

# フコイダン食品 品質規格基準

Fucoidan

(公示 No. 69)



公益財団法人 日本健康・栄養食品協会

Japan Health and Nutrition Food Association

当協会では「A 品質規格基準」、「B 製造・加工等の基準」、「C 表示・広告基準」、「D 共通試験方法」から構成されている「J H F A 健康補助食品 規格基準集」を発行している。

本冊子は「A 品質規格基準」であり、個別食品毎にルーズリーフ形式での分冊としたもので、「1. 適用範囲」、「2. 定義」、「3. 製品規格」、「4. 原材料規格」、「5. 試験方法」、「6. その他（特記事項）」からなっている。また、理解しやすいように分冊ごとに注釈を付けた。

なお、「B 製造・加工等の基準」及び「C 表示・広告基準」にある各食品固有の事項を参考として付記した。

「5. 試験方法」で用いる主な書籍等は以下のとおりである。その他の発行元は、枠外に付記した。また、当協会が作成した試験方法は「別記」とした。

書籍名	編著	出版社名
食品衛生検査指針 衛生試験法・注解 基準油脂分析試験法	(公社)日本食品衛生協会編 (公社)日本薬学会編 (公社)日本油化学会規格試験法委員会編	(公社)日本食品衛生協会 金原出版(株) (公社)日本油化学会

関連通知等	
食品添加物公定書	厚生労働省のホームページより入手可能 <a href="http://www.mhlw.go.jp/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/syokuten/kouteisho8e.html">http://www.mhlw.go.jp/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/syokuten/kouteisho8e.html</a> (2017年7月現在)
栄養成分等の分析方法等	消費者庁のホームページより入手可能 <a href="http://www.caa.go.jp/foods/pdf/foods_index_18_170329_0004.pdf">http://www.caa.go.jp/foods/pdf/foods_index_18_170329_0004.pdf</a> (2017年7月現在)

## 1 適用範囲

この規格基準は、オキナワモズク、ガゴメ昆布、及びメカブから水<sup>(注1)</sup>を用いて抽出したフコイダン<sup>(注2)</sup>を使用した「フコイダン食品」であって、形状が粒状、顆粒状、粉末状、ペースト状、液状、錠型、カプセル型、等のもの、又はこれらの品質保持のためゼラチン、糖類、等で被包したものに適用する。

## 2 定義

### (1) フコイダン

ここでいう「フコイダン」とは、オキナワモズク、ガゴメ昆布、メカブなどの褐藻類に含まれるフコースを含む水溶性硫酸化多糖を総称していう。

### (2) オキナワモズク由来フコイダン

ここでいう「オキナワモズク由来フコイダン」とは、オキナワモズク (*Cladosiphon okamuranus*) の抽出物に含まれるフコースとグルクロン酸を含む硫酸化多糖をいう。

### (3) ガゴメ昆布由来フコイダン

ここでいう「ガゴメ昆布由来フコイダン」とは、ガゴメ昆布 (*Kjellmaniella crassifolia*) の抽出物に含まれるフコース、ガラクトース、グルクロン酸、マンノース、その他の糖 (ラムノース、キシロース)<sup>(注3)</sup> を含む硫酸化多糖をいう。

### (4) メカブ由来フコイダン

ここでいう「メカブ由来フコイダン」とは、ワカメ (*Undaria pinnatifida*) の孢子葉であるメカブの抽出物に含まれるフコース、ガラクトース、その他の糖 (グルクロン酸、マンノース、ラムノース、キシロース)<sup>(注3)</sup> を含む硫酸化多糖をいう。

### (5) フコイダン原末及びフコイダン原液

ここでいう「フコイダン原末」及び「フコイダン原液」とは、各由来フコイダンの原料規格に適合したものをいう。

### (6) フコイダン含有食品

ここでいう「フコイダン含有食品」とは、本規格基準の原材料規格に合致したオキナワモズク由来フコイダン、ガゴメ昆布由来フコイダン、又はメカブ由来フコイダンを含有する原材料を用い、その他の原材料を加え食用に適するように加工したものであって、フコイダン原末として1日の摂取目安量、オキナワモズク由来フコイダン 100~4,000 mg、ガゴメ昆布由来フコイダン 50~400 mg、又はメカブ由来フコイダン 100~1,000 mg を摂取できるように設計されたものをいう。なお、複数の基原に由来するフコイダンを混合する場合はフコイダン原末としての合算値とし、フコイダン原末が1日の摂取目安量 100~2,000 mg を摂取できるように設計されたものをいう。

### (7) フコイダン含有飲料

ここでいう「フコイダン含有飲料」とは、本規格基準の原材料規格に合致したオキナワ

モズク由来フコイダン、ガゴメ昆布由来フコイダン、又はメカブ由来フコイダンを含有する原料を用い、その他の原材料を加え食用に適するように加工した飲料であって、フコイダン原末として1日の摂取目安量、オキナワモズク由来フコイダン 100～4,000 mg、ガゴメ昆布由来フコイダン 50～400 mg、又はメカブ由来フコイダン 100～1,000 mg を摂取できるように設計された飲料をいう。なお、複数の基原に由来するフコイダンを混合する場合はフコイダン原末としての合算値とし、フコイダン原末が1日の摂取目安量 100～2,000 mg を摂取できるように設計された飲料をいう。

### 3 製品規格

#### (1) フコイダン含有食品

##### ① 外観・性状

異味・異臭及び異物がないこと。

##### ② 確認試験

別記1、フコイダンの確認試験法によりフコイダンを確認すること。

##### ③ 規格成分及びその含有量

フコイダンの含有量は、原末として、表示値に適合していること。<sup>(注4)</sup>

##### ④ ヒ素

As として 10 µg/g 以下<sup>(注5)</sup>

##### ⑤ 重金属

Pb として 20 µg/g 以下<sup>(注6)</sup>

##### ⑥ 一般生菌数

3×10<sup>3</sup> 個/g 以下

##### ⑦ 大腸菌群

陰性

##### ⑧ 崩壊性

形状が粒状、顆粒状、錠型、又はカプセル型の場合、試験液に水又は崩壊試験第2液を用いて60分以内に崩壊すること。<sup>(注7)</sup>

#### (2) フコイダン含有飲料

##### ① 外観・性状

異味・異臭及び異物がないこと。

##### ② 確認試験

別記1、フコイダンの確認試験法によりフコイダンを確認すること。

- ③ 規格成分及びその含有量  
フコイダンの含有量は、原末として、表示値に適合していること。<sup>(注4)</sup>
- ④ ヒ素  
As として 0.2 µg/g 以下
- ⑤ 鉛  
0.4 µg/g 以下
- ⑥ 一般生菌数  
3×10<sup>3</sup> 個/g 以下
- ⑦ 大腸菌群  
陰性

#### 4 原材料規格

異物、有害物質の混入がなく、衛生的な取り扱いがなされているものであり、下記の原材料規格に適合するものであること。

なお、液体の原材料の含有量については粉末化して分析を行うか、分析値を乾燥粉末相当に換算して行う。

##### (1) オキナワモズク由来フコイダン

- ① 定義  
ここでいう「オキナワモズク由来フコイダン」とは、オキナワモズク（学名：*Cladosiphon okamuranus*）の抽出物に含まれる、α-1,3 グルコシド結合で結ばれたフコースとグルクロン酸を含むピークトップが分子量 20,000 以上の硫酸化多糖<sup>(注8)</sup>をいう。
- ② 外観・性状  
淡褐色から茶褐色の粉末又は液体で、基原由来の味及びにおいを有し、異物がないこと。
- ③ オキナワモズク由来フコイダン含有量  
別記 2、フコイダン測定法により定量するとき、オキナワモズク由来フコイダンの合計量は 65%以上であること。<sup>(注9)</sup>
- ④ 分子量分布  
別記 4、GPC 法で測定し、分子量 10,000 以上の画分が 70%以上であること。
- ⑤ ヒ素  
原末にあっては As として 3 µg/g 以下  
原液にあっては As として 0.2 µg/g 以下
- ⑥ 鉛  
原末にあっては 2 µg/g 以下  
原液にあっては 0.4 µg/g 以下
- ⑦ 一般生菌数

3×10<sup>3</sup> 個/g 以下

⑧ 大腸菌群

陰性

⑨ 水分又は水分活性 (Aw)

水分 10%以下、又は水分活性 (Aw) 0.5 以下 (原液は除く。)

⑩ pH (1%水溶液) (注10)

