

その他にカラシ抽出物と合成品との区別には炭素-14 を測定する方法⁷⁾があり、この方法を準用して試験すれば明瞭に区別できる(表 11)。しかし、一般的な試験方法ではないので、ルーチン検査には向いていない。

表 11 ¹⁴C 濃度測定結果

| 試料 | ¹⁴ C(Bq/g-Carbon) |
|-------------|------------------------------|
| カラシ抽出物 | 0.253±0.003 |
| イソチオシアン酸アリル | 0.002 未満 |

参考文献

- 1) 第 2 版食品添加物公定書解説書
- 2) 小嶋操 農業および園芸, 57(1)79~83(1982)
- 3) 伊那和夫 香料, 136(6)45~52(1982)
- 4) S.Kawakishi, M.Namiki, Agr. Biol. Chem. 33(3) 432~439(1969)
- 5) 小嶋操 農業および園芸, 57(10)1321~1445(1982)
- 6) 小嶋操 農業および園芸, 57(2)357~362(1982)
- 7) 川村秀久他 保健物理, 33(1)17~24(1998)

図2 標準イソチアゾン酸エステル類及び関連成分

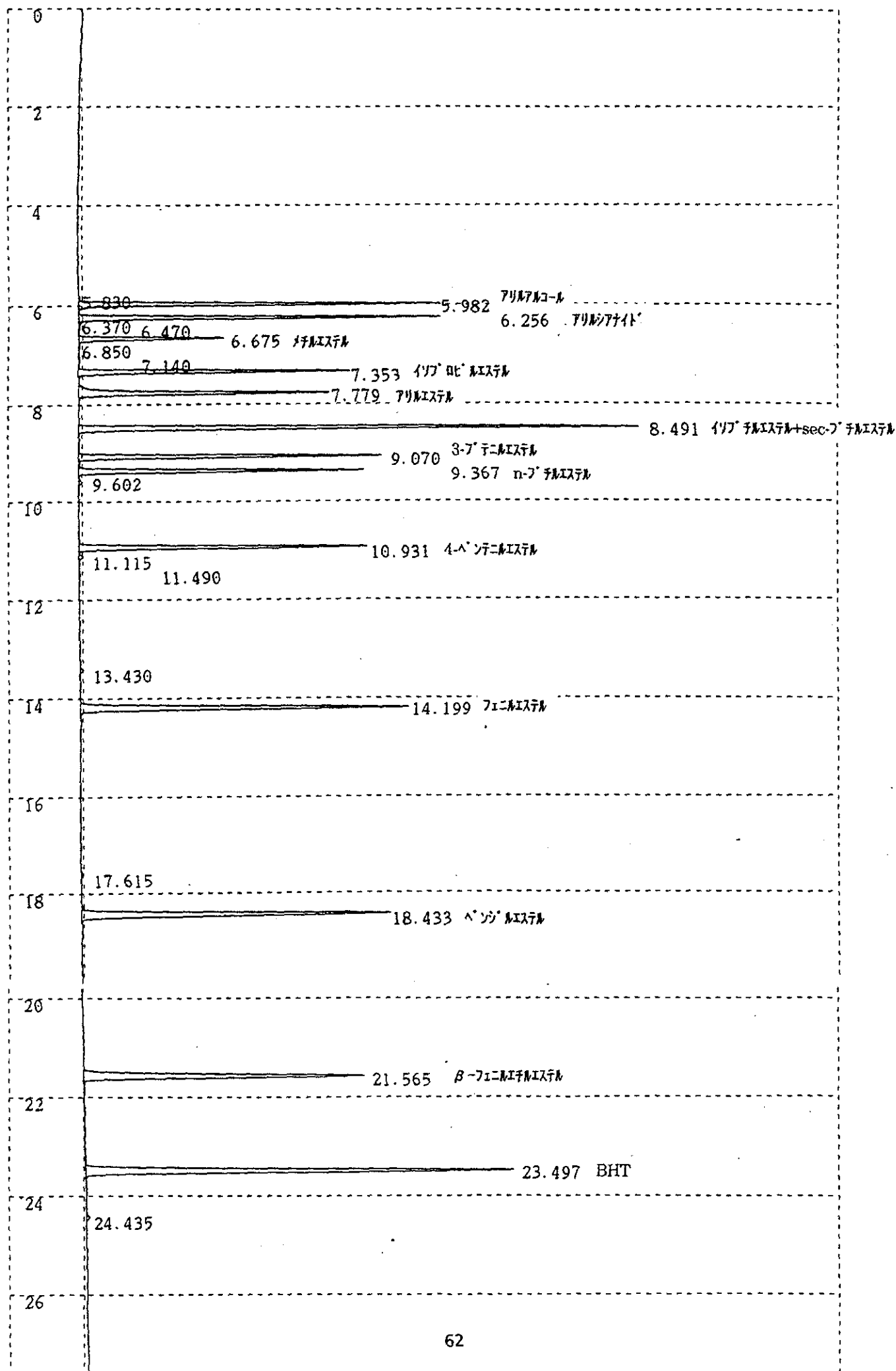


図3 カラジ抽出物のクロマトグラム

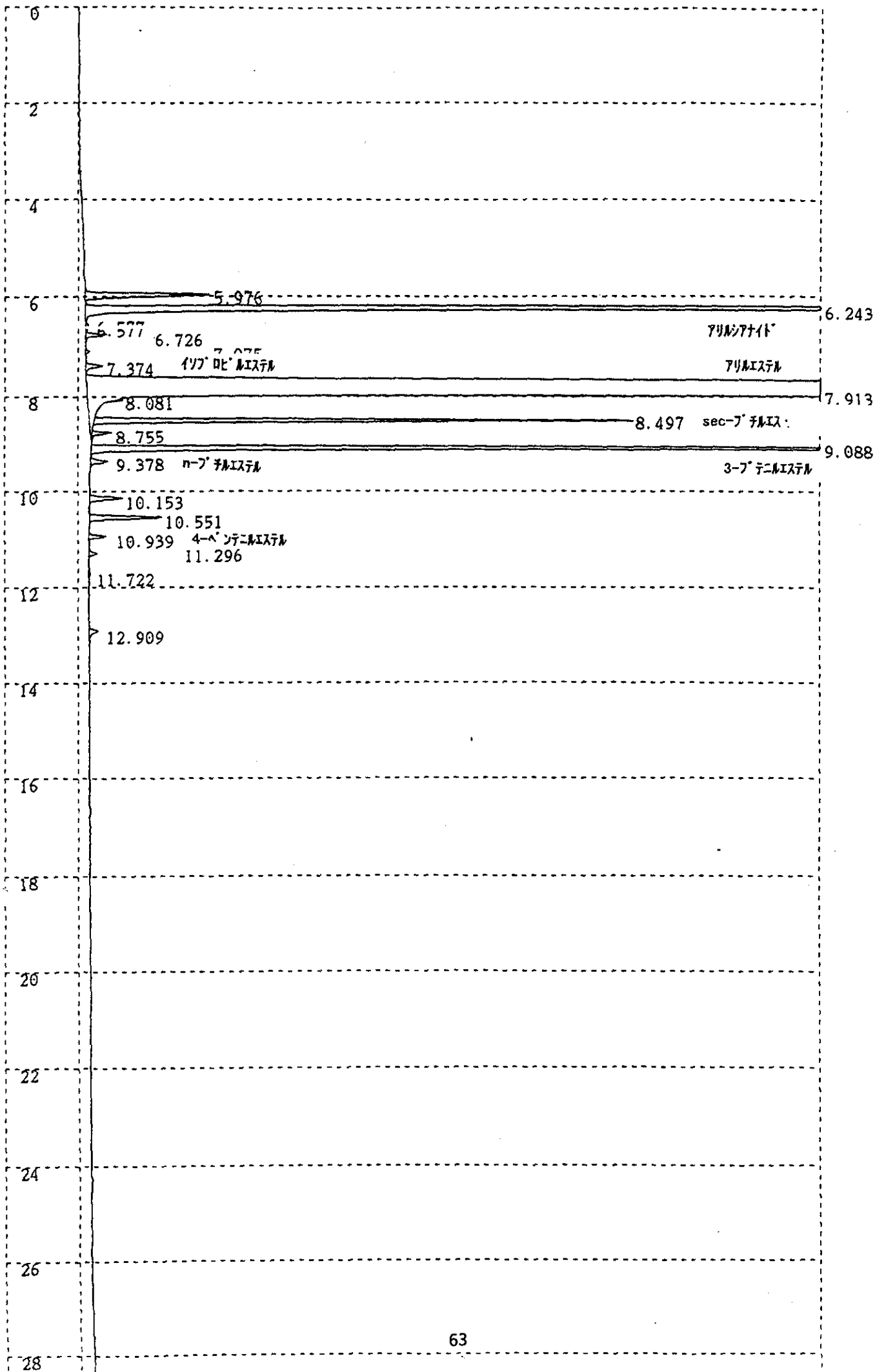
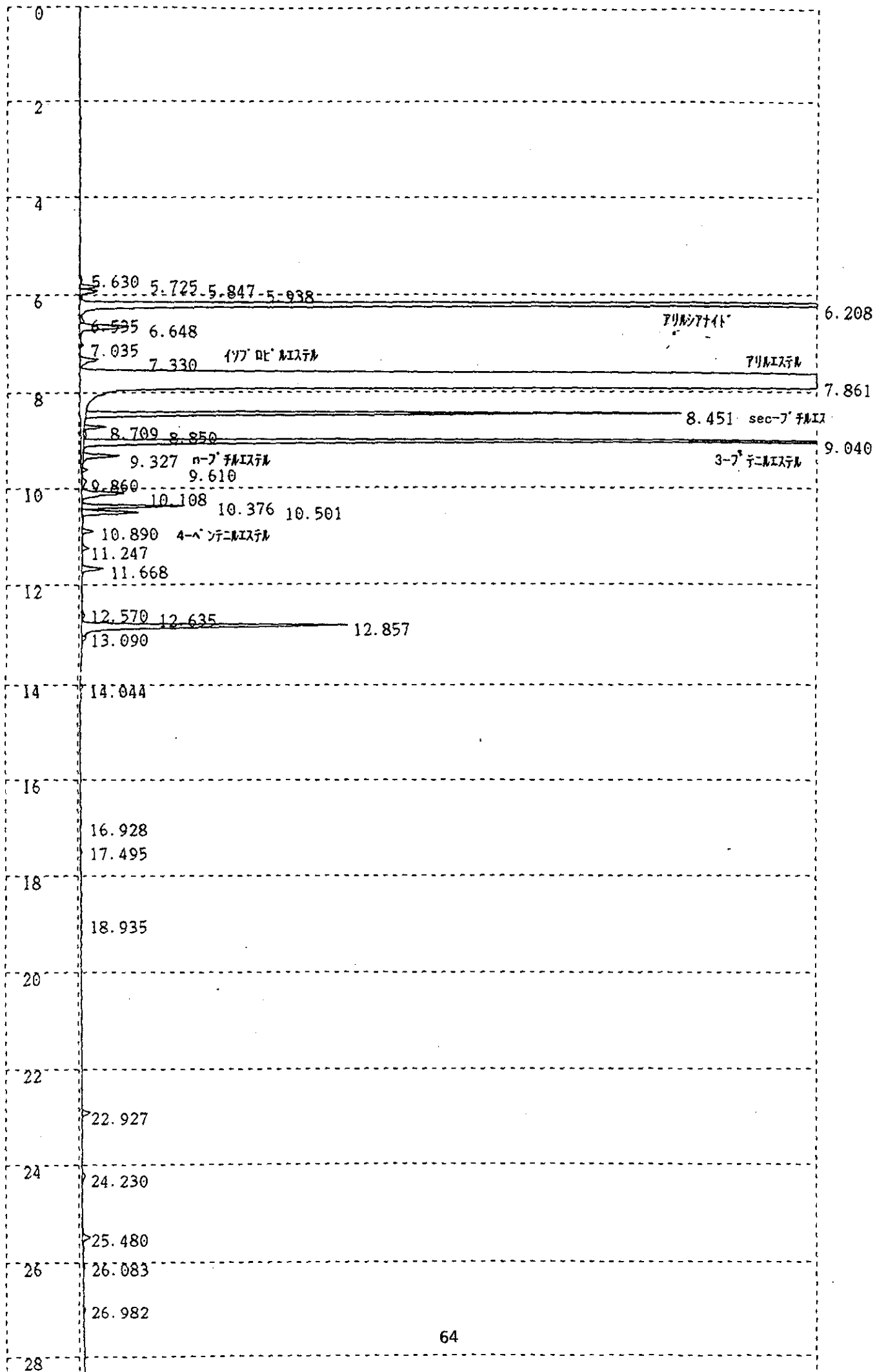


