

ポリソルベート 20、ポリソルベート 60、ポリソルベート 65 及びポリソルベート 80 の食品添加物の指定に関する添加物部会報告書

1. 品目名

ポリソルベート 20

英名 : Polyoxyethylene (20) Sorbitan Monolaurate、Polysorbate 20

その他の名称 : モノラウリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、Tween 20

[CAS 番号 : 9005-64-5]

ポリソルベート 60

英名 : Polyoxyethylene (20) Sorbitan Monostearate、Polysorbate 60

その他の名称 : モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、Tween 60

[CAS 番号 : 9005-67-8]

ポリソルベート 65

英名 : Polyoxyethylene (20) Sorbitan Tristearate、Polysorbate 65

その他の名称 : トリステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン、Tween 65

[CAS 番号 : 9005-71-4]

ポリソルベート 80

英名 : Polyoxyethylene (20) Sorbitan Monooleate、Polysorbate 80

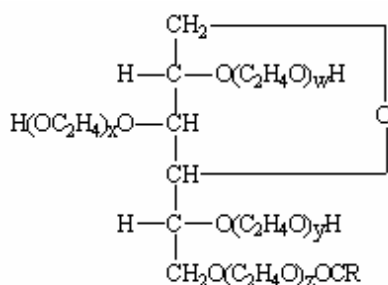
その他の名称 : オレイン酸ポリオキシエチレンソルビタン、Tween 80

[CAS 番号 : 9005-65-6]

2. 構造式、分子式及び分子量

ポリソルベート類は、ソルビタン脂肪酸エステルにエチレンオキシドが約 20 分子縮合したものである。

(1) ポリソルベート 20、60 及び 80 の構造式



$$w + x + y + z = \text{約 } 20$$

RCO-は、

ポリソルベート 20 では主としてラウリン酸 (CH₃(CH₂)₁₀CO-)。

ポリソルベート 60 では主としてステアリン酸 (CH₃(CH₂)₁₆CO-)

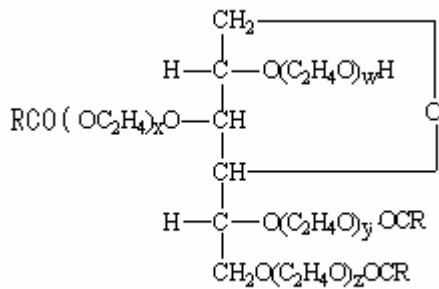
及びパルミチン酸 (CH₃(CH₂)₁₄CO-)。

ポリソルベート 80 では主としてオレイン酸

(CH₃(CH₂)₇CH=CH(CH₂)₇CO-)。

ただし、その他の脂肪酸も含む。

(2) ポリソルベート 65 の構造式



$$w + x + y + z = \text{約 } 20$$

RCO-は主としてステアリン酸 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}-$)
及びパルミチン酸 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CO}-$)。
ただし、他の脂肪酸を含む。

(参考) エチレンオキシドが 20 分子縮合し、() 内の脂肪酸のみで構成されたとした場合の分子量を参考として示す。

ポリソルベート 20 : 1227.72 (ラウリン酸)

ポリソルベート 60 : 1311.90 (ステアリン酸)

ポリソルベート 80 : 1309.68 (オレイン酸)

ポリソルベート 65 : 1842 (ステアリン酸)

3. 用途

乳化剤等

4. 概要及び諸外国での使用状況

ポリソルベート類は、ソルビトールと脂肪酸をアルカリ触媒下で加熱反応させることによって生成するソルビタン脂肪酸エステルに、エチレンオキシドを縮合反応させることによって得られるソルビタン脂肪酸エステルのポリオキシエチレンエーテルである。現在、米国、EUをはじめとする諸外国で、乳化、分散化、可溶化剤としてケーキミックス、サラダドレッシング、ショートニングオイル、チョコレート等に広く利用されている。ポリソルベート類は親水性の乳化剤であり、特に、ポリソルベート 20 は他に比べて親水性が高く、逆にポリソルベート 65 は他に比べて親油性が高いといった特徴を利用して使い分けされている。

米国では、ポリソルベート類は 1960 年代初頭より食品添加物として認可され、ポリソルベート 60、同 65 及び同 80 について、使用基準を定めた上で、その使用が認められており、ポリソルベート 20、同 60 及び同 80 は合成香料及び同助剤のリストに記載され、溶解補助剤として使用できる。EU では、食品添加物指令 (1995 年) で、ポリソルベート 20、同 40、同 60、同 65 及び同 80 が認可され、使用基準が設定されている。

FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議 (JECFA) では、1973 年の第 17 回会合において、ポリソルベート 20、同 40、同 60、同 65、同 80 はグループ化合物として ADI 0~25 mg/kg 体重/日が設定されている。また、国際食品規格 (CODEX) においてポリソルベート類の使用基準が検討されている。

5. 食品添加物としての有効性

(1) 乳化剤としての特性

乳化剤は一つの分子に親水基と親油基を持つ物質で、水と油の間、水と空気の間などに配列することによって、乳化を容易にし、また安定化させる。乳化には、水の中に油滴がある O/W 型と油の中に水滴がある W/O 型があるが、ポリソルベート類は親水性が強く、親水基と

親油基のバランスの指標である HLB¹⁾が 10 - 17 の O/W 型の乳化剤である。既存の乳化剤の多くは親油性が高い低 HLB 若しくは中 HLB である。シヨ糖脂肪酸エステルとグリセリン脂肪酸エステルは、それぞれエステル化度やグリセリンの重合度、脂肪酸の種類を変えることによって広い範囲の HLB の乳化剤を作ることができるが、ポリソルベート程高い HLB を得ることは難しいとされている。ポリソルベート類やその他の乳化剤の HLB について以下の表にまとめる。²⁾

| 名 称 | HLB |
|-------------------|---------|
| ポリソルベート類 | 10 -17* |
| 脂肪酸モノグリセリド | 3 - 4 |
| シヨ糖脂肪酸エステル | 3 - 15 |
| ソルビタン脂肪酸エステル | 2 - 8 |
| プロピレングリコール脂肪酸エステル | 3 - 4 |
| 植物レシチン | - |

* ポリソルベート 20: 16.7; ポリソルベート 60: 14.9;
 ポリソルベート 65: 10.5; ポリソルベート 80: 15.0

(2) O/W 系での乳化力試験

大豆油 50g、水道水 450g の配合に乳化剤を添加しないものを対照区とし、ポリソルベート 60 やグリセリン脂肪酸エステルなど表に掲げる乳化剤を 5g ずつ大豆油又は水道水に添加したものを試験区とした。大豆油、水、乳化剤（試験区）を T.K ホモキサーで、60°C、10,000rpm、5 分間乳化し、次いで、乳化試験管に移し、室温に放置して、経時的に油層の分離量を測定した。その結果、ポリソルベート 60 を用いた試験区では 24 時間後の油の浮上は見られなかった。しかし、グリセリン脂肪酸エステルやレシチンではゲル状になり均一乳化できなかったほか、ソルビタン脂肪酸エステルやプロピレングリコール脂肪酸エステルでは、24 時間後に油が 100% 浮上した。シヨ糖脂肪酸エステルについては、24 時間後に油滴が存在し、乳化力としては不十分であった。²⁾

| 乳化剤 | 油層の分離量 | | | | 添加方法 | HLB |
|-------------------|--------|------|------|------------------|--------|------|
| | 0.5h | 1h | 2h | 24h | | |
| なし | 100% | 100% | 100% | 100% | - | - |
| ポリソルベート 60 | 0% | 0% | 0% | 0% | 大豆油に添加 | 14.9 |
| グリセリン脂肪酸エステル | ゲル化 | ゲル化 | ゲル化 | ゲル化 | 大豆油に添加 | 3.8 |
| シヨ糖脂肪酸エステル | 0% | 0% | 0% | 0% ¹⁾ | 水に添加 | 11 |
| ソルビタン脂肪酸エステル | 100% | 100% | 100% | 100% | 大豆油に添加 | 4.7 |
| プロピレングリコール脂肪酸エステル | 10% | 40% | 60% | 100% | 大豆油に添加 | 3.4 |
| レシチン | ゲル化 | ゲル化 | ゲル化 | ゲル化 | 大豆油に添加 | - |

1) 表面に油滴が浮上

- 1) HLB (Hydrophilic Lipophilic Balance) : 油と水への親和性の程度を表わすもの。0 から 20 までの値を取り、0 に近いほど親油性が高く 20 に近いほど親水性が高くなる。
- 2) ポリオキシエチレン (20) ソルビタン脂肪酸エステルについての成績 花王株式会社 動物用飼料添加物要請書 昭和 57 年 11 月

6. 食品安全委員会における評価結果（案）について

食品安全基本法（平成 15 年法律第 48 号）第 24 条第 1 項第 1 号の規定に基づき、平成 15 年 10 月 8 日厚生労働省発食安第 1008003 号により食品安全委員会あて意見を求めたポリソルベート 20、同 60、同 65 及び同 80 に係る食品健康影響評価については、平成 15 年 10 月 29 日、平成 16 年 4 月 27 日、平成 16 年 7 月 28 日、平成 16 年 9 月 8 日、平成 18 年 4 月 13 日、平成 19 年 3 月 23 日及び平成 19 年 5 月 29 日に開催された添加物専門調査会の議論を踏まえ、以下の評価結果が平成 19 年 6 月 7 日付けで通知されている。

ポリソルベート類の無毒性量（NOAEL）は、ラットを用いたポリソルベート 60 の 13 週間混餌投与試験でみられた下痢を根拠に 2%（1,000 mg/kg 体重/日相当）となることから、安全係数を 100 とし、ポリソルベート類（ポリソルベート 20、同 60、同 65 及び同 80）の一日摂取許容量（ADI）をグループとして 10 mg/kg 体重/日と設定した。

なお、その詳細は下記の通りである。

今回評価を行った 4 物質（ポリソルベート 20、同 60、同 65 及び同 80）間に、体内動態及び有害影響について本質的な相違はみられず、グループとして評価し ADI を設定することが適切と考えた。

反復投与毒性試験では、主な症状として下痢が認められた。通常、難吸収性物質を大量投与した際に認められる下痢は、物理的な要因が推定されることから毒性影響と評価しない。しかしながら、ポリソルベート類については、難吸収性ポリオールによる物理的な要因に併せて消化管粘膜に対する局所刺激による吸収率への影響が疑われることから、安全サイドに立った考え方により、下痢を毒性影響と評価した。

ポリソルベート 65 及び 80 について、*in vitro* 染色体異常試験で一部陽性結果が報告されているが、発現頻度が低く、かつ、*in vivo* の骨髄小核試験では陰性の結果が得られていることから、ポリソルベート類の遺伝毒性は、生体にとって特段問題となるものではないと考えられる。

ラットを用いたポリソルベート 80 の 2 年間混餌試験において、主として雄に副腎髄質の褐色細胞腫の発生率の増加傾向が報告されている²⁹⁾が、カルシウム吸収の増加と共に、難吸収性の物質の大量投与に伴い雄ラットに発現する反応であり、類縁化合物といえるソルビトールやアルコール等の高用量暴露でも雄ラット副腎髄質に同様の影響が現れることが知られており、ヒトに対する発がんリスクを示唆する知見ではないと考えられる。

強力な発がん物質 MNNG（飲水中 50 ppm 及び 100 ppm）とポリソルベート 60 の同時投与で胃腺がんの発生増加と肉腫の発生及び発がんの増強と悪性度の亢進が報告されているが、試験の規模が小さいこと、*in vivo* 遺伝毒性試験成績が陰性であること等から、ADI の設定においてこれらの試験結果を考慮する必要はないと判断した。

Brubaker らの 1 投与量によるラット神経発生毒性試験において、児動物の行動変化が認められていることから、児の行動への影響を確認するための追加試験が行われ、7.5 vol% 投与群で母体毒性が認められ、児動物に体重増加抑制及び条件回避反応試験の低回避率等が認められた。1%以下の投与群では母動物及び次世代（F1）に対する影響は認められなかった。

ポリソルベート類に含有される不純物については、米国での推定摂取量及びそれに基づき算出した生涯リスクから、わが国の推定摂取量に基づく生涯リスクを導いたところ、一般に遺伝毒性発がん物質の無視しうるレベルとされている 100 万分の 1 のレベルを下回っており、そのリスクは極めて低いと考えられる。但し、リスク管理機関としては、引き続き、技術的に可能なレベルで低減化を図るよう留意すべきである。

下痢を毒性影響と評価する場合、各試験の NOAEL の最小値は、ハムスターを用いたポリソ

ルベート 60 の 12～13 ヶ月間混餌投与試験の 1% (約 800 mg/kg 体重/日) となる。しかしながら、JECFA では、この試験成績は古いデータであり、試験手法の問題もあること、この他に信頼性における長期のデータがあることなどから、ADI 設定の根拠にしないと評価しており、食品安全委員会としても同様に評価した。従って、ポリソルベート類の NOAEL の最小値は、ラットを用いたポリソルベート 60 の 13 週間混餌投与試験でみられた下痢を根拠として 2% (1,000 mg/kg 体重/日相当) となる。13 週間反復投与試験のように投与期間の短い試験成績を根拠に一日摂取許容量 (ADI) を設定する際には、通常的安全係数 100 に追加の不確実係数を適応するのが一般的である。しかしながら、ポリソルベート類については 2 年間反復投与毒性試験など複数の長期試験の成績もあり、これらを全て評価した上で、13 週間反復投与試験の NOAEL が最も低いと判断したものであるから、安全係数は通常 100 を適用することとした。

