

事 務 連 絡

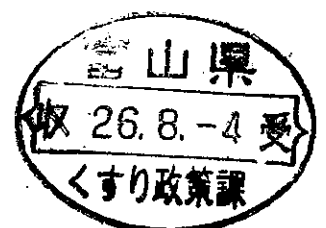
平成 26 年 7 月 30 日

各都道府県衛生主管部（局）薬務主管課 御中

厚生労働省医薬食品局審査管理課

医薬部外品の承認申請時における医薬部外品添加物規格集の利用について

今般、独立行政法人医薬品医療機器総合機構において、「医薬部外品添加物規格集」を作成するとともに、別添写しのとおり、関係団体あてに通知が行われましたので、参考までにお知らせします。





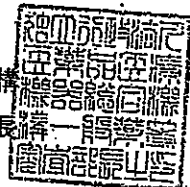
薬機般発第 0730001 号

平成 26 年 7 月 30 日

日本化粧品工業連合会会長 殿

独立行政法人医薬品医療機器総合機構

一般薬等審査部長 清



医薬部外品の承認申請時における医薬部外品添加物規格集の利用について

独立行政法人医薬品医療機器総合機構では、医薬部外品の製造販売承認申請における申請者の負担を軽減し、承認審査の迅速化を図ることを目的に、平成 26 年 6 月 9 日付薬機般発第 0609001 号において「薬用化粧品添加物規格集」とその利用にあたっての留意事項を周知したところです。

今般、薬用化粧品に限らず、医薬部外品のその他の種類にも範囲を拡げることへのご要望があったことから、新たに「医薬部外品添加物規格集」（以下、「部外品規格集」という。）を再作成いたしました。

つきましては、下記の医薬部外品の製造販売承認申請における部外品規格集の利用にあたっての留意事項と併せて、貴団体加盟企業へご周知いただきますよう、ご配慮をお願いいたします。

なお、本通知の施行に伴い、平成 26 年 6 月 9 日付薬機般発第 0609001 号「医薬部外品の承認申請時における薬用化粧品添加物規格集の利用について」を廃止いたします。

記

1. 部外品規格集に収載されている成分を添加物として医薬部外品の製造販売承認申請を行う場合は、以下に示すような記載をすることにより、その別紙規格内容の記載のみを省略することができる。

- (1) 【成分及び分量又は本質】欄の「規格」には、従来どおり「別紙規格」と記載すること。
- (2) 【別紙規格】欄には、以下の＜記載例＞に従って記載すること。

＜記載例＞

【別紙規格】

【名称】

： ●●● （規格集にある別紙規格名を記載）

【製造方法】

【連番】 : 001

【製造所の名称】 : 記載省略

【製造方法】

記載省略

【規格及び試験方法】

【試験名】 : 別紙規格

【規格及び試験方法】

●●● (同上) は、医薬部外品添加物規格集の整理番号

IB-▲▲▲▲の規格を用いる。

2. 該当成分についても、従来どおり使用前例を提示する。

3. 製造販売承認申請における規格集の利用は、平成 26 年 7 月 30 日以降に申請する品目からを対象とする。なお、平成 26 年 6 月 9 日付薬機般発第 0609001 号通知を用いての申請は、平成 26 年 7 月 29 日までとする。

<別添>

医薬部外品添加物規格集

独立行政法人医薬品医療機器総合機構

2014 年 7 月

医薬部外品添加物規格集

目次

医薬部外品添加物規格集本編	1
アテロコラーゲン[IB-0002]	2
L-エルゴチオネイン液[IB-0021]	3
塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウム[IB-0005]	4
加水分解ローヤルゼリータンパク液[IB-0010]	6
キシレンスルホン酸アンモニウム液[IB-0024]	7
グリシン亜鉛[IB-0022]	8
(加水分解シルク/PG-プロピルメチルシランジオール) クロスポリマー[IB-0013]	9
N, N-ジメチルオクタデシロキシプロピルアミン[IB-0003]	11
水酸化カリウム液 (A) [IB-0006]	13
水溶性コラーゲン (F) [IB-0011]	15
水溶性ブラセンタエキス[IB-0019]	16
疎水化ヒドロキシプロピルメチルセルロース[IB-0020]	18
炭酸ジカプリル[IB-0001]	22
チューベロースポリサッカライド液-BG[IB-0004]	23
トリ (カプリル・カプリン酸) トリメチロールプロパン[IB-0025]	27
ヒドロキシプロピル-β-シクロデキストリン[IB-0012]	29
ピンピネラサキシフレイジエキス[IB-0008]	32
フィトグリーゲン[IB-0018]	34
不織布[IB-0007]	35
ペンタオキシステアリン酸デカグリセリル[IB-0023]	36
ホモスルファミン[IB-0015]	37
ポリオキシブチレンポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリセリルエーテル (3B. O.) (8E. O.) (5P. O.) [IB-0014]	38
無水硫酸亜鉛[IB-0016]	39
ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノオキシド液[IB-0017]	40
リュウガン種子エキス[IB-0009]	43
整理番号対応表	44

医薬部外品添加物規格集本編

独立行政法人医薬品医療機器総合機構では、医薬部外品の申請にかかる負担の軽減及び承認審査の迅速化を図ることを目的に、既承認の医薬部外品に配合されており、医薬部外品原料規格 2006 に未収載である、25 品目の添加物について、その別紙規格を「医薬部外品添加物規格集」としてまとめ、作成いたしました。

収載添加物について、業界内で広くご使用いただくことを希望いたします。

上記目的を達成するために、当該規格集に収載されている添加物を用いて、医薬部外品の製造販売承認申請を行う場合には、各添加物に付された整理番号を記載することのみで、その別紙規格内容の申請書への記載を省略することができることといたしました。当該規格集を利用しての製造販売承認申請の詳細については、別途、周知いたします。

なお、これまでの規格集の作成にあたり、その趣旨をご理解いただき、既承認の別紙規格に関する情報の提供にご協力くださいました、各承認取得者様に深く感謝いたします。

当該規格集の全般についての要旨は、以下のとおりです。

1. 「医薬部外品原料規格 2006」の略名を「外原規」、「日本薬局方」の略名を「日局」とする。
2. 作成にあたっては、外原規の通則及び一般試験法を基本に、主な計量単位、試薬・試液等の記載表現を外原規の表現と整合させた。
3. 添加物の収載順は、アイウエオ順とした。
4. 各添加物名の前に整理番号を付した。なお、整理番号の冒頭の「IB」は「医薬部外品」を表し、提出順に通し番号を付与した。
5. 別紙規格の記載にあたっては、日局及び外原規に準拠した。
6. 各添加物中の記載順序は概ね次のとおりとする。
 - (1) 整理番号
 - (2) 日本名
 - (3) 基原、成分の含量規格または表示規定
 - (4) 性状
 - (5) 確認試験
 - (6) 示性値
 - (7) 純度試験
 - (8) 乾燥減量、強熱残分、蒸発残分又は水分
 - (9) 定量法
 - (10) 試薬及び試液
 - (11) 備考

[IB-0002]

アテロコラーゲン

本品は、「水溶性コラーゲン液(3)」からテロペプチドを除去したコラーゲンの水溶液である。

本品を定量するとき、窒素(N:14.01)0.1~0.5%を含む。

性状 本品は、乳白色~淡黄褐色の液で、においはないか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1g に水酸化ナトリウム試液 2mL 及び硫酸銅(Ⅱ)試液 0.1mL を加えて振り混ぜるとき、液は、青紫色~紫青色を呈する。

(2) 本品の窒素量から、次式により、コラーゲン量(%)を求める。

$$\text{コラーゲン量(\%)} = \text{窒素量(\%)} \times 5.6$$

次に、本品 5g をとり、コラーゲン濃度が 0.2% になるように水を加えて振り混ぜる。この液 1mL にコラーゲン溶解用試液 1mL を加えてよく振り混ぜ、試料溶液とする。別に、コラーゲン標準品を、試料溶液と同様に処理し、これを標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液を、各 20 μ L とり、水溶性コラーゲン試験法により試験を行うとき、試料溶液から得られる泳動パターンの主要なバンドは、標準溶液から得られる α 鎖、 β 鎖及び γ 鎖に相当する三つのたん白質バンドのいずれかの位置に一致する。

pH 3.0~5.0

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

定量法 本品約 1.0g を精密に量り、窒素定量法(第 1 法)により、試験を行う。

$$0.005\text{mol/L 硫酸 } 1\text{mL} = 0.1401\text{mgN}$$

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0021]

L-エルゴチオネイン液

本品は、L-エルゴチオネインを pH8 のリン酸緩衝液に溶解したものである。本品は定量するとき、L-エルゴチオネイン($C_9H_{15}N_3O_2S$; 229.30)として 0.04~0.05%を含む。

性状 本品は、無色~淡黄色の液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 2mL にピリジン 0.5mL 及びニンヒドリン試液 1mL を加えてほとんど乾固するまで加熱するとき、液は褐色~茶褐色を呈する。

(2) 本品 2mL に炭酸ナトリウム試液 1mL 及び薄めたフォリン試液(1→5) 1mL を加えるとき、液は濃青色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +110~120° (10mL, 100mm)

純度試験 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

定量法 本品約 25mL を精密に量り、窒素定量法(第 1 法)により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL=0.7643mg $C_9H_{15}N_3O_2S$

