

厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）
食品添加物の試験法の検討及び摂取量に基づく安全性確保に向けた研究
令和4年度分担研究報告書

ICPを用いた規格試験法に関する研究
—海外規格及び国内規格におけるICP法を用いた試験法の調査—

研究分担者 建部千絵 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部

研究要旨

誘導結合プラズマ（ICP）を用いた元素分析法（ICP法）、すなわち誘導結合プラズマ発光分光装置を用いた方法（ICP-OES）及び誘導結合プラズマ質量分析装置を用いた方法（ICP-MS）について、海外規格（FAO/WHO Joint Expert Committee on Food Additives（FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議：JECFA）や Food Chemicals Codex 13（米国食品化学物質規格集：FCC13））や、国内規格（第十八改正日本薬局方（局方18）や日本産業規格（JIS））において、一般試験法での記載状況や、各条の成分規格試験に用いられている記載例について調査を行った。

その結果、JECFAでは一般試験法のICP-OESの項で測定波長が指定されているが、FCC13、JIS（JIS K1106 発光分光分析通則）や局方18（2.63 誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法）では一般試験法の中で測定波長は指定されておらず、いずれも各条で測定波長が設定されていた。また、ICP-MSについてはFCC13、局方18及びJIS（K 0133 高周波プラズマ質量分析通則）にのみ記述があった。

ICP-OESが採用されている各条の成分規格は、JECFAでは約60品目で鉛規格にICP-OESが採用されており、ほとんどの品目で原子吸光光度法（AAS）と選択が可能であったが、ICP-MSが採用されているものはなかった。FCC13では、ICP-OES、ICP-MSが使用できるものは、それぞれヒ素規格で19品目、24品目、鉛規格で24品目、31品目であり、これらを同時分析する例も多かった。また、国内規格では、JISで、30品目以上の試験規格でICP-OESが、3品目でICP-MSが採用されていた。局方及び公定書ではICP-OESが試験法として採用されている各条の成分規格例（局方で1品目、公定書で12品目）は非常に少なく、ICP-MSが採用されているものはなかった。また、内標準法はイットリウムを内標準元素とした方法がFCC13やJISの試験規格で頻繁に採用されていた。以上の調査結果から、今後、公定書でICP法を採用する場合は、測定対象元素の規格値や、添加物に含まれる可能性の高いマトリックス（ナトリウム、カリウム、カルシウム等）を考慮し、多くの食品添加物の各条の成分規格に設定されている鉛やヒ素について、適切な測定波長の検討や、内標準元素としてイットリウムを用い、内標準法を用いる場合の適切な内標準元素濃度を検討することが必要であると考えられた。

研究協力者

藤原由美子 国立医薬品食品衛生研究所

A. 研究目的

第9版食品添加物公定書（公定書9）¹⁾では、様々な食品添加物の成分規格が収載されており、その多くの食品添加物の純度試験において鉛やヒ素の規格値が設けられている。公定書9では、成分規格試験に用いられる一般的な試験方法が一般試験法の項に示されており、鉛試験法は原子吸光光度計による方法（AAS）、ヒ素試験の吸光度による試験法は水素化物発生装置を用いたAASによる方法が示されている。一方、近年、多元素を一斉に分析する装置として誘導結合プラズマ発光分光装置を用いる方法（ICP-OES）が用いられることも多く、鉛やヒ素を同時分析する方法としても期待される。公定書9では、いくつかの各条の成分規格においてICP-OESを用いた試験法が示されているが、鉛やヒ素以外の元素については、比色や濁度から目視により判定する試験法が示されているものも多い。目視による判定は、簡便である一方で、判定が困難となる可能性もあることから、今後より精度の高い簡便な方法への改正が期待される。今後、鉛やヒ素、その他元素の同時分析試験法設定に向け、公定書の成分規格試験にICP法（ICP-OESまたはICP-MS）を導入するにあたり必要な分析手法の課題を検討するために、海外規格（FAO/WHO Joint Expert Committee on Food Additives（JFAO/WHO 合同食品添加物専門家会

議：JECFA）や Food Chemicals Codex（米国食品化学物質規格集：FCC）や、国内規格（日本薬局方（局方）や日本産業規格（JIS））において示されている、一般試験法におけるICP法や、各条の成分規格試験に用いられているICP法について調査を行った。なお、誘導結合プラズマ発光分光分析は Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy は「ICP-AES」とも略されるが、参考文献等から抜粋した文言を除いて、本報告書では同様の意味である Inductively coupled plasma optical emission spectrometer を用いた方法として「ICP-OES」を使用することとした。

B. 研究方法

1) 海外規格におけるICP法を用いた元素分析法の調査

JECFA における COMBINED COMPENDIUM OF FOOD ADDITIVE SPECIFICATIONS Volume 4 Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications (JECFA4)²⁾に示される一般試験法及びJECFA規格各条、Food Chemical Codex 13 (FCC13)³⁾に示される一般試験法及びFCC規格各条について、ICP法の記載内容について調査した。

2) 国内規格におけるICP法を用いた元素分析法の調査

公定書9、第十八改正薬局方（局方18）における、一般試験法及び各条で示され

た ICP 法について調査した。JIS については、K 0116 発光分光分析通則、及び各試薬規格のうち、ICP 法を試験法として用いている規格について調査した。

(倫理面への配慮)

本研究は、倫理面にかかわる事項はない。

C. 研究結果及び考察

1) 国際規格における ICP 法を用いた元素分析法

1)-1 JECFA4

JECFA4 では、「SPECTROPHOTOMETRY AND SPECTROSCOPY」の項で ICP-OES について述べられ²⁾、「INORGANIC COMPONENTS」の項の「Arsenic Limit Test」、「Chromium Limit Test」、「Iron Limit Test」及び「Nickel Limit Test」では「It is recommended to use an appropriate AAS/ICP method in the place of the limit test, if possible, for quantitative determination of・・・」とあり、吸光度法などを用いた限度試験の代わりに、AAS または ICP-OES が推奨されている。また、「Metallic Impurities」²⁾では、検液の調製法として、試料を硫酸及び塩酸（バリウムを含む場合は塩化カリウム）を添加し溶解して調製する Method I、硝酸とケルダールフラスコを用いた湿式分解を行う Method II があり、銅、亜鉛、クロム、アンチモン、鉛、バリウム、ヒ素、カドミウムを分析する方法として記載されている。検量線の範囲は鉛で 1.0~5.0 µg/mL、バリウム及びアンチモンで 2.0~10.0 µg/mL、カドミウム及び亜鉛で 0.1~0.5 µg/mL、銅

