

Fig. 2-19. 塩化コリン (ATR 法 : すり混ぜ長時間)

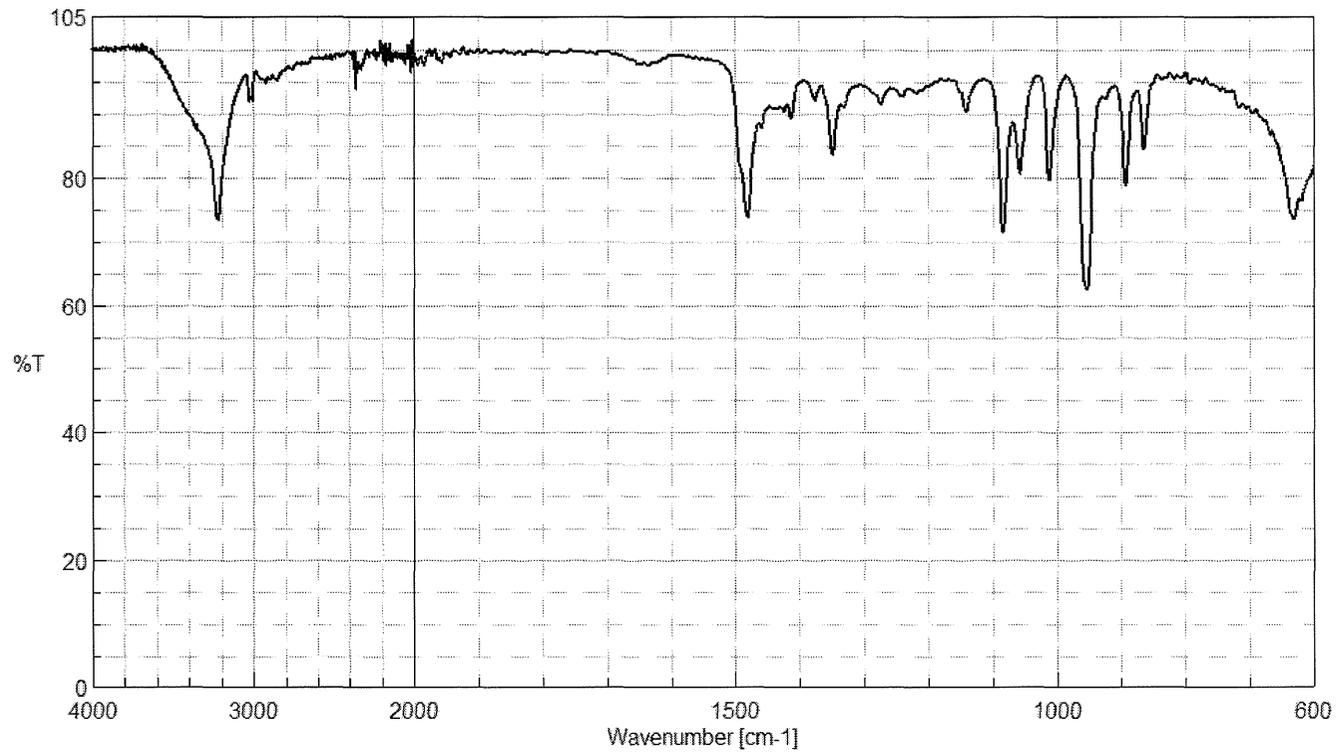


Fig. 2-20. 塩化コリン (ATR 法 : NaCl 粉末添加すり混ぜ)

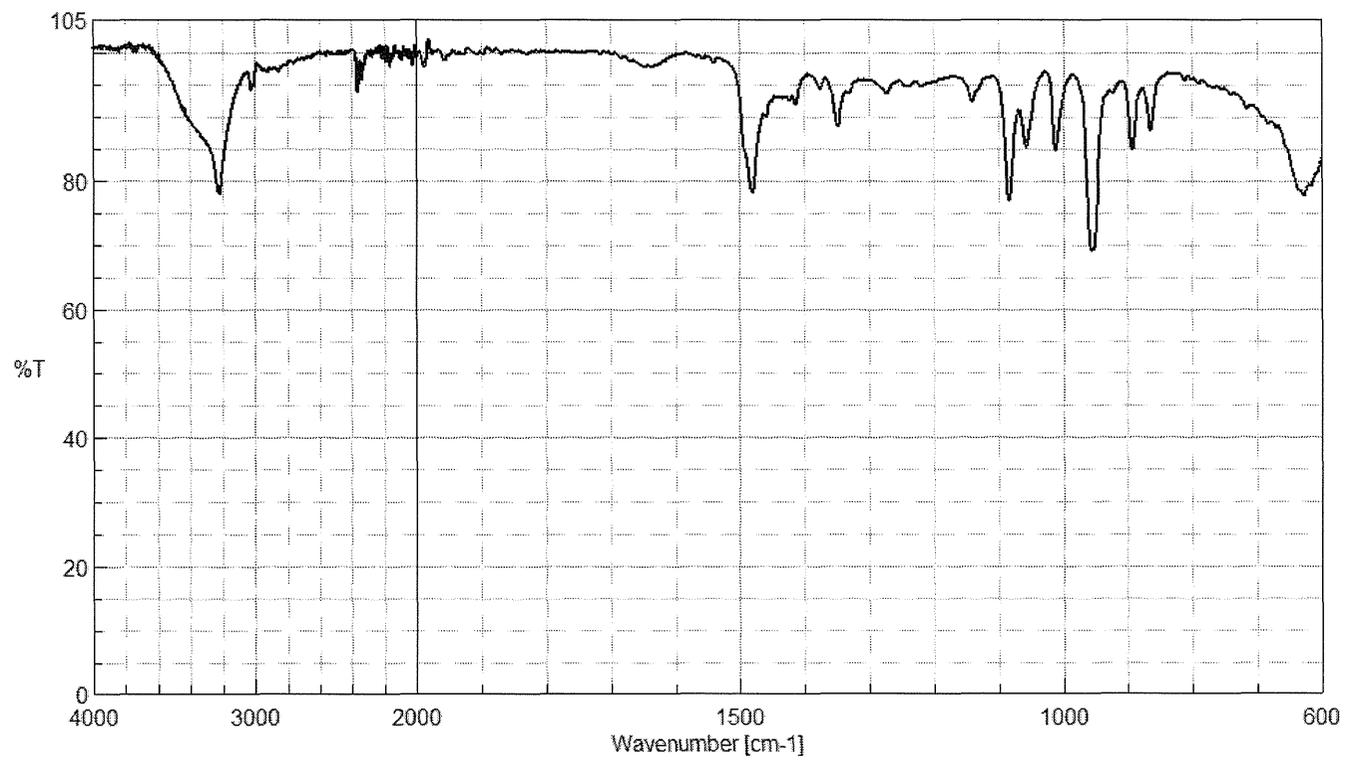


Fig. 2-21. 塩化コリン (ATR 法 : KCl 粉末添加すり混ぜ)

