

研究要旨

1) 既存添加物の成分規格試験法に関する研究

既存添加物の成分規格の整備のため、基原の和名及び学名を調査した。既存添加物に特有の基原製法本質及びこれに関連する酵素の基原微生物の確認等についても継続的に調査した。また、既存添加物の成分規格試験法設定として、アナトー色素の成分規格改正のため、HPLCによる分析法の基礎情報を収集した。

2) 既存添加物の基原同定手法に関する研究

昨年度に引き続き、メタボロミクス解析等で多用されるMascot searchを利用して既存添加物酵素の基原についてトレーサブル体系の構築を検討した。酵素のタンパク質から得たペプチドから科学的に基原情報が一定の精度で得られることが可能であった。「香辛料抽出物」の規格作成にむけて、学名と標準和名の検討、海外規格の調査とその基原生物との比較、天然香料の基原生物との比較を行った。さらに、香辛料抽出物の定義の設定のため、収集した情報を元に基原の記載案を作成した。

3) 既存添加物の含有成分の構造解析に関する研究

既存添加物レイシ抽出物のTLC分析における指標成分について検討した。その結果、指標成分の候補としてlucidenic acid A及びlucidenic acid Dを見出した。

4) 既存添加物の含有成分解析に関する研究

日本食品添加物協会「既存添加物自主規格(第4版)」に記載されている既存添加物(チャ抽出物及びシタン色素)について、成分規格を検討した。これらの既存添加物に関して、シングルリファレンスHPLC定量法を構築した。分析対象物質の標品を用いなくても、相対モル感度を値付けすることで、簡便かつ再現性の高い定量法を適応することができた。

5) qNMRを用いた既存添加物の成分規格試験法に関する研究

既存添加物「香辛料抽出物」のうち、フェネグreek種子を原材料としたものの規格試験法へのアプローチとして、フェネグreekの指標成分として適切であろうtrigonellineの¹H-qNMRを用いた定量の検討を行い、フェネグreek種子の抽出物中に含まれるtrigonellineの¹H-qNMRを用いた定量法を確立した。また、コショウを原材料とした既存添加物の規格試験法へのアプローチとして、まず指標成分となりうる化合物piperineが¹H-qNMRの指標成分になりうるかの検討を行なった結果、trigonellineが指標成分になることがわかった。

6) qNMRを用いた既存添加物の分析手法に関する研究

既存添加物酵素処理ナリンジン中のナリンジン及び主要な糖転位ナリンジン類の定量に酵素処理ヘスペリジンの定量法に規定されているグルコアミラーゼを用いた定量法，さらにRMSを用いた定量法の適用を検討した。

7) 既存添加物の定量用標品の合成に関する研究

従来の分析化学の手法では含量規格の設定が困難な添加物について，代替物質の定性用又は定量用標準品の安定供給を目的とした化学合成ルートの確立について検討した。サフランなどに含まれるクロシンを含めた，カロテノイド化合物について，完全化学合成による合成ルートの確立を目標とし，反応条件等に関して検討した。

研究分担者

杉本直樹 国立医薬品食品衛生研究所
室長

増本直子 国立医薬品食品衛生研究所
研究員

天倉吉章 松山大学薬学部
教授

井之上浩一 立命館大学薬学部
准教授

永津明人 金城学院大学薬学部
教授

大槻崇 日本大学生物資源学部
専任講師

出水庸介 国立医薬品食品衛生研究所
部長

研究協力者

上田要一 日本食品添加物協会
専務理事

樋口彰 日本食品添加物協会
常務理事

卯津羅健作 日本食品添加物協会
第7部会長

林 清 東洋大学

教授

石附京子 国立医薬品食品衛生研究所

研究員

中島 馨 国立医薬品食品衛生研究所

研究員

西崎雄三 国立医薬品食品衛生研究所

研究員

好村守生 松山大学薬学部

准教授

辻巖一郎 国立医薬品食品衛生研究所

主任研究官

A. 研究目的

既存添加物 365 品目(枝番込み 382 品目，但し，香辛料抽出物を 1 品目(74 基原)とする)の内，第 9 版食品添加物公定書には 217 品目の成分規格が収載される。しかし，残り 164 品目(枝番込み)と香辛料抽出物 1 品目(74 基原)の成分規格が未設定であり，すなわち，既存添加物名簿に収載される全品目の内，国の成分規格が設定されるものは実質的に未だ半数以下に過ぎない。また，自主規格が設定されている品目に

