

研究報告書

日本食品添加物部会第5部会

1. 研究目的及び研究方法

ドクダミ抽出物について自主規格案を作成すべく検討を行った。

2. 検討結果及び考察

ドクダミ抽出物は第三次消除候補品目であり、今後食品添加物として販売の見込みがないことから参考規格（メーカー規格）とした。

以上

ドクダミ抽出物

Dokudami Extract

定 義 本品は、ドクダミ科ドクダミ (*Houttuynia cordata* Thunb.) の葉から得られた、イソクエルシトリンを主成分とするものである。

性 状 本品は、黒褐色の粘稠な液体で、特異なおいがある。

参考規格 [メーカー規格]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、希エタノールエキスとして80.0%以上を含む。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして30 μ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液3.0ml)

(2) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(1.0g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 38.0~52.0% (105°C, 6時間)

灰 分 9.0~25.0%

酸不溶性灰分 2.5%以下

定 量 法 本品約2.3gを精密に量り、三角フラスコに入れ、エタノール(95%) : 水混液 = 1 : 1 70mlを加えて時々振り混ぜて5時間浸出し、さらに16~20時間放置した後、ろ過する。

フラスコ及び残留物はろ液が100mlになるまでエタノール(95%) : 水混液=1 : 1で洗浄する。

ろ液50mlを水浴上で蒸発乾固し、105°Cで4時間乾燥し、デシケータ(シリカゲル)で放冷後、その質量を精密に量り、次式により希エタノールエキス含量を算出する。

$$\text{希エタノールエキス含量 (\%)} = \frac{A \times 2}{\text{試料採取量 (g)} \times (1 - W/100)} \times 100$$

A : 蒸発乾固・乾燥後の質量 (g)

W : 試料の乾燥減量 (%)

研究年月日： 2009年9月～2010年1月12日

研究者名：日本食品添加物協会 第五部会

三栄源エフ・エフ・アイ株式会社

既存添加物 ソバ全草抽出物の自主規格設定の件

1. 目的：「既存添加物名簿」に記載されている酸化防止剤 ルチン（抽出物）の一つである、「ソバ全草抽出物」の規格設定を行なう。
2. 自主規格： 添付資料1
3. 既存添加物 酸化防止剤「ソバ全草抽出物」の自主規格設定の説明

名称 厚生省告示第百二十号（平成八年四月十六日）「既存添加物名簿」記載の名称を用いる。英名及び別名のあるものについては記載。

定義 厚生省告示第百二十号（平成八年四月十六日）既存品添加物名簿記載の定義等を用いる。

含量 市場に流通する予定の原体を基準にルチン 50%以上と設定した。

性状 市場に流通する予定の原体の性状を元に決定。公定書第8版に準じにの表現を統一した。

確認試験

(1) は HPLC を利用し、ソバ全草抽出物の主成分であるルチンとその他フラボノイドとを区別する確認試験とした。

(2) はフラボノイド特有の性質を利用し確認試験とした。

純度試験

(1)～(3)の重金属、鉛、ヒ素の規格においては、公定書第8版に準じ設定した。

水分 市場に流通する際、粉末、ペーストの形態で販売する予定であることから、それぞれの形態に応じた水分規格を設定した。

定量法

公定書第8版のエンジュ抽出物の定量法に準じて設定した。

4. 改訂規格の妥当性確認

各項目の分析事例 別紙添付

5. 国際規格状況 無し

以上

添付資料 1

ソバ全草抽出物

Buckwheat extract

定義 本品は、ルチン（抽出物）のうちタデ科ソバ (*Fagopyrum esculentum* Moench) の全草より、水又はエタノールで抽出して得られたものである。主成分はルチンである。

含量 本品を無水物換算したものは、ルチン 50%以上を含む。

性状 本品は、淡黄～黄褐色の粉末又はペーストで、特有のにおいを有する。

確認試験 (1) 定量法と同様の操作条件で高速液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主たるピークの保持時間は、標準液のルチンのピークの保持時間と一致する。

