

食品衛生基準科学研究費補助金（食品安全科学研究事業）
食品添加物の試験法の向上及び摂取量に基づく安全性確保に関する研究
令和 7 年度分担研究報告書

ICP 法の適用による規格試験法の改良に関する研究
— ICP 法を用いたバリウム試験法の開発に向けた検討 —

研究分担者 高田翔平 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部

研究要旨 ICP 法の適用により、試験の迅速・簡略化、有害試薬の代替、試料量削減等が期待される食品添加物公定書の試験法を検討するため、本研究では、第 10 版食品添加物公定書において有害試薬（クロム酸カリウム）の使用や目視による濁度判定が含まれ、今後、安全性及び判定の客観性の改善が望まれるバリウム（Ba）試験法の改良に向け、誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP-OES）の適用可能性を検討することを目的とした。公定書及び JECFA 規格の調査の結果、Ba 規格は主にカルシウム塩添加物及びタール色素レーキ等に設定されており、ICP 法の適用は一部に限られていた。そこで、ICP-OES による試験法構築に向け、共存するアルカリ金属及びアルカリ土類金属が Ba の発光強度に与える影響を評価した。その結果、高濃度（ $\geq 500 \mu\text{M}$ ）の共存元素により Ba の発光強度が低下し、特にアキシャル測光では最大約 12%の減少が認められた。一方、低濃度域（ $\leq 100 \mu\text{M}$ ）では、発光強度の低下は最大でも 1.6%と軽微であった。また、ラジアル測光では、共存元素による影響が抑制される傾向が確認された。本研究結果より、ICP 法による試験法は安全性・簡便性の向上に寄与する一方、マトリックス効果による誤差の補正が重要であり、内標準法等の補正手法の併用が必要であることが示唆された。今後、これらを踏まえた実用的な試験法の確立が期待される。

研究協力者

日置冬子 国立医薬品食品衛生研究所
丸田知枝 国立医薬品食品衛生研究所
黒原 崇 国立医薬品食品衛生研究所
今岡美史 日本大学

A. 研究目的

誘導結合プラズマ発光分光分析法（ICP-OES）及び誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS）は、現行の第 10 版食品添加物公定書（以下、公定書）の「B 一般試験法」の項に記載されており、いくつかのその他一般試験法や成分規格各条

中の試験法として採用されている¹⁾。

ICP-OES 又は ICP-MS による分析法（以下、ICP 法）は、高周波誘導コイルによるアルゴンガスの電離により生成した、高エネルギーのプラズマを原子の励起やイオン化に用いる元素分析法である。一般に、ICP-OES のダイナミックレンジはサブ ppb から数百 ppm、ICP-MS ではサブ ppt から数百 ppb とされ、原子吸光度法をはじめとする他の元素分析法に比べて高感度であり、また、多元素同時分析も可能であることから、試料中の微量元素等の分析に汎用される²⁾。実際、成

分規格試験法として、国内規格（日本産業規格（JIS）等）や海外規格（FAO/WHO Joint Expert Committee on Food Additives（FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議：JECFA）、Food Chemicals Codex 13（米国食品化学物質規格集：FCC13））においては、ICP 法を適用した試験法の採用が進んでいる³⁾。しかし、現行の第 10 版公定書においては、一般試験法として収載はされているが、成分規格各条において、ICP 法による試験法が採用されている添加物及び試験項目は未だに少数であり、第 9 版から第 10 版にかけて新たに追加された「ケイ酸カルシウム」を含め、計 13 品目（内、タール色素レーキ 8 品目）のみである¹⁾。

そこで、ICP 法の適用により、試験の迅速・簡略化、有害試薬の代替、試料量削減等が期待される食品添加物公定書の試験法を検討することとした。本研究では、公定書に試験項目として記載されている成分のうち、バリウム（Ba）に着目し、ICP 法を用いた試験法の開発検討を行うこととした。既定の Ba 試験法の中には、有害試薬であるクロム酸カリウムを使用するものや、濁度による目視での判定を採用しているものが多く含まれており、試験の安全性や判定結果の客観性について、ICP 法の適用による改善の余地があると考えられる。本報告では、まず、第 10 版公定書における既定の Ba 試験法について調査・総括し、更に、ICP 法による試験法構築に向け、対象となる品目にて想定されるマトリックス効果に関して検討した結果について報告する。

B. 研究方法

1) 公定書において Ba に関する試験項目が設定されている品目及び規格値、試験方法等の調査

第 10 版公定書を公開している消費者庁のホームページ（https://www.caa.go.jp/policies/policy/standards_evaluation/food_additives/official_002/）において、「B 一般試験法」及び「D 成分規格・保存基準各条」を検索ワード「バリウム」により検索し、Ba に関する規格や試験法が設定されている品目、既定の基準値、試験方法について調査した。

