

- 1 1. 新たに成分規格を設定する5品目  
2 塩水湖水低塩化ナトリウム液、クエルセチン、ヘプタン、レイシ抽出物、ロシン  
3  
4 2. 成分規格を改正する2品目  
5 エンジュ抽出物(ルチン(抽出物))、L-グルタミン酸カルシウム  
6

7 **成分規格案**

- 8 1. 新たに成分規格を設定する品目  
9

11 **塩水湖水低塩化ナトリウム液**

12 Sodium Chloride-decreased Brine (Saline Lake)

14 **定義** 本品は、塩水湖水から塩化ナトリウムを析出分離して得られたアルカリ金属塩類及びア  
15 ルカリ土類金属塩類を主成分とするものである。

16 **含量** 本品は、マグネシウム (Mg=24.31) 6.0~9.0%を含む。

17 **性状** 本品は、無~淡黄色の液体で、においがなく、苦味がある。

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

21 (2) 本品は、塩化物 (1)の反応を呈する。

22 **純度試験** (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 1.0g を量り、水 (二酸化炭素除去) 20mL を加えた  
23 後、フェノールフタレイン試液 2滴を加え、この液について次の試験を行う。

24 (i) 液が無色ならば、水酸化ナトリウム試液 (0.02mol/L) 2.0mL を加えるとき、赤色を呈す  
25 る。

26 (ii) 液が赤色ならば、その色は、塩酸試液 (0.02mol/L) 3.0mL を加えるとき消える。

27 (2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 2.4%以下 本品 1.0g を量り、水を加えて 100mL とする。この液 1.0mL  
28 を量り、ネスラー管に入れ、水約 30mL を加えて溶かし、液がアルカリ性の場合には、塩酸 (1  
29 →4) を加えて中和し、更に塩酸 (1→4) 1 mL 及び水を加えて 50mL とし、検液とする。比較  
30 液には、0.005mol/L 硫酸 0.50mL を用いる。

31 (3) 臭化物 Br として 1.0%以下 本品 2.5 g を量り、水を加えて溶かし、500mL とする。この液 10mL  
32 を量り、水を加えて 100mL とする。この液 2 mL を量り、水 3 mL、フェノールレッド試液 (pH4.7)  
33 2 mL 及び *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1 mL を加え、  
34 直ちに混和し、2分間放置し、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 0.15mL を加えて混和した後、  
35 水を加えて 10mL とし、検液とする。別に臭化カリウムを 110℃で 4時間乾燥した後、その 2.979  
36 g を量り、水を加えて溶かして正確に 1000mL とする。この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確  
37 に 1000mL とする。この液 5 mL を正確に量り、フェノールレッド試液 (pH4.7) 2 mL 及び *p*-トル  
38 エンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液 (1→10000) 1 mL を加え、直ちに混和し、以  
39 下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長 590nm  
40 における吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度よりも大きくない。

41 (4) 鉛 Pb として 5 µg/g 以下 (0.80 g、第5法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

1 本品に塩酸（1→4）20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、試  
2 料液とする。

3 (5) ナトリウム Naとして1.5%以下

4 本品1.0gを量り、水を加えて1000mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時  
5 間乾燥した後、その2.542gを量り、水を加えて溶かし、正確に1000mLとする。この液15mLを  
6 正確に量り、水を加えて正確に1000mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作  
7 条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

8 操作条件

9 光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

10 分析線波長 589.0nm

11 支燃性ガス 空気

12 可燃性ガス アセチレン

13 (6) ヒ素 Asとして3 $\mu$ g/g以下（0.50g、第1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

