

* 確認試験の方法

- (1) 基質溶液 : 1. 1キシラン糖化力測定法で使用する基質溶液を使用した。キシランは Fluka、Cat. No. 95590 を使用した。
- (2) 試料溶液 : 1. 1キシラン糖化力測定法で 500~2000 単位/ml になるように試料を適量の水で溶かし試料溶液とする。ヘミセルラーゼ「アマノ」90Gは(1→100)とした。
- (3) 試験方法 : 基質溶液 1ml に水又は試料溶液 1ml を加え混ぜ、 40 ± 0.5 °Cで 30 分間反応後、測定法で使用するソモギー試液 4ml を加え反応を停止する。反応停止後、栓をして沸騰水浴中で 15 分間加熱した時、反応液中に生ずる赤色沈澱は試料溶液を使用した方が多い。

* 酵素活性測定方法の測定条件 :

試料溶液の調製には水を使用した(1→100000)。

ヘミセルラーゼ測定結果

品名 スミチームX

規格項目	規格	測定回数	Lot No.		
			980317-05	980908-04	990525-04
性状	白～濃褐色の粉末 若しくは粒、又は 無色～濃褐色の液 体若しくはペース ト	3回	淡黄～褐色の粉末	淡黄～褐色の粉末	淡黄～褐色の粉末
確認試験	キシランに作用さ せた時、還元糖を 生成する	①	還元糖を生成する	還元糖を生成する	還元糖を生成する
		②	還元糖を生成する	還元糖を生成する	還元糖を生成する
		③	還元糖を生成する	還元糖を生成する	還元糖を生成する
重金属	Pbとして 40 μ g/g以下	①	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
		②	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
		③	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
鉛	Pbとして 10 μ g/g以下	①	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
		②	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
		③	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として 4.0 μ g/g以下	①	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
		②	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
		③	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
細菌数	50,000/g以下	①	100/g以下	100/g以下	100/g以下
		②	100/g以下	100/g以下	100/g以下
		③	100/g以下	100/g以下	100/g以下
大腸菌	認めない	①	認めない	認めない	認めない
		②	認めない	認めない	認めない
		③	認めない	認めない	認めない
酵素活性 (1.2 キ シラン糖 化力測定 法)	単位/g	①	5,010	5,210	5,180
		②	5,060	5,180	5,470
		③	5,090	5,440	5,430
		④	5,130	5,150	5,280
		⑤	5,100	5,140	5,130
		⑥	5,210	5,340	5,200
	平均(n=6)	5,100	5,240	5,280	
	標準偏差	68	120	140	
	CV(%)	1.3	2.3	2.6	
最大値	5,210	5,440	5,470		
最小値	5,010	5,140	5,130		

* 確認試験の方法 : 1. 2キシラン糖化力測定法に準じる。

ヘミセルラーゼ測定結果

品名 セルロシンGM

規格項目	規 格	測定回数	Lot No.		
			9013B	9U29A	9Y19B
性状	白～濃褐色の粉末 若しくは粒状又は ペースト状、又は 無色～濃褐色の液 状	3回	淡褐色の粉末	淡褐色の粉末	淡褐色の粉末
確認試験	ローカストビーン ガム溶液に作用さ せた時、還元糖を 生成する	①	還元糖を生成する	還元糖を生成する	還元糖を生成する
		②	還元糖を生成する	還元糖を生成する	還元糖を生成する
		③	還元糖を生成する	還元糖を生成する	還元糖を生成する
重金属	Pbとして 40 μ g/g以下	①	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
		②	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
		③	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
鉛	Pbとして 10 μ g/g以下	①	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
		②	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
		③	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として 4.0 μ g/g以下	①	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
		②	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
		③	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
細菌数	50,000/g以下	①	100/g以下	100/g以下	100/g以下
		②	100/g以下	100/g以下	100/g以下
		③	100/g以下	100/g以下	100/g以下
大腸菌	認めない	①	認めない	認めない	認めない
		②	認めない	認めない	認めない
		③	認めない	認めない	認めない
酵素活性 (2.1 ガ ラクトマ ンナン糖 化力測定 法)	単位/g	①	2,470	2,390	2,410
		②	2,520	2,420	2,480
		③	2,420	2,520	2,440
		④	2,540	2,480	2,380
		⑤	2,570	2,460	2,300
		⑥	2,420	2,370	2,380
	平均(n=6)	2,490	2,440	2,400	
	標準偏差	63	57	61	
CV(%)	2.5	2.3	2.6		
最大値	2,570	2,520	2,480		
最小値	2,420	2,370	2,300		

