

令和 2 年 3 月 12 日
令和 2 年 6 月 3 日改訂

第10版食品添加物公定書作成検討会
座長 佐藤 恭子

第10版食品添加物公定書作成検討会（第4回）報告について

第10版食品添加物公定書作成検討会（第4回）において審議を行った結果を別添の通りとりまとめたので、これを報告する。

第10版食品添加物公定書作成検討会（第4回）報告書

令和2年 3月

第10版食品添加物公定書作成検討会

第10版食品添加物公定書作成検討会（第4回）

1. 開催年月日 令和元年7月1日

2. 第10版食品添加物公定書作成検討会委員
(50音順、○は座長)

天倉 吉章	松山大学 薬学部 教授
石井 里枝	埼玉県衛生研究所 副所長兼食品微生物検査室長
内山 奈穂子	国立医薬品食品衛生研究所 生薬部 第二室長
工藤 由起子	国立医薬品食品衛生研究所 衛生微生物部 部長
小西 典子	東京都健康安全研究センター 微生物部 食品微生物研究科 主任研究員
小林 千種	東京都健康安全研究センター 食品化学部 食品添加物研究科 食品添加物研究科長
○佐藤 恭子	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 部長
杉本 直樹	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第二室長
関戸 晴子	神奈川県衛生研究所 企画情報部 衛生情報課長
高橋 仁一	日本食品添加物協会 顧問
多田 敦子	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第一室長
中村 公亮	国立医薬品食品衛生研究所 生化学部 第二室長
原 俊太郎	昭和大学 薬学部 教授
樋口 彰	日本食品添加物協会 常務理事
堀江 正一	大妻女子大学 家政学部 教授
彌勒地 義治	日本香料工業会食品香料委員会 技術専門委員会 委員長
六鹿 元雄	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第三室長
森本 隆司	日本食品添加物協会 技術委員
山崎 壮	実践女子大学 生活科学部 教授
渡邊 武俊	日本香料工業会食品香料委員会 技術専門委員会 副委員長

3. 検討結果

(1) 既存添加物4品目の成分規格の提案

以下の添加物につき、成分規格案が決定された。

【新規収載品目】

- ・カワラヨモギ抽出物
- ・セイヨウワサビ抽出物
- ・チャ抽出物

カワラヨモギ抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿及び既存添加物名簿収載品目リストに基づき設定した。

②含量

国内流通品の実態に合わせて設定した。

③性状

国内流通品の実態に合わせて設定した。抽出時に使用するカワラヨモギにより、出来上がるカワラヨモギ抽出物が黄～黄褐色又は緑～暗緑色になることからこの外観色調とした。

④確認試験

ガスクロマトグラフィーによる有効成分カピリンの確認試験を採用した。条件は定量法を準用する。

⑤純度試験

- (1) 鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。
- (2) ヒ素は、公定書の一般的な規格値を設定した。

⑥乾燥減量

国内流通品の実態に合わせて設定した。

⑦強熱残分

国内流通品の実態に合わせて設定した。

⑧定量法

ガスクロマトグラフィーによる定量法を設定した。ただし、カピリンの定量用標品が存在しないことから、純度既知の *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルを用い、カピリンとの相対モル感度 (relative molar sensitivity、RMS) より換算する方法を採用した。

[参考事項]

- ・カピリンとして、MOLBASE社の一般試薬 (<http://www.molbase.com/cas/495-74-9.html>)、Acadchem社のACDS-034310、AKos Consulting & Solutions社のAKOS006277108又は同等品が使用できる。
- ・定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルとして、<東京化成工業(株)製 製品コードH0216>又は同等品が使用できる。ただし、定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルとして新たに規格を設定する予定である。
- ・カラムは、DB-5 (内径0.25mm×長さ30m、膜厚0.25µm) (Agilent Technologies社製)又は同等品が使用できる。

成分規格案

カワラヨモギ抽出物

Rumput Roman Extract

定 義 本品は、カワラヨモギ (*Artemisia capillaris* Thunb.) の全草から得られた、カピリンを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、カピリン ($C_{12}H_{18}O=168.19$) を 0.5～5.0% 含む。

