

スピルリナ色素
Spirulina Color
スピルリナ青色素

定義 本品は、スピルリナ (*Spirulina platensis* Geitler) の全藻から得られた、フィコシアニン^{10%}を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は 25 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

性状 本品は、青色の粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 25 に換算して 0.4g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH6.0) 100ml に溶かした液は、青色を呈し、赤色の蛍光を発する。

(2) (1) の溶液を、90℃で 30 分間加熱するとき、蛍光は消える。

(3) (1) の溶液 5ml に微粉末にした硫酸アンモニウム 3.3g を少量ずつ加えて溶かし、静置するとき、青色の不溶物を生じる。

(4) (1) の溶液 5ml に塩化鉄 (III) 試液 1ml を加えて 20 分間放置するとき、青緑~暗紫色に変わる。

(5) (1) の溶液 5ml に次亜塩素酸ナトリウム試液 0.1ml を加えるとき、液の色は淡黄色に変わる。

(6) 本品をクエン酸緩衝液 (pH6.0) に溶かした液は、波長 610~630nm に極大吸収部がある。

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

(2) 鉛 Pb として 8.0 μ g/g 以下 (1.25g, 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)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH6.0)

測定波長 波長 610~630nm の極大吸収部

〈試薬・試液〉

塩化鉄 (III) 試液 塩化鉄 (III) 9g を量り、水を加えて溶かして 100ml とする。

クエン酸緩衝液 (pH6.0)

第 1 液: クエン酸 21g を量り、水を加えてとかし、1,000ml とする。

第 2 液: リン酸二ナトリウム 71.6g を量り、水を加えてとかし、1,000ml とする。

第 1 溶液 41 容量と第 2 液 159 容量とを混和する。必要ならば、更にいずれかの液を加えて pH を 6.0 に調整する。

次亜塩素酸ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウムを有効塩素 5% としたものをを用いる。

〈参考情報〉

カラム充てん剤 Uniscil Q NH_2 又は同等品

粗製海水塩化マグネシウム

Crude Magnesium Chloride (Sea Water)

塩化マグネシウム含有物

定義 本品は、海水から塩化カリウム及び塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化マグネシウムを主成分とするものである。

含量 本品は、塩化マグネシウム ($\text{MgCl}_2=95.21$) として 12.0~30.0% を含む。

性状 本品は、無〜淡黄色の液体で、苦味がある。

確認試験 (1) 本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

純度試験 (1) 硫酸塩 SO_4 として 4.8% 以下

本品 0.25g を量り、水を加えて溶かして 100ml とする。この液 2.0ml を量り、検液とする。比較液には、0.005mol/L 硫酸 0.50ml を用いる。

(2) 臭化物 Br として 2.5% 以下

本品 1.0g を量り、水を加えて溶かして 500ml とする。この液 10ml を量り、水を加えて 100ml とする。更にこの液 2ml を量り、水 3ml、希フェノールレッド試液 2ml 及びクロラミンT溶液 (1→10,000) 1ml を加え、直ちに混和し、2分間放置後、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15ml を加えて混和した後、水を加えて 10ml とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110℃ で 4時間乾燥した後、その 2.979g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000ml とし、更にこの液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 5ml を正確に量り、希フェノールレッド試液 2ml 及びクロラミンT溶液 (1→10,000) 1ml を加え、直ちに振り混ぜる。以下検液と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長 590nm における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

(3) 重金属 Pb として $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(4) 亜鉛 Zn として $70\mu\text{g/g}$ 以下

本品 4.0g を量り、水を加えて 40ml とし、試料液とする。試料液 30ml を量り、酢酸 5滴及びフェロシアン化カリウム溶液 (1→20) 2ml を加えて振り混ぜ、10分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液 14ml を量り、試料液 10ml 及び水を加えて 30ml とし、酢酸 5滴及びフェロシアン化カリウム溶液 (1→20) 2ml を加えて振り混ぜ、10分間放置した液の濁度以下である。

(5) カルシウム Ca として 4.0% 以下

定量法のA液 20ml を正確に量り、水を加えて 100ml とし、酒石酸溶液 (1→5) 0.2ml を加え、更に 2,2',2''-ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10ml、水酸化カリウム溶液 (1→10) 10ml を加え、5分間放置した後、直ちに 0.01mol/L EDTA 溶液で滴定し、(指示薬 NN 指示薬約 0.1g) その消費量を bml とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし、次式によりカルシウムの量を求める。

$$\text{カルシウム (Ca) の量} = \frac{b \times 0.4008}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