図4 劣化カラス抽出のクロマトグラム



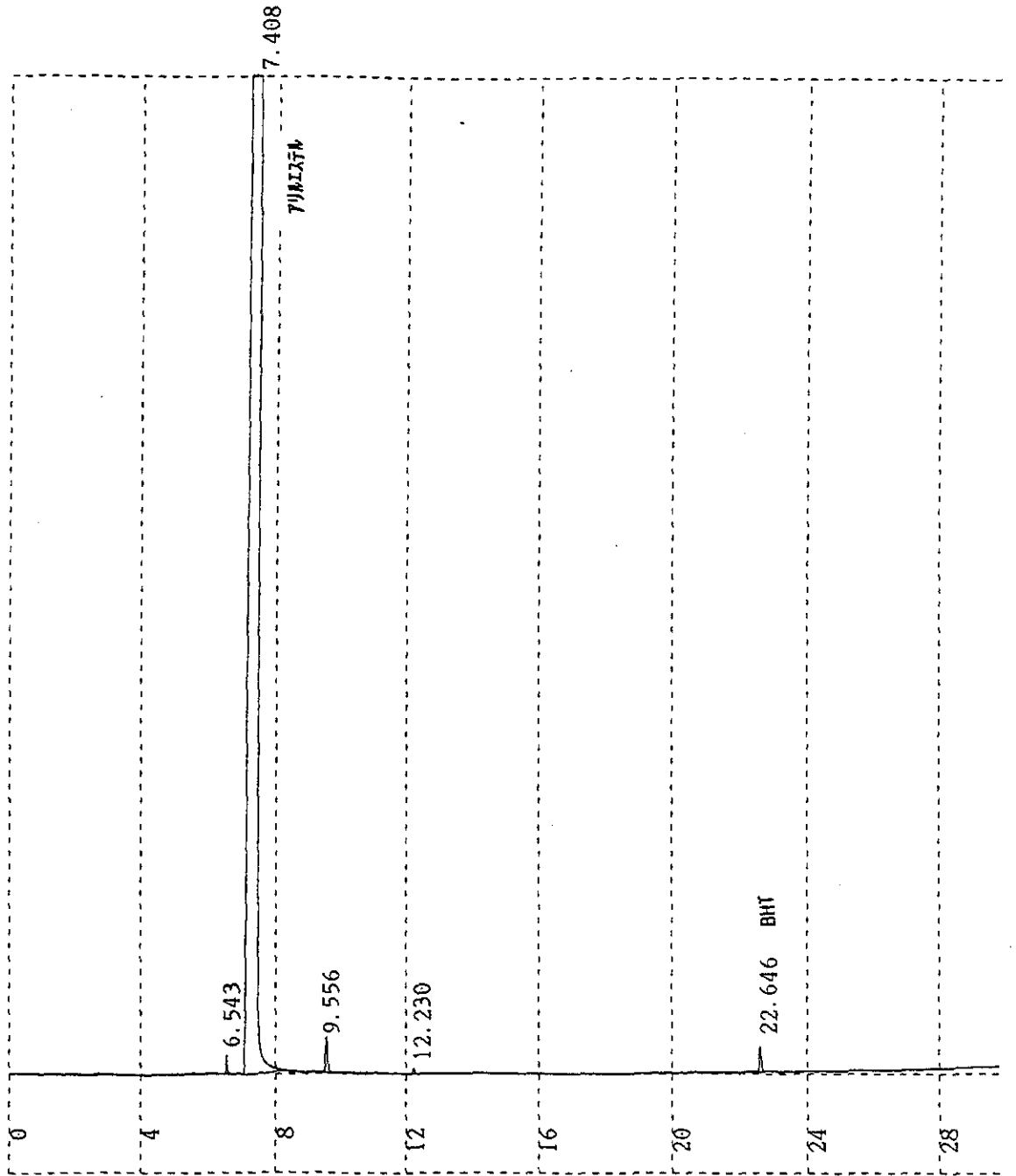


図5 合成イソチオシアン酸アリルのクロマトグラム

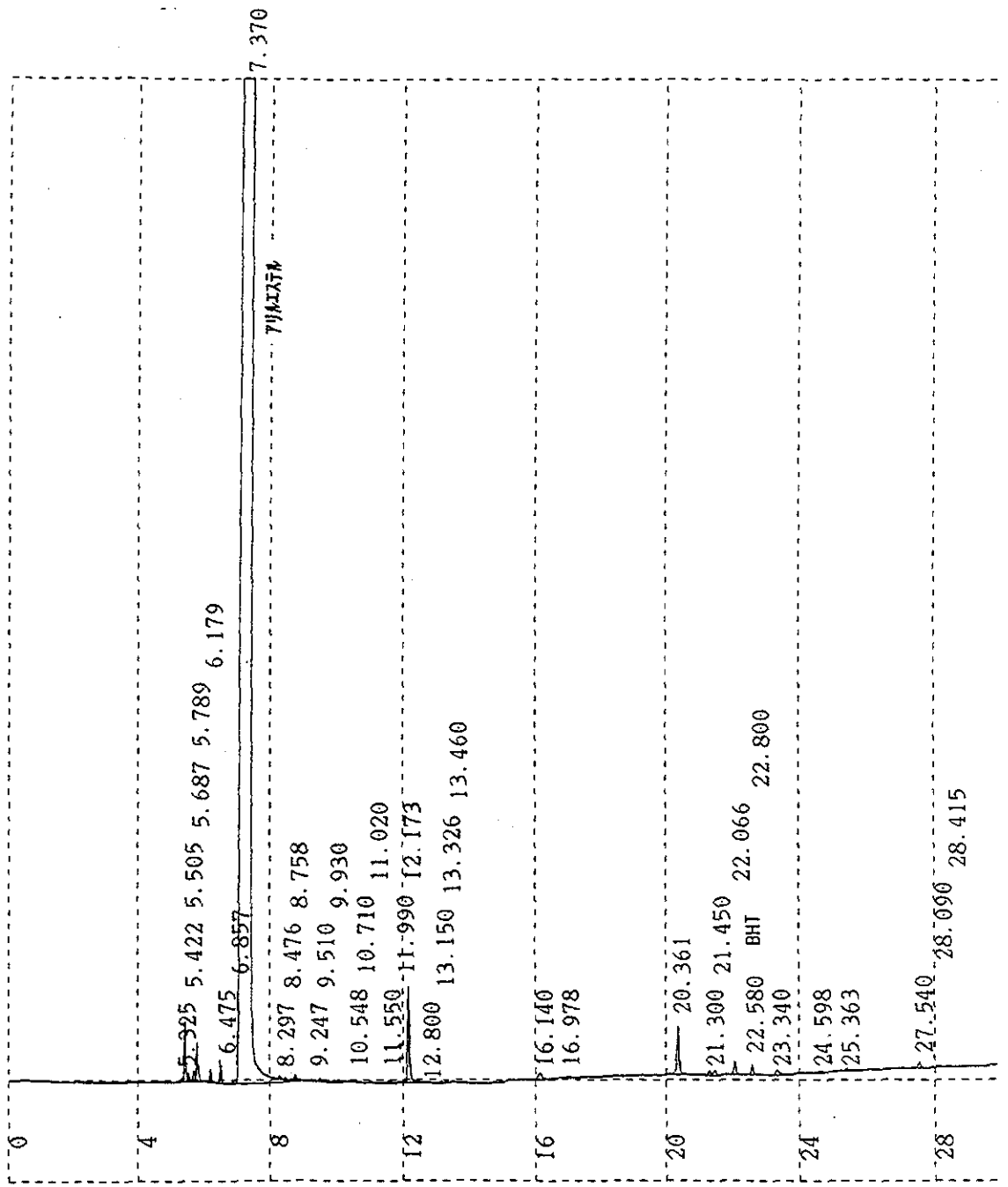


図6 劣化合成イソチオシアン酸アリのクロマトグラム

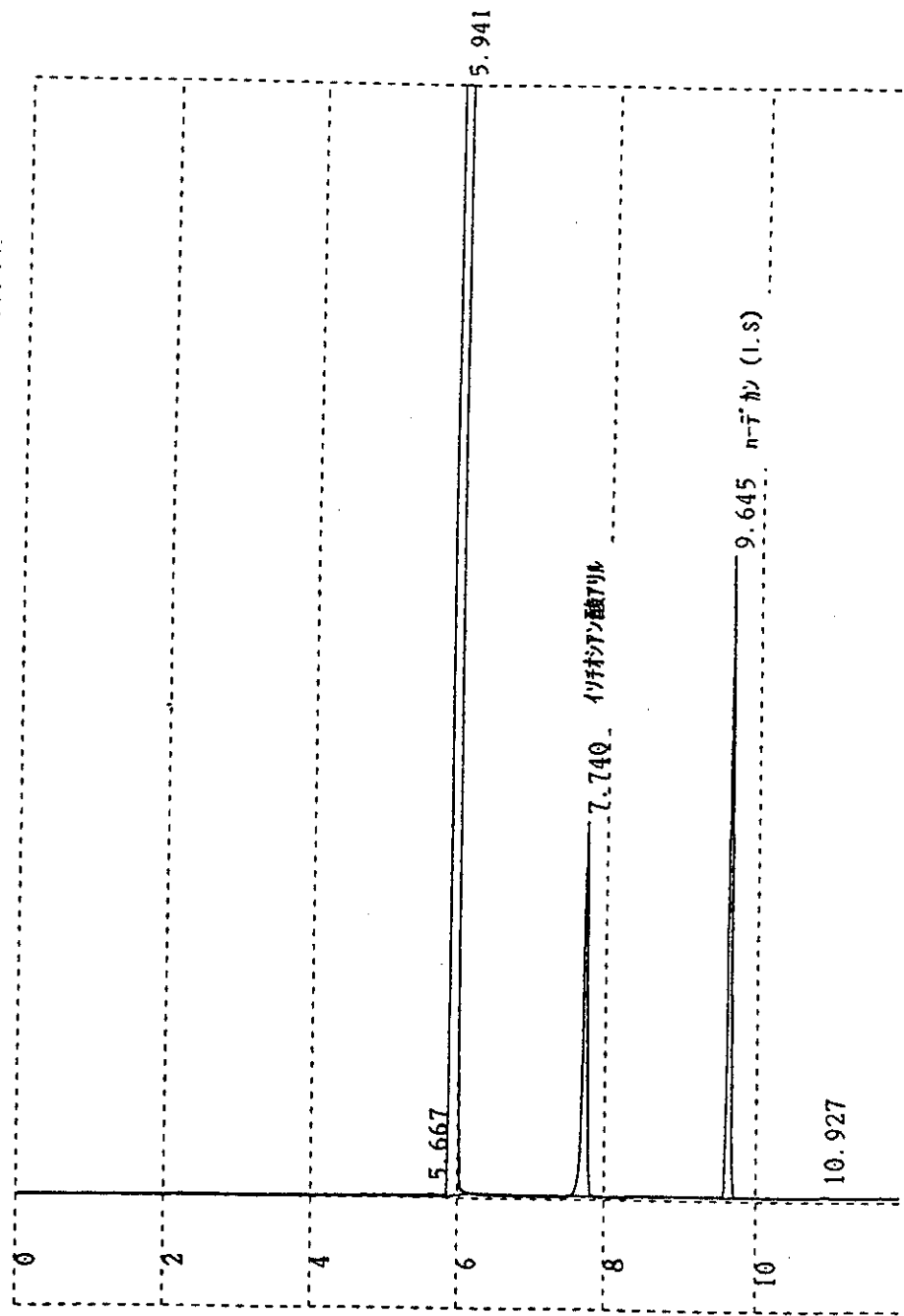


図7 カラシ抽出物のクロマトグラム

酵素分解ハトムギ抽出物

定義 本品は、ハトムギ（*Coix lachryma-jobi* var. *ma-yuen* STAPP）の種子より、熱時水で抽出し、酵素（ α -アミラーゼ）分解した後、エタノールで処理したもので、1～7個のグルコースが結合したオリゴ糖、しょ糖等を含む。また、パルミチン酸、リノール酸等の脂質を含む。

含量 本品を乾燥したものは、糖と脂質とをあわせて20%以上を含む。

性状 本品は、淡黄色～褐色のペースト状で特異なにおい、味がある。

確認試験 （1）本品の50%エタノール溶液（1→30）1mlを試験管に取り、これにアントロン濃硫酸溶液2mlを加えて振り混ぜる。液は緑色を呈し、次第に青緑色となる。

（2）本品のエタノール溶液（1→1000）をろ過し、そのろ液の紫外線吸収スペクトルを測定するとき、波長230nm付近に極大吸収を認める。

純度試験 （1）重金属 Pbとして10 μ g/g以下（2.0g、第4法、比較液、鉛標準液2ml）

（2）ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下（0.5g、第3法、装置B）

乾燥減量 15.0%以下（1g、105℃、6時間）

強熱残分 8.0%以下

定量法 糖含量と脂質含量を合計した値を含量とする。

（1）糖の定量 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、ソモギ法に従い測定する。

（2）脂質の定量 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、エーテル50mlずつ3回抽出する。エーテル層を合せた後、エーテルを留去し、蒸発乾固した後、重量を測定して脂質含量とする。

ソモギー法

(a) 試薬

酢酸鉛：酢酸鉛の飽和溶液（約 30 %）

