

過酢酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、オクタン酸の食品添加物の 指定及びこれらを含む製剤に係る規格基準の設定等に関する部会報告書 (案)

今般の添加物としての新規指定及び規格基準の設定については、事業者より指定等の要請がなされたことに伴い、食品安全委員会において食品健康影響評価がなされたことを踏まえ、添加物部会において審議を行い、以下の報告を取りまとめるものである。

1. 品目名

(1) 過酢酸

和名：過酢酸

英名：Peracetic acid

化学名：Peracetic acid

CAS 番号：79-21-0

INS 番号：なし

(2) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 (HEDP)

和名：1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 (別名：エチドロン酸)

英名：1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic acid

(別名：Etidronic acid、HEDP)

化学名：1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic acid

CAS 番号：2809-21-4

INS 番号：なし

(3) オクタン酸

和名：オクタン酸 (別名：カプリル酸)

英名：Octanoic acid (別名：Caprylic acid)

化学名：Octanoic acid

CAS 番号：124-07-2

INS 番号：なし

(4) 過酢酸製剤

和名：過酢酸製剤

英名：Peracetic acid formulation (別名：Peracetic acid solutions)

化学名：特定しない

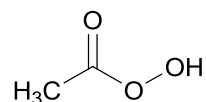
CAS 番号：なし

INS 番号：なし

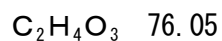
2. 構造式、分子式及び分子量

(1) 過酢酸

構造式：

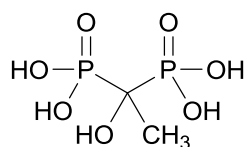


分子式及び分子量：



(2) HEDP

構造式：

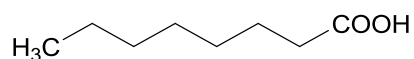


分子式及び分子量：

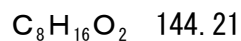


(3) オクタン酸

構造式：



分子式及び分子量：



(4) 過酢酸製剤

過酢酸製剤は複数の成分から構成される製剤であるため、構造式、分子式、分子量を特定することはできない。

3. 用途

過酢酸製剤は、過酢酸、酢酸、過酸化水素及び HEDP を含む混合水溶液であり、殺菌料として用いられる。また、オクタン酸を含む場合があり、その場合、過オクタン酸が

生成される場合がある。過酢酸製剤における各成分の用途は以下のとおり。

過酢酸：殺菌料

HEDP：キレート剤

オクタン酸：界面活性剤、被膜剤

4. 概要及び諸外国での使用状況

(1) 概要

①過酢酸及び過酢酸製剤

過酢酸は、無色透明な液体で刺激性的な酢酸臭があり、酸性触媒の存在下で酢酸と過酸化水素から生成されるが、酢酸、過酸化水素及び水との平衡状態で存在する。我が国では、ペットボトル、プラスチックキャップの殺菌に使用されているほか、過酢酸を有効成分とする消毒液が医薬品として承認されており、医療機器の消毒等に使用が認められている。

なお、今般の指定等の要請は、過酢酸を主成分とする製剤を食品の表面殺菌に使用するため、過酢酸製剤に含まれる過酢酸等の3物質の新規指定及び同製剤の規格基準の設定を要請されたものである。

FAO/WHO 合同添加物専門家会議（JECFA）では、2004年の第63回会合において、酢酸、過酢酸、過酸化水素、オクタン酸、過オクタン酸及びHEDPを含む過酢酸製剤について、食品添加物ではなく、加工助剤として評価を実施しており、過酢酸製剤に含まれる過酢酸、過オクタン酸及び過酸化水素については、食品中で速やかに水、酸素、酢酸又はオクタン酸に分解されるとし、酢酸とオクタン酸については、残留する量は僅かであり、安全に懸念をもたらすものではないとしている。

また、HEDPについては、無毒性量（NOAEL）を50 mg/kg 体重/日とし、パジェット病治療薬としてヒトに使用される量（5 mg/kg 体重/日）が過酢酸製剤を使用した食品からの摂取量（0.004 mg/kg 体重/日）の1000倍以上の量であることに基づき、安全に懸念をもたらすものではないとしている。

コーデックス委員会では、加工助剤は食品添加物に分類されないため、コーデックス食品添加物部会（CCFA）が作成する添加物の使用基準（食品に関するコーデックス一般規格（GSFA¹））に規格は設定されていない。

②HEDP

¹ コーデックスにおける食品添加物の最も基本的な規格。食品添加物の使用に関する一般原則（食品添加物の安全性、使用の妥当性、適正製造規範（GMP）の考え方等）、食品へのキャリーオーバー（食品の原材料の製造等に使用された食品添加物が食品中に存在すること）の考え方等のほか、生鮮食品及び加工食品を階層的に分類した「食品分類システム」や、個別の食品添加物について、使用が認められている食品分類ごとに食品中の最大濃度を規定した「食品添加物条項」等から構成されている。

淡黄色の透明な液体である。我が国では、HEDP のナトリウム塩である「エチドロン酸二ナトリウム」が骨粗鬆症、骨パジェット病等の治療薬の有効成分として医薬品として使用が認められている。

JECFA では、前記のとおり、過酢酸製剤に含まれる HEDP について、NOAEL を 50mg/kg 体重/日とし、パジェット病治療薬としてヒトに使用される量（5mg/kg 体重/日）が過酢酸製剤を使用した食品からの摂取量（0.004mg/kg 体重/日）の 1000 倍以上の量であることに基づき、安全性に懸念をもたらすものではないとしている。

コーデックス委員会では、食品添加物に分類されておらず、使用制限は規定されていない。

③オクタン酸

無色で油状の物質で、わずかににおいがある。飽和脂肪酸であり、哺乳類の乳脂肪、ココナッツ油及びパーム油に含まれている。我が国では、香料（脂肪酸類）として使用が認められているほか、既存添加物「高級脂肪酸」の成分として含まれている場合がある。

JECFA では、1999 年の第 49 回会合において、香料として評価されており、安全性に懸念はないとされている。また、2004 年の第 63 回会合において、過酢酸製剤に含まれるオクタン酸の食品中に残留する量は僅かであり、安全に懸念をもたらすものではないとしている。

（２）諸外国での使用状況

①過酢酸及び過酢酸製剤

欧州連合（EU）では、添加物としての使用は確認されていない。

米国では、過酢酸製剤は、過酢酸、オクタン酸、酢酸、過酸化水素、過オクタン酸、HEDP の混合剤と定義され、一定の使用基準の下で野菜、果実、食肉、食鳥肉等の殺菌の目的で使用が認められている。また、個別製品ごとに FDA への届出・評価を経た上で使用が認められる制度（Food Contact substance Notification (FCN)）に基づき、上記使用基準に適合しない製剤であっても、複数の製品の使用が認められている。

オーストラリア及びニュージーランドでは、食品添加物ではなく加工助剤として野菜、果実、食肉、食鳥肉等への殺菌の目的で使用が認められている。

②HEDP

EU では、添加物としての使用は確認されていない。

米国、オーストラリア及びニュージーランドでは、過酢酸製剤の成分として以外に食品添加物としてその使用は認められていない。

③オクタン酸

EUでは、食品添加物としての食品全般に必要量での使用が認められている。

米国では、過酢酸製剤の成分としてのほか、一般に安全であると認められる物質（GRAS 物質）として、パンに 0.013%、チーズに 0.04%、油脂に 0.05%の最大使用量での使用が認められているほか、乳製品等に必要量での使用が認められている。

オーストラリア及びニュージーランドでは、過酢酸製剤の成分として以外に食品添加物としてその使用は認められていない。

5. 食品添加物としての有効性

過酢酸製剤の有効性並びに同製剤に含まれる過酢酸、酢酸、過酸化水素、HEDP 及びオクタン酸の有効性について記載する。

（1）過酢酸製剤

過酢酸製剤は、常在一般生菌のほか、病原菌であるサルモネラ属菌（*Salmonella* sp.）、リステリア・モノサイトゲネス（*L. monocytogenes*）、腸管出血性大腸菌 0157:H7（*E. coli* 0157:H7）など広範な微生物の殺菌に有効である。

JECFA において 2004 年の第 63 回会合で取りまとめられた、過酢酸製剤の 4 種類の殺菌溶液（溶液 A～溶液 D）に関する殺菌効果の概要について表 I-1、それぞれの溶液の組成を表 I-2、殺菌効果の詳細を、表 I-3～表 I-8 に示す。

（2）過酢酸、酢酸及び過酸化水素

過酢酸は、殺菌効果の主たる成分であり、酢酸、過酸化水素及び水との平衡状態で存在する。水溶液では比較的安定であるが、自然に、又は重金属（銅、鉄、クロム）の存在下で、酢酸と酸素に分解、又は、加水分解して、酢酸と過酸化水素に分解される。

過酢酸そのものは、低濃度、室温で迅速な殺菌効果があり、分解物に毒性がなく、環境汚染がなく、カタラーゼで分解されず、効果が持続することが利点とされている。殺菌効果は、食品と接触することで分解反応が促進され、分解により生成する酸素、酸素ラジカルが病原菌における細胞内酵素の SH 基結合などの破壊、細胞膜リポ蛋白機能の破壊、細胞内 DNA 塩基の酸化による細胞死、などによるものと考えられている。

酢酸及び過酸化水素は過酢酸を生成する成分であり、酢酸は pH 調整の効果もある。食品の殺菌に使用される過酢酸製剤に含まれる過酸化水素の殺菌効果は大きくない

と考えられている。また、過酸化水素は、食品中の有機物、金属イオン、カタラーゼなどにより、酸素と水に分解され、有害な副生成物は生じない。

(3) HEDP

HEDP に殺菌作用はないが、過酢酸製剤中の過酢酸及び過酸化水素の分解を触媒する金属イオン（カルシウム、鉄など）とキレート結合する作用があり、同製剤中の過酢酸を安定化させる効果がある。

(4) オクタン酸

オクタン酸は直鎖脂肪酸であり、食品の油脂成分と親和性があり、食品の疎水表面の張力を減少させ、オクタン酸を配合した過酢酸製剤での過酢酸が食品表面への接触を助ける働きがある。

表 I - 1 過酢酸製剤の殺菌効果

溶液の種類	対象食品	殺菌効果の概要
溶液 A (鶏肉用)	鶏肉 (枝肉)	浸漬処理、噴霧処理、浸漬＋噴霧処理の 3 種類の方法において、一般生菌数、大腸菌、大腸菌群に対して、溶液 A の効果が確認された (表 I - 3)。
	鶏肉 (枝肉、手羽、レバー)	播種したリステリア・モノサイトゲネス、サルモネラ・チフィウム、腸管出血性大腸菌 0157:H7 に対して、溶液 A の効果が確認された (表 I - 4)。
溶液 B (牛肉用)	牛肉	噴霧処理において、一般生菌数、大腸菌、大腸菌群に対して、溶液 B の効果が確認された (表 I - 5)。
		播種したリステリア・モノサイトゲネス、サルモネラ・チフィウム、大腸菌に対して、溶液 B の効果が確認された (表 I - 6)。
溶液 C (生鮮及び加工野菜・果物用)	野菜	野菜を洗浄した後の水を溶液 C で処理したところ、未処理水と比較して、処理水で効果が確認された (表 I - 7)。
溶液 D (加工野菜・果物用)	野菜 (トマト)	トマト表面に播種したリステリア・モノサイトゲネス、サルモネラ属菌の一種、腸管出血性大腸菌 0157:H7 に対して、溶液 D で効果が確認された (表 I - 8)。
	野菜 (チェリートマト)	リステリア・モノサイトゲネス、サルモネラ属菌の一種 (<i>S. javiana</i>)、腸管出血性大腸菌 0157:H7 を播種したチェリートマトと播種していないチェリートマトを水又は溶液 D に浸漬した後、非播種のチェリートマトの菌数を比較したところ、全ての病原菌について、溶液 D で処理したものは $\log_{10}2$ より大きい減少が見られた。