(6) ナトリウム Naとして4.0%以下

本品1.0gを量り、水を加えて溶かし、1,000mlとする。この液10mlを量り、水を加えて200mlとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥した後、その2.542gを正確に量り、水を加えて溶かし、正確に1,000mlとする。この液2mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 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

(7) カリウム Kとして6.0%以下

純度試験(6)の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを105℃で2時間乾燥した後、その1.907gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液3mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ 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

(8) ヒ素 As_2O_3 として4.0 μ g/g以下(0.5g, 第1法, 装置B)

定量法 本品約2gを精密に量り、水を加えて正確に200mlとし、A液とする。A液5mlを正確に量り、水50ml及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7)5mlを加え、0.01mol/L EDTA溶液で滴定し(指示薬 エリオクロムブラックT試液2滴)、その消費量a mlを求める。終点は、液の赤色が青色になるときとする。純度試験(5)で得た消費量b mlを用い、次式により含量を求める。

$$\text{塩化マグネシウム (MgCl}_2\text{) の含量} = \frac{(a - 0.25b) \times 3.803}{\text{試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

〈試薬・試液〉

希フェノールレッド試液 フェノールレッド試液, 希を見よ。

フェノールレッド試液, 希

第1液: フェノールレッド33mgを量り、水酸化ナトリウム溶液(2→25)1.5ml及び水を加えて溶かし、100mlとする。

第2液: 硫酸アンモニウム25mgを量り、水235mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(2→25)105ml及び酢酸(3→25)135mlを加えて混和する。

第1液1容量と第2液19容量とを混和し、必要があれば、水酸化ナトリウム溶液又は酢酸を加えて、pH4.7に調整する。

タウリン (抽出物)

Taurine (extract)

タウリン

$C_2H_7NO_3S$

分子量125.15

2-Aminoethanesulfonic acid [107-35-7]

定義 本品は、魚介類又は哺乳動物の臓器又は肉から得られた、タウリンを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものはタウリン ($C_2H_7NO_3S$) 98.5%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 5 mlに希塩酸 5滴および亜硝酸ナトリウム試液 (1→10) 5滴を加えるとき、泡立ち、発生するガスは無色である。

(2) 本品0.5gに水酸化ナトリウム試液7.5mlを加え、徐々に加熱して蒸発乾固し、さらに500°Cで2時間強熱して分解し、残留物に水5mlを加え、振り混ぜた後、ろ過し、ニトロプルシドナトリウム試液1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (0.5g, 水20ml)

(2) 塩化物 Cl^- として0.011%以下 (1.0g, 比較液 0.01mol/L 塩酸0.30ml)

(3) 硫酸塩 SO_4^{2-} として0.014%以下 (1.5g, 比較液 0.005mol/L 硫酸0.45ml)

(4) アンモニウム NH_4^+ として0.02%以下

本品0.10gをフラスコにとり、水70mlを加えて溶かし、酸化マグネシウム1gを加え、蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶液 (1→200) 10mlを入れて冷却器の下端をこの液に浸し、1分間5~7mlの留出速度に調節しながら留分30mlを得るまで蒸留し、水を加えて50mlとする。この液30mlをネスラー管にとり、フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液6.0mlを加えて混和する。次に次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液4mlおよび水を加えて50mlとし、混和した後60分間放置する。このとき液の呈する色は比較液の色より濃くない。比較液はアンモニウム標準液2.0mlを試料と同様に操作して調製する。

(5) 硫酸呈色物

本品0.10gを94.5~95.5%硫酸1mlに溶かすとき、呈色しない。

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

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

乾燥減量 0.20%以下 (105°C, 2時間)

強熱残分 0.50%以下 (1.0g)

定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、水50mlを加えて溶かし、ホルマリン5mlを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液3滴)。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液1ml=12.52mg $C_2H_7NO_3S$

〈試薬・試液〉

フェノール・ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液

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

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液

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

アンモニウム標準液

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

硫酸呈色物用硫酸

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

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

1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1ml = 49.04mg H_2SO_4

タマリンドシードガム

Tamarind Seed Gum

タマリンドガム

タマリンド種子多糖類

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

性状 本品は、白～淡褐色の粉末で、においがないか、わずかに特異なおいがある。

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

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

純度試験 (1) 重金属 Pb として 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 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 3.0% 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。

0.005mol/L 硫酸 1ml = 0.8754mg たん白質

乾燥減量 14.0% 以下 (105°C, 5時間)

灰分 5.0% 以下 (乾燥物換算)

