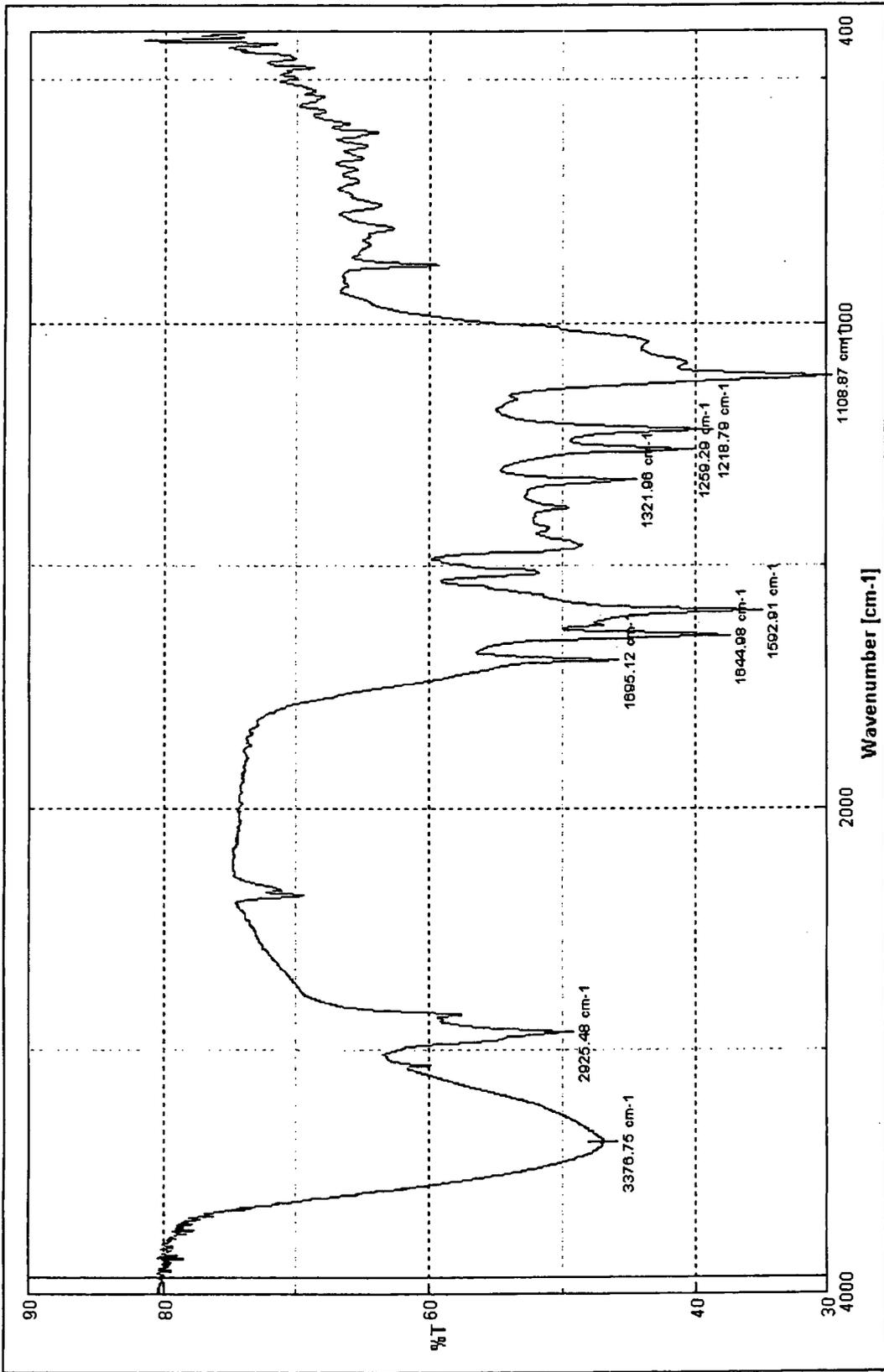
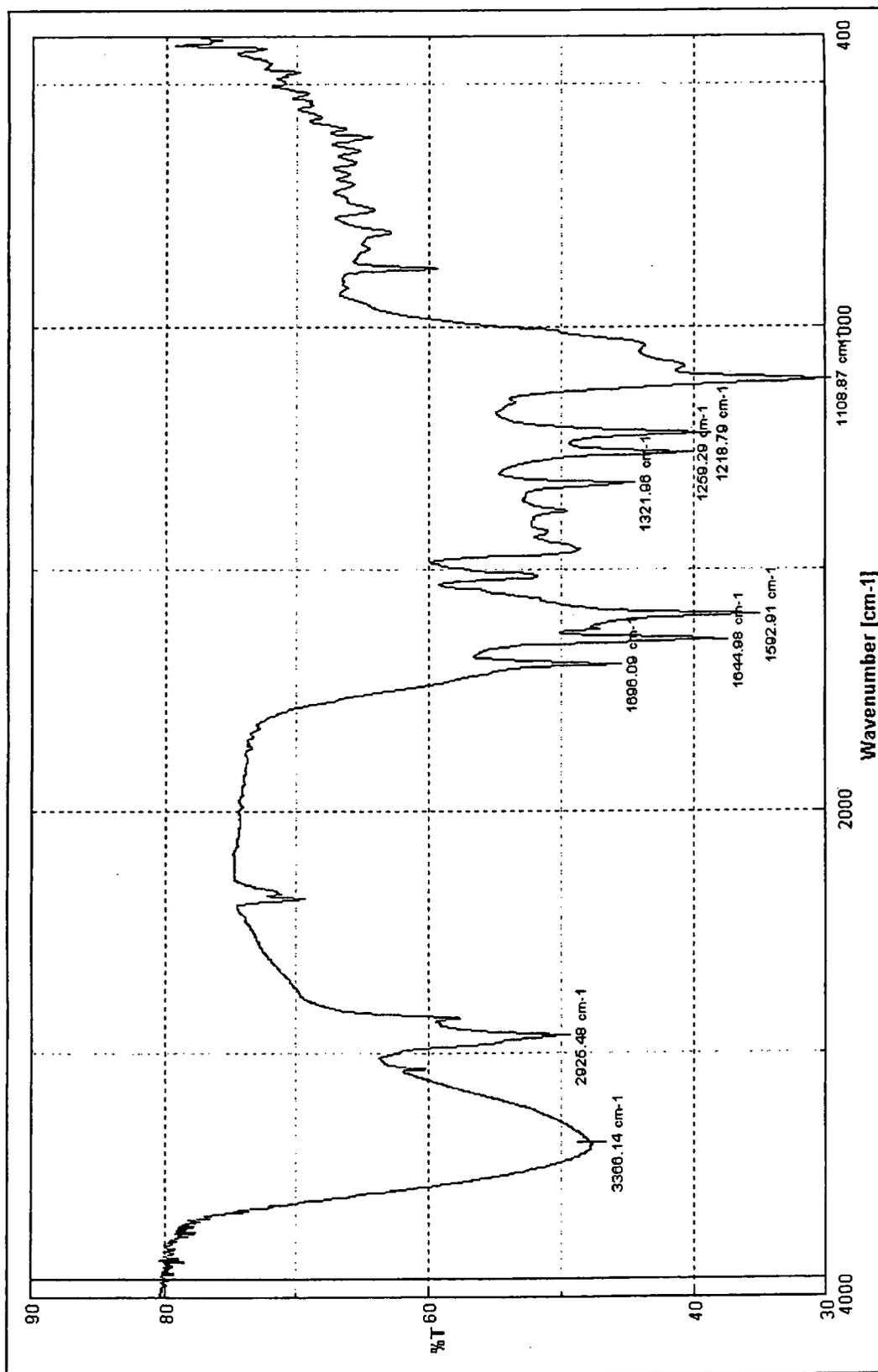


