

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自主規格（案）の策定—

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]

先般、平成11年4月、第7版食品添加物公定書が公示され、既存添加物（いわゆる天然添加物）59品目及びその製剤3品目、一般に食品として供されている物であって添加物として使用される品目1品目（「一般飲食物添加物」と略）について成分規格が設定された。

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及び当協会「自主規格」が設定されている品目を中心に検討され、成分規格が設定されたものである。

一方、当協会としては、行政並びに学識経験者のご指導の下に、既存添加物の成分規格設定を目標に、当協会として「既存添加物の自主規格」の策定を進めてきた。

しかしながら、既存添加物の中には、未だ規格が設定されていないものが多く、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。

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、主成分の同定・確認を進めると共に、試験法の開発検討を行ない、自主規格（案）の策定すると共に、その妥当性評価を行なった。

研究結果の概要

1. 緒言

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・試験法等について調査を行い、総合的にその規格内容の妥当性を評価・検討すると共に、必要に応じ、新しい試験法の開発検討も進め、適切な安全性確保が図るよう、成分規格の策定を行うことを目的に本研究を行った。

また、本年度は、第7版食品添加物公定書の規格設定の基本的考え方、方法等を踏まえ、既存添加物に関する新規規格策定については、主成分の確認、定量法の検討等を行い、成分規格設定研究並びに試験法の妥当性等に関して検討を行なった。

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研究及び現在当協会自主規格（第2版 化学的合成品以外の食品添加物自主規格）の内容の見直し及び最新の技術進

歩を踏まえた新たな試験方法の導入検討を行うと共に、それらの妥当性についても評価検討を行なった。

用途名	新規検討品目	自主規格見直し品目
甘味料	<ul style="list-style-type: none"> ・L-アラビノース ・D-リボース液（製剤） ・L-ソルボース液（製剤） ・L-ラムノース 	<ul style="list-style-type: none"> ・酵素分解カンゾウ
着色料	<ul style="list-style-type: none"> ・アルカネット色素 ・植物炭末色素 	<ul style="list-style-type: none"> ・エルダベリー色素 ・クランベリー色素 ・ストロベリー色素 ・ブラックベリー色素 ・ブルーベリー色素 ・ボイセンベリー色素 ・ホワートルベリー色素 ・ラズベリー色素 ・レッドカーラント色素
保存料及び日持ち向上剤	<ul style="list-style-type: none"> ・カラシ抽出物 ・酵素分解ハトムギ抽出物 ・タデ抽出物 	<ul style="list-style-type: none"> ・しらこたん白 ・ツヤプリシン ・ペクチン分解物 ・ε-ポリリシン
増粘安定剤	<ul style="list-style-type: none"> ・グアーガム酵素分解物 ・納豆菌ガム 	<ul style="list-style-type: none"> ・カードラン ・サイリウムシードガム ・タマリンドシードガム ・プルラン
酸化防止剤及びビタミン	<ul style="list-style-type: none"> ・酵素処理イソクエルシトリン ・ヤマモモ抽出物 ・メナキノン（抽出物） 	
ガムベース	<ul style="list-style-type: none"> ・オゾケライト ・ロシン 	
酵素	<ul style="list-style-type: none"> ・カタラーゼ ・セルラーゼ ・ペクチナーゼ ・ヘミセルラーゼ ・プロテアーゼ ・酵素一般規格 	
調味料及び苦味料	<ul style="list-style-type: none"> ・ニガヨモギ抽出物 ・レイシ抽出物 	<ul style="list-style-type: none"> ・カフェイン（抽出物） ・タウリン（抽出物） ・ペタイン
乳化剤	<ul style="list-style-type: none"> ・ダイズサポニン ・胆汁末 	<ul style="list-style-type: none"> ・酵素分解レシチン ・植物ステロール
製造用剤	<ul style="list-style-type: none"> ・ニッケル 	<ul style="list-style-type: none"> ・焼成カルシウム 1. 貝殻焼成カルシウム 2. 卵殻焼成カルシウム

3. 研究結果の概要

3-1. 甘味料

(1) 新規作成検討品目（「L-アラビノース」、「L-ラムノース」、「D-ソルボーズ液」、「L-リボース液」）

甘味料に関しては、新たにL-アラビノース、L-ラムノースの2品目について検討を行なうと共に、昨年度、定量法の検討を行なったD-ソルボーズ、L-リボースの2品目については、流通実態に合わせ、その製剤であるD-ソルボーズ液、L-リボース液について規格設定の検討を行なった。

L-アラビノース、L-ラムノース、D-ソルボーズ液、L-リボース液共に、定量法に関しては、「食添7」ソルビトールの定量法を踏まえ、HPLC法を採用し、当該試験法の妥当性について評価検討を行なった結果、同試験法の妥当性を確認することが出来た。

また、併せて、純度試験にあつては、「食添7」に則り、鉛限度値の追加、ヒ素試験法における装置Bへの変更も検討し、その妥当性についても評価することが出来た。

(2) 自主規格改訂検討品目（「酵素分解カンゾウ」）

甘味料について「第2版化学的合成品以外の食品添加物自主規格」収載品目の規格見直しに関しては、酵素分解カンゾウの自主規格の見直しを行ない、その妥当性について評価した。修正点は以下のとおりである。

