

参考資料 8  
添加物部会  
令和 5 年 10 月 25 日  
令和 4 年 10 月 31 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13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13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13回）報告書

令和4年10月31日

第10版食品添加物公定書作成検討会

目次

1. 開催日	4
2. 第10版食品添加物公定書作成検討会委員	4
3. 検討結果	4
(1) 食品添加物公定書改正事項について	5
<b>【成分規格・保存基準各条】</b>	5
1. アドバンテーム FA003300	5
2. アナトー色素(ノルビキシン) FA003400	5
3. アナトー色素(ビキシン) FA003500	5
4. L-アルギニンL-グルタミン酸塩 FA005300	6
5. オクタン酸 FA011750	6
6. キシリトール FA016500	6
7. D-キシロース FA016600	6
8. キラヤ抽出物 FA016900	7
9. クエン酸 FA017200	7
10. グリチルリチン酸二ナトリウム FA018800	8
11. グルコサミン FA019050	8
12. くん液 FA021550	8
13. 香辛料抽出物 FA022380	8
14. 酢酸テルピニル FA025300	9
15. サッカリンナトリウム FA026400	9
16. DL-酒石酸 FA030400	9
17. DL-酒石酸ナトリウム FA030800	10
18. ショ糖脂肪酸エステル FA033500	10
19. スクラロース FA034700	10
20. ソルビン酸 FA036200	11
21. チアミン塩酸塩 FA038200	11
22. テルピネオール FA040200	11
23. ナタマイシン FA042800	12
24. ネオテーム FA044400	12
25. プロピレングリコール FA053400	12
26. ポリソルベート 20 FA057300	12
27. ポリソルベート 60 FA057400	12
28. ポリソルベート 65 FA057500	13
29. ポリソルベート 80 FA057600	13
30. ポリビニルピロリドン FA057700	13
31. ポリビニルポリピロリドン FA057800	13
32. メナキノン(抽出物) FA061500	13
33. ユッカフォーム抽出物 FA062000	14
34. 葉酸 FA062100	14
35. L-ラムノース FA063300	14

36. L-リシン FA063500 .....	15
37. D-リボース FA064400 .....	15
38. ルチン (抽出物) FA068120 .....	16
39. ローズマリー抽出物 (水溶性) FA068500 .....	17
<b>【一般試験法】</b> .....	17
1. 滴定終点検出法 G02750 .....	17
<b>【試薬・試液等】</b> .....	19
1. L- $\alpha$ -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル R0004000 .....	19
2. 5 $\alpha$ -コレストラン R0038400 .....	20
3. ジフェノコナゾール、定量用 R0156900 .....	21
<b>【製造基準】</b> .....	22
1. 添加物一般 .....	22

## 第10版食品添加物公定書作成検討会（第13回）

### 1. 開催日

令和4年10月11日～20日（メール審議）

### 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 特別研究員
杉本 直樹	国立医薬品食品衛生研究所 食品添加物部 部長
関谷 史子	日本香料工業会食品香料委員会 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
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

### 3. 検討結果

第12回の第10版食品添加物公定書作成検討会（以下、「検討会」という。）の審議の結果を反映させた「第10版食品添加物公定書原案」を基に、体裁を整備して作成した「第10版食品添加物公定書案（案）」（以下、「第10版案（案）」という。）に対して令和4年8月16日から9月14日まで、広く意見を求めた。第13回検討会では、国民から寄せられた意見等に対する座長判断案を検討会委員に配布し、判断の変更を行うべき箇所が無いか等の確認を依頼した。寄せられた指摘事項を基に作成した修正案について検討会委員に諮り了承を得られたことから、修正事項を反映させた「第10版食品添加物公定書案」を作成した。「第10版案（案）」からの修正箇所等を以下に示す。

(1) 食品添加物公定書改正事項について

【成分規格・保存基準各条】

### 1. アドバンテーム FA003300

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.2%以下 (550℃、3時間)~~

水分 5.0%以下 (0.1g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 0.2%以下 (550℃、3時間)

### 2. アナトー色素(ノルビキシン) FA003400

改正の概要

提出された意見に基づき、不要な記載を削除。

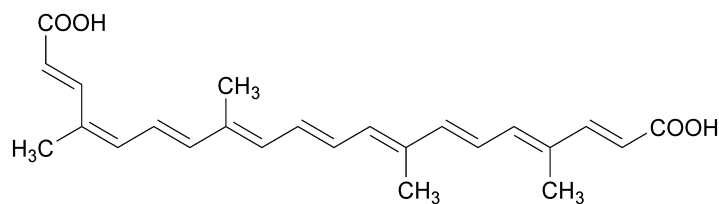
成分規格案（該当部分のみ）

アナトー色素（ノルビキシン）

Annatto Extract (Norbixin)

