

結果

1. 確認試験 (1) 規格 接界面は青～緑色を呈すること

	Lot.	①	②	③
1	900375	青～緑色	青～緑色	青～緑色
2	900377	青～緑色	青～緑色	青～緑色
3	900440	青～緑色	青～緑色	青～緑色

2. 確認試験 (2) 規格 融点 226～230℃

	Lot.	①	②	③
1	900375	228℃	229℃	229℃
2	900377	227℃	226℃	227℃
3	900440	229℃	228℃	228℃

3. 純度試験 (1) 重金属 規格 Pbとして10μg/g以下

	Lot.	①	②	③
1	900375	10μg/g以下	10μg/g以下	10μg/g以下
2	900377	10μg/g以下	10μg/g以下	10μg/g以下
3	900440	10μg/g以下	10μg/g以下	10μg/g以下

4. 純度試験 (2) ヒ素 規格 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 2μg/g以下

	Lot.	①	②	③
1	900375	2μg/g以下	2μg/g以下	2μg/g以下
2	900377	2μg/g以下	2μg/g以下	2μg/g以下
3	900440	2μg/g以下	2μg/g以下	2μg/g以下

5. 乾燥減量 規格 6.0%以下 (1g, 105℃, 2hr)

	Lot.	①	②	③
1	900375	2.88%	3.04%	2.90%
2	900377	3.10%	3.20%	3.20%
3	900440	3.35%	3.33%	3.33%

結果

6. 強熱残留物 規格 1. 0%以下 (1 g)

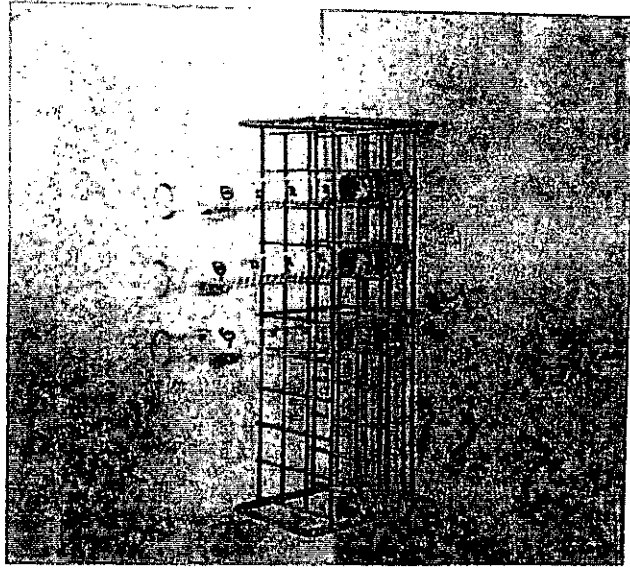
	Lot.	①	②	③
1	900375	0.12%	0.08%	0.11%
2	900377	0.08%	0.08%	0.07%
3	900440	0.10%	0.06%	0.07%

7. 定量 (含量) 規格 蔗糖配糖体として80.0%以上を含む (無水物)

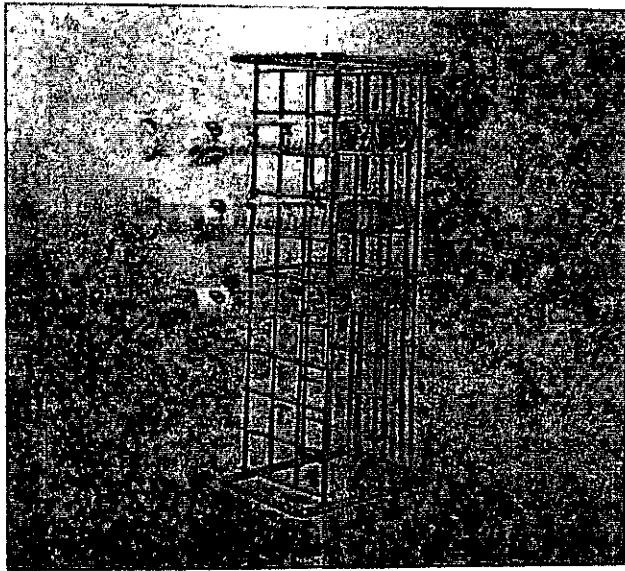
	Lot.	①	②	③	④	⑤	⑥
1	900375	85.91%	84.24%	85.37%	84.54%	86.11%	84.89%
2	900377	82.75%	84.40%	82.59%	84.74%	83.96%	85.04%
3	900440	83.18%	85.78%	84.71%	83.30%	83.56%	84.86%

