

トリシン〔N-〔トリス（ヒドロキシメチル）メチル〕グリシン〕（試薬）

Tricine〔N-〔Tris (hydroxymethyl) methyl〕glycine〕

 $(\text{HOCH}_2)_3\text{CNHCH}_2\text{COOH}$ $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_5$ $FW: 179.17$

1. **適用範囲** この規格は、試薬として用いるトリシン〔N-〔トリス（ヒドロキシメチル）メチル〕グリシン〕（以下、トリシンという。）について規定する。

備考 この規格の引用規格を、付表 1 に示す。

2. **共通事項** この規格に共通する事項は、JIS K 8001 及び JIS K 8008 による。

3. **種類** 特級・1 級

4. **性質**

(1) **性状** トリシンは、白又はほとんど白の結晶性粉末で、水に溶けやすく、エタノール及びジエチルエーテルにほとんど溶けない。酸解離定数 (pKa) 値は、pKa₁ は約 2.3, pKa₂ は 20℃で 8.15, 37℃で 7.8 である。

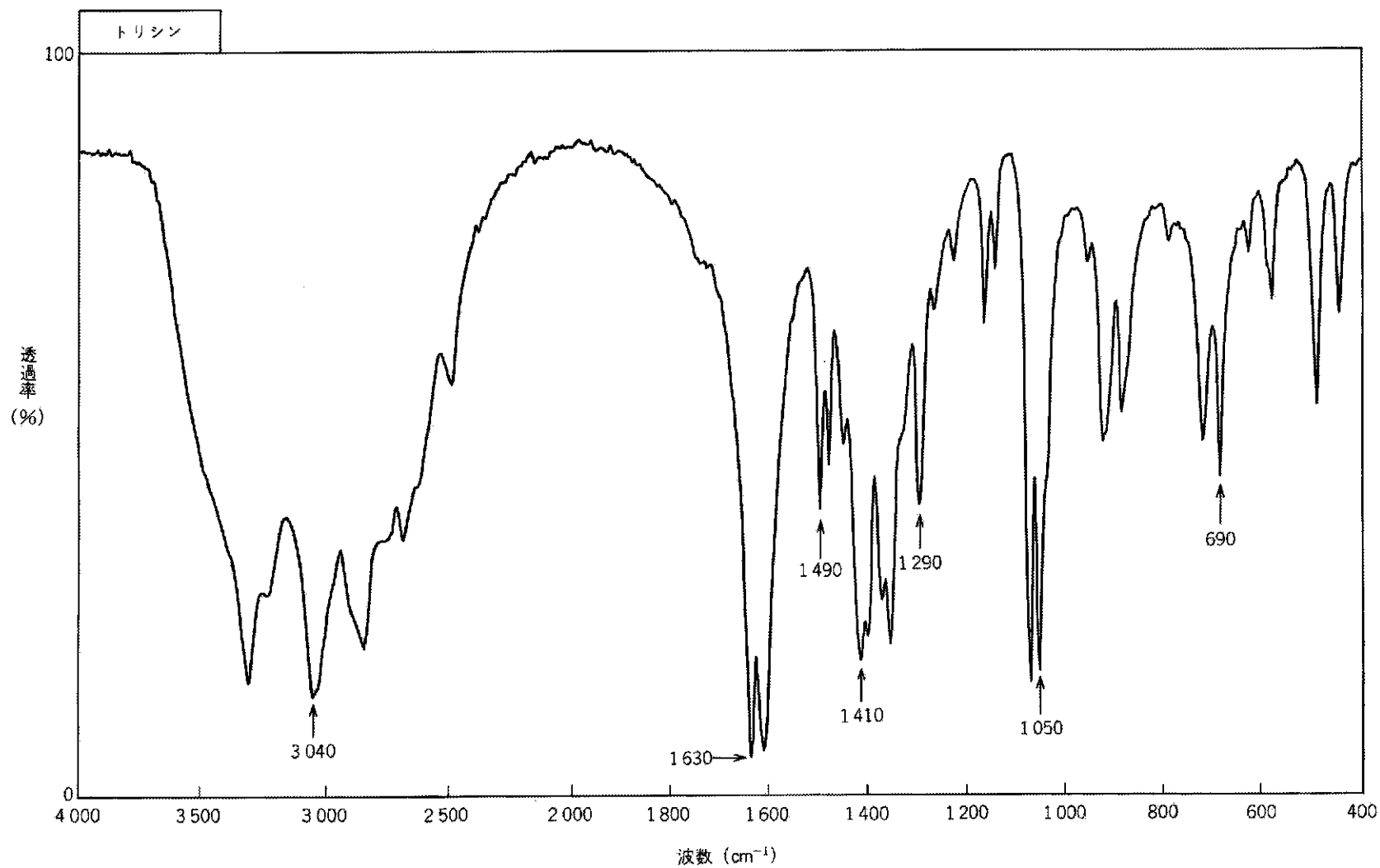
$\Delta\text{pKa}/^\circ\text{C}$ は、 -0.021 である⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 引用文献：Norman E. Good, G. Douglas Winget, Wilhelmina Winter, Thomas N. Connolly, Seikichi Izawa, Raizada M. M. Singh Biochemistry 5, 467 (1966)

