

調査質問表（記入例）

品目番号	SEQ M12	FEMA	CAS	品目名	使用 有無	含量 (GC%以上)	表示名以外の成分名とその含量(GC%以上)	含量・下層 (化学法B)	含量・上層 (化学法A)	融点 下層(°C)	融点 上層(°C)	凝固点 下層(°C)	凝固点 上層(°C)
	XXXX	XXXX	XXXX-XXXX	abundant (記入欄1)	有	87	α-βIS 25	88	-	23	-	23	23
	1282	2298	14801-07-6	beta-termon (記入欄2)	有	80	alpha-termon 0-75	-	-	-	-	-	-
	1010	2217	100-80-6	gamma-termoneta (記入欄3)	有	78	alpha-termoneta 22L, methyl propionate 28	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	termonol (記入欄4)	有	-	-	87	100L	-	-	-	-
	1482	1484	85527-74-2	vestilin PGA (記入欄5)	有	84	vestilin 0-85	-	-	-	-	-	-

屈折率 ・下層	屈折率 ・上層	屈折率・ 温度(°C)	比重 ・下層	比重 ・上層	比重・ 単位	酸価 (以下)	酸光度 ・下層	酸光度 ・上層	酸光度・ 温度(°C)	比酸光度 ・下層	比酸光度 ・上層	比酸光度・ 温度(°C)	揮発量 (g/50°C)	蒸餾化物質	備考
1.460	1.460	20	0.880	0.886	20/20	2	-	-	-	-10	-6	20	2	-	
1.487	1.482	20	0.830	0.848	20/20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
1.487	1.488	20	0.808	0.811	20/20	1	-	-	-	-	-	-	-	-	
1.482	1.484	20	0.832	0.828	20/20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	容量: alpha, beta, gamma 容量, alpha 体が主体
1.238	1.468	20	1.208	1.216	20/20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	容量: 揮発性液体主体

入力注意事項

入力 注意事項	規格が無い場合は、セル右の▽をクリックしてテーブルから「-（マイナス記号）」を選択してください
	希釈品は、調査対象から除いてください
	セル、列、行の追加、削除は、行わないでください

2) 調査の実施と結果

上記の方式による調査を平成 19 年 6 月 18 日に実施した。調査対象会社数は 51 社、回収率は 94%であった。前述のように、調査方法を改良した結果、多くの品目で平成 14 年度調査では得られなかった比重や屈折率の測定温度情報を入手できた。しかしながら、表示名以外の成分についての回答は一部にとどまり、これらに関する流通規格が設定されていない実態があることも分かった。

3. 日本香料工業会自主規格作成指針の見直し

昨年度までの検討から、これまでの指針では画一的に規格を設定することが困難な品目が少なからず存在した。そこで、規格再調査により得られた新たな情報を基に、以下の項目について見直しを行った。

1) 含量

昨年度までの検討では、流通規格において含量が低いものと高いものが混在している場合があり、自主規格設定を見送ってきた。その中には、含量に異性体を含めているか否かが不明であるものが少なからずあった。たとえば isomenthone は比重や屈折率の規格はそろっているにも関わらず、含量は 60%から 98%まで様々な規格が設定されていた。低い含量は isomenthone のみを規格としていると考えられ、高い含量は異性体である menthone を含めていると考えられたが、平成 14 年度調査では、表示名以外の成分に関する情報がなかったため、自主規格設定を見送ってきた。

本年度の研究では、規格調査において、表示名以外の成分の情報が得られた品目については、流通規格の含量にばらつきがある理由を判断できるようになった。たとえば前述の isomenthone においては、含量が低い規格は isomenthone のみの含量であり、高い含量が規格となっているものは異性体である menthone を含めていることが明らかとなっ