* 確認試験の方法 : 2.1 ガラクトマンナン糖化力測定法に準じる。

* 酵素活性測定法の測定条件 : 試料溶液の調製は、水を使用した。
又、基質溶液の pH は、5.0 に調整した。

ヘミセルラーゼ測定結果

品名 スミチームACH

規格項目	規格	測定回数	Lot No.		
			971225-03	990629-03	990825-04
性状	白～濃褐色の粉末 若しくは粒状又は ペースト状、又は 無色～濃褐色の液 状	3回	淡黄～褐色の粉末	淡黄～褐色の粉末	淡黄～褐色の粉末
確認試験	ローカストビーン ガム溶液に作用さ せた時、粘度は低 下する	①	粘度は低下する	粘度は低下する	粘度は低下する
		②	粘度は低下する	粘度は低下する	粘度は低下する
		③	粘度は低下する	粘度は低下する	粘度は低下する
重金属	Pbとして 40 μ g/g以下	①	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
		②	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
		③	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下	40 μ g/g以下
鉛	Pbとして 10 μ g/g以下	①	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
		②	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
		③	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下	10 μ g/g以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として 4.0 μ g/g以下	①	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
		②	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
		③	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下	4.0 μ g/g以下
細菌数	50,000/g以下	①	100/g以下	100/g以下	100/g以下
		②	100/g以下	100/g以下	100/g以下
		③	100/g以下	100/g以下	100/g以下
大腸菌	認めない	①	認めない	認めない	認めない
		②	認めない	認めない	認めない
		③	認めない	認めない	認めない
酵素活性 (2.2 ガ ラクトマ ンナン粘 度低下力 測定法)	単位/g	①	53,700	51,300	53,300
		②	51,400	53,900	54,300
		③	53,000	52,700	51,500
		④	52,700	52,600	53,200
		⑤	54,600	50,800	53,000
		⑥	53,000	51,000	53,400
	平均(n=6)	53,100	52,100	53,100	
	標準偏差	1,065	1,214	911	
	CV(%)	2.0	2.3	1.7	
	最大値	54,600	53,900	54,300	
最小値	51,400	50,800	51,500		

* 確認試験の方法 : 2.2 ガラクトマンナン粘度低下力測定法に準じる。

ニガヨモギ抽出物

Absinth extract

定 義 本品は、ニガヨモギの全草から得られたもので、セスキテルペン（アブシンシン等）を主成分とするものである。

性 状 本品は、黄褐色～黒褐色の固体、ペーストまたは液体で、特異なおいがあり、味は非常に苦い。

確認試験 本品をエタノールに溶かし、検液とする。検液 5 μ l を量り、対照液を用いず、トルエン/酢酸エチル混液（4：5）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、Rf 値が 0.10～0.50 付近に赤紫～紫色の 2 個以上のスポットを認める。ただし、薄層板には担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを 110℃で 1 時間乾燥したものを使用する。展開溶媒の先端が原線より約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、バニリン硫酸溶液（1→10）を噴霧し、2 分後に観察する。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 10 μ g/g 以下 (2.0g、第 2 法、比較液 鉛標準液 2.0ml)
(2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g、第 4 法、装置 C)
(3) ツヨン (α 異性体+ β 異性体合計量として) 100 μ g/g 以下 ただし、ツヨン含量はガスクロマトグラフィー法で求める。

本品を約 1 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 10ml とする。この液を検液とする。

別にツヨン標準品 0.1g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100ml とする。この液 1ml、5ml と 10ml をそれぞれ正確に量り、エタノールを加えてそれぞれを正確に 100ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。 α -ツヨンと β -ツヨンの和をツヨン含量とし、その面積から検量線を作成し検液中の含量 A を求め、次式でツヨン含量を求める。

ツヨン含量 = A \times 10 (μ g/g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 DB-WAX を 0.25 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 80℃から 200℃まで毎分 3℃で昇温する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリット (60：1)

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。流量 20ml/分

バニリン硫酸溶液 バニリン 1 g を硫酸 9 g に注意しながら加える。用時調整する。

品名	ニガヨモギ抽出物		
LOT NO.	960729		
測定回数	1回目	2回目	3回目
性状	黄味の黒色液体で特異のにおいがある。 味は非常に苦い		
確認試験 Rf値	0.370 0.315(主スポット) 0.243	0.343 0.292(主スポット) 0.219	0.341 0.297(主スポット) 0.220
ヒ素	0.5 μ g/g以下	0.5 μ g/g以下	0.5 μ g/g以下
重金属	5 μ /g以下	5 μ /g以下	5 μ /g以下
ツヨン ($\alpha + \beta$)	31 μ g/g	33 μ g/g	28 μ g/g