Ba の規格が設定されていた品目について、FAO が公開している Online Edition: "Combined Compendium of Food Additive Specifications"（<https://www.fao.org/food/food-safety-quality/scientific-advice/jecfa/jecfa-additives/en/>）から JECFA における規格を調査した。

2) ICP-OES を用いる Ba 試験分析法策定に向けた基礎的検討

1. 試薬・試液

塩化ナトリウム及び硝酸（金属分析用）は関東化学製を用いた。塩化リチウム（無水）、塩化カリウム、硝酸マグネシウム六水和物、リチウム標準液（1004 mg/L）、ナトリウム標準液（996 mg/L）、カリウム標準液（1005 mg/L）、マグネシウム標準液（999 mg/L）、バリウム標準液（998 mg/L）は富士フイルム和光純薬製を用いた。測定溶液の調製には、Milli-Q 超純水製造装置（Merck Millipore 製）で調製した超純水を用いた。

2. 測定溶液の調製

バリウム標準液 1.38 mL を超純水で 100 mL に希釈し、100 μ M 標準液とした。リチウム標準液 0.69 mL、ナトリウム標準液 2.31 mL、カリウム標準液 3.89 mL、マグネシウム標準液 2.43 mL をそれぞれ超純水で 100 mL に希釈し、1 mM 添加溶液とした。また、塩化リチウム 84.8 mg、塩化ナトリウム 116.9 mg、塩化カリウム 149.1 mg、硝酸マグネシウム六水和物 512.8 mg をそれぞれ超純水で溶解し、100 mL として 20 mM の添加溶液とした。

各添加元素の 1 mM 添加溶液を 10, 50, 100, 200, 500 μ L、又は、20 mM 添加溶液を 50, 250, 500, 1000, 5000 μ L 分注し、そこに 100 μ M バリウム標準液を 200 μ L ずつ添加した。その後、4%硝酸 1 mL を加え、総液量が 10 mL となるように超純水を加え、測定溶液とした。

3. ICP-OES の装置条件

元素分析は ICP-OES (iCAP Pro, ThermoFisher Scientific 製) を以下の条件に設定して用いた。

ICP-OES 装置条件

RF パワー : 1150 W / ネブライザーガス流量 : 0.45 L/min / 補助ガス流量 : 0.5 L/min / 冷却ガス流量 : 12.5 L/min / 添加ガス流量 : 0.0 L/min / ペリポンプスピード : 45 rpm

発光強度の測定は、1 測定溶液につき 3 回行った。測定元素及びモニタリング元素は以下の通りとし、各測定波長はス

ペクトル干渉を鑑みて以下の通りに設定した。

測定元素

Li : 670.776 nm, 670.784 nm / Na : 589.592 nm / K : 766.490 nm, 769.896 nm / Mg : 279.553 nm, 285.213 nm / Ba : 455.403 nm, 493.409 nm

モニタリング元素

Rb : 424.440 nm / Cs : 460.379 nm / Be : 313.042 nm, 313.107 nm / Ca : 396.847 nm, 393.366 nm / Sr : 407.771 nm, 421.552 nm / Y : 371.030 nm / V : 290.882 nm / Mn : 257.610 nm, 259.373 nm / Fe : 239.562 nm, 259.837 nm / Ni : 231.604 nm / Cu : 324.754 nm / B : 249.773 nm / Al : 396.152 nm / Si : 288.158 nm, 251.611 nm

(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) Ba に関する規格が既定されている添加物品目

第 10 版公定書に収載されている食品添加物のうち、Ba に関する規格が定められているものは、タール色素レーキが 8 品目、カルシウム (Ca) 塩を主成分とするもの (以下、Ca 塩添加物) が 5 品目と「希釈過酸化ベンゾイル」を合わせた 14 品目であり、いずれも純度試験として Ba 試験法が定められていた (Table 1)。この内、既に ICP-OES を採用している試験法は、「酸化カルシウム」の純度試験とタール色素レーキ試験法であり、いずれもバリウム標準液と検液との発光強度比

較により判定を行うものであった。その他の Ca 塩添加物においては、有害試薬であるクロム酸カリウムを用いる濁度比較法が採用されていた。「希釈過酸化ベンゾイル」の Ba 試験法については、硫酸の添加に伴う沈殿の生成により確認する方法であり、標準液との濁度比較は採用していなかった。

