

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  
株式会社第一化成

第4版自主規格 着色料「クローロ色素」確認試験(3)改訂の件

目的：第4版自主規格 着色料「クローロ色素」確認試験(3)について再検討する。

日本食品添加物協会において第4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(3)

本品の表示量から、色価20に換算して0.5gに相当する量を取り、水を加えて100mlとし、この溶液5mlに塩化第二鉄溶液(1→50)を2ml加えるとき、赤褐～黒褐色の沈殿を生じる。

規格の確認および改定規格の確認： 添付資料1

結果：沈殿の確認に対し、沈殿物と溶液との色調差があまり認められず、また沈殿量が少なく沈降性により判定が難しいことが考えられることから今回の遠心分離の方法を導入した。

規格の改定：

改正案

本品の表示量から、色価20に換算して0.5gに相当する量を取り、水を加えて100mlとし、この溶液5mlに塩化第二鉄溶液(1→50)を2ml加えるとき、赤褐～黒褐色の沈殿を生じる。沈殿が確認しにくい場合は毎分3,000回転で10分間の遠心分離を行う。

以上

## 添付資料 1

部会名	第二部会	会社名・所属	株式会社 第一化成 研究開発センター			
氏名	江頭 俊彦	TEL	075-581-4126	Eメール	t_egashira@daiichi-kasei.co.jp	

### 第4版既存添加物自主規格 成分規格改正要望

#### 1. 成分規格名（食品添加物名）

クローロ色素

#### 2. 改正項目

##### 確認試験(3)

本品の表示量から、色価 20 に換算して 0.5g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この溶液 5ml に塩化第二鉄溶液（1→50）を 2ml 加えるとき、赤褐～黒褐色の沈殿を生じる。

#### 3. 改正内容及び理由

##### ○確認試験(1)

##### ①現行

本品の表示量から、色価 20 に換算して 0.5g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この溶液 5ml に塩化第二鉄溶液（1→50）を 2ml 加えるとき、赤褐～黒褐色の沈殿を生じる。

##### ②改正案

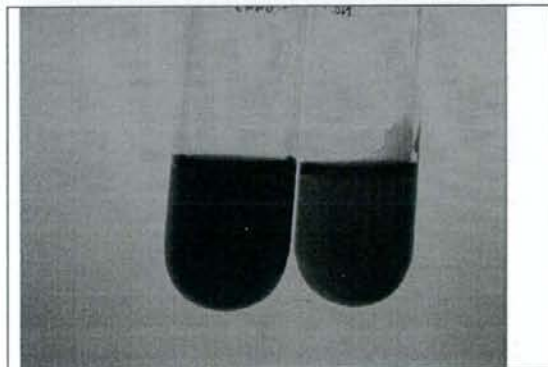
本品の表示量から、色価 20 に換算して 0.5g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この溶液 5ml に塩化第二鉄溶液（1→50）を 2ml 加えるとき、赤褐～黒褐色の沈殿を生じる。沈殿が確認しにくい場合は毎分 3,000 回転で 10 分間の遠心分離を行う。

##### ③理由

沈殿の確認に関し、より確認しやすくするため。

#### 4. 改正案に関わる検討結果

添付写真の左側は遠心分離前、右側が遠心分離（毎分 3,000 回転、10 分間）処理後の写真



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  
 三栄原エフ・エフ・アイ株式会社  
 OCI 株式会社

既存添加物 着色料「タマネギ色素」色価測定方法改訂の件

目的：第4版自主規格 着色料「タマネギ色素」色価測定方法について再検討する。

日本食品添加物協会において第4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：

※色価測定方法

測定する吸光度が0.3～0.7の範囲になるように、本品を精密に量り、炭酸ナトリウム（無水）溶液（1→1,000）50mlを加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとする。その液5mlを正確に量り、クエン酸緩衝液（pH7.0）を加えて正確に100mlとし、検液とする（必要があれば遠心分離し、その上澄液を用いる）。クエン酸緩衝液（pH7.0）を対照とし、液層の長さ1cmで波長480～500nmの極大吸収部における検液の吸光度Aを測定し、次式より色価を求める。

$$\text{色価} = \frac{A}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 200$$

