

自主規格

研究年月日：2010年4月～2011年2月17日
 研究者名：日本食品添加物協会 第二部会
 三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
 OCI 株式会社

既存添加物 着色料「タマネギ色素」確認試験の自主規格見直しの件

目的：

- ①第4版既存添加物自主規格 着色料「タマネギ色素」において流通実態において性状の再設定を行う。
- ②第4版既存添加物自主規格 着色料「タマネギ色素」確認試験（2）、（3）においては字句修正を行った。
 日本食品添加物協会において第9版食品添加物公定書へ向けて、第四版自主規格の検証作業を実施した。本改定においては規格を再確認し問題点が出た項目について訂正可能か検討し報告する。

検討方法：

性状

本品は、褐色のペースト、粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験（2）

本品の表示量から、色価 50 に換算して1g に相当する量を取り、水を加えて 500ml とし、この溶液 10ml に塩化第二鉄溶液(1→10)1mlを加えるとき、褐～暗褐色に変わる。

確認試験（3）

本品の表示量から、色価 20 に換算して2g に相当する量を取り、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて溶解後、100ml に定容し、この溶液 5ml に0.1mol/L 塩酸 10mlを加え酸性にした液に、5%塩化亜鉛 (pH3.0) 水溶液（塩化亜鉛 1g を秤量し、水 19g を加え、塩酸（1→2）で pH3.0 に調整）100 μ l を加えてかくはん後、50℃、20 分間加熱し、毎分 3,000 回転で 10 分間遠心分離を行うとき、暗褐～褐色の沈殿を生じる。

結果：タマネギ色素については、自主規格設定当時から様々なタイプの原体流通が確認され、今回再度検証により性状の色調設定を見直す必要が出た。色調の違いは、原料（タマネギ）の鮮度や生産地、品種の違いによるものや粉末加工時の差異によるものと考えられる。

確認試験（2）（3）について第9版食品添加物公定書作成要綱、関係各位からの指摘に基づき字句修正を行った。

確認試験（3）の本品の採取量について、本品の最低色価に合わせて採取量を調整した。

規格の改定：

改正案

性状 本品は、褐～黒色の粉末、塊、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(2)

(1)の溶液 10mL に、塩化鉄(Ⅲ)溶液(1→10) 1mLを加えるとき、褐～暗褐色を呈する。

確認試験(3)

本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.8g に相当する量を取り、水酸化ナトリウム(1→250)溶液を加えて溶かし、正確に 100mL とする。この溶液 5mL に塩酸(9→1000) 10mLを加え、pH 試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0) 100 μ Lを加えて攪拌後、栓をして 50℃で 20 分間加温するとき、褐～暗褐色の沈殿を生じる。必要に応じて毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離を行う。

以上

「第9版 食品添加物公定書」新規収載候補品目資料

1. 成分規格名(食品添加物名)

タマネギ色素

2. 成分規格(案)概要

規格項目	規格概要
定義	本品は、タマネギ(<i>Allium cepa</i> Linné)のりん茎から得られたものである。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($E_{1\text{cm}}^{10\%}$)は 50 以上で、その表示量の 90～110%を含む。
性状	本品は、褐～暗褐色の粉末、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1gに相当する量を量り、クエン酸緩衝液(pH7.0) 500mLを加えて溶かした液は、帯黄褐～帯赤褐色を呈する。	
(2) 本品の表示量から、色価50に換算して1gに相当する量を量り、水を加えて溶かし、500mLとする。この液10mLに塩化鉄(III)溶液(1→10) 1mLを加えるとき、褐～暗褐色を呈する。	
(3) 本品の表示量から、色価50に換算して0.8gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム(1→250)溶液を加えて溶かし、100mLとする。この液5mLに塩酸(9→1000) 10mLを加え、pH試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0) 0.1mLを加えて攪拌後、栓をして50℃で20分間加温し、必要に応じて毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、褐～暗褐色の沈殿を生じる。	
純度試験	
(1) 鉛 Pb として	10 $\mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第1法)
(2) ヒ素 As ₂ O ₃ として	4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g, 第3法, 装置 B)

3. 成分規格(案)

別紙1のとおり

4. 国際規格等(JECFA、FCC、日局、局外規、外原規、薬添規、及び第4版既存添加物自主規格)の有無及び規格設定の根拠

別紙2のとおり

国際規格等:第4版既存添加物自主規格

5. 試験法検証作業完了項目

検証データ 別紙3

6. 裏付け資料

別紙4のとおり

7. 特性、溶解性、用途等

未添付

8. 特記事項

なし

以上

別紙 1

タマネギ色素

既存添加物

Onion Color

定義 本品は、タマネギ(*Allium cepa* Linné)のりん茎から得られたものである。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($E_{1\text{cm}}^{10\%}$)は 50 以上で、その表示量の 90～110%を含む。

