厚生労働行政推進調査事業費補助金

医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業

医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究

（25KC2011）

令和７年度　総括・分担研究報告書

研究代表者　内山　奈穂子

令和８（２０２６）年　３月

目　　次

Ⅰ．総括研究報告

医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究 ----------1

内山 奈穂子

（資料1）タール色素の規格及び試験法についての実態調査(1) ----------5

II．分担研究報告

１．純度試験における金属類試験法の改正及び新規試験法設定に関する検討 -- 29

久保田 領志

III．研究成果の刊行に関する一覧表 ---------- 55

厚生労働行政推進調査事業費(医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業)
総括研究報告書

医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究

研究代表者 内山 奈穂子 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 部長

研究要旨

「医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令（タール色素省令）(厚生省令第30号)」は，昭和41年8月31日に公布され，これまでに数回に亘り一部改正が行われてきたが，その改正は平成16年3月が最後であり，その後見直しが行われていない状況である．現在，別表第一部（全ての医薬品，医薬部外品，化粧品に使用可）12品目，第二部（外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）50品目，第三部（粘膜に使用されることがない外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）27品目が収載されている．タール色素省令の各条において，試験法の中には，正確性や現在の分析技術水準に見合っていない試験法があり，実際の試験において不具合が生じている場合があるため，規定法以外の方法で試験判定が行われているものもある．従って，より適切な規格値の設定や現在の分析技術水準等に応じた試験法を整備する必要がある．そこで，本研究では，タール色素省令の改正に向けた規格整備を目的として検討を行う．さらに，本研究成果をもとに改正素案を作成し，今後のタール色素省令の改正原案の策定への活用につなげる．

令和7年度は，新規研究班を組織し，以下の検討を行った．

１）省令に規定されたタール色素の規格や試験法について実態調査を行った．関連する業界団体である日本製薬団体連合会（日薬連）及び日本化粧品工業会（粧工会）の協力のもと，現行の規格や試験法における不具合等や規格としての問題点，使用状況などについて調査を行った．両者からの課題についてリストアップし，その内容を取りまとめた．また，タール色素省令第四部一般試験法における各試験の概要と課題をまとめた．

２）一部のタール色素が収載されている食品添加物公定書等の関連公定規格についての規格の調査を行うとともに，さらに，米国，欧州等の諸外国における規制状況や規格項目等についても調査を開始した．

３）タール色素の安全性データの収集・調査を併せて開始した．

４）上記１）～３）の実態調査等で得られた結果をもとに，課題を整理し，規格及び試験法の検討を開始した．タール色素各条の純度試験の規定を精査し，各対象金属類について，前処理法，測定法について課題等を整理した．さらに，これらの問題点を解消するための試験法として，前処理不要で多元素一斉分析可能なエネルギー分散型蛍光X線分析法による検討を行った．

研究分担者
久保田　領志 : 国立医薬品食品衛生研究所・生活衛生化学部・第二室長

A. 研究目的

＜研究全体の目的＞

「医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令（タール色素省令）（厚生省令第 30 号)」は，昭和 41 年 8 月 31 日に公布され [1]，これまでに数回に亘り一部改正が行われてきたが，その改正は平成 16 年 3 月が最後であり，その後見直しが行われていない状況である．現在，別表第一部（全ての医薬品，医薬部外品，化粧品に使用可）12 品目，第二部（外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）50 品目，第三部（粘膜に使用されることがない外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）27 品目が収載されている．タール色素省令の各条において，試験法の中には，正確性や現在の分析技術水準に見合っていない試験法があり，実際の試験において不具合が生じている場合があるため，規定法以外の方法で試験判定が行われているものもある．従って，より適切な規格値の設定や現在の分析技術水準等に応じた試験法を整備する必要がある．

そこで，本研究では，タール色素省令の改正に向けた規格整備を目的として検討を行う．具体的には，１）医薬品や化粧品の関連業界団体に対して，省令に規定されたタール色素の規格や試験法について実態を調査する．また，関連する国内外の公定規格についても調査する．２）さらに，各タール色素の安全性データについても収集・調査を行う．３）得られた結果をもとに課題を整理した後，規格等を検討・評価し，規格や試験法を整備する．試験法整備においては，該当するタール色素を用いた実証研究を行う．さらに，本研究成果をもとに改正素案を作成し，今後のタール色素省令の改正原案の策定への活用につなげる．

B. 研究方法

【研究項目】

本研究は，以下の項目について実施する．

１）医薬品や化粧品の関連業界団体に対して，タール色素省令に規定されたタール色素の規格や試験法について実態調査を行う．

２）関連する国内外の公定規格（食品添加物公定書 [2] 等）や諸外国の規制状況について調査する．

３)省令に規定されたタール色素の安全性データの収集・調査も併せて行う．

４）上記１）～３）の実態調査等で得られた結果をもとに,課題を整理した後,規格等を検討･評価し,規格や試験法を整備する(具体的には,タール色素の各条規格，不純物規格等の設定,試験法の設定)．

５)タール色素省令改正のための規格及び試験法の改正素案を作成する．

【研究体制】

本研究は,研究機関及び業界団体の参画のもと，以下の研究体制にて実施する．

（研究代表機関）
・国立医薬品食品衛生研究所・生活衛生化学部
（研究協力機関）
・日本製薬団体連合会（日薬連）
・日本化粧品工業会（粧工会）
・日本食品分析センター（分析センター）
・国立医薬品食品衛生研究所・食品添加物部

研究体制としては,国立衛研を代表機関とし,本省令の試験等を実施している日本製薬団体連合会（日薬連）及び日本化粧品工業会（粧工会）等が協力機関として参画することで，より実効性のある研究体制を構築している．

上記研究体制における関係者（機関）参加のもと，年 2 回程度の研究班会議を開催する．

班会議において各項目の検討結果を共有し，各規格及び試験法を設定し，続いてタール色素省令改正素案を作成する．また，必要に応じて，規格整備を進める上でその他の関連する業界団体にも本研究班に参画頂く予定である．また，一部のタール色素は食品添加物公定書にも収載されていることから，必要に応じで，それらの専門家にも参画頂くこととした．

C. 研究結果及び考察

R 7 年度は，以下について研究を実施し，研究班会議を 2 回開催した（第一回班会議：2025/11/12，第二回班会議：2026/3/11）．

１）省令に規定されたタール色素の規格や試験法について実態調査を行った．関連する業界団体である日薬連及び粧工会の協力のもと，現行の規格や試験法における不具合等や規格としての問題点，使用状況などについて調査を行った．粧工会からは，①海外との整合性確保を含めた，現行の規格・試験法の不具合の修正，②粧工会の自主基準（不純物の限度値）[3] の省令への反映の検討（安全性と海外との整合性の観点から），③化粧品関連団体等から追加希望のある色素の省令への追加の検討，④粧工会が使用自粛としている色素の省令からの削除の検討等が挙げられた．①～④の課題について，詳細な項目をリストアップし，その内容を取りまとめた．医薬品に関しては，後発医薬品自主点検後のアンケート結果を参考に，現行の試験法の不具合等の課題のリストアップを行った．さらに，日薬連において，今回改めて，調査範囲を別表第 1 部～第３部に規定されたタール色素を対象としてアンケート調査を実施した．結果は，次年度取りまとめる予定である．

また，タール色素省令第四部一般試験法における各試験の概要と課題をまとめた．

２）一部のタール色素が収載されている食品添加物公定書等の関連公定規格についての規格の調査を行うとともに，本規格策定を担当する国立衛研・食品添加物部の担当者にも意見，助言を頂いた．さらに，米国，欧州等の諸外国における規制状況や規格項目等についても調査を開始した．

３）タール色素の安全性データの収集・調査を併せて開始した．

４）に関しては，タール色素省令に収載されている色素について，各条の純度試験の規定を精査し，各対象金属類について，測定のための前処理法，測定法について整理した．原子吸光光度法での測定が規定されている亜鉛，鉄，クロム，マンガン及び鉛については，硫酸及び硝酸，もしくは硝酸による加熱分解の後，４―メチル―２―ペンタノンによる抽出操作が必要となる等煩雑な操作が必要となる．また，ヒ素及び重金属については比色法が規定されており，前処理法が煩雑で，個別元素の判定ができない等の課題を示した．さらに，これらの問題点を解消するための試験法として，前処理が不要で多元素一斉分析可能なエネルギー分散型蛍光 X 線分析法による検討を行った．

D. 結論

令和 7 年度は，以下について研究を実施した．

１）省令に規定されたタール色素の規格や試験法について実態調査を行った．関連する業界団体である日薬連及び粧工会に対して，現行の規格や試験法における不具合等や規格としての問題点，使用状況などについて調査を行った．両企業団体からの課題についてリストアップし，その内容を取りまとめた．

２）一部のタール色素が収載されている食品添加物公定書等の関連公定規格についての規格の調査を行うとともに，米国，欧州等の諸外国における規制状況や規格項目等についても調査を開始した．

３）タール色素の安全性データの収集・調査を

併せて開始した.

４）上記１）～３）の実態調査等で得られた結果をもとに，課題を整理し，規格及び試験法の検討を開始した. タール色素各条の純度試験の規定を精査し，各対象金属類について，前処理法, 測定法について課題等を整理した. さらに, これらの問題点を解消するための試験法として, 前処理不要で多元素一斉分析可能なエネルギー分散型蛍光 X 線分析法による検討を行った.

E. 研究発表

1. 学会発表

なし

2. 誌上発表

なし

F. 知的財産権の出願・登録状況

該当無し

G. 参考文献

1. 厚生労働省「医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令」（厚生省令第三十号，昭和 41 年 8 月 31 日）
<https://laws.e-gov.go.jp/law/341M50000100030?occasion_date=20190701>
<https://www.mhlw.go.jp/web/t_doc?dataId=81074000&dataType=0>
2. 厚生労働省，消費者庁「食品添加物公定書第 10 版」（2024 年）
<https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryou/shokuhin/syokuten/kouteisho10e.html>
3. 法定色素ハンドブック改訂版. 日本化粧品工業連合会編（薬事日報社）（2004 年 9 月 21 日発刊)

厚生労働行政推進調査事業費(医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業)
総括研究報告書

医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究

研究代表者　内山　奈穂子　国立医薬品食品衛生研究所　生活衛生化学部　部長
研究分担者　久保田　領志　　国立医薬品食品衛生研究所　生活衛生化学部　室長

【資料 1】 タール色素の規格及び試験法についての実態調査（１）

本資料では, 省令に規定されたタール色素の規格や試験法について実態調査を行った結果を報告する.

１) タール色素省令に規定された色素について

現行のタール色素省令において規定されたタール色素を表１～４に示す.

【表１】第一部（全ての医薬品，医薬部外品，化粧品に使用可）12 品目
【表２】第二部(外用医薬品, 外用医薬部外品, 化粧品に使用可）50 品目
【表３】第三部（粘膜に使用されることがない外用医薬品, 外用医薬部外品, 化粧品に使用可）27 品目
【表４】第四部　一般試験法　17 試験法及びその他 3 項目

タール色素は，第一部から第三部において，一部レーキが含まれている.

次に，各部ごとの色素，収載されているレーキ，また食用色素の情報を表５～７に示す.

【表５】第一部（全ての医薬品，医薬部外品，化粧品に使用可）
【表６】第二部(外用医薬品, 外用医薬部外品, 化粧品に使用可
【表７】第三部（粘膜に使用されることがない外用医薬品, 外用医薬部外品, 化粧品に使用可）

第一部のタール色素は, 食用色素としても使用されている．また，タール色素省令の収載以外の赤色 40 号は，食用色素（食用赤色 40 号）として使用されている.

２）タール色素省令第四部「一般試験法」における各試験の概要と課題

タール色素省令第四部「一般試験法」における各試験の概要と課題を表８～１１に示す.

・表 8「確認試験及び同定試験」の概要と課題

表 8 では, タール色素省令一般試験法における確認試験・同定試験として, 炎色反応試験法, 赤外吸収スペクトル測定法, 薄層クロマトグラフ法（Rf 値比較，Rs 値比較），融点測定法，レーキ試験法等が整理されている．これらは，色素又はレーキ中の色素原体や金属成分の同一性確認を目的とし，主として目視判定，吸収スペクトル，TLC スポット，沈殿・呈色反応等を利用する試験法で構成されている．一方で，視覚判定への依存，操作熟練度の影響，定量性・選択性の不足，共存成分による干渉，長時間操作などが共通課題として示されている. 特にレーキ試験法では，遠心分離，沈殿確認，TLC 判定等に依存するため, 再現性や客観性に課題がある．このため，改善方法（案）として，ICP-MS，ICP-OES，XRF による元素分析，ATR-FTIR，HPLC-PDA，LC/MS，NMR 等を用いた機器分析への移行などが考えられる.

・表 9「純度試験及び一般性状試験」の概要と課題

表 9 では，塩化物試験法，可溶物試験法，乾燥減量試験法, 強熱残分試験法, 不溶物試験法, 硫酸塩試験法，レーキ試験法における純度試験

等が整理されている．これらは，塩化物，硫酸塩，水溶性・有機溶媒可溶物，不溶物，水分・揮発分, 無機残分等を評価するための試験法であり，ソックスレー抽出，液液抽出，逆滴定，重量法, 沈殿法などの分析法を中心として構成されている．試験法の多くは，長時間抽出，多量の有機溶媒使用，活性炭処理，ろ過，乾燥，恒量操作など複雑な工程を伴い, 操作依存性が高い．また，抽出物や不溶物の「量」は評価できるものの, 化学組成情報が得られないことも課題として示されている．さらに，クロロホルムやニトロベンゼン等の有害試薬使用, 抽出条件依存性, 視覚判定による主観性も問題点として挙げられている．改善方法（案）として，イオンクロマトグラフ法，HPLC，LC/MS，GC/MS，NMR，ICP-MS 等による直接定量や成分解析，迅速抽出法，抽出条件の簡略化・標準化への移行が考えられる．

表 10「金属類試験法」の概要と課題

表 10 では，原子吸光光度法（AAS）を中心とした金属類試験法について整理されている. 対象元素は Zn，Cr，Fe，Pb，Mn 等であり，各種前処理法，試料溶液調製法，比較試験法，被検元素別測定条件が示されている．試験法は，ケルダールフラスコによる酸分解, 硝酸･硫酸･過塩素酸処理，MIBK 抽出，ジチオカルバミン酸錯体形成等を経て AAS 測定を行う体系であり, 比較液との比色的比較を含む重金属分析法として構成されている．しかし，単元素測定で多元素同時分析に不向きであること, 過塩素酸やシアン化物, MIBK 等の危険試薬を用いること, 前処理工程が複雑かつ長時間で操作依存性が高いこと，安全性・再現性に課題があることが指摘されている．また，比較液との比較判定であり, 定量情報が限定的である点も課題である．改善方法（案）として，密閉系マイクロ波分解による前処理簡略化，ICP-MS 又は ICP-AES による多元素同時定量，抽出工程を省略した直接導入分析法への移行が考えられる．

・表 11「定量試験法及び測定法」の概要と課題

表 11 では，吸光度測定法，質量法，およびレーキ試験法における定量法が整理されている．吸光度測定法は，UV-Vis 吸収スペクトルの吸収極大波長を利用して色素の確認及び定量を行う方法であり, 吸光係数を用いて色素含量を算出する．一方，質量法では，酸析沈殿，アルカリ溶解後酸析沈殿, 硫酸溶解後沈殿等により色素を回収し, その乾燥重量から含量を求める．レーキ試験法では，色素原体を溶出後，各色素の定量法を準用してレーキ中の色素含量を求める．しかし, 吸光度法は分離を伴わないため, 類縁不純物や分解物の影響を受けやすく, スペクトルの重なりによる定量誤差が課題である. また, 質量法は沈殿生成, ろ過, 洗浄, 乾燥等に長時間を要し，共沈や回収率，ろ過性等に依存する．レーキ試験法でも，溶出効率や遠心分離条件の影響を受ける可能性が示されている．改善方法（案）として，HPLC/PDA，分離分析法，検量線法，標準品を用いた直接定量法への移行が考えられる．

タール色素省令　別表

表 1
第一部（全ての医薬品，医薬部外品，化粧品に使用可）12 品目

No.	第一部
1	赤色 2 号(別名アマランス(Amaranth))
2	赤色 3 号(別名エリスロシン(Erythrosine))
3	赤色 102 号(別名ニューコクシン(New　Coccine))
4	赤色 104 号の(1)(別名フロキシン B(Phloxine　B))
5	赤色 105 号の(1)(別名ローズベンガル(Rose　Bengal))
6	赤色 106 号(別名アシッドレッド(Acid　Red))
7	黄色 4 号(別名タートラジン(Tartrazine))
8	黄色 5 号(別名サンセットイエローFCF(Sunset　Yellow　FCF))
9	緑色 3 号(別名ファストグリーン FCF(Fast　Green　FCF))
10	青色 1 号(別名ブリリアントブルーFCF(Brilliant　Blue　FCF))
11	青色 2 号(別名インジゴカルミン(Indigo　Carmine))
12	1 から 11 までに掲げるもののアルミニウムレーキ

表 2 第二部（外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）50 品目

No.	第二部
1	赤色 201 号(別名リソールルビン B(Lithol Rubine B))
2	赤色 202 号(別名リソールルビン BCA(Lithol Rubine BCA))
3	赤色 203 号(別名レーキレッド C(Lake Red C))
4	赤色 204 号(別名レーキレッド CBA(Lake Red CBA))
5	赤色 205 号(別名リソールレッド(Lithol Red))
6	赤色 206 号(別名リソールレッド CA(Lithol Red CA))
7	赤色 207 号(別名リソールレッド BA(Lithol Red BA))
8	赤色 208 号(別名リソールレッド SR(Lithol Red SR))
9	赤色 213 号(別名ローダミン B(Rhodamine B))
10	赤色 214 号(別名ローダミン B アセテート(Rhodamine B Acetate))
11	赤色 215 号(別名ローダミン B ステアレート(Rhodamine B Stearate))
12	赤色 218 号(別名テトラクロロテトラブロモフルオレセイン(Tetrachlorotetrabromofluorescein))
13	赤色 219 号(別名ブリリアントレーキレッド R(Brilliant Lake Red R))
14	赤色 220 号(別名ディープマルーン(Deep Maroon))
15	赤色 221 号(別名トルイジンレッド(Toluidine Red))
16	赤色 223 号(別名テトラブロモフルオレセイン(Tetrabromofluorescein))
17	赤色 225 号(別名スダンⅢ(Sudan Ⅲ))
18	赤色 226 号(別名ヘリンドンピンク CN(Helindone Pink CN))
19	赤色 227 号(別名ファストアシッドマゲンタ(Fast Acid Magenta))
20	赤色 228 号(別名パーマトンレッド(Permaton Red))
21	赤色 230 号の(1)(別名エオシン YS(Eosine YS))
22	赤色 230 号の(2)(別名エオシン YSK(Eosine YSK))
23	赤色 231 号(別名フロキシン BK(Phloxine BK))
24	赤色 232 号(別名ローズベンガル K(Rose Bengal K))
25	だいだい色 201 号(別名ジブロモフルオレセイン(Dibromofluorescein))
26	だいだい色 203 号(別名パーマネントオレンジ(Permanent Orange))
27	だいだい色 204 号(別名ベンチジンオレンジ G(Benzidine Orange G))
28	だいだい色 205 号(別名オレンジⅡ(Orange Ⅱ))
29	だいだい色 206 号(別名ジヨードフルオレセイン(Diiodofluorescein))
30	だいだい色 207 号(別名エリスロシン黄 NA(Erythrosine Yellowish NA))
31	黄色 201 号(別名フルオレセイン(Fluorescein))
32	黄色 202 号の(1)(別名ウラニン(Uranine))
33	黄色 202 号の(2)(別名ウラニン K(Uranine K))
34	黄色 203 号(別名キノリンイエローWS(Quinoline Yellow WS))
35	黄色 204 号(別名キノリンイエローSS(Quinoline Yellow SS))
36	黄色 205 号(別名ベンチジンイエローG(Benzidine Yellow G))
37	緑色 201 号(別名アリザリンシアニングリーン F(Alizarine Cyanine Green F))
38	緑色 202 号(別名キニザリングリーン SS(Quinizarine Green SS))
39	緑色 204 号(別名ピラニンコンク(Pyranine Conc))
40	緑色 205 号(別名ライトグリーン SF 黄(Light Green SF Yellowish))
41	青色 201 号(別名インジゴ(Indigo))
42	青色 202 号(別名パテントブルーNA(Patent Blue NA))
43	青色 203 号(別名パテントブルーCA(Patent Blue CA))
44	青色 204 号(別名カルバンスレンブルー(Carbanthrene Blue))
45	青色 205 号(別名アルファズリン FG(Alphazurine FG))
46	褐色 201 号(別名レゾルシンブラウン(Resorcin Brown))
47	紫色 201 号(別名アリズリンパープル SS(Alizurine Purple SS))