検体精製物: 2 回目



検体精製物:3回目



モウソウチク抽出物（改訂案）

Mousouchiku Extract

定 義 本品は、モウソウチク (*Phyllostachys heterocycla* Mitf.) の茎の表皮から得られた、2,6-ジメトキシ-1,4-ベンゾキノン ($C_8H_6O_4$) を主成分とするものである。デキストリン又はエタノールを含むことがある。

性 状 本品は緑～淡褐色のレジン状の固体、粉末又は液体である。

確認試験 (1) 本品の固体又は粉末試料 10mg に無水酢酸 2ml を加えて溶かし、硫酸 1～2 滴を加えるとき、液は淡褐色から暗緑褐色に変化する。液体試料は濃縮し固体にして試験を行う。

(2) 本品の固体又は粉末試料 20mg に水 5ml を加え、溶かした後、ろ過する。ろ液 1ml にフェノール溶液 (1→20) 1ml を加えてよく振り混ぜた後、硫酸 2ml を加えて振り混ぜるとき、液は淡褐色から赤褐色に変化する。液体試料は濃縮し固体にして試験を行う。

(3) 本品の固体又は粉末試料約 10g を水/メタノール混液 (1:1) 5ml を加えて良くかく拌後、ろ過し、ろ液を試料液とする。液体試料は濃縮し固体とした後、その 10g を量り、同様に操作して試料液とする。カラムクロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル 150ml を内径 30～40mm のガラス管にメタノールを用いて湿式充てんしたカラムに、さらに水/メタノール混液 (1:1) を 300～500ml 流し、続けて水/メタノール混液 (7:3) を 500～1000ml 流して置換した後、試料液を注入し、水/メタノール混液 (7:3) で、流量を 5～15 秒毎に 1 滴として溶出する。50ml ずつ分画し、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、2,6-ジメトキシ-1,4-ベンゾキノンを確認する。

操作条件

検出器 紫外吸光検出器 (測定波長 286nm)

カラム 長さ×内径 (mm) = 150×4.6 Stype 5 μ m STR ODS-II (信和化工株式会社製)

