

(2)従来法(ケルダール法)の結果

Lot No.	分析回数	濃度(%)			平均と標準偏差
		N含量	ポリリン換算	水分換算	
2020201F	1	20.15	105.6	107.2	平均 107.4 標準偏差 0.46
	2	20.13	105.5	107.1	
	3	20.29	106.3	107.9	
2020203F	1	19.16	100.4	101.9	平均 102.1 標準偏差 0.43
	2	19.14	100.3	101.8	
	3	19.29	101.1	102.6	
2020402F	1	19.01	99.6	101.1	平均 101.9 標準偏差 1.23
	2	19.05	99.8	101.3	
	3	19.43	101.8	103.4	

ε-ポリリシン

ε - Polylysine

ε - ポリリジン

定義 本品は、放線菌 (*Streptomyces albulus*) の培養液より、イオン交換樹脂を用いて吸着、分離して得られたものである。成分はε-ポリリシンである。

含量 本品を乾燥物換算したものは、ε-ポリリシンとして87%以上を含む。

性状 本品は、吸湿性の強い淡黄色の粉末で、わずかに苦味を有する。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→1,000) 1 ml にドラーゲンドルフ試液 1 ml を加えるとき、赤褐色の沈澱を生ずる。

(2) 本品 0.1 g にリン酸緩衝液 (pH 6.8) 100 ml を加えて溶かした液 1 ml にメチルオレンジ試液 1 ml を加えるとき、赤褐色の沈澱を生ずる。

(3) 本品の水溶液 (1→100) 1 ml 塩酸 1 ml を加え、110℃で24時間加熱分解し、冷却後試料溶液とする。別にL-リシン塩酸塩 10 mg を水 10 ml に溶解し、標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μl ずつを薄層クロマト用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に*n*-ブタノール/水/酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1→50) を均等に噴霧した後90℃で10分間加熱する。試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得た赤紫色のスポット (L-リシン) と色調及びR_f値が等しい。

純度試験 (1) 重金属 Pb として10 μg/g 以下 (2.0 g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0 ml)

(2) ヒ素 As₂O₃ として4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 装置 B)

乾燥減量 20% 以下 (105°, 3時間)

強熱残分 1.0% 以下 (1.0 g)

定量法 内部標準としてL-フェニルアラニン 150 mg を正確に量り、移動相を加えて溶かし、正確に100 ml とする。この液 5 ml を取り移動相を加え正確に100 ml とし内部標準液とする。本品約 250 mg を精密に量り、移動相を加えて溶かし正確に50 ml とする。この液 1 ml を取り、内部標準液 10 ml を加え移動相にて正確に50 ml とし試料溶液とする。ε-ポリリシン塩酸塩 (定量用) を乾燥 (105℃, 3時間) し、その約 310 mg を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に100 ml とする。その液 25 ml をとり移動相を加えて正確に100 ml とし、標準原液とする。ε-ポリリシン塩酸塩に対するε-ポリリシンの比は0.7785 としてポリリシン濃度を算出する。標準原液 10 ml、8 ml、6 ml をとり、それぞれに内部標準液 10 ml を加え、移動相にて正確に50 ml とし、標準液とする。試料溶液、標準液につき次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液より内部標準に対するポリリシンのピーク面積比と標準液に含まれるポリリシン濃度から検量線を作成し、試料溶液の内部標準に対するポリリシンのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

操作条件

検出器 紫外吸光検出器 (測定波長 215 nm)

カラム充てん剤 5~10 μm の化学結合型オクタデシルシラン

カラム管 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 40℃ 付近の一定温度

移動相 硫酸ナトリウム 1.74 g 及びリン酸二カリウム 1.42 g をとり水約 800 ml に溶かし、リン酸で pH を 3.4 に調整する。この溶液を水で 1 l に定容する。この液 920 ml アセトニトリル 80 ml を加える。

流量 ポリリシンの保持時間が約 4 分になるように調整する (0.5 ml/分)

注入量 : 100 μl

試薬

- (1) L-フェニルアラニン : $C_9H_{13}N_2O_2$ (特級)
(2) ϵ -ポリリシン塩酸塩 (定量用) : 精製品 (純度98%以上、L-リシン塩酸塩として)
 ϵ -ポリリシン塩酸塩 (定量用) の作製方法