Norbixin

ノルビキシン



~~ノルビキシン：R=H~~

### 3. アナトー色素(ビキシン) FA003500

改正の概要

提出された意見に基づき、不要な記載を削除。

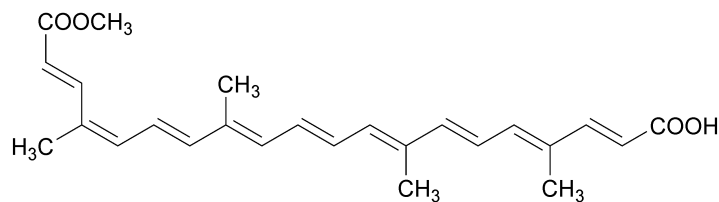
成分規格案（該当部分のみ）

アナトー色素（ビキシン）

Annatto Extract (Bixin)

Bixin

ビキシン



~~ビキシリン: R = CH<sub>3</sub>~~

#### 4. L-アルギニンL-グルタミン酸塩 FA005300

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、記載を修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分~~水分 15.4%以下（0.3 g、容量滴定法、逆滴定）

~~水分~~強熱残分 0.3%以下

#### 5. オクタン酸 FA011750

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.1%以下（10 g、800℃、15 分間）~~

水分 0.4%以下（5 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.1%以下（10 g、800℃、15 分間）

#### 6. キシリトール FA016500

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.1%以下~~

水分 0.50%以下（1 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.1%以下

#### 7. D-キシロース FA016600

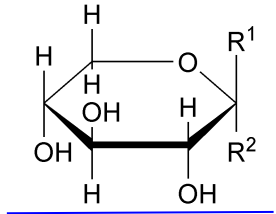
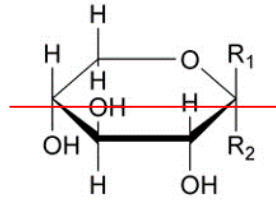
改正の概要

提出された意見に基づき、誤植を修正。

成分規格案（該当部分のみ）

## D-キシロース

~~D-Xylose~~ D-Xylose



$\alpha$ -D-キシロピラノース :  $R^1=H, R^2=OH$

$\alpha$ -D-Xylopyranose

$\beta$ -D-キシロピラノース :  $R^1=OH, R^2=H$

$\beta$ -D-Xylopyranose

$C_5H_{10}O_5$

分子量 150.13

~~D-Xylopyranose~~ D-Xylopyranose [58-86-6]

### 8. キラヤ抽出物 FA016900

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

水分 粉末試料 6.0%以下（1 g、容量滴定法、直接滴定）

乾燥減量 液体試料 50.1～70.0%（1.0 g、105℃、5時間）

強熱残分 10.0%以下（粉末試料 1.0 g 又は液状試料を乾燥したもの 1.0 g）

~~水分~~ 粉末試料 ~~6.0%以下（1 g、容量滴定法、直接滴定）~~

### 9. クエン酸 FA017200

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分~~ ~~0.1%以下~~

水分 結晶物 8.8%以下（0.2 g、容量滴定法、直接滴定）

無水物 0.5%以下（2 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.1%以下



## 10. グリチルリチン酸二ナトリウム FA018800

### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

### 成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 15.0～18.0%（無水物換算）~~

水分 13.0%以下（0.2 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 15.0～18.0%（無水物換算）

## 11. グルコサミン FA019050

### 改正の概要

提出された意見に基づき、誤植を修正。

### 成分規格案（該当部分のみ）

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。

## 12. くん液 FA021550

### 改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

### 成分規格案（該当部分のみ）

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 （リキッドスモークという。） 又は乾留して得られたもの （木酢液という。） 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。

## 13. 香辛料抽出物 FA022380

### 改正の概要

提出された意見に基づき、記載順を修正。

### 成分規格案（該当部分のみ）

香辛料抽出物  
~~スパイス抽出物~~  
Spice Extracts  
スパイス抽出物

#### 14. 酢酸テルピニル FA025300

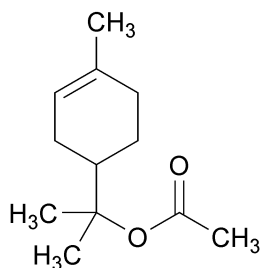
改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

