

酵母細胞壁

Yeast Cell Wall

定義 本品は、サッカロミセス属菌 (*Saccharomyces cerevisiae*) の細胞壁から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性状 本品は、類白～類茶褐色の粉末又は懸濁液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の粉末試料 1g に水 100ml を加え、かくはん器により高速でかき混ぜて得た懸濁液又は本品の懸濁試料を 200～400 倍の顕微鏡で観察するとき、長径 1～12 μ m の卵型又は扁平形の単細胞若しくはこれらが破碎された断片を認める。

(2) 本品の粉末試料 1g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1g に、リン酸緩衝液 (pH6.8) 50ml を加え、かくはん器により高速でかき混ぜた後、30 分間放置するとき膨潤する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 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 (粉末試料 2.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 2.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 2.0 μ g/g 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g, 第 3 法, 装置 B)

(4) 総窒素 5.6% 以下 (乾燥物換算, 約 1.0g, セミマイクロケルダール法)

(5) デンプン 本品の粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g を量り、ヨウ素試液 1 滴加え、これを検鏡するとき、黒紫色に染まる粒子を認めないか又は認めてもわずかである。

乾燥減量 粉末試料 8.0% 以下 (120 $^{\circ}$ C, 2 時間)

懸濁液試料 92.0% 以下 (120 $^{\circ}$ C, 2 時間)

灰分 10.0% 以下 (粉末試料 1.0g 又は懸濁液試料を乾燥したものの 1.0g)

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

骨炭

Bone Charcoal

定義 ウシ (*Bos taurus* Linné) の骨を、炭化し、粉碎して得られたものである。主成分はリン酸カルシウム及び炭末である。

性状 本品は、黒色の粉末又は粒で、におい及び味がない。

確認試験 (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約 0.1g を量り、希メチレンブルー試液 10ml 及び塩酸(1→4) 2滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約 0.5g を量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

(3) 本品を灰化し、その 0.1g に塩酸(1→7) 10 ml を加え、加温して溶かし、振り混ぜながらアンモニア試液 2.5 ml を加えた後、シュウ酸アンモニウム溶液(1→30) 5ml を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品を灰化し、その 0.1g に希硝酸 5ml を加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液 2ml を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、110~120℃で3時間乾燥した後、その 4.0g を量り、硝酸(1→100) 0.1ml を加えた水 180ml を加え、わずかに沸騰が持続する程度に約 10 分間加熱する。冷後、水を加えて 200ml とし、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約 30ml を捨て、残りのろ液をA液として次の(1)~(4)の試験を行う。

(1) 塩化物 Cl として 0.53%以下

A液 1.0ml を量り、検液とする。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.30ml を用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄として 0.48%以下

A液 2.5ml を量り、検液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.50ml を用いる。

(3) 鉛 Pbとして 10μg/g以下

A液 50ml を量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸(1→150) 10ml を加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0ml に硝酸(1→150) を加えて 10ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(4) ヒ素 As₂O₃として 4.0μg/g以下

A液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。第2法、装置Bを用いる。

サイリウムシードガム

Psyllium Seed Gum

サイリウムハスク

定 義 プロンドサイリウム(*Plantago ovata* Forsskål)の種皮から得られた、多糖類を主成分とするものをいう。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性 状 本品は類白～淡黄褐色の粉体又は粒で、においがないか、わずかに特有なにおいがある。

確認試験 本品2gを400mlビーカーに入れ、200mlの水を加え、80℃で10分間かき混ぜて溶かし、室温まで放冷するとき、流動性のある特有のゾルまたはゲル状となる。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして40 μ g/g以下(0.5g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10 μ g/g以下(1.0g, 第1法)

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

(4) たん白質 2.0%以下

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L硫酸1ml=0.8754mgたん白質

乾燥減量 12.0%以下(105℃, 5時間)

灰 分 5.0%以下(乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は10,000以下である。

また大腸菌は認めない。

酸性白土

Acid Clay

定義 本品は、モンモリロナイト系粘土鉱物を、精製して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

性状 本品は灰白～黄褐色の粉末又は粒状である。

確認試験 (1) 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

(2) 本品2.0gを、水100mlを入れた100ml共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、24時間放置するとき、下層に分離する沈降物は15ml以下である。

純度試験 (1) 液性 pH4.0～10.0

本品10.0gを量り、水100mlを加え、蒸発する水を補いながら、水浴上でときどき振り混ぜて2時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径 $0.45\mu\text{m}$ ）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は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて100mlとし検液とする。

(2) 水可溶物 0.50%以下

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

(3) 鉛 Pbとして $40\mu\text{g/g}$ 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 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 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°C 、3時間、次に 550°C 、3時間）

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミンB₁₂

C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P

分子量 1355.37

Co α -[α -(5,6-Dimethylbenzo-1*H*-imidazol-1-yl)]-Co β -cyanocobamide [68-19-9]