についても、検証試験が不十分で信頼性が低い、有効性と有効成分が解明できていないもの等もあり、基原同定及び成分分析等を継続し、更に新しい概念に基づく評価・分析手法の導入を行う以外に、成分規格試験の設定、すなわち、既存添加物の品質確保は困難な状況にある。

昨年度に引き続き、本研究では、既存添加物の品質確保を目的に、(1) 成分規格が未設定である 164 品目及び香辛料抽出物(1 品目 74 基原)について、流通実態や自主規格の有無を調査する。(2) 基原が明確でないものについては基原種の調査を行う。また、含有成分や有効成分の解析を行い、成分規格試験法の設定に必要な指標成分を明らかとする。(3) 従来の分析化学の手法では含量規格の設定が困難なものについては、指標成分と同一の若しくは代替物質の定性用又は定量用標準品の全合成ルートを確立すると共に新規分析法の開発を行い、簡便且つ精確な規格試験法の設定を具現化する。(4) 分子生物学的手法を応用した酵素等の基原種の同定法を検討する。等、調査、基礎研究及びその応用による評価手法の確立を検討したので報告する。

B. 研究方法

1. 既存添加物の成分規格試験法に関する研究

1) 食品添加物公定書への既存添加物の新規収載を目標に、検証用規格及び自主規格を含め成分規格の整備状況、安全性試験実施状況、国内外規格の有無等を調査してきたが、今年度は、既存添加物の原料となる基原生物の学名調査を行った。すなわち、第 10 版収載候補品目の基原・製法・本質に記載される基原種について、削除、変更又は拡大の必要性の有無の調査を行った。また、酵素品目につい

ては、基原種の同定、分類、考え方について継続して調査した。

2) 既存添加物アナトー色素は色価によりその品質が規定されている。主色素成分としてビキシン又はノルビキシンの 2 つのタイプの製品が流通しており、それぞれの定量法の確立が望まれている。既存添加物アナトー色素の主色素成分であるビキシン(Bx)及びノルビキシン(Nb)の定量法を検討した。スダン I (S1)及びスダン II (S2)をシングルリファレンスとして、それぞれの相対モル感度(Relative Molar Sensitivity: RMS)を求めた。RMS を用いた HPLC/PDA 分析により、製品中の Bx 及び Nb の含量を求めた。また、絶対検量線法で得られた含量と比較した。

2. 既存添加物の基原同定手法に関する研究

1) 既存添加物酵素ヘミセルラーゼ 7 製品を試料とした。製品に付帯する基原情報と Mascot search で同定した基原情報を比較・評価した。

2) 「香辛料抽出物」について、今後の規格作成に当たり、73 基原の基原生物に関する情報収集を行った。

3. 既存添加物の含有成分の構造解析に関する研究

1) レイシ抽出物の品質規格作成に向けた成分データの集積を目的に、薄層クロマトグラフィー(TLC)分析による検討を行った。また、各種カラムクロマトグラフィーによる分離精製を繰り返し、化合物の単離を行った。

4. 既存添加物の含有成分解析に関する研究

1) カテキン類の部分骨格に注目し、セサモール(SM)、ジメトキシフェノール(DMP)及びジメ

トキシベンゼン (DMB) を単一参照標準 (Single-Reference: SR) 候補化合物とした。次いで、8 種のカテキン類及び 3 種の SR 候補化合物について、絶対検量線を作成し、RMS を算出した。本分析法を用いて、チャ抽出物製品中における各カテキン類の定量を実施した。

