

ムラサキイモ色素 Purple Sweet Potato Color

定義 本品は、サツマイモ (*Ipomoea batatas* Poiret) の塊根から得られた、シアニジンアシルグルコシド及びペオニジンアシルグル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 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) 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 1.0g 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、液の色は、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 515~535nm 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 515~535nm の極大吸収部

ムラサキトウモロコシ色素

Purple Corn Color

ムラサキコーン色素

定 義 本品は、トウモロコシ (*Zea mays* Linné) の種子から得られた、シアニジン 3-グル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 ($E_{1\%}^{1\text{cm}}$) は 30 以上で、その表示量の 90~120% 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 30 に換算して 1 g 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~暗赤だいたい色を呈する。

(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 505~525nm に極大吸収部がある。

(4) (1)の溶液 10ml をとり、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 100ml とし、検液とする。別にシアニジン 3-グルコシド塩化物 1 mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 5 ml 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とき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のシアニジン 3-グルコシド塩化物のピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 可視吸光光度計 (測定波長 515nm)

カラム充てん剤 5 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 4~5 mm, 長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 40°C

移動相 4%リン酸溶液/メタノール混液 (73:27)

流量 シアニジン 3-グルコシド塩化物の保持時間が約 10 分になるように調整する。

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)

(4) フモニシン B₁ 0.3 μ g/g 以下 (色価 30 に換算)

本品の表示量から、色価 30 に換算して約 5 g に相当する量を精密に量り、メタノール/水混液 (3:1) 80ml を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて pH8~9 に調整し、メタノール/水混液 (3:1) を加えて正確に 100ml とし、試料液とする。内径約 15mm のガラスあるいはポリプロピレン製のカラムにトリメチルアミノプロピル化シリカゲル約 2 g を充てんし、メタノール及びメタノール/水混液 (3:1) で順次洗浄する。試料液 10ml をカラムに注ぎ、流出液は捨てる。このカラムをメタノール/水混液 (3:1) 20ml, 次いでメタノール 10ml で洗浄する。その後メタノール/酢酸混液 (99:1) 20ml を注ぐ。流出液を 40°C 未満、減圧状態で乾固させた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) 0.2ml を加えて溶かし、検液とする。別にフモニシン B₁ 約 0.01g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 ml とする。更にこの液 10ml, 5ml, 1ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えてそれぞれ正確に 200 ml とし、標準液とする。検液及び標準液のそれぞれ 0.1ml に対し、フタルアルデヒド試薬 0.1ml を加えて混和する。検液及び 3 濃度の標準液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り、フタルアルデヒド試薬添加後 1 分以内に、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。3 濃度の標準液のフモニシン B₁

のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のフモニシンB₁のピーク面積を測定し、検量線から検液中のフモニシンB₁量を求める。

操作条件

検出器 蛍光光度計（励起波長 335 nm, 蛍光波長 440 nm）

カラム充てん剤 5 μm 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 内径 4.6 mm, 長さ 15cm のステンレス管

温度 25°C

移動相 メタノール／リン酸緩衝液 (pH 3.3) 混液 (7:3)

流量 フモニシンB₁の保持時間が約 17 分になるように調整する。

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 505～525nm の極大吸収部

<試薬・試液>

シアニジン 3-グルコシド塩化物 C₂₁H₂₁ClO₁₁

確認試験 (1) 本品 1 mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 5 ml とした液は、赤～暗赤だいたい色を呈する。

(2) (1)の液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性とするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品をクエン酸緩衝液 (pH3.0) に溶かした液は、波長 505～525nm に極大吸収部がある。

(4) 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、3,378cm⁻¹, 1,640cm⁻¹, 1,332cm⁻¹, 1,070cm⁻¹及び630cm⁻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 確認試験(1)の液を検液とする。検液 1 ml を正確に量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて正確に 100ml とし、比較液Aとする。検液及び比較液A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、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は比較液Aの主ピーク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3倍までとする。