た。

このように、含量として異性体を含めた値を設定していると判断された場合は、新たに「異性体合算」を明記して含量を設定することを指針に加えることとした。

以上の指針の追加を踏まえて、自主規格設定を検討し直したところ、「異性体合算」として含量を決定した品目に、isomenthone、isopulegol、terpinyl propionate、delta-damascone、citronellyl isovalerate、geranic acid、ethyl *trans, cis*-2,4-decadienoateがあった。

また、これに倣い、hexanal hexyl isoamyl acetal、acetaldehyde hexyl isoamyl acetalなどの異なるアルコールを原料としたアセタール、diallyl disulfideなどポリスルフィド類のように表示名以外の成分が一定の比率を持つ混合物として流通する化合物は、表示名以外の成分を明記してそれらを合算した含量を規定することとした。

しかしながら、表示名以外の成分についての情報を得られた品目は一部にとどまり、それ以外の品目は引き続き保留とせざるを得なかった。

## 2) 酸価

規格設定の判断樹において、酸価はエステル類、アルデヒド類、アセタール類、ラクトン類に要求される項目である。

本年度、規格に関する再調査を行ったが、平成14年度の調査結果で酸価データがなかった品目で新たに情報を得られたものは少なかった。

しかし、酸価は品質管理における品目の劣化の指標となり、規格設定の判断樹においてもその点を考慮して必要項目と設定している。そこで、今回の調査において流通している規格値が得られなかったものにおいては、暫定的に規格を設定することとした。

まず、官能基別に流通規格値の実態を調査した。その結果を図1~4に示した。エステル類およびアセタール類は95%以上が1以下に設定されており、アルデヒド類およびラクトン類については5以下または10以下に設定されているものが多いことが分かった。

この結果より、95%以上の流通規格を包含する値を、暫定の酸価として設定することとした。すなわち、エステルおよびアセタール類については暫定値として「1以下」とすることとした。また、アルデヒド類およびラクトン類は「10以下」を暫定値として与えることとした。

以上の指針の追加により、流通規格に酸価が設定されていなかった品目のうち、エステル類8品、アセタール類2品、アルデヒド類3品、ラクトン類1品に暫定値を与え、これら14品について自主規格を設定することとした。

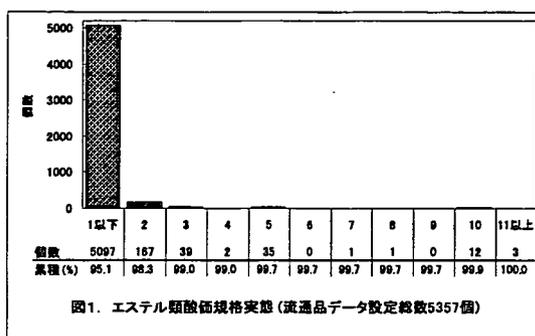


図1. エステル類酸価規格実態 (流通品データ設定総数5357個)

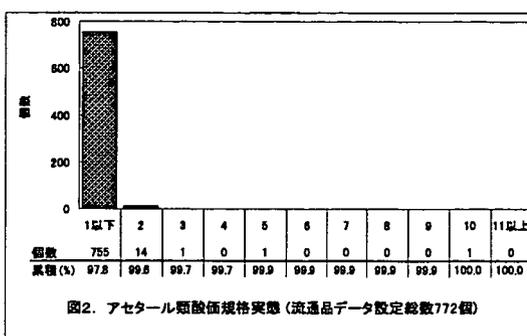


図2. アセタール類酸価規格実態 (流通品データ設定総数772個)

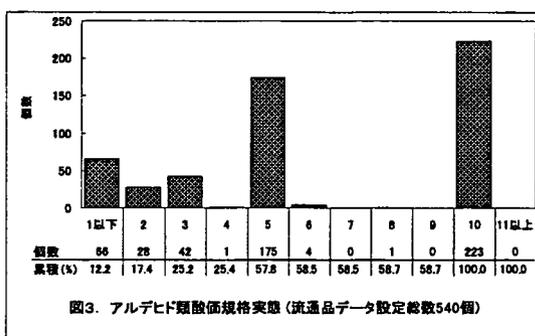


図3. アルデヒド類酸価規格実態 (流通品データ設定総数540個)

