

Table 1-1 規格比較判断記号の一覧及び指針

規格項目ごとの判断

| 記号 | 判断 |
|----|---|
| O | 3つ以上のデータがあり、70%以上のデータが規格に合致する場合 |
| OK | Oでかつ幅が厳しすぎる（狭すぎる）（規格幅が指針の1/2以下）場合 |
| OW | Oでかつ屈折率あるいは比重の規格幅が0.020以上の場合 |
| OY | Oでかつ、含量は小数点第1位を四捨五入して下限値になるデータが1/3以上、屈折率・比重は小数点第4位を四捨五入して1/3以上のデータと上限値もしくは下限値との差が0.001未満の場合 |
| Δ | 2データしかないが規格に合致している場合：酸価は1データでも規格に合致している場合 |
| X | 3つ以上のデータがあるが、規格と合致せず、規格を設定できなかった場合 |
| XO | 3つ以上のデータがあり、規格に問題があるが、実測データより規格案が設定できたもの |
| S | 規格に幅がなく（1点データ）、かつ3つ以上のデータがあるが、規格設定ができなかったもの |
| SO | 規格は1点規格だが、3つ以上のデータより規格案が設定できたもの |
| F | 指針から規格設定が不要と考えられるもの |
| ND | 酸価以外の項目でデータ数が2つ以上なかった場合 |

総合判断

| 記号 | 判断 |
|----|---|
| ND | 十分なデータが得られなかったもの |
| X | JECFA規格に問題があり、現時点では規格案の設定ができないもの |
| XO | JECFA規格に問題があるが、実測データより規格案が設定できたもの |
| SO | JECFA規格は1点規格だが、実測データより規格案が設定できたもの |
| XΔ | いずれかの項目のデータ数が2個で酸価が不要の場合 |
| OK | JECFA規格に合致しているが厳しすぎる（狭すぎる）ため変更した方が良いもの |
| OY | JECFA規格の上限値もしくは下限値ぎりぎりのため変更した方が良いもの |
| OW | JECFA規格に合致しているがJECFA規格が広すぎるため変更した方が良いもの |
| Δ | データ数が2つだがJECFA規格に問題がないと判断されたもの |
| O | JECFA規格に問題ないと判断されたもの |

複数の個別判断となった場合は、上位を採用するとした。

指針：規格を設定・変更する場合の原則として、以下の指針を作成した。

1. 融点が20℃以上30℃未満の場合－凝固点を設定し、屈折率・比重は設定しない
2. 融点が30℃以上の場合－融点を設定し、屈折率・比重は設定しない
3. 屈折率・比重の幅－含量が97%以上の場合：0.006、含量が97%未満の場合：0.010
4. 融点・凝固点の幅－含量が単品で95%以上の場合：4℃それ以外：6℃以上
5. 酸価：アルデヒド類、エステル類以外は不要
6. 旋光度：品目名が光学活性体ではないものは不要

Table 1-2 申告値集計上位10品目添加物の使用査定量と摂取量計算の対比例(第11回分)

| 食品添加物名 | 食品向け出荷量 (申告値) (t) | | 使用査定量 考察値 (t) | 摂取量 (t) |
|-------------------------|----------------------|---|------------------|---------|
| 塩酸 | 177,834 | > | 100,000 | - |
| 二酸化炭素 | 160,426 | = | 160,426 | 19,144 |
| 酢酸デンプン | 142,432 | = | 142,432 | 113,946 |
| 次亜塩素酸ナトリウム | 107,562 | > | 200 | - |
| L-グルタミン酸ナトリウム | 103,070 | < | 120,000 | 96,000 |
| 水酸化ナトリウム | 68,265 | > | 68,000 | - |
| D-ソルビトール | 54,580 | < | 76,040 | 51,710 |
| ヒドロキシプロピル化リン酸 架橋デンプン | 47,878 | = | 47,878 | 38,302 |
| リン酸架橋デンプン | 37,389 | = | 37,389 | 29,911 |
| 酸化デンプン | 26,911 | = | 26,911 | 21,529 |

Table 4-1 JECFA 各条規格で MS を用いる試験を適用している添加物品目

| JECFA添加物品目名 | JECFA Monograph | 収載項目 | 質量分析計 使用試験 | 質量分析計 使用機器 | 日本語名 | 第9版食品 添加物公 定書収載 | 公定書内試験 |
|--|---------------------|-----------------|---|--|-------------------|-----------------------|--------------|
| Ethyl Hydroxyethyl Cellulose | Monograph 1 (2006) | PURITY TESTS | Ethylene oxide, dioxane, ethylene chlorohydrin | head space gas chromatography with mass selective detection (GC-MSD) | エチルヒドロキシエチルセルロース | - | - |
| Hydroxypropylmethyl cellulose | Monograph 11 (2011) | PURITY TESTS | Propylene chlorohydrins | Gas Chromatography–Mass Spectrometry (GC-MS) (Vol. 4) | ヒドロキシプロピルメチルセルロース | ○ | 純度試験 (塩化物試験) |
| Propylene Glycol Esters of Fatty Acids | Monograph 1 (2006) | METHOD OF ASSAY | Identification:---Identify peaks by comparison of retention time with known substances or apply coupled GC/MS | GC-MS | プロピレングリコール脂肪酸エステル | ○ | 確認試験 (TLC) |
| Rosemary Extract (Tentative) | Monograph 19 (2016) | IDENTITY TESTS | Antioxidant/Reference Volatiles Ratio | Reference Volatile Ratio: Total % w/w of (-)-borneol, (-)-bornyl acetate, (-)-camphor, 1,8-Cineole (eucalyptol) and verbenone is determined using GC-MSD | ローズマリー抽出物 | - | - |
| Steviol Glycosides From <i>Stevia Rebaudiana</i> Bertoni | Monograph 20 (2017) | METHOD OF ASSAY | Method B: Determination of Minor Steviol Glycosides by HPLC-MS | HPLC-MS | ステビオール配糖体 | ○ | HPLC-UV |

Table 4-2 SIM モード測定時の検出イオン条件

| 検出イオン (<i>m/z</i>) | 保持時間 (分) | 目的化合物 |
|---------------------------|-------------|---|
| 43, 71, 114 | 3.0-3.5 | 4-Heptanon |
| 43, 139, 154 | 5.0-6.5 | Eucalyptol |
| 95, 107, 110, 135, 152 | 8.0-11.0 | (-)-Camphor (-)-Borneol Verbenone |
| 95, 154, 196 | 11.0-13.0 | (-)-Bornyl acetate |

Table 4-3 SIM モード測定時の検出イオン条件

| 検出イオン (<i>m/z</i>) | 検出時間 (分) | 目的化合物 | 保持時間 (分) | |
|-------------------------|-------------|-----------|--|------|
| 定量用 | 定性用 | | | |
| 79 | 81 | 3.0~9.8 | 1-Chloro-2-propanol | 9.1 |
| 58 | 31 | 9.8~11.0 | 2-Chloro-1-propanol | 10.0 |
| 116 | 98 | 11.0~15.0 | <i>o</i> -Xylene- <i>d</i> ₁₀ | 14.1 |

Table 4-4 添加回収率測定結果

| | 添加回収率 | |
|--------|-------|------|
| | 1C2P | 2C1P |
| | (%) | (%) |
| n-1 | 82.0 | 78.6 |
| n-2 | 80.5 | 84.6 |
| n-3 | 84.0 | 86.7 |
| n-4 | 82.0 | 83.0 |
| n-5 | 87.8 | 91.6 |
| n-6 | 87.8 | 90.2 |
| Ave. | 84.0 | 85.8 |
| RSD(%) | 3.76 | 5.59 |

Table 4-5 GC-MS を用いた PCHs 量分析法の妥当性評価結果

| | 定量値 (AV, mg/kg) | 併行精度 (RSD%) | 室内精度 (RSD%) | 判定 |
|------|--------------------|----------------|----------------|----|
| 1C2P | 0.640 | 1.77 | 4.22 | 適 |
| 2C1P | 0.217 | 2.80 | 4.74 | 適 |

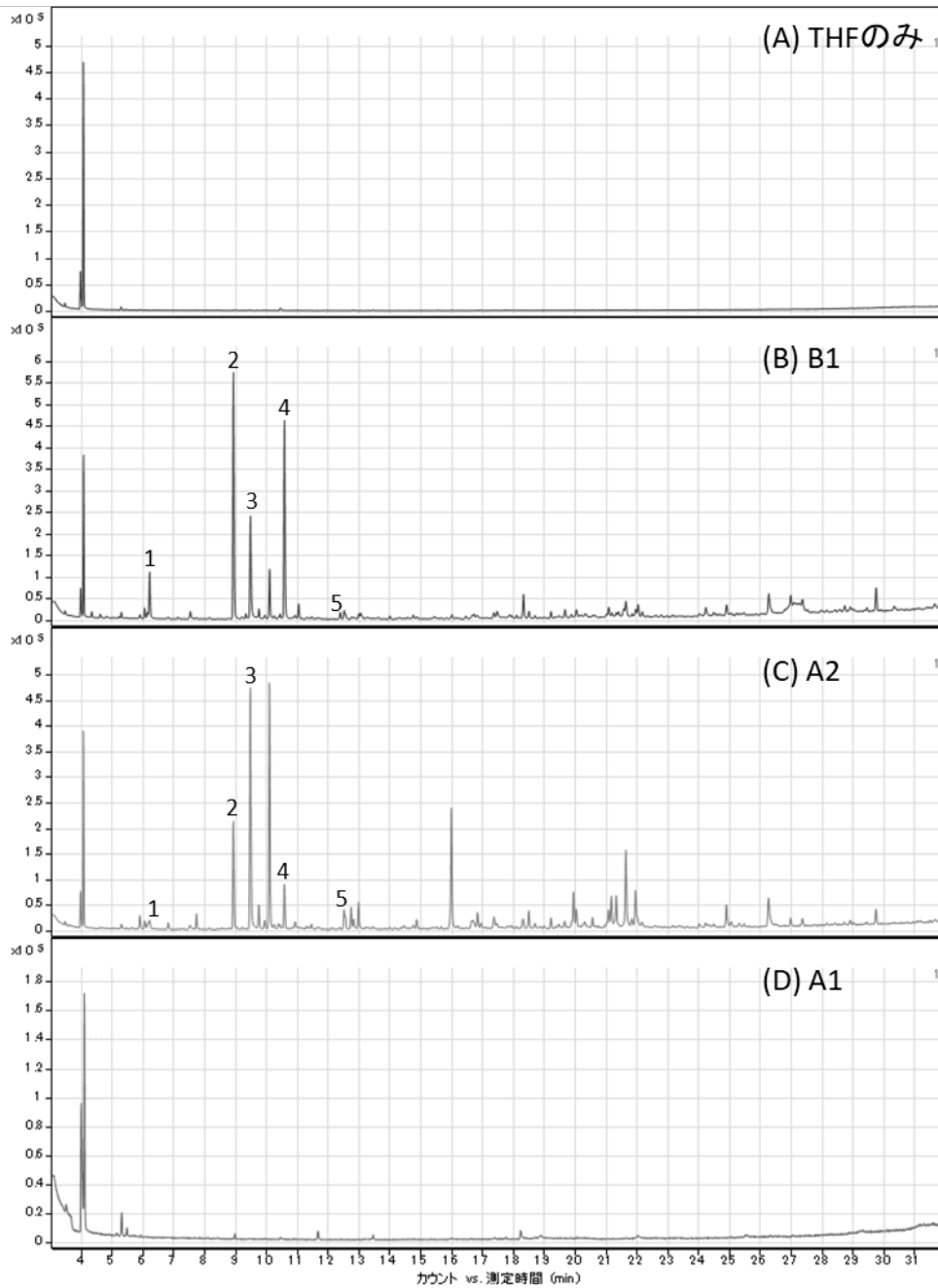


Fig. 4-1 ローズマリー抽出物の GC/MS クロマトグラム (TIC)。(A) THF のみ、(B) B1、(C) A2、(D) A1。ピーク 1: eucalyptol、ピーク 2: (-)-camphor、ピーク 3: (-)-borneol、ピーク 4: verbenone、ピーク 5: (-)-bornyl acetate。

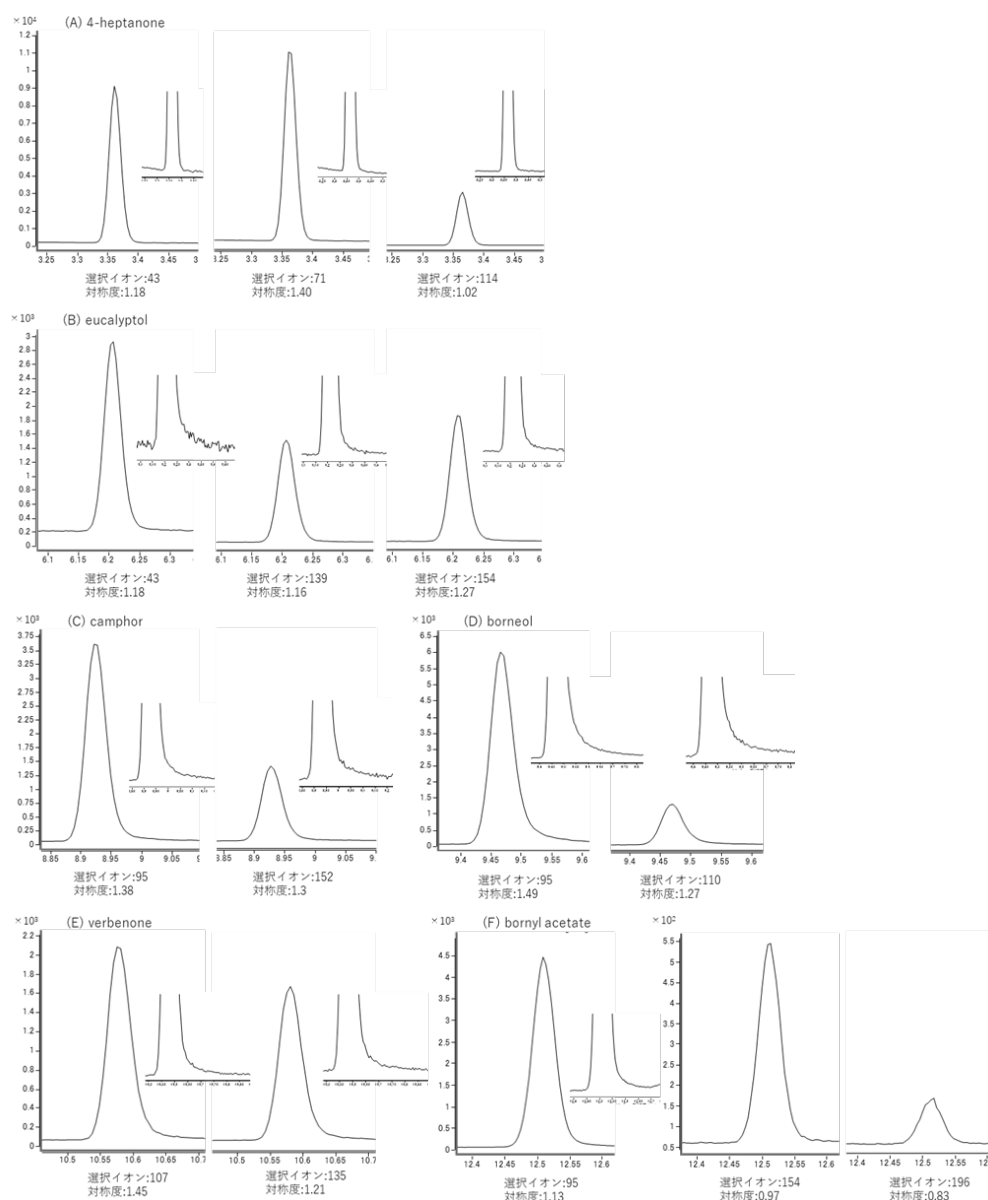


Fig. 4-2 各化合物の定量用イオンのピーク形状（対称度）。ピークは各化合物の濃度が 20 $\mu\text{g/mL}$ となるように調製した時のもの。(A) 4-Heptanol、(B) eucalyptol、(C) camphor、(D) borneol、(E) verbenone、(F) bornyl acetate。各ピークの右上に、ベースライン付近を拡大表示している。

