

純度の確認

濃縮物 0.5 μ l 程度をガスクロマトグラフィーに注入し、ピークエリアの比率で確認する

・GC条件

カラム	: GLサイエンス製 TC-1, 30m \times 0.25mmID, 0.25 μ m (OV-1 相当品)
カラム温度	: 200 $^{\circ}$ C \sim 300 $^{\circ}$ C 5 $^{\circ}$ C/min.昇温分析
装置	: 島津製作所 GC-17AAWF
キャリアーガス	: He 1ml/min, スプリット比 20
バージガス	: N ₂
検出器	: FID
検出器温度	: 250 $^{\circ}$ C
注入口温度	: 250 $^{\circ}$ C

*実分析の Bakuchiol の Rt は 7.5 \sim 8min.

定量方法

・検量線の作成

標準溶液の作成

1. Bakuchiol 250mg を精秤し、エタノールで正確に 50ml にメスアップする
2. この溶液を 100, 250, 500, 750 μ l 及び 1000 μ l を正確にとり、エタノールで正確に 10ml にメスアップし、検量線作成用標準液とする
3. これらの液 10 μ l はそれぞれ bakuchiol を 0.05, 1.25, 2.5, 3.75 μ g 及び 5.0 μ g 含有する
4. 標準液 10 μ l を HPLC で分析してピーク面積を求め、検量線を作成する。

・原体中の Bakuchiol の分析方法

サンプルの調製及び分析

1. ホコッシ抽出物原体 1g 前後を精秤し、メタノールで正確に 50ml にメスアップする。
2. この溶液 1ml を正確にとり、メタノールで正確に 20ml にメスアップする。
3. この溶液を HPLC で分析してピーク面積を求め、検量線から Bakuchiol 含量を算出する。

・HPLC分析条件

カラム	: YMC-ODS A-312 S5 (6mm \times 150mm)
展開溶媒	: MeOH 0.85ml/min.

蒸留水 0.15ml/min.
温度 : 35℃
検出波長 : 269nm
装置 : 島津製作所高速液体クロマトグラフ
送液ユニット LC-6A
検出器 (UV) SPD-6AU
クロマトパック C-R6A
システムコントローラー SCL-6B
カラムオープン CTO-6A
サンプル量 : 10 μl

その他

前回提出した検量線のグラフの縦軸の値は何を示すのか？

島津の高速液体クロマトグラフを用いて分析したときのピーク面積

ホコッシ抽出物

自主規格(案)

定義 本品は、マメ科ホコッシ(*Psoralea corylifolia* O. K Z E.) の種子より、エタノールで抽出して得られたものである。主成分はバクチオールである。

含量 本品は、バクチオールとして25～50%を含む。

性状 本品は、褐色のペースト状であり、ホコッシ特有の臭いがある。

確認試験 (1) 本品を1%濃度に調整したものをTLC (HPTLC plate Silicagel

60F₂₅₄, MERCK) に1 μ lをスポットし、クロロホルム：メタノール(97：3)で展開し、以下の方法でスポットの確認を行う。

(a) 紫外線(254nm)照射により、Rf値0.1～0.6の間に5～11個の吸収スポットが確認できる。バクチオールは、Rf値0.5～0.6に強い吸収スポットとして確認できる。

(b) 10%硫酸を噴霧後、加熱(150℃、10分)することにより、Rf値0.1～0.6の間に4～8個の暗色スポットが確認できる。バクチオールは、Rf値0.5～0.6に濃いスポットとして確認できる。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下

(2) ヒ素 As₂O₃として4 μ g/g以下

乾燥減量 5.0%以下(105℃、2時間)

強熱残留物 3.0%以下

平成 11 年 2 月

モウソウチク乾留物

白井松株式会社

1. はじめに

モウソウチク乾留物の基原・本質・製法は「イネ科モウソウチク (*Phyllostachys heteriocyclus* MITF)の茎をチップ状したものを、減圧加熱下で乾留したもののより得られたものである。」と定義されている。

本試験は、モウソウチク乾留物の自主規格(案)を作成するため以下の試験を行った。

2. 試験方法

2-1. 性状

- a) 色調 : 目視で観察した。
- b) におい : 官能検査をした。
- c) 試験結果

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い
101022-E	赤褐色、特有な臭い	赤褐色、特有な臭い	赤褐色、特有な臭い
101022-F	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い

