

資料 4

D (社) 検討結果

項目	色差計による測定結果	肉眼観察による測定結果
確認試験(1)	H/v/c : 8.78RP/8.98/5.88 L/a/b : 88.47/26.28/4.71	赤紫色
確認試験(2)	H/v/c : 9.45Y/9.60/2.47 L/a/b : 96.15/-6.52/20.18	黄色

資料 5

確認試験(1)の検討結果

本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0) 100ml に本品を加えて溶かした液の色及び色差計による色調の測定結果を表1～2に示す。

表1 呈色試験

Lot No.		結果
850524	①	赤色を呈した
	②	赤色を呈した
	③	赤色を呈した
860908	①	赤色を呈した
	②	赤色を呈した
	③	赤色を呈した
871007	①	赤色を呈した
	②	赤色を呈した
	③	赤色を呈した

表2 色調(L*a*b*表色系)

Lot No.		①	②	③	平均
850524	L*	58.86	58.04	58.16	58.19
	a*	63.49	63.57	63.60	63.55
	b*	62.04	62.61	62.53	62.89
860908	L*	57.84	57.72	57.64	57.73
	a*	63.37	63.63	63.66	63.55

	b*	65.47	66.23	66.52	66.07
871007	L*	56.52	56.37	56.34	56.41
	a*	63.14	63.20	63.01	63.12
	b*	70.20	70.61	69.82	70.21

*測定法 : (1)の溶液を角セルに入れ、透過光により測定

(1)液を透過光により測定して、マンセル表色系で表せるか試みたが、赤色が鮮やかすぎて測定は不可であった。そこで、反射光によりマンセル表色系の測定が可能か、測定条件の検討を以下に示し、検体の測定結果を表3に示す。

マンセル表色系測定条件の検討

内径3cmの丸セルに、(1)液を2ml、3ml、4ml、5ml入れ、セル上部を、10枚のろ紙を束ねて被い、反射光により測定した。

	色相(H)	明度(V)	彩度(C)
2ml	6.07R	4.65	10.02
3ml	8.58R	4.25	11.99
4ml	9.47R	4.04	13.22
5ml	8測定不可		

マンセル表色系では彩度(C)の値は14が限界であるため、今回の検討結果から、試料溶液は3mlが妥当であると考え、規格案の検討で用いた3ロットについては、(1)液3mlを用いて測定を行った。結果は表3に示す。

表3 色調(マンセル表色系)

Lot No.		色相(H)	明度(V)	彩度(C)
850524	①	8.58R	4.24	11.97
	②	8.54R	4.25	11.91
	③	8.54R	4.04	11.91
	平均	8.55R	4.25	11.93
860908	①	8.84R	4.23	11.89
	②	8.87R	4.23	11.92
	③	8.86R	4.23	11.89
	平均	8.86R	4.23	11.90
871007	①	9.34R	4.16	12.02
	②	9.33R	4.16	11.98
	③	9.37R	4.14	12.04
	平均	9.35R	4.15	12.01

*測定法 : 内径3cmの丸セルに(1)の溶液を3ml入れ、10枚のろ紙を束ねて

セル上部を被い、反射光により測定。

確認試験(2)の検討結果を表4に示す。

表4 呈色試験

Lot No.		結果
850524	①	(1)の溶液 15mlに、水酸化ナトリウム(1→25)5mlを加えてアルカリ性にするとき、紫赤色を経て黄褐色に変わった。
	②	同上
	③	同上
860908	①	同上
	②	同上
	③	同上
871007	①	同上
	②	同上
	③	同上

アカダイコン色素の規格案の検討

表 色価(10%E値)の測定

Lot No.		秤量値	極大吸収波長 (nm)	吸光度	色価(10%E値)
850524	①	0.6627	514.2	0.605	183
	②	0.6562	514.2	0.601	183
	③	0.6701	514.0	0.611	182
	④	0.6707	514.8	0.612	182
	⑤	0.6703	514.2	0.610	182
	⑥	0.6614	514.6	0.603	182
				514.3 ± 0.30 c.v.=0.06%	
860908	①	0.6293	513.6	0.654	208
	②	0.6363	513.2	0.665	209
	③	0.6338	513.6	0.661	209
	④	0.6302	513.0	0.656	208
	⑤	0.6350	513.2	0.661	208
	⑥	0.6339	513.4	0.663	209
				513.3 ± 0.24 c.v.=0.05%	
871007	①	0.6162	513.4	0.682	221
	②	0.6135	513.0	0.680	222
	③	0.6063	512.6	0.673	222