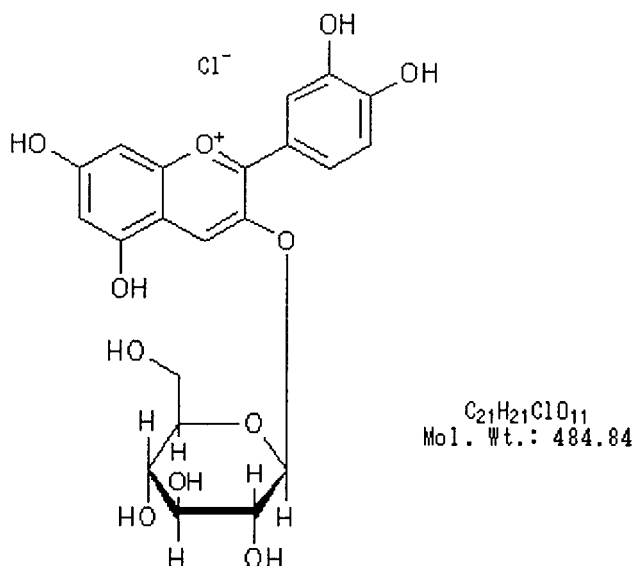
操作条件

検出感度以外の操作条件は、「ムラサキトウモロコシ色素」の確認試験(4)の操作条件を準用する。

検出感度 比較液A 1 ml を正確に量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて正確に 20ml とし、比較液Bとする。比較液B 10 μl から得られた主ピークのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、比較液A 10 μl から得られた主ピークのピーク高さがフルスケールの約 20%になるように調整する。

(参考情報)

シアニジン 3-グルコシド塩化物 Cyanidin 3-glucoside chloride



cyanidin 3-glucoside chloride

トリメチルアミノプロピル化シリカゲル イオン交換系吸着剤用に製造されたもの。

フタルアルデヒド試液 *o*-フタルアルデヒド 0.040g をメタノール 1ml に溶かした液にホウ酸ナトリウム溶液 (1→50) 1ml 及び 2-メルカプトエタノール 0.05ml を加えて混和する。遮光した容器に密栓して保存する。調製後 1 週間以内に使用する。

***o*-フタルアルデヒド** $C_6H_4(CHO)_2$

性 状 本品は、淡黄～黄色の結晶である。

純度試験 類縁物質 本品 1g をエタノール 10ml に溶かし、検液とする。この液 1ml を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ $10\mu l$ 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 7 倍までとする。

操作条件

検出器 熱伝導度検出器

カラム充てん剤

液相 担体に対して 10% のメチルシリコンポリマー

担体 酸及びシラン処理した $177\sim 250\mu m$ のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 $180^\circ C$ 付近の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 毎分約 50ml の一定量で *o*-フタルアルデヒドの保持時間が 3～4 分になるように調整する。

フモニシン B₁ C₃₄H₅₉N₁₅

性 状 本品は、白～黄白色の粉末である。

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、3,450cm⁻¹、2,934cm⁻¹、1,730cm⁻¹及び1,632cm⁻¹のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 本品 0.010g を水／アセトニトリル混液（1：1）10ml に溶かし、検液とする。検液 10 μl を量り、対照液を用いず、メタノール／水混液（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。これにバニリン 1g を硫酸／エタノール混液（4：1）100ml に溶かした液を噴霧し、自然光下で観察するとき、一つのスポット以外のスポットを認めない。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オクタデシルシリル化シリカゲルを使用する。

2-メルカプトエタノール HSCH₂CH₂OH

性 状 本品は、無色澄明の液体である。

比 重 d₄²⁰ 1.112～1.117

バニリン C₈H₈O₃ [K 9544:1994]

リン酸緩衝液 (pH3.3)

リン酸一ナトリウム 12g を量り、水を加えて溶かして 1,000ml とする。これにリン酸を混和し、pH3.3 に調整する。

メナキノン (抽出物)

Menaquinone (Extract)

ビタミンK₂ (抽出物)

Vitamin K₂(Extract)

C₃₁H₄₀O₂

分子量 444.65

2-Methyl-3-((2E,6E,10E)-3,7,11,15-tetramethylhexadeca-2,6,10,14-tetraenyl)naphthalene-1,4-dione [863-61-6]

定義 本品は、アルトロバクター属菌 (*Arthrobacter nicotianae*) の培養液から得られた、メナキノン-4を主成分とするものである。

含量 本品を無水物換算したものは、メナキノン-4 (C₃₁H₄₀O₂) 98.0~102.0%を含む。

性状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末、ろう様の塊又は油状の物質である。

確認試験 本品を酸化リン(V)を乾燥剤としたデシケーター中で減圧下、40℃、24時間放置し、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) 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)。

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

(3) メナジオン 本品0.20gに無水エタノール溶液(1→2)5mlを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液0.5mlに3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンの無水エタノール溶液(1→20)1滴及びアンモニア水1滴を加え、2時間放置するとき、液は青紫色を呈しない

水分 0.50%以下(0.50g, 直接滴定)

