

5. 考察

確認試験については、本品の次の点を考慮して策定した。すなわち、本品は高分子の多糖類であるが、水溶液は他の多糖類に比べて比較的 low 粘性を示す。本品は低粘性ゆえに高濃度の水溶液を作りやすい。逆にキサントガムなどの高粘性を示す多糖類は 1～3% 程度の水溶液の調製が限度で、それ以上の高濃度の水溶液は調製するのが困難である。このことより、確認試験（1）としては、本品の高濃度水溶液を、格段のかくはん等を必要とせず調製する方法とし、その水溶液が粘稠である濃度として、20% 水溶液とした。

また本品は構造的にペントースを含有するので、ペントースとオルシン試薬の呈色反応を利用した、確認試験（2）を設定した。本品の 0.1% 水溶液 2 ml に鉄試薬 2 ml、オルシン試薬 2 ml を加え沸騰浴中に 20 分保ち、青緑色に呈色することで確認する。

6. 結び

自主規格（案）を次に示す。

モモ樹脂

Peach Gum

定義 本品は、バラ科モモ (Prunus persica Batsch) の幹枝の樹脂成分を、分離して得られたものである。主成分は多糖類である。

性状 本品は、白～褐色の粉末、又は淡黄～褐色の塊であり、ほとんどにおいがなく、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品1gに水4gを加えるとき粘稠な液体となる。

(2) 本品100mgを水100mlに溶かし、その水溶液2mlに、鉄試薬2.0ml、オルシン試薬2.0mlを加え沸騰浴中に20分間保つと、その溶液は青緑色を呈する。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして $40\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

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

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 15.0%以下 (105℃, 5時間)

灰分 4.0%以下

酸不溶性灰分 1.0%以下

微生物限度 微生物限度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。

鉄試薬 塩化第二鉄 ($\text{FeCl}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0.1gを濃塩酸100mlにとかす。

オルシン試薬 オルシン1.0gを95%エタノール100mlにとかす。本試薬は不安定なのでそのつど調製する。

既存添加物酵素フィシンの新規自主規格（案）作成の調査研究

研究者名・所属：半谷 守弘 天野エンザイム(株)

浅田 敏 天野エンザイム(株)

日本食品添加物協会 第七部会長

日本食品添加物協会・第七部会・酵素自主規格検討会は、既存添加物酵素フィシンについて、新規に自主規格設定のための研究を行ったので、その概要を報告する。

既存添加物酵素は、既存添加物名簿（平成 8 年）に 76 品目収録されたが、平成 17 年、19 年の 2 回に渡り未流通品目の消除が行われ、現在では 69 品目が収録されている。これまでに設定された規格としては、第 8 版食品添加物公定書に 5 品目、平成 14 年発行の第三版自主規格に 17 品目（内、リゾチームは、第 8 版食品添加物公定書に移行した。）及び、酵素一般規格が収録されている。

第 8 版食品添加物公定書には、トリプシン、パパイン、プロメライン、ペプシン、及びリゾチームが収録された。又、平成 13 年度から 18 年度の調査研究として次の 45 品目の自主規格が策定された。

第三版自主規格収録： 酵素一般規格、 α -アミラーゼ、 β -アミラーゼ、イソアミラーゼ、カタラーゼ、グルコアミラーゼ、グルタミナーゼ、シクロデキストリングルカノトランスフェラーゼ、セルラーゼ、トランスグルタミナーゼ、パンクレアチン、ブルナーゼ、プロテアーゼ、ペクチナーゼ、ヘミセルラーゼ、リゾチーム（第 8 版食品添加物公定書移行）、リパーゼ、レンネット

平成 13 年度新規検討品目： インベルターゼ、 α -ガラクトシダーゼ、 β -ガラクトシダーゼ、グルカナーゼ、 β -グルコシダーゼ、グルコースイソメラーゼ、グルコースオキシダーゼ、フィターゼ、ホスホリパーゼ