及びクロムで 0.5~2.5 µg/mL となっている。「Instrumental conditions」では適切な波長、装置ごとに最適なパラメータがあるため、装置の製造元の説明に従った装置の調整が必要と記載されている。

さらに、2013 年には「Phosphorous, calcium, magnesium and aluminium determination by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrophotometry (ICP-AES)」及び「Measurement of minerals and metals by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission spectrophotometric (ICP-AES) Technique4」³⁾が追加され、前者では、試料に王水（硝酸：塩酸、3:1）を加え加熱し調製した検液について、ICP-OES で定量することとなっている。また、後者では検液の調製方法については示されず、各元素の測定波長及び検量線範囲が示され、測定波長や検量線範囲以外の詳細な条件については示されていない。代わりに内容として「検討中の各元素に使用する適切な発光波長を選択する。各種装置パラメータの推奨設定値は、装置やモデルによって異なる場合があり、パラメータによっては、最良の結果を得るために、使用時に最適化が必要な場合もある。従って、装置条件は、製造者の説明に従って最適化する必要があり、以下に示す代表的な発光波長、カーブタイプ、キャリブレーションレンジはガイダンスを目的としたものであり、分析者は使用する装置や分析試料の種類（予想される干渉）により、適切な発光波長や他のパラメータを選択する必要がある。(以上和訳)」と示されている。JECFA4 の

ICP-OES に関する一般試験法の中に内標準法に関わる記述はない。また、JECFA4の中にICP-MSに関する記述はない。

1)-2 JECFA 各条

JECFA 各条においては、ICP-OES が多くの鉛規格の試験として示されている (Table 1-1 及び 1-2、約 60 品目)。いずれも「Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4.」や「Determine using an atomic absorption/ICP technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4 (under “General Methods, Metallic Impurities”）」と示されており、JECFA4 に示された AAS または ICP 選択でき、適切な試料量、方法、前処理を分析者自身で選択するようになっている。なお、「Metallic Impurities」で示されている ICP 法の Apparatus に「Inductively coupled plasma-atomic emission spectrophotometer」とあるため ICP-OES (JECFA Vol. 4 SPECTROPHOTOMETRY AND SPECTROSCOPY の Apparatus では ICP-AES 法と表記) を指していると考えられ、ICP-MS に関する記述はなく、各条で ICP-MS が採用されている品目もなかった。

ヒ素の分析法としては 4 品目 (ANNATTO EXTRACTS (ALKALI-PROCESSED NORBIXIN、ACIDPRECIPITATED) 他) に ICP-OES が設定されている。その他にも、亜鉛の分析法として 5 品目 (ACTIVATED CARBON 他)。セレンの分析法で 2 品目 (MAGNESIUM SULFATE 他) その他、アンチモン、バリウム、クロム、銅の分析法として 4 品目 (POTASSIUM ALUMINIUM SILICATE 他) で ICP-OES が設定されているが、「See “Metallic impurities” in the Combined Compendium of Food Additive Specifications (Volume 4)」と示され、詳細な条件は示されていない。また、MAGNESIUM STEARATE 中のニッケル、IRON OXIDES や FERROUS AMMONIUM PHOSPHATE 中のカドミウムの分析としても同様に AAS または ICP-OES を選択できるようになっていた。一方、含量 (Assay) の定量に使用されている例もいくつかあり、SODIUM ALUMINIUM SILICATE では、アルミニウム、ケイ素、ナトリウムをそれぞれ ICP-OES で定量することとしており、各条の中に前処理法、測定波長、検量線の範囲等詳細が示されている。

1)-3 FCC13

FCC13 では、「General Test and Assays」のうち「Appendix II: PHYSICAL TESTS AND DETERMINATIONS」の中で「PLASMA SPECTROCHEMISTRY」に「icp」、「icp-oes」及び「icp-ms」³⁾の項目があり、詳細な説明が示されている³⁾。また、

「Appendix III: Chemical Tests and Determinations」の中で「Elemental Impurities by ICP」が示されており、Method I:ICP-OES、Method II:ICP-MSが示されている。また、特に指定がない場合はMethod IIで実施することとされている。しかし、特定の元素の測定波長や測定質量や検量線について詳細は示されていない。また、内標準元素については「適切な内標準元素の選択は、分析対象の分析物、イオン化および励起エネルギー、化学的挙動、波長または質量、およびサンプルマトリックスの性質を考慮する必要がある。最終的には、内標準元素の選択は、その分析に十分な特異性、感度、直線性、正確性、精度をもたらすことを実験的に実証する必要がある。(以上和訳)」と示されている。

1)-4 FCC13 各条

FCC13 各条では多くの試験で ICP 法が採用されており³⁾、その中でも、ヒ素、鉛、カドミウム及び水銀の試験に用いられている例が多い (Table 2-1~2-5)。ICP-OES、ICP-MS が採用されているものは、ヒ素でそれぞれ 19 品目、24 品目、鉛ではそれぞれ 24 品目、31 品目となっており、ICP-MS が使用できる品目は多い。その他 Chitosan の鉄規格、Cellulose gum のニッケル、Stearyl Alcohol の銅規格及び亜鉛規格、Calcium L-5-Methyltetrahydrofolate のホウ素規格や白金規格も ICP-OES が採用されている。いくつかの各条においては、各条内に詳細な操作法が示されており、Disodium 5'-Uridylate の各条では³⁾、用いる酸溶媒の濃度、標準溶液の作り方、検量線の