上記を踏まえ、ポリソルベート類 (ポリソルベート 20、同 60、同 65 及び同 80) の ADI は、グループとして 10 mg/kg 体重/日と評価した。

| | |
|----------------|--------------------------|
| グループ ADI | 10 mg/kg 体重/日 |
| (ADI 設定根拠資料) | ポリソルベート 60 の 13 週間混餌投与試験 |
| (動物種) | ラット |
| (投与方法) | 混餌投与 |
| (NOAEL 設定根拠所見) | 下痢 |
| (NOAEL) | 1,000 mg/kg 体重/日 |
| (安全係数) | 100 |

7. 摂取量の推計

海外における使用量

上記の食品安全委員会の評価結果によると以下の通りである。

欧米諸国において、食品への使用量から推定されるポリソルベート類の 1 人当たりの一日摂取量は、12～111 mg/ヒト/日と推定される。

わが国においては、添加物として指定された後に、マーケットバスケット調査等により摂取量を精密に把握するべきと思われるが、現時点で、欧米諸国の推定摂取量を超え、ヒトの健康に影響を与えるほど摂取されるとは考えられない。

表. ポリソルベート (Tween) の市場推定 (2002 年)

| | EU (ton) ※1 | 米国 (ton) ※2 |
|-----------------------|-------------|-------------|
| ポリソルベート 20 (Tween 20) | 10-20 | 10-20 |
| ポリソルベート 65 (Tween 65) | 10-20 | 10-20 |
| ポリソルベート 60 (Tween 60) | 1500-2500 | 4000-7000 |
| ポリソルベート 80 (Tween 80) | 200-400 | 2500-5000 |

出典：Quest International (オランダのポリソルベートメーカー) 情報

※1 人口 377 百万人として、1 人一日当たり消費量 12 - 21 mg/ヒト/日

※2 人口 298 百万人として、1 人一日当たり消費量 60 - 111 mg/ヒト/日

8. 新規指定について

ポリソルベート 20、ポリソルベート 60、ポリソルベート 65 及びポリソルベート 80 を食品衛生法第 10 条に基づく添加物として指定することは差し支えない。ただし、同法第 11 条第 1 項の規定に基づき、次の通り使用基準及び成分規格を定めることが適当である。

(1) 使用基準について

1) 設定方針

国際的に汎用されている食品添加物として検討を進めている品目であり、今般、コーデックス基準 (General Standard for Food Additives) の策定が大幅に進む状況であるため、国際基準であるコーデックス基準 (ステップ 8 として採択及び基準検討中を含む。) を勘案しつつ以下のように整理した。

- ①コーデックス基準の食品、当該食品での最高使用濃度を、原則、採用する。
- ②コーデックス基準であって、米国又は EU において使用が認められている食品を使用対象食品とする。

コーデックス、米国及び EU における使用基準とわが国における使用基準案の比較を別紙 1 にまとめた。なお、食品分類 07.2 の高級ベーカリーの最高使用濃度は、コーデックスにおいて検討中であること、高級ベーカリー由来の推定摂取量は、最高使用濃度をコーデックス基準案 (5g/kg) とした場合、成人 32.1、小児 33.6 mg/㎏/日となり、その量が多いことから EU の基準 3g/kg を採用した。また、パンについては米国で使用基準が定められているものの、コーデックス基準が検討中であること、パン由来の推定摂取量は成人 114、小児 91mg/㎏/日 (最高使用濃度を 3g/kg とした場合) となり、その量が大きいことから今回の使用対象食品とはしない。

2) 摂取量の推定

使用基準案に基づく最大摂取量は以下により推定した。

- ①食品分類毎の一日摂取量は、平成 17 年度食品添加物一日摂取量調査の報告書 (以下、「平成 17 年度報告」という。) に基づいた。
- ②平成 17 年度報告における食品分類とコーデックス基準での食品分類の対応を整理し、各食品分類の食品摂取量を推定した。
- ③最大摂取量は以下の計算方法により推定した。

$$\text{最大推定摂取量} = \sum (\text{食品分類毎の食品摂取量}) \times (\text{食品分類での最大使用濃度})$$

最大摂取量の推定

| | 成人 | 小児 (1~6 歳) |
|--|------|------------|
| 加糖ヨーグルト | 23.7 | 33.6 |
| 洋生菓子 | 17.8 | 25.7 |
| 焼菓子 | 19.2 | 20.1 |
| ココア及びチョコレート製品 (チョコレートドリンク及びフラワーペーストを含む。) | 11.4 | 19.7 |
| ソース類 | 21.6 | 12.4 |
| アイスクリーム類 | 5.86 | 11.8 |

| | | |
|----------------------------------|-------------|-------------|
| マヨネーズ、ドレッシング | 9.60 | 6.63 |
| ショートニング | 5.50 | 4.95 |
| スープ | 13.2 | 3.86 |
| ミックスパウダー(焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。) | 0.615 | 3.12 |
| 野菜・海藻の漬物 | 8.75 | 0.850 |
| あめ類 | 0.532 | 0.850 |
| チューインガム | 0.230 | 0.815 |
| 氷菓 | 0.230 | 0.760 |
| 乳脂肪代替食品 | 3.16 | 0.653 |
| 菓자에用いる糖を主成分とする装飾品 | 1.59 | 0.420 |
| 即席麺の添付調味料 | 1.02 | 0.275 |
| 野菜・海藻の缶詰及び瓶詰め | 0.114 | 0.0850 |
| 非熟成チーズ | 0.0167 | 0.0186 |
| カプセル、錠剤等通常の食品形態でない食品 | 125 | — |
| その他の食品 | 20.1 | 10.6 |
| 最大推定摂取量 (ADI 比) | 289 (0.578) | 157 (0.993) |

単位 mg/ト/日

なお、①この推定は使用基準に含まれる加工食品全てにポリソルベート類が最高使用濃度で使用されるとする過大な見積もりであること、②使用基準案での対象食品の範囲は米国、EU での対象食品の範囲に留まることから、実際の摂取量は米国、EU での一日摂取量 12～111mg/ト/日を超える可能性は小さいこと、を踏まえるとポリソルベート類が ADI を超えて摂取される可能性は低いと考える。

3) 使用基準 (案)

ポリソルベート 20 の使用量は、ポリソルベート 80 として、カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品にあってはその 1kg につき 25g 以下、ココア及びチョコレート製品、ショートニング、即席麺の添付調味料、ソース類、チューインガム並びに乳脂肪代替食品にあってはその 1kg につき 5.0g 以下、アイスクリーム類、菓子の製造に用いる装飾品(糖を主成分とするものに限る。)、加糖ヨーグルト、ドレッシング、マヨネーズ、ミックスパウダー(焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。)、焼菓子(洋菓子に限る。))及び洋生菓子にあってはその 1kg につき 3.0g 以下、あめ類、スープ、フラワーペースト(ココア及びチョコレートを主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パン又は菓자에充てん又は塗布して食用に供するものに限る。))及び氷菓にあってはその 1kg につき 1.0g 以下、海藻の漬物、チョコレートドリンク及び野菜の漬物にあってはその 1kg につき 0.50g 以下、非熟成チーズにあってはその 1kg につき 0.080g 以下、海藻の缶詰及び瓶詰並びに野菜の缶詰及び瓶詰にあってはその 1kg につき 0.030g 以下、その他

の食品にあつてはその1kgにつき0.020g以下でなければならない。ただし、ポリソルベート60、ポリソルベート65若しくはポリソルベート80の1種以上と併用する場合にあっては、それぞれの使用量の和がポリソルベート80として基準値以下でなければならない。また、低カロリー食品としての特別用途表示の許可又は承認を受けた場合は、この限りでない。

カプセル・錠剤等通常の食品形態でない食品：菓子類は含まない。

非熟成チーズ：マスカルポーネ、モッツアレラなど熟成過程を経ずに製造されるチーズ。

チョコレートドリンク：チョコレート類を原料として製造したもので、そのまま、又は希釈して飲用に供するもの。

菓子の製造に用いる装飾品（糖を主成分とするものに限る。）：菓子や果物などにかける砂糖衣のことで、アイシングやコーティングとして用いられるものである。

焼菓子（洋菓子に限る。）：いわゆる長崎カステラは含むものの、饅頭、煎餅のような和菓子や菓子パンは含まない。

スープ：肉、魚介、野菜などのだしを土台にした汁物であつて、主に飲用に供する食品であり、粉末やペースト状にしたものもこれに含まれる。スープには、コンソメやボルシチなどが該当するが、和風の汁物やパスタソースなどは含まない。

ソース類：果実ソースやチーズソースなどのほか、ケチャップも含む。ただし、菓子などに用いるいわゆるフルーツソースのようなものは含まない。

加糖ヨーグルト：糖類を加えたヨーグルトのことであり、飲用に供するヨーグルトドリンクは含まない。

ポリソルベート60、65及び80についても、同様の使用基準とする。

（2）成分規格について

ポリソルベート20、ポリソルベート60、ポリソルベート65及びポリソルベート80の成分規格をそれぞれ別紙2、5、8、11のとおり設定することが適当である。（設定根拠はそれぞれ別紙3、6、9、12、各成分規格（案）とそれぞれ対応する国際規格等との比較は別紙4、7、10、13のとおり。）

コーデックス、米国、EUと日本の比較

| 食 品 | GSFA | GSFA検 討段階 | 米 国 1) | | | | 欧州連合 2) | | 日 本 | |
|--|-----------------------|--------------|---|---|--|---------------------------------|---|------------------|-------------------------------------|--------------|
| | 最高使用 濃度 (mg/kg) | | Polysorbate 60 食品、最高使用濃 度 | Polysorbate 80 食品、最高使用濃 度 | Polysorbate 65 食品、最高使用濃 度 | Polysorbate 20 食品、最高使用濃 度 | 食 品 | 最高使用濃度 (g/kg) | 対象食品案 | 最大使用濃度(g/kg) |
| 01.3.2 Beverage whiteners [飲料ホワイトナー] | 4,000 | 採択 | milk or cream substitute in beverage coffee 0.4% | | | | | | 乳脂肪代替 食品 | 5.0 |
| 01.4.4 Cream analogues [クリーム類似品] 飲料ホワイトナー 以外の植物油と水のエマルジ ョン、植物性脂肪のホイップクリーム等 | 5,000 | 採択 | milk or cream substitute in beverage coffee 0.4% | | milk or cream substitute in beverage coffee 0.4% | | Milk and cream analogues | 5 | 乳脂肪代替 食品 | 5.0 |
| 01.5.2 Milk and cream powder analogues [粉乳及び粉末クリーム類似製品] 飲 料ホワイトナー以外の油脂と水のエ マルジョン及び乾燥物、模倣乾燥ク リームミックス、スキムミルクと粉末植物 油脂の混合物 | 4,000 | 採択 | milk or cream substitute in beverage coffee 0.4% | | milk or cream substitute in beverage coffee 0.4% | | Milk and cream analogues | 5 | 乳脂肪代替 食品 | 5.0 |
| 01.6.1 Unripened cheese [未熟成チーズ] | 80 | 検討中 | | cottage cheese, lowfat cottage cheese 0.008% | | | | | 非熟成チーズ | 0.080 |
| 01.7 Dairy-based desserts (e.g., ice cream, ice milk, pudding, fruit or flavoured yoghurt) [乳性デザート類(例えば、アイスク リーム、アイスマルク、プディング、フ ルーツ又は着香ヨーグルト)]ゼリーで 固めた牛乳、チョコレートムース等も 含まれる | 3,000 | 採択 | | ice cream, ice milk, fruit sherbet, nonstandardized frozen desserts 0.1% | ice cream, ice milk, fruit sherbet, nonstandardized frozen desserts 0.1% | | | | アイスクリー ム類 加糖ヨーグル ト 洋生菓子 | 3.0 |
| 02.1.2 Vegetable oils and fats [植物性油及び脂肪] | 5,000 | 採択 | | shortening or oil 1%; whipped edible oil topping (2.3) 0.4%; <u>shortening 1%</u> <u>(nonstandardized baked</u> <u>goods, baking mixes,</u> <u>icings, fillings, toppings,</u> <u>frying of foods向け)</u> | whipped edible oil topping (2.3) 0.4; | | Fat emulsions for baking purpose | | ショートニン グ | 5.0 |

