

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	4部会		会社名	大日本製菓株式会社						
担当者名	大和谷和彦		所属	フードサイエンス部						
電話番号	03-5685-7215		〒	110-0001						
e-mail	masahigayama@tdk.co.jp		住所	東京都台東区谷中3-25-6						
質問	添加物名	溶媒名	使用機器 メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアー ガス	カラム種類	分析頻度	社外秘/ 社外公開
○○抽出物 香料抽出物 (基原物質:タマネギ) 香料抽出物につい ては基原物質を明記 / 例	アセトン	ジクロロメタン	島津		ダイレクトインジェクター	熱伝導法(TCD)	窒素	メーカー	ロット毎	社外公開
	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-トリクロロエタン	スベルコ		スプリット/スプリットレスインジェクター	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	品番	定期(回/年)	社外公開
	2-プロパノール	2-プロパノール	日立		ワールドオンカラムインジェクター	電子捕集型(ECD)		サイズ	必要の頻度	など
	ヘキサン	ヘキサン	ヤナコ		ソルベントカットインジェクター	光イオン化(PID)		その他		
	メタノール	メタノール	GLサイエンス パーキンエルマー ヒューレットパッカード (アジレント) など		など	フレーム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SCD) 酸化還元型化学発光(RCO) 質量分析電子捕集(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-CI) など				
記入欄	タマリンドシードガム	2-プロパノール, メタノール				水素炎イオン化検出器	窒素	ガラスカラム2mmφ	ロット毎	社外秘
	キサンタンガム	2-プロパノール				水素炎イオン化検出器	窒素	ガラスカラム3mmφ	ロット毎	社外秘
	ジェランガム	2-プロパノール				水素炎イオン化検出器	窒素	ガラスカラム3mmφ	ロット毎	社外秘
	ベクチン	2-プロパノール, メタノール, エタノール							必要の頻度	社外秘

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いたたくようお願いします。

添付有 添付無
ご協力ありがとうございます。

資料2

平成17年2月7日

部会長 各位

技術委員長

残留溶媒に関する試験法提供依頼の件

首題の件、平成16年2月27日付にて「残留溶媒に関するアンケート調査依頼」をお願いし、多大のご協力をいただき厚く御礼申し上げます。お陰をもちまして、研究報告書をまとめ上げる見通しがつきつつあり、重ねて御礼申し上げます。

さて、アンケートから約1年を経過したことから、研究報告書のまとめに際し一部の資料を追加する必要が生じております。

つきましては、下記資料についてご提供をいただきたく、ご多忙中誠に恐縮には存じますがよろしくご協力くださいますようお願い申し上げます。

記

1. 提供依頼資料

- ・ 前回のアンケート調査実施以降に開発された又は開発されつつある残留溶媒の試験法（第8版公定書関連で検討いただいた分を含む）
例えば、天然着色料、増粘安定剤 等

2. 対象品目及び溶媒

(1) 対象品目

- ・ 既存添加物全般
(但し、天然香料は厚生労働科学研究での検討が進められていることから、今回の調査対象から除く。)

(2) 対象溶媒

製造基準で基準値が定められている次の溶媒。

- ①アセトン ②ジクロロメタン ③1, 1, 2-トリクロロエテン ④ヘキサン
⑤2-プロパノール ⑥メタノール

3. 目的

- ・ 食品添加物の一部品目の製造基準として、一部溶媒の残留基準値が定められている。しかし、この基準値への適否を確認する公的な試験法が定められていないため、各社それぞれの試験法で対応しているのが実態であり、早急に公定試験法を開発、制定する必要が生じている。公定試験法の開発検討は業界との共同研究により進めていくこととされており、業界の実態を反映させることも可能となる。

かかる観点から、残留溶媒に係る業界の実態を把握し、もって公定法開発検討の参考に資する。

4. 資料の扱い

提出いただいたアンケート調査回答書については、非開示扱いといたしますので、会社名がそのままの形で開示されることはありません。

5. 記載事項及び提出希望期限

(1) 記載事項（様式は自由）

- ①会社名
- ②連絡先（担当者名、電話番号 等）
- ③食品添加物名
- ④残留溶媒名
- ⑤試験法
- ⑥参考資料等

(2) 提出希望期限

- ・ 2月28日（希望）

以上

資料3

残留溶媒に関する予備調査結果の詳細

1. 第1部会(甘味料)
2. 第2部会(着色料)
3. 第4部会(増粘安定剤)
4. 第5部会(酸化防止剤・強化剤)
5. 第9部会(調味料・苦味料等)
6. 第10部会(酸化防止剤・強化剤)

