

成分規格の新規収載により追加される試薬・試液等

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°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) 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°C, 3 時間)

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。

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。

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。

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。

L-アラビノース, 定量用 $C_5H_{10}O_5$

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。

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。

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 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、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。

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ゲル，液体クロマトグラフィー用を見よ。

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。

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 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を見よ。

塩化鉄(Ⅲ)試液 塩化鉄(Ⅲ) 9gを水に溶かし、100mlとする。

塩化鉄(Ⅲ)試液，希

塩化鉄(Ⅲ)試液 2mlに水を加えて100mlとする。用時調製する。

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に製造したもの。

オクタデシルシリル化シリカゲル，薄層クロマトグラフィー用

薄層クロマトグラフィー用に製造したもの。

オクタン酸 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$ 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℃

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

スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂，ガスクロマトグラフィー用を見よ。

希塩化鉄(Ⅲ)試液 塩化鉄(Ⅲ)試液，希を見よ。

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。

クエン酸緩衝液 (pH6.0)

第1液：クエン酸 21gを量り，水を加えて溶かし，1,000mlとする。

第2液：リン酸二ナトリウム 71.6gを量り，水を加えて溶かし，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。

クエン酸緩衝液 (pH7.0)

第1液：クエン酸 21gを量り，水を加えて溶かし，1,000mlとする。

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

第1液 35容量と第2液 165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pH7.0に調整する。

グラファイトカーボンミニカラム(500mg) 内径10～15mmのポリエチレン製のカラム管に，グラファイトカーボン 0.5gを充てんしたもの，又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

グリチルリチン酸，薄層クロマトグラフィー用 $\text{C}_{42}\text{H}_{62}\text{O}_{16} \cdot n\text{H}_2\text{O}$

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。

グルコアミラーゼ

Aspergillus niger から得られた、白～褐色の粉末又は淡黄～濃褐色の液体である。においはないか又は特異なにおいがある。本品の 1 単位は、デンプンを基質として、pH4.5、40℃において 60 分間に 1mg のブドウ糖を生成する酵素量とする。

グルコースオキシダーゼ

Penicillium 属から得られた、白色の粉末である。本品の 1 単位は、D-グルコースを基質として、pH7.0、25℃において 1 分間に 1 μ mol の D-グルコノ-1,5-ラクトンを生成する酵素量とする。

L-グルタミン酸、定量用 C₅H₉NO₄ L-グルタミン酸 [K 9047]

m-クレゾール C₇H₈O [K 4305]

ゲニポシド C₁₇H₂₄O₁₀

性状 本品は、白色の結晶または結晶性の粉末で、においが無い。

確認試験 本品約 5mg を精密に量り、メタノールを加えて溶かして正確に 10ml とする。この液 1ml を正確に量り、メタノールを加えて 10ml とした液の吸光度を測定するとき、波長 238nm 付近に極大吸収部がある。

純度試験 (1) 比吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (240nm 付近の極大吸収部) = 249~269

本品約 0.01g を精密に量り、メタノール (1→2) を加えて溶かし、正確に 500ml とする。この液の 240nm 付近の極大吸収部における吸光度を測定する。

(2) 類縁物質 本品約 0.01g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて溶かし、正確に 100ml とし、検液とする。検液 2ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) 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約 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 238 nm)

カラム充填剤 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 4~5mm、長さ 15~30cm のステンレス管

温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル混液 (17:3)

流量 ゲニポシドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

酢酸緩衝液 (pH4.0) 無水酢酸ナトリウム 2.95g を量り、水 900ml を加えて溶かし、酢酸を滴加して pH4.0 に調整した後、水を加えて 1,000ml とする。

酢酸緩衝液 (pH4.5)

第 1 液: 酢酸 6.0g に水を加えて、1,000ml とする。

第 2 液: 無水酢酸ナトリウム 8.2g を量り、水に溶かし 1,000ml とする。

第1液と第2液を混ぜ、両液を用いて pH4.5 に調整する。

サルササボゲニン、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 8cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、 ρ -アニスアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110°C 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°C 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)

酸化リン (V) P_2O_5 [酸化りん(V), K 8342]

次亜塩素酸ナトリウム $NaClO$ 「次亜塩素酸ナトリウム」ただし、有効塩素 5%以上のものを用いる。

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%としたものを用いる。

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 ($NaClO = 74.44$) 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。

シアニジン 3-グルコシド塩化物 $C_{21}H_{21}ClO_{11}$

確認試験 (1) 本品 1mg を量り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて 5ml 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、 $3,378\text{cm}^{-1}$ 、 $1,640\text{cm}^{-1}$ 、 $1,332\text{cm}^{-1}$ 、 $1,070\text{cm}^{-1}$ 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 1ml 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 1ml 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 μ l 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 μ l 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。

次亜リン酸 H_3PO_2 [ホスフィン酸, K 8440]