規格の確認および改定規格の確認： 添付資料1

結果：タマネギ色素の極大吸収部においては、第二版化学的合成品以外の自主規格（平成5年）に設定した当時500nmの固定波長による色価測定法を規格化していた。第三版作成時に測定波長の範囲の設定を行うことになり480～500nmで設定した。しかしながら、極大部の吸収が分光光度計で測定できないことや、タマネギ色素成分の黄色が強い場合も極大吸収部が出ないことがあった。今回極大吸収曲線がショルダーを示す原体について固定波長の設定が必要と判断し規格改定を実施した。

規格の改定：

改正案（数式略）

測定する吸光度が0.3～0.7の範囲になるように、本品を精密に量り、炭酸ナトリウム（無水）溶液（1→1,000）50mlを加えて溶かし、水を加えて正確に100mlとする。その液5mlを正確に量り、クエン酸緩衝液（pH7.0）を加えて正確に100mlとし、検液とする（必要があれば遠心分離し、その上澄液を用いる）。クエン酸緩衝液（pH7.0）を対照とし、液層の長さ1cmで波長480～500nmの極大吸収部における検液の吸光度Aを測定し、次式より色価を求める。なお、極大吸収部が測定できない場合は測定波長490nmとする。

以上

## 添付資料 1

2009年2月6日  
三栄源エフ・エフ・アイ(株)

### 第4版既存添加物自主規格 タマネギ色素 色価測定法について

#### 【目的】

先般の第4版既存添加物自主規格 成分規格確認試験法の検証を受け、当社保管の各種タマネギ色素を確認しましたところ、色価測定法に記載の480～500nmに極大吸収波長が検出されないものがありましたため、ご報告差し上げます。

#### 【方法】

〔供試サンプル〕

タマネギ色素A、BおよびC（ロット不明）。

〔測定法〕

第4版既存添加物自主規格 タマネギ色素 色価測定法に準じました。ただし、算出式の係数は修正値の200としました。（第4版既存添加物自主規格平成20年10月 記載タマネギ色素の係数は誤記）

《測定条件》

使用機材：日本分光(株)製 分光光度計 V-560

測定波長：400～700nm

走査速度：100nm/min

データ取り込み間隔：1.0nm

#### 【結果】

下表に示しました。また、スペクトルは次ページに示しました。

サンプル名	極大吸収波長(nm)
タマネギ色素A	495
タマネギ色素B	491
タマネギ色素C	検出されず*

\*検出範囲を470～510nmなど狭い範囲で指定した場合も、検出されませんでした。

#### 【まとめ】

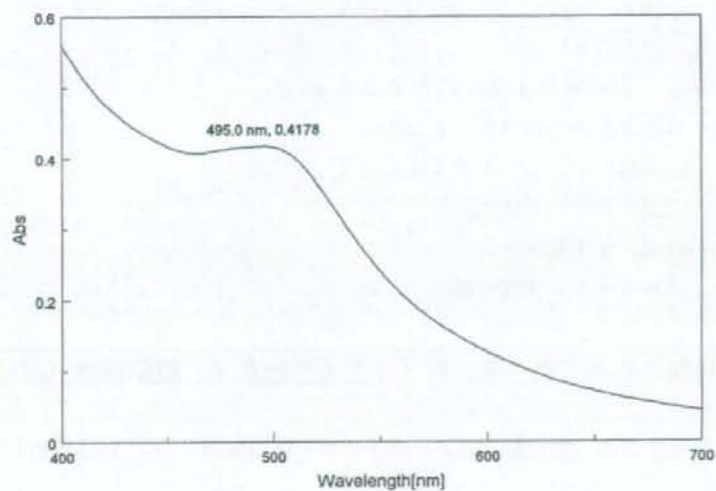
極大吸収波長が検出されない原因としては、原料であるタマネギりん茎の乾燥度合いのばらつき等の要因により、色素のカラメル化が進んだ原料から抽出を行った場合、自主規格記載の範囲内に極大吸収波長が検出されないタマネギ色素ができるのではないかと推察致しました。

