

表 1-1 申告値集計上位 10 品目添加物の使用査定量と摂取量計算の対比例
(第 13 回分)

食品添加物名	食品向け出荷量 (申告値) (トン)	使用査定量 考察値 (トン)	摂取量 (トン)
二酸化炭素	367,932	368,000	23,920
次亜塩素酸ナトリウム	141,422	200	—
塩酸	136,081	136,000	—
酢酸デンプン	133,867	133,867	107,094
水酸化ナトリウム	133,214	75,000	—
L-グルタミン酸ナトリウム	106,883	106,883	85,506
硫酸	60,065	60,000	—
D-ソルビトール	52,958	48,993	33,315
氷酢酸	49,616	50,000	40,000
リン酸架橋デンプン	47,838	47,838	38,270

表 1-2 第 8 回 (令和 2 年度対象) 用途別 製造量・輸入量及び摂取量推定値
(甘味料)

品目番号	品目名	製造量 (kg)	輸入量 (kg)	出荷量 (kg)	摂取量 (kg)	一人当たり 一日摂取量 (mg/人/日)
0200	L-アラビノース	0	1,276	1,276	1,021	0.02
0740	カンゾウ抽出物	52,000	5,805	57,805	46,244	1.01
0790	D-キシロース	0	1,416,366	1,416,366	1,133,093	24.64
1060	α-グルコシルトランスフェラーゼ処理ステビア	79,615	7,116	86,731	69,385	1.51
1640	ステビア抽出物	99,684	223,942	323,626	258,901	5.63
1650	ステビア末	0	54,400	54,400	43,520	0.95
1830	タウマチン	0	470	470	376	0.01
3320	ラカンカ抽出物	0	7,198	7,198	5,758	0.13
3380	L-ラムノース	0	64	64	51	0.001
3440	D-リボース	0	82,000	82,000	65,600	1.43

表 1-3 天然香料の使用量毎品目数及び占有率

使用量 [kg]	品目数					
	占有率(%)					
	累積占有率(%)					
	日本	米国	欧州	中南米	インドネシア	中国
$X \leq 0.1$	18	0	13	13	25	17
	6.59	0.00	4.09	4.74	12.38	7.94
	6.59	0.00	4.09	4.74	12.38	7.94
$0.1 < X \leq 1$	23	21	12	30	36	18
	8.42	7.00	3.77	10.95	17.82	8.41
	15.02	7.00	7.86	15.69	30.20	16.36
$1 < X \leq 10$	39	23	21	25	26	25
	14.29	7.67	6.60	9.12	12.87	11.68
	29.30	14.67	14.47	24.82	43.07	28.04
$10 < X \leq 100$	68	61	52	64	40	43
	24.91	20.33	16.35	23.36	19.80	20.09
	54.21	35.00	30.82	48.18	62.87	48.13
$100 < X \leq 1,000$	61	72	87	58	44	28
	22.34	24.00	27.36	21.17	21.78	13.08
	76.56	59.00	58.18	69.34	84.65	61.21
$1,000 < X \leq 10,000$	41	69	85	52	22	47
	15.02	23.00	26.73	18.98	10.89	21.96
	91.58	82.00	84.91	88.32	95.54	83.18
$10,000 < X \leq 100,000$	20	35	35	28	8	32
	7.33	11.67	11.01	10.22	3.96	14.95
	98.90	93.67	95.91	98.54	99.50	98.13
$100,000 < X$	3	19	13	4	1	4
	1.10	6.33	4.09	1.46	0.50	1.87
	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
品目数合計	273	300	318	274	202	214

表 1-4 香料化合物の推定摂取量毎品目数及び占有率

推定摂取量 [μ g/人/日]	品目数					
	占有率(%)					
	累積占有率(%)					
	日本	米国	欧州	中南米	インドネシア	中国
$X \leq 0.1$	349	130	346	305	287	284
	24.42	12.97	28.69	25.10	29.53	24.74
	24.42	12.97	28.69	25.10	29.53	24.74
$0.1 < X \leq 1$	296	146	201	226	181	223
	20.71	14.57	16.67	18.60	18.62	19.43
	45.14	27.54	45.36	43.70	48.15	44.16
$1 < X \leq 10$	343	251	250	247	189	271
	24.00	25.05	20.73	20.33	19.44	23.61
	69.14	52.59	66.09	64.03	67.59	67.77
$10 < X \leq 100$	259	219	211	218	171	218
	18.12	21.86	17.50	17.94	17.59	18.99
	87.26	74.45	83.58	81.98	85.19	86.76
$100 < X \leq 1,000$	123	152	121	147	99	109
	8.61	15.17	10.03	12.10	10.19	9.49
	95.87	89.62	93.62	94.07	95.37	96.25
$1,000 < X \leq 10,000$	53	81	67	58	38	37
	3.71	8.08	5.56	4.77	3.91	3.22
	99.58	97.70	99.17	98.85	99.28	99.48
$10,000 < X \leq 100,000$	6	18	9	12	6	5
	0.42	1.80	0.75	0.99	0.62	0.44
	100.00	99.50	99.92	99.84	99.90	99.91
$100,000 < X \leq 1,000,000$	0	5	1	2	1	1
	0.00	0.50	0.08	0.16	0.10	0.09
	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
品目数合計	1,429	1,002	1,206	1,215	972	1,148

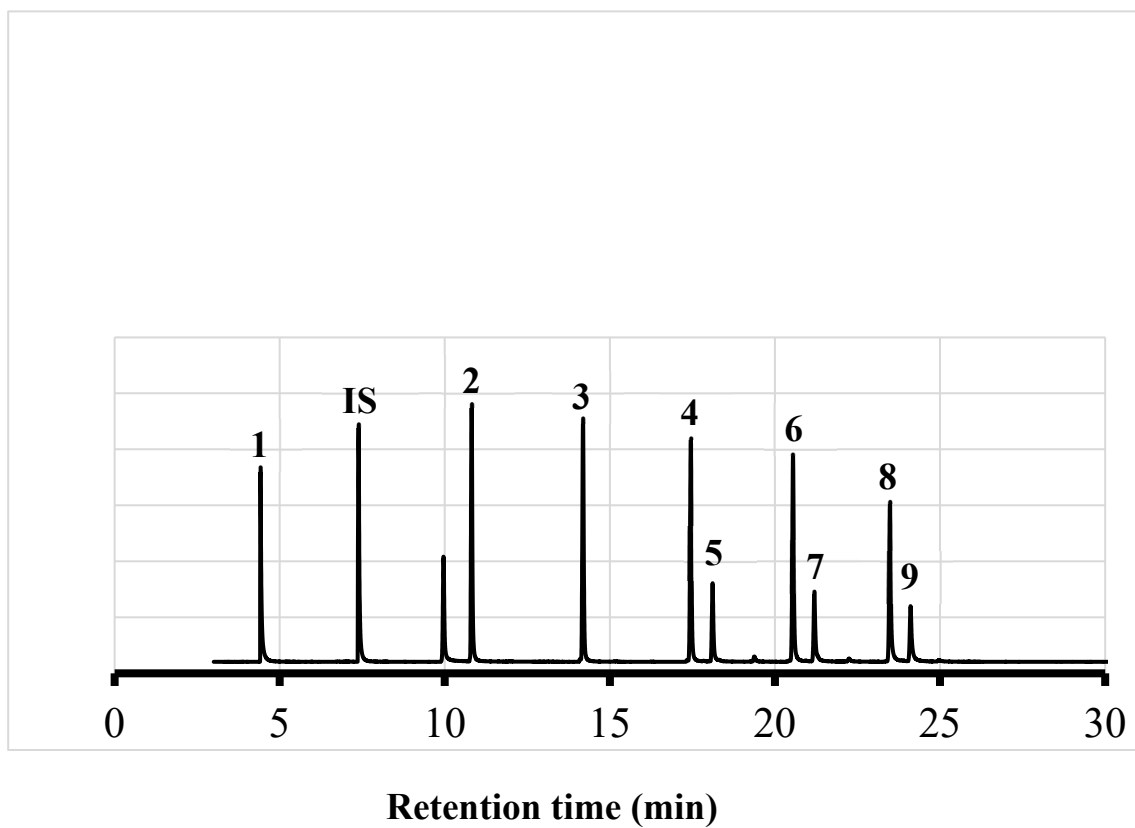
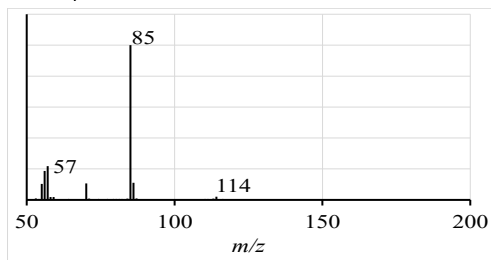
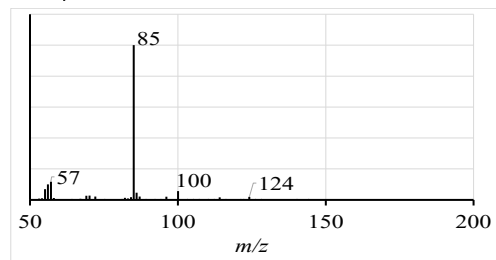


図 2-1. 検量線用標準液 (20 $\mu\text{g/mL}$) の GC/MS クロマトグラム
 1 : γ -ヘキサラクトン, 2 : γ -オクタラクトン, 3 : γ -ノナラクトン,
 4 : γ -デカラクトン, 5 : δ -デカラクトン, 6 : γ -ウンデカラクトン,
 7 : δ -ウンデカラクトン, 8 : γ -ドデカラクトン, 9 : δ -ドデカラクト
 ン, IS: 内標準物質 γ -ヘプタラクトン

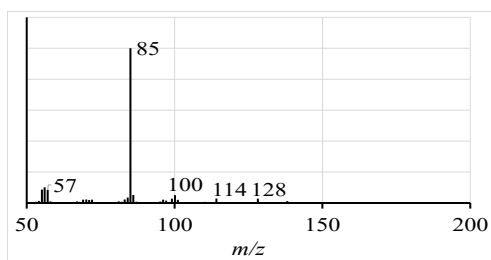
1) γ -ヘキサラクトン



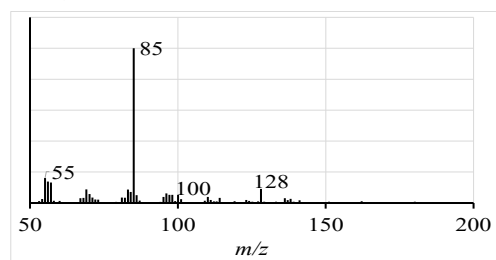
2) γ -オクタラクトン



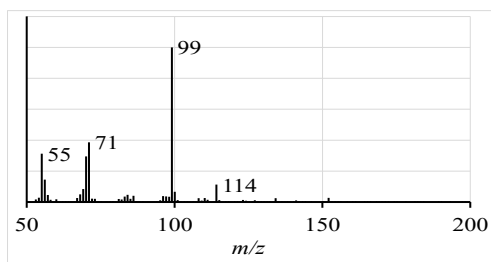
3) γ -ノナラクトン



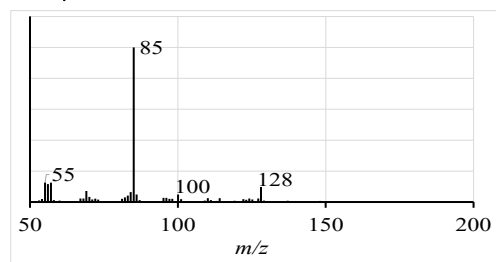
4) γ -デカラクトン



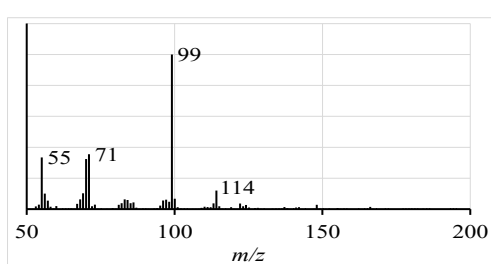
5) δ -デカラクトン



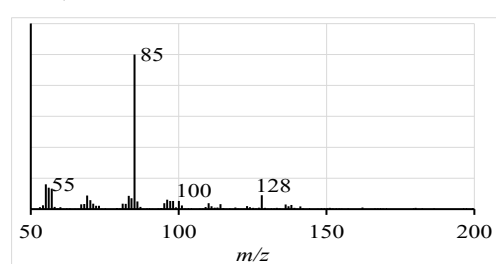
6) γ -ウンデカラクトン



7) δ -ウンデカラクトン



8) γ -ドデカラクトン



9) δ -ドデカラクトン

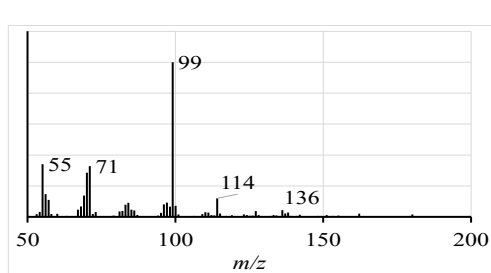


図 2-2. 測定対象香料のマススペクトル

表 2-1. 検討対象候補としたラクトン系香料

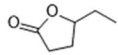
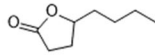
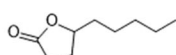
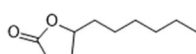
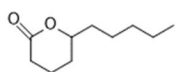
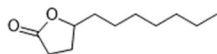
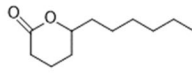
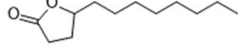
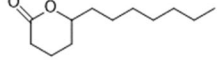
#	品目名	CAS No	類	構造式	J E C F A 評価 ADI (mg/kg体重)
1	γ -ヘキサラクトン	695-06-7	ラクトン類		acceptable
2	γ -オクタラクトン	104-50-7	ラクトン類		acceptable
3	γ -ノナラクトン	104-61-0	個別指定		0-1.25
4	γ -デカラクトン	706-14-9	ラクトン類		acceptable
5	δ -デカラクトン	705-86-2	ラクトン類		acceptable
6	γ -ウンデカラクトン	104-67-6	個別指定		0-1.25
7	δ -ウンデカラクトン	710-04-3	ラクトン類		acceptable
8	γ -ドデカラクトン	148051	ラクトン類		acceptable
9	δ -ドデカラクトン	713-95-1	ラクトン類		acceptable

表 2-2. マーケットバスケット試料におけるラクトン系香料の添加回収試験

No.	化合物名	回収率 (%)													
		1群		2群		3群		4群		5群		6群		7群	
		調味嗜好飲料		穀類		いも類・豆類・ 種実類		魚介類・肉類・ 卵類		油脂類・乳類		砂糖類・菓子類		果実類・野菜 類・海藻類	
		mean*1	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD
1	γ-ヘキサラクトン	102.0 ± 2.7		107.6 ± 8.5		101.2 ± 0.2		97.9 ± 4.0		98.4 ± 8.1		114.2 ± 4.4		105.5 ± 6.0	
2	γ-オクタラクトン	99.4 ± 1.8		105.5 ± 7.5		101.6 ± 0.6		97.8 ± 3.8		98.1 ± 5.9		103.7 ± 14.6		98.0 ± 5.2	
3	γ-ノナラクトン	98.8 ± 1.9		101.9 ± 6.3		97.4 ± 0.6		99.2 ± 3.7		98.5 ± 5.2		104.8 ± 13.7		107.8 ± 4.8	
4	γ-デカラクトン	98.7 ± 2.3		100.3 ± 4.9		104.4 ± 0.9		94.5 ± 7.6		95.5 ± 4.1		103.9 ± 11.8		109.7 ± 3.9	
5	δ-デカラクトン	117.8 ± 2.3		120.4 ± 4.4		114.2 ± 2.1		116.3 ± 9.5		119.9 ± 4.7		86.2 ± 7.5		139.8 ± 4.2	
6	γ-ウンデカラクトン	98.7 ± 2.3		103.7 ± 4.0		101.1 ± 0.8		94.2 ± 6.7		97.2 ± 3.7		108.6 ± 10.4		113.1 ± 3.3	
7	δ-ウンデカラクトン	119.9 ± 5.9		119.9 ± 2.3		112.8 ± 2.0		116.3 ± 8.3		119.2 ± 3.8		109.3 ± 15.8		131.8 ± 3.8	
8	γ-ドデカラクトン	100.6 ± 3.8		101.2 ± 2.4		103.4 ± 1.3		98.7 ± 5.8		100.0 ± 2.6		119.5 ± 8.1		115.5 ± 3.3	
9	δ-ドデカラクトン	161.2 ± 6.8		118.5 ± 7.3		116.9 ± 6.5		124.3 ± 5.9		129.4 ± 3.4		123.3 ± 4.7		147.1 ± 6.0	

*1 The analyses were replicated five times

表 2-3. マーケットバスケット試料中のラクトン系香料含有量

20歳以上 単位：μg/g

No.	化合物名	食品群						
		1群 調味嗜好飲料	2群 穀類	3群 いも類・豆 類・種実類	4群 魚介類・肉 類・卵類	5群 油脂類・乳類	6群 砂糖類・菓子 類	7群 果実類・野菜 類・海藻類
1	γ-ヘキサラクトン	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
2	γ-オクタラクトン	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
3	γ-ノナラクトン	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
4	γ-デカラクトン	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
5	δ-デカラクトン	ND	ND	ND	ND	Tr (1. 3)	14	ND
6	γ-ウンデカラクトン	ND	ND	ND	ND	ND	6	ND
7	δ-ウンデカラクトン	ND	ND	ND	ND	Tr (1. 9)	14	ND
8	γ-ドデカラクトン	ND	ND	ND	ND	Tr (2. 4)	11	ND
9	δ-ドデカラクトン	ND	14	ND	ND	4	17	ND

ND：定量限界（1群2 μg/g, 2-7群 4 μg/g）未満

(n=3)

表 2-4. マーケットバスケット方式によるラクトン系香料の推定一日摂取量

20歳以上 単位：mg/人/日

No.	化合物名	食品群							総摂取量
		1群 調味嗜好飲料	2群 穀類	3群 いも類・豆類・種実類	4群 魚介類・肉類・卵類	5群 油脂類・乳類	6群 砂糖類・菓子類	7群 果実類・野菜類・海藻類	
1	γ-ヘキサラクトン	0	0	0	0	0	0	0	0
2	γ-オクタラクトン	0	0	0	0	0	0	0	0
3	γ-ノナラクトン	0	0	0	0	0	0	0	0
4	γ-デカラクトン	0	0	0	0	0	0	0	0
5	δ-デカラクトン	0	0	0	0	0	0.4	0	0.4
6	γ-ウンデカラクトン	0	0	0	0	0	0.2	0	0.2
7	δ-ウンデカラクトン	0	0	0	0	0	0.4	0	0.4
8	γ-ドデカラクトン	0	0	0	0	0	0.3	0	0.3
9	δ-ドデカラクトン	0	1.7	0	0	0.2	0.5	0	2.4

*1 測定の結果、含量が定量限界未満の場合は0とした。

表 2-5. マーケットバスケット方式による推定一日摂取量と許容一日摂取量 (ADI) の比較

No.	化合物名	一日摂取量* ¹ (mg/人/日)	ADI (mg/kg体重/日)	一人当たりの 許容一日摂取量* ² (mg/人/日)	対ADI比* ³ (%)
1	γ-ヘキサラクトン	0	acceptable		
2	γ-オクタラクトン	0	acceptable		
3	γ-ノナラクトン	0	0-1.25	73	0
4	γ-デカラクトン	0	acceptable		
5	δ-デカラクトン	0.4	acceptable		
6	γ-ウンデカラクトン	0.2	0-1.25	73	0.3
7	δ-ウンデカラクトン	0.4	acceptable		
8	γ-ドデカラクトン	0.3	acceptable		
9	δ-ドデカラクトン	2.4	acceptable		

*1 測定の結果、含量が定量限界未満の場合は0とした。

*2 ADIの上限×58.6 (20歳以上の平均体重, kg)

*3 対ADI比 (%) = 一人当たりの推定一日摂取量 (mg/人/日) / 一人当たりの許容一日摂取量 (mg/人/日) × 100

JECFAのADIは、体重1 kg当たりの値 (mg/kg 体重/日) で示されているため、成人の平均体重を58.6 kgとし、成人一人当たり (mg/人/日) に換算し、算出した。

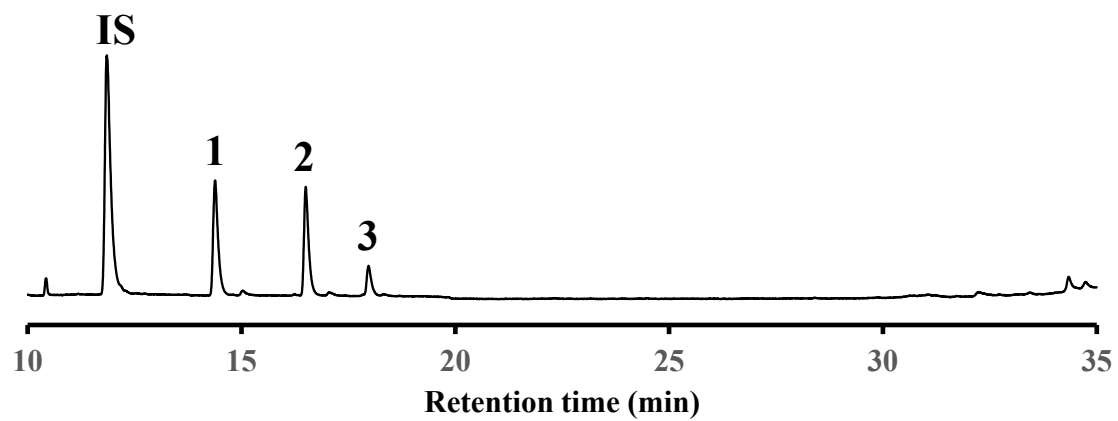


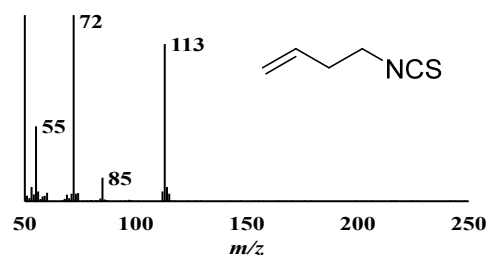
図 2-3. 検量線用標準溶液（各 50 ng/mL）の GC/MS クロマトグラム

1 : アリルイソチオシアネート, 2 : 3-ブテニルイソチオシアネート,
3 : 4-ペンテニルイソチオシアネート, IS: 内標準物質 *sec*-ブチルイソ
チオシアネート

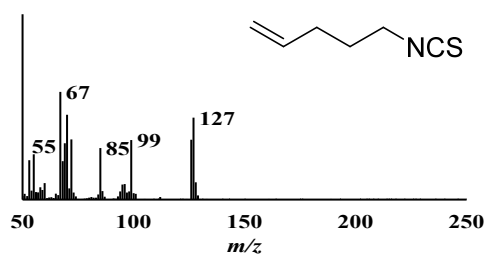
1) アリルイソチオシアネート



2) 3-ブテニルイソチオシアネート



3) 4-ペンテニルイソチオシアネート



4) *sec*-ブチルイソチオシアネート
(内部標準物質)

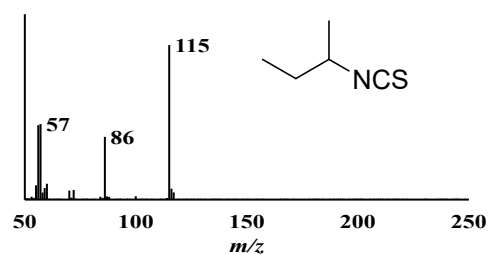


図 2-4. 測定対象香料及び内部標準物質のマスペクトル

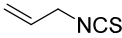
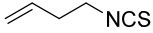
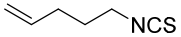
表 2-6. 検討対象候補としたイソチオシアネート系香料					
No.	品目名	CAS No.	分類	構造式	J E C F A 現在の推定摂取量に基づく結論
1	アリルイソチオシアネート	57-06-7	個別指定		No safety concern
2	3-ブテニル イソチオシアネート	3386-97-8	イソチオシアネート類		No safety concern
3	4-ペンテニル イソチオシアネート	18060-79-2	イソチオシアネート類		No safety concern

表 2-7. マーケットバスケット試料におけるイソチオシアネート系香料の添加回収試験結果

No.	化合物名	回収率 (%)													
		1群		2群		3群		4群		5群		6群		7群	
		調味嗜好飲料		穀類		いも類・豆類・種実類		魚介類・肉類・卵類		油脂類・乳類		砂糖類・菓子類		果実類・野菜類・海藻類	
		mean*1	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD	mean	SD
1	アリル イソチオシアネート	88.8 ± 13.1		93.5 ± 5.1		117.4 ± 2.7		72.1 ± 2.9		96.5 ± 9.0		99.9 ± 4.7		86.9 ± 3.6	
2	3-ブテニル イソチオシアネート	108.5 ± 9.3		88.8 ± 6.1		107.8 ± 6.6		71.0 ± 4.5		103.9 ± 5.5		107.7 ± 2.9		92.2 ± 5.7	
3	4-ペンテニル イソチオシアネート	120.6 ± 13.7		84.0 ± 10.6		86.8 ± 6.5		63.9 ± 3.7		101.4 ± 10.3		89.2 ± 18.8		93.1 ± 4.3	

The analyses were replicated five times

表 2-8. マーケットバスケット試料中のイソチオシアネート系香料含有量

		20歳以上 単位：μg/g						
No.	化合物名	食品群						
		1群 調味嗜好飲料	2群 穀類	3群 いも類・豆 類・種実類	4群 魚介類・肉 類・卵類	5群 油脂類・乳類	6群 砂糖類・菓子 類	7群 果実類・野菜 類・海藻類
1	アリル イソチオシアネート	0.05	0.12	ND	ND	0.29	0.01	0.15
2	3-ブテニル イソチオシアネート	ND	ND	ND	ND	ND	ND	1.13
3	4-ペンテニル イソチオシアネート	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0.67
ND：定量限界（1群0.005 μg/g、2-4群及び6-7群 0.01 μg/g、5群 0.02 μg/g）未満		(n=3)						

表 2-9. マーケットバスケット方式によるイソチオシアネート系香料の推定一日摂取量

20歳以上 単位：mg/人/日

No.	化合物名	食品群							総摂取量
		1群 調味嗜好飲料	2群 穀類	3群 いも類・豆類・種実類	4群 魚介類・肉類・卵類	5群 油脂類・乳類	6群 砂糖類・菓子類	7群 果実類・野菜類・海藻類	
1	アリルイソチオシアネート	0.04	0.02	0	0	0.02	0.0003	0.003	0.08
2	3-ブテンイルイソチオシアネート	0	0	0	0	0	0	0.02	0.02
3	4-ペンテンイルイソチオシアネート	0	0	0	0	0	0	0.01	0.01

*1 測定の結果、含量が定量限界未満の場合は0とした。

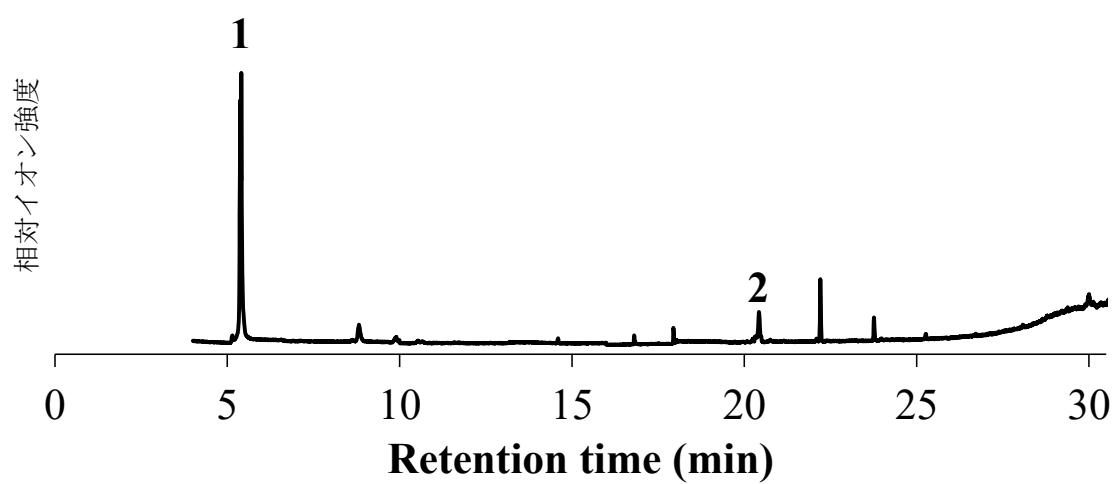
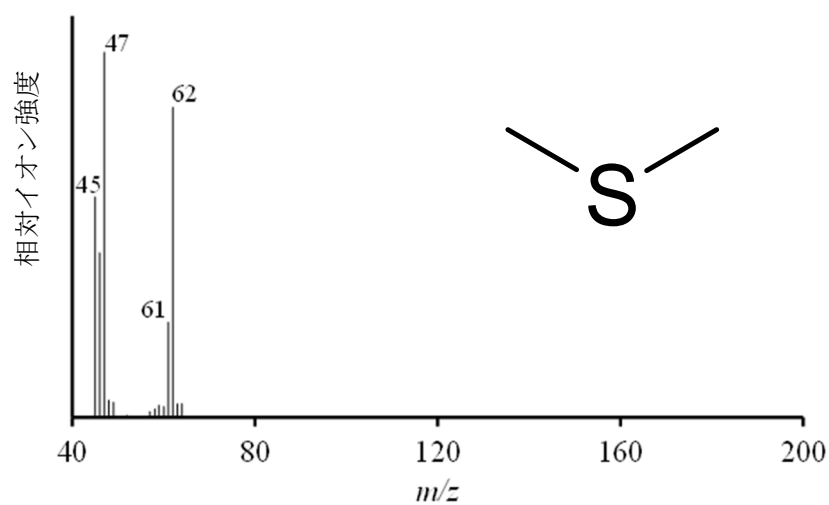