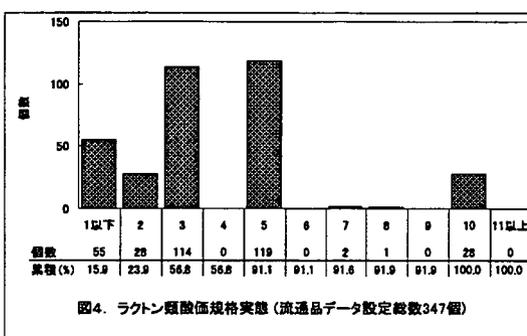


図4. ラクトン類酸価規格実態 (流通品データ設定総数347個)

### 3) 比重および屈折率の規格幅

自主規格作成指針においては含量によって規格幅を設定している。しかしながら、流通している規格の中には指針の幅に合わないものがある。昨年度までは比重や屈折率の規格において指針の幅より 0.002 程度広いものについては許容していたが、それより規格幅が広い場合は、自主規格を設定せずに保留扱いとしてきた。

これらの品目に対し、再調査を実施し、平成 14 年度の規格調査のデータと比較した。その結果、前回と同様な規格幅が設定されていることが確認された品目については、指針にとらわれず幅広い流通規格をそのまま自主規格として採用することとした。

比重幅を広く取った化合物の例として、methoxypyrazine、methional、methyl 2-methyl-3-furyl disulfide、3-[(2-mercapto-1-methylpropyl)thio]-2-butanol、2-octen-4-one、ethyl (methylthio)acetate など、また、屈折率の幅を広く取った化合物の例として、4-methyl-1-phenyl-2-pentanol、terpinolene、nerolidol、benzyl acetoacetate、linalyl benzoate、methional などがあり、これらは純度にかかわらず流通実態を重視した規格値とした。

### 4) 過酸化物質

平成 17 年度調査研究において、過酸化物質は「アリル位に活性メチレンを有する化合物」に必要であると仮定した。昨年度の再調査では、該当する化合物として linoleic acid を調査したが、過酸化物質は設定されていなかった。また、本年度の再調査においては、該当する化合物が 5 品あったが、いずれも過酸化物質は設定されていなかった。

また、JECFA および FCC の国際規格を見ても、「アリル位に活性メチレンを有する化合物」に過酸化物質規格が設定されていなかった。

さらに、食品衛生法では過酸化物質について油脂を含有する食品類に規制を設けているが、油脂そのものに対しては規制していない。

香料の食品への添加量（通常は 0.1%程度）を考慮した場合、構造的には過酸化物質を生じる可能性がある香料化合物であっても、最終製品に過酸化物質として影響をほとんど与えないこととなる。

従って、流通規格から情報を得られない場合は、規格として設定しないこととし、また、日本香料工業会としての暫定値も与えないこととした。

#### 4. 産総研とのスペクトルデータに関する共同研究

日本香料工業会が作成する自主規格における確認試験には、客観的データとして得られる IR、NMR、MS スペクトルのいずれか一つ、あるいは複数を組み合わせることとしている。

参照スペクトルは文献またはインターネットにより情報を得られる既存のデータベース 6 種を利用することとした。しかしながら、これらのデータベースで探せない化合物も多くあり、これらについては平成 18 年より産総研と「香料化合物の規格作成に関わるスペクトルデータ集積」というテーマの下で共同研究において香料化合物を確認できるスペクトルデータの取得を進めている。この共同研究でのそれぞれの役割は、日本香料工業会側は高純度（95%以上）のサンプルを提供すること、また産総研側は提供されたサンプルを分析し構造を特定できるスペクトルデータを作成しデータベースとして一般公開することである。