| | | | | | | | | | | |
|---|-------|-----|--|---|--------------------------------------|--|-------------|---|---------------|-------|
| 02.1.3 Lard, tallow, fish oil, and other animal fats | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 02.2.1.3 Blends of butter and margarine | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 02.2.2 Emulsions containing less than 80% fat | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 02.3 Fat emulsions mainly of type oil-in-water, including mixed and/or flavoured products based on fat emulsions | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 02.4 Fat-based desserts excluding dairy-based dessert products of food category 01.7 | 3,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 03.0 Edible ices, incl.sherbet and sorbet [シャーベット及びsobetを含め食用氷] | 1,000 | 採択 | | | | | Edible ices | 1 | 氷菓 | 1.0 |
| 04.1.2.8 Fruit preparations, including pulp, purees, fruit toppings and coconut milk | 1,000 | 検討中 | | | | | | | | |
| 04.1.2.9 Fruit-based desserts, incl. fruit-flavoured water-based desserts [果実の香りを付けた水を主成分とするデザートを含め、果実を主成分とするデザート] | 3,000 | 採択 | | nonstandardized frozen desserts 0.1% | nonstandardized frozen desserts 0.1% | | Desserts | 3 | 洋生菓子 | 3.0 |
| 04.2.2.3 Vegetables(incl.mushrooms & fungi, roots & tubers, pulses & legumes [(incl.soybeans)], & aloe vera) & seaweeds in vinegar, oil, or brine [酢、油、塩漬、醤油漬けた野菜(マッシュルーム、キノコ類、根茎及び塊茎、豆類[大豆を含む]、及びアロエベラを含む)及び海藻類] | 500 | 検討中 | | pickled and pickle products 500 mg/kg | | | | | 野菜及び海藻の漬物 | 0.50 |
| 04.2.2.3 Vegetables(incl.mushrooms & fungi, roots & tubers, pulses & legumes [(incl.soybeans)], & aloe vera) & seaweeds in vinegar, oil, or brine [缶詰又は瓶詰め(殺菌した)野菜(マッシュルーム、キノコ類、根茎及び塊茎、豆類[大豆を含む]、及びアロエベラを含む)及び海藻類] | 30 | 検討中 | | canned spiced green beans (dill oil) 30 ppm | | | | | 野菜・海藻の缶詰及び瓶詰め | 0.030 |

| | | | | | | | | | | |
|--|-------|----|----------------------------------|--|--|--|--|--|--|------|
| 04.2.2.6 Vegetable (incl.mushrooms & fungi, roots & tubers, pulses & legumes [(incl.soybeans)], & aloe vera), seaweed, other than 04.2.2.5 & nut and seed pulps and prep.(e.g., vegetable desserts etc.) | | | | | | | | | | |
| [4.2.2.5(野菜のピューレ、ピーナッツバター等)以外の野菜(マッシュルーム、キノコ類、根茎及び塊茎、豆類[大豆を含む]、及びアロエベラを含む)、海藻類及びナッツ・種実果肉の調製品(例えば野菜起源のデザート、ソース、甘味漬け野菜)。あんが含まれる。] | 3,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 05.1.2 Cocoa mixes (syrups) | | | | | | | | | | |
| [ココアミックス(シロップ)]酵素分解したもの | 500 | 採択 | chocolate flavored syrups 0.05% | | | | | | チョコレートドリンク | 0.50 |
| 05.1.3 Cocoa-based spreads, incl. Fillings | | | | | | | | | | |
| [フィリングを含めココアを主成分とするスプレッド] | 1,000 | 採択 | cacao products 0.5% | | | | | | フラワーペースト(ココア及びチョコレート)を主要原料とし、これに砂糖、油脂、粉乳、卵、小麦粉等を加え、加熱殺菌してペースト状とし、パンまたは菓子に充てんまたは塗布して食用に供するものに限る。) | 1.0 |
| 05.1.4 Cocoa and chocolate prods | | | | | | | | | | |
| [ココア及びチョコレート製品] | 5,000 | 採択 | standardized cacao products 0.5% | | | | | | ココア及びチョコレート製品 | 5.0 |
| 05.1.5 Imitation chocolate, chocolate substitute products | | | | | | | | | | |
| | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | |
|--|-------|-----|---|---|--------------------------------------|--|-------------|---|-------------------------|-----|
| 05.2 Confectionery incl hard & soft candy, nougat, etc other than 05.1, 05.3, 05.4. [硬質及び軟質のキャンディ、ヌガー等を含め、05.1(ココア及びチョコレート製品)、05.3(ガム)及び05.4(トッピング)以外の菓子] | 1,000 | 採択 | artificially sweetened gelatin desserts and their mixes 0.5% (dry weight base); sugar-based gelatin desserts mixes (natural & artificial colors 製剤経由) 0.5%; artificially sweetened gelatin dessert mixes(natural & artificial colors 製剤経由) 3.6% | gelatin desserts and their mixes 0.082% (dry weight base) | | | | | あめ類 | 1.0 |
| 05.3 Chewing gum [チューインガム] | 5,000 | 採択 | | | | | chewing gum | 5 | チューインガム | 5.0 |
| 05.4 Decorations (e.g., for fine bakery wares), toppings (non-fruit) and sweet sauces [飾り付け、たとえば高級ベーカリー製品用の、トッピング(非果実系)及びスイートソース] | 3,000 | 採択 | nonstandardized confectionery coatings 0.5%; cake icing and cake fillings 0.32%; sugar-type confectionery coatings 0.2% | | cake icing and cake fillings 0.32% | | | | 菓子に用いる糖を主成分とする菓子に用いる装飾品 | 3.0 |
| 06.4.2 Dried pastas and noodles and like producta [乾燥パスタ及びめん類、及び類似製品] | 5,000 | 検討中 | | | | | | | | |
| 06.4.3 Pre-cooked pastas and noodles and like products | 5,000 | 検討中 | | | | | | | | |
| 06.5 Cereals and starch based desserts (e.g., rice pudding, tapioca pudding) [穀類及びでん粉を主成分とするデザート(たとえば、米のプディング、タピオカプディング)] | 3,000 | 採択 | | nonstandardized frozen desserts 0.1% | nonstandardized frozen desserts 0.1% | | Desserts | 3 | 洋生菓子 | 3.0 |
| 06.6 Batters (e.g., for breading or batters for fish or poultry) | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | |
|--|--------|-----|---|---|--|-------------------|---|--|--------------|-----|
| 07.1.1 Breads and rolls [パン及びロールパン] | 3,000 | 検討中 | yeast-leavend bakery products 0.5% | | | | | | | |
| 07.1.2 Crackers, excluding sweet crackers [甘味クラッカー以外のクラッカー] イースト不使用 | 5,000 | 検討中 | yeast-leavend bakery products | | | | | | 焼菓子(洋菓子に限る。) | 3.0 |
| 07.1.3 Other ordinary bakery products (e.g., bagles, pita, English muffins) [他の通常のベーカリー製品(たとえば、ベーグル、ピタ、イングリッシュマフィン)イースト不使用] | 10,000 | 検討中 | yeast-leavend bakery products 0.5% | | | | | | | |
| 07.1.4 Breads-type products, incl. bread stuffing and bread crumbs [ブレッドスタッフィング(ロースターキーなどの詰め物)及びパン小片(クルトン)を含む、パン製品] | 5,000 | 検討中 | yeast-leavend bakery products 0.5% | | | | | | | |
| 07.1.5 Steamed bread and buns [蒸しパン及びブドウパン] | 5,000 | 検討中 | | | | | | | | |
| 07.1.6 Mixes for bread and ordinary bakery wares [パン及びベーカリー製品ミックス] | 5,000 | 検討中 | yeast-leavend bakery products 0.5% | | | | | | | |
| 07.2 Fine bakery wares (sweet, salty, savoury) and mixes [高級ベーカリー製品(甘い、塩味、セーボリー)、ミックス] | 5,000 | 検討中 | cake (7.2.1) and cake mixes (7.2.3) 0.46%; yeast-leavend bakery products 0.5% | cake (7.2.1) and cake mixes (7.2.3) 0.32% | | Fine bakery wares | 3 | 焼菓子(洋菓子に限る。)、洋生菓子、ミックスパウダー(焼菓子及び洋生菓子の製造に用いるものに限る。) | 3.0 | |
| 08.2 Processed meat, poultry and game products in whole pieces or [枝肉又はカット肉の加工食肉、食鳥肉及び猟獣鳥肉製品] | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 08.3 Processed comminuted meat, poultry, and game prods. [加工した、細断食肉、食鳥肉、及び猟獣鳥肉製品] | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | |
|---|-------|-----|--------------------------------|---|--|--|-------------------|---|------------------------|-------|
| 8.4 Edible casings (e.g., sausage casings) [可食ケーシング(たとえば、ソーセージのケーシング)] | 1,500 | 採択 | | | | | | | | |
| 10.4 Egg-based desserts(e.g., custard) [卵を主成分とするデザート(例、カスタード)] | 3,000 | 採択 | sugar-based pudding mixes 0.5% | | | | | | 洋生菓子 | 3.0 |
| 12.1 Salt [食塩] | 10 | 採択 | | coarse crystal sodium chloride 10ppm | | | | | その他の食品 | 0.020 |
| 12.2.1 Herb and spices [ハーブ及び香辛料] | 2,000 | 検討中 | | | | | | | | |
| 12.2.2 Seasonings (incl. salt substitutes), & condiments (e.g.,seasoning for instant noodles) [(食塩代替品を含む)調味料、及び薬味料(例、即席麺用調味料)] | 5,000 | 採択 | | | | | | | 即席麺の添付調味料 (韓国からの要請) | 5.0 |
| 12.5 Soups and broths [スープ及びブロス] | 1,000 | 採択 | | | | | Soup | 1 | スープ | 1.0 |
| 12.6.1 Emulsified sauces (e.g.,mayonnaise, salad dressing) [乳化ソース類(例、マヨネーズ、サラダドレッシング)] | 3,000 | 採択 | dressings 0.3% | | | | Emulsified sauces | 5 | マヨネーズドレッシング | 3.0 |
| 12.6.2 Non-emulsified sauces (e.g.,ketchup, cheese sauce, cream sauce, brown gravy) [乳化していないソース(例、ケチャップ、チーズソース、クリームソース、褐色グレービー)] | 5,000 | 採択 | | barbecue sauce (natural and artificial color 経由) 0.005% | | | | | ソース類 | 5.0 |
| 12.6.3 Mixes for sauces and gravies [ソース及びグレービーのミックス] | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | |
|--|--------|----|--|--|--|--|-----------------------------------|---|---------------------------------|----|
| 12.6.4 Clear sauces (例、魚醤) | 5,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 12.7 Salads (e.g. macaroni salad, potato salad) and sandwich spreads (excl. cocoa- and nut-based spreads) [サラダ(たとえば、マカロニサラダ、ポテトサラダ)、及びサンドイッチスプレッド(04.2.2.5若しくは05.1.3のカカオ、ナッツを主原料とするスプレッドを除く)] | 2,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 12.9.5 Protein prods [たん白質製品] | 4,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 13.3 Dietetic foods intended for special medical purposes (excluding products of food category 13.1) [特定の治療目的の規定食品]13.3.1は、13.3としてまとめて採択された。 | 1,000 | 採択 | | | | | | | | |
| 13.4 Dietetic formulae for slimming purposes and weight reduction [痩身及び減量目的の配合食品] | 1,000 | 採択 | | | | | Dietetic foods for weight control | 1 | 低カロリー食品に関する特別用途表示の許可または承認を受けた食品 | |
| 13.6 Food supplements [栄養補助食品] | 25,000 | 採択 | | vitamin-mineral preparation 175-475mg/recommended daily dose | | | | | カプセル、錠剤等通常の食品形態でない食品 | 25 |
| 14.1.4 Water-based flavoured drinks, including "sport," "energy," or "electrolyte" drinks and particulated drinks | 500 | 採択 | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | |
|--|-------|-----|--|--|--|--|--|--|--|--|
| 14.2.6 Distilled spiritous beverage [蒸留酒]追加され、採択された食品分類 | 120 | 採択 | | | | | | | | |
| 14.2.7 Aromatized alcoholic beverages (e.g., beer, wine, & spiritous cooler-type beverages, low alcoholic refreshers) [香り付けしたアルコール飲料(例、ビール、ワイン、蒸留したクーラー酒、低アルコールリフレッシュャー)] | 120 | 採択 | | | | | | | | |
| 16.0 Composite foods—foods that could not be placed in categories 01-15 [複合食品—食品分類01-15に分類されないもの] | 1,000 | 検討中 | | | | | | | | |

- 1) polysorbate 60, 80, 65、及びsorbitan monostearate 組合せ使用時は合計量として単独使用時の最高使用濃度が適用される
2) polysorbate 60, 80, 65、20組合せ使用時の使用濃度は合計量として単独使用時の最高使用濃度が適用される

ポリソルベート 20
Polysorbate 20
Polyoxyethylene (20) sorbitan monolaurate

[9005-64-5]

定義 本品は、ソルビトール及び無水ソルビトールの水酸基の一部を主としてラウリン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