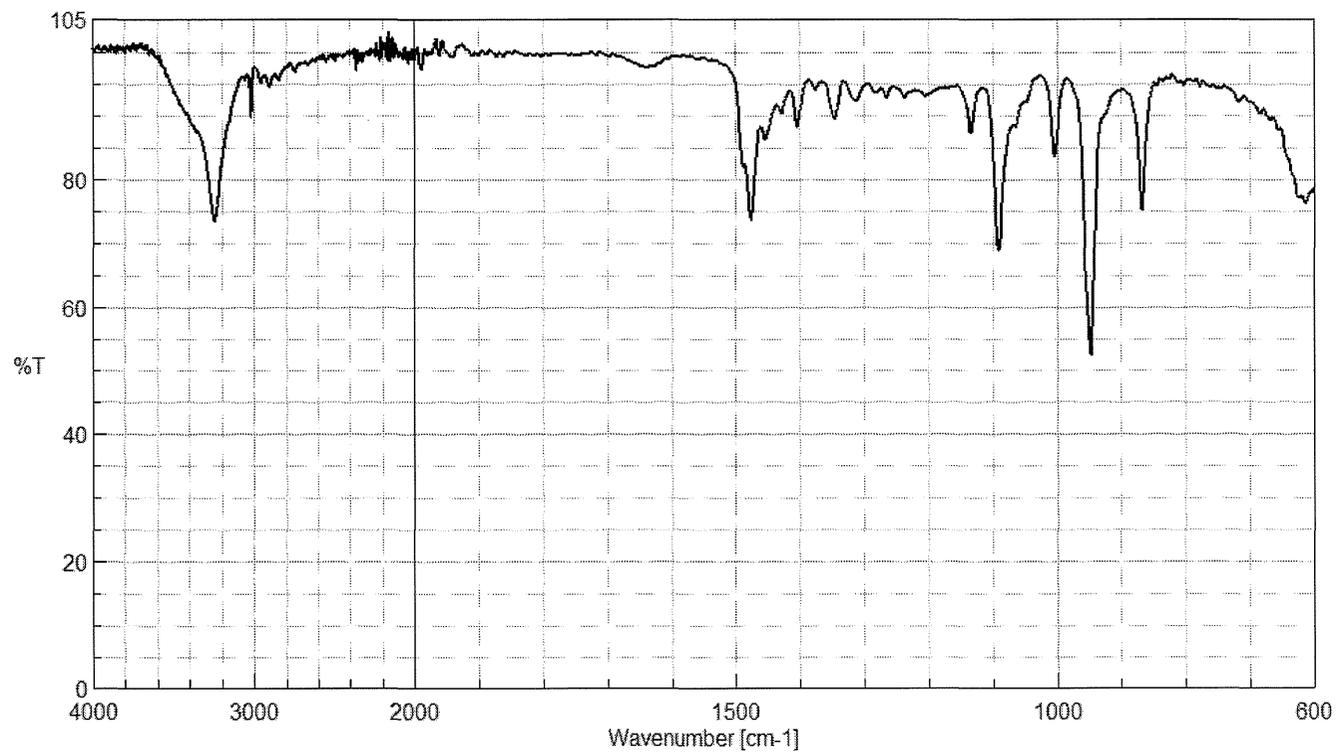


Fig. 2-22. 塩化コリン (ATR 法 : KBr 粉末添加すり混ぜ)

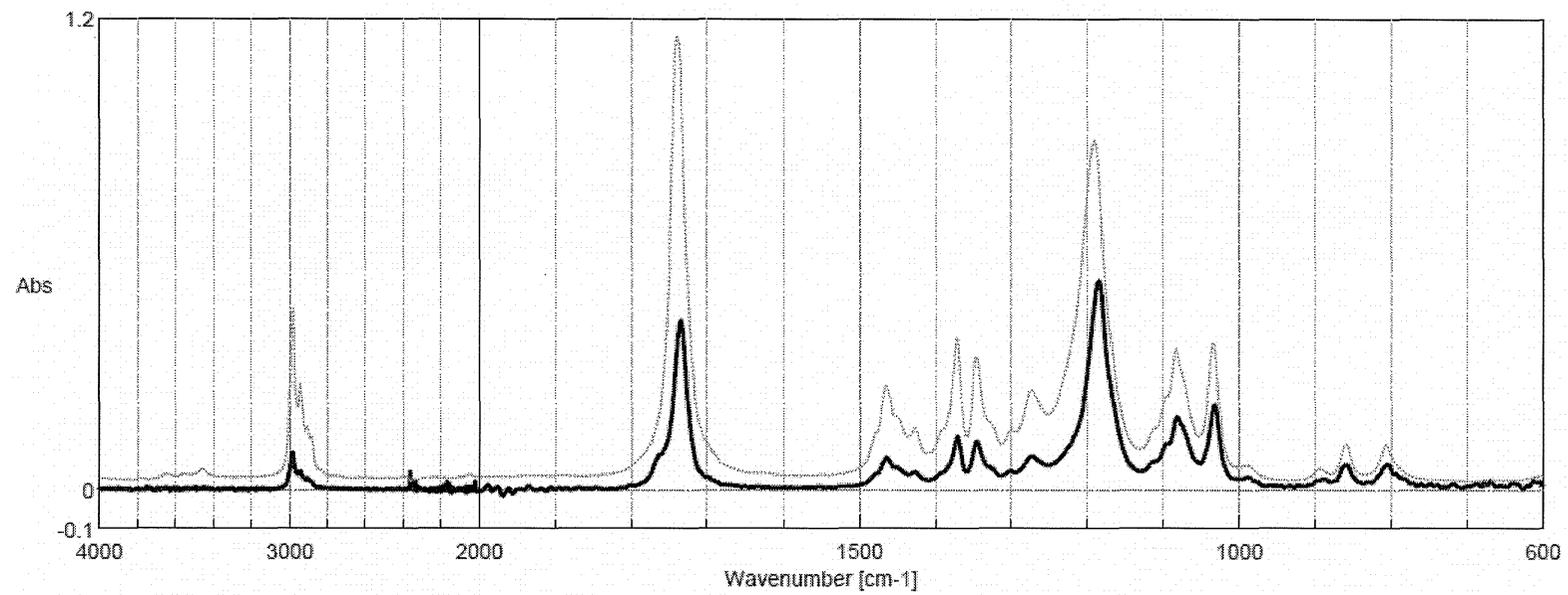


Fig. 2-23. プロピオン酸エチル (直線 : ATR 法, 破線 : 液膜法)