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第二部会(旨味料)	会社名	
担当者名		所属	
電話番号		〒	
e-mail		住所	

質問	添加物名	溶媒名	使用機器 メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアー ガス	カラム種類	分析頻度	社外秘/ 社外公開
記入方法 例	〇〇抽出物 香辛料抽出物 (基原物質:タマネギ) 香辛料抽出物について では基原物質を明記	アセトン ジクロロメタン 1,1,2-トリクロロエタン 2-プロパノール ヘキサン メタノール	島津 スベルコ 日立 ヤナコ GLサイエンス パーキンエルマー ヒューエットパッカー (アジレント) など		ダイレクトインジェクター スプリット/スプリットレスインジェクター ウルドオンカラムインジェクター ソルベントカットインジェクター など	熱伝導法(TCD) 水素炎イオン化(FID) 電子捕集型(EGD) 光イオン化(PID) フレーム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SGD) 酸化還元化学発光(RGD) 質量分析電子衝撃(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-CI) など	窒素 ヘリウム	メーカー 品番 サイズ その他	ロット毎 定期(回/年) 必要の都度	社外秘/ 社外公開 など
記入例	カンゾウ抽出物	メタノール	島津	GC-9A	ガラスインサート方式	水素炎イオン化(FID)	窒素	島津 ガラスカラム 5φ×3.2φ 2.1 m 充填剤:カスミンク 95 (ジ-5R4122S)	中間製品ロット毎	ユーザー要望に 応ずる

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただくと幸いです。

添付有 添付無
ご協力ありがとうございます。

カンゾウ抽出物残留メタノール定量方法（検量線法）

1. 検量線用標準液の調整

- ・メタノール約5 gを精密に計量し、蒸留水を加えて正確に50 mlとする。
この液5 mlを正確に量り、蒸留水を加えて正確に100 mlとし、標準液とする。
- ・標準液2, 4, 6 mlをそれぞれ正確に量り、蒸留水を加えてそれぞれを正確に100 mlとし、検量線用標準液とする。
(本標準液は、それぞれ約20, 40, 60 $\mu\text{g}/\text{ml}$ のメタノール水溶液となる。)

2. 試験サンプルの調整

- ・試料約5 gを精密に計量し、蒸留水を20 ml加える。
- ・よく攪拌しながら4% NaOH水溶液を滴下し、完全に溶解させる。
(このときpHが7.0を超えないように注意する。アルカリ側ではメタノールのピークが経時的に増加するため、恐らくメチルエステルからの遊離と推測する)
- ・蒸留水を加えて正確に50 mlとし、試験サンプルとする。

3. ガスクロマトグラフィー条件

検出器：水素炎イオン化検出器 (FID)
カラム：ガラスカラム
充填剤：ガスクロバック 55 (ジーエルサイエンス)
キャリアーガス、流量：窒素、40 ml/min
カラム温度：120℃
検出器温度：200℃
注入量：3 μl

4. 検量線の作製

上記の各検量線用標準液3 μl をそれぞれ正確に量り、ガスクロマトグラフィーにかけ、ピーク面積比から検量線を作製する。

5. 定 量

試験サンプル3 μl を正確に量り、ガスクロマトグラフィーにかけ、得られたピーク面積比から検量線によって試料中の残留メタノール濃度 (mg/ml) Aを求め、次式によって、試料採取量W (g) から、残存メタノール含量を ($\mu\text{g}/\text{g}$) を求める

$$\text{含量} (\mu\text{g}/\text{g}) = 10 \times A / W$$

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第一部会	会社名	
担当者名		所属	
電話番号		〒	
e-mail		住所	

質問	添加物名	溶媒名	使用機器メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアーガス	カラム種類	分析頻度	社外秘／社外公開
記入方法／例	〇〇抽出物 香料抽出物 (基原物質:タマネギ) 香料抽出物について は基原物質を明記	アセトン ジクロロメタン 1,1,2-トリクロロエタン 2-プロパノール ヘキサン メタノール	島津 スベルコ 日立 ヤナコ GLサイエンス パーキンエルマー ヒューエットパッカード (アジレント) など		ダイレクトインジェクター スプリット/スプリットレスインジェクター ウールドオンカラムインジェクター ソルベントカットインジェクター など	熱伝導法(TOD) 水素炎イオン化(FID) 電子捕集型(EGD) 光イオン化(PID) フレイム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SCD) 酸化還元型化学発光(RCD) 質量分析電子衝撃(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-CI) など	窒素 ヘリウム	メーカー 品番 サイズ その他	ロット毎 定期(回/年) 必要の都度	社外秘 社外公開 など
記入欄	スクラロース	メタノール	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化	ヘリウム	ジ-エルサイエンス ガスクロ/バック55	ロット毎	社外秘

