

* 活性白土・酸性白土 自主規格作成データ

活性白土

銘柄	lot No.	Pb	As ₂ O ₃	pH	水可溶物(%)	Ig.loss(%)	備考	
A 社	①	006723	1ppm以下	2ppm以下	3.15	0.31	3.97	
		"	"	"	2.95	0.33	3.35	
		"	"	"	2.90	0.40	3.50	
	007714	1ppm以下	2ppm以下	3.19	0.29	3.29		
		"	"	3.10	0.31	3.37		
		"	"	3.15	0.32	3.45		
		"	"	3.21	0.32	3.59		
	008718	1ppm以下	2ppm以下	3.26	0.36	3.42		
		"	"	3.16	0.41	3.48		
		"	"					
B 社	②	006010	1ppm以下	2ppm以下	4.07	0.25	4.50	
		"	"	"	4.46	0.26	4.28	
		"	"	"	4.13	0.25	4.84	
	007016	1ppm以下	2ppm以下	5.07	0.24	4.40		
		"	"	5.14	0.26	4.44		
	008017	"	"	5.03	0.22	4.91		
		"	"	5.60	0.26	4.37		
		"	"	5.68	0.24	4.55		
	③ 参考	007245	1.6ppm以下	0.5ppm以下	2.92	0.46	4.30	外部機関で分析
		008218	4.2ppm以下	0.5ppm以下	2.88	0.54	4.30	
006701		1ppm以下	2ppm以下	2.98	0.28	3.53		
006723		2.5ppm以下	0.25ppm以下					
①	006703	1ppm以下	2ppm以下	2.61	0.39	4.16		
	"	"	"	2.80	0.41	4.08		
	"	"	"	2.73	0.41	4.21		
	912746	1ppm以下	2ppm以下	2.73	0.29	3.49		
	908715	"	"	2.68	0.28	3.38		
		1ppm以下	2ppm以下	2.71	0.28	3.42		
		"	"	2.72	0.40	3.81		
		1ppm以下	2ppm以下	2.67	0.40	3.69		
		"	"	2.63	0.39	3.80		

②	800411	1ppm以下	2ppm以下	2.93	0.24	3.71
	800415	"	"	2.88	0.25	3.77
		"	"	2.87	0.23	3.67
	890601	1ppm以下	2ppm以下	2.88	0.21	4.27
		"	"	2.96	0.22	4.43
	"	"	2.91	0.21	4.35	
	"	"	2.85	0.27	4.05	
	"	1ppm以下	2ppm以下	2.77	0.29	4.21
	"	"	"	2.71	0.26	4.12
	"	"	"	"	"	"
③ 参考	800508	1ppm以下	2ppm以下	2.86	0.31	3.94
	800510	1ppm以下	2ppm以下	2.71	0.26	4.15

活性白土（海外製品）

銘柄	lot No.	Pb	As ₂ O ₃	pH	水可溶物(%)	Ig.loss	備考
海 外	X	1ppm以下	2ppm以下	2.94	0.32	5.94	
	Y	"	"	2.85	0.33	5.90	
		"	"	2.91	0.30	5.88	
	Z	1ppm以下	2ppm以下	4.09	1.35	8.95	
		"	"	4.07	1.32	8.88	
	"	"	"	4.09	1.31	8.90	
"	1ppm以下	2ppm以下	3.67	1.51	5.72		
"	"	"	3.62	1.53	5.71		
"	"	"	3.65	1.55	5.75		

酸性白土

銘柄	lot No.	Pb	As ₂ O ₃	pH	水可溶物(%)	Ig.loss	備考
----	---------	----	--------------------------------	----	---------	---------	----

