

第十三部会（製造用剤等）

第 9 版食品添加物公定書新規収載既存添加物候補品目の成分規格の 整備に関する調査研究報告書

日本食品添加物協会 第十三部会
富田製薬株式会社
日本新薬株式会社

1. 研究目的

第 9 版食品添加物公定書新規収載既存添加物候補品目の成分規格案を検討・作成し、その検討結果につき検証を加えた。

2. 検討結果及び考察

1) 骨焼成カルシウム

国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部による検証で、含量規格及びリン酸塩の確認試験方法の見直しが必要であることが判明した。

2) サンゴ未焼成カルシウム

国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部から委託された財団法人食品分析開発センターによる検証の結果、全試験項目について問題なく試験を行うことができ、規格値にも合格していた。

3) ラクトフェリン濃縮物

国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部による検証の結果、全試験項目について問題なく試験を行うことができ、規格値にも合格していた。ただ、第 8 版食品添加物公定書の作成時のコメントを鑑み、定量法（たん白質中のラクトフェリン）の見直しを加える必要があると思われる。

以 上

骨焼成カルシウム

1. はじめに

本報告は、既存添加物「骨焼成カルシウム」について、株式会社エヌ・シー・コーポレーションが取りまとめた規格及び試験方法を、第9版食品添加物公定書に新規収載候補品目として、日本食品添加物協会第一三部会にて追加検討を行った。

2. 検討結果並びに考察

国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部による検証で、含量規格及びリン酸塩の確認試験方法の見直しが必要であることが判明した。

3. 規格及び試験方法等

別添のとおり。

以 上

骨焼成カルシウム

Calcinated Bone Calcium

骨カルシウム

定 義 本品は、獣骨又は魚骨を、焼成して得られたものである。主成分はリン酸カルシウムである。

含 量 本品を乾燥したものは、リン酸三カルシウム $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2=310.18]$ 95.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～灰白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品を硝酸銀溶液 (1→50) で湿らせるとき、黄色を呈する

(2) 本品 0.1g に酢酸 (1→4) 5mL を加えて煮沸し、冷後ろ過し、ろ液にシュウ酸アンモニウム溶液 (1→30) 5mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0g を量り、水 100mL を加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5分間煮沸する。冷後、定量分析用ろ紙 (5種 C) でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、残留物の質量を量る。

(2) 鉛 Pb として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下 (溶媒抽出法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\mu\text{g/g}$ 以下

本品 0.50g を量り、塩酸 (1→4) 5mL を加えて溶かし、試料溶液とする。装置 B を用いる。

乾燥減量 2.0%以下 (200℃, 3時間)

定 量 法 本品を乾燥し、その約 0.3g を精密に量り、塩酸 (1→4) 10mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 200mL とし、試料溶液とし、カルシウム塩定量法の第2法により定量する。

0.02mol/L EDTA 溶液 1mL = 2.068mg $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

【別添2】 検証結果及び特記事項

1. 含 量

1) 検証結果

骨焼成カルシウム	エヌ・シー・コーポレーション			規格値
	0908	0911	1003	
含量 (%)	101.6	101.9	102.3	95.0%以上

2) コメント (抜粋)

- ・含量規格の修正が必要。
- ・「〇〇～△△%を含む」が適している。

2. 確認試験(1)

1) 検証結果

オルトリン酸塩類の定性反応を呈さず (黄色にならず), 灰白色になった。

2) コメント

試験方法の変更が必要。不純物として含まれている塩化物 (Cl) と硝酸銀との反応が優位に進むためと思われる。

3. 確認試験(2)

1) 検証結果

試験操作が適切に出来ることを確認。

2) コメント

特になし。

4. 純度試験(1) 塩酸不溶物 0.50%以下

1) 検証結果

骨焼成カルシウム	エヌ・シー・コーポレーション			規格値
	0908	0911	1003	
塩酸不溶物 (%)	0.049	0.038	0.028	0.50%以下

試験操作が適切に出来ることを確認。

2) コメント

規格値を 0.1% にすることを要検討。

【別添3】規格対比表

今回の検討は、第4版既存添加物自主規格集に記載の規格及び試験方法に準じているため、対比表の添付を省略する。ただし、純度試験の重金属に変わり新たに鉛が設定された。

サンゴ未焼成カルシウム

1. はじめに

本報告は、既存添加物「サンゴ未焼成カルシウム」について、明治製菓株式会社を取りまとめた規格及び試験方法を、第9版食品添加物公定書に新規収載候補品目として、日本食品添加物協会第一三部会にて追加検討を行った。

