

過酢酸及び過酢酸製剤の規格基準（現行）

1. 製造基準

過酢酸

過酢酸を製造する場合は、それぞれの成分規格に適合する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酸酢、過酸化水素、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸若しくは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。

2. 成分規格

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 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を行う。指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。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 を加えて検液とする。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。

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

(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 3ml 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 0.4 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水酸化ナトリウム溶液 (1→40) 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

一を数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて正確に 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て調製する。別にリン酸一カリウム 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 ml、3 ml、5 ml、10ml、15ml 及び 20ml を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 50ml とし、それぞれを 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 (%)

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

(4) オクタン酸

本品約 0.7 g 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 5 ml 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、定量用オクタン酸約 0.2 g 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、1 ml、2.5ml、5 ml 及び 10ml を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えてそれぞれ正確に 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 ($\mu\text{g/ml}$) を求め、次式により含量を求める。

オクタン酸 ($C_8H_{16}O_2$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 } (\mu\text{g/ml})}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12}$$

試料の採取量 (g) ×50

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 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°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. 使用基準

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、牛、鶏及び豚の食肉、果実並びに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、鶏の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 2.0 g 以下、牛及び豚の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 1.80 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 以下並びに 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸として、鶏の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.136 g 以下、牛及び豚の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.024 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。

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。