







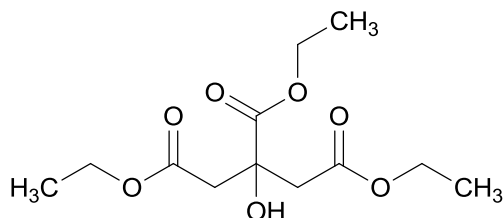




## 成分規格案

クエン酸三エチル

Triethyl citrate

C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>7</sub>

分子量 276.28

1,2,3-Triethyl 2-hydroxypropane-1,2,3-tricarboxylate [77-93-0]

含 量 本品は、クエン酸三エチル (C<sub>12</sub>H<sub>20</sub>O<sub>7</sub>) 99.0%以上を含む。性 状 本品は、無色の油状の液体で、においがいいか又はわずかに特有のにおいがあ  
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) 屈折率  $n_D^{20} = 1.440 \sim 1.444$ (2) 比重  $d_{25}^{25} = 1.135 \sim 1.139$ 

(3) 遊離酸 クエン酸として0.02%以下

本品32.0 gを正確に量り、エタノール (95) 30mlを加え、0.1mol/L 水酸化カリウ  
ム溶液で滴定するとき、その消費量は、1.0ml以下である。ただし、エタノール (95)  
は、ブロモチモールブルー試液数滴を指示薬として黄緑色を呈するまで0.1mol/L 水  
酸化カリウム溶液を加える。

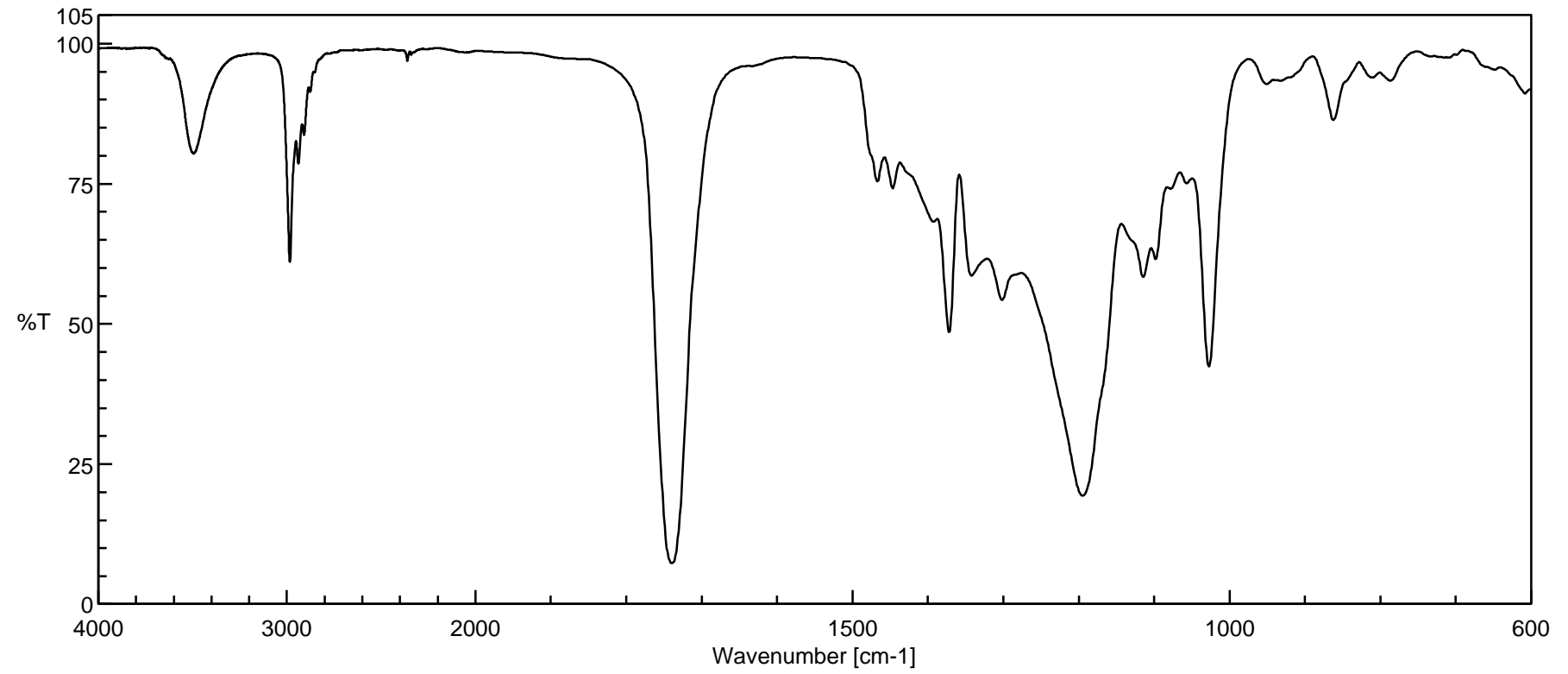
(4) 鉛 Pbとして2.0μg/g 以下 (5.0 g, 第1法)

