

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第四部会	会社名	XXXXXXXXXX
担当者名	XXXXXXXXXX	所属	XXXXXXXXXX
電話番号	XXXXXXXXXX	〒	XXXXXXXXXX
e-mail	XXXXXXXXXX	住所	XXXXXXXXXX

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 ヒューエットパックカード (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) 水素炭素イオン化(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	社外公開 社外公開 など
	ベクザン	2-プロパノール				Quadruple 5973 Hewlett Packard		キヤピラリーカラム	1回/年	社外秘
記入欄	精製カラギナン	2-プロパノール						キヤピラリーカラム	1回/年	社外秘
	キサンタンガム	2-プロパノール						キヤピラリーカラム	1回/年	社外秘
	精製カロブビーンガム	2-プロパノール						キヤピラリーカラム	1回/年	社外秘
	(注) 弊社は外資系のため、詳細な機器分析器などの情報入手は不可能です。 具体的な試験法は、下記の通りです。									
	ベクザン: Xanthan Gum (USP)規格、 精製カラギナン、キサンタンガム、精製カロブビーンガム: JECFA規格(該当する各製品)									

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した。

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第五部会	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(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(SOD) 酸化還元型化学発光(ROD) 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 社外公開 など
	酢素処理ルチン 基原物質:エンジュ	メタノール	島津	GC-14A	ダイレクトインジェクター	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	GLサイエンス G-950 40m x 1.2	必要の都度	社外秘
記入欄	酢素処理ヘスベリジン 基原物質:キジツ、レ モン	メタノール	島津	GC-14A	ダイレクトインジェクター	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム	GLサイエンス G-950 40m x 1.2	必要の都度	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と幸いです。

添付有 添付無

ご協力ありがとうございました。

残存メタノール・エタノールの分析法

【試料の調整】

試料10gを精秤して200mlのナスフラスコに取り、イオン交換水100mlで溶解または懸濁する。このナスフラスコに還流冷却管をつけ、120℃のグリセリンの入ったオイルバスに浸け蒸留する（ナスフラスコはゆっくりとオイルバスに浸ける）。不溶性の試料は固形物が乾固するまで加熱蒸留する。100ml容メスフラスコで100ml近くまで留液を採取し、イオン交換水で100mlに定容して試料溶液とする。99.9%メタノール100ppm、または99.9%エタノール100ppmを準備し標準溶液とする。下記条件のガスクロマトグラフィーにおいて、試料溶液メタノール、またはエタノールの面積と標準メタノールまたは標準エタノールの面積を求め、計算方法から求める。

【ガスクロマトグラフィー条件】

検出器	: 水素イオン化検出器 (島津 GC-14A)
データ処理機	: CR-4A
カラム	: G-950 40m × 1.2 I.D. 25μm
カラム温度	: 100℃
試料注入室温度	: 150℃
検出器温度	: 100℃
キャリアガス圧	: 1.1 kg/cm ² (ヘリウムガス)
水素ガス圧	: 0.65 kg/cm ²
空気圧	: 0.55 kg/cm ²
試料注入量	: 1 μl

【計算方法】

$$A = (A_m \times M_e \text{ または } E_t) / (A_{st} \times X) \times 1 / 1000 \times 10^6$$

A	: 試料中のメタノール、またはエタノール含量 (ppm)
A _m	: 試料溶液中のメタノール、またはエタノール面積比
A _{st}	: 標準溶液中のメタノール、またはエタノール面積比
M _e 、E _t	: 標準メタノール、エタノール濃度 = 100ppm
X	: 試料採取量 (g)

以上

水五部会へ
↓

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第三部会	会社名	[REDACTED]
担当者名	[REDACTED]	所属	[REDACTED]
電話番号	[REDACTED]	〒	[REDACTED]
e-mail	[REDACTED]	住所	[REDACTED]

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 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) 電子捕獲型(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
記入欄	メチル抽出物	メタノール	島津	GC17A	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	ポリビニル ARUATIC	必要の都度	社外秘

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただいております。

添付有 添付無
ご協力ありがとうございます。

(別紙)

ルチン中の残留溶媒試験方法

1、標準溶液の調製

メタノール約0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液5.0 mLを正確にとり、水を加えて50 mLとし標準原液とする。標準原液1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL及び10.0 mLをとり水を加えてそれぞれ50 mLとしメタノール標準溶液とする。(10 ppm、25 ppm、50 ppm 及び100 ppm)