強熱残分 0.10%以下

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行なう。本品及び定量用メナキノン-4(あらかじめ本品と同様の方法で水分を測定しておく。)約0.1gずつを精密に量り、それぞれを2-プロパノール50mlに溶かし、更に無水エタノールを加えて正確に100mlとする。この液10mlずつを正確に量り、それぞれに無水エタノールを加えて正確に100mlとする。この液2mlずつを正確に量り、それぞれにフィトナジオンの2-プロパノール溶液(1→20,000)4mlを正確に加えて、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。検液及び標準液のフィトナジオンのピーク面積に対するメナキノン-4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。

メナキノン-4 (C₃₁H₄₀O₂) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用メナキノン-4の採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 270nm)

カラム充てん剤 5μm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 内径約 5mm, 長さ約 15cm のステンレス管
カラム温度 40℃付近の一定温度
移動相 メタノール
流量 メナキノ-4 の保持時間が約 7 分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用メナキノ-4 メナキノ-4, 定量用を見よ。

メナキノ-4, 定量用 $C_{31}H_{40}O_2$

性 状 本品は, 黄色の結晶性の粉末又は粉末である。

融 点 36.0~38.0℃

純度試験 (1) 溶状 黄色, 澄明 (100mg, ヘキサソ 1 ml)

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 0.1g を量り, 2-プロパノール 50ml に溶かし, 更に無水エタノールを加えて正確に 100ml とする。この液 10ml を正確に量り, 無水エタノールを加えて正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り, 2-プロパノール 4ml を正確に加えて, 検液とする。検液 2ml を正確に量り, 2-プロパノール/エタノール混液 (2 : 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 「メナキノ (抽出物)」の定量法の操作条件を準用する。

フィトナジオン $C_{31}H_{46}O_2$

日本薬局方フィトナジオンを用いる。

3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン $C_{10}H_{10}N_2O$ [K 9548:1994]

酸化リン (V) P_2O_5

酸化りん(V) [K 8342 : 1994]

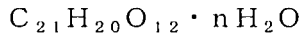
〈参考情報〉

メナキノ-4, 定量用

和光純薬工業社製 Menaquinone-4 Standard …メナキノ-4 標準品 高速液体クロマトグラフ用 [日清製粉] がある。

ヤマモモ抽出物

Chinese Bayberry Extract



5,7-Dihydroxy-2-(3,4,5-trihydroxyphenyl)-4-oxo-4*H*-chromen-7-yl α -L-rhamnopyranoside hydrate

[17912-87-7, ミリシトリン無水物 ; 1329-17-5, ミリシトリン 2水和物]

定 義 本品は、ヤマモモ (*Myrica rubra* Siebold et Zuccarini) の果実、樹皮又は葉から抽出して得られたものである。主成分はミリシトリンである。

含 量 本品を無水物換算したものは、ミリシトリン ($C_{21}H_{20}O_{12}=464.38$) 95.0~105.0%を含む。

性 状 本品は、ごくうすい黄色の粉末又は塊で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5mg をエタノール 10ml に溶かした液は、淡黄~褐色を呈し、塩化鉄 (III)・塩酸試液 1~2 滴を加えるとき、液の色は帯緑黒色に変わる。

(2) 本品 5mg をエタノール 5ml に溶かした液は、淡黄~褐色を呈し、塩酸 2ml 及びマグネシウム末 0.05g を加えるとき、液の色は徐々に赤色に変わる。

(3) 本品 0.01g をメタノール 1,000ml に溶かした液は、波長 257nm 付近及び波長 354nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

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

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

(4) メタノール $50\mu\text{g/g}$ 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、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。メスフラスコ E に内標準溶液 2ml を正確に量って入れ、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 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 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 $2.0\mu\text{l}$ 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。

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

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

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。

水分 8.0%以下 (0.2g, 直接滴定)

定量法 本品及び定量用ミリシトリン約 0.05g を精密に量り, それぞれメタノールに溶かして正確に 100ml 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 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。検液及び標準液のミリシトリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し, 次式によりミリシトリン含量を求める。なお, 定量用ミリシトリンは, 別に直接滴定法により水分を測定する。

ミリシトリン ($C_{21}H_{20}O_{12}$) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用ミリシトリンの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

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 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 ミリシトリンの保持時間が 8~12 分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用ミリシトリン ミリシトリン, 定量用を見よ。

ミリシトリン, 定量用 $C_{21}H_{20}O_{12} \cdot nH_2O$

性状 本品は, 淡灰黄~淡黄色の粉末で, ほとんどにおいが無い。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 1,660 cm^{-1} , 1,605 cm^{-1} , 1,345 cm^{-1} , 1,200 cm^{-1} 及び 970 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 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (354nm 付近の極大吸収部) = 340 以上

減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した本品約 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 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 1ml 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