本品 (ϵ -ポリリシン) を水溶解 (25%水溶液) し、塩酸 (試薬特級) で pH4.5 に調節する。次に活性炭 (白鷺AW50) を ϵ -ポリリシンの2倍量加え1hr攪拌し、濾過する。濾過溶液を晶析する (溶液:メタノール (試薬特級):アセトン (試薬特級) = 1:1:3)。晶析品を再溶解し、再晶析を3回繰り返す。その後、乾燥 (40℃、減圧) し、精製した ϵ -ポリリシン塩酸塩 (定量用) を得る。

手順は以下の通り。

試薬 塩酸 : 試薬特級 (和光純薬)

活性炭 : 白鷺AW-50 (タケダ化学)

メタノール、アセトン : 試薬特級 (和光純薬)

- (1) 本品 (ϵ -ポリリシン) 250g
↓
(2) 溶解 (水、750g)、または ϵ -ポリリシン25%溶液 (チツソ品)
↓
(3) 塩酸で中和 (pH4.5)
↓ ← 活性炭 500g
(4) 攪拌1hr 濾過 (押しだし約0.5L)
↓
(5) 濾過液1.5L
↓
(6) 晶析-1 (①メタノール1.5L、②アセトン4.5L)
↓
(7) 濾過、沈殿洗浄 (水:メタノール:アセトン = 1:1:3溶液 500mL)
↓
(8) 沈殿洗浄 (アセトン 500mL)
↓
(9) 沈殿乾燥 (40℃ 減圧14hr)
↓
(10) 溶解 (水、30%溶液)
↓
(6) ~ (10) を3回繰り返す (晶析-2~4)
晶析4を乾燥で終了。

平成15年3月

第四部会（糊料・増粘安定剤）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 第四部会
研究者名・所属：三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
ダイセル化学工業株式会社

1、緒言

本報告は既存添加物「微小繊維状セルロース」について、ダイセル化学工業株式会社で策定実施した結果をもとにまとめたものである。

2、目的

自主規格（第3版）の見直しのため、確認試験、純度試験等について調査研究を行い、この結果を踏まえて規格見直し（案）を作成し、その妥当性を確認する。

3、試験法

食品添加物公定書に準じた。

4、結果

3ロットの試験結果を〈別紙1〉に示す。

但し、確認試験（2）の赤外吸収スペクトルについては、1ロットのみのデータのため、追加ロットについて試験中である。

5、考察

「確認試験」、「純度試験」、「乾燥減量」、「強熱残分」、「灰分」の試験法に関する、現行自主規格と今回の規格見直し案対比表を〈別紙2〉に示す。これらの試験法及び規格案は、食品添加物公定書に準じて作成した。

6、結び

自主規格案（案）を次に示す。

以上

微小繊維状セルロース（案）

Microfibrillated Cellulose

定義 本品は、パルプまたは綿を微小繊維状にして得られた、セルロースを主成分とするものである。

性状 本品は、白色の湿綿状である。

確認試験 (1) 本品 5.0g (乾燥物換算) をとり、水を加えて 100g とし、かき混ぜ機 (毎分 10,000~12,000 回転) で 3 分間かき混ぜるとき、混合物は白色透明の分散状態となり、3 時間後も分離せず、その状態を保つ。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1) 液性 pH5.0~8.0 (2.0g、水 100ml 懸濁液)

(2) 重金属 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下

本品 1.0g (乾燥物換算) を量り、石英製のろつぼに入れ炭化し、更に、 600°C で 2 時間強熱灰化した後、放冷する。残留物に硝酸 0.5ml 及び塩酸 2ml を加えて溶かし、 160°C で蒸発乾固させ、放冷後、更に 1mol/l 塩酸溶液を 6ml 加えて加熱溶解し、検液とする。この検液を用い、原子吸光光度測定法により濃度を求める。

(操作法：フレイム方式、定量法：検量線法)

(3) 鉛 Pb として $10\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g、第 1 法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $2.0\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0g、第 3 法、装置 B)

(5) 水可溶物 0.5% 以下

本品 2.0g (乾燥物換算) を量り、製精水 100ml を加えてよくかき混ぜた分散液をガラスフィルター (G4) で吸引ろ過し、ろ液 50ml をとり水浴上で蒸発乾固する。残留物を 105°C で 1 時間乾燥し、デシケーターで放冷後、重量を精密に量る。

乾燥減量 50~99% (120°C 、5 時間)

