

二炭酸ジメチルの食品添加物の指定に関する部会報告書（案）

今般の添加物としての新規指定及び規格基準の設定の検討については、事業者より指定等の要請がなされたことに伴い、食品安全委員会において食品健康影響評価がなされたことを踏まえ、添加物部会において審議を行い、以下の報告を取りまとめるものである。

1. 品目名

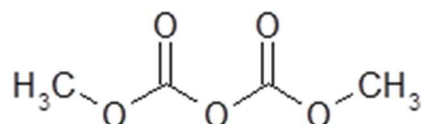
和名：二炭酸ジメチル

英名：Dimethyl dicarbonate

CAS 番号：4525-33-1

2. 構造式、分子式及び分子量

構造式：



分子式及び分子量：

$C_4H_6O_5$ 134.09

3. 用途

殺菌料

4. 概要及び諸外国での使用状況等

(1) 概要

二炭酸ジメチル（DMDC）は飲料を密閉容器に充てんする際に添加され、容器内を殺菌する。添加後、反応生成物（メトキシカルボニル化合物等）が生じ、二炭酸ジメチルは、数時間で二酸化炭素とメタノールに加水分解され、飲料中には残留しないとされている。

(2) 諸外国での使用状況等

DMDCは、食品添加物に関するコーデックス一般規格（GSFA）に記載され、保存料として、飲料への使用が認められている。また、最終製品においてDMDCが検出されないこととされている。さらに、コーデックス委員会で作成される加工助剤のリストに、微生物制御剤として記載されている。FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議（JECFA）は、1990年、GMPに基づく場合には、飲料の低温殺菌剤として250 mg/L以下の濃度での使用が許容されると評価している。

米国においては、DMDCは、1988年、ワイン類の酵母の不活化のために使用が認められ、その後各種飲料用に使用の許可が拡大されている。

EUにおいては、DMDCは、1995年、保存料として、ノンアルコール飲料（香料入り飲料、濃縮茶系飲料及びノンアルコールワイン）に使用が認められ、その後各種飲料用に使用の許可が拡大されている。欧州食品安全機関（EFSA）は、保存料として250 mg/L 以下の濃度での使用が許容されると評価している。

オーストラリア・ニュージーランドにおいては、DMDCは、1996年、保存料としてノンアルコール飲料への使用が認められ、2004年にはワイン類への使用が認められている。なお、2011年にDMDCを食品添加物（保存料）から加工助剤へ分類し直すことが決定されている。

各国等の使用基準については、表1のとおりとなっている。

表1 諸外国における使用状況

	DMDC使用上限濃度	
	200 mg/L	250 mg/L
コーデックス委員会 (GSFA)	ぶどう酒 ハチミツ酒	ノンアルコール飲料（香料入り飲料、コーヒー及び茶等） ぶどう酒及びハチミツ酒を除くワイン類
米国	ワイン類 ノンアルコールワイン	ノンアルコール飲料（香料入り飲料、果汁飲料及び茶系飲料）
欧州連合（EU）	ぶどう酒	ノンアルコール飲料（香料入り飲料、濃縮茶系飲料及びノンアルコールワイン） ぶどう酒を除くワイン類
オーストラリア・ニュージーランド	ワイン類	ノンアルコール飲料（香料入り飲料、果汁飲料及び茶系飲料）

5. 食品添加物としての有効性

(1) 活性の機序と範囲

二炭酸ジメチルは、常温でアルコールデヒドロゲナーゼ及びグリセルアルデヒド-3-リン酸デヒドロゲナーゼのイミダゾールを含むヒスチジン基をメトキシカルボキシル化し、酵素反応を阻害することにより静菌、殺菌作用を示す。この反応は、微生物細胞内のpH7前後の環境で最も強く、pH2～4の飲料（炭酸飲料、清涼飲料水、スポーツ栄養飲料）中では弱い。