性 状 本品は、褐～暗褐色の粉末、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 1g に相当する量を量り、クエン酸緩衝液(pH7.0) 500mL を加えて溶かした液は、帯黄褐～帯赤褐色を呈する。

(2) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 1g に相当する量を量り、水を加えて溶かし、500mL とする。この液 10mL に塩化鉄(Ⅲ)溶液(1→10) 1mL を加えるとき、褐～暗褐色を呈する。

(3) 本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.8g に相当する量を量り、水酸化ナトリウム(1→250) 溶液を加えて溶かし、100mL とする。この液 5mL に塩酸(9→1000) 10mL を加え、pH 試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0) 0.1mL を加えて攪拌後、栓をして 50℃ で 20 分間加温し、必要に応じて毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離を行うとき、褐～暗褐色の沈殿を生じる。

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

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

色価測定法 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、炭酸ナトリウム(無水)溶液(1→1000) 50mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、クエン酸緩衝液(pH7.0)を加えて正確に 100mL とし、必要があれば遠心分離し、上澄液を検液とする。クエン酸緩衝液(pH7.0)を対照とし、液層の長さ 1cm で波長 480～500nm の極大吸収部における検液の吸光度 A を測定し、次式より色価を求める。なお、波長 480～500nm に極大吸収部を認めない場合は、測定波長 490nm における吸光度を測定する。

$$\text{色価} = \frac{A}{\text{試料の採取量(g)}} \times 200$$

試薬・試液

塩化亜鉛試液(pH3.0) 塩化亜鉛 1g を秤量し、水 19g を加え、塩酸(1→2)で pH3.0 に調整する。

別紙 2

規格対比表及び規格設定根拠

1.成分規格名：タマネギ色素

2.規格対比表

項目	第9版規格（案）	第4版 既存添加物自主規格
名称	タマネギ色素	タマネギ色素
定義	本品は、タマネギ(<i>Allium cepa</i> Linné)のりん茎から得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。	本品は、タマネギ(<i>Allium cepa</i> Linne')のりん茎から得られた、クエルセチン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。	本品の色価は($E_{1cm}^{10\%}$)50以上で、その表示量の90～110%を含む。
性状	本品は、褐～暗褐色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。	本品は、褐色のペースト、粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。
確認試験		
中性	本品の表示量から、色価50に換算して1gに相当する量を量り、クエン酸緩衝液(pH7.0)500mLを加えて溶かした液は、帯黄褐～帯赤褐色を呈する。	本品の表示量から、色価50に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH7.0)500mlを加えて溶かした液は、黄褐～赤褐色を呈する。
鉄反応性	本品の表示量から、色価50に換算して1gに相当する量を量り、水を加えて溶かし、500mLとする。この液10mLに塩化鉄(III)溶液(1→10)1mLを加えるとき、褐～暗褐色を呈する。	本品の表示量から、色価50に換算して1gに相当する量を取り、水を加えて500mlとし、この溶液10mlに塩化第二鉄溶液(1→10)1mlを加えるとき、褐～暗褐色に変わる。
塩化亜鉛反応性	本品の表示量から、色価50に換算して0.8gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム(1→250)溶液を加えて溶かし、100mLとする。この液5mLに塩酸(9→1000)10mLを加え、pH試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0)0.1mLを加えて攪拌後、栓をして50℃で20分間加温し、必要に応じて毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、褐～暗褐色の沈殿を生じる。	本品の表示量から、色価20に換算して2gに相当する量を取り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて溶解後、100mlに定容し、この溶液5mlに0.1mol/L塩酸10mlを加え酸性にした液に、5%塩化亜鉛(pH3.0)水溶液(塩化亜鉛1gを秤量し、水19gを加え、塩酸(1→2)でpH3.0に調整)100μlを加えてかくはん後、50℃20分間加熱し、毎分3,000回転で10分間遠心分離を行うとき、暗褐～褐色の沈殿を生じる。
純度試験		
重金属 (Pbとして)	項目削除	重金属 Pbとして40 μg/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)
鉛 Pbとして	10 μg/g以下(1.0g, 第1法)	10 μg/g以下(1.0g, 第1法)
ヒ素 As ₂ O ₃ として	4.0 μg/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)	4.0 μg/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

3.規格設定の根拠

①定義については、2009年に国立医薬品食品衛生研究所から「Cepaic acid, a novel yellow xanthylum pigment from the dried outer scales of the yellow onion *Allium cepa*」 Tetrahedron Letters 50(2009)4084-4086において、タマネギ色素の色素成分の単離と構造解析の報告がされた。今回の定義設定については作成要綱に従い、既存添加物リストの定義と異なることが示されたことから、主成分を削除することとした。また、粉末化されたものについては、デキストリン又は乳糖を含むことがあるため定義に入れた。