灰分 0.5% 以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物試験法により試験を行うとき、本品 1g につき、細菌数は 10,000 以下である。また大腸菌は認めない。

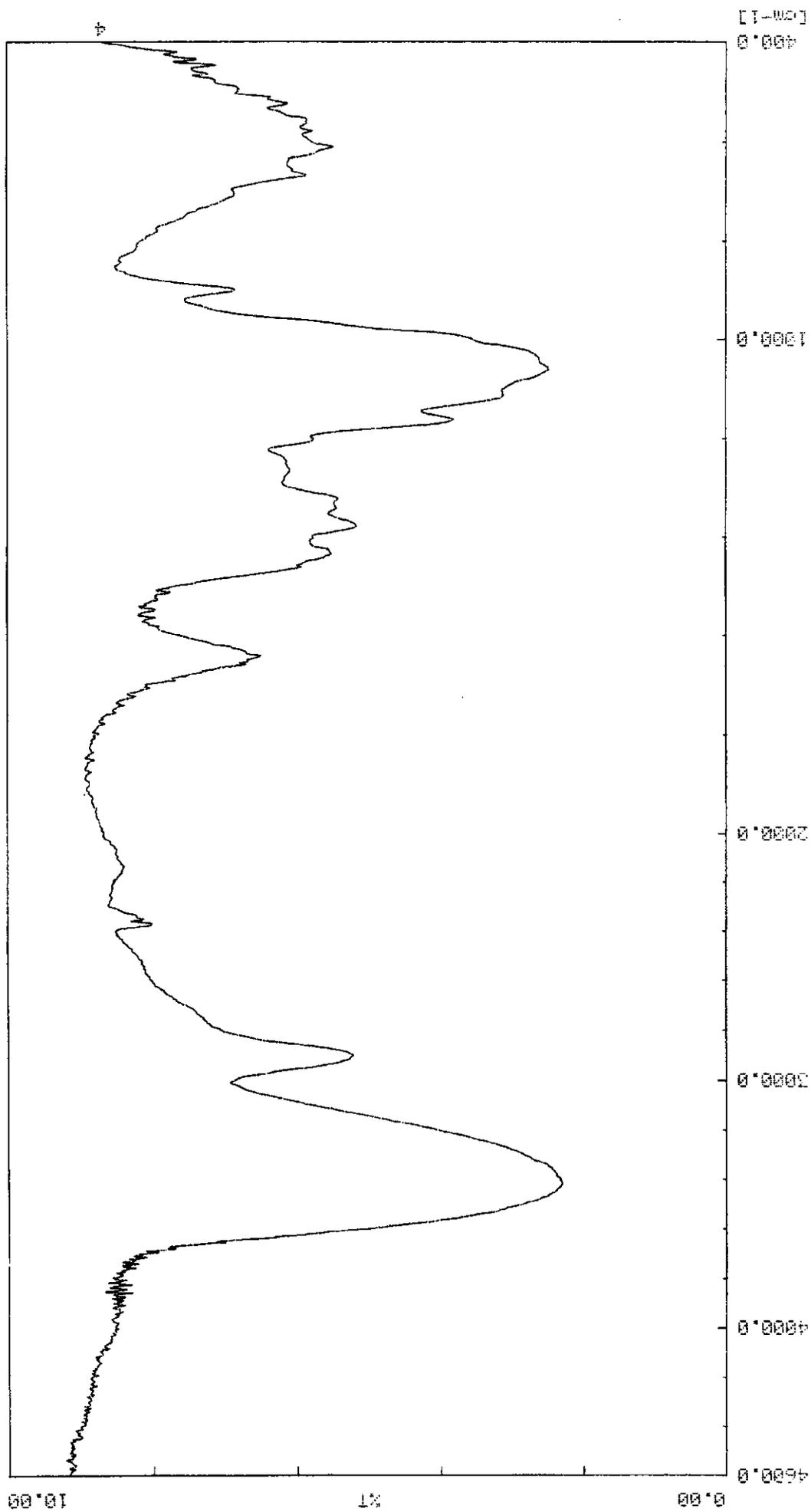
<別紙1>

微小繊維状セルロース3ロット試験結果

		新自主規格案による試験結果			
		変更規格案	①	②	③
確認試験	(1)	分離せず	分離せず 分離せず 分離せず	分離せず 分離せず 分離せず	分離せず 分離せず 分離せず
	(2)	参照スペクトル と同等	—	—	—
	重金属	100g/g以下 (乾燥物換算 1.0g当り)	0.29μg/g 0.24μg/g 0.41μg/g	0.15μg/g 0.17μg/g 0.17μg/g	0.21μg/g 0.21μg/g 0.09μg/g
	デンプン	規格として 設定しない	—	—	—
	水可溶物	0.5%以下 (乾燥物換算 2.0g当り)	0.04% 0.02% 0.02%	0.04% 0.02% 0.01%	0.01% 0.03% 0.02%
乾燥減量		50~99%	89.8% 89.9% 89.8%	65.0% 65.3% 65.4%	66.1% 66.1% 66.2%
強熱残分		規格として 設定しない	—	—	—
灰分		0.5%以下 (乾燥物換算 1.0g当り)	0.22% 0.33% 0.22%	0.26% 0.26% 0.26%	0.03% 0.06% 0.06%



微小繊維状セルロース 参照スペクトル



微小繊維状セルロース 自主規格変更対比表

規格項目	新自主規格(変更案)	第三版 既存添加物 自主規格
確認試験	(1)	本品 30g(乾燥物換算)をとり、水を加えて300gとし、高速回転機(毎分3,000~5,000回転)で5分間混ぜると、混合物は、流動性のない懸濁液となる。懸濁液は3時間後も分離せず、その状態を保つ。
	(2)	本品 1mg(乾燥物換算)にリン酸 1mlを加え、水浴上で30分間加熱する。次に、カテコールミンのリン酸溶液(1→500)4mlを加えて、30分間加熱するとき、液は赤色を呈する。