2、試験操作方法

試料1.0 gをヘッドスペース用バイアルビン(25 mL)に入れ、水2.0 mLを加えてキャップをする。別に、メタノール標準溶液1.0 mLを量りヘッドスペース用バイアルビンに入れ塩化ナトリウム1.0 gを加えキャップをする。これらをガスクロマトグラフ装置に設置し、以下の測定条件で試験を行う。

3、測定条件

カラム : AQUATIC

0.53 mm I.D × 75 m, film thickness 2.0 μm

(ジーエルサイエンス社品)

カラム温度 : 40°C・20分→5°C/分→180°C・10分

導入部温度 : 200°C

検出部温度 : 200°C

検出器 : 水素炎イオン化検出器

キャリアーガス : ヘリウム

オートサンプラー : 保温温度80°C、保温時間60分

シリンジ注入温度 : 80°C

注入量 : 0.8 mL

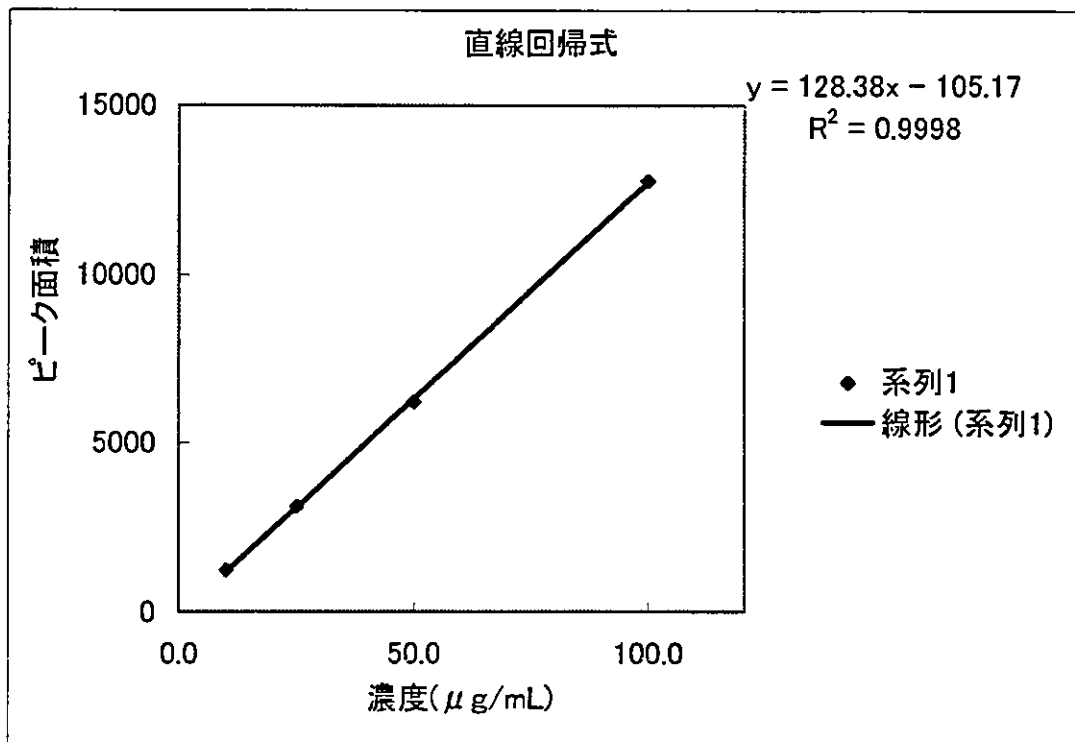
1. メタノール検量線

試料溶液濃度	ピーク面積	
10ppm	10.0	1220
25ppm	25.0	3123
50ppm	50.0	6211
100ppm	100.0	12775

メタノール量	0.5004
--------	--------

g

直線回帰式
相関係数 0.9998



食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第9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-プロポパノール 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 ヒューエットパックカード (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(SGD) 酸化還元型化学発光(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) 必要の頻度	社外公開 社外公開 など
記入欄	香料抽出物 (基原物質:唐辛子)	ヘキサン	島津	GC-17A	ダイレクトインジェクター	水素炎イオン化(FID)	ヘリウム (マイクワブ) ガスは窒素)	Quadrex ワイトボアキャピ ラリーカラム (直径:0.53mm、 長さ:30m)	ロット毎	社外公開

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。

残存溶媒測定法

対象：唐辛子抽出物（中間体）

[測定試料の調製方法]