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces*) 又は細菌 (*Agrobacterium*, *Bacillus*, *Flavobacterium*, *Propionibacterium* 又は *Rhizobium*) の培養液より、分離して得られたものである。成分はシアノコバラミンである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、シアノコバラミン (C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P) 96.0~102.0%を含む。

性状 本品は、暗赤色の結晶又は粉末である。

確認試験 (1) 定量法の検液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、本品の吸収スペクトルは標準品の吸収スペクトルと同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05g を加えて混和し、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 3 ml を加え、煮沸して溶かす。フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1→20) を滴加し、酢酸ナトリウム 0.5g、酢酸 (3→50) 0.5ml 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液 (1→500) 0.5ml を加えるとき、液は直ちに赤~だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5ml を追加し、1 分間煮沸しても液の色は消えない。

(3) 本品 5 mg を 50ml の蒸留フラスコにとり、水 5ml を加えて溶かし、次亜リン酸 2.5ml を加えた後、短い冷却器を付け、冷却器の先端を試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液 (1→50) 1 ml 中に浸す。次いで、10 分間穏やかに煮沸し、留液 1 ml を得るまで蒸留する。試験管中の液に硫酸第一鉄アンモニウム飽和溶液 4 滴を加えて穏やかに振り混ぜ、フッ化ナトリウム 0.03g を加えて沸騰するまで加熱した後、直ちに硫酸 (1→6) を液が澄明になるまで滴加し、更に硫酸 (1→6) 3~5 滴を追加するとき、液は青~青緑色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 (0.020g, 水, 赤色, 澄明)

(2) プソイドシアノコバラミン 本品 1.0mg を水 20ml に溶かし、分液漏斗に入れ、*m*-クレゾール/四塩化炭素混液 (1:1) 5ml を加え、1 分間激しく振り混ぜた後、放置して下層を別の分液漏斗に移し、硫酸 (1→7) 5ml を加え、激しく振り混ぜた後静置する。必要があれば遠心分離するとき、上層は無色か、又は比較液より濃くない。

比較液: 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.6ml に水を加えて 1,000ml とする。

乾燥減量 12.0%以下 (0.050g, 0.67kPa 以下, 乾燥剤 酸化リン (V), 100°C, 4 時間)

定量法 本品約 0.02g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000ml とし、検液とする。別にあらかじめ乾燥減量を測定したシアノコバラミン標準品約 0.02g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1,000ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき、水を対照として波長 361nm における吸光度 A₇ 及び A₅ を測定し、次式により含量を求める。

シアノコバラミン ($C_{63}H_{98}CoN_{14}O_{14}P$) の含量

$$= \frac{\text{乾燥物換算したシアノコバラミン標準品の採取量 (g)} \quad A_T}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム $C_{10}H_5NNa_2O_8S_2$ [K 8714]

次亜リン酸 H_3PO_2 [ホスフィン酸 K 8440 : 1994]

m-クレゾール C_7H_8O [K 4305]

シアノコバラミン標準品

シアノコバラミン日本薬局方標準品を用いる。

α-シクロデキストリン

α-Cyclodextrin

α-サイクロデキストリン

$C_{36}H_{60}O_{30}$

分子量 972.85

Cyclomaltohexaose [10016-20-3]

定義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち6個のブドウ糖単位からなる環状オリゴ糖である。

含量 本品を乾燥したものは、α-シクロデキストリン ($C_{36}H_{60}O_{30}$) 98.0%以上を含む。

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

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

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^\circ$

本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、30 分以内に旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色、澄明 (0.50g, 水 50ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.018%以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25ml)

(4) 重金属 Pb として $5.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (4.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(5) 鉛 Pb として $1.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (10.0g, 第 1 法)

(6) ヒ素 As_2O_3 として $1.3 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.5g, 第 2 法, 装置 B)

(7) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0g を正確に量り、水 25ml に溶かし、フェーリング試液 40ml を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1G4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄試液 20ml を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、 80°C に加熱し、 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は 3.2ml 以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (105°C , 0.67kPa 以下, 4 時間)

強熱残分 0.10%以下 (550°C)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、加熱した水約 35ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、検液とする。別に定量用 α-シクロデキストリンを乾燥し、約 0.7g を精密に量り、加熱した水約 45ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。更にこの標準液 5ml ずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10ml 及び 20ml とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ $10 \mu\text{l}$ 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。それぞれの標準液の α-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の α-シクロデキストリンのピーク面積から検液中の α-シクロデキストリンの量 (g) を求め、次式により含量を求める。

α-シクロデキストリンの含量

検液中の α-シクロデキストリンの量 (g)

$$= \frac{\quad}{\quad} \times 100(\%)$$

試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9~10 μ mの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0ml/分の一定量

