

図2 RT 2.0分のピークのマスペクトル(Dodecamethylcyclohexasiloxane: D6)

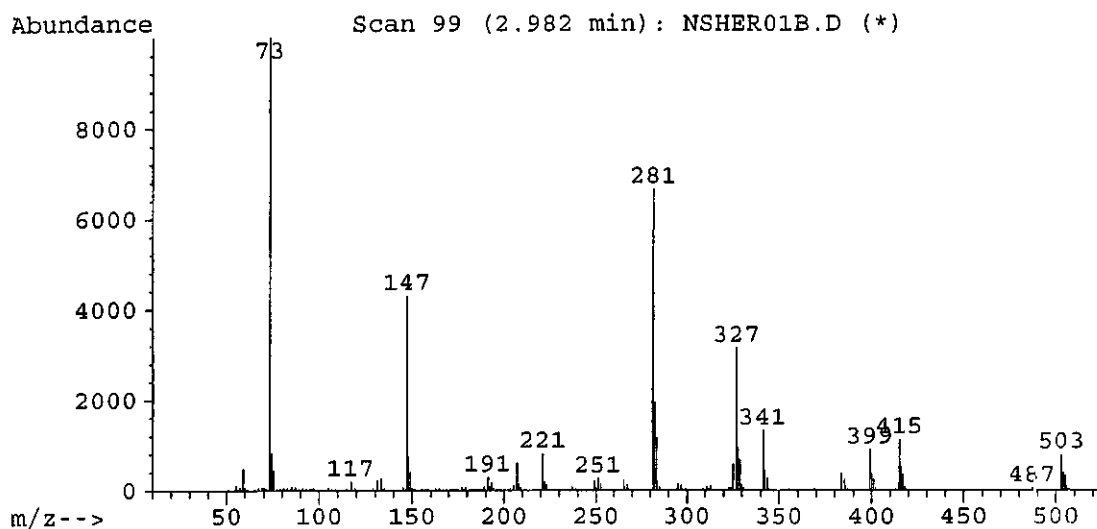


図3 RT 3.0分のピークのマスペクトル(Tetradecamethylcycloheptasiloxane: D7)

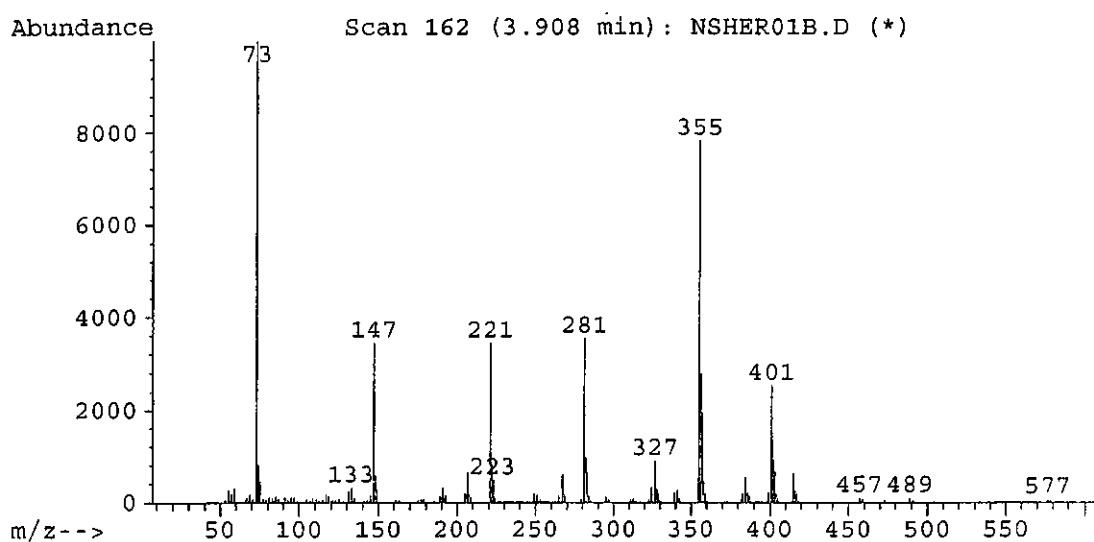


図4 RT 3.9分のピークのマスペクトル(Hexadecamethylcyclooctasiloxane: D8)

