

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 に相当する量を量り、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 に相当する量を量り、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 5 mg 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 5 mg を水酸化ナトリウム試液 5 ml 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 5 g 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 2 ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2~3 ml の留出速度で留分が約 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 5 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 2 ml 及び内標準溶液 4 ml を正確に量り、水を加えて正確に 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

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

カラム管 内径3mm, 長さ2mのガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアガス 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

パラフィンワックス

Paraffin Wax

パラフィン

定義 本品は、石油の常圧及び減圧蒸留出油から得た固形の炭化水素の混合物で、主として直鎖状の炭化水素からなる。

性状 本品は、室温で無色、又は白色のやや透明性を帯びた固体で、わずかに特異なおいがある。

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

純度試験 (1) 融点 43~75°C (第2種物質)

(2) 鉛 Pbとして3.0 μg/g以下 (3.3 g, 第1法)

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

(4) 硫黄化合物 本品4.0gに無水エタノール2mlを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→5)に一酸化鉛を飽和した透明な液2滴を加え、しばしば振り混ぜて70°Cで10分間加温した後、放冷するとき、液は、暗褐色を呈さない。

(5) 多環芳香族炭化水素

本操作に使用する全ての器具類は使用前に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンで洗浄し、紫外線下で観察して蛍光汚染の検出が無いことを確認する。この試験で検出される多環芳香族炭化水素の一部は光酸化を非常に受けやすいので、全操作は減光下で実施する。

試料150gを量り、500mlのビーカーに入れ、加熱融解し、均一にする。融解した試料25g±0.2gを500ml分液漏斗に入れ、ジメチルスルホキシド試液100mlを加え、試料を融解状態に保つように加温しながら、イソオクタン試液50mlを加え、2分間激しく振とうした後、放置する。3個の300ml分液漏斗にそれぞれイソオクタン試液を30ml入れたものを準備する。500ml分液漏斗中の液相が分離し、ろう様物質が析出するまで放冷する。下層(ジメチルスルホキシド試液層)を漏斗中に緩く詰めたガラスウール又はあらかじめ紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンで洗浄したろ紙でろ過して、先に準備した1番目の300ml分液漏斗に移して1分間振とうした後、放置する。分離した下層を、2番目の分液漏斗に入れ、イソオクタン試液で洗浄し、放置して分離した下層を3番目の分液漏斗に移してイソオクタン試液30mlで同様に洗浄を行う。洗浄後、下層を2L分液漏斗に移す。なお、それぞれ300ml分液漏斗中の上層(イソオクタン試液層)は再度使用するので分液漏斗に入れたまま保存しておく。

先の500ml分液漏斗のイソオクタン試液層を新たなジメチルスルホキシド試液100mlで抽出し、抽出液を先と同様にろ過後、3個の300ml分液漏斗に保存しておいたイソオクタン試液層で順次洗浄する。この洗浄済ジメチルスルホキシド試液層を、先の2L分液漏斗に移す。更にもう一度、500ml分液漏斗のイソオクタン試液層を新たなジメチルスルホキシド試液100mlを用いて抽出し、ろ過後、先と同様に洗浄し、洗浄済ジメチルスルホキシド試液層を、先の2L分液漏斗に移す。最後に300ml分液漏斗のイソオクタン試液層は捨てる。

合計300mlのジメチルスルホキシド試液層の入った2L分液漏斗に水480ml及び紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン80mlを加えて2分間激しく振とうし、1回目のイソオクタンによる抽出を行う。静置後、下層を別の2L分液漏斗に移し、これに新たな紫外吸収スペクトル測定用イソオ

クタン 80ml を加えて2分間激しく振とうし、2回目のイソオクタン抽出を行う。下層は捨てる。最初の2L 分液漏斗に残してあった上層を水 100ml で1分間振とうして洗浄する操作を3回繰り返す。1回目イソオクタン抽出液とする。洗浄に使用した蒸留水は捨てる。同様に、2回目のイソオクタン抽出で得た上層を水 100ml で1分間ずつ振とうして洗浄する操作を3回繰り返す。これを2回目イソオクタン抽出液とする。