平成 14 年度新規検討品目： アスコルビン酸オキシダーゼ、ウレアーゼ、キシラナーゼ、キトサナーゼ、 α -グルコシダーゼ、酸性ホスファターゼ、5'-デアミナーゼ、トランスグルコシダーゼ、ペプチダーゼ、ポリフェノールオキシダーゼ

平成 15 年度新規検討品目： アシラーゼ、アルギン酸リアーゼ、エキソマルトテトラオヒドロラーゼ、エステルラーゼ、タンナーゼ、デキストラナーゼ、ナリンジナーゼ、フルクトシルトランスフェラーゼ、ヘスペリジナーゼ

平成 16 年度新規検討品目： カルボキシペプチダーゼ、キチナーゼ、トレハロースホスホリラーゼ、パーオキシダーゼ、マルトースホスホリラーゼ、マルトトリオヒドロラーゼ

平成 17 年度新規検討品目： アクチニジン、 α -アセトラクタートデカルボキシラーゼ、アントシアナーゼ、イヌリナーゼ、 α -グルコシルトランスフェラーゼ、ホスホジエステラーゼ、ラクトパーオキシダーゼ、リポキシゲナーゼ

平成 18 年度新規検討品目： アガラーゼ、アミノペプチダーゼ、ムラミダーゼ

尚、当初の既存添加物名簿に収録された 76 品目の内、消除された 7 品目は以下のとおりである。

アクロモペプチダーゼ、エラスターゼ、エンドマルトヘキサオヒドロラーゼ、エンドマルトペンタオヒドロラーゼ、スーパーオキシドジスムターゼ、ニトリラーゼ、ノイラミニダーゼ

本年度（平成 19 年度）は新規自主規格品目としてフィシンを検討した。これにより、既存添加物酵素 69 品目のうち、規格未策定は 2 品目（イソマルトデキストラナーゼ、トリアシルグリセロールリパーゼ）となる。

既存添加物酵素フィシンの新規自主規格（案）作成

（1）目的

既存添加物酵素の自主規格は、平成 18 年度までにほぼ終了していたが、フィシンについて流通が確認されたため、酵素特性、性状、確認試験、純度試験、微生物限度、酵素活性測定法及び測定結果について調査研究を行い、この結果に基づき規格(案)を策定し、その妥当性について検証を行った。