これらの品目に関連する JECFA 規格において、Ba に関する規格・試験法が定められているものは、“CALCIUM OXIDE”、“CALCIUM HYDROXIDE”、及び“CALCIUM CARBONATE”であり、いずれもクロム酸カリウムを用いる試験法であった (Table 2)。“BENZOYL PEROXIDE”においては Ba の純度は規定されておらず、“ALUMINIUM LAKES of COLOURING MATTERS”においては、Monograph 中には Ba に関する規格値や試験項目は設定されておらず、また、“SPECIFIC METHODS – Food Colours”の項目にも、Ba に関する試験項目は記載されていなかった。

タール色素レーキ試験法に設定されているように、一般に有機物を含有する試料においては、酸分解や湿式灰化等といった分解操作が必須である^{4),5)}。しかし、4 種の Ca 塩添加物に関しては、多量の有機物は含まれないと想定されることから、「酸化カルシウム」と同様に灰化等による試料の前処理操作を行わず、試料の溶解及び希釈操作のみによる試験が可能と考えられた。すなわち、ICP 法での代替試験法の構築により、試験者の安全性や判定の客観性の向上に加え、試験操作の簡便化が可能と考えられた。

「酸化カルシウム」を含め、Ca 塩添加物には、Ba の他にアルカリ金属及びマグネシウムに関する基準値が設定されている (Table 1)。ICP を用いる元素分析法においては、一般に、イオン化ポテンシャルが低いこれらのアルカリ金属・アルカリ土類金属は、マトリックスとして共存する場合に、それよりもイオン化ポテンシャルが高い他の元素に対するイオン化干渉を生じ得ることが知られている^{2),4)}。すなわち、添加物中の Ba 試験法の開発には、Ba 以外のアルカリ金属・アルカリ土類金属を含むマトリックスが、Ba の発光強度に与える影響について検討しておく必要がある。そこで、次に、リチウム (Li)、ナトリウム (Na)、カリウム (K)、マグネシウム (Mg) の元素標準液を用いて、各元素の共存下における Ba の発光強度を確認し、マトリックスの影響を検討した。

2) アルカリ金属・アルカリ土類金属を含むマトリックスによる Ba の発光強度に対する影響の検討

1) で対象とした Ca 塩添加物の成分規格各条においては、Ba 含量が 300 µg/g 以下 (又は 0.003%以下) と定められている。「酸化カルシウム」の Ba 試験法では、ICP-OES で測定する検液が試料濃度 1 mg/mL であることから、試料中の Ba が上述の基準値相当である場合、検液の Ba 濃度は 0.3 µg/mL、すなわち、Ba (原子量 137.33) として 2.185 µM となる。一方、アルカリ金属及びマグネシウムの基準値については、添加物ごとに異なり、最大で 6.0%以下 (「水酸化カルシウム」

又は「生石灰」)であった (Table 1)。この含量を、同様に検液の試料濃度から換算すると、最も軽い Li では 8.683 mM であり、K では 1.535 mM と計算された。以上より、測定溶液を以下の通りの濃度で調製することとした。Ba は基準値付近の 2 μ M 一律で調製し、Li、Na、K 又は Mg を段階的な濃度で添加した。Li、Na、K、Mg の濃度は、10 mM を上限とし、基準値程度 (100, 500 μ M, 1, 2, 10 mM) 又は Ba と等量程度 (1, 5, 10, 20, 50 μ M) で添加することとした。

各添加濃度における Ba、Li、Na、K 及び Mg の発光強度 (絶対値) を Figure 1 に示した。各金属元素の添加濃度の増加に伴い、Ba の発光強度は低減しており、最大添加濃度である 10 mM では、非添加時の発光強度と比較して 6–12% 程度低下した。一方、Li、Na、K 及び Mg の発光強度においては、濃度対強度直線の決定係数が <0.98 と低値であった (Figure 1)。これに関しては、特に高濃度域で直線性が失われており、添加した元素がアルカリ金属・アルカリ土類金属である点、添加濃度が高濃度である点、更に、感度の良いアキシアル測光である点から、添加濃度の設定が本分析条件における検出器のダイナミックレンジに適合していないことが原因と考えられた。そこで、同一の測定溶液を用いて、比較的幅広いダイナミックレンジでの測定が可能なラジアル測光での測定を行った。

ラジアル測光での測定の結果、各添加元素の検量線について、決定係数 >0.999 の良好な直線性が得られた (Figure 2)。このことから、検液の調製は想定通り行

われており、Figure 1 の結果は、Ba 発光強度への添加元素の影響を適切に反映していると考えられた。ラジアル測光において、各金属元素の添加による発光強度の低減は 10 mM 添加時で最大 4% 程度であり、アキシアル測光条件と比較して低度であった (Figure 2)。一般に、ラジアル測光では、プラズマの中でも電子密度の高い領域のみを主に観測するため、電子密度の低い領域も含めて観測するアキシアル測光に比べて、イオン化干渉の影響を受けにくいとされており²⁾、本報告における検討結果でも、同様の傾向が確認された。本検討結果より、アルカリ金属・アルカリ土類金属を含む試料の Ba を測定する際には、ラジアル測光を用いることで簡便にマトリックス効果を補正できる可能性が示唆された。