表 I-2 溶液 A～D の成分組成

成分	平衡状態における溶液中の 各成分の比率 (%) ※1				希釈後の溶液中の各成分の 最大濃度 (mg/kg) ※2			
	溶液 A	溶液 B	溶液 C	溶液 D	溶液 A	溶液 B	溶液 C	溶液 D
過酢酸	12	12.2	15.0	12.0	213 ^{※3}	220 ^{※3}	80	80
酢酸	40.6	49.4	32.0	42.0	985	2000	208 ^{※4}	NS
過酸化水素	6.2	4.5	11.1	4.0	110	150	59	59
HEDP	0.6	0.6	0.9	0.6	13	13	4.8 ^{※4}	4.8
オクタン酸	3.2	8.8	0.0	10.0	74	300	0	NS
過オクタン酸	0.8	1.4	0.0	3.4	14 ^{※3}	25 ^{※3}	0	NS
水	36.6	23.1	41.0	28.0	—	—	—	—

NS: 未記載

※1: 製造後 7～13 日後に平衡状態に到達するが、その期間は溶液の保存温度に依存する。

※2: 溶液 A と溶液 B は、過オキシ酸類の濃度が 200 mg/kg になるように希釈される。溶液 C と溶液 D は、過オキシ酸類の量が 40 mg/kg になるよう希釈される。

※3: 過オキシ酸類を過酢酸に換算した濃度

※4: 理論値 (分析に基づいたものではない。)

表 I-3 鶏肉 (枝肉) に対して水又は溶液 A で処理した場合の微生物減少量
(平均 log₁₀ 減少)

処理 方法	一般生菌数			大腸菌 (<i>E. coli</i>)			大腸菌群 (Coliforms)		
	水	溶液 A	減少※	水	溶液 A	減少※	水	溶液 A	減少※
浸漬	0.53	1.21	0.68	0.56	1.37	0.81	0.6	1.27	0.67
噴霧	0.46	0.62	0.16	0.46	0.84	0.38	0.33	0.64	0.31
浸漬＋ 噴霧	0.84	1.33	0.49	0.85	1.44	0.59	0.78	1.31	0.53

※水に対する溶液 A の相対 log₁₀ 減少

表 I- 4 鶏肉（枝肉、手羽、 レバー）に播種した病原菌に対して溶液 A で処理した場合の微生物減少量（平均 $\log_{10}$ reduction）

菌種	減少量
リステリア・モノサイトゲネス (<i>L. monocytogenes</i>)	1.13~2.11
サルモネラ・チフィムリウム (<i>S. typhimurium</i>)	0.32~0.75
腸管出血性大腸菌 0157 :H7 (<i>E. coli</i> 0157: H7)	0.82~3.17

表 I- 5 牛枝肉を溶液 B で処理した場合の形成されたコロニー数(CFU/cm²)の対数減少値※

菌種	処理直後	最終検査
一般生菌数、大腸菌、 大腸菌群	0.434 (SD 1.083) ~ 1.05 (SD 0.495)	0.246 (SD 1.221) ~ 0.573 (SD 0.567)

※3 回（10、30、128 検体）の試験結果

SD : 標準偏差

表 I- 6 牛肉に播種した病原菌に対して、水又は溶液 B で処理した場合の微生物減少量（平均 $\log_{10}$ reduction）

菌種	水	溶液 B	減少※
リステリア・モノサイトゲネス (<i>L. monocytogenes</i>)	0.7	1.22	0.52
サルモネラ・チフィムリウム (<i>S. typhimurium</i>)	0.32	1.62	1.3
大腸菌 (<i>E. coli</i>)	0.4	1.48	1.08

※水に対する溶液 B の相対 $\log_{10}$ 減少

表 I- 7 未処理水に対する溶液 C 処理水中の微生物減少量（平均 $\log_{10}$ reduction）

残留過酢酸 (mg/kg)	減少
<3	≤2
10-30	2-4
40-50	5-6

表 I- 8 トマトに播種した病原菌に対して、水又は溶液 D で処理した場合の微生物減少量
(トマト表面の菌数 ($\log_{10}$ CFU))

菌種	水	溶液 D	減少※
リステリア・モノサイトゲネス (<i>L. monocytogenes</i>)	4.73	0.00	4.73
サルモネラ属菌の一種 (<i>S. javiana</i>)	2.62	0.00	2.62
腸管出血性大腸菌 0157:H7 (<i>E. coli</i> 0157:H7)	5.00	0.87	4.13

※水に対する溶液 D の相対 $\log_{10}$ 減少

過酢酸製剤の各種微生物に対する殺菌効果に関する国内研究結果例を表 I- 9 に示す。同研究では過酢酸製剤 (0.3%過酢酸) の細菌類、抗酸菌、真菌及びウイルスに対する効果を 2%グルタルアルデヒド (医療機器、機器の殺菌に使用される。) を対照として検討された。過酢酸製剤は、細菌類では芽胞型の細菌を除き 15 秒以内で死滅するが、芽胞型の細菌 (*Bacillus subtilis*, IF0 3134) では 1 分であった。過酢酸製剤はグルタルアルデヒドに比べ、芽胞型細菌及び抗酸菌に対する効果が優れている。

表 I- 9 過酢酸 (過酢酸製剤) の抗微生物活性

	供試微生物	殺菌時間	
		0.3% 過酢酸	2%グルタルアルデヒド
細菌類	MRSA (MIC to methicillin:1600 μ g/mL)	<15 秒	<15 秒
	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> IF0 13275	<15 秒	<15 秒
	<i>Bacillus subtilis</i> IF0 3134	1 分	2.5 分
抗酸菌	<i>Mycobacterium tuberculosis</i> H37Rv	1 分 (30 秒で±)	10 分 (5 分で±)
	<i>Mycobacterium intracellulare</i> ATCC 13950	30 秒	2.5 分
	<i>Mycobacterium kansasii</i> ATCC 25414	15 秒	1 分 (30 秒で±)
真 菌	<i>Aspergillus niger</i> IF0 9455	<5 分	<5 分
	<i>Candida albicans</i> IF0 1594	<5 分	<5 分
	<i>Trichophyton mentagrophytes</i> IF032412	<5 分	<5 分
ウ イ ル ス	<i>Adeno virus type 5</i>	2.5 分	2.5 分
	<i>Herpes Simple virus type 1</i>	2.5 分	2.5 分
	<i>Polio virus type 3</i>	5 分	5 分で±

使用温度 : 25°C、 ± : まれに殺菌されない

表 I - 10 市販されている果物と野菜の殺菌料の長所と短所

殺菌料	使用水準	長所	短所
塩素	50-200 ppm	・ 簡便 ・ 安価 ・ すべての微生物に対して効果的 ・ 硬水によって影響されない ・ FDA 認可	・ 有機物によって分解 ・ 反応生成物が有害 ・ 金属の腐敗性 ・ 皮膚刺激性 ・ pH 依存性活性 ・ 細菌数減少に限界がある ($10^1 \sim 10^2$ の減少のみ)
オゾン	0.1-2.5 ppm	・ 塩素よりもっと強力な抗微生物効果 ・ 塩素系反応生成物がない ・ 経済的 ・ pH 依存的な活性ではない	・ 現場で生成が必要 ・ 良好な換気が必要 ・ 高い濃度で植物も有害 ・ 金属腐敗性 ・ 濃度測定が困難 ・ 塩素より初期費用が高い ・ 残留効果がない
二酸化塩素	1-5 ppm	・ 塩素よりもっと強力な抗微生物効果 ・ pH 依存的な活性ではない ・ 塩素より塩素系反応生成物が少ない ・ 生物膜に対して効果的 ・ FDA 認可 ・ 残留性抗菌作用	・ 現場で生成が必須 ・ 高い濃度で爆発性 ・ FDA ではカット果実や野菜では許可されていない ・ 細菌数減少に限界がある ($10^1 \sim 10^2$ の減少のみ) ・ 高い濃度で人体に有害で、爆発性があるため、生成を調整するためのシステム構築が高価
過酢酸	80 ppm 以下	・ 広範囲な抗微生物効果 ・ pH の調整必要なし ・ 土壌との低反応性 ・ 生物膜に対して効果的 ・ FDA 認可 ・ 有害分解物なし ・ 安全な濃度で利用可能 ・ 濃度測定は容易	・ 細菌数減少に限界がある ($10^1 \sim 10^2$ の減少のみ) ・ 強い酸化性のため、濃縮溶液は扱いに危険性の可能性がある (濃縮溶液は販売されていない)

Microbiology of Fruits and Vegetables, p379, Edited by Gerald M. Sapers et al.

Taylor & Francis, 2006 をもとに作成

薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会(平成 25 年 4 月 3 日)資料 2 より抜粋

6. 食品安全委員会における評価状況

食品添加物としての指定及び規格基準の設定のため、食品安全基本法（平成 15 年法律第 48 号）第 24 条第 1 項第 1 号の規定に基づき、平成 25 年 11 月 20 日付け厚生労働省発食安 1120 第 3 号により食品安全委員会の意見を求めた過酢酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸（HEDP）、オクタン酸及びこれらを含む製剤に係る食品健康影響評価については、平成 27 年 5 月 12 日に開催された食品安全委員会で添加物専門調査会における審議結果（案）が報告され、公表されている。

【食品健康影響評価（添加物評価書（案）抜粋）】

本専門調査会としては、添加物製剤「過酢酸製剤」に関する安全性に係る知見が体内動態、毒性ともに認められなかったこと及び添加物製剤「過酢酸製剤」が、添加物「過酢酸」、添加物「1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸」、添加物「オクタン酸」、添加物「酢酸」及び添加物「過酸化水素」による混合製剤であることから、それらの成分のうち過酢酸、HEDP、オクタン酸及び過酸化水素の安全性に係る知見を検討した。

また、添加物製剤「過酢酸製剤」の定義において、「オクタン酸の含有により、過オクタン酸が生成される場合がある。」とされていることから、過オクタン酸に関する安全性に係る知見についても検討した。

なお、添加物「酢酸」については、添加物「酢酸カルシウム」及び添加物「酸化カルシウム」の評価書（2013）において酢酸の安全性に係る知見が検討されており、体内動態、毒性ともに添加物「酢酸」の安全性に懸念を生じさせる知見は認められず、これ以降、体内動態、毒性ともに添加物「酢酸」の安全性に懸念を生じさせる知見は認められていない。そのため、本評価書案では、添加物「酢酸」の体内動態及び毒性に係る知見の検討は行わず、さらに、酢酸は食事経路で既に摂取されている量が相当多いことも踏まえ、添加物「酢酸」については、添加物として適切に使用される場合、安全性に懸念がないと考えられ、ADI を特定する必要はないと判断した。

本専門調査会としては、これらの知見を踏まえ、総合的に添加物製剤「過酢酸製剤」の安全性に関する評価を行うこととした。

1. 過酢酸、過オクタン酸

(1) 過酢酸

過酢酸の安定性は、JECFA 及び FSANZ によれば、食品中で速やかに水、酸素及び酢酸に分解され、その半減期は数分とされている。

過酢酸の体内動態に係る知見を検討した結果、熱及び金属イオン存在下で、速やかに酢酸、過酸化水素及び酸素に分解され、血液循環への移行も少ないと考えられた。また、食品表面において、過酢酸は主に酢酸、過酸化水素及び酸素に分解されると考えられた。一方、仮に食品表面に過酢酸が残留し、ヒトが摂取したとしても、口腔内で分解され、さらに消化管内に入ったとしても、pH の低い胃内では安定であるが、腸管内や細胞内では非酵素的に分解されると考えられた。

本専門調査会としては、過酢酸について生体にとって特段問題となるような遺伝毒性はないと考えた。

本専門調査会としては、過酢酸について急性毒性、反復投与毒性及び生殖発生毒性の試験成績を検討した結果、過酢酸に胃粘膜刺激性があるとは認められず、ラット 13 週間強制経口投与試験において少なくとも 0.25 mg/kg 体重/日（過酢酸として）では毒性影響が認められなかったと考えた。また、発がん性について判断できる知見は認められなかった。