「ヤマモモ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

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>

ガスクロマトグラフィー用カラム

ジーエルサイエンス社製 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 がある。

液体クロマトグラフィー用カラム

ジーエルサイエンス社製 5~10 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3
250 \times 4.6mmI.D. Cat. No. 5020-01732 がある。

ユッカフォーム抽出物

Yucca Foam Extract

ユッカ抽出物

定義 本品は、ユッカ・ブレビフォリア (*Yucca brevifolia* Engelm.) 又はユッカ・シジゲラ (*Yucca schidigera* Roez. ex Ortgies) の全草から得られた、サポニンを主成分とするものである。

含量 本品を無水物換算したものは、ユッカサポニン3.0%以上を含む。

性状 本品は、黄～褐色の粉末又は褐色の液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 無水物換算して0.6gに対応する量の本品を量り、メタノール/水混液(9:1)10mlを加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 μ lを量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール/水/酢酸混液(40:16:8:1)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8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察するとき、Rf値0.4～0.6付近に黄緑～青緑色のスポットが4個以上検出される。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110℃で1時間乾燥したものを使用する。

(2) 定量法で得られたA液3mlを量り、その溶媒を留去し、酢酸エチル0.1mlに溶かして、検液とする。別に定量法で得られたB液を対照液とする。検液及び対照液の2 μ lずつを量り、ヘキサン/酢酸エチル混液(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8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察するとき、検液から得たスポットは、対照液から得た黄緑～青緑色のスポットと色調及びRf値が等しい。ただし、薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 液性 pH3.5～5.0 (無水物換算1.0g, 水100ml)

(2) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下 (無水物換算1.0g, 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 (無水物換算1.0g, 第3法, 装置B)

水分 液体試料 60%以下 (0.1g, 直接滴定)

粉末試料 8.0%以下 (0.1g, 直接滴定)

強熱残分 5.0%以下 (無水物換算2g)

定量法 無水物換算して約0.2gに対応する量の本品を精密に量り、水5mlに溶かし、あらかじめスチレン-ジビニルベンゼン系吸着用樹脂20mlを充てんした内径15mmのガラス管に注ぐ。水100ml, 水/メタノール混液(3:2)100mlの順に毎分2ml以内の流量で洗浄した後、メタノール/水混液(9:1)100mlで溶出する。溶出液の溶媒を留去後、残留物をエタノールに溶かして正確に20mlとする。この液10mlを正確に量り、2mol/L塩酸10mlを加え、還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後ジエチルエーテル80mlで2回抽出し、ジエチルエーテル層を合わせて水20mlで洗浄した後、無水硫酸ナトリウム20gを加えて脱水後、ジエチルエーテルを留去する。残留物を酢酸エチルに溶かして正確に50mlとし、A液とする。A液1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に10mlとして、検液とする。別に無水物換算して約5mgに対応する量の定量用サルササボゲニンを精密に量り、酢酸エチルに溶かして正確に5mlとし、B液とする。B液1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に200mlとして、標準液とする。空試験液は酢酸エチルとする。検液、標準液及び空試験液をそれぞれ2mlずつ正確に量り、それぞれに0.5%*p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液及び硫酸/酢酸エチル混液(1:1)1mlずつを正確に加え、60℃

の水浴中で正確に10分間緩やかに振り混ぜる。室温の水浴中で正確に10分間冷却後、直ちに酢酸エチルを対照液として430nmにおける吸光度を測定する。検液、標準液及び空試験液の吸光度 A_T , A_S 及び A_O を求め、次式により含量を求める。

$$\text{ユッカサポニンの含量} = \frac{\text{サルササポゲニンの採取量(g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T - A_O}{A_S - A_O} \times 2.10 \times 100 (\%)$$

〈試薬・試液〉

定量用サルササポゲニン サルササポゲニン，定量用を見よ。

サルササポゲニン，定量用 $C_{27}H_{44}O_3$

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 本品 5mg を量り，酢酸エチル 5ml に溶かす。この液 2 μ l につき，ヘキサン/酢酸エチル混液（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 8 cm の高さに上昇したとき展開をやめ，風乾した後，*p*-アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し，110℃で 10 分間加熱した後，観察するとき，Rf 値 0.55 付近に黄緑～青緑色の主スポットを認める。ただし，薄層板にはユッカフォーム抽出物用薄層板を 110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 類縁物質 本品 0.10g を酢酸エチルに溶かし正確に 10ml とし，検液とする。この液 1ml を正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に 50ml とし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 5 μ l ずつ量り，確認試験に準じて薄層クロマトグラフィーを行うとき，検液から得た主スポット以外のスポットは，比較液から得たスポットより濃くない。