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただくようお願いいたします。
 添付有 (添付無)
 ご協力ありがとうございます。

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	着色料部会(第二部会)	会社名	
担当者名		所属	
電話番号		〒	
e-mail		住所	

質問	添加物名	溶媒名	使用機器 メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアー ガス	カラム種類	分析頻度	社外秘/ 社外公開
記入方法 例	〇〇抽出物	アセトン ジクロロメタン 1,1,2-トリクロロエタン 2-プロパノール ヘキサン メタノール	島津 スベルコ 日立 ヤナコ GLサイエンス パーキンエルマー ヒューレットパッカード (アジレント) など		ダイレクトインジェクター スプリット/スプリットレスインジェクター ウールドオンカラムインジェクター ソルベントカットインジェクター など	熱伝導法(TOD) 水素炎イオン化(FID) 電子捕集型(ECD) 光イオン化(PID) フレーム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SCD) 酸化還元型化学発光(RCD) 質量分析電子衝撃(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-CI) など	窒素 ヘリウム	メーカー 品番 サイズ その他	ロット毎 定期(回/年) 必要の都度	社外秘/ 社外公開 など
	アナトー色素	メタノール エタノール アセトン イソプロピルアルコール ジクロロメタン ヘキサン	島津	GC-17A Ver.3	スプリット/スプリットレスインジェクター	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	GLサイエンス キャピラリーカラム AQUATIC 60m x 0.32mm 1.4 μm	ロット毎	社外秘
	コチニール色素	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上
	トウガラシ色素	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただようお願いします。

添付有 添付無

ご協力ありがとうございました。

食品添加物中の残留溶剤の分析

1. 試験溶液の調整製

(1) ヘキサン、アセトン

試料約 10 g を精密に量り、トルエン 5 mL を加え、日本薬局方生薬試験法の精油試験法の装置で油浴上で 4 時間加熱還流し、抽出したトルエン層を分離し、トルエンを加えて正確に 10 mL とし、試験溶液とする。ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

(2) メタノール

試料約 1 g を精密に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、良く振り混ぜる。静置した後、上澄みを試験溶液として、ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

2. 検量線用標準液

(1) ヘキサン

ヘキサン約 1 g を精密に量り、トルエンを加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、トルエンを加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。(この液 1 mL はヘキサン約 1,000 μ g を含む。) 標準液 2, 4, 6, 8 mL 及び 10 mL をそれぞれ正確に量り、トルエンを加えてそれぞれを正確に 100 mL とし、検量線用標準液とする。(これらの液 1 mL はそれぞれヘキサンを約 20, 40, 60, 80 及び 100 μ g を含む。含量はヘキサンの採取量から補正する。)

(2) アセトン

アセトン約 1 g を精密に量り、トルエンを加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、トルエンを加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。(この液 1 mL はアセトン約 1,000 μ g を含む。) 標準液 2, 4, 6, 8 mL 及び 10 mL をそれぞれ正確に量り、トルエンを加えてそれぞれを正確に 100 mL とし、検量線用標準液とする。(これらの液 1 mL はそれぞれアセトンを約 20, 40, 60, 80 及び 100 μ g を含む。含量はアセトンの採取量から補正する。)

(3) メタノール

メタノール約 1 g を精密に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。(この液 1 mL はメタノール約 1,000 μ g を含む。) 標準液 2, 4, 6, 8 mL 及び 10 mL をそれぞれ正確に量り、エタノールを加えてそれぞれを正確に

100 mLとし、検量線用標準液とする。(これらの液1 mLはそれぞれメタノールを約20, 40, 60, 80及び100 μ gを含む。含量はメタノールの採取量から補正する。)

