

参考資料 6
添加物部会
令和 5 年 10 月 25 日
令和 3 年 10 月 11 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11回）報告書について

第10版食品添加物公定書作成検討会（第11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11回）報告書

令和3年10月11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) 既存添加物の成分規格について	5
1. エレミ樹脂【パブコメ対応】	6
2. くん液	7
3. 精油除去ウイキョウ抽出物	10
4. 粗製海水塩化カリウム	12
5. チャ抽出物【パブコメ対応】	15
6. トレハロース	18
7. 生コーヒー豆抽出物	20
(2) 成分規格等改正要望について	23
1. D 成分規格・保存基準各条の前文	23
2. カラシ抽出物	24
3. L-グルタミン酸マグネシウム	27
4. ケイ酸カルシウム【継続】	29
5. ケイ酸マグネシウム【継続】	31
6. 高級脂肪酸	34
7. セイヨウワサビ抽出物	42
8. ナイシン	45 46
9. ヒドロキシプロピルメチルセルロース	52
10. メチルセルロース	56
(3) 第9版食品添加物公定書改正事項について	59
1) 一般試験法の設定	59
1. 残留溶媒試験法	59
2) 一般試験法の改正	78
1. 微生物限度試験法	78
3) その他	81
1. 計量器及び参照赤外吸収スペクトルに関連する項目	81
2. 用途を指定した試薬の名称	85
3. 9版収載事項及び以後設定された事項_追加	89
①通則	91
②一般試験法	91 92
③試薬・試液等	92
④成分規格・保存基準	101
(4) 報告事項	113 114
1. 図の記載整備	113 114
2. 第10版食品添加物公定書作成検討会（第10回）報告書	113 114
3. 改正に係る意見募集に寄せられた御意見について（グルコサミン）	113 114
グルコサミン	114 115

4. これまでの検討経緯	117 <u>118</u>
5. その他の審議項目	123 <u>124</u>

第10版食品添加物公定書作成検討会（第11回）

1. 開催日

令和3年10月1日

2. 第10版食品添加物公定書作成検討会委員

(50音順、○は座長)

天倉 吉章	松山大学 薬学部 教授
石井 里枝	埼玉県衛生研究所 副所長 兼 食品微生物検査室長
内山 奈穂子	国立医薬品食品衛生研究所 生薬部 第二室長
工藤 由起子	国立医薬品食品衛生研究所 衛生微生物部 部長
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) 既存添加物の成分規格について

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. エレミ樹脂【パブコメ対応】
2. くん液
3. 精油除去ウイキョウ抽出物
4. 粗製海水塩化カリウム
5. チャ抽出物【パブコメ対応】
6. トレハロース
7. 生コーヒー豆抽出物

【新規収載品目】

1. エレミ樹脂【パブコメ対応】

改正の概要及び根拠

「エレミ樹脂」については、第10版食品添加物公定書作成検討会（第5回）において審議され、了承されたが、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（令和2年8月11日から同年9月10日まで実施）において、乾燥減量の実測値が提出されたことから、下記の改正を要望する。

①乾燥減量

1.0%以下とする。

成分規格案

エレミ樹脂 Elemi Resin

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

性 状 本品は、白～黄褐色の粉末又は塊で、特異な芳香がある。

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

純度試験 (1) 酸価 20～40

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

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

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

乾燥減量 ~~0.5~~1.0%以下（105℃、3時間）

灰 分 0.1%以下（550℃、5時間）

2. くん液

規格設定の根拠

本品目には枝品目として、木酢液及びリキッドスモークがある。前者は原料を乾留して得られたもので、後者は燃焼して得られたものである。製法が異なるが木酢液とリキッドスモークの用途はほぼ等しく、成分組成に顕著な差がないと考えられることから、「くん液」としてまとめた規格を提案する。

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含量

本品目の構成成分は原料の熱分解物である。これらの成分のうち、主成分が酢酸であるため、酢酸としての規格値を採用することとした。規格値は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

主たる成分がカルボン酸と言われていることから酸性の確認を設定した。

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。

(3)ベンゾ[a]ピレン

原料の熱分解の際に多環芳香族炭化水素（PAHs）の生成が懸念されるため、PAHs の一種であるベンゾ[a]ピレンのモニタリング試験を設定した。試験方法は、第 5 版既存添加物自主規格を参考に設定した。また規格値は、EU の REGULATION (EC) No 2065/2003 では「一次煙凝縮物」（凝縮煙の精製された水性部分。スモークフレーバーの定義に含まれる）の最大含有量が 10 µg/kg 以下とされていることから 10 µg/kg 以下とした。

⑥定量法

第 5 版既存添加物自主規格を参考に酢酸の定量法を設定した。また、第 5 版自主規格ではカルボニル化合物の定量法（ヘプタナールとして）を採用しているが、第三者検証試験にて検出に至らなかったため、提案する成分規格案には、酢酸の定量法のみを採用することとした。

成分規格案

くん液

Smoke Flavourings

Wood Vinegar

Liquid Smoke

スモークフレーバー

木酢液

リキッドスモーク

定義 本品は、サトウキビ、竹材、トウモロコシ又は木材を燃焼して発生したガス成分を捕集して得られたもの又は乾留して得られたものである。

含量 本品は、酢酸 ($C_2H_4O_2=60.05$) として 1.0~20.0% を含む。

性状 本品は、無~褐色の液体で、特異なおいがある。

確認試験 本品の水溶液 (1→100) は酸性である。

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

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

(3) ベンゾ [a] ピレン $10\mu\text{g/kg}$ 以下

本品 10g を量り、丸底フラスコに入れ、エタノール (95) 20mL、水酸化カリウム溶液 (4→5) 2mL 及び沸騰石数個を加え、還流冷却器を付けて時々振り混ぜながら 2 時間加熱した後、冷却し、この液を分液漏斗に移す。次に水 20mL、エタノール (95) 10mL 及びヘキサン 15mL で丸底フラスコを順に洗い、洗液を先の分液漏斗に合わせ、振り混ぜた後、静置する。下層を分離し、別の分液漏斗に入れ、ヘキサン 15mL を加え、振り混ぜた後、静置し、下層を捨てる。各ヘキサン層をあわせ、水 3mL を加えて振り混ぜ下層を捨てる。ヘキサン層を、あらかじめヘキサン 15mL で洗浄した硫酸ナトリウム 25g を積層したガラスろ過器 (1G4) を用いて吸引ろ過する。更にヘキサン 15mL を加えて硫酸ナトリウム層を洗浄する。ろ液及び洗液をナス型フラスコに合わせ、1mL 以下となるまで約 40℃ の水浴中で減圧下に濃縮し、シリカゲルミニカラム用試料液とする。シリカゲルミニカラム (1000mg) にジクロロメタン 15mL、次に、ヘキサン 3mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにシリカゲルミニカラム用試料液を注入し、さらにナス型フラスコをヘキサン 1mL ずつで 2 回洗浄し、洗液をそれぞれカラムに注入し、流出液を捨てる。次にヘキサン/ジクロロメタン混液 (3 : 1) 5mL を注入する。初めの流出液 1mL を捨て、続く流出液をナス型フラスコに取る。カラムに残った液を加圧して押し出し、先の流出液に合わせ、アセトニトリル 4mL を加え、1mL 以下となるまで約 40℃ の水浴中で減圧下に濃縮し、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム用試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1000mg) にジクロロメタン 15mL、次に、アセトニトリル 5mL を注入し、流出液は捨てる。このカラムにオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム用試料液を注入し、更にナス型フラスコをアセトニトリル 0.5mL で 2 回洗浄し、洗液をそれぞれカラムに注入し、流出液は捨てる。次に、アセトニトリル/ジクロロメタン混液 (9 : 1) 5mL を注入し、流出液をナス型フラスコに取る。カラムに残った液を加圧して押し出し、先の流出液に合わせ、1mL 以下となるまで約 40℃ の水浴中で減圧下に濃縮した後、アセトニトリルを加えて正確に 5mL とする。この液をメンブランフィルター (孔径 $0.45\mu\text{m}$) でろ過し、ろ液を検液とする。別に、ベンゾ [a] ピレン 10mg を正確に量り、アセトニトリルを加えて溶かし、正確に 1000mL とする。この液 1mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて、正確に 500mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 20 μL ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のベンゾ [a] ピレンのピーク高さは、標準液のベンゾ [a] ピレンのピーク高さを超えない。

操作条件

検出器 蛍光検出器 (励起波長 290nm、蛍光波長 410nm)

カラム充填剤 $5\mu\text{m}$ 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 35℃

移動相A 水

移動相B アセトニトリル

濃度勾配 A : B (50 : 50) で3分間保持し、A : B (50 : 50) からA : B (0 : 100) までの直線濃度勾配を15分間行い、A : B (0 : 100) で8分間保持する。

流量 1 mL/分

定量法 本品約1 gを精密に量り、水100mLを加えて溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定を行う（指示薬 フェノールフタレイン試液3～4滴）。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mL=6.005mg $C_2H_4O_2$

【試薬・試液】

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1000mg) 内径10～25mmのポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル1 gを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

シリカゲルミニカラム (1000mg) 内径10～25mmのポリエチレン製のカラム管に、シリカゲル1 gを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

ベンゾ [a] ピレン $C_{20}H_{12}$ [50-32-8]

本品は、淡黄～黄緑色の粉末である。

融点 176～180°C

純度試験 (1) 溶状 澄明 (0.010 g、アセトン 10mL)

(2) 類縁物質

本品5 mgにアセトニトリル100mLに溶かし、検液とする。この液3 mLを正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に100mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ10 μ Lずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約2倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 254nm)

カラム充填剤 5～10 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径3～6 mm、長さ15～25cmのステンレス管

カラム温度 35°C

移動相 アセトニトリル/水混液 (4 : 1)

[参考事項]

ベンゾ [a] ピレンは、＜富士フィルム和光純薬 ベンゾ (a) ピレン標準品 製品コード : 020-13591 環境分析用＞又は同等品が使用できる。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (1000mg) 及びシリカゲルミニカラム (1000mg) は、それぞれ＜Waters 社製 Sep-Pak Vac C18 (6cc)＞及び＜Waters 社製 Sep-Pak Vac Silica (6cc)＞又はこれらの同等品が使用できる。

3. 精油除去ウイキョウ抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿には「精油除去ウイキョウ抽出物（ウイキョウの種子から得られた、グルコシルシナピルアルコールを主成分とするものをいう。）」、既存添加物名簿収載品目リストの基原・製法・本質には「セリ科ウイキョウ (*Foeniculum vulgare* LINNE) の種子を水蒸気蒸留した残渣より、熱時水で抽出し、濃縮して得られたものである。主成分は 4-O- α -D-グルコシルシナピルアルコールである。」とされている。西崎らの報告（西崎ら、日本食品化学学会誌、27 巻 3 号、p164-172、2020）によると、流通製品から 4-O- α -D-グルコシルシナピルアルコールは確認されなかった。DPPH 法及びロダン鉄法を用いた抗酸化活性測定の結果、流通製品中のクロロゲン酸類や quercetin 3-O- β -D-glucuronide が主成分であった。また、製品にはデキストリンを含むことがとされている。基原とされるウイキョウの種子は植物学上は果実にあたることが確認された。さらに、事業者の確認をとったところ、本抽出物は、その種子（すなわち果実）を原料としていた。以上のことから、「本品は、ウイキョウ (*Foeniculum vulgare* Mill.) の果実を水蒸気蒸留した残渣より、熱水時で抽出して得られたものである。デキストリンを含むことがある。」と定義した。なお、基原の学名については、学名調査 (Ylist 及び Tropicos) の結果、*Foeniculum vulgare* Mill. であったことからこれに修正した。

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

(1) 製品の抗酸化能を確認する試験として、DPPH 法を設定した。本確認試験では、添加物製品 (250 μ g/mL) とトロロックス (2.5 μ g/mL) を比較している。なお、日本食品分析センターによる第三者検証試験と比べて検液調製量を 2.5 倍とした規格試験を提案するが、これは事業者の分光光度計のセルボリュームを考慮したことによる。

(2) 別の酸化防止剤と識別するために、HPLC によるウイキョウの成分エレウテロシド B (4-O- β -D-グルコシルシナピルアルコール) の確認試験を設定した。試験法は、第十八改正日本薬局方 (JP18) 「シゴカ」のエレウテロシド B 確認試験を準用した。なお、日本食品分析センターによる第三者検証試験と比べて、カラム温度を 40°C とした規格試験を提案するが、これは事業者の要望によるものである。実際にカラム温度を 40°C とした規格試験を実施したが、問題は確認されなかったため、カラム温度は 40°C とした。

④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。

成分規格案

精油除去ウイキョウ抽出物

Essential Oil Removed Fennel Extract

定 義 本品は、ウイキョウ (*Foeniculum vulgare* Mill.) の果実を水蒸気蒸留した残渣より、熱時、水で抽出して得られたものである。デキストリンを含むことがある。

性 状 本品は、淡黄～褐色の粉末である。

確認試験 (1) 本品 50mg を量り、水を加えて 20mL とし、試料液とする。試験管に試料液 0.5mL を量り、pH7.4 のトリス緩衝液 (0.1mol/L) 2.0mL を加えて混合する。この液に D P P H 試液 (0.2mmol/L) 2.5mL を加え、直ちにかくはん後、暗所に 30 分間放置し、検液とする。別に、トロロックス 10mg を量り、エタノール (99.5) を加えて 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて 20mL とし、トロロックス標準液とする。試験管にトロロックス標準液 0.5mL を量り、以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、エタノール (99.5) と pH7.4 のトリス緩衝液 (0.1mol/L) を 3 : 2 の割合で混合した液を対照として波長 517nm 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小さい。

(2) 本品 100mg を量り、水 20mL を加えて検液とする。エレウテロシド B 2mg を量り、メタノール (1 → 2) 100mL を加えて標準液とする。検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。このとき、検液には標準液のエレウテロシド B のピークと保持時間の一致するピークを認める。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 265nm)

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 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 水/アセトニトリル混液 (9 : 1)

流量 エレウテロシド B の保持時間が約 10 分になるように調整する。

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

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

[試薬・試液]

エレウテロシド B C₁₇H₂₄O₉ [118-34-3]

本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261～265nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 1.0mg を水/アセトニトリル混液 (9 : 1) 10mL に溶かし、検液とする。検液 1mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (9 : 1) を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液 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 3 倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 265nm)

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 15cm のステンレス管

カラム温度 50℃付近の一定温度

移動相 水／アセトニトリル混液（9：1）

流量 エレウテロシドBの保持時間が約10分になるように調整する。

トロロックス C₁₄H₁₈O₄ [53188-07-1]

本品は、白～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 187～191℃

2, 2-ジフェニル-1-(2, 4, 6-トリニトロフェニル)ヒドラジル C₁₈H₁₂N₅O₆ [1898-66-4]

本品は、暗紫～黒色の粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液（1→50000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 510～520nm に吸収の極大を示す。

DPPH試液 (0.2mmol/L) 2, 2-ジフェニル-1-(2, 4, 6-トリニトロフェニル)ヒドラジル 17mg を量り、エタノール (99.5) を加えて溶かし、200mL とする。遮光して2時間放置した後、使用する。本液 2.5mL を試験管に入れ、エタノール (99.5) 0.5mL 及び pH7.4 のトリス緩衝液 (0.1mol/L) 2mL を加えて混合し検液とする。検液につき、エタノール (99.5) と pH7.4 のトリス緩衝液 (0.1mol/L) を 3：2 の割合で混合した液を対照として、波長 517nm における吸光度を測定し、検液の吸光度が 1.00±0.05 になることを確認する。検液の吸光度が 1.05 を超える場合には、検液の吸光度が 1.00±0.05 に収まるように、エタノール (99.5) を用いて本液を希釈する。用時調製する。

[参考事項]

エレウテロシドBは、＜富士フイルム和光純薬（株） 製品コード 059-09051＞又は同等品が使用できる。

トロロックスは、＜Sigma-Aldrich 製品番号 238813（純度 98%）＞又は同等品が使用できる。

2, 2-ジフェニル-1-(2, 4, 6-トリニトロフェニル)ヒドラジルは、＜富士フイルム和光純薬（株） 製品コード 047-04051＞、＜TCI 社製 製品コード D4313＞又は同等品が使用できる。第三者検証試験には、TCI 社製を用いた。

確認試験における HPLC カラムは、＜富士フイルム和光純薬（株） Wakopak Ultra C18-5 (4.6mm×150mm, 5µm)＞又は同等品が使用できる。

4. 粗製海水塩化カリウム

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿の定義に従い設定した。

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

塩化カリウムを主成分とするため、「塩化カリウム」に倣い設定した。

⑤純度試験

純度試験は主成分が塩化カリウムであることから、項目は「塩化カリウム」を基本とした。更に、海水を原料とし塩化ナトリウムを採取した後の苦汁より製造するために、類似の原料から作られる「粗製海水塩化マグネシウム」の項目を参照した。又、「粗製海水塩化マグネシウム」を参照できないものは類似の製法原理による「塩水湖水低塩化ナトリウム液」を参考とした。

(1) 遊離酸及び遊離アルカリ

主成分たる「塩化カリウム」に倣い、更に「塩水湖水低塩化ナトリウム液」を参照し、市場流通品の実態に合わせ設定した。

(2) 硫酸塩

「粗製海水塩化マグネシウム」及びB一般試験法 43. 硫酸塩試験法に倣い、市場流通品の実態に合わせ設定した。

(3) 臭化物

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、市場流通品の実態に合わせ設定した。

(4) 鉛

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、第三者検証を参考に設定した。

(5) カルシウム

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、市場流通品の実態に合わせ設定した。

(6) マグネシウム

「粗製海水塩化マグネシウム」と同様に苦汁から製造するため、マグネシウムの混入を管理するために設けた。市場流通品の実態に合わせ設定した。

(7) ナトリウム

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、市場流通品の実態に合わせ、更に第三者検証の結果を踏まえ設定した。

(8) ヒ素

「粗製海水塩化マグネシウム」に倣い、設定した。

⑥乾燥減量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦定量法

市場流通品の実態に合わせ、更に第三者検証の結果を踏まえ設定した。

成分規格案

粗製海水塩化カリウム

Crude Potassium Chloride (Sea Water)

定 義 本品は、海水から塩化ナトリウムを析出分離して得られた、塩化カリウムを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥したものは、塩化カリウム (KCl=74.55) 60.0~85.0%を含む。

性 状 本品は、無色の結晶又は白色の粉末で、においはない。

確認試験 本品は、カリウム塩の反応及び塩化物(1)の反応を呈する。

純度試験 (1) 遊離酸及び遊離アルカリ 本品1.0 gを量り、水(二酸化炭素除去) 20mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴を加え、この液について次の試験を行う。

(i) 液が無色ならば、水酸化ナトリウム試液(0.02mol/L) 0.30mLを加えるとき、液は赤色を呈する。

(ii) 液が赤色ならば、その色は、塩酸試液(0.02mol/L) 2.0mLを加えるとき消える。

(2) 硫酸塩 SO_4 として4.8%以下

本品0.25 gを量り、水を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液2.0mLを量り、試料液とする。比較液には、0.005mol/L硫酸0.5mLを用いる。

(3) 臭化物 Brとして2.0%以下

本品1.0 gを量り、水を加えて溶かし、正確に1000mLとする。この液10mLを量り、水を加えて100mLとする。この液5 mLを量り、フェノールレッド試液(pH4.7) 2 mL及びp-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(1→10000) 1 mLを加え、直ちに振り混ぜ、2分間放置した後、0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液0.15mLを加えて混和した後、水を加えて10mLとし、検液とする。別に臭化カリウムを110°Cで4時間乾燥した後、その2.979 gを量り、水を加えて溶かして正確に1000mLとし、更にこの液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとする。この液5 mLを正確に量り、フェノールレッド試液(pH4.7) 2 mL及びp-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(1→10000) 1 mLを加え、直ちに振り混ぜる。以下検液の調製と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、水を対照として、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くない。

(4) 鉛 Pbとして5 µg/g以下(0.8 g、第5法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレーム方式)

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、試料液とする。なお、試料が溶けない場合には、蒸発乾固した後、残留物に塩酸(1→4) 20mLを加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(5) カルシウム Caとして5.0%以下

本品約2.5 gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて100mLとし、L(+)-酒石酸溶液(1→5) 0.2mLを加え、更に2、2'、2''-ニトリロトリエタノール溶液(3→10) 10mL、水酸化カリウム溶液(1→10) 10mLを加え、5分間放置した後、直ちに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で滴定し(指示薬 NN指示薬約0.1 g)、その消費量をb mLとする。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとし、次式によりカルシウムの量を求める。

$$\text{カルシウムの含量(\%)} = \frac{b}{M} \times 0.002004 \times 5 \times 100$$

ただし、M: 試料の採取量(g)

(6) マグネシウム Mgとして3.0%以下

本品約2.5 gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液10mLを正確に量り、水50mL及びアンモニウム緩衝液(pH10.7) 5 mLを加え、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で滴定し(指示薬 エリオクロムブラックT試液2滴)、その消費量a mLを求める。終点は、液の赤色が青色に変わるときとする。純度試験(5)で得た消費量b mLを用い、次式により含量を求める。

$$\text{マグネシウムの含量 (\%)} = \frac{a - b}{M} \times 0.001215 \times 5 \times 100$$

ただし、M：試料の採取量（g）

(7) ナトリウム Naとして15.0%以下

本品1.0 gを量り、水を加えて溶かし、1000mLとする。この液2 mLを量り、10%塩酸試液10mL及び水を加えて100mLとし、検液とする。別に塩化ナトリウムを130℃で2時間乾燥した後、その2.542 gを量り、水を加えて溶かして正確に1000mLとする。この液3 mLを正確に量り、10%塩酸試液100mL及び水を加えて正確に1000mLとし、比較液とする。検液及び比較液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行うとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度を超えない。

操作条件

光源ランプ ナトリウム中空陰極ランプ
 分析線波長 589.0nm
 支燃性ガス 空気
 可燃性ガス アセチレン

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

乾燥減量 10.0%以下（140℃、2時間）

定量法 本品を乾燥し、その約0.2 gを精密に量り、水を加えて正確に1000mLとする。この液5 mLを正確に量り、10%塩酸試液10mL及び水を加えて正確に100mLとし、検液とする。別にカリウム標準液（0.1mg/mL）25mLを正確に量り、10%塩酸試液10mL及び水を加えて正確に100mLとする。この液2 mL、3 mL及び4 mLを正確に量り、それぞれ10%塩酸試液2 mL及び水を加えて20mLとし、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件で原子吸光光度法（フレイム方式）により試験を行い、標準液より得た検量線より検液中のカリウムの濃度を求め、次式により塩化カリウムの含量を求める。

$$\text{塩化カリウムの含量 (\%)} = \frac{C}{M} \times 0.03813 \times 100$$

ただし、C：カリウムの濃度（µg/mL）

M：試料の採取量（g）

操作条件

光源ランプ カリウム中空陰極ランプ
 分析線波長 766.5nm
 支燃性ガス 空気
 可燃性ガス アセチレン

5. チャ抽出物【パブコメ対応】

規格設定の根拠

「チャ抽出物」については、第10版食品添加物公定書作成検討会（第4回）において審議されたが、それまでに流通が確認されていなかったため、別名に「ウーロンチャ抽出物」は含まれなかった。

その後、既存添加物名簿収載品目リストの「チャ抽出物」の別名及び基原・製法・本質に記載されている「ウーロンチャ抽出物」について、成分規格案に適合したものが製造され流通していることが確認でき、第9版食品添加物公定書追補として作成された「チャ抽出物」の成分規格案に「ウーロンチャ抽出物」を記載することが適切と考えられたため、その改正を要望する。

<経緯>

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（令和2年8月11日から同年9月10日まで実施）において、「チャ抽出物」に下記の意見が提出された。

- (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。

この意見を提出した事業者に連絡を取り、当該事業者が取り扱っているウーロン茶から抽出された抽出物が「チャ抽出物」が同成分規格案に適合すること、流通実態があることが確認できたことから、下記の改正を要望する。

①別名

「ウーロンチャ抽出物」を追加する。

②定義

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

成分規格案

チャ抽出物

Tea Extract

ウーロンチャ抽出物

紅茶抽出物

緑茶抽出物

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

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

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

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

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

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

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

乾燥減量 粉末試料 7.0%以下 (105°C、4 時間)

液体試料 93.0%以下 (5 g、105°C、4 時間)

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

$$\text{エピカテキングレート (C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_{10}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{C \times 100}{M} \times 1.5 \times 100$$

ただし、C : 検液中の没食子酸エチルの濃度 (mg/mL)

M : 乾燥物換算した試料の採取量 (mg)

【試薬・試液】

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

没食子酸エチル、定量用 (定量用没食子酸エチル) $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_5$ 本品は白～微褐色の粉末である。

含量 本品を乾燥したものは、没食子酸エチル ($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_5=198.17$) 98.0%以上を含む。

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

融点 149～154°C

乾燥減量 1.0%以下 (105°C、3 時間)

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

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL = 198.17mg $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_5$

6. トレハロース

規格設定の根拠

① 定義

既存添加物名簿収載品目リスト（消費者庁次長通知）に基づき設定した。なお、実際の製造法が明確になるように修文した。

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) 市場流通品の実態に合わせて設定した（反応原理はモーリッシュ反応）。
- (2) 市場流通品の実態に合わせて設定した（反応原理はメイラード反応。なお、トレハロースはメイラード反応を起こさない）。

④比旋光度

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑤純度試験

- (1) 鉛 公定書の甘味料に一般的な規格値を設定した。
- (2) ヒ素 公定書の甘味料に一般的な規格値を設定した。

⑥水分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦強熱残分

市場流通品の実態に合わせて設定した。

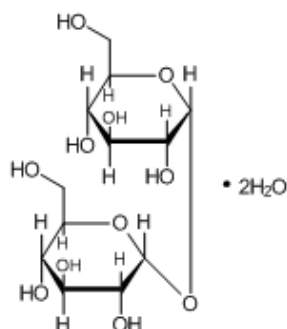
⑧定量法

自主規格及び日本薬局方トレハロースの規格を参考に HPLC による定量法を設定した。

成分規格案

トレハロース

Trehalose



$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot 2H_2O$

分子量 378.33

α -D-Glucopyranosyl α -D-glucopyranoside dihydrate [6138-23-4、トレハロース二水和物]

定義 本品は、担子菌 (*Agaricus* 属に限る)、細菌 (*Arthrobacter* 属、*Brevibacterium* 属、*Pimelobacter* 属、*Pseudomonas* 属、*Thermus* 属に限る) 又は酵母 (*Saccharomyces* 属に限る) の培養ろ液又は菌体より、水若しくはアルコールで抽出して得られたもの、酵素によるデンプンの分解液より分離して得られたもの、又はマルトースを酵素処理して得られたものである。成分は、

トレハロースである。

含量 本品を無水物換算したものは、トレハロース (C₁₂H₂₂O₁₁) 98.0%以上を含む。

性状 本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (2→5) 1 mL に、1-ナフトール・エタノール (95) 溶液 (1→20) 5～6滴を加えよくふり混ぜる。これに、硫酸 2 mL を穏やかに加えるとき、境界面は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→25) 2 mL に、10%塩酸試液 1 mL を加え混和し、室温で 20 分間放置する。この液に、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 4 mL 及びグリシン溶液 (1→25) 2 mL を加え混和し、10 分間加熱するとき、液は褐色を呈さない。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +197 \sim +201^\circ$ (10g、水、100mL、無水物換算)