ソモギー試薬：リン酸水素二ナトリウム 28 g と酒石酸カリウム・ナトリウム 40 g を蒸留水 700 ml に溶解し、1N 水酸化ナトリウム 100 ml を加える。次に、10 %硫酸銅溶液（硫酸銅 10g を蒸留水に溶解し、100 ml にする）80 ml を加え混和し、硫酸ナトリウム（無水）180 g を加え、溶解後 1L にする。1~2 日放置後、ろ過し、1N ヨウ素酸カリウム 25 ml を加える（試験溶液中の糖濃度に応じて 1N ヨウ素酸カリウムの量を加減するとよい）。

1 %デンプン液：可溶性デンプン 1g を温水で溶解後、100 ml にする。

ブドウ糖標準溶液：ブドウ糖 500 mg を正確にはかり採り、蒸留水で溶解し、100 ml に定容する。この溶液 1, 2, 3 ml および 4 ml を採り、それぞれ 100 ml に定容する。

(b) 試料および試験溶液の調製

1) 還元糖の試料溶液の調製

試料（還元糖として 0.1~1.0 g）をはかり採り、200ml または 250 ml 容のメスフラスコに蒸留水で洗い込み、約 100 ml にする。さらに、酢酸鉛を添加して混和し、沈殿が生じなくなれば水を加え、定容する。

次に、乾燥ろ紙を用いて沈殿をろ過し、ろ液にシュウ酸ナトリウムを少量加えて混和する。これ以上沈殿が生じなくなるまでシュウ酸ナトリウムを添加し、鉛を完全にシュウ酸鉛として沈殿させる。再度沈殿を乾燥ろ紙でろ過する。このろ液を試料溶液とする。

2) 水に溶けない試料

少量の蒸留水を加え、乳鉢、ミキサーなどで均一な粥状にし、200 ml または 250 ml 容のメスフラスコに洗い込む。以後、上記と同様に処理し、ろ液を試験溶液とする。

(c) 試験操作

試験溶液（ブドウ糖として 5~20 mg %）5 ml を大型試験管に採り、これにソモギー試薬 5 ml 加え、混合しふたをして 10 分間正確に沸騰水浴中で加熱する。加熱後、直ちに 5 分間流水中で冷却する。次に、2.5 %ヨウ化カリウム溶液 2 ml と 2N 硫酸 3 ml を加え、よく混和する。1/200 N チオ硫酸ナトリウムを滴下し、ヨウ素の黄褐色の色が薄くなった時点で、1 %デンプン溶液を数滴加え、青色が消失するまで滴下する。同時に、空試験（試験溶液の代わりに蒸留水 5 ml を用いる）と、ブドウ糖標準溶液についても同様な操作を行う。

(d) 計算

5種類の値（空試験の滴定値－各ブドウ糖（5～20 mg %）標準溶液の滴定値）をもとにして滴定値，ブドウ糖検量線を作成する。

$$\text{ブドウ糖量 (g/100 g)} = a \times \frac{200(\text{または } 250)}{5} \times \frac{100}{W} \times \frac{1}{1,000}$$

a：検量線から求めたブドウ糖量 (mg)