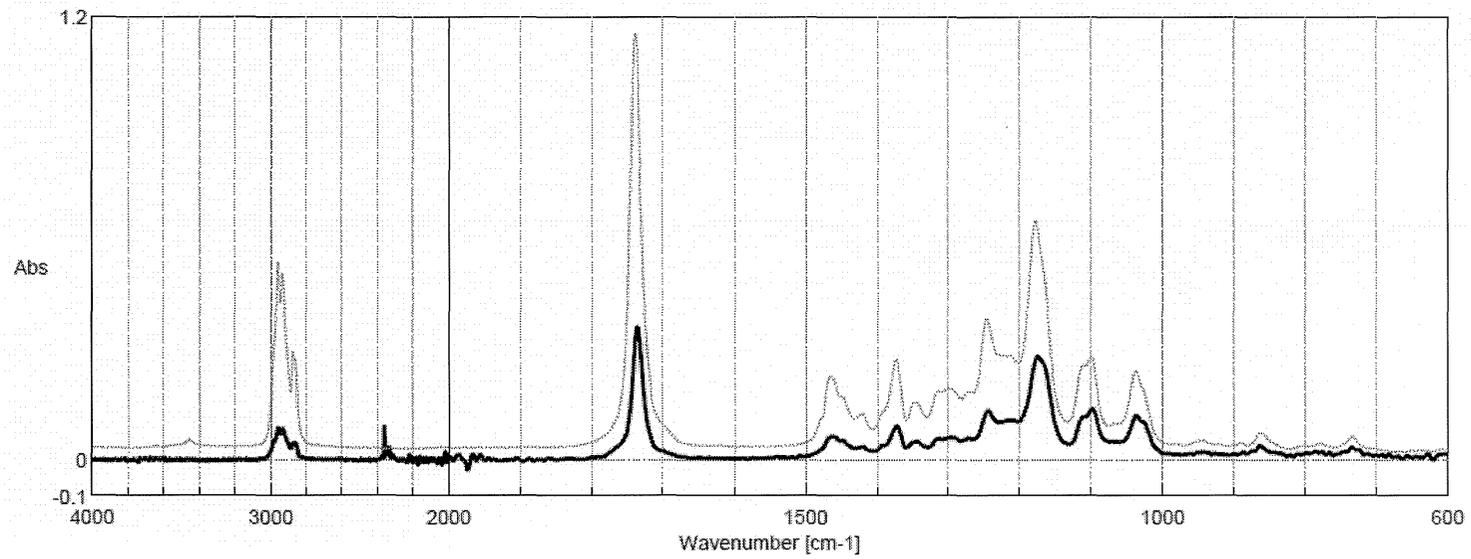


Fig. 2-24. ヘキサン酸エチル (直線 : ATR 法, 破線 : 液膜法)

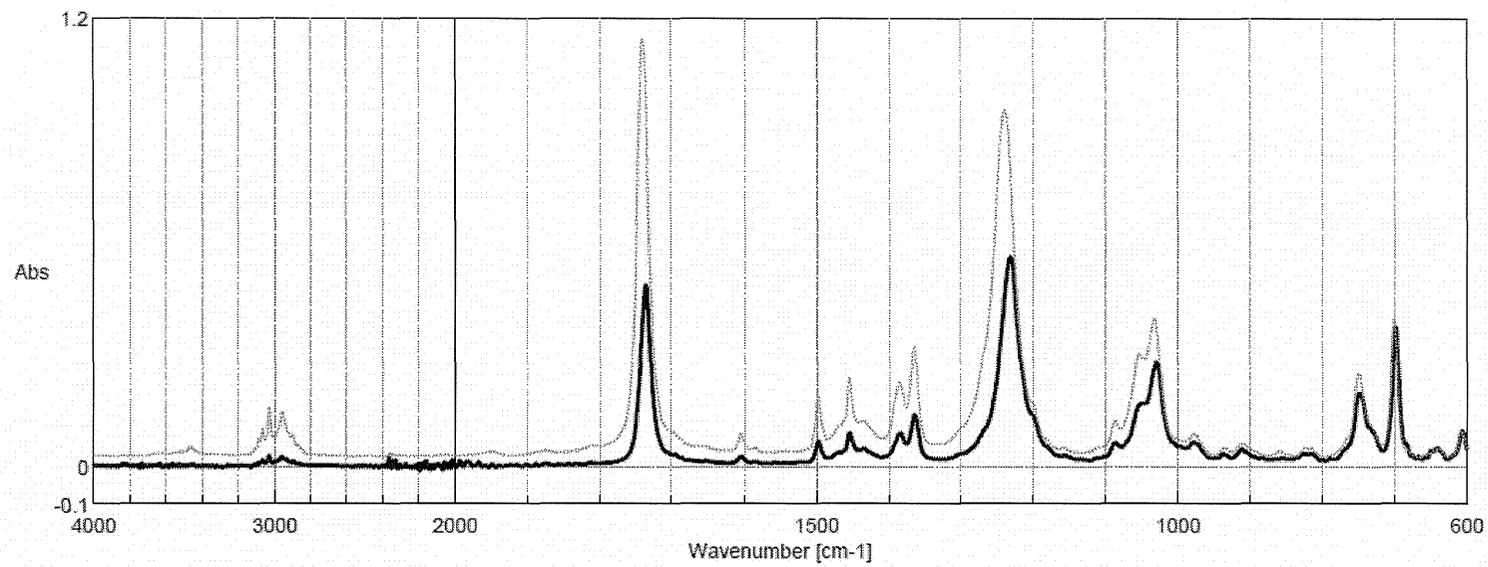


Fig. 2-25. 酢酸フェネチル ((直線 : ATR 法, 破線 : 液膜法)