今回の結果より、極大吸収波長の検出されないタマネギ色素の流通が確認されましたため、色価算出には480～500nmの極大吸収波長における吸光度ではなく、490nmなど固定波長における吸光度を用いることを提案致します。

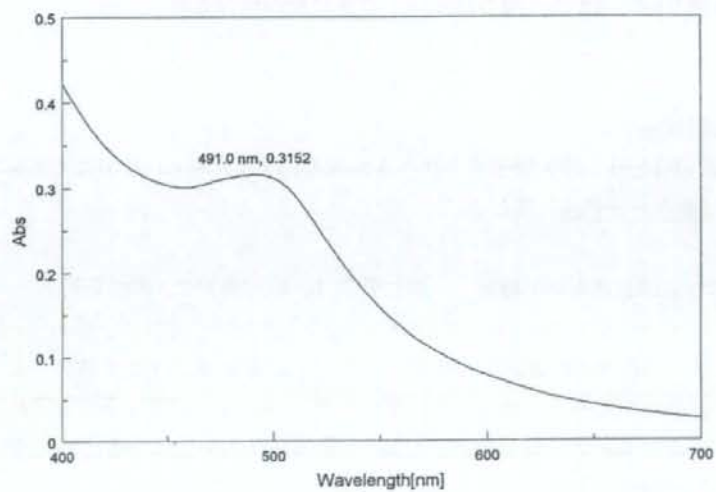
以上

[スペクトル]

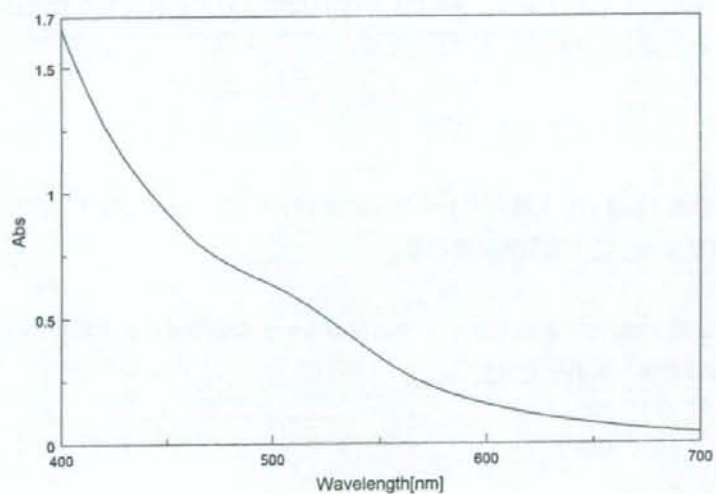
タマネギ色素 A



タマネギ色素 B



タマネギ色素 C



## 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

三栄源エフ・エフ・アイ株式会社

三菱化学フーズ株式会社

日農化学工業株式会社

理研ビタミン株式会社

一般飲食物添加物 着色料「赤ダイコン色素」確認試験(2)改訂の件

目的：第四版自主規格 着色料「赤ダイコン色素」確認試験(2)における色調の表現について再検討する。

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(2)

(1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は紫赤～黄褐色に変わる。

規格の確認および改定規格の確認： 添付資料1、添付資料2、添付資料3

結果：赤ダイコン色素の確認試験(2)については、試験液をアルカリ性にしたとき時間的に色調の表現が変わる可能性が示唆された。そのため「～」では範囲を示すことになるが、色調変化はアルカリ添加直後に暗青紫や紫赤を呈し、最終的に黄褐色になるため、「紫赤を経て黄褐色に変化する」が適当である。

4社報告中3社指摘され、現状においても問題ないと考えられるがより正確な判断として改定提案とした。しかしながら、表現においては問題ない可能性もあり公定書収載などで統一性を求められた場合再度検討することとした。

規格の改定：

改正案①

(1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は紫赤を経て黄褐色に変わる。

改定案②

(1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は紫赤～黄褐色を呈する。

以上

## 添付資料 1

部会名	2	会社名・所属	三栄源エフ・エフ・アイ㈱		
氏名	西山 浩司	TEL	06-6333-0521	Eメール	knisiyama@saneigenffi.co.jp