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

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

水分 11.0%以下 (0.1g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 0.05%以下 (5g)

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 50mL とし、検液とする。別に定量用トレハロース約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 50mL 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。検液及び標準液のトレハロースのピーク面積を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{トレハロース (C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) \text{ の含量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

ただし、M_S : 無水物換算した定量用トレハロースの採取量 (g)

M_T : 無水物換算した試料の採取量 (g)

A_T : 検液のトレハロースのピーク面積

A_S : 標準液のトレハロースのピーク面積

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用強酸性陽イオン交換樹脂

カラム管 内径 8 mm、長さ 20～50cm のステンレス管

カラム温度 40～80℃の一定温度

移動相 水

流量 0.3～1.0 mL/分

【試薬、試液】

トレハロース、定量用 (定量用トレハロース) C₁₂H₂₂O₁₁ · 2 H₂O [6138-23-4]

本品は、白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品の水溶液 (2→5) 1 mL に、1-ナフトール・エタノール溶液 (1→20) 5～6滴を加えよくふり混ぜた後、硫酸 2 mL を穏やかに加えるとき、両液の境界面は紫色を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +197 \sim +201^\circ$

本品約 5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、旋光度を測定し、無水物換算を行う。

純度試験 類縁物質 本品 0.1 g を水 10mL に溶かし、検液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ 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、比較液の主ピーク面積より大きくない。ただし、面積測定範囲は、主ピークの保持時間の約 2 倍までとする。

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 アセトニトリル／水混液（7：3）

流量 1 mL／分

水分 11.0%以下（0.1g、容量滴定法、直接滴定）

7. 生コーヒー豆抽出物

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿、既存添加物名簿収載品目リスト（消費者庁次長通知）及び第 9 版食品添加物公定書に既収載の関連品目を参考に設定した。生コーヒー豆抽出物は、既存添加物名簿には括弧書きとして、コーヒーの種子から得られた、クロロゲン酸及びポリフェノールを主成分とするものをいう。と記載されている。原料となるコーヒーの種子は飲用となるコーヒーの種子であり、世界で流通している飲用コーヒーの種子はアラビカ種、ロブスター種、リベリカ種を中心に多くの物がある。参考資料に田中長三郎博士の世界食用植物事典（1976年、啓学出版）及び生コーヒー豆抽出物に関する特許を示した。この資料からも分かるように生コーヒー豆抽出物の原料となるコーヒー豆は、既存添加物名簿収載品目リストに示されているアラビカ種（*Coffea Arabica* L.）よりもクロロゲン酸などの含量が多いと言われているロブスター種（*Coffea canephora* Pierre ex Froehner）が多く使用されて来た。更に特定の種に限定されることなく市場で調達されたコーヒー豆も使用されてきた。これらの事から基原を『コーヒーノキ属（*Coffea* 属）の植物の種子』とした。

また、性状により、粉末品、ペースト品又は液体品が流通しているとの情報が得られているが、これらのうち、成分規格案の作成が可能であったペースト品及び液体品を部分規格として成分規格案を策定する。

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

クロロゲン酸を有効成分とすることから、鉄イオンと錯体を形成するか、酸性下での極大吸収波長は紫外領域であるか、アルカリ下では極大吸収波長が可視領域側へシフトして呈色するか、以上 3 つのクロロゲン酸の諸性質を確認する方法を設定した。

⑤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 公定書に一般的な規格値を設定した。

⑥乾燥減量

市場流通品の実態に合わせて設定した。

⑦定量法

クロロゲン酸をHPLCにより定量する方法を設定した。

⑧特記事項

[参考事項]

HPLCカラムとして、<Wakopak Ultra C18-5 (4.6 x 250 mm、5 μ m)、FUJIFILM Wako>又は同等品が使用できる。

試薬・試液のクロロゲン酸として、<Cat. No. 039-20331、FUJIFILM Wako>又は同等品が使用できる。今回の分析対象となるクロロゲン酸は、カフェ酸部分がトランス体である (*E*)-クロロゲン酸である。構造式をScifinderで検索した結果、該当CAS Noとして「202650-88-2」と「327-97-9」が挙げられた。後者のCAS No「327-97-9」は、クロロゲン酸のカフェ酸部分がトランス体とシス体の両構造を含むことになるため、トランス体のみを特定しているCAS No「202650-88-2」を採用することとした。

成分規格案

生コーヒー豆抽出物 (ペースト品、液体品)

Coffee Bean Extract

定 義 本品は、コーヒーノキ属 (*Coffea* 属) の植物の種子から得られた、クロロゲン酸及びポリフェノールを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、クロロゲン酸 ($C_{16}H_{18}O_9=354.31$) として 15%以上含む。

性 状 本品は、緑黄～緑黄褐色、若しくは黄褐～暗褐色のペースト又は液体である。

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→50) 10mLに、塩化鉄 (Ⅲ) 溶液 (1→50) 0.5mLを加えるとき、暗緑色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→50) 10mLに、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) 0.1mLを加えるとき、黄～橙色を呈する。

(3) 本品にリン酸 (1→1000) を加えて溶かした液は、波長 322～326 nm に極大吸収部がある。

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 $^{\circ}$ C、5時間)

定 量 法 本品の乾燥物換算して約 60mg に相当する量を精密に量り、酢酸 (1→20) に溶かして正確に 100mL とする。この液をメンブランフィルター (0.45 μ m) でろ過し、検液とする。別に定量用クロロゲン酸約 10mg を精密に量り、酢酸 (1→20) に溶かして正確に 100mL として標準液とする。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。検液及び標準液のクロロゲン酸のピーク面積を測定し、次式により含量を求める。

$$\text{クロロゲン酸 (C}_{16}\text{H}_{18}\text{O}_9\text{) の含量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

ただし、 M_S ：定量用クロロゲン酸の採取量 (mg)

M_T ：乾燥物換算した試料の採取量 (mg)

A_T ：検液のクロロゲン酸のピーク面積

A_S ：標準液のクロロゲン酸のピーク面積

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 320nm)

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4～5mm、長さ15～30cmのステンレス管

カラム温度 40 $^{\circ}$ C

移動相A 酢酸 (1 \rightarrow 20)

移動相B アセトニトリル

濃度勾配 A:B (100 : 0) からA:B (50 : 50) までの直線濃度勾配を30分間行う。さらに、A:B (50 : 50) からA:B (0 : 100) までの直線濃度勾配を5分間行い、A:B (0 : 100) で5分間保持する。

流量 1.0mL/分

注入量 10 μ L

【試薬、試液】

クロロゲン酸、定量用 (定量用クロロゲン酸) $C_{16}H_{18}O_9$ [202650-88-2]

本品は、(E)-クロロゲン酸で、白～灰白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品1.0mgを量り、ギ酸 (1 \rightarrow 1000) 10mLを加えて溶かし、検液とする。検液1mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、比較液とする。検液及び比較液をそれぞれ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い、ピーク面積を測定するとき、検液の主ピークである(E)-クロロゲン酸のピーク以外のピークの合計面積は、比較液の主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3倍までとする。

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 320nm)

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 ギ酸 (1 \rightarrow 1000) /メタノール混液 (75 : 25)

流量 1.0mL/分

(2) 成分規格等改正要望について
以下につき、改正案が決定された。

1. 成分規格・保存基準各条の前文

【改正品目】

- | | | |
|--------------|----------------------|---------------|
| 2. カラシ抽出物 | 3. L-グルタミン酸マグネシウム | 4. ケイ酸カルシウム |
| 5. ケイ酸マグネシウム | 6. 高級脂肪酸 | 7. セイヨウワサビ抽出物 |
| 8. ナイシン | 9. ヒドロキシプロピルメチルセルロース | 10. メチルセルロース |

1. D 成分規格・保存基準各条の前文

改正の概要及び根拠

改正理由：定義の基原に係る規定を適用しない「遺伝子組み換えに係る審査を受けた酵素」にセルフクロニング・ナチュラルオカレンスの判断に疑義があり審査手続告示に基づく申請を行ったものも含まれるという誤解を生じることがあり、これを防ぐことが必要と思われる。

「組換えDNA技術」の安全審査手続に関連して、「審査手続告示」（平成12年厚生省告示第233号）に伴って発出された食品安全部長通知「食品、添加物等の規格基準及び組換えDNA技術応用食品及び添加物の安全性審査の手続の一部を改正する件について」（食安発0627第4号平成26年6月27日）において、セルフクロニング・ナチュラルオカレンスについて「本判断基準のいずれかの項目に該当しない場合又は安全性審査を経る必要性について疑義がある場合には、事業者は審査手続告示に基づく申請が必要であること。」とされている。この疑義に基づく申請をすることによって「安全性審査の手続き」を行ったと誤解し、「セルフクロニング、ナチュラルオカレンスであっても基原を問わない」と言った誤解を招く恐れがある。

現行規定の考え方：高度に精製することができず、類似の酵素を多種の生物が生産する酵素は基原を特定することで品質・安全性の担保の一部としている。一方、組換えDNA技術によって得られた生物を利用して製造された酵素は当然基原の定義から外れる。しかし、これら酵素は全て個別に安全性審査を受け、承認されたものなので、基原から外れることは安全上問題ない。このような考え方から現行の規定になっていると思われる。

現行規定の問題点：現行規定中の「遺伝子組換えに係る審査を受けた」の部分の示すものが分かり難くなっている。このため、セルフクロニング・ナチュラルオカレンスに該当するかどうかの確認を受けただけのものであっても「当該酵素の定義の基原に係る規定を適用しない」と誤解される恐れがある。当協会もこの点に関する問い合わせを受けることがある。

問題の解決のための改正要望：現行規定「遺伝子組換えに係る審査を受けた酵素については、当該酵素の定義の基原に係る規定を適用しない。」の中の「遺伝子組換えに係る審査」には、事業者が自主判断できずに申請した審査について、セルフクロニングまたはナチュラルオカレンスとの結論が出された場合、この申請行為は「遺伝子組換えに係る審査を受けた酵素」に該当しないことをより分かりやすくするため、「遺伝子組換えに係る審査を受けた」を「当該安全性審査の手続を経た旨の公表がなされた」と改正することをお願いしたい。

D 成分規格・保存基準各条

成分規格・保存基準が定められている添加物は、当該成分規格・保存基準に適合しなければならない。

添加物が組換えDNA技術によって得られた生物を利用して製造された物である場合には、当該物は、厚生労働大臣が定める安全性審査の手続を経た旨の公表がなされたものでなければならない。~~遺伝子組換えに係る審査を受けた~~当該安全性審査の手続を経た旨の公表がなされた酵素については、当該酵素の定義の基原に係る規定を適用しない。

【改正品目】

2. カラシ抽出物

改正の概要及び根拠

①含量

定量用イソチオシアン酸アリルの純度を 100%として扱う現行の規格値から、イソチオシアン酸アリルの絶対純度 93%を考慮し、含量規格を 93.0%から 86.5%に変更することとした。

②定量法

第9版食品添加物公定書に記載されているカラシ抽出物の定量法には、定量用イソチオシアン酸アリルを基準とした GC-FID 法が設定されている。定量用イソチオシアン酸アリルの試薬規格において含量 99.0%以上の規定があるものの、その定量法として、分離能が低いパックドカラム GC 法による面積百分率法が設定され、且つ、GC の原理上、クロマトグラム上に観察されない成分は測定できない等、その含量規定には不確かな点が残る。¹H-定量 NMR により、市販試薬イソチオシアン酸アリルのより正確な純度を求めたところ、絶対純度は約 93%で実際には低いことが確認された。よって、第9版成分規格では、カラシ抽出物中のイソチオシアン酸アリル含量が、真の値より大きめに算出されるという欠点がある。この欠点を排除した公定法を設定するために、内部標準として使用されていたデカンを基準とする相対モル感度法（RMS 法）を採用した。この改正に伴い、現在試薬規格に記載されている「デカン」は、単なる試料注入量の誤差を補正する用途ではなく、イソチオシアン酸アリル含量の基準物質となるので、名称を「デカン、定量用（定量用デカン）」とし、「以下の定量法で求めた含量（%）を本品の純度（%）として用いる。」という一文を加える。この場合、カラシ抽出物の RMS 法の計算式の変数 P には、GC 法による面積百分率で算出したデカンの純度が入ることとなり、この純度が、絶対純度とどの程度の乖離があるか懸念があった。しかし、国立衛研で3社のデカン試薬を¹H-定量NMRで測定したところ、いずれも99.5%以上であり、qNMR純度に対するGC純度の比は1.00～1.01と大きな差は無かった。このことから、GC法で算出したデカンの純度を、RMS法の計算式に代入しても問題ないと判断した（増本ら、食品衛生学雑誌，62巻3号，p73-78，2021）。別に、「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）」は、定量値の基準となる物質ではなく、単にピーク同定用の用途となるので、「イソチオシアン酸アリル」とし、規格内容も簡略化した。

なお、増本らは、本定量法の確立とあわせて LC-RID（示差屈折率検出器）法による RMS 法を検討しているが、今回の規格改正案では、現行の定量法が GC-FID を用いていることから、GC-FID 法による RMS 法を提案している。

③特記事項

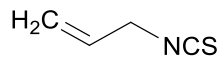
(1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等

この改正要望は、定量法を改正し、より正確な値を捉えるためのものである。定量法の精度向上により成分規格の含量規格値が下げられ、現行の成分規格に適合する製品の含量が現行法で算出されたものより低く算出されるが、現行の成分規格に適合しないものが適合するようになるという変更ではないため、食品健康に影響を及ぼすものでないと考えられる。

成分規格改正案

カラシ抽出物

Mustard Extract



$\text{C}_4\text{H}_5\text{NS}$

分子量 99.165

Allyl isothiocyanate [57-06-7]

定義 本品は、カラシナ (*Brassica juncea* (L.) Czern.) の種子から得られた、イソチオシアン酸アリルを主成分とするものである。

含量 本品は、イソチオシアン酸アリル ($\text{C}_4\text{H}_5\text{NS}$) ~~86.593.0~~ 86.593.0%以上を含む。

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

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

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

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

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

定量法 本品約0.15 gを精密に量り、定量用内標準液10mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に20mLとし、検液とする。ただし、定量用内標準液は、定量用デカン約0.7 gを精密に量り、シクロヘキサンで正確に100mLとしたものとする。~~・シクロヘキサン溶液 (1→100) とする。~~別に、~~定量用~~イソチオシアン酸アリル約0.15 gを精密に量り、~~内標準液10mLを正確に加えた後、~~シクロヘキサンを加えて正確に20mLとし、標準液とする。検液、定量用内標準液及び標準液それぞれ1 μLずつを量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液につき、デカン及びイソチオシアン酸アリルのピーク面積 A_D 及び A_A を測定し、次式によりイソチオシアン酸アリルの含量を求める。ただし、検液中のデカン及びイソチオシアン酸アリルは、定量用内標準液及び標準液との保持時間の比較により同定する。~~検液及び標準液におけるイソチオシアン酸アリルのピーク面積のデカンのピーク面積に対する比 Q_F 及び Q_S を求め、次式によりイソチオシアン酸ア~~

~~リルの含量を求める。~~

イソチオシアン酸アリル (C₄H₅NS) の含量 (%)

$$\begin{aligned} & \frac{\text{定量用イソチオシアン酸アリルの採取量 (g)} \times Q_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times Q_S} \times 100 \\ & = \frac{C_D}{C_T} \times \frac{A_A}{A_D} \times \frac{MW_A}{MW_D} \times \frac{1}{RMS} \times P \end{aligned}$$

ただし、C_D : 検液中の定量用デカンの濃度 (mg/mL)

C_T : 検液中の試料の濃度 (mg/mL)

MW_A : イソチオシアン酸アリルの分子量 (99.15)

MW_D : デカンの分子量 (142.29)

RMS : イソチオシアン酸アリルのデカンに対する相対モル感度 (0.333)

P : 定量用デカンの純度 (%)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25μmの厚さで被覆したもの

カラム温度 80℃で注入し、毎分4℃で180℃まで昇温する。し、180℃を5分間保持する。

注入口温度 100℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸アリルの保持時間が7～8分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 50

~~測定時間 30分~~

【試薬・試液】

デカン、定量用 (定量用デカン) CH₃(CH₂)₈CH₃ [124-18-5]

本品は、無色透明な液体である。

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 99.5%以上

定量法 本品 1 μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からデカンの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム内径 0.32mm、長さ 30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5 μmの厚さで被覆したもの

カラム温度 50℃で注入し、毎分10℃で150℃まで昇温する。

注入口温度 200℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム
流量 3.4mL/分
注入方式 スプリット
スプリット比 1:100
測定時間 10分

イソチオシアン酸アリル、~~定量用~~ C₄H₅NS [57-06-7]

本品は、無～黄褐色の透明な液体で、催涙性及び刺激臭がある。

密度 1.016～1.024 g/mL (20℃)

~~含量 99.0%以上~~

~~定量法 本品 1 μL を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸アリルの含量を求める。~~

~~操作条件~~

~~検出器 熱伝導度検出器~~

~~カラム充填剤~~

~~液相 担体に対して 20%メチルフェニルシリコーンポリマー~~

~~担体 180～250 μm のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~

~~カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度 120℃~~

~~検出器温度 250℃~~

~~注入口温度 200℃~~

~~キャリアーガス ヘリウム~~

~~流量 20mL/分~~

~~測定時間 主ピークの保持時間の 3 倍までの時間とする。~~

3. L-グルタミン酸マグネシウム

改正の概要及び根拠

①水分

現行溶媒の水分測定用メタノールでは試料が溶解しないため測定精度が下がる。そこで現行溶媒の代わりに試料を溶解することが可能な水分測定用メタノール/水分測定用ホルムアミド混液 (2:1) を使用するよう改正を要望する。また、本品の水分含量は 19%程度であり、試料量 0.2g では不溶物の残ることもあること、及び一般試験法の試料の水分量の範囲 5～30mg を逸脱してしまうことから、L-グルタミン酸カルシウムに倣い試料量を 50mg とするよう改正を要望する。

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

水分：試験法の改正は、正確な値を捉えるためのものであり、またその限度値には変更がないため、食品健康に影響を及ぼすものでないと考えられる。

(2) C 試薬・試液に『水分測定用ホルムアミド』の追加が必要である。

[参考事項]

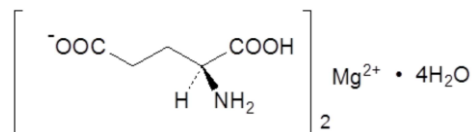
水分測定用のホルムアミドは平沼産業社製ホルムアミドドライ F(D312137-1)が使用可能である。

<http://www.hiranuma.com/products/aqua/reagent/reagent.html>

水分測定用のメタノール／ホルムアミド混液（2：1）は林純薬工業社製ハヤシソルベント FM-II(99034859)が使用可能である。http://www.hpc-j.co.jp/kf_cat/hayashi/

成分規格改正案

L-グルタミン酸マグネシウム Monomagnesium Di-L-Glutamate



$\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{MgO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

分子量 388.61

Monomagnesium bis[monohydrogen(2S)-2-aminopentanedioate] tetrahydrate [129160-51-6]

含量 本品を無水物換算したものは、L-グルタミン酸マグネシウム（ $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{MgO}_8 = 316.55$ ）95.0～105.0%を含む。

性状 本品は、無～白色の柱状結晶又は白色の結晶で、特異な味がある。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→1000）5mL にニンヒドリン溶液（1→1000）1mL を加え、3分間加熱するとき、液は、紫色を呈する。

(2) 本品は、マグネシウム塩の反応を呈する。

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +28.8 \sim +30.7^\circ$ （10g、塩酸（1→4）、100mL、無水物換算）

pH 6.5～7.5（1.0g、水10mL）

純度試験 (1) 溶状 無色、ほとんど澄明（1.0g、水10mL）

(2) 塩化物 Cl として0.10%以下（70mg、比較液 0.01mol/L 塩酸0.20mL）

(3) 鉛 Pb として $1\mu\text{g/g}$ 以下（4.0g、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5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。なお、試料が溶けない場合には、蒸発乾固した後、残留物に塩酸（1→4）20mL を加え、穏やかに5分間沸騰させる。冷後、試料液とする。

(4) ヒ素 As として $1.9\mu\text{g/g}$ 以下（0.79g、第1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B）

水分 24%以下（~~0.2g~~50mg、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、水分測定用メタノール／水分測定用ホルムアミド混液（2：1）を用いる。

定量法 本品約0.2gを精密に量り、水約50mLを加えて溶かし、アンモニウム緩衝液（pH10.7）約2mLを加え、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で滴定する（指示薬エリオクロムブラックT試液3滴）。終点は、液の赤色が青色になるときとする。別に空試験を行い補正し、更に無水物換算を行う。

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=6.331mg $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{MgO}_8$

[試薬・試液]

ただし、本品 1 g 中の水分は 1 mg 以下とする。

4. ケイ酸カルシウム【継続】

改正の概要及び根拠

① 確認試験 (1)及び(2)

定量法に現行法よりも簡便で特異的な試験法であると考えられる誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP) を用いることから、ICPによる確認試験への改正を要望する。

② 強熱減量

他の品目に合わせ、(乾燥物、1000℃、恒量)に修正する。

③ 定量法 (1) 二酸化ケイ素及び(2) 酸化カルシウム

ケイ酸カルシウムの現行の定量法は、フッ化水素酸を用いているため、有害試薬排除の観点から、JECFAでも採用されているICPによる試験法が望ましい。なお、試料を強熱することにより、融解操作における試料の飛散を防止できることから、強熱後の試料を用いて定量し、乾燥物換算することとし、検証試験でも現行法と同様の定量結果が得られている。以上のことから、ICPによる定量法への改正を要望する。

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

現行法と同様の結果の得られる定量法への変更のみであるため、食品健康に影響はない。

(2) ケイ酸カルシウム中のCaO及びSiO₂のICP分析法に関する論文 *Food. Additives and Contaminants: Part A*, Vol.28 (4), 423-427(2011) Analytical methods for SiO₂ and other inorganic oxides in titanium dioxide or certain silicates for food additive specifications. M. Mutsuga *et al.*

成分規格案

ケイ酸カルシウム

Calcium Silicate

Calcium Silicate [1344-95-2]

定義 (省略)

含量 本品を乾燥したものは、二酸化ケイ素 (SiO₂=60.08) として50.0~95.0%、酸化カルシウム (CaO=56.08) として3.0~35.0%を含む。

性状 (省略)

確認試験 ~~(1) 本品0.5 gを炭酸ナトリウム0.2 g及び炭酸カリウム2 gと混合する。この混合物を白金製又はニッケル製のろつぼに入れ、完全に融解するまで加熱する。冷後、水5 mLを加え、約3分間放置した後、ろつぼの底を弱く加熱し、融塊をはがし、水約50 mLを用いてビーカーに移す。これに泡が生じなくなるまで、少量ずつ塩酸を加える。さらに、塩酸10 mLを加え、水浴上で蒸発乾固する。冷後、これに水20 mLを加えて煮沸し、ろ過する。ろ紙上のゲル状の残留物を~~

~~白金皿に移し、フッ化水素酸 5 mL を加えるとき溶ける。この溶液を加熱しながら、ガラス棒の先に水 1 滴を付けたものをその蒸気中に入れるとき、水滴は曇る。~~

~~(2) (1) のろ液にメチルレッド試液 2 滴を加え、アンモニア試液で中和した後、10% 塩酸試液を滴加して酸性とする。これにシュウ酸アンモニウム水和物溶液 (7→200) を加えるとき、白色顆粒状の沈殿が生じる。この沈殿を分離し、一部に酢酸を加えるときは溶けないが、他の一部に塩酸を加えるときは溶ける。~~

定量法の検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定するとき、カルシウムに特有な 393.366 nm 付近及びケイ素に特有な 251.611 nm 付近の原子発光スペクトル線を認める。

pH (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

乾燥減量 10.0% 以下 (105°C、2 時間)

強熱減量 5.0~14.0% (乾燥物、1000°C、恒量、~~乾燥物~~)

~~定量法 (1) 二酸化ケイ素 本品を乾燥させ、その約 0.4 g を精密に量り、ビーカーに入れ、水 5 mL と過塩素酸 10 mL を加え、白煙が生じるまで加熱する。ビーカーを時計皿等で覆い、更に 15 分間加熱する。冷後、水 30 mL を加えて定量分析用ろ紙 (5 種 C) でろ過し、残留物を熱湯 200 mL で洗う。ろ液と洗液を合わせて A 液とする。ろ紙上の残留物をろ紙と共に白金製のろつぼに入れてゆっくりと加熱する。ろ紙が炭化した後、冷却し、硫酸数滴を加えて約 1300°C で恒量になるまで強熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量 M (g) を量る。残留物に硫酸 5 滴とフッ化水素酸 15 mL を加え、約 1000°C で恒量になるまで加熱し、デシケーター中で放冷した後、その質量 m (g) を量り、次式により含量を求める。~~

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{M(\text{g}) - m(\text{g})}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100$$

~~(2) 酸化カルシウム(1)で得た A 液を水酸化ナトリウム溶液 (1→25) で中和し、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 15 mL 及び NN 指示薬 0.3 g を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸三水素二ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の赤紫色が完全に消失して青色となるときとする。~~

$$0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸三水素二ナトリウム溶液 } 1 \text{ mL} = 2.804 \text{ mg CaO}$$

(1) 二酸化ケイ素 本品を強熱し、その約 0.5 g を白金製又はニッケル製のろつぼに精密に量り、水酸化カリウム 5 g 及びホウ酸 2 g を加えて混和し、加熱して完全に融解する。冷後、ろつぼを 250 mL ポリプロピレン製又はポリテトラフルオロエチレン製のビーカーに入れ、熱湯 150 mL を加えて加温しながら、ろつぼ内の固形物をスパーテルでかき出し、懸濁する。ろつぼをビーカーから取り出し、少量の水で洗い、その洗液をビーカーに入れる。塩酸 50 mL を加えてかくはんし、ポリプロピレン製のメスフラスコに移して水を加えて 250 mL とし、試料液とする。試料液 1 mL を量り、塩酸 (1→20) を加えて 50 mL とし、A 液とする。A 液 1 mL を量り、塩酸 (1→20) を加えて 50 mL とし、検液とする。別に、ケイ素標準原液適量を正確に量り、塩酸 (1→20) を加えて 1 mL 中にケイ素 0.1~2 µg を含む 3 種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検

量線を作成し、検液中のケイ素濃度C (μg/mL) を求め、次式により含量を求める。

$$\text{二酸化ケイ素の含量 (\%)} = \frac{C \times 2.139 \times 62.5}{M / (1 - LI / 100)}$$

ただし、C : ケイ素濃度 (μg/mL)

M : 試料の採取量 (g)

LI : 強熱減量 (%)

(2) 酸化カルシウム (1)の検液又はA液を検液とする。別に、カルシウム標準液 (0.1mg/mL) 適量を正確に量り、塩酸 (1→20) を加え、(1)の検液を用いる場合は1 mL中にカルシウム 0.1～1 μg を含む3種以上の濃度の異なる標準液を、A液を検液とする場合は1 mL中にカルシウム 0.5～10 μg を含む3種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検量線を作成し、検液中のカルシウム濃度C (μg/mL) を求め、次式により含量を求める。

$$\text{酸化カルシウムの含量 (\%)} = \frac{C \times 1.399 \times F}{M / (1 - LI / 100)}$$

ただし、C : カルシウム濃度 (μg/mL)