2-2. 確認試験

(1) 試験方法

a) 本品の水溶液(5→100) 3ml をとり、スルファニル酸溶液(スルファニル酸 0.5g を 2mol 塩酸 100ml に溶かす) 1ml、0.5% 亜硝酸ナトリウム溶液 1ml 及び 10% 炭酸ナトリウム溶液 1ml を加えるとき、液は黄色～赤褐色を呈する。

b) 本品の水溶液(5→100) 100ml、活性炭(粉末) 10g を加え 10 分間かき混ぜた後ろ過する。そのろ液 1ml を試験管にとりエタノール 1ml、0.02mol/l 2-ニトロフェニルヒドラジン塩酸塩の 0.1mol 塩酸-エタノール(1:1 v/v%) 溶液 1ml 及び 0.25mol/l 1-エチル-3-(3ジメチルアミノプロピル)カルボジイミド塩酸塩の 3% ピリジン含有エタノール溶液 1ml を加え、水浴中で 5 分間加熱する。その後、10% 水酸化カリウムの水-メタノール(1:1 v/v%) 溶液 1ml を加え水浴中で 5 分

間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 試験結果

a) の試験の結果 (フェノール類の確認)

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	黄色	黄色	黄色
101022-E	赤褐色	赤褐色	赤褐色
101022-F	赤褐色	赤褐色	赤褐色

b) の試験の結果 (カルボン酸類の確認)

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	紫色	紫色	紫色
101022-E	紫色	紫色	紫色
101022-F	紫色	紫色	紫色

2-3. 純度試験

a) 重金属

既存添加物自主規格、重金属試験法第2法にもとづき分析した。

b) ヒ素

既存添加物自主規格、ヒ素試験法装置Bにもとづき分析した。

c) 試験結果

($\mu\text{g}/\text{g}$)

Lot No.	重金属 1	重金属 2	重金属 3	ヒ素 1	ヒ素 2	ヒ素 3
101022-D	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下
101022-E	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下
101022-F	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下

以上の結果より、重金属 (Pbとして) $10 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下、ヒ素 $2 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下を希望する。

2-4. 強熱残留物

a) 測定法

既存添加物自主規格、強熱残留物試験法により分析した。

b) 試験結果

(%)

Lot NO.	測定 1	測定 2	測定 3	平均値
101022-D	0.000	0.035	0.034	0.02
101022-E	0.019	0.059	0.104	0.06
101022-F	0.005	0.059	0.005	0.02

以上の結果より、強熱残留物 1.0%以下を希望する。

2-5. 乾燥減量

a) 測定法

既存添加物自主規格、乾燥減量試験法により分析した。

b) 試験結果

(%)

Lot NO.	測定 1	測定 2	測定 3	平均値
101022-D	1.89	1.97	2.08	2.0
101022-E	14.36	14.58	14.31	14.4
101022-F	12.06	12.09	11.94	12.0

以上の結果より、乾燥減量 20.0%以下を希望する。

2-6. 微生物

a) 一般細菌数

食品衛生検査指針（微生物編）標準平板菌数測定法により測定した。

b) 大腸菌群

食品衛生検査指針（微生物編）大腸菌群（デソキシコレート寒天培地による方法）により測定した。

c) 試験結果

一般細菌数

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	n.d	n.d	n.d
101022-E	n.d	n.d	n.d
101022-F	n.d	n.d	n.d

n.d: 検出せず。(10個/g以下)

大腸菌群

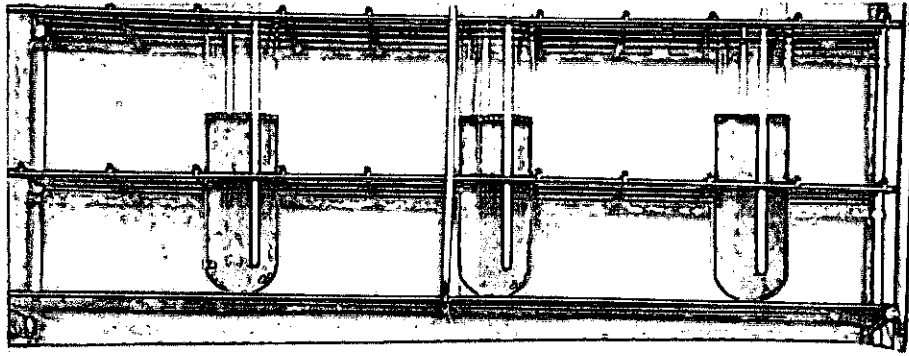
Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	陰性	陰性	陰性
101022-E	陰性	陰性	陰性
101022-F	陰性	陰性	陰性

