

[11] Ethyl methylphenylglycidate

〈含量〉

エステル法で14試料を測定した。規格下限値は全試料とも満たしているが、上限値を越えた試料が3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。

〈酸価〉

含量のばらつきを反映してか酸価も規格が2以下のところ0.04から1.83と広がっていたが大半は1以下であった。

〈屈折率〉

規格幅が0.01と比較的広い中で規格の下方の狭い範囲に集中していた。

〈比重〉

測定温度25℃、20℃とも比較的狭い範囲にまとまり、規格に入っていた。

〈溶状〉

含量の下限、酸価の上限に近い測定値を有する試料はあったが、溶状試験は全試料が溶解した。

[12] Eugenyl methyl ether

〈含量〉

試料3が規格値の98%以上から外れていたが他の試料は高含量を示した。全試料の平均値は99.38%であった。

〈酸価〉

規格幅が10.0のところ測定値の最大は0.5で、含量が97.28%の試料3の酸価は0.07と非常に低く含量との相関は認められなかった。

〈屈折率〉

全ての試料は0.003という狭い規格幅に入っているが、含量で規格外になった試料3の屈折率は四捨五入して規格値上限に滑り込んだものであった。

〈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。含量で規格外になった試料の比重は規格幅の中央に位置していた。

〈溶状〉

含量で規格外になった試料も含め溶状試験は全試料が溶解した。

[13] Geranyl butyrate

〈含量〉

エステル法で13試料を測定した。規格下限値は全試料とも満たしているが、上限値を越えた試料が2試料、また上限値は越えないものの100%台の試料が2試料あった。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。

〈酸価〉

測定値はばらついていたが規格の酸価1以下に全試料が入っていた。

〈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、規格幅の上限の近くに偏っていた。

規格値の改訂を提案する必要があるかもしれない。

〈比重〉

測定値の最大と最小の差は0.0049と大きいので規格幅の0.015は広すぎるとは云えない。ただし、測定値が上方半分に偏っているので中心を移動する必要があるかも知れない。

〈溶状〉

含量が102.30、101.95%の試料1、3も含め溶状試験は全試料が問題なく溶解した。

[14] cis-3-Hexenyl acetate

〈含量〉

GC法とエステル法で12試料を測定した。cis体エステル含量を測定するGC法では試料11のみが規格下限値を外れていたが、この試料はエステル法では98.9%と高い含量を示したことから、恐らくcis-3-Hexenyl acetateの異性体を含むものと思われる。他方エステル測定法で97.65%の試料4のGC法による含量は98.84%でありエステル以外の同じリテンションタイムを示す物質が存在していたか、または今回のGC測定条件では検知できなかった物質が存在していたものと推測される。また、エステル含量を測定したエステル法において試料2のみが上限値を外れていたが、JECFA規格のAddendum 5ではGC法に変わっていることから今後は問題ない。

〈酸価〉

規格の上限値1を示した試料2を含め全ての試料が規格内であった。

〈屈折率および比重〉

試料間の測定値にばらつきが大きく規格幅をほとんどフルに使用しているが外れた試料はなかった。

〈溶状〉

規格に外れた試料2、4、11も含め溶状試験は全試料が問題なく溶解した。

[15] Hexyl acetate

〈含量〉

規格が98.0%以上のところ試料7が97.80%とわずかに切れていた。

〈酸価〉

酸価の規格は1以下であるが測定値の最大が0.26と非常に低い値であった。

〈屈折率〉

試料間にばらつきは少なく規格の中心にまとまって入っていた。

〈比重〉

規格幅が0.004の上方四分の三にばらつく形になり、試料11はほとんど上限である。規格幅の改正要望を提出する必要があるかもしれない。

〈溶状〉

含量で規格にわずかに外れた試料も含め溶状試験は全試料が問題なく溶解した。

[16] Hexyl alcohol

〈含量〉

規格が96.5%以上のところ試料7だけが96.20%とわずかに切れていた。全試料の平均は99.11%であった。

〈酸価〉

規格は2以下であるが測定値の平均が0.17で全ての試料が規格内だった。含量が規格外の試料は0.08で含量からの影響はなかった。

〈屈折率〉

なぜか規格が設定されていないが、測定されたデータは1.4174~1.4181の狭い幅に集約されていた。

〈比重〉

やや試料間にばらつきが見られた。全体的に軽い方に偏っており試料1は下限値であった。

[17] α -Hexyl cinnamic aldehyde

〈含量〉

アルデヒド・ケトン法による含量測定では94.00%の試料が1点あったが、他はばらつきはあるものの95%以上の規格に適合していた。

〈酸価〉

測定値の最大が0.64で規格の酸価1以下を全ての試料がクリアしていた。

〈屈折率〉

規格幅0.008のほぼ中心に全てが位置しており、含量のばらつきの影響はなかった。

〈比重〉

屈折率同様に測定温度25℃、20℃の両方とも全ての試料が規格の中心にあった。

[18] iso- α -Methyl ionone

〈含量〉

アルデヒド・ケトン法で総Methylionone含量を10試料について測定した。規格下限値98%を外れていた試料が2試料あった。他方9試料のiso- α -Methyl iononeの