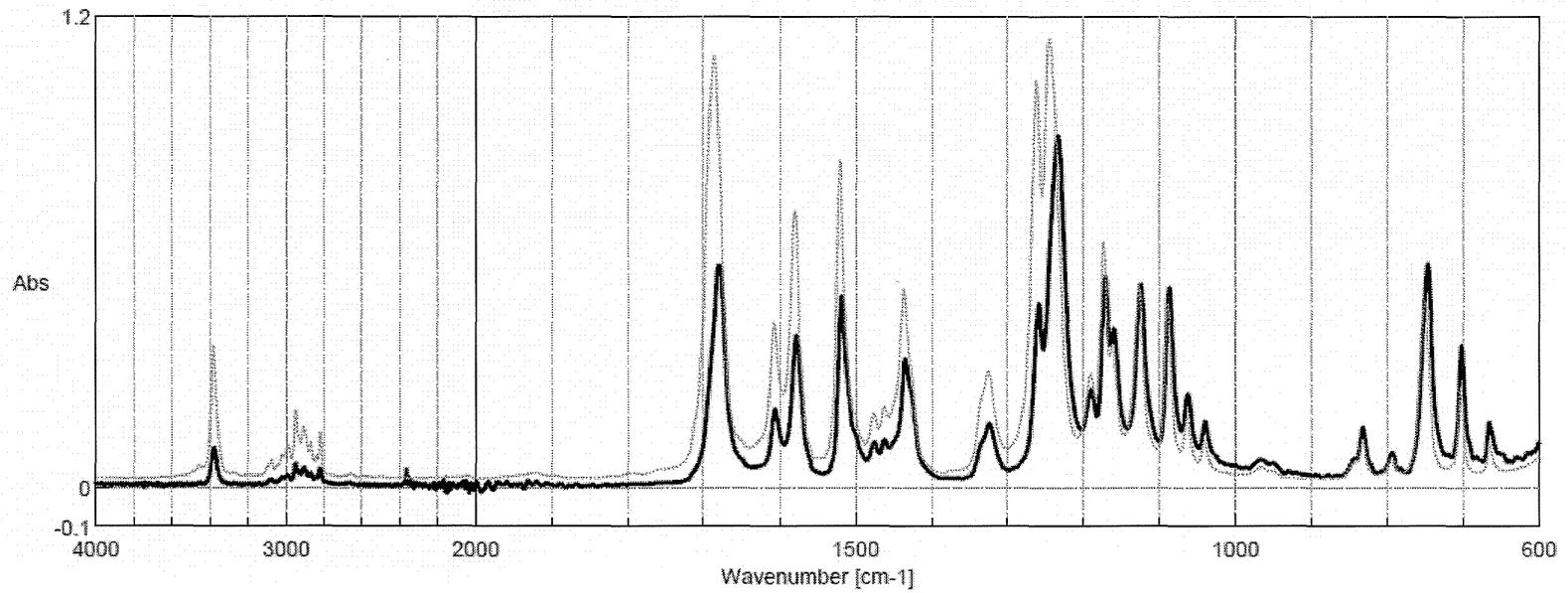


Fig. 2-26. N-メチルアントラニル酸メチル (直線 : ATR 法, 破線 : 液膜法)

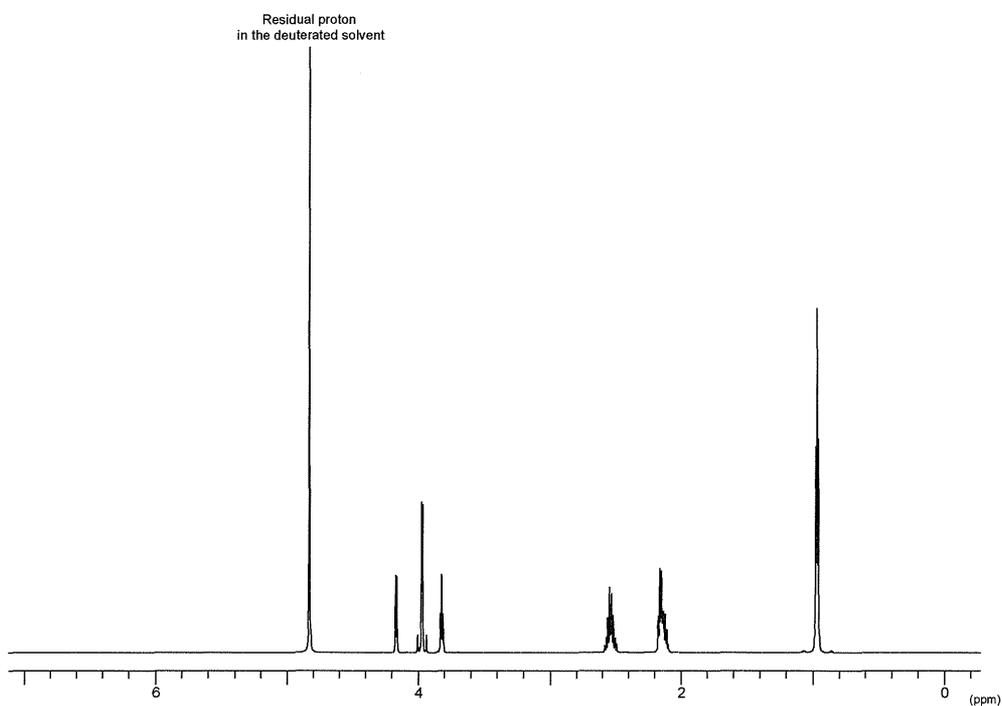


Fig. 3-1 グルタミルバリルグリシンの¹H NMR スペクトル (測定溶媒 : D₂O)

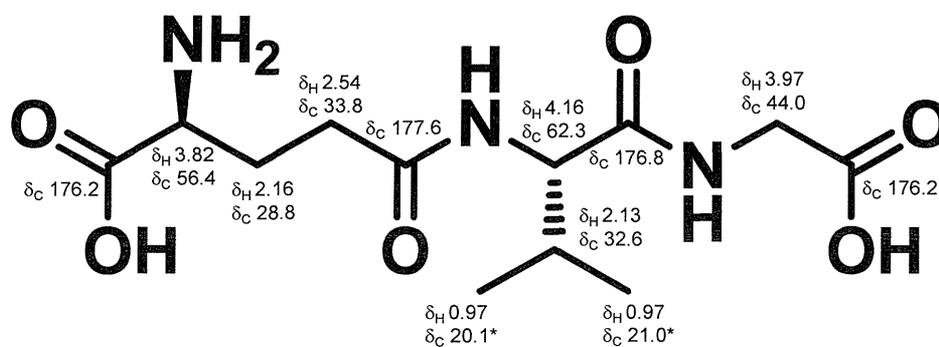


Fig. 3-2 グルタミルバリルグリシンの化学構造及び¹H及び¹³C NMR 化学シフト

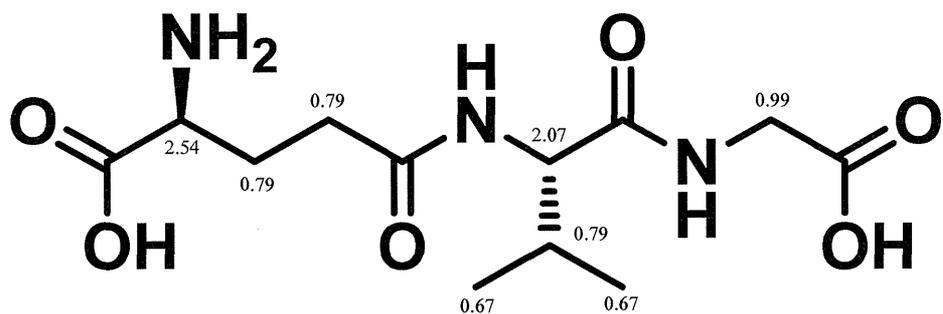


Fig. 3-3 各シグナルの縦緩和時間 (単位 : 秒)