2. 検討結果並びに考察

国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部から委託された財団法人食品分析開発センターによる検証の結果、全試験項目について問題なく試験を行うことができ、規格値にも合格していた。

3. 規格及び試験方法等

別添のとおり。

サンゴ未焼成カルシウム

Non-calcinated Coral Calcium

コーラルカルシウム

サンゴカルシウム

定義 本品は、イシサンゴ目 (Scleractinia) の造礁サンゴを、殺菌、乾燥し、粉末にして得られたものである。主成分は炭酸カルシウムである。

含量 本品を乾燥したものは、炭酸カルシウム ($\text{CaCO}_3=100.10$) 85.0%以上を含む。

性状 本品は、白～淡黄白色の粉末である。

確認試験 本品 1g に水 10ml 及び酢酸 (1→4) 7ml を加えるとき、泡立って溶ける。この液を煮沸した後、アンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 1.0%以下

本品 5.0g を量り、水 10ml を加え、かき混ぜながら徐々に塩酸 12ml を滴加し、更に水を加えて全量を 200ml とする。この液を定量分析用ろ紙 (5種C) でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯でよく洗った後、ろ紙と共に灰化し、その質量を量る。

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

(3) アルカリ金属及びマグネシウム 12.0%以下

本品 1.0g を量り、塩酸 (1→10) 30ml を徐々に加えて溶かし、煮沸して二酸化炭素を追い出す。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム溶液 (1→25) 60ml を加え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて 100ml とし、よくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液 50ml を量り、硫酸 0.5ml を加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その質量を量る。

(4) 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 2.0%以下 (105°C, 3時間)

定量法 本品を乾燥し、その約 1g を精密に量り、塩酸 (1→4) 10ml に徐々に加えて溶かし、水を加えて正確に 100ml とし、検液とし、カルシウム塩定量法中の第1法により定量する。

0.05mol/L EDTA 溶液 1 ml = 5.004mg CaCO_3

【別添2】 検証結果及び特記事項

1. 含 量

1) 検証結果

サンゴ未焼成 カルシウム	明治製菓株式会社			規格値
	CCP8FN11	CCP7AT03	CCP9CE01	
含量 (%)	89.9	90.9	89.9	85.0%以上
	90.6	91.0	89.6	

2) コメント (抜粋)

全て規格に適合した。

2. 性状

1) 検証結果

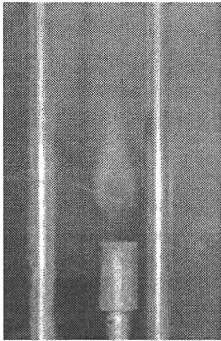
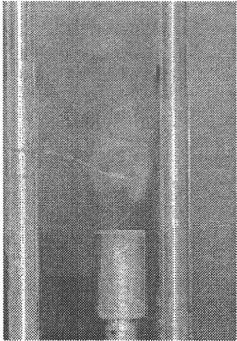
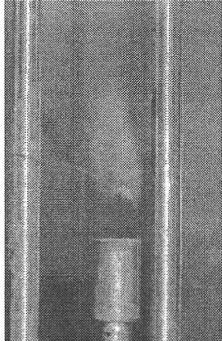
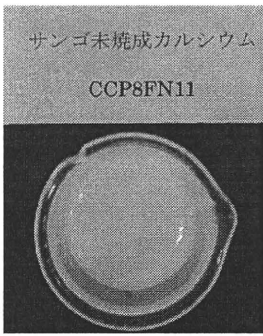
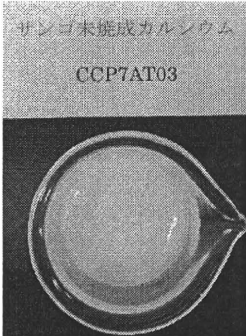
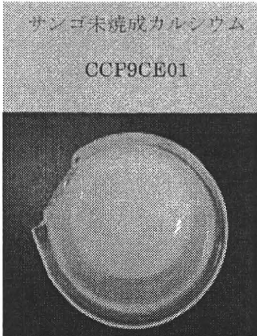
白色の粉末であり、全て規格に適合した。