みの含量を測定したGC法では規格値90%以上を満たす試料は2試料のみで他の7試料は規格値を外れていた。規格各条について再検討する必要があるものと思われる。

〈屈折率〉

含量試験にて規格を満たさなかった全ての試料を含め規格に入っていたが、アルデヒド・ケトン法による含量測定で101.50%を示した試料6は下限ぎりぎりであった。

〈比重〉

測定温度20℃の規格では試料6、9の2品が規格を満たさず、25℃の規格では試料2、9が外れ、試料6は下限であった。含量の項目をクリアした試料1、10の2品は全ての規格項目に合致していた。

(なお、JECFA規格では測定温度20℃の規格値より25℃の規格値が重い方に記述されていたが入れ違いの誤植と解釈した。)

[19] Isobutyl acetate

〈含量〉

GC法により規格は95.0%以上と規定されているが測定値の最低で98.80%、平均99.77%と非常に高純度を示した。

〈酸価〉

測定最高値が0.53、平均値0.14と問題はなかった。

〈屈折率〉

試料3を除き規格幅の下方に集中している。この試料の他の規格項目に異常は見られないため屈折率のみ外れた理由は不明のままであった。

〈比重〉

屈折率とは逆に上方(重い方)に偏っており、規格の中心点を移動させる必要があるかもしれない。

[20] Methyl 2-methylbutyrate

〈含量〉

GC法により規格は92.0%以上と規定されているが測定値の最低で98.00%、平均99.57%と非常に高純度を示した。

〈酸価〉

規格は2以下であるが全て0.5以下の測定値であった。

〈屈折率〉

試料間にばらつきは少なく規格の下方に偏り、まとまって入っていた。

〈比重〉

試料1が上方(重い方)に外れた他は重い方に偏りつつも規格に入っている。しかし多くの試料は上限にかなり近かった。

[21] Neryl acetate

〈含量〉

14試料中試料5、7、8、10の4品がGC法による規格値96.0%以上を満たしていなかった。他の試料も様々な数字を示していた。

〈酸価〉

試料7、8が規格の下限1.0を超えていた。これらの試料7、8は含量でも規格から外れていた。

〈屈折率〉

試料8が上限値だった以外は規格の中心にまとまって入っていた。

〈比重〉

試料間にばらつきは見られるがやや上方に偏る傾向を見せていた。

〈溶状〉

含量で規格に外れた試料も含め溶状試験は全試料が問題なく溶解した。

[22] Nonanal

〈含量〉

13試料中試料4、6、7の3品がGC法による規格値92.0%以上を満たしていなかった。規格に入っている他の試料もばらばらな結果になっていた。

〈酸価〉

Nonanalは容易に酸化されるため酸価は10.0以下と規定されているがこれを超える試料が5品あった。香料的に見て一般的にアルデヒドの香気の強さと特徴は同じ単素数の酸よりけた違いに強いため、これらの試料は酸価が高くても香料原料として通用しているものと思われる。

〈屈折率〉

試料4が上方に外れた以外は規格幅の全体に散らばる形で分布していた。

〈比重〉

規格幅が0.01と広いにもかかわらず4試料が重い方に外れていた。

〈溶状〉

多くの試料が他の項目で規格から外れていたにも関わらず、試料4以外は溶状試験はパスしている。試料4は全項目で不適合であった。

[23] 1-Octanol

〈含量〉

試料間にばらつきが見られたが全て規格を満たしていた。

〈酸価および屈折率〉

全ての試料が問題なく両規格項目を満たしていた。

〈比重〉

試料5が異常な値を示しているが他の規格項目の結果に問題が見られないため、

原因は不明であった。

〈溶状〉

試料2、4、6、10、12の5品が溶解しなかった。他の規格項目の結果からは理由は不明であった。

[24] Octyl acetate

〈含量〉

15試料の測定値中最低値が98.80%, 平均値が99.73%と全ての試料が非常に高い純度を示した。

〈酸価〉

規格の下限値1.0は全ての試料がクリアしたが0.82の測定値があったことは注意しなければならない。

〈屈折率〉

比較的狭い規格幅0.003のほぼ中心に全ての測定値がそろっていた。

〈比重〉

全ての試料は規格範囲内にあったが、試料間のばらつきは0.0026であり、規格幅0.003は狭いと思われた。

〈溶状〉

他の規格項目の測定結果が示すように全試料の純度は高く、溶状試験においても問題はなかった。

[25] Phenylacetaldehyde

〈含量〉

規格値下限が90.0%と非常に低いにも関わらず試料数10品の50%が規格値に達しなかった。それは Phenylacetaldehyde が化学的に非常に不安定なためと考えられ、JECFA規格の中にもそのままでは保存せず速やかに適当な溶剤に希釈して保存するように注意書きがある。

