

# ヘマトコッカス藻色素

Heamatococcus algae color

**定義** 本品は、ヘマトコッカスの全藻から得られた、アスタキサンチンを主成分とするものをいう。食用油脂を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は 600 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

**性状** 本品は橙~暗褐色の塊、ペースト又は液体で特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を取り、アセトン 100ml に加えて溶かした液は、だいたい黄~赤だいたい色を呈する。

(2) 本品の表示量から色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を取り、アセトン 100ml に加えて溶かした液 0.1ml に、硫酸 5ml を加えるとき、青緑~暗青色に変わる。

(3) 本品にアセトンを加えて溶かした液は、波長 460~480nm に極大吸収部がある。

(4) 本品の表示量から色価 600 に換算して 0.4g に相当する量を取り、アセトン 10ml を加えて溶かし、検液とする。検液 5 $\mu$ l をとり、対照液を用いず、*n*-ヘキサン/アセトン混液 (7:3) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、 $R_f$  値が 0.4~0.6 付近に赤だいたい色のスポットを認める。このスポットは三塩化アンチモン試液により青紫~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、三塩化アンチモン試液を噴霧する。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として 40  $\mu$ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 10  $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0  $\mu$ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

(4) 残留溶剤 アセトン 30  $\mu$ g/g 以下

ヘキサン 25  $\mu$ g/g 以下

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 アセトン

測定波長 波長 460~480nm の極大吸収部

# ボイセンベリー色素

American red raspberry color

Boysenberry color

**定義** 本品は、エゾイチゴの果実より得られた、シアニジン-3-グルコシド等を主成分とするものである。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\%}^{1cm}$ ) は20以上で、その表示量の90~110%を含む。

**性状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価20に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100mlを加えて溶かした液は赤~赤黄色を呈する。

(2) (1)の溶液に、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、暗青~暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0)を加えて溶かした液は、波長500~520nmに極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pbとして40 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10 $\mu$ g/g以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素  $As_2O_3$ として4.0 $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) メタノールとして1,000 $\mu$ g/g以下(色価20に換算)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 500~520nm の極大吸収部

# ホワートルベリー色素

Whortleberry color

**定 義** 本品は、ホワートルベリーの果実より得られた、マルビジングリコシド等を主成分とするものである。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は40以上で、その表示量の90～110%を含む。

**性 状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0) 100m<sup>l</sup>を加えて溶かした液は赤～赤紫色を呈する。

(2) (1)の溶液に、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、暗青～暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液(pH3.0)を加えて溶かした液は、波長515～525nmに極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pbとして40  $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0m<sup>l</sup>)

(2) 鉛 Pbとして10  $\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0  $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) メタノールとして1,000  $\mu\text{g/g}$ 以下(色価40に換算)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

**操作条件**

測定溶媒 クエン酸緩衝液(pH3.0)

測定波長 波長 515～525nm の極大吸収部

# ムラサキイモ色素

Purple sweet potato color

**定 義** 本品は、サツマイモの塊根から得られた、シアニジンアシルグルコシド及びペオニジンアシルグルコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は 50 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

**性 状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.0g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml を加えて溶かした液は、赤~暗紫赤色を呈する。

(2) (1)の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は、波長 515~535nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として  $40 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として  $10 \mu\text{g/g}$  以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0 \mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 515~535nm の極大吸収波長

# ムラサキトウモロコシ色素

Maize morado color

Purple corn color

ムラサキコーン色素

**定義** 本品は、ムラサキトウモロコシの種子から得られた、シアニジン-3-グルコシド等を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\%}^{1cm}$ ) は 30 以上で、その表示量の 90~120% を含む。

**性状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 30 に換算して 1g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml を加えて溶かした液は、赤~暗赤橙色を呈する。

(2) (1)の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は、波長 505~525nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として 40  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 10  $\mu\text{g/g}$  以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0  $\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

(4) フモニシン  $\text{B}_1$  0.3  $\mu\text{g/g}$  以下 (色価 30 換算)