品名	ニガヨモギ抽出物		
LOT NO.	990922		
測定回数	1回目	2回目	3回目
性状	ごく暗い黄色の液体で特異のにおいがある。 味は非常ににがい		
確認試験 Rf値	0.357 0.302(主スポット) 0.23	0.329 0.274(主スポット) 0.205	0.357 0.307(主スポット) 0.238
ヒ素	0.5 μ g/g以下	0.5 μ g/g以下	0.5 μ g/g以下
重金属	5 μ /g以下	5 μ /g以下	5 μ /g以下
ツヨン ($\alpha + \beta$)	21 μ g/g	19 μ g/g	18 μ g/g

品名	ニガヨモギ抽出物		
LOT NO.	991028		
測定回数	1回目	2回目	3回目
性状	黄味の黒色液体で特 異のにおいがある。 味は非常ににがい		
確認試験 Rf値	0.361 0.284(主スポット) 0.216	0.341 0.284(主スポット) 0.216	0.351 0.306(主スポット) 0.233
ヒ素	0.5 $\mu\text{g/g}$ 以下	0.5 $\mu\text{g/g}$ 以下	0.5 $\mu\text{g/g}$ 以下
重金属	5 $\mu\text{g/g}$ 以下	5 $\mu\text{g/g}$ 以下	5 $\mu\text{g/g}$ 以下
ツヨン ($\alpha + \beta$)	26 $\mu\text{g/g}$	25 $\mu\text{g/g}$	21 $\mu\text{g/g}$

平成12年2月

「レイシ抽出物」及び「ニガヨモギ抽出物」 の自主規格案

研究者名・所属：味の素株式会社
品質保証部

1. 目的

既存添加物「レイシ抽出物」及び「ニガヨモギ抽出物」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した。

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、「レイシ抽出物」及び「ニガヨモギ抽出物」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る規格（案）の妥当性について確認した。

3. 検討結果ならびに考察

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、「レイシ抽出物」試料の液体クロマトグラフィーによる確認試験も適当と判断された。

4. 規格案

別紙のとおり

以上

レイシ抽出物

本品は、サルノコシカケ目マンネンタケ(*Ganoderma lucidum* KARST.)の菌糸体若しくは子実体、又はその培養液より、水、エタノール又は二酸化炭素で抽出して得られたものである。

性 状 本品は、黄色～褐色の粉末で特有の臭いと苦味を有する。

確認試験 本品約1.0gをとり、水100mlを加え、5分間振り混ぜた後、エタノール100mlを加えて、よく振り混ぜた後ろ過する。残留物を希エタノール200mlで同様に操作する。ろ液を合わせ減圧下に濃縮し、全量を10ml以下とする。濃縮物を水200mlに分散させ、クロロホルム50mlで3回抽出する。クロロホルム層を合わせ、炭酸水素ナトリウム試液50mlで3回抽出する。水層を合わせ2mol/l塩酸試液にてpH3に調整し、クロロホルム50mlで3回抽出する。クロロホルム層を合わせ減圧下でクロロホルムを留去する。得られた残留物にエタノール10mlを加えて溶解し、試料溶液とする。別にマンネンタケ子実体約10gを取り、水100mlを加え、30分間加温した後、エタノール100mlを加えて、よく振り混ぜた後ろ過する。以下、試料溶液の調製と同様に操作して、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ lにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、試料溶液のクロマトグラムは標準溶液のクロマトグラムと同様の特有なクロマトグラムを示す。

操作条件

検出器；紫外吸光検出器（測定波長 254nm）

カラム充てん剤；5～10 μ mの化学結合型オクタデシルシラン

カラム管；内径4～6mm、長さ15～30cmのステンレス管

カラム温度；40 $^{\circ}$ C

移動相；2%酢酸/アセトニトリル混液（2：1）

純度試験 (1)液性 pH4.0～5.5 (1.0g、水100ml)

(2)重金属 Pbとして20 μ g/g以下(1.0g、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(1.0g、第3法、装置B)

水分 8.0%以下(0.1g、直接滴定)

強熱残分 20.0%以下(2.0g)

