

参考資料 5
添加物部会
令和 5 年 10 月 25 日

令和 3 年 7 月 26 日

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10回）報告について

第10版食品添加物公定書作成検討会（第10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10回）報告書

令和3年7月26日

第10版食品添加物公定書作成検討会

目次

1. 開催日	5
2. 第10版食品添加物公定書作成検討会委員	5
3. 検討結果	5
(1) 既存添加物14品目の成分規格の提案	5
1. アスペルギルスステレウス糖たん白質	6
2. うに殻焼成カルシウム	7
3. ウルシロウ	9
4. サトウキビロウ	11
5. ジェルトン	12
6. 造礁サンゴ焼成カルシウム	13
7. チクル	14
8. トウガラシ水性抽出物	16
9. 乳清焼成カルシウム	17
10. 分岐シクロデキストリン	19
11. ミルラ	21
12. メバロン酸	22
13. モクロウ	23
14. ローズマリー抽出物(水溶性及び非水溶性)	25
(2) 添加物の成分規格改正の提案	31
1. ウコン色素	31
2. キシラナーゼ及びデキストラナーゼ	31
3. タール色素の製剤	35
4. ピロ亜硫酸カリウム	37
5. ラカンカ抽出物	37
(3) 第9版食品添加物公定書改正事項について	42
1) 一般試験法の設定	42
1. 質量分析法	42
2. 滴定終点検出法	47
2) 一般試験法の改正	50
1. 液体クロマトグラフィー	50
2. 核磁気共鳴スペクトル測定法	55
3. ガスクロマトグラフィー	63
4. 赤外吸収スペクトル測定法	66
5. タール色素試験法	69
6. タール色素製剤試験法	73
7. タール色素レーキ試験法	76
8. 粘度測定法	78
3) 試薬・試液等の改正	80
1. 定量用試薬の名称	80
2. ろ紙	83

4) その他	87
1. 強熱の条件が不明確なもの	87
2. 9 版収載事項及び以後設定された事項	92
3. 1 つの規格に含まれる複数の小規格の個別規格化	97
(4) 報告事項	108
「食品、添加物等の規格基準」の改正に係る意見募集に寄せられた御意見と回答	108
(5) 取り下げとされた事項	110
4. これまでの検討経緯	111
5. その他の審議項目	116

第10版食品添加物公定書作成検討会（第10回）

1. 開催日

令和3年6月22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
窪崎 敦隆	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 第四室長
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
関谷 史子	日本香料工業会食品香料委員会 副委員長
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
等々力 博志	日本食品添加物協会 常務理事
原 俊太郎	昭和大学 薬学部 教授
堀江 正一	大妻女子大学 家政学部 教授
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
村田 義文	日本食品添加物協会 特任アドバイザー
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14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】

1. アスペルギルステレウス糖たん白質
2. うに殻焼成カルシウム
3. ウルシロウ
4. サトウキビロウ
5. ジェルトン
6. 造礁サンゴ焼成カルシウム
7. チクル
8. トウガラシ水性抽出物
9. 乳清焼成カルシウム
10. 分岐シクロデキストリン
11. ミルラ
12. メバロン酸
13. モクロウ
14. ローズマリー抽出物（水溶性及び非水溶性）

【新規収載品目】

1. アスペルギルステレウス糖たん白質

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに作成した。

本品目の主成分である糖たん白質は、口腔内在菌による不溶性グルカンの生成を阻害する物質として発見され¹⁾、東京都武蔵野市の土壌で単離された *Aspergillus terreus* の菌株 (M3328) が生産するものである。この糖たん白質は、*Aspergillus terreus* を培養する際に添加した、大豆ミール中の主要タンパク質グロブリンが重合したものと考えられ、分子量は 2,000,000 を超える²⁾。同様に、大豆ミールの代わりに α -カゼインを添加して同菌株を培養した際の糖たん白質は、 α -カゼインが重合したものであることが示されており、この分子量も約 2×10^6 に達する^{2), 3)}。

既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には、「ブドウ糖、澱粉及び大豆ミールの発酵培養液を除菌し、硫酸アンモニウムにより分画した後、脱塩して得られたものである。」と記載されていることから、「本品は、アスペルギルステレウス (*Aspergillus terreus*) の培養液から得られた、糖たん白質を主成分とするものである。」と定義した。

1. Endo, A et al. Mutastein, a new inhibitor of adhesive-insoluble glucan synthesis by glucosyltransferase of *Streptococcus mutans*. J. Antibiot., 36(3), 203-207, 1983.
2. Hayashida, O et al. Chemical and functional properties of Mutastein, an inhibitor of insoluble glucan synthesis by *Streptococcus sobrinus*. 61(4), 588-591, 1997
3. Hayashida, O et al. Inhibition of glucan synthesis by flavipin-crosslinked casein polymers. Biosci. Biotech. Bioche., 61(5), 903-904, 1997

②含量

主成分の構成窒素の含量を規定した。第4版自主規格では、無水物換算した際の窒素量として11.2~12.8%と規定しているが、国内流通品を分析したところ、0.5%であったため、0.5~12.8%を採用することとした。

③性状

国内流通品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

フェノール硫酸法を用いて、主成分である糖たん白質の構成糖を発色させる。

⑤純度試験

(1)鉛

第4版自主規格でPbとして2 μ g/g以下と規定されていることから、規格値2 μ g/g以下を採用することとした。

(2)ヒ素

第4版自主規格でAs₂O₃として4 μ g/g以下と規定されていることから、Asとして規格値3 μ g/g以下を採用することとした。

⑥水分

第4版自主規格で65.0%以下と規定されていることから、規格値65.0%以下を採用することとした。

⑦強熱残分

第4版自主規格で2.0%以下と規定されていることから、規格値2.0%以下を採用することとした。

⑧微生物限度試験

第4版自主規格では、細菌数1000以下及び大腸菌の不検出を規定している。新規収載にあたって、第9版食品添加物公定書（以下公定書、版の記載がない場合は第9版を示す）に記載されている一般試験法「微生物限度試験法」にしたがって実施したところ、生菌数 2.8×10^2 /g（第1法）、真菌数 2.4×10^3 /g（第1法）、大腸菌は陰性/1g（第1法）、サルモネラは陰性/25g（第1法）であったことから、生菌数1000以下、真菌数3000以下、大腸菌及びサルモネラは認めないと規定した。

⑨定量法

第4版自主規格でケルダール法が採用されていることから、ケルダール法を採用することとした。第三者検証試験の結果、試料採取量を第4版自主規格の5.0gとしたところ、窒素相当量として大きすぎたため、約0.5gに変更した。

成分規格案

アスペルギルステレウス糖たん白質
Aspergillus Terreus Glycoprotein
ムタステイン

定 義 本品は、アスペルギルステレウス (*Aspergillus terreus*) の培養液から得られた、糖たん白質を主成分とするものである。

含 量 本品を無水物換算したものは、窒素 (N=14.01) 0.5~12.8%を含む。

性 状 本品は、暗褐色の液体である。

確認試験 本品の水溶液(1→10000)1mL にフェノール溶液(1→20)1mL及び硫酸5mLを加え、10分間放置した後、よく振り混ぜ、更に10分間放置するとき、液は、橙色を呈する。

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)

水 分 65.0%以下(0.1g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 2.0%以下

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1gにつき、生菌数は1000以下、真菌数は3000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群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。

定 量 法 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定量し、更に無水物換算を行う。

$0.05\text{mol}/\text{L}$ 硫酸 1mL=1.401mg N

2. うに殻焼成カルシウム

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿によると、本品目は炭酸カルシウムを主成分とするうに殻を強熱して得られた酸化カルシウムを主成分とするものであるが、国内流通品には、焼成不足による炭酸カルシウムが残存するため、「本品は、焼成カルシウム（うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られた、カルシウム化合物を主成分とするものをいう。）のうち、うに殻を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウム及び炭酸カルシウムである。」と規定した。

②含量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

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

(1) 「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で設定していることから、採用した。

(2) 「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で設定していることから、採用した。

⑤純度試験

(1) 塩酸不溶物

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で 0.50%以下と規定されていることから、規格値 0.50%以下を採用することとした。

(2) 鉛

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」では 2 µg/g 以下と規定されているが、市場流通品では 3.3 µg/g であった。この結果から、規格値 5 µg/g 以下を採用することとした。

(3) ヒ素

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で 3 µg/g 以下と規定されていることから、規格値 3 µg/g 以下を採用することとした。

⑥乾燥減量

強熱時の減量が炭酸カルシウムに由来する CO₂であることを確認するため、規格 1.0%以下（105℃、3時間）を採用した。

⑦強熱減量

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」では 10.0%以下（900℃、30分間）と規定されているが、本品目には炭酸カルシウムが「貝殻焼成カルシウム」よりも多く含まれていると考えられ、市場流通品の実態に合わせて、規格値 40.0%以下（900℃、30分間）を採用した。

⑧定量法

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」でカルシウム塩定量法が設定されていることから、検液の調製を含めて、同一の方法を採用した。

成分規格案

うに殻焼成カルシウム

Calcinated Sea Urchin Shell Calcium

定 義 本品は、焼成カルシウム（うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られた、カルシウム化合物を主成分とするものをいう。）のうち、うに殻を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウム及び炭酸カルシウムである。

含量 本品を強熱したものは、酸化カルシウム (CaO=56.08) として 85%以上を含む。

性状 本品は、白～灰白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 1 g に水 5 mL を加え懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品 1 g に水 20mL 及び酢酸 (1→3) 10mL を加えた後、ろ過し、ろ液をアンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品 5.0 g を量り、水 100mL を加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5 分間沸騰させる。冷後、定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過する。ろ紙上の残留物を、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗う。ろ紙及び残留物をあらかじめ 450～550℃ で 30 分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに入れ、徐々に加熱して炭化した後、450～550℃ で 3 時間強熱し、その質量を量る。

(2) 鉛 Pb として 5 μg/g 以下 (0.80 g、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、指示薬はプロモチモールブルー試液 1 mL 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。

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

本品を水 2 mL で潤し、塩酸 (1→4) 5 mL を加えて溶かし、検液とする。

乾燥減量 2.0%以下 (105℃、3 時間)

強熱減量 40.0%以下 (900℃、30 分)

定量法 本品を強熱し、その約 1.5 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30mL を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に 250mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法より定量する。

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 1 mL = 2.804mg CaO

3. ウルシロウ

1. 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をもとに設定した。なお、主成分については、公定書の他の品目の記載に合わせ、グリセリンパルミタートをパルミチン酸グリセリルとした。また、*Rhus verniciflua* L. の学名は、学名調査 (Ylist 及び Tropicos) の結果 *Rhus verniciflua* Stokes であり、*Toxicodendron vernicifluum* (Stokes) F. A. Barkley の basionym であることが確認されたためこれに修正し、もとの学名を括弧で表記した。

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

赤外吸収スペクトル：臭化カリウムを用いた赤外吸収スペクトル (錠剤法) に基づく確認試験を設定した。

- ④融点
市場流通品の実態に合わせて設定した。
- ⑤けん化価
市場流通品の実態に合わせて設定した。
- ⑥ヨウ素価
市場流通品の実態に合わせて設定した。
- ⑦純度試験
- (1) 酸価
市場流通品の実態に合わせて設定した。
- (2) 鉛
公定書の一般的な規格値を設定した。
- (3) ヒ素
市場流通品の実態に合わせて設定した。
- ⑧強熱残分
市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

ウルシロウ

Urushi Wax

定 義 本品は、ウルシ (*Toxicodendron vernicifluum* (Stokes) F.A. Barkley (*Rhus verniciflua* Stokes)) の果実から得られた、パルミチン酸グリセリルを主成分とするものである。

性 状 本品は、光沢のある白～微黄色の塊で、特異なおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定し、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。

融 点 45～55℃

けん化価 200～235

本品約 1.5 g を精密に量り、キシレン 10mL 及び 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら 3 時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

ヨウ素価 5～40

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン 30mL を加え完全に溶解する。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 50 以下

本品約 5 g を精密に量りエタノール (95) 50mL を加えて加温して溶解し、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、冷後、濁りを生じるときは、温時滴定する。

(2) 鉛 Pb として 2 μ g/g 以下 (2.0 g、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 1.5 μ g/g 以下 (1.0 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.3% 以下

4. サトウキビロウ

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をもとに設定した。

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

赤外吸収スペクトル：臭化カリウムを用いた赤外吸収スペクトル（錠剤法）に基づく確認試験を設定した。

④融点

市場流通品の実態を参考にして設定した。

⑤純度試験

(1) 酸価

市場流通品の実態に合わせて設定した。

(2) 鉛

公定書の一般的な規格値を設定した。

(3) ヒ素

公定書の一般的な規格値を設定した。

⑥強熱残分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

サトウキビロウ

Cane Wax

カーンワックス

ケーンワックス

定 義 本品は、サトウキビ (*Saccharum officinarum* L.) の茎から得られた、パルミチン酸ミリスルを主成分とするものである。

性 状 本品は、淡黄～緑色の塊で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定し、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。

融 点 65～83℃

純度試験 (1) 酸価 14～50

本品約 1 g を精密に量り、エタノール／キシレン混液 (5 : 3) 80mL 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。ただし、滴定は温時に行う。

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

(3) 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)

強熱残分 1.0%以下

5. ジェルトン

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をもとに設定した。

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

臭化カリウムを用いた赤外吸収スペクトル（錠剤法・波数規定）に基づく確認試験を設定した。

④純度試験

(1) 鉛

チューインガム用ラテックスとしてのジェルトンは、主にインドネシアの中央カリマンタンや南カリマンタンで生産されている。成分規格の策定においては、以下の理由により鉛の規格値を設定した。

1) 産地によって鉛の含有量が異なる。

各地で採取された生ラテックスの精製・加工は通常現地の同一工場で行うため、ジェルトンの鉛の含有量にロットによる差異が大きいのは、産地によるものと推測される。ラテックスは自生木から採取しており、プランテーション化されていないため、産地の環境によって若干品質が異なる。

2) 使用量確保の観点から特定の地域のもを指定して購入することが困難である。

天候の影響や製材用木材として伐採されることで、採取地がしばしば変更される。

3) 先行ロット分析による購入ロット指定が困難である。

現地では鉛の分析機関が無く、事前分析が出来ない。また、ラテックスの使用用途は、一部工芸品用を除く大部分がチューインガムベース用であり、現地に散在するコミュニティの重要な生計手段の一つであるため、農家保護の観点からも生産量を全量購入することが前提とされている。

4) 検証試験において、鉛 3.99µg/g の結果が報告された。

(2) ヒ素

公定書の一般的な規格値を設定した。

⑤灰分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

ジェルトン
Jelutong
ポンチアナック

定 義 本品は、ジェルトン (*Dyera costulata* Hook F. 又は *Dyera lowii* Hook F.) の分泌液から得られた、アミリンアセタート及びポリイソプレンを主成分とするものである。

性 状 本品は、白～暗褐色の弾力性のある固体である。

確認試験 本品 2～3mg をめのう製の乳鉢に取り、少量のヘキサンで試料を膨潤させる。膨潤した試料をすり潰し、赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム 0.2～0.3g を加え、よくすり混ぜながら

ヘキサンを蒸発させたものを錠剤成形器に入れて加圧製錠する。赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 1736cm^{-1} 、 1454cm^{-1} 、 1378cm^{-1} 、 1244cm^{-1} 及び 1028cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収を認める。

純度試験 (1) 鉛 Pb として $5\mu\text{g/g}$ 以下 (0.80 g、第2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)

灰分 3.0%以下

6. 造礁サンゴ焼成カルシウム

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿を参考にして設定した。

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。

④確認試験

(1) 「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で設定していることから、採用した。

(2) 「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で設定していることから、採用した。

⑤純度試験

(1) 塩酸不溶物

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で 0.50%以下と規定されていることから、規格値 0.50%以下を採用することとした。

(2) 炭酸塩

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で設定されていることから、採用した。

(3) 鉛

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で $2\mu\text{g/g}$ 以下と規定されていることから、規格値 $2\mu\text{g/g}$ 以下を採用することとした。

(4) ヒ素

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」で $3\mu\text{g/g}$ 以下と規定されているが、国内流通品の実態に合わせて、規格値 $5\mu\text{g/g}$ 以下を採用した。

⑥強熱減量

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」では 10.0%以下 (900℃、30 分間) と規定されていることから、規格値 10.0%以下 (900℃、30 分間) を採用した。

⑦定量法

「貝殻焼成カルシウム」、「卵殻焼成カルシウム」でカルシウム塩定量法が設定されていることから、検液の調製を含めて、同一の方法を採用した。

成分規格案

造礁サンゴ焼成カルシウム Calcinated Coral Calcium

定義 本品は、焼成カルシウム（うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られた、カルシウム化合物を主成分とするものをいう。）のうち、イシサンゴ目の造礁サンゴを、焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウムである。

含量 本品を強熱したものは、酸化カルシウム（CaO=56.08）として85%以上を含む。

性状 本品は、白～灰白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品1gに水5mLを加えて懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品1gに水20mL及び酢酸（1→3）10mLを加えた後、ろ過し、ろ液をアンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.50%以下

本品5.0gを量り、水100mLを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5分間沸騰させる。冷後、定量分析用ろ紙（5種C）でろ過する。ろ紙上の残留物を、洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗う。ろ紙及び残留物を、あらかじめ450～550℃で30分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに入れ、徐々に加熱して炭化した後、450～550℃で3時間強熱し、その質量を量る。

(2) 炭酸塩 本品2.0gを量り、水50mLを加えてよく振り混ぜた後、塩酸（1→4）25mLを加えるとき、著しく泡立たない。

(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、指示薬はブ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) ヒ素 Asとして5μg/g以下（0.20g、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

本品を水2mLで潤し、塩酸（1→4）5mLを加えて溶かし、検液とする。

強熱減量 10.0%以下（900℃、30分）

定量法 本品を強熱し、その約1.5gを精密に量り、塩酸（1→4）30mLを加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に250mLとし、検液とする。カルシウム塩定量法の第1法より定量する。

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=2.804mg CaO

7. チクル

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をもとに設定した。なお、サポジラ（*Achras*

zapota L.) の学名は、学名調査 (Ylist 及び Tropicos) の結果、*Manilkara zapota* (L.) P. Royen の Basionym であることが確認されたため、*Manilkara zapota* (L.) P. Royen に修正し、もとの学名を括弧で表記した。また、チクルの原料として平成7年以前より *Manilkara chicle* (Pittier) Gilly が使用されていたことを踏まえ、定義に記載の基原を「サポジラ (*Manilkara zapota* (L.) P. Royen) 又は *Manilkara chicle* (Pittier) Gilly」に修正した。

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

臭化カリウムを用いた赤外吸収スペクトル (錠剤法・波数規定) に基づく確認試験を設定した。

④純度試験

(1)鉛

公定書の一般的な規格値を設定した。

(2)ヒ素

公定書の一般的な規格値を設定した。

⑤灰分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

チクル
Chicle
クラウンガム
チクブル
ニスペロ

定 義 本品は、サポジラ (*Manilkara zapota* (L.) P. Royen (*Achras zapota* L.)) 又は *Manilkara chicle* (Pittier) Gilly の分泌液から得られた、アミリンアセタート及びポリイソブレンを主成分とするものである。

性 状 本品は、白～茶褐色のややもろい固体である。

確認試験 本品 2～3 mg をめのう製の乳鉢に取り、少量のヘキサンで試料を膨潤させる。膨潤した試料をすり潰し、赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム 0.2～0.3 g を加え、よくすり混ぜながらヘキサンを蒸発させたものを錠剤成形器に入れて加圧製錠する。赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 1736cm^{-1} 、 1620cm^{-1} 、 1320cm^{-1} 、 1244cm^{-1} 及び 781cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収を認める。

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

(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)

灰 分 3.0～10.0%

8. トウガラシ水性抽出物

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。日持ち向上剤としての有効成分はギトゲニン配糖体を含む複雑な混合物であるが、既存添加物名簿に、「（・・・、水溶性物質を主成分・・・。）」と記載されており、既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には「ナス科トウガラシ(*Capsicum annuum* LINNE)の果実より、室温時含水エタノールで抽出したもので、タンパク質、ペプチド、ビタミンCを含む。」とされている。よって、「トウガラシ(*Capsicum annuum* L.)の果実より抽出して得られた、ギトゲニン配糖体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) 本添加物の抗菌性能の主体であるギトゲニン配糖体（ステロイドサポニン）の存在を確認するため、ステロイドサポニンが4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液との加熱により黄色を呈する反応に基づく確認試験を設定した。R_f値の規格値については、本試験法を事業者、国立医薬品食品衛生研究所（国衛研）及び日本食品分析センターで実施し、3者の試験結果を満たす値を設定した。
- (2) 本添加物の抗菌性能の主体であるギトゲニン配糖体（ステロイドサポニン）を加水分解したとき、ギトゲニンが生じる。この加水分解物ギトゲニンが4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液との加熱により黄色を呈する反応に基づく確認試験を設定した。

④純度試験

- (1) 鉛
公定書の一般的な規格値を設定した。
- (2) ヒ素
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。

成分規格案

トウガラシ水性抽出物

Capsicum Water-soluble Extract

カプシカム水性抽出物

パプリカ水性抽出物

定義 本品は、トウガラシ(*Capsicum annuum* L.)の果実から抽出して得られた、ギトゲニン配糖体を主成分とするものである。

性状 本品は、褐～黒褐色の粘性のある液体で、特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品1.0 gに水/エタノール(99.5)混液(1:1)10mLを加えて溶かし、検液とする。検液10 μ Lを量り、1-ブタノール/水/ピリジン混液(10:3:3)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やめ、風乾する。これに4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110°Cで数分間加熱した後、観察するとき、 R_f 値0.4~0.9に黄~黄褐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シリカゲルを担体とし、110°Cで1時間乾燥したものを使用する。

- (2) 本品 1.0 g に水/エタノール (99.5) 混液 (1 : 1) 10 mL を加えて溶かし、この液 9 mL を耐圧試験管に入れ、塩酸 1 mL を加えた後、密封し、90°C で 2 時間加熱する。冷後、この液 10 μ L を量り、ヘキサン/アセトン混液 (3 : 2) 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やめ、風乾する。これに4-メトキシベンズアルデヒド・硫酸試液を噴霧し、110°C で数分間加熱した後、観察するとき、 R_f 値 0.5~0.7 に黄~黄褐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シリカゲルを担体とし、110°C 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)

乾燥減量 60%以下 (105°C、5時間)

9. 乳清焼成カルシウム

規格設定の根拠

①成分規格名

成分規格英名については、既存添加物名簿収載品目リストに Tricalcium phosphate が記載されているが、「リン酸三カルシウム」と重なるため、Calcinated Whey Calciumとした。

②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をもとに設定した。

③含量

製品の実態に合わせて設定した。

④性状

製品の実態に合わせて設定した。

⑤確認試験

「骨焼成カルシウム」に倣い、モリブデン酸アンモニウムとの反応、及び「リン酸三カルシウム」に倣い、カルシウム塩の反応に基づく確認試験を設定した。

⑥純度試験

(1) 塩酸不溶物

「卵殻焼成カルシウム」に倣い、製品の実態に合わせて設定した。

(2) 鉛

「リン酸三カルシウム」を基に微量含有する有機物対策を付け加えて設定した。

ただし、規格値は「2 μ g/g以下」とした。

(3) ヒ素

「リン酸三カルシウム」に倣い、設定した。

⑦乾燥減量

製品の実態に合わせて設定した。

⑧定量法

カルシウム塩定量法の第2法を設定した。

成分規格案

乳清焼成カルシウム

Calcinated Whey Calcium

乳清第三リン酸カルシウム

ホエイ第三リン酸カルシウム

ホエイリン酸三カルシウム

定義 本品は、焼成カルシウム（うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られたカルシウム化合物を主成分とするものをいう。）の一つであり、ホエイ（乳清）を精製し、焼成して得られたものである。主成分はリン酸三カルシウムである。

含量 本品を乾燥したものは、リン酸三カルシウム ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2=310.18$) として95.0～105.0%を含む。

性状 本品は、白色の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.1gに10%硝酸試液5mLを加え、加温して溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液2mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品0.1gに酢酸（1→4）5mLを加えて沸騰させる。冷後、ろ過し、ろ液にシュウ酸アンモニウム一水和物溶液（1→30）5mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 0.5%以下

本品5.0gを量り、水100mLを加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、5分間沸騰させる。冷後、定量分析用ろ紙（5種C）でろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗う。ろ紙及び残留物を、あらかじめ450～550℃で30分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに入れ、徐々に加熱して炭化した後、450～550℃で3時間強熱し、その質量を量る。

(2) 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）

本品を白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は石英製のピーカーに入れる。徐々に加熱し炭化させ、容器に緩く蓋をして電気炉に入れ500℃で強熱し灰化する。この残渣に、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、蒸発乾固した後、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。なお、ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液を加えた後に生じる析出物は、アンモニア水を更に加えることにより溶解する。

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

本品に塩酸（1→4）5mLを加えて溶かし、検液とする。

乾燥減量 5.0%以下（200℃、3時間）

定量法 本品を乾燥し、その約0.3gを精密に量り、塩酸（1→4）10mLを加えて溶かし、更に水を加えて正確に200mLとし、検液とする。カルシウム塩定量法の第2法により定量する。

0.02mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1mL=2.068mg $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

10. 分岐シクロデキストリン

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿及び市場流通品の実態に合わせて設定した。

②含量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

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

「 α -シクロデキストリン」、「 β -シクロデキストリン」及び「 γ -シクロデキストリン」に倣い、設定した。

⑤純度試験

「 α -シクロデキストリン」、「 β -シクロデキストリン」及び「 γ -シクロデキストリン」に倣い、(1)溶状、(2)塩化物、(3)鉛、(4)ヒ素、(5)還元物質を設定した。(5)還元物質は、市場流通品の実態に合わせて、滴定時の消費量を変更した。

⑥乾燥減量

「 α -シクロデキストリン」、「 β -シクロデキストリン」及び「 γ -シクロデキストリン」に倣い、設定した。

⑦強熱残分

「 α -シクロデキストリン」、「 β -シクロデキストリン」及び「 γ -シクロデキストリン」に倣い、設定した。

⑧定量法

選択性の高いHPLC定量法を設定した。自主規格に従い、2019年度に第三者検証試験を行った結果、定量用標品 6-*O*- α -マルトシル- β -シクロデキストリンに不純物が確認され、分析不能と判定された。そこで、公定書既収載の定量用 γ -シクロデキストリンを用いた定量法を設定した。

成分規格案

分岐シクロデキストリン

Branched cyclodextrin

分岐サイクロデキストリン

定義 本品は、デンプンを酵素処理して得られた6～8個のD-グルコース単位からなるシクロデキストリンに、糖が α -1,6-グルコシド結合したものを主成分とするものである。

含量 本品を乾燥したものは、分岐シクロデキストリン 35%以上を含み、かつ総シクロデキス

トリン（ α -シクロデキストリン、 β -シクロデキストリン、 γ -シクロデキストリン及び分岐シクロデキストリン）の合計量として55%以上を含む。

性状 本品は、白色の粉末であり、においが無い。

確認試験 本品0.2gにヨウ素試液2mLを加え、水浴中で加熱して溶かした後、冷水に浸して冷却するとき、暗紫色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (0.50g、水50mL)

(2) 塩化物 Clとして0.018%以下 (0.50g、比較液 0.01mol/L塩酸0.25mL)

(3) 鉛 Pbとして1 μ g/g以下 (4.0g、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1 μ g/g以下 (1.5g、第2法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

(5) 還元物質 本品を乾燥し、その1.0gを量り、水25mLに溶かし、フェーリング試液40mLを加え、3分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら、上澄液をガラスろ過器(1G4)を用いてろ過し、沈殿を温水で洗液がアルカリ性を呈さなくなるまで洗い、洗液を先のガラスろ過器を用いてろ過し、ろ液は捨てる。沈殿に硫酸鉄(III)試液20mLを加えて溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80°Cに加熱し、0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液で滴定するとき、その消費量は70mL以下である。

乾燥減量 14.0%以下 (120°C、2時間)

強熱残分 0.1%以下 (550°C)

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、水を加えて溶かして正確に10mLとし、検液とする。別に定量用 γ -シクロデキストリンを乾燥し、約0.4gを精密に量り、水を加えて溶かし正確に10mLとし、標準液とする。別に定量用 α -シクロデキストリン0.1g及び定量用 β -シクロデキストリン0.1gを水10mLに溶かし、比較液とする。検液、標準液及び比較液をそれぞれ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。ただし、面積測定範囲は、検液注入後60分間とする。検液中の α -シクロデキストリン、 β -シクロデキストリン、 γ -シクロデキストリンは、比較液及び標準液の主ピークの保持時間と一致することにより確認し、ピーク面積を測定する。検液の α -シクロデキストリン、 β -シクロデキストリン、 γ -シクロデキストリンのピークの合計面積 X_{SUM} 及び γ -シクロデキストリンの保持時間より遅いピークの合計面積 Y_{SUM} 、また標準液の γ -シクロデキストリンのピーク面積 Z_S を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{分岐シクロデキストリンの含量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Y_{SUM}}{Z_S} \times 100$$

$$\text{総シクロデキストリンの含量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{X_{SUM} + Y_{SUM}}{Z_S} \times 100$$