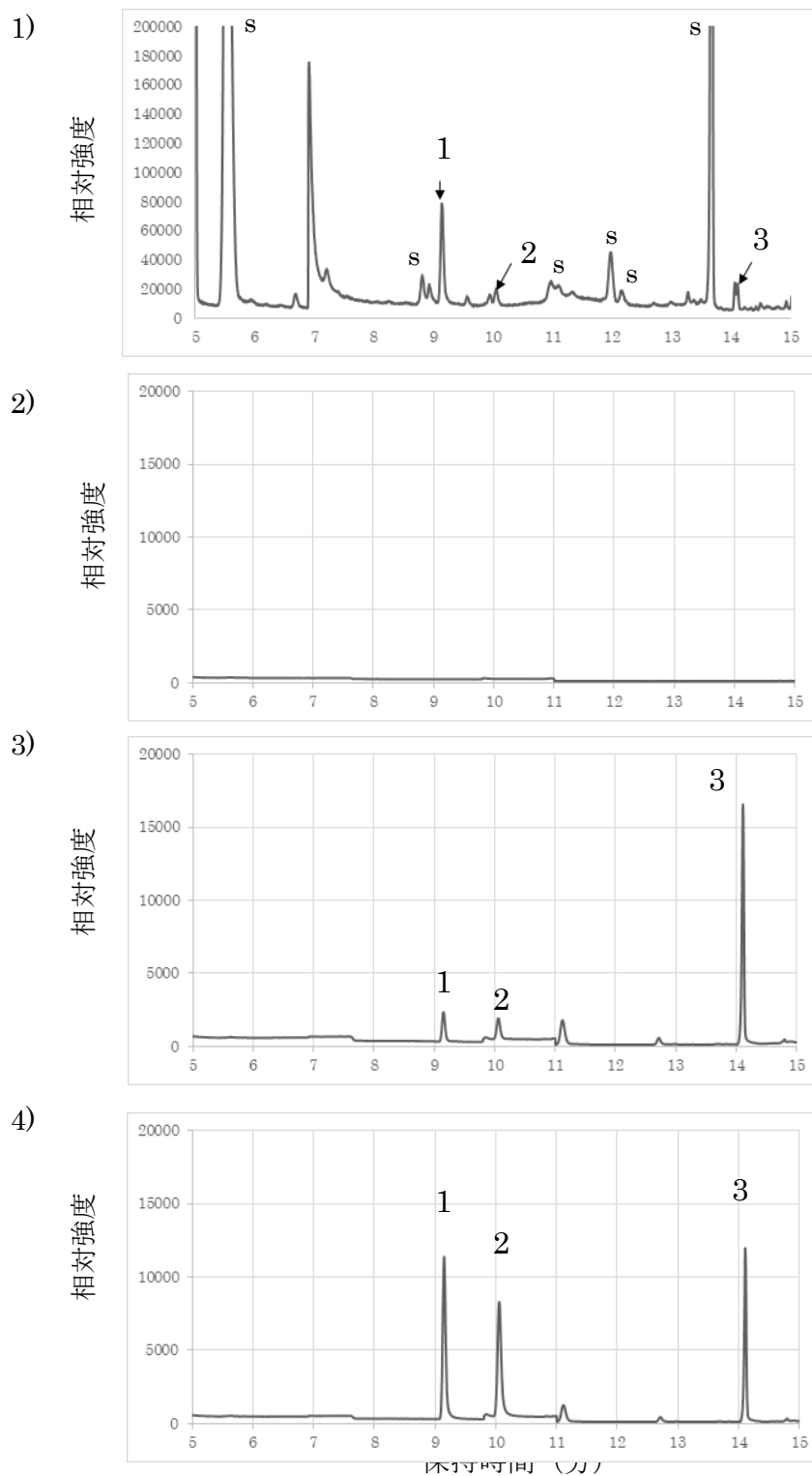


Fig. 4-3 GC/MS クロマトグラム

1) 検量線用 PCHs 標準液 (200 ng/mL) (TIC)、2) ジエチルエーテル (SIM)、
 3) 検量線用 PCHs 標準液 (25 ng/mL) (SIM)、4) 検量線用 PCHs 標準液 (200 ng/mL) (SIM)

1: 1C2P、2: 2C1P、3: σ -xylene- d_{10} (IS)、s: 溶媒由来

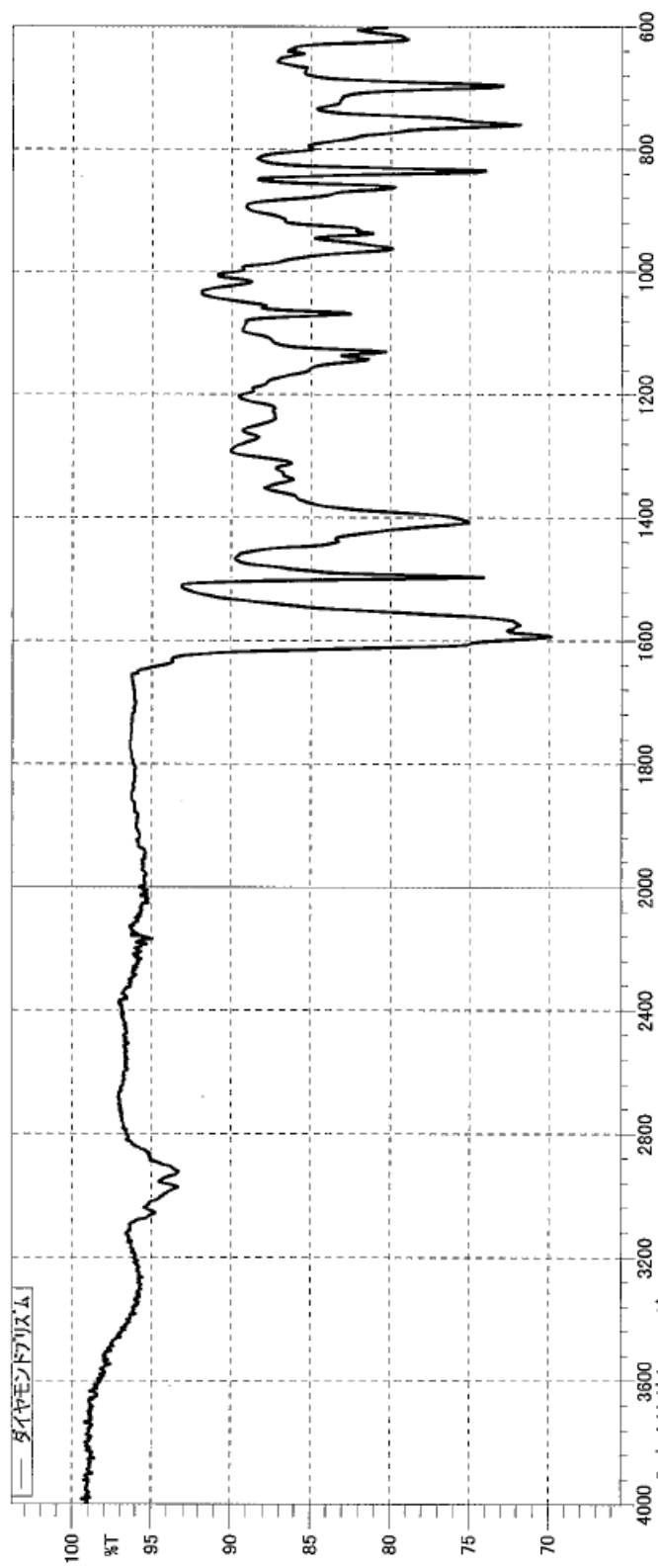


Fig. 5-1. A 社 ATR スペクトル (ダイヤモンド粉末)

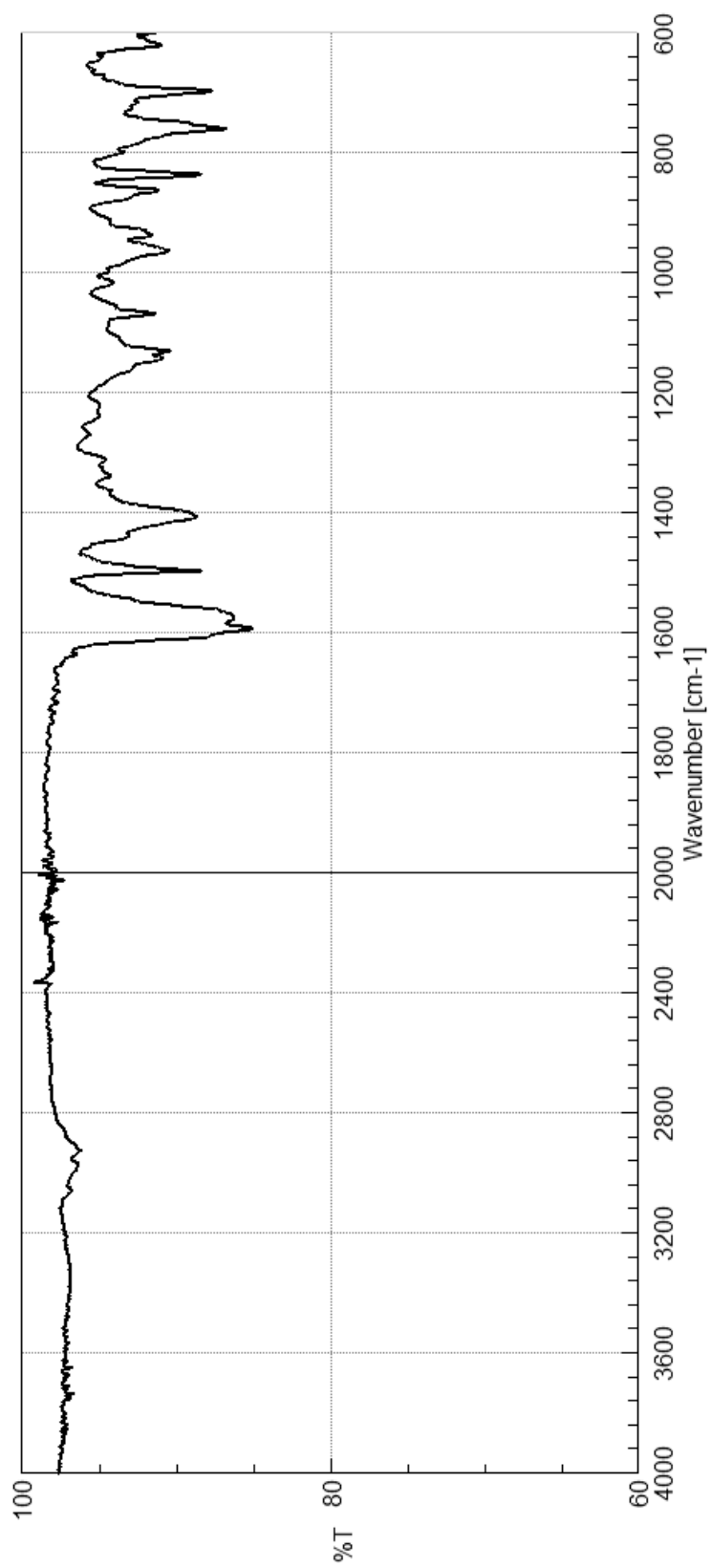


Fig. 5-2. B社 ATR スペクトル (ダイヤモンド粉末)

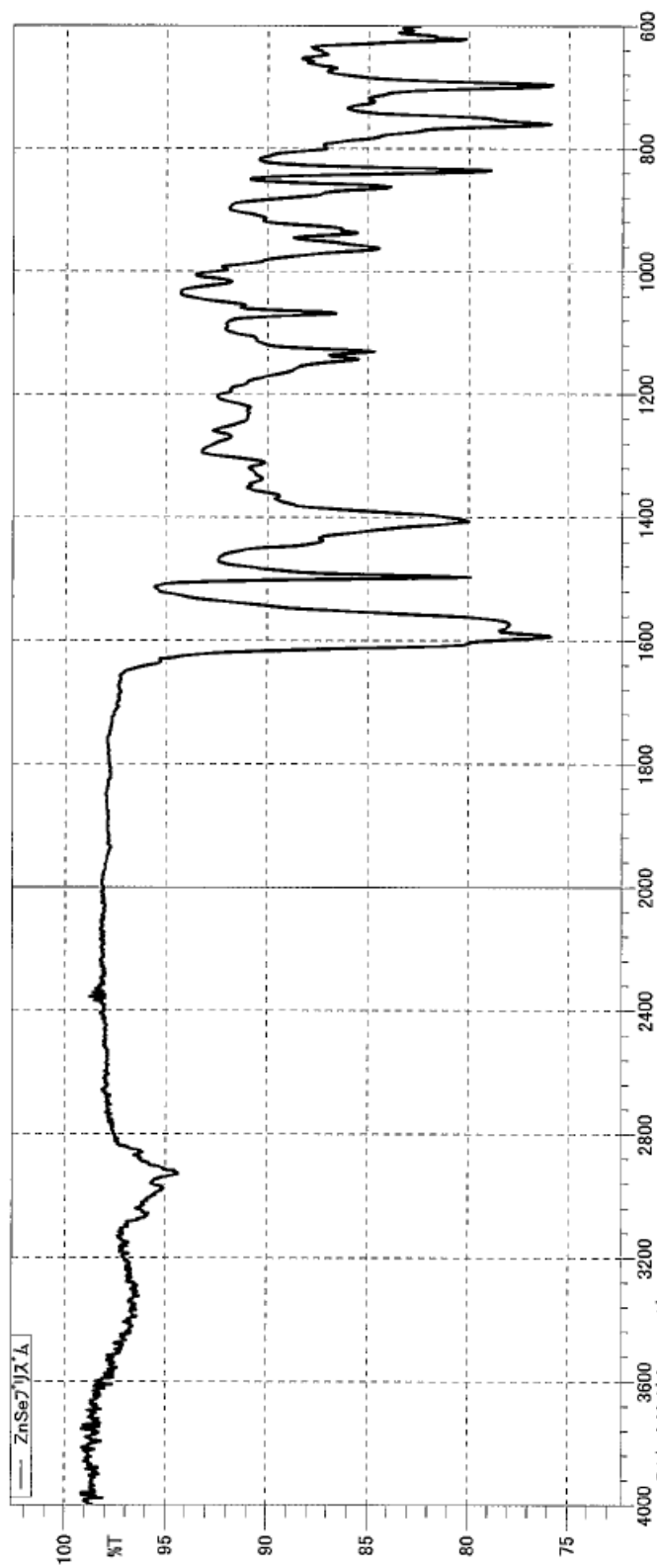


Fig. 5-3. A 社 ATR スペクトル (ZnSe プリズム)

