

フルクトシルトランスフェラーゼ測定結果

品名 FFL

(基原 Arthrobacter sp. 由来)

規格項目	規格	測定回数	製造番号		
			FFA0451101L	FFA1251801L	FFB0950901L
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～濃褐色の液状である。においはないか又は特異なにおいがある。	3回	褐色の液体 特異なにおいがある	褐色の液体 特異なにおいがある	褐色の液体 特異なにおいがある
確認試験	酵素活性を示す	①	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		②	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		③	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
重金属	Pbとして 40μg/g以下	①	40μg/g以下	40μg/g以下	40μg/g以下
		②	40μg/g以下	40μg/g以下	40μg/g以下
		③	40μg/g以下	40μg/g以下	40μg/g以下
鉛	Pbとして 50μg/g以下	①	50μg/g以下	50μg/g以下	50μg/g以下
		②	50μg/g以下	50μg/g以下	50μg/g以下
		③	50μg/g以下	50μg/g以下	50μg/g以下
ヒ素	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> として 40μg/g以下	①	40μg/g以下	40μg/g以下	40μg/g以下
		②	40μg/g以下	40μg/g以下	40μg/g以下
		③	40μg/g以下	40μg/g以下	40μg/g以下
細菌数	50,000/g以下	①	0/g	0/g	0/g
		②	0/g	0/g	0/g
		③	0/g	0/g	0/g
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 (フルクトシルトランスフェラーゼ活性測定法)	単位/g	①	904	1,040	1,050
		②	912	1,050	1,060
		③	912	1,060	1,110
		④	871	1,100	1,100
		⑤	912	1,060	1,050
		⑥	895	1,030	1,130
	平均(n=6)	901	1,060	1,080	
	標準偏差	16.2	24.2	34.4	
	CV(%)	1.8	2.3	3.2	
	最小値	871	1,030	1,050	

\* 確認試験の方法

フルクトシルトランスフェラーゼ活性測定法に準じた。

\* 酵素活性測定法の測定条件

試料溶液 3.8～7.7単位/mlになるように本品に水を加えて溶解し、  
試料溶液とした。(1→200)

基質 キシロース Fluka (Code No 95729)

ショ糖(スクロース)和光純薬工業製 特級 (Code No 196-00015) を  
使用した。

# ヘスペリジナーゼ

## Hesperidinase

**定 義** 本品は、糸状菌 (*Aspergillus*, *Penicillium decumbens*) の培養物より得られた、ヘスペリシンを分解する酵素である。乳糖、デキストリン、フトウ糖又はノヨ糖を含むことがある。

**酵素特性** 本品は、ヘスペリシンを加水分解する。

ECナンバー (参考) EC3.2.1.40 ( $\alpha$ -L-Rhamnosidase)

**性 状** 本品は、白～濃褐色の粉末若しくは粒状又はペースト状、又は無色～濃褐色の液状である。においはないか又は特異なにおいがある。

**確認試験** 酵素活性測定法のヘスペリジナーゼ活性測定法に準じて試験を行うとき、酵素活性を示す。

**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50  $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第1法)

(3) ヒ素  $As_2O_3$ として40  $\mu$ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

**微生物限度** 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、細菌数は50,000以下である。また、大腸菌は認めない。

**酵素活性測定法** 酵素活性測定法のヘスペリジナーゼ活性測定法により試験を行う。但し、測定条件 (反応pH, 緩衝液の種類, 試料希釈液等) は、ヘスペリジナーゼの基原、性質に応じて適切なものを選択する。

## ヘスペリジナーゼ活性測定法

ヘスペリンノ基質に酵素を作用させ、生成した還元糖（ラムノース及びグルコース）をソモキー試液と加熱し、定量的に亜酸化銅を沈殿させ、過剰の硫酸銅を硫酸酸性下でヨウ化カリウムと反応させ、生成したヨウ素をチオ硫酸ナトリウムで滴定し、定量する方法である。

### (1) 試料溶液

操作法により試験するとき、分解生成物の増加が試料濃度に比例する範囲内の濃度になるように、本品に適量の水（又は適切な緩衝液、塩類溶液）を加えて溶かし試料溶液とする。その濃度は通例 0.5～0.6 単位/ml である。

