素（微粒二酸化ケイ素を除く。）は、最終食品の完成前に除去しなければならない。

微粒二酸化ケイ素は、母乳代替食品及び離乳食品に使用してはならない。

微粒二酸化ケイ素の使用量は、二酸化ケイ素として、食品の2.0%以下でなければならない。また、ケイ酸カルシウムと併用する場合は、それぞれの使用量の和が食品（特定保健用食品たるカプセル及び錠剤並びに栄養機能食品たるカプセル及び錠剤を除く。）の2.0%以下でなければならない。

### 二酸化チタン

二酸化チタンは、着色の目的で使用するとき以外は使用してはならない。また、カステラ、きなこ、魚肉漬物、鯨肉漬物、こんぶ類、しょう油、食肉、食肉漬物、スポンジケーキ、鮮魚介類（鯨肉を含む。）、茶、のり類、マーマレード、豆類、みそ、めん類（ワンタンを含む。）、野菜及びわかめ類に使用してはならない。

### 乳酸カルシウム

乳酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

### γ-ノナラクトン

γ-ノナラクトンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### バニリン

バニリンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### パラオキシ安息香酸イソブチル

パラオキシ安息香酸イソブチルは、しょう油、酢、清涼飲料水、シロップ、果実ソース、果実（表皮の部分に限る。）及び果菜（表皮の部分に限る。）以外の食品に使用してはならない。

パラオキシ安息香酸イソブチルの使用量は、パラオキシ安息香酸として、しょう油にあってはその1 Lにつき0.25 g以下、酢にあってはその1 Lにつき0.10 g以下、清涼飲料水及びシロップにあってはその1 kgにつき0.10 g以下、果実ソースにあってはその1 kgにつき0.20 g以下、果実及び果菜にあってはその1 kgにつき0.012 g以下でなければならない。

### パラオキシ安息香酸イソプロピル

パラオキシ安息香酸イソプロピルは、しょう油、酢、清涼飲料水、シロップ、果実ソース、果実（表皮の部分に限る。）及び果菜（表皮の部分に限る。）以外の食品に使用してはならない。

パラオキシ安息香酸イソプロピルの使用量は、パラオキシ安息香酸として、しょう油にあってはその1 Lにつき0.25 g以下、酢にあってはその1 Lにつき0.10 g以下、清涼飲料水及びシロップにあってはその1 kgにつき0.10 g以下、果実ソースにあってはその1 kgにつき0.20 g以下、果実及び果菜にあってはその1 kgにつき0.012 g以下でなければならない。

### パラオキシ安息香酸エチル

パラオキシ安息香酸エチルは、しょう油、酢、清涼飲料水、シロップ、果実ソース、果実（表皮の部分に限る。）及び果菜（表皮の部分に限る。）以外の食品に使用してはならない。

パラオキシ安息香酸エチルの使用量は、パラオキシ安息香酸として、しょう油にあってはその1 Lにつき0.25 g以下、酢にあってはその1 Lにつき0.10 g以下、清涼飲料水及びシロップにあってはそ

の1 kgにつき0.10 g以下、果実ソースにあつてはその1 kgにつき0.20 g以下、果実及び果菜にあつてはその1 kgにつき0.012 g以下でなければならない。

#### **パラオキシ安息香酸ブチル**

パラオキシ安息香酸ブチルは、しょう油、酢、清涼飲料水、シロップ、果実ソース、果実（表皮の部分に限る。）及び果菜（表皮の部分に限る。）以外の食品に使用してはならない。

パラオキシ安息香酸ブチルの使用量は、パラオキシ安息香酸として、しょう油にあつてはその1 Lにつき0.25 g以下、酢にあつてはその1 Lにつき0.10 g以下、清涼飲料水及びシロップにあつてはその1 kgにつき0.10 g以下、果実ソースにあつてはその1 kgにつき0.20 g以下、果実及び果菜にあつてはその1 kgにつき0.012 g以下でなければならない。

#### **パラオキシ安息香酸プロピル**

パラオキシ安息香酸プロピルは、しょう油、酢、清涼飲料水、シロップ、果実ソース、果実（表皮の部分に限る。）及び果菜（表皮の部分に限る。）以外の食品に使用してはならない。

パラオキシ安息香酸プロピルの使用量は、パラオキシ安息香酸として、しょう油にあつてはその1 Lにつき0.25 g以下、酢にあつてはその1 Lにつき0.10 g以下、清涼飲料水及びシロップにあつてはその1 kgにつき0.10 g以下、果実ソースにあつてはその1 kgにつき0.20 g以下、果実及び果菜にあつてはその1 kgにつき0.012 g以下でなければならない。

#### **パラメチルアセトフェノン**

パラメチルアセトフェノンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **バレラルデヒド**

バレラルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **パントテン酸カルシウム**

パントテン酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **ビオチン**

ビオチンは、調製粉乳及び母乳代替食品（乳及び乳製品の成分規格等に関する省令別表の二 乳等の成分規格並びに製造、調理及び保存の方法の基準の部（五）乳等の成分又は製造若しくは保存の方法に関するその他の規格又は基準の款(6)の厚生労働大臣の承認を受けたものを除く。以下この目において同じ。）並びに特定保健用食品及び栄養機能食品以外の食品に使用してはならない。

ビオチンを母乳代替食品に使用する場合は、その100kcalにつき、ビオチンとして10µgを超える量を含有しないように使用しなければならない。

#### **ヒドロキシシトロネラル**

ヒドロキシシトロネラルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタール**

ヒドロキシシトロネラルジメチルアセタールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ピペリジン**

ピペリジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ピペロナル**

ピペロナルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ピペロニルブトキシド**

ピペロニルブトキシドは、穀類以外の食品に使用してはならない。

ピペロニルブトキシドの使用量は、ピペロニルブトキシドとして、穀類の1 kgにつき0.024 g以下でなければならない。

#### **ピラジン**

ピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ピリメタニル**

ピリメタニルは、あんず、おうとう、かんきつ類（みかんを除く。）、すもも、西洋なし、マルメロ、もも及びりんご以外の食品に使用してはならない。

ピリメタニルは、ピリメタニルとして、あんず、おうとう、かんきつ類（みかんを除く。）、すもも及びももにあつてはその1 kgにつき0.010 g、西洋なし、マルメロ及びりんごにあつてはその1 kgにつき0.014 gを、それぞれ超えて残存しないように使用しなければならない。

#### **ピロ亜硫酸カリウム**

ピロ亜硫酸カリウムは、ごま、豆類及び野菜に使用してはならない。ごま、豆類及び野菜以外の食品に使用する場合は、食品中に二酸化硫黄として、かんぴょうにあつてはその1 kgにつき5.0 g以上、乾燥果実（干しぶどうを除く。）にあつてはその1 kgにつき2.0 g以上、干しぶどうにあつてはその1 kgにつき1.5 g以上、コンニャク粉にあつてはその1 kgにつき0.90 g以上、乾燥じゃがいも、ゼラチン及びディジョンマスタードにあつてはその1 kgにつき0.50 g以上、果実酒（果実酒の製造に用いる酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）及び雑酒にあつてはその1 kgにつき0.35 g以上、キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）及び糖蜜にあつてはその1 kgにつき0.30 g以上、糖化用タピオカでんぷんにあつてはその1 kgにつき0.25 g以上、水あめにあつてはその1 kgにつき0.20 g以上、5倍以上に希釈して飲用に供する天然果汁にあつてはその1 kgにつき0.15 g以上、甘納豆及び煮豆にあつてはその1 kgにつき0.10 g以上、えび及び冷凍生かにかにあつてはそのむき身の1 kgにつき0.10 g以上、その他の食品（キャンデッドチェリーの製造に用いるさくらんぼ、ビールの製造に用いるホップ並びに果実酒の製造に用いる果汁、酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）にあつてはその1 kgにつき0.030 g（第2添加物の部F使用基準 添加物一般の表の亜硫酸塩等の項に掲げる場合であつて、かつ、同表の第3欄に掲げる食品（コンニャクを除く。）1 kg中に同表の第1欄に掲げる添加物が、二酸化硫黄として、0.030 g以上残存する場合は、その残存量）以上残存しないように使用しなければならない。

#### **ピロ亜硫酸ナトリウム**

ピロ亜硫酸ナトリウムは、ごま、豆類及び野菜に使用してはならない。ごま、豆類及び野菜以外の食品に使用する場合は、食品中に二酸化硫黄として、かんぴょうにあつてはその1 kgにつき5.0 g以上、乾燥果実（干しぶどうを除く。）にあつてはその1 kgにつき2.0 g以上、干しぶどうにあつてはその1 kgにつき1.5 g以上、コンニャク粉にあつてはその1 kgにつき0.90 g以上、乾燥じゃがいも、ゼラチン及びディジョンマスタードにあつてはその1 kgにつき0.50 g以上、果実酒（果実酒の製造に用いる酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）及び雑酒にあつてはその1 kgにつき0.35 g以上、キャンデッドチェリー（除核したさくらんぼを砂糖漬にしたもの又はこれに砂糖の結晶を付けたもの若しくはこれをシロップ漬にしたものをいう。以下この目において同じ。）及び糖蜜にあつてはその1 kgにつき0.30 g以上、糖化用タピオカでんぷんにあつてはその1 kgにつき0.25 g以上、水あめにあつてはその1 kgにつき0.20 g以上、5倍以上に希釈して飲用に

供する天然果汁にあつてはその1 kgにつき0.15 g以上、甘納豆及び煮豆にあつてはその1 kgにつき0.10 g以上、えび及び冷凍生かにかにあつてはそのむき身の1 kgにつき0.10 g以上、その他の食品（キャンデッドチェリーの製造に用いるさくらんぼ、ビールの製造に用いるホップ並びに果実酒の製造に用いる果汁、酒精分1容量パーセント以上を含有する果実搾汁及びこれを濃縮したものを除く。）にあつてはその1 kgにつき0.030 g（第2添加物の部F使用基準 添加物一般の表の亜硫酸塩等の項に掲げる場合であつて、かつ、同表の第3欄に掲げる食品（コンニャクを除く。）1 kg中に同表の第1欄に掲げる添加物が、二酸化硫黄として、0.030 g以上残存する場合は、その残存量）以上残存しないように使用しなければならない。

#### **ピロリジン**

ピロリジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ピロリン酸二水素カルシウム**

ピロリン酸二水素カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は使用してはならない。

ピロリン酸二水素カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

#### **ピロール**

ピロールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェニル酢酸イソアミル**

フェニル酢酸イソアミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェニル酢酸イソブチル**

フェニル酢酸イソブチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェニル酢酸エチル**

フェニル酢酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **2-（3-フェニルプロピル）ピリジン**

2-（3-フェニルプロピル）ピリジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェネチルアミン**

フェネチルアミンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェノールエーテル類**

フェノールエーテル類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェノール類**

フェノール類は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **フェロシアン化カリウム**

フェロシアン化カリウムは、食塩以外の食品に使用してはならない。

フェロシアン化カリウムの使用量は、無水フェロシアン化ナトリウムとして、食塩1 kgにつき0.020 g以下でなければならない。ただし、フェロシアン化カルシウム及びフェロシアン化ナトリウムの1種以上と併用する場合にあつては、それぞれの使用量の和が無水フェロシアン化ナトリウムとして、食塩1 kgにつき0.020 g以下でなければならない。

#### **フェロシアン化カルシウム**

フェロシアン化カルシウムは、食塩以外の食品に使用してはならない。

フェロシアン化カルシウムの使用量は、無水フェロシアン化ナトリウムとして、食塩1 kgにつき

0.020 g 以下でなければならない。ただし、フェロシアン化カリウム及びフェロシアン化ナトリウムの1種以上と併用する場合にあっては、それぞれの使用量の和が無水フェロシアン化ナトリウムとして、食塩1 kgにつき0.020 g 以下でなければならない。