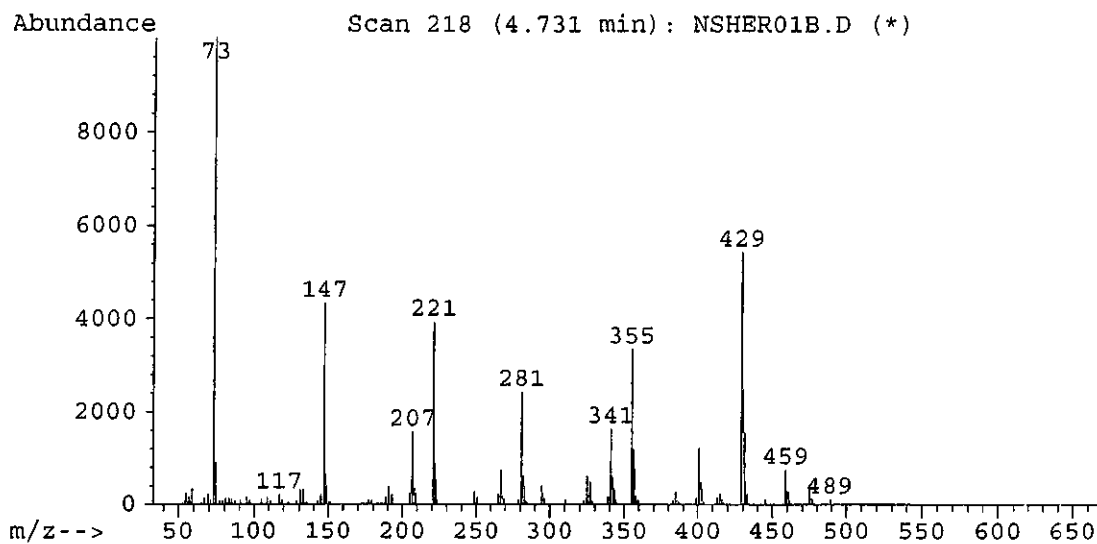


図5 RT 4.7分のピークのマスペクトル(Octadecamethylcyclononasiloxane: D9)

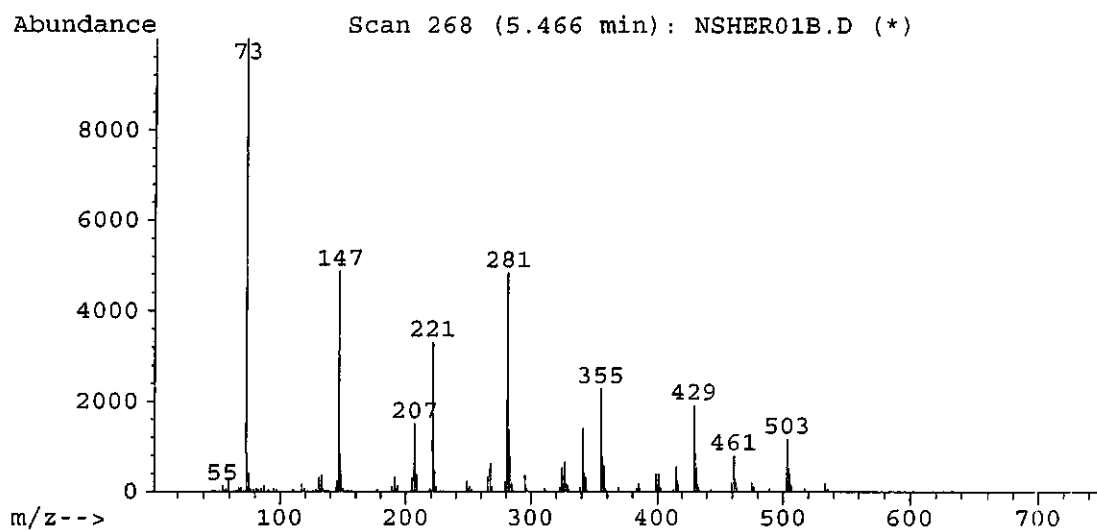


図6 RT 5.5分のピークのマスペクトル(Eicosamethylcyclodecasiloxane: D10)

