

食品添加物公定書の改正に伴う「食品、添加物等の規格基準」（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）の改正に係る食品健康影響評価の依頼等について

1. 経緯

食品添加物の規格基準については食品衛生法（昭和 22 年法律第 233 号。以下「法」という。）第 11 条第 1 項の規定に基づいて、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。）において定められている。さらに、法第 21 条に基づき、食品添加物公定書が作成されており、平成 19 年に第 8 版が作成された。

法第 21 条の規定に基づく食品添加物公定書の作成を目的として設置された「第 9 版食品添加物公定書作成検討会」（初代座長 国立医薬品食品衛生研究所 河村葉子元食品添加物部長、2 代目座長 国立医薬品食品衛生研究所 穂山浩食品部長）において、第 9 版食品添加物公定書の作成に当たり、既存添加物の成分規格の新規作成、成分規格の国際的整合化、試験法の改良等、告示の改正を提案する報告書が取りまとめられた。この報告書に基づき、薬事・食品衛生審議会食品衛生分科会添加物部会（以下「部会」という。）において検討が行われ、第 9 版食品添加物公定書（案）が取りまとめられた。

これを踏まえ、告示の改正案の一部について、平成 28 年 6 月 6 日付けで厚生労働省発生食第 5 号及び第 6 号により、食品健康影響評価の依頼等を行い、同月 14 日付けで、食品健康影響結果通知等がなされた。その後、同年 8 月 30 日に行われた部会において審議され、了承された。

今般、平成 28 年 9 月以降に新たに成分規格等が設けられた食品添加物があり、これらについては、平成 28 年 6 月に行われた評価等の対象ではなかったことから、ヒ素等に関する規格基準の改正については、食品安全基本法（平成 15 年法律第 48 号）第 24 条第 1 項第 1 号の規定に基づき、食品安全委員会に食品健康影響評価を依頼するとともに、用語又は用例の統一等に係る規格基準の改正については、同法第 11 条第 1 項第 1 号に基づく「食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないとき」に該当すると解することの可否について照会するものである。

2. 食品添加物の規格基準の改正の概要

(1) 食品健康影響評価を依頼する事項

アスパラギナーゼ（*A. oryzae* NZYM-SP 株由来）、亜セレン酸ナトリウム及び 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸に係る成分規格について、以下のとおり、ヒ素の規格値を「As₂O₃として」から「As として」に変更することによる規格値の改正をすること

これは、As として規格が設定されている JECFA との整合性を目的として、規格値の変更（分子量による換算）を行うものであり、規格値については実質的に変更はない。

なお、ヒ素試験法については、既に昨年 6 月に食品安全委員会において食品健康影響評価が実施されている。

| 添加物の名称 | ヒ素の規格値の改正内容 ($\mu\text{g}/\text{g}$) |
|--|---|
| アスパラギナーゼ (<i>A. oryzae</i> NZYM-SP 株由来) | 4.0→3 |
| 亜セレン酸ナトリウム | 4.0→3 |
| 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 | 6.7→5 |

また、鉛試験法及び微生物試験法が設定されることを踏まえた記載への変更及び用語又は用例の記載の統一を目的とした改正を行うものであり、規格値の変更を伴うものではない。

なお、鉛試験法及び微生物限度試験法については、既に昨年 6 月に食品安全委員会において食品健康影響評価が実施されている。

(2) 「食品健康影響評価を行うことが明らかに必要でないとき」に該当すると解することの可否について照会する事項

ア) オクタン酸の成分規格について、鉛試験法が設定されることを踏まえた記載への変更及び用語又は用例の記載の統一を目的とした改正並びに次亜臭素酸水及び過酢酸製剤の成分規格について、用語又は用例の記載の統一を目的とした改正をするものであり、規格値の変更を伴うものではない。

なお、鉛試験法については、既に昨年 6 月に食品安全委員会において食品健康影響評価が実施されている。

イ) 第 2 添加物の C について、試験の操作性の改善及び精度の向上を図るために滴定の終点及び希釈操作を明らかにすること、原則 JIS に基づく名称への変更、CAS 番号の追記並びに用語又は用例の統一を目的とした改正をするものであり、規格値の変更を伴うものではない。

3. 今後の方針

食品安全委員会の食品健康影響評価等を受けた後に、平成 28 年 6 月に評価等がなされた告示の改正案と合わせて、薬事・食品衛生審議会において審議を行い、告示に向けた手続を進めていく。

