

ローズマリー抽出物の自主規格検討

日本食品添加物協会
酸化防止剤技術研究会

1. はじめに

ローズマリー抽出物が既存添加物リストに掲載されたので、従来の自主規格を見直し、既存添加物リストの定義内容に変更した。また、本品が多成分の混合物であるため、含量(濃度)の規定を比吸光度として表現していたが、第7版食品添加物公定書の着色料等の含量(濃度)規定が色価($E_{1\%}^{1\text{cm}}$)で採用されることになり、本品の含量(力価)規格もこれに準じることし、含量(力価)及び極大吸収波長の調査を行った。

因みに、有効成分であるロスマノール、カルノソール及びカルノシン酸等は、OH基を有し、それらの殆どが280nm付近にある事から、この吸光度を測定して含量(力価)を求めた。

これらの検討結果を踏まえ、自主規格(案)を検討したので報告する。

2. 試験方法

検液の吸光度が0.3~0.7の範囲になるように、溶解性にあった溶媒(水、エタノール、ヘキサン)を加えて溶かして試料溶液を調整し、紫外部吸収スペクトルを測定して極大吸収部を調査し、さらに第7版食品添加物公定書収載予定の「一般試験法・色価測定法」に準じて含量(力価)を求めた。

3. 試験結果(まとめ)

水可溶及びエタノール可溶の検体の含量(力価)及び極大吸収波長の測定結果を別紙に示した。

4. ローズマリー抽出物の自主規格(案)

別紙の通り。

含量(濃度)の規格範囲は、今回の試験に供した検体が、既存添加物リストの基原・製法・本質の項の方法により製造した後、脱臭、不純物の除去等の処理を行った精製品であり、精製を行わないものは糖等の不純物を含み、水可溶のものは吸湿性が強いいため、粉末化のためにデキストリンを含む場合もあるので、範囲を90以上とした。

ローズマリー抽出物（エタノール可溶）
 - 含量（力価）測定試験 -

担当会社：東京田辺製薬株式会社
 担当部署：マーケット・プロダクト事業本部 企画開発部
 試験担当者：内田 実
 試験実施日：平成11年 2 月 4 日

<供試検体>

エタノールに可溶で、水及びヘキサンに不溶のもの。黄褐色粉末(脱臭、精製品)。
 3検体（ロット番号：80710A, 80911A, 81106A）

<試験方法>

試料約0.15gを正確に量り、エタノールを加えて正確に100mLとする。その10mLをとり、エタノールを加えて正確に100mLとし試験溶液とする。エタノールを対照とし、液層の長さ1cmで波長275~290nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により含量(力価)を求める。

$$\text{含量 (力価)} = \frac{A \times 100}{\text{試料採取量 (g)}}$$

<結果>

ロット番号		試料採取量 (g)	極大吸収波長 (nm)	吸光度A	含量 (力価) (平均値±標準偏差)	
80710A	1	0.1505	285	0.439	292	292±1.5
	2	0.1508	286	0.437	290	
	3	0.1534	286	0.449	293	
80911A	1	0.1569	286	0.447	285	285±1.5
	2	0.1554	286	0.440	283	
	3	0.1577	286	0.451	286	
81106A	1	0.1501	285	0.574	382	381±1.2
	2	0.1525	285	0.580	380	
	3	0.1508	285	0.576	382	

ローズマリー抽出物（水可溶）
 ー含量（力価）測定試験ー

担当会社：東京田辺製薬株式会社

担当部署：マーケット・プロダクト事業本部 企画開発部

試験担当者：内田 実

試験実施日：平成11年 2 月 5 日

<供試検体>

水に可溶で、ヘキサンに不溶のもの。黄褐色粉末(脱臭、精製品)。

3検体（ロット番号：70714A, 80317A, 80918A）

<試験方法>

試料約0.1gを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。その4mLをとり、水を加えて正確に100mLとし試験溶液とする。水を対照とし、液層の長さ1cmで波長275～290nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により含量（力価）を求める。