アキシアル測光条件において、金属元素非添加時に対する相対強度は、添加濃度 >1 mM では最大 97.9%、500 μ M では 97.0–99.1%、100 μ M では 98.4% 以上であった。また、添加濃度 100 μ M 以下 (1–50 μ M) での影響を検討した結果について Figure 3 に示す。いずれの添加元素においても、Ba の発光強度において金属元素の添加濃度に依存的な変化は確認されなかった。これらの結果から、測定溶液中に共存するこれらのアルカリ金属・アルカリ土類金属が低濃度である場合に限り、試料溶液と標準液間での単純な発光強度比較による Ba 試験が可能と考えられた。

D. 結論

本研究では、公定書において、ICP 法の

適用により改善が期待される試験法について検討した。第 10 版公定書に記載された試験法のうち、Ba 試験法は、有害試薬であるクロム酸カリウムを使用する点や、沈殿生成を目視により比較確認する点など、ICP 法の適用により、操作の安全性や結果判定の客観性の面から、改善できる可能性があった。

ICP 法による Ba 試験法の構築に向け、添加物製品中に存在し得るアルカリ金属やアルカリ土類金属が、Ba の発光強度に影響を及ぼすか検討を行った。結果、金属元素の添加濃度に依存して Ba の発光強度は低減し、特に、共存する金属元素が 1 mM 以上の場合には、他の金属元素が共存しない場合に対して、最大でも 97.9%の強度となった。すなわち、これらの金属元素を一定以上含む試料においては、金属元素を含まない標準溶液との強度比較により、Ba の試料中濃度が低く見積もられ、判定において偽陰性が生じる可能性が示唆された。以上の結果は、ICP 法により添加物製品中の Ba 含量を試験する上で、内標準法等の感度補正法の必要性を示している。ICP 法における感度補正法として、内標準法は比較的簡便な方法であるが、Ba と同様のマトリックス効果を受ける元素を選定する必要がある。また、試料マトリックスに含まれる他元素を添加するマトリックスマッチング法では、内標準法よりも正確な補正が可能であるが、予備的に試料中の元素種や含量をスクリーニング（半定量）しておく必要があり、また、対照とする Ba の標準液への各種元素の添加が必要であるため、測定コストや煩雑さの増大が課題で

ある。その他、標準添加法もマトリックス効果や各種干渉の補正に利用されるが、一般的に定量操作における測定溶液の調製が煩雑であり、調製誤差を生じやすいとされている。今後、これらの補正方法の適用性も踏まえて、ICP-OES による Ba 試験法の確立に向け、更なる検討が必要である。

E. 参考文献

- 1) 第 10 版 食 品 添 加 物 公 定 書 . https://www.caa.go.jp/policies/policy/standards_evaluation/food_additives/official_documents_002/assets/001208056.pdf (2024).
- 2) 日本分析化学会. ‘分析化学実技シリーズ 機器分析編 4 ICP発光分析’ (2013).
- 3) 建部千絵. ‘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’. https://mhlw-grants.niph.go.jp/system/files/report_pdf/202224027A-buntan3.pdf (2022).
- 4) Swearingen, K. J., Omoto, T., Wall, N. Analysis of organic and high dissolved salt content solutions using inductively coupled plasma optical emission spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.*, **32**, 1297–1305 (2017).
- 5) Akinyele, I. O., Shokunbi, O. S. Comparative analysis of dry ashing and wet digestion methods for the determination of

