

・性状ならびに確認試験（1）について

4ロットすべてが規格案に適合しており問題無かった。

・赤外吸収スペクトル

フーリエ変換型赤外分光光度計を用い、臭化カリウム錠剤法にて試料調製し、参照スペクトル条件にて測定された各検体（4ロット）のスペクトルは 1080cm^{-1} 、 1420cm^{-1} 、 1620cm^{-1} 、 3400cm^{-1} 付近に極大吸収を有する近似パターンを有していた。

参照スペクトルについての決定はこの4ロットのチャートの中から選定していきたい。

・純度試験

鉛、ヒ素ともに問題なしと考えられる。（ロット 408020265 について確認）

・強熱残分

4ロットすべてが規格案に適合しており問題無かった。

5. 結論

以上の検討結果を踏まえ、ミルラの自主規格案を以下の通りとする。

ミルラ

Myrrh

ミル

定義 本品は、カンラン科ボツヤク (Commiphora mukul Engl.) の分泌液から抽出して得られたものであり、成分としてコミホールを含む。

性状 本品は、淡黄～茶褐色の樹脂状の塊状固体で、特異なおいがある。

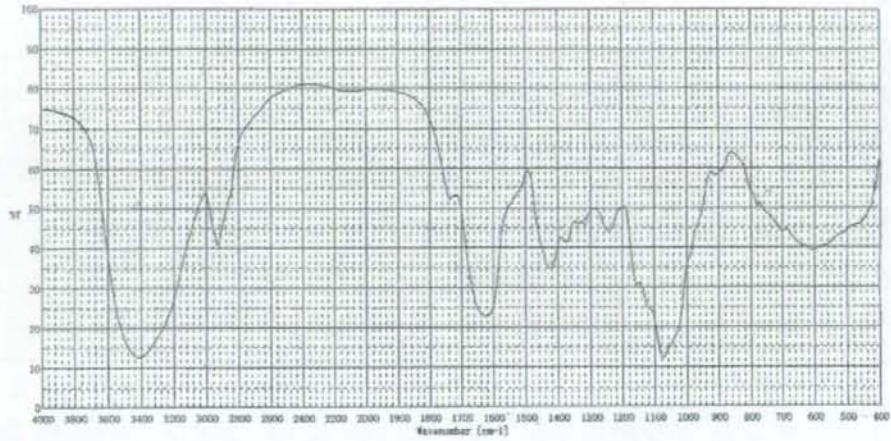
確認試験 (1) 本品 3 mg を取り無水酢酸 1 ml を加えて振り混ぜた後、硫酸 1 滴を加えるとき、液の色は紫～暗赤紫色を呈する。
(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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

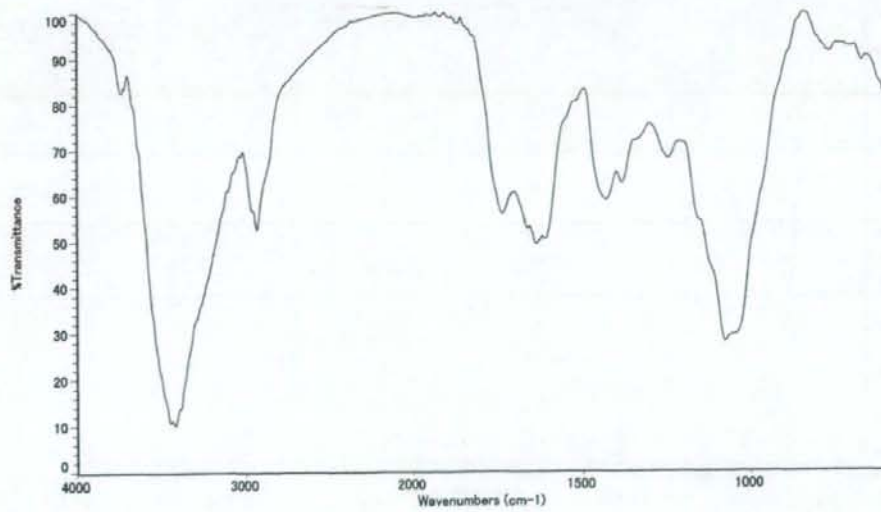
(2) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第 3 法, 装置 B)

強熱残分 9.0% 以下 (1.0g)