靈芝乾燥エキスの試験データ

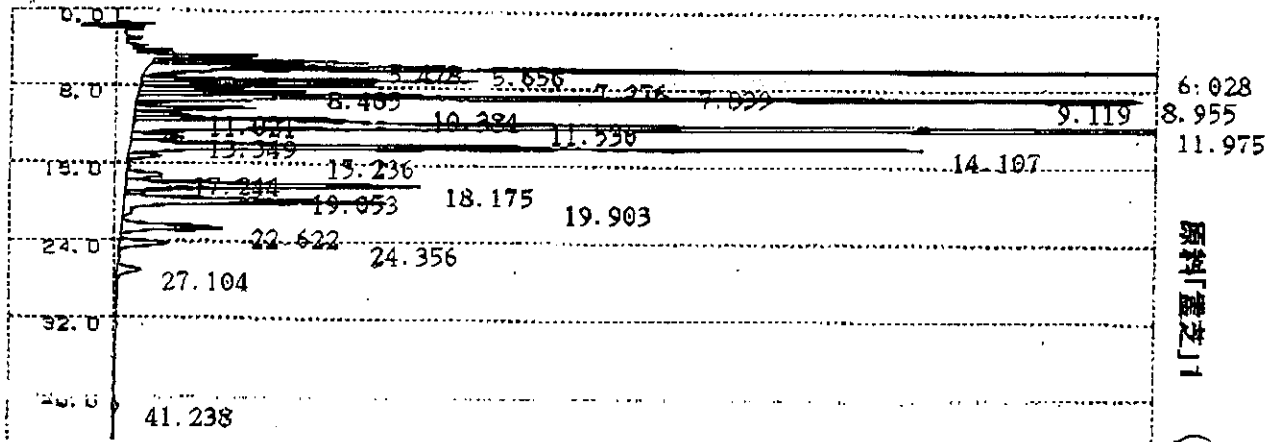
靈芝乾燥エキス(Lot No8L263,9I145,9I150)3Lotの試験データです

8L263	1回目	2回目	3回目	平均
乾燥減量	6.18%	5.98%	6.15%	6.10%
液性 pH (1g→100mL)	4.51	4.55	4.58	4.55
強熱残分	17.53%	17.33%	17.98%	17.61%
水分 (KF法)	5.97%	5.85%	5.80%	5.87%

9I145	1回目	2回目	3回目	平均
乾燥減量	4.07%	4.11%	3.91%	4.03%
液性 pH (1g→100mL)	4.59	4.61	4.55	4.58
強熱残分	16.53%	16.59%	18.00%	16.37%
水分 (KF法)	4.97%	4.50%	4.55%	4.67%

9I150	1回目	2回目	3回目	平均
乾燥減量	3.82%	4.01%	3.88%	3.91%
液性 pH (1g→100mL)	4.58	4.58	4.56	4.58
強熱残分	17.83%	17.11%	17.70%	17.55%
水分 (KF法)	4.28%	4.20%	4.44%	4.31%

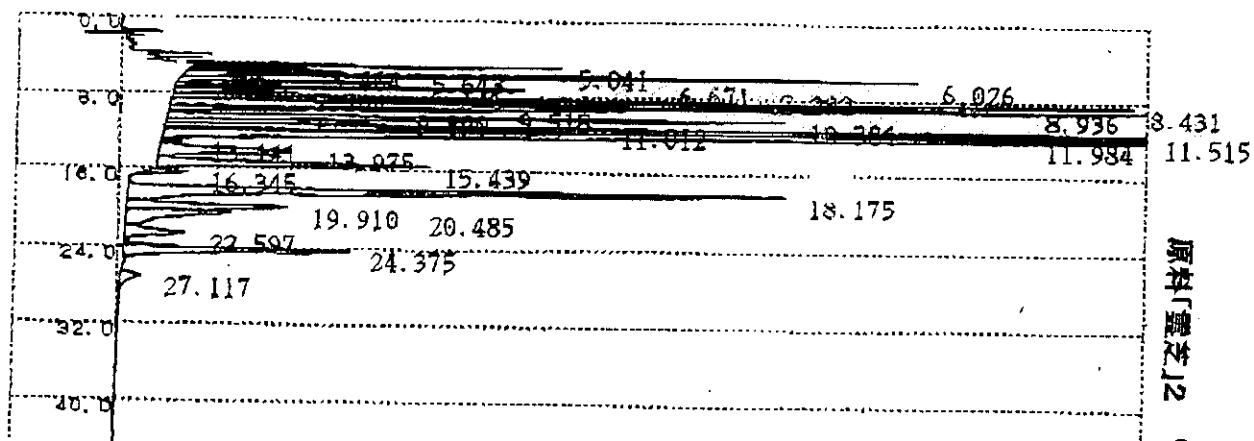
	全平均
乾燥減量	4.68%
液性 pH (1g→100mL)	4.57
強熱残分	17.18%
水分 (KF法)	4.95%