3. 測定法

ガスクロマトグラフ測定条件

検出器 水素炎イオン化型検出器付きガスクロマトグラフ (FID-GC) 用い、次の操作条件によって測定する。

(1) ヘキサン、アセトン

カラム充填剤

液層 10%FON

担体 80~100メッシュのガスクロマトグラフィ用 Celite 545A

カラム管 内径3.4 mm, 長さ2 mのガラス管

検出器温度 250°C

カラム温度 80°C (一定)

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。30 mL/分の一定量

試験溶液注入量 2 μ L

(2) メタノール

カラム充填剤 60~80メッシュの Gaschromapak 55

カラム管 内径3.4 mm, 長さ1 mのガラス管

検出器温度 250°C

カラム温度 120°C (一定)

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。30 mL/分の一定量

試験溶液注入量 2 μ L

4. 検量線の作成

検量線用標準液2 μ Lずつをそれぞれ正確に量り、それぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さ比又はピーク面積比から検量線を作成する。

5. 定量

試験溶液2 μ Lを正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ比又はピーク面積比から検量線によって試料中のそれぞれの残留溶媒 (μ g/mL) Aを求め、次式によって試料採取量W (g) から残存溶媒の含量 (μ g/g) を求める。

$$\text{残留溶媒含量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{10 \times A}{W}$$

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

都委会	第二部会	会社名	
担当者名		所属	
電話番号		〒	
e-mail		住所	

質問	添加物名	溶媒名	使用機器 メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアガス	ラム種類	分析頻度	社外秘／ 社外公開
記入方法 ／例	〇〇抽出物 香辛料抽出物 (基原物質タマネギ) 香辛料抽出物につい ては基原物質を明記	アセトン ジクロロメタン 1,1,2-トリクロロエチ ン 2-プロパノール ヘキサン メタノール	島津 スバルコ 日立 ヤナコ GLサイエンス パーキンエルマー ヒューレットパッカード (アジレント) など		ダイクロインジエクター スプリット/スプリットレスインジエクター ウールドオンカラムインジエクター スルパントカラムインジエクター など	熱伝導法(TCO) 水素炎イオン化(FID) 電子捕集型(ECD) 光イオン化(PID) フレイム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SCD) 酸化還元型化学発光(RCD) 質量分析電子衝撃(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-CI) など	窒素 ヘリウム	メーカー 品番 サイズ その他	ロット毎 定期(回/年) 必要の都度	社外秘／ 社外公開 社外公開 など
	ニンジンカロテン	ヘキサン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
	デュナリエラカロテン	ヘキサン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
	トウガラシ色素	ヘキサン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
	マリゴールド色素	アセトン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
	トマト色素	酢酸エチル	パリアン	CP3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	ゾーエルサイエンス ガスクロハック55	ロット毎	社外秘
		ヘキサン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
		アセトン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
		アセトン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
		ジクロロエタン	パリアン	CP3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	ゾーエルサイエンス ガスクロハック55	ロット毎	社外秘
記入欄	クチナシ黄色素	ヘキサン	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘
		メタノール	ヤナコ	G3800	直接注入	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	島津 10%FON(cilite545)	ロット毎	社外秘

対象添加物ごとに具体的な試験方法を添付いたただくようお願いします。

添付有
添付無
ご協力有難うございました。

→ 水3版 自製試験方法と全(同)

質溶液の膜に凝乳の微粒片を最初に観察するまでの時間（凝乳時間）をTとする。別に、試料溶液の代わりにレンネット標準溶液を用いて同様に操作し、凝乳時間 T_s を求める。基質溶液と酵素溶液の液量比が50：1であれば、任意の液量に変えてもよい。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、次式により求める。

$$\text{本品中の酵素活性の単位（単位/g 又は単位/ml）} = S \times \frac{T_s \times W_s}{T \times W}$$

ただし、

- S：レンネット、定量用の酵素活性（単位/g）
- T_s ：レンネット標準溶液の凝乳時間（秒）
- W_s ：レンネット標準溶液1 ml中のレンネット定量用の量（g）
- T：試料溶液の凝乳時間（秒）
- W：試料溶液1 ml中の試料の量（g 又は ml）

2. 残留溶媒試験法

残留溶媒試験法は、試料中に残存する溶媒をガスクロマトグラフィーを用いて試験する方法である。

本試験で測定する残留溶媒は、アセトン、酢酸エチル、酢酸ブチル、プロパン-2-オール（イソプロピルアルコール）、ヘキサン、メタノールである。

本試験法は食品添加物中の残留溶媒の定性的組成及び限度試験についてガスクロマトグラフィーで分析する方法であるが、測定機器の機種も多く、また改良されてきているため、現在で機器、カラム等を限定する状態ではない。従って、ここに記載する方法は当面の指針とし、今後、情報の提供を受けて確立していきたい。