### 第4版既存添加物自主規格 成分規格改正要望

#### 1. 成分規格名（食品添加物名）

アカダイコン色素

#### 2. 改正項目

確認試験(2)

#### 3. 改正内容及び理由

○確認試験(2)

①現行

(1) の溶液 15ml に、水酸化ナトリウム溶液（1 → 25）5 ml を加えてアルカリ性にするとき、液の色は紫赤～黄褐色に変わる。

②改正案

(1) の溶液15ml に、水酸化ナトリウム溶液（1 → 25）5 ml を加えてアルカリ性にするとき、液の色は紫赤を経て黄褐色に変わる。

③理由

「～」では範囲を示すことになるが、色調変化は紫赤では止まらず最終的に黄褐色になるため、「紫赤を経て黄褐色に変化する」が適当である。

#### 4. 改正案に関わる検討結果

別紙のとおり

以上

〔別紙〕

2009年1月7日

三栄源エフ・エフ・アイ株式会社  
第三事業部 ナチュラルロダク&カー研究室

第4版既存添加物自主規格 アカダイコン色素 確認試験(2)の検証

【試料】

- 1; アカダイコン色素 A
- 2; アカダイコン色素 B
- 3; アカダイコン色素 C

【試験方法】

第4版既存添加物自主規格 確認試験(2)の項目に順じた。

【結果】

- 1; 液の色は紫赤を経て黄褐色に変化した。
- 2; 液の色は紫赤を経て黄褐色に変化した。
- 3; 液の色は紫赤を経て黄褐色に変化した。

写真を次ページに示した。

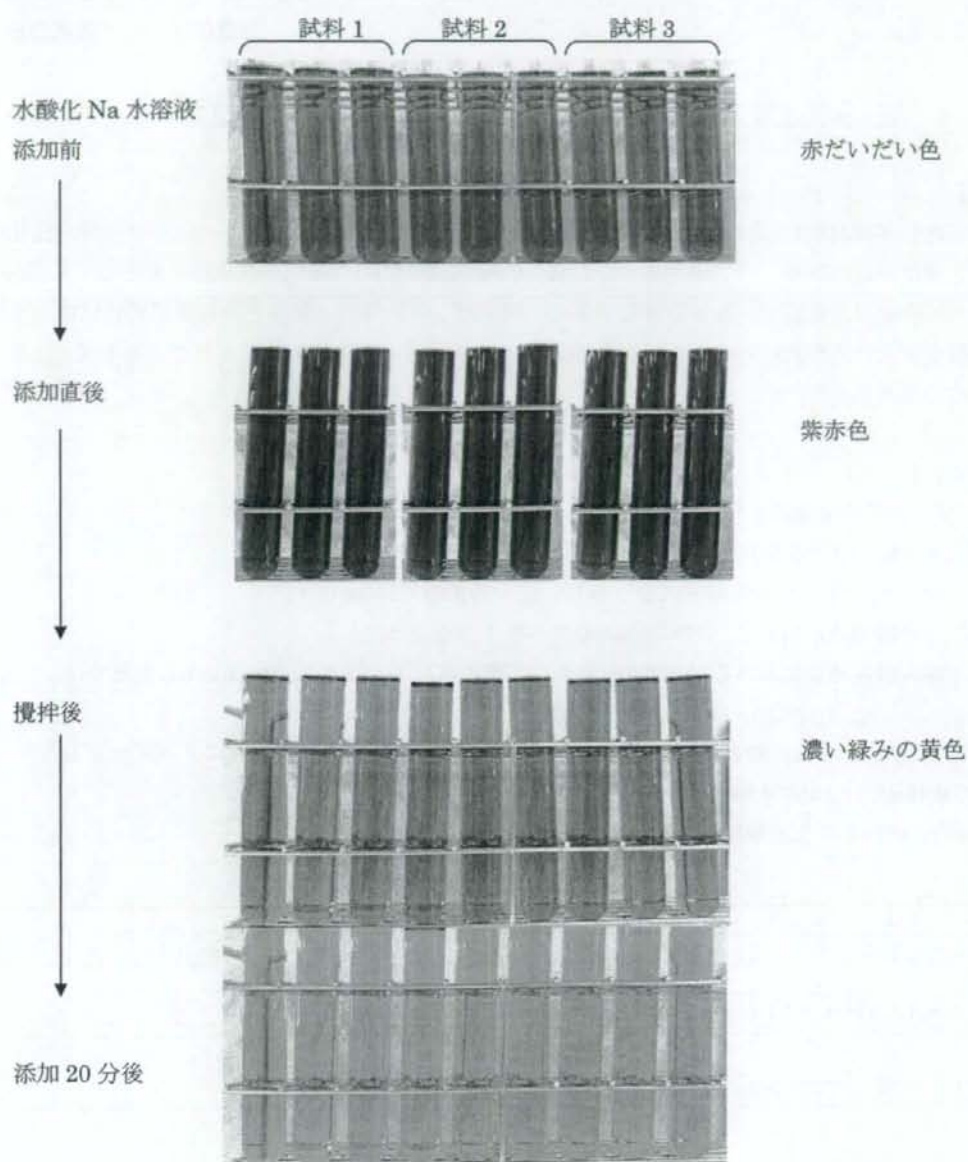