②色価は、市場調査を実施し「本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は、50以上でその表示量の90~110%を含む。」と決定した。

③性状は、市場流通している原体の性状を調査し決定した。また、作成要領に従いにおきの表現を統一した。

④確認試験

(1)、(2)は、タマネギ色素の性質を利用し確認試験とした。

(3)塩化亜鉛との反応性を利用し設定した。

⑤純度試験

(1) JECFAの一般的規格に準じ設定した。規格値に着いては確認中であるが $5.0 \mu\text{g/g}$ を超えるものもあり $10.0 \mu\text{g/g}$ 以下と設定した。

(2) 公定書の一般的な規格に準じ設定した。

⑥色価測定法 一般試験法に基づき設定した。

色価測定法においては、平成20年度 既存添加物の成分規格の設定に関する調査研究(日本食品添加物協会)及び第4版自主規格 正誤表にて訂正(日本食品添加物協会)を行った。

以上

別紙 3

タマネギ色素：食品添加物第 9 版公定書規格裏付けデータ

会社名	ロット	色価	性状	確認試験			純度試験		
				(1)緩衝液 溶解液	(2)塩化第二鉄 溶液	(3)塩化 亜鉛試液	(1)重金属	(2)鉛	(3)ヒ素
O社 (自社分析)	A 091005	254.0	適	適合	適合	適合	未実施	限度内 (外部分析 5.4ppm)	限度内
		256.5							
		257.0							
	B	251.2	適	適合	適合	適合	未実施	限度内 (外部分析 3.6ppm)	限度内
		252.4							
		251.0							
	C 091006	356.4	適	適合	適合	適合	未実施	限度内 (外部分析 3.5ppm)	限度内
		365.7							
		364.6							
	D	62.2	適	適合	適合	適合	未実施	限度内 (外部分析 0.27ppm)	限度内
		61.8							
		63.0							
	E	64.6	適	適合	適合	適合	未実施	限度内 (外部分析 0.17ppm)	限度内
		64.7							
		64.2							
S社 (自社分析)	A	72.0	適	適合	適合	-	適 (2.0 μg/g)	適 (0.5 μg/g 以下)	
		71.6							
		71.8							
	B	63.4	適	適合	適合	-	-	適 (2.0 μg/g)	適 (0.5 μg/g 以下)
		63.2							
		63.3							

タマネギ色素の定義変更について

日本食品添加物協会
第2部会(着色料)

1. 定義

第4版既存添加物自主規格：本品は、タマネギ(*Allium cepa* Linne')のりん茎から得られた、クエルセチン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。

青字の個所変更 ↓

変更案：本品は、タマネギ(*Allium cepa* Linné)のりん茎から得られたものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

2. 色素成分

国立医薬品食品衛生研究所から「Cepaic acid, a novel yellow xanthylum pigment from the dried outer scales of the yellow onion *Allium cepa*」 Tetrahedron Letters 50(2009)4084-4086 において、タマネギ色素の色素成分の単離と構造解析の報告がされた。

Abstract

黄色タマネギ外皮からキササンチリウム構造を持つ新規黄色成分を単離し、ESI-MS と 2次元 NMR スペクトルの解析により 9-carboxy-1,3,6,8-tetrahydroxyxanthylum (Cepaic acid) と推定した。また、乾燥した外皮に様々なクエルセチンの酸化物が含まれることが知られ、今回構造決定された xanthylum 塩黄色成分もケルセチンのフロログルシノール誘導体から自動酸化でグリオキシル酸が生成し、求核反応により生成した成分と考える。

今回の定義設定については、既存添加物リストの定義と異なることが示されたことから、公定書第9版食品添加物記載の主成分を削除することとした。(資料1)

2) 結論

タマネギ色素の主成分ケルセチンについては、着色料としての効果がないことが設定当初から指摘されていた。しかしながら、成分分析が進まなかったことから訂正に至らない状況であった。今回、国立医薬品食品衛生研究所から出された「Cepaic acid, a novel yellow xanthylum pigment from the dried outer scales of the yellow onion *Allium cepa*」 Tetrahedron Letters 50(2009)4084-4086 より公定書第9版食品添加物の規格案の定義部分において、主成分ケルセチンを削除することが妥当と考えられる。

3. 安全性試験

平成8年に既存天然添加物の安全性評価に関する調査研究(主任研究者 林 裕造 北里大学薬学部客員教授)において、平成8年4月16日に告示された既存の天然添加物の489品目について、国際的な評価結果及び欧米での許認可状況の調査を行うとともに、安全性試験成績を収集し、その試験結果の評価を行うことにより、既存の天然添加物の基本的な安全性について検討された。この中にタマネギ色素についての報告がある。(資料2)

