

	・ツヤプリシン	合わせた。(しらこたん白) ・記載方法は「食添7」に準拠した。(ε-ポリリシン、ペクチン分解物、ツヤプリシン)
糊料・ 増粘安定剤 (5品目)	・グアガム酵素分解物 ・タラガム ・納豆菌ガム ・オリゴグルコサミン ・グルコサミン	・確認試験法の見直し(納豆菌ガム)、及び記載事項の見直しを行った。
酸化防止剤・ 強化剤(ビタミン) (3品目)	・茶抽出物 ・酵素処理ヘスペリジン ・酵素処理ルチン	・名称、定義等「既存添加物名簿」等と比較し、必要に応じ修正した。 ・定量法、確認試験の見直しを行った。
ガムベース (6品目)	ウルシロウ コメヌカロウ ホホバロウ モクロウ ラノリン ロシン	ロシンを除く品目については有害試薬(クロロホルム、四塩化炭素)の代替検討(シクロヘキサン)を実施した。ロシンに関しては赤外吸収スペクトルの追加、酸価の再検討を実施した。
酵素 (12品目)	・α-アミラーゼ ・β-アミラーゼ ・イソアミラーゼ ・グルコアミラーゼ ・グルタミナーゼ ・シクロデキストリングルカトランスフェラーゼ ・トランスグルタミナーゼ ・パンクレアチン ・プルナーゼ ・リゾチーム ・リパーゼ ・レンネット	・名称、定義等「既存添加物名簿」に準拠し修正した。 ・平成11年度に策定した「酵素一般規格」を踏まえ、内容の見直しを行うとともに、「食添7」収載4酵素の規格との整合性も図った。
酸味料 (1品目)	・イタコン酸	・名称、定義等「既存添加物名簿」等との比較検討を行った。
調味料・苦味料 (5品目)	・カフェイン(抽出物) ・タウリン ・ベタイン ・ニガヨモギ抽出物 ・レイシ抽出物	・有害試薬(クロロホルム)の変更(レイシ抽出物)、確認試験にIRの設定(ベタイン)等を行った。 ・「食添7」記載方法に

		準拠し修正した。
乳化剤 (5品目)	<ul style="list-style-type: none"> ・ユッカフォーム抽出物 ・酵素分解レシチン ・植物ステロール ・大豆サポニン ・胆汁末 	<ul style="list-style-type: none"> ・名称、定義等「既存添加物名簿」との整合性を図った。 ・定量法・含量等の見直しを行い、必要に応じ、新規格を検討した(酵素分解レシチン)。

3. 研究結果の概要

3-1. 新規作成検討品目

(1) 甘味料(「ラカンカ抽出物」)

ウリ科ラカンカ(*Momordica grosvenori* SWINGLE)の果実より抽出して得られた、モグロシド類を主成分とするラカンカ抽出物について規格設定の検討を進めた。現在市場に流通している製品は、主成分とするモグロシドV(モグロシド類中でも主要なものといわれる)が比較的低い含有量ものが多い。従って、今回はモグロシドVの含有量により粗製物(モグロシドVの含有量 1.0~10.0%)、精製物(モグロシドV含有量 20.0%以上)の2種の規格を設定することにした。定量法に関しては、生産者がHPLC法の採用を希望しているため、モグロシドV標準品について更に検討を継続することにした。

(2) 保存料・日持ち向上剤

保存料に関しては、カワラヨモギ抽出物の規格化を進めた。カワラヨモギ抽出物はキク科カワラヨモギ(*Artemisia capillaris* THUNB.)の全草よりエタノールで抽出して得られたものであり、有効成分はカピリンとされている。HPLC法によるカピリンの定量方法を検討し、その妥当性についても評価した結果、ほぼその妥当性が確認できた。

(3) 増粘・安定剤

本年度はアマシードガム、アロエベラ抽出物、カシアガム、セスパニアガム、デキストラン、トロロアオイ粘質物、フクロノリ抽出物、マクロホモプシスガムの8品目について、新たに自主規格設定のための検討を進め、それぞれ、「食添7」収載増粘安定剤に準拠し規格案を設定した。セスパニアガム、デキストラン、トロロアオイ粘質物、フクロノリ抽出物、マクロホモプシスガムについては、設定した規格案の妥当性を確認することが出来たが、アロエベラ抽出物、アマシードガム、カシアガムにあっては、ロット数が少なく(生産の都合上)十分な評価は出来なかった。

