

# 塩水湖水低塩化ナトリウム液

Sodium chloride-decreased brine (saline lake)

塩水湖水ミネラル液

**定義** 本品は、塩水湖水から塩化ナトリウムを析出分離して得られた、アルカリ金属塩類及びアルカリ土類金属塩類を主成分とするものである。

**含量** 本品は、マグネシウム (Mg) 7.0~9.0%を含む。

**性状** 本品は、類白色~微黄色の液体で、においが無く苦味がある。

**確認試験** (1) 本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に適量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品 1.0g を量り、新たに煮沸し冷却した水 20ml を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、0.02mol/l 水酸化ナトリウム溶液 2.0ml を加えるとき、紅色を呈する。

(ii) 液が紅色ならば、その色は、0.02mol/l 塩酸 3.0ml を加えるとき消える。

(2) 硫酸塩  $\text{SO}_4$  として 2.4% 以下

本品 1.0g を量り、水を加えて 100ml とする。この液 1.0ml を量り、試料液とする。比較液には、0.005mol/l 硫酸 0.50ml を用いる。

(3) 重金属 Pb として  $5 \mu\text{g/g}$  以下 (4.0g, 第 1 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(4) ナトリウム Na として 0.3% 以下

本品 1.0g を量り、水を加えて 1,000ml とし、検液とする。別に塩化ナトリウムを  $130^\circ\text{C}$  で 2 時間乾燥した後、その 2.542g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000ml とする。この液 3ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支熱性ガス 空気

可熱性ガス アセチレン

(5) カリウム K として 0.1% 以下

純度試験(5)の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを  $105^\circ\text{C}$  で 2 時間乾燥した後、その 1.907g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1,000ml とする。この液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ

分析線波長 766.5nm

支熱性ガス 空気

可熱性ガス アセチレン

(6) ヒ素  $As_2O_3$ として  $4.0 \mu g/g$  以下 (0.50g, 第1法, 装置B)

(7) 比重 1.30~1.35 (第3法)

**強熱残分** 40.0~43.0%

**定量法** 本品約 1g を精密に量り, 水を加えて正確に 100ml とし, A液とする。A液 5ml を正確に量り, 水 50ml 及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 (pH10.7) 5ml を加え, 0.01mol/l EDTA溶液で滴定し (指示薬 エリオクロムブラックT試液 2滴), その消費量を aml とする。終点は, 液の赤色が青色に変わるときとする。A液 20ml を正確に量り, 水を加えて 100ml とし, 酒石酸溶液 (1→5) 0.2ml を加え, 更に 2, 2', 2'' -ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10ml, 水酸化カリウム溶液 (1→10) 10ml を加え, 5分間放置した後, 直ちに 0.01mol/l EDTA 溶液で滴定し (指示薬 NN 指示薬約 0.1g), その消費量を bml とする。終点は, 液の赤紫色が完全に消失して青色になるときとし, 次式により含量を求める。

$$\text{マグネシウム (Mg) の含量} = \frac{\left(a - \frac{b}{4}\right) \times 0.4861}{\text{試料採取量 (g)}} \quad (\%)$$

第十三部会（製造用剤）既存添加物自主規格案検討結果報告書

日本食品添加物協会 第十三部会  
研究者所属：富田製薬株式会社  
日本新薬株式会社  
水澤化学工業株式会社  
浄水器協議会  
鳴門化学産業株式会社  
日本有機粘土株式会社  
鳴門塩業株式会社

1. 研究目的

既存添加物の製造用剤等につき当部会では自主規格の策定検討を進めてきたが、本年度は以下の8品目につき、規格及び試験方法を策定した。更にこの規格及び試験方法の妥当性を検証すべく、市場流通品につき分析検討を行った。

2. 検討結果及び考察

規格及び試験方法、それに基づく市場流通品の分析結果（3ロット分各3回）を添付する。グリーンタフ及び電気石についてのみ、分析検体を縮小した1ロット各3回の分析値を添付する。これらはどれも不溶性の鉱物性物質であり、流通品のロット根拠があいまいで、産地又は採取条件等が異なる3ロット分のサンプル入手が困難であったため、今回このような措置としたが、今後、検体が入手され次第、追加ロット分の報告を行うこととする。