— 以上 —

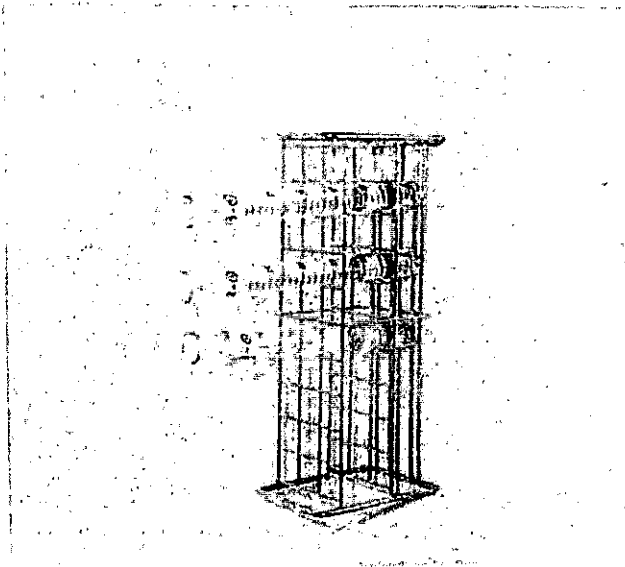
<添付資料>  
 確認試験(1)結果



1 ③  
 2 ③  
 3 ③



1 ②  
 2 ②  
 3 ②



1 ①  
 2 ①  
 3 ①

## ステビア末

Powdered stevia

キク科ステビア(*Stevia rebaudiana* BERTONI)の葉を粉砕したものである。成分はステビオサイド、及びレバウディオサイド A 等である。

**含量** 本品を乾燥したものはステビオール配糖体として 8.0%以上を含む。

**性状** 本品は緑色粉末でステビア特有のにおいがあり、清涼な甘味がある。

**確認試験** 本品 5.0g に、水 100ml を加えて水浴中で 30 分間加熱した後、ろ過し、ろ液に n-ブタノール 100ml を加え、よく振り混ぜてから静置して二層に分離させる。n-ブタノール層 5ml をとり、必要があればろ過し、ろ液 5ml をとり、これにアントロン試液 5ml を管壁に沿って静かに加えて層積するとき、接界面は青～緑色を呈する。

### 純度試験

(1)重金属 Pbとして  $20 \mu\text{g/g}$  以下 (1.0g、第 2 法、比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2)鉛  $5.0 \mu\text{g/g}$  以下 (2.0g、第 1 法)

(3)ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として  $2.0 \mu\text{g/g}$  以下(1.0g、第 3 法、装置 B)

**乾燥減量** 12.0%以下 (105℃, 4 時間)

**強熱残分** 20.0%以下 (1g)

**定量法** 本品約 2.0g を精密に量り、沸騰水 50ml を加え、沸騰水浴中にて 30 分間加熱を行い、抽出液はろ過する。この操作を 3 回繰り返す。ろ液は合わせ、ステビア末用吸着樹脂 100ml を用いて作った直径約 3cm の樹脂柱に入れ、1 分間に 6ml 以下の速さで流出させる。樹脂柱は 2l の水で水洗後、メタノール 250ml を 1 分間に 6ml 以下の速さで流出させて流出液を集め、これを減圧乾固する。得られた残留物を水 100ml に溶かし、アセトニトリルで正確に 200ml とする。これを検液とする。別にステビオサイド、レバウディオサイド A を 105℃で 2 時間乾燥し、それぞれ約 50mg を精密に量り、アセトニトリル・水混液(80 : 20)に溶かして正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充てん剤：5  $\mu\text{m}$  の  $\text{NH}_2$  基結合シリカ、またはポリマー

カラム管：内径 3.9~4.6mm、長さ 150~300mm のステンレス管

カラム温度：40℃

移動相：アセトニトリル・水混液 (80 : 20)

流速：ステビオサイドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

注 入 量：5～20μl

検液のステビオサイド、レバウディオサイド A、レバウディオサイド C、ズルコサイド A のピーク面積、及び標準液のステビオサイド、レバウディオサイド A のピーク面積を測定し、次の式により 4 成分の量を求め、その合計をもってステビオール配糖体含量とする。

$$\text{ステビオサイド (\%)} = \frac{\text{ステビオサイドの採取量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{\text{検液のステビオサイドのピーク面積}}{\text{標準液のステビオサイドのピーク面積}} \times 100$$