- trace and heavy metals in food samples. Food Chem., **173**, 682–684 (2015).
- 6) JECFA monograph BENZOYL PEROXIDE.
https://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-054.pdf (2006).
 - 7) JECFA monograph CALCIUM OXIDE.
https://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/additive-091-m1.pdf (2006).
 - 8) JECFA monograph ALUMINIUM LAKES of COLOURING MATTERS.
https://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph11/additive-013-m11.pdf (2011).
 - 9) JECFA monograph CALCIUM HYDROXIDE.
https://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-086.pdf (2006).
 - 10) JECFA monograph CALCIUM CARBONATE.
https://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-075.pdf (2006).
- F. 研究発表**
- 1) 論文発表
 1. Kurohara T, Tatebe C*, Fujiwara Y, Hioki F, Yanagimoto T, Takada S, Tada A*, Sugimoto N: Optimization of ninhydrin test for amino acids by multiple reaction monitoring analysis, Food Hyg. Saf. Sci., 2026, 67:1, 22-30
 2. Kurohara T*, Tatebe C*, Fujiwara Y, Takada S, Ishizuki K, Fujihara K, Kawasue S, Tada A, Sugimoto N: Synthesis and quantitation of *m,p*-ESBSA: An impurity in Brilliant Blue FCF and Fast Green FCF, J. Agric. Food Chem., 2025, 73:39, 24997-25006
 3. Takada S*, Hioki F, Maruta C, Fujiwara Y, Kurohara T, Tatebe C, Tada A, Sugimoto N: Quantitative Analysis of Stereoisomers of Sorbic Acid Using a Single Reference on High-Performance Liquid Chromatography and Relative Molar Sensitivity. Jpn. J. Food Chem Safety, 2025, 32:2, 69-79
 - 2) 学会発表
 1. 今岡美史, 高田翔平, 黒原崇, 藤原由美子, 建部千絵, 窪崎敦隆, 大槻崇, 多田敦子, 松藤寛, 杉本直樹: タール色素不純物の NMR スペクトルに与える無機成分の影響. 第7回日本定量 NMR 研究会年会, 2025.11.5 (埼玉県朝霞市)
 2. 日置冬子, 建部千絵, 久保田浩樹, 高田翔平, 多田敦子, 杉本直樹: ポ

リビニルアルコールの規格試験の検討, 第 62 回全国衛生化学技術協議会年会, 2025.11.6-7 (群馬県高崎市)

3. 高田翔平, 日置冬子, 丸田知枝, 建部千絵, 久保田浩樹, 多田敦子, 杉本直樹: HPLC における相対モル感度法を応用した食品添加物中のソルビン酸異性体含量の評価, 日本食品衛生学会 第 121 回学術講演会, 2025.10.16-17 (東京都江戸川区)
4. 今岡美史, 高田翔平, 黒原崇, 藤原由美子, 建部千絵, 窪崎敦隆, 大槻崇, 多田敦子, 松藤寛, 杉本直樹: 食用タール色素不純物の合成と組成分析による品質評価, 日本食品分析学会 令和 7 年度学術集会, 2025.9.12 (東京都文京区)
5. 高田翔平, 建部千絵, 日置冬子, 黒原崇, 久保田浩樹, 多田敦子, 杉本直樹: 食品中フェロシアン化物の高感度分析法開発に向けた蛍光誘導体化法の検討, 食品化学学会 第 31 回総会・学術大会, 2025.6.5-6 (滋賀県草津市)

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

Table 1 第 10 版公定書において Ba 試験が規定されている添加物¹⁾

添加物名		規格値	試験法	アルカリ金属及びマグネシウム
希釈過酸化ベンゾイル	純度試験 (6) バリウム	—	本品 2.0 g を量り、硝酸 (1→10) 15mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、水洗し、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 40mL とする。この液をアンモニア試液で pH2.4～2.8 とした後、水を加えて 50mL とし、硫酸 (1→20) 1 mL を加えて 10 分間放置するとき、濁らない。	—
酸化カルシウム	純度試験 (5) バリウム	Ba として 300µg / g 以下	本品約 1.0 g を精密に量り、塩酸 (1→10) を加えて溶かして正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、硝酸 (1→150) を加えて正確に 100mL とし、検液とする。別にバリウム標準液 1 mL を正確に量り、硝酸 (1→150) を加えて 1000mL とする。この液 30mL を正確に量り、硝酸 (1→150) を加えて 100mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により試験を行うとき、検液の発光強度は、比較液の発光強度以下である。	3.6%以下
食用赤色 2 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (3) バリウム	Ba として 500 µg /g 以下 (タール 色素レー キ試験 法)	<u>タール色素レーキ試験法</u> 試料約 0.10 g を精密に量り、硝酸 5 mL を加え、100℃で 5 時間加熱する。冷後、水で正確に 100mL とし、検液とする。別に、バリウム標準液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水約 50mL を加え、更に硝酸 5 mL を加える。冷後、水を加えて正確に 100mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作した液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により試験を行うとき、検液と空試験液の発光強度の差は、比較液の発光強度以下である。	—
食用赤色 3 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (4) バリウム			—
食用赤色 40 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (3) バリウム			—
食用黄色 4 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (3) バリウム			—
食用黄色 5 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (3) バリウム			—
食用緑色 3 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (3) バリウム			—
食用青色 1 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (3) バリウム			—
食用青色 2 号 アルミニウムレーキ	純度試験 (4) バリウム			—
水酸化カルシウム	純度試験 (5) バリウム	Ba として 0.030 % 以下	本品 1.50 g を量り、塩酸 (1→4) 15mL を加えて溶かし、水を加えて 30mL とし、ろ過する。ろ液 20mL を量り、検液とし、酢酸ナトリウム三水和物 2 g、酢酸 (1→20) 1 mL 及び	6.0%以下