〈酸価〉

含量が低いにもかかわらず酸価の最大測定値は1.08と規格値の5.0を大きく下回った。

〈屈折率〉

試料1、2、3、4、8、9の6品が規格の上限から外れていた。このうち試料1、2、3、8の4品は含量の項目でも外れていたものであった。

〈比重〉

比重の規格に合致していたのは試料5、6、10の3品のみであった。

〈塩素化合物〉

試料10に陽性の結果が出たため製造工程を検討したが理由は発見できなかった。

結局全ての規格項目を満たしていたのは試料5、6、10の3品のみであった。本品目の安定性が比重、屈折率に及ぼす影響は非常に大きい事が判明した。

[26] Propyl acetate

〈含量〉

15試料の測定値中最低値が99.30%, 平均値が99.57%と全ての試料が非常に高い純度を示した。

〈酸価〉

全ての試料が規格の下限值1.0よりはるかに低い0.3~0.0の間にあった。

〈屈折率〉

規格幅0.005のほぼ中央に全ての測定値がそろっていた。

〈比重〉

規格値上限の測定値を含め全ての試料は規格幅の上方半分に偏在していた。

〈溶状〉

他の規格項目の測定結果が示すように全試料の純度は高く、溶状試験においても問題はなかった。

[27] Undecanoic acid

〈含量〉

GC法による含量の下限が99.0%という比較的厳しい規格条件で6試料中3品のみが適合していた。測定値の最低は97.05%であった。

〈酸価〉

試料2が大きく上限を超えていたが、同試料の含量が99.00%であることから微量の軽い酸が不純物として存在していたのであろう。

〈屈折率〉

測定温度30℃の設定はまれなことではあるが、更に規格に幅が設定されていないため検証ができない。測定した3試料では規格の 1.4355 ± 0.003 の範囲に入っており妥当なものであろう。

〈比重〉

測定条件は20℃に設定されているが本品の融点が約28℃であり測定不能であった。

[28] Valeric acid

〈含量〉

13試料の測定値中最低値が97.30%, 平均値が99.02%と全ての試料が非常に高い純度を示したが規格が99.0%以上のため5品が規格外となった。

〈屈折率〉

測定温度25℃の設定はまれなことである。結果は試料間にばらつきは見られたが

含量測定で不適だった試料も含め全て規格内だった。参考までに20℃でも測定したが、問題なく測定できた。

〈比重〉

試料間にばらつきは見られ、やや下方への偏りの傾向があり、ほとんど下限の試料も見られた。

D. 考 察

1. 試料の分類別考察

今回研究に供した28品目を官能基別分類は、エステル類15品目、アルデヒド・ケトン類7品目、エーテル類2品目、アルコール類2品目、酸類2品目であり、調査対象211品目の内訳とは若干異なった選抜比率となったが、これは香料としての付加価値をより重視した結果である。

1) エステル類 (15品目)

① 酢酸エステル類

特に注目すべきは、天然精油から蒸留などの手段により単離したアルコール類を用いて製造したエステル類の問題である。今回試験したNeryl acetateの場合、原料となるNeryl alcoholは、イソプレン、ピネン、アセチレンなどを原料としたNeryl alcohol含量の高い合成品と天然のシトロネラ油などから単離したNeryl alcohol含量が低い（他に混在する

GeraniolやCitronellolの含有率によりNeryl alcoholの含量が変動する）ものが流通しており、このどちらのNeryl alcoholから得たエステルも品名が Neryl

acetateとして流通していることが判った。また、JECFA規格に合致しない天然からのNeryl acetateの方がはるかに香料的価値が高いと評価され、用いられていることも判った。このようなことは、ゲラニオールやシトロネロールなど天然精油を原料源とする他のアルコール類のエステル全般についてもいえることであり、今後の検討課題とすべき点となった。

次に、異性体をもつエステル (cis-3-Hexenyl acetateなど) 類に関してであるが、本研究において、cis体のみの含量はGC法で、全異性体を含めた総含量の測定はエステル法で行ったが、GC法で含量の高いものがエステル法で低い値だったり、反面エステル法での含量の高いものがGC法では低い値だったりした。その理由については本研究では明確化できなかったが、今後の検討課題となろう。

以上のことを除けば酢酸エステル類は、全般に高純度品が用いられていることから、規格上殆ど問題のないことが判った。強いて気づいた点をあげると、屈折率、比重において測定試料の殆どが規格の上限或いは下限に偏ってしまう品目が2~3あり、

これらについては規格幅の中心点を若干ずらした方がよいと思われた。

② 酢酸以外の脂肪酸エステル類

天然精油から単離したGeraniolを用いたGeranyl butyrateの場合、やはりNeryl acetateと同じ問題を抱えていることが判った。

水溶性エステルであるEthyl lactateに規格項目としてある残留四塩化炭素は、その製法から四塩化炭素が混入する可能性は全くなく（メーカー武蔵野化学研究所見解）、本研究でのどの試料からも検出されてない事実と合わせると、少なくとも国内に於いては不必要な規格項目であることが判った。また、エタノールについても、他のエチルエステル類の規格項目にないことや本研究のどの試料からも検出されてない事実から、やはり不必要な規格項目であると思われる。

脂肪酸のエチル或いはメチルエステル類は、全体的にその含量が99%以上の極めて高純度品として使われていることが判り、規格上殆ど問題のないことが判った。強いて気づいた点をあげると、酢酸エステル類の場合と同様、屈折率、比重において測定試料の殆どが規格の上限或いは下限に偏ってしまう品目が2~3あり、これらについては規格幅の中心点を若干ずらした方がよいと思われた。