F : (1)の検液を検液とした場合は 62.5、A液を検液とした場合は 1.25

M : 試料の採取量 (g)

LI : 強熱減量 (%)

【試薬・試液等】

3. 標準液

ケイ素標準原液 900～1000℃で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、白金製のるつぼ中で加熱融解する。冷却後、水に溶かして正確に 100mL にする。本液 1 mL は、ケイ素 (Si) 1 mg を含む。ポリエチレン等の樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [ケイ素 (Si) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

5. ケイ酸マグネシウム【継続】

改正の概要及び根拠

① 確認試験 (1)及び(2)

定量法に現行法よりも簡便で特異的な試験法であると考えられる誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP) を用いることから、ICPによる確認試験への改正を要望する。

② 定量法 (1) 酸化マグネシウム及び(2) 二酸化ケイ素

ケイ酸マグネシウムの現行の定量法は、フッ化水素酸を用いているため、有害試薬排除の観点から、JECFAでも採用されているICPによる試験法が望ましい。なお、試料を強熱することにより、融解操作における試料の飛散を防止できることから、強熱後の試料を用いて定量し、乾燥物換算することとし、検証試験でも現行法と同様の定量結果が得られている。以上のことから、ICPによる定量法への改正を要望する。

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

現行法と同様の結果の得られる定量法への変更のみであるため、食品健康に影響はない。

(2) ケイ酸マグネシウム中のMgO及びSiO₂のICP分析法に関する論文 *Food. Additives and Contaminants: Part A*, Vol.28 (4), 423-427(2011) Analytical methods for SiO₂ and other inorganic oxides in titanium dioxide or certain silicates for food additive specifications. M. Mutsuga *et al.*

成分規格案

ケイ酸マグネシウム

Magnesium Silicate

Magnesium silicate [1343-88-0]

定 義 (省略)

含 量 本品を強熱物換算したものは、酸化マグネシウム (MgO=40.30) として15.0%以上、二酸化ケイ素 (SiO₂=60.08) として67.0%以上を含む。

性 状 本品は、白色の微細な粉末であり、においが無い。

確認試験 ~~(1) 本品0.5gに10%塩酸試液10mLを加えてかくはんした後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中和した液は、マグネシウム塩の反応を呈する。~~

~~(2) 白金線輪にリン酸水素アンモニウムナトリウム四水和物の結晶を載せ、ブンゼンバーナーの炎中で加熱し、融解球を作る。この融解球に本品を付け、再び融解するとき、融解球中に不溶解の塊を認め、その融解球は冷えると不透明となり、網目状の模様を生じる。~~

定量法の検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定するとき、マグネシウムに特有な279.553nm付近及びケイ素に特有な251.611nm付近の原子発光スペクトル線を認める。

pH (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) (省略)

(5) (省略)

乾燥減量 15%以下 (105℃、2時間)

強熱減量 15%以下 (乾燥物、900~1000℃、20分間)

定 量 法 ~~(1) 酸化マグネシウム 本品約1.5gを精密に量り、0.5mol/L硫酸50mLを正確に量って加え、水浴上で1時間加熱する。室温まで冷却した後、メチルオレンジ試液を加え、過量の硫酸を1mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。別に空試験を行い、次式により含量を求める。~~

~~酸化マグネシウム (MgO) の含量 (%)~~

~~$$-(a - b) \times 2.015$$~~

~~試料の採取量 (g) × (1 - 乾燥減量 (%) / 100) × (1 - 強熱減量 (%) / 100) -
ただし、a : 空試験における 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL) -
b : 本試験における 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL) -~~

~~(2) 二酸化ケイ素本品約 0.7 g を精密に量り、ビーカーに入れ、硫酸 (3 → 100) 20 mL を加え、水浴上で 90 分間加熱する。上澄液をメンブランフィルター (孔径 0.1 μm) を装着したフィルターホルダーを用いて吸引ろ過し、ビーカー中の残留物に熱湯 10 mL を加えてかき混ぜ、上澄液を傾斜してろ過する。さらに、ビーカー中の残留物を同様に熱湯 10 mL ずつで 2 回洗い、上澄液を傾斜してろ過する。次に、ビーカー中の残留物に水 25 mL を加えて水浴上で 15 分間加熱した後、残留物をメンブランフィルター上に移し、洗液が硫酸塩(1)の反応を呈さなくなるまで熱湯で洗い、メンブランフィルター上の残留物をメンブランフィルターとともに白金製のるつぼに入れ、乾燥するまで加熱し、灰化し、30 分間強熱する。冷後、その質量 M₁ (g) を量る。残留物を水で潤し、フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え、蒸発乾固した後、5 分間強熱する。冷後、その質量 M₂ (g) を量り、次式により含量を求める。~~

~~二酸化ケイ素 (SiO₂) の含量 (%) -~~

$$M_1 = M_2$$

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

~~試料の採取量 (g) × (1 - 乾燥減量 (%) / 100) × (1 - 強熱減量 (%) / 100) -~~

本品の約 0.5 g を白金製又はニッケル製のるつぼに精密に量り、水酸化カリウム 5 g 及びホウ酸 2 g を加えて混和し、加熱して完全に融解する。冷後、るつぼを 250 mL のポリプロピレン製又はポリテトラフルオロエチレン製のビーカーに入れ、熱湯 150 mL を加えて必要があれば加温しながらるつぼを揺り動かして、るつぼ内の固形物を溶解又は懸濁させる。るつぼをビーカーから取り出し、少量の水で洗い、その洗液をビーカーに入れる。塩酸 50 mL をビーカーに加えてかくはんし、ポリプロピレン製のメスフラスコに移して水を加えて 250 mL とし、試料液とする。試料液を塩酸 (1 → 20) で正確に 200 倍に希釈し、検液とする。別にマグネシウム標準原液及びケイ素標準原液適量を正確に量り、塩酸 (1 → 20) を加えて 1 mL 中にマグネシウム及びケイ素それぞれ 0.2 ~ 5 μg を含む 3 種以上の濃度の異なる標準液を調製する。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により発光強度を測定する。標準液の発光強度から検量線を作成し、検液中のマグネシウム濃度 C_{Mg} (μg/mL) 及びケイ素濃度 C_{Si} (μg/mL) を求め、以下の式により酸化マグネシウム及び二酸化ケイ素の含量を求める。

$$C_{Mg} \times 5 \times 1.658$$

$$\text{酸化マグネシウムの含量 (\%)} = \frac{\quad}{\frac{M \times (1 - LD / 100) \times (1 - LI / 100)}{C_{Si} \times 5 \times 2.139}}$$

$$\text{二酸化ケイ素の含量 (\%)} = \frac{\quad}{M \times (1 - LD / 100) \times (1 - LI / 100)}$$

ただし、C_{Mg} : マグネシウム濃度 (μg/mL)

C_{Si} : ケイ素濃度 (μg/mL)

M : 試料の採取量 (g)

LD : 乾燥減量 (%)

LI : 強熱減量 (%)

【試薬・試液等】

3. 標準液

ケイ素標準原液 900～1000℃で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、白金製のるつぼ中で加熱融解する。冷却後、水に溶かして正確に 100mL にする。本液 1 mL は、ケイ素 (Si) 1 mg を含む。ポリエチレン等の樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [ケイ素 (Si) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

マグネシウム標準原液 塩化マグネシウム六水和物 8.365 g を正確に量り、塩酸試液 (2 mol/L) に溶かし、正確に 1000mL とする。本液 1 mL は、マグネシウム (Mg) 1 mg を含む。ポリエチレン等の樹脂製瓶に保存する。

計量法に規定する標準液 [マグネシウム (Mg) の濃度 1000mg/L] を用いてもよい。

6. 高級脂肪酸

改正の概要及び根拠

①純度試験 (1) 酸価

一般試験法「油脂類試法」は、香料以外の脂肪酸、高級脂肪酸アルコール類、脂肪酸のエステル類等の油脂類のエステル価、けん化価、酸価、水酸基価及びヨウ素価を測定する方法である。

一方、現在の高級脂肪酸の成分規格に純度試験(1)酸価が設定されているが、その試験法が明示されていないため、どのように試験するか分かり難い。よって、一般試験法「油脂類試験法」に記載の酸価の試験法を適用することがわかるように、「酸価 ○○～○○ (油脂類試験法)」に修正する。

②定量法

試料注入方式としてスプリットレス法が設定されているが、カプリル酸やカプリン酸など比較的短鎖の脂肪酸において、分析に用いる装置によっては、溶媒ピークとメチル化した主成分由来ピークの分離が不良な場合があり、定量できないという事例が報告された。一方、スプリット法による試料注入であれば、これらピークの分離は良好であることが確認された。以上より、試料注入方式のスプリット法への変更を要望する。

③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

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

高級脂肪酸 (カプリル酸)

Higher Fatty Acid (Caprylic Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸 (動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。) のうちカプリル酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、カプリル酸 ($C_8H_{16}O_2=144.21$) 50.0%以上を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みの黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のカプリル酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 0.5 以下

純度試験 (1) 酸価 380～395 (油脂類試験法)

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

(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 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にカプリル酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 µL ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のカプリル酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステル¹⁾のピーク面積 A_T (検出した全てのピークの面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のカプリル酸の含量を求める。ただし、カプリル酸メチルは、標準液中のカプリル酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からカプリル酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{カプリル酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m 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 100%シアノプロピルポリシロキサンを 0.2µm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリア~~ガス~~ ~~ヘリウム~~ ~~ヘリウム~~

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリット~~注入~~

スプリット比 1 : 10

高級脂肪酸 (カプリン酸)

Higher Fatty Acid (Capric Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸 (動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたもの

をいう。)のうち、カプリン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、カプリン酸 ($C_{10}H_{20}O_2=172.26$) 50.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のカプリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 0.5 以下

純度試験 (1) 酸価 321～333 (油脂類試験法)

(2) 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)

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

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にカプリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のカプリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T (検出した全てのピークの面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のカプリン酸の含量を求める。ただし、カプリン酸メチルは、標準液中のカプリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からカプリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{カプリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m 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 100%シアノプロピルポリシロキサンを $0.2\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリアガス ~~ヘリウム~~ ヘリウム

流量 約 1.0mL/分 の一定量

注入方式 ~~スプリット~~ スプリット

スプリット比 1 : 10

高級脂肪酸 (ステアリン酸)

Higher Fatty Acid (Stearic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうち、ステアリン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ステアリン酸（ $C_{18}H_{36}O_2=284.48$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステアリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 4.0 以下

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／クロロホルム混液（1 : 1）20mL に溶かし、検液とする。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 194～210 （油脂類試験法）

(2) 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）

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

強熱残分 0.1% 以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にステアリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のステアリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の含量を求める。ただし、ステアリン酸メチルは、標準液中のステアリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ステアリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m 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 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアガス ~~ヘリウム~~ ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 ~~スプリット~~ スプリット

スプリット比 1 : 10

高級脂肪酸（パルミチン酸）

Higher Fatty Acid (Palmitic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうち、パルミチン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、パルミチン酸（ $C_{16}H_{32}O_2=256.42$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のパルミチン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 2.0 以下

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／クロロホルム混液（1：1）20mL に溶かし、検液とする。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 212～222 （油脂類試験法）

(2) 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）

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

強熱残分 0.1% 以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にパルミチン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のパルミチン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のパルミチン酸の含量を求める。ただし、パルミチン酸メチルは、標準液中のパルミチン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からパルミチン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{パルミチン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m 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 100%シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリット~~レス~~

スプリット比 1 : 10

高級脂肪酸 (べへニン酸)

Higher Fatty Acid (Behenic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうち、べへニン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、べへニン酸（ $C_{22}H_{44}O_2=340.58$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のべへニン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 3.0 以下

本品約 1g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン/クロロホルム混液（1 : 1）20mL に溶かし、検液とする。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 160～175 (油脂類試験法)

(2) 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)

(3) 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 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にべへニン酸メチル 10mg にヘキサン 5mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のべへニン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T (検出した全てのピークの面積) を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のべへニン酸の含量を求める。ただし、べへニン酸メチルは、標準液中のべへニン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からべへニン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{べへニン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m 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 100%シアノプロピルポリシロキサンを $0.2\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの

カラム温度 180℃
注入口温度 250℃
検出器温度 250℃
キャリアガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリット
スプリット比 1 : 10

高級脂肪酸（ミリスチン酸）

Higher Fatty Acid (Myristic Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうち、ミリスチン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ミリスチン酸（ $C_{14}H_{28}O_2=228.38$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のミリスチン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 1.0 以下

純度試験 (1) 酸価 240～250 (油脂類試験法)

(2) 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)

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

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にミリスチン酸メチル 10mg にヘキサン 5mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のミリスチン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のミリスチン酸の含量を求める。ただし、ミリスチン酸メチルは、標準液中のミリスチン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からミリスチン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ミリスチン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m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
100%シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}$ C

注入口温度 250 $^{\circ}$ C

検出器温度 250 $^{\circ}$ C

キャリア~~ガス~~ーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリット~~レス~~

スプリット比 1 : 10

高級脂肪酸（ラウリン酸）

Higher Fatty Acid (Lauric Acid)

定義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうち、ラウリン酸を主成分とするものである。

含量 本品は、ラウリン酸（ $C_{12}H_{24}O_2=200.32$ ）50.0%以上を含む。

性状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のラウリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 1.0 以下

純度試験 (1) 酸価 275～285 (油脂類試験法)

(2) 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)

(3) 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)

強熱残分 0.1%以下

定量法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にラウリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 μ L ずつ量り、次の操作条件で、ガスクロマトグラフィーを行う。検液のラウリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のラウリン酸の含量を求める。ただし、ラウリン酸メチルは、標準液中のラウリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からラウリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ラウリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m 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 100%シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 180℃

注入口温度 250℃

検出器温度 250℃

キャリア~~ガス~~ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリット~~レス~~

スプリット比 1 : 10

7. セイヨウワサビ抽出物

改正の概要及び根拠

①定義

第4回食品添加物公定書検討委員会にて了承されたセイヨウワサビ抽出物の基原植物は、「*Armoracia rusticana* G. Gaertn., B. Meyer et Scherb」である。食品添加物公定書の基原植物の学名は、食品添加物の成分規格作成の解説にあるとおり、原則 Tropicos (<https://www.tropicos.org/home>) に従っているが、本学名の命名者の記載が Tropicos の記載と異なっていたため、学名の記載を *Armoracia rusticana* G. Gaertn., B. Mey. & Scherb. と修正することとした。

②含量

定量用イソチオシアン酸アリルの純度を 100%として扱う現行の規格値から、イソチオシアン酸アリルの絶対純度 93%を考慮し、含量規格を 70.0%から 65.0%に変更することとした。

③定量法

第4回食品添加物公定書検討委員会にて了承されたセイヨウワサビ抽出物の定量法には、定量用イソチオシアン酸アリルを基準とした GC-FID 法が設定されている。定量用イソチオシアン酸アリルの試薬規格において含量 99.0%以上の規定があるものの、その定量法として、分離能が低いパックドカラム GC 法による面積百分率法が設定され、且つ、GC の原理上、クロマトグラム上に観察されない成分は測定できない等、その含量規定には不確かな点が残る。¹H-定量 NMR により、市販試薬イソチオシアン酸アリルのより正確な純度を求めたところ、絶対純度は約 93%で実際には低いことが確認された。よって、現行の成分規格では、セイヨウワサビ抽出物中のイソチオシアン酸アリル含量が、真の値より大きめに算出されるという欠点がある。この欠点を排除した公定法を設定するために、内部標準として使用されていたデカンを基準とする相対モル感度法 (RMS 法) を採用した。この改正に伴い、現在試薬規格に記載されている「デカン」は、単なる試料注入量の誤差を補正する用途ではなく、イソチオシアン酸アリル含量の基準物質となるので、名称を「デカン、定量用 (定量用デカン)」とし、「以下の定量法で求めた含量 (%) を本品の純度 (%) として用いる。」という一文を加える。この場合、セイヨウワサビ抽出物の RMS 法の計算式の変数 P には、GC 法による面積百分率で算出したデカンの純度が入ることとなり、この純度が、絶対純度とどの程度の乖離があるか懸念があった。しか

し、国立衛研で3社のデカン試薬を¹H-定量NMRで測定したところ、いずれも99.5%以上であり、qNMR純度に対するGC純度の比は1.00~1.01と大きな差は無かった。このことから、GC法で算出したデカンの純度を、RMS法の計算式に代入しても問題ないと判断した（増本ら、食品衛生学雑誌，62巻3号，p73-78，2021）。別に、「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）」は、定量値の基準となる物質ではなく、単にピーク同定用の用途となるので、「イソチオシアン酸アリル」とし、規格内容も簡略化した。

なお、増本らは、本定量法の確立とあわせてLC-RID（示差屈折率検出器）法によるRMS法を検討しているが、今回の規格改正案では、現行の定量法がGC-FIDを用いていることから、GC-FID法によるRMS法を提案している。

④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、定量法を改正し、より正確な値を捉えるためのものである。定量法の精度向上により成分規格の含量規格値が下げられ、現行の成分規格に適合する製品の含量が現行法で算出されたものより低く算出されるが、現行の成分規格に適合しないものが適合するようになるという変更ではないため、食品健康に影響を及ぼすものでないと考えられる。

成分規格案

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

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

含 量 本品は、イソチオシアン酸アリル (C₄H₅N S = 99.15) ~~65.070.0~~ %以上を含む。

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

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

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

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

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

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

えて正確に20mLとし、検液とする。ただし、定量用内標準液は、定量用デカン約0.7 gを精密に量り、シクロヘキサンで正確に100mLとしたものとする。~~シクロヘキサン溶液（1→100）とする。~~別に、定量用イソチオシアン酸アリル約0.15 gを精密に量り、内標準液10mLを正確に加えた後、シクロヘキサンを加えて正確に20mLとし、標準液とする。検液、定量用内標準液及び標準液をそれぞれ1 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液につき、デカン及びイソチオシアン酸アリルのピーク面積A_D及びA_Aを測定し、次式によりイソチオシアン酸アリルの含量を求める。ただし、検液中のデカン及びイソチオシアン酸アリルは、定量用内標準液及び標準液との保持時間の比較により同定する。~~検液及び標準液におけるイソチオシアン酸アリルのピーク面積のデカンのピーク面積に対する比Q_T及びQ_Sを求め、次式によりイソチオシアン酸アリルの含量を求める。~~

イソチオシアン酸アリル (C₄H₅NS) の含量 (%)

$$= \frac{C_D}{C_T} \times \frac{A_A}{A_D} \times \frac{MW_A}{MW_D} \times \frac{1}{RMS} \times P$$

ただし、C_D：検液中の定量用デカンの濃度 (mg/mL)

C_T：検液中の試料の濃度 (mg/mL)

MW_A：イソチオシアン酸アリルの分子量 (99.15)

MW_D：デカンの分子量 (142.29)

RMS：イソチオシアン酸アリルのデカンに対する相対モル感度 (0.333)

P：定量用デカンの純度 (%)

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

ただし、~~M_T：試料の採取量 (g)~~

~~M_S：定量用イソチオシアン酸アリルの採取量 (g)~~

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25mm、長さ60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを0.25µmの厚さで被覆したもの

カラム温度 80℃で注入し、毎分4℃で180℃まで昇温~~する。~~し、180℃を5分間保持する。

注入口温度 100℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 イソチオシアン酸アリルの保持時間が7～8分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1：50

~~測定時間 30分~~

【試薬・試液】

デカン、定量用 (定量用デカン) CH₃(CH₂)₈CH₃ [124-18-5]

本品は、無色透明な液体である。

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 99.5%以上

定量法 本品 1 μ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からデカンの含量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム内径 0.32mm、長さ 30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを 5 μ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 50℃で注入し、毎分 10℃で 150℃まで昇温する。

注入口温度 200℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 3.4mL/分

注入方式 スプリット

スプリット比 1:100

測定時間 10分

イソチオシアン酸アリル、~~定量用~~ C_4H_5NS [57-06-7]

本品は、無～黄褐色の透明な液体で、催涙性及び刺激臭がある。

密度 1.016～1.024 g/mL (20℃)

~~含量 99.0%以上~~

~~定量法 本品 1 μ L を量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。本品のピーク面積と総ピーク面積からイソチオシアン酸アリルの含量を求める。~~

~~操作条件~~

~~検出器 熱伝導度検出器~~

~~カラム充填剤~~

~~液相担体に対して 20%メチルフェニルシリコンポリマー~~

~~担体 180～250 μ m のガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~

~~カラム管 内径 3mm、長さ 2m のガラス管又はステンレス管~~

~~カラム温度 120℃~~

~~検出器温度 250℃~~

~~注入口温度 200℃~~

~~キャリアーガス ヘリウム~~

~~流量 20mL/分~~

~~測定時間 主ピークの保持時間の 3 倍までの時間とする。~~

8. ナイシン

改正の概要及び根拠

①微生物限度

各条ナイシンの現行規格の微生物限度の試験法では、第9版食品添加物公定書（9版公定書）一般試験法の微生物限度試験法に準じた試験法ではなく、第8版食品添加物公定書の一般試験法の微生物限度試験法に基づく試験法が記載されている。

他の添加物品目と同様に9版公定書の微生物限度試験法に基づく試験法を設定するため、食品等試験検査費による研究により、ナイシン2検体を用いて、9版公定書の微生物限度試験法による試験法の適合性の確認を行った。

ナイシンは、*Lactococcus lactis* subsp. *lactis* の培養液から得られた抗菌性ポリペプチドの塩化ナトリウムとの混合物であり、グラム陽性菌に対して抗菌活性を有する。しかし、試料中の抗菌性物質を除去することは困難であるため、生菌数試験法の適合性確認においては、グラム陽性菌である *Bacillus subtilis* 及び *Staphylococcus aureus* subsp. *aureus* を除外して試験した。その結果、生菌数の適合性試験では、グラム陰性菌である *Escherichia coli* においても、試料存在下での菌数が対照の菌数の 1/2~2 倍以内（回収率 50~200%以内）に入らず、回収率が 50%未満であり、試料による抗菌作用（発育阻止）が認められた。大腸菌の試験では、試験法の適合性が確認された。サルモネラの適合性試験では、前培養培地量を 225mL とする 10 倍希釈液相当では、試料による抗菌作用（発育阻止）が認められた。前培養培地量を 475mL とする 20 倍希釈液相当の試験では、2 検体実施した内、1 検体では試験法の適法性が確認されたが、別の 1 検体では 35℃培養のテトラチオネート液体培地から塗抹した寒天培地上に試験菌の弱い発育を認めたものの、その他では発育せず、試料による抗菌作用（発育阻止）が認められた。

適合性確認試験の結果を踏まえ、ナイシンの各条の微生物限度の項の規格案を検討した。9版公定書では、リゾチームのようにその品目自体に抗菌活性があり、試験法の適合性を得ることが困難であった品目については、微生物限度の項目で「(試験法の適合性試験を除く。）」としている。ナイシンの場合も同様であるため、現行規格と同様に成分規格改正案においても「(試験法の適合性試験を除く。）」の記載をそのままとする。大腸菌試験は、前培養液の調製は第2法とする。またサルモネラ試験は、ナイシンの指定前（2008年）の検討結果において、前培養液の調製で用いる培地として、9版公定書のサルモネラ試験に記載の乳糖ブイヨン培地より、現行規格で使用しているソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地の方が、試験法の適合性が得られやすく 20 倍希釈液でも適合性が得られていたことから、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を使用し、20 倍希釈液で前培養液の調製を行うこととする。なお、JECFA (Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives) の各条ナイシンの微生物の項目ではサルモネラ規格は試料 25g 当たり陰性となっているため、試料 25g を用いることとし、前培養液調製後は、9版公定書の微生物限度試験法に従って実施する方法とする。また、この改正により不要となった2種の試薬規格を削除する。

以上、ナイシンの成分規格においても、9版公定書で改正された一般試験法の微生物限度試験法に準じた方法に改正することを要望する。

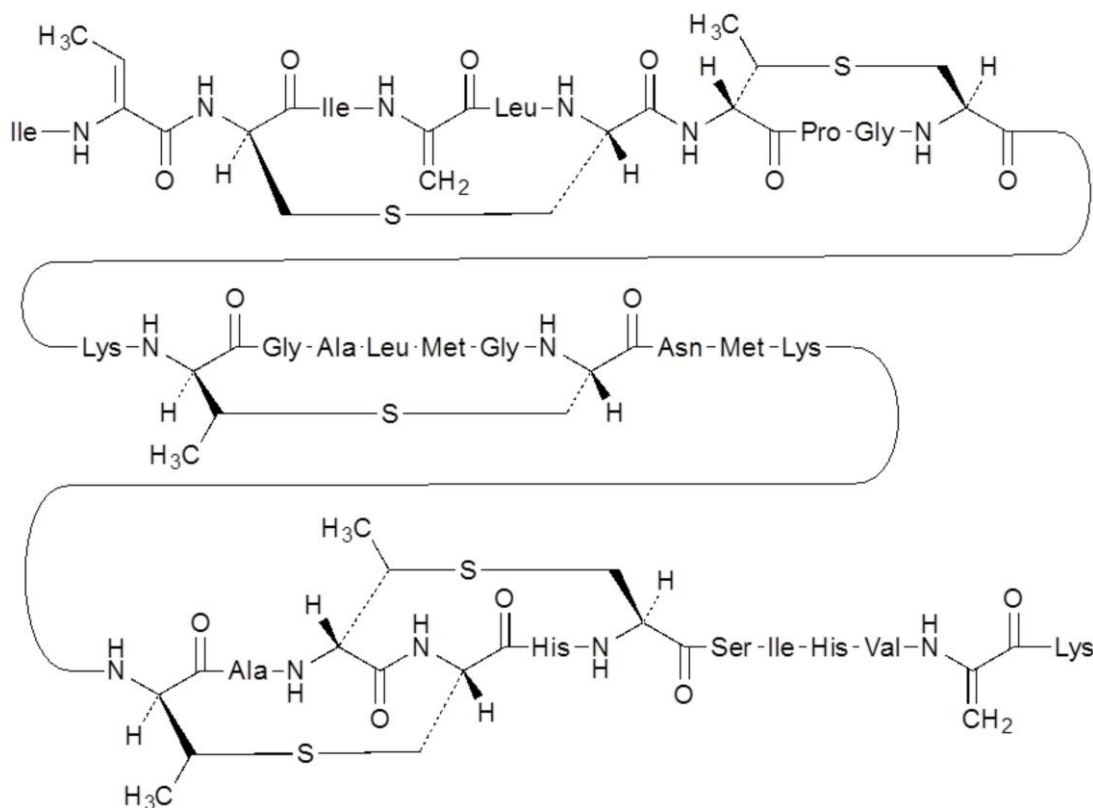
②特記事項

(1) 食品健康に影響のないことを説明する資料等

試験法の変更であり、食品健康に影響はない。

ナイシン

Nisin



$C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$

分子量 3354.07

[1414-45-5]