2) シタン色素中のサンタリン A 及び B の HSCCC の分離分析条件を検討した。また、単離精製物について、HPLC 純度評価を実施した。

5. qNMR を用いた既存添加物の成分規格試験法に関する研究

1) フェネグリークを原材料とした既存添加物へのアプローチは、フェネグリークの特徴的な成分を trigonelline と同定した。¹H-qNMR により trigonelline 濃度を算出した。コショウを原材料とした既存添加物、piperine の ¹H シグナルが独立して観測される溶媒を検討した。3 位のシグナル積分値を CRM である 1,4-BTMSB-*d*₄ のシグナルと比較し、trigonelline 濃度を算出した。

6. qNMR を用いた既存添加物の分析手法に関する研究

1) 既存添加物の成分規格試験法の効率化及び精度の向上を目指し、成分規格が未設定の酵素処理ナリンジン中のナリンジン及び主要な糖転位ナリンジン類の定量分析法として RMS を応用した方法を検討した。

7. 既存添加物の定量用標品の合成に関する研究

1) クロシンを合成標的とし、crocetin などのジ

カルボン酸を中間体として、①立体選択的な合成法、②縮合剤を用いた反応に関して検討を実施した。

C. D. 研究結果及び考察

1. 既存添加物の成分規格試験法に関する研究

1) 第 9 版食品添加物公定書未収載品について定義、製法、本質の基原生物の調査を行い、記載案を作成し、その理由・根拠をまとめた。酵素品目については、昨年度に引き続き、基原としての微生物について分類学の発達に伴う呼称の変更等への対応及び留意点について調査した結果をまとめた。

2) 添加物アナトー色素は色価によりその品質が規定されている。主色素成分として Bx 又は Nb の 2 つのタイプの製品が流通しており、それぞれの定量法の確立が望まれている。S1 及び S2 の 2 種を用い、それぞれの RMS を決定した。内標準物質として S1 及び S2 を用い、RMS との関係から Bx 及び Nb の含量を求めた結果、同一であった。食品添加物公定書の定量法として採用することを想定した場合、Bx と Nb の間に溶出する保持時間の短い S1 が内標準物質として適当であると考えられた。

2. 既存添加物の基原同定手法に関する研究

1) ペプチドを指標とした酵素製品の基原同定法について検討した。ヘミセルラーゼ 7 製品を試料とした。7 製品中 3 製品で酵素品目名と基原が一致するタンパク質がヒットした。他の 4 製品については、使用したデータベースに目的の基原由来タンパク質の登録がなかった。

2) 「香辛料抽出物」の基原としてふさわしいと判断し提案した 73 基原生物案を提案した。

提案した基原生物種の学名及び和名は、研究方法の項に示すとおり、これまでの調査結果に従い、和名は Ylist, 学名は Tropicos で標準とされているものを採用した。

香辛料抽出物の基原生物となっている種には日本に自生していないものも多く、そもそも和名が存在しない種が多く存在した。このような場合、第 9 版公定書作成時には、和名の代わりに学名のラテン語読みをカタカナ表記で記載していた。しかし、香辛料抽出物には、1 品目中の基原種が多くそのほぼすべてに和名が存在しないといったケースがあり、学名のラテン語読みをカタカナ表記することでわかりにくくなるものが複数あった。学名がある時点で基原種は一義的であること、カタカナ表記にすることで余計な混乱が生じることやそれを上回るメリットが感じられないことから、今回の基原種名の提案では、和名のないものは学名のみを記載することも併せて提案した。

3. 既存添加物の含有成分の構造解析に関する研究

1) 既存添加物レイシ抽出物についての成分情報に関するデータは乏しい。レイシ抽出物の品質規格を設定するためには、少なくとも含有される特徴的な成分を同定し、それを指標とした試験法を設定する必要がある。この目的で、レイシ抽出物製品について各種カラムクロマトグラフィーを繰り返し、2 化合物を得た。構造解析した結果、それぞれ **lucidenic acid D**, **lucidenic acid A** と同定した。