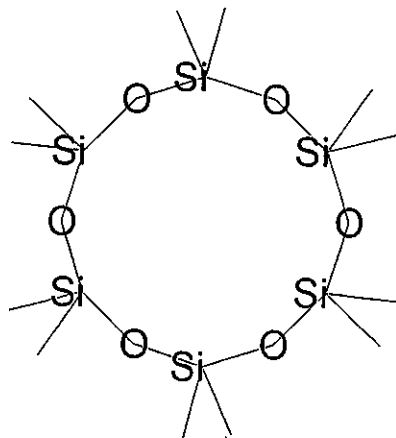


図7 Dodecamethylcyclohexasiloxane (D6)の化学構造式

表1 試料一覧

試料	用途	試料	用途	
乳首	1	ほ乳器	パッキング 1	密封容器
	2	ほ乳器	2	ピッチャー
	3	ほ乳器	3	しょうゆ入れ
	4	ほ乳器	4	密封容器
	5	ほ乳器	5	弁当箱
	6	おしゃぶり	6	密封容器
	7	おしゃぶり	7	密封容器
ヘラ	1	ヘラ	8	密封容器
	2	ヘラ	9	密封容器
	3	ヘラ	10	コーヒーメーカー、魔法瓶（耐熱）
			11	電子ジャー炊飯器
			12	食品工場・配管（100℃以下）
			13	密封容器

表2 シリコーンゴム製品中の環状ポリジメチルシロキサン含有量

試料	D6	D7	D8	D9	D10	D11	D12	D13	D14	D15	D16	D17	D18	D19	D20	D21	D22	D23	D24	D25	D26	D27	
乳首	1	nd	nd	nd	nd	90	200	310	530	750	970	970	920	790	670	520	410	300	210	140	50	nd	nd
	2	nd	nd	nd	nd	nd	120	260	510	760	990	1,050	1,020	890	740	600	440	320	230	150	100	nd	nd
	3	220	360	330	300	280	280	290	380	450	490	490	490	450	400	350	270	230	150	110	70	nd	nd
	4	140	210	190	190	190	180	170	220	240	250	260	240	210	180	150	120	100	60	40	40	30	20
	5	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	70	140	220	310	410	430	420	390	320	240	180	110	70	nd	nd
	6	nd	80	140	160	160	160	170	210	280	350	360	370	350	300	270	210	160	120	80	50	nd	nd
	7	nd	nd	nd	20	110	210	330	540	790	950	970	850	730	560	430	310	220	210	110	nd	nd	nd
パッキン材	1	nd	40	190	200	320	390	480	590	680	810	780	740	640	510	410	300	220	160	100	nd	nd	nd
	2	230	360	470	470	510	570	700	900	1,110	1,320	1,350	1,230	1,050	870	670	490	350	230	140	nd	nd	nd
	3	nd	190	400	500	510	720	960	1,140	1,320	1,520	1,450	1,300	1,020	890	680	500	340	220	nd	nd	nd	nd
	4	nd	nd	nd	nd	nd	60	150	320	480	610	630	580	500	390	290	200	140	90	nd	nd	nd	nd
	5	190	350	250	290	330	430	480	600	660	720	710	610	510	390	300	210	140	60	nd	nd	nd	nd
	6	180	350	170	240	300	510	530	690	800	980	910	830	670	520	380	270	180	70	nd	nd	nd	nd
	7	140	230	340	380	390	430	550	630	730	950	920	850	750	630	500	360	250	170	120	nd	nd	nd
	8	250	410	240	200	230	420	410	690	830	1,000	960	880	730	590	460	340	240	150	nd	nd	nd	nd
	9	160	240	110	tr	120	300	510	710	890	1,030	1,010	920	790	630	520	370	260	160	60	nd	nd	nd
	10	380	1,170	1,220	1,230	1,040	1,000	980	990	1,050	1,140	1,020	890	750	600	440	380	250	160	nd	nd	nd	nd
	11	200	80	50	160	290	420	560	730	880	1,070	1,040	970	870	690	530	410	280	190	120	nd	nd	nd
	12	90	110	220	200	200	220	250	330	440	550	610	630	590	520	400	370	260	150	100	60	nd	nd
	13	360	560	160	60	50	80	90	140	110	280	290	310	270	230	180	120	50	30	nd	nd	nd	nd
ヘラ	1	270	340	330	210	200	230	290	410	460	500	490	440	370	300	230	170	120	80	30	nd	nd	nd
	2	170	310	320	280	260	260	270	320	350	370	350	320	270	220	180	130	110	80	50	nd	nd	nd
	3	190	430	460	330	290	310	360	460	470	500	470	410	330	270	200	150	120	80	30	nd	nd	nd