(4) 酸化防止剤

カテキン、d- γ -トコフェロール、d- δ -トコフェロールの3品目について規格設定の検討を行った。カテキンに関しては「基原」の中で、ツバキ科チャに限定し「チャカテキン」として規格を設定するとともに、カテキン含量に関しては製品の流通実態を踏まえ70から110%とした。

d- γ -トコフェロール、d- δ -トコフェロールに関しては「食添7」d- α -トコフェロールの成分規格に準拠し設定した。

(5) ガムベース

ガムベースに関しては、コパール樹脂、マスチックの2品目について検討した。確認試験にはいずれも赤外吸収スペクトル法(参照スペクトル)を採用した。

(6) 調味料・苦味料

酵素処理ナリンジン、粗製海水塩化カリウム、ナリンジン、メチルチオアデノシンについて新規規格設定を行なった。酵素処理ナリンジンに関しては、HPLC法及び吸光度法の併用による確認、定量は吸光度法を採用し行うことにした。粗製海水塩化カリウムに関しては含量(KClとして)60.0~85.0%とし、原子吸光度測定法によることにした。

(7) 製造用剤

5'-アデニル酸、5'-シチジル酸、活性白土、酸性白土、トレハロース、ばい煎コメヌカ抽出物、ばい煎ダイズ抽出物、ラクトフェリン濃縮物について検討を行った。

5'-アデニル酸、5'-シチジル酸については、「食添7」5'-イソシン酸二ナトリウム等の核酸類の規格を参考に検討した。活性白土、酸性白土については、国内流通品のみならず、輸入品を含め品質調査を行い、規格設定を行った。ラクトフェリン濃縮物についても流通している商品の品質実態に合わせ規格案を設定した。ばい煎コメヌカ抽出物、ばい煎ダイズ抽出物については、今後引き続き検討を要する点もあるが、現段階までの検討結果を規格案として報告することにした。

3-2. 自主規格改訂検討品目

(1) 甘味料

N-アセチルグルコサミン、オリゴ-N-アセチルグルコサミン、L-アラビノース、L-ソルボース、L-ソルボース液、D-リボース、D-リボース液、L-ラムノースについては、定量用標準物質を規定し、酵素分解カンゾウの定量用標準物質であるグリチルレチン酸-3-グルクロニドの規格に確認試験を追加した。カンゾウ末については含量の規定を現行の2.0~6.0%→2%以上に修正した。これらの修正に伴い改めて試験方法について評価しその妥当性を確認した。

(2) 着色料

着色料に関しては、「化学的合成品以外の食品添加物自主規格」(含む、追補)収載品目並びに平成10-11年度に検討した自主規格案含む47品目について、以下の考え方に基づき見直しを行った。

- ・名称、定義等「既存添加物名簿」等と比較し、必要に応じ修正した。
- ・色価の設定可否及び純度試験に「鉛」限度値の格設定等を検討し、可能なものについて設定した。
- ・その他、確認試験法の見直し、溶媒を使用するものにあつては、残存量設定の検討を行った。
- ・記載方法は「食添7」に準拠することとした。

結果は個別規格改訂案のとおりであるが、これらの改訂内容についてはその妥当性も併せて評価した。

(3) 保存料・日持向上剤

しらこたん白については、「定義」を既存添加物名簿と整合させるとともに、「重金属」を「鉛」(5 $\mu\text{g/g}$ 以下)へ変更、ツヤプリシン、ペクチン分解物、 ϵ -ポリリジンにあつては「食添7」の記載方法(mol/l等)に修正した。

(4) 増粘安定剤

納豆菌ガムに関しては、確認試験(1)のニンヒドリン呈色反応の操作条件を一部変更し、グルコサミンについては、平成10年度に自主規格案の検討を行ったが、一方で、確認試験法並びに定量法の検討も実施してきた。今般の修正はその検討結果に基づき変更したものである。

(5) 酸化防止剤・強化剤(ビタミン)

・酵素処理ヘスペリジン、酵素処理ルチン : これまでの自主規格案では、確認試験並びに定量法でHPLC法を採用してきたが、標準品の問題が指摘されていたため、改めて確認試験並びに定量法の見直しを行い、定量法では吸光度法、確認試験のHPLCにはそれぞれ自主規格適合品のヘスペリジン、ルチンを使用することとし、試験法全体の妥当性も併せて検討した。

