

食品添加物公定書追補作成のための「食品、添加物等の規格基準」（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）の改正に係る部会報告書（案）

1. 食品添加物の規格基準及び食品添加物公定書について

食品衛生法（昭和22年法律第233号。以下「法」という。）第4条において、「添加物とは、食品の製造の過程において又は食品の加工若しくは保存の目的で、食品に添加、混和、浸潤その他の方法によつて使用する物」とされており、法第11条第1項に基づき、厚生労働大臣は、販売の用に供する食品添加物について、製造、加工、使用、調理又は保存の方法について基準を定めること、及び販売の用に供する食品添加物の成分について規格を定めることができるとされている。

法第11条第1項に基づく食品添加物の規格基準については、「食品、添加物等の規格基準」（昭和34年厚生省告示第370号。以下「告示」という。）において、通則、一般試験法、試薬・試液等、成分規格・保存基準各条、製造基準及び使用基準が定められている。

食品添加物公定書は、法第21条の規定に基づき、法第11条第1項の規定に基づく食品添加物の規格基準等を収載することとされている。

2. 改正の経緯

平成31年2月27日開催の添加物部会において、9品目の成分規格設定（イソアルファー苦味酸、高級脂肪酸（カプリル酸）、高級脂肪酸（カプリン酸）、高級脂肪酸（ステアリン酸）、高級脂肪酸（パルミチン酸）、高級脂肪酸（ベヘニン酸）、高級脂肪酸（ミリスチン酸）、高級脂肪酸（ラウリン酸）及び生石灰）及び1品目の成分規格改正（アセト酢酸エチル）に係る第2回第10版食品添加物公定書作成検討会（座長 国立医薬品食品衛生研究所 佐藤恭子食品添加物部長。以下「検討会」という。）報告書が取りまとめられた旨の報告を行い、これらの成分規格案については、意見募集、食品安全委員会への食品健康影響評価の依頼等、告示改正に向けた作業を進めることとした。

3. 告示の改正案の概要

(1) 既存添加物「イソアルファー苦味酸」、「高級脂肪酸（カプリル酸）」、「高級脂肪酸（カプリン酸）」、「高級脂肪酸（ステアリン酸）」、「高級脂肪酸（パルミチン酸）」、「高級脂肪酸（ベヘニン酸）」、「高級脂肪酸（ミリスチン酸）」、「高級脂肪酸（ラウリン酸）」及び「生石灰」について、成分規格を新たに設定する。

(2) 1品目について、以下の通り成分規格の改正を行う。

指定添加物「アセト酢酸エチル」に係る成分規格について、純度試験 酸価を「5.0 以下（香料試験法）」から「5.0 以下（香料試験法）ただし、指示薬には、プロモ

クレゾールパープル試液を用い、指示薬を用いる場合の終点は、液の黄色が青紫色に変わるときとする。」へ改正する。

4. 意見募集について

成分規格案について平成31年2月28日より1ヶ月間意見募集を行ったところ、見直しを要する意見が4件寄せられた。

5. 食品安全委員会における評価結果

告示の改正案については、食品安全基本法（平成15年法律第48号）第24条第1項第1号に基づき、令和元年7月30日付け厚生労働省発生食0730第1号により、食品安全委員会に意見を求めたところ、以下の理由から『食品安全基本法第11条第1項第2号の人の健康に及ぼす悪影響の内容及び程度が明らかであるときに該当すると認められる』旨令和元年8月6日付け府食第249号により通知されている。

【食品健康影響評価の結果の通知について（抜粋）】

1. 既存添加物「イソアルファー苦味酸」、「カプリル酸」、「カプリン酸」、「ステアリン酸」、「パルミチン酸」、「ベヘニン酸」、「ミリスチン酸」、「ラウリン酸」及び「生石灰」に係る成分規格を作成することについて

既に使用されている添加物であり、当該添加物の品質をより確保するため、新たに成分規格を設定するものである。したがって、人の健康に悪影響を及ぼすおそれはないと考えられる。

2. 指定添加物「アセト酢酸エチル」の成分規格について、純度試験の改正を行うことについて

一般試験法で規定された操作法との整合を目的としたものである。したがって、人の健康に悪影響を及ぼすおそれはないと考えられる。

6. 告示の改正について

食品衛生法第11条第1項の規定に基づく規格基準については、別紙のとおり改正することが適当である。

これまでの経緯

令和元年	7月30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規格基準の改正に係る食品健康影響評価を依頼
令和元年	8月6日	第726回食品安全委員会（要請事項説明）
令和元年	8月6日	食品安全委員会より食品健康影響評価の結果の通知
令和元年	9月13日	薬事・食品衛生審議会へ諮問
令和元年	9月18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	東京農業大学総合研究所教授
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