A 社	①	900913	1ppm以下	2ppm以下	7.96	0.10	5.64
		900525	"	"	8.07	0.11	5.86
		981109	1ppm以下	2ppm以下	8.01	0.12	5.78
	②	900822	1ppm以下	2ppm以下	8.32	0.07	4.49
		900609	"	"	8.19	0.07	4.58
		900812	1ppm以下	2ppm以下	8.23	0.08	4.34
			"	"	8.02	0.06	4.41
			1ppm以下	2ppm以下	8.07	0.06	4.51
			"	"	8.09	0.06	4.44
			"	"	5.31	0.05	6.76
B 社	①	aa	1ppm以下	2ppm以下	5.19	0.05	6.85
		bb	"	"	5.39	0.06	6.97
		cc	1ppm以下	2ppm以下	5.50	0.04	5.12
	③		"	"	5.56	0.04	4.97
			1ppm以下	2ppm以下	5.55	0.05	5.42
			"	"	5.00	0.05	5.64
			1ppm以下	2ppm以下	5.09	0.06	5.48
			"	"	5.13	0.04	5.82
			"	"	8.03	0.18	6.75
			1ppm以下	2ppm以下	7.94	0.19	6.88
A 社	③	# 10	4.6ppm以下	0.5ppm以下	8.17	0.20	6.95
		002301	0.9ppm	"	8.04	0.38	6.25
					8.08	0.41	6.58
					8.00	0.40	6.50
					8.05	0.38	6.30
					8.01	0.37	6.28
					8.04	0.37	6.38
					5.51	0.09	4.50

*海外の活性白土は3社の各1ロットしか入手できませんでした。
*海外の酸性白土は国内では使用されていない模様。また、自国生産品酸性白土を食添用に使用してゐるかどうかの情報はありません。

トレハロース (案)

Trehalose

定 義 本品は、担子菌 (*Agaricus* 等)、細菌 (*Arthrobacter*、*Brevibacterium*、*Pimelobacter*、*Pseudomonas*、*Thermus* 等) 又は酵母 (*Saccharomyces* 等) の培養ろ液又は菌体より、水若しくはアルコールで抽出して得られたもの、並びにこれら抽出物中の酵素によるデンプンの糖化液より、分離して得られたもの、又はマルトースを酵素処理して得られたものである。

含 量 本品を無水物換算したものは、トレハロース ($C_{12}H_{22}O_{11}$) 98.0% 以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (2→5) 1ml をとり、1-ナフトールのエタノール溶液 (1→20) 5~6 滴を加えよくふり混ぜた後、硫酸 2ml を穏やかに加えるとき、両液の接界面は、紫色を呈する。

* 1-ナフトール $C_{10}H_7OH$ (特級) 遮光して保存する。

(2) 本品の水溶液 (1→25) 2ml をとり、希塩酸 1ml を加え混和し、室温で 20 分間放置する。更に、水酸化ナトリウム試液 4ml 及びグリシン溶液 (1→25) 2ml を加え混和し、沸騰水中で 10 分間加熱するとき、液は褐色を呈さない。

純度試験 (1) 比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +197.5~+200.0° (5g、水、100ml、無水物換算)

(2) 重金属 Pb として 5 μ g/g 以下 (4.0g、第 1 法、比較液 鉛標準液 2.0ml)

(3) 鉛 Pb として 1 μ g/g 以下 (10.0g、第 1 法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として 2 μ g/g 以下 (1.0g、第 1 法、装置 B)

水 分 11.0% 以下 (0.1g、直接滴定)

強熱残分 0.05% 以下 (5g)

定量法 本品 0.3g を量り、水に溶かして 10ml とし、検液とする。検液 8 μ l につき、以下に示す操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。ブドウ糖が 17 分~22 分に溶出するようなカラムを使用したとき、ブドウ糖の保持時間の 1.2 倍の範囲までに溶出するすべてのピークの面積を測定する。全ピーク面積に対する主ピーク面積の比をトレハロース含量とする。

トレハロース ($C_{12}H_{22}O_{11}$: 342.30) の量 (%) = $\frac{\text{主ピークの面積}}{\text{全ピーク面積}} \times 100$

操作条件

検出器 : 示差屈折計

カラム : 内径 8mm、長さ約 30cm のステンレス管にスチレンとジビニルベンゼンの共重合体に
スルホン酸基を結合させた強酸性陽イオン交換樹脂を充填したもの。