これまでに、提供した化合物は 69 品で、平成 20 年 2 月までに 51 品が公開された。これに伴い、昨年度までの研究で保留としていたこれら 51 品についての自主規格が確定した。残りの 18 品については、現在データ測定中であり、今後も高純度の化合物については産総研へスペクトル測定依頼を継続していく予定である。

#### 5. 自主規格検討

本研究では、平成 18 年度の研究で規格を設定できなかった品目および年間使用量 10kg 未満の 552 品目について規格化の検討を行った。これまで述べてきたような規格再調査、指針の見直し、産総研と共同研究による確認試験データ作成により、370 品目の化合物について自主規格を設定した（資料-3）。

#### 6. 今後の課題

本年度の検討で規格設定できなかった品目について、保留となった問題点を分類・解析した（表-1）。

表-1. 保留品の内訳

分類	問題点	品目数	割合		
①	低含量	26	14.3%		
②	規格データが得られない	全て	6	34	18.7%
		含量	2		
		含量以外全て	10		
		比重	7		
		旋光度	9		
③	規格値のばらつき	含量その他	14	20	11.0%
		比重	6		
④	JECFAデータとの不整合	9	4.9%		
⑤	確認試験なし	34	18.7%		
⑥	構造確認	7	3.8%		
	使用実績なし	49	26.9%		
	含量測定法未解決	3	1.6%		
	合計	182	100.0%		

規格設定の課題となった原因は主に次の6項目に分類された。

- ① 含量が低く、表示名以外の成分情報もないため、名称から内容・組成を特定できない
- ② 流通実態からは判断樹で要求される規格値が得られない
- ③ 流通実態に複数の規格が存在し、どの規格を採用するかの根拠が得られない
- ④ 流通実態が JECFA 等他の規格と異なっている
- ⑤ 確認試験に必要な第三者機関により測定、公開されている参照スペクトルデータが存在しない
- ⑥ その他

以下にその詳細を示す。

①の含量が低く、表示名以外の成分情報もないため、名称から内容・組成を特定できなかった化合物は26品目で、本年度規格設定できなかった品目全体の14.3%にあたり、そのほとんどが「流通実態に複数の規格が存在する」という問題も併せ持っていた。また、該当品目の7割以上は天然原料由来の品目と考えられた。これらの化合物に関しては再調査によっても組成を特定できなかったため、今後このような品目に対してどのように規格設定をしていくかが最大の課題と考えられる。

②の流通実態からは判断樹で要求される規格値が得られない品目は合計34品目で、保留品の18.7%にあたる。旋光性を有する化合物に要求される旋光度または比旋光度については、本年度該当品目中6割以上で規格データが得られず、流通品の多くに設定されていない現状が明らかとなった。この点に関する対応策は今後の課題である。

③の流通実態に複数の規格が存在し、どの規格を採用するかの根拠が得られなかった品目は20品目で、保留品の11.0%にあたる。そのうち6割以上は含量の流通実態が異なっていた。これらは、合成時に副成分が共存してしまうことと、原料が天然物由来であること

がその主原因であることが示唆され、①と同じような課題を含んでいると考えられる。

④の流通実態が JECFA 等他の規格と異なっていた品目は9品目で、保留品の4.9%にあたる。これらの品目は実測確認が必要と考えられ、実測により流通規格が妥当と判断されれば JECFA との不整合を認めた上で規格設定するなどの対応を考える必要がある。

⑤確認試験は第三者機関により測定、公開されている参照スペクトルデータとし、参照スペクトルデータが存在しない化合物については、平成18年より産総研と「香料化合物の規格作成に関わるスペクトルデータ集積」というテーマの下で共同研究において香料化合物を確認できるスペクトルデータの取得を進めている。しかし、含量が95%未満の品目は産総研でのデータ取得を見送っているのが現状である。これらの化合物の中には構成成分の比率が明確にでき、IR スペクトルを確認試験の参照スペクトルとして使用できるものがある。この場合、確認試験データとして IR スペクトルを公開することについては国立衛生研究所の協力が得られることとなり来年度以降に取り組むこととした。