強陰イオン交換樹脂のカラムをメタノールで洗浄し、次にメタノール/水 (3:1) で洗浄する。本品の表示量から、色価 30 に換算して約 5 g に相当する量を精密に量り、メタノール/水混液 (3:1) を加えて 100 mL とする。この溶液の 10mL をカラムにチャージする。このカラムをメタノール/水 (3:1) とメタノールで洗浄する。その後 1% 酢酸/メタノール混液で溶出する。この溶出液を 40℃未満のもとで、減圧状態で乾固させた後、200  $\mu\text{L}$  のアセトニトリル/水混液 (1:1) を加える。この溶液を検液として用いる。別にフモニシン  $\text{B}_1$  約 10 mg を精密に量り、アセトニトリル/水混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL にする。さらに、この液 10.0 mL, 5.0 mL, 1.0 mL を正確に量り、アセトニトリル/水混液 (1:1) を加えてそれぞれ正確に 100 mL とした液を標準液とする。検液および標準液の各 100  $\mu\text{L}$  に対し、フタルアルデヒド (*o*-フタルアルデヒド, OPA) 試薬 100  $\mu\text{l}$  を加えて混ぜる。それぞれ 20  $\mu\text{L}$  につき、次の操作条件で OPA 試薬添加後 1 分以内に液体クロマトグラフィーを行う。フモニシン  $\text{B}_1$  のピーク面積を測定し、検量線を作成する。

## 操作条件

検出器 蛍光検出器 (励起波長 335 nm, 蛍光波長 440 nm)

カラム充てん剤 5  $\mu\text{m}$  サイズ 化学結合型オクタデシルシラン

カラム 内径 4.6 mm, 長さ 150 mm のステンレス管

温度 25℃

移動相 メタノール/0.1 mol/L リン酸緩衝液 (pH 3.3) 混液 (7:3)

流速 1.0 mL/分

フタルアルデヒド試薬 メタノール1 mLにOPA 40 mgを溶かし、さらに0.1mol/L四ほう酸ナトリウム溶液 1 mL加える。この液に50  $\mu$ Lの2-メルカプトエタノールを加えて混ぜる。

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 505~525nmの極大吸収波長

# ムラサキヤマイモ色素

Purple yam color

**定義** 本品は、ヤマイモの塊根から得られた、シアニジンアシルグルコシドを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ) は 20 以上で、その表示量の 90~110% を含む。

**性状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 20 に換算して 1.0g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100ml を加えて溶かした液は、赤~暗赤紫色を呈する。

(2) (1) の溶液に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) を加えてアルカリ性にするとき、暗緑色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は、波長 525~545nm に極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として  $40\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として  $10\mu\text{g/g}$  以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0\mu\text{g/g}$  以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液 (pH3.0)

測定波長 波長 525~545nm の極大吸収波長

# ラズベリー色素

Raspberry color

**定義** 本品は、セイヨウキイチゴの果実より得られた、シアニジングリコシドを主成分とするものである。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は40以上で、その表示量の90～110%を含む。

**性状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0) 100mlを加えて溶かした液は赤黄～赤色を呈する。

(2) (1)の溶液に、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、暗青～暗青紫色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液(pH3.0)を加えて溶かした液は、波長510～520nmに極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pbとして40  $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10  $\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.0  $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) メタノールとして1,000  $\mu\text{g/g}$ 以下(色価40に換算)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

**操作条件**

測定溶媒 クエン酸緩衝液(pH3.0)

測定波長 波長510～520nmの極大吸収部



# ラック色素

Lac color

ラッカイン酸

**定義** 本品は、ラックカイガラムシの分泌液から得られた、ラッカイン酸類を主成分とするものである。

**色価** 本品の色価 ( $E_{1\text{cm}}^{10\%}$ ) は 1,000 以上で、その表示量の 95~115% を含む。

**性状** 本品は、赤~暗赤色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.05g に相当する量を取り、0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液 500ml を加えて溶かした液は紫赤色を呈する。

(2) (1) の溶液 10ml をとり、0.1mol/l 塩酸 20ml を加えるとき、だいたい色を呈し、波長 485~495nm 付近に極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価 1,000 に換算して 0.1g に相当する量を取り、エタノール 10ml を加えて溶かした液を遠心分離して得られた上澄液を検液とする。検液 2 $\mu$ l を量り、対照液を用いず、*n*-ブタノール/水/酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき  $R_f$  値が 0.4 付近に帯黄赤~赤色のスポットを認める。 $R_f$  値 0.2 付近にも、スポットが認められることがある。これらのスポットは、アンモニア水により暗赤紫色を呈する。展開溶媒の先端が約 10cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、観察する。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として 40 $\mu$ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pb として 10 $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 $\mu$ g/g 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