### (2) 基質溶液

あらかじめ、ヘスペリンノを約 1 g 量り、105℃で 4 時間乾燥し、減量を測定する。その乾燥物 0.125 g に対応する量を正確に量り、水 25 ml 及び水酸化ナトリウム試液 12.5 ml を正確に加えて溶かし、マンキルハイン緩衝液（pH 3.8）37.5 ml を正確に加え、1 mol/L 塩酸試液で pH 3.80 に調整した後、マンキルハイン緩衝液（pH 3.8）を加えて正確に 100 ml とする。調製後 60 分以内に使用する。

### (3) ラムノース検量線の作成

あらかじめ、 $\alpha$ -L-ラムノース水和物を約 1 g 量り、105℃で 6 時間乾燥し、減量を測定する。その乾燥物 0.500 g に対応する量を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 ml とする。この液 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 及び 2.5 ml をそれぞれ正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とする。この液 5 ml ずつを正確に量り、ネスラー管に入れ、ソモキー試液を正確に 5 ml 加え振り混ぜて栓をし、沸騰水浴中で正確に 20 分間加熱した後、流水中で冷却する。冷後、ヨウ化カリウム溶液（1→200）を正確に 1.5 ml 加え、更に 1 mol/L 硫酸試液 3 ml を加え、よく振り混ぜた後、テンブン試液 3 滴を加え、攪拌しなから 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液（容量分析用）で液のヨート呈色が消えるまで滴定する。（ $T_{s1}$ ,  $T_{s2}$ ,  $T_{s3}$ ,  $T_{s4}$ ,  $T_{s5}$  ml）

別に、フランクとして、ラムノース溶液の代わりに水 5 ml を用いて以下同様に操作する。（ $T_{s0}$  ml）

ラムノース検量線から最小二乗法により、直線の当てはめを行う。

### (4) 操作法

ネスラー管 ( $A_1$ ,  $A_2$ ) に基質溶液を正確に 4 ml 量り、ネスラー管 ( $A_3$ ,  $A_4$ ) にマンキルハイン緩衝液（pH 3.8）と水を 1:1 に混合した液 4 ml を正確に量る。これを  $40 \pm 0.5^\circ\text{C}$  で 10～15 分間放置した後、ネスラー管 ( $A_1$ ,  $A_3$ ) に試料溶液 1 ml を、ネスラー管 ( $A_2$ ,  $A_4$ ) に水 1 ml をそれぞれ正確に加え、振り混ぜ  $40 \pm 0.5^\circ\text{C}$  で正確に 30 分間放置した後、ソモギー試液 5 ml を正確に加えて沸騰水浴中で正確に 20 分間加熱し、流水中で冷却する。冷後、ヨウ化カリウム溶液（1→200）を正確に 1.5 ml 加え、更に 1 mol/L 硫酸試液 3 ml を加え、よく振り混ぜた後、テンブン試液 3 滴を加え、攪拌しなから 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液（容量分析用）で液のヨート呈色が消えるまで滴定する。（ネスラー管  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$ ,  $A_4$  の滴定値  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$ ,  $T_4$  ml）

その酵素活性の単位は、操作法の条件で 30 分間に 1 mg のラムノースに相当する還元糖を生成するとき 1 単位とし、次式により算出される。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g 又は単位/ml)} = R \times \frac{1}{W}$$

$$R \text{ (mg)} = \frac{[(T_2 - T_1) - (T_4 - T_3)] - b}{a}$$

但し、R 生成ラムノース量 (mg)  
 W 試料溶液 1 ml 中の試料の量 (g 又は ml)  
 a 検量線の傾き

$T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_3$ ,  $T_4$  反応液及びブランクの滴定値 (ml)

b 検量線の切片

(5) 試薬 試液

1) ヘスペリンン

例えば東京化成工業製 (製品番号 H049) 又は同等品が使用できる。

2)  $\alpha$ -L ラムノースー水和物

例えば和光純薬工業製 (製品番号 180-00752) 又は同等品が使用できる。

3) 1mol/L 塩酸試液

塩酸 90ml に水を加えて 1,000mL とする。

4) マンキルハイソ緩衝液 (pH3.8)