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。

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。

α -シクロデキストリン, 定量用 $\text{C}_{36}\text{H}_{60}\text{O}_{30}$

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 比旋光度(1) $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +147 \sim +152^\circ$ 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 $^\circ\text{C}$ の一定温度

移動相 水

γ -シクロデキストリン, 定量用 $\text{C}_{48}\text{H}_{80}\text{O}_{40}$

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 比旋光度(1) $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +172 \sim +178^\circ$ 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 $^\circ\text{C}$ の一定温度

移動相 水

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

ジフェニルエーテル $\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}$

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℃

(2) 融点 25~28℃

(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 μl 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 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 100℃から 300℃まで毎分 10℃で昇温する。

注入口温度 300℃

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。

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。

硝酸ストロンチウム $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ [K 8554]

スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用

ガスクロマトグラフィー用に製造したもの。

ステビオシド、定量用 $\text{C}_{38}\text{H}_{60}\text{O}_{18}$

性状 本品は、白色の粉末である。

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 5 ml を試験管にとり、アントロン試液 5 ml 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 1 ml 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 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 「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℃, 2時間)

炭酸バリウム BaCO_3

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 ブロモチモールブルー試液)。

0.05mol/L 塩酸 1 ml = 4.284mg Ba(OH)₂

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水 50ml 及び 1 mol/L 塩酸 40ml を加えて煮沸し冷却する。この液を 1 mol/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。

1 mol/L 塩酸 1 ml = 98.67mg BaCO₃

2,2'-チオジエタノール S(CH₂CH₂OH)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)

β-ツヤプリシン, 定量用 C₁₀H₁₂O₂

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 μl 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。

定量用 *N*-アセチルグルコサミン C₈H₁₅NO₆ *N*-アセチルグルコサミン, 定量用を見よ。

定量用アラビノース L-アラビノース, 定量用を見よ。

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

定量用 L-グルタミン酸 L-グルタミン酸, 定量用を見よ。

定量用サルササボゲニン サルササボゲニン, 定量用を見よ。

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。

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。

定量用ステビオシド ステビオシド, 定量用を見よ。

定量用 β-ツヤプリシン β-ツヤプリシン, 定量用を見よ。

定量用ベタイン ベタイン 1 水和物を見よ。

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。

定量用ミリシトリン ミリシトリン, 定量用を見よ。

定量用メナキノ-4 メナキノ-4, 定量用を見よ。

定量用モグロシドV モグロシドV, 定量用を見よ。

定量用モノグルコシルヘスペリジン モノグルコシルヘスペリジン, 定量用を見よ。

定量用 D-リボース D-リボース, 定量用を見よ。

定量用ルチン ルチン, 定量用を見よ。

テトラヒドロフラン C₄H₈O [K 9705]

テトラヒドロホウ酸ナトリウム, アミノ酸分析用 NaBH₄ 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。

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。

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。

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。

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。

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 8698] 遮光して保存する。

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 $\text{C}_{10}\text{H}_5\text{NNa}_2\text{O}_8\text{S}_2$ [K 8714]

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 0.081g 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。

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

オクタデシルシリル化シリカゲル, 薄層クロマトグラフィー用を見よ。

薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸

グリチルリチン酸, 薄層クロマトグラフィー用を見よ。

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 μm) をあらかじめ塗布して調製した 10cm×10cm の薄層板。

バニリン $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3$ [K 9544]

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。

フィトナジオン $\text{C}_{31}\text{H}_{46}\text{O}_2$ 日本薬局方フィトナジオンを用いる。

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。

フェニルアラニン $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_2$ 「フェニルアラニン」

フェノールレッド試液, 希

第1液: フェノールレッド 0.033g 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 0.025g 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。

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 1 g をエタノール 10 ml に溶かし、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 $10 \mu\text{l}$ 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、溶剤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% のメチルシリコーンポリマー

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

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 180°C 付近の一定温度

キャリアーガス ヘリウム

流量 毎分約 50 ml 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。

フタルアルデヒド試液 o-フタルアルデヒド 0.040 g をメタノール 1 ml に溶かした液にホウ酸ナトリウム溶液 (1→50) 1 ml 及び 2-メルカプトエタノール 0.05 ml 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。

ブドウ糖定量用発色試液

フェノール 0.50 g, ムタローターゼ 130 単位, グルコースオキシダーゼ 9,000 単位, ペルオキシダーゼ 650 単位及び 4-アミノアンチピリン 0.1 g をリン酸緩衝液 (pH 7.1) に溶かし、正確に 1,000 ml とする。2～ 10°C で保存し、1 ヶ月以内に使用する。