ただし、 M_S ：定量用 γ -シクロデキストリンの採取量 (g)

M_T ：試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 5 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4.6mm、長さ約25cmのステンレス管

カラム温度 40°C付近の一定温度

移動相 アセトニトリル/水混液 (31:19)

流量 γ -シクロデキストリンの保持時間が14~15分になるよう調整する。

11. ミルラ

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をもとに設定した。なお、*Commiphora mukul* Engl. の学名は、学名調査 (Ylist 及び Tropicos) の結果 *Commiphora mukul* (Hook. ex Stocks) Engl. であり、*Commiphora wightii* (Arn.) Bhandari の synonym であることが確認されたためこれに修正し、もとの学名を括弧で表記した。また、既存添加物名簿には (ボツヤクの分泌液から抽出して…) と記載されているが、分泌液 (樹脂) は樹幹の表面で固化するため、「樹脂」と記載した。さらに、既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には、「成分としてコミホールを含む。」とあるが、文献調査等の結果、コミホールと言う化学物質が特定できなかったため、成分の記載は削除した。

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) 硫酸による呈色反応：硫酸による呈色反応に基づく確認試験を設定した。
- (2) 赤外吸収スペクトル：臭化カリウムを用いた赤外吸収スペクトル (錠剤法) に基づく確認試験を設定した。

④純度試験

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

⑤強熱残分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

ミルラ
Myrrh
ミル

定 義 本品は、ボツヤク (*Commiphora wightii* (Arn.) Bhandari (*Commiphora mukul* (Hook. ex Stocks) Engl.)) の樹脂から抽出して得られたものである。

性 状 本品は、淡黄～茶褐色の塊で、特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品 3 mg を量り、無水酢酸 1 mL を加えて振り混ぜた後、硫酸 1 滴を加えるとき、液は赤紫～暗赤紫色を呈する。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定し、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。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下(2.0g、第2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(0.50g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)
強熱残分 15.0%以下

12. メバロン酸

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質をもとに作成した。基原・製法・本質においてコーンスチープリカー又はカゼイン由来のペプトンを主原料とする発酵培養液より、有機溶剤で抽出して得られたものとされているが、平成8年以前及び以降にこれらのみを主原料として生産されるとの情報がないことから、主原料に関する記述を定義に設定しないこととした。

②含量

第4版自主規格では、無水物換算した際のメバロノラクトンとして97.0%以上を規定していることから、規格値97.0%以上を採用した。

③性状

既存添加物名簿収載品目リスト及び国内流通品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

- (1) 第4版自主規格で規定していることから、採用した。
- (2) 第4版自主規格で規定していることから、採用した。

⑤純度試験

(1)鉛

公定書の一般的な規格値、Pbとして $2\mu\text{g/g}$ 以下を採用した。

(2)ヒ素

第4版自主規格で As_2O_3 として $4\mu\text{g/g}$ 以下と規定されていることから、Asとして規格値 $3\mu\text{g/g}$ 以下を採用することとした。

⑥水分

第4版自主規格で5.0%以下と規定されていることから、規格値5.0%以下を採用することとした。

⑦強熱残分

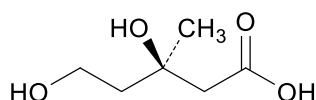
第4版自主規格で0.2%以下と規定されていることから、規格値0.2%以下を採用することとした。

⑧定量法

第4版自主規格で滴定法が採用されていることから、滴定法を採用することとした。

成分規格案

メバロン酸
Mevalonic Acid



$C_6H_{12}O_4$

分子量 148.16

(3*R*)-3,5-Dihydroxy-3-methylpentanoic acid [17817-88-8]

定義 本品は、酵母 (*Saccharomycopsis fibuligera* に限る。) の発酵培養液より、有機溶剤で抽出して得られたものである。主成分はメバロン酸である。

含量 本品を乾燥物換算したものは、メバロノラクトン ($C_6H_{10}O_3=130.14$) として 97.0% 以上を含む。

性状 本品は、淡黄～淡褐色の澄明な粘性のある液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→10) は、強酸性である。

(2) 本品を赤外吸収スペクトル測定法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。

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 (0.50g、第1法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B)

水分 5.0%以下 (1 g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 0.2%以下

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水約 10mL を加えて溶解し、0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20mL を正確に量って加え、振り混ぜ、20 分間放置した後、過量のアルカリを 0.1mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 フェノールフタレイン試液 1～2 滴)。別に空試験を行う。さらに、乾燥物換算を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 13.01mg $C_6H_{10}O_3$

13. モクロウ

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をもとに設定した。なお、主成分については、公定書の他の品目の記載に合わせ、グリセリンパルミタートをパルミチン酸グリセリルとした。また、*Rhus succedanea* L. の学名は、学名調査 (Ylist 及び Tropicos) の結果、*Toxicodendron succedaneum* (L.) Kuntze の basionym であることが確認されたためこれに修正し、もとの学名を括弧で表記した。

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

赤外吸収スペクトル：臭化カリウムを用いた赤外吸収スペクトル (錠剤法) に基づく確認試験を設定した。

④融点

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑤けん化価

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑥ヨウ素価

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦純度試験

(1) 酸価

市場流通品の実態に合わせて設定した。

(2) 鉛

公定書の一般的な規格値を設定した。

(3) ヒ素

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑧強熱残分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

成分規格案

モクロウ

Japan Wax

日本ロウ

ハゼ脂

定 義 本品は、ハゼノキ (*Toxicodendron succedaneum* (L.) Kuntze (*Rhus succedanea* L.)) の果実から得られた、パルミチン酸グリセリルを主成分とするものである。

性 状 本品は、光沢のある白～微黄色の塊で、特異なおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定し、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。

融 点 48～54℃

けん化価 200～235

本品約 1.5 g を精密に量り、キシレン 10mL 及び 0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール溶液 25mL を正確に加える。還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら 3 時間加熱する。以下油脂類試験法中のけん化価の試験を行う。

ヨウ素価 5～30

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン 30mL を加えて完全に溶解する。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 30 以下

本品約 5 g を精密に量り、エタノール (95) 50mL を加えて 60℃ で加温して溶解し、検液とする。以下油脂類試験法中の酸価の試験を行う。ただし、冷時濁りを生じるときは、温時滴定する。

(2) 鉛 Pb として 2μg/g 以下 (2.0 g、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 1.5μg/g 以下 (1.0 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.3% 以下

14. ローズマリー抽出物（水溶性及び非水溶性）

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿をもとに作成した。なお、学名は学名調査（Ylist 及び Tropicos）の結果 *Salvia rosmarinus* Schleid. の replaced synonym であることが確認されたためこれに修正し、もとの学名を括弧で表記した。また、ローズマリー抽出物は抽出溶媒及び抽出温度によって組成が異なり、水への溶解性が異なる、すなわち、水溶性と非水溶性の2種類が流通している。両者の国内流通品について分析を行ったところ、水溶性の製品ではロスマリン酸が、非水溶性の製品ではカルノシン酸及びカルノソールが主成分として確認された。よって、含有する成分が明らかに異なる2種のローズマリー抽出物を1つの成分規格としてまとめることは困難であることから、ローズマリー抽出物（水溶性）及びローズマリー抽出物（非水溶性）に分け、それぞれについて成分規格を設定した。水溶性及び非水溶性の成分組成に関する詳細は、増本らにより報告されている（日本食品化学学会誌、25(2)、105-113、2018）。

②含量

ローズマリー抽出物（水溶性）はロスマリン酸の含量、ローズマリー抽出物（非水溶性）はカルノシン酸とカルノソールの合算含量を規定した。規格値は、国内流通品の分析結果に基づいて設定した。

③性状

国内流通品の実態に合わせて設定した。

④確認試験

水溶性と非水溶性を区別するための試験として設定した。

⑤純度試験

(1)鉛

公定書の一般的な規格値を採用した。

(2)ヒ素

公定書の一般的な規格値を採用した。

⑥定量法

ローズマリー抽出物（水溶性）では、JP17「半夏厚朴湯エキス」のロスマリン酸を定量する HPLC 法を設定した。定量用標準品は、JP17 に規定されている「ロスマリン酸、定量用」を用いることとした。

ローズマリー抽出物（非水溶性）は、カルノシン酸及びカルノソールを定量する HPLC 法を設定することにした。JECFA 規格では、カルノシン酸の市販試薬を基準にして、製品中のカルノシン酸及びカルノソールを定量する HPLC 法を採用している。しかし、カルノシン酸及びカルノソールの絶対純度が明記された定量用標品は流通しておらず、すなわち、両物質の定量用標品の規格化が困難であった。そのため、絶対純度が明記された認証標準物質として流通しているジフェニルアミンを基準として、ジフェニルアミンに対する相対モル感度（RMS）を用いた HPLC 定量法を設定することにした。この RMS を用いた HPLC 定量法の詳細は、西崎らにより報告されている（Food Additives & Contaminants: Part A、36(2)203-211、2019）。

成分規格案

ローズマリー抽出物（水溶性）
Rosemary Extract (Water Soluble)
マンネンロウ抽出物（水溶性）

定 義 本品は、マンネンロウ (*Salvia rosmarinus* Schleid. (*Rosmarinus officinalis* L.)) の葉又は花から抽出して得られた、ロスマリ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 本品は、ロスマリン酸 ($C_{18}H_{16}O_8$) として5%以上で、その表示量の80~120%を含む。
性 状 本品は、黄褐~褐色の粉末で、特異なおいがある。

確認試験 本品の表示量から、ロスマリン酸含量5%に換算して1.0gに相当する量を量り、水50mLを加えて振り混ぜるとき、沈殿を生成することなく溶ける。

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

定 量 法 本品の表示量から、ロスマリン酸含量5%に換算して約0.1gに相当する量を精密に量り、少量の水に溶かした後、水/アセトニトリル/リン酸混液(800:200:1)を加えて正確に100mLとした後、メンブランフィルター(孔径0.45 μm)にてろ過し、検液とする。別に、定量用ロスマリン酸約10mgを精密に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ10 μL ずつを量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液及び標準液におけるロスマリン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を求め、次式によりロスマリン酸の含量を求める。

$$\text{ロスマリン酸の量 (\%)} = \frac{A_T}{A_S} \times \frac{M_S}{M_T} \times P$$

ただし、 M_S : 定量用ロスマリン酸の採取量 (mg)

M_T : 試料の採取量 (mg)

P : 定量用ロスマリン酸の純度 (%)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 330nm)

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4~5mm、長さ15~30cmのステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}\text{C}$

移動相 水/アセトニトリル/リン酸混液(800:200:1)

流量 ロスマリン酸の保持時間が11分付近になるよう調整する。

【試薬, 試液】

ロスマリン酸、定量用 (定量用ロスマリン酸) $C_{18}H_{16}O_8$ [20283-92-5]

本品は、白~微黄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 本品は、ロスマリン酸 ($C_{18}H_{16}O_8$) 95%以上を含む。

確認試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 1 mgをエタノール50mLに溶かし、検液とする。検液10 μ Lにつき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、ロスマリン酸のピークの頂点及び頂点の前後でピーク高さの midpoint 付近の 2 時点を含む少なくとも 3 時点以上でのピークの吸収スペクトルを比較するとき、スペクトルの形状に差がない。

操作条件

検出器 フォトダイオードアレイ検出器 (測定波長 330 nm、220~400nm)

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 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 酢酸 (1 \rightarrow 100) / メタノール混液 (13 : 7)

流量 ロスマリン酸の保持時間が約10分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 検液に紫外線 (主波長 365 nm) を 30 分間照射した液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロスマリン酸の直前に明瞭なピークを認め、そのピークとロスマリン酸のピークの分離度は 1.5 以上である。

定量法 本品約20mg及びDSS-d₆ 4mgをそれぞれ精密に量り、重水素化ジメチルスルホキシド 4 mLに溶かす。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 6.27ppm付近のシグナルの面積強度 A (水素数 1 に相当) を算出する。DSS-d₆のシグナルの面積強度を9.000としたときのAの換算値を I とし、DSS-d₆の純度を P (%) とし、次式によりロスマリン酸の含量を求める。なお、本品由来の δ 6.27ppm付近のシグナルについて、明らかな不純物のシグナルが重なっていないことを確認する。

$$\text{ロスマリン酸 (C}_{18}\text{H}_{16}\text{O}_8\text{) の含量 (\%)} = \frac{M_S \times I \times P}{M_T} \times 1.6059$$

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 0.25 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 ~ 15ppm を含む 20ppm 以上

パルス角 90 $^{\circ}$

繰り返しパルス待ち時間 64 秒以上

ダミースキャン 2 回以上

積算回数 8 回以上

測定温度 20~30 $^{\circ}$ Cの一定温度

ローズマリー抽出物 (非水溶性)

Rosemary Extract (Water Insoluble)
マンネンロウ抽出物 (非水溶性)

定義 本品は、マンネンロウ (*Salvia rosmarinus* Schleid. (*Rosmarinus officinalis* L.)) の葉又は花から抽出して得られた、カルノシン酸及びカルノソール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 本品は、カルノシン酸 (C₂₀H₂₈O₄) とカルノソール (C₂₀H₂₆O₄) の合計量として 10%以上で、その表示量の 80~120%を含む。

性状 本品は黄褐色の粉末、又は褐色のペースト又は液体で、特異なおいがある。

確認試験 本品の表示量から、カルノシン酸、カルノソールを合わせた含量 10%に換算して 10mg に相当する量を量り、水 50mL を加えて振り混ぜるとき、ほとんど溶けない。

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)

定量法 本品の表示量から、カルノシン酸とカルノソールの合計量 15%に換算して 0.5 g に相当する量を精密に量り、メタノールで正確に 100mL とし、試料液とする。この試料液 5 mL 及び定量用内標準液 5 mL を正確に量り、混合し、検液とする。ただし、定量用内標準液は、定量用ジフェニルアミン約 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。別に定量用内標準液 5.0mL を量り、メタノールを加えて 10mL とし、標準液 1 とする。また、カルノシン酸 1mg を量り、メタノールを加えて 10mL とし、標準液 2 とする。カルノソール 1mg を量り、メタノールを加えて 10mL とし、標準液 3 とする。検液及び標準液 1、2 及び 3 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。検液のジフェニルアミン、カルノシン酸及びカルノソールのピーク面積 A_D、A_{CA} 及び A_{CL} を測定し、以下の式によりカルノシン酸とカルノソールの合計量を求める。ただし、検液中のジフェニルアミン、カルノシン酸及びカルノソールは、標準液 1、2 及び 3 との保持時間の比較により同定する。

$$\text{カルノシン酸の量 (\%)} = \frac{M_D}{M_T} \times \frac{A_{CA}}{A_D} \times \frac{MW_{CA}}{MW_D} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

ただし、M_D : 定量用ジフェニルアミンの採取量 (mg)

M_T : 試料の採取量 (mg)

MW_{CA} : カルノシン酸の分子量 (332.42)

MW_D : ジフェニルアミンの分子量 (169.23)

RMS : カルノシン酸のジフェニルアミンに対する相対モル感度 (0.0809)

P : 定量用ジフェニルアミンの純度 (%)

$$\text{カルノソールの量 (\%)} = \frac{M_D}{M_T} \times \frac{A_{CL}}{A_D} \times \frac{MW_{CL}}{MW_D} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

ただし、MW_{CL} : カルノソールの分子量 (330.42)

RMS : カルノソールのジフェニルアミンに対する相対モル感度 (0.111)

カルノシン酸とカルノソールの合計量 (%)

＝カルノシン酸の量（％）＋カルノソールの量（％）

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 284nm）

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 30℃

移動相 水／アセトニトリル／メタノール／ギ酸混液（200：400：400：1）

流量 ジフェニルアミンの保持時間が約 6 分になるよう調整する。

【試薬、試液】

カルノシン酸 C₂₀H₂₈O₄ [3650-09-7]

本品は、白～微黄色の結晶又は粉末である。

カルノソール C₂₀H₂₆O₄ [5957-80-2]

本品は、白～微黄色の結晶又は粉末である。

ジフェニルアミン、定量用（定量用ジフェニルアミン） C₁₂H₁₁N [122-39-4]

本品は、白～微黄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 本品は、ジフェニルアミン（C₁₂H₁₁N）99％以上を含む。

定量法 本品約20mg及び1，4-B TMS B-d₄約4mgをそれぞれ精密に量り、重水素化メタノール4mLを加えて溶かす。この液を外径5mm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。1，4-B TMS B-d₄のシグナルを δ 0 ppmとし、 δ 6.95ppm、 δ 6.81ppm及び δ 6.57ppm付近のシグナル面積強度をそれぞれA₁（水素数4に相当）、A₂（水素数4に相当）及びA₃（水素数2に相当）とするとき、A₁/A₂及び(A₁/2)/A₃及び(A₂/2)/A₃がそれぞれ1.0となることを確認する。1，4-B TMS B-d₄のシグナルの面積強度を18.00としたときのA₁、A₂及びA₃の和をIとし、水素数の和をN、1，4-B TMS B-d₄の純度をP（％）とし、次式によりジフェニルアミンの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな不純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。

$$\text{ジフェニルアミン (C}_{12}\text{H}_{11}\text{N) の含量 (\%)} = \frac{M_S \times I \times P}{M_T \times N} \times 0.7472$$

ただし、M_S：1，4-B TMS B-d₄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 0.25 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 -5～15ppmを含む20ppm以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 64 秒以上

ダミーキャン 2 回以上

積算回数 8 回以上

測定温度 20~30°Cの一定温度

(2) 添加物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】

1. ウコン色素
2. キシラナーゼ及びデキストラナーゼ
3. タール色素の製剤
4. ピロ亜硫酸カリウム
5. ラカンカ抽出物

【改正品目】

1. ウコン色素

改正の概要及び根拠

①品目名

ウコン色素は、別名がクルクミン、ターメリック色素、英名が Curcumin、英別名が Turmeric Oleoresin とされている。一方、JECFA には、Curcumin と Turmeric Oleoresin の 2 つが収載されている。公定書英文版では、通常、和名に対応する英名を採用するとされており、このルールに従えばウコン色素の場合は、Curcumin を採用することとなる。しかしながら、ウコン色素の成分規格の内容が JECFA の Turmeric Oleoresin に近いと考えられることから、公定書英文版では、Turmeric Oleoresin を採用している。

公定書和文版と英文版で名称と別名が不一致のとき、品目の管理が複雑となること、国内外への説明が不明瞭となることから、ウコン色素の英名及び別名を改正する。

②特記事項

(1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等

英名及び別名の変更のみであり、食品健康に影響を及ぼさない。

成分規格改正案

ウコン色素

~~Curcumin~~

Turmeric Oleoresin

Curcumin

~~クルクミン~~

ターメリック色素

クルクミン

定 義 本品は、ウコン (*Curcuma longa* L.) の根茎から得られた、クルクミンを主成分とするものである。食用油脂を含むことがある。

(以下省略)

2. キシラナーゼ及びデキストラナーゼ

改正の概要及び根拠

①キシラナーゼ活性試験法の第1法、及びデキストラナーゼ活性試験法の第2法

指示薬をデンブンプン試液から溶性デンブンプン試液に変更する。

下表に酵素活性試験法において滴定による活性確認をしている品目を列記した。全て溶性デンブンプン

試液を指示薬としているが、これは指示薬に使用する水溶性デンプンをそれぞれの酵素活性試験法の基質に使用されている溶性デンプンに合わせたためである。キシラナーゼ活性試験法（第1法）、デキストラナーゼ活性試験法（第2法）においては、酵素活性試験法の基質にデンプンを使用しないため同原理の滴定法の指示薬にデンプン試液を使用することとされた。しかし、実際には、溶性デンプン試液が使用されているため改正を要望する。

分類	ページ	品名等	項目	滴定時の指示薬
D	403, 404	β-アミラーゼ	第1法、第2法	溶性デンプン試液
D	443	インベルターゼ	第1法	溶性デンプン試液
D	489	カタラーゼ	第2法	溶性デンプン試液
D	766	デキストラナーゼ	第1法	溶性デンプン試液
D	803	ナリンジナーゼ		溶性デンプン試液
D	902	ペクチナーゼ	第1法	溶性デンプン試液
D	908	ヘスペリジナーゼ		溶性デンプン試液

(注) ページは、公定書の記載頁。

分類はそれぞれ公定書の項目 A 通則、B 一般試験法、C 試薬・試液等、D 成分規格・保存基準各条に対応

②特記事項

- (1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等
指示薬の変更であり、食品健康に影響はない。

成分規格改正案

キシラナーゼ

Xylanase

定 義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus aculeatus*、*Aspergillus awamori*、*Aspergillus niger*、*Disporotrichum dimorphosporum*、*Humicola insolens*、*Rasamsonia emersonii*、*Trichoderma koningii*、*Trichoderma longibrachiatum*、*Trichoderma reesei* 及び *Trichoderma viride* に限る。) 又は放線菌 (*Streptomyces avermitilis*、*Streptomyces thermoviolaceus* 及び *Streptomyces violaceoruber* に限る。) の培養物から得られた、キシラン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、においがなく、又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、キシラ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 5 µg/g 以下 (0.80 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フリューム方式)

ただし、検液の調製において、残留物が硝酸 (1→100) 5 mL 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 3 µg/g 以下 (0.50 g、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 1 g 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。

キシラナーゼ活性試験法 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 0.50 g を量り、pH4.5 の酢酸緩衝液 (0.01mol/L) 若しくは水を加えて溶解若しくは均一に分散して 5mL としたものの又はこれを更に同緩衝液若しくは水を用いて 10 倍、100 倍、1000 倍、10000 倍若しくは 100000 倍に希釈したものを試料液とする。

キシラン又はアラビノキシラン 4.0 g を量り、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 50mL にかくはんしながら徐々に加えて溶かした後、フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 2 滴を加える。この液を塩酸試液 (1 mol/L) で中和した後、酢酸緩衝液 (pH4.5) 100mL を加え、水を加えて 200mL としたものを基質溶液とする。

試験管に基質溶液 2 mL を量り、40℃で 5 分間加温し、試料液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、40℃で 30 分間加温した後、硫酸 (3→50) 0.5mL を加えてよく振り混ぜる。この液を 10 分間放置した後、フェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 1 滴を加え、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) で中和し、水を加えて 5 mL とした後、銅試液 (キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用) 5 mL を加えてよく振り混ぜる。試験管に軽く栓をし、時々振り混ぜながら 20 分間水浴中で加熱した後、20~30℃に急冷する。冷後、この液にヨウ化カリウム溶液 (1→40) 2 mL を加えて振り混ぜ、更に硫酸 (3→50) 1.5mL を加えて直ちに激しく振り混ぜ、液が澄明になったとき、検液とする。別に試験管に基質溶液 2 mL を量り、硫酸 (3→50) 0.5mL を加えて振り混ぜた後、試料液 1 mL を加えてよく振り混ぜる。この液にフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 1 滴を加え、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を 0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液でそれぞれ滴定し、液が微黄色になったとき、~~デンブ~~溶性デンブ試液 1 mL を加え、青色が消えるまで滴定を続けるとき、検液の 0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.005mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

第2法 本品 0.50 g を量り、pH4.7 の酢酸・水酸化ナトリウム緩衝液 (0.025mol/L) を加えて溶解若しくは均一に分散して 50mL としたもの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。

試料液 1 mL を量り、40℃で 5 分間加温した後、アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン 100mg を加えて 40℃で 10 分間静置した後、2 w/v % 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 10mL を加えて直ちにかくはんする。この液を室温で 5 分間放置した後、かくはんしてろ紙でろ過し、ろ液を検液とする。別に試料液 1 mL を量り、2 w/v % 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 10mL を加えてよく振り混ぜ、アズリン色素架橋小麦アラビノキシラン 100mg を加えて 10 分間放置した後、ろ紙でろ過し、比較液とする。検液及び比較液につき、波長 590nm 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。

第3法 「ヘミセルラーゼ」のヘミセルラーゼ活性試験法第1法を準用する。

第4法 「ヘミセルラーゼ」のヘミセルラーゼ活性試験法第2法を準用する。

デキストラナーゼ

Dextranase

定義 本品は、糸状菌 (*Chaetomium erraticum*、*Chaetomium gracile* 及び *Penicillium lilacinum* に限る。) の培養物から得られた、デキストラン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、においが無い、又は特異なにおいがある。

確認試験 本品は、デキストラ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 $5\ \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.80 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0 mL、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) 5 mL 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 $3\ \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第 5 法、標準色 ヒ素標準液 3.0 mL、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 1 g 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。

デキストラナーゼ活性試験法 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 1.0 g を量り、リン酸緩衝液 ($0.01\text{mol}/\text{L}$ 、pH7.0、アルブミン含有) を加えて溶解若しくは均一に分散して 100 mL 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。

デキストラン (分子量 2000000) 2.5 g を量り、pH5.1 の酢酸緩衝液 ($0.1\text{mol}/\text{L}$) に溶かして 100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

試験管に基質溶液 2 mL を量り、 40°C で約 10 分間加温し、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、 40°C で 10 分間加温した後、硫酸試液 ($1\text{mol}/\text{L}$) 0.5 mL を加えて振り混ぜ、約 10 分間放置する。この液にフェノールフタレイン・炭酸ナトリウム試液 1 滴を加え、水酸化ナトリウム試液 ($5\text{mol}/\text{L}$) で中和し、銅試液 (キシラナーゼ・デキストラナーゼ活性試験用) 5 mL を加えて混和し、試験管に軽く栓をして水浴中で 20 分間加熱する。この液を流水中で冷却した後、沈殿が管底に溜まるまで 40°C で加温しながら 10 分以上静置する。冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1→40) 2 mL を加え、硫酸試液 ($1\text{mol}/\text{L}$) 1.5 mL を加え、液が褐色澄明になるまでかき混ぜ、検液とする。別に試験管に基質溶液 2 mL を量り、 40°C で約 10 分間加温し、硫酸試液 ($1\text{mol}/\text{L}$) 0.5 mL を加えた後、試料液 1 mL を加えて振り混ぜ、約 10 分間放置する。この液を検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液を $0.005\text{mol}/\text{L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 溶性ゲンブレン試液 0.5 mL) するとき、検液の $0.005\text{mol}/\text{L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の $0.005\text{mol}/\text{L}$ チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

第 2 法 本品 1.0 g を量り、水を加えて溶解若しくは均一に分散して 100 mL としたもの又はこれを更に水を用いて 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。

デキストラン (分子量 70000) 1.0 g を量り、水を加えて溶かし、100 mL としたものを基質溶液とする。用時調製する。

基質溶液 10mL を量り、pH5.8 の酢酸緩衝液 (0.1mol/L) 4 mL を加えて振り混ぜ、37°C で 10 ~15 分間加温した後、試料液 1 mL を加えて混和し、37°C で 30 分間加温する。この液 2 mL を量り、水 3 mL 及びヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 (0.025mol/L) 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、硫酸亜鉛・塩化ナトリウム・ヨウ化カリウム試液 5 mL 及び酢酸 (1 →20) 3 mL を加え、検液とする。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、比較液とする。検液及び比較液を 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定 (指示薬 ~~デンブ~~溶性デンブ試液 5 滴) し、青色が消えるまで滴定を続けるとき、検液の 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量は比較液の 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量よりも小さい。

3. タール色素の製剤

改正の概要及び根拠

①確認試験 第2欄

タール色素の製剤の成分規格・保存規準各条 確認試験において、ろ紙クロマトグラフィーによるタール色素製剤中の色素または色素レーキをタール色素の標準品と比較し同定することとなっているが、タール色素の標準品を用いて調製する対照液の調製方法について記載がされていないため、操作方法の追記を要望する。また、一般試験法 24 タール色素製剤試験法における試験項目名の変更に伴い、試験項目名を変更する。

②特記事項

(1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等

試験法及び規格値の変更ではないため食品健康への影響はない。

成分規格改正案

(二重下線改正箇所は、第9回検討会審議済のものを示す。)

タール色素の製剤

Preparations of Tar Colors

定義 本品は、タール色素であって、法第25条第1項に規定する表示が付されたものを含む製剤である。

確認試験 次の表の第1欄に掲げるタール色素の区分に応じ、それぞれ同表の第2欄に掲げる操作を行う。~~この操作に~~検液より得られたスポット及びそのタール色素の標準品を用いて同様に操作して調製した対照液 (タール色素として 0.03~0.1%溶液) より得られたスポットについて、両者を比較するとき、色調及びR_f値が等しい。