表 2 （続き）第二部（外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）50 品目

No.	第二部
48	19, 21 から 24 まで, 28, 30, 32 から 34 まで, 37, 39, 40, 45 及び 46 に掲げるもののアルミニウムレーキ
49	28, 34 及び 42 並びに第一部の品目の 4, 7, 8 及び 10 に掲げるもののバリウムレーキ
50	28, 34 及び 40 並びに第一部の品目の 7, 8 及び 10 に掲げるもののジルコニウムレーキ

表 3

第三部（粘膜に使用されることがない外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）27 品目

No.	第三部
1	赤色 401 号(別名ビオラミン R(Violamine　R))
2	赤色 404 号(別名ブリリアントファストスカーレット(Brilliant　Fast　Scarlet))
3	赤色 405 号(別名パーマネントレッド F5R(Permanent　Red　F5R))
4	赤色 501 号(別名スカーレットレッド NF(Scarlet　Red　NF))
5	赤色 502 号(別名ポンソー3R(Ponceau　3R))
6	赤色 503 号(別名ポンソーR(Ponceau　R))
7	赤色 504 号(別名ポンソーSX(Ponceau　SX))
8	赤色 505 号(別名オイルレッド XO(Oil　Red　XO))
9	赤色 506 号(別名ファストレッド S(Fast　Red　S))
10	だいだい色 401 号(別名ハンサオレンジ(Hanza　Orange))
11	だいだい色 402 号(別名オレンジ I(Orange　I))
12	だいだい色 403 号(別名オレンジ SS(Orange　SS))
13	黄色 401 号(別名ハンサイエロー(Hanza　Yellow))
14	黄色 402 号(別名ポーライエロー5G(Polar　Yellow　5G))
15	黄色 403 号の(1)(別名ナフトールイエローS(Naphthol　Yellow　S))
16	黄色 404 号(別名イエローAB(Yellow　AB))
17	黄色 405 号(別名イエローOB(Yellow　OB))
18	黄色 406 号(別名メタニルイエロー(Metanil　Yellow))
19	黄色 407 号(別名ファストライトイエロー3G(Fast　Light　Yellow　3G))
20	20　緑色 401 号(別名ナフトールグリーン B(Naphthol　Green　B))
21	緑色 402 号(別名ギネアグリーン B(Guinea　Green　B))
22	青色 403 号(別名スダンブルーB(Sudan　Blue　B))
23	青色 404 号(別名フタロシアニンブルー(Phthalocyanine　Blue))
24	紫色 401 号(別名アリズロールパープル(Alizurol　Purple))
25	黒色 401 号(別名ナフトールブルーブラック(Naphthol　Blue　Black))
26	1，5 から 7 まで，9，11，14，15，18，19，21，24 及び 25 に掲げるもののアルミニウムレーキ
27	11 及び 21 に掲げるもののバリウムレーキ

表４

第四部　一般試験法

No.	一般試験法
1	塩化物試験法
2	炎色反応試験法
3	可溶物試験法
4	乾燥減量試験法
5	吸光度測定法
6	強熱残分試験法
7	原子吸光光度法
8	質量法
9	重金属試験法
10	赤外吸収スペクトル測定法
11	薄層クロマトグラフ法
12	pH 測定法
13	ヒ素試験法
14	不溶物試験法
15	融点測定法
16	硫酸塩試験法
17	レーキ試験法
その他	試薬・試液，標準液及び容量分析用標準液
その他	薄層クロマトグラフ用標準品
その他	計量器・用器

表５
第一部（全ての医薬品，医薬部外品，化粧品に使用可）（*下表はレーキ除く）

通しNo.	No.	名称	省令					食用色素の情報
			部	収載されているレーキ			別名	
				アルミニウム	バリウム	ジルコニウム		
1	1	赤色 2 号	第 1 部	○			アマランス (Amaranth)	食用赤色 2 号 食用赤色 2 号アルミニウムレーキ
2	2	赤色 3 号	第 1 部	○			エリスロシン(Erythrosine)	食用赤色 3 号 食用赤色 3 号アルミニウムレーキ
3	3	赤色 102 号	第 1 部	○			ニューコクシン (New Coccine)	食用赤色 102 号
4	4	赤色 104 号の(1)	第 1 部	○	○ 第 2 部		フロキシン B (Phloxine B)	食用赤色 104 号
5	5	赤色 105 号の(1)	第 1 部	○			ローズベンガル (Rose Bengal)	食用赤色 105 号
6	6	赤色 106 号	第 1 部	○			アシッドレッド (Acid Red)	食用赤色 106 号
7	7	黄色 4 号	第 1 部	○	○ 第 2 部	○ 第 2 部	タートラジン (Tartrazine)	食用黄色 4 号 食用黄色 4 号アルミニウムレーキ
8	8	黄色 5 号	第 1 部	○	○ 第 2 部	○ 第 2 部	サンセットイエローFCF (Sunset Yellow FCF)	食用黄色 5 号 食用黄色 5 号アルミニウムレーキ
9	9	緑色 3 号	第 1 部	○			ファストグリーン FCF (Fast Green FCF)	食用緑色 3 号 食用緑色 3 号アルミニウムレーキ
10	10	青色 1 号	第 1 部	○	○ 第 2 部	○ 第 2 部	ブリリアントブルーFCF (Brilliant Blue FCF)	食用青色 1 号 食用青色 1 号アルミニウムレーキ
11	11	青色 2 号	第 1 部	○			インジゴカルミン (Indigo Carmine)	食用青色 2 号 食用青色 2 号アルミニウムレーキ

表６
第二部（外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）（*下表はレーキ除く）

通しNo.	No.	名称	省令					食用色素の情報
			部	収載されているレーキ			別名	
				アルミニウム	バリウム	ジルコニウム		
12	1	赤色 201 号	第 2 部				リソールルビン B(Lithol Rubine B)	
13	2	赤色 202 号	第 2 部				リソールルビン BCA(Lithol Rubine BCA)	
14	3	赤色 203 号	第 2 部				レーキレッド C(Lake Red C)	
15	4	赤色 204 号	第 2 部				レーキレッド CBA(Lake Red CBA)	
16	5	赤色 205 号	第 2 部				リソールレッド(Lithol Red)	
17	6	赤色 206 号	第 2 部				リソールレッド CA(Lithol Red CA)	
18	7	赤色 207 号	第 2 部				リソールレッド BA(Lithol Red BA)	
19	8	赤色 208 号	第 2 部				リソールレッド SR(Lithol Red SR)	
20	9	赤色 213 号	第 2 部				ローダミン B(Rhodamine B)	
21	10	赤色 214 号	第 2 部				ローダミン B アセテート(Rhodamine B Acetate)	
22	11	赤色 215 号	第 2 部				ローダミン B ステアレート(Rhodamine B Stearate)	
23	12	赤色 218 号	第 2 部				テトラクロロテトラブロモフルオレセイン(Tetrachlorotetrabromofluorescein)	
24	13	赤色 219 号	第 2 部				ブリリアントレーキレッド R(Brilliant Lake Red R)	
25	14	赤色 220 号	第 2 部				ディープマルーン(Deep Maroon)	
26	15	赤色 221 号	第 2 部				トルイジンレッド(Toluidine Red)	
27	16	赤色 223 号	第 2 部				テトラブロモフルオレセイン(Tetrabromofluorescein)	
28	17	赤色 225 号	第 2 部				スダンⅢ(Sudan Ⅲ)	
29	18	赤色 226 号	第 2 部				ヘリンドンピンク CN(Helindone Pink CN)	
30	19	赤色 227 号	第 2 部	○			ファストアシッドマゲンタ(Fast Acid Magenta)	
31	20	赤色 228 号	第 2 部				パーマトンレッド(Permaton Red)	
32	21	赤色 230 号の(1)	第 2 部	○			エオシン YS(Eosine YS)	
33	22	赤色 230 号の(2)	第 2 部	○			エオシン YSK(Eosine YSK)	
34	23	赤色 231 号	第 2 部	○			フロキシン BK(Phloxine BK)	
35	24	赤色 232 号	第 2 部	○			ローズベンガル K(Rose Bengal K)	

表６（続き）
第二部（外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）（*下表はレーキ除く）

通しNo.	No.	名称	省令					食用色素の情報
			部	収載されているレーキ			別名	
				アルミニウム	バリウム	ジルコニウム		
36	25	だいだい色 201 号	第 2 部				ジブロモフルオレセイン (Dibromofluorescein)	
37	26	だいだい色 203 号	第 2 部				パーマネントオレンジ(Permanent Orange)	
38	27	だいだい色 204 号	第 2 部				ベンチジンオレンジ G(Benzidine Orange G)	
39	28	だいだい色 205 号	第 2 部	○	○	○	オレンジⅡ(Orange Ⅱ)	
40	29	だいだい色 206 号	第 2 部				ジヨードフルオレセイン (Diiodofluorescein)	
41	30	だいだい色 207 号	第 2 部	○			エリスロシン黄 NA (Erythrosine Yellowish NA)	
42	31	黄色 201 号	第 2 部				フルオレセイン (Fluorescein)	
43	32	黄色 202 号の(1)	第 2 部	○			ウラニン (Uranine)	
44	33	黄色 202 号の(2)	第 2 部	○			ウラニン K (Uranine K)	
45	34	黄色 203 号	第 2 部	○	○	○	キノリンイエローWS (Quinoline Yellow WS)	
46	35	黄色 204 号	第 2 部				キノリンイエローSS (Quinoline Yellow SS)	
47	36	黄色 205 号	第 2 部				ベンチジンイエローG (Benzidine Yellow G)	
48	37	緑色 201 号	第 2 部	○			アリザリンシアニングリーン F (Alizarine Cyanine Green F)	
49	38	緑色 202 号	第 2 部				キニザリングリーン SS (Quinizarine Green SS)	
50	39	緑色 204 号	第 2 部	○			ピラニンコンク (Pyranine Conc)	
51	40	緑色 205 号	第 2 部	○		○	ライトグリーン SF 黄 (Light Green SF Yellowish)	
52	41	青色 201 号	第 2 部				インジゴ (Indigo)	
53	42	青色 202 号	第 2 部		○		パテントブルーNA (Patent Blue NA)	
54	43	青色 203 号	第 2 部				パテントブルーCA (Patent Blue CA)	
55	44	青色 204 号	第 2 部				カルバンスレンブルー (Carbanthrene Blue)	
56	45	青色 205 号	第 2 部	○			アルファズリン FG (Alphazurine FG)	
57	46	褐色 201 号	第 2 部	○			レゾルシンブラウン (Resorcin Brown)	
58	47	紫色 201 号	第 2 部				アリズリンパープル SS (Alizurine Purple SS)	

表 7
第三部（粘膜に使用されることがない外用医薬品，外用医薬部外品，化粧品に使用可）
（*下表はレーキ除く）

通しNo.	No.	名称	省令					食用色素の情報
			部	収載されているレーキ			別名	
				アルミニウム	バリウム	ジルコニウム		
59	1	赤色 401 号	第 3 部	○			ビオラミン R(Violamine R)	
60	2	赤色 404 号	第 3 部				ブリリアントファストスカーレット (Brilliant Fast Scarlet)	
61	3	赤色 405 号	第 3 部				パーマネントレッド F5R (Permanent Red F5R)	
62	4	赤色 501 号	第 3 部				スカーレットレッド NF (Scarlet Red NF)	
63	5	赤色 502 号	第 3 部	○			ポンソー3R (Ponceau 3R)	
64	6	赤色 503 号	第 3 部	○			ポンソーR (Ponceau R)	
65	7	赤色 504 号	第 3 部	○			ポンソーSX (Ponceau SX)	
66	8	赤色 505 号	第 3 部				オイルレッド XO (Oil Red XO)	
67	9	赤色 506 号	第 3 部	○			ファストレッド S (Fast Red S)	
68	10	だいだい色 401 号	第 3 部				ハンサオレンジ (Hanza Orange)	
69	11	だいだい色 402 号	第 3 部	○	○		オレンジ I (Orange I)	
70	12	だいだい色 403 号	第 3 部				オレンジ SS (Orange SS)	
71	13	黄色 401 号	第 3 部				ハンサイエロー (Hanza Yellow)	
72	14	黄色 402 号	第 3 部	○			ポーライエロー5G (Polar Yellow 5G)	
73	15	黄色 403 号の(1)	第 3 部	○			ナフトールイエローS (Naphthol Yellow S)	
74	16	黄色 404 号	第 3 部				イエローAB (Yellow AB)	
75	17	黄色 405 号	第 3 部				イエローOB (Yellow OB)	
76	18	黄色 406 号	第 3 部	○			メタニルイエロー (Metanil Yellow)	
77	19	黄色 407 号	第 3 部	○			ファストライトイエロー3G (Fast Light Yellow 3G)	
78	20	緑色 401 号	第 3 部				ナフトールグリーン B (Naphthol Green B)	
79	21	緑色 402 号	第 3 部	○	○		ギネアグリーン B (Guinea Green B)	
80	22	青色 403 号	第 3 部				スダンブルーB (Sudan Blue B)	
81	23	青色 404 号	第 3 部				フタロシアニンブルー (Phthalocyanine Blue)	
82	24	紫色 401 号	第 3 部	○			アリズロールパープル (Alizurol Purple)	
83	25	黒色 401 号	第 3 部	○			ナフトールブルーブラック (Naphthol Blue Black)	
84	－	赤色 40 号	対象外				(食用は「アルラレッド AC」)	食用赤色 40 号 食用赤色 40 号 アルミニウムレーキ

表 8　タール色素省令一般試験法における確認試験及び同定試験の概要と課題

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	2	炎色反応試験法	目視確認試験	構造中又は試料中に存在する K, Na, Ca, Ba, Sr 塩の確認	定義：炎色反応試験法は，試料を塩酸で潤して炎色反応を行い，その炎色を観察し，構造中に存在するカリウム塩，ナトリウム塩，カルシウム塩，バリウム塩又はストロンチウム塩を確認する方法である． 概要：試料を塩酸でかゆ状とし，白金線に付けて無色炎中で加熱する．炎色を観察し，カリウム塩は淡紫色，ナトリウム塩は黄色，カルシウム塩は黄赤色，バリウム塩は黄緑色，以下略	目視判定であり，ナトリウム等の共存元素による干渉を受けやすい．確認試験としては簡便だが，選択性及び定量性は低い．	ICP-OES, ICP-MS, 蛍光 X 線分析等による元素確認又は定量分析．
一般試験法	10	赤外吸収スペクトル測定法	IR 確認試験	物質の同一性確認	定義：赤外吸収スペクトル測定法は，物質の赤外吸収スペクトルがその物質の化学構造によって定まるという性質を利用し，種々の波数における赤外吸収スペクトルを測定することにより，物質を確認する方法である． 概要：分散型又はフーリエ変換型赤外分光光度計を用いる．ポリスチレン膜により透過率差，波数目盛，再現性を確認する．試料 1～2 mg を臭化カリウム 100～200 mg を加え，以下略	KBr 錠剤調製の熟練を要し，試料の粒度・水分・混合状態に影響される．定性的確認が中心．	ATR-FTIR 法，標準スペクトルライブラリ，必要に応じて LC/MS や NMR による確認．

表 8　タール色素省令一般試験法における確認試験及び同定試験の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	11	薄層クロマトグラフ法	総則・装置	色素又は標準品との同一性確認	定義：薄層クロマトグラフ法は，シリカゲルで作られた薄層を用い，混合物のそれぞれの成分の物理的又は化学的性質の差を利用して，展開溶媒で展開させ，それぞれの成分に分離して確認する方法である． 概要：シリカゲル薄層板を用い，混合物中の成分を展開溶媒で分離して確認する．薄層板はガラス板上にシリカゲルを 250～300 μm 以下の薄層状塗布，乾燥及び加熱して作製し，展開用容器，以下略	定性的評価が中心．スポット形状，色調，Rf 値の判定に熟練を要する．分離能及び定量性に限界．	HPLC-PDA，LC/MS，標準品を用いた定量法．
一般試験法	11		第 1 法：Rf 値比較	確認試験	概要：薄層板の原線上に試料溶液及び標準溶液をスポットし，規定展開溶媒で原線から約 100 mm まで展開する．溶媒前線を記録し，風乾後，主スポットの位置，色等を比較観察，以下略	展開距離，溶媒飽和，スポット量，目視判定に影響される．	HPLC 等による保持時間及びスペクトル確認．
一般試験法	11		第 2 法：Rs 値比較	確認試験	概要：第 1 法に準じて試験し，試料溶液のスポット中心までの距離を標準溶液のスポット中心までの距離で除した Rs 値により確認する．	標準品との相対移動距離を用いるが，定性的評価であり視覚判定が残る．	HPLC-PDA 等による相対保持時間及びスペクトル情報に基づく確認．
一般試験法	15	融点測定法	毛細管法	固体の融点測定	定義：融点測定法は，約 100 kPa の下で次の方法によって，固体が融解する温度を測定するものである． 概要：約 100 kPa 下で，乾燥した微細粉末試料を毛細管に詰め，加熱する．予想融点付近で昇温速度を 1 分間 1℃に調整し，試料が完全に液化して固体をまったく認めなくなった，以下略	目視判定であり，昇温速度，充填状態，試料純度に影響される．	自動融点測定装置，DSC 等による熱分析．

表 8　タール色素省令一般試験法における確認試験及び同定試験の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
レーキ試験法	17	レーキ試験法	確認試験(1)：色素原体の確認	レーキ中の色素原体	定義：レーキ試験法は，確認試験（色素原体の確認及び色素原体に結合又は吸着している金属塩又は金属の確認），レーキの純度試験及び色素原体の定量法からなる． 概要：試料に水酸化ナトリウム試液（希）を加えてかき混ぜし，必要に応じて加温して色素原体を溶出する．不透明な場合は遠心分離し，溶液又は上澄み液を希釈して試料溶液とする，以下略	溶出効率，遠心分離，色調及び TLC 判定に依存．定性的確認が中心．	HPLC-PDA による色素原体の分離確認及び定量．
レーキ試験法	17		確認試験(2a)：アルミニウムの確認	レーキに結合又は吸着したアルミニウム	概要：試料を 500℃で強熱し，残留物に塩酸（希）を加えて加温する．遠心分離後の上澄み液に塩化アンモニウム試液及びアンモニア試液を加え，白色ゲル状沈殿を生じ，過量のアンモニア試液，以下略	沈殿生成の目視確認であり，共存金属の影響を受け得る．定量性はない．	ICP-MS/OES 又は XRF による Al の確認・定量．
レーキ試験法	17		確認試験(2b)：バリウムの確認	レーキに結合又は吸着したバリウム	概要：試料を強熱し，残留物に炭酸ナトリウム（無水）及び炭酸カリウムを加えて融解する．冷却後，熱湯で処理・ろ過し，残留物を酢酸で溶かして硫酸（希）を加え，白色沈殿を生じ，以下略	融解操作が煩雑．沈殿確認であり定量性はない．	ICP-MS/OES 又は XRF による Ba の確認・定量．
レーキ試験法	17		確認試験(2c)：ジルコニウムの確認	レーキに結合又は吸着したジルコニウム	概要：試料強熱残留物に硫酸及び硫酸アンモニウムを加えて加熱溶解し，温塩酸（希）を加えて試料溶液とする．β-ニトロソ-α-ナフトール添加による橙赤色～橙褐色の色を呈する，以下略	呈色・沈殿の目視確認であり，共存元素や試料分解状態の影響を受ける．	ICP-MS/OES 又は XRF による Zr の確認・定量．

