

加えて正確に 100ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノール溶液 (1 → 1000)とする。別に、2-プロパノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 10ml 及び内標準溶液 4ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μl 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 (\%)$$

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 μm のスチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用

カラム管 内径 3mm、長さ 2m のガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

⑥ 参考資料等

カラム： ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54

以上

残留溶媒に関する試験法追加提供の件

① 会社名

② 連絡先

- ・ 担当者名
- ・ 電話番号

③ 食品添加物名

マクロホモブシスガム

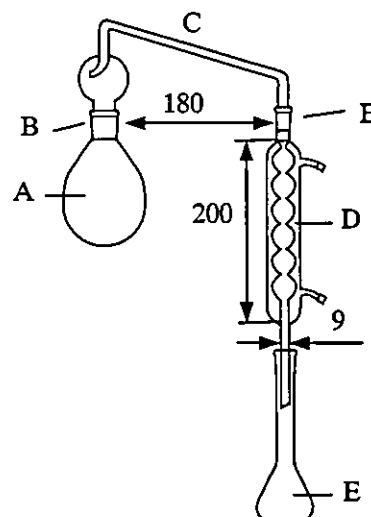
④ 残留溶媒名

2-プロパノール (0.50%以下)

⑤ 試験法

(i) 装置

概略は次の図による。



- A: ナス型フラスコ (300ml)
- B: すり合わせ連結部
- C: しぶき止め付き蒸留管
- D: 冷却器
- E: メスフラスコ (100ml)

(ii) 操作法

本品約 2g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 200ml、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1ml を入れ、よく混和する。内標準溶液 4ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2~3ml の留出速度で蒸留して、留液約 90ml を採り、水を

加えて正確に 100ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノール溶液 (1 → 1000)とする。別に、2-プロパノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 10ml 及び内標準溶液 4ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μl 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 (\%)$$

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 μm のスチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

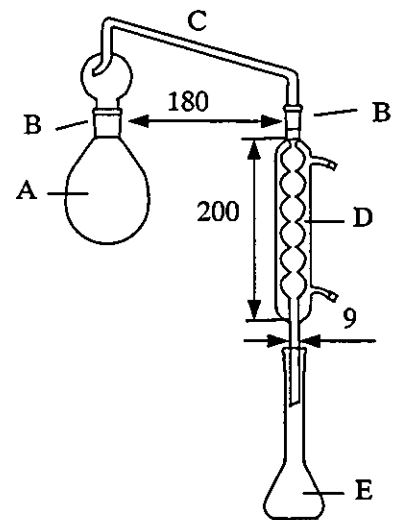
⑥ 参考資料等

カラム: ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54

以上

残留溶媒に関する試験法追加提供の件

- ① 会社名
- ② 連絡先
- ・ 担当者名
 - ・ 電話番号
- ③ 食品添加物名
ラムザンガム
- ④ 残留溶媒名
2-プロパノール (0.10%以下)
- ⑤ 試験法
- (i) 装置
概略は次の図による。



- A: ナス型フラスコ (300ml)
B: すり合わせ連結部
C: しぶき止め付き蒸留管
D: 冷却器
E: メスフラスコ (100ml)

(ii) 操作法

本品約 2g をナス型フラスコAに精密に量り、水 200ml、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1ml を入れ、よく混和する。内標準溶液 4ml を正確に量り、メスフラスコ E に入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。泡がしぶき止め付き蒸留管 C に入らないように調整しながら 1 分間に 2~3ml の留出速度で蒸留して、留液約 90ml を採り、水を

加えて正確に 100ml とし、検液とする。ただし、内標準液は、*tert*-ブタノール溶液 (1 → 1000)とする。別に、2-プロパノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 2ml 及び内標準液 4ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μl 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。検液及び標準液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.4 (\%)$$

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 μm のスチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂、ガスクロマトグラフィー用

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200°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 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

⑥ 参考資料等

カラム: ジーエルサイエンス株式会社製 Gaskuropack 54

以上

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5部会

2. 追加提供のあった品目

- (1) ヤマモモ抽出物
- (2) エンジュ抽出物

① 会社名：

② 連絡先：

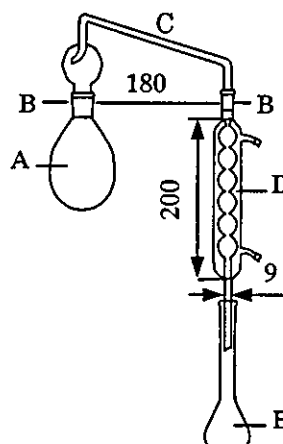
③ 食品添加物名：ヤマモモ抽出物

④ 残留溶媒名：メタノール 50 μ g/g 以下

⑤ 試験法：

(i) 装置

概略は次の図による。



A：ナス型フラスコ (200ml)