以上の結果より、一般細菌数 1000 個/g 以下、大腸菌群陰性を希望する。

モウソウチク乾留物

備考

(注) 確認試験 (1) フェノール類の確認。

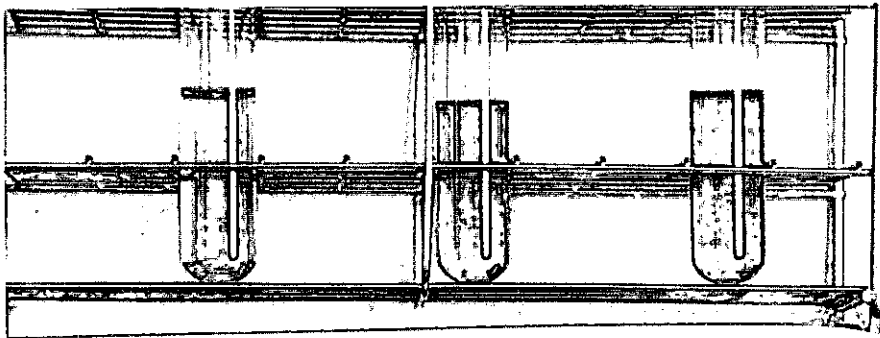


A

B

C

1 0 1 0 2 2

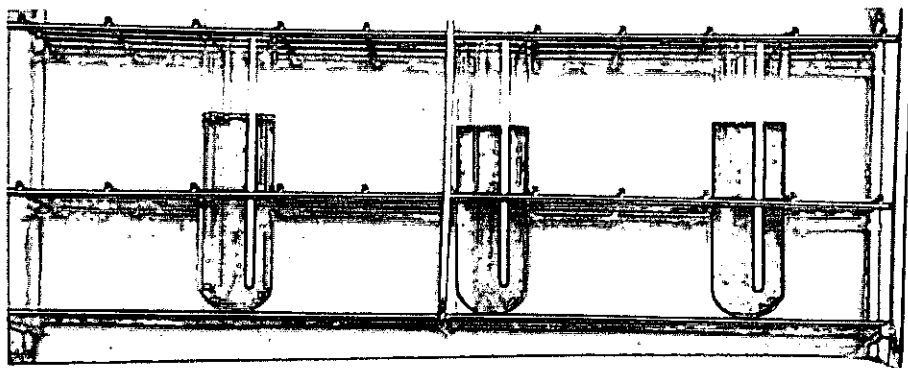


A

B

C

1 0 1 0 2 2



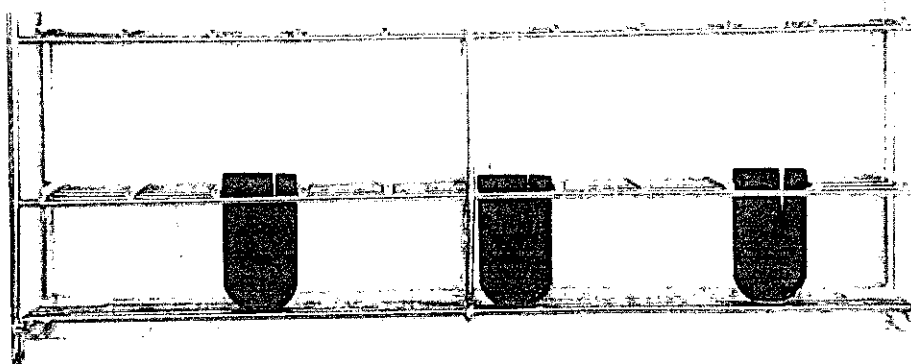
A

B

C

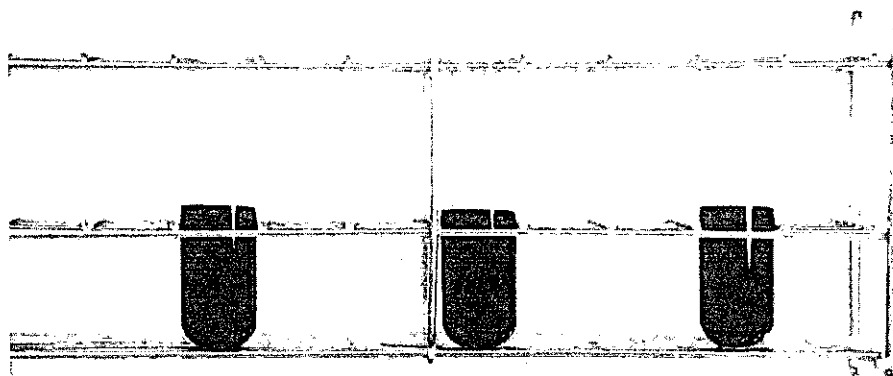
1 0 1 0 2 2

(注) 確認試験 (2) カルボン酸類の確認。



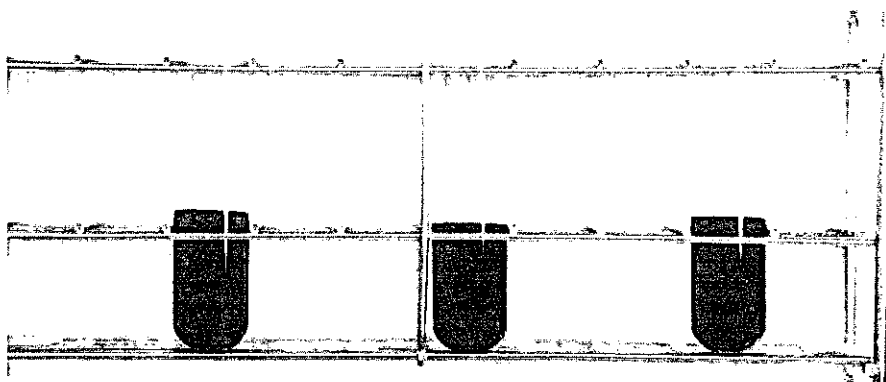
A B C

1 0 1 0 2 2



A B C

1 0 1 0 2 2



A B C

1 0 1 0 2 2

モウソウチク乾留物

自主規格（案）

定 義 本品は、イネ科モウソウチク(*Phyllostachys heterocyclus* MITF.)の茎をチップ状にしたものを、減圧加熱下で乾留したものより得られたものである。

性 状 本品は、黄色～黒褐色の液体で、特異なにおいを有する。

確認試験 (1) 本品の水溶液(5→100) 3 ml をとり、スルファニル酸溶液(スルファニル酸 0.5 g を 2 mol 塩酸 100 ml に溶かす) 1 ml、0.5% 亜硝酸ナトリウム溶液 1 ml 及び 10% 炭酸ナトリウム溶液 1 ml を加えるとき、液は黄色～赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液(5→100) 100 ml、活性炭(粉末) 10 g を加え 10 分間かき混ぜた後ろ過する。そのろ液 1 ml を試験管にとりエタノール 1 ml、0.02 mol/l 2-ニトロフェニルヒドラジン塩酸塩の 0.1 mol/l 塩酸-エタノール(1:1 v/v%) 溶液 1 ml 及び 0.25 mol/l 1-エチル-3-(3-ジメチルアミノプロピル)カルボジイミド塩酸塩の 3% ピリジン含有エタノール溶液 1 ml を加え、水浴中で 5 分間加熱する。その後、10% 水酸化カリウムの水-メタノール(1:1 v/v%) 溶液 1 ml を加え水浴中で 5 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

純度試験 (1) 重金属 10 μ g/g 以下

(2) ヒ素 4 μ g/g 以下

強熱残留物 1.0% 以下

乾燥減量 20% 以下

微生物試験 (1) 一般性菌数 1×10^4 個/g 以下

(2) 大腸菌群 陰性