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0005]

塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウム

本品は、主として塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウムからなり、セタノール及びステアリルアルコールを含む。本品は定量するとき、塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウム($C_{24}H_{52}ClNO$:406.13)40.0~50.0%を含む。

性状 本品は、白色～淡黄色の固体で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1g をとり、エタノール 20mL を加え、加熱して溶かした後、硝酸銀試液 5mL を加え、栓をして激しく振り混ぜる。これを毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離するとき、白色の沈殿を生じる。上澄液を除いた後、沈殿にエタノール 20mL を加え、栓をして 30 秒間激しく振り混ぜる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき、沈殿は溶ける。

(2) 本品を、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 $2918cm^{-1}$ 、 $2850cm^{-1}$ 、 $1119cm^{-1}$ 、 $1058cm^{-1}$ 及び $913cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) アンモニウム塩 本品 0.1g をとり、水 5mL を加え、90℃の水浴中で溶かし、水酸化ナトリウム試液 3mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは、潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(2) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 0.10%以下(第 2 法、10g)

定量法 本品約 1.0g を精密に量り、エタノールを加えて溶かした後、エタノールを加えて正確に 200mL とする。この液 5mL を正確にとり、水酸化カリウム・硫酸ナトリウム試液 20mL、クロロホルム 20mL 及びブロムフェノールブルー溶液(1→10000)1mL を加え、0.005mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定は、終点近くでは 1 滴ずつ滴加し、激しく振り混ぜて 2 層に分離させ、その終点は、白色の背景を用い、クロロホルム層の青色が上層に移行した点とする。

0.005mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 1mL=2.0306mg $C_{24}H_{52}ClNO$

次式により、塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウムの量(%)を算出する。

塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウムの量(%)

$$=\{(A \times f \times 2.0306 \times 0.001) / S\} \times (200/5) \times 100$$

$$=(A \times f \times 8.1224) / S$$

A: 試料の滴定に要した 0.005mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

f: 0.005mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液のファクター

S: 試料の採取量 (g)

試薬及び試液

水酸化カリウム・硫酸ナトリウム試液 水酸化カリウム 2.8g 及び硫酸ナトリウム 25g に水 1000mL を加えて溶かす。

0.005mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 1000mL 中にラウリル硫酸ナトリウム ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$) 1.4419g を含む。

調製 純分に換算して、ラウリル硫酸ナトリウム約 1.5g に対応する量のラウリル硫酸ナトリウムを精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000mL とする。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0010]

加水分解ローヤルゼリータンパク液

本品は、「ローヤルゼリー」中に含まれるたん白のたん白分解酵素による加水分解抽出エキスであって、総窒素として0.2～0.4%を含む。

性状 本品は、淡黄色～淡黄褐色の透明な液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品を加熱するとき、凝固しない。

(2) 本品 5mL に水酸化ナトリウム試液 5mL を加え、硫酸銅(II)試液 1 滴を加えるとき、赤紫色～青紫色を呈する。

(3) 本品 5mL をとり、ニンヒドリン試液 3mL を加えて混和し、水浴上で 3 分間加熱するとき、液は青色～青紫色を呈する。

pH 6.0～7.5

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

蒸発残分 2.0～4.0%(1g、105℃、6 時間)

定量法 本品約 0.5g を精密に量り、窒素定量法(第 1 法)により、試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL=0.14007mgN

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0024]

キシレンスルホン酸アンモニウム液

本品は、オルト、メタ、パラ異性体及びエチルベンゼンを含むキシレンを濃硫酸でスルホン化し、アンモニア水を反応させて得られるもので、定量するとき、窒素(N:14.01)を2.6~3.3%含む。

性状 無色又は淡黄色の透明な液で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品 1.0g に 20mL の熱湯を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5mL を加え、加熱するとき、アンモニアのにおいを発生し、そのガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品を 105℃で 2 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 3180cm^{-1} 、 3070cm^{-1} 、 1440cm^{-1} 、 1200cm^{-1} 及び 820cm^{-1} 付近に吸収を認める。

比重 d_{20}^{20} : 1.100~1.130(第1法、A)

pH 本品 1.0g に新たに煮沸し冷却した水 100mL を加えて溶かした液の pH は、6.5~8.5 である。

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第1法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g を 25mL の水に溶かし、第3法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 3.0%以下(第1法、2g)

定量法 本品約 0.85g を精密に量り、窒素定量法(第2法)により試験を行う。

0.05mol/L 硫酸 1mL=1.401mgN

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0022]

グリシン亜鉛

本品は定量するとき、グリシン亜鉛 $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COO})_2\text{Zn} \cdot \text{H}_2\text{O}$ を 95.0～105.0%を含む。

性状 本品は、白色～淡黄色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3450cm^{-1} 、 3310cm^{-1} 、 1600cm^{-1} 及び 1405cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 鉛 本品 2.0g をとり、注意しながら加熱し、徐々に強熱して灰化する。

冷後、水 5mL 及び酢酸(100)5mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき、液の混濁は、鉛標準液 2.0mL をとり、同様に操作して得られる液より少ない。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

乾燥減量 9.0%以下(1g、105℃、2 時間)

定量法 本品約 0.8g を精密に量り、水 2mL 及び塩酸 3mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、水 80mL を加え、水酸化ナトリウム溶液(1→50)を液がわずかに混濁を生じ始めるまで加える。次に pH10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10mL を加えた後、0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する。指示薬には、エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 40mg を用いる。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が青色に変わる点とする。

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1mL=11.576mg $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5\text{Zn}$

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0013]

(加水分解シルク/PG-プロピルメチルシランジオール) クロスポリマー

本品は、ジメチルジエトキシシランとオクチルトリエトキシシランと「N-[2-ヒドロキシ-3-[3-(ジヒドロキシメチルシリル)プロポキシ]プロピル]加水分解シルク」の10~20:10~20:1 モル比の共重合体と水との混合物である。

性状 本品は、淡黄白色、粘性の均一又は二層の液体で、振り混ぜたとき均一の液体となり、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品を振り混ぜて均一とした液 1g をとり、105℃で 1 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3300cm⁻¹、2960cm⁻¹、2930cm⁻¹、1650cm⁻¹ 及び 1100~1000cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(2) 本品を振り混ぜて均一とした液 1g に水酸化ナトリウム試液 2mL、エタノール 0.5mL 及び硫酸銅(II)試液 2~3 滴を加えるとき、液は、青紫色~赤紫色を呈する。

(3) 本品を振り混ぜて均一とした液の 1g を白金、ニッケル又は鉄製のるつぼにとり、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。残留物に水酸化ナトリウム 3g を加え、強熱して融解する。冷後、水 50g を加えて溶かした後、ろ過する。ろ液 5g に、モリブデン酸アンモニウム試液 2g を加え、6mol/L 塩酸試液約 1.5mL を加えて弱酸性とする。次いで、5% 亜硫酸ナトリウム溶液 0.8g を加えるとき、液は、青色を呈する。

粘度 本品を振り混ぜて均一とした液 270g にデカメチルシクロペンタシロキサン 30g を加え、激しく振り混ぜて均一な分散液とし、試料溶液とする。試料溶液につき、粘度測定法第 2 法により試験を行うとき、1000~3000mPa・s(3 号、12 回転、1 分間)である。

純度試験 (1) 重金属 本品を振り混ぜて均一とした液 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品を振り混ぜて均一とした液 0.3g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。ただし、標準色の調製には、ヒ素標準液 0.6mL をとる。

(3) 残留シランモノマー 本品を振り混ぜて均一とした液約 1.0g を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 10g とし、激しく振り混ぜて均一な分散液とし、試料溶液とする。別に、ジメチルジエトキシシラン 1.0mL 及びオクチルトリエトキシシラン 1.0mL を正確にとり、ヘキサンを加えて正確に 100mL とする。この液 1.0mL を正確にとり、ヘキサンを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1μL ずつを正確にとり、次の試験条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行うとき、試料溶液から得たクロマトグラムには、標準溶液のジメチルジエトキシシラン及びオクチルトリエトキシシランに対応する保持時間にピークを認めない。

試験条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:内径 3~4mm、長さ 2~2.5m の管に、ガスクロマトグラフィー用

メチルシリコーンを 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5% の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度:注入後、50℃を 2 分間保ち、その後、毎分 6℃で 200℃まで昇温する。

キャリアーガス:窒素

流量:毎分 40mL で、オクチルトリエトキシシランの保持時間が約 20 分になるように調整する。

システム適合性

検出の確認:検出感度は、標準溶液から得たオクチルトリエトキシシランのピーク高さが、フルスケールの 5~10% となるように調整する。

システムの性能:標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で試験するとき、ジメチルジエトキシシラン、オクチルトリエトキシシランの順に溶出し、その分離度は、20 以上である。

システムの再現性:標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジメチルジエトキシシラン及びオクチルトリエトキシシランのピーク面積の相対標準偏差は、いずれも 5.0% 以下である。

水分 本品を振り混ぜて均一とした液の約 80mg を精密に量り、水分定量法の直接滴定により測定するとき、その水分は 23.0~27.0% である。ただし、カールフィッシャー用メタノールに代え、カールフィッシャー用メタノール/クロロホルム混液(2:1)を用いる。

