

既存添加物 61 品目 (63 成分規格) 及び一般飲食物

添加物 1 品目 (1 成分規格) の成分規格案

アカキャベツ色素

Red Cabbage Color

ムラサキキャベツ色素

定義 本品は、キャベツ (*Brassica oleracea* Linné) の葉より弱酸性水溶液で抽出して得られたものであり、シアニジンアシルグリコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

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

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

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.1g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml に溶かした液は、赤~暗紫赤色を呈する。

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

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

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 8.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.25g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として 4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 520~540nm の極大吸収部

N-アセチルグルコサミン

N-Acetylglucosamine

$C_8H_{15}NO_6$

分子量 221.21

2-Acetamido-2-deoxy-D-glucopyranose [7512-17-6]

定 義 本品は、キチンを塩酸及び酵素で加水分解し、分離して得られたものである。成分は、N-アセチル-D-グルコサミンである。

含 量 本品を乾燥したものは、N-アセチル-D-グルコサミン ($C_8H_{15}NO_6$) 95.0~101.5%を含む。

性 状 本品は、白~類白色の結晶又は粉末で、においはなく、特有の甘味がある。

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

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水20ml)

(2) 塩化物 Clとして0.30%以下 (0.10g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.85ml)

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

(4) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下 (1.0g, 第1法)

(5) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 1.0%以下 (105°C, 3時間)

強熱残分 0.30%以下 (2g, 600°C, 8時間)

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mlとする。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、検液とする。別に定量用N-アセチルグルコサミンを乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水に溶かし正確に20mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ10 μ lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のN-アセチル-D-グルコサミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

N-アセチル-D-グルコサミン ($C_8H_{15}NO_6$) の含量

$$= \frac{\text{定量用N-アセチルグルコサミンの採取量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 5 μ mの液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径4.6mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 室温

移動相 アセトニトリル/水混液 (3 : 1)

流量 N-アセチル-D-グルコサミンの保持時間が約10分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用*N*-アセチルグルコサミン $C_8H_{15}NO_6$

N-アセチルグルコサミン，定量用を見よ。

N-アセチルグルコサミン，定量用 $C_8H_{15}NO_6$

性 状 白色の結晶性の粉末又は粉末である。

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

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

(2) 類縁物質 本品0.1gを水10mlに溶かし，検液とする。この液1.5mlを正確に量り，水を加えて正確に100mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ lずつ量り，次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を測定するとき，検液の主ピーク以外のピークの合計面積は，比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし，面積測定範囲は，溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「*N*-アセチルグルコサミン」の定量法を準用する。

乾燥減量 1.0%以下（105℃，3時間）

ホウ酸緩衝液（pH9.1）

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

〈参考情報〉

カラム充てん剤 YMC-Pack PA-03（榊ワイエムシイ製）

液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

アミノ基結合型シリカゲル，液体クロマトグラフィー用

液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲルを見よ。

5'-アデニル酸
5'-Adenylic Acid
アデノシン5'-リン酸

$C_{10}H_{14}N_5O_7P$

分子量 347.22

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

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

含 量 本品を乾燥物換算したものは、5'-アデニル酸 ($C_{10}H_{14}N_5O_7P$) 98.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

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

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

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50g を量り、水酸化ナトリウム試液 2ml を加えて溶かし、水を加えて 10ml とし、検液とする。

(2) 重金属 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0g を量り、水酸化ナトリウム試液 8ml 及び水 30ml を加えて溶かし、酢酸 (1→20) 又はアンモニア試液で中和し、更に酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2ml を正確に量り、酢酸 (1→20) 2ml 及び水を加えて 50ml とする。

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下

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

(4) 吸光比 本品 0.010g を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かし、1,000ml とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は 0.82~0.88, A_3/A_2 は 0.19~0.23 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10g を量り、水酸化ナトリウム試液 0.5ml を加えて溶かし、水を加えて 20ml とし、検液とする。検液 $1 \mu\text{l}$ を量り、対照液を用いず、1-プロパノール/アンモニア試液/アセトン混液 (6:5:2) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線 (波長約 250nm) 下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を 110°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

乾燥減量 6.0%以下 (120°C , 4 時間)

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

$$5\text{'-アデニル酸 } (C_{10}H_{14}N_5O_7P) \text{ の含量} = \frac{0.2 \times 2.315 \times A}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