⑥のその他には、構造の確認を要する品目、平成18年度使用量実態調査では使用実績がなかった品目、含量測定法が未解決の品目を分類した。このうち、含量測定法が未解決な品目は、GC 法も化学法のいずれを用いても含量測定として適当でないと判断される品目が含まれ、別の測定法を設定するか、あるいは含量の規格を設定せず新たな必要項目を設ける等の対応が必要となると考えられる。

以上の問題点の多くは昨年度から引き続いており、本年度は規格再調査にその解決法を求めたが、すべての問題点を解決するに至らなかった。今後は新たな対応策を検討することが必要と考えられる。

## 7. 昨年度設定した自主規格の訂正

昨年度報告した自主規格の値で誤記があったので、以下のように訂正する。

isobutyl 2-methylbutyrate の屈折率を 1.404-1.450 から 1.403-1.409 に、decanal diethyl acetal の屈折率を 1.439-1.449 から 1.419-1.429 に訂正する。

## D. 結 論

本年度は、平成18年度の研究で規格を設定することができなかった品目に加えて、年間使用量10kg未満の品目を合わせた552化合物について検討を行った。最新の規格データ収集と品目に関する詳細情報を集めるために、会社ごとに調査対象品目を抽出して規格再調査を行った。得られた情報を基に、詳細な検討を行った結果、370品目について自主規格を設定した。

規格設定を保留とした品目は、低含量、規格データの不足、複数の流通規格の存在、国

際規格との不整合などの理由によるものであった。今後は新たな対応策を検討することを来年の課題とした。

## おわりに

国際的に利用されている食品香料化合物は約 4,500 品目あり、我が国では平成 18 年度の厚生労働科学研究での調査によると 2,164 品目の使用実績がある。これら食品香料化合物の流通実態を踏まえた規格が設定されているのは、国際的にみても我が国の食品衛生法施行規則別表第一に個別指定されている 93 品目と FCC 収載の 454 品目のみである。

食品添加物に対する安全性が叫ばれている今日において、食品香料化合物の規格を数多く整備し、一般公開することは香料の安全性を裏付けるものとして大きな役割を果たすばかりでなく、商取引上からも国内・国際的に大きく貢献できるものと考えられる。

このような状況の中で、日本香料工業会は昨年度までに 342 品目の自主規格を設定した。本年度はさらに 370 品目について自主規格を設定し、公定規格がある 93 品目を含めた使用量を考えると全食品香料化合物の約 97% について規格が設定されたことになる。

このことは、香料化合物の透明性を高め消費者に安心感を与えるうえで、極めて意義のあるものであると考えられる。

本研究は、日本香料工業会の会員のうち食品香料化合物を使用している企業の協力のもと、食品香料委員会 17 社および日本香料工業会事務局の分担作業により行ったもので、分担作業協力者は下記の通りである。

阿部 敏彦	稲畑香料株式会社
飯 忠司	曾田香料株式会社
石田 正秀	曾田香料株式会社
稲井 隆之	長谷川香料株式会社
上田 祐紀子	ジボダン ジャパン株式会社
馬野 克己	高田香料株式会社
宇山 修二	日本フィルメニッヒ株式会社
岡村 弘之	長谷川香料株式会社
笠原 陽子	高砂香料工業株式会社
柏崎 秀明	豊玉香料株式会社