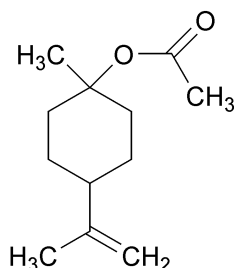
成分規格案（該当部分のみ）

酢酸テルピニル

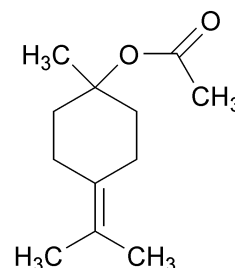
Terpinyl Acetate



酢酸 $\alpha$ -テルピニル  
 [\$\alpha\$ -Terpinyl acetate](#)



酢酸 $\beta$ -テルピニル  
 [\$\beta\$ -Terpinyl acetate](#)



酢酸 $\gamma$ -テルピニル  
 [\$\gamma\$ -Terpinyl acetate](#)

#### 15. サッカリンナトリウム FA026400

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正（和名を太字にした）。

成分規格案（該当部分のみ）

~~サッカリンナトリウム~~

**[サッカリンナトリウム](#)**

Sodium Saccharin

溶性サッカリン

#### 16. DL-酒石酸 FA030400

改正の概要

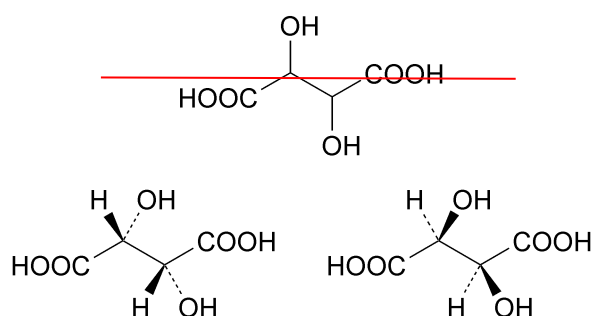
提出された意見に基づき、記載を修正。

成分規格案（該当部分のみ）

DL-酒石酸

DL-Tartaric Acid

*d l*-酒石酸



17. DL-酒石酸ナトリウム FA030800

改正の概要

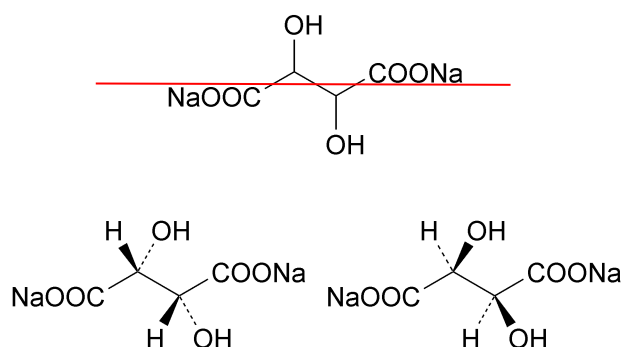
提出された意見に基づき、記載を修正。

成分規格案（該当部分のみ）

DL-酒石酸ナトリウム

Disodium DL-Tartrate

*d l*-酒石酸ナトリウム



18. ショ糖脂肪酸エステル FA033500

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 2.0%以下~~

水分 4.0%以下（0.5 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 2.0%以下

19. スクラロース FA034700

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.7%以下~~

水分 2.0%以下（1 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.7%以下

## 20. ソルビン酸 FA036200

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.2%以下~~

水分 0.50%以下（2 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.2%以下

## 21. チアミン塩酸塩 FA038200

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.2%以下~~

水分 5.0%以下（0.50 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.2%以下

## 22. テルピネオール FA040200

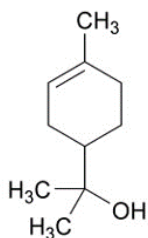
改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

成分規格案（該当部分のみ）

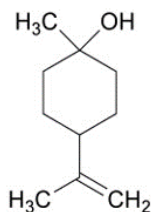
### テルピネオール

Terpineol



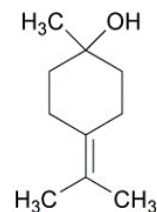
$\alpha$ -テルピネオール

[\$\alpha\$ -Terpineol](#)



$\beta$ -テルピネオール

[\$\beta\$ -Terpineol](#)