4.0～6.5

(2) ガゴメ昆布由来フコイダン

① 定義

ここでいう「ガゴメ昆布由来フコイダン」とは、ガゴメ昆布(学名:*Kjellmaniella crassifolia*)の抽出物に含まれるフコース、ガラクトース、グルクロン酸、マンノース、その他の糖(ラムノース、キシロース)を含む高分子の硫酸化多糖(注11)をいう。

② 外観・性状

淡褐色から茶褐色の粉末又は液体で、基原由来の味及びにおいを有し、異物がないこと。

③ ガゴメ昆布由来フコイダン含有量

別記2、フコイダン測定法により定量するとき、ガゴメ昆布由来フコイダンの合計量は70%以上であること。(注12)

④ 分子量分布

別記4、GPC法で測定し、分子量10,000以上の画分が70%以上であること。

⑤ ヒ素

原末にあつてはAsとして10 µg/g以下(注5)

原液にあつてはAsとして0.2 µg/g以下

⑥ 鉛

原末にあつては2 µg/g以下

原液にあつては0.4 µg/g以下

⑦ 一般生菌数

3×10<sup>3</sup> 個/g 以下

⑧ 大腸菌群

陰性

⑨ 水分

水分 6%以下 (原液は除く。)

⑩ pH (1%水溶液) (注10)

6.0～7.5

(3) メカブ由来フコイダン

① 定義

ここでいう「メカブ由来フコイダン」とは、ワカメ(学名:*Undaria pinnatifida*)の胞子葉であるメカブの抽出物に含まれるフコース、ガラクトース、その他の糖(グルクロン酸、マンノース、ラムノース、キシロース)を含む高分子の硫酸化多糖をいう。

② 外観・性状

淡褐色から茶褐色の粉末で、基原由来の味及びにおいを有し、異物がないこと。

③ メカブ由来フコイダン含有量

別記 2、フコイダン測定法により定量するとき、メカブ由来フコイダンの合計量は 70% 以上であること。<sup>(注 13)</sup>

④ 分子量分布

別記 4、GPC 法で測定し、分子量 10,000 以上の画分が 70%以上であること。

⑤ 無機ヒ素

無機ヒ素として 3 µg/g 以下

⑥ 鉛

2 µg/g 以下

⑦ 一般生菌数

3×10<sup>3</sup> 個/g 以下

⑧ 大腸菌群

陰性

⑨ 水分

水分 5%以下

⑩ pH (1%水溶液)<sup>(注 10)</sup>

6.0～8.0

(4) その他の原材料

食品又は食品材料でなければならない。ただし、食品衛生法上認められている添加物はこの限りでない。

◆ 食品に残留する農薬、飼料添加物及び動物用医薬品

使用する原材料は食品衛生法第 11 条第 3 項に適合するものであること。

5 試験方法 (注14)

規格	試験項目	試験法
3.製品規格	確認試験	<b>別記1</b> フコイダンの確認試験法
	規格成分及びその含有量	<b>別記2</b> フコイダン測定法
	ヒ素	食品衛生検査指針 理化学編(2015) II 6.1.清涼飲料水中のヒ素、又は衛生試験法注解 2015 2.4.1.4 10) ヒ素
	重金属	食品添加物公定書 一般試験法 重金属試験法
	鉛	食品添加物公定書 一般試験法 鉛試験法
	一般生菌数	食品衛生検査指針 微生物編(2015) II 2.2.1.(1)公定法
	大腸菌群	食品衛生検査指針 微生物編(2015) II 2.2.3.(1)公定法
	崩壊性	第17改正 日本薬局方 一般試験法 崩壊試験法
4.原材料規格	フコイダンの含有量	<b>別記2</b> フコイダン測定法
	分子量分布	<b>別記4</b> GPC法による分子量測定
	ヒ素	食品衛生検査指針 理化学編(2015) II 6.1.清涼飲料水中のヒ素、又は衛生試験法注解 2015 2.4.1.4 10) ヒ素
	無機ヒ素	<b>別記3</b> HPLC-ICP/MS法による無機ヒ素の測定
	鉛	食品添加物公定書 一般試験法 鉛試験法
	一般生菌数	食品衛生検査指針 微生物編(2015) II 2.2.1.(1)公定法
	大腸菌群	食品衛生検査指針 微生物編(2015) II 2.2.3.(1)公定法
	水分又は水分活性	食品表示基準について別添 栄養成分等の分析方法等5イ水分、又は 食品衛生検査指針 理化学編(2015) II 1.1.水分 食品衛生検査指針 理化学編(2015) II 2.水分活性
pH	食品添加物公定書 一般試験法 pH測定法、又は食品衛生検査指針 理化学編(2015) II 3. pH	



## 別記 1

フコイダンの確認試験法（製品）

フコイダンは硫酸化フコースを主要構成成分とする高分子である。この高分子に対してヘパリンを対照としてセルロースアセテート膜電気泳動を行い、トルイジンブルー染色液及びアルシアンブルー染色液で発色させ、各所定のスポットを確認する。また、この高分子に対して透析を行い、低分子画分を除去した後、加水分解を行いフコース及び硫酸根を確認する。この3種類の確認試験が何れも適であるとき、フコイダン食品中にフコイダンが存在しているものとみなす。

**(1) セルロースアセテート膜電気泳動によるフコイダンの確認**

セルロースアセテート膜電気泳動でフコイダンのスポットを確認する。

**1 試薬・試液**

- 1-1 酢酸カルシウム一水和物：試薬特級
- 1-2 0.25 mol/L 酢酸カルシウム溶液：酢酸カルシウム一水和物 22.0 g に水を加えて溶解し 500 mL とする。
- 1-3 塩化マグネシウム六水和物：試薬特級
- 1-4 0.5 mol/L 塩化マグネシウム溶液：塩化マグネシウム六水和物 50.8 g に水を加えて溶解し 500 mL とする。
- 1-5 酢酸：試薬特級
- 1-6 酢酸ナトリウム：試薬特級
- 1-7 0.5 mol/L 酢酸緩衝液 pH 5.8：酢酸 15.0 g に水を加えて溶解し 500 mL とする（A液）。酢酸ナトリウム 20.5 g に水を加えて溶解し 500 mL とする（B液）。B液にA液を加え、pH を 5.8 に調整する。
- 1-8 エタノール：試薬特級（99.5%）
- 1-9 脱色液：エタノール 500 mL、0.5 mol/L 塩化マグネシウム溶液 100 mL、0.5 mol/L 酢酸緩衝液 pH 5.8 50 mL、水 350 mL を混合する。
- 1-10 トルイジンブルー染色液：トルイジンブルー（Waldeck）または同等品 100 mg を量り、脱色液 50 mL に溶解する。
- 1-11 アルシアンブルー染色液：アルシアンブルー（Waldeck）または同等品 100 mg を量り、脱色液 50 mL に溶解する。
- 1-12 ヘパリン：ヘパリンナトリウム塩（ $\geq 180$  USP units/mg、製品番号 H4784、Sigma-Aldrich）または同等品。
- 1-13 ヘパリン溶液：ヘパリンナトリウム塩 10 mg を、水 10 mL に溶解する。

**2 機械・器具**

- 2-1 セルロースアセテート膜電気泳動用泳動槽
- 2-2 パワーサプライ
- 2-3 セルロースアセテート膜
- 2-4 幅 22 cm 程度のろ紙 2枚

2-5 染色用バット 2個

### 3 試験方法

#### 3-1 試料溶液の調製

固形の場合、フコイダン原末 5 mg 相当量を量り、水 1 mL に溶解する。液体の場合、フコイダン原末として 5 mg/mL になるよう水で濃度を調整する<sup>(注 15)</sup>。  
1,300×g で 10 分間遠心分離を行い、不溶物を除いて上清を試料溶液とする。

#### 3-2 操作方法

泳動槽の両方の槽に 0.25 mol/L 酢酸カルシウム溶液を電極が十分浸るくらいまで入れる。0.25 mol/L 酢酸カルシウム溶液にセルロースアセテート膜及びろ紙を浸す。セルロースアセテート膜を引き出し、余分な水分を除いたのち、端から 1 cm に 0.5 cm 間隔で標準物質としてヘパリン溶液及び試料溶液を 0.5 及び 1 µL スポットする<sup>(注 16)</sup>。スポットした方をマイナス側にしてセルロースアセテート膜をセットし、両端をろ紙で 0.25 mol/L 酢酸カルシウム溶液を吸い上げるように挟み込む。22 mA（横幅 1 cm 当たり、1 mA）で 3 時間泳動する。