・チャ抽出物については、カテキン含量は20%以上、且つ表示量の90~120%とし、緑茶抽出物の定量法については、農水省野菜・茶業試験場が「茶の分析法」の中でタンニン定量法として制定した酒石酸鉄法を採用した。また、ウーロンチャ抽出物及び紅茶抽出物の定量法については、AOAC や「五訂 日本食品標準成分表分析マニュアル」中で発酵茶のタンニン定量法として採用されているフォーリン・デニス法が一般的であるが、フォーリン・チオカルト法でもほぼ同様な分析結果が得られ、後者については試薬が市販されているなどの簡便性も高いため、両測定法を設定することとした。

(6) ガムベース

「ウルシロウ」、「コメヌカロウ」、「ホホバロウ」、「モクロウ」、「ラノリン」については、純度試験のヨウ素価を測定するのに用いる有害試薬の代替を検討し、十分代替可能であることを確認した。「ロシン」に関しては確認試験方法として赤外吸収スペクトル法を採用するとともに、純度試験・酸価について、市場流通品の実態を調査し上限(150~200)を設定した。

(7) 酵素

前記自主規格改訂品目リストに記載した12品目について、「食添7」に準拠し、性状、確認試験、純度試験、微生物限度、酵素活性測定法の見直しを行った。これらの結果に基づき規格の改訂を行い、その妥当性を評価した。結論として、これらの試験法は十分信頼性のおけるものであった。

(8) 酸味料

イタコン酸について名称、定義等「既存添加物名簿」に合わせるとともに、規格の見直しも行った。

(9) 調味料・苦味料

レイシ抽出物にあつては有害試薬の代替検討、カフェイン(抽出物)、タウリン、ベタイン、ニガヨモギ抽出物にあつては「食添7」記載方法に準じ修正した。

(10) 乳化剤

ユッカフォーム抽出物、酵素分解レシチン、植物ステロール、大豆サポニン、胆汁末について記載方法を「食添 7」に準拠するとともに、定量法についても見直しを行った。

4. 自主規格委員会メンバー

5. 考察

今年度、新しく自主規格設定検討を行った品目は27品目及び当協会・自主規格並びに平成10-11年度検討した品目合計で100品目の内容を見直しを行った。

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、本年度は、当協会顧問に就任された山田隆先生に、現在の自主規格及びこれ迄検討してきた自主規格案の内容を全面的にレビューし、問題点を抽出していただき、それらを課題として規格改訂の検討を進める方法をとった。また、新たに規格案を設定した段階で検討していただき、更に検討し、必要に応じて修正してきたものである。これにより、本年度新規策定あるいは改訂した規格内容は従前に比較し、よりの確なものになったと考えている。

しかしながら、既存添加物の多くは天然物を基原としていること、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こと、或いは主成分が良く分からないまま流通している添加物もあること、比較的小規模の企業が多く十分な研究能力を持たないメーカーが多いこと等、今後、規格策定を進める上で、多くの課題も抱えている。

今後はこれらの背景を十分踏まえつつ、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。

なお、本年度見直しに漏れた第2版自主規格集収載品目を早急に見直し、本年検討した規格と併せ、早い時期に学識経験者、行政当局更には当協会会員等から広く意見あるはアドバイス等を頂けるよう対処して行きたいと考えている。その上で、「既存添加物自主規格集」を作成・発刊していきたいと考えている。

また、本自主規格策定あるいは見直し作業に関して、当協会顧問である山田隆先生には多大なるご指導を頂いた。この場をお借りし心より感謝申し上げる次第である。

以上

自主規格専門委員会委員名簿

	委員氏名	企業名
技術委員長	小見 邦雄	日本食品添加物協会
自主規格専門委員長	高橋 仁一	武田薬品工業株式会社
自主規格専門委員	原田 努	味の素株式会社
々	浅田 敏	天野エンザイム株式会社
	中村 恵雄	エーザイ株式会社
々	中村 幹雄	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
々	加藤 洋次	株式会社タイショーテクノス
々	大和谷 和彦	大日本製薬株式会社
々	長尾 一徳	田辺製薬株式会社
々	長田 裕次	東和化成工業株式会社
々	星野 俊之	日本新薬株式会社
々	塩見 利紀	藤沢薬品工業株式会社
々	湯川 宗昭	株式会社武蔵野化学研究所
々	夕田 光治	理研ビタミン株式会社
々	鈴木 義久	株式会社ロッテ
技術顧問	山田 隆	日本食品添加物協会