本専門調査会としては、添加物「過酢酸」及び過オクタン酸の我が国における推定一日摂取量を 0.105 mg/人/日（0.0019 mg/kg 体重/日）と判断しているものの、推定一日摂取量の値は残留試験における検出限界値から算出したものであり、食肉及び食鳥肉は、加工又は調理等により加熱工程を経ることが多く、野菜及び果実においても、調理等により加工過程を経るものもあることから、過酢酸の安定性及び体内動態のメカニズムを考慮すれば、実際の摂取量は、上述の推定一日摂取量よりも相当低い値であると考えた。

したがって、本専門調査会としては、過酢酸の安定性、体内動態のメカニズム、各種毒性試験における結果及び実際の摂取量を考慮するとともに、分解物である酢酸については食品由来の摂取量が多く、ADI を特定する必要はないと考えていることから、添加物「過酢酸」が添加物として適切に使用される場合、安全性に懸念がないと考えられ、ADI を特定する必要はないと判断した。なお、同じく分

解物である過酸化水素については、後述（p16）する。

（２）過オクタン酸

過オクタン酸については、FDA（2000）が、過酢酸と過オクタン酸の毒性を過酸として総合的に考えていることを踏まえ、本専門調査会としては、過酢酸を被験物質とした試験成績を評価することで、過酢酸及び過オクタン酸を併せた総合的な評価が可能と判断した。添加物製剤「過酢酸製剤」の定義において、「オクタン酸の含有により、過オクタン酸が生成される場合がある。」とされており、JECFA（2006）によれば、使用時の過酢酸製剤中の濃度は、過酢酸が 213～220 ppm であるのに対し、過オクタン酸は 14～25 ppm であるとされていることから、その量には 10 倍程度の差があり、過オクタン酸の摂取量は実質的には過酢酸よりも少ないと考えられ、添加物「過酢酸製剤」が添加物として適切に使用される場合、過オクタン酸に関する安全性に懸念はないと判断した。

2. HEDP

HEDP の体内動態に係る知見を検討した結果、経口投与における吸収率が低いと考えられ、一部の吸収されたものについては、尿中及び糞中に排泄されるほか、骨に分布すると考えられた。

本専門調査会としては、HEDP について生体にとって特段問題となるような遺伝毒性はないと考えた。

本専門調査会としては、HEDP について急性毒性、反復投与毒性及び生殖発生毒性及びアレルギー性の試験成績を検討した結果、イヌ 52 週間混餌投与試験から、1.3 mg/kg 体重/日（HEDP として）を HEDP の NOAEL と判断した。

本専門調査会としては、HEDP について発がん性の懸念はないものと判断した。

また、ヒトにおける知見を検討した結果、HEDP・2Na を有効成分とする医薬品による副作用は医薬品としての用法・用量（200～1,000 mg/人/日）に基づき使用した場合に認められるものであり、食品添加物としての少量の摂取に係る安全性の懸念は認められないと判断した。

本専門調査会としては、添加物「HEDP」の我が国における推定一日摂取量

(0.0014 mg/kg 体重/日)を勘案すると、HEDPのADIを特定することが必要と判断した。本専門調査会としては、イヌ 52 週間混餌投与試験から得られた NOAEL 1.3 mg/kg 体重/日 (HEDP として)を根拠とし、安全係数 100 で除した 0.013 mg/kg 体重/日を HEDP のADIとした。

なお、我が国において、HEDP・2Na については、骨粗鬆症等の治療を目的とした医薬品として承認されており、200～1,000 mg/人/日の用量で使用されている。

3. オクタン酸

オクタン酸の体内動態に係る知見を検討した結果、ほとんどが吸収され、一部は代謝されるが、残りの大半は遊離脂肪酸として存在すると考えられ、一部は脂肪組織へ取り込まれると考えられた。

本専門調査会としては、オクタン酸について生体にとって特段問題となるような遺伝毒性はないと考えた。

本専門調査会としては、ヒトにおける知見を検討した結果、オクタン酸を含むトリアシルグリセロールを摂取した場合、一時的に嘔気、腹部膨満感が認められたものの、食品添加物としての少量の摂取に係る安全性の懸念は認められないと判断した。

本専門調査会としては、オクタン酸について急性毒性、反復投与毒性、生殖発生毒性の試験成績を検討した結果、オクタン酸を投与した試験からは NOAEL を判断することが可能な知見が認められなかったものの、オクタン酸を 23.2%含むトリアシルグリセロールを投与したラット 91 日間混餌投与試験から、トリアシルグリセロールの NOAEL について、最高用量である 15,000 mg/kg 体重/日 (雄で 13,200 mg/kg 体重/日、雌で 14,600 mg/kg 体重/日 (トリアシルグリセロールとして))と判断した。また、オクタン酸の発がん性について判断する知見は認められなかった。

本専門調査会としては、添加物由来のオクタン酸の我が国における推定一日摂取量は 3.11 mg/人/日 (0.056 mg/kg 体重/日)と判断した。一方、指定等要請者によれば、我が国における食事成分由来のオクタン酸の摂取量は男性、女性平均で 123 mg/人/日とされている。

本専門調査会としては、オクタン酸を投与した試験からは NOAEL を判断することが可能な知見が認められなかったものの、オクタン酸を 23.2%含むトリアシルグリセロールを投与したラット 91 日間混餌投与試験から、トリアシルグリセロールの NOAEL について、最高用量である 15,000 mg/kg 体重/日（雄で 13,200 mg/kg 体重/日、雌で 14,600 mg/kg 体重/日（トリアシルグリセロールとして））が得られていること、また、食事成分由来のオクタン酸の摂取量は、添加物由来の推定一日摂取量を大きく上回るものであることも考慮すれば、添加物「オクタン酸」が添加物として適切に使用される場合、安全性に懸念がないと考えられ、ADI を特定する必要はないと判断した。

4. 過酸化水素

過酸化水素の安定性は、JECFA 及び FSANZ によれば、食品中で速やかに水及び酸素に分解され、その半減期は数分とされている。

過酸化水素の体内動態に係る知見を検討した結果、カタラーゼ等の酵素により速やかに代謝され、また、熱及び金属イオン存在下等で分解されることで、水及び酸素となると考えられた。また、食品表面においても、前述のメカニズムにより、過酸化水素は水及び酸素に分解される場合が多いと考えられた。なお、カタラーゼ活性については、種差及び個体差が知られており、ヒトにおける無カタラーゼ血症等の症例も報告されている。一方、仮に食品表面に過酸化水素が残留し、ヒトが摂取したとしても、口腔内で分解されると考えられた。

本専門調査会としては、過酸化水素は代謝を受けていない形態では遺伝毒性を示すものの、適切に使用された添加物「過酸化水素」としてヒトが摂取するに当たっては、代謝、分解を受けるため、生体にとって特段問題となるような遺伝毒性の懸念はないと考えた。

本専門調査会としては、過酸化水素について急性毒性、反復投与毒性及び生殖発生毒性の試験成績を検討した結果、ラット最長 100 日間強制経口投与試験から、30 mg/kg 体重/日を過酸化水素の NOAEL と判断した。

本専門調査会としては、現在得られている試験結果からは、過酸化水素について発がん性の有無を判断することはできないものの、ラット 18 か月間飲水投与試験において発がん性が認められなかったことに留意するとともに、低カタラーゼ

活性マウスでの十二指腸癌の発生については、カタラーゼ活性の低下していないヒトに外挿することは適切でなく、カタラーゼ活性の低下していないヒトにおいて発がん性の懸念は認められないと考えた。

本専門調査会としては、添加物「過酸化水素」の我が国における推定一日摂取量を 0.105 mg/人/日 (0.0019 mg/kg 体重/日) と判断しているものの、推定一日摂取量の値は残留試験における検出限界値から算出したものであり、食肉及び食鳥肉は、加工又は調理等により加熱工程を経ることが多く、野菜及び果実においても、調理等により加工過程を経るものもあることから、過酸化水素の安定性及び体内動態のメカニズムを考慮すれば、実際の摂取量は、上述の推定一日摂取量よりも相当低い値であると考えた。

さらに、添加物「過酸化水素」については、現在のリスク管理措置において使用基準が規定されており、「過酸化水素は、最終食品の完成前に過酸化水素を分解し、又は除去しなければならない。」とされていることから、適切なリスク管理措置がなされれば、最終食品に添加物「過酸化水素」が残留することはないと考えた。

したがって、本専門調査会は、毒性試験成績から NOAEL が得られているものの、過酸化水素の安定性、体内動態のメカニズム、実際の摂取量、現在のリスク管理措置を考慮し、添加物「過酸化水素」が添加物として適切に使用される場合、安全性に懸念がないと考えられ、ADI を特定する必要はないと判断した。

なお、低カタラーゼ活性マウスにおいて十二指腸癌の発生が認められているが、上述のとおりヒトにおける過酸化水素の実際の摂取量は非常に低い値であり、仮に摂取したとしても、ヒトの唾液中等に存在するペルオキシダーゼ等、カタラーゼ以外の酵素により過酸化水素が代謝されることから、カタラーゼ活性の低下しているヒトについても、添加物「過酸化水素」が添加物として適切に使用される場合、安全性に懸念はないと判断した。

以上を踏まえ、本専門調査会としては、添加物製剤「過酢酸製剤」については、上述の評価に基づき各成分が添加物として適切に使用される場合、安全性に懸念はないと判断した。

7. 摂取量の推計

食品安全委員会の評価の結果によると次のとおりである。

【一日摂取量の推計（添加物評価書（案）抜粋）】

（1）過酢酸、過オクタン酸、過酸化水素

① 海外における摂取量

a. 国際機関における摂取量の推計

2004 年の第 63 回会合において、JECFA は、過酸化物の一般的な性質から、洗浄、噴霧等の処理をした食品には、過酢酸、過オクタン酸及び過酸化水素は残留しないと、これらについては摂取量の算出はしていない。（参照 3）

b. 米国における摂取量

FDA によれば、殺菌料として食品に使用された過酢酸は一般に安全と認められる物質（GRAS⁽¹⁾物質）である酢酸及び酸素、水に容易に分解され、ヒトの摂取量は無視できるとしている。また、評価要請者によれば、FDA が作成した食品接触物質の累積推定一日摂取量（CEDI⁽¹⁾）のリストにおいて、過酢酸及び過酸化水素の摂取量は 0 と記されている。（参照 1）

c. 欧州における摂取量

SCVPH（2003）は、上述（p97）の試験結果に基づき、体重 65 kg の成人が、過酢酸製剤で処理した鶏肉 1 kg を摂取した場合の過酸及び過酸化水素の推定摂取量を、0.25mg/人/日以下（0.0038 mg/kg 体重/日以下⁽⁴⁷⁾）と推計している。さらに、ECETOC（2001）の EU における鶏肉の一日摂取量が 32 g/人/日との報告から、この値をより現実的に過大に見積った 100 g/人/日を用いて、過酢酸製剤由来の過酸及び過酸化水素の一日摂取量を 0.38×10^{-3} mg/kg 体重/日と推計している。（参照 2 3）

d. オーストラリア・ニュージーランドにおける摂取量

FSANZ は、上述（p97～98）の試験結果に基づき、過酢酸製剤を使用した鶏肉、牛肉、果物及び野菜への過酢酸、過オクタン酸及び過酸化水素の残留量は低く、水、酸素、酢酸、オクタン酸へと急速に分解するとし、摂取量は算出していない。（参照 4）

② 我が国における摂取量

指定等要請者は、平成24年国民健康・栄養調査を基に、我が国における野菜類（野菜ジュース及び漬け物を除く。）、果実類（ジャム及び果汁・果汁飲料を除く。）、畜肉（ハム、ソーセージ類を除く。）、鳥肉及び肉類（内臓）の摂取量はそれぞれ251.6 g/人/日、94.1 g/人/日、48.7 g/人/日、25.4 g/人/日及び1.4 g/人/日であり、その合計を421.2 g/人/日としている。これらの食品全てに添加物製剤「過酢酸製剤」を使用すると仮定し、上述（p102）の欧州の鶏肉1 kg当たりの過酢酸の残留量0.25mg/kg以下から、我が国における過酸（過酢酸及び過オクタン酸）及び過酸化水素の推定一日摂取量を0.105 mg/人/日以下⁽⁴⁸⁾（0.0019 mg/kg 体重/日以下）と算出している。（参照 1 4 1、1 4 2）