W：試料の採取量 (g)

試験報告書

1999年8月20日

田辺製薬株式会社

フードケミカル事業部 食品部食品課

佐竹忠敏

1. 目的 本試験は、タデ抽出物の自主規格案を作成するために行った。

2. 試験方法

2.1 性状

(1) 試験方法

目視により色調、粘性を観察し、官能試験によって臭い、味を試験した。

(2) 結果 表1に示した。

2.2 確認試験

(1) 方法

本品のエタノール溶液(1→100)を塩化ナトリウム板に塗り、エタノールを蒸発させてフィルムを作り、そのフィルムの赤外スペクトルを測定するとき、 2940 cm^{-1} 、 1720 cm^{-1} 、 1680 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 試験結果 表2(資料1~9)に示した。

2.3 純度試験

(1) 重金属 [食添7]、重金属試験法第2法にもとづき分析した。

(2) ヒ素 [食添7]、ヒ素試験法装置Bにもとづき分析した。

(3) 試験結果 それぞれの結果を表3及び表4に示した。

2.4 定量

(1) 試験方法 本品約50mgを精密に量り、エタノールに溶かして正確に10mlとする。この溶液1mlを精密に量り、移動相を加えて正確に10mlとする。不溶解物が生成することがあるので必要に応じて $0.45\text{ }\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでろ過して検液とする。

ポリゴジアル標準品(試薬)^{※1}約10mgを精密に量り、移動相に溶かして正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液について次の操作条件でHPLC(液体クロマトグラフィー)測定を行う。

[操作条件]

検出器：紫外線吸光度計(測定波長254nm)

カラム：内径4~5mm、長さ10~30cmのステンレス管に5~10 μm のODSをじゅうてんしたもの。

カラム温度：室温

移動相：アセトニトリル・蒸留水(50:50)、0.1%TFAを含む

流速：ポリゴジアルの保持時間が10～15分になるように調節する。

注入量：5～20 μ lの一定量

ポリゴジアルの含量 = $\{(\text{標準品の採取量mg}) / (\text{試料の採取量})\} \times \{(\text{検液中のポリゴジアルのピーク面積}) / (\text{標準液のポリゴジアルのピーク面積})\} \times 100$

(2) 試験結果

試験結果を表5（資料10～18）に示した。

以上の試験結果をもとに、以下の自主規格案を提案します。

注) 片山化学工業（株）製 ポリゴジアル試薬（99%以上）
 パンフレット添付

タデ抽出物

Water pepper extract

定義：本品はタデ科ヤナギタデ（*Persicaria hydropiper* OPIZ.）の葉より室温時～温時水またはエタノールで抽出して得られたものである。主成分はポリゴジアルである。

含量：本品はポリゴジアルを15%以上含有する。

性状：本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。

確認試験：(1) 本品のエタノール溶液（1→100）を塩化ナトリウム板に塗り、エタノールを乾燥させてフィルムを作る。そのフィルムの赤外スペクトルを測定するとき、 2940 cm^{-1} 、 1720 cm^{-1} 、 1680 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験：(1) 重金属 Pb として $20\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下（1.0g, 第2法, 標準液 鉛標準液 2.0ml）

(2) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\text{ }\mu\text{g/g}$ 以下（0.5g, 第3法, 装置 B）

定量法：本品約 50mg を精密に量り、エタノールに溶かして正確に 10mL とする。この溶液 1ml を精密に量り、移動相を加えて正確に 10ml とする。不溶解物が生成することがあるので必要に応じて $0.45\text{ }\mu\text{m}$ のメンブランフィルターでろ過して検液とする。

ポリゴジアル標準品（試薬）約 10mg を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき、次ぎの操作条件で HPLC（液体クロマトグラフィー）測定を行う。

操作条件 検出器：紫外線吸光光度計（測定波長 254nm）

カラム：内径 4～5mm, 長さ 10～30cm のステンレス管に 5～10 μm の ODS を充填したもの。

カラム温度：室温

移動相：アセトニトリル・蒸留水（50：50）、0.1% TFA を含む

流速：ポリゴジアルの保持時間が 10～15 分になるよう調整する。

注入量：5～20 μL の一定量

計算

ポリゴジアル含量 = $\left\{ \left(\frac{\text{標準品の採取量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \right) \times \left(\frac{\text{検液中のポリゴジアルのピーク面積}}{\text{標準液中のポリゴジアルのピーク面積}} \right) \right\} \times 100$

以上

タデ抽出物試験結果

表1 性状

| 規 格 | | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 判定 |
|---------------|-----|-------------------------------------------------|----|
| Lot No. 90220 | 1回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| | 2回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| | 3回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| Lot No. 90701 | 1回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| | 2回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| | 3回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| Lot No. 90802 | 1回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| | 2回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |
| | 3回目 | 本品は、淡褐色～暗緑褐色の固体又は粘濁性の液体で、わずかに特有のにおいがあり、強い辛味がある。 | 適 |

表2 確認試験

| 規 格 | | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 判定 |
|---------------|-----|--------------------------------------------------------------------------------|----|
| Lot No. 90220 | 1回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| | 2回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| | 3回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| Lot No. 90701 | 1回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| | 2回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| | 3回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| Lot No. 90802 | 1回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| | 2回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |
| | 3回目 | 2940cm ⁻¹ , 1720cm ⁻¹ , 1680cm ⁻¹ 付近に赤外吸収を認める | 適 |

表3 純度試験(1)重金属

| 規 格 | | 20 μ g/g以下 | 判定 |
|---------------|-----|----------------|----|
| Lot No. 90220 | 1回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| | 2回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| | 3回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| Lot No. 90701 | 1回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| | 2回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| | 3回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| Lot No. 90802 | 1回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| | 2回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |
| | 3回目 | 20 μ g/g以下 | 適 |