－ 目 次 －

1. 平成12年度 新規自主規格検討品目

1-1. 甘味料(ラカンカ抽出物)	1~3頁
1-2. 保存料・日持向上剤(カワラヨモギ抽出物)	4~11頁
1-3. 糊料・増粘安定剤	12~29頁
・アマシードガム	・アロエベラ抽出物
・カシアガム	・セスパニアガム
・デキストラン	・トロロアオイ粘質物
・フクロノリ抽出物	・マクロホモプシスガム
1-4. 酸化防止剤・強化剤(ビタミン)	30~44頁
・カテキン	
・d- γ -トコフェロール	・d- δ -トコフェロール
1-5. ガムベース	45~52頁
・コーパル樹脂	・マスチック
1-6. 調味料・苦味料	53~81頁
・酵素処理ナリンジン	・粗製海水塩化カリウム
・ナリンジン	・メチルチオアデノシン
1-7. 製造用剤	82~102頁
・5'-アデニル酸	・5'-シチジル酸
・活性白土	・酸性白土
・トレハロース	・ばい煎コメヌカ抽出物
・ばい煎ダイズ抽出物	・ラクトフェリン濃縮物

2. 自主規格改訂品目

2-1. 甘味料	103~130頁
・L-アラビノース	・ステビア抽出物
・カンゾウ抽出物	・リボース及びリボース液
・ソルボース及びソルボース液	・N-アセチルグルコサミン
・オリゴ N-アセチルグルコサミン	・酵素分解カンゾウ
・L-ラムノース	
2-2. 着色料	131~221頁
・アカネ色素	・アナトー色素
・アルカネット色素	・イカスミ色素
・エルダーベリー色素	・オキアミ色素

- ・オレンジ色素
- ・カキ色素
- ・魚鱗箔
- ・クチナシ青色素
- ・クチナシ黄色素
- ・コウリヤン色素
- ・シソ色素
- ・植物炭末色素
- ・アカキャベツ色素
- ・アカダイコン色素
- ・タマネギ色素
- ・チコリ色素
- ・ノリ色素
- ・ファフィア色素
- ・ブラックベリー色素
- ・ペカンナッツ色素
- ・ヘマトコッカス藻色素
- ・ホワートルベリー色素
- ・ムラサキトウモロコシ色素
- ・ラズベリー色素
- ・レッドカーラント色素
- ・カカオ色素
- ・カロブ色素
- ・クサギ色素
- ・クチナシ赤色素
- ・クランベリー色素
- ・シアナット色素
- ・シタン色素
- ・ストロベリー色素
- ・アカゴメ色素
- ・スピルリナ色素
- ・タマリンド色素
- ・トマト色素
- ・ハイビスカス色素
- ・ブドウ果汁色素
- ・ブルーベリー色素
- ・ベニコウジ黄色素
- ・ボイセンベリー色素
- ・ムラサキイモ色素
- ・ムラサキヤマイモ色素
- ・ラック色素

2-3. 保存料・日持向上剤 222~226頁

- ・しらこたん白
- ・ペクチン分解物
- ・ε-ポリリシン
- ・ツヤプリシン

2-4. 糊料・増粘安定剤 227~236頁

- ・グアガム酵素分解物
- ・納豆菌ガム
- ・グルコサミン
- ・タラガム
- ・オリゴグルコサミン

2-5. 酸化防止剤・強化剤(ビタミン) 237~243頁

- ・茶抽出物
- ・酵素処理ルチン
- ・酵素処理ヘスペリジン

2-6. ガムベース 244~256頁

- ・ウルシロウ
- ・ホホバロウ
- ・ラノリン
- ・コメヌカロウ
- ・モクロウ
- ・ロシン

2-7. 酵素 257~373頁

・ α -アミラーゼ	・ β -アミラーゼ	
・イソアミラーゼ	・グルコアミラーゼ	
・グルタミナーゼ	・シクロキストリングルカトランスフェラーゼ	
・トランスグルタミナーゼ	・パンクレアチン	
・プルラナーゼ	・リゾチーム	
・リパーゼ	・レンネット	
2-8. 酸味料(イタコン酸)		374~376頁
2-9. 調味料・苦味料		377~385頁
・カフェイン(抽出物)	・タウリン	
・ベタイン	・ニガヨモギ抽出物	
・レイシ抽出物		
2-10. 乳化剤		386~396頁
・ユッカフォーム抽出物	・酵素分解レシチン	
・植物ステロール	・大豆サポニン	
・胆汁末		