成分規格案

1. 新たに成分規格を設定する品目

イソアルファール苦味酸

Iso- α -bitter Acids

イソアルファール酸

定 義 本品は、ホップ (*Humulus lupulus* L.) の花から得られた、イソフムロン類を主成分とするものである。

含 量 本品は、イソアルファール苦味酸 20.0%以上を含む。

性 状 本品は、黄褐色の液体で特異なおいがあり、強い苦味がある。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフィーを行うとき、検液には標準液の主ピークと保持時間の一致するピークを認める。

純度試験 (1) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(2) ヒ素 As として $1.5\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0 g、第4法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) を加えて溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) で正確に 50mL とし、検液とする。濁りがある場合には、メンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過する。別に、定量用イソアルファール苦味酸約 50mg を精密に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) で正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、メタノール/リン酸試液 (0.1mol/L) 混液 (500 : 1) で正確に 50mL とし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ 10 μL につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。このとき、標準液にはイソコフムロン、イソフムロン、イソアドフムロンの順で主ピークが現れる。検液においてイソコフムロンからイソアドフムロンまでの保持時間に現れるすべてのピークの面積を合計し、次式によりイソアルファール苦味酸の含量を求める。

$$\text{イソアルファール苦味酸含量 (\%)} = \frac{a \times b \times A_A}{M \times A_S \times 1000}$$

ただし、a : 定量用イソアルファール苦味酸の採取量 (mg)

b : 定量用イソアルファール苦味酸の中のイソアルファール苦味酸の含量 (%)

A_A : 検液のイソコフムロンからイソアドフムロンまでの保持時間に現れるすべてのピークの内積の合計

A_S : 標準液の主ピークの内積の合計

M : 試料の採取量 (g)

操作条件

検出器 紫外吸光光度計（測定波長 270nm）

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 35°C

移動相 メタノール／水／リン酸混液（75：24：1）

流量 1 mL／分

[試薬・試液]

イソアルファー苦味酸、定量用 本品は、ホップ標準品国際検討委員会が認めた濃度既知の国際校正用標準物質（DCHA-Iso）であり、イソフムロン、イソアドフムロン、イソコフムロン及びその異性体の混合物である。総イソアルファー苦味酸の量（%）をイソアルファー苦味酸の含量（%）として用いる。

定量用イソアルファー苦味酸 イソアルファー苦味酸、定量用を見よ。

リン酸試液（0.1mol/L） リン酸 11.5 g を量り、水を加えて 1000mL とする。

高級脂肪酸（カプリル酸）
Higher Fatty Acid (Caprylic Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちカプリル酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、カプリル酸（ $C_8H_{16}O_2=144.21$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、無～淡黄色の液体又は白～明るい灰みを帯びた黄色のペーストである。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のカプリル酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 0.5 以下

純度試験 (1) 酸価 380～395

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B)

強熱残分 0.1%以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にカプリル酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ 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。検液のカプリル酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のカプリル酸の含量を求める。ただし、カプリル酸メチルは、標準液中のカプリル酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からカプリル酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{カプリル酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

オクタン酸メチル $C_9H_{18}O_2$ [111-11-5]

本品は、無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.415\sim 1.420$

密度 $0.874\sim 0.880\text{ g/mL (20}^\circ\text{C)}$

カプリル酸メチル オクタン酸メチルを見よ。

高級脂肪酸（カプリン酸）
Higher Fatty Acid (Capric Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちカプリン酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、カプリン酸（ $C_{10}H_{20}O_2=172.26$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のカプリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 0.5 以下

純度試験 (1) 酸価 321～333

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B)

強熱残分 0.1%以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にカプリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ 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。検液のカプリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のカプリン酸の含量を求める。ただし、カプリン酸メチルは、標準液中のカプリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からカプリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{カプリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアーガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

カプリン酸メチル デカン酸メチルを見よ。

デカン酸メチル $C_{11}H_{22}O_2$ [110-42-9]

本品は、無色澄明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.424\sim 1.427$

比重 $d_{20}^{20}=0.872\sim 0.876$

高級脂肪酸（ステアリン酸）
Higher Fatty Acid (Stearic Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちステアリン酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、ステアリン酸（ $C_{18}H_{36}O_2=284.48$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のステアリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 4.0 以下

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン／クロロホルム混液（1：1）20mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 194～210

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にステアリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ 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。検液のステアリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の含量を求める。ただし、ステアリン酸メチルは、標準液中のステアリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からステアリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ステアリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180℃
注入口温度 250℃
検出器温度 250℃
キャリアーガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリットレス

高級脂肪酸（パルミチン酸）
Higher Fatty Acid (Palmitic Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちパルミチン酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、パルミチン酸（ $C_{16}H_{32}O_2=256.42$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のパルミチン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 2.0 以下

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン／クロロホルム混液（1：1）20mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 212～222