清涼飲料水における菌種ごとのDMDCの最小致死濃度は表2のとおりである。

表2 清涼飲料水における DMDC の最小致死濃度

飲料	菌種	mg/L
非発泡性飲料		
りんご果汁飲料 (50%果汁)	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	200
	<i>Saccharomyces bailii</i>	150~200
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i>	200~250
	<i>Pichia anomala</i>	150~200
	<i>Candida krusei</i>	150
	<i>Kloeckera apiculata</i>	150
ぶどう果汁飲料 (50%果汁)	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	150~250
	<i>Saccharomyces bailii</i>	150
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i>	150~200
	<i>Pichia anomala</i>	150~200
	<i>Candida krusei</i>	150
	<i>Kloeckera apiculata</i>	150
オレンジ果汁飲料 (50%果汁)	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	200~250
	<i>Saccharomyces bailii</i>	150
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i>	200~250
	<i>Pichia anomala</i>	150
	<i>Candida krusei</i>	150
	<i>Kloeckera apiculata</i>	150
モロチェリーネクター果汁飲料 (60%果汁)	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	200
	<i>Saccharomyces bailii</i>	150~200
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i>	200~250
	<i>Pichia anomala</i>	150
	<i>Candida krusei</i>	150
	<i>Kloeckera apiculata</i>	150
ピーチネクター果汁入り清涼飲料水 (45%果汁)	<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	200~250
	<i>Saccharomyces bailii</i>	150~200
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i>	150~250
	<i>Pichia anomala</i>	150
	<i>Candida krusei</i>	150
	<i>Kloeckera apiculata</i>	150
発泡性果汁飲料		
りんご果汁飲料飲料 (50%果汁)	<i>Saccharomyces cerevisiae</i> , Trier	175~250
	<i>Saccharomyces cerevisiae</i> , NCYC 9370	175
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i> , NCYC 1427	175~250
非発泡性着香飲料		
着香飲料	<i>Saccharomyces cerevisiae</i> , Trier	175~250
	<i>Saccharomyces cerevisiae</i> , NCYC 9370	175~175 <175~175
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i> , NCYC 1427	175~250

DMDC は、マイコトキシンの産生を防ぎ、耐熱性の糸状菌に対して効果を示し、菌の耐性を誘発しないものとされており、大腸菌、酵母菌 *Saccharomyces cerevisiae*、*Sacchromyces bailii* に細胞毒性に近い DMDC 用量をそれぞれ 33 回、29 回、26 回培地に投与する試験の結果、突然変異を含めて耐性は認められなかったとされている。

(2) 保存料との有効性の比較

DMDCの有効性について、果汁飲料の保存料の安息香酸ナトリウム、ソルビン酸カリウム（日本では清涼飲料への使用が認められていない）と比較、検討が行われており、試験結果の概要は以下の通りとなっている。

アップルジュースに酵母菌 (*S. cerevisiae*) を20,000 cfu/mLを播種し、所定の保存料を添加して26°Cで24時間培養した後、検体を10、100、1000倍希釈して、それぞれの酵母菌数をプレート法により求めた。その結果、表3のようにDMDCでは生菌は検出されなかったが、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸カリウムでは共に検出され、DMDCの有効性、優位性が認められた。

表3 DMDCと保存料との有効性の比較

添加物 希釈率	10倍	100倍	1000倍
無処置	+/+	+/+	+/+
DMDC、250 mg/L	-/-	-/-	-/-
安息香酸ナトリウム、177 mg/L	+/+	+/+	71/69
ソルビン酸カリウム、402 mg/L	+/+	+/+	64/68

+: 300 cfu以上、数値：肉眼的なcfu、-：肉眼的に酵母菌を認めず

(3) 食品中の安定性

(a) DMDCの安定性

DMDCは、出荷時容器に密閉した状態では20~30°Cで1年間は安定であるとされている。

DMDCは、飲料（清涼飲料水及びアルコール飲料）中で速やかにメタノール及び二酸化炭素（CO₂）に加水分解され、最終製品では検出されていない。使用基準案の上限量（250 mg/L）を添加した場合、DMDC全量の加水分解に要する時間は4°Cで約7.5時間であり、飲料に添加されたDMDCは冷蔵条件でも7~8時間以内には加水分解が進み、最終製品としての飲料中では検出限界値（0.05 mg/L）未満であると考えられる。