以上

平成13年2月20日
自主規格（案）

ラカンカ抽出物

Lakanka Extract

定 義 本品は、ウリ科ラカンカ(Momordica grosvenori SWINGLE)の果実より抽出して得られた、モグロシド類を主成分とするものである。

本品には、羅漢果粗製物と羅漢果精製物がある。

羅漢果粗製物

含 量 本品は、Mogroside Vとしてその含有量を定量するとき、1.0～10.0%である。

性 状 本品は黒褐色のペースト状または液状であり、甘味を有する。

確認試験(1)本品の100.0～200.0mgを量り、70vol%メタノール1～3mlに溶かして検液とする。別にMogroside V標準品2～10mgをメタノール1～3mlに溶かし、標準液とする。検液および標準液2 μ lずつを量り、クロロホルム/メタノール/水混液（15：9：2）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、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（Mogroside V）と色調およびRf値が等しい。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し、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、10vol%硫酸水溶液を均等に噴霧し、加熱した後、観察する。

(2)本品を蒸発乾固させたもの0.3gに、無水酢酸2mLを加え、2分間加温した後、硫酸0.5mLを静かに加えるとき、接界面は赤褐色を呈する。

(3)本品の0.5gを量り、90%メタノール30mLに懸濁し、水浴上にて1時間還流抽出を行う。温時ろ過し、ろ液を水浴中にて減圧乾固する。残留物に水10mLを加えて溶かし、水飽和1-ブタノール10mLを用いて洗浄し、残った水層を検液とする。別にラカンカの粗末1gを量り、90%メタノール30mLを加え水浴上にて1時間還流抽出を行う。温時ろ過し、ろ液を水浴中にて減圧乾固する。残留物に水10mLを加えて溶かし、水飽和1-ブタノール10mLを用いて洗浄し、残った水層を標準液とする。検液および標準液2 μ lずつを量り、1-プロパノール/水/酢酸エチル混液（6：5：2）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液から得た数個のスポットのうち1個は、標準液から得たスポットと色調（赤紫色）およびRf値（約0.5付近）が等しい。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し、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、

0.2%ナフトレゾルシノールエタノール・リン酸試液(10:1)を均等に噴霧し、加熱した後、観察する。

純度試験 (1) **重金属** Pbとして $30\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液3.0ml)

(2) **ヒ素** As_2O_3 として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0g, 第1法, 装置B)

乾燥減量 60.0%以下(105℃, 5時間)

強熱残留物 7.0%以下

定量法 本品の0.5~2.0gを精密に量り、70vol%メタノールに溶かして正確に100mlとした後、メンブランフィルター(0.45 μm)でろ過し、検液とする。別にMogroside V標準品を105℃で2時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、70vol%メタノールに溶かして正確に100mlとし、標準液とする。検液および標準液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、Mogroside Vのピーク面積を測定し次の式により含量を求める。

$$\text{M-V含量(\%)} = \frac{\text{M-V標準品の採取量(mg)} \times \text{検液のM-Vのピーク面積}}{\text{検液の採取量(mg)} \times \text{標準液のM-Vのピーク面積}} \times 100$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (波長203nm)

カラム充てん剤：ポリマー系アミノカラム

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℃

移動相：アセトニトリル：水=80：20~70：30

流速：1.0ml/分

注入量：20 μl

羅漢果精製物

含量 本品を乾燥したものは、Mogroside Vとしてその含有量を定量するとき、20.0%以上である。

性状 本品は、淡黄~淡褐色の粉末であり、甘味を有する。

確認試験(1)「羅漢果粗製物」の確認試験(1)を準用する。但し検液は、本品の10~50mgを量り、70vol%のメタノール1~3mlに溶かし調整する。

(2)「羅漢果粗製物」の確認試験(2)を準用する。但し、本品を蒸発乾固させたものは0.1gを量る。

(3) 「羅漢果粗製物」の確認試験(3)を準用する。但し、本品の0.2gを量り検液を調整する。

純度試験 (1) **重金属** Pbとして $10\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液1.0ml)。

(2) **ヒ素** As_2O_3 として $1\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g, 第1法, 装置B)。

乾燥減量 6.0%以下(105℃, 2時間)