**色価測定方法** 測定する吸光度が 0.3~0.7 の範囲になるように、本品を精密に量り、0.5%炭酸ナトリウム溶液 20ml を加えて溶かした後、水を加えて正確に 100ml とする。この溶液 5ml を正確に量り、0.1mol/l 塩酸を加えて正確に 50ml とし、試料溶液とする。(必要があれば遠心分離し、その上澄液を用いる。) 0.1mol/l 塩酸を対照とし、液層の長さ 1cm で波長 485~495nm 付近の極大吸収部における試料溶液の吸光度 A を測定し、次式により色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

# レッドカーラント色素

Red currant color

**定 義** 本品は、アカスグリの果実より得られた、ペラルゴニジンガラクトシド、ペチュニジンガラクトシド等を主成分とするものである。

**色 価** 本品の色価 ( $E_{1cm}^{10\%}$ ) は40以上で、その表示量の90~110%を含む。

**性 状** 本品は、暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

**確認試験** (1) 本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0) 100mlを加えて溶かした液は赤~赤黄色を呈する。

(2) (1)の溶液に、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、暗緑~暗紫色に変わる。

(3) 本品にクエン酸緩衝液(pH3.0)を加えて溶かした液は、波長512~522nmに極大吸収部がある。

**純度試験** (1) 重金属 Pbとして40  $\mu$ g/g以下(0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10  $\mu$ g/g以下(1.0g, 第1法)

(3) ヒ素  $As_2O_3$ として4.0  $\mu$ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

(4) メタノールとして1,000  $\mu$ g/g以下(色価40に換算)

**色価測定法** 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 クエン酸緩衝液(pH3.0)

測定波長 波長 512~522nm の極大吸収部

# 保 存 料

## しらこたん白抽出物

Milt protein

本品は、アイナメ科アイナメ (Hexagrammos otakii JORDAN et STARKS)、サケ科カラフトマス (Oncorhynchus gorbuscha WALBAUM)、サケ科シロザケ (Oncorhynchus keta WALBAUM)、サケ科ベニザケ (Oncorhynchus pelanis LINNAEUS) 若しくはニシン科ニシン (Clupea pallasii VALENCIENNES) の精巢(しらこ)中の核酸及び塩基性タンパク質を、室温時酸性水溶液で分解後、中和して得られたものである。主成分は塩基性タンパク質(プロタミンヒストン)である。

**含 量** 本品を乾燥物換算したものは、プロタミンとして50%以上を含む。

**性 状** 本品は、白～淡黄色の粉末、又は淡黄色～褐色のペースト又は液体で、わずかに特有の味がある。

**確認試験** (1) 本品1mgを水2mlに溶かし、 $\alpha$ -ナフトール0.1gを薄めたエタノール(7→10)100mlに溶かした液5滴及び次亜塩素酸ナトリウム溶液(4～6%)5滴を加えた後、水酸化ナトリウム溶液を(1→20)を加えてアルカリ性とするとき、液は鮮赤色を呈する。

(2) 本品5mgに水1mlを加え加温して溶かし、水酸化ナトリウム溶液(1→10)1滴及び硫酸銅溶液(1→7)2滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 無～淡黄色、微濁ないし混濁(0.5g、水50ml 5分間かき混ぜる)。

(2) 鉛 Pbとして5.0 $\mu$ g/g以下(原子吸光法)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下(0.25g、第3法、装置A)

**乾燥減量** 削除

**灰 分** 15.0%以下

**定 量 法** 本品約150mgを精密に量り、窒素定量法(1)ケルダール法により窒素量を測定し、次式により含量を求める。

窒素(mg) : 0.05mol/l硫酸1ml = 1.4007mg N

$$\text{プロタミン含量} = \frac{\text{窒素量(mg)} \times 3.19}{\text{試料採取量(mg)} \times \frac{100 - \text{乾燥減量}(\%)}{100}} \times 100(\%)$$

## ペクチン分解物

Pectin digests

本品は、ミカン科グレープフルーツ (Citrus paradisi MACF.) 等、又はバラ科リンゴ (Malus pumila MILL.) 等の果物の果皮搾粕に含まれるプロトペクチンを酵素で分解して得られたものである。成分はガラクチュロン酸である。