(2) **定性方法** 試料の赤外吸収スペクトルを JIS K 8008 の 4.1.17（赤外分光光度法による試験法）によって測定すると、波数 $3\,040\text{cm}^{-1}$, $1\,630\text{cm}^{-1}$, $1\,490\text{cm}^{-1}$, $1\,410\text{cm}^{-1}$, $1\,290\text{cm}^{-1}$, $1\,050\text{cm}^{-1}$ 及び 690cm^{-1} 付近に主な吸収を認める。

この場合、試料調製は、JIS K 0117 の 6.2(1)（錠剤法）による。赤外吸収スペクトルの一例を図 1 に示す。

図1 赤外吸収スペクトルの一例



5. 品質 品質は、6.によって試験し、表 1 に適合しなければならない。

表 1 品質

項目	規格値	
	特級	1 級
純度	99.0%以上	99.0%以上
水溶状 (3+20)	澄明	ほとんど澄明以内
吸光度 (1mol/l)	250nm	0.25 以下
	260nm	0.50 以下
	320nm	0.15 以下
銅 (Cu)	0.10 以下	0.20 以下
マグネシウム (Mg)	5ppm 以下	0.001%以下
カルシウム (Ca)	5ppm 以下	
バリウム (Ba)	5ppm 以下	
亜鉛 (Zn)	5ppm 以下	
カドミウム (Cd)	5ppm 以下	
ほう素 (B)	5ppm 以下	
アルミニウム (Al)	5ppm 以下	
ゲルマニウム (Ge)	5ppm 以下	
鉛 (Pb)	5ppm 以下	0.001%以下
セレン (Se)	5ppm 以下	
クロム (Cr)	5ppm 以下	
マンガン (Mn)	5ppm 以下	
鉄 (Fe)	5ppm 以下	0.001%以下
コバルト (Co)	5ppm 以下	
ニッケル (Ni)	5ppm 以下	
蛍光物質 (硫酸キニーネ相当として)	10ppb 以下	
エンドトキシン	3EU/g 以下	
他の有機不純物 (HPLC, 210nm)	1.0%以下	

6. 試験方法 試験方法は、JIS K 8008 及び JIS K 8001 によるほかは、次のとおりとする。

6.1 水及び標準液

(1) 水 水は JIS K 8008 の 4. (試験方法) に規定のない場合は、JIS K 8008 の 3.2 (水) に規定する A3 又は A4 のいずれかを用いる。

(2) 標準液の調製

(a) 銅標準液 (0.1mgCu/ml), マグネシウム標準液 (0.1mgMg/ml), カルシウム標準液 (0.1mgCa/ml), バリウム標準液 (0.1mgBa/ml), 亜鉛標準液 (0.1mgZn/ml), カドミウム標準液 (0.1mgCd/ml), アルミニウム標準液 (0.1mgAl/ml), 鉛標準液 (0.1mgPb/ml), クロム標準液 (0.1mgCr/ml), マンガン標準液 (0.1mgMn/ml), 鉄標準液 (0.1mgFe/ml), コバルト標準液 (0.1mgCo/ml) 及びニッケル標準液 (0.1mgNi/ml) JIS K 8001 の 4.3(2) (原子吸光法, 蛍光光度法用) に規定するそれぞれの原液 10ml を全量ピペット 10ml を用い全量フラスコ 100ml にとり, 水を標線まで加えて振り混ぜる。

なお, JIS K 0010 に規定する銅標準液の Cu100, JIS K 0011 に規定する亜鉛標準液の Zn100, JIS K 0012 に規定するカドミウム標準液の Cd100, JIS K 0013 に規定するニッケル標準液の Ni100, JIS K 0014 に規定するコバルト標準液の Co100, JIS K 0015 に規定する鉛標準液の Pb100, JIS K 0016 に規定する鉄標準液の Fe100, JIS K 0024 に規定するクロム標準液の Cr100, JIS K 0027 に規定するマンガン標準液の Mn100 を用いてもよい。