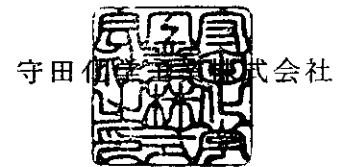
$$\text{ズルコサイド A (\%)} = \frac{\text{ステビオサイドの採取量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{\text{検液のズルコサイド A のピーク面積}}{\text{標準液のステビオサイドのピーク面積}} \times 100$$

$$\text{レバウディオサイド A (\%)} = \frac{\text{レバウディオサイド A の採取量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{\text{検液のレバウディオサイド A のピーク面積}}{\text{標準液のレバウディオサイド A のピーク面積}} \times 100$$

$$\text{レバウディオサイド C (\%)} = \frac{\text{レバウディオサイド A の採取量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{\text{検液のレバウディオサイド C のピーク面積}}{\text{標準液のレバウディオサイド A のピーク面積}} \times 100$$

(参考) この操作条件による時、各成分は付図のように流出する。

(注) アンダーライン部分が今回追加又は改正した点である。



## ステビア末（ステビオゲン末）分析結果

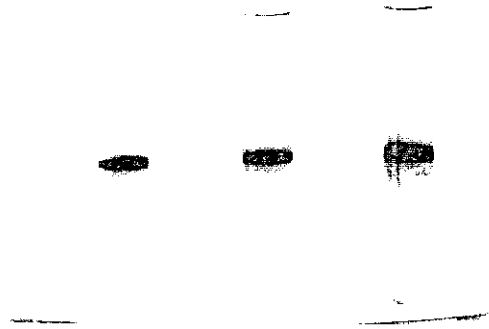
試験項目	ロット番号			規格	
	010269	012119	102049		
性状	いずれも緑色粉末でステビア特有のにおいがあり、甘味がある。			本品は緑色粉末でステビア特有のにおいがあり、清涼な甘味がある。	
確認試験	陽性	陽性	陽性	アントロン試液を層積するとき、境界面は青～緑色を呈する。	
純度	重金属	20 µg/g以下	20 µg/g以下	20 µg/g以下	pbとして20 µg/g以下 (1.0g, 第2法, 標準液 鉛標準液2.0ml)
	Pbとして	20 µg/g以下	20 µg/g以下	20 µg/g以下	
		20 µg/g以下	20 µg/g以下	20 µg/g以下	
	平均	20 µg/g以下	20 µg/g以下	20 µg/g以下	
試験	砒素	2 µg/g以下	2 µg/g以下	2 µg/g以下	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> として2.0 µg/g以下 (1.0g, 第3法, 装置B)
	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> として	2 µg/g以下	2 µg/g以下	2 µg/g以下	
		2 µg/g以下	2 µg/g以下	2 µg/g以下	
	平均	2 µg/g以下	2 µg/g以下	2 µg/g以下	
乾燥減量		7.1 %	7.5 %	7.6 %	12.0 %以下 (105°, 4時間)
		7.2 %	7.2 %	7.8 %	
		6.9 %	7.3 %	7.5 %	
平均		7.1 %	7.3 %	7.6 %	
強熱残留物		10.4 %	10.3 %	10.9 %	20.0 %以下 (1g)
		10.8 %	10.4 %	10.8 %	
		10.6 %	10.1 %	11.0 %	
平均		10.6 %	10.3 %	10.9 %	
含量 ステビオール配糖体		14.1 %	15.2 %	13.8 %	本品を乾燥物換算したものは ステビオール配糖体として 8.0 %以上含む。
		14.0 %	15.4 %	13.8 %	
		13.9 %	15.5 %	13.6 %	
		14.3 %	15.5 %	13.5 %	
		14.1 %	15.5 %	13.6 %	
		14.4 %	15.5 %	13.6 %	
平均		14.1 %	15.4 %	13.7 %	

試験項目	ロット番号			規格
	010269	012119	102049	
鉛試験	5 µg/g以下	5 µg/g以下	5 µg/g以下	5 µg/g以下 (2.0g, 第1法)
	5 µg/g以下	5 µg/g以下	5 µg/g以下	
	5 µg/g以下	5 µg/g以下	5 µg/g以下	
平均	5 µg/g以下	5 µg/g以下	5 µg/g以下	