B：すり合わせ連結部

C：しぶき止め付き蒸留管

D：冷却器

E：メスフラスコ (50ml)

(ii) 操作法

本品約 5 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 100ml と 3~4 滴のシリコーン樹脂を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。メスフラスコ E に内標準溶液 2ml を正確に量って入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2~3ml の留出速度で蒸留して、留液約 45ml を採り、水を加えて 50ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、*tert*-ブタノールの水溶液 (1 → 1,000) とする。別に、メタノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、この液 5ml を正確にとり、水を加えて 100ml とする。この液 2ml 及び内標準溶液 4ml を正確量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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。それぞれの液の *tert*-ブタノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500 \text{ (}\mu\text{g/g)}$$

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 μm 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 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 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：

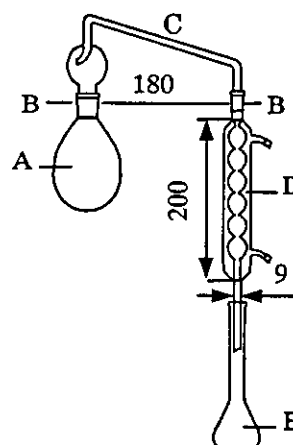
③ 食品添加物名：エンジュ抽出物

④ 残留溶媒名：メタノール 150 μ g/g 以下

⑤ 試験法：

(i) 装置

概略は次の図による。



A：ナス型フラスコ (200ml)

B：すり合わせ連結部

C：しぶき止め付き蒸留管

D：冷却器

E：メスフラスコ (50ml)

(ii) 操作法

本品約 5 g をナス型フラスコ A に精密に量り、水 100ml と 3~4 滴のシリコーン樹脂を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。メスフラスコ E に内標準溶液 2ml を正確に量って入れ、装置を組み立てる。すり合わせ連結部を水でぬらす。1 分間に 2~3ml の留出速度で蒸留して、留液約 45ml を採り、水を加えて 50ml とし、検液とする。ただし、内標準溶液は、tert-ブタノールの水溶液 (1 → 1,000) とする。別に、メタノール約 0.5g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、この液 5ml を正確にとり、水を加えて 100ml とする。この液 3ml 及び内標準溶液 2ml を正確量り、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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。それぞれの液の tert-ブタノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T と Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

メタノールの量

$$= \frac{\text{メタノールの採取量(g)}}{\text{試料の採取量(g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1,500 (\mu\text{g/g})$$

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 μm のスチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂, ガスクロマトグラフィ用

カラム管 内径 3mm, 長さ 2m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

⑥ 参考資料等：特になし

以 上

国際的動向を踏まえた食品添加物の規格の向上に関する調査研究

(食品の安全性高度化推進研究事業)

分担研究報告書

食品添加物の赤外スペクトルに関する国際的な規格と国内規格向上に関する
調査研究

分担研究者 斎藤 寛 国立大学法人岡山大学薬学部 教授

研究要旨 簡便で確実な確認試験法である赤外スペクトル法（赤外線吸収スペクトル，IR）は，諸外国でも食品添加物の確認に汎用されている．そこで，外国の添加物の参照 IR を調査・検討し，得られた結果を基に，IR の測定法などを検討し，主にテトラメチルピラジンの国内規格の向上を試みた．

A. 研究目的

赤外スペクトル（赤外線吸収スペクトル，以下 IR と略する）は，その簡便性と確実性から，有機・無機化合物を問わず，その確認試験に有用で，世界的にも各種化合物の確認に広く活用されている．しかも，IR 測定用の機器も最近一段と進歩し，波数再現性のよいフーリエ変換型（FT）分光器なども安価に市販され，4000-600 あるいは 4000-400 cm^{-1} の領域の IR スペクトルを簡単に得られるようになってきている．このような状況のもとで，各種品目の確認試験に多用されるのは当然のことである．そこで，本研究では，食品添加物の国内規格の向上を目的にして，諸外国の確認試験に IR が用いられるか否かを調査し，さらに参照 IR が

使用されている場合について，その参照 IR を調査・検討を加えた．加えて，外国での参照 IR の測定法なども調査・検討し，国内規格を得るための測定法の改良・改善についても検討を行うことにした．とくに，我が国においては，現在まで IR の測定法としては，多くの固体試料測定法が知られているにもかかわらず，臭化カリウム錠剤法（KBr 法）が適用されることが多い．一方，15th Ed. Food Chemical Codex（以下 FCC と略する）や Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives（以下 JECFA と略する）を調査した結果，しばしばペーパースト法（ヌジョール法，Nujol 法）が用いられていることが分かった．なお，従前より指摘されているように，KBr 法では，試料と KBr との相互作用や KBr に含まれる水