試薬及び試液

ジメチルジエトキシシラン $C_6H_{16}O_2Si$

性状:無色の液で、特異なにおいがある。

含量:98.0%以上

密度:0.782~0.902g/cm³

確認試験:赤外吸収スペクトル測定法の ATR 法により測定するとき、波数 2972cm⁻¹、1391cm⁻¹、1256cm⁻¹、1100~1000cm⁻¹ 及び 850~650cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

オクチルトリエトキシシラン $C_{14}H_{32}O_3Si$

性状:無色の液で、特異なにおいがある。

含量:88~99%

密度:0.819~0.939g/cm³

確認試験:赤外吸収スペクトル測定法の ATR 法により測定するとき、波数 2925cm⁻¹、1390cm⁻¹、1100~1000cm⁻¹ 及び 850~650cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0003]

N, N-ジメチルオクタデシロキシプロピルアミン

本品は、主として N,N-ジメチルオクタデシロキシプロピルアミン($C_{28}H_{49}NO$:355.64) からなる。

性状 本品は、無色～淡黄色又は白色の液～固体で、特異なにおいがある。

確認試験 本品を、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1115cm^{-1} 、 1040cm^{-1} 及び 720cm^{-1} 付近に吸収を認める。

三級アミン価 本品約 0.5g を精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(9:1)20mL を加えて溶かした後、時計皿でふたをして 3 時間放置する。次に酢酸(100)30mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。三級アミン価は、134～150 である。

$$\text{三級アミン価} = \{(A-B) \times f \times 5.611\} / C$$

A: 試料の滴定に要した 0.1mol/L 過塩素酸の消費量(mL)

B: 空試験の滴定に要した 0.1mol/L 過塩素酸の消費量(mL)

f: 0.1mol/L 過塩素酸のファクター

C: 試料の量(g)

純度試験 (1) ステアリルアルコール 本品 2.0g をとり、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確にとり、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にステアリルアルコール約 0.1g を精密に量りとり、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 6mL を正確にとり、液体クロマトグラフィー用メタノールを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液をそれぞれ 20 μ L 正確にとり、液体クロマトグラフィーにより試験を行い、それぞれのステアリルアルコールのピーク面積 A 及び B を測定する。次式により、ステアリルアルコールの量を求めるとき、5.0～15.0% である。

$$\text{ステアリルアルコールの量(\%)} = (A/B) \times 3 \times (T/S) \times 100$$

S: 試料の採取量(g)

T: ステアリルアルコールの採取量(g)

操作条件

検出器: 示差屈折計

カラム: 内径 4.6mm、長さ 150mm のステンレス管に、粒径 5 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填したカラム

カラム温度: 40℃ 付近の一定温度

移動相: 液体クロマトグラフィー用トリフルオロ酢酸の液体クロマトグラフィー用メタノール溶液(1→1000)

流量: 毎分 1.0mL

(2) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(3) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 0.10%以下 (第 2 法、10g)

試薬及び試液

ステアリルアルコール $C_{18}H_{38}O$ 、純度 99.0%以上のもの。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0006]

水酸化カリウム液 (A)

本品は定量するとき、総アルカリ(KOHとして、KOH:56.11)46.0～50.0%を含む水溶液であり、このうち炭酸カリウム(K_2CO_3 :138.21)は、1.0%以下である。

性状 本品は、無色透明の液である。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→250)は、強アルカリ性である。

(2) 本品の水溶液(1→10)は、カリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験(1)塩化物 本品2.0gに水を加えて溶かし、100mLとする。この液25mLに希硝酸10mL及び水を加えて50mLとし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.05%以下である。ただし、比較液には、0.01mol/L塩酸0.7mLをとる。

(2)ナトリウム 本品1.0gに、水50mLを加えた液に白金線を浸し、その白金線を無色の炎中で熱するとき、黄色を呈しても持続しない。

(3)重金属 本品2.0gを水4mLに加えて溶かし、希塩酸7mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水35mL及び希酢酸2mLを加えて溶かし、更に水を加えて50mLとし、これを試料溶液として第4法により操作し、試験を行うとき、その限度は、15ppm以下である。ただし、比較液には鉛標準液3.0mLをとる。

定量法 本品約4.0gを精密に量りとり、100g/L塩化バリウム溶液10mLを加え、1mol/L塩酸で滴定し、微紅色が消失する少し前に0.1mol/L塩酸で滴定し、微紅色が消失した点を終点とする(指示薬:フェノールフタレイン試液)。次に、0.1mol/L塩酸15mLを正確に加え、約5分間静かに煮沸する。0.1mol/L水酸化ナトリウム液で微紅色になるまで滴定する。

本品中の水酸化カリウムの量(%)

$$=(V1 \times f1 + V2/10 \times f2) \times 1/1000 \times 56.11 \times 100/W$$

$$=(V1 \times f1 + V2/10 \times f2) \times 5.611/W$$

V1:滴定に要した1mol/L塩酸の量(mL)

f1:1mol/L塩酸のファクター

V2:滴定に要した0.1mol/L塩酸の量(mL)

f2:0.1mol/L塩酸のファクター

W:試料の採取量(g)

56.11:水酸化カリウムの分子量

本品中の炭酸カリウムの量(%)

$$=(V3 \times f2 - V4 \times f3) \times 1/1000 \times 1/10 \times 138.21/2 \times 100/W$$

$$=(V3 \times f2 - V4 \times f3) \times 1.3821/(2 \times W)$$

V3:0.1mol/L塩酸の添加量(mL)

f2:0.1mol/L塩酸のファクター

V4:逆滴定に要した0.1mol/L水酸化ナトリウム液の量(mL)

f3:0.1mol/L水酸化ナトリウム液のファクター

W:試料の採取量(g)

138.21:炭酸カリウムの分子量

試薬及び試液

フェノールフタレイン試液 フェノールフタレイン 1.0g をエタノール(95) 90mL に溶かし、水で 100mL とする。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0011]

水溶性コラーゲン (F)

本品は、タラの浮袋から水にて室温で抽出して得られる水溶性コラーゲンである。本品は定量するとき、窒素(N:14.01)として 0.1~0.8%である。

性状 本品は、無色~淡黄褐色の粘性の液体で、特異なにおいである。

確認試験 本品 1g に水酸化ナトリウム試液 2mL 及び硫酸銅(II)試液 0.1mL を加えるとき、液は青紫~紫青色を呈する。

pH 3.0~6.0

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 0.4%以下(1g、第 3 法)

定量法 本品 0.5g を正確にとり、窒素定量法(第 1 法)により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL=0.1401mgN

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0019]

水溶性プラセンタエキス

本品は、健康な豚 *Sus scrofa* Linné var. *domesticus* Gray (Suidae) の胎盤を凍結、融解後、血液等の不純物を洗浄、除去し、粥状胎盤となし、水溶性成分のみを減圧、低温下で抽出を行った後、更に遠心分離、無菌ろ過して得られた水溶性胎盤抽出液である。本品は定量するとき、0.025～0.12%の総窒素を含む。

性状 本品は、無色～淡黄色の液体で、わずかに特異なにおいがある。本品は、水に溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくい。

確認試験 (1) 本品 1mL にニンヒドリン試液 1mL を加え、数分間煮沸するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品 1mL に水酸化ナトリウム試液 2mL 及び硫酸銅(II)五水和物溶液(1→100)数滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫～青紫色を呈する。

(3) 本品 2mL に硝酸 2mL を加え、1分間煮沸し、冷後、アルカリ性になるまで水酸化ナトリウム試液を加えるとき、液は黄色を呈する。

pH 5.5～7.5

純度試験 (1) 異物 本品を検鏡するとき、血球、細胞屑等の異物を認めない。

(2) 塩化物 本品 1.0g をとり、水を加えて 100mL とする。この液 25mL をとり希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とし、これを試料溶液として試験を行うとき、その限度は、0.099% 以下である。ただし、比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.7mL をとる。

(3) 硫酸塩 本品 1.0g をとり、硫酸塩試験法により試験を行うとき、その限度は、0.022% 以下である。ただし、比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.45mL をとる。

(4) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(6) ホルモン 本品 50mL を分液漏斗にとり、ジエチルエーテル 25mL ずつで 3 回抽出する。全ジエチルエーテル層を合わせて、水 10mL ずつで 2 回洗う。ジエチルエーテル抽出液に無水硫酸ナトリウム 5g を加えて 20 分間放置した後、脱脂綿を用いてろ過し、ジエチルエーテルで洗い、ろ液及び洗液を合わせて減圧乾固する。残留物にエタノール(95)2mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別に、エストロン、エストラジオール及びプロゲステロンをデシケーター(減圧、酸化リン(V))で 4 時間乾燥し、エストロン、17 β -エストラジオール約 20mg 及びプロゲステロン約 10mg をそれぞれ精密に量り、全てを合わせてエタノール(95)を加えて溶かし、正確に 250mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行うとき、試料溶液のクロマトグラムには標準溶液と同一保持時間に相当するピークは認めない。

操作条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:270nm)

カラム:内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管にオクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度:50℃付近の一定温度

移動相:メタノール/水混液(27:23)