④	0.6178	512.8	0.682	221
⑤	0.6113	512.8	0.676	221
⑥	0.6140	513.2	0.681	222
		513.0 ± 0.29 c.v.=0.06%		222 ± 0.5 c.v.=0.2%

資料 6

F社検討結果

	検体1	検体2
確認試験 (1)	赤～赤橙色	赤～赤橙色
" (2)	紫赤色 → 黄褐色 → 緑褐色 (20分間でこのように変化する)	
" (3)	512.5 nm	513.5 nm

資料 7

G社検討結果

項目	結果	
色価	189.07	
性状	暗紫色の液体	
確認試験 (1)	色価 100 の試料を 0.1g 採取した場合	色価 50 の試料を 1.0g 採取した場合
	赤橙色	赤色
	" (2) 暗青色(紫灰色を帯びている)	暗青色(紫灰色を帯びている)
" (3)	512.8nm	

資料 8

H社検討結果

赤ダイコン色素の自主規格案による実測値

		LotNo. 980824	LotNo. 980909	LotNo. 981110
色 価		1. 61.08 2. 60.29 3. 59.79	1. 60.45 2. 59.86 3. 60.74	1. 60.90 2. 61.11 3. 61.70
確 認 試 験	(1)	赤橙色	赤橙色	赤橙色
	(2)	紫赤色を経て黄褐色	紫赤色を経て黄褐色	紫赤色を経て黄褐色
	(3)	1. 511.5 2. 511.0 3. 512.5	513.5 513.0 513.0	512.5 514.0 512.5
純 度 試 験	(1) 重金属	1. 限度内 2. 限度内 3. 限度内	限度内 限度内 限度内	限度内 限度内 限度内
	(2) 鉛	1. 2 μ g/g以下 2. 3.	2 μ g/g以下	2 μ g/g以下
	(3) 砒素	1. 限度内 2. 限度内 3. 限度内	限度内 限度内 限度内	限度内 限度内 限度内

Lot, No 981110

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
512.5	0.618		

Lot, No 980909

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
513.5	0.610		

Lot, No 980824

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
511.5	0.615		

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
514.0	0.610		

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
513.0	0.612		

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
511.0	0.609		

*** PEAK-PICK ***

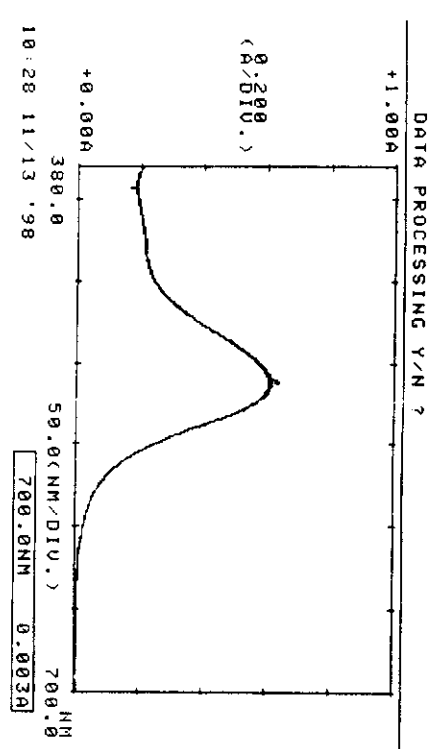
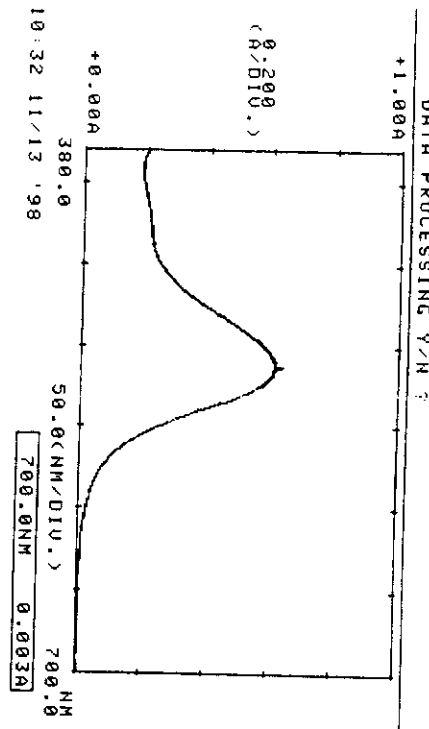
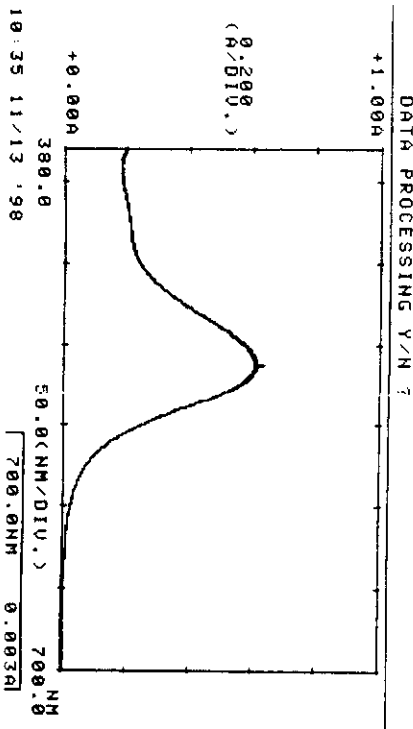
-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
512.5	0.605		