表 9　タール色素省令一般試験法における純度試験及び一般性状試験の概要と課題

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	1	塩化物試験法	沈殿滴定・逆滴定	試料中に混在する塩化物．NaCl として%で表示	定義：塩化物試験法は，試料中に混在する塩化物の量を試験する方法であり，その量は塩化ナトリウム（NaCl）の量として質量百分率（%）で表す． 概要：試料を水に溶解し，活性炭処理及びろ過後，硝酸酸性下で硝酸銀液を過量添加し，塩化銀を析出させる．ニトロベンゼン存在下，過剰の銀をチオシアン酸アンモニウム液で，以下略	活性炭処理，ろ過，逆滴定等の工程が多い．色素試料では脱色・ろ過条件の影響を受け得る．銀塩・ニトロベンゼン等を用いる．	イオンクロマトグラフ法等による塩化物の直接定量．試料前処理の簡略化及び自動化．
一般試験法	3	可溶物試験法	総則	水又は有機溶媒に溶ける物質．%で表示	定義：可溶物試験法は，試料中に含まれる水又は有機溶媒に溶ける物質の量を試験する方法であり，その量は質量百分率（%）で表す． 概要：試料中に含まれる水又は有機溶媒可溶成分を抽出し，抽出液を蒸発乾固，乾燥後に残留物の質量から可溶物量を求める．第 1～第 7 法が規定される．	抽出条件に強く依存する．複数の溶媒・抽出器・長時間抽出を要する．抽出物の組成情報は得られない．	HPLC，LC/MS，GC/MS，NMR 等による可溶性不純物の組成解析．抽出条件の標準化・簡略化．
一般試験法	3		第 1 法：イソプロピルエーテル抽出・ソックスレー	イソプロピルエーテル抽出分	概要：試料約 5 g を円筒ろ紙に量り，イソプロピルエーテル 100 mL を用いてソックスレー抽出器で 2 時間抽出する．抽出液を蒸発皿に移して溶媒を留去し，恒量まで乾燥，以下略	2 回のソックスレー抽出及び恒量操作を要し，時間がかかる．揮発性有機溶媒を大量に使用する．	迅速抽出法，HPLC 等による抽出物プロファイル確認．必要に応じて溶媒使用量を削減した方法へ更新．
一般試験法	3		第 2 法：中性・アルカリ性・酸性エーテル抽出	中性，アルカリ性及び酸性条件で抽出されるエーテル可溶分の総和	概要：試料中の中性エーテル抽出分，アルカリ性エーテル抽出分及び酸性エーテル抽出分を，分液ロートを用いた液液抽出により分離し，規格で規定する抽出分の和をエーテル抽出分として評価する方法である．	液液抽出，洗浄，分液，乾固を多数回行う煩雑な方法．エマルション，色素の着色，相分離状態に影響を受ける．	HPLC/LC–MS 等による中性・酸性・塩基性不純物の分離定量．抽出法を維持する場合もミニチュア化及び回収率評価が必要．

表 9　タール色素省令一般試験法における純度試験及び一般性状試験の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	3	可溶物試験法	第 3 法：連続抽出器による中性・アルカリ性・酸性抽出	規格で指定された中性，アルカリ性及び酸性抽出分の和	概要：試料中の中性エーテル抽出分，アルカリ性エーテル抽出分及び酸性エーテル抽出分を，連続抽出器を用いて抽出し，規格で規定する抽出分の和をエーテル抽出分として評価する方法である．	各段階で 5 時間抽出を要し，非常に長時間．連続抽出器の操作性，溶媒消費，安全性に課題．	迅速抽出，固相抽出，HPLC 等への置換．抽出対象成分を明確化した定量法の設定．
一般試験法	3		第 4 法：アルカリ性イソプロピルエーテル連続抽出	アルカリ性エーテル抽出分	概要：試料約 5 g を，水酸化ナトリウム溶液（2→100）で溶かし，共通すり合わせ連続抽出器でイソプロピルエーテルにより 5 時間抽出する．抽出液を洗浄，留去，乾固し，アルカリ性エーテル抽出分，以下略	強アルカリ条件，長時間抽出及び有機溶媒の使用を伴う．操作依存性が高い．	対象不純物を明確化し，HPLC 等による定量法又は簡略抽出法へ移行．
一般試験法	3		第 5 法：アセトン抽出・ソックスレー	アセトン抽出分	概要：試料約 5 g を円筒ろ紙に量り，アセトン 100 mL を用いてソックスレー抽出器で 2 時間抽出する．抽出液を留去して乾燥後の質量を量り，抽出残留物を再抽出して，以下略	ソックスレー抽出及び恒量操作に時間を要する．アセトンを大量に使用する．抽出物の化学的同定はできない．	抽出条件の簡略化，HPLC や GC/MS 等による抽出物の組成評価．
一般試験法	3		第 6 法：水可溶分	水可溶分	概要：試料約 5 g に水約 190 mL を加えて激しく振り混ぜ，2 時間時々振り混ぜた後，200 mL に定容してろ過する．ろ液 100 mL を蒸発乾固し，105℃で恒量になるまで乾燥し，以下略	抽出時間及び振とう条件の影響を受ける．水可溶分の成分情報は得られない．	水可溶性不純物のイオンクロマトグラフ法，HPLC 等による内訳評価．
一般試験法	3		第 7 法：クロロホルム抽出・ソックスレー	クロロホルム抽出分	概要：試料約 5 g を円筒ろ紙に量り，クロロホルム 100 mL を用いてソックスレー抽出器で 6 時間抽出する．抽出液を留去し，恒量まで乾燥して質量を量る．以下略	クロロホルムを用いる長時間抽出であり，安全衛生上及び環境上の負担が大きい．	より低有害性の溶媒又は機器分析による代替評価．抽出物の同定・定量法の整備．

表 9　タール色素省令一般試験法における純度試験及び一般性状試験の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	4	乾燥減量試験法	重量法	規定条件での乾燥減量	定義：乾燥減量試験法は，試料をそれぞれの規格において規定する条件で乾燥し，その減量を測定する方法である． 概要：規定温度で乾燥したはかりびんに試料約 1 g を薄く広げ，規格に定める温度で 6 時間乾燥する．デシケーターで放冷後，質量を量り，乾燥前後の減量から乾燥減量を算出する．	水分と揮発性成分を区別できない．乾燥条件，試料層の厚さ，吸湿性の影響を受ける．	水分計，熱重量測定，カールフィッシャー法等との併用又は対象を明確化した評価．
一般試験法	6	強熱残分試験法	重量法	無機残分量	定義：強熱残分試験法は，試料を強熱する場合において，揮発せずに残留する物質の量を測定し，試料中に含まれる無機物の量を試験する方法である． 概要：恒量にしたるつぼに試料約 1 g を量り，硫酸で潤して徐々に加熱し，灰化させる．恒量まで強熱後，放冷した後，質量を精密に，以下略	総無機残分量のみで，元素組成は不明．強熱条件及び灰化操作に依存する．揮散性元素は過小評価される可能性がある．	ICP-MS，ICP-OES，XRF 等による元素別評価．必要に応じて灰化法と機器分析を組み合わせる．
一般試験法	12	pH 測定法	pH 電極法	試料溶液の pH 測定	定義：pH 測定法は，ガラス電極による pH 計を用い，試料溶液の pH 値を測定する方法である（省令本文の装置及び操作法に基づく要約）． 概要：ガラス電極及び参照電極を備える pH 計を用いる．標準液で 1 点又は 2 点校正した後，検出部を水洗し，試料溶液に浸して測定値を読む．以下略	電極状態，温度，校正標準液，試料の着色・イオン強度の影響を受ける．	校正管理，温度補償，適切な電極選択．必要に応じて自動記録・品質管理基準の明確化．

表 9　タール色素省令一般試験法における純度試験及び一般性状試験の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	14	不溶物試験法	総則	水又は有機溶媒に溶けない物質（%で表示）	定義：不溶物試験法は，試料中に含まれる水又は有機溶媒に溶けない物質の量を試験する方法であり，その量の濃度は質量百分率（%）で表す． 概要：試料を水又は規定有機溶媒に溶解・煮沸し，不溶物をガラスろ過器でろ過，洗浄，乾燥して質量から不溶物量を求める．第 1 法と第 2 法が規定される．	不溶物量のみで組成情報が得られない．溶媒，温度，ろ過性に依存．	顕微鏡観察，FT-IR，SEM-EDX 等による不溶物の同定．
一般試験法	14		第 1 法：水不溶物	水に溶けない不溶物	概要：試料約 2 g に熱湯 200 mL を加えて振り混ぜ，室温に冷却後，質量既知のるつぼ形ガラスろ過器でろ過する．残留物を無色になるまで水洗し，105℃で 3 時間乾燥し，以下略	水洗終点の判断，ろ過性，乾燥条件に依存する．	不溶物の性状確認及び成分分析．
一般試験法	14		第 2 法：有機溶媒不溶物	規定有機溶媒に溶けない不溶物	概要：試料 0.2～0.5 g に規定有機溶媒 100 mL を加えてかき混ぜ，冷却器を付けて 20 分間静かに煮沸する．熱時ろ過し，温溶媒で無色になるまで洗浄後，105℃で 3 時間乾燥し，以下略	有機溶媒煮沸，熱時ろ過を要する．溶媒依存性及び洗浄終点の主観性がある．	不溶物同定，溶媒条件の再検討．
一般試験法	16	硫酸塩試験法	沈殿・キレート滴定法	混在する硫酸塩（Na2SO4 として%で表示）	定義：硫酸塩試験法は，試料中に混在する硫酸塩の量の限度を試験する方法であり，その量の限度は硫酸ナトリウム（Na2SO4）として質量百分率（%）で表す． 概要：試料を水に溶かし，活性炭処理後，陽イオン交換樹脂カラムを通過させる．試料溶液に塩化バリウム液を加えて硫酸バリウムを生成させ，冷却後，緩衝液，Mg-EDTA，以下略	活性炭処理，イオン交換，沈殿及び滴定を組み合わせた複雑な方法．色素や共存塩の影響を受け得る．	イオンクロマトグラフ法による硫酸イオンの直接定量．

表 9　タール色素省令一般試験法における純度試験及び一般性状試験の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
レーキ試験法	17	レーキ試験法	純度試験（1）：塩酸及びアンモニア不溶物	レーキ中の酸・アンモニア不溶物	定義：レーキ試験法は，確認試験（色素原体の確認及び色素原体に結合又は吸着している金属塩又は金属の確認），レーキの純度試験及び色素原体の定量法からなる． 概要：試料に水及び塩酸を加えてかき混ぜ，沸騰水を加えた後，水浴上で加熱する．冷却後に遠心分離し，上澄み液をろ過し，不溶物を水，希アンモニア水，希塩酸等で洗浄し，以下略	洗浄操作が多く，遠心分離及びろ過操作に依存．組成情報は得られない．	不溶物の顕微分析，FT-IR，SEM-EDX 等による成分評価．
レーキ試験法	17		純度試験（2a）：水溶性塩化物	レーキ中の水溶性塩化物	概要：試料約 2 g に水 200 mL を加えて 30 分間時々振り混ぜ，ろ過する．必要に応じて活性炭で脱色する．ろ液に硝酸，硝酸銀液及びニトロベンゼンを加え，以下略	活性炭脱色，逆滴定を伴う．レーキ試料ではろ過・脱色条件の影響を受ける．	イオンクロマトグラフ法等による Cl の直接定量．
レーキ試験法	17		純度試験（2b）：水溶性硫酸塩	レーキ中の水溶性硫酸塩	概要：試料を水に溶かし，活性炭処理，吸引ろ過後，陽イオン交換樹脂カラムを通す．流出液に塩化バリウム液を加えて沈殿形成後，エチレンジアミン四酢酸マグネシウムニナトリウム四水和物溶液及びエリオクロムブラック T 試液，以下略	処理工程が多く，色素・レーキ由来マトリックスの影響を受け得る．	イオンクロマトグラフ法による SO4 の直接定量．

表 10　タール色素省令一般試験法における金属類試験法の概要及び課題

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	7	原子吸光光度法	総則・装置・操作	Zn, Cr, Fe, Pb, Mn 等の元素測定	定義：原子吸光光度法は，光が原子蒸気層を通過するとき，基底状態の原子が特有の波長の光を吸収する現象を利用し，試料中の被検元素の量（濃度）を測定する方法である． 概要：原子蒸気が元素固有の波長の光を吸収する現象を利用して被検元素を測定する．装置は光源部，原子化部，分光部，測光部及び表示記録部から構成され，試料原子化部分は，フレーム方式，電気加熱方式又は冷蒸気方式による，以下略	基本的に単元素測定であり，多元素同時分析には不向き．標準液との比較試験が中心．	ICP-MS 又は ICP-AES による多元素同時定量．前処理の近代化．
一般試験法	7		前処理法（1）	主に Zn, Fe 等の AAS 用前処理	概要：試料約 1 g に硫酸及び硝酸を加えてケルダールフラスコ中で加熱分解し，必要に応じて硝酸を追加する．さらに硝酸及び過塩素酸で処理し，飽和シュウ酸アンモニウム溶，以下略	強酸・過塩素酸を用いる開放系加熱分解で，操作が煩雑．分解状態が視覚的判断に依存し得る．	密閉系マイクロ波分解による前処理の簡略化及び再現性向上．
一般試験法	7		前処理法（2）	AAS 用前処理	概要：試料約 1 g に硝酸を加えてケルダールフラスコ内で加熱後，硝酸/過塩素酸混液を加え，乾固させないように濃縮する．冷却後に同混液を追加して加熱濃縮し，水及び薄めた塩酸を加えて煮沸，以下略	乾固時の爆発リスクが明記されるなど安全面の懸念がある．過塩素酸を用いる煩雑な前処理．	マイクロ波分解又は湿式分解条件の見直し．過塩素酸を用いない方法への移行．
一般試験法	7		前処理法（3）	Cr, Mn 等を含む AAS 用前処理	概要：試料約 1 g に硝酸を加えケルダールフラスコ内で加熱後，硝酸/過塩素酸混液を用いて加熱濃縮する．液がほとんど無色澄明になるまで混液添加と濃縮を繰り返し，さらに同操作を 3 回繰り返した後，以下略	繰り返し濃縮を要し，長時間かつ操作依存性が高い．過塩素酸を含むため安全管理が必要．	密閉系マイクロ波分解 ICP-MS，ICP-AES による多元素定量．

表 10　タール色素省令一般試験法における金属類試験法の概要及び課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	7	原子吸光光度法	試料溶液調製法（1）	ジチオカルバミン酸錯体の MIBK 抽出	概要：前処理液 10 mL を分液ロートに取り，中和後，酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液で pH 6 に調整する．酒石酸ナトリウムカリウム，硫酸アンモニウム，N,N−ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物溶液を加えた後，4—メチル—2—ペンタノンを，以下略	液液抽出を伴い，pH，錯形成，相分離に依存する．可燃性有機溶媒を使用．	抽出を介さない直接導入 ICP−MS，ICP−AES，又は簡略化した前処理．
一般試験法	7		試料溶液調製法（2）	前処理法（3）液の MIBK 抽出	概要：前処理法（3）で得た溶液 25 mL を中和し，50 mL とした後，分液ロートに移す．緩衝液及び，N,N−ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物溶液を加えた後，4—メチル—2—ペンタノンを，以下略	前処理後さらに液液抽出が必要で工程が多い．抽出効率のばらつきが懸念される．	マイクロ波分解液を機器分析へ直接供する方法．
一般試験法	7		試料溶液調製法（3）	酸化処理後 MIBK 抽出	概要：前処理法（3）の溶液に薄めた硫酸を加え，過マンガン酸カリウム試液を滴加しながら加熱して酸化状態を調整する．その後中和し，緩衝液及びジチオカルバミン酸試薬を，以下略	酸化操作，加熱，中和，抽出を要し，操作が複雑．反応状態や色調変化に依存する．	Cr 等は ICP−MS/OES による直接的な元素定量へ移行．
一般試験法	7		試料溶液調製法（4）	pH 8.5 及びシアン化物存在下での MIBK 抽出	概要：前処理法（2）の溶液 10 mL をアンモニア水で pH 8.5 に調整し，シアン化カリウム溶液及び，N,N−ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物溶液を加えた後，4—メチル—2—ペンタノンを，，以下略	シアン化物及び MIBK を用いるため安全管理上の負担が大きい．抽出操作が煩雑．	シアン化物・有機溶媒抽出を用いない ICP−MS，ICP−AES 法．
一般試験法	7		比較試験法	規格値適否の比較	概要：規定の前処理法及び試料溶液調製法により試料溶液を調製し，被検元素標準原液を同様に処理して比較液を作る．試料溶液及び比較液をフレーム AAS で測定し，試料溶液，以下略	検量線定量ではなく比較液との比較判定であり，得られる情報が限定的．多元素同時分析に不向き．	標準添加法又は検量線法による定量化，ICP−MS，ICP−AES による多元素定量．
一般試験法	7		被検元素別測定条件	Zn，Cr，Fe，Pb，Mn	概要：被検元素ごとに分析線波長，支燃性ガス，可燃性ガス及び光源ランプが規定される．例として Zn 213.9 nm，Cr 357.9 nm，Fe 248.3 nm，以下略	元素ごとにランプ・条件を切り替える必要がある．測定対象が限定される．	ICP−MS，ICP−AES による同時又は逐次多元素測定．

表 10　タール色素省令一般試験法における金属類試験法の概要及び課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	9	重金属試験法	比色法・鉛換算総量評価	酸性で硫化ナトリウム試液により呈色又は混濁若しくは沈殿を生じる金属性混在物．Pb として ppm で表示	定義：重金属試験法は，試料中に混在する重金属（酸性で硫化ナトリウム試液によって呈色又は混濁若しくは沈殿を生ずる金属性混在物をいう．）の量の限度を試験する方法であり，その量は鉛（Pb）の量として質量百万分率（ppm）で表す． 概要：試料をるつぼで炭化・灰化し，硝酸，硫酸，塩酸処理を経て試料溶液を調製する．比較液は鉛標準液を用いて同様に調製する．試料溶液及び比較液に硫化ナトリウム試液を，以下略	視覚判定で主観性がある．個別元素の選択性及び定量性がない．灰化等の前処理が煩雑．総量評価と個別元素評価の接続が課題．	ICP-MS 又は EDXRF による個別元素定量に基づく評価体系及び対象元素の再整理
一般試験法	13	ヒ素試験法	発生瓶法・比色法	混在するヒ素（As2O3 として ppm で表示）	定義：ヒ素試験法は，試料中に混在するヒ素の量の限度を試験する方法であり，その量の限度は三酸化二ヒ素（As2O3）の量として質量百万分率（ppm）で表す． 概要：発生瓶，排気管及び吸収管を用いる．試料を前処理後，塩酸酸性下でヨウ化カリウム及び塩化スズ(II)により還元し，亜鉛を加えてヒ化水素を発生させる．ヒ化水素を，以下略	発生瓶法で操作が煩雑．視覚判定で定量性に乏しい．ヒ化水素発生・吸収条件，試薬中ヒ素，空試験の影響を受ける．	ICP-MS による As の高感度定量．必要に応じて As2O3 換算又は現行規格値との対応確認．
レーキ試験法	17	レーキ試験法	純度試験（3）：水溶性バリウム	水溶性バリウム	定義：レーキ試験法は，確認試験（色素原体の確認及び色素原体に結合又は吸着している金属塩又は金属の確認），レーキの純度試験及び色素原体の定量法からなる． 概要：試料を水と振り混ぜ，30 分放置後ろ過する．ろ液に酢酸・酢酸ナトリウム試液及びクロム酸カリウム試液を加えて 10 分放置し，混濁又は沈殿を生じないことを確認する．	沈殿・混濁の目視判定であり，定量性はない．クロム酸試薬を用いる．	ICP-MS，ICP-AES 又はイオンクロマトグラフ法等による Ba の定量．