流量:エストラジオールの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定:パラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチル、パラオキシ安息香酸プロピル及びパラオキシ安息香酸ブチルのそれぞれ 10mg にメタノールを加えて溶かし 100mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するときパラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチル、パラオキシ安息香酸プロピル及びパラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し、標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エストロン、エストラジオール、及びプロゲステロンが完全に分離するものを用いる。

検出感度:エストラジオールのピークの高さがフルスケールの 30～50%になるように調整する。

蒸発残留物 本品約 1mL を精密に量り白金るつぼにとり、水浴上で蒸発乾固させる。更に 105℃ で 4 時間乾燥するとき、残留物は 2～12mg である。

強熱残分 1.0%以下(第 1 法、2g)

定量法 本品につき、窒素定量法(第 1 法)により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL=0.1401mg N

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

防腐剤「パラオキシ安息香酸メチル」0.15%

[IB-0020]

疎水化ヒドロキシプロピルメチルセルロース

本品は、ヒドロキシプロピルメチルセルロースのステアリルオキシヒドロキシプロピルエーテルである。本品は、その動粘度を平方ミリメートル毎秒(mm²/s)の単位で表示する。

本品を乾燥したものは定量するとき、メトキシ基(OCH₃:31.03)21.5~30.0%、ヒドロキシプロポキシ基(OC₃H₆OH:75.09)7.0~11.0%及びステアリルオキシヒドロキシプロポキシ基(OC₃H₅(OH)OC₁₈H₃₇:343.56)0.3~4.5%を含む。

性状 本品は、白色~帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。本品は、熱湯、エタノール(99.5)、ジエチルエーテル又はアセトンにほとんど溶けない。本品に水又は水/2-プロパノール混液(3:2)を加えると、澄明又はわずかに混濁した粘稠性のある液となる。

確認試験 (1) 本品 10mg に水 1mL 及びアントロン試液 2mL を加えて振り混ぜるとき、液は緑色を呈し、徐々に暗緑色から暗緑褐色に変わる。

(2) 本品 1g に熱湯 100mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却した液を試料溶液とする。試料溶液 0.1mL に薄めた硫酸(9→10)9mL を加えて振り混ぜ、水浴中で正確に3分間加熱した後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液 0.6mL を注意して加え、振り混ぜて、25℃で放置するとき、液は初め紅色を呈し、更に 100 分間以内に紫色に変わる。

(3) 本品 5mg を小試験管にとり、25% 含水過酸化ベンゾイルのアセトン溶液(1→10)2 滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、下端にクロモトローブ酸試液をつけたガラス棒をその小試験管にコルク栓で固定し、125℃の浴中で 5~6 分間加熱するとき、クロモトローブ酸試液は赤紫色を呈する。

(4) 定量法で示す条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行うとき、試料溶液から得たピークの保持時間は約 12 分であり、標準溶液から得たピークの保持時間に等しい。

粘度 本品の換算した乾燥物 1.000g に対応する量を正確に量り、85℃の水 100mL を加え、かき混ぜ機を用いて 10 分間かき混ぜる。更に 40 分間氷水中でかき混ぜた後、水を加えて 120.0g とする。更に 2-プロパノールを加えて 200.0g とし、かき混ぜ機を用いて 20 分間かき混ぜる。必要ならば遠心分離して泡を除き、25℃で目局一般試験法粘度測定法第 1 法により試験を行うとき、本品の粘度は表示単位の 80~120%である。

pH 本品 0.5g に熱湯 100mL を加え、振り混ぜて溶解又は混濁し、冷却した液の pH は、5.5~7.5 である。

純度試験 (1) 塩化物 本品 1.0g に熱湯 30mL を加えてよくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜してろ過し、残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100mL とする。この液 5mL に希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.4mL を加える(0.284%以下)。

(2) 重金属 本品 2.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、10ppm

以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

- (3) ジエチルエーテル抽出物 本品約 8g を精密に量り、ソックスレー抽出器に入れ、ジエチルエーテル 100mL を加え、水浴上で 3 時間抽出する。抽出物を質量既知のビーカーに移し、ジエチルエーテルを水浴上で蒸発乾固し、更に 100℃で恒量になるまで乾燥する。冷後、全質量を測定し、次式により、ジエチルエーテル抽出物を算出する(0.2%以下)。

ジエチルエーテル抽出物(%)

$$=(\text{ビーカーの全質量(g)} - \text{ビーカーの空質量(g)}) / \text{試料の量(g)} \times 100$$

乾燥減量 5.0%以下(1g、105℃、2 時間)

強熱残分 0.10%以下(1.0g)

定量法 (1) メトキシシル基及びヒドロキシプロポキシシル基

1)装置 分解瓶:5mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20mm、首部までの高さが 50mm、高さ約 30mm までの容積が 2mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器:厚さ 60~80mm の角形金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6mm、深さ 32mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を±1℃の範囲で調節できる構造を有するもの。

2)操作方法 本品を乾燥し、その約 65mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 65mg、内標準溶液 2.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150℃で、5 分ごとに振り混ぜながら、30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 65mg、内標準溶液 2.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 15μL を加え、その質量を精密に量り、同様にして定量用ヨードメタン 45μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するヨードメタン及びヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める。

メトキシシル基(CH_3O)の量(%)

$$=Q_{Ta}/Q_{Sa} \times W_{Sa} / \text{試料の量(mg)} \times 21.864$$

ヒドロキシプロポキシシル基($\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2$)の量(%)

$$=Q_{Tb}/Q_{Sb} \times W_{Sb} / \text{試料の量(mg)} \times 44.17$$

W_{Sa} :標準溶液中のヨードメタンの量(mg)

W_{Sb} :標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量(mg)

内標準溶液 n-オクタンの o-キシレン溶液(1→25)

試験条件

検出器:熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム:内径 3mm、長さ 3m のガラス管に、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 20%の割合で被覆させたものを充填する。

カラム温度:100℃付近の一定温度

キャリアーガス:ヘリウム

流量:内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能:標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヨードメタン、ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に検出し、その分離度は 2.0 以上である。

(2) ステアリルオキシヒドロキシプロポキシル基

1) 装置 分解瓶及び加熱器:「メトキシル基及びヒドロキシプロポキシル基」の定量法と同様のものを用いる。

2) 操作方法 本品を乾燥し、その約 65mg を精密に量り、分解瓶に入れ、ヨウ化水素酸 2.0mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。加熱器を用い 150℃で、5 分ごとに振り混ぜながら、20 分間加熱する。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10mg 以下のものに内標準溶液 2.0mL を加え、分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を試料溶液とする。別に 1-ヨウ化オクタデカン約 15mg を精密に量り、内標準溶液を加えて 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する 1-ヨウ化オクタデカンのピーク面積の比 Q_{Ts} 及び Q_{Sc} を求める。

ステアリルオキシヒドロキシプロポキシル基($C_{21}H_{43}O_3$)の量(%)

$$= Q_{Ts}/Q_{Sc} \times W_{Sc}/\text{試料の量(mg)} \times 1/50 \times 90.32$$

W_{Sc} :標準溶液中の 1-ヨウ化オクタデカンの量(mg)

内標準溶液 ステアリン酸メチルの o-キシレン溶液(1→2000)

試験条件

検出器:熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム:内径 0.53mm、長さ 15m のキャピラリーカラムに、ガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンポリマーを被覆する。

カラム温度:210℃付近の一定温度

キャリアーガス:ヘリウム

流量:内標準物質の保持時間が約 7.5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能:標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で試験するとき、内標準物質、1-ヨウ化オクタデカンの順に検出し、その分離度は 2.0 以上である。

試薬及び試液

1-ヨウ化オクタデカン 試薬 95.0%以上を含むもの。

ステアリン酸メチル ガスクロマトグラフィー用 99.0%以上を含むもの。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0001]

炭酸ジカプリル

本品は定量するとき、炭酸ジカプリル($C_{17}H_{34}O_2$:286)96.0%以上を含む。

性状 本品は、無色～淡黄色の透明な油液で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1750cm^{-1} 、 1470cm^{-1} 及び 1260cm^{-1} 付近に吸収を認める。

比重 d_{20}^{20} :0.880～0.900(第1法)

屈折率 n_D^{20} :1.434～1.438

酸価 1以下(第1法、3g)

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第2法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 0.5%以下(第1法、3g)

定量法 本品 0.5g を秤量し、ヘキサンを加えて全量を 10mL とし試料溶液とし、ガスクロマトグラフィー第3法面積百分率法により試験を行う。(主成分のピーク:8.5分付近)

測定条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:ジメチルシリコーンガム

カラム温度:150—290℃(昇温条件:5℃/分)

注入口温度:320℃

キャリアーガス:窒素

流量:毎分 35mL

注入量:1μL

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0004]

チューベロースポリサッカライド液-BG

本品は、チューベロース *Polianthes tuberosa* Linné のカルスを培養することによって得られる主としてポリサッカライドの水溶液である。このポリサッカライドは、グルクロン酸、マンノース、アラビノース、ガラクトース、キシロースよりなる。本品は定量するとき、グルクロン酸($C_6H_{10}O_7$:194.14)として 0.25~0.33%を含む。