L-アラビノース

L-Arabinose

C₅H₁₀O₅

分子量 150.13

L-Arabinofuranose [87-72-9]

定義 本品は、アラビアガム、ガティガム、コーンファイバー又はサトウダイコンのパルプ（シュガービートパルプ）の多糖類（アラビナン等）を、加水分解し、分離して得られたものである。

成分はL-アラビノースである。

含量 本品を乾燥したものは、L-アラビノース（C₅H₁₀O₅）95.0～101.0%を含む。

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

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

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

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +95^\circ$ 以上 本品約2gを精密に量り、水を加えて正確に50mlとし、

室温で24時間放置後、旋光度を測定し、更に乾燥物換算を行う。

(2) 溶状 無色、ほとんど澄明（4.0g、水20ml）

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

(4) 硫酸塩 SO₄として0.005%以下（1.0g、比較液 0.005mol/L硫酸0.10ml）

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

(6) 鉛 Pbとして10μg/g以下（1.0g、第1法）

(7) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下（0.50g、第3法、装置B）

乾燥減量 1.0%以下（105℃、3時間）

強熱残分 0.20%以下（5g、600℃、8時間）

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

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 7～11μmの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径4～8mm、長さ25～35cmのステンレス管

カラム温度 60~70°Cの一定温度

移動相 水

流量 L-アラビノースの保持時間が10~15分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用アラビノース L-アラビノース，定量用を見よ。

L-アラビノース，定量用 $C_6H_{10}O_5$

性 状 白色の結晶又は粉末である。

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

(2) 類縁物質 本品1.0gを水25mlに溶かし, 検液とする。この液1mlを正確に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ lずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「L-アラビノース」の定量法の操作条件を準用する。

〈参考情報〉

カラム充てん剤 Shodex SUGAR SP0810

myo-イノシトール

myo-Inositol

myo-イノシット

$C_6H_{12}O_6$

分子量 180.16

(1*R*,2*S*,3*S*,4*R*,5*r*,6*S*)-cyclohexane-1,2,3,4,5,6-hexol [87-89-8]

定義 本品は、イノシトールのうち、myo-イノシトールを成分とするものであり、イネ (*Oryza sativa* Linné) の種子より得られた米ぬか若しくはトウモロコシ (*Zea mays* Linné) の種子から得られたフィチン酸を分解したものより、又はサトウダイコン (*Beta vulgaris* Linné) の糖液又は糖蜜より、分離して得られたものである。

含量 本品を乾燥したものは、myo-イノシトール ($C_6H_{12}O_6$) 97.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

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

純度試験 (1) 融点 223~227°C

(2) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水 10ml)

(3) 塩化物 Clとして0.005%以下 (2.0g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.30ml)

(4) 硫酸塩 SO_4 として0.006%以下 (4.0g, 比較液 0.005mol/L 硫酸 0.50ml)

(5) 重金属 Pbとして $25\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液 2.5ml)

(6) 鉄 Feとして $5.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法, 比較液 鉄標準液 0.5ml)

(7) カルシウム 本品 1.0g を水 10ml に溶かし、シュウ酸アンモニウム溶液 (1→30) 1ml を加え、1分間放置するとき、液は澄明である。

(8) ヒ素 As_2O_3 として $2.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法, 装置B)

(9) 還元性物質 本品 0.50g を水 10ml に溶かし、フェーリング試液 5ml を加えて3分間加熱した後 30分間放置するとき、帯黄だいたい~赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 0.50%以下 (105°C, 4時間)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本品及び定量用 myo-イノシトールを乾燥し、それぞれ約 0.2g を精密に量り、水 30ml と 1-プロパノール溶液 (3→25) 5ml ずつを正確に加えた後、水を加えて正確に 50ml とし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $10\mu\text{l}$ ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 1-プロパノールのピーク面積に対する myo-イノシトールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

myo-イノシトール ($C_6H_{12}O_6$) の含量

$$= \frac{\text{定量用 myo-イノシトールの採取量 (g)}}{\text{試料採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 8 μm の液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径8mm, 長さ30cmのステンレス管

カラム温度 65°C付近の一定温度

移動相 水

流量 *myo*-イノシトールの保持時間が約9分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

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

myo-イノシトール, 定量用

性 状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 味は甘い。

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

純度試験 類縁物質 本品0.2gを水20mlに溶かし, 検液とする。この液1mlを正確に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μl ずつ量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い, 各ピーク面積を測定するとき, 検液の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピークの面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件