なお、指定等要請者は、過酢酸製剤により表面殺菌された食品において、過酢酸は、酢酸及び過酸化水素に分解され、また、添加物「過酸化水素」の使用基準において、最終食品の完成前に分解又は除去されなければならないと規定されていることから、実際に流通する食品において、過酸化水素が残留することのないよう、製造等の管理がなされており、これを踏まえれば、過酢酸も残留することは想定されないとしており、上述（p99）の我が国における密閉系での残留試験結果を摂取量推計に用いる必要はないとしている。

以上より、本専門調査会としては、指定等要請者の考えを是認し、添加物「過酢酸」、過オクタン酸、添加物「過酸化水素」の推定一日摂取量は、0.105 mg/人/日（0.0019 mg/kg 体重/日）と判断した。

(2) HEDP

① 海外における摂取量

a. 国際機関における摂取量の推計

2004 年の第 63 回会合において、JECFA は、上述（p98）の試験結果に、GEMS⁽¹⁾/Food で公開されている欧州における関連食品の摂取量を乗じて、欧州における HEDP の推定一日摂取量を別紙 3 表 63 のように算定している。野菜・果物については、過酢酸処理を 3 回実施すると仮定し、1 回処理の値に 3 を乗じた値を HEDP の残留量として一日摂取量を算出している。また、表面積が小さいサンプル（トマト）での試験データに基づく「低めの推定」と、表面積が大きいサンプル（ブロッコリー）での試験データに基づく「高めの推定」で算出されている。

各種食品由来の摂取量を合計し、欧州における HEDP の一日摂取量は「低

めの推定」で 0.753 µg/kg 体重/日、「高めの推定」で 3.623 µg/kg 体重/日と算出されている。(参照 3)

b. 米国における摂取量

FDA は 2001 年、red meat に使用する特定の過酢酸製剤について評価を実施し、当該製品由来の HEDP 推定摂取量を 0.08 µg/kg 体重/日 (5 µg/人/日⁽⁴⁹⁾)、他用途への使用を含めた累積推定摂取量を 17 µg/kg 体重/日 (1,025 µg/人/日⁽⁴⁹⁾) と算定している。また、2009 年、家禽肉に使用する別の過酢酸製剤について評価し、当該製品使用による増加分 132 µg/人/日を当時の累積推定摂取量 502 µg/人/日に加算し、640 µg/人/日と算定している。(参照 1、27、28、29)

c. 欧州における摂取量

SCVPH (2003) は、上述 (p97) の試験結果に基づき、体重 65 kg の成人が、過酢酸製剤で処理した鶏肉 1 kg を摂取した場合の過酢酸製材由来の HEDP の摂取量を 0.17mg/人/日以下 (0.0026 mg/kg 体重/日以下) と推定している。さらに、ECETOC (2001) の EU における鶏肉の一日摂取量が 32 g/人/日との報告から、この値をより現実的に過大に見積った 100 g/人/日を用いて、過酢酸製剤由来の HEDP の一日摂取量を 0.26×10^{-3} mg/kg 体重/日と推計している。(参照 23)

d. オーストラリア・ニュージーランドにおける摂取量

FSANZ (2005) によれば、過酢酸製剤を使用した鶏肉、牛肉、果物及び野菜への残留による HEDP の一日摂取量は、平均値で 0.11~0.15 mg/日、95 パーセンタイル値では 0.28~0.35 mg/日であったとされている。(参照 4)

② 我が国における摂取量

指定等要請者は、上述 (p103) の JECFA による過酢酸製剤由来の HEDP の残留量 (「高めの推定」と、平成 24 年国民健康・栄養調査から得られる食品の一日摂取量を基に、野菜類 (野菜ジュース及び漬け物を除く。)、果実類 (ジャム及び果汁・果汁飲料を除く。)、畜肉 (ハム。ソーセージ類を除く。)、鳥肉及び肉類 (内臓) に添加物製剤「過酢酸製剤」が使用されると仮定して、別紙 3 表 64 のとおり、添加物「HEDP」の一日摂取量を 0.0014 mg/kg 体重/日程度と推定している。

(参照 1 4 1、1 4 2)

以上より、本専門調査会としては、添加物「HEDP」の推定一日摂取量は、0.0014 mg/kg 体重/日と判断した。

(3) オクタン酸

① 海外における摂取量

a. 国際機関における摂取量の推計

2004 年の第 63 回会合において、JECFA は、過酢酸製剤由来のオクタン酸の一日摂取量を、1.9 mg/人/日としている。(参照 3)

b. 米国における摂取量

米国では、オクタン酸は GRAS 物質として取り扱われており、1972 年、企業への使用量調査に基づく GRAS 物質の一日推定摂取量報告の一環として、オクタン酸の一日推定摂取量について、12～23 か月児では平均 0.82 mg/人/日 (最大 2.24 mg/人/日)、2～65 歳では平均 2.00 mg/人/日 (最大 5.25 mg/人/日) と報告されている。ただし、本報告は過大な算定の可能性があるとしてされている。

また、その後実施された食品添加物も含めた調査では、オクタン酸の一日推定摂取量について、1982 年は 7,850 ポンド (3,533 kg、0.046 mg/人/日)、1987 年は 7,570 ポンド (3,407 kg、0.044 mg/人/日) とされている。(参照 1 0 4、1 4 3)

c. オーストラリア・ニュージーランドにおける摂取量

FSANZ (2005) によれば、過酢酸製剤で処理された食品へのオクタン酸残留による摂取量は、平均値で 1.1 mg/日～1.6 mg/日、95 パーセンタイル値で 2.5 mg/日～3.5 mg/日であった。一方、オクタン酸の食品成分由来の摂取量は、平均値で 331～399 mg/日、95 パーセンタイル値で 696～992 mg/日とされている。(参照 4)

② 我が国における摂取量

a. 現在既に摂取されている量

我が国においてオクタン酸は指定添加物「脂肪酸類」に含まれており、香料としての使用が認められている。現在、既に摂取されている「脂肪酸

類」としてのオクタン酸の量について、日本食品添加物協会（平成 22 年度）によれば「脂肪酸類」の年間出荷量調査に基づく一日摂取量は 1.147 mg/人/日、日本香料工業会（平成 24 年度）によれば「脂肪酸類」に含まれるオクタン酸の年間使用量に基づく一日摂取量は 0.868 mg/人/日、とされている。

また、我が国においてオクタン酸は既存添加物「高級脂肪酸」にも含まれている。指定等要請者によれば、既存添加物「高級脂肪酸」の年間出荷量は 100,000 kg/年と報告されていることから、「高級脂肪酸」の 2 割がオクタン酸と仮定して、オクタン酸の年間使用量を 20,000 kg/年とし、これより食品廃棄量 20%分を除き、日本の人口 12,800 万人で除し、一日推定摂取量を 0.342 mg/人/日と算出されている。

したがって、年間使用量に基づく指定添加物由来の一日摂取量 0.868 mg/人/日と既存添加物由来の一日摂取量 0.342 mg/人/日を合計し、現在のオクタン酸の既に添加物として摂取されている一日摂取量を 1.21 mg/人/日と算出している。（参考 1 4 4、1 4 5、1 4 6）

また、オクタン酸の米国における摂取量は 200 mg/人/日と推定されている。米国人の一日脂肪摂取量は、米国政府による全国健康栄養調査

(NHANES⁽¹⁾ 2007～2008) により、男女平均値で 86.7 g/人/日とされ、一方、日本人の脂肪摂取量は、国民健康・栄養調査により、男女平均値は 53.3 g/人/日とされている。以上のことから、指定等要請者は、油脂の種類による摂取量比が日米間で同等と仮定し、日本人の食事成分由来のオクタン酸の摂取量は男性、女性平均で 123 mg/人/日⁽⁵⁰⁾と推計している。（参照 3、1 4 7、1 4 8）

b. 新たな指定を踏まえた摂取量

指定等要請者は、JECFA による過酢酸製剤由来のオクタン酸の一日摂取量(1.9 mg/人/日)に基づき、既に添加物として摂取されている量の 1.21 mg/人/日を加算して、添加物製剤「過酢酸製剤」由来の添加物「オクタン酸」及び既に指定されている他の添加物由来のオクタン酸の推定一日摂取量の合計を約 3.11 mg/人/日と算出している。（参照 3）なお、指定要請者によれば、上述（p101）の残留試験においてオクタン酸が検出されたが、天然由来のオクタン酸である可能性が高いとして、加算していないとされている。（参照 1 3 7）

以上より、本専門調査会としては、添加物由来のオクタン酸の推定一日摂取量は、3.11 mg/人/日（0.056 mg/kg 体重/日⁽⁵¹⁾）と判断した。

（４）酢酸

① 海外における摂取量

a. 国際機関における摂取量

2004 年の第 63 回会合において、JECFA は、過酢酸製剤処理後、洗浄・加工を経ない場合、酢酸は、製剤成分並びに食品との接触による副生成物として食品中に残留するが、それ自身殺菌料として評価され、安全性に懸念を与えるものではないとしている。過酢酸製剤由来の酢酸の摂取量データはないが、酢酸（酢）の摂取量は、食品として調理加工に使用されるものの由来の量が、はるかに多いと考えられるとしている。（参照 3、19、22、133）

② 我が国における摂取量

a. 現在、既に摂取されている量

指定等要請者は、現在既に摂取されている酢酸の量について、国民健康・栄養調査（2001～2003）による穀物酢の一日摂取量（3.32 mg/人/日）をもとに、穀物酢由来の酢酸の摂取量を 0.44 g/人/日としている。なお、酢酸の摂取源は穀物酢以外に果実酢、合成酢があり、これらの摂取量を勘案すると、酢酸の摂取量は 0.44 g/人/日をさらに超えるものと考えられるとしている。（参照 1）

b. 新たな指定及び基準改正によって摂取が増加する量

また、指定等要請者は、添加物製剤「過酢酸製剤」には、酢酸がオクタン酸の約 5 倍量含まれていると仮定しており、JECFA による過酢酸製剤由来のオクタン酸の一日摂取量（1.9 mg/人/日）に基づき、添加物「過酢酸製剤」由来の酢酸の一日摂取量を約 10 mg/人/日（ $1.9 \times 5 = 10$ ）としている。（参照 1）

指定等要請者は、この摂取量（約 10 mg/人/日）と現在既に摂取されている量（0.44 g/人/日）を比較し、添加物製剤「過酢酸製剤」の使用に由来する酢酸より相当多い量を食事経由で既に摂取しているとしている。

8. 新規指定について

過酢酸、1－ヒドロキシエチリデン－1，1－ジホスホン酸（HEDP）及びオクタン酸については、食品安全委員会における食品健康影響評価（案）を踏まえ、安全性に懸念はないと考えられることから、食品衛生法（昭和22年法律第233号）第10条の規定に基づく添加物として指定することは差し支えない。

9. 規格基準の設定について

同法第11条第1項の規定に基づく規格基準については、次のとおりとすることが適当である。

（1）使用基準について

過酢酸製剤及び同製剤に含有される成分について次のとおりとする。

① 過酢酸製剤

過酢酸製剤は、野菜、果実及び食肉の表面殺菌の目的以外に使用してはならない。

過酢酸製剤の使用量は、野菜及び果実にあつては、浸漬液又は噴霧液1kgにつき、過酢酸として0.080g以下かつ1－ヒドロキシエチリデン－1，1－ジホスホン酸として0.0048g以下、食肉にあつては、浸漬液又は噴霧液1kgにつき、過酢酸として0.220g以下かつ1－ヒドロキシエチリデン－1，1－ジホスホン酸として0.013g以下の濃度でなければならない。