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
513.0	0.618		

*** PEAK-PICK ***

-- PEAK --		-- VALLEY --	
λ	ABS	λ	ABS
512.5	0.618	393.5	0.186



增粘安定剂

平成11年3月15日

オリゴグルコサミン

大日本製薬株式会社

食品化成品部

1. 緒言

本報告は既存添加物に記載された「オリゴグルコサミン」について、キトサン工業会で試験を実施したものをまとめたものである。

2. 目的

既存添加物「オリゴグルコサミン」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い、この結果を踏まえ、規格（案）を策定した。

3. 試験法

1) 確認試験

確認試験法の検討に当たっては、「グルコサミン」と同様に、以下の試験法に基づいて試験を実施した。

A. 本品の1%水溶液0.5m_lにアセチルアセトン試液1.0m_lを加え、90～100℃で1時間加熱し、冷却後エタノール10m_lとエーリッヒ試液1.0m_lを加え混合する。室温に1時間静置するときの色を調べる。

B. 本品の1%水溶液1.0m_lにニンヒドリン試液1.0m_lを加え、水浴上で加熱するとき、色を調べる。

2) 純度試験

純度試験に関しては、以下の項目について調査を実施した。

A. 溶状 本品1.0gを水50m_l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30m_l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。

塩化物量は次の式より求める。

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

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 2 g を 600℃, 8 時間強熱した。

5) 一般生菌数

食品衛生検査指針に準拠した。希釈倍率は 10 倍とした。

6) 大腸菌

食品衛生検査指針に準拠。

7) 定量法

本品約 0.1 g を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に溶解して、100 ml とする。濾過又は遠心分離で不溶物を除き、試料溶液とする。この溶液 0.5 ml に亜硝酸ナトリウム液 0.5 ml と 33% 酢酸 0.5 ml を加え、十分に混合して室温に 10 分間静置する。スルファミン酸アンモニウム液 0.5 ml を加え、10 分毎に攪拌しながら 30 分間処理する。5% 塩酸 2.0 ml とインドール液 0.2 ml を加え、沸騰湯浴中で 5 分間加熱する。水冷後エタノール 2.0 ml を加え、十分に混合して 492 nm の吸光度を測定する。別に標準品として、グルコサミン塩酸塩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)製オリゴグルコサミン 3 Lot (Lot. No. 9810071, 9811061, 9812041) について 3 回試験を実施した。

1) 確認試験について

- A. 全ての検液の色は赤～赤紫色の範囲にあった。
- B. 全ての検液の色は紫～青紫色の範囲にあった。

2) 純度試験について

- A. 溶状 溶液の状態は無色～淡黄褐色を呈し、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. 9810071

項目	1	2	3
塩化物	12.3%	12.5%	12.5%
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	8.4%	8.3%	8.4%
強熱残留物	0.4%	0.5%	0.5%
一般生菌数	300 個/g 以下	300 個/g 以下	300 個/g 以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性
含量	86.0%	85.7%	85.6%

●表 2 Lot No. 9811061

項目	1	2	3
塩化物	12.7%	12.7%	12.5%
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	7.9%	8.0%	8.0%
強熱残留物	0.6%	0.6%	0.5%
一般生菌数	300個/g以下	300個/g以下	300個/g以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性
含量	85.0%	85.3%	85.6%