図 2-5. 検量線用標準溶液（各 50 ng/mL）の GC/MS クロマトグラム
1 : ジメチルスルフィド, 2 : ジアリルスルフィド
（検出 : m/z 45 ~ m/z 200）

1) ジメチルスルフィド (DMS)



2) ジアリルジスルフィド (DADS)

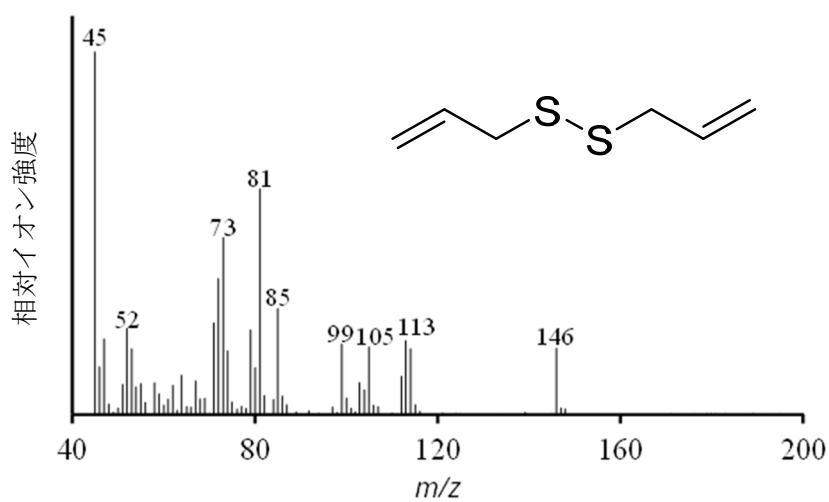


図 2-6. 測定対象香料のマスペクトル

表 2-10. 検討対象候補としたチオエーテル系香料

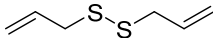
No.	品目名	CAS No.	分類	構造式	J E C F A 現在の推定摂取量に基づ く結論
1	ジメチルスルフィド	75-18-3	チオエーテル類		No safety concern
2	ジアリルジスルフィド	2179-57-9	チオエーテル類		No safety concern

表 2-11. マーケットバスケット試料におけるチオエーテル系香料の添加回収試験

No.	化合物名	回収率 平均値 (%)						
		1群 嗜好飲料 ・調味料	2群 穀類	3群 いも類 ・豆類 ・種実類	4群 魚介類 ・肉類 ・卵類	5群 乳類・ 油脂類	6群 砂糖類・ 菓子類	7群 果実類 ・野菜類 ・海藻類
1	ジメチルスルフィド	81.5	105	104	113	97.9	129	81.1
2	ジアリルジスルフィド	118	93.9	87.2	103	104	120	92.6

(n=5)

表 2-12. マーケットバスケット試料中のチオエーテル系香料含有量

20歳以上 単位：μg/g

No.	化合物名	食品群						
		1群 嗜好飲料 ・調味料	2群 穀類	3群 いも類 ・豆類 ・種実類	4群 魚介類 ・肉類 ・卵類	5群 乳類・ 油脂類	6群 砂糖類・ 菓子類	7群 果実類 ・野菜類 ・海藻類
1	ジメチルスルフィド	0.015	ND	ND	ND	ND	ND	0.20
2	ジアリルジスルフィド	Tr (0.006)	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND：定量限界（ジメチルスルフィド：1群0.005 μg/g、2-7群 0.05 μg/g、ジアリルジスルフィド：1群0.01 μg/g、2-7群 0.1 μg/g）未満

(n=3)

表 2-13. マーケットバスケット方式によるチオエーテル系香料の推定一日摂取量

20歳以上 単位：mg/人/日

No.	化合物名	食品群							総摂取量
		1群 嗜好飲料 ・調味料	2群 穀類	3群 いも類 ・豆類 ・種実類	4群 魚介類 ・肉類 ・卵類	5群 乳類・ 油脂類	6群 砂糖類・ 菓子類	7群 果実類 ・野菜類 ・海藻類	
1	ジメチルスルフィド	0.01	0	0	0	0	0	0.004	0.02
2	ジアリルジスルフィド	0	0	0	0	0	0	0	0

*1 測定の結果、含量が定量限界未満の場合は0とした。

*2 推定一日摂取量 (mg/人/日) = 20歳以上の人の体重1 kg当たりの推定一日摂取量 (mg/kg体重/日) × 20歳以上の人の平均体重 (kg) 20歳以上の人の平均体重として、平成22年度食品等試験検査費事業「食品摂取頻度・摂取量調査の特別集計業務報告書」(独立行政法人 国立健康・栄養研究所)の20歳以上人の平均体重 (58.8 kg)を用いた。

表 3-1 JECFA 各条において ICP-OES を使用した鉛及びヒ素試験-1

Food 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 PRECIPITATED)	AAS ICP-AES technique	2	ICP-AES/AAS-Hydride technique or Method II	3
ANNATTO EXTRACTS (ALKALI-PROCESSED NORBIXIN, NOT ACID PRECIPITATED)	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 TRISPOSA	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
dl-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").	

表 3-2 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		

表 3-3 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
2'-Fucosyllactose	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.2 mg/kg, calculated on the anhydrous basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	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 IIIC, Sample analysis: Use a suitable graphite furnace atomic absorption spectrophotometer (GFAAS)	NMT 0.1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method I, Appendix IIIB	NMT 0.1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg		
Astaxanthin Esters from Haematococcus pluvialis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 2.0 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1.0 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1.0 mg/kg		
Beta Glucan from Baker's Yeast (Saccharomyces cerevisiae)	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIIC	NMT 0.5 ppm	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIIC	NMT 0.5 ppm	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIIC	NMT 0.5 ppm	Elemental Impurities by ICP, Method I: ICP-OES, Appendix IIIC	NMT 0.1 ppm
Calcium L-5-Methyltetrahydrofolate	Elemental Impurities by ICP, Method, I, Appendix IIIC	NMT 1.5 µg/g	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1.0 µg/g	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	1.0 µg/g	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1.5 µg/g
Caramel	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.1 mg/kg
Carthamus Yellow		NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	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

表 3-4 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
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

表 3-5 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				

表 3-6 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 dried 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				

表 3-7 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 IIIC	NMT 3 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg				
Rutin	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 4 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	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 IIIC	NMT 2 mg/kg				
Sodium Molybdate Dihydrate	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 5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg
Sodium Oleate			Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg				
Sodium Selenate Anhydrous	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 5 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
Soy Leghemoglobin	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.05 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.4 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.05 mg/kg
Spirulina	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg
Stearyl Alcohol			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Steviol Glycosides	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	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				
Sucrose	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg	Lead Limit Test, Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method, Method I, Appendix IIIB	NMT 0.1 mg/kg				
Taurine			Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
Tea Polyphenols from Green Tea, Decaffeinated	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 2 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg				
trans-Resveratrol, Fermentation (Saccharomyces cerevisiae)	Elemental Impurities by ICP, Method I, Appendix IIIC	NMT 1.5 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
Trisodium Pyrophosphate	Elemental Impurities by ICP, Method I, 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 3 mg/kg		
Xylooligosaccharides	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg, calculated on the dried basis	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 1 mg/kg, calculated on the dried basis				
Xylose	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg	Elemental Impurities by ICP, Appendix IIIC	NMT 0.5 mg/kg				

表 3-8 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 ($\mu\text{g/g}$)	Method	Criteria ($\mu\text{g/g}$)	Method	Criteria ($\mu\text{g/g}$)	Method	Criteria ($\mu\text{g/g}$)	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-ヒドロキシエチルピペリン-1,1-ジホスホン酸	AAS 法	5	ICP法(内標準, 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				

表3-9 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 ($\mu\text{g/mL}$)		
			%	$\mu\text{g/g}$				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	0.025	0.05	0.075
		Fe	0.002	20	238.204	0.01 mg/mL	Y	500	750	1000			100	0.05	0.075	0.1
		Y			360.074	1 mg/mL		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 ($\mu\text{g/mL}$)		
			%	$\mu\text{g/g}$				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	0.5	1	2
		Mg	0.005	50	279.553	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000			100	0.5	1	2
		Zn	0.005	50	206.191	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000			100	0.5	1	2
		Pb	0.005	50	405.782	0.1 mg/mL	Y	500	1000	2000			100	0.5	1	2
		Mn	0.05	500	257.61	0.1 mg/mL	Y	5000	10000	15000			100	5	10	15
		Y			371.029	1 mg/mL		50	50	50			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 ($\mu\text{g/mL}$)		
			%	$\mu\text{g/g}$				Y1	Y2	Y3				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	2	1	100	0.25	0.5	1
		K	0.005	30	766.49	0.01 mg/mL	Y	2.5	5	10			100	0.25	0.5	1
		Cu		5	327.395	0.01 mg/mL	Y	0.5	1	1.5			100	0.05	0.1	0.15
		Ca	0.01	100	317.933	0.01 mg/mL	Y	2.5	5	10			100	0.25	0.5	1
		Pb		5	220.353	0.01 mg/mL	Y	0.5	1	1.5			100	0.05	0.1	0.15
		Fe		3	238.204	0.01 mg/mL	Y	0.3	0.6	0.9			100	0.03	0.06	0.09
		Ba	0.002	20	455.403	0.01 mg/mL	Y	2	4	6			100	0.2	0.4	0.6
		Mn		5	257.61	0.01 mg/mL	Y	5	10	15			100	0.5	1	1.5
		Sr	0.005	50	652.194	0.01 mg/mL	Y	0.5	1	1.5			100	0.05	0.1	0.15
		Y			360.074	1 mg/mL		1	1	1			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 ($\mu\text{g/mL}$)			
			%	$\mu\text{g/g}$				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			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	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	0.000	0.010	0.020	0.040
		Pb		5	220.353	0.01 mg/mL	Y	0	0.25	0.5	1			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	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

表 3-10 検量線用 Pb 及び As 混合標準溶液調製法及び濃度（内標準濃度：0.01 µg/mL）

	添加量（mL）							
①As・Pb混合標準溶液（各 1 µg/mL）	1	2.5	5					
②As・Pb混合標準溶液（各 10 µg/mL）				1	2	3	4	5
③内標準溶液（Y：1 µg/mL）	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
定容量（mL）	50	50	50	50	50	50	50	50
	濃度（µg/mL）							
Pb濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
As濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
混合標準溶液中の内標準濃度（µg/mL）	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01

表 3-11 検量線用 Pb 及び As 混合標準溶液調製法及び濃度（内標準濃度：0.1 µg/mL）

	添加量（mL）							
①As・Pb混合標準溶液（各 1 µg/mL）	1	2.5	5					
②As・Pb混合標準溶液（各 10 µg/mL）				1	2	3	4	5
③内標準溶液（Y：10 µg/mL）	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
定容量（mL）	50	50	50	50	50	50	50	50
	濃度（µg/mL）							
Pb濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
As濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
混合標準溶液中の内標準濃度（µg/mL）	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1

表 3-12 検量線用 Pb 及び As 混合標準溶液調製法及び濃度（内標準濃度：1 µg/mL）

	添加量（mL）							
①As・Pb混合標準溶液（各 1 µg/mL）	1	2.5	5					
②As・Pb混合標準溶液（各 10 µg/mL）				1	2	3	4	5
③内標準溶液（Y：100 µg/mL）	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
定容量（mL）	50	50	50	50	50	50	50	50
	濃度（µg/mL）							
Pb濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
As濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
混合標準溶液中の内標準濃度（µg/mL）	1	1	1	1	1	1	1	1

表 3-13 各無添加検液の調製方法

	検液1	検液2	検液3	検液4
試料採取量 (g)	2.0	2.0	2.0	2.0
定容量 (mL)	100	50	25	10
検液中の試料濃度 (g/mL)	0.02	0.04	0.08	0.2
内標準溶液中の内標準濃度 (μg/mL)	2	1	0.5	0.2
内標準溶液添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
検液中の内標準濃度 (μg/mL)	0.01	0.01	0.01	0.01

表 3-14 各添加検液の調製方法

対象品目：塩化カルシウム、炭酸カリウム、硫酸マグネシウム				
	検液1	検液2	検液3	検液4
試料採取量 (g)	2.0	2.0	2.0	2.0
定容量 (mL)	100	50	25	10
検液中の試料濃度 (g/mL)	0.02	0.04	0.08	0.2
内標準溶液中の内標準濃度 (μg/mL)	2	1	0.5	0.2
内標準溶液添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
検液中の内標準濃度 (μg/mL)	0.01	0.01	0.01	0.01
As・Pb添加用混合標準溶液 1 の添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
試料中のAs濃度 (μg/g)	3	3	3	3
試料中のPb濃度 (μg/g)	2	2	2	2
対象品目：亜硫酸ナトリウム				
	検液1	検液2	検液3	検液4
試料採取量 (g)	2.0	2.0	2.0	2.0
定容量 (mL)	100	50	25	10
検液中の試料濃度 (g/mL)	0.02	0.04	0.08	0.2
内標準溶液中の内標準濃度 (μg/mL)	2	1	0.5	0.2
内標準溶液添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
検液中の内標準濃度 (μg/mL)	0.01	0.01	0.01	0.01
As・Pb添加用混合標準溶液 2 の添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
試料中のAs濃度 (μg/g)	3	3	3	3
試料中のPb濃度 (μg/g)	5	5	5	5

表 3-15 JIS 8061 亜硫酸ナトリウムにおける ICP-OES 条件、標準溶液濃度、内標準濃度

元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	標準溶液添加量 (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)				試料調製方法		試料溶液濃度
	%	μg/g	(nm)	mg/mL	Y10	Y11	Y12	Y13	50	Y10	Y11	Y12	Y13	試料 (g)	メスアップ (mL)	g/mL
Cu		5	327.754	0.01	0	0.25	0.5	1	50	0	0.05	0.1	0.2	1	50	0.02
Ca	0.01	100	396.847	0.1	0	0.5	1	2	50	0	1	2	4			
Zn		5	213.857	0.01	0	0.25	0.5	1	50	0	0.05	0.1	0.2			
Pb	0.001	10	220.353	0.01	0	0.5	1	2	50	0	0.1	0.2	0.4			
Fe	0.001	10	238.204	0.01	0	0.5	1	2	50	0	0.1	0.2	0.4			
Y			360.074	1	0.05	0.05	0.05	0.05	50	1	1	1	1			

表 3-16 JIS K8123 塩化カルシウムにおける ICP-OES 条件、標準溶液濃度、内標準濃度

元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	試料量	標準溶液添加量 (mL)			メスアップ (mL)	標準溶液濃度 (μg/mL)				標準溶液濃度 (μg/g)		
	%	μg/g	(nm)	mg/mL	(g)	Y1	Y2	Y3	50	Y1	Y2	Y3		Y1	Y2	Y3
Cu		2	327.396	0.01	5	0.5	1	2	100	0.05	0.1	0.2	1	2	4	
Pb		5	220.351	0.01	5	1	2.5	5	100	0.1	0.25	0.5	2	5	10	
Fe		2	259.94	0.01	5	0.5	1	2	100	0.05	0.1	0.2	1	2	4	
Mg	0.01	100	279.553	0.01	0.5	2.5	5	10	100	0.25	0.5	1	50	100	200	
Sr	0.01	100	407.771	0.01	0.5	2.5	5	10	100	0.25	0.5	1	50	100	200	
Ba	0.006	60	455.404	0.01	0.5	1.5	3	5	100	0.15	0.3	0.5	30	60	100	

表 3-17 JIS K8615 炭酸カリウムにおける ICP-OES 条件、標準溶液濃度、内標準濃度

元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	標準溶液添加量 (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)				試料調製方法		試料溶液濃度
	%	μg/g	(nm)	mg/mL	Y1	Y2	Y3	Y4		Y1	Y2	Y3	Y4	試料 (g)	メスアップ (mL)	g/mL
Cu		5	213.598	0.01	0	0.25	0.5	1	100	0	0.025	0.05	0.1	1	100	0.01
Mg		5	279.553	0.01	0	0.25	0.5	1	100	0	0.025	0.05	0.1			
Ca	0.001	10	396.847	0.01	0	0.5	1	2	100	0	0.05	0.1	0.2			
Zn		2	213.857	0.01	0	0.1	0.2	0.4	100	0	0.01	0.02	0.04			
Pb		5	220.353	0.01	0	0.25	0.5	1	100	0	0.025	0.05	0.1			
Fe		5	238.204	0.01	0	0.25	0.5	1	100	0	0.025	0.05	0.1			
Y			360.074	1	0.05	0.05	0.05	0.05	100	0.5	0.5	0.5	0.5			
In			325.609	1	0.05	0.05	0.05	0.05	100	0.5	0.5	0.5	0.5			

表 3-18 JIS K8995 硫酸マグネシウムにおける ICP-OES 条件、標準溶液濃度、内標準濃度

元素	規格値		測定波長	標準溶液濃度	標準溶液添加量 (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)					試料調製方法		試料溶液濃度
	%	μg/g	(nm)	mg/mL	Y10	Y11	Y12	Y13	Y14	50	Y10	Y11	Y12	Y13	Y14	試料 (g)	メスアップ (mL)	g/mL
Ca	0.02	200	396.847	0.1	0	0.03	0.05	0.1	1	50	0	0.06	0.1	0.2	2	1	50	0.02
Zn	0.001	10	213.857	0.1	0	0.03	0.05	0.1	1	50	0	0.06	0.1	0.2	2			
Mn		5	257.61	0.1	0	0.03	0.05	0.1	1	50	0	0.06	0.1	0.2	2			
Pb		5	220.353	0.1	0	0.03	0.05	0.1	1	50	0	0.06	0.1	0.2	2			
Fe		3	238.204	0.1	0	0.03	0.05	0.1	1	50	0	0.06	0.1	0.2	2			
Y			371.029	1	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	50	1	1	1	1	1			

表 3-19 ICP-OES（内標準法）による異なる試料濃度の検液を用いた亜硫酸ナトリウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Y conc (μg/mL)	As				Pb			
			Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)	Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	0.01	3	0.086	0.085	141.5	5	0.062	0.059	58.7
				0.083				0.056		
				0.086				0.058		
2	0.04	0.01	3	0.17	0.16	136.0	5	0.12	0.12	59.0
				0.17				0.12		
				0.16				0.12		
3	0.08	0.01	3	0.32	0.32	133.7	5	0.25	0.26	65.1
				0.32				0.25		
				0.32				0.28		
4	0.2	0.01	3	0.82	0.82	136.4	5	0.60	0.62	62.1
				0.80				0.60		
				0.84				0.66		

*検液 1～4 の調製方法は Table 4-2 参照

表 3-20 ICP-OES（絶対検量線法）による異なる試料濃度の検液を用いた亜硫酸ナトリウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Spiked level (μg/g)	As			Spiked level (μg/g)	Pb		
			Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)		Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	3	0.057	0.056	93.6	5	0.039	0.037	36.9
			0.055				0.035		
			0.056				0.036		
2	0.04	3	0.09	0.09	77.8	5	0.07	0.07	32.7
			0.10				0.06		
			0.09				0.06		
3	0.08	3	0.16	0.16	65.5	5	0.12	0.13	31.3
			0.16				0.12		
			0.16				0.14		
4	0.2	3	0.28	0.28	46.8	5	0.20	0.21	21.0
			0.28				0.21		
			0.28				0.22		

*検液 1～4 の調製方法は Table 4-2 参照

表 3-21 ICP-OES（内標準法）による異なる試料濃度の検液を用いた塩化カルシウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Y conc (μg/mL)	As				Pb			
			Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)	Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	0.01	3	0.090	0.088	147.3	2	0.030	0.029	72.7
				0.087				0.028		
				0.088				0.029		
2	0.04	0.01	3	0.13	0.14	113.5	2	0.061	0.062	77.5
				0.14				0.063		
				0.13				0.062		
3	0.08	0.01	3	0.30	0.30	123.4	2	0.12	0.12	72.4
				0.29				0.12		
				0.30				0.12		
4	0.2	0.01	3	0.84	0.83	138.9	2	0.27	0.27	67.5
				0.84				0.27		
				0.83				0.27		

*検液 1～4 の調製方法は 4-2 参照

表 3-22 ICP-OES（絶対検量線法）による異なる試料濃度の検液を用いた塩化カルシウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Spiked level (μg/g)	As			Spiked level (μg/g)	Pb		
			Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)		Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	3	0.056	0.055	91.3	2	0.027	0.026	63.9
			0.054				0.025		
			0.054				0.025		
2	0.04	3	0.10	0.10	82.2	2	0.05	0.05	57.4
			0.10				0.05		
			0.10				0.05		
3	0.08	3	0.17	0.17	70.6	2	0.07	0.07	45.9
			0.17				0.07		
			0.17				0.07		
4	0.2	3	0.32	0.32	53.0	2	0.12	0.12	30.1
			0.32				0.12		
			0.31				0.12		

*検液 1～4 の調製方法は 4-2 参照

表 3-23 ICP-OES（内標準法）による異なる試料濃度の検液を用いた炭酸カリウム中の As 及び Pb の添加回収試験

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Y conc (μg/mL)	As				Pb			
			Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)	Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	0.01	3	0.090 0.087 0.088	0.088	147.3	2	0.030 0.028 0.029	0.029	72.7
2	0.04	0.01	3	0.13 0.14 0.13	0.14	113.5	2	0.061 0.063 0.062	0.062	77.5
3	0.08	0.01	3	0.30 0.29 0.30	0.30	123.4	2	0.12 0.12 0.12	0.12	72.4
4	0.2	0.01	3	0.84 0.84 0.83	0.83	138.9	2	0.27 0.27 0.27	0.27	67.5

*検液 1～4 の調製方法は 4-2 参照

表 3-24 ICP-OES（絶対検量線法）による異なる試料濃度の検液を用いた炭酸カリウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Spiked level (μg/g)	As			Spiked level (μg/g)	Pb		
			Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)		Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	3	0.057 0.058 0.060	0.058	96.9	2	0.020 0.022 0.023	0.022	54.5
2	0.04	3	0.10 0.10 0.10	0.10	84.0	2	0.05 0.05 0.05	0.05	58.4
3	0.08	3	0.19 0.19 0.19	0.19	79.9	2	0.08 0.08 0.08	0.08	47.4
4	0.2	3	0.39 0.38 0.38	0.38	63.8	2	0.12 0.12 0.12	0.12	31.1

*検液 1～4 の調製方法は 4-2 参照

表 3-25 ICP-OES（内標準法）による異なる試料濃度の検液を用いた硫酸マグネシウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	Y conc (μg/mL)	As				Pb			
			Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)	Spiked level (μg/g)	Mean value (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	0.01	3	0.067	0.064	107.1	2	0.035	0.034	83.9
				0.064				0.033		
				0.062				0.033		
2	0.04	0.01	3	0.13	0.13	105.6	2	0.06	0.06	79.7
				0.12				0.06		
				0.13				0.06		
3	0.08	0.01	3	0.26	0.26	106.4	2	0.12	0.12	77.0
				0.25				0.12		
				0.25				0.12		
4	0.2	0.01	3	0.67	0.68	114.0	2	0.27	0.28	69.9
				0.69				0.28		
				0.69				0.28		

*検液 1～4 の調製方法は 4-2 参照

表 3-26 ICP-OES（絶対検量線法）による異なる試料濃度の検液を用いた硫酸マグネシウム中の As 及び Pb の添加回収試験結果

Test solution*	Sample conc. (g/mL)	As				Pb			
		Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)	Spiked level (μg/g)	Conc. (μg/mL)	Average (μg/mL)	Recovery (%)
1	0.02	3	0.058	0.056	92.8	2	0.030	0.029	71.8
			0.056				0.028		
			0.054				0.028		
2	0.04	3	0.11	0.10	87.4	2	0.05	0.05	65.3
			0.10				0.05		
			0.11				0.05		
3	0.08	3	0.19	0.19	80.0	2	0.09	0.09	57.5
			0.19				0.09		
			0.19				0.09		
4	0.2	3	0.41	0.42	70.8	2	0.17	0.17	43.2
			0.43				0.18		
			0.43				0.18		

*検液 1～4 の調製方法は 4-2 参照

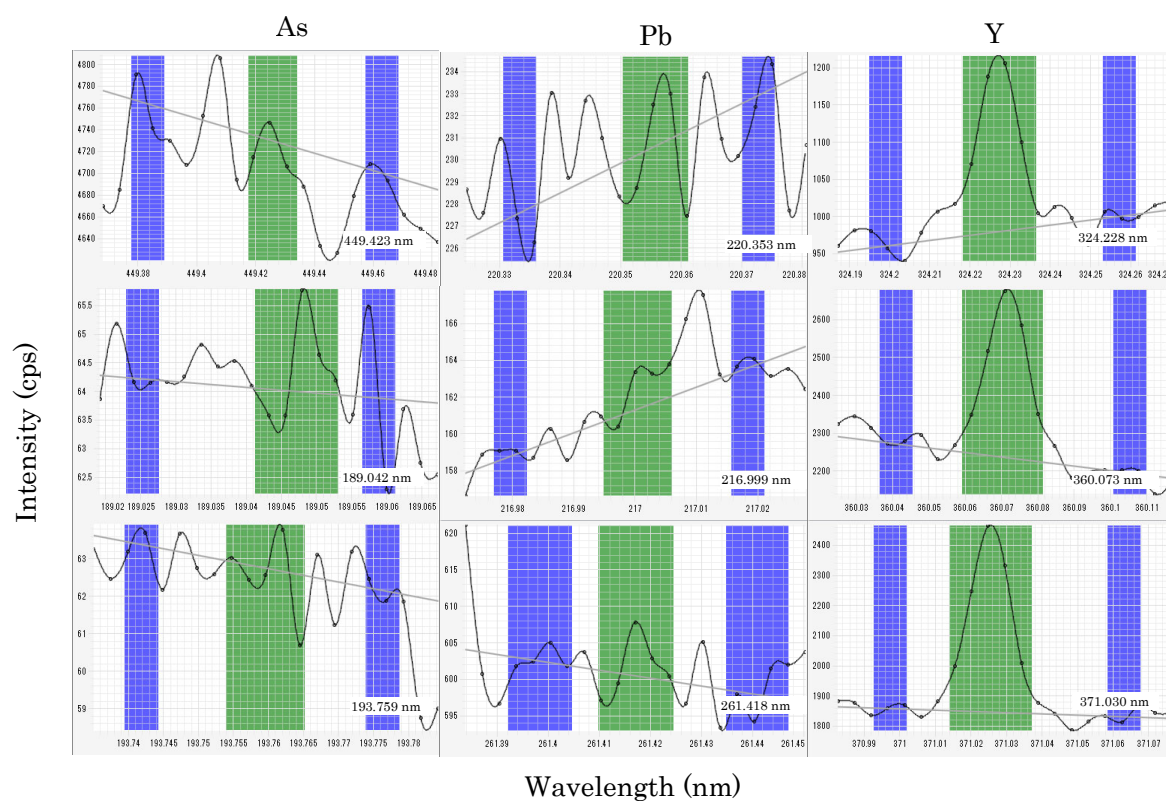


図 3-1 硝酸 (1→100) (内標準 (Y) 濃度 0.01 µg/mL) の波長スペクトル

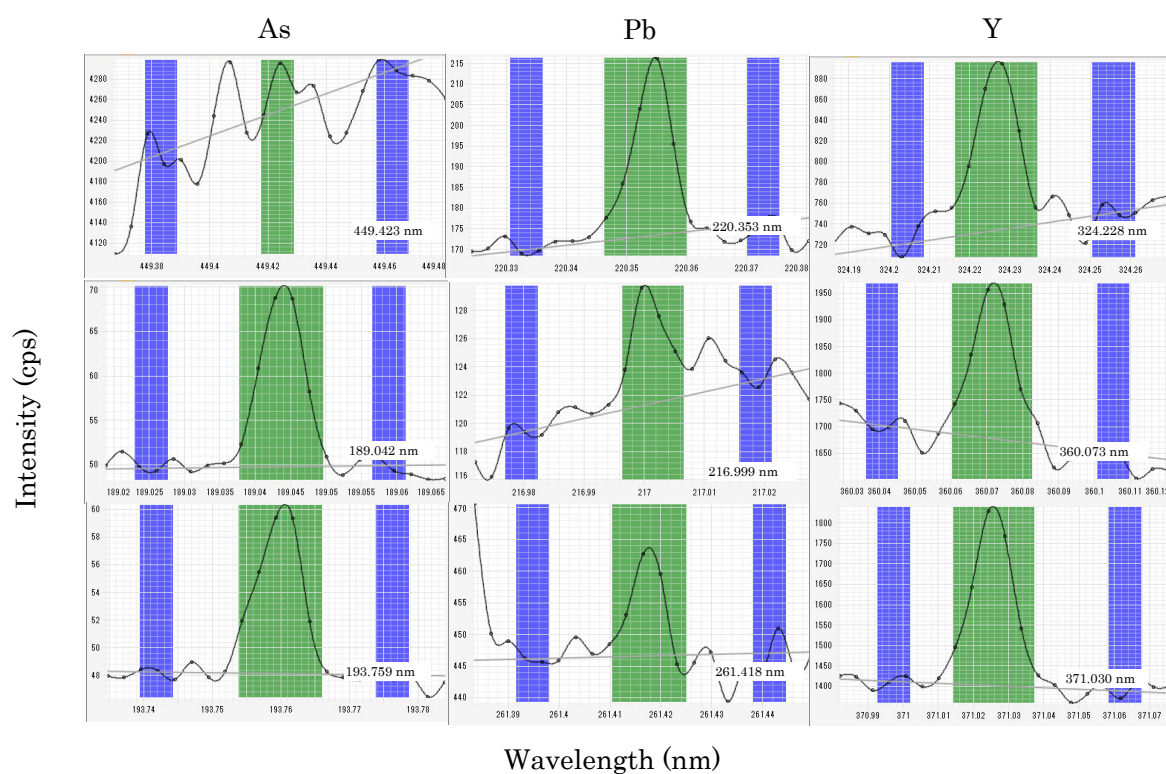


図 3-2 As · Pb 混合標準溶液 (内標準 (Y) 濃度 0.01 µg/mL) の波長スペクトル

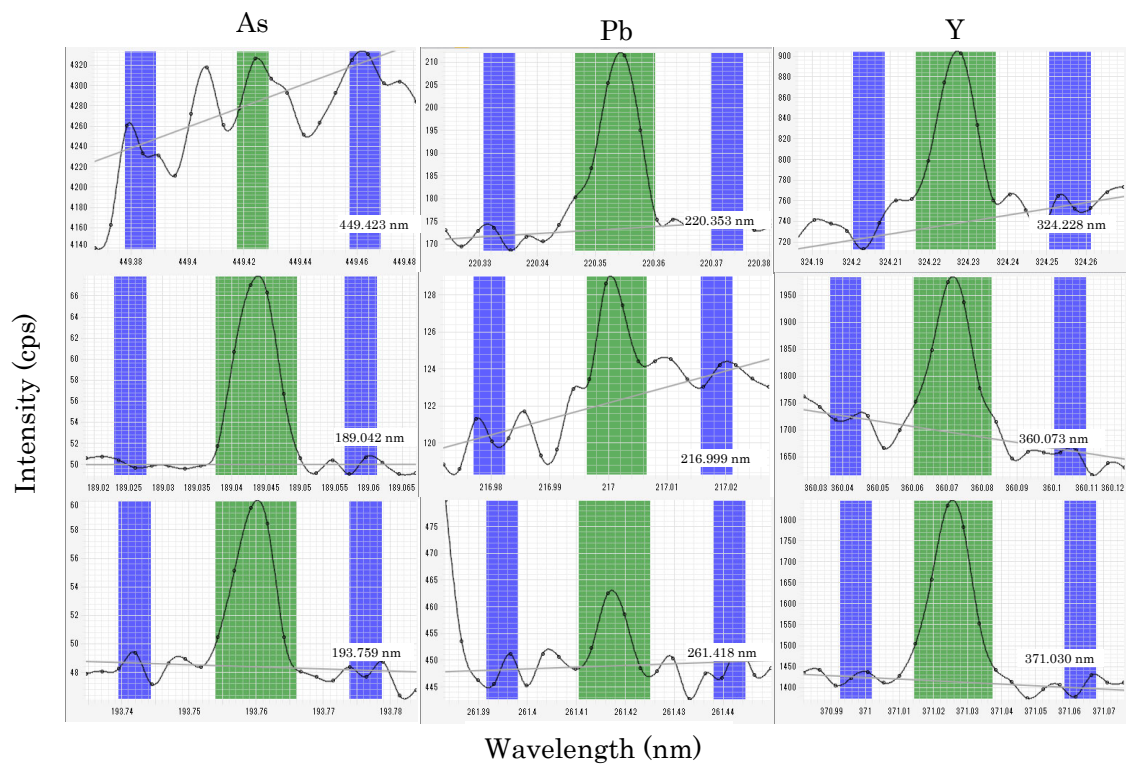


図 3-3 亜硫酸ナトリウム As・Pb 添加検液 1（試料濃度：0.02 mg/mL、As 3 μ g/g、Pb 5 μ g/g 相当添加、内標準（Y）濃度 0.01 μ g/mL）中の As、Pb 及び Y の波長スペクトル

