

モウソウチク乾留物製剤（２）

自主規格（案）

定 義 本品は、イネ科モウソウチク(*Phyllostachys heterocycla* 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70部とエタノール30部を混合したものである。

性 状 本品は、黄色の液で、エタノールを含み、特異なおいを有する。

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(1:1v/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。

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

甘味料

カンゾウ抽出物

Licorice extract

本品は、ウラルカンゾウ、チョウカカンゾウ又はヨウカンゾウの根又は根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものをいう。

含量 本品を乾燥したものは、グリチルリチン酸としてその含量を定量するとき、甘草精製物は 50.0~80.0% であり、甘草粗製物は 5.0~50.0% である。

性状 本品の甘草精製物は白~黄色の結晶、又は粉末で、甘草粗製物は黄~黒褐色の粉末、薄片、粒、塊、ペーストまたは液状である。

確認試験 本品の甘草精製物については 5~10mg、甘草粗製物については 10~100mg を量り、50%エタノール 10ml に溶かし、検液とする。別に定量法に用いるグリチルリチン酸 5mg を 50%エタノール 10ml に溶かし、標準液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。検液及び標準液 2 μ l ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次に n-ブタノール/水/酢酸混液 (7:2:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、検液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準液から得た暗紫色のスポット（グリチルリチン酸）と色調及び Rf 値が等しい。

純度試験 (1)液性 pH2.5~7.0(粉末試料 1.0g 又は液状試料を乾燥したもの 1.0g、50%エタノール 100ml)

(2)重金属 Pb として 10 μ g/g 以下 (粉末試料 2.0g 又は液状試料を乾燥したもの 2.0g、第 2 法、比較液 鉛標準液 2.0ml)

(3)ヒ素 As₂O₃ として 2.0 μ g/g 以下(粉末試料 1.0g 又は液状試料を乾燥したもの 1.0g、第 3 法、装置 B)

乾燥減量 粉末試料：8.0%以下 (1g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)

液状試料：60.0%以下 (1.0g, 105 $^{\circ}$ C, 5 時間)

強熱残分 15.0%以下 (粉末試料 2.0g 又は液状試料を乾燥したもの 2.0g)

定量法 甘草精製物については 20~40mg、甘草粗製物については 40~400mg を精密に量り、50%エタノールに溶かして正確に 100ml とし、検液とする。別にグリチルリチン酸標準品（別途水分を測定しておく）約 20mg を精密に量り、50%エタノールに溶かして正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液 20 μ l ずつを正確にとり、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積を測定する。

$$\text{グリチルリチン酸含量 (\%)} = \frac{TG}{SG} \times \frac{Ws}{W} \times 100$$

SG : 標準液クロマトグラフ中のグリチルリチン酸のピーク面積

TG : 検液クロマトグラフ中のグリチルリチン酸のピーク面積

Ws : グリチルリチン酸標準品の秤取量 (無水物換算)

W : 試料の秤取量 (無水物換算)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム : 内径 4~6mm, 長さ 15~30cm のステンレス管に 5~10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C

移動相 : 2%酢酸/アセトニトリル混液 (20:11)

流量 : グリチルリチン酸の保持時間が約 10 分になるよう調整する。

カラム選定 : グリチルリチン酸標準品 5mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 1mg を 50% エタノールに溶かして 20ml とする。

この液 20 μ l につき, 上記の条件で操作するとき, グリチルリチン酸, パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し, それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性 : 上記の操作条件で標準液につき, 試験を 5 回繰り返すとき, グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

(注) アンダーライン部分が改定部分

試験報告書

平成11年 3月 9日

株式会社 常磐植物化学研究所

研究開発部 品質管理

担当者 片岡一隆



試験目的 甘草自主規格による試験

検体名 甘草抽出物「グレードB」 Lot No.13680805

甘草抽出物「グレードE」 Lot No.17470602

試験実施日 平成11年3月2日～3月8日

試験結果 別紙の通り

なお別添の薄層クロマトの写真は、硫酸バニリン試薬で発色後撮影を行いました。

甘草抽出物「グレードB」の試験結果

試験方法 自主規格による。

Lot No. 13680805

1. 性状

回数	1	2	3
結果	白色の粉末	白色の粉末	白色の粉末

2. 確認試験

回数	1		2		3	
結果	標準溶液	試料溶液	標準溶液	試料溶液	標準溶液	試料溶液
(色調)	暗紫色	暗紫色	暗紫色	暗紫色	暗紫色	暗紫色
(Rf値)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.26	0.26

3. 純度試験

(1) 液性 (pH)

