

アセチル化アジピン酸架橋デンプン
Acetylated Distarch Adipate

定 義 本品は、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) 本品の懸濁液(1→20)にヨウ素試液数滴を加えるとき、暗青～赤色を呈する。

(2) 本品 2.5 g を、塩酸(1→10) 10 ml 及び水 70 ml を加えて懸濁し、還流冷却管を付けて約 3 時間加熱する。冷後、この液 0.5 ml を沸騰したフェーリング試液 5 ml に加えるとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g に炭酸ナトリウム試液 10 ml を加えて 5 分間煮沸し、希硫酸 10 ml を加えるとき、酢酸のにおいを発する。

純度試験 (1) アジピン酸基 0.135%以下

(i) 総アジピン酸測定用検液

本品約 1g を精密に量り、三角フラスコに入れ、水 50 ml を加え、更に内標準溶液 1 ml を正確に加え、よく振り混ぜてデンプンを分散させた後、水酸化ナトリウム溶液(4→25) 50 ml を加え、5 分間振とうする。ただし、内標準溶液は、グルタル酸 0.10 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 ml とする。フラスコを室温の水浴に入れ、塩酸 20 ml を注意しながら加える。冷後、内容物を分液漏斗に移し、三角フラスコを少量の水で洗い、洗液を分液漏斗に入れる。酢酸エチル 100 ml ずつで 3 回抽出し、酢酸エチル層を合わせ、無水硫酸ナトリウム 20 g を加えて時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、ろ過する。容器及びろ紙上の残留物を酢酸エチル 50 ml で 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、6.7 kPa の減圧下、40℃以下で酢酸エチルを留去し、さらに窒素気流で酢酸エチルを完全に除去する。酢酸エチルの留去はできるだけすみやかに行う。次いで、残留物にピリジン 2 ml 及び N,O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセタミド 1 ml を加えて栓をし、残留物を溶解する。1 時間放置後、2 ml をガラス製バイアル瓶にとり、直ちに密封し、総アジピン酸測定用検液とする。

(ii) 遊離アジピン酸測定用検液

本品約 5 g を精密に量り、三角フラスコに入れ、水 100 ml を加え、更に内標準溶液 1 ml を正確に加える。1 時間振とう後、メンブランフィルター(孔径 0.45 μm)でろ過し、ろ液に塩酸 1 ml を加え、分液漏斗に移す。ただし、アルファー化デンプン及び水可溶デンプンの場合は、メンブランフィルターでろ過せず、懸濁液に塩酸 1 ml を加え、分液漏斗に移す。以下、総アジピン酸測定用検液と同様に操作し、遊離アジピン酸測定用検液とする。

(iii) 標準液

アジピン酸 0.10 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 ml とする。この液 1 ml, 5 ml, 10 ml 及び 20 ml を正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 50 ml とし、4 濃度の標準原液とする。4 個の三角フラスコに、同じ植物を基原とする未加工デンプン 1.0 g ずつを量り、水 50 ml を加え、更に内標準溶液 1 ml を正確に加える。各フラスコに、濃度の異なる標準原液 5 ml を正確に加え、よく振り混ぜてデンプンを分散させた後、水酸化ナトリウ

ム溶液(4→25)50mlを加え、5分間振とうする。各フラスコを室温の水浴に入れ、塩酸 20mlを注意しながら加える。冷後、内容物を分液漏斗に移す。以下、総アジピン酸測定用試験溶液と同様に操作し、4濃度の標準液とする。

総アジピン酸測定用検液、遊離アジピン酸測定用検液及び4種類の標準液をそれぞれ1μlずつ量り、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。4種類の標準液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比と標準液に含まれるアジピン酸濃度から検量線を作成する。総アジピン酸測定用検液及び遊離アジピン酸測定用検液のグルタル酸のピーク面積に対するアジピン酸のピーク面積比を求め、検量線より両検液中のアジピン酸濃度を求める。次式によりアジピン酸基の含量を求める。

$$\text{アジピン酸基の含量} = \left(\frac{C_T}{W_T} - \frac{C_F}{W_F} \right) \times 300(\%)$$

ただし、 W_T ：総アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料採取量(g)

W_F ：遊離アジピン酸測定用検液中の乾燥物換算した試料採取量(g)

C_T ：総アジピン酸測定用検液中のアジピン酸濃度(g/ml)

C_F ：遊離アジピン酸測定用検液中のアジピン酸濃度(g/ml)

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

検出器温度 250℃

カラム 内径 0.25mm、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 50%ジフェニル-50%ジメチルポリシロキサンを 0.25μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度 120℃で5分保持、その後 150℃まで毎分 5℃で昇温する。

注入口温度 250℃

注入方式 スプリット (30 : 1)