資料については本報告書には未添付として報告している。

以上

自主規格

研究年月日：2010年4月～2011年2月17日

研究者名：日本食品添加物協会 第二部会

ヤエガキ醗酵技研株式会社

既存添加物 着色料「タマリンド色素」ヒ素添加回収試験の回収率指摘の件

第9版食品添加物公定書新規収載既存添加物候補品目の成分規格素案の検証において、候補品目の「タマリンド色素」のヒ素添加回収検証結果において、ヒ素の検液調整法の妥当性を検証する必要があるとの指摘を受け、検液調整法を再検討し報告する。

目的：タマリンド色素の外部検証機関である「(財)岡山県健康づくり財団」の検証結果では、ヒ素添加回収試験において回収率が50%に達しないとの指摘を受けた。また、検液調整法において自主規格の調整方法とは別に湿式分解法の妥当性も検証する必要があるとの指摘を受け、タマリンド色素のヒ素分析法において、既存の方法（第4版自主規格に準じた方法）と新規の湿式分解法での検液調整の妥当性を検討することを目的とする。

ヒ素の定量試験実施方法：基本操作は、公定書第8版「ヒ素試験法」に沿って試験を実施した。

1) 検液調整方法

1) - 1 自主規格第4版「タマリンド色素」の項の記載方法

「0.50g 第3法 装置B」にて実施した。

1) - 2 湿式分解方法

公定書第8版「重金属試験法 0.50g 第2法」の灰化方法を適応した。

2) 添加回収試験

- ・最初に、規格値のヒ素標準液を試料に添加してから所定の試験操作を行う。次の計算式から回収率を算出する。計算には2回の操作で得られたヒ素含量の平均値を使用する。

$$\text{回収率} = \frac{\text{ヒ素を添加した試料中のヒ素含量} - \text{ヒ素を添加していない試料中のヒ素含量}}{\text{添加したヒ素量}} \times 100(\%)$$

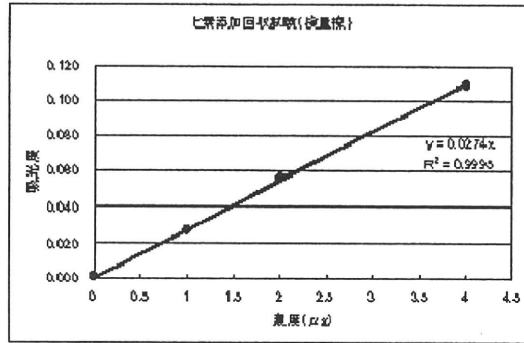
- ・添加回収試験を2回行う。

- 3) 試験サンプル
- ・タマリンド色素 レッドA (ロット090406)
 - ・タマリンド色素 ブラックA (ロット091006)
- *共に検証試験に供した保存サンプルを用いた。

結果：

1) 検量線の妥当性確認

類別	ヒ素標準液 添加量	検液に添加した ヒ素濃度(μg)	吸光度	溶媒ブランクを 差し引いた吸光度
検量線0	検液の溶媒のみ (溶媒ブランク)	0	0.000	0.000
検量線1	1ml	1	0.027	0.027
検量線2	2ml	2	0.056	0.056
検量線4	4ml	4	0.109	0.109



2) 各検液調整方法でのヒ素添加回収結果

<サンプル名>タマリンド色素 レッドA (ロット090406)

1) - 1 自主規格第4版に準じた方法

類別	試料採取量(g) W	試料へ添加した ヒ素の量(μg)	吸光度		検出したヒ素の量 (μg) D	D-(C×W)	平均値(μg)
			溶媒ブランクを差し引いた吸光度	溶媒ブランクを差し引いた吸光度			
公定書法 (乾式)	0.5009	2.000	0.0512	0.0512	1.869	1.851	1.813
			0.0491	0.0491			
	0.5013	2.000	0.0491	0.0491	1.792	1.774	
			0.0491	0.0491			
		溶媒ブランク 0.001	試料中の含有量 (μg/g) C	0.036	回収率(%)	90.6	

1) - 2 公定書第8版「重金属試験法 第2法」の灰化方法・・・湿式分解法

類別	試料採取量(g) W	試料へ添加した ヒ素の量(μg)	吸光度		検出したヒ素の量 (μg) D	D-(C×W)	平均値(μg)
			溶媒ブランクを差し引いた吸光度	溶媒ブランクを差し引いた吸光度			
湿式	0.5001	2.000	0.0161	0.0161	0.588	0.561	0.753
			0.0266	0.0266			
	0.5016	2.000	0.0266	0.0266	0.971	0.944	
			0.0266	0.0266			
		溶媒ブランク 0.001	試料中の含有量 (μg/g) C	0.055	回収率(%)	37.7	