4. 既存添加物の含有成分解析に関する研究

1) チャ抽出物中の 8 種のカテキン類の分離分

析を検討した。次いで、シングルリファレンス候補化合物を検討し、**SM**, **DMP** 及び **DMB** をシングルリファレンス候補化合物として選定した。次に、各シングルリファレンス候補化合物に対するカテキン類の **RMS** を求めた。算出した **RMS** を用いて、チャ抽出物中におけるカテキン類のシングルリファレンス **HPLC** 定量法を実施した。その結果、**UV** 検出器を用いたエピカテキンガレート及びエピガロカテキンガレートの定量値は、絶対検量線法と同等であり、シングルリファレンスの添加濃度を変更しても定量値の変化はごく僅かであった。**FL** 検出器を用いたエピカテキンの定量値を絶対検量線法と比較すると、**DMB** ではほぼ同等の定量値であったが、**SM** では大きく異なっていた。

2) シタン色素をヘキサン/酢酸エチル/メタノール/水溶液 (3/5/3/5, V/V)を用いて **HSCCC** による単離精製を検討した。その結果、270 mg のシタン色素から、サンタリン A 1.3 mg 及びサンタリン B 0.3 mg を単離精製することができた。また、これらについて **HPLC** 純度評価を実施した。

5. qNMR を用いた既存添加物の成分規格試験法に関する研究

1) 「香辛料抽出物」のうちフェネグリークを主な基原とする「香辛料抽出物」中の規格基準を策定する場合の指標成分として **trigonelline** を対象として $^1\text{H-qNMR}$ の測定を行った。**DSS-*d*₆**を認証標準物質として用い、**trigonelline** の 2 位の水素シグナルの積分値から含有率を算出した結果、単離によって得られた **trigonelline** 標品の **trigonelline** の含有率は $71.3 \pm 0.3\%$ 、フェネグリーク種

子中ではロットにより 0.36~0.38%, 合わせて測定を行ってみたコーヒー種子中では 0.29~0.39%という数値が得られ, その ^1H -qNMR 法を用いた定量で規格を定められる可能性を示した.

- 2) コショウなどの辛味成分である piperine の定量が 3 位プロトン(pyridine- d_5 中で 7.52 ppm)を用いて可能であることを示した. コショウを基原とする「香辛料抽出物」の規格基準の策定ができる可能性を示した.

6. qNMR を用いた既存添加物の分析手法に関する研究

- 1) RMS を用いた酵素処理ナリンジン中の主要な糖転位ナリンジン類(ナリンジンのグルコースの 3 位にグルコースが α -1,4 結合で順次 1~4 個結合した化合物)の定量への適用性について検討した. 酵素処理ナリンジンのグルコアミラーゼ処理により生成する成分のうち, α -glycosyl naringin (Naringin-G)は市販の定量用試薬が存在しないものの, Naringin-G とナリンジンの分子量比を係数として用いることにより, ナリンジンから Naringin-G の定量が可能となることが明らかとなった.

7. 既存添加物の定量用標品の合成に関する研究

- 1) 立体選択的なクロシン合成に関しては, 前年度で検討したルイス酸を使用した反応を実実施した. 結果としては反応基質であるジカルボン酸中間体の溶媒に対する溶解性の低さのため, 反応が進行しなかった. 一方, 縮合剤を用いた反応においては, 反応の進行が確認され, 連結対象である糖のアノマー位の立体を反映した生成物が得られることが示

唆された. 本手法により, クロシン類縁体を含むカロテノイド化合物の立体選択的な合成が可能となることで, 代替物質の定性用又は定量用標準品における品質の向上及び安定供給が期待できる.

E. 結論

1. 既存添加物の成分規格試験法に関する研究

- 1) 既存添加物の基原には様々な生物が用いられており, これらを正確に定義することは品質確保のために重要である. 食品添加物の新規指定や規格改正の手続きを円滑に進めるために, 「食品添加物の成分規格作成の解説」が既に公開されている. この解説の「3.6.2 化学的合成以外の添加物における定義~3.6.7 和名・学名の設定方法」に従い調査を行った. また, 酵素品目については, 基原の呼称変更等への対応及び留意点等を策定していく上で, 最新の科学技術による基原同定に関する情報をどのように考慮すべきか引き続き検討した.