分の影響などによって、有機化合物でも、しばしば異常スペクトルが観測されることが知られている。なお、ここでは、通常固体状態の IR は、その固体について結晶形などを含め固有の情報として扱われているため、「本来の試料のスペクトルとは異なるスペクトル」を「異常スペクトル」という表現で使用している。今年度は、調査の結果、FCC と JECFA で参照 IR が一致しないことが判ったテトラメチルピラジンを取り上げ、国内規格を向上させるためにその IR を検討することにした。

B. 研究方法

上記に述べた観点から、日本香料工業協会から 2,3,5,6 テトラメチルピラジン 2 製品を入手し、試料として用いた。さらに標準品として、アルドリッチ社から購入した試薬特級 2,3,5,6 テトラメチルピラジンをを用いた。測定法などの妥当性と問題点の有無などを検討するため、各製品についてペーパースト法（ヌジョール、Nujol 法）、KBr 錠剤法及び NaCl 錠剤法で IR を測定し、FCC や JECFA 記載の参照 IR と比較検討した。

また、本研究では、ヌジョール法については、対照に KBr セル板 1 枚（必要に応じて減光器を使用）、分解能としては 2 または 4 cm^{-1} （64 回繰り返し）を用い、KBr 法については、原則として現行第 7 版の記載どおりの測定条件で錠剤（直径 10 mm）を作成

し、測定時の対照には KBr のみの錠剤を使用した。なお、使用した分光器（FT-IR 装置）は、簡易型の Nicoret Impact 400 で、公称 400 cm^{-1} まで測定可能であるが、実用的な波数限界は約 450 cm^{-1} である。

C. 研究結果

諸外国の参照 IR の代表として、FCC と JECFA の IR を比較検討した。その結果、2,3,5,6 テトラメチルピラジンの IR に大きな差があることを確認できた。そこで、2,3,5,6 テトラメチルピラジンの IR について詳しく検討することにした。なお、ここには細かく記載しなかったが、2,3,5,6 テトラメチルピラジン以外の IR でも、濃度や測定条件が曖昧で、規格として適切か否か疑いたくなる IR が数多く見つかった。このことは、わが国で規格を設定する際に注意すべき事項であることを痛感した。

図 1 および 2 に、それぞれ 2,3,5,6 テトラメチルピラジンの FCC および JECFA の参照 IR を示す。両者を比較すると、いずれも測定法は明記されていないが、試料が固体状態の 2,3,5,6 テトラメチルピラジンであるとするれば、FCC の IR は KBr 錠剤法（あるいは液膜法？、後述）、JECFA の IR はペーパースト法で測定されたものであると推察できる。さらに、両者を比較すると測定法の差を考慮しても同じ試料とは思えないほど二つの IR には差が認められる。この原因として、①FCC の IR が KBr 法であると仮定する

と、KBr 法による異常スペクトルである、
②全く異なる物質である、が考えられる。
さらに、2,3,5,6 テトラメチルピラジンには、その構造から、NH や OH 基による伸縮振動が 3500 cm^{-1} には期待できないにもかかわらず、いずれの IR にも比較的強い吸収が観測されている。この点も検討すべき課題である。この場合、③無水物ではなく、水和物であることも考えられる。そこで、これらの①～③を考慮して、標準品や製品の IR を検討することにした。なお、FCC および JECFA とも測定領域（表示領域）は、 $4000\text{--}600\text{ cm}^{-1}$ であるので、本研究では測定は 400 cm^{-1} まで行なったが、表示領域は $4000\text{--}600\text{ cm}^{-1}$ とした。

3-1 アルドリッチ社製 2,3,5,6 テトラメチルピラジン（標準品）の IR

アルドリッチ社製の 2,3,5,6 テトラメチルピラジンの IR をペースト法（ヌジョール法）および KBr 法で測定した。その結果を、図 3 および図 4 に示す。とくに、ペースト法の IR（図 3）の IR は、 3500 cm^{-1} 付近に OH や NH による吸収もなく、構造から期待される IR である。しかしながら、FCC および JECFA の IR（図 1 と 2）とは、全く異なる。さらに、KBr 法の IR は、僅かに 3500 cm^{-1} 付近に、KBr 法でしばしば観測される水による吸収が観測されるが、基本的にペースト法の IR と一致する。したがって、ペースト法でも KBr 法でも 2,3,5,6 テトラメチル