例えば、Shodex Sugar KS-801 (昭和電工)。

カラム温度 : 50℃ 付近の一定温度

移動相 : 水

流量 : 0.4ml/min 付近の一定流量

ラクトフェリン濃縮物

Lactoferrin concentrates

定 義 本品は、ほ乳類の乳を脱脂分離したもの又は乳清より、精製し、濃縮して得られたものであり、その主成分は、ラクトフェリンである。

含 量 本品は、蛋白質（乾物換算、窒素 14.8%以上、係数 6.38）中にラクトフェリンを95.0%以上含む。

性 状 淡赤橙色～濃赤褐色の粉末でほとんどにおいはない。

確認試験 (1)本品の水溶液（1→100）10mlに水酸化ナトリウム溶液（1→10）

1mlを加え、更に硫酸銅溶液（1→8）1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。

(2)本品の水溶液（1→20）10mlに1mol/l塩酸を1ml加えるとき、溶液の赤みが褪色する。

純度試験 (1)液性 pH5.2～7.2（1.0g、水50ml）

(2)鉄 45mg%以下（原子吸光度測定法）

(3)重金属 Pbとして10μg/g以下（1g、第2法、比較液 鉛標準液1.0ml）

(4)ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下（0.5g、第2法、装置B）

乾燥減量 6.0%以下（102℃、5時間）

強熱残留物 2.5%以下（1g、乾燥物）

定量法 本品約20mgを量り、0.5mol/lの塩化ナトリウム溶液に溶かし（注1）

10mlとし、検液とする。検液を0.45μmのHPLC用フィルターでろ過し、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行なう。この場合、定性用標準品（注2）を本品と同様に処理し、液体クロマトグラフィーを行いラクトフェリンの保持時間を確認する。

操作条件（注3）

検出器：紫外吸収検出器（測定波長280nm）

カラム充てん剤：5μmのC₄ポリマー（Shodex Asahipak C4P-50）

カラム管：内径4.6mm、長さ150mmのステンレス管

カラム温度：30℃

移動相：A液、B液によるリニアグラジェント（注4）

A液：アセトニトリル/0.5mol/l塩化ナトリウム（10：90）

B液：アセトニトリル/0.5mol/l塩化ナトリウム（50：50）

* A液, B液それぞれにトリフルオロ酢酸を0.03%になるよう添加

流速: 0.8ml/min

注入量: 25 μ l

検液のクロマトグラムで検出されたピークの面積の総和とラクトフェリンのピーク面積を測定し、次式によりラクトフェリン含量(%)を求める。

$$\text{ラクトフェリン (\%)} = \frac{\text{ラクトフェリンのピーク面積}}{\text{検出されたピークの面積の総和}} \times 100$$

