

令和 2 年 3 月 12 日
令和 2 年 6 月 22 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5回）報告について

第10版食品添加物公定書作成検討会（第5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5回）報告書

令和2年3月12日

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5回）

1. 開催年月日 令和元年10月16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5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】

- ・エレミ樹脂
- ・カンゾウ油性抽出物
- ・グァーガム酵素分解物
- ・サバクヨモギシードガム
- ・シタン色素

エレミ樹脂

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿には「エレミ樹脂（エレミの分泌液から得られた、 β -アミリンを主成分とするものをいう。）」、既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には「カンラン科エレミ（*Canarium luzonicum* A. GRAY.）の分泌液を、乾燥して得られたものである。主成分は β -アミリンである。」とされている。一方、基原生物の学名 *Canarium luzonicum* (Blume) A Gray. の標準和名はマニラエレミである。そこで、標準和名を採用し、「本品は、マニラエレミ（*Canarium luzonicum* (Blume) A Gray.）の分泌液から得られた β -アミリンを主成分とするものである。」と定義した。

②性状

市場流通品の実態に合わせて設定した。

③確認試験

- (1) 赤外吸収スペクトル測定法（ペースト法）に基づく確認試験を設定した。
- (2) 薄層クロマトグラフィーによる β -アミリンの確認試験を設定した。¹⁾

④純度試験

- (1) 酸価は、市場流通品の20ロットの実態（25.1～33.9（29.5±4.4））を基に20～40に設定した。
- (2) 鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。
- (3) ヒ素は、公定書の一般的な規格値を設定した。

⑤乾燥減量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑥灰分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦ 特記事項

[参考文献]

- 1) 食品衛生学雑誌 2010;51:264-272

成分規格案

エレミ樹脂 Elemi Resin

定 義 本品は、マニラエレミ（*Canarium luzonicum* (Blume) A Gray.）の分泌液から得られた β -アミリンを主成分とするものである。

性 状 本品は、白～黄褐色の粉末又は塊で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
(2) 本品0.2gに2-プロパノール10mLを加えて溶かし、検液とする。検液2 μ Lを量り、対照液を用いず、アセトン/アセトニトリル混液（5：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾する。これに15%硫酸・メタノール試液を噴霧し、110℃で数分間加熱した後、観察するとき、 R_f 値0.3～0.4付近に橙色のスポットを認める。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用オクタデシルシリ

ル化シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 酸価 20~40

本品1gを精密に量り、エタノール(95)50mLを加えて溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

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

(3) ヒ素 Asとして $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50g、第4法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

乾燥減量 0.5%以下(105℃、3時間)

灰分 0.1%以下(550℃、5時間)

カンゾウ油性抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿には、「カンゾウ油性抽出物（ウラルカンゾウ、チョウカカンゾウ又はヨウカンゾウの根又は根茎から得られた、フラボノイドを主成分とするものをいう。）」、既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には、「マメ科ウラルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* FISCHER)、マメ科チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* BATALIN) 又はマメ科ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* LINNE) の根又は根茎を水で洗浄した残渣より、室温時～温時エタノール、アセトン又はヘキサンで抽出して得られたものである。主成分はフラボノイドである。」とされている。

現時点でウラルカンゾウを基原とするものの流通が確認されておらず、ウラルカンゾウを基原とするものに確認試験を実施した場合に不適となると考えられることから、定義からウラルカンゾウを除き、「本品は、カンゾウ油性抽出物のうち、チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin) 又はヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* L.) の根若しくは根茎から得られた、フラボノイドを主成分とするものである。」と定義した。

②含量

定量用標品が入手できないため、含量規定を設定しないこととした。

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

チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin) の主成分リコカルコンA及びヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* L.) の主成分グラブリジンがカンゾウ油性抽出物の有効成分であることから、両者を同定できるHPLCによる確認試験を設定した¹⁾。ただし、現時点でウラルカンゾウを基原とするものの流通が確認されておらず、この確認試験ではウラルカンゾウが不適となると考えられる。ウラルカンゾウを基原とするものの流通が確認されたとき、成分規格を改正するものとした。

⑤純度試験

- (1) カンゾウ油性抽出物にはペースト、液体状のものがあるため、乾燥後の鉛を規格化した。
- (2) カンゾウ油性抽出物にはペースト、液体状のものがあるため、乾燥後のヒ素を規格化した。

⑥乾燥減量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦強熱残分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑧ 特記事項

[参考事項]

- ・グラブリジンは、<富士フイルム和光純薬(株) 生薬試験用 Code No. 070-04821 (純度97.0%以上)>又は同等品が使用できる。
- ・リコカルコンAは、<Sigma-Aldrich社 Code No. 68783-10MG (純度96%以上)>又は同等品が使用できる。
- ・確認試験におけるHPLCカラムは、<富士フイルム和光純薬(株) Wakosil-II 5C18HG (4.6mm × 250mm, 5µm)>又は同等品が使用できる。

[参考文献]

成分規格案

カンゾウ油性抽出物
Licorice Oil Extract

定義 本品は、カンゾウ油性抽出物のうち、チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin) 又はヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* L.) の根若しくは根茎から得られた、フラボノイドを主成分とするものである。

性状 本品は、黄褐～赤褐色の粉末、ペースト又は液体で、特異なおいがある。

確認試験 本品30mgを量り、エタノール (99.5) 20mLを加えて溶かした後、メンブランフィルター (孔径0.45 μ m) でろ過し、ろ液を検液とする。別にグラブリジン及びリコカルコンA 5 mgずつを量り、それぞれエタノール(99.5)50mLに溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ20 μ L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とき、検液には、標準液のグラブリジン及びリコカルコンAの両方又はそのいずれかのピークと保持時間が一致するピークを認める。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 282nm (グラブリジン)、360nm (リコカルコンA))

カラム充填剤 5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 アセトニトリル/酢酸 (1 \rightarrow 50) 混液 (3 : 2)

流量 リコカルコンAの保持時間が約6分、グラブリジンの保持時間が約8分になるように調整する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2 μ g/g以下 (粉末試料2.0g又はペースト若しくは液体試料を乾燥したもの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3 μ g/g以下 (粉末試料0.50g又はペースト若しくは液体試料を乾燥したもの0.50g、第4法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

乾燥減量 粉末試料 5.0%以下 (105 $^{\circ}$ C、2時間)

ペースト又は液体試料 50.0%以下 (105 $^{\circ}$ C、5時間)

強熱残分 3.0%以下 (粉末試料1g又はペースト若しくは液体試料を乾燥したもの1g)

【試薬・試液】 (試薬の規格については流通品の規格を参考に設定する。)

グラブリジン C₂₀H₂₀O₄ [59870-68-7]

本品は、白～薄い黄褐色の結晶又は粉末である。

リコカルコンA C₂₁H₂₂O₄ [58749-22-7]

本品は、淡黄色～黄色の粉末である。

グァーガム酵素分解物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿には「グァーガム酵素分解物（グァーの種子を粉砕し、分解して得られた、多糖類を主成分とするものをいう。）」、既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には「『グァーガム』を、酵素（ α -ガラクトシダーゼ、ヘミセルラーゼ）で分解して得られたものである。主成分は多糖類である。」とされている。

これに従い、「本品は、グァー（*Cyamopsis tetragonoloba* (L.) Taub.）の種子から得られたものを酵素で分解して得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。」と定義した。なお、ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを賦形剤として含むことから定義にこれを加えた。

②性状

市場流通品の実態に合わせて設定した。

③確認試験

(1) 四ホウ酸ナトリウムとの反応：多糖類（ガラクトマンナン）がホウ酸イオンを介して架橋されることで、ゲル状の物質に変化する化学反応に基づく確認試験を設定した。

(2) キサンタンガムとの反応：キサンタンガムとの反応に基づく確認試験を設定した。

④純度試験

(1) たん白質

類似物質であるグァーガムの規格値(7.0%以下)に合わせて7.0%以下に設定した。

(2) 酸不溶物

類似物質であるグァーガムの規格値(7.0%以下)に合わせて7.0%以下に設定した。なお、試験法は「加工ユーケマ藻類」の純度試験(4)を準用するが、第10版では他品目の準用記載を全文記載に変更することから、全文記載とする。他品目からの準用記載は、元となる規格が変更されたとき、それを準用した規格への影響がないことをすべて確認する必要がある、且つ、影響がある場合は関連する他品目についても規格改正が必要となる。よって、成分規格の維持管理の合理化のため、今後、他品目の規格の準用記載を全文記載に変更することとしている。

(3) 鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。

(4) ヒ素は、公定書の一般的な規格値を設定した。

⑤乾燥減量

市場流通品の実態4.8~6.2%に合わせて14%以下に設定した。

⑥灰分

市場流通品の実態0.6~0.9%に合わせて2.0%以下設定した。

⑦微生物限度

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

グァーガム酵素分解物

Enzymatically Hydrolyzed Guar Gum

グァーフラワー酵素分解物

ゲアルガム酵素分解物

定義 本品は、グアー (*Cyamopsis tetragonoloba* (L.) Taub.) の種子から得られたものを酵素で分解して得られた、多糖類を主成分とするものである。ショ糖、ブドウ糖、乳糖、デキストリン又はマルトースを含むことがある。

性状 本品は、類白～微黄色の粉末又は粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品20 g に2-プロパノール4 mLを加えてよく湿らせた後、激しくかき混ぜながら水200mLを加え、更に均一に分散するまで激しくかき混ぜる。この液10mLに四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液(1→20) 10mLを加え、混和して放置するとき、粘性のある液となるか、ゼリー状となる。

(2) 本品1 g と「キサンタンガム」1 g を混合し、2-プロパノール4 mLを加えて振り混ぜた後、かき混ぜながら水200mLを加え、更に均一に分散するまでかき混ぜる。この液100mLを水浴上で約10分間加熱した後、5℃まで冷却するとき、粘性のある液となるか、ゲル状となる。

純度試験 (1) たん白質 7.0%以下

本品約0.15 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754mg たん白質

(2) 酸不溶物 7.0%以下

本品約2 g を精密に量り、水150mL及び硫酸1.5mLを入れた300mLのビーカーに加える。このビーカーを時計皿等で覆い、水浴中で6時間加熱する。時々ガラスかくはん棒を用いてビーカーの内壁に付いたものをすり落としながら水で洗い流し、蒸発によって失われた水の量を補正する。あらかじめ105℃で3時間乾燥したクロマトグラフィー用ケイソウ土約0.5 g を精密に量り、試料液を加えて十分かくはんする。あらかじめ105℃で3時間乾燥したガラスろ過器(1G3)の質量を測定した後、このガラスろ過器を用いて、吸引ろ過し、残留物を温水でガラスろ過器を洗い込む。残留物を集めたガラスろ過器を105℃で3時間乾燥した後、デシケーター中で放冷し、総質量を量り、次式により酸不溶物の含量を求める。

酸不溶物の含量 (%)

総質量 (g) - (クロマトグラフィー用ケイソウ土の質量 (g) + ガラスろ過器の質量 (g))

$$= \frac{\quad}{\quad} \times 100$$

試料の採取量 (g)