14 **定量法** 本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、A液とする。A液5mLを正確に  
15 量り、水50mL及びアンモニウム緩衝液（pH10.7）5mLを加え、0.01mol/Lエチレンジアミン四酢  
16 酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し（指示薬 エリオクロムブラック T 試液2滴）、その消費量a  
17 (mL)を求める。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。別にA液20mLを正確に量り、水  
18 加えて100mLとし、L(+)-酒石酸溶液（1→5）0.2mLを加え、更に2, 2', 2''-トリロト  
19 リエタノール溶液（3→10）10mL、水酸化カリウム溶液（1→10）10mLを加え、5分間放置した後、  
20 直ちに0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液で滴定し（指示薬 NN指示  
21 薬約0.1g）、その消費量をb（mL）とする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるとき  
22 とする。次式によりマグネシウムの含量を求める。

$$\text{マグネシウム (Mg) の含量 (\%)} = \frac{(a - b \times 0.25) \times 0.004861}{M_T} \times 100$$

23 ただし、 $M_T$ ：試料採取量(g)

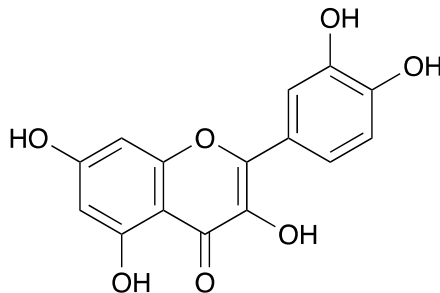
24 0.004861：0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液1mLに相当  
25 するマグネシウムの量(g)

26

クエルセチン

Quercetin

ケルセチン



C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>7</sub>

分子量 302.24

2-(3,4-dihydroxyphenyl)-3,5,7-trihydroxychromen-4-one [117-39-5]

**定義** 本品は、ルチン（抽出物）（アズキ（*Vigna angularis* (Willd.) Ohwi et H. Ohashi）の全草、エンジュ（*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) 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。）を加水分解して得られた、クエルセチンを成分とするものである。

**含量** 本品を乾燥物換算したものは、クエルセチン（C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>7</sub>）95.0%以上を含む。

**性状** 本品は、黄色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** 定量法の試料液及び標準液2につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、試料液の主ピークの保持時間は、標準液2のクエルセチンのピークの保持時間と一致する。

**純度試験** (1) 鉛 Pbとして2μg/g以下（2.0g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式）

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下（0.50g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

**乾燥減量** 13.0%以下（135℃、2時間）

**定量法** 本品約13mgを精密に量り、メタノールで正確に100mLとし、試料液とする。この試料液5mL及び定量用内標準液5mLを正確に量り、混合し、検液とする。ただし、定量用内標準液は、定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル5mgを精密に量り、メタノールで正確に100mLとしたものとする。別に定量用内標準液5mLを量り、メタノールを加えて10mLとし、標準液1とする。また、クエルセチン二水和物10mgを量り、メタノールで100mLとし、標準液2とする。検液、標準液1及び標準液2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。検液につき、*p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びクエルセチンのピーク面積A<sub>H</sub>及びA<sub>Q</sub>を測定し、次式によりクエルセチンの含量を求める。ただし、検液中の *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びクエルセチンは、標準液1及び標準液2との保持時間の比較により同定する。

$$\text{クエルセチンの含量 (\%)} = \frac{M_H}{M_T} \times \frac{A_Q}{A_H} \times \frac{MW_Q}{MW_P} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

ただし、M<sub>H</sub>：定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの採取量 (mg)

M<sub>T</sub>：乾燥物換算した試料の採取量 (mg)

MW<sub>Q</sub>：クエルセチンの分子量 (302.24)

1 MW<sub>H</sub> : *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの分子量 (152.15)

2 RMS : クエルセチンの *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルに対する相対モル感度 (1.41)

3 P<sub>H</sub> : 定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの純度 (%)

4 操作条件

5 検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 255nm)

6 カラム充填剤 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

7 カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

8 カラム温度 40℃

9 移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (700 : 300 : 1)

10 流量 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの保持時間が約10分になるように調整する。

11  
12 【試薬・試液】

13 クエルセチン二水和物 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>7</sub> · 2H<sub>2</sub>O [6151-25-3]

14 本品は黄色～黄褐色の粉末である。

15 定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル、定量用を見よ。

16 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル、定量用 C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> [99-76-3] (第4回検討会 既出)