回数	1	2	3
結果	3.35	3.34	3.35

(2) 重金属

回数	1	2	3
結果	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下

(3) ヒ素

回数	1	2	3
結果	2.0 μ g/g以下	2.0 μ g/g以下	2.0 μ g/g以下

4. 乾燥減量

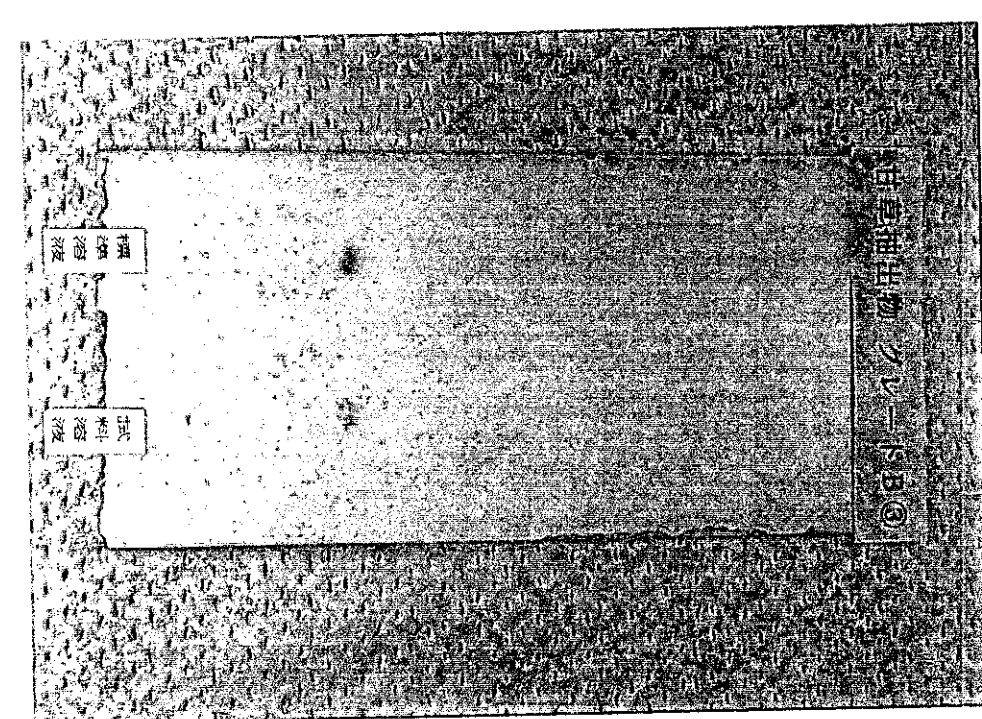
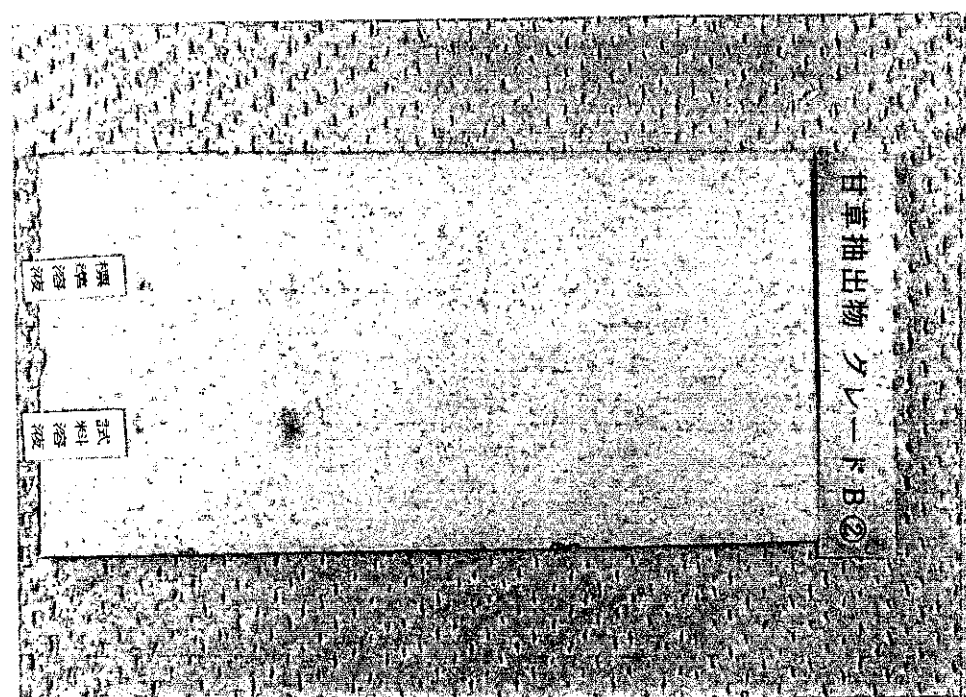
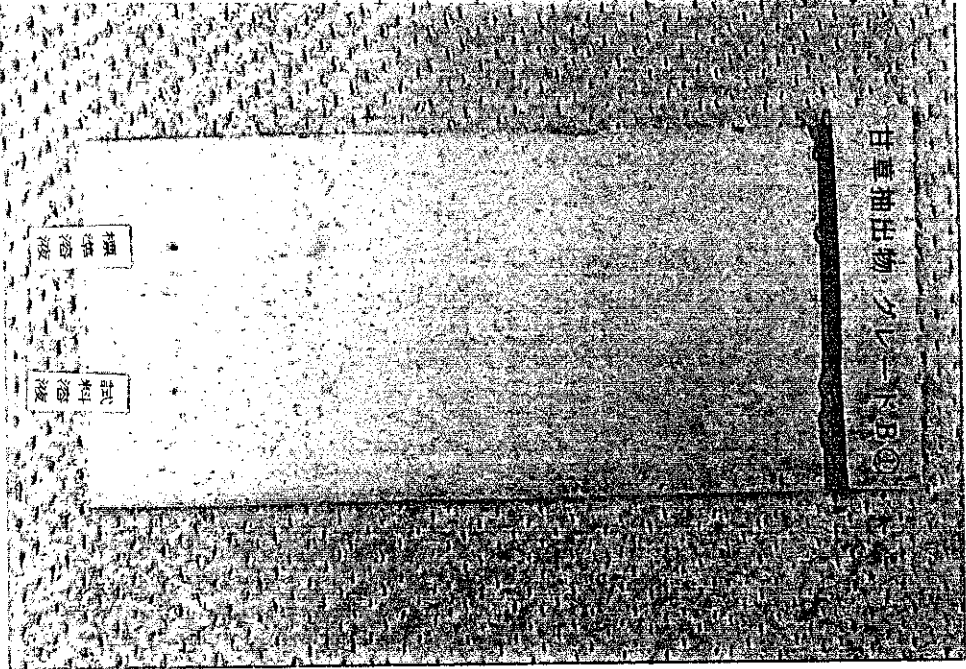
回数	1	2	3
結果	3.7%	3.6%	3.8%