(2) 本品 0.02g に 50vol%エタノール 10ml を加え、加温して溶かし、塩酸 2ml 及びマグネシウム末 0.05g を加えるとき、液は徐々に赤色を呈する。

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

(3) ヒ素 As_2O_3 として $2.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g、第 3 法、装置 B)

水分 粉末試料 8.0%以下 (0.2g、直接滴定)

ペースト試料 60.0%以下 (0.1g、直接滴定)

定量法 本品のルチン約 50mg に相当する量を精密に量り、50vol%エタノールに溶解して正確に 100ml とする。この液 5ml を正確に量り、高速液体クロマトグラフィーの移動相を加えて正確に 50ml とし、検液とする。別に、定量用ルチン約 50mg を精密に量り、99.5vol%エタノール 50ml に溶解後、イオン交換水で正確に 100ml とする。この液 5ml を正確に量り、高速液体クロマトグラフィーの移動相を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $20\mu\text{l}$ ずつ量り、次の操作条件で高速液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液のルチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。なお、定量用ルチンは、別に直接滴定法 (0.2g) により水分を測定する。

$$\text{ルチン (C}_{27}\text{H}_{30}\text{O}_{16}) \text{ の含量} = \frac{\text{無水物換算した定量用ルチンの採取量(g)}}{\text{無水物換算した試料の採取量(g)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100(\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5～10 μm の液体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

カラム管 内径 3～6mm、長さ 15～25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液 (800 : 200 : 1)

流速 ルチンの保持時間が 8～12 分になるように調整する。

試験結果(ソバ全草抽出物、粉末)

◆三栄源エフ・エフ・アイ株式会社 試験結果

分析項目		ソバ全草抽出物 Lot.No.			
			091208	091210	091211
性状		1回目	適	適	適
		2回目	適	適	適
		3回目	適	適	適
確認試験	(1)	1回目	適	適	適
		2回目	適	適	適
		3回目	適	適	適
	(2)	1回目	適	適	適
		2回目	適	適	適
		3回目	適	適	適
純度試験	(1) 重金属	1回目	適	適	適
		2回目	適	適	適
		3回目	適	適	適
	(2) 鉛	1回目	適	適	適
		2回目	適	適	適
		3回目	適	適	適
	(3) ヒ素	1回目	適	適	適
		2回目	適	適	適
		3回目	適	適	適
水分 (%)	粉末試料	1回目	4.9	7.1	4.5
		2回目	5.0	7.0	4.6
		3回目	4.9	7.0	4.6
含量 (%)		1回目	60.0	64.3	57.1
		2回目	60.4	64.0	56.9
		3回目	60.0	64.0	56.8

既存添加物酵素イソマルトデキストラナーゼの新規自主規格（案）作成の調査研究

研究者名・所属：和泉 昇 （株）林原
半谷 守弘 天野エンザイム(株)
浅田 敏 天野エンザイム(株)
日本食品添加物協会 第七部会長

日本食品添加物協会・第七部会・酵素自主規格検討会は、既存添加物酵素イソマルトデキストラナーゼについて、新規に自主規格設定のための研究を行ったので、その概要を報告する。

既存添加物酵素の概要

既存添加物酵素は、当初の既存添加物名簿（平成 8 年）に 76 品目収載されたが、平成 17 年、19 年の 2 回に渡り未流通品目の消除が行われ、現在では 69 品目が収載されている。これまでに設定された規格としては、第 8 版食品添加物公定書に 5 品目、平成 20 年発行の第 4 版既存添加物自主規格に 62 品目が収載されている。残る 2 品目は、イソマルトデキストラナーゼとトリアシルグリセロールリパーゼであるが、イソマルトデキストラナーゼについて流通が確認されたので今回新規に自主規格案を作成することとした。トリアシルグリセロールリパーゼは既存添加物酵素リパーゼに含まれるため規格策定は予定していない。

なお、トリアシルグリセロールリパーゼは第 3 次消除候補品目に挙がっており、名簿から消える可能性がある。よって、酵素部会が行ってきた新規自主規格の検討は本年度で終了し、今後は第 9 版食品添加物公定書への酵素の収載を鋭意検討していく計画である。