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

また大腸菌は認めない。

タラガム

Tara Gum

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

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

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

(2) 「カロブベーンガム」の確認試験(2)を準用する。

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

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

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

(4) たん白質 3.5%以下

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

0.005mol/L 硫酸 1ml = 0.7984mg たん白質

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

乾燥減量 15.0%以下 (105°C, 5時間)

灰 分 1.5%以下 (550°C, 1時間)

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

ツヤプリシン (抽出物)

Thujaplicin (extract)

ヒノキチオール (抽出物)

Hinokitiol (extract)

$C_{10}H_{12}O_2$

分子量 164.20

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

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

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

性状 本品は、白~黄色の結晶、結晶性の粉末又は塊で、特異なおいがある。

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

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0g, エタノール 5.0ml)

(2) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液・鉛標準液 2.0ml)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 1.7~2.0kPa, シリカゲル, 4時間)

強熱残分 0.05%以下 (2g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、内標準溶液 1ml を正確に加え、さらにエタノールを加えて正確に 100ml とし、検液とする。別に定量用 β -ツヤプリシンを乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、内標準溶液 1ml を正確に加え、さらにエタノールを加えて正確に 100ml とし、標準液とする。ただし、内標準溶液は、ジフェニルエーテル 1.0g を正確に量り、無水エタノールを加えて 5ml としたものをを用いる。検液及び標準液をそれぞれ $0.5\mu\text{l}$ ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のジフェニルエーテルのピーク面積に対する β -ツヤプリシンのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム温度 100°C から 250°C まで毎分 10°C で昇温する。

注入口温度 250°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 β -ツヤプリシンのピークが約 7 分後に現れるように調整する。

<参考情報>

キャピラーカラム商品名 ; J&W DB-1

<試薬・試液>

定量用 β -ツヤプリシン β -ツヤプリシン, 定量用を見よ。

β -ツヤプリシン, 定量用 $C_{10}H_{12}O_2$

純度試験

- (1) 沸点 140~141°C (1.3kPa)
- (2) 融点 51~53°C
- (3) 類縁物質 本品0.2gを量り, エタノールを加えて溶かし100 mlとし, 検液とする。この液1 mlを正確に量り, エタノールを加えて正確に100 mlとし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ0.5 μ lずつ量り, 「ツヤプリシン (抽出物)」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから, 主ピークの保持時間の2倍までとする。

ジフェニルエーテル $C_{13}H_{10}O$

性状 本品は, 無色の結晶で, 特異なにおいがある。

純度試験

- (1) 沸点 254~259°C
- (2) 融点 25~28°C
- (3) 類縁物質 本品 1.0g を酢酸エチル 100ml に溶かし, 検液とする。この液 1 ml を正確に量り, 酢酸エチルを加えて正確に 100 ml とし, 比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 0.5 μ l ずつ量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い, ピーク面積を測定するとき, 検液中の主ピーク以外のピーク面積の合計は, 比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし, 面積測定範囲は, 溶媒ピークの後ろから主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 12m のケイ酸ガラス製の細管にジメチルポリシロキサンを 1.0 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100°C から 300°C まで毎分 10°C で昇温する。

注入口温度 300°C

注入方式 スプリット (10 : 1)

キャリアーガス ヘリウム

流量 ジフェニルエーテルのピークが約 3 分後に現れるように調整する。

デキストラン

Dextran

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

性 状 本品は、白～淡黄色の粉末又は粒で、においが無い。

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

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

(2) 鉛 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として、 $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第1法; 装置B)

(4) 総窒素 1.0%以下

本品約0.5gを精密に量り、窒素定量法中のセミ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 (105℃, 6時間)

強熱残分 2.0%以下

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

トコトリエノール

Tocotrienol

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

含量 本品は、総トコトリエノールとして25%以上を含む。

性状 本品は、黄～赤褐色の粘性の液体で、わずかに特異なおいがある。

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

純度試験 (1) 比重 0.94～0.99

(2) 酸価 5.0以下

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

$$0.02\text{mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液の消費量 (ml)} \times 5.611$$

酸価 =

$$\frac{\text{試料の採取量 (g)} \times 5}{\text{消費量 (ml)}}$$

(3) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As₂O₃として2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第3法, 装置B)

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

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 292nm)

カラム充てん剤 5～10 μm の液体クロマトグラフィー用シリカゲル

カラム管 内径3~6mm, 長さ15~25cmのステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 ヘキサン/ジオキサン/2-プロパノール混液 (985:10:5)

流量 α -トコフェロールの保持時間が約7~8分になるように調整する。

総トコリエノール含量

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

S_{α} 標準液 100ml 当たりの α -トコフェロールの量 (g)