#### **フェロシアン化ナトリウム**

フェロシアン化ナトリウムは、食塩以外の食品に使用してはならない。

フェロシアン化ナトリウムの使用量は、無水フェロシアン化ナトリウムとして、食塩1 kgにつき0.020 g 以下でなければならない。ただし、フェロシアン化カリウム及びフェロシアン化カルシウムの1種以上と併用する場合にあっては、それぞれの使用量の和が無水フェロシアン化ナトリウムとして、食塩1 kgにつき0.020 g 以下でなければならない。

#### **ブタノール**

ブタノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ブチルアミン**

ブチルアミンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ブチルアルデヒド**

ブチルアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **ブチルヒドロキシアニソール**

ブチルヒドロキシアニソールは、油脂、バター、魚介乾製品、魚介塩蔵品、魚介冷凍品（生食用冷凍鮮魚介類及び生食用冷凍かきを除く。以下この目において同じ。）、鯨冷凍品（生食用冷凍鯨肉を除く。以下この目において同じ。）及び乾燥裏ごしいも以外の食品に使用してはならない。

ブチルヒドロキシアニソールの使用量は、ブチルヒドロキシアニソールとして、油脂、バター、魚介乾製品、魚介塩蔵品及び乾燥裏ごしいもにあってはその1 kgにつき0.2 g（ジブチルヒドロキシトルエン又はこれを含む製剤を併用する場合は、ブチルヒドロキシアニソールとしての使用量及びジブチルヒドロキシトルエンとしての使用量の合計量が0.2 g）以下、魚介冷凍品及び鯨冷凍品にあっては浸漬<sup>せき</sup>液1 kgにつき1 g（ジブチルヒドロキシトルエン又はこれを含む製剤を併用する場合は、ブチルヒドロキシアニソールとしての使用量及びジブチルヒドロキシトルエンとしての使用量の合計量が1 g）以下でなければならない。

#### **フルジオキソニル**

フルジオキソニルは、あんず、おうとう、かんきつ類（みかんを除く。）、キウイー、ざくろ、すもも、西洋なし、ネクタリン、びわ、マルメロ、もも及びりんご以外の食品に使用してはならない。

フルジオキソニルは、フルジオキソニルとして、キウイーにあってはその1 kgにつき0.020 g、かんきつ類（みかんを除く。）にあってはその1 kgにつき0.010 g、あんず、おうとう、ざくろ、すもも、西洋なし、ネクタリン、びわ、マルメロ、もも及びりんごにあってはその1 kg（あんず、おうとう、すもも、ネクタリン及びももにあっては種子を除く。）につき0.0050 gを、それぞれ超えて残存しないように使用しなければならない。

#### **フルフラール及びその誘導体**

フルフラール及びその誘導体は、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **プロパノール**

プロパノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **プロピオンアルデヒド**

プロピオンアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。



### プロピオン酸

プロピオン酸は、チーズ、パン及び洋菓子以外の食品に使用してはならない。ただし、着香の目的で使用する場合は、この限りでない。

プロピオン酸の使用量は、プロピオン酸として、チーズにあつてはその1kgにつき3.0g（ソルビン酸、ソルビン酸カリウム又はソルビン酸カルシウムを併用する場合は、プロピオン酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が3.0g）以下、パン及び洋菓子にあつてはその1kgにつき2.5g以下でなければならない。

### プロピオン酸イソアミル

プロピオン酸イソアミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### プロピオン酸エチル

プロピオン酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### プロピオン酸カルシウム

プロピオン酸カルシウムは、チーズ、パン及び洋菓子以外の食品に使用してはならない。

プロピオン酸カルシウムの使用量は、プロピオン酸として、チーズにあつてはその1kgにつき3.0g（ソルビン酸、ソルビン酸カリウム又はソルビン酸カルシウムを併用する場合は、プロピオン酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が3.0g）以下、パン及び洋菓子にあつてはその1kgにつき2.5g以下でなければならない。

### プロピオン酸ナトリウム

プロピオン酸ナトリウムは、チーズ、パン及び洋菓子以外の食品に使用してはならない。

プロピオン酸ナトリウムの使用量は、プロピオン酸として、チーズにあつてはその1kgにつき3.0g（ソルビン酸、ソルビン酸カリウム又はソルビン酸カルシウムを併用する場合は、プロピオン酸としての使用量及びソルビン酸としての使用量の合計量が3.0g）以下、パン及び洋菓子にあつてはその1kgにつき2.5g以下でなければならない。

### プロピオン酸ベンジル

プロピオン酸ベンジルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### プロピレングリコール

プロピレングリコールの使用量は、プロピレングリコールとして、生めん及びいかくん製品にあつてはその2.0%以下、ギョウザ、シュウマイ、春巻及びワンタンの皮にあつてはその1.2%以下、その他の食品にあつてはその0.60%以下でなければならない。

### ヘキサン

ヘキサンは、食用油脂製造の際の油脂を抽出する目的以外に使用してはならない。また、使用したヘキサンは、最終食品の完成前にこれを除去しなければならない。

### ヘキサン酸

ヘキサン酸は、着香の目的以外に使用してはならない。

### ヘキサン酸アリル

ヘキサン酸アリルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ヘキサン酸エチル

ヘキサン酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ヘプタン酸エチル

ヘプタン酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 1-ペリルアルデヒド

1-ペリルアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ベンジルアルコール

ベンジルアルコールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ベンズアルデヒド

ベンズアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 2-ペンタノール

2-ペンタノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### *trans*-2-ペンテナール

*trans*-2-ペンテナールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 1-ペンテン-3-オール

1-ペンテン-3-オールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 芳香族アルコール類

芳香族アルコール類は、着香の目的以外に使用してはならない。

### 芳香族アルデヒド類

芳香族アルデヒド類は、着香の目的以外に使用してはならない。

### 没食子酸プロピル

没食子酸プロピルは、バター及び油脂以外の食品に使用してはならない。

没食子酸プロピルの使用量は、没食子酸プロピルとして、油脂にあってはその1kgにつき0.20g以下、バターにあってはその1kgにつき0.10g以下でなければならない。

### ポリアクリル酸ナトリウム

ポリアクリル酸ナトリウムの使用量は、食品の0.20%以下でなければならない。

### ポリイソブチレン

ポリイソブチレンは、チューインガム基礎剤以外の用途に使用してはならない。

### ポリソルベート20

ポリソルベート20の使用量は、ポリソルベート80として、カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品にあっては、その1kgにつき25g以下、ココア及びチョコレート製品、ショートニング、即席麺の添付調味料、ソース類、チューインガム並びに乳脂肪代替食品にあっては、その1kgにつき5.0g以下、アイスクリーム類、菓子の製造に用いる装飾品（糖を主成分とするものに限る。）、加糖ヨーグルト、ドレッシング、マヨネーズ、ミックスパウダー（焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。）、焼菓子（洋菓子に限る。）及び洋生菓子にあっては、その1kgにつき3.0g以下、あめ類、スープ、フラワーペースト（ココア及びチョコレートを主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓子に充てん又は塗布して食用に供するものに限る。）及び氷菓にあっては、その1kgにつき1.0g以下、海藻の漬物、チョコレートドリンク及び野菜の漬物にあっては、その1kgにつき0.50g以下、非熟成チーズにあっては、その1kgにつき0.080g以下、海藻の缶詰及び瓶詰並びに野菜の缶詰及び瓶詰にあっては、その1kgにつき0.030g以下並びにその他の食品にあっては、その1kgにつき0.020g以下でなければならない。また、ポリソルベート60、ポリソルベート65又はポリソルベート80のうち1種類以上と併用する場合にあっては、それぞれの使用量の和がポリソルベート80としての基準値以下でなければならない。

### ポリソルベート60

ポリソルベート 60 の使用量は、ポリソルベート 80 として、カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品にあつては、その 1 kg につき 25 g 以下、ココア及びチョコレート製品、ショートニング、即席麺の添付調味料、ソース類、チューインガム並びに乳脂肪代替食品にあつては、その 1 kg につき 5.0 g 以下、アイスクリーム類、菓子の製造に用いる装飾品（糖を主成分とするものに限る。）、加糖ヨーグルト、ドレッシング、マヨネーズ、ミックスパウダー（焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。）、焼菓子（洋菓子に限る。）及び洋生菓子にあつては、その 1 kg につき 3.0 g 以下、あめ類、スープ、フラワーペースト（ココア及びチョコレートを主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓子里に充てん又は塗布して食用に供するものに限る。）及び氷菓にあつては、その 1 kg につき 1.0 g 以下、海藻の漬物、チョコレートドリンク及び野菜の漬物にあつては、その 1 kg につき 0.50 g 以下、非熟成チーズにあつては、その 1 kg につき 0.080 g 以下、海藻の缶詰及び瓶詰並びに野菜の缶詰及び瓶詰にあつては、その 1 kg につき 0.030 g 以下並びにその他の食品にあつては、その 1 kg につき 0.020 g 以下でなければならない。また、ポリソルベート 20、ポリソルベート 65 又はポリソルベート 80 のうち 1 種類以上と併用する場合にあつては、それぞれの使用量の和がポリソルベート 80 としての基準値以下でなければならない。

#### ポリソルベート 65

ポリソルベート 65 の使用量は、ポリソルベート 80 として、カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品にあつては、その 1 kg につき 25 g 以下、ココア及びチョコレート製品、ショートニング、即席麺の添付調味料、ソース類、チューインガム並びに乳脂肪代替食品にあつては、その 1 kg につき 5.0 g 以下、アイスクリーム類、菓子の製造に用いる装飾品（糖を主成分とするものに限る。）、加糖ヨーグルト、ドレッシング、マヨネーズ、ミックスパウダー（焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。）、焼菓子（洋菓子に限る。）及び洋生菓子にあつては、その 1 kg につき 3.0 g 以下、あめ類、スープ、フラワーペースト（ココア及びチョコレートを主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓子里に充てん又は塗布して食用に供するものに限る。）及び氷菓にあつては、その 1 kg につき 1.0 g 以下、海藻の漬物、チョコレートドリンク及び野菜の漬物にあつては、その 1 kg につき 0.50 g 以下、非熟成チーズにあつては、その 1 kg につき 0.080 g 以下、海藻の缶詰及び瓶詰並びに野菜の缶詰及び瓶詰にあつては、その 1 kg につき 0.030 g 以下並びにその他の食品にあつては、その 1 kg につき 0.020 g 以下でなければならない。また、ポリソルベート 20、ポリソルベート 60 又はポリソルベート 80 のうち 1 種類以上と併用する場合にあつては、それぞれの使用量の和がポリソルベート 80 としての基準値以下でなければならない。

#### ポリソルベート 80

ポリソルベート 80 の使用量は、カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品にあつては、その 1 kg につき 25 g 以下、ココア及びチョコレート製品、ショートニング、即席麺の添付調味料、ソース類、チューインガム並びに乳脂肪代替食品にあつては、その 1 kg につき 5.0 g 以下、アイスクリーム類、菓子の製造に用いる装飾品（糖を主成分とするものに限る。）、加糖ヨーグルト、ドレッシング、マヨネーズ、ミックスパウダー（焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。）、焼菓子（洋菓子に限る。）及び洋生菓子にあつては、その 1 kg につき 3.0 g 以下、あめ類、スープ、フラワーペースト（ココア及びチョコレートを主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓子里に充てん又は塗布して食用に供するものに限る。）及び氷菓にあつては、その 1 kg につき 1.0 g 以下、海藻の漬物、チョコレートドリンク及び野菜の漬物にあつては、その 1 kg につき 0.50 g 以下、非熟成チーズにあつては、その 1 kg につき 0.080 g 以下、海藻の缶詰及び

瓶詰並びに野菜の缶詰及び瓶詰にあつては、その1 kgにつき0.030 g以下並びにその他の食品にあつては、その1 kgにつき0.020 g以下でなければならない。また、ポリソルベート20、ポリソルベート60又はポリソルベート65のうち1種類以上と併用する場合にあつては、それぞれの使用量の和がポリソルベート80としての基準値以下でなければならない。