$\gamma$ -テルピネオール

[\$\gamma\$ -Terpineol](#)

### 23. ナタマイシン FA042800

#### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.5%以下~~

水分 6.0～9.0%（30mg、電量滴定法）

強熱残分 0.5%以下

### 24. ネオテーム FA044400

#### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.2%以下（1 g、800℃、1時間）~~

水分 5.0%以下（0.25 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.2%以下（1 g、800℃、1時間）

### 25. プロピレングリコール FA053400

#### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.05%以下（10 g）~~

水分 0.2%以下（10 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.05%以下（10 g）

### 26. ポリソルベート 20 FA057300

#### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15分間）~~

水分 3.0%以下（1 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15分間）

### 27. ポリソルベート 60 FA057400

#### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15分間）~~

水分 3.0%以下（1 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15分間）

## 28. ポリソルベート 65 FA057500

### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15 分間）~~

水分 3.0%以下（1 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15 分間）

## 29. ポリソルベート 80 FA057600

### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15 分間）~~

水分 3.0%以下（1 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 0.25%以下（5 g、800℃、15 分間）

## 30. ポリビニルピロリドン FA057700

### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.1%以下（1 g、600±50℃）~~

水分 5.0%以下（0.5 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.1%以下（1 g、600±50℃）

## 31. ポリビニルポリピロリドン FA057800

### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.4%以下~~

水分 6.0%以下（1 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.4%以下

## 32. メナキノン（抽出物） FA061500

### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来に記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.1%以下~~

水分 0.50%以下（0.5 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 0.1%以下

### 33. ユッカフォーム抽出物 FA062000

#### 改正の概要

純度試験：提出された意見に基づき、記載を修正。

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

#### 成分規格案（該当部分のみ）

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

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

~~強熱残分 5.0%以下（無水物換算 2 g）~~

**水分** 液体試料 60%以下（0.1 g、容量滴定法、直接滴定）

粉末試料 8.0%以下（0.1 g、容量滴定法、直接滴定）

強熱残分 5.0%以下（無水物換算 2 g）

### 34. 葉酸 FA062100

#### 改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

#### 成分規格案（該当部分のみ）

~~強熱残分 0.5%以下~~

**水分** 8.5%以下（0.2 g、容量滴定法、逆滴定）

ただし、水分測定用メタノール 20mL の代わりに水分測定用ピリジン 5 mL 及び水分測定用メタノール 20mL を用い、過量の水分測定用試液の一定量を加えた後、逆滴定前に 30 分間かき混ぜる。

強熱残分 0.5%以下

### 35. L-ラムノース FA063300

#### 改正の概要

提出された意見に基づき、不要な記載を削除。

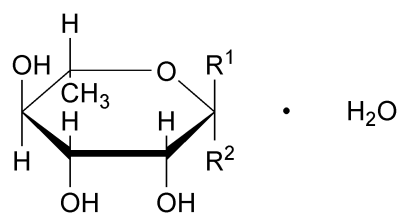
#### 成分規格案（該当部分のみ）

#### L-ラムノース

L-Rhamnose

~~$\alpha$ -L-ラムノピラノース； $\text{R}^1=\text{OH}$ 、 $\text{R}^2=\text{H}$~~

~~$\beta$ -L-ラムノピラノース； $\text{R}^1=\text{H}$ 、 $\text{R}^2=\text{OH}$~~



$\alpha$ -L-ラムノピラノース :  $R^1=OH, R^2=H$

$\alpha$ -L-Rhamnopyranose

$\beta$ -L-ラムノピラノース :  $R^1=H, R^2=OH$

$\beta$ -L-Rhamnopyranose

### 36. L-リシン FA063500

改正の概要

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

成分規格案（該当部分のみ）

**純度試験** (4) 2-プロパノール 0.10%以下（2 g、第1法、装置A）

~~強熱残分 0.2%以下~~

水分 8.0%以下（0.20 g、容量滴定法、逆滴定）

強熱残分 0.2%以下

### 37. D-リボース FA064400

改正の概要

提出された意見に基づき、不要な記載を削除。

水分と強熱残分：提出された意見に基づき、従来の記載順に修正。

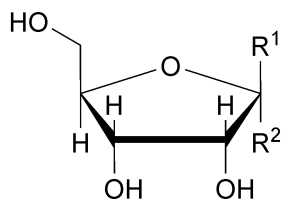
成分規格案（該当部分のみ）

D-リボース

D-Ribose

~~$\alpha$ -D-リボース :  $R^1=H, R^2=OH$~~

~~$\beta$ -D-リボース :  $R^1=OH, R^2=H$~~



$\alpha$ -D-リボース :  $R^1=H, R^2=OH$

$\alpha$ -D-Ribose

$\beta$ -D-リボース :  $R^1=OH, R^2=H$

$\beta$ -D-Ribose

$C_5H_{10}O_5$

分子量 150.13



D-Ribofuranose [50-69-1]