カラム温度 40℃

移動相 水/メタノール混液 (7:3)

流速 0.5ml/分

注入量 10 μ L

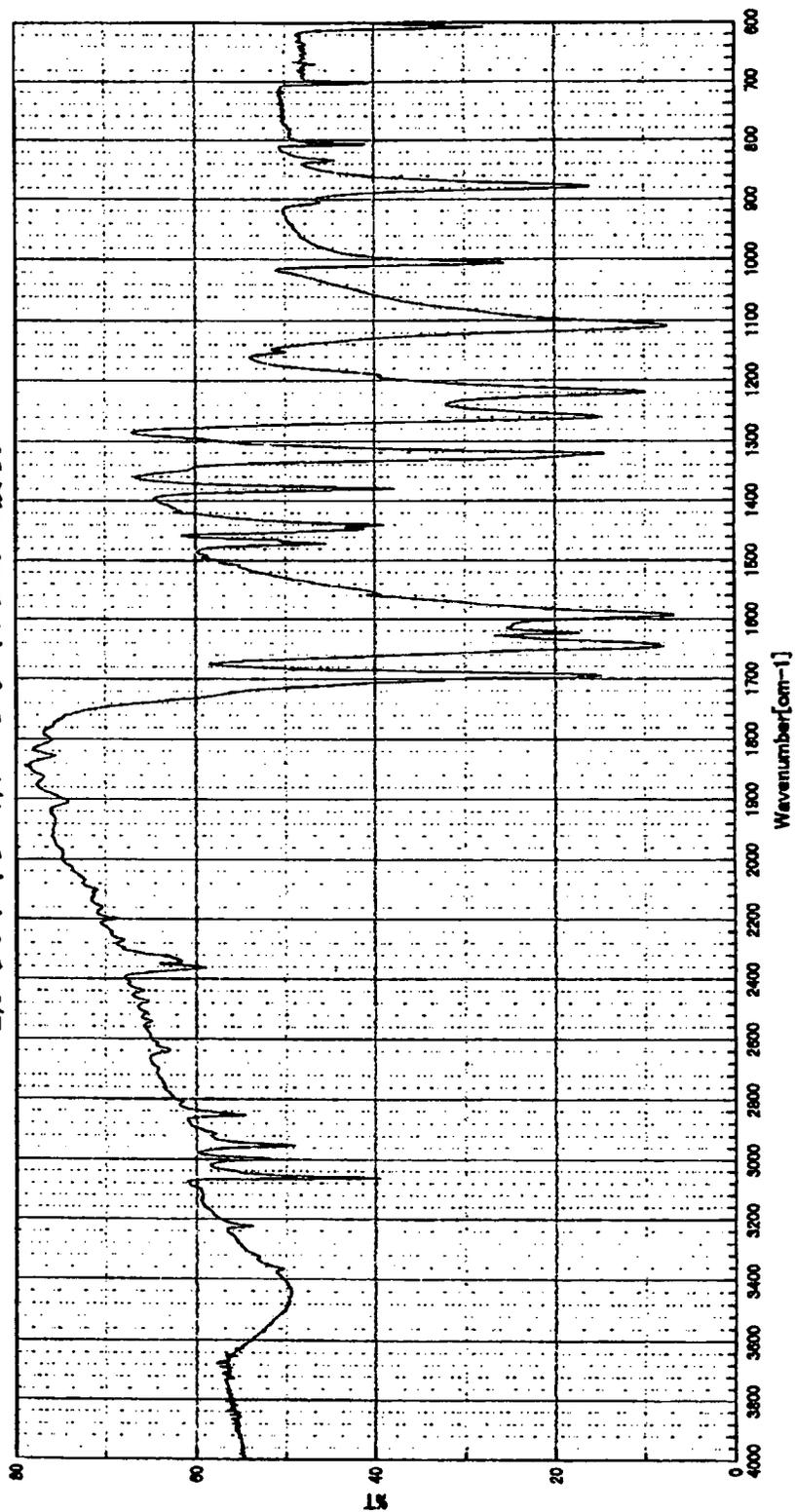
2,6-ジメトキシ-1,4-ベンゾキノンを最も高純度で得られた画分を集め、溶媒を留去し、残留物を水/メタノール混液 (7:3) 3ml に溶解し、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲル 20ml を内径 12mm、長さ 300mm のガラス管にメタノールを用いて湿式充てんしたカラムに、さらに水/メタノール混液 (1:1) を 100～200ml 流し、続けて水/メタノール混液 (8:2) を 100～200ml 流して置換した後、試料液を注入し、水/メタノール混液 (8:2) を用い、流量を 5～15 秒毎に 1 滴として溶出する。2,6-ジメトキシ-1,4-ベンゾキノンの画分を集め、溶媒を留去後、赤外吸収スペクトル法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の吸収を認める。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 40 μ g/g 以下 (1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 4.0ml)

(2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第 2 法, 装置 B)