範囲等、また測定元素の測定波長 (例、As : 188.980 nm) やアルゴンガス流量など詳細が示されている。また、Noncrystallizing Sorbitol Solution の鉛試験では³⁾、用いる酸溶媒の濃度、標準溶液の作り方、検量線の範囲等、イットリウムを用いた内標準溶液を用い、測定元素の測定波長 (例、Pb : 220.353 nm、Y : 371.029 nm) が示されている。また、内標準溶液はインライン方式で装置によりサンプルプローブとスプレーチャンバーの間で標準溶液または、検液に自動的に加える方法が示されている。ICP-MS が使用できる品目は多いものの、詳細な条件が記載されている各条は少なく、内標準法が採用されている Rebaudioside A³⁾ではヒ素に対してはイットリウム、鉛に対してはタリウムが内標準元素として用いられていた。

2) 国内規格における ICP 法を用いた元素分析法

2)-1 公定書 9

公定書 9¹⁾では一般試験法において、「誘導結合プラズマ発光分光分析法」が一般試験法として設定されている。

「装置」「操作法」から成り、測定波長については、「操作法」について、「別に規定する方法で調製した検液、標準液又は比較液を導入し。適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。」と示されるのみで、内標準法については「操作法、(3)内標準法」に操作については示されているが、内標準元素については言及されていない。また、一般試験法「25. タール色素レーキ試験法」のうち「5. バリウム」において、ICP-OES で規格値相当の

標準溶液と発光強度を比較し判定する方法が採用されている。

2)-2 公定書 9 各条

公定書 9 の各条では Table 3 に示すように亜セレン酸ナトリウムの鉛、鉄、ヒ素、酸化カルシウムのバリウム、二酸化チタンの鉄、アルミニウム及びケイ素規格において ICP-OES が採用されている。1-ヒドロキシエチリデン-1、1-ジオスホン酸 (HEDP) の鉄規格においては ICP-OES の内標準法が採用されており、内標準法を用いる方法が採用されているのは本成分規格のみである。また、タール色素レーキ (食用赤色 2 号アルミニウムレーキ、食用赤色 3 号アルミニウムレーキ、食用赤色 40 号アルミニウムレーキ、食用黄色 4 号アルミニウムレーキ、食用黄色 5 号アルミニウムレーキ、食用緑色 3 号アルミニウムレーキ、食用青色 1 号アルミニウムレーキ、食用青色 2 号アルミニウムレーキ) のバリウム規格で ICP-OES が採用されている。

2)-3 局方 18

局方 18 では一般試験法において、「誘導結合プラズマ発光分光分析法及び誘導結合プラズマ質量分析法」として、原理、装置構成、試料の前処理、ICP 発光分光分析計の操作、分光器の性能評価、操作条件の最適化、干渉とその抑制または抑制、定性及び定量分析等が詳しく示されている⁴⁾。測定元素の測定波長や測定質量等について詳細は示されておらず、「4. ICP 発光分光分析計の操作」において、「プラズマの状態が安定していることを確認した後、医薬品各条に規定された方法で調製した試料溶液及び標準溶液など

を導入し、定められた分析線における発光強度を測定する」と示されている。また、「5. ICP 質量分析計の操作」では、「医薬品各条に規定された方法で調製した試料溶液及び標準溶液などを導入し、定められた m/z 値における信号強度を測定する」と示されている。また、「6. 定性及び定量分析」の項では「検量線法、(ii) 内標準法」において、「添加する内標準元素が試料溶液中に含まれないこと、又は含まれていたとしても添加濃度に対して無視できる程度であることを確認しておく必要がある。また、内標準元素としては、ICP 発光分光分析法においては、測定条件や溶液の液性などによる発光強度の変化が、分析対象元素と類似していること、及び分析線に対して分光干渉を生じない発光線を選択するなどの必要がある。」と内標準元素を選択する上で留意すべき点が示されている。ICP 質量分析法においては、「測定対象元素と、スペクトル干渉を起こさず、同程度のイオン化効率及び質量数を有する元素が望ましい。」と示されている。

2)-4 局方 18 各条

局方 18 各条において、ICP-OES が使用されているのは、各条成分規格バラシクロビル塩酸塩のパラジウム規格のみであり、パラジウム規格において、各条に測定波長、標準溶液の調製法などが記載されており、ICP-OES で規格値相当の標準溶液と発光強度を比較し判定する方法が採用されている。

2)-5 JIS

JIS では、K 0116 発光分光分析通則⁵⁾において、「4. ICP 発光分光分析」で装置

の構成、付属装置(オートサンプラー等)、水、試薬及びガス、サンプリング及び試料溶液の調製、検量線作成用溶液等の調製、測定条件の設定、定量分析、データの質の管理等詳細が示されている。測定波長(分析線)については、「4.7 定量分析」において、「各元素の発光線の中から、目的とする定量範囲に適する発光強度を与える発光線を選択する。この場合、検出下限、測定精度などに関する検討を十分に行う。」「共存成分による各種の干渉(妨害)がある場合には干渉のない発光線を選択する。干渉のない適切な発光線を選択できない場合は、干渉量を適切に補正する。個別規格で分析線が規定されている場合は、それを用いる。」と示されている。また、内標準法については、「検量線法」の項目において「強度比法(内標準法)」が示されており、内標準元素については「その元素が試料溶液中に含まれないことを確認しておく。内標準線及び分析線は、中性線同士またはイオン線同士でその励起エネルギー差が小さく、かつ、分析線に対し分光干渉が生じない発光線を選択する。」と示されている。

また、K 0133 高周波プラズマ質量分析通則⁶⁾では「5. 装置」において、装置の構成、付属装置について詳細な説明が記述されている。「8. 分析装置の最適化」では、質量分離部分の調整方法、装置検出下限、短時間安定性、長時間安定性、検量線の直線性など詳細な説明が記述されている。また「9. 分析条件の決定」では「スペクトル干渉の確認及び測定質量数の選択」について記述があり、「・・・スペクトル干渉の有無を確認した後、

同位体存在比と干渉の程度とを考慮して測定質量数の選択を行う。・・・」と記述がある。その他、非スペクトル干渉やメモリー効果についても詳細の説明がある。「12. 定量分析」では検量線法、内標準法、標準添加法、同位体希釈分析法について説明が示されており、内標準元素としては、「測定対象元素と質量数が近く、質量スペクトルの重なりがなく、プラズマ中で同様な挙動を示し、試料溶液中に含まれていないことが望ましい。また、内標準元素は必要に応じて、単一又は複数で使用する。」と記述がある。