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1%以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にパルミチン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ 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。検液のパルミチン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のパルミチン酸の含量を求める。ただし、パルミチン酸メチルは、標準液中のパルミチン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からパルミチン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{パルミチン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

高級脂肪酸（ベヘニン酸）
Higher Fatty Acid (Behenic Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちベヘニン酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、ベヘニン酸（ $C_{22}H_{44}O_2=340.58$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のベヘニン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 3.0 以下

本品約 1 g を 500mL 共栓付きフラスコに精密に量り、シクロヘキサン／クロロホルム混液（1：1）20mL に溶かし、検液とする。以下油脂類試験法中のヨウ素価の試験を行う。

純度試験 (1) 酸価 160～175

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g/g}$ 以下 (2.0 g、第 1 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g/g}$ 以下 (0.50 g、第 3 法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

強熱残分 0.1% 以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にベヘニン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ 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。検液のベヘニン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のベヘニン酸の含量を求める。ただし、ベヘニン酸メチルは、標準液中のベヘニン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からベヘニン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ベヘニン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250℃

検出器温度 250℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 約 1.0mL/分の一定量

注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

ドコサン酸メチル $C_{23}H_{46}O_2$ [929-77-1]

本品は、無色の結晶性の粉末である。

融点 53～56℃

ベヘニン酸メチル ドコサン酸メチルを見よ。

高級脂肪酸（ミリスチン酸）
Higher Fatty Acid (Myristic Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちミリスチン酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、ミリスチン酸（ $C_{14}H_{28}O_2=228.38$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のミリスチン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 1.0 以下

純度試験 (1) 酸価 240～250

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B)

強熱残分 0.1%以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンで洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にミリスチン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ 1 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。検液のミリスチン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のミリスチン酸の含量を求める。ただし、ミリスチン酸メチルは、標準液中のミリスチン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からミリスチン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ミリスチン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180 $^{\circ}\text{C}$

注入口温度 250 $^{\circ}\text{C}$

検出器温度 250 $^{\circ}\text{C}$

キャリアガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリットレス

[試薬・試液]

テトラデカン酸メチル $C_{15}H_{30}O_2$ [124-10-7]

本品は、無色透明の液体である。

屈折率 $n_D^{20}=1.434\sim 1.438$

比重 $d_{20}^{20}=0.853\sim 0.873$

ミリスチン酸メチル テトラデカン酸メチルを見よ。

高級脂肪酸（ラウリン酸）
Higher Fatty Acid (Lauric Acid)

定 義 本品は、高級脂肪酸（動植物性油脂又は動植物性硬化油脂を加水分解して得られたものをいう。）のうちラウリン酸を主成分とするものである。

含 量 本品は、ラウリン酸（ $C_{12}H_{24}O_2=200.32$ ）50.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～明るい灰みの黄色の粉末、薄片、粒又はろう状の塊である。

確認試験 定量法の検液及び標準液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行うとき、検液の主ピークの保持時間は、標準液のラウリン酸メチルのピークの保持時間と一致する。

ヨウ素価 1.0 以下

純度試験 (1) 酸価 275～285

(2) 鉛 Pb として $2\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (2.0 g、第1法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(3) ヒ素 As として $3\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置B)

強熱残分 0.1%以下

定 量 法 本品 20mg を量り、還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液 5 mL を加えて振り混ぜ、溶けるまで約 10 分間加熱する。還流冷却器からヘキサン 4 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、塩化ナトリウム飽和溶液 20mL を加えて振り混ぜ、放置して液を二層に分離させる。分離したヘキサン層 2 mL をとり、あらかじめヘキサンの洗った約 0.2 g の硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる。この液 1 mL を量り、ヘキサンを加えて 10mL とし、振り混ぜ、検液とする。別にラウリン酸メチル 10mg にヘキサン 5 mL を加えて溶かし、標準液とする。検液及び標準液をそれぞれ $1\mu\text{L}$ 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。検液のラウリン酸メチルのピーク面積 A_A 及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積 A_T （検出した全てのピークの面積）を測定し、次式により本品の脂肪酸分画中のラウリン酸の含量を求める。ただし、ラウリン酸メチルは、標準液中のラウリン酸メチルの保持時間と一致することにより確認し、面積測定範囲は、溶媒の主ピークの後からラウリン酸メチルの保持時間の 1.5 倍までとする。

$$\text{ラウリン酸の含量 (\%)} = \frac{A_A}{A_T} \times 100$$

操作条件

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25mm、長さ 50m のフェーズドシリカ管の内面に、ガスクロマトグラフィー用 100% シアノプロピルポリシロキサンを 0.2 μm の厚さで被覆したもの