フモニシン B₁ $C_{34}H_{59}NO_{15}$

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、 $3,450\text{cm}^{-1}$, $2,934\text{cm}^{-1}$, $1,730\text{cm}^{-1}$ 及び $1,632\text{cm}^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 本品 0.010 g を水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 10 ml に溶かし、検液とする。検液 $10 \mu\text{l}$ 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 10 cm の高さ上昇したとき展開をやめ、風乾する。これにバニリン 1 g を硫酸/エタノール混液 (4 : 1) 100 ml 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。

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、pH 5.0, 30°C で作用するとき、1 分間に $1 \mu\text{mol}$ 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 1 ml 当たり 10 単位とする。

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、液体クロマトグラフィー用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。

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 $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

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 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℃

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℃, 減圧, 3時間)

ペルオキシダーゼ

西洋ワサビから得たもので、赤褐色の粉末である。本品の 1 単位は、過酸化水素を基質として、pH7.0、25℃において 1 分間に 1 μmol の水を生成する酵素量とする。

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)

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。

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 5 ml に溶かし、塩化バリウム溶液 (12→100) 1 ml 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) 1 ml 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 (5 g, 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 10 g 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 (2 g, 直接滴定)

平均分子量 560~640 無水フタル酸 42 g をとり, 新たに蒸留したピリジン 300ml を正確に入れた 1 L 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。

$$\text{平均分子量} = \text{試料の量 (g)} \times 4,000 / (a - b)$$

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)

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。

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 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 2 ml 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 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, 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。

ミリシトリン, 定量用 C₂₁H₂₀O₁₂ · nH₂O

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, 1,660cm⁻¹, 1,605cm⁻¹, 1,345cm⁻¹, 1,200cm⁻¹ 及び 970cm⁻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%} (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 2 ml 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。

ムタロターゼ

ブタ腎臓から得られたもので、白色の 50% グリセロール懸濁液である。本品の 1 単位は、 α -D-グルコースを基質として、pH7.2、25°C において 1 分間に 1 μ mol の β -D-グルコースを生成する酵素量とする。

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

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)

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。

メナキノン-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°C

純度試験 (1) 溶状 黄色, 澄明 (0.10g, ヘキサン 1ml)

(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 「メナキノン (抽出物)」の定量法の操作条件を準用する。

2-メルカプトエタノール $HSCH_2CH_2OH$

性状 本品は、無色透明の液体である。

比重 d_4^{20} 1.112~1.117

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°C 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 cm^{-1} , 2,930 cm^{-1} , 1,634 cm^{-1} , 1,383 cm^{-1} , 1,170 cm^{-1} , 1,075 cm^{-1} 及び1,038 cm^{-1}

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 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 「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。

モノグルコシルヘスペリジン, 定量用

性状 本品は、淡黄～黄褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品5mgを水10mlに溶かし、希塩化鉄(III)試液1～2滴を加えるとき、液は褐色を呈する。

(2) 本品0.01gを水500mlに溶かした液は、波長280～286nmに極大吸収部がある。

乾燥減量 6.0%以下(2.7kPa以下, 120°C, 2時間)

純度試験 類縁物質 本品約0.1gを精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)に溶かして正確に200mlとし、検液とする。検液1mlを正確に量り、水/アセトニトリル/酢酸混液(80:20:0.01)に溶かして正確に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、主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件 「酵素処理ヘスペリジン」の定量法の操作条件を準用する。

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。

リゾチム用基質試液 *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。

D-リボース, 定量用 C₅H₁₀O₅

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)

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(H₂SO₄) 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 2 g を共栓フラスコ中に速やかに精密に量り、水 30 ml を加え、冷後、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。(指示薬 ブロモチモールブルー試液 2～3 滴)

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

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

リン酸塩緩衝液 (pH6.2)

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

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

第 1 液 800 ml と第 2 液 200 ml 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。

リン酸緩衝液 (pH7.1)

第 1 液：リン酸二ナトリウム 21.2 g を量り、水に溶かし 1,000 ml とする。

第 2 液：リン酸一カリウム 8.2 g を量り、水に溶かし 1,000 ml とする。

第 1 液 2 容量と第 2 液 1 容量とを混和し、両液を用いて pH を 7.1 に調整する。

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、 $1,655cm^{-1}$ 、 $1,605cm^{-1}$ 、 $1,505cm^{-1}$ 、 $1,360cm^{-1}$ 、 $1,300cm^{-1}$ 、 $1,200cm^{-1}$ 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 $E_{1cm}^{1\%}$ (350 nm 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 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 ml とする。この液 2 ml を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 ml 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 0.05 g をメタノール 25 ml に溶かす。この液 5 ml 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 50 ml とし、検液とする。別に検液 1 ml を正確に量り、メタノール 5 ml 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 50 ml 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 254 nm)

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 $3\sim 6 mm$ 、長さ $15\sim 25 cm$ 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。

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 $[\alpha]_D^{20} = -20 \sim -24^\circ$ 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 239~244°C

〈標準液〉

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 (NH₄) 0.01mg を含む。

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。

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。

〈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。

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。

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。