ガスクロマトグラフィー用のカラム担体及び液相は、記載のものに代え、これと同等のものを使用することができる。

1. 試験溶液の調製

(1) ヘキサン、アセトン

試料約10gを精密に量り、トルエン5 mlを加え、日本薬局方生薬試験法の精油試験法の装置で油浴上で4時間加熱還流し、抽出したトルエン層を分離し、トルエンを加えて正確に10mlとし、試験溶液とする。ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

(2) プロパン-2-オール（イソプロピルアルコール）

試料約1gを精密に量り、メタノールを加えて正確に10mlとし、よく振り混ぜる。静置した後、上澄液を試験溶液とし、ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

(3) メタノール

試料約1gを精密に量り、エタノールを加えて正確に10mlとし、よく振り混ぜる。静置した後、上澄液を試験溶液とし、ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

(4) 酢酸ブチル

試料約10gを精密に量り、丸底フラスコに入れ、水200ml、硫酸ナトリウム15g及びトルエン2 mlを加え、精油蒸留装置をつけ、30分間蒸留する。冷後、トルエン層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ紙上の残留物を少量のトルエンで洗い、ろ液に加えた後、トルエンを加え正確に5 mlとし試験溶液と

し、ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

(5) 酢酸エチル

試料約10gを精密に量り、丸底フラスコに入れ、水200ml、硫酸ナトリウム15g及びトルエン2mlを加え、精油蒸留装置をつけ、30分間蒸留する。冷後、トルエン層を分取し、無水硫酸ナトリウムで脱水し、ろ過する。ろ紙上の残留物を少量のトルエンで洗い、ろ液に加えた後、トルエンを加え正確に5mlとし試験溶液とし、ガスクロマトグラフィーにより含量を測定する。

2. 検量線用標準液の調製

(1) ヘキサン

ヘキサン約1gを精密に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量り、トルエンを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(この液1mlは、ヘキサンを約1,000 μ gを含む。)標準液2, 4, 6, 8ml及び10mlをそれぞれ正確に量り、トルエンを加えて、それぞれを正確に100mlとし、検量線用標準液とする。(これらの液1mlはそれぞれヘキサンを約20, 40, 60, 80 μ g及び100 μ gずつ含む。含量はヘキサンの採取量から補正する。)

(2) アセトン

アセトン約1gを精密に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量りトルエンを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(この液1mlは、アセトン約1,000 μ gを含む。)標準液2, 4, 6, 8及び10mlをそれぞれ正確に量り、トルエンを加えてそれぞれを正確に100mlとし、検量線用標準液とする。(これらの液1mlはそれぞれアセトン約20, 40, 60, 80及び100 μ gを含む。含量はアセトンの採取量から補正する。)

(3) プロパン-2-オール (イソプロピルアルコール)

プロパン-2-オール約1gを精密に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(この液1mlは、プロパン-2-オール約1,000 μ gを含む。)標準液2, 4, 6, 8及び10mlをそれぞれ正確に量り、メタノールを加えてそれぞれプロパン-2-オール約20, 40, 60, 80及び100 μ gを含む。含量はプロパン-2-オールの採取量から補正する。)

(4) メタノール

メタノール約1gを精密に量り、エタノールを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量り、エタノールを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(この液1mlは、メタノール約1,000 μ gを含む。)標準液2, 4, 6, 8及び10mlをそれぞれ正確に量り、エタノールを加えてそれぞれを正確に100mlとし、検量線用標準液とする。(これらの液1mlはそれぞれメタノール約20, 40, 60, 80及び100 μ gを含む。含量はメタノールの採取量から補正する。)本試験に用いられる溶媒類は、不純物を含まないこと。あるいは測定する溶媒を不純物として含む場合は、あらかじめ不純物の量を測定しておく。

(5) 酢酸ブチル

酢酸ブチル約1gを精密に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量りトルエンを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(この液1mlは、酢酸ブチル約1,000 μ gを含む。)標準液2, 4, 6, 8及び10mlをそれぞれ正確に量り、トルエンを加えてそれぞれを正確に100mlとし、検量線用標準液とする。(これらの液1mlはそれぞれ酢酸ブチル約20, 40, 60, 80及び100 μ gを含む。含量は酢酸ブチルの採取量から補正する。)