2) コメント

特になし。

3. 確認試験

1) 検証結果

サンゴ未焼成カル シウム	明治製菓株式会社		
	CCP8FN11	CCP7AT03	CCP9CE01
確認試験 (溶解)	適合	適合	適合
確認試験 (カルシウム塩 の反応 (1))	適合 	適合 	適合 
確認試験 (カルシウム塩 の反応 (2))	適合 	適合 	適合 

全て規格に適合した。

- 2) コメント
特になし。

4. 純度試験 (1) 塩酸不溶物

1) 検証結果

サンゴ未焼成 カルシウム	明治製菓株式会社			規格値
	CCP8FN11	CCP7AT03	CCP9CE01	
塩酸不溶物 (%)	適 (1.7)	適 (2.0)	適 (1.5)	3.0%以下
	適 (1.7)	適 (1.9)	適 (1.7)	

全て規格に適合した。

- 2) コメント
特になし。

5. 純度試験 (3) アルカリ金属及びマグネシウム

1) 検証結果

サンゴ未焼成 カルシウム	明治製菓株式会社			規格値
	CCP8FN11	CCP7AT03	CCP9CE01	
アルカリ金属及び マグネシウム (%)	適 (4.5)	適 (4.7)	適 (5.1)	12.0%以下
	適 (4.5)	適 (4.9)	適 (5.0)	

全て規格に適合した。

- 2) コメント
特になし。

6. 純度試験 (4) ヒ素

1) 検証結果

サンゴ未焼成 カルシウム	明治製菓株式会社			規格値
	CCP8FN11	CCP7AT03	CCP9CE01	
ヒ素 ($\mu\text{g/g}$)	適	適	適	4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下
	適	適	適	

全て規格
全て規格に適合した。

- 2) コメント
特になし。

【別添3】規格対比表

今回の検討は、第4版既存添加物自主規格集に記載の規格及び試験方法に準じているため、対比表の添付を省略する。ただし、純度試験の重金属に変わり新たに鉛が設定された。

ラクトフェリン濃縮物

1. はじめに

本報告は、既存添加物「ラクトフェリン濃縮物」について、森永乳業株式会社が取りまとめた規格及び試験方法を、第9版食品添加物公定書に新規収載候補品目として、日本食品添加物協会第一三部会にて追加検討を行った。

2. 検討結果並びに考察

検証用規格の作成にあたり、国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部よりご指摘いただいた意見を反映させるべく検討した。なお、以下に示す規格及び試験方法は検討中のものを中間的に取りまとめたものである。

3. 規格及び試験方法等

別添のとおり。

以 上

【別添 1】 検討中の規格及び試験方法

ラクトフェリン濃縮物

Lactoferrin Concentrates

含 量 本品を乾燥物換算したものは、窒素 (N=14.01) 14.0~16.5%を含み、たん白質中にラクトフェリン 85.0%以上を含む。

性 状 本品は、淡赤だいたい~濃赤褐色の粉末で、においが無い。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1→100) 10ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1ml を加え、更に硫酸銅溶液 (1→8) 1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1→20) 10ml に希塩酸を 1ml 加えるとき、溶液の赤色は消える。
- (3) 本品及びラクトフェリン 0.1g ずつにそれぞれ塩化ナトリウム溶液 (3→100) 50ml を加えて溶かし、検液及び比較液とする。検液及び比較液 25 μ l を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、比較液の主ピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 280nm)

カラム充てん剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用ブチル化ポリビニルアルコール

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管

カラム温度 30~40 $^{\circ}$ C の一定温度

移動相

A : トリフルオロ酢酸を 0.03%含むアセトニトリル/塩化ナトリウム溶液 (3→100) 混液 (10 : 90)

B : トリフルオロ酢酸を 0.03%含むアセトニトリル/塩化ナトリウム溶液 (3→100) 混液 (50 : 50)

濃度勾配 A : B (50 : 50) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を 30 分間行う。

流量 主ピークの保持時間が約 10 分となるよう調整する。

純度試験

(1) 液性 pH5.2~7.2 (1.0g, 水 50ml)

(2) 鉄 Fe として 0.050%以下

本品 0.5g を量り、水を加えて溶かし、塩酸 1ml 及び水を加え 100ml とし、検液とする。別に鉄標準液 25ml を正確に量り、塩酸 1ml 及び水を加えて正確に 100ml 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を測定するとき、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 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

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

乾燥減量 6.0%以下 (105 $^{\circ}$ C, 5 時間)