1回目イソオクタン抽出液を、紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンであらかじめ洗浄した無水硫酸ナトリウム 35g を詰めた 30ml のガラスろ過器を通して、300ml 三角フラスコに入れる。最初の2L 分液漏斗を2回目イソオクタン抽出液で洗浄し、先の無水硫酸ナトリウムを通し、先の三角フラスコに入れる。更に20ml の紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンで2番目及び最初の2L 分液漏斗を続けて洗浄し、洗液を先の無水硫酸ナトリウムを通して先の三角フラスコに入れる。蒸留フラスコの中に合わせたイソオクタン抽出液に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン 1ml を加えた後、窒素気流下で残留物が 1ml になるまでイソオクタンを蒸発させる。残留物に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 10ml を加え、再び 1ml になるまで蒸発させる。更に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 10ml を加え、1ml になるまで蒸発させる。

残留物を紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンに溶かし、25ml のメスフラスコに移し、紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンを加えて正確に 25ml とし、検液とする。別に試料なしで検液と同様に操作して得られた液を対照液とする。光路長 5 cm のセルを用いて検液の吸光度を測定するとき、下記の値を越えない。

波長 (nm)	吸光度/cm 光路長
280~289	0.15
290~299	0.12
300~359	0.08
360~400	0.02

- (6) 硫酸呈色物 本品5.0gをネスラー管に入れ、70℃の水浴中で加温して融解した後、94.5~95.5% 硫酸 5 mlを加える。これを70℃の水浴中で1分間加温した後、とり出して直ちに数秒間激しく振り混ぜる。更にこの操作を3回繰り返した後、70℃の水浴中で30秒間放置するとき、分離する硫酸層の色は、塩化第二鉄比色標準原液3.0ml、塩化第一コバルト比色標準原液1.5ml及び硫酸銅比色標準原液0.5mlをネスラー管中で混合した液の色より濃くない。

強熱残分 0.10%以下

試薬・試液

ジメチルスルホキシド試液 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300ml を 1 L の分液漏斗に入れ、リン酸 75ml を加え、振り混ぜた後 10 分間放置する。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 150ml を加えて振り混ぜ、更に 10 分間放置し、下層を分離し、ガラス瓶に密栓して蓄える。

イソオクタン試液 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド 300ml を 1 L の分液漏斗に入れ、リン酸 75ml を加え、振り混ぜた後 10 分間放置する。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 150ml を加えて振り混ぜ、さらに 10 分間放置し、上層を分離し、ガラス瓶に密栓して蓄える。

紫外吸収スペクトル測定用イソオクタン 2,2,4-トリメチルペンタン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

2,2,4-トリメチルペンタン、紫外吸収スペクトル測定用 $\text{CH}_3\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_3$

本品 180ml に紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン 1 ml を加え、水浴上で窒素気流下に残留物が 1 ml になるまで濃縮する。残留物に本品を加えて溶かし、正確に 25ml とし、検液とする。本品を対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき、波長 280~400nm において 0.01cm^{-1} 以下である。

紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン ヘキサデカン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。

ヘキサデカン、紫外吸収スペクトル測定用 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$

本品 1 ml に紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンを加えて正確に 25ml とし、検液とする。紫外吸収スペクトル測定用イソオクタンを対照液として光路長 5 cm のセルで検液の吸光度を測定するとき、波長 280~400nm において 0.00cm^{-1} 以下である。必要があれば、活性シリカゲルを充てんしたカラムを通すか又は蒸留によって精製する。

<参考情報>

1) 紫外吸収スペクトル用イソオクタン

- ① 同仁化学研究所製 スペクトロゾール イソオクタン
- ② 和光純薬製 吸収スペクトル用イソオクタン

2) 紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド

- ① 同仁化学研究所製 スペクトロゾール dimethylsulfoxide
- ② 和光純薬製 吸収スペクトル用 ジメチルスルホキサイド dimethylsulfoxide

3) 紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン

- ① Acros製 (キシダ化学取扱い) n-ヘキサデカン (99%)
- ② 東京化成製 SUグレード n-ヘキサデカン

微小繊維状セルロース
Microfibrillated Cellulose

定義 本品は、パルプ又は綿を微小繊維状にして得られた、セルロースを主成分とするものである。

性状 本品は白色の湿った綿状である。

確認試験 (1) 本品を薄い皮膜状に乾燥し、細かく切断あるいはほぐしたものにつき、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。ただし、主な吸収帯の透過率が30～80%の範囲になるように錠剤を調製する。