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

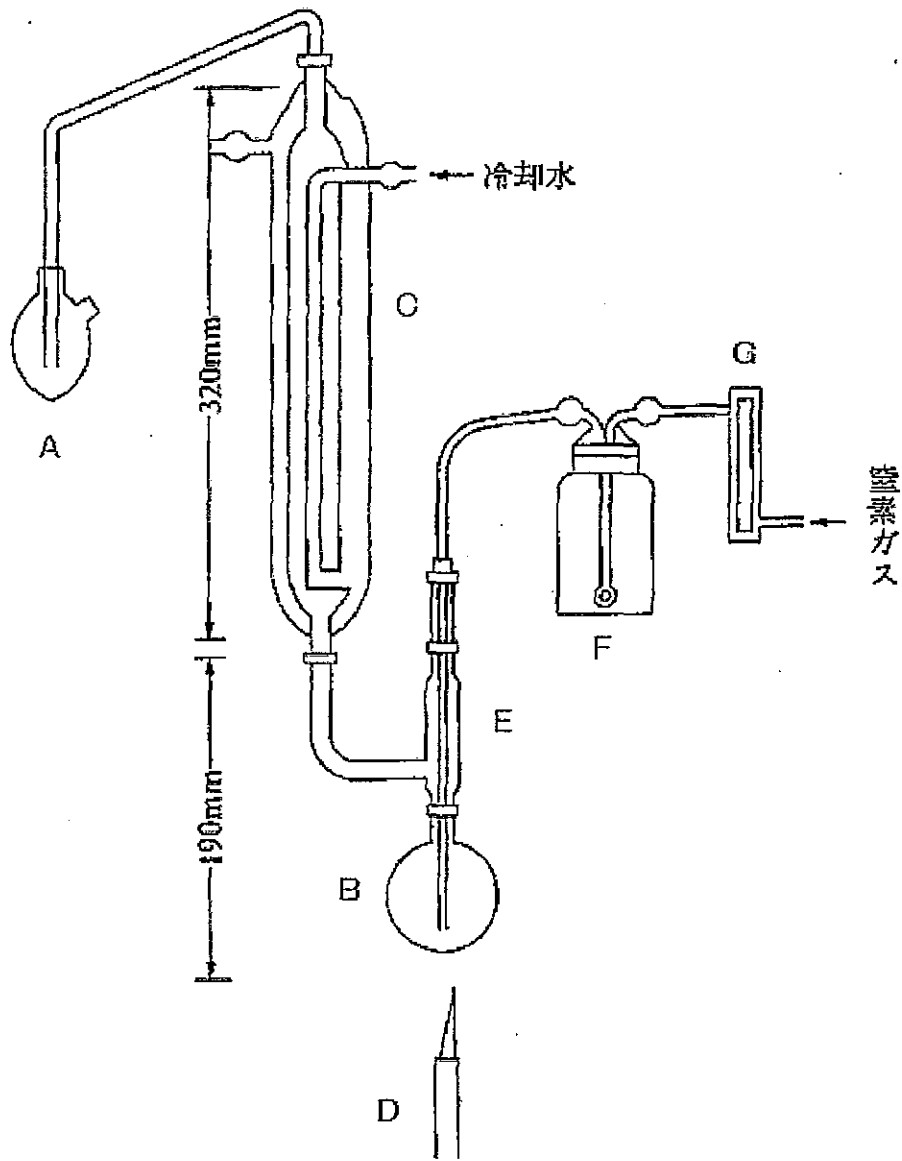
流量 アジピン酸の保持時間が約 8 分に、グルタル酸の保持時間が約 5 分になるように調整する。

(2) アセチル基 2.5%以下

本品約 5g を精密に量り、三角フラスコに入れ、水 50ml を加えて懸濁する。ただし、アルファー化デンプン及び水可溶デンプンについては、水の量は 100ml とする。フェノールフタレイン試液数滴を加え、液が微紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液(1→250)を滴下する。0.45mol/L 水酸化ナトリウム溶液 25ml を正確に加え、栓をして、30分間激しく振り混ぜる。栓を取り、すり合わせ部分及びフラスコの内壁を少量の水で洗い込み、検液とする。検液中の過量の水酸化ナトリウムを 0.2mol/L 塩酸で滴定し、その消費量を S ml とする。終点は液の微紅色が消えるときとする。別に 0.45mol/L 水酸化ナトリウム 25ml を 0.2mol/L 塩酸で滴定し、その消費量を B ml とする。次式により、アセチル基の含量を求める。

$$\text{アセチル基 (CH}_3\text{CO}\cdot\text{) の含量} = \frac{(B-S) \times 0.2 \times 0.043}{\text{乾燥物換算した試料の採取量(g)}} \times 100(\%)$$

- (3) 鉛 Pbとして 2.0 $\mu\text{g/g}$ 以下(5.0g, 第1法)
- (4) ヒ素 As₂O₃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
- (i) 装置 概略は, 次の図による。