2)-6 JIS 試薬規格

JIS 試薬各条では、試薬規格に金属等の規格があり、それらの試験方法として、ICP-OES が多数採用されている。多くの場合は、フレーム原子吸光分析装置を用いた方法または ICP-OES が設定されており、装置によって対象元素や操作が異なっている。ICP-OES が採用されている試薬としては、亜硫酸水素ナトリウム、塩化カルシウム等 30 品目以上あり、各測定元素の測定波長も各条にて規定されている。そのうち、公定書 9 においても成分規格がある添加物と同じ試薬について例として Table 6 に示した。その中でも多くは内標準法による測定条件が採用されており、いずれも一定量のイットリウム標準溶液を検液及び標準溶液にそれぞれ添加して ICP-OES で分析することとなっている。一部亜鉛にはインジウムを内標準元素として使用するよう示されている物もあった。添加される内標準溶液の添加濃度や量は試薬規格ごとに大

大きく異なっている。鉛に関して言えば、検量線の鉛最低濃度に対する内標準溶液中のイットリウム濃度の比は 0.25~200 であり、各試薬規格で大きく異なっていた。また、多くの試薬規格でヒ素規格も設定されているが、いずれも ICP-OES は採用されておらず、ヒ素試験装置（水素化ヒ素発生瓶、水素化ヒ素吸尿管）を用いた吸光度測定法が採用されており、ICP-OES がヒ素規格に多数採用されている FCC13 とは大きく異なる。

3) 考察

公定書 9 の一般試験法では、公定書 9 以外の国際規格、国内規格いずれと比較しても、記載されている内容は少なく、装置の構成、操作法、定量法の概要のみが簡潔にまとめられている。ICP-OES では共存成分やマトリックス由来の干渉を受けやすいことから、物理干渉やイオン干渉などに留意し、操作条件の最適化が重要であると考えられるものの、公定書 9 では「干渉を考慮すべき」と示されているのみであるため、操作条件の最適化において留意すべき事柄などについて説明が必要であると考えられた。また、内標準法については、どのような元素を内標準元素として選択すべきか等留意点の説明がないため、それらの説明が加えられれば分析者にとって有用な情報となると考えられた。

また、公定書 9 各条では、成分規格のうち、ヒ素規格が 530 品目、鉛規格が 556 品目で設定されており、それぞれ、比色による方法、AAS による方法が設定され、異なる前処理及び測定法が設定されている。ヒ素は揮発しやすい性質があるため、

鉛と同じ前処理法を用いることが困難である可能性もあるが、FCC13 ではヒ素や鉛を同時に ICP-OES で分析している規格も多いことから、公定書においても鉛やヒ素を ICP-OES で同時分析することが可能かもしれない。また、公定書 9 の各条の成分規格では、のべ 70 品目以上の添加物で、鉛やヒ素以外にも鉄、水銀、ニッケル、亜鉛、リン、カルシウム、ナトリウム、バリウム、クロム、マンガン等多数の元素に対する規格があるが、ICP-OES が採用されているものはごくわずかである (Table 3 参照)。これらの元素も鉛やヒ素と併せて ICP-OES で精度良く同時に分析ができれば、分析者にとっても非常に有益となるであろう。一方、ICP-OES は共存元素やマトリックスの干渉を受けやすいことから、内標準法が採用されることが多い。公定書 9 では ICP-OES で内標準法が採用されている品目は一つだけであり (Table 3)、今後、様々な品目について ICP-OES を応用するためには、内標準法の詳細な検討が必要となるであろう。FCC13、公定書 9 や JIS では ICP-OES の内標準元素としてイットリウムが用いられていることが多く、イットリウムが有力な内標準元素の候補となると考えられる。しかし、FCC13 では装置で自動的に JIS ではイットリウムの濃度と検量線中の測定対象元素の濃度比は対象の試薬品目によって大きく異なっていた。ICP-OES では装置ごとに感度が異なることも多いことから、一概に最適な濃度比を示すことは困難であるかも知れないが、今後、公定書での測定対象元素の規格値や、添加物に含ま

れる可能性の高いマトリックス（例えばナトリウム、カリウム、カルシウム等）を考慮し、どの程度の濃度範囲が適当なのかを検討することが必要であると考えられた。

D. 結論

ICP-OES に関する海外規格（JECFA、FCC13）及び国内規格（局方 18、JIS、公定書 9）について調査し、一般試験法としての ICP 法、また、各条の成分規格に示される ICP 法について調査した。

その結果、一般試験法においては、JECFA4 では測定波長が指定されていたが、FCC13 では指定されておらず、JIS では K 1106 発光分光分析通則や K 133 高周波プラズマ質量分析通則では測定波長や測定質量は指定されておらず、いずれも各条で測定波長や測定質量が設定されていた。

ICP-OES や ICP-MS が採用されている各条の成分規格は、JECFA では約 60 品目で鉛規格に ICP-OES が採用されており、ほとんどの品目で AAS 法と選択が可能であり、ICP-MS は採用されていなかった。FCC13 では ICP-OES、ICP-MS が使用できるものは、ヒ素規格では、それぞれ 19 品目、24 品目、鉛規格では 24 品目、31 品目であり、これらを同時分析する例も多かった。また、国内規格では、JIS で、30 品目以上の試薬規格で ICP-OES が、3 品目で ICP-MS が採用されていた。局方及び公定書では ICP-OES が試験法として採用されている各条の成分規格例（局方で 1 品目、公定書で 12 品目）は非常に少なく、ICP-MS が採用されているものはなかった。

また、内標準法はイットリウムを内標準元素とした方法が JIS の試薬規格で頻繁に採用されていた。以上の調査結果から、今後、公定書で ICP-OES を採用する場合は、測定対象元素の規格値や、添加物に含まれる可能性の高いマトリックス（ナトリウム、カリウム、カルシウム等）を考慮し、多くの食品添加物の各条の成分規格に設定されている鉛やヒ素について、適切な測定波長の検討や、内標準法を用いる場合の適切な内標準元素濃度範囲を検討することが必要であると考えられた。