#### **ポリビニルピロリドン**

ポリビニルピロリドンは、カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品以外の食品に使用してはならない。

#### **ポリビニルポリピロリドン**

ポリビニルポリピロリドンは、ろ過助剤以外の用途に使用してはならない。また、使用したポリビニルポリピロリドンは、最終食品の完成前にこれを除去しなければならない。

#### **ポリブテン**

ポリブテンは、チューインガム基礎剤以外の用途に使用してはならない。

#### **d-ボルネオール**

d-ボルネオールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **マルトール**

マルトールは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **D-マンニトール**

D-マンニトールは、あめ類、チューインガム、つくだ煮（こんぶを原料とするものに限る。以下この目において同じ。）、ふりかけ類（顆粒を含むものに限る。以下この目において同じ。）及びらくがん以外の食品に使用してはならない。ただし、塩化カリウム及びグルタミン酸塩を配合して調味の目的で使用する場合（D-マンニトールが塩化カリウム、グルタミン酸塩及びD-マンニトールの合計量の80%以下である場合に限る。）はこの限りでない。

D-マンニトールの使用量は、D-マンニトールとして、ふりかけ類にあつてはその顆粒部分に対して50%以下、あめ類にあつてはその40%以下、らくがんにあつてはその30%以下、チューインガムにあつてはその20%以下でなければならない。また、D-マンニトールは、つくだ煮にあつては、その25%を超えて残存しないように使用しなければならない。

#### **N-メチルアントラニル酸メチル**

N-メチルアントラニル酸メチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **5-メチルキノキサリン**

5-メチルキノキサリンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **6-メチルキノリン**

6-メチルキノリンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **5-メチル-6,7-ジヒドロ-5H-シクロペンタピラジン**

5-メチル-6,7-ジヒドロ-5H-シクロペンタピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

#### **メチルセルロース**

メチルセルロースの使用量は、食品の2.0%以下でなければならない。ただし、メチルセルロースをカルボキシメチルセルロースカルシウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム及びデンプングリコール酸ナトリウムの1種以上と併用する場合にあつては、それぞれの使用量の和が食品の2.0%以下でなければならない。

### 1-メチルナフタレン

1-メチルナフタレンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### メチル β-ナフチルケトン

メチル β-ナフチルケトンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 2-メチルピラジン

2-メチルピラジンは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 2-メチルブタノール

2-メチルブタノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 3-メチル-2-ブタノール

3-メチル-2-ブタノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 2-メチルブチルアルデヒド

2-メチルブチルアルデヒドは、着香の目的以外に使用してはならない。

### trans-2-メチル-2-ブテナール

trans-2-メチル-2-ブテナールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 3-メチル-2-ブテナール

3-メチル-2-ブテナールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 3-メチル-2-ブテノール

3-メチル-2-ブテノールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### d l-メントール

d l-メントールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### l-メントール

l-メントールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### モルホリン脂肪酸塩

モルホリン脂肪酸塩は、果実又は果菜の表皮の被膜剤以外の用途に使用してはならない。

### 酪酸

酪酸は、着香の目的以外に使用してはならない。

### 酪酸イソアミル

酪酸イソアミルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 酪酸エチル

酪酸エチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 酪酸シクロヘキシル

酪酸シクロヘキシルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 酪酸ブチル

酪酸ブチルは、着香の目的以外に使用してはならない。

### ラクトン類

ラクトン類は、着香の目的以外に使用してはならない。

### リナロオール

リナロオールは、着香の目的以外に使用してはならない。

### 硫酸

硫酸は、最終食品の完成前に中和又は除去しなければならない。

## 硫酸亜鉛

硫酸亜鉛は、母乳代替食品以外の食品に使用してはならない。

硫酸亜鉛は、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令別表の二 乳等の成分規格並びに製造、調理及び保存の方法の基準の部（五） 乳等の成分又は製造若しくは保存の方法に関するその他の規格又は基準の款(6)の規定による厚生労働大臣の承認を受けて調製粉乳に使用する場合を除き、母乳代替食品を標準調乳濃度に調乳したとき、その1 Lにつき、亜鉛として6.0mg を超える量を含有しないように使用しなければならない。

## 硫酸アルミニウムアンモニウム

硫酸アルミニウムアンモニウムは、みそに使用してはならない。

## 硫酸アルミニウムカリウム

硫酸アルミニウムカリウムは、みそに使用してはならない。

## 硫酸カルシウム

硫酸カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

硫酸カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

## 硫酸銅

硫酸銅は、母乳代替食品以外の食品に使用してはならない。

硫酸銅は、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令別表の二 乳等の成分規格並びに製造、調理及び保存の方法の基準の部（五） 乳等の成分又は製造若しくは保存の方法に関するその他の規格又は基準の款~~(5)~~ (6)の規定による厚生労働大臣の承認を受けて調製粉乳に使用する場合を除き、母乳代替食品を標準調乳濃度に調乳したとき、その1Lにつき、銅として0.60mg を超える量を含有しないように使用しなければならない。

## 流動パラフィン

流動パラフィンは、パンを製造する過程においてパン生地を自動分割機により分割する際及びばい焼する際の離型の目的以外に使用してはならない。

流動パラフィンは、流動パラフィンとして、パンに0.10%以上残存しないように使用しなければならない。

## リン酸三カルシウム

リン酸三カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

リン酸三カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

## リン酸一水素カルシウム

リン酸一水素カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場合以外は食品に使用してはならない。

リン酸一水素カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

## リン酸二水素カルシウム

リン酸二水素カルシウムは、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合及び栄養の目的で使用する場

合以外は食品に使用してはならない。

リン酸二水素カルシウムの使用量は、カルシウムとして、食品の1.0%以下でなければならない。ただし、特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

**酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、砂、ケイソウ土及びパーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質**

酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、砂、ケイソウ土及びパーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質は、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合以外は食品に使用してはならない。

酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、砂、ケイソウ土及びパーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質の食品中の残存量は、2物質以上使用する場合であっても、食品の0.50%（チューインガムにタルクのみを使用する場合には、5.0%）以下でなければならない。

(傍線部分が改出部分)

改 正 案	取 行
<p>第1 (略) 第2 添加物</p> <p style="text-align: center;">A・B (略) C 試薬・試液等</p> <p>(略)</p> <p style="text-align: center;">1. 試薬・試液</p> <p>(略)</p> <p>MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸21gを量り、水900mLを加えて溶かし、適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH7.0に調整し、水を加えて正確に1000mLとする。</p> <p>(略)</p> <p>塩化1, 10-フェナントロリニウム一水和物 <math>C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O</math> [K 8202、特級] [3829-86-5] 【塩化1, 10-フェナントロリニウム1水和物】</p> <p>(略)</p> <p>オクタン酸、定量用 <math>C_8H_{16}O_2</math> [124-07-2] 本品は、無～淡黄色で、澄明の液体である。 含量 本品は、オクタン酸 (<math>C_8H_{16}O_2</math>) 98.0%以上を含む。 確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数<math>2930cm^{-1}</math>、<math>2860cm^{-1}</math>、<math>1710cm^{-1}</math>、<math>1460cm^{-1}</math>、<math>1420cm^{-1}</math>、<math>1280cm^{-1}</math>、<math>1230cm^{-1}</math>、<math>1200cm^{-1}</math>、<math>1110cm^{-1}</math>、<math>940cm^{-1}</math>及び<math>720cm^{-1}</math>付近に吸収帯を認める。 凝固点 15～17℃ 屈折率 <math>n_D^{20}=1.425\sim1.431</math> 比重 <math>d_4^{20}=0.909\sim0.915</math> 定量法 本品約0.05gを精密に量り、N, O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド1mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。冷後、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。 操作条件 検出器 水素炎イオン化検出器 カラム 内径0.53mm、長さ15mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを1.5μmの厚さで被覆したもの。 カラム温度 50℃から毎分10℃で280℃まで昇温し、280℃を2分間保持する。</p>	<p>第1 (略) 第2 添加物</p> <p style="text-align: center;">A・B (略) C 試薬・試液等</p> <p>(略)</p> <p style="text-align: center;">1. 試薬・試液</p> <p>(略)</p> <p>MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 3 - (N-モルホリノ) プロパンスルホン酸21gを量り、水900mLを加えて溶かし、適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH7.0に調整し、水を加えて正確に1,000mLとする。</p> <p>(略)</p> <p>塩化1, 10-フェナントロリニウム1水和物 <math>C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O</math> [K 8202]</p> <p>(略)</p> <p>オクタン酸、定量用 <math>C_8H_{16}O_2</math> 本品は、無～淡黄色で、澄明の液体である。</p> <p>含量 本品は、オクタン酸 (<math>C_8H_{16}O_2</math>) 98.0%以上を含む。 確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波数<math>2,930cm^{-1}</math>、<math>2,860cm^{-1}</math>、<math>1,710cm^{-1}</math>、<math>1,460cm^{-1}</math>、<math>1,420cm^{-1}</math>、<math>1,280cm^{-1}</math>、<math>1,230cm^{-1}</math>、<math>1,200cm^{-1}</math>、<math>1,110cm^{-1}</math>、<math>940cm^{-1}</math>及び<math>720cm^{-1}</math>付近に吸収帯を認める。 純度試験 (1) 凝固点 15～17℃ (2) 屈折率 <math>n_D^{20}=1.425\sim1.431</math> (3) 比重 <math>d_4^{20}=0.909\sim0.915</math> 定量法 本品約0.05gを精密に量り、N, O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド1mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。冷後、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。 操作条件 検出器 水素炎イオン化検出器 カラム 内径0.53mm、長さ15mのケイ酸ガラス製の細管にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを1.5μmの厚さで被覆したもの。 カラム温度 50℃から毎分10℃で昇温し、280℃に到達後、2分間保持する。</p>



注入口温度 280℃  
検出器温度 280℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5～20分間に現れるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1：20 (いずれかの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。)

(略)

2-ケトグルタル酸二ナトリウム $n$ 水和物  $C_5H_4Na_2O_5 \cdot nH_2O$  [305-72-6、無水物] 本品は、白色の粉末で、水に溶ける。

(略)

酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 酢酸ナトリウム三水和物88.8 gを水1800 mLに溶かし、酢酸でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に2000 mLとする。

酢酸緩衝液 (0.1 mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) 酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 500 mLに水3500 mLを加え、更にポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液7.5 mLを加える。適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に5000 mLとする。

(略)

$N$ ,  $N$ -ジエチル- $p$ -フェニレンジアミン硫酸塩  $(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$  [6283-63-2]

本品は、白～わずかに薄い褐色の粉末又は粒状で、水に溶ける。

含量 本品は、 $N$ ,  $N$ -ジエチル- $p$ -フェニレンジアミン硫酸塩 ( $(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$ ) 98.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1→40) 5 mLに塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 1 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (0.5 g、水20 mL)

(2) 吸光度 本品0.02 gを量り、リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸含有) 2.5 mL及び硫酸ナトリウム十水和物0.48 gを加えて溶かし、水を加えて正確に50 mLとし、これをA液とする。A液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。また、A液30 mLにヨウ化カリウム0.3 gを加えて溶かし2分間静置した液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.05以下である。ただし、それぞれの吸光度は、別に空試験を行い補正する。

定量法 本品約0.2 gを精密に量り、水50 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。ただ

注入口温度 280℃  
検出器温度 280℃

注入方式 スプリット (20：1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5～20分間に現れるように調整する。

(略)

2-ケトグルタル酸二ナトリウム  $C_5H_4Na_2O_5$  本品は、白色の粉末で、水に溶ける。

(略)

酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 酢酸ナトリウム3水和物88.8 gを水1,800 mLに溶かし、酢酸でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に2,000 mLとする。

酢酸緩衝液 (0.1 mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) 酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 500 mLに水3,500 mLを加え、更にポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液7.5 mLを加える。適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に5,000 mLとする。