既存添加物酵素イソマルトデキストラナーゼの新規自主規格（案）作成

(1) 目的

既存添加物酵素の自主規格策定は、平成 18 年度までにほぼ終了していたが、イソマルトデキストラナーゼについて流通が確認されたため、酵素特性、性状、確認試験、純度試験、微生物限度、酵素活性測定法及び測定結果について調査研究を行い、この結果に基づき規格(案)を策定し、その妥当性について検証を行った。

尚、本年度に検討したイソマルトデキストラナーゼは、FCC 第 6 版及び JECFA 規格には収載されていない。

(2) 検討方法

(株) 林原が、検討・作成した。

(3) 成分規格・酵素活性測定法検討結果、概要、及び考察

<検討結果>

- ① 規格の記載方法は、食品添加物公定書に準拠させた。
- ② 第 4 版自主規格の「酵素一般規格」に従い、定義（基原・本質、賦形剤・希釈剤等）、酵素特性を記載し、性状、純度試験、微生物限度の規定、及び確認試験、酵素活性測定法を設定した。

- ③ 定義については、「既存添加物名簿収載品目リスト」の基原・本質に準拠した。又、「基原・製法・本質」欄には製法が記載されているが、自主規格では省略した。
- ④ 酵素特性の項には、機能・本質を記載し、参考としてECナンバーを記載した。
- ⑤ 性状は、「酵素一般規格」の規格に準じて記載した。
- ⑥ 微生物限度は、「酵素一般規格」と同一とした。
- ⑦ 酵素活性の規格値（含量規格）は、基原や製法により酵素活性が異なり、又、微生物由来酵素では一般に基原が多種多様である為、既存添加物名簿で示される同じ名称の酵素でも基原毎に生成される酵素の性質が異なり、一定の規格値を設定することは困難であることから、自主規格では、規格値（含量規格）は定めないこととした
- ⑧ 性状、確認試験、純度試験、微生物限度、酵素活性測定法につき、3ロットの繰り返し試験を行った結果、全ての測定値が規格に適合し、成分規格（案）及び酵素活性測定法の妥当性が検証された。この検証データは、別紙として添付した。

<イソマルトデキストラナーゼの確認試験、酵素活性測定法概要>

確認試験は、基質と酵素の反応液を薄層クロマトグラフィーに供し、生成物のスポット位置がイソマルトース標準液と同じスポット位置に認めることを確認する方法とした。

酵素活性測定法は、酵素を基質デキストランに作用させ、生成したイソマルトースの還元力をソモギー・ネルソン変法により定量する方法とした。

<考察>

新規にイソマルトデキストラナーゼの成分規格（案）を策定し、新規に策定した酵素活性測定法にて流通している酵素剤を用いて測定、検討した結果、規格及び試験方法の妥当性が検証された。

(4) 規格案

新規自主規格として策定したイソマルトデキストラナーゼの成分規格（案）を別紙に示した。

以上

イソマルトデキストラナーゼ

Isomaltodextranase

定 義 本品は、細菌 (Arthrobacter) の培養物より得られた、デキストランを分解する酵素である。乳糖、デキストリン、ブドウ糖又はショ糖を含むことがある。

酵素特性 本品は、デキストランの α -1,6-グルコシド結合を分解し、イソマルトースを生成する。
ECナンバー (参考) : EC3.2.1.94 Glucan 1,6- α -isomaltosidase

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～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 本品は、次の条件で薄層クロマトグラフィーを行うとき、検液は標準液のイソマルトースと同位置に褐色のスポットを認める。

検液 本品に 0.05mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5) を加えて約 10 単位/mL に希釈した液 500 μ L を、酵素活性測定法のイソマルトデキストラナーゼ活性測定法の基質溶液 500 μ L に加えて混和し、40°C で 4 時間作用させる。この液を沸騰水浴中で 10 分間加熱した後、冷却して検液とする。