●表3 Lot No. 9812041

項目	1	2	3
塩化物	12.9%	13.2%	13.0%
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	7.1%	7.0%	7.4%
強熱残留物	0.5%	0.6%	0.5%
一般生菌数	300個/g以下	300個/g以下	300個/g以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性
含量	85.0%	84.8%	85.1%

4) 以上の試験結果を考察し、自主規格(案)を次頁のように提案する。

5. 結び

今般提案した定量法等についてはオリゴグルコサミンの近縁物質であるグルコサミン、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とともに、より科学的に高度な手法を検討しており、今後の検討課題としたい。

オリゴグルコサミン自主規格（案）

Oligo-glucosamine

定義 「キトサン」を塩酸又は酵素（キトナーゼ）で加水分解し、精製して得られたD-グルコサミンの1～6量体の混合物からなる。

含量 本品を乾燥したものは、オリゴグルコサミン75%以上を含む。

性状 淡黄褐色～褐色の結晶又は粉末。

確認試験 (1) 本品の1%水溶液0.5mLに、アセチルアセトン試液1.0mLを加え、90～100℃で1時間加熱し、冷却後エタノール10mLとエーリッヒ試液1.0mLを加え混合する。室温に1時間静置すると赤～赤紫色を呈する。

(1) 本品の1%水溶液1.0mLにニンヒドリン試液1.0mLを加え、水浴上で加熱するとき、液は紫～青紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色～淡黄褐色、ほとんど澄明（1.0g、水50mL）

(2) 塩化物 17%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%知ム酸加ム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。

(2) 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 As₂O₃として4μg/g以下（0.5g、第3法、装置B）

乾燥減量 12%以下（105℃、3時間）

強熱残留物 1%以下（2g、600℃、8時間）

一般生菌数 3,000個/g以下

大腸菌 陰性

定量法 本品約0.1gを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に溶解して100mLとする。濾過又は遠心分離で不溶物を除き試料溶液とする。この溶液0.5mLに亜硝酸ナトリウム液0.5mLと33%酢酸0.5mLを加え、十分に混合して室温に10分間静置する。スルファミン酸アンモニウム液0.5mLを加え、10分毎に攪拌しながら30分間処理する。5%塩酸2.0mLとインドール液0.2mLを加え、沸騰湯浴中で5分間加熱する。水冷後エタノール2.0mLを加え、十分に混合して492nmの吸光度を測定する。別に標準品として、グルコサミン塩酸塩を用いて作成した検量線から含量を求める。

アセチルアセトン試液：1.25mol/L炭酸ナトリウム水溶液48.5mLにアセチルアセトン（特級）1.5mLを溶解する。

エーリッヒ試液： 塩酸（特級）30m_lと96%エタノール30m_lの混液にp-ジメチルアミノベンズアルデヒド（特級）1.6gを溶解する。

亜硝酸ナトリウム液： 亜硝酸ナトリウム5.0gを100m_lの蒸留水に溶解する（使用時調製）

33%酢酸： 氷酢酸33mlを蒸留水で100m_lに希釈する。

スルファミン酸アンモニウム液： スルファミン酸アンモニウム12.5gを100m_lの蒸留水に溶解する。

5%塩酸： 塩酸（特級）14m_lを蒸留水で100m_lに希釈する。

インドール液： インドール1.0gを100m_lのメタノールに溶解する（冷蔵保存）。

グルコサミン塩酸塩： 試薬特級

グルコサミン

大日本製薬株式会社
食品化成品部

1. はじめに

本報告は既存添加物に収載された「グルコサミン」について、キトサン工業会で試験を実施したものをまとめたものである。

2. 目的

既存添加物「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い、この結果を踏まえて、規格（案）を策定した。

3. 試験法

1) 確認試験

以下に示すA法は、エルソン-モルガン法 (Elson-Morgan 法) と呼ばれ、他の研究から、グルコサミン (残基) の還元末端が発色する特異性をもつことが確認されている。従って、今回、グルコサミンの確認試験法としては、グルコサミンの確認、及びアミノ基の確認の2方法を確認試験として設定することとした。試験法は以下のとおりである。