(2) 乾燥物換算して5.0gに対応する量の本品を量り、全体が100gになるように水を加え、羽根刃直径約35mm、カップ容量約150ml（カップ：上部内径約59mm、下部内径約44mm、深さ約75mm）のホモジナイザーにより毎分10,000～12,000回転で3分間強制的にかき混ぜるとき、混合物は白色不透明の分散状態となり、3時間後も分離せずその状態を保つ。

(3) 乾燥物換算して1.0gに対応する量の本品を量り、水を加えて100gとし、確認試験(2)と同様のホモジナイザーにより毎分10,000～12,000回転で3分間かき混ぜて得られた白濁液を静止状態の直径20cm、受器付き標準網ふるい25 μ mにのせ、10秒間横方向に軽く振動を加えてこし、通過する澄明又は白濁した液を蒸発乾固するとき、残留物の質量は0.30g以下である。

純度試験 (1) 液性 pH5.0～8.0 (2.0g, 水100ml 懸濁液)

(2) 鉛 Pbとして2.0 μ g/g以下 (乾燥物換算して5.0gに対応する量, 第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (乾燥物換算して1.0gに対応する量, 第3法、装置B)

(4) 水可溶物 0.50%以下

乾燥物換算して4.0gに対応する量の本品を量り、水200mlを加え、長さ約13mm、最大幅約16mmの羽4枚からなる高速分散機により毎分5,000回転で5分間かき混ぜた分散液を定量分析用ろ紙(5種C)で吸引ろ過し、ろ液50mlをとり水浴上で蒸発乾固する。残留物を120℃で1時間乾燥し、デシケーターで放冷後、質量を精密に量る。

乾燥減量 60.0～92.0% (5g, 120℃, 5時間)

灰分 0.50%以下 (乾燥物換算して2.0gに対応する量)

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5,000以下である。また大腸菌は認めない。

<参考情報>

高速分散機の具体的な代表的機種：メーカー名—特殊機化工業(株)、商品名—T.K. ホモディスパーf model, 攪拌羽根—折畳式特殊攪拌翼(クローバー羽根)

フクロノリ抽出物

Fukuronori Extract

定義 本品は、フクロフノリ (*Gloiopeltis furcata* J. Agardh) の全藻から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、白～褐色の粉末又は粒で、においがないか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 4 g を水 200 ml に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80℃ に保ち、均一な粘稠な液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、粘稠な液のままである。

(2) (1) で得た溶液 50 ml に塩化カリウム 0.2 g を加え、再び加温し、よくかき混ぜた後室温まで冷却するとき、粘稠な液のままである。

(3) 本品 0.1 g を水 20 ml に加えて、塩化バリウム溶液 (3→25) 3 ml 及び塩酸 (2→5) 5 ml を加えてよく混和し、必要があれば沈殿を分離して分離液を 10 分間煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生ずる。

純度試験 (1) 粘度 5.0 mPa・s 以上 (1.5% 75℃)

(2) 硫酸基 5～30% (「加工ユーケマ藻類」の純度試験(4)を準用する。)

(3) 酸不溶物 2.0% 以下 (「加工ユーケマ藻類」の純度試験(5)を準用する。)

(4) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.5g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)

(5) 鉛 Pb として 10 μg/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

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

乾燥減量 12.0% 以下 (105℃, 5 時間)

灰分 5～30% (乾燥物換算)

酸不溶性灰分 1.0% 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 1 g につき、細菌数は 10,000 以下である。

また大腸菌は認めない。

プルラン

Pullulan

定義 本品は、糸状菌 (*Aureobasidium pullulans*) の培養液より、分離して得られた多糖類である。成分はプルランである。

性状 本品は、白～淡黄白色の粉末で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品10gを水100mlにかき混ぜながら少量ずつ加えて溶かすとき、粘稠な溶液となる。
(2) (1)で得た溶液10mlにプルラナーゼ試液0.1mlを加えて混和し放置するとき、粘性がなくなる。
(3) 本品の水溶液(1→50)10mlにポリエチレングリコール600を2ml加えるとき、直ちに白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 動粘度 $15\sim 180\text{ mm}^2\text{ s}^{-1}$