標準液 イソマルトース 0.13 g を量り、水を加えて溶かし 10mL とする。

操作法 検液及び標準液 2 μ L につき、1-ブタノール/ピリジン/水混液 (6:4:1) を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、溶媒先端が約 15cm の高さに上昇したとき展開をやめ、風乾して溶媒を除き、20vol%硫酸・メタノール溶液を噴霧した後、100°C で 10 分間加熱する。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°C で 1 時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 鉛 Pb として 5.0 μ g/g 以下 (2.0g, 第1法)

(2) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ 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 10,000 以下である。また、大腸菌は認めない。

酵素活性測定法 酵素活性測定法のイソマルトデキストラナーゼ活性測定法により試験を行う。ただし、測定条件 (反応温度, 反応 pH, 緩衝液の種類, 試料希釈液等) は、イソマルトデキストラナーゼの基原, 性質に応じて適切なものを選択する。

試薬・試液等

0.05mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5) : 1mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5) に水を加えて 20 倍容量に薄める。

1mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5) : 第1液 : 酢酸 60g に水を加えて 1,000mL とする。第2液 : 酢酸ナトリウム 82g を水に溶かし, 1,000mL とする。第1液と第2液を混合し, pH4.5 に調整する。

イソマルトース C₁₂H₂₂O₁₁ : 市販試薬 (例えば, 林原生物化学研究所社製「製品番号 IM121」又は同等品が使用できる。)

20vol%硫酸・メタノール溶液 : メタノール 40mL に冷やしながら硫酸 10mL を加えて混合する。

イソマルトデキストラナーゼ活性測定法

酵素を基質デキストランに作用させ、生成したイソマルトースの還元力をソモギー・ネルソン変法により定量する方法である。

(1) 試料液

操作法により試験するとき、還元力の増加が、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 0.05mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5) (又は適切な pH, 種類の緩衝液, 塩類溶液) を加えて溶かし試料液とする。その濃度は通例 0.3~1.0 単位/mL である。

(2) 基質溶液

デキストラン 1.25g を正確に量り、0.05mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5) を加えて溶かし、正確に 100mL とする。

(3) マルトース標準液の調製

マルトース溶液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。

(4) 操作法

試験管に $40 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した基質溶液 5 mL を正確に量り、試料液 0.2 mL を正確に加えて混和し、 $40 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で正確に 20 分間作用させる。直ちに、反応液 1 mL を正確に量り取り、あらかじめ別の試験管に正確に量ったソモギー銅試液 2 mL に加え、沸騰水浴中で 10 分間加熱する。冷却した後、ネルソン試液 2 mL を正確に加え、よく混和し、30 分間放置する。次いで、水 5 mL を正確に加え、波長 520nm における吸光度 A_T を測定する。

別に、 $40 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した基質溶液 5 mL に試料液 0.2 mL を正確に加えて混和し、直ちにその 1 mL を正確に量り、別の試験管に正確に量ったソモギー銅試液 2 mL に加え、以下同様に操作し吸光度 A_0 を測定する。

また、マルトース標準液及び水 1 mL を正確に量り、各々ソモギー銅試液 2 mL に加え、以下同様に操作し吸光度 A_S 及び A_B を測定し、次式により酵素活性を求める。

その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、1 分間に $1 \mu\text{mol}$ のマルトースに相当する還元力を生成する酵素量を 1 単位とする。

$$\text{本品中の酵素活性の単位 (単位/g 又は単位/mL)} = \frac{(A_T - A_0) \times 200 \times 5.2}{(A_S - A_B) \times 342.30 \times 0.2 \times 20 \times W}$$

ただし、

A_T	: 反応液の吸光度
A_0	: ブランクの吸光度
A_S	: マルトース標準液の吸光度
A_B	: 水の吸光度
200	: マルトース標準液の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)
342.30	: マルトースの分子量
5.2	: 反応液の総液量 (mL)
0.2	: 試料液の量 (mL)
20	: 反応時間 (分)
W	: 試料液 1 mL 中の試料の量 (g 又は mL)

(5) 試薬・試液

1) デキストラン

デキストラン，デキストラナーゼ活性測定法 第1法用

2) 0.05mol/L 酢酸緩衝液 (pH4.5)