D6~D27の含有量はD6を基準として定量(単位: $\mu\text{g/g}$)
 nd < 20 $\mu\text{g/g}$

表3 環状ポリジメチルシロキサン(合計)及び添加剤の残存量

試料		環状ポリジメチルシロキサン($\mu\text{g/g}$)				BHT	DBP	DEHP
		A	B	C	合計	($\mu\text{g/g}$)	($\mu\text{g/g}$)	($\mu\text{g/g}$)
乳首	1	nd	nd	7,830	7,830	nd	nd	nd
	2	nd	nd	8,180	8,180	nd	nd	nd
	3	1,630	nd	4,760	6,390	nd	nd	nd
	4	640	550	2,250	3,440	nd	nd	nd
	5	nd	nd	3,310	3,310	nd	nd	nd
	6	nd	790	3,200	3,990	nd	nd	nd
	7	nd	nd	7,340	7,340	nd	nd	nd
パッキング	1	nd	nd	7,560	7,560	nd	nd	nd
	2	nd	2,330	10,700	13,030	nd	nd	nd
	3	nd	nd	13,670	13,670	nd	60	5,830
	4	nd	nd	4,440	4,440	nd	nd	nd
	5	940	1,150	5,150	7,240	480	60	nd
	6	620	1,400	6,570	8,590	200	80	nd
	7	nd	1,700	7,630	9,330	120	60	nd
	8	1,000	nd	8,030	9,030	220	80	nd
	9	510	nd	8,280	8,790	120	60	140
	10	nd	5,540	9,150	14,690	220	nd	nd
	11	310	nd	9,240	9,550	100	60	nd
	12	nd	930	5,370	6,300	100	60	nd
	13	1,110	nd	2,260	3,370	180	80	440
ヘラ	1	1,470	nd	4,010	5,480	120	nd	360
	2	1,470	nd	3,150	4,620	80	nd	60
	3	1,560	nd	4,310	5,870	80	nd	nd

nd < 50 $\mu\text{g/g}$

表4 シリコーンゴム中の残存化学物質の *n*-ヘプタンによる溶出

試料		溶出条件		溶出量($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)			
				環状シロキサン	BHT	DBP	DEHP
乳首 3	20%EtOH	60°C	30min	nd	nd	nd	nd
	<i>n</i> -heptane	25°C	60min	410	nd	nd	nd
乳首 5	20%EtOH	60°C	30min	nd	nd	nd	nd
	<i>n</i> -heptane	25°C	60min	330	nd	nd	nd
パッキング 3	20%EtOH	60°C	30min	nd	nd	nd	nd
	<i>n</i> -heptane	25°C	60min	560	nd	nd	60
パッキング 10	20%EtOH	60°C	30min	nd	nd	nd	nd
	<i>n</i> -heptane	25°C	60min	850	nd	nd	nd

nd < $5\mu\text{g}/\text{cm}^2$

平成10年度 厚生科学研究報告書

● 既存添加物の規格化に関する調査研究

●

日本食品添加物協会

小見 邦雄

研究報告書

既存添加物の規格化に関する調査研究

—規格策定のための含量・定量法及び確認試験法等に関する調査研究と解析—

研究者 小見 邦雄

所属 日本食品添加物協会

役職 常務理事

[研究要旨]

今般、第7版食品添加物公定書においては、H.7年の食品衛生法及び栄養改善法の一部改正を受け、既存添加物(いわゆる天然添加物)について60品目及び3製剤について成分規格が収載される予定である。

これらは主としてFAO/WHO食品添加物専門家委員会(JECFA)で規格を設定している品目を中心に検討され、作業が行われたものである。

一方、これまで、日本食品添加物協会としては、行政並びに学識経験者のご指導の下に、いわゆる天然添加物関し成分規格を検討し、その都度、当協会の「自主規格」として、添加物製造業者へその遵守を徹底してきている。

しかしながら、既存添加物の中には未だ規格未設定のものが多く、安全性データの整備と同時に、成分規格の策定が急務とされている。

また、現在規格未設定の品目は、その大半が国際規格も設定されていない品目であり、新たに成分規格を設定するためには、成分の同定・確認並びに試験法の開発検討等が必要とされる。従って、これらの既存添加物について、成分規格設定のため主成分の同定、確認を進めると共に試験法の開発検討が必要とされる。

従って、既存添加物に関し、これらの調査研究を進め成分規格設定に役立てるため本調査研究を実施する。

研究結果の概要

1. 緒言

既存添加物の成分規格を検討するに当たっては、第7版食品添加物公定書に収載される既存添加物の成分規格設定に至るまでの検討方法や考え方が、今後、新規に成分規格を策定する場合の手本となる。