(注1) 超音波槽を用い、完全に溶解する。

(注2) シグマ社製、*LACTOFERIN From Bovine Milk (L-9507)*

(注3) この操作条件によるラクトフェリン濃縮物のクロマトグラム例を別紙に示す。乳に含まれる蛋白質は本条件で25分以内に溶出する。

(注4) クラジエント条件

TIME (min)	A液 (%)	B液 (%)
0.0	50	50
25.0	0	100
25.1	50	50
35.0	50	50

*鉄の含量測定法（原子吸光法）

本品約40mgを正確に量り、少量の精製水に溶解しこれに3mol/l 塩酸1mlを加え正確に10mlとし検液とする。

原子吸光用鉄標準液（濃度1000ppm）を2ml量り、精製水で正確に100mlとする。

これを各々0, 1, 2, 3及び4ml量り、次いで塩酸を最終濃度0.15mol/lになるように加え、正確に20mlとし検量線用標準液とする。

原子吸光度計を用いて標準液及び検液の吸光度を測定し、作成した検量線から検液の濃度を求める。測定波長は248.3nmに設定する。

鉄含量 (mg%) = グラフから求めた検液中の鉄濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

$$\times \frac{10 (\text{ml})}{\text{試料採取量 (g)}} \times \frac{100}{1000}$$

(注) 試薬・試液

1. 0.5mol/l塩化ナトリウム

1,000ml中塩化ナトリウム (NaCl, 分子量58.44) 29.22gを含む。

塩化ナトリウム（標準試薬）29.22gを量り、水を加えて溶かし、1000mlとする。

2. 3mol/l塩酸

1,000ml中塩酸 (HCl) 109.38gを含む。

塩酸285mlを量り、水を加えて1,000mlとする。

ラクトフェリン濃縮物繰り返し試験結果

		サンプル1	サンプル2	サンプル3
含量	1	96.1%	96.9%	96.3%
	2	95.8%	97.0%	95.5%
	3	96.5%	97.6%	96.1%
確認試験1	1	適	適	適
	2	適	適	適
	3	適	適	適
確認試験2	1	適	適	適
	2	適	適	適
	3	適	適	適
性状	1	淡赤褐色粉末	淡赤褐色粉末	淡赤橙色粉末
純度試験(液性)	1	5.6	6.0	5.5
	2	5.5	5.9	5.5
	3	5.5	5.9	5.5
純度試験(窒素)	1	15.4%	15.5%	15.3%
	2	15.4%	15.5%	15.5%
	3	15.3%	15.4%	15.1%
純度試験(鉄)	1	20mg%	13mg%	14mg%
	2	20mg%	14mg%	12mg%
	3	20mg%	13mg%	12mg%
純度試験(重金属)	1	限度内	限度内	限度内
	2	限度内	限度内	限度内
	3	限度内	限度内	限度内
純度試験(ヒ素)	1	限度内	限度内	限度内
	2	限度内	限度内	限度内
	3	限度内	限度内	限度内
乾燥減量	1	1.3%	0.6%	3.4%
	2	1.4%	0.6%	3.3%
	3	1.3%	0.8%	3.1%
強熱残留物	1	0.6%	0.6%	0.5%
	2	0.5%	0.4%	0.4%
	3	0.5%	0.5%	0.4%

ばい煎ダイズ抽出物（案）

Roasted soybean extract

定 義 本品は、マメ科ダイズの種子を脱脂し、ばい煎したものを、熱水で抽出後、温時エタノールでたん白質を除去したものである。成分としてマルトールを含む。

性 状 茶褐色の粘調な液体、僅かに芳香性を有する。グリセリン、プロピレングリコール、70%エタノールに混和し、アセトンに混和しない。水には混和するが部分的には沈殿を生じる。

確認試験 トリメチルアミン及びアンモニアに対するガス検地管による試験において、それぞれ90%以上の消臭効果を示す。

30℃、湿度50%の恒温恒湿槽に内容積7lのガラス製密閉容器を保持し、直径90mm、高さ18mmの内容容器に本品1gを入れ、ガラス製密閉容器に収容する。アンモニア水5 μ l、30%トリメチルアミン5 μ lをそれぞれ悪臭物質として注入し、密閉する。

1時間保持後、ガス検知器で悪臭物質濃度を測定する。同様に空試験を行い、消臭率を求める。

純度試験 (1) pH 4.5~5.5 (30%水溶液)

(2) 固形分含量 70~85% (105℃、5時間)

(3) 比重 1.08~1.11 (30%水溶液、20℃)

(4) エタノール 0.6ml/10g以下

(5) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下 (1.0ml、第2法、比較液 鉛標準液 1.0ml)

(6) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下 (1.0ml、第2法、装置B)

水 分 15~30%

強熱残留物 12%以下

・ 試薬

30%トリメチルアミン試薬

ばい煎コメヌカ抽出物（案）

Roasted rice bran extract

定 義 本品は、イネ科イネのコメ糠を脱脂し、ばい煎したものを、熱水で抽出後、温時エタノールでたん白質を除去したものである。成分としてマルトールを含む。

性 状 茶褐色の粘調な液体、僅かに芳香性を有する。グリセリン、プロピレングリコール、70%エタノールに混和し、アセトンに混和しない。水には混和するが部分的には沈殿を生じる。

確認試験 トリメチルアミン及びアンモニアに対するガス検地管による試験において、それぞれ90%以上の消臭効果を示す。

30℃、湿度50%の恒温恒湿槽に内容積7 lのガラス製密閉容器を保持し、直径90 mm、高さ18mmの内容容器に本品1 gを入れ、ガラス製密閉容器に収容する。アンモニア水5 μl、30%トリメチルアミン5 μlをそれぞれ悪臭物質として注入し、密閉する。