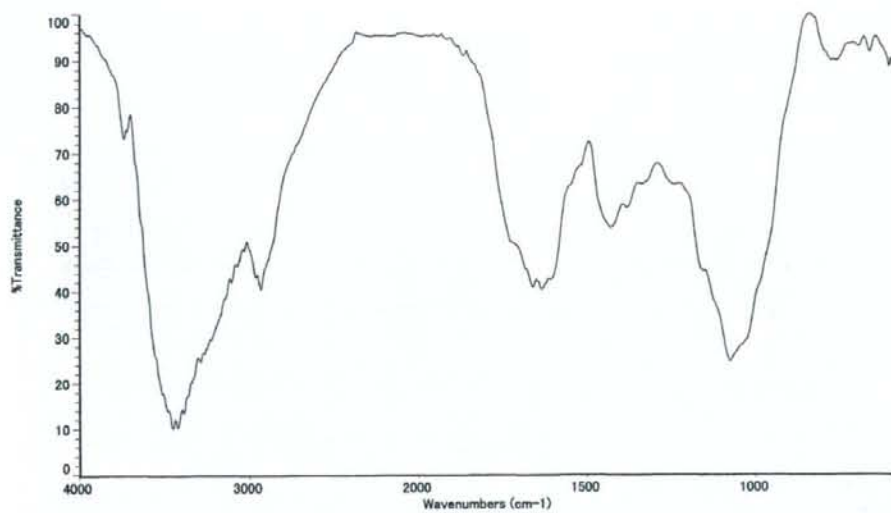
※欄外 赤外吸収スペクトル



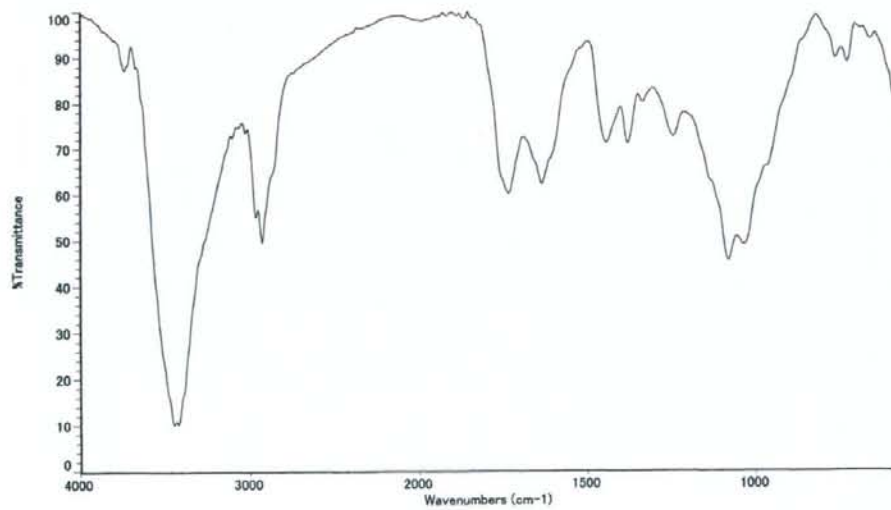
サンプル名 408020255 ミルラ
 分解 2 cm-1
 積算回数 21
 アボダイゼーション Coarse



ミルラ 21047001-1



ミルラ 21047001-2



ミルラ 21047001-3

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：富田製菓株式会社

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8品目につき、規格及び試験方法を策定した。なお、今回検討した品目にあつては、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) 酸素

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及び純度試験（酸又はアルカリ、二酸化炭素及び塩化物）を付した（出典：日本薬局方、酸素）。

2) 水素

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として、純度（含量）、純度試験（水分及び露点、炭水化物、酸素、窒素、二酸化炭素、一酸化炭素、全硫黄化合物及び水銀蒸気）の各規格及び試験方法を付した（出典：日本工業規格）。

3) ゼイン

医薬品添加物規格に収載のゼインを参考として規格化した。

4) 鉄

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として含量、純度試験（ヒ素、鉛及び水銀）の各規格及び試験方法を付した（出典：FCC）。

5) ナフサ

定義及び性状のみの規格化とした。参考規格として沸点の規格及び試験方法を付した。（出典：CFR『Petroleum naphtha』）。

6) ニストース

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、定量法の各規格及び試験方法を付した（出典：特定保健用食品（規格基準型）制度における規格基準『フラクトオリゴ糖（1）』）。

7) 木材チップ

定義、性状のみの規格化とした。参考規格として、純度試験（重金属及びヒ素）を付した（出典：国税長官指定告示物品の規格並びに試験方法『その他のおり下げ剤』）。

8) 木炭

「活性炭」の規格及び試験方法に準拠して作成した。ただし、その製法的特性に基づき、確認試験における吸着試験並びに純度試験における亜鉛の項目を削除した。

以上

酸素

Oxygen

O₂

分子量 16.00

定義 本品は、酸素 (O₂) である。

性状 本品は、無色のガスで、においはない。

参考規格 (出典：日本薬局方『酸素』)

確認試験 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

純度試験 (1) 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水400mlにメチルレッド試液0.3ml及びブロムチモールブルー試液0.3mlを加え、5分間煮沸する。その50mlずつを3本のネスラー管A、B及びCに入れる。更に、A管には0.01mol/L塩酸0.10mlを、B管には0.01mol/L塩酸0.20mlを加え、密栓をして冷却する。次に口径約1mmのガス導入管の先端を管底から2mmに位置し、15分間で本品1,000mlをA管中に通じるとき、液の色はB管中の液のだいたい赤色又はC管中の液の黄緑色より濃くない。