③ その他のエステル類

香料としてかなり大量に使用されているものの中から、化学的に特徴のあるものを試料として測定した。

末端に二重結合をもつAllyl phenoxyacetateは予想以上に不安定であることが、酸価測定から判った。フレッシュな封切り品の酸価が低いことから、封切り品となったものの保存保管条件などが品質の保持に重要であることが判った。

グリシド酸エステルであるEthyl methylphenylglycidateや芳香族1級アルコールのエステルあるBenzyl benzoateはいずれも含量が99%以上の高純度品として使われており、Benzyl benzoateは全く問題がないことが判った。

Ethyl methylphenylglycidateは、酸価が測定試料間で若干のバラツキが見られ、その値は規格値の範囲内であるものの保存保管に注意を払う必要があることが判った。

2) アルデヒド・ケトン類

① アルデヒド類

本研究で試料として用いたNonanal、Phenylacetaldehyde及び α -Hexyl cinnamic aldehydeについては、 α -Hexyl cinnamic aldehydeが安定であった以外は化学的に不安定であることが判った。即ち、Nonanalは酸価測定の結果、その値が異常に高い（酸価が20を越える）ものが多く空気による酸化を非常に受け易い化合物であることが判った。また、Phenylacetaldehydeは、空気による酸化よりも温度などにより重合が促進されているようであり、フレッシュなものと時間を経過したものとの間での含量にはかなりの差があった。JECFA規格もやはりこの点を注目し、溶剤で希釈して使用するよう注意書をしている。なお、今回の研究には無希釈の試料を用いたが、委員会所属の各社では、通常購入後直ちに溶剤（Benzyl alcohol、Phenylethyl alcoholなど他の香料）で希釈して使用しているのが実態であり、今

後希釈物の規格も必要となるだろう。アルデヒドの場合、いずれも個別の保存保管条件の検討が必要であろう。

② ケトン類

本研究で試料として用いた1-Carvone、Diacyetyl、Ethyl maltol、iso- α -Methyl iononeについては、化学的に安定であることが判ったが、iso- α -Methyl iononeについては異性体を含む総Methyl iononeとしての含量は概ね規格値に入っているが、GC法による iso- α -Methyl iononeのみの含量測定では殆どの試料が規格に入っていないことが判った。このことは国内に於いては、JECFA規格不適合品の方がはるかに多量流通し使用されている現実を示すもので、現実が反映されるような規格提案が必要となるだろう。

3) エーテル類

本研究に試料として用いたtrans-Anethole、Eugenyl methyl etherについては、通常の使用条件では化学的に安定な化合物が多く殆ど問題となる点は無かった。

4) アルコール類

本研究に試料として用いたHexyl alcohol、1-Octanolは、化学的に安定な化合物であり殆ど問題はないことが判った。ただし、1-Octanolの溶状がJECFA規格での測定条件では完全溶解しない試料が多く、試験条件の検討が必要になるだろう。

5) 酸類

本研究に試料として用いたUndecanoic acid、Valeric acidは、いずれも高含量で使用されていることが判ったが、JECFA規格値が非常に高い純度に定められているため適合品は半分程度であった。

2. 規格項目別考察

1) JECFA規格の記載形式

第46回会議（1996年、Addendum 5）以降に制定、改定されたものはそれまでのモノグラフ形式とは異なり表形式となっている。モノグラフ形式の場合、食品添加物公定書と同様に規格項目が確認試験と純度試験に分けて示され、溶解性、比重、屈折率などは確認試験の項目の中に分類されていた。表形式ではFCCと同様に、確認試験は殆どIRのみとなり、比重、屈折率などは独立した項目となっている。

2) 外観、香気

モノグラフ形式の場合は「DESCRIPTION」に、表形式では「PHYSICAL FORM/ODOUR」の項に記載されている。

JECFA規格の通則（GENERAL NOTICE）には、「DESCRIPTION」の外観、香気等の性状は厳密に測定される特性値ではないので、確認試験や純度試験とはしないとのことが記載されている。性状についても適否の判定基準としている食品添加物公定書とは異なっている。

今回の調査では、各試料の外観、香気についても実施した。その結果については下

記の試料12を除いて特記すべきことはなかった。しかし、香気については官能上の表現なので主観的な面が強い故、JECFA規格との比較を一概に行うことは困難であった。

今回の調査の中で1品目について外観がJECFA規格と一致しないという結果がみられた。即ち、(12)Eugenyl methyl etherの場合である。JECFA規格では「Pale yellow liquid」となっているが、調査では、記載のあった7品中4品が「無色(透明)液体」となっていた。FCCでは「colorless to pale yellow liquid」と記載している。従って、FCCの規格表現の方が現状に即していると思われる。

3) 溶状 (Solubility in Ethanol)

溶状の標準試験温度はJECFA規格では20℃、FCCでは25℃と規定している。食品添加物公定書の場合、常温(15~25℃)とするか標準温度(20℃)とするかは特に明示されていない。