**定義** 本品は、細菌 (*Bacillus pumilus*及び*Bacillus subtilis*に限る。) によるD-グルコースの発酵培養液から分離して得られたものである。成分は、D-リボースである。

**含量** 本品を無水物換算したものは、D-リボース ( $C_5H_{10}O_5$ ) 90.0~102.0%を含む。

**性状** 本品は、白~淡褐色の結晶又は粉末であり、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) 本品の水溶液 (1→20) 2~3滴を沸騰したフェーリング試液 5 mLに加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1→50) は、左旋性である。

**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1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

(3) 他の糖類 定量法を準用して液体クロマトグラフィーを行うとき、検液のD-リボースの保持時間の2倍までに現れるD-リボース以外のピークの合計面積は、全ピークの合計面積の10.0%以下である。

~~強熱残分 1.0%以下~~

水分 5.0%以下 (1 g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 1.0%以下

### 38. ルチン (抽出物) FA068120

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

成分規格案 (該当部分のみ)

ルチン (抽出物)

Rutin (Extract)

~~Azuki Extract~~

~~Enju Extract~~

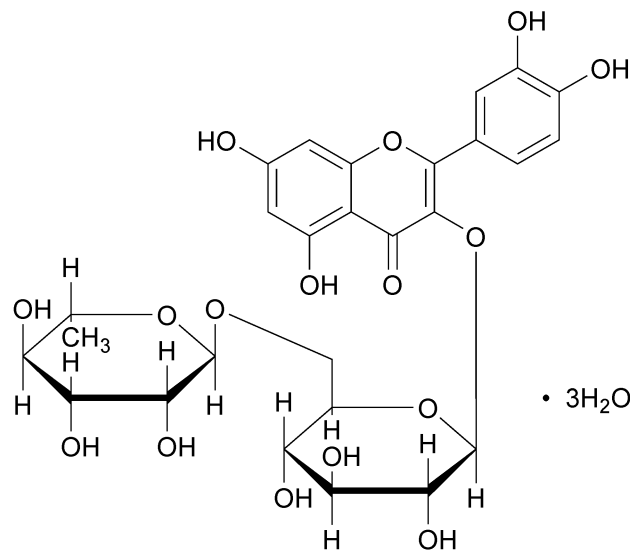
~~Japanese Pagoda Tree Extract~~

~~Buckwheat Extract~~

~~アズキ全草抽出物~~

~~エンジュ抽出物~~

~~ソバ全草抽出物~~



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

分子量 664.56

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

**定義** 本品は、アズキ (*Vigna angularis* (Willd.) Ohwi & H. Ohashi) の全草 ([アズキ全草抽出物という。](#))、エンジュ (*Styphnolobium japonicum* (L.) Schott (*Sophora japonica* L.)) のつぼみ若しくは花 ([エンジュ抽出物という。](#)) 又はソバ (*Fagopyrum esculentum* Moench) の全草 ([ソバ全草抽出物という。](#)) より、水、エタノール又はメタノールで抽出し、溶媒を除去して得られたものである。主成分は、ルチンである。

### 39. ローズマリー抽出物（水溶性） FA068500

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

成分規格案（該当部分のみ）

**含量** 本品は、ロスマリン酸 ( $C_{18}H_{16}O_8$ ) ~~として~~ 5%以上で、その表示量の 80~120%を含む。

#### 【一般試験法】

##### 1. 滴定終点検出法 G02750

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

規格案（該当部分のみ）

##### 2. 電気的終点検出法

###### 2. 1. 電位差滴定法

###### 操作法

成分規格・保存基準各条等に規定する試料を用い、規定された操作法により被滴定液を調製する。電極はあらかじめ各装置の取扱説明に従って水や溶媒等での洗浄や液滴のふきとり等を行い、参照電極及び指示電極あるいは複合電極を滴定槽内の被滴定液中に浸す。被滴定液を穏やかにかき混ぜ、