尚、本年度に検討したフィシンは、FCC 第 5 版及び JECFA 規格に収載されている。

（2）検討方法／作成会社

フィシンの取り扱い会社永和物産(株)は酵素部会会員ではない為、天野エンザイム(株)が協力して検討・作成した。

（3）成分規格・酵素活性測定法検討結果、概要、及び考察

<検討結果>

- ① 規格の記載方法は、食品添加物公定書に準拠させた。
- ② 第三版自主規格の「酵素一般規格」に従い、定義（基原・本質、賦形剤・希釈剤等）、酵素特性を記載し、性状、純度試験、微生物限度の規定、及び確認試験、酵素活性測定法を設定した。ただし、純度試験は、第 8 版食品添加物公定書では、鉛規格の国際的整合対応として「JECFA 規格に対応でき、JECFA 規格に鉛規格以外の規格がない場合においては、重金属規格を削除できる」とされ、重金属規格が削除されたこと、又、フィシンの JECFA 規格に鉛以外の規格はないことから、重金属規格を設定せず、第 8 版食品添加物公定書の酵素 5 品目と同様、鉛及びヒ素の規格を設定した。
- ③ 定義については、「既存添加物名簿収載品目リスト」の基原・本質に準拠した。又、「基原・製法・本質」欄には製法が記載されているが、自主規格では省略した。
- ④ 酵素特性の項には、機能・本質を記載し、参考として EC ナンバーを記載した。
- ⑤ 性状は、「酵素一般規格」の規格に準じて記載した。
- ⑥ 微生物限度については、規格項目は「酵素一般規格」と同一とし、細菌数の限度値は、平成 15 年度食品・添加物等規格基準に関する試験検査等食品添加物規格基準策定「食品用酵素剤の添加物指定に関する指針(案) 調査報告書」で 10,000/g 以下を提言したことから、規格値は 1g につき 10,000 以下とした。
- ⑦ 確認試験は、酵素活性測定法（食品添加物公定書の「パパイン」の酵素活性測定法）に準じて試験を行うとき、酵素活性を示すこととした。
- ⑧ 酵素活性測定法は、フィシンがパパインと同様な性質を示すことから、食品添加物公定書の「パパイン」の酵素活性測定法により試験を行うこととした。
- ⑨ 酵素活性の規格値（含量規格）は、既作成の自主規格では定めないこととしたため、フィシンについてもこれにならない定めなかった。この理由は、酵素はその基原や製法により活性が異なり、特に微生物由来酵素では基原が多種多様である為、既存添加物名簿で示される同じ名称の酵素でも基原毎に生成される酵素の性質が異なり、一定の規格値を設定することは困難であることによる。
- ⑩ 自主規格書式、用語・字句は、第 4 版自主規格書式設定要領、第 3 版字句修正要領に従った。
- ⑪ 性状、確認試験、純度試験、微生物限度、酵素活性測定法につき、3 ロットの繰り返し試験を行った結果、測定値の全てが規格に適合し、成分規格（案）及び酵素活性測定法（食品添加物公定書の「パパイン」の酵素活性測定法を適用）の妥当性が検証された。成分規格（案）及び検証データは、別紙として添付した。尚、フィシンの成分規格は、第 4 版既存添加物自主規格に収載する予定である。

<フィシンの確認試験，酵素活性測定法概要>

確認試験は，酵素活性を確認する方法を設定した。

酵素活性測定法は，ミルクカゼインを基質として酵素を作用させ，未消化のカゼインをトリクロロ酢酸溶液で沈澱させ，ろ過して得られたろ液中の可溶化したカゼイン分解物を 275nm における吸光度を測定して定量する方法を設定した。尚，これらの試料液の調製方法，操作法，及び酵素活性の単位定義は，食品添加物公定書の「パパイン」の酵素活性測定法と同じである。

<考察>

新規にフィシンの成分規格（案）を策定し，食品添加物公定書「パパイン」の酵素活性測定法に従い，流通している市販酵素剤を用いて測定，検討した結果，規格，及び試験方法の妥当性が検証された。尚，酵素活性測定法の試料液調製方法（試料液の酵素濃度）は，食品添加物公定書「パパイン」の酵素活性測定法と同じで良いことが確認された。

（４）規格案

新規自主規格として策定したフィシンの成分規格（案）は，別紙に示した。

以上

フィシン

Ficin

ファイシン

定 義 本品は、クワ科イチジク (Ficus carica LINNE) 又はクワ科ヒゴ (Ficus glabrata H. B. et K.) の樹液より得られた たん白質を分解する酵素である。乳糖，デキストリン，ブドウ糖，又はショ糖を含むことがある。

酵素特性 本品は、酵素活性発現のために、酵素分子中のシステインが不可欠な、システインプロテアーゼ (チオールプロテアーゼ) に分類されるプロテアーゼで、たん白質を加水分解し、ペプチドを生成する。

ECナンバー (参考) : EC3.4.22.3

性 状 本品は、淡灰～茶色の粉末若しくは粒状である。においはないか又は特異なにおいがある。

確認試験 「パパイン」の酵素活性測定法に準じて試験を行うとき、酵素活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5.0 μ g/g以下 (2.0g, 第1法)

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

微生物限度 微生物限度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。

酵素活性測定法 「パパイン」の酵素活性測定法により試験を行う。

フィシン測定結果

品名： フィシン (基原： Ficus glabrata H.B. et K. 由来)