強熱残分 2.5%以下

定量法

(1) 窒素

本品約 20mg を精密に量り，窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し，更に乾燥物換算を行う。

(2) たん白質中のラクトフェリン

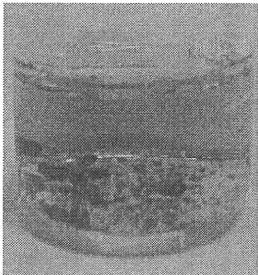
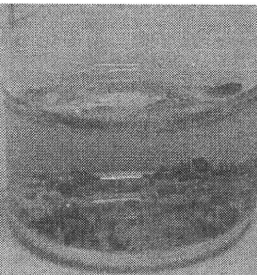

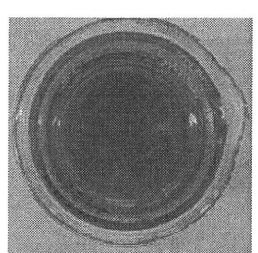
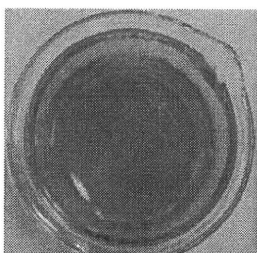
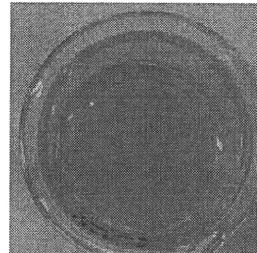
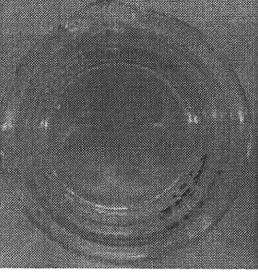

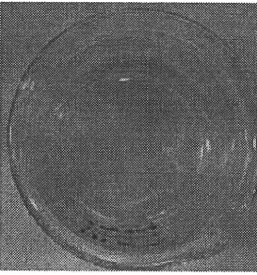
本品約 0.1g を量り，塩化ナトリウム溶液（3→100）を加えて溶かして 50ml とし，検液とする。検液 25 μl を量り，確認試験(3)と同様の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い，ピーク面積を自動積分法により測定する。主ピークをラクトフェリンのピークとし，主ピークの保持時間の 2 倍の範囲までに，溶出するすべてのピーク面積を測定し，全ピーク面積に対する主ピーク面積の比をラクトフェリン含量とする。

$$\text{ラクトフェリンの含量} = \frac{\text{主ピーク面積}}{\text{総ピーク面積}} \times 100\%$$

【別添 2】 検証結果

表 1. 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部による規格試験結果

ラクトフェリン 濃縮物	森永乳業(株)			規格値
	Morinaga Lactoferin			
	MLF-1290709	MLF-2 251007	MLF-2 200308	
含 量 窒素(乾燥物換算)	適 (15.3%)	適 (15.8%)	適 (15.3%)	14.0~16.5%
	適 (15.2%)	適 (14.5%)	適 (14.9%)	
含 量 たん白質中のラ クトフェリン	適 (99.6%)	適 (99.7%)	適 (99.7%)	たん白質中のラ クトフェリン 85.0%以上
	適 (99.6%)	適 (99.5%)	適 (99.5%)	
性 状	適 (淡赤だいたい 粉末)	適 (淡赤だいたい 粉末)	適 (淡赤だいたい 粉末)	
確認試験 (1)	適	適	適	
	適	適	適	
確認試験 (2)	適	適	適	
	適	適	適	
確認試験 (3)	適	適	適	
	適	適	適	
純度試験 (1) 液 性	p H6.2	p H5.8	p H5.9	p H5.2~7.2
	p H6.2	p H5.8	p H5.9	
純度試験 (2) 鉄	適(0.001%未満)	適(0.001%未満)	適(0.001%未満)	Feとして 0.050%以下
	適(0.001%未満)	適(0.001%未満)	適(0.001%未満)	
純度試験 (4) ヒ 素	適 (0.5 μ g/g)	適 (0.4 μ g/g)	適 (0.6 μ g/g)	As ₂ O ₃ として 4.0 μ g/g以下
	適 (0.4 μ g/g)	適 (0.5 μ g/g)	適 (0.4 μ g/g)	
乾燥減量	適(0.6%)	適(1.5%)	適(2.5%)	6.0%以下
	適(0.6%)	適(1.5%)	適(2.5%)	
強熱残分	適(0.1%)	適(0.2%)	適(0.1%)	2.5%以下
	適(0.3%)	適(0.2%)	適(0.2%)	