			クロム酸カリウム溶液(1→20)0.5mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mLを量り、水を加えて20mLとし、以下検液と同様に操作した液を用いる。	
生石灰 (既存)	純度試験 (5) バリウム	Baとして 300μg / g 以下	本品 1.50 g を量り、水を加え泥状にし、塩酸(1→4) 20mLを加えて溶かし、水を加えて30mLとし、ろ過する。ろ液20mLを量り、検液とし、酢酸ナトリウム2 g、酢酸(1→20) 1 mL 及びクロム酸カリウム溶液(1→20) 0.5mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mLを量り、水を加えて20mLとし、以下検液と同様に操作した液を用いる。	6.0%以下
炭酸カルシウム I	純度試験 (5) バリウム	Baとして 0.030 % 以下	本品 1.0 g を量り、塩酸(1→4) 8 mLを加えて溶かし、水を加えて20mLとし、検液とする。検液に酢酸ナトリウム三水和物2 g、酢酸(1→20) 1 mL 及びクロム酸カリウム溶液(1→20) 0.5mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の呈する濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mLに水を加えて20mLとし、以下検液と同様に操作した液を用いる。	1.0%以下
炭酸カルシウム II	純度試験 (5) バリウム	Baとして 0.030 % 以下	本品 1.0 g を量り、塩酸(1→4) 8 mLを加えて溶かし、水を加えて20mLとし、検液とする。検液に酢酸ナトリウム三水和物2 g、酢酸(1→20) 1 mL 及びクロム酸カリウム溶液(1→20) 0.5mLを加え、15分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の呈する濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液0.30mLに水を加えて20mLとし、以下検液と同様に操作した液を用いる。	1 %以下

Table 2 JECFA 規格において Ba 試験が規定されている関連添加物

添加物名	規格値	試験法
BENZOYL PEROXIDE ⁶⁾	N.A.	
CALCIUM OXIDE ⁷⁾	Not more than 0.03%	Cautiously mix 1.5 g of the sample with 10 ml water, add 15 ml of dilute hydrochloric acid TS, dilute to 30 ml with water and filter. To 20 ml of the filtrate add 2 g of sodium acetate, 1 ml of dilute acetic acid TS and 0.5 ml of potassium chromate TS and allow to stand for 15 min. The turbidity of the solution is not greater than that of a control prepared by adding water to 0.3 ml of barium standard solution (1.779 g barium chloride in 1000 ml of water) to make to 20 ml, adding 2 g of sodium acetate, 1 ml of dilute acetic acid TS and 0.5 ml of potassium chromate TS and allowing to stand for 15 min.
ALUMINIUM LAKES of COLOURING MATTERS ⁸⁾	N.A.	
CALCIUM HYDROXIDE ⁹⁾	Not more than 0.03%	Mix 1.5 g of the sample with 10 ml of water, add 15 ml of dilute hydrochloric acid TS and dilute to 30 ml with water and filter. To 20 ml of the filtrate, add 2 g of sodium acetate, 1 ml of dilute acetic acid TS and 0.5 ml of potassium chromate TS, and allow to stand for 15 min. The turbidity of the solution is not greater than that of a control prepared by adding water to 0.3 ml of barium standard solution (1.779 g barium chloride in 1000 ml of water) to make to 20 ml, adding 2 g of sodium acetate, 1 ml of dilute acetic acid TS and 0.5 ml of potassium chromate TS and allowing to stand for 15 min.
CALCIUM CARBONATE ¹⁰⁾	Not more than 0.03%	Weigh 1 g of the sample to the nearest mg and mix with 10 ml of water. Add 15 ml of dilute hydrochloric acid TS and dilute to 30 ml with water and filter. To 20 ml of the filtrate add 2 g of sodium acetate, 1 ml of dilute acetic acid TS and 0.5 ml of potassium chromate TS and allow to stand for 15 min. The solution should show no more turbidity than a comparison solution containing 1 mg barium/ml. To prepare the comparison solution, add 20 ml of water to 0.3 ml of barium standard solution (1.799 g barium chloride in 1 L), and then 2 g of sodium acetate TS, 1 ml of dilute acetic acid TS and 0.5 ml of potassium chromate TS.