(b) 飲料に残存するDMDC関連化合物

DMDCは飲料中でメタノール及び二酸化炭素に速やかに加水分解されるほか、種々の反応生成物を生じる。具体的には、①DMDCの脱炭酸反応により炭酸ジメチル（DMC）、②DMDCと飲料中に含有されるアミン、アミノ酸、糖類及び有機酸（乳酸、クエン酸及び酒石酸）が反応して種々のメトキシカルボニル化合物（MCC）、③DMDCとエタノールが反応して炭酸エチルメチル（MEC）、又は④DMDCとアンモニ

ア又はアンモニウムイオンが反応してカルバミン酸メチル（MC）が生成する。また、DMCは、DMDCの製造工程中の副生成物としても生成する。飲料にDMDCを250 mg/L添加した場合の各関連化合物及びその生成量は表4のとおりと推定される。

表4 関連化合物及び生成量一覧

名称	略号	一般名	生成量 mg/L
メタノール	メタノール	methanol	120
メトキシカルボニル化合物	MCC	methoxycarbonyl compounds	5
炭酸エチルメチル	MEC	methylethylcarbonate	10
カルバミン酸メチル	MC	methylcarbamate	0.025
炭酸ジメチル	DMC	dimethylcarbonate	0.5
二酸化炭素	CO ₂	carbon dioxide	164

生成量はDMDCを飲料に250mg/L添加した場合の最大量を示す。

(4) 食品中の栄養成分に対する影響

DMDCは、ポリフェノール、タンニン、アミノ酸等との様々なメトキシカルボニル化合物の生成が示唆されるが、具体的な報告はなく、DMDCは飲料中に低い濃度（250mg/L以下）で添加後、速やかにメタノールと二酸化炭素に分解される。分解物中のメタノールの含量は天然果汁中のメタノールの含量とほぼ等しく、飲料の品質（香、風味、色調）に影響を与えないと考えられる。

なお、「食品中の栄養成分に及ぼす影響」並びに「食品中栄養成分との相互作用」について、欧州共同体食品科学委員会（SCF）では、栄養成分に及ぼす影響は極めて軽微であり、特定の条件下でわずかに増加する場合を除いて保存後に天然成分との反応生成物が増加する現象は認められていないため、安全性を含めて検討する必要はないと結論付けている。

6. 食品安全委員会における評価結果

食品添加物としての規格基準改正のため、食品安全基本法（平成15年法律第48号）第24条第1項第1号の規定に基づき、平成30年1月11日付け厚生労働省発生食0111第1号により食品安全委員会に対して意見を求めた。二炭酸ジメチルに係る食品健康影響評価については、添加物専門調査会の議論を踏まえ、以下の評価結果が平成31年1月29日付け府食第36号により通知されている。

【食品健康影響評価】

二炭酸ジメチル、メタノール、メトキシカルボニル化合物、炭酸エチルメチル、カルバミン酸メチル、炭酸ジメチル：添加物「二炭酸ジメチル」が添加物と

して適切に使用される限りにおいては、安全性に懸念はない

添加物「二炭酸ジメチル」：添加物として適切に使用される限りにおいては、安全性に懸念はない

7. 摂取量の推計

食品安全委員会の評価結果によると、DMDC 及び関連化合物の摂取量は、表5のとおりとなっている。

表5 DMDC 及びその分解物等の推定一日摂取量

	DMDC 250 mg/L 添加時の最終製品中の 最大含有量 (mg/L)	推定一日摂取量 (mg/kg体重/日) 注1	
		国民平均	小児
DMDC	0.05 ^{注2}	0.00051	0.00074
メタノール	120	1.21	1.79
MCC	5	0.051	0.074
MEC 注3	10	0.0052	0.00012
MC	0.025	0.00025	0.00037
DMC	0.5	0.0051	0.0074

注1) 国民平均 (1歳以上) 及び小児 (1~6歳) の体重は55.1 kg及び16.5 kgとして算出。

(「食品健康影響評価に用いる平均体重の変更について」(平成26年3月31日食品安全委員会決定))

注2) 消費される段階ではDMDCは検出限界値未満として、検出限界値 (0.05 mg/L) を最大含有量とした。

注3) MECはアルコール飲料 (洋酒・その他) でのみ生成と仮定。

8. 新規指定について

二炭酸ジメチルについては、食品安全委員会における食品健康影響評価を踏まえ、食品衛生法 (昭和22年法律第233号) 第10条の規定に基づく添加物として指定することは差し支えない。