【まとめ】

液の色の変化は紫赤で止まらず、黄褐色に変化した。

以上



[結果写真]



自主規格第4版「アカダイコン色素」確認試験(2)の再検証

【目的】

天然色素三色会平成21年1月度例会において、日添協第二部会長会社(三栄源エフ・エフ・アイ株式会社)より、自主規格検証の結果、「アカダイコン色素」の確認試験(2)の「紫赤～黄褐色に変わる」の部分は、実際の試験結果と齟齬があるとの意見が多く、例えば、「経時的に紫赤色から黄褐色には変わる」など、表現を変えた方が良くはないかとの提案があり、その再検証を要請されたことを受け、担当会社で改めて実施した。

【試験内容】

- (1) サンプルの色価を確認した。
  - ① pH2.80のクエン酸・クエン酸三ナトリウム緩衝液を作った。
  - ② 約0.01gのサンプルを精密に量り取り、①の緩衝液で100mlにメスアップした。
  - ③ ①の緩衝液を対照に、350~780nmのスペクトルをとった。
  - ④ 極大吸収波長における吸光度Aを求め、下記の式に当てはめて色価(10%E)を求めた。  

$$\text{色価}(10\%E) = (A \times 10) / (\text{希釈倍率} \times 100)$$
- (2) 色価40に換算して1gに相当する量を取り、pH3.0のクエン酸緩衝液で100mlにメスアップした。
- (3) (2)の液15mlに、1Mの水酸化ナトリウム溶液5mlを加えた。
- (4) 経時的に色調の変化を観察・撮影した。