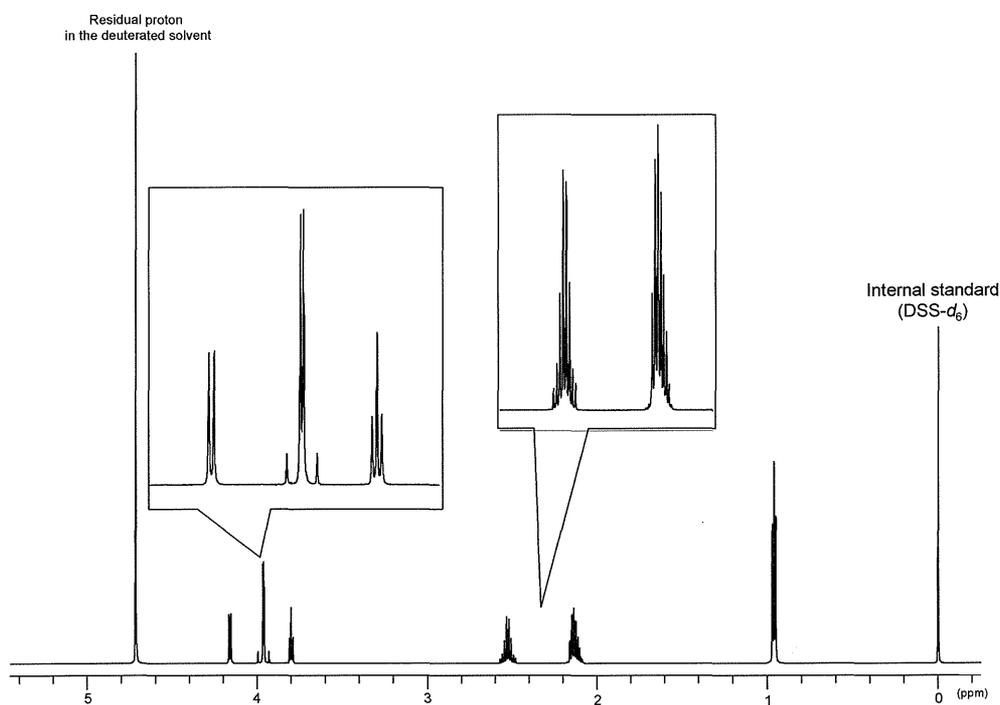


Fig. 3-4 グルタミルバリングリシンの ¹H NMR スペクトル (¹H-qNMR 測定条件, 測定溶媒 : D₂O)

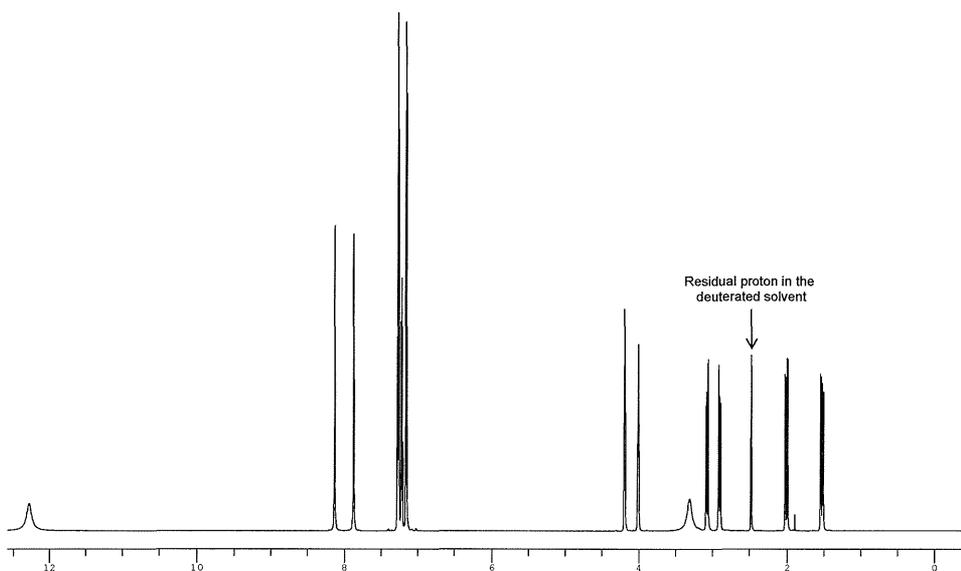


Fig. 3-5 DKP の ^1H NMR スペクトル (測定溶媒: $\text{DMSO-}d_6$)