(2) 二酸化炭素 水酸化バリウム試液50mlをネスラー管に入れ、本品1,000mlを(1)と同じ方法で通じるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：水酸化バリウム試液50mlをネスラー管に入れ、炭酸水素ナトリウム0.1gを新たに煮沸して冷却した水100mlに溶かした液1mlを加える。

(3) 塩化物 2本のネスラー管A及びBにそれぞれ水50mlをとり、これに硝酸銀試液0.5mlずつを加えて混和し、A液及びB液とする。A液に本品1,000mlを(1)と同じ方法で通じるとき、A液の混濁はB液の混濁と同じである。

水素
Hydrogen

分子量 2.02

H₂

定義 本品は、水素 (H₂) である。

性状 本品は、無色のガスで、においはない。

参考規格 (出典: JIS K0512『水素3級』)

純度 本品は、水素 (H₂) 99.99%以上を含む。

$$P = 100 - \sum_{i=1}^n \left(\frac{A_i}{S_i} \right) \times 100$$

ここに、 P : 純度 (%)

A_i : 水分又は露点を除いた i 番目の不純物の量 (ml)

S_i : A_i の測定に用いた試料の量 (ml)

純度試験

(1) 水分及び露点 -50°C以下

試料ガス中の水分を酸化リン(V)に吸収させ、その重量増加から水分を算出する。

装置、操作及び測定 JIS K1107の3.3による。水分を露点に換算して報告する。

(2) 炭水化物

凝縮分: 凝縮しないこと

常温において容器をその取出口が下向きになるように転倒し、5分間保持したのち乾燥した正常な受け器の中に水素を微小流量 (大量に噴出させることは危険である。) で1分間放出させ、炭化水素の凝縮分を肉眼で判定する。

非凝縮分 (凝縮分以外メタンとして10ppm以下)

要旨 炭化水素の特定波長の赤外吸収を測定し、吸収強度と濃度との関係から含有量を求める。

装置 赤外分光光度計 JIS K0117に規定した装置及び気体セルを用いる。一般に気体セルは、セル内で光束を多重反射させる長光路のものを使用する。特に、微量成分を測定する場合には加圧形のセルを用いる。メタンに対し測定値の10%以下の濃度が検出できる方法をとらなければならない。

操作及び測定 一般的操作は、JIS K0117による。ただし、波長は、約3,000cm⁻¹とする。

加圧形気体セルを使用する場合には適当な方法で気体セル内の圧力を測定し、測定値を補正する。定量に用いる検量線の作成及び校正は校正用ガスによって行う。

(3) 酸素 (O₂) 4.0ppm以下

要旨 分離管充てん物に均一細孔をもった合成ゼオライトを用い、分子ふるい効果によって水素、酸素、

窒素及び一酸化炭素を分離し、得られたクロマトグラフのピーク面積から酸素を定量する。

装置及び分析条件 JIS K0114による。分析条件の一例を次に示す。

キャリアーガス: 純度99.8%以上のヘリウム

キャリアーガスの流速: 50ml/min

分離管及び充てん物: φ 3mm × 2m, 合成ゼオライト粒径149~177μm (100~80メッシュ)

分離管温度: 40°C

検出器: 熱伝導形

定量法 JIS K0114の10.2(1) (絶対検量線法) によるか、又は濃度既知の校正用ガスのピーク面積 (又はピーク高さ) と比較して、酸素を定量する。

感度及び濃縮 装置の感度及び試料の量は、規定量の10%以下の濃度を検出できるようにきめなければ

ならない。

- (4) 窒素 (N₂) 25ppm以下
(3) 酸素で用いるガスクロマトグラフ手順に準じる。
- (5) 二酸化炭素 (CO₂) 10ppm以下
(3) 酸素で用いるガスクロマトグラフ手順に準じる。ただし、分離缶充てん物にシリカゲル (粒径149~177μm) を用いる。
- (6) 一酸化炭素 (CO) 10ppm以下
(3) 酸素で用いるガスクロマトグラフ手順に準じる。
- (7) 全硫黄化合物 (SO₂として) 2.0ppm以下
ガスクロマトグラフ用蛍光光度形検出器を用い、分離管を用いないで、試料中の全硫黄化合物の発する394nmの蛍光光度を測定して定量する。

装置 装置は流路系と検出器及び電気回路で構成する。

流路系 流路系は、燃焼ガス、空気、試料の各流路で分かれ、各流路には圧力計、調整弁及び流路抵抗管を備えて、流量を調整する。

検出器 バーナージェットイオン集合筒と点火器とで組み立てる。燃焼ガスと空気との混合ガスに点火し、これに試料を導入する。試料ガス中の炭化水素はイオン化され、イオン集合筒でイオン電流を生じる。