- (b) **ほう素標準液 (0.1mgB/ml)** JIS K 8863 に規定するほう酸（特級）0.572g を全量フラスコ 1 000ml にはかりとり、水を標線まで加えて振り混ぜる。
- (c) **ゲルマニウム標準液 (0.1mgGe/ml)** 酸化ゲルマニウム（純度が 99.9%以上のもの。）0.144g をポリエチレン製三角フラスコ 50ml にはかりとり、JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 1g 及び水 20ml を加えて振り混ぜながら必要ならば温めて溶かし、常温になるまで冷却した後、全量フラスコ 1 000ml に入れ、さらに、三角フラスコに残った液を水で洗い入れた後、水を標線まで加えて振り混ぜる。
- (d) **セレン標準液 (0.1mgSe/ml)** JIS K 8598 に規定するセレン（特級）0.100g をガラス製三角フラスコ 50ml にはかりとり、JIS K 8001 の 4.1（希釈溶液）に準じて調整した硝酸（1+1）20ml を加えて振り混ぜながら加熱して溶かし、煮沸して窒素酸化物を追い出し、常温まで冷却した後、全量フラスコ 1 000ml に入れ、さらに、三角フラスコに残った液を水で洗い入れた後、水を標線まで加えて振り混ぜる。

6.2 特級 特級の試験は、次による。

(1) **純度** 純度の試験は、JIS K 0113 の 5.（電位差滴定方法）によって行う。

(1.1) **操作** 操作は、次のとおりとする。

- (a) 試料 0.3g を 0.1mg のけたまではかりとり、ビーカー 100ml に入れ、JIS K 8264 に規定するぎ酸（98%）3ml を加えて溶かし、JIS K 8355 に規定する酢酸 50ml を加える。
- (b) この溶液を JIS K 8001 の 4.5（滴定用溶液）(6) [0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）] に規定する 0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）で滴定を行う。別に同一条件で空試験を行い、それぞれの滴定量から次の式によって純度を算出する。

計算式

$$A = \frac{K \times (V_1 - V_2) \times f}{W} \times 100$$

ここに、 A : トリシンの純度 (%)

W : 試料の量 (g)

K : 0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）のトリシン相当量
[0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）1ml は、 $C_6H_{13}NO_5$ 0.017 917g に相当する。]

V_1 : 0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）の滴定量(ml)

V_2 : 空試験における 0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）の滴定量 (ml)

f : 0.1mol/l 過塩素酸（酢酸溶媒）のファクター

(2) **水溶状** 水溶状の試験は、JIS K 8001 の 5.2（溶状）によって行う。

(2.1) **操作** 操作は、次のとおりとする。

- (a) 試料 3g をはかりとり、水 20ml を加える。

(3) **吸光度 (1mol/l)** 吸光度の試験は、JIS K 8008 の 4.1.4（吸光光度法による試験法）によって行う。

(3.1) **操作** 操作は、次のとおりとする。

- (a) 試料 4.48g を全量フラスコ 25ml にはかりとり、水を標線まで加えて振り混ぜ、これを試料溶液とする。
- (b) 試料溶液を、次の装置操作条件で吸光度の試験を行う。

装置操作条件

波長 : 250nm, 260nm, 320nm

光源 : 重水素ランプ

吸収セル : 光路長 10mm, 石英ガラス製

(4) 銅 (Cu) 銅 (Cu) の試験は、次のとおり行う。

(4.1) 試料側溶液の調製 試料 50.0g を全量フラスコ 200ml にはかりとり、水を標線まで加えて振り混ぜる。これを S 液とする。

S 液 40ml (試料の量 10.0g) を全量フラスコ 100ml (A) に全量ピペット 40ml を用いてとり、さらに、JIS K 8001 の 4.1 に準じて調製した塩酸 (1+1) 3ml を加えて振り混ぜた後、水を標線まで加えて振り混ぜる。

(4.2) 標準側溶液の調製 S 液 40ml (試料の量 10.0g) を 3 個の全量フラスコ 100ml (B, C 及び D) に全量ピペット 40ml を用いてとり、さらに、銅標準液 (0.1mgCu/ml), マグネシウム標準液 (0.1mgMg/ml), カルシウム標準液 (0.1mgCa/ml), バリウム標準液 (0.1mgBa/ml), 亜鉛標準液 (0.1mgZn/ml), カドミウム標準液 (0.1mgCd/ml), ほう素標準液 (0.1mgB/ml), アルミニウム標準液 (0.1mgAl/ml), ゲルマニウム標準液 (0.1mgGe/ml), 鉛標準液 (0.1mgPb/ml), セレン標準液 (0.1mgSe/ml), クロム標準液 (0.1mgCr/ml), マンガン標準液 (0.1mgMn/ml), 鉄標準液 (0.1mgFe/ml), コバルト標準液 (0.1mgCo/ml), ニッケル標準液 (0.1mgNi/ml) をメスピペットを用いて 0.25ml を全量フラスコ B に、全量ピペット 0.5ml を用いて全量フラスコ C に、全量ピペット 1ml を用いて全量フラスコ D にそれぞれとり、さらに、JIS K 8001 の 4.1 に準じて調製した塩酸 (1+1) 3ml を加えて振り混ぜた後、水を標線まで加えて振り混ぜる。