嘉屋 和史	株式会社昭和農芸
齊藤 憲二	小川香料株式会社
佐藤 修司	クエスト・インターナショナル・ジャパン株式会社
渋谷 次郎	塩野香料株式会社
杉沢 義夫	アイ・エフ・エフ日本株式会社
鈴木 潤	曾田香料株式会社
関谷 史子	高砂香料工業株式会社
土屋 一行	ジボダン ジャパン株式会社
所 一彦	高砂香料工業株式会社
中村 幸彦	長谷川香料株式会社
仁井 皓迪	長岡香料株式会社
西 久人	日本フィルメニッヒ株式会社
野坂 昭夫	稲畑香料株式会社
野崎 忠	株式会社井上香料製造所
東仲 隆治	日本香料薬品株式会社
深谷 摂	高砂香料工業株式会社
福本 隆行	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
藤田 宗嗣	小川香料株式会社
松井 敏晃	アイ・エフ・エフ日本株式会社
彌勒地 義治	理研香料工業株式会社
山本 隆志	小川香料株式会社
吉川 宏	塩野香料株式会社
和田 昭	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
渡邊 武俊	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
今野 忠彦	日本香料工業会
長野 健一	日本香料工業会
別井 弘始	日本香料工業会
丸山 進平	日本香料工業会
河内 龍二郎	日本香料工業会

## E. 健康危機管理情報

食品への添加量が微量であることやそのほとんどが食品中の常在成分であることから、香料として適切に使用する限り一般に食品香料化合物による重篤な健康障害は起こり得ないものと考えられている。しかしながら反面、市場に流通している香料化合物の安全性の一つの指標となる規格については、国際的に見ても使用している化合物数の多さに比べ極めて少ないという実態がある。

本年度を含めた自主規格品と食品衛生法施行規則別表第1に記載されている個別指定香料93品を加えた805化合物の使用量が、我が国で使用している全香料化合物の約97%であることを考慮すれば、規格化できた化合物数こそ少ないものの現時点においても消費者あるいは利用者の安全と安心に十分寄与できるものとする。

## 参考文献リスト

- 1) 香料の本質の解釈、規格値および試験法に関する国内外の比較調査研究  
(平成5年度厚生科学研究報告書)
- 2) JECFA規格と日本で流通している香料化合物の規格との比較研究  
(平成10年度厚生科学研究報告書)
- 3) 諸外国における香料規格の考え方に関する調査研究  
(平成13年度厚生科学研究報告書)
- 4) 日本において使用流通している食品香料化合物の規格実態の調査  
(平成14年度厚生労働科学委託研究)
- 5) 日本において使用流通している食品香料化合物の規格実態の調査  
(平成15年度厚生労働科学委託研究)
- 6) 平成16年度 厚生労働科学研究補助金(食品の安全性高度化推進事業)  
「国際的動向を踏まえた食品添加物の規格に関する調査研究」  
食品香料化合物の自主規格の作成に関わる調査研究
- 7) 平成17年度 厚生労働科学研究補助金(食品の安全性高度化推進事業)  
「国際的動向を踏まえた食品添加物の規格に関する調査研究」  
食品香料化合物の自主規格の作成に関わる調査研究
- 8) 平成18年度 厚生労働科学研究補助金(食品の安心・安全確保推進研究事業)  
「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」  
食品香料化合物の自主規格の作成に関わる調査研究
- 9) 平成18年度 厚生労働科学研究補助金(食品の安心・安全確保推進研究事業)  
「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」  
わが国で使用している食品香料化合物の生産使用量・摂取量に関わる調査研究