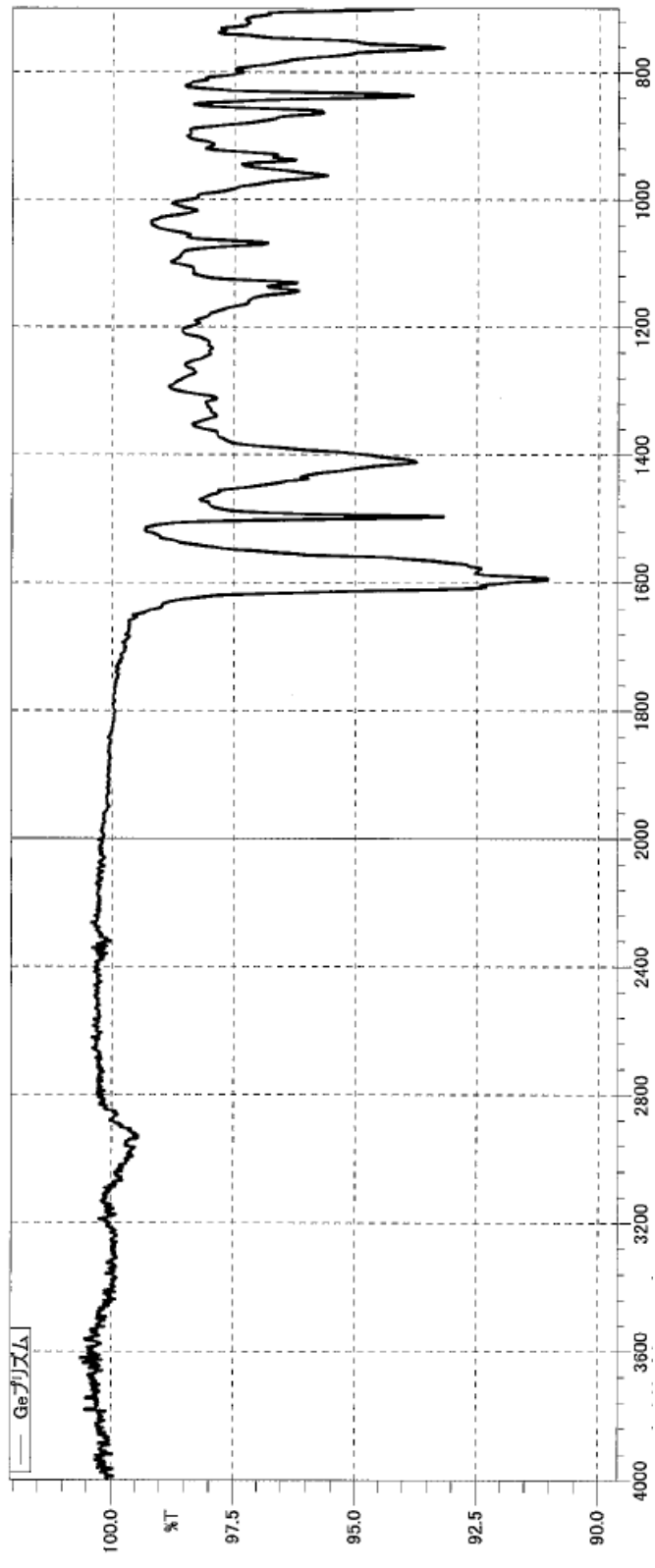


Fig. 5-4. A社 ATR スペクトル (Geポリマー)

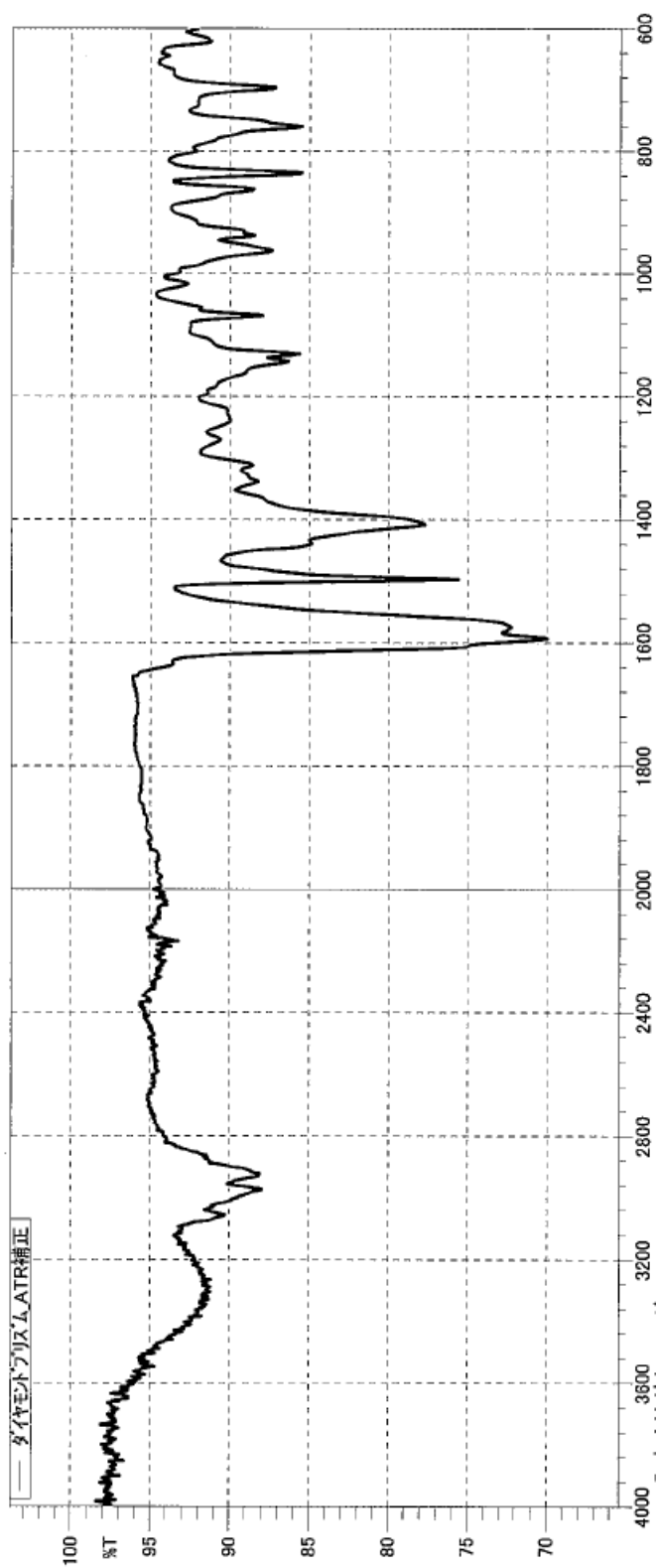


Fig. 5-5. A 社 ATR スペクトル ATR 補正 (ダイヤモンドプリズム)

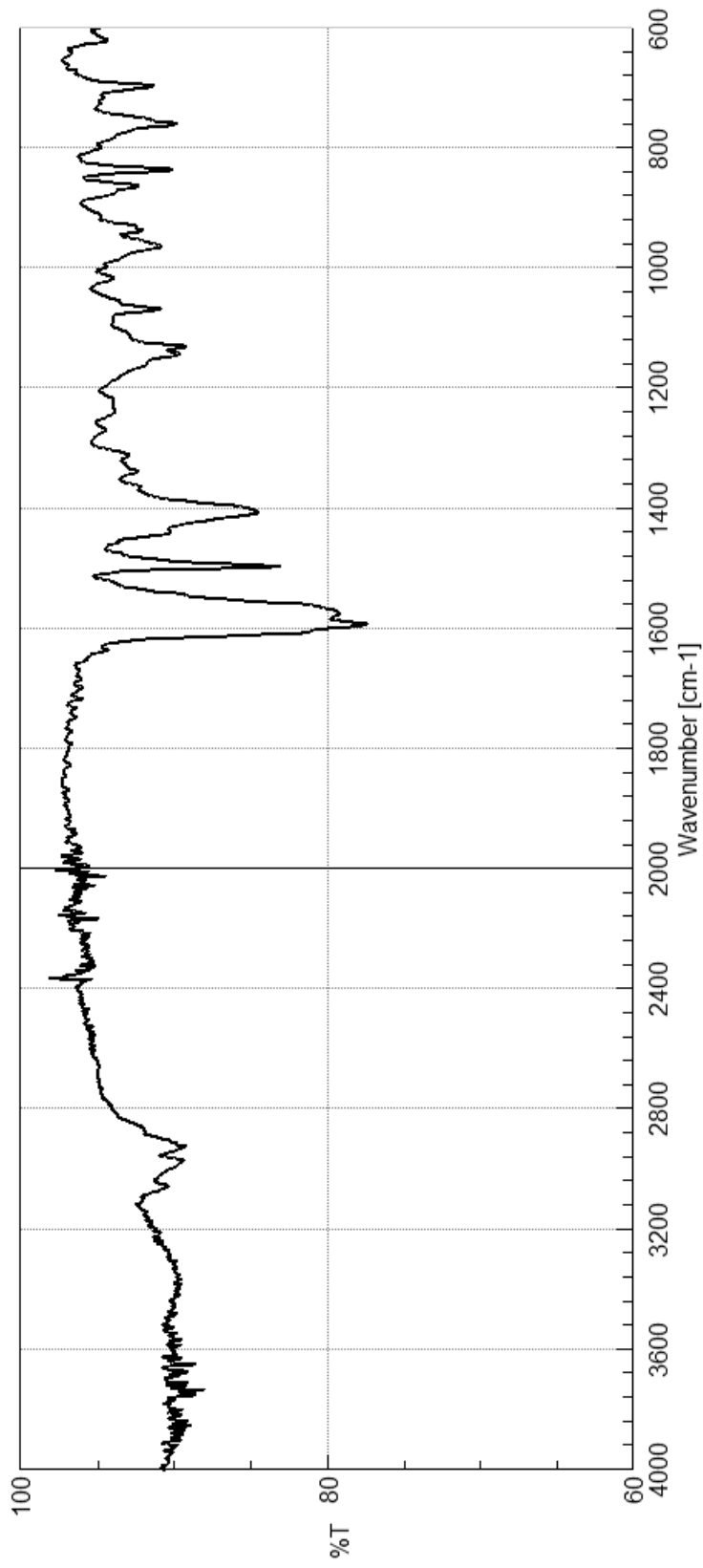


Fig. 5-6. B 社 ATR スペクトル ATR 補正 (ダイヤモンドプリズム)

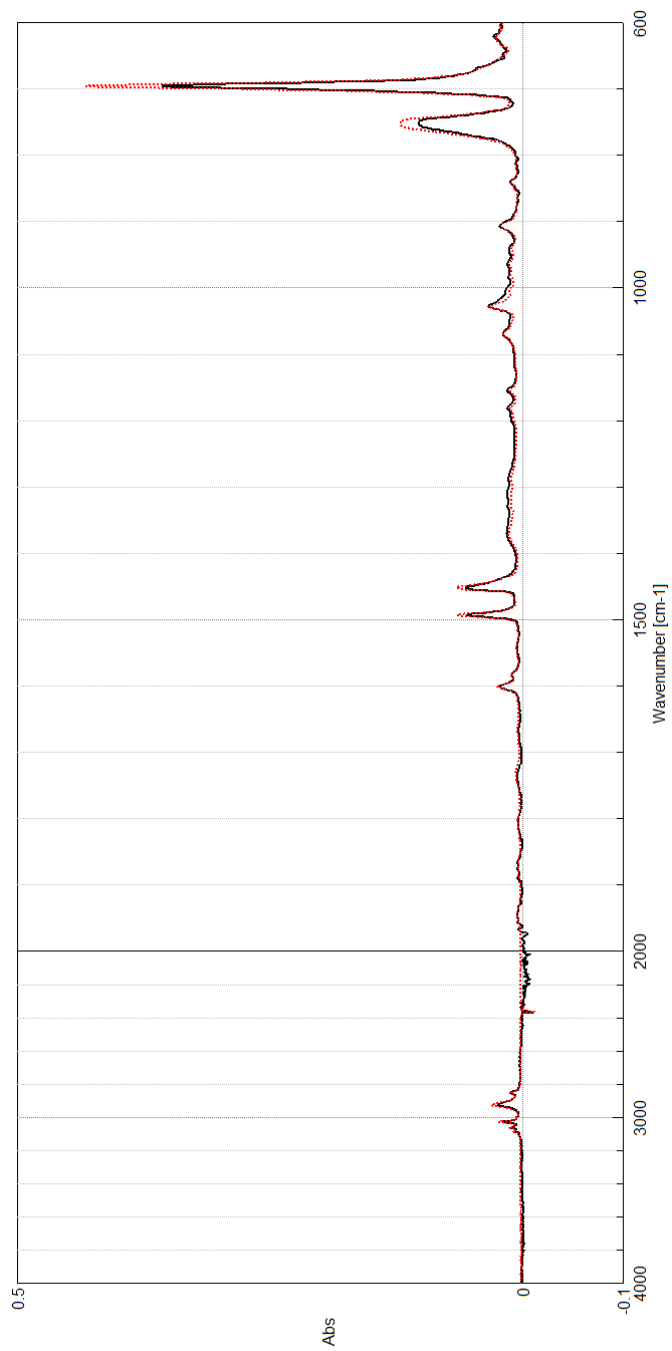


Fig. 5-7. ポリスチレン 1 回反射 ATR (直線：ダイヤモンドプリズム、破線：ZnSe プリズム)