	(3)	本品 0.05g(乾燥物換算)に薄めたヨウ素溶液(1→6)2mlを加え、5分間放置するとき試液の色にとどまり、傾斜して液を取り除き、残留物に、硫酸(1→3)1滴を加えたとき、青紫色を呈する。Pbとして10μg/g以下(2.0g、第2法、比較液 鉛標準液 2.0ml)
重金属	Pbとして10μg/g以下(乾燥物換算して1.0gに対応する量、別法、原子吸光度測定法)	純度試験(1)の懸濁液をろ過して得たる液20mlに0.1mol/lヨウ素溶液2~3滴加えるとき、液は青色~青紫色を呈さない。
純度試験	規格として設定しない。(理由: CMCでは既に第5版定書より国際規格との整合性を保ち、当該項目が削除されており、同様に削除したい。また、原材料その他の工程からの混入は考えられない。)	本品 10g(乾燥物換算)を量り、水100mlを加えて、油浴中で30分間煮沸還流する。冷却後ガラスフィルター(G4)で吸引ろ過し、ろ液を50mlとり水浴上で蒸発乾燥する。残留物を105℃で1時間乾燥するとき、その量は50mg以下である。
乾燥減量	50~99%(120℃、5時間)	80%以下(105℃、3時間)
強熱残分	規格として設定しない。(理由: 使用されている原料は、不純物に関してバリデートされているセルロース及び水であり、それ以外に酸及びアルカリを使用しないため、有機酸塩及び無機酸塩は含まない。従って、強熱残分の測定は必要ないと考える。)	0.3%以下(乾燥物換算)
灰分	0.5%以下(乾燥物換算)(理由: 強熱残分に代わり規格化。第二版で湿潤基準から乾燥物換算に変更している。)	(規格なし)

第十部会(乳化剤)既存添加物自主規格案検討結果報告
— 第三版既存添加物自主規格「ユッカフォーム抽出物」定量法の見直し —

日本食品添加物協会 第十部会
研究者所属: 理研ビタミン株式会社
丸善製薬株式会社

1. 目的

既存添加物「ユッカフォーム抽出物」の自主規格は第二版化学的合成品以外の食品添加物自主規格追補に
記載されたものを見直し、改定規格が平成 14 年発刊第三版既存添加物自主規格に記載された。