1 mol/L酢酸緩衝液 (pH4.5) に水を加えて20倍容量に薄める。

3) ソモギー銅試液

ソモギー銅試液，エキソマルトテトラオヒドロラーゼ活性測定法用， α -グルコシルトランスフェラーゼ測定法用

4) ネルソン試液

モリブデン酸アンモニウム50gを水900mLに加えて，加温して溶かし，冷却した後，硫酸42gを正確に加え，さらにヒ酸二ナトリウム溶液 (6→50) 50mLを加えた後，水を加えて1,000mLとする。37°Cで一昼夜放置し，遮光密栓して保存する。

イソマルトデキストラナーゼ測定結果

品名 イソマルトデキストラナーゼ

(基原 : Arthrobacter 由来)

規格項目	規 格	測定回数	製造番号		
			ID001	ID002	ID003
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～濃褐色の液状である においは無いか又は特異なにおいがある	3回	褐色の液体で特異なにおいがある	褐色の液体で特異なにおいがある	褐色の液体で特異なにおいがある
確認試験	標準液のイソマルトースと同位置に褐色のスポットを認める	①	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた
		②	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた
		③	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた	イソマルトースと同位置に褐色のスポットを認めた
鉛	Pbとして 5.0μg/g以下	①	5.0μg/g以下	5.0μg/g以下	5.0μg/g以下
		②	5.0μg/g以下	5.0μg/g以下	5.0μg/g以下
		③	5.0μg/g以下	5.0μg/g以下	5.0μg/g以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として 4.0μg/g以下	①	4.0μg/g以下	4.0μg/g以下	4.0μg/g以下
		②	4.0μg/g以下	4.0μg/g以下	4.0μg/g以下
		③	4.0μg/g以下	4.0μg/g以下	4.0μg/g以下
細菌数	10,000/g以下	①	20/g	110/g	50/g
		②	80/g	120/g	30/g
		③	110/g	230/g	40/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 (イソマルトデキストラナーゼ活性測定法)	単位/g	①	149	149	153
		②	145	150	155
		③	149	149	157
		④	150	148	154
		⑤	145	148	154
		⑥	148	142	156
	平均(n=6)	148	148	155	
	標準偏差	2.2	2.9	1.5	
	CV(%)	1.46	1.95	0.95	
	最大値	150	150	157	
最小値	145	142	153		