水 分 8.0%以下（0.1g，直接滴定）

0.5% *p*-アニスアルデヒド・酢酸エチル試液

0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液を見よ。

0.5% 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸エチル試液

4-メトキシベンズアルデヒド 0.5ml と酢酸エチル 99.5ml を混合して調製する。

ユッカフォーム抽出物用薄層板

薄層板，ユッカフォーム抽出物用を見よ。

薄層板，ユッカフォーム抽出物用

薄層クロマトグラフィー用シリカゲル（粒径 5～7 μ m）をプレコートした 10cm×10cm の薄層板。

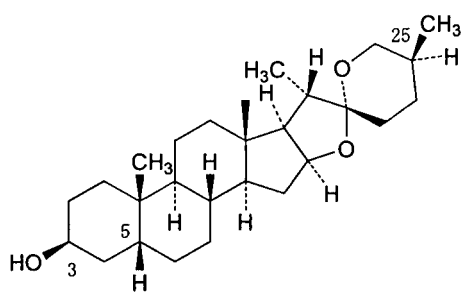
〈参考情報〉

計算式の係数

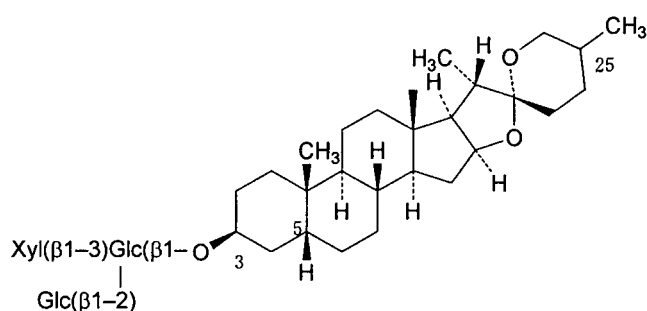
$$2.10 = \frac{\text{ユッカサポニンのうち、次の化合物の分子量}(873.03)}{\text{サルササポゲニンの分子量}(416.64)}$$

ユッカサポニン含量は、含有サポニンのうち主成分のひとつとされる (25*RS*)-5β-spirostan-3β-yl β-D-xylopyranosyl-(1→3)-[β-D-glucopyranosyl-(1→2)]-β-D-glucopyranoside (C₄₁H₇₂O₁₇ = 873.03)として、量を算出している。

サルササポゲニン (Sarsasapogenin) 化学名は (25*S*)-5β-spirostan-3β-ol
分子式、分子量は C₂₇H₄₄O₃: 416.64



Sarsasapogenin



(25*RS*)-5β-spirostan-3β-yl β-D-xylopyranosyl-(1→3)-[β-D-glucopyranosyl-(1→2)]-β-D-glucopyranoside

サルササポゲニン

シグマ社製 Sarsasapogenin (製品コード S8534) 純度 MIN. 98%がある。

スチレンージビニルベンゼン系吸着用樹脂

ダイヤイオンHP-20 (三菱化学 (株) 製) がある。

ユッカフォーム抽出物用薄層板

Merck 社製 Silica Gel60 HPTLC プレート 10cm×10cm がある。

ラカンカ抽出物

Luohanguo Extract

ラカンカエキス

定 義 本品は、ラカンカ (*Siraitia grosvenorii* C. Jeffrey ex A. M. Lu & Zhi Y. Zhang (*Momordica grosvenori* Swingle)) の果実から得られた、モグロシド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、モグロシドV ($C_{60}H_{102}O_{29}$) 20%以上を含む。

性 状 本品は、淡黄～淡褐色の粉末で、味は甘い。

確認試験 (1) 本品を乾燥し、その5～10mgに、無水酢酸2mlを加え、2分間加温した後、硫酸0.5mlを静かに加えるとき、接界面は赤褐色を呈する。

(2) 本品0.05～0.1gを量り、70vol%メタノール1～3mlに懸濁し、検液とする。別に定量用モグロシドV 5～10mgを70vol%メタノール1～3mlに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ2μlずつ量り、メタノール/酢酸ブチル/水混液(15:15:4)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、硫酸(1→10)を均等に噴霧し、105℃で10分間加熱した後、観察するとき、検液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、対照液から得た暗紫色のスポット(モグロシドV)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℃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10μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液1.0ml)。

(2) ヒ素 As₂O₃として1.0μg/g以下(2.0g, 第1法, 装置B)。

乾燥減量 6.0%以下(105℃, 2時間)