（注1）野菜及び果実には、生鮮野菜及び果実が含まれるものであり、また、これらを単に脱皮、細切等簡単な加工を行ったもの並びに冷凍したものを含む。

（注2）食肉は牛、豚及び鶏の肉及び内臓をいうものであり、また、これらの肉には、枝肉、カット肉、スライス肉、ひき肉を含む。

② 過酢酸

過酢酸は、過酢酸製剤として使用する場合以外に使用してはならない。

③ 1－ヒドロキシエチリデン－1，1－ジホスホン酸

1－ヒドロキシエチリデン－1，1－ジホスホン酸は、過酢酸製剤として使用する場合以外に使用してはならない。

④ オクタン酸

オクタン酸は、着香の目的及び過酢酸製剤として使用する場合以外に使用してはならない。

⑤ その他、過酢酸製剤に含有される物質

我が国で食品添加物として指定されている酢酸及び過酸化水素の使用基準については今回の過酢酸製剤の規格基準の設定に伴う改正はしない。

(参考)

過酸化水素

過酸化水素は、最終食品の完成前に過酸化水素を分解し、又は除去しなければならない。

酢酸

使用基準なし

(2) 製造基準について

過酢酸及び同製剤について次のとおりとする。

① 過酢酸

過酢酸は、酢酸と過酸化水素の混合水溶液に 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸を混合して製造する。

② 過酢酸製剤

過酢酸製剤を製造する場合は、過酢酸又はそれぞれの成分規格に適合する酢酸、過酸化水素を原料とした混合溶液に成分規格に適合する 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸を混合して製造する。また、オクタン酸を混合することができる。

(3) 成分規格について

過酢酸製剤及び同製剤に含有される成分の成分規格を別紙のとおりとすることが適当である。

成分規格 (案)

過酢酸製剤

Peracetic acid Composition

定 義 本品は、過酢酸、「酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸」の水溶液である。また、「オクタン酸」を用いる場合がある。なお、オクタン酸の含有により、過オクタン酸が生成する場合がある。

含 量 本品は、過酢酸 12~15%、酢酸 30~50%、過酸化水素 4~12%、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 1%未満を含む。オクタン酸 10%以下を含む。

性 状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定 量 法 (1) 過酢酸及び酢酸

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

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

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

(2) 過酸化水素

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

過酸化水素 (H₂O₂) の含量 (%)

$$0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (ml)} \times 0.1 \times 17.00$$

試料の採取量 (g)

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸

本品約 0.2 g を精密に量り、水を加えて正確に 50ml とする。この液 3 ml を正確に量り、100ml のビーカーに入れ、水 50ml を加える。これにフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が淡赤色を呈するときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液 (2.5mol/L) を加える。この液に更に、硫酸試液 (2.5mol/L) 2 ml を加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.4 g を加えて混ぜた後、沸石を入れ、蒸発する水を補いながら、ホットプレート上で 90 分間加熱した後、約 10ml となるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、液が微赤色になるまで 1 mol/L 水酸ナトリウム試液を加える。この液を 50ml のメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて 50ml とする。この液 10ml を正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 2.0ml を加えてよく混ぜ、20 分間放置し、検液とする。対照液は、水 10ml を用いて検液と同様に操作し調製する。別にリン酸二水素カリウム 0.2195 g を量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、この液 5 ml を正確に量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、標準原液とする。標準原液 0, 3, 5, 10, 15ml 及び 20 ml を正確に量り、それぞれに水を加え、それぞれを正確に 50ml とし、それぞれ 10ml ずつ正確に量り、検液と同様に操作し、標準液とする。検液及び 6 濃度の標準液につき、波長 650nm における吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 (C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2\text{) の含量 (\%)} \\ & \frac{\text{検液中のリンの濃度 (}\mu\text{g/ml)} \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12} \end{aligned}$$

(4) オクタン酸

本品約 0.7 g を精密に量り、水/アセトニリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 50ml とする。この液 5ml を正確に量り、水/アセトニリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 20ml とし、検液とする。別に、オクタン酸約 0.2 g を精密に量り、水/アセトニリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 100ml とし、標準原液とする。標準原液 0.5, 1, 2.5, 5ml 及び 10ml を正確に量り、それぞれに水/アセトニリル混液 (1 : 1) を加え、それぞれを正確に 20ml とし、標準液とする。検液及び 5 濃度の標準液をそれぞれ 20 μ l ずつ量り、次の操作条件で液体クロマトグラフ

ィーを行う。それぞれの標準液のオクタン酸のピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のオクタン酸のピークの面積から検液中のオクタン酸の濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) を求め、次式により含量を求める。

$$\text{オクタン酸の含量 (\%)} = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 } (\mu\text{g}/\text{ml})}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

カラム充てん剤 $5\mu\text{m}$ 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 30°C

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

流量 $1.0\text{ml}/\text{分}$

試薬・試液 (案)

アスコルビン酸試液 アスコルビン酸 1.76 g を量り、水を加えて溶かし、100ml とする。

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 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 0.5 g を充てんしたもの、又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

オクタン酸, 定量用 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$ 本品は、無~淡黄色の澄明な液体である。

含量 98.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定するとき、波長 $2,930\text{cm}^{-1}$, $2,860\text{cm}^{-1}$, $1,710\text{cm}^{-1}$, $1,460\text{cm}^{-1}$, $1,420\text{cm}^{-1}$, $1,280\text{cm}^{-1}$, $1,230\text{cm}^{-1}$, $1,200\text{cm}^{-1}$, $1,110\text{cm}^{-1}$, 940cm^{-1} 及び 720cm^{-1} 付近に吸収帯を認める。

凝固点 $15\sim 17^{\circ}\text{C}$

屈折率 $n_D^{20}=1.425\sim 1.431$

比重 $d_{20}^{20}=0.909\sim 0.915$

定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、*N*, *O*-ビストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド 1 ml を加え、密閉して混合し、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53 mm, 長さ 15m のケイ酸ガラス製の細管にガスクロマトグラフィ用ジメチルポリシロキサンを 1.5 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 50℃から毎分 10℃で昇温し, 280℃に到達後, 2 分間保持する。

注入口温度 280℃

検出器温度 280℃

注入方式 スプリット(20:1)。ただし, 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。

キャリアガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが 5～20 分の間に現れるように調整する。

酒石酸アンチモニルカリウム試液 ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム 3 水和物 1.37 g を量り, 水 350ml に徐々に加えて溶かし, 更に水を加えて 500ml とする。

酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 硫酸試液 (2.5mol/L) 50ml を量り, 酒石酸アンチモニルカリウム試液 5ml, モリブデン酸アンモニウム試液 15ml 及びアスコルビン酸試液 30ml を加えてよく混ぜる。用時調製する。

定量用オクタン酸 オクタン酸, 定量用を見よ。

ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム 3 水和物

$C_8H_4K_2O_{12}Sb_2 \cdot 3H_2O$ [ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物, K 8533]

フェロイン試液 硫酸鉄(II) 七水和物 0.70 g に水 70mL 及び塩化 1, 10-フェナントロリニウム一水和物 1.78 g を加えて溶かし, 水で 100ml とする。

モリブデン酸アンモニウム試液 モリブデン酸アンモニウム 20 g を量り, 水に溶かし 500ml とする。

硫酸試液 (0.5mol/L) 硫酸 14ml を量り, 水 350ml に徐々に加え, 冷後, 更に水を加えて 500ml とする。

硫酸試液 (2.5mol/L) 硫酸 70ml を量り, 水 350ml に徐々に加え, 冷後, 更に水を加えて 500ml とする。

硫酸セリウム(Ⅳ) 4 水和物 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ [硫酸セリウム(Ⅳ)四水和物, K 8976]

0.1mol/L 硫酸セリウム(Ⅳ) 溶液 1,000ml 中硫酸セリウム 4 水和物 ($\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 分子量 404.30) 40.43 g を含む。

硫酸セリウム(Ⅳ) 4 水和物約 40.4 g を量り, 硫酸 50ml を加えてかき混ぜる。、更に, 発熱に注意してかき混ぜながら、水 900ml を 20ml ずつ徐々に加える。24 時間放置した後, ガラスろ過器でろ過した後, 水を加えて 1,000ml とする。

標定 本液 25ml を正確に量り, 硫酸 (1 → 6) 30ml を加え, 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約 0.2ml)。終点は, 液の色が青緑色から黄赤色に変わるときとする。

ファクターは, 次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし, f : 0.1mol/L 硫酸セリウム(Ⅳ) 溶液のファクター

f_1 : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液の消費量 (ml)

過酢酸製剤に係る成分規格等の設定根拠

過酢酸は単一物質として存在しないため、過酢酸製剤として成分規格を設定することとした。過酢酸製剤は、過酢酸、酢酸、過酸化水素及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸を含む添加物製剤である。また、過酢酸製剤は、オクタン酸を含むこともある。指定要請者により提出された成分規格案（指定要請規格案）を検討し、海外の製品情報を調査して得られた分析法（海外の分析法）及び第8版食品添加物公定書（8版公定書）を参考に成分規格案を設定した。

定義

JECFA は、2004 年の第 63 回会合において、酢酸、オクタン酸（単独又は併用）、過酸化水素及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸（HEDP）から作られた殺菌溶液の安全性評価を実施しており、成分として、過酢酸、酢酸、過酸化水素及びHEDP、更にオクタン酸を配合した場合には、過オクタン酸及びオクタン酸を規定している。以上を踏まえ、本規格案では、指定要請規格案の記載を参考に、「本品は、過酢酸、酢酸、過酸化水素及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸の水溶液である。また、オクタン酸を用いる場合がある。なお、オクタン酸の含有により、過オクタン酸が生成する場合がある。」とした。

含量

第 63 回 JECFA 会議（Food Additives Series:54）において殺菌効果の概要について取りまとめられた際に示された 4 種類の殺菌溶液（溶液 A～溶液 D）の組成を参考に規格値を設定した。

	過酢酸	酢酸	過酸化水素	オクタン酸	過オクタン酸	HEDP	水
成分規格案	12-15%	30-50%	4-12%	10%以下	-	<1%	-
溶液 A	12.0%	40.6%	6.2%	3.2%	0.8%	0.6%	36.6%
溶液 B	12.2%	49.4%	4.5%	8.8%	1.4%	0.6%	23.1%
溶液 C	15.0%	32.0%	11.1%	0.0%	0.0%	0.9%	41.0%
溶液 D	12.0%	42.0%	4.0%	10.0%	3.4%	0.6%	28.0%

性状

本品は、30～50%の酢酸を含む製剤であり、主なにおいは酢酸由来であることから、酢酸の性状を参考に、「本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。」とした。

定量法

(1)過酢酸及び酢酸

海外の分析法は、オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムに通液することによりオクタン酸及び過オクタン酸を除去した液につき、水酸化ナトリウム溶液により中和滴定法を行い、酢酸及び過酢酸を定量する方法である。そこで、この方法について検討した結果、酢酸を試料とした場合、99.0%以上の回収率であり、過酢酸製剤中の酢酸と過酢酸を同時に求められることが確かめられたことから、これを採用した。

(2)過酸化水素

海外の分析法は、過酢酸及び過酸化水素の連続分析方法である。過酢酸は酢酸との同時定量することから、過酸化水素の分析法を検討し、設定した。

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 (HEDP)

海外の分析法は、ペルオキソ二硫酸アンモニウムでHEDPを分解し、モリブデン青法により定量する方法である。この方法を検討し、これを採用した。

(4)オクタン酸

海外の分析法は、オクタデシルシリル化シリカゲルカラムを用いたHPLCである。この方法を検討し、これを採用した。なお、4種類のカラム (InertSustain C18 (粒径5 μ m, 内径4.6mm, 長さ250nm), Inertsil ODS-3 (粒径5 μ m, 内径4.6mm, 長さ250nm), Inertsil ODS-3V (粒径5 μ m, 内径4.6mm, 長さ250nm), L-column2 ODS (粒径5 μ m, 内径4.6mm, 長さ250nm)) を検討したところ、試料中にはオクタン酸と近接するピークが観察され、カラムにより挙動が異なり、L-column2 ODSでの分離が最も良好であった(参考1)。