5. 強熱残分

回数	1	2	3
結果	0.46%	0.45%	0.48%

6. 含量

回数	1	2	3	4	5	6
結果	62.9%	62.5%	62.2%	63.5%	63.3%	62.6%



甘草抽出物「グレードE」の試験結果

試験方法 自主規格による。

Lot No. 17470602

1. 性状

回数	1	2	3
結果	黄色の粉末	黄色の粉末	黄色の粉末

2. 確認試験

回数	1		2		3	
結果	標準溶液	試料溶液	標準溶液	試料溶液	標準溶液	試料溶液
(色調)	暗紫色	暗紫色	暗紫色	暗紫色	暗紫色	暗紫色
(Rf値)	0.27	0.27	0.26	0.26	0.26	0.26

3. 純度試験

(1) 液性 (pH)

回数	1	2	3
結果	4.91	4.95	4.92

(2) 重金属

回数	1	2	3
結果	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下

(3) ビ素

回数	1	2	3
結果	2.0 μ g/g以下	2.0 μ g/g以下	2.0 μ g/g以下

4. 乾燥減量

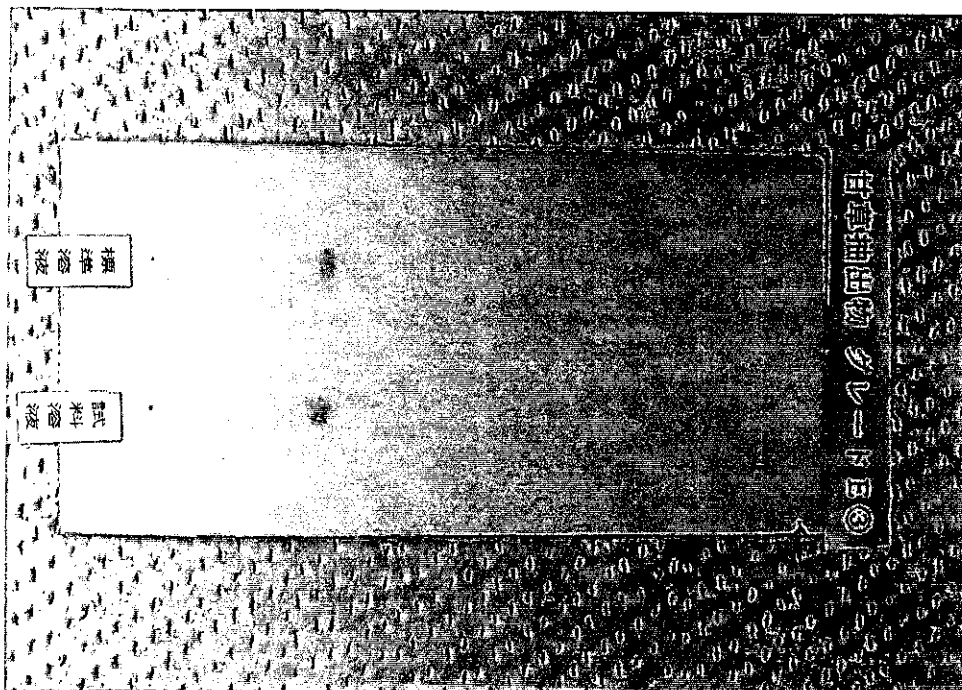
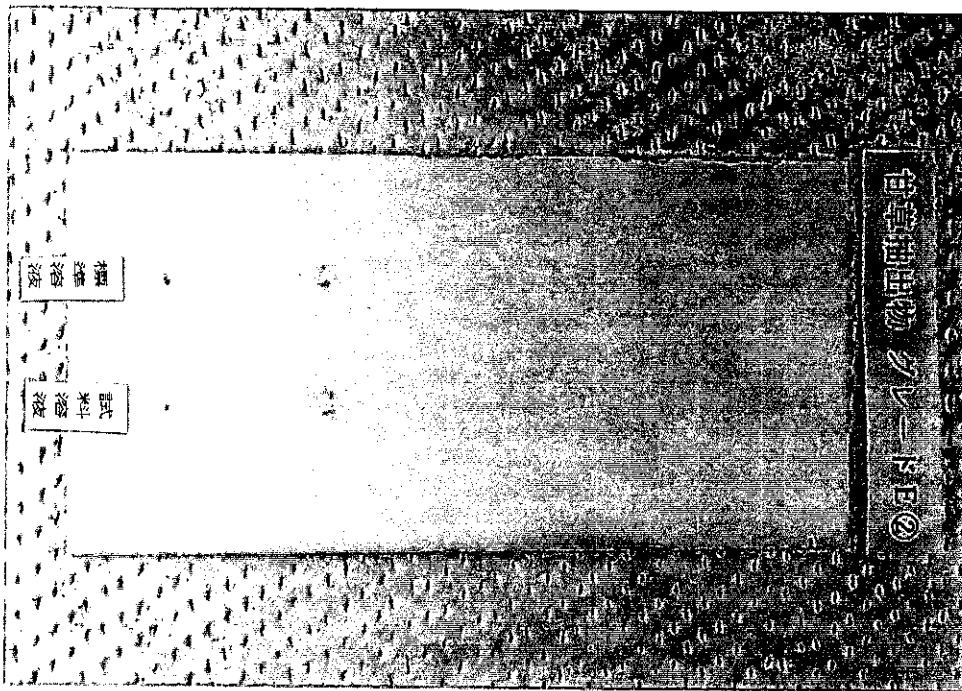
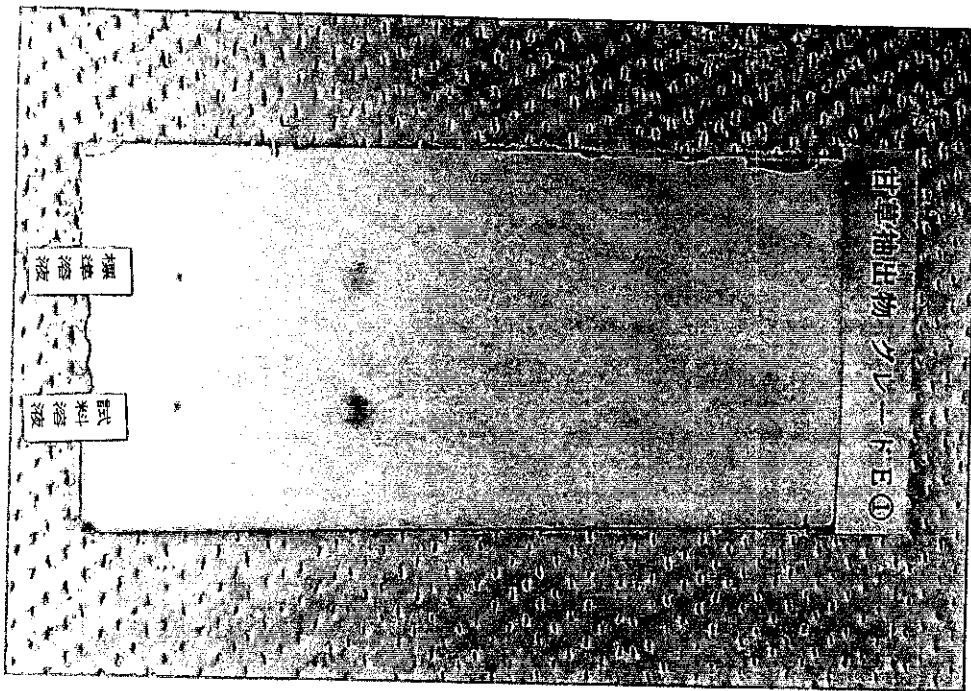
回数	1	2	3
結果	3.5%	3.4%	3.5%