規格項目	規格	測定回数	製造番号		
			1775/1	1721/2	500/01/07
性状	淡灰～茶色の粉末若しくは粒状である。においはないか又は特異なにおいがある。	①	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、ほとんど匂いは無い
		②	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、ほとんど匂いは無い
		③	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、ほとんど匂いは無い
確認試験	酵素活性を示す	①	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		②	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		③	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
鉛	Pb として 5.0 μg/g 以下	①	<5.0 μg/g	<5.0 μg/g	<5.0 μg/g
		②	<5.0 μg/g	<5.0 μg/g	<5.0 μg/g
		③	<5.0 μg/g	<5.0 μg/g	<5.0 μg/g
ヒ素	As ₂ O ₃ として 4.0 μg/g 以下	①	<4.0 μg/g	<4.0 μg/g	<4.0 μg/g
		②	<4.0 μg/g	<4.0 μg/g	<4.0 μg/g
		③	<4.0 μg/g	<4.0 μg/g	<4.0 μg/g
細菌数	10,000/g 以下	①	<100/g	<100/g	<100/g
		②	<100/g	<100/g	<100/g
		③	<100/g	<100/g	<100/g
大腸菌	認めない	①	認めない	認めない	認めない
		②	認めない	認めない	認めない
		③	認めない	認めない	認めない
酵素活性	単位/g	①	823818	758871	420841
		②	801885	729556	420043
		③	805749	734778	421036
	平均 (n=3)		810484	741068	420640
	標準偏差		11708	15637	526
	CV (%)		1.44	2.11	0.13
	最小値		801885	729556	420043

* 確認試験の方法

食品添加物公定書「パパイン」の酵素活性測定法に従った。

* 酵素活性測定法

食品添加物公定書「パパイン」の酵素活性測定法に従った。

フィシン測定結果

品名: フィシン (基原: Ficus glabrata H.B. et K. 由来)

規格項目	規格	測定回数	製造番号		
			1775/1	1721/2	500/01/07
性状	淡灰～茶色の粉末若しくは粒状である。においはないか又は特異なにおいがある。	①	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、ほとんど匂いは無い
		②	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、ほとんど匂いは無い
		③	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、かすかに特異なにおいがある。	淡茶色の粉末で、ほとんど匂いは無い
確認試験	酵素活性を示す	①	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		②	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
		③	酵素活性を示した	酵素活性を示した	酵素活性を示した
鉛	Pbとして 5.0μg/g以下	①	<5.0μg/g	<5.0μg/g	<5.0μg/g
		②	<5.0μg/g	<5.0μg/g	<5.0μg/g
		③	<5.0μg/g	<5.0μg/g	<5.0μg/g
ヒ素	As ₂ O ₃ として 4.0μg/g以下	①	<4.0μg/g	<4.0μg/g	<4.0μg/g
		②	<4.0μg/g	<4.0μg/g	<4.0μg/g
		③	<4.0μg/g	<4.0μg/g	<4.0μg/g
細菌数	10,000/g以下	①	<100/g	<100/g	<100/g
		②	<100/g	<100/g	<100/g
		③	<100/g	<100/g	<100/g
大腸菌	認めない	①	認めない	認めない	認めない
		②	認めない	認めない	認めない
		③	認めない	認めない	認めない
酵素活性	単位/g	①	823818	758871	420841
		②	801885	729556	420043
		③	805749	734778	421036
	平均 (n=3)		810484	741068	420640
	標準偏差		11708	15637	526
	CV(%)		1.44	2.11	0.13
	最小値		801885	729556	420043

* 確認試験の方法

食品添加物公定書「パパイン」の酵素活性測定法に従った。

* 酵素活性測定法

食品添加物公定書「パパイン」の酵素活性測定法に従った。

平成 19 年

第九部会(調味料・苦味料)既存添加物自主規格(案)の検討報告書
(新規自主規格作成検討)