結果写真	MLF-1290709	MLF-2 251007	MLF-2 200308
確認試験(1)			
確認試験(2) (添加前)			
確認試験(2) (添加後)			

【別添3】 検討継続中の規格及び試験方法

ラクトフェリン濃縮物

Lactoferrin Concentrates

定 義 本品は、ほ乳類の乳から得られた、ラクトフェリンを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、窒素 (N=14.01) 14.0~16.5% 含み、ラクトフェリン 85.0% 以上を含む。

性 状 本品は、淡赤橙~濃赤褐色の粉末で、においが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→100) 10mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 1mL を加え、更に硫酸銅溶液 (1→8) 1 滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。

(2) 本品 1g に水 20mL を徐々に加えて溶かした後、希塩酸を 1mL 加えるとき、溶液の赤色は消える。

(3) 本品及びラクトフェリン 0.1g ずつにそれぞれ塩化ナトリウム溶液 (3→100) 50mL を加えて溶かし、検液及び比較液とする。検液及び比較液 25 μ L を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、比較液の主ピークの保持時間と一致する。

操作条件

検出器 紫外外部吸収検出器 (測定波長 280nm)

カラム充てん剤 5 μ m のブチル基を化学結合したポリビニルアルコールゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管

カラム温度 30~40 $^{\circ}$ Cの一定温度

移動相 A トリフルオロ酢酸を0.03%含むアセトニトリル/塩化ナトリウム溶液 (3→100) 混液 (10 : 90)

B トリフルオロ酢酸を0.03%含むアセトニトリル/塩化ナトリウム溶液 (3→100) 混液 (50 : 50)

濃度勾配 A : B (50 : 50) から (0 : 100) までの直線濃度勾配を25分間行う。

流量 0.8mL/分

純度試験 (1) 液性 pH5.2~7.2 (1.0g, 水 50mL)

(2) 鉄 Fe として 0.050% 以下

本品0.5gを量り、水を加えて溶かし、塩酸1mL及び水を加え100mLとし、検液とする。別に鉄標準液25mLを正確に量り、塩酸1mL及び水を加えて正確に100mL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を測定するとき、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 鉄中空陰極ランプ

分析線波長 248.3nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(3) 鉛 Pb として 1.0 μ g/g 以下 (10.0g, 第1法)

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

乾燥減量 6.0% 以下 (105 $^{\circ}$ C, 5時間)

強熱残分 2.5%以下

定量法 (1) 窒素 本品約20mg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窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。

(2) ラクトフェリン

本品約0.1gを精密に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて溶かして正確に50mLとし、検液とする。別に定量用ラクトフェリン約0.2gを精密に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて溶かして正確に50mLとし、標準液とする。更にこの標準液5mLずつを正確に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて正確に10mL、20mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ25 μ Lずつ量り、確認試験(3)と同様の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のラクトフェリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のラクトフェリンの面積から検液中のラクトフェリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。

$$\text{ラクトフェリンの含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のラクトフェリンの量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{100 - \text{定量用ラクトフェリンの乾燥減量 (\%)}}{100 - \text{試料の乾燥減量 (\%)}} \times 100$$

追加する試薬・試液

ラクトフェリン(定量用) 本品は、淡赤橙色～濃赤褐色の粉末である。

確認試験 本品の水溶液(1→100) 10mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10) 1mLを加え、更に硫酸銅溶液(1→8) 1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。また、本品1gに水10mLを徐々に加えて溶かした後、希塩酸を1mL加えるとき、溶液の赤色は消える。

純度試験

(1) 比吸光度 E 1% 1cm (280nm) = 12.5～13.0

本品0.1gを精密に量り、水を加えて溶かして200mLとし、孔径0.45 μ mのメンブレンフィルターでろ過して検液とする。この液の波長280nmにおける吸光度を測定し、乾燥物換算する。

(2) 類縁物質 本品約0.2gをとり、塩化ナトリウム溶液(3→100) 50mLとし、検液とする。この液1mLを正確に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液25 μ Lにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液中の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。面積測定範囲は、主ピーク保持時間の2倍までとする。

操作条件 「ラクトフェリン濃縮物」の定量操作条件を準用する。

乾燥減量 6.0%以下(105 $^{\circ}$ C, 5時間)