- ・「純度試験」 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、改定規格（案）の妥当性を確認した。ヒ素については、第2法 \rightarrow 第3法へ変更した。
- ・「強熱残分」に関しては、強熱条件を明確にした。
- ・「定量法」に関しては、一部文章を修正すると共に、定量用グリチルリチン酸、並びに定量用グリチルレチン酸-3-グルクロニドの規格を新たに設定した。

これらの修正に伴い、改めてこれらの試験法について評価し、その妥当性を確認した。

3-2. 着色料

(1) 新規作成検討品目（「アルカネット色素」、「植物炭末色素」）

・アルカネット色素：「食添7」収載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市販品を用い評価し、自主規格案として策定した。「色価」に関しては流通実態を調査し、 $(E_{1\text{cm}}^{10\%})$ は20以上とし、「その表示量の90~110%を含む。」と規定した。また、確認試験には、「食添7」に準じ主成分のアルカニン TLCで確認すること及び特定波長における極大吸収部も確認試験に加えた。

その他、純度試験には「鉛」の限度値を設定し、これら試験法の妥当性も評価した。

・植物炭末色素：流通実態を調査し、「含量」は「90%以上（乾燥物及び灰分換算）で、表示量の95~115%を含む。」と規定した。「確認試験」はJECFA規格を準用、「純度試験」には「鉛」の限度値も設定した。なお、一般試験法として、炭素定量法についても併せて検討した。

(2) 自主規格改訂検討品目（「ベリー類色素」）

「第2版化学的合成品以外の食品添加物自主規格」では、一般飲食物添加物であるベリー類色素について、19品目をI規格として設定していたが、「食添7」では「ブラックカーラント色素」が個別規格として記載された事を踏まえ、比較的使用頻度の高いベリー類色素9品目（先にリストアップした9種のベリー色素類）について、個別規格の設定を検討した。

検討に当たっては、「食添7」記載天然色素類の成分規格を踏まえ、市場流通している製品の品質確認を行ない、それらの結果を踏まえて、自主規格案を策定した。また、設定した各試験法に関してもその妥当性を確認することが出来た。

なお、純度試験項目のうち、ペクチナーゼ処理によるメタノールの生成を考慮し、残留メタノールの限度値（1,000 μ g/kg以下）も併せて設定した。

3-3. 保存料及び日持ち向上剤

(1) 新規作成検討品目（「からし抽出物」、「酵素分解ハトムギ抽出物」、「タデ抽出物」）

・カラシ抽出物：指定添加物「イソチオシアン酸アリル」との識別を主要課題とし、規格設定を検討した。天然のカラシ抽出物の主成分はイソチオシアン酸アリルであるが、他の辛味成分として、少量のイソチオシアン酸 sec-ブチル、イソチオシアン酸 3-ブテニル、イソチオシアン酸 n-ブチル等が含まれることから、指定添加物の「イソチオシアン酸アリル」と識別するため、これらの辛味成分の確認を規格項目として設定した。

従って、定量法に関しては「食添7」イソチオシアン酸アリルでは滴定法を採用しているが、カラシ抽出物にあってはガスクロマトグラフ法を採用した。

・酵素分解ハトムギ抽出物：本品の主成分はオリゴ糖であることが判明したことから、含量として糖並びに脂質を規定した。試験法としてはそれぞれソモギ法、ソクスレー法を採用し、糖及び脂質の合計量を20%以上と規定した。

・タデ抽出物：本品の主成分はポリゴジアルであり、確認試験には赤外吸収スペクトル法を検討し、2940 cm^{-1} 、1720 cm^{-1} 、1680 cm^{-1} に吸収を認めることとした。

主成分のポリゴジアル含量に関しては HPLC 法による定量法の検討を行ない、市場流通品の実態を踏まえ、主成分含量を15%以上とし、これら試験法の妥当性に関し併せて評価した結果、十分妥当性が確認された。

(2) 自主規格改訂検討品目（「しらこたん白」、「ツヤプリシン」、「ペクチン分解物」、「 ϵ -ポリリジン」）

・しらこたん白：「定義」塩基性たん白質（プロタミン、ヒストン）を塩基性たん白質（プロタミン）に変更すると共に、「性状」に「又は薄黄色～褐色のペースト又は液体」を追加した。「確認試験」（2）「液は赤紫色を呈する。」を「液は青紫色を呈する。」に変更した。「純度試験」（1）溶状 微濁→微濁ないし混濁へ変更、（2）「重金属」の限度値を20 μ g/g→5 μ g/gへ変更した。また、「灰分」についても12.0%以下から15.0%へ変更した。これらの変更は市場流通品の実態を調査し、その結果に基づき検討したものであ

る。

- ・ツヤプリシン：「重金属」の限度値を $20\mu\text{g/g}$ → $10\mu\text{g/g}$ へ変更し、「ヒ素」装置 A→装置 Bへ変更した。
- ・ペクチン分解物：「食添7」に合わせ、「ヒ素」装置 A→装置 Bへ変更し、市場流通品の実態調査から「乾燥減量」40%以下→50%以下へ変更した。その他、「pH」及び試薬の単位についても一部変更した。
- ・ε-ポリリジン：「重金属」の限度値を $20\mu\text{g/g}$ → $10\mu\text{g/g}$ へ変更し、「ヒ素」装置 A→装置 Bへ変更した。