今回調査した28品目中、14品目に溶状の規格が設定されていた。(6)Ethyl dodecanoateと(23)1-Octanolを除き、概ね溶状試験に適合していた。(6)Ethyl dodecanoateの場合、13品中2品が不適であった。この2品は他の規格項目には全て適合していた。(23)1-Octanolの場合、13品中5品が不適であった。これらも他の項目は全て適合であった。

(23)1-Octanolの不適であった試料について溶解に必要な50% Ethanolの所要量を求めたところ6~8mlであった。規格では1ml in 5ml 50% Ethanolとなっている。

一般に溶状試験は、温度による影響を敏感に受けやすい場合があるので、規定の温度を正確に遵守する必要がある。

また溶状試験に用いるEthanol濃度として(2)trans-Anetholeの場合、96%と規定しているが、通常一般的に入手できるものは95%と無水のものであるので、規格の設定に際しては、この様な点に対しての配慮も望まれる。

4) 含量 (Assay)

JECFA規格の含量(Assay)の測定法は、食品添加物公定書とは異なり、FCCと同様にGCが主体となって来ている。この傾向は更に進むものと思われる。今回調査対象とした品目の中の(6)Ethyl dodecanoateの場合、規格の改定に伴い化学分析法からGC法に変わっている。

今回調査対象とした28品目のJECFA規格で規定する含量の測定法は、GCのみが19品目、化学分析法のみが7品目、GCと化学分析法と両方が1品目、吸光度測定法が1品目となっている。化学分析法のみを採用している6品目のうち、(13)Geranyl butyrateを除く5品目は、香料化合物の新しい評価法が採択されたJECFA第44回会議(1995年)より前に制定されたものである。FCCでは、これら全てGC法が採用されている。今後の改定時にはGC法に変わるものと予想される。

化学分析法の場合、同じ官能基をもつ低分子の化合物が不純物として共存すると、測定値が100%を越えることがある。JECFA規格では、特に指定がない場合、上限値を100.5%とすることを通則(GENERAL NOTICE)で規定している。今回の調査では(8)Ethyl lactate、(11)Ethyl methylphenylglycidateなどの比較的含有量の高い

エステル類に、上限値を超えるものが認められた。

調査全体では、(18) iso- α -Methyl ionone、(25) Phenylacetaldehyde、(27) Undecanoic acid、(28) Valeric Acidを除き、概ね、JECFA規格に適合していた。(18) iso- α -Methyl iononeの場合、調査試料9品中7品が規格外れであった。iso- α -Methyl ionone (通称名として「 γ -Methyl ionone」という化学的に間違った名称も使われている) として一般的に取り引きされている製品はiso- α -Methyl ionone含量が60~80%程度であり、 α -n-Methyl ionone、 β -n-Methyl ionone、iso- β -Methyl iononeなどの異性体との混合物である。JECFA規格で規定するようなiso- α -Methyl iononeを90%以上含むようなものは、限られた特殊な製法によるものと思われる。90%以下のものでも香料として十分な価値があり、使用可能であり、市場に受け入れられている。従って、本品目のようなものの規格が設定されるような場合、配慮が必要であると思われる。

(25) Phenylacetaldehydeの場合、10品中5品が規格外れであった。本品はJECFA規格にも明記されているように不安定な化合物であり、保存中重合により三量体が生成し、含量の測定値が低い値となったものと思われる。本品は変化を避けるため、通常、Phenethyl alcohol、Benzyl benzoateなどで希釈して保存、使用されている。溶液についての規格設定も有用であると思われる。

(27) Undecanoic acidの場合6品中3品が、(28) Valeric Acidの場合13品中5品が規格外れであった。これらのものは規格値を僅かに下回ったもので何れも97%以上であったことからみても規格値が厳し過ぎるとも考えられる。

5) 酸価 (Acid Value)

今回調査対象とした28品目のうち、ケトン類4品目と(2) trans-Anetholeおよび(28) Valeric acidを除く22品目に酸価の規格が設定されていた。(27) Undecanoic acidの場合は不純物を規定するという意味よりも、含量(Assay)として設定されたものとも考えられる。

今回調査した試料の中で(1) Allyl phenoxyacetate、(8) Ethyl lactate、(21) Neryl acetate、(22) Nonanalの4品目の試料に酸価の規格に外れたものが認められた。

これらは保存中の酸化、分解などの変化によるものであると考えられる。

今回の調査品目の中で、(12) Eugenyl methyl etherに限度値10が設定されているが、現在の製造法や今回の調査結果から見ると、酸価10という限度値は高過ぎるように思える。今回の調査では0.05~0.50(平均:0.17)と低い値になっている。FCCではこの品目には酸価の規格は設定されていない。

6) 屈折率

今回調査した試料のうち、(25) Phenylacetaldehydeを除き、殆どが規格に適合しており、規格幅についても妥当であると思われる。但し、(28) Valeric acidの設定温度が25℃となっているのは不自然に思えた。即ち、Valeric acidの融点は-34.5℃(Merck Index)であり、20℃での規格値の設定は可能である。規格の統一性という点から見ると不自然であるので、今後、改定すべきであると思われる。また、(16) Hexyl alcoholに屈折率の規格が設定されていないが、規格項目として必要と

