

資料 1

9月29日 食品衛生分科会

審議事項に関する資料

(1) 審議事項

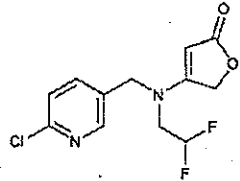
①食品中の農薬の残留基準設定について

- ・フルピラジフロン（新規+インポートトレランス申請） 1
- ・ガミスロマイシン（新規） 9

②食品添加物の指定等について

- ・過酢酸製剤（過酢酸、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸及びオクタン酸） 12

フルピラジフロン (Flupyradifurone)

審議の対象	農薬の食品中の残留基準の設定										
経緯	農薬取締法に基づく新規の農薬登録申請に伴う基準値設定の要請及びインポートトレランス (IT) 制度に基づく基準値設定の要請があったもの。										
構造式											
用途	農薬/殺虫剤										
作用機構	ブテノライド系の殺虫剤である。吸汁性害虫及び甲虫目の咀嚼性害虫のニコチン性アセチルコリン受容体へのアゴニストとして作用して殺虫活性を示すと考えられている。										
適用作物/適用病害虫等	稲/イネドロオイムシ、イネミズゾウムシ 等										
我が国の登録状況	農薬登録はされていない。										
諸外国の状況	JMPR における毒性評価はなされておらず、国際基準も設定されていない。 米国、カナダ、EU、豪州及びニュージーランドについて調査した結果、米国においてかんきつ類、綿実等に基準値が設定されている。										
食品安全委員会における食品健康影響評価結果	<p>ADI : 0.031 mg/kg 体重/day</p> <p>[設定根拠] 2年間 慢性毒性/発がん性併合試験 (ラット・混餌) 無毒性量 3.16 mg/kg 体重/day (発がん性は認められなかった。) 安全係数 100</p> <p>ARfD: 0.35 mg/kg 体重</p> <p>[設定根拠] 単回 急性神経毒性試験 (ラット・強制経口) 無毒性量 35 mg/kg 体重/day 安全係数 100</p>										
基準値案	別紙1のとおり。 残留の規制対象物質：フルピラジフロンとする。										
暴露評価	<p>①長期暴露</p> <p>EDI/ADI 比は、以下のとおり。なお、フルピラジフロンだけでなく、代謝物 M33 も含めて暴露量を推定した。</p> <table border="1" data-bbox="582 1601 1444 1848"> <thead> <tr> <th></th> <th>EDI/ADI (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>一般 (1歳以上)</td> <td>27.8</td> </tr> <tr> <td>幼小児 (1~6歳)</td> <td>50.2</td> </tr> <tr> <td>妊婦</td> <td>25.8</td> </tr> <tr> <td>高齢者 (65歳以上)</td> <td>31.3</td> </tr> </tbody> </table> <p>EDI : 推定一日摂取量 (Estimated Daily Intake)</p> <p>②短期暴露</p> <p>各食品の短期推定摂取量 (ESTI) を推定したところ、一般 (1歳以上) 及び幼小児 (1~6歳) のそれぞれにおけるフルピラジフロン及び代謝物 M33 の和の摂取量は急性参照用量 (ARfD) を超えていない^{注)}。</p> <p>注) 基準値案又は最高残留濃度 (HR) を用い、平成 17~19 年度の食品摂取頻度・摂取量調査及び平成 22 年度の厚生労働科学研究の結果に基づき ESTI を推定した。</p>		EDI/ADI (%)	一般 (1歳以上)	27.8	幼小児 (1~6歳)	50.2	妊婦	25.8	高齢者 (65歳以上)	31.3
	EDI/ADI (%)										
一般 (1歳以上)	27.8										
幼小児 (1~6歳)	50.2										
妊婦	25.8										
高齢者 (65歳以上)	31.3										

意見聴取の状況	平成 27 年 7 月 27 日に在京大使館への説明を実施 平成 27 年 9 月 4 日～10 月 3 日にパブリックコメントを実施 (WTO 通報は対象外)
答申案	別紙 2 のとおり。