#### 3-3 染色方法

- ① アルシアンブルー染色液に 30 分浸して染色したのち、染色液を除いて脱色液を加える。脱色液に 30 分浸漬後脱色液を除く。脱色操作を計 3 回行う。
- ② トルイジンブルー染色液に 30 秒程度浸して染色したのち、水道水に浸し、目視しながらヘパリンのバンドが鮮明に確認できるまで脱色する。脱色が終了したら、速やかに移動距離、色調などを確認する。

#### 3-4 判定

ヘパリンがスポットから 2.7 cm 付近に移動し、トルイジンブルーで赤紫色、アルシアンブルーで水色となる時、

オキナワモズク由来フコイダンの場合：一つ目はスポットから 3.0 cm 付近に移動し、二つ目はスポットから 2.5 cm 付近に移動し、トルイジンブルーで青紫色、アルシアンブルーで水色となること。

ガゴメ昆布由来フコイダンの場合：F-フコイダンは、スポットから 3.0 cm 付近に移動し、トルイジンブルーで赤紫色、アルシアンブルーで水色となること。

U-フコイダンはスポットから 2.5 cm 付近に移動し、トルイジンブルーで青紫色、アルシアンブルーで水色となること。

メカブ由来フコイダンの場合：スポットから 4.5 cm 付近に移動し、トルイジンブルーで赤紫色、アルシアンブルーで水色となること。

複数の基原に由来するフコイダンが混合された製品の場合、各基原由来のスポットが確認されること<sup>(注 17)</sup>。

各基原由来のスポットが確認された場合、適と判定する<sup>(注 18)</sup>。

**(2) フコースの確認**

別記2フコイダン測定法（製品・原材料）（1）フコイダンの分画法（前処理法）に従い、透析膜による分画処理を行った後、（2）フコイダンの構成糖定量試験法に従って加水分解し、高速液体クロマトグラフ法<sup>(注19)</sup>により構成糖を分析したとき、主要構成糖<sup>(注20)</sup>としてフコースが検出された場合、適と判定する。

**(3) 硫酸根の確認**

別記2フコイダン測定法（製品・原材料）（1）フコイダンの分画法（前処理法）に従い、透析膜による分画処理を行った後、（3）フコイダンの硫酸根定量試験法に従って分析したとき、イオンクロマトグラフ法、硫酸バリウム沈殿重量法又はロジソン酸法の何れかにより硫酸根が検出された場合、適と判定する。

## 別記 2

### フコイダン測定法（製品・原材料）

本試験法は、オキナワモズク由来フコイダン、ガゴメ昆布由来フコイダン、メカブ由来フコイダン（製品・原材料）に適用する。

#### （1）フコイダンの分画法（前処理法）

製品及び製造工程で低分子が除かれていることが保証できない原材料は、透析膜による分画処理を行った後、定量試験に供する。

##### 1 機械・器具

- 1-1 透析チューブ：Spectra/Por CE 透析チューブ 分画分子量 8,000～10,000 (Spectrum) または同等品<sup>(注21)</sup>
- 1-2 遠心分離機
- 1-3 全量フラスコ

##### 2 操作手順

- 2-1 形状が粉末状の場合はそのまま、粒状もしくは錠剤の場合は予め粉砕する。ハードカプセルの場合は内容物を取り出して均質化する。試料（フコイダン原末として 600 mg）に水 30 mL を加えて懸濁後、30 分間<sup>(注22)</sup>、超音波処理により溶解し、 $1,300\sim 1,600\times g$  で 10 分間遠心分離を行う。  
形状が液体の場合はそのまま、 $1,300\sim 1,600\times g$  で 10 分間遠心分離を行う。
- 2-2 上清 25 mL<sup>(注23)</sup>を透析チューブに入れ、2 L の水で外液を攪拌しながら、3 時間、外液を交換し 3 時間、さらに外液を交換し一晩透析を行う。
- 2-3 内液を回収し<sup>(注24)</sup>、全量フラスコで 50 mL に定容する。

#### （2）フコイダンの構成糖定量試験法<sup>(注25)(注26)</sup>

2 定義に記載のあるフコースをはじめとした構成糖の定量試験法

##### 1 試薬・試液

- 1-1 フコース標準品：L-フコース含有量 97% 以上のフコースを用いる。
- 1-2 ガラクトース標準品：D-ガラクトース含有量 97% 以上のガラクトースを用いる。
- 1-3 マンノース標準品：D-マンノース含有量 97% 以上のマンノースを用いる。
- 1-4 ラムノース標準品：L-ラムノース含有量 97% 以上のラムノースを用いる。
- 1-5 キシロース標準品：D-キシロース含有量 97% 以上のキシロースを用いる。
- 1-6 グルクロン酸標準品：D-グルクロン酸含有量 97% 以上のグルクロン酸を用いる。
- 1-7 ガラクトサミン塩酸塩：D-ガラクトサミン塩酸塩含有量 97% 以上のガラクトサミン塩酸塩を用いる。
- 1-8 硫酸：試薬特級
- 1-9 1 mol/L 硫酸：硫酸 6 mL を水 100 mL に加える。
- 1-10 0.5 mol/L 硫酸：硫酸 3 mL を水 100 mL に加える。
- 1-11 水酸化ナトリウム：試薬特級

- 1-12 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液:水酸化ナトリウム 2.0 g に水を加えて溶解し 100 mL とする。
- 1-13 1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン: 試薬特級 (PMP と略す。)
- 1-14 メタノール: 試薬特級
- 1-15 PMP 溶液: PMP 176 mg をメタノール 2 mL に溶解する。
- 1-16 トルエン: 試薬特級
- 1-17 リン酸二水素カリウム: 試薬特級
- 1-18 リン酸水素二ナトリウム十二水和物: 試薬特級
- 1-19 リン酸緩衝液: リン酸二水素カリウム 8.17 g を水に溶解して 500 mL とする (A 液)。リン酸水素二ナトリウム十二水和物 21.4 g を水に溶解して 500 mL とする (B 液)。B 液に A 液を加えて pH 7.0 に調整し、0.45  $\mu\text{m}$  のメンブランフィルターでろ過する。
- 1-20 アセトニトリル: HPLC 用
- 1-21 メタノール: HPLC 用
- 1-22 混合溶媒: アセトニトリル 600 mL とメタノール 200 mL を混合し、超音波洗浄機にて、5 分間<sup>(注 27)</sup>脱気処理を行う。

## 2 機械・器具

- 2-1 精密天秤
- 2-2 全量フラスコ
- 2-3 超音波洗浄機
- 2-4 オートクレーブ
- 2-5 恒温水槽
- 2-6 遠心分離機
- 2-7 遠心式メンブランフィルター (容量 0.5 mL、PVDF 製、孔径 0.45  $\mu\text{m}$ )
- 2-8 高速液体クロマトグラフ (紫外可視吸光度検出器付き)

## 3 試験方法

- 3-1 標準原液の調製
 

フコース標準品、ガラクトース標準品、マンノース標準品、ラムノース標準品、キシロース標準品、グルクロン酸標準品各 100 mg を精密に量り、合わせて水を加えて溶解し 50 mL とする (各 2.0 mg/mL)。
- 3-2 内標準液の調製
 

ガラクトサミン塩酸塩 200 mg を精密に量り、水を加えて溶かし正確に 20 mL とする (10 mg/mL)。
- 3-3 試料溶液の調製
 

**【原末の場合】**

フコイダン原末 50 mg を量り、20 mL 容ネジ蓋付試験管に入れる。水 5 mL を加えて超音波処理により溶解する。1 mol/L 硫酸 5 mL を加えて蓋をし、混合する。蓋を緩めてオートクレーブで 120°C、60 分間加熱を行う。放冷後、蓋をして良く混合したものを試料溶液とする。

## 【原液の場合】

フコイダン原液 33 mL に硫酸 1 mL を加えて混合する。フコイダン原末 50 mg 相当量を 20 mL 容ネジ蓋付試験管に入れる。10 mL に足りない場合は 0.5 mol/L 硫酸を加えて 10 mL とし、蓋をして混合する。以下、原末の場合と同様に操作し、試料溶液とする。

## 【製品（透析後）の場合】

透析・定容後の溶液 5 mL（フコイダン原末 50 mg 相当量）を 20 mL 容ネジ蓋付試験管に入れ、1 mol/L 硫酸 5 mL を加え、蓋をして混合する。以下、粉末の場合と同様に操作し、試料溶液とする。