(5) ヒ素 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として4.0μg/g 以下 (0.5 g, 第1法, 装置B)

水 分 0.25%以下 (5 g, 直接滴定)

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。

クエン酸三エチル



## クエン酸三エチルに係る成分規格の設定根拠等

主に、JECFA 添加物規格及び香料規格、FCC 規格第 9 版（以下 FCC）、EU の食品添加物規格(以下 EU) 及び食品添加物公定書第 8 版（以下公定書）を参考とし成分規格案を設定した。

### 分子量

JECFA 添加物規格及び香料規格、FCC、EU では「Formula(Molecular) weight 276.29」とされている。公定書では原子量表(2005)により求められ、クエン酸三エチルの分子量は 276.283 となることから、他の食品添加物との整合性より、本規格案では、「分子量 276.28」とした。

### 含量

JECFA 添加物規格及び香料規格では「99%以上」、FCC では「99.0~100.5%（無水物換算）」、EU では「99.0%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 及び EU と同水準の規格値とし、他の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「99.0%以上」とした。

### 性状

JECFA 添加物規格及び EU では「ほとんど無色で、無臭の油状の液体」、JECFA 香料規格では「ほとんど無色の油状の液体；苦みとわずかなにおい」、FCC では「ほとんど無色の油状の液体。水に溶けにくい、アルコールとエーテルには混和する。」と規格としている。本規格案では「本品は、無色の油状の液体で、においがいいか又はわずかに特有のにおいがある。」とした。

### 確認試験

JECFA 添加物規格では、クエン酸三エチルの溶解性、比重及び屈折率、JECFA 香料規格では、溶解性及び赤外吸収スペクトル、EU では、比重及び屈折率を設定しているが、FCC では確認試験を設定していない。公定書において、比重及び屈折率は純度試験として設定され、溶解性については、確認試験として設定する必要はないと考えられるため、本規格案では、赤外吸収スペクトルを採用することとした。

### 純度試験

(1) 屈折率 JECFA 添加物規格及び EU では「1.439~1.441 (20℃)」、JECFA 香料規格では「1.440~1.444 (20℃)」、FCC では「1.440~1.444 (20℃)」又は「1.439~1.443 (25℃)」としている。市販品について 9 機関で分析した結果、1.442~1.443 (20℃)、平均 1.443 であった。これらの結果より、本規格案では、流通実態と他の食品添加物を考慮し、JECFA 香料規格及び FCC が規格値としている「 $n_D^{20} = 1.440 \sim 1.444$ 」を採用することとした。



- (2) **比重** JECFA 添加物規格, FCC 及び EU では「1.135~1.139 (25°C/25°C)」, JECFA 香料規格では「1.138~1.139 (25°C/25°C)」としている。市販品について6機関で分析した結果, 1.135~1.139 (25°C/25°C), 平均 1.138 (25°C/25°C) であった。本規格案は国際整合性及び流通実態を考慮し, 「 $d_{25}^{25} = 1.135 \sim 1.139$ 」とした。
- (3) **遊離酸** JECFA 添加物規格及び香料規格, FCC 並びに EU では「0.02%以下 (クエン酸として)」と設定しているため, 本規格案で規格値は国際整合性を考慮し, 「クエン酸として 0.02%以下」と設定することとした。試験法において, 試料量は JECFA 添加物規格及び FCC とともに 32 g であるが, 操作法は JECFA 添加物規格では, 試料に, 中和したエタノール (95) 及びフェノールフタレイン試液を加えて, 0.1N水酸化ナトリウム溶液で滴定するのに対し, FCC では, 試料をプロモチモールブルー試液を指示薬として中和したエタノール (95) 30ml に溶かし, 0.1N水酸化ナトリウム溶液で滴定としている。両試験法について検討したところ, JECFA 添加物規格の方法では 0.1N水酸化ナトリウム溶液を 25mL 加えても終点に達しなかったが, FCC の方法では規格値以下となり, 色調も安定していたため, FCC の方法が適当と考えられた。一方, クエン酸三エチルは, 香料として使用されており, 香料の試験では 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液が汎用されている。そこで, 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液を用いて滴定を行ったところ, 水酸化ナトリウム溶液を用いた場合と同等の結果が得られたことから, 本規格案では「本品 32.0 g を正確に量り, エタノール(95)30ml を加え, 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液で滴定するとき, その消費量は, 1.0ml 以下である。ただし, エタノール(95)は, プロモチモールブルー試液数滴を指示薬として黄緑色を呈するまで 0.1mol/L 水酸化カリウム溶液を加える。」とすることとした。
- (4) **鉛** JECFA 添加物規格, FCC 及び EU は「2mg/kg 以下」と設定しているため, 国際整合性を考慮し, 本規格案では, 「Pb として 2.0µg/g 以下 (5.0 g, 第1法)」と設定することとした。
- (5) **ヒ素** JECFA 添加物規格及び香料規格, FCC では設定されていないが, EU は「As として 3mg/kg 以下」と設定している。他の食品添加物規格を考慮し, 本規格案では, 「As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>として 4.0µg/g 以下 (0.5 g, 第1法, 装置B)」と設定することとした。

