

2) 拡散 N<sub>2</sub>O 及び泡中 N<sub>2</sub>O

3 試料を用いて放出される N<sub>2</sub>O 量を重量法により測定した結果、拡散 N<sub>2</sub>O 量は 11.7±0.3 mg/g (表 2、3)、泡中 N<sub>2</sub>O 量は 2.0±0.2 mg/g クリーム (表 4) であった。

表 2. 缶からの総吐出量 (計算式; A-D)

試料 No	クリーム吐出前の缶重量:A	クリーム吐出後の缶重量:D	実吐出量 (クリーム+N <sub>2</sub> O) :A-D
1	305.418 g	194.815 g	<b>110.603 g</b>
2	300.671 g	171.923 g	<b>128.748 g</b>
3	304.622 g	198.008 g	<b>106.614 g</b>

表 3. 拡散 N<sub>2</sub>O : 缶から吐出時に大気中へ拡散する亜酸化窒素重量

試料 No	実吐出量 (クリーム+N <sub>2</sub> O) :A-D	受け容器中のクリーム重量 :C-B	吐出時に大気中へ放出された N <sub>2</sub> O 量	
			g: (A-D)-(C-B)	mg/g クリーム: $\frac{[(A-D)-(C-B)]}{E}$
1	110.603 g	109.295 g	1.308 g	<b>12.0 mg/g</b>
2	128.748 g	127.275 g	1.473 g	<b>11.6 mg/g</b>
3	106.614 g	105.407 g	1.207 g	<b>11.5 mg/g</b>
				平均値 : <b>11.7</b>
				標準偏差: <b>0.3</b>

表 4. 泡中 N<sub>2</sub>O : 吐出されたホイップクリーム中から放出される亜酸化窒素重量

試料 No	吐出後重量(g)		クリーム中から放出される N <sub>2</sub> O 量	
	受け容器中のクリーム重量 :C-B	10 分後のクリーム重量 :E	g: (C-B)-E	mg/g クリーム: $\frac{\{(C-B)-E\} \times 1000}{E}$
1	109.295 g	109.109 g	0.186 g	<b>1.7 mg/g</b>
2	127.275 g	127.013 g	0.262 g	<b>2.1 mg/g</b>
3	105.407 g	105.183 g	0.224 g	<b>2.1 mg/g</b>
				平均値 : <b>2.0</b>
				標準偏差: <b>0.2</b>

## エ. 結論

吐出後のクリーム中に含まれる  $N_2O$  量は、重量法から得られた泡中  $N_2O$  含量  $2.0 \pm 0.2$  mg/g クリームと、溶解  $N_2O$  量 1.06 mg/g クリーム<sup>1</sup>を総計した約 3.06 mg/g クリームと推定され、吐出時に瞬時に大気中に拡散される  $N_2O$  量 (拡散  $N_2O$ )  $11.7 \pm 0.3$  mg/g クリームの約 1/4 と低い値を示した。

ホイップクリーム缶から吐出したホイップクリームの亜酸化窒素放出量 (拡散  $N_2O$  と泡中  $N_2O$  の総計) をガスクロマトグラフィーで定量した結果は、平均 14.7 mg/g であり (p.20)、本重量法での亜酸化窒素放出量 (拡散  $N_2O$  と泡中  $N_2O$  の総計) の測定結果 13.7 mg/g と近似している<sup>2</sup>。

なお、使用したホイップクリーム缶 1 本全てのホイップクリームを喫食した時に摂取される亜酸化窒素量は約 0.6 g (製品ラベルから内容量 198 g  $\times$  3.06 mg/g) と算出され、ホイップクリーム缶に充填されている亜酸化窒素量 8.5 g (ConAgra 社情報。なお、使用した缶の充填可能最大量の推定値は 10.2 g) に比べてかなり少ない (約 1/14) と推定される。

---

<sup>1</sup> ホイップクリーム中の溶解亜酸化窒素 : 1 atm、25℃における亜酸化窒素の水への溶解性は 1.06 mg/g であることが報告されている (25)。5 atm におけるクリーム (40% 脂肪) への亜酸化窒素の溶解度 (7.02g/kg) が水 (6.55 g/kg) とほぼ同じであることから (p.40)、1 atm、25℃における溶解度も水と同じ 1.06 mg/g であると仮定し、クリーム中 (水分含量約 50%) に溶解している亜酸化窒素量を 1.06 mg/g とした。

<sup>2</sup> 拡散  $N_2O$  11.7 mg/g と泡中  $N_2O$  2.0 mg/g の総計

(13) 亜酸化窒素の成分規格案の設定根拠

1) 成分規格案および設定根拠

- ① 含量 本品は定量するとき、亜酸化窒素 (N<sub>2</sub>O) 97.0 vol%以上を含む。

JP、JECFA 規格では 97.0 vol%以上、USP、FCC 規格では 99.0 vol%以上、EP 規格では 98.0 vol%以上と設定されている。JP 規格を採用した。