3-4 PMP 誘導体化法<sup>(注25)</sup>

試料溶液に内標準液を 1 mL 加え、蓋をして混合する。20  $\mu$ L を 10 mL 容ネジ蓋付試験管に移し、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 80  $\mu$ L、PMP 溶液 100  $\mu$ L 加えて混合する。試験管に蓋をし、60°C に設定した恒温水槽に 30 分間静置する。水 1 mL、0.5 mol/L 硫酸 50  $\mu$ L、トルエン 2 mL を加え、タッチミキサーで 30 秒以上攪拌する。遠心分離（1,300~1,600 $\times$ g、5 分間、室温）を行い、ピペット等を用いて上層を廃棄する。下層にトルエン 2 mL を加え、攪拌、遠心分離、上層廃棄による洗浄操作を 5 回繰り返す。洗浄後、下層を遠心式メンブランフィルターでろ過し、試験溶液とする。

## 3-5 標準溶液の調製

3 本のネジ蓋付試験管に標準原液 5 mL、標準原液 2.5 mL と水 2.5 mL、標準原液 1 mL と水 4 mL をそれぞれ入れる。1 mol/L 硫酸 5 mL を加え、蓋をして混合する。蓋を緩めてオートクレーブで 120°C、60 分間加熱を行う。放冷後、内標準液を 3 本の試験管に 1 mL ずつ加え、蓋をして良く混合する。以下同様に PMP 誘導体化処理を行い、標準溶液とする。

3-6 測定<sup>(注25)</sup>

標準溶液、試験溶液それぞれ 5  $\mu$ L を、高速液体クロマトグラフに注入し、糖のピーク面積を測定する。

## 【高速液体クロマトグラフィー操作条件例】

カラム：TSKgel ODS-80Ts 粒径 5  $\mu$ m、2.0 mm i.d.  $\times$  250 mm（東ソー）又は同等品  
移動相：A 液：水、B 液：リン酸緩衝液、C 液：混合溶媒

A : B : C (45 : 33 : 22) で開始し、35 分間で A : B : C (30 : 42 : 28) まで直線的に変化、さらに 2 分間で A : B : C (25 : 45 : 30) に直線的に変化し 2 分間維持、2 分間で A : B : C (45 : 33 : 22) に直線的に変化し 9 分間維持。

流速：0.15 mL/min.

カラム温度：35°C

注入量：5  $\mu$ L

検出：245 nm

## 3-7 検量線作成

縦軸を内標準のピーク面積に対する各糖標準品のピーク面積、横軸を内標準の添加量（10 mg）に対する各糖標準品採取量（10 mg、5.0 mg、2.0 mg）としての直線回帰分析を行い、検量線  $y = ax$ （縦軸：面積比、横軸：重量比、切片 = 0）の傾き

a を求める。検量線作成の際の重量比は、標準原液の調製で量り取った重量及び標準品試験成績書記載の純度を考慮して算出した正確な重量を用いる。直線性の指標である相関係数が 0.98 以上得られた場合、試料溶液の濃度算出を行う。

### 3-8 算出

次の計算式を用いて試料（原末）中のフコースの含有量（g/100 g）を求める。検量線を作成したすべての糖について、フコースと同様に含有量を算出する。

$$\text{試料溶液のフコース含有量 (mg)} = \frac{A}{B} \times \frac{1}{a} \times C$$

$$\text{試料のフコース含有量 (g/100 g)} = \frac{\text{試料溶液のフコース含有量(mg)}}{D} \times 100$$

A：試料溶液のフコース面積

B：試料溶液の内標準面積

C：試料溶液に添加したガラクトサミン塩酸塩量（mg）

D：試料採取量（mg）<sup>(注 28)</sup>

## (3) フコイダンの硫酸根定量試験法

3) - 1、3) - 2、3) - 3 のいずれかによるものとする。

### 3) - 1 イオンクロマトグラフ法

#### 1 試薬・試液

1-1 塩酸：試薬特級

1-2 4 mol/L 塩酸：塩酸 10 mL を水 30 mL に加える。

1-3 水酸化ナトリウム：試薬特級

1-4 2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム 8.0 g に水を加えて溶解し 100 mL とする。

1-5 硫酸ナトリウム：試薬特級

1-6 炭酸ナトリウム：試薬特級

1-7 炭酸水素ナトリウム：試薬特級

1-8 3.5 mmol/L 炭酸ナトリウム溶液／1 mmol/L 炭酸水素ナトリウム溶液：炭酸ナトリウム溶液 18.6 g と炭酸水素ナトリウム 4.20 g に水を加えて溶解し 500 mL とする。0.45 μm メンブランフィルターでろ過し、ろ液を水で 100 倍に希釈する。

#### 2 機械・器具

2-1 イオンクロマトグラフ（電気伝導度検出器付き）

2-2 アルミブロック恒温槽

2-3 メンブランフィルター（孔径 0.45 μm、0.20 μm）

2-4 遠心分離機

2-5 全量フラスコ

2-6 精密天秤

### 3 試験方法

#### 3-1 試験溶液の調製

##### 【原末の場合】

- 1) フコイダン原末 1.0 g を精密に量り、水に溶かし、全量フラスコで 100 mL に定容する。
- 2) 1) の溶液 1 mL をスクリーキャップ付試験管にとり、4 mol/L 塩酸 1 mL を加える。
- 3) 試験管の蓋をしめて攪拌した後、100°C に設定したアルミブロック恒温槽に入れて、4 時間加熱する。(30 分毎に攪拌する。)
- 4) 氷冷後、2,000×g、20 分間遠心分離し、上澄み液を回収する。
- 5) 上澄み液 500 μL に 2 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 500 μL を加え、1~2 分間氷冷する。
- 6) 5) の溶液を水で 10 倍希釈する。(注 29)
- 7) 0.20 μm メンブランフィルターでろ過し、試験溶液とする。

##### 【原液の場合】

固形分で 1.0 g/100 mL 相当となるよう水に溶かし、100 mL に定容する。  
以降は【原末の場合】と同様。

##### 【製品（透析後）の場合】

透析・定容後の溶液 1 mL (フコイダン原末 10 mg 相当量) をスクリーキャップ付試験管にとり、4 mol/L 塩酸 1 mL を加える。  
以降は【原末の場合】と同様。

#### 3-2 標準溶液の調製

硫酸ナトリウム 1.48 g を精密に量り、水に溶解して 1 L に定容する (1,000 μg/mL)。これを 100、50、25、5 μg/mL となるよう希釈する。0.20 μm メンブランフィルターでろ過し、標準溶液とする。

#### 3-3 操作方法

標準溶液、試料溶液を下記条件 (例) により測定する。

##### 【イオンクロマトグラフィー操作条件例】

カラム：IonPac AS14 粒径 9 μm、4 mm i.d.×250 mm (Dionex) 又は同等品  
ガードカラム：IonPac AG14 粒径 9 μm、4 mm i.d.×50 mm (Dionex) 又は同等品  
移動相：3.5 mmol/L 炭酸ナトリウム溶液 / 1 mmol/L 炭酸ナトリウム溶液  
流速：1.0 mL/min.  
カラム温度：室温  
注入量：25 μL  
サプレッサ：ASRS300、又は同等品  
検出：電気伝導度検出器

#### 3-4 計算

$$\text{硫酸根含有量 (g/100 g)} = \frac{\text{硫酸根濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 40}{\text{試料採取量 (g)} \times 10,000} \times 100$$

試料溶液の硫酸根濃度は検量線から求める。その際にはピーク面積値を使用する。



### 3) - 2 硫酸バリウム沈殿重量法

#### 1 試薬・試液

- 1-1 塩酸：試薬特級
- 1-2 2 mol/L 塩酸：塩酸 20 mL を水 100 mL に加える。
- 1-3 塩化バリウム二水和物：試薬特級
- 1-4 塩化バリウム溶液：塩化バリウム二水和物 10 g に水を加えて溶解し 100 mL とする。

#### 2 機械・器具

- 2-1 精密天秤
- 2-2 恒温水槽
- 2-3 定温乾燥機
- 2-4 デシケーター
- 2-5 ろ紙 No.5C
- 2-6 三角フラスコ
- 2-7 ガラスフィルター（メッシュサイズ 10~15  $\mu\text{m}$ ）