# 添 付 資 料

## 資料－1

規格項目の設定判断樹および規格項目一覧

## 資料－2

日本香料工業会 平成19年度自主規格作成指針

## 資料－3

流通データ 一覧

## 資料－4－1

日本香料工業会 自主規格一覧（平成17年度）

## 資料－4－2

日本香料工業会 自主規格一覧（平成18年度）

## 資料－4－3

日本香料工業会 自主規格一覧（平成19年度）

## 資料－5

平成18年度作成 日本香料工業会食品香料化合物参考規格集

## 資料－1

規格項目の設定判断樹  
および規格項目 一覧

# 香料化合物

物性	製法	旋光性	化学的性質 飽和・不飽和	化学的性質 官能基	判断樹 番号	名称 分子式及び分子量 構造式又は示性式 含量 確認試験	融点 又は 凝固点	比重 屈折率	酸価	旋光度 又は 比旋光度	重金属 (抑制剂使用时)	過酸化物質			
液体	蒸留	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	1	○		○	○						
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	3	○		○	○	○			○		
		旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	5	○		○	○	○	○				
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	7	○		○	○	○	○			○	
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	8	○		○	○	○	○			○	
	固体	蒸留・昇華	旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	9	○			○					
				不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	11	○			○	○			○	
			旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	13	○		○		○	○			○
				不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	15	○		○		○	○			○
				不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	16	○		○		○	○			○
結晶化		旋光性無	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	17	○			○	○		△			
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	19	○		○		○	○		△	○	
		旋光性有	飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	21	○		○		○	○		△		
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	23	○		○		○	○		△	○	
			不飽和	エステル(含ラクトン)・アルデヒド アセトール	24	○		○		○	○		△	○	

芳香族は飽和とみなす

△は必要に応じて設定し、必須項目でない

資料－2

日本香料工業会  
平成19年度自主規格作成指針

## 1. 各化合物に設定する規格項目の選択

判断樹(資料—1)に従い設定すべき規格項目を決定する。

化合物分類の基準は次のように定める。

### 1) 物性(固体液体)および固体の精製法による分類基準

融点凝固点規格幅の上限が25℃以上の化合物を固体に分類する。

固体の精製法は一律結晶化とするが、精製法によっては設定しなくても良い規格項目を別途定める。

### 2) 飽和・不飽和の基準

不飽和結合のうち過氧化物価規格を必要としないものとして、芳香族性を持つ不飽和結合に加え、アリル位に活性メチレンを有しない不飽和結合を追加する。

## 2. 各規格項目の規格値設定基準

### 1) 含量

特に規定しない限りGC法による含量を採用する。

含量測定方法がGC法では好ましくない化合物、例えばGC分析において分解、カラムへの吸着などで正確な含量が測定できない化合物全般については、化学法とする。

表示する桁数は小数点以下一桁とする。

異性体を有する化合物の含量規定については、表示名以外の成分についての情報が得られる化合物については、「異性体含量の合算」として含量規格とする。

また、異なるアルコールを原料としたアセタールや、ポリスルフィド類のように表示名以外の成分が一定の比率を持つ混合物として流通する化合物は、表示名以外の成分を明記してそれらを合算した含量を規定する。

### 含量測定のためのGC測定条件

#### 厚生労働省告示 第四百四十八号

食品衛生法(昭和二十二年法律第二百三十三号)第十一条第一項の規定に基づき、食品、添加物等の規格基準(昭和三十四年厚生省告示第三百七十号)の一部を次のように改正し、公布の日から適用する。ただし、第1食品の部B食品一般の製造、加工及び調理基準の項の改正規定は、平成十七年二月二十五日から適用する。

平成十六年十二月二十四日

厚生労働大臣 尾辻 秀久

#### 香料のガスクロマトグラフィー

##### 装置

一般試験法の項7. ガスクロマトグラフィーに準拠する。

#### 操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。なお、試料が固体の場合、別に規定する溶媒に溶解した後、同様に操作する。

#### 面積百分率法

この方法は、保存により不揮発成分等を生成せず、すべての成分がクロマトグラム上で分離することが明らかな試料に用いる。検液注入後、0～40分間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する被検成分のピーク面積百分率を求め、含量とする。ただし、試料が固体で溶媒に溶解する場合は、別に、溶媒により同様に試験を行い、溶媒由来のピークを確認後、溶媒由来のピークを除いたピーク面積の総和を100とする。

#### 操作条件(1)

沸点が150℃以上の試料に適用する。

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管に、ジメチルポリシロキサン（非極性カラム）又はポリエチレングリコール（極性カラム）を0.25～1μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50℃から毎分5℃で昇温し、230℃に到達後、4分間保持する。