なお、この試料側溶液、標準側溶液は、(5)～(19)の試験にも用いる。

(4.3) 操作 操作は、(4.1) (試料側溶液)、(4.2) (標準側溶液) を用い、JIS K 8008 の 4.1.8 [誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 分析法) による試験法] の(3) (操作) に従い、JIS K 0116 の 9.2.1(3) (標準添加法) による。この場合、測定波長は、324.7nm とする。

なお、この操作は、(5)～(19)の試験にも適用する。ただし、測定波長は、それぞれの試験方法で規定したものとする。

(5) マグネシウム (Mg) マグネシウム (Mg) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、279.6nm とする。

(6) カルシウム (Ca) カルシウム (Ca) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、393.4nm とする。

(7) バリウム (Ba) バリウム (Ba) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、233.5nm とする。

(8) 亜鉛 (Zn) 亜鉛 (Zn) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、202.6nm とする。

(9) カドミウム (Cd) カドミウム (Cd) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、226.5nm とする。

(10) ほう素 (B) ほう素 (B) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、209.0nm とする。

(11) アルミニウム (Al) アルミニウム (Al) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、396.2nm とする。

(12) ゲルマニウム (Ge) ゲルマニウム (Ge) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、265.2nm とする。

(13) 鉛 (Pb) 鉛 (Pb) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、220.4nm とする。

(14) セレン (Se) セレン (Se) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、196.0nm とする。

(15) クロム (Cr) クロム (Cr) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、267.7nm とする。

(16) マンガン (Mn) マンガン (Mn) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、257.6nm とする。

(17) 鉄 (Fe) 鉄 (Fe) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、259.9nm とする。

(18) コバルト (Co) コバルト (Co) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、237.9nm とする。

(19) ニッケル (Ni) ニッケル (Ni) の試験は、(4)による。この場合、測定波長は、221.6nm とする。

(20) 蛍光物質（硫酸キニーネ相当として） 試験は、JIS K 8008 の 4.1.13（蛍光光度法による試験法）によるほかは、次のとおり行う。

(20.1) 標準液及び試薬溶液の調製

(20.1.1) 硫酸キニーネ標準液 (10ppb)

- (a) 硫酸キニーネ 50.0mg を全量フラスコ 500ml にはかりとり、硫酸 (0.05mol/l) 100ml を加えて、振り混ぜて溶かす。
- (b) 標線まで硫酸 (0.05mol/l) を加えて、振り混ぜる。
- (c) その 2.5ml を全量フラスコ 250ml に入れ、標線まで硫酸 (0.05mol/l) を加えて、振り混ぜる。
- (d) その 2.5ml を全量フラスコ 250ml に入れ、標線まで硫酸 (0.05mol/l) を加えて、振り混ぜる。

(20.1.2) 硫酸 (50mmol/l) 水 1l に JIS K 8951 に規定する硫酸 3ml を加えて、振り混ぜる。

(20.2) 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次のとおりとする。

試料 17.92g を全量フラスコ 200ml にはかりとり、水を加えて溶かした後、標線まで水を加えて、振り混ぜる。

(20.3) 操作 操作は、次のとおり行う。

- (a) 分光蛍光光度計の励起光側波長を 352nm、スリット幅を 5nm、蛍光側波長を 456nm、スリット幅を 5nm に設定する。
- (b) 光源シャッターを閉じてゼロ合わせを行う。
- (c) 蛍光セルに硫酸キニーネ標準液を入れ、分光蛍光光度計にセットする。
- (d) 光源シャッターを開き、蛍光強度の最大値が 100%になるように調節する。
- (e) 試料溶液を蛍光セルに入れ、分光蛍光光度計にセットする。
- (f) 励起光側波長だけを 253nm に設定する。
- (g) 蛍光スペクトルを測定する。

(20.4) 判定 蛍光スペクトルのピークのうち、散乱光、ラマン光などのピークを除いた残りのピークの最大蛍光強度がフルスケール値 100 より大きくない。

(21) エンドトキシン エンドトキシンの試験は、JIS K 8008 の 4.3.1（ゲル化法）、4.3.2（比濁時間分析法）又は 4.3.3（発色合成基質法）のいずれかによる。

(21.1) ゲル化法による試験 ゲル化法による試験方法は、JIS K 8008 の 4.3.1 によるほかは、次のとおりとする。

(21.1.1) 試薬、溶液、緩衝液及び標準液 試薬、溶液、緩衝液及び標準液は、JIS K 8008 の 4.3.1(2)（試薬、溶液及び緩衝液）及び(3)（標準物質及び標準液）によるほかは、次のとおりとする。

- (a) 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、JIS K 8008 の 4.3.1(5)（試料溶液の調製）(a)（固体試料）による。この場合、試料 0.50g を全量フラスコ 50ml にはかりとる。
- (b) 標準液の調製 規格値に相当する標準液の調製は、JIS K 8008 の 4.3.1(3)(d)（エンドトキシン標準液）の表 5 の I 標準液の調製法による。