**含 量** 本品を乾燥したものは、ガラクチュロン酸として50～90%である。

**性 状** 本品は、淡褐色～褐色のペーストで、酸味がある。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (1→100) に等量のエタノールを加えるとき、直ちにゲル状の沈澱を生じない。

(2) 本品の水溶液 (1→100) 5 ml に水酸化カリウム溶液 (1→50) 1 ml を加え、15分間室温で静置した後、塩酸 (1→5) で酸性にし、よく振るとき無色のゲルを直ちには形成しない。

(3) 予め水 1 ml に硫酸 8 ml を加えて調製した硫酸 3 ml に、本品の水溶液 (1→100) 0.5 ml を加え、水浴中で10分間加熱した後、急冷し、カルバゾール・エタノール混液 (0.125→100) 0.1 ml を加えて水浴中で15分間加熱するとき、赤色になる。

**純度試験** (1) 溶状 淡黄色、透明 (0.5g, 水50ml)

(2) 液性 pH3.1～3.6 (0.5g, 水50ml)

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

(4) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 μg/g以下 (0.25g, 第3法, 装置A)

**乾燥減量** 50%以下 (100°, 3時間)

**定 量 法** 本品40mgを精密に量り、水約500mlを加えて溶かした後、正確に1000mlとする。この液 1.0mlを試験管にとり、冷却しながらホウ酸ナトリウム・硫酸試液 (0.95→100) 5 ml の上に層をなすように加える。液温が室温以上にならないように冷却しながら、初めは穏やかに振り混ぜ、次第に激しく振り混ぜる。次に、ガラス球で軽くふたをして水浴中で10分間加熱した後、室温まで水冷する。この液にカルバゾール・エタノール混液 (0.125→100) 0.2mlを加えて混合し、水浴中で15分間加熱して発色させた後、室温まで水冷して試験溶液とする。試験溶液の530nmにおける吸光度を測定する。別に、1 ml中にガラクチュロン酸 4 μg, 20 μg, 40 μgを含む標準液 1 mlずつを用いて、試料の場合と同様に操作して発色させた液による530nmでの吸光値から得られた検量線を求める。試験溶液の吸光値と検量線から、試料中のガラクチュロン酸を求める。

$$\text{ガラクチュロン酸(\%)} = \left[ \frac{\{\text{検量線から求めた試験溶液中のガラクチュロン酸量(mg)} \times 1000\}}{\{\text{試料の秤取量(mg)} \times \{(100 - \text{乾燥減量}(\%)/100\}\}} \right] \times 100$$

注) カルバゾール試薬：東京化成(株)又は和光純薬(株)製、純度95%以上

# E-ポリリシン

E-Polylysine

本品は、放線菌の一種 (Streptomyces albus) を培養し、培養ろ液よりイオン交換樹脂に吸着、分離、精製して得られたものである。成分はE-ポリリシンである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、E-ポリリシンとして87%以上を含む。

**性 状** 本品は、吸湿性の強い淡黄色の粉末で、わずかに苦味を有する。

**確認試験** (1) 本品の水溶液 (0.1→100) 1 ml にドラージェンドルフ試液 1 ml を加えるとき、赤褐色の沈澱を生ずる。

(2) 本品 0.1 g にリン酸緩衝液 (pH 6.8) 100 ml を加えて溶かした液 1 ml にメチルオレンジ試液 1 ml を加えるとき、赤褐色の沈澱を生ずる。

**純度試験** (1) 重金属 Pb として  $10 \mu\text{g/g}$  以下 (1.0 g, 第 2 法, 標準液 鉛標準液 2.0 ml)

(2) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として  $4.0 \mu\text{g/g}$  以下 (0.25 g, 第 3 法, 装置 A)

**乾燥減量** 20% 以下 (105°, 3 時間)

**強熱残留物** 1.0% 以下 (1.0 g)

**定 量 法** 本品を乾燥し、その約 100 mg を精密に量り、窒素定量法 (1) ケルダール法により窒素を定量し、次式により含量を求める。

窒素 (mg) : 0.05 mol/l 硫酸 1 ml = 1.4007 mg N

$$E\text{-ポリリシン含量} = \frac{\text{窒素量 (mg)} \times 5.24}{\text{試料採取量 (mg)} \times \frac{100 - \text{乾燥減量 (\%)}{100}}{100}} \times 100 (\%)$$

## ツヤプリシン（抽出物）

Hinokitiol (extract)