含量 本品は、オキシエチレン基 (-OCH₂CH₂=44.05) 70.0~74.0%を含む。

性状 本品は無~だいたい黄色の油状の液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品 0.10g を量り、フラスコに入れ、水酸化ナトリウム・メタノール溶液(1→50)2ml を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 30 分間加熱する。還流冷却器から三フッ化ホウ素・メタノール試液 2ml を加え、30 分間加熱する。次に還流冷却器からヘプタン 4.0ml を加えて 5 分間加熱する。冷後、飽和塩化ナトリウム溶液 10ml を加えて約 15 秒間振り混ぜ、飽和塩化ナトリウム溶液を加え、上層をフラスコの口まで上昇させる。上層 2ml をとり、水 2ml で 3 回洗った後、無水硫酸ナトリウムを加えて脱水したものを検液とする。別に、ラウリン酸メチル 0.05g、パルミチン酸メチル 0.05g、ステアリン酸メチル 0.08g 及びオレイン酸メチル 0.10g を量り、ヘプタンを加えて 50ml とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 1μl ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、主としてラウリン酸メチルに対応するピークを認める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを 0.5 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 80℃から毎分 10℃で昇温し、220℃に到達後、40 分保持する。

注入口温度 250℃

検出器温度 250℃

注入方式 スプリット (50 : 1)

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 ラウリン酸メチルのピークが約 10 分後に現れ、ステアリン酸メチルとオレイン酸メチルが分離するように調整する。

純度試験 (1) けん化価 40~55 (2.0g, 香料試験法)

(2) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

(3) 水酸基価 96~108 (油脂類試験法)

(4) 鉛 Pb として 2.0 μg/g 以下 (5.0 g, 第 1 法)

(5) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)

(6) 酸化エチレン 1.0 μg/g 以下, ジオキサン 10 μg/g 以下

本品約 1g を専用バイアル瓶に精密に量り、水 1ml を正確に加え、検液とする。別に、ポリソルベート用酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液 2.5ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。さらに、この 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、酸化エチレン標準原液とする。また、ジオキサン約 1g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 1ml を正確に量り、水を加え

て正確に 200 ml とし、ジオキサン標準原液とする。酸化エチレン標準原液 5ml 及びジオキサン標準原液 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。本品約 1 g を専用バイアル瓶に精密に量り、標準液 1 ml を正確に加え、比較液とする。検液及び比較液を密栓し、加温しながら均一となるまでかくはんし、次の条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行う。検液の酸化エチレン及びジオキサンのピーク面積 A_{Te} 及び A_{Td} 並びに比較液の酸化エチレン及びジオキサンのピーク面積 A_{Re} 及び A_{Rd} を測定し、次式により試料中の酸化エチレン及びジオキサンの量を求める。

$$\text{酸化エチレンの量} = \frac{A_{Te} \times C_e}{(A_{Re} \times W_T) - (A_{Te} \times W_R)} \quad (\mu \text{ g/g})$$

ただし、 W_T : 検液中の試料採取量(g)
 W_R : 比較液中の試料採取量(g)
 C_e : 比較液に添加された酸化エチレンの量(μ g)

$$\text{ジオキサンの量} = \frac{A_{Td} \times C_d}{(A_{Rd} \times W_T) - (A_{Td} \times W_R)} \quad (\mu \text{ g/g})$$

ただし、 W_T : 検液中の試料採取量(g)
 W_R : 比較液中の試料採取量(g)
 C_d : 比較液に添加されたジオキサンの量(μ g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm, 長さ 60 m のガラス又は石英製の細管に、ガスクロマトグラフィー用 25%-ジフェニル-75%-ジメチルポリシロキサンを 1.4 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 40℃で 10 分間保持し、その後毎分 10℃で昇温し、100℃に到達後、10 分間保持する。次に毎分 20℃で 230℃まで昇温する。

注入口温度 150℃付近の一定温度

検出器温度 250℃付近の一定温度

注入方式 スプリット (20:1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 ジオキサンのピークが約 22 分後に現れるように調節する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 70 °C

バイアル内平衡時間 45 分

注入ライン温度 80 °C

注入量 1.0ml

カラム選定 標準液 1.0ml を専用バイアル瓶に量り、用時調製した 2mg/L アセトアルデヒド水溶液 0.10ml を加える。密栓し、加温しながら均一となるまでかくはんし、上記の条件で試験するとき、アセトアルデヒド、酸化エチレン、ジオキサンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

水分 3.0%以下 (1g, 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5g, 800°C, 15分)

定量法 (1)装置 概略は、次の図による。

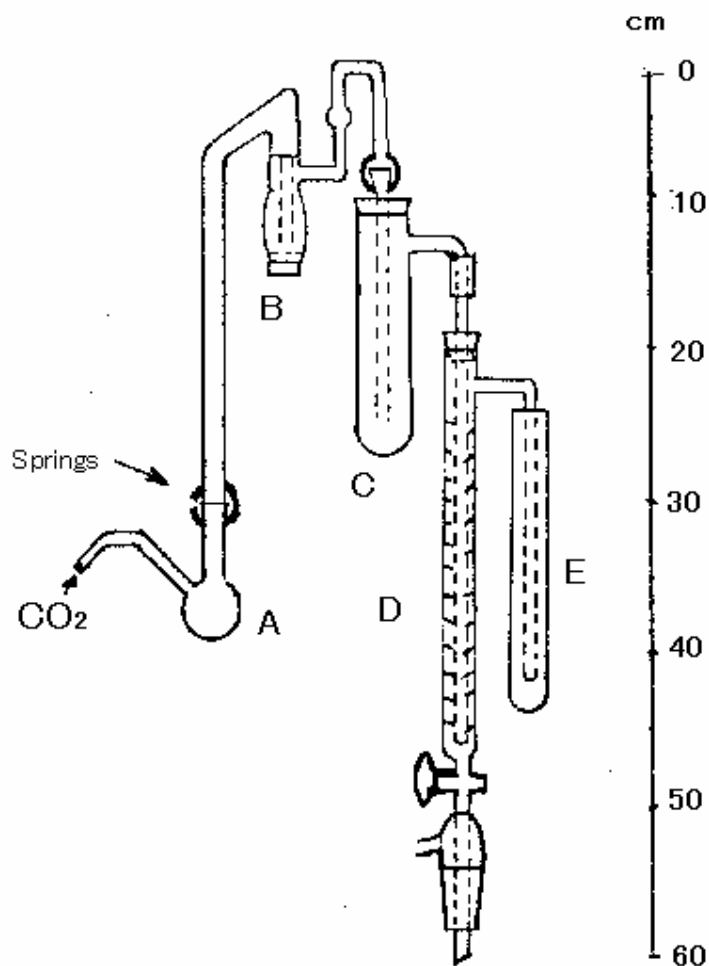
A: 側管付反応フラスコ (直径 28 mm, 12/18 のすり合わせ。二酸化炭素導入管の内径 1 mm。)

B: 冷却捕集管 (冷却管の内径 9 mm, 捕集管への導入部の内径 2 mm。吸収管 C への接続部は 7/15 のすり合わせで内径 2 mm の管。)

C: 吸収管 (内径 14 mm)

D: 吸収管 (内管の外径 8 mm, 蛇管の底部の開口 2 mm, 蛇管は 1.75 mm 23 段, 1 段 8.5 mm。外管の内径約 12.5 mm で, 蛇管の最上段の部分から 7 cm 上に側管付。側管の内径 3.5 mm で底部の開口は 2 mm。活栓はシリコーングリースを塗っておく。)

E: 最終吸収管



(2) 操作法 冷却捕集管 B に赤リン 0.06g を水 100 ml に懸濁したものを満たし, 吸収管 C に硝酸銀・エタノール試液 10 ml, 吸収管 D にオキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液 15 ml, 吸収管 E にヨウ化カリウム溶液 (1 → 10) 10 ml をそれぞれ

れ正確に入れる。試料約 0.065g を精密に量り，反応フラスコ A に入れ，ヨウ化水素酸 10 ml と沸騰石を加え，反応フラスコ A を冷却捕集管 B に接続し，二酸化炭素をほぼ 1 秒間に泡が一つ出る速度で装置内に流す。反応フラスコ A を油浴中でゆっくりと 140～150℃に加熱し，この温度で 40 分以上反応させる。冷却捕集管 B 内のくもりが消え，吸尿管 C の上清がほとんど完全に澄明になるまで加熱する。反応終了 5 分前に吸尿管 C を水浴中で 50～60℃に加熱し，溶存するオレフィン完全に留去する。分解反応終了後，吸尿管 D，C を注意してこの順にはずし，その後，二酸化炭素の供給を止め，反応フラスコ A を油浴からはずす。吸尿管 D の下の接続部を，あらかじめ水 150 ml とヨウ化カリウム溶液（1 → 10）10 ml を入れた 500 ml のヨウ素瓶に接続する。吸尿管 E をはずし，吸尿管 D の側管を水で洗い，洗液を吸尿管 E に合わせる。吸尿管 D の内溶液をヨウ素瓶に注ぎ，吸尿管 D の内管及び蛇管を水で洗う。吸尿管 E の内容をヨウ素瓶に加え，吸尿管 E を水で洗いヨウ素瓶に合わせ，密栓して 5 分間放置する。希硫酸 5 ml を加え，直ちに 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウムで滴定する（指示薬 デンプン試液 2 ml）。別に空試験を行い補正する。吸尿管 C の内容をフラスコに移し，吸尿管 C を水で洗い，水を加えて 150 ml とし，加熱沸騰させる。冷後，0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液で滴定する（指示薬 オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄(III)試液 3 ml）。別に空試験を行い補正する。次式により，試料中のオキシエチレン含量を計算する。

$$\text{オキシエチレンの含量} = \frac{(B-S) \times 0.05 \times 2.203}{W} + \frac{(B'-S') \times 0.05 \times 4.405}{W} \quad (\%)$$

ただし， B：空試験における 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム酸溶液の消費量 (ml)
 S：本試験における 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム酸溶液の消費量 (ml)
 B'：空試験における 0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (ml)
 S'：本試験における 0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の消費量 (ml)
 W：試料採取量 (g)

一般試験法

核磁気共鳴スペクトル測定法

核磁気共鳴（以下「NMR」という。）スペクトル測定法は、静磁場に置かれた物質の構成原子核がその核に特有の周波数のラジオ波に共鳴して低エネルギーの核スピン状態から高エネルギーの核スピン状態に遷移することによってラジオ波を吸収する現象を利用したスペクトル測定法であり、得られる化学シフト、スピン-スピン結合定数、シグナル面積強度、緩和時間のパラメーターを利用し、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。なお、測定対象とする核は主に ^1H 、 ^{13}C 、 ^{15}N 、 ^{19}F 、 ^{31}P などである。

本試験法における化学シフト（ δ ）は、次の通りとする。

$$\delta = \frac{\nu_S - \nu_R}{\nu_R} + \delta_R$$

ν_S ：試料核の共鳴周波数

ν_R ：基準核の共鳴周波数

δ_R ：基準核の化学シフト（0 でない場合）

化学シフトは、通例、基準物質（基準核）のシグナルの位置を0 としたppm単位で表す。

装置

NMRスペクトルの測定は次のいずれかの装置による。

(1) パルスフーリエ変換NMR (FT-NMR) スペクトル測定装置

概略は、図1による。

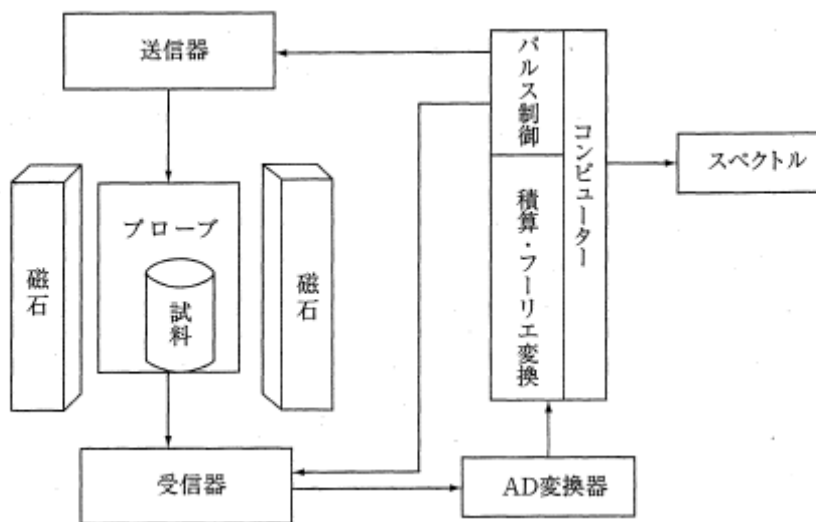


図1

(2) 連続波NMR (CW-NMR) スペクトル測定装置

概略は図2による。

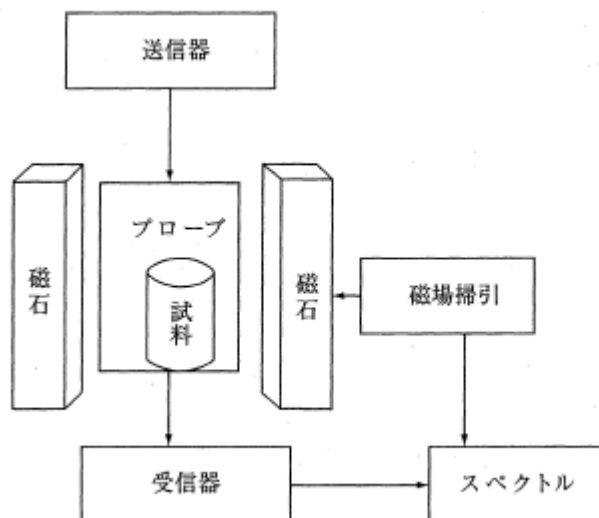


図 2

操 作 法

検液の調製は、別に規定する方法による。装置の感度及び分解能をエチルベンゼン、1,2-ジクロロベンゼン又はアセトアルデヒドのNMR 測定用重水素化溶媒溶液などを用いて至適条件に調整した後、通例、次の方法でスペクトルを測定する。