全ての市場流通品目が、試験全項目につき、問題なく試験可能であり、しかも合格していた。これにより、本規格及び試験方法の妥当性が証明された。以下に、今回規格及び試験方法を策定するにあたり留意した点のコメントを付す。

1) 粗製海水塩化マグネシウム

「塩化マグネシウム」の規格及び試験方法を参照し、検討した。基原・製法上、本品は先ず液体として得られる。

2) 骨炭

「活性炭」の規格及び試験方法を参照し、検討した。確認試験に炭末である部分と、主成分であるカルシウム塩及びリン酸の部分双方を持ち合わせることを考慮した。

3) 花こう斑岩、グリーンタフ、電気石及びベントナイト

不溶性鉱物性物質である「ケイソウ土」、「パーライト」等の規格及び試験方法を参照し、検討した。また、ベントナイトについては、下記の「活性白土」及び「酸性白土」、更に米国のFCC規格も参照とした。

以上

「粗製海水塩化マグネシウム」分析結果

研究者：鳴門塩業株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3
含量	<EDTA 滴定法>	3.64	3.66	3.65	3.61	3.61	3.62	3.63	3.61	3.62
	2.5~8.5%	3.68	3.69	3.62	3.64	3.63	3.61	3.63	3.65	3.62
性状	無～淡黄色の液体	適	適	適	適	適	適	適	適	適
確認試験	(1) 白色ゲルの生成	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2) 塩化物の反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度試験	(1) 硫酸塩 4.8%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(2) 臭化物 4.0%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3) 重金属 10 $\mu$ g/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(4) 亜鉛 70 $\mu$ g/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(5) カルシウム 4.0%以下	1.79	1.78	1.78	1.81	1.80	1.80	1.63	1.65	1.65
	(6) ナトリウム 4.0%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(7) カリウム 6.0%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(8) ヒ素 4 $\mu$ g/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内

# 粗製海水塩化マグネシウム

Crude Magnesium Chloride (Sea Water)

**定 義** 本品は、海水から塩化カリウム及び塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化マグネシウムを主成分とするものである。

**含 量** 本品は、マグネシウム (Mg) 2.5~8.5%を含む。

**性 状** 本品は、無~淡黄色の液体で、苦味がある。

**確認試験** (1) 本品に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、この一部にヨウ素試液を加えるとき、沈殿は暗褐色に染まる。また、他の一部に過量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けない。

(2) 本品は、塩化物(1)の反応を呈する。

**純度試験** (1) 硫酸塩  $\text{SO}_4$ として4.8%以下

本品0.25gを量り、水を加えて溶かして100mlとする。この液2.0mlを量り、試料液とする。比較液には、0.005mol/l 硫酸0.50mlを用いる。

(2) 臭化物 Brとして4.0%以下

本品1.0gを量り、水を加えて溶かして1,000mlとする。この液5.0mlを量り、水を加えて100mlとし、検液とする。この液5mlを量り、フェノールレッド試液 (pH4.7) 2ml 及びクロラミンT溶液 (1→10,000) 1mlを加え、直ちに振り混ぜる。正確に2分後、0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液0.15mlを加えて振り混ぜ、水を加えて10mlとし、検液とする。別に臭化カリウムを110℃で4時間乾燥した後、その2.979gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mlとし、更に、この液1mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとする。この液5mlを正確に量り、以下検液の場合と同様に操作して調製し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として波長590nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

(3) 重金属 Pbとして10 $\mu$ g/g以下 (2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0 ml)

(4) 亜鉛 Znとして70 $\mu$ g/g以下

本品4.0gを量り、水を加えて40mlとし、試料液とする。試料液30mlを量り、酢酸5滴及びフェロシアン化カリウム溶液 (1→20) 2mlを加えて振り混ぜ、10分間放置するとき、その液の濁度は、亜鉛標準液14mlを量り、試料液10ml及び水を加えて30mlとし、酢酸5滴及びフェロシアン化カリウム溶液 (1→20) 2mlを加えて振り混ぜ、10分間放置した液の濁度以下である。