(6) 酢酸エチル

酢酸エチル約1gを精密に量り、トルエンを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量りトルエンを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(この液1mlは、酢酸エチル約1,000 μ gを含む。)標準液2, 4, 6, 8及び10mlをそれぞれ正確に量り、トルエンを加えてそれぞれを正確に100mlとし、検量線用標準液とする。(これらの液1mlはそれぞれ酢酸エチル約20, 40, 60, 80及び100 μ gを含む。含量は酢酸エチルの採取量から

補正する。)

3. 測定法

ガスクロマトグラフ測定条件

検出器 水素炎イオン化型検出器付きガスクロマトグラフ (FID-GC) を用い、次の操作条件によって測定する。

(1) ヘキサン, アセトン

カラム充てん剤

液層 10%FON

担体 80~100メッシュのガスクロマトグラフィー用 Celite 545A

カラム管 内径3.4mm, 長さ2mのガラス管

検出器温度: 250℃

カラム温度 80℃ (一定)

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。30ml/分の一定量

試験溶液注入量: 2 μ l

(2) メタノール, プロパン-2-オール (イソプロピルアルコール)

カラム充てん剤 60~80メッシュの Gaschrompack55

カラム管 内径3.4mm, 長さ1mのガラス管

検出器温度: 250℃

カラム温度 120℃ (一定)

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。30ml/分の一定量

試験溶液注入量: 2 μ l

(3) 酢酸ブチル

カラム 内径0.25mm, 長さ30mの溶解石英製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.53 μ mの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 40℃で10分間保持し、その後毎分5℃で昇温し、100℃に到達後保持する。

注入口温度: 180℃

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。酢酸ブチルの保持時間が約15分になるように調整する。

(4) 酢酸エチル

カラム 内径0.25mm, 長さ30mの溶解石英製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.53 μ mの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 40℃で10分間保持し、その後毎分5℃で昇温し、100℃に到達後保持する。

注入口温度: 180℃

キャリアーガス及び流量 ヘリウムを用いる。酢酸エチルの保持時間が約15分になるように調整する。

4. 検量線の作成

検量線用標準液 2 μ l ずつをそれぞれ正確に量り、それぞれガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さ比又はピーク面積比から検量線を作成する。

5. 定量

試験溶液 2 μ l を正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ比又はピーク面積比から検量線によって試料中のそれぞれの残留溶媒濃度 (μ g/ml) A を求め、次式によって試料採取量 w (g) から、残留溶媒の含量 (μ g/g) を求める。

$$\text{残留溶媒含量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{10 \times A}{W}$$

日本食品添加物協会
技術委員長殿

2004.4.6

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第二部会	会社名	
担当者名		所属	
電話番号		〒	
e-mail		住所	

質問	添加物名	溶媒名	使用機器 メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアー ガス	カラム種類	分析頻度	社外秘/ 社外公開
記入方法／例	〇〇抽出物 香料抽出物 (基原物質:タマネギ) 香料抽出物についで は基原物質を明記	アセトン ジクロロメタン 1,1,2-トリクロロエタン 2-プロパノール ヘキサン メタノール	島津 スベルコ 日立 ヤナコ GLサイエンス パーキンエルマー ヒューレットパッカード (アジレント) など		ダイレクトインジェクター スプリット/スプリットレスインジェクター ウールドオンカラムインジェクター ソルベントカットインジェクター など	熱伝導法(TCD) 水素炎イオン化(FID) 電子捕集型(ECD) 光イオン化(PID) フレーム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SCD) 酸化還元型化学発光(RCD) 質量分析電子衝撃(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-CI) など	窒素 ヘリウム	メーカー 品番 サイズ その他	ロット毎 定期(回/年) 必要の都度	社外公開 など
記入欄	パーム油加工	ヘキサン・X91-ル アセトン	島津	GC-14A	スプリットレスインジェクター	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	J&W Scientific 123-1035 0.32mm×30m (5µm film)	定期(回/年) 1回/1工程 管理は ロット毎に 実施	社外未公開

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただようお願いします。

添付有 添付無

ご協力ありがとうございます。

標準書：試験法 1

文書名：残存溶媒量[パーム油カロチン植物油懸濁液中の残存溶媒量の測定方法]