- 2) 第 9 版食品添加物公定書には, 既存添加物「アナトー色素」の定量法として色価測定法が適用されている. HPLC を今後導入していくため, 主色素成分である Bx 及び Nb の定量用標品を必要としない方法として, 内標準物質 S1 又は S2 を用いた RMS を利用した方法を検討した. 現行法の色価測定法と提案する HPLC による定量値の差違を確認した結果, 現行法の色価測定法とほぼ同じ定量値を HPLC で導くことが可能であることが確認された. 指定添加物に分類される「水溶性アナトー」についても, 既存添加物「アナトー色素」に含有される Nb のカリウム塩又はナトリウム塩を主色素成分としていることか

ら、本法が適用可能と考えられた。

2. 既存添加物の基原同定手法に関する研究

- 1) 生物を原料とする食品添加物はその成分規格に基原種が規定され、安全性が確保される。したがって、規定された基原以外の製品を確認・監視できる手法の確立は重要な検討項目である。既存添加物(いわゆる天然添加物)である酵素の場合、その本質であるタンパク質から得たペプチドの質量情報と一致するものをデータベースから探索し、そのペプチドが帰属されるタンパク質の基原情報を確認する方法が有効と思われる。この考えに基づき、また基原同定法としての可能性を検討した結果、データベースの充実化とともに、本法はより精巧な解析が可能であると考えられた。
- 2) 既存添加物名簿収載品目の一つである香辛料抽出物について、規格案作成を見据えて基原の提案を行った。73種の基原について、食品添加物の成分規格作成の解説¹⁾に従いながら、基原種として相応しいと思われる和名や学名を整備した。必要に応じて、類似する品目であると予想される天然香料や海外規格と比較しながら基原種の取捨選択を行った。本研究で提案した基原種原案をもとに、今後流通実態などを考慮しながら加筆修正し、香辛料抽出物の成分規格案の一部として採用する予定である。

3. 既存添加物の含有成分の構造解析に関する研究

- 1) TLC分析により検出されるレイシ抽出物の特徴的な成分として、lucidenic acid A 及び D の2成分が見出された。また、HPLC分析に

よりこれら2成分以外の5成分(ganoderic acid A, B, C1, C2, H)のピークが認められた。

TLCによる確認試験では、一成分を指標とするのが相応しいが、レイシ抽出物については複数の成分を指標にする確認が適切であることが示唆された。

4. 既存添加物の含有成分解析に関する研究

- 1) チャ抽出物中のカテキン類の簡便且つ高精度な分析法を確立する目的で、シングルリファレンス HPLC の手法を検討した。シングルリファレンス候補化合物に対するカテキン類の RMS を求め、算出した RMS を用いて、チャ抽出物中におけるカテキン類のシングルリファレンス HPLC 定量法を実施した。その結果、UV 検出器を用いた場合、カテキン類が絶対検量線法と同等以上の精度で定量可能であることがわかった。
- 2) シタン色素中の主色素成分の定量法を構築する目的で、HSCCCによりサンタリン A 及び B の単離精製を試みた。サンタリン A 及び B の他、未知の色素成分が単離できた。未知の色素成分については更に検討が必要であると考えられた。

5. qNMR を用いた既存添加物の成分規格試験法に関する研究

- 1) 香辛料抽出物の成分規格を設定するために¹⁾H-qNMR を用いた基礎検討を行った。フェネグリークを基原とする「香辛料抽出物」中の規格基準を策定する場合の指標成分を検討し、フェネグリーク種子粉末中の trigonelline の定量条件を確立した。また、コショウについては、¹H-qNMR により piperine の定量が可能であることが確認できた。コシ

ヨウを基原とする「香辛料抽出物」の規格基準の策定ができる可能性を示した。

6. qNMR を用いた既存添加物の分析手法に関する研究

- 1) 成分規格試験が未設定である酵素処理ナリンジンについて、第9版食品添加物公定書に記載されている酵素処理ヘスペリジンの定量法に規定されているグルコアミラーゼを用いた定量法及び昨年度の検討結果を参考に、この定量法の確立に関する検討を行った。また、グルコアミラーゼ処理により生成するナリンジン及び Naringin-G の含量及び α -グルコシル残基量を合算することにより、酵素処理ナリンジン製品中の総ナリンゲニン配糖体含量の正確な定量が可能であることが明らかとなった。