性 状 本品は、黄～黄褐色又は緑～暗緑色の液体で、特異なおいがある。

確認試験 本品をかくはんし、その2 gを量り、減圧下、40℃で乾固し、メタノール2.0mLを加えてよく混合した後、メンブランフィルター（孔径0.45μm）でろ過し、検液とする。検液及び定量法の標準液をそれぞれ1μLずつ量り、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、検液には、標準液の主ピークと保持時間が一致するピークを認める。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下(0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

乾燥減量 85.0～99.8% (10 g、水浴上で30分間乾燥後、105℃、5時間)

強熱残分 2.0%以下（乾燥物換算、乾燥物として1～2 gになるように試料を採取）

定量法 本品をかくはんし、その約2 gを精密に量り、減圧下、40℃で乾固し、定量用内標準液2 mLを正確に加えてよく混合した後、メンブランフィルター（孔径0.45μm）でろ過し、検液とする。ただし、定量用内標準液は、定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル約50mgを精密に量り、メタノールで正確に100mLとしたものとする。別にカピリン5 mgを量り、メタノールを加えて10mLとし、標準液とする。検液、定量用内標準液及び標準液をそれぞれ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。検液につき、*p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びカピリンのピーク面積 A_P 及び A_C を測定し、次式によりカピリンの含量を求める。ただし、検液中の *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びカピリンは、定量用内標準液及び標準液との保持時間の比較により同定する。

カピリン ($C_{12}H_{18}O$) の含量 (%)

$$= \frac{C_P}{C_T} \times \frac{A_C}{A_P} \times \frac{MW_C}{MW_P} \times \frac{1}{RMS} \times P_P$$

ただし、 C_P ：検液中の *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの濃度 (mg/mL)

C_T ：検液中の乾燥物換算した試料の濃度 (mg/mL)

MW_P ：*p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの分子量 (152.15)

MW_C ：カピリンの分子量 (168.19)

RMS：カピリンの *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルに対する相対モル感度 (1.70)

P_P ：定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの純度 (%)

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のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用5%ジフェニル95%ジメチルポリシロキサンを0.25μmの厚さで被覆したもの

カラム温度 70℃で4分間保持した後、毎分5℃で320℃まで昇温し、320℃を10分間保持する。

注入口温度 250℃

検出器温度 330℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル及びカピリンのピークが他のピークと分離し、*p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの保持時間が約20分、カピリンの保持時間が約26分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1：3

【試薬・試液】

カピリン $C_{12}H_{18}O$ [495-74-9]

本品は、白～黄褐色の粉末で、特異なおいがある。

定量用 *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル *p*-ヒドロキシ安息香酸メチル、定量用を見よ。

p-ヒドロキシ安息香酸メチル、定量用 $C_8H_8O_3$ [99-76-3]

本品は、無～白色の結晶又は粉末である。

以下の定量法で求めた含量 (%) を本品の純度 (%) として用いる。

含量 98.0%以上

融点 125～129°C

定量法 本品約 10mg 及び 1, 4-B TMS B- d_4 約 1 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化アセトン 1 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロトン共鳴周波数 400MHz 以上の装置を用いて 1H NMR スペクトルを測定する。1, 4-B TMS B- d_4 のシグナルを δ 0ppm とし、 δ 3.57ppm 付近のシグナル面積強度を A (水素数 3 に相当) とする。1, 4-B TMS B- d_4 のシグナル面積強度を 18.000 としたときの A を I とし、水素数を N、1, 4-B TMS B- d_4 の純度を P (%) とし、次式により *p*-ヒドロキシ安息香酸メチルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重ならないことを確認する。

$$p\text{-ヒドロキシ安息香酸メチル (C}_8\text{H}_8\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{M_S \times I \times P}{M_T \times N} \times 0.6717$$

ただし、 M_S : 1, 4-B TMS B- d_4 の採取量 (mg)

M_T : 試料の採取量 (mg)