17 本品は、白色の結晶又は粉末である。

18 以下の定量法で求めた含量 (%) を本品の純度 (%) として用いる。

19 含量 98.0%以上を含む。

20 融点 125~129℃

21 定量法 本品約 10mg 及び 1, 4-B TMS B-d<sub>4</sub> 約 1mg をそれぞれ精密に量り、重水素化アセト  
22 ン 1 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロ  
23 トン共鳴周波数 400MHz 以上の装置を用いて <sup>1</sup>H NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS  
24 B-d<sub>4</sub> のシグナルを δ 0ppm とし、δ 3.57ppm 付近のシグナル面積強度を A (水素数 3 に相当) と  
25 する。1, 4-B TMS B-d<sub>4</sub> のシグナル面積強度を 18.000 としたときの A を I とし、水素数  
26 を N、1, 4-B TMS B-d<sub>4</sub> の純度を P (%) とし、次式により *p*-ヒドロキシ安息香酸メチ  
27 ルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重ならないこと  
28 を確認する。

29 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>) の含量 (%)

$$= \frac{M_S \times I \times P}{M_T \times N} \times 0.6717$$

30 ただし、M<sub>S</sub> : 1, 4-B TMS B-d<sub>4</sub> の採取量 (mg)

31 M<sub>T</sub> : 試料の採取量 (mg)

32 操作条件

33 デジタル分解能 0.25Hz 以下

34 スピニング オフ

35 <sup>13</sup>C核デカップリング あり

36 取り込み時間 4秒以上

37 観測スペクトル幅 -5~15ppm を含む 20ppm 以上

38 パルス角 90°

39 繰り返しパルス待ち時間 60秒以上

- 1 ダミースキャン 1回以上
- 2 積算回数 8回以上
- 3 測定温度 20～30℃の一定温度
- 4

## ヘプタン

Heptane

1  
2  
3

4 **定義** 本品は、石油成分中、*n*-ヘプタンの沸点付近の留分である。

5 **性状** 本品は、無色澄明の揮発性の液体で、特異なにおいがある。

6 **比重**  $d_{20}^{20} = 0.681 \sim 0.720$

7 **純度試験** (1) 蒸留試験 96~102℃で95vol%以上を留出する。(第2法)

8 (2) 硫黄化合物 本品5mLを量り、硝酸銀アンモニア試液5mLを加え、よく振り混ぜながら光を避  
9 けて60℃で5分間加熱するとき、液の色は、褐色を呈さない。

10 (3) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g、比較液 鉛標準液4.0mL、フレーム方式)

11 本品を加熱して蒸発乾固する。残留物に硫酸1mLを加えて、硫酸の白煙が発生しなくなるまで  
12 加熱した後、電気炉に入れ、500℃で3時間加熱する。塩酸(1→4)10mLを加え、加熱して蒸発  
13 乾固した後、硝酸(1→150)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に  
14 量り、硝酸(1→150)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

15 (4) ベンゼン ベンゼンとして0.25vol%以下

16 本品10mLを正確に量り、内標準液10mLを正確に量って加えて混和し、検液とする。ただし、  
17 内標準液は、4-メチル-2-ペンタノン0.5mLを量り、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加  
18 えて100mLとする。別にベンゼン0.25mLを正確に量り、紫外吸収スペクトル測定用ヘキサンを加  
19 えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に量って加えて混和  
20 し、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うと  
21 き、検液中のベンゼンに相当するピークの示すピーク高さ $Q_T$ と4-メチル-2-ペンタノンの示すピ  
22 ーク高さの比 $Q_T$ は、比較液中のベンゼンの示すピーク高さ $Q_S$ と4-メチル-2-ペンタノンの示す  
23 ピーク高さの比 $Q_S$ を超えない。

