

分の速度で5分間通気する。次にフラスコBをはずし、本品2.0gを正確に量り、速やかに入れ、フラスコBを再び装置に取り付け、マイクロバーナーDの高さを4~5cmとし、窒素ガスを0.5~0.6L/分の速度で流しながら、フラスコBを約10分間加熱する。フラスコAをはずし、検液とする。検液5mlを正確に量り、水0.1mlを加えたものをA液とし、別に、検液5mlを正確に量り、0.3%過酸化水素溶液0.1mlを加えたものをB液とする。A液及びB液のそれぞれに、パラロザニン・ホルムアルデヒド試液1mlずつを正確に加え、よく振り混ぜ、室温で15分間放置した後、それぞれの液を0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を対照とし、波長580nmにおける吸光度 A_A 及び A_B を測定し、呈色反応後の吸光度($A_A - A_B$)を求める。別に、亜硫酸水素ナトリウム0.1625gを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液に溶かして100mlとする。この液1mlを正確に量り、0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液で100mlとし、標準原液とする。標準原液1, 2, 3, 4ml及び5mlをそれぞれ正確に量り、それぞれに0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液を加えてそれぞれ正確に25mlとし、標準液とする。それぞれの標準液につき、検液と同様に操作し、呈色反応後の吸光度($A_A - A_B$)を求め、検量線を作成する。検量線より、検液中の二酸化硫黄濃度($\mu\text{g/ml}$)を求め、次式により二酸化硫黄の含量($\mu\text{g/g}$)を求める。

$$\text{二酸化硫黄の含量} = \frac{\text{検液中の二酸化硫黄濃度} (\mu\text{g/ml}) \times 20}{\text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} (\mu\text{g/g})$$

乾燥減量 21.0%以下(120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

アセチル化アジピン酸架橋デンプンの規格案及び国際規格との比較

	本規格案	JECFA	FCC	EU
CAS	設定しない	68130-14-3	—	—
定義	デンプンを無水酢酸及び無水アジピン酸でエステル化して得られたもの	無水酢酸及び無水アジピン酸でエステル化したデンプン	無水アジピン酸(0.12%以下)と無水酢酸で処理したエステル化デンプン	無水アジピン酸で架橋し、無水酢酸でエステルしたデンプン
性状	白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。	白色又はオフホワイトの粉末ではない。乾燥の方法によって、これらの粉末は元の未加工デンプンの外観を持つ完全な顆粒又は顆粒の集合体、又はα化されたものは、薄片、無定形粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末。顆粒、α化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末、顆粒又は(α化されたものは)薄片、無定形の粉末又は粗い粒子
確認試験				
ヨウ素による呈色	本品の懸濁液(1→20)及びヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。	試料の懸濁液に、0.1N 三ヨウ化カリウムを数滴加えると、同じ起源の未加工デンプンと同様に染まる。色は暗青～赤色となる。	懸濁液(1→20)に数滴のヨウ素試液を加えると、暗青～赤色を呈する。	陽性(暗青～赤色)
フェーリング試液による反応	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	—
アセチル基	本品0.5gに炭酸ナトリウム試液10mlを加えて5分間煮沸し、希硫酸10mlを加えるとき、酢酸のにおいを発する。	本品約10gを水25ml加えて懸濁し、0.4mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを加える。1時間振とうした後、ろ過し、ろ液を110°Cで乾燥する。その残渣に数滴の水を加えて溶かし、試験管に移す。水酸化カルシウムを加えて加熱したとき、アセトンのにおいを発する。	—	—
検鏡	設定しない	検鏡する (α化でんぷんを除く)	検鏡する (α化でんぷんを除く)	検鏡する (α化でんぷんを除く)
溶解性	設定しない	α化デンプンでなければ、布に水に溶けない。熱水中で粘性を持つ、典型的なコロイド溶液を作る。エタノールに溶けない。	—	—
エステルの赤外吸収	設定しない	エステルの赤外吸収 1720cm ⁻¹	—	—
純度試験				乾燥減量以外、すべて乾燥物換算
アジピン酸基	0.135%以下(乾燥物換算)	0.135%以下(乾燥物換算)	—	0.135%以下
アセチル基	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下	2.5%以下
鉛	Pbとして2.0 μg/g以下	2mg/kg以下	1mg/kg以下	2mg/kg以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 μg/g以下	—	—	1mg/kg以下
二酸化硫黄	50 μg/g以下	穀類デンプン: 50 mg/kg その他の加工デンプン: 10 mg/kg以下(特に指示のない限り)	0.005%以下	穀類デンプン: 50 mg/kg その他の加工デンプン: 10 mg/kg以下(特に指示のない限り)
乾燥減量	21.0%以下(120°C, 13.3kPa以下, 4時間)	—	穀類デンプン: 15.0%, ジャガイモデンプン: 21.0%, サゴヤシ、タピオカデンプン: 18.0%以下 (5g, 100mmHg, 120°C, 4時間)	穀類デンプン: 15.0%, ジャガイモデンプン: 21.0%, その他: 18.0%以下
液性	設定しない	—	pH3.0～9.0	—
水銀	設定しない	—	—	0.1 mg/kg以下
粗脂肪	設定しない	—	0.15%以下	—
タンパク質	設定しない	—	0.5%以下 ただし、高アミロースデンプン由来の加工デンプンは1%以下	—