3-4. 増粘安定剤

(1) 新規作成検討品目（「グアーガム酵素分解物」、「納豆菌ガム」）

グアーガム酵素分解物、納豆菌ガムの2品目について新規格案を設定するための調査検討を行いそれぞれ自主規格案を策定した。

- ・グアーガム酵素分解物：確認試験、純度試験等について、製造者が実施している規格・試験法の調査を行い、その結果を踏まえ自主規格案を策定した。本品は「食添7」収載のグアーガムを酵素分解したものであり、自主規格の内容はほぼ「食添7」グアーガムと同様の内容となった。
- ・納豆菌ガム：本品はポリグルタミン酸を主成分とする増粘安定剤であり、含量の測定法に関してはポリグルタミン酸を塩酸で加水分解した後、アミノ酸分析計でグルタミン酸含量を測定し、生成したグルタミン酸含量からポリグルタミン酸含量を測定する方法を採用した。なお、ポリグルタミン酸含量の規格値は70.0%以上とした。

また、「食添7」に合わせ、純度試験項目に「鉛」の項目を追加すると共に、微生物限度規格についても設定した。

(2) 自主規格規定検討品目（「カードラン」、「サイリウムシードガム」、「タマリンドシードガム」、「プルラン」）

- ・カードラン：JECFA規格に基づき、現行自主規格の見直しを行った。今回策定した自主規格（案）とJECFA規格の比較は個別検討結果に示すとおりである。
- ・サイリウムシードガム：現行自主規格を見直し、純度試験として「たん白質」限度値、「鉛」の限度値について調査検討を行い、それぞれ「たん白質 2.0%以下」、「鉛 $10\mu\text{g}$ 以下」とした。
- ・タマリンドシードガム：「食添7」収載増粘安定剤に合わせ、新たに「鉛」、微生物限度の設定を検討すると共に、現在の自主規格中、確認試験（1）、（2）をそれぞれ修正し、純度試験（2）でんぷんの項を削除した。また、流通品の実態に合わせ、乾燥減量も8.0%→10.0%へ変更した。
- ・プルラン：「食添7」収載増粘安定剤の規格項目に合わせ、新たに純度試験項目として「鉛」を追加すると共に、ヒ素試験法に関しては装置A→装置Bへの変更、その他微生物限度値等の追加を行い、各追加試験法の妥当性についても確認した。

3-5. 酸化防止剤・強化剤

酸化防止剤2品目（「酵素処理イソクエルシトリン」、「ヤマモモ抽出物」）、強化剤1品目（「メナキノン（抽出物）」）について調査研究を行い、自主規格案を策定した。

- ・酵素処理イソクエルシトリン：主成分の α -グルコシルイソクエルシトリン含量に関しては、吸光度法による測定法を検討し、「含量 60%以上」と規定した。また、確認試験、純度試験等も併せて検討を行い自主規格案を策定、その妥当性も評価した。
- ・ヤマモモ抽出物：主成分のミリシトリンの確認に関しては、薄層クロマトグラフィー法を採用した。
- ・メナキノン（抽出物）：確認試験には赤外吸収スペクトル法を検討する共に、主成分のメナキノン4の定量法に関しては、HPLC法の採用を検討した。また、これら試験方法の妥当性も併せて評価した。なお、「日局13」では、純度試験として副生物のメナオジンの限度値を規定していることを踏まえ、同様に当自主規格においてもメナオジンの限度値併せて設定した。

3-6. ガムベース

「オゾケライト」、「ロシン」、の2品目について新規自主規格作成検討を行った。

オゾケライトに関してはパラフィンワックス及びマイクロクリスタリンワックスと成分的に類似することから、これらの自主規格を参考とし、ロジンでは「食添7」エステルガム及び化粧品原料基準規格を参考にして自主規格（案）を策定した。

- ・オゾケライト：「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」に関しては融点、液性、重金属、ヒ素の他、紫外線吸光度（CFRで規定）に関しても規定した。
- ・ロシン：「確認試験」に関しては、樹脂酸分子の二重結合に起因する呈色反応を採用、「純度試験」としては酸価、重金属、ヒ素について規定した。また、「強熱残分」についても規格設定を行った。

3-7. 酵素

既存添加物リスト中には、現在76品目の酵素がリストアップされている。このうち、「食添7」は4品目、当協会自主規格設定品目が12品目あり、残り60品目に関しては規格が未設定の状態となっていた。従って、これら規格未設定品目に対する対策をも含め、JECFA方式による「酵素一般規格」の策定について検討し、60品目を包含する自主規格として検討を行なった。同時に、比較的繁用されている酵素5品目（カタラーゼ、セルラーゼ、ヘミセルラーゼ、プロテアーゼ、ペクチナーゼ）について自主規格の策定検討を行った。

(1) 酵素一般規格

JECFA規格との整合性をはかりながら、酵素の共通規格として、「定義」、「酵素活性」、「性状」、「純度試験」、「微生物限度」、「酵素活性測定法」について規定し、酵素一般規格とした。

(2)「カタラーゼ」、「セルラーゼ」、「ヘミセルラーゼ」、「プロテアーゼ」、「ペクチナーゼ」

・カタラーゼ：「確認試験」は過酸化水素との反応を確認する方法を採用、「酵素活性測定法」は第1法として、過酸化水素の分解に伴う波長 240nm における吸光度の減少を測定する方法、第2法として、一定時間、過酸化水素と反応させた後、残存する過酸化水素をチオ硫酸ナトリウムで滴定する方法を採用した。また、これらの試験法の妥当性についても確認した。