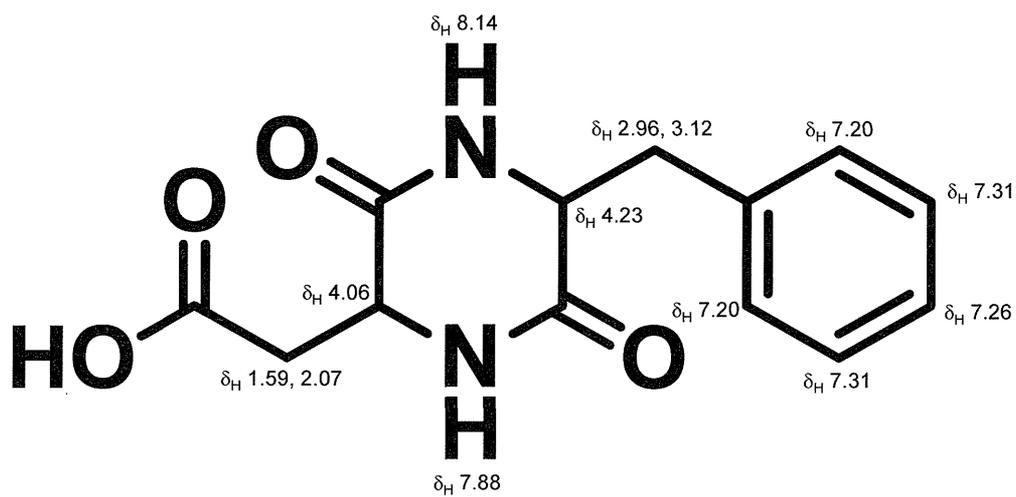


Fig. 3-6 DKP の化学構造及び ^1H NMR 化学シフト

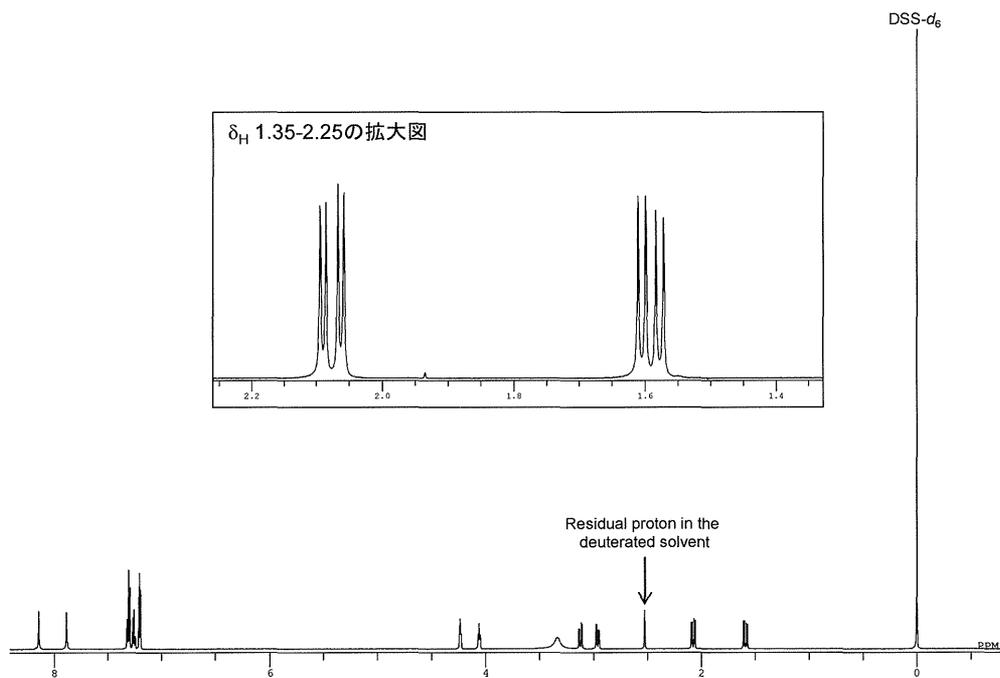


Fig. 3-7 DKP の ^1H NMR スペクトル (^1H -qNMR 測定条件, 測定溶媒 : $\text{DMSO}-d_6$)

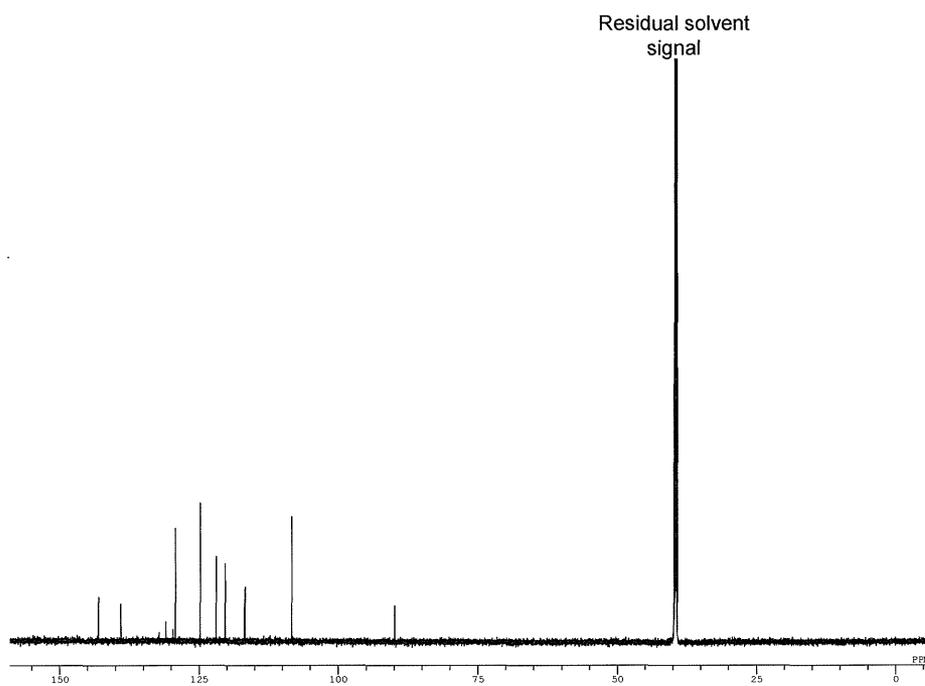


Fig. 3-8 フルジオキシニルの ^{13}C NMR スペクトル (測定溶媒 : $\text{DMSO}-d_6$)

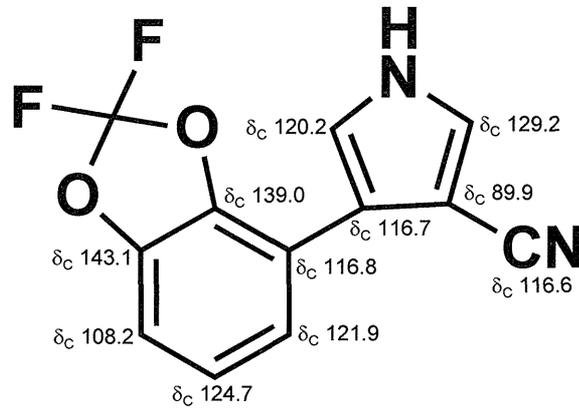


Fig. 3-9 フルジオキサニルの化学構造及び ^{13}C NMR 化学シフト

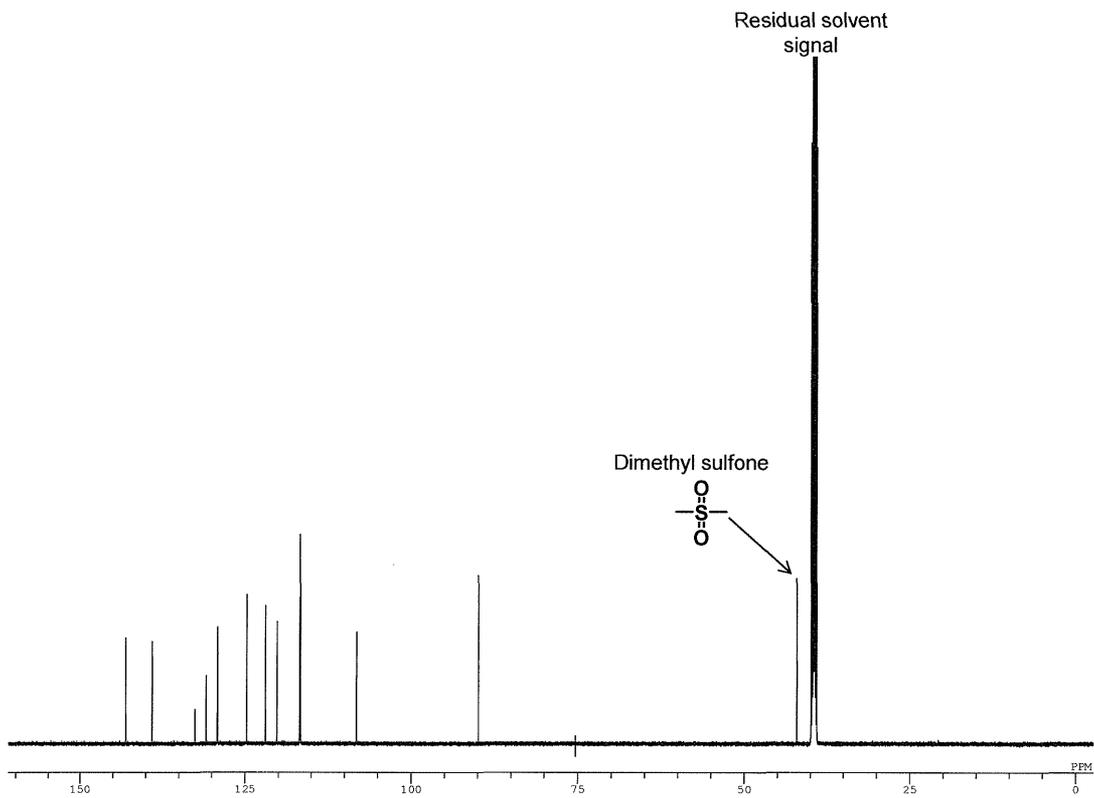


Fig. 3-10 フルジオキサニルの ^{13}C NMR スペクトル (^{13}C -qNMR 測定条件, 測定溶媒: $\text{DMSO-}d_6$)