第1液 クエン酸 21.0g を量り、水を加えて溶かし 1,000ml とする。

第2液 リン酸二ナトリウム、無水 28.4g を量り、水を加えて溶かし 1,000ml とする。

第1液と第2液を混ぜ pH3.80 に調整する。

5) 0.05mol/L ヨウ素酸カリウム試液

ヨウ素酸カリウム 1.07g に水を加えて溶かし、100ml とする。

6) ソモギー試液

無水炭酸ナトリウム 25.0g 及び酒石酸カリウムナトリウム 25.0g に水 150ml を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 40ml, 硫酸銅溶液 (1→10) 60ml, ヨウ化カリウム溶液 (1→5) 25ml を加えて混ぜ、更に、無水硫酸ナトリウム 180g を水 500ml に溶かした液を全量加え、0.05mol/L ヨウ素酸カリウム試液 50ml 及び水を加えて 1,000ml とする。調製後 2 日間室温放置し、ろ紙ろ過して使用する。

7) 1mol/L 硫酸試液

水 500ml に硫酸 30ml を加えて混ぜる。

ヘスペリジナーゼ測定結果

品名 ヘスペリシナーゼ「アマノ」原末 (基原 *Penicillium decumbens* 由来)

規格項目	規格	測定回数	製造番号		
			HP-N 48-001	HP-N 51-001	HP-N 56-001
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 状である。におい はないか又は特異 なにおいがある。	3回	淡褐色の粉末  においは無い	淡褐色の粉末  においは無い	淡褐色の粉末  においは無い
確認試験	酵素活性を示す	①	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		②	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		③	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
重金属	Pb として 40 μg/g 以下	①	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下
		②	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下
		③	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下
鉛	Pb として 50 μg/g 以下	①	50 μg/g 以下	50 μg/g 以下	50 μg/g 以下
		②	50 μg/g 以下	50 μg/g 以下	50 μg/g 以下
		③	50 μg/g 以下	50 μg/g 以下	50 μg/g 以下
ヒ素	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> として 40 μg/g 以下	①	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下
		②	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下
		③	40 μg/g 以下	40 μg/g 以下	40 μg/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	単位/g	①	101,000	83,400	64,900
		②	106,000	83,600	66,300
		③	104,000	85,400	67,000
		④	109,000	82,000	64,500
		⑤	106,000	86,000	66,700
		⑥	104,000	85,500	67,000
	平均 (n=6)	105,000	84,317	66,067	
	標準偏差	2,683	1,557	1,097	
	CV (%)	2.56	1.85	1.66	
	最大値	109,000	86,000	67,000	
最小値	101,000	82,000	64,500		

\* 確認試験の方法

酵素活性測定法に準じた。

\* 酵素活性測定法の測定条件

試料溶液 ラムノース生成量が 0.5~0.6mg になるように本品に水を加えて溶解し、試料溶液とした。(HP-N48-001 1→200000, HP-N51-001 1→150000 HP-N56-001 1→120000)

基質 ヘスペリジン 東京化成工業, LotNo AS01 を使用した。

平成16年2月

第九部会（調味料 苦味料）既存添加物自主規格（案）の検討結果報告書

日本食品添加物協会第九部会  
研究者所属 味の素株式会社  
三栄源エフ エフ・アイ株式会社

- 1 目的  
既存添加物「シャマイカカロシア抽出物」について、自主規格作成のため、確認試験、純度試験、水分、強熱残分などについて調査研究を行ってきたか、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研究を行う。
- 2 検討方法  
確認試験、純度試験、水分、強熱残分の調査結果に基づき「シャマイカカロシア抽出物」規格(案)を策定し、3ロットについての繰り返し試験により規格(案)の妥当性を確認した。
- 3 検討結果ならびに考察  
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特に認められず、試験値全てが規格(案)に適合した事から、規格(案)の妥当性が確認された。
- 4 規格案  
別紙のとおり

以 上

## 「シャマイカカロシア抽出物」の自主規格(案)作成のための試験結果報告書

日本食品添加物協会第九部会

研究者 三栄源エフ・エフ アイ株式会社

## 1 目的

既存添加物「シャマイカカロシア抽出物」について、自主規格作成のため、下記2の規格項目について調査研究を行ってきたか、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研究を行う。

## 2 検討内容及び方法

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。3ロットについての繰り返し試験により規格(案)の妥当性を確認した。