注) 確認試験 (1) フェノール類の確認

(2) カルボン酸類の確認

モウソウチク乾留物製剤（1）

1. 目的 本試験は、モウソウチク乾留物製剤（モウソウチク乾留物30部とエタノール70部の製剤）の自主規格案を作成するため以下の試験を行った。

2. 試験方法

2-1. 性状

- a) 色調 目視で観察した。
- b) におい 官能検査をした。
- c) 結果

Lot No.	測定1	測定2	測定3
110201-A	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い
110201-B	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い
110201-C	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い	黒褐色、特有な臭い

2-2. 確認試験

(1) 方法

a) 本品の水溶液（5→100）3mlをとり、スルファニル酸溶液（スルファニル酸0.5gを2mol塩酸100mlに溶かす）1ml、0.5%亜硝酸ナトリウム溶液1ml及び10%炭酸ナトリウム溶液1mlを加えるとき、液は黄色～赤褐色を呈する。

b) 本品の水溶液（5→100）100ml、活性炭（粉末）10gを加え10分間かき混ぜた後ろ過する。そのろ液1mlを試験管にとりエタノール1ml、0.02mol 2-ニトロフェニルヒドラジン塩酸塩の0.1mol塩酸-エタノール（1：1v/v%）溶液1ml及び0.25mol 1-エチル-3-（3ジメチルアミノプロピル）カルボジイミド塩酸塩の3%ピリジン含有エタノール溶液1mlを加え、水浴中で5分間加熱する。その後、10%水酸化カリウムの水-メタノール（1：1v/v%）溶液1mlを加え水浴中で5分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 結果

a) の試験の結果（フェノール類の確認）

Lot No.	測定1	測定2	測定3
110201-A	赤褐色	赤褐色	赤褐色
110201-B	黄色	黄色	黄色

110201-C	赤褐色	赤褐色	赤褐色
----------	-----	-----	-----

b) の試験の結果 (カルボン酸類の確認)

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	紫色	紫色	紫色
101022-E	紫色	紫色	紫色
101022-F	紫色	紫色	紫色

2-3. 純度試験

a) 重金属

既存添加物自主規格、重金属試験法第2法にもとづき分析した。

b) ヒ素

既存添加物自主規格、ヒ素試験法装置Bにもとづき分析した。

c) 試験結果

($\mu\text{g}/\text{g}$)