(略)

$N$ ,  $N$ -ジエチル- $p$ -フェニレンジアミン硫酸塩  $(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$  本品は、白～わずかに薄い褐色の粉末又は粒状で、水に溶ける。

含量 本品は、 $N$ ,  $N$ -ジエチル- $p$ -フェニレンジアミン硫酸塩 ( $(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$ ) 98.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1→40) 5 mLに塩化バリウム溶液 (1→10) 1 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (0.5 g、水20 mL)

(2) 吸光度 本品0.02 gを量り、リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸含有) 2.5 mL及び硫酸ナトリウム0.48 gを加えて溶かし、水を加えて正確に50 mLとし、これをA液とする。A液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。また、A液30 mLにヨウ化カリウム0.3 gを加えて溶かし2分間静置した液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。ただし、それぞれの吸光度は、別に空試験を行い補正する。

定量法 本品約0.2 gを精密に量り、水50 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。ただ

し、終点は、第2変曲点とし、第1変曲点までの滴定量で補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL  
=26.23mg (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NH<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

(略)

1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸二水和物 C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·H<sub>2</sub>O 本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、trans-1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸一水和物 (C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·H<sub>2</sub>O) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数3000cm<sup>-1</sup>、1750cm<sup>-1</sup>、1710cm<sup>-1</sup>、1590cm<sup>-1</sup>、1430cm<sup>-1</sup>、1400cm<sup>-1</sup>、1240cm<sup>-1</sup>及び1220cm<sup>-1</sup>付近に吸収帯を認める。

純度試験 溶状 ほとんど澄明

本品約4.0gを量り、水酸化ナトリウム試液(1mol/L) 25mLを加えて溶かし、水を加えて100mLとし、検液とする。

定量法 本品0.4gを精密に量り、水酸化ナトリウム試液11mLを加えて溶かし、アンモニウム緩衝液(pH10.7) 2mL及び水を加えて100mLとし、0.05mol/L亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液 5滴)。終点は、液の青色が赤色に変わるときとする。

0.05mol/L亜鉛溶液 1mL=18.22mg C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·H<sub>2</sub>O

(略)

酒石酸アンチモニルカリウム試液 ビス〔(+)-タルトラト〕ニアンチモン

(III) 酸二カリウム三水和物1.37gを量り、水350mLに徐々に加えて溶かし、更に水を加えて500mLとする。

酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 硫酸試液(2.5mol/L) 50mLを量り、酒石酸アンチモニルカリウム試液 5mL、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(1→25) 15mL及びL(+)-アスコルビン酸試液(11→625) 30mLを加えてよく混ぜる。用時調製する。

(略)

DPD・EDTA試液 N,N-ジエチル-p-フェニレンジアミン硫酸塩1.1gを乳鉢ですりつぶし、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.2g及び少量の水を加えて、必要があれば、かくはんしながら加温して溶かし、25w/v%硫酸 8mLを加えて混合した後、水を加えて1000mLとする。

(略)

デカン酸 C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub> 本品は、無～淡黄色の澄明な液体又は白～微淡黄色の結晶若しくは塊である。

含量 99.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2676cm<sup>-1</sup>、1700cm<sup>-1</sup>、1299cm<sup>-1</sup>、1268cm<sup>-1</sup>、1232cm<sup>-1</sup>、1200cm<sup>-1</sup>、1075cm<sup>-1</sup>、934cm<sup>-1</sup>、825cm<sup>-1</sup>及び686cm<sup>-1</sup>付近に吸収帯を認める。

し、終点は、第二変曲点とし、第一変曲点までの滴定量で補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL  
=26.23mg (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>NH<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

(略)

1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸1水和物 C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·H<sub>2</sub>O 本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、trans-1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸1水和物 (C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·H<sub>2</sub>O) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、3,000cm<sup>-1</sup>、1,750cm<sup>-1</sup>、1,710cm<sup>-1</sup>、1,590cm<sup>-1</sup>、1,430cm<sup>-1</sup>、1,400cm<sup>-1</sup>、1,240cm<sup>-1</sup>及び1,220cm<sup>-1</sup>付近に吸収帯を認める。

純度試験 溶状 ほとんど澄明

本品4.0gを量り、水酸化ナトリウム試液25mLを加えて溶かし、水を加えて100mLとし、検液とする。

定量法 本品0.4gを精密に量り、水酸化ナトリウム試液11mLを加えて溶かし、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7) 2mL及び水を加えて100mLとし、0.05mol/L塩化亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液 5滴)。

0.05mol/L塩化亜鉛溶液 1mL=18.22mg C<sub>14</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>8</sub>·H<sub>2</sub>O

(略)

酒石酸アンチモニルカリウム試液 ビス〔(+)-タルトラト〕ニアンチモン

(III) 酸二カリウム3水和物1.37gを量り、水350mLに徐々に加えて溶かし、更に水を加えて500mLとする。

酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 硫酸試液(2.5mol/L) 50mLを量り、酒石酸アンチモニルカリウム試液 5mL、七モリブデン酸六アンモニウム4水和物溶液(1→25) 15mL及びアスコルビン酸試液30mLを加えてよく混ぜる。用時調製する。

(略)

DPD・EDTA試液 N,N-ジエチル-p-フェニレンジアミン硫酸塩1.1gを乳鉢ですりつぶし、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム2水和物0.2g及び少量の水を加えて、必要があれば、かくはんしながら加温して溶かし、25w/v%硫酸 8mLを加えて混合した後、水を加えて1,000mLとする。

(略)

デカン酸 C<sub>10</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub> 本品は、無～淡黄色の澄明な液体又は白～微淡黄色の結晶若しくは塊である。

含量 99.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、2,676cm<sup>-1</sup>、1,700cm<sup>-1</sup>、1,299cm<sup>-1</sup>、1,268cm<sup>-1</sup>、1,232cm<sup>-1</sup>、1,200cm<sup>-1</sup>、1,075cm<sup>-1</sup>、934cm<sup>-1</sup>、825cm<sup>-1</sup>及び686cm<sup>-1</sup>付近に吸

純度試験 凝固点 29～33℃

定量法 本品約0.05 gを精密に量り、N、Oービス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド1 mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。その後、室温まで冷却したものを検液とし、次の条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.53mm、長さ15mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを1.5μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60℃から毎分10℃で280℃まで昇温する。

注入口温度 280℃

検出器温度 280℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5～20分間に現れるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1：20(ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。)

(略)

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウムn水和物(還元型)  
 $C_{21}H_{27}N_7Na_2O_{14}P_2 \cdot nH_2O$  [606-68-8、無水物] 本品は、白～淡黄色の粉末で、水に溶ける。

(略)

ビス[(+)ータルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物  $C_8H_4K_2O_{12}Sb_2 \cdot 3H_2O$  [K 8533、特級] [28300-74-5] 【ビス[(+)ータルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物】

(略)

ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル試液 ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル15 gを量り、水を加えて100 mLとする。

(略)

硫酸試液(2.5 mol/L) 硫酸140 mLを量り、水に徐々に加え、冷後、更に水を加えて1000 mLとする。

(略)

硫酸セリウム(IV)四水和物  $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$  [K 8976、特級] [10294-42-5] 【硫酸セリウム(IV)四水和物】

(略)

リン酸緩衝液(エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有) リン酸水素二ナ

収帯を認める。

純度試験 凝固点 29～33℃

定量法 本品約0.05 gを精密に量り、N、Oービストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド1 mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。その後、室温まで冷却したものを検液とし、次の条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.53mm、長さ15mのケイ酸ガラス製細管にガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを1.5μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60℃から280℃まで毎分10℃で昇温する。

注入口温度 280℃

検出器温度 280℃

注入方式 スプリット(20：1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5～20分間に現れるように調整する。

(略)

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウム水和物(還元型)  
 $C_{21}H_{27}N_7Na_2O_{14}P_2$  本品は、白～淡黄色の粉末で、水に溶ける。

(略)

ビス[(+)ータルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物  $C_8H_4K_2O_{12}Sb_2 \cdot 3H_2O$  [ビス[(+)ータルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物、K 8533]

(略)

ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル試液 ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル15 gを量り、水を加えて100 mLとする。

(略)

硫酸試液(2.5 mol/L) 硫酸70 mLを量り、水350 mLに徐々に加え、冷後、水を加えて500 mLとする。

(略)

硫酸セリウム(IV)四水和物  $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$  [硫酸セリウム(IV)四水和物、K 8976]

(略)

リン酸緩衝液(エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有) 無水リン酸二ナ

トリウム24.0 g、リン酸二水素カリウム46.0 g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.8 gを量り、水を加えて溶かして1000mLとする。

(略)

リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサレンジアミン四酢酸含有) リン酸二水素カリウム2.7 gを水で正確に100mLとし、水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) でpH6.5に調整した後、1, 2-シクロヘキサレンジアミン四酢酸二水和物0.13 gを加えて溶かす。

(略)

リン酸緩衝液 (pH7.3) リン酸二水素ナトリウム二水和物138 gを量り、水800mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→2) でpH7.3に調整した後、水を加えて1000mLとする。

(略)

## 2. 容量分析用標準液

(略)

0.005mol/L 硝酸銀溶液 1000mL中硝酸銀 (AgNO<sub>3</sub>、分子量169.87) 0.8493 gを含む。0.1mol/L 硝酸銀溶液に水を加えて20倍容量に薄め、標定は行わず、0.1mol/L 硝酸銀溶液のファクターを用いる。用時調製する。

(略)

0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液 1000mL中硫酸セリウム (IV) 四水和物 (Ce (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O、分子量404.30) 40.43 gを含む。

硫酸セリウム (IV) 四水和物約40.4 gを量り、硫酸50mLを加えてかき混ぜる。さらに、発熱に注意してかき混ぜながら、水900mLを20mLずつ徐々に加える。24時間放置した後、ガラスろ過器でろ過し、水を加えて1000mLとする。

標定 本液25mLを正確に量り、硫酸 (1→6) 30mLを加え、0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約0.2mL)。終点は、液の色が青緑色から黄赤色になるときとする。ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の消費量 (mL)

(略)

## 3. 標準液

(略)

イットリウム標準原液 本液1mLは、イットリウム (Y) 1mgを含む。誘導結合プラズマ発光分光分析用に調製したものをを用いる。

(略)

鉄標準原液 硫酸アンモニウム鉄 (III) · 12水8.63 gを正確に量り、硝酸 (1→3) 25mL及び水を加えて溶かして正確に1000mLとする。本液1mLは、鉄

トリウム24.0 g、リン酸一カリウム46.0 g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.8 gを量り、水を加えて溶かして1,000mLとする。

(略)

リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサレンジアミン四酢酸含有) リン酸一カリウム2.7 gを水で正確に100mLとし、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液でpH6.5に調整した後、1, 2-シクロヘキサレンジアミン四酢酸一水和物0.13 gを加えて溶かす。

(略)

リン酸緩衝液 (pH7.3) リン酸一ナトリウム138 gを量り、水800mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→2) でpH7.3に調整した後、水を加えて1,000mLとする。

(略)

## 2. 容量分析用標準液

(略)

0.005mol/L 硝酸銀溶液 1,000mL中硝酸銀 (AgNO<sub>3</sub>、分子量169.87) 0.8493 gを含む。0.1mol/L 硝酸銀溶液に水を加えて20倍容量に薄める。

(略)

0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液 1,000mL中硫酸セリウム (IV) 四水和物 (Ce (SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O、分子量404.30) 40.43 gを含む。

硫酸セリウム (IV) 四水和物約40.4 gを量り、硫酸50mLを加えてかき混ぜる。さらに、発熱に注意してかき混ぜながら、水900mLを20mLずつ徐々に加える。24時間放置した後、ガラスろ過器でろ過し、水を加えて1,000mLとする。

標定 本液25mLを正確に量り、硫酸 (1→6) 30mLを加え、0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約0.2mL)。終点は、液の色が青緑色から黄赤色になるときとする。ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液のファクター

f<sub>1</sub> : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液の消費量 (mL)