表4 純度試験(2)ヒ素

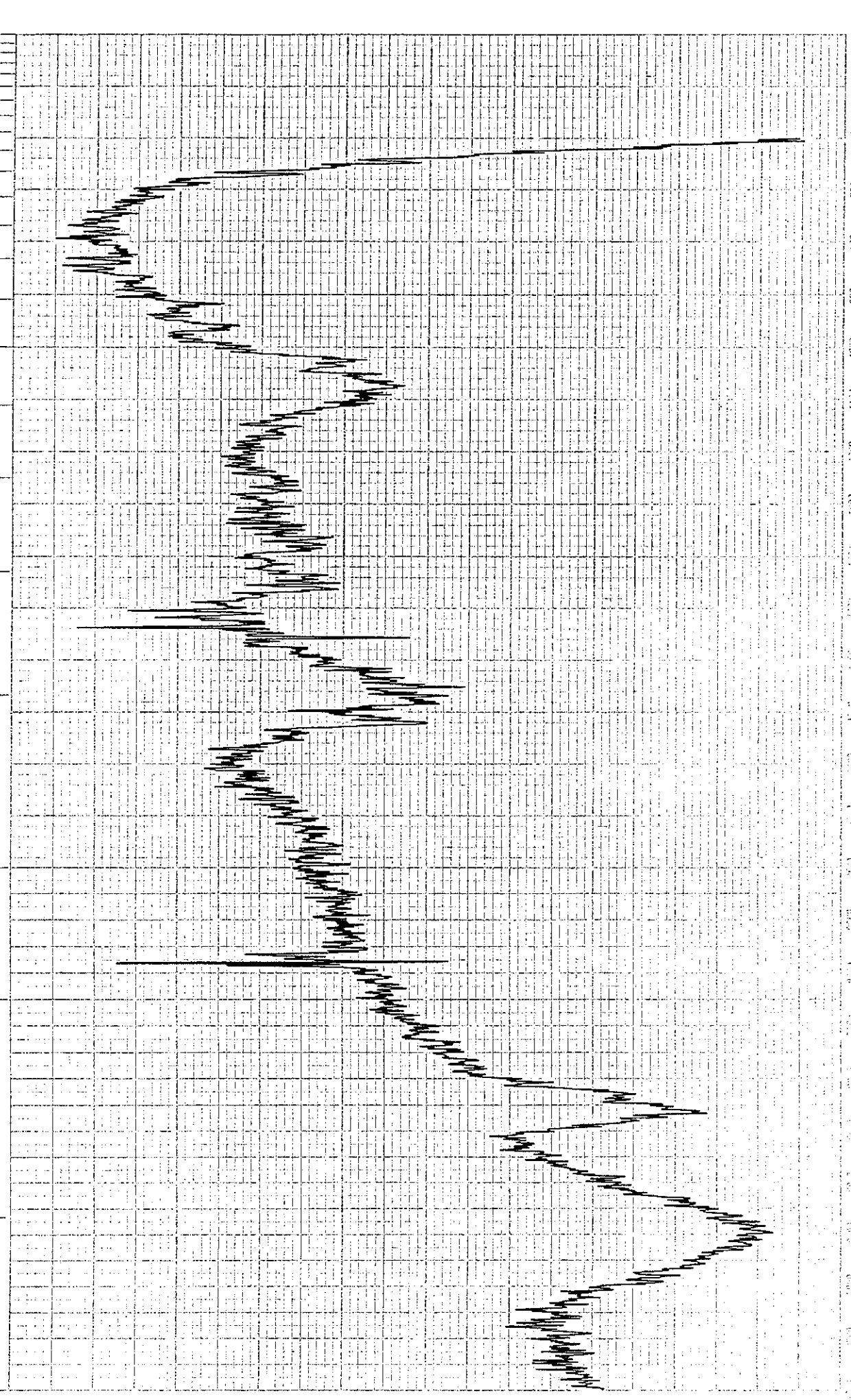
| 規 格 | | 4.0 μ g/g以下 | 判定 |
|---------------|-----|-----------------|----|
| Lot No. 90220 | 1回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| | 2回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| | 3回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| Lot No. 90701 | 1回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| | 2回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| | 3回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| Lot No. 90802 | 1回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| | 2回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |
| | 3回目 | 4.0 μ g/g以下 | 適 |

表5 定量

| 規 格 | | 15%以上 | 判定 |
|---------------|-----|---------------|----|
| Lot No. 90220 | 1回目 | 24.3%(別紙チャート) | 適 |
| | 2回目 | 24.1%(別紙チャート) | 適 |
| | 3回目 | 24.1%(別紙チャート) | 適 |
| Lot No. 90701 | 1回目 | 26.1%(別紙チャート) | 適 |
| | 2回目 | 26.3%(別紙チャート) | 適 |
| | 3回目 | 26.4%(別紙チャート) | 適 |
| Lot No. 90802 | 1回目 | 24.6%(別紙チャート) | 適 |
| | 2回目 | 24.9%(別紙チャート) | 適 |
| | 3回目 | 25.0%(別紙チャート) | 適 |

資料

2.5 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0 10 11 12 13 14 15 16 18 20 25 μm

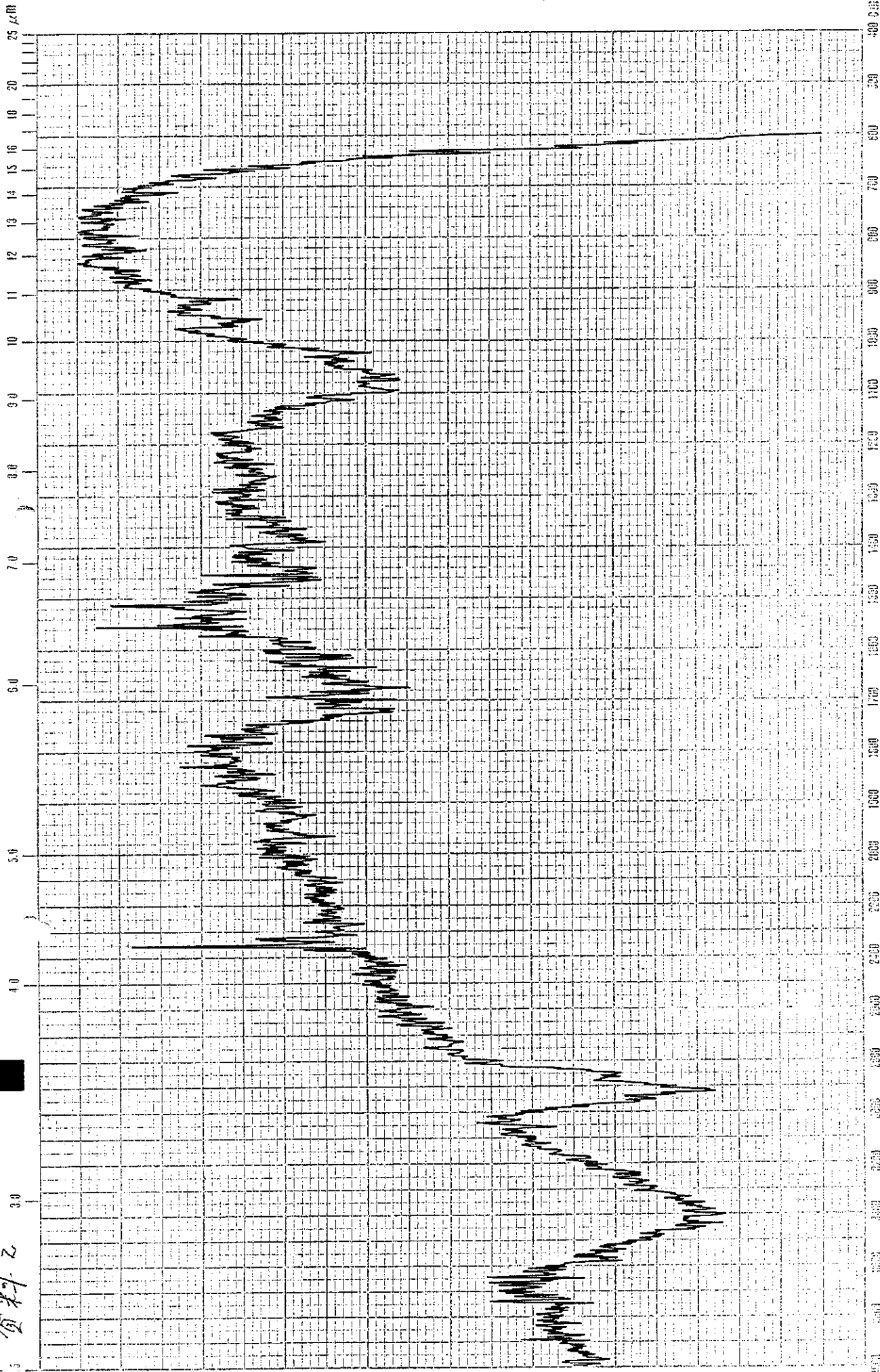


0.0 0.5 1.0 1.5 2.0 2.5 3.0 3.5 4.0 4.5 5.0 5.5 6.0 6.5 7.0 7.5 8.0 8.5 9.0 9.5 10.0 10.5 11.0 11.5 12.0 12.5 13.0 13.5 14.0 14.5 15.0 15.5 16.0 16.5 17.0 17.5 18.0 18.5 19.0 19.5 20.0 20.5 21.0 21.5 22.0 22.5 23.0 23.5 24.0 24.5 25.0

| | | | |
|------------|----------|-------------|-------|
| DATE | 97.9 | OPERATION | 10/10 |
| SAMPLE NO. | 70220 ① | MEASUREMENT | 10/10 |
| REMARKS | 10.13.16 | | |