第1欄	第2欄
「 <u>食用赤色2号</u> 」、 <u>「食用赤色3号</u> 」、 <u>「食用赤色40号</u> 」、 <u>「食用赤色102号</u> 」、 <u>「食用赤色104号</u> 」、 <u>「食用赤色105号</u> 」、 <u>「食用黄色4号</u> 」、 <u>「食用黄色5号</u> 」及び <u>「食用青色2号</u> 」	第1欄に掲げるものの製剤を、タール色素として0.1%溶液 (不溶物がある場合には、毎分3000~3500回転で遠心分離を行い、不溶物を除去する。) とし、検液としてタール色素製剤試験法中の <u>他のタール色素製剤に含まれる</u> 色素により展開を行う。

「 <u>食用赤色 106 号</u> 」	第 1 欄に掲げるものの製剤を、タール色素として 0.03% 溶液（不溶物がある場合には、毎分 3000～3500 回転で遠心分離を行い、不溶物を除去する。）とし、検液としてタール色素製剤試験法中の <u>他のタール色素製剤に含まれる</u> 色素により展開を行う。
「 <u>食用緑色 3 号</u> 」及び「 <u>食用青色 1 号</u> 」	第 1 欄に掲げるものの製剤を、タール色素として 0.05% 溶液（不溶物がある場合には、毎分 3000～3500 回転で遠心分離を行い、不溶物を除去する。）とし、検液としてタール色素製剤試験法中の <u>他のタール色素製剤に含まれる</u> 色素により展開を行う。
「 <u>食用赤色 2 号アルミニウムレーキ</u> 」、 <u>食用赤色 40 号アルミニウムレーキ</u> 、 <u>食用黄色 4 号アルミニウムレーキ</u> 、 <u>食用黄色 5 号アルミニウムレーキ</u> 、 <u>食用緑色 3 号アルミニウムレーキ</u> 及び <u>食用青色 1 号アルミニウムレーキ</u>	タール色素のアルミニウムレーキとして 0.5 g に対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水 50mL を加え、よく振り混ぜた後、毎分 3000～3500 回転で約 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水 50mL を加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素製剤試験法中の <u>他のタール色素製剤に含まれる</u> 色素レーキ(1)により検液を調製し、展開を行う。
「 <u>食用赤色 3 号アルミニウムレーキ</u> 」	タール色素のアルミニウムレーキとして 0.5 g に対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水 50mL を加えてよく振り混ぜた後、毎分 3000～3500 回転で約 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水 50mL を加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素製剤試験法中の <u>他のタール色素製剤に含まれる</u> 色素レーキ(2)により検液を調製し、展開を行う。
「 <u>食用青色 2 号アルミニウムレーキ</u> 」	タール色素のアルミニウムレーキとして 0.5 g に対応する第 1 欄に掲げるものの製剤の量を量り、遠心管に入れ、水 50mL を加えてよく振り混ぜた後、毎分 3000～3500 回転で約 10 分間遠心分離する。上澄液を除去し、残留物に水 50mL を加え、よく振り混ぜた後、再び遠心分離する。この操作を更に 3 回繰り返した後、残留物を試料としてタール色素製剤試験法中の <u>他のタール色素製剤に含まれる</u> 色素レーキ(3)により検液を調製し、展開を行う。

純度試験 (1) 重金属 Pb として 20 μ g/g 以下（タール色素製剤試験法、重金属）

(2) ~~マンガン 食用赤色 106 号、食用緑色 3 号及び食用青色 1 号を含む製剤色素の含有量が 50% を超える場合には Mn として 50 μ g/g 以下、50% 以下の場合には Mn として 25 μ g/g 以下（タール色素製剤試験法、マンガン及びクロム(1)）~~

(3) ~~クロム 食用赤色 106 号、食用緑色 3 号及び食用青色 1 号を含む製剤色素の含有量が 50% を超える場合には Cr として 50 μ g/g 以下、50% 以下の場合には Cr として 25 μ g/g 以下（タール色素製剤試験法、マンガン及びクロム(2)）~~

(4) ~~ヒ素 As として 3 μ g/g 以下~~

タール色素のアルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤にあつては、タール色素試験法中の、タール色素のアルミニウムレーキを含むタール色素の製剤にあつては、タール色素レーキ試験法中のヒ素の試験を行う。

4. ピロ亜硫酸カリウム

改正の概要及び根拠

①品目名

ピロ亜硫酸カリウムの英名が Potassium Pyrosulfite、別名がメタ重亜硫酸カリウムとされている。一方、ピロ亜硫酸ナトリウムの英名が Sodium Metabisulfite、英別名が Sodium Pyrosulfite、別名がメタ重亜硫酸ナトリウム、酸性亜硫酸ソーダとされている。また、JECFA ではそれぞれに対応する品目の英名が、Potassium Metabisulfite、Sodium Metabisulfite とされている。このようにピロ亜硫酸カリウムとピロ亜硫酸ナトリウムの英名が異なること、また、JECFA の名称との不一致は混乱を生じると考えられることから、ピロ亜硫酸カリウムの英名及び英別名をピロ亜硫酸ナトリウムに倣い改正する。

②特記事項

(1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等

英名及び英別名の変更のみであり、食品健康に影響を及ぼさない。

成分規格改正案

ピロ亜硫酸カリウム

[Potassium Metabisulfite](#)

Potassium Pyrosulfite

メタ重亜硫酸カリウム

$K_2S_2O_5$

分子量 222.33

Potassium disulfite [16731-55-8]

含 量 本品は、ピロ亜硫酸カリウム ($K_2S_2O_5$) 93.0%以上を含む。

5. ラカンカ抽出物

改正の概要及び根拠

①性状

第3回検討会にて、審議され、「白～淡褐色」に改正予定である。

②確認試験

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、定量法に基づくモグロシドVの確認試験を設定した。

③定量法

公定書では、市販モグロシドV標準品を用いる HPLC が設定されている。しかし、市販モグロシドV標準品の正確な純度は不明であり、成分規格ではこの標準品の純度を100%として定量するよう定められている。よって、設定される定量法には、ラカンカ抽出物中のモグロシドV含量は真の値より大きめに算出されるという欠点がある。さらに、ラカンカ抽出物の成分規格の運用面には、モグロシドVの定量分析の機会が少ないため市販モグロシドV標準品の生産の費用対効果は低く、結果として供給維持が困難となると予想され、供給停止となった場合、規格試験が実施できないという欠点がある。よって、この2つの欠点を排除した公定法の設定するために、定量用カフェインに対する相対モル感度を用いたシングルリファレンス法 (RMS法) を採用した。

④試薬

RMS 法が採用された場合、公定書に収載の「モグロシドV、定量用」の品質（純度）は、ラカンカ抽出物の含量に影響を与えなくなる。そのため、モグロシドVの確認試験及び純度試験を無くし、使用できる市販試薬に幅を持たせた。定量用カフェイン及び重水は、第5回検討会の「コチニール色素」で審議された試薬規格を載せた。

⑤特記事項

(1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等

この改正要望は、試験法の改正要望で、規格値の変更はなく、食品健康に影響はない。

成分規格案

ラカンカ抽出物

Luohanguo Extract

ラカンカエキス

含 量 本品を乾燥したものは、モグロシドV ($C_{60}H_{102}O_{29}=1287.43$) 20%以上を含む。

性 状 本品は、淡黄白～淡褐色の粉末であり、味は甘い。

確認試験 ~~(1) 本品を乾燥し、その5～10mgに、無水酢酸2mLを加え、2分間加温した後、硫酸0.5mLを静かに加えるとき、接界面は、赤褐色を呈する。~~
~~(2) 本品50mg～0.1gを量り、70vol%メタノール1～3mLに懸濁し、検液とする。別に定量用モグロシドV 5～10mgを70vol%メタノール1～3mLに溶かし、対照液とする。検液及び対照液をそれぞれ2μLずつ量り、メタノール/酢酸ブチル/水混液(15:15:4)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、硫酸(1→10)を均等に噴霧し、105℃で10分間加熱した後、観察するとき、検液から得た数個のスポットのうち1個のスポットは、対照液から得た暗紫色のスポット(モグロシドV)と色調及び R_f 値が等しい。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を用いる。定量法の検液及び標準液につき、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、検液には標準液のモグロシドVのピークと保持時間の一致するピークを認める。~~

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

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

乾燥減量 6.0%以下(105℃、2時間)

強熱残分 2.0%以下

定 量 法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、70vol%メタノールに懸濁して正確に100mLとした後、メンブランフィルター(孔径0.45μm)でろ過し、検液とする。~~別に定量用モグロシドVを乾燥し、その約5mgを精密に量り、70vol%メタノールに溶かして正確に10mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ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。検液及び標準液のモグロシドVのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。別に定量用カフェイン約10mgを精密に量り、水に溶かして正確に500mLとし、定量用外標準液とする。また、モグロシドV 5mgを量り、70vol%メタノールに溶かして正確に10mLとし、標準液とする。~~

検液、定量用外標準液及び標準液をそれぞれ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う。検液のモグロシドVのピーク面積 A_M 及び定量用外標準液のカフェインのピーク面積 A_C をそれぞれ測定し、次式によりモグロシドVの含量を求める。ただし、検液中のモグロシドVは、標準液との保持時間の比較により同定する。

モグロシドV ($C_{60}H_{102}O_{29}$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{定量用モグロシドVの採取量 (g)} \times A_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times A_S} \times 10 \times 100$$

$$= \frac{C_C}{C_T} \times \frac{A_M}{A_C} \times \frac{MW_M}{MW_C} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

ただし、 C_C : 定量用外標準液中のカフェインの濃度 (mg/mL)

C_T : 検液中の試料の濃度 (mg/mL)

MW_M : モグロシドVの分子量 (1287.43)

MW_C : カフェインの分子量 (194.19)

RMS : モグロシドVのカフェインに対する相対モル感度 (0.127)

P : 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 (測定波長 203nm)~~

~~カラム充填剤 5 μ mの液体クロマトグラフィー用アミノ化ポリビニルアルコールゲル~~

~~カラム管 内径4~6mm、長さ25~30cm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/水混液 (37 : 13)~~

~~流量 モグロシドVの保持時間が15~20分になるように調整する。~~

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 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 (検液用) 水/アセトニトリル/ギ酸混液 (780 : 220 : 1)

移動相 (定量用外標準液用) 水/アセトニトリル/ギ酸混液 (900 : 100 : 1)

流量 1.0mL/分

【試薬・試液】

(「カフェイン、定量用」は、第5回検討会：コチニール色素において作成済みのため、以下は参考情報)

カフェイン、定量用 (定量用カフェイン) $C_8H_{10}N_4O_2$ [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℃

定量法 本品約5mg及びDSS-d₆約1mgをそれぞれ精密に量り、重水1mLを加えて溶かす。この液を外径5mm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δ0ppmとし、δ3.30～3.47ppm、δ3.92ppm及びδ7.88ppm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 -5～15ppm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

ダミースキャン 1回以上

積算回数 8回以上

測定温度 20～30℃の一定温度

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。

定量用カフェイン—カフェイン、定量用を見よ。

~~定量用モグロシドV—モグロシドV、定量用を見よ。~~

モグロシドV、**定量用** C₆₀H₁₀₂O₂₉ [88901-36-4]

本品は、白～淡黄色の粉末であり、味は甘い。

~~確認試験—本品を-105℃で2時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により試験を行うとき、波数3430cm⁻¹、2930cm⁻¹、1634cm⁻¹、1383cm⁻¹、1170cm⁻¹、1075cm⁻¹及び1038cm⁻¹付近に吸収を認める。~~

~~純度試験—類縁物質—本品5mgをアセトニトリル/水混液(74:26)1mLに溶かし、検液とする。検液0.5mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液(74:26)を加えて正確に10mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ5μL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、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピ~~

~~ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、溶媒ピークの後ろから、主ピークの保持時間の2倍までとする。~~
~~操作条件「ラカンカ抽出物」の定量法の操作条件を準用する。~~

(3) 第9版食品添加物公定書改正事項について

以下の一般試験法の設定及び改正並びに規格整備案（一般試験法、試薬・試液及び成分規格・保存基準各条）が決定された。

1) 一般試験法の設定

1. 質量分析法
2. 滴定終点検出法

2) 一般試験法の改正

1. 液体クロマトグラフィー
2. 核磁気共鳴スペクトル測定法
3. ガスクロマトグラフィー
4. 赤外吸収スペクトル測定法
5. タール色素試験法
6. タール色素製剤試験法
7. タール色素レーキ試験法
8. 粘度測定法

3) 試薬・試液等の改正

1. 定量用試薬の名称
2. ろ紙
- 4) その他
 1. 強熱の条件が不明確なもの
 2. 9版収載事項及び以後設定された事項
 3. 1つの規格に含まれる複数の小規格の個別規格化

1) 一般試験法の設定

1. 質量分析法

設定の根拠

質量分析法は、分子をイオン化し、生成したイオンを検出する方法であり、被検成分に由来するイオンの質量及びイオン強度を確認することにより、物質の定性及び定量を行うことができる。公定書では、「C 試薬・試液等（3試薬、レバウジオンドC、D及びF）」及び「D 成分規格・保存基準各条（1品目、トリメチルアミン）」に、質量分析法を用いた試験法が設定されている。特にクロマトグラフィーと組み合わせた質量分析法は、高い選択性を有し、迅速な定性及び定量が可能となる。また、近年、国外の食品添加物の試験法は、質量分析法を採用するものも増えており、成分規格の国際整合性のためにも今後質量分析法の導入が必要とされる。

第十七改正日本薬局方では、「2.62 質量分析法」が既に設定されていることから、これを参考に、第10版公定書の一般試験法に「質量分析法」を導入する。

一般試験法案

XX. 質量分析法

質量分析(Mass spectrometry : MS)は、分子をイオン化させ、統一原子質量単位に対する比で表

したイオンの相対質量(m)をイオンの電荷数(z)で割って得られる無次元量の m/z 値に応じてイオンを分離検出する方法であり、被検成分の確認、純度の試験等に用いる。統一原子質量単位は基底状態の ^{12}C の12分の1の質量であり、原子、分子及びイオンの質量を表す際に用いられる。測定結果は、イオンの m/z 値を x 軸に、それに対する信号の相対強度を y 軸に示したマススペクトルとして示される。被検成分の分子を構成する各元素の単一同位体(通常、天然存在比が最大の同位体)だけからなる分子又はイオンの精密質量をモノアイソトピック質量という。通常、マススペクトル上には、モノアイソトピックイオンとともにその同位体イオンが存在する。分子質量関連イオンの m/z 値から被検成分の分子の質量を求めることが可能であり、フラグメントイオンが観測される場合には、フラグメントイオンの質量、分子質量関連イオンとフラグメントイオンの質量差等から構造の確認や推定を行うことが可能である。タンデム質量分析(MS/MS)は、 m/z 値により選択されたプリカーサーイオンを解離させ、生じたプロダクトイオンを質量分析に供する手法である。観測したプロダクトイオンの m/z 値により、構造の確認や推定を行うことが可能である。概略は次の図による。

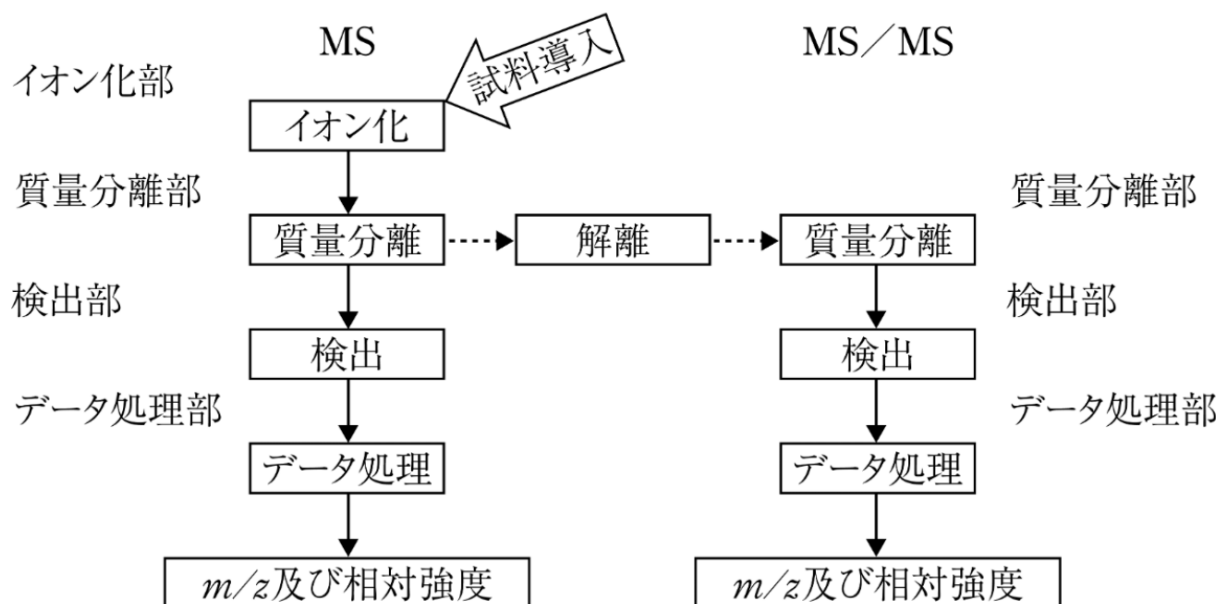


図1 MS及びMS/MSの概念図

装置

質量分析計は、通常、試料導入部、イオン化部(イオン源)、質量分離部、検出部及びデータ処理部からなる。また、質量分離部等を高真空に保つための排気系を備える。イオン化部への試料の導入法としては、被検成分を含む溶液等をシリンジポンプやキャピラリーチップ等を利用してイオン化部に導入する直接注入法、また、被検成分を含む液体や固体をガラス管等に詰め、イオン化部の電子線や反応イオン雰囲気のごく近傍まで導入する直接導入法等がある。さらに、ガスクロマトグラフィー、液体クロマトグラフィー、キャピラリー電気泳動等の分離分析法により分離した各成分を連続的にイオン化部に導入する方法等がある。イオン化法は、生成するイオン種及び相対強度に影響を及ぼすため、試料や被検成分及び分析目的に適したイオン化法を選択する。質量分析計に導入された被検成分はイオン化部においてイオン化され、正又は負の電荷を有するイオンを生成する。質量分析法には様々なイオン化法があり、測定対象となる被検成分の極性や分子量及び目的等に応じて最適なイオン

化法を選択することが重要となる。質量分離部では、イオン化部において生成したイオンが m/z 値に基づいて分離される。その結果、対象とする被検成分に由来するイオンの質量や相対存在量を測定することができる。質量分離部を通過したイオンは、通常、検出部において電子を放出させることにより電気信号として記録される。

一段階目の質量分離部でプリカーサーイオンを選択し、イオンを解離させ生じたプロダクトイオンを二段階目の質量分離部で分離し、検出するタンデム質量分析計がある。イオンの構造の確認又は推定、特異的及び高感度な分析に用いられる。タンデム質量分析は、プリカーサーイオンの選択、イオンの解離及びプロダクトイオンの分離を、それぞれ前段の質量分離部、中間領域及び後段の質量分離部で行う空間的タンデム質量分析と、同一の質量分離部の異なる時間区分で行う時間的タンデム質量分析とに分類される。前者の質量分析計として、三連四重極型、四重極飛行時間型、飛行時間飛行時間型等がある。後者の質量分析計として、イオントラップ型があり、プリカーサーイオンの選択、解離及びプロダクトイオンの分離を複数回繰り返すことにより、 MS^n が可能である。

操作法

装置の指示に従って、適当な標準物質を用い、質量分析計の質量校正を行う。また、イオン化部、質量分離部、検出器のガス圧、温度、電圧値等の設定パラメータを調整し、検出されるイオンピークの形状、感度、相対強度を最適化する。イオン化部の各種パラメータは、生成するイオン種、質量分離部に輸送されるイオン種及び相対強度に影響し、質量分離部に関連するパラメータは、ピーク幅、質量真度、質量分解能、感度等に影響し、検出器のパラメータは信号強度及びシステム感度に影響する。代表的なイオン化法として、電子イオン化 (Electro ionization : E I) 法、化学イオン化 (Chemical ionization : C I) 法、エレクトロスプレーイオン化 (Electrospray ionization : E S I) 法、大気圧化学イオン化 (Atmospheric pressure chemical ionization : A P C I) 法、マトリックス支援レーザー脱離イオン化 (Matrix-assisted laser desorption/ionization : M A L D I) 法等がある。また、質量分析の測定法として、全イオンモニタリング (Total ion monitoring : T I M)、選択イオンモニタリング (Selected ion monitoring : S I M)、選択反応モニタリング (Selected reaction monitoring : S R M) 等、被検成分の確認、純度や定量等の試験に必要なとされるデータを取得することができる様々な手法がある。成分規格・保存基準各条等に従って検液を調製し、規定された操作条件に従って測定する。質量分析は、分子の質量や構造情報に基づく特異的な検出法として、確認、純度や定量等の試験に用いられる。

(1) 確認の試験 質量分析による被検成分の確認試験は、通例、被検成分の分子の質量の確認により行われる。通例、標準被検成分を用いて、測定値が各条で規定された値の範囲内であること、又は規定されたイオンが検出されることを確認したのち試験を行う。ただし、標準被検成分がない場合、規定されたイオン化法や質量範囲に応じて、装置の各構成ユニットの測定パラメータを最適化する必要がある。クロマトグラフィー等の分離分析と組み合わせて確認試験を実施することもできる。装置の質量分解能及び被検成分の分子の質量に応じて、質量分析で求めた被検成分の分子の質量は、モノアイソトピック質量や分子量に対応させることができる。通常、モノアイソトピックピークより主同位体のみからなる分子の質量を求めるが、分子量が大きい又は分解能が十分でない等の理由でモノアイソトピックピークが確認できない場合は、ピークの加重平均等から分子の平均質量を求める。タンパク質等の分子量が大きな被検成分を ESI/MS で分析した場合、多数の多価イオンとして観測されるので、デコンボリューション処理により平均質量を求める。被検成分の分子より生じた特徴的な部分構造情報を含むフラグメントイオンやプロダクトイオンの検出と組み合わせることもある。

(2) 純度及び定量の試験 質量分析による被検成分の純度及び定量の試験は、通例、試料中の被検成分の規格値に対応する濃度の標準溶液等を用いて、クロマトグラフィー等の分離分析と組み合わせて行われる。液体クロマトグラフィー質量分析で用いる移動相の条件はカラム分離とイオン化の両方に適した組成となるよう考慮する必要がある。試験溶液中の特定の成分より生じる分子質量関連イオン若しくは特徴的なフラグメントイオンやプロダクトイオンのピーク面積又は高さを測定し、標準溶液中の対象とする成分より生じるイオンのピーク面積又は高さと比較する。より正確な値や精度のよい結果を得るために、測定対象とする被検成分の安定同位体標識化合物や類似化合物等を内標準物質として試験溶液に添加する方法も可能である。被検成分や内標準物質の分析対象イオンには、純度試験及び定量に適したイオンを選択するよう留意する。また、標準溶液の分析結果から作成する検量線や、内標準物質に対する被検成分の検出感度の比から得られる関係線は、純度試験及び定量に適した濃度範囲の値を用いるよう留意する。クロマトグラフィー等と質量分析を組み合わせる試験を行う場合には、クロマトグラフィーに準じたシステム適合性が求められる。

用語

- (1) 電子イオン化(Electron ionization: EI)法: 気化した被検成分の分子Mが熱電子のエネルギー(通常は70 eV)によりイオン化し、分子イオン M^+ や分子の構造情報を持つフラグメントイオンを生じるイオン化法である。分子量が1000程度以下の低分子量で揮発性試料や気体試料等の非極性分子をイオン化するのに適している。再現性の高いフラグメンテーションパターンを有するマススペクトルが得られることから、データライブラリーを利用した化合物の同定等に利用される。
- (2) 化学イオン化(Chemical ionization: CI)法: 気化した被検成分の分子が、イオン化室に導入したメタンやイソブタン、アンモニア等のガスから熱電子のエネルギーにより生成した反応イオンとのイオン分子反応によりイオン化し、プロトン付加分子 $[M+H]^+$ や脱プロトン分子 $[M-H]^-$ あるいは反応イオン付加分子等が生じる。EI法に比べて生成するイオンの内部エネルギーが小さくなるので、フラグメンテーションは起こりにくい。
- (3) エレクトロスプレーイオン化(Electrospray ionization: ESI)法: 試料液または検液を先端が高電圧に印加されたキャピラリーに通し噴霧すると帯電した霧状の液滴が生成する。さらに、溶媒の蒸発に伴い液滴の電荷密度が増大した後、試料分子がイオン化し、 $[M+H]^+$ や $[M-H]^-$ あるいはアルカリ金属イオン付加分子等が生じる。比較的高極性の低分子から高分子量の被検成分のイオン化に利用され、 $[M+nH]^{n+}$ や $[M-nH]^{n-}$ 等のような多価イオンを生成しやすい性質を利用してペプチドやタンパク質、多糖等の生体高分子の測定にも応用される。
- (4) 大気圧化学イオン化(Atmospheric pressure chemical ionization: APCI)法: 試料液または検液を加熱キャピラリーに通し窒素ガスによる気化・噴霧を行い、高電圧の針電極によるコロナ放電を起こすと溶媒分子がイオン化する。この溶媒イオンとのイオン分子反応によって被検成分の分子がイオン化し、 $[M+H]^+$ や $[M-H]^-$ あるいはアルカリ金属イオン付加分子等が生じる。分子量1500程度以下の非極性から高極性化合物のイオン化に適している。
- (5) マトリックス支援レーザー脱離イオン化(Matrix-assisted laser desorption/ionization: MALDI)法: 試料と α -シアノ-4-ヒドロキシケイ皮酸やシナピン酸等のマトリックスを混合したものにパルスレーザーを照射するとマトリックスの電子励起に伴い試料中の被検成分の分子が瞬時に気化・イオン化する。このときマトリックスと被検成分の分子の間でプロトンの授受が起こり、 $[M+H]^+$ や $[M-H]^-$ あるいはアルカリ金属イオン付加分子等が生じる。適切なマトリック

スを選択することにより、数百の低分子量から数十万の高分子量までの化合物のイオン化が可能である。測定に必要な試料量が微量であることからペプチドやタンパク質等の生体由来の被検成分のイオン化に利用される。

- (6) 全イオンモニタリング (Total ion monitoring : T I M) : フルスキャンモードとも呼ばれる。選択した m/z 値の範囲のイオンを全て検出し記録する手法であり、各走査のイオン量の積算値を全イオン電流 (Total ion current : T I C) という。
- (7) 選択イオンモニタリング (Selected ion monitoring : S I M) : 選択した特定の m/z 値を持つイオンの信号量のみを記録する手法である。液体クロマトグラフィー質量分析 (L C / M S) やガスクロマトグラフィー質量分析 (G C / M S) 等を用いた、被検成分の定量や高感度検出を行うために用いられる。
- (8) 選択反応モニタリング (Selected reaction monitoring : S R M) : 特定の m/z 値のプリカーサーイオンを解離させて生じる特定の m/z 値のプロダクトイオンを検出する方法である。S I M と同様に被検成分の定量や高感度検出を行うために用いられる。

2. 滴定終点検出法

設定の根拠

公定書の一般試験法には滴定終点検出法が無いが、成分規格・保存基準各条等の規格試験では多くの滴定試験が用いられており、一般試験法への滴定終点検出法の設定が求められている。また、局方の一般試験法には、滴定終点検出法があることから、食品添加物公定書法においても、新たに滴定終点検出法の設定を要望する。

一般試験法案

XX. 滴定終点検出法

滴定とは、容量分析を行うために用いられる方法又はその操作をいい、被滴定液と滴定液（容量分析用標準液）との間に生じる化学量論的な反応の種類又は現象の差異により、酸塩基滴定（中和滴定又はpH滴定）、沈殿滴定、錯滴定及び酸化還元滴定などがある。また、非水溶媒系で行われる滴定は一般に非水滴定と通称され、弱酸、弱塩基又はこれらの塩類の滴定にしばしば用いられる。反応の終点は、指示薬の色調の変化又は電気的信号（電位差又は電流）の変化により知ることができる。

指示薬の色調の変化で確認する方法を指示薬法と呼ぶ。被滴定液中に溶解させた指示薬の色調が、当量点の近傍で劇的に変化する性質を利用して、滴定の終点を検出しようとする方法であり、通例、目視により行う。どのような指示薬を用い、どのような色調の変化をとらえて終点とするかは、成分規格・保存基準各条等において定めることとし、当量点の前後におけるpHなど、被滴定液の液性（物理化学的性質）の僅かな変化に鋭敏に反応して、その色調を変化させる指示薬を選択する必要がある。