定義 本品は、ラクトコッカス属細菌 (*Lactococcus lactis* subsp. *lactis*に限る。) の培養液から得られた抗菌性ポリペプチド及び塩化ナトリウムの混合物である。無脂肪乳培地又は糖培地由来の成分を含む。主たる抗菌性ポリペプチドは、ナイシンA ($C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$) である。

力価及び含量 本品は、1 mg当たり900単位以上の力価を有する。本品の力価1単位は、ナイシンA ($C_{143}H_{230}N_{42}O_{37}S_7$) を含む抗菌性ポリペプチド0.025 μ gに対応する。また、塩化ナトリウム50%以上を含む。

性状 本品は、白～薄い黄赤色の粉末であり、においがなく、又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 (1) 本品0.100 gを量り、塩酸(1→600) 80mLに懸濁する。2時間室温に置き、更に塩酸(1→600)を加えて正確に100mLとし、試料液とする。

(i) 試料液を水浴中で5分間加熱する。加熱した試料液1 mLを正確に量り、塩酸(1→600)を加えて正確に200mLとし、検液とする。検液につき、定量法に示す方法により力価を求めるとき、検液の力価は、定量法の検液の力価の100 \pm 5%である。

(ii) (i)の加熱した試料液の残りの液に、水酸化ナトリウム溶液(1→5)を加えてpH11に調整した後、65 $^{\circ}$ Cで30分間加熱する。冷後、塩酸を加えてpH2.0に調整し、この液1 mLを量

り、塩酸（1→600）を用いて200mLとし、検液とする。定量法に示す方法により、力価を測定するとき、その活性は失われている。

- (2) 滅菌した脱脂粉乳の懸濁液（1→10）中で*Lactococcus lactis*（ATCC 11454又はNCIMB 8586）を30℃で18時間培養し、試験菌液とする。リトマスミルク100mLを入れたフラスコを121℃で15分間高压蒸気滅菌する。滅菌したリトマスミルクに本品0.1gを加え、室温に2時間放置する。この液に試験菌液を0.1mL加え、30℃で24時間培養するとき、*Lactococcus lactis*の生育を認める。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして1μg/g以下（4.0g、第3法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレーム方式）

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

乾燥減量 3.0%以下（105℃、2時間）

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100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、生菌数試験は、メンブランフィルター法により行う。すなわち、本品1gをペプトン食塩緩衝液1000mLと混合し、均一に分散させて試料液とし、試料液100mLをセルロース混合エステル製メンブランフィルターでろ過した後、フィルターをろ過洗浄し、標準寒天培地の表面に置いて35±1℃で48±2時間培養する。大腸菌試験は、本品1gをラウリル硫酸ブイオン培地又はソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地100mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で48±2時間培養したものを前培養液とする。サルモネラ試験は、本品25gをソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地475mLと混合して均一に分散させ、35±1℃で24±2時間培養したものを前培養液とする。

~~ただし、生菌数試験は、メンブランフィルター法により求める。本品1gを量り、ペプトン食塩緩衝液と混和して1000mLとしたものを試料液とする。試料液100mLをセルロース混合エステル製メンブランフィルターでろ過した後、フィルターをろ過洗浄し、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト寒天培地の表面に置き、30～35℃で少なくとも5日間培養する。~~

~~また、大腸菌試験は、次の操作法により行う。本品1gを量り、乳糖ブイオン培地を加えて100mLとし、30～35℃で24～72時間培養する。増殖が観察された場合には、培養液を軽く振った後、白金耳等でとり、マッコンキー寒天培地上に塗抹し、30～35℃で18～24時間培養する。周囲に赤味がかかった沈降線の帯をもつ赤レンガ色のグラム陰性菌の集落が検出されない場合には、大腸菌陰性と判定する。上記の特徴をもつ集落が検出された場合には、EMB寒天培地上にそれぞれの集落を塗抹し、30～35℃で18～24時間培養する。EMB寒天培地上で金属光沢をもつ集落又は透過光下で青黒色を帯びた集落が観察されない場合には、大腸菌陰性と判定する。上記の平板で大腸菌陽性が疑われる集落については、IMViC試験（インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォエグス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験）及び44.5℃での生育試験を行い、IMViC試験結果のパターンが「++--」で、44.5℃での生育試験の結果が陽性である菌を大腸菌と判定する。また、大腸菌迅速同定用キットの使用も可能である。培地の性能試験は、B—般試験法、3. 大腸菌群及び大腸菌試験、培地の性能及び試験法の適合性、(1)試験菌液の調製の項で調製した試験菌液0.1mLを培地に混和し、上記の操作法に従って最短培養期間で培養して行う。なお、不確定な結果や曖昧な結果が得られた場合には、初回の2.5倍量の試料を用いて再試験を行う。方法は、最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地等の量を増加させて行う。培地~~

~~(i) マッコニキ寒天培地~~

~~ペプトン (ゼラチン製) 17.0 g~~

~~ペプトン (カゼイン製) 1.5 g~~

~~1.5 g~~

~~ラクトース 10.0 g~~

~~1.5 g~~

~~塩化ナトリウム 5.0 g~~

~~ニュートラルレッド 30mg~~

~~クリスタルバイオレット 1.0mg~~

~~寒天 13.5 g~~

~~水 1000mL~~

~~全成分を混和し、1分間煮沸し、混和した後、121°Cで15～20分間高压蒸気滅菌する。滅菌後のpHは、6.9～7.3とする。~~

~~サルモネラ試験は、次の操作法により行う。本品10 gを量り、ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地を加えて500mLとし、30～35°Cで24～72時間培養する。増殖が観察された場合には、培養液を軽く振った後、1 mLずつを10mLのテトラチオネート液体培地及びラパポート液体培地に接種し、30～35°Cで18～24時間培養する。培養後、それぞれの液体培地からブリリアントグリーン寒天培地及びXLD寒天培地上に塗抹し、30～35°Cで42～48時間培養する。ブリリアントグリーン寒天培地上で小型で無色透明若しくは不透明で白～桃色の集落又はXLD寒天培地上で赤色の集落が見出されない場合には、サルモネラ陰性と判定する。なお、ブリリアントグリーン寒天培地上に見られる小型で無色透明又は不透明で白～桃色の集落には、しばしば周囲に桃～赤色の帯が形成され、XLD寒天培地上で見られる赤色の集落には、中心部に黒点が現れる場合がある。これらの特徴を有するグラム陰性桿菌の集落が見出された場合には、白金線を用いてTSI斜面寒天培地の深部と斜面に疑われる集落を接種し、35～37°Cで18～24時間培養する。サルモネラが存在する場合、深部は黄色となり、斜面部は赤色のまま変化しない。通常、深部でガスの産生が見られるが、硫化水素は産生される場合と産生されない場合がある。キット使用を含む、更に詳細な生化学的試験及び血清学的試験を併用することで、サルモネラの同定、型別試験を行うことが望ましい。培地の性能試験は、B一般試験法、4.サルモネラ試験、培地の性能及び試験法の適合性、(1)試験菌液の調製の項で調製した試験菌液0.1mLを培地に混和し、上記の操作法に従って最短培養期間で培養して行う。なお、不確定な結果や曖昧な結果が得られた場合には、初回試験の2.5倍量の試料を用いて再試験を行う。方法は最初の試験法と同じであるが、試料の増加に比例して、培地等の量を増加させて行う。~~

~~培地~~

~~(i) ラパポート液体培地~~

~~ペプトン (ダイズ製) 5.0 g~~

~~リン酸二水素カリウム 1.6 g~~

~~塩化ナトリウム 8.0 g~~

~~マラカイトグリーンシュウ酸塩 0.12 g~~

~~塩化マグネシウム六水和物 40.0 g~~

~~水 1000mL~~

~~マラカイトグリーンシュウ酸塩、塩化マグネシウム六水和物及び残りの成分をそれぞれ~~

~~別々に水に溶かし、121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後、混和して使用する。滅菌後のpHは、5.4～5.8とする。~~

~~(ii) ブリリアントグリーン寒天培地~~

~~ペプトン (肉製及びカゼイン製) 10.0 g~~

~~酵母エキス 3.0 g~~

~~ラクトース 10.0 g~~

~~スクロース 10.0 g~~

~~塩化ナトリウム 5.0 g~~

~~フェノールレッド 80mg~~

~~ブリリアントグリーン 12.5mg~~

~~寒天 20.0 g~~

~~水 1000mL~~

~~全成分を混和し、1分間煮沸する。使用直前に121℃で15～20分間高圧蒸気滅菌する。滅菌後のpHは、6.7～7.1とする。50℃に冷却してペトリ皿に分注する。~~

定量法 (1) 力価 穿孔寒天平板を用いて得られる試験菌の発育阻止円の大きさを指標とし、抗菌活性を測定する。水、試薬・試液及び計器・器具は、必要に応じ、滅菌したものをを用いる。

(i) 試験菌 *Micrococcus luteus* (ATCC 10240又はNCIMB 8166) を用いる。

(ii) 培地 培地の液性は、水酸化ナトリウム試液 (1 mol/L) 又は塩酸 (1→10) を用いて調整し、滅菌後のpHが規定の値になるようにする。なお、規定の培地と類似の成分を有し、同等又はより優れた菌の発育を示す他の培地を用いることができる。滅菌は高圧蒸気法で行う。

種層用寒天培地

トリプトン 10 g

肉汁 3 g

塩化ナトリウム 3 g

酵母エキス 1.5 g

スクロース 1 g

寒天 15 g

水 1000mL

全成分を混和し、121℃、15分間滅菌する。滅菌後のpHは、7.4～7.6とする。滅菌後、培地と同温度の50%ポリソルベート20試液 2 mL添加する。

試験菌移植用斜面寒天培地

ブレインハートインフュージョン寒天 52 g

水 1000mL

全成分を混和し、121℃、15分間滅菌する。滅菌後のpHは、pH7.2～7.6とする。この寒天培地 9 mLを内径約16mmの試験管に分注して斜面とする。

(iii) 試験菌液の調製 試験菌を試験菌移植用斜面寒天培地を用いて30℃で48時間培養する。

この菌を滅菌した生理食塩水 7 mLに懸濁させ、試験菌液とする。菌を移植した試験菌移植用斜面寒天培地は、4℃で最大14日間保存することができる。

(iv) 種層寒天培地の調製 試験菌液を生理食塩水で希釈した液 (1→10) 2 mLを48～51℃に

保った種層用寒天培地100mLに加え、十分に混合し、種層寒天培地とする。

- (v) 穿孔寒天平板の調製 内径90mmで高さ20mmのペトリ皿に約20mLの種層寒天培地を入れ、寒天が水平になるように広げて室温にて固化させたものを種層寒天平板とする。種層寒天平板上の半径約25～28mmの円周上に、円筒をその中心間の距離が30mm以上となるように一定間隔で4個並べる。円筒を置いた状態で種層寒天培地20mLを分注し、固化させた後、4℃にて30～60分間保持し、滅菌したピンセット等を用いて培地より円筒を静かに抜き、穿孔寒天平板とする。円筒は、外径7.9～8.1mm、内径5.9～6.1mm、高さ9.9～10.1mmのステンレス製のもので、試験に支障をきたさないものを用いる。穿孔寒天平板は、用時調製する。
- (vi) ナイシン標準液の調製 ナイシン標準品約0.1gを精密に量り、塩酸(1→600)80mLに懸濁する。2時間室温に置き、塩酸(1→600)を加えて100mLとし、標準原液とする。さらに、1.25、2.5、5、10及び20(単位/mL)となるよう、標準原液を塩酸(1→600)を用いて希釈し、標準液とする。ナイシン標準液は、用時調製する。
- (vii) ナイシン標準曲線の作成 穿孔寒天平板5枚を1組として用いる。ナイシン標準液を濃度ごとに異なる穿孔寒天平板へ0.2mLずつ4箇所穴に入れる。標準液分注後、プレートに蓋をし、30℃で18時間培養する。培養後、形成された阻止円の直径をノギスを用いて0.1mm単位で測定する。ナイシン濃度x(単位/mL)の常用対数値 $\log x$ を横軸に、阻止円の直径y(mm)を縦軸にとり、ナイシン標準曲線($y = \alpha \log x + \beta$)を作成し、定数 α 及び β を求める。
- (viii) 検液の調製 本品0.100gを量り、塩酸(1→600)80mLに懸濁する。2時間室温に置き、更に塩酸(1→600)を加えて正確に100mLとし、試料液とする。試料液1mLを正確に量り、塩酸(1→600)を加えて正確に200mLとし、検液とする。検液は、用時調製する。
- (ix) 力価の算出 標準曲線の作成の手法に従い、検液の阻止円の直径を測定し、以下の式により、本品の力価を求める。

$$I = (\text{阻止円の直径 (mm)} - \beta) / \alpha$$
$$\text{検液の力価 (単位/mL)} = 10^I$$
$$\text{本品の力価 (単位/mg)} = \frac{\text{検液の力価 (単位/mL)} \times 20}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

- (2) 塩化ナトリウムの定量 本品約0.1gを精密に量り、水100mLを加えて溶かし、更に硝酸を加えて酸性とし、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認には、電位差計を用い、指示電極には銀電極、参照電極には銀・塩化銀電極を用いる。別に空試験を行い、次式により含量を求める。

$$\text{塩化ナトリウム (NaCl) の含量 (\%)} = \frac{(a - b) \times 5.85}{\text{試料の採取量 (g)} \times 10}$$

ただし、a : 本試験における0.1mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)
b : 空試験における0.1mol/L硝酸銀溶液の消費量 (mL)

【試薬、試液】

本改正により、試薬、試液の項のニュートラルレッド、リン酸緩衝液（pH6.4）の適用が無くなるため、項目を削除する。

~~ニュートラルレッド C₁₅H₁₇ClN₄ [553-24-2]~~

~~本品は、わずかに金属光沢のある暗緑色の粉末又は小塊であり、水にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。~~

~~吸光度 0.50以上（乾燥物換算）~~

~~本品約0.1gを精密に量り、水80mLを入れ、水浴中で加熱して溶かし、冷却し、メスフラスコに移し、水15mLで洗い入れ、100mLとする。この液10mLをメスフラスコに正確に入れ、リン酸緩衝液（pH6.4）で100mLとして約5分間放置し、検液とする。検液は、紫外可視吸光度測定法により、リン酸緩衝液（pH6.4）を対照として、波長525nmにおける吸光度を測定する。~~

~~乾燥減量 10.0%以下（105℃、4時間）~~

~~リン酸緩衝液（pH6.4）~~

~~第1液：リン酸三水素カリウム6.80g（含量100%相当）を量り、水（二酸化炭素除去）を加えて溶かして正確に500mLとする。~~

~~第2液：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液及び水30mLを100mLのポリエチレン製瓶に入れ、水酸化ナトリウム36gを少量ずつ加えて溶かし、栓をして4～5日間放置する。上澄液10mLを1000mLのポリエチレン製容器に入れ、水1000mLを加え、A液とする。アミド硫酸（標準物質）の必要量を認証書等に記載された方法で乾燥する。その0.4～0.5gを精密に量り、100mLのユニカルビーカー等に移し、水25mLを加えて溶かした後、指示薬としてプロモチモールブルー試液数滴を加え、A液で滴定する。終点は、液の色が黄色から帯青緑色になるときとする。A液のファクターを次式により計算する。~~

$$f = m / (0.019419 \times V) \times A / 100$$

~~ただし、f：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液のファクター~~

~~m：アミド硫酸（標準物質）の採取量（g）~~

~~A：アミド硫酸（標準物質）の含量（%）~~

~~V：0.2mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量（mL）~~

~~第1液50mL及び第2液6.3mL（第2液のファクターが、1.000でない場合には、第2液のファクターを用いて、加える体積を補正する。）を正確に量り、水（二酸化炭素除去）を加えて溶かして正確に100mLとする。~~

9. 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

①含量及び定量法

現行規格の定量法では、メトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基の含量の測定法として、パックドカラムを用いるガスクロマトグラフィー（GC）が規定されているが、近年、パックドカラムの市場入手が困難となってきたことから、検討結果を基に、第十八改正日本薬局方の各条「ヒプロメロース」の定量法では、市販品の入手が容易なキャピラリーカラムを用いるGCが規定されている。キャピラ

リーカラムを用いる GC についてさらに改善し、パックドカラムを用いる GC と比較したところ、同等の定量値が得られ、精度も相対標準偏差が 1.5%未満と良好であった。

また、定量法で用いる分解瓶は、現在入手可能なサイズとなる表記に変更する必要があり、栓として密栓可能なアルミニウム製のもの、さらに、内栓として表面がフッ素樹脂加工されたブチルゴム製やシリコンゴム製のものも使用可能となるよう追記が必要である。また、分解瓶を加熱前に 30 秒間振り混ぜると、瓶の上部に粘性試料がこびりつき、分析値の低下が懸念されるため、この操作は削除することとした。

以上より、食品添加物「ヒドロキシプロピルメチルセルロース」各条の定量法について、使用する分解瓶、栓及び内栓の表現を適切に改正すると共に、キャピラリーカラムを用いる GC へ改正することを要望する。なお、含量について、第十八改正日本薬局方に合わせ、「本品を乾燥したものは」を「本品を乾燥物換算したもの」に修正する。

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
試験法の変更であり、食品健康に影響はない。

成分規格改正案

ヒドロキシプロピルメチルセルロース

Hydroxypropyl Methylcellulose

A mixed methyl and 2-hydroxypropyl ether of cellulose [9004-65-3]

定 義 本品は、セルロースのメチル及びヒドロキシプロピルの混合エーテルである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、メトキシ基 ($-\text{OCH}_3=31.03$) 19.0~30.0%及びヒドロキシプロポキシ基 ($-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}=75.09$) 3.0~12.0%を含む。

性 状 本品は、白～帯黄白色の粉末又は粒であり、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。本品に水を加えるとき、膨潤し、澄明又はわずかに混濁した粘稠な液体となる。

確認試験 (1) 本品 1 g に熱湯 100mL を加え、かき混ぜながら室温に冷却し、試料液とする。試料液 5 mL にアントロン試液を穏やかに加えるとき、境界面は、青～青緑色を呈する。

(2) (1)で得た試料液 0.1mL に硫酸 (9→10) 9 mL を加えて振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水中で冷却し、ニンヒドリン溶液 (1→50) 0.6mL を注意して加え、振り混ぜて 25°C で放置するとき、液は、初め赤色を呈し、更に 100 分間以内に紫色に変わる。

(3) 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するとき、波数 3465cm^{-1} 、 2900cm^{-1} 、 1375cm^{-1} 及び 1125cm^{-1} のそれぞれの付近に吸収を認める。

pH 5.0~8.0 (1.0 g、熱湯100mL)

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.28%以下

本品1.0 g に熱湯30mLを加えてよくかき混ぜ、水浴上で10分間加熱した後、熱時傾斜してろ過する。残留物を熱湯でよく洗い、洗液をろ液に合わせる。冷後、水を加えて100mLとする。この液 5 mL に10%硝酸試液 6 mL 及び水を加えて50mLとし、検液とする。比較液には0.01mol/L 塩酸 0.40mLを用いる。

(2) 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)

(3) ヒ素 Asとして $1.5\mu\text{g/g}$ 以下 (1.0 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

乾燥減量 8.0%以下 (105°C、1時間)

強熱残分 1.5%以下 (乾燥物換算)

定量法 (1) 装置

分解瓶：5 mLのガラス製耐圧瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径20mm、首部までの高さが約50mm、高さ約30mmまでの容積が2 mLで、栓は耐熱性樹脂製又はアルミニウム製で密栓できるもの、内栓又はシールセプタムはフッ素樹脂製、表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム又はシリコンゴム製のものを用いる。加熱時に内容物が漏れないことをあらかじめ確認する。

加熱器：厚さ60～80mmの角型金属アルミニウム製ブロックに直径20.6mm、深さ32mmの穴をあけたもので、ブロック内部の温度を±1°Cの範囲で調節できる構造を有するものを用いる。

~~(2) 操作法 本品を乾燥し、その約65mgを精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸65mg、内標準液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを加え、密栓し、その質量を精密に量る。ただし、内標準液は、オクタン・ α -キシレン溶液 (1→25) とする。分解瓶を30秒間振り混ぜた後、加熱器を用いて150°Cで5分ごとに振り混ぜながら30分間加熱し、更に30分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が10mg以下であることを確認し、上層を検液とする。別にアジピン酸65mg、内標準液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル15 μ Lを加え、その質量を精密に量り、同様にして定量用ヨードメタン45 μ Lを加え、その質量を精密に量る。分解瓶を30秒間振り混ぜた後、上層を標準液とする。検液及び標準液を2 μ Lずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のオクタンのピーク面積に 対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準液のオクタンのピーク面積に 対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求め、以下の式によりメトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基の含量を求め る。~~

$$\begin{aligned} \text{メトキシ基 (} -\text{C}_2\text{H}_5\text{O) の含量 (\%)} &= \frac{M_{Sa}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times 21.86 \\ \text{ヒドロキシプロポキシ基 (} -\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} &= \frac{M_{Sb}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times 44.17 \end{aligned}$$

ただし、 M_{Sa} ：標準液中のヨウ化メチルの量 (g)

M_{Sb} ：標準液中のヨウ化イソプロピルの量 (g)

操作条件

検出器 ~~水素炎イオン化検出器~~

カラム充填剤

液相 ~~担体に対して20%メチルシリコンポリマー~~

担体 ~~180～250 μ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土~~

カラム管 ~~内径約3mm、長さ約3mのガラス管~~

カラム温度 ~~100°C付近の一定温度~~

キャリアーガス ~~ヘリウム~~

流量 ~~オクタンのピークが約10分後に現れるように調整する。~~

カラムの選定

~~標準液 2 µLにつき、上記の操作条件で操作するとき、ヨウ化メチル、ヨウ化イソプロピル、オクタン~~の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

(2) 操作法 本品約65mgを精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸約80mg、内標準液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。ただし、内標準液は、オクタン・*o*-キシレン溶液（3→100）とする。分解瓶の内容物の温度が130±2℃になるようにブロックを加熱しながら、加熱器に付属した電磁式かくはん機又は振とう機を用いて60分間かき混ぜる。電磁式かくはん機又は振とう機によるかくはんができない場合には、加熱時間の初めの30分間、5分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密に量り、減量が26mg未満及び内容物の漏れがないとき、内容物の上層を検液とする。別にアジピン酸約80mg、内標準液2.0mL及びヨウ化水素酸2.0mLを分解瓶にとり、直ちに密栓してその質量を精密に量り、マイクロシリンジを用いて定量用ヨードメタン45µLを加え、その質量を精密に量り、同様にして定量用ヨウ化イソプロピル15～22µLを加え、再びその質量を精密に量る。分解瓶を振り混ぜた後、内容物の上層を標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求め、以下の式によりメトキシ基及びヒドロキシプロポキシ基の含量を求める。

$$\text{メトキシ基 (}-\text{CH}_3\text{O) の含量 (\%)} = \frac{M_{Sa}}{M} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \times 21.86$$

$$\text{ヒドロキシプロポキシ基 (}-\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{M_{Sb}}{M} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \times 44.17$$

ただし、 M_{Sa} ：定量用ヨードメタンの採取量 (mg)

M_{Sb} ：定量用ヨウ化イソプロピルの採取量 (mg)

M ：乾燥物換算した試料の採取量 (mg)

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.53mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを3µmの厚さで被覆したもの

カラム温度 50℃を3分間保持した後、毎分10℃で100℃まで昇温し、次に毎分35℃で250℃まで昇温する。その後、250℃を8分間保持する。

注入口温度 250℃

検出器温度 280℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 オクタンの保持時間が約10分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1：40

システム適合性

システムの性能 標準液 2 µLにつき、上記の条件で操作するとき、ヨウ化メチル、ヨウ化イ

ソプロピル、オクタンの順に流出し、それらのピークの分離度は5以上である。
システム再現性 標準液 2 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オクタンのピーク面積に対するヨウ化メチル及びヨウ化イソプロピルのピーク面積比の相対標準偏差は、2.0%以下である。

10. メチルセルロース

規格改正の概要及び根拠

①含量及び定量法

現行規格の定量法では、メトキシ基含量の測定法として、9版公定書の一般試験法の38. メトキシ基定量法を用いることとしているが、第十七改正日本薬局方（JP17）の各条「メチルセルロース」の定量法では、パックドカラムを用いるガスクロマトグラフィー（GC）が規定され、さらに、JP18の各条「メチルセルロース」（参考資料）の定量法では、キャピラリーカラムを用いるGCが規定されている。

平成28年度の食品等試験検査費による試験研究で、製造企業の協力を得て、一般試験法の38. メトキシ基定量法とJP17のパックドカラムを用いるGCにより、食品添加物「メチルセルロース」のメトキシ基の定量を行った。その結果、JP17の「メチルセルロース」の各条の定量法により、現行の公定書の試験法とほぼ同じメトキシ基定量値を、再現性よく得られることが明らかとなった。また近年、パックドカラムの市場入手が困難となってきたことから、JP18では、検討結果を基に、市販品の入手が容易なキャピラリーカラムを用いるGCが採用された。さらに、JP18のキャピラリーカラムを用いるGCについてさらに改善し、JP17のパックドカラムを用いるGCと比較したところ、同等の定量値が得られ、精度も相対標準偏差が0.2%未満と良好であった。

以上より、食品添加物「メチルセルロース」各条の定量法について、キャピラリーカラムを用いるGCへ改正することを要望する。なお、含量について、第十八改正日本薬局方に合わせ、「本品を乾燥したもの」を「本品を乾燥物換算したもの」に修正する。また、この改正により、各条での適用が全て無くなるため、一般試験法の38. メトキシ基定量法の項は削除することとし、既に第10回公定書検討会で了承されている。

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
試験法の変更であり、食品健康に影響はない。

改正案

メチルセルロース
Methyl Cellulose

Methyl ether of cellulose [9004-67-5]

含 量 本品を乾燥物換算したものは、メトキシ基（ $-OCH_3=31.03$ ）25.0～33.0%を含む。

性 状 本品は、白～類白色の粉末又は繊維状の物質であり、においが無い。

確認試験 本品1.0gを約70℃の水100mLに加えてよくかき混ぜた後、振り混ぜながら冷却し、更に均等な糊状となるまで冷所に放置し、検液とする。

- (1) 鉛検液約10mLを水浴中で加熱するとき、白濁するか、又は白色の沈殿を生じ、これを冷却す

るとき、この白濁又は沈殿は、溶けて再び均等な糊状の液となる。

- (2) 検液約 2 mL にアントロン試液 1 mL を静かに管壁に沿って加えて層積するとき、接界面は、青～緑色を呈する。

動粘度 粘度の表示がある場合、次の試験を行うとき、 $100\text{mm}^2/\text{s}$ 以下のものでは表示量の 80～120%、 $100\text{mm}^2/\text{s}$ を超えるものでは表示量の 70～140% である。

本品の乾燥物換算して 2 g に対応する量を量り、85℃の水 50mL を加えてかくはん機を用いて 10 分間かき混ぜる。次に水 40mL を加えて 40 分間かき混ぜながら氷水中で試料を溶かした後、更に水を加えて正確に 100mL とし、必要な場合には遠心分離して泡を除き、 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で動粘度を測定する。