思われるので設定した方が望ましい。(27)Undecanoic acidの規格値に幅がないが、規格幅を設定する必要がある。

7)比重

JECFA規格では、FCCと同じく25℃での設定を標準としており、20℃で設定している食品添加物公定書とは異なる。今後、整合性を図る必要が出てくるものと思われる。今回調査した28品目中、(9)Ethyl maltolを除く27品目に比重の規格値が設定されていた。20℃のみでの設定が2品目、20℃と25℃の両方での設定が6品目、その他は25℃のみであった。これらの中で(27)Undecanoic acidは20℃で設定しているが、Undecanoic acidの融点は28℃付近であり、測定不能である。また規格値に幅もないので今後整備する必要がある。常温で固体であるものの比重規格の設定は、測定操作、測定装置の面からみると、好ましいものとは思われない。

規格幅として異常に広いものも認められた。即ち、(1)Allyl phenoxyacetateと(11)Ethyl methylphenylglycidateである。(1)Allyl phenoxyacetateの場合、規格が1.00~1.11であり、幅が0.11とかなり広がっている。今回の調査試料の実測結果では1.1017~1.1040であり、その分布幅は0.0023であった。なお、今回調査対象とした他の品目のJECFA規格幅は0.003~0.017であった。この最大幅0.017と比較しても0.11は非常に大きな幅と言える。さらに(1)Allyl phenoxyacetateの場合、下限値を上げてよいと思われる。(11)Ethyl methylphenylglycidateの場合、20℃での規格値も設定されており、1.089~1.098の、規格幅が妥当と思われる。これに対し25℃での設定値は1.086~1.112と上限値が20℃での上限値を遙かに越えた高い数値となっており、25℃での規格値の幅が不自然に広く設定されている。

今回の調査では、(25)Phenylacetaldehydeを除き、殆どの試料がJECFA規格に適合していた。(25)Phenylacetaldehydeの場合、保存中に、重合や三量体の生成が起り、規格値の上限を越える値を示す試料の数が多くなったものと考えられる。

8)凝固点

(5)Diacetylの場合12試料全てが規格に適合していた。今回測定対象とした28品目のうち、(5)Diacetyl 1品目のみに凝固点の規格が設定されていた。なお、(3)Benzyl benzoateも改定前の規格では凝固点の規格が設定されていたが、Addendum 5では削除されている。参考として行った我々や分析センターの試験でも再現性のある明確な凝固点の測定が困難であった。

9)融点

JECFAでは融解範囲 (Melting range) として規定している。即ち、融解の開始点と終点の2点が規定した範囲に入らなければならないとしている。今回の調査では、我々が習熟している食品添加物公定書で規定している融解の終点 (完全液化) を測定した。

10)その他

(8)Ethyl lactateの規格に蒸発残留物 (Non-volatile residue) と残留溶媒の規格としてEthanolと四塩化炭素の規格があるが、本品の現在の製造法からみるとこれらの規格は不必要と思われる。また、JECFAによる蒸発残留物 (Non-volatile

residue) 試験は、100mlの試料（試料量として極端に多いと思われる）を105℃で30分以上（現実には3時間以上必要としたケースもあった）かけて蒸発させる方法であり、環境衛生面から再考されるべき項目であろう。(8)Ethyl lactateについてはFCCではこの規格項目は見当たらなかった。

おわりに

今回、日本香料工業会・食品香料委員会の委員会社15社手持ちの香料化合物28品目についてJECFA規格値と実測値とを比較して大部分はJECFA規格値内であることがわかった。しかしながらアルデヒド、ジケトン類のように経時変化を受けやすいがために規格外になってしまったものや製造原料を天然物から用いたがために異性体を多く含み規格外になったものの存在も確認できた。また、JECFA規格そのものにも明らかな不備や規格の意義が不明なもの、現在に於いては必要ないと思われる規格項目があることも確認できた。我々は今後、未解決部分について検討を続けることと共に必要に応じてJECFAに建設的な提案等を行うことの必要性を感じた。

なお、本研究は、日本香料工業会の食品香料委員会が行ったもので、参加協力者は下記の通りである。

氏名	所属
阿部 敏彦	稲畑香料株式会社
岡村 弘之	長谷川香料株式会社
柏崎 秀明	豊玉香料株式会社
川村 洋	高砂香料工業株式会社
杉沢 義夫	アイ・エフ・エフ日本株式会社
相馬 将幸	クエスト・インターナショナル・ジャパン株式会社
高芝 宏樹	高田香料株式会社
高橋 富士夫	小林香料株式会社
土屋 一行	ジボダン・ルール株式会社
仁井 皓迪	長岡香料株式会社
平井 孝一	小川香料株式会社
比留間 美穂子	曾田香料株式会社
福本 隆行	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
前田 貴	塩野香料株式会社
丸山 進平	小川香料株式会社
彌勒地 義治	理研香料工業株式会社
小西 正	日本香料工業会