(1) ヤシ油

試薬グレードを使用する

(2) 標準液の調製

① 標準 A

アセトンを正確に 5~30ppm の濃度となるようヤシ油に溶解する。

② 標準 B

ヘキサンを正確に 5~30ppm の濃度となるようヤシ油に溶解する。

(3) 測定試料の調製

10ml 容スクリーキャップ（テフロンライナーキャップ付）ガスクロ用バイアル瓶に試料 0.50g、標準 A、標準 B、ヤシ油を下記の通り計り取り、キャップを閉める。

これを 70℃ 温浴上で 10 分間保温し、ヘッドスペースガス 1ml をガスクロ分析に供する。試料の調製は用時行うこと。

測定試料①： 検体 0.5g + 標準液 A 0.25g + ヤシ油 0.25g

測定検体②： 検体 0.5g + 標準液 A 0.25g + 標準液 B 0.25g

[測定方法]

(1) ガスクロマトグラフィー

① ガスクロ装置とカラム

島津製作所 GC-17A にワイドボアキャピラリーカラム Quadrex (0.53mm φ, 30m, 3 μm 厚) を装着して使用する。

② 分析条件

キャリアーガスはヘリウムととし、メイクアップガス（窒素）50kPa, エア-50kPa, 水素ガス 60kPa とする。

カラム温度 35℃, インジェクション温度 100℃, FID 検出器温度 210℃, キャリアーガス流量 10ml (但しパージ流量 7ml) にて分析する。

試料はヘッドスペースガス 1ml とする。

(2) 測定

アセトンを内部標準とし、測定検体①と②のヘキサンのピークエリアから算出する。

以上

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第10部会(乳化剤部会)
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(TOD) 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-GI) 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	レシチン(植物)レシチンアセトン		島津	GC-14A	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)	窒素	SUSカラム 2.2m x 3mm(内径) Polopak Q(Waters)	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と幸いです。

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	第10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 ヒューエットパックカード (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 社外公開 など
	シヨ糖脂脂肪酸エステル	インプロピルアルコール	株式会社 島津製作所	GC-2010A	自動ヘッドスペースサンブラー (パーキンエルマー社; ターボマトリックス HS-40)	水素炎イオン化(FID)	窒素	Phenomenex社 ZB-1 0.53mm(i.d.),30m	必要の都度	社外公開
記入 欄	シヨ糖脂脂肪酸エステル	メタノール	同上	同上	同上	同上	同上	同上	ロット毎	社外公開

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。

平成16年4月9日

日本食品添加物協会
常務理事 浅野 貞男 様

残留溶媒試験法

標記の件、『残留溶媒に関するアンケート調査』の残留溶媒試験法を下記に示します。

なお、本試験法は8版諸品添加物公定書改訂(案)として提案した方法であり、対象溶媒のイソプロピルアルコール、メタノール以外のメチルエチルケトン、酢酸エチルを含む試験法であります。

記

添加物名：シヨ糖脂肪酸エステル
溶媒名：イソプロピルアルコール
メタノール

【標準添加法】

この方法は、定量結果に対して、原試料のマトリックスの影響が無視できない場合に適用される。原試料及び同一量の原試料に既知量の被検成分を段階的に添加し均一に混合した試料のクロマトグラムを記録し、被検成分のピーク高さ又はピーク面積を測定する。添加量は、被検成分を添加した試料の被検成分のピーク高さ又はピーク面積が原試料中の被検成分のピーク高さ又はピーク面積の2倍程度以内になるように加減する。横軸に被検成分の添加量を、縦軸にピーク高さ又はピーク面積をとって関係線を作成する。関係線が直線である場合には外挿し、横軸との切片- Δw を求め、原試料量をWとして、次の式によって含有率(%)を算出する。

$$C = \frac{\Delta w}{W} \times 100$$

ここに、 C：被検成分の含有率(%)

Δw ：関係線から求めた横軸との切片の絶対値

W：原試料量

【試験法】

イソブタノール、メタノール、メチルエチルケトン、酢酸エチル及びイソプロパノールを約0.2gずつ精密に量り混合し、水を加えて正確に50mlとし、標準溶液Aとする。標準溶液A10ml及び5mlを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に20mlとし、標準溶液B及びCとする。

専用バイアル瓶に試料約1gを精密に量り、水を正確に5 μ l加える。同様にして、試料に標準溶液Aを加えたもの、試料に標準溶液Bを加えたもの、試料に標準溶液Cを加えたものを調製し検体とする。次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行い、各分析試料の各溶媒成分のピーク面積を測定し、標準溶液の各溶媒成分量を横軸に、そのピーク面積を縦軸に取り、関係線を作成し、次式より各溶媒成分濃度を求める。