本品を乾燥した後、その10.0gを正確に量り、水を加えて溶かし、正確に100gとし、 $30\pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度を測定する。

(2) 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)

(3) 鉛 Pbとして $2.0\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法)

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

(5) 総窒素 0.05%以下

本品約3gを精密に量り、窒素定量法セミマイクロケルダール法により試験を行う。ただし、分解に用いる硫酸の量は12mlとし、加える水酸化ナトリウム溶液の量は40mlとする。

(6) 単糖類及び小糖類 12.0%以下

本品を乾燥し、その0.800gを水100mlに溶かして試料原液とする。試料原液1mlに塩化カリウム飽和溶液0.1mlを加えた後、メタノール3mlを加えて激しく振り混ぜる。この液を遠心分離し、その上澄液を試料液とする。別に試料原液1mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとし、標準原液とする。試料液0.2mlを正確に量り、氷水中で冷却したアントロン・硫酸(3→4)溶液(1→500)5mlに静かに加えて直ちに混和し、 90°C で10分間加温した後、直ちに冷却し、検液とする。標準原液及び水をそれぞれ0.2mlずつ正確に量り、検液の場合と同様に操作してそれぞれを標準液及び空試験液とする。検液、標準液及び空試験液につき水を対照として波長620nmにおけるそれぞれの吸光度 A_T 、 A_S 及び A_0 を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{単糖類及び少糖類の含量} = \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 8.2 \times 100(\%)$$

乾燥減量 8.0%以下(90°C , 減圧, 6時間)

強熱残分 5.0%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。

〈試薬・試液等〉

プルラナーゼ

本品は、細菌 (*Bacillus*, *Klebsiella*, *Sulfolobus solfataricus*) の培養物より得られたプルランを分解する酵素 (pullulan 6-glucanohydrolase, EC 3.2.1.41) である。

本品は、プルランの α -1,6-グルコシド結合を加水分解し、マルトトリオースを生成する。

活性単位 プルランを基質とし、pH5.0, 30°Cで作用するとき、1分間に1 μ molのマルトトリオースを遊離する酵素量を1単位とする。

プルラナーゼ試液

プルラナーゼを水に溶かし、その活性を1ml当たり10単位とする。

ポリエチレングリコール 600

本品は、平均分子量560~640のポリエチレングリコールである。

性状 無~微黄色の澄明な液体又は白色の塊である。

確認試験 本品0.05gを希塩酸5mlに溶かし、塩化バリウム溶液(12→100)1mlを加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、ろ液にリンモリブデン酸溶液(1→10)1mlを加えるとき、黄緑色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 液性 pH4.0~7.0 (5g, 水100ml, 25°C)

(2) 粘度 (25°C) 100~150mm²s⁻¹

本品200mlにつき、回転粘度計により測定する。

(3) 凝固点 15~25°C

(4) 酸 CH₃COOHとして0.1%以下

本品10gを二酸化炭素を含まない水50mlに溶かし、これにフェノールフタレイン溶液3滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。

ただし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1mlは、CH₃COOHとして0.006005gに相当する。

水分 0.3%以下 (2g, 直接滴定)

平均分子量 560~640 無水フタル酸42gをとり、新たに蒸留したピリジン300mlを正確に入れた1Lの遮光した共栓瓶に加え、強く振り混ぜて溶かした後、16時間以上放置する。この液25mlを正確に量り、約200mlの耐圧共栓瓶に入れ、これに本品約2.4gを精密に量って加え、密栓し、これを丈夫な布で包み、あらかじめ98±2°Cに加熱した水浴中に入れる。この際瓶の中の液が水浴の液の中に浸るようにする。98±2°Cで30分間保った後、水浴から瓶を取り出し、室温になるまで空気中で放冷する。次に0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液50mlを正確に加え、更にフェノールフタレインのピリジン溶液(1→100)5滴を加え、この液につき、0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が15秒間持続する淡赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

平均分子量=試料の量(g)×4,000/(a-b)

ただし、a:空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量(ml)

b:試料の試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量(ml)

ベタイン

Betaine

C₅H₁₁NO₂

分子量 117.15

2-(N,N,N-Trimethylammonio)acetate [107-43-7, 無水物]