純度試験 (1) 塩化物 Cl として 0.57% 以下

本品 0.50 g を量り、ビーカーに入れ、熱湯 30mL を加えてよくかき混ぜ、熱時保温漏斗でろ過し、ビーカー及びろ紙上の残留物を熱湯 15mL ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 100mL とし、A 液とする。この液 5 mL を正確に量り、試料液とする。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.40mL を用いる。

(2) 硫酸塩 SO_4 として 0.096% 以下

(1) の A 液 40mL を正確に量り、試料液とする。比較液には 0.005mol/L 硫酸 0.40mL を用いる。

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

(4) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 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 8.0% 以下 (105℃、1 時間)

強熱残分 1.5% 以下 (乾燥物換算)

定量法 ~~本品を乾燥し、その約 25mg を精密に量り、メトキシ基定量法により定量する。~~

~~メトキシ基 ($-\text{OCH}_3$) の含量 (%)~~

~~$$\frac{0.01\text{mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の消費量 (mL)} \times 0.0517}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100$$~~

(1) 装置

分解瓶：5 mL のガラス製耐圧瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20mm、首部までの高さが約 50mm で、栓は耐熱性樹脂製又はアルミニウム製で密栓できるもの、セプタムは、表面がフッ素樹脂で加工されたブチルゴム又はシリコンゴム製のものをを用いる。

加熱器：厚さ 60～80mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6mm、深さ 32mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を $\pm 1^\circ\text{C}$ の範囲で調節できる構造を有するものをを用いる。

(2) 操作法 本品約 65mg を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸約 80mg、内標準液 2.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を加え、直ちに密栓し、その質量を精密に量る。ただし、内標準液は、オクタン・ α -キシレン溶液 (3→100) とする。分解瓶の内容物の温度が $130 \pm 2^\circ\text{C}$ になるようにブロックを加熱しながら、加熱器に付属した電磁式かくはん機又は振とう機を用いて 60 分間かき混ぜる。電磁式かくはん機又は振とう機によるかくはんができない場合には、加熱時間の初めの 30 分間、5 分ごとに手で振り混ぜる。冷後、その質量を精密に量り、減量が 26mg 未満及び内容物の漏れがないとき、内容物の上層を検液とする。別にアジピン酸約 80mg、内標準液 2.0mL 及びヨウ化水素酸 2.0mL を分解瓶にとり、直ちに密栓してその質量を精密に量り、マイクロシリンジを用いて定量用ヨードメタン 45 μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を振り混ぜた後、内

容物の上層を標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化メチルのピーク面積比 Q_T 及び標準液のオクタンのピーク面積に対するヨウ化メチルのピーク面積比 Q_S を求め、以下の式によりメトキシ基の含量を求める。

$$\text{メトキシ基 (}-\text{CH}_3\text{O) の含量 (\%)} = \frac{M_S}{M} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 21.86$$

ただし、 M_S : 定量用ヨードメタンの採取量 (mg)

M : 乾燥物換算した試料の採取量 (mg)

操作条件

検出器 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.53mm、長さ30mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを3 µmの厚さで被覆したもの

カラム温度 50°Cを3分間保持した後、毎分10°Cで100°Cまで昇温し、次に毎分35°Cで250°Cまで昇温する。その後、250°Cを8分間保持する。

注入口温度 250°C

検出器温度 280°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 オクタンの保持時間が約10分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 40

システム適合性

システムの性能 標準液2 µLにつき、上記の条件で操作するとき、ヨウ化メチル、オクタンの順に流出し、それらのピークの間隔は5以上である。

システム再現性 標準液2 µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オクタンのピーク面積に対するヨウ化メチルのピーク面積比の相対標準偏差は、2.0%以下である。

(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. 残留溶媒試験法

2) 一般試験法の改正

1. 微生物限度試験法

3) その他

1. 計量器及び参照赤外吸収スペクトルに関連する項目

2. 用途を指定した試薬の名称

3. 9版収載事項及び以後設定された事項_追加

1) 一般試験法の設定

1. 残留溶媒試験法

設定の根拠

食品添加物中の残留溶媒は、食品添加物の製造工程で使用される揮発性有機化学物質と定義される。残留溶媒試験法は、試料中の残留溶媒を測定する方法である。既に各条においていくつかの食品添加物で揮発性有機化学物質の試験法が設定されている。一般試験法を設定することにより、今後、揮発性有機化学物質が残留する新規食品添加物の規格試験を設定する際に、一般試験法を引用することが可能となる。以上のことから、一般試験法に「残留溶媒試験法」を導入する。今回は、第1法として、蒸留法を設定し、ヘッドスペース法等については、今後設定することとする。

一般試験法案

二重下線改正箇所は、第5回、第6回又は第8回検討会審議済のものを示す。

XX. 残留溶媒試験法

残留溶媒試験法は、食品添加物の製造工程で使用される揮発性有機化学物質の食品添加物中の残留量を測定する方法である。蒸留法、ヘッドスペース法または限外ろ過法が用いられ、検液中の各揮発性有機化学物質はガスクロマトグラフィーにより測定される。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「残留溶媒 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10%以下（2 g、第1法、装置A）」とあるのは、本品約2 gを精密に量って試料とし、第1法により装置Aを用いて検液を調製し、試験を行うとき、2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10%以下であることを示す。

通例、蒸留装置を用いて蒸留し回収した液について、ガスクロマトグラフィーにより試験を行う。また、専用バイアル瓶に試料を精密に量り、溶媒を加えて密栓し、加温及び必要に応じてかくはん子を加えかくはんし、ヘッドスペースガスクロマトグラフィーにより試験を行うことができる。加熱により分解物が生成する試料にあつては、試料に溶媒を加えて溶解し、遠心式限外ろ過ユニットを用いて、ろ液をガスクロマトグラフィーにより試験を行うこともできる。

第1法 蒸留法

別に規定するもののほか、以下の装置を用いる。

装置A

概略は、図1による。

A：ナス型フラスコ（300mL）

B：すり合わせ連結部

C：しぶき止め付き蒸留管

D：冷却器（冷却部長さ：200mm）

E：メスフラスコ（100mL）

装置B

概略は、図1による。

A：ナス型フラスコ（200mL）

B：すり合わせ連結部

C：しぶき止め付き蒸留管

D：冷却器（冷却部長さ：200mm）

E：メスフラスコ（50mL）

装置C

概略は、図1による。

A：ナス型フラスコ（100mL）

B：すり合わせ連結部

C：しぶき止め付き蒸留管

D：冷却器（冷却部長さ：300mm）

E：メスフラスコ（25mL）

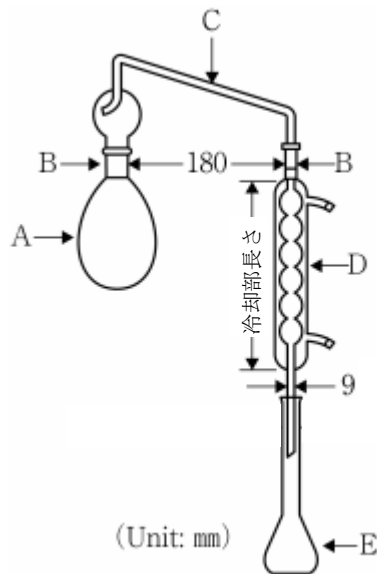


図1

操作法

(1) 検液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。

(1) 装置Aを用いる方法

別に規定する量の試料をAに精密に量り、水 200mL を加え、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂 約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、Eに入れ、装置を組み立て、Bを水で濡らす。Aを加熱し、泡がCに入らないように調整しながら1分間に2～3 mL の留出速度で、留分が約 90mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチルー2-プロパノール溶液（1→1000）とする。

(2) 装置Bを用いる方法

別に規定する量の試料をAに精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液 2 mL を正確に量り、Eに入れ、装置を組み立て、Bを水で濡らす。Aを加熱し、1分間に2～3 mL の留出速度で、留分が約 45mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチルー2-プロパノール溶液（1→1000）とする。

(3) 装置Cを用いる方法

別に規定する量の試料をAに精密に量り、1-ブタノール 10mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液 2 mL を正確に量り、Eに入れ、装置を組み立て、Bを1-ブタノールで濡らす。Aを180℃に加熱して約1時間かけ、留分が約 9 mL になるまで蒸留する。留分を集めたEに1-ブタノールを加えて 25mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-ブタノール・1

ーブタノール溶液（3→10000）とする。

(2) 試験

別に規定するもののほか、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用
25%

ジフェニル 75%ジメチルポリシロキサンを 1.4 μ mの厚さで被覆したもの

カラム温度 40℃で注入し、6分間保持した後、毎分4℃で110℃まで昇温し、更に毎分25℃で
250℃まで昇温し、250℃を10分間保持する。

注入口温度 200℃付近の一定温度

検出器温度 250℃

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 被検成分のピークが4～20分間に現れるように調整する。

スプリット比 1:30～1:250（いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。）

成分規格改正案

ウェランガム、エンジュ抽出物（ルチン（抽出物）、加工ユーケマ藻類、カロブビーンガム、
キサントランガム、グァーガム、ジェランガム、植物性ステロール（遊離体高濃度品）、
植物性ステロール（遊離体低濃度品）、精製カラギナン、ナリンジン、マクロホモプシスガム、
ヤマモモ抽出物、ラムザンガム

ウェランガム

Welan Gum

ウェラン多糖類

定 義 （省略）

性 状 （省略）

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

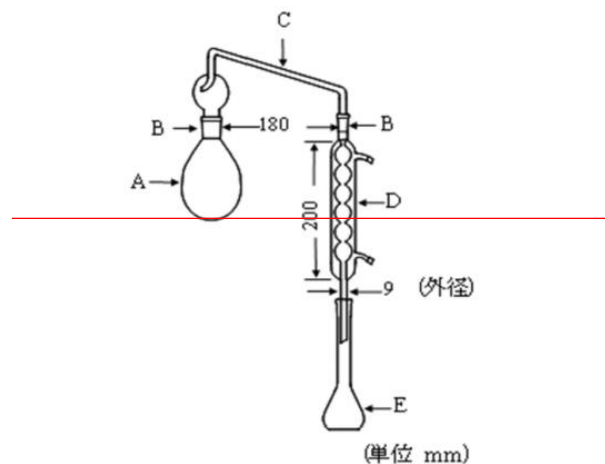
純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) 残留溶媒 2-プロパノール 0.50%以下 (2 g、第1法、装置A)

(i) 装置概略は次の図による。

- A: ナス型フラスコ (300mL)
- B: すり合わせ連結部
- C: しぶき止め付き蒸留管
- D: 冷却器
- E: メスフラスコ (100mL)



(ii) 操作法 本品約 2 g を A に精密に量

り、水 200mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らし、泡が C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 mL の留出速度で蒸留し、留液約 90 mL を採り、水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液 (1→1000) とする。別に、

2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)} \cdot \underline{M_S}}{\text{試料の採取量 (g)} \cdot \underline{M_T}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

ただし、 M_S : 2-プロパノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

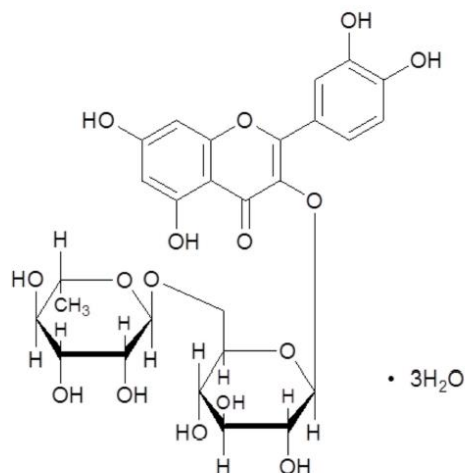
灰分 (省略)

微生物限度 (省略)

エンジュ抽出物ルチン (抽出物)

Enju Extract

Japanese Pagoda Tree Extract



$C_{27}H_{30}O_{16} \cdot 3H_2O$

分子量 664.56

5,7-Dihydroxy-2-(3,4-dihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-3-yl α -L-rhamnopyranosyl-(1 \rightarrow 6)- β -D-glucopyranoside trihydrate [250249-75-3、ルチン 3 水和物]

定 義 (省略)

含 量 (省略)

性 状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) 残留溶媒 メタノール 0.015%以下 (5 g、第1法、装置B)

~~(i) 装置概略は次の図による。~~

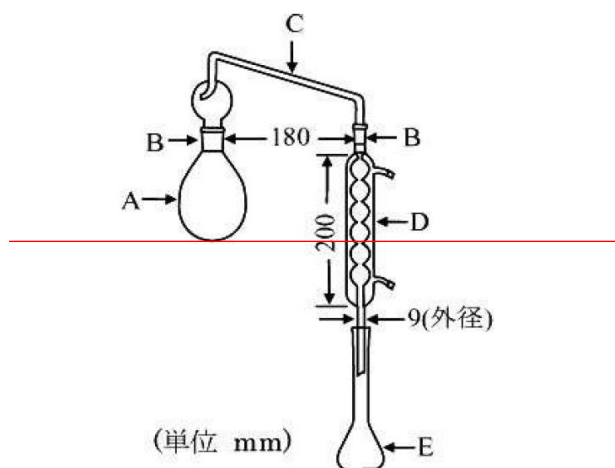
~~A: ナス型フラスコ (200mL)~~

~~B: すり合わせ連結部~~

~~C: しぶき止め付き蒸留管~~

~~D: 冷却器~~

~~E: メスフラスコ (50mL)~~



~~(ii) 操作法 本品約 5 g を A に精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 100mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液 2 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らし、1 分間に 2~3 mL の留出速度で、留分が約 45mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液 (1 \rightarrow 1000) とする。別に~~

メタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて 100mL とする。この液 3 mL 及び内標準液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)} - \underline{M_S}}{\text{試料の採取量 (g)} - \underline{M_T}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.15$$

ただし、 M_S ：メタノールの採取量 (g)

M_T ：試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C 付近の一定温度

注入方式 全量注入法

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

強熱残分 (省略)

定量法 (省略)

加工ユーケマ藻類

Semirefined Carrageenan

Processed Eucheuma Algae

Processed Red Algae

定義 (省略)

性状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

粘度 (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) (省略)

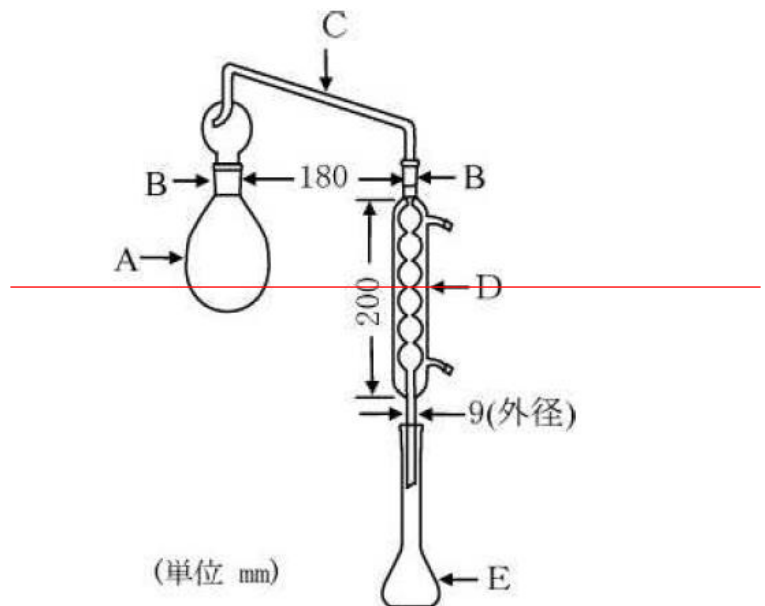
(5) (省略)

(6) (省略)

(7) 残留溶媒 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10% 以下 (2 g、第 1 法、装置 A)

(i) 装置概略は次の図による。

- A: ナス型フラスコ (300mL)
- B: すり合わせ連結部
- C: しぶき止め付き蒸留管
- D: 冷却器
- E: メスフラスコ (100mL)



(ii) 操作法 本品約 2 g を A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らす。泡が C に入らないように調整しながら 1 分間に 2 ~ 3 mL の留出速度で蒸留して、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は 2-メチル-2-プロパノール溶液 (1 → 1000) とする。別に

2-プロパノール及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノール及びメタノールのピーク面積の比 Q_{T1} 及び Q_{T2} 並びに Q_{S1} 及び Q_{S2} を求め、以下の式により、2-プロパノール及びメタノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)} - M_{S1}}{\text{試料の採取量 (g)} - M_T} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 0.4 (\%)$$

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)} - M_{S2}}{\text{試料の採取量 (g)} - M_T} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 0.4 (\%)$$

ただし、 M_{S1} : 2-プロパノールの採取量 (g)

M_{S2} : メタノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分、2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

灰 分 (省略)
微生物限度 (省略)
定量法 (省略)

カロブビーンガム
Carob Bean Gum
Locust Bean Gum
ローカストビーンガム

定 義 (省略)
性 状 (省略)
確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)
純度試験 (1) (省略)

- (2) (省略)
(3) (省略)
(4) (省略)
(5) (省略)
(6) 残留溶媒 2-プロパノール 1.0%以下 (2 g、第1法、装置A)

~~(i) 装置「加工ユーケマ藻類」の純度試験(7)を準用する。~~
~~(ii) 操作法 本品約 2 g を A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らす。泡が C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 mL の留出速度で蒸留して、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液 (1→1000) とする。別に~~

2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 20 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\cancel{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}} \cdot \underline{M_S}}{\cancel{\text{試料の採取量 (g)}} \cdot \underline{M_T}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4$$

ただし、 M_S : 2-プロパノールの採取量 (g)
 M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)
灰 分 (省略)
微生物限度 (省略)

定量法 (省略)

キサントンガム
Xanthan Gum
キサントン多糖類
ザンサンガム

[11138-66-2]

定義 (省略)

含量 (省略)

性状 (省略)

確認試験 (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) 残留溶媒 2-プロパノール 0.05%以下 (2 g、第1法、装置A)

~~(i) 装置「加工ユーケマ藻類」の純度試験(7)を準用する。~~

~~(ii) 操作法 本品約 2 g を A に精密に量り、水 200 mL、数個の沸騰石及びシリコーン樹脂約 1 mL を入れ、よく混和する。内標準液 4 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らす。泡が C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 mL の留出速度で蒸留して、留分が約 90 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 100 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液 (1→1000) とする。別に~~

2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL 及び内標準液 8 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$2\text{-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\cancel{2\text{-プロパノールの採取量 (g)}} \cdot M_S}{\text{試料の採取量 (g)} \cdot M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.2$$

ただし、 M_S : 2-プロパノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

灰分 (省略)

微生物限度 (省略)

定量法 (省略)

グァーガム
Guar Gum
グァーフラワー
グァルガム

- 定義 (省略)
性状 (省略)
確認試験 (1) (省略)
(2) (省略)
純度試験 (1) (省略)
(2) (省略)
(3) (省略)
(4) (省略)
(5) (省略)

(6) 残留溶媒 2-プロパノール 1.0%以下 (2 g、第1法、装置A)

~~「カロブベーンガム」の純度試験(6)を準用する。~~

2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 20mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4$$

ただし、 M_S : 2-プロパノールの採取量 (g)
 M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3mm、長さ 2m のガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

- 乾燥減量 (省略)
灰分 (省略)
微生物限度 (省略)

ジェランガム
Gellan Gum
ジェラン多糖類

[71010-52-1]

- 定義 (省略)
含量 (省略)
性状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) 残留溶媒 2-プロパノール 0.075%以下 (2 g、第1法、装置A)

~~(i) 装置「加工コーケマ藻類」の純度試験(7)の装置を準用する。~~

~~(ii) 操作法 本品約2 gをAに精密に量り、水 200mL、数個の沸騰石及びシリコン樹脂約1 mLを入れ、よく混和する。内標準液4 mLを正確に量り、Eに入れ、装置を組み立てる。Bを水で濡らす。泡がCに入らないように調整しながら1分間に2~3 mLの留出速度で蒸留して、留分が約90mLになるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に100mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液(1→1000)とする。別に、~~

2-プロパノール約0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3 mL及び内標準液8 mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0μLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{\text{2-プロパノールの採取量 (g)} \cdot \underline{M_S}}{\text{試料の採取量} \cdot \underline{M_T}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.3$$

ただし、 M_S : 2-プロパノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3 mm、長さ2 mのガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約10分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

灰分 (省略)

微生物限度 (省略)

定量法 (省略)

植物性ステロール (遊離体高濃度品)

Vegetable Sterol (High Concentration Free Sterol)

フィトステロール (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、遊離体高濃度のものである。~~本品には、遊離体高濃度品及び遊離体低濃度品がある。~~

含量 (省略)

性状 (省略)

確認試験 (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) (省略)

(5) 残留溶媒 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 (10g、第1法、装置C)

(i) ~~装置概略は右の図による。~~

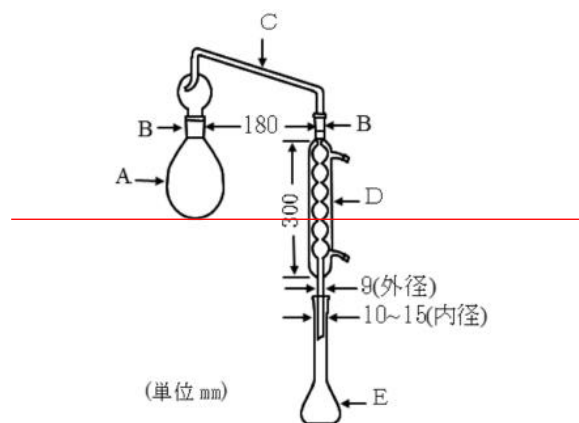
~~A:ナス型フラスコ (100mL)~~

~~B:すり合わせ連結部~~

~~C:しぶき止め付き蒸留管~~

~~D:冷却器~~

~~E:広口メスフラスコ (25mL)~~



(ii) ~~操作法本品約 10 g を A に精密に量り、1-ブタノール 10 mL を入れ、よく混和し、沸騰石を加える。内標準液 2 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を 1-ブタノールで濡らす。A を 180°C に加熱して約 1 時間かけ、留分が約 9 mL になるまで蒸留する。留分を集めた E に 1-ブタノールを加えて 25 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-ブタノール・1-ブタノール溶液 (3→10000) とする。別に~~

1-プロパノール、ヘキサン及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、1-ブタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、1-ブタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL 及び内標準液 2 mL を正確に量り、1-ブタノールを加えて 25 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ ~~2~~ 1 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の 2-ブタノールのピーク面積に対する 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積の比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 及び Q_{T3} 並びに標準液の 2-ブタノールのピーク面積に対する 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積の比 Q_{S1} 、 Q_{S2} 及び Q_{S3} を求め、次式により 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの量を求める。

$$\begin{aligned} \text{1-プロパノールの量 } (\mu\text{g/g}) &= \frac{\text{1-プロパノールの採取量 (g)} - \underline{M_{S1}}}{\text{試料の採取量 (g)} - \underline{M_T}} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 1000 \\ \text{ヘキサンの量 } (\mu\text{g/g}) &= \frac{\text{ヘキサンの採取量 (g)} - \underline{M_{S2}}}{\text{試料の採取量 (g)} - \underline{M_T}} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 1000 \\ \text{メタノールの量 } (\mu\text{g/g}) &= \frac{\text{メタノールの採取量 (g)} - \underline{M_{S3}}}{\text{試料の採取量 (g)} - \underline{M_T}} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}} \times 1000 \end{aligned}$$

ただし、 M_{S1} : 1-プロパノールの採取量 (g)

M_{S2} : ヘキサンの採取量 (g)

M_{S3} : メタノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 60m のフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 25%ジフェニル 75%ジメチルポリシロキサンを 1.40 μm の厚さで被覆したもの

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

注入口温度 150℃付近の一定温度

検出器温度 150℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-ブタノールの保持時間が約12分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:20

乾燥減量 (省略)

強熱残分 (省略)

定量法 (省略)

植物性ステロール (遊離体低濃度品)

Vegetable Sterol (Low Concentration Free Sterol)

フィトステロール (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、遊離体低濃度のものである。~~本品には、遊離体高濃度品及び遊離体低濃度品がある。~~

性状 (省略)

確認試験 (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) 残留溶媒 1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの合計量 50µg/g 以下 (10 g、第1法、装置C)

~~「遊離体高濃度品」の純度試験(5)を準用する。~~

1-プロパノール、ヘキサン及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液1 mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて正確に100mLとする。この液10mL及び内標準液2 mLを正確に量り、1-ブタノールを加えて25mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ1 µLずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積の比 Q_{T1} 、 Q_{T2} 及び Q_{T3} 並びに標準液の2-ブタノールのピーク面積に対する1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールのピーク面積の比 Q_{S1} 、 Q_{S2} 及び Q_{S3} を求め、次式により1-プロパノール、ヘキサン及びメタノールの量を求める。

$$\text{1-プロパノールの量 (µg/g)} = \frac{M_{S1}}{M_T} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 1000$$

$$\text{ヘキサンの量 (µg/g)} = \frac{M_{S2}}{M_T} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 1000$$

$$\text{メタノールの量 (µg/g)} = \frac{M_{S3}}{M_T} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}} \times 1000$$

ただし、 M_{S1} : 1-プロパノールの採取量 (g)
 M_{S2} : ヘキサンの採取量 (g)

M_{S3} : メタノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 60mのフューズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 25%ジフェニル 75%ジメチルポリシロキサンを 1.40 μ m の厚さで被覆したもの

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

注入口温度 150℃付近の一定温度

検出器温度 150℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 12分になるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1 : 20

乾燥減量 (省略)

強熱残分 (省略)

定量法 (1) (省略)

(2) (省略)

精製カラギナン

Purified Carrageenan

Refined Carrageenan

定義 (省略)

性状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

粘度 (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) (省略)

(5) 残留溶媒 2-プロパノールとメタノールの合計量 0.10%以下 (2 g、第1法、装置A)

~~「加工ユーケマ藻類」の純度試験(7)を準用する。~~

2-プロパノール及びメタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 2 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μ L ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノール及びメタノールのピーク面積の比 Q_{T1} 及び Q_{T2} 並びに Q_{S1} 及び Q_{S2} を求め、以下の式により、2-プロパノール及びメタノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{M_{S1}}{M_T} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 0.4$$

$$\text{メタノールの量 (\%)} = \frac{M_{S2}}{M_T} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 0.4$$

ただし、 M_{S1} ：2-プロパノールの採取量 (g)

M_T ：試料の採取量 (g)

M_{S2} ：メタノールの採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250 μ m のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3mm、長さ 2m のガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分、2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

灰分 (省略)

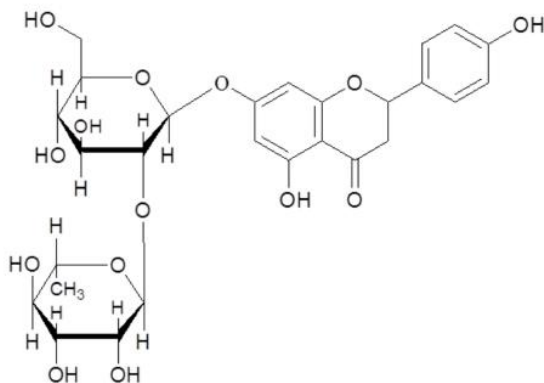
酸不溶性灰分 (省略)

微生物限度 (省略)