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

(4) ヒ素 Asとして3 µg/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 14.0%以下 (105℃、3時間)

灰分 2.0%以下 (800℃、5時間、乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法(試験法の適合性試験を除く。)により試験を行うとき、本品1 gにつき、生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験の試料液並びに大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、いずれも第1法により調製する。

サバクヨモギシードガム

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿収載品目リストには、別名としてアルテミシアシードガム、サバクヨモギ種子多糖類が、英名としてArtemisia sphaerocephala seed gum、Artemisia seed gumが示されていることから、成分規格名をサバクヨモギシードガム、成分規格英名をArtemisia seed gum、成分規格別名をアルテミシアシードガム、サバクヨモギ種子多糖類と設定した。また、既存添加物名簿には、「サバクヨモギシードガム（サバクヨモギの種皮から得られた、多糖類を主成分とするものをいう。）」とされており、既存添加物名簿収載品目リストには、その基原・製法・本質として「キク科サバクヨモギ (Artemisia halodendron TURCZ. ex BESS., Artemisia ordosica KRASCHEN., Artemisia sphaerocephala KRASCH)の種子の外皮を、脱脂、乾燥して得られたものである。主成分は、 α -セルロースを基本骨格に持つ、中性多糖類及び酸性多糖類である。」とされている。基原生物の確認を行ったところ、サバクヨモギ= *Artemisia halodendron* Turcz. ex Besserとされているが、他の2種については同種であると確認が取れなかった。このことから、基原生物を3種に分け、また標準和名がないものについては学名のみを示すこととした。

よって定義を以下のように設定した。

定義 本品は、サバクヨモギ (*Artemisia halodendron* Turcz. ex Besser)、*Artemisia ordosica* Krasch.、*Artemisia sphaerocephala* Krasch.の種皮から得られた、多糖類を主成分とするものである。

②性状

市場流通品の実態に合わせて設定した。

③確認試験

- (1) ゲル化反応に基づく確認試験を設定した。
- (2) ゲルの塊がカルシウム溶液に加えたとき生じることに基づく確認試験を設定した。

④純度試験

- (1) たん白質は、市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (2) ジエチルエーテル可溶分は、市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (3) 鉛は、公定書の一般的な規格値を設定した。
- (4) ヒ素は、公定書の一般的な規格値を設定した。

⑤乾燥減量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑥灰分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦微生物限度

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

サバクヨモギシードガム

Artemisia Seed Gum

アルテミシアシードガム

サバクヨモギ種子多糖類

定義 本品は、サバクヨモギ (*Artemisia halodendron* Turcz. ex Besser)、*Artemisia ordosica* Krasch.、*Artemisia sphaerocephala* Krasch. の種皮から得られた、多糖類を主成分とするものである。

性状 本品は、白～黄褐色の粉末で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 本品 1 g を水100mLに徐々に加え、激しくかき混ぜるとき、ゲル状の塊を生じる。

(2) (1)で得られたゲル状の塊の少量を塩化カルシウム二水和物溶液 (1→10) に入れるとき、さらに固いゲルを生じる。

純度試験 (1) たん白質 30.0%以下

本品約0.5 g を精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1 mL = 0.8754mg たん白質

(2) ジエチルエーテル可溶物 2.0%以下

本品約10 g を精密に量り、円筒ろ紙に入れ、105°Cで3時間乾燥した後、ソックスレー抽出器に入れ、ジエチルエーテルを用いて20時間抽出する。あらかじめ質量を量った^{ひょう}秤量瓶に抽出液を入れ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を105°Cで2時間乾燥し、その質量を量る。

(3) 鉛 Pbとして2 μ 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)

(4) ヒ素 Asとして3 μ 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 10.0%以下 (105°C、3時間)

灰分 8.0%以下 (乾燥物換算)

微生物限度 微生物限度試験法 (試験法の適合性試験を除く。) により試験を行うとき、本品 1 g につき、生菌数は5000以下、真菌数は500以下である。また大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験及び真菌数試験の試料液並びに大腸菌試験の前培養液は、いずれも第2法により調製する。また、サルモネラ試験は、本品 5 g を乳糖ブイヨン培地500mLと混合して均一に分散させ、35 \pm 1°Cで24 \pm 2時間培養したものを前培養液とし、この操作を5回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行う。

シタン色素

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿には「シタン色素（シタンの幹枝から得られた、サンタリンを主成分とするものを云う。）」とされているが、既存添加物名簿収載品目リスト注解書から基原とされるシタンとは *Pterocarpus santalinus* L. のことである。この標準和名がサンダルシタンであることから、定義ではサンダルシタン (*Pterocarpus santalinus* L.) を採用した。なお、「既存添加物名簿収載品目リスト」に記載に従い、和名別名については「サンダルウッド色素」を、英名については「Sandalwood Red」を設定した。また、デキストリン又は乳糖を含むことがあるため定義に追加した。

②色価

市場調査を実施し「本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は50以上で、その表示量の90～110%を含む。」と設定した。市場品の色価は74～121.7であった。

③性状

市場流通している原体の性状を調査し設定した。

④確認試験

- (1) シタン色素のアルカリ可溶性を利用し確認試験とした。
- (2) シタン色素の主成分と硫酸鉄(Ⅲ)の錯体形成による呈色反応を確認試験とした。
- (3) 極大吸収波長については実態調査を行い設定した。市場品の吸収極大波長は、475nm及び507nm付近であり、これを含む範囲を設定した。

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。水に対する溶解が不十分であることから第3法を設定した。

⑥色価測定

一般試験法に基づき設定した。

成分規格案

シタン色素

Sandalwood Red

サンダルウッド色素

定 義 本品は、サンダルシタン (*Pterocarpus santalinus* L.) の幹枝から得られた、サンタリンを主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) は50以上で、その表示量の90～110%を含む。

性 状 本品は、暗赤～紫赤色の粉末又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価50に換算して50mgに相当する量を量り、水100mLを加えてかき混ぜるとき、黄橙～橙色の懸濁液となる。この液に水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、橙赤～暗紫赤色に変わる。

(2) 本品の表示量から、色価50に換算して0.1gに相当する量を量り、80vol%エタノール100mLに溶かした液は、橙～橙赤色を呈し、硫酸鉄(Ⅲ) *n*水和物溶液(1→10) 1mLを加えるとき、液の

色は、暗赤褐～暗赤紫色に変わる。

- (3) 本品に80vol%エタノールを加えて溶かした液は、波長465～480nm及び500～515nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g}/\text{g}$ 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 $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下(0.50g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

色価測定 色価測定法により、次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 80vol%エタノール

測定波長 波長500～515nmの極大吸収部

(2) 添加物等の成分規格改正の提案

以下の添加物及び試薬・試液につき、成分規格改正案が決定された。

【改正品目】

- ・塩化カルシウム
- ・過酢酸製剤（第3回 審議品目）
- ・カラシ抽出物
- ・コチニール色素
- ・酢酸エチル
- ・植物性ステロール
- ・植物タンニン
- ・ペクチナーゼ
- ・ベニコウジ黄色素
- ・ベニコウジ色素
- ・マリーゴールド色素
- ・ラック色素
- ・試薬・試液

塩化カルシウム

規格改正の概要及び根拠

①純度試験 (4) アルカリ金属及びマグネシウム

操作で、ろ液100mLのうち、50mLを使用するので、試料採取量の1/2相当と考え、例えば残留物質量が0.025gの場合、 $0.025g / 0.5g \times 100 = 5.0\%$ と計算すべきであるが、 $0.025g / 1g \times 100 = 2.5\%$ と誤った解釈をする可能性があるとの指摘があったことから、式を記載する。

成分規格案

塩化カルシウム

Calcium Chloride

分子量	2水和物	147.01
	無水物	110.98

$CaCl_2 \cdot nH_2O$ ($n = 2、1、1/2、1/3$ 又は0)

Calcium chloride dihydrate [10035-04-8]

Calcium chloride monohydrate

Calcium chloride hemihydrate

Calcium chloride 1/3 hydrate

Calcium chloride [10043-52-4]

含 量 本品は、塩化カルシウム ($CaCl_2$) 70.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の結晶、粉末、片、粒又は塊であり、においが無い。

確認試験 本品は、カルシウム塩の反応及び塩化物の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 わずかに微濁 (1.0g、水20mL)

(2) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品1.0gを量り、新たに煮沸して冷却した水20mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴を加え、この液について次の試験を行う。

- (i) 液が無色ならば、0.02mol/L水酸化ナトリウム溶液2.0mLを加えるとき、赤色を呈する。
(ii) 液が赤色ならば、その色は、0.02mol/L塩酸2.0mLを加えるとき消える。

(3) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g、第5法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

本品に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに15分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合は、蒸発乾固し、残留物に塩酸(1→4)20mLを加え、時計皿等で覆い、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、水30mLを加え、試料液とする。ただし、第5法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)の量を50mLに変更し、指示薬には、プロモチモールブルー試液1mLを用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 5.0%以下

本品1.0gを量り、水50mLを加えて溶かし、塩化アンモニウム0.50gを混和し、1分間煮沸する。シュウ酸二水和物溶液(3→50)40mLを速やかに加え、激しくかき混ぜて沈殿を生じさせ、直ちにメチルレッド試液2滴及びアンモニア試液を滴加して中和した後、冷却する。この液を100mLのメスシリンダーに移し、水を加えて100mLとし、4時間～1夜放置し、上澄液を乾燥ろ紙でろ過する。ろ液50mLを量り、硫酸0.5mLを加え、蒸発乾固した後、恒量になるまで強熱し、その残留物の質量を量る。次式により、アルカリ金属及びマグネシウムの量を求める。

$$\text{アルカリ金属及びマグネシウム (\%)} = \frac{\text{残留物の質量 (g)} \times 2}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

(5) ヒ素 Asとして3μg/g以下(0.50g、第1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

定量法 本品約1.5gを精密に量り、水50mLを加えて溶かし、更に水を加えて正確に100mLとし、検液とする。カルシウム塩定量法の第1法により定量する。

0.05mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液1mL=5.549mg CaCl₂

過酢酸製剤

規格改正の概要及び根拠

①定量法(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

「沸石を入れ～加熱を続ける。」の操作は加熱の仕方により結果が左右されることが指摘され、検討した結果、加熱時の液量は5～10mL程度が適当と考えられ、記載を修正する。

成分規格案

過酢酸製剤

Peracetic Acid Composition

[79-21-0、過酢酸]

定義 本品は、過酢酸、「氷酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸 ($C_2H_4O_3=76.05$) 12～15%、酢酸 ($C_2H_4O_2=60.05$) 30～50%、過酸化水素 ($H_2O_2=34.01$) 4～12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2=206.03$) 1%未満又はこれにオクタン酸 ($C_8H_{16}O_2=144.21$) 10%以下を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定量法 (1) 過酢酸及び酢酸本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)にメタノール5mL、続いて水10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、流出液を100mLのビーカーにとる。次に、水10mLを注入し、流出液を先のビーカーに合わせ、水約50mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定を行う。指示電極にはガラス電極を、参照電極には銀-塩化銀電極を用いる。第1変曲点及び第2変曲点における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量a mL及びb mLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{過酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{(b - a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{試料の採取量 (g)} + a \times 0.1 \times 60.05}$$