$$\text{含量（力価）} = \frac{A \times 250}{\text{試料採取量（g）}}$$

<結果>

ロット番号	試料採取量 (g)	極大吸収波長 (nm)	吸光度A	含量（力価） (平均値±標準偏差)		
70714A	1	0.1010	284	0.629	1560	1560±6
	2	0.1019	284	0.638	1570	
	3	0.0999	284	0.625	1560	
80317A	1	0.1000	283	0.679	1700	1690±10
	2	0.1001	283	0.674	1680	
	3	0.1009	283	0.683	1690	
80918A	1	0.0995	284	0.625	1570	1570±10
	2	0.1019	284	0.637	1560	
	3	0.1005	284	0.635	1580	

ローズマリー抽出物（水可溶）
 ー含量（力価）測定試験ー

担当会社：東京田辺製薬株式会社
 担当部署：マーケット・プロダクト事業本部 企画開発部
 試験担当者：内田 実
 試験実施日：平成11年 3 月29日

<供試検体>

水に可溶で、ヘキサンに不溶のもの。黄褐色粉末(デキストリンを加え、粉末化)
 3検体（ロット番号：70411A, 80126A, 80615A）

<試験方法>

試料約0.5gを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。その10mLをとり、水を加えて正確に100mLとし試験溶液とする。水を対照とし、液層の長さ1cmで波長275～290nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により含量（力価）を求める。

$$\text{含量（力価）} = \frac{A \times 100}{\text{試料採取量（g）}}$$

<結果>

ロット番号		試料採取量 (g)	極大吸収波長 (nm)	含量（力価） (平均値±標準偏差)
70411A	1	0.4915	283	145
	2	0.5035	283	147
	3	0.5022	283	147
146±1.2				
80126A	1	0.5012	283	140
	2	0.5010	283	140
	3	0.5024	283	140
140±0				
80615A	1	0.5042	283	148
	2	0.5033	283	148
	3	0.5035	283	147
148±0.6				

ローズマリー抽出物（エタノール可溶）
 ー含量（力価）測定試験ー

担当会社：ライオン株式会社

試験実施日：平成11年 3 月29日

<供試検体>

エタノールに可溶で、水及びヘキサンに不溶のもの。

3検体（ロット番号：990312, 990219, 981211）

<試験方法>

試料約0.15gを正確に量り、エタノールを加えて正確に100mlとする。
 その10mlをとり、エタノールを加えて正確に100mlとし試験溶液とする。
 エタノールを対照とし、液層の長さ1cmで波長275～290nmの極大吸収
 部における吸光度Aを測定し、次式により含量（力価）を求める。

$$\text{含量（力価）} = \frac{A \times 100}{\text{試料採取料（g）}}$$

<結果>

ロット番号	性状	含量（力 価）	極大吸収 波長(nm)	重金属 ($\mu\text{g/g}$)	ヒ素 ($\mu\text{g/g}$)
990312	黄褐色の粉末	303	285	20以下	2以下
990219	黄褐色の粉末	307	285	20以下	2以下
981211	黄褐色の粉末	307	284	20以下	2以下

ローズマリー抽出物（ヘキサン可溶）
 ー含量（力価）測定試験ー

担当会社：ライオン株式会社

試験実施日：平成11年 3月29日

<供試検体>

ヘキサンに可溶で、水及びエタノールに不溶のもの。

3検体（ロット番号：990301, 981001, 980925）

<試験方法>

試料約0.15gを正確に量り、ヘキサンを加えて正確に100mlとする。
 その10mlをとり、ヘキサンを加えて正確に100mlとし試験溶液とする。
 ヘキサンを対照とし、液層の長さ1cmで波長275～290nmの極大吸収
 部における吸光度Aを測定し、次式により含量（力価）を求める。

$$\text{含量（力価）} = \frac{A \times 100}{\text{試料採取料（g）}}$$

ロット番号	性状	含量（力価）	極大吸収波長（nm）	重金属（ $\mu\text{g/g}$ ）	ヒ素（ $\mu\text{g/g}$ ）
990301	褐色のペースト	242	280	20以下	1以下
981001	褐色のペースト	247	280	20以下	1以下
980925	褐色のペースト	240	280	20以下	1以下