株式会社 日立 JASCO Corporation MADE IN JAPAN J-0503

資料乙



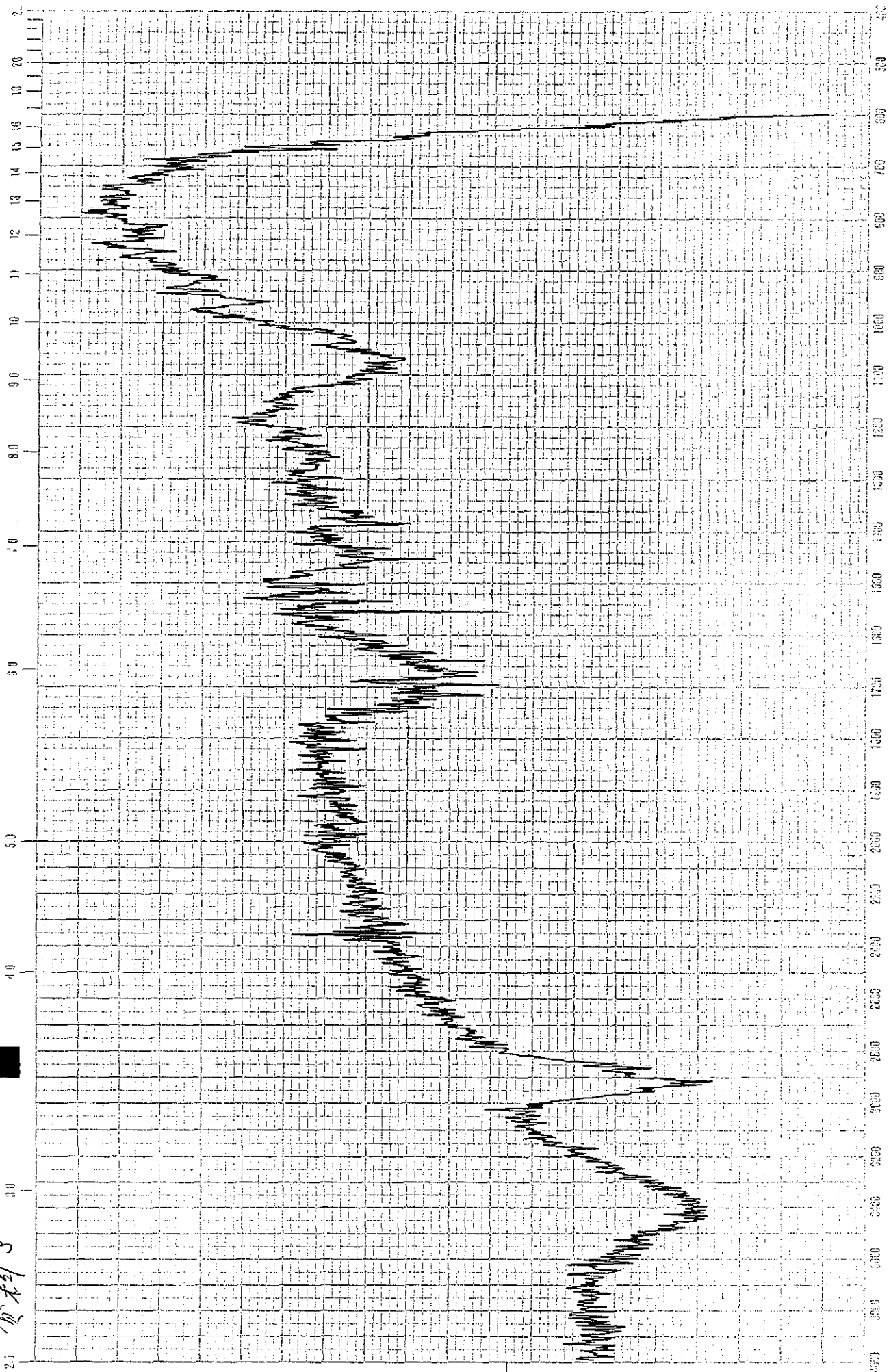
| | | | | | | | | |
|-----------------|---------|--------|-----------------|-----|------|----|----------|---------|
| OPERATION NO. | 9-70217 | 90220② | SAMPLING METHOD | 液膜法 | DATE | 99 | OPERATOR | REMARKS |
| WAVELENGTH (μm) | | | | | 8.10 | | (C-0) | |
| WAVELENGTH (cm) | | | | | | | | |
| SPEED | | | | | | | | |

日本分光株式会社 JASCO Corporation

MADE IN JAPAN

J-0095

資料 3



| | | | | |
|--------|------------------|-----------------|----------|---------|
| DATE | 99/8/28 | OPERATOR | 28 | REMARKS |
| SAMPLE | 9770169 90210(3) | SAMPLING METHOD | 75 AB 18 | |
| UNIT | | | | |