(1) 試料を溶媒に溶かし、少量の基準物質を加え、その溶液をNMR 試料管に注入する内部基準法、又は基準物質の溶液を封入した細管を検液とともにNMR 試料管に入れる外部基準法のいずれかの方法で用意した試料管をNMR プローブに設置して測定する。検液は完全に均一な溶液であることが望ましい。特に、固形の異物の混入があると良いスペクトルが得られない。測定溶媒としては、通例NMR 測定用重水素化溶媒を用いる。溶媒の選択に当たっては、(i) 試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと、(ii) 試料をよく溶かすこと、(iii) 試料と反応しないことなどを考慮する必要がある。更に、溶媒の種類、溶液の濃度、重水素イオン濃度などにより化学シフトが変化することがあり、また、試料溶液の粘度が高い場合には分解能が低下するので注意する。

(2) 基準物質としては、NMR測定用試薬を用いる。通例、 ^1H 、 ^{13}C いずれも測定溶媒として有機溶媒を用いた場合はテトラメチルシラン (TMS) を、重水を用いた場合は3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム (DSS) 又は3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム- d_4 (TSP) を用いる。その他の核では、 ^{15}N はニトロメタン、 ^{19}F はトリクロロフルオロメタン、 ^{31}P はリン酸などを用いる。また、基準物質を入れずに、重水素化溶媒中の残留プロトンや測定溶媒の ^{13}C の化学シフトを用いることもできる。

また、基準物質のシグナル位置が 0 とできない場合は、その基準物質のあらかじめ定められている化学シフトを用いて補正する。

試薬・試液

オキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液 臭素・臭化カリウム試液、オキシエチレン測定用を見よ。

オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄(III)試液 硫酸アンモニウム鉄(III)試液、

オキシエチレン測定用を見よ。

オレイン酸メチル $C_{19}H_{36}O_2$ 本品は無または微黄色の液体。

屈折率 $n_D^{20} = 1.452$

比重 0.88

核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用を見よ。

酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液，ポリソルベート用 本品は，無色透明の液体である。揮発性が高いため，開封後速やかに操作する。

含量 本品は，1,000ml 中酸化エチレン(C_2H_4O)約 44.05g を含む (1mol/L)。

定量法 外径 2mm のガラス管に，ドライアイスを入れたメタノールで冷却した本品を入れ，フッ素樹脂製のシールテープで密封する。ドライアイスを入れたメタノールで冷却しておいた核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルムを外形 5mm の NMR 管に入れ，更に本品を入れたガラス管を入れてふたをし，密閉する。直ちに 1H 核磁気共鳴スペクトルを測定する。本品のシグナル面積強度 (2.85ppm 付近) のを 1 としたときのテトラヒドロフランのシグナル面積強度 (3.95ppm 付近) を A とする。次式により，酸化エチレンの含量を求める。

$$\text{酸化エチレン (C}_2\text{H}_4\text{O) の含量} = \frac{11.01}{12.24 + 20.26 \times A} \times 1,000 \text{ (g/L)}$$

重水素化クロロホルム，核磁気共鳴スペクトル測定用 $CDCl_3$ 核磁気共鳴スペクトル測定用に製造したもの。

臭素・臭化カリウム試液，オキシエチレン測定用 臭素 1 ml を，臭化カリウム 5g で飽和した酢酸 300 ml に加える。用時調製する。

硝酸銀・エタノール試液 硝酸銀 15 g を水 50 ml に溶かし，エタノール 400 ml を加えて混合し，硝酸数滴を加え，褐色瓶に保存する。

ステアリン酸メチル $C_{19}H_{38}O_2$ 本品は白または黄色の結晶状の塊。

融点 38°C 付近

パルミチン酸メチル $C_{17}H_{34}O_2$ 本品は白または黄色の結晶状の塊。

屈折率 $n_D^{20} = 1.451$

融点 30°C 付近

ポリソルベート用酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液 酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液，ポリソルベート用を見よ。

ラウリン酸メチル $C_{13}H_{26}O_2$ 本品は無または黄色の液体。

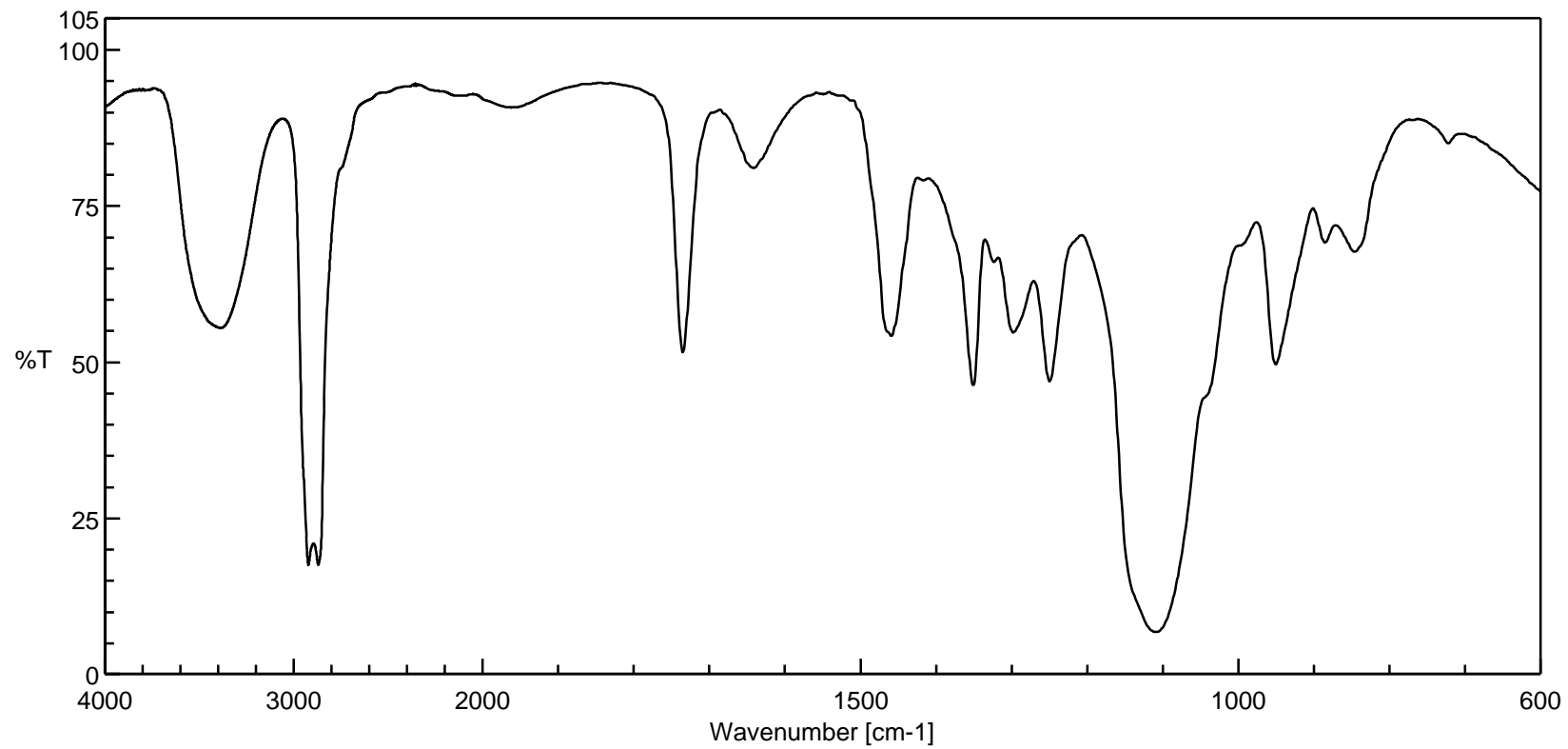
屈折率 $n_D^{20} = 1.431$

比重 0.87

融点 5°C付近

硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液，オキシエチレン測定用 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)12水和物 8 g を水に溶かし，100 ml とする。

ポリソルベート20



成分規格案の設定根拠 (ポリソルベート20)

主に、JECFA 規格及び FCC 規格を参考とし、EU の食品添加物規格、医薬品添加物規格(2003)、NF(National Formulary 24)及び EP(5.0)規格も参考に成分規格案を設定した。

性状 JECFA では「lemon to amber coloured oily liquid」、FCC では「yellow to amber colored liquid」、医薬品添加物規格では「微黄色～黄色の液」としている。純度の高い脂肪酸を使用すると、ほぼ無色のものが得られる事実及び第 15 改正日本薬局方ではポリソルベート 80 の「Amber」をだいたい黄色と記載していることから、無～だいたい黄色とした。

確認試験

- (1)JECFA, EU では、IR で partial fatty acid of polyoxyethylated polyol の特徴を示すとしているが、EP では、5.0 より、参照スペクトルが採用されており、参照スペクトルとの比較を確認試験として用いることが可能と考えられる。本規格案では、より簡便に確認が可能な参照スペクトルを採用した。
- (2)ポリソルベート間の区別を明らかにするため、EP に採用されているガスクロマトグラフィーを用いた構成脂肪酸の確認試験を準用した。

純度試験

- (1)けん化価 JECFA 及び FCC 等では、けん化価は 40～50 である。一方、医薬品添加物規格は 43～55 である。純度の高いラウリン酸を使うほど、50 を超える可能性があるため、規格を 40～55 とした。
- (2)酸価 JECFA 及び FCC では、酸価は 2 以下である。医薬品添加物規格は 4.0 以下であるが、製品の試験結果からも問題が無いと思われたので、有効数字を他の食品添加物の成分規格に合わせ、2.0 以下とした。
- (3)水酸基価 日本の医薬品添加物規格では、規格化されていないが、他の規格ではすべて同一の規格値が設定されており、それを採用した。
- (4)鉛 JECFA 及び FCC での規格値は、Pb として 2 mg/kg 以下である。本規格案では国際的な規格値を採用し「Pb として 2.0µg/g 以下」とした。
- (5)ヒ素 JECFA 及び FCC では、設定されていないが、医薬品添加物規格では As₂O₃ として 2 µg/g、EU では 3 µg/g (As) であることから、規格値は As₂O₃ として 4.0 µg/g とした。
- (6)酸化エチレン及びジオキサンの残留限度 ポリソルベートは酸化エチレンを原料とし、反応時にジオキサン (酸化エチレンが 2 分子で環状になった構造) が副生すると考えられる。JECFA では、ポリソルベート 20 及び 80 について、ジオキサンの残留

試験は設定していないが、ポリソルベート 60 及び 65 には設定していること、FCC では4種のポリソルベートに設定していることから、ジオキサンの残留限度試験を採用した。さらに、EU 及び EP では、ジオキサンとともに、酸化エチレンの残留試験を設定しており、JECFA では、酸化エチレンの限度値を設定していないが、ジオキサンと酸化エチレンの同時分析が可能な方法を用いていることから、酸化エチレンの残留試験を採用することとした。試験方法は、簡便で、完成度が高い EP 法を採用した。ただし、ピークの分離が不十分であったため、カラム及び昇温条件を変更した。規格値については、EU では酸化エチレン 0.2mg/kg 以下、ジオキサン 5mg/kg 以下であるが、試験法を採用した EP では酸化エチレン 1mg/kg 以下、ジオキサン 10mg/kg 以下であること、また、JECFA 及び FCC ではジオキサン 10mg/kg 以下としていることから、酸化エチレン 1.0 μg/g 以下、ジオキサン 10 μg/g 以下を採用した。

水分 JECFA の規格値は 3%、FCC の規格値は 3.0%以下であり、本規格では「3.0%以下」とした。

強熱残分 JECFA 及び FCC の規格値は 0.25%以下であり、試料 5g、温度 800℃、加熱時間 15 分としている。本規格では、国際的な規格値を採用し、「0.25%以下(5g, 800℃, 15 分)」とした。

定量法 JECFA, FCC, EU で規格設定されており、JECFA, FCC 法を採用した。

JECFA, FCC 等では設定されているが、本規格では採用しなかった項目

確認試験

赤外吸収スペクトル及びガスクロマトグラフィーを用いた脂肪酸の確認試験を採用したため、他の確認試験（溶解性、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルトによる呈色反応、臭素試液による不飽和の確認、水酸化ナトリウムと塩酸を用いた脂肪酸の定性試験、構成脂肪酸重量及び構成脂肪酸の酸価）は採用しなかった。