食品名	基準値案 ppm	基準値 現行 ppm	登録 有無	参考基準値		作物残留試験成績等 ppm
				国際 基準 ppm	外国 基準値 ppm	
米(玄米をいう。)	0.05		申			<0.01, <0.01
小麦	3		IT		3.0 米国	【0.017-0.729(n=29)(米国)】
大麦	3		IT		3.0 米国	【0.038-2.255(n=20)(米国)】
ライ麦	3		IT		3.0 米国	【米国小麦、ソルガム参照】
とうもろこし	0.05		IT		0.05 米国	【<0.01-0.011(n=20)(乾燥種実)(米国)】
そば	3		IT		3.0 米国	【米小麦、ソルガム参照】
その他の穀類	3		IT		3.0 米国	【0.337-1.53(n=9)(ソルガム)(米国)】
大豆	2		IT		1.5 米国	【<0.010-1.02(n=20)(米国)】
小豆類	3		IT		3.0 米国	【<0.010-0.24(n=9)(米国)】
えんどう	3		IT		3.0 米国	【0.017-1.325(n=10)(米国)】
そら豆	3		IT		3.0 米国	【米国小豆類、えんどう参照】
らっかせい	0.04		IT		0.04 米国	【<0.010-0.027(n=12)(米国)】
その他の豆類	3		IT		3.0 米国	【米国小豆類、えんどう参照】
ばれいしょ	0.05		IT		0.05 米国	【<0.010-0.036(n=25)(米国)】
さといも類(やつがしらを含む。)	0.05		IT		0.05 米国	【米国ばれいしょ参照】
かんしょ	0.05		IT		0.05 米国	【米国ばれいしょ参照】
やまいも(長いもをいう。)	0.05		IT		0.05 米国	【米国ばれいしょ参照】
その他のいも類	0.05		IT		0.05 米国	【米国ばれいしょ参照】
だいこん類(ラディッシュを含む。)	0.9		IT		0.9 米国	【0.024-0.046(n=7)(ラディッシュ)(米国)】
だいこん類(ラディッシュを含む。)	40		IT		40 米国	【米国からし菜参照】
かぶ類の根	0.9		IT		0.9 米国	【米国ラディッシュ、にんじん参照】
かぶ類の葉	40		IT		40 米国	【米国からし菜参照】
西洋わさび	0.9		IT		0.9 米国	【米国ラディッシュ、にんじん参照】
はくさい	6		IT		6.0 米国	【米国キャベツ、カリフラワー、ブロッコリー参照】
キャベツ	6		IT		6.0 米国	【0.077-0.833(n=10)(米国)】
芽キャベツ	6		IT		6.0 米国	【米国キャベツ、カリフラワー、ブロッコリー参照】
ケール	40		IT		40 米国	【米国からし菜参照】
チンゲンサイ	40		IT		40 米国	【米国からし菜参照】
カリフラワー	6		IT		6.0 米国	【0.022-2.425(n=6)(米国)】
ブロッコリー	6		IT		6.0 米国	【0.37-1.92(n=4)(米国)】
その他のあぶらな科野菜	40		IT		40 米国	【6.075-24.25(n=8)(からし菜)(米国)】
ごぼう	0.9		IT		0.9 米国	【米国ラディッシュ、にんじん参照】
サルシフィー	0.9		IT		0.9 米国	【米国ラディッシュ、にんじん参照】
エンダイブ	30		IT		30 米国	【米国リーフレタス、レタス、ほうれんそう参照】
レタス(サラダ菜及びちしゃを含む。)	30		IT		30 米国	【0.872-7.29(n=9)(リーフレタス)、0.306-2.32(n=8)(レタス)(米国)】
たまねぎ	0.09		IT		0.09 米国	【<0.010(#)-0.052(#)(n=12)(米国)】
ねぎ(リーキを含む。)	3		IT		3.0 米国	【0.145(#)-1.143(#)(n=5)(米国)】
にんにく	0.09		IT		0.09 米国	【米国たまねぎ参照】
にら	3		IT		3.0 米国	【米国ねぎ参照】
にんじん	0.9		IT		0.9 米国	【<0.01-0.604(#)(n=10)(米国)】
パースニップ	0.9		IT		0.9 米国	【米国ラディッシュ、にんじん参照】
パセリ	30		IT		30 米国	【米国リーフレタス、レタス、ほうれんそう参照】
セロリ	9		IT		9.0 米国	【0.221-5.985(n=10)(米国)】