「塩水湖水低塩化ナトリウム液」規格(案)の検討

日本食品添加物協会 第九部会

研究者所属：

(株)グリーンハート・インターナショナル
味の素株式会社

1. 目的

既存添加物「塩水湖水低塩化ナトリウム液」について、自主規格作成のため、純度試験（5）ナトリウム、純度試験（6）カリウム、純度試験（8）比重、強熱残分などについて調査研究を行ってきた。

この結果に基づき自主規格(案)を策定し、その妥当性について調査研究を行う。本研究は株式会社グリーンハート・インターナショナルが実施した。

2. 検討方法

純度試験（5）ナトリウム、純度試験（6）カリウム、純度試験（8）比重、強熱残分の調査結果に基づき「塩水湖水低塩化ナトリウム液」規格(案)を策定し、3ロットについての繰り返し試験により規格(案)の妥当性を確認した。

3. 検討結果ならびに考察

3ロットについての繰り返し試験を行った結果、試験作業上の問題は特に認められず、試験値全てが規格（案）に適合したことから、規格(案)の妥当性が確認された。

4. 規格(案)

別紙のとおり

以 上

平成17年1月

「塩水湖水低塩化ナトリウム液」自主規格(案)作成
のための試験結果報告書

日本食品添加物協会 第九部会

研究者所属：

(株)グリーンハート・インターナショナル
味の素株式会社

1. 目 的

既存添加物「塩水湖水低塩化ナトリウム液」の規格(案)は、平成14年度の厚生労働科学研究において報告したが、純度試験、強熱残分について見直す必要があった。

自主規格作成のため、下記2. の規格項目について調査研究を行ってきたが、この結果に基づき規格(案)を策定し、その妥当性について調査研究を行う。

2. 検討内容及び方法

規格の策定に当たっては、下記の項目について試験及び評価を行った。

3ロットについての繰り返し試験により規格(案)の妥当性を確認した。

- 1) 純度試験 (5) ナトリウム
- 2) 純度試験 (6) カリウム
- 3) 純度試験 (8) 比 重
- 4) 強熱残分

3. 試験法

食品添加物公定書に準ずる。

4. 試験結果

塩水湖水低塩化ナトリウム液分析報告書 (別紙)

- ・ロット# : NS10 8331-S (Q10&Q12)
- ・ロット# : NS5 9592-G (Q11)
- ・ロット# : NS5 9256-P (Q18)

5. 考 察

規格(案)による純度試験、強熱残分分析を行った測定結果は、天然物によるバラツキの影響も考えられることから、暫定的に下記規格を設定した。ナトリウム、カリウムの規格を1.5%に変更しても、マグネシウムの含量7.0~9.0%以下であるので、品質上の問題はないと判断した。

- | | | | | |
|-------------------|---|------------|---|------------|
| 1) 純度試験 (5) ナトリウム | : | 0.3% | → | 1.5%以下 |
| 2) 純度試験 (6) カリウム | : | 0.1% | → | 1.5%以下 |
| 3) 純度試験 (8) 比 重 | : | 1.30~1.35% | → | 1.20~1.35% |
| 4) 強熱残分 | : | 40~43% | → | 35~43% |

6. 補足説明

「塩水湖水低塩化ナトリウム液」は、その基原・製法・本質より、塩水湖水を天日蒸散により濃縮し製造される。当該添加物は、原料の採取及び製造工程を含めて、自然が育む環境に依存・共存する製品である。

本年度の調査研究は、近頃の温暖化の影響で気温が下がらないため、塩化ナトリウムの析出(再結晶化)状態に変化が生じ、従来の飽和状態で結晶化が困難になってきていることに起因する。そのため、析出後の残液に含まれるナトリウムやカリウムの含量が増加する傾向にある。