電気的信号の変化で確認する方法を電気的終点検出法と呼び、この検出方法が用いられる滴定法を用いる電気的信号に応じ、それぞれ電位差滴定法、電流滴定法といい、両者を総称して電気滴定法という。電位差滴定法においては、通例、滴加量に対する起電力の変化が最大となる点をとらえ、滴定の終点を検出する。また、電流滴定法においては、別に規定するもののほか、定電圧分極電流滴定法が用いられ、滴定の進行に伴って変化する微小電流の変化をとらえ、滴定の終点を検出する。別に、電気的に化学反応を起こさせ、発生した化学物質で滴定を行う方法がある。この時は滴定値として電気量（電流×時間）を用いる。20. 水分測定法（カールフィッシャー法）の電量滴定法として規定されている。この時の終点の検出は定電圧分極電量滴定である。

なお、滴定系の構成（試料採取量、溶解溶媒、容量分析用標準液、終点検出法、標準液1mL当たりの被滴定物質の当量（mg））は、成分規格・保存基準各条等で規定される。容量分析用標準液の消費量（滴定量）は、別に算出した容量分析用標準液のファクター（規定濃度（mol/L）からのずれの割合）を乗じて補正する。容量分析用標準液の標定及び試料の滴定は、測定温度など同一条件の下で行うことが望ましい。両者の測定温度に著しい差がある場合、標準液の容量変化に対して適切な補正を行う必要がある。

1. 指示薬法

成分規格・保存基準各条等又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された量の試料を三角フラスコなど適切な容器に量り、規定量の溶媒を加えて溶かす。この液に規定された指示薬を加えて被滴定液とした後、ビュレットより容量分析用標準液を滴加して滴定を行う。終点の前後では0.1mL又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え、色調の変化を観察する。滴定の開始から、成分規格・保存基準各条等又は容量分析用標準液のそれぞれで規定された色調変化が観察されるまでに要した滴定量をビュ

レットの目盛りより読み取る。通例、ビュレットからの容量分析用標準液の滴加は手動により行うが、自動ビュレットを用いることもできる。

成分規格・保存基準各条等又は容量分析用標準液のそれぞれで、「別に空試験を行い、補正する」とは、通例、次の方法による。成分規格・保存基準各条等又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り、これを試料溶液として試験を行い、規定された色調変化を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め、これを空試験の量とする。ただし、空試験値が非常に小さく、正確に求められないときには、空試験値 = 0 (mL) とみなすことができる。

2. 電氣的終点検出法

2.1. 電位差滴定法

装置

試料を入れるビーカー、容量分析用標準液を滴加するビュレット、指示電極と参照電極、両電極間の電位差を測定する電位差計又は適当な pH 計、記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機よりなる。なお、滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる。

本滴定法では別に規定するもののほか、滴定の種類により表に示す指示電極を用いる。また、参照電極としては、通例、銀-塩化銀電極を用いる。ただし、参照電極及び指示電極は複合型のものを用いることができる。

滴定の種類	指示電極
酸塩基滴定 (中和滴定、pH 滴定)	ガラス電極
沈殿滴定 (硝酸銀によるハロゲンイオンの滴定)	銀電極。ただし、参照電極は銀-塩化銀電極を用い、参照電極と被滴定溶液との間に飽和硝酸カリウム溶液の塩橋を挿入する。
酸化還元滴定 (ジアゾ滴定など)	白金電極
錯滴定 (キレート滴定)	水銀-塩化水銀 (II) 電極
非水滴定 (過塩素酸滴定、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド滴定)	ガラス電極

なお、pH を測定して電位差滴定法を行うときは、pH 計の調整は 33. pH 測定法による。

操作法

成分規格・保存基準各条等に規定する試料をビーカーに量り、規定する容量の溶媒を加えて溶かす。電極はあらかじめ使用する溶媒でよく洗い、滴定する溶媒中に浸して電位差 E (mV) 又は pH の指示を安定させた後、参照電極及び指示電極を滴定ビーカー内の試料溶液中に浸す。試料溶液を穏やかにかき混ぜながら容量分析用標準液 (滴定液) で滴定する。ビュレットの先端は試料溶液中に浸し、終点の前後では 0.1mL 又はそれ以下の容量の滴定液を滴加したときの電位差の変化を測定する。電位差をグラフの縦軸に、滴加量 V (mL) を横軸にプロットして滴定曲線を描き、 $\Delta E / \Delta V$ の極大又は極小となる点、又は当量点に相当する起電力又は pH を与える滴加量 V を求め、これを滴定の終点とする。なお、電位差滴定法における空試験は、通例、次の方法による。成分規格・保存基準各条等又は容量分析用標準液のそれぞれで規定する容量の溶媒を量り、これを試料溶液として試験を行い、終点を与える点までの容量分析用標準液の滴加量を求め、これを空試験の量とする。ただし、空試験値が非常に小さく、正確に求められないときには、空試験値 = 0 (mL) とみなすことができる。別に規定するもののほか、滴定の終点は、次のいずれかの方法により求める。

- (1) 作図法 得られた滴定曲線に対し、通例、勾配約 45° の互いに平行な二つの接線を引く。次に、これらの互いに平行な 2 本の直線から等距離の位置に第 3 の平行線を引き、滴定曲線との交点を求

め、この点より横軸に垂線を下ろしたときの滴加量を読み取り、滴定の終点とする。別に、微分曲線($\Delta E / \Delta V$ の滴加量による変化)を求め、その極大又は極小を与える点の滴加量より、滴定の終点を求めることもできる。

- (2) 自動検出法 自動滴定装置を用いて滴定を行う場合、それぞれの装置の指示に従って、自動的に終点を決定することができる。終点の決定は、電位差の変化率が最大になる点を検出し、これを終点とするか又は終点電位をあらかじめ設定しておき、指示電位差が終点電位に達したときの滴加量を滴定の終点とするか、いずれかの方法による。

2.2. 電流滴定法

装置

試料を入れるビーカー、容量分析用標準液を滴加するビュレット、指示電極として二つの小さな同形の白金板又は白金線、両電極間に微小直流電圧を加えるための加電圧装置、電極間を流れる指示電流を測定する電流計、記録装置及びビーカー内の溶液を穏やかにかき混ぜることのできるかき混ぜ機よりなる。なお、滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置などを組み入れた自動滴定装置を用いることもできる。

操作法

成分規格・保存基準各条等に規定する量の試料をビーカーに量り、規定する量の溶媒を加えて溶かした後、あらかじめ水でよく洗った2本の指示電極を試料溶液中に浸す。次に、加電圧装置を用いて測定に適した一定の電圧を電極間に加え、容量分析用標準液(滴定液)を用いて試料溶液を滴定する。ビュレットの先端は試料溶液中に浸し、終点の前後では0.1mL又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加え、そのときの電流値の変化を測定する。電流値をグラフの縦軸に、滴加量(mL)を横軸にプロットして滴定曲線を描き、通例、滴定曲線の折れ曲がり点(折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点)を与える滴加量を滴定の終点とする。別に規定するもののほか、滴定の終点は、次のいずれかの方法により求める。

- (1) 作図法 通例、滴定曲線の折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点を求め、この点の与える滴加量を滴定の終点とする。
- (2) 自動検出法 自動滴定装置を用いて滴定を行う場合、それぞれの装置の指示に従って、自動的に終点を決定することができる。終点の決定は、終点電流をあらかじめ設定しておき、指示電流が設定電流値に達したときの滴加量を滴定の終点とする。

注意：指示薬法及び電氣的終点検出法のいずれの終点検出法を用いる場合も、空気中の二酸化炭素又は酸素などの影響がある場合は、滴定ビーカーは蓋付きのものを用い、窒素などの不活性ガス気流中で操作し、光によって変化する場合は直射日光を避け、遮光した容器を用いる。

2) 一般試験法の改正

1. 液体クロマトグラフィー

改正の概要及び根拠

①操作法

被検成分と同一の化合物の定量用試薬が入手困難であり、HPLC 定量法が設定できない品目があった。この問題を解決するため、以下に示す品目の成分規格では、被検成分とは異なる化合物を定量用標準物質として用い、この化合物に対する被検成分の正確な相対モル感度を用いる分析法が新たに提案された。この新たな分析法は、「ジャマイカカシヤ抽出物（第3回）」、「コチニール色素（第5回）」及び「クエルセチン（第6回）」の定量法に採用される予定であり、一般試験法の 3. 液体クロマトグラフィーに、相対モル感度法についての説明を追記する必要があるため、改正を要望する。

②用語

今回の改正要望で追記される、相対モル感度に関する説明を記載した。

③特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

液体クロマトグラフィーの原理に変更はなく、一般試験法の改正に伴い、食品健康に影響は生じない。

一般試験法改正案

3. 液体クロマトグラフィー

液体クロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに、移動相として液体を流すことにより、カラムに注入された混合物を固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、液体試料又は溶液にできる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。

装置

通例、移動相送液用ポンプ、試料導入部、カラム、検出器及びデータ処理部から成り、必要に応じて移動相組成制御装置、カラム槽、反応試薬送液用ポンプ、化学反応槽等を用いる。ポンプは、カラム、連結チューブ等の中に移動相及び反応試薬を一定流量で送ることができるものである。試料導入部は、一定量の試料を再現性よく装置に導入するものである。カラムは、一定の大きさに揃えた液体クロマトグラフィー用充填剤を内面が平滑で不活性な金属等の管に均一に充填したものである。検出器は、通例、紫外吸光光度計、可視吸光光度計、示差屈折計、蛍光光度計、フォトダイオードアレイ検出器、質量分析計等が用いられ、移動相とは異なる性質の成分を検出するものであり、通例、数 μg 以下の物質に対して濃度に比例した信号を出すものである。データ処理部は、クロマトグラム、保持時間又は成分定量値等を記録し又は出力させることができる。移動相組成制御装置は、段階的制御（ステップワイズ方式）及び濃度勾配制御（グラジエント方式）があり、移動相組成を制御できるものである。

操作法

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に移動相、カラム、検出器及び移動相流量を設定し、カラムを規定の温度で平衡にした後、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液を試料導入部から導入する。分離された成分を検出器により検出し、データ処理部を用いてク

ロマトグラムを記録させる。分析される成分が検出器で検出されるのに適した吸収、蛍光等の物性を持たない場合には、適当な誘導体化を行い検出する。誘導体化は、通例、プレカラム法又はポストカラム法による。物質の確認は、標準試料と保持時間が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅が広がらないことにより行う。定量は、ピーク面積又はピーク高さを用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量又は内標準物質質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に、別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。成分規格・保存基準各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準液及びこれに近い濃度の検液を調製し、各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件で液体クロマトグラフィーを行い被検成分量を求める。
- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性よく注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に、別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。この方法は、注入操作等測定操作の全てを厳密に一定の条件に保って行う。

(3) 相対モル感度法 別に規定する基準物質の規定量を正確にとり、別に規定する方法で定量用内標準物質として検液に加えるか、検液とは別に定量用外標準液を調製する。別に規定する操作条件で、検液又は検液及び定量用外標準液を一定量ずつ注入して分析を行う。なお、相対モル感度は一定の分析条件下において有効な係数であるため、通例、規定された分析条件下で行う必要がある。得られたクロマトグラムから、基準物質に対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、別に規定する相対モル感度を用いて、被検成分量を求める。

なお、いずれの方法の場合にもピーク面積又はピーク高さは、通例、次の方法を用いて測定する。

- (1) ピーク面積による場合

次のいずれかの方法を用いる。

- (i) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
- (ii) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク面積として測定する。

- (2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- (i) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- (ii) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。

システム適合性

システム適合性は、添加物の試験に使用するシステムが、当該の試験を行うのに適切な性能で稼働していることを確かめることを目的としている。規定された適合要件を満たさない場合には、そのシステムを用いて行った試験の結果を採用してはならない。

システム適合性は、基本的に「システムの性能」及び「システムの再現性」で評価されるが、純度試験においてはこれらに加えて「検出の確認」が求められる場合がある。

(1) 検出の確認

純度試験において、対象とする不純物等のピークがその規格限度値レベルの濃度で確実に検出されることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

(2) システムの性能

被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量法では、原則として、被検成分と分離確認用物質（基本的には、隣接するピークが望ましい。）との分離度及び必要な場合には、溶出順で規定する。純度試験では、原則として、被検成分と分離確認用物質との分離度及び溶出順で規定する。また、必要な場合には、シンメトリー係数を併せて規定する。ただし、適当な分離確認用物質がない場合には、被検成分の理論段数やシンメトリー係数で規定しても差し支えない。

(3) システムの再現性

標準液又はシステム適合性試験用溶液を繰返し注入したときの被検成分のレスポンスのばらつきの程度（精度）が試験の目的に適合することを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

システムの再現性の許容限度値は、通常、繰返し注入における被検成分のレスポンスの相対標準偏差（RSD）として規定する。検液の注入を始める前に標準液の注入を繰返す形だけでなく、標準液の注入を検液の注入の前後に分けて行う形や検液の注入の間に組み込んだ形でシステムの再現性を確認してもよい。

繰返し注入の回数は、6回を原則とするが、グラジエント法を用いる場合や試料中に溶出が遅い成分が混在する場合等、1回の分析に時間が掛かる場合には、6回注入時とほぼ同等のシステムの再現性が担保されるように、達成すべきばらつきの許容限度値を厳しく規定することにより、繰返し注入の回数を減らしてもよい。

システムの再現性の許容限度値は、当該試験法の適用を検討した際のデータと試験に必要とされる精度を考慮して、適切なレベルに設定する。

成分規格・保存基準各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充填剤の粒径、カラム温度、移動相の組成比、移動相の緩衝液組成、移動相のpH、移動相のイオン対形成剤濃度、移動相の塩濃度、切替え回数、切替え時間、グラジエントプログラム及びその流量、誘導体化試薬の組成及び流量、移動相の流量並びに反応時間及び化学反応槽温度は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。

用語

(1) SN比：次の式で定義する。

$$S/N = \frac{2H}{h}$$

ただし、H：対象物質のピークの基線（バックグラウンドノイズの中央値）からのピーク高さ

h：対象物質のピークの前後における検液又は溶媒ブランクのクロマトグラムのバックグラウンドノイズの幅

なお、基線及びバックグラウンドノイズは対象物質のピーク高さの midpoint におけるピーク幅の 20 倍に相当する範囲で測定する。また、溶媒ブランクを用いる場合には、対象物質が溶出する位置付近で、上記とほぼ同様の範囲で測定する。

- (2) シンメトリー係数：クロマトグラム上のピークの対称性の度合いを示すもので、シンメトリー係数 S として次の式で定義する。

$$S = \frac{W_{0.05h}}{2f}$$

ただし、 $W_{0.05h}$ ：ピークの基線からピーク高さの $1/20$ の高さにおけるピーク幅

f ： $W_{0.05h}$ のピーク幅をピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線で二分したときのピークの立上り側の距離

なお、 $W_{0.05h}$ 、 f は同じ単位を用いる。

- (3) 相対標準偏差：通例、次の式により定義される相対標準偏差 (RSD) (%) で規定する。

$$RSD (\%) = \frac{100}{\bar{X}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

ただし、 x_i ：測定値

\bar{X} ：測定値の平均値

n ：測定回数

- (4) ピークの完全分離：ピークが完全に分離するとは、分離度 1.5 以上を意味する。ベースライン分離ともいう。
- (5) ピークバレー比：クロマトグラム上の二つのピークの間でベースライン分離が達成できないときに、それらのピークの間での分離の程度を示す指標となるもので、ピークバレー比 p/v として次の式で定義する。

$$p/v = \frac{H_p}{H_v}$$

ただし、 H_p ：マイナーピークのピークの基線からのピーク高さ

H_v ：マイナーピークとメジャーピークの間での分離曲線の最下点 (ピークの谷) のピークの基線からの高さ

- (6) 分離係数：クロマトグラム上のピーク相互の保持時間の関係を示すもので、分離係数 α として次の式で定義する。分離係数 α は、二つの物質の分配の熱力学的な差違の指標で、基本的には、二つの物質の分配平衡係数の比又は二つの物質の分布の比であるが、二つの物質の保持時間の比としてクロマトグラムから求める。

$$\alpha = \frac{t_{R2} - t_0}{t_{R1} - t_0}$$

ただし、 t_{R1} 、 t_{R2} ：分離度測定に用いる二つの物質の保持時間、 $t_{R1} < t_{R2}$

t_0 ：移動相のカラム通過時間 ($k=0$ の物質の試料注入時からピークの頂点までの時間)

- (7) 分離度：クロマトグラム上のピーク相互の保持時間とそれぞれのピーク幅との関係を示すもので、分離度 R_s として次の式で定義する。

$$R_S = 1.18 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{W_{0.5h1} + W_{0.5h2}}$$

ただし、 t_{R1} 、 t_{R2} ：分離度測定に用いる二つの物質の保持時間、 $t_{R1} < t_{R2}$

$W_{0.5h1}$ 、 $W_{0.5h2}$ ：それぞれのピークの高さの midpoint におけるピーク幅

なお、 t_{R1} 、 t_{R2} 、 $W_{0.5h1}$ 、 $W_{0.5h2}$ は同じ単位を用いる。

(8) 理論段数：カラム中における物質のバンドの広がり具合を示すもので、通例、理論段数 N として次の式で定義する。

$$N = 5.54 \times \frac{t_R^2}{W_{0.5h}^2}$$

ただし、 t_R ：物質の保持時間

$W_{0.5h}$ ：ピーク高さの midpoint におけるピーク幅

なお、 t_R 、 $W_{0.5h}$ は同じ単位を用いる。

(9) 相対モル感度：基準とする物質の単位モル当たりのピーク面積又はピーク高さに対する被検成分の単位モル当たりのピーク面積又はピーク高さの比である。

各機器分析の相対モル感度法では、得られたクロマトグラムから、基準物質に対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、この比を別に規定する相対モル感度で除して、基準物質に対する被検成分のモル比を求める。次に、このモル比に対して基準物質に対する被検成分の分子量比を乗じることで質量比を求めることができる。したがって、基準物質を定量用内標準物質として検液に加えた場合、次の式により試料中の被検成分量を求めることができる。ただし、純度 (P) の代数表記がない場合は、定量用基準物質試薬の純度を100%として用いる。

$$\text{被検成分量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_a}{A_S} \times \frac{MW_a}{MW_S} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

ただし、 M_S ：定量用基準物質試薬の採取量

M_T ：試料の採取量 (mg/mL)

A_a ：被検成分のピーク面積

A_S ：基準物質のピーク面積

MW_a ：被検成分の分子量

MW_S ：基準物質の分子量

RMS ：被検成分の基準物質に対する相対モル感度

P ：定量用基準物質試薬の純度 (%)

注意：試験に用いる試薬及び試液は、測定妨げとなる物質を含まないものを用いる。

2. 核磁気共鳴スペクトル測定法

改正の概要及び根拠

①本文

JECFA では香料の一部に ^1H 及び ^{13}C NMR を ID test に既に適用しており、また、「Octenyl Succinic Acid Modified Gum Arabic」の Identification に ^1H NMR が採用されている。

一方、公定書の一般試験法には「7. 核磁気共鳴スペクトル測定法」(以下、NMR)が設定されている。しかし、これは主に定量法への NMR の適用のため設定されたものであり、確認試験、純度試験への適用を考えた場合、十分な説明がされているとは言い難い。

近年、国内外において、医薬品だけでなく食品分野において製品の品質管理や含量測定等への NMR の応用が進んでいる。今後、食品添加物の成分規格へ NMR の応用が避けられないと考えられる。実際、国外でろ過助剤として使用される「キチングルカン」が令和 3 年 1 月 15 日に新規指定され、この成分規格には固体 NMR を用いた試験が確認試験に採用されている。このように、他の品目の成分規格試験法に NMR が今後採用される頻度は多くなると予想される。

よって、公定書に NMR を応用した各種試験を採用できるように、現行の一般試験法「7. 核磁気共鳴スペクトル測定法」を改正する。なお、改正案の作成にあたり、第十七改正日本薬局方(JP17)、European Pharmacopoeia 10.0 (EP10.0)、日本産業規格 JIS K0138 を参考にした。

②特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

試験法の原理、操作についての記載を改正するものであり、一般試験法の改正に伴い、食品健康に影響は生じない。

一般試験法改正案

7. 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、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伴って、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る。NMR スペクトルは、有機化合物の化学構造の確認のための定性分析だけでなく、適切な測定条件下では、NMR シグナル面積強度がそれに関与する官能基の核スピンの数に直接比例することから定量分析が可能であり、確認試験、純度試験、定量法等に用いられる。測定対象とする核は ^1H の他、 ^{13}C 、 ^{15}N 、 ^{19}F 、 ^{31}P 等がある。

原子核の核スピン量子数 I は、 0 、 $1/2$ 、 1 、 $3/2$ 、 \dots 、 $n/2$ (ただし、 n は整数) 等の値 (^1H 及び ^{13}C では $I = 1/2$) をとる。核を磁場の中に置くと、核磁気モーメントは磁気量子数 m_I に従って $2I + 1$ (^1H 、 ^{13}C 等では 2) 個に配向する。配向したエネルギー準位間に遷移を起こさせるには次式の周波数 ν のラジオ波を与える必要がある。すなわち、磁気回転比 γ の核を外部磁場 H_0 の中に置いたとき、これらのエネルギー準位間の遷移と照射する周波数 ν のラジオ波の関係は、次の式で表される。

$$\nu = \gamma \frac{H_0}{2\pi}$$

ただし、 ν : ラジオ波の周波数

γ : 磁気回転比

H_0 : 外部磁場

共鳴（エネルギー準位間の遷移）を起こす周波数 ν のラジオ波の吸収がシグナルとして NMR スペクトル上に観察される。パルスフーリエ変換 NMR 分光計（FT-NMR）では、熱平衡状態にある核スピンのラジオ波パルスにより一斉に励起（ラジオ波の吸収によるエネルギー準位間の遷移）され、一定時間後に再び熱平衡分布にもどる（緩和する）が、この際に放出されるラジオ波が自由誘導減衰（Free Induction Decay : FID）信号として検出される。このとき、励起された核スピンの熱平衡状態に戻る緩和過程の時定数を緩和時間という。時間の関数である FID はフーリエ変換により周波数の関数に変換され、FID に含まれる多くの周波数成分が周波数軸に沿って強度分布し NMR スペクトルとして観察される。どのような環境の核に対しても吸収の係数（遷移の確率）は一定であるので、緩和時間を十分に確保した条件で測定することにより、NMR スペクトル上に観察されるシグナル面積強度は基本的に共鳴核の数に比例するようになる。

分子を磁場の中に置くと分子内の電子が核を外部磁場から遮蔽する。分子内での核の環境が異なり、その遮蔽の度合も異なるので、異なる環境の核の共鳴周波数も異なることになり、別々のシグナルとして観測される。このシグナルの位置は、共鳴周波数が磁場に比例して変化することから、磁場によらない量として、化学シフト δ として表現される。化学シフト δ を次の式で定義する。

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

ただし、 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 δ は、通例、基準物質（基準核）のシグナルの位置を 0 とした ppm 単位で表すが、基準物質のシグナル位置を 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 δ を用いて補正する。

分子内の各核における磁場は、周囲の電子の寄与（核遮蔽）だけでなく、分子中の他の核磁石（核スピンを持っている核は、それ自身が一つの磁石である）の影響下にもあるので、核磁石間の化学結合によるカップリングによってシグナルは分裂する。この分裂の間隔をスピンスピン結合定数 J といい、ヘルツ (Hz) 単位で表す。スピンスピン結合定数 J は外部磁場の大きさに依存せず、分裂のパターンは相互作用する核の数が増すにつれ複雑になる。NMR スペクトルからは基本的に化学シフト、スピンスピン結合定数、シグナル面積強度、緩和時間の四つのパラメータが得られる。さらに、デカップリング、核オーバーハウザー効果（Nuclear Overhauser Effect : NOE）、二次元 NMR 等の種々の構造解析の手法があり、化合物の定性分析に用いられる。

NMR スペクトルは定量分析にも用いられる。 ^1H NMR では、定量性を確保した条件で測定したとき、スペクトル上に観察される化合物の ^1H 核の数の比がシグナル面積強度比に比例する特性を持つ。この原理を利用した測定法は ^1H 核定量核磁気共鳴分光法 (^1H q NMR) と呼ばれる。

定量分析に最適化した測定条件下、すなわち、 ^1H q NMR では、シグナル面積強度 (I_A) は、そのシグナルに関与する核数 (N_A) に比例する。

$$I_A = K_S \times N_A$$

定数 K_S は、同一条件下で測定したとき等しいので、 ^1H q NMR スペクトル上に観察される 2 つのシグナル面積強度を比較する場合は省略できる。よって、同一分子上の官能基 A と B の観測核の核数 (N_i) とシグナル面積強度 (I_i) には直接的な関係が成り立つ。

$$\frac{I_A}{I_B} = \frac{N_A}{N_B}$$

この関係は、同じ測定系内の異なる成分に由来するシグナルにも適用することができる。すなわち、分子構造が既知の 2 つの成分 A 及び B が存在するとき、各成分のモル濃度比 (n_A/n_B) は、 ^1H q NMR スペクトル上に観察されるシグナル面積強度比から測定することができ、次式により表される。

$$\frac{n_A}{n_B} = \frac{I_A}{I_B} \times \frac{N_B}{N_A}$$

$$n_A = \frac{I_A}{I_B} \times \frac{N_B}{N_A} \times n_B$$

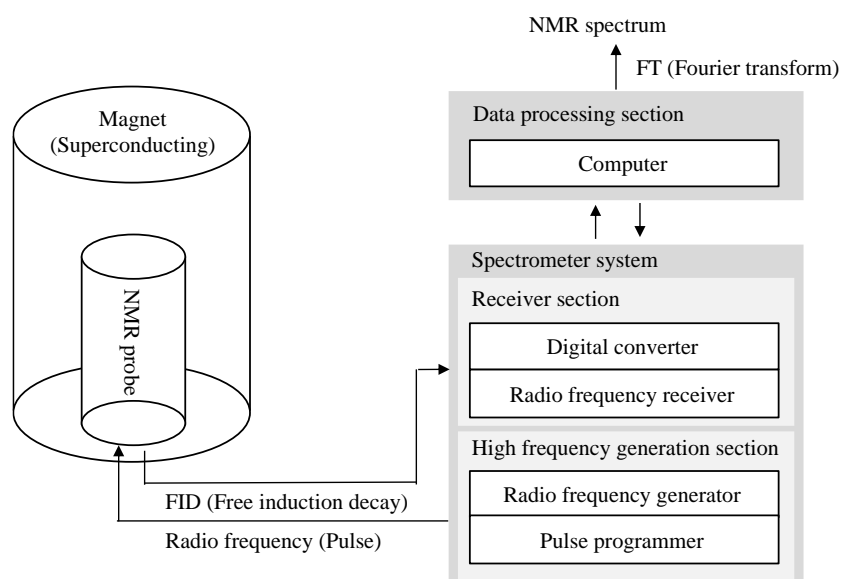
このとき、成分 A の含量又は純度 (%) (P_A) は、シグナル面積強度の標準物質として添加した既知の含量又は純度 (P_B) (%) の成分 B の既知の質量 (m_B) 及びモル質量 (M_B)、成分 A の既知の質量 (m_A) 及びモル質量 (M_A) から求められる。

$$P_A = \frac{I_A}{I_B} \times \frac{N_B}{N_A} \times \frac{M_A}{M_B} \times \frac{m_B}{m_A} \times P_B$$

すなわち、成分 B に計量計測トレーサビリティが確保された q NMR 用基準物質を用いることで、成分 A の純度又は含有率について物質量 (モル) に基づいた信頼性の高い値を間接的に求めることができる。

装置

通例、パルスフーリエ変換 NMR (FT-NMR) スペクトル測定装置を用いる。FT-NMR 装置は、超伝導磁石、NMR プローブ、高周波発生部、受信部、データ処理部等で構成され、強力なラジオ波パルスを試料に照射し、観測核を全観測周波数領域にわたって同時に励起する。パルス照射後の FID を観測し、強度の時間関数である FID をフーリエ変換によって周波数関数に変換してスペクトルを得る。概略は、次の図による。



- a) 超伝導磁石 (Magnet (Superconducting)) 核磁気共鳴を起こすための静磁場を作る。通例、ヘリウム冷却式超伝導磁石。
- b) NMRプローブ (NMR probe) 試料にラジオ波 (パルス) を照射し、試料から放出されるラジオ波 (NMRシグナル) を検出する装置 (NMR装置における検出器)。
- c) 分光計 (Spectrometer system) ラジオ波を発生し、信号を取得する等NMRを制御する装置。
- d) 高周波発生部 (High frequency generation section) 観測核の共鳴周波数に応じたラジオ波をパルス状に整形し、NMRプローブへ送る。
- e) 受信部 (Receiver section) NMRプローブで受信した微弱なFID信号を増幅し、信号をデジタル化後、データ処理部に転送する装置。
- f) データ処理部 (Data processing section) デジタル化されたFID信号をフーリエ変換によって、NMRスペクトルに変換し、表示、解析、記録媒体に保存するための処理装置。