(5) カルシウム Caとして4.0%以下

定量法のA液20mlを正確に量り、水を加えて100mlとし、酒石酸溶液(1→5)0.2mlを加え、更に2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール溶液 (3→10) 10ml, 水酸化カリウム溶液 (1→10) 10mlを加え、5分間放置した後、直ちに0.01mol/l EDTA溶液で滴定し、(指示薬 NN指示薬約0.1g) その消費量をbmlとする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし、次式により含量を求める。

$$\text{カルシウム (Ca) の含量} = \frac{b \text{ (ml)} \times 0.4008}{\text{試料採取量 (g)}} \quad (\%)$$

(6) ナトリウム Naとして4.0%以下

本品1.0gを量り、水を加えて溶かして1,000mlとする。この液10mlを量り、水を加えて200mlとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥した後、その2.542gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液2mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(7) カリウム Kとして6.0%以下

純度試験(6)の検液を用いて、試験を行う。別に塩化カリウムを105℃で2時間乾燥した後、その1.907gを正確に量り、水を加えて溶かして正確に1,000mlとする。この液3mlを正確に量り、水を加えて正確に1,000mlとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度測定法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ

分析線波長 766.5nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(8) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g以下(0.5g, 第1法, 装置B)

**定量法** 本品約2gを精密に量り、水を加えて正確に200mlとし、A液とする。A液5mlを正確に量り、水50ml及びアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7)5mlを加え、0.01mol/l EDTA溶液で滴定し(指示薬 エリオクロムブラックT試液2滴)、その消費量a mlを求め、終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。純度試験(5)で得た消費量をb mlを用い、次式により含量を求め、

$$\text{マグネシウムの(Mg)含量} = \frac{(a - 0.25b) \times 0.9724}{\text{試料の採取量 (g)}} (\%)$$

※必要な追加すべき試薬・試液

フェノールレッド・硫酸アンモニウム試液(pH4.7) 第1液: フェノールレッド33mgを量り、水酸化ナトリウム溶液(2→25)1.5ml及び水を加えて溶かし100mlとする。

第2液: 硫酸アンモニウム25mgを量り、水235mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(2→25)105ml及び酢酸(3→25)135mlを加えて混和する。

第1液1容量と第2液19容量とを混和し、必要があれば、水酸化ナトリウム溶液(2→25)又は酢酸(3→25)を加えて、pH4.7に調整する。

## 「骨炭」分析結果

研究者：鳴門化学産業株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3
性状	黒色の粉末又は粒	適	適	適	適	適	適	適	適	適
確認 試験	(1) ろ過液は無色である	無色	無色	無色	無色	無色	無色	無色	無色	無色
	(2) 白濁を生じる	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(3) カルシウム塩の定性反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(4) リン酸塩の定性反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
純度 試験	(1) 塩化物 0.53%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(2) 硫酸塩 0.48%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(2) 鉛 10 $\mu$ g/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3) ヒ素 4.0 $\mu$ g/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内

## 骨炭

### Bone Charcoal

**定 義** ウシ科ウシ (Bos Taurus LINNE) の骨を、炭化し、粉碎して得られたものである。主成分はリン酸カルシウム及び炭末である。

**性 状** 本品は、黒色の粉末又は粒で、におい及び味がない。

**確認試験** (1) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約0.1gを量り、希メチレンブルー試液 10ml 及び塩酸(1→4) 2滴を加え、よく振り混ぜた後、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、無色である。

(2) 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、その約0.5gを量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、火炎を生じないで燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

(3) 本品を灰化し、その0.1gに塩酸(1+6) 10mlを加え、加温して溶かし、振り混ぜながらアンモニア試液 2.5 mlを加えた後、シュウ酸アンモニウム溶液(1→30) 5mlを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品を灰化し、その0.1gに希硝酸5mlを加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液 2mlを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

**純度試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒の場合はよく粉碎し、110~120℃で3時間乾燥した後、その4.0gを量り、硝酸(1→100)0.1mlを加えた水 180mlを加え、わずかに沸騰が持続する程度に約10分間加熱する。冷後、水を加えて200mlとし、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約30mlを捨て、残りのろ液をA液として次の(1)~(4)の試験を行う。

(1) 塩化物Clとして0.53%以下

A液 1.0mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/l 塩酸 0.30mlを用いる。

(2) 硫酸塩SO<sub>4</sub>として0.48%以下

A液 2.5mlを量り、試料液とする。比較液には0.005mol/l 硫酸 0.50mlを用いる。

(3) 鉛Pbとして10μg/g以下

A液 50mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸(1→150) 10mlを加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液 1.0mlに硝酸(1→150)を加えて10mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