## 水分

JECFA 添加物規格, FCC 及び EU では「0.25%以下 (カールフィッシャー法)」, JECFA 香料規格でも「0.25%以下」とされているため, 本規格案もこれらに倣い「0.25%以下」とした。試料採取量については, 公定書 一般試験法 19. 水分測定法 (カールフィッシャー法) 直接滴定において, 「水分として 10~50mg を含むような量」と規定されているため, 水分量 0.25%としたときに 12.5mg となる「5 g」と設定した。

## 定量法

JECFA 添加物規格及び FCC では滴定法を設定している。一方, JECFA 香料規格では GC 法を設定している。香料業界及び香料を利用する食品加工メーカーにおいて, ガスクロマトグラフィーが広く普及しており, 測定機器を含めた測定環境に実務上問題は無いことから本規格案でも GC 法を採用することとした。

本品は、沸点が 150℃以上（294℃）のため、公定書 一般試験法 香料試験法の 9. 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)により定量するが、クエン酸三エチルの保持時間を考慮し、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)により定量する。ただし、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。」とした。

#### **JECFA 添加物規格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 添加物規格及び香料規格並びに FCC は溶解性を設定しているが、確認試験として溶解性を設定する必要はないと考えられるため、本規格案では溶解性に係る規格は採用しないこととした。

クエン酸三エチル 他の規格との対比表

	本規格案	JECFA	JECFA(香料規格)	FCC(9)	EU
含量	99.0%以上	99%以上	99%以上	99.0%~100.5% (無水物)	99.0%以上
性状	本品は、無色の油状の液体で、においがなく又はわずかに特有のにおいがある。	ほとんど無色で無臭の油状液体	ほとんど無色の油状液体；苦味，わずかなにおい	ほとんど無色で油状液体	ほとんど無色で無臭の油状液体
<b>確認試験</b>					
IRスペクトル	参照スペクトル法 (液膜法)	—	参照スペクトル法	—	—
溶解性	設定しない	水に溶けにくい，アルコール及びエーテルに混和する。	水に溶けにくい，アルコール及びエーテルに混和する。	(性状) 水に溶けにくい，アルコール及びエーテルに混和する。	—
<b>純度試験</b>					
屈折率	$n_{D}^{20}=1.440\sim1.444$	(確認) $n_{D}^{20}=1.439\sim1.441$	$n_{D}^{20}=1.440\sim1.444$	$n_{D}^{20}=1.440\sim1.444$ $n_{D}^{25}=1.439\sim1.443$	(確認) $n_{D}^{20}=1.439\sim1.441$
比重	$d_{25}^{25}=1.135\sim1.139$	(確認) $d_{25}^{25}=1.135\sim1.139$	$d_{25}^{25}=1.138\sim1.139$	$d_{25}^{25}=1.135\sim1.139$	(確認) $d_{25}^{25}=1.135\sim1.139$
遊離酸	クエン酸として0.02%以下 本品32.0gを正確に量り，エタノール(95)30mlを加え，0.1mol/L 水酸化カリウム溶液で滴定するとき，その消費量は，1.0ml以下である。ただし，エタノール(95)は，プロモチモールブルー試液数滴を指示薬として黄緑色を呈するまで0.1mol/L 水酸化カリウム溶液を加える。	0.02%以下(クエン酸として) 本品32gを正確に量り，中和したエタノール30ml及びフェノールタレイン試液を加え，0.1N水酸化ナトリウム溶液で滴定するとき，その量は1.0ml以下である。	クエン酸として0.02%以下	0.02%以下(クエン酸として) 本品32gを正確に量り，プロモチモールブルーで中和したエタノール(95)30mlに溶かし，0.1N 水酸化ナトリウムで滴定するとき，その量は1.0ml以下である。	0.02%以下 (クエン酸として)
鉛	Pbとして2.0 $\mu$ g/g以下	2mg/kg以下	—	2mg/kg以下	2mg/kg以下
ヒ素	As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> として 4.0 $\mu$ g/g以下	—	—	—	Asとして 3mg/kg以下
重金属	設定しない	—	10ppm以下	—	—
沸点	設定しない	—	294℃	—	—
水分	0.25%以下 (5g, 直接滴定)	0.25%以下	0.25%以下	0.25%以下	0.25%以下
定量法	GC法	滴定法 (0.5N水酸化ナトリウム溶液50mlを加えて還流した後，0.5N硫酸で滴定)	GC法	滴定法 (0.5N水酸化ナトリウム溶液50mlを加えて還流した後，0.5N硫酸で滴定)	—
保存基準	設定しない	—	—	密閉容器	—