・セルラーゼ：「確認試験」はセルロース糖化力及び粘度低下を見る2つの方法を採用した。「酵素活性測定法」は2種の吸光度法を採用、1つはセルロースの分解で生成した還元糖をニトロ試薬で呈色させ、波長 540nm における吸光度を測定する方法、他の1つは銅試薬で呈色させ、波長 750nm における吸光度を測定する方法である。これらの試験法の妥当性についても、各社市場流通品により確認した。

・ヘミセルラーゼ：確認試験はキシリナーゼ活性又はガラクトマンナーゼ活性を確認する2つの方法を採用した。酵素活性測定法も同様に、キシラン糖化力を測定する方法（呈色試薬を含めると2種類となる。）、ガラクトマンナン糖化力及びガラクトマンナン粘度低下力を測定する方法の2種の測定法を採用し、併せて試験法の妥当性についても評価検討した。

・プロテアーゼ：確認試験は酵素活性を確認する方法、カゼインの分解、ゼラチンの粘度低下をみる3方法を採用した。酵素活性測定法はカゼイン-フォーリン法、ヘモグロビン法の2種を採用した。また、測定にあたり、どちらかを選択し酵素活性を測定し得るよう規定した。併せて、これら試験法の妥当性についても評価検討した

・ペクチナーゼ：確認試験は酵素活性を確認する方法、ペクチンの粘度低下をみる方法を採用した。酵素活性測定法は第1法ペクチン酸糖化力測定法、第2法、第3法は共にペクチン粘度降下力測定法（基質の相違により粘度計が異なる）を採用した。これら試験法の妥当性についても同時に評価検討した。

(3) 総括

JECFA 規格では、酵素類の規格については基原別に個別規格を設定している。今回、作成した自主規格では、既存添加物名簿リストに記載された全ての基原を包含する規格としたため、「確認試験」、「酵素活性測定法」において多種の試験方法が提案されている。

将来これら酵素類の成分規格を設定する際には、別途対策検討が必要と考えられる。

3-8. 調味料及び苦味料

(1) 新規作成検討品目（「レイシ抽出物」並びに「ニガヨモギ抽出物」）

新規自主規格の作成は、上記苦味料2品目について検討を進めた。規格作成のため、主成分の定量法の検討、確認試験の調査等を行い、その妥当性について確認した。

・ニガヨモギ抽出物：ニガヨモギ抽出物の主成分はセスキテルペン（アプシンチン等）であるが、その確認を薄層クロマトグラフィー法を用いて確認する方法を採用した。また、

「純度試験」には重金属、ヒ素の他、ツヨンの限度値（100 $\mu\text{g/g}$ 以下）についても併せて規格化した。これら試験法の妥当性に関し評価した結果、妥当なものと判断された。

・レイシ抽出物：本品の「確認試験」には HPLC 法で、マンネンタケ子実体標準品として用い、得られたクロマトグラムを比較する方法を採用した。「純度試験」の他、「水分」、「強熱残分」についても規定した。

（2）自主規格改訂検討品目（「カフェイン（抽出物）」、「タウリン（抽出物）」、「ベタイン」）

・カフェイン（抽出物）：「含量 98.5%~102.0%」→「98.5%以上」に変更し、新たに純度試験の項で、「塩化物」、「硫酸塩」を追加した。「重金属」の限度値を 20 $\mu\text{g/g}$ →10 $\mu\text{g/g}$ に変更、「類縁物質」の試験法も薄層クロマトグラフ法に変更した。

併せて、これら試験法の妥当性についても評価検討を行った。

・タウリン（抽出物）：現行自主規格では「含量 98.5%~102.0%」→「98.5%以上」に変更し、併せて、これら試験法について、改めてその妥当性を評価検討した。

・ベタイン：「第2版化学的合成品以外の食品添加物自主規格」では、「定量法」として吸光度法を採用していたが、今回、液体クロマトグラフィー法への変更について検討すると共に、当該試験法の妥当性についても評価した。同時に、他の項目についても改めて試験法の再現性について評価を行った。

3-9. 乳化剤

（1）新規作成検討品目（「ダイズサポニン」、「胆汁末」）

・ダイズサポニン：「確認試験」としては薄層クロマトグラフィー法を用い、ソーヤサポゲノール A のスポットを確認する方法を採用した。定量法については、水飽和 n-ブタノール液で抽出した後、固形物重量を測定する方法を採用した。

・胆汁末：JECFA 規格（「コール酸」及び「デソキシコール酸」）を参考に規格作成検討を行い、含量は総コール酸として 30%以上とし、定量法は吸光度法により行うこととした。

（2）自主規格改訂検討品目（「植物性ステロール」、「酵素分解レシチン」）

・植物性ステロール：平成 10 年度には純度の低い「植物性ステロール」（フィトステロール含量 70%以上）の規格設定について検討を行なった。本年度は「植物性ステロール」として、高純度品の規格について、改めて見なおしを行なった。また、名称を「植物性ステロール」から「精製植物ステロール」と変更した。なお、ステロール含量の測定法は現行法を準用することにした。