Table 3-1 ^1H -qNMR 測定条件

Spectrometer	JEOL ECA600
Probe	5 mm broadband autotune probe
Spectral width	20 ppm (-5-15 ppm)
Auto filter	on (eight times)
Acquisition time	4 s
Flip angle	90°
Pulse delay	60 s
Scan times	8
Spining	off
^{13}C decoupling	multi-pulse decoupling with phase and frequency switching (MPF-8)
Probe temperature	30°C

Table 3-2 ^{13}C -qNMR 測定条件

Spectrometer	JEOL ECZ600
Probe	CH UltraCOOL probe
Spectral width	200 ppm (-25-225 ppm)
X point	131072
Acquisition time	2.8 s
Flip angle	90°
Pulse delay	97.2 s
Scan times	128
Spining	off
NOE	off
Probe temperature	30°C

Table 3-3 各シグナルより算出されたグルタミルバリルグリシンの純度の比較 (n=3)

δ_H (ppm)	Purity (%)	RSD (%)
0.97	99.5	0.1
2.10-2.22	99.9	0.03
2.54	99.5	0.1
3.82	99.4	0.1
3.97	99.5	0.2
4.16	99.4	0.2

Table 3-4 1H -qNMR 及び滴定により算出されたグルタミルバリルグリシン含量 (n=3)

	Purity (%)	RSD (%)
1H -qNMR	99.5	0.1
Titration	99.6	0.2

Table 3-5 各シグナルより算出された DKP 含量の比較 (n=3)

δ_H (ppm)	Content (%)	RSD (%)
1.59	96.1	0.3
2.07	96.1	0.1
2.96	97.3	0.6
3.12	100.2	1.3
4.06	96.0	0.2
4.23	96.0	0.1
7.1-7.4	96.5	0.2
7.88	94.0	0.4
8.14	94.7	0.4

Table 3-6 各シグナルより算出されたフルジオキソニル含量の比較 (n=3)

δ_C (ppm)	Content (%)	RSD (%)
89.9	99.9	5.1
108.2	100.6	5.6
120.2	94.6	7.5
121.9	96.7	6.2
124.7	99.9	8.5
139.0	98.4	5.6
143.1	100.1	6.6

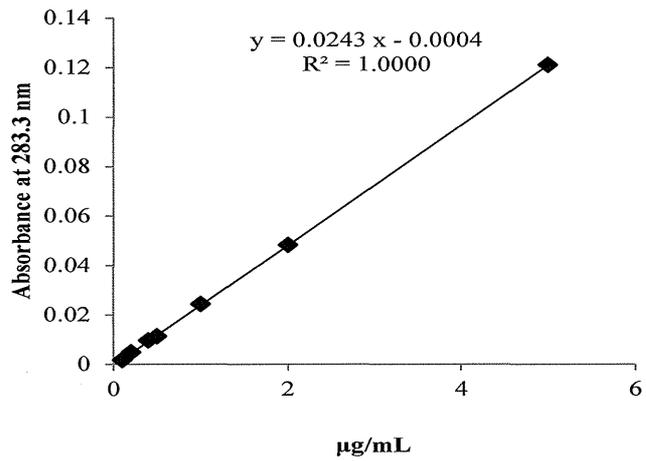


Fig. 4-1 原子吸光光度計による鉛の検量線 (例)

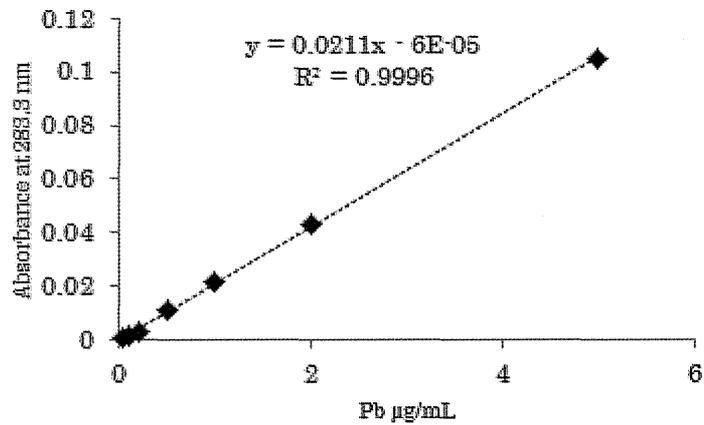


Fig. 4-2 原子吸光光度計による鉛標準溶液 (硝酸) の検量線 (例)

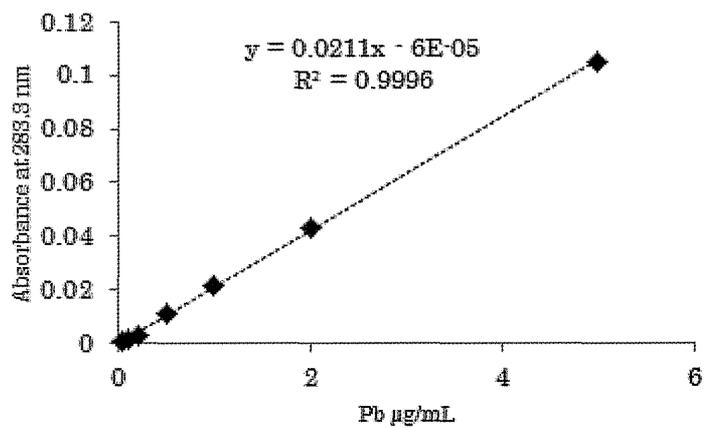


Fig. 4-3 原子吸光光度計による鉛標準溶液 (EDTA 溶液) の検量線 (例)