操作条件

デジタル分解能 0.25Hz 以下

スピニング オフ

^{13}C 核デカップリング あり

取り込み時間 4 秒以上

観測スペクトル幅 -5～15ppm を含む 20ppm 以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上

ダミーキャン 1 回以上

積算回数 8 回以上

測定温度 20～30°C の一定温度

セイヨウワサビ抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿及び既存添加物名簿収載品目リストに基づき設定した。

②含量

市場流通している製品の含量の実態をもとに設定した。

③性状

市場流通している製品の性状を調査し決定した。

④確認試験

標準液を用いてのガスクロマトグラフィーによる確認試験を「カラシ抽出物」に準じて設定した。

⑤純度試験

- (1) 鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。
- (2) ヒ素は、公定書の一般的な規格値を設定した。

⑥定量法

定量用イソチオシアン酸アリルを用いたガスクロマトグラフィーによる定量法を設定した。

成分規格案

セイヨウワサビ抽出物 Horseradish Extract ホースラディッシュ抽出物

定 義 本品は、セイヨウワサビ (*Armoracia rusticana* G. Gaertn., B. Meyer et Scherb) の根から得られた、イソチオシアナートを主成分とするものである。

含 量 本品は、イソチオシアン酸アリル ($C_4H_5NS=99.15$) 70.0%以上を含む。

性 状 本品は、淡黄～淡褐色の澄明な液体で、わさびのような強い刺激性のにおいがある。

確認試験 本品0.15gを量り、シクロヘキサン20mLを加えて検液とする。定量用イソチオシアン酸アリル、イソチオシアン酸sec-ブチル及びイソチオシアン酸3-ブテニルをそれぞれ0.15gずつ量り、シクロヘキサンを20mLずつ加えてそれぞれ標準液A、B及びCとする。検液及び標準液Aをそれぞれ0.5μLずつ量り、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。ただし、カラム温度は、80℃で注入し、毎分4℃で250℃まで昇温する。このとき、検液の主ピークは、標準液Aの主ピークと保持時間が一致する。また、本品、標準液B及び標準液Cそれぞれ0.5μLずつを量り、同様の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。このとき、本品には標準液B及び標準液Cの主ピークと保持時間が一致するピークを認める。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2μg/g以下 (2.0g、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

本品を量り、液体が見えなくなるまで約150℃で加熱する。残留物に塩酸 (1→4) 10mLを加えて蒸発乾固する。残留物に硝酸 (1→100) 5mLを加え、加温する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に10mLとし、検液とする。別に、鉛標準液を正確に量り、硝酸 (1→100) を加えて正確に10mLとし、比較液とする。

(2) ヒ素 Asとして3μg/g以下 (0.50g、第4法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

定 量 法 本品約0.15gを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正

確に20mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、デカン・シクロヘキサン溶液(1→100)とする。別に、定量用イソチオシアン酸アリル約0.15gを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に20mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ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。検液及び標準液におけるデカンのピーク面積に対するイソチオシアン酸アリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により含量を求める。

$$\text{イソチオシアン酸アリル(C}_4\text{H}_5\text{NS)の含量(\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

ただし、 M_T ：試料の採取量(g)

M_S ：定量用イソチオシアン酸アリルの採取量(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60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25μmの厚さで被覆したもの

カラム温度 80℃で注入し、毎分4℃で180℃まで昇温する。

注入口温度 100℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸アリルの保持時間が7～8分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1：50

測定時間 30分

チャ抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿に基づき、市場流通している製品（緑茶、ウーロン茶及び紅茶）の実態をもとに設定した。チャ抽出物製品（緑茶、ウーロン茶及び紅茶）の市場流通実態を調査した結果、緑茶及び紅茶を原料としているものが確認され、ウーロン茶を原料とするものが確認できなかったことから、今回、定義及び別名に緑茶抽出物及び紅茶抽出物を記載することとした。ウーロン茶由来のチャ抽出物が将来確認できたとき、改正要望により、成分規格を再度検討することとした。

また、既存添加物名簿において、基原生物はチャ(*Camellia sinensis* (L.) Kuntze)とされているが、成分規格作成の解説にしたがって、標準和名であるチャノキとした。