しかしながら、実際の運用の中で定量法計算式について疑問が生じたことから再度見直しを行うこととした。

2. 検討内容

(1) 定量法含量計算式の適正さを評価するために定量操作における試料及び標準物質の溶液希釈倍率の比較
を行った。

i) 試料溶液

試料溶液(定量用)は次のようにして調製される。

従って、試料の希釈率は $20 \times (50 \div 10) \times (25 \div 2) = 1250$ 倍となる。このとき試料濃度は
 $200\text{mg} / 1250\text{ml}$ 、ユッカフォーム抽出物のサルササポゲニン含量は 2.6 ~ 3.0% といわれる¹⁾ のでサル
ササポゲニン濃度は、 $200\text{mg} \times (2.6 \sim 3.0 \div 100) \div 1250 = 4.16 \sim 4.8 \mu\text{g} / \text{ml}$ と計算される。

① 確認試験(2)

本品の無水換算物約 200mg を精密に量り、(中略)、エタノールに溶かして正確に 20ml とする。この
液 10ml を正確にとり、(中略)、残留物を酢酸エチルに溶かし正確に 50ml とし、試料溶液(原液)とする。

② 定量法

確認試験(2)で調製された試料溶液(原液) 2ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 25ml とし、
試料溶液(定量用)とする。

ii) 標準溶液

標準溶液(定量用)は次のようにして調製される。従って、試料の希釈率は $50 \times 10 \times 25 = 12,500$
倍となる。このときサルササポゲニン濃度は $5\text{mg} \div 12500 = 0.4 \mu\text{g} / \text{ml}$ となる。

① 確認試験(2)

別に、サルササポゲニン(定量用)約 5mg を精密に量り、酢酸エチルに溶かし正確に 50ml とする(標
準溶液(薄層クロマトグラフィー用))。

② 定量法

標準溶液(薄層クロマトグラフィー用) 1ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 10ml とし、さら
にこの液 1ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 25ml とし、標準溶液(定量用)とする。

(2) 吸光度測定 of サルササポゲニン 適当濃度

サルササポゲニンの比色法による測定においては $2 \sim 40 \mu\text{g}$ の間で検量線は直線性を示す¹⁾。本定量
法による標準溶液(定量用)の濃度は $0.4 \mu\text{g} / \text{ml}$ で、その 2ml を使用する。すなわち、吸光度測定 of サ
ルササポゲニン量は 0.8mg となり希釈率が大きすぎることが推察される。

実際、この濃度で測定した標準溶液(定量用)の吸光度は 0.12 であった。

従って、測定に使用する溶液のサルササポゲニンの濃度はこの4～5倍濃度程度が適切と考えられる。そのときの吸光度は0.48～0.60程度と想定される。

3. 改定案

以上より、確認試験(2)の変更は行わず、定量法における試料の希釈率を調整し、サルササポゲニン(定量用)の総希釈率を $12500 \div 5 = 2500$ 倍となるように調整する。試料 200mg 中のサルササポゲニン量は約 5mg と想定されることから試料溶液(定量用)と標準溶液(定量用)の希釈率は同じとする。

第三版既存添加物自主規格「ユッカフォーム抽出物」定量法の「確認試験(2)で調製された試料溶液(原液)2ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 25ml とし、試料溶液(定量用)とする。また、標準溶液(薄層クロマトグラフィー用)1ml を正確に測り、酢酸エチルを加えて正確に 10ml とし、さらにこの液1ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 25ml とし、標準溶液(定量用)とする。」の部分を次のように改定することを提案する。

定量法(改定案)

確認試験(2)で調製された試料溶液(原液)2ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 10ml とし、更にこの液5ml を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 25ml とし、試料溶液(定量用)とする。また、標準溶液(薄層クロマトグラフィー用)1ml を正確に測り、試料溶液(定量用)と同様に酢酸エチルで希釈し、標準溶液(定量用)とする。

- 1) 植松洋子、他:プロジェクト研究Ⅱ 天然添加物の品質に関する研究 平成13年3月 東京都立衛生研究所「ユッカフォーム抽出物中サポニンの比色定量法」

以上

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■

ユッカフォーム抽出物

Yucca foam extract

ユッカ抽出物

定義 本品は、ユッカアラボレセンス又はユッカシジゲラの全草から得られた、サポニンを主成分とするものである。

含量 本品を無水物換算したものは、ユッカサポニン3.0%以上を含む。

性状 本品は、黄～褐色の粉末又は褐色の液体で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の無水物換算約0.6gにメタノール/水混液(9:1)10mlを加えて激しく振り混ぜた後ろ過する。ろ液1 μ lを量り、対照液を用いず、酢酸エチル/エタノール/水/酢酸混液(40:16:8:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、 R_f 値が0.40~0.60付近に連なる黄緑色のスポットが4個検出される。ただし、薄層板は担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5~7 μ m)を110℃で1時間乾燥したものを使用し、展開溶媒の先端が約8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アニスアルデヒド硫酸試液を均等に噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察する。