5. 強熱残分

回数	1	2	3
結果	2.13%	2.22%	2.16%

6. 含量

回数	1	2	3	4	5	6
結果	44.9%	43.8%	43.9%	44.4%	44.4%	43.6%



カンゾウ抽出物の自主規格による分析

平成11年3月4日
丸善製薬株式会社
品質管理部
本社品質管理課



試験方法：既存添加物自主規格「カンゾウ抽出物(案)」による。

試験検体：①甘草精製物（商品名：純グリチミンY）
②甘草粗製物（商品名：リコゲン）

試験結果

①甘草精製物（商品名：純グリチミンY）

試験項目	試験結果
含量%	
1	56.8 ※1)
2	56.2
3	56.0
4	56.5
5	56.8
6	56.6
平均	56.5
性状	淡黄色の粉末
確認試験	G酸と色調、RF値等しい ※2)
1	同上
2	同上
3	同上
液性	
1	4.43
2	4.42
3	4.42
重金属	
1	10 μg/g以下
2	10 μg/g以下
3	10 μg/g以下
ヒ素	
1	2.0 μg/g以下
2	2.0 μg/g以下
3	2.0 μg/g以下
乾燥減量%	
1	3.3
2	3.1
3	3.3
平均	3.2
強熱残分%	
1	4.4
2	4.6
3	4.5
平均	4.5

※1)定量時の液クロチャート1例を別紙に添付した。

※2)確認試験のTLC結果を別紙に添付した。

上記結果より、純グリチミンY（甘草精製物）は既存添加物自主規格「カンゾウ抽出物(案)」に適合していた。

②甘草粗製物（商品名：リコゲン）

試験項目		試験結果
含 量 %	1	7.5 ※3)
	2	7.7
	3	7.7
	4	7.7
	5	7.7
	6	7.7
	平均	7.7
性 状		淡黄色の粉末
確認試験	1	G酸と色調、RF値等しい ※2)
	2	同上
	3	同上
液 性	1	5.86
	2	5.85
	3	5.85
重 金 属	1	10 μ g / g 以下
	2	10 μ g / g 以下
	3	10 μ g / g 以下
ヒ 素	1	2.0 μ g / g 以下
	2	2.0 μ g / g 以下
	3	2.0 μ g / g 以下
乾燥減量 %	1	5.3
	2	5.1
	3	5.5
	平均	5.3
強熱残分 %	1	8.5
	2	8.3
	3	8.7
	平均	8.5

※3) 定量時の液クロチャート1例を別紙添付した。

※2) 確認試験のTLC結果を別紙添付した。

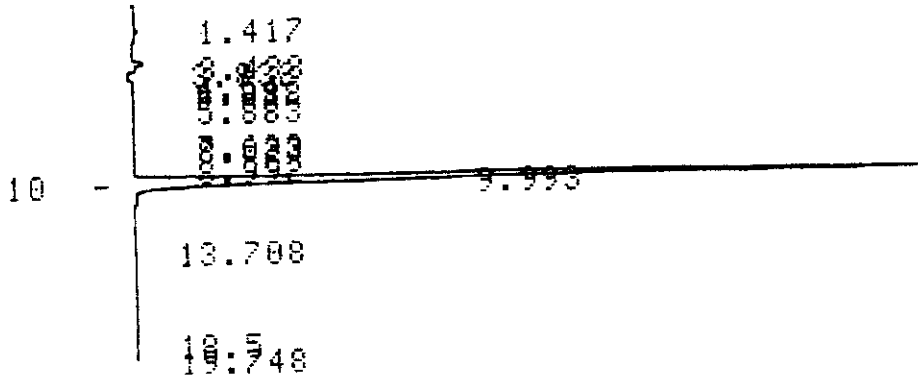
上記結果より、リコゲン（甘草粗製物）は既存添加物自主規格「カンゾウ抽出物(案)」に適合していた。