強熱殘分 5.0%以下 (1g)

2,6-ジメトキシ-1,4-ベンゾキノンのIR吸収



平成20年2月

第四部会（糊料・増粘安定剤）既存添加物自主規格案検討結果報告書

日本食品添加物協会 第四部会

研究者所属：三栄源エフ・エフ・アイ株式会社

大日本住友製薬株式会社

1. 目的

既存添加物の自主規格の制定にあたり、第8版公定書規格および第4版自主規格の検討過程で様々な見直しを行っている。ここではこれまで自主規格が査定されていなかったモモ樹脂について新規格を設定するための調査検討を行い、自主規格案を策定し、その妥当性を確認した。ファーセラランについては、現行自主規格の見直しを行った。試験内容、試験方法等は8版公定書の増粘安定剤の規格に基づき、参考にして設定した。

2. 検討結果並びに考察

モモ樹脂は、バラ科モモの幹枝の樹脂成分を、分離して得られた多糖類である。比較的低粘性で、高濃度の水溶液が得られること、並びに本品がペントースを含有することを利用したオルシン試薬との呈色反応を利用した確認試験を含む規格を策定した。

ファーセラランは、フルセラリアの全藻から得られた多糖類を主成分とするものであるが、JECFA規格及びEU規格においては精製カラギナンの由来原藻の一つとしてフルセラリアが記載されており、ファーセラランは精製カラギナンとして流通している。このため、精製カラギナンの確認試験の適用が可能かを確認した。

3. 規格（案）及び試験結果

別紙の通り。

以上

ファーセララン報告書

平成 20 年 2 月

研究者所属：三栄源I7・I7・7I株式会社
第一事業部

1. 緒言

本報告は「ファーセララン」について、三栄源I7・I7・7I株式会社で実施した結果をもとにまとめたものである。

2. 目的

自主規格改訂のため、確認試験の方法に関する調査研究を行い、この結果を踏まえて規格（案）を作成した。

3. 試験法

ファーセラランは、フルセラリア (*Furcellaria fastigiata* Hud.) の全藻から得られた、多糖類を主成分とするものであるが、JECFA 規格及び EU 規格 (E 407) においては、精製カラギナンの由来海藻のひとつとしてフルセラリアが記載されており、EU ではファーセラランは精製カラギナンとして流通している。

このような状況であることから、精製カラギナンとファーセラランを区別する確認試験を設定することは困難であるため、以下に示す公定書第 8 版「精製カラギナン」と同様の確認試験が適用可能かを検討した。

(1) 本品 4 g を水 200ml に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80°C に保ち、均一な粘稠液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、粘稠な溶液又はゲルになる。

(2) 本品 0.1 g を水 20ml に加えて、塩化バリウム溶液 (3→25) 3ml 及び塩酸 (1→5) 5 ml を加えてよく混和し、必要があれば沈殿を除き、この液を 5 分間煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

また、精製カラギナンの食品添加物公定書第 8 版改訂においては、純度試験の硫酸基試験法及び灰分試験法が改訂されており、メタノールと 2-プロパノールの合計量規格が純度試験の一項目として設定されていることから、ファーセラランのこれらの項目及び性状についても、公定書第 8 版精製カラギナンと同様とした。

4. 結果

試験結果は以下の通りである。

3 ロット 3 回の繰り返し試験の結果を示した。

規格項目	規格値	測定回数	Lot No.		
			070903A	070903B	070903C
確認試験（１）	ゲル化	①	適合	適合	適合
		②	適合	適合	適合
		③	適合	適合	適合
確認試験（２）	沈殿の生成	①	適合	適合	適合
		②	適合	適合	適合
		③	適合	適合	適合
硫酸基	8～40%	①	15%		
		②			
		③			
灰分	40.0%以下	①	30.8%		
		②			
		③			
メタノールと 2-プロパノール の合計量	0.10%以下	①	0.10%以下		
		②			
		③			

5. 考察

以上の結果から、改訂確認試験等が規格項目に合致することを確認した。

なお、確認試験（１）については、改訂前の自主規格の試験法と同様の方法である。

6. 結び

自主規格（案）を次に示す。

以上

ファーセララン

Furcelleran

定 義 本品は、フルセラリア (Furcellaria fastigiata Hud.) の全藻から得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性 状 本品は、白～淡褐色の粉末で、においがいいか又はわずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 4g を水 200ml に加えて、かき混ぜながら水浴中で約 80℃ に保ち、均一な粘稠液になるまで加熱し、蒸発した水分を補い室温まで冷却するとき、ゲルになる。

(2) 本品 0.1g を水 20ml に加えて、塩化バリウム溶液 (3→25) 3ml 及び塩酸 (1→5) 5ml を加えてよく混和し、必要があれば沈殿を除き、この液を 5 分間煮沸するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 硫酸基 8～40%