#### 3 試験方法

##### 3-1 操作方法

###### 【原末の場合】

フコイダン原末 1.0 g を精密に量り、100 mL 容三角フラスコに入れる。2 mol/L 塩酸 25 mL を加え、冷却管をつけて沸騰水浴中で 120 分間加温する。ろ紙 (No.5C) を用いて吸引ろ過を行う。100 mL 容三角フラスコ内部を 50~75 mL の水で共洗いし、同じろ紙でろ過する。ろ液（液量合計 75~100 mL）を 200 mL 容三角フラスコに移し、冷却管をつけて沸騰水浴中で 10 分間加温する。塩化バリウム溶液 8 mL を攪拌しながらゆっくりと加え、冷却管をつけて沸騰水浴中で 30~120 分間加温して硫酸バリウムを生成させる。室温まで放冷後、ガラスフィルター（予め 105°C で 2 時間乾燥し、デシケーター内で室温まで戻して重量を測定しておく）でろ過する。200 mL 容三角フラスコ内部を少量の水で 2~3 回共洗いし、同じガラスフィルターでろ過する。ガラスフィルターを 105°C で 2 時間乾燥し、デシケーター内で室温まで戻した後に重量を測定する。

###### 【原液の場合】

フコイダン原液 25 g を精密に量り、100 mL 容三角フラスコに入れる。塩酸 5 mL を加えて混合し、冷却管をつけて沸騰水浴中で 120 分間加温する。以下、原末の場合と同様に操作する。

###### 【製品（透析後）の場合】

透析・定容後の溶液 20 mL を 100 mL 容三角フラスコに入れる。塩酸 4 mL を加えて混合し、冷却管をつけて沸騰水浴中で 120 分間加温する。以下、原末の場合と同様に操作する。

##### 3-2 算出

次の計算式を用いて試料中の硫酸根含有量 (g/100 g) を求める。

$$\text{硫酸根含有量 (g/100 g)} = \frac{(A-B) \times 0.412}{C} \times 100$$

A : 硫酸バリウムを回収、乾燥後のガラスフィルター重量 (g)

B : 予め恒量にしたガラスフィルター重量 (g)

C : 試料採取量 (g) (注 30)

0.412 : SO<sub>4</sub> (96) / BaSO<sub>4</sub> (233)

### 3) - 3 ロジソン酸法

#### 1 試薬・試液

- 1-1 硫酸ナトリウム：試薬特級
- 1-2 エタノール：試薬特級 (99.5%)
- 1-3 酢酸：試薬特級
- 1-4 2 mol/L 酢酸：酢酸 11.4 mL を水に加えて 100 mL にする。
- 1-5 塩化バリウム：試薬特級
- 1-6 5 mmol/L 塩化バリウム溶液：塩化バリウム 0.104 g に水を加えて溶解し、100 mL とする。
- 1-7 炭酸水素ナトリウム：試薬特級
- 1-8 20 mmol/L 炭酸水素ナトリウム溶液：炭酸水素ナトリウム 0.168 g に水を加えて溶解し、100 mL とする。
- 1-9 塩化バリウム溶液：2 mol/L 酢酸 10 mL、5 mmol/L 塩化バリウム溶液 2 mL、及び 0.02 mol/L 炭酸水素ナトリウム溶液 8 mL を混合し、エタノール 280 mL を加え混合する。
- 1-10 ロジソン酸ナトリウム：試薬特級
- 1-11 L(+)-アスコルビン酸：試薬特級
- 1-12 ロジソン酸ナトリウム溶液：ロジソン酸ナトリウム 5 mg を水に加えて溶解し 20 mL とする。L(+)-アスコルビン酸 100 mg を加えて溶解し、エタノール 80 mL を加えよく混合したのち 30~60 分放置する。用時調製。
- 1-13 塩酸：試薬特級

#### 2 機械・器具

- 2-1 分光光度計
- 2-2 沸騰水浴
- 2-3 ロータリーエバポレーター
- 2-4 真空乾燥機
- 2-5 遠心分離機
- 2-6 全量フラスコ
- 2-7 精密天秤

### 3 試験方法

#### 3-1 試料溶液の調製

##### 【原末の場合】

フコイダン原末として 1.0 g を精密に量り、水に溶かし、全量フラスコを用い 100 mL に定容する。

##### 【原液の場合】

フコイダン原末として 10 mg/mL になるように希釈する。

##### 【製品（透析後）の場合】

透析・定容後の溶液をそのまま使用する。フコイダン原末として 10 mg/mL とする。

#### 3-2 試験溶液の調製

試料溶液を 17,000×g で 10 分間遠心分離を行う。上清 2 mL をチューブにとり、塩酸 0.2 mL を添加し密栓する。沸騰水中で 1 時間加熱する。遠心分離（17,000×g、10 分間）を行い、上清を回収する。ロータリーエバポレーター及び真空乾燥機で濃縮乾固し、塩酸を除去する。水に再溶解し、10 mL とする。調製した液を 160 倍希釈し、試験溶液（1 mL あたり硫酸根 0～12 μg を含む）とする。

#### 3-3 標準溶液の調製

硫酸ナトリウム 0.355 g を精密に量り、水を加えて溶解し 100 mL とする（2,400 μg/mL）。これを水で 100 倍希釈する（24 μg/mL）。24 μg/mL の標準液を 2 倍（12 μg/mL）、4 倍（6 μg/mL）、8 倍（3 μg/mL）に水で希釈する。これに 0 μg/mL（水）を加え、4 点の標準溶液とする。

#### 3-4 操作方法

標準溶液及び試験溶液 0.5 mL を試験管にとり、塩化バリウム溶液 3 mL を添加する。攪拌後、ロジソン酸ナトリウム溶液 1.5 mL を加える。攪拌後、暗所 10 分間放置し、波長 520 nm の吸光度を測定する。

#### 3-5 検量線作成

縦軸を吸光度、横軸を濃度として検量線  $y = ax + b$ （縦軸：吸光度、横軸：濃度）の傾き  $a$  と切片  $b$  を求める。

#### 3-6 計算方法

$$\text{試料溶液中の硫酸根濃度 (}\mu\text{g/mL)} = \frac{\text{試料吸光度} - b}{a}$$

$a$  : 検量線の傾き

$b$  : 検量線の切片

$$\text{試料中の硫酸根含有量 (g/100 g)} = \frac{\text{硫酸根濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 800}{10,000} \times 100$$

**(4) フコイダンの硫酸基結合カチオン定量試験法**

ナトリウム、カリウム、マグネシウム、カルシウムの合計値 (g/100 g) とする。

**試験方法：**

食品表示法（平成 25 年法律第 70 号）第 4 条第 1 項の規定に基づく「食品表示基準 別添 栄養成分等の分析方法等」に準じる。

ただし、製品に当たっては透析後の定容液 10 mL を、原材料に当たっては 1.0 g を試験に供する。

**(5) フコイダン量の計算法**

(2) フコイダンの構成糖定量試験法、(3) フコイダンの硫酸根定量試験法、(4) フコイダンの硫酸基結合カチオン定量試験法で得られた値の和をフコイダン量とする。

オキナワモズク由来フコイダン量 (g/100 g) =  
フコース含有量 + グルクロン酸含有量 + 硫酸根含有量 + 硫酸基結合カチオン含有量

ガゴメ昆布由来フコイダン、メカブ由来フコイダン又は複数の基原由来フコイダン量 (g/100 g) =  
フコース含有量 + ガラクトース含有量 + グルクロン酸含有量 + マンノース含有量 + ラムノース含有量 + キシロース含有量 + 硫酸根含有量 + 硫酸基結合カチオン含有量

## 別記 3

HPLC-ICP/MS 法による無機ヒ素の測定<sup>(注31)</sup>

## 1 試薬・試液

- 1-1 三価ヒ素標準溶液：三酸化二ヒ素標準液 100 mg/L（和光純薬工業）又はこれと同等品。JCSS 適合ヒ素標準液であること。
- 1-2 五価ヒ素標準溶液：ヒ酸水溶液の認証標準物質（NMIJ CRM7912-a、国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター）又はこれと同等品。
- 1-3 硝酸：精密分析用、又はこれと同等品。
- 1-4 メタノール：試薬特級
- 1-5 1-ブタンスルホン酸ナトリウム：試薬特級
- 1-6 25%水酸化テトラメチルアンモニウム（TMAH）溶液：精密分析用、又はこれと同等品。
- 1-7 マロン酸：試薬特級
- 1-8 アンモニア水：試薬特級
- 1-9 メチルオレンジ：試薬特級
- 1-10 0.1%メチルオレンジ溶液：メチルオレンジ 0.1 g を量り取り、水に溶解して 100 mL とする。

## 2 機械・器具

- 2-1 高速液体クロマトグラフ（ICP 質量分析装置付き）
- 2-2 10 mL 容共栓遠心沈殿管
- 2-3 アルミブロック恒温槽
- 2-4 遠心分離機
- 2-5 全量フラスコ