(21.1.2) 本試験 本試験は、JIS K 8008 の 4.3.1(6)（本試験）による。

(21.1.3) 予備試験 予備試験は、それぞれ JIS K 8008 の 4.3.1(7.1)（試験精度及び LAL 力価の確認試験）、(7.2) [(1→3) -β-D-グルカン含有の有無に関する確認試験] 及び(7.3)（阻害又は促進作用の確認試験）による。

備考 JIS K 8008 の 4.3.1(7.3)による試験において阻害又は促進作用を認めた場合には、最大有効希釈

(MVD) を超えない範囲で試料溶液を希釈して本試験及び予備試験を行う。

なお、試料溶液を希釈した場合には、(21.1.1)(b)によって調製した I 標準液も同じ倍率で希釈して用いる。

(21.2) 比濁時間分析法による試験 比濁時間分析法による試験は、JIS K 8008 の 4.3.2 によるほかは、次のとおりとする。

(21.2.1) 試薬、溶液、緩衝液及び標準液 試薬、溶液、緩衝液及び標準液は、JIS K 8008 の 4.3.1(2)及び(3)によるほかは、次のとおりとする。

(a) **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、(21.1.1)(a)による。

(b) **標準液の調製** 標準液の調製は、JIS K 8008 の 4.3.1(3)(d)の表 5 の G, H, I 及び J 標準液の調製法による。

(21.2.2) 本試験 本試験は、JIS K 8008 の 4.3.2(4) (本試験) による。

(21.2.3) 予備試験 予備試験は、JIS K 8008 の 4.3.2(5.1) (試験精度の確認試験)、(5.2) [(1→3) -β-D-グルカン含有の有無に関する確認試験] 及び(5.3) (阻害又は促進作用の確認試験) による。

備考 JIS K 8008 の 4.3.2(5.3)による試験において阻害又は促進作用を認めた場合には、最大有効希釈 (MVD) を超えない範囲で試料溶液を希釈して本試験及び予備試験を行う。

なお、試料溶液を希釈した場合には、(21.2.1)(b)によって調製した G, H, I 及び J 標準液を同じ倍率で希釈する。

(21.3) 発色合成基質法による試験 発色合成基質法による試験は、JIS K 8008 の 4.3.3 によるほかは、次のとおりとする。

(21.3.1) 試薬、溶液、緩衝液及び標準液 試薬、溶液、緩衝液及び標準液は、JIS K 8008 の 4.3.1(2)及び(3)によるほかは、次のとおりとする。

(a) **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、(21.1.1)(a)による。

(b) **標準液の調製** 規格値に相当する標準液の調製は、(21.2.1)(b)による。

(c) **反応停止液** 反応停止液は、JIS K 8008 の 4.3.3 の(1)(f) (反応停止液) による。この場合、酢酸の濃度は、酢酸 48g/l とする。

(21.3.2) 本試験 本試験は、JIS K 8008 の 4.3.3(4) (本試験) による。この場合、37±0.5℃の恒温槽中で 30 分間放置した後、反応停止液をそれぞれ 0.4ml ずつ加える。

(21.3.3) 予備試験 予備試験は、JIS K 8008 の 4.3.3(5.1) (試験精度の確認試験)、(5.2) [(1→3) -β-D-グルカン含有の有無に関する確認試験] 及び(5.3) (阻害又は促進作用の確認試験) による。

なお、反応停止液の濃度は (21.3.1)(c)、恒温槽中での放置時間及び反応停止液の添加量は(21.3.2)による。

備考 JIS K 8008 の 4.3.3(5.3)による試験において阻害又は促進作用を認めた場合には、最大有効希釈 (MVD) を超えない範囲で試料溶液を希釈して本試験及び予備試験を行う。

なお、試料溶液を希釈した場合には、(21.3.1)(b)によって調製した G, H, I 及び J 標準液を同じ倍率で希釈する。

(22) 他の有機不純物 (HPLC, 210nm) 他の有機不純物の試験は、JIS K 8008 の 4.1.11 (高速液体クロマトグラフ法による試験法) によるほか、次のとおりとする。

(22.1) 分析成分 分析成分は、次のとおりとする。

(a) **分析成分** 他の有機不純物

(22.2) 装置及び器具

(a) 検出器 紫外吸光検出器 210nm

(b) カラム充てん剤 多孔性シリカゲル ($-\text{NH}_2$) 球状粒径 5 μm

参考 多孔性シリカゲル ($-\text{NH}_2$) には、カセイソルブ LCNH_2-60-5 、コスモシール 5NH_2 及びワコーシール 5NH_2 などがある。