1時間保持後、ガス検知器で悪臭物質濃度を測定する。同様に空試験を行い消臭率を求める。

純度試験 (1) pH 3.7~5.2 (30%水溶液)

(2) 固形分含量 70~85% (105℃、5時間)

(3) 比重 1.08~1.11 (30%水溶液、20℃)

(4) エタノール 0.6ml/10g以下

(5) 重金属 Pbとして10 μg/g以下 (1.0ml、第2法、比較液 鉛標準液 1.0ml)

(6) ヒ素 As₂O₃として2.0 μg/g以下 (1.0ml、第2法、装置B)

水 分 15~30%

強熱残留物 8%以下

・ 試薬

30%トリメチルアミン試薬

平成13年2月

第一部会(甘味料)既存添加物自主規格案検討結果報告書

研究者名・所属

東和化成工業株式会社

品質保証センター

1. 目的

既存添加物について自主規格作成のため定量法、確認試験等について調査研究を行い規格案を検討してきたが、それらを再度見直し更に妥当性のある規格案を策定する。

2. 検討方法

定量用標準物質を規定すると共に一部文章を修正した。

3. 検討結果並びに考察

自主規格見直し品目(11品目)に関しては、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-ラムノースにつき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-グルクロニドの項に確認試験を追加するなどして、試験方法を明確にした。またカンゾウ末の含量の規定を現行の2.0~6.0%から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。

またステビア関連の品目については更なる安全性試験を実施中で、その試験結果を待って再度自主規格案の見直しを実施することにした。

4. 規格案

別紙自主規格案に記載の通りである。

平成 12 年 12 月 12 日

自主規格 (案)

N-アセチルグルコサミン

N-Acetylglucosamine

定義 「キチン」を塩酸で加水分解し、分離、精製して得られたものである。甘味成分は、N-アセチル-D-グルコサミンである。

含量 本品を乾燥したものは、N-アセチル-D-グルコサミン 95%以上を含む

性状 白色～類白色で無臭の結晶または粉末で、特有の甘味を有する。

確認試験 本品の 1%水溶液 0.5 mL に、ホウ酸緩衝液 0.1 mL を加え、90～100℃で 3 分間加熱する。急冷後、DMAB 試液 3.0 mL を加え、37℃で 20 分間加温するとき液は赤紫色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (1.0 g, 水 20 mL)

(2) 塩化物 0.3%以下

本品約 1 g を正確に量り、約 30 mL の水に溶解する。指示薬として 5%クロム酸カリウム 5 滴を加え、0.1 mol/L 硝酸銀で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。塩化物量は下の式から求める。

塩化物(%) = 滴定値 (mL) × 0.3545 × 硝酸銀溶液のファクター / 試料 (g)

(3) 重金属 Pb として 20 μg/g 以下 (1.0 g, 第 2 法, 比較液鉛標準液 2.0 mL)

(4) 鉛 10 μg/g 以下

(5) ヒ素 As₂O₃ として 2 μg/g 以下 (0.5 g, 第 3 法, 装置 B)

乾燥減量 1%以下 (105℃, 3 時間)

強熱残留物 0.3%以下 (2 g, 600℃, 8 時間)

定量法 本品約 0.1 g を正確に量り、水に溶解して 1000 mL とする。この 0.3 mL をとり、ホウ酸緩衝液 0.1 mL を加えて沸騰湯浴中で 3 分間加熱する。急冷後、DMAB 試液 3.0 mL を加え 37℃で 20 分間加温する。冷却後 585 nm の吸光度を測定する。別に N-アセチルグルコサミン標準品 (シグマ社、純度 99%以上) を用いて作成した検量線から含量を求める。

ホウ酸緩衝液:

4.95 g のホウ酸を 50 mL の水に溶解し、1 mol/L 水酸化カリウムで pH 9.1 に調整し、さらに水を加えて 100 mL とする。

DMAB 試液:

p-ジメチルアミノベンズアルデヒド10gを、1.25mol/Lの塩酸を含む酢酸100mLに溶解する。使用時酢酸で10倍に希釈する。

N-アセチルグルコサミン標準品：

シグマ社試薬N-アセチルグルコサミン5.0gに水を加えて溶解し100mlとし、この10 μ lにつき以下の条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、クロマトグラムの全ピーク面積に対するN-アセチルグルコサミンのピーク面積は99%以上である。但し、クロマトグラムの測定範囲は溶媒ピークの後ろから、N-アセチルグルコサミンの保持時間の2倍までとする。

操作条件

検出器	示差屈折計
カラム充填剤	化学結合型アミノプロピルシラン
カラム管	内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管
カラム温度	室温
移動相	アセトニトリル/水=75/25
流量	0.8ml/分

オリゴ-N-アセチルグルコサミン

Oligo-N-acetylglucosamine

定義 「キチン」を塩酸で加水分解し、分離、精製して得られたものである。N-アセチル-D-グルコサミン1～6量体の混合物からなる。

含量 本品を乾燥したものは、オリゴ-N-アセチル-D-グルコサミンとして80%以上を含む

性状 白色～淡黄褐色で無臭の粉末または結晶で、特有の甘味を有する。

確認試験 本品0.2gに、アントロン試液5mLと水1mLを加え、水浴上で加熱するとき、液は青～緑色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色～淡黄褐色、ほとんど澄明(1.0g, 水50mL)

(2) 塩化物 1%以下

本品約1gを正確に量り、約30mLの水に溶解する。指示薬として5%クロム酸カリウム5滴を加え、0.1mol/L硝酸銀で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。塩化物量は下の式から求める。

塩化物(%)=滴定値(mL)×0.3545×硝酸銀溶液のファクター/試料(g)

(3) 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)

(4) 鉛 10μg/g以下

(5) ヒ素添 As₂O₃として2μg/g以下(0.5g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 10%以下(105℃, 3時間)

強熱残留物 1%以下(2g, 600℃, 8時間)

定量法 本品約5gを正確に量り、水に溶解して50mLとする。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、その10μLにつき次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。別にオリゴ-N-アセチルグルコサミン標準品(重合度の異なる6種類の標準品、純度97%以上)を用いて作成した検量線から重合度別に各オリゴ-N-アセチルグルコサミン含量を求め、その合計を含量とする。

操作条件

検出器	示差屈折計
カラム充填剤	化学結合型アミノプロピルシラン
カラム管	内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度	室温
移動相	アセトニトリル／水＝75／25
流量	0.8 mL／分

アントロン試液：

アントロン（試薬特級）0.05～0.2gを量り、硫酸100mLを加えて溶解する。用時調整する。

オリゴ-N-アセチルグルコサミン標準品：

市販試薬の、N-アセチルグルコサミン、ジ-N-アセチルグルコサミン、トリ-N-アセチルグルコサミン、テトラ-N-アセチルグルコサミン、ペンタ-N-アセチルグルコサミン、ヘキサ-N-アセチルグルコサミンの各々につき定量法の方法で液体クロマトグラフィーを行うとき、各々のクロマトグラムの全ピーク面積に対する各々のアセチルグルコサミンのピーク面積は95%以上である。但し、ピーク面積測定範囲は溶媒ピークの後ろから各アセチルグルコサミンの保持時間の2倍までとする。

平成12年11月20日

自主規格（案）

L-アラビノース

L-Arabinose

L-arabinose [87-72-9]

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、ほとんど澄明（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10μl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、At及びAsを求め、次式により含量を求める。

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

操作条件

検出器	示差屈折計
カラム充填剤	7～11μのゲル型スルホン化ポリスチレン（鉛型）の2本直列
カラム管	内径4～8 mm，長さ20～50 cmのステンレス管
カラム温度	60～70℃の一定温度
移動相	煮沸脱気したイオン交換水
流量	0.8～1.0 ml/分の一定量

定量用L-アラビノース

和光試薬特級またはこれと同等品を、定量法を準用して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L-アラビノースのピーク面積比は99%以上である。但し、面積測定範囲はL-アラビノースの保持時間の2倍までとし、プロピレングリコールは添加しない。