ローズマリー抽出物

Rosemary extract

定 義 本品は、シソ科マンネンロウ(*Rosmarinus officinalis* LINNE)の葉又は花より、二酸化炭素、温時～熱時含水エタノール若しくはエタノールで抽出して得られたもの、又は温時～熱時ヘキサン、メタノール若しくは含水メタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。有効成分はロスマノール、カルノソール及びカルノシン酸等である。

含量(力価) 本品の力価 ($E_{1\text{cm}}^{1.0\%}$)は90以上で、その表示量の90～110%を含む。

性 状 本品は、黄褐色の粉末又は褐色のペースト又は液体で特有のにおいを有する。

確認試験 本品には溶解性を参考に吸収スペクトルを測定するとき、(a) 水に可溶でヘキサンに不溶のもの、本品の水溶液は、波長275～290nm及び320～340nmに極大吸収部がある。(b) エタノールに可溶で、水及びヘキサンに不溶のもの、本品のエタノール溶液は、波長275～290nmに極大吸収部がある。(c) ヘキサンに可溶で、水及びエタノールに不溶のものがある。本品のヘキサン溶液は、波長270～285nmに極大吸収部がある。

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 As₂O₃として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.50g、第3法、装置B)

含量測定法 測定する吸光度が0.3～0.7の範囲になるように、本品を正確に量り、(a) 水に可溶でヘキサンに不溶のものは、水を加えて正確に100mlとし、(b)エタノールに可溶で、水及びヘキサンに不溶のものは、エタノールを加えて正確に100mlとし、(c) ヘキサンに可溶で、水及びエタノールに不溶のものは、ヘキサンを加えて正確に100mlとし試験溶液とする。各希釈溶媒を対照とし、液層の長さ1cmで波長270～290nmの極大吸収部における吸光度Aを測定し、次式により含量(力価)を求める。

$$\text{含量(力価)} = \frac{A \times 10}{\text{試料の採取量(g)}}$$

平成10年度厚生科学研究報告書

JECFA 規格と日本で流通している
香料化合物の規格との比較研究

平成11年3月

厚生科学研究 山田班

日本香料工業会

川 村 洋

目 次

	頁
はじめに	1
A. 研究目的	2
B. 研究方法	2
1. 試験項目と試験方法	3
C. 結果	5
1. 調査結果	5
2. 分析試験結果	6
D. 考察	18
1. 試料の分類別考察	18
2. 規格項目別考察	20
おわりに	25
資 料	
表－1 JECFAのFlavouring agentsと食品衛生法、FEMA、FCC対照表	29
表－2 平成10年度厚生科学研究対象品目	39
表－3 試験調査対象品目および試験項目	47
試験対象28品目の測定データ [1] ～ [28]	48

平成10年度厚生科学研究 JECFA規格と日本で流通している香料化合物の規格との比較研究 研究報告書

研究要旨

国内で流通し食品香料に使用されている香料化合物で、食品衛生法、別表第4に掲げられている18の類に該当するものを本研究の対象とした。

いわゆるJECFAの食品添加物の規格書である Compendium of food additive specifications のAddendum 5 までに収載されている香料化合物について、同一名称の香料化合物の使用実態の調査（211品目）を行った。さらに、そのうち28品目についてJECFA規格に沿って分析試験を行い、その実測値とJECFA規格値との比較研究を行った。

はじめに

WTO協定およびその付属書であるSPS協定の発効により、グローバルな食品流通が促進されている。食品の規格基準等に関する国際的整合性を計る上では、国際基準であるFAO/WHOによるコーデックスおよびJECFA規格が極めて重要となってきた。こうした中で、食品香料に関する各国規制の相違が貿易非関税障壁として大きな問題となる可能性を秘めている。