以上

グリチルリチン酸のHPLC

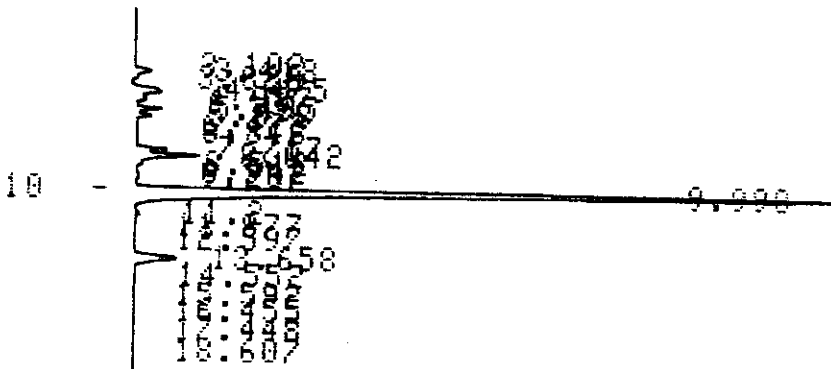
純グリチミンY

標準溶液



CHROMATOGRAM	PKNO	TIME	MEMORIZED AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
	1	9.993	2815217			100	
			166501hi				
TOTAL			2815217			100	

N=1

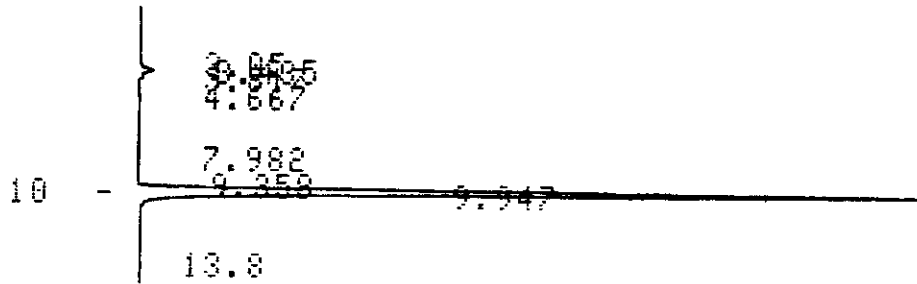


CHROMATOGRAM	PKNO	TIME	MEMORIZED AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
	1	9.998	2640881			100	
			148663hi				
TOTAL			2640881			100	