本品は、ヒノキ科ヒバ (*Thujiopsis dolabrata* SIEB. et ZUCC.) の幹枝又は株根より水蒸気蒸留して得られたものを、室温時アルカリ性水溶液で精油を除去し、中和後、ヘキサンで再結晶させた後、溶媒を除去したものである。主成分はツヤプリシン類である。

**含量** 本品を乾燥したものは、 $\beta$ -ツヤプリシン98.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～黄色の結晶で、結晶性の粉末又は塊で、特異なにおいがある。

**確認試験** 本品0.1gにエタノール10mlを加えて溶かし、塩化第二鉄試液1滴を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

**純度試験** (1) 溶状 澄明 (1.0g, エタノール5.0ml)

(2) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.0 $\mu$ g/g以下 (0.5g, 第3法, 装置B)

**乾燥減量** 0.5%以下 (1g, 13～15mmHg, シリカゲル, 4時間)

**強熱残分** 0.05%以下 (2g)

**定量法** 本品を乾燥し、その約0.03gを精密に量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に100mlとする。この液10mlを正確に量りヘキサンを加えて正確に100mlとする。更にこの液20mlを正確に分液漏斗にとり、クロロホルムを正確に20mlを加えた後、酢酸ナトリウム・塩化第二鉄溶液（酢酸ナトリウム4g及び塩化第二鉄2.8gに水49mlを加えて溶かしたもの）10mlを加え、5分間激しく振り混ぜて放置した後、ヘキサン・クロロホルム層を分取する。水層にクロロホルムを正確に8ml加え、5分間激しく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、前のヘキサン・クロロホルム層に合わせ、クロロホルムを加え正確に50mlとする。この液についてヘキサン及びクロロホルムの混液（2：3）を対照液とし、層長10mm、波長425nmで吸光度Aを測定する。

$$\beta\text{-ツヤプリシン (C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{58} \times 5000$$

2. 本品を乾燥し、その約0.03gを精密に量り、ヘキサンを加えて溶かし、100mlとし、試料溶液とする。別にヒノキチオールを乾燥し、その約0.03gを精密に量り、ヘキサンを加えて溶かし、100mlとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10mlづつにそれぞれヘキサンを加えて100mlとする。更にこれらの液20mlづつを分液漏斗にとり、クロロホルム20ml及び酢酸ナトリウム・塩化第二鉄溶液（酢酸ナトリウム4g及び塩化第二鉄2.8gに水49mlを加えて溶かしたもの）10mlづつ加え、5分間激しく振り混ぜて放置した後、ヘキサン・クロロホルム層を分取する。水層にクロロホルム8mlづつを加え、5分間激しく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、前のヘキサン・クロロホルム層に合わせ、クロロホルムを加え50mlとする。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液につき、ヘキサン及びクロロホルム混液（2：3）を対照液として、層長10mm、波長425nmにおけるそれぞれの吸光度A<sub>r</sub>及びA<sub>s</sub>を測定し、次式により含量を求める。

$$\beta\text{-ツヤプリシン (C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{) の含量} = \frac{A_r}{A_s} \times \frac{\text{標準の採取量 (g)}}{\text{サンプルの採取量 (g)}} \times 100 (\%)$$

A<sub>r</sub>：試料溶液の吸光度

A<sub>s</sub>：標準溶液の吸光度

# 自主規格の改訂（増粘安定剤）

平成13年2月

研究者名・所属

大日本製薬株式会社・食品化成品部

## 1. 緒言

本報告はすでに自主規格（案）を提案した既存添加物について、見直しを行い検討した結果をもとにまとめたものである。ここでは納豆菌ガム（検討者：味の素株式会社）、グアーガム分解物（検討者：太陽化学株式会社、明治製菓株式会社、大日本製薬株式会社）、タラガム（検討者：岩手ケミカル株式会社）オリゴグルコサミン、グルコサミン（検討者：キトサン工業会）の改定案を報告する。

## 2. 目的

既存添加物の自主規格の見直しを行い改訂（案）を作成した。

## 3. 結果

納豆菌ガムについては、確認試験の方法の見直しを行った。変更に基づく試験結果を次項に示す。

グアーガム分解物、タラガム、オリゴグルコサミン、グルコサミンについては記載内容に誤りがありそれを訂正した（グルコサミンについては定量方法を検討した方法が、自主規格の方法となっていなかったため）。