A. 本品の1%水溶液0.5mLに、アセチルアセトン試液1.0mLを加え、90～100℃で1時間加熱し、冷却後エタノール10mLとエーリッヒ試液1.0mLを加え混合する。室温に1時間静置するときの色を調べる。

B. 本品の1%水溶液1.0mLにニンヒドリン試液1.0mLを加え、水浴上で加熱するとき、液の色を調べる。

2) 純度試験

純度試験に関しては、「溶状」、「液性」、「塩化物」、「重金属」、「鉛」、「ヒ素」について試験を実施した。試験法は以下のとおりである。

A. 溶状 本品1.0gを水20mLに溶かし、溶状を調べた。

B. 液性 本品10gを水100mLに溶かしpHを測定した。

C. 塩化物 本品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硝酸銀溶液で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。

塩化物は次式で求める。

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

D. 重金属、E. 鉛、F. ヒ素については、食品添加物公定書・一般試験法に基づき試験を行った。

3) 乾燥減量に関しては、食品添加物公定書・一般試験法に準拠し試験を実施した。

4) 強熱残留物、5) 一般生菌数、6) 大腸菌の各試験はオリゴグルコサミンと同様の

方法で試験を実施した。

5) 定量法

定量法は確認試験と同様、グルコサミン残基に特異的に反応を示すエルソンーモルガン法により試験を行った。試験法は以下のとおりである。

本品約0.1gを正確に量り、水に溶解して1000m_lとする。この0.3m_lをキャップ付き試験管に取り、水0.7m_lとアセチルアセトン試液1.0m_lを加え、十分に混合する。1.0m_lの水で試験管の内壁を洗い込み、栓をして沸騰水中で20分間加熱する。冷却後、エタノール6m_lとエーリッヒ試液1.0m_lを加え、十分に混合して65～70℃で10分間加熱する。冷却後530nmの吸光度を測定する。別に標準品としてグルコサミン塩酸塩を用いて検量線を作成し、製品中のグルコサミン量を計算する。

アセチルアセトン試液：0.5N炭酸ナトリウム水溶液50m_lにアセチルアセトン1.0m_lを溶解する。

エーリッヒ試液：濃塩酸30m_lと96%エタノール30m_lの混液にp-ジメチルアミノベンズアルデヒド1.6gを溶解する。

4. 試験結果及び考察

焼津水産化学㈱製グルコサミン3ロットについて各3回試験を実施した。

1) 確認試験について

- A. 全ての検液は赤～赤紫色の範囲にあった。
- B. 全ての検液は紫～青紫色の範囲にあった。

2) 純度試験について

- A. 溶状の溶液の状態は無色、澄明であった。

3) 純度試験B項以降の試験結果は表に示す。

●表1 Lot No. 9810271

項目	1	2	3
液性	3.9	3.9	3.9
塩化物	16.6%	16.6%	16.5%
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	0.1%	0.1%	0.1%
強熱残留物	0.1%	0.1%	0.1%
一般生菌数	300個/g以下	300個/g以下	300個/g以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性
含量	82.6%	82.6%	82.5%

●表2 Lot No. 9811171

項目	1	2	3
液性	4.0	4.0	4.0
塩化物	16.6%	16.6%	16.6%

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	0.1%	0.1%	0.1%
強熱残留物	0.1%	0.1%	0.1%
一般生菌数	300個/g以下	300個/g以下	300個/g以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性
含量	82.4%	82.4%	82.4%

表3 Lot No. 9811261

項目	1	2	3
液性	3.9	3.9	3.9
塩化物	16.6%	16.5%	16.5%
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	0.1%	0.1%	0.1%
強熱残留物	0.1%	0.1%	0.1%
一般生菌数	300個/g以下	300個/g以下	300個/g以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性
含量	82.6%	82.6%	82.6%

4) 以上の試験結果を踏まえ、自主規格(案)を次頁のとおり提案する。

5. 結び

今般提案した定量法等については、キトサン工業会がグルコサミンの近縁物質であるオリゴグルコサミン、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を含め、より科学的に高度な手法を現在検討中であり、別途報告する予定である。

グルコサミン自主規格（案）

Glucosamine

定義 「キチン」を、塩酸で加水分解し、分離して得られたものである。成分はグルコサミンである。

含量 本品を乾燥したものは、D-グルコサミン(C₆H₁₃NO₅)80%以上を含む。

性状 白色～類白色の結晶又は粉末でにおいが無い。

確認試験 (1) 本品の1%水溶液0.5mlに、アセチルアセトン試液1.0mlを加え、90～100℃で1時間加熱し、冷却後エタノール10mlとエーリッヒ試液1.0mlを加え、混合する。室温に1時間静置すると赤～赤紫色を呈する。