食品名	基準値 案 ppm	基準値 現行 ppm	登録 有無	参考基準値		作物残留試験成績等 ppm
				国際 基準 ppm	外国 基準値 ppm	
トマト	2		IT		1.5 米国	【<0.01-0.728(n=38)(米国)】
ピーマン	2		IT		1.5 米国	【<0.01-0.474(n=20)(米国)】
なす	2		IT		1.5 米国	【米国トマト、ピーマン、とうがらし参照】
その他のなす科野菜	2		IT		1.5 米国	【<0.01-0.851(n=12)(とうがらし)(米国)】
きゅうり(ガーキンを含む。)	0.4		IT		0.4 米国	【<0.01-0.225(n=18)(米国)】
かぼちゃ(スカッシュを含む。)	0.4		IT		0.4 米国	【<0.01-0.1(n=16)(サマースカッシュ)(米国)】
すいか※1	0.03		IT		0.4 米国	【米国メロン参照】
メロン類果実※1	0.03		IT		0.4 米国	【<0.01-0.186(n=10)(米国)】
まくわうり※1	0.03		IT		0.4 米国	【米国メロン参照】
その他のうり科野菜	0.4		IT		0.4 米国	【米国きゅうり、サマースカッシュ、メロン参照】
ほうれんそう	30		IT		30 米国	【1.99-17.45(n=9)(米国)】
オクラ	2		IT		1.5 米国	【米国トマト、ピーマン、とうがらし参照】
しょうが	0.05		IT		0.05 米国	【米国ばいりしよ参照】
未成熟えんどう	3		IT		3.0 米国	【0.569-1.205(n=6)(さやえんどう)、0.125-0.773(n=6)(ガーデンピー)(米国)】
未成熟いんげん	3		IT		3.0 米国	【0.012-0.808(n=8)(さやいんげん)、<0.01-0.115(n=9)(未成熟ライマ豆)(米国)】
えだまめ	3		IT		3.0 米国	【米国未成熟えんどう、未成熟いんげん参照】
なつみかんの果実全体	3		IT		3.0 米国	【米国レモン、オレンジ、グレープフルーツ、マンダリンオレンジ参照】
レモン	3		IT		3.0 米国	【<0.010-0.713(n=24)(米国)】
オレンジ(ネーブルオレンジを含む。)	3		IT		3.0 米国	【<0.01-2.08(n=36)(米国)】
グレープフルーツ	3		IT		3.0 米国	【<0.010-0.287(n=18)(米国)】
ライム	3		IT		3.0 米国	【米国レモン、オレンジ、グレープフルーツ、マンダリンオレンジ参照】
その他のかんきつ類果実	3		IT		3.0 米国	【<0.01-0.61(n=24)(マンダリンオレンジ)(米国)】
りんご	0.7		IT		0.7 米国	【0.016-0.296(n=28)(米国)】
日本なし	0.7		IT		0.7 米国	【米国りんご、西洋なし参照】
西洋なし	0.7		IT		0.7 米国	【0.059-0.467(n=18)(米国)】
マルメロ	0.7		IT		0.7 米国	【米国りんご、西洋なし参照】
いちご	2		IT		1.5 米国	【0.233-0.619(n=10)(米国)】
ブルーベリー	4		IT		4.0 米国	【0.133-2.479(n=26)(米国)】
ハuckleベリー	4		IT		4.0 米国	【米国ブルーベリー参照】
ぶどう	3		IT		3.0 米国	【<0.01-1.9(n=32)(米国)】
その他の果実	3		IT		3.0 米国	【米国ぶどう参照】
綿実	0.8		IT		0.8 米国	【0.014-0.494(n=12)(米国)】
ぎんなん	0.02		IT		0.02 米国	【米国アーモンド、ペカン参照】
くり	0.02		IT		0.02 米国	【米国アーモンド、ペカン参照】
ペカン	0.02		IT		0.02 米国	【<0.010-0.012(n=10)(米国)】
アーモンド	0.02		IT		0.02 米国	【<0.010-0.015(n=10)(米国)】
その他のナッツ類	0.02		IT		0.02 米国	【米国アーモンド、ペカン参照】
コーヒー豆	2		IT		1.5 米国	【0.065-0.552(n=4)(米国)】
ホップ	10		IT		10 米国	【2.18-4.72(n=6)(米国)】

食品名	基準値案 ppm	基準値 現行 ppm	登録 有無	参考基準値		作物残留試験成績等 ppm
				国際 基準 ppm	外国 基準値 ppm	
牛の筋肉	0.3		IT		0.3 米国	【推:0.194】
豚の筋肉	0.01		IT		0.01 米国	【推:<0.01】
その他の陸棲哺乳類に属する動物の筋肉	0.3		IT		0.3 米国	【牛の筋肉参照】
牛の脂肪	0.2		IT		0.2 米国	【推:0.091】
豚の脂肪	0.01		IT		0.01 米国	【推:<0.01】
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	0.2		IT		0.2 米国	【牛の脂肪参照】
牛の肝臓	1		IT		1.0 米国	【推:0.616】
豚の肝臓	0.04		IT		0.04 米国	【推:0.03】
その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	1		IT		1.0 米国	【牛の肝臓参照】
牛の腎臓	1		IT		1.0 米国	【推:0.682】
豚の腎臓	0.04		IT		0.04 米国	【推:0.039】
その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	1		IT		1.0 米国	【牛の腎臓参照】
牛の食用部分	1		IT		1.0 米国	【牛の肝臓及び腎臓参照】
豚の食用部分	0.04		IT		0.04 米国	【豚の腎臓参照】
その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	1		IT		1.0 米国	【牛の肝臓及び腎臓参照】
乳	0.2		IT		0.15 米国	【推:0.082】
鶏の卵	0.01		IT		0.01 米国	【推:0.01】
その他の家さんの卵	0.01		IT		0.01 米国	【鶏の卵参照】