## 4. 結び

訂正自主規格（案）を次に示す。



納豆菌ガム分析結果報告書

2001年2月19日

検査ロット: Lot.No.001GP01

項目名	分析法	規格値	分析値
含量(as Glu)	アミノ酸分析 <sup>1</sup>	75.0%以上。	82.7%(合格)。
確認試験(1)	ニンヒドリン反応 <sup>2</sup>	青紫色を呈する。	青紫色を呈する(合格)。
確認試験(2)	IRスペクトル <sup>3</sup>	1600cm <sup>-1</sup> 付近に弱い吸収帯及び1410cm <sup>-1</sup> 付近に強い吸収を認める。	別紙(合格)。
純度試験(1)重金属	第1法	20μg/g以下。	5μg/g以下(合格)。
純度試験(2)鉛	第1法	10μg/g以下。	10μg/g以下(合格)。
純度試験(3)ヒ素	第1法	4.0μg/g以下。	4.0μg/g以下(合格)。
乾燥減量	減圧、40°C、24時間	15.0%以下。	1.2%(合格)。
強熱残分	乾燥物換算	30.0%以下。	23.7%(合格)。
微生物限度細菌数	微生物限度試験法	10,000/g以下。	0/g以下(合格)。
微生物限度大腸菌	微生物限度試験法	陰性	陰性(合格)。

<sup>1</sup>アミノ酸分析:

本品を乾燥した後、その約100mgを精密に量り、10mlの水に溶解後、その0.5mlを6mol/l塩酸中で110°C、24時間加水分解後、アミノ酸分析計を用いて、グルタミン酸量を求める。グルタミン酸量から次式によりポリグルタミン酸含量を求める。

$$\text{ポリグルタミン酸含量} = \frac{\text{グルタミン酸量}}{\text{試料採取量}} \times \frac{A}{B} \times 100$$

(%)

A: 129(ポリグルタミン酸中のグルタミン酸残基の分子量)

B: 147(グルタミン酸分子量)