Lot No.	重金属 1	重金属 2	重金属 3	ヒ素 1	ヒ素 2	ヒ素 3
110201-A	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下
110201-B	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下
110201-C	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下

以上の結果より、重金属 (Pbとして) $10 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下、ヒ素 $2 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下を希望する。

2-4. 強熱残留物

a) 測定法

既存添加物自主規格、強熱残留物試験法にもとづき分析した。

b) 試験結果

(%)

Lot NO.	測定 1	測定 2	測定 3	平均値
110201-A	0.024	0.035	0.060	0.04
110201-B	0.024	0.049	0.109	0.06
110201-C	0.055	0.089	0.089	0.08

以上の結果より、強熱残留物 0.2% 以下を希望する。

2-5. 微生物

a) 一般細菌数

食品衛生検査指針 (微生物編) 標準平板菌数測定法にもとづいて測定した。

b) 大腸菌群

食品衛生検査指針（微生物編）大腸菌群（デソキシコレート寒天培地による方法）にもとづいて測定した。

c) 試験結果

一般細菌数

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	n.d	n.d	n.d
101022-E	n.d	n.d	n.d
101022-F	n.d	n.d	n.d

n.d: 検出せず。(10個/g以下)

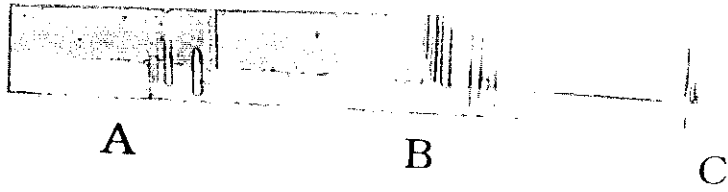
大腸菌群

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	陰性	陰性	陰性
101022-E	陰性	陰性	陰性
101022-F	陰性	陰性	陰性

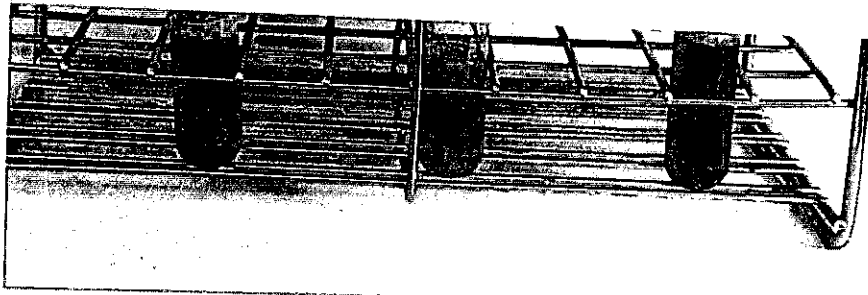
以上の結果より、一般細菌数1000個/g以下、大腸菌群陰性を希望する。

モウソウチク乾留物製剤 (1)