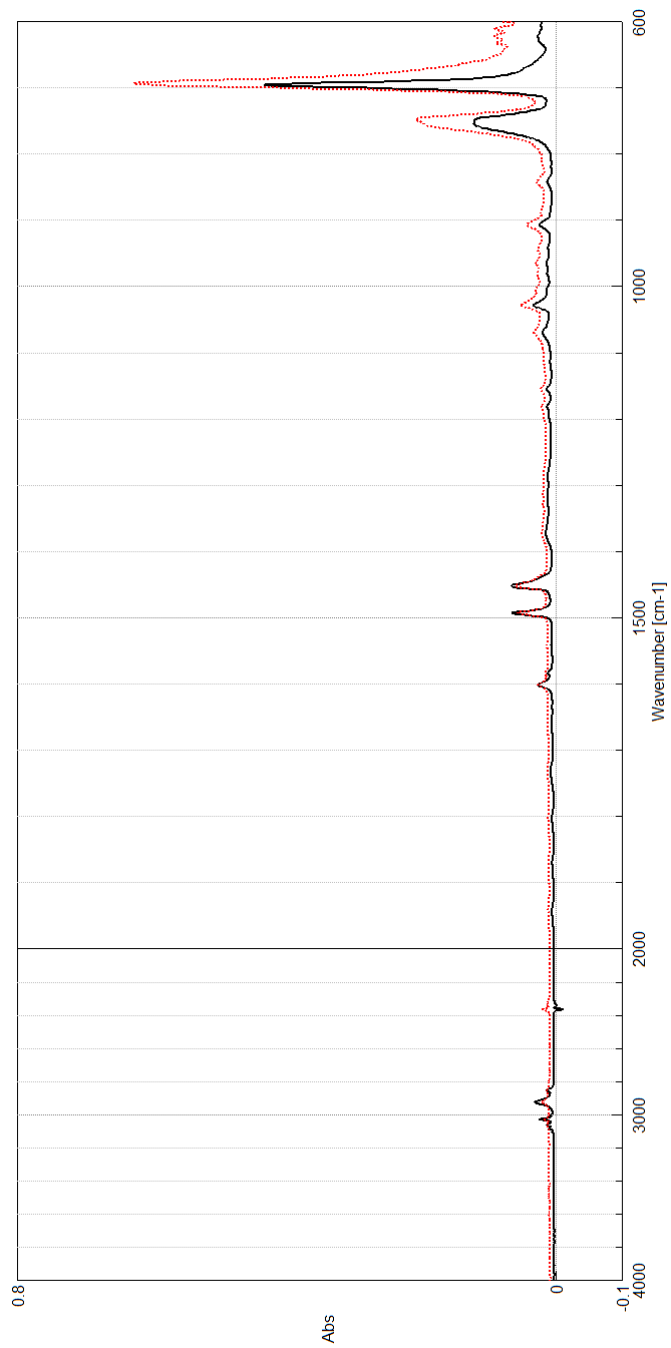


Fig. 5-8. ポリスチレン ZnSeプリズム (直線：1回反射ATR、破線：5回反射ATR)

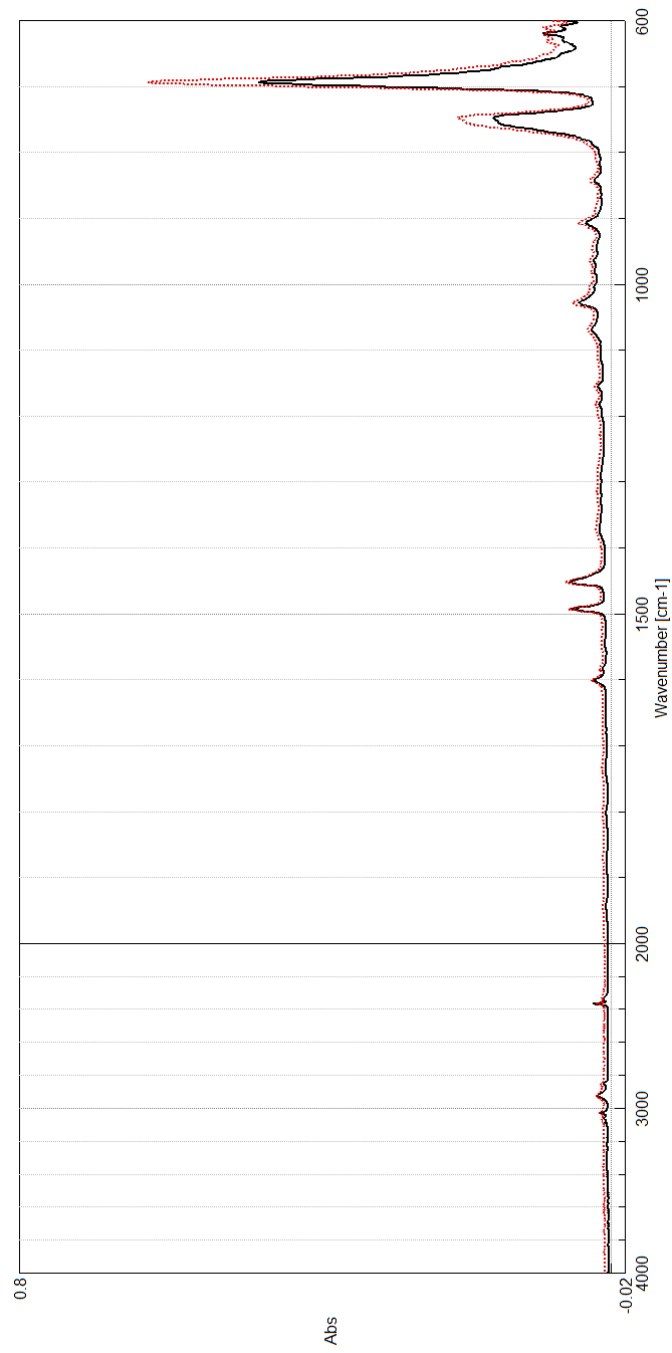


Fig. 5-9. ポリスチレン ZnSe プリズム (直線 : 5 回反射 ATR、破線 : 5 回反射 ATR(別測定))

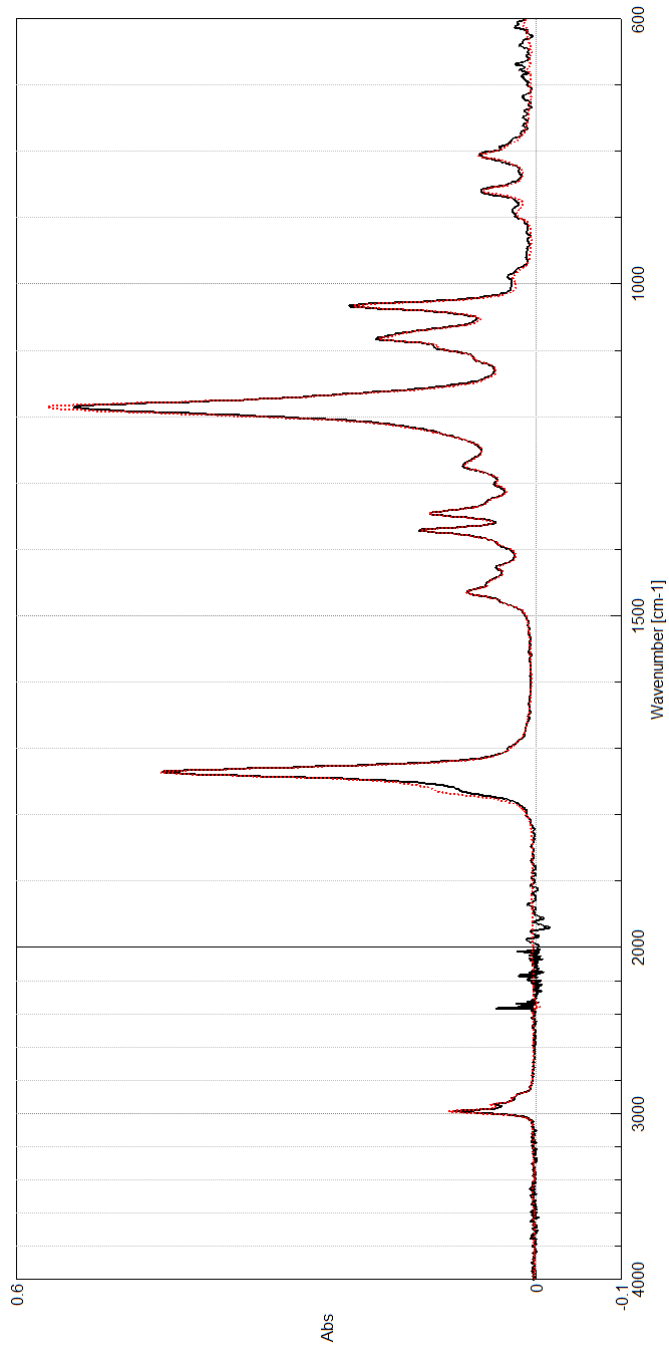


Fig. 5-10. プロピオン酸エチル 1 回反射 ATR (直線：ダイヤモンドプリズム、破線：ZnSe プリズム)

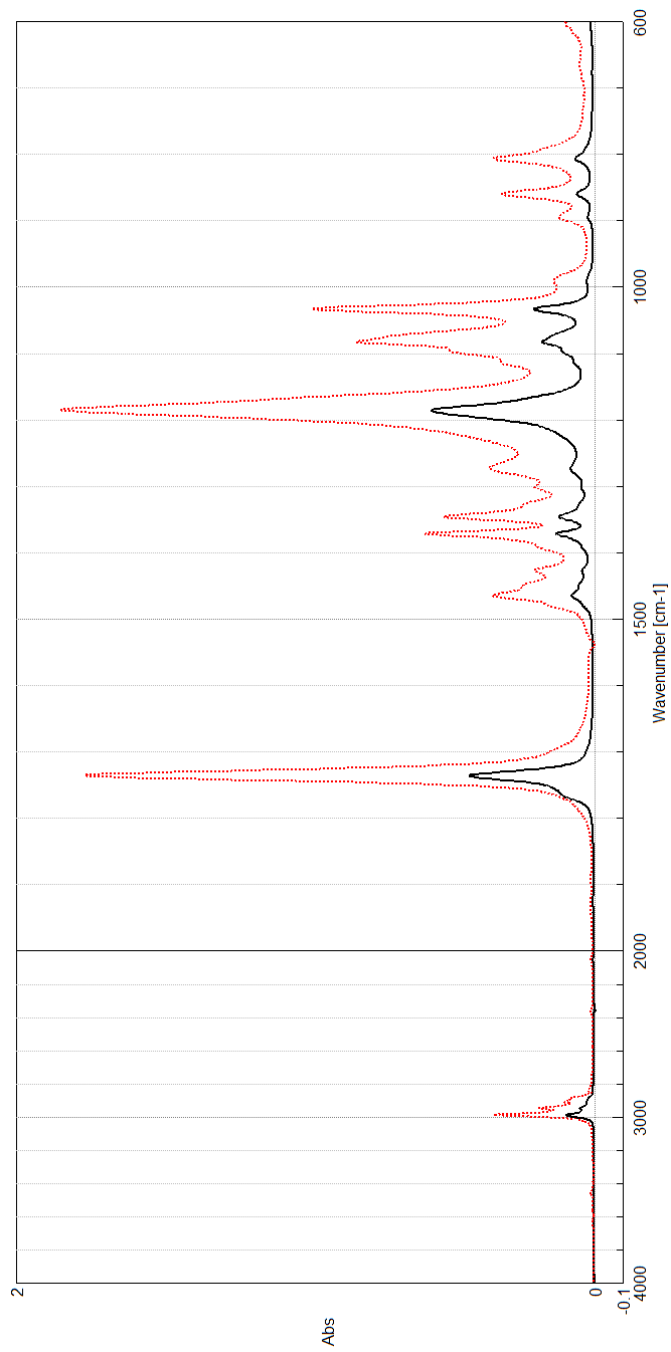


Fig. 5-11. プロピオン酸エチル ZnSe プリズム (直線 : 1 回反射 ATR、破線 : 5 回反射 ATR)

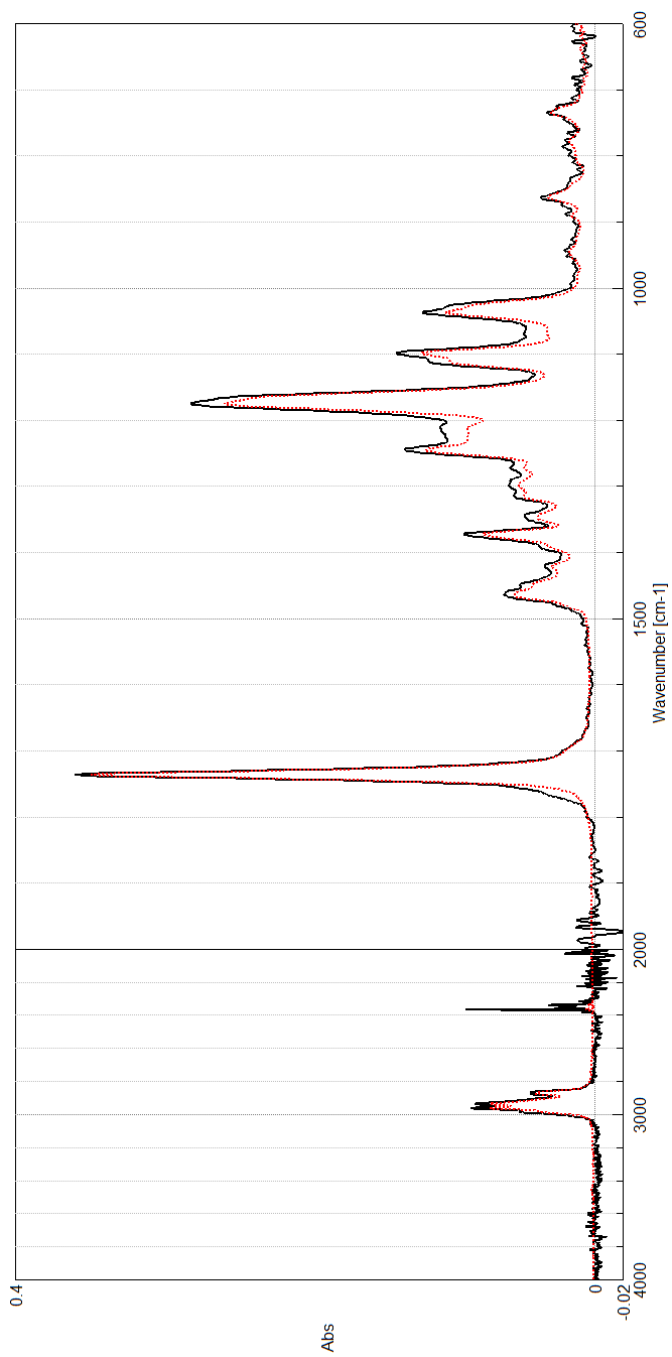


Fig. 5-12. ヘキサン酸エチル 1 回反射 ATR (直線：ダイヤモンドプリズム、破線：ZnSe プリズム)