9. 規格基準の設定について

同法第11条第1項の規定に基づく規格基準については、次のとおりとすることが適当である。

(1) 使用基準について

コーデックス及び諸外国の基準、食品添加物としての有効性、食品安全委員会の評価結果、基準値に基づく摂取量の推計を踏まえ、以下のとおり使用基準を設定することが適当である。

(使用基準案)

二炭酸ジメチルは果実酒及び清涼飲料水（ミネラルウォーター類を除く。以下この目において同じ。）以外の食品に使用してはならない。

二炭酸ジメチルの使用量は、果実酒（ぶどう酒を除く。）及び清涼飲料水にあつてはその1 kgにつき0.25 g 以下、ぶどう酒にあつてはその1 kgにつき0.20 g 以下でなければならない。

(2) 成分規格及び保存基準について

成分規格及び保存基準を別紙1のとおりに設定することが適当である（設定根拠は別紙2のとおりに）。

(参考)

これまでの経緯

平成30年	1月11日	厚生労働大臣から食品安全委員会委員長宛てに 食品添加物の指定に係る食品健康影響評価を依頼
平成30年	1月16日	第680回食品安全委員会(要請事項説明)
平成30年	2月9日	第164回添加物専門調査会
平成30年	3月7日	第165回添加物専門調査会
平成30年	4月19日	第166回添加物専門調査会
平成30年	5月31日	第167回添加物専門調査会
平成30年	8月29日	第168回添加物専門調査会
平成30年	11月6日	第719回食品安全委員会(報告)
平成30年	11月7日	食品安全委員会における国民からの意見募集 (~平成30年12月6日)
平成31年	1月29日	第728回食品安全委員会(報告)
平成31年	1月29日	食品安全委員会より食品健康影響評価の結果の通知
平成31年	2月15日	薬事・食品衛生審議会へ諮問
平成31年	2月27日	薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会

●薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会

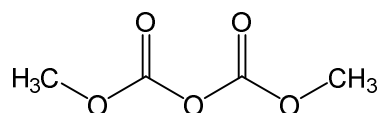
氏名	所属
石見 佳子	国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所国立健康・栄養研究所 シニアアドバイザー
小川 久美子	国立医薬品食品衛生研究所安全性生物試験研究センター病理部長
工藤 由起子	国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部長
笹本 剛生	東京都健康安全研究センター食品化学部長
佐藤 恭子 ○	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部長
杉本 直樹	国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第二室長
瀧本 秀美	国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所 国立健康・栄養研究所栄養疫学・食育研究部長
戸塚 ゆ加里	国立研究開発法人国立がん研究センター研究所発がん・予防研究分野 ユニット長
中島 春紫	明治大学農学部農芸化学科教授
原 俊太郎	昭和大学薬学部教授
二村 睦子	日本生活協同組合連合会組織推進本部長
三浦 進司	静岡県立大学食品栄養科学部教授
吉成 浩一	静岡県立大学薬学部薬学科教授

※部会長

成分規格・保存基準（案）

二炭酸ジメチル

Dimethyl Dicarbonate

C₄H₆O₅

分子量 134.09

Dimethyl dicarbonate [4525-33-1]