〈試薬・試液〉

定量用 α -シクロデキストリン α -シクロデキストリン, 定量用を見よ。

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

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

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

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +147 \sim +152^{\circ}$ 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 旋光度を測定する。

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 水

γ-シクロデキストリン

γ-Cyclodextrin

γ-サイクロデキストリン

$C_{48}H_{80}O_{40}$

分子量 1297.14

Cyclomaltooctaose [17465-86-0]

定義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち8個のブドウ糖単位からなる環状オリゴ糖である。

含量 本品を乾燥したものは、γ-シクロデキストリン ($C_{48}H_{80}O_{40}$) 98.0%以上を含む。

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

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

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^\circ$

本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、30 分以内に旋光度を測定する。

(2) 溶状 無色、澄明 (0.50g, 水 50ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.018% 以下 (0.50g, 比較液 0.01mol/L 塩酸 0.25ml)

(4) 重金属 Pb として $5.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (4.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(5) 鉛 Pb として $1.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (10.0g, 第1法)

(6) ヒ素 As_2O_3 として $1.3 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.5g, 第2法, 装置 B)

(7) 還元物質 本品を乾燥し、その 1.0g を正確に量り、水 25ml に溶かし、フェーリング試液 40ml を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器 (1G4) を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸第二鉄試液 20ml を加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、 80°C に加熱し、 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は 3.2ml 以下である。

乾燥減量 14.0% 以下 (105°C , 0.67kPa 以下, 4 時間)

強熱残分 0.10% 以下 (550°C)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、加熱した水約 35ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、検液とする。別に定量用 γ-シクロデキストリンを乾燥し、約 0.7g を精密に量り、加熱した水約 45ml を加えて溶かし、冷後、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。更にこの標準液 5ml ずつを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10ml 及び 20ml とし、標準液とする。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ $10 \mu\text{l}$ 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。それぞれの標準液の γ-シクロデキストリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の γ-シクロデキストリンのピーク面積から検液中の γ-シクロデキストリンの量 (g) を求め、次式により含量を求める。

γ-シクロデキストリンの含量

$$= \frac{\text{検液中の}\gamma\text{-シクロデキストリンの量(g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 9~10 μ mの液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 水

流量 0.3~1.0ml/分の一定量

〈試薬・試液〉

定量用 γ -シクロデキストリン γ -シクロデキストリン, 定量用を見よ。

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

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

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

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +172 \sim +178^{\circ}$ 本品を乾燥し, その約1gを精密に量り, 水を加えて正確に100mlとし, 旋光度を測定する。

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

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径5~10mm, 長さ20~50cmのステンレス管

カラム温度 50~80 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 水

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

5'-シチジル酸
5'-Cytidylic Acid

$C_9H_{14}N_3O_8P$

分子量 323.20

Cytidine 5'-monophosphoric acid [63-37-6]

定義 酵母 (*Candida utilis*) の菌体より、食塩存在下、水で抽出した核酸を酵素で加水分解した後、分離して得られたものである。成分は5'-シチジル酸である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、5'-シチジル酸 ($C_9H_{14}N_3O_8P$) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、無~白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品 0.010 g を塩酸 (1→1,000) 1,000ml に溶かした液は、波長 277~281nm に極大吸収部がある。

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

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明

本品 0.50 g を量り、水酸化ナトリウム試液 2 ml を加えて溶かし、水を加えて 20ml とし、検液とする。

(2) 重金属 Pb として $10 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 8 ml 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) 2 ml 及び水を加えて 50ml とし、検液とする。比較液は、鉛標準液 2 ml を正確に量り、酢酸 (1→20) 2 ml 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 0.50 g を量り、塩酸 (1→4) 5 ml を加えて溶かし、検液とする。装置 B を用いる。

(4) 吸光比 本品 0.010 g を量り、塩酸 (1→1,000) を加えて溶かして 1,000ml とする。この液の波長 250nm, 260nm 及び 280nm における吸光度をそれぞれ A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は 0.40~0.52, A_3/A_2 は 1.85~2.20 である。

(5) 他の核酸分解物 本品 0.10 g を量り、水酸化ナトリウム試液 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 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 1 ml を加えて溶かし、水を加えて正確に 200ml とする。この液 2 ml を正確に量り、塩酸 (1→1,000) を加えて正確に 100ml とし、検液とする。波長 280nm における検液の吸光度 A を測定し、次式により含量を求める。

$$0.2 \times 1.224 \times A$$

5'-シチジル酸 ($C_9H_{14}N_3O_8P$) の含量 = $\frac{\quad}{\quad} \times 100(\%)$

乾燥物換算した試料の採取量 (g)