強熱残分 2.0%以下

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、70vol%メタノールに懸濁して正確に100mlとした後、メンブランフィルター(孔径0.45μm)でろ過し、検液とする。別に定量用モグロシドVを乾燥し、その約5mgを精密に量り、70vol%メタノールに溶かして正確に10mlとし、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。検液及び標準液のモグロシドV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。

$$\text{モグロシドV (C}_{60}\text{H}_{102}\text{O}_{29}\text{) の含量} = \frac{\text{定量用モグロシドVの採取量 (g)} \quad A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \quad A_S} \times 10 \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 203nm)

カラム充てん剤 5μmの液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

カラム管 内径4～6mm, 長さ25～30cmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 アセトニトリル/水混液(74:26)

流量 モグロシドVの保持時間が15～20分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用モグロシドV

モグロシドV，定量用を見よ。

モグロシドV，定量用 $C_{60}H_{102}O_{29}$

性 状 本品は，白～淡黄色の粉末で，味は甘い。

確認試験 本品を105℃で2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試験を行うとき， $3,430\text{cm}^{-1}$ ， $2,930\text{cm}^{-1}$ ， $1,634\text{cm}^{-1}$ ， $1,383\text{cm}^{-1}$ ， $1,170\text{cm}^{-1}$ ， $1,075\text{cm}^{-1}$ 及び $1,038\text{cm}^{-1}$ 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5mgをアセトニトリル／水混液（74：26）1mlに溶かし，検液とする。この液0.5mlを正確に量り，アセトニトリル／水混液（74：26）を加えて正確に10mlとし，比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ5 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，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 「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル

アミノ化ポリビニルアルコール，液体クロマトグラフィー用を見よ。

アミノ化ポリビニルアルコールゲル，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

Shodex Asahipak NH2P-50がある。

ラック色素

Lac Color

ラッカイン酸

定義 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、ラッカイン酸類を主成分とするものである。

色価 本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は 1,000 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

性状 本品は、赤~暗赤色の粉末又は粒で、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 1,000 に換算して 0.05g に相当する量を取り、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 500ml に溶かした液は、帯紫赤色を呈する。

(2) (1) の溶液 10ml を量り、0.1mol/L 塩酸 20ml を加えるとき、液の色は、だいたい色に変わり、波長 485~495nm に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml に溶かした液を遠心分離し、その上澄液を検液とする。検液 2 μ l を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約 10cm に上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察するとき、Rf 値 0.4 付近に帯黄赤~赤色のスポットを認める。Rf 値 0.2 付近にも、スポットが認められることがある。これらのスポットの色は、アンモニア水により暗赤紫色に変わる。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用ろ紙 2 号を使用する。

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 測定する吸光度が 0.3~0.7 の範囲になるように、本品を精密に量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (1→200) 20ml に溶かした後、水を加えて正確に 100ml とする。この溶液 5ml を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて正確に 50ml とし、必要があれば遠心分離してその上澄液を用い、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

対照液 0.1mol/L 塩酸

測定波長 485~495nm の極大吸収部

ラノリン

Lanolin

羊毛ロウ

定義 本品は、ヒツジの毛に付着するろう様物質から得られた、高級アルコールと α -ヒドロキシ酸のエステルを主成分とするものである。

性状 本品は、淡黄～微黄褐色の粘性のあるペースト状の物質で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品のシクロヘキサン溶液（1→50）1 mlを注意して硫酸2 mlの上に層積するとき、境界面は赤褐色を呈し、硫酸層は緑色の蛍光を発する。

純度試験 (1) 融点 37～44℃（融点測定法，第2種物質）

(2) 酸価 1.0以下

本品約5 gを精密に量り，エタノール／キシレン混液（1：1）80mlを加えて溶かし，検液とする。

以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし，滴定は温時に行う。

(3) ヨウ素価 18～36

本品約0.8gを500ml共栓付きフラスコに精密に量り，シクロヘキサン10mlに溶かし，検液とする。

以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

(4) 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）

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

強熱残分 0.10%以下

ラムザンガム

Rhamsan Gum

ラムザン多糖類

定 義 本品は、スフィンゴモナス属菌 (*Sphingomonas* sp.) 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、類白～類褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.3g を水 100ml に激しくかき混ぜながら徐々に加えるとき、粘稠な液となる。次いで、この溶液を 80℃まで加熱するとき、液の粘稠の程度はほとんど変わらない。

(2) (1)の 80℃まで加熱した液にカロブベーンガム 0.3g を激しくかき混ぜながら徐々に加え、更に 10 分間かき混ぜた後、約 10℃まで冷却するとき、この液はゲル化しない。

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) 総窒素 5.0%以下 (乾燥物換算)

本品約 0.1g を精密に量り、窒素定量中のケルダール法により試験を行う。

(5) 2-プロパノール 0.10%以下

「加工ユーケマ藻類」の純度試験(9)の試験法を準用する。ただし、メタノールに関する試験は行わない。

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 2.5 時間)