E. 参考文献

- 1) 第 9 版食品添加物公定書
- 2) Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additive, COMBINED COMPENDIUM OF FOOD ADDITIVE SPECIFICATIONS, FAO, vol.4 (2006).
- 3) Food Chemicals Codex, 13th Edition, USP, (2022).
- 4) 第十八改正日本薬局方
- 5) JIS K 0116 発光分光分析通則
- 6) JIS K 0133 高周波プラズマ質量分析通則

F. 研究発表

1. 論文発表
 - 1) 建部千絵、藤原由美子、鐘熙寧、久保田浩樹、多田敦子、佐藤恭子、UV-Vis 法を用いた食品添加物公定書塩化物試験法に関する検討、*日本食品化学学会誌*、**29(2)**、61-68 (2022)
 - 2) Terami et al., Estimation of daily intake of food additives by Japanese young children using the market

basket method in 2018, *Food Additives & Contaminants: Part A*, **40**(3), 328-345 (2023)

2. 学会発表

1) 建部千絵、藤原由美子、久保田浩樹、多田敦子、佐藤恭子、杉本直樹、HS-GC/MS を用いたショ糖脂肪酸エステル中の残留溶媒分析法の検討、日本食品衛生学会第118回学術講演会、2022.11(長崎)

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

Table 1-1 JECFA 各条において ICP-OES を使用した鉛及びヒ素試験-1

Aood additives	Lead		Arsenic	
	Method	Criteria (mg/kg)	Method	Criteria (mg/kg)
ACTIVATED CARBON	AAS/ICP-AES technique	5		
ALUMINIUM AMMONIUM SULFATE	AAS/ICP-AES technique	3		
ALUMINIUM LAKES of COLOURING MATTERS	AAS/ICP-AES technique	5	Method II	3
ALUMINIUM POTASSIUM SULFATE	AAS/ICP-AES technique	5		
ALUMINIUM SULFATE, anhydrous	AAS/ICP-AES technique	5		
ANNATTO EXTRACTS (ALKALI-PROCESSED NORBIXIN, ACID-PRECIPIATED)	AAS ICP-AES technique	2	ICP-AES/AAS-Hydride technique or Method II	3
ANNATTO EXTRACTS (ALKALI-PROCESSED NORBIXIN, NOT ACID-PRECIPIATED)	AAS ICP-AES technique	2	ICP-AES/AAS-Hydride technique or Method II	3
ANNATTO EXTRACTS (AQUEOUS-PROCESSED BIXIN)	AAS ICP-AES technique	2	ICP-AES/AAS-Hydride technique or Method II	3
beta-Apo-8'-carotenoic Acid Ethyl Ester	AAS/ICP-AES technique	2		
BENZYL ALCOHOL	AAS/ICP-AES technique	2		
CALCIUM DL-MALATE	AAS ICP-AES technique	2		
CALCIUM LIGNOSULFONATE (40-65)	AAS/ICP-AES technique	2	AAS (Hydride generation technique)	1
CYCLOTETRAGLUCOSE	AAS/ICP-AES technique	1		
CYCLOTETRAGLUCOSE SYRUP	AAS/ICP-AES technique	1		
DIACETYLTARTARIC and FATTY ACID ESTERS of GLYCEROL	AAS/ICP-AES technique	2		
ETHYL MALTOL	AAS/ICP-AES technique	1		
ETHYL LAUROYL ARGINATE	AAS/ICP-AES technique	1		
FERROUS AMMONIUM PHOSPHATE	AAS/ICP-AES technique	2	Method II	3
GLYCEROL DIACETATE	AAS/ICP-AES technique	2		
GUAR GUM	AAS/ICP-AES technique appropriate	2		
GUAR GUM (CLARIFIED)	n AAS/ICP-AES technique appropriate	2		
HYDROXYPROPYLMETHYL CELLULOSE	AAS/ICP-AES technique	2		
IRON OXIDES	atomic absorption/ICP technique	10	atomic absorption hydride technique	3
ISOMALT	n AAS/ICP-AES technique	1		
LYCOPENE (SYNTHETIC)	AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level	1		
LYCOPENE EXTRACT FROM TOMATO	AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level	1	AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level	3
LYCOPENE FROM BLAKESLEA TRISPORA	AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level	1		
MAGNESIUM SILICATE, synthetic	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on principles of methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	5		
MAGNESIUM SULFATE	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on principles of methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	2	Determine by the atomic absorption hydride technique. Use Method I for sample preparation.	3
d-MALIC ACID	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4.	2		
MONOMAGNESIUM PHOSPHATE	Determine using an atomic absorption/ICP technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	4	Determine by the atomic absorption hydride technique. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	