表 10　タール色素省令一般試験法における金属類試験法の概要及び課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
レーキ試験法	17		純度試験(4)：水溶性ジルコニウム	水溶性ジルコニウム	概要：試料を水と振り混ぜ，30 分放置後ろ過する．ろ液に希塩酸及びマンデル酸溶液を加えて水浴上で加温し，混濁又は沈殿を生じないことを確認する．	沈殿・混濁の目視判定であり，定量性はない．原文上，判定説明に水溶性バリウムと記載されている箇所があるため確認が必要．	ICP-MS，ICP-AES 又は XRF による Zr の定量．
レーキ試験法	17		純度試験(5)：ヒ素	レーキ中のヒ素	概要：各色素原体に準じ，ヒ素試験法により試験を行う．	発生瓶法・比色法に由来する煩雑性，主観性，非定量性．	ICP-MS による As 定量．
レーキ試験法	17		純度試験(6a)：重金属・試料原液調製	レーキ中重金属の試料原液	概要：試料 2.5 g を硫酸で潤し徐々に加熱して灰化し，450～500℃で強熱する．残留物を塩酸・硝酸で処理し，乾固，再溶解，ろ過，pH 調整を行い，水を加えて 50mL とし，以下略	灰化，強熱，酸処理，ろ過，pH 調整を伴う煩雑な前処理．元素の回収率が元素・マトリックスにより異なる可能性．	マイクロ波分解-ICP-MS，EDXRF 等による前処理簡略化又は直接分析．
レーキ試験法	17		純度試験(6b-1)：亜鉛（限度 500 ppm）	レーキ中亜鉛（限度 500 ppm）	概要：試料原液 20 mL を比色管に量り水で 50 mL とする．比較液は空試験溶液 20 mL 及び亜鉛標準液 10 mL を水で 50 mL とする．両液にヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム試液O．5mLずつを加えてよく振り混ぜ，以下略	混濁・色調の視覚判定．鉄標準液を追加して色調補正する操作があり，主観性がある．	ICP-MS，ICP-AES 又は EDXRF による亜鉛の直接定量．
レーキ試験法	17		純度試験(6b-2)：鉄	レーキ中鉄（限度 500 ppm）	概要：試料原液 1 mL に希塩酸及び水を加え，ペルオキソ二硫酸アンモニウムを溶かして試料溶液とする．比較液は空試験溶液と鉄標準液で調製する．チオシアン酸アンモニウム試液を加えてよく振り混ぜた後，以下略	比色法であり視覚判定に依存．定量性は限定的．	ICP-MS，ICP-AES 又は EDXRF による鉄の直接定量．
レーキ試験法	17		純度試験(6b-3)：その他の重金属	Pb としてのその他重金属（限度 20 ppm）	概要：試料原液 20 mL を水で 50 mL とし，比較液は空試験溶液 20 mL 及び鉛標準液 2 mL を水で 50 mL とする．両液に硫化ナトリウム試液を加え，5 分後に白色背景で色を比較する．	重金属試験法と同様，個別元素情報は得られず，視覚判定・鉛換算総量評価である．	ICP-MS 又は EDXRF による個別元素定量に基づく評価体系及び対象元素の再整理

表 11　タール色素省令一般試験法における定量試験法及び測定法の概要と課題

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
一般試験法	5	吸光度測定法	UV-Vis 吸光度測定	確認試験及び定量法	定義：吸光度測定法は，試料をそれぞれの規格において規定する溶媒に溶かし，吸収の極大の波長を測定することにより確認試験を行い，吸収の極大の波長における一定濃度の溶液の吸光度を測定することにより定量を行う方法である． 概要：試料を規格で定める溶媒に溶かし，吸収極大波長を測定して確認する．定量では吸収極大波長における吸光度 A，吸光係数 B 及び試料濃度 N を用いて色素含量を算出する．	分離を伴わないため共存成分の影響を受ける可能性がある．吸光係数前提の定量であり，類縁不純物や分解物の寄与を分離できない．	HPLC/PDA による分離定量，スペクトル純度評価，標準品による検量線法への移行．
一般試験法	8	質量法	総則	色素含量の定量	定義：質量法は，第 1 法，第 2 法又は第 3 法によって色素含量を定量する方法である． 概要：第 1 法，第 2 法又は第 3 法により色素を沈殿物として回収し，乾燥後の質量と規定係数から色素含量を算出する重量分析法．	沈殿生成，ろ過，洗浄，乾燥に時間を要する．共沈や不完全沈殿の影響を受け得る．	HPLC/PDA 等による標準品ベースの定量．
一般試験法	8		第 1 法：酸析沈殿重量法	色素含量	概要：試料を水に溶かして加熱し，薄めた塩酸を加えて再煮沸後，水浴上で約 5 時間加熱する．沈殿物をガラスろ過器でろ過，洗浄，105℃で乾燥し，沈殿物質量と係数から含，以下略	長時間加熱及び沈殿操作を伴う．沈殿の完全性やろ過操作に依存．	HPLC，吸光度法又は分離分析法への移行．
一般試験法	8		第 2 法：アルカリ溶解後酸析沈殿重量法	色素含量	概要：試料を希水酸化ナトリウム試液に溶かし，加熱後，薄めた塩酸で酸析させる．水浴上で約 5 時間加熱し，沈殿をろ過，洗浄，乾燥して質量から含量を求める．	アルカリ溶解，酸析，長時間加熱を伴い操作が煩雑．沈殿回収率に依存．	HPLC/PDA 等による直接定量．
一般試験法	8		第 3 法：硫酸溶解・水中沈殿重量法	色素含量	概要：試料に硫酸を加えて水浴上で加温溶解し，冷却後に水へ移して沈殿を生成させる．沈殿物をガラスろ過器でろ過し，水洗後，85℃で恒量まで乾燥して含量を算出する．	強酸使用，沈殿生成及び乾燥操作を伴う．沈殿の形状・ろ過性に左右される．	分離分析法による定量．標準物質を用いた検量線法．

表 11　タール色素省令一般試験法における定量試験法及び測定法の概要と課題（続き）

大区分	番号	試験法名	細分類・方式	対象・用途	試験法の概要	主な問題点・留意点	解決策・改善方法（案）
レーキ試験法	17	レーキ試験法	総則	レーキ色素の確認，純度試験及び色素原体定量	定義：レーキ試験法は，確認試験（色素原体の確認及び色素原体に結合又は吸着している金属塩又は金属の確認），レーキの純度試験及び色素原体の定量法からなる. 概要：レーキに使用されている色素原体の確認，結合又は吸着している金属・金属塩の確認，純度試験及び色素原体の定量から構成される.	多くの個別操作を含み，比色・沈殿・遠心分離・ろ過等の煩雑な操作が多い.	元素分析，HPLC/PDA，EDXRF，ICP-MS 等を組み合わせた体系整理.
レーキ試験法	17		定量法	レーキ中の色素含量	概要：確認試験（1）色素の確認に準じて色素原体を溶出した後，各色素原体の規格における定量法を準用し，レーキ中の色素含量を求める.	溶出効率，遠心分離，ろ過条件に依存. レーキの組成や粒子性状の影響を受ける可能性.	HPLC/PDA 等による色素原体の直接定量. 溶出条件の妥当性評価.

厚生労働行政推進調査事業費補助金
（医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業研究事業）
分担研究報告書

医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究

分担課題名
純度試験における金属類試験法の改正及び新規試験法設定に関する検討

研究分担者　久保田 領志 国立医薬品食品衛生研究所 生活衛生化学部 室長

要旨

本研究では、タール色素省令における金属類試験法の実態及び課題を整理するとともに、マイクロ波分解-ICP-MS 法及び EDXRF 法の適用可能性について検討した。現行の金属類試験法においては、重金属試験法やヒ素試験法等の比色法では、視覚判定による主観性及び定量性に課題があり、また、原子吸光光度法ではケルダールフラスコによる加熱酸分解及び MIBK 抽出を伴う煩雑な前処理並びに単元素測定による効率性の面で課題があることが示された。これらの課題に対し、マイクロ波分解-ICP-MS 法は多元素同時分析が可能であり、高感度かつ定量的に各元素の含有実態を把握できることから、規格整備に向けた評価法として有用であると考えられた。実試料の分析においても、多くの元素が定量可能であり、限度値との比較では直接評価には留保が必要であるものの、鉄及び亜鉛を除く元素については限度値を大きく上回る状況にはないことが確認された。一方、EDXRF 法については、FP 法ではニッケルのみが検出され、検量線法ではコバルト、ニッケル及び鉛が検出されるなど、方法により検出性能に差が認められた。検量線法では定量下限値の改善が見られたものの、元素によっては限度値に対して十分な感度が得られず、適用可能性は元素ごとに異なることが示された。さらに、今回の試料では対象元素のバックグラウンド濃度が低かったことにより、EDXRF 法では多くの元素が定量下限値未満となり、評価が限定的であった可能性が示唆された。重金属試験法では、鉛としての総量評価を基本とする評価体系であるのに対し、ICP-MS 法及び EDXRF 法では個別元素の定量値が得られることから、両者の評価対象が異なる点が課題と考えられる。このため、個別元素の定量結果を現行の総量評価に対応させる必要があり、その一案として、各金属の呈色への寄与を係数化し、個別元素の定量値から現行法に対応する指標を算出する方法が考えられた。タール色素省令の金属類試験法の見直しに当たっては、各試験項目の評価体系を踏まえつつ機器分析法を導入することが重要であり、今後は重金属試験法の換算係数設定の妥当性、対象元素の選定、共存成分の影響及び定量下限値と限度値との関係について、実試料及び添加試料を用いた詳細な検討が必要と考えられた。

A. 研究目的

医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令（タール色素省令）[1)]に収載される各タール色素の規格及び試験法については、長期間にわたり大きな見直しが行われておらず、例えば、純度試験における金属類試験法についても、現在の分析技術水準の観点から課題が指摘されている。現行の重金属試験法は比色法であり、試料中に混在する重金属、すなわち酸性下で硫化ナトリウム試液により呈色又は混濁若しくは沈殿を生ずる金属混在物の量の限度を試験する方法であり、その量は鉛の量として質量百万分率（ppm）で表される。この方法は、呈色する総金属量を把握することはできるものの、個別元素に対する選択性がなく、定量性にも乏しい。また、試験操作が煩雑であるという課題がある。ヒ素試験法についても、発生瓶法による比色法であることから、定量性に乏しく、前処理を含む操作が煩雑である。さらに、亜鉛、鉄、クロム、マンガン及び鉛の試験法には原子吸光光度法が採用されているが、その前処理としてケルダールフラスコによる加熱酸分解を行い、最終的に 4-メチル-2-ペンタノン（メチルイソブチルケトン、以降 MIBK と記す）で抽出する方法が規定されている。これは、原子吸光光度法の感度を補うために溶媒抽出による濃縮を行う旧来の試験操作であるが、前処理が煩雑で誤差要因も多く、近年では ICP-MS 等の高感度かつ多元素同時分析が可能な分析法の普及により、その必要性は低下していることから、現在の分析技術水準に照らすと旧来的な方法といえる。このように、タール色素省令における金属類試験法には、選択性、定量性及び試験操作の簡便性の面で課題があることから、より適切で実効性の高い試験法への見直しが必要と考えられる。

本研究では、タール色素省令における金属類試験法について、現行法の実態及び問題点を整理するとともに、その代替法として、マイクロ波分解-ICP-MS 法及びエネルギー分散型蛍光 X 線分析法（EDXRF）の適用可能性を検討することを目的とした。

B. 研究方法

本研究で用いた市販のタール色素試料は、青色 6 種類、赤色 10 種類、褐色 1 種類、黄色 7 種類、黒色 1 種類、だいだい色 4 種類、緑色 4 種類及び紫色 2 種類の計 35 試料（表 1）とした。

【MW 分解-ICP-MS】

MW 分解-ICP-MS については、ヘリウムによるコリジョンリアクションセルを伴った ICP-MS によった。以下に、装置、試薬、試料溶液の調製及び定量の詳細を示す。

【装置】

・誘導結合プラズマ質量分析計（サーモフィッシャーサイエンティフィック社製、iCAP RQ ICP-MS）
・マイクロ波分解装置（CEM 社製、MARS6）

【試薬】

試薬

・硝酸（関東化学製、Ultrapur）
・フッ化水素酸:富士フィルム和光純薬製（超微量分析用）
・汎用混合標準液XSTC-622（SPEX社製）
・ベリリウム標準液（Be100ppm）（富士フイルム和光純薬製、原子吸光分析用）
・ロジウム標準液（Rh1000ppm）（富士フイルム和光純薬製、原子吸光分析用）
・テルル標準液（Te1000ppm）（富士フイルム和光純薬製、JCSS）
・イリジウム標準液（1000ppm）（Acros Organics 製、AAS 分析用）

調製試薬

・10%硝酸
硝酸（関東化学製、Ultrapur）を超純水で希釈し、販売されている硝酸（関東化学製、Ultrapur）を 100%とした濃度として調製した。
・検量線用混合標準液
汎用混合標準液 XSTC-622（SPEX 社製）を 10%硝酸で最大希釈倍率を 100 倍として希釈し、0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20、50 及び 100 ng/L に調製した。
・内部標準液
富士フイルム和光純薬製のベリリウム標準液、テルル標準液、ロジウム標準液及び Acros Organics 製のイリジウム標準液を、それぞれ 5 µg/L、5 µg/L、0.005 µg/L 及び 0.005 µg/L となるよう 10%硝酸で調製した。

【マイクロ波加熱分解による試料溶液の調製及び定量】

マイクロ波酸分解条件は、試料 0.1 g に対し、硝酸 5 mL 及びフッ化水素酸 0.5 mL を添加し、マイクロ波分解装置の加熱条件は 3 段階の加熱プログラム、1．室温から 200℃まで 25 分間で昇温、2．200℃で 20 分間維持、3．50℃まで冷却、とした。放冷後、分解液はポリエチレン瓶に移し、超純水で分解容器を洗いこみして 50 mL に定容した。

ICP-MS による測定対象元素は Co、Ni、As、Cd、Sb、Hg、Pb、Cr、Mn、Fe 及び Zn の 11 元素とし、内部標準元素として Rh、Te 及び Ir を用いて定量した。

検量線試料

検量線試料は、Hg が 100ppb、その他金属類が 10ppm の混合標準液を調製し、それを段階希釈して Hg で 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5 及び 1ppb、その他金属類で 0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20、50 及び 100ppb の標準液を調製した。各金属類全てで良好な直線性（R^2＝0.9961～0.9999）の検量線が得られた（図 1～6）。各元素の定量下限値は、それぞれ 0.005 µg/g（Co 及び Hg）、0.01 µg/g（Cd 及び Pb）、0.025 µg/g（Sb 及び Cr）、0.05 µg/g（As）、0.1 µg/g（Ni 及び Mn）、0.25 µg/g（Zn）及び 1 µg/g（Fe）であった。

【EDXRF】

EDXRF については、ファンダメンタルパラメータ法（FP 法）法及び標準液による検量線を用いた検量線法を用いた。以下に、EDXRF の装置、試薬、試料溶液の調製及び定量の詳細を示す。

【装置】

・エネルギー分散型蛍光 X 線分析装置（島

津製作所製、EDX-7000）

装置の分析条件

定量分析法：ファンダメンタルパラメータ法（FP 法）

・測定対象元素：11Na～92U
・検出器：SDD 半導体検出器
・X 線管球：Rh ターゲット
・管電圧：15kV (Na-S、Cl-V)、50kV (Cr-Co、Ni-Nb, As, Pb、Mo-Xe、Al-U)
・管電流：自動制御
・一次フィルタ：なし(Na-S、Al-U)、#2(Cl-V)、#3 (Cr-Co)、#4(Ni-Nb, As, Pb)、#1(Mo-Xe)
・雰囲気：大気測定
・積分時間：100 秒×2Ch (Na-S、Cl-V)
300 秒×3Ch (Cr-Co、Ni-Nb, As, Pb、Mo-Xe)

定量分析法：検量線法

・測定対象元素：Co、Ni、Hg、As、Pb、Cd 及び Sb
・検出器：SDD 半導体検出器
・分析線：CoKα、NiKα、HgLα、AsKα、PbLβ1、CdKα 及び SbKα
・X 線管球：Rh ターゲット
・管電圧：50 kV
・管電流：自動制御
・積分時間：1800 秒
・分析径：10 mmφ
・雰囲気：大気測定

試料の調製及び定量

EDXRF における試料の測定容器への充填は、FP 法及び検量線法ともに、ポリプロピレン製フィルムを底面に張った液体・粉体用ポリエチレン製容器に試料を必要な厚み（深さ）となる量を分取し、同じポリプロピレン製フィルムで封をして行った。

検量線試料

検量線法に用いる検量線試料は、Pb、As、Cd、Hg、Ni、Co 及び Sb の 7 元素について 50ppm の混合標準液を 10%硝酸溶液にて調整し、その後段階希釈して、0、5、10 及び 20ppm 混合標準液を調製した。また、As の検量線の補正用に Pb 単独の 5ppm の標準液も調製した。各金属類の検量線は全てで良好な直線性（R^2＝0.9997～1）の検量線が得られた（図 7～10）。

EDXRF の FP 法及び検量線法による対象元素の定量下限値は、各元素の理論標準偏差(1σ)に 10 を乗じて算出した(10σ)。その結果、FP 法の定量下限値は 2.97 μg/g～40.6 μg/g（Co）、0.990 μg/g～43.6 μg/g（Ni）、2.97 μg/g～210 μg/g（As）、2.97 μg/g～22.8 μg/g（Cd）、2.97 μg/g～18.8 μg/g（Sb）、2.70 μg/g～22.8 μg/g（Hg）及び 2.97 μg/g～7.92 μg/g（Pb）であった。検量線法の定量下限値は 0.560 μg/g～9.92 μg/g（Co）、0.334 μg/g～5.86 μg/g（Ni）、0.282 μg/g～1.98 μg/g（As）、0.862 μg/g～6.21 μg/g（Cd）、2.97 μg/g～4.95 μg/g（Sb）、0.177 μg/g～2.05 μg/g（Hg）及び 0.377 μg/g～1.97 μg/g（Pb）であった。

C. 結果及び考察

現行の重金属試験法等の実態及び問題点整理

表 2 にタール色素省令における現行金属類試験法の整理を示す。表 2 の各項目

に示す通り、試験項目ごとに差異はあるものの、全体として定量性、判定の客観性及び操作性の面で課題があると考えられる。特に、重金属試験法、ヒ素試験法、亜鉛レーキ試験法及び鉄レーキ試験法は比色法を基本としており、視覚判定を伴うことから試験者による判定差が生じ得るほか、定量性を有しない方法であると整理できる。また、亜鉛、鉄、クロム、マンガン及び鉛の試験法として採用されている原子吸光光度法については、ケルダールフラスコによる加熱酸分解及び MIBK 抽出を伴うため、前処理が煩雑であり、現在の分析技術水準に照らすと効率性の面でも課題がある。また、原子吸光光度法は単元素ごとの測定であることから、多元素同時分析による効率的な評価体系には必ずしも適合しない。

表 3 に表 2 に示した現行法の課題を踏まえ、各試験項目について想定される適用の方向性、代替法の候補及び期待される利点等を整理した。なお、重金属、亜鉛レーキ及び鉄レーキについては、現行の評価体系との連続性を考慮し、その枠組みを維持しつつ機器分析法へ移行する方向で検討している。表 3 から、これらの課題に対する代替法の候補として、マイクロ波分解-ICP-MS 法及び EDXRF 法（FP 法、検量線法）が適していると整理できる。これらの機器分析法の導入により、視覚判定の排除、定量性の向上及び判定の客観化が期待される（重金属試験法、ヒ素試験法、亜鉛レーキ試験法及び鉄レーキ試験法）。また、前処理の簡略化及び多元素同時分析による効率化も期待される（亜鉛、鉄、クロム、マンガン及び鉛の原子吸光光度法）。特に ICP-MS 法は、多元素同時分析が可能であり、複数の試験項目を効率的に評価できることから、原子吸光光度法に代わる方法として有用であり、マイクロ波分解による前処理法の導入により、煩雑な前処理の簡略化及び分析効率の向上が期待される。