(4) ヒ素As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g以下(0.5g, 第3法, 装置B)

## 「花こう斑岩」分析結果

研究者：浄水器協議会

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3
性状	薄黄色～灰色の 粉末又は粒状	適	適	適	適	適	適	適	適	適
確認 試験	大半が蒸発する	適	適	適	適	適	適	適	適	適
純度 試験	(1)液性 pH5.0～9.0	6.7	6.7	6.7	7.3	7.5	7.5	7.3	7.2	7.5
	(2)水可溶分 0.3%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3)塩酸可溶物 7.0%以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(4)鉛 20 $\mu$ g/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(5)ヒ素 4.0 $\mu$ g/g 以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
強熱 減量	3.0%以下	0.2	0.2	0.3	2.0	2.0	1.9	2.2	1.9	2.0
フッ化水素 酸残留物	50.0%以下	49.6	48.6	48.8	35.5	33.2	33.7	35.8	35.2	35.3

## 花こう斑岩

Granite porphyry

麦飯石

**定 義** 花こう斑岩を洗浄、粉碎したものを、乾燥後、滅菌して得られたものである。

**性 状** 本品は、薄黄色～灰色の粉末ないし粒状である。

**確認試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒状の場合はよく粉碎し、その粉末 0.2g を白金製のろつばに採り、フッ化水素酸 5ml を加えて溶かし、次に加熱するとき、大半が蒸発する。

**純度試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒状の場合はよく粉碎し、次の(1)～(5)の試験を行う。

(1) 液性 pH5.0～9.0

本品の粉末 10.0g を量り、水 100ml を加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜながら 2 時間加熱する。冷後、直径 47mm のメンブランフィルター（孔径 0.45  $\mu$ m）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100ml とした液を A 液とする。A 液について測定する。

(2) 水可溶物 0.3%以下

(1)の A 液 50ml を量り、蒸発乾固し、残留物を 105℃で 2 時間乾燥し、その重量を量る。

(3) 塩酸可溶物 7.0%以下

本品の粉末 2.0g を量り、塩酸（1→4）50ml を加え、時々振り混ぜながら 50℃で 15 分間加温する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）3ml で洗い、洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸（1→20）5ml を加え、蒸発乾固し、更に恒量になるまで 450～550℃で強熱し、残留物の重量を量る。

(4) 鉛 Pbとして 20  $\mu$ g/g以下

本品の粉末 2.0g を量り、塩酸（1→4）50ml を加え、時計皿で覆い、攪拌しながら 70℃で 15 分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 10ml ずつを用いて 3 回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水 15ml で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 100ml とし、B 液とする。B 液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして 20ml とし、検液とする。比較液は鉛標準液 1.0ml に塩酸（1→10）を加えて 20ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0  $\mu$ g/g以下

(4)の B 液 25ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。

**強熱減量** 3.0%以下（105℃，2 時間，次に 1,000℃，30 分間）

**フッ化水素酸残留物** 50.0%以下

あらかじめ白金製のろつばを 1,000℃で 30 分間強熱し、デシケータ中で放冷した後、重量を精密に量る。本品の粉末約 0.2g を精密に量り、先の白金製のろつばに入れ、重量を精密に量る。次にフッ化水素酸 5ml 及び硫酸（1→2）2 滴を加え、穏やかにホットプレート上で蒸発乾固した後、550℃で 1 時間強熱し、徐々に温度を上げ、1,000℃で 30 分間加熱する。デシケータ中で放冷した後、重量を精密に量る。

「グリーンタフ」分析結果

研究者：浄水器協議会

試験項目		サンプル1		
		1	2	3
性状	類白～薄緑色又は、一部又は全部に赤～褐色の粉末又は粒状	適	適	適
確認試験	ほとんどが蒸発する	適	適	適
純度試験	(1)液性 pH5.0～9.0	8.5	8.5	8.5
	(2)水可溶分 0.2%以下	0.1	0.1	0.1
	(3)塩酸可溶物 7.0%以下	5.0	4.9	5.0
	(4)鉛 20 $\mu$ g/g以下	限度内	限度内	限度内
	(5)ヒ素 4.0 $\mu$ g/g以下	限度内	限度内	限度内
強熱減量	10.0%以下	7.2	7.1	7.2
フッ化水素酸残留物	37.5%以下	27.9	27.2	27.3