ナリンジン

Naringin

ナリンギン



$C_{27}H_{32}O_{14}$

分子量 580.53

5-Hydroxy-2-(4-hydroxyphenyl)-4-oxochroman-7-yl

α -L-rhamnopyranosyl-(1 \rightarrow 2)- β -D-glucopyranoside [10236-47-2]

定義 (省略)

含量 (省略)

性状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) 残留溶媒 メタノール 50 μ g/g 以下 (5 g、第1法、装置B)

~~(i) 装置「エンジュ抽出物」の純度試験(8)の装置を準用する。~~

~~(ii) 操作法~~本品約 5 g を A に精密に量り、水 100 mL、数個の沸騰石及びシリコン樹脂 3～4 滴を入れ、よく混和する。内標準液 2 mL を正確に量り、E に入れ、装置を組み立てる。B を水で濡らす。泡が C に入らないように調整しながら 1 分間に 2～3 mL の留出速度で留分が約 45 mL になるまで蒸留する。この留分に水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液 (1→1000) とする。別に、メタノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0 μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{メタノールの採取量 (g)} - M_S}{\text{試料の採取量 (g)} - M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500$$

ただし、 M_S : メタノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250 μm のガスクロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3 mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

定量法 (省略)

マクロホモプシスガム

Macrophomopsis Gum

マクロホモプシス多糖類

定義 (省略)

性状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) 残留溶媒 2-プロパノール 0.50% 以下 (2 g、第 1 法、装置 A)

~~(i) 装置~~

~~「加工コーケマ藻類」の純度試験(7)の装置を準用する。~~

~~(ii) 操作法~~

~~「加工コーケマ藻類」の純度試験(7)の操作法を準用して検液及び内標準液を調製する。別に~~

~~2-プロパノール約 0.5 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加~~

えて正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により 2-プロパノールの量を求める。

$$\begin{aligned}
 & \text{2-プロパノールの量 (\%)} \\
 & = \left(\text{2-プロパノールの採取量 (g)} / \text{試料の採取量 (g)} \right) \times \left(Q_T / Q_S \right) \times 2 \\
 \text{2-プロパノールの量 (\%)} & = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \\
 \text{ただし、} M_S & : \text{2-プロパノールの採取量 (g)} \\
 M_T & : \text{試料の採取量 (g)}
 \end{aligned}$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3mm、長さ 2m のガラス管

カラム温度 120℃ 付近の一定温度

注入口温度 200℃ 付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

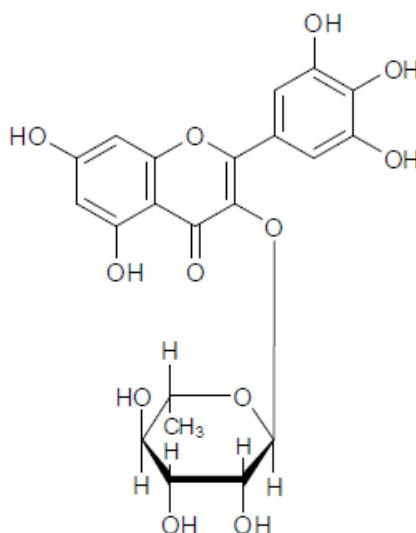
乾燥減量 (省略)

灰分 (省略)

微生物限度 (省略)

ヤマモモ抽出物

Chinese Bayberry Extract



$C_{21}H_{20}O_{12}$

分子量 464.38

5,7-Dihydroxy-2-(3,4,5-trihydroxyphenyl)-4-oxo-4H-chromen-3-yl α -L-rhamnopyranoside

[17912-87-7、ミリシトリン無水物]

定 義 (省略)

含 量 (省略)

性 状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) 残留溶媒 メタノール 50 μ g/g 以下 (5 g、第1法、装置B)

~~(i) 装置「エンジュ抽出物」の純度試験(3)の装置を準用する。~~

~~(ii) 操作法 本品約5 gをAに精密に量り、ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液100mLを入れ、よく混和、沸騰石を加える。Eに内標準液2 mLを正確に量って入れ、装置を組み立てる。Bを水で濡らす。1分間に2～3 mLの留出速度で留分が約45mLになるまで蒸留する。この留分に水を加えて50mLとし、検液とする。ただし、内標準液は、2-メチル-2-プロパノール溶液(1→1000)とする。別に~~

メタノール約0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、この液5 mLを正確に量り、水を加えて100mLとする。この液2 mL及び内標準液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ2.0 μ Lずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求め、次式によりメタノールの量を求める。

$$\text{メタノールの量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{メタノールの採取量 } (g) - \underline{M_S}}{\text{試料の採取量 } (g) - \underline{M_S}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 500$$

ただし、 M_S ：メタノールの採取量 (g)

M_T ：試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180～250 μ mのガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径3 mm、長さ2 mのガラス管

カラム温度 120 $^{\circ}$ C付近の一定温度

注入口温度 200 $^{\circ}$ C付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約2分になるように調整する。

注入方式 全量注入法

水 分 (省略)

定 量 法 (省略)

ラムザンガム
Rhamsan Gum
ラムザン多糖類

定 義 (省略)

性 状 (省略)

確認試験 (1) (省略)

(2) (省略)

純度試験 (1) (省略)

(2) (省略)

(3) (省略)

(4) 2-プロパノール 0.10%以下 (2 g、第1法、装置A)

~~「加工コーケマ藻類」の純度試験(7)の試験法を準用する。ただし、メタノールに関する試験は行わない。~~

2-プロパノール約 0.5 gを精密に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 2 mL 及び内標準液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 2.0μL ずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。検液及び標準液の 2-メチル-2-プロパノールのピーク面積に対する 2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、以下の式により、2-プロパノールの量を求める。

$$\text{2-プロパノールの量 (\%)} = \frac{M_S}{M_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.4$$

ただし、 M_S : 2-プロパノールの採取量 (g)

M_T : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム充填剤 180~250μm のガスクロマトグラフィー用スチレン-ジビニルベンゼン系多孔性樹脂

カラム管 内径 3mm、長さ 2 m のガラス管

カラム温度 120℃付近の一定温度

注入口温度 200℃付近の一定温度

キャリアーガス 窒素又はヘリウム

流量 メタノールの保持時間が約 2分、2-プロパノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

乾燥減量 (省略)

灰分 (省略)

微生物限度 (省略)

2) 一般試験法の改正

1. 微生物限度試験法

改正の概要及び根拠

① 3. 大腸菌群及び大腸菌試験 操作法(2)大腸菌の確認試験

食品添加物公定書（以下、公定書）B 一般試験法 35. 微生物限度試験法は、9版公定書への改訂時に、U. S. Food and Drug Administration (FDA)の Bacteriological Analytical Manual (BAM)法を基本とする JECFA の試験法等を参照し、改正された。9版公定書の 35. 微生物限度試験法 3. 大腸菌群及び大腸菌試験の操作法(2)大腸菌の確認試験においては、前培養液を軽く振った後、1白金耳量をとって EC 培地に接種し、 $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ で 24 ± 2 時間培養し、培養後、ガス及び濁りの発生の有無を確認することとされている。またこの時、ガス及び濁りの発生を認めない場合には、更に 48 ± 2 時間まで培養を継続して再度判定することとされている。すなわち、ガスの発生あるいは濁りの発生のいずれかが認められた場合は、大腸菌陰性とは判断せず、次の EMB 寒天培地を用いる試験を行う。しかしながら、9版公定書検討時の試験では、*Escherichia coli* (*E. coli*) (NBRC 3972、ATCC 8739 又は NCIMB 8545) 試験菌液を添加して培養した場合であっても、EC 培地の製造者によって培地の濁り方やガス発生に違いが見られた。

一方、BAM 法「Enumeration of *Escherichia coli* and the Coliform Bacteria」では、大腸菌を $44.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ で培養するよう 2017 年に改訂されたが、JECFA 試験法の改正は行われておらず、 $44.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ での検証も実施されていなかったことから、9版公定書では $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ とされた。

そこで、令和元年度及び令和2年度に、厚生労働省の食品等試験検査費による研究の一部として、国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部及び食品添加物部の共同研究により、食品添加物製品の大腸菌試験の EC 培地での培養温度について検討を行った。試験菌として公定書にて指定されている *Escherichia coli* NBRC3972、加えて *E. coli* の type strain である JCM1649 を用いて、市販の 7 製造者の EC 培地にて $44.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 及び $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ で培養し、培地の濁り方及びガスの発生を比較した。その結果、令和元年度の研究では、 45.5°C 培養では、製造者によっては培地の濁りやガスの発生が認められない EC 培地が確認された。 44.5°C 培養では、すべての製造者の EC 培地で培地の濁り及びガスの発生が確認された。さらに、令和2年度の検討により、各培養温度、EC 培地及び複数種類の添加物品目を組み合わせた条件間で、培地の濁り方及びガスの発生を比較したところ、添加物の品目によっても添加した大腸菌群及び大腸菌の増殖性が異なる可能性があるものの、 $44.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ での培養の方が、 $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ よりガスや濁りの発生が良好であることが分かった。

一方、JECFA 規格の温度は $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ のままである。国内販売品を輸出する際に、JECFA 規格を踏襲する輸出国等の場合、規制に適合する温度での試験を追加で行う必要が生じ、事業者の負担の増加が懸念され、また、輸入品についても JECFA 規格の温度とは異なる試験が求められることとなり、国際流通への影響が懸念される。以上のことから、JECFA 規格の培養温度が $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ のまま改正されていない現状では、食品添加物公定書、一般試験法、微生物限度試験の EC 培地を用いた大腸菌の確認試験では、改正された BAM 法の $44.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ を採用すると共に、JECFA 規格に基づく現行法の培養温度 $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ も残すこととし、大腸菌試験の EC 培地培養温度を $44.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 又は $45.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ に変更する。

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

微生物限度試験法の大腸菌試験における培養温度に関する事項の改正であり、食品健康に影響は生じない。

35. 微生物限度試験法

～略～

3. 大腸菌群及び大腸菌試験

本試験は、大腸菌群 (Coliforms) 及び大腸菌 (*Escherichia coli*) を測定する試験である。本試験で検出の目的とする大腸菌群及び大腸菌は、最終製品だけではなく、原料、製造工程の中間体等における微生物汚染を評価する場合に重要であり、それらの中に存在することは好ましくない。

以下、本試験法を用いる場合において、例えば、「大腸菌群は認めない。」とあるのは、大腸菌群の確認試験を行うとき、大腸菌群が陰性であることを示し、「大腸菌は認めない。」とあるのは、大腸菌の確認試験を行うとき、大腸菌が陰性であることを示す。

前培養液の調製

別に規定するもののほか、次の方法による。ただし、試料の性質によっては、規定された量よりも大量の液体培地で分散させても差し支えない。必要に応じてブレンダー等で均一に分散させることも可能である。試料と混合した培地の pH は 6～8 に調整し、混合後 1 時間以内に培養しなければならない。

なお、試料中の抗菌性物質除去のためろ過が必要な場合には、別に規定するもののほか、1. 生菌数試験の操作法(2)に従ってろ過後洗浄したメンブランフィルターをラウリル硫酸ブイオン培地に入れ、pH を 6～8 に調整し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

第 1 法 1. 生菌数試験の試料液の調製の第 1 法に従って調製した試料液 10mL をラウリル硫酸ブイオン培地 90mL と混合し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

第 2 法 試料 1.0 g をラウリル硫酸ブイオン培地 100mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。

第 3 法 1. 生菌数試験の試料液の調製の第 1 法に従って調製した試料液 10mL をラウリル硫酸ブイオン培地 90mL と混合し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。なお、試料の量に限りがある（すなわち、1000 g 未満の）場合には、試料の量の 1%（ただし、1.0 g 以上）を量り、9 倍量のリン酸緩衝液、0.1% ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液と混合して均一に分散させ、試料液とする。この液 10mL をラウリル硫酸ブイオン培地 90mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とする。また、これらの前培養液で試験法の適合性が得られない場合には、試料 0.20 g をラウリル硫酸ブイオン培地 100mL と混合して均一に分散させ、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養したものを前培養液とし、この操作を 5 回行って得られた前培養液それぞれにつき試験を行うか、又はメンブランフィルター法等を用い、試験法の適合性を考慮して試験する。

操作法

(1) 大腸菌群の確認試験

前培養液を軽く振った後、1 白金耳量をとって BGLB 培地に接種し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 48 ± 2 時間培養する。培養後、ガス発生の有無を確認する。ガスの発生を認めない場合には、大腸菌群陰性と判定する。ガスの発生を認めた場合には、標準寒天平板培地に塗抹し、 $35 \pm 1^\circ\text{C}$ で 18～24 時間培養した後、発育した集落についてグラム染色性を確認し、グラム陰性無芽胞桿菌である場合には、大腸菌群陽性と判定する。

(2) 大腸菌の確認試験

前培養液を軽く振った後、1白金耳量をとってEC培地に接種し、~~45.5±0.2°C~~44.5±0.2°C又は45.5±0.2°Cで24±2時間培養する。培養後、ガス及び濁りの発生の有無を確認し、ガス及び濁りの発生を認めない場合には、更に48±2時間まで培養を継続して再度判定する。再判定の結果、ガス及び濁りの発生を認めない場合には、大腸菌陰性とする。ガス又は濁りの発生を認めた場合には、その試験管から1白金耳量をEMB寒天培地上に塗抹し、35±1°Cで18～24時間培養する。EMB寒天培地上で中心部が暗色（金属光沢の有無は問わない。）の集落が観察されない場合には、大腸菌陰性と判定する。EMB寒天培地上で大腸菌が疑われる集落については、2個以上をそれぞれ標準寒天斜面培地に移植し、35±1°Cで18～24時間培養した後、グラム染色性を確認する。また、ラウリル硫酸ブイオン培地に接種し、35±1°Cで48±2時間培養した後、ガス発生の有無を確認する。グラム陽性の場合又はガスの発生を認めない場合には、大腸菌陰性とする。ガスの発生を認めたグラム陰性菌についてIMViC試験（インドール産生試験、メチルレッド反応試験、フォーガス・プロスカウエル試験及びクエン酸利用試験）を行い、試験結果のパターンが「++--」である菌を大腸菌と判定する。また、IMViC試験の代わりに、大腸菌迅速同定用キットを用いてもよい。

培地の性能及び試験法の適合性

(1) 試験菌液の調製

Escherichia coli (NBRC 3972、ATCC 8739 又は NCIMB 8545) 又はこれらと同等と考えられる菌株を使用する。試験菌液は、1. 生菌数試験の培地の性能及び試験法の適合性(1)に従い、1 mL 当たりの出現集落数が1000以下となるように調製する。

(2) 培地の性能試験

試験に使用する培地は、上記の操作法に従い、試料液又は試料の代わりに、試験菌液0.1mLを加え、規定された最短培養期間で培養するとき、十分な増殖及び接種菌の回収が認められなければならない。このとき、BGLB培地及びラウリル硫酸ブイオン培地では、ガスの発生が認められなければならない。

(3) 試験法の適合性

試験法の適合性の確認は、以下の方法により行う。また、試験結果に影響を及ぼすような製品の原料、製造工程又は成分組成の変更があった場合には、再度、適合性を確認する。

試料液又は試料を混合したラウリル硫酸ブイオン培地及び対照に、試験菌液0.1mLをそれぞれ接種し、上記の前培養液の調製に準じて前培養を行う。接種する試験菌液の量は試料液量の1%を超えてはならない。対照には、ラウリル硫酸ブイオン培地に試料液の調製に用いたリン酸緩衝液、0.1%ペプトン水又はペプトン食塩緩衝液を混合したもの又はラウリル硫酸ブイオン培地を用いる。

操作法の項に従って、規定された最短培養期間で試験する。試料の存在下において、対照と同様な試験菌の十分な発育が認められない場合、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によって可能な限りその影響を除去しなければならない。ただし、希釈、ろ過、中和、不活化等の手段によっても、上記の基準に満たない場合には、微生物の発育とその規格値に見合った最も低い濃度及び基準に最も近くなる試験条件により試料の試験を行う。

3) その他

1. 計量器及び参照赤外吸収スペクトルに関連する項目

改正の概要及び根拠

①計量器の項目名

食品添加物公定書（公定書）のC試薬・試液等の項目には、2019年6月のアルゴンの指定の際、11. 参照赤外吸収スペクトルの次に12. 計量器の項目が追加され、黄りん発光式酸素計及び静電容量式水分計について記載がされた。一方、JP18では、計量器・用器という項目があり、現行の公定書では別の複数の項目に分かれて記載されている事項が、計量器・用器の項目にまとめられており、また、現行の公定書では記載がされていない用器の説明等も記載がされている。そのため、JP18を参照し、現行公定書の計量器の項目名を、計量器・用器と変更し、内容を充実させる。

②計量器（①の改正により計量器・用器）の本文

JP18を参照し、現行の公定書では記載がされていない用器の説明を記載する。JISと異なり、全量フラスコ、全量ピペットの表現は公定書にはなく、メスフラスコ及びホールピペットの語が使用されていることから、これらを（ ）で示す。JISにあるピストン式ピペットは公定書に記載は無いが、JP18ではこの項に記載があり、公定書でも記載することとする。また、現行公定書では、通則37.にネスラー管の説明が記載されているが、JP18を参照し、通則から計量器・用器の項に移して記載することとし、第8回検討会で了承された通り名称を比色管として内容を記載する。ふるい及び検知管式ガス測定器は、現行の公定書では別の項に記載があるが、JP18と同様に計量器・用器に入れる。また、亜酸化窒素の各条規格の定量法で「混合ガス調製器」を使用することになっているが、試薬・試液等の中に記載が無いため、計量器・用器の項に新たに記載する。

③参照赤外吸収スペクトルの本文

各品目の各参照赤外吸収スペクトルは、この項目からは削除し、成分規格・保存基準各条の各品目の各条規格内にそれぞれ記載するよう変更する。

④通則の改正

②に示すように、通則37. ネスラー管の項目を削除し、計量器・用器の項へ移動する。そのため、以降の通則項目の番号を繰り上げる。

⑤試薬・試液等の収載順

2019年6月のアルゴン指定の際、黄りん発光式酸素計及び静電容量式水分計が設定され、C試薬・試液等11. 参照赤外吸収スペクトルの次に12. 計量器の項目が追加された。しかし、試験に使用するものはまとめて並ぶ方が良いと考えられるため、参照赤外吸収スペクトルは、最後の項目となるよう、項目順を変更する。また、①及び②の通り、計量器の項は、計量器・用器に変更され、ふるいや検知管式ガス測定器も計量器・用器の項に入れることとなり、ふるいや検知管式ガス測定器の項を削除するため、以降の項目番号を繰り上げる。

⑥試薬・試液等の冒頭文

項目順や項目名の変更、項目の統合に伴い、冒頭文について必要な修正を行う。

⑦一般試験法 21. 赤外吸収スペクトル測定法の本文

第10回検討会で、一般試験法、21. 赤外吸収スペクトルの本文の内、冒頭に記載されていた参照赤外吸収スペクトルの掲載場所についての記述が、同項目の最後の段落に記載されるよう改正提案され、了承された。さらに、今回の改正では、参照スペクトルの掲載場所の記述を、試薬・試液等の項の11. 参照赤外吸収スペクトルから、各品目の各条に変更する。

⑧成分規格・保存基準各条

③の改正により、現行公定書の試薬・試液等の項の 11. 参照赤外吸収スペクトルに記載されている各参照スペクトルを、成分規格・保存基準各条内にそれぞれ記載するよう変更する。

⑨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

C 試薬・試液等の一部項目の記載順や記載場所等の改正であり、食品健康に影響は生じない。

改正案

目 次

～略～

C 試薬・試液等	
1. 試薬・試液	
2. 容量分析用標準液	
3. 標準液	
4. 標準品	
5. クロマトグラフィー用担体／充填剤等	
6. 温度計	
7. ろ紙	
8. ろ過器	
9. ふるい	
10. 検知管式ガス測定器	
<u>9. 計量器・用器</u>	
11. 参照赤外吸収スペクトル	
12. 計量器	
D 成分規格・保存基準各条	

～略～

A 通 則

～略～

36. 濁らないと記載したものは、その液の澄明度が変化しないことを意味する。

~~37. ネスラ管は、内径 20mm、外径 24mm、底から栓の下面までの距離 20cm の無色のガラス製共栓平底試験管で、5 mL ごとに 50mL まで目盛りを付けたものを用いる。なお、各管の目盛りの高さの差は、2 mm 以下とする。~~

~~38~~37. 乾燥又は強熱するとき、恒量とは、別に規定するもののほか、引き続き更に 1 時間乾燥又は強熱するとき、前後の秤量差が前回に量った乾燥物又は強熱した残留物の質量の 0.1% 以下であることを示す。ただし、秤量差が、化学はかりを用いたとき 0.5mg 以下、セミマイクロ化学はかりを用

いたとき 50 μ g 以下、マイクロ化学はかりを用いたとき 5 μ g 以下の場合には、無視し得る量とし、恒量とみなす。

38. 定量法は、添加物の成分含量又は力価を測定する方法である。成分規格・保存基準各条中に記載した成分含量又は力価の限度は、定量法で得た値の限度を示すものであり、特にその上限を示さない場合には、101.0%を上限とする。

39. 試料について単に乾燥し又は強熱しと記載した場合の乾燥又は強熱条件は、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量又は強熱減量の項目とそれぞれ同じ条件であることを示す。また、「本品を乾燥したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量の項と同じ条件で乾燥したもの、「本品を乾燥物換算したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の乾燥減量の項で得られた値に従って換算したもの、「本品を無水物換算したもの」とは、その成分規格・保存基準各条の水分の項で得られた値に従って換算したものを意味する。

容 器

40. 密封容器とは、通常の手扱い又は貯蔵の間に空気又はその他のガスが侵入しないように内容物を保護する容器をいう。

41. 遮光した容器とは、光の透過を防ぐ容器又は光の透過を防ぐ包装を施した容器をいう。

～略～

B 一般試験法

～略～

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 4000～600 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。~~

(この部分の削除は、第 10 回食品添加物公定書作成検討会です承されたが、参考のため、記載しておく。)

～略～

確認方法

～略～

～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

つきいては、それぞれの各条内に、波数 4000～600cm⁻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。参照スペクトルについての説明は、~~試薬・試液等の項の 10. 参照赤外吸収スペクトル~~に記載されている。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。

(この部分の追記は、第 10 回食品添加物公定書作成検討会です承されたが、本改正案により、さらに一部変更する。)

～略～

C 試薬・試液等

別に規定するもののほか、試験に用いる試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、標準品、クロマトグラフィー用担体／充填剤、温度計、ろ紙、ろ過器、~~ふるい、検知管式ガス測定器、計量器・用器及び参照赤外吸収スペクトル及び計量器~~は、次に示すものを用いる。

なお、日本産業規格に適合する試薬については、その番号を付し、特級、1 級、pH 標準液用等の種類のある場合には、種類も付した。本規格で用いる試薬の名称が日本産業規格の名称と異なるものには、本規格の名称の次に日本産業規格の試薬の名称を付した。認証標準物質は、J I S Q0034に適合し J I S Q0031に規定する認証書が添付されたものをいう。計量法（昭和26年法律第207号）に規定する標準液又は標準ガスは、J I S Q0034に適合し、同法第144条第1項に基づく証明書が添付されたものをいう。

試薬・試液、容量分析用標準液及び標準液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛及びヒ素をできるだけ含まないものを用いる。

～略～

~~9. ふるい~~

~~日本産業規格のふるいの規格に適合するものを用いる。~~

~~10. 検知管式ガス測定器~~

~~検知管式ガス測定器は、日本産業規格の検知管式ガス測定器の規格に適合するものを用いる。~~

9. 計量器・用器

計量器は食品添加物公定書における試験において、計量に用いる器具又は機械である。

用器は食品添加物公定書における試験において、その条件をなるべく一定にするために定めた器具である。

黄りん発光式酸素計 日本産業規格 K1105 に適合するものを用いる。

化学用体積計 全量フラスコ(メスフラスコ)、全量ピペット (ホールピペット)、ピストン式ピペット、ビュレット及びメスシリンダーは日本産業規格に適合したものを用いる。ガラス製体積計で日本産業規格に体積の許容誤差としてクラス A の規定がある場合は、その規格に適合したものを

用いる。なお、国際機関が発行した適切な国際規格のガラス製体積計クラスAの体積の許容誤差に適合したものをを用いることもできる。

検知管式ガス測定器 日本産業規格の検知管式ガス測定器の規格に適合するものをを用いる。

混合ガス調製器 必要とされる精度や純度で適切にガスを混合できるものをを用いる。

静電容量式水分計 日本産業規格K1105に適合するものをを用いる。

はかり

化学はかり 0.1mgまで読み取れるものをを用いる。

セミマイクロ化学はかり 10 μ gまで読み取れるものをを用いる。

マイクロ化学はかり 1 μ gまで読み取れるものをを用いる。

ウルトラマイクロ化学はかり 0.1 μ gまで読み取れるものをを用いる。

比色管 厚さ約1.4~1.7mm、外径23~25mm、底から栓の下面までの距離17~20cmの無色のガラス製共栓平底試験管で、5 mLごとに50mLまで目盛りを付けたものをを用いる。なお、各管の目盛りの高さの差は、2 mm以下とする。

ふるい 日本産業規格のふるいの規格に適合するものをを用いる。

11.—10. 参照赤外吸収スペクトル

ここに掲げる参照赤外吸収スペクトルは、成分規格・保存基準各条の各品目の各条に掲載されている。参照スペクトルは、フーリエ変換形赤外分光光度計を用い、成分規格・保存基準各条に規定する方法により試料を調製し、装置の分解能を4 cm⁻¹として測定して得られたスペクトルで、横軸に波数 (cm⁻¹)、縦軸に透過率 (%) を取り、図示したものである。対照には、錠剤法 (直径 10mm) では試料を含まない臭化カリウム錠剤を、ペースト法、薄膜法及び液膜法では窓板 1 枚を用いた。

(以下、現行公定書の**参照赤外吸収スペクトル**の項に記載されている各添加物の参照赤外吸収スペクトルを削除する。スペクトルの取り消しについての記載は、ここでは省略。)

12.—計量器

~~黄りん発光式酸素計及び静電容量式水分計は、日本産業規格K1105に適合するものをを用いる。~~

～略～

(以下、現行公定書の**参照赤外吸収スペクトル**の項に記載されている各添加物の参照赤外吸収スペクトルを、それぞれの各条規格内に記載する。各条の記載については、ここでは省略。)

2. 用途を指定した試薬の名称

改正の概要及び根拠

現在、C. 試薬・試液等 1. 試薬・試液 の項に用途を指定した試薬として、46 試薬が登録されている。用途を指定した試薬については、他の試薬との区別のため、「〇〇、 $\Delta\Delta$ 測定用」と「 $\Delta\Delta$ 測定用〇〇」、「〇〇、 $\Delta\Delta$ 分析用」と「 $\Delta\Delta$ 分析用〇〇」、「〇〇、 $\Delta\Delta$ 用」と「 $\Delta\Delta$ 用〇〇」とそれぞれ2つの名称を設定している。これは、アイオエオ順で並べるためと、規格本文中の記載で句点