定義 本品は、サトウダイコン (*Beta vulgaris* Linné) の糖蜜より、分離して得られたものである。成分はベタインである。

含量 本品を乾燥したものは、ベタイン (C₅H₁₁NO₂) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、吸湿性と潮解性がある白色の結晶で、わずかににおいがあり、甘味とわずかな苦味がある。

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

純度試験 (1) 溶状 無色，澄明 (1.0g, 水10ml)

(2) 液性 pH5.0~7.0 (1.0g, 水20ml)

(3) 塩化物 Clとして0.005%以下 (1.0g, 比較液 0.01mol/L塩酸 0.15ml)

(4) 硫酸塩 SO₄として0.01%以下 (1.0g, 比較液 0.005mol/L硫酸 0.20ml)

(5) 重金属 Pbとして5.0 μg/g以下 (4.0g, 第1法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

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

乾燥減量 3.0%以下 (105℃, 3時間)

強熱残分 0.10%以下 (500℃, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、水に溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に定量用ベタインを減圧下で105℃, 3時間乾燥し、その0.5g及び1.0gを正確に量り、それぞれ水に溶かして正確に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。2濃度の標準液におけるベタイ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ベタインのピーク面積から検液中のベタインの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\text{ベタイン(C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{)の含量} = \frac{\text{検液中のベタインの量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 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4mm, 長さ25cmのステンレス管

カラム温度 70℃

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

<定量用試薬・試液>

定量用ベタイン ベタイン 1 水和物を見よ。

ベタイン, 定量用 ベタイン 1 水和物を見よ。

ベタイン 1 水和物 $C_5H_{11}NO_2 \cdot H_2O$

性状 本品は、吸湿性と潮解性がある白色の結晶で、わずかににおいがあり、甘味とわずかな苦味がある。

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

純度試験 類縁物質 本品を乾燥し、その約1gを量り、水に溶かして正確に100mlとし、検液とする。この検液 1 ml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約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 4mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 70°C

移動相 水

流量 ベタインの保持時間が約9分になるように調整する。

乾燥減量 12.0~14.6% (105°C, 減圧, 3時間)

[参考情報]

使用カラム商品名 Shodex USPpak MN-431 (Ca型)

ヘマトコッカス藻色素

Haematococcus Algae Color

定義 本品は、ヘマトコッカス (*Haematococcus* spp.) の全藻から得られた、アスタキサンチン類を主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は 600 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

性 状 本品は、だいたい~暗褐色の塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を取り、アセトン 100ml に溶かした液は、だいたい黄~赤だいたい色を呈する。

(2) (1)の液 0.1ml に、硫酸 5ml を加えるとき、液の色は青緑~暗青色に変わる。

(3) 本品をアセトンに溶かした液は、波長 460~480nm に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から、色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を量り、アセトン 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 0.4~0.6 付近に赤だいたい色のスポットを認める。このスポットの色は 5% 亜硝酸ナトリウム溶液を噴霧し、次に 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 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 アセトン

測定波長 波長 460~480nm の極大吸収部

ヘム鉄

Heme Iron

定義 本品は、ヘモグロビンをタンパク分解酵素で処理したものより、分離して得られたものである。主成分はヘム鉄である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、鉄 (Fe=55.85) 1.0~2.6%を含む。

性状 本品は、褐~黒褐色の粉末又は粒で、においがいいか又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.010gに硫酸(1→20) 1ml及び硝酸1mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物を塩酸(1→2) 10mlに溶かした液にチオシオン酸アンモニウム溶液(2→25)を加えるとき、液は赤色を呈し、これに塩酸を加えて酸性とするとき液の赤色は退色しない。

(2) 本品5mgにピリジン・水酸化ナトリウム試液10mlを加えて溶かし、次亜硫酸ナトリウム0.1gを加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 本品0.010gに硝酸5mlを加えて加熱するとき、液は黄色を呈し、冷後、アンモニア水を加えてアルカリ性とするとき、液の色はだいたい黄色に変わる。

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

乾燥減量 5.0%以下(105°C, 5時間)