カラム温度 180°C

注入口温度 250°C

検出器温度 250°C

キャリアガス ヘリウム
流量 約 1.0mL/分の一定量
注入方式 スプリットレス

生石灰
Quicklime

定 義 本品は、石灰石を焼成して得られたものである。主成分は酸化カルシウムである。

含 量 本品を強熱したものは、酸化カルシウム (CaO=56.08) 93.0%以上を含む。

性 状 本品は、白～灰白色の塊、粒又は粉末である。

確認試験 (1) 本品 1 g を水で潤すとき発熱し、更にこれに 5 mL の水を加えて懸濁した液は、アルカリ性を呈する。

(2) 本品 1 g に水 20mL 及び酢酸 (1 → 3) 6 mL を加えた後、ろ過するとき、ろ液は、カルシウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 塩酸不溶物 1.0%以下

あらかじめ、ろつぼ型ガラスろ過器 (1 G 4) を 105°C で 30 分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。本品 5.0 g を量り、水 100mL を加え、振り混ぜながら、それ以上溶けなくなるまで塩酸を滴加した後、沸騰させる。冷後、必要な場合には、塩酸を加えて酸性とし、先のガラスろ過器でろ過する。ガラスろ過器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い、ガラスろ過器とともに 105°C で 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量を精密に量る。

(2) 炭酸塩 本品 2.0 g を量り、水 50mL を加えてよく振り混ぜた後、塩酸 (1 → 4) 25mL を加えるとき、著しく泡立たない。

(3) 鉛 Pb として 5 µg / g 以下 (0.80 g、第 5 法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

本品をろつぼに量り、徐々に加熱して炭化させた後、蓋をして 500°C で強熱する。残留物に、塩酸 (1 → 4) 20mL を加え、時計皿等で覆い、穏やかに 15 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。なお、試料が溶けない場合には、蒸発乾固した後、残留物に塩酸 (1 → 4) 20mL を加え、穏やかに 5 分間沸騰させる。冷後、水 30mL を加え、試料液とする。ただし、第 5 法に示すクエン酸水素二アンモニウム溶液 (1 → 2) の量を 50mL に変更し、指示薬にはプロモチモールブルー試液 1 mL を用い、アンモニア水を液の黄色が黄緑色に変わるまで加える。

(4) アルカリ金属及びマグネシウム 6.0%以下

本品約 0.5 g を精密に量り、水 30mL 及び塩酸 (1 → 4) 15mL を加えて溶かす。この液を加熱し、1 分間沸騰させた後、直ちにシュウ酸二水和物溶液 (3 → 50) 40mL を加え、激しくかき混ぜる。これにメチルレッド試液 2 滴を加え、液が黄色を呈するまでアンモニア試液を滴加してカルシウムを沈殿させる。この液を水浴上で 1 時間加熱し、冷後、水を加えて 100mL とし、よく混合した後、ろ過する。ろ液 50mL をあらかじめ 800°C で 30 分強熱して、デシケーター中で放冷し、質量を精密に量った白金製のろつ

ぼに入れ、硫酸 0.5mL を加え蒸発乾固した後、恒量になるまで 800°C で強熱し、その残留物の質量を量る。

(5) バリウム Ba として 300 μ g/g 以下

本品 1.50 g を量り、水を加え泥状にし、塩酸 (1→4) 20mL を加えて溶かし、水を加えて 30mL とし、ろ過する。ろ液 20mL を量り、検液とし、酢酸ナトリウム 2 g、酢酸 (1→20) 1 mL 及びクロム酸カリウム溶液 (1→20) 0.5mL を加え、15 分間放置するとき、その液の濁度は、次の比較液の濁度より濃くない。比較液は、バリウム標準液 0.30mL を量り、水を加えて 20mL とし、以下検液と同様に操作した液を用いる。

(6) ヒ素 As として 3 μ g/g 以下 (0.50 g、標準色 ヒ素標準液 3.0mL、装置 B)

本品に塩酸 (1→4) 8 mL を加えて溶かし、検液とする。

強熱減量 10.0%以下 (800°C、恒量)

定量法 本品を強熱し、その約 1.5 g を精密に量り、塩酸 (1→4) 30mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 250mL とし、検液とする。カルシウム塩定量法の第 1 法により定量する。

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 1 mL = 2.804mg CaO

2. 成分規格を改正する品目

アセト酢酸エチル
Ethyl Acetoacetate

改正後	改正前
純度試験 酸価 5.0 以下 (香料試験法) <u>ただし、指示薬には、ブロモクレゾール パープル試液を用い、指示薬を用いる場 合の終点は、液の黄色が青紫色に変わる ときとする。</u>	純度試験 酸価 5.0 以下 (香料試験法)

[試薬・試液]

ブロモクレゾールパープル $C_{21}H_{16}Br_2O_5S$ [K8841、特級] [115-40-2]

ブロモクレゾールパープル試液 ブロモクレゾールパープル 50mg をエタノール(95) 100mL
に溶かし、必要な場合には、ろ過する。