24 操作条件

25 検出器 水素炎イオン化検出器

26 カラム充填剤

27 液相 担体に対して10%のポリエチレングリコール6000

28 担体 177~250μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土

29 カラム管 内径3~4mm、長さ2~3mのガラス管又はステンレス管

30 カラム温度 50~70℃の一定温度

31 キャリヤーガス 窒素

32 流量 ベンゼンのピークが約5分後に現れるように調整する。

33 (5) 蒸発残留物 0.0013w/v%以下

34 本品150mLを量り、注意しながら蒸発した後、105℃で2時間乾燥し、残留物の質量を量る。

35 (6) 硫酸呈色物 本品5mLを量り、試料とし、比色標準液Bを用いて試験を行う。

36

レイシ抽出物（子実体）

Carpophore Derived Mannentake Extract (Fruiting body)

マンネンタケ抽出物（子実体）

**定 義** 本品は、レイシ抽出物（マンネンタケ (*Ganoderma lucidum* Karst.) の菌糸体若しくは子実体又はその培養液から抽出して得られたものをいう。）のうち、子実体から得られたものである。

**性 状** 本品は、黄～褐色の粉末で、特異なおいがある。

**確認試験** 本品約 1 g を量り、水 100mL を加えて 5 分間振り混ぜ、エタノール (95) 100mL を加えてよく振り混ぜた後、上澄液をろ過する。残留物に水／エタノール (95) 混液 (1 : 1) 200mL を加えてよく振り混ぜた後、先のろ紙でろ過する。ろ液を合わせ、減圧下で濃縮して 10mL 以下とした後、水 200mL を加えて分散させ、酢酸エチル 50mL ずつで 3 回抽出する。酢酸エチル層を合わせ、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 → 20) 50mL ずつで 3 回抽出する。水層を合わせ、塩酸試液 (2 mol/L) を加えて pH 3 に調整した後、酢酸エチル 50mL ずつで 3 回抽出する。酢酸エチル層を合わせ、減圧下、溶媒を留去し、残留物にエタノール (95) 10mL を加えて溶かし、検液とする。ガノデリン酸 A 1 mg を量り、エタノール (95) 1 mL に溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 10 $\mu$ 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うとき、検液には、標準液に認められるピークと同一の保持時間のところにピークを認める。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5 $\mu$ 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 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 酢酸 (1 → 50) / アセトニトリル混液 (2 : 1)

流量 ガノデリン酸 A の保持時間が約 16 分になるように調整する。

pH 4.0～5.5 (1%懸濁液)

**純度試験** (1) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1 → 100) 5 mL に溶けない場合には、第 3 法により操作する。

(2) ヒ素 As として 1.5 $\mu$ g/g 以下 (1.0 g、第 5 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

**水 分** 8.0% 以下 (0.1 g、容量滴定法、直接滴定)

**強熱残分** 20.0% 以下 (2 g)

【試薬・試液】

**ガノデリン酸 A** C<sub>30</sub>H<sub>44</sub>O<sub>7</sub> [81907-62-2]

本品は、白色粉末である。





1 2. 成分規格を改正する品目

2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22

エンジュ抽出物

ルチン（抽出物）

Rutin (Extract)

Azuki Extract

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract

Buckwheat Extract

アズキ全草抽出物

エンジュ抽出物

ソバ全草抽出物

(略)

定 義 本品は、ルチン（抽出物）のうち（アズキ（*Vigna angularis* (Willd.) Ohwi & H. Ohashi) の全草、エンジュ（*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ若しくは又は花より又はソバ（*Fagopyrum esculentum* Moench) の全草より、水、エタノール又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分は、ルチンである。

(略)

1 L-グルタミン酸カルシウム  
2 Monocalcium Di-L-Glutamate

3  
4 (略)

5  
6 水分 19%以下 (50mg、容量滴定法、直接滴定)。ただし、水分測定用メタノールの代わりに、  
7 水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液 (2 : 1) を用いる。  
8 (略)

9  
10 【試薬・試液】

11 水分測定用ホルムアミド ホルムアミド、水分測定用を見よ。

12 ホルムアミド、水分測定用  $\text{HCONH}_2$  [K8873、ホルムアミド、特級] [75-12-7]

13 ただし、本品 1g 中の水分は 1mg 以下とする。  
14