以上

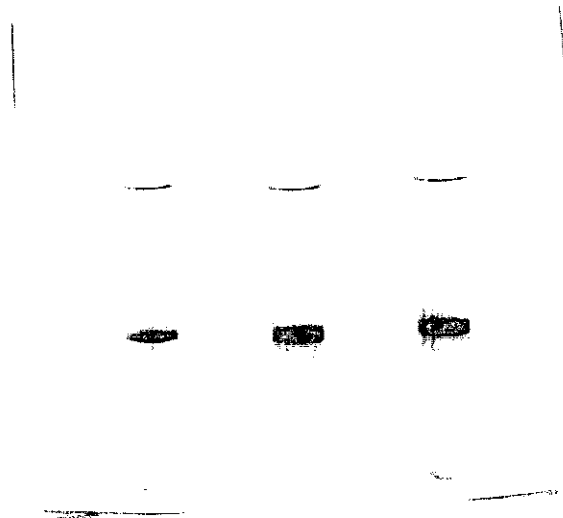
スチロゲン末、確認試験

0.2g 0.1g 0.05g



スチロゲン末、確認試験、比較

0.2g 0.1g 0.05g





增粘安定劑

平成 10 年 12 月 14 日

## タラガム自主規格の再検討

岩手ケミカル株式会社

東北工場

木村 薫

### 1. はじめに

増粘安定剤のタラガムに関しては、現在、自主規格が在るが、今般、国際整合性を計る上から、JECFA 規格に基づく規格試験を実施し、問題点の有無を確認した。

その検討結果は以下のとおりである。

なお、現行自主規格並びに JECFA 規格を参考資料として添付した。

### 2. 試験方法

JECFA の規格に基づき、格規格項目について試験を実施した。試験方法は JECFA 規格に記載された方法により実施した。

### 3. 検討結果と問題点

#### 3-1. 自主規格と JECFA 規格との比較の概要

JECFA 規格で定めていて、自主規格で規定していない項目は以下のとおりである。

項目	規格内容
確認試験	
A. 溶状	水に可溶、エタノールに不溶
D. ガム組成	ガラクトース、マンノースの確認
E. 顕微鏡観察	試験法省略
酸不溶性物質	2%以下

#### 3-2. 試験結果

JECFA の方法に基づき試験を行った結果、以下のような問題点が確認された。

##### (1) 純度試験「でんぷん」について

JECFA の方法では、「本品 1 g に水 10 ml を加え……」とあるが、この濃度ではペースト状になり、不相当と考える。従って、サンプリング料は 0.1 g が適当である。

##### (2) 酸不溶性物質

###### 1) 試験結果

繰り返し	ロットA %	ロットB %	ロットC %
1回目	3.39	2.88	2.50
2回目	3.29	2.77	2.62
3回目	3.21	2.71	2.42

上記結果を統計処理するといかのようになる。

平均	2.846
標準偏差 ( $\sigma$ )	0.386
$3\sigma$	1.157
平均 + $3\sigma$	4.002

従って、酸不溶物に関しては 5%以下が適当である。

(3) その他の項目に関しては問題は見られなかった。

従って、これらの結果から、次ページのとおり自主の改定案を作成した。

## TARA GUM\*

## SYNONYMS

Peruvian carob; INS No. 417

## DEFINITION

Tara Gum is obtained by grinding the endosperm of the seeds of *Caesalpinia spinosa* (Fam. *Leguminosae*). It consists chiefly of polysaccharides of high molecular weight composed mainly of galactomannans. The principal component consists of a linear chain of (1 4)- $\beta$ -D-mannopyranose units with  $\alpha$ -D-galactopyranose units attached by (1 6) linkages. The ratio of mannose to galactose in tara gum is 3:1. (In carob bean gum this ratio is 4:1 and in guar gum 2:1.) The article of commerce may be further specified as to viscosity and loss on drying.

## DESCRIPTION

Tara gum is a white to white-yellow, nearly odourless powder.

## FUNCTIONAL USES

Thickening agent, stabilizer.