強熱残分 12.0%以下

定量法 本品約10gを精密に量り、硫酸(1→20) 5ml及び硝酸5mlを加えて潤し、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、450~550°Cで強熱して灰化する。残留物に塩酸(1→2) 10mlを加え、不溶物がほとんどなくなるまで煮沸した後、水20mlを加えてろ過する。不溶物を水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて正確に100mlとする。この液25mlを正確に量り、共栓フラスコに入れ、ヨウ化カリウム2gを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、水100mlを加え、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液)。別に空試験を行い、補正する。更に乾燥物換算を行う。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1ml = 5.585mg Fe

試薬・試液

ピリジン・水酸化ナトリウム試液

水酸化ナトリウム1.2gを水200mlに溶かし、ピリジン100mlを加えて混和する。

ベントナイト

Bentonite

定 義 本品は、鉱床より採掘して得られたベントナイトを乾燥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、白～淡黄褐色の粉末又はフレーク状で、湿らすと、土や粘土ようのにおいがする。

確認試験 (1) 本品 0.5g に硫酸(1→3) 3ml を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水 20ml を加えてろ過し、ろ液 5ml にアンモニア試液 3ml を加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。これにアリザリンS 溶液(1→1,000) を加えるとき、沈殿の色は赤色に変わる。

(2) (1)のろ過残留物を水で洗い、メチレンブルー溶液(1→10,000) 2ml を加え、次に水で洗うとき、残留物は青色を呈する。

(3) 本品 6.0g に酸化マグネシウム 0.3g を混和し、水 200ml を入れた 500ml の共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、1時間振とうした後、この懸濁液 100ml を 100ml のメスシリンダーに移し、24時間放置するとき、上層に分離する澄明な液は、2ml 以下である。

純度試験 (1) 液性 pH8.5～10.5 (2%懸濁液)

(2) 鉛 Pb として 40 μ g/g 以下

本品 2.0g を量り、塩酸(1→10) 12ml 及び水 8ml を加え、蒸発する水を補いながら 30 分間煮沸した後、蒸発乾固し、更に 100℃で 1 時間乾燥する。残留物に塩酸(1→10) 20ml を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液をろ過する。残留物に、更に塩酸(1→10) 10ml を加えて 5 分間穏やかに煮沸した後、上澄液を先のろ紙でろ過する。ろ液を合わせ、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 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。

(3) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下

(2)の A 液 25ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 12.0%以下 (105℃, 2 時間)

ε-ポリリシン

ε - Polylysine

ε - ポリリジン

定 義 本品は、放線菌 (*Streptomyces albulus*) の培養液より、イオン交換樹脂を用いて吸着、分離して得られたものである。成分はε-ポリリシンである。デキストリンを含むことがある。

含 量 本品は、ε-ポリリシン25%以上で、その表示量の95~115%を含む。

性 状 本品は、淡黄色の液体又は吸湿性の強い淡黄色の粉末で、わずかに苦味を有する。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 1 mlにドラージェンドルフ試液 1 mlを加えるとき、赤褐色の沈澱を生ずる。

(2) 本品0.1gをリン酸緩衝液 (pH6.8) 100mlに溶かした液 1 mlにメチルオレンジ試液 1 mlを加えるとき、赤褐色の沈澱を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 1 mlに塩酸 1 mlを加え、110°Cで24時間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) を加えてpH6~8に調整し、検液とする。別にL-リシン塩酸塩0.010gを水10mlに溶解し、対照液とする。検液及び対照液2 μlずつを量り、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線より約10 cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、ニンヒドリンのアセトン溶液 (1→50) を均等に噴霧し、90°Cで10分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た赤紫色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板には、担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを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10 μg/g以下 (ε-ポリリシン2.0gに対応する量, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) ヒ素 As₂O₃として4.0 μg/g以下 (ε-ポリリシン0.5gに対応する量, 第3法, 装置B)

強熱残分 1.0%以下 (ε-ポリリシン0.5gに対応する量)