申：農薬の登録申請等に伴い基準値設定依頼がなされたもの
IT：海外で設定されている基準値を参照するよう申請されたもの

(#)：使用方法を逸脱して実施された試験成績

推：推定される残留量であることを示す

※1すいか、メロン類果実及びまくわうりにおいては、米国の残留基準に加工係数0.07（可食部係数。果実全体の残留量に対する果肉の残留量の比）を乗じた値を基準値案とした。

フルピラジフロ

食品名	残留基準値
	ppm
米(玄米をいう。)	0.05
小麦	3
大麦	3
ライ麦	3
とうもろこし	0.05
そば	3
その他の穀類 ^{注1)}	3
大豆	2
小豆類 ^{注2)}	3
えんどう	3
そら豆	3
らっかせい	0.04
その他の豆類 ^{注3)}	3
ばれいしょ	0.05
さといも類(やつがしらを含む。)	0.05
かんしょ	0.05
やまいも(長いもをいう。)	0.05
その他のいも類 ^{注4)}	0.05
だいこん類(ラディッシュを含む。)の根	0.9
だいこん類(ラディッシュを含む。)の葉	40
かぶ類の根	0.9
かぶ類の葉	40
西洋わさび	0.9
はくさい	6
キャベツ	6
芽キャベツ	6
ケール	40
チンゲンサイ	40
カリフラワー	6
ブロッコリー	6
その他のあぶらな科野菜 ^{注5)}	40
ごぼう	0.9
サルシフィー	0.9
エンダイブ	30
レタス(サラダ菜及びちしやを含む。)	30
たまねぎ	0.09
ねぎ(リーキを含む。)	3
にんにく	0.09
にら	3
にんじん	0.9
パースニップ	0.9
パセリ	30
セロリ	9

注1)「その他の穀類」とは、穀類のうち、米、小麦、大麦、ライ麦、とうもろこし及びそば以外のものをいう。

注2)いんげん、ささげ、サルタニ豆、サルタビア豆、バター豆、ペギア豆、ホワイト豆、ライマ豆及びレンズを含む。

注3)いんげん、ささげ、サルタニ豆、サルタビア豆、バター豆、ペギア豆、ホワイト豆、ライマ豆及びレンズを含む。

注4)「その他のいも類」とは、いも類のうち、ばれいしょ、さといも類、かんしょ、やまいも及びこんにやくいも以外のものをいう。

注5)「その他のあぶらな科野菜」とは、あぶらな科野菜のうち、だいこん類の根、だいこん類の葉、かぶ類の根、かぶ類の葉、西洋わさび、クレソン、はくさい、キャベツ、芽キャベツ、ケール、こまつな、きょうな、チンゲンサイ、カリフラワー、ブロッコリー及びハーブ以外のものをいう。

食品名	残留基準値	
	ppm	
トマト	2	
ピーマン	2	
なす	2	
その他のなす科野菜 ^(注5)	2	注6)「その他のなす科野菜」とは、なす科野菜のうち、トマト、ピーマン及びなす以外のものをいう。
きゅうり(ガーキンを含む。)	0.4	
かぼちゃ(スカッシュを含む。)	0.4	
すいか	0.03	
メロン類果実	0.03	
まくわうり	0.03	
その他のうり科野菜 ^(注7)	0.4	注7)「その他のうり科野菜」とは、うり科野菜のうち、きゅうり、かぼちゃ、しろうり、すいか、メロン類果実及びまくわうり以外のものをいう。
ほうれんそう	30	
オクラ	2	
しょうが	0.05	
未成熟えんどう	3	
未成熟いんげん	3	
えだまめ	3	
なつみかんの果実全体	3	
レモン	3	
オレンジ(ネーブルオレンジを含む。)	3	
グレープフルーツ	3	
ライム	3	
その他のかんきつ類果実 ^(注8)	3	注8)「その他のかんきつ類果実」とは、かんきつ類果実のうち、みかん、なつみかん、なつみかんの外果皮、なつみかんの果実全体、レモン、オレンジ、グレープフルーツ、ライム及びスパイス以外のものをいう。
りんご	0.7	
日本なし	0.7	
西洋なし	0.7	
マルメロ	0.7	
いちご	2	
ブルーベリー	4	
ハuckleベリー	4	
ぶどう	3	
その他の果実 ^(注9)	3	注9)「その他の果実」とは、果実のうち、かんきつ類果実、りんご、日本なし、西洋なし、マルメロ、びわ、もも、ネクタリン、あんず、すもも、うめ、おうとう、ベリー類果実、ぶどう、かき、バナナ、キウイ、パパイヤ、アボカド、パイナップル、グアバ、マンゴー、パッションフルーツ、なつめやし及びスパイス以外のものをいう。
綿実	0.8	
ぎんなん	0.02	
くり	0.02	
ペカン	0.02	
アーモンド	0.02	
その他のナッツ類 ^(注10)	0.02	注10)「その他のナッツ類」とは、ナッツ類のうち、ぎんなん、くり、ペカン、アーモンド及びくるみ以外のものをいう。
コーヒー豆	2	
ホップ	10	
牛の筋肉	0.3	
豚の筋肉	0.01	
その他の陸棲哺乳類に属する動物 ^(注11) の筋肉	0.3	注11)「その他の陸棲哺乳類に属する動物」とは、陸棲哺乳類に属する動物のうち、牛及び豚以外のものをいう。
牛の脂肪	0.2	
豚の脂肪	0.01	
その他の陸棲哺乳類に属する動物の脂肪	0.2	
牛の肝臓	1	