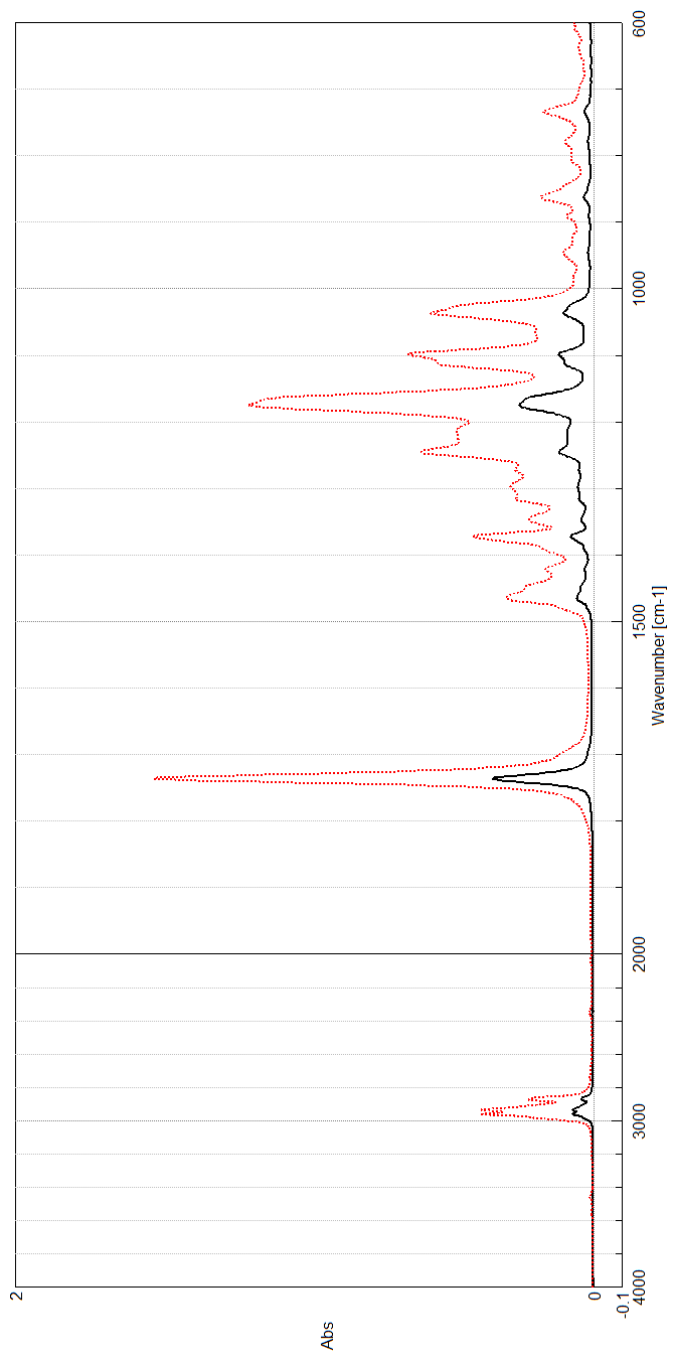


Fig. 5-13. ヘキサメチルエチル ZnSe プリズム (直線：1 回反射 ATR、破線：5 回反射 ATR)

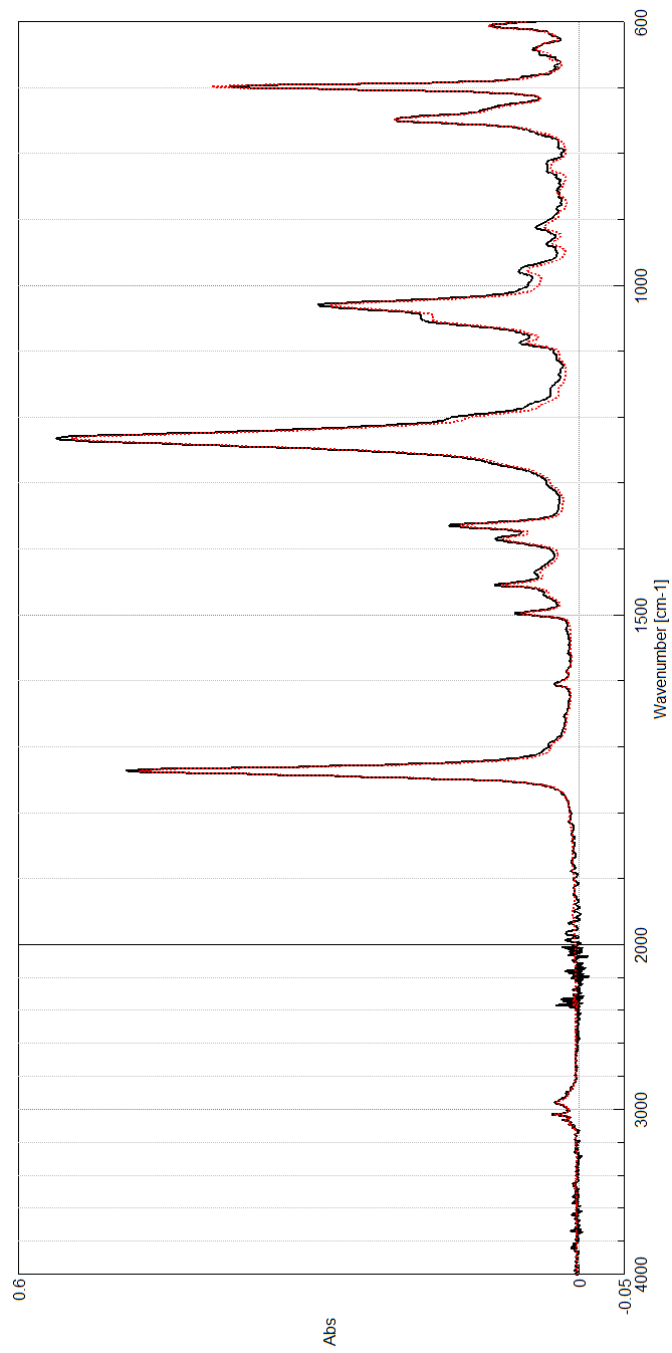


Fig. 5-14. 酢酸フェネチル 1 回反射 ATR (直線 : ダイヤモンドプリズム、破線 : ZnSe プリズム)

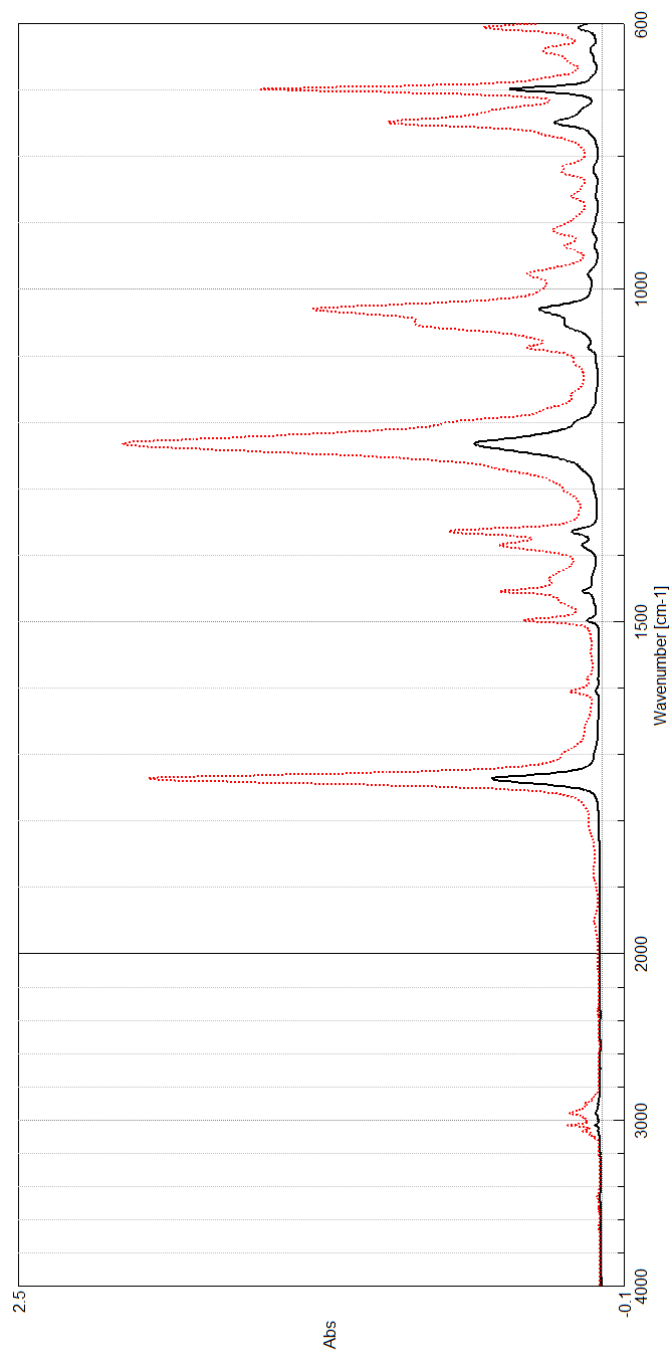


Fig. 5-15. 酢酸フェネチル ZnSe プリズム (直線 : 1 回反射 ATR、破線 : 5 回反射 ATR)

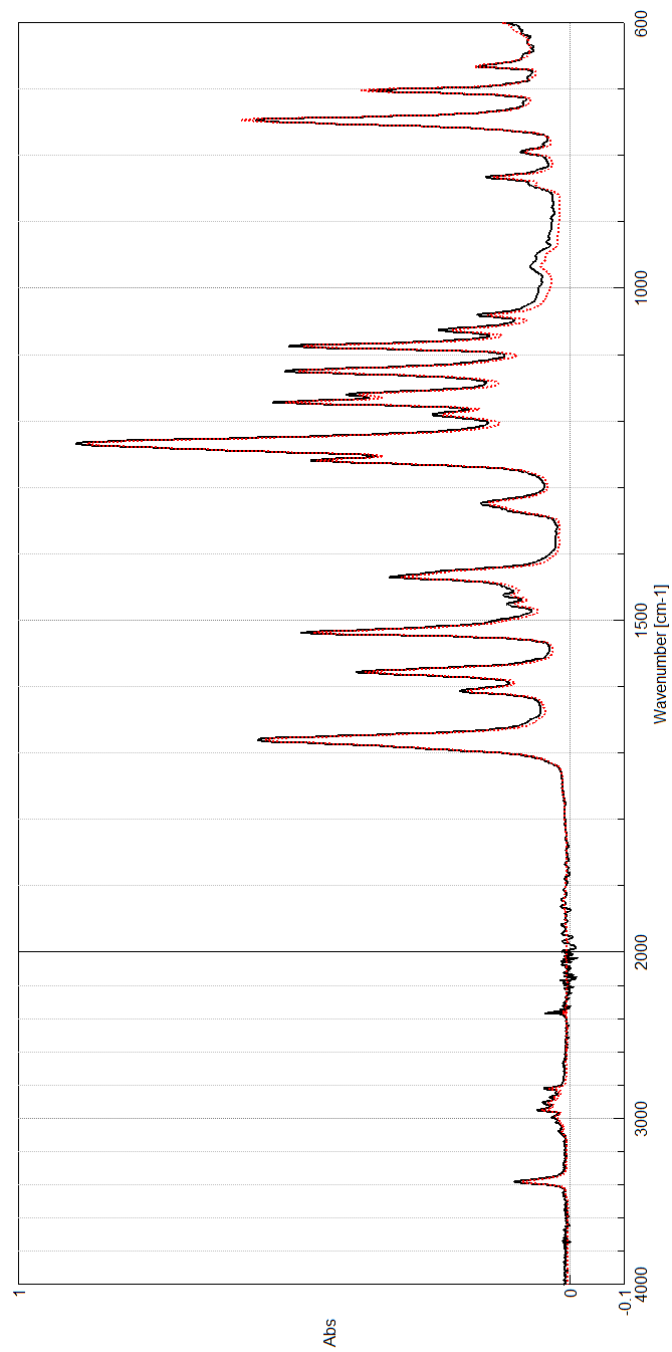


Fig. 5-16. N-メチルアクリル酸メチル 1 回反射 ATR (直線: ダイヤモンドプリズム、破線: ZnSe プリズム)

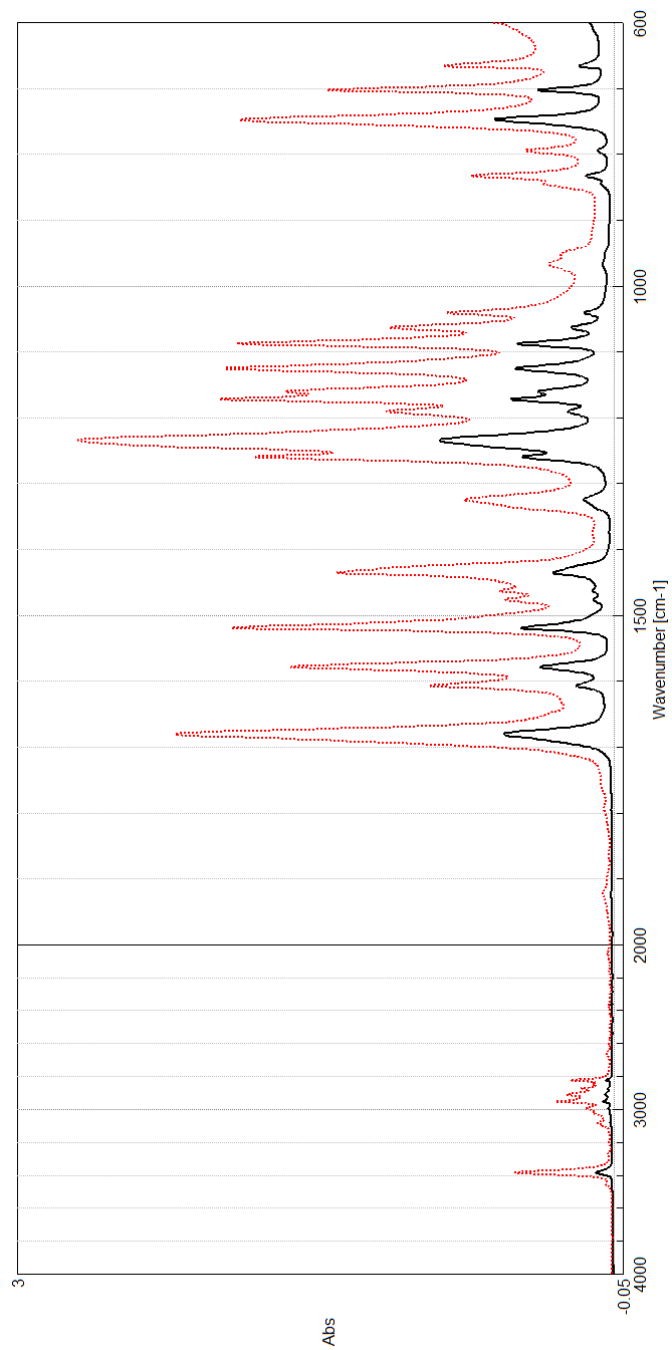


Fig. 5-17. N-メチルアクリラミド ZnSe プリズム (直線：1 回反射 ATR、破線：5 回反射 ATR)