重金属試験法については、他の試験項目とは異なり、酸性下で硫化ナトリウム試液により呈色、混濁又は沈殿を生ずる金属性混在物の総量を鉛として評価する体系となっている。このため、ICP-MS 法又は EDXRF 法による個別元素の直接定量へ単純に置き換えるのではなく、現行の評価体系を維持しつつ分析法のみを機器分析法へ移行するという方向性が重要と考えられた。その一案として、呈色する各金属について鉛との呈色強度比による係数を設定し、ICP-MS 法又は EDXRF 法により得られた各金属の定量値に当該係数を乗じて合算することにより、現行法の「鉛としての重金属量」に対応する指標を算出する方法を考えた。この方法が成立すれば、現行規格との連続性を保ちながら、視覚判定に由来する主観性及び定量性の問題を改善できる可能性がある。

亜鉛レーキ試験法及び鉄レーキ試験法についても、比色法から機器分析法（マイクロ波分解-ICP-MS 法又は EDXRF 法）への移行に際しては、現行法の評価対象を維持したまま、それぞれ亜鉛又は鉄を直接定量する方向で検討することが妥当と考えられた。これにより、現行の評価体系との整合を保ちつつ、視覚判定の排除、定量性の向上及び判定の客観化が期待される。

ヒ素については、ICP-MS 法により高感度かつ定量的な測定が可能になると考えられる一方、EDXRF 法については、感度及び試料マトリックスの影響を受ける可能性があることから、その適用性を個別に確認する必要がある。また、亜鉛、鉄、クロム、マンガン及び鉛については、現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能なマイクロ波分解-ICP-MS 法又は EDXRF 法への移行を検討することが合理的と考えられた。

以上より、タール色素省令の現行金属類試験法の見直しに当たっては、単に旧来法を新しい分析機器へ置き換えるのではなく、各試験項目の評価体系を踏まえて適切な導入方針を整理することが重要であると考えられる。次項以降に示すとおり、実試料を用いたマイクロ波分解-ICP-MS 法及び EDXRF 法の適用性を検証するとともに、重金属試験法については、今後、係数設定の妥当性、対象元素の選定、共存成分の影響及び現行法との対応関係を詳細に検討する必要があると考えられた。

マイクロ波分解-ICP-MS による適用可能性の検討

マイクロ波分解-ICP-MS による各元素の定量値を表 4 に示す。ICP-MS 分析の結果、検出頻度はクロム及び鉄が 100％（35/35）で、次いでマンガン及びニッケルが 97％（34/35）、亜鉛が 86％（30/35）、ヒ素及び水銀が 60％（21/35）であり、これらの元素は 50％以上の試料で検出された。一方、50％未満であった元素は、鉛（46％、16/35）、コバルト（29％、10/35）、アンチモン（9％、3/35）及びカドミウム（3％、1/35）であった。検出濃度は各元素の中央値で 0.0122 μg/g（水銀）～33.8 μg/g（鉄）の範囲であった。中央値が最も高かった鉄では、検量線の上限を超える試料が認められたことから、一部試料ではより高濃度に存在する可能性が示唆された。なお、検量線上限を超えた試料については「＞50 μg/g」として取り扱い、中央値は検量線範囲内で定量可能であった値を用いて算出したため、上限超過試料を含む元素については高濃度側の分布を十分に反映していない可能性がある。各元素の試料別の検出状況を見ると、試料番号 SD-11 の青色 204 号で鉛（5.59 μg/g）及び水銀（0.165 μg/g）が、また、試料番号 SD-8 の紫色 201 号でニッケル（15.9 μg/g）及びクロム（47.3 μg/g）が、それぞれ最高濃度を示した。その他の元素については、鉄及び亜鉛では検量線上限を超える試料が認められたため最大値に関する評価は行わないが、試料番号 SD-31 の赤色 405 号でマンガン（9.21 μg/g）、試料番号 SD-29 の赤色 203 号でコバルト（0.164 μg/g）、試料番号 SD-23 の青色 404 号でアンチモン（0.227 μg/g）がそれぞれ最高濃度を示した。また、カドミウムは試料番号 SD-31 の赤色 405 号のみで検出された（0.0742 μg/g）。

ICP-MS により検出された定量値について、各タール色素試料のタール色素省令の各条における限度値と比較した（表５）に示す。各金属類の限度値規定のパターンは各色素によって異なり、①ヒ素（2 ppm）及び重金属（20 ppm）が 18 試料、

②ヒ素（2 ppm）、重金属（20 ppm）及び鉄（500 ppm）が 7 試料、③ヒ素（2 ppm）、重金属（20 ppm）及び亜鉛（200 ppm）が 6 試料、④ヒ素（2 ppm）、重金属（20 ppm）、クロム（50 ppm）及びマンガン（50 ppm）が 2 試料、⑤ヒ素（２ppm）、重金属（20 ppm）、亜鉛（200 ppm）及び鉄（200 ppm）と⑥ヒ素（2 ppm）及び鉛（20 ppm）がそれぞれ 1 試料であった。タール色素省令における各金属類の限度値は、各条規定の試験法によって得られる値を基準とした仕様規格であり、本研究におけるマイクロ波分解－ICP-MS 法の前処理条件は、当該試験法の前処理条件とは異なるため、そのまま比較することは必ずしも適切ではないが、参考として比較すると、検量線上限を超えた試料を含む元素である鉄及び亜鉛を除く 4 元素は、いずれも限度値を下回った。

マイクロ波分解-ICP-MS 法による定量値は、硝酸及びフッ化水素酸を用いた前処理により各元素の総含有量を評価可能である一方、現行法で得られる値が同等の評価能力を有しているかは明らかではないため、両者の単純比較は必ずしも適切ではないが、少なくともヒ素、鉛、クロム及びマンガンについては、今回測定した範囲では限度値を大きく上回る状況にはないと判断できる。以上より、マイクロ波分解-ICP-MS 法は、現行法と同一の評価値を直ちに与えるものではないが、各元素の含有実態を把握し、規格整備に向けた基礎的知見を得る上で有用な手法であると考えられる。一方、鉄及び亜鉛では検量線上限を超える試料が認められたことから、これらの元素については、一部試料で相対的に高濃度に存在する可能性が示唆され、今後、定量範囲を含めた測定条件の再検討が必要であると考えられる。また、重金属については、前項で整理したとおり、現行法が鉛としての総量評価を基本としているのに対し、マイクロ波分解－ICP-MS 法では個別元素の定量値が得られるため、今後、両者の対応関係を整理する必要がある。

EDXRF 法による適用可能性の検討

EDXRF 法（FP 法及び検量線法）によるタール色素試料中の金属類濃度と ICP-MS 法との比較を表 6 に示す。表 6 から、EDXRF 法による測定では、FP 法ではニッケルのみが検出され、その他の元素はすべて定量下限値未満であった。一方、検量線法ではコバルト、ニッケル及び鉛が検出され、FP 法と比較して検出可能な元素が増加するとともに、定量下限値も低下した。FP 法では、各元素の定量下限値が比較的高く、特にヒ素では最大 211 μg/g と限度値（2 ppm）を大きく上回る値であった。このことから、本試料に対しては規格評価への適用は困難であると考えられた。一方、検量線法では FP 法に比べて定量下限値が改善され、元素によっては限度値に対して十分低い値が得られた。特に鉛では、定量下限値が限度値（20 ppm）と比較して十分低い範囲にあり、限度値評価への適用可能性が示唆された。一方で、ヒ素については検量線法においても定量下限値が限度値に近い水準であり、試料や測定条件によっては十分な評価が困難となる可能性がある。このことから、EDXRF 法の適用可能性は元素ごとに異

なり、限度値と定量下限値との関係を踏まえた個別の検討が必要であると考えられる。

ICP-MS 法ではすべての元素について低い定量下限値で定量が可能であったのに対し、EDXRF 法では検出可能な元素が限定されることから、本法は ICP-MS 法の代替として一律に用いるのではなく、測定対象元素や要求される感度に応じて適用範囲を検討することが重要であると考えられる。

なお、今回用いた試料では対象元素のバックグラウンド濃度が低かったため、EDXRF 法では多くの元素が定量下限値未満となった可能性がある。このため、ICP-MS 法により確認された濃度範囲を踏まえ、今後は一定濃度の対象元素を添加した試料を用いて、定量下限値及び回収率を含めた各方法の適用可能性について検証を行う必要がある。

以上より、EDXRF 法は簡便な分析法として有用であるものの、規格試験法としての適用に当たっては、元素ごとの定量下限値と限度値との関係を十分に考慮する必要があると考えられた。

D. まとめ

本研究では、タール色素省令における金属類試験法の実態及び課題を整理するとともに、マイクロ波分解-ICP-MS 法及び EDXRF 法の適用可能性について検討を行った。

現行の金属類試験法は、比色法における視覚判定に起因する主観性及び定量性の欠如、並びに原子吸光光度法における煩雑な前処理及び単元素測定による効率性の課題を有することが明らかとなった。これらの課題に対し、マイクロ波分解-ICP-MS 法は多元素同時分析が可能であり、高感度かつ定量的に各元素の含有実態を把握できることから、規格整備に向けた基礎的評価法として有用であると考えられた。実試料の分析においても、多くの元素が定量可能であり、限度値との比較では直接評価には留保が必要であるものの、鉄及び亜鉛を除く元素については限度値を大きく上回る状況にはないことが確認された。

一方、EDXRF 法については、FP 法ではニッケルのみが検出されたのに対し、検量線法ではコバルト、ニッケル及び鉛が検出されるなど、方法間で検出性能に差が認められた。検量線法では定量下限値の改善が見られたものの、元素によっては限度値に対して十分な感度が得られず、適用可能性は元素ごとに異なることが示された。なお、今回用いた試料では対象元素のバックグラウンド濃度が低かったことにより、EDXRF 法では多くの元素が定量下限値未満となり、評価が限定的であった可能性がある。このため、今後は一定濃度の対象元素を添加した試料を用いて、定量下限値、回収率及びマトリックスの影響を含めた適用可能性の検証を行う必要がある。

重金属については、現行法が鉛としての総量評価を基本とする体系であることから、個別元素の定量に基づく機器分析法へ単純に置き換えるのではなく、現行の評価体系との連続性を確保した導入方針の検討が重要である。その一案として、各金属の寄与を係数化し、個別元素の定

量値から現行法に対応する指標を算出する方法が考えられた。

以上より、タール色素省令における金属類試験法の見直しに当たっては、各試験項目の評価体系を踏まえつつ機器分析法を導入することが重要であり、今後は重金属試験法の換算係数設定の妥当性、対象元素の選定、共存成分の影響及び定量下限値と限度値との関係について、実試料及び添加試料を用いた詳細な検討が必要と考えられた。

E. 研究発表

E1. 論文発表

なし

E.2 学会発表

なし

F. 知的所有権の取得状況

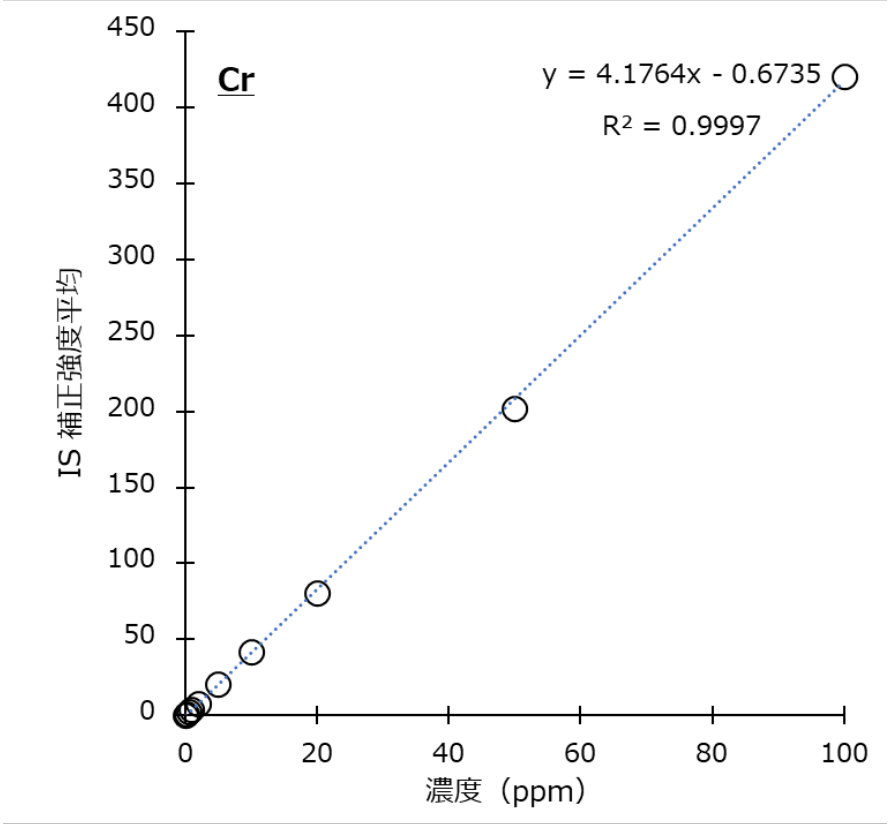
1. 特許取得
   なし
2. 実用新案登録
   なし
3. その他
   なし

G. 引用文献

1) 厚生労働省、医薬品等に使用することができるタール色素を定める省令（厚生省令第三十号、昭和四十一年八月三十一日）

表 1　測定対象タール色素の試料情報等

試料No.	試料名	別表の分類	組成式	限度値(ppm)							EDX測定が難しい元素（影響を及ぼしている元素）
				ヒ素	重金属	亜鉛	鉄	クロム	マンガン	鉛	
SD-1	黄色 4号	第一部	C16H9N4Na3O9S2	2	20	-	-	-	-	-	
SD-2	黄色 5号	第一部	C16H10N2Na2O7S2	2	20	-	-	-	-	-	
SD-3	黄色 205号	第二部	C32H26Cl2N6O4	2	20	-	-	-	-	-	
SD-4	だいだい色 205号	第二部	C16H11N2NaO4S	2	20	-	-	-	-	-	
SD-5	赤色 202号	第二部	C18H12CaN2O6S	2	20	-	-	-	-	-	
SD-6	赤色 204号	第二部	C34H24BaCl2N4O8S2	2	20	-	-	-	-	-	
SD-7	褐色 201号	第二部	C20H17N4NaO5S	2	20	-	-	-	-	-	
SD-8	紫色 201号	第二部	C21H15NO3	2	20	-	500	-	-	-	Co(Fe)
SD-9	緑色 201号	第二部	C28H20N2Na2O8S2	2	20	-	500	-	-	-	
SD-10	青色 201号	第二部	C16H10N2O2	2	20	-	500	-	-	-	Co(Fe)
SD-11	青色 204号	第二部	C28H12Cl2N2O4	2	20	-	500	-	-	-	Co(Fe)
SD-12	黒色 401号	第三部	C22H14N6Na2O9S2	2	20	-	-	-	-	-	
SD-13	黄色 201号	第二部	C20H12O5	2	20	200	-	-	-	-	
SD-14	黄色 401号	第三部	C17H16N4O4	2	20	-	-	-	-	-	
SD-15	だいだい色 201号	第二部	C20H10Br2O5	2	20	200	-	-	-	-	Cd(Br),Pb(Br),Hg(Br)
SD-16	だいだい色 403号	第三部	C17H14N2O	2	20	-	-	-	-	-	Co(Fe)
SD-17	赤色 201号	第二部	C18H12N2Na2O6S	2	20	-	-	-	-	-	
SD-18	赤色 401号	第三部	C34H24N2Na2O6S	2	20	200	-	-	-	-	
SD-19	赤色 404号	第三部	C24H18N4O4	2	20	-	-	-	-	-	
SD-20	紫色 401号	第三部	C21H14NNaO6S	2	20	-	500	-	-	-	
SD-21	緑色 204号	第二部	C16H7Na3O10S3	2	20	-	-	-	-	-	
SD-22	青色 205号	第二部	C37H42N4O9S3	2	20	-	-	50	50	-	
SD-23	青色 404号	第三部	C32H16CuN8	2	-	-	-	-	-	20	Co(Cu),Ni(Cu)
SD-24	黄色 202号の(1)	第二部	C20H10Na2O5	2	20	200	-	-	-	-	
SD-25	黄色 203号	第二部	C18H10NNaO5S	2	20	200	500	-	-	-	
SD-26	だいだい色 203号	第二部	C16H10N4O5	2	20	-	-	-	-	-	
SD-27	赤色 3号	第一部	C20H6I4Na2O5・H2O	2	20	200	-	-	-	-	Sb(I)
SD-28	赤色 104号の(1)	第一部	C20H2Br4Cl4Na2O5	2	20	200	-	-	-	-	Cd(Br),Pb(Br),Hg(Br)
SD-29	赤色 203号	第二部	C17H12ClN2NaO4S	2	20	-	-	-	-	-	
SD-30	赤色 221号	第二部	C17H13N3O3	2	20	-	-	-	-	-	
SD-31	赤色 405号	第三部	C18H11CaClN2O6S	2	20	-	-	-	-	-	
SD-32	緑色 202号	第二部	C28H22N2O2	2	20	-	500	-	-	-	
SD-33	緑色 401号	第三部	C30H15FeN3Na3O15S3	2	20	-	-	-	-	-	Co(Fe),Pb(Fe)
SD-34	青色 1号	第一部	C37H34N2Na2O9S3	2	20	-	-	50	50	-	
SD-35	青色 2号	第一部	C16H8N2Na2O8S2	2	20	-	500	-	-	-	