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times 0.1 \times 60.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 過酸化水素 本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、250mLの三角フラスコに入れ、氷冷した硫酸試液(0.5mol/L)75mLを加え、検液とする。検液にフェロイン試液2滴を加えて、0.1mol/L硫酸セリウム(IV)溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液の橙色が淡赤色を経て無色になるときとする。次式により含量を求める。

$$\text{過酸化水素 (H}_2\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)} \times 0.1 \times 17.00}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 本品約0.2gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、水50mLを加える。これにフ

エノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が淡赤色を呈するときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液 (2.5mol/L) を加える。この液に更に、硫酸試液 (2.5mol/L) 2 mL を加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.4 g を加えて混ぜた後、沸石を入れ、ホットプレート上で約 5~10mL となるまで加熱する。さらに、蒸発する水を補いながら約 5~10mL を保ち、ホットプレート上で 90 分間加熱した後、約 10mL となるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、液が微赤色になるまで水酸化ナトリウム溶液 (1→40) を加える。この液を 50mL のメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて正確に 50mL とし、試料液とする。試料液 10mL を正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 2.0mL を加えてよく混ぜ、20 分間放置し、検液とする。対照液は、水 10mL を用いて試料液と同様に操作して調製する。別にリン酸二水素カリウム 0.2195 g を量り、水を加えて正確に ~~1000~~ 100mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準原液とする。標準原液 0 mL、3 mL、5 mL、10mL、15mL 及び 20mL を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 50mL とし、それぞれを 10mL ずつ正確に量り、試料液と同様に操作し、標準液とする。検液及び 6 濃度の標準液につき、波長 650nm における吸光度を測定し、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リンの濃度を求め、次式により含量を求める。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C₂H₈O₇P₂) の含量 (%)

検液中のリンの濃度 (µg/mL) × 206.0

=====

試料の採取量 (g) × 61.94 × 12

- (4) オクタン酸本品約 0.7 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 20mL とし、検液とする。別に、定量用オクタン酸約 0.2 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 100mL とし、標準原液とする。標準原液 0.5mL、1 mL、2.5mL、5 mL 及び 10mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えてそれぞれ正確に 20mL とし、標準液とする。検液及び 5 濃度の標準液をそれぞれ 20µL 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オクタン酸のピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のオクタン酸のピーク面積から検液中のオクタン酸の濃度 (µg/mL) を求め、次式により含量を求める。

検液中のオクタン酸の濃度 (µg/mL)

オクタン酸 (C₈H₁₆O₂) の含量 (%) =

試料の採取量 (g) × 50

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充填剤 5 µm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30°C

移動相 酢酸 0.12 g を水 350mL に溶かし、アセトニトリル 650mL を加える。

流量 1.0mL/分

カラシ抽出物

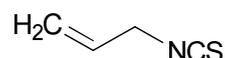
規格改正の概要及び根拠

①分子量

カラシ抽出物の主成分のイソチオシアン酸アリルの分子量は原子量表（2010）によると、99.15 となることから修正する。

成分規格案

カラシ抽出物 Mustard Extract



C₄H₅NS

分子量 99.165

Allyl isothiocyanate [57-06-7]

定義 本品は、カラシナ (*Brassica juncea* (L.) Czern.) の種子から得られた、イソチオシアン酸アリル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 (C₄H₅NS) 93.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の透明な液体で、からしよの強い刺激性のにおいがある。

確認試験 本品0.15 gを量り、シクロヘキサン20 mL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0.15 g量り、シクロヘキサン20 mLを加えてそれぞれを標準液A、B及びCとする。検液及び標準液Aをそれぞれ0.5 μLずつ量り、定量法の操作条件を準用して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、検液、標準液B及び標準液Cをそれぞれ0.5 μLずつ量り、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、検液には標準液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2.0 μg/g以下 (2.0 g、比較液 鉛標準液4.0 mL、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) 10 mLを加えて蒸発乾固する。残留物に硝酸 (1→100) 5 mLを加え、加温する。冷後、更に硝酸 (1→100) を加えて正確に10 mL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10 mLとし、比較液とする。

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

定量法 本品約0.15 gを精密に量り、内標準液10 mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に20 mL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0.15 gを精密に量り、内標準液10 mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に20 mLとし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ1 μLずつを量り、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イソチオシアン酸アリルのピーク面積のデカンのピーク面積に対する比QT及びQSを求め、次式によりイソチオシアン酸アリルの含量を求める。

イソチオシアン酸アリル (C₄H₅NS) の含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用イソチオシアン酸アリルの採取量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q T}{Q S} \times 100$$

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0.25 μ m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

コチニール色素

規格改正の概要及び根拠

①定義

コチニール色素の定義は、「本品は、エンジムシ(*Dactylopius coccus Costa*(*Coccus cacti Linnaeus*))から得られた、カルミン酸を主成分とするものである。」とされている。既記載の他の既存添加物(着色料)の定義は、粉末化において「・・デキストリン又は乳糖を含むことがある。」と規定している。他の着色料との整合性と、実際の流通を考慮し、「デキストリン又は乳糖を含むことがある。」を追記する。

②含量(色価)の設定

JECFA 規格において、コチニール色素は、「not less than 2.0% $C_{22}H_{20}O_{13}$ 」とカルミン酸(CA)含量が設定されている。国際整合性を考慮して、CA含量を設定した。第9版食品添加物公定書の規格値(色価($E_{1cm}^{10\%}$)80)に相当する値として「含量4.0%以上」とした。色価表示を削除すると現場に混乱が生じるため、色価とCA含量を併記し、いずれかの試験をクリアすれば含量(色価)の規格を満たしたものとする。

③純度試験 4-アミノカルミン酸(4ACA)の新規設定。

試験法は、CAのHPLC定量試験を準用する。

定量法に選択性の高い液体クロマトグラフィーを用いていることから、定量法に基づく純度試験を設定した。現在、4ACAの限度値は国際的に設定されておらず、現時点では、日本では4ACAを認めない方針であるため、カラメルIの純度試験(6)を参照に、「検液には4-アミノカルミン酸のピークを認めない。」という表現とした。ただし、4ACAの限度値が国際的に定められた場合は、その方法と基準値に合わせて設定する。

④定量法 HPLCによる定量法の新規設定

カルミン酸(CA)のHPLC定量試験を設定する。

- ・4ACAとCAを分離定性可能なHPLCを用いた4ACAの純度試験を新たに設定した。
- ・CAの定量用標準品の規格化は困難であり、且つ規格化されたとしても非常に高価な標準品となることから、適当な基準物質(今回は認証標準物質として販売されているカフェイン)に対する相対モル感度(Relative Molar Sensitivity: RMS)を利用したHPLC定量法(RMS法)を設定した。
- ・定量値のHPLC装置間差あるいは分析機間差を最小限とするために、アイソクラティック条件でカフェイン及びCA溶出時の溶媒組成比を統一し、測定波長はカフェイン、CAに共通の極大吸収波長である274nmに設定した。

⑤特記事項

[参考事項]

- ・定量法におけるカラムは、<ジーエルサイエンス社製 Inertsil ODS-4 (4.6mm×250mm、粒子径5 μ m)又は和光純薬工業社製 Wakopak Ultra C18-5 (4.6mm×250mm、粒子径5 μ m)>又は同等品が使用できる。
- ・定量法におけるカルミン酸は、<MP Biomedicals Cat. No. 0215494201>又は同等品が使用できる。
- ・定量用カフェインとして、<Merck Cat. No. 56396-100MG>又は同等品が使用できる。
- ・定量用カフェインの純度決定の際に用いる重水として、<Cambridge Isotope Laboratories Cat. No. DLM-6-10×0.75>又は同等品が使用できる。

[参考文献]

- 1) 食品衛生学雑誌 2015;56:185-193
- 2) 食品衛生学雑誌 2018;59:1-10
- 3) Food Additives & Contaminants: Part A 2018;35:838-847
- 4) EFSA J. 2015;13:4288-4353

成分規格案

コチニール色素
Cochineal Extract
Carminic Acid
カルミン酸色素

定義 本品は、エンジムシ (*Dactylopius coccus Costa (Coccus cacti Linnaeus)*) から得られた、カルミン酸を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

含量(色価) 本品は、カルミン酸 ($C_{22}H_{20}O_{13}=492.39$) として 4.0%以上又は色価 ($E_{1cm}^{10\%}$) 80 以上で、その表示量の 95~115%を含む。

性状 本品は赤~暗赤色の粉末、塊、液体又はペーストで、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価80に換算して0.5gに相当する量を量り、塩酸試液(0.1mol/L) 1000mLを加えて溶かし、遠心分離して得られる上澄液は、橙色を呈し、波長490~497nmに極大吸収部がある。

(2) 本品の表示量から、色価80に換算して1gに相当する量を量り、水100mLを加えて振り混ぜた液は、橙赤~暗赤褐色を呈し、この液に水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、液の色は、紫~紫赤色に変わる。

純度試験 (1) 4-アミノカルミン酸 定量法の試料液を検液とする。別に4-アミノカルミン酸 0.1gを量り、水を加えて100mLとし、4-アミノカルミン酸標準液とする。検液及び4-アミノカルミン酸標準液をそれぞれ10μLずつ量り、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には4-アミノカルミン酸のピークを認めない。

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

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

(4) たん白質 2.2%以下

本品約1gを精密に量り、窒素定量法中のセミマイクロケルダール法により試験を行う。

0.005mol/L硫酸1mL=0.8754mgたん白質

定量法 本品の表示量から、色価80に換算して約2gに相当する量を精密に量り、水で正確に100mLとし、試料液とする。この試料液1mL及び定量用内標準液1mLを正確に量り、混合し、移動相を加えて正確に20mLとし、検液とする。ただし、定量用内標準液は、定量用カフェイン約0.10gを精密に量り、水で正確に100mLとしたものとする。別に定量用内標準液1mLを量り、移動相を加えて10mLとし、標準液1とする。また、カルミン酸10mgを量り、少量の水を加えて溶かし、更に移動相を加えて200mLとし、標準液2とする。検液、標準液1及び標準液2をそれぞれ10μL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。検液につき、カフェイン及びカルミン酸のピーク面積 A_{CAF} 及び A_{CA} を測定し、次式によりカルミン酸の含量を求める。ただし、検液中のカフェイン

及びカルミン酸は、標準液 1 及び標準液 2 との保持時間の比較により同定する。

カルミン酸の含量 (%)

$$= \frac{M_{CAF}}{M_T} \times \frac{A_{CA}}{A_{CAF}} \times \frac{MW_{CA}}{MW_{CAF}} \times \frac{1}{RMS} \times P_{CAF}$$

ただし、 M_{CAF} ：定量用カフェインの採取量 (mg)

M_T ：試料の採取量 (mg)

A_{CA} ：カルミン酸のピーク面積

A_{CAF} ：カフェインのピーク面積

MW_{CA} ：カルミン酸の分子量 (492.39)