【結果と考察】

サンプル	希釈	極大吸収波長 (nm)	吸光度A	色価(10%E)
MFC製品A(LOT80428A)	0.0100/100	512.0	0.588	588.0

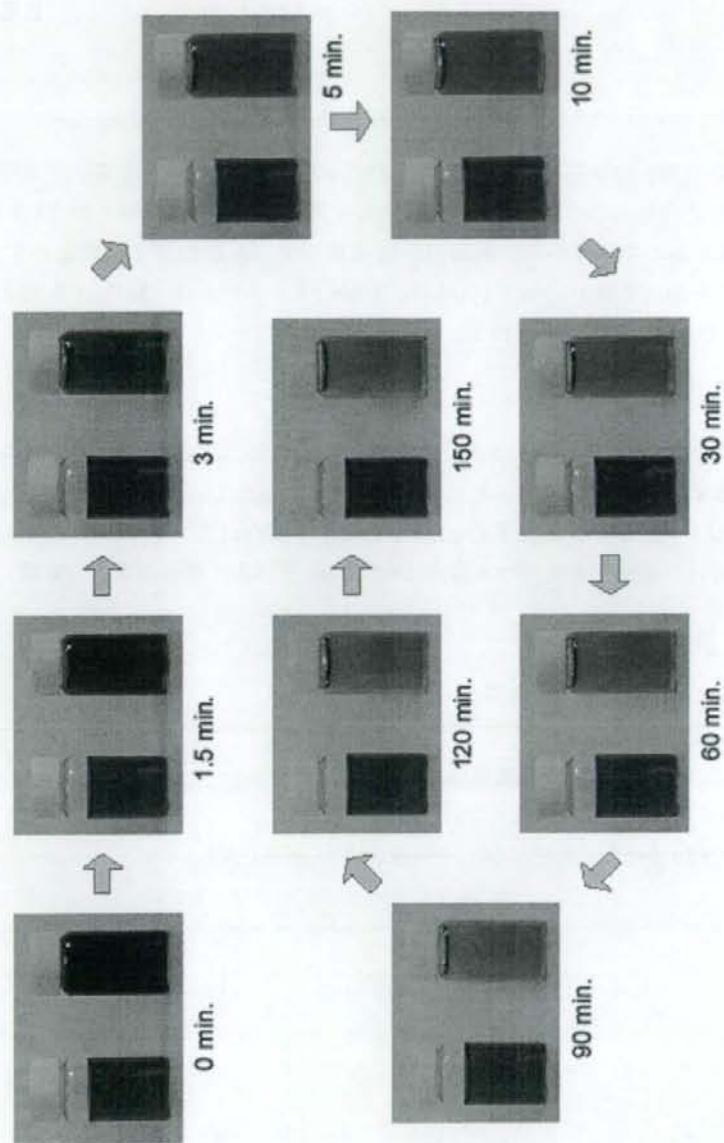
これにより、手順(2)では0.068gを計量した。

色調変化は別紙の通り。

目視で色調変化が確認出来る時間は、NaOH溶液を入れた直後から10min.までであり、特に直後から5min.までの変化は著しかった。また、写真で変化がはっきりと判るのは30min.までであった。

以上より、確認試験(2)の文言は、提案の「紫赤色から黄褐色には変わる」に替えるのが妥当と考える。また、時間軸の規定については、「経時的」を「数分で」あるいはより具体的数字を入れるかは、今後各社の結果も併せて議論する必要があると考える。

## 自主規格第4版「アカダイコン色素」確認試験(2)の検証



2009年2月16日

「アカダイコン色素」確認試験(2)の再検証

日農化学工業株式会社

目的:

「アカダイコン色素」の自主規格における確認試験(2)について、液色の変化が実態に即していないのではないかという各社からの指摘があった。そこで該当部分の確認試験を再度行い評価を行った。

確認試験(2)「本品の表示量から、色価 40 に換算して 1g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0)100ml を加えて溶かした液 15ml に、水酸化ナトリウム(1→25)5ml を加えてアルカリ性にする時、液の色は紫赤～黄褐色に変わる。」

方法:

①弊社製品「ニチノーカー R-R200A (Lot. 081118,色価 211.0(E10%cm))」から、色価 40 に換算して 1g に相当する量を 100ml 容メスフラスコに秤り取った。

②①のメスフラスコにクエン酸緩衝液(pH3.0)を加えて 100ml にメスアップして試験液を作成した。

③②の液 15ml に、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5ml を加え、液色の変化を観察した。

結果:

水酸化ナトリウム溶液添加直後;暗青紫色

↓

～約 30 分後;徐々に暗青紫色→薄暗黄緑色に変化

↓

2～3 時間;やや緑がかった黄褐色になり、その後はほとんど変化なし

以上

## 自主規格

研究年月日：2008年4月～2009年2月19日  
 研究者名：日本食品添加物協会 第二部会  
 三栄源エフ・エフ・アイ株式会社  
 長谷川香料株式会社  
 理研ビタミン株式会社  
 癸巳化成株式会社

### 一般飲食物添加物 着色料「エルダーベリー色素」確認試験の自主規格見直しの件

## 目的：

- ①第四版自主規格 着色料「エルダーベリー色素」において流通実態を再調査し色価の見直しを行う。  
 ②第四版自主規格 着色料「エルダーベリー色素」確認試験(2)における色調の表現について再検討する。  
 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：

色価

本品の色価(E10%1cm)は40以上で、その表示量の90～110%を含む。

※確認試験(2)

(1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→2.5)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は暗青～暗緑色に変わる