Table 1-2 JECFA 各条において ICP-OES を使用した鉛及びヒ素試験-2

Food additives	Lead		Arsenic	
	Method	Criteria (mg/kg)	Method	Criteria (mg/kg)
PATENT BLUE V	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	2		
POTASSIUM SULFATE	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on principles of methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	2		
POTASSIUM ALUMINIUM SILICATE	Impurities soluble in 0.5 M hydrochloric acid; See "Metallic impurities" in the Combined Compendium of Food Additive Specifications (Volume 4)	5	Impurities soluble in 0.5 M hydrochloric acid; AAS (Hydride generation) technique	3
POTASSIUM ALUMINIUM SILICATE-BASED PEARLESCENT PIGMENTS, Type I	See "Metallic impurities" in the Combined Compendium of Food Additive Specifications (Volume 4)	4	Impurities soluble in 0.5 M hydrochloric acid AAS (Hydride generation) technique	3
POTASSIUM ALUMINIUM SILICATE-BASED PEARLESCENT PIGMENTS, Type II	See "Metallic impurities" in the Combined Compendium of Food Additive Specifications (Volume 4)	4	Impurities soluble in 0.5 M hydrochloric acid AAS (Hydride generation) technique	3
POTASSIUM ALUMINIUM SILICATE-BASED PEARLESCENT PIGMENTS, Type III	See "Metallic impurities" in the Combined Compendium of Food Additive Specifications (Volume 4)	4	Impurities soluble in 0.5 M hydrochloric acid AAS (Hydride generation) technique	3
PROCESSED EUCHEUMA SEAWEED	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the method described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	5	Determine by the atomic absorption hydride technique. Use Method II for sample preparation.	3
PULLULAN	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the methods described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	1		
QUINOLINE YELLOW	Determine using an AAS/ICP-AES technique appropriate to the specified level. The selection of sample size and method of sample preparation may be based on the principles of the method described in Volume 4 (under "General Methods, Metallic Impurities").	2		
SILICON DIOXIDE, AMORPHOUS	Impurities soluble in 0.5M hydrochloric acid, Determine using a method appropriate to the specified level. See description under TESTS for sample preparation	3	Impurities soluble in 0.5M hydrochloric acid, Determine using a method appropriate to the specified level.	1
Sodium Aluminium Silicate	Determine using a method appropriate to the specified level M hydrochloric acid	4	Determine using a method appropriate to the specified level M hydrochloric acid	3
SODIUM CARBOXYMETHYL CELLULOSE	AAS/ICP-AES technique	2		
SODIUM DL-MALATE	AAS/ICP-AES technique	2		
SODIUM HYDROGEN DL-MALATE	AAS/ICP-AES technique	2		
SODIUM L(+)-TARTRATE	AAS/ICP-AES technique	2		
SODIUM CHLORITE	on the dried bases AAS/ICP-AES technique	5		
SODIUM HYDROGEN SULFATE	n AAS/ICP-AES technique	2		
SUCROGLYCERIDES	AAS/ICP-AES technique	2		
SUCROSE ESTERS OF FATTY ACIDS	AAS/ICP-AES	2		
SUCROSE MONOESTERS OF LAURIC, PALMITIC OR STEARIC ACID	n AAS/ICP-AES technique	2		
SUCROSE OLIGOESTERS TYPE I	n AAS/ICP-AES	1		
SUCROSE OLIGOESTERS TYPE II	AAS/ICP-AES technique	1		
SUNSET YELLOW FCF	AAS/ICP-AES technique	2		
TANNIC ACID	AAS/ICP-AES technique	2		
TITANIUM DIOXIDE	Impurities soluble in 0.5 N hydrochloric acid/AA-Electrothermal atomization technique	10	Impurities soluble in 0.5 N hydrochloric acid/atomic absorption hydride technique.	1
TRIETHYL CITRATE	AAS/ICP-AES technique	2		
TRISODIUM DIPHOSPHATE	atomic absorption/ICP technique	4	atomic absorption hydride technique	3
ZEAXANTHIN (SYNTHETIC)	AAS/ICP-AES technique	2		

Table 2-1 FCC13 各条において ICP 法を使用した鉛、ヒ素、カドミウムまたは水銀試験の例

Title	ARSENIC		LEAD		CADMIUM		MERCURY	
	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria
2'-Fucosyllactose	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 0.2 mg/kg, calculated on the anhydrous basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 0.1 mg/kg, calculated on the anhydrous basis				
5'-Adenylic Acid			Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC Mode: ICP-OES Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for lead at 220.353 nm	NMT 1 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: ICP-OES	NMT 0.1 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC Mode: ICP-OES Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for mercury at 194.164 nm	NMT 0.5 mg/kg
5'-Cytidylic Acid	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES), Setup: Use a suitable ICP-OES configured in a radial optical alignment.: set the ultraviolet detector to scan arsenic at 188.980 nm.	NMT 2 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES), Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for lead at 220.353 nm	NMT 1 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES), Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for cadmium at 228.802 nm	NMT 0.1 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES), Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for mercury at 194.164 nm	NMT 0.5 mg/kg
ARA from Fungal (Mortierella alpina) Oil	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC, Sample analysis: Use a suitable graphite furnace atomic absorption spectrophotometer (GFAAS)	NMT 0.1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method I, Appendix IIIB	NMT 0.1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 0.1 mg/kg		
Astaxanthin Esters from Haematococcus pluvialis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 2.0 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 1.0 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 1.0 mg/kg		
Beta Glucan from Baker's Yeast (Saccharomyces cerevisiae)	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIC	NMT 0.5 ppm	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIC	NMT 0.5 ppm	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIC	NMT 0.5 ppm	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIC	NMT 0.1 ppm
Calcium l-5-Methyltetrahydrofolate	Elemental Impurities by ICP, Method, I, Appendix IIC	NMT 1.5 μg/g	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIC	NMT 1.0 μg/g	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIC	1.0 μg/g	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIC	NMT 1.5 μg/g
Caramel	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 2 mg/kg			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 0.1 mg/kg
Carthamus Yellow		NMT 3 mg/kg	NMT 1 Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIC	NMT 1 mg/kg
Cellulose Gum					Elemental Impurities by ICP, Method I,	NMT 2 mg/kg		
Chitosan	ICP-MS Internal standard : yttrium and lutetium, Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS) ICP-MS	NMT 0.5 mg/kg	ICP-MS, Spectrophotometric system and Analysis: Proceed as directed in the test for Arsenic, except consider lead the element of interest.	NMT 0.5 mg/kg	ICP-MS, Spectrophotometric system and Analysis: Proceed as directed in the test for Arsenic, except consider lead the element of interest.	NMT 10 mg/kg	ICP-MS, Spectrophotometric system and Analysis: Proceed as directed in the test for Arsenic, except consider lead the element of interest.	NMT 0.2 mg/kg