(c) カラム用管 内径 3~6mm, 長さ 15~30cm

(d) マイクロシリンジ 10~25 μl のもの

(22.3) 分析条件 分析条件は装置によって異なるので、各装置について最適条件を設定しなければならない。次に一例を示す。

(a) カラム充てん剤 カセイソルブ LCNH_2-60-5

(b) カラム用管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス鋼管

(c) カラム槽温度 常温

(d) 溶離液 テトラ *n*-ブチルアンモニウムりん酸塩溶液 (0.5mol/l)⁽²⁾ 2.5g に水 80ml 及びアセトニトリル⁽³⁾ 120ml を加え、JIS K 8001 の 4.1 に規定するりん酸 (1+1) で pH を約 3.0 に調整したもの。

注⁽²⁾ イオンペーククロマトグラフィー用として 0.5mol/l 溶液が市販されている。

⁽³⁾ 吸収セル 10mm を用い、波長 210nm における吸光度を、水を対照液として測定するとき、吸光度 0.20 以下のものを用いる。

(e) 流量 1.0ml/min⁽⁴⁾

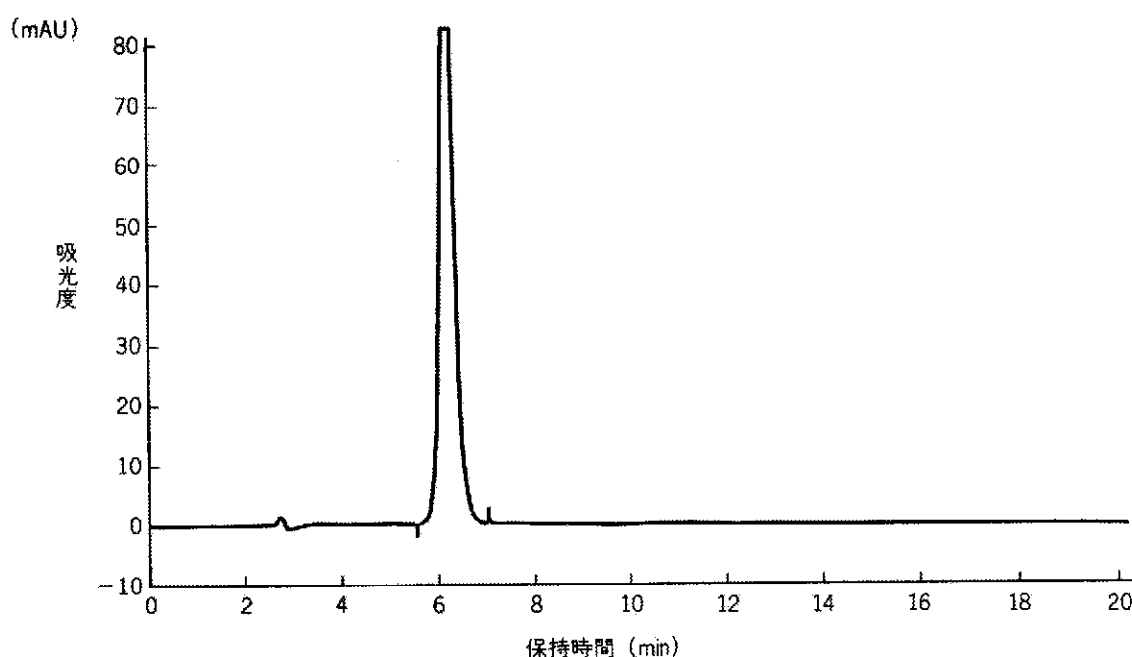
注⁽⁴⁾ トリシンの保持時間が約 6 分になるよう調整する。

(f) 試料の量及び試料導入方法 試料 0.20g を三角フラスコ 20ml にはかりとり、水 10ml を加えて溶かす。この溶液 10 μl をマイクロシリンジを用いて注入する。

(g) 面積測定範囲 溶媒のピークの後からトリシンの保持時間の約 2 倍の範囲。

(22.4) クロマトグラムの一例 (22.3) に示した分析条件によるクロマトグラムの一例を図 2 に示す。

図 2 トリシンの他の有機不純物測定のためのクロマトグラムの一例



(22.5) 定量法 ピーク面積の測定方法は、JIS K 0124 の 8.7 (データ処理装置を用いる方法) のデータ処理

装置を用い、トリシン以外のピーク面積の合計を、面積百分率法によって算出する。

6.3 1 級 1 級の試験は、次による。

- (1) **純度** 純度の試験は、6.2(1)による。
- (2) **水溶状** 水溶状の試験は、6.2(2)による。
- (3) **吸光度 (1mol/l)** 吸光度の試験は、6.2(3)による。
- (4) **銅 (Cu)** 銅 (Cu) の試験は、JIS K 8008 の 4.1.8 の(3)に従い JIS K 0116 の 9.2.1(3)、又は JIS K 8008 の 4.1.7 (フレイム原子吸光法による試験法) に従い JIS K 0121 の 7.1(2) (標準添加法)、のいずれかによる。