「*myo*-イノシトール」の定量法の操作条件を準用する。

〈参考情報〉

myo-イノシトール

和光純薬工業製 *myo*-イノシトール (*myo*-Inositol) (製品コード 092-00282) がある。

液体クロマトグラフィー用カラム

昭和電工製 Shodex SUGAR KS-801 がある。

エンジュ抽出物

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract

$C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$

分子量 664.56

5,7-Dihydroxy-2-(3,4-dihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-7-yl α -L-rhamnopyranosyl-(1 \rightarrow 6)- β -D-glucopyranoside trihydrate [153-18-4, ルチン無水物]

定義 本品は、ルチン（抽出物）のうちエンジュ (*Sophora japonica* Linné) のつぼみ又は花より、水、エタノール、又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分はルチンである。

含量 本品を乾燥したものは、ルチン ($C_{27}H_{30}O_{16}$ = 610.52) 95.0~105.0%を含む。

性状 本品は淡黄~淡黄緑色の結晶性の粉末で、においがなく又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.02g をエタノール 10ml に溶かした液は、黄色を呈し、塩化鉄 (III) 溶液 (1 \rightarrow 50) 1~2滴を加えるとき、液は帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 0.02g をエタノール 5ml に加温して溶かした液は、黄色を呈し、塩酸 2ml 及びマグネシウム末 0.05g を加えるとき、液は徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 0.01g をエタノール 100ml に溶かした液は、波長 257nm 付近及び波長 361nm 付近に極大吸収部がある。

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

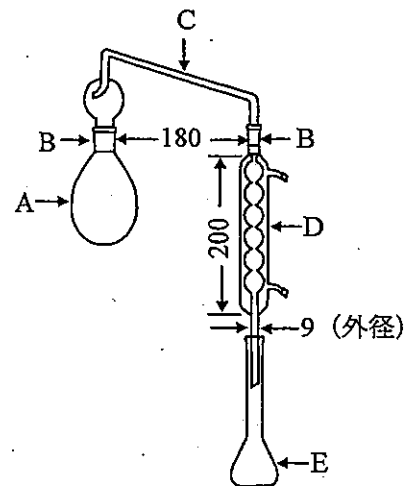
(2) 鉛 Pb として 5.0 μ g/g 以下 (2.0g, 第1法)

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

(4) メタノール 0.015% 以下

(i) 装置

概略は次の図による。



A : ナス型フラスコ (200ml)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (50ml)

(単位 mm)

(ii) 操作法

本品約 5g をナス型フラスコ A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100ml を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準溶液 2ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組

み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1分間に2～3mlの留出速度で、留分が約45mlになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に50mlとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノールの水溶液(1→1,000)とする。別にメタノール約0.5gを精密に量り、水を加えて正確に100mlとし、この液5mlを正確に量り、水を加えて100mlとする。この液3ml及び内標準溶液2mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0μlずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の*tert*-ブタノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

メタノールの量

$$= \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.15 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径3mm,長さ2mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約2分になるように調整する。

乾燥減量 9.0%以下(135℃,2時間)

強熱残分 0.30%以下(550℃,4時間)

定量法 本品及び定量用ルチンを135℃で2時間乾燥し、それぞれ約0.05gずつを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mlとする。それぞれの液5mlを正確に量り、水/アセトニトリル/リン酸混液(800:200:1)を加えて正確に50mlとし、検液及び標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20μlずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のルチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{の含量} = \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長254nm)

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

カラム管 内径3～6mm,長さ15～25cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液(800:200:1)

流量 ルチンの保持時間が8～12分になるように調整する。

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム：180～250 μ m のスチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂
Gaskuropack 54 60/80 メッシュ Cat. No. 1002-45406 (ジーエルサイエンス社製)

液体クロマトグラフィー用カラム：5～10 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3
250×4.6mmI. D. Cat. No. 5020-01732 (ジーエルサイエンス社製)

〈試薬・試液〉

定量用ルチン ルチン，定量用を見よ。

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

性状 本品は，淡黄～淡黄緑色の結晶性の粉末である。

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

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

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

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

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径 3～6mm，長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}C$

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流量 ルチンの保持時間が 8～12 分になるように調整する。

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

〈参考情報〉

液体クロマトグラフィー用カラム：5～10 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3

250×4.6mmI. D. Cat. No. 5020-01732 (ジーエルサイエンス社製)