<サンプル名>タマリンド色素 ブラックA (ロット091006)

1) - 1 自主規格第4版に準じた方法

類別	試料採取量(g) W	試料へ添加した ヒ素の量(μg)	吸光度		検出したヒ素の量 (μg) D	D-(C×W)	平均値(μg)
			溶媒ブランクを差し引いた吸光度	溶媒ブランクを差し引いた吸光度			
公定書法 (乾式)	0.5013	2.000	0.0426	0.0426	1.555	1.537	1.603
			0.0462	0.0462			
	0.5003	2.000	0.0462	0.0462	1.686	1.668	
			0.0462	0.0462			
		溶媒ブランク 0.001	試料中の含有量 (μg/g) C	0.036	回収率(%)	80.1	

1) - 2 公定書第8版「重金属試験法 第2法」の灰化方法・・・湿式分解法

類別	試料採取量(g) W	試料へ添加した ヒ素の量(μg)	吸光度		検出したヒ素の量 (μg) D	D-(C×W)	平均値(μg)
			溶媒ブランクを差し引いた吸光度	溶媒ブランクを差し引いた吸光度			
湿式	0.5007	2.000	0.0201	0.0201	0.734	0.716	0.869
			0.0285	0.0285			
	0.5010	2.000	0.0285	0.0285	1.040	1.022	
			0.0285	0.0285			
		溶媒ブランク 0.001	試料中の含有量 (μg/g) C	0.036	回収率(%)	43.5	

考察：

タマリンド色素におけるヒ素試験法の検液調整方法を既存の自主規格第4版の方法と湿式分解法との比較の結果、外部検証機関である「(財)岡山県健康づくり財団」の検証結果とは異なり、既存の方法で良好な回収率となった。また、湿式分解法の検液調整法では、回収率が50%に達しない結果となった。

また、他の新規収載品目候補(着色料)においても、上記「(財)岡山県健康づくり財団」以外でのヒ素添加回収検証結果では、既存の方法で良好な結果を得ていることから、上記の結果も踏まえてタマリンド色素のヒ素試験法は、自主規格第4版の既存の手法で問題ないと判断した。

以上

「第9版 食品添加物公定書」新規収載候補品目資料

1. 成分規格名(食品添加物名)

タマリンド色素

2. 成分規格(案)概要

規格項目	規格概要
定義	本品は、タマリンド(<i>Tamarindus indica</i> Linne)種子から得られたものである。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20以上で、その表示量の90~110%を含む。
性状	本品は、帯赤褐~暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なにおいがある。
確認試験	
(1) 本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を量り、水100mLを加えて溶かした液は、帯赤褐~暗褐色を呈する。	
(2) 本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を量り、水を加えて100mLとし、この溶液5mLに塩酸2~3滴を加えて放置するとき、帯赤褐~暗褐色の沈殿を生じる。	
(3) 本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を取り、水を加えて100mLとし、この溶液5mLに塩化鉄(III)溶液(1→50) 2mLを加えるとき、暗褐色を呈する。	
(4) 本品の表示量から、色価20に換算して1gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液(1→250)を加えて溶かし、100mLとする。この液5mLに塩酸(9→1000) 10mLを加え、pH試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0) 0.1mLを加えて攪拌後、栓をして50℃で20分間加温し、必要に応じて毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、帯赤褐~暗褐色の沈殿を生じる。	
純度試験	
(1) 鉛 Pb として	2.0 μ g/g 以下(5.0g, 第1法)
(2) ヒ素 As ₂ O ₃ として	4.0 μ g/g 以下(0.50g, 第3法, 装置B)

3. 成分規格(案)

別紙1のとおり

4. 国際規格等(JECFA、FCC、日局、局外規、外原規、薬添規、及び第4版既存添加物自主規格)の有無及び規格設定の根拠

別紙2のとおり

国際規格等:第4版既存添加物自主規格

5. 試験法検証作業完了項目

検証データ 別紙3

6. 裏付け資料

未添付

7. 特性、溶解性、用途等

未添付

8. 特記事項

なし

以上

別紙 1

タマリンド色素

既存添加物

Tamarind Color

定義 本品は、タマリンド(*Tamarindus indica* Linné)種子から得られたものである。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($E_{1\text{cm}}^{10\%}$)は20以上で、その表示量の90～110%を含む。

性状 本品は、帯赤褐～暗褐色の粉末、塊、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2.5gに相当する量を量り、水100mLを加えて溶かした液は、帯赤褐～暗褐色を呈する。

(2) 本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を量り、水を加えて100mLとし、この溶液5mLに塩酸2～3滴を加えて放置するとき、帯赤褐～暗褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を取り、水を加えて100mLとし、この溶液5mLに塩化鉄(III)溶液(1→50) 2mLを加えるとき、暗褐色を呈する。