(4.1) 誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 発光分析法) による試験法による場合

- (a) **試料側溶液の調製** 試料 50.0g を全量フラスコ 200ml にはかりとり、水を標線まで加えて振り混ぜ、これを S 液とする。

S 液 40ml (試料の量 10.0g) を全量フラスコ 100ml (A) に全量ピペット 40ml を用いてとり、さらに、JIS K 8001 の 4.1 に準じて調製した塩酸 (1+1) 3ml ずつを加えて振り混ぜた後水を標線まで加えて振り混ぜる。

- (b) **標準側溶液の調製** S 液 40ml (試料の量 10.0g) を 3 個の全量フラスコ 100ml (B, C 及び D) に全量ピペット 40ml を用いてとり、さらに、銅標準液 (0.1mgCu/ml)、鉛標準液 (0.1mgPb/ml)、鉄標準液 (0.1mgFe/ml) をそれぞれ全量ピペット 5ml を用いて全量フラスコ B にとり、全量ピペット 10ml を用いて全量フラスコ C にとり、全量ピペット 15ml を用いて全量フラスコ D にとり、さらに、JIS K 8001 の 4.1 に準じて調製した塩酸 (1+1) 3ml ずつを加えて振り混ぜた後水を標線まで加えて振り混ぜる。

なお、銅標準液 (0.01mgCu/ml) は JIS K 0010 に規定する銅標準液 Cu10 を、鉛標準液 (0.01mgPb/ml) は JIS K 0015 に規定する鉛標準液の Pb10 を、鉄標準液 (0.01mgFe/ml) は JIS K 0016 に規定する鉄標準液の Fe10 を、それぞれ用いてもよい。

また、この試料側溶液、標準側溶液は、(5.1)及び(6.1)の試験にも用いる。

- (c) **操作** 操作は、6.3.4(1)(a) (試料側溶液)、(b) (標準側溶液) を用い、JIS K 8008 の 4.1.8 の(3)に従い、JIS K 0116 の 9.2.1(3) (標準添加法) による。この場合、測定波長は、324.7nm とする。

なお、この操作は(5.1)及び(6.1)の試験にも適用する。ただし、測定波長は、それぞれの試験方法に規定したものとする。

(4.2) フレイム原子吸光法による試験法による場合

- (a) **試料側溶液の調製** 試料 50.0g を全量フラスコ 200ml にはかりとり、水を標線まで加えて振り混ぜ、これを T 液とする。

T 液 40ml (試料の量 10.0g) をビーカー100ml (A) に全量ピペット 40ml を用いてとり、さらに、JIS K 8001 の 4.1 に準じて調製した塩酸 (1+1) 3ml ずつを加えて緩く振り混ぜる。

- (b) **標準側溶液の調製** T 液 40ml (試料の量 10.0g) を 3 個のビーカー100ml (B, C 及び D) に全量ピペット 40ml を用いてとり、さらに、銅標準液 (0.01mgCu/ml)、鉛標準液 (0.01mgPb/ml)、鉄標準液 (0.01mgFe/ml) を全量ピペット 5ml を用いてビーカーB に、全量ピペット 10ml を用いてビーカーC に、全量ピペット 15ml を用いてビーカーD にそれぞれとり、さらに、JIS K 8001 の 4.1 に準じて調製した塩酸 (1+1) 3ml ずつを加えて緩く振り混ぜる。

- (c) **測定溶液の調製** 試料側溶液、標準側溶液それぞれに JIS K 8001 の 4.2 (試薬溶液) に規定するくえん酸水素二アンモニウム溶液 (100g/l) 2ml ずつを加えた後 JIS K 8001 の 4.1 に規定するアンモニ

ア水 (2+3) で pH5.5 に調整し、水を加えて 100ml とした後、それぞれ別の分液漏斗 200ml に入れ、**JIS K 8001** の 4.2 に規定する NaDDTC 溶液 (10g/l) 5ml ずつを加え、さらに、全量ピペット 20ml を用いて **JIS K 8377** に規定する酢酸ブチル 20ml ずつを加えて、激しく振り混ぜ、二層に分離するまで放置した後、酢酸ブチル層を取り出し、測定用試料とする。

なお、この測定用試料は、(5.2)及び(6.2)の試験にも用いる。

また、試料側の溶液の水層は保存し、これを U 液とする。

- (d) **空試験溶液の調製** U 液を分液漏斗 200ml に入れ、全量ピペット 20ml を用い、**JIS K 8377** に規定する酢酸ブチル 20ml を加え、1 分間激しく振り混ぜ、二層に分離するまで放置する。酢酸ブチル層を捨て、再び水層に **JIS K 8377** に規定する酢酸ブチル 20ml を加え、1 分間激しく振り混ぜ、二層に分離するまで放置した後、水層を取り出し、これを W 液とする。