②含量

既存添加物自主規格と、市場流通している製品の実態をもとに設定した。なお、第4版自主規格では酒石酸鉄法とフォーリン・チオカルト法の二つを採用しているが、相関する2つの測定法を規定する必要が無いと判断し、酒石酸鉄法を採用した。含量範囲の設定において、チャ抽出物の中でもエピガロカテキンガレート含量が高い製品では、酒石酸鉄法による含量値がより高くなる（例：エピガロカテキンガレート90%以上のチャ抽出物では、酒石酸鉄法による含量値が120%を超える）ため、含量範囲を15～130%とした。

③性状

市場流通品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

鉄とカテキンの結合に基づく呈色反応、及びバニリン塩酸法による主成分の確認試験を設定した。

⑤純度試験

(1) 鉛は、公定書の一般的な規格を設定した。

(2) ヒ素は、公定書の一般的な規格を設定した。

⑥乾燥減量

市場流通している製品の実態をもとに設定した。

⑦定量法

酒石酸鉄法による定量法を設定した。没食子酸エチルとして定量値を求め、これにエピカテキンガレートとして換算のため、1.5を乗じる。含量の計算式にその旨を示した。参考文献1（茶業研究報告 第33号（1970）茶の公定分析法の改良（第3法））を参考に、酒石酸鉄法を用いて、エピカテキンガレートとして測定した値がカテキン含量に相関することから、酒石酸鉄法を用いることとした。また、定量用試薬に没食子酸エチルを使い、得られた濃度値に一定の定数をかける（×1.5）ことにより、エピカテキンガレートとしての測定値に近似することから、含量測定法の定量用試薬に、入手しやすい没食子酸エチルを用いることとした。

[参考事項]

定量用没食子酸エチルは、＜東京化成社製没食子酸エチル（製品コードG0016）、関東化学社製没食子酸エチル（鹿1級、製品コード14139-31）＞又は同等品が使用できる。

成分規格案

チャ抽出物

Tea Extract
紅茶抽出物
緑茶抽出物

定義 本品は、チャノキ (*Camellia sinensis* (L.) Kuntze) の葉より製した茶より得られた、カテキン類を主成分とするものである。本品には、原料の種類により、紅茶抽出物及び緑茶抽出物がある。

含量 本品を乾燥物換算したものは、エピカテキンガレート ($C_{22}H_{18}O_{10}=442.37$) として15～130%を含む。

性状 本品は、白～帯赤白色、淡黄赤～帯赤黄色、淡黄～黄緑色若しくは褐色の粉末又は無～濃褐色の液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の粉末試料0.1 g 又は液状試料を乾燥したもの0.1 g を50vol%エタノール10mLに溶かし、この液に塩化鉄(Ⅲ)六水和物溶液(1→50) 2～3滴を加えるとき、液は、ごく暗い青紫～紫色又は褐～帯緑褐色を呈する。

(2) 本品の粉末試料0.1 g 又は液状試料を乾燥したもの0.1 g を50vol%メタノール10mLに溶かし、この液0.3mLに、バニリン・メタノール溶液(1→25) 2 mLを加え、更に塩酸1 mLを加えるとき、液は、黄赤～赤色を呈する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下(2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

(2) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g/g}$ 以下(0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

乾燥減量 粉末試料 7.0%以下(105°C、4時間)

液体試料 93.0%以下(5 g、105°C、4時間)

定量法 エピカテキンガレートとして約30mgに対応する量の本品を精密に量り、水を加え、必要な場合には、加温して溶かす。更に水を加えて正確に100mLとし、必要に応じてろ過を行い、検液とする。検液5 mLを正確に量り、酒石酸鉄試液5 mL、リン酸緩衝液(pH7.5) 6.8mL及び水を加えて正確に25mLとし、よく振り混ぜた後、波長540nmにおける吸光度を測定する。対照には、水5 mLを用いて検液と同様に操作した液を用いる。別に定量用没食子酸エチルを乾燥し、その約1 gを精密に量り、水に溶かして正確に1000mLとする。この液5 mL、10mL、15mL、20mL及び25mLを量り、水を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。これらの標準液につき、検液と同様に操作して吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中の没食子酸エチルの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{エピカテキンガレート } (C_{22}H_{18}O_{10}) \text{ の含量 } (\%) \\ & = \frac{C \times 100}{M} \times 1.5 \times 100 \end{aligned}$$