別紙 1

イソマルトデキストラナーゼ確認試験 TLC

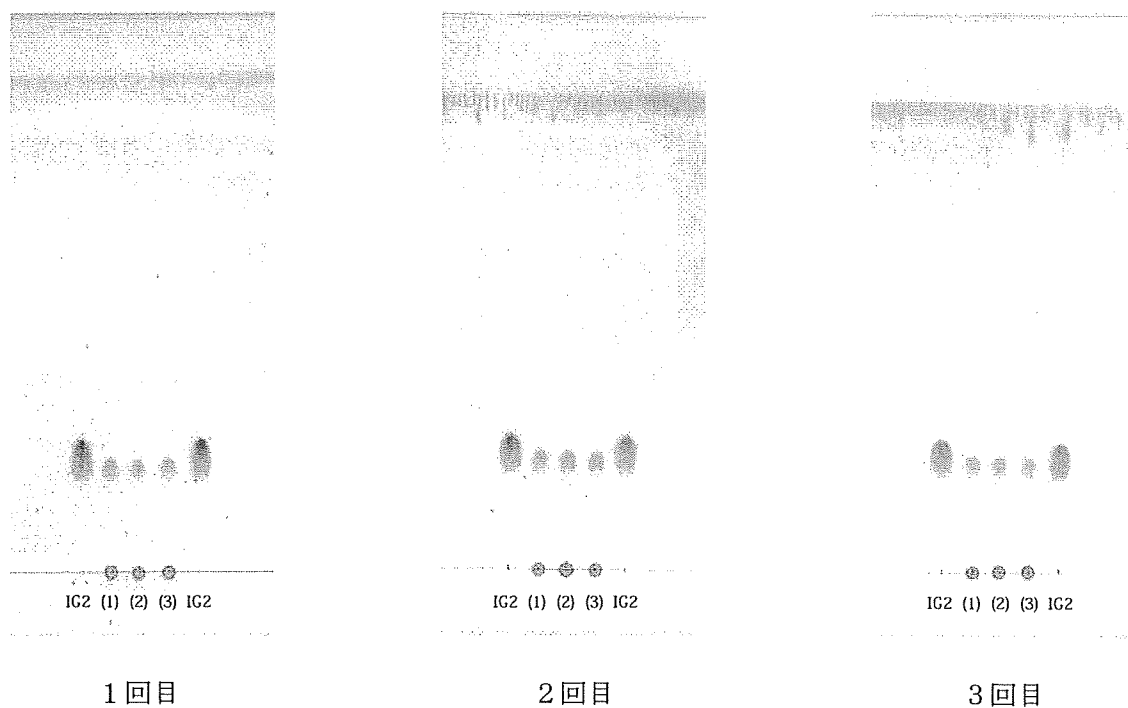


Fig.1 確認試験 TLC チャート

IG2 : イソマルトース標準液

(1) : Lot No.ID001

(2) : Lot No.ID002

(3) : Lot No.ID003

平成 22 年 2 月

第九部会(調味料・苦味料)既存添加物自主規格(案)作成

のための試験検討依頼結果報告書

「ゲンチアナ抽出物」自主規格(案)の検討

日本食品添加物協会 第九部会
研究者所属：
アルプス薬品工業株式会社
味の素株式会社

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」及び「第 4 版既存添加物自主規格」の検討過程で様々な見直しを行ってきた。これまで自主規格が制定されていなかった「ゲンチアナ抽出物」について規格を制定するための調査検討を行い、自主規格(案)を策定する。

更に、この自主規格(案)及び試験方法の妥当性を検証すべく、市場流通品を分析・検討しその妥当性を確認する。

2. 検討内容及び方法

規格の策定に当たっては国内規格「日局 15」、医薬部外品原料規格 2006、米国・CFR172.510 を参考とし、下記の規格試験項目を制定し、市場流通品 3 ロットを用いて試験・評価する。

規格試験項目	・ 性状
	・ 確認試験
	・ 純度試験
	・ 重金属
	・ ヒ素
	・ 乾燥減量
	・ 灰分

3. 結果

- 1) 確認試験は医薬部外品原料規格 2006「ゲンチアナエキス」の確認試験を準用して作成した。自主規格(案)による確認試験の結果、陽性を確認した。
- 2) 「ゲンチアナ抽出物」の純度試験に代わり重金属及びヒ素の規格を定め、更に乾燥減量、灰分を定め、繰り返し試験の結果はいずれも規格を満たした。
- 3) 別紙規格(案)の妥当性を確認し、「ゲンチアナ抽出物」自主規格(案)として報告する。

以 上

ゲンチアナ抽出物分析報告書 (1)

岐阜県飛騨市古川町向町 2-10-50

アルプス薬品工業株式会社

ロット No. : 09D039 (Q1)

項 目	規定値	Q1-1	Q1-2	Q1-3
性状	淡褐～褐色の粉末で特異なおいがある	褐色の粉末で特異なおいがあった	褐色の粉末で特異なおいがあった	褐色の粉末で特異なおいがあった
確認試験	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験				
重金属 (Pb)	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下
ヒ素 (As ₂ O ₃)	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下
乾燥減量	10.0%以下	3.7%	3.6%	3.6%
灰分	10.0%以下	2.5%	2.5%	2.4%

ゲンチアナ抽出物分析報告書 (2)

岐阜県飛騨市古川市向町 2-10-50

アルプス薬品工業株式会社

ロット No. : 09E056 (Q2)

項 目	規定値	Q2-1	Q2-2	Q2-3
性状	淡褐～褐色の粉末で特異なおいがある	褐色の粉末で特異なおいがあった	褐色の粉末で特異なおいがあった	褐色の粉末で特異なおいがあった
確認試験	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験				
重金属 (Pb)	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下
ヒ素 (As ₂ O ₃)	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下
乾燥減量	10.0%以下	4.3%	4.3%	4.3%
灰分	10.0%以下	2.5%	2.3%	2.5%