(4) 本品の表示量から、色価20に換算して1gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液(1→250)を加えて溶かし、100mLとする。この液5mLに塩酸(9→1000) 10mLを加え、pH試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0) 0.1mLを加えて攪拌後、栓をして50℃で20分間加温し、必要に応じて毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、帯赤褐～暗褐色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2.0g/g以下(5.0g, 第1法)

(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)

色価測定法 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、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、クエン酸緩衝液(pH7.0)/水混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、必要があれば毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。水を対照とし、液層の長さ1cmで波長500nmにおける吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。

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

試薬・試液

塩化亜鉛試液(pH3.0) 塩化亜鉛 1g を秤量し、水 19g を加え、塩酸(1→2)で pH3.0 に調整する。

別紙 2

規格対比表及び規格設定根拠

1.成分規格名：タマリンド色素

2.規格対比表

項目	第9版規格（案）	第4版 既存添加物自主規格
名称	タマリンド色素	タマリンド色素
色価	本品の色価($E_{1cm}^{10\%}$)は20以上で、その表示量の90～110%を含む。	本品の色価は($E_{1cm}^{10\%}$)は20以上で、その表示量の90～110%を含む。
性状	本品は、帯赤褐～暗褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。	本品は、赤褐～暗褐色の粉末、塊、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		
色調	本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を量り、水100mLを加えて溶かした液は、帯赤褐～暗褐色を呈する。	本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量をとり、水100mlを加えて溶かした液は、赤褐～暗褐色を呈する。
酸性	本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量を量り、水を加えて100mLとし、この溶液5mLに塩酸2～3滴を加えて放置するとき、帯赤褐～暗褐色の沈殿を生じる。	本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量をとり、水を加えて100mlとし、この溶液5mlに塩酸2～3滴を加えて放置するとき、赤褐～暗褐色の沈殿を生じる。
鉄反応性	本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量をとり、水を加えて100mLとし、この溶液5mLに塩化鉄(III)溶液(1→50)2mLを加えると、暗褐色を呈する。	本品の表示量から、色価20に換算して2.5gに相当する量をとり、水を加えて100mlとし、この溶液5mlに塩化第二鉄溶液(1→50)を2ml加えると、暗褐色を呈する。
塩化亜鉛反応性	本品の表示量から、色価20に換算して1gに相当する量を量り、水酸化ナトリウム溶液(1→250)を加えて溶かし、100mLとする。この液5mLに塩酸(9→1000)10mLを加え、pH試験紙などで酸性であることを確認し、更に塩化亜鉛試液(pH3.0)0.1mLを加えて攪拌後、栓をして50℃で20分間加温し、必要に応じて毎分3000回転で10分間遠心分離を行うとき、帯赤褐～暗褐色の沈殿を生じる。	本品の表示量から、色価20に換算して1gに相当する量をとり、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて溶解後、100mlに定容し、この溶液5mlに0.1mol/L塩酸10mlを加え酸性にした液に、5%塩化亜鉛(pH3.0)水溶液(塩化亜鉛1gを秤量し、水19gを加え、塩酸(1→2)でpH3.0に調整)100μlを加えてかくはん後、50℃20分間加熱し、毎分3,000回転で10分間遠心分離を行うとき、赤褐～暗褐色の沈殿を生じる。
純度試験		
重金属 (Pbとして)	項目削除	40 μg/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)
鉛	2.0 μg/g以下 (5.0g, 第1法)	10 μg/g以下 (1.0g, 第1法)
ヒ素 (As ₂ O ₃ として)	4.0 μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)	4.0 μg/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

3.規格設定の根拠

①定義は、作成要領に従い、既存添加物リストの定義及び基原・製法・本質に準じて設定した。また、粉末化されたものについては、デキストリン又は乳糖を含むことがあるため定義に入れた。

②色価は、市場調査を実施し「本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は、20 以上でその表示量の 90～110%を含む。」と決定した。