資 料

表－1 JECFAのFlavouring agentsと食品衛生法、FEMA、FCC対照表

表－2 平成10年度厚生科学研究対象品目

表－3 試験調査対象品目および試験項目

試験対象28品目の測定データ [1] ～ [28]

表-1 JECFA の Flavouring agentsと食品衛生法、FEMA、FCC対照表

No.	JECFA の Flavouring agents		食衛法、FEMA、FCC			
	Flavouring agents	Volume-page ¹⁾		食衛法 ²⁾	FEMA	FCC
1	Acetaldehyde	A5-212			2003	○
2	Acetic acid, glacial	V1- 11	A5-212	○	2006	○
3	Allyl anthranilate	A5-204		EST	2020	
4	Allyl butyrate	A5-202		EST	2021	
5	Allyl cinnamate	A5-204		EST	2022	
6	Allyl cyclohexaneacetate	A5-202		EST	2023	
7	Allyl cyclohexanebutyrate	A5-202		EST	2024	
8	Allyl cyclohexanehexanoate	A5-202		EST	2025	
9	Allyl 3-cyclohexylpropionate	V1- 39	A5-202	◎	2026	○
10	Allyl cyclohexanevalerate	A5-202		EST	2027	
11	Allyl 2-ethylbutyrate	A5-202		EST	2029	
12	Allyl 2-furoate	A5-204		EST	2030	
13	Allyl heptanoate	V1- 41	A5-202	EST	2031	○
14	Allyl hexanoate	V1- 43	A5-202	◎	2032	○
15	Allyl α -ionone	V1- 49		KET	2033	○
16	Allyl isovalerate	V1- 45	A5-202	EST	2045	
17	Allyl nonanoate	A5-202		EST	2036	
18	Allyl octanoate	A5-202		EST	2037	
19	Allyl phenoxyacetate	A5-204		EST	2038	
20	Allyl phenylacetate	A5-202		EST	2039	
21	Allyl propionate	A5-202		EST	2040	
22	Allyl sorbate	A5-202		EST	2041	
23	Allyl tiglate	V1- 47	A5-202	EST	2043	
24	Allyl 10-undecenoate	A5-202		EST	2044	
25	Amyl alcohol	A5-212			2056	
26	Amyl butyrate	A5-222		EST	2059	
27	α -Amyl cinnamic aldehyde	V1- 97		◎	2061	○
28	α -Amyl cinnamic aldehyde dimethyl acetal	V1- 99		ETH	2062	
29	α -Amyl cinnamyl alcohol	V1-101		AAL	2065	
30	Amyl formate	A5-218		EST	2068	
31	Amyl heptanoate	A5-224		EST	2073	○
32	Amyl hexanoate	A5-222		EST	2074	
33	Amyl octanoate	A5-224		EST	2079	○

No.	JECFA の Flavouring agents		食衛法、FEMA、FCC			
	Flavouring agents	Volume-page ¹⁾		食衛法 ²⁾	FEMA	FCC
34	trans-Anethole	V1-117	A5-230	ETH	2086	○
35	Anisyl acetone	V1-119		KET	2672	
36	Benzaldehyde	V1-181	A5-204	◎	2127	○
37	Benzyl acetate	V1-191	A5-202	◎	2135	○
38	Benzyl alcohol	V1-193	A5-204	◎	2137	○
39	Benzyl benzoate	V1-195	A5-204	EST	2138	○
40	Benzyl butyl ether	V1-197		ETH	2139	
41	Benzyl isobutyl carbinol	V1-199		AAL	2208	
42	Benzyl isoeugenyl ether	V1-201		ETH	3698	
43	Butan-2-ol (cf. Isobutyl alcohol=FEMA 2179)	V1-239			(2179)	(○)
44	Butyl acetate	V1-243	A5-218	◎	2174	○
45	Butyl alcohol	V1-237	A5-212		2178	○
46	Butyl butyrate	A5-222		◎	2186	○
47	Butyl formate	A5-218		EST	2196	
48	Butyl heptanoate	A5-224		EST	2199	
49	Butyl hexanoate	A5-222		EST	2201	
50	Butyl isobutyrate	A5-226		EST	2188	○
51	Butyl isovalerate	A5-226		EST	2218	
52	Butyl laurate	A5-224		EST	2206	
53	Butyl 2-methylbutyrate	A5-228		EST	3393	
54	Butyl propionate	A5-220		EST	2211	
55	Butyl stearate	A5-226		EST	2214	
56	Butyl valerate	A5-222		EST	2217	
57	Butylaldehyde	A5-212			2219	○
58	Butyric acid	A5-212		◎	2221	○
59	d-Carvone	V1-405		KET	2249	○
60	l-Carvone	V1-407		KET	2249	○
61	Cinnamic aldehyde	V1-445		◎	2286	○
62	Citral	V1-447		◎	2303	○
63	Citric acid	V1-453	A5-230	○	2306	○
64	Citronellol	V1-459		◎	2309	○
65	Citronellyl acetate	A5-208		◎	2311	○
66	Citronellyl butyrate	A5-210		EST	2312	○
67	Citronellyl formate	A5-208		◎	2314	○
68	Citronellyl isobutyrate	A5-210		EST	2313	○