灰 分 16.0%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 を量り、試料を調製する。

〈参考情報〉

ガスクロマトグラフィー用カラム (純度試験(5))

ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54 がある。

卵殻焼成カルシウム

Calcinated Eggshell Calcium

定義 本品は、焼成カルシウムのうち、卵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 95.0%以上を含む。

性状 本品は、白～灰白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 1g を水で潤すとき発熱し、更にこれに 5ml の水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水でよく洗った後、ろ紙と共に強熱し、残留物の質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品 2.0g を量り、水 50ml を加えてよく振り混ぜた後、塩酸 (1→4) 25ml 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 を加えて溶かし、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

リゾチーム
Lysozyme
卵白リゾチーム

定義 本品は、卵白より、アルカリ性水溶液及び食塩水で処理し、樹脂精製して得られたもの、又は樹脂処理若しくは加塩処理した後、カラム精製若しくは再結晶により得られたもので、細菌の細胞壁物質を溶解する酵素である。

酵素活性 本品を乾燥したものは、1mg当り0.9mg（力価）以上の酵素活性を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においはない。

確認試験 本品を酢酸緩衝液（pH5.4）に溶かした液（1→10,000）は、波長279～281nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 溶状 本品の水溶液（1→100）5mlに必要な希塩酸を加えてpH3.0に調整するとき、波長660nmでの透過率は80.0%以上である。

(2) 液性 pH5.0以上（3.0g、水200ml）

(3) 塩化物 塩素 Clとして4.5%以下

本品約0.5gを精密に量り、水50mlを加えて溶かす。この液に10%クロム酸カリウム溶液0.1mlを加え、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。終点は、液の色が淡赤褐色を呈するときとする。

0.1mol/L硝酸銀溶液1ml=3.545mg Cl

(4) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下（2.0g、第1法）

(5) 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 6.0%以下（1.0g、減圧、2時間）

酵素活性測定法

(1) 検液

乾燥した本品約50mg（力価）に対応する量を精密に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとし、更にこの液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に50mlとする。

(2) 標準液

リゾチーム標準品約0.1gをデシケーター中、減圧下で約2時間乾燥した後、約50mg（力価）に対応する量を精密に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとする。この液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に100mlとし、更にこの液2mlを正確に量り、リン酸緩衝液（pH6.2）を加えて正確に50mlとする。

(3) 操作法

リゾチーム用基質試液3mlずつを正確に量り、3本の試験管に入れ、35℃で3分間加温する。別に検液、標準液及びリン酸緩衝液（pH6.2）を35℃で3分間加温し、その3mlずつを正確に量り、それぞれをリゾチーム用基質試液を入れた試験管に加え、35℃で10±0.1分間反応した後、直ちに水を対照として波長640nmでそれぞれの吸光度A_T、A_S及びA₀を測定する。試験を3回繰返し、その平均値から次式により酵素活性を計算する。

乾燥した本品中の酵素活性〔mg（力価）/mg〕

$$= \frac{\text{乾燥した標準品の採取量〔mg（力価）〕}}{\text{乾燥した試料の採取量（mg）}} \times \frac{A_0 - A_T}{A_0 - A_S}$$

<試薬・試液>

リゾチーム標準品

リゾチーム日本薬局方標準品を用いる。

リゾチーム用基質試液

Micrococcus luteus の乾燥菌体適量にリン酸緩衝液（pH6.2）を加えて均一に懸濁させた後、波長640nmにおける透過率が10%になるように調整する。用時調製する。

リン酸塩緩衝液（pH6.2）

第1液：リン酸一カリウム9.08gに水を加えて溶かし、1,000mlとする。

第2液：無水リン酸二ナトリウム9.46gに水を加えて溶かし、1,000mlとする。

第1液800mlと第2液200mlとを混和し、必要ならば、更にいずれかの液を加えてpH6.2に調整する。

<参考情報>

Micrococcus luteus の乾燥菌体

生化学工業社製 *Micrococcus luteus*（Code No. 450971）がある。

D-リボース

D-Ribose

C₅H₁₀O₅

分子量 150.13

D-Ribofuranose [50-69-1]

定 義 本品は、グラム陽性細菌 (*Bacillus pumilus*又は*Bacillus subtilis*) によるD-グルコースの発酵培養液より、分離して得られたものである。成分はD-リボースである。成分はD-リボースである。

含 量 本品を無水物換算したものは、D-リボース (C₅H₁₀O₅) 90.0~102.0%を含む。

性 状 本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末で、においはないか又はわずかに特異なおいがある。

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) 本品の水溶液 (1→50) は、左旋性である。

純度試験 (1) 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)