## CHARACTERISTICS

## IDENTIFICATION TESTS

- |                            |  |
|----------------------------|--|
| ** A. Solubility           | Soluble in water. Insoluble in ethanol.  |
| B. Gel formation           | To a water solution of the sample add small amounts of sodium borate. A gel is formed. |
| C. Viscosity               | Passes test<br>See description under TESTS   |
| D. Gum constituents        | Passes test<br>See description under TESTS   |
| E. Microscopic examination | Passes test<br>See description under TESTS   |

## PURITY TESTS

- |                                 |   |
|---------------------------------|---|
| ** <u>Loss on drying</u>        | Not more than 15%   |
| ** <u>Ash</u>                   | Not more than 1.5%  |
| ** <u>Acid insoluble matter</u> | Not more than 2%  |
| ** <u>Arsenic</u>               | Not more than 3 mg/kg (Method II)   |
| ** <u>Heavy metals</u>          | Not more than 20 mg/kg (Method II)<br>Proceed as directed in the same test under Guar gum |

\* These specifications were prepared at the 30th session of JECFA (1986) and published in FNP 37 (1986).

\*\* See General Methods (Guide to JECFA Specifications), FNP 5/Rev.2 (1991).

## PURITY TESTS (continued)

<u>Protein</u>	Not more than 3.5% See description under TESTS
<u>Starch</u>	Not detectable To a 1 in 10 solution of the sample, add a few drops of iodine TS. No blue colour is produced.

## TESTS

## IDENTIFICATION TESTS

- C. Viscosity
- Transfer 2 g of the sample into a 400-ml beaker and moisten it thoroughly with about 4 ml of isopropanol. Add, with vigorous stirring, 200 ml of water and continue stirring until the gum is completely and uniformly dispersed. An opalescent, moderately viscous solution is formed. (This solution is less viscous than a guar gum solution, but more viscous than a carob bean gum solution when prepared and tested as indicated in the above described test.) Transfer 100 ml of this solution into another 400-ml beaker, heat the mixture in a boiling water-bath for about 10 minutes and cool to room temperature. The solution shows a marked increase in viscosity.
- \* D. Gum constituent
- Proceed as directed under Identification of gum constituents in the Annex using galactose and mannose as standards. Galactose and mannose should be present.
- E. Microscopic examination
- Place some ground sample in an aqueous solution containing 0.5% iodine and 1% potassium iodide on a glass slide and examine under a microscope. Tara gum contains groups of round to pear-shaped cells; their contents are yellow to brown. (Guar gum cells are similar in form but markedly larger in size. Carob bean gum shows long, stretched tubiform cells, separate or slightly interspaced and can be easily distinguished from tara gum.)

## PURITY TESTS

- \* Protein
- Determine nitrogen by Kjeldahl method. The percentage of nitrogen determined multiplied by 5.7 gives the percentage of protein in the sample.

---

\* See General Methods (Guide to JECFA Specifications), FNP 5/Rev.2 (1991).

## タラガム

Tara gum

**定義** タラの種子から得られた、多糖類を主成分とするものをいう。

**性状** 本品は、白～淡黄色の粉末で、ほとんどにおいが無い。

### 確認試験

(1) 本品1gを水100mlに溶解した液に少量のホウ酸ナトリウムを加えるときゲル状になる。

(2) 本品2gを500ml容のビーカーに入れ、イソプロピルアルコール約4mlで完全に湿らし、強力に攪拌しながら水約200mlを加え均一になるまで攪拌する。この分散液を沸騰水浴中で約10分間加熱攪拌し、放冷するとき粘度の著しい上昇がみられる。

### 純度試験

(1) 蛋白質 3.5%以下

本品約0.2gを精密に量り、窒素定量法(2)セミマイクロケルダール法により窒素の量を測定し、これに5.7を乗じて蛋白質の量を求める。

0.005mol/L硫酸1ml=0.1401mgN

(2) 澱粉 陰性

本品0.1gに水10mlを加え加熱攪拌溶解し、放冷後ヨウ素試液2滴を加えるとき青色を呈さない。

(3) 酸不溶物 5%以下

本品約2.0gを精密に量り、蒸留水150mlと濃硫酸1.5mlを入れた300ml容のビーカーに加える。このビーカーを時計皿で被い、沸騰水浴中で6時間加熱する。この間、時々ガラス攪拌棒を用いてビーカーの内壁についたものを擦り落としながら蒸留水で洗い流し、蒸発によって失われた水の量を補整する。予め105℃で3時間乾燥させたろ過助剤約0.5gを精密に量り、試料液に加えて十分攪拌する。105℃で3時間乾燥した重量既知のガラスフィルターを用いてこの液をろ過し、残留物を温水で数回ガラスフィルターに洗い込む。残留物を集めたガラスフィルターを105℃で3時間乾燥後、デシケータ一中で放冷し秤量して総重量を求め、次式により酸不溶解物を求める。(加工ユーケマ藻類の純度試験(5)を準用する。)