** 定量計算結果 **

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	CONC	NAME
1	1	5.478	136347	13166			1.4487	
	2	5.656	87643	9265	V		0.9312	
	3	6.028	861978	67561	SV		9.1585	
	5	7.276	281922	20726			2.9954	
	6	7.839	199194	14501	V		2.1164	
	7	8.405	167775	10234	V		1.7826	
	8	8.955	804389	61721	V		8.5466	
	9	9.119	974780	61568	V		10.357	
	10	10.384	134950	7484			1.4338	
	11	11.021	66127	3417	V		0.7026	
	12	11.536	238749	14473	V		2.5367	
	13	11.975	2557550	114881	V		27.1739	
	14	13.349	109853	3230	V		1.1672	
	15	14.107	1183003	48856	V		12.5693	
	16	15.236	54700	1962	V		0.5812	
	18	17.244	79339	2222			0.843	
	19	18.175	508202	18169	V		5.3996	
	20	19.053	29093	1209	V		0.3091	
	21	19.903	532432	16060	SV		5.6571	
	23	22.622	216145	6249			2.2965	
	24	24.356	113062	3004			1.2013	
	26	27.104	58221	1445			0.6186	
	27	41.238	16357	299			0.1738	
TOTAL			9411802	501702			100	

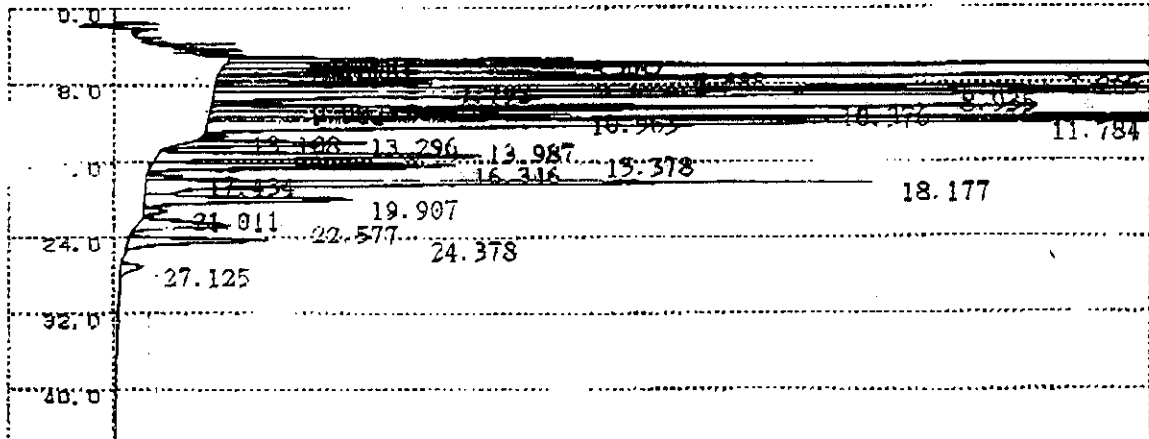
原料「置芝」1
(標準溶液)



原料「量芝」
(標準溶液)

** 定量計算結果 **

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	CONC	NAME
1	1	5.041	39420	6145			0.314	
	2	5.464	69793	7166			0.556	
	3	5.643	94032	9049	V		0.7491	
	4	6.026	525776	45872	V		4.1884	
	5	6.671	198227	19086	V		1.5791	
	6	7.282	279854	21813			2.2294	
	7	7.764	141875	7616	V		1.1302	
	8	8.431	856763	60022	V		6.8251	
	9	8.936	1415782	78577	V		11.2783	
	10	9.518	320917	20138	V		2.5565	
	11	9.89	31271	8541	V		0.2491	
	12	10.384	719103	38693	V		5.7285	
	13	11.012	271134	13576	V		2.1599	
	14	11.515	1763157	99961	V		14.0456	
	15	11.984	2355473	103707	V		18.7641	
	16	13.141	20684	1264			0.1648	
	17	13.975	311527	8192	V		2.4817	
	18	15.439	460496	16959	V		3.6684	
	19	16.345	51757	2451			0.4123	
	20	18.175	1241105	41191			9.8868	
	21	19.91	346461	9921	V		2.76	
	22	20.485	316217	6368	V		2.519	
	23	22.597	142888	3630	V		1.1383	
	24	24.375	522208	14047			4.16	
	25	27.117	57196	1222			0.4556	
TOTAL			12553109	633206			100	