製造工程での対応策として、天日製法での濃縮期間の調整で品質管理しているが、今回規格を見直した。

以 上

塩水湖水低塩化ナトリウム液分析報告書

大阪府吹田市垂水町 2-36-29

株式会社グリーンハート・インターナショナル

ロット# : NS10 8331-S (Q10&Q12)

項目	規定値	Q10&Q12-1	Q10&Q12-2	Q10&Q12-3
遊離酸及び 遊離アルカリ	限度内	適合	適合	適合
硫酸塩 (SO ₄)	2.4%以下	適合	適合	適合
重金属 (Pb)	5 μg/g 以下	適合	適合	適合
ナトリウム (Na)	1.5%以下	0.214% 適合	0.206% 適合	0.202% 適合
カリウム (K)	1.5%以下	0.0517% 適合	0.0517% 適合	0.0497% 適合
ヒ素 (As ₂ O ₃)	4.0 μg/g 以下	適合	適合	適合
比重 (20°C)	1.20~1.35	1.323	1.323	1.322
強熱残物	35~43%	42.1	42.1	41.2
含量 (Mg)	7.0~9.0%	8.69 8.47	8.49 8.48	8.49 8.53

塩水湖水低塩化ナトリウム液分析報告書

大阪府吹田市垂水町 2-36-29

株式会社グリーンハート・インターナショナル

ロット# : NS5 9592-G (Q11)

項目	規定値	Q11-1	Q11-2	Q11-3
遊離酸及び 遊離アルカリ	限度内	適合	適合	適合
硫酸塩 (SO ₄)	2.4%以下	適合	適合	適合
重金属 (Pb)	5 μg/g 以下	適合	適合	適合
ナトリウム (Na)	1.5%以下	0.186% 適合	0.174% 適合	0.178% 適合
カリウム (K)	1.5%以下	0.0373% 適合	0.0373% 適合	0.0497% 適合
ヒ素 (As ₂ O ₃)	4.0 μg/g 以下	適合	適合	適合
比重 (20°C)	1.20~1.35	1.322	1.321	1.322
強熱残物	35~43%	42.3	42.1	41.3
含量 (Mg)	7.0~9.0%	8.39 8.52	8.53 8.68	8.53 8.64

塩水湖水低塩化ナトリウム液分析報告書

大阪府吹田市垂水町 2-36-29

株式会社グリーンハート・インターナショナル

ロット# : NS5 9256-P (Q18)

項目	規定値	Q18-1	Q18-2	Q18-3
遊離酸及び 遊離アルカリ	限度内	適合	適合	適合
硫酸塩 (SO ₄)	2.4%以下	適合	適合	適合
重金属 (Pb)	5 μg/g 以下	適合	適合	適合
ナトリウム (Na)	1.5%以下	0.178% 適合	0.178% 適合	0.178% 適合
カリウム (K)	1.5%以下	0.0373% 適合	0.0373% 適合	0.0497% 適合
ヒ素 (As ₂ O ₃)	4.0 μg/g 以下	適合	適合	適合
比重 (20°C)	1.20~1.35	1.332	1.331	1.331
強熱残物	35~43%	42.4	40.7	42.5
含量 (Mg)	7.0~9.0%	8.53 8.54	8.71 8.67	8.64 8.67

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 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) 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、NN 指示薬約 0.1g を加え、直ちに 0.01mol/l EDTA 溶液で滴定する。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となる時とする。

(5) ナトリウム Na として 1.5%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℃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

加熱性ガス アセチレン

(6) カリウム K として 1.5%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℃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

- | | | | | |
|-------------------|---|------------|---|------------|
| 1) 純度試験 (5) ナトリウム | : | 0.3% | → | 1.5%以下 |
| 2) 純度試験 (6) カリウム | : | 0.1% | → | 1.5%以下 |
| 3) 純度試験 (8) 比 重 | : | 1.30~1.35% | → | 1.20~1.35% |
| 4) 強熱残分 | : | 40~43% | → | 35~43% |