溶媒成分濃度 (μ g/g) = 関係線のx軸切片の絶対値 (μ g) / 試料採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 30m の熔融石英ガラス製の細管内面に, 液相として 100%メチルシリコーンを化学的に架橋させ, 1.5 μ m の厚さで化学結合したもの。

カラム温度 40℃

キャリアーガス及び流量 窒素を用いる。イソブタノールのピークが約 5 分後に現れるように, カラム温度あるいはキャリアーガスの流量 (約 4ml/分) を調整する。

注入方式 全量

ヘッドスペースサンプラー

分析試料 (バイアル瓶) 保温温度 80℃

分析試料 (バイアル瓶) 保温時間 40 分

ヘッドスペースガス採取シリンジ温度 85℃

ヘッドスペースガス注入量 1.0ml

以上

食品添加物の残留溶媒に関するアンケート

部会名	第十部会	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
記入欄	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 ヒューエツトバックカード (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
	シヨ糖脂肪酸 エステル	2-プロパノール メタノール	島津製作所	GC-14B	ヘッドスペースガス ダイレクトインジェクター	水素炎イオン化(FID)	窒素	J&W社 DB-1 I.D. 0.53mm× 30m	ロット毎
記入欄									

対象添加物ごとに具体的試験方法を添付いただいております。

添付有 添付無

ご協力ありがとうございます。

シヨ糖脂肪酸エステルの残留溶媒 (2-プロパノール、メタノール) 試験法

2004.3.24

1. 規格

- ・イソブタノール、メタノール、メチルエチルケトン 各々 10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下
- ・酢酸エチル、イソプロパノール及びプロピレングリコール
単独又は組合せとして 350 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下

2. 試験法 プロピレングリコールを除く試験法

イソブタノール、メタノール、メチルエチルケトン、酢酸エチル及びイソプロパノールを約 0.2g ずつ精密に量り混合し、水を加えて正確に 50ml とし、標準溶液Aとする。標準溶液A 10ml 及び 5ml を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 20ml とし、標準溶液B及びCとする。

専用バイアル瓶に試料約 1g を精密に量り、水を正確に 5 μl 加える。同様に、試料に標準溶液Aを加えたもの、試料に標準溶液Bを加えたもの、試料に標準溶液Cを加えたものを調製し検体とする。次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行い、各分析試料の各溶媒成分のピーク面積を測定し、標準溶液の各溶媒成分量を横軸に、そのピーク面積を縦軸に取り、関係線を作成し、次式より各溶媒成分濃度を求める。

$$\text{溶媒成分濃度 } (\mu\text{g}/\text{g}) = \text{関係線の } x \text{ 軸切片の絶対値 } (\mu\text{g}) / \text{試料採取量 } (\text{g})$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 30m の熔融石英ガラス製の細管内面に、液相として 100%メチルシリコーンを化学的に架橋させ、1.5 μm の厚さで化学結合したもの。

カラム温度 40 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス及び流量 窒素を用いる。イソブタノールのピークが約 5 分後に現れるように、カラム温度あるいはキャリアーガスの流量 (約 4ml/分) を調整する。

注入方式 全量

ヘッドスペースサンプラー

分析試料 (バイアル瓶) 保温温度 80 $^{\circ}\text{C}$

分析試料 (バイアル瓶) 保温時間 40 分

ヘッドスペースガス採取シリンジ温度 85 $^{\circ}\text{C}$

ヘッドスペースガス注入量 1.0ml

資料4

残留溶媒に関する本調査結果の詳細

1. 第2部会(着色料)
2. 第4部会(増粘安定剤)
3. 第5部会(酸化防止剤・強化剤)

残留溶媒に関する試験法について提供のあった品目

1. 部会名

第2部会

2. 追加提供のあった品目

- (1) アナトー色素
- (2) クチナシ青色素
- (3) トマト色素
- (4) ヘマトコッカス藻色素

① 会社名：

② 連絡先：

③ 食品添加物名：アナトー色素

④ 残留溶媒名：

残留溶媒(カロテノイド含量 3.0%に換算) アセトン 30 μ g/g 以下, 2-プロパノール 50 μ g/g 以下, ヘキサン 25 μ g/g 以下, メタノール 50 μ g/g 以下

⑤ 試験法：

本品の表示量からカロテノイド含量 3.0%に換算して約 2.5g に相当する量を 10ml のメスフラスコに量り, ピリジンを 2ml 正確に加えて溶かし, 内標準液 2.5ml を正確に加えた後, さらにトルエンを加えて 10ml とし, 試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム(1,000mg)にトルエン 10ml を注入し, 流出液は捨てる。次に, このカラムに正確に 2ml の試料液を注入し, 流出液は捨てる。次に, トルエンを注入し, 流出液を 5ml のメスフラスコに入れ, 流出液の総量が 5ml になるまで行い, 得られた流出液を検液とする。なお, 検液中に色素がほとんど溶出しないような速さで流出させる。