(略)

## 3. 標準液

(略)

イットリウム標準原液 本液1mLは、イットリウム (Y) 1mgを含む。誘導結合プラズマ発光強度測定用に調製したものをを用いる。

(略)

鉄標準原液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 12水和物8.63 gを正確に量り、硝酸 (1→3) 25mL及び水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。本液1mLは

(Fe) 1 mgを含む。遮光して保存する。

(略)

4. ~11. (略)

D 成分規格・保存基準各条

(略)

アスパラギナーゼ

Asparaginase

(略)

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP株由来)

酵素活性 本品は、1 g 当たり3500単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、淡褐色の液体又は白～灰白色の顆粒である。

確認試験 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 µg/g 以下

本品0.8 gを量り、以下「アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72株由来)」の純度試験(1)を準用する。

(2) ヒ素 Asとして3 µg/g 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、細菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

酵素活性測定法 (1) 基質溶液

L-アスパラギン水和物0.25 gを量り、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 15mLを加え、かくはんして完全に溶かした後、遮光し、これをA液とする。β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウム水和物 (還元型) 0.011 g、2-ケトグルタル酸二ナトリウム水和物0.063 g及び1680単位以上に対応する量のL-グルタミン酸デヒドロゲナーゼ (ウシ肝臓由来) を量り、A液に加え、かくはんして溶かした後、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) を加えて正確に25mLとする。用時調製する。

(2) 試料溶液

本品約1.0 gを精密に量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で希釈して、1 mL中に0.6単位を含む液を調製し、試料液とする。

(3) 標準原液

、鉄 (Fe) 1 mgを含む。遮光して保存する。

(略)

4. ~11. (略)

D 成分規格・保存基準各条

(略)

アスパラギナーゼ

Asparaginase

(略)

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP株由来)

酵素活性 本品は、1 g あるいは1 mL 当たり3,500単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、淡褐色の液体又は白～灰白色の顆粒である。

確認試験 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5.0 µg/g 以下

本品0.8 gを量り、以下「アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72株由来)」の純度試験(1)を準用する。

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 µg/g 以下 (0.50 g、第3法、装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、細菌数は50,000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。なお、サルモネラの試験は、「ナイシン」の微生物限度試験を準用する。

酵素活性測定法 (1) 基質溶液

L-アスパラギン水和物0.25 gを量り、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 15mLを加え、かくはんして完全に溶かした後、遮光し、これをA液とする。β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウム水和物 (還元型) 0.011 g、2-ケトグルタル酸二ナトリウム0.063 g及び1,680単位以上に対応する量のL-グルタミン酸デヒドロゲナーゼ (ウシ肝臓由来) を量り、A液に加え、かくはんして溶かした後、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) を加えて正確に25mLとする。用時調製する。

(2) 試料溶液

本品約1.0 gを精密に量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で希釈して、1 mL中に0.6単位を含む液を調製し、試料溶液とする。

(3) 標準原液

775単位に対応する量の酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. oryzae*由来) を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で8倍、10倍、15倍、20倍及び30倍に希釈して、1 mL中に0.9688単位、0.7750単位、0.5167単位、0.3875単位及び0.2583単位を含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。

(4) 操作法

試験管に基質溶液4.6mLを量り、37.0±0.5℃で8分間加温した後、試料液0.400mLを加えてかくはんし、37.0±0.5℃で90秒間加温した液を検液とする。検液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度Aを測定する。別に、基質溶液4.6mLずつを量り、5本の試験管に入れ、37.0±0.5℃で8分間加温し、試料液の代わりに、それぞれの試験管に異なる濃度の標準原液0.400mLずつを加えて、以下検液の調製と同様に操作し、標準液とする。標準液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度を測定する。得られた吸光度と標準原液1 mL中の酵素活性 (単位/mL) から検量線を作成し、試料液中の酵素活性U (単位/mL) を検量線から求める。次式により、試料の酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、L-アスパラギンから、1分間にアンモニア 1 µmolを遊離する酵素量を1単位とする。

$$\text{酵素活性 (単位/g)} = \frac{U \times D \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、U：試料溶液中の酵素活性 (単位/mL)  
D：試料溶液の希釈係数

(略)

亜セレン酸ナトリウム  
Sodium Selenite

Na<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O 分子量 263.01

Disodium selenite pentahydrate [26970-82-1]

含量 本品は、亜セレン酸ナトリウム (Na<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O) 98.5~101.5%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.05 gに水2.5mL及び10%塩酸試液2.5mLを加えて溶かし、沸騰させる。これにL (+) -アスコルビン酸0.05 gを加えるとき、赤色の沈殿を生じ、これを数分間放置するとき、沈殿は赤褐~黒色に変わる。

(2) 本品0.05 gに水5 mL及び10%塩酸試液1 mLを加えて溶かし、塩化バリウム溶液 (3→50) 1 mLを加えるとき、沈殿を生じない。

775単位に対応する量の酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. oryzae*由来) を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で8倍、10倍、15倍、20倍及び30倍に希釈して、1 mL中に0.9688単位、0.7750単位、0.5167単位、0.3875単位及び0.2583単位を含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。

(4) 操作法

試験管に基質溶液4.6mLを量り、37.0±0.5℃で8分間加温した後、試料液0.400mLを加えてかくはんし、37.0±0.5℃で90秒間加温した液を検液とする。検液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度Aを測定する。別に、基質溶液4.6mLずつを量り、5本の試験管に入れ、37.0±0.5℃で8分間加温し、試料液の代わりに、それぞれの試験管に異なる濃度の標準原液0.400mLずつを加えて、以下検液の調製と同様に操作し、標準液とする。標準液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度を測定する。得られた吸光度と標準原液1 mL中の酵素活性 (単位/mL) から検量線を作成し、試料溶液中の酵素活性U (単位/mL) を検量線から求める。次式により、試料の酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、L-アスパラギンから、1分間にアンモニア 1 µmolを遊離させる酵素量を1単位とする。

$$\text{酵素活性 (単位/g)} = \frac{U \times D \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、U：試料溶液中の酵素活性 (単位/mL)  
D：試料溶液の希釈係数

(略)

亜セレン酸ナトリウム  
Sodium Selenite

Na<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O 分子量 263.01

Disodium selenite pentahydrate [26970-82-1]

含量 本品は、亜セレン酸ナトリウム (Na<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub> · 5 H<sub>2</sub>O) 98.5~101.5%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.05 gに水2.5mL及び希塩酸2.5mLを加えて溶かし、沸騰させる。これにL-アスコルビン酸0.05 gを加えるとき、赤色の沈殿を生じ、これを数分間放置するとき、沈殿は赤褐~黒色に変わる。

(2) 本品0.05 gに水5 mL及び希塩酸1 mLを加えて溶かし、塩化バリウム溶液 (3→50) 1 mLを加えるとき、沈殿を生じない。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 9.8~10.8 (2.0 g、水 (二酸化炭素除去) 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (2.0 g、水 (二酸化炭素除去) 20mL)

(2) 塩化物 Clとして0.005%以下

本品2.0 gを量り、ネスラー管に入れ、水約30mLを加えて溶かし、硝酸4 mLを加えて混合し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを用いる。

(3) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.03%以下 (0.8 g、比較液 0.005mol/L硫酸0.50mL)

(4) 鉛 Pbとして2.0μg/g以下

鉛標準原液2 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により鉛の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉛の量を求める。

(5) 鉄 Feとして50μg/g以下

鉄標準原液5 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により鉄の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉄の量を求める。

(6) ヒ素 Asとして3.0μg/g以下

ヒ素標準原液3 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法によりヒ素の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中のヒ素の量を求める。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (2.0 g、二酸化炭素を含まない水20mL)

(2) 液性 pH9.8~10.8 (2.0 g、二酸化炭素を含まない水20mL)

(3) 塩化物 Clとして0.005%以下

本品2.0 gを量り、ネスラー管に入れ、水約30mLを加えて溶かし、硝酸4 mLを加えて混合し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを用いる。

(4) 硫酸塩 SO<sub>4</sub>として0.03%以下 (0.8 g、比較液 0.005mol/L硫酸0.50mL)

(5) 鉛 Pbとして2.0μg/g以下

鉛標準原液2 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法により鉛の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉛の量を求める。

(6) 鉄 Feとして50μg/g以下

鉄標準原液5 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法により鉄の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉄の量を求める。

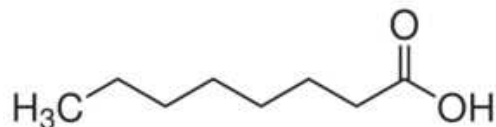
(7) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g以下

ヒ素標準原液(誘導結合プラズマ発光強度測定法用)3 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法によりヒ素の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試

定量法 本品約0.1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、水100mLを加えて溶かし、ヨウ化カリウム3g及び塩酸(2→3)5mLを加え、直ちに密栓して暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄赤色になったときに加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=6.575mg Na<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub>・5H<sub>2</sub>O  
(略)

オクタン酸  
Octanoic Acid  
Caprylic Acid  
カプリル酸



C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub> 分子量 144.21  
Octanoic acid [124-07-2]

含量 本品は、オクタン酸(C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>)95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 酸価 366~396

本品約0.3gを精密に量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

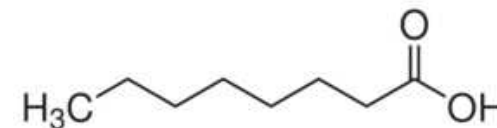
(2) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレーム方式)

料中のヒ素の量を求める。

定量法 本品約0.1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、水100mLを加えて溶かし、ヨウ化カリウム3g及び塩酸(2→3)5mLを加え、直ちに密栓して暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄赤色になったときに加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=6.575mg Na<sub>2</sub>SeO<sub>3</sub>・5H<sub>2</sub>O  
(略)

オクタン酸  
Octanoic Acid  
Caprylic Acid  
カプリル酸



C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub> 分子量 144.21  
Octanoic acid [124-07-2]

含量 本品は、オクタン酸(C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>)95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 酸価 366~396

本品約0.3gを精密に量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 鉛 Pbとして2.0μg/g以下

本品2.0gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸1mlを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。試料が炭化した後、容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450~600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸(1→4)1ml及び硝酸1mlで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸(1→4)10mlを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸(1→100)を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸(1→100)を加えて正確に10mlと



(3) デカン酸 3.0%以下

本品を検液とする。別にデカン酸0.3mLを量り、本品を加えて10mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、比較液によりデカン酸のピークを確認する。検液注入後、0～40分間に現れる全ての成分のピーク面積の総和 $A_T$ 及びデカン酸のピーク面積 $A_S$ を求め、次式によりデカン酸の量を求める。

$$\text{デカン酸の量 (\%)} = \frac{A_S}{A_T} \times 100$$

水分 0.4%以下 (5 g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 0.1%以下 (10 g、800°C、15分間)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。ただし、カラムは内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25～1µmの厚さで被覆したものを使用する。カラム温度は、150°Cから毎分5°Cで230°Cまで昇温し、230°Cを24分間保持する。

(略)

過酢酸製剤

Peracetic Acid Composition

[79-21-0、過酢酸]

定義 本品は、過酢酸、「酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸12～15%、酢酸30～50%、過酸化水素4～12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸1%未満又はこれにオクタン酸10%以下を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定量法 (1) 過酢酸及び酢酸

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)にメタノール5mL、続いて水10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、流出液を100mLのビーカーにとる。次に、水10mLを注入し、流出液を先のビーカーに合わせ、水約50mLを加え、0.1mol/L水酸化

し、検液とする。なお、500°C以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(3) デカン酸 3.0%以下