記号：ICC201

ページ：1：試験法

《本試験方法に関するコメント・注意書》

《試験方法本文》

・装置及び用具

- (1) ガスクロマトグラフ式： 水素炎イオン化検出器を備えたもの
- (2) データ処理装置
- (3) キャピラリーカラム： J&W社製DB-1 (液相:Dimethylsilicone);
0.32 mm I.D. × 30 mL (膜厚 5 μm)
- (4) キャリアーガス： ヘリウム(純度99.99%以上)
- (5) 試料注入器： マイクロシリンジ (10 μL)
- (6) 検出器用ガス： 水素 (純度99.99%) 及び空気
- (7) メスフラスコ： 10 mL, 100 mL
- (8) ホールピペット： 1 mL, 2 mL

・試薬

- (1) 特級n-ヘキサン
- (2) 特級メタノール
- (3) 特級アセトン
- (4) 特級シクロヘキサノン(関東化学(株)製)

・方法

(1) 検液の調製

標準液： 100 mL メスフラスコに約 50 mL のシクロヘキサノンを取り、mgの桁で重量が安定したら(室温20℃で約2分)、n-ヘキサン約 2.5 g、アセトン約 2.5 g、メタノール約 2.5 g を 10 mg の単位まで正確に量り、シクロヘキサノンを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量りとり、シクロヘキサノンを加えて正確に 100 mL とする。さらにこの液 1 mL を正確に量りとり、シクロヘキサノンを加えて正確に 100 mL とし、n-ヘキサン、アセトン、メタノール標準液(約 5ppm 濃度となる)とする。

試料溶液： 試料約 1 g を 10 mL メスフラスコに正確に量りとり、シクロヘキサノンを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。

(2) ガスクロマトグラフ法

① 操作条件

カラム温度： 40℃ (5min) → 10℃/min → 280℃
カラムヘッド圧： 10psi (at 40℃, 約35cm/secとなる)
試料導入部温度： 180℃
検出器温度： 280℃
検出器感度(10°): n = 1
スプリット比： 1/30
注入量： 1 μL

② 標準液の測定

標準液 1 μL を正確にガスクロマトグラフに注入し、メタノール、アセトン、n-ヘキサンのピーク面積を求める(メタノール、アセトン、n-ヘキサンの順で検出される)。

③ 溶媒ブランクの測定

検液の調製で使用した試薬のシクロヘキサノン 1 μL を正確にガスクロマトグラフに注入し、メタノール、アセトン、n-ヘキサンの位置にピークが無いことを確認する。もしも、ピークが存在した場合は、再度、検液の調製を行う。必要によっては、新しいシクロヘキサノンを購入し使用する。

④ 試料の測定

標準書：試験法 1

文書名：残存溶媒量[パーム油カロチン植物油懸濁液中の残存溶媒量の測定方法]

記号：ICC201

ページ：1：試験法

試料溶液 1 μL を正確にガスクロマトグラフに注入し、得られたメタノール、アセトン、n-ヘキサンのピーク面積から次式により試料中の残留メタノール、アセトン、n-ヘキサン量を求める。

(3) 計算

$$\text{残留 n-ヘキサン} (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{n-ヘキサン採取量} (\text{g})}{\text{試料採取量} (\text{g})} \times \frac{\text{試料の n-ヘキサンのピーク面積}}{\text{標準液の n-ヘキサンのピーク面積}} \times 20$$

$$\text{残留アセトン} (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{アセトン採取量} (\text{g})}{\text{試料採取量} (\text{g})} \times \frac{\text{試料のアセトンのピーク面積}}{\text{標準液のアセトンのピーク面積}} \times 20$$

$$\text{残留メタノール} (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノール採取量} (\text{g})}{\text{試料採取量} (\text{g})} \times \frac{\text{試料のメタノールのピーク面積}}{\text{標準液のメタノールのピーク面積}} \times 20$$