純度試験

JECFA及びFCCに倣い、鉛試験を設定したため、重金属試験は採用せず、1つの規格でしか設定されていない過酸化価試験、pH試験等についても採用しなかった。

| ポリソルベート20 | 規格案 | JECFA | FCC | EU | 医薬品添加物規格 | NF | EP 5.0 |
|----------------------------|--|---|---|---|--|-----------------------------|---|
| 性状 | 本品は無～だいたい黄色の油状の液体で、わずかに特異なおいがある。 | lemon to amber colored, 油状の液体(25°C)。かすかに特有のおいがある。 | yellow to amber colored, 液体水、アルコール、酢酸エチル、メタノール、ジオキサンに溶解、鉱物油およびミネラルスピリットには不溶 | lemon to amber colored, 油状の液体(25°C)。かすかに特有のおいがある。 | 微黄色～黄色の液で、わずかに特異なおいがある。水、メタノール、エタノール(95)と混和し、ジエチルエーテルに溶けにくい。 | - | yellow to brownish-yellow, 油状の液体、透明又は僅かに乳白光を発する液体。水、エタノール、酢酸エチル、メタノールに溶けやすく、脂肪油又は液体パラフィンに溶けにくい。 |
| 確認試験 | | | | | | | |
| 赤外吸収スペクトル | 参照スペクトル | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | - | 参照スペクトルとの比較 |
| 脂肪酸組成 | ラウリン酸 | - | - | - | - | - | lauric acid 40～60%他 |
| 溶解性 | 設定しない | 水、エタノール、メタノール、酢酸エチル、ジオキサンに溶解。石油エーテル、鉱物油に不溶。 | - | 水、エタノール、メタノール、酢酸エチル、ジオキサンに溶解。石油エーテル、鉱物油に不溶。 | - | - | - |
| チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルトによる呈色反応 | 設定しない | 青色を呈する | - | - | - | - | 青色を呈する (チオシアン酸カリウム・硝酸コバルトの呈色反応) |
| 脂肪酸の定性試験 | 設定しない | 強い乳白光を発する | 強い乳白光を発する | - | 油分を分離する | 強い乳白光を発する | - |
| 不飽和度(臭素試液) | 設定しない | - | - | - | 試液の色は消えない | 試液の色は消えない | - |
| 脂肪酸(量, 酸価) | 設定しない | 約16g, - (ポリオール約81g) | 15～17g, 250～275 | - | - , 260～275 | - | - |
| 純度試験等 | | | | | | | |
| けん化価 | 40～55(2.0g, 香料試験法) | 40～50 | 40～50 | 40～50 | 43～55 | 40～50 | 40～50 |
| 酸価 | 2.0以下(香料試験法) | 2以下 | 2以下 | 2以下 | 4.0以下 | 2.2 | 2.0以下 |
| 水酸基価 | 96～108(油脂類試験法) | 96～108 | 96～108 | 96～108 | - | 96～108 | 96～108 |
| 鉛 | 2.0 μg/g以下 | 2mg/kg以下 | 2mg/kg以下 | 5mg/kg以下 | - | - | - |
| ヒ素 | 4.0 μg/g以下(As ₂ O ₃ として) | - | - | 3mg/kg以下 | 2ppm以下(As ₂ O ₃ として) | - | - |
| 遊離酸化エチレン | 1.0 μg/g以下 | - | - | 0.2mg/kg以下 | - | Organic volatile impurities | 1ppm以下 |
| ジオキサン | 10 μg/g以下 | - | 10mg/kg以下 | 5mg/kg以下 | - | Organic volatile impurities | 10ppm以下 |
| 水分 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3.0%以下 | 3.0%以下 |
| 強熱残分 | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | - | 0.25%以下(1g, 600°C, 30分) | 0.25%以下(1～2g, 800°C, 恒量) | - |
| 過酸化物質 | 設定しない | - | - | - | - | - | 10.0以下 |
| 粘度 | 設定しない | - | - | - | 350～550mm ² /s | - | 約400mPa·s (25°C)(性状) |
| 比重 | 設定しない | - | - | - | d ₂₀ ²⁰ 1.090～1.130 | - | 約1.10(性状) |
| pH | 設定しない | - | - | - | 4.0～7.0(1.0+20) | - | - |
| 重金属 | 設定しない | - | - | 10mg/kg以下 | 20ppm以下 | 0.001%以下 | 10ppm以下 |
| カドミウム | 設定しない | - | - | 1mg/kg以下 | - | - | - |
| 水銀 | 設定しない | - | - | 1mg/kg以下 | - | - | - |
| エチレンジグリコール | 設定しない | - | - | 0.25% | - | - | - |
| 灰分 | 設定しない | - | - | - | - | - | 0.25%以下(2g, 600°C, 恒量) |
| 含量 (E.O.付加量%) | 70.0～74.0 | 70.0～74.0 | 70.0～74.0 | 70以上 | - | - | - |

(別紙5)

ポリソルベート 60
Polysorbate 60
Polyoxyethylene (20) sorbitan monostearate

[9005-67-8]

定義 本品は、ソルビトール及び無水ソルビトールの水酸基の一部を主としてステアリン酸とパルミチン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

含量 本品はオキシエチレン基 (-OCH₂CH₂=44.05) 65.0~69.5%を含む。

性状 本品は無~だいたい色の油状の液体又は半ゲル状の物質であり、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品を、必要があれば加温して溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 「ポリソルベート 20」の確認試験(2)を準用する。ただし、主としてステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルに対応するピークを認める。

純度試験 (1) けん化価 45~55 (2.0g, 香料試験法)

(2) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

(3) 水酸基価 81~96 (油脂類試験法)

(4) 鉛 Pbとして 2.0 μg/g 以下 (5.0 g, 第1法)

(5) ヒ素 As₂O₃として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 装置 B)

(6) 酸化エチレン 1.0 μg/g 以下, ジオキサン 10 μg/g 以下

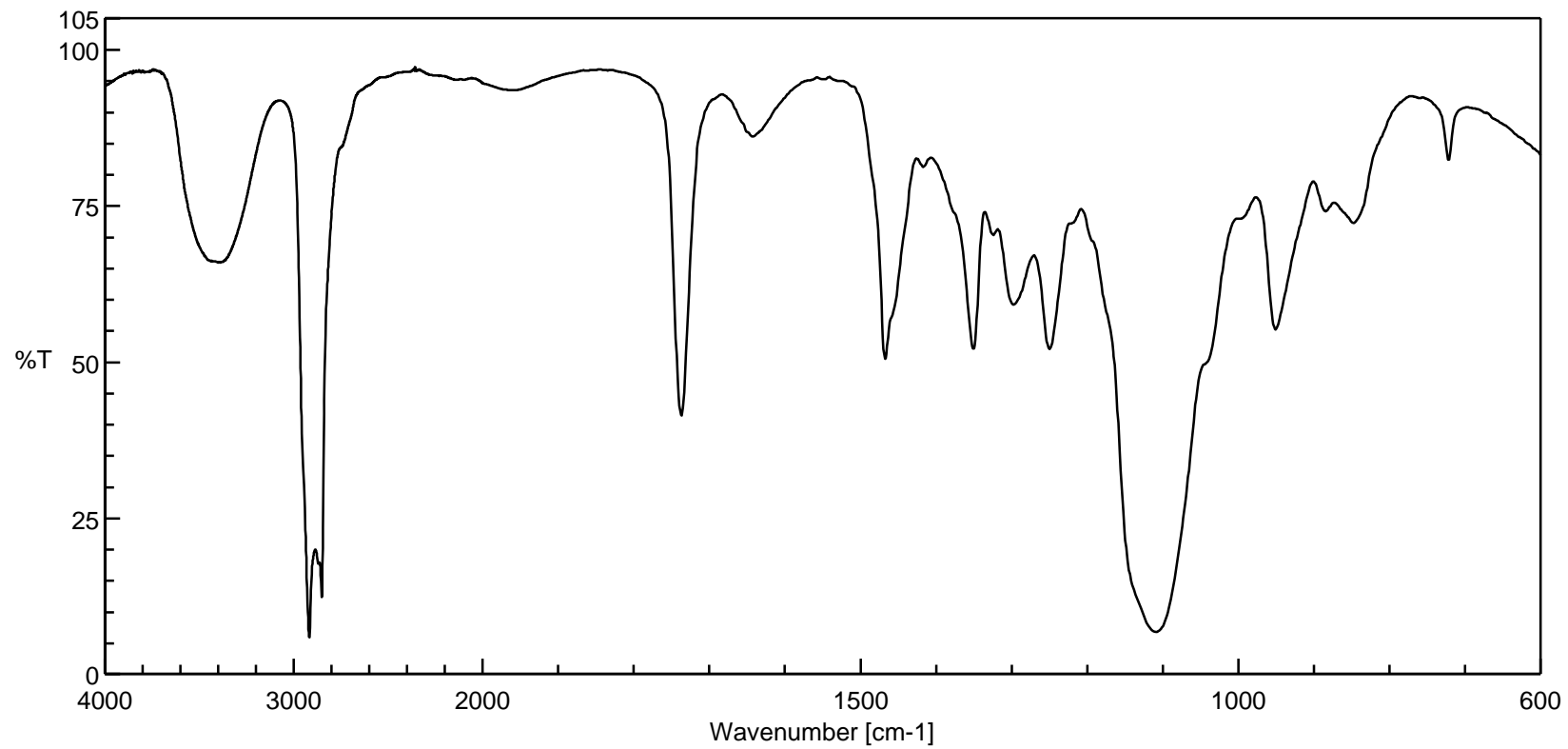
「ポリソルベート 20」の純度試験(6)を準用する。

水分 3.0%以下 (1g 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5g, 800°C, 15分)

定量法 試料約 0.065g を精密に量り、以下「ポリソルベート 20」の定量法を準用する。

ポリソルベート60



成分規格案の設定根拠 (ポリソルベート60)

成分規格(案)は、JECFA及びFCCの規格を中心に、EUの食品添加物規格、医薬品添加物規格(2003)、NF、EP(5.0)の規格を参考に設定した。

JECFAでは、ステアリン酸エステル、FCCはステアリン酸とパルミチン酸のエステルとしている。5試料を分析した結果、いずれの試料もステアリン酸とパルミチン酸を含み、パルミチン酸の比率が高い試料もあったことから、本規格の定義では、「主としてステアリン酸とパルミチン酸でエステル化し・・・」とした。

性状 JECFAでは「lemon to orange coloured oily liquid or semi-gel at 25°」、FCCでは「yellow to orange colored, oily liquid or semigel」、医薬品添加物規格では、「淡黄色～黄色で粘性の液、又は軟膏様の物質」としている。また、純度の高い脂肪酸を使用すると、ほぼ無色のものが得られる事実から、「無～だいたい色の油状の液体、又は半ゲル状の物質」という記載とした。

確認試験 「ポリソルベート20」と同様。

純度試験

- (1)けん化価 JECFAでは、けん化価は41～52であり、FCC、EU、NF及びEPでは45～55である。一方、医薬品添加物規格では43～53である。5ロットの実測値はすべて50を超えていることから、規格を45～55とした。
- (2)酸価 JECFA及びFCC等では、酸価は2.0(又は2)以下(NFは2.2以下)である。製品の試験結果からも問題が無いと思われたので、2.0以下とした。
- (3)水酸基価 日本の医薬品添加物規格では、規格化されていない。JECFAでは90～107であるが、その他の海外の規格値はすべて81～96であるためこの値を採用した。
- (4)鉛、(5)ヒ素、(6)酸化エチレン及びジオキサンの残留限度、水分、強熱残分、定量法については、ポリソルベート20と同様。