—は記述無し

アセチル化酸化デンプン
Acetylated Oxidizes Starch

[68187-08-6]

定 義 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理した後、無水酢酸でエステル化して得られたものである。

性 状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒でわずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

(4) カルボキシ基

本品 0.05g を 1%メチレンブルー溶液 25ml に懸濁し、時々攪拌しながら 5～10 分間放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿しているデンプン粒を水で洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、暗青色を呈するデンプン粒を認める

純度試験 (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) カルボキシ基 1.3%以下

本品約 3g を精密に量り、ビーカーに入れる。本品は、必要があれば、あらかじめ、吸湿しないように注意しながらすりつぶし、標準網ふるい 840 μm を通過させ、よく混合しておく。0.1mol/L 塩酸 25ml を加え、30 分間時々かき混ぜた後、吸引ろ過し、ビーカーの残留物を水でろ過器に洗い込む。ろ紙上の残留物を洗液が塩化物の反応を呈さなくなるまで水 300ml で洗浄する。残留物をビーカーに入れ、水 300ml を加えて懸濁し、かくはんしながら水浴上で加熱してゲル化させ、更に 15 分加熱する。水浴から取り出し、熱いうちに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、その消費量を S ml とする（指示薬 フェノールフタレイン試液 3 滴）。別に空試験を行う。同量の試料を量り、ビーカーに入れ、水 10ml を加えて懸濁し、約 5 分間隔で 30 分間かくはんする。懸濁液を吸引ろ過し、ビーカーの残留物を水でろ過器に洗い込み、ろ紙上の残留物を水 200ml で洗う。残留物に水 300ml を加えて懸濁し、以下本試験と同様に操作し、その消費量を B ml とする。次式よりカルボキシ基の含量を求める。

$$\text{カルボキシ基(-COOH)の含量} = \frac{(S-B) \times 0.0045}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

ただし、バレイショデンプンを基原とするもの場合は、「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(3)を準用し、リンの含量 P % を求め、その寄与分を次式により算出し、先に求めたカルボキシ基の含量より差し引いて補正する。

$$\text{リンによる寄与} = \frac{2 \times 45.02 \times P}{30.97} (\%)$$

- (3) 鉛 Pbとして $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法)
- (4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g, 第3法, 装置B)
- (5) 二酸化硫黄 $50 \mu\text{g/g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