グリチルリチン酸のHPLC

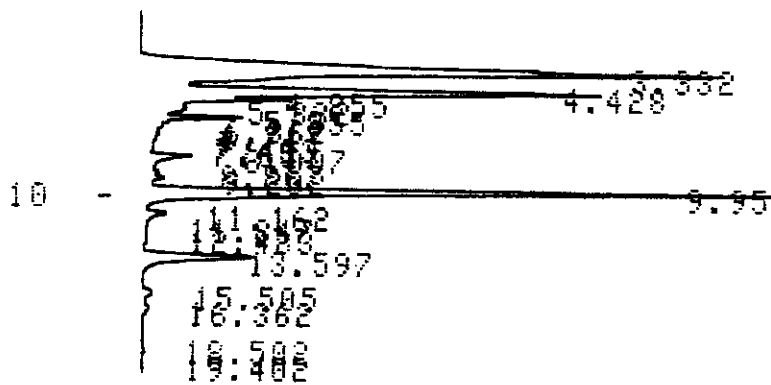
リコゲン

標準溶液



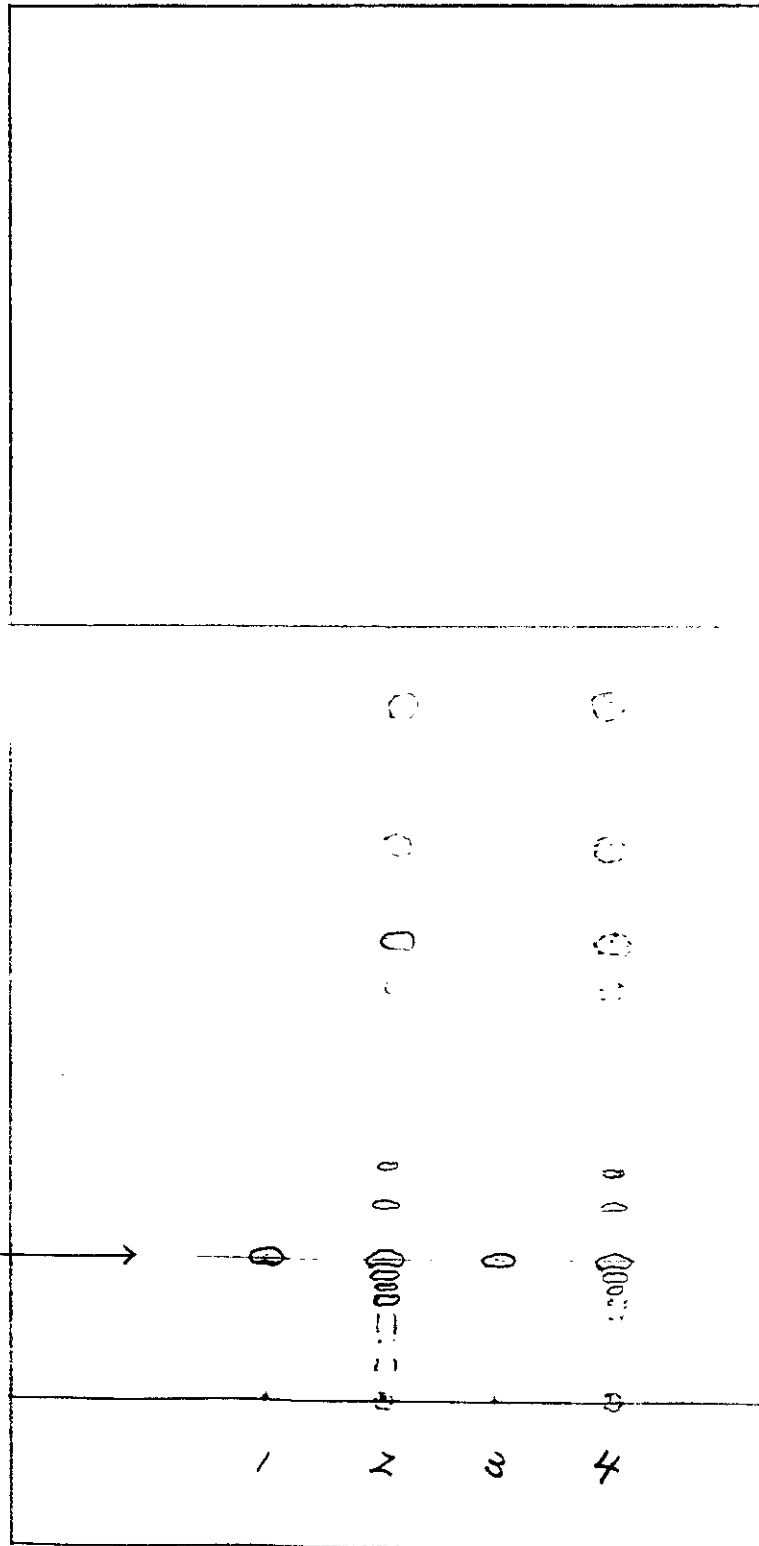
CHROMATOGRAM	2	MEMORIZED				
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	9.947	2807693			100	
		165346hi				
TOTAL		2807693			100	

N=1



CHROMATOGRAM	3	MEMORIZED				
PKNO	TIME	AREA	MK	IDNO	CONC	NAME
1	3.332	3688096			45.8614	
		116853hi				
2	4.428	1849470			22.9981	
		88477hi				
3	9.95	2504265			31.1405	
		133708hi				
TOTAL		8041831			100	