食品名	残留基準値 ppm
豚の肝臓 その他の陸棲哺乳類に属する動物の肝臓	0.04 1
牛の腎臓 豚の腎臓 その他の陸棲哺乳類に属する動物の腎臓	1 0.04 1
牛の食用部分 ^(注12) 豚の食用部分 その他の陸棲哺乳類に属する動物の食用部分	1 0.04 1
乳	0.2
鶏の卵 その他の家きん ^(注13) の卵	0.01 0.01

注12)「食用部分」とは、食用に供される部分のうち、筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓以外の部分をいう。

注13)「その他の家きん」とは、家きんのうち、鶏以外のものをいう。

ガミスロマイシン (Gamithromycin)

審議の対象	動物用医薬品の食品中の残留基準の設定										
経緯	医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律に基づく動物用医薬品の製造販売の承認申請がなされたこと及び当該承認に伴い同法に基づく使用基準を設定することについて農林水産大臣から意見聴取があったもの。										
構造式											
用途	動物用医薬品／抗生物質										
作用機構	15員環のマクロライド系抗生物質で、細菌リボソームの構成ユニットの一つである 50S サブユニット中の 23SrRNA に結合することで、ペプチジル tRNA の転位を阻害し、細菌のタンパク質合成を阻害することにより、発育・増殖を阻止する静菌作用を示すものと考えられている。広範囲の抗菌スペクトルを有し、特にマイコプラズマに対して優れた抗菌力を示すものと考えられている。										
対象動物	牛										
我が国の承認状況	動物用医薬品として承認されていない。										
諸外国の状況	JECFA において評価されておらず、国際基準も設定されていない。米国、カナダ、EU、豪州及びニュージーランドについて調査した結果、米国、カナダ及び EU において基準値が設定されている。										
食品安全委員会における食品健康影響評価結果	<p>① 毒性学的 ADI : 0.01 mg/kg 体重/day [設定根拠] 13 週間 亜急性毒性試験 (イヌ・経口投与) 無毒性量 1 mg/kg 体重/day 安全係数 100</p> <p>② 微生物学的 ADI : 0.045 mg/kg 体重/day</p> <p>③ ADI の設定 毒性学的 ADI が微生物学的 ADI より小さいことから、ガミスロマイシンの ADI を 0.01 mg/kg 体重/day と設定した。</p>										
基準値案	別紙 1 のとおり。 残留の規制対象物質：ガミスロマイシンとする。										
暴露評価	<p>TMDI/ADI 比は、以下のとおり。</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th></th> <th>TMDI/ADI (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>一般 (1 歳以上)</td> <td>0.2</td> </tr> <tr> <td>幼小児 (1~6 歳)</td> <td>0.2</td> </tr> <tr> <td>妊婦</td> <td>1.4</td> </tr> <tr> <td>高齢者 (65 歳以上)</td> <td>0.1</td> </tr> </tbody> </table> <p>TMDI : 理論最大一日摂取量 (Theoretical Maximum Daily Intake)</p>		TMDI/ADI (%)	一般 (1 歳以上)	0.2	幼小児 (1~6 歳)	0.2	妊婦	1.4	高齢者 (65 歳以上)	0.1
	TMDI/ADI (%)										
一般 (1 歳以上)	0.2										
幼小児 (1~6 歳)	0.2										
妊婦	1.4										
高齢者 (65 歳以上)	0.1										
意見聴取の状況	平成 27 年 7 月 27 日に在京大使館への説明を実施 平成 27 年 9 月 4 日~10 月 3 日にパブリックコメントを実施 (WTO 通報は対象外)										
答申案	別紙 2 のとおり。9										

(別紙1)

動薬名 ガミスロマイシン

食品名	基準値 案 ppm	基準値 現行 ppm
牛の筋肉	0.01	
牛の脂肪	0.01	
牛の肝臓	0.4	
牛の腎臓	0.4	
牛の食用部分	0.06	

答申(案)

(別紙2)

