第明治三十種郵便物認可

⑼⑻　硫酸マンガン

ア　製造用原体

(ｱ)　成分規格

含量　本品は、450℃で２時間強熱した後、定量するとき、硫酸マンガン（$MnSO_4$）95.0％以上を含む。

物理的・化学的性質

①　本品は、淡紅色の結晶又は帯紅白色の粉末で、臭いはない。

②　本品は、水に溶けやすく、エタノールにほとんど溶けない。

③　本品の水溶液（１→20）のpHは、4.5～6.5である。

確認試験　本品の水溶液（１→20）は、マンガン塩及び硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

①　溶状　本品2.0g（1.95～2.04g）に水20mL及び希塩酸0.5mLを加えて溶かすとき、その溶液は、澄明でなければならない。

②　鉛　本品1.0g（0.95～1.04g）を量り、硝酸（１→150）を加えて溶かし、20mLの全量フラスコに入れ、更に硝酸（１→150）を標線まで加えて20mLとする。これを試料溶液として鉛試験法（原子吸光光度法第１法）により鉛の試験を行うとき、その量は、10μg/g以下でなければならない。

③　ヒ素　本品0.40g（0.395～0.404g）を量り、ヒ素試験法第１法により試料溶液を調製し、装置Aを用いる方法によりヒ素の試験を行うとき、吸収液の色は、標準色より濃くてはならない（５μg/g以下）。

強熱減量　42.0％以下（１g，450℃，２時間）

定量法　本品を450℃で２時間強熱し、その約0.1gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、水20mLを加えて溶かし、100mLの全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて100mLとする。この溶液30mLを全量ピペットを用いて量り、水70mL、0.1mol/Lマグネシウム・エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液５mL及び塩酸ヒドロキシルアミン0.1g（0.05～0.14g）を加え、以下炭酸マンガンの定量法を準用する。

0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液１mL＝1.510mg$MnSO_4$

(ｲ)　保存の方法の基準

密閉容器に保存すること。

イ　製剤

(ｱ)　成分規格

硫酸マンガン製造用原体の成分規格を準用する。

(ｲ)　保存の方法の基準

硫酸マンガン製造用原体の保存の方法の基準を準用する。

⑼⑼　硫酸L-リジン

ア　製造用原体

(ｱ)　成分規格

含量　本品は、定量するとき、硫酸L-リジン（$(C_6H_{14}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4$）62.5％以上を含む。

物理的・化学的性質

①　本品は淡褐色～淡茶褐色の顆粒で、特異な臭いを有する。

②　本品の水懸濁液（１→10）を遠心分離して得た上澄液のpHは、4.5～7.5である。

確認試験

①　本品の水懸濁液（１→500）を遠心分離して得た上澄液５mLにニンヒドリン試液１mLを加え、３分間加熱した後、水20mLを加え、15分間放置するとき、溶液は、赤紫色を呈する。

②　本品の水懸濁液（１→50）を遠心分離して得た上澄液は、硫酸塩の定性反応①を呈する。

純度試験

①　重金属　本品1.0g（0.95～1.04g）を量り、重金属試験法第２法により試料溶液を調製し、鉛標準液2.0mLを用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない（20μg/g以下）。

②　ヒ素　本品1.0g（0.95～1.04g）を分解フラスコに入れ、硝酸10mL及び硫酸５mLを加え、静かに加熱する。溶液がなお褐色を呈するときは、放冷した後、硝酸１～２mLを追加して加熱し、溶液が無色～微黄色になるまでこの操作を繰り返す。放冷した後、過塩素酸0.5mLを加え、白煙が発生するまで加熱する。放冷した後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液15mLを加え、再び白煙が発生するまで加熱する。放冷した後、水を加えて約10mLとし、これを試料溶液とし、装置Aを用いる方法によりヒ素の試験を行うとき、吸収液の色は、標準色より濃くてはならない（２μg/g以下）。

水分　5.0％以下（直接滴定）

強熱残分　5.0％以下（１g）

定量法　本品約45mgを0.1mgの桁まで量り、その数値を記録し、１mol/L塩酸を加えて溶かし、50mLの全量フラスコに入れ、更に１mol/L塩酸を標線まで加えて50mLとする。この溶液2.5mLを全量ピペットを用いて量り、50mLの全量フラスコに入れ、L-ノルロイシン試液2.5mLを全量ピペットを用いて加え、クエン酸ナトリウム緩衝液（pH2.2）を加えて溶かし、更にクエン酸ナトリウム緩衝液（pH2.2）を標線まで加えて50mLとし、メンブランフィルター（0.45μm）を用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に、塩酸リジン24mgを0.01mgの桁まで量り、その数値を記録し、１mol/L塩酸を加えて溶かし、50mLの全量フラスコに入れ、更に１mol/L塩酸を標線まで加えて50mLとする。この溶液2.5mLを全量ピペットを用いて量り、50mLの全量フラスコに入れ、L-ノルロイシン試液2.5mLを全量ピペットを用いて加え、クエン酸ナトリウム緩衝液（pH2.2）を加えて溶かし、更にクエン酸ナトリウム緩衝液（pH2.2）を標線まで加えて50mLとし、標準液とする。試料溶液及び標準液100μLにつき、次の条件でアミノ酸自動分析計を操作し、液体クロマトグラフ法内部標準法により試験を行う。

$$\text{硫酸L-リジン含量（％）} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_{iT}} \times \frac{A_{iS}}{A_S} \times 106.89$$

W_T：試料採取量（mg）

W_S：標準品採取量（mg）

A_T：試料溶液のL-リジンのピーク面積

A_{iT}：試料溶液のL-ノルロイシンのピーク面積

A_S：標準液のL-リジンのピーク面積

A_{iS}：標準液のL-ノルロイシンのピーク面積

操作条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長570nm）

カラム：内径約4.0mm、長さ約120mmのステンレス管に強酸性陽イオン交換樹脂を充塡する。

カラム温度：35℃（０→15.3分）保持、64℃（15.3→31.0分）保持、44℃（31.0→44.4分）保持、72℃（44.4→80.0分）保持

反応槽温度：135℃付近の一定温度

移動相：クエン酸リチウム緩衝液

反応液：アミノ酸分析用ニンヒドリン試液

移動相流量：毎分0.50mL

反応液流量：毎分0.30mL

カラムの選択：標準液100μLにつき、上記の条件で操作し、内部標準物質、L-リジンの順序に溶出し、その分離度が５以上のものを用いる。