注入口温度 225～275℃

検出器温度 250～300℃

注入方式 スプリット（30：1～250：1）。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

キャリアーガス及び流量 ヘリウム又は窒素を用いる。被検成分のピークの保持時間が5～20分の間になるように流量を調整する。

#### 操作条件(2)

沸点が150℃未満の試料に適用する。

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管に、ジメチルポリシロキサン（非極性カラム）又はポリエチレングリコール（極性カラム）を0.25～1μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50℃で5分間保持し、その後毎分5℃で、230℃まで昇温する。

注入口温度 125～175℃

検出器温度 250～300℃

注入方式 スプリット（30：1～250：1）。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

キャリアーガス及び流量 ヘリウム又は窒素を用いる。被検成分のピークの保持時間が5～10分の間になるように流量を調整する。

## 2) 確認試験

文献又はインターネット上に存在が確認できた IR、NMR、MS スペクトルデータベースの参照番号を記載する。

- 1) FAO/WHO 合同食品添加物専門家委員会 (Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additive; JECFA)

[http://apps3.fao.org/jecfa/flav\\_agents/flavag-q.jsp?SNAME=P](http://apps3.fao.org/jecfa/flav_agents/flavag-q.jsp?SNAME=P)

- 2) 米国食品化学物質規格集 (Food Chemicals Codex 5th Edition; FCC)
- 3) 有機化合物のスペクトルデータベース SDBS (独立行政法人産業技術総合研究所)

[http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/cgi-bin/cre\\_index.cgi](http://www.aist.go.jp/RIODB/SDBS/cgi-bin/cre_index.cgi)

- 4) Wiley's Registry of Mass spectral Database
- 5) NIST/EPA/NIH Mass Spectral Library <http://webbook.nist.gov/>
- 6) Sigma-Aldrich <http://www.sigma-aldrich.co.jp/>

## 3) 融点または凝固点

流通実態を尊重するが、融点、凝固点の両方がある場合は融点を優先する。規格幅は、含量 97%未満の場合は 6℃、含量 97%以上の場合は 4℃を原則とする。

## 4) 比重及び屈折率

比重及び屈折率の測定温度は 20℃とする。

規格幅は、含量 97%以上の化合物は 0.006、含量 97%未満のものは 0.010 を原則とする。

表示する桁数は小数点以下 3 桁とする。

固体化合物で、融点が 25～40℃と低い化合物においては、過冷却状態で通常の液体化合物と同様に比重及び屈折率が測定できる場合がある。これらの値は参考値として記載する。

## 5) 酸価

エステル類、アセタール類、ラクトン類、およびアルデヒド類に設定する。

含量の規格設定に採用したデータのうち最も流通実態を反映する値とする。

判断樹から規格が要求されても情報を得られない場合は、エステルおよびアセタール類については「1 以下」、アルデヒド類およびラクトン類は「10 以下」を暫定規格とする。

フェノール性水酸基を持つ化合物、オキソ酸エステル、ケト・エノール構造を持つ

化合物など、通常の測定方法では正しい酸価が測定できないと判断される化合物は「特例除外」として規格として設定しない。

6) 重金属

流通実態の値を尊重するが、流通実態データが無い場合は $10\mu\text{g/g}$ を採用する。最終精製法が蒸留法である場合など重金属混入の懸念がない品目は省略できる。

7) 過酸化物質

アリル位の活性メチレンを有さない化合物には規格として設定しない。判断樹から規格が要求されても情報を得られない場合は、規格として設定しない。

8) 旋光度又は比旋光度

d-, l-表記してある品目で流通実態に旋光度データのあるものはその値を採用する。旋光度又は比旋光度いずれの値かを明記する。品目の名称に d-, l-等の表記が無い場合、旋光度規格を設定しない。

資料－3

流通データ 一覧