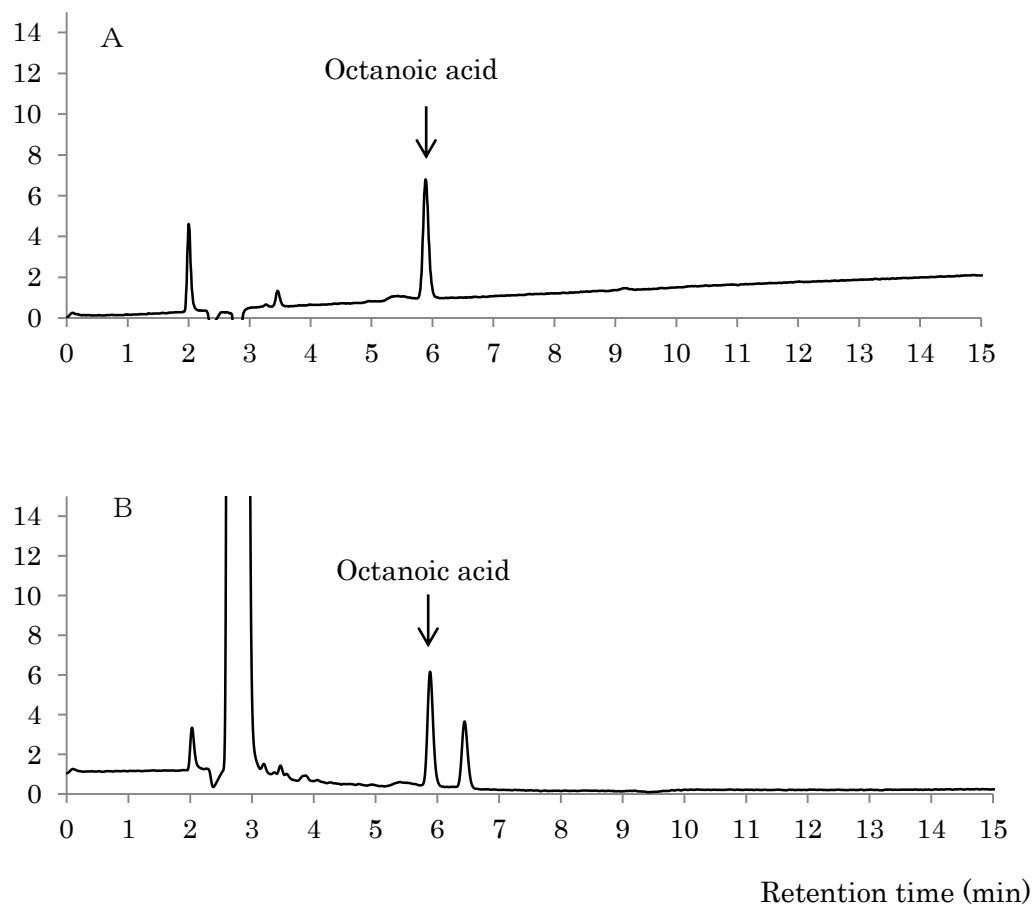


Fig. 過酢酸製剤中のオクタン酸の定量における HPLC クロマトグラム

A : オクタン酸 標準液 100 μ g/ml

B : 検液

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 210nm)

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

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

L-Column2 ODS (Lot No.4311246-M)

カラム温度 30 $^{\circ}$ C

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

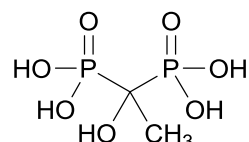
流量 1.0ml/分

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

成分規格 (案)

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic acid



$C_2H_8O_7P_2$

分子量 206.03

(1-Hydroxyethane-1,1-diyl)diphosphonic acid [2809-21-4]

含 量 本品は、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) 58.0 ~ 62.0%を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。

純度試験 (1) 比重 1.430~1.471

(2) 液性 pH2.0 以下 (1.0g, 水 100ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.004%以下

本品約 25g を精密に量り、水約 50 ml 及び硝酸 3 ml を加える。0.005mol / L 硝酸銀溶液で電位差計を用いて滴定する。終点における 0.005mol / L 硝酸銀溶液の消費量 a ml を求め、次式により塩化物の量を求める。ただし、変曲点が 2 つ以上ある場合は、終点は、最終の変曲点とする。

$$a \times 0.005 \times 3.545$$

$$\text{塩化物 (Cl) の量 (\%)} = \frac{\quad}{\quad}$$

試料の採取量 (g)

(4) 亜リン酸 H_3PO_3 として 4.0%以下

本品約 1.5 g を精密に量り、ヨウ素フラスコに精密に量り、水 20ml 及びリン酸緩衝液 (pH7.3) 50ml を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 2) で pH7.3 に調整する。次に 0.05mol / L ヨウ素溶液 25ml を正確に量って加え、直ちに密栓して暗所に 15 分間放置した後、酢酸 5 ml を加え、過量のヨウ素を 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、滴定の終点は、終点近くで液が淡黄色になったとき、デンプン試液を加え、生じた青色が脱色されるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.05mol/L ヨウ素溶液 1 ml = 4.10mg H_3PO_3

(5) 鉛 Pb として 5.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品 0.80 g を量り，白金製，石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸 1 ml を加え，徐々に温度を上げ，試料が炭化し，硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え，試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば，容器に緩くふたをして電気炉に入れ，徐々に温度を上げて 450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は，必要があればガラス棒で炭化物を砕き，硫酸（1→4）1 ml 及び硝酸 1 ml で潤し，白煙が発生しなくなるまで加熱した後，電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10ml を入れ，水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸（1→4）20ml を入れ，時計皿等で覆い，5 分間沸騰させ，冷後，試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液（1→2）10ml を加え，チモールブルー試液 1 ml を指示薬として，アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し，灰化容器を少量の水又は温水で洗い，洗液を分液漏斗又は遠心管に合わせる。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液（3→100）5 ml を加えて 5 分間放置し，酢酸ブチル 10ml を正確に加えて 5 分間振とうした後，放置又は遠心分離する。その後，酢酸ブチル層をとり，これを検液とする。別に鉛標準液 4 ml を正確に量り，試料液と同様に操作し，比較液とする。検液及び比較液につき，鉛試験法第 1 法により試験を行う。

(6) 鉄 Fe として 10 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品約 0.2 g を精密に量り，容器に入れ，硝酸 5 ml を加えて，マイクロ波を照射して試料を分解する装置で 230℃に昇温し灰化する。冷後，メスフラスコに移し，水を加えて正確に 50ml とし，試料液とする。別に鉄標準液適量を正確に量り，硝酸（1→10）を加えて 1 ml 中に鉄（Fe=55.85）10, 25, 50, 100, 200ng を含むように調製して，標準原液とする。試料液及び 5 濃度の標準原液をそれぞれ 10ml ずつ正確に量り，内標準溶液 40 μl ずつを正確に加え，検液及び標準液とする。ただし，内標準溶液は，イットリウム標準原液 1.0ml を量り，硝酸（1→10）を加えて 100ml とする。検液及び標準液につき，誘導結合プラズマ発光強度測定法の内標準法により検量線を作成する。検量線から検液中の鉄の濃度（ng/ml）を求め，次式により鉄の量を求める。

$$\text{鉄 (Fe) の量 } (\mu\text{g/g}) = \frac{\text{検液中の鉄の濃度 (ng/ml)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 20}$$

(7) ヒ素 As_2O_3 として $6.7\mu\text{g/g}$ 以下 (0.30g, 第1法, 装置B)

定量法 本品約 3g を精密に量り, 水 150ml を加えて溶かし, かくはんしながら 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定する。終点は, 第二変曲点とする。終点における 1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量を $a\text{ml}$ とする。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$) の含量(%)

$$= \frac{a \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 30} - \text{亜リン酸の量 (\%)} \times 1.675$$

試薬・試液 (案)

イットリウム標準原液 本液 1ml はイットリウム (Y) 1mg を含む。誘導結合プラズマ発光強度測定用に調製したものをを用いる。

リン酸緩衝液 (pH7.3) リン酸一ナトリウム 138g を量り, 水 800ml を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム溶液 (1 → 2) で pH7.3 に調整し, 水を加えて 1,000ml とする。

1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 (HEDP) に係る成分規格等の設定根拠

主に、JECFA 規格（以下 JECFA）及び第 8 版食品添加物公定書（公定書）を参考にして成分規格案を設定した。

含量

JECFA は「総活性酸 58 ～62%」を規格値としている。本規格案では、国際整合性を考慮して JECFA と同水準の規格値とするが、他の食品添加物の規格値との整合性を考慮して、小数第 1 位までを有効数字とし「1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) 58.0 ～62.0%を含む」とした。

性状

JECFA は「透明な淡黄色の液体で、浮遊物を含まない。」としている。JECFA に倣うが、公定書では透明で浮遊物を含まない状態を「澄明」としていることから、本規格案では「本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。」とした。

確認試験

JECFA は確認試験に溶解性、pH（液性）、比重及び氷点（Freezing point）を採用している。pH（液性）及び比重については、他の品目に習い、純度試験に設定した。溶解性（水、リン酸、エチレングリコールと混和できる、ほとんどの有機溶媒に可溶である。）は確認試験として設定する必要性は低いため、設定しないこととした。また、JECFA では、氷点（Freezing point） $-25^{\circ}C$ と規定されているが、JECFA の Combined Compendium of Food Additive Specifications の Analytical method (Volume 4)に、試験法が規定されておらず、試験法が不明であるため、設定を見送った。

純度試験

- (1) 比重 JECFA では「1.430～1.471 ($20^{\circ}C$)」と設定されていることから、本規格案では同規格値を設定することとした。
- (2) 液性 JECFA では「pH2.0 以下(1%溶液)」と設定されていることから、本規格案では同規格値を設定することとした。
- (3) 塩化物 JECFA では「40mg/kg 以下」と設定されている。本規格案では、国際整合性を考慮して JECFA と同水準の規格値とするが、他の食品添加物の塩化物の規格値の単位は%で表記されていることから、「塩化物 Cl として 0.004%以下」とした。試験法は JECFA に倣った。ただし、JECFA では、第 1 変曲点までの硝酸銀溶液の量より塩化物の量を求めることとしているが、実際の試薬の HEDP を測定した際、変曲点が 2 つ存在した。硝酸銀と反応する物質として他のハロゲン化物が考えられたことから、ヨウ化物イオン標準液、臭化物イオン標準液及び塩化物イオン標準液を添加して試験を行ったところ、臭化物イオン標準液を添加した場合には第 1 変曲点までに要する硝酸銀溶液量が、塩化物イオン標準液を添加した場合には第 2 変曲点までに要する硝酸銀溶液量が増加したことから、HEDP に

は、臭化物イオン及び塩化物イオンが含まれていると考えられた(参考2)。なお、臭化物も測定対象とすべきと考えられたが、JECFA では、塩化物としての規格値を定めていることから、本規格案でも、塩化物として求めることとした。また、JECFA では塩素の原子量に相当する係数を『3.55 ($=35.5 \times 100 / 1000$)』と有効数字 3 桁で表示しているが、公定書では、原子量等に係わる係数を有効数字 4 桁で表示していることから、本規格案では『3.545』とした。(参考 2)

- (4) **亜リン酸** JECFA では「4.0%以下」と設定されていることから、同規格値及び試験法を設定することとした。
- (5) **鉛** JECFA では「5 mg/kg 以下」と設定されている。本規格案では、国際整合性を考慮して JECFA と同水準の規格値とするが、他の食品添加物の規格値との整合性を考慮して、小数第 1 位までを有効数字とし「Pb として 5.0µg/g 以下」と設定することとした。試験法については、リン酸塩を含むことから、灰化後、APDC－溶媒抽出法を用いることとした。
- (6) **鉄** JECFA は「10mg/kg 以下」と設定され、試験法については、「原子吸光光度法で規格値に適切な方法を用いる」としている。試薬の HEDP について、乾式灰化を行ったところ、規格値を大幅に超え、るつぼの腐食や灰化作業中の鉄による汚染が考えられたことから、作業工程の少ないマイクロ波照射自動分解装置での灰化を行うこととした。今回、18 分間かけて 230℃とし、230℃を 20 分間保持することにより、灰化することができたが、試料のマイクロ波照射による灰化は、温度制御できる装置により温度条件の調整ができると考えられるため、詳細な条件は設定しないこととした。マイクロ波照射自動分解装置では、灰化できる試料量が少ないため、分析には、原子吸光光度法ではなく、誘導プラズマ発光強度測定法(ICP)を用いることとした。また、結果のばらつきを抑えるため、イットリウムを内標準元素とする内標準法により行うこととした。
- (7) **ヒ素** JECFA は「As として 5mg/kg 以下」と設定されている。本規格案では、国際整合性を考慮して JECFA と同水準の規格値とするが、他の食品添加物のヒ素の規格を考慮して「As₂O₃として 6.7µg/g 以下(0.30g, 第 1 法, 装置 B)」とした。