- 1) 確認試験
- 2) 純度試験 ヒ素・重金属
- 3) 水分
- 4) 強熱残分

## 3 試験法

食品添加物公定書に準ずる。

## 4 試験結果

LOT NO	1301-6		
測定回数	1回目	2回目	3回目
確認試験 Rf 値	0.48(主スポット)(青紫色) 0.36(褐色) 0.19(灰紫色)	0.50(主スポット)(青紫色) 0.40(褐色) 0.19(灰紫色)	0.50(主スポット)(青紫色) 0.39(褐色) 0.21(灰紫色)
ヒ素	0.5 µ/g 以下	0.5 µ/g 以下	0.5 µ/g 以下
重金属	15 µ/g 以下	15 µ/g 以下	15 µ/g 以下
水分	2.08%	1.17%	1.12%
強熱残分	0.06%	0.01%	0.02%

LOT NO	2019301		
測定回数	1回目	2回目	3回目
確認試験 Rf 値	0.48(主スポット)(青紫色) 0.36(褐色) 0.19(灰紫色)	0.50(主スポット)(青紫色) 0.40(褐色) 0.19(灰紫色)	0.50(主スポット)(青紫色) 0.39(褐色) 0.21(灰紫色)
ヒ素	0.5 µ/g 以下	0.5 µ/g 以下	0.5 µ/g 以下
重金属	15 µ/g 以下	15 µ/g 以下	15 µ/g 以下
水分	0.72%	1.06%	1.02%
強熱残分	0.01%	0.01%	0.01%

## 5 考察

- 1) 規格案による確認試験を行った結果、ハラツキが少なく明確な青紫色の主スポットが Rf 値 0.48、0.50 付近で得られたため、幅値 Rf 値 0.45~0.55 で確認することとして規格値を設定した。
- 1) 水分の測定結果は、天然物によるハラツキの影響も考えられることから、暫定的に 4.0% 以下として規格値を設定した。
- 3) 強熱残分の測定結果は、比較的平均的な結果が出ているか、天然物によるハラツキの影響も考えられるため、暫定的に 2.0% 以下として規格値を設定した。

以上

## ジャマイカカссия抽出物

Jamaica Quassia

**定 義** ニガキ科シャマイカカссия (Picrasma excelsa SW Planch) の幹枝又は樹皮より 温時～熱時水で抽出して得られたものである。有効成分は、クアシン及びヒネオクアシンである。

**性 状** 淡黄色の粉末で特有の甘いにおいがあり、強い苦味を有する。

**確認試験** 本品1gをメタノール20mlに溶かし、検液とする。検液5 $\mu$ lを量り、酢酸エチル/トルエン混液(9/1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフ法を行うとき、R<sub>f</sub>値が0.45～0.55付近に青紫色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法用シリカゲルを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、100℃で5分間加熱した後に観察する。

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

(2) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として40 $\mu$ g/g以下(0.5g, 第4法, 装置B)

**水 分** 4.0%以下(0.2g, 直接滴定)

**強熱残分** 2.0%以下(1.0g)

## 第十三部会（製造用剤等）既存添加物自主規格案検討結果報告

日本食品添加物協会 第十三部会

研究者 富田製菓株式会社

日本新菓株式会社

### 1 研究目的

既存添加物の製造用剤等につき当部会では自主規格の策定検討を進めてきたが、本年度は以下の8品目につき、規格及び試験方法を策定した。更に、この規格及び試験方法の妥当性を検証すべく、市場流通品につき分析検討を行った。

### 2 検討結果及び考察

品目ごとに、規格及び試験方法、それに基づく市場流通品の分析結果（3ロット分各3回）を添付する。

今回検討に供した全ての市場流通品が、試験全項目につき、問題なく試験可能であり、しかも合格していた。これにより、本規格及び試験方法の妥当性が証明された。以下に今回規格及び試験方法を策定するにあたり留意した点等のコメントを付す。

#### 1) アスペルギルステレウス糖たん白質

主成分が糖たん白質であることを考慮し、定量法として窒素定量法中のケルダール法を採用し、含量を窒素として定義した。

#### 2) 焼成カルシウム及び未焼成カルシウム（貝殻未焼成カルシウム、骨焼成カルシウム、サンコ未焼成カルシウム、乳清焼成カルシウム及び卵殻未焼成カルシウム）

「炭酸カルシウム」及び先に策定した貝殻焼成カルシウム、卵殻焼成カルシウム等の自主規格等を参考に策定した。

#### 3) 生石灰

「水酸化カルシウム」の規格及び試験方法を参考に策定した。

#### 4) 木酢液

JECFA 規格を参考にし策定したが、国際的に流通しているものと我が国で流通しているものの品質の違い（製法の違い等に起因）を考慮し、含量規格については一部 JECFA 規格より低値に設定した。なお、純度試験のヘンソ[a]ピレンの分析において、有害試薬であるジクロロメタンを使用しており、この試薬排除のための更なる研究が必要である。