食品に使用される香料の安全性は、日本香料工業会のかねてからの重要な課題であり、厚生科学研究「食品添加物の規格基準の国際的整合性に関する調査研究」の一環として、食品香料の成分規格および試験法に関する国際的規格との比較調査研究を継続して行ってきた。

天然香料については、平成6年度から平成9年度の4年間にわたって、国際的規格の調査研究、また国内で流通している天然香料の規格と国際的規格との比較研究、さらには有害金属や特定成分等の実測調査を行いその安全性を確認してきた。

平成5年度厚生科学研究は食品添加物公定書に記載されている78品目の香料化合物について、その規格とJECFA規格、FCC規格、日本および米国薬局方規格との比較研究を行った。

今年度は78品目以外について「JECFA規格と日本で流通している香料化合物の規格との比較研究」をテーマに調査研究を行った。

A. 研究目的

現在流通もしくは食品香料に使用されている香料化合物のうち、わが国で規格が定められていないものについて、その使用実態調査と規格項目に従い実測し、この規格との比較により実状を把握することを目的とした。

わが国で指定されている香料化合物は食品衛生法施行規則別表第2に掲げる名称のものであって、78の単独名称の品目と18の類名称で代表されるものがある。78単独品目は食品添加物公定書にその成分規格が定められているが、18の類に相当する品目には規格が定められておらず、その食品添加物「香料」としての適格性（品質）の判断は製造者あるいは使用者側の自主管理に委ねられている。

そこで、国際的権威のある規格としてFAO/WHO合同食品添加物専門家委員会（JECFA）が作成したCompendium of food additive specifications（以下、「JECFA規格」）を本研究の比較対照とした。JECFA規格の Addendum 5までに収載されている18の類に相当する211品目の規格の実態調査を行ったうえで、汎用性の高い28品目の規格項目の実測によりJECFA規格との比較研究を以て本研究の目的に適合した。

B. 研究方法

本研究では、JECFA規格のある香料化合物の全てに渡って分析試験調査することはその数の多さから到底無理であるため、以下の手順により選抜した28調査対象品目について、同一品名で現在国内に於いて香料として流通し使用されているものについて、できるだけ数多くの試料を集め、JECFA規格項目に沿ってその品質を調査する方法で実施した。

即ち、JECFA規格のある香料化合物283品目（表1）のうち、まず始めに公定書に同一品名で収載されているもの58化合物（国内規格がある）、18の類に該当しないもの11化合物、また18の類には該当するが日本では香料といえないもの3化合物（注1）の合計72化合物を今回の調査対象から除外し、残りの211化合物（表2）を調査対象化合物とした。

次いで、この211化合物の使用実態とその規格について香料工業会・食品香料委員会所属の15委員会社に対して行ったアンケート調査の結果と、香料としての重要度、更に官能基にバラエティー（注2）を持たせることも配慮しながら実際に分析試験調査をする28化合物を選抜した。28の試験調査対象品目および試験項目については表3に示した。

今回実際に分析試験に供した試料は、委員会所属15社で手持ちの市場流通品を研究対象として用い、規格項目の測定については15社が日常の品質管理に使用している測定機器を用いて行った。なお、一部のものについては国の指定機関である（財）日本食品分析センターに分析依頼をした。

注1：Isoquinoline、Quinine hydrochloride、Quinine sulfate

注2：211化合物の官能基別内訳はエステル類が161化合物（76.4%）、酸類11化合物

（5.2%）、高級脂肪族アルコール類9化合物（4.2%）、ケトン類8化合物（3.8%）、

高級脂肪族アルデヒド7化合物 (3.3%)、その他15化合物 (7.1%) となっている。

1. 試験項目と試験方法

本研究の中で使用した試験方法は、JECFA法と公定書法間に大きな違いがない限り、測定に習熟している公定書法を採用した。また、測定は2回実施することを原則とし、測定値は2測定の平均をとることとしたが、2回の測定間に10%以上の差がある場合、差が10%以内に収まるまで回数に関係なく測定することとした。

1) 外観 (Description, Physical form)

目視により行った。

2) 香気 (Odour)