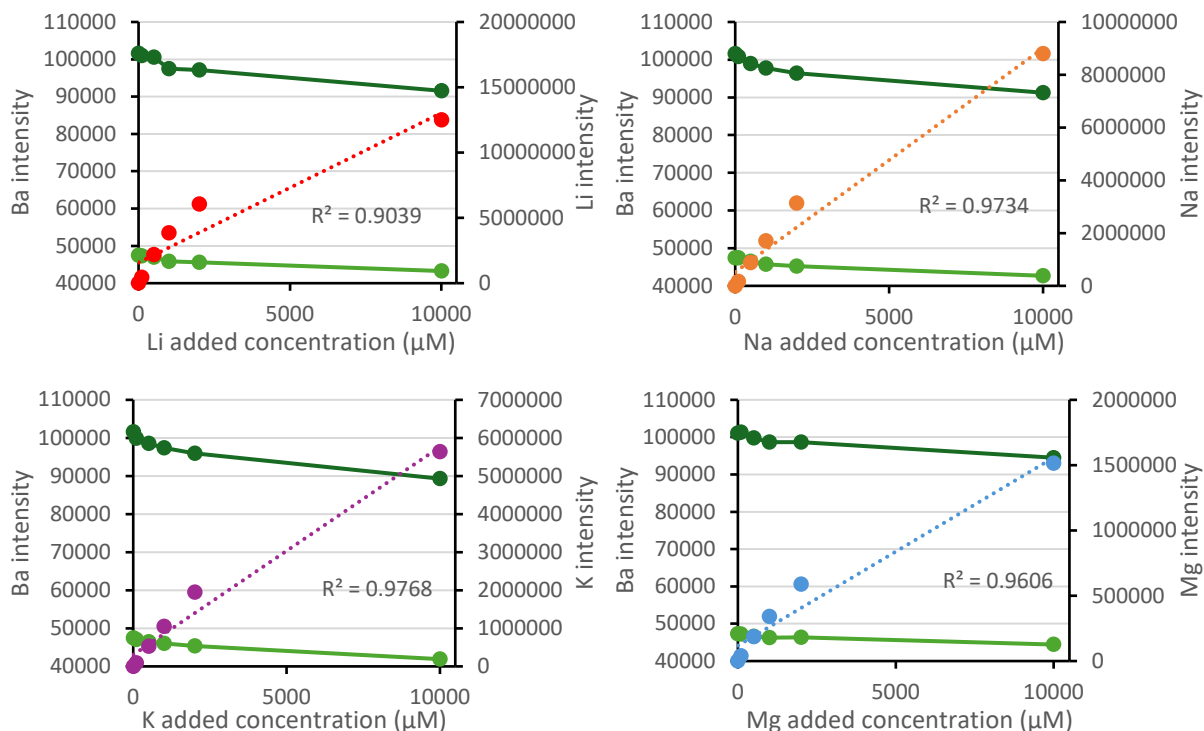


Figure 1 Ba 溶液中に金属元素 (0–10,000 μM) を添加した場合の Ba 発光強度の変化と各添加元素の発光強度 (薄緑 : Ba 493.409 nm 濃緑 : Ba 455.403 nm 赤 : Li 670.776 nm 黄 : Na 589.592 nm 紫 : K 766.490 nm 薄青 : Mg 285.213 nm)