・酵素分解レシチン：「第2版化学的合成品以外の食品添加物自主規格」の全体を見直し、JECFA 規格並びに米国 CFR 規格との整合性を図る検討を行ったが、原料（卵黄及び大豆）溶媒に対する挙動が大幅に異なることから、整合性を図ることが困難であり、それぞれ原料別に「酵素分解植物レシチン」、「酵素分解卵黄レシチン」の2種の規格を策定した。

併せて、これらの試験法の妥当性についても評価を行なった。

3-10. 製造用剤

(1) 新規作成検討品目(「ニッケル(スポンジニッケル触媒)」)

・ニッケル(スポンジニッケル触媒)

ニッケル触媒としては、スポンジニッケル触媒、担持ニッケル触媒の2種類が現在使用されているが、今回はニッケル(スポンジニッケル触媒)の規格作成を検討した。

規格項目としては、含量(83%以上)、性状、確認試験項目を設定した。なお、この規格内容は全てFCCIV(Supplement II)に記載されたものと同一である。(今回、当自主規格作成者がFCCへ提案採用されたものである。)

(2) 自主規格改訂検討品目(「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」)

・貝殻焼成カルシウム：流通品の実態調査結果に合わせ、「重金属」の限度値を $40\mu\text{g/g}$ から $20\mu\text{g/g}$ へ変更し、強熱残分の条件を、「 900°C 、30分」から「 900°C 、恒量」とし、定量法の表現に合わせた。

・卵殻焼成カルシウム：「食添7」の表現に合わせ修正した。

4. 考察

(1) 今年度、新しく自主規格設定検討を行った品目は25品目(26規格)、及び当協会・自主規格の改訂検討品目数は25品目(27規格)となった。

これら、規格検討内容の概要は既に述べてきた通りであるが、この中には今後、更に内容検討を行なう必要のあるもの、或いは、技術的により高度の試験法を採用することにより、精度の高い結果が得られると予測される項目等もいくつか散見される。

既存添加物は天然物を基原としていることから、その有効成分が広範となる為、衛生規格項目以外の項目では、妥当な試験項目の選定が困難なものも見られる。

しかしながら、これらの成果は、今後、自主規格策定検討を推進して行く上で、更に充実させるための基盤になるものと考えている。

(2) 今後、本年度検討した規格(案)に、昨年度検討を行った品目を加え、行政、学識経験者並びに広く業界の関係者のご意見を仰ぎ、近い将来、当協会の自主規格として普及、活用して行きたいと考えている。

(3) 既存添加物の多くは天然物を基原としており、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も予期される。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り、よりの確な品質確保が図れるよう努力して行く所存である。

以上

新規検討品目

用 途	既 存 添 加 物 名	頁
甘味料	・ L-アラビノース	11
	・ D-リボース液（製剤）	19
	・ L-ソルボース液（製剤）	19
	・ L-ラムノース	33
着色料	・ アルカネット色素	40
	・ 植物炭末色素	45
保存料及び 日持ち向上剤	・ カラシ抽出物	51
	・ 酵素分解ハトムギ抽出物	68
	・ タデ抽出物	71
増粘安定剤	・ グアーガム酵素分解物	96
	・ 納豆菌ガム	101
酸化防止剤 及びビタミン	・ 酵素処理イソクエルシトリン	104
	・ ヤマモモ抽出物	107
	・ メナキノン（抽出物）	110
ガムベース	・ オゾケライト	123
	・ ロシン	128
酵素	・ カタラーゼ	131
	・ セルラーゼ	131
	・ ベクチナーゼ	131
	・ ヘミセルラーゼ	131
	・ プロテアーゼ	131
	・ 酵素一般規格	159
調味料 及び苦味料	・ ニガヨモギ抽出物	185
	・ レイシ抽出物	188
乳化剤	・ ダイズサポニン	195
	・ 胆汁末	200
製造用剤	・ ニッケル	203

L-アラビノース

研究者名・所属：東和化成工業株式会社
経営戦略スタッフ 調査担当

1. 目的

既存添加物「L-アラビノース」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、この結果に基づき規格案を策定し、その妥当性に関し調査研究を行なう。

2. 検討方法

含量・定量法及び確認試験法等の調査研究結果に基づき、「L-アラビノース」の規格案を策定し、各3ロットについての繰り返し試験によって規格案の妥当性を確認した。

3. 検討結果並びに考察

各3ロットについての繰り返し試験を行なった結果、各試験操作に問題点は認められず、実測値の全てが規格案に適合したことから、規格案の妥当性が確認された。

4. 規格案

別紙「L-アラビノース自主規格案」に記載のとおり。

5. 規格案の妥当性の確認結果

別紙「L-アラビノースの測定結果」に記載のとおり。

L-アラビノース

L-Arabinose

L-arabinose [5328-37-0]

定義 本品は、アラビアガム、ガディガム又はコーンファイバーの配糖体又はサトウダイコンのパルプ（シュガービートパルプ）の多糖類（アラビナン）を、加水分解し、分離して得られるものである。

含量 本品を乾燥したものは、L-アラビノース（ $C_5H_{10}O_5=150.13$ ）95%以上を含む。

性状 本品は、無～白色の結晶又は白～淡黄白色の結晶性の粉末で、においがなく、甘味がある。

確認試験 (1)本品の水溶液（1→20）2～3滴を沸騰したフェーリング試薬5mlに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(2)本品1gに新たに煮沸し冷却した水25mlを加えて溶かした液は、右旋性である。