従って、前年度に引き続いて、既存添加物に関し、製造する企業が自社の品質管理に定めている規格・試験法等の調査を行い、総合的にその規格内容の妥当性を評価・検討し、必要に応じ新しい試験法の開発検討を進め、適切な安全性を確保し得る成分規格の策定を行うことを目的に検討を行った。

既存添加物に関しては、これまでJECFA規格、EU規格、FCC(及びCFR)規格等が設定されている品目を中心に規格内容、妥当性等に関し調査・研究を進めてきたが、本年度はこれら規格設定の考え方、方法等を参考にしつつ、新規既存添加物に付いては主成分の確認、定量法の検討等も行い、妥当な成分規格設定の検討及びその試験法の妥当性に関

しても併せて調査した。

2. 成分規格検討品目

本年度は、以下の品目について、新規規格設定のための調査と検討及び現在の自主規格を見直し、改定のための調査研究を行った。

用途名	新規検討品目	自主規格見直し品目
甘味料	・N-アセチルグルコサミン ・オリゴ-N-アセチルグルコサミン	・カンゾウ抽出物 ・カンゾウ末 ・ α -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア ・ステビア抽出物 ・ステビア末
着色料	・アカダイコン色素	
増粘安定剤	・グルコサミン ・オリゴグルコサミン	・タラガム
酸化防止剤		・ローズマリー抽出物 ・カンゾウ油性抽出物
ガムベース	・ウルシロウ ・ホホバロウ ・モクロウ	
製造用剤	・ホコッシ抽出物 ・モウソウチク乾留物 ・モウソウチク乾留物製剤(2規格)	

3. 研究結果の概要

3-1. 甘味料

(1)甘味料に関しては、N-アセチルグルコサミン、オリゴ-N-アセチルグルコサミンの2品目に付いて、規格設定を目的に、調査研究を行った。今般、グルコサミン骨格を持つ4品目(N-アセチルグルコサミン、オリゴ-N-アセチルグルコサミン及びオリゴグルコサミン、グルコサミン)について、確認方法並びに定量法に関し、総合的に検討を行った上で試験法を設定した。また、同試験法の妥当性に関しても確認することが出来た。

(2)また、自主規格の見直し品目に関しては、既存添加物名簿収載品目リスト等で定められた「基原・製法・本質」の内容との整合性を考慮すると共に、改めて、現行規格の内容を見直しその妥当性に付いて評価した。その概要は以下のとおりである。

・カンゾウ抽出物：「定義」について、「基原・製法・本質」の内容との整合性を図り、グリチルリチン酸含量の規定に関しては、カンゾウ精製物にあつては 50.0~80.0%(現行:50.0%以上)、カンゾウ粗製物にあつては 5.0~50.0%(現行:50.0%以下)に変更、併せて、改定規格案に対する各社製品の適合性を再確認した。

- ・カンゾウ末 : 同様に「定義」について、「基原・製法・本質」の内容との整合性を図り、純度試験に「鉛」($5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下)、「強熱残分」(7.0%以下)、「酸不溶性灰分」(2.0%以下)を追加し、規格内容の充実を図った。併せて、改定規格案に対する適合性も確認した。
- ・ α -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア : 純度試験(2)重金属を $20\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 $\rightarrow 10\mu\text{g}/\text{g}$ 以下に変更すると共に、改めて現行規格について定量法を含め評価検討を実施し、妥当性を確認した。
- ・ステビア抽出物 : 「定義」について、「基原・製法・本質」の内容との整合性を図ると共に、純度試験(1)重金属を $20\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 $\rightarrow 10\mu\text{g}/\text{g}$ 以下に変更した。改定規格案の妥当性に関しても確認した。
- ・ステビア末 : 純度試験に「鉛」($5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下)を追加、併せて、改定規格案に対する適合性も確認した。

3-2. 着色料

- ・アカダイコン色素 : 第7版食品添加物公定書(案)の天然着色料に準じて「自主規格案」を検討・策定し、その内容の妥当性を各社の市販品を用い評価し、自主規格案として策定した。

3-3. 増粘安定剤

- (1)オリゴグルコサミン、グルコサミン : 2品目について新規規格案を作成すると共に、試験法の再現性も確認した。
- (2)タラガム : 現行自主規格に記載されている規格内容について、JECFA規格との整合性を図るため、再評価し、改定規格案を策定した。併せて、試験法の再現性をも確認した。