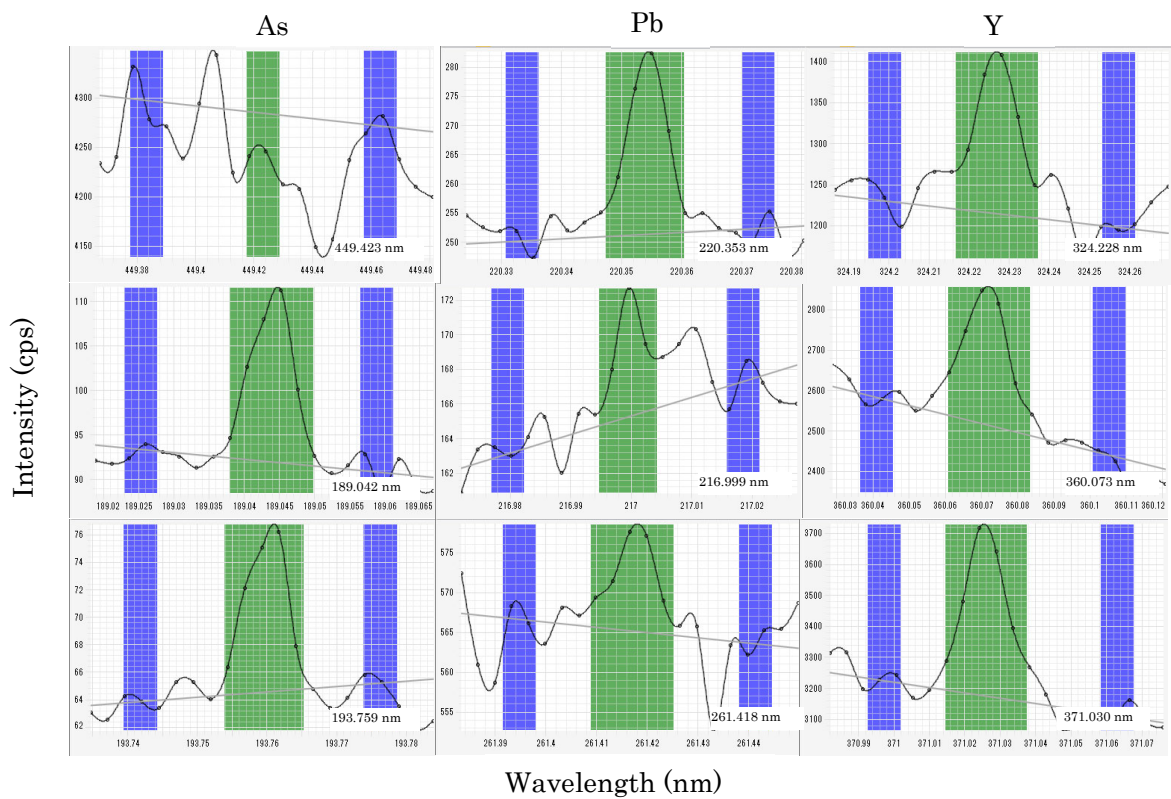


図 3-4 塩化カルシウム As・Pb 添加検液 1（試料濃度：0.02 mg/mL、As 3 μ g/g、Pb 2 μ g/g 相当添加、内標準（Y）濃度 0.01 μ g/mL）中の As、Pb 及び Y の波長スペクトル

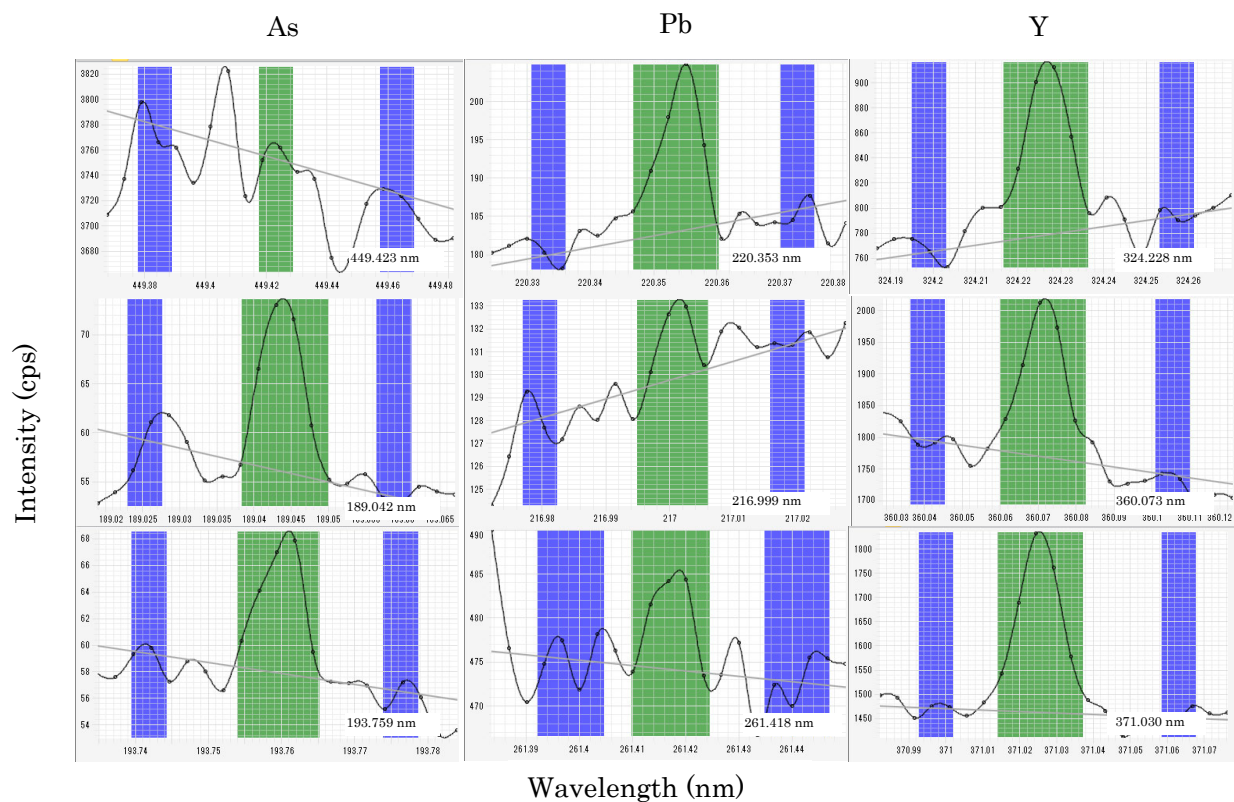


図 3-5 炭酸カリウム As・Pb 添加検液 1 (試料濃度: 0.02 mg/mL、As 3 μ g/g、Pb 2 μ g/g 相当添加、内標準 (Y) 濃度 0.01 μ g/mL) 中の As、Pb 及び Y の波長スペクトル

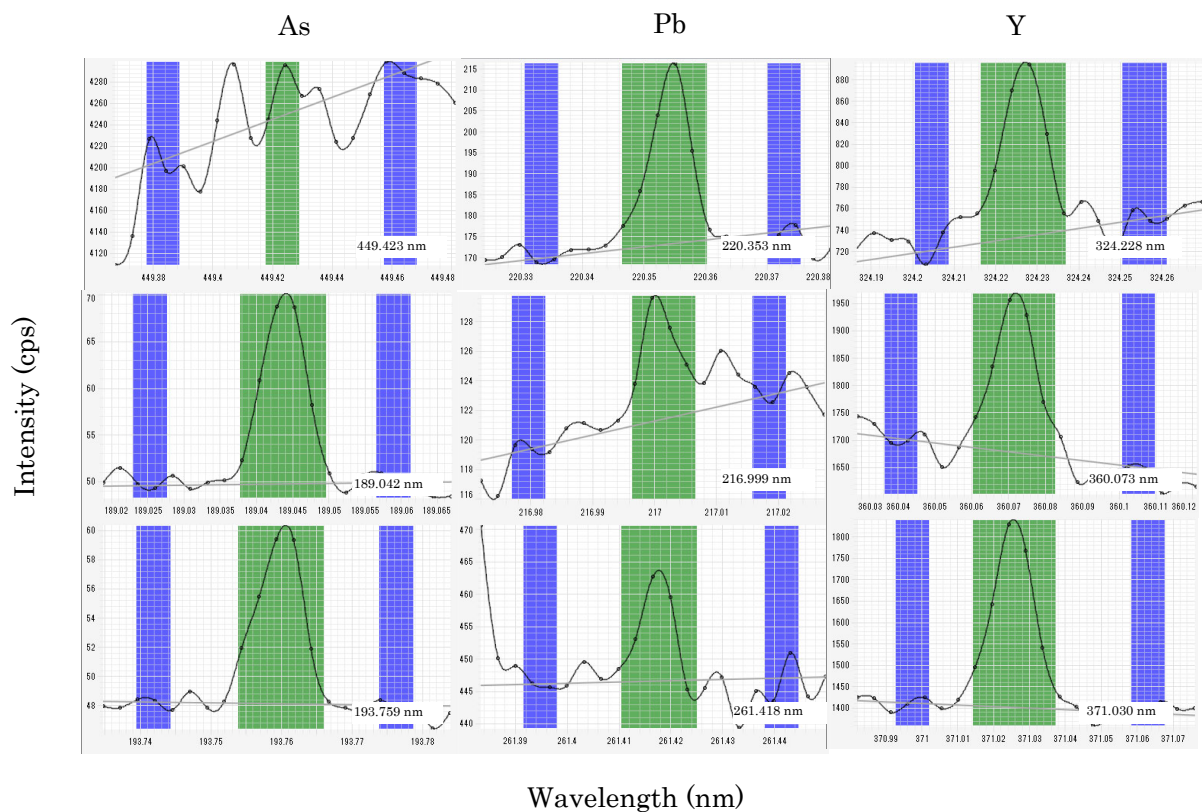


図 3-6 硫酸マグネシウム As・Pb 添加検液 (試料濃度: 0.02 mg/mL、As 3 μ g/g、Pb 2 μ g/g 相当添加、内標準 (Y) 濃度 0.01 μ g/mL) 中の As、Pb 及び Y の波長スペクトル

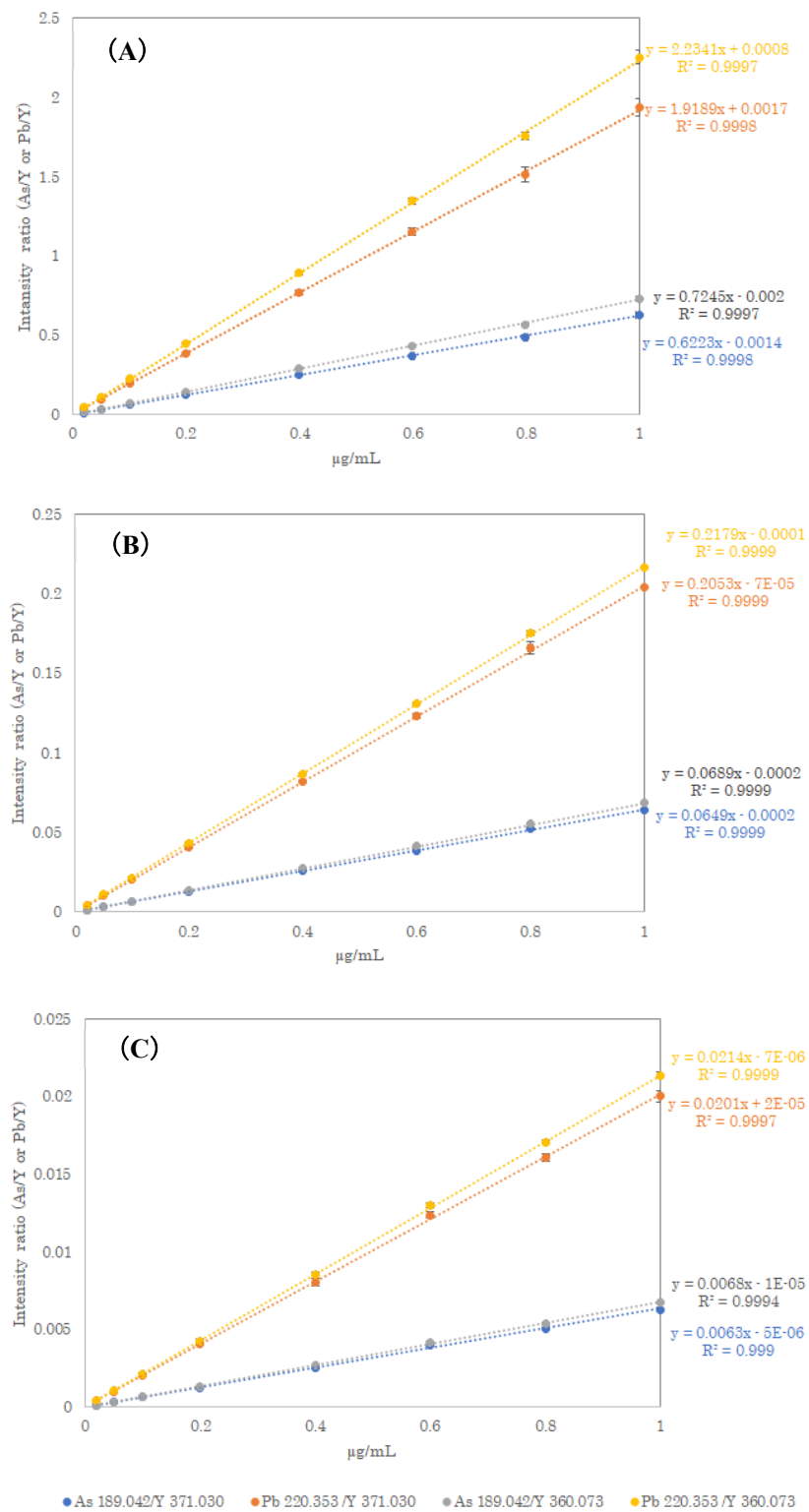


図 3-7 異なる内標準濃度での As 及び Pb の検量線 (n=3 の平均)
(内標準 (Y) 濃度、A : 0.01 μg/mL、B : 0.1 μg/mL、C : 1.0 μg/mL)

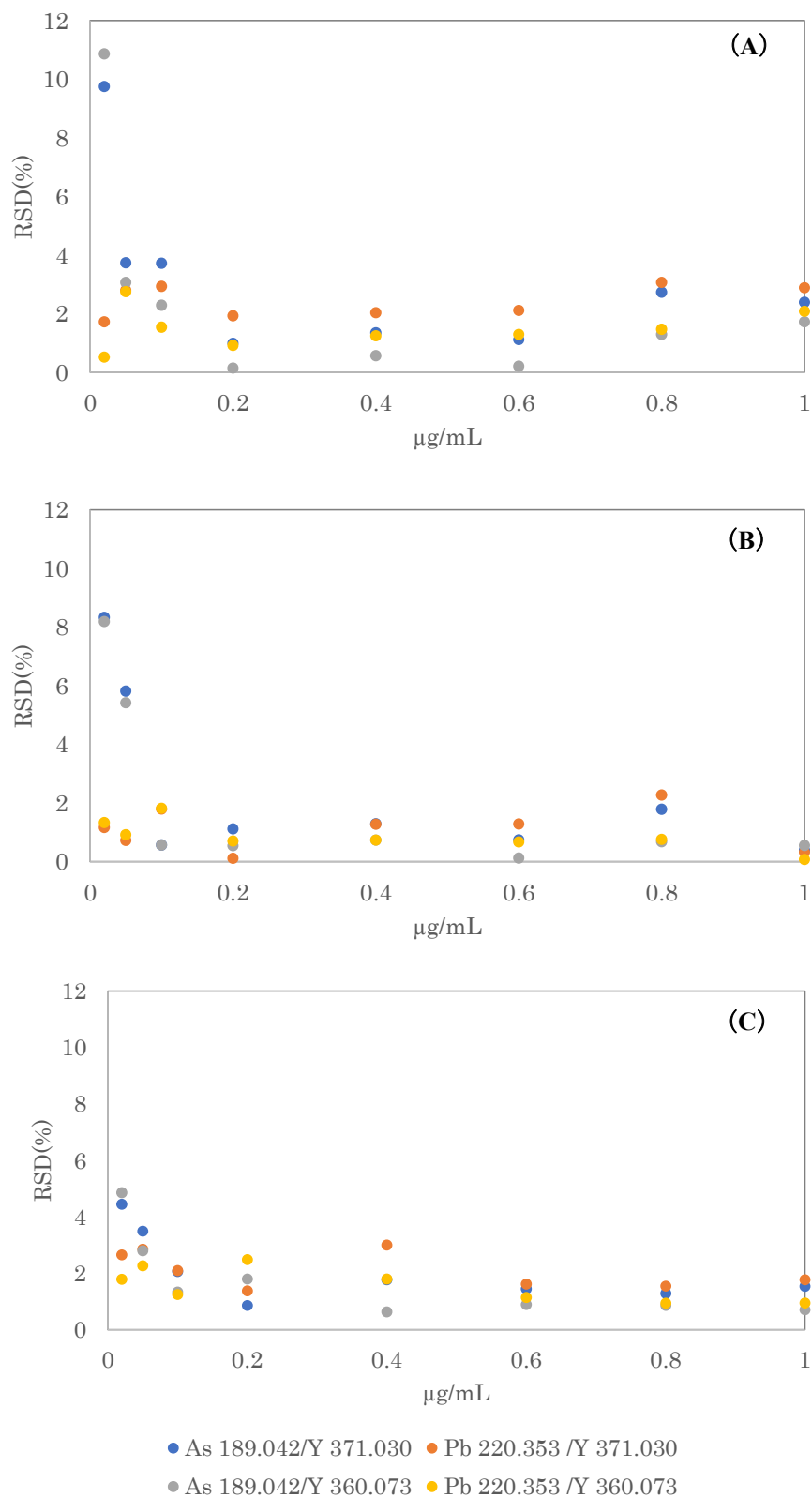


図 3-8 As・Pb 混合標準溶液の各濃度における As 及び Pb 強度の相対標準偏差 (n=3)
(内標準 (Y) 濃度、A : 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、B : 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、C : 1.0 $\mu\text{g/mL}$)

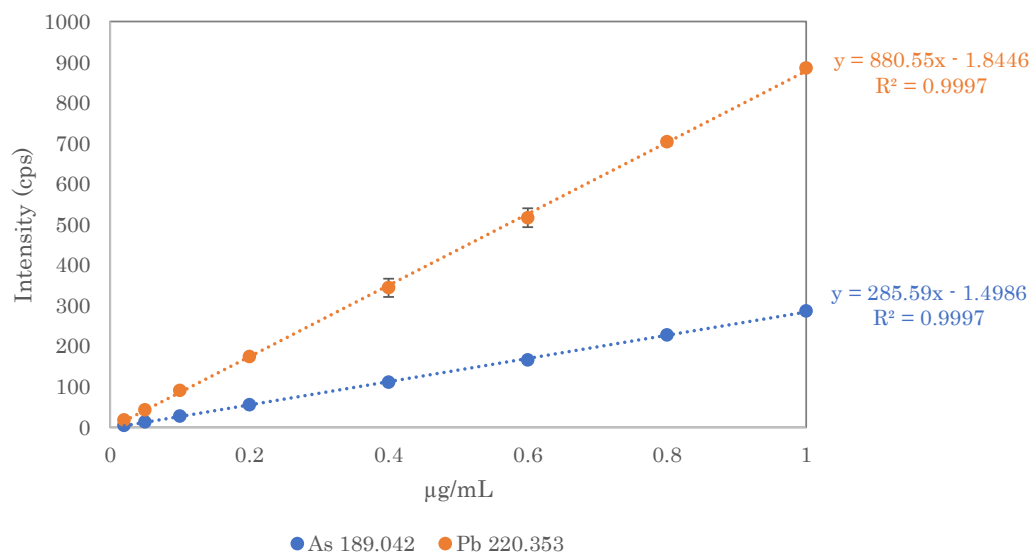


図 3-9 ICP-OES による As 及び Pb の絶対検量線
(各濃度 n=3 の平均強度、エラーバーは標準偏差)

表 3-27 検量線用 Pb 及び As 混合標準溶液調製法及び濃度（内標準濃度：0.01 µg/mL）

	添加量（mL）							
①As・Pb 混合標準溶液（各 1 µg/mL）	1	2.5	5					
②As・Pb 混合標準溶液（各 10 µg/mL）				1	2	3	4	5
③内標準溶液（Y：1 µg/mL）	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
定容量（mL）	50	50	50	50	50	50	50	50
	濃度（µg/mL）							
Pb 濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
As 濃度（µg/mL）	0.02	0.05	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
混合標準溶液中の内標準濃度（µg/mL）	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01

表 3-28 各添加試料及び検液の調製方法

対象品目：塩化カルシウム、炭酸カリウム、硫酸マグネシウム		
	As 分析用 検液	Pb 分析用 検液
試料採取量（g）	2	
As・Pb 添加用混合標準溶液 1 の添加量（mL）	0.5	
試料中の As 濃度（μg/g）	3	
試料中の Pb 濃度（μg/g）	2	
キレート固相カートリッジ通液後の処理		
As 分析用試料液定容量（mL）	50	
As 分析用試料液分取量（mL）	5	
（カートリッジ溶出後）Pb 分析用試料液定容量（mL）		10*
Pb 分析用試料液分取量（mL）		1
内標準溶液（Y:1 μg/mL）添加量（mL）	0.5	0.5
As 分析用検液・Pb 分析用検液中の内標準濃度（μg/mL）	0.01	0.01
As 分析用検液・Pb 分析用検液検液定容量（mL）	10*	10
検液中の試料濃度（g/mL）	0.02	—

*硝酸（1→100）で定容

表 3-29 亜硫酸ナトリウム添加試料及び検液の調製方法

対象品目：亜硫酸ナトリウム		
	As 分析用 検液	Pb 分析用 検液
試料採取量（g）	2	
As・Pb 添加用混合標準溶液 2 の添加量（mL）	0.5	
試料中の As 濃度（μg/ g）	3	
試料中の Pb 濃度（μg/ g）	5	
キレート固相カートリッジ通液後の処理		
As 分析用試料液定容量（mL）	50	
As 分析用試料液分取量（mL）	5	
（カートリッジ溶出後）Pb 分析用試料液定容量（mL）		10*
Pb 分析用試料液分取量（mL）		1
内標準溶液（Y:1 μg/mL）添加量（mL）	0.5	0.5
As 分析用検液・Pb 分析用検液中の内標準（μg/mL）	0.01	0.01
As 分析用検液・Pb 分析用検液定容量（mL）	10*	10
As 分析用検液中の試料濃度（g/mL）	0.02	—

* 硝酸 (1→100) で定容

表 3-30 As 標準添加用検液の調製 1

対象品目：塩化カルシウム、炭酸カリウム、硫酸マグネシウム				
	As 標準添加検液			
	A	B	C	D
試料採取量 (g)	2			
試料中の As 濃度 (μg/ g)	3			
試料中の Pb 濃度 (μg/ g)	2			
As・Pb 添加用混合標準溶液 1 の添加量 (mL)	0.5			
キレート固相カートリッジ通液				
As 分析用試料液定容量 (mL)	50			
As 分析用試料液分取量 (mL)	5	5	5	5
内標準溶液 (Y:1 μg/mL)添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
検液中の内標準濃度 (μg/mL)	0.01	0.01	0.01	0.01
標準添加法用 As 標準液(1 μg/mL) 添加量 (mL)	0	0.2	0.4	0.8
As 標準添加用検液定容量 (mL)**	10	10	10	10
As 標準添加用検液 As 濃度 (μg/mL)	0	0.02	0.04	0.08
As 標準添加用検液中の試料濃度 (g/mL)	0.02	0.02	0.02	0.02

*硝酸 (1→100) で定容

表-31 As 標準添加用検液の調製 2

対象品目：亜硫酸ナトリウム				
	As 標準添加検液			
	A	B	C	D
試料採取量 (g)	2			
試料中の As 濃度 (μg/ g)	3			
試料中の Pb 濃度 (μg/ g)	5			
As・Pb 添加用混合標準溶液 2 の添加量 (mL)	0.5			
キレート固相カートリッジ通液				
As 分析用試料液定容量 (mL)	50			
As 分析用試料液分取量 (mL)	5	5	5	5
内標準溶液 (Y:1 μg/mL)添加量 (mL)	0.5	0.5	0.5	0.5
検液中の内標準濃度 (μg/mL)	0.01	0.01	0.01	0.01
標準添加法用 As 標準液(1 μg/mL) 添加量 (mL)	0	0.2	0.4	0.8
As 標準添加用検液定容量 (mL)**	10	10	10	10
As 標準添加用検液 As 濃度 (μg/mL)	0	0.02	0.04	0.08
As 標準添加用検液中の試料濃度 (g/mL)	0.02	0.02	0.02	0.02

*硝酸 (1→100) で定容

表 3-32 亜硫酸ナトリウム に対する As 添加回収試験結果 (As 添加濃度 As として 3 µg/g (検液中 As 濃度 0.06 µg/mL))