*各詳細は FCC13 の各条を参照

Table 2-2 FCC13 各条において ICP 法を使用した鉛、ヒ素、カドミウムまたは水銀試験の例

Title	ARSENIC		LEAD		CADMIUM		MERCURY	
	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria
Chitosan	ICP-MS Internal standard : yttrium and lutetium, Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS) ICP-MS	NMT 0.5 mg/kg	ICP-MS, Spectrophotometric system and Analysis: Proceed as directed in the test for Arsenic, except consider lead the element of interest.	NMT 0.5 mg/kg	ICP-MS, Spectrophotometric system and Analysis: Proceed as directed in the test for Arsenic, except consider lead the element of interest.	NMT 10 mg/kg	ICP-MS, Spectrophotometric system and Analysis: Proceed as directed in the test for Arsenic, except consider lead the element of interest.	NMT 0.2 mg/kg
Chromic Chloride	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg
Chromium Picolinate			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
DHA from Algal (Ulkenia) Oil	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg		
Disodium 5' - Uridylate	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES), set the ultraviolet detector to scan arsenic at 188.980 nm.	NMT 2 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: ICP-OES, Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for lead at 220.353 nm	NMT 1 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: ICP-OES, Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for cadmium at 228.802 nm	NMT 0.1 mg/kg	Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: ICP-OES, Setup: Same as that described in the test for Arsenic, but set to scan for mercury at 194.164 nm	NMT 0.5 mg/kg
Disodium Guanylate			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Disodium Inosinate			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
d-Ribose	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg				
Ferrous Ammonium Phosphate	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg
Gluconic Acid	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 4 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Glucosamine Hydrochloride			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg			Internal standard: yttrium and lutetium, Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS)	NMT 1.0 mg/kg
Glucosamine Sulfate Potassium Chloride			Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg			Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC Internal standard : yttrium and lutetium. Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS)	NMT 1.0 mg/kg

Table 2-3 FCC13 各条において ICP 法を使用した鉛、ヒ素、カドミウムまたは水銀試験の例

Title	ARSENIC		LEAD		CADMIUM		MERCURY	
	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria
Glycerol Ester of Wood Rosin	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg			Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg
Hemp Seed Oil	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg
Hemp Seed Protein	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg
Hesperidin	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 4 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC					
Jagua (Genipin-Glycine) Blue	Elemental Impurities by ICP, Method II, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method II, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method II, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg		
l-Carnitine l-Tartrate	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg				
l-Selenomethionine			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Lycopene Extract from Tomato	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Lycopene Extract from Tomato	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Lycopene from Blakeslea trispora			Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Magnesium Ammonium Potassium Chloride, Hydrate			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg
Maritime Pine Extract	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1.0 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1.5 mg/kg
Monk Fruit Extract	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1.0 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1.0 mg/kg		
Monoammonium Glycyrrhizinate	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				

Table 2-4 FCC13 各条において ICP 法を使用した鉛、ヒ素、カドミウムまたは水銀試験の例

Title	ARSENIC		LEAD		CADMIUM		MERCURY	
	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria
Mycoprotein	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg, calculated on the dried basis	Lead Limit Test, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method II, Appendix IIIB	NMT 0.1 mg/kg, calculated on the dried basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg, calculated on the dried basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg, calculated on the dried basis
Neohesperidin Dihydrochalcone	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg, calculated on the dried basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg, calculated on the dried basis				
Phytic Acid Solution	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Plant Stanol Esters			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg				
Potato Protein	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 0.2 mg/kg for unfractionated products and LMW fraction; NMT 0.4 mg/kg for HMW fraction	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 0.2 mg/kg for unfractionated products and LMW fraction; NMT 0.4 mg/kg for HMW fraction	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 0.2 mg/kg for unfractionated products and LMW fraction; NMT 0.4 mg/kg for HMW fraction		
Quercetin	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg
Rebaudioside A	Arsenic Limit Test, Appendix IIIB, [NOTE—Alternatively, the arsenic content may be determined by the following method.] internal standard: Yttrium, Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC, Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS)	NMT 1 mg/kg, calculated on the anhydrous basis	Lead Limit Test, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method I, Appendix IIIB [NOTE—Alternatively, the lead content may be determined by the following method.] internal standard:Thallium Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix IIC Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS)	NMT 1 mg/kg, calculated on the anhydrous basis				
Rice Bran Oil	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg	Lead Limit Test, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method II, Appendix IIIB	NMT 0.1 mg/kg				
Rosemary Extract	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg				

Table 2-5 FCC13 各条において ICP-OES を使用した鉛、ヒ素、カドミウムまたは水銀試験の例

Title	ARSENIC		LEAD		CADMIUM		MERCURY	
	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria	Method	Criteria
Rosemary Extract	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 2 mg/kg				
Rutin	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 4 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 2 mg/kg				
Sodium dl-Malate			Elemental Impurities by ICP, Method II	NMT 2 mg/kg				
Sodium Hydrogen dl-Malate			Elemental Impurities by ICP, Method II, Appendix III C	NMT 2 mg/kg				
Sodium Molybdate Dihydrate	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg
Sodium Oleate			Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 2 mg/kg				
Sodium Selenate Anhydrous	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg
Soy Leghemoglobin	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.05 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.4 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.05 mg/kg
Spirulina	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.5 mg/kg
Stearyl Alcohol			Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg				
Steviol Glycosides	Arsenic Limit Test, Appendix III B [NOTE—Alternatively, the arsenic content may be determined by the following method.] internal standard: Yttrium, Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix III C, Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS)	NMT 1 mg/kg	Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method I, Appendix III B [NOTE—Alternatively, the lead content may be determined by the following method.] internal standard: Thallium, Spectrophotometric system, Plasma Spectrochemistry, Appendix III C Mode: Inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS)	NMT 1 mg/kg				
Sucrose	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Lead Limit Test, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method I, Appendix III B	NMT 0.1 mg/kg				
Taurine			Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg				
Tea Polyphenols from Green Tea, Decaffeinated	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg				
trans-Resveratrol, Fermentation (Saccharomyces cerevisiae)	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 1.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 1 mg/kg
Trisodium Pyrophosphate	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix III C	NMT 3 mg/kg		
Xylooligosaccharides	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg, calculated on the dried basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 1 mg/kg, calculated on the dried basis				
Xylose	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix III C	NMT 0.5 mg/kg				

Table 3 公定書 9 各条において ICP-OES が採用されている成分規格
(一部 AAS 法が用いられている規格についても比較のため記載)