以 上

「アスペルギルスステレウス糖たん白質」分析結果

研究者 合同酒精株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1回	2回	3回	1回	2回	3回	1回	2回	3回
性状	暗褐色の液体	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	〈窒素定量法〉	11.5	11.6	11.5	11.6	11.7	11.7	11.8	11.9	11.9
	11.2~12.8%	11.4	11.5	11.6	11.8	11.9	11.7	11.8	12.0	11.8
確認試験	橙色を呈する	陽性								
純度試験	(1) 重金属 20 μg/g 以下	限度内								
	(2) 鉛 2 μg/g 以下	限度内								
	(3) ヒ素 4.0 μg/g 以下	限度内								
水分	65%以下	61%	62%	61%	63%	62%	61%	62%	63%	62%
強熱残分	2.0%以下	0.2%	0.2%	0.2%	0.1%	0.1%	0.1%	0.2%	0.2%	0.2%
細菌数	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下	1,000/g 以下
大腸菌	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性

# アスペルギルステレウス糖たん白質

*Aspergillus terreus* glycoprotein

ムタステイン

**定 義** 本品は、アスペルギルステレウスの培養液から得られた、糖たん白質を主成分とするものをいう。

**含 量** 本品を無水物換算したものは、窒素 (N=14.01) 11.2~12.8%を含む。

**性 状** 本品は、暗褐色の液体である。

**確認試験** 本品1ml にフェノール溶液 (1→20) 1ml 及び硫酸5ml を加え10分間放置した後、よく振り混ぜ、更に10分間放置するとき、液は、橙色を呈する

**純度試験** (1) 重金属 Pb として20 $\mu$ g/g以下 (1.0g, 第2法 比較液 鉛標準液2ml)

(2) 鉛 Pb として 2 $\mu$ g/g 以下 (5.0g, 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)

**水 分** 65%以下 (0.1g, 直接滴定)

**強熱残分** 2.0%以下

**微生物限度**

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

**定 量 法** 本品約5.0gを精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により定量し、更に無水物換算を行う。

0.05mol/l 硫酸1ml=1.4007 mg N

「貝殻未焼成カルシウム」分析結果

研究者 株式会社エヌ・シー・コーポレーション

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1回	2回	3回	1回	2回	3回	1回	2回	3回
性状	白～灰白色の粉末	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	〈EDTA滴定法〉 90.0%以上	97.0	97.2	97.2	97.1	97.1	97.3	97.2	97.2	97.3
		97.2	97.1	97.2	97.2	97.1	97.2	97.2	97.2	97.2
確認 試験	(1)カルシウム塩の反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2)ほとんど白色	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度 試験	(1)塩酸不溶物 0.5%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(2)重金属 20μg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3)ヒ素 4.0μg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
乾燥 減量	1.0%以下	0.22	0.19	0.20	0.25	0.25	0.22	0.22	0.23	0.20

# 貝殻未焼成カルシウム

Non-calcinated shell calcium

貝カルシウム

**定義** 本品は、貝殻を殺菌、乾燥し、粉末にして得られたものである。主成分は炭酸カルシウムである。

**含量** 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム ( $\text{CaCO}_3$ ) 90.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白～灰白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品1gに水10ml及び塩酸(1→4)10mlを加えるとき、泡たつてほとんど溶ける。この液を煮沸した後、アンモニウム試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

(2) 本品10gを強熱するとき、初めは黒褐色に変わり、更に強熱を続けるとき、ほとんど白色となる。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品50gを量り、水100mlを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで徐々に塩酸を滴加した後、5分間煮沸する。冷後、この液を定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その重量を量る。

(2) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品10gを量り、灰化し、塩酸(1→4)10mlを加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水約40mlを加えて溶かし、必要があればろ過し、酢酸(1→20)2mlを加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20)2mlを加えて50mlとする。

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として40 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.50gを量り、灰化し、塩酸(1→4)5mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

**乾燥減量** 1.0%以下(105℃, 3時間)

**定量法** 本品約2gを精密に量り、灰化し、塩酸(1→4)10mlを徐々に加えて溶かし、水を加えて約50mlとし、時計皿で覆い約30分間煮沸する。冷後、水を加えて正確に250mlとし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