日本分光株式会社 JASCO Corporation

MADE IN JAPAN

J-0035

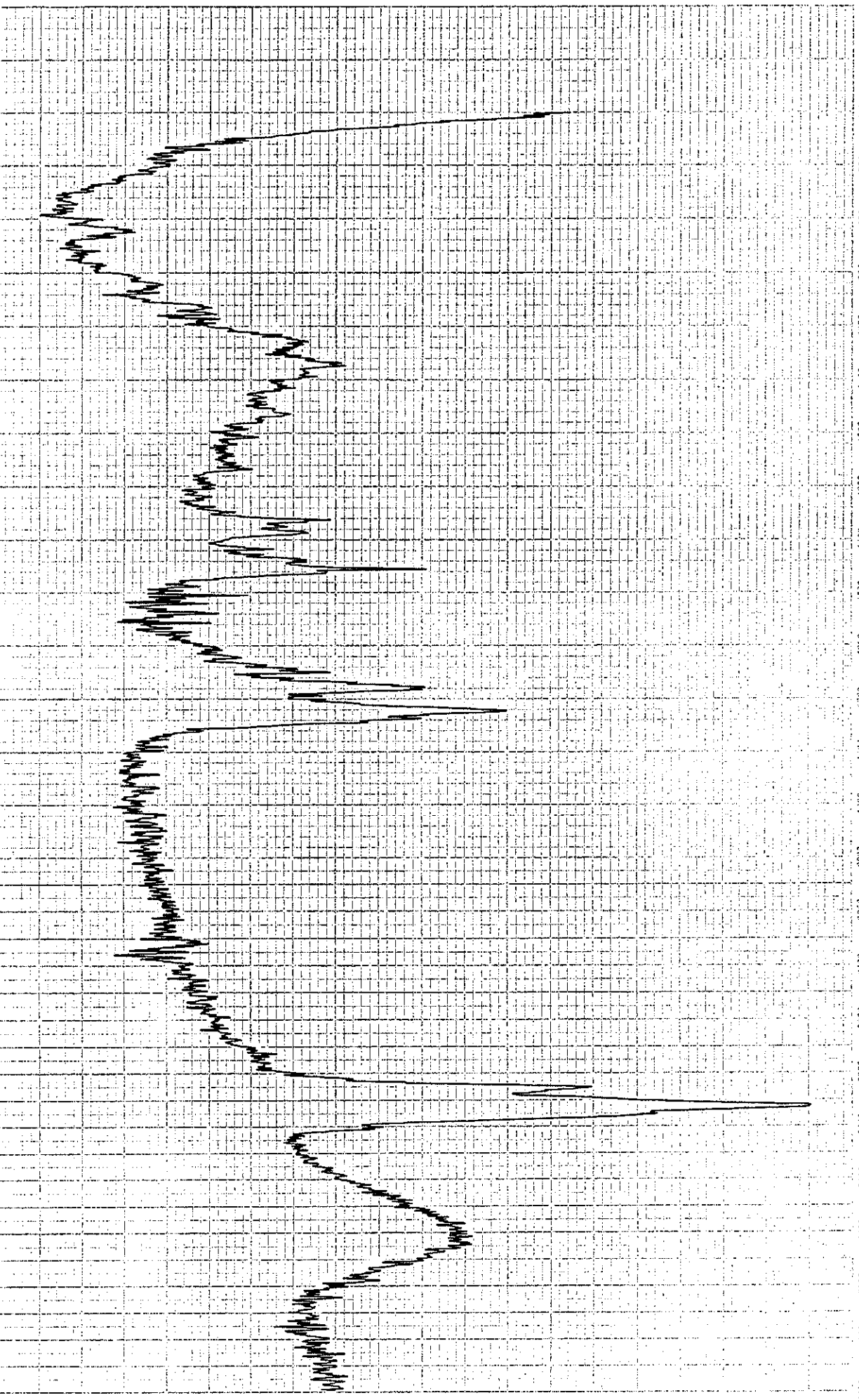
72.1

41

48.0

資料 4

25 20 16 15 14 13 12 11 10 9.0 8.0 7.0 6.0 5.0 4.0 3.0 2.0



| | | | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|-------------|---------|
| WAVENUMBER (cm⁻¹) | DATE | OPERATOR | REMARKS |
| 4000 3800 3600 3400 3200 3000 2800 2600 2400 2200 2000 1800 1600 1500 1400 1300 1200 1100 1000 900 800 700 600 500 | 8.10 | (Signature) | |
| SAMPLES METHOD | SAMPLE NO. | | |
| 液體法 | 90701D | | |

日本分光株式会社 JASCO Corporation

MADE IN JAPAN

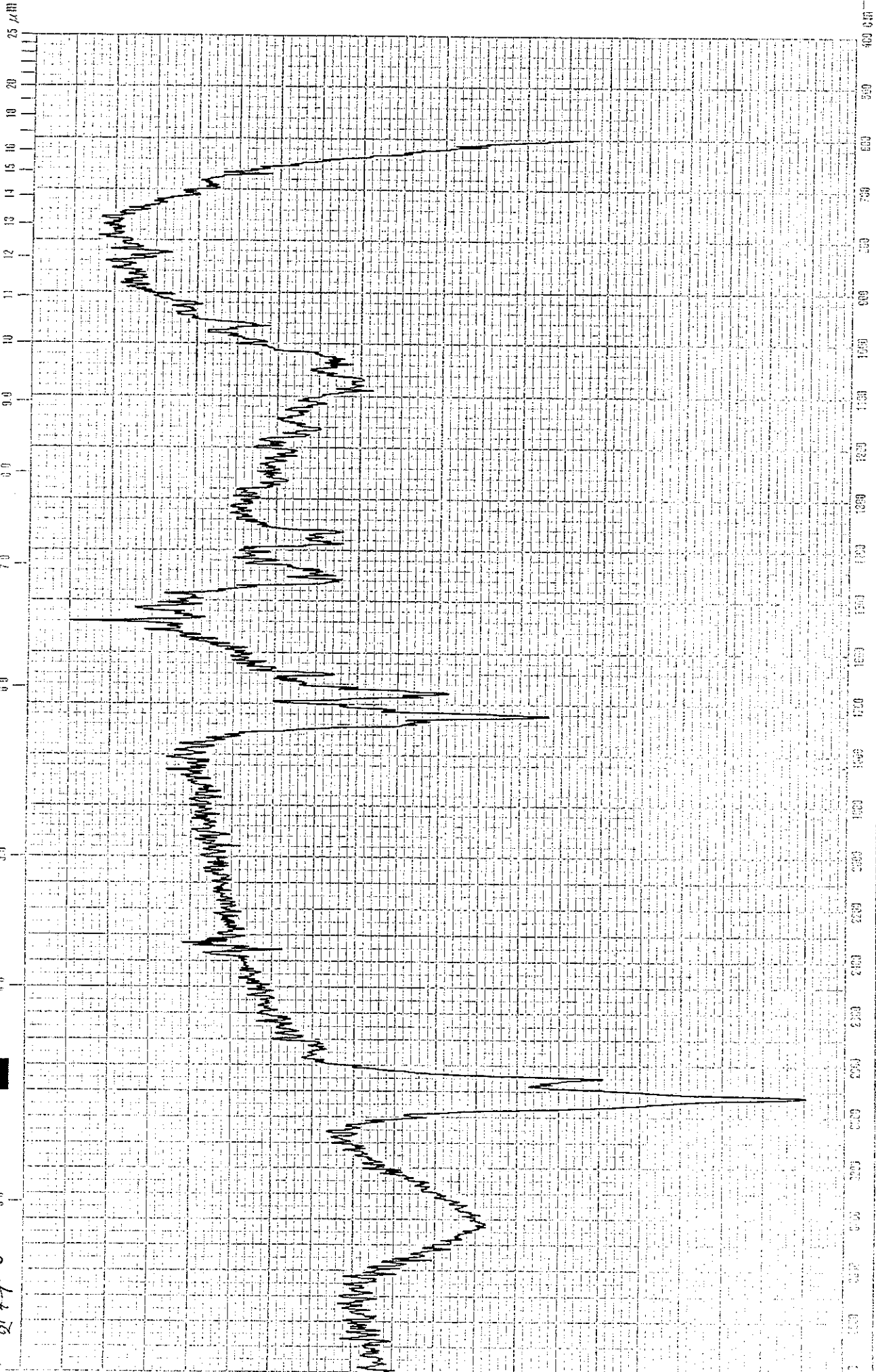
J-8885

42.4

71 79

42.4

資料 5



| | | | |
|---------|-----------|-----------------|-------------|
| DATE | 8/10 | ANALYST | (Signature) |
| SAMPLE | 90701 (2) | ANALYSIS METHOD | 77E Beta |
| REMARKS | | | |