本品約 8g を精密に量り、60%2-プロパノール 400ml 中に分散する。緩やかに 4 時間かき混ぜ、定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過する。ろ紙上の残留物を 60%2-プロパノール 10ml で 2 回、2-プロパノール 10ml で 2 回洗浄し、105℃ で恒量になるまで乾燥し、試料とする。得られた試料約 1g を精密に量り、100ml のケルダールフラスコに入れる。塩酸 (1→10) 50ml を加えて還流冷却管を付け、1 時間煮沸する。10vol%過酸化水素水溶液 25ml を加え、更に 5 時間煮沸する。必要があれば沈殿をろ過して除き、この液を 500ml のビーカーに移し、煮沸しながら塩化バリウム溶液 (3→25) 10ml を徐々に加える。水浴中で 2 時間加熱し、冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、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温水で洗浄する。ろ紙上の残留物をろ紙と共に乾燥し、磁製のつばに入れ、内容物が白く灰化するまで焼いた後、硫酸バリウムとして秤量し、次式により硫酸基 (SO₄) の含量を求める。

硫酸バリウムの量 (g)

$$\text{硫酸基 (SO}_4\text{) の含量} = \frac{\text{硫酸バリウムの量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 0.4116 \times 100 (\%)$$

(2) 重金属 Pb として 40 μg/g 以下 (0.50 g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(3) 鉛 Pb として 10 μg/g 以下 (1.0 g, 第 1 法)

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)

(5) メタノールと 2-プロパノールの合計量 0.10% 以下

(i) 装置 概略は次の図による。

A : ナス型フラスコ (300ml)

B : すり合わせ連結部

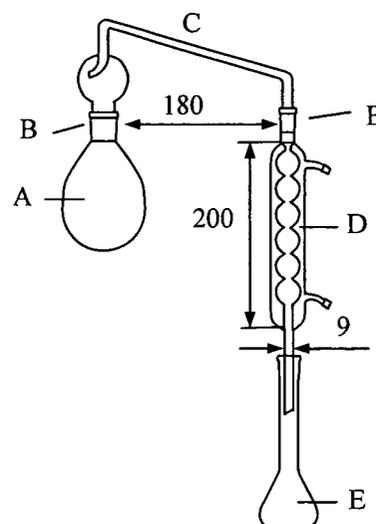
C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : メスフラスコ (100ml)

(ii) 操作法

本品約 2 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200 ml、数個の沸騰石及びシリコン樹脂約 1 ml を入れ、よく混和する。内標準溶液 4 ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 ml の留出速度、留分が約 90 ml になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノール溶液 (1 → 1,000) とする。別に、2-プロパノール及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 ml とする。この液 5 ml を正確に量り、水を加えて正確に 50 ml とする。この液 2 ml 及び内標準溶液 4 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μl ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対する 2-プロパノール及びメタノールのピーク面積比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 及び Q_{S1} 、 Q_{S2} を求め、以下の式により、2-プロパノール及びメタノールの量を求める。



$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 0.4 (\%)$$

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 0.4 (\%)$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180～250 μm のスチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分、2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 12.0% 以下 (105℃, 4 時間)

灰分 40.0% 以下 (純度試験(1)で得られた試料 2.0 g)

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 1 g につき、細菌数は 10,000 以下である。また、大腸菌は認めない。ただし、大腸菌の場合、本品 1 g を量り、試料を調整する。

第五部会既存添加物自主規格検討結果報告書
— 第三版自主規格の見直し —

日本食品添加物協会第五部会
研究者：江崎グリコ株式会社
株式会社ロッテ

1. 研究目的

当部会では「第三版 既存添加物 自主規格」に収載の「ヘスペレチン」、および「ユーカリ葉抽出物」について、試験法の第3者検証結果等に基づいて見直し研究を行い、改定規格案を策定した。

2. 検討結果及び考察

1)ヘスペレチン

確認試験、純度試験、乾燥減量、含量について検討を行った。

確認試験に関しては、第三版自主規格の試験法に基づいて吸収スペクトルを測定するには高濃度であることから濃度の変更と試験法の見直しを行った。

純度試験については、第三版自主規格試験法の妥当性を検討し、妥当であることを確認した。

乾燥減量についても、第三版自主規格試験法の妥当性を確認した。現在流通している製品の性状はすべて粉末と考えられ、試験結果から規格値の見直しも実施すべきであるが、ペーストが流通している可能性もあることから、今後流通実態を調査の上で見直しを検討したい。

含量については、定量に使用する0.1mol/L酢酸緩衝液(pH4.0)に該当する試薬が第8版食品添加物公定書〈C-1試薬・試液等〉には収載されていない。一方、〈C-1試薬・試液等〉に収載されている酢酸緩衝液を使用して定量を行っても定量が可能であったことから、0.1mol/L酢酸緩衝液(pH4.0)は酢酸緩衝液に変更したい。「ヘスペレチン(定量用)」に関しては、95.0%以上の市販試薬があることから、市販試薬の使用に変更したい。また、規格については、粉末の性状の製品であれば、93.0%以上の含量であったが、ペーストが流通している可能性もあることから、今後流通実態を調査の上で見直しを検討した。