JECFA、FCC等では設定されているが、本規格では採用しなかった項目

ポリソルベート20と同様。

| ポリソルベート60 | 規格案 | JECFA | FCC | EU | 医薬品添加物規格 | NF | EP 5.0 |
|----------------------------|---|---|---|---|--|-----------------------------|---|
| 性状 | 無～だいたい色の油状の液体、又は半ゲル状の物質であり、わずかに特異なおいがある。 | lemon to orange coloured, 油状の液体または半ゲル状(25°C)。かすかに特有のにおいがある。 | yellow to orange colored, 油状の液体または半ゲル状の水、アルコール、酢酸エチル、メタノール、ジオキサンに溶解、鉱物油および植物油には不溶 | lemon to orange coloured, 油状の液体または半ゲル状(25°C)。かすかに特有のにおいがある。 | 淡黄色～黄色で粘性の液、又は軟膏のような物質で、わずかに特異なおいがある。メタノール、エタノール、アセトン、又はクロロホルムに極めて溶解やすく、石油エーテルにはほとんど溶けない。水に澄明又はわずかに混濁して溶ける。本品の水溶液(1→20)のpHは5.5～7.7である。 | - | yellowish-brown, ゲル状の物質、25°C以上になると液体となる。水、エタノール、酢酸エチル、メタノールに溶解やすく、脂肪油又は液体パラフィンに溶けにくい。 |
| 確認試験 | | | | | | | |
| 赤外吸収スペクトル | 参照スペクトル | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | - | 参照スペクトルとの比較 |
| 脂肪酸組成 | ステアリン酸及びハルミチン酸 | - | - | - | - | - | stearic acid 40～60%他 |
| 溶解性 | 設定しない | 水、酢酸エチル、アニリン、トルエンに溶解。鉱物油、植物油に不溶。 | - | 水、酢酸エチル、トルエンに溶解。鉱物油、植物油に不溶。 | - | - | - |
| チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルトによる呈色反応 | 設定しない | 青色を呈する | - | - | 青色を呈する | - | 青色を呈する (チオシアン酸カリウム・硝酸コバルトの呈色反応) |
| 不飽和度(臭素試液) | 設定しない | - | - | - | - | 試液の赤色は消えない | - |
| 脂肪酸の定性試験 | 設定しない | 強い乳白光を発する | 強い乳白光を発する | - | 白色の固体を析出する | 強い乳白光を発する | - |
| ゲル化 | 設定しない | ゲル状となる | ゲル状となる | - | ゲル状となる | ゲル状となる | - |
| 脂肪酸(量, 酸価) | 設定しない | 約25g, - (ポリオール約77g) | 21.5～26.0g, 200～212 | - | - | - | - |
| 純度試験等 | | | | | | | |
| けん化価 | 45～55(2.0g, 香料試験法) | 41～52 | 45～55 | 45～55 | 43～53 | 45～55 | 45～55 |
| 酸価 | 2.0以下 | 2以下 | 2以下 | 2以下 | 2以下 | 2.2 | 2.0以下 |
| 水酸基価 | 81～96 | 90～107 | 81～96 | 81～96 | - | 81～96 | 81～96 |
| 鉛 | 2.0 μg/g | 2mg/kg | 2mg/kg | 5mg/kg | - | - | - |
| ヒ素 | 4.0 μg/g以下 (As ₂ O ₃ として) | - | - | 3mg/kg以下 | 2ppm以下 (As ₂ O ₃ として) | - | - |
| 遊離酸化エチレン | 1.0 μg/g以下 | - | - | 0.2mg/kg以下 | - | Organic volatile impurities | 1ppm以下 |
| ジオキサン | 10 μg/g以下 | 10mg/kg以下 | 10mg/kg以下 | 5mg/kg以下 | - | Organic volatile impurities | 10ppm以下 |
| 水分 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3.0%以下 | 3.0%以下 |
| 強熱残分 | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | - | 0.15%以下(2g, 600°C, 30分) | 0.25%以下(1～2g, 800°C, 恒量) | - |
| 過酸化物質 | 設定しない | - | - | - | - | - | 10.0以下 |
| ヨウ素価 | 設定しない | - | - | - | 5.0以下 | - | - |
| 粘度 | 設定しない | - | - | - | 170～320mm ² /s | - | 約400mPa·s(30°C)(性状) |
| 比重 | 設定しない | - | - | - | d ₂₀ ⁴⁰ 1.040～1.100 | - | 約1.10(性状) |
| 重金属 | 設定しない | - | - | 10mg/kg以下 | 20ppm以下 | 0.001%以下 | 10ppm以下 |
| カドミウム | 設定しない | - | - | 1mg/kg | - | - | - |
| 水銀 | 設定しない | - | - | 1mg/kg | - | - | - |
| エチレングリコール | 設定しない | - | - | 0.25%以下 | - | - | 0.25% |
| 灰分 | 設定しない | - | - | - | - | - | 0.25%以下(2g, 600°C, 恒量) |
| 含量 (E.O.付加量%) | 65.0～69.5 | 65.0～69.5 | 65.0～69.5 | 65%以上 | - | - | - |

(別紙8)

ポリソルベート 65
Polysorbate 65
Polyoxyerhylene (20) sorbitan tristearate

[9005-71-4]

定義 本品は、ソルビトール及び無水ソルビトールの水酸基の一部を主としてステアリン酸とパルミチン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

含量 本品はオキシエチレン基 (-OCH₂CH₂=44.05) 46.0~50.0%を含む。

性状 本品は白~黄褐色の固体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品を加温して溶かし、赤外吸収スペクトル測定法中の薄膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 「ポリソルベート 20」の確認試験(2)を準用する。ただし、主としてステアリン酸メチル及びパルミチン酸メチルに対応するピークを認める。

純度試験 (1) 凝固点 29~33℃

(2) けん化価 88~98 (2.0g, 香料試験法)

(3) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

(4) 水酸基価 40~60 (油脂類試験法)

(5) 鉛 Pbとして 2.0 μg/g 以下 (5.0 g, 第1法)

(6) ヒ素 As₂O₃として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第3法, 装置 B)

(7) 酸化エチレン 1.0 μg/g 以下, ジオキサン 10 μg/g 以下

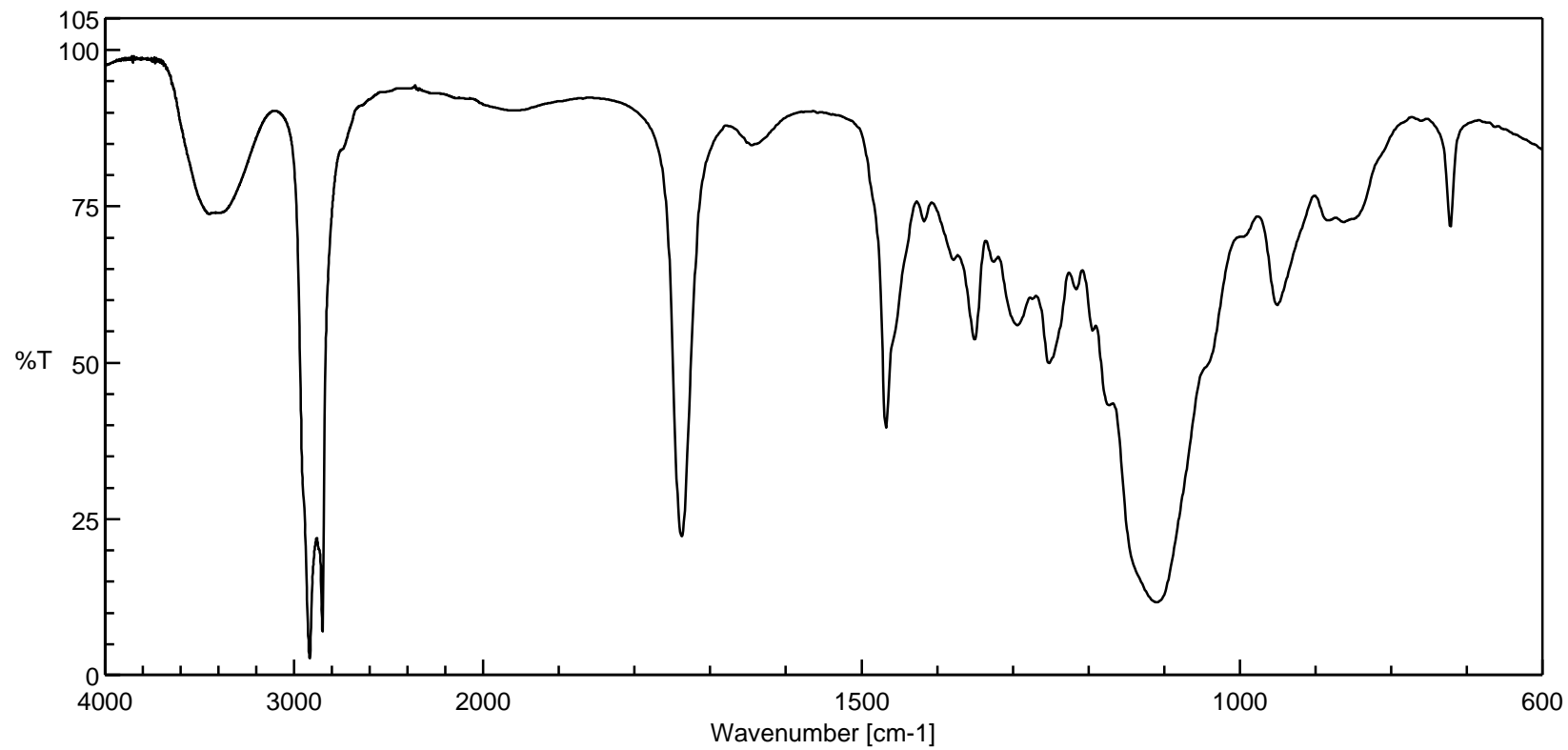
「ポリソルベート 20」の純度試験(6)を準用する。

水分 3.0%以下 (1g, 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5g, 800℃, 15分)

定量法 試料約 0.09g を精密に量り、以下「ポリソルベート 20」の定量法を準用する。

ポリソルベート65



成分規格案の設定根拠 (ポリソルベート65)

成分規格(案)は、JECFA及びFCCの規格を中心に、EUの食品添加物規格、医薬品添加物規格(2003)の規格を参考に設定した。

JECFA規格ではステアリン酸エステル、FCCはステアリン酸とパルミチン酸のエステルとしている。試料を分析した結果、ステアリン酸とパルミチン酸を含んでいたことから、本規格の定義では、「主としてステアリン酸とパルミチン酸でエステル化し・・・」とした。

性状 JECFAでは「Tan coloured waxy solid at 25°」、FCCでは「tan, waxy solid」、医薬品添加物規格では、「淡黄色～黄色で粘性の軟膏様又はろう様の物質」としている。また、純度の高い脂肪酸を使用すると、ほぼ無色のものが得られる事実から、「無～黄褐色の固体」という記載とした。

確認試験 「ポリソルベート20」と同様。

純度試験

- (1)凝固点 JECFAで凝固点の規定があり、採用した。
- (2)けん化価 JECFA, FCC, EUでは88～98であることから、規格を88～98とした。
- (3)酸価 JECFA及びFCC等では、酸価は2.0(又は2)以下である。製品の試験結果からも問題が無いと思われたので、2.0以下とした。
- (4)水酸基価 日本の医薬品添加物規格では、規格化されていない。FCCでは44～60であるが、JECFA及びEUでは40～60であることから、規格値は40～60とした。
- (5)鉛, (6)ヒ素, (7)酸化エチレン及びジオキサンの残留限度, 水分, 定量法については、ポリソルベート20と同様。

強熱残分 JECFAとFCCの規格値、加熱条件は同じであるが、試料採取量については、JECFAでは2gであるのに対し、FCCでは5gと異なっている。他のポリソルベート類との整合性を考慮し、本規格は「0.25%以下(5g, 800℃, 15分)」とした。

JECFA, FCCでは設定されているが、本規格では採用しなかった項目

ポリソルベート20と同様。

| ポリソルベート65 | 規格案 | JECFA | FCC | EU | 医薬品添加物規格 | NF | EP |
|----------------------------|--|---|---|--|---|---------|---------|
| 性状 | 本品は白～黄褐色の固体で、わずかに特異なおいがある。 | tan coloured, ろう状固体(25°C). かすかに特有なおいがある。 | tan, ろう状固体, 鉱物油, 植物油, ミネラルスプリット, アセトン, エーテル, メタノール, ジオキサンに溶け, 水とは分離する | tan coloured, ろう状固体(25°C). かすかに特有なおいがある。 | 淡黄色～黄色で粘性の軟膏よう又はろうようの物質で、わずかに特異なおいあり, 味はやや苦く, 温感がある. メタノール, エタノール, アセトン, 又はクロロホルムに溶けやすく, 水にはほとんど溶けない | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 確認試験 | | | | | | | |
| 赤外吸収スペクトル | 参照スペクトル | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 脂肪酸組成 | ステアリン酸及びハルミチン酸 | - | - | - | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 溶解性 | 設定しない | 鉱物油, 植物油, 石油エーテル, アセトン, ジエチルエーテル, ジオキサン, メタノール溶解. 水には分散する | - | 鉱物油, 植物油, 石油エーテル, アセトン, エーテル, エタノール, メタノールに溶ける | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルトによる呈色反応 | 設定しない | 青色を呈する | - | - | 青色を呈する | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 脂肪酸の定性試験 | 設定しない | 強い乳発光を発する | 強い乳発光を発する | - | 白色の固体を析出する | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 脂肪酸(量, 酸価) | 設定しない | 約43g, - (ポリオール約56g) | 42~44g, 200~212 | - | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 純度試験等 | | | | | | | |
| 凝固点 | 29~33°C | 29~33°C(確認試験) | - | 29~33°C | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| けん化価 | 88~98 | 88~98 | 88~98 | 88~98 | 85~95 | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 酸価 | 2.0以下 | 2以下 | 2以下 | 2以下 | 2以下 | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 水酸基価 | 40~60 | 40~60 | 44~60 | 40~60 | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 鉛 | 2.0 μg/g | 2mg/kg | 2mg/kg | 5mg/kg | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| ヒ素 | 4.0 μg/g以下(As ₂ O ₃ として) | - | - | 3mg/kg以下 | 2ppm以下(As ₂ O ₃ として) | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 遊離酸化エチレン | 1.0 μg/g以下 | - | - | 0.2mg/kg以下 | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| ジオキサン | 10 μg/g以下 | 10mg/kg以下 | 10mg/kg以下 | 5mg/kg以下 | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 水分 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 強熱残分 | 0.25%以下(5g,800°C,15分) | 0.25%以下(2g,800°C,15分) | 0.25%以下(5g,800°C,15分) | - | 0.25%以下(2g,600°C,30分) | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 粘度 | 設定しない | - | - | - | 150~250mm ² /s | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 比重 | 設定しない | - | - | - | d ₂₀ ⁴⁰ 0.970~1.030 | モノグラフなし | モノグラフなし |
| ヨウ素価 | 設定しない | - | - | - | 5.0以下 | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 重金属 | 設定しない | - | - | - | 20ppm以下 | モノグラフなし | モノグラフなし |
| カドミウム | 設定しない | - | - | 1mg/kg | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 水銀 | 設定しない | - | - | 1mg/kg | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| エチレングリコール | 設定しない | - | - | 0.25%以下 | - | モノグラフなし | モノグラフなし |
| 含量 (E.O.付加量%) | 46.0~50.0 | 46.0~50.0 | 46.0~50.0 | 46%以上 | - | モノグラフなし | モノグラフなし |