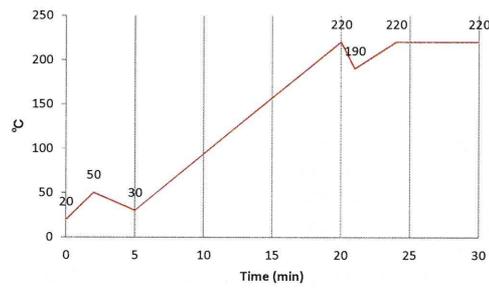


Fig. 4-4 マイクロウェーブ灰化装置加熱プログラム

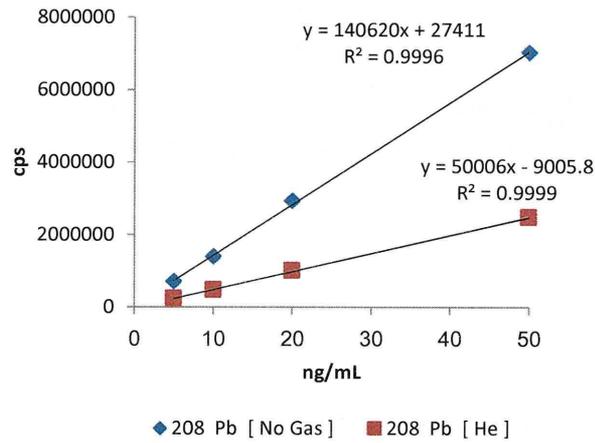


Fig. 4-5 異なる ICP-MS 測定モードによる検量線

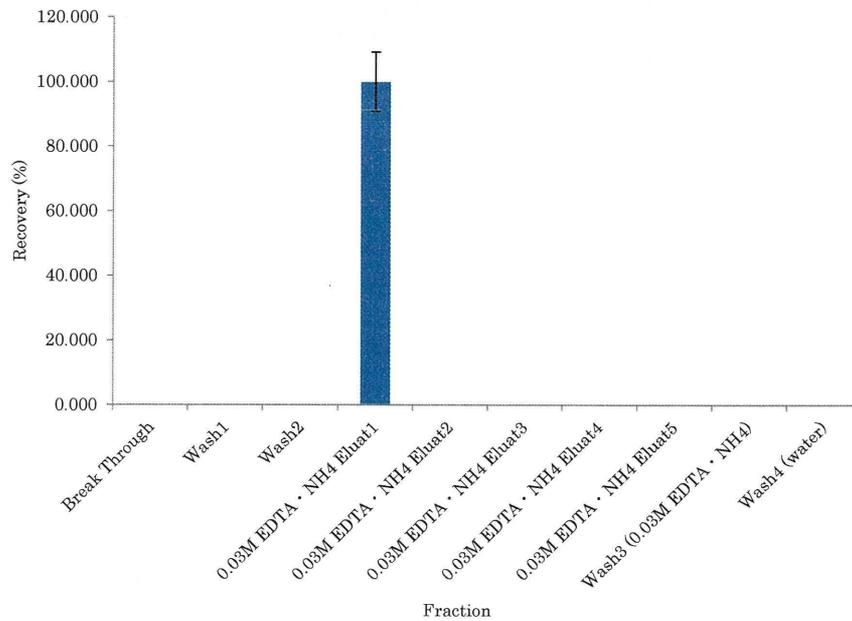


Fig. 4-6 鉛添加硫酸第一鉄を MetaSEP AnaLig® で処理したときの鉛の溶出パターン

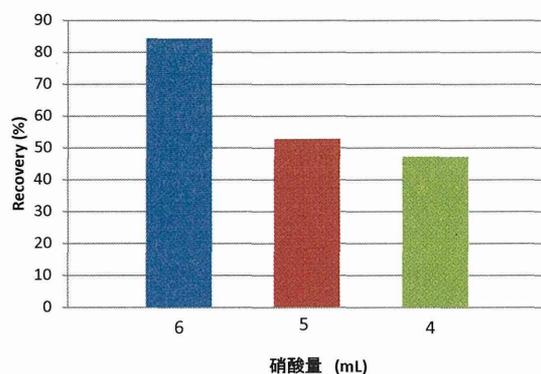


Fig. 4-7 異なる硝酸量でのマイクロウェーブ灰化後の鉛回収率
 (試料：グルタミン酸カルシウム，鉛添加濃度：1 μg/g, ICP-MS 測定モード：He モード)

Table 4-1 各食品添加物の第9版食品添加物公定書
 における鉛規格値

食品添加物	鉛規格値(μg/g)
アスコルビン酸カルシウム	2
グルタミン酸カルシウム	1
グルタミン酸マグネシウム	1
ステアロイル乳酸カルシウム	2
乳酸カルシウム	2
プロピオン酸カルシウム	5

Table 4-2 Inert Sep ME-1 の鉛吸着量の検証

試料液量 (mL)	試料液中 鉛濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	想定試料 採取量 (g)	カートリッジ へ負荷される 鉛量 (μg)	空試験溶液 吸光度 濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	試験溶液 吸光度 濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	Recovery (%)
20 mL	0.2	2	4	N.D.	0.0048 0.23	95.7
50 mL	0.2	5	10	N.D.	0.0116 0.51	96.2
100 mL	0.2	10	20	N.D.	0.0222 0.97	93.2
200 mL	0.2	20	40	N.D.	0.0405 1.74	85.5

N.D. 検出下限以下 (0.1 $\mu\text{g/mL}$ 以下)Table 4-3 Inert Sep ME-1 からの溶出液
2 M 硝酸 2 mL で溶出後, 水で 10 mL にメスアップ

	空試験溶液 吸光度	試験溶液 吸光度 濃度($\mu\text{g/mL}$)	Recovery (%)
KCl-1	N.D.	0.009 0.404	101.1
KCl-2	N.D.	0.0099 0.443	110.6
KCl-3	N.D.	0.009 0.404	101.1
		平均	104.3
		RSD(%)	5.3

N.D. 検出下限以下 (0.1 $\mu\text{g/mL}$ 以下)

Table 4-4 Inert Sep ME-1 からの溶出液の検証
 硝酸(1→100)溶液で溶出後, 硝酸(1→100)溶液で 10 mL にメスアップ

	空試験溶液 吸光度	試験溶液 吸光度 濃度(μg/mL)	Recovery (%)
KCl-1	N.D.	0.009 0.380	95.0
KCl-2	N.D.	0.010 0.430	107.5
KCl-3	N.D.	0.008 0.353	88.2
		平均	96.9
		RSD(%)	10.1

N.D. 検出下限以下 (0.1 μg/mL 以下)

Table 4-5 Inert Sep ME-1 前処理による塩化カリウムに
 対する鉛の添加回収試験

	空試験溶液 吸光度	試験溶液 吸光度 濃度(μg/mL)	Recovery (%)
KCl-1	N.D.	0.0097 0.412	102.9
KCl-2	N.D.	0.010 0.434	108.6
KCl-3	N.D.	0.010 0.416	104.1
		平均	105.2
		RSD(%)	2.8

N.D. 検出下限以下 (0.1 μg/mL 以下)

Table 4-6 Inert Sep ME-1 前処理による塩化アンモニウムに
 対する鉛の添加回収試験

	空試験溶液 吸光度	試験溶液 上段: 吸光度 下段: 濃度(μg/mL)	Recovery (%)
NH ₄ Cl-1	N.D.	0.0091 0.385	96.2
NH ₄ Cl-2	N.D.	0.010 0.430	107.5
NH ₄ Cl-3	N.D.	0.010 0.416	104.1
		平均	102.6
		RSD(%)	5.2

N.D. 検出下限以下 (0.1 μg/mL 以下)