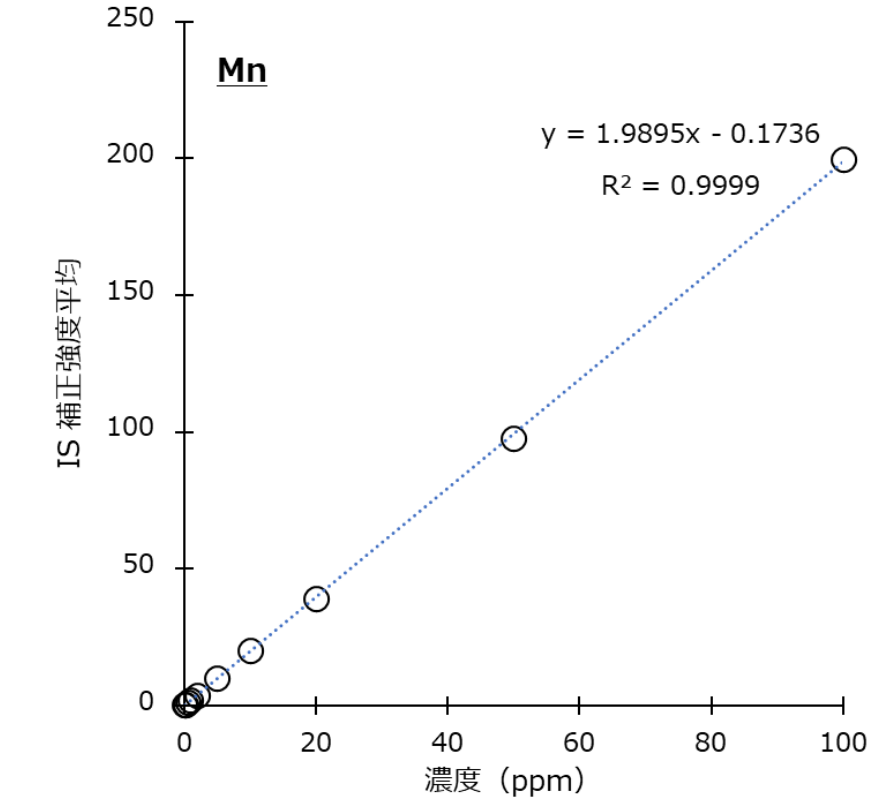
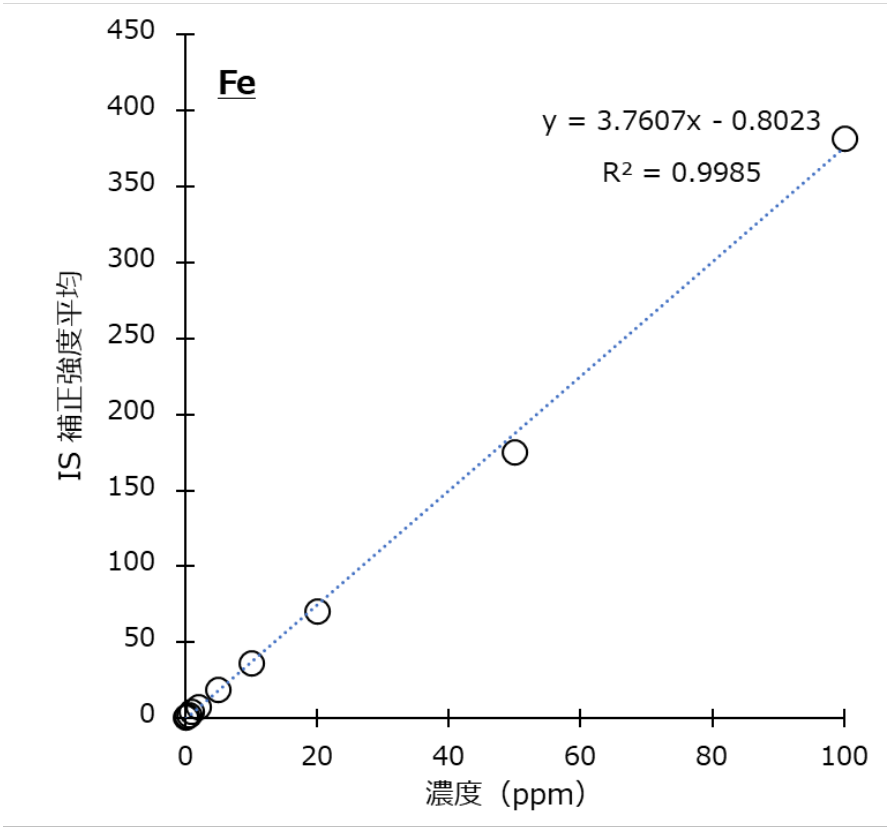


図１　ICP-MS における対象金属類の検量線①



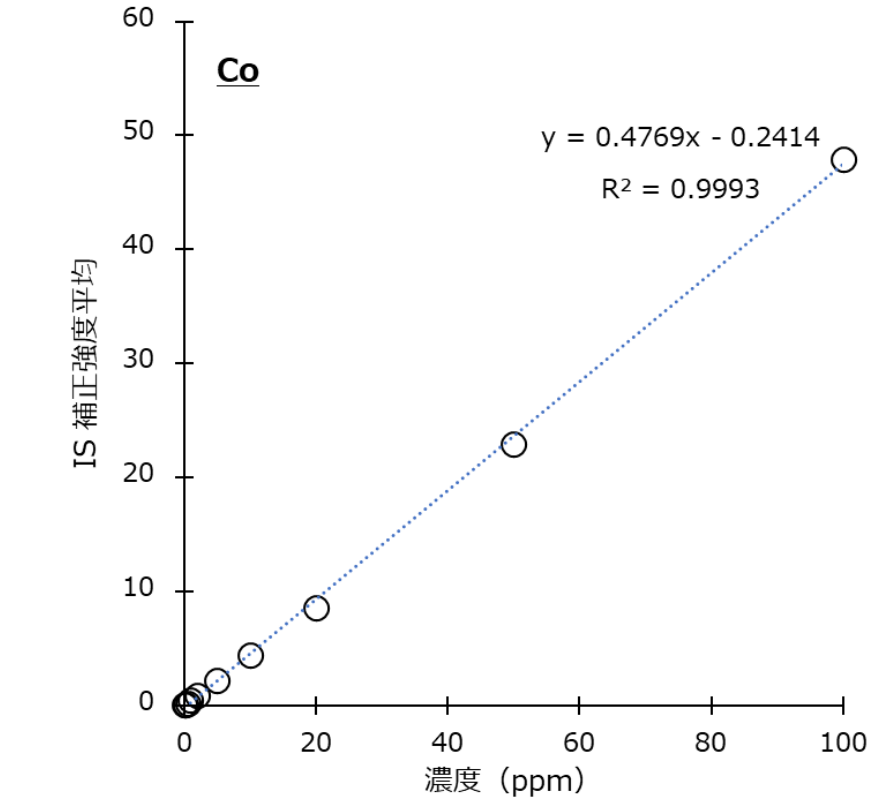
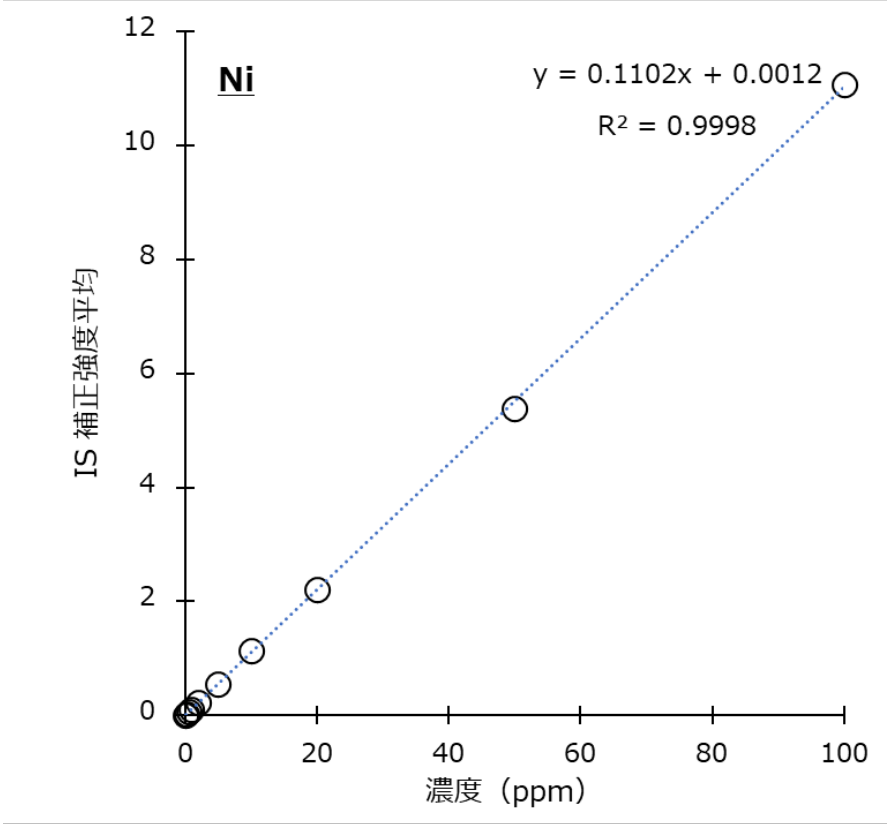


図２　ICP-MS における対象金属類の検量線②



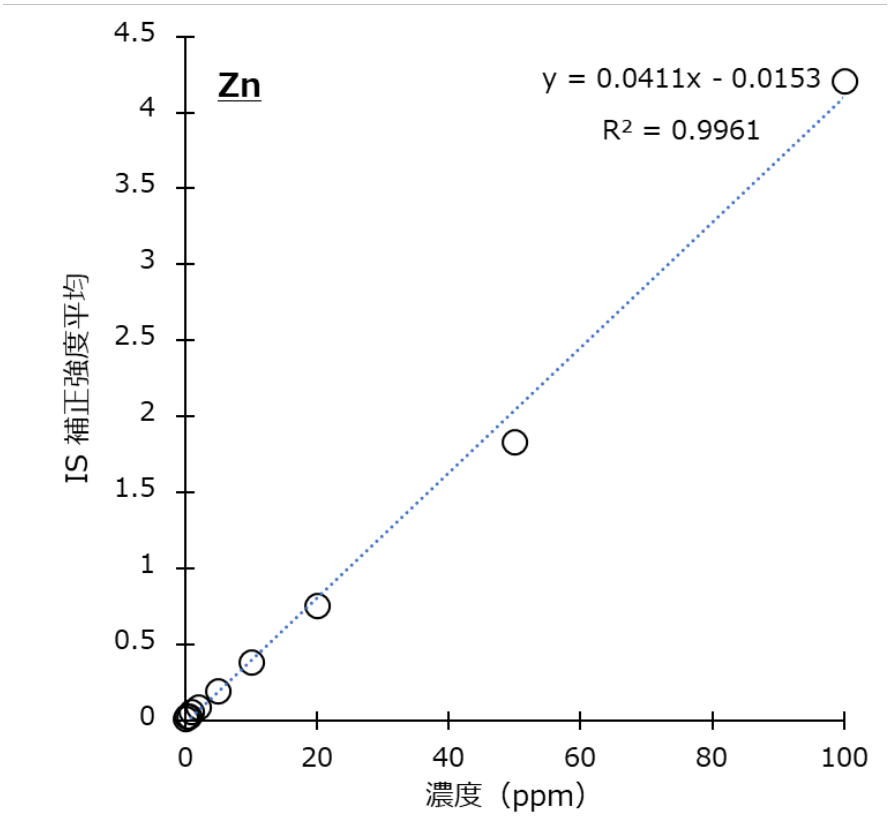
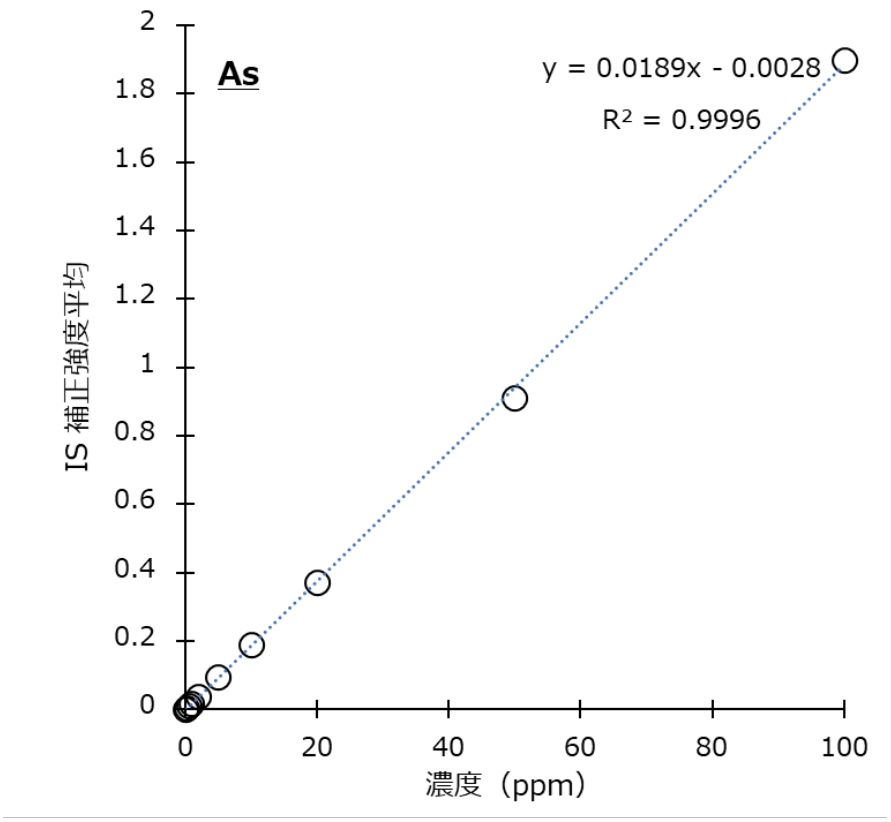


図３　ICP-MS における対象金属類の検量線③



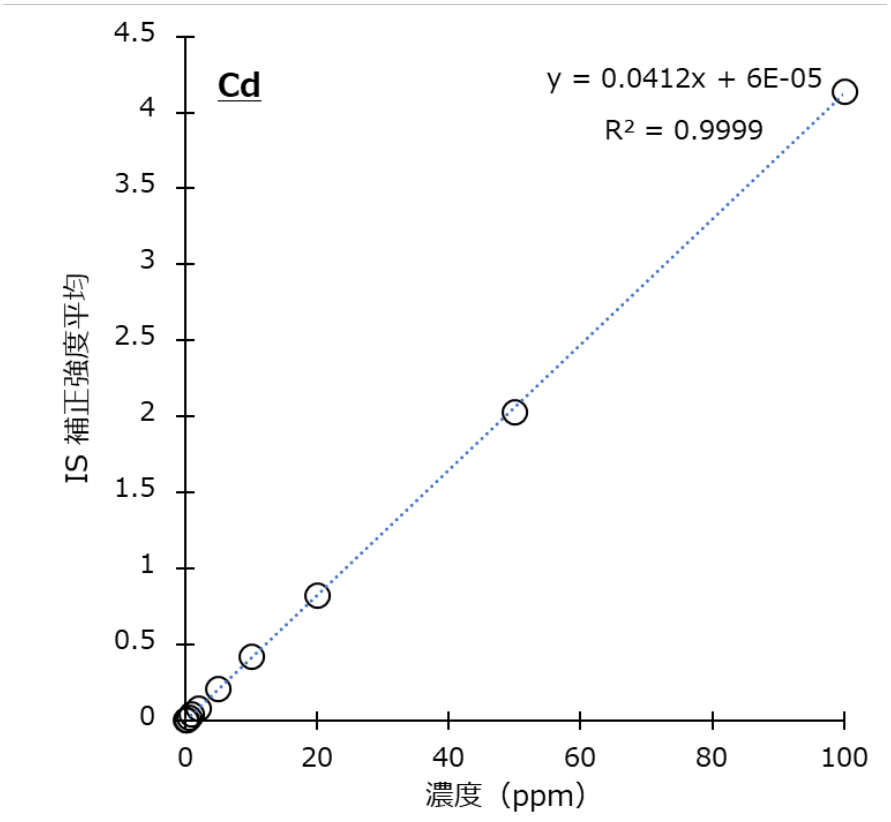
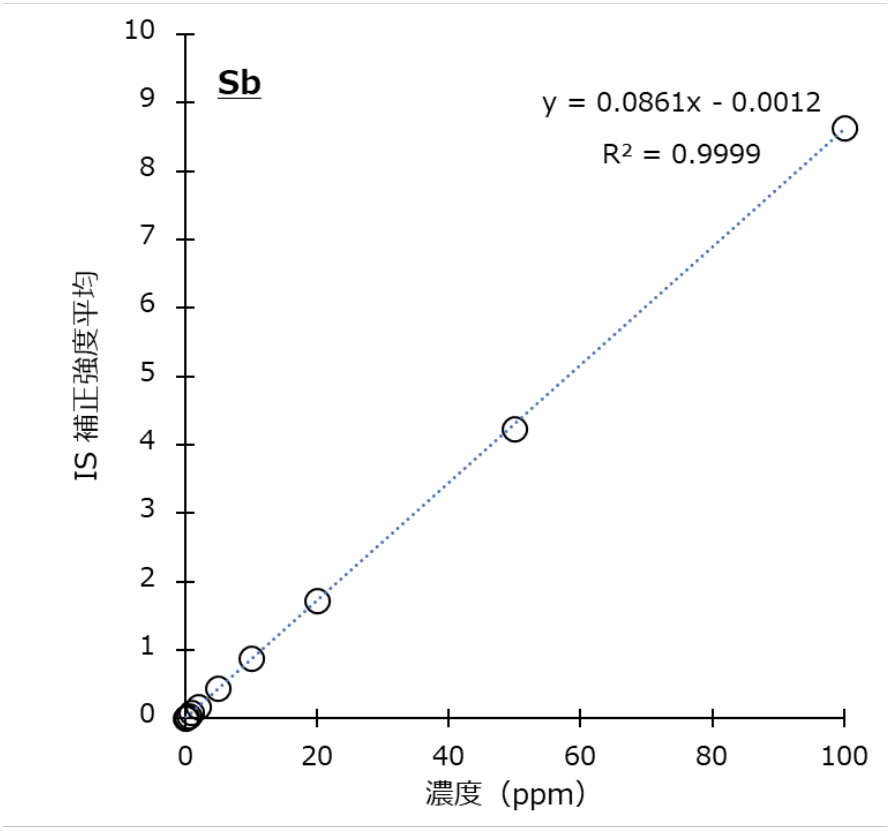