# グリーントフ

Green tuff

**定義** グリーントフを洗浄後、乾燥、粉碎したものを、精選して得られたものである。

**性状** 本品は、類白～薄緑色又は、一部又は全部に赤～褐色の粉末又は粒状である。

**確認試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒状の場合はよく粉碎し、その粉末 0.2g を白金製のるつぼに採り、フッ化水素酸 5ml を加えて溶かし、次に加熱するとき、ほとんどが蒸発する。

**純度試験** 本品を、粉末の場合はそのまま、粒状の場合はよく粉碎し、次の(1)～(5)の試験を行う。

(1) 液性 pH5.0～9.0

本品の粉末 10.0g を量り、水 100ml を加え、蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜながら 2 時間加熱する。冷後、直径 47mm のメンブランフィルター（孔径 0.45  $\mu\text{m}$ ）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは、同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は、水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 100ml とした液を A 液とする。A 液について測定する。

(2) 水可溶物 0.2% 以下

(1) の A 液 50ml を量り、蒸発乾固し、残留物を 105℃ で 2 時間乾燥し、その重量を量る。

(3) 塩酸可溶物 7.0% 以下

本品の粉末 2.0g を量り、塩酸（1→4）50ml を加え、時々振り混ぜながら 50℃ で 15 分間加温する。冷後、ろ過し、容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）3ml で洗い、洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸（1→20）5ml を加え、蒸発乾固し、更に恒量になるまで 450～550℃ で強熱し、残留物の重量を量る。

(4) 鉛 Pb として 20  $\mu\text{g/g}$  以下

本品の粉末 2.0g を量り、塩酸（1→4）50ml を加え、時計皿で覆い、攪拌しながら 70℃ で 15 分間加温する。冷後、上澄液を定量分析用ろ紙（5種 C）を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 10ml ずつを用いて 3 回洗い、先のろ紙を用いてろ過した後、ろ紙及びろ紙上の残留物を水 15ml で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 100ml とし、B 液とする。B 液 25ml を量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸（1→10）を加えて溶かして 20ml とし、検液とする。比較液は鉛標準液 1.0ml に塩酸（1→10）を加えて 20ml とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第 1 法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

(5) ヒ素  $\text{As}_2\text{O}_3$  として 4.0  $\mu\text{g/g}$  以下

(4) の B 液 25ml を量り、検液とする。装置 B を用いる。

**強熱減量** 10.0% 以下（105℃、2 時間、次に 1,000℃、30 分間）

**フッ化水素酸残留物** 37.5% 以下

あらかじめ白金製のるつぼを 1,000℃ で 30 分間強熱し、デシケータ中で放冷した後、重量を精密に量る。本品の粉末約 0.2g を精密に量り、先の白金製のるつぼに入れ、重量を精密に量る。次にフッ化水素酸 5ml 及び硫酸（1→2）2 滴を加え、穏やかにホットプレート上で蒸発乾固した後、550℃ で 1 時間加熱し、徐々に温度を上げ、1,000℃ で 30 分間強熱する。デシケータ中で放冷した後、重量を精密に量る。

## 「電気石」分析結果

研究者：浄水器協議会

試験項目		サンプル1		
		1	2	3
性状	黒色の粉末、片、粒又は塊	適	適	適
確認試験	ほとんどが残留する	適	適	適
純度試験	(1)液性 pH5.0~9.0	7.7	7.6	7.7
	(2)水可溶分 0.2%以下	0.02 以下	0.02 以下	0.02 以下
	(3)塩酸可溶物 2.5%以下	0.2	0.3	0.3
	(4)鉛 20 μg/g 以下	限度内	限度内	限度内
	(5)ヒ素 4.0 μg/g 以下	限度内	限度内	限度内
強熱減量	3.0%以下	2.1	2.0	2.1