電気回路 イオン電流を変換増幅し、その出力を減衰器によって調整し、指示計又は記録計を作動させる。

操作 (a) 燃焼ガス源及び空気源を機器の入り口につなぎ、漏れのないことを確かめる。(b) 測定器の電源スイッチを入れて、回路に電流を流す。(c) 燃焼ガス及び空気を所定の圧力に調整しながら流す。(d) バーナーに点火する。(e) 燃焼ガス及び空気の流量を一定値に調整する。(f) 試料の流路に校正用ゼロガスを流してゼロ調整を行う。(g) 試料流路に校正用スパンガスを流して、指示計の指示が指示値を示すように流量を調整する。(h)、(f)及び(g)を繰り返し、再調整する。(i) 試料ガス流路に試料を流して、指示計の値を読み取る。

- (8) 水銀蒸気 (Hg) 0.004ppm以下

ノンフレイム原子吸光法による。

要旨 水銀蒸気は253.7nmの波長の光を特異的に吸収する。これを利用して水銀灯から放射される253.7nmの光を水銀蒸気を含む試料中に通し、吸収によって起こる光量の変化から水銀蒸気濃度を求める。

装置 光源、試料セル、試料側光電管、対象側光電管、指示計などで構成される。

操作 装置及び指示計目盛を調整したのち、試料を試料セル内に流しながら、指示計目盛を読み取り、水銀蒸気濃度 (ppm) を、次の式によって算出する。

$$H = \frac{C}{200.59} \times \frac{22.4}{D}$$

ここに、H: 水銀蒸気濃度 (ppm)

C: 水銀量指示計目盛の読み (μg)

D: 試料セルの容量 (L)

ゼイン

Zein

定義 本品は、トウモロコシ(*Zea mays* Linné)の種子から得られた、植物性タンパク質を主成分とするものである。

含量 本品は、窒素(N=14.01)14.4~16.2%を含む。

性状 本品は、白~淡黄色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品0.025gに硝酸1mlを加え激しく振り混ぜるとき、液は明るい黄色を呈する。更にアンモニア試液10mlを加えるとき、液はだいだい色に変わる。

純度試験 (1) 溶状 本品0.30gに74%エタノール10mlを加えて直ちに激しく振り混ぜ、時々混合しながら50℃の水浴中で30分間加温し、溶解する。10分間放冷し、液温25~30℃、波長660nmでの透過率は80.0%以上である。

(2) 重金属 Pbとして10 μ g/g以下(2.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0ml)

(3) ヒ素 As₂O₃として1.0 μ g/g以下(2.0g, 第3法, 装置B)

水分 7.0%以下(0.2g, 直接滴定)ただし、水分測定用メタノール25mlの代わりに水分測定用クロロホルム25mlを用いる。

微生物限度 微生物限度試験法の寒天平板混釈法に準じて下記の一般生菌数試験を行うとき、本品1gにつき、一般生菌数は1,000以下である。また、下記の大腸菌群試験を行うとき、大腸菌群は認めない。

一般生菌数試験

本品10gを量り、リン酸緩衝生理食塩水(希釈水)90mlを加えて振り混ぜる。これを、滅菌フィルター付ストマッカー袋でろ過し、試料液(10倍希釈)とする。試料液1ml及び対照として希釈水1mlを寒天平板混釈法により試験を行う。ただし、培地は標準寒天培地を使用し、35 \pm 1.0℃で48 \pm 3時間培養する。培養後、集落数を計測し希釈倍数10を乗じた値を本品1g当たりの菌数とする。

下記の希釈水及び培地を使用する。

大腸菌群試験

本品10gを量り、リン酸緩衝生理食塩水90mlを加えて振り混ぜる。これを、滅菌フィルター付ストマッカー袋でろ過し、さらに孔径5 μ mのメンブランフィルターでろ過紙し試料液とする。試料液1mlをBGLB培地発酵管に接種し、35 \pm 1.0℃で48 \pm 3時間培養する。ガス発生が認められなかった場合は、大腸菌群陰性と判定する。ガス発生が認められた場合は、培養液の1白金耳量をEMB寒天培地平板に画線塗抹し、35 \pm 1.0℃で24 \pm 2時間培養する。EMB寒天培地上で金属光沢~暗紫赤色の定型的及び非定型的集落を観察されない場合は、大腸菌群陰性と判定する。金属光沢~暗紫赤色の定型的及び非定型的集落を観察された場合は、その集落を乳糖ブイヨン発酵管及び普通寒天斜面培地に移植し、35 \pm 1.0℃で48 \pm 3時間培養する。乳糖ブイヨン発酵管でガスと酸の産生を認めるもので、これに対応する斜面培地上の菌がグラム陰性の無芽胞性の桿菌を大腸菌群と判定する。