官能検査により行った。

3) 溶状 (Solubility in Ethanol)

JECFA規格各条で指定されている測定条件で行った。

4) 含量 (Assay)

① アルデヒド類又はケトン類 含量 (Aldehyde and Ketone)

第六版日本食品添加物公定書 (以下「公定書」と記す) 一般試験法香料試験法中の「アルデヒド類又はケトン類含量」測定法で行った。

② エステル 含量 (Ester)

公定書一般試験法香料試験法中の「エステル含量」測定法で行った。

③ GC 含量

強極性カラムを用いて測定した。測定機種並びに測定条件などは特別に定めず、各社それぞれが日常の品質管理業務の中で行っている条件で測定した。

④ エチルマルトール含量 (Ethyl maltol)

JECFA各条で指定されている吸光度法で行った。JECFA各条の中では、エチルマルトール標準品の調製方法が規定されていないため、公定書に記載されている試薬「マルトール、定量用」の調製法に準じて調製したエチルマルトールを標準品とし、各社同一品を用いた。

5) 酸価 (Acid value)

公定書一般試験法香料試験法中の「酸価」測定法で行った。

6) 屈折率 (Refractive index)

公定書一般試験法屈折率測定法で行った。

7) 比重 (Specific gravity)

公定書一般試験法比重測定法、試験温度20℃で行った。また、JECFAで測定温度が25℃と指定されているものについては同じ方法により25℃でも測定した。振動式密度比重計を使う方法も採用した。

8) 蒸発残留物 (Non volatile residue)

Guide to JECFA Specification, FNP 5/Rev.2(1991)での一般試験Non-Volatile Residue測定法で行った。

予め105℃で加熱して恒量とした125ml容量の白金製蒸発皿に試料100mlを量り込み正確にその重量を秤る。試料の入った蒸発皿を105℃の蒸気浴で加熱し蒸発乾固させる。このときの加熱時間は30分間か、または蒸発皿が恒量となるまで行い、後デシケーター内で冷却してから蒸発皿の重量を秤る。但し、白金皿に代えて磁製皿の使用も可とした。

蒸発残留物は次式により算出する。

$$\frac{\text{蒸発乾固後の蒸発皿重量} - \text{蒸発皿重量}}{\text{試料100mlを量り込んだ蒸発皿重量} - \text{蒸発皿重量}} \times 100 \quad (\%)$$

9) ヒ素 (Arsenic)

有害試薬を用いる装置Aに代え、公定書一般試験法ヒ素試験法装置Bを用い、検液の調製をJP (X III) ヒ素試験法、検液の調製法第4法で行った。

また、呈色の比較による濃度判定を、目視によるのではなく、分光光度計による535nmにおける吸光度測定により検量線を作成して行った。

JECFA各条の中で試料の採取料が規定されていない場合は、当該測定法の分析精度を考慮し、試料量を2.5gとして実施した。

10) 重金属 (Heavy metals)

公定書一般試験法重金属試験法第2法で行った。

11) 凝固点 (Solidification point)

公定書一般試験法凝固点測定法で行った。凝固点測定装置の手持がなく示差走査熱量計 (DSC) がある場合は、DSCを使う方法も可として実施した。

12) 塩素化合物 (Chlorinated compounds)

公定書一般試験法香料試験法中の「塩素化合物」測定法で行った。

13) 旋光度 (Angular rotation)

公定書一般試験法旋光度測定法で行った。

14) 残留溶剤 (Residue of solvents)

JECFA規格 (エチルラクテート) の中で規定しているEthanolとTetrachloro methaneの分析条件、特に測定カラム (パックカラム) については、分析精度が十分でないことから既に各社での使用がなく、またカラムの手持ちもないことから測定することが不可能であった。

本研究では測定カラムを強極性カラムに統一し、標準添加法によるGC測定法で行った。測定機種並びに測定条件などは特に定めず、各社それぞれが日常の品質管理業務の中で行っている条件で測定した。

15) 融点 (Melting point)