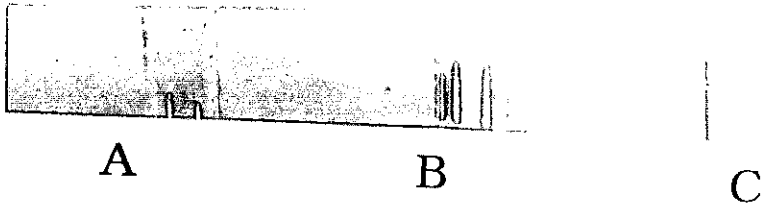
確認試験 (1) フェノール類の確認。



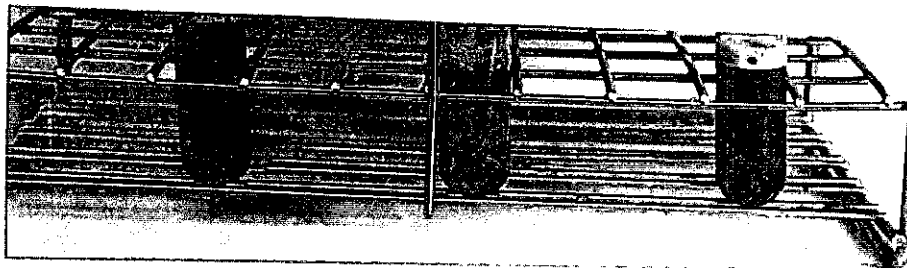
1 1 0 2 0 1



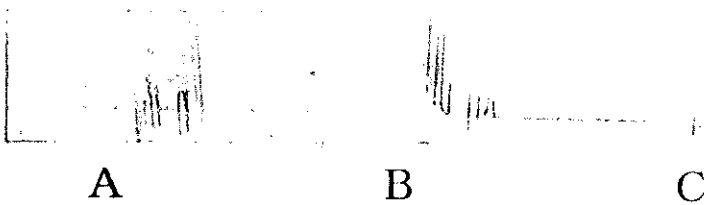
1回目



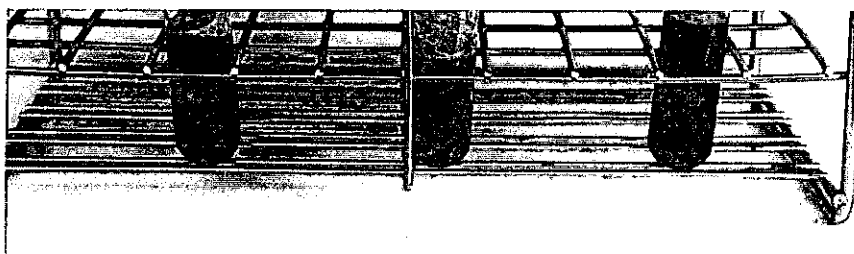
1 1 0 2 0 1



2回目



1 1 0 2 0 1



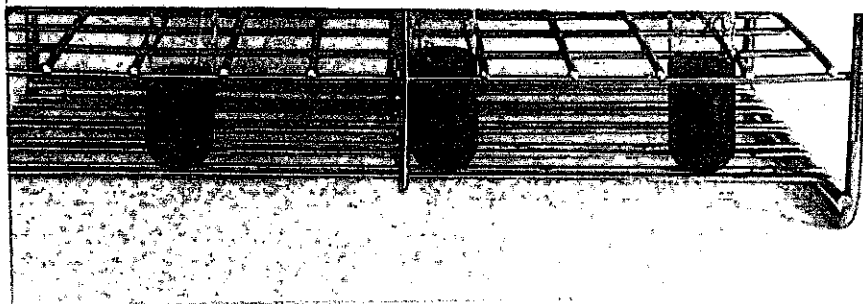
3回目

確認試験 (2) カルボン酸類の確認。



A B C

1 1 0 2 0 1

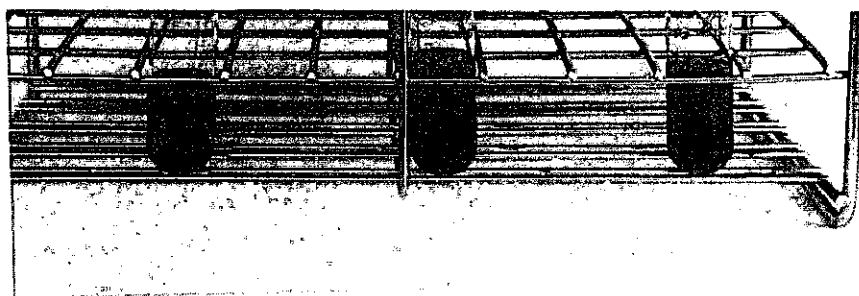


1回目



A B C

1 1 0 2 0 1

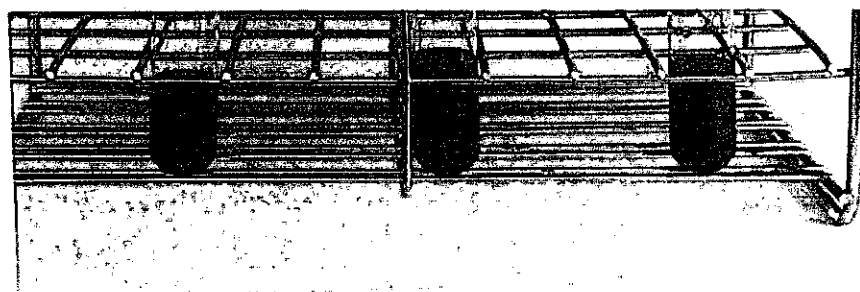


2回目



A B C

1 1 0 2 0 1



3回目

モウソウチク乾留物製剤（１）

自主規格(案)

定 義 本品は、イネ科モウソウチク(*Phyllostachys heterocyclus* MITF.) の茎をチップ状にしたものを、減圧加熱下で乾留したものより得られたもの30部とエタノール70部を混合したものである。

性 状 本品は、黒褐色の液で、エタノールを含み、特異なにおいを有する。

確認試験 (1) 本品の水溶液(5→100) 3mlをとり、スルファニル酸溶液(スルファニル酸0.5gを2mol塩酸100mlに溶かす) 1ml、0.5%亜硝酸ナトリウム溶液1ml及び10%炭酸ナトリウム溶液1mlを加えるとき、液は黄色～赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液(5→100) 100ml、活性炭(粉末) 10gを加え10分間かき混ぜた後ろ過する。そのろ液1mlを試験管にとりエタノール1ml、0.02mol 2-ニトロフェニルヒドラジン塩酸塩の0.1mol 塩酸-エタノール(1:1 v/v%)溶液1ml及び0.25mol 1-エチル-3-(3ジメチルアミノプロピル)カルボジイミド塩酸塩の3%ピリジン含有エタノール溶液1mlを加え、水浴中で5分間加熱する。その後、10%水酸化カリウムの水-メタノール(1:1 v/v%)溶液1mlを加え水浴中で5分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