0.05mol/l EDTA溶液1ml=5.004mg  $\text{CaCO}_3$

「骨焼成カルシウム」分析結果

研究者 株式会社エヌ・シー・コーポレーション

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1回	2回	3回	1回	2回	3回	1回	2回	3回
性状	白～灰白色の粉末	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	〈EDTA滴定法〉 95.0%以上	98.1	98.2	98.3	97.9	97.9	98.0	97.4	97.3	97.4
		98.2	98.1	98.2	97.9	98.0	98.1	97.5	97.4	97.5
確認 試験	(1)黄色を呈する	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2)白色の沈殿	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度 試験	(1)塩酸不溶物 0.50%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(2)重金属 20μg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3)ヒ素 4.0μg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
乾燥 減量	2.0%以下	0.15	0.15	0.17	0.18	0.17	0.18	0.20	0.18	0.14

## 骨焼成カルシウム

Calcinated bone calcium

骨カルシウム

**定 義** 本品は、獣骨又は魚骨を、焼成して得られたものである。主成分はリン酸カルシウムである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、リン酸三カルシウム〔 $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ 〕95.0%以上を含む。

**性 状** 本品は、白～灰白色の粉末である。

**確認試験** (1) 本品を硝酸銀溶液(1→50)で湿らせるとき、黄色を呈する。

(2) 本品0.1gに酢酸(1→4)5mlを加えて煮沸し、冷後ろ過し、ろ液にシュウ酸アンモニウム溶液(1→30)5mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品5.0gを量り、水100mlを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5分間煮沸する。冷後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、残留物の重量を量る。

(2) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品1.0gを量り、水5ml及び塩酸(1→4)7mlを加えて加熱して溶かす。冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の塩酸(1→4)を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液(pH3.5)10ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液(pH3.5)10ml及び水を加えて50mlとする。

(3) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.50gを量り、塩酸(1→4)5mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

**乾燥減量** 2.0%以下(200℃, 3時間)

**定 量 法** 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、塩酸(1→4)10mlを加えて溶かし、更に水を加えて正確に200mlとし、検液とし、カルシウム塩定量法の第2法により定量する。

0.02mol/l EDTA溶液1ml=2.0678mg  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

「サンゴ未焼成カルシウム」分析結果

研究者 明治製菓株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1回	2回	3回	1回	2回	3回	1回	2回	3回
性状	白色から淡黄白色の粉末	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	〈EDTA滴定法〉 85.0%以上	91.0	91.0	91.0	90.6	90.5	90.5	91.3	91.4	91.3
		91.0	91.0	91.0	90.5	90.5	90.5	91.3	91.3	91.4
確認試験	カルシウム塩の反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験	(1) 塩酸不溶物 1.0%以下	0.1	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1
	(2) 重金属 20 µg/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3) 鉛 10 µg/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(4) アルカリ金属 及びマグネシウム 12.0%以下	9.0	8.8	9.0	8.8	8.8	8.7	8.4	8.4	8.6
	(5) ヒ素 4.0 µg/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
乾燥減量	2.0%以下	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.3	0.3	0.3

## サンゴ未焼成カルシウム

Non-calcinated coral calcium

コーラルカルシウム

サンコカルシウム

**定義** 本品は、インサンコ目 (*Scleractinia*) の造礁サンゴを、殺菌、乾燥し、粉末にして得られたものである。主成分は炭酸カルシウムである。

**含量** 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム ( $\text{CaCO}_3$ ) 85.0%以上を含む。

**性状** 本品は、白色から淡黄白色の粉末である。

**確認試験** 本品1gに水10ml及び酢酸(1→4)7mlを加えるとき、泡立って溶ける。この液を煮沸した後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

**純度試験** (1) 塩酸不溶物 1.0%以下

本品5.0gを量り、水10mlを加え、かき混ぜながら徐々に塩酸12mlを滴加し、更に水を加えて全量を200mlとする。この液を定量分析用ろ紙(5種C)でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その重量を量る。

(2) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→4)8mlを加えて溶かし、水を加えて20mlとし、振り混ぜながら、わずかに白濁を生じるまでアンモニア試液を滴加し、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、酢酸(1→20)2ml及び水を加えて50mlとする。