性状 本品は、無色～淡黄色の澄明又は半澄明の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 0.5g をとり、100℃で加温しながら窒素ガスを吹き付けて、溶媒を除去した後、水で 20mL とする。この溶液 1mL に硫酸 6mL を加え、沸騰水浴中で 20 分間加熱し、冷後、カルバゾール試液 0.2mL を加えて室温に放置するとき、液は、赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1→10)10mL に塩化セチルピリジニウム溶液(1→20)3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品約 1.5g をとり、6mol/L トリフルオロ酢酸溶液 3.0mL を加えて 125℃で密封容器中で 2 時間加熱する。冷後、60℃の水浴上で 1 時間窒素ガスを吹き付けて溶媒を留去させ、これに水 3mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10μL につき、次の条件で、液体クロマトグラフィーにより試験を行うとき、マンノース・アラビノース・ガラクトース・キシロース標準混合液のピークと同一の保持時間を有するピークを認める。

試験条件

検出器:蛍光光度計(励起波長:342nm、蛍光波長:432nm)

カラム:内径 4~8mm、長さ 100~300mm のステンレス管に平均粒径 4~10μm の液体クロマトグラフィー用ステレンジビニルベンゼン共重合体に第四級アンモニウム基を導入したポラスポリマーを充填する。

カラム温度:78℃付近の一定温度

移動相:2.6w/v% ホウ酸-エタノールアミン混液

流量:毎分 1.0mL

反応槽温度:140℃付近の一定温度

反応コイル:内径 0.5mm、長さ 20m のステンレス管

(4) 本品を乾燥したものにつき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500~3400 cm^{-1} 、2925 cm^{-1} 、1739 cm^{-1} 及び 1160~1040 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH 本品 2.0g に新たに煮沸し冷却した水 20mL を加え振り混ぜた液の pH は、5.0~7.0 である。

純度試験 (1) たん白質 本品約 0.7g を精密に量り、水を加えて正確に 25mL とする。この溶液を正確に 4mL とり、色素溶液 1mL を加えて混和し、室温に 5 分間放置し、試料溶液とする。別に、水 4mL をとり、同様に操作したものを対照液として、波長 595nm における吸光度を測定するとき、比較液を同様に処理して得られる吸光度よりも小さい。その限度は、0.02%以

下である。測定は、調製後 1 時間以内に行う。

- (2) 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び α -ナフチル酢酸 本品約 5g を精密に量り、メタノールを加えて正確に 25mL とする。この溶液を 0.2 μ m のフィルターを用いてろ過した後、そのろ液 2.5mL を正確にとり、溶媒を留去する。これに移動相 0.50mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 40 μ L につき、次の条件で、液体クロマトグラフィーにより試験を行うとき、認められるピークの面積は、2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び α -ナフチル酢酸標準溶液のピーク面積よりも小さい。2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び α -ナフチル酢酸の限度は、それぞれ 0.2ppm 以下及び 0.1ppm 以下である。

試験条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:285nm)

カラム:内径 4~6mm、長さ 100~300mm のステンレス管に平均粒径 3~7 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を充填する。

カラム温度:40℃付近の一定温度

移動相:水/アセトニトリル混液(63:37)に、0.1w/v%になるように、リン酸を加える。

流量:毎分 1.0mL

- (3) 6-ベンジルアミノプリン 本品約 5g を精密に量り、メタノールを加えて正確に 25mL とする。この溶液を 0.2 μ m のフィルターを用いてろ過した後、そのろ液 2.5mL を正確にとり、溶媒を留去する。これに移動相 0.50mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 40 μ L につき、次の条件で、液体クロマトグラフィーにより試験を行うとき、認められるピークの面積は、6-ベンジルアミノプリン標準溶液のピーク面積よりも小さい。6-ベンジルアミノプリンの限度は、0.1ppm 以下である。

試験条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:270nm)

カラム:内径 4~6mm、長さ 100~300mm のステンレス管に平均粒径 3~7 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を充填する。

カラム温度:40℃付近の一定温度

移動相:水/メタノール混液(13:7)に、過塩素酸ナトリウム及びリン酸を各々 0.1mol/L、0.1w/v%になるように加える。

流量:毎分 1.0mL

- (4) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

- (5) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

乾燥減量 98.3~99.1%(5g、105℃、6 時間)

極限粘度 本品約 4.0g、3.0g、2.0g 及び 1.0g を精密に量り、0.5mol/L 塩化ナトリウム試液 4mL を加えた後、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び 0.1mol/L 塩化ナ

トリウム試液について、 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で粘度測定法(第1法)により粘度を測定した後、次式により相対粘度、比粘度及び還元粘度を求める。

相対粘度=試料溶液の粘度/0.1mol/L 塩化ナトリウム試液の粘度

比粘度=相対粘度-1

還元粘度(mL/g)=比粘度/ポリサッカライドの濃度(g/mL)

下式によりポリサッカライドの濃度(g/mL)を求める。

ポリサッカライドの濃度(g/mL)

= {試料の採取量(g) $\times$ (1-乾燥減量/100)} / 試料溶液の容量(20mL)

還元粘度を縦軸に、対応する比粘度を横軸にとり各点を結ぶ線を外挿し、縦軸の値を極限粘度として求めるとき、900~1300mL/gである。

定量法 本品約 0.5g を精密に量り、 100°C で加温しながら窒素ガスを吹き付けて、溶媒を除去した後、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。この溶液 1mL をネジ付試験管に正確にとり、これに流水で冷やしながら硫酸 6mL を加え、沸騰水浴中で 20 分間加熱した後、流水で冷やす。これにカルバゾール試液 0.2mL を正確に加えてよく混合し、室温で 2 時間放置する。別に、水 1mL を正確にとり、同様に操作したものを対照液として、波長 530nm における吸光度を測定し、検量線より D-グルクロン酸ラクトン量を求め、次式によりグルクロン酸含量を計算する。吸光度は、室温で 2 時間放置後、1 時間以内に測定する。

グルクロン酸含量(%)= {(A $\times$ 0.000001 $\times$ 20)/S} $\times$ 1.102 $\times$ 100

= {A/(S $\times$ 500)} $\times$ 1.102

A:検量線から求めた試料溶液中のグルクロン酸ラクトンの濃度($\mu\text{g/mL}$)

S:試料の採取量(g)

1.102:グルクロン酸ラクトンからグルクロン酸への換算係数

検量線の作成

グルクロン酸ラクトン約 0.1g を精密に量り、水を加えて溶かし正確に 100mL とする。この液 1mL、2mL、4mL、6mL 及び 8mL を正確にとり、水を加えて正確に 100mL とする。この溶液を各々 1mL とり、試料溶液と同様の操作を行った後、波長 530nm における吸光度を測定し、得られた吸光度と濃度($\mu\text{g/mL}$)から検量線を作成する。

試薬及び試液

カルバゾール試液 カルバゾール 0.1g をエタノール(99.5)に溶かし、100mL とする。用時調製する。

6mol/L トリフルオロ酢酸試液 トリフルオロ酢酸 13.7g をとり、水を加えて 20mL とする。

マンノース・アラビノース・ガラクトース・キシロース標準混合液 D(+)-マンノース、L(+)-アラビノース、ガラクトース及び D(+)-キシロースを各々 0.1g 量りとり、水を加えて溶かし、100mL とした後、この液 20mL をとり、水を加えて 100mL とする。

2.6w/v% ホウ酸-エタノールアミン混液 ホウ酸 6.5g 及びモノエタノールアミン 6.5g をと

り、水 500mL に溶かす。

色素溶液 Coomassie Brilliant Blue G-250 溶液 Bio-Rad Protein Assay Kit の
Dye Reagent Concentrate をそのまま用いる。

比較液 ウシ血清アルブミン標準品(Bio-Rad Protein Assay Kit の Protein Standard II)全
量に水 20.0mL を正確に加えて溶かす(0.14%溶液)。この液 1.0mL を正確にとり、水を加えて
正確に 250mL とし、5.6ppm 溶液を調製する。この液 4mL を正確にとり、色素溶液 1.0mL
を加えて混和し、室温に 5 分間放置し、比較溶液とする。

2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及び α -ナフチル酢酸標準試液 2,4-ジクロロフェノキシ酢酸
(市販試薬残留農薬試験用)約 0.1g 及び α -ナフチル酢酸(市販試薬)約 50mg を精密に量り、メ
タノールを加えて溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確にとり、移動相を加え
て正確に 100mL とする。更に、この液 2mL を正確にとり、移動相を加えて正確に 100mL と
し、この液 40 μ L を液体クロマトグラフィーに注入する。

6-ベンジルアミノプリン標準試液 6-ベンジルアミノプリン(市販試薬生化学用)約 50mg を
精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確にとり、移
動相を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 2mL を正確にとり、移動相を加えて正確
に 100mL とし、この液 40 μ L を液体クロマトグラフィーに注入する。

過塩素酸ナトリウム 日局試薬

グルクロン酸ラクトン 試薬特級

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

本品は、安定剤として「1,3-ブチレングリコール」15%を含む。

[IB-0025]

トリ (カプリル・カプリン酸) トリメチロールプロパン

本品は、トリメチロールプロパンとカプリル酸とカプリン酸の混合脂肪酸により合成されたトリエステルで、主としてトリ(カプリル・カプリン酸)トリメチロールプロパンからなる。