含 量 本品は、二炭酸ジメチル（C₄H₆O₅）99.8%以上を含む。

性 状 本品は、無色の液体である。

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) 鉛 Pbとして1μg/g以下（電気加熱方式）

本品約1.5gを精密に量り、ポリエチレン製、石英製又は硬質ガラス製容器に入れ、硝酸（微量金属測定用）0.75mLを加える。緩く蓋をし、かくはんしながら又は時々振り混ぜながら、徐々に温度を上げ、90℃で30分間加熱する。冷後、過酸化水素0.85mLを滴加し、かくはんしながら又は時々振り混ぜながら、95℃で5～10分間加熱する。冷後、再び過酸化水素を滴加して同様の操作により加熱する。冷後、この液を25mLのメスフラスコに移し、容器を少量の水で洗い、洗液を合わせ、更に水を加えて25mLとし、検液とする。別に、鉛標準液1mL、2.5mL、5mL及び10mLを正確に量り、硝酸（微量金属用）（3→100）を加えてそれぞれ正確に100mLとした液を4濃度の標準液とする。検液及び4濃度の標準液につき、一定量を正確に量り、それぞれに4分の1に当たる容量の用時調製した硝酸マグネシウム六水和物溶液（1→50）を加えた後、25μLずつ量り、次の操作条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準液から得た検量線より検液中の鉛濃度（ng/mL）を求め、次式により鉛の量を求める。別に空試験を行い、補正する。空試験液は、二炭酸ジメチルの代わりに水を用いて検液の調製と同様に操作して得られた液とする。

$$\text{鉛 (Pb) の量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{検液中の鉛濃度 (ng/mL)} \times 25}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000}$$

操作条件

光源ランプ 鉛中空陰極ランプ

分析線波長 283.3nm

乾燥温度 200～250℃の一定温度

灰化温度 700～750℃の一定温度

原子化温度 1800～2000℃の一定温度

(2) 炭酸ジメチル 0.2%以下

本品約 5 g を精密に量り、内標準液 0.5 mL を正確に加えた後、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて溶かして正確に 5 mL とし、検液とする。炭酸ジメチル約 10 mg を精密に量り、内標準液 0.5 mL を正確に加えた後、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて溶かして正確に 5 mL とし、標準液とする。ただし、内標準液は、3-ペンタノン 50 mg を量り、*tert*-ブチルメチルエーテルを加えて溶かして正確に 5 mL としたものとする。検液及び標準液をそれぞれ 0.5 μL 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。検液及び標準液の 3-ペンタノンのピーク面積に対する炭酸ジメチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次式により炭酸ジメチルの量を求める。

ただし、これらの操作は湿気を避け、できるだけ速やかに行う。

炭酸ジメチル ($C_3H_6O_3$) の量 (%)

$$= \frac{\text{炭酸ジメチルの採取量 (mg)} \quad Q_T}{\text{試料の採取量 (g)} \times 1000 \quad Q_S} \times 100$$

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 60 m のフューズドシリカ管の内面に、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 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 45℃で 7.5 分間保持した後、毎分 10℃で 75℃まで昇温し、更に毎分 25℃で 125℃まで昇温した後、125℃を 2 分間保持する。その後、毎分 30℃で 260℃まで昇温し、260℃を 4.5 分間保持する。

検出器温度 300℃

注入方式 コールドオンカラム注入

キャリアーガス ヘリウム

流量 3-ペンタノンのピークが 4～8 分の間に現れるように調整する。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、アセトン（脱水）100 mL を加えて混合する。この液に 1 mol/L ジブチルアミン・トルエン溶液 20 mL を正確に加えてかくはんし、直ちに 1 mol/L 塩酸で滴定する。終点の確認には、電位差計を用いる。別に空試験を行い、補正する。

ただし、これらの操作は湿気を避け、できるだけ速やかに行う。

1 mol/L ジブチルアミン・トルエン溶液 1 mL = 134.1 mg $C_4H_6O_5$

保存基準 密封容器に入れ、20～30℃で保存する。

試薬・試液等（案）

硝酸（微量金属測定用） HNO_3 [K8541、微量金属測定用] [7697-37-2]

別に規定するもののほか、硝酸濃度 69～70%のものを用いる。

***tert*-ブチルメチルエーテル** $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$ [1634-04-4]

本品は、無色の液体である。

含量 本品は、*tert*-ブチルメチルエーテル ($\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$) 99.5%以上を含む。

比重 $d_{20}^{20}=0.738\sim 0.744$

水分 0.08%以下

定量法 本品 $0.2\mu\text{L}$ につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。溶媒由来のピークを除いたピークの面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

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 のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5%フェニル 95%メチルポリシロキサンを $5.0\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの

カラム温度 40°C で 10 分間保持した後、毎分 20°C で 260°C まで昇温し、 260°C で 4 分間保持する。

注入口温度 200°C

検出器温度 260°C

キャリアーガス ヘリウム又は窒素

流量 約 $4\text{mL}/\text{分}$ の一定流量

注入方式 スプリット

スプリット比 1:50

3-ペンタノン $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}$ [96-22-0]

