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.