性状 本品は、無色～微黄色の油液で、においはほとんどない。

確認試験 (1) 本品 5g に水酸化カリウム・エタノール試液 50mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 2 時間加温する。冷後、水 50mL を加え、分液漏斗に移し、塩酸を加えて酸性とし、ジエチルエーテル 20mL ずつで 3 回よく振り混ぜて抽出する。ジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 5g を加え、20 分間放置した後、ろ過し、ろ液よりジエチルエーテルを留去する。残留物 0.1g に三フッ化ホウ素・メタノール試液 3mL を加え、水浴上で 2 分間煮沸させ、メチルエステル化させた後、ジエチルエーテル 30mL を加えて分液漏斗に移し、水 20mL を加えて振り混ぜる。ジエチルエーテル層を分取し、無水硫酸ナトリウム 3g を加え、20 分間放置した後、ろ過し、ろ液よりジエチルエーテルを留去する。残留物にヘキサン 5mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にガスクロマトグラフィー用カプリル酸及びカプリン酸を各々 50mg とり三フッ化ホウ素・メタノール試薬 3mL に溶かす。以下試料溶液の調製と同様に操作して得たメチルエステル化物のヘキサン溶液をガスクロマトグラフィー用カプリル酸・カプリン酸標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液各 5 μ L につき、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーによって試験を行うとき、溶媒ピークを除き、試料溶液の主なピークは、標準溶液の主なピークと一致する。

操作条件

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:内径 3~4mm、長さ 1m の管にガスクロマトグラフィー用メチルシリコーンを 149~177 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 15%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度:120℃付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量:毎分約 40mL

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 2925 cm^{-1} 、1745 cm^{-1} 、1465 cm^{-1} 及び 1160 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

比重 d_{20}^{20} :0.940~0.952(第 1 法、A)

屈折率 n_D^{20} :1.450~1.456

酸価 0.1 以下(第 1 法、20g)

けん化価 300~330

ヨウ素価 1 以下

水酸基価 3 以下

水分 0.1%以下(2g)

強熱残分 0.1%以下(第2法、5g)

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第2法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第3法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0012]

ヒドロキシプロピル-β-シクロデキストリン

本品は、β-シクロデキストリンのヒドロキシプロピルエーテルである。本品を乾燥したものは、定量するとき、ヒドロキシプロポキシル基($\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}$:75.09)18.0~35.0%を含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品 0.1g に水 10mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2mL を試験管にとり、アントロン試液 1mL を静かに管壁に沿って層積するとき、その界面は、青緑色を呈する。

(2) 本品 1g に水 10mL を加えて溶かすとき、液は、無色澄明である。

(3) (1) の試料溶液 0.1mL に薄めた硫酸(9→10)9mL を加え、水浴中で 3 分間加熱した後、直ちに氷水浴中で冷却する。次いでニンヒドリン試液 0.6mL を注意して加え、振り混ぜた後、25℃で約 1 分間放置するとき、液は、紅色を呈し、更に 20 分間以内に紫色に変わる。

(4) 本品 0.2g に酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2mL にグルコアミラーゼ試液 1mL を加えて振り混ぜ、50℃で 1 時間加熱する。次いで水浴中で 10 分間加熱した後、これをろ過する。ろ液にフェーリング試液 2mL を加え、3 分間水浴中で加熱するとき、赤褐色の沈殿を生じない。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400cm^{-1} 、 2970cm^{-1} 、 2930cm^{-1} 、 1160cm^{-1} 、 1030cm^{-1} 、 940cm^{-1} 、 845cm^{-1} 及び 755cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 液性 本品 0.6g に水 30mL を加えて溶かした液は、中性である。

(2) 溶状 本品 0.2g にメタノール 20mL を加えて溶かすとき、液は、無色澄明である。

(3) 塩化物 本品 1.0g をとり、試験を行うとき、その限度は、0.018%である。ただし、比較液には、0.01mol/L 塩酸 0.50mL をとる。

(4) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(5) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(6) 還元性物質 本品を乾燥し、その 1.0g を正確にとり、水 25mL を加えて溶かし、フェーリング試液 40mL を加え、3 分間穏やかに加熱する。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(G4)を用いてろ過し、沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器を用いてろ過する。フラスコ内の沈殿に硫酸鉄(III)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℃に加熱し、0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は、3.2mL 以下である。

乾燥減量 8.0%以下(1g、105℃、6時間)

強熱残分 0.10%以下(第1法、1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 65mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 65mg、内標準溶液 2.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150℃で 5 分ごとに振り混ぜながら、30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 65mg、内標準溶液 2.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL ずつを分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量る。各々の分解瓶に定量用ヨウ化イソプロピル 15、30 及び 45μL をそれぞれ加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液各 1μL をとり、次の操作条件でガスクロマトグラフィーにより試験を行い、得られたクロマトグラムのピーク面積比を求める。標準溶液のピーク面積比を縦軸に、質量比を横軸にとり作成した検量線から試料溶液中の質量比を求め、次式を用いてヒドロキシプロポキシル基の量(%)を求める。

ヒドロキシプロポキシル基($C_3H_7O_2$)の量(%)=A×B×0.4417×100/試料採取量(mg)

A:検量線から求めた質量比

B:内標準物質の添加量(mg)

0.4417=[ヒドロキシプロポキシル基の分子量(75.09)]/[ヨウ化イソプロピルの分子量(169.99)]

内標準溶液:n-オクタン約 0.7g を精密に量り、o-キシレンを加え、正確に 50mL 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 3mm、長さ 3m の管にジメチルシリコーンを 80~100μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に被覆処理したものを充填する。

カラム温度:100℃付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量:内標準物質の保持時間が約 3 分になるように調整する。

試薬及び試液

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 酢酸(100)1.51g に水を加えて 500mL とした酢酸溶液と酢酸ナトリウム 4.02g に水を加えて溶かし、500mL とした酢酸ナトリウム溶液とを混合し、pH5.0 に調整する。

グルコアミラーゼ試液 グルコアミラーゼ 0.1g に水 10mL を加えて溶かす。なお、グルコアミラーゼは、可溶性デンプン 0.2g をとり、確認試験(4)の試験法で試験したとき、赤褐色の沈殿を生じるものを用いる。

アジピン酸 $HOOC(CH_2)_4COOH$ 、特級

定量用ヨウ化イソプロピル ヨウ化イソプロピル(CH_3)₂CHI、特級

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0008]

ピンピネラサキシフレイジエキス

本品は、ピンピネラ サキシフラガ *Pimpinella saxifraga* Linné (Umbelliferae)の地上部から、水、「1,3-ブチレングリコール」の混液で抽出して得られる浸出液であり、本品は定量するとき、没食子酸($C_7H_6O_5 \cdot H_2O$:188.13)を0.1~0.2%含む。

製法 粉碎したピンピネラ サキシフラガ *Pimpinella saxifraga* Linné (Umbelliferae)の地上部を60℃で12時間乾燥した後に粉碎し、この粉碎物10kgに「1,3-ブチレングリコール」の水溶液(1→2)90kgを加え、室温で2週間放置して浸出液をとる。沈殿物をろ過し、得られた浸出液を4℃で7時間冷却した後、再度沈殿物をろ過してピンピネラサキシフレイジエキス約80kgを得る。

性状 本品は、淡褐色~褐色の液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品1mLにエタノール(95)25mLを加え、よく振り混ぜた後、塩化鉄(III)試液1~2滴を加えるとき、液は緑色~暗緑色を呈する。

(2) 本品1.0gを秤量瓶に量りとり、105℃で24時間乾燥した後、蒸発残留物に水10mLを加え攪拌し、10秒間静置した液1mLをとり、これに1-ナフトールのエタノール(95)溶液(1→20)2~3滴を加えてよく振り混ぜる。次に硫酸1~2mLを穏やかに加えるとき、液の界面は赤紫色を呈する。

pH 本品のpHは、5.0~7.0である。

純度試験 (1) 重金属 本品1.0gを試料溶液として第2法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm以下である。ただし、比較液には鉛標準液2.0mLをとる。

(2) ヒ素 本品1.0gをとり、第3法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm以下である。

蒸発残分 0.8~1.2%(1g、105℃、24時間)

定量法 本品約5.0gを精密に量り、水を加えて溶解し、全量を正確に250mLとして試料溶液とする。別に「没食子酸」約25mgを精密に量り、薄めたエタノール(99.5)(1→2)を加えて溶解し、正確に500mLとし、50mg/L没食子酸標準液とする。50mg/L没食子酸標準液50mLを正確に量り、薄めたエタノール(99.5)(1→2)を加えて正確に100mLとし、25mg/L没食子酸標準液とする。試料溶液並びに25mg/L及び50mg/L没食子酸標準液1mLを正確に量り、水16mLを正確に加え、更にフォルインーデニス試薬1mLを正確に加えて攪拌し、飽和炭酸ナトリウム水溶液2mLを正確に加えて室温で30分間静置した後に、分光光度計を用い波長700nmで吸光度を測定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。没食子酸濃度に対して標準液の補正值をプロットして検量線を作成する。次に試料溶液の補正值から検量線を用いて試料溶液の没食子酸濃度a(mg/L)を求める。

没食子酸($C_7H_6O_5 \cdot H_2O$)の量(%)=(a×250)/1000×1/(b×1000)×100

a:検量線より求めた試料溶液の没食子酸濃度(mg/L)

b:本品の採取量(g)