測定溶液の調製に用いた量の **JIS K 8001** の 4.1 に規定するアンモニア水 (2+3) を沸騰水浴上で蒸発乾固した後、W 液を加えて溶かし、分液漏斗 200ml に入れ、**JIS K 8001** の 4.2 に規定する NaDDTC 溶液 (10g/l) 5ml ずつを加え、さらに、全量ピペット 20ml を用いて **JIS K 8377** に規定する酢酸ブチル 20ml を加えて激しく振り混ぜ、二層に分離するまで放置した後酢酸ブチル層を取り出し、これを空試験用試料とする。

なお、この空試験用試料は、(5.2)及び(6.2)の試験にも用いる。

- (e) **操作** 操作は、**JIS K 8008** の 4.1.7 に従う。定量は、**JIS K 0121** の 7.1(2)による。この場合、測定用試料及び空試験用試料の波長は、324.7nm とする。

なお、この操作は、(5.2)及び(6.2)の試験にも適用する。ただし、測定波長は、それぞれの試験方法に規定したものとする。

(5) 鉛 (Pb)

- (5.1) 誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 発光分析法) による試験法による場合は、(4.1)による。

この場合、測定波長は、220.4nm とする。

- (5.2) フレーム原子吸光法による試験法による場合は、(4.2)による。この場合、測定波長は、283.3nm とする。

(6) 鉄 (Fe)

- (6.1) 誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP 発光分析法) による試験法による場合は、(4.1)による。

この場合、測定波長は、259.9nm とする。

- (6.2) フレーム原子吸光法による試験法による場合は、(4.2)による。

この場合、測定波長は、248.3nm とする。

7. 容器 容器は、気密容器とする。

8. 表示 表示は、容器に次のことを表示又は添付する。

- (1) **名称** トリシン [N- [トリス (ヒドロキシメチル) メチル] グリシン] (試薬)
- (2) **化学式及び式量**
- (3) **品質** (特級は純度及びエンドトキシン, 1 級は純度)
- (4) **内容量**
- (5) **製造番号**
- (6) **製造年月又は有効期限**

(7) 製造業者名又は販売業者名

関連規格 第十二改正日本薬局方

付表 1 引用規格

JIS K 0010	銅標準液
JIS K 0011	亜鉛標準液
JIS K 0012	カドミウム標準液
JIS K 0013	ニッケル標準液
JIK K 0014	コバルト標準液
JIS K 0015	鉛標準液
JIS K 0016	鉄標準液
JIS K 0024	クロム標準液
JIS K 0027	マンガン標準液
JIS K 0113	電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
JIS K 0116	発光分光分析方法通則
JIS K 0117	赤外分光分析方法通則
JIS K 0121	原子吸光分析通則
JIS K 0124	高速液体クロマトグラフ分析のための通則
JIS K 8001	試薬試験方法通則
JIS K 8008	生化学試薬通則
JIS K 8264	ギ酸（試薬）
JIS K 8355	酢酸（試薬）
JIS K 8377	酢酸ブチル（試薬）（酢酸－ <i>n</i> －ブチル）
JIS K 8576	水酸化ナトリウム（試薬）
JIS K 8598	セレン（試薬）
JIS K 8863	ほう酸（試薬）
JIS K 8951	硫酸（試薬）

JIS K 9806 原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	奥山典生	東京都立大学
	桑克彦	筑波大学医療短期大学
	梅田誠	横浜市立大学木原生物学研究所
	細川幹夫	通商産業省基礎産業局
	地崎修	工業技術院標準部
	田中秀興	工業技術院微生物工業技術研究所
	中西洋志	工業技術院化学技術研究所
	喜多川忍	通商産業省通商産業検査所
	寺尾允男	国立衛生試験所
	佐々木堯	農林水産省食品総合研究所
	大野忠夫	理化学研究所
	野原和夫	財団法人化学品検査協会
	三木敬三郎	東燃株式会社
	角田勝	三菱化成株式会社
	坂本徹	味の素株式会社
	河崎忠好	ファルマシア・バイオシステムズ株式会社
	堀尾武一	オリエンタル酵母工業株式会社
	藤島鉄郎	ヤマサ醤油株式会社
	竹内幸夫	和光純薬工業株式会社
	木幡守	協和発酵工業株式会社
(事務局)	古寺武利	バイオインダストリー協会

分科会 構成表

	氏名	所属
(分科会長)	竹内幸夫	和光純薬工業株式会社
(A-WG 主査)	井上肇	ナカライテスク株式会社
(B-WG 主査)	川崎浩之進	国立衛生試験所大阪支所
	斉藤幹彦	株式会社同仁化学研究所
	高野真美子	東京化成工業株式会社
	桑原樹義	生化学工業株式会社
	鈴木喜久次	第一化学薬品株式会社
(事務局)	古寺武利	バイオインダストリー協会