定量方法	絶対検量線法				内標準法				標準添加法			
測定波長	As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0		0		0	
As 分析用検液 1	0.049	81.6	0.048	80.2	0.069	115.5	0.070	116.5	0.057	95.4	0.057	95.4
As 分析用検液 2	0.050	83.4	0.047	78.5	0.072	119.4	0.069	115.5	0.059	98.2	0.060	99.5
As 分析用検液 3	0.050	82.7	0.048	79.2	0.072	119.5	0.071	117.7	0.058	95.9	0.064	106.3
Average	0.050	82.6	0.048	79.3	0.071	118.1	0.070	116.5	0.058	96.5	0.060	100.4
RSD(%)	1.1	1.1	1.1	1.1	1.9	1.9	0.9	0.9	1.5	1.5	5.5	5.5

表 3-33 亜硫酸ナトリウムに対する Pb 添加回収試験結果 (Pb 添加濃度 Pb として 5 µg/g (検液中 As 濃度 0.1 µg/mL))

定量方法	絶対検量線法				内標準法			
測定波長	Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm		Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm	
	定量値 (µg/mL)	定量値 (µg/mL)	定量値 (µg/mL)	定量値 (µg/mL)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0	
Pb 分析用検液 1	0.063	63.1	0.062	61.5	0.063	63.3	0.062	61.8
Pb 分析用検液 2	0.070	69.5	0.072	72.3	0.071	70.9	0.074	73.9
Pb 分析用検液 3	0.069	69.2	0.074	74.2	0.070	70.4	0.076	75.6
Average	0.067	67.3	0.069	69.3	0.068	68.2	0.070	70.4
RSD(%)	5.4	5.4	9.9	9.9	6.2	6.2	10.6	10.6

表 3-34 塩化カルシウム に対する As 添加回収試験結果（As 添加濃度 As として 3 µg/g（検液中 As 濃度 0.06 µg/mL））

定量方法	絶対検量線法				内標準法				標準添加法			
測定波長	As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0		0		0	
As 分析用検液 1	0.056	93.9	0.055	91.2	0.074	117.7	0.073	109.0	0.062	98.0	0.062	91.3
As 分析用検液 2	0.053	88.1	0.055	91.6	0.071	112.5	0.075	112.2	0.059	92.1	0.066	99.2
As 分析用検液 3	0.056	93.2	0.057	95.4	0.075	118.5	0.078	116.4	0.065	102.2	0.072	108.8
Average	0.055	91.8	0.06	92.7	0.07	116.2	0.08	112.5	0.06	97.5	0.07	99.8
RSD(%)	3.4	3.4	2.5	2.5	2.7	2.8	3.0	3.3	4.9	5.2	7.9	8.7

表 3-35 塩化カルシウム に対する Pb 添加回収試験結果（Pb 添加濃度 Pb として 2 µg/g（検液中 Pb 濃度 0.04 µg/mL））

定量方法	絶対検量線法				内標準法			
測定波長	Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm		Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0	0	0	0	0	0	0	0
Pb 分析用検液 1	0.039	88.3	0.034	74.2	0.038	73.7	0.035	80.3
Pb 分析用検液 2	0.040	89.3	0.040	90.5	0.045	92.3	0.042	96.0
Pb 分析用検液 3	0.041	93.7	0.043	96.6	0.042	84.7	0.043	99.3
Average	0.04	90.4	0.04	87.1	0.04	83.6	0.04	91.9
RSD(%)	2.9	3.2	11.9	13.3	9.0	11.2	10.2	11.1

表 3-36 炭酸カリウムに対する As 添加回収試験結果（As 添加濃度 As として 3 µg/g（検液中 As 濃度 0.06 µg/mL））

定量方法	絶対検量線法				内標準法				標準添加法			
測定波長	As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0		0		0	
As 分析用検液 1	0.059	98.8	0.059	97.6	0.085	142.1	0.086	143.5	0.063	104.5	0.073	120.9
As 分析用検液 2	0.056	93.6	0.058	96.9	0.081	135.3	0.086	143.2	0.059	98.2	0.070	116.6
As 分析用検液 3	0.053	87.8	0.052	87.1	0.075	125.7	0.077	127.8	0.067	111.7	0.064	106.3
Average	0.056	93.4	0.056	93.9	0.081	134.4	0.083	138.2	0.063	104.8	0.069	114.61
RSD(%)	5.9	5.9	6.3	6.3	6.1	6.1	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5

表 3-37 炭酸カリウム に対する Pb 添加回収試験結果（Pb 添加濃度 Pb として 2 µg/g（検液中 Pb 濃度 0.04 µg/mL））

定量方法	絶対検量線法				内標準法			
測定波長	Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm		Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0	
Pb 分析用検液 1	0.035	86.5	0.040	101.2	0.042	104.9	0.043	106.8
Pb 分析用検液 2	0.031	78.6	0.035	87.8	0.039	97.4	0.038	93.9
Pb 分析用検液 3	0.034	85.4	0.034	86.1	0.041	103.0	0.036	90.7
Average	0.03	83.5	0.04	91.7	0.04	101.8	0.04	97.1
RSD(%)	5.2	5.2	9.0	9.0	3.8	3.8	8.8	8.8

表 3-38 硫酸マグネシウムに対する As 添加回収試験結果 (As 添加濃度 As として 3 µg/g (検液中 As 濃度 0.06 µg/mL))

定量方法 測定波長	絶対検量線法				内標準法				標準添加法			
	As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm		As 189.042 nm		As 193.759 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0		0		0	
As 分析用検液 1	0.054	90.4	0.052	87.4	0.071	115.7	0.070	107.8	0.060	96.5	0.066	95.9
As 分析用検液 2	0.052	87.4	0.051	85.3	0.067	108.1	0.067	101.2	0.060	97.0	0.061	89.1
As 分析用検液 3	0.053	88.4	0.053	87.7	0.067	108.8	0.068	103.6	0.055	87.5	0.063	91.6
Average	0.053	88.7	0.052	86.8	0.069	110.9	0.068	104.2	0.058	93.7	0.1	92.2
RSD(%)	1.7	1.7	1.5	1.5	3.7	3.8	2.9	3.2	5.5	5.7	3.2	3.7

表 3-39 硫酸マグネシウムに対する Pb 添加回収試験結果 (Pb 添加濃度 Pb として 2 µg/g (検液中 Pb 濃度 0.04 µg/mL))

定量方法 測定波長	絶対検量線法				内標準法			
	Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm		Pb 220.353 nm		Pb 261.418 nm	
	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)	定量値 (µg/mL)	回収率 (%)
BLK	0		0		0		0	
Pb 分析用検液 1	0.039	98.0	0.040	93.3	0.039	94.4	0.040	90.6
Pb 分析用検液 2	0.039	98.4	0.043	100.0	0.040	95.7	0.043	98.2
Pb 分析用検液 3	0.038	95.5	0.040	92.9	0.038	92.0	0.040	90.1
Average	0.039	97.3	0.041	95.4	0.039	94.0	0.041	93.0
RSD(%)	1.6	1.6	3.9	4.2	1.9	2.0	4.5	4.9

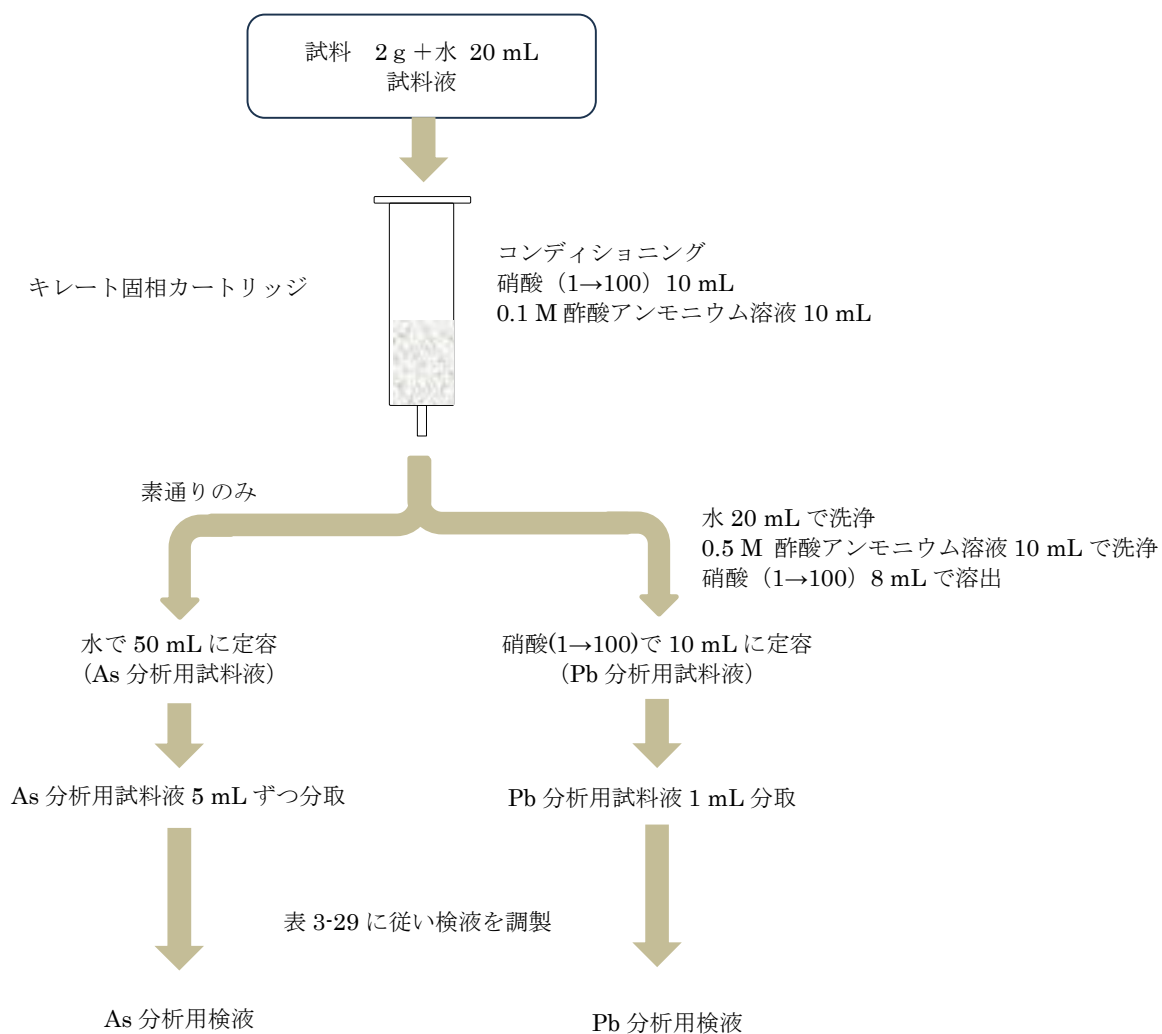


図 3-10 検液調製方法の概要

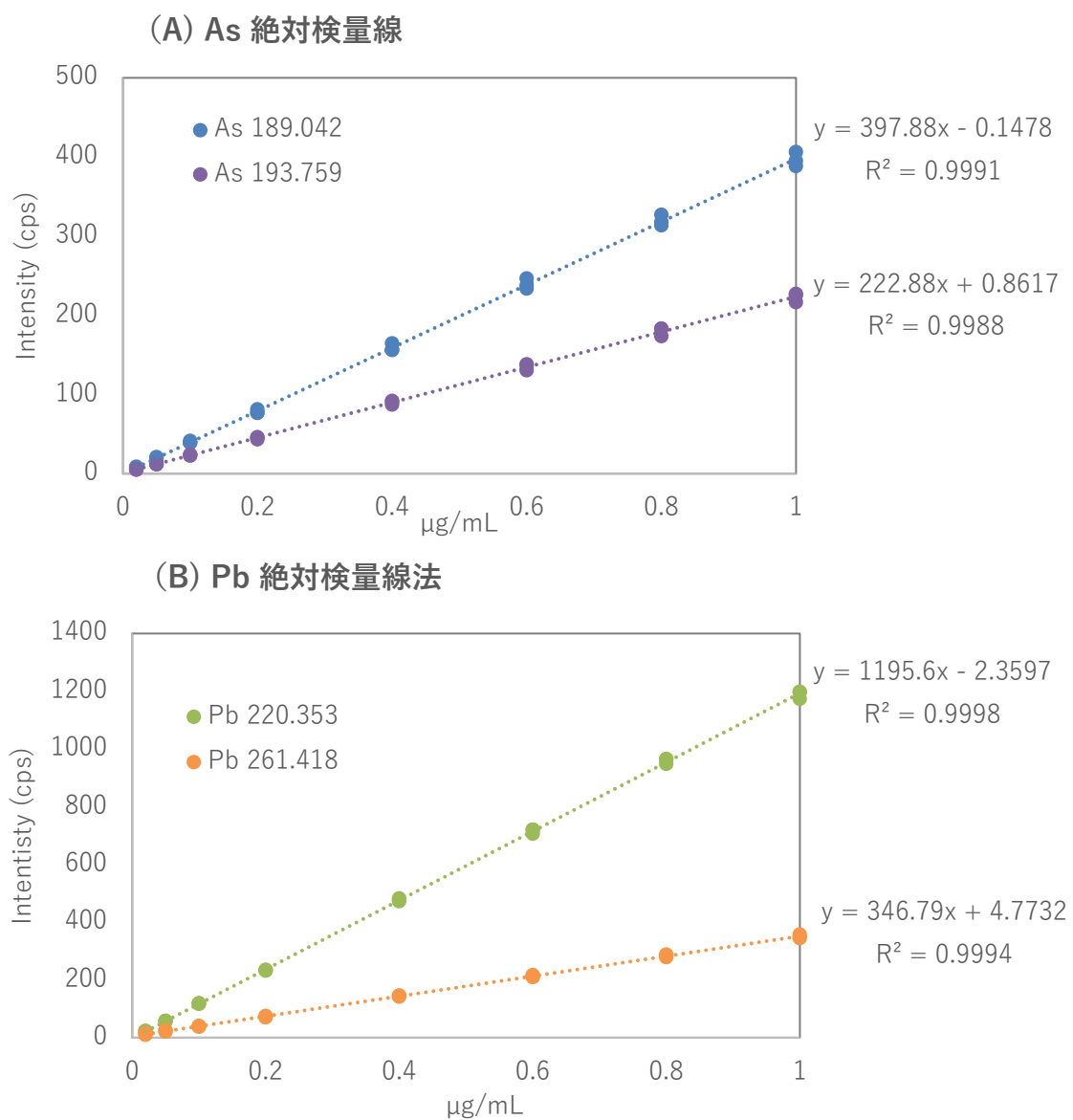


図 3-11 ICP-OES による As 及び Pb の絶対検量線 (n=3 の平均)
(As 測定波長 : 189.042 nm、193.759 nm、Pb 測定波長 : 220.353 nm、261.418 nm)

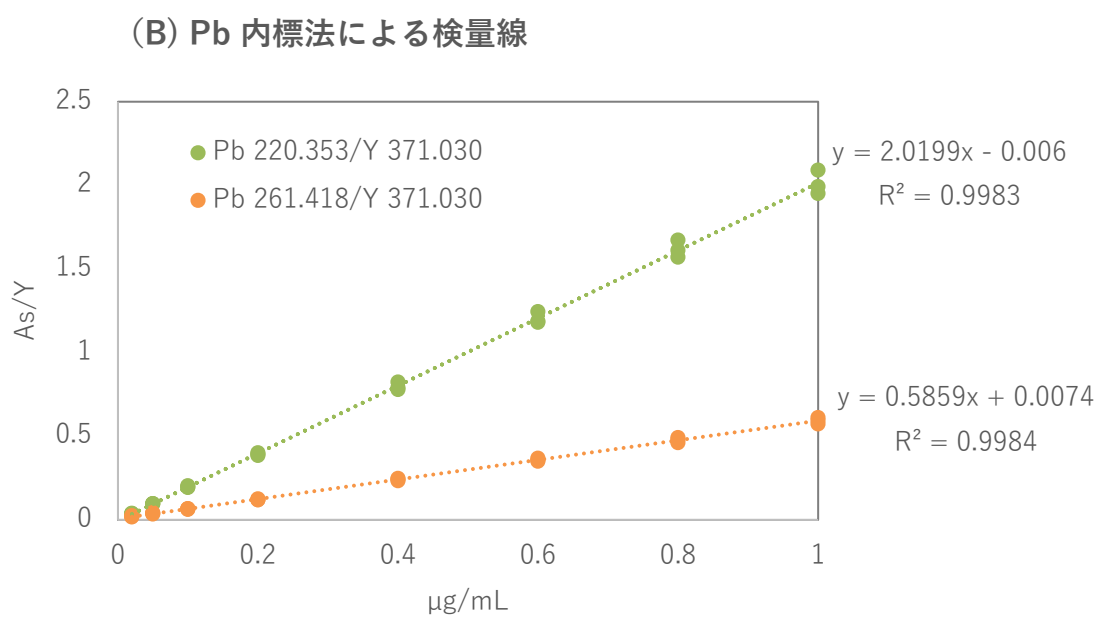
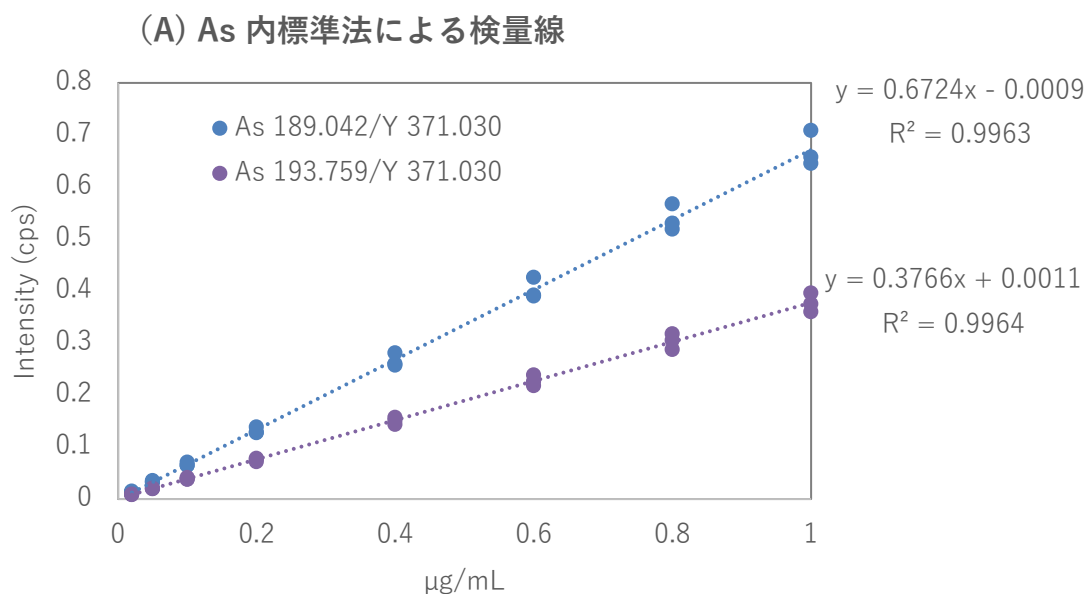
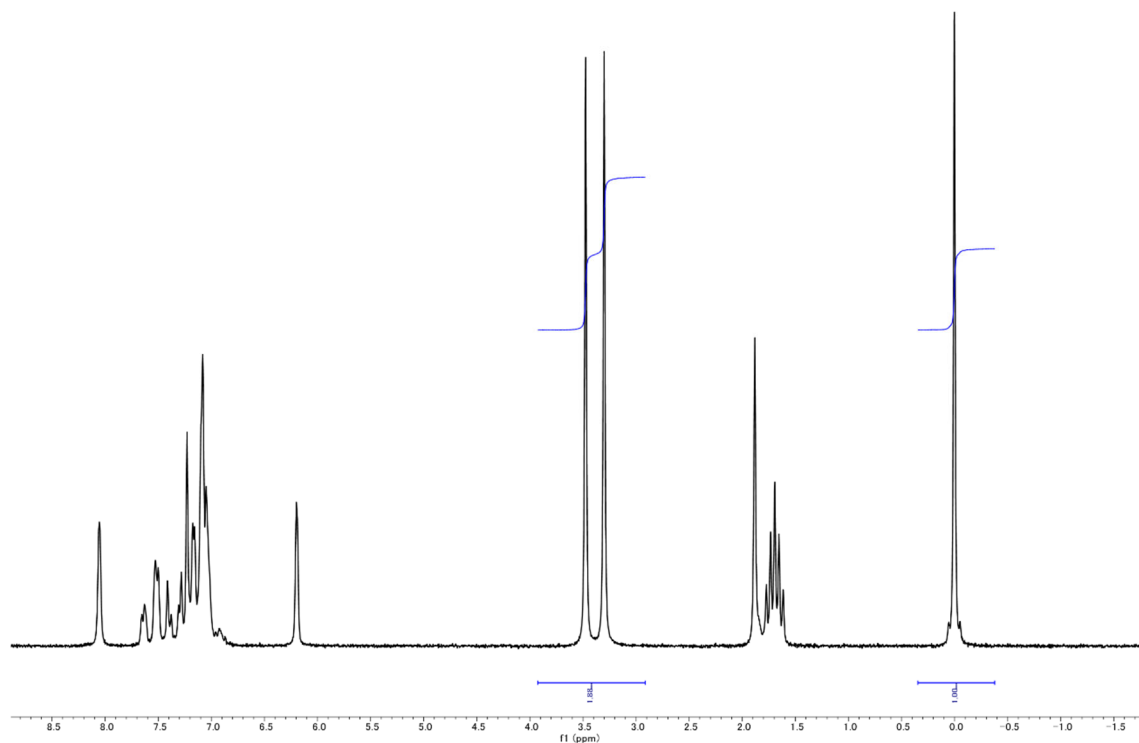


図 3-12 ICP-OES による As 及び Pb の内標準法による検量線 (n=3 の平均) (As 測定波長 : 189.042 nm、193.759 nm、Pb 測定波長 : 220.353 nm、261.418 nm、Y 測定波長 : 371.030 nm、内標準 (Y) 濃度 : 0.01 μg/mL)

表 4-1. 各定量用標準品における 600 MHz と 60 MHz から算出した qNMR 純度の差

定量用標準品	規格値	絶対純度の差
アゾキシストロビン	99.0%以上	0.8%
カフェイン	98.0%以上	0.6%
ジフェニルアミン	99%以上	0.5%
ジフェノコナゾール	97.0%以上	1.2%
<i>p</i> -ヒドロキシ安息香酸	98.0%以上	1.8%
<i>p</i> -ヒドロキシ安息香酸メチル	98.0%以上	0.4%
ピリメタニル	99.0%以上	0.8%
フルジオキシニル	99.0%以上	1.4%
プロピコナゾール	97.0%以上	0.4%
ロスマリン酸	95%以上	1.4%



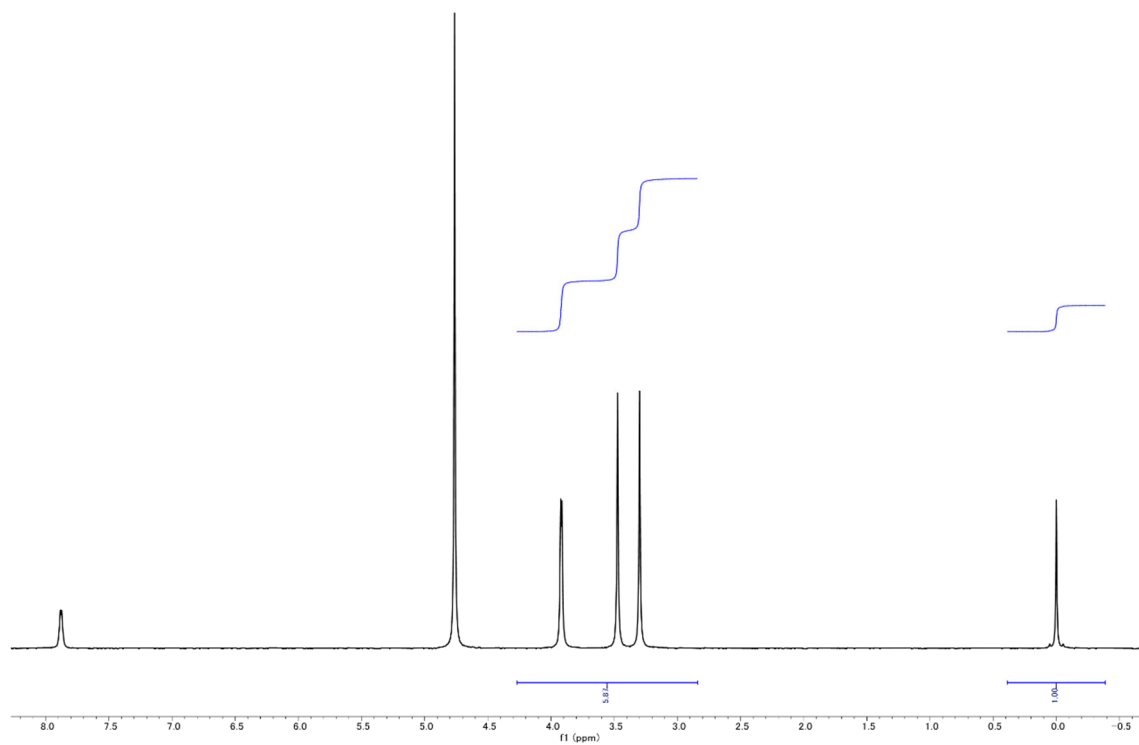
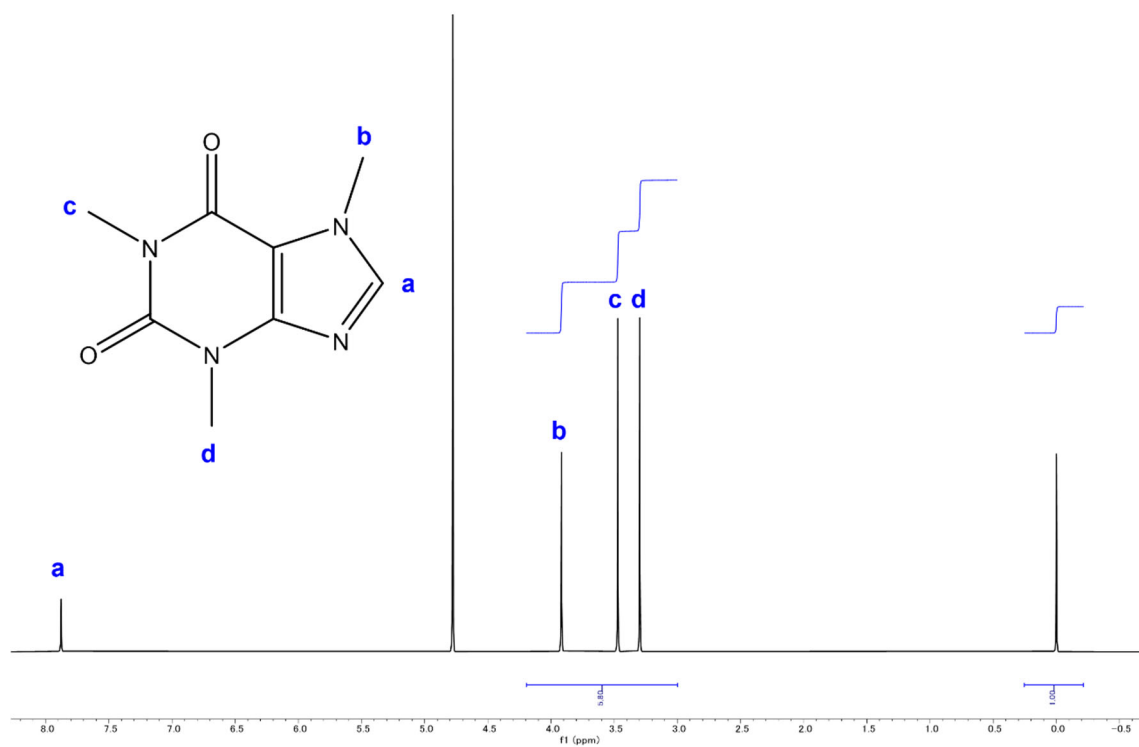