ピラジンの確認は問題がないと考えられる。

また、図 4 から判るように、水が含まれても、 3500 cm^{-1} 付近の吸収帯はブロードな 1 本の OH 伸縮による吸収帯であり、 1650 cm^{-1} 付近に OH の変角振動による吸収帯が観測されている。この点にとくに注意されたい。この結果は、水が存在しても、2,3,5,6 テトラメチルピラジンは容易に水和物を生成しないこと示している。したがって、2,3,5,6 テトラメチルピラジンが水に溶けにくいことを考慮すると、水和物は存在しないと判断するのが妥当である。

3-2 2,3,5,6 テトラメチルピラジン（製品）の IR

協会から提供頂いた 2,3,5,6 テトラメチルピラジンの IR もペースト法および KBr 法で測定した。その結果を図 5 と図 6 に示す。いずれの方法でも 3500 cm^{-1} 付近に数本の吸収帯からなる吸収が存在する。一見すると、この吸収帯は、試料に含まれる水による吸収であるかのように思えるが、ブロードな 1 本の吸収帯ではないので、水による吸収とは考え難い。この点は、ペースト法の IR に注目すると、数本の吸収帯からなっているのは明白である。さらに、水の場合、必ず対で観測される 1600 cm^{-1} 付近の OH 変角振動による吸収帯は観測されていない。したがって、この吸収は水による吸収帯とは考えられない。なお、KBr 法の IR では、この吸収帯に KBr 法特有の水の吸収帯が重な

っていると考えると理解しやすい。

一方、 $1300\sim 600\text{ cm}^{-1}$ の指紋領域に注目すると、基本的に標準品のIRとよく似ているので、同定はできる。しかし、 1000 cm^{-1} 付近の吸収帯のショルダーが不明確になるなどやや問題がある。恐らく不純物を含んでいるものと考えられる。

また、不純物として考えられる物質は、このIRを見る限り、新たな吸収帯が出現していないこと、主にOHやNH基の伸縮振動の観測される位置にのみ吸収帯が観測されることから、2,3,5,6テトラメチルピラジンの塩酸塩である可能性が強いと考えられる。ただし、2,3,5,6テトラメチルピラジンの塩酸塩を入手してそのIRを測定していないので、確定できてはいない。

3-3 JECFAの参照IRについて

上記の結果を基にJECFAの参照IRを解析すると、図5のIRと類似している反面、図3の標準品のIRとは異なっている。表現を変えると、JECFAの参照IRと標準品のIRの中間が、製品のIRである。また、 3500 cm^{-1} 付近に数本の吸収帯からなる吸収が存在し、ブロードな1本の吸収帯ではないので、水による吸収とは考え難い。さらに、水の場合、必ず対で観測される 1650 cm^{-1} 付近のOH変角振動によるブロードな1本の吸収帯の代わりに、 1700 cm^{-1} 付近に2本の吸収帯が存在する。これは、NH基の変角振動と帰属できる可能性がある。したがって、JECFA

のIRは、製品に含まれている不純物の可能性のある2,3,5,6テトラメチルピラジンの塩酸塩と考えるのが妥当と考えられる。なお、結晶多形の可能性も考えたが、多形で 3500 cm^{-1} や 1700 cm^{-1} 付近に複数の吸収帯が存在することはありえないので、多形によるIRの差ではないと結論した。

3-4 FCCの参照IRについて

FCCでは、参照IRに測定法の記載がない場合、液膜法と記されている。しかし、2,3,5,6テトラメチルピラジンは固体であるので、液膜法は考えられない。そこで、薄膜法(固膜法, Solid Film)を考慮したが、臭気などが強く、非現実的であった。可能性として、記載がないが、KBr法を考えるのが最も適切であると思える。しかしながら、FCCのIRは、3-2~3-3で述べたIRのいずれにも該当しない。そのうえ、 3500 cm^{-1} の領域の吸収帯が比較的強い。このことは、試料がOH基かNH基を持つか、さもなくば、試料にやや多量の水が含まれていることを示している。しかし、2,3,5,6テトラメチルピラジンには、OHもNH基も存在しない。しかも、水に溶解難い2,3,5,6テトラメチルピラジンが多量の水を含むとも考え難い。したがって、図2のFCCのIRは、構造がよく似た全く別の物質のIRと考えるのが妥当である。そこで、鋭意調査検討した結果、2,3,5トリメチルピラジンである可能性が疑えた。そこで、アルドリッ