試薬及び試液

フォリンーデニス試薬 700mLの水にタングステン酸ナトリウム二水和物を100g、リンモリブデン酸を20g、リン酸を50mL加えて溶解した後、2時間還流する。冷却後に、正確に1Lになるように調製する。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0018]

フィトグリコーゲン

本品は、トウモロコシ *Zea mays* Linné (Gramineae) の種子から得られたフィトグリコーゲンである。

性状 本品は、白色～微黄白色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→50)は、やや青みがかった乳白色を呈する。

(2) (1) の液にヨウ素試液を加えるとき、液は、青紫色～赤紫色を呈する。

(3) (1) の液 5mL にエタノール 15mL を加えるとき、白色の沈殿を生ずる。

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(3) たん白質 0.5%以下 本品約 2g を精密に量り、窒素定量法第 1 法により窒素の量を測定し、これに 6.25 を乗じてたん白質の量を求める。

たん白質(%) = 窒素(%) × 6.25 として計算するとき、0.5%以下である。

0.005mol/L 硫酸 1mL = 0.14007mgN

乾燥減量 15.0%以下(1.0g、105℃、5 時間)

強熱残分 0.5%以下(第 1 法、1.0g)

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0007]

不織布

組成 繊維 コットン 100%

製法 シート状の繊維集合体の高圧水流にて交絡し布状に形成したものである。

性状 (1) 清潔で異物がないこと。

(2) 破れがないこと。

(3) においは、ほとんどないこと。

(4) 白色であること。

純度試験 (1) 色素 本品 10g を新たに煮沸して冷却した水 100mL に浸し、かき混ぜ、ろ過し、そのろ液 50mL をとり、ネスラー管に入れ、上方より観察するとき、ほとんど呈色しない。

(2) 酸及びアルカリ (1) の試験のろ液 10mL を内径 15mm の試験管にとり、これにフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、紅色を呈しない。また別に同液 10mL をとり、これにメチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、赤色を呈しない。

(3) けい光 本品に暗所で紫外線を照射するとき、著しいけい光又は著しい汚染を疑わせるけい光を認めない。

灰分 生理処理用品材料規格脱脂綿の灰分試験に準じて試験を行うとき、その灰分は 4% 以下である。

強さ 本品を標準状態(温度 20℃、湿度 65%)に 3 時間以上放置し、コンディショニングを行った後、次の試験を行う。

本品より幅 50mm×長さ 300mm の試験片を縦方向に 3 枚採取し、引張試験機を用いて試料長 200mm、引張速度 500mm/min で、引張り試験を行ったとき、1.5N 以上の強さを示す。なお、ここでいう縦方向とは、不織布の長尺方向をいう。

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0023]

ペンタオキシステアリン酸デカグリセリル

本品は、主としてグリセリンの 10 量体とオキシステアリン酸のペンタエステルからなる。

性状 微褐色～黄褐色のワックス状の固体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3400cm^{-1} 、 $2940\sim 2800\text{cm}^{-1}$ 、 1740cm^{-1} 、 1460cm^{-1} 及び 1120cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品を多価アルコール脂肪酸エステル試験法第 2 法により操作し、脂肪酸試験法第 2 法で試験するとき、保持時間約 18 分付近に 12-ヒドロキシステアリン酸のピークを認める。ただし脂肪酸のメチルエステル化に替えて、トリメチルシリル化を行なう。

検出器:水素炎イオン化検出器

カラム:内径 3mm、長さ 1m の管にガスクロマトグラフィー用シリコーンガムを 80～120 メッシュのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に 5%被覆したものを充填する。

注入口温度: 325°C 付近の一定温度

カラム温度: $50^{\circ}\text{C}\rightarrow 320^{\circ}\text{C}$

昇温速度:毎分 10°C

キャリアーガス:窒素

流量:毎分 40mL

注入量:1 μL

(3) 本品を多価アルコール脂肪酸エステル試験法第 2 法により操作し多価アルコール試験法第 3 法で試験するとき、試料溶液は、標準溶液で得られる Rf 値 0.56 付近のグリセリンのスポットと同位置以下に白色のスポット又は帯状のスポットを認める。ただし、標準溶液はグリセリン・メタノール溶液(1→10)を用いる。

けん化価 110～140

ヨウ素価 5 以下

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行なうとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0ml をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行なうとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 1.5%以下(第 1 法、1g)

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0015]

ホモスルファミン

本品を乾燥したものは定量するとき、ホモスルファミン($C_7H_{10}N_2O_2S \cdot HCl$:222.69) 99.0%以上を含む。

性状 本品は、無色又は白色の結晶あるいは白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。本品は、水に溶けやすく、エタノールにやや溶けにくい。本品の水溶液(1→20)のpHは、約5である。

融点:約 260℃

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→1000)5mLに水酸化ナトリウム試液 5mL 及びナフトキノンスルホン酸カリウム試液 0.5mLを加えるとき、液は黄赤色を呈し、10 分間放置した後、塩化アンモニウム 0.2gを加えるとき、青緑色に変わる。

(2) 本品 0.2gに水 1mLを加えて溶かし、アンモニア試液 0.5mLを加えるとき、無色の結晶を析出する。結晶をろ取し、少量の水で洗い、デシケーター(減圧、シリカゲル)で3時間乾燥するとき、その融点は152～155℃である。

(3) 本品の水溶液(1→10)5mLに硝酸 1滴及び硝酸銀試液 3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 本品 1.0gに水 10mLを加えて溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 酸 (1) の液 5mLに水 15mL及びメチルオレンジ試液 1滴を加えるとき、液の色は黄色である。

(3) アンモニウム 本品 0.5gに水 10mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5mLを加え、水浴中で5分間加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(4) 重金属 本品 1.5gをとり、第1法により操作し、試験を行うとき、その限度は20ppm以下である。ただし、比較液には鉛標準液 3.0mLをとる。

乾燥減量 3.5～5.5%(1g、110℃、4時間)

強熱残分 0.10%以下(1g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3gを精密に量り、非水滴定用酢酸(100)50mL及び非水滴定用酢酸第二水銀試液 10mLを加え、加熱して溶かし、冷後、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(指示薬:塩化メチルロザニリン試液 2滴)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=22.269mg $C_7H_{10}N_2O_2S \cdot HCl$

備考 日局九に収載されていたが、日局十で削除されたため別紙規格として記載した。

[IB-0014]

ポリオキシブチレンポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリセリルエーテル
(3B. O.) (8E. O.) (5P. O.)

本品は、グリセリンに、酸化エチレンと酸化プロピレンを共重合した後、更に酸化ブチレンを付加重合させたもので、酸化エチレン、酸化プロピレン及び酸化ブチレンの平均重合度はそれぞれ 8、5 及び 3 である。

性状 本品は、無色～微黄色の液で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3460cm^{-1} 、 2970cm^{-1} 、 $2980\sim 2840\text{cm}^{-1}$ 、 1460cm^{-1} 、 1370cm^{-1} 、 1350cm^{-1} 及び 1100cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品 0.5g に水 10mL 及びチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(II)試液 5mL を加えてよく振り混ぜ、更にクロロホルム 5mL に加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は、青色を呈する。

(3) 本品のエタノール(95)溶液(1→100)をろ紙上に滴下し、乾燥後、ドラーゲンドルフ変法試液を噴霧するとき、赤橙色のスポットを認める。

示性値 本品 5.0g に水を加えて 100mL とし液の pH は、5.0～7.0 である。

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

水酸基価 170～185

粘度 84～92(40℃)

強熱残分 0.3%以下(第 3 法、3g)

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0016]

無水硫酸亜鉛

本品は定量するとき、硫酸亜鉛($\text{ZnSO}_4 \cdot 161.45$)98.0%以上含む。

性状 本品は、白色の粉末で、においはなく、収れん性で特異な味がある。

本品は、水又はグリセリンに溶けやすい。

確認試験 本品の水溶液(1→40)は、亜鉛塩及び硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験 (1) 酸 本品 0.25g を水 5mL に溶かし、メチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

(2) 重金属 本品 1.0g をネスラー管にとり、水 10mL に溶かし、シアン化カリウム試液 20mL を加え、よく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液 2 滴を加え、5 分後に白紙を背景として上方から観察する時、次の比較液より濃くない。

比較液 鉛標準液 1.0mL に水 10mL 及びシアン化カリウム試液 20mL を加えてよく振り混ぜ、硫化ナトリウム試液 2 滴を加える(10ppm 以下)。

(3) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 1.2g を水 150mL に溶かし、硫化アンモニウム試液を加えて沈殿を完結させ、水を加えて正確に 200mL としてよく振り混ぜ、乾燥ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 20mL を除き、次のろ液 100mL を正確に量り、蒸発乾固し、強熱残分試験法を準用して強熱するとき、残留物は 5.0mg 以下である。

(4) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 1 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

(5) 水不溶物 本品 2.0g に水 40mL を加え、しばしば振り混ぜた後、48 時間放置し、不溶物をガラスろ過器(G4)を用いてろ取し、水 50mL で洗い、105℃で 2 時間乾燥するときその量は 10.0mg 以下である。

乾燥試験 1.2%以下(1g、120℃、4 時間)

定量法 本品約 0.14g を精密に量り、水に溶かし正確に 100mL とする。この液 25mL を正確に量り、水 100mL 及び pH10.7 のアンモニア塩化アンモニウム緩衝液 2mL を加え、0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する。