## 3 試験方法

## 3-1 試験溶液の調製

- 1) 粉碎・均質化した試料 100 mg<sup>(注32)</sup>を 10 mL 容共栓遠心沈殿管に精密に量り、0.3 mol/L 硝酸 2 mL を加えて混合し、アルミブロック恒温槽を用いて 100°C で 2 時間加熱抽出する。
- 2) 放冷後、水を 8 mL 加えて混合し、遠心分離(2,000~2,600×g、10 分間)を行い、上澄みを 50 mL の全量フラスコに移す。
- 3) 残さに水 10 mL を加えて混合し、同条件で遠心分離を行い、上澄みを先の全量フラスコに移す操作を 2 回繰り返す。
- 4) 抽出液は 0.1%メチルオレンジ溶液を指示薬とし、アンモニア水（1→2）及びアンモニア水（1→21）を用いて pH を約 3 に調整する。
- 5) 水で 50 mL に定容し、0.45 μm メンブランフィルターでろ過して試験溶液とする。

## 3-2 標準溶液の調製

三価ヒ素標準溶液及び五価ヒ素標準溶液を水で 1 μg/mL になるように希釈して標

準液とする。標準液を 1、2、5、10 及び 20 ng/mL になるように分取し、0.3 mol/L 硝酸 2 mL を加え、0.1% メチルオレンジ溶液を指示薬としてアンモニア水 (1→2) 及びアンモニア水 (1→21) を用いて pH を約 3 に調整後、水で 50 mL に定容して標準溶液とする。

### 3-3 操作方法

標準溶液を用いて検量線を作成した後、試験溶液を高速液体クロマトグラフに導入し、試料中のヒ素濃度[As(III)及び As(V)]を算出する。

#### 【高速液体クロマトグラフィー操作条件例】

カラム：CAPCELL PAK C18MG、粒径 5 µm、4.6 mm i.d.×250 mm (資生堂) 又は同等品

移動相：1-ブタンスルホン酸ナトリウム 1.6 g、マロン酸 0.42 g、25% TMAH 溶液 1.46 g、メタノール 0.5 mL を水 900 mL に溶解し、pH メーターを用いて硝酸で pH 3.0 に調整後、1,000 mL に定容したもの

流速：0.75 mL/min.

カラム温度：室温

注入量：20 µL

#### 【ICP 質量分析装置 (ICP-MS 7500ce、Agilent) 操作条件例】

高周波出力：1.6 kW

プラズマガス：アルゴン 15 L/min

キャリアガス：アルゴン 0.70 L/min

測定質量数： $m/z$  75

測定モード：時間分析

積分時間：0.5 秒

コリジョンガス：ヘリウム

### 3-4 計算

$$\text{無機ヒ素}(\mu\text{g/g}) = \frac{A[\text{As(III)}] \times C \times F[\text{As(III)}]}{1,000 \times W} + \frac{A[\text{As(V)}] \times C \times F[\text{As(V)}]}{1,000 \times W}$$

A[As(III)]：測定溶液中の As(III)濃度 (ng/mL)

A[As(V)]：測定溶液中の As(V)濃度 (ng/mL)

C：最終定容量 (mL)

F[As(III)]：As(III)標準溶液のファクター

F[As(V)]：As(V)標準溶液のファクター

W：試料採取量 (g)

## 別記 4

GPC 法による分子量測定

## 1 試薬・試液

- 1-1 サイズ排除クロマトグラフィー用標準品：STANDARD P-82（製品番号 F8400000、Shodex）。8 種類のプルラン（分子量の異なる 8 種類のプルラン P-800、P-400、P-200、P-100、P-50、P-20、P-10、P-5 のセット）。
- 1-2 硝酸ナトリウム：試薬特級
- 1-3 0.1 mol/L 硝酸ナトリウム溶液：硝酸ナトリウム 8.5 g を水に溶解し、100 mL とする。0.45  $\mu\text{m}$  メンブレンフィルターにてろ過し、ろ液を水で 10 倍に希釈する。

## 2 機械・器具

- 2-1 精密天秤
- 2-2 シリンジフィルター（PVDF 製、孔径 0.45  $\mu\text{m}$ ）
- 2-3 高速液体クロマトグラフ（示差屈折計付き）
- 2-4 全量フラスコ

## 3 試験方法

## 3-1 標準溶液の調製

サイズ排除クロマトグラフィー用標準品に含まれる P-800、P-400、P-200、P-100、P-50、P-20、P-10、P-5 を各 5 mg ずつ試験管に精密に量り、水 2 mL を加えて冷蔵庫に一晩静置して溶解させる。攪拌後、P-800 溶液と P-50 溶液、P-400 溶液と P-20 溶液、P-200 溶液と P-10 溶液、P-100 溶液と P-5 溶液を 1 mL ずつ混合してシリンジフィルターでろ過し、標準溶液とする。

## 3-2 試料溶液の調製

## 【原末の場合】

フコイダン原末として 1,000 mg を量り、50 mL 全量フラスコに入れる。水を約 40 mL 加えて溶解し、さらに水を加えて 50 mL とする。シリンジフィルターで 2~5 mL 以上ろ過した後のろ液を試料溶液とする。

## 【原液の場合】

よく混合後、液体試料をそのままシリンジフィルターでろ過し、2~5 mL 以上ろ過した後のろ液を試料溶液とする。

## 3-3 測定

標準溶液、試料溶液それぞれ 20  $\mu\text{L}$  を、高速液体クロマトグラフに注入し、ピークの保持時間を測定する。

## 【高速液体クロマトグラフィー操作条件例】

カラム：OHpak SB-806MHQ、粒径 13  $\mu\text{m}$ 、8.0 mm i.d.  $\times$  300 mm  $\times$  2 本直列（Shodex）  
又は同等品  
移動相：0.1 mol/L 硝酸ナトリウム溶液  
流速：0.5 mL/min.  
カラム温度：30 $^{\circ}\text{C}$

注入量：20  $\mu$ L

検出：示差屈折計

3-4 較正曲線の作成

P-800、P-400、P-200、P-100、P-50、P-20、P-10、P-5 の分子量の対数を縦軸にとり、横軸にそれぞれの保持時間を取り、較正曲線  $\log M = b - cVe$  (M：分子量、 $Ve$ ：保持時間、b, c：常数) を求める。

3-5 算出

較正曲線を用い、ピークトップ分子量を算出する。また、分子量 10,000 以上の割合 (%) を算出する。



## 注

- 注1：主に熱水抽出が基本で、場合によっては酸により pH を下げて抽出する。
- 注2：フコイダンの基原褐藻類としてはヒバマタを始めとして他にも多数あるが、ここでは化学的性状等が比較的明確になっている前述の3種に限定した。ただし、他の褐藻類由来のフコイダンを排除するものではない。一方、ウニの卵、ナマコの表面などに存在するフコイダンは対象としない。
- 注3：その他の構成糖は検出限界以下の場合もある。
- 注4：①「オキナワモズク由来フコイダン原末」及び「オキナワモズク由来フコイダン原液」はその構成成分にフコース、グルクロン酸、硫酸根、硫酸基結合カチオン、原料由来のその他成分、水分を含む。この一部として「オキナワモズク由来フコイダン」はフコース、グルクロン酸、硫酸根、硫酸基結合カチオンの別記2、フコイダン測定法による合計値で定量することが出来る。また、原料由来のその他成分としてアセチル基を含むという報告がある。
- ②「ガゴメ昆布由来フコイダン原末」及び「ガゴメ昆布由来フコイダン原液」はその構成成分にフコース、ガラクトース、グルクロン酸、マンノース、その他の糖（ラムノース、キシロース）、硫酸根、硫酸基結合カチオン、原料由来のその他成分、水分を含む。この一部として「ガゴメ昆布由来フコイダン」はフコース、ガラクトース、グルクロン酸、マンノース、その他の糖（ラムノース、キシロース）、硫酸根、硫酸基結合カチオンの別記2、フコイダン測定法による合計値で定量することが出来る。
- ③「メカブ由来フコイダン原末」はその構成成分にフコース、ガラクトース、その他の糖（グルクロン酸、マンノース、ラムノース、キシロース）、硫酸根、硫酸基結合カチオン、原料由来のその他成分、水分を含む。この一部として「メカブ由来フコイダン」はフコース、ガラクトース、その他の糖（グルクロン酸、マンノース、ラムノース、キシロース）、硫酸根、硫酸基結合カチオンの別記2、フコイダン測定法による合計値で定量することが出来る。
- 注5：一般に海産物にはヒ素が比較的高濃度に含まれていることが知られており、褐藻類から抽出されるフコイダン及びそれを原料とするフコイダン食品においてもヒ素含有量は比較的高めになりがちであることから、ヒ素の基準値は10 µg/g に設定した。
- なお、10 µg/g を超える場合は別記3の試験法により無機ヒ素（Ⅲ価とⅤ価の含量）を測定し、3 µg/g 以下とする。
- 一般に、海産物に含まれるヒ素には有害性が高いとされる無機ヒ素と比較的有害性が低いとされる有機ヒ素とが含まれるが、大部分は毒性が低いとされる有機ヒ素とされている。わが国では長年、ヒジキ、ワカメ、昆布等の褐藻類をはじめとして多くの海産物を摂取してきているが、健康被害は問題となっていない。
- 無機ヒ素にはⅢ価の亜ヒ酸とⅤ価のヒ酸があり、前者の毒性が高い。一方、有機ヒ素には、ジメチルアルシン酸、モノメチルアルシン酸、アルセノベタインなどのほかアルセノシュガー、アルセノリピッドなど多数の化合物があり、その毒性は低いとされているが、十分な毒性評価ができていないのが実態である。
- 厚生労働省のヒジキ中のヒ素に関する Q&A ([http://www.mhlw.go.jp/topics/2004/07/tp\\_0730-1.html](http://www.mhlw.go.jp/topics/2004/07/tp_0730-1.html)) では、WHO が1988年に定めた無機ヒ素の PTWI（暫定的耐容週間摂取量）15 µg/kg