図 4-2 カフェインの qNMR スペクトル

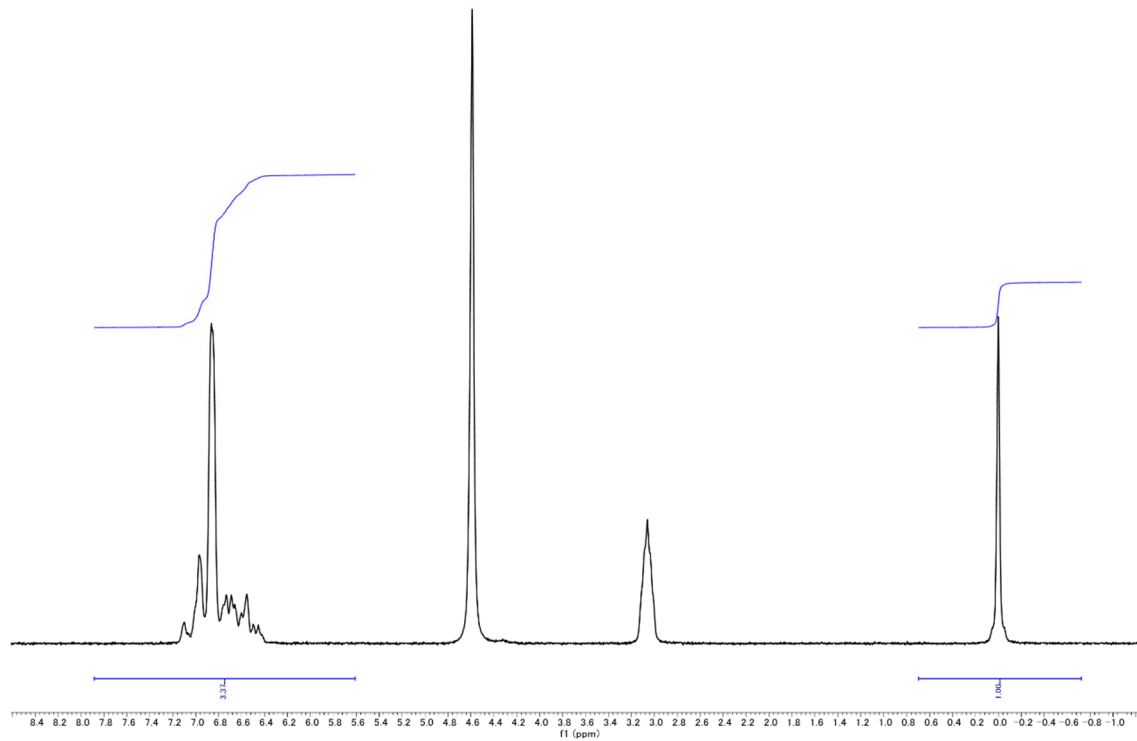
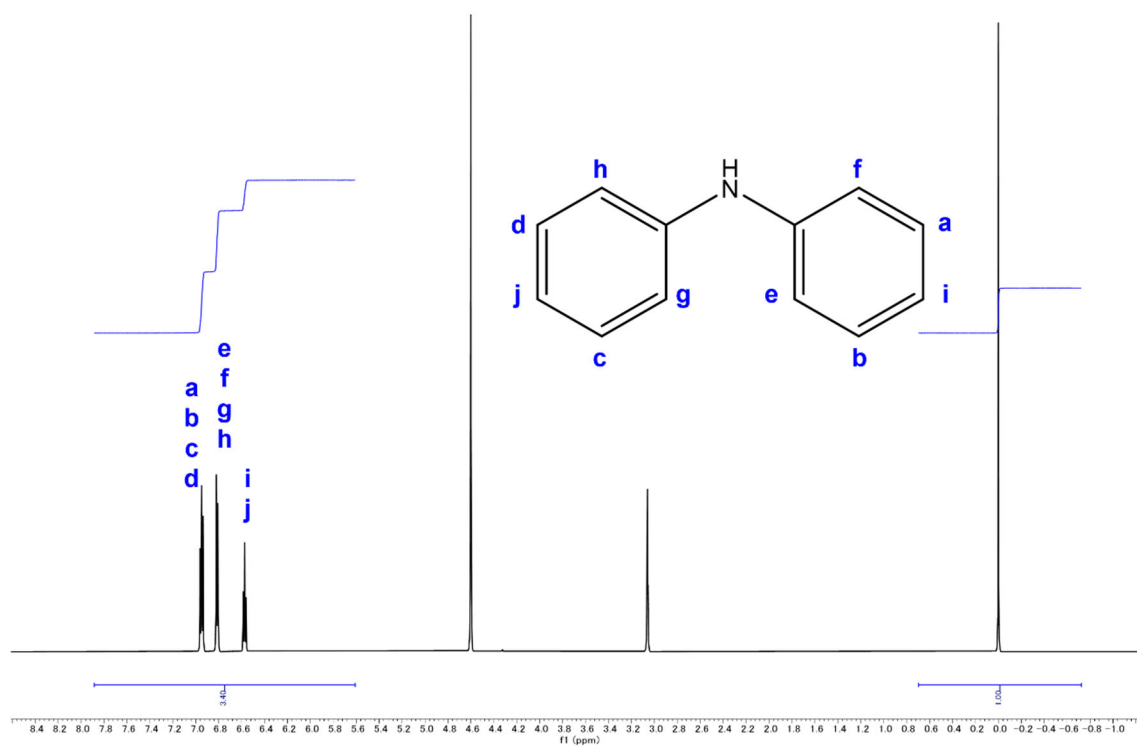


図 4-3 ジフェニルアミンの qNMR スペクトル

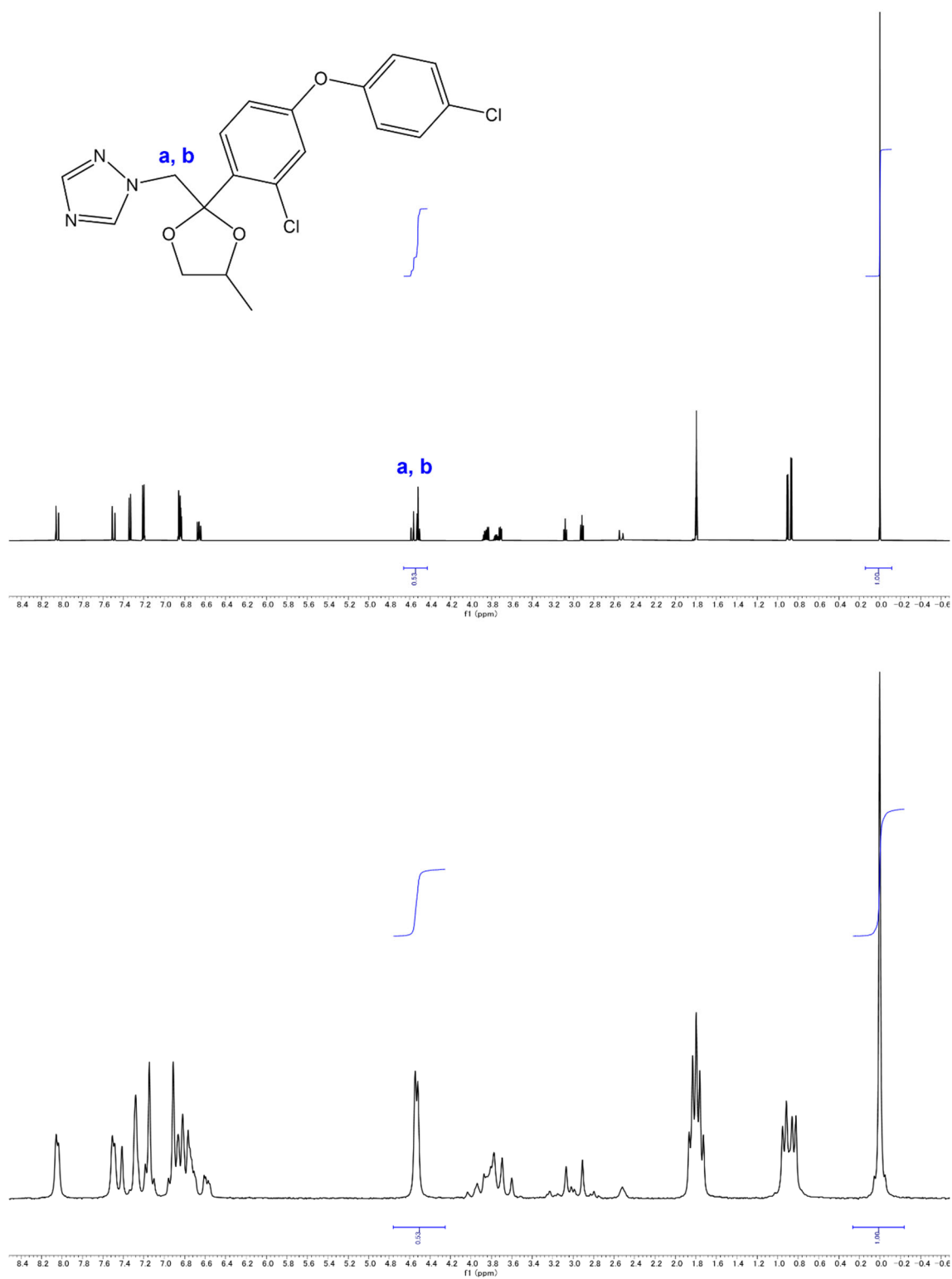


図 4-4 ジフェノコナゾールの ^1H NMR スペクトル

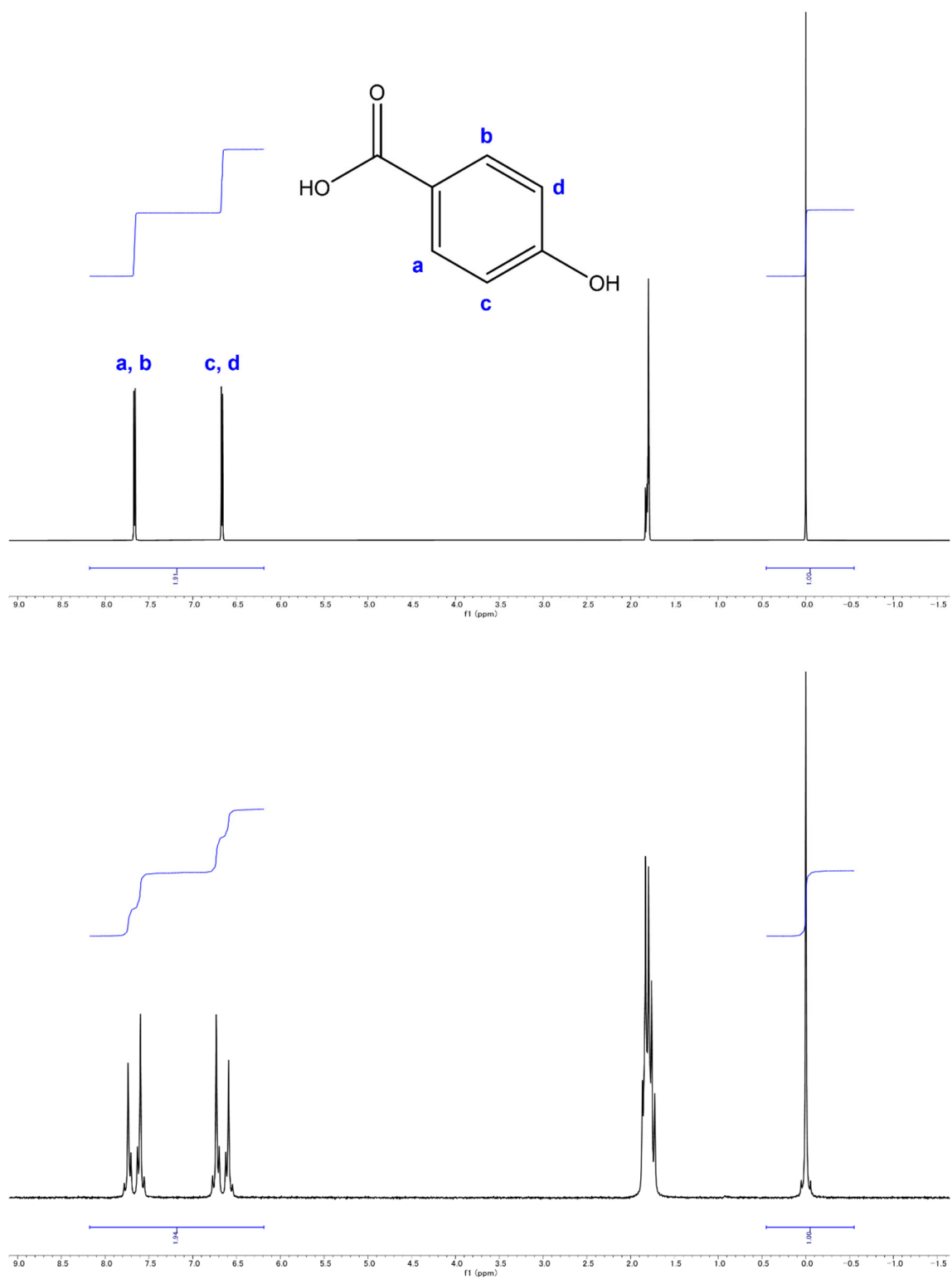


図 4-5 *p*-ヒドロキシ安息香酸の ^1H NMR スペクトル

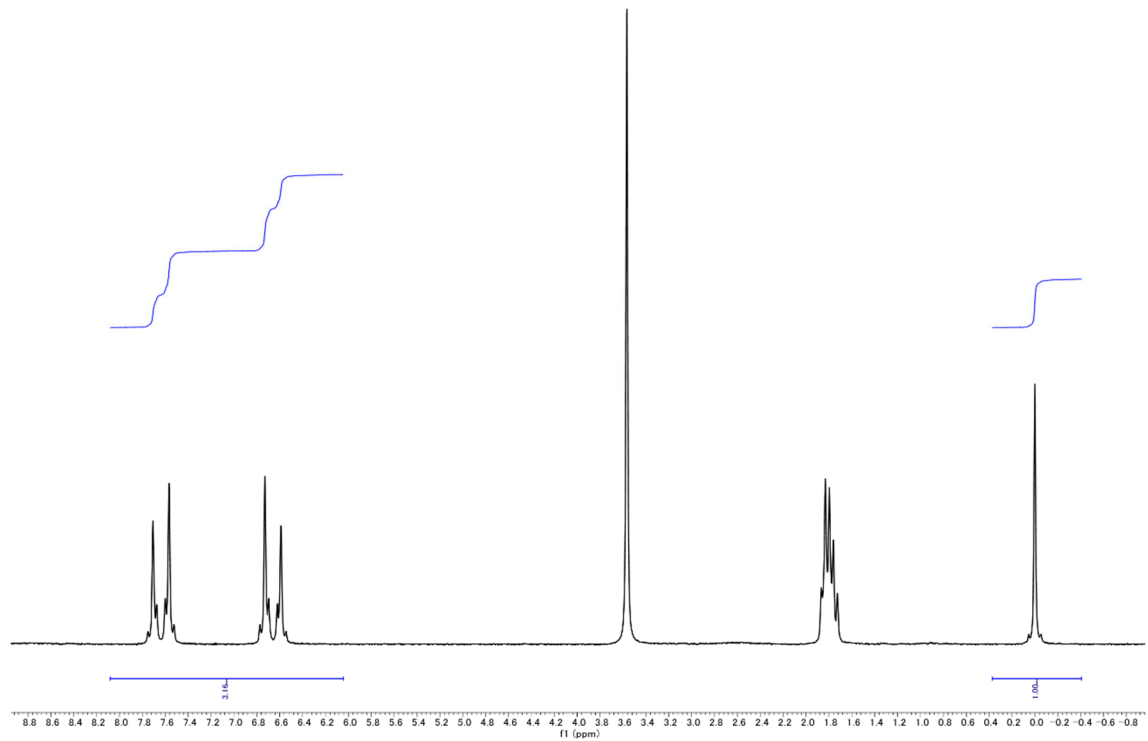
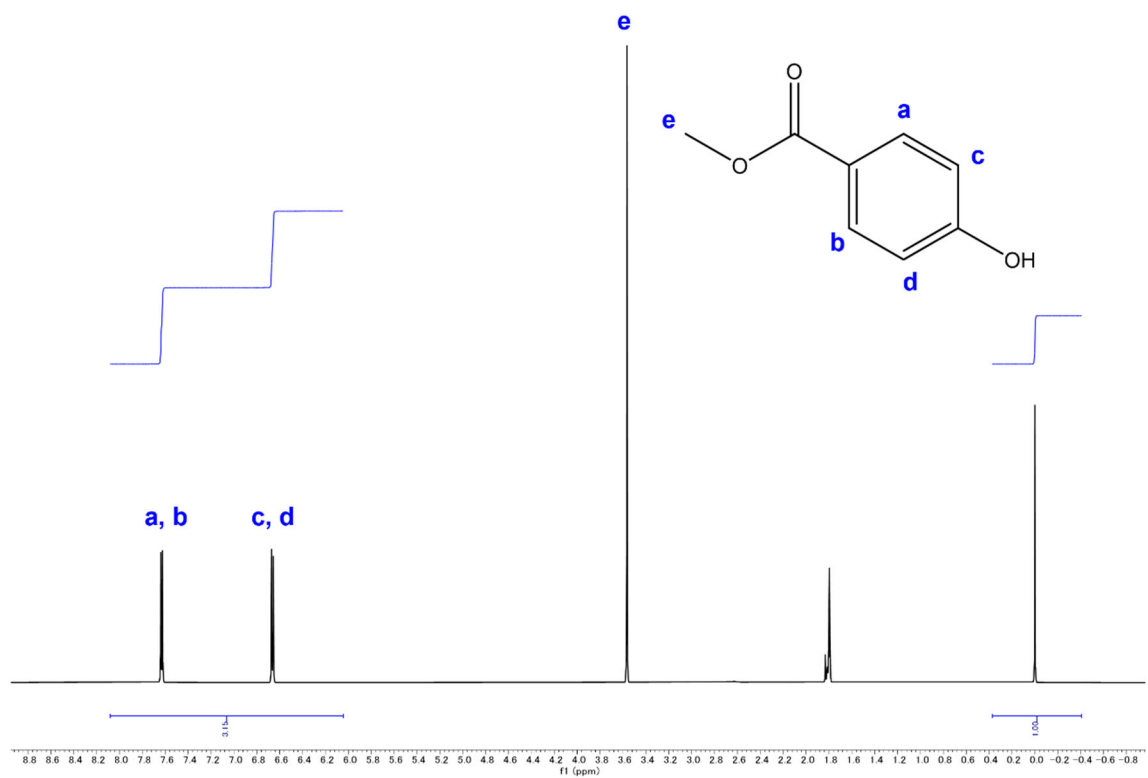


図 4-6 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの qNMR スペクトル

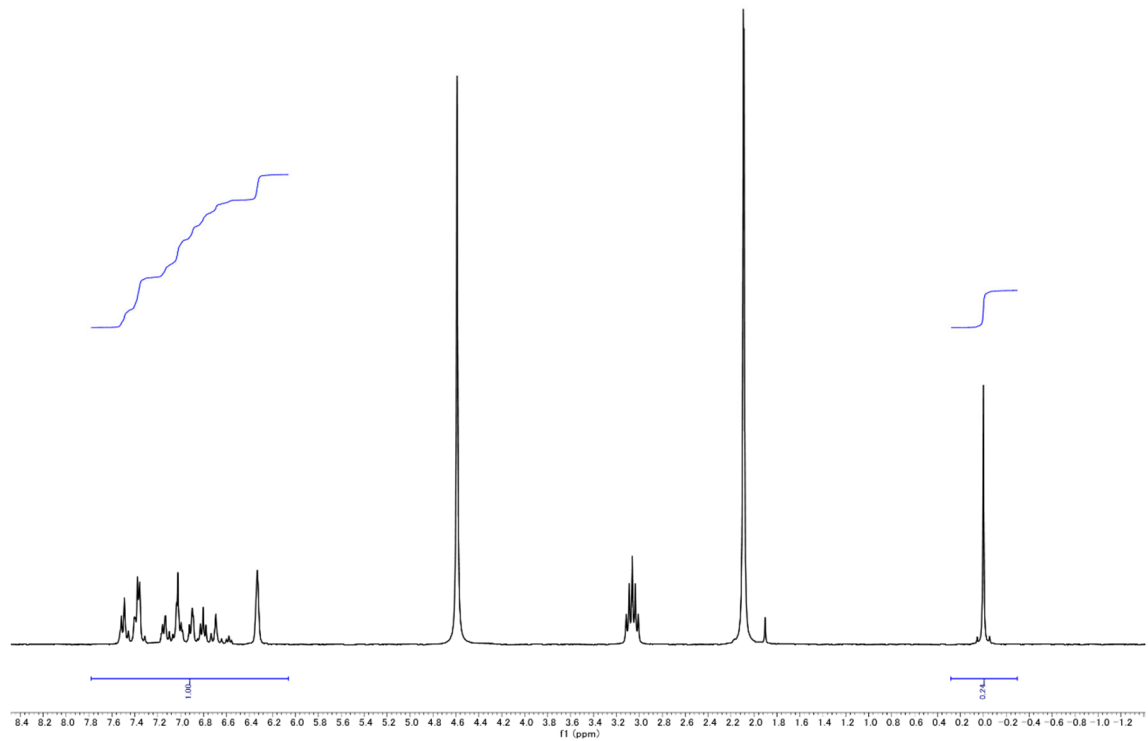
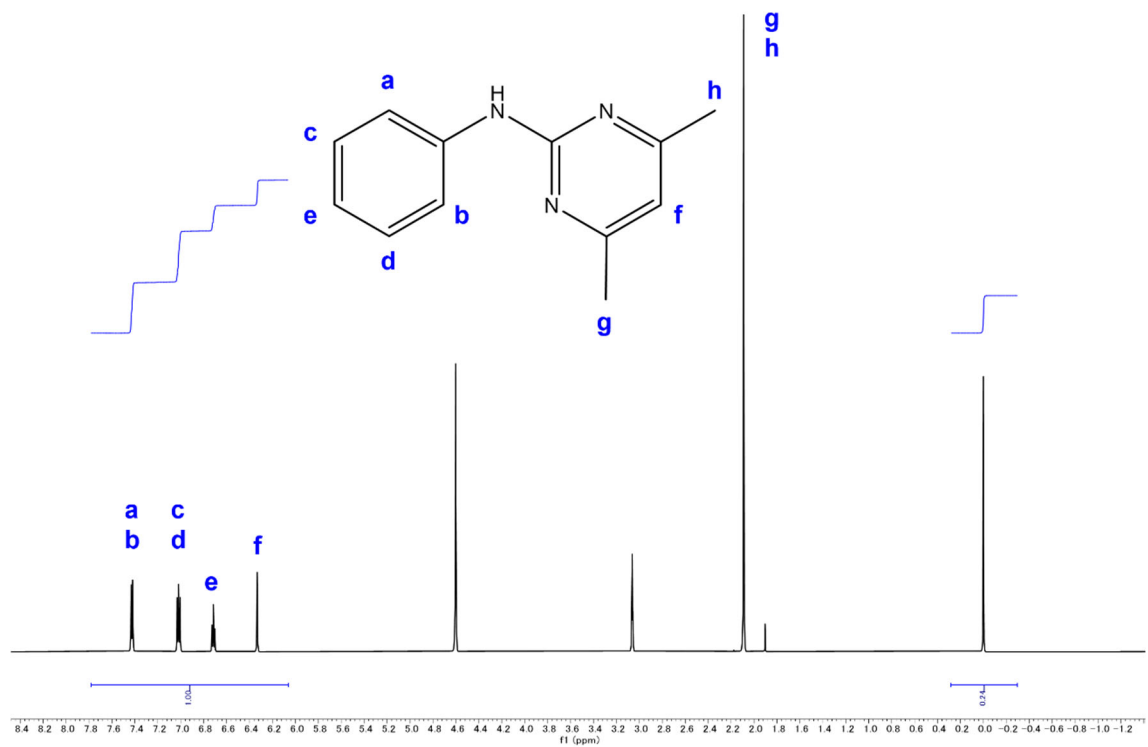


図 4-7 ピリメタニルの qNMR スペクトル

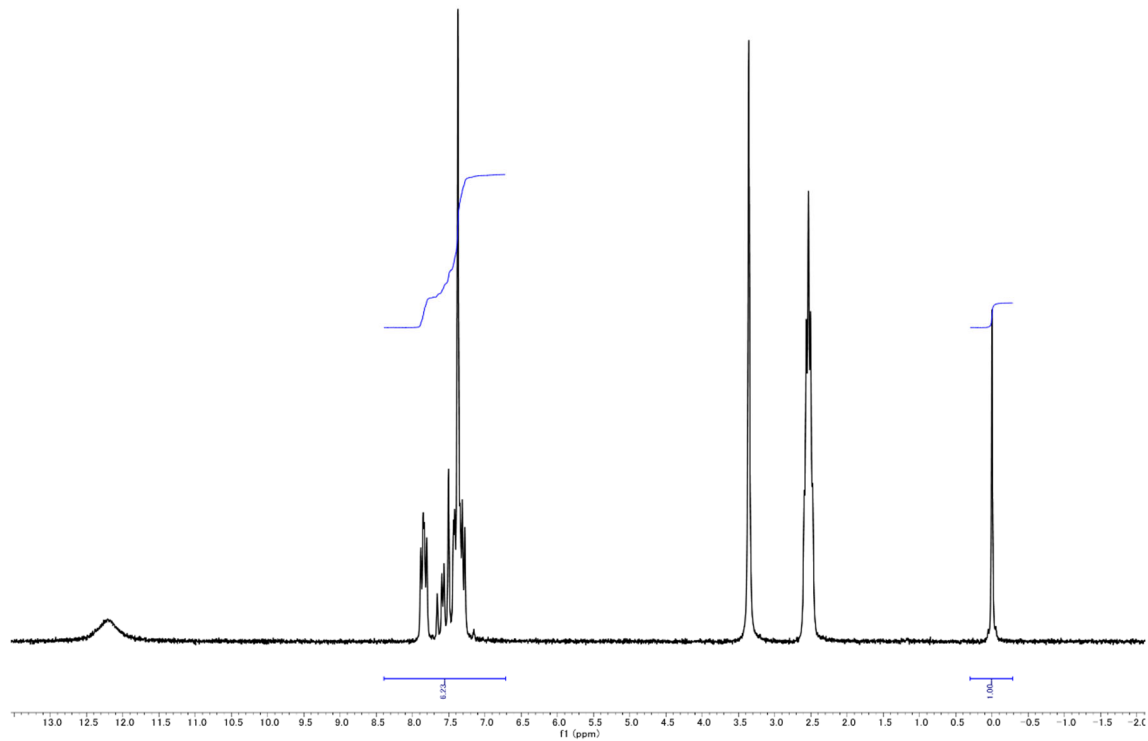
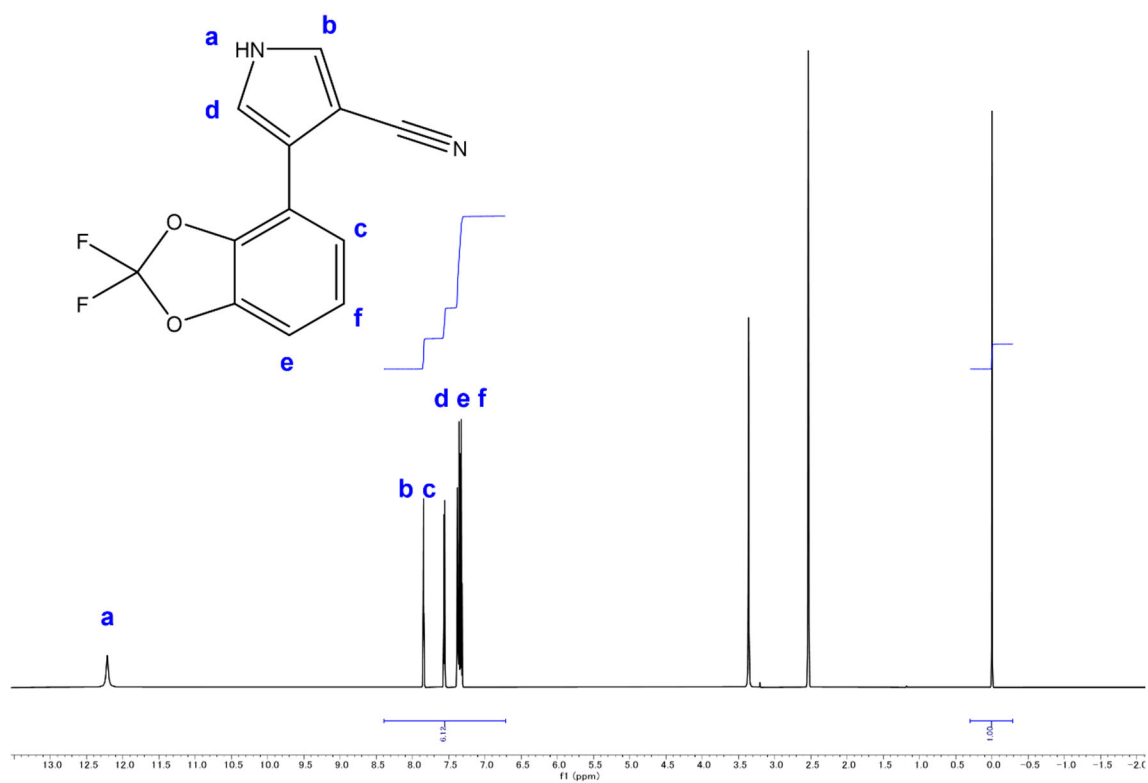