図４　ICP-MS における対象金属類の検量線④



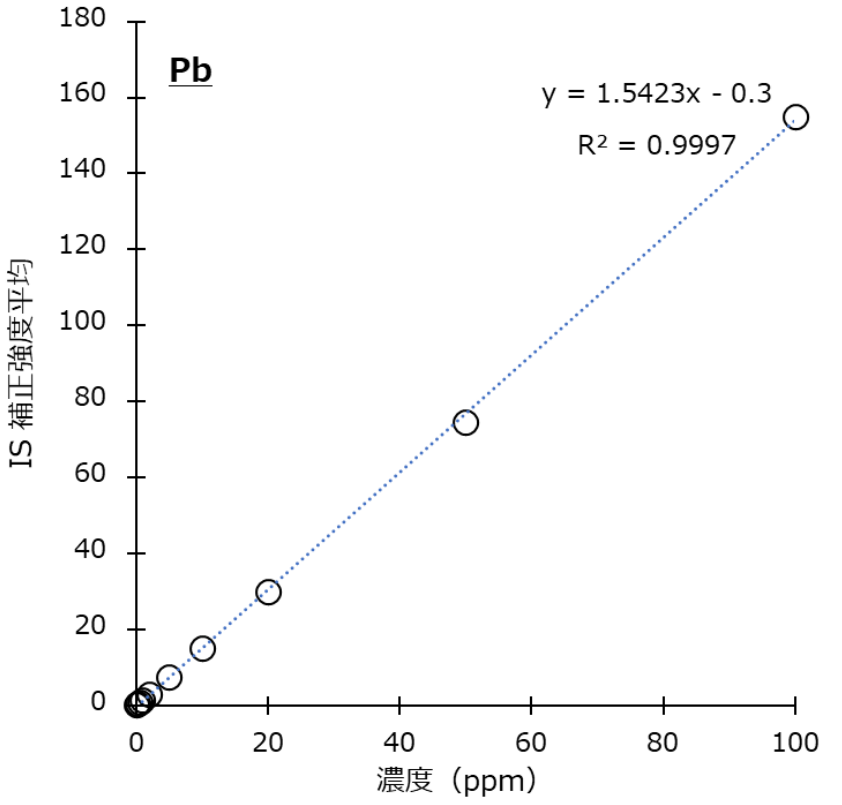


図５　ICP-MS における対象金属類の検量線⑤

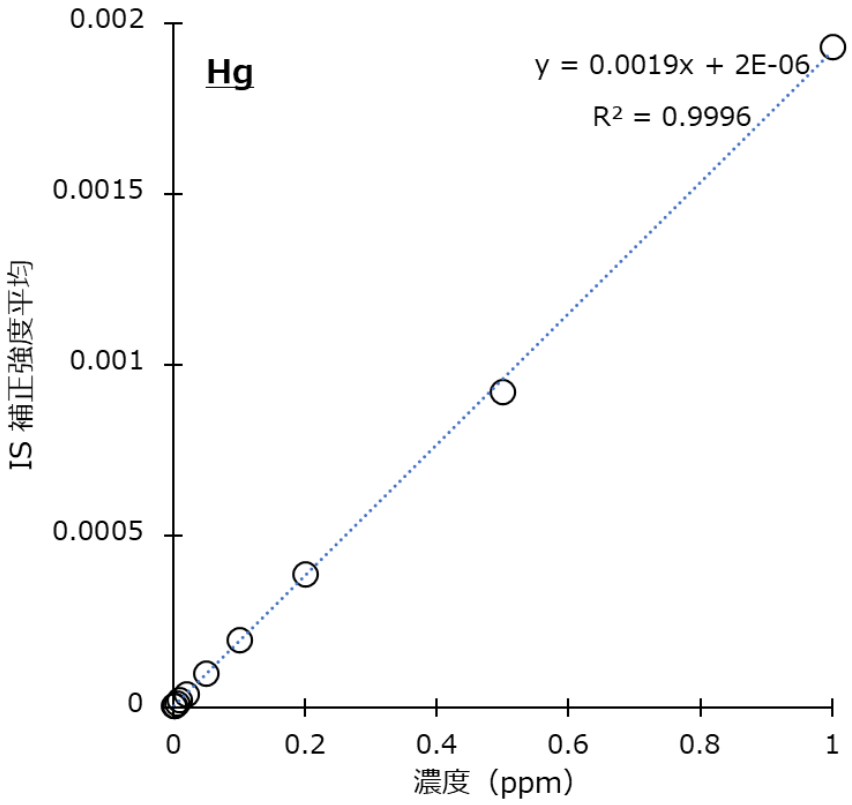
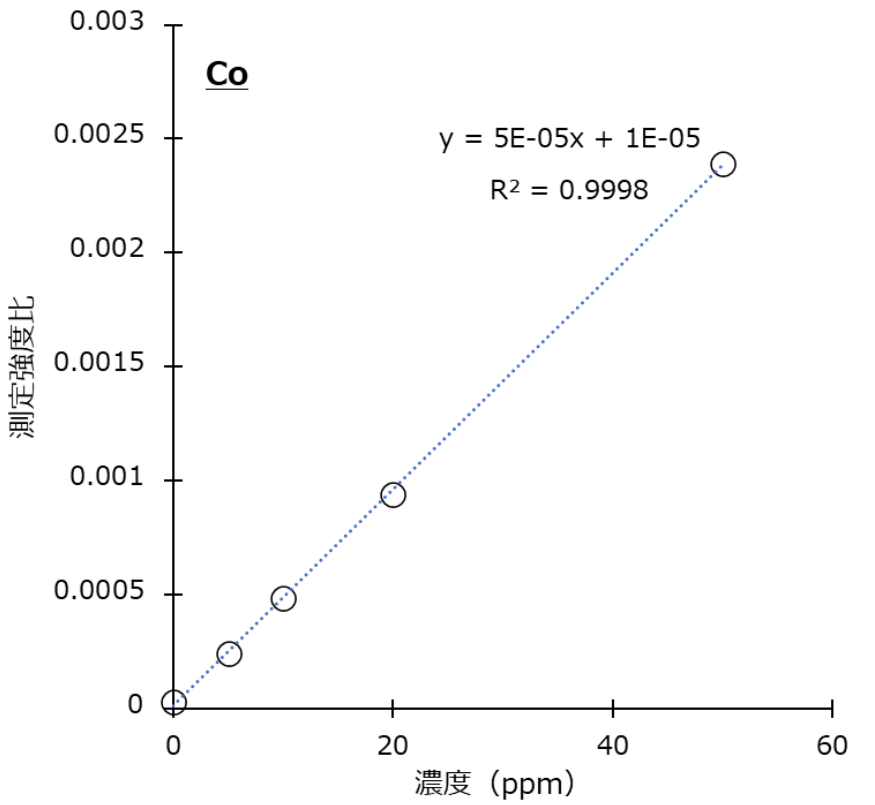


図６　ICP-MS における対象金属類の検量線⑥



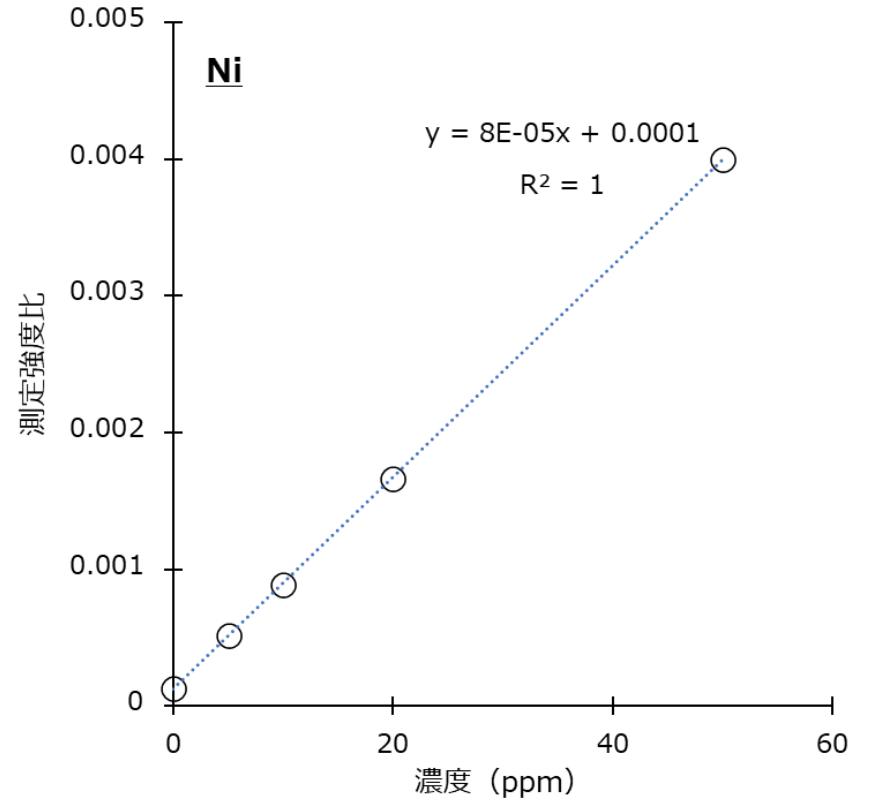
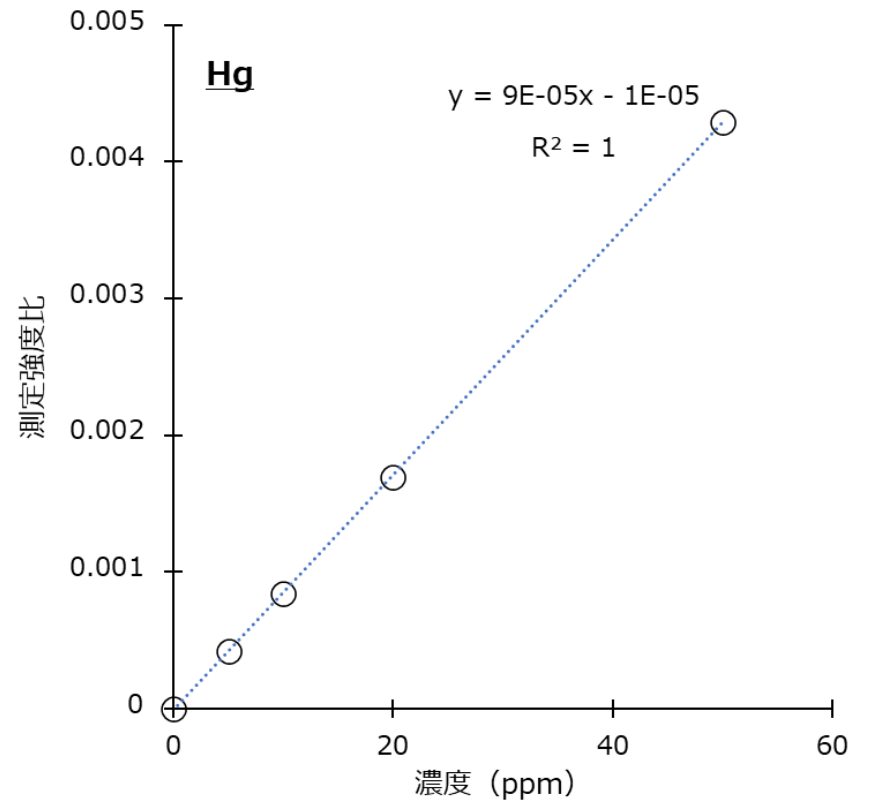


図 7　EDXRF の検量線法における対象金属類の検量線①



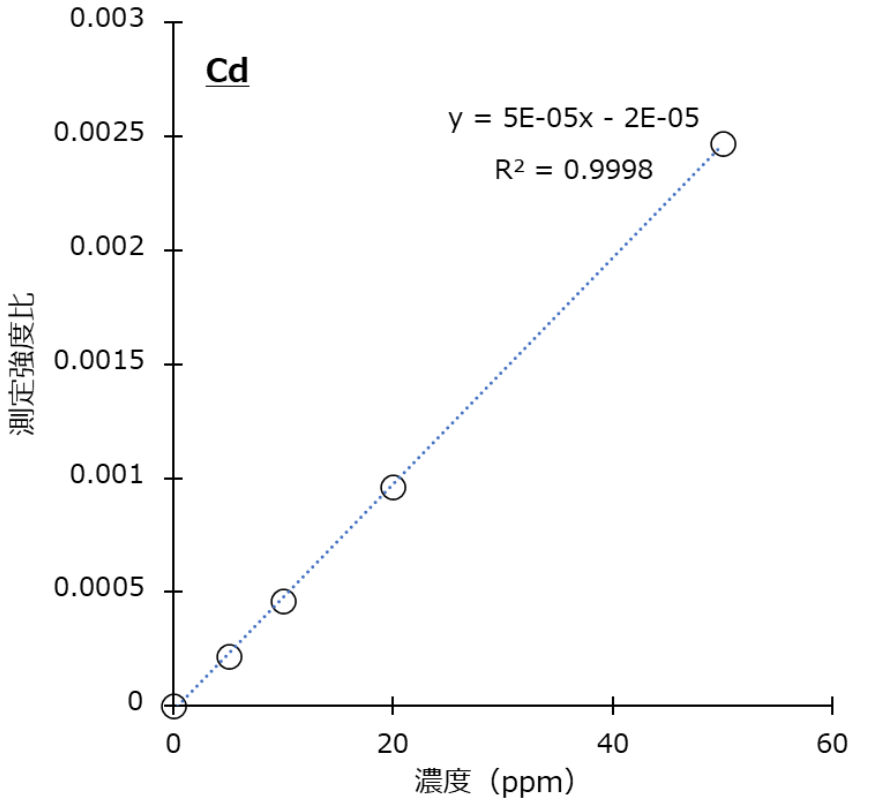
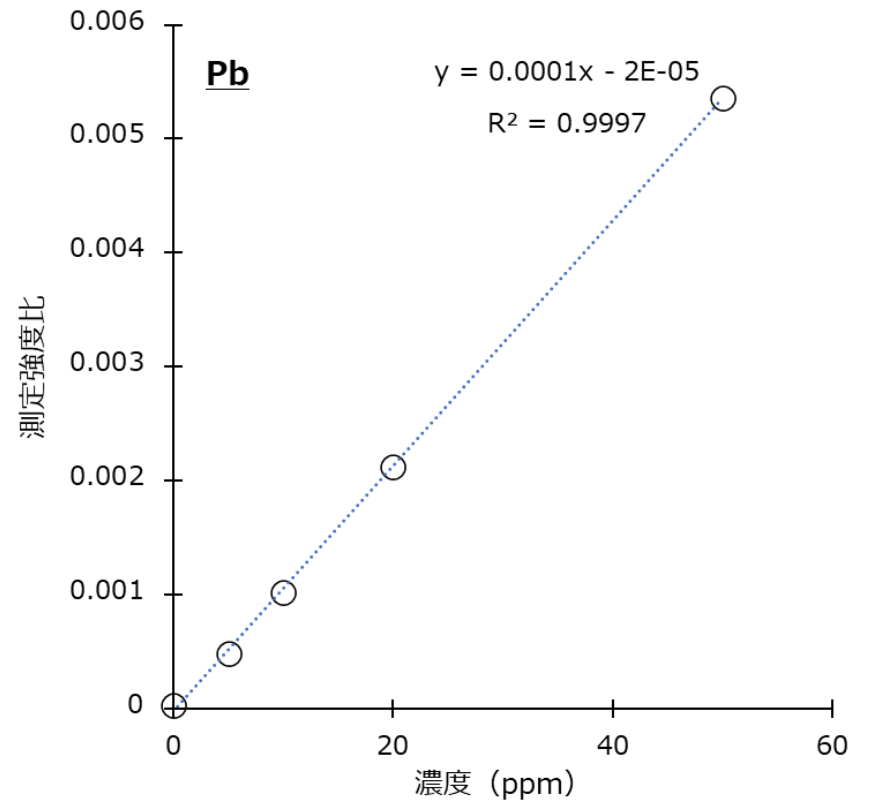


図８　EDXRF の検量線法における対象金属類の検量線②



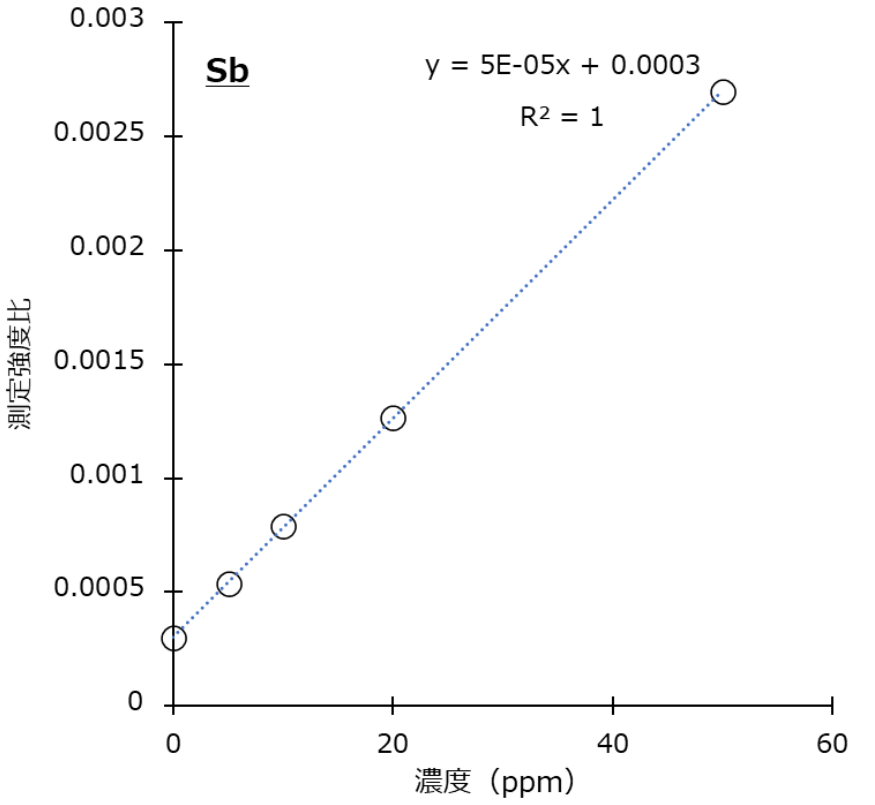


図９　EDXRF の検量線法における対象金属類の検量線③

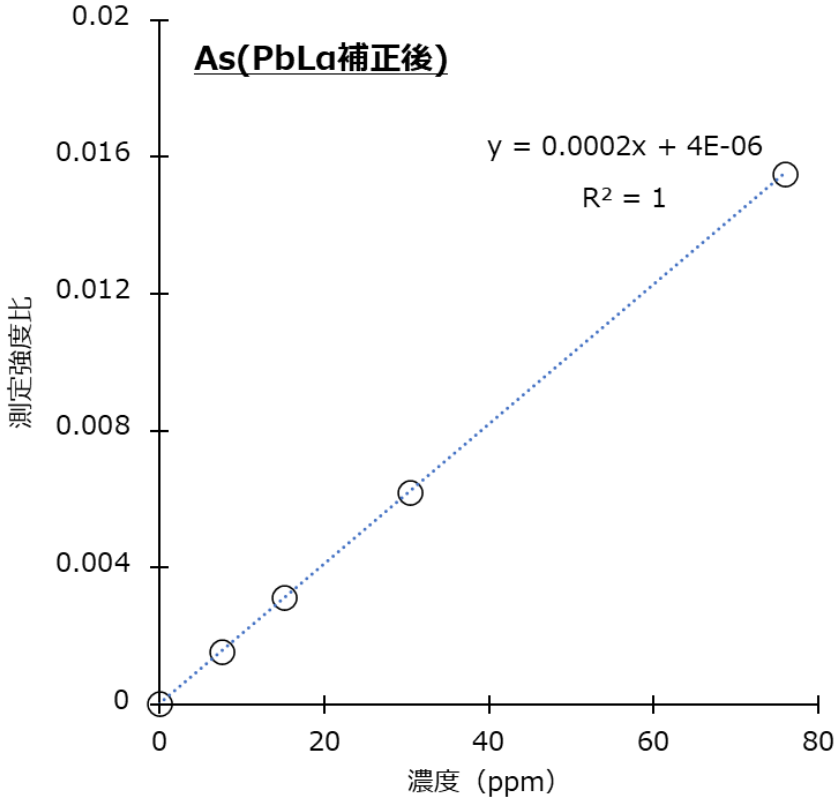


図１０　EDXRF の検量線法における対象金属類の検量線④

表 2　タール色素省令における現行金属類試験法の整理

試験項目	現行法	原理	評価対象	結果の表示	前処理操作概要
重金属	重金属試験法	比色法	酸性下で硫化ナトリウム試液により呈色又は混濁若しくは沈殿を生ずる金属性混在物	試料溶液の呈する色は、比較液（鉛）の呈する色より濃くないことを確認する。この場合において、試料溶液中に混在する重金属の量は、鉛の量として20ppm以下である。	呈色比較のための調製操作
その他の重金属（レーキ）	レーキ試験法（重金属試験法）	比色法	酸性下で硫化ナトリウム試液により呈色又は混濁若しくは沈殿を生ずる金属性混在物	試料溶液の色は、比較液（鉛）の色より濃くない場合は、試料溶液中に混在するその他重金属の量は、20ppm以下である。	呈色比較のための調製操作
ヒ素	ヒ素試験法	比色法（発生瓶法による）	ヒ素	標準色より濃くないことが確認できた場合、混在するヒ素の量は、三酸化二ヒ素（As2O3）の量として2ppm以下である。	発生瓶法に伴う操作
亜鉛	原子吸光光度法	原子吸光光度法	亜鉛	試料溶液及び比較液について、フレーム方式により被検元素の分析線波長で吸光度を測定し、試料溶液の吸光度が比較液の吸光度より大きくないときには、試料溶液中に含まれる被検元素の量は、規格における規格値よりも小さい	ケルダールフラスコによる加熱酸分解及び4-メチル-2-ペンタノン抽出
亜鉛（レーキ）	レーキ試験法（重金属試験法）	比色法	亜鉛	試料溶液の混濁は、比較液（亜鉛）の混濁より濃くない場合は、試料溶液中に混在する亜鉛の量は、500ppm以下である。	呈色比較のための調製操作
鉄	原子吸光光度法	原子吸光光度法	鉄	試料溶液及び比較液について、フレーム方式により被検元素の分析線波長で吸光度を測定し、試料溶液の吸光度が比較液の吸光度より大きくないときには、試料溶液中に含まれる被検元素の量は、規格における規格値よりも小さい	ケルダールフラスコによる加熱酸分解及び4-メチル-2-ペンタノン抽出
鉄（レーキ）	レーキ試験法（重金属試験法）	比色法	鉄	試料溶液の色が、比較液（鉄）の色より濃くない場合は、試料溶液中に混在する鉄の量は、500ppm以下である。	呈色比較のための調製操作
クロム	原子吸光光度法	原子吸光光度法	クロム	試料溶液及び比較液について、フレーム方式により被検元素の分析線波長で吸光度を測定し、試料溶液の吸光度が比較液の吸光度より大きくないときには、試料溶液中に含まれる被検元素の量は、規格における規格値よりも小さい	ケルダールフラスコによる加熱酸分解及び4-メチル-2-ペンタノン抽出
マンガン	原子吸光光度法	原子吸光光度法	マンガン	試料溶液及び比較液について、フレーム方式により被検元素の分析線波長で吸光度を測定し、試料溶液の吸光度が比較液の吸光度より大きくないときには、試料溶液中に含まれる被検元素の量は、規格における規格値よりも小さい	ケルダールフラスコによる加熱酸分解及び4-メチル-2-ペンタノン抽出
鉛	原子吸光光度法	原子吸光光度法	鉛	試料溶液及び比較液について、フレーム方式により被検元素の分析線波長で吸光度を測定し、試料溶液の吸光度が比較液の吸光度より大きくないときには、試料溶液中に含まれる被検元素の量は、規格における規格値よりも小さい	ケルダールフラスコによる加熱酸分解及び4-メチル-2-ペンタノン抽出