(2) 本品の無水物換算約200mgを精密に量り、水5mlに溶かし、あらかじめスチレン-ビニルベンゼン系吸着用樹脂20mlを充てんした内径15mmのガラス管に流し込む。水100ml、水/メタノール混液(3:2)100mlの順に洗浄を行ない、メタノール/水混液(9:1)100mlで溶出する。溶媒を留去後、残留物をエタノールに溶かして正確に20mlとする。この液10mlを正確にとり、2mol/l塩酸10mlを加え、水浴中で3時間加熱分解を行う。冷後ジエチルエーテル80mlで2回抽出し、エーテル層を合わせて水20mlで洗浄した後、無水硫酸ナトリウム20gを加えて脱水後、エーテルを留去する。残留物を酢酸エチルに溶かし正確に50mlとし、試料溶液(原液)とする。試料溶液(原液)3mlの溶媒を留去し、酢酸エチル0.1mlを加えて溶解し、試料溶液(薄層クロマトグラフィー用)とする。別に、サルササポゲニン(定量用)約5mgを精密に量り、酢酸エチルに溶かし正確に50mlとする(標準溶液(薄層クロマトグラフィー用))。

試料溶液(薄層クロマトグラフィー用)及び標準溶液(薄層クロマトグラフィー用)1 μ lづつを量り、ヘキサン/酢酸エチル混液(2:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行うとき、標準溶液と同じ R_f 値に黄緑色のスポットが検出される。ただし、薄層板は担体として薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(粒径5~7 μ m)を110℃で1時間乾燥したものを使用し、展開溶媒の先端が約8cmの高さに上昇したとき展開をやめ、風乾した後、アニスアルデヒド硫酸試液を均等に噴霧し、110℃で10分間加熱した後、観察する。

純度試験 (1) 液性 pH3.5~5.0(本品の無水物換算1.0g、水100ml)

(2) 重金属 Pbとして20 μ g/g以下(本品の無水物換算1.0g、第2法、比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下(本品の無水物換算1.0g、第3法、装置B)

水分 液体製品:60%以下(直接滴定)

粉末製品:8.0%以下(直接滴定)

強熱残分 5.0%以下(本品の無水物換算2.0g)

定量法 確認試験(2)で調製された試料溶液(原液)2mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に25mlとし、試料溶液(定量用)とする。また、標準溶液(薄層クロマトグラフィー用)1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に10mlとし、さらにこの液1mlを正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に25mlとし、標準溶液(定量用)とする。

試料溶液(定量用)、標準溶液(定量用)及び空試験として酢酸エチル2mlづつを正確に量り、0.5%アニスアルデヒド酢酸エチル試液及び硫酸/酢酸エチル混液(1:1)1mlづつを正確に加え、60℃の水浴中で正確に10分間緩やかに振り混ぜる。水で10分間冷却後、酢酸エチルを対照とし、430nmにおける吸光度を測定し、得

られた吸光度よりサルササポゲニンの量を求め、ユッカサポニンへの換算係数を乗じてユッカサポニン含量とする。

$$\text{ユッカサポニンの含量} = \frac{\text{試料溶液の吸光度} - \text{空試験の吸光度}}{\text{標準溶液の吸光度} - \text{空試験の吸光度}} \times \frac{\text{サルササポゲニン採取量 (mg)}}{\text{試料採取量 (mg)}} \times F \times 100 (\%)$$

$$F = \frac{\text{ユッカサポニンの分子量 (871.47)}}{\text{サルササポゲニンの分子量 (416.62)}} = 2.09$$

平成15年2月

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
－「第三版自主規格」の見直し－

日本食品添加物協会 第十三部会
研究者所属：富田製菓株式会社
日本新薬株式会社
水澤化学工業株式会社

1. 研究目的

活性白土及び酸性白土の強熱減量において規格外の市販流通品の報告があり、見直しを行う。

2. 検討結果及び考察

活性白土及び酸性白土は高い吸湿性を示し、製造後、気密性の高い包装下においても吸湿をし続ける点を考慮した。また、強熱減量は化合物が酸化物となり減量する分も含まれるので、今回新たに水分量を明確化すべく乾燥減量を設け、この乾燥減量を試験した後の検体を試料とし、強熱減量試験を行うこととした。