## 規格の確認および改定規格の確認：

色価

添付資料1

確認試験(2) 添付資料2 添付資料3 添付資料4

結果：エルダーベリー色素については自主規格設定当時から時間が経過し、様々なタイプの原体流通が確認され、今回再度検証により色価及び確認試験の色調設定を見直す必要が出た。タイプの違いとは、果実の鮮度(生・乾燥)や生産地、品種、製法の違いによるものと考えられる。今回の原体については生産国が異なっていた。

設定当初の流通確認で、色価40以上に設定したが更に低い原体が流通確認されたことから変更する。また、色価変更により確認試験及び純度試験の一部が変更される。

確認試験(2)においては、暗青～暗緑色という色調に関して、アルカリ添加直後から短時間でその色調領域を逸脱する原体が確認された。

## 規格の改定：

改正案

色価

本品の色価(E10%1cm)は20以上で、その表示量の90～110%を含む。

本色価改訂により確認試験及び純度試験の一部が変更される。

確認試験(1)本品の表示量から、色価20に換算し2gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0)100mlを加えて溶かした液は赤～暗赤色を呈する。

純度試験(4)メタノール 0.10%以下(色価20に換算)

確認試験(2)

(1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→2.5)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は暗青～暗緑色に変わり、その後褐色に変わる場合がある。

以上

## 添付資料 1

部会名	2	会社名・所属	三栄源エフ・エフ・アイ㈱			
氏名	西山 浩司	TEL	06-6333-0521	氏名	西山 浩司	

### 第4版既存添加物自主規格 成分規格改正要望

#### 1. 成分規格名（食品添加物名）

エルダーベリー色素

#### 2. 改正項目

色価

#### 3. 改正内容及び理由

○色価

##### ①現行

本品の色価（E10%1cm）は40以上で、その表示量の90～110%を含む。

##### ②改正案

本品の色価（E10%1cm）は20以上で、その表示量の90～110%を含む。

##### ③理由

色価40未満の原体の流通実績があるため。改正案の値はブドウ果汁色素を参考とした。

#### 4. 改正案に関わる検討結果

別紙のとおり

以上

[別紙]

2009年1月7日

三栄源エフ・エフ・アイ株式会社  
第三事業部カラー&ナチュラルラボ研究室

第4版既存添加物自主規格 エルダーベリー色素 色価 の検証

【試料】

- 1; エルダーベリー色素 A
- 2; エルダーベリー色素 B
- 3; エルダーベリー色素 C

(A、B は同じ国で生産されたもので、C は生産国が異なっていた。)

【試験方法】

第4版既存添加物自主規格 色価 の項目に順じた。

【結果】

下表にまとめた。

	試料 1	試料 2	試料 3
1 回目	184.3	252.0	33.8
2 回目	187.1	253.2	34.0
平均値	185.7	252.6	33.9

【まとめ】

色価 40 未満の原体が流通していることが確認された。

以上

## 添付資料 2

平成21年1月29日

### 第4版自主規格<エルダーベリー色素>確認試験(2)の検証について

長谷川香料株式会社

#### 1, 第4版自主規格 エルダーベリー色素 確認試験の記載文面

- (1) 本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0)100mlを加えて溶かした液は赤～暗赤色を呈する。
- (2) (1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は暗青～暗緑色に変わる

#### 2, 試験サンプル

エルダーベリー色素 B LOT.A 色価(10%E)250

#### 3, 試験方法

試験サンプルを0.16gとり、クエン酸緩衝液(pH3.0)を100ml加え攪拌混合した。この液15mlを100mlビーカーに入れ、水酸化ナトリウム水溶液(1→25)5mlを加えた後の色調変化を30秒ごとに4分経過まで記録した。

試験は①水酸化ナトリウム添加直後のみ攪拌し静置したもの、および②水酸化ナトリウム添加後攪拌を継続して行ったものについて行った。

#### 4, 結果

##### ①水酸化ナトリウム添加直後のみ攪拌し静置したもの



アルカリ  
添加前

アルカリ  
添加直後

0.5min

1.0min

1.5min



2.0min

2.5min

3.0min

3.5min

4.0min

##### ②水酸化ナトリウム添加後攪拌を継続して行ったもの





アルカリ  
添加前

アルカリ  
添加直後

0.5min

1.0min

1.5min



2.0min

2.5min

3.0min

3.5min

4.0min

## 5. 所見

確認試験(2)に記載されている暗青～暗緑色という色調に関して、今回試験を行ったエルダーベリー色素 B ではアルカリ添加直後から 1.5min 程度でその色調領域を逸脱することが確認された。