(3)本品1gに水3mlを加え、温めて溶かし、塩酸（1→4）とジフェニルアミン・エタノール溶液（1→40）の混液（5：2）3mlを加え、水浴中で5分間加熱するとき、液は、黄～淡だいたい色を呈する。

純度試験 (1)溶 状 無色、ほとんど透明（4.0g、水20ml）

(2)遊離酸 本品1.0gを量り、新たに煮沸し冷却した水10mlを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液1滴を加え、0.2mol/l水酸化ナトリウム溶液1滴を加えるとき、液は、紅色を呈する。

(3)硫酸塩 SO_4 として0.005%以下

本品1.0gを量り、水30mlを加えて溶かし、検液とする。比較液には0.005mol/l硫酸0.10mlを用いる。

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

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

(6)鉛 Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下（2.0g、第1法）

(7)他の糖類 本品0.2gを量り、水を加えて溶かして1,000mlとし、検液とする。検液0.1mlを量り、対照液を用いず、n-ブタノール/ピリジン/水混液（6：4：3）を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つの紅色スポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙2号を用い、展開溶媒の先端が検液を付けた点から約15cmに達したとき展開をやめ、先端の位置に印をつける。ろ紙を風乾した後、再び同じ展開溶媒で展開し、展開溶媒が前の印の所に達したとき展開をやめる。更に同様の操作を1回繰り返した後、呈色液を噴霧し、100～125℃で5分間乾燥した後、自然光下で上方から観察する。呈色液は、アニリン0.93g及び無水フタル酸1.66gを量り、水を飽和したn-ブタノール100mlを加えて溶かして調製する。

乾燥減量 1.0%以下（105℃、3時間）

強熱残分 0.2%以下 (5 g, 600℃, 8時間)

定量法 本品及び定量用L-アラビノース (和光特級) を乾燥し, それぞれ約2gを精密に量り, それぞれに水/プロピレングリコール (和光特級) 混液 (4 : 1) 10mlずつを正確に量って加える。更に, 水を加えて溶かし, それぞれ正確に50mlずつとし, 検液及び標準液とする。検液及び標準液10 μ lずつを正確に量り, 次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの液のL-アラビノースとプロピレングリコールのピーク高さ又はピーク面積を測定し, プロピレングリコールのピーク高さ又はピーク面積に対するL-アラビノースのピーク高さ比又はピーク面積比, A_t 及び A_s を求め, 次式により含量を求める。

$$\text{L-アラビノースの含量} = \frac{\text{定量用L-アラビノースの採取量 } A_t}{\text{本品の採取量}} \times \frac{A_s}{A_t} \times 100 (\%)$$

操作条件

検出器	示差屈折計
カラム充填剤	7~11 μ のゲル型ポリスチレン陽イオン交換樹脂 (鉛型) の2本直列
カラム管	内径4~8mm, 長さ30cmのステンレス管
カラム温度	60~70℃
移動相	煮沸脱気したイオン交換水
流量	0.8~1.0ml/分の一定量

Ｌ-アラビノース試験結果

測定結果一覧

1. 規格案各項目の実測結果は表1のとおりであった。

項目	Lot No.	1回目	2回目	3回目
確認試験 (1)	980810	赤色沈殿	赤色沈殿	赤色沈殿
	991130	赤色沈殿	赤色沈殿	赤色沈殿
	000112	赤色沈殿	赤色沈殿	赤色沈殿
確認試験 (2)	980810	101.3	101.9	101.3
	991130	101.9	101.3	101.9
	000112	102.5	103.1	102.5
確認試験 (3)	980810	黄だいたい色	黄だいたい色	黄だいたい色
	991130	黄だいたい色	黄だいたい色	黄だいたい色
	000112	黄だいたい色	黄だいたい色	黄だいたい色
純度試験 (1) 溶状	980810	無色澄明	無色澄明	無色澄明
	991130	無色澄明	無色澄明	無色澄明
	000112	無色澄明	無色澄明	無色澄明
純度試験 (2) 遊離酸	980810	紅色	紅色	紅色
	991130	紅色	紅色	紅色
	000112	紅色	紅色	紅色
純度試験 (3) 硫酸塩	980810	0.005%以下	0.005%以下	0.005%以下
	991130	0.005%以下	0.005%以下	0.005%以下
	000112	0.005%以下	0.005%以下	0.005%以下
純度試験 (4) 重金属	980810	20 μ g/g以下	20 μ g/g以下	20 μ g/g以下
	991130	20 μ g/g以下	20 μ g/g以下	20 μ g/g以下
	000112	20 μ g/g以下	20 μ g/g以下	20 μ g/g以下
純度試験 (5) ヒ素	980810	4 μ g/g以下	4 μ g/g以下	4 μ g/g以下
	991130	4 μ g/g以下	4 μ g/g以下	4 μ g/g以下
	000112	4 μ g/g以下	4 μ g/g以下	4 μ g/g以下
純度試験 (6) 鉛	980810	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
	991130	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
	000112	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
純度試験 (7) 他の糖類	980810	他のスポット無し	他のスポット無し	他のスポット無し
	991130	他のスポット無し	他のスポット無し	他のスポット無し
	000112	他のスポット無し	他のスポット無し	他のスポット無し
乾燥減量	980810	0.16%	0.23%	0.20%
	991130	0.30%	0.28%	0.27%
	000112	0.15%	0.12%	0.18%
強熱残分	980810	0.01%	0.01%	0.01%
	991130	0.02%	0.03%	0.03%
	000112	0.01%	0.02%	0.02%