本品を検液とする。別にデカン酸0.3mLを量り、本品を加えて10mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、比較液によりデカン酸のピークを確認する。検液注入後、0～40分間に現れる全ての成分のピーク面積の総和 $A_T$ 及びデカン酸のピーク面積 $A_S$ を求め、次式によりデカン酸の量を求める。

$$\text{デカン酸の量 (\%)} = \frac{A_S}{A_T} \times 100$$

水分 0.4%以下 (5 g、直接滴定)

強熱残分 0.1%以下 (10 g、800°C、15分間)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラムは内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25～1µmの厚さで被覆したものを使用する。カラム温度は、150°Cから毎分5°Cで昇温し、230°Cに到達後、24分間保持する。

(略)

過酢酸製剤

Peracetic Acid Composition

[79-21-0、過酢酸]

定義 本品は、過酢酸、「酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸12～15%、酢酸30～50%、過酸化水素4～12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸1%未満又はこれにオクタン酸10%以下を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定量法 (1) 過酢酸及び酢酸

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)にメタノール5mL、続いて水10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、流出液を100mLのビーカーにとる。次に、水10mLを注入し、流出液を先のビーカーに合わせ、水約50mLを加え、0.1mol/L水酸化

ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定を行う。指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。第1変曲点及び第2変曲点における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 a mL及び b mLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{過酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{(b - a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times 0.1 \times 60.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 過酸化水素

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、250mLの三角フラスコに入れ、氷冷した硫酸試液(0.5mol/L)75mLを加えて検液とする。この検液にフェロイン試液2滴を加えて、0.1mol/L硫酸セリウム(IV)溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液のだいたい色が淡赤色を経て無色になるときとする。次式により含量を求める。

$$\text{過酸化水素 (H}_2\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)} \times 0.1 \times 17.00}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸

本品約0.2gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、水50mLを加える。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、液が淡赤色を呈するときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液(2.5mol/L)を加える。この液に更に、硫酸試液(2.5mol/L)2mLを加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム0.4gを加えて混ぜた後、沸石を入れ、蒸発する水を補いながら、ホットプレート上で90分間加熱した後、約10mLとなるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液2滴を加え、液が微赤色になるまで水酸化ナトリウム溶液(1→40)を加える。この液を50mLのメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。試料液10mLを正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液2.0mLを加えてよく混ぜ、20分間放置し、検液とする。対照液は、水10mLを用いて試料液と同様に操作して調製する。別にリン酸二水素カリウム0.2195gを量り、水を加えて正確に1000mLとし、この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとし、標準原液とする。標準原液0mL、3mL、5mL、10mL、15mL及び20mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に50mLとし、それぞれを10mLずつ正確に量り、試料液と

ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定を行う。指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。第1変曲点及び第2変曲点における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 a mL及び b mLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{過酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{(b - a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times 0.1 \times 60.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 過酸化水素

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、250mLの三角フラスコに入れ、氷冷した硫酸試液(0.5mol/L)75mLを加えて検液とする。この検液にフェロイン試液2滴を加えて、0.1mol/L硫酸セリウム(IV)溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液のだいたい色が淡赤色を経て無色になるときとする。次式により含量を求める。

$$\text{過酸化水素 (H}_2\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)} \times 0.1 \times 17.00}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸

本品約0.2gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、水50mLを加える。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、液が淡赤色を呈するときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液(2.5mol/L)を加える。この液に更に、硫酸試液(2.5mol/L)2mLを加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム0.4gを加えて混ぜた後、沸石を入れ、蒸発する水を補いながら、ホットプレート上で90分間加熱した後、約10mLとなるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液2滴を加え、液が微赤色になるまで水酸化ナトリウム溶液(1→40)を加える。この液を50mLのメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。試料液10mLを正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液2.0mLを加えてよく混ぜ、20分間放置し、検液とする。対照液は、水10mLを用いて試料液と同様に操作して調製する。別にリン酸一カリウム0.2195gを量り、水を加えて正確に1,000mLとし、この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000mLとし、標準原液とする。標準原液0mL、3mL、5mL、10mL、15mL及び20mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に50mLとし、それぞれを10mLずつ正確に量り、試料液と

同様に操作し、標準液とする。検液及び6濃度の標準液につき、波長650nmにおける吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & 1\text{-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2 \\ & \text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のリンの濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12} \end{aligned}$$

(4) オクタン酸

本品約0.7gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、検液とする。別に、定量用オクタン酸約0.2gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液0.5mL、1mL、2.5mL、5mL及び10mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えてそれぞれ正確に20mLとし、標準液とする。検液及び5濃度の標準液をそれぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のオクタン酸のピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のオクタン酸のピーク面積から検液中のオクタン酸の濃度(μg/mL)を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{オクタン酸 (C}_8\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 50}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50} \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 210nm)  
カラム充填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル  
カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管  
カラム温度 30°C  
移動相 酢酸0.12gを水350mLに溶かし、アセトニトリル650mLを加える

流量 1.0mL/分

(略)

次亜臭素酸水

Hypobromous Acid Water

定義 本品は、1, 3-ジブromo-5, 5-ジメチルヒダントインを加水分解することにより得られる、次亜臭素酸を主成分とする水溶液である。

含量 本品は、有効臭素75~900mg/kgを含む。

性状 本品は、無色の液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおい

同様に操作し、標準液とする。検液及び6濃度の標準液につき、波長650nmにおける吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & 1\text{-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2 \\ & \text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のリンの濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12} \end{aligned}$$

(4) オクタン酸

本品約0.7gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、検液とする。別に、定量用オクタン酸約0.2gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液0.5mL、1mL、2.5mL、5mL及び10mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えてそれぞれ正確に20mLとし、標準液とする。検液及び5濃度の標準液をそれぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のオクタン酸のピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のオクタン酸のピーク面積から検液中のオクタン酸の濃度(μg/mL)を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{オクタン酸 (C}_8\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 50}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50} \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 210nm)  
カラム充填剤 5μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル  
カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管  
カラム温度 30°C  
移動相 酢酸0.12gを水350mLに溶かし、アセトニトリル650mLを加える

流量 1.0mL/分

(略)

次亜臭素酸水

Hypobromous Acid Water

定義 本品は、1, 3-ジブromo-5, 5-ジメチルヒダントインを加水分解することにより得られる、次亜臭素酸を主成分とする水溶液である。

含量 本品は、有効臭素75~900mg/kgを含む。

性状 本品は、無色の液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおい

がある。

確認試験 (1) 本品10mLにヨウ化カリウム0.15gを加えるとき、液は、黄～褐色を呈する。

(2) 本品1mLを水89mLに加え、検液とする。DPD・EDTA試液0.5mLにリン酸緩衝液（エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有）0.5mLを加え、更に検液10mLを加えるとき、液は、淡赤色を呈する。

(3) 本品10mLに水酸化ナトリウム溶液（1→2）1滴を加えた液は、波長324～330nmに極大吸収部がある。

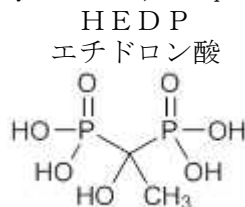
pH 4.0～7.5

定量法 本品約20gを精密に量り、水50mLを加え、ヨウ化カリウム1g及び酢酸（1→4）5mLを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=0.7990mg Br

(略)

1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸  
1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic Acid



$C_2H_8O_7P_2$  分子量 206.03  
(1-Hydroxyethane-1,1-diyl)diphosphonic acid [2809-21-4]

含量 本品は、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸（ $C_2H_8O_7P_2$ ）58.0～62.0%を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。

pH 2.0以下（1.0g、水100mL）

比重 1.430～1.471

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.004%以下

本品約25gを精密に量り、水50mL及び硝酸3mLを加え、0.005mol/L硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。終点における0.005mol/L硝酸銀溶液の消費量a mLを求め、次式により塩化物の量を求める。ただし、

がある。

確認試験 (1) 本品10mLにヨウ化カリウム0.15gを加えるとき、液は、黄～褐色を呈する。

(2) 本品1mLを水89mLに加え、検液とする。DPD・EDTA試液0.5mLにリン酸緩衝液（エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有）0.5mLを加え、更に検液10mLを加えるとき、液は、淡赤色を呈する。

(3) 本品10mLに水酸化ナトリウム溶液（1→2）1滴を加えた液は、波長324～330nmに極大吸収部がある。

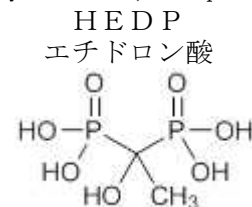
純度試験 液性 pH4.0～7.5

定量法 本品約20gを精密に量り、水50mLを加え、ヨウ化カリウム1g及び酢酸（1→4）5mLを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色が薄い黄色になったときに加える。終点は、液の青色が消えたときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=0.7990mg Br

(略)

1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸  
1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic Acid



$C_2H_8O_7P_2$  分子量 206.03  
(1-Hydroxyethane-1,1-diyl)diphosphonic acid [2809-21-4]

含量 本品は、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸（ $C_2H_8O_7P_2$ ）58.0～62.0%を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。

純度試験 (1) 比重 1.430～1.471

(2) 液性 pH2.0以下（1.0g、水100mL）

(3) 塩化物 Clとして0.004%以下

本品約25gを精密に量り、水50mL及び硝酸3mLを加え、0.005mol/L硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。終点における0.005mol/L硝酸銀溶液の消費量a mLを求め、次式により塩化物の量を求める。ただし、

変曲点が2つ以上ある場合は、終点は、最終の変曲点とする。

$$\text{塩化物 (Cl) の量 (\%)} = \frac{a \times 0.005 \times 3.545}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 亜リン酸  $\text{H}_3\text{PO}_3$  として4.0%以下

本品約1.5gを精密に量り、ヨウ素フラスコに入れ、水20mL及びリン酸緩衝液(pH7.3)50mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→2)でpH7.3に調整する。次に0.05mol/Lヨウ素溶液25mLを正確に量って加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、酢酸5mLを加え、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$0.05\text{mol/Lヨウ素溶液 } 1\text{mL} = 4.10\text{mg } \text{H}_3\text{PO}_3$$

(3) 鉛 Pbとして5 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.80g、第3法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(4) 鉄 Feとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品約0.2gを精密に量り、容器に入れ、硝酸5mLを加えて、マイクロ波を照射して試料を分解する装置で230°Cに昇温して灰化する。冷後、メスフラスコに移し、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。別に鉄標準液適量を正確に量り、硝酸(1→10)を加えて1mL中に鉄(Fe=55.85

変曲点が2つ以上ある場合は、終点は、最終の変曲点とする。

$$\text{塩化物 (Cl) の量 (\%)} = \frac{a \times 0.005 \times 3.545}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(4) 亜リン酸  $\text{H}_3\text{PO}_3$  として4.0%以下

本品約1.5gを精密に量り、ヨウ素フラスコに入れ、水20mL及びリン酸緩衝液(pH7.3)50mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→2)でpH7.3に調整する。次に0.05mol/Lヨウ素溶液25mLを正確に量って加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、酢酸5mLを加え、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液を加え、生じた青色が脱色されるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$0.05\text{mol/Lヨウ素溶液 } 1\text{mL} = 4.10\text{mg } \text{H}_3\text{PO}_3$$

(5) 鉛 Pbとして5.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.80gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸1mLを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば、容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450~600°Cで強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸(1→4)1mL及び硝酸1mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸(1→4)10mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)20mLを入れ、時計皿等で覆い、5分間沸騰させ、冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)10mLを加え、チモールブルー試液1mLを指示薬として、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水又は温水で洗い、洗液を分液漏斗又は遠心管に合わせる。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100)5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを正確に加えて5分間振とうした後、放置又は遠心分離する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(6) 鉄 Feとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品約0.2gを精密に量り、容器に入れ、硝酸5mLを加えて、マイクロ波を照射して試料を分解する装置で230°Cに昇温して灰化する。冷後、メスフラスコに移し、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。別に鉄標準液適量を正確に量り、硝酸(1→10)を加えて1mL中に鉄(Fe=55.85