以上の3式から求めた残留n-ヘキサン、アセトンおよびメタノール量の合計を残留溶媒量とする。

《引数設定項目》

引数設定番号	引数項目

《設定引数組合せ》

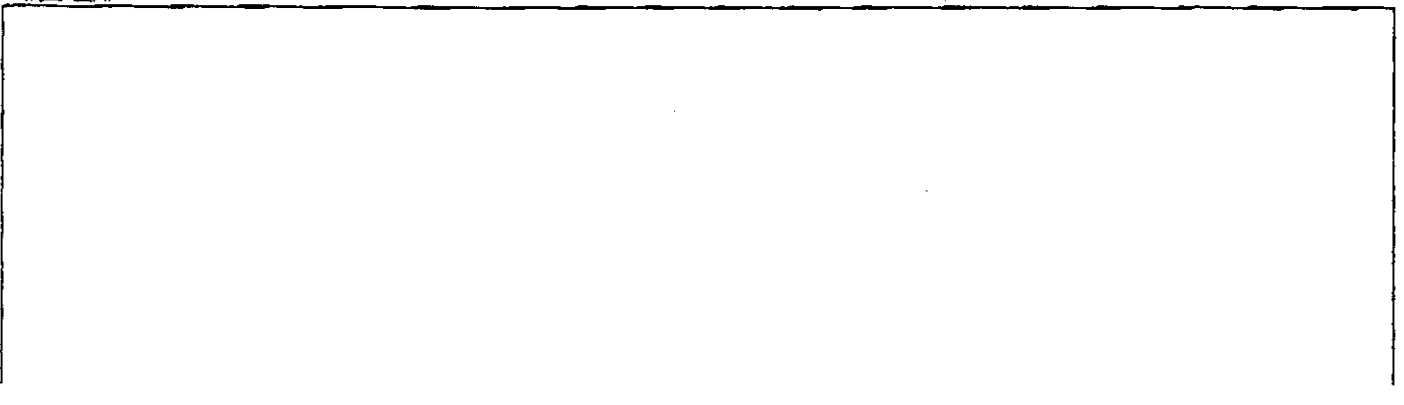
引数No.	引数組合せ

《試薬・試液等の注記》

注記の記載

番号	
見出し	
内容	

《図面》



試験条件

カラムオープン温度 : 50°C

温度プログラム : 50°C・10min保持 → 15°C/min → 190°C・5min保持

全流量 : 20ml

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第2部会	会社名	
担当者名		所属	
電話番号		〒	
e-mail		住所	

質問	添加物名	溶媒名	使用機器 メーカー名	型番	試料導入部	検出器	キャリアー ガス	カラム種類	分析頻度	社外秘/ 社外公開
記入 方法/ 例	〇〇抽出物 香料抽出物 (基原物質:タマネギ) 香料抽出物につい ては基原物質を明記	アセトン ジクロロメタン 1,1,2-トリクロロエタン 2-プロパノール ヘキサン メタノール	島津 スペルコ 日立 ヤナコ GIサイエンス パーキンエルマー ヒューレットパッカード (アジレント) など		ダイレクトインジェクター スプリット/スプリットレスインジェクター ワールドオンカラムインジェクター ソルベントカットインジェクター など	熱伝導法(TCD) 水素炎イオン化(FID) 電子捕集型(ECD) 光イオン化(PID) フ列ーム光度型(FPD) 硫黄化合物化学発光(SCD) 酸化還元型化学発光(RCD) 質量分析電子衝撃(MS-EI) 質量分析化学イオン化(MS-OI) など	窒素 ヘリウム	メーカー 品番 サイズ その他	ロット毎 定期(回/年) 必要の都度	社外秘/ 社外公開 など
	クロロフィル	ヘキサン	島津	GC7A	ダイレクトインジェクター	FID	窒素	Waters社 PorapakQ	ロット毎	社外公開
	クチナシ膏	メタノール	島津	GC7A	ダイレクトインジェクター	FID	窒素	Waters社 PorapakQ	ロット毎	社外公開
記入欄										

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただようお願いいたします。

添付有 添付無

ご協力ありがとうございました。

メタノール分析条件

直接注入法

1. GC測定条件

ガスクロマトグラフ：(株)島津製作所GC7A

カラム：PorapakQ, Waters社製, 80~100mesh, 3mm i. d. × 1m

カラム温度：180℃, 注入口温度：200℃

キャリアーガス：N₂ 40ml/min

2. 試料溶液の調製法

試料1gを15ml容供栓遠心管に採り、エタノール10mlを加え、試験管ミキサーにて十分攪拌後、遠心分離し上澄液を試料溶液とする。GCへの注入量2μl。

3. 検量線の作成方法

メタノール約1gを精密に量り、エタノールを加えて正確に50mlとし、この液5mlを正確に量り、エタノールを加えて正確に100mlとし、標準液とする。(1000μg/ml)

標準液を適宜希釈し、検量線用標準液とする。

検量線用標準液は、試料溶液のメタノール含量を考慮し、3点とする。注入量は2μl。