MW_{CAF} ：カフェインの分子量 (194.19)

RMS：カルミン酸のカフェインに対する相対モル感度 (4.09)

P_{CAF} ：定量用カフェインの純度 (%)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 274nm)

カラム充填剤 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相 水/メタノール/トリフルオロ酢酸混液 (600 : 400 : 1)

流量 カフェインの保持時間が約 5 分になるように調整する。

色価測定 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 塩酸試液 (0.1mol/L)

測定波長 波長 490~497nm の極大吸収部

【試薬・試液】

カルミン酸 $C_{22}H_{20}O_{13}$ [1260-17-9]

本品は、赤色~暗赤褐色の結晶性の粉末又は粉末である。

4-アミノカルミン酸 $C_{22}H_{21}NO_{12}$ [407626-19-1]

カルミン酸 0.5g を量り、アンモニア試液 5mL を加えて溶かし、密封し、120 $^{\circ}$ C で 1 時間加熱する。

冷後、40 $^{\circ}$ C 以下で減圧乾固する。用時調製する。

カフェイン、定量用 $C_8H_{10}N_4O_2$ [58-08-2]

本品は、無~白色の結晶又は白色の粉末である。

本品は、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

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中のペースト法又は錠剤法により測定するとき、波数

3114 cm^{-1} 、1702 cm^{-1} 、1662 cm^{-1} 及び 1287 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 235~238 $^{\circ}$ C

定量法 本品約 5 mg 及び DSS-d₆ 約 1 mg をそれぞれ精密に量り、重水 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、次の操作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。DSS-d₆ のシグナルを δ 0 ppm とし、δ 3.30~3.47 ppm、δ 3.92 ppm 及び δ 7.88 ppm 付近のシグナル面積強度をそれぞれ A₁ (水素数 6 に相当)、A₂ (水素数 3 に相当) 及び A₃ (水素数 1 に相当) とするとき、(A₁/6) / (A₂/3) 及び (A₁/6) / A₃ 及び (A₂/3) / A₃ がそれぞれ 1.0 となることを確認する。DSS-d₆ のシグナル面積強度を 9.000 としたときの A₁、A₂ 及び A₃ の和を I とし、水素数の和を N、DSS-d₆ の純度を P (%) とし、次式によりカフェインの含量を求める。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る場合には、そのシグナル面積強度及び水素数は定量に用いない。

カフェイン (C₈H₁₀N₄O₂) の含量 (%)

$$\frac{M_S \times I \times P}{M_T \times N} \times 0.8655$$

ただし、M_S : DSS-d₆ 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

¹³C 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 ~ 15 ppm を含む 20 ppm 以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上

ダミースキアン 1 回以上

積算回数 8 回以上

測定温度 20~30°C の一定温度

定量用カフェイン カフェイン、定量用を見よ。

重水 D₂O [7789-20-0]

NMR スペクトル測定用に製造したものをを用いる。

酢酸エチル

規格改正の概要及び根拠

①含量

現行：98.0%以上（化学法）、JECFA Food Additive：99.0%以上（化学法）、JECFA Flavouring：99.0%（GC法）、FCC：99.0%以上（GC法）である。国際整合性を考慮してJECFA Flavouring 規格 99.0%（GC法）に変更する。

②確認試験

現行：化学法、JECFA Food Additive：設定なし、JECFA Flavouring：IR法、FCC：IR法である。確認試験を化学法からIR法（液膜法）へ変更する。

③屈折率

現行： $n_D^{20}=1.370\sim 1.375$ 、JECFA Food Additive： $n_D^{20}=1.371\sim 1.376$ 、JECFA Flavouring： $n_D^{20}=1.371\sim 1.376$ 、FCC： $n_D^{20}=1.370\sim 1.375$ である。国際整合性を考慮してJECFA Flavouring 規格 $n_D^{20}=1.371\sim 1.376$ に変更する。

④比重

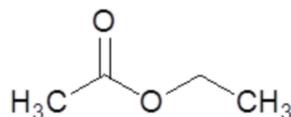
現行： $d_{20}^{20}=0.900\sim 0.904$ 、JECFA Food Additive： $d_{25}^{25}=0.894\sim 0.901$ 、JECFA Flavouring： $d_{25}^{25}=0.894\sim 0.898$ 、FCC： $d_{25}^{25}=0.894\sim 0.898$ である。本品の含量は99.0%以上と高純度であること、また実測値の平均値 $d_{25}^{25}=0.897$ 、最小値 $d_{25}^{25}=0.897$ 、最大値 $d_{25}^{25}=0.897$ であることから国際整合性を考慮してJECFA Flavouring 規格及びFCC 規格である $d_{25}^{25}=0.894\sim 0.898$ に変更する。

⑤定量法

現行：化学法、JECFA Food Additive：化学法、JECFA Flavouring：GC法、FCC：GC法である。国際整合性を考慮して定量法をJECFA Flavouring 規格のGC法に変更し、沸点が77℃のため、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)に変更する。

成分規格案

酢酸エチル Ethyl Acetate



$C_4H_8O_2$

分子量 88.11

Ethyl acetate [141-78-6]

含 量 本品は、酢酸エチル（ $C_4H_8O_2$ ）~~98.0%~~ 99.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色澄明の液体で、果実ようのにおいがある。

確認試験 ~~(1) 本品 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→25）25 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、塩酸（1→4）で中和し、塩化鉄（III）六水和物溶液（1→10）5 滴を加えるとき、液は、深赤色を呈する。~~

~~(2) 本品 1 mL に水酸化ナトリウム溶液（1→5）5 mL を加え、水浴中で振り混ぜながら加熱するとき、果実ようのにおいがなくなる。この液を硫酸（1→20）で酸性とし、水浴中で振り混ぜなが~~

~~ら加熱するとき、酢酸のにおいを発する。~~

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、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率 $n_D^{20} = \del{1.370 \sim 1.375} 1.371~1.376$

比重 $d_{20}^{20} = \del{0.900 \sim 0.904} $d_{25}^{25} = 0.894 \sim 0.898$$

純度試験 酸価 0.1 以下

定量法 ~~あらかじめ 100mL のフラスコにエタノール (95) 10mL を入れて質量を精密に量る。次に、本品約 1 g を先のフラスコに入れて質量を精密に量り、0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 40mL を正確に量って加え、還流冷却器を付けて 78~82°C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、過量のアルカリを 0.5mol/L 塩酸で滴定する (指示薬フェノールフタレイン試液 2~3 滴)。~~
~~別に空試験を行う。~~

~~0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 1 mL = 44.05mg $C_4H_8O_2$~~

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(2)により定量する。

植物性ステロール

規格改正の概要及び根拠

- ①遊離体高濃度品 純度試験(5) 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノール、(ii) 操作法
導入量 2 μ Lでは、多すぎて明確な検出ができない場合があるため、1 μ Lに減らす。

成分規格案

植物性ステロール

Vegetable Sterol

フィトステロール

定 義 本品は、油糧種子から得られた、フィトステロール類を主成分とするものである。本品には、遊離体高濃度品及び遊離体低濃度品がある。

遊離体高濃度品

含 量 本品は、遊離フィトステロール85.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の結晶、粉末、薄片又は粒であり、においがなく、又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 本品 5 mgをヘキサン 2 mLに溶かし、無水酢酸 1 mL及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は直ちに赤紫色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

純度試験 (1) 酸価 5.0以下

本品約2.5 gを精密に量り、エタノール (99.5) / トルエン混液 (1 : 1) 50mLを加え、加温して溶かして検液とし、直ちに油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 溶状 微濁

本品0.50 gを共栓フラスコに量り、エタノール (99.5) 50mLを加えて水浴中で15分間加熱した後、20～40℃で2時間放置し、検液とする。

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

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

(5) 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの合計量 50 μ g / g以下

(i) 装置概略は右の図による。

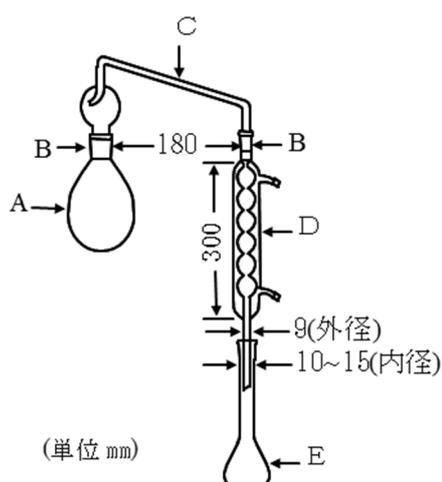
A : ナス型フラスコ (100mL)

B : すり合わせ連結部

C : しぶき止め付き蒸留管

D : 冷却器

E : 広口メスフラスコ (25mL)



- (ii) 操作法 本品約10 gをAに精密に量り、1-ブタノール10mLを入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液2 mLを正確に量り、Eに入れ、装置を組み立てる。Bを1-ブタノールで濡らす。Aを180℃に加熱して約1時間かけ、留分が約9 mLになるまで蒸留する。留分を集めたEに1-ブタノールを加えて25mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、2-ブタノール・1-ブタノール溶液(3→10000)とする。別に1-プロパノール、ヘキサン及びメタノール約0.5 gを精密に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液1 mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液10mL及び内標準液~~2~~1 mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて25mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2 μL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。検液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積の比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 及び Q_{T3} 並びに標準液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積の比 Q_{S1} 、 Q_{S2} 及び Q_{S3} を求め、次式により1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの量を求める。

$$1\text{-プロパノールの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{1\text{-プロパノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 1000$$

$$\text{ヘキサンの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{ヘキサンの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 1000$$

$$\text{メタノールの量}(\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノールの採取量}(\text{g})}{\text{試料の採取量}(\text{g})} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}} \times 1000$$

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25%ジフェニル75%メチルポリシロキサンを1.40μmの厚さで被覆したもの

カラム温度 50℃で注入し、3分間保持した後、毎分5℃で110℃まで昇温し、更に毎分15℃で200℃まで昇温し、200℃を4分間保持する。

注入口温度 150℃付近の一定温度
検出器温度 150℃付近の一定温度
キャリアーガス 窒素又はヘリウム
流量 2-ブタノールの保持時間が約12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 : 20

乾燥減量 3.0%以下 (105℃、2時間)

強熱残分 0.5%以下

定量法 本品約80mg及び定量用スチグマステロール約25mgを精密に量り、それぞれに内標準液20mLを正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて50mLとし、検液及び標準液とする。ただし、内標準液は、5 α -コレスタン50mgを量り、酢酸エチルを加えて溶かして正確に50mLとしたものとする。また、ブラシカステロール、カンペステロール、定量用スチグマステロール、 β -シトステロール及びシトスタノールを酢酸エチルにそれぞれ約0.1mg/mLとなるように溶かし、フィトステロール混合液とする。検液、標準液及びフィトステロール混合液をそれぞれ2 μ Lずつ正確に量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液中の6種のフィトステロール（ブラシカステロール、カンペステロール、カンペスタノール、スチグマステロール、 β -シトステロール及びシトスタノール）の総ピーク面積の5 α -コレスタンのピーク面積に対する比 Q_T 及び標準液のスチグマステロールのピーク面積の5 α -コレスタンのピーク面積に対する比 Q_S を求め、次式により含量を求める。ただし、検液中の各フィトステロールは、フィトステロール混合液中の各フィトステロールの保持時間と一致することにより確認する。また、スチグマステロールの保持時間に対する相対保持時間が約0.96のピークをカンペスタノールとする。

$$\text{遊離フィトステロールの含量 (\%)} = \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \quad Q_S} \times 100$$