しらこたん白抽出物

Milt Protein

しらこたん白

しらこ分解物

プロタミン

定 義 本品は、アイナメ (*Hexagrammos otakii* Jordan et Starks), カラフトマス (*Oncorhynchus gorbuscha* (Walbaum)), シロザケ (*Oncorhynchus keta* (Walbaum)), ベニザケ (*Oncorhynchus nerka* (Walbaum)), カツオ (*Katsuwonus pelamis* (Linnaeus)) 又はニシン (*Clupea pallasii* Valenciennes) の精巢から得られた、塩基性タンパク質を主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、プロタミンとして50%以上を含む。

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末で、わずかに特有の味がある。

確認試験 (1) 本品1mgを水2mlに溶かし、 α -ナフトール0.1gをエタノール溶液(7→10)100mlに溶かした液5滴及び次亜塩素酸ナトリウム試液5滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液(1→20)を加えてアルカリ性とするとき、液は鮮赤色を呈する。

(2) 本品5mgに水1mlを加え加温して溶かし、水酸化ナトリウム溶液(1→10)1滴及び硫酸銅溶液(1→7)2滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無～淡黄色、混濁(0.5g, 水50ml, 5分間かき混ぜる)

(2) 鉛 Pbとして $5.0\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 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)

乾燥減量 7.0%以下(100°C, 3時間)

灰 分 15.0%以下

定 量 法 本品約0.1～0.15gを精密に量り、試料とし、窒素定量法中のケルダール法により定量する。
次式により含量を求める。

0.05mol/L 硫酸1ml=1.401mg N

$$\text{プロタミンの含量} = \frac{\text{窒素量 (mg)} \times 3.19}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)} \times 1,000} \times 100(\%)$$

〈試薬・試液〉

α -ナフトール 1-ナフトールを見よ。

1-ナフトール $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{OH}$ [K 8693] 遮光して保存する。

ステビア抽出物

Stevia Extract

ステビアエキス

ステビオサイド

ステビオシド

レバウジオシド

レバウディオサイド

定義 本品は、ステビア (*Stevia rebaudiana* Bertoni) の葉から抽出して得られた、ステビオール配糖体を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体 80.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄色の粉末、薄片又は粒で、においはないかわずかに特有のにおいがあり、強い甘味がある。

確認試験 本品 0.5g を水 100ml に溶かし、検液とする。定量用ステビオシド及びレバウジオシド A のそれぞれ 5mg を水 10ml に溶かし、標準液とする。検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステビオシド及びレバウジオシド A の両方あるいは一方のピークの保持時間と一致する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第 1 法)

(2) ヒ素 As_2O_3 として 2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第 3 法, 装置 B)

乾燥減量 6.0%以下 (105°C, 2 時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 本品 0.06～0.12g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4:1) に溶かして正確に 100ml とし、検液とする。別に定量用ステビオシドを乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (4:1) に溶かして正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 μl ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のステビオシドのピーク面積 A_a 、レバウジオシド A のピーク面積 A_c 、レバウジオシド A の保持時間を 1.00 としたとき、相対保持時間 0.25～0.30 に溶出するピーク (ズルコシド A) の面積 A_b 、0.63～0.69 に溶出するピーク (レバウジオシド C) の面積 A_d 、及び標準液のステビオシドのピーク面積 A_s を測定し、次式によりステビオール配糖体の含量を求める。

$$\text{ステビオシドの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_a}{A_s} \times 100 (\%)$$

$$\text{ズルコシド A の含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量 (g)}}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_b \times 0.98}{A_s} \times 100 (\%)$$

$$\text{レバウジオシドAの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量(g)} \quad A_c \times 1.20}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \quad A_s} \times 100 (\%)$$

$$\text{レバウジオシドCの含量} = \frac{\text{定量用ステビオシドの採取量(g)} \quad A_d \times 1.18}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \quad A_s} \times 100 (\%)$$

$$\begin{aligned} \text{ステビオール配糖体の含量} (\%) &= \text{ステビオシドの含量} (\%) + \text{ズルコシドAの含量} (\%) \\ &+ \text{レバウジオシドAの含量} (\%) + \text{レバウジオシドCの含量} (\%) \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル/水混液 (4 : 1)

流量 レバウジオシドAの保持時間が約21分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

ステビオシド, 定量用 $C_{38}H_{60}O_{18}$

性 状 白色の粉末

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

純度試験 類縁物質 本品0.05gをアセトニトリル/水混液(4 : 1)50mlに溶かし, 検液とする。この液1mlを正確に量り, アセトニトリル/水混液(4 : 1)を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ20 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, 比較液のピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

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

乾燥減量 5.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 2時間)

定量用ステビオシド ステビオシド, 定量用を見よ。

レバウジオシドA $C_{44}H_{70}O_{23}$

性 状 本品は, 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

融 点 $239 \sim 244^\circ\text{C}$

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

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

〈参考情報〉

カラム充てん剤 Uniscil Q NH_2 又は同等品

カラム充てん剤 Wakosil 5 NH_2 又は同等品