純度試験 (1) 重金属 10 μ g/g以下

(2) ヒ素 4 μ g/g以下

強熱残留物 0.20%以下

微生物試験 (1) 一般性菌数 1×10^3 個/g以下

(2) 大腸菌群 陰性

注) 確認試験 (1) フェノール類の確認

(2) カルボン酸類の確認

モウソウチク乾留物製剤（２）

1. 目的 本試験は、モウソウチク乾留物製剤（モウソウチク乾留物70部とエタノール30部の製剤）の自主規格案を作成するため、モウソウチク乾留物製剤（1）と同様に、以下の試験を行った。

2. 試験方法及び試験結果

試験方法に関しては、すべてモウソウチク乾留物製剤（1）の試験法に準拠し実施した。

これらの試験結果は以下のとおりである。

2-1. 性状

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
110201-D	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い
110201-E	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い
110201-C	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い	黄色、特有な臭い

2-2. 確認試験

a) 確認試験（1）（フェノール類の確認）

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
110201-D	黄色	黄色	黄色
110201-E	赤褐色	赤褐色	赤褐色
110201-F	赤褐色	赤褐色	赤褐色

b) 確認試験（2）（カルボン酸類の確認）

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	紫色	紫色	紫色
101022-E	紫色	紫色	紫色
101022-F	紫色	紫色	紫色

2-3. 純度試験

a) 重金属並びにヒ素

($\mu\text{g}/\text{g}$)

Lot No.	重金属 1	重金属 2	重金属 3	ヒ素 1	ヒ素 2	ヒ素 3
110201-D	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下
110201-E	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下
110201-F	10 以下	10 以下	10 以下	2 以下	2 以下	2 以下

以上の結果より、重金属（Pbとして） $10 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下、ヒ素 $2 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下を希望する。

2-4. 強熱残留物

(%)

Lot NO.	測定 1	測定 2	測定 3	平均値
110201-A	0.005	0.024	0.033	0.02
110201-B	0.034	0.005	0.058	0.03
110201-C	0.018	0.040	0.034	0.03

以上の結果より、強熱残留物 0.2%以下を希望する。

2-5. 微生物

a) 一般細菌数

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	n.d	n.d	n.d
101022-E	n.d	n.d	n.d
101022-F	n.d	n.d	n.d

n.d: 検出せず。(10個/g以下)

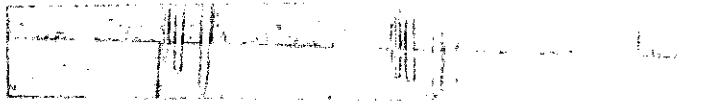
b) 大腸菌群

Lot No.	測定 1	測定 2	測定 3
101022-D	陰性	陰性	陰性
101022-E	陰性	陰性	陰性
101022-F	陰性	陰性	陰性

以上の結果より、一般細菌数 1000個/g以下、大腸菌群陰性を希望する。

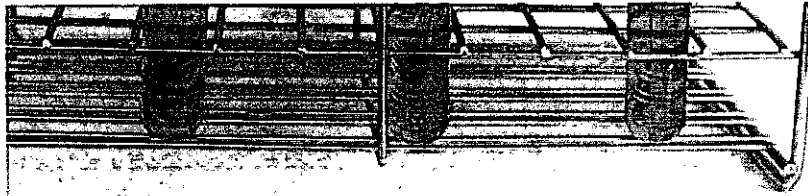
モウソウチク乾留物製剤 (2)