# 電気石

Tourmaline

トルマリン

**定 義** 電気石（トルマリン）の結晶を粉碎，精製して得られたものである。

**性 状** 本品は，黒色の粉末，片，粒又は塊である。

**確認試験** 本品を，粉末の場合はそのまま，片，粒又は塊の場合はよく粉碎し，その粉末 0.2g を白金製のろつばに採り，フッ化水素酸 5ml を加え，次に加熱するとき，ほとんどが残留する。

**純度試験** 本品を，粉末の場合はそのまま，片，粒又は塊の場合はよく粉碎し，次の(1)～(5)の試験を行う。

(1) 液性 pH5.0～9.0

本品の粉末 10.0g を量り，水 100ml を加え，蒸発する水を補いながら水浴上で時々振り混ぜながら 2 時間加熱する。冷後，直径 47mm のメンブランフィルター（孔径 0.45 μm）を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過する。ろ液が濁っているときは，同一フィルターで吸引ろ過を繰り返す。容器及びフィルター上の残留物は，水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて 100ml とした液を A 液とする。A 液について測定する。

(2) 水可溶物 0.2% 以下

(1) の A 液 50ml を量り，蒸発乾固し，残留物を 105℃ で 2 時間乾燥し，その重量を量る。

(3) 塩酸可溶物 2.5% 以下

本品の粉末 2.0g を量り，塩酸（1→4）50ml を加え，時々振り混ぜながら 50℃ で 15 分間加温する。冷後，ろ過し，容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）3ml で洗い，洗液とろ液を合わせる。この液に硫酸（1→20）5ml を加え，蒸発乾固し，更に恒量になるまで 450～550℃ で強熱し，残留物の重量を量る。

(4) 鉛 Pb として 20 μg/g 以下

本品の粉末 2.0g を量り，塩酸（1→4）50ml を加え，時計皿で覆い，攪拌しながら 70℃ で 15 分間加温する。冷後，上澄液を定量分析用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過する。容器内の残留物は温湯 10ml ずつを用いて 3 回洗い，先のろ紙を用いてろ過した後，ろ紙及びろ紙上の残留物を水 15ml で洗う。ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて 100ml とし，B 液とする。B 液 25ml を量り，水浴上で蒸発乾固した後，塩酸（1→10）を加えて溶かして 20ml とし，検液とする。比較液は鉛標準液 1.0ml に塩酸（1→10）を加えて 20ml とする。検液及び比較液につき，鉛試験法第 1 法により試験を行うとき，検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 4.0 μg/g 以下

(4) の B 液 25ml を量り，検液とする。装置 B を用いる。

**強熱減量** 3.0% 以下（105℃，2 時間，次に 1,000℃，30 分間）

## 「ベントナイト」分析結果

研究者：日本有機粘土株式会社

試験項目		サンプル1			サンプル2			サンプル3		
		1	2	3	1	2	3	1	2	3
性状	白～淡黄褐色の粉末又は薄片	適	適	適	適	適	適	適	適	適
確認試験	(1) 白色ゲル状の沈殿	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2) 青色を呈する	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(3) 澄明液は2ml以下	0ml	0ml	0ml	0ml	0ml	0ml	0ml	0ml	0ml
純度試験	(1) 液性 pH8.5～10.5	9.7	9.7	9.7	9.8	9.8	9.8	9.6	9.7	9.6
	(2) 鉛 40 $\mu$ g/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
	(3) ヒ素 4.0 $\mu$ g/g以下	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内	限度内
乾燥減量	12.0%以下	5.3	5.4	5.3	7.4	7.2	7.2	6.9	6.6	6.8

# ベントナイト

Bentonite

**定 義** 本品は、鉱床より採掘して得られたベントナイトを乾燥して得られたものである。主成分は含水ケイ酸アルミニウムである。

**性 状** 本品は、白～淡黄褐色の粉末又は薄片で、湿らすと、土や粘土ようのにおいがする。水、アルコール、希薄酸やアルカリに不溶である。

**確認試験** (1) 本品0.5gに薄めた硫酸(1→3) 3mlを加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水20mlを加えてろ過し、ろ液5mlにアンモニア試液3mlを加えるとき、白色ゲル状の沈殿を生じる。これにアリザリンレッドS試液を加えるとき、赤色に変わる。

(2) (1)の残留物を水で洗い、メチレンブルー溶液(1→10,000) 2mlを加え、次に水で洗うとき、残留物は青色を呈する。

(3) 本品6.0gに酸化マグネシウム0.3gを混和し、水200mlを入れた500mlの共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、1時間振り動かし、この懸濁液100mlを100mlのメスシリンダーに移し、24時間放置するとき、上層に分離する澄明液は2ml以下である。