ステビア抽出物

Stevia extract

キク科ステビア (*Stevia rebaudiana* BERTONI) の葉より水で抽出し、又はそれを精製して得られたものである。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 本品を乾燥物換算したものは、ステビオール配糖体として80.0%以上を含む。

性状 本品は白～淡黄色の粉末、薄片または粒で、においはないかわずかに特有のにおいがあり、清涼な甘味がある。

確認試験 (1) 本品0.6gを量り、水100mlを加えて溶かし、これに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、界面は青～緑色を呈する。

(2) 本品1.2gを量り、硫酸(1+4)40mlを加え、還流冷却器をつけて水浴上で2時間加熱する。冷却後、内容物を分液漏斗に移し、エーテル50mlずつで2回抽出する。エーテル層を合わせ、少量の水で2回洗い、無水硫酸ナトリウムで脱水した後、濃縮乾固する。残留物をメタノール100mlに溶かし水10mlを加えて生じた沈澱をろ過する。ろ紙上の残留物は50%メタノールの少量で洗い、105°で2時間乾燥したのち、その融点を測定するとき、226～230°である(イソステビオール)。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下(1.0g、第2法、標準液 鉛標準液2.0ml)

(2) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(0.5g、第3法、装置B)

乾燥減量 6.0%以下(1g、105°、2時間)

強熱残留物 1.0%以下(1g)

定量法 本品60～120mgを精密に量り、移動相に溶かして正確に100mlとし、検液とする。ステビオサイド、レバウディオサイドA標準試薬を105°で2時間乾燥し、それぞれ約50mg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 : 紫外外部吸収検出器 (測定波長210nm)

カラム充填剤 : 5 μ mのNH₂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分になるよう調整する

注入量 : 5～10 μ l

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量とする。なお液体クロマト上での各成分のピークの特異性はステビオサイドの保持時間を1.00とした時、ズルコサイドAは0.68～0.76、レバウディオサイドCは1.15～1.23の範囲内に検出される。

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

$$\text{スルコサイト A}(\%) = \frac{\text{スルコサイトの採取量}(\text{mg})}{\text{試料の採取量}(\text{mg})} \times \frac{\text{検液のスルコサイト A のピーク面積}}{\text{標準液のスルコサイト A のピーク面積}} \times 100$$

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

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

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

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

簡易定量法 (分子量換算法)

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

$$\text{スルコサイト A}(\%) = \frac{\text{スルコサイトの採取量}(\text{mg})}{\text{試料の採取量}(\text{mg})} \times \frac{\text{検液のスルコサイト A のピーク面積}}{\text{標準液のスルコサイト A のピーク面積}} \times 100$$

$$\text{レバウディオサイト A}(\%) = \frac{\text{レバウディオサイト A の採取量}(\text{mg})}{\text{試料の採取量}(\text{mg})} \times \frac{\text{検液のレバウディオサイト A のピーク面積} \times 1.20}{\text{標準液のレバウディオサイト A のピーク面積}} \times 100$$

$$\text{レバウディオサイト C}(\%) = \frac{\text{レバウディオサイト C の採取量}(\text{mg})}{\text{試料の採取量}(\text{mg})} \times \frac{\text{検液のレバウディオサイト C のピーク面積} \times 1.20}{\text{標準液のレバウディオサイト C のピーク面積}} \times 100$$

$$\text{レバウディオサイト A}(\%) = \frac{\text{レバウディオサイト A の採取量}(\text{mg})}{\text{試料の採取量}(\text{mg})} \times \frac{\text{検液のレバウディオサイト A のピーク面積} \times 1.20}{\text{標準液のレバウディオサイト A のピーク面積}} \times 100$$

$$\text{レバウディオサイト C}(\%) = \frac{\text{レバウディオサイト C の採取量}(\text{mg})}{\text{試料の採取量}(\text{mg})} \times \frac{\text{検液のレバウディオサイト C のピーク面積} \times 1.20}{\text{標準液のレバウディオサイト C のピーク面積}} \times 100$$

(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。