(指示薬:エリオクロムブラック T 塩化ナトリウム指示薬 40mg)

0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1mL=1.6145mg ZnSO_4

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局の通則及び一般試験法を準用する。

[IB-0017]

ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド液

本品は、主としてラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシドの水溶液からなる。本品は定量するとき、ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド($C_{17}H_{36}N_2O_2$:300.48)として27.0~31.0%を含む。

性状 本品は、無色~微黄色の透明な液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1g(3滴)をメタノール0.5mLに溶かし、フェノールフタレイン試液1~2滴を加え、必要ならばフェノールフタレインに対してアルカリ性になるまで0.5mol/L水酸化カリウム・メタノール試液を加える。水浴上でメタノールを留去後、残留物に1,5-ペンタンジオール10滴を加え2分間静かに煮沸する。冷却後フェーリング試液1mLを加えて1~2分間時々振りながら水浴上で加熱する。数分間放置後橙色の沈殿を生じる。

(2) 本品を凍結乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1640cm^{-1} 、 1460cm^{-1} 及び 940cm^{-1} 付近に吸収を認められる。本品の凍結乾燥とは、本品約30gを24時間、減圧度0.06mmHgで凍結乾燥したもので、その水分が5%以下である。

pH 本品10gに、新たに煮沸して冷却した水90mLを加えて溶かした液のpHは、5.5~7.0である。

比重 d_{25}^{25} :0.970~1.020(第1法、C)

純度試験 (1) 遊離アミン 本品約5gを精密に量り、20%塩化ナトリウム液50mL及び20%水酸化ナトリウム試液0.5mLを加えて溶かし、ジエチルエーテル35mL及びエタノール(95)15mLを加えて分液漏斗に移し、充分振り混ぜる。分液後、ジエチルエーテル層を20%塩化ナトリウム液50mLずつで2回洗浄した後、ジエチルエーテル層に2,6-ジニトロフェノール試液3滴を加え、0.1mol/L塩酸で滴定する。次式によりラウリン酸アミドプロピルジメチルアミンとして遊離アミンを定量するとき、その限度は、1.0%以下である。ただし、滴定の終点は、液の黄色が無色に変わる点とする。

$$\text{遊離アミン}(\%) = (A \times f \times 0.1 \times 284) / (S \times 1000) \times 100 = (A \times f \times 2.84) / S$$

A:試料の滴定に要した0.1mol/L塩酸の消費量(mL)

S:試料の採取量(g)

f:0.1mol/L塩酸のファクター

284:ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミンの分子量(MW)

(2) 石油エーテル可溶物 本品約6gを精密に量り、エタノール(95)50mLを加えて加温して溶かし、更に水50mLを加えて分液漏斗に移し、石油エーテル50mLずつで3回抽出する。石油エーテル抽出液を合わせ、エタノール(95)/水混液(1:1)50mLずつで3回洗い、水浴上で石油エーテルを留去し、残留物を 105°C で15分間乾燥し、その質量を量るとき、その限度は、3.0%以下である。

(3) 過酸化水素 本品約5gを精密に量り、希硫酸5mL及び5%ヨウ化カリウム水溶液35mL

を加えて振り混ぜ、15～30分静置する。1% デンプン水溶液を数滴加え、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定するとき、その限度は、0.3%以下である。ただし、滴定の終点は、液の黄色が無色に変わる点とする。

$$\text{過酸化水素(\%)} = ((A-B) \times f \times 1.7007) / (S \times 1000) \times 100$$

A: 試料の滴定に要した 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

B: 空試験の滴定に要した 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

f: 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液のファクター

S: 試料の採取量(g)

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL=1.7007mg H₂O₂

(4) 重金属 本品 1.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(5) ヒ素 本品約 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

強熱残分 0.10%以下(第 1 法、1g)

定量法 本品約 50mg を精密に量り、移動相を加え、正確に 20mL とし試料溶液とする。別にラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド標準品約 20mg を精密に量り、移動相に溶媒を加えて溶かし、正確に 20mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液各 10μL につき下記の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。それぞれの溶液から得られたラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシドのピーク面積を測定し、次式によりラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシドの含量を求める。

$$\text{含量(\%)} = W_s / W_T \times A_T / A_s \times P$$

W_s: ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド標準品の採取量(g)

W_T: 試料の採取量(g)

A_T: 試料溶液から得られたラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシドのピーク面積

A_s: 標準溶液から得られたラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシドのピーク面積

P: ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド標準品の含量(%)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210nm)

カラム: 内径 4.6mm、長さ 150mm のステンレス管にブチル基を化学的に結合した粒径 5μm のシリカゲルを充填したもの

カラム温度: 40℃付近の一定温度

移動相: リン酸で pH7.0 に調製した 0.025mol/L リン酸水素二ナトリウム液/アセトニトリル混液(3:2)

流量: 毎分 1.0mL

試薬及び試液

ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド標準品 トルエンにて再結晶を行う。ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド液を凍結乾燥後、トルエンを加え、60℃で溶解させる。暖かいうちにろ紙にて減圧ろ過を行い、ろ液を徐冷後、析出した白色沈殿を減圧ろ過を行い採取する。この白色沈殿にトルエンを加え、60℃で溶解後、徐冷し、再度析出した白色沈殿を減圧ろ過を行い採取する。この操作をもう一度繰り返し、得られた白色沈殿を乾燥させ、標準品とする。

含量 窒素分析(第2法)により定量するとき、その含量は95%以上である。

貯法 密閉容器。シリカゲルを入れたデシケーター中で冷暗所にて保存する。

0.5mol/L水酸化カリウム・メタノール試液 水酸化カリウム35gに水20mLを加えて溶かし、メタノールを加えて1000mLとし、密閉した容器に入れ、24時間放置し、上澄液を別の瓶にすみやかに傾斜し保存する。

1,5-ペンタンジオール $\text{HO}(\text{CH}_2)_5\text{OH}$ (95%以上)

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

[TB-0009]

リュウガン種子エキス

本品は、リュウガン(*Euphoria Longana Lam*)の種子から水、「1,3-ブチレングリコール」の混液で抽出して得られる浸出液である。

製法 粉碎したリュウガン(*Euphoria Longana Lam*)の種子 10kg に「1,3-ブチレングリコール」の水溶液(1→2)90kg を加え、室温で 2 週間放置して浸出液をとる。不溶解分を除去し、得られた浸出液を冷却し、澱を析出させる。再度、不溶解分を除去し、得られた浸出液の蒸発残分を測定し、必要であれば「1,3-ブチレングリコール」の水溶液(1→2)で希釈を行い、リュウガン種子エキス約 65kg を得る。

性状 本品は、褐色～濃褐色の液で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 1mL にエタノール(95)25mL を加え、よく振り混ぜた後、塩化鉄(III)試液 1～2 滴を加えるとき、液は青紫色～青黒色を呈する。

(2) 本品 1.0g を秤量瓶に量りとり、105℃で 24 時間乾燥した後、蒸発残留物に水 10mL を加え攪拌し、10 秒間静置した液 1mL をとり、これに 1-ナフトールのエタノール(95)溶液(1→20)2～3 滴を加えてよく振り混ぜる。次に硫酸 1～2mL を穏やかに加えるとき、液の界面は赤紫色を呈する。

pH 本品の pH は、4.0～6.0 である。

純度試験 (1) 重金属 本品 1.0g を試料溶液として第 2 法により操作し、試験を行うとき、その限度は、20ppm 以下である。ただし、比較液には鉛標準液 2.0mL をとる。

(2) ビ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により試料溶液を調製し、試験を行うとき、その限度は、2ppm 以下である。

蒸発残分 0.9～1.3%(1g、105℃、24 時間)

備考 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、外原規の通則及び一般試験法を準用する。

整理番号対応表

IB-0001	炭酸ジカプリリル
IB-0002	アテロコラーゲン
IB-0003	N, N-ジメチルオクタデシロキシプロピルアミン
IB-0004	チューベロースポリサッカライド液-BG
IB-0005	塩化オクタデシロキシプロピルトリメチルアンモニウム
IB-0006	水酸化カリウム液 (A)
IB-0007	不織布
IB-0008	ピンピネラサキシフレイジエクス
IB-0009	リュウガン種子エクス
IB-0010	加水分解ローヤルゼリータンパク液
IB-0011	水溶性コラーゲン (F)
IB-0012	ヒドロキシプロピル- β -シクロデキストリン
IB-0013	(加水分解シルク/PG-プロピルメチルシランジオール) クロスポリマー
IB-0014	ポリオキシブチレンポリオキシエチレンポリオキシプロピレングリセリルエーテル (3B. O.) (8E. O.) (5P. O.)
IB-0015	ホモスルファミン
IB-0016	無水硫酸亜鉛
IB-0017	ラウリン酸アミドプロピルジメチルアミノキシド液
IB-0018	フィトグリコーゲン
IB-0019	水溶性ブラセンタエクス
IB-0020	疎水化ヒドロキシプロピルメチルセルロース
IB-0021	L-エルゴチオネイン液
IB-0022	グリシン亜鉛
IB-0023	ペンタオキシステアリン酸デカグリセリル
IB-0024	キシレンスルホン酸アンモニウム液
IB-0025	トリ (カプリル・カプリン酸) トリメチロールプロパン