6. 補足説明

「塩水湖水低塩化ナトリウム液」は、通常、塩水湖水を天日蒸散により濃縮して製造している。当該添加物は、原料の採取及び製造工程を含めて、自然が育む環境に依存・共存する製品である。

本年度の調査研究は、近頃の温暖化の影響で気温が下がらないため、塩化ナトリウムの析出(再結晶化)状態に変化が生じ、従来の飽和状態で結晶化が困難になってきていることに起因する。そのため、析出後の残液に含まれるナトリウムやカリウムの含量が増加する傾向にある。

製造工程での対応策として、天日製法での濃縮期間の調整で品質管理しているが、今回規格を見直した。

以 上

第十三部会（製造用剤等）既存添加物自主規格案検討結果報告

日本食品添加物協会 第十三部会

研究者：富田製薬株式会社

日本新薬株式会社

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17品目につき、規格及び試験方法を策定した。なお、鉱石類、ガス類及び金属類等については、流通実態は確認できるものの、製造業者の特定が困難である場合や、当該製造業者の協力が得られない場合等が多く、重要項目についての規格策定にとどまったため、市場流通品についての分析検討を省略し、報告する。

2. 検討結果及び考察

以下に今回規格及び試験方法を策定するにあたり、留意した点等のコメントを品目毎に記す。

1) オゾン

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として含量、確認試験及び定量法の各規格及び試験方法を付した（出典：Food Chemicals Codex, Ozone）。

2) クリストバル石

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として確認試験を付した（出典：第8版食品添加物公定書「ケイソウ土」）。

3) コバルト

定義及び性状のみの規格化とした。

4) タマリンドタンニン

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として確認試験、純度試験、乾燥減量及び強熱減量の各規格及び試験方法を付した（出典：第8版食品添加物公定書「植物タンニン」）。

5) 銅

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として含量、確認試験、純度試験及び定量法の各規格及び試験方法を付した（出典：JIS K8600, 銅）。

6) 窒素

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として含量、確認試験、純度試験、定量法の各規格及び試験方法を付した（出典：第十五改正 日本薬局方、窒素）。

7) ばい煎コメヌカ抽出物

定義、性状、確認試験、純度試験、乾燥減量及び強熱残分の各規格及び試験方法を策定した。含量の規格化及び定量法まで言及すべく検討したが、市場流通品等において主成分のバラツキが大きく、今回の報告での規格化等は断念した。

8) ばい煎ダイズ抽出物

定義、性状、確認試験、純度試験、乾燥減量及び強熱残分の各規格及び試験方法を策定した。含量の規格化及び定量法まで言及すべく検討したが、市場流通品等において主成分のバラツキが大きく、今回の報告での規格化等は断念した。

- 9) 白金
定義及び性状のみの規格化とした。
- 10) パラジウム
定義及び性状のみの規格化とした。
- 11) ひる石
定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として確認試験を付した（出典：第8版食品添加物公定書「ケイソウ土」）。
- 12) ブタン
定義及び性状のみの規格化とした。
- 13) プロパン
定義及び性状のみの規格化とした。
- 14) ヘプタン
定義及び性状のみの規格化とした。
- 15) ヘリウム
定義及び性状のみの規格化とした。
- 16) ミモザタンニン
定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として確認試験，純度試験，乾燥減量及び強熱減量の各規格及び試験方法を付した（出典：第8版食品添加物公定書「植物タンニン」）。
- 17) ルテニウム
定義及び性状のみの規格化とした。

以 上

オゾン

Ozone

O₃

分子量 48.00

定義 本品は、オゾン (O₃) のうち、気体状のものである。

性状 本品は、常温で無色の不安定な微青色の気体で、特有の臭気を有する。

参考規格 (出典 : Food Chemicals Codex)