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ジメチルポリシロキサンを0.25 μ mの厚さで被覆したもの
カラム温度 280℃
注入口温度 290℃
キャリアーガス ヘリウム
流量 スチグマステロールの保持時間が約12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

遊離体低濃度品

含 量 本品は、遊離フィトステロール85.0%未満を含み、総フィトステロール類として85.0%～102.0%を含む。

性 状 本品は、白～黄色の結晶、粉末、薄片、粒、ろう状の塊又はペーストであり、においがな
いか、又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 本品 5 mg をヘキサン 2 mL に溶かし、無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 ～ 2 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は直ちに赤紫色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

純度試験 (1) 酸価 5.0 以下

本品約 2.5 g を精密に量り、エタノール (99.5) / トルエン混液 (1 : 1) 50 mL を加え、加温して溶かして検液とし、直ちに油脂類試験法中の酸価の試験を行う。

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

(3) 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 3.0 mL、装置 B)

(4) 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの合計量 $50 \mu\text{g/g}$ 以下

「遊離体高濃度品」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 3.0% 以下 (105°C、2 時間)

強熱残分 0.5% 以下

定量法 (1) 遊離フィトステロール 本品約 70 mg を精密に量り、内標準液 10 mL を正確に加えて溶かし、ヘキサンを加えて正確に 25 mL とし、試料液とする。シリカゲルミニカラム (500 mg) にヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) 2 mL、続いてヘキサン 6 mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に試料液 10 mL を注入し、続いてヘキサン/酢酸エチル混液 (95 : 5) 6 mL を注入し、流出液は捨てる。次に、ヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) 10 mL を注入し、流出液をナス型フラスコにとる。ミニカラムの流出口外側に析出が見られた場合には、ヘキサン/アセトン混液 (1 : 1) で洗い、洗液を先のフラスコに加える。溶媒を減圧留去した後、酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) 10 mL を加えて溶かし、検液とする。定量用スチグマステロール約 25 mg を精密に量り、内標準液 20 mL を正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて 50 mL とし、標準液とする。ただし、内標準液はコレスタノール 50 mg を量り、ヘキサンを加えて溶かして正確に 50 mL としたものとする。検液及び標準液につき、遊離体高濃度品の定量法を準用して 6 種のフィトステロールを測定し、次式により遊離フィトステロールの含量を算出する。ただし、検液中の 6 種のフィトステロール (ブラシカステロール、カンペステロール、カンペスタノール、スチグマステロール、 β -シトステロール及びシトスタノール) の総ピーク面積のコレスタノールのピーク面積に対する比を Q_T とし、標準液のスチグマステロールのピーク面積のコレスタノールのピーク面積に対する比を Q_S とする。

$$\text{遊離フィトステロールの含量 (\%)} = \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \times Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \times 2 \times Q_S} \times 100$$

(2) 総フィトステロール類 本品約 150 mg をナス型フラスコに精密に量り、エタノール (99.5) 70 mL、水酸化カリウム溶液 (9 → 10) 10 mL 及び数個の沸騰石を加える。還流冷却器を付け、水浴中で 60 分間加熱した後、速やかに冷却し、内標準液 20 mL を正確に加え、分液漏斗 A に移す。フラスコは水 25 mL ずつで 2 回、更にジエチルエーテル 35 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗 A に移し、激しく振り混ぜた後静置する。水層を分液漏斗 B に移し、ジエチルエーテル 50 mL を加え、激しく振り混ぜた後、静置する。水層を先のナス型フラスコに移し、ジエチルエーテル層を分液漏斗 A に合わせる。ナス型フラスコの水層を分液漏斗 B に移し、ナス型フラスコは水 10 mL、ジエチルエーテル 25 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗 B に入れて激しく振り混ぜた後、静置する。分液漏斗 B の水層を除去し、ジエチルエーテル層を分液漏斗 A に合わせる。分液漏斗 B は水 25 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗 A に入れる。分液漏斗 A を 2 ～ 3 回静かに倒立した後、静置し、水層を除く。水 50 mL ずつで、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで分液漏斗 A のジエチ

ルエーテル層を水洗いする。ジエチルエーテル層を300mLナス型フラスコに移し、分液漏斗Aはジエチルエーテル10mLずつで2回洗い、洗液をナス型フラスコに合わせる。ナス型フラスコの溶媒を減圧留去した後、酢酸エチル／ヘキサン混液（3：2）50mLを加えて溶かし、検液とする。定量用スチグマステロール約25mgを精密に量り、内標準液20mLを正確に加えて溶かし、酢酸エチルを加えて50mLとし、標準液とする。ただし、内標準液はコレスタノール50mgを量り、ヘキサンを加えて溶かして正確に50mLとしたものとする。検液及び標準液につき、定量法(1)を準用して6種のフィトステロールの含量を測定し、その値を加水分解物中のフィトステロールの含量とする。さらに、次式により総フィトステロール類の含量を算出する。

加水分解物中のフィトステロールの含量（％）

$$= \frac{\text{定量用スチグマステロールの採取量 (mg)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (mg)} \quad Q_S} \times \frac{\quad}{\quad} \times 100$$

総フィトステロール類の含量（％）

= 遊離フィトステロールの含量

$$+ (\text{加水分解物中のフィトステロールの含量} - \text{遊離フィトステロールの含量}) \times 1.64$$

植物タンニン

規格改正の概要及び根拠

①含量

含量で、本品を乾燥したものは、タンニン酸として96%以上を含む。となっているが、定量法内に乾燥の操作が記載されていない。定量法では面積百分率で含量を求めるため、乾燥により揮発するものが水あるいはUV280nmで吸収を示さない物質ならば含量の値に影響は無いと思われる。乾燥減量7.0%以下(105℃、2時間)の項目はあるが、面積百分率で定量しているため、乾燥物換算をすることは適切でない。

含量の“を乾燥したものを”を削除する。

定量の標品は、定性(保持時間確認)のみに使用するため、乾燥は不要。

成分規格案

植物タンニン

Vegetable Tannin

定義 本品は、タンニン(抽出物)のうち五倍子、タラ末又は没食子から得られた、タンニン及びタンニン酸を主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、タンニン酸として96%以上を含む。

性状 本品は、黄白～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味が極めて渋い。

確認試験 (1) 本品の水溶液(1→20) 5mLに塩化鉄(III)六水和物溶液(1→10) 2滴を加えると、液は、帯青黒色を呈し、放置するとき、沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1→20) 5mLずつにそれぞれアルブミン試液1滴、ゼラチン試液1滴又はデンプン試液1mLを加えると、それぞれ沈殿を生じる。

(3) 本品1gを水100mLに溶かし、塩酸(1→2) 5mLを加えて80～90℃で2時間加熱した後、検液とする。別に没食子酸一水和物0.1gを水100mLに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ5μLずつ量り、ギ酸エチル/トルエン/ギ酸混液(5:4:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾した後、紫外線(波長254nm付近)で観察するとき、 R_f 値が0.35付近にスポットを認め、紫外線下で青紫色の蛍光を発する。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

(4) 本品50mgを水3mLに溶かし、水酸化カルシウム試液1mLを加えてよく振り混ぜるとき、液は、黄色又は赤色を呈さない。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2μg/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3μg/g以下(0.50g、第2法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

(3) ガム質又はデキストリン 本品3.0gを熱湯15mLに溶かすとき、液は混濁してもわずかである。この液を冷却してろ過し、ろ液5mLにエタノール(95) 5mLを加えると、液は混濁しない。

(4) 樹脂状物質 (3)のろ液5mLに水10mLを加えると、液は混濁しない。

乾燥減量 7.0%以下(105℃、2時間)

強熱残分 1.0%以下

定量法 本品0.100g及び没食子酸一水和物1mgを量り、水/メタノール混液(4:1)を加えてそ

れぞれ正確に100mLとし、検液及び比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ L量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。没食子酸のピークが保持時間2.2~2.5分に現れることを確認する。検液注入後、0~30分の間に見える全ての成分のピーク面積の総和を100とし、10~25分に見える全てのピークをタンニン酸のピークとしてその面積百分率を求め、含量とする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長280nm）

カラム充填剤 7 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径4mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 室温

移動相A 0.1w/v%リン酸

移動相B 0.1w/v%リン酸・メタノール溶液

濃度勾配 A : B (80 : 20) から A : B (0 : 100) までの直線濃度勾配を30分間行う。

流量 1.0mL/分

ペクチナーゼ

規格改正の概要及び根拠

①ペクチナーゼ活性試験法、第1法

ペクチナーゼ活性試験法、第1法で0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液が使用されているが、試薬・試液の項に、その記載がなく、チオ硫酸ナトリウム試液(0.02mol/L)が記載されている。他の酵素の活性試験法では容量分析用標準液ではなく、試液が使用されていることから、ペクチナーゼの活性試験法の第1法も、チオ硫酸ナトリウム試液(0.02mol/L)に改正する。

成分規格案

ペクチナーゼ

Pectinase

定義 本品は、担子菌(*Corticium*属に限る。)、糸状菌(*Aspergillus aculeatus*、*Aspergillus alliaceus*、*Aspergillus awamori*、*Aspergillus carbonarius*、*Aspergillus japonicus*、*Aspergillus niger*、*Aspergillus pulverulentus*、*Aspergillus usamii*、*Rhizopus oryzae*及び*Trichoderma*属に限る。)、酵母(*Geotrichum klebahnii*及び*Trichosporon*属に限る。)、放線菌(*Streptomyces thermoviolaceus*及び*Streptomyces violaceoruber*に限る。)又は細菌(*Bacillus subtilis*に限る。)の培養物から得られた、ペクチン及びペクチン酸を分解する酵素である。食品(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存又は力価調整の目的に限る。)又は添加物(賦形、粉末化、希釈、安定化、保存、pH調整又は力価調整の目的に限る。)を含むことがある。

性状 本品は、白～濃褐色の粉末、粒若しくはペースト又は無～濃褐色の液体であり、においがいいか、又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、ペクチナーゼ活性試験法のいずれかに適合する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5µg/g以下(0.80g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)ただし、検液の調製において、残留物が硝酸(1→100)5mLに溶けない場合には、第3法により操作する。

(2) ヒ素 Asとして3µg/g以下(0.50g、第5法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1gにつき、生菌数は50000以下である。

また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液はそれぞれ第3法及び第2法により調製する。

ペクチナーゼ活性試験法 次の方法により試験を行う。なお、記載された方法で確認試験を行うことができない場合、基質、試料希釈倍率、緩衝液及び反応温度については、科学的に正当な理由であると認められる場合に限り変更することができる。