本品は、無～淡黄色の液体である。

含量 本品は、3-ペンタノン ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}$) 98.0%以上を含む。

屈折率 $n_D^{20}=1.390\sim 1.396$

水分 0.2%以下

定量法 本品 $0.2\mu\text{L}$ につき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。溶媒由来のピークを除いたピークの面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm、長さ 15mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用 5%フェニル 95%メチルポリシロキサンを 5.0 μ m の厚さで被覆したもの
カラム温度 70°Cで 10 分間保持した後、毎分 20°Cで 250°Cまで昇温し、250°Cで 6 分間保持する。

注入口温度 250°C

検出器温度 260°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.5mL/分の一定流量

注入方式 スプリット

スプリット比 1:300

炭酸ジメチル $C_3H_6O_3$ [616-38-6]

本品は、無〜わずかに薄い黄色の液体である。

含量 本品は、炭酸ジメチル ($C_3H_6O_3$) 98.0%以上を含む。

屈折率 $n_D^{20}=1.365\sim 1.372$

水分 0.2%以下

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。溶媒由来のピークを除いたピークの面積を測定し、面積百分率法より主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm、長さ 15mのフューズドシリカ管の内面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 5.0 μ m の厚さで被覆したもの

カラム温度 50°Cで 10 分間保持した後、毎分 20°Cで 250°Cまで昇温し、250°Cで 5 分間保持する。

注入口温度 200°C

検出器温度 260°C

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.5mL/分の一定流量

注入方式 スプリット

スプリット比 1:200

ジブチルアミン $C_8H_{19}N$ [111-92-2]

本品は、無色澄明の液体である。

含量 本品は、ジブチルアミン ($C_8H_{19}N$) 99.0%以上を含む。

比重 $d_{20}^{20}=0.756\sim 0.764$

水分 0.3%以下

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。溶媒由来のピークを除いたピークの面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.32mm、長さ 25mのフューズドシリカ管の内面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 1.2 μ mの厚さで被覆したもの

カラム温度 60 $^{\circ}$ Cで2分間保持した後、毎分5 $^{\circ}$ Cで100 $^{\circ}$ Cまで昇温し、100 $^{\circ}$ Cで20分間保持する。

注入口温度 150~170 $^{\circ}$ Cの一定温度

検出器温度 200 $^{\circ}$ C

キャリアーガス 窒素

流量 ジブチルアミンのピークが約20分に現れるように調整する。

注入方式 スプリット

スプリット比 1:80

アセトン (脱水) CH_3COCH_3 [67-64-1]

本品は、無色澄明の液体である。

含量 本品は、アセトン (CH_3COCH_3) 99.5%以上を含む。

比重 $d_{20}^{20}=0.788\sim 0.792$

水分 0.001%以下

定量法 本品 0.2 μ Lにつき、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行う。溶媒由来のピークを除いたピーク面積を測定し、面積百分率法により主ピークの量を求める。

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 30mのフューズドシリカ管の内面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 5.0 μ mの厚さで被覆したもの

カラム温度 40 $^{\circ}$ Cで5分間保持した後、毎分5 $^{\circ}$ Cで90 $^{\circ}$ Cまで昇温し、90 $^{\circ}$ Cで2分間保持する。