2. 定量法検討結果

①定量用L-アラビノース（和光特級）+プロピレングリコール（内部標準物質、和光特級）の繰り返し分析結果

生データ（濃度4%、10 μ L）

	全ピーク面積	L-アラビノース面積	プロピレングリコール面積	A s	Purity
1回目	15068102	8540598	6514433	1.311	
2回目	15076214	8505560	6511893	1.306	
3回目	15033561	8529534	6495419	1.313	
4回目	15057923	8540769	6514246	1.311	
5回目	15019832	8506012	6512071	1.306	
6回目	15019289	8518030	6499782	1.311	
平均値	15045820.17	8523567.167	6507974	1.310	
標準偏差	22716.802	14580.242	7504.860	0.003	
C. V	0.151	0.171	0.115	0.201	
Max.	15076214	8540769	6514433	1.313	
Min.	15019289	8505560	6495419	1.306	

ベースライン補正データ（濃度4%、10 μ L）

	全ピーク面積	L-アラビノース面積	プロピレングリコール面積	A s	Purity
1回目	15188412	8552230	6549609	1.306	
2回目	15068216	8500100	6506564	1.306	
3回目	15168289	8545152	6541298	1.306	
4回目	15101982	8552409	6547897	1.306	
5回目	15035982	8500154	6534030	1.301	
6回目	15053927	8520192	6532098	1.304	
平均値	15102801.33	85224251.667	6538008.333	1.304	
標準偏差	57254.055	22697.371	14358.597	0.002	
C. V	0.379	0.266	0.220	0.149	
Max.	15188412	8552409	6549609	1.306	
Min.	15035982	8500100	6506564	1.301	

②L-アラビノース (Lot. 980810) +プロピレングリコール (内部標準物質、和光特級) の繰り返し分析結果

生データ (濃度4%、10 μ L)

	全ピーク面積	L-アラビノース 面積	プロピレングリコール 面積	A s	Purity
1回目	14959625	8540598	6490409	1.291	98.74
2回目	14876304	8505560	6449408	1.291	98.80
3回目	15076822	8529534	6526170	1.288	98.50
4回目	14853982	8540769	6498757	1.293	98.89
5回目	14987308	8506012	6501124	1.292	98.85
6回目	15000233	8518030	6498998	1.293	98.89
平均値	14959045.67	8523567.167	6494144.333	1.291	98.78
標準偏差	7554.96199	14580.242	22856.38525	0.002	0.13230937
C. V	0.505078758	0.171	0.351953761	0.134	0.1339467
Max.	15076822	8540769	6526170	1.293	98.89
Min.	14853982	8505560	6449408	1.288	98.50

ベースライン補正データ (濃度4%、10 μ L)

	全ピーク面積	L-アラビノース 面積	プロピレングリコール 面積	A s	Purity
1回目	15069340	8389159	6522667	1.286	98.84
2回目	14919062	8334736	6464771	1.289	99.08
3回目	15094516	8399992	6527918	1.287	98.89
4回目	14930292	8388943	6527648	1.285	98.77
5回目	14801292	8334445	6464859	1.289	99.08
6回目	14915022	8399984	6509738	1.290	99.17
平均値	14954920.67	8374543.167	6502933.5	1.288	98.97
標準偏差	99720.21439	28601.66193	27618.79779	0.002	0.1454456
C. V	0.666805372	0.341531011	0.424712905	0.147	0.14695767
Max.	15094516	8399992	6527918	1.290	99.17
Min.	14801292	8334445	6464771	1.285	98.77

③L-アラビノース (Lot. 991130) + プロピレングリコール (内部標準物質、和光特級) の繰り返し分析結果

生データ (濃度4%、10 μ L)

	全ピーク面積	L-アラビノース 面積	プロピレングリコール 面積	As	Purity
1回目	14812691	8337120	6453209	1.292	98.91
2回目	15147480	8498404	6586980	1.290	98.78
3回目	15051646	8440652	6544618	1.290	98.74
4回目	14930298	8395800	6507464	1.290	98.78
5回目	15100293	8494583	6588373	1.289	98.71
6回目	15057272	8478474	6543948	1.296	99.20
平均値	15016613.33	8440838.833	6537432	1.291	98.85
標準偏差	112578.4473	58316.26051	46789.74494	0.002	0.16500742
C. V	0.749692656	0.690882289	0.71572056	0.167	0.16692066
Max.	15147480	8498404	6588373	1.296	99.20
Min.	14812691	8337120	6453209	1.289	98.71

ベースライン補正データ (濃度4%、10 μ L)

	全ピーク面積	L-アラビノース 面積	プロピレングリコール 面積	As	Purity
1回目	14885380	8344334	6474701	1.289	99.12
2回目	15178678	8497836	6586179	1.290	99.23
3回目	15009484	8437826	6542700	1.290	99.19
4回目	14897326	8343028	6474039	1.289	99.11
5回目	15100928	8497938	6586293	1.290	99.23
6回目	15009282	8437654	6542504	1.290	99.19
平均値	15013513	8426436	6534402.667	1.290	99.18
標準偏差	103981.1508	63460.88624	46036.09813	0.001	0.04831078
C. V	0.692583746	0.753116576	0.704518844	0.049	0.04871111
Max.	15178678	8497938	6586293	1.290	99.23
Min.	14885380	8343028	6474039	1.289	99.11