アセチル化酸化デンプンの規格案及び国際規格との比較

	本規格案	JECFA	EU
CAS	68187-08-6	68187-08-6	—
定義	デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理した後、無水酢酸でエステル化して得られたもの	次亜塩素酸ナトリウムで処理した後、無水酢酸でエステル化したデンプン	次亜塩素酸ナトリウムで処理した後、無水酢酸でエステル化したデンプン
性状	本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒でわずかににおいがある。	白色又はオフホワイトの粉末ではない。乾燥の方法によって、これらの粉末は元の未加工デンプンの外観を持つ完全な顆粒又は顆粒の集合体、又は α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末、顆粒又は(α 化されたものは)薄片、無定形の粉末又は粗い粒子
確認試験			
ヨウ素による呈色	本品の懸濁液(1→20)及びヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。	試料の懸濁液に、0.1N 三ヨウ化カリウムを数滴加えると、同じ起源の未加工デンプンと同様に染まる。色は暗青～赤色となる。	陽性(暗青～赤色)
フェーリング試液による反応	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	—
アセチル基	本品0.5gに炭酸ナトリウム試液10mlを加えて5分間煮沸し、希硫酸10mlを加えるとき、酢酸のにおいを発する。	本品約10gを水25ml加えて懸濁し、0.4mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを加える。1時間振とうした後、ろ過し、ろ液を110°Cで乾燥する。その残渣に数滴の水を加えて溶かし、試験管に移す。水酸化カルシウムを加えて加熱したとき、アセトンのにおいを発する。	—
カルボキシ基	顕微鏡下で暗青色を観測	顕微鏡下で暗青色を観測	—
検鏡	設定しない	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)
溶解性	設定しない	α 化デンプンでなければ、冷たい水に溶けない。熱水中で粘性を持つ、典型的なコロイド溶液を作る。エタノールに溶けない。	—
エステルの赤外吸収	設定しない	エステルの赤外吸収 1720 cm^{-1}	—
純度試験			乾燥減量以外、すべて乾燥物換算
アセチル基	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下
カルボキシ基	1.3%以下(乾燥物換算)	1.3%以下(乾燥物換算)	1.3%以下
鉛	Pbとして2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下(5.0g、第1法)	2mg/kg 以下	2mg/kg 以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.5g、第3法、装置B)	—	1mg/kg 以下
二酸化硫黄	50 $\mu\text{g/g}$ 以下	穀類デンプン:50 mg/kg その他の加工デンプン:10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)	穀類デンプン:50 mg/kg その他の加工デンプン:10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)
乾燥減量	21.0%以下(120°C、13.3kPa以下、4時間)	—	穀類デンプン:15.0% ジャガイモデンプン:21.0% その他:18.0%以下
水銀	設定しない	—	0.1mg/kg以下

—は記述無し

アセチル化リン酸架橋デンプン
Acetylated Distarch Phosphate

[68130-14-3]

定義 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リン及び無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

性状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

純度試験 (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル 0.1 μ g/g 以下

乾燥物換算して 5.0 g に対応する量の本品を量り、かくはん子を入れた 20ml のヘッドスペースガスクロマトグラフィー用バイアル瓶に入れ、水 5ml を正確に加えて密栓し、20 分間かくはんし、検液とする。別に、酢酸ビニル 0.05g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100ml とする。この液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 2ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし標準原液とする。この液 5ml を正確に量り、乾燥物換算して 5g に対応する量の同じ植物を基原とする未加工デンプン及びかくはん子を入れた 20ml のヘッドスペースガスクロマトグラフィー用バイアル瓶に加えて密栓し、20 分間かくはんし、標準液とする。検液及び標準液につき、次の操作条件でヘッドスペースガスクロマトグラフィーを行うとき、検液より得られるピーク面積は、標準液より得られるピーク面積を超えない。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250°C

カラム 内径 0.25mm、長さ 10m のケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレンジビニルベンゼンポリマーを 3 μ m の厚さで被覆したもの。

カラム温度 110°C 付近の一定温度

注入口温度 200°C

注入方式 スプリット(10:1)