分析結果および規格案は別紙のとおりである。

以上

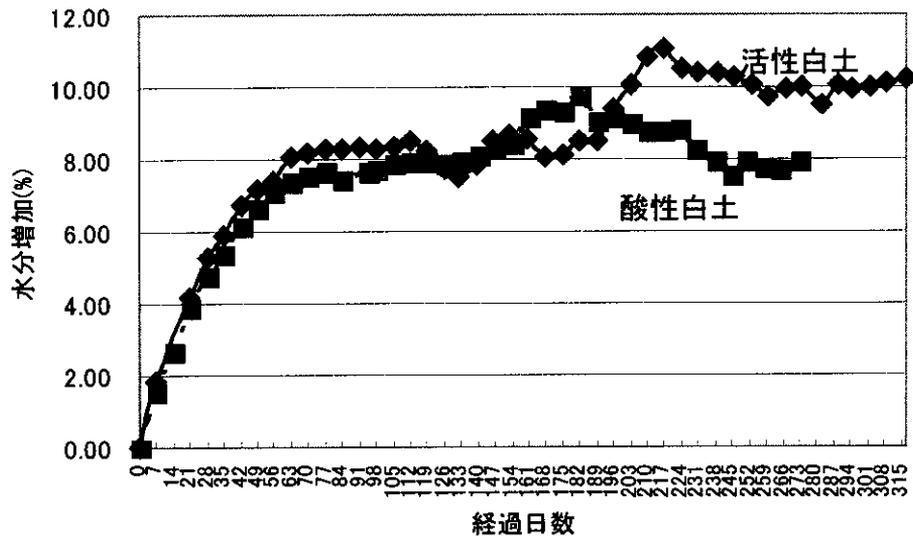
「活性白土」分析結果

研究者：水澤化学工業株式会社

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	灰白～類白色粉末 あるいは粒状	適	適	適	適	適	適	適	適	適
確認 試験	アルミニウム塩の 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) 液性 pH2.0～6.0	3.2	3.2	3.1	5.1	5.1	5.0	3.2	3.2	3.2
	(2) 水可溶物 1.6%以下	0.29	0.31	0.32	0.24	0.22	0.26	0.32	0.41	0.36
	(3) 鉛 40 μ 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) ヒ素 4.0 μ 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	25.0%以下	5.98	5.98	6.00	6.14	6.18	6.20	6.63	6.59	6.63
強熱 減量	10.0%以下	3.38	3.41	3.36	3.23	3.25	3.18	3.49	3.42	3.51

※「活性白土」は製造後、気密包装下で自然吸湿し、乾燥減量値が上昇する。製造直後の乾燥減量値が数パーセントある上に更に10%程の吸湿が起こる。この点を考慮し、乾燥減量の規格を25.0%以下とした。以下に製造後、気密包装下で室温保存した活性白土の水分増加を示す。

活性白土及び酸性白土の吸湿



活性白土

Activated Acid Clay

定義 本品は、「酸性白土」を硫酸処理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、灰白～類白色の粉末あるいは粒状である。

確認試験 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のるつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、水浴上で、るつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 液性 pH2.0～6.0

本品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時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45 μ 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、水を加えて100mlとし、これをA液とする。A液について測定する。

(2) 水可溶物 1.6%以下

(1)のA液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を110℃で2時間乾燥し、その重量を量る。

(3) 鉛 Pbとして40 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→25）20ml及び水50mlを加えてよく振り混ぜた後、緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて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、残留物に塩酸（1→10）を加えて溶かして20mlとし、検液とし、第1法により操作を行う。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）を加えて20mlとする。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

(3)のB液50mlを量り、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 25.0%以下（110℃、3時間）