②

②

貝殻焼成カルシウム

Calcinated Shell Calcium

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

含量 本品を強熱したものは、酸化カルシウム ($\text{CaO}=56.08$) として 91.0%以上を含む。

性状 本品は、白～灰白色の塊、粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品 1g に水 5ml を加え懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

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

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

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

(2) 炭酸塩 本品 1.0g に少量の水を加えて破碎し、水 50ml とよく混ぜ、しばらく放置し、上層の乳状液の大部分を傾斜して除き、残留物に過量の塩酸 (1→4) を加えるとき、著しく泡立たない。

(3) 重金属 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下

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

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

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

強熱減量 10.0%以下 (900°C, 30分間)

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

0.05mol/L EDTA 溶液 1ml = 2.804mg CaO

活性白土

Activated Acid Clay

定義 本品は、酸性白土を硫酸処理して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

性状 本品は、類白～灰色の粉末又は粒状である。

確認試験 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH2.0～6.0

本品10.0gを量り、水100mlを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上で時々振り混ぜて2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45 μ m）を用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし、検液とする。

(2) 水可溶物 1.6%以下

(1)の検液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を110 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その質量を量る。

(3) 鉛 Pbとして40 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→25）20ml及び水50mlを加えてよく振り混ぜた後、30分間緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて100mlとし、A液とする。A液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして20mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）を加えて20mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

(3)のA液50mlを量り、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

強熱減量 35.0%以下（110 $^{\circ}$ C, 3時間, 次に550 $^{\circ}$ C, 3時間）

カードラン

Curdlan



(3→1)-β-D-Glucopyranan [54724-00-4]

定 義 本品は、アグロバクテリウム属菌 (*Agrobacterium biovar 1*) 又はリゾビウム属菌 (*Rhizobium radiobacter*) の培養液から得られた、β-1,3-グルカンを主成分とするものである。

含 量 本品は、カードラン80.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄褐色の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品0.2gに水5mlを加えてよくかき混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液(3→25) 1mlを加えて振り混ぜるとき、溶解する。

(2) 本品の2%懸濁液10mlを水浴中で10分間加熱するとき、ゲルを形成する。

(3) 本品の2%懸濁液10mlに硫酸5mlを加えて水浴中で30分間加熱した後、冷却する。この液1mlに水100ml及び炭酸バリウムを加えて中和した後、900×gで10分間遠心分離する。この上澄液1mlにフェーリング試液5mlを加え水浴中で5分間加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 液性 pH6.0～7.5 (1%懸濁液)

(2) 鉛 Pbとして0.5μg/g以下 (20g, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(4) 総窒素 0.3%以下

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

乾燥減量 10.0%以下 (60℃, 減圧, 5時間)

強熱残分 6.0%以下

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

定 量 法 本品約0.1gを精密に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて振り混ぜて溶かし、正確に100mlとする。この液5mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液1mlを正確に量り、フェノール溶液(1→20) 1ml及び硫酸5mlを加えて激しく振り混ぜた後、氷水中で冷やし、検液とする。対照液は、水0.1mlを用いて検液の場合と同様に操作し調製する。別にブドウ糖約0.1gを精密に量り、これを用いて検液の場合と同様に操作して標準液とする。検液及び標準液の波長490nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

$$\text{カードランの含量} = \frac{\text{ブドウ糖の採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.900 \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

炭酸バリウム BaCO₃

含 量 99.0%以上

性 状 本品は白色の粉末である。

純度試験 (1) ナトリウム 0.01%以下

本品1.0gに塩酸(1→10)を加えて溶かし100mlとし、検液とする。本品1.0gにナトリウム標準液(0.1mg/ml) 1ml, カリウム標準液(0.1mg/ml) 1ml, カルシウム標準液(0.1mg/ml) 1ml及びストロンチウム標準液(5.0mg/ml) 1mlを加え、次いで塩酸(1→10)を加えて溶かし100mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