2)ユーカリ葉抽出物

性状、確認試験、純度試験、灰分、含量について検討を行った。

性状に関しては、第三版自主規格の妥当性を検討し、妥当であることを確認した。

確認試験については、本品の特異成分であるマクロカルバール類に関する確認試験(2)の精度向上のため、マクロカルバールの溶解性が高い酢酸エチルによる抽出操作を加えることにした。

純度試験のうち純度試験(1)重金属については第三版自主規格の妥当性を検討し、妥当であることを確認した。純度試験(3)ヒ素については第4法に試験法を変更した。

灰分については、第三版自主規格の妥当性を検討し、妥当であることを確認した。

含量については、18.0%以上であったが天然物であることを考慮し、第三版自主規格のままの10%以上とした。

既存添加物「ヘスペレチン」自主規格案検討結果報告

日本食品添加物協会第五部会
研究者：江崎グリコ株式会社

1. 目的

既存添加物「ヘスペレチン」について、含量、確認試験、純度試験、乾燥減量について調査研究を行ない、この結果に基づいて新しい規格(案)を策定し、その妥当性について調査研究を行った。

本研究は江崎グリコ㈱が実施し、第五部会が評価・検討したものである。

2. 検討内容

規格の見直しに当たっては、下記の項目について試験及び評価を行った。

- 1) 確認試験
- 2) 純度試験：重金属及びヒ素の限度
- 3) 乾燥減量
- 4) 含量

3. 検討結果

1) 確認試験

規格案に示す方法により、3ロットの試料について3回繰返し試験を行った。

結果を表1に示す。

表1 確認試験測定結果

試料用 ロット	確認試験(1)			確認試験(2)			確認試験(3)			確認試験(4)		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
060401	鮮黄～暗橙色 析出物を生じる			307nmに最大吸収部			288nmに極大吸収部			黄色 暗褐紫色		
060702	鮮黄～暗橙色 析出物を生じる			307nmに最大吸収部			288nmに極大吸収部			黄色 暗褐紫色		
061201	鮮黄～暗橙色 析出物を生じる			307nmに最大吸収部			288nmに極大吸収部			黄色 暗褐紫色		

2) 純度試験

① 重金属

規格案に示す方法により、3ロットの試料について3回繰返し試験を行った。

結果を表2に示す。

表2 重金属測定結果(Pbとしてμg/g)

試料ロット	繰返し		
	1回目	2回目	3回目
060401	20以下	20以下	20以下
060702	20以下	20以下	20以下
061201	20以下	20以下	20以下

②ヒ素

規格案に示す方法により、3ロットの試料について3回繰返し試験を行った。
結果を表3に示す。

表3 ヒ素測定結果(As₂O₃としてμg/g)

試料ロット	繰返し		
	1回目	2回目	3回目
060401	4.0以下	4.0以下	4.0以下
060702	4.0以下	4.0以下	4.0以下
061201	4.0以下	4.0以下	4.0以下

3)乾燥減量

規格案に示す方法により、3ロットの試料について3回繰返し試験を行った。
結果を表4に示す。

表4 乾燥減量測定結果(%)

試料ロット	繰返し		
	1回目	2回目	3回目
060401	0.8	0.9	0.8
060702	0.5	0.5	0.5
061201	0.3	0.3	0.3

4)含量

規格案に示す方法により、3ロットの試料について3回繰返し試験を行った。
結果を表4に示す。

表5 含量測定結果(%)

試料ロット	繰返し		
	1回目	2回目	3回目
060401	94.1	93.5	93.3
060702	94.1	94.9	94.9
061201	94.0	93.6	93.5

4. 考察

- 1) 第三版自主規格における確認試験(1)の濃度では吸収スペクトルを測定するには高濃度であることから、最大吸収スペクトルの測定は確認試験(2)として設定したい。
これにより第三版自主規格の確認試験(2)は確認試験(3)に、確認試験(3)は確認試験(4)に変更したい。
また、このとき320nmではなく307nmに最大吸収部が認められたことから、確認試験(2)での最大吸収部は307nmで設定したい。
- 2) 1)と同様に極大吸収部の測定においても、第三版自主規格の濃度は高濃度であることから、希釈濃度を変更し、またこのとき285nmではなく288nmに極大吸収部が認められたことから、確認試験(3)での極大吸収部は288nmで設定したい。
- 3) 乾燥減量は粉末では1.0%以下であった。現在流通しているのはすべて粉末と考えられるが、ペーストが流通

している可能性もあることから12.0%以下で設定したい。

- 4) 含量は粉末では93.0%以上であった。現在流通しているのはすべて粉末品と考えられるが、ペーストが流通している可能性を考慮し、60%以上で設定したい。
- 5) 定量に使用する0.1mol/L酢酸緩衝液(pH4.0)に該当する試薬が第8版食品添加物公定書の〈C-1試薬・試液等〉にはないことから、代わりに「酢酸緩衝液」を使用したところ、第三版自主規格の定量法の条件どおりで定量が可能であったことから、「酢酸緩衝液」変更したい。
- 6) 「ヘスペレチン(定量用)」に関しては、含量95.0%以上の試薬が販売されていることから、「ヘスペレチン(定量用)」の試薬を市販試薬に変更したい。