別に, アセトン約 0.3g, 2-プロパノール約 0.5g, ヘキサン約 0.25g 及びメタノール約 0.5g をメスフラスコに精密に量り, トルエンを加えて 100ml とする。この液 1ml を正確にメスフラスコに量り, トルエンを加えて 100ml とする。この液 2.5ml を正確に量り, 内標準液 2.5ml 及びピリジン 2ml を正確に加え, トルエンを加えて正確に 25ml とし, 標準液とする。なお, テトラヒドロフラン 0.5g をメスフラスコに量り, トルエンを加えて 100ml とし, この液 1ml を正確に量り, トルエンを加えて 100ml とし内標準液とする。

検液及び標準液をそれぞれ 1.0 μ l ずつ量り, 次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。それぞれの液のテトラヒドロフランのピーク面積に対するアセトン, 2-プロパノール, ヘキサン及びメタノールのピーク面積比 $Q_{T1\sim 4}$ 及び $Q_{S1\sim 4}$ を求め, 以下の式により, アセトン, 2-プロパノール, ヘキサン及びメタノールの量を求める。

アセトンの量 (カロテノイド含量 3.0%に換算)

$$= \frac{\text{アセトンの採取量(g)}}{\text{試料の表示含量(\%)} \times \text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 750 (\mu\text{g/g})$$

2-プロパノールの量 (カロテノイド含量 3.0%に換算)

$$= \frac{\text{2-プロパノールの採取量(g)}}{\text{試料の表示含量(\%)} \times \text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 750 (\mu\text{g/g})$$

ヘキサンの量 (カロテノイド含量 3.0%に換算)

$$= \frac{\text{ヘキサンの採取量(g)}}{\text{試料の表示含量(\%)} \times \text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}} \times 750 (\mu\text{g/g})$$

メタノールの量 (カロテノイド含量 3.0%に換算)

$$= \frac{\text{メタノールの採取量(g)}}{\text{試料の表示含量(\%)} \times \text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_{T4}}{Q_{S4}} \times 750 (\mu\text{g/g})$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm, 長さ 30m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ジビニルベンゼン・エチレングリコールジメチルアクリレートを厚さ 20 μ m で被覆する。

カラム温度 注入後, 2分間 100 $^{\circ}$ Cに保ち, その後, 150 $^{\circ}$ Cまで毎分 3 $^{\circ}$ Cで昇温する。

注入口温度 250 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 テトラヒドロフランの保持時間が約 1 1分になるように調整する。

⑥ 参考資料等：特になし

以 上

① 会社名：

② 連絡先：

③ 食品添加物名：クチナシ青色素

④ 残留溶媒名：メタノール 0.1%以下（残留溶媒ではなくメタノール分析法になります）

⑤ 試験法：

本品の表示量から、色価 50 に換算して 1.0g に相当する量を 10ml のメスフラスコに量り、水を加えて溶かし、内標準物質液 2ml を正確に加えた後、さらに水を加えて 10ml とし、試料液とする。グラファイトカーボンミニカラム（500 mg）にエタノール 4ml、続いて水 10ml を注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に 1ml の試料液を注入し、流出液を 5ml のメスフラスコに入れる。次に、水を注入し、流出液を先のメスフラスコに入れる。流出液の総量が 5ml になるまで行い、得られた流出液を検液とする。なお、検液中に青色素が溶出しないような速さで流出させる。

別に、メタノール 0.5g をメスフラスコに量り、水を加えて 100ml とする。この液 10ml を正確にメスフラスコに量り、水を加えて 100ml とする。この液 2ml を正確にメスフラスコに量り、内標準物質液 2ml を正確に加えた後、水を加えて 50ml とし、比較液とする。なお、2-プロパノール 0.5g をメスフラスコに量り、水を加えて 100ml とし、この液 10ml を正確にメスフラスコに量り、水を加えて 100ml とし、内標準物質液とする。

検液及び比較液をそれぞれ 2.0 μ l ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比は、比較液の 2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充てん剤 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、

カラム管 内径 3~4mm、長さ 1~2m のガラス管又はステンレス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 160~200℃

キャリアーガス及び流量 窒素又はヘリウムを用いる。メタノールの保持時間が 2~4 分になる

ように調整する。

⑥ 参考資料等：特になし

以 上