**純度試験** (1) 液性 pH8.5～10.5 (2%懸濁液)

(2) 鉛 Pbとして40 $\mu$ g/g以下

本品2.0gを量り、塩酸(1→10) 12ml及び水8mlを加え、蒸発する水を補いながら30分間煮沸した後、蒸発乾固し、更に100℃で1時間乾燥する。残留物に塩酸(1→10) 20mlを加えて5分間穏やかに煮沸した後、上澄液をろ過する。残留物に、更に塩酸(1→10) 10mlを加えて5分間穏やかに煮沸した後、上澄液を先のろ紙でろ過する。ろ液を合わせ、更に水を加えて100mlとし、A液とする。A液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固した後、塩酸(1→10)を加えて溶かして20mlとし、検液とする。比較液は鉛標準液1.0mlに塩酸(1→10)を加えて10mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。

(3) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0 $\mu$ g/g以下

(2) のA液25mlを量り、検液とする。装置Bを用いる。

**乾燥減量** 12.0%以下 (105℃, 2時間)

平成15年2月

第一部会（甘味料）既存添加物自主規格案検討結果報告書  
－「第三版自主規格」の見直し－

日本食品添加物協会 第一部会  
研究者所属：東和化成工業株  
焼津水産化学工業株  
東洋精糖株  
日本製紙ケミカル株

1. オリゴ-N-アセチルグルコサミン

確認試験において、第三版既存添加物自主規格の方法は、他の糖又は他の水溶性有機化合物も同様に陽性を示す恐れがあり適当でないことが懸念された。そこで本品に特異的な方法を検討し、エーリッヒ試液を用いる呈色反応と、液体クロマトグラフィーを用いる方法を組み合わせて確認試験とすることとした。

本研究は、焼津水産化学工業株が実施した。  
別紙参照。

2.  $\alpha$ -グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア（酵素処理ステビア）

第三版既存添加物自主規格の定量法は、①イソステビオール定量法が煩雑、有害物質であるジアゾメタンを使っている。②吸着樹脂による遊離糖の排除は充分に行われているか。③配糖体中の糖定量法。等について疑問点が指摘された。

これらの問題について検討し、検討した新しい定量方法は採用できる可能性があることを確認できた。しかし、この方法で測定したときのステビオール配糖体の定量値は、第三版自主規格の方法によるものより低めの値となり、測定は技術的には可能であっても、その測定値の利用にはさらに検討を要するものと思われた。

即ち、酵素処理ステビアはすでに20年以上の使用実績があり、業界自主規格の歴史も長い。第三版自主規格は業界自主規格を反映したものになっており、そこで規定されている含量値（ステビオール配糖体として80.0%以上）および実測値は食品製造の際の基準値として活用されている。検討した方法で測定すると見かけ上含量が低下するため、この方法を自主規格として採用するには時間をかけて業界を調整する必要があると考える。従って、本報告では研究結果の報告にとどめる。

本研究は、東洋精糖株、日本製紙ケミカル株が実施した。  
別紙参照。

3. 酵素処理フラボノイドの定量法についての考察

既存添加物の中には、酵素処理フラボノイドが数品目存在する。

これら品目についての含量測定は同じ試験法であることが望ましいとの指摘もあり、その可能性について検討した。

製品によって、その成分組成が異なるため更なる検討が必要であるが、基本的には可能性があるかと判断されたので今後の課題としたい。

詳細は別紙参照。

以上

## オリゴ-N-アセチルグルコサミン

Oligo-N-acetylglucosamine

キチンオリゴ糖

**定義** 「キチン」を、塩酸で加水分解し、精製して得られたN-アセチル-D-グルコサミンの1～6量体の混合物からなるものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、オリゴ-N-アセチル-D-グルコサミンとして80%以上を含む。