ヘスペレチン

Hesperetin

$C_{16}H_{14}O_6$

分子量 302.30

定義 本品は、ヘスペリジン（柑橘類の果皮、果汁又は種子より、アルカリ性水溶液で抽出して得られたヘスペリジンを主成分とするものをいう）を弱酸性水溶液で加水分解後、水不溶物より分離して得られたものである。成分はヘスペレチンである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、ヘスペレチン（ $C_{16}H_{14}O_6=302.30$ ）60%以上を含む。

性状 本品は、白色～淡褐色の粉末又はペースト状の物質で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.1gを量り、水酸化ナトリウム溶液（1→25）10mlを加え溶解するとき鮮黄～暗橙色を呈する。この液に塩酸を加えて中性にするとき、析出物を生ずる。

(2) 本品1mgを水酸化ナトリウム溶液（1→25）100mlに溶解した液は、307nmに最大吸収部がある。

(3) 本品1mgをエタノール100mlに溶解した液は、288nmに極大吸収部がある。

(4) 本品10mgをエタノール100mlに溶かし、必要があればろ過し、ろ液5mlに硫酸5mlを加え意して振り混ぜるとき黄色を呈する。ろ液10mlに塩化第二鉄溶液（1→10）0.2mlを滴下すれば暗褐紫色を呈する。

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

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

乾燥減量 12.0%以下（105℃, 5時間）

定量法 本品を乾燥物換算, 0.01～1.0gを精密に量り, 50mlのビーカーにとる。水10mlを加え, 水酸化ナトリウム溶液（1→25）でpHを約13とし, 溶解させた後, リン酸（1→20）でpHを7.6とし, 水を加えて正確に50mlとする。この液を正確に10倍に希釈し, その2mlを正確に量り, メンブランフィルター（ $0.20\mu\text{m}$ ）を用いてろ過し, 検液とする。ヘスペレチン(定量用)を105℃で2時間乾燥し, 約5mgを正確に量り, 同様に操作し, 標準液とする。検液及び標準液について, 次の操作条件で高速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 285nm）

カラム充填剤 化学結合型オクタデシルシラン

カラム管 内径4～6mm, 長さ150mmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 0.1mol/L酢酸緩衝液/アセトニトリル混液（7：3）

流量 0.5ml/分

注入量 1 μl

ヘスペレチンの含量 (%) =

ヘスペレチン標準試薬の採取量 (mg) × 検液のヘスペレチンのピーク面積

× 100

試料の採取量 (mg) × (100-乾燥減量) × 標準液のヘスペレチンのピーク面積

ヘスペレチン 定量用 $C_{16}H_{14}O_6$ (市販試薬)

含量 95.0%以上

性状 本品は淡黄色～黄褐色の粉末である。

溶状 黄色～黄緑色，澄明（50mg，1mlエタノール）

定量法 本品0.1gに水10mlを加え，水酸化ナトリウム溶液（1→25）でpHを13とし，溶解させた後，リン酸（1→20）でpHを7.6とし，水を加えて正確に50mlとする。この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い，クロマトグラムの全ピーク面積に対する主ピーク面積比を求める。ただし，クロマトグラムの測定範囲は溶媒ピークの後ろから，主ピークの保持時間の2倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 285nm）

カラム充てん剤 化学結合型オクタデシルシラン

カラム管 内径4～6mm，長さ150mmのステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 0.1mol/l 酢酸緩衝液 /アセトニトリル混液（7：3）

流量 0.5ml/分

注入量 10 μ l

既存添加物「ユーカリ葉抽出物」自主規格検討結果報告

日本食品添加物協会第五部会

研究者：株式会社ロッテ

1. 目的

既存添加物「ユーカリ葉抽出物」について、含量、性状、確認試験、純度試験、灰分について調査研究を行い、その結果に基づいて新しい規格(案)を策定し、その妥当性について調査研究を行った。
本研究は㈱ロッテが実施し、第五部会が評価・検討したものである。