アルカリ添加後の色調について、以下の様な改訂が必要と考える。

- 「液の色は暗青～暗緑色に変わる」 → 「添加直後において液の色は暗青～暗緑色に変わる」  
→ 「液の色は暗青～暗緑色～褐色に変わる」  
→ 「液の色は暗青～暗緑色に変わる。その後褐色に変わる場合がある。」  
など。

以上

### 添付資料 3

平成21年1月30日

添付資料

部会	第二	会社・所属	癸巳化成株式会社 企画開発部		
氏名	土井 巖	Tel	045-788-3091	e-mail	i.doi@kishikasei.com

第4版自主規格

エルダーベリー色素 確認試験(2)の検証

添加物名：エルダーベリー色素

試験試料 NC-B レッドELC LOT060818

検証事項：確認試験項目(2)

課題：エルダーベリー色素の確認試験 項目(2) (確認試験項目(1)で調製したクエン酸緩衝液(pH3)の色素液15mlに対し、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加えてアルカリ性にするとき、液の色は暗青～暗緑色に変わる)

について、アルカリ添加前、添加直後、5分後、30分後、60分後のそれぞれを写真に撮り、添付しました。

写真により、対象の着色料は、自主規格通りの記述の通りに挙動したことが確認できました。

試験区

確認結果

添付1：アルカリ添加前	確認試験(1)にて表現通り赤色
添付2：添加直後	液色 暗青緑色
添付3：5分後	液色 暗緑色
添付4：30分後	液色 暗緑黄色
添付5：60分後	液色 暗緑黄色



所見 確認試験は直後から5分の範囲での作業と認識しており、当試験試料においては自主規格記述通りで差し支えないものとする。

以上

2009年2月19日

三栄源エフ・エフ・アイ株式会社  
第三事業部 カラー&ケミカルプロダクト研究室

第4版既存添加物自主規格 エルダーベリー色素 確認試験(2) の検証

【試料】

1; エルダーベリー色素 A 色価 196.4

【試験方法】

第4版既存添加物自主規格 確認試験(2)の項目に準じた。

試験には 50mL ビーカーを用い、色素溶液へ水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mLを添加直後に攪拌し、その後静置して色調変化を記録した。

【結果】



アルカリ添加前  
暗赤色



アルカリ添加攪拌直後  
暗青色



1分後  
暗青色



5分後  
暗青緑色



15分後  
暗い黄みの緑色



30分後  
褐色を帯びた  
暗い黄緑色

アルカリ添加後、液の色調は経時的に黄みを帯び、褐色に向かって変化していくことが確認された。

【まとめ】

液の色調は、アルカリ添加から15分程度は、暗青～暗緑色の範疇であるため、現行の記述通りで問題ないと考えます。

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

三栄源エフ・エフ・アイ株式会社

一般飲食物添加物 着色料「ブドウ果汁色素」確認試験(1)改訂の件

目的：第4版自主規格 着色料「ブドウ果汁色素」確認試験(1)における色調の表現について再検討する。

日本食品添加物協会において第4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(1)

本品の表示量から、色価20に換算して2gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0)100mlを加えて溶かした液は、赤～赤だいたい色を呈する。

規格の確認および改定規格の確認： 添付資料1

結果：ブドウ果汁色素については自主規格作成当時から時間が経過し、様々なタイプの原体流通が確認されている。今回再度検証により確認試験(1)を確認したところ、暗赤色を呈するタイプが流通していた。色調についての表現については、「赤～赤だいたい色」よりも、「赤だいたい～暗赤色」が適当と思われる。

規格の改定：

改正案

本品の表示量から、色価20に換算して2gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0)100mlを加えて溶かした液は、赤だいたい～暗赤色を呈する。

以上