キャリアーガス 窒素

流量 酢酸ビニルの保持時間が約 9 分になるように調整する。

ヘッドスペースサンプラーの操作条件

バイアル内平衡温度 70°C

バイアル内平衡時間 30 分

注入ライン温度 80°C

注入量 1.0ml

(3) リン P として 0.14% 以下

冷水不溶性デンプンの場合、本品 20～25g を量り、250ml のビーカーに入れ、メタノール

／水混液（7：3）200ml を加えて分散させ、15 分間かくはんする。吸引ろ過し、ろ紙上の残留物をメタノール／水混液（7：3）200ml で洗う。再びメタノール／水混液（7：3）200ml に懸濁し、吸引ろ過して同様に洗う。残留物を 50℃以下で乾燥後、砕き、標準網ふるい 840 μm を通過させ、良く混合し試料とする。ただし、水に膨潤しやすいデンプンでは、残留物を 50℃以下で乾燥する前に、再度エタノールに分散させ、よく振とう後、ろ過し、同様の操作を行い、試料とする。得られた試料約 10g を精密に量り、蒸発皿に入れ、酢酸亜鉛試液 10 ml を試料に均一になるように加える。ホットプレート上で注意しながら蒸発乾固し、温度を上げて炭化する。その後、電気炉に入れ、炭化物がなくなるまで、550℃で 1～2 時間加熱する。冷後、水 15ml を加え、器壁を硝酸（1→3）5ml で洗い込む。加熱して沸騰させ、冷後、200ml のメスフラスコに移し、蒸発皿を水 20 ml ずつで 3 回洗い、洗液を合わせ、水を加えて 200ml とする。この液の、P として 1.5 mg を超えない一定量 V ml を正確に量り、100ml のメスフラスコに入れ、硝酸（1→3）10ml、バナジン酸試液 10ml、加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液 10ml を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に 100ml とし、10 分間放置した後、検液とする。別に、リン酸一カリウム標準液 0.5, 1.0, 1.5ml を量り、それぞれ 100ml のメスフラスコに入れ、それぞれのフラスコに、硝酸（1→3）10ml、バナジン酸試液 10ml、加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液 10ml を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に 100ml とし、10 分間放置し、標準液とする。硝酸（1→3）10ml、バナジン酸試液 10ml、加工デンプン用モリブデン酸アンモニウム試液 10ml を十分に混和しながら加え、水を加えて正確に 100ml とし、10 分間放置した液を対照液とし、検液及び標準液の 460nm における吸光度を測定し、得られた検量線から検液中のリン濃度を求め、次式によりリンの含量を求める。

$$\text{リン(P)の含量} = \frac{\text{検液中のリン濃度 (mg/ml)} \times 2000}{V \times \text{乾燥物換算した試料の採取量 (g)}} \quad (\%)$$

- (4) 鉛 Pb として 2.0 μg/g 以下 (5.0 g, 第 1 法)
- (5) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μg/g 以下 (0.50 g, 第 3 法, 装置 B)
- (6) 二酸化硫黄 50 μg/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120℃, 13.3kPa 以下, 4 時間)

アセチル化リン酸架橋デンプンの規格案及び国際規格との比較

	本規格案	JECFA	FCC	EU
CAS	68130-14-13	—	—	—
定義	デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リン及び無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたもの	トリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化し、更に無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化したデンプン	オキシ塩化リン(0.1%以下)でエステル化し、さらに無水酢酸(8%以下)又は酢酸ビニル(7.5%以下)で処理したエステル化デンプン	トリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンで架橋され、無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化したデンプン
性状	白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。	白色又はオフホワイトの粉末ではない。乾燥の方法によって、これらの粉末は元の未加工デンプンの外観を持つ完全な顆粒又は顆粒の集合体、又は α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末。顆粒、 α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末、顆粒又は(α 化されたものは)薄片、無定形の粉末又は粗い粒子
確認試験				
ヨウ素による呈色	本品の懸濁液(1→20)及びヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。	試料の懸濁液に、0.1N 三ヨウ化カリウムを数滴加えると、同じ起源の未加工デンプンと同様に染まる。色は暗青～赤色となる。	懸濁液(1→20)に数滴のヨウ素試液を加えると、暗青～赤色を呈する。	陽性(暗青～赤色)
フェーリング試液による反応	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	—
アセチル基	本品0.5gに炭酸ナトリウム試液10mlを加えて5分間煮沸し、希硫酸10mlを加えるとき、酢酸のにおいを発する。	本品約10gを水25ml加えて懸濁し、0.4mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを加える。1時間振とうした後、ろ過し、ろ液を110°Cで乾燥する。その残渣に数滴の水を加えて溶かし、試験管に移す。水酸化カルシウムを加えて加熱したとき、アセトンのにおいを発する。	—	—
検鏡	設定しない	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)
溶解性	設定しない	α 化デンプンでなければ、冷たい水に溶けない。熱水中で粘性を持つ、典型的なコロイド溶液を作る。エタノールに溶けない。	—	—
エステルの赤外吸収	設定しない	エステルの赤外吸収 1720 cm^{-1}	—	—
純度試験				乾燥減量以外、すべて乾燥物換算
アセチル基	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下	2.5%以下
酢酸ビニル	0.1 $\mu\text{g/g}$ 以下(乾燥物換算)	0.1 mg/kg 以下(乾燥物換算)	—	0.1 mg/kg 以下
リン	0.14%以下(乾燥物換算)	小麦、ジャガイモデンプン: 0.14% その他:0.04%以下(乾燥物換算、Pとして)	—	小麦、ジャガイモデンプン: 0.14% その他:0.04%以下(Pとして)
鉛	Pbとして2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下	2 mg/kg 以下	1 mg/kg 以下	2 mg/kg 以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下	—	—	1 mg/kg 以下
二酸化硫黄	50 $\mu\text{g/g}$ 以下	穀類デンプン:50 mg/kg その他の加工デンプン:10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)	0.005%以下	穀類デンプン:50 mg/kg その他の加工デンプン:10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)
乾燥減量	21.0%以下(120°C、13.3kPa以下、4時間)	—	穀類デンプン:15.0%、 ジャガイモデンプン:21.0%、 サゴヤシ、タピオカデンプン:18.0%以下 (5g、100mmHg、120°C、4時間)	穀類デンプン:15.0%、 ジャガイモデンプン:21.0%、 その他:18.0%以下
液性	設定しない	—	pH3.0～9.0	—
水銀	設定しない	—	—	0.1 mg/kg 以下
粗脂肪	設定しない	—	0.15%以下	—
タンパク質	設定しない	—	0.5%以下 ただし、高アミロースでんぷん由来の加工でんぷんは1%以下	—