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

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 12.0%以下

本品1.0gを量り、塩酸(1→10)30mlを除々に加えて溶かし、煮沸して二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム溶液(1→25)60mlを加え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて100mlとし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液50mlを量り、硫酸0.5mlを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その重量を量る。

(5) 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)

**乾燥減量** 2.0%以下(105℃, 3時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約1gを精密に量り、塩酸(1→4)10mlに徐々に加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

0.05mol/l EDTA 溶液1ml=5.004mg  $\text{CaCO}_3$

「乳清焼成カルシウム」分析結果

研究者 和光堂株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1回	2回	3回	1回	2回	3回	1回	2回	3回
性状	白色の粉末	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	<EDTA滴定法>	99.3	99.5	99.3	100.1	100.2	100.1	99.8	99.9	100.0
	97.0~104.0%	99.5	99.6	99.7	100.1	100.2	100.1	99.8	99.8	99.8
確認試験	(1) 微黄色~黄色を呈する	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2) 白色の沈殿を生じる	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験	(1) 溶状 澄明	澄明	澄明	澄明	澄明	澄明	澄明	澄明	澄明	澄明
	(2) 炭酸塩 わずかに泡立つ程度を超えない	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3) 重金属 20 µg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(4) ヒ素 4.0 µg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
乾燥減量	0.30%以下	0.00	0.02	0.03	0.00	0.01	0.02	0.06	0.05	0.04

# 乳清焼成カルシウム

Calcinated Milk Calcium

Tricalcium Phosphate

**定 義** 本品は、乳清（酸カゼインホエイ）より乳清たん白と乳糖を分離、除去したものを、精製し焼成して得られたものである。主成分はリン酸三カルシウムである。

**含 量** 本品を乾燥したものは、リン酸三カルシウム  $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2]$  97.0~104.0%を含む。

**性 状** 本品は、白色の粉末で、におい及び味がない。

**確認試験** (1) 本品を硝酸銀溶液（1→50）で湿らすとき、微黄色～黄色を呈する。

(2) 本品0.1gに酢酸（1→4）5mlを加え煮沸し、冷後ろ過し、ろ液にシュウ酸アンモニウム溶液（1→30）5mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

**純度試験** (1) 溶状 澄明

本品2.0gを量り、水15ml及び塩酸5mlを加え、水浴中で5分間加熱して溶かし、検液とする。

(2) 炭酸塩 本品2.0gを量り、水5mlを加えて煮沸し、冷後、塩酸2mlを加えるとき、泡立たないか、泡立ってもわずかに泡立つ程度を超えない。

(3) 重金属 Pbとして20 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品1.0gを量り、水5ml及び塩酸（1→4）7mlを加えて加熱して溶かす。冷後、わずかに沈殿を生じるまでアンモニア試液を加えた後、少量の塩酸（1→4）を滴加して沈殿を溶かし、必要があれば定量分析用ろ紙（5種C）でろ過し、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液（pH3.5）10ml及び水を加えて50mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液2mlを正確に量り、塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液（pH3.5）10ml及び水を加えて50mlとする。

(4) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$ として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.50gを量り、塩酸（1→4）5mlを加えて溶かし、検液とする。装置Bを用いる。

**乾燥減量** 0.30%以下（100℃, 3時間）

**定 量 法** 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、塩酸（1→4）10mlを加えて溶かし、更に水を加えて正確に200mlとし、検液とし、カルシウム塩定量法の第2法により定量する。

0.02mol/l EDTA溶液1ml=2.0678mg  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

「卵殻未焼成カルシウム」分析結果

研究者 キュービー株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1回	2回	3回	1回	2回	3回	1回	2回	3回
性状	白色の微細な粉末	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	<EDTA滴定法> 90.0%以上	92.8	94.2	92.9	92.1	92.9	93.9	93.6	92.2	92.6
		92.9	93.6	94.4	93.5	93.7	93.7	91.7	94.0	91.8
確認試験	カルシウム塩の反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験	(1)総窒素 0.6%以下	0.43	0.42	0.43	0.42	0.41	0.42	0.36	0.36	0.36
	(1)重金属 20μg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3)ヒ素 4.0μg/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
乾燥減量	1.0%以下	0.56	0.55	0.55	0.56	0.53	0.52	0.54	0.52	0.54
細菌数	3,000/g以下	10/g以下	10/g以下	10/g以下	10/g以下	10/g以下	10/g以下	410/g	340/g	280/g
大腸菌	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性	陰性