- ② 性状 本品は室温、大気圧下において無色のガスで、においはない。

JP、EP、JECFA および FCC 規格には記載されているが、USP 規格には記載されていない。JP および FCC 規格の色とにおいについて記載されている部分を採用した。なお、<21CFR 184.1545> (p.4) では「わずかに甘い匂いがする」と記載されているが、第 13 改正日本薬局方解説書 (24) に亜酸化窒素のにおいに関して「直接ポンベのニードルバルブからの噴出ガスは、わずかではあるがにおいを感じるという人もいるが、通則 22 のほとんどにおいが無いに属する」と記載されていることより、日本薬局方通則 22 の「においが無い」の範囲内であると考えられる。

③ 確認試験

- 1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

亜酸化窒素は不燃性であるが、空気よりも激しく燃焼を助ける。USP 及び FCC 規格には設定されていない。JP、EP および JECFA 規格を採用した。

- 2) 本品及び亜酸化窒素 1 ml ずつにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間に一致する。

USP、EP、JECFA および FCC 規格には設定されていないが、試薬の亜酸化窒素を標準ガスとするガスクロマトグラフ法により確認をしている JP 規格を採用した。

④ 純度試験

本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上、18~22℃に保った後、20℃で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする。

- 1) 一酸化炭素

本品 5.0 ml を、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。

## 操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300~500  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする。

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 ml 及び空気 0.1 ml を採取し、キャリアーガスを加えて 100 ml とし、よく混合する。その 5.0 ml につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、一酸化炭素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 ml から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

USP、JECFA、FCC 規格では 10 ppm 以下、EP 規格では 5 ppm V/V 以下と設定されている。ゼオライトを充てんしたカラムを用いてガスクロマトグラフ法により検出する JP 規格を採用する。ゼオライトをカラム充てん剤として用いた場合、 $\text{N}_2\text{O}$  はゼオライトに吸着され、そのピークは現れないが、 $\text{O}_2$ 、 $\text{N}_2$  および  $\text{CO}$  はその順序に明瞭に分離されるので、 $\text{CO}$  が混在した場合にはその  $\text{CO}$  を定量することもできる。

### 2) 塩化物 $\text{Cl}$ として 5 $\mu\text{l/l}$ 以下

0.1 mol/l 硝酸銀溶液 2.5 ml に水を加えて 50 ml とする。この液に本品 10 L を通じるとき、5 分後に生成する乳白色は、0.1 mol/l 硝酸銀溶液 2.5 ml、塩化物イオン標準原液 1 ml、及び希硝酸 0.15 ml を水で 50 ml にした混液を 5 分間放置して得られる色調より濃くない。

EP 規格では設定されていない。USP、FCC 規格では  $\text{Cl}$  として 1 ppm 以下（検知管）としている。JECFA 規格を採用した。

### 3) 一酸化窒素及び二酸化窒素

容器の気相部分 550  $\pm$  50 ml を検知管で決められた規格速度で通す時、指示計の変化は 5  $\mu\text{l/l}$  以下である。

USP、FCC 規格では一酸化窒素、二酸化窒素それぞれ 1 ppm 以下に設定されている。EP、JECFA 規格では一酸化窒素及び二酸化窒素の総計が、それぞれ 2 ppm、5  $\mu\text{l/l}$  以下に設定されている。JP 規格では設定されていないが、酸又はアルカリの項で二酸化窒素の混在を確認している。規格値は JECFA 規格 5  $\mu\text{l/l}$  を採用し、方法は FCC、USP および EP 規格と同様に検知管とした。

#### 4) 硫化水素、ヒ化水素及びリン化水素

硝酸銀アンモニア試液 25 ml 及びアンモニア試液 3 ml をネスラー管に入れる。内径約 1 mm のガス導入管をネスラー管に挿入し、その先端を管底から 2 mm 以内の所に保持し、15 分間で本品 1,000 ml を光を避けて通すとき、液は褐色を呈さない。

JECFA 規格の規格項目「ヒ化水素およびリン化水素」を採用し、試験方法は第 7 版食品添加物公定書の二酸化炭素の純度試験「リン化水素、硫化水素及び有機還元性物質」を採用した。

#### ⑤ 定量法

本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0 ml をガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、空気のピーク面積  $A_T$  を求める。別に混合ガス調整器に窒素 3.0 ml を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 ml とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 ml につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積  $A_S$  を求める。

亜酸化窒素 ( $N_2O$ ) の含量 =  $100 - 3 \times A_T / A_S$  (vol%)

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300~500  $\mu$ m のガスクロマトグラフ用シリカゲルを充てんする

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する

カラムの選定：混合ガス調整器に窒素 3.0 ml を採取し、本品を加えて 100 ml とし、よく混合するその 1.0 ml につき、上記の条件で操作するとき、窒素、本品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験を 5 回繰り返すとき、窒素のピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

JP、USP 及び FCC 規格では、試料中の空気含量 (%) をガスクロマトグラフ法により測定し、100 (%) から差し引いて亜酸化窒素含量を算出する方法を記載している。EP 規格では標準ガスとのピーク面積比により試料中の亜酸化窒素含量を測定する方法を、JECFA 規格では試料を冷却液化し、試料 100 ml 中の酸素、窒素等の非凝縮性ガスの体積を亜酸化窒素中の不純物として求め、100 から差し引いて亜酸化窒素含量を算出する方法を記載している。JP 規格を採用した。

2) 成分規格案の他の規格との対比表

- ① 本規格案、JECFA (14) 及び FCCIV規格 (16) との比較表
- ② JP (9) 、 USP (20) 及び EP 規格 (21) 比較表