定量法 JECFA では、中和滴定で行うこととしている。、1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を 1ml ずつ添加するという操作方法である。本規格案では、精度を考慮し、電位差計を用いることとした。

JECFA では設定されているが、本規格では採用しなかった項目

酢酸 JECFA はイオンクロマトグラフィーで行うこととしている。本品は酢酸を 40～50%含む過酢酸製剤中に使用されるため、酢酸の量は規定しないこととした。

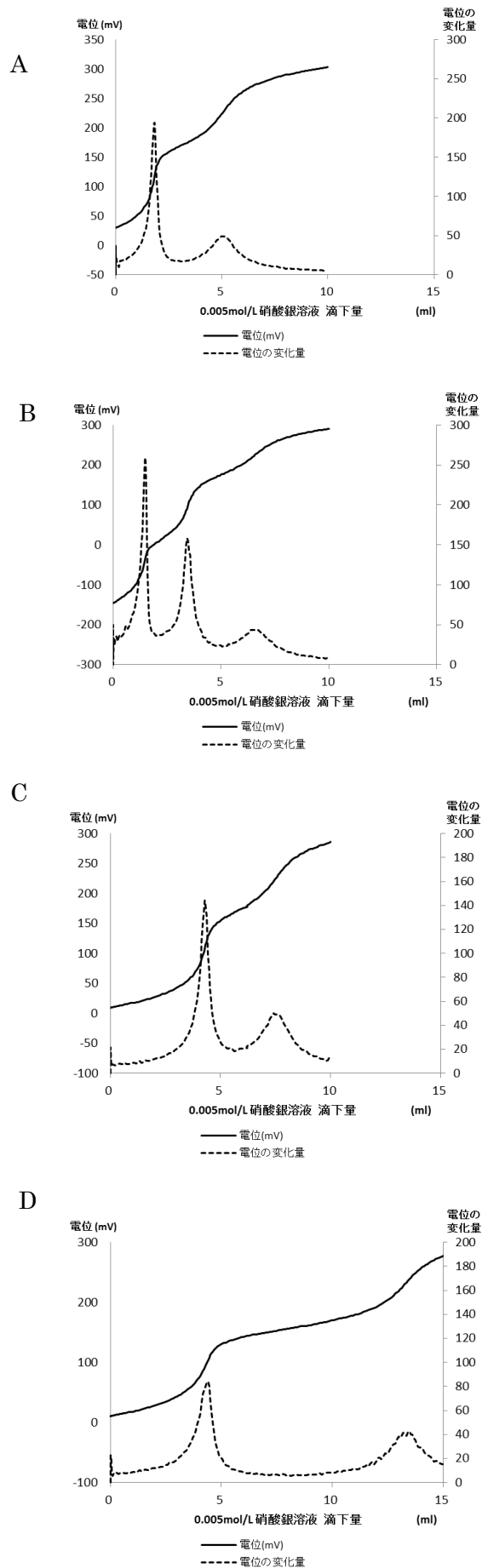


Fig 1ーヒドロキシエチリデンー1, 1ージホスホン酸 (HEDP)
純度試験(3)塩化物における滴定曲線

A : HEDP
B : I 標準液添加 HEDP
C : Br 標準液添加 HEDP
D : Br 及び Cl 標準液添加 HEDP

1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 他の規格との比較

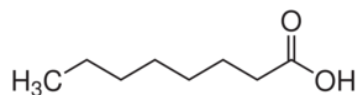
	本規格案	JECFA
定義	設定しない	1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic acid (HEDP) は商業的に亜リン酸と1つ以上のアセチル化剤(無水酢酸, 塩化アセチル及び/又は酢酸)の反応によって製造される。最終製品は、一般に60% HEDP水溶液である。
含量	1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) 58.0 ~ 62.0%を含む。	総活性酸58 ~ 62%
性状	本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。	本品は、透明な淡黄色の液体で、浮遊物を含まない。
確認試験		
溶解性	設定しない	水, リン酸, エチレングリコールと混和できる, ほとんどの有機溶媒に可溶である。
氷点	設定しない	-25℃
純度試験		
(1)比重	1.430~1.471 (20℃)	1.430~1.471 (20℃) (確認試験)
(2)液性	pH2.0以下 (1.0g, 水100ml)	pH2.0以下 (1%溶液) (確認試験)
(3)塩化物	Clとして0.004%以下	Clとして40mg/kg以下
(4)亜リン酸	H_3PO_3 として 4.0%以下	H_3PO_3 として 4.0%以下
(5)鉛	Pbとして 5.0μg/g以下	Pbとして 5mg/kg以下
(6)鉄	Feとして 10μg/g以下 (ICP)	Feとして 10mg/kg以下 (原子吸光度法)
(7)ヒ素	As_2O_3 として 6.7μg/g以下	Asとして5mg/kg以下
酢酸	設定しない	酢酸として1.0%以下 (IC)
定量法	中和滴定	中和滴定

オクタン酸

成分規格（案）

オクタン酸

Octanoic Acid



$C_8H_{16}O_2$

分子量 144.21

Octanoic Acid [124-07-2]

含 量 本品は、オクタン酸（ $C_8H_{16}O_2$ ）95.0%以上を含む。

性 状 本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法により測定し、本品のスペクトルを参照スペクトルと比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験 (1)酸価 366～396

本品約0.3 gを精密に量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

(2)鉛 Pbとして2.0μg/g以下

本品2.0 gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。徐々に加熱し、炭化し始める前に加熱をやめ、硫酸1 mlを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450～600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸（1→4）1 ml及び硝酸1 mlで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸（1→4）10 mlを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸（1→100）を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸（1→100）を加えて正確に10 mlとし、検液とする。なお、500℃以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液1 mlを正確に量り、水を加えて正確に100 mlとする。この液

4 mlを正確に量り，硝酸（1→100）を加えて正確に10mlとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき，鉛試験法第1法により試験を行う。

(3)デカン酸 3.0%以下

定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い，測定時間内に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし，それに対するデカン酸のピーク面積百分率を求め，デカン酸の量とする。

水分 0.4%以下（5 g，直接滴定）

強熱残分 0.1%以下（10 g，800℃，15分間）

定量法

香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし，カラムは内径0.25～0.53mm，長さ30～60m のケイ酸ガラス製の細管に，ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25～1 μmの厚さで被覆したものをを用いる。カラム温度は，150℃から毎分5℃で昇温し，230℃に到達後，24 分間保持する。

試薬・試液（案）

デカン酸 $C_{10}H_{20}O_2$ 本品は，無～淡黄色の澄明な液体又は白～微淡黄色の結晶若しくは塊である。

含量 99.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき， $2676cm^{-1}$ ， $1700cm^{-1}$ ， $1299cm^{-1}$ ， $1268cm^{-1}$ ， $1232cm^{-1}$ ， $1200cm^{-1}$ ， $1075cm^{-1}$ ， $934cm^{-1}$ ， $825cm^{-1}$ 及び $686cm^{-1}$ のそれぞれの付近に吸収帯を認める。

純度試験 凝固点 29～33℃

定量法 本品約0.05 gを精密に量り，*N*，*O*—ビストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド1 mlを加え，密閉して混合し，水浴上で30分間加熱する。その後，室温まで冷却したものを検液とし，次の条件でガスクロマトグラフィーを行い，主ピークの面積百分率を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.53 mm，長さ 15m のケイ酸ガラス製細管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1.5μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60℃から 280℃まで毎分 10℃で昇温する。

注入口温度 280℃

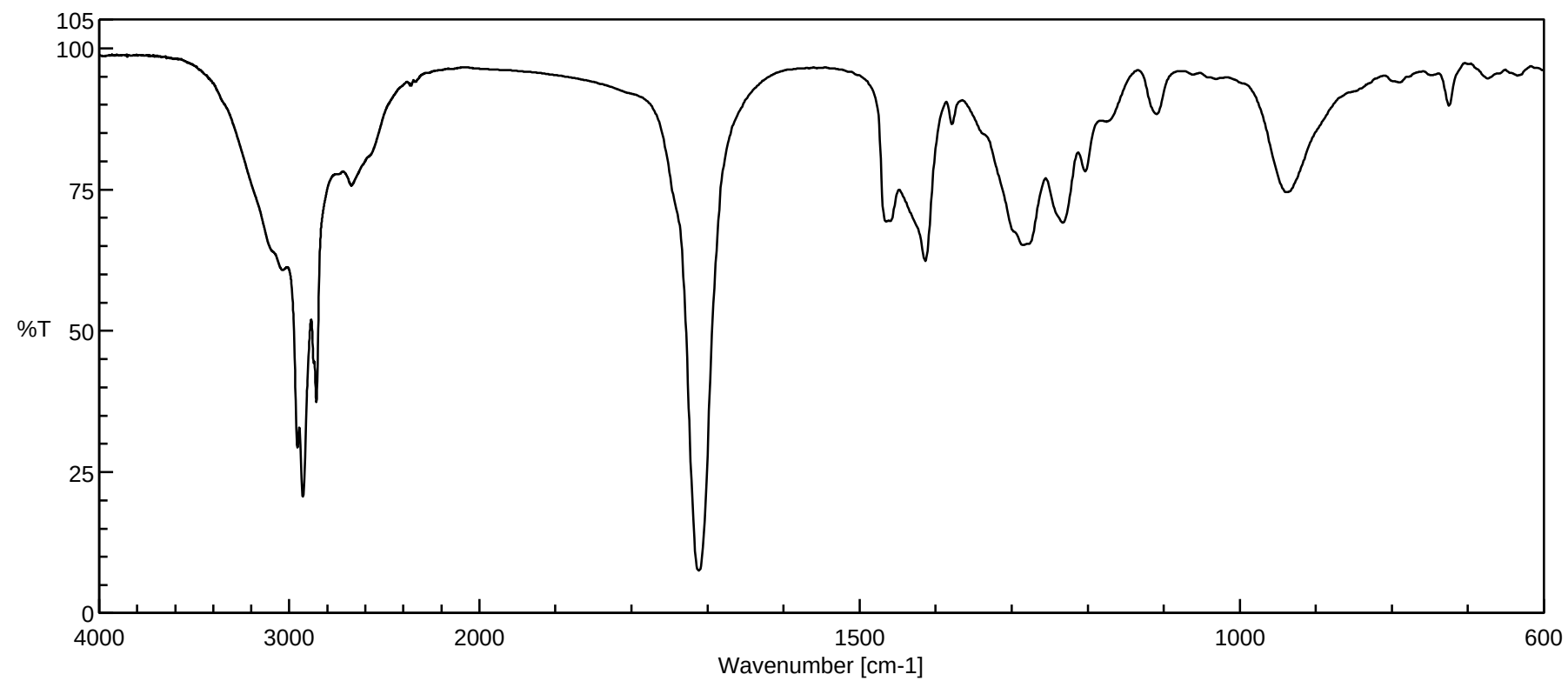
検出器温度 280℃

注入方式 スプリット (20 : 1)。ただし、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。

キャリアガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが 5～20 分の間に現れるように調整する。

オクタン酸



オクタン酸に係る成分規格等の設定根拠

主に、JECFA 規格（以下 JECFA）、FCC 9th 規格（以下 FCC）及び第 8 版食品添加物公定書（公定書）を参考にして成分規格案を設定した。なお、EU において規格はない。

含量

JECFA は「95%以上」を規格値としている。本規格案では、国際整合性を考慮して JECFA と同水準の規格値とするが、他の食品添加物の規格値との整合性を考慮して、小数第 1 位までを有効数字とし「95.0%以上」とした。