強熱残留物 1.0%以下

定量法 本品を105℃で2時間乾燥後、100.0~300.0mgを精密に量り、以下「羅漢果粗製物」の定量法を準用する。

Mogroside V 標準品

調製法: ラカンカの果実をメタノールにて抽出する。得られたメタノールエキスを多孔性樹脂クロマトグラフィーに付し、水、50%メタノール、80%メタノール、メタノール、アセトンにて順次溶出させ、粗配糖体画分である50%と80%メタノール画分を得る。その粗配糖体画分を【クロロホルム-メタノール-水】の混合溶媒を用いた順相系シリカゲル、メタノール-水の混合溶媒を用いた逆相系シリカゲルのカラムクロマトグラフィーで分離精製を行い、溶媒を除去し、Mogroside Vとして95.0%以上の標準品を得る。

確認試験: 本品の2~10mgを量り、70vol%メタノール1~3mLに溶かし、Mogroside V標準液とする。標準品 $2\mu\text{l}$ を量り、クロロホルム/メタノール/水混液(15:12:3)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、標準液のスポットは、Rf値が0.25~0.45の範囲内で暗紫色を呈する。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(Silica gel 60, Merck)を110℃で1時間乾燥したものを使用し、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、10vol%硫酸水溶液を均等に噴霧し、加熱した後、観察する。

定量法: 本品を乾燥したものにつき定量法を準用し、液体クロマトグラフィーを行うとき、クロマトグラム全体の全ピーク面積に対する、主ピーク面積比は95.0%以上である。但し、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、Mogroside Vの保持時間の2倍の範囲とする。

研究報告書

2000年2月15日

(株)タイショーテクノス 研究所

西宮 隆

はじめに

「カワラヨモギ抽出物」は、既存添加物名簿に記載された天然添加物であり、キク科カワラヨモギ(*Artemisia capillaris* THUNB.)の全草より、室温時エタノール若しくは含水エタノールで抽出して得られたもの、又は水蒸気蒸留して得られたものである。有効成分はカピリン等である。

1. 目的 本試験は、「カワラヨモギ抽出物」の品質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

目視により色調を、官能試験によって臭いを試験した。

(2) 試験結果 表1に示した。

2.2 確認試験

(1) 方法 本品の溶媒を減圧加温条件下で留去したもの 1g をエタノール 50ml に溶解し、その 10 μ g を 20 \times 5cm の薄層プレート(薄層クロマトラフ用シリカゲル製のもの)の下端 cm の位置にスポットし、溶媒を乾燥させた後 n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1 の展開溶媒で、プレートの上端より約 3cm の位置間で 2 回展開する。風乾後、紫外線ランプ(255nm)を用いて検出すると、R_f 値 0.50 付近にスポットが確認される。(カピリン)

(2) 試験結果 表2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 乾燥減量

(1) 方法 本品の溶媒を微温湯中で 10~18 キロパスカルで留去した後、「食添7」にもとづき分析した。(105 $^{\circ}$ C、5時間)

(2) 試験結果 表5に示した。

2.5 強熱残分

(1) 方法 本品の溶媒を微温湯中で 10~18 キロパスカルで留去した後、「食添7」にもとづき分析した。

(2) 試験結果 表6に示した。

2. 6定量法 本品の溶媒を除去したものの約 1000mg を正確に量り、エタノールで正確に 100ml とし、その 10ml を正確に量り、メタノールで正確に 100ml として 試験溶液とする。

標準品は、次のようにして調整する。水蒸気蒸留によって得られたものを、20×20cm の薄層プレート(薄層クロマトグラフ用シリカゲル製のもの)の下端 2cm の位置にスポットし、溶媒除去後 n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1 の展開溶媒でプレートの上端より約 3cm の位置間で 2 回展開する。風乾後、紫外線ランプ(255nm)を用いて検出すると、Rf 値 0.50 付近にスポットが確認されるため、このスポットを掻き取り、少量の混合溶媒(展開溶媒)に数分間懸濁させる。懸濁しているシリカゲルをろ紙で除去し、溶媒を留去する。得られた残渣を少量の n-ヘキサンに溶解させた後、再結晶させ、この操作を繰り返して精製した。得られた結晶をカピリンの標準品とする。(文献参照)

このカピリン標準品 10mg を精密に量り、100ml のメスフラスコに入れ、エタノールで正確に 100ml とし、その 10ml を量り、メタノールで正確に 100ml として標準溶液とする。試験液及び標準液をそれぞれ 5μl を高速液体クロマトグラフに注入し、次式によりカピリン含量を求める。

$$\text{カピリン含量} = \left\{ \frac{\text{標準品採取料(mg)}}{\text{試料採取料(mg)}} \times \left\{ \frac{\text{試験液のカピリンピーク面積}}{\text{標準液のカピリンピーク面積}} \right\} \right\} \times 100$$