ただし、C：検液中の没食子酸エチルの濃度(mg/mL)

M：乾燥物換算した試料の採取量(mg)

【試薬・試液】

酒石酸鉄試液 硫酸鉄(Ⅱ)七水和物 0.10 g 及び(+) -酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 0.50 g を量り、水を加えて溶かして100mLとする。用時調製する。

定量用没食子酸エチル 没食子酸エチル、定量用を見よ。

没食子酸エチル、定量用 $C_9H_{10}O_5$ 本品は白～微褐色の粉末である。

含量 本品を乾燥したものは、没食子酸エチル ($C_9H_{10}O_5=198.17$) 98.0%以上を含む。

確認試験 本品のエタノール (95) 溶液 (1→50) 5 mL に塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物溶液 (1→500) 1 滴を加えるとき、液は、紫色を呈する。

融点 149～154°C

乾燥減量 1.0%以下 (105°C、3時間)

定量法 本品約 3.0 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド/水混液 (4 : 1) 50 mL を加えて溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。別に、空試験を行い補正する。

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 198.17 mg $C_9H_{10}O_5$

(2) 添加物等の成分規格改正の提案

以下の添加物につき、成分規格改正案が決定された。

【改正品目】

カラメルⅢ

規格改正の概要及び根拠

①純度試験 (8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール (ii)操作法

現行試験法では目的成分である2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール2, 4-ジニトロフェニルヒドラゾンと夾雑物との分離が不十分で定量値の信頼性が懸念される。また、現行試験法のカラム充填剤オクチルシリル化シリカゲルについては10 μ mのものを使用しており、一般的な5 μ mではない。また、現行試験法のカラム温度は「常温」とされ一定でなく、再現性確保及び操作を容易にするためにはカラム温度の設定を要する。よって、その目的成分を適切に分離し、定量の信頼性を得るように操作条件の変更を要望する。文献及び試験結果に基づき、移動相の組成比の変更、カラム充填剤を5 μ mのオクチルシリル化シリカゲルに変更、カラム温度を35 $^{\circ}$ Cに設定、保持時間の変更し、別紙4に示すように操作条件を改正する。

成分規格案

カラメルⅢ

Caramel III (Ammonia caramel)

カラメル

[8028-89-5]

定 義 本品は、でん粉加水分解物、糖蜜又は糖類の食用炭水化物に、アンモニウム化合物を加えて、又はこれに酸若しくはアルカリを加えて熱処理して得られたもので、亜硫酸化合物を使用していないものである。

性 状 本品は、暗褐～黒色の粉末、塊、ペースト又は液体であり、においがいいか、又はわずかに特異なおいがあり、味はないか又はわずかに特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→100)は、淡褐～黒褐色を呈する。

(2) 「カラメルⅠ」の確認試験(2)を準用する。ただし、その値は0.50以下である。

(3) 「カラメルⅠ」の確認試験(3)を準用する。ただし、その値は0.50以上である。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下(2.0g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

(2) ヒ素 Asとして0.8 μ g/g以下(2.5g、第3法、標準色 ヒ素標準液4.0mL、装置B)

(3) 固形物含量 53%以上

「カラメルⅠ」の純度試験(3)を準用する。

(4) アンモニア性窒素 0.4%以下(固形物換算)

0.05mol/L 硫酸25mLを500mLの捕集用フラスコに入れ、ケルダール接続部と冷却管からなる蒸留装置につなぎ、冷却管の先が捕集用フラスコの酸液に浸るようにする。本品約2gを精密に量り、800mLのケルダールフラスコに移し、酸化マグネシウム2g、水200mL及び沸騰石数個を加える。ケルダールフラスコをよく振り内容を混合した後、速やかに蒸留装置に接続する。ケルダールフラスコを液が沸騰するまで加熱し、捕集用フラスコに留出液約100mLを受ける。留出管の先端を水2～3mLで洗い、捕集用フラスコに洗液を受け、メチルレッド試液4～5滴を加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定し、滴定量(mL)をSとする。同様の方法で空試験を行