操作法

1. 溶液NMR (Solution-state NMR)

試料を測定溶媒に溶かした検液をNMR試料管に入れ、密閉し、NMR装置に導入し測定する。測定溶媒としては、通例、NMR測定用重水素化溶媒を用いる。測定溶媒は、試料を完全に溶解するものを用いることが望ましい。特に、固形の異物の混入があるとき、または検液の粘度が高いとき、分解能が低下し良いスペクトルが得られないことがあるので注意する。また、測定溶媒の選択に当たっては、試料のシグナルと重なるシグナルを示さないこと、試料と反応しないこと等を考慮する必要がある。ただし、測定溶媒の種類、試料濃度、酸性度、温度等により化学シフトが変化することがある。定量に際しては、最適な条件を考慮する必要がある。

各条の操作法にしたがって検液を調製し、規定された測定条件にしたがって測定する。

2. 固体NMR (Solid-state NMR)

固体試料をNMR試料管に均一に密に詰めて測定する。固体試料の測定には、固体測定用のNMRプローブ及びNMR試料管を用いる。NMR試料管は外径約0.7~10mmのものがあり、NMRプローブに指定された外径の試料管を用いる。特殊な試料管を用いてゲル状の試料を測定することもできる。測定できる核種は溶液NMRと同様である。ただし、溶液NMRでは平均化される異方性相互作用が固定NMRでは平均化されずシグナルの線幅が広がるため、固体NMRではシグナルの分離能及び検

出感度を向上させるための技法が用いられる。固体試料を詰めたNMR試料管を B_0 磁場方向に対して 54.7° の角度(マジック角)に傾けて4~120kHzで高速回転させる。この技法はMAS(Magic Angle Spinning)と呼ばれ、化学シフトの異方性と双極子-双極子相互作用を平均化する。また、MASで平均化しきれない双極子-双極子相互作用などを除くために高出力デカップリングが併用される。さらに励起のためにDP(Direct Polarization)及びCP(Cross Polarization)という方法が組み合わされて用いられる。DP/MASではシグナル面積強度比から各成分の比率を算出することが可能だがCPと比べ感度が低く、長時間の測定が必要である。一方、CP/MASは磁気回転比の大きい核、すなわち、感度の高い核(^1H 、 ^{19}F 等)から磁気回転比の小さい核、すなわち、感度の低い核(^{13}C 等)への分極移動を利用して測定する手法である。CP/MASは分子運動性が低く、かつ、磁気回転比の高い核と低い核の距離が空間的に近い試料の場合、すなわち、分子運動性が低く、感度の高い核が隣接している試料の場合は高感度で測定できる。しかし、分子運動性が高く、かつ、磁気回転比の高い核と低い核の距離が空間的に遠い試料の場合は感度向上が期待できない。このため、CP/MASはDP/MASに比べて定量性が劣る。よって、試料中の各成分のシグナル面積強度比の定量性はDP/MASとCP/MASの両方を測定して確認し、最適な条件を考慮することが望ましい。

各条に規定する操作法にしたがって調製した固体NMR用試料管を、固体測定用NMRプローブを挿入したNMR装置に導入し、規定する測定条件にしたがって測定する。

測定法

1. 溶液NMR (Solution-state NMR)

(1) 定性分析

溶液NMRでは、通例、 ^1H 核を測定対象とする。テトラメチルシラン(TMS)、3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム- d_4 (TSP- d_4)、DSS- d_6 等を基準物質として添加した測定溶媒に試料を溶かし検液を調製する。通例、化学シフトは、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。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の化学シフトを用いることもできる。測定対象とする核が ^1H 以外の核のとき、対応する基準物質の化学シフトを用いる。なお、基準物質のシグナル位置を0とできない場合には、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。

装置の感度及び分解能を至適条件に調整した後、各条に規定する測定条件でシグナルの化学シフト、面積強度または面積強度比等を測定する。確認しようとする物質の化学シフト、多重度、各シグナルの面積強度比が各条で定められている場合、規定された全てのシグナルの化学シフト、多重度及び各シグナルの面積強度比が適合するとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。また、同一測定条件での試料と標準品のスペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一化学シフトのところに同様の多重度のシグナルを与え、同様の各シグナルの面積強度比を与えるとき、試料と標準品の同一性が確認される。ただし、シグナルの多重度は、測定装置の磁場の大きさが異なるとき、機器の分解能の差、及びスピンスピン結合の大きさとスピンスピン結合した核どうしの共鳴周波数の差との相対的關係から、異なって観測される場合がある。したがって、シグナルの多重度は、測定装置の磁場の大きさを考慮して判断する。なお、窓関数やシグナル波形分離等のスペクトルの処理法が各条に規定されている場合はそれに従う。

(2) 定量分析

溶液NMRでは、試料及びq NMR用基準物質を精密に量り、測定溶媒に溶かして検液を調製する。q NMR用基準物質には、試料、不純物及び測定溶媒に由来するシグナルが観察されない領域にシグ

ナルを与えるものを、慎重に選択する必要がある。測定溶媒には、試料及びq NMR用基準物質が完全に溶解するものを選択する。q NMR用基準物質には、試料、不純物及び測定溶媒に由来するシグナルが観察されない領域にシグナルを与えるものを選択する。通常、計量計測トレーサビリティが確保された標準物質をq NMR用基準物質として用いる。測定対象とする核が ^1H のとき、q NMR用基準物質には、通例、1, 4-B T M S B - d_4 、D S S - d_6 等を用いる。測定対象とする核が ^1H 以外の核のとき、対応するq NMR用基準物質を用いる。

装置の感度及び分解能を至適条件に調整した後、各条に規定する測定条件で測定する。なお、窓閉数やシグナル波形処理等の方法が規定されている場合はそれに従う。

- a) **内標準法** 試料及びq NMR用基準物質を精密に量り、適量の測定溶媒に溶かし、既知の量のq NMR用基準物質が含まれる検液を調製する。検液をNMR試料管に入れ、密閉し、NMR装置に導入し測定する。このため、完全に同一環境下で試料とq NMR用基準物質のシグナルが得られる。q NMRスペクトル上に観察される試料及びq NMR用基準物質のシグナル面積強度比を測定し、各条に規定されている方法で定量値を求める。
- b) **外標準法** 試料を精密に量り、測定溶媒を正確に加え、完全に溶かして検液を調製し、NMR試料管に入れ、密閉する。別にq NMR用基準物質を精密に量り、測定溶媒を正確に加え、完全に溶解して外部標準液を調製し、検液と同じ規格のNMR試料管に入れ、密閉する。検液及び外部標準液のNMR試料管をNMR装置に導入しそれぞれ測定する。検液及び外部標準液のq NMRスペクトル上に観察される試料及びq NMR用基準物質のシグナル面積強度をそれぞれ測定し、面積強度比を求め、各条に規定されている方法で定量値を求める。外標準法では、試料とq NMR用基準物質の測定データは完全に同一の環境下で測定されたものではないことから、測定環境の差異による誤差要因を完全に排除することは容易ではない。よって、通常、外部標準法の精度は内部標準法に比べて若干劣る。外部標準法を用いなければならないときには、別に濃度既知の物質を用いて外部標準法で測定を行う等、試験の目的を達成するために必要な精度を備えていることを検証する。
- c) **正規化法** 試料を精密に量りとり、測定溶媒を正確に加え、完全に溶解し検液を調製し、NMR試料管に入れ、密閉する。NMR試料管をNMR装置に導入し、各条に規定されている条件で測定する。測定対象の試料の分子構造または分子量がはっきりしない場合（乳化剤等）、既知の量の試料と同一の標準物質、または定量用標準品を一定量添加し、濃度とシグナル面積強度の関係の検量線を作成し、それとの比較から測定対象の物質を定量する。スペクトル上に観察される共存シグナルの面積強度比から混合物中の成分の相対比率、高分子、ポリマー中の特定の官能基数、または不純物の量が求められる。

2. 固体NMR (Solid-state NMR)

(1) 定性分析

固体NMRでは、通例、 ^{13}C 核を測定対象とする。アダマンタン等を基準物質とし、固体NMR用試料管に均一に密に詰めて測定し、シグナル位置をその基準物質のあらかじめ定められている化学シフトに設定する。次に、化学シフトが調整されたNMR装置に、別に試料を固体NMR用試料管に均一に密に詰めて測定し、試料のスペクトルを測定する。測定対象とする核が ^{13}C 以外の核のとき、対応する基準物質の化学シフトを用いる。

装置の感度及び分解能を至適条件に調整した後、各条に規定する測定条件でシグナルの化学シフト、面積強度または面積強度比等を測定する。確認しようとする物質の化学シフト、各シグナルの面積強度比が各条で定められている場合、規定された全てのシグナルの化学シフト、各シグナルの面積強度

比等が適合するとき、試料と確認しようとする物質の同一性が確認される。また、同一測定条件での試料と標準品のスペクトルを比較し、両者のスペクトルが同一化学シフトのところに同様のシグナルを与え、同様の各シグナルの面積強度比を与えるとき、試料と標準品の同一性が確認される。ただし、測定装置の磁場の大きさが異なるとき、機器の分解能の差から、異なって観測される場合がある。したがって、測定装置の磁場の大きさを考慮して判断する必要がある。なお、窓関数やシグナル波形分離等のスペクトルの処理法のほか、計算法や判断基準等が各条に規定されている場合はそれに従う。

システム適合性

システム適合性は、添加物の試験に使用するシステムが、当該の試験を行うのに適切な性能で稼働していることを確かめることを目的としている。規定された適合要件を満たさない場合には、そのシステムを用いて行った試験の結果を採用してはならない。

- (1) 検出の確認 対象とする物質に由来するシグナルが十分なSN比を持つことを確認する。定量法においては、1%以内の精度を目標としたとき、定量に用いるシグナルのSN比は100以上であることが望ましい。
- (2) システムの性能 検液又は標準液を測定するとき、被検成分に対する特異性が担保されていることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量法では、原則として被検成分のシグナルとq NMR用基準物質のシグナルが完全に分離して観察され、且つ、それぞれが不純物のシグナルと分離していることを確認する。

- (3) システムの再現性 検液又は標準液を繰り返し測定するとき、各シグナルの面積強度の比及び化学シフトが一定であることを確認することによって、使用するシステムが試験の目的を達成するために必要な性能を備えていることを検証する。

定量法では、定量に用いる各シグナルの面積強度比の相対標準偏差が目標とする定量精度を達成できる水準であることを確認する。

成分規格・保存基準各条の操作条件は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。測定に用いた装置名、装置の周波数、測定溶媒、測定温度、試料濃度、基準物質、測定手法等の操作条件を記載する。

用語

- (1) シグナルのSN比 (SNR) : 求めたいシグナル領域の最大強度をSとし、そのシグナルの近傍でシグナルが認められないベースラインのノイズ領域の強度の二乗平均平方根を N_{rms} としたとき、Sを N_{rms} で除したものである。SN比は積算回数の正の平方根に比例するため、10倍のSN比を得るためには100倍の積算が必要である。

次の式で定義する。

$$SNR = \frac{S}{2 \times N_{rms}}$$

$$N_{rms} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i)^2}$$

ただし、S : 求めたいシグナル領域の最大強度

N_{rms} : シグナルの近傍でシグナルの観測が認められないベースラインのノイズ領域の強度の二乗平均平方根

n : ノイズ領域のデータ数

x_i : i 番目のノイズの強度

- (2) パルス : 一定周波数のラジオ波が非常に短い時間継続したものである。この継続時間は、ラジオ波の照射時間に相当し、パルス幅と呼ばれる。通常、 μ 秒の長さである。

3. ガスクロマトグラフィー

改正の概要及び根拠

①装置

コールドオンカラム注入方式について新たに追記した。本法は、「二炭酸ジメチル」の純度試験(2)炭酸ジメチルの分析に採用されている。

②操作法

被検成分と同一の化合物の定量用試薬が入手困難であり、GC 定量法が設定できない品目があった。この問題を解決するため、「カワラヨモギ抽出物」の成分規格では、被検成分とは異なる化合物を定量用標準物質として用い、この化合物に対する被検成分の正確な相対モル感度を用いる分析法が新たに提案された。一般試験法の8. ガスクロマトグラフィーに、相対モル感度法についての説明を追記する必要が生じたため、改正を要望する。

③特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

ガスクロマトグラフィーの原理に変更はなく、一般試験法の改正に伴い、食品健康に影響は生じない。

一般試験法改正案

8. ガスクロマトグラフィー

ガスクロマトグラフィーは、適当な固定相を用いて作られたカラムに、移動相として気体（キャリアーガス）を流すことにより、カラムに注入された混合物を気体状態で展開させ、固定相に対する保持力の差を利用してそれぞれの成分に分離し、分析する方法であり、気体、液体又は気化できる試料に適用でき、確認試験、純度試験、定量法等に用いる。

装置

通例、キャリアーガス流量制御部、試料導入部、カラム、カラム槽、検出器及びデータ処理部から成り、必要な場合には、燃焼ガス、助燃ガス、付加ガス等の流量制御部や、気体・液体試料導入部又はヘッドスペースサンプラー等を用いる。キャリアーガス流量制御部は、キャリアーガスを一定流量でカラムに送るもので、通例、調圧弁、流量調節弁、圧力計等で構成される。試料導入部は、試料をキャリアーガス流路中に導入するための部分で、使用するカラムによって、キャピラリーカラム用と充填カラム用に大別される。なお、キャピラリーカラム用試料導入方法には、分割導入方式（スプリット）、非分割導入方式（スプリットレス）、コールドオンカラム注入方式等がある。カラム槽は、必要な長さのカラムを収容できる容積があり、カラムを必要な温度に保つための温度制御機構をもつものである。検出器には、通例、熱伝導度検出器、水素炎イオン化検出器、電子捕獲検出器、窒素リン検出器、炎光光度検出器、質量分析計等が用いられ、キャリアーガスとは異なる性質の成分を検出するものである。データ処理部は、クロマトグラム、保持時間又は成分定量値等を記録し又は出力させることができる。

操作法

別に規定するもののほか、次の方法による。

装置をあらかじめ調整した後、別に規定する操作条件に検出器、カラム、温度及びキャリアーガス流量を設定し、別に規定する方法で調製した検液又は標準液若しくは比較液を試料導入部から導入す

る。分離された成分を検出器により検出し、データ処理部を用いてクロマトグラムを記録させる。物質の確認は、標準試料と保持時間が一致すること又は標準試料を添加しても保持時間が変化せずピークの幅も広がらないことにより行う。

定量は、ピーク面積又はピーク高さを用いて行い、通例、次のいずれかの方法による。

- (1) 内標準法 別に規定する内標準物質の一定量に対して標準被検成分を段階的に加えた標準液を数種類調製する。標準液を一定量ずつ注入して得られたクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求める。この比を縦軸に、標準被検成分量又は内標準物質質量に対する標準被検成分量の比を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に、別に規定する方法で同量の内標準物質を加えた検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、その内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、検量線を用いて被検成分量を求める。成分規格・保存基準各条では、通例、上記の検量線が直線となる濃度範囲に入る一つの標準液及びこれに近い濃度の検液を調製し、成分規格・保存基準各条で規定するそれぞれの量につき、同一条件でガスクロマトグラフィーを行い、被検成分量を求める。
- (2) 絶対検量線法 標準被検成分を段階的にとり、標準液を調製し、一定量ずつ正確に、再現性よく注入する。得られたクロマトグラムから求めた標準被検成分のピーク面積又はピーク高さを縦軸に、標準被検成分量を横軸にとり、検量線を作成する。この検量線は、通例、原点を通る直線となる。次に、別に規定する方法で検液を調製し、検量線を作成したときと同一条件でクロマトグラムを記録させ、被検成分のピーク面積又はピーク高さを測定し、検量線を用いて被検成分量を求める。この方法は、注入操作等測定操作の全てを厳密に一定の条件に保って行う。
- (3) 標準添加法 試料の溶液から4個以上の一定量の液を正確にとる。このうちの1個を除き、採取した液に被検成分の標準液を被検成分の濃度が段階的に異なるように正確に加える。これらの液及び先に除いた1個の液をそれぞれ正確に一定量に希釈し、それぞれ検液とする。検液をそれぞれ一定量ずつ正確に再現性よく注入して得られたクロマトグラムから、それぞれのピーク面積又はピーク高さを求める。それぞれの検液に加えられた被検成分の濃度を算出し、横軸に標準液の添加による被検成分の増加量、縦軸にピーク面積又は高さをとり、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から被検成分量を求める。なお、本法は、絶対検量線法で被検成分の検量線を作成するとき、検量線が原点を通る直線であるときに適用できる。また、全測定操作を厳密に一定の条件に保って行う。
- (4) 相対モル感度法 別に規定する基準物質の規定量を正確にとり、別に規定する方法で定量用内標準物質として検液に加えるか、検液とは別に定量用外標準液を調製する。別に規定する操作条件で、検液又は検液及び定量用外標準液を一定量ずつ注入して分析を行う。なお、相対モル感度は一定の分析条件下において有効な係数であるため、通例、規定された分析条件下で行う必要がある。得られたクロマトグラムから、基準物質に対する被検成分のピーク面積又はピーク高さの比を求め、別に規定する相対モル感度を用いて、被検成分量を求める。

なお、いずれの方法の場合にもピーク面積又はピーク高さは、通例、次の方法を用いて測定する。

- (1) ピーク面積による場合
次のいずれかの方法を用いる。
 - (i) 半値幅法 ピーク高さの midpoint におけるピーク幅にピーク高さを乗じる。
 - (ii) 自動積分法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク面積として測定する。
- (2) ピーク高さによる場合

次のいずれかの方法を用いる。

- (i) ピーク高さ法 ピークの頂点から記録紙の横軸へ下ろした垂線とピークの両すそを結ぶ接線との交点から頂点までの長さを測定する。
- (ii) 自動ピーク高さ法 検出器からの信号をデータ処理部を用いてピーク高さとして測定する。
なお、試験に用いる試薬及び試液は測定妨げとなる物質を含まないものを用いる。

システム適合性

一般試験法の項3. 液体クロマトグラフィーのシステム適合性の規定を準用する。

成分規格・保存基準各条の操作条件のうち、カラムの内径及び長さ、充填剤の粒径、固定相の濃度又は厚さ、カラム温度、昇温速度、キャリアーガスの種類及び流量並びにスプリット比は、システム適合性の規定に適合する範囲内で一部変更することができる。また、ヘッドスペースサンプラー及びその操作条件は、規定の方法以上の真度及び精度が得られる範囲内で変更することができる。

用語

一般試験法の項3. 液体クロマトグラフィーの用語の定義を準用する。

注意：試験に用いる試薬及び試液は、測定妨げとなる物質を含まないものを用いる。

4. 赤外吸収スペクトル測定法

改正の概要及び根拠

①操作法

赤外スペクトル（以下 IR と略する）法は、その簡便性と確実性から、各種食品添加物の確認試験に汎用されている。また、減衰全反射法（Attenuated Total Reflection ; ATR 法）は、その測定の簡便さと再現性の良さから、近年急速に普及しつつある。現在では公定書には規定されていないが、第 3 回検討会で審議され、改正予定である「*n*-ドデシルベンゼンスルホン酸」（試薬）の確認試験に用いられていることから、ATR 法に関する事項を追記する。

ATR 法では、プリズムの種類、反射回数、試料の物性など、種々の要因が、ピーク強度、すなわちスペクトル形状に影響を与える可能性があるため、測定試料毎に、同一条件下で測定した標準品との比較を行う必要がある。そのため、確認方法として挙げた試料及び標準品の吸収スペクトルの同一性の確認では、成分規格・保存基準各条等に規定する測定法を前提とした。また、冒頭に記載されていた参照スペクトルに関する記載は、ATR 法の記述を含めるため、確認方法の項に移動した。

さらに、より誤解のないものとなるよう、軽微な加筆修正も行った。とくに、固体状態で測定された試料のスペクトルが参照スペクトル等と異なる場合の記述について、より正確な記載に変更した。

②特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

赤外吸収スペクトル測定法の ATR 法に関する事項の追記であり、食品健康に影響は生じない。

一般試験法改正案

21. 赤外吸収スペクトル測定法

赤外吸収スペクトル測定法は、赤外線を試料に照射して得られる吸収スペクトルにより物質の確認を行う方法である。赤外吸収スペクトルは、通例、横軸に波数 (cm^{-1}) を、縦軸に透過率 (%) 又は吸光度をとったグラフで示される。

~~なお、成分規格・保存基準各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、波数 $4000\sim 600\text{cm}^{-1}$ における参照スペクトルが、試薬・試液等の項の 11. 参照赤外吸収スペクトルに掲載されている。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。~~

装置及び調整法

分散型赤外分光光度計又はフーリエ変換赤外分光光度計を用いる。

あらかじめ分光光度計を調整した後、分解能、透過率の再現性及び波数の再現性が、以下の試験に適合することを確認する。厚さ約 0.04mm のポリスチレン膜の吸収スペクトルを測定するとき、得られた吸収スペクトルの 2870cm^{-1} 付近の極小と 2850cm^{-1} 付近の極大における透過率 (%) の差は 18% 以上である。また、 1589cm^{-1} 付近の極小と 1583cm^{-1} 付近の極大の透過率 (%) の差は 12% 以上である。波数目盛りは、通例、ポリスチレン膜の下記の特性吸収波数 (cm^{-1}) のうち、いくつかを用いて補正する。なお、() 内の数値は、これらの値の許容範囲を表す。

3060.0 (± 1.5) 2849.5 (± 1.5) 1942.9 (± 1.5) 1601.2 (± 1.0)

1583.0 (± 1.0) 1154.5 (± 1.0) 1028.3 (± 1.0)

ただし、分散型装置を用いる場合の許容範囲は、 1601.2cm^{-1} における吸収波数が $1601.2\pm 2.0\text{cm}^{-1}$ 、 1028.3cm^{-1} における吸収波数が $1028.3\pm 2.0\text{cm}^{-1}$ の範囲内にあることとする。

透過率及び波数の再現性は、ポリスチレン膜の $3000\sim 1000\text{cm}^{-1}$ における数点の吸収を 2 回繰り返し測定するとき、透過率の差は 0.5%以内とし、波数の差は、 3000cm^{-1} 付近で 5cm^{-1} 以内、 1000cm^{-1} 付近で 1cm^{-1} 以内とする。

測定用試料の調製及び測定

試料は別に規定するもののほか、成分規格・保存基準各条に「乾燥し」とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものをを用いる。測定用試料は最も強い吸収帯（ペースト法における流動パラフィン由来の吸収帯を除く。）の透過率が 5～10%の範囲になるように、次のいずれかの方法によって調製する。窓板は臭化カリウム、塩化ナトリウム等を使用する。対照は、通例、複光束型の装置では補償光路側に置かれて試料と同時に測定され、単光束型の装置では試料と同一光路に置かれて別に測定される。対照のとり方は試料調製法により異なり、測定雰囲気バックグラウンド吸収が用いられることもある。

成分規格・保存基準各条で特に規定されるもののほか、通例、試料の吸収スペクトルは波数 $4000\sim 600\text{cm}^{-1}$ の範囲で測定する。なお、吸収スペクトルの測定は装置の分解能、波数目盛り及び波数精度の確認を行ったときと同一の操作条件の下で行う。

- (1) 錠剤法 固体試料 1～2 mg をめのう製の乳鉢で粉末とし、これに、別に規定するもののほか、希釈剤として赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム 0.10～0.20 g を加え、湿気を吸わないように注意し、速やかによくすり混ぜた後、錠剤成形器に入れて加圧製錠する。ただし、必要な場合には、0.67kPa 以下の減圧下に錠剤の単位面積 (cm^2) 当たり 50～100kN (5000～10000kg) の圧力を 5～8 分間加えて透明な錠剤を調製する。通例、希釈剤のみを用いて同様にして調製した錠剤を対照として測定する。
- (2) 溶液法 成分規格・保存基準各条に規定する方法で調製した検液を液体用固定セルに注入し、通例、検液の調製に用いた溶媒を対照として測定する。なお、本法に用いる溶媒としては、試料との相互作用又は化学反応がなく、窓板を侵さないものを用いる。固定セルの厚さは、通例、0.1mm 又は 0.5mm とする。
- (3) ペースト法 固体試料 5～10mg をめのう製の乳鉢で粉末とし、別に規定するもののほか、少量の流動パラフィン、通例、1～2 滴を加えてよく練り合わせ、試料ペーストを調製する。調製した試料ペーストを 1 枚の窓板の中心部に薄く広げた後、空気が入らないように注意しながら、別の窓板で挟み、通例、窓板のみを対照として測定する。
- (4) 液膜法 液体試料 1～2 滴を 2 枚の窓板の間に挟み、窓板の間にできた液層を測定する。液層を厚くする必要がある場合には、アルミニウム箔等を 2 枚の窓板の間に挟み、その中に液体試料がたまるようにする。通例、窓板のみを対照として測定する。
- (5) 薄膜法 試料を薄膜のまま、又は成分規格・保存基準各条に規定する方法によって薄膜を調製した後、通例、窓板のみを対照として測定する。
- (6) 気体試料測定法 排気した 5～10cm の長さの光路をもつ気体セルに、試料を別に規定する圧で導入し、通例、気体セルを減圧（真空）にしたものを対照として測定する。必要に応じて 1 m 以上の光路をもつ長光路セルを用いることもある。
- (7) ATR法 ATR（減衰全反射）プリズム面に試料を密着させ、その反射スペクトルを測定する。

通例、プリズムのみを対照として測定する。

確認方法

試料について、成分規格・保存基準各条等に規定する測定法で得られた吸収スペクトルを、確認しようとする物質の参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと比較し、同一波数のところに同様

の強度の吸収が認められるとき、互いの同一性が確認される。ただし、固体状態で測定された試料の吸収スペクトルが、参照スペクトル又は標準品の吸収スペクトルと異なるときは、~~試料又は試料及び標準品を異なった場合の取扱いが成分規格・保存基準各条において規定する同一の規定されているとき、規定された~~条件で試料又は試料及び標準品を処理した後、再測定する。

二つのスペクトルを比較するとき、通例、試料の吸収スペクトルと参照スペクトルが測定される装置は異なったものであり、それらの分解能には差がある。装置分散型赤外分光光度計の分解能の差に基づく波数の変動は $4000\sim 2000\text{cm}^{-1}$ の波数領域で最大となる。~~ただし~~、フーリエ変換赤外分光光度計の分解能は、波数によらず一定であるため、その波数精度は、全波数領域において不変である。

成分規格・保存基準各条において赤外吸収スペクトル測定法による確認試験が規定される各品目につき、波数 $4000\sim 600\text{cm}^{-1}$ における参照スペクトルが、試薬・試液等の項の 11. 参照赤外吸収スペクトルに掲載されている。ただし、吸収波数による確認法が規定された品目を除く。ATR法においては、別に定められた場合を除き、同じ操作条件により得られる標準品の吸収スペクトルとの比較を行う。

5. タール色素試験法

改正の概要及び根拠

① 5. 鉛

加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載。

② 6. 亜鉛及び鉄

加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載。

③ 8. ヒ素

加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載。

④ 9. 副成色素 (1)

検液中の副成色素の含量が多く含まれる場合を考慮し、副成色素のピーク面積が検量線の範囲を超えた場合の操作方法について「なお、検液の副成色素のピーク面積が検量線の範囲を超える場合には、検液を適宜酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に希釈し、換算して試料中の色素量を求める。」を追記することを要望する。

⑤ 10. 未反応原料及び反応中間体

検液中の未反応原料及び反応中間体の含量が多く含まれる場合を考慮し、未反応原料及び反応中間体のピーク面積が検量線の範囲を超えた場合の操作方法について「なお、検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積が検量線の範囲を超える場合には、検液を適宜酢酸アンモニウム試液 (0.02mol/L) で正確に希釈し、換算して試料中の未反応原料及び反応中間体量を求める。」追記することを要望する。

⑥ 特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

より精度の高い分析値が得られる操作法の変更であり、規格値に変更はなく、食品健康に影響はない。

一般試験法改正案

23. タール色素試験法

1. 水不溶物 (省略)

2. 塩化物及び硫酸塩 (省略)

3. ヨウ化物 (省略)

4. 臭化物 (省略)

5. 鉛

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として $2 \mu\text{g/g}$ 以下(タール色素試験法、第1法)」とあるのは、第1法により操作し、試験を行うとき、Pb として $2 \mu\text{g/g}$ 以下であることを示す。

操作法

(1) 検液、比較液及び空試験液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

第1法 試料 1.0 g を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃付近から⇒500℃までで徐々に温度を上げ、内容物を、必要な場合には、ガラス