ガミスロマイシン

食品名	残留基準値
	ppm
牛の筋肉	0.01
牛の脂肪	0.01
牛の肝臓	0.4
牛の腎臓	0.4
牛の食用部分 ^{注)}	0.06

注)「食用部分」とは、食用に供される部分のうち、筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓以外の部分をいう。

過酢酸製剤

<p>審議の対象</p>	<p>食品添加物としての指定の可否及び規格基準の設定</p> <p>(1) 過酢酸</p> <p>(2) 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (HEDP)</p> <p>(3) オクタン酸</p> <p>食品添加物としての規格基準の設定</p> <p>(4) 過酢酸製剤</p> <p>※ 過酢酸、酢酸、過酸化水素及び HEDP を構成成分とする殺菌料製剤である。オクタン酸を混合する場合があります、その場合、過オクタン酸が生成する場合があります。</p> <p>(参考)</p> <p>酢酸及び過酸化水素は、食品添加物として既に使用が認められている。</p>
<p>経緯</p>	<p>事業者等からの要請により指定等を行うもの</p>
<p>構造式</p>	<p>(1) 過酢酸</p> $\text{H}_3\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-\text{OH}$ <p>(2) HEDP</p> $\begin{array}{c} \text{O} \quad \quad \quad \text{O} \\ \parallel \quad \quad \quad \parallel \\ \text{HO}-\text{P} \quad \quad \quad \text{P}-\text{OH} \\ \diagdown \quad \diagup \quad \diagdown \quad \diagup \\ \text{HO} \quad \text{HO} \quad \text{CH}_3 \quad \text{OH} \end{array}$ <p>(3) オクタン酸</p> $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOH}$
<p>用途</p>	<p>(1) 過酢酸：殺菌料</p> <p>(2) HEDP：キレート剤</p> <p>(3) オクタン酸：界面活性剤、被膜剤、香料</p> <p>(4) 過酢酸製剤：殺菌料製剤</p>

<p>概要</p>	<p>(1) 過酢酸：酢酸及び過酸化水素を混合することにより生成され、水溶液中に平衡状態で存在する。我が国では、ペットボトルの殺菌や医療器具の消毒に使用されている。</p> <p>(2) HEDP：米国等でキレート剤等として使用されている。また、Na 塩であるエチドロン酸二ナトリウムが、骨粗しょう症、骨パジェット病等の治療薬として使用されている。</p> <p>(3) オクタン酸：飽和脂肪酸であり、ほ乳類の乳脂肪、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）及び既存添加物「高級脂肪酸」として使用が認められている。</p> <p>(4) 過酢酸製剤：過酢酸を主成分とした、HEDP、オクタン酸等を含む混合溶液であり、米国、オーストラリア、ニュージーランド等において、食品の殺菌料として用いられる。</p>
<p>諸外国での状況</p>	<p>(1) 過酢酸（過酢酸製剤）</p> <p>①JECFA の評価</p> <p>2004年の第63回会合において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、食品中への使用後、速やかに水、酸素、酢酸及び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、食品常在成分でもあり、安全に懸念をもたらすものではないとしている。</p> <p>②諸外国の使用状況</p> <p>EUでは、添加物としての使用は確認されていない。</p> <p>米国では、殺菌の成分又はこれを含む混合溶液が殺菌料として製品ごとに使用量等が設定され、野菜、果実、食肉、食鳥肉等に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、加工助剤として野菜、果実、食肉、食鳥肉等の殺菌の目的で使用が認</p>

められている。

(2) HEDP

①JECFA の評価

過酢酸製剤に含まれる HEDP について、NOAEL を 50 mg/kg 体重/日 (ADI (一日摂取許容量) は特定されていない。) としている。また、HEDP の Na 塩である骨パジェット病治療薬の使用量は 5 mg/kg 体重/日であり、食品から摂取される量の 1000 倍以上であることから、安全性に懸念をもたらすものではないとしている。

②諸外国の使用状況

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使用が認められている。

(3) オクタン酸

①JECFA の評価

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諸外国の使用状況

EU では、食品添加物及び香料として必要量での使用が認められている。

米国では、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 0.005% 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