図 4-8 フルジオキサニルの ^1H NMR スペクトル

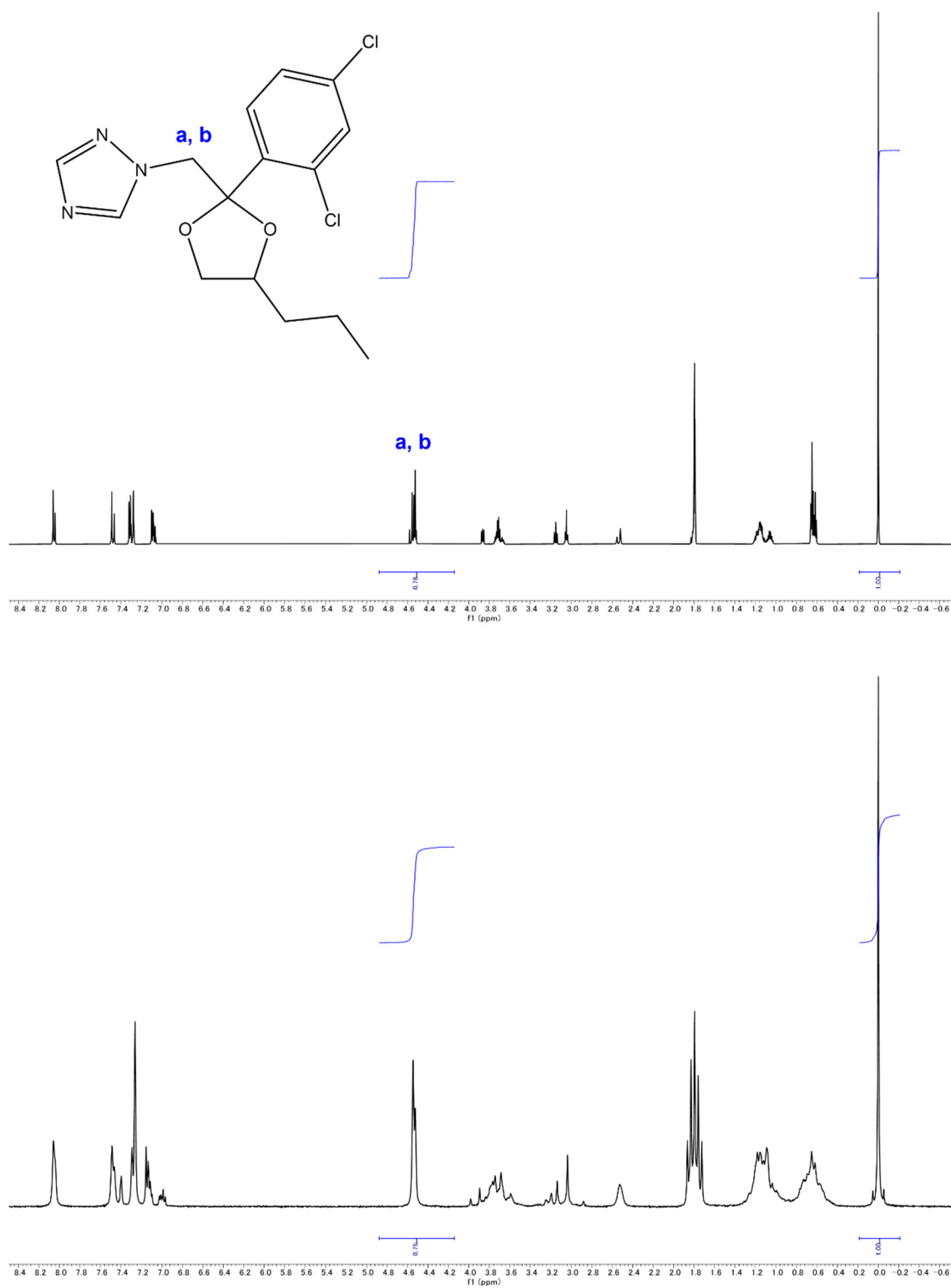


図 4-9 プロピコナゾールの ^1H NMR スペクトル

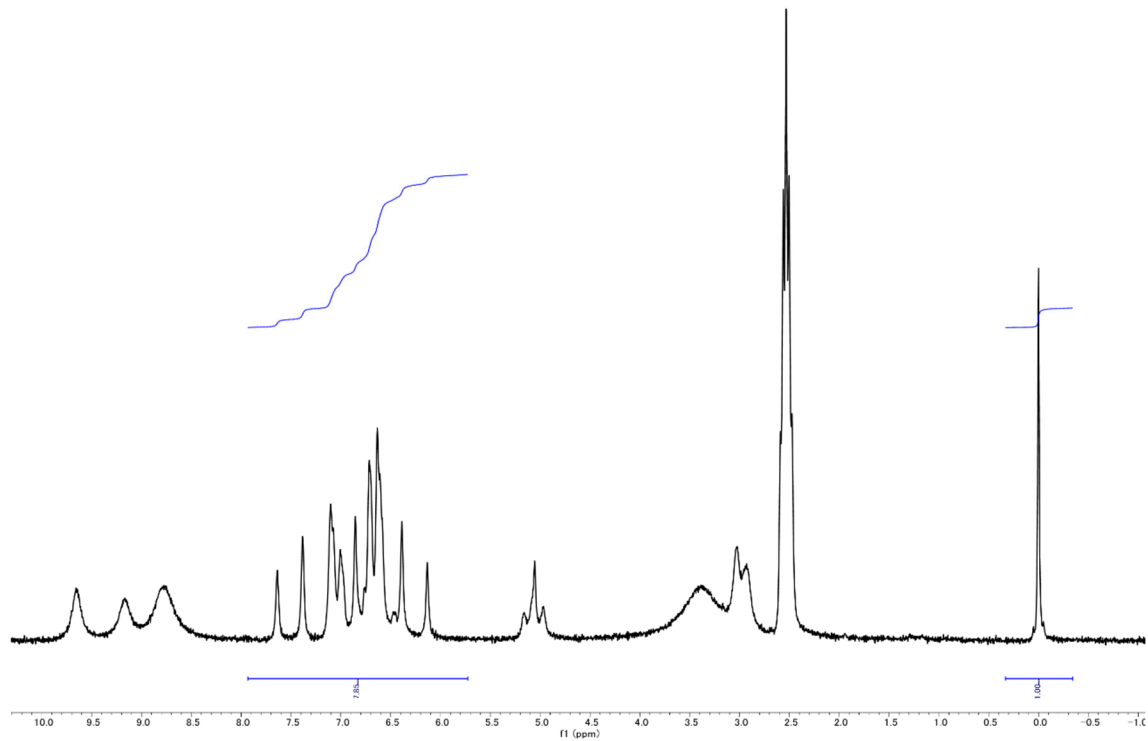
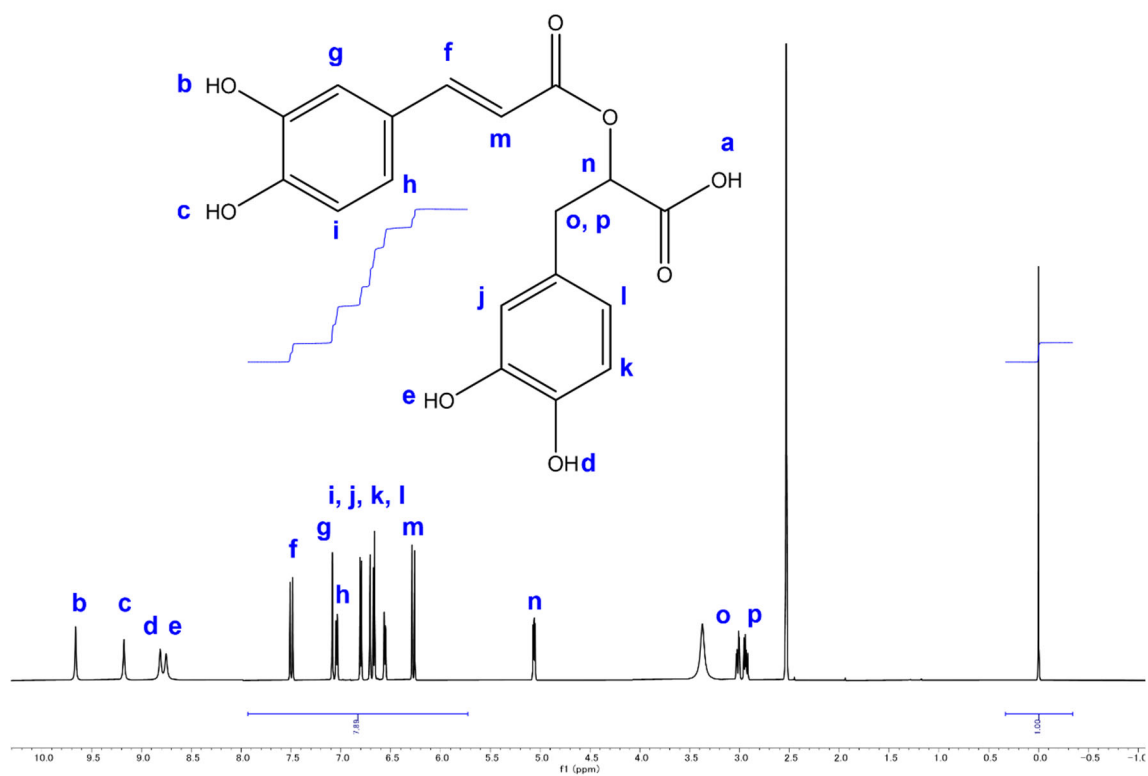


図 4-10 ロスマリン酸の qNMR スペクトル

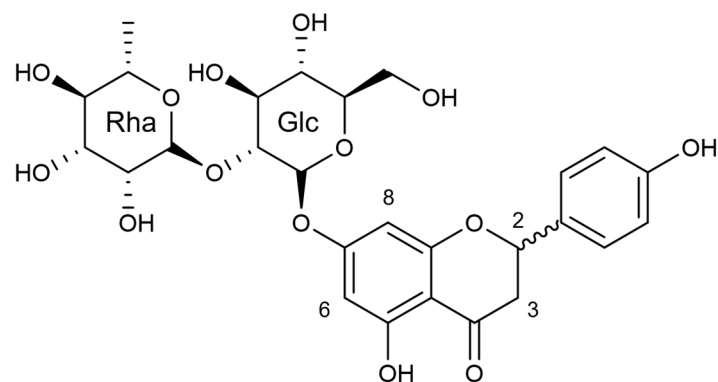


図 4-11 ナリンジンの化学構造
2 位に不斉中心を持つ。

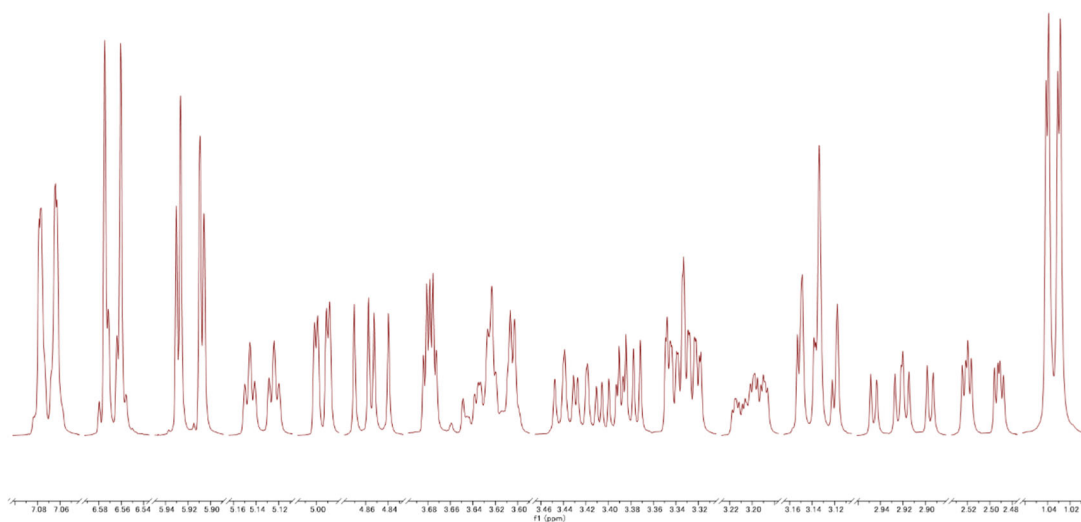


図 4-12 ナリンジン (2*S* 体及び 2*R* 体) の混合物の ¹H-NMR スペクトル
600 MHz の NMR 装置を用いて測定した。

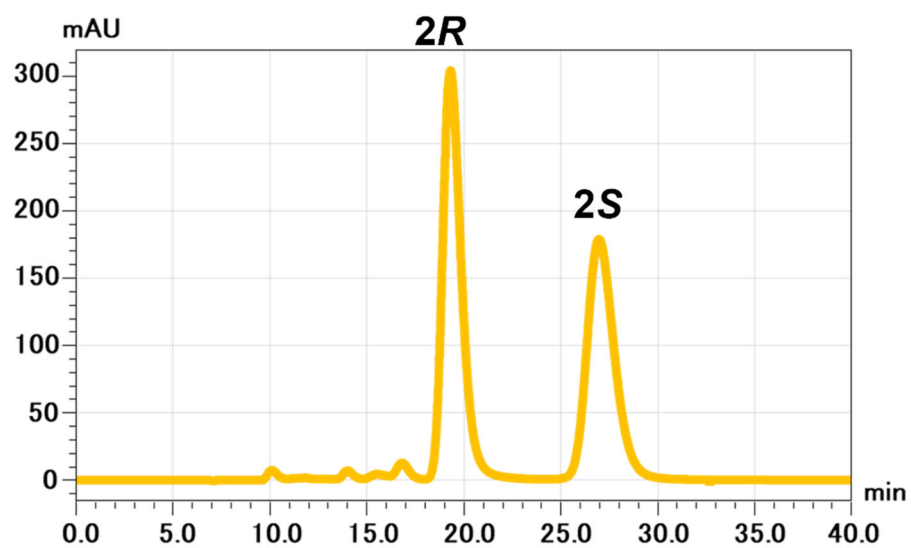


図 4-13 キラル HPLC によるナリンジンの 2*S* 体と 2*R* 体の分離
2*S* 体と 2*R* 体それぞれの標準品のクロマトグラムを比較し、ピークを同定した。

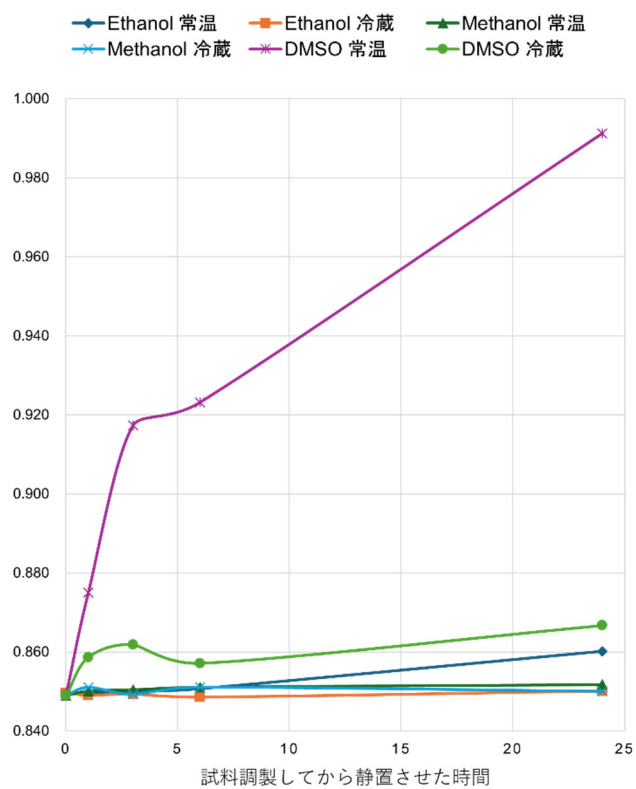


図 4-14 各種溶媒下で静置させた際のナリンジンの異性体比（2S/2R 比）の変動

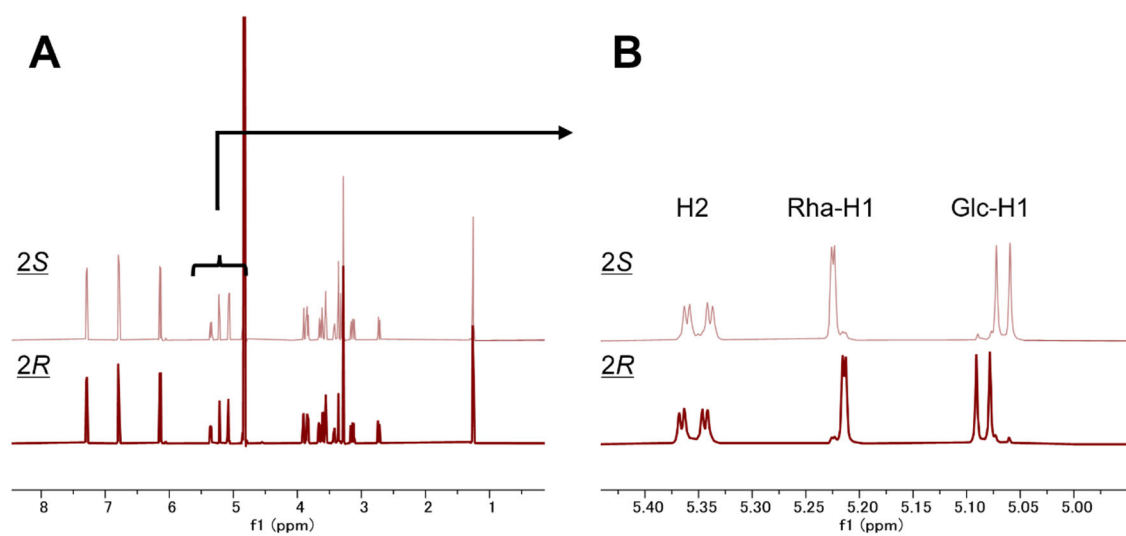


図 4-15 ナリンジンの $2S$ 体及び $2R$ 体の ^1H -NMR スペクトル

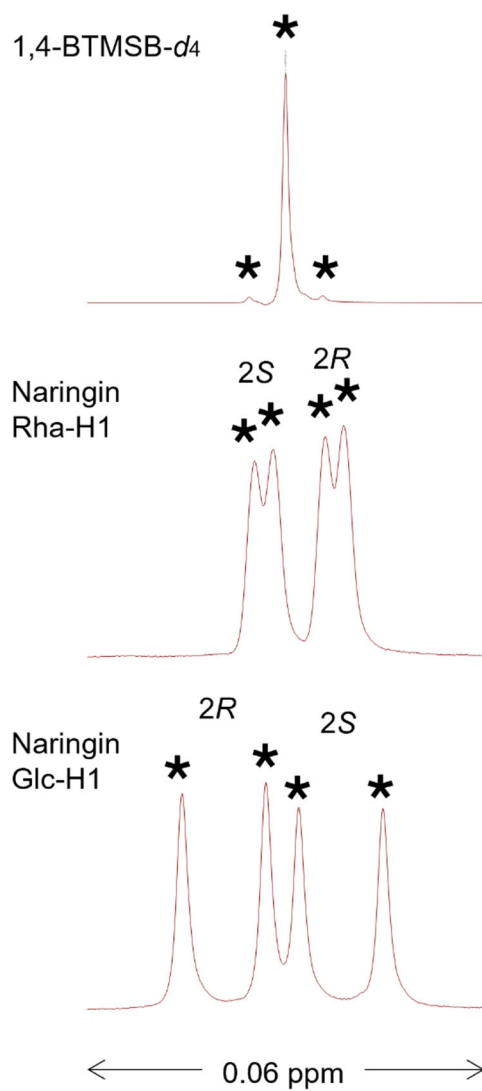


図 4-16 解析に用いたプロトンピーク

プロトンがスピン-スピン結合によって分裂している場合、分裂したピークの高さをすべて計算し、合計した。

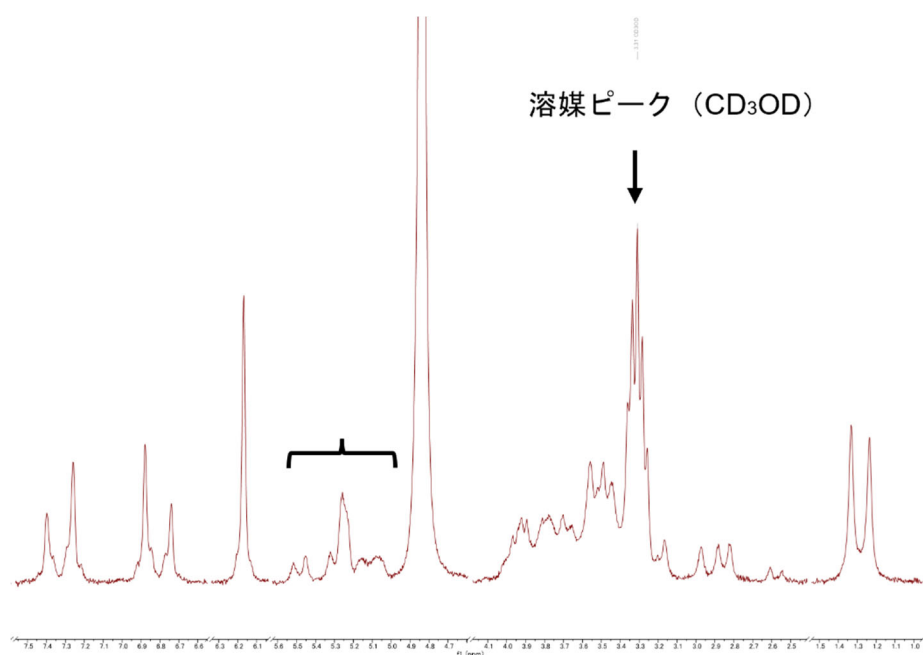


図 4-17 卓上 NMR を用いたナリンジン（A94）の ^1H -NMR スペクトル
中括弧 { } は、ナリンジンの H2、Rha-H1 及び Glc-H1 に相当する領域

表 4-2 NMR ピーク高さ法によるナリンジン異性体比（2*S*/2*R* 比）の算出

	A93		A94		A173		A174	
	Rha-H1	Glc-H1	Rha-H1	Glc-H1	Rha-H1	Glc-H1	Rha-H1	Glc-H1
(1) ピーク 高さ法	0.893 ± 0.003	0.905 ± 0.008	0.864 ± 0.001	0.879 ± 0.002	0.861 ± 0.004	0.891 ± 0.002	0.939 ± 0.001	0.961 ± 0.002
(2) キラル HPLC	0.880 ± 0.001		0.849 ± 0.002		0.859 ± 0.004		0.935 ± 0.001	
相対値 [(1) / (2)]	101.4%	102.8%	101.8%	103.6%	100.3%	103.7%	100.4%	102.8%

試料調製 1 回、測定 3 回で実施した。

表 4-3 NMR ピーク高さ法によるナリンジンの絶対純度（2*S* と 2*R* の合算純度）の算出

	A93		A94		A173		A174	
	Rha-H1	Glc-H1	Rha-H1	Glc-H1	Rha-H1	Glc-H1	Rha-H1	Glc-H1
(1) ピーク 高さ法	42.2 ± 2.6	43.7 ± 2.3	44.2 ± 3.5	45.4 ± 2.7	33.6 ± 0.4	35.1 ± 0.1	45.2 ± 6.9	44.6 ± 5.1
(2) 積分法	94.2 ± 1.2	92.0 ± 1.1	92.3 ± 0.5	89.7 ± 0.6	81.5 ± 0.3	80.2 ± 0.8	90.9 ± 0.4	88.6 ± 1.0
相対値 [(1) / (2)]	44.8%	47.5%	47.9%	50.6%	41.2%	43.7%	49.7%	50.3%

試料調製 1 回、測定 3 回で実施した。

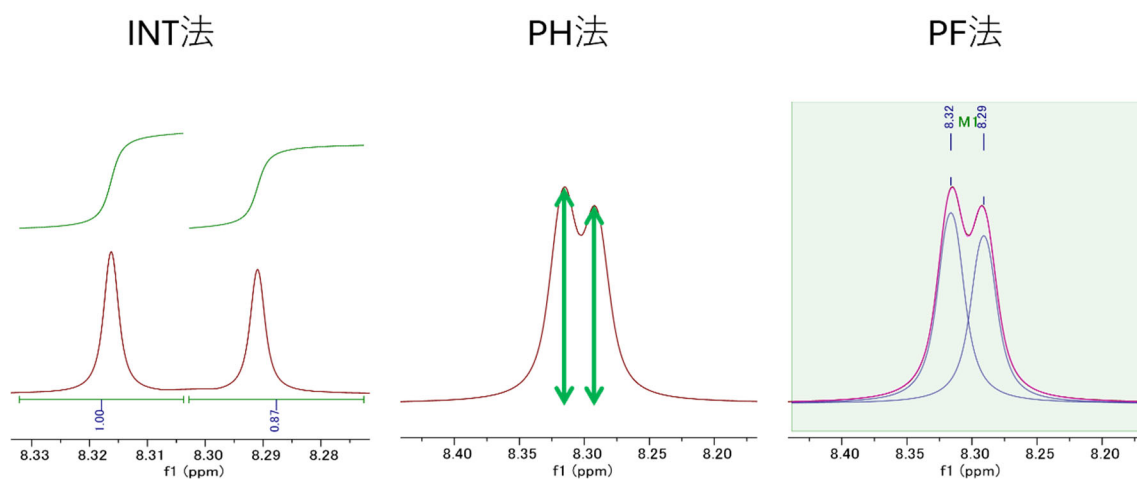


図 4-18 INT 法、PH 法、PF 法

INT 法：積分法、PH 法：ピーク高さ法、PF 法：ピークフィッティング法

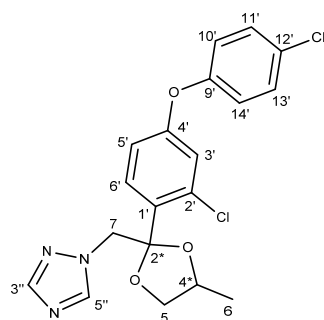


図 4-19 DFZ の化学構造
2 位と 4 位に不斉中心を持つ。

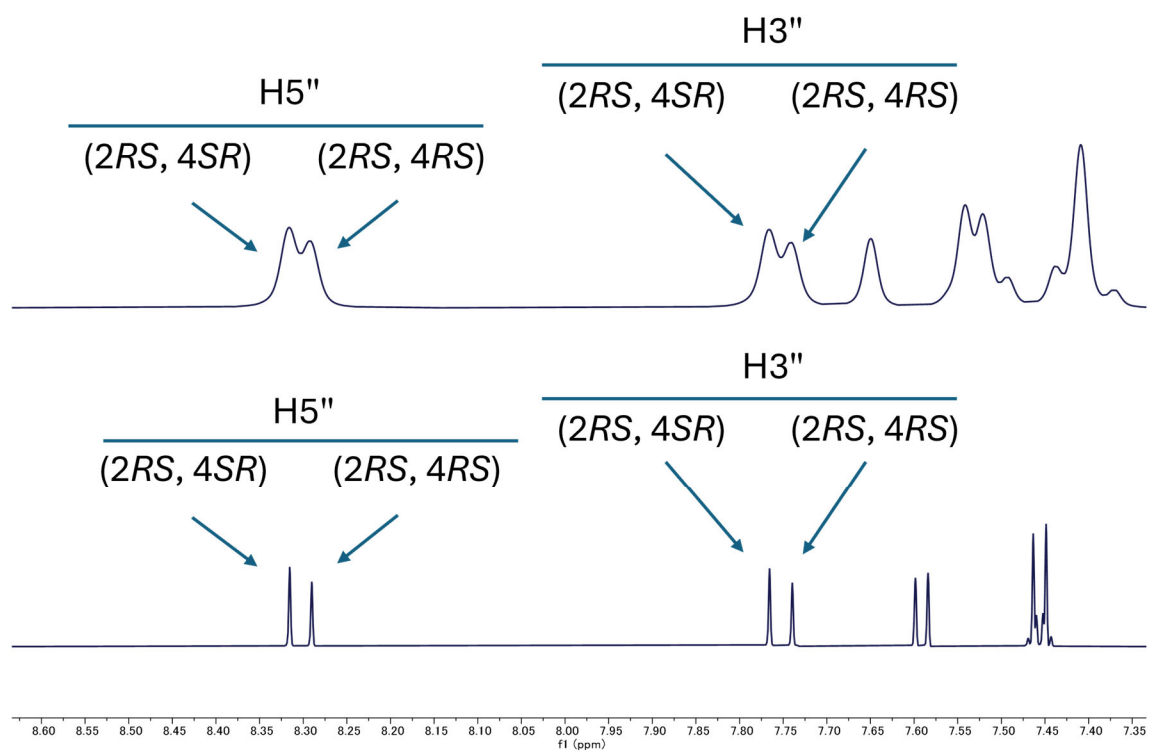


図 4-20 80 MHz（上）及び 600 MHz（下）における DFZ（RM002）の NMR スペクトル
ブロードニングファクター（LB = -0.1 Hz、GB = 1.0 Hz）を適用したスペクトル。