棒で碎きながら、ほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、るつぼを電気炉に入れ、徐々に加熱して 500～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉で強熱して灰化する。なお、500～550℃で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーが使用できる。冷後、残留物に塩酸（1→4）10mL を加え、必要な場合には、蓋をし、加熱して溶かし、蒸発乾固した後、硝酸（1→100）を加えて溶かし、10mL とし、必要な場合には、ろ過し、検液とする。別に、鉛標準液 2 mL 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。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。

（以下省略）

6. 亜鉛及び鉄

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Zn として 200 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素試験法、亜鉛及び鉄(1)）」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、亜鉛が、Zn として 200 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃付近から～500℃まで徐々に温度を上げ、必要な場合には、ガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、るつぼを電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。なお、炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5 mL 及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、これに水を加えて 50 mL とし、試料液とする。

（以下省略）

7. マンガン及びクロム

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Mn として 50 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素試験法、マンガン及び(1)）」とあるのは、次の(1)の方法によるとき、マンガンが、Mn として 50 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100℃付近から～500℃まで徐々に温度を上げ、必要な場合には、ガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加えてかき混ぜ、更に水 7 mL を加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5 mL 及び水 5 mL で洗い、洗液をろ液に合わせA液とする。先のろ紙上の残留物をろ紙と共に白金製のるつぼに入れ、105℃で乾燥後、150℃付近から～500℃まで徐々に温度を上げ、試料がほとんど炭化するまで加熱した後、電気炉に入れ、450～550℃で強熱して灰化する。これに炭酸ナトリウム 0.8 g を加え、800℃以上で強熱し融解させる。冷後、水 10 mL を加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更なるつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A液に加え、更に水を加えて 50 mL とし、試料液とする。

（以下省略）

8. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「As として $3 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、ヒ素が、As として $3 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 0.50 g を量り、磁製のるつぼ又は耐熱性ガラスビーカーに入れ、これに硝酸マグネシウム六水和物・エタノール（95）溶液（1→50）20mL を加え、エタノールに点火して燃焼させる。燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要な場合には、蓋を用いる。その後、150℃付近から～500℃まで徐々に温度を上げ、必要な場合には、ガラス棒で内容物を砕きながら、ほとんど炭化するまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450～550℃で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉に入れて 450～550℃で灰化する。冷後、残留物に塩酸 6 mL を加え、必要な場合には、水約 10mL を加え、蓋をし、加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に 25mL とし、検液とする。別に、ヒ素標準液 3.0mL、塩酸 6 mL 及び水を加えて 25mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、それぞれの液 4 mL に塩酸 3 mL 及びヨウ化カリウム溶液（1→10）1 mL を加え、室温で 30 分間放置した後、L（+）-アスコルビン酸溶液（1→10）2 mL 及び水を加えて 20mL とし、ヒ素試験法の装置 C を用いて、試験を行うとき、検液から得られた液と空試験液から得られた液の吸光度の差は、比較液から得られた液の吸光度以下である。

装置により検液、空試験液及び比較液に加える塩酸、ヨウ化カリウム溶液及び L（+）-アスコルビン酸溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液、比較液、塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液の流量や濃度が異なる場合もある。

9. 副成色素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「（タール色素試験法、副成色素(1)）」とあるのは、次の(1)の方法によることを示す。

(1) 試料約 0.1 g を精密に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加え、必要な場合には、超音波処理で溶かして酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で正確に 100mL とし、検液とする。別に規定された副成色素を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥し、それぞれ約 10mg を精密に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）にそれぞれ溶かして正確に 100mL とし、標準原液とする。これらの標準原液 0.5mL、1 mL、2 mL 及び 5 mL を正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加えてそれぞれ正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に、標準液のそれぞれの色素のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の副成色素のピーク面積を測定し、検量線からそれぞれの色素量を求め、その合計値を求める。なお、検液の副成色素のピーク面積が検量線の範囲を超える場合には、検液を適宜酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で正確に希釈し、換算して試料中の色素量を求める。

（以下省略）

10. 未反応原料及び反応中間体

試料約 0.1 g を精密に量り、別に規定する溶液に溶かして正確に 100mL とし、検液とする。別に規定された未反応原料及び反応中間体を減圧デシケーター中で 24 時間乾燥し、それぞれ約 10mg を精密に量り、別に規定するもののほか、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加え、必要な場合には、超音波処理で溶かし、それぞれ酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で正確に 100mL と

し、標準原液とする。これらの標準原液0.5mL、1 mL、2 mL及び5 mLを正確に量り、酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）を加えてそれぞれ正確に100mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ一定量ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に、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。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

ただし、検量線の直線性が得られるように注入量を調節する。最低濃度の標準液で得られたピーク面積をAとし、検液中のAより大きい未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。なお、検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積が検量線の範囲を超える場合には、検液を適宜酢酸アンモニウム試液（0.02mol/L）で正確に希釈し、換算して試料中の未反応原料及び反応中間体量を求める。

(以下省略)

6. タール色素製剤試験法

改正の概要及び根拠

① 1. 他の色素

タール色素製剤中に含まれる色素を同定するための試験であるため、試験項目名の変更を要望する。更に、対照液についての操作が記載されていないため追記を要望する。

② 2. 他の色素レーキ

タール色素製剤中に含まれる色素レーキを同定するための試験であるため、試験項目名の変更を要望する。対照液についての操作が記載されていないため追記を要望する。

③ 3. 重金属

第8回検討会において、「ネスラー管」を「比色管」と修正することとなったことに伴う、記載整備及び加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載

④ 4. マンガン及びクロム

第9回検討会において、タール色素の製剤の成分規格・保存規準各条における、純度試験(2)マンガン及び(3)クロム規格が削除されたことに伴い、タール色素製剤試験法におけるマンガン及びクロム試験法を削除する。

⑤ 特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

より精度の高い分析値が得られる操作法の変更であり、規格値に変更はなく、食品健康に影響はない。

一般試験法改正案

(二重下線改正箇所は、第8回検討会審議済のものを示す。)

24. タール色素製剤試験法

タール色素製剤試験法は、タール色素の製剤の確認試験及び純度試験に用いる。

1. 他のタール色素製剤に含まれる色素

検液及び対照液 2 μLにつき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) /エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) 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15cm上昇したとき展開を止め、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 ろ紙2号 を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合は、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

2. 他のタール色素製剤に含まれる色素レーキ

(1) 別に規定する量の試料を量り、酢酸 (1→3) 60mL を加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて100mLとし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液及び対照液 2 μLにつき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) /エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) 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15cm上昇したとき展開を止め、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 ろ紙2号 を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合は、エタノール (99.5) (1→4) /アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

(2) 酢酸 (1→3) の代わりにアンモニア水 (1→25) を用い、エタノール (99.5) (1→4) /ア

ンモニア水（1→5）混液（1：1）を展開溶媒として(1)と同様に行う。

(3) 酢酸（1→3）の代わりに酢酸（1→20）を用い、(1)と同様に行う。

3. 重金属

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pbとして20 μ g/g以下（タール色素製剤試験法、重金属）」とあるのは、次の方法によるとき、重金属が、Pbとして20 μ g/g以下であることを示す。

操作法

(1) 検液及び比較液の調製

(i) アルミニウムレーキを含まないタール色素の製剤の場合

試料2.5gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製ビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100°C付近から～500°Cまで徐々に温度を上げ、必要な場合には、ガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して450～550°Cで強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸3mLを加えてかき混ぜ、更に水7mLを加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5mL及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、これに水を加えて50mLとし、試料液とする。試料液20mLを量り、~~ネスラー~~比色管に入れ、フェノールフタレイン試液1滴を加え、液が赤色を呈するまでアンモニア試液を滴加し、更に酢酸（1→4）2mLを加え、必要な場合には、ろ過し、ろ紙を水で洗い、水を加えて50mLとし、検液とする。別に、試料を用いずに試料液の調製と同様に操作し、これをA液とする。A液20mLを量り、~~ネスラー~~比色管に入れる。鉛標準原液（重金属試験用）2.0mLを正確に量り、先の~~ネスラー~~比色管に入れ、フェノールフタレイン試液1滴を加え、検液の調製と同様に操作して、比較液とする。

(ii) タール色素アルミニウムレーキを含むタール色素の製剤の場合

試料2.5gを量り、(i)と同様に灰化する。冷後、残留物に塩酸5mL及び硝酸1mLを加えて塊を十分に碎き、加熱して蒸発乾固し、必要な場合には、電気炉に入れ、450～550°Cで1時間強熱する。さらに、塩酸5mLを加えて塊を十分に碎き、再度加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）10mLを加え、加熱して溶かす。冷後、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸（1→4）約30mLで洗い、洗液をろ液に合わせ、加熱して蒸発乾固する。次に、この残留物に塩酸（1→4）10mLを加え、加熱して溶かす。冷後、ろ過する。さらに、容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1→4）5mL及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて50mLとし、試料液とする。試料液20mLを量り、~~ネスラー~~比色管に入れ、酢酸アンモニウム溶液（2→15）を加えてpHを約4とした後、水を加えて50mLとし、検液とする。別に、試料を用いずに試料液の場合と同様に操作し、これをA液とする。A液20mLを量り、~~ネスラー~~比色管に入れる。鉛標準液（重金属試験用）2.0mLを量り、A液を入れた~~ネスラー~~比色管に入れ、検液の調製と同様に操作して、比較液とする。

(2) 試験

検液及び比較液に硫化ナトリウム試液を2滴ずつ加えて振り混ぜ、5分間放置するとき、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。

~~4. マンガン及びクロム~~

~~以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Mnとして50 μ g/g以下（タール色素製剤試験~~

~~法、マンガン及びクロム(1))」とあるのは、次の方法(1)によるとき、Mnとして50 μ g/g以下であることを示す。~~

~~(1) マンガン 試料2.5gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製ビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100 $^{\circ}$ Cから500 $^{\circ}$ Cの範囲で徐々に温度を上げ、必要があればガラス棒で内容物を砕きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して450～550 $^{\circ}$ Cで強熱して灰化する。なお、灰化後、炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸3mLを加えてかき混ぜ、更に水7mLを加えて振り混ぜ、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過する。ろ紙上の残留物を塩酸(1 \rightarrow 4)5mL及び水5mLで洗い、洗液をろ液に合わせA液とする。先のろ紙上の残留物をろ紙とともに白金製のるつぼに入れ、105 $^{\circ}$ Cで乾燥後、約450 $^{\circ}$ Cで加熱灰化する。これに炭酸ナトリウム2gを加え、800 $^{\circ}$ C以上で強熱し融解させ、冷後、水10mLを加え、塩酸を滴加して酸性とする。これをビーカーに移し、更にるつぼを少量の水で洗い、洗液をビーカーに加え、激しくかき混ぜた後、A液に加え、更に水を加えて50mLとし、試料液とする。また、試料を用いずに試料液の調製と同様に操作し、B液とする。色素の含有量が50%を超える場合は、試料液4.0mLを量り、塩酸(1 \rightarrow 4)10mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。別に、B液4.0mL、マンガン標準液1.0mL、塩酸(1 \rightarrow 4)10mL及び水を加えて50mLとし、比較液とする。色素の含有量が50%以下の場合は、試料液及びB液をそれぞれ8.0mLずつ量り、検液及び比較液を調製する。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ マンガン中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 279.5nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

~~(2) クロム 色素の含有量が50%を超える場合は、(1)の試料液10mLを量り、塩酸(1 \rightarrow 4)10mL及び水を加えて50mLとし、検液とする。別に、(1)のB液10mL、クロム標準液10mL、塩酸(1 \rightarrow 4)10mL及び水を加えて50mLとし、比較液とする。色素の含有量が50%以下の場合は、(1)の試料液及び(1)のB液をそれぞれ20mLずつ量り、検液及び比較液を調製する。検液、比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行うとき、検液の吸光度は比較液の吸光度以下である。~~

~~操作条件~~

~~光源ランプ クロム中空陰極ランプ~~

~~分析線波長 クロム 357.9nm~~

~~支燃性ガス 空気~~

~~可燃性ガス アセチレン~~

7. タール色素レーキ試験法

改正の概要及び根拠

① 3. 鉛

加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載。

② 4. 亜鉛及び鉄

加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載。

③ 6. ヒ素

加熱時の温度の上げ方の詳細をわかりやすく記載。

④ 特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

より精度の高い分析値が得られる操作法の変更であり、規格値に変更はなく、食品健康に影響はない。

一般試験法改正案

25. タール色素レーキ試験法

タール色素レーキ試験法は、タール色素レーキの純度試験及び定量に用いる。

1. 塩酸及びアンモニア不溶物 (省略)

2. ヨウ化物 (省略)

3. 鉛

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Pb として $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (タール色素レーキ試験法、鉛)」とあるのは、次の方法による時、鉛が、Pb として $5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

(1) 検液、比較液及び空試験液の調製

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100°C付近から \sim 500°Cまで 徐々に温度を上げ、内容物を、必要な場合には、ガラス棒で碎きながら、ほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、灰化容器を電気炉に入れ、徐々に加熱して 500~600°C で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉で強熱して灰化する。なお、500~550°C で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用できる。冷後、残留物に塩酸 (1→4) 30mL を加え、必要な場合には、蓋をし、加熱して溶かす。冷後、試料液とする。試料液に、クエン酸水素二アンモニウム溶液 (1→2) 10mL を加える。指示薬としてチモールブルー試液 1 mL を加え、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加えて約 100mL とする。ピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液 (3→100) 5 mL を加えて 5 分間放置し、酢酸ブチル 10mL を正確に加えて 5 分間振とうした後、放置又は遠心分離する。酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に、鉛標準液 5 mL を正確に量り、検液の調製と同様に操作し、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作した液を空試験液とする。

(以下省略)

4. 亜鉛及び鉄

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Znとして50 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素レーキ試験法、亜鉛及び鉄(1)）」とあるのは、次の(1)の方法による時、亜鉛が、Znとして50 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 1.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は耐熱ガラス製のビーカーに入れ、硫酸を少しずつ加えて試料全体を潤し、100 $^{\circ}\text{C}$ 付近から \sim 500 $^{\circ}\text{C}$ まで徐々に温度を上げ、必要な場合には、ガラス棒で内容物を碎きながら、内容物がほとんど炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。その後、灰化容器を電気炉に入れ、徐々に加熱して 450 \sim 550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、硫酸で潤し、同様の操作を繰り返す。冷後、残留物に塩酸 5 mL 及び硝酸 1 mL を加えて塊を十分に碎き、加熱して蒸発乾固する。さらに、塩酸 5 mL を加えて塊を十分に碎き、再度加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1 \rightarrow 4）10 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を塩酸（1 \rightarrow 4）約 30 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、加熱して蒸発乾固する。次に、この残留物に塩酸（1 \rightarrow 4）10 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、ろ過する。さらに、容器及びろ紙上の残留物を塩酸（1 \rightarrow 4）5 mL 及び水で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とし、試料液とする。

5. バリウム（省略）

6. ヒ素

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「Asとして3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下（タール色素レーキ試験法）」とあるのは、次の方法による時、ヒ素が、Asとして3 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下であることを示す。

操作法

試料 0.50 g を量り、磁製のるつぼ又は耐熱性ガラスビーカーに入れ、これに硝酸マグネシウム六水和物・エタノール（95）溶液（1 \rightarrow 10）20 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させる。燃焼終了近くになると内容物が飛び散ることがあるため、必要な場合には、蓋を用いる。その後、150 $^{\circ}\text{C}$ 付近から \sim 500 $^{\circ}\text{C}$ まで徐々に温度を上げ、必要な場合には、ガラス棒で内容物を碎きながら、ほとんど炭化するまで加熱する。その後、電気炉に入れ、徐々に加熱して 450 \sim 550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱して灰化する。炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、再び電気炉に入れ 450 \sim 550 $^{\circ}\text{C}$ で強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 6 mL を加え、必要な場合には、水約 10 mL を加え、蓋をし、加熱して溶かす。冷後、水を加えて 25 mL とし、検液とする。別に、ヒ素標準液 3.0 mL、塩酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし、比較液とする。また、試料を用いずに検液の調製と同様に操作して得られた液を空試験液とする。検液、比較液及び空試験液につき、それぞれの液 4 mL に塩酸 3 mL 及びヨウ化カリウム溶液（1 \rightarrow 10）1 mL を加え、室温で 30 分間放置した後、L（+）-アスコルビン酸溶液（1 \rightarrow 10）2 mL 及び水を加えて 20 mL とし、ヒ素試験法の装置 C を用いて、試験を行うとき、検液から得られた液と空試験液から得られた液の吸光度の差は、比較液から得られた液の吸光度以下である。

装置により検液及び比較液に加える塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びL（+）-アスコルビン酸溶液の量や濃度は異なり、装置に導入する検液、比較液、塩酸、ヨウ化カリウム溶液及びテトラヒドロホウ酸ナトリウム試液の流量や濃度が異なる場合もある。

（以下省略）

7. 定量法（省略）

8. 粘度測定法

改正の概要及び根拠

①本文

(1) 第1法 毛細管粘度計法の操作法の粘度計の定数の記号「K」は、装置に付けられた記号「K」と区別がつかないため、小文字「k」に修正する。

(2) 第2法 回転粘度計法の操作法に、成分規格・保存基準各条の記載例が示されているが、成分規格・保存基準各条では括弧書きで条件を記載していないため、例示を削除する。また、本文中の「低粘度用アダプター」に合わせ、表中の「アダプター」を「低粘度用アダプター」に修正する。

②特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

試験法中の記号及び用語の修正並びに不要な例示の削除であり、食品健康に影響は生じない。

一般試験法改正案

30. 粘度測定法

粘度測定法は、粘度計により試料の動粘度及び（絶対）粘度を測定する方法である。その単位は、通例、それぞれ平方ミリメートル毎秒（ mm^2/s ）及びミリパスカル秒（ $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ）を用いる。

第1法 毛細管粘度計法

この測定法は、ニュートン液体の動粘度を測定する方法で、一定体積の液体が、毛細管を流下するのに要する時間を測定し、動粘度を算出する。

装置

別に規定するもののほか、次の図に示すウベローデ型粘度計を用いる。

A、B及びC：管部

D、E及びF：球部

G、H、J及びK：標線

L：毛細管部

（図 略）

毛細管の内径と測定に適する動粘度の範囲の関係を表に示す。毛細管の内径は、表に示したものでなくてもよいが、流下時間が200～1000秒になるような粘度計を選ぶ。

（表略）

操作法

試料を泡が入らないように注意しながらAに入れ、粘度計を垂直にしたとき、試料の液面がDのGとHの間にくるようにする。この粘度計を別に規定する温度（ $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ）の恒温槽中にBのFが水中に没するまで入れ、垂直に固定し、試料が規定温度になるまで約20分間放置する。Cを指で閉じ、Bから静かに試料を吸い上げ、液面がFのほぼ中心に達したとき、Cの管口を開き、直ちにBの管口を閉じる。毛細管の最下端で液柱が切れていることを確認した後、Bの管口を開き、液面がJからKまで流下するのに要する時間 t （秒）を測定し、次式により動粘度（ ν ）を求める。

$$\nu = \frac{k}{t}$$

ただし、 k （ mm^2/s^2 ）は、粘度計の定数であり、あらかじめ水又は粘度計校正用標準液を用いて同様に操作して定めておく。このときの温度は、試料の測定時の温度と異なっても差し支

えない。

第2法 回転粘度計法

この測定法は、ニュートン液体又は非ニュートン液体に対して適用する方法であり、液体中を一定の角速度で回転するローターに作用する力（トルク）をバネのねじれ度で検出し、粘度に換算する原理等を応用した測定法である。

装置

次の図に示すブルックフィールド型粘度計を用いる。ローターの種類及び回転数は可変になっており、試料に適したものを選ぶ。

A：回転数切り換えつまみ

B：指針

C：目盛

D：液浸マーク

E：ローター

F：ガード

(図 略)

操作法

成分規格・保存基準各条で規定するE及びF（低粘度用アダプター使用時を除く）をとり付ける。Aを成分規格・保存基準各条で規定する回転数に設定する。試料を入れた容器中にEを静かに入れ、試料の液面をDに一致させる。スイッチを入れ、Eを回転させるとBは0から動き始める。成分規格・保存基準各条に規定するとおり、Bが安定するか、一定時間経過した後、回転を止め、Bの示すCを読む。この指示値に、使用したEの種類及び回転数によって定まる表の換算定数を乗じて、試料の粘度を算出する。

~~例えば、成分規格・保存基準各条で、1500～2500mPa・s（2号、12回転、30秒間）と規定する場合には、2号ローターを用い、1分間12回転で回転した時、30秒後の粘度が1500～2500mPa・sであることを示す。また、成分規格・保存基準各条で30000～40000mPa・s（4号、12回転、安定）と規定する場合には、4号ローターを用い、1分間12回転で回転し、指針の目盛り示度が安定したときの粘度が30000～40000mPa・sであることを示す。~~

ローターの種類 \ 回転数	60	30	12	6
低粘度用アダプター	0.1	0.2	0.5	1.0
1号	1	2	5	10
2号	5	10	25	50
3号	20	40	100	200
4号	100	200	500	1000

3) 試薬・試液等の改正

1. 定量用試薬の名称

改正の概要及び根拠

①名称

現在、C. 試薬・試液等 1. 試薬・試液 の項に定量法に用いる試薬として、48 試薬が登録されている。定量法に用いる試薬については、他の試薬との区別のため、定量用であることがわかるように一つの定量用試薬に対し、「〇〇、定量用」、「定量用〇〇」、「△△、定量用」、「定量用△△」とそれぞれ2つの名称を設定している。これは、アイウエオ順で並べるためと、規格本文中に「〇〇、定量用」と記載すると句点との関係で内容が分かり難くなるため、「定量用〇〇」の一語として文章中に挿入するためである。一方、公定書英文版では、「〇〇 for assay」の一語で定量用であることがわかるようになってきている。すなわち、1つの定量用試薬について、和文版では2つの名称が設定されており、英文版では1つの名称となっており、定量用試薬の増加に伴ってこれらの管理が複雑化している。この問題を解決するため、定量用試薬の名称を以下のように改正する。

「〇〇、定量用」と「定量用〇〇」

を一つにまとめ、

「〇〇、定量用（定量用〇〇）」

とする。

この改正は、C. 試薬・試液等 1. 試薬・試液 の項以外の修正を伴わない。なお、英文版は、従来通り「〇〇 for assay」とする。

②特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

試薬・試液等の項における名称の変更要望であり、食品健康に影響は生じない。

試薬・試液改正案

L-アスコルビン酸 2-グルコシド、定量用 (定量用L-アスコルビン酸 2-グルコシド)

アゾキシストロビン、定量用 (定量用アゾキシストロビン)

アドバンテーム、定量用 (定量用アドバンテーム)

L-アラビノース、定量用 (定量用L-アラビノース)

イソアルファー苦味酸、定量用 (定量用イソアルファー苦味酸)

イソチオシアン酸アリル、定量用 (定量用イソチオシアン酸アリル)

myo-イノシトール、定量用 (定量用 myo-イノシトール)

オクタン酸、定量用 (定量用オクタン酸)

(+) -カテキン、定量用 (定量用 (+) -カテキン)

D-ガラクトロン酸、定量用 (定量用D-ガラクトロン酸)

グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド、定量用 (定量用グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド)

グルタミルバリルグリシン、定量用 (定量用グルタミルバリルグリシン)

L-グルタミン酸、定量用 (定量用L-グルタミン酸)

コレステロール、定量用 (定量用コレステロール)

サルササポゲニン、定量用 (定量用サルササポゲニン)

α -シクロデキストリン、定量用 (定量用 α -シクロデキストリン)
 β -シクロデキストリン、定量用 (定量用 β -シクロデキストリン)
 γ -シクロデキストリン、定量用 (定量用 γ -シクロデキストリン)
ジフェノコナゾール、定量用 (定量用ジフェノコナゾール)
スチグマステロール、定量用 (定量用スチグマステロール)
ステビオシド、定量用 (定量用ステビオシド)
D-ソルビトール、定量用 (定量用D-ソルビトール)
 β -ツヤプリシン、定量用 (定量用 β -ツヤプリシン)
d- α -トコフェロール、定量用 (定量用 *d*- α -トコフェロール)
d- β -トコフェロール、定量用 (定量用 *d*- β -トコフェロール)
d- γ -トコフェロール、定量用 (定量用 *d*- γ -トコフェロール)
d- δ -トコフェロール、定量用 (定量用 *d*- δ -トコフェロール)
ニンヒドリン試液、納豆菌ガム定量用 (納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液)
ネオテーム、定量用 (定量用ネオテーム)
ピリメタニル、定量用 (定量用ピリメタニル)
フェルラ酸、定量用 (定量用フェルラ酸)
部分加水分解サポニン、定量用 (定量用部分加水分解サポニン)
フルジオキシソニル、定量用 (定量用フルジオキシソニル)
プロピコナゾール、定量用 (定量用プロピコナゾール)
ベタイン、定量用 (定量用ベタイン)
 ϵ -ポリリシン塩酸塩、定量用 (定量用 ϵ -ポリリシン塩酸塩)
D-マンニトール、定量用 (定量用D-マンニトール)
ミリシトリン、定量用 (定量用ミリシトリン)
メナキノン-4、定量用 (定量用メナキノン-4)
モグロシドV、定量用 (定量用モグロシドV)
モノグルコシルヘスペリジン、定量用 (定量用モノグルコシルヘスペリジン)
ヨウ化イソプロピル、定量用 (定量用ヨウ化イソプロピル)
ヨードメタン、定量用 (定量用ヨードメタン)
ラクトフェリン、定量用 (定量用ラクトフェリン)
L-ラムノース、定量用 (定量用L-ラムノース)
D-リボース、定量用 (定量用D-リボース)
ルチン、定量用 (定量用ルチン)
レバウジオシドA、定量用 (定量用レバウジオシドA)
~~定量用L-アスコルビン酸2-グルコシド~~ ~~L-アスコルビン酸2-グルコシド、定量用を見よ。~~
~~定量用アゾキシストロビン~~ ~~アゾキシストロビン、定量用を見よ。~~
~~定量用アドバンテーム~~ ~~アドバンテーム、定量用を見よ。~~
~~定量用L-アラビノース~~ ~~L-アラビノース、定量用を見よ。~~
~~定量用 *myo*-イノシトール~~ ~~*myo*-イノシトール、定量用を見よ。~~
~~定量用イソアルファ-苦味酸~~ ~~イソアルファ-苦味酸、定量用を見よ。~~
~~定量用イソチオシアン酸アリル~~ ~~イソチオシアン酸アリル、定量用を見よ。~~
~~定量用オクタタン酸~~ ~~オクタタン酸、定量用を見よ。~~

~~定量用 (+) - カテキン~~ ~~(+) - カテキン、定量用を見よ。~~
~~定量用 D-ガラクトツロン酸~~ ~~D-ガラクトツロン酸、定量用を見よ。~~
~~定量用グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド~~ ~~グリチルレチン酸 3-O-グルクロニド、定量用を見よ。~~
~~定量用グルタミルバリルグリシン~~ ~~グルタミルバリルグリシン、定量用を見よ。~~
~~定量用 L-グルタミン酸~~ ~~L-グルタミン酸、定量用を見よ。~~
~~定量用コレステロール~~ ~~コレステロール、定量用を見よ。~~
~~定量用サルササポゲニン~~ ~~サルササポゲニン、定量用を見よ。~~
~~定量用 α -シクロデキストリン~~ ~~α -シクロデキストリン、定量用を見よ。~~
~~定量用 β -シクロデキストリン~~ ~~β -シクロデキストリン、定量用を見よ。~~
~~定量用 γ -シクロデキストリン~~ ~~γ -シクロデキストリン、定量用を見よ。~~
~~定量用ジフェノコナゾール~~ ~~ジフェノコナゾール、定量用を見よ。~~
~~定量用スチグマステロール~~ ~~スチグマステロール、定量用を見よ。~~
~~定量用ステビオシド~~ ~~ステビオシド、定量用を見よ。~~
~~定量用 D-ソルビトール~~ ~~D-ソルビトール、定量用を見よ。~~
~~定量用 β -ツヤプリシン~~ ~~β -ツヤプリシン、定量用を見よ。~~
~~定量用 $d-\alpha$ -トコフェロール~~ ~~$d-\alpha$ -トコフェロール、定量用を見よ。~~
~~定量用 $d-\beta$ -トコフェロール~~ ~~$d-\beta$ -トコフェロール、定量用を見よ。~~
~~定量用 $d-\gamma$ -トコフェロール~~ ~~$d-\gamma$ -トコフェロール、定量用を見よ。~~
~~定量用 $d-\delta$ -トコフェロール~~ ~~$d-\delta$ -トコフェロール、定量用を見よ。~~
~~定量用ネオテーム~~ ~~ネオテーム、定量用を見よ。~~
~~定量用ピリメタニル~~ ~~ピリメタニル、定量用を見よ。~~
~~定量用フェルラ酸~~ ~~フェルラ酸、定量用を見よ。~~
~~定量用部分加水分解サポニン~~ ~~部分加水分解サポニン、定量用を見よ。~~
~~定量用フルジオキシニル~~ ~~フルジオキシニル、定量用を見よ。~~
~~定量用プロピコナゾール~~ ~~プロピコナゾール、定量用を見よ。~~
~~定量用ベタイン~~ ~~ベタイン、定量用を見よ。~~
~~定量用 ϵ -ポリリシン塩酸塩~~ ~~ϵ -ポリリシン塩酸塩、定量用を見よ。~~
~~定量用 D-マンニトール~~ ~~D-マンニトール、定量用を見よ。~~
~~定量用ミリシトリン~~ ~~ミリシトリン、定量用を見よ。~~
~~定量用メナキノン-4~~ ~~メナキノン-4、定量用を見よ。~~
~~定量用モグロシド V~~ ~~モグロシド V、定量用を見よ。~~
~~定量用モノグルコシルヘスペリジン~~ ~~モノグルコシルヘスペリジン、定量用を見よ。~~
~~定量用ヨウ化イソプロピル~~ ~~ヨウ化イソプロピル、定量用を見よ。~~
~~定量用ヨードメタン~~ ~~ヨードメタン、定量用を見よ。~~
~~定量用ラクトフェリン~~ ~~ラクトフェリン、定量用を見よ。~~
~~定量用 L-ラムノース~~ ~~L-ラムノース、定量用を見よ。~~
~~定量用 D-リボース~~ ~~D-リボース、定量用を見よ。~~
~~定量用ルチン~~ ~~ルチン、定量用を見よ。~~
~~定量用レバウジオシド A~~ ~~レバウジオシド A、定量用を見よ。~~
~~納豆菌ガム定量用ニンヒドリン試液~~ ~~ニンヒドリン試液、納豆菌ガム定量用を見よ。~~