電位差E (mV) 又は pH の指示が安定した後、かくはんを続けながら滴定液で滴定する。終点の前後では0.1mL 又はそれ以下の容量の滴定液を滴加したときの電位差の変化を測定する。電位差をグラフの縦軸に、滴加量V (mL) を横軸にプロットして滴定曲線を描き、 $\Delta E / \Delta V$ の極大又は極小となる点、又は当量点に相当する起電力差又は pH を与える滴加量Vを求め、これを滴定の終点と~~きを終点とし、そのときの滴加量Vを終点滴加量とする。~~なお、電位差滴定法における空試験は、通例、次の方法による。試料を用いずに成分規格・保存基準各条等のそれぞれで規定された操作法により調製した液を被滴定液として試験を行い、終点を与える点までの滴定液の滴加量（電量滴定の場合は、滴定物質発生に要した電気量又はこれから求めた滴定物質の量）を求め、これを空試験の量（空試験値）とする。ただし、空試験値が非常に小さく、正確に求められないときには、空試験値=0 (mL) とみなすことができる。別に規定するもののほか、滴定の終点は、次のいずれかの方法により求める。

- (1) 作図法 得られた滴定曲線に対し、通例、勾配約  $45^\circ$  の互いに平行な二つの接線を引く。次に、これらの互いに平行な2本の直線から等距離の位置に第3の平行線を引き、滴定曲線との交点を求め、この点より横軸に垂線を下ろしたときの滴加量を読み取り、滴定の終点終点滴加量とする。別に、微分曲線（ $\Delta E / \Delta V$ の滴加量による変化）を求め、その極大又は極小を与える点の滴加量より、~~滴定の終点を求める~~を滴定の終点とし、そのときの滴加量を終点滴加量とすることもできる。
- (2) 自動検出法 自動滴定装置を用いて滴定を行う場合、それぞれの装置の指示に従って、自動的に終点を決定することができる。終点の決定は、電位差の変化率が最大になる点を検出し、これを終点とするか又は~~終点電位をあらかじめ設定しておき、指示電位差が終点電位に達したときの滴加量を滴定の終点~~指示電位差があらかじめ設定した終点電位に達したときを滴定の終点とし、そのときの滴加量を終点滴加量とするか、いずれかの方法による。

## 2. 2. 電流滴定法

### 装置

滴定槽、滴定物質添加装置、検出器、制御装置、記録装置等からなる。滴定槽は滴定を行う容器であり、滴定物質添加装置及び検出器が装着でき、溶液をかき混ぜることができるものとする。滴定物質添加装置は、容量滴定の場合は滴定液を定量的に添加できるビュレット等の装置とし、電量滴定の場合は電気分解によって電気量に比例する量の滴定物質を発生する性能をもつもので、発生電極及び対極で構成する。検出器は、一つの指示電極を用いる電流滴定法の場合には、指示電極、参照電極（及び補助電極）で構成し、二つの指示電極を用いる電流滴定法の場合には、材料及び形状が同じ一对の指示電極で構成する。また、制御装置は、参照電極に対する指示電極の電位又は二つの指示電極間の電位差を制御する装置又は定電圧電源装置等からなり、記録装置は、指示電流を測定する電流計等よりなる。なお、滴定に必要とされる装置及び部品又はデータ処理装置等を組み入れた自動滴定装置を用いることもできる。

### 操作法

成分規格・保存基準各条等に規定する量の試料を用い、規定された操作法により被滴定液を調製した後、あらかじめ水でよく洗った検出用電極を被滴定液中に浸す。次に、電極間の電位差を制御する装置又は定電圧電源装置を用いて測定に適した所定の電圧を加え、滴定液を添加又は滴定物質を発生させて、被滴定液を滴定し、そのときの指示電流を測定する。容量滴定の場合は、終点の前後では0.1mL 又はそれ以下の容量の滴定液を注意深く加える。指示電流をグラフの縦軸に、滴加した滴定液の量（電量滴定の場合は、滴定物質発生に要した電気量又はこれから求めた滴定物質の量）

を横軸にプロットして滴定曲線を描き、通例、滴定曲線の折れ曲がり点（折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点）を与える 滴加量を滴定の終点点を滴定の終点とし、そのときの滴加量を終点滴加量とする。別に規定するもののほか、滴定の終点は、次のいずれかの方法により求める。