JECFA規格項目ではMelting rangeを測定することになっているが、本研究では公定

書法一般試験法融点測定法に従い融点を測定することで行った。

16)鉛(Lead)

公定書一般試験法鉛試験法(原子吸光度測定法)で行った(フレーム法、一部フレームレス法)。JECFA規格の中で試料の採取料が規定されていないエチルマルトールの場合、当該測定法の分析精度を考慮し、試料量を2.0gとして実施した。

17)強熱残留物(Sulfated ash)

公定書一般試験法強熱残留物試験法で行った。JECFA規格の中で試料の採取料が規定されていないエチルマルトールの場合、公定書規格中のマルトールの強熱残留物測定に使用する試料量と同量2.0gを試料量として実施した。

18)水分(Water)

公定書一般試験法水分測定法(カールフィシャー法)で行った。

C 結果

1. 調査結果

211品目についての調査結果は、委員会社15社が採用している規格として報告されたものの193品目、全く規格の報告がなかったもの18品目であった。規格の報告がない物質が存在した点に関しては、全ての香料会社が使用可能な香料原料を一様に使用しているのではなく、会社やフレーバリストの特徴、好みが反映される香料業界の特殊性が現れたものと考えられる。193品目に関する報告された延べ規格数は1,423であり1品目当たり平均7.4であった。

JECFA規格と日本で採用されている各社の規格(以下、自社規格という)を比較した結果、おおよそ以下のことが明らかになった。

1)業界では確認試験の項目は重要視されていない

JECFA規格のほとんど全てに確認試験の項目が存在する。無いものは情報提供を求めているものである。しかし一部の香料物質サプライヤーが自社の規格にJECFA規格や公定書規格に準拠した確認試験項目を設定しているが、今回調査した15社の規格には確認試験項目はほとんど設定されていなかった。

香料会社の物質確認方法はガスクロマトグラフィーによって純度試験と同時に物質確認を行っているのがほとんどである。対照標準物質は各会社の過去合格ロットである事が多い。また、全ての香料会社は受け入れ検査に官能試験も行うため確認方法はこれら2項目で十分と考えている。

しかしJECFA規格や公定書規格は分析機器が十分でなかったり、香料物質の取り扱いに習熟していない場合も考慮に入れなくてはならないため赤外線吸収スペクトルの特異波長による確認方法等は必要であろう。

2) 自社規格には沸点の項目が無い

211品目中JECFA規格項目に沸点があるものは155品目(73.1%)であり、その65%の101規格は幅が無く1点の温度を示しているのみである。今回の調査では沸点を規格項目に入れているケースは無かった。この事は物質の確認及びその含量を試験するためにはガスクロマトグラフィー、マススペクトル、比重、屈折率、官能検査でほとんどの目的を達している。

一方、沸点測定は自動化しにくく、また圧力を一定に保ちながら温度を測定する困難な方法である事から採用していないものと思われる。

3) JECFA規格は20℃での比重項目が少ない

比重の測定温度はJECFA規格では25℃が標準で、20℃は比重項目が設定されている品目の中の10.5%に過ぎない。自社規格では20℃が大部分であり、一部欧米のサプライヤーの規格をそのまま採用している場合に25℃の例があるのみであった。しかし、COMPENDIUM Vol. 1&2で規格設定されている31品目のうち20品目(64.5%)は20℃で単独又は25℃との併記で規格が設定されている。この事は最近JECFA規格が設定されたものは25℃のJECFA標準に統一されてきていることを示すが、日本における標準温度20℃を考慮すれば是非20℃と25℃との併記復活を要望したい。

4) エタノールでの溶解性試験

JECFA規格の69.8%、自社規格の8.8%にエタノールに対する溶解性試験を要求している。本項目はエタノールに溶解しにくい不純物、特にテルペン系化合物や不飽和化合物が重合したような不純物の存在をチェックするのに有効な試験法である。しかし単純で安定なエステル等の場合には不必要な項目であろう。