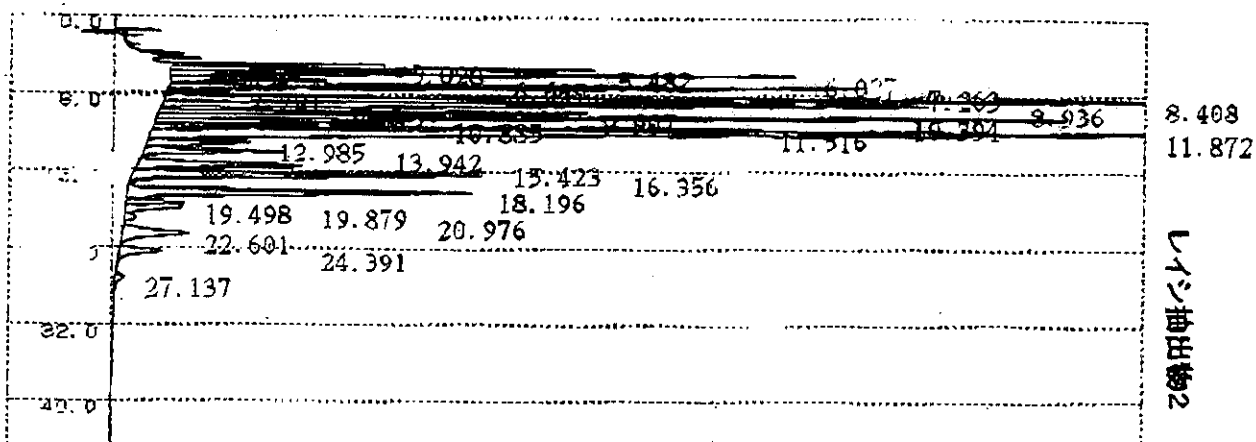
6.024
8.414
11.477

抽出物1

(試料溶液)

** 定量計算結果 **

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	CONC	NAME
1	1	5.081	30657	1521			0.189	
	2	5.462	300245	21319			1.8513	
	3	6.024	1047886	84898			6.4612	
	4	6.688	347985	22139			2.1457	
	5	7.265	911028	70461			5.6171	
	6	7.792	208267	13286	V		1.2842	
	7	8.414	1059136	104491	V		10.2301	
	8	8.935	150216	100642	V		13.2583	
	9	9.902	19560	4304			0.3062	
	10	10.376	349489	51102	V		5.2379	
	11	10.963	193786	22294	V		3.0447	
	12	11.477	1279098	88006	V		7.8869	
	13	11.784	2818144	170008	V		17.3765	
	14	13.188	20297	1399			0.1252	
	15	13.296	24457	1598	V		0.1508	
	16	13.987	332063	11253			2.0475	
	17	15.378	692243	20071			4.2683	
	18	16.346	481660	18003	V		2.9699	
	19	17.434	44387	2009			0.2737	
	20	18.177	1342153	45061	V		8.2756	
	21	19.907	436439	12833	V		2.6911	
	22	21.011	47256	1395	V		0.2914	
	23	22.577	265624	5757			1.6378	
	24	24.378	26362	8576			2.0123	
	25	27.125	59543	1364			0.3671	
TOTAL			16218097	888508			100	



** 定量計算結果 **

CH	PKNO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	CONC	NAME
1	1	5.028	12733	2238			0.1155	
	2	5.182	300739	26376			2.7272	
	3	6.027	469765	38953	V		4.26	
	4	6.669	192093	9800	V		1.742	
	5	7.263	593457	43418			5.3817	
	6	7.781	59905	3746	V		0.5432	
	7	8.408	1660243	103671	V		15.0557	
	8	8.936	951924	47650	V		8.6324	
	9	9.515	98185	6983	V		0.8904	
	10	9.907	415093	26660	V		3.7642	
	11	10.394	983345	56512	V		8.9173	
	12	10.885	340991	15937	V		3.0922	
	13	11.516	600032	37956	V		5.4413	
	14	11.872	1852370	78856	V		16.798	
	15	12.985	206476	6476	V		1.8724	
	16	13.942	23894^	8837	V		2.1669	
	17	15.423	307242	10242			2.7862	
	18	16.356	558562	21835	V		5.0652	
	19	18.196	621158	21533	V		5.6329	
	21	19.498	113862	3592	V		1.0325	
	22	19.879	105843	3565	V		0.9598	
	23	20.976	26214	740	V		0.2377	
	24	22.601	191106	4149			1.733	
	25	24.391	104151	2620			0.9445	
	26	27.137	22921	499			0.2079	
TOTAL			11027356	582845			100	

抽出物2
(試料濃度)