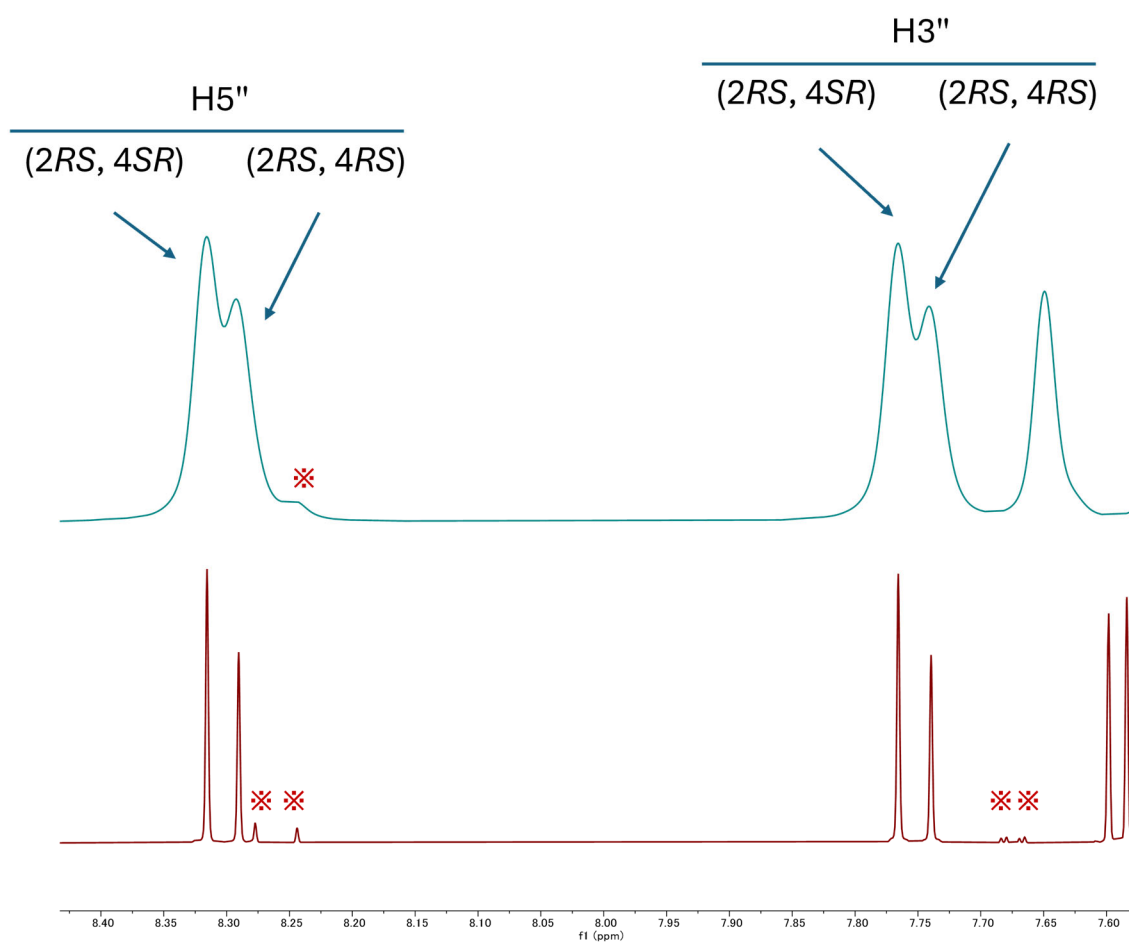


図 4-21 80 MHz（上）及び 600 MHz（下）における DFZ（FA255）の NMR スペクトル
※は不純物由来のプロトンピーク。

表 4-4 本研究で用いた DFZ 試料の参照値

Sample	DFZ 含量	DF
FA255	95.8%	0.412
FA256	95.4%	0.428
FA257	95.7%	0.411
RM001	99.0%	0.544
RM002	99.7%	0.448

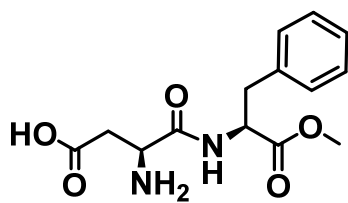
表 4-5 積分法 (INT 法) ・ピーク高さ法 (PH 法) ・ピークフィッティング法 (PF 法) から求めた DFZ のジアステレオマー比の定量精度 (%)

DFZ	600 MHz						80 MHz					
	INT 法		PH 法		PF 法		PH 法		PF 法		PF 法 (再解析)	
	H5''	H3''	H5''	H5''	H5''	H3''	H5''	H3''	H5''	H3''	H5''	H3''
FA255	99.0	99.7	99.5	100.0	100.2	99.9	105.9	104.4	118.1	103.6	108.2	99.9
	± 0.2	± 0.2	± 0.1	± 1.1	± 0.2	± 0.1	± 0.5	± 0.3	± 2.7	± 0.3	± 3.8	± 0.2
FA256	98.9	99.3	98.8	98.9	100.0	99.5	105.2	103.3	117.3	101.8	105.2	97.5
	± 0.2	± 0.2	± 0.3	± 0.4	± 0.2	± 0.2	± 0.7	± 0.7	± 1.7	± 0.5	± 0.6	± 0.6
FA257	97.9	98.6	98.1	98.5	99.2	98.7	103.2	101.5	114.5	97.6	102.7	93.2
	± 0.1	± 0.2	± 0.6	± 1.2	± 0.1	± 0.1	± 0.6	± 0.3	± 1.2	± 1.2	± 0.7	± 1.1
RM001	99.0	99.6	100.4	100.1	99.7	99.9	101.4	103.1	105.7	100.5	105.6	99.0
	± 0.1	± 0.1	± 1.0	± 0.4	± 0.1	± 0.2	± 0.1	± 0.3	± 1.8	± 1.6	± 2.1	± 1.6
RM002	99.8	100.3	100.9	100.3	100.1	100.4	98.5	99.8	96.5	95.8	95.9	95.2
	± 0.2	± 0.1	± 1.1	± 0.1	± 0.1	± 0.1	± 0.6	± 0.1	± 2.1	± 1.6	± 2.2	± 1.4

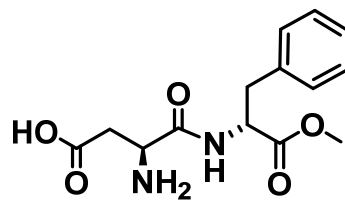
表 4-4 の参照値に対する相対値を示した。試料調製 1 回、NMR 測定 3 回

表 5-1 アスパルテーム及び L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルの
 含量測定における ^1H -qNMR 条件

装置	JEOL ECA 500 spectrometer
スペクトル幅	20 ppm (-5 – 15 ppm)
データポイント数	65536
オートフィルター	on (eight times)
取り込み期間	6.55 秒
フリップ角	90°
取り込み待ち時間	60 秒
スキャン回数	8
スピニング	off
^{13}C デカップリング	Multi-pulse decoupling with phase and frequency switching (MPF-8)



アスパルテーム



L-アスパルチル-D-フェニルアラニン
メチルエステル

図 5-1 アスパルテーム及び L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルの化学構造

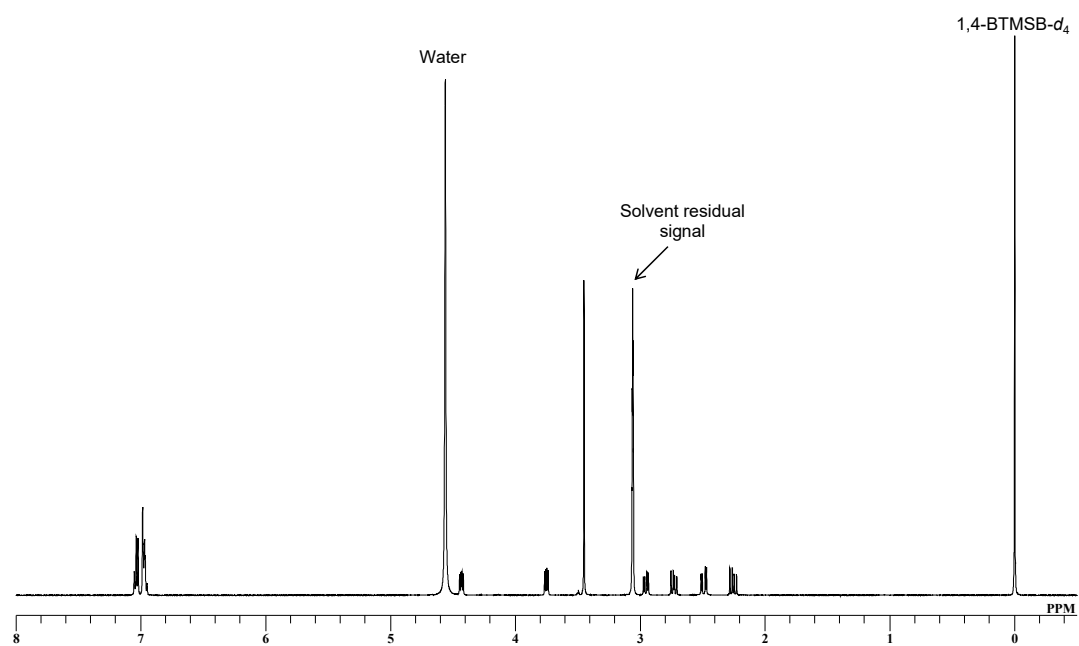


図 5-2 アスパルテームの ^1H -qNMR スペクトル

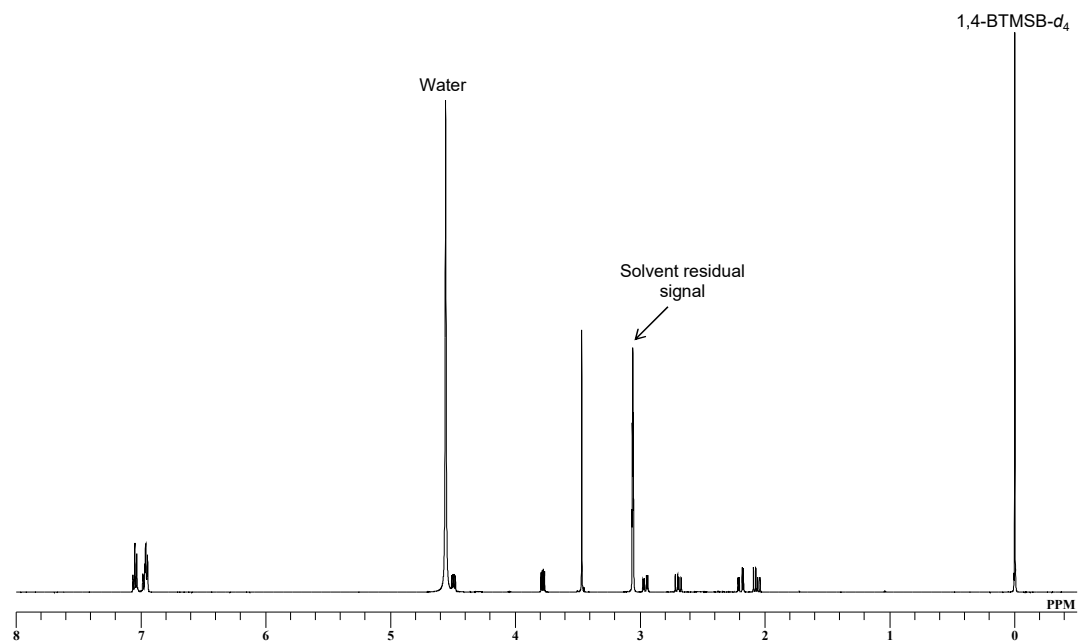


図 5-3 L-アスパルチル-D-フェニルアラニン
メチルエステル (Lot 1、ECP4791)
 ^1H -qNMR スペクトル

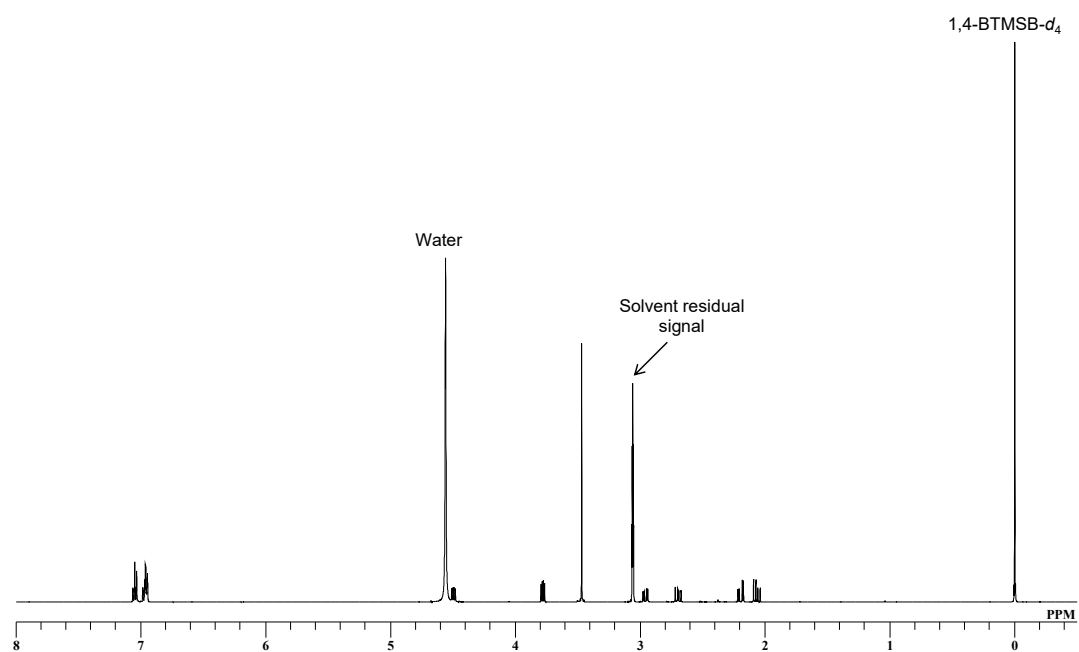


図 5-4 L-アスパルチル-D-フェニルアラニン
メチルエステル (Lot 2、220627) の
 ^1H -qNMR スペクトル

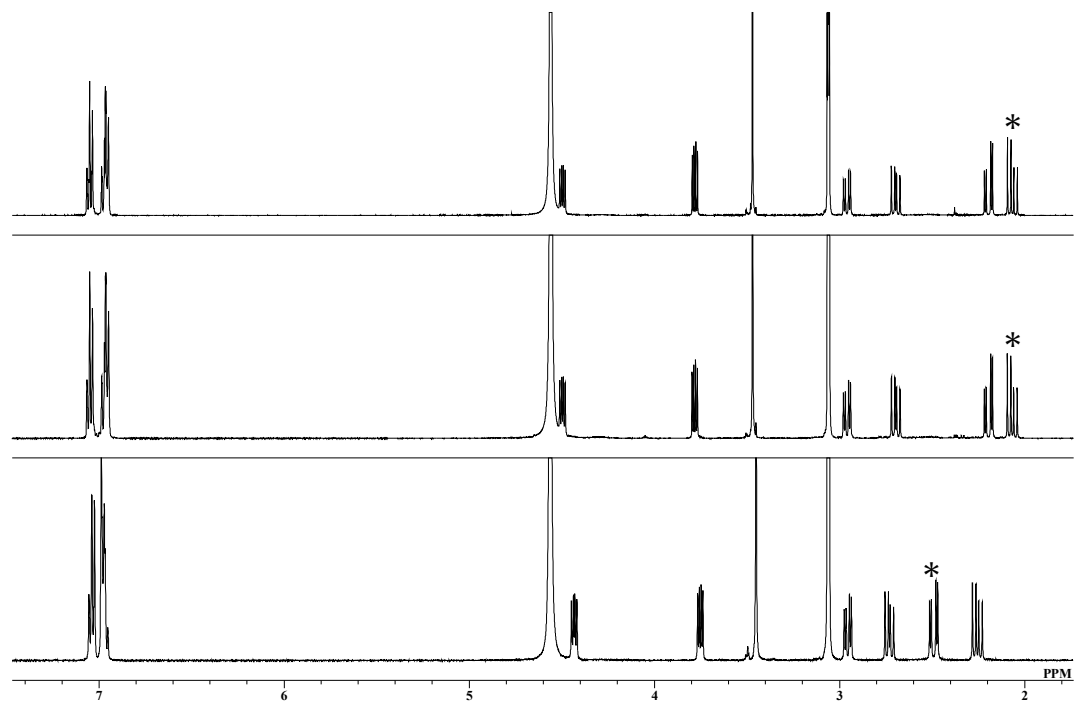


図 5-5 各化合物の ^1H -qNMR スペクトルの比較（範囲： δ_{H} 1.70-7.50）

上段：L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル（Lot 1: ECP4791）、

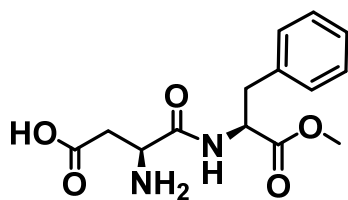
中段：L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル（Lot 2: 220627）、

下段：アスパルテーム

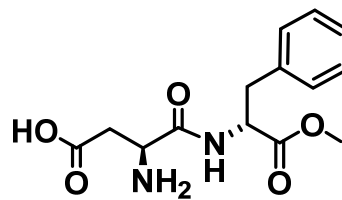
*：定量用シグナル

表 5-2 アスパルテーム及び L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル (TFA 塩) の含量測定における ^1H -qNMR 条件

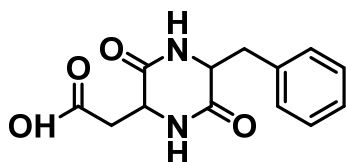
装置	JEOL ECA 500 spectrometer
スペクトル幅	20 ppm (-5–15 ppm)
データポイント数	65536
オートフィルター	on (eight times)
取り込み期間	6.55 秒
フリップ角	90°
取り込み待ち時間	60 秒
スキャン回数	8
スピニング	off
^{13}C デカップリング	Multi-pulse decoupling with phase and frequency switching (MPF-8)



アスパルテーム
(L, L-APM)



L, D- APM



DKP

図 5-6 アスパルテーム, L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル (L, D-APM) 及び 5-ベンジル-3,6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸 (DKP) の化学構造

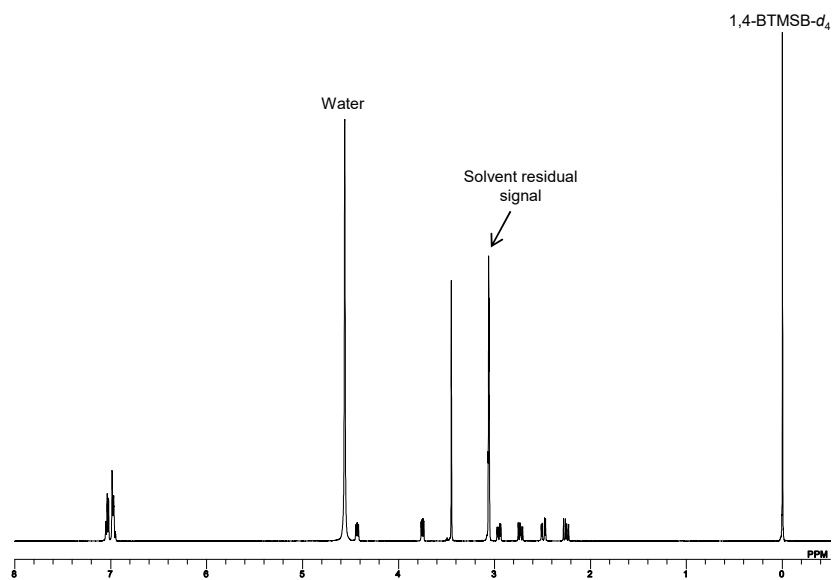


図 5-7 アスパルテームの ^1H -qNMR スペクトル

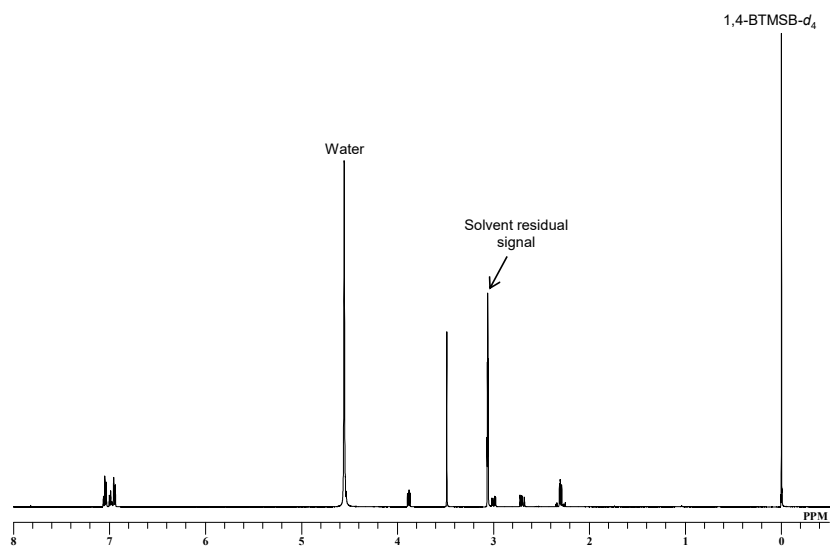


図 5-8 L- α -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル（TFA 塩）の ^1H -qNMR スペクトル

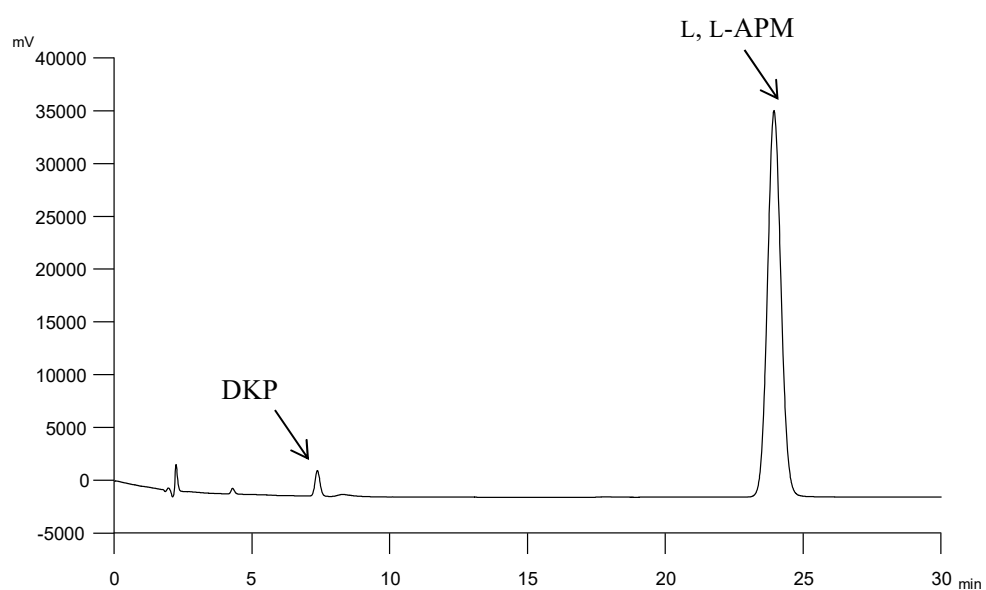


図 5-9 アスパルテーム (L, L-APM) 標準溶液② (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : InertSustain C₁₈ (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

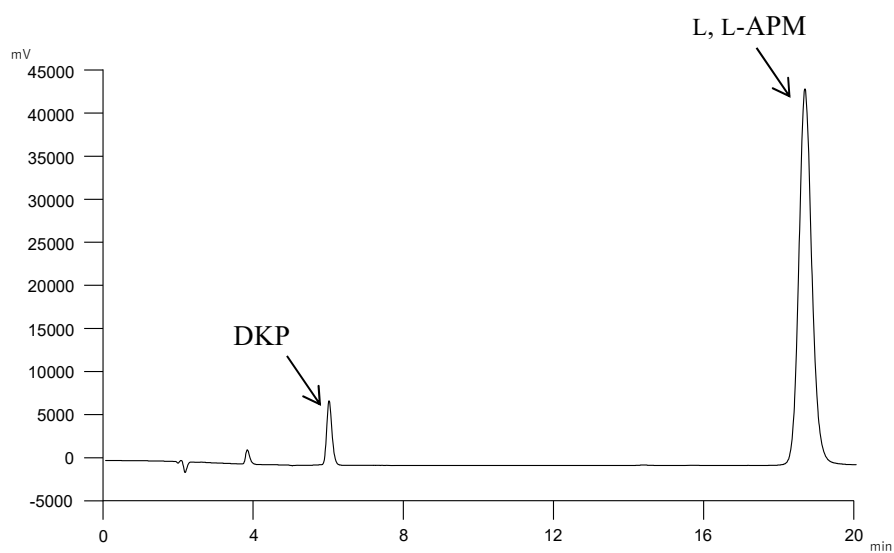


図 5-10 アスパルテーム (L, L-APM) ② (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : Mightysil RP-18 GP II (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

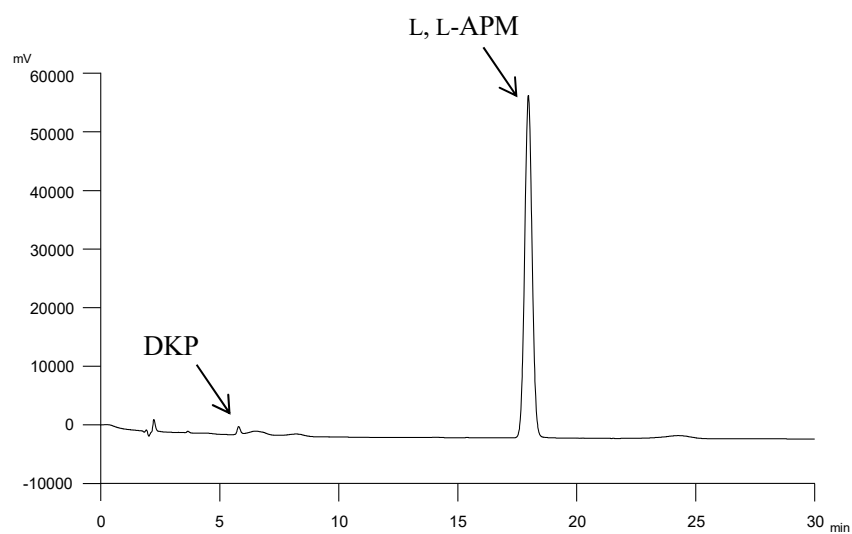


図 5-11 アスパルテーム (L, L-APM) ② (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : COSMOSIL 5C₁₈-AR-II (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

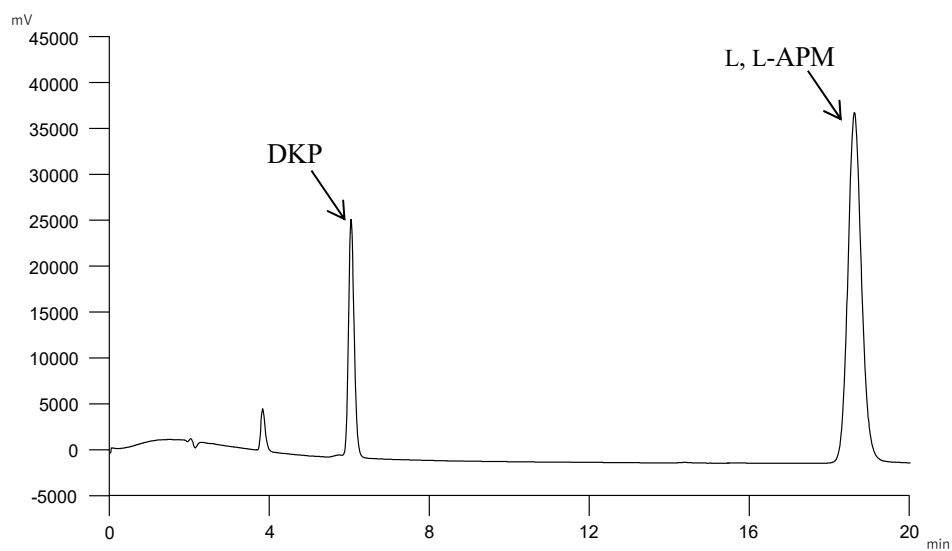


図 5-12 調製 1 日後のアスパルテーム標準溶液② (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : Mightysil RP-18 GP II (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

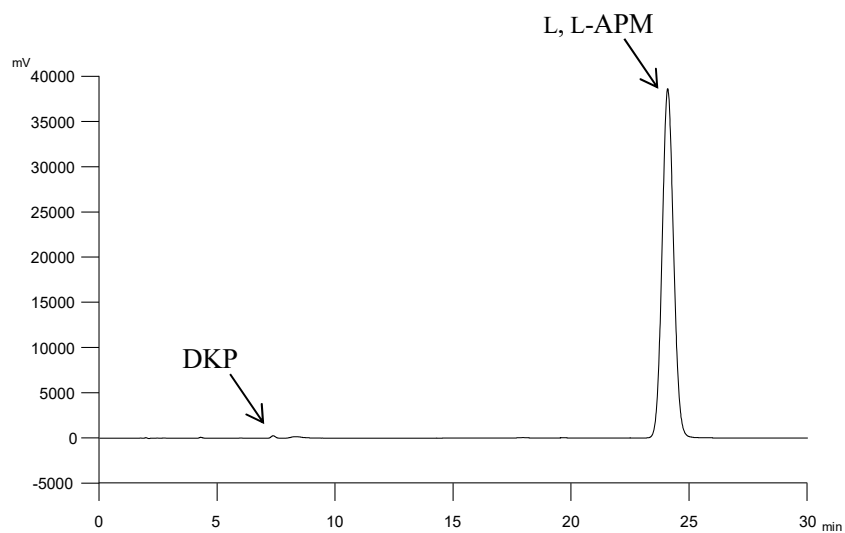


図 5-13 調製当日のアスパルテーム標準溶液④ (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : InertSustain C₁₈ (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

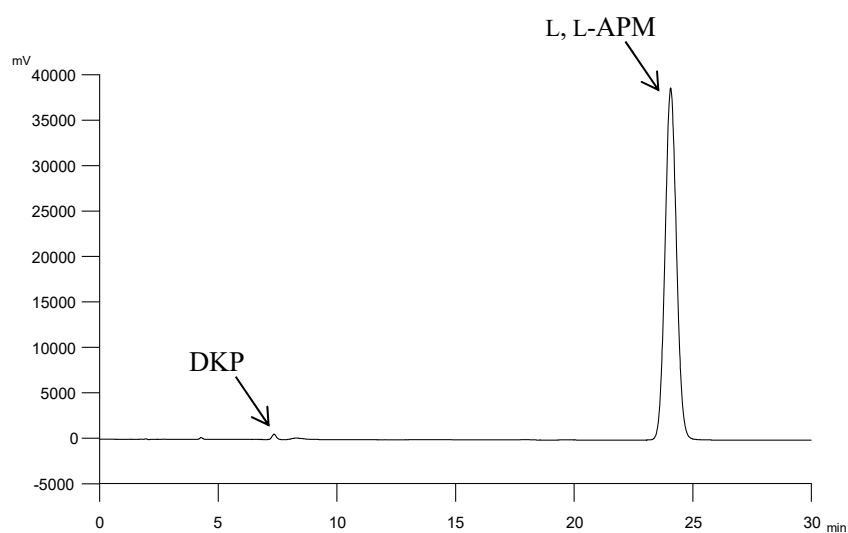


図 5-14 調製 1 日後のアスパルテーム標準溶液④ (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : InertSustain C₁₈ (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