(2) 鉛 Pbとして10μg/g以下 (1.0g, 第1法)

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

(4) 他の糖類 定量法を準用して液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のD-リボースの保持時間の2倍までに現れる、D-リボース以外のピークの合計面積は、全ピークの合計面積の10.0%以下である。

水 分 5.0%以下 (1g, 直接滴定)

強熱残分 1.0%以下

定 量 法 本品約1g及び定量用D-リボース約1gを精密に量り、それぞれに水を加えて溶かし、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D-リボースのピーク面積A_T及びA_Sを測定し、次式により含量を求める。

D-リボース (C₅H₁₀O₅) の含量

$$= \frac{\text{無水物換算した定量用D-リボースの採取量 (g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充てん剤 約6μm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25~35cmのステンレス管

カラム温度 80℃

移動相 水

流量 D-リボースの保持時間が約14分になるように調整する。

〈試薬・試液〉

定量用D-リボース

D-リボース，定量用を見よ。

D-リボース，定量用 $C_5H_{10}O_5$

性状 本品は，白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 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。

純度試験(1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -18 \sim -22^\circ$

本品約1gを精密に量り，アンモニア試液0.2ml及び水を加えて溶かし，正確に50mlとする。この液について旋光度を測定し，更に無水物換算を行う。

(2)類縁物質 本品0.5gを水25mlに溶かし，検液とする。検液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 「D-リボース」の定量法の操作条件を準用する。

水分 1.0%以下（1g，直接滴定）

〈参考情報〉

カラム充てん剤

Shodex SUGAR SC1011がある。

ルチン酵素分解物

Enzymatically Decomposed Rutin

定義 本品は、ルチン（抽出物）（アズキ (*Vigna angularis* Ohwi et H. Ohashi) の全草、エンジュ (*Sophora japonica* Linné) のつぼみ若しくは花又はソバ (*Fagopyrum esculentum* Moench) の全草から得られた、ルチンを主成分とするものをいう。) を酵素処理した後、精製して得られたものである。主成分はイソクエルシトリンである。

含量 本品を乾燥したものは、イソクエルシトリン ($C_{21}H_{20}O_{12}$ = 464.38) 91.0～103.0%を含む。

性状 本品は、淡黄～黄色の粉末、塊又はペースト状で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 5mg 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→50) 1～2滴を加えるとき、液は帯緑褐色に変わる。

(2) 本品 5mg をエタノール 5ml に溶かした液は、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 500ml に溶かした液は、波長 258nm 付近及び波長 362nm 付近に極大吸収部がある。

(4) 本品 1.0g をメタノール 20ml に溶かし、必要があればろ過し、検液とする。検液 2 μ l を量り、定量用ルチンのメタノール溶液 (1→20) 2 μ l を対照液とし、1-ブタノール/酢酸/水混液 (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 15cm の高さ上昇したとき展開をやめ、風乾した後、塩化鉄(Ⅲ)・塩酸試液を噴霧し、観察するとき、定量用ルチンの主スポットよりも大きい Rf 値を示す褐色の主スポットを認める。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を 110℃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 20 μ g/g 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 5.0 μ g/g 以下 (2.0g, 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)

乾燥減量 50.0%以下 (135℃, 2時間)

定量法 本品を乾燥し、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。必要があればろ過する。この液 4ml を正確に量り、リン酸溶液 (1→1,000) を加えて正確に 100ml とし、検液とする。別に定量用ルチンを 135℃, 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 4ml を正確に量り、リン酸溶液 (1→1,000) を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により、リン酸溶液 (1→1,000) を対照として、波長 351nm 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。

イソクエルシトリン ($C_{21}H_{20}O_{12}$) の含量

$$= \frac{\text{定量用ルチンの採取量 (g)} \times 0.761}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100 (\%)$$

〈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法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき， $1,655cm^{-1}$ ， $1,605cm^{-1}$ ， $1,505cm^{-1}$ ， $1,360cm^{-1}$ ， $1,300cm^{-1}$ ， $1,200cm^{-1}$ 及び $810cm^{-1}$ 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 $E_{1cm}^{1\%}$ (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 1ml 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 $20\mu l$ 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

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充てん剤 $5\sim 10\mu m$ 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 $3\sim 6mm$ ，長さ $15\sim 25cm$ 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 $8\sim 12$ 分になるように調整する。

〈参考情報〉

液体クロマトグラフィー用カラム

ジーエルサイエンス社製 $5\sim 10\mu m$ のオクタデシルシリル化シリカゲル Inertsil ODS-3 $250\times 4.6mm$ I. D. Cat. No. 5020-01732 がある。