第1法 本品0.50gを量り、pH4.0のクエン酸・塩酸緩衝液(0.1mol/L)を加えて溶解若しくは均一に分散して50mLとしたもの又はこれを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

ペクチン(かんきつ類由来)又はペクチン酸(かんきつ類由来)0.6gを量り、pH4.0のクエン酸・塩酸緩衝液(0.1mol/L)80mLを加えて溶かす。クエン酸三ナトリウム試液(1mol/L)、又は塩酸試液(0.1mol/L)を用いてpH4.0に調整した後、pH4.0のクエン酸・塩酸緩衝液(0.1mol/L)を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液10mLを40℃で5分間加温した後、試料液1 mLを加えて直ちに混和し、40℃で30分間加温した後、炭酸ナトリウム試液（1 mol/L）3 mLを加える。この液に0.05mol/L ヨウ素溶液6 mLを加えてよく振り混ぜ、暗所に30分間放置した後、硫酸試液（2 mol/L）6 mLを加え、検液とする。別に炭酸ナトリウム試液（1 mol/L）3 mLに試料液1 mLを加えて混和し、基質溶液10mL及び0.05mol/L ヨウ素溶液6 mLを加えてよく振り混ぜ、暗所に30分間放置した後、硫酸試液（2 mol/L）6 mLを加え、比較液とする。検液及び比較液につき、~~0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液~~
チオ硫酸ナトリウム試液（0.02mol/L）で滴定（指示薬溶性デンプン試液1～2滴）するとき、
検液の~~0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液~~チオ硫酸ナトリウム試液（0.02mol/L）の消費量は、
比較液の~~0.02mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液~~チオ硫酸ナトリウム試液（0.02mol/L）の消費量
よりも小さい。終点は、生じた青色が消えるときとする。

第2法 本品1.0 gを量り、冷水を加えて溶解若しくは均一に分散して100mLとしたもの又はこれを更に冷水を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

ペクチン（かんきつ類由来）又はペクチン（リンゴ由来）0.95 gを量り、あらかじめ70～90℃に加温した水約70mL中に入れて溶かす。冷後、クエン酸一水和物溶液（21→1000）又はリン酸水素二ナトリウム溶液（71→2500）を用いてpH3.5に調整し、pH3.5のマッキルバイン緩衝液10mL及び水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液6 mL及びpH3.5のマッキルバイン緩衝液6 mLを量り、一般試験法粘度測定法第1法の毛細管粘度計の管Aから静かに入れ、粘度計を40℃の恒温水槽中に垂直に設置し、10～15分間放置した後、試料液2 mLを加え、管Cを指で閉じ、管Bより空気を吹き込み内容液を混合する。40℃で加温しながら、同粘度測定法により操作して流下に要する時間（秒）を測定し、この操作を連続して5回繰り返す、その平均を検液の流下時間とする。別に試料液の代わりに水2 mLを用いて検液の調製と同様に操作して流下に要する時間（秒）の平均を求め、これを比較液の流下時間とする。このとき、検液の流下時間は、比較液の流下時間よりも小さい。

第3法 本品0.83 gを量り、水を加えて溶解若しくは均一に分散して100mLとしたもの又はこれを更に水を用いて25倍に希釈したものを試料液とする。

エステル化ペクチン5.0 gを量り、あらかじめ40℃に加温した水800mLに徐々に加え懸濁させ、更にかくはんしながら加温して60℃以下で溶かす。冷後、この液に塩化マグネシウム六水和物2.03 gを加え、水酸化ナトリウム試液（1 mol/L）を用いてpHを4.80±0.04に調整した後、水を加えて1000mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液20mLを量り、30℃で15分間加温した後、pH電極を浸す。この液を0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液を用いてpH4.80±0.04に調整した後、試料液1 mLを加える。試料液添加後2分間pH4.80±0.04に保持するように、0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液を連続して滴加し、その消費量を検液の消費量とする。別に試料液の代わりに水1 mLを用いて検液の調製と同様に操作したときの0.05mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量を比較液の消費量とする。このとき、検液の消費量は比較液の消費量よりも大きい。なお、全ての操作はかくはんしながら行う。

第4法 本品0.71 gを量り、酢酸緩衝液（0.02mol/L、pH5.0、アルブミン含有）を加えて溶解若しくは均一に分散して250mLとしたもの又はこれを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍若しくは1000倍に希釈したものを試料液とする。

ポリガラクトuron酸ナトリウム塩0.5 gを水約80mLにかくはんしながら徐々に加え、5分間で懸濁する。この懸濁液を80～85℃で2分間加温した後、常温まで急冷する。この中にpH5.0の酢酸緩衝液（1 mol/L）を5 mL加え、更に水を加えて100mLとしたものを基質溶液とする。

40℃で1分加温した試料液0.5mLにあらかじめ40℃で加温した基質溶液0.5mLを加え、直ちにかくはん後、40℃で10分間放置する。この液に3, 5-ジニトロサリチル酸試液（ペクチナーゼ活性試験用）1mLを加えて混和し、水浴中で5分間加熱する。冷後、水5mLを加え、検液とする。

別に試料液の代わりに酢酸緩衝液（0.02mol/L、pH5.0、アルブミン含有）を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長550nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合には、遠心分離を行い、上澄液について測定する。

第5法 本品1.0gを量り、水を加えて溶解若しくは均一に分散して100mLとしたもの又はこれを更に水を用いて50倍に希釈したものを試料液とする。

pH5.5のクエン酸・リン酸緩衝液（0.1mol/L）100mLに水50mLを加えて60℃に加温し、ペクチン（リンゴ由来）1gを徐々に加えて約20分間かくはんして完全に溶かす。冷後、水を加えて200mLとしたものを基質溶液とする。

試料液0.5mLにあらかじめ45℃で加温した基質溶液2.5mLを加え、45℃で10分間加温した後、塩酸試液（0.5mol/L）1mLを加えて混和し、検液とする。別に試料液の代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長235nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度よりも大きい。なお、吸光度の測定は45℃で行い、また、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合には、遠心分離を行い、上澄液について測定する。

第6法 本品1.0gを量り、トリス緩衝液（0.1mol/L、pH7.8、塩化カルシウム含有）を加えて溶解若しくは均一に分散して100mLとしたもの又はこれを更に同緩衝液を用いて10倍、100倍、1000倍若しくは10000倍に希釈したものを試料液とする。

2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1, 3-プロパンジオール溶液（969→20000）30mLを量り、塩酸試液（1mol/L）6.6mL及び水10mLを加えて混和する。この液にポリガラクトロン酸ナトリウム塩0.27gを加え、室温で20分間以上かくはんして溶かした後、塩酸試液（1mol/L）を用いてpH7.8に調整し、水を加えて60mLとしたものを基質溶液とする。

基質溶液0.9mLに塩化カルシウム二水和物溶液（1→10000）0.9mLを加えて混和し、37℃で約5分間加温する。この液に試料液0.2mLを加えて混和し、37℃で10分間加温した後、塩酸試液（0.05mol/L）2mLを加え、検液とする。別に基質溶液0.9mLに塩化カルシウム二水和物溶液（1→10000）0.9mLを加えて混和し、37℃で15分間加温した後、塩酸試液（0.05mol/L）2mLを加え、次いで試料液0.2mLを加えて混和し、比較液とする。検液及び比較液につき、調製した後30分間以内に波長235nmにおける吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度よりも大きい。

なお、吸光度を測定する検液及び比較液に濁りがある場合には、遠心分離を行い、上澄液について測定する。

ベニコウジ黄色素

規格改正の概要及び根拠

①定義

ベニコウジ黄色素の定義は、「本品は、ベニコウジカビ属糸状菌 (*Monascus pilosus*及び*Monascus purpureus*に限る。) の培養液から得られた、キサントモナシン類を主成分とするものである。」とされている。他の既存添加物(着色料)の定義は、粉末化において「・・デキストリン又は乳糖を含むことがある。」と規定している。他の着色料との整合性と、実際の流通を考慮し、「デキストリン又は乳糖を含むことがある。」を追記する。また、この修正に合わせ、確認試験の実施に必要な操作(遠心分離又はろ過)を加える。

成分規格案

ベニコウジ黄色素

Monascus Yellow

モナスカス黄色素

定義 本品は、ベニコウジカビ属糸状菌 (*Monascus pilosus*及び*Monascus purpureus*に限る。) の培養液から得られた、キサントモナシン類を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色価 本品の色価 ($E_{1\%}^{1cm}$) は70以上で、その表示量の90～110%を含む。

性状 本品は、黄～黄褐色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価70に換算して1 gに相当する量を量り、エタノール(95) 100mLに溶かした後、必要な場合は、遠心分離又はろ過した液は、黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。
(2) 本品の表示量から、色価70に換算して1 gに相当する量を量り、水5 mLに溶かし、更に水酸化ナトリウム溶液(1→25) 1 mLを加えて振り混ぜるとき、液の色は、赤褐色に変わる。
(3) 本品の表示量から、色価70に換算して1 gに相当する量を量り、水5 mLに溶かし、更に硫酸0.1 mLを加えて振り混ぜるとき、黄～黄褐色の濁りを生ずる。
(4) 本品を50vol%エタノールに溶かした液は、波長458～468nmに極大吸収部がある。
(5) 本品の表示量から、色価70に換算して1 gに相当する量を量り、エタノール(95) 10mLに溶かす。この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液を検液とする。検液5 μ Lを量り、対照液を用いず、エタノール(95) / 3-メチルー1-ブタノール / 水 / アンモニア水(28) 混液(4 : 4 : 2 : 1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾した後、観察するとき、 R_f 値が0.8付近に蛍光を帯びた黄色のスポットを認め、紫外線(波長366nm付近)を照射するとき、このスポットは黄緑色の蛍光を発する。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして2 μ 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 μ g / g以下(0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

色価測定 色価測定法により、次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 50vol%エタノール

測定波長 波長458～468nmの極大吸収部

ベニコウジ色素

規格改正の概要及び根拠

①定義

ベニコウジ色素の定義は、「本品は、ベニコウジカビ属糸状菌 (*Monascus pilosus*及び*Monascus purpureus*に限る。) の培養液から得られた、アンカフラビン類及びモナスコルブリン類を主成分とするものである。」とされている。他の既存添加物(着色料)の定義は、粉末化において「・・デキストリン又は乳糖を含むことがある。」と規定している。他の着色料との整合性と、実際の流通を考慮し、「デキストリン又は乳糖を含むことがある。」を追記する。また、この修正に合わせ、確認試験の実施に必要な操作(遠心分離又はろ過)を加える。

成分規格案

ベニコウジ色素

Monascus Color

モナスカス色素

定 義 本品は、ベニコウジカビ属糸状菌 (*Monascus pilosus*及び*Monascus purpureus*に限る。) の培養液から得られた、アンカフラビン類及びモナスコルブリン類を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\%}^{1cm}$) は50以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は暗赤色の粉末、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価50に換算して1 gに相当する量を量り、水/エタノール(95)混液(1:1)100mLを加えて溶かした後、必要な場合は、遠心分離又はろ過した液は、赤橙~暗赤色を呈する。