	<p>酸製剤の成分として使用が認められている。</p>
<p>食品安全委員会における 食品健康影響評価結果</p>	<p>過酢酸、オクタン酸、酢酸及び過酸化水素：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</p> <p>HEDP：ADI を 0.013 mg/kg 体重/日と設定する</p> <p>過酢酸製剤：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</p>
<p>摂取量の推計</p>	<p>(1) 過酢酸、過オクタン酸、過酸化水素</p> <p>我が国における過酢酸製剤の使用対象食品の摂取量と諸外国において報告されている食品での残留量から、過酢酸、過オクタン酸、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) と推定されている。</p> <p>(2) HEDP</p> <p>我が国における過酢酸製剤の使用対象食品の摂取量と JECFA において示されている食品での残留量から、HEDP の推定一日摂取量は、0.0014 mg/kg 体重/日と推定されている。</p> <p>(3) オクタン酸</p> <p>我が国における使用されているオクタン酸の使用量と JECFA における過酢酸製剤由来のオクタン酸の推定一日摂取量等から、3.11 mg/人/日 (0.056 mg/kg 体重/日) と推定されている。</p> <p>(4) 酢酸</p> <p>過酢酸製剤中に酢酸がオクタン酸の約5倍含まれていると仮定し、JECFA における過酢酸製剤由来のオクタン酸の一日摂取量から約 10 mg/人/日と推定している。また、国民健康・栄養調査の穀物酢の摂取量に基づき、酢酸の推定一日摂取量を 0.44 g/人/日超と考えており、相当多い量を食事経由で既に摂取しているとしている。</p>

<p>使用基準案</p>	<p>(1) 過酢酸：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。</p> <p>(2) HEDP：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。</p> <p>(3) オクタン酸：着香の目的で使用する場合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。</p> <p>(4) 過酢酸製剤：食肉、果実及び野菜の表面殺菌の目的以外に使用してはならない。</p> <p>使用量は、過酢酸として、食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.220 g 以下、果実及び野菜にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.080 g 以下、HEDP として、食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.013 g 以下、果実及び野菜にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.0048 g 以下でなければならない。</p> <p>(参考：使用基準改正は行わない。)</p> <p>過酸化水素：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。</p> <p>酢酸：使用基準なし。</p>
<p>製造基準案</p>	<p>(1) 過酢酸：過酢酸を製造する場合は、酢酸及び過酸化水素を原料としたものでなければならない。</p> <p>(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及び過酸化水素並びにそれぞれの成分規格に適合する HEDP 及びオクタン酸を原料とし、過酢酸若しくは酢酸及び過酸化水素に HEDP を混合したもの又はこれにオクタン酸を混合したものでなければならない。</p>
<p>成分規格案</p>	<p>別紙のとおり</p>
<p>意見聴取の状況</p>	<p>パブリックコメント及びWTO通報を実施予定</p>
<p>答申案</p>	<p>別紙のとおり</p>

答申(案)

1. 過酢酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸及びオクタン酸については、添加物として人の健康を損なうおそれはないことから、指定することは、差し支えない。
2. 過酢酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸及びオクタン酸の添加物としての規格基準の設定並びにこれらを含む添加物製剤の規格基準の設定については、以下のとおり設定することが適当である。

使用基準(案)

オクタン酸

オクタン酸は、着香の目的で使用する場合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。

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。

過酢酸製剤

過酢酸製剤は、食肉、果実及び野菜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、過酢酸として、食肉にあつては浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.220g以下、果実及び野菜にあつては浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.080g以下、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸として、食肉にあつては浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.013g以下、果実及び野菜にあつては浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.0048g以下でなければならない。

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。

製造基準(案)

過酢酸

過酢酸を製造する場合は、酢酸及び過酸化水素を原料としたものでなければならない。

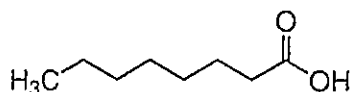
過酢酸製剤

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及び過酸化水素並びにそれぞれの成分規格に適合する1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸及びオクタン酸を原料とし、過酢酸若しくは酢酸及び過酸化水素に1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸を混合したもの又はこれにオクタン酸を混合したものでなければならない。

成分規格 (案)

1 オクタン酸

オクタン酸
Octanoic Acid
Caprylic Acid
カプリル酸



$C_8H_{16}O_2$

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2.0 μ g/g以下

本品2.0 gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のろ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）1ml及び硝酸1ml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10ml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1mlを正確に量り、水を加えて正確に100mlとする。この液4ml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、デカン酸の含量とする。

水分 0.4%以下（5g, 直接滴定）

強熱残分 0.1%以下（10g, 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0.25～1μmの厚さで被覆したものを使用する。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。

2 過酢酸製剤

過酢酸製剤

Peracetic acid Composition

[79-21-0, 過酢酸]

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」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸12～15%、酢酸30～50%、過酸化水素4～12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸1%未満又はこれにオクタン酸1

0%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。第一変曲点及び第二変曲点における 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。

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

(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) 2ml を加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム 0.4g 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 1mol/L 水酸化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 とし、試料液とする。試料液 10ml を正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 2.0ml を加えてよく混ぜ、20 分間放置し、検液とする。対照液は、水 10ml を用いて試料液と同様に操作し調製する。別にリン酸一カリウム 0.2195g を量り、水を加えて正確に 1,000ml とし、この液 5ml 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 0ml, 3ml, 5ml, 10ml, 15ml 及び 20ml 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、試料液と同様に操作し、標準液とする。検液及び 6 濃度の標準液につき、波長 650nm における吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) の含量 (%)

$$\frac{\text{検液中のリンの濃度 } (\mu\text{g/ml}) \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12}$$