注入口温度 150 $^{\circ}$ C

検出器温度 150 $^{\circ}$ C

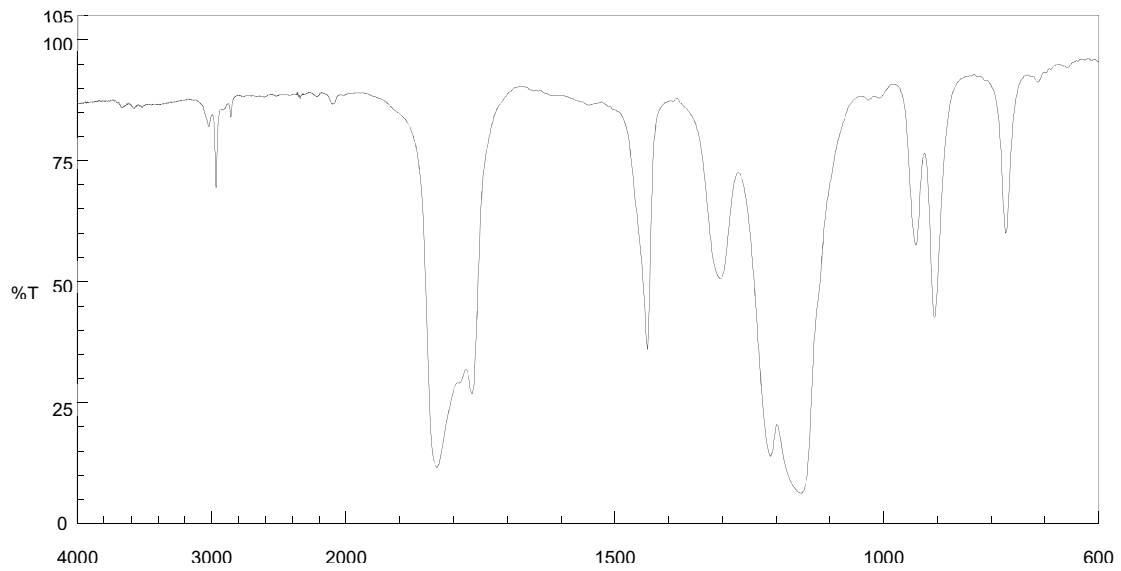
キャリアーガス ヘリウム

流量 5 mL/分

1 mol/L ジブチルアミン・トルエン溶液

ジブチルアミン 129.3g を量り、トルエンを加えて 1000mL とする。用時調製する。

2. 参照赤外吸収スペクトル (案)



二炭酸ジメチルの成分規格の設定根拠

二炭酸ジメチルの成分規格は、JECFA 規格 (Dimethyl dicarbonate、37th JECFA、1990)、EU 規格 (Dimethyl dicarbonate、Commission Regulation (EU) 231/2012)、FCC 規格 ((Dimethyl dicarbonate、FCC 10th Edition、2016) を参照し設定した。

名称

JECFA、EU 及び FCC 規格は「Dimethyl dicarbonate」の名称であることから、和名は「二炭酸ジメチル」、英名は「Dimethyl dicarbonate」とした。

化学式及び分子量

化学式は、JECFA、EU 及び FCC 規格でいずれも $C_4H_6O_5$ である。分子量は、JECFA 規格は 139.09 としているが、EU 及び FCC 規格では 134.09 であり、原子量表 (日本化学会、2010) により確認し、EU 及び FCC 規格と同じ 134.09 とした。

化学名

本品の化学名として JECFA、EU 及び FCC 規格と同様に Dimethyl dicarbonate とした。この化学名は IUPAC 命名法に準拠している。

CAS 登録番号

CAS 登録番号は、EU 規格に記載はなく、JECFA の規格では 004-525-33-1、FCC 規格では 4525-33-1 であるが、正式な CAS 登録番号である 4525-33-1 とした。

含量

含量は、JECFA 及び EU 規格では 99.8%以上、FCC 規格では 99.8% ~ 101.5%であることから、99.8%以上とした。

性状

性状は、JECFA 及び EU 規格では「無色の液体である。」、FCC 規格では「無色澄明な液体である。」であることから、「無色の液体である。」とした。

確認試験

JECFA、EU 及び FCC 規格に設定されている赤外吸収スペクトルを確認する試験を設定した。KBr の窓板を用いた場合のスペクトルを参照スペクトルとした。

純度試験

(1) 鉛

EU の規格では、5 mg/kg 以下、JECFA 規格では、原子吸光分析法により 2 mg/kg 以下、FCC 規格では、1 mg/kg 以下と設定されていることから、本規格案では、FCC 規格にあわせて「1 mg/kg 以下」を採用した。