3-4. 酸化防止剤

- (1)カンゾウ油性抽出物 : 「定義」に関し、「基原・製法・本質」の内容との整合性を図ると共に、規格内容の見直しを行い、その結果、確認試験(2)極大吸収波長が基原によりずれることが判明した。修正案として、現行規格:339~449nm を 335nm 付近又は343付近とするよう提案する。
- (5)ローズマリー抽出物 : 現行自主規格の内容のうち、a)「水に可溶でヘキサンに不溶なもの」、b)「エタノールに可溶で、水及びヘキサンに不溶なもの」の含量規定の設定について検討し、規格案策定すると共に妥当性に関して評価した。

3-5. ガムベース

- (1) 「ウルシロウ」、「ホホバロウ」、「モクロウ」の3品目について、第7版食品添加物公定書(案)の植物ワックスをの規格を参考とし、自主規格案を策定した。

(2) 確認試験に関しては赤外吸収スペクトルを採用すると共に、純度試験に関してはカルナウバロウと同じ項目の他、ヨウソ価についても規格設定した。

3-5. 製造用剤

(1) ホコッシ抽出物：主成分のバクチオールの確認、及び定量法の調査検討を行い、自主規格案を策定した。

(2) モウソウチク乾留物：主成分の同定を試みてはいるが、多成分のため判断がむづかしいため、衛生規格項目を中心に規格化の検討を行い、自主規格案を策定した。併せて、試験法の妥当性についても調査した。

併せて、使用実態を踏まえ、製剤(エタノール製剤)2種の規格化を検討し、製剤規格案を策定した。

これらの既存添加物に関しては、ほぼ主成分を確認すると共に、定量法の検討も行い、その試験法の妥当性についても評価検討した結果、妥当な試験法、並びに規格(案)と判断された。

しかし、これらの中には、目的とする効果を発揮するための主成分が不明のものもいくつかあり、これらに関しては更に研究を続行することとしている。

4. 考察

- (1) 今回、新規に自主規格案として提示しえた既存添加物は10品目(12規格)、現行自主規格改定品目が9品目ではあるが、ほぼ所期の目的は達成し得たと考えている。これらの成果は、今後、更に、行政、学識経験者並びに広く業界の関係者のご意見を仰いだ上で、近い将来、当協会の自主規格として活用して行きたいと考えている。
- (2) しかしながら、既存添加物の多くは天然物を基原としていることから、今回検討した既存添加物の中にも、収穫時期、産地等で主成分含量が大きく変動することが予想されるものも含まれている。従って、既存添加物の規格策定に当たっては、更に、これらの変動要因を十分調査しながら、一層の規格内容の充実を図って行く所存である。

以上

目 次

1. 新規自主規格作成検討品目

(1) 甘味料

1) N-アセチルグルコサミン…………… 1頁

2) オリゴ-N-アセチルグルコサミン…………… 5頁

(2) 着色料

アカダイコン色素…………… 11頁

(3) 増粘安定剤

1) オリゴグルコサミン…………… 33頁

2) グルコサミン…………… 38頁

(4) ガムベース

1) ウルシロウ…………… 43頁

2) ホホバロウ…………… 47頁

3) モクロウ…………… 51頁

(5) 製造用剤

1) ホコッシ抽出物…………… 55頁

2) モウソウチク乾留物…………… 67頁

3) モウソウチク乾留物製剤1…………… 74頁

4) モウソウチク乾留物製剤2…………… 80頁

2. 自主規格改定検討品目

(1) 甘味料

1) カンゾウ抽出物…………… 85頁

2) カンゾウ末…………… 105頁

3) α -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア…………… 111頁

4) ステビア抽出物…………… 181頁

5) ステビア末…………… 187頁

(2) 増粘安定剤

1) タラガム…………… 193頁

(3) 酸化防止剤

1) ローズマリー抽出物…………… 199頁

2) カンゾウ油性抽出物…………… 206頁

甘味料

平成11年2月14日

N-アセチルグルコサミン

東和化成工業株式会社
調査室

1. 緒言

本報告書は既存添加物に収載された「N-アセチルグルコサミン」についてキトサン工業会で試験研究されたものを編集したものである。

2. 目的

既存添加物「N-アセチルグルコサミン」について、自主規格作成のため、含量・定量法及び確認試験法等について調査研究を行ない、この結果を踏まえ、規格（案）を策定したので報告する。

3. 試験法

1) 確認試験

本品の1%水溶液0.5mLに、ホウ酸緩衝液0.1mLを加え、90~100℃で3分間加熱する。急冷後、DMAB試験液3.0mLを加え、37℃で20分間加温した後の色を調べる。