酸不溶物 = {総重量 - (ろ過助剤 + ガラスフィルター重量)} / 試料の採取量 × 100(%)

(4) 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

(5)鉛  $10\mu\text{g/g}$ 以下

(鉛試験法、原子吸光度測定法)

(6)ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

0. 5g、第3法、装置B

乾燥減量 15. 0%以下(105°C、5時間)

灰 分 1. 5%以下

本品約2. 0gを精密に量り、磁製るつぼに入れ、煙が出なくなるまで焼いた後、550°Cで1時間加熱する。デシケーター中で放冷し、秤量して、乾燥物当たりの灰分を求める。

## カンゾウ油性抽出物の自主規格改訂検討

日本食品添加物協会  
化防止剤技術研究会

### 1. はじめに

既存添加物名簿において、基源・製法・本質の項目で「マメ科チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* BATALIN)」が追加されたことにより試験を行ったところ、確認試験(2)の極大吸収波長の幅に不備があることがわかり、自主規格(案)を検討したので報告する。

### 2. 試験方法

(試料)

マメ科ウラルカンゾウ、同チョウカカンゾウ、同ヨウカンゾウから各々製造した「カンゾウ油性抽出物」3基源3ロットを用いた。

- 3ロット ①Lot No77 (ウラルカンゾウより製造)  
②Lot No40 (ヨウカンゾウより製造)  
③Lot No37 (チョウカンゾウより製造)}

(測定法)

試料 0.01g にエタノール 1000ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (2+50) 2ml を加えて溶かした溶液の極大吸収波長を測定した。



3. 試験結果

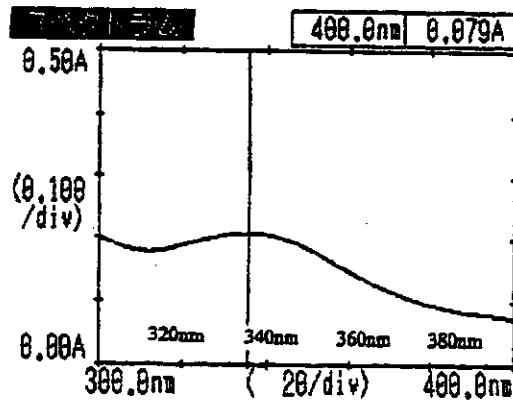
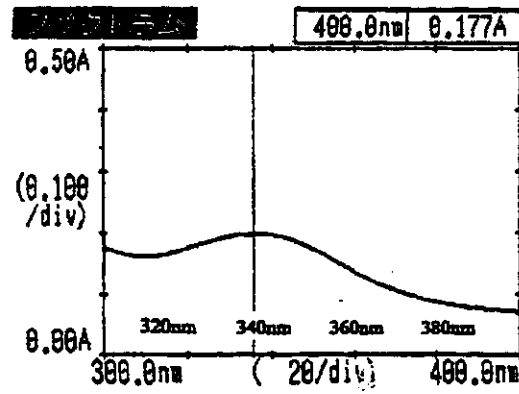
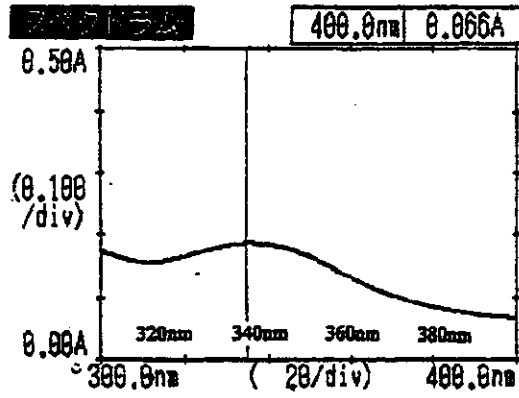
試験項目		① Lot No77 (ウラルカンゾウより製造)	② Lot No40 (ヨウカンゾウより製造)	③ Lot No37 (チヨウカンゾウより製造)
性状		黄褐色の粉末 カンゾウ特有の臭い	黄褐色の粉末 カンゾウ特有の臭い	黄褐色の粉末 カンゾウ特有の臭い
確認試験 (1)	1	赤褐色を呈する	赤褐色を呈する	赤褐色を呈する
	2	同上	同上	同上
	3	同上	同上	同上
確認試験 (2) *	1	λ max 335.8nm	344.0nm	341.0nm
	2	λ max 335.4nm	343.4nm	342.0nm
	3	λ max 335.4nm	343.6nm	340.8nm
重金属	1	10 " g/g 以下	10 " g/g 以下	10 " g/g 以下
	2	10 " g/g 以下	10 " g/g 以下	10 " g/g 以下
	3	10 " g/g 以下	10 " g/g 以下	10 " g/g 以下
ヒ素	1	2.0 " g/g 以下	2.0 " g/g 以下	2.0 " g/g 以下
	2	2.0 " g/g 以下	2.0 " g/g 以下	2.0 " g/g 以下
	3	2.0 " g/g 以下	2.0 " g/g 以下	2.0 " g/g 以下
残留溶媒 (アセトン)	1	不検出	不検出	不検出
	2	不検出	不検出	不検出
	3	不検出	不検出	不検出
残留溶媒 (ヘキサン)	1	不検出	不検出	不検出
	2	不検出	不検出	不検出
	3	不検出	不検出	不検出
乾燥減量%	1	3.3	3.6	3.2
	2	3.1	3.8	3.2
	3	3.3	3.4	3.4
	平均	3.2	3.6	3.3
強熱残分%	1	0.04	0.04	0.01
	2	0.02	0.03	0.03
	3	0.02	0.02	0.04
	平均	0.03	0.03	0.03