- A : 50 ml ナシ型フラスコ
- B : 100 ml 丸底フラスコ
- C : 二重冷却管
- D : ミクロバーナー
- E : ガラスキャピラリー

F：脈流防止瓶

G：流量計

(ii) 操作法

あらかじめ装置を組み立て、フラスコ A に 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 20 ml を入れ、装置に取り付ける。次にフラスコ B に蒸留水 20ml, 5%ジメドンエタノール試液 1ml, アジ化ナトリウム溶液 (1→100) 1ml, エタノール 2ml, シリコーン樹脂 2 滴及びピリン酸 (3→10) 10ml を入れ、装置に取り付ける。窒素ガスを流量計 G を通じて 1 分間に 0.5~0.6L の速さで 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 1 分間に 0.5~0.6L の速さで流しながら、フラスコ B を約 10 分間加熱する。フラスコ A をはずし、試料液とする。試料液 5ml を正確に量り、水 0.1ml を加えたものを A 液とし、別に、試料液 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、パラローズアニリン・ホルムアルデヒド試液 1 ml ずつを正確に加え、よく振り混ぜ、室温で 15 分間放置し、検液 A 及び B とする。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、 $A_A - A_B$ 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 とする。この液 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、標準原液とする。それぞれの標準原液につき、検液と同様に操作し、それぞれの標準液 A 及び B とし、 $A_A - A_B$ 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。

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

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 化デンプンでないものは、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 1720 cm^{-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 $\mu\text{g/g}$ 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	—	—	0.1 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 Oxidized 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 をメチレンブルー溶液(1→100)25ml に懸濁し、時々かくはんしながら 5～10 分間放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿物を水で洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、濃青色を呈するでん粉粒を認める。ただし、アルファー化デンプンについては、本品 0.05g をメチレンブルー・メタノール溶液(1→100)25ml に懸濁し、一晩放置した後、上澄液を傾斜して除き、沈殿物をメタノールで洗い、鏡検試料とする。光学顕微鏡を用いて鏡検するとき、濃青色を呈するでん粉粒の断片を認める。

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 3.00g を正確に量り、ビーカーに入れる。ただし、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 850 μ m を通過させ、よく混合したものを用いる。塩酸(1→120)25ml を加え、時々かき混ぜながら 30 分間放置した後、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中で加熱して糊化させ、更に 15 分間加熱する。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)。別に同量の試料を量り、ビーカーに入れ、水 10ml を加えて懸濁し、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。ただし、アルファー化デンプンについては、塩酸(1→120)の代わりに塩酸の 80vol% エタノール溶液(9→1,000)を、水の代わりに 80vol% エタノール溶液を用い、必要があれば、吸引ろ過にフィルターホルダーを用いる。次式よりカルボキシ基の含量を求める。

$$(S - B) \times 0.45$$

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

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（アルファー化デンプンの場合を除く） 0.1 μg/g 以下

乾燥物換算して5.0gに対応する量の本品を量り、かくはん子を入れた20mlの専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、水を入れた100mlのメスフラスコに、酢酸ビニル0.10gを正確に量り、水を加えて溶かし、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1ml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の専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、検液の酢酸ビニルのピーク面積は、標準液の酢酸ビニルの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3μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 90～110°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 窒素又はヘリウム

流量 酢酸ビニルのピークが9～11分後に現れるように調整する。

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分間

(3) リン Pとして0.14%以下

本品約10gを精密に量り、蒸発皿に入れ、酢酸亜鉛試液10ml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°C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-カリウム標準液 10ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とする。この液 5, 10, 15ml を正確に量り、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°C, 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	FCG	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 1720cm ⁻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 μg/g以下(乾燥物換算)	0.1mg/kg以下(乾燥物換算)	—	0.1mg/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 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 とし、検液とする。別に、無水オクテニルコハク酸約 0.02g を精密に量り、水酸化カリウム溶液(7→1250)10ml を加え、80℃で 3 時間加熱する。冷後、リン酸 (1→200) 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二つ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二つ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、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 3.0%以下

本品約 0.02g を精密に量り、水酸化カリウム溶液(7→1250)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 (1→200) 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二つ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、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(C₁₂H₂₀O₄)の含量

検液中の無水オクテニルコハク酸濃度(μg/ml) × 1.086

= _____ (%)

乾燥物換算した試料の採取量(g) × 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 μg/g 以下 (5.0 g, 第1法)

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

(5) 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°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	FCG	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 化でんぶんを除く)	検鏡する (α 化でんぶんを除く)	検鏡する (α 化でんぶんを除く)
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、高アミロースでんぶん由来の加工でんぶんは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 (アルファー化デンプンの場合を除く) $0.1 \mu\text{g/g}$ 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 $2.0 \mu\text{g/g}$ 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)