—は記述無し

オクテニルコハク酸デンプンナトリウム
Starch Sodium Octenyl succinate

定 義 本品は、デンプンを無水オクテニルコハク酸でエステル化して得られたものである。

性 状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) 残存オクテニルコハク酸 0.8%以下

本品約 0.1g を精密に量り、メタノール 20ml を加え、18 時間以上振とうする。毎分約 3,000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液 10ml を正確に量り、減圧下、40℃で乾固し、水を加えて溶かし、正確に 5ml とする。別に、無水オクテニルコハク酸約 0.02g を精密に量り、0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 10ml を加え、80℃で 3 時間加熱する。冷後、リン酸 (5→1,000) 8ml を加え、更に水を加えて正確に 20ml とする。この液 2ml を正確に量り、水を加えて 20ml とする。この液 1, 2, 5, 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 20ml とし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 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テニルコハク酸の 2 本のピークの面積を測定し、その和を用いて、無水オクテニルコハク酸の検量線を作成する。検液のオクテニルコハク酸の 2 本のピークの面積を測定し、その和から、検量線を用いて検液中の無水オクテニルコハク酸としての濃度(μ g/ml)を求める。次式により、試料中の残存オクテニルコハク酸の含量を求める。

残存オクテニルコハク酸(C₁₂H₂₀O₄)の含量

$$= \frac{\text{検液中の無水オクテニルコハク酸濃度} (\mu \text{ g/ml}) \times 1.086}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)} \times 1,000} \quad (\%)$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計 (測定波長 205nm)

カラム充てん剤 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 4.6 mm, 長さ 25cm のステンレス管

カラム温度 40℃

移動相 リン酸 (1→1,000) / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量 主ピークの保持時間が約 9 分になるように調整する。

(2) オクテニルコハク酸基 3%以下

本品約 0.02g を精密に量り、0.1mol/L 水酸化カリウム溶液 10ml を加えて溶かし、密栓して 80℃で 3 時間加熱する。冷後、リン酸 (5→1,000) 8ml を加えて、更に水を加えて正確に 20ml とし、検液とする。純度試験(1)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。検液のオクテニルコハク酸の 2 本のピークの面積を測定し、その和から、純度試験(1)の検量線を用いて検液中の無水オクテニルコハク酸としての濃度(μ g/ml)を求める。次式により試料中の総オクテニルコハク酸の含量 (%) を求め、更に、試料中のオクテニルコハク酸基の

含量 (%) を求める。

総オクテニルコハク酸($C_{12}H_{20}O_4$)の含量

検液中の無水オクテニルコハク酸濃度($\mu\text{g/ml}$) $\times 1.086$

= $\frac{\hspace{10em}}{\hspace{10em}}$ (%)

乾燥物換算した試料の採取量(g) $\times 500$

オクテニルコハク酸基の含量

= 総オクテニルコハク酸の含量 - 残存オクテニルコハク酸の含量 (%)

(3) 鉛 Pb として $2.0\ \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法)

(4) ヒ素 As_2O_3 として $4.0\ \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置 B)