性状

JECFA は「本品は、無色の油状の液体で、わずかに不快なおいがある」とし、FCC は「無色の油状の液体」としている。

本品は特有の香気を持つが、香気は人により必ずしも同一に感ずるとは限らないことから、本規格案では「本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある。」とした。

確認試験

JECFA は確認試験に赤外吸収スペクトル測定法を採用している。そこで、本規格案では、赤外吸収スペクトル測定法中の液膜法を採用した。なお、FCC では規格試験は設定されていない。

純度試験

- (1) **酸価** JECFA 及び FCC は「366～396」と設定されていることから、同規格値を設定することとした。JECFA では試料 5g に対し、0.5N 水酸化カリウム溶液で、FCC では試料 5g に対し、0.5N 水酸化ナトリウム溶液で滴定を行うこととしている。酸価とは、試料 1g を中和するのに要する水酸化カリウム (KOH) の mg 数であり、試料 5g の場合、1830～1980mg の KOH に相当する、0.5N 水酸化カリウム溶液 65～71ml を要するが、滴定液量としては多すぎると考えられる。一方、公定書の香料試験法中の酸価では、0.1mol/L 水酸化カリウム溶液で滴定を行うこととしている。そこで、本規格案では、滴定液を香料試験法で使用する 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液とし、滴定液量が 20ml 程度となるよう、試料採取量を 0.3g とすることとした。
- (2) **鉛** JECFA に 2 mg/kg 以下が設定されていることから、他の品目の成分規格に倣い、「Pb として 2.0µg/g 以下」と設定することとした。なお、FCC では設定されていない。
- (3) **デカン酸** JECFA では定量法の条件で、面積百分率でデカン酸の量を求めることとしている。本規格案では香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件（1）により定量を行うこととするため、オクタン酸に規格値相当量のデカン酸を添加して試験を行った。その結果、面積百分率の平均 3.12%, RSD1.17%と、問題なく試験を行うことができたので、定量法の操作条件で試験

を行うこととした。なお、FCC では設定されていない。

水分 JECFA 及び FCC に 0.4%以下と設定されていることから、同規格を設定することとした。

強熱残分 JECFA 及び FCC に 0.1%以下と設定されていることから、同規格を設定することとした。強熱条件は、JECFA は 800℃で 15 分、FCC は 800℃で 30 分を規定している。800℃で 15 分強熱したところ、強熱残分は 0%となったことから、加熱時間は 15 分とした。

定量法 JECFA では、「適切なガスクロマトグラフィー技術を用いて定量する。」とされている。しかしながら、試料量と試料調製の方法について JECFA では「AOCS Method Cc 1-62 及び Ce 1f-96 に基づき、FNP 5 に記述された方法の原理に従う。オクタン酸の百分率はオクタン酸メチルの面積百分率とする。」と記載されているのみで、具体的な操作方法は記載されていない。一方、オクタン酸は、類又は誘導体として指定されている 18 項目の香料の中の脂肪酸類の 1 品目であり、香料としてのオクタン酸の定量には、香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーが採用されていることから、これを採用することとした。なお、FCC では含量の規定はない（参考 3）。

JECFA では設定されているが、本規格では採用しなかった項目

溶解性 JECFA 規格は確認試験に、また、FCC 規格は Description に「水に難溶、ほとんどの有機溶媒に可溶である」としている。しかしながら、本規格案では GC による含量測定、IR による確認試験及び純度試験として酸価、ヨウ素価等を規定しており、「溶解性」の必要性は低いため、採用しないこととした。

純度試験

- (1) **ヨウ素価** JECFA 及び FCC は「2.0 以下」と設定されている。ヨウ素価は、対象となる物質 100g と結合するハロゲンの量をヨウ素(I)に換算した g 数であり、主として、油脂中の不飽和結合量の指標となる。オクタン酸は、飽和脂肪酸であるため、ヨウ素価を設定する必要性は低いと考えられることから、設定しないこととした。
- (2) **不けん化物** JECFA 及び FCC は「0.2%以下」と設定されている。オクタン酸は蒸留精製により得られるものであり、対象となる不けん化物は、オクタナール等のアルコールと考えられる。今回、定量法にガスクロマトグラフィー（面積百分率法）を採用しており、アルコール類は脂肪酸よりも保持時間が短いため、検出可能である。また、オクタナールは JECFA で評価され、香料として用いられていることから、安全性上の問題はない。以上のことから、不けん化物は設定しないこととした。

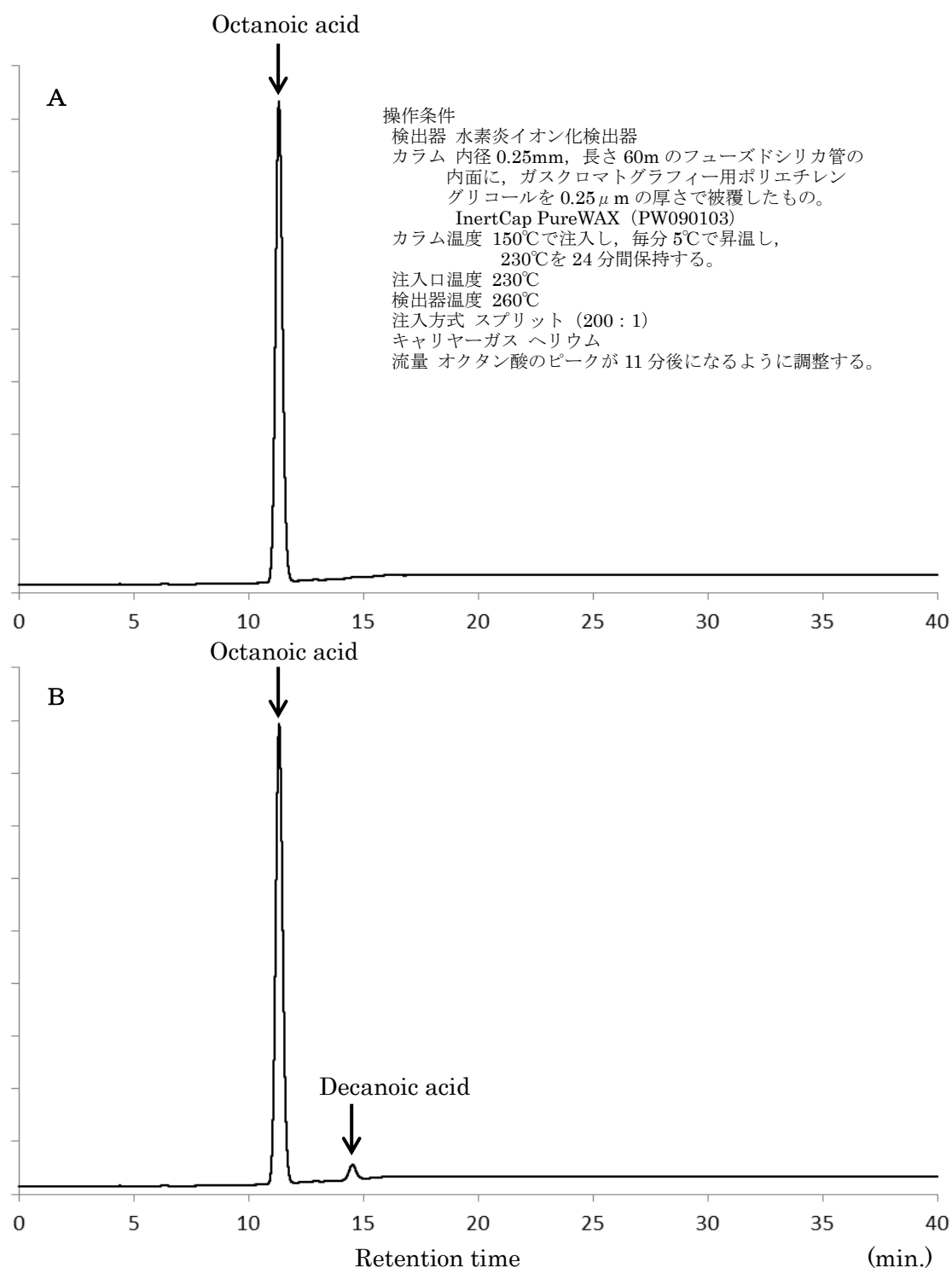


Fig オクタン酸の定量及び純度試験 (5) デカン酸 GC クロマトグラム

A : オクタン酸

B : 規格値相当 (3 %) のデカン酸を添加したオクタン酸

オクタン酸 他の規格との比較

	本規格	JECFA	FCC9
定義	設定しない	オクタン酸は、野菜油（ココナツ、パーム、核、又は palm stearene）から、油の精製、メチルエステル交換、蒸留による分離によって製造される。分離されたオクタン酸メチルはけん化され、酸性化され、オクタン酸を与える。	－
含量	95.0%以上	95%以上	－
性状	本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある	本品は、無色の油状の液体で、わずかに不快なおいがある	無色の油状の液体
確認試験			
IR	液膜法（参照スペクトル）	参照スペクトル	－
溶解性	設定しない	水に難溶、ほとんどの有機溶媒に可溶	水に難溶、ほとんどの有機溶媒に可溶 (DESCRIPTION)
純度試験			
(1)酸価	366～396 香料試験法:酸価 試料0.3 g 0.1mol/L水酸化カリウム溶液で滴定	366～396（確認試験） Vol.4:FATS, OILS AND HYDROCARBONS:Acid Value 試料5 g 0.5N水酸化カリウム溶液で滴定	366～396 (Appendix VII : Fats and substances) Method I (Commercial Fatty Acids) 試料5 g 0.5N水酸化ナトリウム溶液で滴定
(2)鉛	Pbとして2.0μg/g以下 (2.0 g，第1法)	Pbとして2mg/kg以下 (原子吸光光度法)	－
(3)デカン酸	3.0%以下（GC法）	3%以下（誘導体化GC法）	－
ヨウ素価	設定しない	2.0以下（Modified Wijs Method）	2.0以下（Modified Wijs Method）
不けん化物	設定しない	0.2%以下	0.2%以下
水分	0.4%以下（5g，直接滴定）	0.4%以下	0.4%以下
強熱残分	0.1%以下 (10 g，800±25℃，15分間以上)	0.1%以下 (10 g，800±25℃，15分間以上)	0.1%以下 (10 g，800±25℃，30分間以上)
定量法	GC法	GC法	－

これまでの経緯

平成25年11月20日	厚生労働大臣から食品安全委員会委員長宛てに食品添加物の指定に係る食品健康影響評価を依頼
平成25年11月25日	第495回食品安全委員会（要請事項説明）
平成25年12月25日	第125回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年1月21日	第126回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年2月13日	第127回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年3月13日	第128回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年4月17日	第129回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年6月30日	第131回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年11月17日	第136回食品安全委員会添加物専門調査会
平成26年12月12日	第137回食品安全委員会添加物専門調査会
平成27年2月5日	第139回食品安全委員会添加物専門調査会
平成27年3月23日	第140回食品安全委員会添加物専門調査会
平成27年5月12日	第560回食品安全委員会（報告）
平成27年5月13日	食品安全委員会における国民からの意見募集 （～平成27年6月11日）
平成27年6月16日	薬事・食品衛生審議会へ諮問
平成27年6月19日	薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会

●薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会

[委員]

※部会長

氏 名	所 属
穂山 浩	国立医薬品食品衛生研究所食品部長
石見 佳子	国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所国立健康・栄養研究所食品保健機能研究部長
井手 速雄	東邦大学薬学部名誉教授
井部 明広	実践女子大学生生活科学部食生活科学科教授
小川 久美子	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター病理部長
鎌田 洋一	岩手大学農学部共同獣医学科教授
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
戸塚 ゆ加里	国立研究開発法人国立がん研究センター発がんシステム研究分野ユニット長
中島 春紫	明治大学農学部農芸化学科教授
二村 睦子	日本生活協同組合連合会環境事業推進部部長
由田 克士	大阪市立大学大学院生活科学研究科教授
吉成 浩一	静岡県立大学薬学部衛生分子毒性学分野教授
若林 敬二※	静岡県立大学特任教授