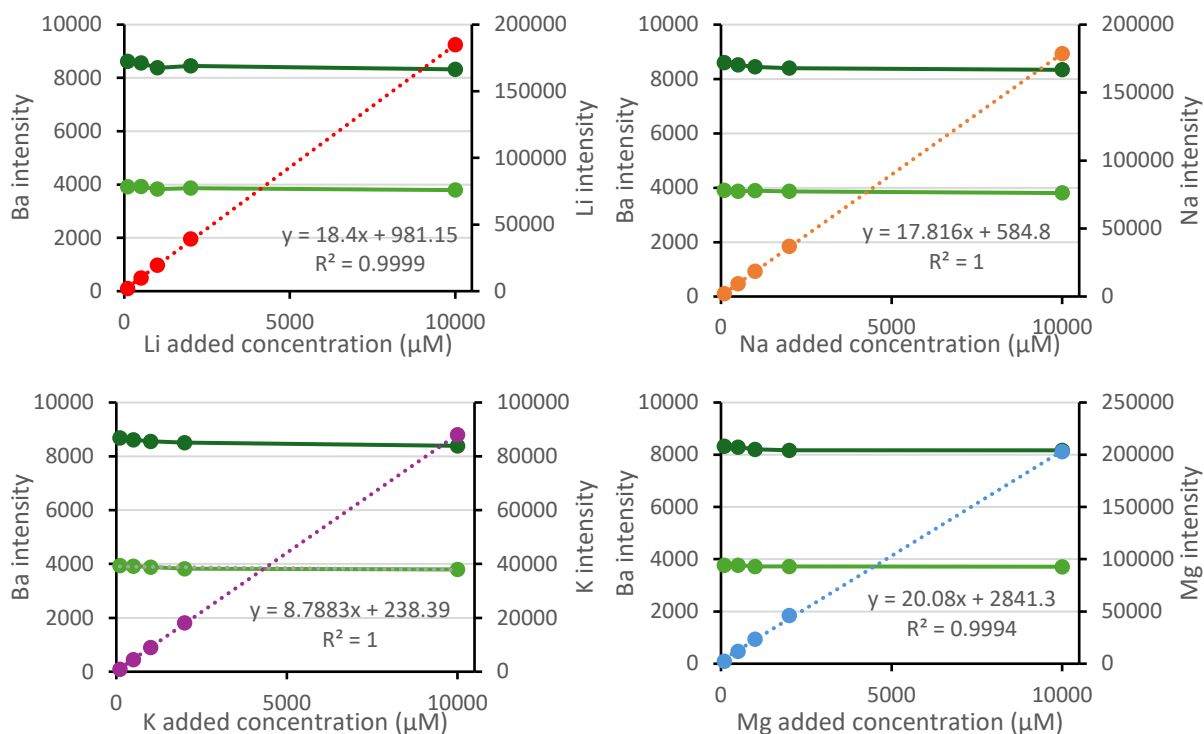


Figure 2 Ba 溶液中に金属元素 (100–10,000 μM) を添加した場合の Ba 発光強度の変化と各添加元素

の発光強度（ラジアル測光条件）（薄緑：Ba 493.409 nm 濃緑：Ba 455.403 nm 赤：Li 670.776 nm 黄：Na 589.592 nm 紫：K 766.490 nm 薄青：Mg 285.213 nm）

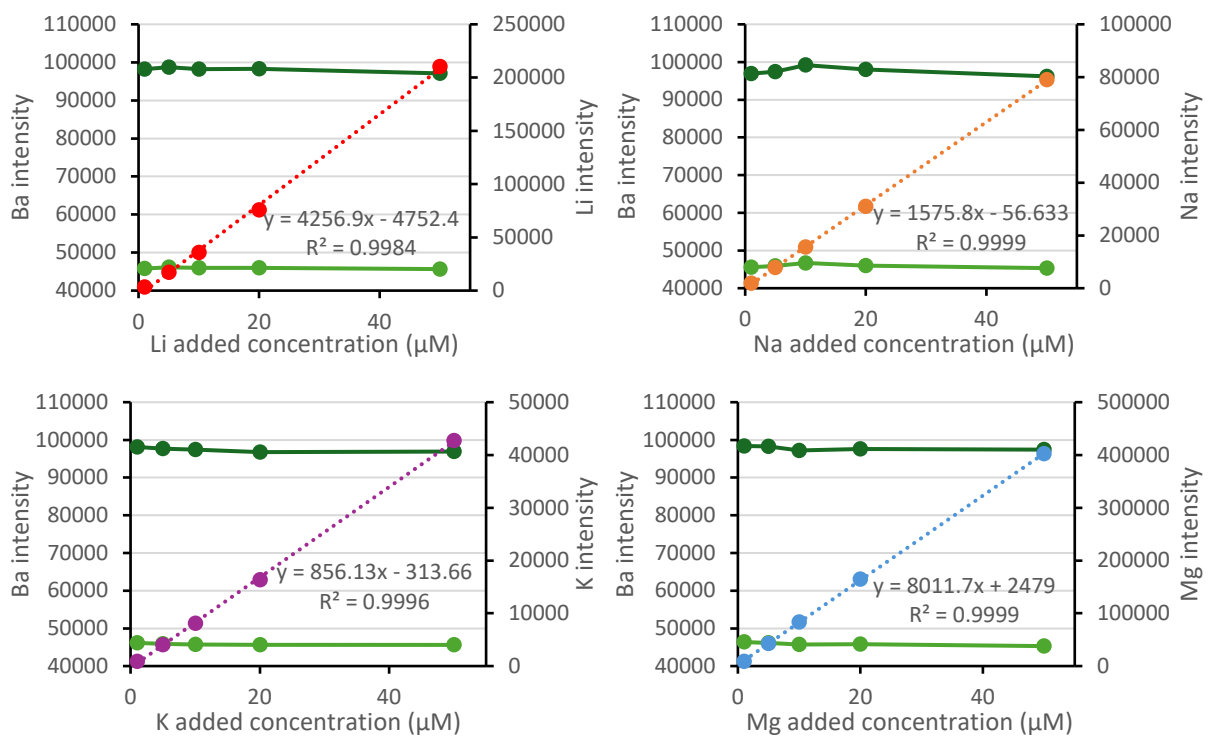


Figure 3 Ba 溶液中に金属元素（1–50 μM）を添加した場合の Ba 発光強度の変化と各添加元素の発光強度（薄緑：Ba 493.409 nm 濃緑：Ba 455.403 nm 赤：Li 670.776 nm 黄：Na 589.592 nm 紫：K 766.490 nm 薄青：Mg 279.553 nm）