チ社から、2,3,5トリメチルピラジンを購入し、検討することにした。その結果、2,3,5トリメチルピラジンは液体であり、しかも図7に示すようにその液膜法のIRは、完全にFCCの参照IRと一致した。ただし、 3500 cm^{-1} の領域の吸収帯は、FCCのIRと比べて比較的小さい。これは、水分含量の差と考えるのが妥当である。したがって、FCCの2,3,5,6テトラメチルピラジンのIRと称するIRは、2,3,5トリメチルピラジンの液膜法のIRであると結論できる。また、測定法の記載もないことも、2,3,5トリメチルピラジンが液体であることを考えると、納得できる。このように、試料の取り違えは、わが国の規格でも起こりえることであるので、規格の設定には、十分過ぎる注意とチェックが不可欠であることを肝に銘ずるべきことを再認識させられた。

3-5 独立行政法人産業技術総合研究所のIRのデータベースについて

独立行政法人産業技術総合研究所がインターネットで、数多くの化合物の機器分析データを公表している。その中に、2,3,5,6テトラメチルピラジンのIRも含まれている。そこで、上記3-2での結果の妥当性を知るため、このデータベースのIRとも比較検討することにした。図8と図9に、このデータベースから得たペースト法とKBr法による2,3,5,6テトラメチルピラジンのIRを示す。意外なことに、ペースト法とKBr

法のIRは、互いに異なっていた。すなわち、KBr法のIRは製品のペースト法によるIRとほぼ一致した。しかし、ペースト法のIRは、JECFAのペースト法(図1)IRと類似していた。このことは、異なる試料を用いたためと考えられ、複数の異なる成分を含んだ2,3,5,6テトラメチルピラジンが出回っている可能性があることを示唆している。

3-6 規格として推奨できる2,3,5,6テトラメチルピラジンのIRについて

上記で述べたように、2,3,5,6テトラメチルピラジンは、市場に試薬を含め、各種の規格のものが出回っているようである。そこで、添加物の確認試験に用いることができるような規格として推奨できるIRを得ておく必要があると考えた。また、当然水を含む試料も流通していることを考慮し、乾燥した試料についてIRを求めることにした。また、乾燥のための加熱によって、結晶形の変化がないことも確かめておく必要がある。そこで、比較的緩和な条件で乾燥することとし、試料を5酸化リンと水酸化ナトリウム上、 40°C 、24時間乾燥することにした。

乾燥した標準試料について、ペースト法とKBr法で得られたIRを図10と図11に示す。これらのIRを図3と図4のIRと比較すれば判るように、乾燥によって、 1600 cm^{-1} 付近のブロードな吸収帯が消失し、

2,3,5,6テトラメチルピラジンそのものの IR が得られていると考えられる。さらに、このように IR が一致することは、加温しても結晶形が変化していないことを示している。また、ペースト法と KBr 法の IR を比較すると、ペースト法では、分散媒の流動パラフィン（ヌジョール）の吸収帯が、KBr 法の IR に比べて余分に加わっている。一方、KBr 法の IR では、僅かであるが、水由来の吸収帯が、3500 と 1650 cm^{-1} 付近に観測されている。しかしながら、いずれの IR も確認試験に用いる規格としては、十分なものと考えられるので、いずれかの IR が 2,3,5,6テトラメチルピラジンの参照 IR として推奨できる。

最後に、KBr 法を参照 IR として用いる場合を考慮して、アルカリハライドの影響を検討するため、同じ乾燥試料を用いて、塩化ナトリウム (NaCl) 錠剤を作成して、その IR を測定した。その結果、図 12 に示すように、KBr 法による IR (図 11) と完全に一致した。したがって、2,3,5,6テトラメチルピラジンの場合、錠剤を作成する際の分散媒 (アルカリハライド) によってその IR が変化することがないことも判った。したがって、KBr 法の IR を確認試験に用いても差し支えないと考えられる。

以上の結果から、ペースト法 (図 10) と KBr 法 (図 11) のいずれを用いても 2,3,5,6テトラメチルピラジンを IR で確認できるものと考えられる。

D. 考 察

ここには細かく記載しなかったが、2,3,5,6テトラメチルピラジン以外の外国の参照 IR に、濃度や測定条件が曖昧で、規格として適切か否か疑いたくなる IR が数多く見つかった。したがって、国内規格を設定するにあたっては、諸外国の参照 IR も参照することも必要であるが、それを盲信するのではなく、独自に検討を加えて、より確実に優れた参照 IR を規格として設定すれば、食の安全性に寄与できるものと考えられる。