2) 純度試験

A. 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かし、溶状を調べた。

B. 塩化物 本品約0.1gを正確に量り、約30mLの水に溶解する。指示薬として5%クロム酸カリウム5滴を加え、0.1mol/L硝酸銀で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。

C. 重金属 本品1.0gを食品添加物公定書第六版、重金属試験法第2法に準拠して試験を実施した。検出限界は1μg/g以下。

D. 鉛 食品添加物公定書第六版、鉛試験法に準拠して試験を実施した。

E. ヒ素 本品0.5gを食品添加物公定書第六版（ヒ素試験法第3法、装置B）に準拠して試験を実施した。検出限界は0.4μg/g以下。

3) 乾燥減量

食品添加物公定書第六版、乾燥減量試験法に準拠して試験を実施した。

4) 強熱残留物

本品2gを600℃、8時間強熱した。

5) 定量法

本品約0.1gを正確に量り、水に溶解して1000mLとする。この0.3mLをとり、ホウ酸緩衝液0.1mLを加えて沸騰湯浴中で3分間加熱する。急冷後、DMAB試液3.0mLを加え37℃で20分間加温する。冷却後585nmの吸

光度を測定する。別にN-アセチルグルコサミンの標準品を用いて作成した検量線から含量を求める。

4. 結果及び考察

焼津水産化学(株)製N-アセチルグルコサミン3Lot (Lot. No. 9901111, No. 9901261, 9901281) について3回試験を実施した。

1) 確認試験について

全ての検液の色は赤紫色を呈した。

2) 純度試験について

A. 溶状 溶液の状態は無色であり、澄明であった。

3) 純度試験 B. 項、塩化物以降の試験結果は表に示す。

4)

表1 Lot No. 9901111

項目	1	2	3
塩化物	0.05%	0.04%	0.04%
重金属	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
鉛	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
ヒ素	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
乾燥減量	0.5%	0.4%	0.5%
強熱残留物	0.16%	0.14%	0.14%
含量	98.0%	98.1%	98.1%

表2 Lot No. 9901261

項目	1	2	3
塩化物	0.05%	0.06%	0.05%
重金属	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
鉛	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
ヒ素	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
乾燥減量	0.3%	0.3%	0.3%
強熱残留物	0.16%	0.17%	0.16%
含量	98.3%	98.4%	98.3%

表3 Lot No. 9901281

項目	1	2	3
塩化物	0.02%	0.02%	0.02%
重金属	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
鉛	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
ヒ素	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
乾燥減量	0.2%	0.2%	0.2%
強熱残留物	0.03%	0.03%	0.03%

含量	99.8%	99.8%	99.7%
----	-------	-------	-------

4) N-アセチルグルコサミンの確認試験と定量法について基礎となる研究は別項にキトサン工業会作成の報告書を記載する。

5) 試験結果を考察し規格案を次のように提案する。

5. N-アセチルグルコサミンの規格案

次ページのとおり。

6. 結び

今般提案した定量法等についてはN-アセチルグルコサミンの近縁物質である、グルコサミン、オリゴ-N-アセチルグルコサミン、オリゴグルコサミンとともに、より科学的に高度な手法を検討しており、別途に報告したい。

以上

N-アセチルグルコサミン

N-Acetylglucosamine

定義 「キチン」を塩酸で加水分解し、分離、精製して得られたものである。甘味成分は、N-アセチル-D-グルコサミンである。

含量 本品を乾燥したものは、N-アセチル-D-グルコサミン95%以上を含む

性状 白色～類白色で無臭の結晶または粉末で、特有の甘味を有する。

確認試験 本品の1%水溶液0.5mLに、ホウ酸緩衝液0.1mLを加え、90～100℃で3分間加熱する。急冷後、DMAB試験液3.0mLを加え、37℃で20分間加温した後赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0g, 水20mL)

(2) 塩化物 0.3%以下

本品約0.1gを正確に量り、約30mLの水に溶解する。指示薬として5%クロム酸カリウム5滴を加え、0.1mol/L硝酸銀で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。塩化物量は下の式から求める。

塩化物(%)=滴定値(mL) × 0.3545 × 硝酸銀溶液のファクター / 試料(g)

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液鉛標準液2.0mL)

(4) 鉛 10μg/g以下

(5) ヒ素添 As₂O₃として2μg/g以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 1%以下 (105℃, 3時間)

強熱残留物 0.3%以下 (2g, 600℃, 8時間)