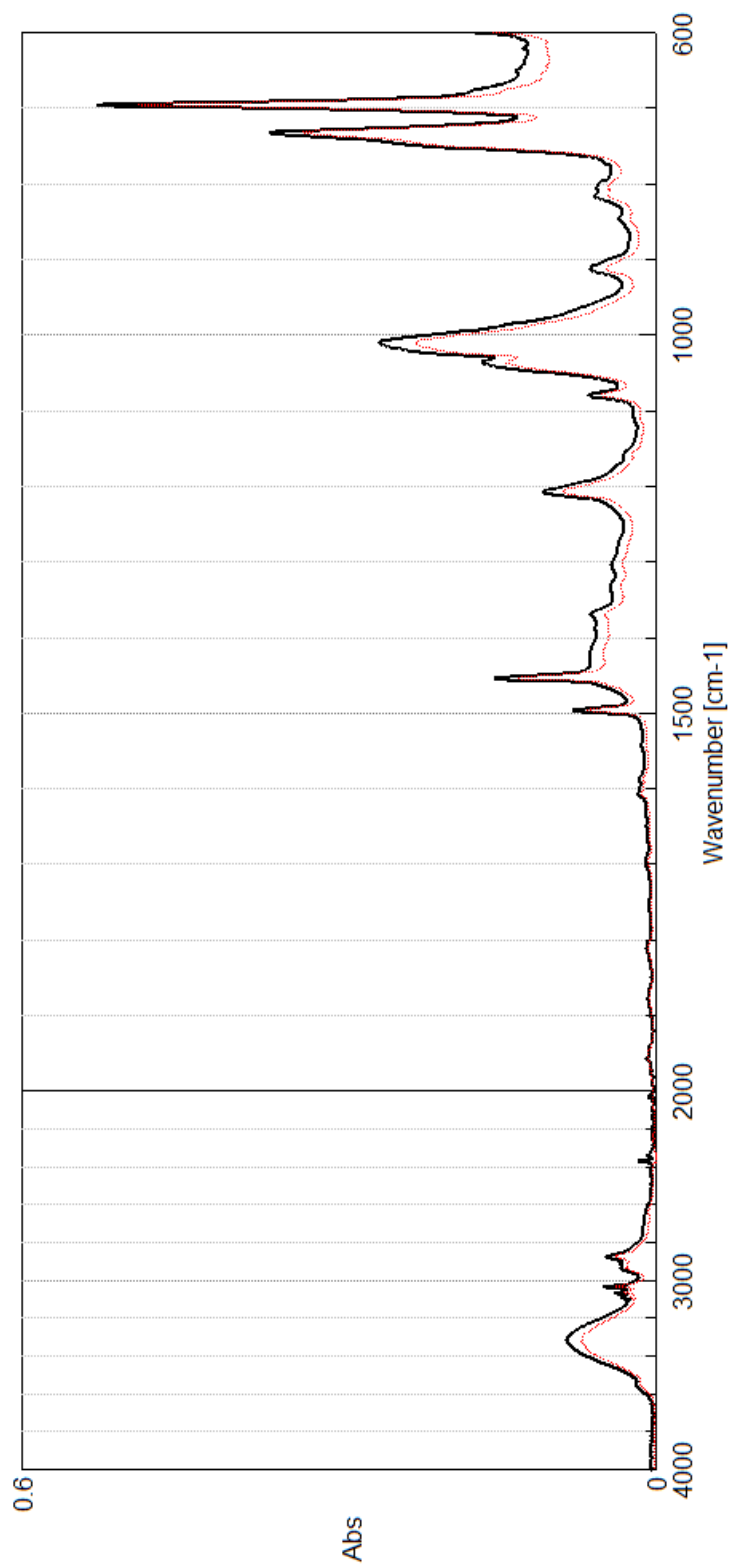


Fig. 5-18. ベンジルアルコール 1 回反射 ATR (直線：ダイヤモンドプリズム、破線：ZnSe プリズム)

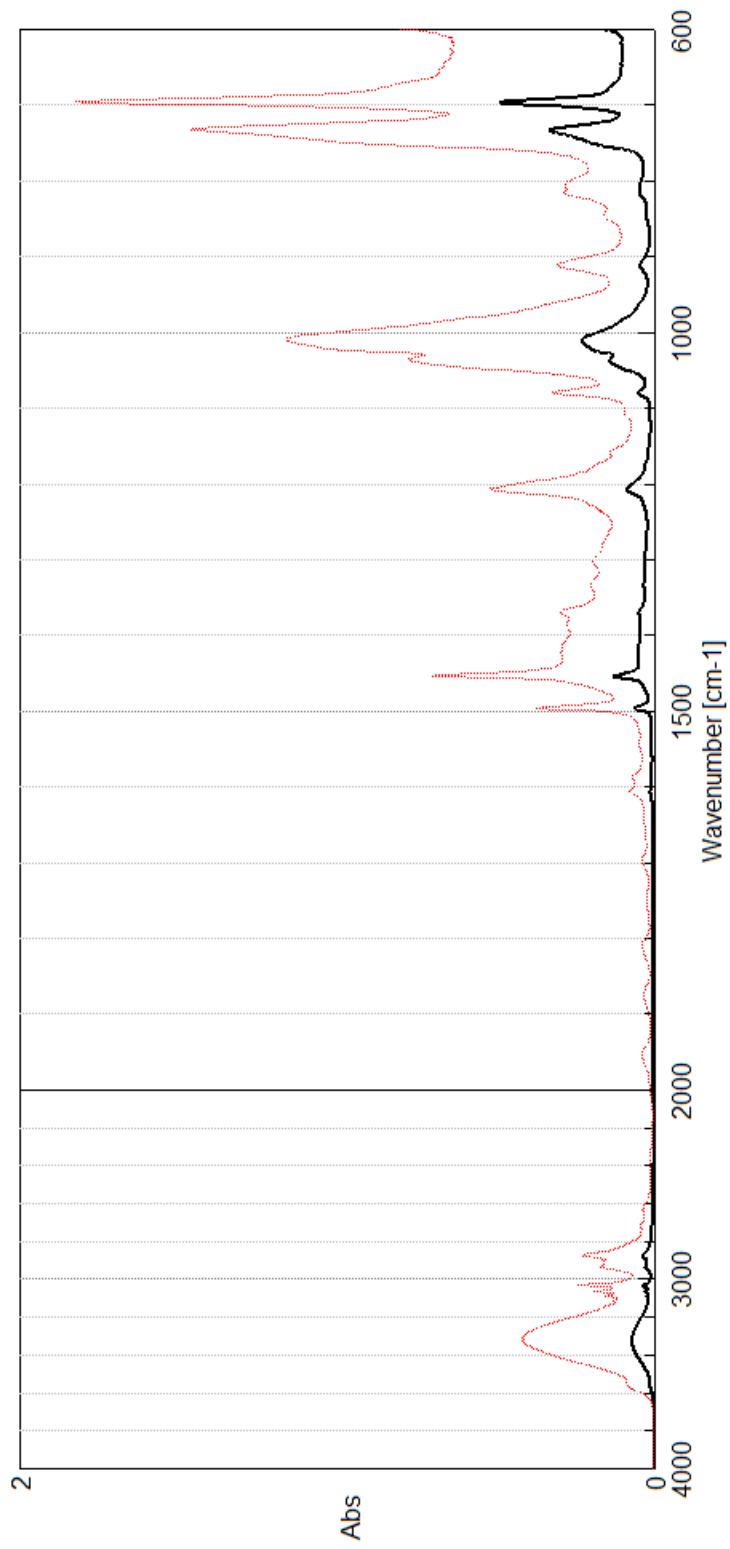


Fig. 5-19. ベンジルアルコール ZnSe プリズム (直線 : 1 回反射 ATR、破線 : 5 回反射 ATR)

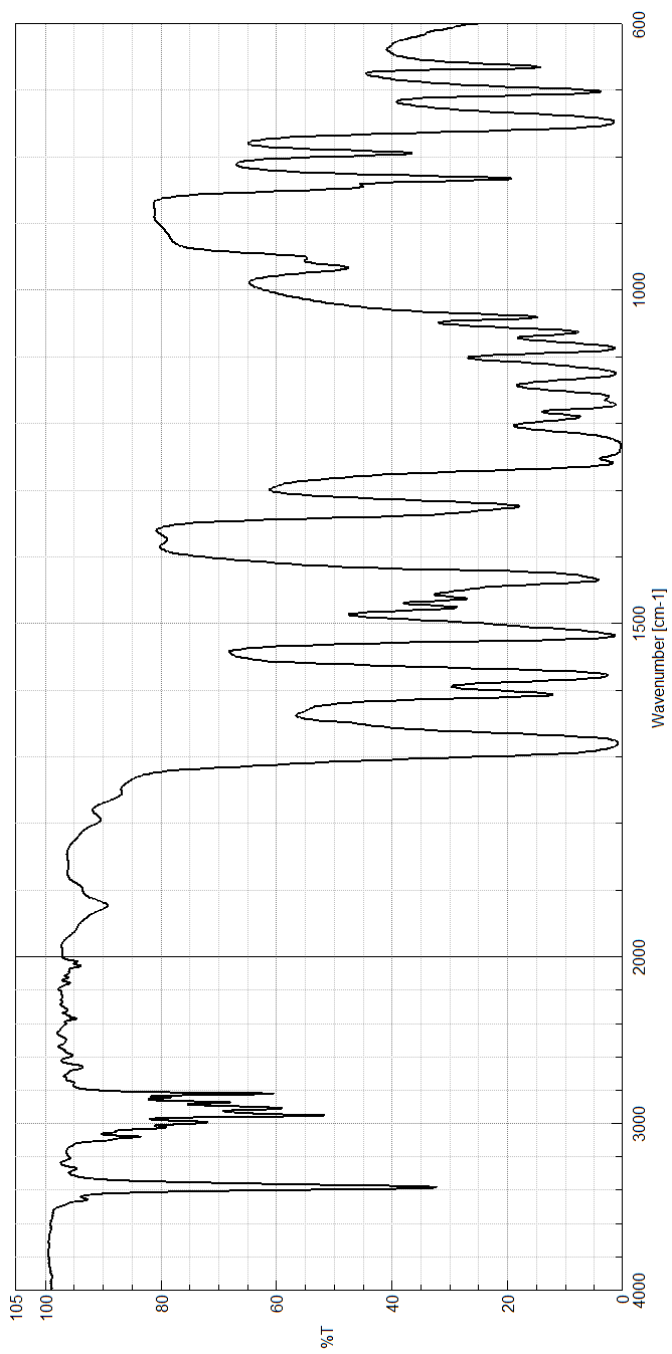


Fig. 5-20. N-メチルアクリルアミド (ZnSe プリズム、5 回反射 ATR (縦軸%T 表示))

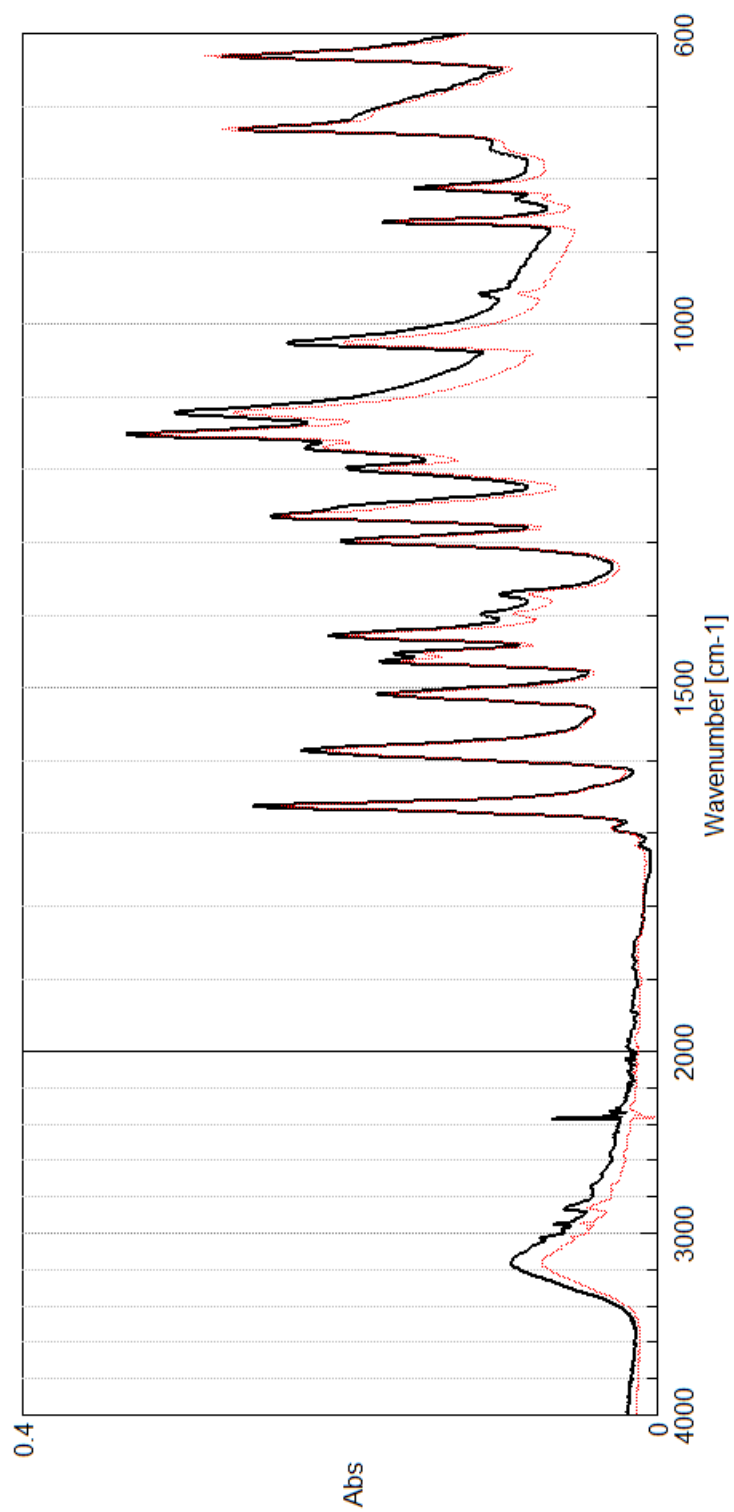


Fig. 5-21. パニリン 1 回反射 ATR (直線：ダイヤモンドプリズム、破線：ZnSe プリズム)