(2) (1)の液1 mLに、アンモニア水1 mL及びアセトン1 mLを加え、45~55°Cで1分間加熱するとき、液の色は、黄橙色を呈し、10分間放置するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(3) (1)の液0.1 mLに硝酸3 mLを加えて直ちに振り混ぜるとき、液の色は、黄色を呈する。

(4) 本品に水/エタノール(95)混液(1:1)を加えて溶かした液は、波長480~520nmに極大吸収部がある。

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

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

(3) シトリニン 0.2 µg/g以下(色価50に換算)

メタノールで洗浄し、水置換したスチレン-ジビニルベンゼン系又はアクリル酸エステル系吸着用樹脂を、内径1 cmのガラス管に樹脂高10 cmとなるよう充填する。本品の表示量から、色価50に換算して約1 gに相当する量を精密に量り、ガラス管の樹脂上に積層する。次にメタノール/水混液(7:3)を流量2~3 mL/分で流下させ、初めの流出液20 mLを採取する。なお、吸着用樹脂については、シトリニンが20 mL以内に流出することを確認する。この液を孔径0.5 µm以下のメンブランフィルターでろ過し、検液とする。別にシトリニン10 mgを量り、メタノールを加えて溶かして正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノール/水混液(7:3)を加えて正確に100 mLとする。さらに、この液1 mL、5 mL及び10 mLを正確に量り、メタノール/水混液(7:3)を加えてそれぞれ正確に100 mLとし、標準液とする。検液及び3濃度の標準液をそれぞれ5 µL

ずつ量り、次の操作条件で速やかに液体クロマトグラフィーを行う。次にシトリンのピーク面積を測定し、検量線を作成する。ただし、検液のシトリンのピークは、他のピークのテーリングの影響を受けるため、シトリンの定量は、テーリング上のピークとしての面積処理を行った上で、検量線を用いて行う。

操作条件

検出器 蛍光検出器（励起波長 330nm、蛍光波長 500nm）

カラム充填剤 5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径3.9~4.6mm、長さ25~30cmのステンレス管

カラム温度 常温

移動相 水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液（1000：1000：1）

流量 1 mL／分

色価測定 色価測定法により、次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 水／エタノール（95）混液（1：1）

測定波長 波長480~520nmの極大吸収部

マリーゴールド色素

規格改正の概要及び根拠

①定義

マリーゴールド色素の定義は、「本品は、マリーゴールド (*Tagetes patula* L. 若しくは *Tagetes erecta* L. 又はそれらの種間雑種) の花から得られた、キサントフィルを主成分とするものである。」とされている。他の既存添加物(着色料)の定義は、油溶性色素については、「・・食用油脂を含むことがある。」と規定している。他の着色料との整合性と、実際の流通を考慮し、「食用油脂を含むことがある。」を追記する。

成分規格案

マリーゴールド色素

Marigold Color

定 義 本品は、マリーゴールド (*Tagetes patula* L. 若しくは *Tagetes erecta* L. 又はそれらの種間雑種) の花から得られた、キサントフィルを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\%}^{1cm}$) は2500以上で、その表示量の95～115%を含む。

性 状 本品は、暗褐色の固体又は液体で、特異なおいがある。

- 確認試験** (1) 本品の表示量から、色価2500に換算して0.1gに相当する量を量り、エタノール(95)／ヘキサン混液(1:1)100mLを加えて溶かした液は、濃黄色を呈する。
- (2) 本品にエタノール(95)／ヘキサン混液(1:1)を加えて溶かした液は、波長469～475nm及び441～447nmに極大吸収部がある。これらの極大吸収部に加えて波長420～426nmに極大吸収部があるものもある。
- (3) 本品の表示量から、色価2500に換算して0.1gに相当する量を量り、エタノール(95)／ヘキサン混液(1:1)10mLを加えて溶かし、検液とする。検液5 μ Lを量り、対照液を用いず、トルエン／酢酸エチル／エタノール(95)混液(15:4:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾するとき、 R_f 値が0.8付近(ルテインの脂肪酸エステル)及び0.35付近(ルテイン)の両方又はそのいずれかに黄色のスポットを認める。これらのスポットの色は、亜硝酸ナトリウム溶液(1→20)を噴霧し、続けて硫酸試液(0.5mol/L)を噴霧するとき、直ちに脱色される。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして3 μ g/g以下(2.0g、第2法、比較液 鉛標準液6.0mL、フレイム方式)

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

色価測定 色価測定法により、次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶媒 エタノール(95)／ヘキサン(1:1)

測定波長 波長441～447nmの極大吸収部

ラック色素

規格改正の概要及び根拠

①定義

ラック色素の定義は、「本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、ラッカイン酸類を主成分とするものである。」とされている。他の既存添加物(着色料)の定義は、粉末化において「・・デキストリン又は乳糖を含むことがある。」と規定している。他の着色料との整合性と、実際の流通を考慮し、「デキストリン又は乳糖を含むことがある。」を追記する。

成分規格案

ラック色素 Lac Color ラッカイン酸

定 義 本品は、ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、ラッカイン酸類を主成分とするものである。デキストリン又は乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\%}^{1cm}$) は1000以上で、その表示量の95～115%を含む。

性 状 本品は、赤～暗赤色の粉末又は粒で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価1000に換算して50mgに相当する量を量り、水酸化ナトリウム試液 (0.1mol/L) 500mLに溶かした液は、帯紫赤色を呈する。

(2) (1)の溶液10mLを量り、塩酸試液 (0.1mol/L) 20mLを加えるとき、液の色は、橙色に変わり、波長485～495nmに極大吸収部がある。

(3) 本品の表示量から、色価1000に換算して0.1gに相当する量を量り、エタノール (95) 10mLに溶かした液を遠心分離し、上澄液を検液とする。検液2 μ Lを量り、対照液を用いず、1-ブタノール/水/酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒が約10cmに上昇したとき展開を止め、風乾した後、観察するとき、 R_f 値0.4付近に帯黄赤～赤色のスポットを認める。 R_f 値0.2付近にも、スポットが認められることがある。これらのスポットの色は、アンモニア水により暗赤紫色に変わる。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用ろ紙2号を使用する。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 μ g/g以下 (0.80g、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 μ g/g以下 (0.50g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

色価測定 測定する吸光度が0.3～0.7の範囲になるように、本品を精密に量り、炭酸ナトリウム溶液 (1→200) 20mLに溶かした後、水を加えて正確に100mLとする。この溶液5mLを正確に量り、塩酸試液 (0.1mol/L) を加えて正確に50mLとし、必要な場合には遠心分離して上澄液を用い、検液とする。色価測定法により、次の操作条件で試験を行う。

操作条件

対照 塩酸試液 (0.1mol/L)

測定波長 波長 485～495nm の極大吸収部

試薬・試液

- (1) 塩化 1, 10-フェナントロリニウム一水和物
- (2) 塩化フェニルヒドラジニウム
- (3) クエン酸・リン酸緩衝液 (0.1mol/L)
- (4) 炭酸バリウム
- (5) セモリブデン酸六アンモニウム四水和物
- (6) 3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム (非スルホン化芳香族第一級アミン分析用)
- (7) フィチン酸ナトリウム塩水和物
- (8) D-(-)-フルクトース
- (9) 没食子酸一水和物
- (10) ポリビニルアルコール I
- (11) ポリビニルアルコール II

規格改正の根拠

- (1) 2019年2月のJISの試薬改正でJIS試薬の名称が変更されたことによる改正。
- (2) 2019年2月のJISの試薬改正でJIS試薬の名称が変更されたことによる改正。
- (3) 試薬名の修正。
- (4) 不要なJIS番号を削除。
- (5) 2019年2月のJISの試薬改正でJIS試薬の名称が変更されたことによる改正。
- (6) 適切な検出器への修正。
- (7) 2回目の正誤表で修正済みのアデノシン3'-ウリジン酸ナトリウム塩及びアデノシン5'-ウリジン酸ナトリウム塩に合わせ、化学式を修正。
- (8) 市販試薬を用いるべく、規格を改正。
- (9) 不要な文字の削除。
- (10) 容量分析用標準液が適切であるため改正。
- (11) 容量分析用標準液が適切であるため改正。

成分規格案

試薬・試液

塩化 1, 10-フェナントロリニウム一水和物 $C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$ [1, 10-フェナントロリン塩酸塩一水和物、K8202、特級] [3829-86-5] 【塩化 1, 10-フェナントロリニウム 1 水和物】

塩化フェニルヒドラジニウム $C_6H_5NHNH_2 \cdot HCl$ [フェニルヒドラジン塩酸塩、K8203、特級] [59-88-1] 【塩酸フェニルヒドラジン】

クエン酸・リン酸緩衝液 (0.1mol/L)

第1液：クエン酸一水和物 21.0 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第2液：~~リン酸三水素ナトリウム三水和物 15.6 g~~ リン酸水素二ナトリウム・12水 71.6 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とする。

第1液と第2液を混和し、成分規格・保存基準各条等に規定する pH に調整する。

炭酸バリウム $BaCO_3$ [~~K1415~~] [513-77-9]

本品は、白色の粉末である。

含量 99.0%以上

純度試験 (1) ナトリウム 0.01%以下

本品 1.0 g に塩酸 (1 → 10) を加えて溶かし、100 mL とし、検液とする。本品 1.0 g にナトリウム標準液 (0.1 mg/mL) 1 mL、カリウム標準液 (0.1 mg/mL) 1 mL、カルシウム標準液 (0.1 mg/mL) 1 mL 及びストロンチウム標準液 (1.0 mg/mL) 5 mL を加え、次いで塩酸 (1 → 10) を加えて溶かし、100 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ

分析線波長 589.0 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(2) カリウム 0.01%以下

(1) の検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ

分析線波長 766.5 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(3) カルシウム 0.01%以下

(1) の検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ カルシウム中空陰極ランプ

分析線波長 422.7 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(4) ストロンチウム 0.5%以下

(1) の検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光度を測定するとき、検液の吸光度は比較液の吸光度から検液の吸光度を差し引いた数値を超えない。

操作条件

光源ランプ ストロンチウム中空陰極ランプ

分析線波長 460.7 nm

支燃性ガス 空気

可燃性ガス アセチレン

(5) 水酸化バリウム 0.02%以下

本品 5 g に水（二酸化炭素除去）50mL を加えて 5 分間振り混ぜる。定量用ろ紙（5 種 C）を用いてろ過した後、ろ液を 0.05mol/L 塩酸で滴定する（指示薬プロモチモールブルー試液 1 mL）。

0.05mol/L 塩酸 1 mL = 4.284mg Ba(OH)₂

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水 50mL 及び 1 mol/L 塩酸 40mL を加えて煮沸し冷却する。この液を 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する（指示薬プロモチモールブルー試液 1 mL）。別に空試験を行い、補正する。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 98.67mg BaCO₃