確認試験 1回目



溶媒先端

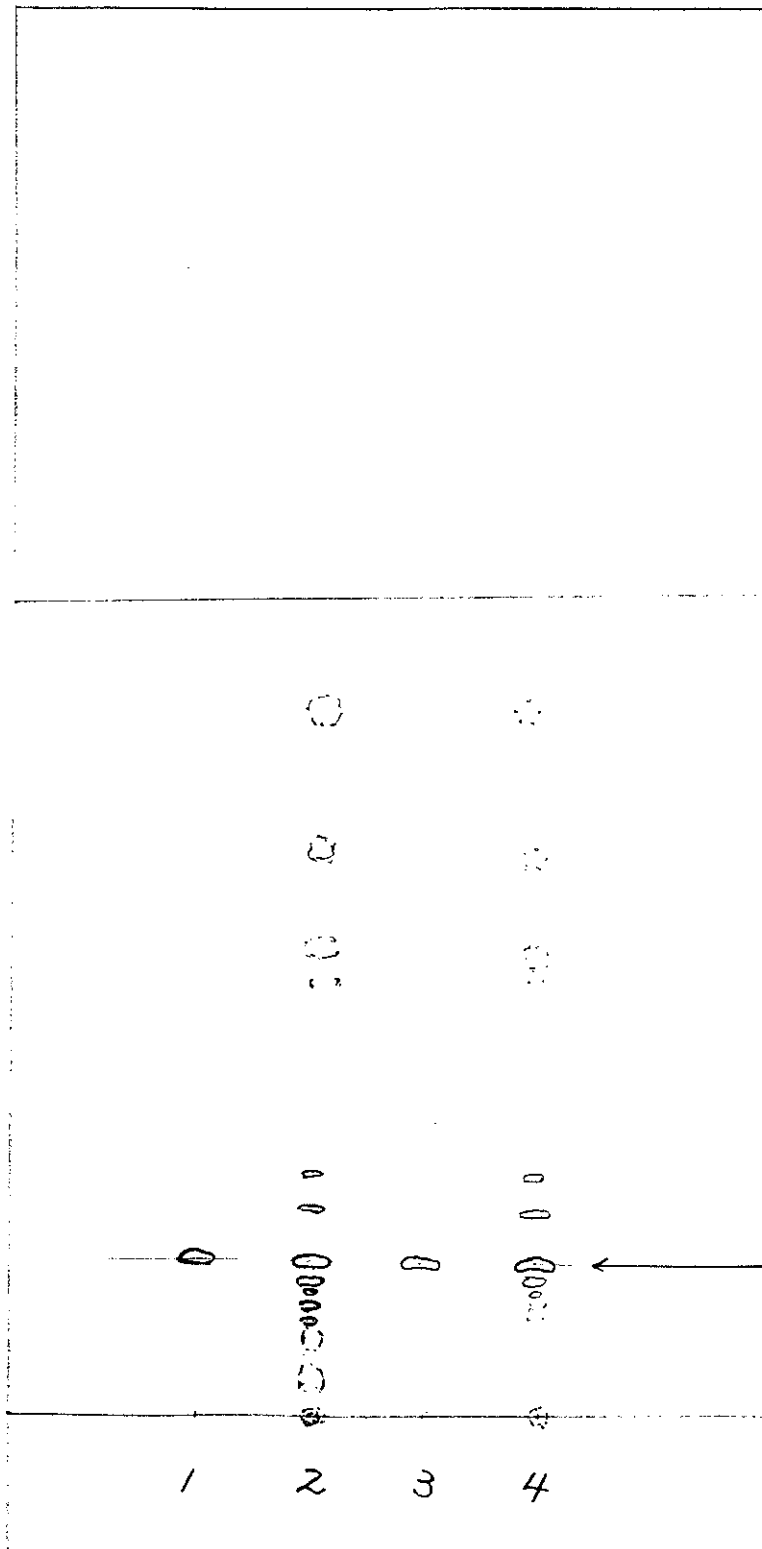
試料

- 1. グリチルリチン酸 1 μ g
- 2. リコゲシ 20 μ g
- 3. グリチルリチン酸 1 μ g
- 4. 純グリチミン

暗紫色
スポット

スタート

確認試験 3回目



溶媒先端

試料

1. グリチルルチン酸 1 μ g
2. リコゲン 20 μ g
3. グリチルルチン酸 1 μ g
4. 純グリケミンY 2 μ g

試験報告書

平成11年3月8日

アルプス薬品工業株式会社

研究開発部 第二研究室

担当者 政井久美



カンゾウ抽出物の自主規格案に基づいて当社二品目の試験を行い、実測値を別紙の通り御報告致します。

御査収下さい。

添付資料:

- ①アルプスリチン AH (ロット 8F15)の実測値
- ②カンゾウ抽出物 C (ロット 8J224)の実測値
- ③アルプスリチン AHとカンゾウ抽出物 Cの確認試験の写真

別紙

アルプスリチン AH(ロット 8F15)の実測値

回数	1	2	3	4	5	6
性状	淡黄色の粉末	淡黄色の粉末	淡黄色の粉末			
確認試験	陽性	陽性	陽性			
純度試験						
(1)液性	pH5.1	pH5.1	pH5.1			
(2)重金属	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下			
(3)ヒ素	2.0 μ g/以下	2.0 μ g/以下	2.0 μ g/以下			
乾燥減量	6.04%	6.12%	6.06%			
強熱残分	4.75%	4.82%	4.61%			
定量法						
グリチルリチン酸	70.51%	70.96%	71.96%	71.27%	70.36%	70.37%