定量法 本品約0.1gを正確に量り、水に溶解して1000mLとする。この0.3mLをとり、ホウ酸緩衝液0.1mLを加えて沸騰湯浴中で3分間加熱する。急冷後、DMAB試液3.0mLを加え37℃で20分間加温する。冷却後585nmの吸光度を測定する。別にN-アセチルグルコサミンの標準品(シグマ社、純度99%以上)を用いて作成した検量線から含量を求める。

ホウ酸緩衝液: 4.95gのホウ酸を50mLの水に溶解し、1mol/L水酸化カリウムでpH9.1に調整し、さらに水を加えて100mLとする。

DMAB試液: p-ジメチルアミノベンズアルデヒド10gを、1.25mol/Lの塩酸を含む酢酸100mLに溶解する。使用時酢酸で10倍に希釈する。

N-アセチルグルコサミン: 試薬特級

平成11年2月14日

オリゴ-N-アセチルグルコサミン

東和化成工業株式会社
調査室

1. 緒言

本報告書は既存添加物に記載された「オリゴ-N-アセチルグルコサミン」についてキトサン工業会で試験研究されたものを編集したものである。

2. 目的

既存添加物「オリゴ-N-アセチルグルコサミン」について、自主規格作成のため、含量・定量法及び確認試験法等について調査研究を行ない、この結果を踏まえ、規格（案）を策定したので報告する。

3. 試験法

1) 確認試験

本品の0.2gにアントロン試液5mLと水1mLを加え、水浴上で加熱したときの色を調べる。

2) 純度試験

A. 溶状 本品1.0gを水50mLに溶かし、溶状を調べた。

B. 塩化物 本品約1gを正確に量り、約30mLの水に溶解する。指示薬として5%クロム酸カリウム5滴を加え、0.1mol/L硝酸銀で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。

C. 重金属 本品1.0gを食品添加物公定書第六版、重金属試験法第2法に準拠して試験を実施した。検出限界は1μg/g以下。

D. 鉛 食品添加物公定書第六版、鉛試験法に準拠して試験を実施した。

E. ヒ素 本品0.5gを食品添加物公定書第六版（ヒ素試験法第3法、装置B）に準拠して試験を実施した。検出限界は0.4μg/g以下。

3) 乾燥減量

食品添加物公定書第六版、乾燥減量試験法に準拠して試験を実施した。

4) 強熱残留物

本品2gを600℃、8時間強熱した。

5) 定量法 HPLC法

本品約5gを正確に量り、水に溶解して50mLとする。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、10μLをHPLCにてピーク面積を求める。別にオリゴ-N-アセチ

ルグルコサミンの標準品を用いて作成した検量線からオリゴ-N-アセチルグルコサミン含量を求める。

4. 結果及び考察

焼津水産化学(株)製オリゴ-N-アセチルグルコサミン3Lot (Lot. No. 9901051, No. 9811301, 9811031) について3回試験を実施した。

1) 確認試験について

全ての検液の色は青～緑色を呈した。

2) 純度試験について

A. 溶状 溶液の状態は無色～淡黄褐色であり、ほとんど澄明であった。

3) 純度試験B. 項、塩化物以降の試験結果は表に示す。

表1 Lot No. 9901051

項目	1	2	3
塩化物	0.05%	0.04%	0.04%
重金属	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
鉛	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
ヒ素	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
乾燥減量	2.9%	3.0%	2.9%
強熱残留物	0.2%	0.2%	0.2%
含量	94.8%	94.9%	94.3%

表2 Lot No. 9811301

項目	1	2	3
塩化物	0.08%	0.07%	0.07%
重金属	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
鉛	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
ヒ素	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
乾燥減量	2.6%	2.6%	2.7%
強熱残留物	0.1%	0.1%	0.1%
含量	95.4%	94.8%	94.3%

表3 Lot No. 9811031

項目	1	2	3
塩化物	0.07%	0.07%	0.07%
重金属	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
鉛	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
ヒ素	検出限界以下	検出限界以下	検出限界以下
乾燥減量	2.3%	2.2%	2.2%

強熱残留物	0.1%	0.1%	0.1%
含量	91.8%	90.9%	91.6%

- 4)オリゴ-N-アセチルグルコサミンの確認試験と定量法について基礎となる研究は別項にキトサン工業会作成の報告書を記載する。
- 5)試験結果を考察し規格案を次のように提案する。
5. オリゴ-N-アセチルグルコサミンの自主規格案は次ページのとおり。