III-8 フコイダン食品

体重/週を基にヒジキのヒ素が問題にならないことを解説している。これと同様の議論をヒ素の基準値 $10\mu\text{g/g}$ に当てはめて、ヒ素が全て無機ヒ素であったと仮定した場合、体重 $50\text{kg}$ の人が毎日フコイダン食品 $10.7\text{g}$ 以上を継続的に摂取しない限り、ヒ素のPTWIを超えることはない。本規格基準のヒ素の基準値 $10\mu\text{g/g}$ は総ヒ素に対するもので、仮に $10\mu\text{g/g}$ を超えた場合は、無機ヒ素としては $3\mu\text{g/g}$ 以下と規定しており、安全性において十分に余裕のある設定である。

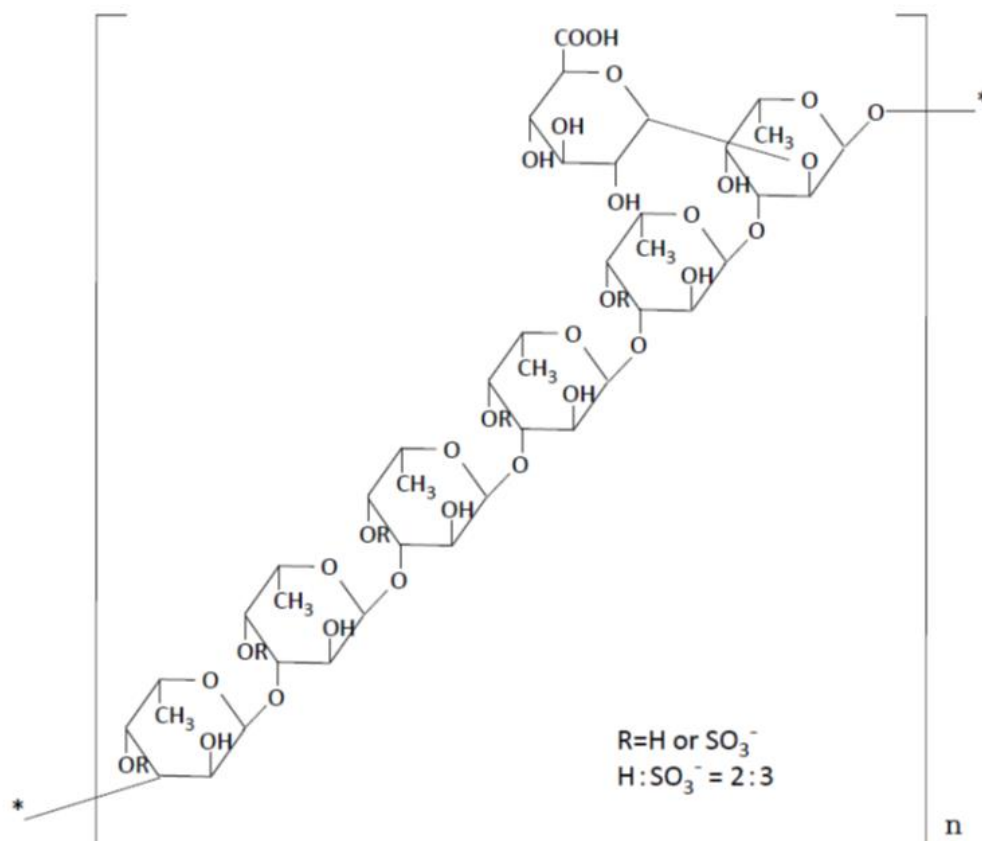
注6：他の共存成分の影響で重金属が測定できない場合は鉛を測定する。 $(2\mu\text{g/g}$ 以下)

注7：①胃内滞留時間が長いと胃もたれの原因となる恐れがあるため本品の崩壊時間を60分以内とした。

②製剤が浮かび上がる場合は補助盤を使用する。

③フコイダンはダマになりやすい性質を持つため、粉の塊の表面だけが水和した場合、粉の塊の内部へ水が浸透していれば崩壊したものとみなす。

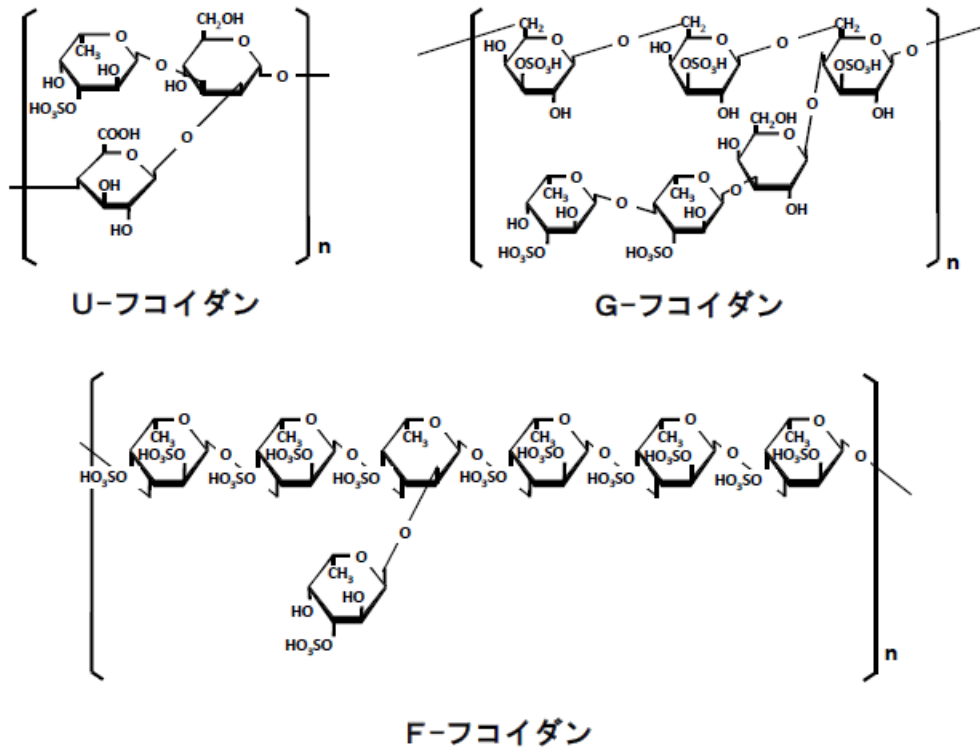
注8：オキナワモズク由来フコイダンの化学構造



注9：「オキナワモズク由来フコイダン原末」に含まれる「オキナワモズク由来フコイダン」が65%以上であれば規格に適合する。

注10：フコイダン原末 $0.50\text{g}$ を水に溶解して $50\text{mL}$ としたもの。

注 11：ガゴメ昆布由来フコイダンの主な 3 種の化学構造



注 12：「ガゴメ昆布由来フコイダン原末」に含まれる「ガゴメ昆布由来フコイダン」が 70%以上であれば規格に適合する。

注 13：「メカブ由来フコイダン原末」に含まれる「メカブ由来フコイダン」が 70%以上であれば規格に適合する。

注 14：試験方法は公定書の改訂に合わせた見直しが必要であり、特に問題ない限り最新版を適用する。

注 15：濃度の調整が困難な場合は適宜濃縮をする。

注 16：染色液が 2 つあるため、同じスポット群を 2 セット用意する。1 枚で泳動し、泳動後切り離すこともできる。

注 17：ただし、配合割合によっては確認できないスポットも生じる可能性があるが、配合割合表との整合性が認められれば、陽性と判定して差し支えない。

注 18：製品に配合され酸性下での熱殺菌などで低分子化が生じた場合、既定の位置とそれよりも遠い位置にスポットが確認されることがある。製造方法との整合性が認められれば、適と判定して差し支えない。