) 10ng、25ng、50ng、100ng及び200ngを含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。試料液及び5濃度の標準原液をそれぞれ10mLずつ正確に量り、内標準溶液40μLずつを正確に加え、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は、イットリウム標準原液1.0mLを量り、硝酸(1→10)を加えて100mLとする。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法の内標準法により検量線を作成する。検量線から検液中の鉄の濃度 (ng/mL) を求め、次式により鉄の量を求める。

$$\text{鉄 (Fe) の量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{検液中の鉄の濃度 (ng/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 20}$$

(5) ヒ素  $\text{As}$ として5μg/g以下(0.30g、第1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

定量法 本品約3gを精密に量り、水150mLを加えて溶かし、かくはんしながら1mol/L水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定する。終点は、第2変曲点とする。終点における1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量をa mLとする。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$ ) の含量 (%)

$$= \frac{a \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 30} - \text{亜リン酸の量 (\%)} \times 1.675$$

(略)

E、F (略)

) 10ng、25ng、50ng、100ng及び200ngを含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。試料液及び5濃度の標準原液をそれぞれ10mLずつ正確に量り、内標準溶液40μLずつを正確に加え、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は、イットリウム標準原液1.0mLを量り、硝酸(1→10)を加えて100mLとする。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法の内標準法により検量線を作成する。検量線から検液中の鉄の濃度 (ng/mL) を求め、次式により鉄の量を求める。

$$\text{鉄 (Fe) の量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{検液中の鉄の濃度 (ng/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 20}$$

(7) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として6.7μg/g以下(0.30g、第1法、装置B)

定量法 本品約3gを精密に量り、水150mLを加えて溶かし、かくはんしながら1mol/L水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定する。終点は、第2変曲点とする。終点における1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量をa mLとする。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ( $\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$ ) の含量 (%)

$$= \frac{a \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 30} - \text{亜リン酸の量 (\%)} \times 1.675$$

(略)

E、F (略)

## ウェランガム

Welan Gum

ウェラン多糖類

**定 義** 本品は、スフィンゴモナス属細菌 (*Sphingomonas* sp. に限る。) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

**性 状** 本品は、白～褐色の粉末で、わずかににおいがある。

**確認試験** (1) 本品 1 g を水 100mL にかき混ぜながら加えるとき、粘稠な溶液となる。

(2) (1) の溶液 1 mL を量り、水を加えて 10mL とする。この液 2 mL にアセトン 5 mL を加え、よく振り混ぜるとき、白色綿状の沈殿を生じる。

(3) 水 9 mL に水酸化カルシウム 1 g を分散させた液に(1)の溶液 10mL を加えよくかき混ぜるとき、ゲルを生成することなく粘稠な溶液となる。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0 g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50 g, 第 3 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)

(3) 2-プロパノール 0.50% 以下

(i) 装置

概略は次の図による。

A : ナス型フラスコ (300mL)

B : すり合わせ連結部

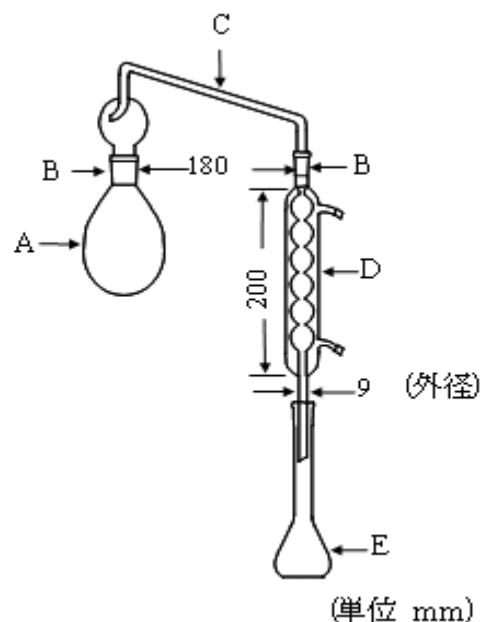
C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (100mL)

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 mL の留出速度で蒸留して、留液約 90mL を採り、水を加えて正確に 100mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチルー 2-プロパノール溶液 (1→1000) とする。別に、2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、



水を加えて正確に 50mL とする。この液 10mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 $\mu$ L ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比  $Q_T$  と  $Q_S$  を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量 (\%)} = \frac{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

#### 操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 $\mu$ m のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

**乾燥減量** 15.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2 時間)

**灰 分** ~~10.0~~16.0%以下 (乾燥物換算)

**微生物限度** 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は 5000 以下、真菌数は 500 以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験は、本品 1 g をリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液 200mL と混合して均一に分散させたものを試料液とする。大腸菌試験は、本品 1 g をラウリル硫酸ブイオン培地 300mL と混合して均一に分散させ、35 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C で 48 $\pm$ 2 時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品 1 g を乳糖ブイオン培地 300mL と混合して均一に分散させ、35 $\pm$ 1 $^{\circ}$ C で 24 $\pm$ 2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。



## ラクトフェリン濃縮物

Lactoferrin Concentrates

**定義** 本品は、ほ乳類の乳から得られたラクトフェリンを主成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、窒素（N=14.01）14.0～16.5%を含み、ラクトフェリン85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、淡赤だいたい～濃赤褐色の粉末で、においが無い。

**確認試験** (1) 本品の水溶液（1→100）10mL に水酸化ナトリウム溶液（1→10）1mL を加え、更に硫酸銅（II）五水和物溶液（1→8）1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。

(2) 本品1gに水20mLを徐々に加えて溶かした後、10%塩酸試液を1mL加えるとき、溶液の赤色は消える。

**pH** 5.2～7.2（1.0g、水塩化カリウム試液（0.2mol/L）50mL）

**純度試験** (1) 鉄 Fe として0.050%以下

本品0.50gを量り、水を加えて溶かし、塩酸1mL及び水を加えて100mLとし、検液とする。別に鉄標準液25mLを正確に量り、塩酸1mL及び水を加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下（2.0g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式）

(3) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下（0.50g、第23法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B）

**乾燥減量** 6.0%以下（105℃、5時間）

**強熱残分** 2.5%以下

**定量法** (1) 窒素 本品約20mgを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。

(2) ラクトフェリン

本品約0.1gを精密に量り、塩化ナトリウム溶液（3→100）を加えて溶かし、正確に50mLとし、検液とする。別に定量用ラクトフェリン約0.2gを精密に量り、塩化ナトリウム溶液（3→100）を加えて溶かし、正確に50mLとする。この液及びこの液5mLずつを正確に量り、塩化ナトリウム溶液（3→100）を加えてそれぞれ正確に10mL

及び20mLとした液を、3濃度の標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ25 $\mu$ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のラクトフェリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のラクトフェリンの面積から検液中のラクトフェリンの量（g）を求め、次式により含量を求める。

ラクトフェリンの含量（%）

$$\frac{\text{検液中の乾燥物換算したラクトフェリンの量（g）}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量（g）}} \times \text{定量用ラクトフェリンの含量（%）}$$

操作条件

検出器 紫外外部吸収検出器（測定波長 280nm）

カラム充填剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用ブチル化ポリビニルアルコールポリマーゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 30～40 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 A 塩化ナトリウム溶液（3 $\rightarrow$ 100）／アセトニトリル（HPLC用）／トリフルオロ酢酸混液（9000：1000：3）

移動相 B 塩化ナトリウム溶液（3 $\rightarrow$ 100）／アセトニトリル（HPLC用）／トリフルオロ酢酸混液（5000：5000：3）

濃度勾配 A：B（50：50）から（0：100）までの直線濃度勾配を25分間行う。

流量 0.8mL／分

#### 試薬・試液等

塩化カリウム試液（0.2mol/L） 塩化カリウム 14.9g を量り、水を加えて 1000mL とする。

pH が 5.2～7.2 であることを確認する。

ラクトフェリン、定量用 本品は、牛の乳から得られたラクトフェリンを主成分とするものである。本品は、淡赤黄色～黄赤色の結晶性の粉末又は粉末である。

比吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ （280 nm）=12.0～13.5（乾燥物換算）

本品 0.1g を精密に量り、水を加えて溶かして 200mL とした後、孔径 0.45 $\mu$ m のメンブレンフィルターでろ過し、検液とする。この液の波長 280nm における吸光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。

純度試験 (1) 鉄 Fe として 0.005～0.05%

本品 1.0g を磁製のろつばに量り、硫酸 0.2mL を加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、放冷する。これに塩酸（2 $\rightarrow$ 3）5mL を加え、加熱して溶かし、更に水を加えて 50mL とし、ろ過する。このろ液 2mL をとり、水を加えて

10mL とし検液とする。別に鉄標準液 2 mL ずつを正確に量り、塩酸（2→3）0.2mL を加え、更に水を加えてそれぞれ正確に 10mL 及び 100mL とした液を、2 濃度の標準液とする。検液及び 2 濃度の標準液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の鉄の原子吸光度から、検液中の鉄濃度を求め、更に試料中の鉄量（%）を求める。

操作条件

光源ランプ 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

- (2) 類縁物質 本品 0.1 g を量り、塩化ナトリウム溶液（3→100）で正確に 50mL にし、検液とする。検液 250 $\mu$ L を量り、「ラクトフェリン濃縮物」の定量法次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からラクトフェリンの含量を求めるとき、95.0%以上である。別に空試験を行い補正する。

操作条件

~~検出器 紫外吸光光度計（測定波長 280nm）~~

~~カラム充填剤 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル~~

~~カラム管 内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管~~

~~カラム温度 室温~~

~~移動相 A 塩化ナトリウム試液（0.5mol/L）／アセトニトリル（HPLC用）／トリフルオロ酢酸混液（9000：1000：3）~~

~~移動相 B 塩化ナトリウム試液（0.5mol/L）／アセトニトリル（HPLC用）／トリフルオロ酢酸混液（5000：5000：3）~~

~~濃度勾配 A：B（50：50）から、（0：100）までの直線濃度勾配を 25 分間行い、（50：50）までの直線濃度勾配を 10 分間行う。~~

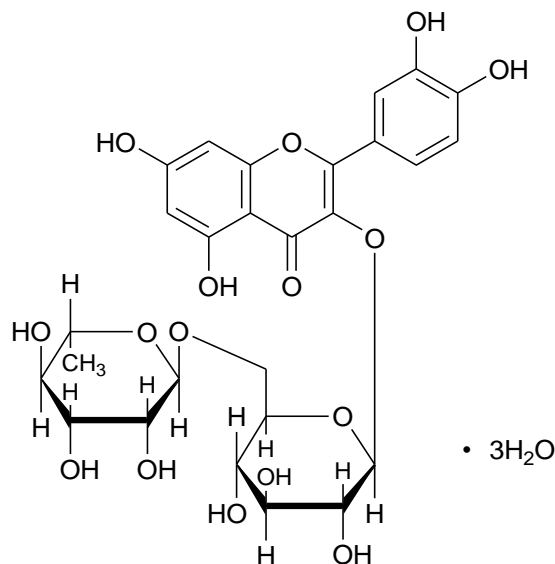
~~流量 1.0mL/分~~

乾燥減量 6.0 %以下（105 $^{\circ}$ C、5 時間）

エンジュ抽出物

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract



$C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$

分子量 664.56

5, 7-Dihydroxy-2-(3, 4-dihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-3-yl

$\alpha$ -L-rhamnopyranosyl-(1→6)- $\beta$ -D-glucopyranoside trihydrate [153-18-

4250249-75-3, ルチン無水物3水和物]

**定 義** 本品は、ルチン（抽出物）のうちエンジュ (*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ又は花より、水、エタノール又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分はルチンである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、ルチン ( $C_{27}H_{30}O_{16}$ ) 95.0~105.0%を含む。