2. ろ紙

改正の概要及び根拠

①クロマトグラフィー用ろ紙

日本産業規格の JIS P3801 ろ紙（化学分析用）の引用規格 JIS P8101 溶解パルプ試験方法が廃止されていることから、クロマトグラフィー用ろ紙の規格に合った製品を入手することが困難であるため、現在の流通品に合わせた規格に変更する。更に、公定書ではクロマトグラフィー用ろ紙 2号のみしか使用されないことから、クロマトグラフィー用ろ紙 2号をクロマトグラフィー用ろ紙とし、その他の種類に関わる規格を削除する。更に、本改正に伴い、一般試験法及び各条における「クロマトグラフィー用ろ紙 2号」及び「クロマトグラフィー用 2号」を「クロマトグラフィー用ろ紙」に修正する。

②特記事項

(1) 食品健康に影響がないことを説明する資料等

試験法及び規格値の変更ではないため食品健康への影響はない。

改正案

7. ろ紙

ろ紙は、次に示す規格のものを用いる。なお、ろ紙と記載し、特にその種類を示さないものは、定性分析用ろ紙を示す。ろ紙は、ガス等によって汚染されないように保存する。

定性分析用ろ紙 日本産業規格のろ紙（化学分析用）の定性分析用の規格に適合するものを用いる。

定量分析用ろ紙 日本産業規格のろ紙（化学分析用）の定量分析用の規格に適合するものを用いる。

クロマトグラフィー用ろ紙 ~~定量定性~~分析用ろ紙の規格及び次に示す規格に適合するものを用いる。
し、かつ、ろ水時間が 168～300 秒、湿潤破裂強さが 20cm 以上、吸水高度が 4～8 cm のものを用いる。ただし、ろ水時間及び湿潤破裂強さの試験は、J I S P3801 に規定する方法により行う。また、吸水高度の試験は、J I S P8141 に準じ、水の温度は 20±2℃とした方法により行う。

種類	1号	2号	3号	4号
α 繊維素含量 (%)	90 以上	95 以上	95 以上	95 以上
銅価 (%)	1.6 以下	1.4 以下	1.4 以下	1.4 以下
pH	5～8	5～8	5～8	5～8
灰分量 (%)	0.02 以下	0.12 以下	0.12 以下	0.12 以下
ろ水時間 (秒)	330±132	240±96	120±48	100±40
湿潤破裂強さ (cm)	13 以上	20 以上	12 以上	15 以上
吸水高度 (cm)	6±1.2	5.5±1.1	7±1.4	7.5±1.5

ただし、~~α 繊維素含量、銅価、pH、灰分量、ろ水時間及び湿潤破裂強さの試験は、日本産業規格に規定する方法により、吸水高度の試験は、次に示す方法により行う。~~

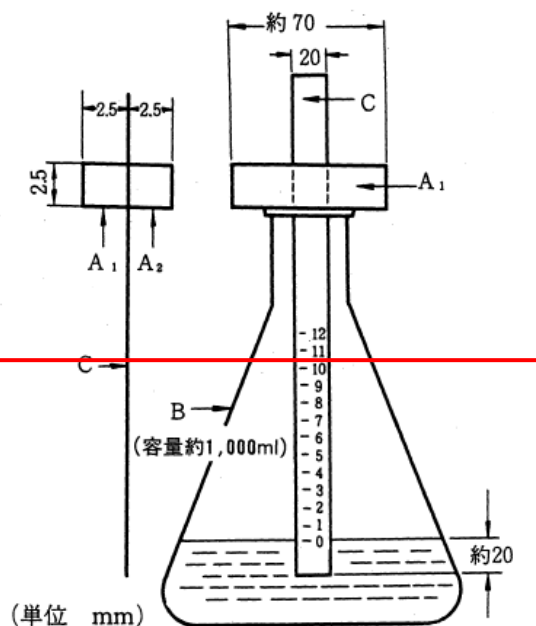
吸水高度の試験

~~装置~~ 概略は、次の図による。

~~A₁ 及び A₂ : ろ紙保持用ガラスブロック~~

~~B : 三角フラスコ (容量約 1000mL)~~

~~C : 試料ろ紙~~



~~操作法—Bに蒸留水約 300mL を入れ、フラスコの口の上にA₁及びA₂を並べて置く。あらかじめ鉛筆で1cmごとに目盛を付けたCをガラスブロックの間に挟み、初めは静かに滑らせ、ろ紙の下端が水面に着いたならば、速やかに滑らせて、目盛の0点を水面に一致させて固定し、蒸留水が10分間に上昇する高さを測定する。~~

B 一般試験法

24. タール色素製剤試験法

タール色素製剤試験法は、タール色素の製剤の確認試験及び純度試験に用いる。

1. 他のタール色素製剤に含まれる色素

検液 2 μ L につき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) / エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) 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 15cm 上昇したとき展開を止め、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2号ろ紙 を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合には、エタノール (99.5) (1→4) / アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

2. 他のタール色素製剤に含まれる色素レーキ

- (1) 別に規定する量の試料を量り、酢酸 (1→3) 60mL を加え、沸騰するまで加熱した後、放冷する。次にアセトンを加えて100mLとし、よく混和し、上澄液を検液とする。検液 2 μ L につき、1-ブタノール/アンモニア水 (1→25) / エタノール (99.5) 混液 (6 : 3 : 2) 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 15cm 上昇したとき展開を止め、風乾した後、白色板上に載せ、自然光下で上方から観察する。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 2号ろ紙 を用いる。また、タール色素の分離が十分でない場合には、エタノール (99.5) (1→4) / アンモニア水 (1→5) 混液 (1 : 1) を展開溶媒とする。

(以下省略)

D 成分規格・保存基準各条

L-アルギニンL-グルタミン酸塩

確認試験

- (2) 本品の水溶液（1→500）を検液とする。別にL-アルギニン塩酸塩 0.1 g 及びL-グルタミン酸ナトリウム水和物 0.1 g に水を加えて溶かし、100mL とした液を対照液とする。検液及び対照液それぞれ 5 μ L につき、1-ブタノール/水/酢酸混液（5：2：1）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 30cm 上昇したとき展開を止める。ろ紙を風乾し、更に 100°C で 20 分間乾燥した後、ニンヒドリン・アセトン溶液（1→50）を噴霧し、100°C で 5 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、対照液から得たスポットに対応する二つのスポットを認める。ただし、ろ紙には、クロマトグラフィー用ろ紙 **2号** を使用する。

D-キシロース

純度試験

- (6) 他の糖類本品 0.5 g を量り、水を加えて溶かし、1000mL とし、検液とする。検液 0.1mL を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/ピリジン/水混液（6：4：3）を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つの赤色スポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用ろ紙 **2号** を用い、展開溶媒の先端が検液を付けた点から約 15cm に達したとき展開を止め、先端の位置に印をつける。ろ紙を風乾した後、再び同じ展開溶媒で展開し、展開溶媒が前の印のところまで達したとき展開を止める。さらに、同様の操作を 1 回繰り返した後、呈色液を噴霧し、100~125°C で 5 分間乾燥した後、自然光下で上方から観察する。呈色液は、アニリン 0.93 g 及びフタル酸無水物 1.66 g を量り、水を飽和した 1-ブタノール 100mL を加えて溶かして調製する。

クエン酸

純度試験

- (6) イソクエン酸本品 0.5 g を量り、105°C で 3 時間加熱する。冷後、アセトン 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、ろ紙クロマトグラフィーを行うとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 **2号ろ紙** を用い、展開溶媒が約 25cm 上昇したとき展開を止め、十分に風乾した後、クエン酸用プロモフェノールブルー試液を噴霧する。なお、展開溶媒は、1-ブタノール/ギ酸/水混液（8：3：2）を一夜静置した後、その上層を用いる。

DL-トレオニン

純度試験

- (5) アロトレオニン 本品 0.10 g を量り、水を加えて溶かし、50mL とし、検液とする。検液 5 μ L を量り、対照液を用いず、1-ブタノール/2-ブタノン/水/アンモニア試液混液（5：3：1：1）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 30cm 上昇したとき展開を止め、ろ紙を風乾し、更に 100°C で 20 分間乾燥した後、ニンヒドリン・アセトン溶液（1→50）を噴霧し、100°C で 5 分間乾燥した後、自然光下で観察するとき、一つのスポットのみを認める。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。

ラック色素

確認試験

- (3) 本品の表示量から、色価 1000 に換算して 0.1 g に相当する量を量り、エタノール (95) 10 mL 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 10 cm 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。

L-リシンL-アスパラギン酸塩

確認試験

- (2) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 500) を検液とする。検液 5 μ L を量り、別に L (+) -アスパラギン酸ナトリウム一水和物 0.1 g 及び L-リシン一塩酸塩 0.1 g を量り、水を加えて溶かし、100 mL とした液を対照液とする。1-ブタノール/水/酢酸混液 (5 : 2 : 1) を展開溶媒としてろ紙クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約 30 cm の高さに上昇したとき展開を止め、風乾し、更に 100 $^{\circ}$ C で 20 分間乾燥する。ニンヒドリン・アセトン溶液 (1 \rightarrow 50) を噴霧し、100 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱して呈色させ、自然光下で観察するとき、対照液から得たスポットに対応する二つのスポットを認める。ただし、ろ紙には、クロマトグラフィー用ろ紙 ~~2号~~ を使用する。

レシチン

確認試験

- (2) 本品 0.5 g に塩酸 (1 \rightarrow 2) 5 mL を加え、水浴中で 2 時間加熱した後、ろ過し、検液とする。検液 10 μ L につき、塩化コリン溶液 (1 \rightarrow 200) を対照液とし、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う。展開溶媒が約 25 cm 上昇したとき展開を止め、風乾した後、ドラーゲンドルフ試液を噴霧して呈色させ、自然光下で観察するとき、対照液から得たスポットに対応する赤橙色のスポットを認める。ただし、ろ紙は、クロマトグラフィー用 ~~2号~~ ろ紙 を使用する。

4) その他

1. 強熱の条件が不明確なもの

改正項目

- 1) 赤リン
- 2) ゼラチン
- 3) ケイ素標準原液
- 4) アルギン酸プロピレングリコールエステル
- 5) 安息香酸ナトリウム
- 6) 塩化カルシウム
- 7) カラメルⅠ
- 8) カラメルⅡ
- 9) サンゴ未焼成カルシウム
- 10) シアノコバラミン
- 11) シュウ酸
- 12) 乳酸鉄
- 13) リボフラビン5'-リン酸エステルナトリウム
- 14) 硫酸カリウム
- 15) 硫酸ナトリウム
- 16) リン酸三カリウム
- 17) 酸化カルシウム
- 18) 水酸化カルシウム
- 19) 炭酸カルシウム

改正の概要及び根拠

第8版公定書では、一般試験法の11. 強熱減量試験法及び12. 強熱残分試験法では、特に規定がなければ共に450～550℃で3時間強熱ということになっていた。従って、各条規格等で特に規格内で別の温度と時間を指定していなければ、450～550℃で3時間強熱を意図していたと思われる。しかし、第9版公定書では、12. 強熱減量試験法の温度と時間はそのまま450～550℃で3時間であったが、13. 強熱残分試験法は、別に規定がなければ、600±50℃で3時間強熱することとなった。このため、単に”強熱する”と記載された場合の温度が不明確であることから、規格内に強熱減量も強熱残分もないものについて、操作温度等の追記を行った。また、強熱操作後に質量を量る操作が続く場合は、あらかじめのつぼの強熱及び計量が行われるが、これまで明文化されていない箇所があったことから、必要に応じて記載した。

改正案

①試薬・試液等

赤リン

定量法

- (3) ピロリン酸マグネシウム（総リン） ～略～。あらかじめ 105℃で加熱して恒量とした磁製のつぼに、沈殿の入ったろ紙を入れ、105℃で乾燥した後、徐々に加熱して灰化し、恒量になるまで450～550℃で強熱する。～略～。

ゼラチン

純度試験

- (2) 重金属 Pb として $50 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品 0.5 g を磁製のろつぼに入れて、徐々に加熱し、炭化した後、放冷する。硝酸 2 mL 及び硫酸 0.5 mL を加えて、注意しながら白煙が生じなくなるまで加熱し、450～550℃で3時間 強熱灰化後、放冷する。～略～。

ケイ素標準原液 900～1000℃で3時間強熱し冷却した二酸化ケイ素 0.214 g を量り、炭酸ナトリウム 1 g を加え、白金製のろつぼ中で加熱融解する。～略～

②成分規格・保存基準各条

アルギン酸プロピレングリコールエステル

純度試験

- (2) 不溶性灰分 1.5%以下

(1)の(ii)で得たる紙上の残留物を乾燥し、あらかじめ500～600℃で30分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに入れ、恒量になるまで500～600℃で強熱する。冷後、質量を精密に量る。

安息香酸ナトリウム

純度試験

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

本品に水酸化カルシウム 0.20 g を加えてよく混ぜる。これを 1時間かけて450℃まで徐々に加熱炭化し、その後550℃で強熱して灰化する。得られた残留物を塩酸 (1→4) 10 mL に溶かし、検液とする。

塩化カルシウム

純度試験

- (4) アルカリ金属及びマグネシウム 5.0%以下

～略～。この液を 100 mL のメスシリンダーに移し、水を加えて 100 mL とし、4時間～1夜放置し、上澄液を乾燥ろ紙でろ過する。あらかじめ450～550℃で30分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに、ろ液 50 mL を量り、硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで450～550℃で強熱し、その残留物の質量を精密に量る。～略～

カラメル I

純度試験

- (4) 総硫黄 0.3%以下 (固形物換算)

～略～。ろ過し、ろ液を沸騰するまで加熱し、塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 5 mL を滴加した後、100 mL まで濃縮し、一夜放置し、する。定量分析用ろ紙 (5種C) を用いてろ過し、温湯で洗浄し、ろ紙及び残留物を、あらかじめ500～900℃で30分間以上強熱してデシケ

ーター中で放冷後質量を測定し精密に量ったるつぼに入れ、恒量になるまで 500～900℃で強熱して硫酸バリウムとして質量を精密に量る。～略～。

カラメルⅡ

純度試験

(6) 二酸化硫黄 0.2%以下 (固形物換算)

(ii) 操作法 ～略～。この液を水浴上で1時間加熱する。冷後、一夜放置し、定量分析用ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温水で洗~~い~~う。残留物をろ紙とともに乾燥した後、あらかじめ500～900℃で30分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに入れ、恒量となるまで500～900℃で強熱し、硫酸バリウムとして質量を精密に量り、次式により計算する。～略～。

サンゴ未焼成カルシウム

純度試験

(3) アルカリ金属及びマグネシウム 12.0%以下

～略～。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液(1→25) 60mLを加え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて100mLとし、よくかき混ぜた後、ろ過~~し~~する。あらかじめ450～550℃で30分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぼに、ろ液50mLを量り、硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで450～550℃で強熱し、その残留物の質量を精密に量る。～略～。

シアノコバラミン

確認試験

(2) 本品1mgに硫酸水素カリウム50mgを加えて混和し、~~強熱して融解~~融解するまで強熱する。～略～。

シュウ酸

純度試験

(2) 硫酸塩 SO_4 として0.077%以下

本品1.0gを量り、水20mL及び炭酸ナトリウム溶液(1→8)1mLを加え、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱し、更に600～700℃~~に~~で3時間強熱する。～略～。

乳酸鉄

定量法 本品約1gを精密に量り、徐々に加熱して炭化し、硝酸1mLを加え、液が飛散しないように注意しながら蒸発乾固した後、450～550℃で灰化するまで強熱する。～略～。

リボフラビン5'-リン酸エステルナトリウム

確認試験

(2) 本品50mgに硝酸10mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、~~更に炭化するまで~~炭化するまで強熱する。～略～。

硫酸カリウム

定量法 ～略～。ろ紙及び残留物を、あらかじめ 500～600℃で30分間以上 強熱し、~~て~~ デシケーター中で放冷後 質量を 測定し精密に量 ったるつぼに入れ、~~残留物をろ紙とともに~~ 乾燥した後、恒量になるまで 500～600℃で強熱し、その質量を精密に量り、次式により含量を求める。

～略～

硫酸ナトリウム

定量法 ～略～。冷後、定量分析用ろ紙（5種C）を用いてろ過し、ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで温湯で洗い、~~残留物をろ紙と共に~~ う。ろ紙及び残留物を、あらかじめ 450～550℃で30分間以上 強熱して デシケーター中で放冷後 質量を精密に量 ったるつぼに入れ、乾燥した後、恒量となるまで 450～550℃ で強熱し、硫酸バリウム（BaSO₄）として質量を精密に量 る。 り、次式により含量を求める。

～略～

リン酸三カリウム

定量法 本品を 120℃で2時間、次に300～400℃で1時間 強熱し、その約2gを精密に量り、水50mLを加えて溶かし、約15℃に保ち、1mol/L塩酸で滴定する（指示薬メチルオレンジ・キシレンシアノールFF試液3～4滴）。

～略～

（第9回検討会からの修正）

酸化カルシウム

純度試験

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 3.6%以下

～略～。

~~ろ液50mLを~~ あらかじめ 800℃で 30分間以上 強熱して、~~て~~ デシケーター中で放冷し、 ~~後~~ 質量を精密に量った白金製のろつぼに 入れ、ろ液50mLを量り、硫酸0.5mLを加えて蒸発乾固した後、恒量になるまで 800℃で強熱し、その残留物の質量を 精密に 量る。～略～。

水酸化カルシウム

純度試験

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 6.0%以下

～略～。あらかじめ450～550℃で30分間以上 強熱して デシケーター中で放冷後 質量を精密に 量ったるつぼに、 ろ液50mLを量り、硫酸0.5mLを加え、~~て~~ 蒸発乾固 した後、恒量になるまで 450～550℃ で強熱し、その残留物の質量を 精密に 量る。～略～。

炭酸カルシウム

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 1.0%以下

～略～。冷後、アンモニア試液で中和し、シュウ酸アンモニウム一水和物溶液（1→25）60mLを加え、水浴上で1時間加熱する。冷後、水を加えて100mLとし、よくかき混ぜた後、ろ

過~~り~~する。あらかじめ 600°C で 30 分間以上強熱してデシケーター中で放冷後質量を精密に量ったるつぽに、ろ液 50mL を量り、硫酸 0.5mL を加えて蒸発乾固した後、 ~~600°C~~ で恒量になるまで 600°C で強熱し、その残留物の質量を精密に量る。～略～。

2.9 版収載事項及び以後設定された事項

改正項目

- 1) 29. 鉛試験法（原子吸光光度法）
- 2) 38. メトキシ基定量法
- 3) アジ化ナトリウム
- 4) アセトン（脱水）
- 5) コハク酸ジエチレングリコールポリエステル
- 6) ジブチルアミン
- 7) 炭酸ジメチル
- 8) 7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム
- 9) *tert*-ブチルメチルエーテル
- 10) 3-ペンタノン
- 11) L-酒石酸ナトリウム
- 12) ヒドロキシプロピルメチルセルロース

改正の概要及び根拠並びに改正案

①一般試験法

29. 鉛試験法（原子吸光光度法）

原子吸光光度法を参照し、注意を追記する。

29. 鉛試験法（原子吸光光度法）

鉛試験法は、添加物中に混在する鉛の限度試験である。

（中略）

原子化温度 2100℃

注意：試験に用いる試薬、試液及びガスは、測定の妨げとなる物質を含まないものを用いる。

38. メトキシ基定量法

各条のメチルセルロースでのみ適用されているが、メチルセルロースの各条規格定量法のメトキシ基の測定法がガスクロマトグラフィーを用いる方法に改正され、各条内に試験方法が記載される予定のため、一般試験法から 38. メトキシ基定量法の項を削除する。

~~38. メトキシ基定量法~~

~~（以下省略）~~

②試薬・試液等

アジ化ナトリウム

K9501、特級には記載の無い条件が下に 2 行記載されている。この 2 行は旧 JIS 規格に記載があったものだが、今の JIS には記載が無いので、削除し、JIS のみとする。

アジ化ナトリウム NaN_3 [K9501、特級] [26628-22-8]

~~本品は、白色の結晶性の粉末で、においが無い。~~

~~融点 -275°C (分解)~~

アセトン (脱水) (追補1)

比重：試薬会社より、実際の試薬規格と異なるため、修正が必要との指摘あったため、修正する。

水分：二炭酸ジメチル関連試薬規格では、水分の条件は通知で示されていたため、試薬規格内に反映させる。

定量法：溶媒は用いていないので、「溶媒由来のピークを除いた」の記載は不要なため、削除する。

アセトン (脱水) CH_3COCH_3 [67-64-1]

本品は、無色澄明の液体である。

含量 本品は、アセトン (CH_3COCH_3) 99.5%以上を含む。

比重 $d_{20}^{20}=0.788\sim 0.7923$

水分 0.001%以下 (10 g、電量滴定法)

ただし、水分測定用陽極液及び水分測定用陰極液は、ケトン類の水分測定に適するものを用いる。

定量法 本品 0.2 μL につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。~~溶媒由来のピークを除いた~~ピークの面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

(以下省略)

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル

ガスクロマトグラフィーのカラム充填剤の液相であるため、項目を変更する。

1. 試薬・試液

(中略)

~~コハク酸ジエチレングリコールポリエステル~~

5. クロマトグラフィー用担体/充填剤等

(中略)

コハク酸ジエチレングリコールポリエステル

ジブチルアミン (追補1)

水分：二炭酸ジメチル関連試薬規格では、水分の条件は通知で示されていたため、試薬規格内に反映させる。

定量法：溶媒は用いていないので、「溶媒由来のピークを除いた」の記載は不要なため、削除する。

ジブチルアミン $C_8H_{19}N$ [111-92-2]

本品は、無色澄明の液体である。

含量 本品は、ジブチルアミン ($C_8H_{19}N$) 99.0%以上を含む。

比重 $d_{20}^{20}=0.756\sim 0.764$

水分 0.3%以下 (2 g、容量滴定法、直接滴定)

ただし、あらかじめサリチル酸 10 g を量って乾燥滴定フラスコに入れた後、操作を行う。

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。~~溶媒由来のピークを除いた~~ピーク~~の~~面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

(以下省略)

炭酸ジメチル (追補 1)

水分：二炭酸ジメチル関連試薬規格では、水分の条件は通知で示されていたため、試薬規格内に反映させる。

定量法：溶媒は用いていないので、「溶媒由来のピークを除いた」の記載は不要なため、削除する。

炭酸ジメチル $C_3H_6O_3$ [616-38-6]

本品は、無～わずかに薄い黄色の液体である。

含量 本品は、炭酸ジメチル ($C_3H_6O_3$) 98.0%以上を含む。

屈折率 $n_D^{20}=1.365\sim 1.372$

水分 0.2%以下 (5 g、容量滴定法、直接滴定)

ただし、水分測定用メタノールの代わりにケトン類の水分測定に適する溶剤を用いる。

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。~~溶媒由来のピークを除いた~~ピーク~~の~~面積を測定し、面積百分率法より主ピークの量を求める。

操作条件

(以下省略)

7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム

別の化合物の CAS 番号が記載されていたため、修正する。

7-ヒドロキシ-1, 3, 6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム $C_{10}H_5Na_3O_{10}S_3$
~~[31894-34-5]~~ [53683-45-7]

(以下省略)

tert-ブチルメチルエーテル (追補 1)

水分：二炭酸ジメチル関連試薬規格では、水分の条件は通知で示されていたため、試薬規格内に反映させる。

定量法：溶媒は用いていないので、「溶媒由来のピークを除いた」の記載は不要なため、削除する。
また、参照した試薬の試薬会社における分析方法に線速度 30cm/sec と記載があり、この値は通常ヘリウムを用いる場合の線速度であるため、キャリアガスをヘリウムのみとする。

tert-ブチルメチルエーテル $C_5H_{12}O$ [1634-04-4]

本品は、無色の液体である。

含量 本品は、tert-ブチルメチルエーテル ($C_5H_{12}O$) 99.5%以上を含む。

比重 $d_{20}^{20}=0.738\sim 0.744$

水分 0.08%以下 (10 g、容量滴定法、直接滴定)

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。~~溶媒由来のピークを除いた~~ピーク~~の~~面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53mm、長さ 15m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%フェニル 95%メチルポリシロキサンを 5.0 μ mの厚さで被覆したもの

カラム温度 40°Cで10分間保持した後、毎分20°Cで260°Cまで昇温し、260°Cで4分間保持する。

注入口温度 200°C

検出器温度 260°C

キャリアガス ヘリウム ~~又は窒素~~

(以下省略)

3-ペンタノン (追補1)

水分：二炭酸ジメチル関連試薬規格では、水分の条件は通知で示されていたため、試薬規格内に反映させる。

定量法：溶媒は用いていないので、「溶媒由来のピークを除いた」の記載は不要なため、削除する。

3-ペンタノン $C_5H_{10}O$ [96-22-0]

本品は、無～淡黄色の液体である。

含量 本品は、3-ペンタノン ($C_5H_{10}O$) 98.0%以上を含む。

屈折率 $n_D^{20}=1.390\sim 1.396$

水分 0.2%以下 (5 g、容量滴定法、直接滴定)

ただし、水分測定用メタノールの代わりにケトン類の水分測定に適する溶剤を用いる。

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。~~溶媒由来のピークを除いた~~ピーク~~の~~面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

(以下省略)

③成分規格・保存基準各条

L-酒石酸ナトリウム

純度試験(5) シュウ酸塩：L-酒石酸ナトリウムの場合、酒石酸カルシウムの沈殿がすぐに生じる。一定以上のシュウ酸がそこに含まれる場合は、沈殿とは異なり液が濁るため、判別することができる。

L-酒石酸ナトリウム

(中略)

(5) シュウ酸塩 本品 1.0 g を量り、水 10mL を加えて溶かし、塩化カルシウム二水和物溶液（2→25）2 mL を加えるとき、沈殿は生じるが、液は濁らない。

(以下省略)

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

定量法(2) 操作法：実際の採取は mg レベルであるため。また、乾燥した後秤量するため。改正実際の採取は mg レベルであるため、単位を mg に変更する。また、標準液中の量を測定して代入するのではなく、定量用試薬の採取量の値を代入すると考えられるため。試薬の名称が 9 版で変更された際に、式中の表現には反映されなかったと考えられるため。

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

(中略)

定量法

(2) 操作法 (略)

$$\text{メトキシ基 (}-\text{CH}_3\text{O) の含量 (\%)} = \frac{M_{\text{Sa}}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{\text{Ta}}}{Q_{\text{Sa}}} \times 21.86$$

ヒドロキシプロポキシ基 (}-C₃H₇O₂) の含量 (%)

$$= \frac{M_{\text{Sb}}}{\text{乾燥した試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{\text{Tb}}}{Q_{\text{Sb}}} \times 44.17$$

ただし、M_{Sa}：標準液中のヨウ化メチルの量 (g) 定量用ヨードメタンの採取量 (mg)

M_{Sb}：標準液中のヨウ化イソプロピルの量 (g) 定量用ヨウ化イソプロピルの採取量 (mg)

(以下省略)