平成12年2月

「ダイズサポニン」 自主規格の検討

日本食品添加物協会第10部会
株式会社 常磐植物化学研究所
小城製薬株式会社

1. 目的

既存添加物「ダイズサポニン」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、この結果を踏まえ、規格（案）を策定した。

2. 検討内容及び方法

ダイズサポニンは食品添加物としてはJECFAあるいは21CFRには収載されていないが、財団法人日本健康・栄養食品協会発行の「健康食品規格基準集（その4）」に、健康食品としての規格が収載されている。これを参考にして規格の策定を行った。規格の策定に当たっては、下記の項目について試験及び評価を行った。

- 1) 性状：外観、味、臭い
- 2) 含量
- 3) 純度試験：重金属、ヒ素について限度試験
- 4) 乾燥減量
- 5) 灰分

3. 検討結果

1) 性状

2社各3ロットの試料について官能的評価を行った。全体的に、黄色で、特有の臭いがあり、わずかに苦味を有する粉末であった。

2) 含量

2社各3ロット×3回繰り返しの分析を行った。結果を表1-1及び表1-2に示した。

表-1-1：含量-1

	LOT-1	LOT-2	LOT-3
RUN-1	92.7	92.8	91.0
RUN-2	93.1	92.0	89.8
RUN-3	92.3	93.2	91.5
RUN-4	93.2	93.3	91.4
RUN-5	93.6	91.7	90.2

表-1-2 : 含量-2

	LOT-1	LOT-2	LOT-3
RUN-1	94.3	90.5	91.2
RUN-2	92.2	88.2	92.3
RUN-3	95.3	91.1	90.3
RUN-4	94.1	90.5	89.6
RUN-5	93.6	92.2	92.2
RUN-6	94.0	88.2	90.6

3) 純度試験

- ①重金属 : 1社は $20 \mu\text{g/g}$ 、他の1社は $30 \mu\text{g/g}$ の限度試験で限度内である。
- ②ヒ素 : 1社は $4 \mu\text{g/g}$ 以下、他の1社は $2 \mu\text{g/g}$ 以下の限度試験で限度内である。

4) 乾燥減量

2社各3ロット×3回の繰り返しの分析を行った。結果を表2に示した。

表-2 : 乾燥減量

		RUN-1	RUN-2	RUN-3
A社	LOT-1	1.4	1.3	1.3
	LOT-2	1.7	1.8	1.6
	LOT-3	2.5	2.6	2.8
B社	LOT-1	2.1	2.2	2.1
	LOT-2	3.1	3.1	3.2
	LOT-3	3.0	3.3	3.2

5) 灰分

2社各3ロット×3回の繰り返しの分析を行った。結果を表3に示した。

表-3 : 灰分

		RUN-1	RUN-2	RUN-3
A社	LOT-1 1	1.1	1.5	1.2
	LOT-2	1.0	1.5	1.2
	LOT-3	1.0	1.4	1.1
B社	LOT-1	3.9	3.7	3.6
	LOT-2	2.8	3.0	3.1
	LOT-3	4.4	4.5	4.1

4. 考察

1) 含量

2社全ロットとも概ね90%を満足しているが、測定バラツキとして88%台

の数値が散見されることから、規格値としては「85%以上」が妥当と考える。

2) 純度試験

①重金属・鉛

測定の実績は、 $30\mu\text{g/g}$ 及び $20\mu\text{g/g}$ の限度試験データのみで定量実績値がない。暫定的な規格として、

重金属： $30\mu\text{g/g}$ 以下

鉛： $10\mu\text{g/g}$ 以下

として、今後追加分析試験を実施した後、確定したい。

②と素

2社共に限度試験を行い、1社は $2.0\mu\text{g/g}$ 以下を満足する分析であるが、1社の試験は $4.0\mu\text{g/g}$ 以下であり、規格としては「 $4.0\mu\text{g/g}$ 以下」とする。

3) 乾燥減量

3%を超える数値実績より、規格値としては、「5.0%以下」とする。

4) 灰分

4.5%の値があり、規格値としては「5.0%以下」とする。

ダイズサポニン

Soybean saponin

定 義 本品は、マメ科ダイズ (*Glycinemax* MERRILL) の種子を粉碎し、水又はエタノールで抽出し、精製して得られたものである。主成分はサポニン (ソヤサポニン等) である。