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

(2) カリウム 0.01%以下

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

操作条件

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

(3) カルシウム 0.01%以下

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

操作条件

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

(4) ストロンチウム 0.5%以下

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

操作条件

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

(5) 水酸化バリウム 0.02%以下

本品5gに二酸化炭素を含まない水50mlを加え、5分間振り混ぜる。定量用ろ紙(5種C)を用い

てろ過した後、ろ液を0.05mol/L塩酸で滴定する(指示薬 プロモチモールブルー試液)。

0.05mol/L塩酸 1ml=4.284mg Ba(OH)₂

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

1mol/L塩酸 1ml=98.67mg BaCO₃

硝酸ストロンチウム Sr(NO₃)₂ K8554

〈標準液〉

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

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

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

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

カンゾウ抽出物

Licorice Extract

カンゾウエキス

グリチルリチン

リコリス抽出物

定 義 本品は、ウラルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* Fischer), チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin), ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* Linné), 又はそれらの近縁植物の根又は根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものである。本品には、粗製物と精製物がある。

粗製物

含 量 本品を乾燥物換算したものは、グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}=822.93$) 5.0%以上、50.0%未満を含む。

性 状 本品は、黄～黒褐色の粉末、薄片、粒、塊、ペースト又は液体である。

確認試験 本品0.01～0.10gを50%エタノール10mlに溶かし、検液とする。別に薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸5mgを50%エタノール10mlに溶かし、対照液とする。これらの液2 μ lにつき、1-ブタノール/水/酢酸混液(7:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、暗所で紫外線(主波長254nm)下で観察するとき、検液から得た数個のスポットのうち1個は、対照液から得た暗紫色のスポット(グリチルリチン酸)と色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 不溶物 本品を乾燥し、その5.0gを50%エタノール100mlに溶かし、質量既知のろ紙を用いてろ過し、50%エタノールで洗った後、残留物を105℃で5時間乾燥するとき、その量は1.25g以下である。

(2) 液性 pH2.5～7.0(固体試料1.0g又はペースト及び液体試料を乾燥したもの1.0g、50%エタノール100ml)

(3) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下(固体試料2.0g又はペースト及び液体試料を乾燥したもの2.0g、第2法、比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(固体試料1.0g又はペースト及び液体試料を乾燥したもの1.0g、第3法、装置B)

乾燥減量 固体試料 8.0%以下(105℃, 2時間)

ペースト及び液体試料 60.0%以下(105℃, 5時間)

強熱残分 15.0%以下(固体試料又はペースト及び液体試料を乾燥したもの)

定量法 本品0.04～0.4gを精密に量り、50%エタノールに溶かして正確に100mlとし、検液とする。別にグリチルリチン酸標準品(別途水分を測定しておく)約0.02gを精密に量り、50%エタノールに溶かして正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のグリチルリチン酸のピーク面積A_T及びA_S

を測定し、次式により含量を求める。

グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算したグリチルリチン酸標準品の採取量(g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

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

カラム管 内径4~6mm, 長さ15~30cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 酢酸 (1 \rightarrow 50) / アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量 グリチルリチン酸の保持時間が約10分となるように調整する。

カラム選定 グリチルリチン酸標準品 5mg及び「パラオキシ安息香酸プロピル」1mgを50%エタノール20mlに溶かす。この液20 μ lにつき、上記の条件で試験するとき、グリチルリチン酸、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

精製物

含 量 本品を乾燥物換算したものは、グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$ = 822.93) 50.0~80.0%を含む。

性 状 本品は、白~黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品5~10mgを量り、以下「粗製物」の確認試験を準用する。

純度試験 (1) 液性 pH2.5~5.0 (1.0g, 50%エタノール100ml)

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

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 8.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2時間)

強熱残分 15.0%以下

定量法 本品0.02~0.04gを精密に量り、以下「粗製物」の定量法を準用する。

〈標準品〉

グリチルリチン酸標準品

グリチルリチン酸日本薬局方標準品を用いる。

〈試薬・試液〉

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

液体クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクタデシルシリル化シリカゲル，液体クロマトグラフィー用

液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを見よ。

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸を見よ。

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 $C_{42}H_{62}O_{16} \cdot nH_2O$

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

融 点 213～218℃ (分解)

純度試験 類縁物質 本品0.010gを水/エタノール混液 (1 : 1) 5mlに溶かし，検液とする。

この液1mlを正確に量り，水/エタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に100mlとし，対照液とする。検液及び対照液10 μ lにつき，「カンゾウ抽出物」の確認試験を準用し，試験を行うとき，

検液から得たRf値約0.3の主スポット以外のスポットは，対照液から得たスポットより濃くない。

〈参考情報〉

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸

和光純薬工業 (株) 製の「グリチルリチン生化学用 (100mg) 074-03481」、「グリチルリチン標準品 生薬試験用 (20mg)」がある。