下記の希釈水及び培地を使用する。

リン酸緩衝生理食塩水(希釈水)

リン酸一カリウム34gを水500mlに溶解後、1mol/L水酸化ナトリウム溶液約175mlを加え、さらに水を加えて全量1,000mlとして、pH7.2に修正したものを原液とする。この原液1.25mlを生理食塩水(塩化ナトリウム8.5gを水1,000mlに溶解したもの)1,000mlに加える。高压蒸気滅菌(121℃, 15~20分)して用いる。

標準寒天培地

ペプトン	5.0g
酵母エキス	2.5g

ブドウ糖 1.0g

寒天 15.0g

水 1,000ml

全成分を混和し、121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH6.9～7.1。

普通寒天培地

肉エキス 5.0g

ペプトン 10.0g

塩化ナトリウム 5.0g

寒天 15.0g

水 1,000ml

全成分を混和し、121°Cで15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpH7.0～7.2。

定量法 本品約0.02gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロゲルダール法により定量する。

0.005mol/L 硫酸 1ml=0.140mg N

鉄

Iron

Fe

原子量 55.85

定義 本品は鉄 (^{54}Fe , ^{56}Fe , ^{57}Fe , ^{58}Fe) である。

性状 本品は、灰～黒色の粉末又は塊である。

参考規格 (出典: FCC6 『Iron, Reduced』)

含量 本品は鉄(Fe) 96.0%以上を含む。

本品 200mg を 300ml の三角フラスコに量り、2 N 硫酸 50ml を加えてロック付きのブンゼンバルブを用いて蓋をし、水蒸気浴上で溶解するまで加熱する。冷後、煮沸して冷却した水 50ml 及びオルトフェナントロリン試薬 2滴を加え 0.1N 硫酸第二セリウム溶液を用いて滴定する。滴定の終点は、液の赤色が淡青色になるときとする。

0.1N 硫酸第二セリウム溶液 1ml = 5.585mg Fe

純度試験

(1) ヒ素 (As) 8mg/kg以下

本品 1.0g を 2N 硫酸 25ml に加え、水蒸気浴上で水素の発生がおさまるまで加熱する。冷後、水を加えて 35ml とする。

以下、ヒ素限度試験方法 (Appendix III B) により試験を行う。

(2) 鉛 (Pb) 10mg/kg以下

本品 1.0g を 50ml ビーカーに量り、時計皿で蓋をする。できる限り蓋をしたまま塩酸 8ml 及び硝酸 2ml を穏やかに加え、初期の反応が弱まれば水蒸気浴上で乾固する。冷後、残分に 9N 塩酸を加え、必要であれば加温して溶かす。冷後、水 10ml を用いて得られた液を 50ml のメスフラスコに移し、アスコルビン酸-ヨウ化ナトリウム溶液 20ml、トリオクチルホスフィンオキシド溶液 5ml を加え、30秒間振り混ぜ、層に分離することを確認する。有機層がフラスコの首の部分にくるように水を加え、再び降り混ぜ、層に分離することを確認する。得られた有機層を試料液とする。別に硝酸鉛溶液 (100 μg Pb/ml) 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 2ml を 50ml ビーカーに正確に量り、塩酸 8ml 及び硝酸 2ml を加え、時計皿で蓋をし、水蒸気浴で乾固する。以下試料液同様に操作し、得られた有機層を比較液とする。更に、50ml ビーカーに塩酸 8ml 及び硝酸 2ml を加え、時計皿で蓋をし、水蒸気浴で乾固する。以下試料液同様に操作し、得られた有機層を対照液とする。試料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、試料液の吸光度は比較液の吸光度以下である。ただし、4-メチル-2-ペンタノンを使用してゼロ合わせを行う。また、対照液から得られた吸光度は試料液及び比較液の 20% 程度までである。

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(3) 水銀 (Hg) 5mg/kg以下

本品 1.0g を 250ml ビーカーに量り、(1:2) 硝酸 20ml を加え、水蒸気浴上で 45 分間加熱する。更に、(1:3) 塩酸 5ml を加え、水蒸気浴上で本品が溶解するまで加熱する。室温まで冷却後、必要であれば中孔径のろ紙を用いてろ過する。数 ml の水でろ紙を洗い、ろ液にクエン酸ナトリウム溶液 20ml 及びヒドロキシルアミン塩酸塩溶液 1ml を加え、アンモニア溶液を用いて pH を 1.8 に調整する。この液を試料液