確認試験 (1) フェノール類の確認。

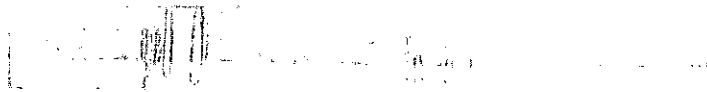


D E F

1 1 0 2 0 1



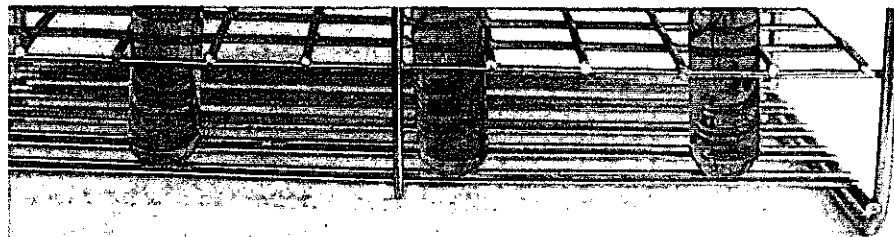
1回目



D E D F

1 1 0 2 0 1

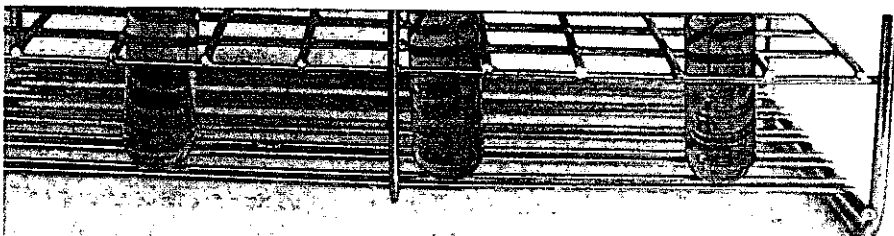
2回目



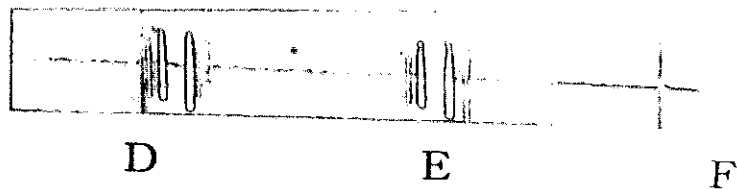
D E F

1 1 0 2 0 1

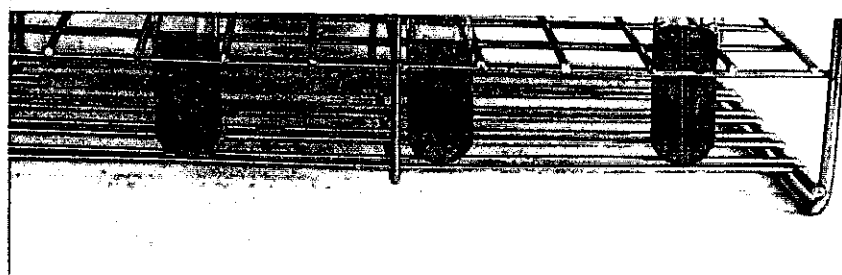
3回目



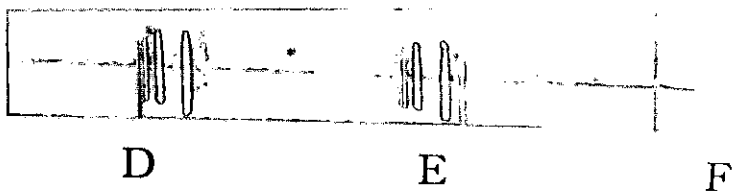
確認試験 (2) カルボン酸類の確認。



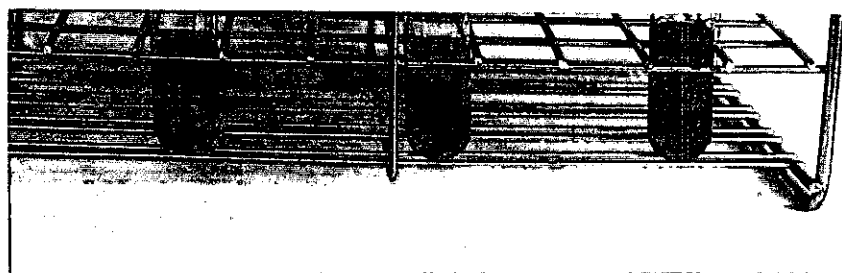
1 1 0 2 0 1



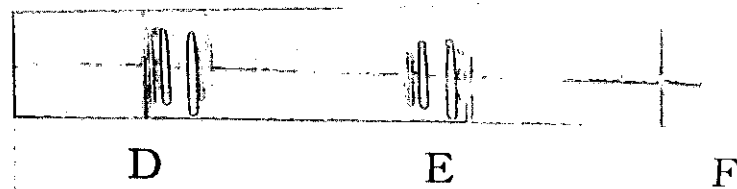
1回目



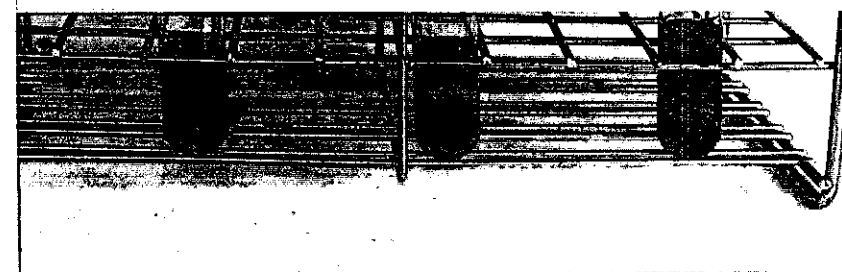
1 1 0 2 0 1



2回目



1 1 0 2 0 1



3回目