ブチル基を化学結合したポリビニルアルコールゲル 液体クロマトグラフィー用に製造した上質のものを用いる。

【別添4】規格対比表

項目	第9版規格(案)	第4版既存添加物自主規格
名称	ラクトフェリン濃縮物	ラクトフェリン濃縮物
含量	本品を乾燥物換算したものは、窒素(N=14.01) 14.0~16.5%含み、ラクトフェリン85.0%以上を含む。	本品を乾燥物換算したものは、窒素(N=14.01) 14.0~16.5%含み、たん白質中にラクトフェリン85.0%以上を含む。
性状	本品は、淡赤橙~濃赤褐色の粉末で、においが無い。	本品は、淡赤だいたい~濃赤褐色の粉末で、においが無い。
確認試験		
(1)	本品の水溶液(1→100) 10mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10) 1mLを加え、更に硫酸銅溶液(1→8) 1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。	本品の水溶液(1→100) 10mLに水酸化ナトリウム溶液(1→10) 1mLを加え、更に硫酸銅溶液(1→8) 1滴を加えて振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じ、液は紫色を呈する。
(2)	本品1gに水20mLを徐々に加えて溶かした後、希塩酸を1mL加えるとき、溶液の赤色は消える。	本品の水溶液(1→20) 10mLに希塩酸を1mL加えるとき、溶液の赤色は消える。
(3)	本品及びラクトフェリン0.1gずつにそれぞれ塩化ナトリウム溶液(3→100) 50mLを加えて溶かし、検液及び比較液とする。検液及び比較液25 μ lを量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、比較液の主ピークの保持時間と一致する。	本品及びラクトフェリン0.1gずつにそれぞれ塩化ナトリウム溶液(3→100) 50mLを加えて溶かし、検液及び比較液とする。検液及び比較液25 μ lを量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、比較液の主ピークの保持時間と一致する。
純度試験		
(1) 液性	pH 5.2~7.2 (1.0g, 水 50mL)	pH 5.2~7.2 (1.0g, 水 50mL)
(2) 鉄	Feとして0.050%以下	Feとして0.050%以下
(3) 鉛	Pbとして1.0 μ g/g以下(10.0g, 第1法)	—
(4) 重金属	—	Pbとして20 μ g/g以下(1.0g, 第2法, 比較液 鉛標準液2.0mL)
(5) ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第2法, 装置B)	As ₂ O ₃ として4.0 μ g/g以下(0.50g, 第2法, 装置B)
乾燥減量	6.0%以下(105℃, 5時間)	6.0%以下(105℃, 5時間)
強熱残分	2.5%以下	2.5%以下
定量法		
(1) 窒素	本品約20mgを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。	本品約20mgを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により窒素を定量し、更に乾燥物換算を行う。
(2) たん白質中のラクトフェリン	本品約0.1gを精密に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて溶かして正確に50mLとし、検液とする。別に定量用ラクトフェリン約0.2gを精密に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて溶かして正確に50mLとし、標準液とする。更にこの標準液5mLずつを正確に量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて正確に10mL, 20mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ25 μ Lずつ量り、確認試験(3)と同様の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のラクトフェリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のラクトフェリンの面積から検液中のラクトフェリンの量(g)を求め、次式により含量を求める。	本品約0.1gを量り、塩化ナトリウム溶液(3→100)を加えて溶かして50mLとし、検液とする。検液25 μ Lを量り、確認試験(3)と同様の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を自動積分法により測定する。主ピークをラクトフェリンのピークとし、主ピークの保持時間の2倍の範囲までに、溶出するすべてのピーク面積を測定し、全ピーク面積に対する主ピーク面積の比をラクトフェリン含量とする。

【別添5】規格設定の根拠及び特記事項

本品目は、第8版食品添加物公定書作成の際に、新規収載候補品目としてあがっていたが、定量法の試験方法が全面積中の主ピーク面積をもって設定され、ラクトフェリンの含量としていたため等の理由で、第9版以降に持ち越しとなった品目である。

上記問題点を解決すべく、森永乳業株式会社と定量法の改定作業をしていたところ、第4版自主規格集収載の試験方法をもって、検証作業が進行したため、当該修正箇所が反映されないまま、第9版食品添加物公定書への収載品目としての検証となった。その後、規格及び試験方法の手直しが加えられた。

別紙資料2

既存添加物の規格基準に関する国際比較