(1) 作図法 通例、滴定曲線の折れ曲がりの前後の直線部分を補外して得られる交点を求め、この点の 与える滴加量を滴定の終点を与えるときの滴加量を終点滴加量とする。

(2) 自動検出法 自動滴定装置を用いて滴定を行う場合、それぞれの装置の指示に従って、自動的に終点を決定することができる。終点の決定は、終点電流をあらかじめ設定しておき、指示電流が設定値に達したときの滴加量を滴定の終点とするか、指示電流の変化率の ピークのときの 滴加量を滴定の終点がピークに達したときを滴定の終点とし、そのときの滴加量を終点滴加量とする。

注意：指示薬法及び電気的終点検出法のいずれの終点検出法を用いる場合も、空気中の二酸化炭素又は酸素等の影響がある場合は、滴定槽は蓋付きのものを用い、窒素等の不活性ガス気流中で操作し、空気中の水分の影響がある場合は乾燥筒を取り付ける等して操作し、光によって変化する場合は直射日光を避け、遮光した容器を用いる。

#### 【試薬・試液等】

#### 1. L- $\alpha$ -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル R0004000

##### 改正の概要

提出された意見及び試験データに基づき、融点の項を削除し、代わりにNMR法による確認試験を記載する。

##### 規格案

#### L- $\alpha$ -アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> [22839-65-2]

本品は、白色の結晶性の粉末で、水に溶ける。

含量 83%以上

~~融点 142.0~145.0°C~~

確認試験 本品約 5 mg 及び 1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>約 1 mg をそれぞれ精密に量り、重水素化メタノール 1 mL を加えて溶かす。この液を外径 5 mm の NMR 試料管に入れ、密閉し、次の測定条件でプロトン共鳴周波数 400 MHz 以上の装置を用いて <sup>1</sup>H NMR スペクトルを測定する。  
1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>のシグナルを  $\delta$  0 ppm とするとき、 $\delta$  2.06 ppm 付近に二重の二重線様の 1 水素分のシグナル (S<sub>1</sub>)、 $\delta$  2.20 ppm 付近に二重の二重線様の 1 水素分のシグナル (S<sub>2</sub>)、 $\delta$  2.69 ppm 付近に二重の二重線様の 1 水素分のシグナル (S<sub>3</sub>)、 $\delta$  2.96 ppm 付近に二重の二重線様の 1 水素分のシグナル (S<sub>4</sub>)、 $\delta$  3.47 ppm 付近に単一線の 3 水素分のシグナル (S<sub>5</sub>)、 $\delta$  3.78 ppm 付近に二重の二重線様の 1 水素分のシグナル (S<sub>6</sub>)、 $\delta$  4.49 ppm 付近に二重の二重線様の 1 水素分のシグナル (S<sub>7</sub>)、 $\delta$  6.95~6.99 ppm 付近に多重線の 3 水素分のシグナル (S<sub>8</sub>)、 $\delta$  7.03~7.07 ppm 付近に多重線の 2 水素分のシグナル (S<sub>9</sub>) を認める。

##### 操作条件

デジタル分解能 0.25 Hz 以下

スピニング オフ

<sup>13</sup>C核デカップリング あり

取り込み時間 4 秒以上

観測スペクトル幅 - 5～15ppm を含む 20ppm 以上

パルス角 90°

繰り返しパルス待ち時間 60 秒以上

ダミーキャン 1 回以上

積算回数 8 回以上

測定温度 20～30℃の一定温度

純度試験 他のアミノ酸又はペプチド化合物 本品の溶液（1→1000）を検液とし、検液 2 μLにつき、対照液を用いず、クロロホルム／メタノール／水／酢酸混液（32：15：3：1）を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーを行い、展開溶媒の先端が原線から約10cmの高さに上昇したとき展開を止め、風乾し、80℃で30分間乾燥した後、ニンヒドリン試液を噴霧し、80℃で10分間乾燥して自然光下で観察するとき、一つのスポット以外にスポットを認めない。ただし、薄層板には、薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを担体とし、110℃で1時間乾燥したものを使用する。

定量法 確認試験の操作条件を準用して、<sup>1</sup>HNMRスペクトルを測定する。1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>のシグナルの面積強度を 18.00 としたときの、確認試験で δ 2.06ppm 付近及び δ 3.47ppm 付近に認められたシグナル S<sub>1</sub> 及び S<sub>5</sub> の面積強度の和を I とし、次式により L-α-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステルの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