試料の採取量 (g) $\times 61.94 \times 12$

(4) オクタン酸

本品約 0.7g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 50ml とする。この液 5ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 20ml とし、検液とする。別に、オクタン酸約 0.2g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100ml とし、標準原液とする。標準原液 0.5ml, 1ml, 2.5ml, 5ml 及び 10ml を正確に量り、それぞれに水/アセトニトリル混液 (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。

$$\text{オクタン酸 (C}_8\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} \\ = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 (\mu\text{g}/\text{ml})}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50}$$

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 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管 内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 30 $^{\circ}\text{C}$

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

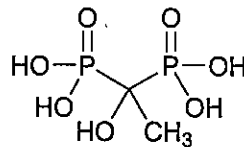
3 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic acid

エチドロン酸

HEDP



$\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$

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 ($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$) 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 25 g 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。

$$\text{塩化物 (Cl) の量 (\%)} = \frac{a \times 0.005 \times 3.545}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(4) 亜リン酸 $\text{H}_3\text{P}\text{O}_3$ 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 20 ml 及びリン酸緩衝液 (pH 7.3) 50 ml を加え、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 2) で pH 7.3 に調整する。次に 0.05 mol/L ヨウ素溶液 25 ml 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 0.1 mol/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、滴定の終点は液が終点近くで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。

$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素溶液 } 1 \text{ ml} = 4.10 \text{ mg } \text{H}_3\text{P}\text{O}_3$$

(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蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて 450 ~ 600 °C 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。残留物に塩酸 (1 → 4) 20 ml 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) 10 ml 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、試料液の場合と同様に操作し、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 μ 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 $^{\circ}$ C 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 \rightarrow 10) を加えて 1 ml 中に鉄 (Fe=55.85) 10ng, 25ng, 50ng, 100ng 及び 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 μ l 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 \rightarrow 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 As₂O₃ として 6.7 μ g/g 以下 (0.30 g, 第 1 法, 装置 B)

定量法 本品約 3 g を精密に量り、水 150ml を加えて溶かし、かくはんしながら 1 mol/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 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量を a ml とする。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C₂H₈O₇P₂) 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)

(1) 試薬・試液

アスコルビン酸試液 L-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。

塩化1, 10-フェナントロリニウム1水和物 $C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$ [K 8202]

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0.5g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 $C_8H_{16}O_2$ 本品は、無~淡黄色で、澄明の液体である。

含量 本品は、オクタン酸 ($C_8H_{16}O_2$) 98.0%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液膜法により測定するとき、波長 $2,930cm^{-1}$, $2,860cm^{-1}$, $1,710cm^{-1}$, $1,460cm^{-1}$, $1,420cm^{-1}$, $1,280cm^{-1}$, $1,230cm^{-1}$, $1,200cm^{-1}$, $1,110cm^{-1}$, $940cm^{-1}$ 及び $720cm^{-1}$ 付近に吸収帯を認める。

凝固点 $15\sim 17^{\circ}C$

屈折率 $n_D^{20}=1.425\sim 1.431$

比重 $d_4^{20}=0.909\sim 0.915$

定量法 本品約0.05g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1ml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0.53mm, 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ー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 $50^{\circ}C$ から毎分 $10^{\circ}C$ で昇温し、 $280^{\circ}C$ に到達後、2分間保持する。

注入口温度 $280^{\circ}C$

検出器温度 $280^{\circ}C$

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。

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5~20分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)酸ニカリウム3水和物1.37g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、酒石酸アンチモンルカリウム試液 5ml, セモリブデン酸六アンモニウム 4水和物溶液 (1→25) 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。

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°C

定量法 本品約0.05g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1ml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 1.5 μ mの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60°Cから 280°Cまで毎分 10°Cで昇温する。

注入口温度 280°C

検出器温度 280°C

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。

キャリアーガス 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。

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)7水和物0.70gを量り,水70mL及び塩化1,10-フェナントロリニウム1水和物1.78gを加えて溶かし,更に水を加えて100ml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 $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ [硫酸セリウム(IV)四水和物, K 8976]

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に調整した後,水を加えて1,000mlとする。

(2) 容量分析用標準液

0.005mol/L硝酸銀溶液 1,000ml中硝酸銀($AgNO_3$,分子量169.87)0.8493gを含む。

0.1mol/L硝酸銀溶液に水を加えて正確に20倍容量に薄める。

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($Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$,分子量404.30)40.43gを含む。

硫酸セリウム(IV)4水和物約40.4g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)

(3) 標準液

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。

参照赤外吸収スペクトル (案)

オクタン酸