(5) 二酸化硫黄 $50\ \mu\text{g/g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

オクテニルコハク酸デンプンナトリウムの規格案及び国際規格との比較

	本規格案	JECFA	FCC	EU
CAS	設定しない	—	—	—
定義	デンプンを無水オクテニルコハク酸でエステル化して得られたもの	無水オクテニルコハク酸でエステル化したデンプン	無水オクテニルコハク酸(3%以下)でエステル化したデンプン	無水オクテニルコハク酸でエステル化したデンプン
性状	白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。	白色又はオフホワイトの粉末ではない。乾燥の方法によって、これらの粉末は元の未加工デンプンの外観を持つ完全な顆粒又は顆粒の集合体、又は α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末。顆粒、 α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末、顆粒又は(α 化されたものは)薄片、無定形の粉末又は粗い粒子
確認試験				
ヨウ素による呈色	本品の懸濁液(1→20)及びヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。	試料の懸濁液に、0.1N 三ヨウ化カリウムを数滴加えると、同じ起源の未加工デンプンと同様に染まる。色は暗青～赤色となる。	懸濁液(1→20)に数滴のヨウ素試液を加えると、暗青～赤色を呈する。	陽性(暗青～赤色)
フェーリング試液による反応	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	—
検鏡	設定しない	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)
エステルの赤外吸収	設定しない	エステルの赤外吸収 1720 cm^{-1}	—	—
純度試験				乾燥減量以外、すべて乾燥物換算
残存オクテニルコハク酸	0.8%以下(乾燥物換算)	0.3%以下(乾燥物換算)	—	0.3%以下
オクテニルコハク酸基	3.0%以下(乾燥物換算)	3%以下(乾燥物換算)	—	3%以下
鉛	Pbとして2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下	2mg/kg 以下	1mg/kg 以下	2mg/kg 以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 $\mu\text{g/g}$ 以下	—	—	1mg/kg 以下
二酸化硫黄	50 $\mu\text{g/g}$ 以下	穀類デンプン: 50 mg/kg その他の加工デンプン: 10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)	0.005% 以下	穀類デンプン: 50 mg/kg その他の加工デンプン: 10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)
乾燥減量	21.0%以下(120°C, 13.3kPa以下, 4時間)	—	穀類デンプン: 15.0%, ジャガイモデンプン: 21.0%, サゴヤシ、タピオカデンプン: 18.0%以下 (5g, 100mmHg, 120°C, 4時間)	穀類デンプン: 15.0%, ジャガイモデンプン: 21.0%, その他: 18.0%以下
液性	設定しない	—	pH3.0～9.0	—
水銀	設定しない	—	—	0.1mg/kg 以下
粗脂肪	設定しない	—	0.15% 以下	—
タンパク質	設定しない	—	0.5% 以下 ただし、高アミロースでんぷん由来の加工でんぷんは1%以下	—

—は記述無し

酢酸デンプン
Starch Acetate

[9045-28-7]

定 義 本品は、デンプンを無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたものである。

性 状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(3)を準用する。

純度試験 (1) アセチル基 2.5%以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 酢酸ビニル 0.1 μ g/g 以下

「アセチル化リン酸架橋デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(3) 鉛 Pb として 2.0 μ g/g 以下 (5.0 g, 第1法)

(4) ヒ素 As₂O₃ として 4.0 μ g/g 以下 (0.50g, 第3法, 装置B)