ポリソルベート 80
Polysorbate 80
Polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate

[9005-65-6]

定義 本品は、ソルビトール及び無水ソルビトールの水酸基の一部を主としてオレイン酸でエステル化し、酸化エチレン約 20 分子を縮合させたものである。

含量 本品は、オキシエチレン基 ($-\text{OCH}_2\text{CH}_2=44.05$) 65.0~69.5%を含む。

性状 本品は無~だいたい黄色の油状の液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 「ポリソルベート 20」の確認試験(2)を準用する。ただし、主としてオレイン酸メチルに対応するピークを認める。

純度試験 (1) けん化価 45~55 (2.0g, 香料試験法)

(2) 酸価 2.0 以下 (香料試験法)

(3) 水酸基価 65~80 (油脂類試験法)

(4) 鉛 Pb として $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第 1 法)

(5) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)

(6) 酸化エチレン $1.0 \mu\text{g/g}$ 以下, ジオキサン $10 \mu\text{g/g}$ 以下

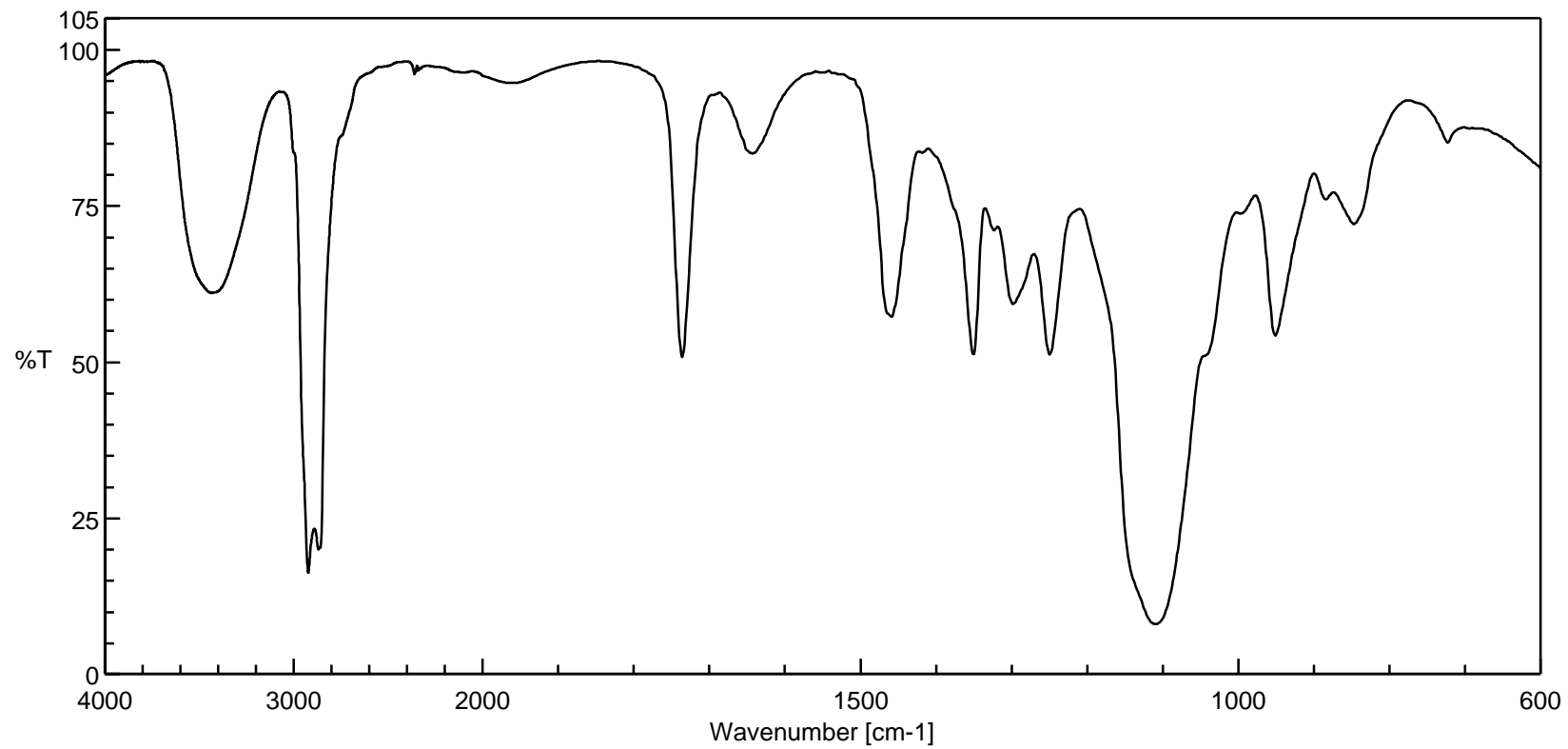
「ポリソルベート 20」の純度試験(6)を準用する。

水分 3.0%以下 (1g, 逆滴定)

強熱残分 0.25%以下 (5g, 800°C, 15 分)

定量法 試料約 0.065g を精密に量り、以下「ポリソルベート 20」の定量法を準用する。

ポリソルベート80



成分規格案の設定根拠 (ポリソルベート 80)

成分規格 (案) は, JECFA 及び FCC の規格を中心に, EU の食品添加物規格, 第 15 改正日本薬局方, NF, EP(5.4)の規格を参考に設定した。

性状 JECFA では「lemon to amber coloured oily liquid at 25°」, FCC では「yellow to orange colored, oily liquid」, 日本薬局方では, 「無色～だいたい黄色の粘稠性のある液」としている。また, 純度の高い脂肪酸を使用すると, ほぼ無色のものが得られる事実から, 「無～だいたい黄色の油状の液体」という記載とした。

確認試験 「ポリソルベート 20」と同様。

純度試験

- (1)けん化価 JECFA 及び FCC 等では, けん化価は 45～55 であることから, 45～55 とした。
- (2)酸価 JECFA 及び FCC 等では, 酸価は 2.0(又は 2)以下 (NF は 2.2 以下) である。製品の試験結果からも問題が無いと思われたので, 2.0 以下とした。
- (3)水酸基価 日本薬局方では, 規格化されていないが, 海外の規格値はすべて同じであり, そのまま採用した。
- (4)鉛については, ポリソルベート 20 と同様。
- (5)ヒ素 JECFA 及び FCC では, 設定されていないが, 日本薬局方では As_2O_3 として $2\mu g/g$, EU では $3\mu g/g$ (As) であることから, 規格値は As_2O_3 として $4.0\mu g/g$ とした。
- (6)酸化エチレン及びジオキサンの残留限度, 水分, 強熱残分, 定量法については, ポリソルベート 20 と同様。

JECFA, FCC では設定されているが, 本規格では採用しなかった項目

ポリソルベート 20 と同様。

| ポリソルベート80 | 規格案 | JECFA | FCC | EU | 第15改正日本薬局方 | NF | EP 5.4 |
|----------------------------|--|---|---|---|---|-----------------------------|--|
| 性状 | 本品は無～だいたい黄色の油状の液体で、わずかに特異なにおいがある | lemon to amber coloured, 油状の液体(25°C)。かすかに特有のにおいがある。 | yellow to orange colored, 油状の液体。水によく溶け、ほとんど無色の液体となる。 アルコール、調製油、酢酸エチル、トルエンに溶け、鉱物油には不溶 | lemon to amber coloured, 油状の液体(25°C)。かすかに特有のにおいがある。 | 無色～だいたい黄色の粘稠性のある液で、わずかに特異なにおいがあり、味はやや苦く、温感がある。 メタノール、エタノール、温エタノール、ピリジン、又はクロロホルムと混和する。水に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。本品の水溶液(1→20)のpHは、5.5～7.5 | - | yellowish or brownish-yellow, 油状の液体、透明又は僅かに乳白光を発する液体。 水、無水エタノール、酢酸エチル、メタノールに溶けやすく、脂肪油又は液体パラフィンに溶けにくい。 |
| 確認試験 | | | | | | | |
| 赤外吸収スペクトル | 参照スペクトル | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | ポリオキシエチレン脂肪酸エステル特有の吸収が見られる。 | - | - | 参照スペクトルとの比較 |
| 脂肪酸組成 | オレイン酸 | - | - | - | - | - | oleic acid 58%以上他 |
| 溶解性 | 設定しない | 水、エタノール、メタノール、酢酸エチル、トルエンに溶解。鉱物油、石油エーテルに不溶。 | - | 水、エタノール、メタノール、酢酸エチル、トルエンに溶解。鉱物油、石油エーテルに不溶。 | - | - | - |
| チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルトによる呈色反応 | 設定しない | 青色を呈する | - | - | 青色を呈する | - | 青色を呈する (チオシアン酸カリウム・硝酸コバルトの呈色反応) |
| 不飽和度(臭素試液) | 設定しない | 試液の色は消失する | 試液の色は消失する | - | 試液の色は消失する | 試液の色は消失する | - |
| 脂肪酸の定性試験 | 設定しない | 強い乳白光を発する | 強い乳白光を発する | - | 白濁する | 強い乳白光を発する | - |
| ゲル化 | 設定しない | ゲル状となる | ゲル状となる | - | ゲル状となる | ゲル状となる | - |
| 脂肪酸(量、酸価、ヨウ素価) | 設定しない | 約23g, - , - (ポリオール約75g) | 22~24g, 193~206, - | - | - | - | - |
| 純度試験等 | | | | | | | |
| けん化価 | 45~55(2.0g, 香料試験法) | 45~55 | 45~55 | 45~55 | 45~55 | 45~55 | 45~55 |
| 酸価 | 2.0以下(香料試験法) | 2以下 | 2以下 | 2以下 | 2.0以下 | 2.2 | 2.0以下 |
| 水酸基価 | 65~80(油脂類試験法) | 65~80 | 65~80 | 65~80 | - | 65~80 | 65~80 |
| 鉛 | 2.0 μg/g | 2mg/kg以下 | 2mg/kg | 5mg/kg | - | - | - |
| ヒ素 | 4.0 μg/g以下(As ₂ O ₃ として) | - | - | 3mg/kg以下 | 2ppm以下(As ₂ O ₃ として) | - | - |
| 遊離酸化エチレン | 1.0 μg/g以下 | - | - | 0.2mg/kg以下 | - | Organic volatile impurities | 1ppm以下 |
| ジオキサン | 10 μg/g以下 | - | 10mg/kg以下 | 5mg/kg以下 | - | Organic volatile impurities | 10ppm以下 |
| 水分 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3%以下 | 3.0%以下 | 3.0%以下 | 3.0%以下 |
| 強熱残分 | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | 0.25%以下(5g, 800°C, 15分) | - | 0.1%以下(2g, 600°C, 30分) | 0.25%以下(1~2g, 800°C, 恒量) | - |
| 過酸化物質 | 設定しない | - | - | - | - | - | 10.0以下 |
| ヨウ素価 | 設定しない | - | - | - | 19~24 | - | - |
| 粘度 | 設定しない | - | - | - | 345~445mm ² /s | 300~500mm ² /s | 約400mPa·s(25°C)(性状) |
| 比重 | 設定しない | - | - | - | d_{20}^{20} 1.065~1.095 | 1.06~1.09 | 約1.10(性状) |
| 重金属 | 設定しない | - | - | - | 20ppm以下 | 0.001%以下 | 10ppm以下 |
| カドミウム | 設定しない | - | - | 1mg/kg | - | - | - |
| 水銀 | 設定しない | - | - | 1mg/kg | - | - | - |
| エチレンジグリコール | 設定しない | - | - | 0.25%以下 | - | - | - |
| 灰分 | 設定しない | - | - | - | - | - | 0.25%以下(2g, 600°C, 恒量) |
| 含量 (E.O.付加量%) | 65.0~69.5 | 65.0~69.5 | 65.0~69.5 | 65%以上 | - | - | - |