E. 結 語

研究では、食品添加物の国内規格の向上を目的にして、外国の確認試験に用いられている参照 IR を調査・検討を加えた。さらに、主に 2,3,5,6テトラメチルピラジンの国内規格を得るための測定法の改良・改善についても提言を行うことができ、国内規格の向上に寄与できたと考えられる。

2,3,5,6-Tetramethylpyrazine

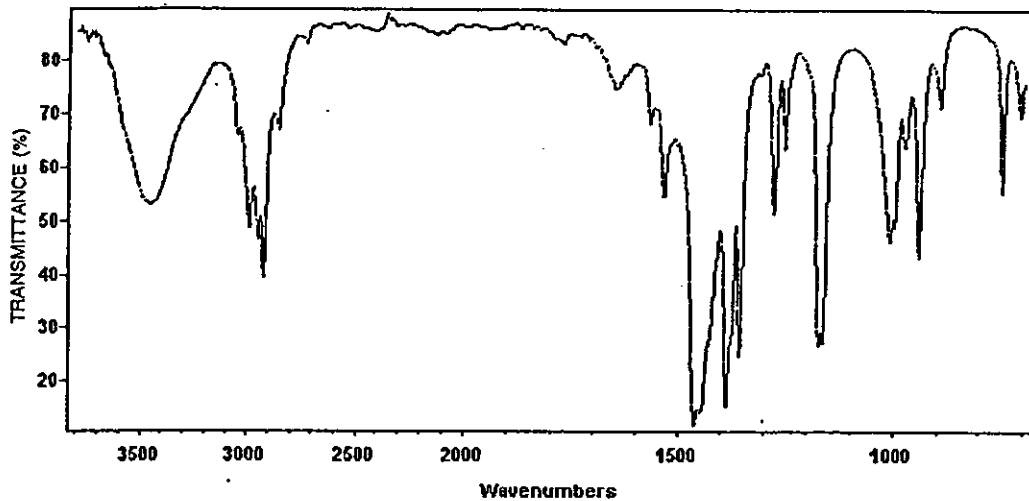


図1 FCCの参照IRスペクトル

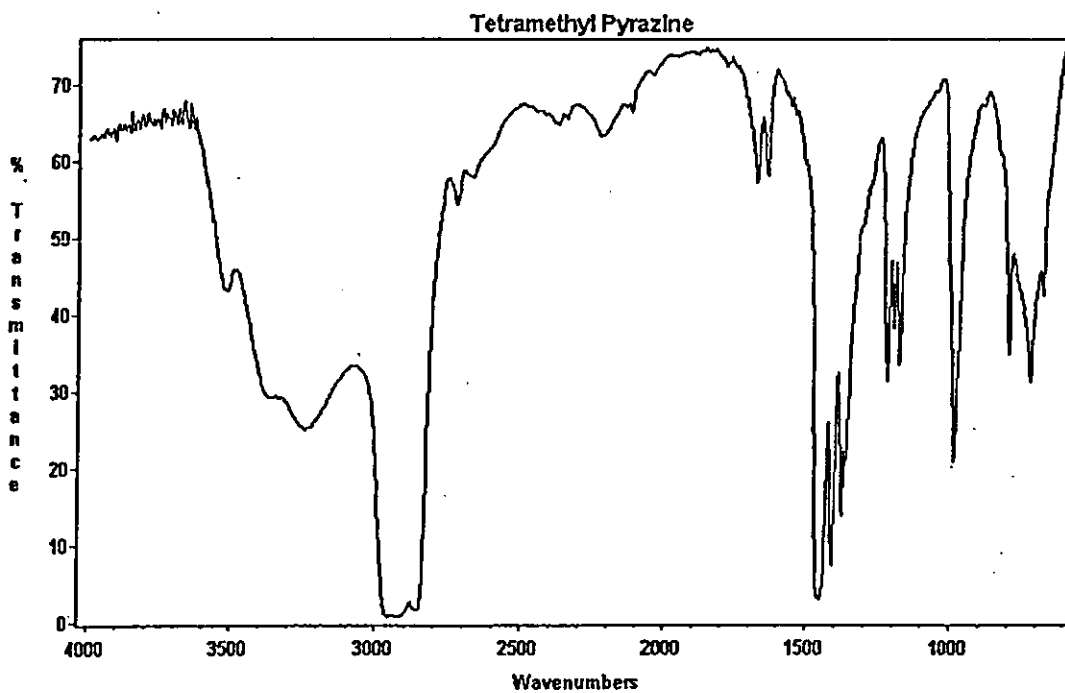


図2 JECFAの参照IRスペクトル

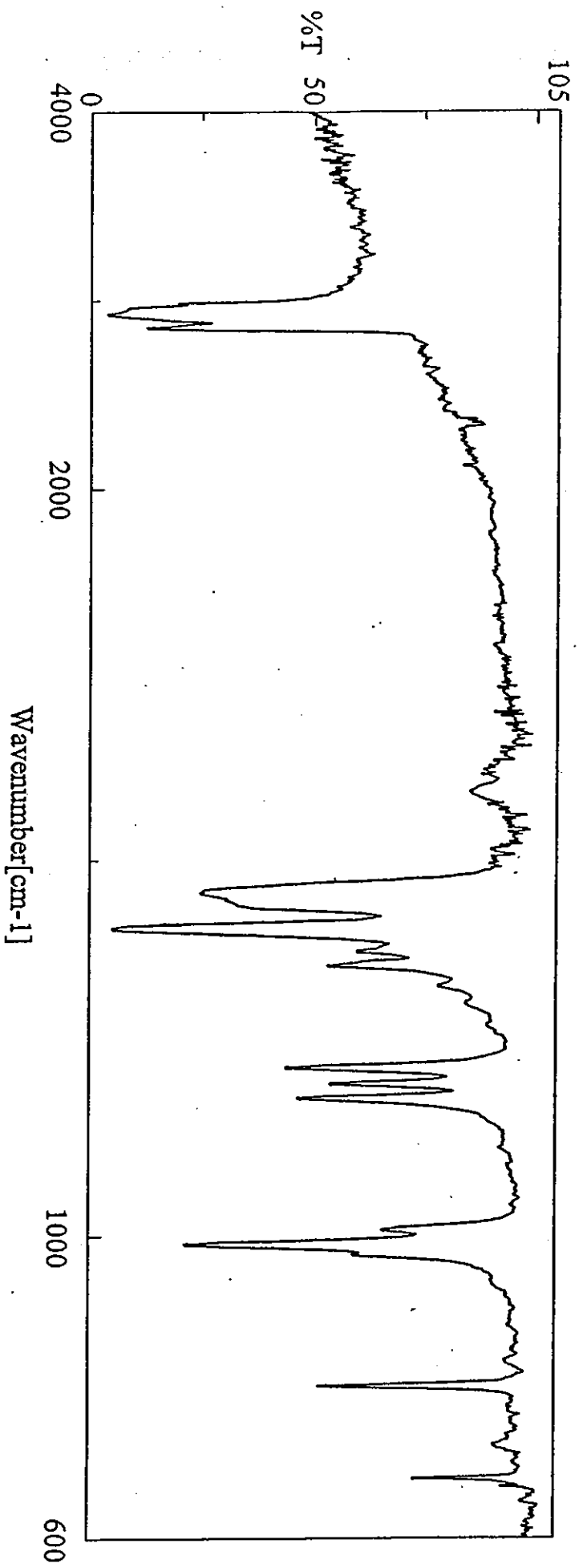


図 3 2,3,5,6テトラメチルピラジジン (アルドリッチ社製) のペースト法による赤外スペクトル