(5) 二酸化硫黄 50 μ g/g 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

酢酸デンプンの規格案及び国際規格との比較

CAS	本規格案 9045-28-7	JECFA 9045-28-7	FCG —	EU —
定義	デンプンを無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化して得られたもの	無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化したデンプン	無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化したデンプン	(Acetylated starch) 無水酢酸又は酢酸ビニルでエステル化したデンプン
性状	白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、わずかににおいがある。	白色又はオフホワイトの粉末ではない。乾燥の方法によって、これらの粉末は元の未加工デンプンの外観を持つ完全な顆粒又は顆粒の集合体、又はα化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末。顆粒、α化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末、顆粒又は(α化されたものは)薄片、無定形の粉末又は粗い粒子
確認試験				
ヨウ素による呈色	本品の懸濁液(1→20)及びヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。	試料の懸濁液に、0.1N 三ヨウ化カリウムを数滴加えると、同じ起源の未加工デンプンと同様に染まる。色は暗青～赤色となる。	懸濁液(1→20)に数滴のヨウ素試液を加えると、暗青～赤色を呈する。	陽性(暗青～赤色)
フェーリング試液による反応	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	—
アセチル基	本品0.5gに炭酸ナトリウム試液10mlを加えて5分間煮沸し、希硫酸10mlを加えるとき、酢酸のにおいを発する。	本品約10gを水25ml加えて懸濁し、0.4mol/L水酸化ナトリウム溶液20mlを加える。1時間振とうした後、ろ過し、ろ液を110°Cで乾燥する。その残渣に数滴の水を加えて溶かし、試験管に移す。水酸化カルシウムを加えて加熱したとき、アセトンのにおいを発する。	—	—
検鏡	設定しない	検鏡する (α化でんぷんを除く)	検鏡する (α化でんぷんを除く)	検鏡する (α化でんぷんを除く)
純度試験				乾燥減量以外、すべて乾燥物換算
アセチル基	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下(乾燥物換算)	2.5%以下	2.5%以下
酢酸ビニル	0.1 μg/g以下(乾燥物換算)	—	—	0.1mg/kg以下
鉛	Pbとして2.0 μg/g以下	2mg/kg以下	1mg/kg以下	2mg/kg以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 μg/g以下	—	—	1mg/kg以下
二酸化硫黄	50 μg/g以下	穀類デンプン: 50 mg/kg その他の加工デンプン: 10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)	0.005% 以下	穀類デンプン: 50 mg/kg その他の加工デンプン: 10 mg/kg 以下(特に指示のない限り)
乾燥減量	21.0%以下(120°C, 13.3kPa以下, 4時間)	—	穀類デンプン:15.0%, ジャガイモデンプン:21.0%, サゴヤシ、タピオカデンプン:18.0%以下 (5g, 100mmHg, 120°C, 4時間)	穀類デンプン:15.0%, ジャガイモデンプン:21.0%, その他:18.0%以下
液性	設定しない	—	pH3.0～9.0	—
水銀	設定しない	—	—	0.1mg/kg 以下
粗脂肪	設定しない	—	0.15%以下	—
タンパク質	設定しない	—	0.5%以下 ただし、高アミロースでんぷん由来の加工でんぷんは1%以下	—

—は記述無し

酸化デンプン
Oxidized Starch

定 義 本品は、デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理して得られたものである。

性 状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

(3) カルボキシ基

「アセチル化酸化デンプン」の確認試験(4)を準用する。

純度試験 (1) カルボキシ基 1.1%以下

「アセチル化酸化デンプン」の純度試験(2)を準用する。

(2) 鉛 Pbとして $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (5.0 g, 第1法)

(3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下 (0.50g, 第3法, 装置 B)

(4) 二酸化硫黄 $50 \mu\text{g/g}$ 以下

「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の純度試験(5)を準用する。

乾燥減量 21.0%以下 (120°C, 13.3kPa 以下, 4時間)

酸化デンプンの規格案及び国際規格との比較

	本規格案	JECFA	FCC	EU
GAS	設定しない	—	—	—
定義	デンプンを次亜塩素酸ナトリウムで処理して得られたもの	次亜塩素酸ナトリウムで処理したデンプン	塩素(次亜塩素酸ナトリウム、乾燥デンプン454gに対して塩素として25g以下)で処理したデンプン	次亜塩素酸ナトリウムで処理したデンプン
性状	本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒でにおいが無い。	白色又はオフホワイトの粉末でにおいはない。乾燥の方法によって、これらの粉末は元の未加工デンプンの外観を持つ完全な顆粒又は顆粒の集合体、又は α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末。顆粒、 α 化されたものは、薄片、無定形の粉末又は粗い粒子	白又は類白色の粉末、顆粒又は(α 化されたものは)薄片、無定形の粉末又は粗い粒子
確認試験				
ヨウ素による呈色	本品の懸濁液(1→20)及びヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。	試料の懸濁液に、0.1N 三ヨウ化カリウムを数滴加えると、同じ起源の未加工デンプンと同様に染まる。色は暗青～赤色となる。	懸濁液(1→20)に数滴のヨウ素試液を加えると、暗青～赤色を呈する。	陽性(暗青～赤色)
フェーリング試液による反応	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	赤色沈殿を生じる	—
カルボキシ基	顕微鏡下で暗青色を観測	顕微鏡下で暗青色を観測	—	—
検鏡	設定しない	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)	検鏡する (α 化でんぷんを除く)
溶解性	設定しない	α 化デンプンでなければ、冷たい水に溶けない。熱水中で粘性を持つ、典型的なコロイド溶液を作る。エタノールに溶けない。	—	—
純度試験				乾燥減量以外、すべて乾燥物換算
カルボキシ基	1.1%以下(乾燥物換算)	1.1%以下(乾燥物換算)	—	1.1%以下
鉛	Pbとして2.0 μ g/g以下	2mg/kg 以下	1mg/kg 以下	2mg/kg以下
ヒ素	As ₂ O ₃ として4.0 μ g/g以下	—	—	1mg/kg以下
二酸化硫黄	50 μ g/g以下	50mg/kg以下	0.005% 以下	穀類デンプンは50mg/kg、その他は10mg/kg 以下
乾燥減量	21.0%以下(120°C, 13.3kPa以下, 4時間)	—	穀類デンプン:15.0%, ジャガイモデンプン:21.0%, サゴヤシ、タピオカデンプン:18.0%以下 (5g, 100mmHg, 120°C, 4時間)	穀類デンプン:15.0%, ジャガイモデンプン:21.0%, その他:18.0%以下
液性	設定しない	—	pH3.0～9.0	—
水銀	設定しない	—	—	0.1mg/kg以下
粗脂肪	設定しない	—	0.15%以下	—
タンパク質	設定しない	—	0.5%以下 ただし、高アミロースでんぷん由来の加工でんぷんは1%以下	—