2. 検討内容

規格の見直しに当たっては、下記の項目について試験及び評価を行った。

1)性状、2)確認試験、3)純度試験：重金属及びヒ素の限度、4)灰分、5)含量

3. 検討結果

規格案に示す方法により、3ロットの試料について6回繰返し試験を行った。

表 性状、確認試験、純度試験(重金属、ヒ素、鉛)、灰分、含量測定結果

項目	ロット番号	繰返し					
		1回目	2回目	3回目	4回目	5回目	6回目
性状	028	適	適	適	適	適	適
	058	適	適	適	適	適	適
	088	適	適	適	適	適	適
確認試験1	028	適	適	適	適	適	適
	058	適	適	適	適	適	適
	088	適	適	適	適	適	適
確認試験2 λ max	028	276.4	276.6	275.8	275.6	276.6	276.0
	058	276.2	275.8	276.6	276.0	276.0	275.4
	088	276.2	276.2	275.8	275.8	276.2	276.0
含量	028	20.4	20.5	20.9	20.4	20.3	20.7
	058	18.3	18.5	18.7	18.4	18.2	19.0
	088	19.3	19.1	21.0	19.4	19.3	20.0
重金属 (Pbとして μg/g)	028	20 以下	20 以下				
	058	20 以下	20 以下				
	088	20 以下	20 以下				
ヒ素 (ヒ素として μg/g)	028	2.0 以下	2.0 以下	2.0 以下	2.0 以下	2.0 g 以下	2.0 以下
	058	2.0 以下	2.0 以下	2.0 以下	2.0 以下	2.0 g 以下	2.0 以下
	088	2.0 以下	2.0 以下	2.0 以下	2.0 以下	2.0 g 以下	2.0 以下
鉛(μg/g)	028	3.0 以下	3.0 以下				
	058	3.0 以下	3.0 以下				
	088	3.0 以下	3.0 以下				

灰分(%)	028	5.0 以下					
	058	5.0 以下					
	088	5.0 以下					

4. 考察

1) 確認試験(2)は本品の特異成分であるマクロカルパール類の紫外部吸収に基づく検出法であるが、第三版自主規格における測定条件では、ユーカリ葉抽出時のエタノール濃度の違いにより、マクロカルパール類以外の成分の影響から、極大吸収波長が変動する傾向がある。

このため、メタノールに溶解する前に、マクロカルパールの溶解性が高い酢酸エチルで一度抽出を行うことにしたい。

2) 純度試験(2)鉛については、試料採取量を 2.0g から 3.3g に変更したい。

3) 純度試験(3)ヒ素については、試験法を第 4 法に変更したい。

4) 含量の分析結果はいずれも 18.0% 以上であったが、天然物であることを考慮し 10% 以上としたい。

ユーカリ葉抽出物

Eucalyptus Leaf Extract

定 義

本品はユーカリ (*Eucalyptus globulus* LABILL) の葉よりエタノールまたは含水エタノールにて抽出して得られる抽出物であり、没食子酸、エラグ酸、マクロカルパール類等のポリフェノール成分を含有する。

含 量

本品を乾燥したものは、ポリフェノール類としてその含量を定量するとき、10%以上である。

性 状

本品は黄褐～緑褐色の個体、粉末、ペースト又は液体で、特異なおいがある。

確認試験

- (1) 本品の乾燥物 5 mg に 50vol%メタノール 10 ml を加えて溶かし、塩化第二鉄溶液 (9→100) 1～2 滴を加えるとき、液は黒色を帯びた緑色を呈する (注1)。
- (2) 本品の乾燥物 10～20 mg に酢酸エチル 1ml を加えて溶かし、不溶物をろ別後、回収したろ液の濃縮乾固物にメタノール 100 ml を加えて溶かし、不溶物をろ別したとき、ろ液は波長 275±5 nm に極大吸収部がある (注2)。

純度試験

- (1) 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)
- (2) 鉛 Pb として 3.0µg/g 以下 (3.3g、第1法)
- (3) ヒ素 As₂O₃ として 2.0µg/g 以下 (1.0g、第4法、装置B)

灰 分

乾燥物につき 5.0%以下

定量法

本品が粉末又は塊状のとき、デシケーター中、室温で 24 時間減圧乾燥し、本品がペースト又は液体のときは、減圧濃縮あるいは凍結乾燥等により溶媒を除去した後、上記の方法で乾燥する。得られた乾燥物 200 mg～400 mg を精密に量り、50vol%メタノールに溶かして正確に 100 ml とし、メンブランフィルター (孔径 0.45µm) でろ過したろ液を検液とする。別に(一)ーエピカテキン (定量用) を正確に量り、50v/v%メタノールで 10、20、40、60、80、100mg/100 ml の濃度に調製したものを標準液とする。(一)ーエピカテキン標準液、及び検液 0.5ml に蒸留水 35 ml、フェノール試薬 (フォーリン・チオカルトー試薬) 5ml を加え、混合後 1 分間静置する。20w/v%炭酸ナトリウム溶液 5ml を加えた後、蒸留水を加えて全量を 50ml とし、混合、1 時間静置した後、検液の代わりに 50vol%メタノールを用いたものを対照として、765nm の吸光度を測定する。(一)ーエピカ

テキン標準液を使用して作成した検量線から検液中のポリフェノール類含量を求め、次式により本品乾燥物に含まれるポリフェノール類含量を求める（注3）。

$$\text{ポリフェノール類の含量} = \frac{\text{検液中のポリフェノール類量 (mg/100ml)}}{\text{試料採取量 (mg)}} \times 100 (\%)$$