7. 既存添加物の定量用標品の合成に関する研究

- 1) 食品添加物は分析用の標品入手が困難であり、定量分析法においてはクロマトグラフ法と比較して正確性に欠ける比色法、色価測定法が設定されている。既存(天然)添加物の規格試験設定をおこなうためには、「化学合成による既存添加物の定量用標品及び内部標準物質の安定供給」が重要となる。そこで、カロテノイド類を中心とした標品の化学的合成ルートの確立を目的に、クロシン類縁体の合成を検討した。今後、立体選択的な合成することで定量に用いる代替物質及び標品の安定供給が可能となると考えられる。

F. 健康危機情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

- 1) 増本直子, 西崎雄三, 石附京子, 中島馨, 杉本直樹, 多田敦子, 曹永暁, 小川久美子, 佐藤恭子: 香料 2,4-ジメチル-4-フェニルテトラヒドロフランの異性体存在比の決定. 食品化学学会誌, **2019**; 26: 63-67.
- 2) Masumoto N, Nishizaki Y, Maruyama T, Igarashi Y, Nakajima K, Yamazaki T, Kuroe M, Numata M, Ihara T, Sugimoto N, Sato K: Determination of perillaldehyde in perilla herbs using relative molar sensitivity to single-reference diphenyl sulfone. *J. Nat. Med.*, **2019**; 73: 566-576.
- 3) Suwannarach N, Kumla J, Nishizaki Y, Sugimoto N, Meerak J, Matsui K, Lumyong S: Optimization and characterization of red pigment production from an endophytic fungus, *Nigrospora aurantiaca* CMU-ZY2045, and its potential source of natural dye for use in textile dyeing. *Appl. Microbiol. Biotechnol.*, **2019**; 103: 6973-6987.
- 4) Nishizaki Y, Masumoto N, Nakajima K, Ishizuki K, Yamazaki T, Kuroe M, Numata M, Ihara T, Sugimoto N, Sato K.: Relative molar sensitivities of carnosol and carnosic acid with respect to diphenylamine allow accurate quantification of antioxidants in rosemary extract. *Food Add. Contam., A*. **2019**; 36: 203-211.
- 5) 水本俊行, 中野扶佐子, 西崎雄三, 増本直子, 杉本直樹: 相対モル感度を利用したヒハツ抽出物中のピペリン類の HPLC 定量分析. 食衛誌, **2019**; 60: 134-144.
- 6) 政田さやか, 水野沙稀, 小谷彩加, 藤原裕未, 内山奈穂子, 袴塚高志, 永津明人: ピペリン

及びモノグルコシルヘスヘペリジンを機能性関与成分とする機能性表示食品の製剤学的品質評価と溶出試験法の検討. *日食化誌*, 2019; **26**: 147-152.