【高速液体クロマトグラフの測定条件】

検出器 : 紫外線吸光光度計

充填剤 : 化学結合型オクタデシルシラン(ODS)

カラム管 : 内径 4.6mm、長さ 250mm

カラム温度: 40 度

移動相 : メタノール/水 = 7/3

流量 : 1ml/min

注入量 : 5μl

3. 試験結果

(1) 表 1 性状試験の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	濃緑色 特有の臭い	濃緑色 特有の臭い	濃緑色 特有の臭い
010182	濃緑色 特有の臭い	濃緑色 特有の臭い	濃緑色 特有の臭い
000992	濃緑色 特有の臭い	濃緑色 特有の臭い	濃緑色 特有の臭い

(2) 表 2 確認試験の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	Rf 0.50	Rf 0.50	Rf 0.50
010182	Rf 0.50	Rf 0.50	Rf 0.50
000992	Rf 0.50	Rf 0.50	Rf 0.50

(3) 純度試験の結果

(a) 表3 重金属測定の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	20 以下	20 以下	20 以下
010182	20 以下	20 以下	20 以下
000992	20 以下	20 以下	20 以下

単位: $\mu\text{g/g}$

(b) 表4 ヒ素測定の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	4 以下	4 以下	4 以下
010182	4 以下	4 以下	4 以下
000992	4 以下	4 以下	4 以下

単位: $\mu\text{g/g}$

(c) 表5 乾燥減量測定の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	10.6	10.6	10.5
010182	10.9	11.0	11.0
000992	11.5	11.5	11.5

単位: %

(d) 表6 強熱残分測定の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	0.23	0.25	0.19
010182	0.34	0.29	0.30
000992	0.44	0.41	0.37

単位: %

(e) 表7 カピリン定量の結果

検体 LOT	1回目	2回目	3回目
000972	0.65	0.67	0.69
010182	0.71	0.68	0.73
000992	0.67	0.69	0.67

単位: %

参考文献

- (1) 今井統雄、池田信一、田中喜一郎、菅原真一 : 薬誌, 76, 397 ~ 400, 400 ~ 404, 405~408, 862~863(1956)
- (2) 今井統雄、池田信一、田中喜一郎、菅原真一 : 生薬, 10, 10 ~ 11(1956)

カワラヨモギ抽出物

Rumput roman extract

定 義 本品は、キク科カワラヨモギ(*Artemisia capillaris* THUNB.)の全草より、室温時エタノール若しくは含水エタノールで抽出して得られたもの、又は水蒸気蒸留して得られたものである。有効成分はカピリン等である。

含 量 本品は、カピリン 0.5%を含み、その表示量の 80~120%を含む。

性 状 本品は、黄~黄褐色又は暗緑~濃緑色の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品の溶媒を減圧加温条件下で留去したもの 1g をエタノール 50ml に溶解し、その 10 μ l を 20 \times 5cm の薄層プレート(薄層クロマトグラフ用シリカゲル製のもの)の下端 2cm の位置にスポットし、溶媒を乾燥させた後 n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1 の展開溶媒で、プレートの上端より約 3cm の位置間で2回展開する。風乾後紫外線ランプ(255nm)を用い検出すると Rf 値 0.50 付近にスポットが確認される。(カピリン)

純度試験 (1)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)
(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 14.0%以下(105°C, 5時間:本品の溶媒を微温湯中で 10~18 キロパスカルで留去したものについて試験を行う)

強熱残分 0.5%以下(2.0g:本品の溶媒を微温湯中で 10~18 キロパスカルで留去したものについて試験を行う)

定 量 法 本品の溶媒を留去したもの約 1000mg を精密に量りエタノールで正確に 100ml とし、その 10ml を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100ml として試験溶液とする。

標準品は、次のようにして調製する。水蒸気蒸留によって得られたものを、20 \times 20cm の薄層プレート(薄層クロマトグラフ用シリカゲル製のもの)の下端 2cm の位置にスポットし、溶媒留去後 n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1 の展開溶媒でプレートの上端より約 3cm の位置間で2回展開する。風乾後紫外線ランプ(255nm)を用い検出すると、Rf 値 0.50 付近にスポットが確認されるためこのバンドを掻き取り、少量の混合溶媒(n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1)に数分間懸濁させ