	Pb		Fe		As		Ba		Al		Si	
	Method	Criteria (µg/g)	Method	Criteria (µg/g)	Method	Criteria (µg/g)	Method	Criteria (µg/g)	Method	Criteria (%)	Method	Criteria (%)
亜セレン酸ナトリウム	ICP-OES法	2	ICP-OES法	50	ICP-OES法	3						
酸化カルシウム	AAS 法	2			ヒ素試験法、 装置B	3	ICP-OES法	300				
二酸化チタン	AAS 法	10	ICP-OES法	10	ヒ素試験法、 装置B	1			ICP-OES法	2.0%	ICP法	2.0%
1-ヒドキシエチレン-1,1-ジホスホン酸	AAS 法	5	ICP法(内標法、内標-Y)	10	ヒ素試験法、 装置B	5						
タール色素レーキ (食用赤色 2号アルミニウムレーキ、 食用赤色 3号アルミニウムレーキ、 食用赤色 40号アルミニウムレーキ、 食用黄色 4号アルミニウムレーキ、 食用黄色 5号アルミニウムレーキ、 食用緑色 3号アルミニウムレーキ、 食用青色 1号アルミニウムレーキ、 食用青色 2号アルミニウムレーキ)									ICP-OES法	500		

Table 4 JIS 試薬規格において ICP-OES が採用されている成分規格 (例)

試薬規格名	JIS 規格番号*	元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	内標準	標準溶液添加量 (µL)			試料 (g)	硝酸 (1+2) (mL)	メスアップ (mL)	標準溶液中の測定元素または内標準濃度 (µg/mL)		
			%	µg/g				Y1	Y2	Y3				Y1	Y2	Y3
亜硫酸水素ナトリウム	K 8059	Cu	0.001	10	324.754	0.01 mg/mL	Y	250	500	750	0.5	2	100	0.025	0.05	0.075
		Pb	0.001	10	220.353	0.01 mg/mL	Y	250	500	750	100	100	0.025	0.05	0.075	
		Fe	0.002	20	238.204	0.01 mg/mL	Y	500	750	1000	100	100	0.05	0.075	0.1	
		Y			360.074	1 mg/mL		100	100	100	100	100	1	1	1	

試薬規格名	JIS 規格番号*	元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	内標準	標準溶液添加量 (µL)			試料 (g)	硝酸 (1+2) (mL)	メスアップ (mL)	標準溶液中の測定元素または内標準濃度 (µg/mL)		
			%	µg/g				Y1	Y2	Y3				Y1	Y2	Y3
塩化鉄 (III) 六水和物	K8142	Ca	0.005	50	393.366	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000	2	2	100	0.5	1	2
		Cu	0.005	50	327.969	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000	100	100	0.5	1	2	
		Mg	0.005	50	279.553	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000	100	100	0.5	1	2	
		Zn	0.005	50	206.191	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000	100	100	0.5	1	2	
		Pb	0.005	50	405.782	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000	100	100	0.5	1	2	
		Mn	0.05	500	257.61	0.1 mg/mL	Y	5000	10000	15000	100	100	5	10	15	
		Y			371.029	1 mg/mL		50	50	50	100	100	0.5	0.5	0.5	

試薬規格名	JIS 規格番号*	元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	内標準	標準溶液添加量 (µL)				試料 (g)	硝酸 (1+2) (mL)	メスアップ (mL)	標準溶液中の測定元素または内標準濃度 (µg/mL)		
			%	µg/g				Y1	Y2	Y3	Y4				Y1	Y2	Y3
塩化マグネシウム六水和物	K 8159	Na	0.005	50	330.237	0.01 mg/mL	Y	2.5	5	10	10	2	1	100	0.25	0.5	1
		K	0.005	30	766.49	0.01 mg/mL	Y	2.5	5	10	10	100	100	0.25	0.5	1	
		Cu		5	327.395	0.01 mg/mL	Y	0.5	1	1.5	1.5	100	100	0.05	0.1	0.15	
		Ca	0.01	100	317.933	0.01 mg/mL	Y	2.5	5	10	10	100	100	0.25	0.5	1	
		Pb		5	220.353	0.01 mg/mL	Y	0.5	1	1.5	1.5	100	100	0.05	0.1	0.15	
		Fe		3	238.204	0.01 mg/mL	Y	0.3	0.6	0.9	0.9	100	100	0.03	0.06	0.09	
		Ba	0.002	20	455.403	0.01 mg/mL	Y	2	4	6	6	100	100	0.2	0.4	0.6	
		Mn		5	257.61	0.01 mg/mL	Y	5	10	15	15	100	100	0.5	1	1.5	
		Sr	0.005	50	652.194	0.01 mg/mL	Y	0.5	1	1.5	1.5	100	100	0.05	0.1	0.15	
		Y			360.074	1 mg/mL		1	1	1	1	100	100	10	10	10	

試薬規格名	JIS 規格番号*	元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	内標準	標準溶液添加量 (µL)				試料 (g)	硝酸 (1+2) (mL)	メスアップ (mL)	標準溶液中の測定元素または内標準濃度 (µg/mL)			
			%	µg/g				Y1	Y2	Y3	Y4				Y1	Y2	Y3	Y4
炭酸カリウム	K 8615	Cu		5	213.598	0.01 mg/mL	Y	0	0.25	0.5	1	1	5	100	0.000	0.025	0.050	0.100
		Mg		5	279.553	0.01 mg/mL	Y	0	0.25	0.5	1	1	100	0.000	0.025	0.050	0.100	
		Ca	0.001	10	396.847	0.01 mg/mL	Y	0	0.5	1	2	100	100	0.000	0.050	0.100	0.200	
		Zn		2	213.857	0.01 mg/mL	In or Y	0	0.1	0.2	0	100	100	0.000	0.010	0.020	0.040	
		Pb		5	220.353	0.01 mg/mL	Y	0	0.25	0.5	1	100	100	0.000	0.025	0.050	0.100	
		Fe		5	238.204	0.01 mg/mL	Y	0	0.25	0.5	1	100	100	0.000	0.025	0.050	0.100	
		Y			360.074	1			0.05	0.05	0.05	0	100	0.500	0.500	0.500	0.500	
		In			325.609	1			0.05	0.05	0.05	0	100	0.500	0.500	0.500	0.500	

*詳細は各JIS試薬規格を参照