**性状** 本品は、白色～淡黄褐色の粉末または結晶で、においはなく、特有の甘味を有する。

**確認試験** (1) 本品0.2gを量り、4mol/l塩酸4mlを加え、95～100℃で4時間加熱する。冷却後、濃縮乾固し、20mlの水を加えて溶かし、その0.5mlにつき「グルコサミン」の確認試験(1)を行うとき、液は赤～赤紫色を呈する。  
(2) 本品の約5gを量り、定量法の条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、溶出する主ピークの保持時間は、標準溶液の保持時間と一致する。但し、標準溶液は、定量用N-アセチルグルコサミン、定量用ジ-N-アセチルキトビオース、定量用トリ-N-アセチルキトトリオース、定量用テトラ-N-アセチルキトテトラオース、定量用ペンター-N-アセチルキトペンタオース、定量用ヘキサ-N-アセチルキトヘキサオースを混合し、水を加えて溶かし調製する。

**純度試験** (1) 溶状 無色～淡黄褐色、ほとんど澄明(1.0g、水50ml)

(2) 塩化物 Clとして1.0%以下

「N-アセチルグルコサミン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下(1.0g、第2法、比較液 鉛標準液2.0ml)

(4) 鉛 Pbとして10μg/g以下(1.0g、第1法)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として2.0μg/g以下(1.0g、第3法、装置B)

**乾燥減量** 10.0%以下(105℃、3時間)

**強熱残分** 1.0%以下(2.0g、600℃、8時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約5gを精密に量り、水50mlに溶かす。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、その10μlにつき次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。別に定量用N-アセチルグルコサミン、定量用ジ-N-アセチルキトビオース、定量用トリ-N-アセチルキトトリオース、定量用テトラ-N-アセチルキトテトラオース、定量用ペンター-N-アセチルキトペンタオース、定量用ヘキサ-N-アセチルキトヘキサオースの各々を用いて作成した検量線から重合度別に各オリゴ-N-アセチルグルコサミン含量を求め、その合計を含量とする。

**操作条件**

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用アミノ基結合シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 室温

移動相 アセトニトリル/水混液(3:1)

流量 0.8ml/分

**第 三 版**

**既存添加物 自主規格**

**平成14年11月**

**■日本食品添加物協会■**

# オリゴ-*N*-アセチルグルコサミン

Oligo-*N*-acetylglucosamine

キチンオリゴ糖

**定義** 本品は、「キチン」を塩酸で加水分解し、精製して得られた *N*-アセチル-*D*-グルコサミンの 1~ の混合物からなるものである。

**含量** 本品を乾燥したものは、オリゴ-*N*-アセチル-*D*-グルコサミンとして 80% 以上を含む。

**性状** 本品は、白~淡黄褐色の粉末または結晶で、においはなく、特有の甘味を有する。

**確認試験** (1) 本品 0.2g に、アントロン試液 5 ml と水 1 ml を加え、水浴上で加熱するとき、液は青~緑色  
る。

(2) 本品 1.0g を水 100ml に溶かし、220nm の吸光度を測定する時、1.0 以上の値を示す。

**純度試験** (1) 溶状 無~淡黄褐色、ほとんど澄明 (1.0g, 水 50ml)

(2) 塩化物 Cl として 1.0% 以下

「*N*-アセチルグルコサミン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 重金属 Pb として 20 $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第 2 法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)

(4) 鉛 Pb として 10 $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第 1 法)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> として 2.0 $\mu$ g/g 以下 (1.0g, 第 3 法, 装置 B)

**乾燥減量** 10.0% 以下 (105 $^{\circ}$ C, 3 時間)

**強熱残分** 1.0% 以下 (2.0g, 600 $^{\circ}$ C, 8 時間)

**定量法** 本品を乾燥し、その約 5g を精密に量り、水 50ml に溶かす。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、10 $\mu$ l につき次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。別に定量用 *N*-アセチルグルコサミン、*N*-アセチルキトビオース、定量用トリ-*N*-アセチルキトリオース、定量用テトラ-*N*-アセチルキトラス、定量用ペンタ-*N*-アセチルキトペンタオース、定量用ヘキサ-*N*-アセチルキトヘキサオースの各々作成した検量線から重合度別に各オリゴ-*N*-アセチルグルコサミン含量を求め、その合計を含量として報告する。

**検出器** 示差屈折計

**カラム充てん剤** 液体クロマトグラフィー用アミノ基結合シリカゲル

**カラム管** 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

**カラム温度** 室温

**移動相** アセトニトリル/水混液 (3 : 1)

**流量** 0.8ml/分