—は記述無し

ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン
Hydroxypropyl Distarch Phosphate

〔53124-00-8〕

定 義 本品は、デンプンをトリメタリン酸ナトリウム又はオキシ塩化リンでエステル化し、酸化プロピレンでエーテル化して得られたものである。

性 状 本品は、白～類白色の粉末、薄片又は顆粒で、においが無い。

確認試験 (1) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(1)を準用する。

(2) 「アセチル化アジピン酸架橋デンプン」の確認試験(2)を準用する。

純度試験 (1) ヒドロキシプロピル基 7.0%以下

本品約 0.1g を精密に量り、0.5mol/L 硫酸 25ml を加えて水浴中で加熱して溶かし、冷後、水で正確に 100ml とする。必要に応じてヒドロキシプロピル基が 4mg/100ml 以上とならないように希釈し、試料液とする。別に、同じ植物を基原とする未加工デンプンについて同様に操作し、吸光度測定のための対照液とする。これらの液 1ml ずつを正確に量り、それぞれ 25ml の目盛り付試験管に入れ、冷水で冷却しながらそれぞれに硫酸 8ml を滴下する。よくかくはんした後、水浴中で正確に 3 分間加熱し、直ちに氷水中で冷却する。冷後、それぞれに加工デンプン用ニンヒドリン試液 0.6ml を注意しながら管壁に沿って加え、直ちに振り混ぜ、25℃の水浴中に 100 分間放置する。それぞれに硫酸を加えて 25 ml とし、栓をして静かに数回上下を反転させる。直ちに吸光度測定用のセルに移し、正確に 5 分後に、対照液に対する 590nm の吸光度を測定する。別にプロピレングリコール約 0.025g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準原液とする。標準原液 2, 4, 6, 8, 10ml を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 50ml とし、標準液とする。それぞれの標準液の 1ml を正確に量り、25ml の目盛り付試験管に入れ、冷水中で硫酸 8ml を滴下し、それぞれに加工デンプン用ニンヒドリン試液 0.6ml を注意しながら管壁に沿って加え、以下試料と同様に操作して検量線を作成する。検量線から、検液中のプロピレングリコール濃度 ($\mu\text{g/ml}$) を求め、次式によりヒドロキシプロピル基の含量を求める。

ヒドロキシプロピル基

$$= \frac{\text{検液中のプロピレングリコール濃度}(\mu\text{g/ml}) \times 0.7763 \times \text{希釈率} \times 10}{\text{乾燥物換算した試料の採取含量}(\text{g}) \times 1000} \quad (\%)$$

(2) プロピレクロロヒドリン類 $1\mu\text{g/g}$ 以下

本品 50.0g を正確に量り、三角フラスコに入れ、1mol/L 硫酸 125ml を加え、内容物を良く分散させる。水浴中で 10 分間加熱し、内容物を良く混合し、更に 15 分間加熱する。冷後水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加えて pH7 とする。ガラス繊維ろ紙を用いて吸引ろ過し、別のフラスコに入れる。元のフラスコとろ紙を水 25 ml で洗い、洗液をろ液に合わせる。この液に無水硫酸ナトリウム 30g を加え、5～10 分間かくはんして硫酸ナトリウムを完全に溶かした後、分液漏斗に移す。フラスコを水 25ml で洗い、洗液を分液漏斗に合わせる。ジエチルエーテル 50ml で 5 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 3g を加え、ろ紙を用いてろ過し、フラスコとろ紙をジエチルエーテル 25ml で洗い、洗液を