③性状は、市場流通している原体の性状を調査し決定した。また、作成要領に従いにおいの表現を統一した。

④確認試験

(1)、(2)、(3)、(4)は、タマリンド色素の性質を利用し確認試験とした。

(4)においては、平成 19 年度 既存添加物の規格化に関する調査研究(日本食品添加物協会)にて規格見直しを行い設定した。

*確認試験(4)については、塩化亜鉛試薬を添加、加熱することで十分沈殿の発生が確認できたことより、遠心操作を必須とせず、必要に応じてとした。

⑤純度試験

(1)JECFA の一般的規格に準じ設定した。

(2)公定書の一般的な規格に準じ設定した。

*ヒ素試験の検液調整法の妥当性については、現状の調整法で問題ないと考察され、現状のままとした。この妥当性の確認の検証結果は、平成 22 年度厚生科学研究に報告。

⑥色価測定法 一般試験法に基づき設定した。

以上

別紙 3

タマリンド色素：食品添加物第 9 版公定書規格裏付けデータ

レッドタイプ及びブラックタイプとも 3 ロット分 3 回分析

サンプル名	ロット	分析回数	色価	性状	確認試験				純度試験				
					(1)	(2)	(3)	(4)	(1)	(2)			
タマリンド色素 (レッド) 自社分析及び一部外部 機関委託	A (090406)	1	132.5	適	適	適	適	適	適	適	適 (0.05 μg/g 未満)	適 (2 μg/g 未満)	
		2	132.0	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (0.05 μg/g 未満)	適 (2 μg/g 未満)
		3	132.2	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
	B (091122)	1	138.2	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (0.05 μg/g 未満)	適 (2 μg/g 未満)
		2	137.9	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		3	137.5	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
	C (091126)	1	134.6	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		2	135.1	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		3	134.5	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
タマリンド色素 (ブラック) 自社分析及び一部外部 機関委託	A (091006)	1	117.0	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)	
		2	117.2	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)	
		3	117.9	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)	
	B (090618)	1	115.7	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		2	115.0	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		3	115.5	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
	C (091126)	1	117.1	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		2	116.5	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)
		3	116.8	適	適	適	適	適	適	適	適	適	適 (2 μg/g 未満)

「第9版 食品添加物公定書」新規収載候補品目資料

研究年月日：2010年4月～2011年2月17日

研究者名：日本食品添加物協会 第二部会

ヤエガキ醗酵技研株式会社

1. 成分規格名(食品添加物名)

ベニコウジ黄色素

2. 成分規格(案)概要

規格項目	規格概要
定義	ベニコウジカビ(<i>Monascus purpureus</i>)の培養液から得られた、キサントモナシン類を主成分とするものである。
色価	本品の色価($E_{1cm}^{10\%}$)は70以上で、その表示量の90～110%を含む。
性状	本品は、黄～帯黄褐色の粉末、塊、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70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール100mLを加えて溶かした液は、黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。	
(2) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLを加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(1→25) 1mLを加えて振り混ぜるとき、赤褐色に変わる。	
(3) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLを加えて溶かし、更に硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき、黄～帯黄褐色の濁りを生ずる。	
(4) 本品を50vol%エタノールに溶かした液は、波長458～468nmに極大吸収部がある。	
(5) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール10mLを加えて溶かす。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液5 μ Lを量り、対照液を用いず、3-メチル-1-ブタノール/エタノール/水/アンモニア水混液(4:4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、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、観察するとき、 R_f 値が0.8付近に蛍光を帯びた黄色のスポットを認め、紫外線(波長366nm付近)を照射するとき、このスポットは黄緑色の蛍光を発する。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。	
純度試験	
(1) 鉛 Pb として	2.0 μ g/g以下(5.0g, 第1法)
(2) ヒ素 As ₂ O ₃ として	4.0 μ g/g以下(0.50g, 第3法, 装置B)

3. 成分規格(案)

別紙1のとおり

4. 国際規格等(JECFA、FCC、日局、局外規、外原規、薬添規、及び第4版既存添加物自主規格)の有無及び規格設定の根拠

別紙2のとおり

国際規格等:第4版既存添加物自主規格

5. 試験法検証作業完了項目

検証データ 別紙3

6. 裏付け資料

未添付

7. 特性、溶解性、用途等

未添付

8. 特記事項

なし

以上

別紙 1

ベニコウジ黄色素

既存添加物

Monascus Yellow

モナスカス黄色素

定 義 本品は、ベニコウジカビ(*Monascus purpureus*)の培養液から得られた、キサントモナシン類を主成分とするものである。

色 価 本品の色価($E_{1cm}^{1.0\%}$)は70以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は、黄~帯黄褐色の粉末、塊、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70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール100mLを加えて溶かした液は、黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLを加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(1→25) 1mLを加えて振り混ぜるとき、赤褐色に変わる。

(3) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLを加えて溶かし、更に硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき、黄~帯黄褐色の濁りを生ずる。

(4) 本品を50vol%エタノールに溶かした液は、波長458~468nmに極大吸収部がある。

(5) 本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール10mLを加えて溶かす。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液5 μ Lを量り、対照液を用いず、3-メチル-1-ブタノール/エタノール/水/アンモニア水混液(4:4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、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、観察するとき、R_f値が0.8付近に蛍光を帯びた黄色のスポットを認め、紫外線(波長366nm付近)を照射するとき、このスポットは黄緑色の蛍光を発する。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。