との関係で内容が分かり難くならないように一語として文章中に挿入するためである。一方、食品添加物公定書英文版では、「〇〇 for △△」の一語で用途を指定した試薬であることがわかるようになっている。すなわち、1つの試薬について、和文版では2つの名称が設定されている一方、英文版では1つの名称となっており、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、試薬の名称を以下のように改正する。

(1) 「〇〇、△△測定用」と「△△測定用〇〇」

を一つにまとめ、

「〇〇、△△測定用 (△△測定用〇〇)」

(2) 「〇〇、△△分析用」と「△△分析用〇〇」

を一つにまとめ、

「〇〇、△△分析用 (△△分析用〇〇)」

(3) 「〇〇、△△用」と「△△用〇〇」

を一つにまとめ、

「〇〇、△△用 (△△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 △△」とする。

改正案

(1) 〇〇、△△測定用

アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来)、酵素活性測定用 (酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来))

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* 由来)、酵素活性測定用 (酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. oryzae* 由来))

イミダゾール、水分測定用 (水分測定用イミダゾール)

エチレングリコール、水分測定用 (水分測定用エチレングリコール)

塩化カルシウム、水分測定用 (水分測定用塩化カルシウム)

塩化コリン、水分測定用 (水分測定用塩化コリン)

クロロホルム、水分測定用 (水分測定用クロロホルム)

次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液、アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来) 活性測定用
(アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来) 活性測定用次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液)

ジエチルエーテル、ビタミンA測定用 (ビタミンA測定用ジエチルエーテル)

ジエチレングリコールモノエチルエーテル、水分測定用 (水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル)

四ホウ酸ナトリウム十水和物、pH測定用 (pH測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物)

ジメチルスルホキシド、紫外吸収スペクトル測定用 (紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド)

臭化カリウム、赤外吸収スペクトル測定用 (赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム)

臭素・臭化カリウム試液、オキシエチレン測定用 (オキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液)

水酸化カルシウム、pH 測定用 (pH 測定用水酸化カルシウム)
炭酸水素ナトリウム、pH 測定用 (pH 測定用炭酸水素ナトリウム)
炭酸ナトリウム、pH 測定用 (pH 測定用炭酸ナトリウム)
炭酸プロピレン、水分測定用 (水分測定用炭酸プロピレン)
トリス緩衝液 (pH7.0)、ペクチン測定用 (ペクチン測定用トリス緩衝液 (pH7.0))
2, 2, 4-トリメチルペンタン、紫外吸収スペクトル測定用 (紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン)
ニシュウ酸三水素カリウム二水和物、pH 測定用 (pH 測定用ニシュウ酸三水素カリウム二水和物)
ピリジン、水分測定用 (水分測定用ピリジン)
フタル酸水素カリウム、pH 測定用 (pH 測定用フタル酸水素カリウム)
2-プロパノール、ビタミンA測定用 (ビタミンA測定用 2-プロパノール)
ヘキサデカン、紫外吸収スペクトル測定用 (紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン)
ヘキサン、紫外吸収スペクトル測定用 (紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン)
ペクチン酸リアーゼ溶液、ペクチン測定用 (ペクチン測定用ペクチン酸リアーゼ溶液)
メタノール、水分測定用 (水分測定用メタノール)
2-メチルアミノピリジン、水分測定用 (水分測定用 2-メチルアミノピリジン)
硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液、オキシエチレン測定用 (オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液)
リン酸水素二ナトリウム、pH 測定用 (pH 測定用リン酸水素二ナトリウム)
リン酸二水素カリウム、pH 測定用 (pH 測定用リン酸二水素カリウム)
~~pH 測定用四ホウ酸ナトリウム十水和物 四ホウ酸ナトリウム十水和物、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用水酸化カルシウム 水酸化カルシウム、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用炭酸水素ナトリウム 炭酸水素ナトリウム、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用炭酸ナトリウム 炭酸ナトリウム、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用ニシュウ酸三水素カリウム二水和物 二シュウ酸三水素カリウム二水和物、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用フタル酸水素カリウム フタル酸水素カリウム、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用リン酸水素二ナトリウム リン酸水素二ナトリウム、pH 測定用を見よ。~~
~~pH 測定用リン酸二水素カリウム リン酸二水素カリウム、pH 測定用を見よ。~~
~~アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来) 活性測定用次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液 次亜塩素酸ナトリウム・水酸化ナトリウム試液、アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来) 活性測定用を見よ。~~
~~オキシエチレン測定用臭素・臭化カリウム試液 臭素・臭化カリウム試液、オキシエチレン測定用を見よ。~~
~~オキシエチレン測定用硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液、オキシエチレン測定用を見よ。~~
~~酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来) アスパラギナーゼ (*A. niger* 由来)、酵素活性測定用を見よ。~~
~~酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. oryzae* 由来) アスパラギナーゼ (*A. oryzae* 由来)、酵素活性測定用を見よ。~~
~~紫外吸収スペクトル測定用ジメチルスルホキシド ジメチルスルホキシド、紫外吸収スペクトル測定~~

~~用を見よ。~~

~~紫外吸収スペクトル測定用 2, 2, 4-トリメチルペンタン、2, 2, 4-トリメチルペンタン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。~~

~~紫外吸収スペクトル測定用ヘキサデカン、ヘキサデカン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。~~

~~紫外吸収スペクトル測定用ヘキサン、ヘキサン、紫外吸収スペクトル測定用を見よ。~~

~~水分測定用イミダゾール、イミダゾール、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用エチレングリコール、エチレングリコール、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用塩化カルシウム、塩化カルシウム、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用塩化コリン、塩化コリン、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用クロロホルム、クロロホルム、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用炭酸プロピレン、炭酸プロピレン、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用ピリジン、ピリジン、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用メタノール、メタノール、水分測定用を見よ。~~

~~水分測定用 2-メチルアミノピリジン、2-メチルアミノピリジン、水分測定用を見よ。~~

~~赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム、臭化カリウム、赤外吸収スペクトル測定用を見よ。~~

~~ビタミンA測定用ジエチルエーテル、ジエチルエーテル、ビタミンA測定用を見よ。~~

~~ビタミンA測定用 2-プロパノール、2-プロパノール、ビタミンA測定用を見よ。~~

~~ペクチン測定用トリス緩衝液 (pH7.0)、トリス緩衝液 (pH7.0)、ペクチン測定用を見よ。~~

~~ペクチン測定用ペクチン酸リアーゼ溶液、ペクチン酸リアーゼ溶液、ペクチン測定用を見よ。~~

(2)〇〇、△△分析用

亜鉛、ヒ素分析用 (ヒ素分析用亜鉛)

テトラヒドロホウ酸ナトリウム、アミノ酸分析用 (アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム)

~~アミノ酸分析用テトラヒドロホウ酸ナトリウム、テトラヒドロホウ酸ナトリウム、アミノ酸分析用を見よ。~~

~~ヒ素分析用亜鉛、亜鉛、ヒ素分析用を見よ。~~

(3)〇〇、△△用

過ヨウ素酸ナトリウム試液、グリセリン用 (グリセリン用過ヨウ素酸ナトリウム試液)

グリチルリチン酸、薄層クロマトグラフィー用 (薄層クロマトグラフィー用グリチルリチン酸)

合成ゼオライト、乾燥用 (乾燥用合成ゼオライト)

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5)、鉄試験用 (鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5))

酢酸、非水滴定用 (非水滴定用酢酸)

酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液、ポリソルベート用 (ポリソルベート用酸化エチレン・テトラヒドロフラン試液)

七モリブデン酸六アンモニウム試液、加工デンブ用 (加工デンブ用七モリブデン酸六アンモニウム試液)

ニンヒドリン試液、加工デンブ用 (加工デンブ用ニンヒドリン試液)

ブロモフェノールブルー試液、クエン酸用 (クエン酸用ブロモフェノールブルー試液)

レバウジオシドC、同定用 (同定用レバウジオシドC)

レバウジオシドD、同定用 (同定用レバウジオシドD)

レバウジオシドF、同定用 (同定用レバウジオシドF)

~~加工デンプン用七モリブデン酸六アンモニウム試液 七モリブデン酸六アンモニウム試液、加工デンプン用を見よ。~~

~~加工デンプン用ニンヒドリン試液 ニンヒドリン試液、加工デンプン用を見よ。~~

~~乾燥用合成ゼオライト 合成ゼオライト、乾燥用を見よ。~~

~~クエン酸用ブロモフェノールブルー試液 ブロモフェノールブルー試液、クエン酸用を見よ。~~

~~グリセリン用過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム試液、グリセリン用を見よ。~~

~~鉄試験用酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5) 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (pH4.5)、鉄試験用を見よ。~~

~~同定用レバウジオシドC レバウジオシドC、同定用を見よ。~~

~~同定用レバウジオシドD レバウジオシドD、同定用を見よ。~~

~~同定用レバウジオシドF レバウジオシドF、同定用を見よ。~~

~~薄層クロマトグラフィ用グリチルリチン酸 グリチルリチン酸、薄層クロマトグラフィ用を見よ。~~

~~非水滴定用酢酸 酢酸、非水滴定用を見よ。~~

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

3. 9版収載事項及び以後設定された事項_追加

改正項目

- 1) 通則 28
- 2) 1. 亜硫酸塩定量法
- 3) 27. 定性反応試験法
- 4) 試薬・試液等 全体
- 5) DPD・EDTA試液
- 6) L-アスコルビン酸2-β-D-グルコシド、定量用
- 7) 亜セレン酸ナトリウム
- 8) 亜二チオン酸ナトリウム
- 9) アンモニア水
- 10) アンモニア水 (28)
- 11) 塩酸試液 (6 mol/L)、塩酸試液 (4 mol/L)、塩酸試液 (3 mol/L)
- 12) オルト過ヨウ素酸
- 13) 強塩基性陰イオン交換樹脂
- 14) 強酸性陽イオン交換樹脂
- 15) 強酸性陽イオン交換樹脂 (微粒)
- 16) 酢酸ビニル

- 17) サラシ粉
- 18) システイン・硫酸試液
- 19) 弱酸性陽イオン交換樹脂（微粒）
- 20) 硝酸
- 21) 10%硝酸試液
- 22) 水酸化ナトリウム試液（10mol/L）、水酸化ナトリウム試液（5mol/L）、水酸化ナトリウム試液（4mol/L）、水酸化ナトリウム試液（3mol/L）、水酸化ナトリウム試液（2mol/L）
- 23) デンプン試液
- 24) ホスフィン酸
- 25) ヨウ化亜鉛・デンプン試液
- 26) ヨウ化カリウム・デンプン試液
- 27) 硫化ナトリウム試液
- 28) 0.05mol/L臭素溶液
- 29) 0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液
- 30) 0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液
- 31) 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液
- 32) 0.05mol/Lヨウ素溶液
- 33) 0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用
- 34) 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液
- 35) 比色標準原液
- 36) 亜塩素酸水
- 37) 亜塩素酸ナトリウム
- 38) 亜塩素酸ナトリウム液
- 39) L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル
- 40) L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル
- 41) アセトン
- 42) 亜セレン酸ナトリウム
- 43) 塩化カリウム
- 44) 塩化第二鉄
- 45) オルトフェニルフェノール
- 46) 加工ユーケマ藻類
- 47) 活性炭
- 48) 希釈過酸化ベンゾイル
- 49) D-キシロース
- 50) クエン酸第一鉄ナトリウム
- 51) クエン酸鉄
- 52) クエン酸鉄アンモニウム
- 53) グルコン酸第一鉄
- 54) 酵素分解レシチン
- 55) 高度サラシ粉
- 56) 酢酸カルシウム

- 57) 三二酸化鉄
- 58) 次亜塩素酸水
- 59) 次亜塩素酸ナトリウム
- 60) 次亜臭素酸水
- 61) L-システイン塩酸塩
- 62) 臭素酸カリウム
- 63) 乳酸鉄
- 64) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸
- 65) ピロリン酸第二鉄
- 66) ピロリン酸第二鉄液
- 67) フィチン酸 液体品
- 68) プロピオン酸
- 69) ヘム鉄
- 70) ポリアクリル酸ナトリウム
- 71) ポリイソブチレン
- 72) ミツロウ
- 73) 硫酸アルミニウムアンモニウム
- 74) 硫酸アルミニウムカリウム
- 75) DL-リンゴ酸
- 76) DL-リンゴ酸ナトリウム
- 77) グァーガム酵素分解物 (第5回検討会 成分規格設定品目)
- 78) プルラン (第5回検討会 成分規格改正品目)
- 79) 植物炭末色素 (第9回検討会 成分規格設定品目)

改正の概要及び根拠並びに改正案

①通則

1) 通則 28

においの弱い添加物（例えば次亜塩素酸ナトリウム）については、ビーカーより試験管のほうがよりはっきりしたにおいがするので、試験器具に試験管も加えることを要望。

A 通 則

28. においが無い旨記載したものは、においが無いか又はほとんどにおいが無いことを示す。においの試験は、別に規定するもののほか、固体の試料の場合には、約 1 g、液体の試料の場合には、1 mL をビーカー 又は試験管 にとって行う。

においの強いもの又は刺激性のあるものの試験は、必要に応じて、希釈したり、ろ紙片を用いてもよい。

②一般試験法

2) 1. 亜硫酸塩定量法

デンプン試液の変更に伴う改正

1. 亜硫酸塩定量法

(中略)

操作法 (中略)

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行う。

3) 27. 定性反応試験法

公定書のデンプン試液を用いると試験時の呈色は濃青色では無い。色の変化が明確に確認できるよう、デンプン試液は5倍濃度が濃いものを用いることとし、呈色を実態に合わせて改正する。なお、次亜塩素酸塩の反応は、各条の次亜塩素酸ナトリウムの確認試験でのみ適用されている。

ナトリウムの炎色反応は、教科書的には「黄色」(D1:589.0 nm, D2:589.6nm)となっているが、D1、D2ともオレンジ色との境目で、実際の色は「橙色」に近いので改正する。

27. 定性反応試験法

(中略)

亜硝酸塩 (中略)

(2) 亜硝酸塩の溶液にヨウ化カリウム試液2～3滴を加え、塩酸(1→4)を滴加するとき、液は黄褐色となり、次に黒紫色の沈殿を生じ、デンプン試液を加えるとき、液は濃青色紫色を呈する。

次亜塩素酸塩 (中略)

(2) 次亜塩素酸塩の溶液(1→1000)5mLに水酸化ナトリウム溶液(1→2500)1mL及びヨウ化カリウム試液0.2mLを加えるとき、液は黄色となり、これにデンプン試液0.5mLを加えるとき、液は濃青色紫色を呈する。

ナトリウム塩

(1) ナトリウム塩は、炎色反応の試験を行うとき、黄～橙色を呈する。

③試薬・試液等

4) 試薬・試液等 全体

9版公定書で、旧名と新名の関係は周知されたと考え、旧名を記載している【 】部分は削除する。

1. 試薬・試液 246品目

亜鉛、ヒ素分析用 (中略) ~~【無ヒ素亜鉛、亜鉛、無ヒ素】~~

以下略

2. 容量分析用標準液 13 品目

0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 ~~【0.1mol/L EDTA 溶液】~~

以下略

5) DPD・EDTA 試液

次亜臭素水の確認試験(2)で使用され、液が淡赤色になる変化を見るのに用いられる。

25w/v%硫酸は、規格検討時の資料を確認したところ、25wt% sulfuric acid と記載されていたため、25%硫酸に修正する。

硫酸の希釈は注意が必要なため、ただし書きに25%硫酸の調製方法を記載する。

DPD・EDTA 試液 *N,N*-ジエチル-*p*-フェニレンジアミン硫酸塩 1.1 g を乳鉢ですり潰し、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物 0.2 g 及び少量の水を加え、必要な場合にはかくはんしながら加温して溶かし、~~25w/v%~~硫酸 8 mL を加えて混合した後、水を加えて 1000 mL とする。ただし、25%硫酸は、硫酸 2.5 g を量り、氷水中で冷却下で水 7.5 g にかくはんしながら徐々に加える。

6) L-アスコルビン酸 2-グルコシド、定量用

分かりにくい表記であり、また溶液の濃度を示す(○→○)が整数でなかったため、分かりやすい表現に改正する。

L-アスコルビン酸 2-グルコシド、定量用 (中略)

純度試験 (2) (中略)

移動相 ~~アセトニトリル/リン酸二水素カリウム・0.5vol%リン酸溶液(5.44→1000)混液~~
~~(3:2)~~リン酸二水素カリウム 5.44 g を 0.5vol%リン酸溶液で溶かして 1000 mL とした液とアセトニトリルを 2:3 の割合で混合した液

7) 亜セレン酸ナトリウム

デンブン試液の変更に伴う改正

亜セレン酸ナトリウム (中略)

定量法 (中略)

終点は、液の**青色**が消えるときとする。別に空試験を行い、補正する。(以下略)

8) 亜二チオン酸ナトリウム

デンブン試液の変更に伴う改正

亜二チオン酸ナトリウム (中略)

定量法 (中略)

終点は液の色が青色紫色となるときとする。別に空試験を行う。(以下略)

9) アンモニア水

JIS K 8085:2021 及び K9903:1994 の分子式は NH_3 であるため、分子式を改正し、CAS 番号として、[7664-41-7、アンモニア]を採用する。[1336-21-6]はAmmonium hydroxide ($(\text{NH}_4)(\text{OH})$)のCAS 番号であり、JIS のアンモニア水には記載が無いので削除する。また、K9903:1994 は、名称が高純度試薬-アンモニア水であり、JIS の名称が試薬名と異なるので追記する。

K8085 はグレードは特級のみであるが、質量分率(濃度) 28%(28.0~30.0%)の場合と 25%(25.0~28.0%)の場合がある。

ちなみに JP18 では、アンモニア水の説明が、アンモニア試液を参照となっており、アンモニア試液の説明は、アンモニア水(28) 400 mL に水を加えて 1000 mL とする(10%)。であり、公定書と濃度が異なるため注意する。

アンモニア水 $\text{NH}_4\text{OH}\text{NH}_3$ [K8085、特級又は高純度試薬-アンモニア水、K9903]-~~[1336-21-6]~~-[7664-41-7、アンモニア]

10) アンモニア水 (28)

JIS K 8085 : 2021 の分子式は NH_3 であるため、分子式を改正し、CAS 番号として、[7664-41-7、アンモニア]を採用する。[1336-21-6]はAmmonium hydroxide ($(\text{NH}_4)(\text{OH})$)のCAS 番号であり、JIS に記載が無いので削除する。

JP18 試薬はアンモニア水(28) NH_3 [K 8085、アンモニア水、特級、密度約 0.90、含量 28 ~ 30%] アンモニア水、強 アンモニア水(28) を参照。

JIS K 8085 はグレードは特級のみ(質量分率(濃度) 28%(28.0~30.0%)の場合と 25%(25.0~28.0%)の場合がある)。

アンモニア水 (28) $\text{NH}_4\text{OH}\text{NH}_3$ [K8085、特級、濃度 28%]-~~[1336-21-6]~~-~~【アンモニア水】~~-[7664-41-7、アンモニア]

11) 塩酸試液 (6 mol/L)、塩酸試液 (4 mol/L)、塩酸試液 (3 mol/L)

塩酸に水を加えると発熱するので、硫酸試液の調製方法と同様の記載に変えたほうがよいとの意見あったため、3、4、6 mol/L の塩酸試液の調製方法を改正する。なお、硫酸の場合は、溶解熱が非常に大きく、硫酸に水を加えると硫酸が飛散し危険なため、水に硫酸を少しずつ加えなければならないが、塩酸についてはその心配はなく、0.05~2 mol/L の塩酸試液は容量分析用標準液を準用していることから、3 mol/L 以上の塩酸試液の調製方法のみ改正することとした。

塩酸試液（6 mol/L） 塩酸 540mL を量り、水 320mL にかくはんしながら徐々に加える。冷後、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液（4 mol/L） 塩酸 360mL を量り、水 500mL にかくはんしながら徐々に加える。冷後、水を加えて 1000mL とする。

塩酸試液（3 mol/L） 塩酸 270mL を量り、水 600mL にかくはんしながら徐々に加える。冷後、水を加えて 1000mL とする。

12) オルト過ヨウ素酸

デンプン試液の変更に伴う改正

オルト過ヨウ素酸（中略）

定量法（中略）

終点は、液の青色が消えるときとする。（以下略）

13) 強塩基性陰イオン交換樹脂

公定書の記載がわかりにくいので、表現を変更する。

強塩基性陰イオン交換樹脂（中略）

本品約 50 g を量り、水に 30 分間浸した後、内径約 2.5cm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに水酸化ナトリウム溶液（1→25）2000mL を注ぎ、1 分間約 30mL の速さで流出させる。これを洗液がフェノールフタレイン試液で中性になるまで水洗し、~~次の試験を行うたもの。~~ただし、次の試験を満たすまで水洗を繰り返したもの。（以下略）

14) 強酸性陽イオン交換樹脂

公定書の記載がわかりにくいので、表現を変更する。

強酸性陽イオン交換樹脂（中略）

本品約 50 g を量り、水に 30 分間浸した後、内径約 25mm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸（1→4）250mL を注ぎ、1 分間約 4 mL の速さで流出させた後、洗液がブロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、~~次の試験を行うたもの。~~ただし、次の試験を満たすまで水洗を繰り返したもの。（以下略）

15) 強酸性陽イオン交換樹脂（微粒）

公定書の記載がわかりにくいので、表現を変更する。

強酸性陽イオン交換樹脂（微粒）（中略）

本品約 50 g を量り、水に約 1 時間浸し、上澄液が澄明になるまで 2～3 回傾斜した後、内径約 25mm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸（1→4）250mL を注ぎ、1 分間約 4 mL の速さで流出させた後、洗液がプロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行うたもの。ただし、次の試験を満たすまで水洗を繰り返したもの。（以下略）

16) 酢酸ビニル

9 版公定書で、規格に JIS 番号が加えられたが、JIS K 6700 番台はプラスチック関連の規格等であるため、試薬としての酢酸ビニルの JIS 番号としては不相当と考えられるため、削除する。

酢酸ビニル $\text{CH}_3\text{COOCHCH}_2$ ~~[K6724]~~ [108-05-4]（以下略）

17) サラシ粉

デンプン試液の変更に伴う改正

サラシ粉（中略）

定量法

終点は液の**青色**が消えるときとする。（以下略）

18) システイン・硫酸試液

86vol%硫酸は調製時に発熱する。試験者の安全のため、70vol%硫酸試液の調製方法と同様の記載をただし書きとして加える。

システイン・硫酸試液 L-システイン塩酸塩一水和物 0.30 g を量り、水 10mL を加えて溶かす。この液 0.5mL に 86vol%硫酸 25mL を加えて混和する。用時調製する。ただし、86vol%硫酸は、氷水中冷却下で水 7 mL にかくはんしながら硫酸 43mL を徐々に加える。

19) 弱酸性陽イオン交換樹脂（微粒）

公定書の記載がわかりにくいので、表現を変更する。

弱酸性陽イオン交換樹脂（微粒）（中略）

本品約 50 g を量り、水に約 1 時間浸し、その懸濁している上澄液が澄明になるまで 2～3 回傾斜した後、内径約 25mm のクロマトグラフィー用ガラス管に水とともに流し込んで樹脂柱を作る。これに塩酸（1→4）250mL を注ぎ、1 分間約 4 mL の速さで流出させた後、洗液がプロモクレゾールグリーン試液で緑～青色を呈するまで水洗し、次の試験を行うしたもの。ただし、次の試験を満たすまで水洗を繰り返したもの。（以下略）

20) 硝酸

JIS K8541:2021 性状で、密度は、質量分率 69 %では約 1.42 g/mL、質量分率 65 %では約 1.40 g/mL 又は質量分率 60 %では約 1.38 g/mL である、とされており 3 種類ある。

質量分率 69 %の場合 濃度 69~70%

質量分率 65 %の場合 濃度 65~66%

質量分率 60 %の場合 濃度 60~61%

JP18 では硝酸 HNO_3 [K 8541、特級、濃度 69 ~ 70%、密度約 1.42 g/mL]としているが、公定書では 3 種あることを前提にしている。また、公定書内では活性炭の純度試験の“硝酸 (1→100)”の様に多くの場合、濃度記載が無く、濃度につき質問が出たため、これらの場合は、いずれの濃度のものを用いても良いが、同一の試験では同じ濃度の硝酸を使用する旨を記載。

なお、9 版公定書第一追補で、下記が追加された。

硝酸 (微量金属測定用) HNO_3 [K8541、微量金属測定用] [7697-37-2] 別に規定するもののほか、硝酸濃度 69~70%のものを用いる。

硝酸 HNO_3 [K8541、特級、濃度 69~70%、65~66%及び 60~61%] [7697-37-2]

試験法において、使用する硝酸の濃度の記載が無い場合は、濃度 69~70%、65~66%及び 60~61%のいずれを用いても良い。ただし、同時に行う同一試験では、同じ濃度の硝酸を使用する。

21) 10%硝酸試液

JIS K8541:2021 硝酸の性状で、密度は、質量分率 69 %では約 1.42 g/mL、質量分率 65 %では約 1.40 g/mL 又は質量分率 60 %では約 1.38 g/mL である、とされており 3 種類ある。

10%硝酸試液では、どの硝酸を対象としているのかとの意見あり。

JP18 では、硝酸、希硝酸 (すなわち、濃度 69 ~ 70%、密度約 1.42 g/mL) 10.5 mL に水を加えて 100 mL とする、となっている。

公定書の硝酸試液 (1 mol/L) の“濃度 69~70%の硝酸の場合には 6.4mL、濃度 65~66%の硝酸の場合には 6.9mL、濃度 60~61%の硝酸の場合には 7.6mL を量り、水を加えて 100mL とする”を参照して書きぶりを修正する。

10%硝酸試液 ~~【希硝酸、硝酸、希】硝酸 10.5mL~~ 濃度 69~70%の硝酸の場合には 10.5mL、濃度 65~66%の硝酸の場合には 11.3mL、濃度 60~61%の硝酸の場合には 12.4mL を量り、水を加えて 100mL とする。

22) 水酸化ナトリウム試液 (10mol/L)、水酸化ナトリウム試液 (5mol/L)、水酸化ナトリウム試液 (4mol/L)、水酸化ナトリウム試液 (3mol/L)、水酸化ナトリウム試液 (2mol/L)

水酸化ナトリウムに水を加えると発熱するので、硫酸試液の調製方法と同様の記載に変える方がよいとの意見あったため、9 版公定書で新たに設定された 2~10mol/L の水酸化ナトリウム試液の調製方法を改正する。

水酸化ナトリウム試液 (10mol/L) 水酸化ナトリウム 400 g を量り、水を加えて溶かし、~~800mL に~~かくはんしながら徐々に加えて溶かす。~~冷後、水を加えて~~ 1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (5 mol/L) 水酸化ナトリウム 200 g を量り、水を加えて溶かし、~~800mL に~~かくはんしながら徐々に加えて溶かす。~~冷後、水を加えて~~ 1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (4 mol/L) 水酸化ナトリウム 160 g を量り、水を加えて溶かし、~~800mL に~~かくはんしながら徐々に加えて溶かす。~~冷後、水を加えて~~ 1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (3 mol/L) 水酸化ナトリウム 126 g を量り、水を加えて溶かし、~~800mL に~~かくはんしながら徐々に加えて溶かす。~~冷後、水を加えて~~ 1000mL とする。