い 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の滴定量 (mL) を B とする。次式によりアンモニア性窒素の含量を求め、固形物換算する。

$$\text{アンモニア性窒素の含量 (\%)} = \frac{(B - S) \times 0.0014}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

- (5) 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験(4)を準用する。

- (6) 総窒素 6.8%以下 (固形物換算)

本品約 0.5g を精密に量り、窒素定量法中のケルダール法により試験を行う。

- (7) 4-メチルイミダゾール 0.30mg/g 以下 (固形物換算)

「カラメル I」の純度試験 (6) を準用し、同様の操作を行う。ただし、4-メチルイミダゾール約 20mg、約 60mg 及び約 0.1g をそれぞれ精密に量り、内標準溶液 20mL を正確に加えた後、アセトンを加えて溶かして正確に 100mL とし、これらの液を標準液とする。また、内標準溶液は、2-メチルイミダゾール約 0.10g を精密に量り、酢酸エチルを加えて溶かして正確に 100mL としたものをを用いる。検液及び標準液をそれぞれ 5 μ L ずつ量り、ガスクロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液の 2-メチルイミダゾールのピーク面積に対する 4-メチルイミダゾールのピーク面積の比と標準液に含まれる 4-メチルイミダゾール濃度から検量線を作成する。検液の 2-メチルイミダゾールのピーク面積に対する 4-メチルイミダゾールのピーク面積比を求め、検量線を用いて含量を求める。

- (8) 2-アセチル-4-テトラヒドロキシピチルイミダゾール 40 μ g/g 以下 (固形物換算)

- (i) 装置 組合わせコラム

概略は次の図による。ただし、部品の接続部は標準すり合わせガラス接続とする。

A : 滴下漏斗 (100mL)

B : テフロン製コック

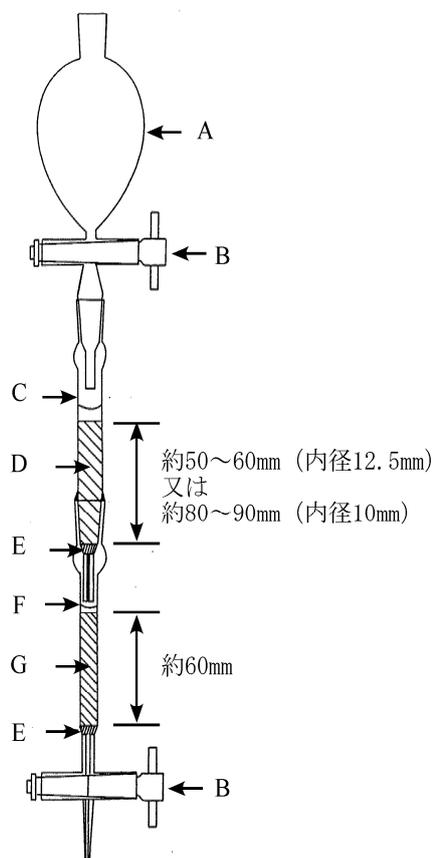
C : ガラスコラム 内径 12.5mm、長さ 150mm (接続部を含む) 又は内径 10mm、長さ 200mm (接続部分を含む)

D : 弱酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)

E : 綿栓

F : ガラスコラム 内径 10mm、長さ 175mm (接続部を含む)

G : 強酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)