とする。別に、水銀標準液 ($5 \mu\text{g Hg}$) 1.0ml を 250ml ビーカーに正確に量り、以下検液の場合と同様に調整し、得られた液を標準液とする。試料液及び標準液をそれぞれ 250ml の分液漏斗に入れ、ジチゾン抽出液 5ml を加えて 1 分間激しく振り混ぜる。クロロホルム層を別の分液漏斗に慎重に移す。クロロホルム層が明らかな緑色でない場合には、残液にさらにジチゾン抽出液 5ml を加えて同様に操作し、クロロホルム層を分離し、先の分液漏斗に移す。更に必要であればこの操作を繰り返す。 $(1:3)$ 塩酸 15ml を集めたクロロホルム層に加え、 1 分間激しく振り混ぜ、慎重に分離してクロロホルム層を捨てる。水層に 0.05M EDTA 二ナトリウム 1ml 及び 6N 酢酸 5ml を加える。更に 6N アンモニア水 5ml を穏やかに加え、冷却する。この液を 150ml のビーカーに移し、 6N アンモニア水又は $(1:10)$ 硝酸を用いて pH を 1.8 に調整し、再び分液漏斗に移す。ジチゾン抽出液を正確に 5.0ml 加え、 1 分間激しく振り混ぜる。層に分離後、漏斗の細部に綿を挿入し、ジチゾン抽出液を試験管に採取する。試料液及び標準液から得られた液を 1cm のセルを用い、クロロホルムを対照として、波長 490nm における吸光度を測定するとき、試料液の吸光度は標準液の吸光度より大きくない。

ナフサ

Petroleum naphtha

- 定 義 石油蒸留物を、精製して得られたものである。成分はパラフィン系及びナフタレン系炭化水素である。
性 状 無色透明、非蛍光性で特有の臭いを有する引火性の揮発性液体である。

参考規格 (出典：CFR 『Petroleum naphtha』)

沸 点 175deg. F—300deg. F

ニストース

Nystose

定 義 ショ糖を酵素（フルクトシルトランスフェラーゼ）処理した後、分離して得られたものである。成分はニストースである。

性 状 白色の結晶粉末で、水溶解時には無色透明で、弱い甘味を示す。

参考規格 （出典：特定保健用食品（規格基準型）制度における規格基準『フラクトオリゴ糖（1）』）

定 義 本品はショ糖をフルクトシルトランスフェラーゼにより酵素反応させたものであり、1-kestose、ニストース、フラクトシルニストースを主成分とするものである。

確認試験 定量法で規定した検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、本品に含まれるフラクトオリゴ糖（1-kestose、ニストース及び 1F-フラクトシルニストース）のピークの保持時間は標準品のピークの保持時間と一致する。

定量法 本品 1.00 g 及びブドウ糖 1.00 g をそれぞれ正確に量り、水を加えて溶かし正確に 100ml とし、以下の操作において、その 10 μ l で液体クロマトグラフィーを行い、ブドウ糖及びニストース（ブドウ糖に対する相対保持時間 3.04）のピーク面積を測定し、ニストースピーク面積のブドウ糖ピーク面積に対する比に 100 を乗じたものを含量（%）とする。

操作条件

検出器 RI 検出器

カラム充填材 細孔径 12nm 孔径 5 μ m の ODS 結合シリカ

カラム管 内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 水

流速 1ml/分

木材チップ

Wood chip

定 義 本品は、カバノキ科ハシバミ (*Corylus heterophylla* Fischer var. *thunberglii* Blume) 又はブナ科ブナ (*fagus crenata* Blume) の幹枝を熱水殺菌したものを、粉砕して得られたものである。

性 状 本品は、木片状及び粉末状である。

参考規格 (国税長官指定告示物品の規格並びに試験方法『その他のおり下げ剤』)

重 金 属 Pbとして5.0 μ g/mg以下

本品約3gを精密に量り、ケルダール分解びんにとり、濃縮し乾固寸前とした後、硝酸5mlを加え、加熱分解する。未分解のときは更に硝酸を添加する。分解が進んだ時点で硝酸過塩素酸(1:1)混液2mlを加え、加熱を続ける。分解液を無色透明とした後、直火でできるだけ過塩素酸を除去し、残留物にN/2塩酸を加え可溶物を完全に溶かし、一定量として原子吸光測定用分解液とする。原子吸光光度計により分解液の鉛中空陰極ランプ283.3nmの吸光度を求め、標準液を用いて作成した検量線から分解液中の鉛含有量を求め、検体中の鉛含有量(mg/kg)に換算する。

ヒ 素 As₂O₃として2.0 μ g/g以下

食品添加物公定書装置Bの方法による。

木炭

Charcoal

定義 本品は、イネ科マダケ (*Phyllostachys bambusoides* Sieb. Et Zucc) 若しくはイネ科モウソウチク (*Phyllostachys heterocycla* Mitf) の茎又はカバノキ科シラカバ (*Butula platyphylla* Sukat. var. *japonica* Hara), チョウセンマツ (*Pinus koraiensis* Sieb. Et Zucc), ブナ科ウバメガシ (*Quercus phylliraeoides*) 等の幹枝又は種子を、炭化して得られたものである。