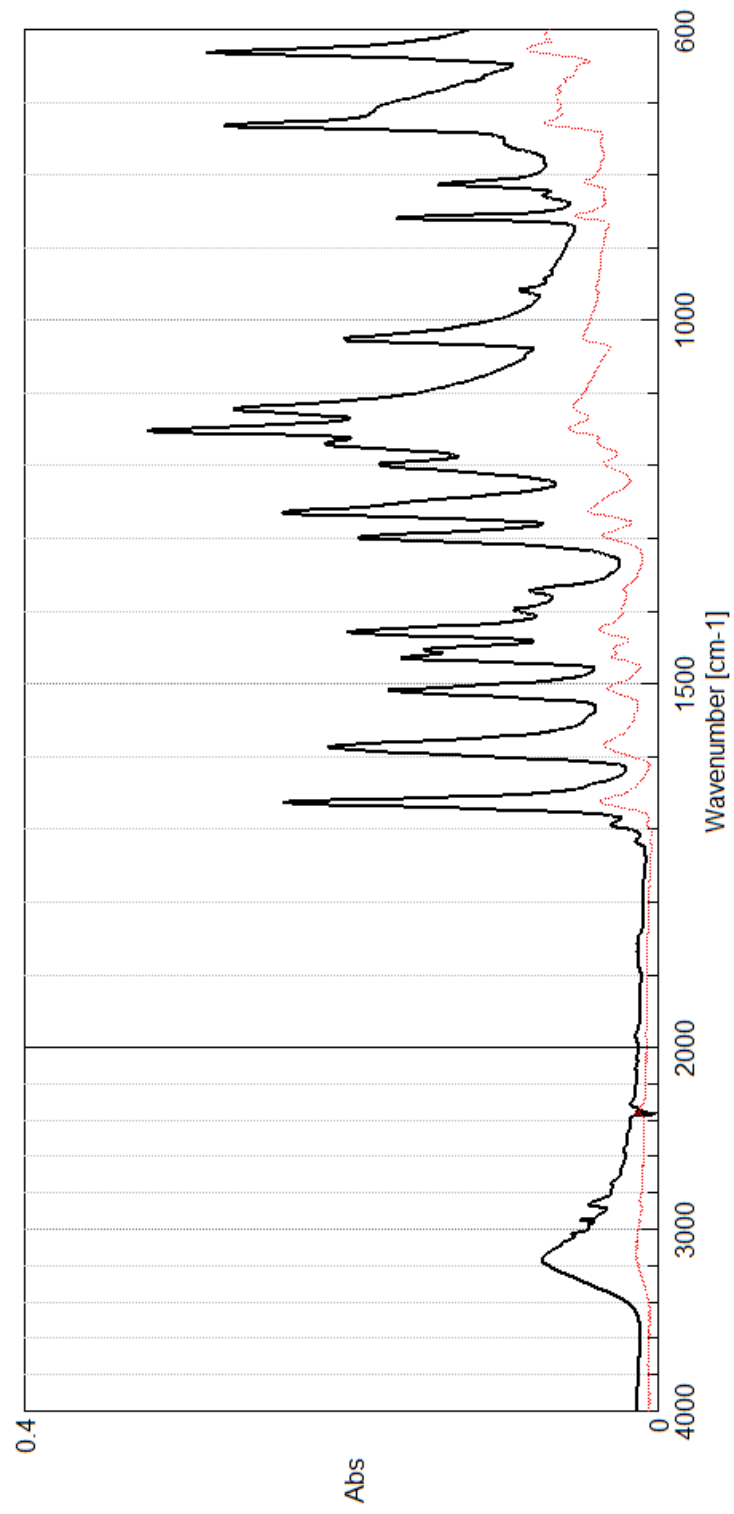


Fig. 5-22. バニリン ZnSe プリズム (直線 : 1 回反射 ATR、破線 : 5 回反射 ATR)

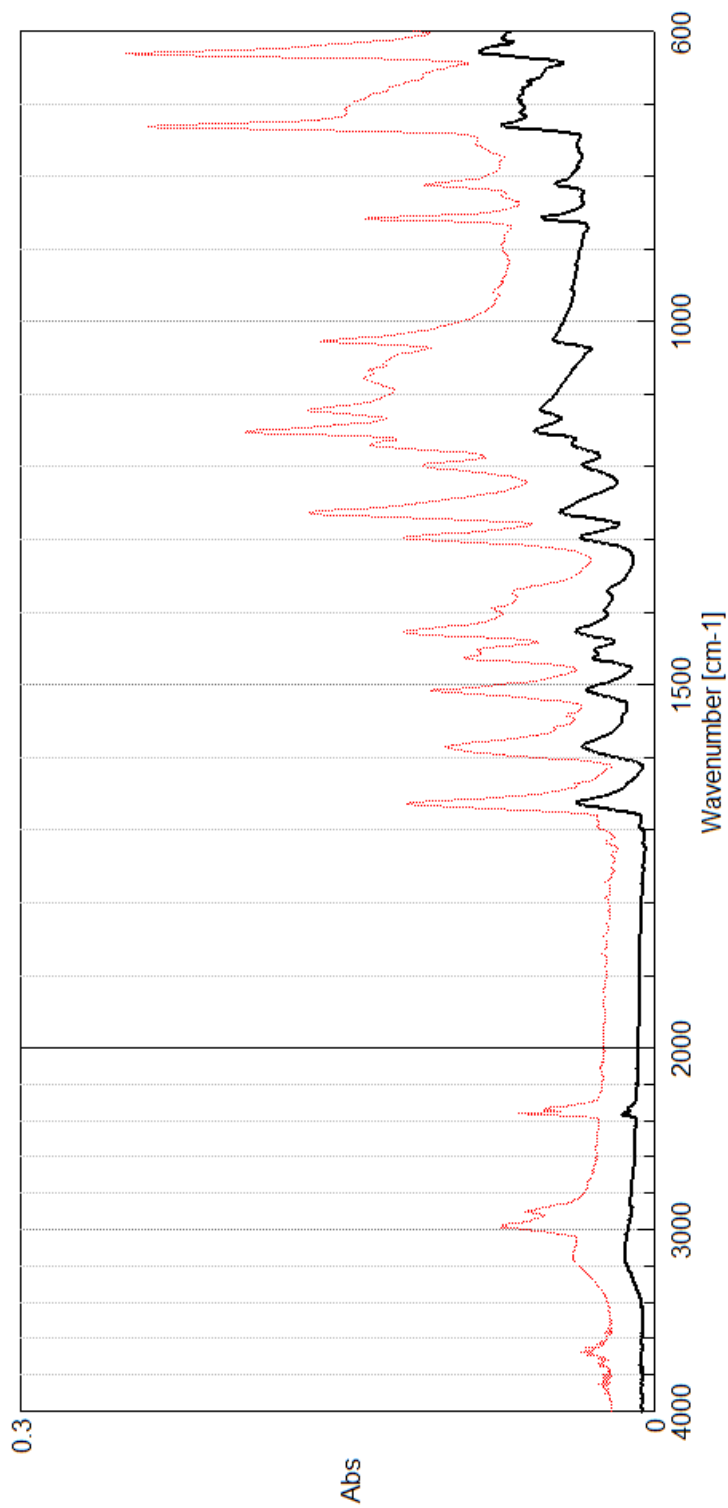


Fig. 5-23. バニリン ZnSeプリズム 5回反射ATR、破線：5回反射ATR(結晶細粒化)

Table 6-1 鉄共沈法を用いた塩化カリウム中の鉛抽出法を用いた添加回収試験

| Spiked level ($\mu\text{g/g}$) | Recovery (%) | RSD_r (%) | RSD_{ip} (%) |
|-------------------------------------|-----------------|-----------------------|--------------------------|
| 1 | 92.3 | 3.2 | 6.4 |
| 2 | 94.3 | 3.1 | 6.5 |
| 4 | 90.9 | 2.1 | 2.1 |

Table 6-2 鉄共沈法を用いた塩化カリウム中のヒ素抽出法を用いた添加回収試験

| Spiked level ($\mu\text{g/g}$) | Recovery (%) | RSD_r (%) | RSD_{ip} (%) |
|-------------------------------------|-----------------|-----------------------|--------------------------|
| 1.5 | 76.0 | 3.2 | 6.7 |
| 3 | 87.2 | 1.5 | 4.3 |
| 6 | 86.5 | 2.1 | 4.3 |

Table 6-3 鉄共沈法を用いた食品添加物試料からのヒ素及び鉛抽出法を用いた添加回収試験

| Sample | | Spike level ($\mu\text{g/g}$) | Recovery (%) | RSD (%) |
|-------------------|----|------------------------------------|-----------------|------------|
| Potassium nitrate | Pb | 2 | 91.4 | 1.6 |
| | As | 3 | 82.9 | 2.6 |
| Sodium nitrate | Pb | 2 | 88.9 | 3.1 |
| | As | 3 | 79.9 | 2.9 |
| Ammonium chloride | Pb | 2 | 91.7 | 2.9 |
| | As | 3 | 82.0 | 4.2 |
| Sodium sulfonate* | Pb | 2 | 91.0 | 2.7 |
| | As | 3 | 83.2 | 2.2 |

Table 6-4 鉄共沈法による炭酸塩類の鉛及びヒ素の添加回収試験結果
(蒸発乾固後, 水に溶解し鉄共沈法を実施)

| | Recovery (%) | |
|---|--------------|------------|
| | Pb | As |
| NaHCO ₃ HNO ₃ (1→100) | 91.7 ± 5.6 | 75.9 ± 2.9 |
| water | 104.8 ± 7.2 | 80.7 ± 5.6 |

mean±S.D (n=5)

Table 6-5 鉄共沈法による炭酸塩類の鉛及びヒ素の添加回収試験結果
(蒸発乾固後，水に溶解し鉄共沈法を実施)

| | Recovery (%) | |
|----------------------------------|----------------|------------|
| | Pb | As |
| K ₂ CO ₃ | 100.3 ± 5.8 | 78.8 ± 5.4 |
| NH ₄ HCO ₃ | 98.7 ± 7.4 | 76.8 ± 4.7 |
| Na ₂ CO ₃ | 94.0 ± 3.7 | 75.6 ± 3.0 |
| | mean±S.D (n=5) | |

Table 6-6 鉄共沈法による食用赤色3号の鉛，ヒ素及び亜鉛の添加回収試験結果
(タール色素試験法鉛試験法第2法により試料液調製)

| Food Red No.3 | Recovery (%) | | |
|---------------|----------------|------------|-------------|
| | Pb | As | Zn |
| 鉄共沈法 | 89.8 ± 2.7 | 72.3 ± 9.0 | 16.9 ± 1.4 |
| キレート固相カートリッジ | - | - | 83.5 ± 2.7 |
| 合計回収率 | 89.8 ± 2.7 | 72.3 ± 9.0 | 100.4 ± 1.2 |
| | mean±S.D (n=3) | | |