注 19：ここでは検出法の代表例として PMP 誘導体化法を記載したが、構成糖の定量に十分な分離と感度を有する手法、例えば、蛍光誘導体化法、パルス電気化学検出法なども採用可能である。

注 20：構成糖として最も多量に検出されること。ただし、他の高分子成分の影響が認められる場合は、配合割合を考慮して適否を判断すること。

注 21：材質がセルロースエステルであること。尚、Spectra/Por CE を使用する際のクローサーはユニバーサルクローサーを使用する。ポリプロピレン製のクローサーは漏れの原因となるため、留意する。

また、予めキャップがセットされた製品（Spectra/Por Float-A-Lyzer G2 (Spectrum)）を用いることもできる。この場合、製品の容量に応じて操作をスケールダウンして対応する。

注 22：標準的な時間として示した。完全に溶解すれば良い。

注 23：検体の性状により上清 25 mL の採取が困難な場合、上清の採取量を削減して、例えば 20 mL に変更して試験する。

注 24：容量オーバーとならないよう少量の水で洗いこむ。

注 25：ここでは検出法の代表例として PMP 誘導体化法を記載したが、構成糖の定量に十分な分離と感度を有する手法、例えば、蛍光誘導体化法、パルス電気化学検出法なども採用可能である。内部標準法を記載しているため、外部標準法を用いる場合は留意する。

注 26：感度は、検出限界として 0.05 g/100 g ~ 0.5 g/100 g を目標とする。

注 27：脱気処理を減圧下で行う場合は、溶媒が揮散しやすいためより短時間で実施する。

注 28：原末以外の試料採取量は、以下の計算式で求める。

原液の場合：

$$\text{試料採取量} = E \times 33/34$$

E：原液 33 mL と硫酸 1 mL 混合した溶液の採取量

製品の場合：

$$\text{試料採取量} = F \times (G/H) \times (I/J)$$

F：透析での試料採取量

G：透析に供した溶液量

H：F を溶解した溶液量

I：構成糖分析に供した溶液量（通常は 5 mL）

J：透析後に定容した溶液量

注 29：塩化物イオンの除去が必要な試料は MetaSEP IC-Ag カートリッジ（ジーエルサイエンス）または同等品を用いる。

注 30：製品及び分析に際して透析を行った原材料（製造工程で低分子が除かれていることが保証できない場合実施）の場合、試料採取量は以下の計算式で求める。

$$\text{試料採取量} = A \times 25/30 \times 20/50$$

A：透析での試料採取量

注 31：分析法の参考資料

- M. H. Nagaoka, K. Hanaoka *et al.* : Nitric acid-based partial-digestion method for selective determination of inorganic arsenic in hijiki and application to soaked hijiki. *J. Food Hyg. Soc. Jpn.*, **49**(2), 88-94 (2008)
- M. H. Nagaoka, T. Nishimura *et al.* : Evaluation of a nitric acid-based partial-digestion method for selective determination of inorganic arsenic in rice. *J. Food Hyg. Soc. Jpn.*, **49**(2), 95-99 (2008)
- T. Nishimura, M. H. Nagaoka *et al.* : Determination method for total arsenic and partial-digestion method with nitric acid for inorganic arsenic speciation in several varieties of rice. *Food Hyg. Saf. Sci.*, **51**(4) 178-181 (2010)

- T. Ukena, E. Matsumoto *et al.* : Speciation and determination of inorganic arsenic in rice using liquid chromatography-inductively coupled plasma/mass spectrometry: collaborative study. *J. AOAC Int.*, **97**(3), 946-955 (2014)
- T. Narukawa, E. Matsumoto *et al.* : Reversed Phase Column HPLC-ICP-MS Conditions for Arsenic Speciation Analysis of Rice Flour. *Anal. Sci.*, **31**, 521-527 (2015)

注 32 : 粉碎・均質化が困難なカプセル等の場合、以下のように操作する。

カプセル 1 粒を 10 mL 容共栓遠心沈殿管に量り取った後、水を適量（試料 0.1  $\mu\text{g}$  当たり硝酸を加えて 2 mL となるよう）加えて超音波抽出を行う。

約 1 時間超音波抽出し、カプセルの外側が溶解したのを確認した後、硝酸を 0.3 mol/L となるように加える。

よく混合した後、100°C で 2 時間加熱抽出を行い、放冷後、抽出液 2 mL を取り、2) 以降の操作に従って操作する。

参考

**製造・加工等の基準**

原則として別途定める健康補助食品規格基準集「B 製造・加工等の基準」に準拠するものとする。

**表示・広告基準**

原則として別途定める健康補助食品規格基準集「C 表示・広告基準」に準拠するものとする。参考までに本食品の固有事項を記載する。

項 目	記 載 事 項
規格成分及びその含有量	<p>規格成分の表示は、フコイダンの由来を記載すること。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・オキナワモズク由来フコイダン</li> <li>・ガゴメ昆布由来フコイダン</li> <li>・メカブ由来フコイダン</li> </ul> <p>粒、カプセル、粉末、液体等の形状当たりの量として、各由来フコイダン原末量を記載する。また、フコイダン量を併記することができる。</p> <p><b>【表示例】</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>・1成分が該当する場合           <ul style="list-style-type: none"> <li>「規格成分：オキナワモズク由来フコイダン原末〇〇mg（〇粒当たり）」</li> <li>「規格成分：オキナワモズク由来フコイダン原末として〇〇mg（〇〇mL当たり）」</li> <li>「規格成分：ガゴメ昆布由来フコイダン原末〇〇mg（〇粒当たり）」</li> <li>「規格成分：ガゴメ昆布由来フコイダン原末として〇〇mg（〇〇mL当たり）」</li> <li>「規格成分：メカブ由来フコイダン原末〇〇mg（〇粒当たり）」</li> <li>「規格成分：メカブ由来フコイダン原末として〇〇mg（〇〇mL当たり）」</li> </ul> </li> <li>・複数成分が該当する場合           <ul style="list-style-type: none"> <li>「規格成分：オキナワモズク由来フコイダン原末〇〇mg メカブ由来フコイダン原末<math>\Delta\Delta</math>mg（〇粒当たり）」</li> <li>「規格成分：オキナワモズク由来フコイダン原末として〇〇mg メカブ由来フコイダン原末として<math>\Delta\Delta</math>mg（〇〇mL当たり）」</li> </ul> </li> </ul> <p>又は、由来素材名とフコイダン原末<math>\Delta\Delta</math>mgの総量記載とする</p>

摂取量（召し上がり量）＜1日摂取目安量＞	摂取量は、1日摂取目安量を参考にして、粒、カプセル、包（スティック）、等の形状に対応したわかりやすい表現で記載する
摂取上の注意	「原材料をご確認の上、食物アレルギーのある方はお召し上がりにならないでください」、「体質に合わない場合は摂取を中止し、医師・薬剤師又は問合せ先にご連絡ください」、「薬を服用あるいは通院中の方、妊娠及び授乳中の方は医師又は薬剤師にご相談の上お召し上がりください」、「摂取目安量以上を短期間に多量に摂ることは避けてください」等の旨を記載すること。
保管上の注意	「乳幼児の手の届かない場所に保管してください」、「高温、多湿、直射日光をさけて保存してください」、「海藻由来の原料を使用しているため色調等が異なる場合や沈殿物を生じる場合がありますが、品質には問題ありません」、「開封前によく振ってお飲みください」等の旨を記載すること。

フコイダン食品 品質規格基準 —禁無断転載—



平成 29 年 7 月 25 日 公示

公益財団法人 日本健康・栄養食品協会

〒162-0842 東京都新宿区市谷砂土原町 2-7-27

電話 03-3268-3131 FAX 03-3268-3135

ホームページ <http://www.jhnfa.org/>