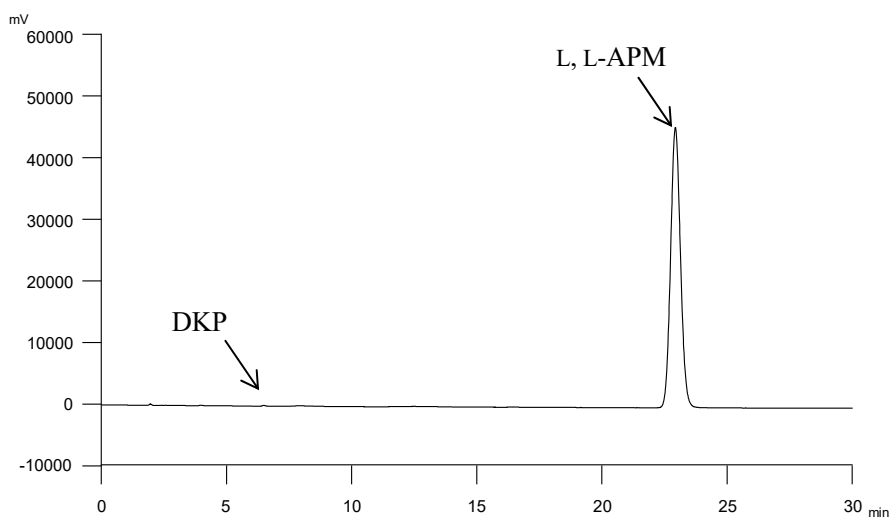


図 5-15 アスパルテーム標準溶液④ (50 µg/mL) のクロマトグラム

カラム : L-column2 ODS (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

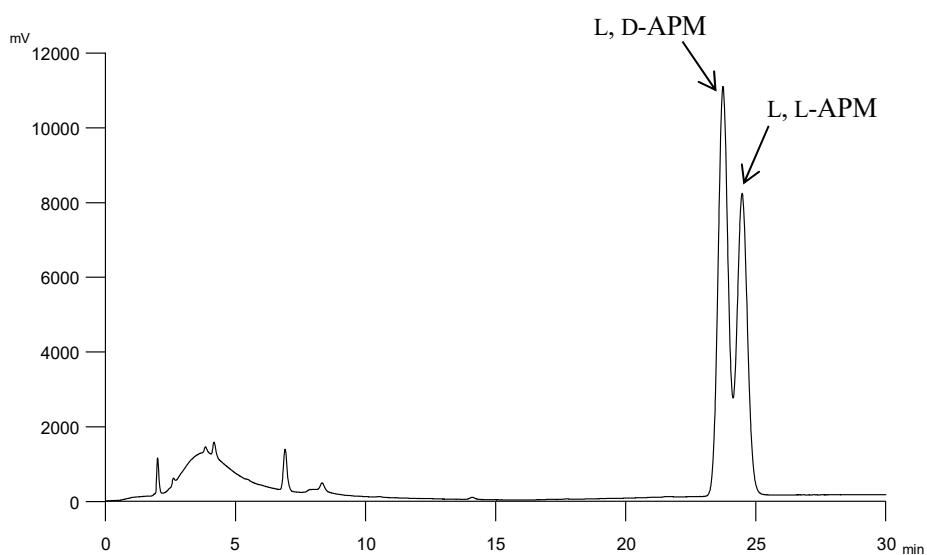


図 5-16 アスパルテーム及び L, D-APM 混合標準溶液のクロマトグラム

各化合物の濃度 : 25 µg/mL

カラム : L-column2 ODS (4.6×250 mm, 粒子径 5 µm)

移動相 : メタノール/0.05 mol/L リン酸 (カリウム) 緩衝溶液 (pH 4.3) = 18/82

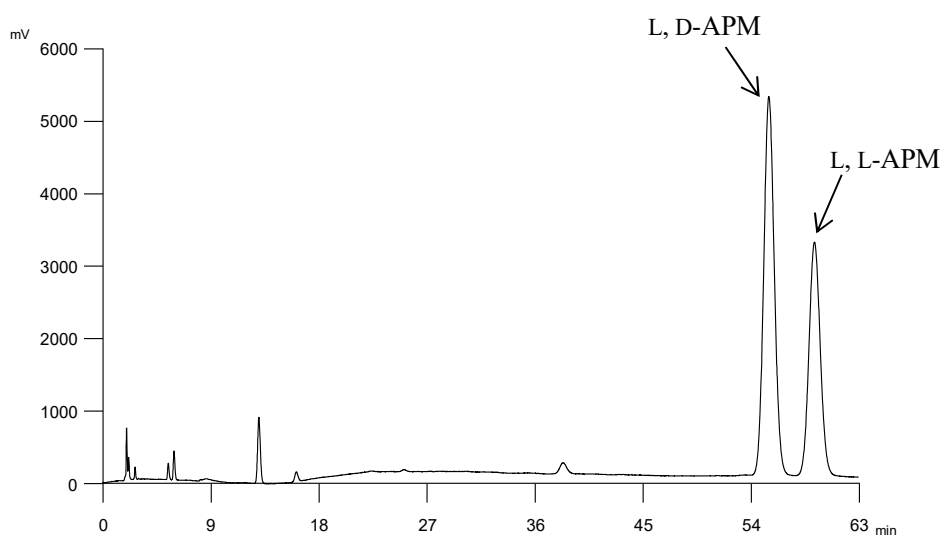


図 5-17 アスパルテーム及び L, D-APM 混合標準溶液のクロマトグラム

各化合物の濃度：25 $\mu\text{g/mL}$

カラム：L-column2 ODS (4.6 $\times$ 250 mm, 粒子径 5 μm)

移動相：メタノール/0.05 mol/L リン酸（カリウム）緩衝溶液（pH 4.3）＝10/90

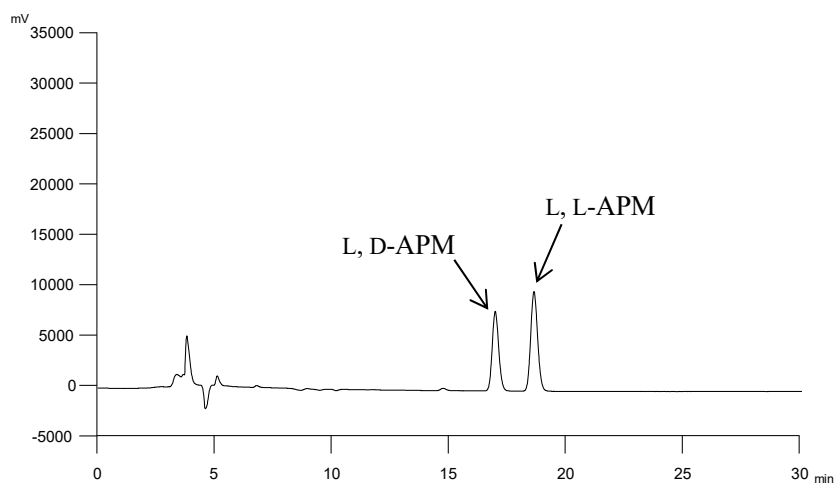


図 5-18 アスパルテーム及び L, D-APM 混合標準溶液のクロマトグラム

各化合物の濃度：25 $\mu\text{g/mL}$

カラム：L-column2 ODS (4.6 $\times$ 250 mm, 粒子径 5 μm)

移動相：移動相 A: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム：0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウム

ム＝ 1:1, B: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム：0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウム

ウム:アセトニトリル=4:4:2, グラジエント分析

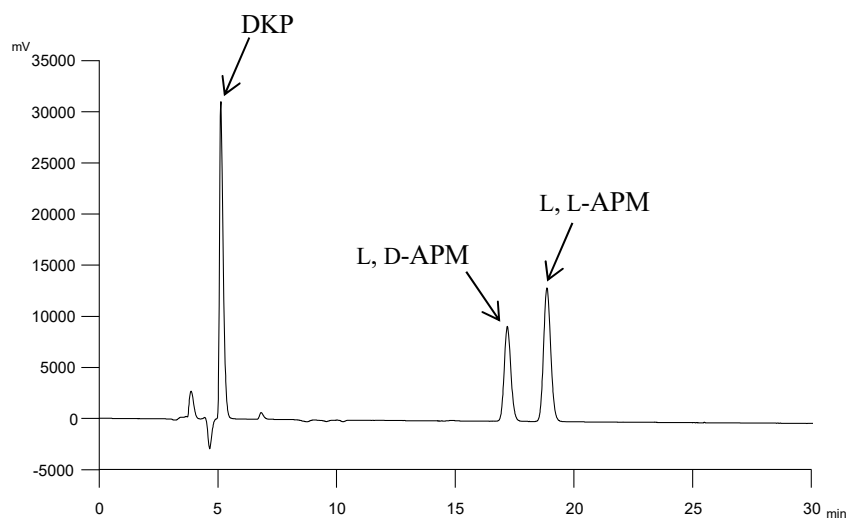


図 5-19 アスパルテーム, L, D-APM 及び DKP 混合標準溶液のクロマトグラム

各化合物の濃度 : 33.3 $\mu\text{g/mL}$

カラム : L-column2 ODS (4.6 $\times$ 250 mm, 粒子径 5 μm)

移動相 : 移動相 A: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム : 0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウ

ム = 1:1, B: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム : 0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリ

ウム:アセトニトリル=4:4:2, グラジエント分析

L,D-APM と L,L-APM の分離度 : 3.1

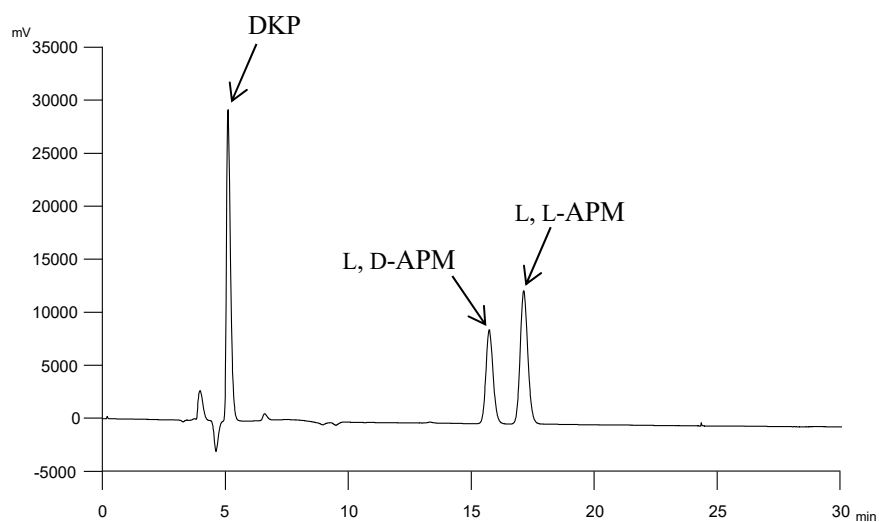


図 5-20 アスパルテーム、L,D-APM 及び DKP 混合標準溶液のクロマトグラム

各化合物の濃度 : 33.3 $\mu\text{g/mL}$

カラム : Mightysil RP-18 GP II (4.6 $\times$ 250 mm, 粒子径 5 μm)

移動相 : 移動相 A: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム : 0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウ

ム = 1:1, B: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム : 0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリ

ウム:アセトニトリル=4:4:2, グラジエント分析

L,D-APM と L,L-APM の分離度 : 2.5

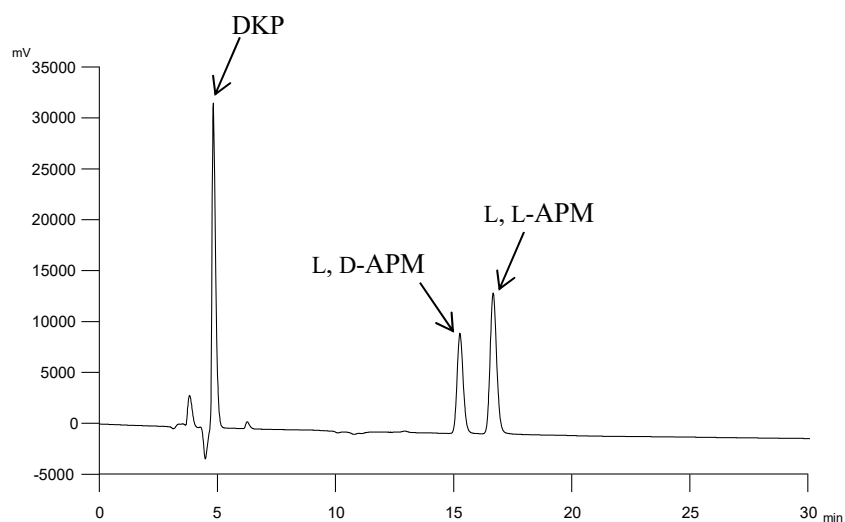


図 5-21 アスパルテーム，L，D-APM 及び DKP 混合標準溶液のクロマトグラム

各化合物の濃度：33.3 $\mu\text{g/mL}$

カラム：COSMOSIL 5C₁₈-AR-II (4.6×250 mm，粒子径 5 μm)

移動相：移動相 A: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム：0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウ

ム＝ 1:1，B: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム：0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリ

ウム:アセトニトリル＝4:4:2，グラジエント分析

L,D-APM と L,L-APM の分離度：2.9

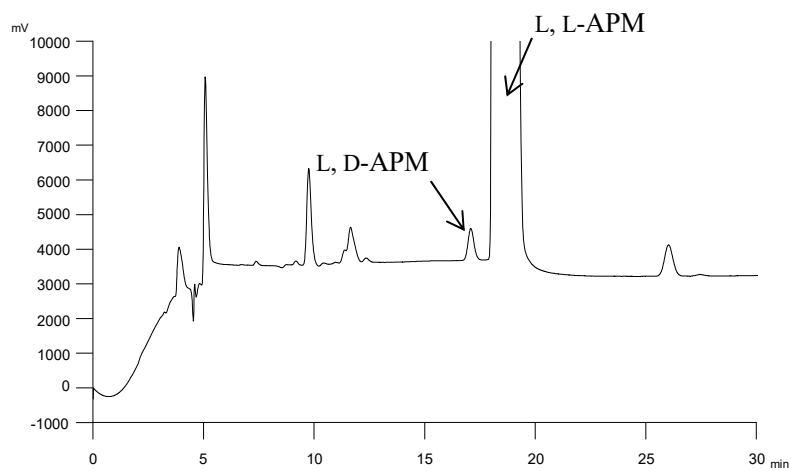


図 5-22 L, D-APM（濃度：0.04%）が添加されたアスパルテームのクロマトグラム

カラム：L-column2 ODS (4.6×250 mm, 粒子径 5 μm)

移動相：移動相 A: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム：0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウム

μ = 1:1, B: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム：0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウム

ウム:アセトニトリル=4:4:2, グラジエント分析

L,D-APM と L,L-APM の分離度：1.93

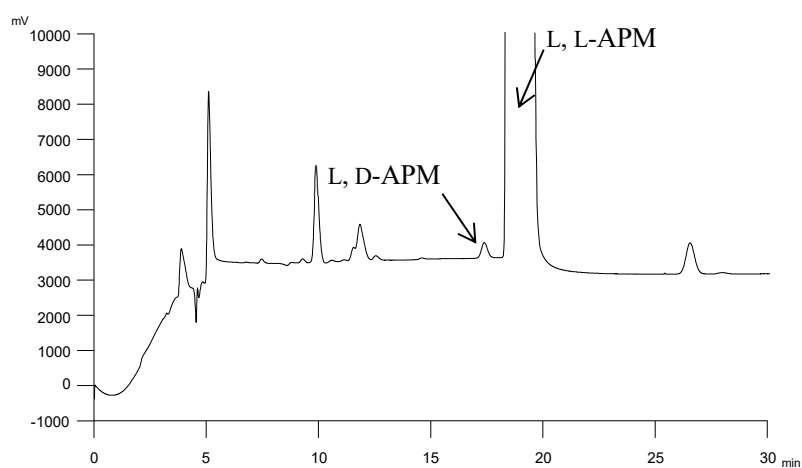


図 5-23 L, D-APM（濃度：0.02%）が添加されたアスパルテームのクロマトグラム

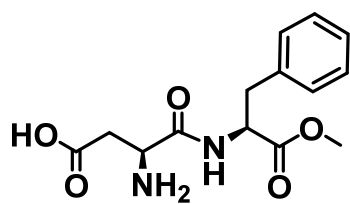
カラム：L-column2 ODS (4.6×250 mm, 粒子径 5 μm)

移動相：移動相 A: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム : 0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリウ

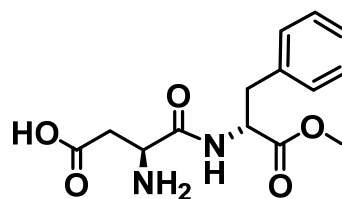
ム = 1:1, B: 0.05 mmol/L リン酸二水素ナトリウム : 0.05 mmol/L リン酸水素二ナトリ

ウム:アセトニトリル=4:4:2, グラジエント分析

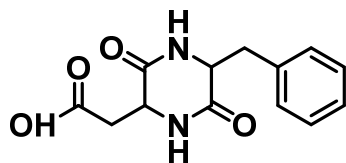
L,D-APM と L,L-APM の分離度：1.94



アスパルテーム(L,
L-APM)



L, D- APM



DKP

図 5-24 アスパルテーム, L-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル(L, D-APM)および 5-ベンジル-3,6-ジオキソ-2-ピペラジン酢酸(DKP)の化学構造

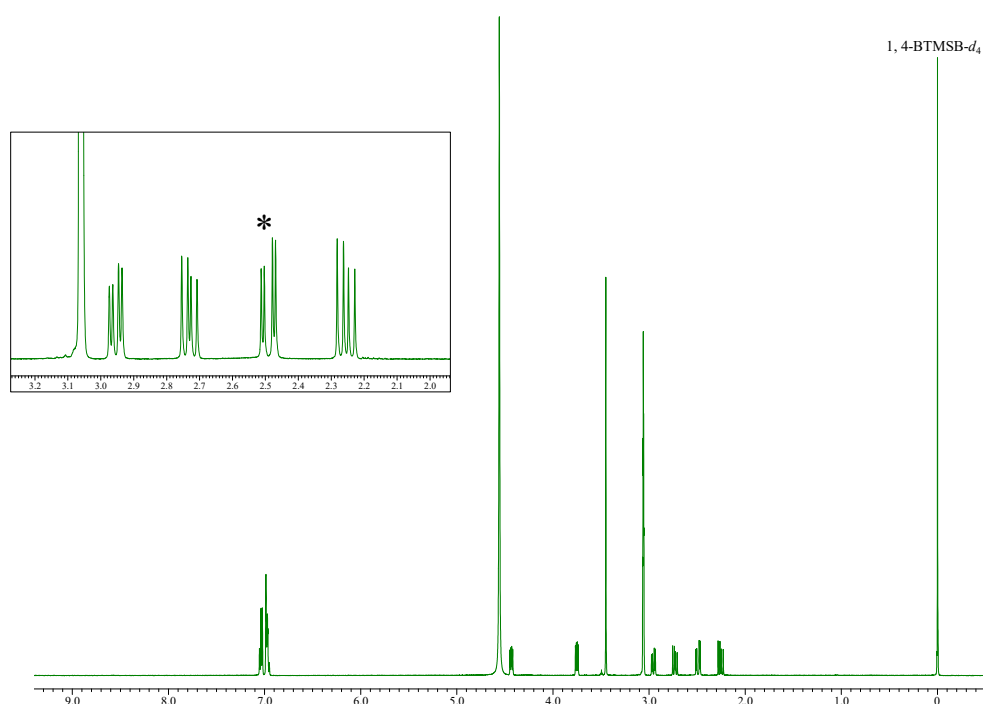


図 5-25 アスパルテームの ^1H -qNMR スペクトル

* : 定量用シグナル

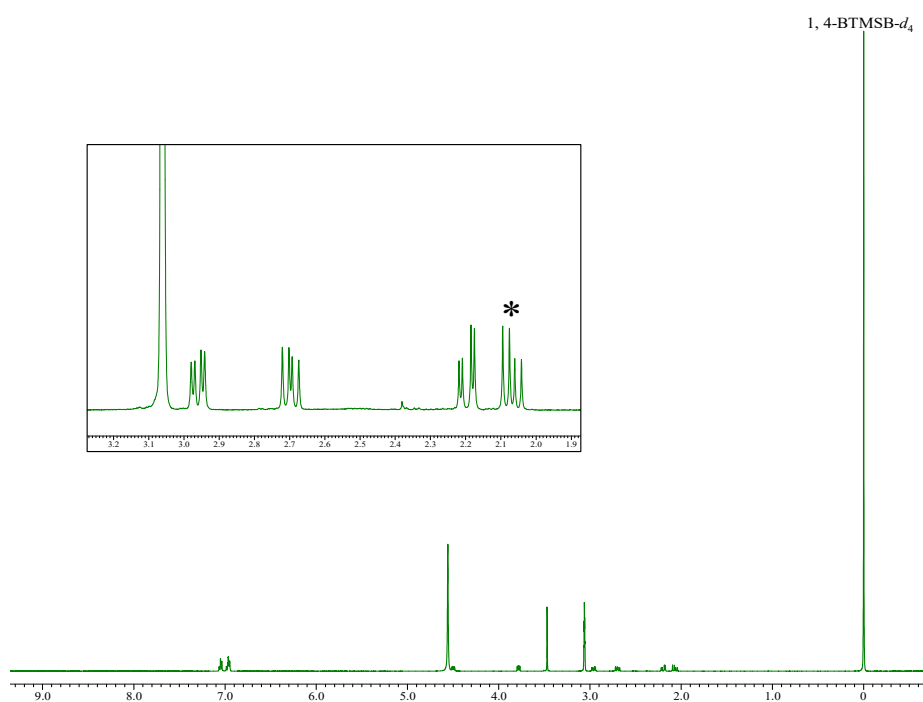


図 5-26 L, D-APM の ^1H -qNMR スペクトル

* : 定量用シグナル

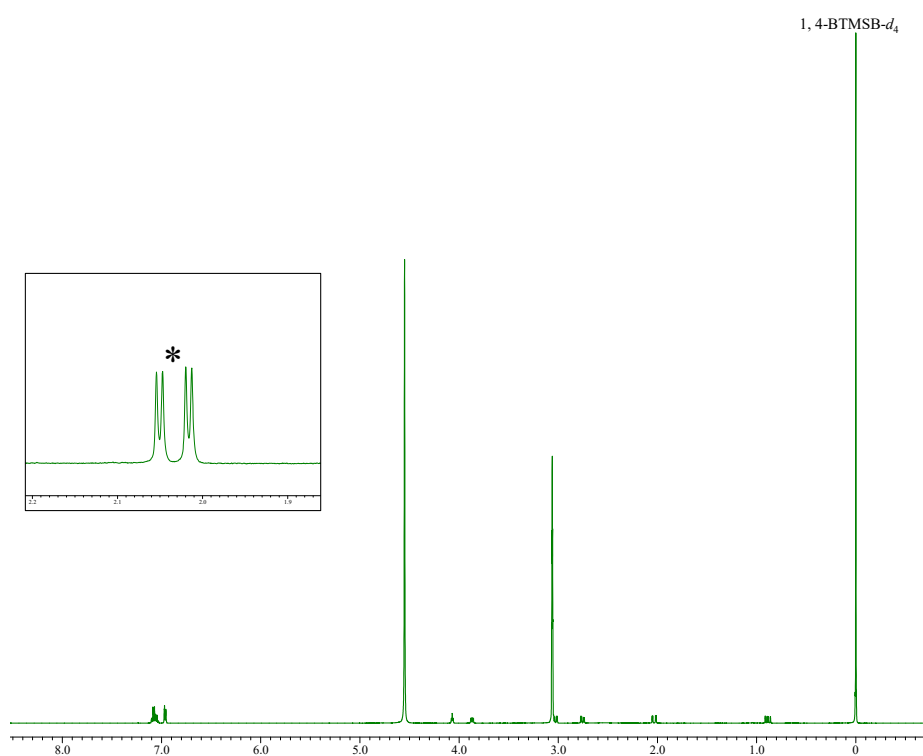


図 5-27 DKP の ^1H -qNMR スペクトル

* : 定量用シグナル

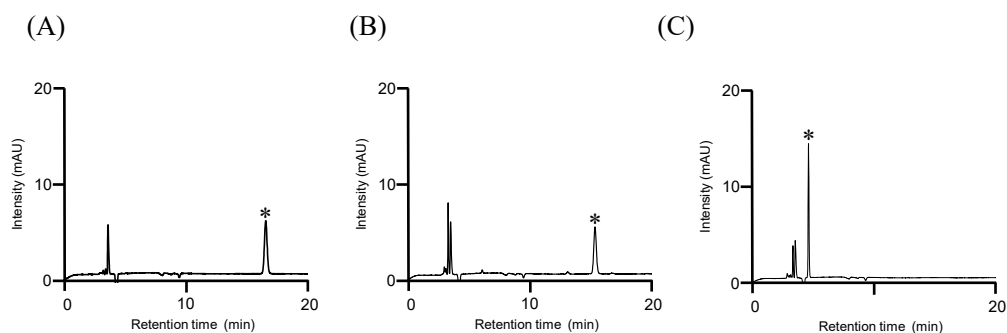


図 5-28 アスパルテーム(A), L, D-APM(B), DKP(C)のクロマトグラム

* : 測定対象物質のピーク, 標準溶液の濃度(15 $\mu\text{g/mL}$)

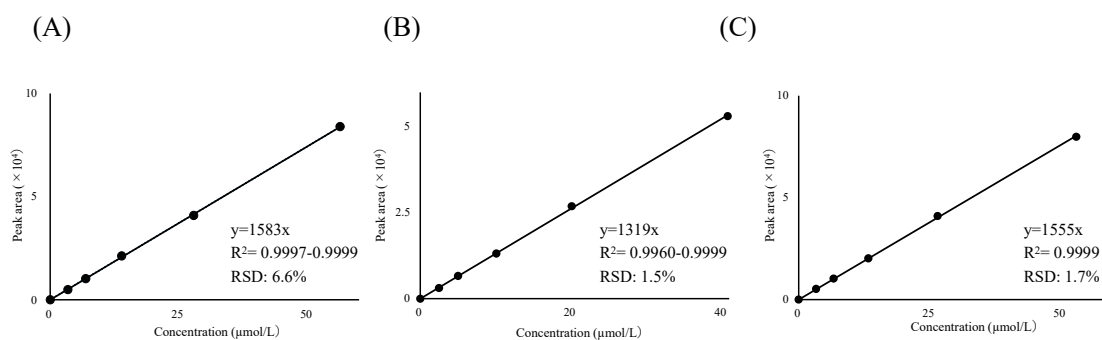


図 5-29 アスパルテーム(A), L, D-APM(B), DKP(C)の検量線

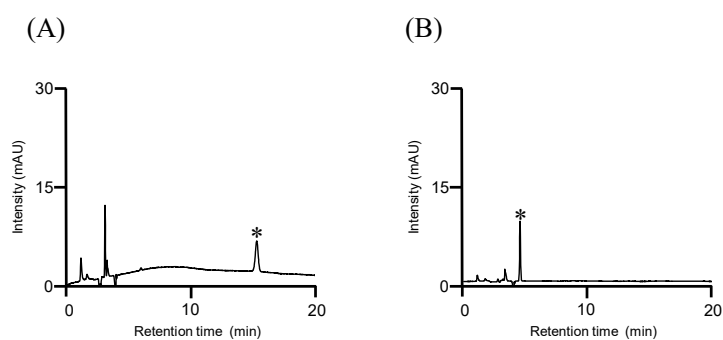


図 5-30 モデル溶液 A(A)及びモデル溶液 B(B)のクロマトグラム

* : 測定対象物質のピーク

表 5-3 ^1H -qNMR 測定条件

装置	JEOL ECA 500 spectrometer
スペクトル幅	20 ppm(-5－15 ppm)
データポイント数	65536
オートフィルター	on(eight times)
取り込み期間	6.55 秒
フリップ角	90°
取り込み待ち時間	60 秒
スキャン回数	8
スピニング	off
^{13}C デカップリング	Multi-pulse decoupling with phase and frequency switching(MPF-8)

表 5-4 基準物質に対する測定対象物質の相対モル感度(RMS)

		Calibrant
		Aspartame (y=1583x)
Analyte	L, D-APM (y=1319x)	0.83
	DKP (y=1555x)	0.98

表 5-5 RMS 法と従来法(絶対検量線法)によるモデル溶液 A および B の測定対象物質の含量の比較(n=3)

	RMS method		Conventional method	
	Content ($\mu\text{g/mL}$)	RSD (%)	Content ($\mu\text{g/mL}$)	RSD (%)
Model solution A	11.5	4.3	11.4	4.3
Model solution B	11.2	0.6	11.1	0.6

モデル溶液 A の L, D-APM 濃度： 約 11 $\mu\text{g/mL}$, モデル溶液 B の DKP 濃度： 約 11 $\mu\text{g/mL}$