(2) 本品の1%水溶液1.0mlにニンヒドリン試液 1.0mlを加え、水浴上で加熱するとき、液は紫～青紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明(1.0g, 水20ml)

(2) 液性 pH 3～5(10g, 水100ml)

(3) 塩化物 17%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硝酸銀溶液で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。

(4) 重金属 Pbとして10μg/g以下(1.0g, 第2法、比較液 鉛標準液2.0ml)

(5) 鉛 10μg/g以下

(6) ヒ素 As₂O₃として4μg/g以下(0.5g, 第3法、装置B)

乾燥減量 0.5%以下(105℃, 3時間)

強熱残留物 0.3%以下(2g, 600℃, 8時間)

一般生菌数 3,000個/g以下

大腸菌 陰性

定量法 本品約0.1gを正確に量り、水に溶解して1,000mlとする。この0.5mlを取り、アセチルアセトン試液1.0mlをくわえて、栓をして沸騰湯浴中で1時間加熱する。冷却後、エタノール10mlとエーリッヒ試液1.0mlを加え、十分に混合して、室温に1時間静置する。上澄をとり530nmの吸光度を測定する。別に標準品としてグルコサミン塩酸塩を用いて検量線を作成し、製品中のグルコサミン量を計算する。

アセチルアセトン試液: 1.25mol/L炭酸ナトリウム水溶液48.5mlにアセチルアセトン(特級)1.5mlを溶解する

エーリッヒ試液: 濃塩酸30mlと96%エタノール30mlの混液にp-ジメチルアミノベンズアルデヒド(特級)1.6gを溶解する。

●

ガムベース

●

平成11年2月

ウルシロウ

自主規格（案）

日本食品添加物協会
第6部会長 株式会社 ロッテ

規格項目

ウルシロウの規格項目は、食品添加物公定書第7版に収載予定の植物性ワックス（カルナウバロウ、カンデリラロウ、ミツロウ）の規格と、一般に流通している商品の品質管理規格を参考に選定した。

確認試験については赤外吸収スペクトル測定による参照チャートとの比較を採用。純度試験についてはカルナウバロウと同じ項目（融点、酸価、けん化価、重金属、鉛、ヒ素）の他、基原、製法、本質が類似しているモクロウ同様、ヨウ素価を追加した。

自主規格案

ウルシロウの自主規格案を2頁に記す。

分析値

自主規格案に基づいた、ウルシロウのロットサンプル（株）日本ナチュラルプロダクツ製：No9901191の（株）ロッテ 中央研究所における分析値および赤外吸収スペクトルチャートを3頁に記す。

ウルシロウ
Urushi wax

定義 ウルシの実から得られた、パルミチン酸グリセリンエステルを主成分とするものである。

性状 本品は白～微黄色の光沢のある塊状固体で、特有なにおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 融点 48～54℃

(2) 酸価 30 以下

本品約 5.0g を精密に量りエタノール 50ml を加えて湯浴で溶解し、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。

(3) けん化価 200～235

本品約 1.5g を精密に量り、キシレン 10ml 及び 0.5mol/l エタノール製水酸化カリウム試液 25ml を正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら 3 時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

(4) ヨウ素価 5～40

本品約 1.0g を共栓付きフラスコに精密に量り、クロロホルム 30ml を加え完全に溶解する。ウィイス液 25ml を正確に加えて栓をし、軽く振り混ぜ、常温、暗所に 30 分間時々振り混ぜながら放置する。10g/100ml ヨウ化カリウム 20ml 及び水 100ml を加えよく振り混ぜる。0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液でよく振り混ぜながら滴定する。溶液が微黄色になった時、デンプン溶液を数滴加え、よく振り混ぜながら滴定を続ける。溶液の青色が消失する時を終点とする。本試験と並行して空試験を実施し、次式によりヨウ素価を求める。

$$\text{ヨウ素価} = (a - b) \times f \times 1.269 / c$$

a : 空試験における 0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液使用量 (ml)

b : 本試験における 0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液使用量 (ml)

f : 0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液の力価

c : 試料採取量 (g)

(5) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0g、第 2 法、比較液 鉛標準液 2.0ml)

(6) 鉛 10 μg/g 以下 (1.0g、第 1 法)

(7) ヒ素 As₂O₃ として 2.0 μg/g 以下 (0.5g、第 3 法、装置 B)

強熱残分 0.3% 以下