表 3　タール色素省令における現行金属類試験法の代替法候補、適用の方向性及び期待される利点等

試験項目	現行法の評価対象	適用の方向性	代替法の候補	期待される利点	備考
重金属	酸性下で硫化ナトリウム試液により呈色、混濁又は沈殿を生ずる金属混在物の総量を鉛として評価	現行の評価体系を維持しつつ分析法を機器分析法へ移行する方向で検討する。 具体的には、呈色する各金属について鉛との呈色強度比から係数を設定し、ICP-MS又はEDXRFにより得られた各金属の定量値に当該係数を乗じて合算することにより、鉛としての重金属量に対応する指標を算出する方法を検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	視覚判定の排除、定量性の向上、判定の客観化及び多元素同時評価の可能性	係数設定の妥当性、対象元素の選定、共存成分の影響、現行法との対応関係の検証が必要である。
その他の重金属（レーキ）	酸性下で硫化ナトリウム試液により呈色、混濁又は沈殿を生ずる金属混在物の総量を鉛として評価	現行の評価体系を維持しつつ分析法を機器分析法へ移行する方向で検討する。 具体的には、呈色する各金属について鉛との呈色強度比から係数を設定し、ICP-MS又はEDXRFにより得られた各金属の定量値に当該係数を乗じて合算することにより、鉛としての重金属量に対応する指標を算出する方法を検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	視覚判定の排除、定量性の向上、判定の客観化及び多元素同時評価の可能性	係数設定の妥当性、対象元素の選定、共存成分の影響、現行法との対応関係の検証が必要である。
ヒ素	ヒ素を発生瓶法による比色法で評価	現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能な機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	ヒ素の定量的評価が可能となり、試験の客観性及び再現性の向上が期待される。	EDXRFについては、感度及び試料マトリックスの影響の観点から適用性を確認する必要がある。
亜鉛	亜鉛を原子吸光光度法で評価	現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能な機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	前処理の簡略化、定量性の向上、測定効率の改善	-
亜鉛（レーキ）	亜鉛標準液との比較により亜鉛として評価	現行の評価体系を維持しつつ、機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	視覚判定の排除、定量性の向上及び判定の客観化	現行法の評価対象を維持したまま、亜鉛の直接定量へ移行することを想定している。
鉄	鉄を原子吸光光度法で評価	現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能な機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	定量性の向上、前処理の簡略化、多元素同時分析による効率化	-
鉄（レーキ）	鉄標準液との比較により鉄として評価	現行の評価体系を維持しつつ、機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	視覚判定の排除、定量性の向上及び判定の客観化	現行法の評価対象を維持したまま、鉄の直接定量へ移行することを想定している。
クロム	クロムを原子吸光光度法で評価	現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能な機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	前処理の簡略化、定量性の向上、測定効率の改善	-
マンガン	マンガンを原子吸光光度法で評価	現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能な機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	前処理の負担軽減、定量性の向上、測定効率の改善	-
鉛	鉛を原子吸光光度法で評価	現行法の評価対象を維持しつつ、煩雑な前処理を簡略化でき、多元素同時分析が可能な機器分析法へ移行する方向で検討する。	マイクロ波分解－ICP-MS、EDXRF（FP法、検量線法）	高感度化、定量性の向上、前処理の簡略化	-

表４　　マイクロ波分解-ICP-MSによるタール色素試料中の金属類濃度

試料番号	試料名	濃度（μg/g）										
		Co	Ni	As	Cd	Sb	Hg	Pb	Cr	Mn	Fe	Zn
SD-1	黄色 4号	ND	0.430	0.0751	ND	ND	ND	ND	19.0	0.300	＞50	0.858
SD-2	黄色 5号	ND	0.283	ND	ND	ND	ND	0.0599	8.23	2.01	＞50	1.54
SD-3	黄色 205号	ND	0.0871	ND	ND	ND	0.00714	ND	4.95	0.124	34.2	ND
SD-4	だいだい色 205号	ND	0.297	0.0519	ND	ND	ND	ND	17.9	ND	＞50	ND
SD-5	赤色 202号	0.0633	1.41	0.0543	ND	ND	0.00602	0.130	20.4	0.298	＞50	4.16
SD-6	赤色 204号	ND	2.11	ND	ND	ND	0.0390	0.923	12.9	1.24	＞50	9.77
SD-7	褐色 201号	ND	0.121	ND	ND	ND	ND	ND	2.95	0.0838	19.4	1.15
SD-8	紫色 201号	0.0537	15.9	0.0515	ND	ND	0.0683	0.0608	47.3	1.85	＞50	1.22
SD-9	緑色 201号	ND	0.180	ND	ND	ND	ND	0.0508	8.29	0.203	41.5	ND
SD-10	青色 201号	0.102	0.774	ND	ND	ND	0.00822	0.299	10.9	4.83	＞50	6.40
SD-11	青色 204号	0.114	0.456	0.509	ND	ND	0.165	5.59	14.9	2.16	＞50	1.15
SD-12	黒色 401号	ND	0.623	ND	ND	ND	0.0111	ND	7.90	0.0877	33.8	0.321
SD-13	黄色 201号	ND	0.266	ND	ND	ND	ND	0.0613	14.9	0.131	＞50	＞50
SD-14	黄色 401号	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	1.61	0.0790	13.2	ND
SD-15	だいだい色 201号	0.133	5.75	ND	ND	ND	0.0171	ND	20.5	1.37	＞50	0.599
SD-16	だいだい色 403号	0.0558	3.21	ND	ND	ND	ND	0.989	4.08	5.04	＞50	12.2
SD-17	赤色 201号	ND	0.230	ND	ND	ND	0.00565	ND	8.98	0.201	＞50	7.41
SD-18	赤色 401号	ND	0.381	0.144	ND	ND	ND	ND	9.06	0.206	＞50	＞50
SD-19	赤色 404号	ND	0.550	0.0549	ND	ND	0.0870	0.342	2.85	2.88	＞50	3.54
SD-20	紫色 401号	ND	1.01	ND	ND	ND	ND	ND	3.43	3.12	＞50	1.52
SD-21	緑色 204号	ND	0.301	ND	ND	ND	0.00541	ND	2.85	0.098	18.7	0.252
SD-22	青色 205号	ND	0.687	0.382	ND	0.0500	0.00976	ND	3.79	0.536	44.2	＞50
SD-23	青色 404号	0.109	8.46	0.105	ND	0.227	ND	0.385	5.56	0.320	＞50	2.29
SD-24	黄色 202号の(1)	ND	1.08	0.134	ND	ND	ND	0.438	15.2	0.445	＞50	45.4
SD-25	黄色 203号	ND	3.42	0.125	ND	ND	0.0145	ND	12.2	0.782	＞50	0.588
SD-26	だいだい色 203号	ND	0.198	0.104	ND	ND	ND	ND	10.4	0.230	＞50	0.807
SD-27	赤色 3号	ND	0.909	0.168	ND	ND	0.0122	ND	13.3	0.259	＞50	38.3
SD-28	赤色 104号の(1)	ND	0.815	0.137	ND	ND	0.0231	ND	17.4	0.803	＞50	4.16
SD-29	赤色 203号	0.164	0.448	0.129	ND	ND	ND	0.0876	12.6	0.714	＞50	13.0
SD-30	赤色 221号	0.112	1.60	0.145	ND	ND	0.0190	0.114	14.1	5.62	＞50	0.882
SD-31	赤色 405号	ND	0.931	0.145	0.0742	0.0583	0.0392	0.218	10.8	9.21	＞50	27.7
SD-32	緑色 202号	ND	1.38	0.152	ND	ND	0.00592	ND	18.8	1.03	＞50	1.62
SD-33	緑色 401号	0.0853	6.149	0.139	ND	ND	0.0326	0.0649	13.1	0.373	＞50	0.383
SD-34	青色 1号	ND	0.474	0.124	ND	ND	0.0112	ND	22.3	0.224	＞50	ND
SD-35	青色 2号	ND	0.450	0.140	ND	ND	0.00582	ND	17.6	0.505	＞50	0.340
最大値 (μg/g)		0.164	15.9	0.509	—	0.227	0.165	5.59	47.3	9.21	44.2	45.4
中央値 (μg/g)		0.106	0.655	0.134	0.0742	0.0583	0.0122	0.174	12.2	0.475	33.8	1.54
最小値 (μg/g)		0.0537	0.0871	0.0515	—	0.0500	0.00541	0.0508	1.61	0.0790	13.2	0.252
検出数 (*n*)		10	34	21	1	3	21	16	35	34	35	30
検出頻度(%)		29	97	60	3	9	60	46	100	97	100	86
定量下限値 (LOQ) (μg/g)		0.005	0.1	0.05	0.01	0.025	0.005	0.01	0.025	0.1	1	0.25

表５　　マイクロ波分解-ICP-MSによるタール色素試料中の金属類濃度と各条規定の限度値の比較

試料番号	試料名	濃度（μg/g）						
		As	Pb	Cr	Mn	Fe	Zn	限度値（ppm）
SD-1	黄色 4号	0.0751	ND	19.0	0.300	＞50	0.858	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-2	黄色 5号	ND	0.0599	8.23	2.01	＞50	1.54	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-3	黄色 205号	ND	ND	4.95	0.124	34.2	ND	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-4	だいだい色 205号	0.0519	ND	17.9	ND	＞50	ND	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-5	赤色 202号	0.0543	0.130	20.4	0.298	＞50	4.16	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-6	赤色 204号	ND	0.923	12.9	1.24	＞50	9.77	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-7	褐色 201号	ND	ND	2.95	0.0838	19.4	1.15	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-8	紫色 201号	0.0515	0.0608	47.3	1.85	＞50	1.22	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
SD-9	緑色 201号	ND	0.0508	8.29	0.203	41.5	ND	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
SD-10	青色 201号	ND	0.299	10.9	4.83	＞50	6.40	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
SD-11	青色 204号	0.509	5.59	14.9	2.16	＞50	1.15	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
SD-12	黒色 401号	ND	ND	7.90	0.0877	33.8	0.321	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-13	黄色 201号	ND	0.0613	14.9	0.131	＞50	＞50	③ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）
SD-14	黄色 401号	ND	ND	1.61	0.0790	13.2	ND	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-15	だいだい色 201号	ND	ND	20.5	1.37	＞50	0.599	③ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）
SD-16	だいだい色 403号	ND	0.989	4.08	5.04	＞50	12.2	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-17	赤色 201号	ND	ND	8.98	0.201	＞50	7.41	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-18	赤色 401号	0.144	ND	9.06	0.206	＞50	＞50	③ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）
SD-19	赤色 404号	0.0549	0.342	2.85	2.88	＞50	3.54	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-20	紫色 401号	ND	ND	3.43	3.12	＞50	1.52	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
SD-21	緑色 204号	ND	ND	2.85	0.098	18.7	0.252	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-22	青色 205号	0.382	ND	3.79	0.536	44.2	＞50	④ヒ素（2）、重金属（20）、クロム（50）、マンガン（50）
SD-23	青色 404号	0.105	0.385	5.56	0.320	＞50	2.29	⑥ヒ素（2）、鉛（20）
SD-24	黄色 202号の(1)	0.134	0.438	15.2	0.445	＞50	45.4	③ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）
SD-25	黄色 203号	0.125	ND	12.2	0.782	＞50	0.588	⑤ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）、鉄（200）
SD-26	だいだい色 203号	0.104	ND	10.4	0.230	＞50	0.807	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-27	赤色 3号	0.168	ND	13.3	0.259	＞50	38.3	③ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）
SD-28	赤色 104号の(1)	0.137	ND	17.4	0.803	＞50	4.16	③ヒ素（2）、重金属（20）、亜鉛（200）
SD-29	赤色 203号	0.129	0.0876	12.6	0.714	＞50	13.0	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-30	赤色 221号	0.145	0.114	14.1	5.62	＞50	0.882	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-31	赤色 405号	0.145	0.218	10.8	9.21	＞50	27.7	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-32	緑色 202号	0.152	ND	18.8	1.03	＞50	1.62	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
SD-33	緑色 401号	0.139	0.0649	13.1	0.373	＞50	0.383	①ヒ素（2）、重金属（20）
SD-34	青色 1号	0.124	ND	22.3	0.224	＞50	ND	④ヒ素（2）、重金属（20）、クロム（50）、マンガン（50）
SD-35	青色 2号	0.140	ND	17.6	0.505	＞50	0.340	②ヒ素（2）、重金属（20）、鉄（500）
最大値 (μg/g)		0.509	5.59	47.3	9.21	44.2	45.4	
中央値 (μg/g)		0.134	0.174	12.2	0.475	33.8	1.54	
最小値 (μg/g)		0.0515	0.0508	1.61	0.0790	13.2	0.252	
検出数 (*n*)		21	16	35	34	35	30	
検出頻度(%)		60	46	100	97	100	86	
定量下限値 (LOQ)（μg/g）		0.05	0.01	0.025	0.1	1	0.25	

表6　EDXRF法によるタール色素試料中の金属類濃度とICP-MS法との比較

元素	EDXRF・FP法			EDXRF・検量線法			ICP-MS	
	検出試料数 (n)	定量値の中央値及び範囲 (μg/g)	定量下限値範囲 (μg/g)	検出試料数 (n)	定量値の中央値 (範囲、μg/g)	定量下限値範囲 (μg/g)	定量値の中央値及び範囲 (μg/g)	定量下限値 (μg/g)
Co	0/35	-	2.97～40.6	5/35	1.48（1.09～4.07）	0.560～9.91	0.106（0.0537～0.164）	0.005
Ni	15/35	4.70（3.10～17.0）	0.990～43.6	9/35	1.85（0.548～16.3）	0.334～5.86	0.655（0.0871～15.9）	0.1
As	0/35	-	2.97～211	0/35	-	0.282～1.98	0.134（0.0515～0.509）	0.05
Cd	0/35	-	2.97～22.8	0/35	-	0.862～6.21	0.0742	0.01
Sb	0/35	-	2.97～18.8	0/35	-	2.97～4.95	0.0583（0.0500～0.227）	0.025
Hg	0/35	-	2.70～22.8	0/35	-	0.177～2.05	0.0122（0.00541～0.165）	0.005
Pb	0/35	-	2.97～7.92	9/35	0.541（0.446～2.76）	0.377～1.97	0.174（0.0507～5.59）	0.01

研究成果の刊行に関する一覧表

書籍

著者氏名	論文タイトル名	書籍全体の編集者名	書籍名	出版社名	出版地	出版年	ページ
該当無し							

雑誌

発表者氏名	論文タイトル名	発表誌名	巻号	ページ	出版年
該当無し					

令和８年３月３０日

厚生労働大臣 殿

機関名　国立医薬品食品衛生研究所

所属研究機関長　職　名　所長

氏　名　齋藤　嘉朗

次の職員の令和７年度厚生労働科学研究費の調査研究における、倫理審査状況及び利益相反等の管理については以下のとおりです。

１．研究事業名　医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業

２．研究課題名　医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究

３．研究者名　（所属部署・職名）　生活衛生化学部・部長

（氏名・フリガナ）　内山　奈穂子・ウチヤマ　ナホコ

４．倫理審査の状況

	該当性の有無	左記で該当がある場合のみ記入（※1）		
	有　無	審査済み	審査した機関	未審査（※2）
人を対象とする生命科学・医学系研究に関する倫理指針（※3）	□　☑	□		□
遺伝子治療等臨床研究に関する指針	□　☑	□		□
厚生労働省の所管する実施機関における動物実験等の実施に関する基本指針	□　☑	□		□
その他、該当する倫理指針があれば記入すること（指針の名称：　）	□　☑	□		□

（※1）当該研究者が当該研究を実施するに当たり遵守すべき倫理指針に関する倫理委員会の審査が済んでいる場合は、「審査済み」にチェックし一部若しくは全部の審査が完了していない場合は、「未審査」にチェックすること。

その他（特記事項）

（※2）未審査に場合は、その理由を記載すること。

（※3）廃止前の「疫学研究に関する倫理指針」、「臨床研究に関する倫理指針」、「ヒトゲノム・遺伝子解析研究に関する倫理指針」、「人を対象とする医学系研究に関する倫理指針」に準拠する場合は、当該項目に記入すること。

５．厚生労働分野の研究活動における不正行為への対応について

研究倫理教育の受講状況	受講 ☑　未受講 □

６．利益相反の管理

当研究機関におけるＣＯＩの管理に関する規定の策定	有 ☑　無 □（無の場合はその理由：　）
当研究機関におけるＣＯＩ委員会設置の有無	有 ☑　無 □（無の場合は委託先機関：　）
当研究に係るＣＯＩについての報告・審査の有無	有 ☑　無 □（無の場合はその理由：　）
当研究に係るＣＯＩについての指導・管理の有無	有 □　無 ☑（有の場合はその内容：　）

（留意事項）　・該当する□にチェックを入れること。
・分担研究者の所属する機関の長も作成すること。

令和８年３月３０日

厚生労働大臣 殿

機関名　国立医薬品食品衛生研究所

所属研究機関長　職　名　所長

氏　名　齋藤　嘉朗

次の職員の令和７年度厚生労働科学研究費の調査研究における、倫理審査状況及び利益相反等の管理については以下のとおりです。

１．研究事業名　医薬品・医療機器等レギュラトリーサイエンス政策研究事業

２．研究課題名　医薬品等に使用するタール色素の規格整備に関する研究

３．研究者名　（所属部署・職名）　生活衛生化学部・第二室長

（氏名・フリガナ）　久保田　領志・クボタ　レイジ

４．倫理審査の状況

	該当性の有無	左記で該当がある場合のみ記入（※1）		
	有　無	審査済み	審査した機関	未審査（※2）
人を対象とする生命科学・医学系研究に関する倫理指針（※3）	□　☑	□		□
遺伝子治療等臨床研究に関する指針	□　☑	□		□
厚生労働省の所管する実施機関における動物実験等の実施に関する基本指針	□　☑	□		□
その他、該当する倫理指針があれば記入すること（指針の名称：　　）	□　☑	□		□

（※1）当該研究者が当該研究を実施するに当たり遵守すべき倫理指針に関する倫理委員会の審査が済んでいる場合は、「審査済み」にチェックし一部若しくは全部の審査が完了していない場合は、「未審査」にチェックすること。

その他（特記事項）

（※2）未審査に場合は、その理由を記載すること。

（※3）廃止前の「疫学研究に関する倫理指針」、「臨床研究に関する倫理指針」、「ヒトゲノム・遺伝子解析研究に関する倫理指針」、「人を対象とする医学系研究に関する倫理指針」に準拠する場合は、当該項目に記入すること。

５．厚生労働分野の研究活動における不正行為への対応について

研究倫理教育の受講状況	受講 ☑　未受講 □

６．利益相反の管理

当研究機関におけるＣＯＩの管理に関する規定の策定	有 ☑　無 □（無の場合はその理由：　　）
当研究機関におけるＣＯＩ委員会設置の有無	有 ☑　無 □（無の場合は委託先機関：　　）
当研究に係るＣＯＩについての報告・審査の有無	有 ☑　無 □（無の場合はその理由：　　）
当研究に係るＣＯＩについての指導・管理の有無	有 □　無 ☑（有の場合はその内容：　　）

（留意事項）　・該当する□にチェックを入れること。
・分担研究者の所属する機関の長も作成すること。