水酸化ナトリウム試液 (2 mol/L) 水酸化ナトリウム 80 g を量り、水を加えて溶かし、~~800mL に~~かくはんしながら徐々に加えて溶かす。~~冷後、水を加えて~~ 1000mL とする。

23) デンプン試液

公定書のデンプン試液 (デンプン (溶性) 1g 使用) を用いると、滴定時の呈色が薄く、終点が見づらいため、デンプン (溶性) の濃度を 5 倍とする。また、デンプン (溶性) は、水を加えて加熱することにより容易に溶けるため、調製方法を変更する。なお、デンプン (溶性) で調製したデンプン試液の呈色は、青色というより紫色であるため、滴定の指示薬などに使用する場合の記載を、下記のように修正する。

終点は、液の青色→色が消えるときとする。

終点は液の色が青色→紫色となるときとする。

デンプン試液 デンプン (溶性) ~~±5~~ g を量り、~~冷水 10mL を加えてよくすり混ぜ、これを熱湯水~~ 200mL ~~中にかき混ぜながら徐々に~~を加えて加熱して溶かし、~~液が半透明となるまで煮沸し、放冷するし、静置した後、上澄液を用いる。~~ 用時調製する。

24) ホスフィン酸

デンプン試液の変更に伴う改正

ホスフィン酸 (中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

25) ヨウ化亜鉛・デンプン試液

公定書で変更されたが、デンプン試液と同様、デンプンを用いた場合と呈色が異なると考えられる

ことから、デンプンに戻す。

ヨウ化亜鉛・デンプン試液 水 100mL を煮沸し、これにヨウ化カリウム溶液（3→20）5 mL 及び塩化亜鉛溶液（1→5）10mL を加え、煮沸しながら、あらかじめデンプン~~（溶性）~~ 5 g を量り、冷水 30mL を加えて均一に懸濁した液をかき混ぜながら加え、更に2分間煮沸した後、冷却する。密栓して冷所に保存する。

26) ヨウ化カリウム・デンプン試液

公定書で変更されたが、デンプン試液と同様、デンプンを用いた場合と呈色が異なると考えられることから、デンプンに戻す。

ヨウ化カリウム・デンプン試液 デンプン~~（溶性）~~ 0.5 g を量り、水 50~60mL を加え、加熱して溶かし、ヨウ化カリウム 0.5 g 及び水を加えて溶かし、100mL とする。

27) 硫化ナトリウム試液

硫化ナトリウムは、実際はきれいに溶けるのでこの記載は不要ではないかという意見あり、食品衛生法 食品添加物等の規格基準 告示第 370 号 第 3 器具及び容器包装 C 試薬・試液等の「硫化ナトリウム試液」にはこの記載はないことから、削除する。

硫化ナトリウム試液 グリセリン 30mL に水 10mL を加えた溶液に硫化ナトリウム九水和物 5 g を加えて溶かす。~~放置後、上澄液を用いる。~~冷所に保存し、3か月以内に使用する。

28) 0.05mol/L 臭素溶液

デンプン試液の変更に伴う改正

0.05mol/L 臭素溶液 （中略）

標定 （中略）

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。（以下略）

29) 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液

デンプン試液の変更に伴う改正

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 （中略）

標定 （中略）

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。（以下略）

30) 0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液

デンプン試液の変更に伴う改正

0.05mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 (中略)

標定 (中略)

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

31) 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液

デンプン試液の変更に伴う改正

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液 (中略)

標定 (中略)

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

32) 0.05mol/Lヨウ素溶液

デンプン試液の変更に伴う改正

0.05mol/Lヨウ素溶液 (中略)

標定 (中略)

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

33) 0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用

デンプン試液の変更に伴う改正

0.05mol/Lヨウ素溶液、次亜硫酸ナトリウム用 (中略)

標定 (中略)

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

34) 0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液

デンプン試液の変更に伴う改正

0.05mol/Lヨウ素酸カリウム溶液 (中略)

(2) (中略)

標定 (中略)

ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

35) 比色標準原液

デンプン試液の変更に伴う改正

比色標準原液

塩化コバルト (II) 比色標準原液 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。

塩化鉄 (III) 比色標準原液 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。

硫酸銅 (II) 比色標準原液 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。

④成分規格・保存基準

36) 亜塩素酸水

デンプン試液の変更に伴う改正

亜塩素酸水

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

37) 亜塩素酸ナトリウム

デンプン試液の変更に伴う改正

亜塩素酸ナトリウム

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

38) 亜塩素酸ナトリウム液

デンプン試液の変更に伴う改正

亜塩素酸ナトリウム液

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

39) L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル

デンプン試液の変更に伴う改正

L-アスコルビン酸ステアリン酸エステル

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

40) L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル

デンプン試液の変更に伴う改正

L-アスコルビン酸パルミチン酸エステル

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

41) アセトン

デンプン試液の変更に伴う改正

アセトン

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

42) 亜セレン酸ナトリウム

デンプン試液の変更に伴う改正

亜セレン酸ナトリウム

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

43) 塩化カリウム

デンプン試液の変更に伴う改正

塩化カリウム

(中略)

純度試験

- (3) ヨウ化物本品 5 g を量り、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 10) 0.15 mL、10% 硫酸試液 1 mL、デンプン試液 25 mL 及び水 25 mL を用時混合したものを滴加して湿らせる。5 分後、自然光下で観察するとき、**青色紫色**を呈さない。

44) 塩化第二鉄

デンプン試液の変更に伴う改正

塩化第二鉄

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の**青色**が消えるときとする。(以下略)

45) オルトフェニルフェノール

デンプン試液の変更に伴う改正

オルトフェニルフェノール

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の**青色**が消えるときとする。(以下略)

46) 加工ユーケマ藻類

記載整備のみ

加工ユーケマ藻類

(中略)

純度試験 (中略)

- (4) 酸不溶物 8 ~ 18%

本品約 2 g を精密に量り、水 150 mL 及び硫酸 1.5 mL を入れた 300 mL のビーカーに加える。このビーカーを時計皿等で覆い、水浴中で 6 時間加熱する。時々ガラスかくはん棒を用いてビーカーの内壁に付いたものをすり落としながら水で洗い流し、蒸発によって失われた水の量を補正する。

この液に、あらかじめ 105℃で3時間乾燥したクロマトグラフィー用ケイソウ土約 0.5 g を精密に量り、~~試料液に加えて~~って加え、十分かくはんする。(以下略)

47) 活性炭

純度試験の始めの記載では、A液の硝酸濃度(200 mL中に硝酸(1→100) 0.1 mL)を維持するという解釈だと思うが、分かりにくいので、記載を変更する。

活性炭

(中略)

純度試験 (中略)

(3) 亜鉛 Zn として 0.10%以下

A液 2.0mL を量り、あらかじめ水 200mL に硝酸(1→100) 0.1mL を加えた水液で 200mL とし、検液とする。別に亜鉛標準液 4.0mL を量り、硝酸(1→100) 0.1mL を加えた水で 200mL とし、比較液とする。(以下略)

48) 希釈過酸化ベンゾイル

デンブン試液の変更に伴う改正

希釈過酸化ベンゾイル

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

49) D-キシロース

デンブン試液の変更に伴う改正

D-キシロース

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

50) クエン酸第一鉄ナトリウム

デンブン試液の変更に伴う改正

クエン酸第一鉄ナトリウム

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

51) クエン酸鉄

デンプン試液の変更に伴う改正

クエン酸鉄

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

52) クエン酸鉄アンモニウム

デンプン試液の変更に伴う改正

クエン酸鉄アンモニウム

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

53) グルコン酸第一鉄

デンプン試液の変更に伴う改正

グルコン酸第一鉄

(中略)

純度試験 (2) 鉄(Ⅲ)塩 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

54) 酵素分解レシチン

デンプン試液の変更に伴う改正

酵素分解レシチン

(中略)

純度試験 (3) 過酸化物価 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

55) 高度サラン粉

デンプン試液の変更に伴う改正

高度サラン粉

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

56) 酢酸カルシウム

デンブン試液の変更に伴う改正

酢酸カルシウム

(中略)

純度試験 (4) 易酸化物 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

57) 三二酸化鉄

デンブン試液の変更に伴う改正

三二酸化鉄

(中略)

定量法 (中略)

遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。~~ただし、滴定の終点は、液が終点近くで薄い黄色になったとき、デンブン試液 3 mL を加え、生じた青 (指示薬 デンブン試液 3 mL)。~~ ただし、デンブン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の色が消えるときとする。

58) 次亜塩素酸水

確認試験(1)では、公定書のデンブン試液を用いると試験時の呈色は薄く、濃青色では無い。色の変化が明確に確認できるよう、デンブン試液は 5 倍濃度が濃いものを用いる。なお、ヨウ素との反応で紫色となるため、デンブン試液を使用する反応の呈色を実態に合わせて改正する。

定量法では、デンブン試液の濃度を 5 倍濃いものに改正するが、試験時の実際の色は濃青色では無いため、実態に合わせて改正する。

次亜塩素酸水

(中略)

確認試験 (1) 本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1→2500) 1 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は、黄色を呈する。さらに、デンブン試液 0.5 mL を加えるとき、液は、**濃青色** **紫色**を呈する。

(中略)

定量法

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

59) 次亜塩素酸ナトリウム

市販品の食品添加物有効塩素量として6%のものについて、3 gでは0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量が計算上 50.8mL となり、50 mL 用のビュレットが使用できなくなり、より大きなビュレットを使用すると試験精度が悪くなる。試料採取量を2 gに下げ、滴定量が問題なく50mL内となる試験法に変更する。

また、デンプン試液の濃度を5倍濃いものに改正するが、試験時の実際の色は濃青色では無いため、実態に合わせて改正する。

次亜塩素酸ナトリウム

(中略)

定量法 本品約~~3~~2 gを精密に量り、水 50mL を加え、ヨウ化カリウム 2 g 及び酢酸 (1 → 4) 10mL を加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し、遊離したヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する (指示薬 デンプン試液 1 ~ 3 mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

60) 次亜臭素酸水

デンプン試液の変更に伴う改正

次亜臭素酸水

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

61) L-システイン塩酸塩

デンプン試液の変更に伴う改正

L-システイン塩酸塩

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

62) 臭素酸カリウム

デンプン試液の変更に伴う改正

臭素酸カリウム

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

63) 乳酸鉄

デンブンプン試液の変更に伴う改正

乳酸鉄

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

64) 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

デンブンプン試液の変更に伴う改正

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

(中略)

純度試験 (2) 亜リン酸 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

65) ピロリン酸第二鉄

デンブンプン試液の変更に伴う改正

ピロリン酸第二鉄

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

66) ピロリン酸第二鉄液

デンブンプン試液の変更に伴う改正

ピロリン酸第二鉄液

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

67) フィチン酸 液体品

硫酸の希釈は注意が必要なため、ただし書きに 30%硫酸の調製方法を記載する。

フィチン酸 液体品

(中略)

確認試験 (4) 本品 3 mL 及び 30%硫酸 7 mL を耐圧試験管に入れて密栓し、130°Cで5時間加熱し、分解した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→10) を加えて中和し、更に水を加えて 50mL とする。この液に、活性炭 0.5 g を加えて 10 分間かき混ぜた後、ろ過する。ろ液 30mL をとり、塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 0.5mL を加えて蒸発乾固するとき、残留物は薄い赤色を呈する。ただし、30%硫酸は、硫酸 3 g を量り、氷水中で冷却下で水 7 g にかくはんしながら徐々に加える。

68) プロピオン酸

他の品目に合わせるため、単位を修正する。なお、プロピオン酸の比重は 0.99 であり、単位を変更しても適否判定に影響はない。

プロピオン酸

(中略)

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

69) ヘム鉄

デンブン試液の変更に伴う改正

ヘム鉄

(中略)

定量法 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

70) ポリアクリル酸ナトリウム

デンブン試液の変更に伴う改正

ポリアクリル酸ナトリウム

(中略)

純度試験 (5) 残存モノマー (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

71) ポリイソブチレン

デンブン試液の変更に伴う改正

ポリイソブチレン

(中略)

純度試験 (5) 総不飽和物 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

72) ミツロウ

デンプン試液の変更に伴う改正

ミツロウ

(中略)

純度試験 (2) 過酸化物価 (中略)

終点は、液の青色が消えるときとする。(以下略)

73) 硫酸アルミニウムアンモニウム

他の品目の純度試験の記載項目に合わせるため、溶状の項及び水不溶物の項目に分離する。これに伴い、他の試験の番号を下げる。内容に変更はなく、記載整備のみ。公定書で、この部分の準用は無いので番号変更の影響はない。

硫酸アルミニウムアンモニウム

(中略)

純度試験 (1) 溶状 ~~又は水不溶物~~

結晶物 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g、水 10mL)

(2) 水不溶物

乾燥物 水不溶物 2.0%以下

本品 2.0 g を量り、約 80°C の水 200mL を加え、かき混ぜながら水浴中で 10 分間加熱する。冷後、あらかじめ 105°C で 30 分間乾燥し、冷後、質量を精密に量ったガラスろ過器 (1 G 4) でろ過し、不溶物を水 100mL で洗い、ガラスろ過器と共に 105°C で 2 時間乾燥し、不溶物の質量を量る。

~~(2)~~(3) 鉛 (中略)

~~(3)~~(4) 鉄 (中略)

~~(4)~~(5) ヒ素 (以下略)

74) 硫酸アルミニウムカリウム

他の品目の純度試験の記載項目に合わせるため、溶状の項及び水不溶物の項目に分離する。これに伴い、他の試験の番号を下げる。内容に変更はなく、記載整備のみ。公定書で、この部分の準用は無いので番号変更の影響はない。

硫酸アルミニウムカリウム

(中略)

純度試験 (1) 溶状 ~~又は水不溶物~~

結晶物 溶状 無色、ほとんど澄明 (1.0 g、水 10mL)

(2) 水不溶物

乾燥物 水不溶物 2.0%以下

本品 2.0 g を量り、約 80°C の水 200mL を加え、かき混ぜながら水浴中で 10 分間加熱する。冷後、あらかじめ 105°C で 30 分間乾燥し、冷後、質量を精密に量ったガラスろ過器 (1 G 4) でろ過し、不溶物を水 100mL で洗い、ガラスろ過器と共に 105°C で 2 時間乾燥し、不溶物の質量を量る。

~~(2)~~(3) 鉛 (中略)

~~(3)~~(4) 鉄 (中略)

~~(4)~~(5) ヒ素 (以下略)

75) DL-リンゴ酸

確認試験(1)については、公定書記載通りの試験を行ったところ、赤色ではなく黄色を呈した。国立衛研が把握していたメーカー情報を基に試験方法を変更し、さらに変更点を加えて下記の試験法で検討したところ赤色を呈した。

確認試験(2)については、10 mL ぎりぎりまで (パスツールであと 2~3 滴) 入れないとアルカリ性にならないので、少し余裕を持たせた方が良い。「試薬・試液」の項の水酸化ナトリウム試液 (10mol/L) ((4→10) に相当) を使用すると 9 mL でアルカリ性になったため、これを採用する。

いずれも、DL-リンゴ酸、及びこの試験を準用する DL-リンゴ酸ナトリウムで検証済み。

DL-リンゴ酸

(中略)

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 1 mL を 磁製皿試験管 に入れ、アンモニア試液で中和した後、スルファニル酸 ~~10~~20mg を加え、水浴 ~~上~~中 で ~~数~~5 分間加熱する。この液に亜硝酸ナトリウム溶液 (1→5) 5 mL を加え、わずかに加温した後、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) でアルカリ性とするとき、液は、赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1→20) 1 mL を試験管に入れ、レゾルシノール 2~3 mg 及び硫酸 1 mL を加えて振り混ぜ、120~130°C で 5 分間加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とする。この液に冷却しながら ~~水酸化ナトリウム溶液 (3→10)~~ 水酸化ナトリウム試液 (10mol/L) を滴加してアルカリ性とし、更に水を加えて 10mL とするとき、液は、紫外線下で淡青色の蛍光を発する。(以下略)

76) DL-リンゴ酸ナトリウム

公定書記載通りの試験を行ったところ、赤色ではなく黄色を呈した。国立衛研が把握していたメーカー情報を基に試験方法を変更し、さらに変更点を加えて下記の試験法で検討したところ赤色を呈した。

DL-リンゴ酸ナトリウム

(中略)

確認試験 (1) 本品の水溶液 (1→20) 1 mL を 磁製皿試験管 に入れ、スルファニル酸 ~~10~~20mg を加え、以下「DL-リンゴ酸」の確認試験(1)を準用する。

77) グァーガム酵素分解物 (第5回検討会 成分規格設定品目)

記載整備のみ

グァーガム酵素分解物

(中略)

純度試験 (中略)

(2) 酸不溶物 7.0%以下

本品約 2 g を精密に量り、水 150 mL 及び硫酸 1.5 mL を入れた 300 mL のビーカーに加える。このビーカーを時計皿等で覆い、水浴中で 6 時間加熱する。時々ガラスかくはん棒を用いてビーカーの内壁に付いたものをすり落としながら水で洗い流し、蒸発によって失われた水の量を補正する。この液に、あらかじめ 105°C で 3 時間乾燥したクロマトグラフィー用ケイソウ土約 0.5 g を精密に量り、試料液につて加えて、十分かくはんする。(以下略)

78) プルラン

75 vol% 硫酸は調製時に発熱する。試験者の安全のため、70 vol% 硫酸試液の記載「氷水中で冷却下、水 30 mL に硫酸 70 mL をかき混ぜながら徐々に加える。」を参照し同様の記載をただし書きとして加える。なお、「75 vol% 硫酸」は、「硫酸 (3→4)」について修正が提案され、了承されたもの(第5回検討会)。

プルラン

(中略)

純度試験 (4) 単糖類及び少糖類 (中略)

試料液 0.2 mL を正確に量り、氷水中で冷却したアントロン・75 vol% 硫酸溶液 (1→500) 5 mL に静かに加えて直ちに混和し、90°C で 10 分間加温した後、直ちに冷却し、検液とする。ただし、75 vol% 硫酸は、氷水中冷却下で水 15 mL にかくはんしながら硫酸 45 mL を徐々に加える。試料液の代わりに標準原液及び水をそれぞれ 0.2 mL ずつ正確に量り、検液の調製と同様に操作してそれぞれを標準液及び空試験液とする。

79) 植物炭末色素 (第9回検討会 成分規格設定品目)

記載整備のみ

植物炭末色素

(中略)

定量法 (中略)

~~助~~支燃性ガス 酸素

(4) 報告事項

1. 図の記載整備

図の記載整備を含めて、内容の変更を伴わない記載上の変更に対しては、座長が検討会での審議を必要としない記載整備と判断した事項に関しては、事務局が記載の変更を行うことが報告された。

2. 第10版食品添加物公定書作成検討会（第10回）報告書

記載整備を行った第10版食品添加物公定書作成検討会（第10回）報告書が報告された。

3. 改正に係る意見募集に寄せられた御意見について（グルコサミン）

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について、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いました。その後、令和元年9月20日から同年10月21日まで、厚生労働省のホームページ等を通じて御意見を募集したところ、以下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	グルコサミン
定義	「・・・、又は糸状菌（ <i>Aspergillus niger</i> に限る）」と表記されていますが「、又は、 <u>枯草菌</u> 、糸状菌（ <i>Aspergillus niger</i> に限る）」と加筆していただくことを強くお願い申し上げます。

(回答)

意見の提案者から意見取り下げの連絡があったため、現在案のままとします。

グルコサミン

規格設定の根拠

①定義

既存添加物名簿収載品目リストをもとに設定した。

なお、次の理由により、記載内容の一部変更を行った。

- ・弱アルカリ性水溶液だけでなく、強アルカリ性水溶液を使用している場合も多い。
- ・酸性水溶液とアルカリ性水溶液の使用順番が逆のケースも多々ある。
- ・糸状菌によるものは、エビ・カニ由来のアレルギー物質を含まず有用性が高い。
- ・これらの製法によるものは、国内において広く流通している。
- ・糸状菌によるものは、輸入時に検疫所で既存添加物に該当することを確認している。

②含量

市場流通している原体中の含量より決定した。市場品の裏付けデータにおいてグルコサミン塩酸塩として 99.8%~100.1%と報告されていることから、グルコサミン塩酸塩として 98%以上と設定した。

③性状

市場流通している原体の性状を調査し決定した。

④確認試験(1)、(2)

主成分のグルコサミンの性質を利用し、確認試験とした。

⑤pH

市場流通している原体を基に設定した。

⑥純度試験

- (1) 溶状は、市場流通している原体を基に設定した。
- (2) 塩化物は、②の含量に基づく C1 の範囲を設定した。
- (3) 鉛は、公定書の一般的な規格に準じて設定した。
- (4) ヒ素は、公定書の一般的な規格に準じて設定した。

⑦乾燥減量

市場流通している原体を基に設定した。

⑧強熱残分

市場流通している原体を基に設定した。

⑨微生物限度

グルコサミンの製造法（塩酸を用いて高温条件下で加水分解）からみて微生物による汚染は考えにくいため、微生物限度規格を設定しなかった。

⑩定量法

液体クロマトグラフィーに基づく定量法を設定した。

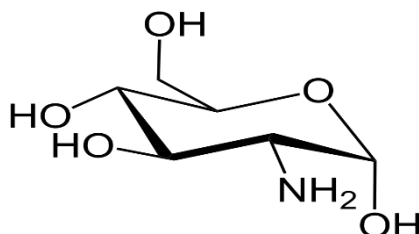
[参考事項]

定量用グルコサミン塩酸塩は、富士フィルム和光純薬（株） 「D (+)ーグルコサミン塩酸塩 含量 99.0%以上」 又は同等品が使用できる。

成分規格案

グルコサミン

Glucosamine



$C_6H_{13}NO_3$

分子量 179.17

(3*R*,4*R*,5*S*,6*R*)-3-Amino-6-(hydroxymethyl)oxane-2,4,5-triol [3416-24-8]

定 義 本品は、キチン（エビ、カニ等甲殻類の甲殻若しくはイカの甲を、酸性水溶液で炭酸カルシウムを除去した後、アルカリ性水溶液でタンパク質を除去したもの、若しくはアルカリ性水溶液でタンパク質を除去した後、酸性水溶液で炭酸カルシウムを除去したもの、又は糸状菌（*Aspergillus niger* に限る。）の培養液を、アルカリ性水溶液でタンパク質を除去して得られたもので、*N*-アセチル-D-グルコサミンの多量体からなるものをいう。）を塩酸で加水分解し、分離して得られたグルコサミンを主成分とするものである。

含 量 本品を乾燥物換算したものは、D-グルコサミン塩酸塩（ $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl=215.63$ ）として98%以上を含む。

性 状 本品は、白～類白色の結晶又は粉末でにおいが無い。

確認試験 (1) 本品の水溶液（1→100）0.5mL にアセチルアセトン試液 1.0mL を加え、90～100℃で1時間加熱し、冷却後、エタノール 10mL 及びエールリッヒ試液 1.0mL を加え混合する。室温に1時間静置するとき、赤～赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液（1→100）1.0mL にニンヒドリン試液 1.0mL を加え、水浴上で加熱するとき、液は紫～青紫色を呈する。

pH 3.0～5.0（10g、水 100mL）

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明（1.0g、水 20mL）

(2) 塩化物 Cl として 16～18%

本品 0.1g を正確に量り、約 30mL の水に溶解する。指示薬としてクロム酸カリウム溶液（1→20）5滴を加え、0.1mol/L 硝酸銀で滴定する。終点は、液の黄色が赤褐色に変わるときとする。

0.1mol/L 硝酸銀溶液 1 mL = 3.545mg Cl

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

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

乾燥減量 0.5%以下（105℃、3時間）

強熱残分 0.3%以下（600℃、3時間）

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、検液とする。別に定量用グルコサミン塩酸塩を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水に溶かし、正確に 20mL とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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。検液及び標準液のグルコサミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式により含量を求める。

D-グルコサミン塩酸塩($C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$)の含量 (%)

$$= \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100$$

ただし、 M_T ：試料の採取量(g)

M_S ：定量用グルコサミン塩酸塩の採取量(g)

操作条件

検出器 示差屈折計

カラム充填剤 $5\mu m$ の液体クロマトグラフィー用アミノ基結合型シリカゲル

カラム管 内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管

カラム温度 試験室温度

移動相 アセトニトリル/水混液(3:1)

流量 グルコサミンの保持時間が約12分になるように調整する。

[試薬・試液]

グルコサミン塩酸塩、定量用 $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$ [66-84-2]

本品は、白～類白色の結晶、結晶性の粉末又は粉末である。

含量 98.0%以上

比旋光度 $[\alpha]_D^{20} = +70 \sim +75^\circ$ (0.1g、水、10mL) ただし、20時間放置後、測定する。

定量法 本品0.4gを精密に量り、水50mL及び硝酸(1→3)5mLを加えて溶かし、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。終点の確認には電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。

0.1mol/L硝酸銀溶液1mL=21.56mg $C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl$

定量用グルコサミン塩酸塩 グルコサミン塩酸塩、定量用を見よ。

4. これまでの検討経緯

平成 30 年 6 月 5 日 第 10 版食品添加物公定書作成検討会（第 1 回）

【新規収載品目】

- ・イソマルトデキストラナーゼ
- ・カキ色素

【改正品目】

- ・エンジュ抽出物（第 6 回 修正案）
- ・*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）（第 11 回 修正案）
- ・高級脂肪酸（カプリン酸）（第 11 回 修正案）
- ・高級脂肪酸（ステアリン酸）（第 11 回 修正案）
- ・高級脂肪酸（パルミチン酸）（第 11 回 修正案）
- ・高級脂肪酸（ベヘニン酸）（第 11 回 修正案）
- ・高級脂肪酸（ミリスチン酸）（第 11 回 修正案）
- ・高級脂肪酸（ラウリン酸）（第 11 回 修正案）
- ・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）（第 11 回 修正案）
- ・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（第 11 回 修正案）

【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（第 11 回 修正案）
- ・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
- ・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

令和3年10月1日 第10版食品添加物公定書作成検討会（第11回）

【新規収載品目】

- ・エレミ樹脂【パブコメ対応】
- ・くん液
- ・精油除去ウイキョウ抽出物
- ・粗製海水塩化カリウム
- ・チャ抽出物（ウーロンチャ抽出物）【パブコメ対応】
- ・トレハロース
- ・生コーヒー豆抽出物

【改正品目等】

- ・成分規格・保存基準各条の前文
- ・カラシ抽出物
- ・L-グルタミン酸マグネシウム
- ・ケイ酸カルシウム（第9回からの継続審議品目）
- ・ケイ酸マグネシウム（第9回からの継続審議品目）
- ・高級脂肪酸
- ・セイヨウワサビ抽出物
- ・ナイシン
- ・ヒドロキシプロピルメチルセルロース
- ・メチルセルロース

【第9版食品添加物公定書改正事項】

一般試験法の設定

- ・残留溶媒試験法

一般試験法の改正

- ・微生物限度試験法

その他

- ・計量器及び参照赤外吸収スペクトルに関連する項目
- ・用途を指定した試薬の名称
- ・9版収載事項及び以後設定された事項_追加

【報告事項】

- ・改正に係る意見募集に寄せられた御意見について（グルコサミン）

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