性状 本品は、黒色の固体である。

確認試験 本品をよく粉碎し、その約0.5gを量り、試験管に入れ、試験管口に送風しながら直火で加熱するとき、燃焼し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通すとき、白濁を生じる。

純度試験 本品をよく粉碎し、110~120°Cで3時間乾燥した後、その4.0gを量り、硝酸(1→100) 0.1mlを加えた水180mlを加え、わずかに沸騰が持続する程度に約10分間加熱する。冷後、水を加えて200mlとし、乾いた定量分析用ろ紙(5種C)でろ過する。初めのろ液約30mlを捨て、残りのろ液をA液として次の(1)~(4)の試験を行う。

(1) 塩化物 Clとして0.53%以下

A液1.0mlを量り、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mlを用いる。

(2) 硫酸塩 SO₄として0.48%以下

A液2.5ml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) 鉛 Pbとして10μg/g以下

A液50mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、残留物に硝酸(1→150) 10mlを加えて溶かし、検液とする。比較液は、鉛標準液1.0mlに硝酸(1→150)を加えて10mlとする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(4) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

A液25mlを量り、水浴上で蒸発乾固し、試料とする。第2法、装置Bを用いる。

研究年月日 : 2008年11月~2009年2月13日
 研究者名 : 日本食品添加物協会 第二部会
 株式会社タイショーテクノス

第4版自主規格「カロブ色素」確認試験(5)、色価測定法改訂の件

目的: 第4版自主規格 着色料「カロブ色素」確認試験(5)及び色価測定方法について再検討する。

- ①確認試験(5)において現在の希釈割合では吸光度が1を越えてしまうことから適正な希釈倍率を検討
- ②現在の色価測定方法では確認試験(5)の計算数値より色価が低く出てしまうことから、その確認方法(色価測定方法)を再検討し規格改定を含めた確認をすることを目的とした。

日本食品添加物協会において第四版自主規格の検証作業を実施した。本改定においては規格を再確認し問題点が出た項目について訂正可能か検討し報告する。

検討方法:

※確認試験(5)

本品の表示量から、色価30に換算して0.1gに相当する量を取り、0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液50mlを加えた後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、波長385~400nmに極大吸収部がある。

※色価測定法

本品約1gを精密に量り、70vol%メタノール30mlを加え、還流冷却器をつけて、80℃の水浴中で20分間加熱し、冷後、遠心分離する。上澄液は別に保存する。遠心管内の残留物は70vol%メタノール30mlを加え、再度還流冷却器をつけ、80℃の水浴中で20分間加熱し、冷後、遠心分離する。上澄液は先の上澄液に加え、70vol%メタノールを加えて正確に100mlとし、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、その5mlを正確に量り、0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に50mlとし検液とする。70vol%メタノール5mlに、0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に50mlにした液を対照液とし、液層の長さ1cmで波長385~400nmの極大吸収部における検液の吸光度Aを測定し、次式により色価を求める。

規格の確認および改定規格の確認

①試験方法:

確認試験(5)において色価30に換算して0.1gに相当する量を取り、0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液100mlを加えた後、定量分析用ろ紙(5種C)でろ過した液は、波長385~400nmに極大吸収部がある。

試験結果:

3ロットについて、3回の分析を行なった結果、吸光度はいずれも1以下に収まった。

吸光度	1回目	2回目	3回目
サンプル①	0.568	0.574	0.575
サンプル②	0.658	0.634	0.666
サンプル③	0.657	0.685	0.664

②試験方法:

色価測定法において本品約1gを精密に量り、0.01mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に100mlとし、遠心分離を行う。上澄液を定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、その5mlを正確に量り、

0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に 50ml とし検液とする。0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液を対照液とし、液層の長さ 1cm で波長 385～400nm の極大吸収部における検液の吸光度 A を測定し、次式により色価を求める

$$\text{色価} = \frac{A}{\text{試料の採取量(g)}} \times 100$$

試験結果：

3 ロットについて、4 回の分析を行なった結果、色価は下記の通りとなった。
以上より、上記測定法による色価測定が可能であると考えられる。

色価	1 回目	2 回目	3 回目	4 回目
サンプル①	57	57	57	58
サンプル②	66	63	66	63
サンプル③	66	68	67	65

参考資料

従来法による試験結果

色価(従来法)	1 回目	2 回目	3 回目
サンプル①	43	43	43
サンプル②	47	47	48
サンプル③	48	50	49

結果：色価測定について、公定書では吸光度の適正範囲が 0.3～0.7 と規定されている。このことから今回の改訂を行う。

色価測定方法については従来の方法が作業的に煩雑なこともあり、またカロブ色素成分の特徴でもあるアルカリ溶解を利用した色価測定方法を検討し、従来の方法では色素成分をすべて抽出しきれていない可能性が考えられることから今回の方法に改定する。なお、本色素の食品への利用は中華麺の利用が多く粉体混合やカンスイに溶解して使用することから試験法の変更については支障のないものと判断した。