④L-アラビノース (Lot. 000112) + プロピレングリコール (内部標準物質、和光特級) の繰り返し分析結果

生データ (濃度4%、10 μ L)

	全ピーク面積	L-アラビノース 面積	プロピレングリコール 面積	A s	Purity
1回目	15068585	8442454	6567542	1.285	98.35
2回目	15097972	8416484	6558184	1.283	98.18
3回目	15133467	8471530	6588635	1.286	98.37
4回目	15028373	8443945	6569874	1.285	98.33
5回目	15009282	8416834	6557839	1.283	98.19
6回目	15082653	8471832	6589829	1.286	98.35
平均値	15070055.33	8443846.5	6571983.833	1.285	98.30
標準偏差	41617.41981	22471.81458	12976.93027	0.001	0.07706713
C. V	0.276159701	0.266132438	0.197458341	0.078	0.0784038
Max.	15133467	8471832	6589829	1.286	98.37
Min.	15009282	8416484	6557839	1.283	98.18

ベースライン補正データ (濃度4%、10 μ L)

	全ピーク面積	L-アラビノース 面積	プロピレングリコール 面積	A s	Purity
1回目	15028177	8434327	6550292	1.288	98.96
2回目	15155934	8421100	6550281	1.286	98.80
3回目	15140459	8465888	6583497	1.286	98.83
4回目	15020393	8433093	6551029	1.287	98.93
5回目	15159283	8421039	6550019	1.286	98.80
6回目	15149383	8464987	6582983	1.286	98.82
平均値	15108938.17	8440072.333	6561350.167	1.286	98.86
標準偏差	60187.44422	18668.71902	15482.21035	0.001	0.06232079
C. V	0.398356546	0.221191458	0.235960739	0.063	0.0630413
Max.	15159283	8465888	6583497	1.288	98.96
Min.	15020393	8421039	6550019	1.286	98.80

以上のとおり、3ロット6回の繰り返しを行った結果、定量用L-アラビノースを100%とし、内部標準物質としてプロピレングリコールを用いた本定量法は妥当性があると結論された。

以上

「L-ソルボース液」及び「D-リボース液」自主規格案

研究者名・所属：武田薬品工業（株）

フード・ビタミンカンパニー

テクニカル・マーケティンググループ

1. 目的

既存添加物「L-ソルボース液」及び「D-リボース液」について、自主規格作成のため、定量法、純度試験方法について調査研究を行ってきたが、この結果に基づき規格（案）を策定し、その妥当性について調査研究を行う。

2. 検討方法

定量法、純度試験方法の調査研究結果に基づき、「L-ソルボース液」及び「D-リボース液」規格（案）を策定し、各3ロットについての繰り返し試験により規格（案）の妥当性について確認した。

3. 検討結果並びに考察

各3ロットについての繰り返し試験を行った結果、試験作業上の問題点は認められず、測定値全てが規格（案）に適合したことから、規格（案）の妥当性が確認された。

なお、「L-ソルボース液」試料の液体クロマトグラフィーによる含量定量結果においては、ピーク面積の処理方法（テーリング処理、垂直Vカット処理、自動成り行き処理）により計算値に差が認められ、ピーク高さによる測定がより適当であると判断された。

4. 規格案及び妥当性確認結果

別紙のとおり

5. 参考文献

平成10年度食品添加物安全性再評価等の試験検査（日本食品添加物協会）p111（1999）

以上

(案)
 L-ソルボース液
 L-Sorbose Syrup

定義 本品は、グルコン酸菌 (Gluconobacter) 又は酢酸菌 (Acetobacter) によるD-グルコース又はその還元物質の発酵培養液より、分離して得られたものである。成分はL-ソルボースと水である。

含量 本品は、L-ソルボース ($C_6H_{12}O_6=180.16$) 25~50%で、その表示量の95~110%を含む。

性状 本品は、無~淡褐色の液体で、においがなく又はわずかににおいがあり、甘味がある。

確認試験 (1)本品の水溶液 (1→10) 2~3滴を沸騰したフェーリング試液5mlに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→10) は左旋性である。

純度試験 (1)重金属 Pbとして $10\mu g/g$ 以下 (2.0g, 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1法, 装置B)

(3)他の糖類 定量法を準用して液体クロマトグラフィーを行うとき、試料溶液のD-ソルボース以外のピークの合計面積は全ピークの合計面積の4.0%以下である。

強熱残分 0.10%以下 (2.5g)

定量法 本品の「L-ソルボース」約0.5gに対応する量及び定量用L-ソルボース (和光試薬特級) 約0.5gを精密に量り、それぞれに水を加えて正確に100mlとし、試料溶液及び標準液とする。試料溶液及び標準液10 μ lずつを量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの液のL-ソルボースのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する。別に水分測定法 (直接滴定) により定量用L-ソルボースの水分 S_S (%) を求め、次式により含量を求める。

$$\text{L-ソルボースの含量} = \frac{\text{定量用L-ソルボースの採取量 (g)} \times H_T}{(C_6H_{12}O_6) \times \text{試料の採取量 (g)} \times H_S} \times (100 - S_S) (\%)$$