性 状 本品は、黄色～黄褐色色の粉末で、特有のにおいがあり、わずかに苦味を有す。メタノール、エタノールに溶け、クロロホルム、エーテル、ヘキサンには溶けにくい。

含 量 85.0%以上を含む。

確認試験 下記の方法により薄層クロマトグラフを行なう時、R f 値約 0.5 にソーヤサポゲノール A による紫色のスポットが検出される。

本品約 100 mg を 50ml の遠心分離管に量り、9%塩化水素-乾燥メタノール 4ml を加え、1 時間加熱還流し、均一な懸濁液とする。冷後、この反応液に水 20ml を加え希釈した後、分液ロートに移し、酢酸エチル 50ml を加えて抽出する。酢酸エチル層を採取し、飽和炭酸水素ナトリウム 10ml 及び水 10ml で洗浄した後、無水硫酸マグネシウム粉末で乾燥する。乾燥剤を除去した後、酢酸エチル層を水浴中で加熱し減圧下溶媒を留去して約 5ml とする。この液 20 μ l につき、下記の条件で薄層クロマトグラフィーを行う。

薄層条件

担 体 : シリカゲル 60 F 254 (厚さ 0.25mm、Merck)

展開溶媒 : クロロホルム・メタノール混液 (10 : 1)

展開距離 : 15 cm

検 出 : 1%硫酸第二セリウム-10%硫酸溶液を噴霧後、105 $^{\circ}$ C で 15 分間加熱

純度試験 (1) 重金属 Pb として 30 μ g/g 以下 (1.0g、第3法、比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 10 μ g/g 以下 (第2法)

(3) 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 5.0%以下 (1~3 g、105 $^{\circ}$ C、1時間)

灰 分 5.0%以下 (1~2 g)

定 量 法 本品約 1.0g を精密に量り、200ml のナス型フラスコに入れ、水飽和 n-ブタノール液 100ml を加え、還流冷却器を付し、約 30 分間水浴中で加熱する。冷後、この液を分液ロートに移し、水飽和 n-ブタノール液調製時の下層液 5ml で振り混ぜ一夜放置する。水層液を新しい分液ロートに移し、水飽和 n-ブタノール液 10ml づつで 2 回洗い、洗液を先に分離した n-ブタノール層に合わせ、重量既知の共栓ナス型フラスコ似入れ、水浴中で加熱し溶媒を減圧下で留去する。残留物にエーテル 50ml を加え、還流冷却管を付し、水

溶中で 30 分間加温脱脂した後、エーテル層を除去し、残留物を 105° で 3 時間乾燥した後、その重量を精密に量り、次式により n-ブタノール抽出物含量を求める。

計算式

$$\text{含量 (\%)} = \frac{A}{B} \times \frac{100}{100 - C} \times 100$$

A : 残留物の重量 (g)

B : 試料の採取量 (g)

C : 乾燥減量 (%)

註-1) 9%塩化水素-乾燥メタノールの調製方法

乾燥メタノール (メタノールを Na で乾燥後蒸留したもの) 20ml を -78°C で冷却し (ドライアイス-アセトンで冷却)、塩化アセチル 3 ml を攪拌しながら徐々に加えた後、徐々に室温に戻す。

註-2) 硫酸第二セリウムは別途試薬として設定する。

註-3) 水飽和 n-ブタノール溶液の調製方法

n-ブタノール 100ml に 60ml を加えて 10 分間激しく降り混ぜた後、静置し、両層が澄明になった後に使用する。

註-4) 水飽和 n-ブタノール溶液は少なくとも 1 日前に作製したものを使用する。

「胆汁末」 自主規格の検討

日本食品添加物協会第10部会
協和発酵工業株式会社

1. 目的

既存添加物「胆汁末」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、この結果を踏まえて、規格（案）を策定した。

2. 検討内容及び方法

本品は「動物の胆汁から得られた、コール酸及びデオキシコール酸を主成分とするもの」である。類似物質としては、JECFAに「コール酸 (CHOLIC ACID)」及び「デオキシコール酸 (DESOXYCHOLIC ACID)」が、21CFRには「牛胆汁抽出物 (Ox bile extract) : § 184.1560」が記載されている。これらの規格を参考にして規格の策定を行った。

規格の策定に当たっては、下記の項目について試験及び評価を行った。

- 1) 総コール酸含量
- 2) 乾燥減量
- 3) 強熱残分

3. 検討結果

1) 総コール酸含量

- ①過去ロット分析実績
 - i) 45.4%
 - ii) 45.5%

②1ロット×6回繰り返し分析 (平均 47.9)

	1	2	3	4	5	6
総コール酸含量 (%)	47.2	48.7	48.0	47.2	48.4	47.7

2) 乾燥減量

3ロット×3回繰り返し分析を行った。

	LOT-1	LOT-2	LOT-3
RUN-1	1.0	1.2	1.7
RUN-2	1.1	1.3	1.4
RUN-2	0.9	1.3	1.4