No.	JECFA の Flavouring agents		食衛法、FEMA、FCC			
	Flavouring agents	Volume-page ¹⁾		食衛法 ²⁾	FEMA	FCC
69	Citronellyl propionate	A5-208		EST	2316	○
70	Citronellyl valerate	A5-210		EST	2317	
71	Decanal	V1-477	A5-214	◎	2362	○
72	Decanoic acid	A5-214		FAT	2364	○
73	1-Decanol	A5-214		◎	2365	○
74	Decyl acetate	A5-220		EST	2367	
75	Decyl butyrate	A5-222		EST	2368	
76	Decyl propionate	A5-220		EST	2369	
77	Diacetyl	V1-481		KET	2370	○
78	Dibenzyl ether	V1-491		ETH	2371	○
79	Dibutyl sebacate	V1-493		EST	2373	
80	Diethyl tartrate	V1-503		EST	2378	
81	Dihydrocoumarin	V1-507		LAC	2381	
82	2,6-Dimethyl-5-heptenal	V1-513		FHD	2389	○
83	Dodecyl isobutyrate	A5-226		EST	3452	
84	Estragole	V1-579		ETH	2411	○
85	Ethyl acetate	V1-581	A5-204	◎○	2414	○
86	Ethyl alcohol(Add 5 ㊦flavouring agent)	V1-583	A5-206		2419	○
87	2-Ethylbutyl acetate	A5-220		EST	2425	
88	Ethyl butyrate	V1-587	A5-204	◎	2427	○
89	Ethyl decanoate	A5-206		◎	2432	○
90	Ethyl dodecanoate(Ethyl laurate)	V1-611	A5-206	EST	2441	○
91	Ethyl formate	V1-591	A5-204	EST	2434	○
92	Ethyl heptanoate	V1-593	A5-206	◎	2437	○
93	Ethyl hexadecanoate	A5-206		EST	2451	
94	Ethyl hexanoate (Add 5 ㊦flavouring agent)	A5-204		◎	2439	○
95	2-Ethyl -1-hexanol	A2-57		FHA	3151	○
96	Ethyl isobutyrate	A5-226		EST	2428	
97	Ethyl isovalerate	V1-607	A5-226	◎	2463	○
98	Ethyl lactate	V1-609		EST	2440	○
99	Ethyl maltol	V1-613		KET	3487	○
100	Ethyl 2-methylbutyrate	A5-228		EST	2443	○
101	Ethyl methyl ketone	V1-615		KET	2170	○
102	Ethyl 2-methylpentanoate	A5-228		EST	3488	
103	Ethyl 3-methylpentanoate	A5-228		EST	3679	

No.	JECFA の Flavouring agents		食衛法、FEMA、FCC			
	Flavouring agents	Volume-page ¹⁾		食衛法 ²⁾	FEMA	FCC
104	Ethyl methylphenylglycidate	V1-619		EST	2444	○
105	Ethyl nonanoate	V1-621	A5-206	EST	2447	○
106	Ethyl octadecanoate	A5-206		EST	3490	○
107	Ethyl octanoate	A5-206		◎	2449	○
108	Ethyl pentanoate	A5-204		EST	2462	
109	Ethyl phenylglycidate	V1-623		EST	2454	○
110	Ethyl propionate	A5-204		◎	2456	○
111	Ethyl tetradecanoate	A5-206		EST	2445	
112	Ethyl undecanoate	A5-206		EST	3492	
113	Ethyl vanillin	V1-627	A1-49	◎	2464	○
114	Eugenol	V1-635		◎	2467	○
115	Eugenyl methyl ether	V1-637		ETH	2475	○
116	Formic acid (Add 5% flavouring agent)	V1-663	A5-210	FAT	2487	○
117	Fumaric acid	V1-665		○	2488	○
118	Furfural	V1-667	A1-51	◎	2489	○
119	Geranyl acetate	V1-671	A5-208	◎	2509	○
120	Geranyl acetoacetate	V1-673		EST	2510	
121	Geranyl butyrate	A5-210		EST	2512	○
122	Geranyl 2-ethylbutanoate	A5-210		EST	3339	
123	Geranyl formate	A5-208		◎	2514	○
124	Geranyl hexanoate	A5-210		EST	2515	
125	Geranyl isobutyrate	A5-210		EST	2513	
126	Geranyl isovalerate	A5-210		EST	2518	
127	Geranyl propionate	A5-208		EST	2517	○
128	Heptanal	A5-214		FHD	2540	○
129	Heptanoic acid	A5-214		FAT	3348	
130	trans-3-Heptenyl acetate	A5-220		EST	3493	
131	trans-3-Heptenyl 2-methylpropionate	A5-226		EST	3494	
132	Heptyl acetate	A5-218		EST	2547	
133	Heptyl alcohol	A5-214		FHA	2548	○
134	Heptyl butyrate	A5-222		EST	2549	
135	Heptyl formate	A5-218		EST	2552	
136	Heptyl isobutyrate	A5-226		EST	2550	
137	Heptyl octanoate	A5-224		EST	2553	
138	1-Hexadecanol	A5-216		FHA	2554	