\* 確認試験 (2) における吸光パターンを別紙添付した。

吸光光度法による吸収パターン (300~400 nm)

ウラルカンゾウ

Lot 77



## カンゾウ油性抽出物

oil Licorice extract

本品は、マメ科ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* LINNE) 又はマメ科ウラルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* FISCHER) の根又は根茎を水で洗浄した残渣より、室温時～温時エタノール、アセトン又はヘキサンで抽出して得られたものである。主成分はフラボノイドである。

**性状** 本品は黄褐～赤褐色の粉末で、甘草特有のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 0.2g をとり、エタノール 20ml を加えて溶かし、リボン状マグネシウム 0.1g 及び塩酸 0.5ml を加えて放置するとき、液は、橙赤～赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.01g にエタノール 1000ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (2+50) 2ml を加えて溶かした液は、波長 339～349nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として 20  $\mu$ g/g 以下 (1.0g、第 2 法、比較液鉛標準液 2.0ml)

(2) ヒ素  $As_2O_3$  として 4.0  $\mu$ g/g 以下 (0.50g、第 3 法、装置 B)

(3) 残留溶媒 アセトン 30/ $\mu$ g/g 以下

ヘキサン 25/ $\mu$ g/g 以下

**乾燥減量** 5.0% 以下 (1g、105℃、2 時間)

**強熱残留物** 3.0% 以下

## カンゾウ油性抽出物

Licorice oil extract

本品は、マメ科ウラルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* FISCHER)、マメ科チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* BATALIN) 又はマメ科ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* LINNE) の根又は根茎を水で洗浄した残渣より、室温時～温時エタノール、アセトン又はヘキサンで抽出して得られたものである。主成分はフラボノイドである。

**性状** 本品は黄褐～赤褐色の粉末で、甘草特有のにおいがある。

**確認試験** (1) 本品 0.2g をとり、エタノール 20ml を加えて溶かし、リボン状マグネシウム 0.1g 及び塩酸 0.5ml を加えて放置するとき、液は、橙赤～赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.01g にエタノール 1000ml 及び水酸化ナトリウム溶液 (2+50) 2ml を加えて溶かした液は、波長 335nm 付近又は 343nm 付近に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属  $P_b$  として  $20 \mu\text{g/g}$  以下 (1.0g、第 2 法、比較液鉛標準液 2.0ml)

(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50g、第 3 法、装置 B)

(3) 残留溶媒 アセトン  $30/\mu\text{g/g}$  以下

ヘキサン  $25/\mu\text{g/g}$  以下

**乾燥減量** 5.0%以下 (1g、 $105^\circ\text{C}$ 、2 時間)

**強熱残留物** 3.0%以下