強熱減量 10.0%以下（550℃、3時間）

本品を110℃で3時間乾燥した後、これを試料とし、直ちに試験を行う。

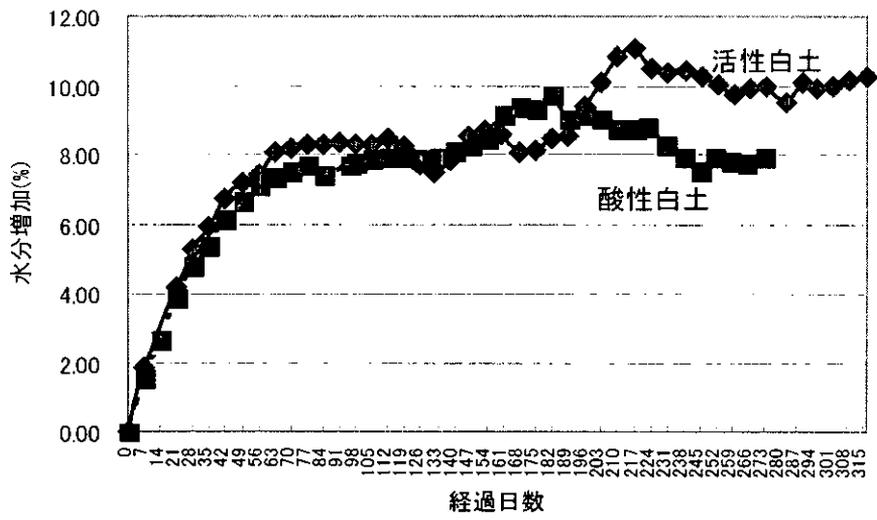
「酸性白土」分析結果

研究者：水澤化学工業株式会社

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	灰白～黄土色の粉末あるいは粒状	適	適	適	適	適	適	適	適	適
確認試験	(1)アルミニウム塩の反応	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性	陽性
	(2)沈降物は15ml以下	適	適	適	適	適	適	適	適	適
純度試験	(1)液性 pH4.0～10.0	5.5	5.6	5.6	8.3	8.2	8.2	5.0	5.1	5.1
	(2)水可溶物 0.50%以下	0.04	0.04	0.05	0.07	0.07	0.08	0.05	0.06	0.04
	(3)鉛 40μg/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)ヒ素 4.0μg/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	25.0%以下	6.51	6.55	6.52	5.92	5.94	5.90	5.92	5.89	5.94
強熱減量	10.0%以下	2.62	2.56	2.59	2.97	3.02	2.95	3.04	3.05	2.98

※「酸性白土」は製造後、気密包装下で自然吸湿し、乾燥減量値が上昇する。製造直後の乾燥減量値が数パーセントある上に更に10%程の吸湿が起こる。この点を考慮し、乾燥減量の規格を25.0%以下とした。以下に製造後、気密包装下で室温保存した酸性白土の水分増加を示す。

活性白土及び酸性白土の吸湿



酸性白土

Acid Clay

定 義 本品は、モンモリロナイト系粘土鉱物を、精製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 本品は灰白～黄土色の粉末あるいは粒状である。

確認試験 (1) 本品1.0gに無水炭酸ナトリウム3.0g及びホウ酸0.4gを混和し、白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、加熱して完全に融解する。冷後、泡が発生しなくなるまで塩酸を加えた後、更に塩酸10mlを加え、水浴上で、ろつぼ内のものがゼリー状になるまで加熱する。冷後、ろ過するとき、このろ液はアルミニウム塩の反応を呈する。

(2) 本品2.0gを、水100mlを入れた100ml共栓メスシリンダーに数回に分けて加え、24時間放置するとき、下層に分離する沈降物は15ml以下である。

純度試験 (1) 液性 pH4.0～10.0

本品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時間加熱し、冷後、直径47mmのメンブランフィルター（孔径0.45 μ 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、水を加えて100mlとし、これをA液とする。A液について測定する。

(2) 水可溶物 0.50%以下

(1)のA液50mlを量り、蒸発乾固し、残留物を110℃で2時間乾燥し、その重量を量る。

(3) 鉛 Pbとして40 μ g/g以下

本品1.0gを量り、塩酸（1→25）20ml及び水50mlを加えてよく振り混ぜた後、緩やかに煮沸し、冷後ろ過する。残留物を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて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、残留物に塩酸（1→10）を加えて溶かして20mlとし、検液とし、第1法により操作を行う。比較液は、鉛標準液1.0mlに塩酸（1→10）を加えて20mlとする。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0 μ g/g以下

(3)のB液50mlを量り、水浴上で蒸発して5mlとし、検液とする。装置Bを用いる。

乾燥減量 25.0%以下（110℃、3時間）

強熱減量 10.0%以下（550℃、3時間）

本品を110℃で3時間乾燥した後、これを試料とし、直ちに試験を行う。