<sup>2</sup>ニンヒドリン反応

本品の水溶液(5→1,000)5mlを6mol/l塩酸中で110°C、24時間加水分解し

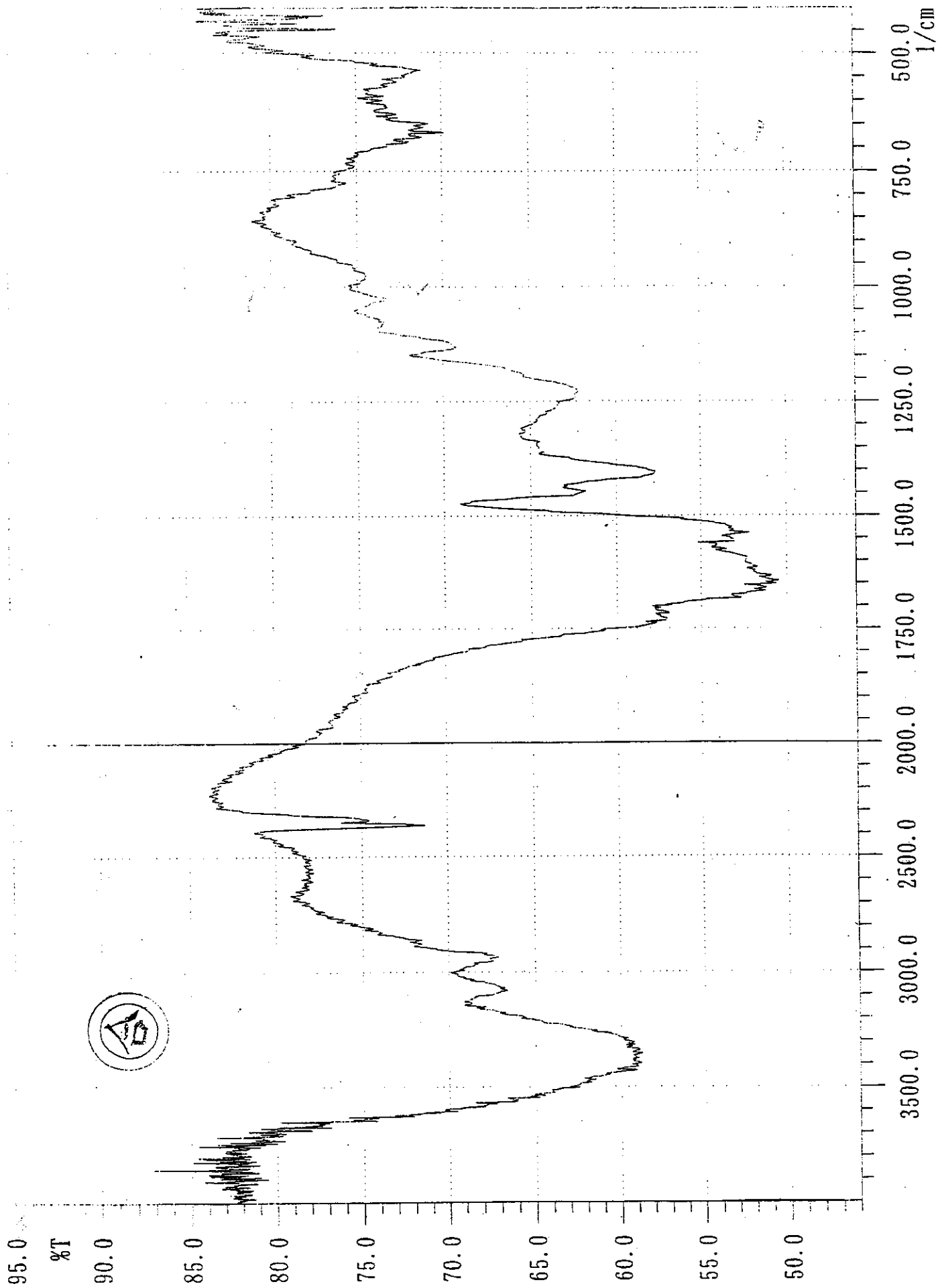
## <sup>2</sup>ニンヒドリン反応

本品の水溶液(5→1, 000)5mlを6mol/l塩酸中で110°C、24時間加水分解した後、6mol/l水酸化ナトリウムを加え、弱酸性に調整する。この溶液5mlにニンヒドリン試薬(1→1, 000)1mlを加え、3分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

## <sup>3</sup>IR スペクトル

本品1~2mgをとり、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、1600cm<sup>-1</sup>付近に弱い吸収帯と1410cm<sup>-1</sup>付近に強い吸収を認める。

以上。



# 納豆菌ガム自主規格(案)

納豆菌ガム

Bacillus natto gum

納豆菌粘質物

**定義** 納豆菌の培養液から得られた、ポリグルタミン酸を主成分とするものをいう。

**含量** 本品を乾燥したものは、ポリグルタミン酸70.0%以上を含む。

**性状** 本品は白～淡褐色の吸湿性の強い粉末又は塊もしくは粒で、無臭もしくはわずかににおいがある。

**確認試験** (1)本品の水溶液(5→1,000)5mlを6mol/l塩酸中で110°C、24時間加水分解した後、6mol/l水酸化ナトリウムを加え、弱酸性に調整する。この溶液5mlにニンヒドリン試薬(1→1,000)1mlを加え、3分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2)本品1～2mgをとり、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、1600cm<sup>-1</sup>付近に弱い吸収帯と1410cm<sup>-1</sup>付近に強い吸収を認める。

**純度試験** (1)重金属 Pbとして20μg/g以下(1.0g、第1法、比較液 鉛標準液0.20ml)

(2)鉛 Pbとして10μg/g以下(1g、第1法)

(3)ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g以下(0.5g、第1法、装置B)

**乾燥減量** 15.0%以下(減圧、40°C、24時間)

**強熱残分** 30.0%以下(乾燥物換算)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行なうとき、本品1gにつき、細菌数は10,000以下である。また大腸菌は認めない。

**定量法** 本品を乾燥した後、その約100mgを精密に量り、10mlの水に溶解後、その0.5mlを6mol/l塩酸中で110°C、24時間加水分解後、アミノ酸分析計を用いて、グルタミン酸量を求める。グルタミン酸量から次式によりポリグルタミン酸含量を求める。

$$\text{ポリグルタミン酸含量} = \frac{\text{グルタミン酸量}}{\text{試料採取量}} \times \frac{A}{B} \times 100$$

(%)

A: 129(ポリグルタミン酸中のグルタミン酸残基の分子量)

B: 147(グルタミン酸分子量)