3. 1つの規格に含まれる複数の小規格の個別規格化

再審議の理由（第8回審議済み品目）

第8回検討会において、1つの成分規格の中に複数の小規格が設定されているものをすべて個別規格とすることが了承されたが、指定添加物の場合は、食品衛生法施行規則別表第一の名称との関係、既存添加物の場合は、既存添加物名簿の名称との関係が分かるように、成分規格・保存基準各条の定義を設定することとした。これに伴い、既に個別規格が設定されている既存添加物についても定義の記載の統一を行った。また、第8回検討会では、「シェラック（・・・）のうち、漂白したものをいう。」、「シェラック（・・・）のうち、精製したものをいう。」としていたが、既存添加物名簿の定義には、「漂白した」、「精製した」はないため、「漂白したもの」→「白シェラック」、「精製したもの」→「精製シェラック」と修正した。

改正の概要及び根拠の項の第8回検討会からの修正箇所は、黒字＋取り消し線、下線を付して示した。改正案については、第9版公定書の定義からの修正を赤字＋取り消し線と青字＋下線で示した。

改正項目

- 1) アスパラギナーゼ
- 2) アナトー色素
- 3) イオン交換樹脂
- 4) かんすい
- 5) カンゾウ抽出物
- 6) 合成膨張剤
- 7) シェラック
- 8) 植物性ステロール
- 9) フィチン酸
- 10) 貝殻焼成カルシウム
- 11) 骨焼成カルシウム
- 12) 卵殻焼成カルシウム
- 13) サンゴ未焼成カルシウム
- 14) 植物タンニン
- 15) 微粒二酸化ケイ素

改正の概要及び根拠

現在、ステビア抽出物とステビオール配糖体のように、1つの既存添加物に2つの規格が設定されているものや、レイシ抽出物のように、1つの既存添加物の一部が規格化される例がある一方、1つの規格の中に、複数の規格が設定されているものも多く、公定書として統一されていないことから、成分規格の中に複数の規格が設定されているものを、すべて、個別規格（部分小規格）とする。し、指定添加物の場合は、食品衛生法施行規則別表第一の名称との関係、既存添加物の場合は、既存添加物名簿の名称との関係が分かるように、定義を設定する。

なお、各条の準用記載は、例えば、アナトー色素の場合、『ノルビキシン』の純度試験(3)を準用する。」であれば、『アナトー色素（ノルビキシン）』の純度試験(3)を準用する。」のように、添加物名を修正し、踏襲する。また、今回、名称が変更となる添加物のうち、使用基準のあるものは、「イオン交換樹脂」については使用基準が設定されているが、使用基準における名称については、別途検討

する現行のままとする。

またなお、食品衛生法施行規則 別表第一や既存添加物名簿の食品添加物名と公定書の名称が一致しないものが増えることから、公定書の付録（告示の対象外）に一覧表を加える。

特記事項

食品健康に影響のないことを説明する資料等

この改正要望は、規格の記載方法の変更要望であり、食品健康に影響はない。

改正案

アスパラギナーゼ

定義 本品は、糸状菌 (*Aspergillus niger* 及び *Aspergillus oryzae* に限る。) が本来有するアスパラギナーゼ遺伝子を増幅させて生産性を向上させた糸状菌 (*A. niger* ASP-72 株及び *A. oryzae* NZYM-SP 株に限る。) から得られた、アスパラギンをアスパラギン酸とアンモニアに加水分解する酵素である。本品には、アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72 株由来) 及びアスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP 株由来) がある。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。

アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72 株由来)

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP 株由来)

↓

アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72 株由来)

定義 本品は、アスパラギンをアスパラギン酸とアンモニアに加水分解する酵素である、アスパラギナーゼのうち、糸状菌 (*Aspergillus niger* ~~及び *Aspergillus oryzae*~~ に限る。) が本来有するアスパラギナーゼ遺伝子を増幅させて生産性を向上させた糸状菌 (*A. niger* ASP-72 株 ~~及び *A. oryzae* NZYM-SP 株~~ に限る。) から得られた、~~アスパラギンをアスパラギン酸とアンモニアに加水分解する酵素もの~~ である。本品には、~~アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72 株由来) 及びアスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP 株由来) がある。~~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。

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP 株由来)

定義 本品は、アスパラギンをアスパラギン酸とアンモニアに加水分解する酵素である、アスパラギナーゼのうち、糸状菌 (~~*Aspergillus niger* 及び *Aspergillus oryzae*~~ に限る。) が本来有するアスパラギナーゼ遺伝子を増幅させて生産性を向上させた糸状菌 (~~*A. niger* ASP-72 株及び *A. oryzae* NZYM-SP 株~~ に限る。) から得られた、~~アスパラギンをアスパラギン酸とアンモニアに加水分解する酵素もの~~ である。本品には、~~アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72 株由来) 及びアスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP 株由来) がある。~~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。

アナトー色素

定 義 本品は、ベニノキ (*Bixa orellana* L.) の種子の被覆物から得られたもので、ノルビキシンを主成分とするもの及びビキシンを主成分とするものがあり、それぞれをノルビキシン及びビキシンと称する。デキストリン、乳糖又は食用油脂を含むことがある。

ノルビキシン
ビキシン

↓

アナトー色素 (ノルビキシン)

定 義 本品は、アナトー色素 (ベニノキ (*Bixa orellana* L.) の種子の被覆物から得られたもので、ノルビキシンを主成分とするもの及びビキシンを主成分とするもの~~があり~~をいう。)のうち、~~それぞれをノルビキシン及びビキシンと称するを主成分とするものである。~~デキストリン、乳糖又は食用油脂を含むことがある。

アナトー色素 (ビキシ)

定 義 本品は、アナトー色素 (ベニノキ (*Bixa orellana* L.) の種子の被覆物から得られたもので、ノルビキシンを主成分とするもの及びビキシンを主成分とするもの~~があり~~をいう。)のうち、~~それぞれをノルビキシ及びビキシと称するを主成分とするものである。~~デキストリン、乳糖又は食用油脂を含むことがある。

準用記載

純度試験 (3) 水銀 Hg として 1.0 μ g/g 以下

「ノルビキシ」の純度試験(3)を準用する。→「アナトー色素 (ノルビキシ)」・・・

イオン交換樹脂

定 義 本品には粒状物、粉状物及び懸濁液があり、それぞれをイオン交換樹脂 (粒状)、イオン交換樹脂 (粉状) 及びイオン交換樹脂 (懸濁液) と称する。

イオン交換樹脂 (粒状)
イオン交換樹脂 (粉状)
イオン交換樹脂 (懸濁液)

↓

イオン交換樹脂（粒状）

定義 本品には、イオン交換樹脂（粒状物、粉状物及び懸濁液があり、それぞれをイオン交換樹脂（粒状）、イオン交換樹脂（粉状）及びイオン交換樹脂（懸濁液）と称する。）のうち粒状物である。

イオン交換樹脂（粉状）

定義 本品には、イオン交換樹脂（粒状物、粉状物及び懸濁液があり、それぞれをイオン交換樹脂（粒状）、イオン交換樹脂（粉状）及びイオン交換樹脂（懸濁液）と称する。）のうち粉状物である。

準用記載

純度試験 (1) 固形分 25%以上

「イオン交換樹脂（粒状）」の純度試験(1)を準用する。→ 変更なし

イオン交換樹脂（懸濁液）

定義 本品には、イオン交換樹脂（粒状物、粉状物及び懸濁液があり、それぞれをイオン交換樹脂（粒状）、イオン交換樹脂（粉状）及びイオン交換樹脂（懸濁液）と称する。）のうち懸濁液である。

準用記載 なし

かんすい

定義 本品は、「炭酸カリウム（無水）」、「炭酸水素ナトリウム」、「炭酸ナトリウム」及び「リン酸類のカリウム塩又はナトリウム塩」のうち1種以上を含む。

本品には、固形かんすい、液状かんすい及び小麦粉で希釈した希釈粉末かんすいがある。

固形かんすい

液状かんすい

希釈粉末かんすい

↓

かんすい（固形）

固形かんすい

定義 本品は、かんすい（「炭酸カリウム（無水）」、「炭酸水素ナトリウム」、「炭酸ナトリウム」及び「リン酸類のカリウム塩又はナトリウム塩」のうち1種以上を含むものである。本品には、~~固形かんすい、液状かんすい及び小麦粉で希釈した希釈粉末かんすいがある。~~）のうち固形のものである。

かんすい (液状)

液状かんすい

定 義 本品は、かんすい (「炭酸カリウム (無水)」、「炭酸水素ナトリウム」、「炭酸ナトリウム」及び「リン酸類のカリウム塩又はナトリウム塩」のうち1種以上を含むものである。~~本品には、固形かんすい、液状かんすい及び小麦粉で希釈した希釈粉末かんすいがある。~~) のうち液状のものである。

準用記載

確認試験 「~~固形~~かんすい (固形)」の確認試験(1)~(4)を準用する。

純度試験 本品の比重によって、表1に示す量の本品を量り、水を加えて200mLとした液をB液とし、次の試験を行う。

- (i) 水酸化アルカリB液40mLを量り、以下「~~固形~~かんすい (固形)」の純度試験(2)を準用する。
- (iii) ケイ酸塩B液10mLを量り、以下「~~固形~~かんすい (固形)」の純度試験(4)を準用する。
- (iv) 重金属Pbとして40 μ g/g固形分以下
B液10mLを量り、以下「~~固形~~かんすい (固形)」の純度試験(5)を準用する。

かんすい (希釈粉末)

希釈粉末かんすい

定 義 本品は、かんすい (「炭酸カリウム (無水)」、「炭酸水素ナトリウム」、「炭酸ナトリウム」及び「リン酸類のカリウム塩又はナトリウム塩」のうち1種以上を含むものである。~~本品には、固形かんすい、液状かんすい及び小麦粉で希釈した希釈粉末かんすいがある。~~) のうち小麦粉で希釈した粉末のものである。

準用記載

確認試験 (2) ~ろ過し、このろ液について「~~固形~~かんすい (固形)」の確認試験(1)~(4)を準用する。

純度試験 (2)

- (i) 水酸化アルカリC液40mLを量り、以下「~~固形~~かんすい (固形)」の純度試験(2)を準用する。
- (iii) ケイ酸塩C液10mLを量り、以下「~~固形~~かんすい (固形)」の純度試験(4)を準用する。

カンゾウ抽出物

定 義 本品は、ウラルカンゾウ (*Glycyrrhiza uralensis* Fisch. ex DC.)、チョウカカンゾウ (*Glycyrrhiza inflata* Batalin)、ヨウカンゾウ (*Glycyrrhiza glabra* L.) 又はこれらの近縁植物の根若しくは根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするものである。本品には、粗製物及び精製物がある。

粗製物

精製物

↓

カンゾウ抽出物（粗製物）

定義 本品は、カンゾウ抽出物（ウラルカンゾウ（*Glycyrrhiza uralensis* Fisch. ex DC.）、
チョウカカンゾウ（*Glycyrrhiza inflata* Batalin）、ヨウカンゾウ（*Glycyrrhiza glabra* L.）又
はこれらの近縁植物の根若しくは根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするもの~~であ
る。本品にはをいう。~~）のうち、粗製物~~及び精製物が~~である。

カンゾウ抽出物（精製物）

定義 本品は、カンゾウ抽出物（ウラルカンゾウ（*Glycyrrhiza uralensis* Fisch. ex DC.）、
チョウカカンゾウ（*Glycyrrhiza inflata* Batalin）、ヨウカンゾウ（*Glycyrrhiza glabra* L.）又
はこれらの近縁植物の根若しくは根茎から得られた、グリチルリチン酸を主成分とするもの~~であ
る。本品にはをいう。~~）のうち、粗製物~~及び~~精製物が~~で~~である。

準用記載

確認試験 本品 5～10mg を量り、以下「カンゾウ抽出物（粗製物）」の確認試験を準用する。

定量法 本品 20～40mg を精密に量り、以下「カンゾウ抽出物（粗製物）」の定量法を準用する。

合成膨張剤

定義 なし

一剤式合成膨張剤

二剤式合成膨張剤

アンモニア系合成膨張剤

↓

合成膨張剤（一剤式）

一剤式合成膨張剤

定義 本品は、合成膨張剤のうち、一剤式のものである。

合成膨張剤（二剤式）

二剤式合成膨張剤

定義 本品は、合成膨張剤のうち、二剤式のものである。

準用記載

使用時の混合割合に混和した本品につき、「~~一剤式~~合成膨張剤 （一剤式）」の規定を準用する。

合成膨張剤（アンモニア系）

アンモニア系合成膨張剤

定 義 本品は、合成膨張剤のうち、アンモニア系のものである。

準用記載

「~~一剤式~~合成膨張剤 （一剤式）」の規定を準用する。

シェラック

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、アレウリチン酸及びシェロール酸又はアレウリチン酸及びジャラール酸のエステルを主成分とするものである。本品には、白シェラック及び精製シェラックがあり、ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

白シェラック
精製シェラック



シェラック（白シェラック）

定 義 本品は、シェラック（ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、アレウリチン酸及びシェロール酸又はアレウリチン酸及びジャラール酸のエステルを主成分とするものである。~~をいう。）のうち本品には、白シェラック及び精製シェラックがあり、である。~~ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

シェラック（精製シェラック）

定 義 本品は、シェラック（ラックカイガラムシ (*Laccifer* spp.) の分泌液から得られた、アレウリチン酸及びシェロール酸又はアレウリチン酸及びジャラール酸のエステルを主成分とするものである。~~をいう。）のうち本品には、白シェラック及び精製シェラックがあり、である。~~ロウ分を除去していない含ロウ品及びロウ分を除去した脱ロウ品がある。

準用記載

確認試験「~~白~~シェラック （白シェラック）」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

純度試験(1) 酸価 60～80

「~~白~~シェラック （白シェラック）」の純度試験(1)を準用する。

(4) ロウ 含ロウ品 5.5%以下 脱ロウ品 0.2%以下

「~~白~~シェラック （白シェラック）」の純度試験(4)を準用する。

(5) ロシン 「~~白~~シェラック （白シェラック）」の純度試験(5)を準用する。

植物性ステロール

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
遊離体低濃度品

↓

植物性ステロール（遊離体高濃度品）

定 義 本品は、植物性ステロール（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をいう。）のうち、遊離体高濃度品である。~~本品には、遊離体高濃度品及び遊離体低濃度品がある。~~

植物性ステロール（遊離体低濃度品）

定 義 本品は、植物性ステロール（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をいう。）のうち、遊離体低濃度品である。~~本品には、遊離体高濃度品及び遊離体低濃度品がある。~~

準用記載

純度試験 (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
「植物性ステロール（遊離体高濃度品）」の純度試験(5)を準用する。

フィチン酸

定 義 本品は、イネ (*Oryza sativa* L.) の種子から得られた米ぬか又はトウモロコシ (*Zea mays* L.) の種子から水又は酸性水溶液で抽出し、精製して得られたイノシトールヘキサリン酸を主成分とするものである。本品には液体品及び粉末品があり、粉末品は、デキストリン又は還元水飴を含むことがある。

液体品
粉末品

↓

フィチン酸（液体品）

定 義 本品は、フィチン酸（イネ（*Oryza sativa* L.）の種子から得られた米ぬか又はトウモロコシ（*Zea mays* L.）の種子から水又は酸性水溶液で抽出し、精製して得られたイノシトールヘキサリン酸を主成分とするものをいう。）のうち、液体品である。~~本品には液体品及び粉末品があり、粉末品は、デキストリン又は還元水飴を含むことがある。~~

フィチン酸（粉末品）

定 義 本品は、フィチン酸（イネ（*Oryza sativa* L.）の種子から得られた米ぬか又はトウモロコシ（*Zea mays* L.）の種子から水又は酸性水溶液で抽出し、精製して得られたイノシトールヘキサリン酸を主成分とするものをいう。）のうち、粉末品である。~~本品には液体品及び粉末品があり、粉末品は、デキストリン又は還元水飴を含むことがある。~~

準用記載

確認試験 (4) ・ ・ ・ ・に入れて密栓し、以下「液体品」の確認試験(4)を準用する。

純度試験 (5) 遊離無機リン 1.0%以下

「液体品」の純度試験(5)を準用する。

定量法 「液体品」の定量法を準用する。

→ 「フィチン酸（液体品）」の ・ ・ ・

<既に、成分規格・保存規準各条に小規格が設定されているものの定義の追加>

貝殻焼成カルシウム

定 義 本品は、焼成カルシウム （うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られた、カルシウム化合物を主成分とするものをいう。）のうち、貝殻を焼成して得られたものである。主成分は、酸化カルシウムである。

骨焼成カルシウム

定 義 本品は、焼成カルシウム（うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られた、カルシウム化合物を主成分とするものをいう。）のうち、獣骨又は魚骨を焼成して得られたものである。主成分は、リン酸カルシウムである。

卵殻焼成カルシウム

定 義 本品は、焼成カルシウム （うに殻、貝殻、造礁サンゴ、ホエイ、骨又は卵殻を焼成して得られた、カルシウム化合物を主成分とするものをいう。）のうち、卵殻を焼成して得られたものである。主成分は、酸化カルシウムである。

サンゴ未焼成カルシウム

定 義 本品は、未焼成カルシウム（貝殻、真珠の真珠層、造礁サンゴ、骨又は卵殻を乾燥して得られた、カルシウム塩を主成分とするものをいう。）のうち、イシサンゴ目の造礁サンゴを、殺菌し、乾燥し、粉末にして得られたものである。主成分は、炭酸カルシウムである。

植物タンニン

定 義 本品は、タンニン（抽出物）（カキの果実、五倍子、タラ末、没食子又はミモザの樹皮から得られた、タンニン及びタンニン酸を主成分とするものをいう。）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。

微粒二酸化ケイ素

定 義 本品は、二酸化ケイ素のうち、微粒のものである。

<参考>

二酸化ケイ素

定 義 なし

<参考 修正不要のもの>

定義のないもの

myo-イノシトール

定 義 本品は、イノシトールのうち、myo-イノシトールを成分とするものであり、イネ（*Oryza sativa* L.）の種子から得られた米ぬか若しくはトウモロコシ（*Zea mays* L.）の種子から得られたフィチン酸を分解したもの又はテンサイ（*Beta vulgaris* L.）の糖液若しくは糖蜜から、分離して得られたものである。

α -シクロデキストリン

定 義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち6個のD-グルコースの単位からなる環状オリゴ糖である。

β -シクロデキストリン

定 義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち7個のD-グルコースの単位からなる環状オリゴ糖である。

γ -シクロデキストリン

定 義 本品は、デンプンを酵素処理し、非還元性環状デキストリンとして得られたものであり、シクロデキストリンのうち8個のD-グルコースの単位からなる環状オリゴ糖である。

既に定義が記載されているもの

加工ユーケマ藻類

定 義 本品は、カラギナン（イバラノリ属 (*Hypnea* 属)、キリンサイ属 (*Eucheuma* 属)、ギンナンソウ属 (*Iridaea* 属)、スギノリ属 (*Gigartina* 属) 又はツノマタ属 (*Chondrus* 属) の藻類の全藻から得られた、 ι -カラギナン、 κ -カラギナン及び λ -カラギナンを主成分とするものをいう。) の一つである。

精製カラギナン

定 義 本品は、カラギナン（イバラノリ属 (*Hypnea* 属)、キリンサイ属 (*Eucheuma* 属)、ギンナンソウ属 (*Iridaea* 属)、スギノリ属 (*Gigartina* 属) 又はツノマタ属 (*Chondrus* 属) の藻類の全藻から得られた、 ι -カラギナン、 κ -カラギナン及び λ -カラギナンを主成分とするものをいう。) の一つである。ショ糖、ブドウ糖、マルトース、乳糖又はデキストリンを含むことがある。

(4) 報告事項

食品添加物公定書追補の作成のための「食品、添加物等の規格基準」の改正に係る意見募集に寄せられた御意見と回答

第4回、第5回及び第6回の検討会審議品目、合わせて添加物 13 品目の成分規格の新規設定、添加物 15 品目の成分規格の改正、試薬・試液等、使用基準及び製造基準の改正に係る意見募集が令和2年8月11日より9月10日まで行われた。これを受けて、意見及び回答について報告され、認められた。

標記について、令和2年8月11日から同年9月10日まで、ホームページ等を通じて御意見を募集したところ、4件の御意見をいただきました。いただいた御意見とその回答については以下のとおりです。

(別添1、2及び3は、それぞれ第4回、第5回及び第6回の検討会審議品目)

別添1 チャ抽出物
1. 別名(紅茶抽出物、緑茶抽出物)に「烏龍茶抽出物」を加えるべき。 2. 定義のうち「本品には、原料の種類により、紅茶抽出物、緑茶抽出物がある」を「本品には、原料の種類により、紅茶抽出物、緑茶抽出物、烏龍茶抽出物がある」とすべき。 3. 「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。」と記載されています。今まで認められていたウーロン茶抽出物についても、販売の実績がありますので追加をお願いします。

(回答)

1. ～ 3. 成分規格の改正には、意見提出者からの データ提出が必要です。

別添2 エレミ樹脂			
乾燥減量の値を 1.0%以下に変更いただきたい。 原料の製造元において、5ロットを各3回ずつ分析したところ、乾燥減量について、1ロット(②)の平均値が規格を上回り、別の1ロット(④)の平均値が上限に迫る結果となったため。 内訳(②④のみ分析値も併記)： 【乾燥減量の結果(規格：0.5%以下)】			
平均値 分析値1 分析値2 分析値3			
①：0.401			
②：0.580	0.622	0.539	0.580
③：0.308			
④：0.539	0.430	0.566	0.620
⑤：0.394			

(回答)

いただいた御意見を踏まえ、規格案を修正します。

別添 2 過酢酸製剤
<p>1. 「約 5~10mL を保ち、90 分間加熱する」となると常時監視の必要があります。指定しているという事は、5~10mL に保つ理由があるのかとは思いますが、もう少し温度幅を考慮していただけないでしょうか。</p> <p>2. 誤記載と考えられます。</p> <p>現行の試験方法では 2 箇所 1000 mL となっており、標準原液が P : 0.25 μg/mL となり、検量線の上限が基準値の約 1/10 の濃度で作成されています。</p> <p>現行の試験方法の該当部分において後半の 1 箇所のみを 1000 mL から 100 mL に変更することが必要と存じます。</p> <p>正 : 1000 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 100 mL とし、標準原液とする。</p> <p>上述の記載とした場合、標準原液のリン濃度は</p> $2.5 \mu\text{g/mL} (= 0.2195 \text{ g} \times 30.97 \text{ g/mol} \div 136.09 \text{ g/mol} \div 1000 \text{ mL} \times 5 \text{ mL} \div 100 \text{ mL} \times 1000 \text{ mg/g} \times 1000 \mu\text{g/mg})$ <p>となり、</p> <p>標準原液 (P : 2.5 μg/mL) を用いた場合の検量線用標準液のリン濃度は 0, 0.15, 0.25, 0.50, 0.75, 1.00 μg/mL です。</p> <p>例えば、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (HEDP) 含量 0.7% の過酢酸製剤を処理すると、吸光度測定時の試料溶液中のリン濃度は</p> $\text{約 } 0.51 \mu\text{g/mL} (= 0.2 \text{ g} \times 0.007 \times 30.97 \text{ g/mol} \times 2 \div 206.0 \text{ g/mol} \times 3 \text{ mL} \div 50 \text{ mL} \div 50 \text{ mL} \times 1000 \text{ mg/g} \times 1000 \mu\text{g/mg})$ <p>となり、検量線範囲内に収まります。</p>

(回答)

1. 5~10mL まで濃縮する必要があるため、記載は成分規格案のままとします。
2. いただいた御意見を踏まえ、規格案を修正しました (第 7 回修正済み)。

別添 2 酢酸エチル
<p>現状使用している製品の比重を d25/25 で測定すると 0.8974、0.8971 などになり上限に近い値となりましたので、もう少し上限をあげて頂けないでしょうか。</p>

(回答)

規格値の範囲内であれば、上限に近くても問題ないため、現在案のままとします。

(5) 取り下げとされた事項

アクチニジンの基原の変更

アクチニジンの定義に記載されている基原（第9版公定書の基原：国産キウイ *Actinidia chinensis* Planch.）につき、事業使用実態に合わせ、ニュージーランド産キウイ（*Actinidia deliciosa* (A. Chev.) C.F. Liang & A.R. Ferguson）の追加の要望が出された。

Actinidia deliciosa (A. Chev.) C.F. Liang & A.R. Ferguson は *Actinidia chinensis* Planch. の変種であり、公定書では、原則、種まででしか規定しないことから、改正要望は取り下げられた。

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ーゼ
- ・カキ色素

【改正品目】

- ・エンジュ抽出物（第6回 修正案）
- ・*dl*- 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

※ヒマワリ種子抽出物については、第 10 版食品添加物公定書作成検討会（第 7 回）後、取り下げの申出があり、再度検討会で審議することとした。

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

令和2年1月15日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第6回）

【新規収載品目】

- ・塩水湖水低塩化ナトリウム液（第3回 審議品目）
- ・クエルセチン
- ・ヘプタン
- ・レイシ抽出物
- ・ロシン

【改正品目】

- ・エンジュ抽出物（ルチン(抽出物)）（第1回 審議品目）
- ・L-グルタミン酸カルシウム（第3回 審議品目）

令和2年6月22日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第7回）

【改正品目】

- ・ユッカフォーム抽出物
- ・過酢酸製剤

【継続審議品目】（第8回以降再審議予定）

- ・アグロバクテリウムスクシノグリカン
- ・香辛料抽出物
- ・シェラックロウ

令和2年10月9日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第8回）

【新規収載品目】

- ・アグロバクテリウムスクシノグリカン（第7回からの継続審議品目）
- ・香辛料抽出物（第7回からの継続審議品目）

- ・シェラックロウ（第7回からの継続審議品目）
- ・植物炭末色素
- ・フィチン（抽出物）

【改正品目】

- ・DL-酒石酸及びDL-酒石酸ナトリウム
- ・ソルビン酸カリウム
- ・ツヤプリシン（抽出物）
- ・ナタマイシン
- ・ミックストコフェロール
- ・硫酸カルシウム
- ・試薬・試液
 - デキストリン試液
 - フルジオキシニル、定量用

【第9版食品添加物公定書改正事項】

- ・通則の改正
 - 通則 3.
 - 通則 37.
- ・一般試験法及び試液の改正
 - 22. 旋光度測定法
 - 40. 誘導結合プラズマ発光分光分析法
 - 42. 溶状試験法
- ・成分規格・保存基準各条の改正
 - 1つの規格に含まれる複数の小規格の個別規格化
- ・記載整備
 - 表記の変更／計算式の表記変更
 - 用語の変更／極大吸収から吸収極大への変更
 - 記載の統一

【継続審議事項】

- ・性状の項の「味」の削除について

【審議保留事項】

- ・可溶性デンプン及び溶性デンプン試液

令和3年1月12日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第9回）

【改正品目】

- ・タール色素の製剤
- ・ラムノース
- ・次亜硫酸ナトリウム

【第9版食品添加物公定書改正事項】

- ・元素分析法の設定
- ・26. 窒素定量法の改正
- ・第9版食品添加物公定書の改正点

- ・JIS規格改正に伴う変更
- ・水規格の明確化

【継続審議事項】

- ・7. 核磁気共鳴スペクトル測定法の改正
- ・強熱の条件が不明確なもの
- ・ケイ酸カルシウムの改正
- ・ケイ酸マグネシウムの改正

令和3年6月22日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第10回）

【新規収載品目】

- ・アスペルギルステレウス糖たん白質
- ・うに殻焼成カルシウム
- ・ウルシロウ
- ・サトウキビロウ
- ・ジェルトン
- ・造礁サンゴ焼成カルシウム
- ・チクル
- ・トウガラシ水性抽出物
- ・乳清焼成カルシウム
- ・分岐シクロデキストリン
- ・ミルラ
- ・メバロン酸
- ・モクロウ
- ・ローズマリー抽出物（水溶性及び非水溶性）

【改正品目】

- ・ウコン色素
- ・キシラナーゼ及びデキストラナーゼ
- ・タール色素の製剤
- ・ピロ亜硫酸カリウム
- ・ラカンカ抽出物

【第9版食品添加物公定書改正事項】

一般試験法の設定

- ・質量分析法
- ・滴定終点検出法

一般試験法の改正

- ・液体クロマトグラフィー
- ・核磁気共鳴スペクトル測定法
- ・ガスクロマトグラフィー
- ・赤外吸収スペクトル測定法
- ・タール色素試験法
- ・タール色素製剤試験法

- ・タール色素レーキ試験法

- ・粘度測定法

試薬・試液等の改正

- ・定量用試薬の名称

- ・ろ紙

その他

- ・強熱の条件が不明確なもの

- ・9版収載事項及び以後設定された事項の改正点

- ・1つの規格に含まれる複数の小規格の個別規格化

【審議保留事項】

- ・アクチニジンの基原の変更

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