七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 (NH₄)₆Mo₇O₂₄ · 4H₂O [モリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物、K8905、特級] [12054-85-2] 【七モリブデン酸六アンモニウム 4 水和物、モリブデン酸アンモニウム】

3-ヒドロキシ-2, 7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム（非スルホン化芳香族第一級アミン分析用） C₁₀H₆Na₂O₇S₂ [135-51-3]

本品は、白～灰みの黄みを帯びた緑色の粉末である。

確認試験 本品を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥した後、その約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加えて溶かして正確に 100mL とし、A 液とする。A 液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加えて正確に 100mL とし、吸光度を測定する。また、波長 233～239nm、270～276nm、278～284nm 及び 337～343nm のそれぞれに極大吸収部がある。

純度試験 類縁物質 A 液 10mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加えて正確に 100mL とする。この液 20 μL を量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、0～35 分間に現れる全ての成分のピーク面積の総和を 100 とし、それに対する主ピークの面積百分率を求めるとき、85.0%以上である。

操作条件

検出器 ~~可視紫外~~ 吸光光度計又はフォトダイオードアレイ検出器（測定波長 254nm）

カラム充填剤 5 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃付近の一定温度

移動相 A 酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）

移動相 B アセトニトリル/水混液（7：3）

濃度勾配 A：B（100：0）で 10 分間保持し、A：B（100：0）から A：B（50：50）までの直線濃度勾配を 20 分間行い、A：B（50：50）で 5 分間保持する。

流量 1 mL/分

フィチン酸ナトリウム塩水和物 C₆H₁₈O₂₄P₆ · mNa[±] · nH₂O 酵素活性試験法に適するものを用いる。

D (一) -フルクトース C₆H₁₂O₆ [57-48-7]

~~日本薬局方果糖を用いる。~~

本品は、無～白色の結晶又は粉末である。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = -90 \sim -94^\circ$

本品約 4 g を精密に量り、アンモニア試液 0.2mL 及び水 80mL を加えて溶かし、30 分間放置した後、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定する。

純度試験 (1) 溶状 澄明 (1.0 g、水 20mL)

(2) 乾燥減量 2.0%以下 (減圧、18 時間)

(3) 類縁物質 本品 20mg を水 2 mL に溶かし、検液とする。検液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 10 μ L ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピークと溶媒ピークとを除くピークの合計面積は、比較液の主ピークの面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の 3 倍までとする。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5~10 μ m の液体クロマトグラフィー用アミノプロピル基化学結合型シリカゲル

カラム管 内径 3~8 mm、長さ 15~30cm のステンレス管

カラム温度 35~40 $^{\circ}$ C の一定温度

移動相 アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

流量 D (-) -フルクトースの保持時間が 4~7 分になるように調整する。

(令和元年 9 月 13 日開催 薬事・食品衛生審議会 食品衛生分科会にて審議されたプシコースエピメラーゼの試薬として設定された「D (-) -フルクトース、酵素活性測定用」の規格に同じ。告示の際に、「D (-) -フルクトース」と「D (-) -フルクトース、酵素活性測定用」を統合する。)

没食子酸一水和物 $C_7H_6O_5 \cdot H_2O$ [149-91-7] 【没食子酸】

含量 98.0~103.0%

性状 本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液 (1 \rightarrow 1000) 5 mL に塩化鉄 (III) 六水和物溶液 (1 \rightarrow 50) 3 滴を加えるとき、暗青色を示す。

純度試験 (1) 溶状 微濁

本品 1.0 g を量り、水 20mL を加え、沸騰させ、検液とする。

(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.02% 以下

本品 1.0 g に加温した水 45mL を加えて、かき混ぜながら氷冷した後、水で 50mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10mL を除いたろ液 25mL に塩酸 (2 \rightarrow 3) 0.3mL、エタノール (95) 3 mL 及び塩化バリウム二水和物溶液 (1 \rightarrow 10) 2 mL を加えて 30 分間放置したものを検液とする。別に、硫酸イオン標準原液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準液とする。標準液 10mL に塩酸 (2 \rightarrow 3) 0.3mL、水 15mL、エタノール (95) 3 mL 及び塩化バリウム二水和物溶液 (1 \rightarrow 10) 2 mL を加えて 30 分間放置したものを比較液とする。検液に生じる白濁は、比較液に生じるものより濃くない。

(3) タンニン酸本品 1.0 g に水 20mL を加えて振り混ぜ、ろ過した液に温めたゼラチン溶液 (1 \rightarrow 100) 5~6 滴を加えたとき、微濁する。

乾燥減量 8.0~11.0%以下 (1 g、105 $^{\circ}$ C、2 時間)

強熱残分 0.1% 以下 (1 g)

本品 1 g を白金製のるつぼに量り、硫酸 0.2mL を加えて徐々に加熱して炭化させた後、ガスバーナーで強く加熱して灰化後、残分を量る。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、エタノール (中和) 50mL 及び水 50mL を加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認には、電位差計を用い、指示電極にはガラス電極を、

参照電極には銀-塩化銀電極を用いる。ただし、指示電極及び参照電極には複合型のものを用いることができる。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL=18.813mg C₆H₂(OH)₃COOH·H₂O

ポリビニルアルコールⅠ (—CH₂CHOH—) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、無～白色若しくは微黄色の粒又は粉末であり、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加熱するとき、澄明な粘性の液となる。本品は、吸湿性である。

粘度 25.0～31.0mm²/s

本品を乾燥し、その4.00gを量り、水95mLを加え、30分間放置した後、還流冷却器を付け水浴上で2時間かき混ぜながら加熱して溶かす。冷後、水を加えて100.0gとし、混和する。静置して泡を除き、20℃で粘度測定法第1法によって試験を行う。

pH 5.0～8.0(1.0g、水25mL)

けん化度 98.0～99.0mol%

本品を乾燥し、その約3.0gを精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水100mLを加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、~~水酸化ナトリウム試液(0.1mol/L)~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液25mLを加え、密栓して2時間放置する。次に、硫酸試液(0.05mol/L)30mLを加えてよく振り混ぜた後、~~水酸化ナトリウム試液(0.1mol/L)~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する(指示薬フェノールフタレイン試液3滴)。別に空試験を行い、補正する。ただし、~~水酸化ナトリウム試液(0.1mol/L)~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量が25mL以上の場合には、試料約2.0gをとる。

$$44.05 \times A$$

$$\text{けん化度 (mol\%)} = 100 - \frac{44.05 \times A}{60.05 - 0.42 \times A}$$

$$0.6005 \times (a - b) \times f$$

$$A = \frac{0.6005 \times (a - b) \times f}{\text{試料の秤取量 (g)}}$$

試料の秤取量 (g)

a : ~~水酸化ナトリウム試液(0.1mol/L)~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

b : 空試験における~~水酸化ナトリウム試液(0.1mol/L)~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)

f : ~~水酸化ナトリウム試液(0.1mol/L)~~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター

純度試験 溶状 本品1.0gを水20mLに加え、よくかき混ぜて分散させた後、60～80℃で2時間加温し、冷却するとき、液は、無色澄明である。

ポリビニルアルコールⅡ (—CH₂CHOH—) 酵素活性試験法に適するものを用いる。

性状 本品は、無～白色若しくは微黄色の粒又は粉末であり、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品に水を加えて加温するとき、澄明な粘性の液となる。本品は、吸湿性である。

粘度 4.6～5.4mm²/s

本品を乾燥し、その4.00gを量り、水95mLを加え、30分間放置した後、60～80℃で2時間かき混ぜて溶かす。冷後、水を加えて100.0gとし、混和する。静置して泡を除き、20℃で粘度測定法第1法によって試験を行う。

pH 5.0～8.0 (1.0 g、水 25mL)

けん化度 86.5～89.5mol%

本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 100mL を加え、2 時間かき混ぜながら加温する。冷後、~~水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L)~~ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25mL を加え、密栓して 2 時間放置する。次に、硫酸試液 (0.25mol/L) 30mL を加えてよく振り混ぜた後、~~水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L)~~ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 で滴定する (指示薬フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に空試験を行い、補正する。

$$44.05 \times A$$

$$\text{けん化度 (mol\%)} = 100 - \frac{44.05 \times A}{60.05 - 0.42 \times A}$$

$$3.0025 \times (a - b) \times f$$

$$A = \frac{3.0025 \times (a - b) \times f}{\text{試料の秤取量 (g)}}$$

試料の秤取量 (g)

a : ~~水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L)~~ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 の消費量 (mL)

b : 空試験における ~~水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L)~~ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 の消費量 (mL)

f : ~~水酸化ナトリウム試液 (0.5mol/L)~~ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム溶液 のファクター

純度試験 溶状 本品 1.0 g を水 20mL に加え、よくかき混ぜて分散させた後、水浴上で 2 時間加熱し、冷却するとき、液は、無色澄明である。

(3) 添加物の使用基準、製造基準改正の提案

以下の添加物につき、使用基準、製造基準改正案が決定された。

【改正品目】

酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、砂、ケイソウ土及びパーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質

改正内容

使用基準について、添加物としての販売等が認められていない砂を削除すると共に、不溶性の鉱物性物質を明記する。製造基準（添加物一般 1.）について、同様に改正する。

基準改正案

製造基準

添加物一般

1. 添加物を製造し、又は加工する場合には、その製造又は加工に必要不可欠な場合以外には、酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、~~砂~~、ケイソウ土、二酸化ケイ素若しくは、炭酸マグネシウム又はこれらに類似する不溶性の鉱物性物質パーライト、花こう斑岩、活性白土、クリストバル石、ゼオライト又はひる石を使用してはならない。

使用基準

酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、~~砂~~、ケイソウ土及び、パーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質、花こう斑岩、活性白土、クリストバル石、ゼオライト及びひる石

酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、~~砂~~、ケイソウ土及び、パーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質、花こう斑岩、活性白土、クリストバル石、ゼオライト及びひる石は、食品の製造又は加工上必要不可欠な場合以外は食品に使用してはならない。

酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、~~砂~~、ケイソウ土及び、パーライト並びにこれらに類似する不溶性の鉱物性物質、花こう斑岩、活性白土、クリストバル石、ゼオライト及びひる石の食品中の残存量は、2物質以上使用する場合であっても、食品の0.50%（チューインガムにタルクのみを使用する場合には、5.0%）以下でなければならない。

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

令和元年10月16日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第5回）

【新規収載品目】

- ・エレミ樹脂
- ・カンゾウ油性抽出物
- ・グァーガム酵素分解物
- ・サバクヨモギシードガム
- ・シタン色素

【改正品目】

- ・塩化カルシウム
- ・過酢酸製剤（第3回 審議品目）

- ・カラシ抽出物
- ・コチニール色素
- ・酢酸エチル
- ・植物性ステロール
- ・植物タンニン
- ・ペクチナーゼ
- ・ベニコウジ黄色素
- ・ベニコウジ色素
- ・マリーゴールド色素
- ・ラック色素
- ・試薬・試液

【改正基準】

- ・製造基準
- ・使用基準

5. その他の審議項目

令和元年10月16日第10版食品添加物公定書作成検討会（第5回）

- ・食品添加物の成分規格作成の解説の修正