5) 融点

融点は古くから固体の同定、純度試験に用いられてきており現在も常温で固体の香料物質の規格には重要な項目である。しかし、JECFA規格には実際には測定が非常に困難な融点を持つ物質(例: Isobutyl isobutyrate m.p. -80~-81℃)にも融点の規格が設定されている例が散見された。参考値にとどめるべきものであろう。

6) その他

砒素、重金属類、旋光度等はJECFA規格および自社規格共必要に応じ設定されていた。

2. 分析試験結果

[1] Allyl phenoxyacetate

〈含量〉

含量測定では96.18%、98.2%の試料が各1点ずつあった以外は全て99.0%以上の含量を示した。

〈酸価〉

11.05と異常に高い酸価を示した試料を始めとして酸価の高い試料がいくつかあ

ることが判った。しかし、酸価が規格の1以下の値を示した試料が全体の64%もあることから、封切り前のフレッシュな本品の酸価は1以下であると考えられ、封切り後の保管条件が酸価のばらつきに影響したものと推測される。

〈屈折率〉

酸価でのばらつきはあるものの屈折率にその影響は見られなかった。全試料が規格幅の中心近くの値を示し、また試料間の変動幅も見られなかった。

〈比重〉

20℃又は25℃で測定した比重は、屈折率と同様、酸価にばらつきがあったにも関わらずその影響は比重の値に見られなかった。また、試料間の変動幅も少なかった。

[2] trans-Anethole

〈含量〉

いずれの試料とも高含量品ではあるが、規格値の下限99%に満たない試料が4品あることが判った。これら99%に満たない試料の中のcis体は極微量であった。この結果は、GCの測定条件、特に感度と分離性能の違いが影響していることも考えられる。

〈屈折率〉

試料間にばらつきはあるもののいずれも規格内に入っていたが、やや規格幅の上方に偏っていた。

〈比重〉

高含量であるにもかかわらず規格を外れた試料が4品もあった。また、規格内の値を示した試料でも、いずれもその値は規格値上限に偏っていた。今後の検討によらねばならないが、規格値の変更が必要であるかもしれない。

〈溶状〉

含量で規格を満たしていない4品がいずれも溶状の規格を満たしている中で、含量99%以上の試料4が本規格をクリアしていなかった。

[3] Benzyl benzoate

〈含量〉

含量測定では規格下限値99%をわずかに下まわる98.90%、98.70%の2品があったがいずれも高い含量を示した。

〈酸価、屈折率、比重および塩素化合物〉

いずれの試験でも試料間にばらつきは少なく規格を満たしていた。

[4] 1-Carvone

〈含量〉

いずれの試料も98%以上を示し規格下限値97%を余裕を持って満たしていた。その

平均値は99.66%であった。

〈屈折率〉

試料間にばらつきは少なく規格内に入っていたが、規格幅の上方に偏っていた。
規格値の改訂を提案する必要があるかもしれない。

〈比重〉

試料間にばらつきはあるもののいずれも規格内に入っていたが、測定温度25℃で四捨五入して規格値上限に滑り込む試料が1品あった。測定温度20℃の結果は規格値の下方に偏っていた。

〈旋光度および溶状〉

高含量を反映して両規格項目とも問題はなかった。

[5] Diacetyl

〈含量〉

規格値下限は97%と比較的低いが測定値95.55%と規格値を切る試料が1品あった。

〈屈折率〉

1試料を除き規格内に入っていたが、試料間にばらつきがあり本規格の幅全体に分布する形になっていた。すなわち、本品の屈折率の規格幅が0.004のところ、規格に入った12試料の測定値の最大と最小の差は0.003で余裕の無いものであった。

〈比重〉

屈折率と同様に1試料を除き規格内に入っていた。本品の比重の規格幅は0.015と広いが、規格に入った11試料の測定値の最大と最小の差は0.0078であることから本規格の広さは妥当なものであろう。

〈凝固点〉

屈折率、比重と同様に1試料を除き低温度に偏る傾向を持って規格内に入っていた。

なお、含量、屈折率、比重、凝固点の各規格から外れていたのは同一の試料2であるが、本試料の含量が95.55%である事は、含量規格の下限値周辺の1~2%は大きな意味を持つものと思われる。