ろ紙で懸濁しているシリカゲルを取り除き溶媒を留去する。得られた残渣を少量のn-ヘキサンに再度溶解させ、析出する結晶をくり返し再結晶させることによって精製し、得られた結晶をカピリンの標準品とする。

このカピリン標準品 10mg を精密に量り 100ml のメスフラスコに入れエタノールで正確に 100ml とする。その 10ml を正確に量りメタノールを加えて正確に 100ml として標準溶液とする。試験液及び標準液 5 μ l を高速液体クロマトグラフに注入し、次式によりカピリン含量を求める。

$$\text{カピリン含量(\%)} = \frac{\text{標準品採取量(mg)}}{\text{試料採取量 (mg)}} \times \frac{\text{試験液のカピリンピーク面積}}{\text{標準液のカピリンピーク面積}} \times 100$$

高速液体クロマトグラフの測定条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 280nm)

充填剤 : 化学結合型オクタデシルシラン

カラム管 : 内径 4.6mm, 長さ 25cm

カラム温度 : 40°C

移動相 : メタノール/水=7/3

流量 : 1ml/min

注入量 : 5 μ l

カピリン標準品

カピリンの標準品について、以下の特性を確認した。

融点: 81°C

カワラヨモギ抽出物

Rumput roman extract

定義 本品は、キク科カワラヨモギ(*Artemisia capillaris* THUNB.)の全草より、室温時エタノール若しくは含水エタノールで抽出して得られたもの、又は水蒸気蒸留して得られたものである。有効成分はカピリン等である。

含量 本品は、カピリン 0.5%を含み、その表示量の 80~120%を含む。

性状 本品は、黄~黄褐色又は暗緑~濃緑色の液体で、特有のにおいがある。

確認試験 本品の溶媒を減圧加温条件下で留去したもの 1gをエタノール 50mlに溶解し、その 10 μ lを 20 \times 5cm の薄層プレート(薄層クロマトグラフ用シリカゲル製のもの)の下端 2cm の位置にスポットし、溶媒を乾燥させた後n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1 の展開溶媒で、プレートの上端より約 3cm の位置間で2回展開する。風乾後紫外線ランプ(255nm)を用い検出するとRf値 0.50 付近にスポットが確認される。(カピリン)

純度試験 (1)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)
(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 14.0%以下(105°C, 5時間:本品の溶媒を微温湯中で 10~18 キロパスカルで留去したものについて試験を行う)

強熱残分 0.5%以下(2.0g:本品の溶媒を微温湯中で 10~18 キロパスカルで留去したものについて試験を行う)

定量法 本品の溶媒を留去したものの約 1000mgを精密に量りエタノールで正確に 100mlとし、その 10mlを正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mlとして試験溶液とする。

標準品は、次のようにして調製する。水蒸気蒸留によって得られたものを、20 \times 20cm の薄層プレート(薄層クロマトグラフ用シリカゲル製のもの)の下端 2cm の位置にスポットし、溶媒留去後n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1の展開溶媒でプレートの上端より約 3cm の位置間で2回展開する。風乾後紫外線ランプ(255nm)を用い検出すると、Rf値 0.50 付近にスポットが確認されるためこのバンドを掻き取り、少量の混合溶媒(n-ヘキサン:酢酸エチル=9:1)に数分間懸濁させる。ろ紙で懸濁しているシリカゲルを取り除き溶媒を留去する。得られた残渣を少量のn-ヘキ

サンに再度溶解させ、析出する結晶をくり返し再結晶させることによって精製し、得られた結晶をカピリンの標準品とする。

このカピリン標準品 10mg を精密に量り 100ml のメスフラスコに入れエタノールで正確に 100ml とする。その 10ml を正確に量りメタノールを加えて正確に 100ml として標準溶液とする。試験液及び標準液 5 μ l を高速液体クロマトグラフに注入し、次式によりカピリン含量を求める。

$$\text{カピリン含量(\%)} = \frac{\text{標準品採取量(mg)}}{\text{試料採取量 (mg)}} \times \frac{\text{試験液のカピリンピーク面積}}{\text{標準液のカピリンピーク面積}} \times 100$$

高速液体クロマトグラフの測定条件

- 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 280nm)
- 充填剤 : 化学結合型オクタデシルシラン
- カラム管 : 内径 4.6mm, 長さ 25cm
- カラム温度 : 40°C
- 移動相 : メタノール/水=7/3
- 流量 : 1ml/min
- 注入量 : 5 μ l

カピリン標準品

カピリンの標準品について、以下の特性を確認した。

融点: 81°C