(ii) 操作法 本品 0.20～0.25 g を精密に量り、水 3 mL を加えて溶かし、試料液とする。試料液を組合わせカラムの上側の C に定量的に移す。C を水約 100 mL で洗浄する。上側の C を外し、A を下側の F に接続した後、F を塩酸溶液 (0.5 mol/L) で溶出する。最初の溶出液 10 mL を捨て、その後に溶出液 35 mL を集める。この溶液を 40°C、2.0 kPa で乾燥状態まで濃縮する。このシロップ状の残留物をメタノール 0.25 mL で溶解し、2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン塩酸塩試液 0.25 mL を加える。その反応混合物をセプタムキャップ付きのガラス瓶に移し室温で 5 時間保管し、検液とする。2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 2, 4-ジニトロフェニルヒドラゾン約 10 mg を精密に量り、メタノールを加えて溶かして正確に 100 mL とする。この溶液をメタノールで希釈して、0 µg/mL、20 µg/mL、40 µg/mL、60 µg/mL、80 µg/mL、0.1 mg/mL の標準液を調製する。検液及び標準液をそれぞれ 5 µL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。それぞれの標準液のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液のピーク面積を測定し、検量線を用いて 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾールの量を求める。ただし、2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 2, 4-ジニトロフェニルヒドラゾン 0.1 mg/mL は 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 47.58 µg/mL に相当する。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 385 nm)

カラム充填剤 ~~10~~ 5 µm の液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管

カラム温度 ~~常温~~ 35°C

移動相 リン酸 (17→2500) / メタノール混液 ~~(1 : 1)~~ (7 : 3)

流量 2-アセチル-4-テトラヒドロキシブチルイミダゾール 2, 4-ジニトロフェニルヒドラゾンの保持時間が ~~6.3 ± 0.1 分~~ 12~14 分 になるように調整する。

4. これまでの検討経緯

平成30年6月5日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第1回）

【新規収載品目】

- ・イソマルトデキストラナーゼ
- ・カキ色素

【改正品目】

- ・エンジュ抽出物（第6回 修正案）
- ・*d*l- α -トコフェロール

平成30年9月10日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第2回）

【新規収載品目】

- ・イソアルファー苦味酸
- ・高級脂肪酸（カプリル酸）
- ・高級脂肪酸（カプリン酸）
- ・高級脂肪酸（ステアリン酸）
- ・高級脂肪酸（パルミチン酸）
- ・高級脂肪酸（ベヘニン酸）
- ・高級脂肪酸（ミリスチン酸）
- ・高級脂肪酸（ラウリン酸）
- ・生石灰

【改正品目】

- ・アセト酢酸エチル

平成31年1月9~23日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第2回） メール審議

【新規収載品目】

- ・イソアルファー苦味酸
- ・高級脂肪酸（カプリル酸）
- ・高級脂肪酸（カプリン酸）
- ・高級脂肪酸（ステアリン酸）
- ・高級脂肪酸（パルミチン酸）
- ・高級脂肪酸（ベヘニン酸）
- ・高級脂肪酸（ミリスチン酸）
- ・高級脂肪酸（ラウリン酸）
- ・生石灰

平成31年1月15日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）

【新規収載品目】

- ・塩水湖水低塩化ナトリウム液（第6回 修正案）
- ・グルコサミン（検討会差し戻し）
- ・ゲンチアナ抽出物
- ・酵素処理レシチン

- ・コメヌカロウ
- ・ジャマイカカシミア抽出物
- ・ヒアルロン酸
- ・ヒマワリ種子抽出物
- ・没食子酸

【改正品目】

- ・アスパルテーム
- ・アルギン酸
- ・過酢酸製剤（第5回 修正案）
- ・キサントガム
- ・L-グルタミン酸カルシウム（第6回 修正案）
- ・次亜臭素酸水
- ・テルピネオール
- ・二酸化チタン
- ・プロピレングリコール脂肪酸エステル
- ・ラカンカ抽出物
- ・試薬・試液

※平成31年3月25日付けの第10版食品添加物公定書作成検討会（第3回）報告書について令和元年9月18日に薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会への報告を行った。その後、令和元年9月20日～10月21日の意見照会の結果等を受けて、以下の品目については本報告によらず再度検討会で審議することとした。

- ・塩水湖水低塩化ナトリウム液
- ・グルコサミン
- ・L-グルタミン酸カルシウム

令和元年7月1日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第4回）

【新規収載品目】

- ・カワラヨモギ抽出物
- ・セイヨウワサビ抽出物
- ・チャ抽出物

【改正品目】

- ・カラメルⅢ