[6] Ethyl dodecanoate

〈含量〉

全試料とも規格値98%以上の高含量を示し平均99.28%であった。

〈酸価〉

高含量を反映し全13試料中最大測定値が0.2と規格値1.0を大きく下まわっていた。

〈屈折率〉

全試料とも規格内に入っていたが、規格幅0.004の下方半分に全ての試料が偏在していた。

〈比重〉

比重ではすべて規格には適合していたものの試料間にばらつきが見られた。

〈溶状〉

本規格の条件で2試料が溶解しなかったが、両試料とも他の含量、酸価、屈折率、比重の測定結果は正常値であり溶状との相関は見られなかった。

[7] Ethyl isobutyrate

〈含量〉

全試料とも規格値98%以上の含量を示し平均99.86%と非常に高い純度であった。

〈酸価、屈折率、比重および溶状〉

高含量を反映し全試料とも測定値にばらつきが小さくコンパクトに規格に収まっていた。

[8] Ethyl lactate

〈含量〉

エステル含量測定法で14試料を測定した。規格下限値は全試料とも満たしていたが、上限値を越えた試料が2試料、また上限値ぎりぎりの試料が(財)食品分析センターで分析した結果を含め3試料もあった。規格各条中に上限値を定めるか、または測定法をGC法へ変える必要があるように思われる。

〈酸価〉

試料3.7は酸価1.15、1.50と規格値1を上回るものがあつた。この2試料を含め0.5以上が15試料中5品と比較的酸価が高くなる傾向が見られた。

〈屈折率〉

含量測定値のばらつきは屈折率には影響せず比較的広い規格幅0.01の下方3分の1の狭い範囲に集約する形であつた。

〈比重〉

酸価で1.50を示した試料7が測定温度25℃と20℃の両規格に外れた。他の試料は全て測定温度25℃でほぼ規格幅の中心の、20℃では重い方に偏った傾向の数値を示した。

測定温度20℃規格はやや上方にシフトする提案をする必要があるかも知れない。

〈エタノール量〉

測定条件により検出限度は一定していないがいずれも規格上限の1%以下を満たしていた。

〈四塩化炭素量〉

エタノール量の場合と同様検出限度は一定していなく、規格上限の0.01%以下を

測定できない場合が1件有った。他の測定した試料に関しては規格を満たしていた。

〈蒸発残留物〉

測定方法に問題が予想されたため3試料のみ測定を試みた。結果は2品が規格を満たしていなかった。

[9] Ethyl maltol

〈含量〉

吸光度法で13試料を測定した。規格下限値は全試料とも満たしていたが、上限値を越えた試料が1試料、また上限値は越えないものの100%台の試料が（財）食品分析センターで分析した結果を含め5試料もあった。規格各条中に上限値を定めるか、または測定法をGC法へ変更する必要があるように思われる。

〈融点〉

JECFA規格では融解範囲(Melting range)を規定しているが、今回は公定書法による融点を測定した。融解範囲を規格幅と解釈することが許されるならば全ての試料は規格内であった。

〈水分含量〉

規格値0.5%以下のところ最高値でも0.26%と低い値であった。

〈砒素、鉛および重金属〉

いずれの項目のテストも全ての試料において規格を満足していた。

〈強熱残留物〉

高含量や他の試験項目の結果を反映し、強熱残留物の結果も全て規格に合致していた。実数で得られたデータは規格値より一桁低い値であった。

[10] Ethyl 2-methylbutyrate

〈含量〉

規格値95%以上に対し全試料98%以上と高含量であった。含量の平均値は99.31%であった。

〈酸価〉

測定値は最高値0.25, 平均値0.10で規格値2.0を大きく下回っていた。

〈屈折率〉

試料間にばらつきはほとんどなく規格幅のほぼ中心に全ての測定値が入っていた。

〈比重〉

測定温度25℃での測定結果はばらつきはあるものの規格に入っていた。