L-α-アスパルチル-D-フェニルアラニンメチルエステル (C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) の含量 (%)

$$= \frac{M_S \times I \times P}{M_T \times N} \times 1.299$$

M<sub>T</sub> × N

ただし、M<sub>T</sub>: 試料の採取量 (mg)

M<sub>S</sub>: 1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>の採取量 (mg)

N: シグナル S<sub>1</sub> 及び S<sub>5</sub> の水素数の和

P: 1, 4-B TMS B - d<sub>4</sub>の純度 (%)

## 2. 5α-コレスタン R0038400

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

規格案

**5α-コレスタン** C<sub>27</sub>H<sub>48</sub> [481-21-0]

本品は、白～乳白色の粉末である。

含量 97.0%以上

確認試験 本品及びスチグマステロール0.1 g をそれぞれ酢酸エチル100mLに溶かし、検液及び標準液とする。検液及び標準液各 2 μLにつき、「植物性ステロール（遊離体高濃度物品）」の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、スチグマステロールの保持時間に対

する検液の主ピークの相対保持時間は、約0.53である。

融点 77～83℃

定量法 確認試験の検液 2 μLにつき、「植物性ステロール（遊離体高濃度物品）」の定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。各々のピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。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。

### 3. ジフェノコナゾール、定量用 R0156900

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

規格案

ジフェノコナゾール、定量用 (定量用ジフェノコナゾール)  $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$  [119446-68-3]

本品は、白色の結晶性の粉末又は粉末である。

含量 本品は、ジフェノコナゾール ( $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$ ) 97.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数 $1605\text{cm}^{-1}$ 、 $1585\text{cm}^{-1}$ 、 $1507\text{cm}^{-1}$ 、 $1478\text{cm}^{-1}$ 、 $1227\text{cm}^{-1}$ 、 $1048\text{cm}^{-1}$ 、 $848\text{cm}^{-1}$ 及び $679\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

定量法 本品約10mg及び1, 4-B TMS B -  $d_4$ 約1mgをそれぞれ精密に量り、重水素化アセトン1 mLを加えて溶かす。この液を外径5 mmのNMR試料管に入れ、密閉し、次の操作条件でプロトン共鳴周波数400MHz以上の装置を用いて $^1\text{H}$ NMRスペクトルを測定する。1, 4-B TMS B -  $d_4$ のシグナルを $\delta$  0 ppmとし、 $\delta$  7.33～7.35ppm及び $\delta$  7.48～7.53ppm付近のシグナルの面積強度をそれぞれ $A_1$  (水素数1に相当) 及び $A_2$  (水素数1に相当) とするとき、 $A_1/A_2$ が1.0となることを確認する。1, 4-B TMS B -  $d_4$ のシグナルの面積強度を18.00としたときの $A_1$ 及び $A_2$ の和を $I$ とし、水素数の和を $N$ 、1, 4-B TMS B -  $d_4$ の純度を $P$  (%) とし、次式によりジフェノコナゾールの含量を求める。ただし、本品由来のシグナルに明らかな夾雑物のシグナルが重なる場合には、そのシグナルの面積強度及び水素数は定量に用いない。

$$\begin{aligned} & \text{ジフェノコナゾール } (C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3) \text{ の含量 (\%)} \\ & = \{ 1, 4\text{-B TMS B - } d_4 \text{ の採取量 (mg)} \times I \times P \} / \{ \text{試料の採取量 (mg)} \times N \} \times 1.794 \end{aligned}$$

操作条件

デジタル分解能 0.25Hz以下

スピニング オフ

$^{13}\text{C}$ 核デカップリング あり

取り込み時間 4秒以上

観測スペクトル幅 - 5～15ppmを含む20ppm以上

パルス角 90°  
繰り返しパルス待ち時間 64秒以上  
ダミースキャン 2回以上  
積算回数 32回以上  
測定温度 20～30℃の一定温度

#### 【製造基準】

##### 1. 添加物一般

改正の概要

提出された意見に基づき、記載を修正。

規格案（該当部分のみ）

##### 添加物一般

1. 添加物を製造し、又は加工する場合には、その製造又は加工に必要不可欠な場合以外には、酸性白土、カオリン、ベントナイト、タルク、ケイソウ土、二酸化ケイ素、炭酸マグネシウム、パーライト、花こう斑岩、活性白土、クリストバル石、ゼオライト又はひる石を使用してはならない。

(以下略)