含量 本品は、オゾン (O₃) 0.01~0.5mg/L を含む。

確認試験 本品の約 180ml をオゾン確認試験用試薬 20ml の液面より下部に加える。直ちに、水を対照として波長 548nm における吸光度を測定する時、オゾン確認試験用試薬 20ml にオゾンを含まない水を加えて 200ml にした場合よりも吸光度が低い。

定量法 本品の約 90ml をインジゴ試薬 I 10.0ml の液面より下部に加え、よく振り混ぜて検液とする。直ちに、この検液につき、10cm のセルを用い、水を対照として波長 600nm における吸光度 A を測定する。別にインジゴ試薬 I 10.0ml にオゾンを含まない水を加えて 100ml とした空試験を行い、その吸光度を A₀ とし、次式により含量を求める。但し、塩素が存在する場合、本品を加える前にマロン酸試薬 1ml を加える。

$$\text{オゾン(O}_3\text{)の含量} = \frac{A_0 - A}{\text{試料の採取量(ml)} \times 10 \times 0.42} \times 100 \text{ (mg/L)}$$

オゾン含量が 0.05~0.5mg/L の時 : インジゴ試薬 I の代わりにインジゴ試薬 II を用いる。

試薬・試液

オゾン確認試験用試薬 アリザリンバイオレット 3R 124.5mg を量り、水 500ml に分散されたのち、一夜機械的にかくはんする。これに、ヘキサメタリン酸ナトリウム 20mg 及び塩化アンモニウム 48.5g を加えて溶かし、さらに 10%アンモニア水 16ml を加える。これに水を加えて 1L とし、一夜かくはんする。

純度試験 液性 pH8.1~8.5 (10 倍希釈液)

インジゴ試薬 I リン酸二水素ナトリウム 10g を量り、インジゴ保存液 20ml 及びリン酸 7ml を加えて溶かし、さらに水を加えて正確に 1L とする。用時調製する。

インジゴ試薬 II リン酸二水素ナトリウム 10g を量り、インジゴ保存液 100ml 及びリン酸 7ml を加えて溶かし、さらに水を加えて正確に 1L とする。用時調製する。

インジゴ保存液 インジゴトリスルホン酸カリウム 0.770g を量り、水 500ml に溶かしてリン酸 1ml を加え、さらに水を正確に加えて 1L とする。

純度試験 本品の希釈液 (1→100) の波長 600nm における吸光度は 0.190~0.210cm⁻¹ である。

マロン酸試薬 マロン酸 5g を量り、水に溶かして 100ml とする。

クリストバル石

Cristbalite

定 義 鉱床より採掘したクリストバル石を、粉碎乾燥、800～1,200℃で焼成、又は塩酸処理して焼成したものである。

性 状 本品は、無～白色のガラス様光沢を有する粉末である。

参考規格 (出典：第8版食品添加物公定書「ケイソウ土」)

確認試験 本品の粉末0.2gを白金製のろつぼに採り、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。

コバルト

Cobalt

Co

原子量 58.94

定 義 本品は、コバルト (^{59}Co) である。

性 状 本品は、灰色の粉末又は粒である。

タマリンドタンニン

Tamarind tannin

定 義 本品は、マメ科タマリンド (*Tamarindus indica* Linné) の種子の種皮より、エタノールで抽出して得られたものである。主成分はタンニン及びタンニン酸である。

性 状 本品は、黄白～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味が極めて渋い。

参考規格 (出典：第8版食品添加物公定書「植物タンニン」)

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1→20) 5mlに塩化鉄(III)溶液(1→10)2滴を加えるとき、液は、帯青黒色を呈し、放置するとき、沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液(1→20) 5mlずつにそれぞれアルブミン試液1滴、ゼラチン試液1滴又はデンブ試液1mlを加えるとき、それぞれ沈殿を生じる。
- (3) 本品1gを水100mlに溶かし、塩酸(1→2)5mlを加えて80～90℃で2時間加熱した後、検液とする。別に没食子酸0.1gを水100mlに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ5μl