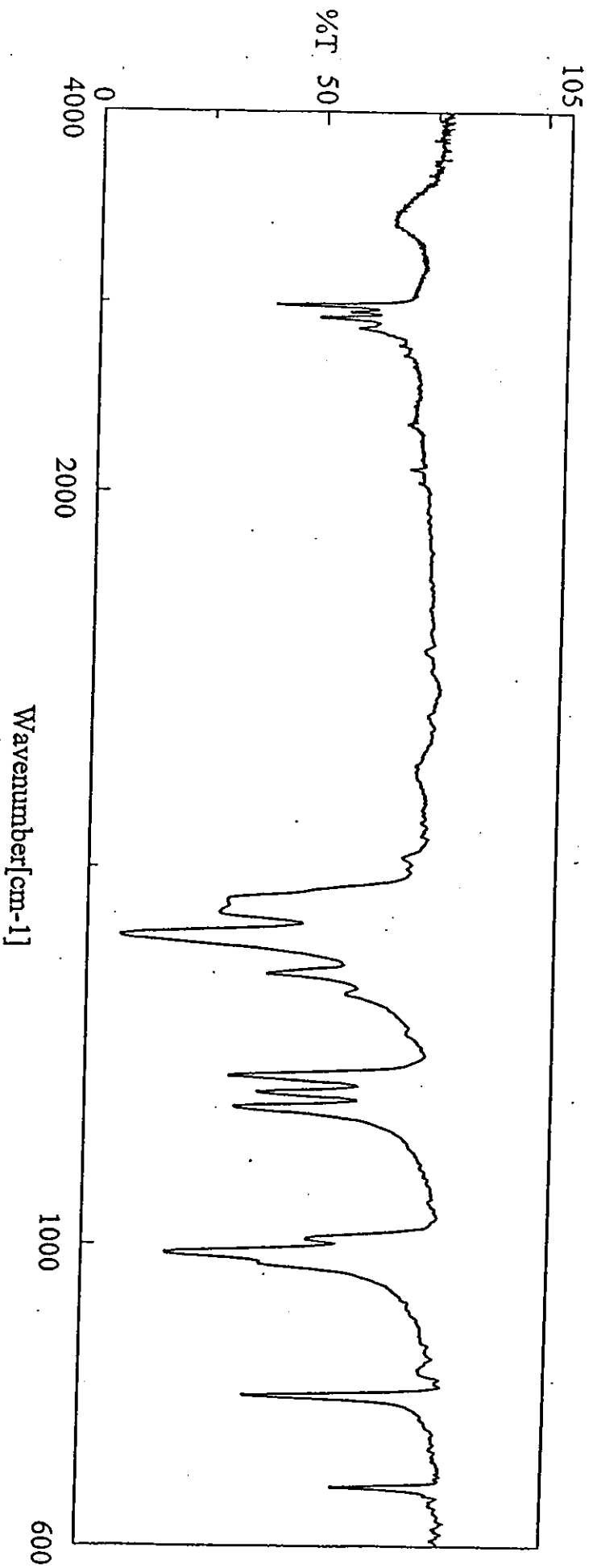


図 4 2,3,5,6テトラメチルピラジジン (アルドリッチ社製) の KBr 法による赤外スペクトル

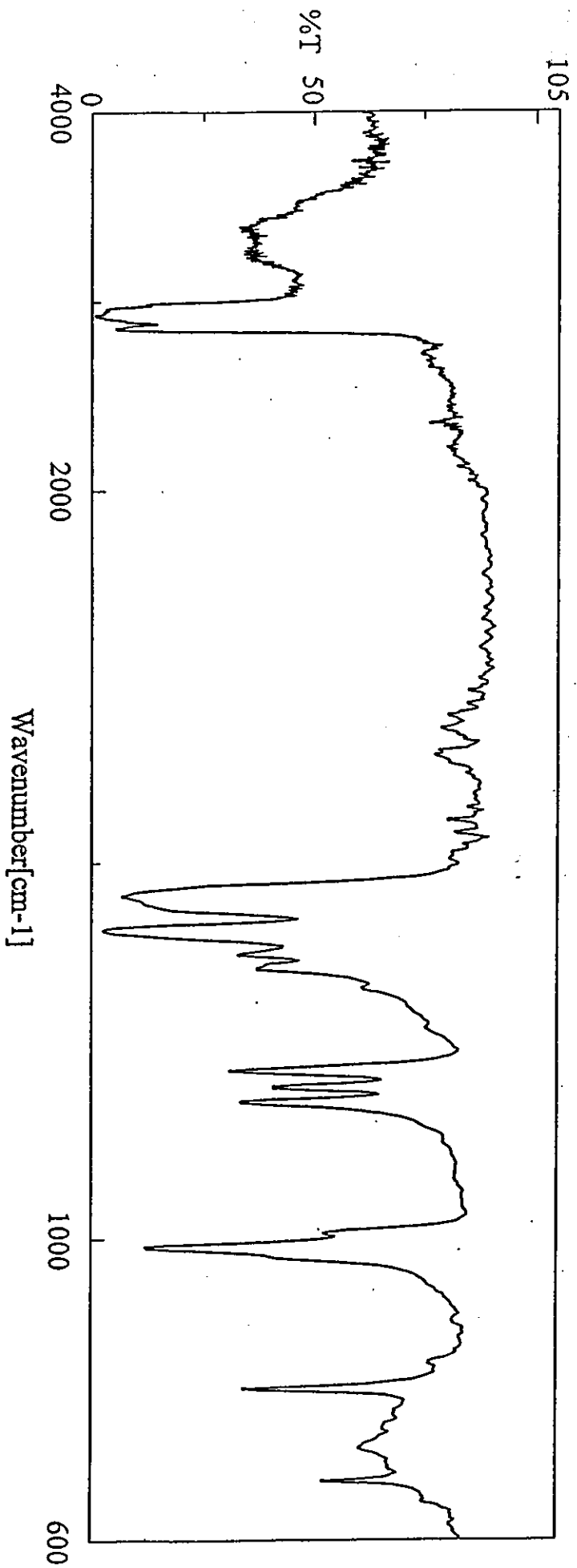


図5 2,3,5,6テトラメチルピラジンのペースト法による赤外スペクトル