**性 状** 本品は淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末で、においがないか又はわずかに特異なにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 20mg をエタノール (95) 10mL に溶かした液は、黄色を呈し、塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1→50) 1~2滴を加えるとき、液は、帯緑褐色に変わる。  
 (2) 本品 20mg をエタノール (95) 5mL に加温して溶かした液は、黄色を呈し、塩酸 2mL 及びマグネシウム粉末 50mg を加えるとき、液は、徐々に赤色に変わる。  
 (3) 本品 10mg をエタノール (95) 100mL に溶かした液は、波長 257nm 付近及び 361nm 付近に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 鉛 Pb として  $2\mu\text{g/g}$  以下 (2.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 4.0mL, フレーム方式)

(2) ヒ素 As として  $3\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第3法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置B)

(3) メタノール 0.015%以下

(i) 装置

概略は次の図による。

A：ナス型フラスコ（200mL）

B：すり合わせ連結部

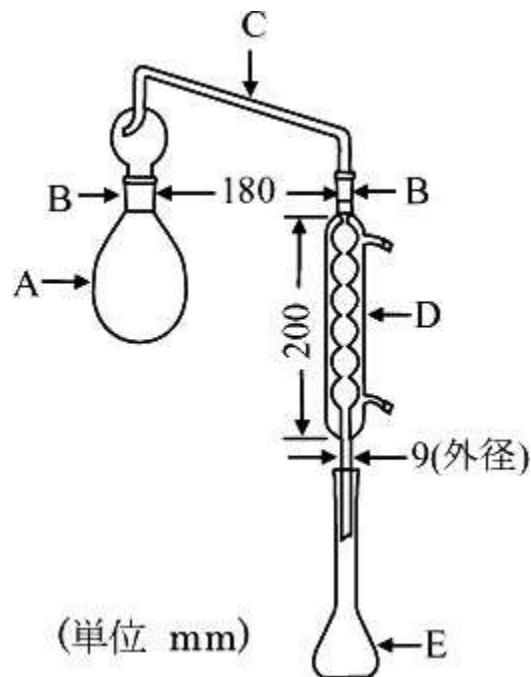
C：しぶき止め付き蒸留管

D：冷却器

E：メスフラスコ（50mL）

(ii) 操作法

本品約 5 g をナス型フラスコ A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液 2 mL を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2～3 mL の留出速度で、留分が約 45mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液（1→1000）とする。別にメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて 100mL とする。この液 3 mL 及び内標準液 2 mL を正確に量り、水を加えて 50mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、次式によりメタノールの量を求める。



$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.15$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

**乾燥減量** 9.0%以下 (135°C, 2時間)

**強熱残分** 0.3%以下 (550°C, 4時間)

**定量法** 本品及び定量用ルチンを135°Cで2時間乾燥し、それぞれ約50mgずつを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。それぞれの液5mLを正確に量り、水／アセトニトリル／リン酸混液(800:200:1)を加えて正確に50mLとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20μLずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のルチンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 100$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5~10μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径3~6mm, 長さ15~25cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 水／アセトニトリル／リン酸混液 (800:200:1)

流量 ルチンの保持時間が8~12分になるように調整する。

## 粗製海水塩化マグネシウム

Crude Magnesium Chloride (Sea Water)

塩化マグネシウム含有物

**定義** 本品は、海水から塩化カリウム及び塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化マグネシウムを主成分とするものである。

**含量** 本品は、塩化マグネシウム ( $\text{MgCl}_2=95.21$ ) として 12.0~30.0% を含む。

**性状** 本品は、無~淡黄色の液体で、苦味がある。

**確認試験** (1) 本品に水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 4.8% 以下

本品 0.25 g を量り、水を加えて溶かして 100 mL とする。この液 2.0 mL を量り、検液とする。比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を用いる。

(2) 臭化物 Br として 2.5% 以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かして 500 mL とする。この液 10 mL を量り、水を加えて 100 mL とする。更にこの液 2 mL を量り、水 3 mL、フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1 mL を加え、直ちに混和し、2 分間放置後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15 mL を加えて混和した後、水を加えて 10 mL とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110°C で 4 時間乾燥した後、その 2.979 g を量り、水を加えて溶かして正確に 1000 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1 mL を加え、直ちに振り混ぜる。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長 590 nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

(3) 鉛 Pb として 2 µg/g 以下 (2.0 g, 第 5 法, 比較液 鉛標準液 4.0 mL, フレーム方式)

本品に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1→4) 20 mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) 亜鉛 Zn として 70 µg/g 以下

本品 4.0 g を量り、水を加えて 40 mL とし、試料液とする。試料液 30 mL を量り、酢酸 5 滴及びヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水和物溶液 (1→20) 2 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液 14 mL を量り、試料液 10 mL

及び水を加えて 30mL とし、酢酸 5 滴及びヘキサシアノ鉄 (II) 酸カリウム三水合物溶液 (1→20) 2 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した液の濁度以下である。

(5) カルシウム Ca として 4.0%以下

定量法の A 液 20mL を正確に量り、水を加えて 100mL とし、L (+) - 酒石酸溶液 (1→5) 0.2mL を加え、更に 2, 2', 2'' - ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10mL, 水酸化カリウム溶液 (1→10) 10mL を加え、5 分間放置した後、直ちに 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1 g), その消費量を b mL とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし、次式によりカルシウムの量を求める。

$$b \times 0.4008$$

$$\text{カルシウム (Ca) の量 (\%)} = \frac{\quad}{\quad}$$

試料の採取量 (g)

(6) ナトリウム Na として 4.0%以下

本品 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。この液 10mL を量り、水を加えて 200mL とし、検液とする。別に塩化ナトリウムを 130°C で 2 時間乾燥した後、その 2.542 g を量り、水を加えて溶かし、正確に 1000mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(7) カリウム K として 6.0%以下

純度試験 (6) の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを 105°C で 2 時間乾燥した後、その 1.907 g を量り、水を加えて溶かして正確に 1000mL とする。この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ

分析線波長 766.5nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(8) ヒ素 As として 3 μg/g 以下 (0.50 g, 第 1 法, 標準色 ヒ素標準液 3.0mL, 装置 B)



**定量法** 本品約 2 g を精密に量り，水を加えて正確に 200mL とし，A液とする。A液 5 mL を正確に量り，水 50mL 及びアンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5 mL を加え，0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し (指示薬 エリオクロムブラック T 試液 2 滴)，その消費量 a mL を求める。終点は，液の赤色が青色に変わるときとする。純度試験(5)で得た消費量 b mL を用い，次式により含量を求める。

$$(a - 0.25b) \times 3.8038$$

$$\text{塩化マグネシウム (MgCl}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{\text{試料の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

## α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア

α-Glucosyltransferase Treated Stevia

酵素処理ステビア

**定義** 本品は、「ステビア抽出物」に、α-グルコシルトランスフェラーゼを用いてD-グルコースを付加して得られたものである。α-グルコシル化ステビオール配糖体を主成分とする。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、α-グルコシル化ステビオール配糖体4種（ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドC及びズルコシドA各々のα-グルコシル化物）及びそれらの未反応のステビオール配糖体4種の合計量として80.0%以上を含み、かつ、α-グルコシル化ステビオール配糖体4種の合計量として65.0%以上を含む。

**性状** 本品は白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがあり、強い甘味がある。

**確認試験** (1) 本品0.1gを水/アセトニトリル混液（7：3）100mLに溶かし、検液とする。検液及び定量法の標準液Aをそれぞれ10μLずつ量り、「ステビア抽出物」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液では、レバウジオシドAより早い保持時間に複数のピークを認める。

(2) 定量法の検液A10μLにつき、(1)と同じ操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、レバウジオシドAより早い保持時間に認められるピークの合計面積は、(1)の検液の場合より小さく、ステビオシド又はレバウジオシドAのいずれか、あるいは両方のピーク面積は、(1)の検液の場合より大きい。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして1μg/g以下（4.0g，第1法，比較液 鉛標準液4.0mL，フレイム方式）

(2) ヒ素 Asとして1μg/g以下（1.5g，第3法，標準色 ヒ素標準液3.0mL，装置B）

**乾燥減量** 6.0%以下（105℃，2時間）

**強熱残分** 1.0%以下

**定量法** (1) グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体4種の合計量

本品約0.1gを精密に量り、水20mLに溶かし、酢酸緩衝液（pH4.5）10mLを正確に加える。この液にグルコアミラーゼ2000単位を加え、55℃で約45分間放置する。更に95℃で約30分間加熱した後、室温まで冷却し、水/アセトニトリル混液（7：3）を加えて正確に100mLとし、検液Aとする。別に定量用ステビオシド及び定量用レバウジオシドAを乾燥し、それぞれ約50mgずつを精密に量り、水/アセトニトリル混液（7：3）に溶かして正確に100mLとし、標準液Aとする。検液A及び標準液Aについて「ステビア抽出物」の定量法を準用し、ステビオール配糖体4種（ステビオシド、レバウジオシドA、レバウジオシドC及びズルコシドA）の合計量を求める。

(2) グルコアミラーゼ処理により遊離する  $\alpha$ -グルコシル残基の量

本品約 1 g を精密に量り、水 50 mL に溶かす。この液をアクリル酸エステル系吸着用樹脂又はスチレンージビニルベンゼン系吸着用樹脂 50 mL を充填した内径約 25 mm のガラス管に注ぎ、1 分間に 3 mL 以下の速さで流出させた後、水 250 mL で洗浄する。次に、50 vol% エタノール 250 mL を 1 分間に 3 mL 以下の速さで流し、得られた流出液を約 100 mL になるまで濃縮し、酢酸緩衝液 (pH 4.5) 40 mL を正確に加え、更に水を加えて約 180 mL とする。この液を 55°C で約 5 分間放置した後、グルコアミラーゼ 20000 単位を加え、55°C で約 45 分間放置する。更に 95°C で約 30 分間加熱した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 200 mL とし、検液 B とする。検液 B 20  $\mu$ L を量り、D-グルコース定量用発色試液 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後、37°C で正確に 5 分間放置する。室温まで冷却した後、水 20  $\mu$ L を用いて検液 B と同様に操作した液を対照として、波長 505 nm における吸光度を測定する。別に空試験を行い補正する。ただし、空試験液は、酢酸緩衝液 (pH 4.5) 40 mL を正確に量り、水を加えて約 180 mL としたものを 55°C で約 5 分間放置した後、グルコアミラーゼ 20000 単位を加え、55°C で約 45 分間放置し、更に 95°C で約 30 分間加熱し、室温まで冷却し、水を加えて正確に 200 mL とした液とする。空試験液を検液 B と同様に操作して、吸光度を測定する。別に D (+)-グルコース約 1 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。この液 5 mL、10 mL、20 mL 及び 30 mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、標準液 B とする。これらの標準液 B につき、検液 B と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。検液 B 中の D (+)-グルコース濃度を検量線から求め、次式によりグルコアミラーゼ処理により遊離する  $\alpha$ -グルコシル残基の量を求める。

グルコアミラーゼ処理により遊離する  $\alpha$ -グルコシル残基の量 (%)

$$= \frac{\text{検液 B 中の D (+)-グルコース濃度 (mg/mL)} \times 200}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1000} \times 0.900 \times 100$$

(3) 未反応のステビオール配糖体 4 種の合計量

本品約 0.5 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL とし、検液 C とする。検液 C 及び (1) の標準液 A について「ステビア抽出物」の定量法を準用し、未反応のステビオール配糖体 4 種 (ステビオシド、レバウジオシド A、レバウジオシド C 及びズルコシド A) の合計量を求める。

(4)  $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量

次式により  $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量を求める。

$\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体 4 種及び未反応のステビオール配糖体 4 種の含量 (%)

=グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体4種の合計量 (%)  
+グルコアミラーゼ処理により遊離する $\alpha$ -グルコシル残基の量 (%)

(5)  $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量

次式により $\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量を求める。

$\alpha$ -グルコシル化ステビオール配糖体4種の含量 (%)  
=グルコアミラーゼ処理後のステビオール配糖体4種の合計量 (%)  
+グルコアミラーゼ処理により遊離する $\alpha$ -グルコシル残基の量 (%)  
-未反応のステビオール配糖体4種の合計量 (%)