検液及び標準液調製方法並びに原子吸光光度法（電気加熱方式）による試験法については、FCC の Dimethyl dicarbonate の規格に従い、FCC の General Tests に規定されている LEAD LIMIT TEST Atomic Absorption Spectrophotometric Graphite Furnace Method を参考に設定した。変更点としては、検液の調製で、FCC の試験法では沸騰させないように加熱することとなっているが、95℃では沸騰したため 90℃とした。また、規格値相当の鉛を含有する場合を想定し、検液調製時の溶媒量を増やし、検液中の鉛濃度（60 ng/mL）が検量線の範囲に入るようにした。標準液の硝酸濃度を検液中と同じにするため、硝酸（3→100）で調製することとした。原子吸光光度法（電気加熱方式）の操作条件は、FCC の試験法を参照し、かつ装置による推奨条件が異なる可能性を考慮し、乾燥、灰化及び原子化温度を、それぞれ幅をもたせて設定した。検証時の平均回収率（n=5）は 100.5±2.2%と良好であった。

(2) 炭酸ジメチル

JECFA、EU 及び FCC 規格ではいずれも 0.2%以下であることから本規格でも、「0.2%以下」とした。FCC 規格と同様に、内標準液を予め作製し、試料及び標準物質に一定量の内標準液を加える試験法の方が、同濃度の内標準物質を操作性良く添加できると考えられ、本規格においても、同様の試験法を採用した。しかしながら、FCC 規格のメタノール溶媒では二炭酸ジメチルが分解し易い可能性が示唆されたため、要請者より提案された *tert*-ブチルメチルエーテルを溶媒とし、内標準物質には 3-ペンタノンを採用した。また、FCC 規格と同様に、標準液中の標準試薬の濃度が、検液中の試料濃度に対し規格値（0.02%）相当となるように調製した。分析方法は、JECFA 及び FCC 規格と同様に、ガスクロマトグラフィーとした。

定量法

JECFA 及び FCC 規格では、滴定法が設定されているが、EU 規格では、定量法は示されていない。本規格では JECFA 及び FCC 規格と同様に滴定法を採用した。なお、1 mol/L ジブチルアミン溶液の調製で、JECFA 規格では溶媒にクロロベンゼンを用いているが、クロロベンゼンの環境及び人体への影響を考慮し、トルエンを用いて調製する FCC 規格に準拠した滴定法を設定することとした。

本規格では設定しない項目

純度試験（ヒ素、水銀、塩素）

EU 規格では、ヒ素 3 mg/kg 以下、水銀 1 mg/kg 以下、塩素 3 mg/kg 以下と設定されているが、これらは混在物ではなく、JECFA 及び FCC 規格では設定されていないことから、本規格では設定しない。

二炭酸ジメチルの規格対比表

試験項目	成分規格（案）	JECFA規格	EU規格	FCC
含量	99.8%以上	同左	同左	99.8～101.5%
性状	無色の液体	無色の液体	無色の液体	無色澄明な液体
確認試験				
赤外吸収スペクトル	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、本品の参照スペクトルと比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。	水で分解して溶ける。トルエンとは混和する。参照吸収スペクトルが一致すること。	希釈後二酸化炭素とメタノール陽性を示し、融点は17℃、沸点は172℃で分解、20℃における密度は約1.25 g/cm ³ 、赤外吸収で1156及び1832 cm ⁻¹ に極大を認める。	塩化ナトリウムの2枚のプレート間に試料を満たして参照赤外吸収スペクトルと比較して同一条件下で同一の波長に極大を示す。
（その他）	—	溶解性：水で分解して溶ける、トルエンに混和	二酸化炭素とメタノール：陽性（水で分解後） 比重：約 1.25 g/cm ³ (20℃) 沸点：172℃（分解）融点：17℃	水で分解して溶ける（35g/L；20℃） 引火点 85℃ 融点約 17℃ (Description)
純度試験				
炭酸ジメチル	0.2%以下	同左	同左	同左
鉛	1 μg/g以下	2 mg/kg以下	2 mg/kg以下	1 mg/kg以下
ヒ素	—	—	3 mg/kg以下	—
水銀	—	—	1 mg/kg以下	—
定量法				
二炭酸ジメチル（DMDC）	滴定法	滴定法	—	滴定法
保存	密封容器、20～	湿気を避けるため	—	換気の良い場所で

	30°Cで保存	密封容器に保つ		約20°C、乾燥下で保存。詰め替えはしない。
--	---------	---------	--	------------------------