規格の改定

極大吸収波長の確認においては、吸光度が 0.3～0.7 の範囲規定から、確認試験 (5) を以下のように変更する。

確認試験 (5) において色価 30 に換算して 0.1g に相当する量を取り、0.02mol/L 水酸化ナトリウム溶液 100ml を加えた後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過した液は、波長 385～400nm に極大吸収部がある。

色価測定法においては、従来の方法では色素成分をすべて抽出しきれていない可能性が考えられる。色価測定法 を以下のように変更する。(数式略)

色価測定法において本品約 1g を精密に量り、0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に 100ml とし、遠心分離を行う。上澄液を定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、その 5ml を正確に量り、0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて正確に 50ml とし検液とする。0.01mol/L 水酸化ナトリウム溶液を対照液とし、液層の長さ 1cm で波長 385～400nm の極大吸収部における検液の吸光度 A を測定し、次式により色価を求める

以上

自主規格

研究年月日：2008年4月～2009年2月13日

研究者名：日本食品添加物協会 第二部会

堀金箔粉株式会社

株式会社ツキオカ

(ヤエガキ発行技研株式会社)

既存添加物 着色料「金」純度試験(2)の改定の件

目的：純度試験(2) Cuとして $50\mu\text{g/g}$ 以下の試験方法について、日本食品添加物協会より検量線の濃度が濃すぎるのではないかとの指摘を受けたことから表現方法について再検討を行った。

検討方法：

(2) 銅 Cuとして $50\mu\text{g/g}$ 以下

本品約0.2gを精密に量り金が溶けるまで王水を加え加熱して溶かす。塩化銀の沈殿物が生成したら完全に溶けるまで塩酸を加える。冷後、塩酸を加えて正確に10mlとし、検液とする。別に原子吸光光度用銅標準原液5mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとし希釈標準原液とする。さらに、1ml、2ml、3ml及び4mlをそれぞれ正確に量り塩酸を加え正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液につき次の条件で原子吸光光度法より試験を行い標準液の吸光度から得た検量線を用いて検液中の銅の量を求める。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

規格の確認および改定規格の確認：添付資料1

結果：現状の検量線の表現は、検液の濃度よりも濃いことや、規格値以下かどうかの判定を行うときに検量線を使う必要性がないため変更した。

規格の改定：

改正案

本品約0.2gを精密に量り金が溶けるまで王水を加え加熱して溶かす。塩化銀の沈殿物が生成したら完全に溶けるまで塩酸を加える。冷後、塩酸を加えて正確に10mlとし、検液とする。別に原子吸光光度用銅標準原液(Cu:1,000mg/L)5mlを正確に量り、水を加えて正確に50mlとする。さらに、1mlを正確に量り塩酸を加え正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液につき次の条件で原子吸光光度法より試験を行い、検液から得られる吸光度は標準液から得られる吸光度を超えない。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

添付資料 1

部会名		会社名・所属	堀金箔粉株式会社		
氏名	林政博	TEL	075-231-5357	Eメール	masahiro@horikin.co.jp

成分規格（「自主規格第4版」）改正要望

1. 成分規格名（食品添加物名）

金

2. 改正項目

純度試験（2） Cuとして50 μ g/g以下

3. 改正内容及び理由

①現行

本品約 0.2g を精密に量り金が溶けるまで王水を加え加熱して溶かす。塩化銀の沈殿物が生成したら完全に溶けるまで塩酸を加える。冷後、塩酸を加えて正確に 10ml とし、検液とする。別に原子吸光度用銅標準原液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とし希釈標準原液とする。さらに、1ml、2ml、3ml 及び 4ml をそれぞれ正確に量り塩酸を加え正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき次の条件で原子吸光度法より試験を行い標準液の吸光度から得た検量線を用いて検液中の銅の量を求める。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

②改正案

本品約 0.2g を精密に量り金が溶けるまで王水を加え加熱して溶かす。塩化銀の沈殿物が生成したら完全に溶けるまで塩酸を加える。冷後、塩酸を加えて正確に 10ml とし、検液とする。別に原子吸光度用銅標準原液（Cu:1,000mg/L）5ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とする。さらに、1ml を正確に量り塩酸を加え正確に 100ml とし、標準液とする。検液及び標準液につき次の条件で原子吸光度法より試験を行い、検液から得られる吸光度は標準液から得られる吸光度を超えない。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.8nm

③理由

検量線の方が、検液の濃度よりも濃いこと及び規格値以下かどうかの判定を行うため、検量線を使う必要がないことから、規格値上限の吸光度との比較をもって判定することとした。

4. 改正案に関わる検討結果

なし

以上