2. 学会発表

- 1) 末松孝子, 小松孝典, 細江潤子, 内山奈穂子, 三浦亨, 鈴木裕樹, 山田裕子, 五十嵐靖, 丸山剛史, 嶋田典基, 日向野太郎, 杉本直樹, 合田幸広: 定量 NMR 法における試料調製条件の一考察: 吸湿性試薬の場合. 第 86 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会, 第 110 回 計測自動制御学会力学量計測部会, 第 36 回 合同シンポジウム (2019.6.14)(京都市).
- 2) 増本直子, 西崎雄三, 丸山剛史, 五十嵐靖, 中島馨, 細江潤子, 内山奈穂子, 高岡真也, 吉田佐奈枝, 三浦亨, 山田裕子, 日向野太郎, 末松孝子, 小松功典, 嶋田典基, 山崎太一, 黒江美穂, 沼田雅彦, 井原俊英, 杉本直樹, 佐藤恭子, 合田幸広: 指標成分ペリラルデヒドの易分解性を考慮した局方生薬ソヨウの新しい分析法. 第 86 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会, 第 110 回 計測自動制御学会力学量計測部会, 第 36 回 合同シンポジウム(2019.6.13)(京都市).
- 3) 合田幸広, 小出達夫, 細江潤子, 内山奈穂子, 杉本直樹, 村林美香, 小野誠, 小林謙吾, 藤峰慶徳, 横瀬俊幸, 清水仁, 大藤克也, 長谷部隆, 浅井由美, 江奈英里, 菊池純子, 清田浩平, 藤田和弘, 牧野吉伸, 八十歩直子, 小幡泰子, 山田裕子, 鈴木裕樹, 三浦亨, 水井浩司, 朝倉克夫, 末松孝子: 定量 NMR は, マスバランス法より標準物質の定量においてより経済的である. 第 86 回日本分析化学会有機微量分析研究懇談会, 第 110 回 計測自動制御学会力学量計測部会, 第 36 回 合同シンポジウム (2019.6.13)(京都市).
- 4) 高橋未来, 高木映里, 西崎雄三, 増本直子, 杉本直樹, 佐藤恭子, 井之上浩一: カテキン類の一斉分析を目指したシングルリファレンス HPLC 定量法の開発 日本食品化学学会第 25 回総会・学術大会(2019.6)(松本市).
- 5) 松岡聖朗, 大槻崇, 藤裕志郎, 松下明里, 松田美優, 西崎雄三, 増本直子, 杉本直樹, 佐藤恭子, 松藤寛: $^1\text{H-qNMR}$ に基づく相対モル感度を用いたゴマ若葉抽出物等に含まれるアクテオシドの定量について. 食品化学学会第 25 回総会・学術大会 (2019.6.7)(松山市).
- 6) 松岡聖朗, 大槻崇, 石附京子, 藤佑志郎, 西崎雄三, 増本直子, 杉本直樹, 佐藤恭子, 松藤寛: フラバノン配糖体定量分析への $^1\text{H-qNMR}$ に基づく相対モル感度法の応用. 日本食品科学工学会第 65 回大会 (2019.8.31)(札幌市).
- 7) 水野沙稀, 藤原裕未, 内山奈穂子, 袴塚高志, 永津明人, 政田さやか: 機能性表示食品の品質評価に関する研究(5): イチョウ葉エキスに由来する機能性表示食品の崩壊性と溶出性について. 第 8 回食品薬学シンポジウム (2019.10.18.)(静岡市).
- 8) 小泉茉友, 中島馨, 増本直子, 鈴木俊宏, 兎川忠靖, 杉本直樹, 佐藤恭子: 標品不要! ステビオール配糖体の一斉定量分析. 第 5 回次世代を担う若手のためのレギュラトリーサイエンスフォーラム