純度試験

(1) 鉛 Pbとして2.0 μ g/g以下(5.0g, 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)

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 50vol%エタノール

測定波長 波長 458~468nm の極大吸収部

試薬・試液

なし(第8版食品添加物公定書に既載)

別紙 2

規格対比表及び規格設定根拠

1.成分規格名：ベニコウジ黄色素

2.規格対比表

項目	第9版規格（案）	第4版 既存添加物自主規格
名称	ベニコウジ黄色素	ベニコウジ黄色素
色価	本品の色価($E_{1cm}^{10\%}$)は70以上で、その表示量の90～110%を含む。	本品の色価($E_{1cm}^{10\%}$)は70以上で、その表示量の90～110%を含む。
性状	本品は、黄～帯黄褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。	本品は、黄～帯黄褐色の粉末、塊、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		
色調	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール100mLを加えて溶かした液は、黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量をとり、エタノール100mlを加えて溶かした液は、黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。
アルカリ性	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLを加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(1→25)1mLを加えて振り混ぜるとき、赤褐色に変わる。	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量をとり、水5mlを加えて溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(1→25)1mlを加えて振り混ぜるとき、赤褐色に変わる。
酸性	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、水5mLを加えて溶かし、更に硫酸0.1mLを加えて振り混ぜるとき、黄～帯黄褐色の濁りを生ずる。	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量をとり、水5mlを加えて溶かし、更に硫酸0.1mlを加えて振り混ぜるとき、黄～黄褐色の濁りを生ずる。
極大吸収波長	本品を50vol%エタノールに溶かした液は、波長458～468nmに極大吸収部がある。	本品を50vol%エタノールに溶かした液は、波長458～468nmに極大吸収部がある。
薄層クロマトグラフィー	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量を量り、エタノール10mLを加えて溶かす。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液5 μ Lを量り、対照液を用いず、3-メチル-1-ブタノール/エタノール/水/アンモニア水混液(4:4:2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、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、観察するとき、 R_f 値が0.8付近に蛍光を帯びた黄色のスポットを認め、紫外線(波長366nm付近)を照射するとき、このスポットは黄緑色の蛍光を発する。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。	本品の表示量から、色価70に換算して1gに相当する量をとり、エタノール10mlを加えて溶かした液を、毎分3,000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液5 μ Lを量り、対照液を用いず、3-メチル-1-ブタノール/エタノール/水/アンモニア水混液(4:4:2:1)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0.8付近に蛍光を帯びた黄色のスポットを認め、紫外線(波長366nm付近)を照射するとき、このスポットは黄緑色の蛍光を発する。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		
重金属 (Pbとして)	項目削除	40 μ g/g以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)
鉛 (Pbとして)	2.0 μ g/g以下 (5.0g, 第1法)	10 μ g/g以下 (1.0g, 第1法)
ヒ素 (As ₂ O ₃ として)	4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)	4.0 μ g/g以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

3.規格設定の根拠

①定義は、作成要領に従い、既存添加物リストの定義及び基原・製法・本質に準じて設定した。

定義に記載された色素成分については、新規の知見はなく、現状のままとしました。

②色価は、市場調査を実施し「本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は、70 以上で、その表示量の 90 ~ 110%を含む。」と決定した。

③性状は、市場流通している原体の性状を調査し決定した。また、作成要領に従いにおいの表現を統一した。

④確認試験

(1)、(2)、(3)は、ベニコウジ黄色素の性質を利用し確認試験とした。

(4)極大吸収波長においては実態調査を行い、設定した。

(5) 薄層クロマトグラフィーについては、他の黄色素との差別化も含め設定した。

⑤純度試験

(1)JECFA の一般的規格に準じ設定した。

(2)公定書の一般的な規格に準じ設定した。

⑥色価測定法 一般試験法に基づき設定した。

以上

別紙 3

ベニコウジ黄色素：食品添加物第 9 版公定書規格裏付けデータ

9 ロット分 1 回分析

サンプル名	ロット	色価	性状	確認試験					純度試験	
				(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(1)	(2)
ベニコウジ黄色素 A (自社分析及び一部 外部機関委託)	100506	165.7	適	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.78)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)
	100514	166.0	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.80)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
	100528	165.5	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.80)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
ベニコウジ黄色素 B (自社分析及び一部 外部機関委託)	1000427	185.8	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.80)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
	100608	192.1	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.80)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
	100614	189.0	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.80)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
ベニコウジ黄色素 C (自社分析及び一部 外部機関委託)	100511	187.8	適	適	適	適 (465.0nm)	適 (Rf 0.81)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
	100526	187.2	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.78)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	
	100623	185.5	適	適	適	適 (464.0nm)	適 (Rf 0.81)	適 (0.05 μ g/g 未満)	適 (2 μ g/g 未満)	