定 量 法 ε-ポリリシンとして約0.25gに対応する量の本品を精密に量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に50mlとする。この液 1 mlを量り、内標準溶液10mlを加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に50mlとし、検液とする。ただし、内標準溶液は、L-フェニルアラニン0.15gを量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に100mlとする。別に定量用ε-ポリリシン塩酸塩を105°Cで3時間乾燥し、その約0.3gを精密に量り、移動相と同一組成の液を加えて溶かし、正確に100mlとする。この液25mlを量り、移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとする。この液 6 ml, 8 ml及び10mlを正確に量り、それぞれに内標準溶液10mlを正確に加えた後、移動相と同一組成の液を加えて正確に50mlとし、標準液とする。ε-ポリリシン塩酸塩に対するε-ポリリシンの質量比は0.7785としてε-ポリリシン濃度を算出する。検液及び標準液をそれぞれ100 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。3濃度の標準液のL-フェニルアラニンのピーク面積に対するε-ポリリシンのピーク面積比と標準液に含まれるε-ポリリシン濃度から検量線を作成する。検液のL-フェニルアラニンのピーク面積に対するε-ポリリシンのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 215nm)

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25cmのステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

移動相 リン酸二カリウム1.74g及び硫酸ナトリウム1.42gを水約800mlに溶かし, リン酸でpHを3.4に調整した後, 水を加えて1,000mlとする。この液920mlにアセトニトリル80mlを加える。

流量 ϵ -ポリリシンの保持時間が約4分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用 ϵ -ポリリシン塩酸塩 ϵ -ポリリシン塩酸塩, 定量用を見よ。

ϵ -ポリリシン塩酸塩、定量用

性状 本品は, 白～淡黄色の粉末である。

確認試験 本品0.1gをリン酸緩衝液 (pH6.8) 100mlに溶かした液1mlにメチルオレンジ試液1mlを加えるとき, 赤褐色の沈殿を生ずる。

純度試験 類縁物質 本品0.015gを量り, 移動相と同一組成の液100mlに溶かし, 検液とする。この液2mlを正確に量り, 移動相と同一組成の液を加えて正確に100mlとし, 比較液とする。検液及び比較液それぞれを100 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約2倍までとする。

操作条件 「 ϵ -ポリリシン」の定量法の操作条件を準用する。

L-フェニルアラニン C₉H₁₃N₂O₂ 「フェニルアラニン」

〈参考情報〉

定量用カラム

東ソー製 TSKgel ODS-120T ϕ 4.6mm×25cm がある。

カラム充てん剤

東ソー製 TSKgel ODS-120T ϕ 4.6mm×25cmがある。

マイクロクリスタリンワックス

Microcrystalline Wax

マイクロクリスタリンワックス

定義 本品は、石油の減圧蒸留の残渣油又は重質留出油から得られた固形の炭化水素の混合物で、主として分枝状及び直鎖状の炭化水素からなる。

性状 本品は、室温で無色若しくは白～黄色のやや透明性を帯びた固体で、わずかに特異なおいがある。

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

純度試験 (1) 融点 70～95℃ (第2種物質)

(2) 鉛 Pbとして3.0 μ g/g以下 (3.3g, 第1法)

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

(4) 多環芳香族炭化水素 「パラフィンワックス」の純度試験(5)を準用する。

強熱残分 0.10%以下

マクロホモプシスガム

Macrophomopsis Gum

マクロホモプシス多糖類

定義 本品は、マクロホモプシス属菌 (*Macrophomopsis (Fisicocum)*) の培養液から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、淡黄～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.5gを熱湯100mlにかき混ぜながら徐々に加えた後、室温まで冷却するとき、粘稠な液体となる。

(2) 本品 0.1g を熱湯 100ml にかき混ぜながら徐々に加えた後、ホモジナイザーを用いて毎分 8,000 回転以上で 15 分間かき混ぜ、溶解する。冷後、この液 5ml を試験管にとり、2-プロパノール 1ml を加えてよく混ぜ、水浴中で 10 分間加熱し、再びよく混ぜた後、室温に 2 時間放置するとき、ゲルを形成する。

純度試験 (1) 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)

(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)

(4) 総窒素 1.0%以下 (乾燥物換算)

本品約 0.3g 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。

(5) 2-プロパノール 0.50%以下

(i) 装置

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の装置を準用する。

(ii) 操作法

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の操作法を準用して検液及び内標準溶液を調製する。別に 2-プロパノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 10ml 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 $2.0 \mu\text{l}$ 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 *tert*-ブタノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

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

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約10分になるように調整する。

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 2.5時間)

灰分 10.0%以下 (乾燥物換算)

微生物限度

微生物限度試験法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。ただし、大腸菌の場合、本品1gをを量り、試料液を調製する。

〈参考情報〉

カラム ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54 がある。