ゲンチアナ抽出物分析報告書 (3)

岐阜県飛騨市古川町向町 2-10-50

アルプス薬品工業株式会社

ロット No. : 09F068 (Q3)

項 目	規定値	Q3-1	Q3-2	Q3-3
性状	淡褐～褐色の粉末で特異なおいがある	褐色の粉末で特異なおいがあった	褐色の粉末で特異なおいがあった	褐色の粉末で特異なおいがあった
確認試験	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験				
重金属 (Pb)	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下	20 μ g / g 以下
ヒ素 (As ₂ O ₃)	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下	2.0 μ g / g 以下
乾燥減量	10.0%以下	5.5%	5.4%	5.6%
灰分	10.0%以下	2.4%	2.5%	2.4%

ゲンチアナ抽出物

Gentian Root Extract

定義 本品は、リンドウ科ゲンチアナ (*Gentiana lutea* Linné) の根又は根茎より、水又はエタノールで抽出して得られたものである。有効成分はゲンチオピクロシド (ゲンチオピクリン) 及びアマロゲンチンである。

性状 本品は、淡褐～褐色の粉末で、特異なおいがある。

確認試験 本品 0.5 g に無水エタノール 10 ml を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は、緑色を呈し、更に水酸化ナトリウム試液 2 滴を加えるとき、液は、黄色を呈する。(緑色を呈した液に沈殿を生じた場合はろ過を行った後、ろ液に水酸化ナトリウム試液 2 滴を加える。)

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

(2) ヒ素 As_2O_3 として $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g, 第 3 法, 装置 B)

乾燥減量 10.0% 以下 (2 g, 105°C, 6 時間)

灰分 10.0% 以下 (2 g)

以下余白

平成 22 年 2 月

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

1. 研究目的

海藻灰抽出物の規格案を策定するための調査検討を行い、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

規格及び試験方法、それに基づく市場流通品の分析結果を添付する。結果、全試験項目について問題なく試験を行うことができ、規格値にも合格していた。これより、本規格及び試験方法の妥当性が確認された。

以 上

「海藻灰抽出物」分析結果

研究者：富田製薬株式会社

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	無～淡黄色の液体	適	適	適	適	適	適	適	適	適
含量	ヨウ化カリウム 0.05～0.20%	0.14	0.14	0.14	0.13	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15
		0.13	0.14	0.14	0.13	0.14	0.15	0.15	0.15	0.15
確認 試験	(1) カリウム塩(1)の 反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2) ヨウ化物の反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度 試験	(1) 鉛 10μg/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
	(2) 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

海藻灰抽出物

Seaweed Ash Extract

定義 本品は、褐藻類の灰化物から得られた、ヨウ化カリウムを主成分とするものである。

含量 本品は、ヨウ化カリウム (KI=166.00) 0.05~0.20%を含む。

性状 本品は、無~淡黄色の液体である。

確認試験 (1) 本品はカリウム塩 (1) の反応を呈する。

(2) 本品に硝酸銀溶液 (1→50) を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。この一部に希硝酸を、また、他の一部にアンモニア試液を加えるとき、いずれの沈殿も溶けない。

純度試験 (1) 鉛 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下

本品1.0gを量り、硝酸 (1→150) を加えて20mlとし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに硝酸 (1→150) を加えて20mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(2) ヒ素 As₂O₃ として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

定量法

本品約5gを精密に量り、水50mlを加えた後、フェノールフタレイン試液2~3滴を指示薬として希硫酸で中和する。次に、次亜塩素酸ナトリウム試液1mlを加えた後、pH計を用いて希硫酸又は水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を用いてpHを1.7~2.0に調整する。沸騰石数個を加え、5分間煮沸した後、ギ酸ナトリウム溶液 (2→5) 5mlを加え、更に5分間煮沸する。冷後、定量的にヨウ素瓶に移し、ヨウ化カリウム0.5g及び希硫酸20mlを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液3mlを加え、生じた青色が脱色されるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1ml=0.2767 mg KI