S_{β} 標準液 100ml 当たりの β -トコフェロールの量 (g)

S_{γ} 標準液 100ml 当たりの γ -トコフェロールの量 (g)

S_{δ} 標準液 100ml 当たりの δ -トコフェロールの量 (g)

d- γ -トコフェロール

d- γ -Tocopherol

γ -ビタミンE

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

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

性 状 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な液体で、わずかに特異なおいがある。

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

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

「*d*- α -トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2) 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

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

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

定量法 「*d*- α -トコフェロール」の定量法を準用する。

d- δ -トコフェロール

d- δ -Tocopherol

δ -ビタミンE

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

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

性状 本品は、淡黄～赤褐色の澄明な液体で、わずかに特異なにおいがある。

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

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

「*d*- α -トコフェロール」の純度試験(1)を準用する。

(2) 酸価 5.0 以下

「トコトリエノール」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして $20\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

定量法 「*d*- α -トコフェロール」の定量法を準用する。

トマト色素

Tomato Color

トマトリコピン

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

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

性状 本品は、褐~暗赤色の粉末、塊、ペースト又は液体で、特異なおいがある。

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

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

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

純度試験 (1) 重金属 Pbとして40 μ 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 μ g/g以下(1.25g, 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)

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

操作条件

測定溶媒 ヘキサン

測定波長 波長465~475nmの極大吸収部

納豆菌ガム
Bacillus natto Gum
納豆菌粘質物

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

含 量 本品を乾燥したものは、ポリグルタミン酸 70.0%以上を含む。

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

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

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

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

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

(2) 鉛 Pb として 10 μg/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50g, 第 1 法, 装置 B)

乾燥減量 15.0%以下 (減圧, 40℃, 24 時間)

強熱残分 43.0%以下

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

定 量 法

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

ポリグルタミン酸の含量

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

操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 570nm)

カラム充てん剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 6 cm のステンレス管

カラム温度 55℃付近の一定温度

化学反応槽温度 135℃付近の一定温度

移動相 納豆菌ガム用緩衝液 (pH3.3)

反応試薬 納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液

移動相流量 グルタミン酸の保持時間が約7分になるように調整する。

反応試薬流量 0.35ml/分

<試薬・試液>

定量用 L-グルタミン酸 L-グルタミン酸, 定量用を見よ。

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

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

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

ニンヒドリン試液, 納豆菌ガム定量用 第1液: ニンヒドリン 39g, アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム 81mg を 1-メトキシ-2-プロパノール 979ml に溶かし, 窒素を通じながら混合する。

第2液: 酢酸リチウム 204g, 酢酸 123ml, 1-メトキシ-2-プロパノール 401ml に水を加えて 1,000ml とし, 窒素を通じながら混合する。

第1液と第2液を 1:1 の割合で混合する。

2,2'-チオジエタノール $S(CH_2CH_2OH)_2$

本品は, アミノ酸分析用に製造したものである。

性状 本品は, 無~微黄色で, 澄明の液体である。

比重 1.178~1.188

水分 0.7%以下 (0.1g, 電量滴定法)

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

オクタン酸 $CH_3(CH_2)_6COOH$ 本品は, アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は, 無~淡黄色で, 澄明の液体である。

凝固点 15~17℃

1-メトキシ-2-プロパノール $C_5H_{12}O_2$

性状 本品は、無色透明の液体である。

比重 0.920～0.925

屈折率 1.402～1.405

水分 0.5%以下 (0.1g, 電量滴定法)

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

テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用 NaBH_4 本品は, アミノ酸分析用に製造されたものである。

性状 本品は, 白色の結晶性粉末である。

<参考情報>

装置商品名 日立 L-8800 形高速アミノ酸分析計

カラム商品名 日立カスタムイオン交換樹脂 #2622

ナリンジン

Naringin

ナリンギン

$C_{27}H_{32}O_{14}$

分子量 580.53

5-Hydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxochroman-7-yl α -L-rhamnopyranosyl-(1 \rightarrow 2)- β -D-glucopyranoside
[10236-47-2]

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

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

性 状 本品は、白~微黄色の結晶である。

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

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

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

純度試験 (1) 重金属 Pbとして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 (1.0g, 第1法)

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

(4) メタノール 50 μ g/g以下

(i) 装置

「エンジュ抽出物」の純度試験(4)の装置を準用する。

(ii) 操作法

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

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

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径3mm, 長さ2mのガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約2分になるように調整する。

乾燥減量 10%以下 (105 $^{\circ}$ C、3時間)

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

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

<参考情報>

カラム: ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54