- (2019.9.14)(東京).
- 9) 酒井有希, 増本直子, 大槻崇, 松藤寛, 杉本直樹, 佐藤恭子: 機能性表示食品中のルテインの SI トレーサブルな定量分析法の検討. 第 5 回次世代を担う若手のためのレギュラトリーサイエンスフォーラム (2019.9.14)(東京).
 - 10) 長久保直也, 建部千絵, 石附京子, 増本直子, 大槻崇, 松藤寛, 多田敦子, 杉本直樹, 佐藤恭子: Single Reference HPLC 法を用いた食用タール色素中の不純物の定量. 第 5 回次世代を担う若手のためのレギュラトリーサイエンスフォーラム(2019.9.14)(東京).
 - 11) 内山奈穂子, 細江潤子, 杉本直樹, 五十嵐靖, 丸山剛史, 三浦亨, 水井浩司, 山田裕子, 末松孝子, 小松功典, 日向野太郎, 嶋田典基, 合田幸広: 日本薬局方・定量用試薬の規格化を目的とした定量 NMR を用いたエボジアミン及びマンギフェリンの絶対純度の測定. 日本生薬学会第 66 回年会 (2019.9.22)(東京).
 - 12) Uchiyama N, Masumoto N, Hosoe J, Sugimoto N, Maruyama T, Igarashi Y, Suematsu T, Komatsu T, Yamada Y, Takaoka S, Miura T, Mizui K, Higano T, Shimada N, Goda Y: Determination of perillaldehyde in perilla herbs based on relative molar sensitivity (RMS) using a combination of ¹H-quantitative NMR and HPLC/UV. GA2019 (67th International Congress and Annual Meeting of the Society for Medicinal Plant and Natural Product Research) (2019.9.3) (Innsbruck).
 - 13) Miura T, Sugimoto N, Suematsu T: General rules for quantitative NMR spectroscopy (JIS K0138:2018). qNMR summit 2019 (2019.10.2) (Rockville).
 - 14) Saito T, Suematsu T, Sugimoto N: Progress in proposal of an ISO standard for purity assessment by qNMR. qNMR summit 2019 (2019.10.2) (Rockville).
 - 15) Nishizaki Y: External Standardization in qNMR. qNMR summit 2019 (2019.10.2) (Rockville).
 - 16) 石附京子, 増本直子, 西崎雄三, 杉本直樹, 佐藤恭子: 食品添加物規格基準データベースの作成と公開. 第 56 回全国衛生化学技術協議会年会(2019.12.6)(広島市).
 - 17) 多田敦子, 堀江正一, 関戸晴子, 橋口成喜, 小林千種, 杉浦潤, 大槻崇, 中島安基江, 濟田清隆, 久保田浩樹, 建部千絵, 柳本登紀子, 寺見祥子, 杉本直樹, 佐藤恭子: 食品中の食品添加物分析法改正に向けた検討 (平成 30 年度). 第 56 回全国衛生化学技術協議会年会(2019.12.6)(広島市).
 - 18) 内山奈穂子, 細江潤子, 石附京子, 杉本直樹, 小出達夫, 村林美香, 小野誠, 小林謙吾, 藤峰慶徳, 横瀬俊幸, 大藤克也, 清水仁, 長谷部隆, 浅井由美, 江奈英里, 菊池純子, 清田浩平, 藤田和弘, 牧野吉伸, 八十歩直子, 大原拓郎, 山田裕子, 鈴木裕樹, 三浦亨, 水井浩司, 朝倉克夫, 末松孝子, 小浜亜以, 合田幸広日本薬局方外標準品インドシアニングリーンの恒温恒湿下における定量 NMR (qNMR)を用いた絶対純度. 日本定量 NMR 研究会(2019.12.13)(東京).
 - 19) 増本直子, 中島馨, 小泉茉友, 大内政輝, 西崎雄三, 石附京子, 鈴木俊宏, 兎川忠靖, 杉本直樹, 佐藤恭子: Single-reference HPLC 法によるステビオール配糖体の一斉定量.

日本定量 NMR 研究会(2019.12.13)(東京).

- 20) 西崎雄三:NMR 分析における外部標準法の有効性と分析値にバラつきを与える要因の整理. 日本定量 NMR 研究会(2019.12.13)(東京).
- 21) 内山奈穂子, 細江潤子, 杉本直樹, 石附京子, 丸山剛史, 五十嵐靖, 三浦亨, 山田裕子, 水井浩司, 高岡伸也, 末松孝子, 小松功典, 日向野太郎, 嶋田典基, 合田幸広: 日本薬局方・定量用試薬の規格化を目的とした定量 NMR を用いた吸湿性化合物の絶対純度の測定. 日本薬学会第 140 年会(2020.3)(京都市).
- 22) 天倉吉章, 好村守生, 村井望, 重松優里, 西崎雄三, 増本直子, 杉本直樹, 佐藤恭子: 既存添加物レイシ抽出物及びカキ色素の成分解析. 日本薬学会第 140 年会(2020.3)(京都市).

3. 総説・単行本

- 1) 西崎雄三, 増本直子, 杉本直樹: 食品分析の信頼性確保における定量 NMR に基づく相対モル感度の役割—分析種の定量用標品不要なクロマトグラフィーの開発—. FFI ジャーナル, **2019**; 224: 123-130.
- 2) Nishizaki Y, Masumoto N, Sugimoto N: Application of ^1H -Quantitative NMR From the Viewpoint of Regulatory Science. Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering. Elsevier, **2019**, (DOI: 10.1016/B978-0-12-409547-2.14681-5)

H. 知的財産の出願・登録状況(予定を含む)

なし