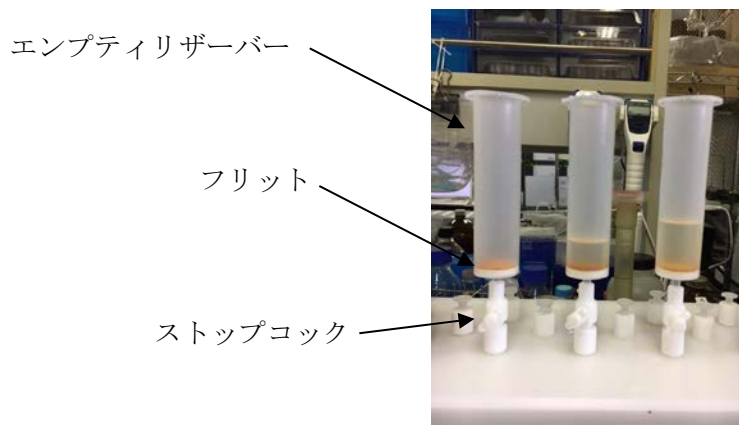


Fig. 6-1 鉄共沈法による鉛及びヒ素の精製

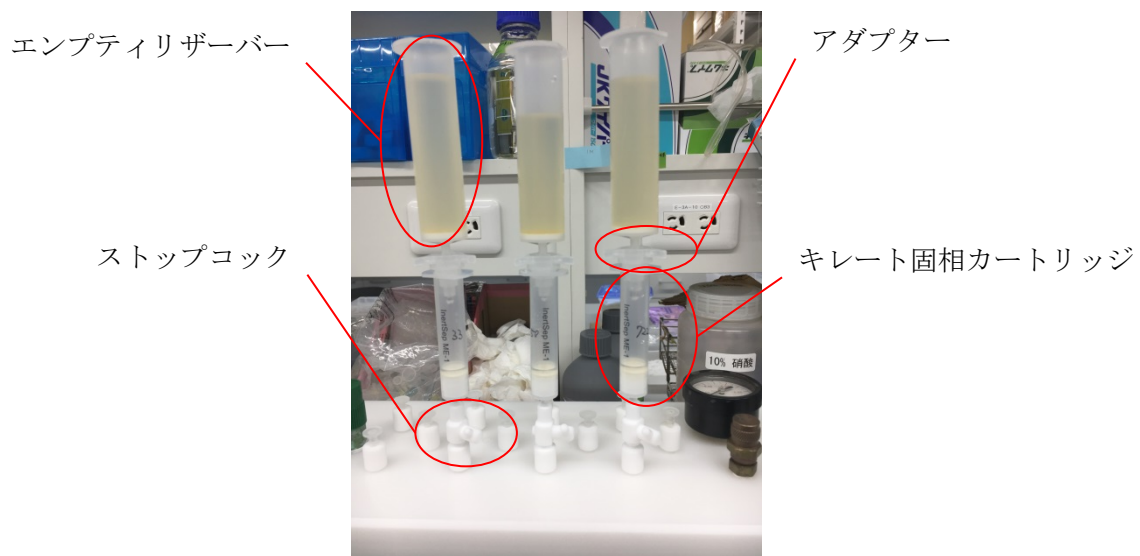


Fig. 6-2 鉄共沈法及びキレート固相カートリッジ法

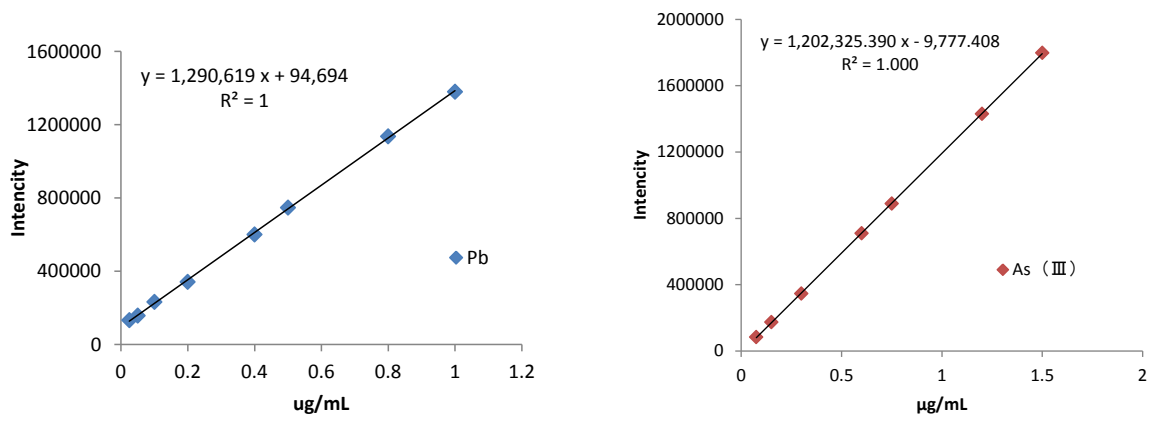


Fig. 6-3 ICP-AESによる鉛及びヒ素 (III) の検量線

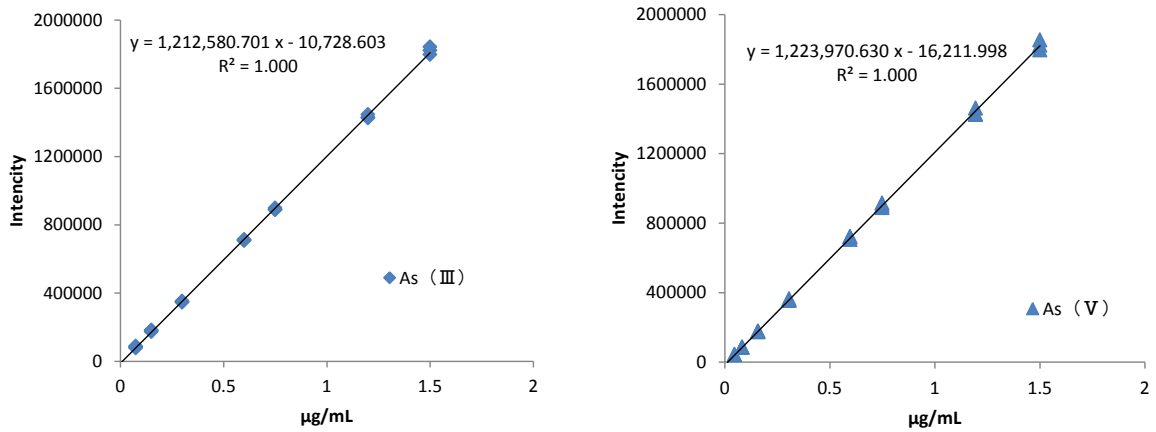


Fig. 6-4 ICP-AESによるヒ素 (III) 及びヒ素 (V) の検量線

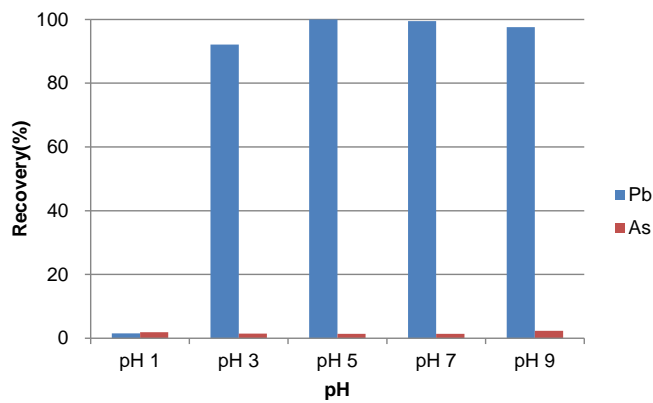


Fig. 6-5 キレート固相カートリッジによる塩化ナトリウムからの鉛及びヒ素の抽出に対するpHの影響

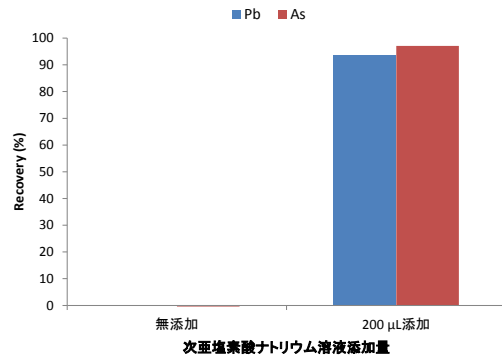


Fig. 6-6 pH9における鉄共沈法による塩化ナトリウムからの鉛及びヒ素の回収率への次亜塩素酸ナトリウム溶液の影響

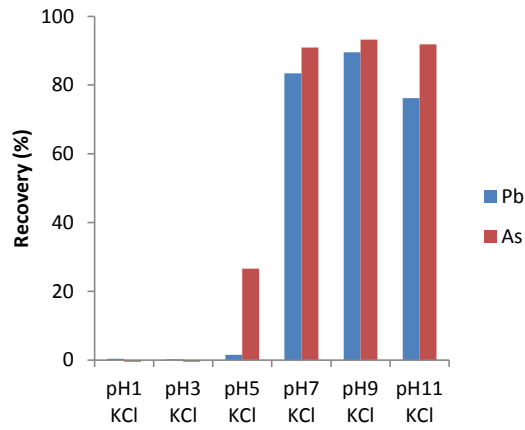


Fig. 6-7 鉄共沈法による塩化カリウムからの鉛及びヒ素の回収率へのpHの影響

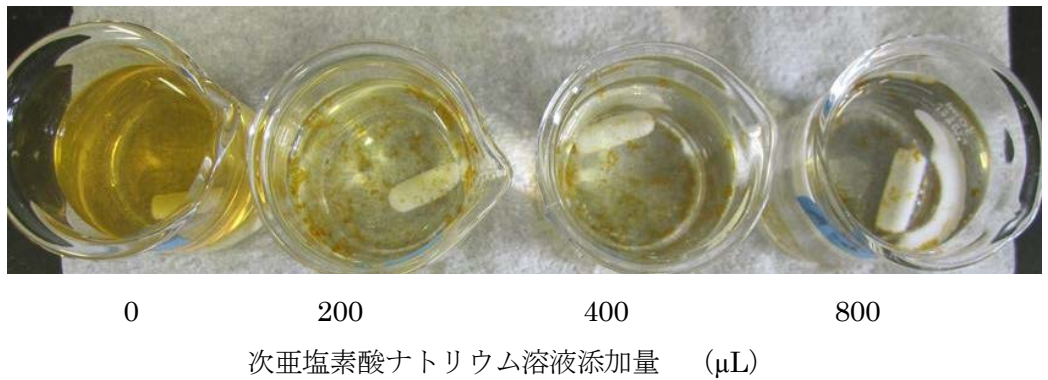
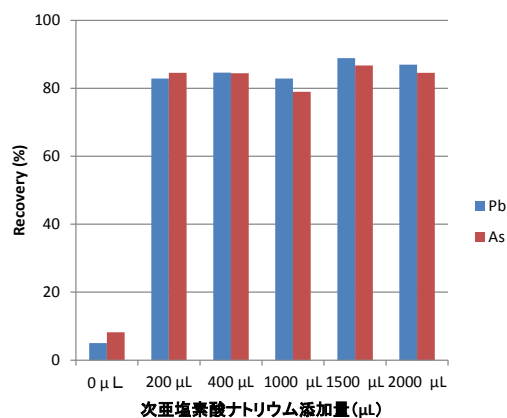


Fig. 6-8 鉄共沈法における次亜塩素酸ナトリウム溶液の添加量の影響

(A)



(B)

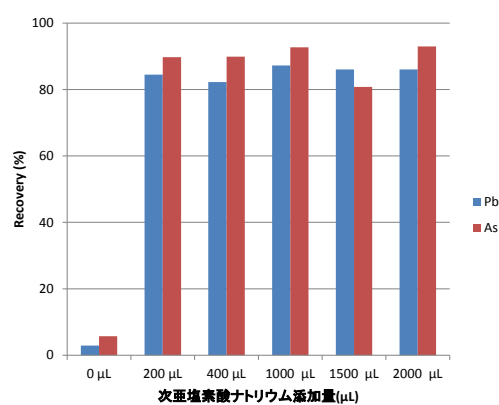
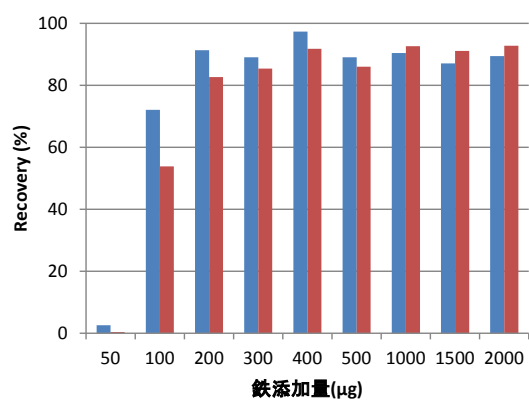


Fig. 6-9 鉄共沈法による塩化ナトリウム (A) 及び塩化カリウム (B) からの鉛及びヒ素の回収率へのpHの影響

(A)



(B)

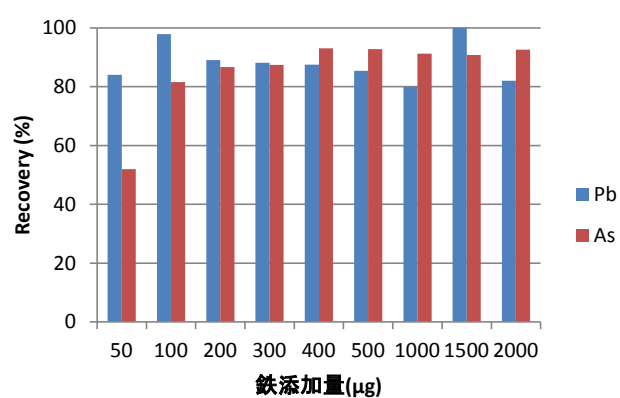


Fig. 6-10 鉄共沈法による塩化ナトリウム (A) 及び塩化カリウム (B) からの鉛及びヒ素の回収率への鉄添加量の影響

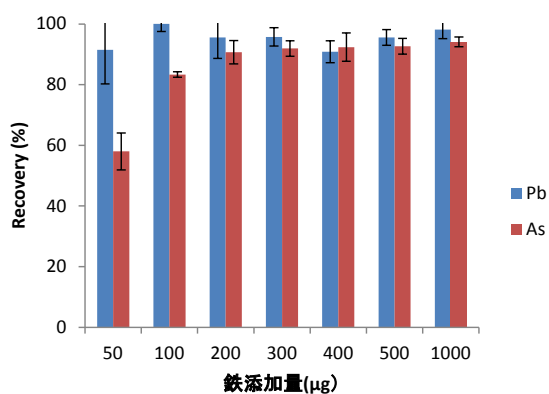


Fig. 6-11 鉄共沈法による塩化カリウムからの鉛及びヒ素の回収率への鉄添加量の影響

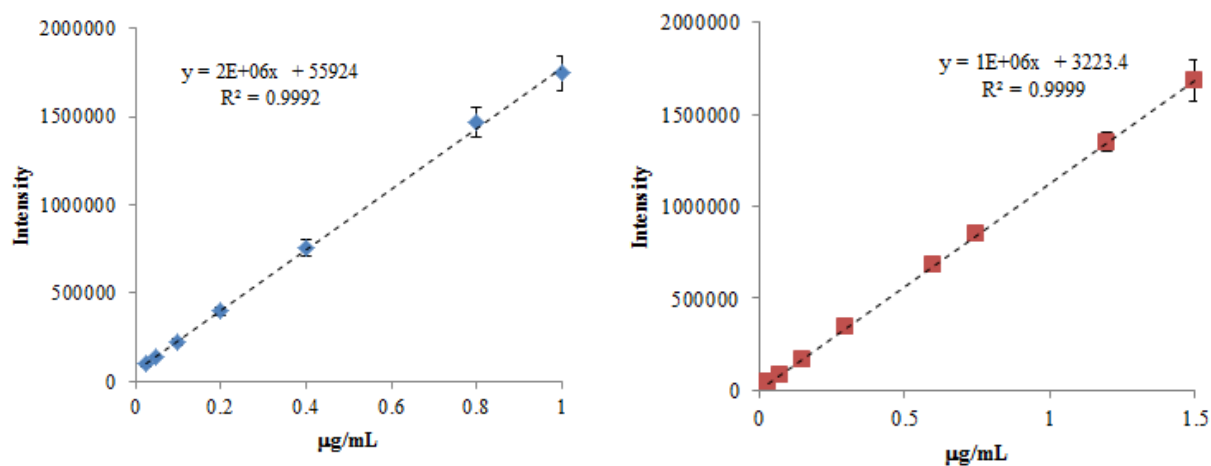


Fig. 6-12 ICP-AES法による鉛及びヒ素の検量線における直線性の確認

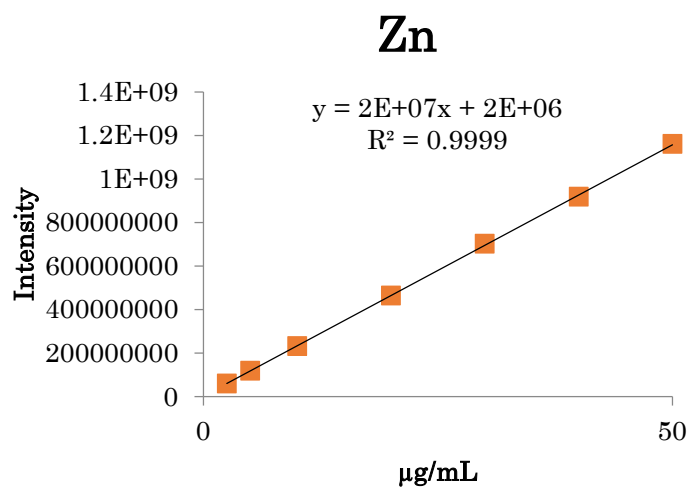
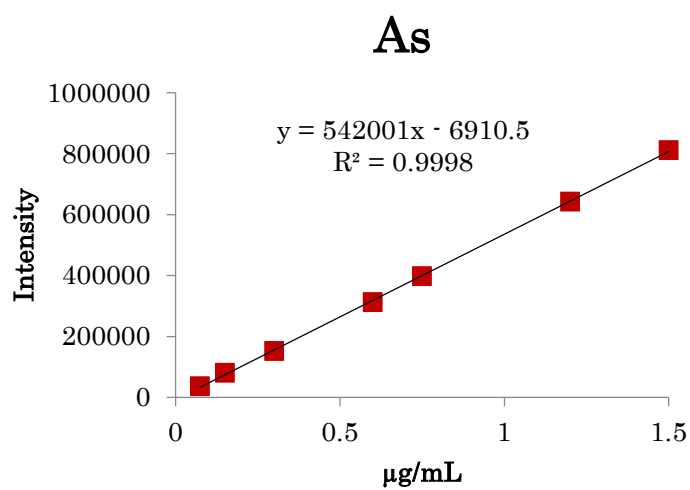
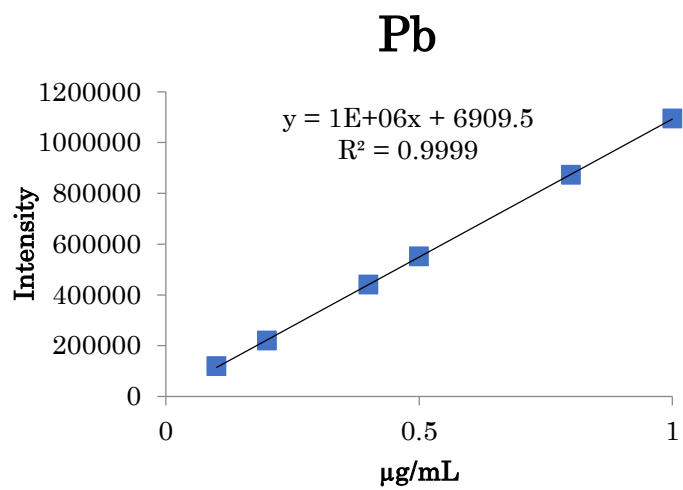


Fig.6-13 ICP-AESによる鉛，ヒ素及び亜鉛の検量線



硝酸マグネシウム・エタノール溶液に点火した様子



硫酸を加え 150~500℃で加熱



500℃で強熱した後の様子



予備灰化及び乾式灰化を3回繰り返した後の様子

Fig. 6-14 食用赤色3号の灰化操作（タール色素試験法鉛試験法第2法）



Fig. 6-15 食用赤色3号の灰化後の様子（タール色素試験法と素試験法）