| 改 正 案 | 現 行 |
|--|--|
| <p>第1 (略) 第2 添加物</p> <p style="text-align: center;">A・B (略) C 試薬・試液等</p> <p>(略)</p> <p style="text-align: center;">1. 試薬・試液</p> <p>(略)</p> <p>MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸21gを量り、水900mLを加えて溶かし、適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH7.0に調整し、水を加えて正確に1000mLとする。</p> <p>(略)</p> <p>塩化1, 10-フェナントロリニウム一水和物 $C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$ [K 8202、特級] [3829-86-5] 【<u>塩化1, 10-フェナントロリニウム1水和物</u>】</p> <p>(略)</p> <p>オクタン酸、定量用 $C_8H_{16}O_2$ [124-07-2] 本品は、無～淡黄色で、澄明の液体である。 含量 本品は、オクタン酸 ($C_8H_{16}O_2$) 98.0%以上を含む。 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するとき、波数$2930cm^{-1}$、$2860cm^{-1}$、$1710cm^{-1}$、$1460cm^{-1}$、$1420cm^{-1}$、$1280cm^{-1}$、$1230cm^{-1}$、$1200cm^{-1}$、$1110cm^{-1}$、$940cm^{-1}$及び$720cm^{-1}$付近に吸収帯を認める。 凝固点 $15\sim 17^{\circ}C$ 屈折率 $n_D^{20}=1.425\sim 1.431$ 比重 $d_4^{20}=0.909\sim 0.915$ 定量法 本品約0.05gを精密に量り、N, O-ビス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド1mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。冷後、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。 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ジメチルポリシロキサンを1.5μmの厚さで被覆したもの。 カラム温度 $50^{\circ}C$から毎分$10^{\circ}C$で$280^{\circ}C$まで昇温し、$280^{\circ}C$を2分間保持する。</p> | <p>第1 (略) 第2 添加物</p> <p style="text-align: center;">A・B (略) C 試薬・試液等</p> <p>(略)</p> <p style="text-align: center;">1. 試薬・試液</p> <p>(略)</p> <p>MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 3-(N-モルホリノ)プロパンスルホン酸21gを量り、水900mLを加えて溶かし、適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH7.0に調整し、水を加えて正確に1,000mLとする。</p> <p>(略)</p> <p>塩化1, 10-フェナントロリニウム<u>1</u>水和物 $C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$ [K 8202] (略)</p> <p>オクタン酸、定量用 $C_8H_{16}O_2$ 本品は、無～淡黄色で、澄明の液体である。 含量 本品は、オクタン酸 ($C_8H_{16}O_2$) 98.0%以上を含む。 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するとき、波数$2,930cm^{-1}$、$2,860cm^{-1}$、$1,710cm^{-1}$、$1,460cm^{-1}$、$1,420cm^{-1}$、$1,280cm^{-1}$、$1,230cm^{-1}$、$1,200cm^{-1}$、$1,110cm^{-1}$、$940cm^{-1}$及び$720cm^{-1}$付近に吸収帯を認める。 純度試験 (1) 凝固点 $15\sim 17^{\circ}C$ (2) 屈折率 $n_D^{20}=1.425\sim 1.431$ (3) 比重 $d_4^{20}=0.909\sim 0.915$ 定量法 本品約0.05gを精密に量り、N, O-ビストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド1mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。冷後、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。 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のケイ酸ガラス製の細管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1.5μmの厚さで被覆したもの。 カラム温度 $50^{\circ}C$から毎分$10^{\circ}C$で昇温し、$280^{\circ}C$に到達後、2分間保持する。</p> |

注入口温度 280℃
検出器温度 280℃

キャリアーガス ヘリウム
流量 被検成分のピークが5～20分間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 1：20 (いずれかの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。)

(略)

2-ケトグルタル酸二ナトリウム n 水和物 $C_5H_4Na_2O_5 \cdot nH_2O$ [305-72-6、無水物] 本品は、白色の粉末で、水に溶ける。

(略)

酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 酢酸ナトリウム三水和物88.8 gを水1800 mLに溶かし、酢酸でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に2000 mLとする。

酢酸緩衝液 (0.1 mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) 酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 500 mLに水3500 mLを加え、更にポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液7.5 mLを加える。適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に5000 mLとする。

(略)

N, N -ジエチル- p -フェニレンジアミン硫酸塩 $(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$ [6283-63-2]

本品は、白～わずかに薄い褐色の粉末又は粒状で、水に溶ける。

含量 本品は、 N, N -ジエチル- p -フェニレンジアミン硫酸塩 ($(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$) 98.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1→40) 5 mLに塩化バリウム二水和物溶液 (1→10) 1 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (0.5 g、水20 mL)

(2) 吸光度 本品0.02 gを量り、リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸含有) 2.5 mL及び硫酸ナトリウム十水和物0.48 gを加えて溶かし、水を加えて正確に50 mLとし、これをA液とする。A液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。また、A液30 mLにヨウ化カリウム0.3 gを加えて溶かし2分間静置した液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。ただし、それぞれの吸光度は、別に空試験を行い補正する。

定量法 本品約0.2 gを精密に量り、水50 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。ただ

注入口温度 280℃
検出器温度 280℃

注入方式 スプリット (20：1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

キャリアーガス ヘリウム
流量 被検成分のピークが5～20分間に現れるように調整する。

(略)

2-ケトグルタル酸二ナトリウム $C_5H_4Na_2O_5$ 本品は、白色の粉末で、水に溶ける。

(略)

酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 酢酸ナトリウム3水和物88.8 gを水1,800 mLに溶かし、酢酸でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に2,000 mLとする。

酢酸緩衝液 (0.1 mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) 酢酸緩衝液 (1 mol/L、pH5.0) 500 mLに水3,500 mLを加え、更にポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル試液7.5 mLを加える。適当な濃度の水酸化ナトリウム溶液でpH5.0に調整した後、水を加えて正確に5,000 mLとする。

(略)

N, N -ジエチル- p -フェニレンジアミン硫酸塩 $(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$ 本品は、白～わずかに薄い褐色の粉末又は粒状で、水に溶ける。

含量 本品は、 N, N -ジエチル- p -フェニレンジアミン硫酸塩 ($(C_2H_5)_2NC_6H_4NH_2 \cdot H_2SO_4$) 98.0%以上を含む。

確認試験 本品の水溶液 (1→40) 5 mLに塩化バリウム溶液 (1→10) 1 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 (1) 溶状 ほとんど澄明 (0.5 g、水20 mL)

(2) 吸光度 本品0.02 gを量り、リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸含有) 2.5 mL及び硫酸ナトリウム0.48 gを加えて溶かし、水を加えて正確に50 mLとし、これをA液とする。A液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。また、A液30 mLにヨウ化カリウム0.3 gを加えて溶かし2分間静置した液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長555 nmにおける吸光度は0.005以下である。ただし、それぞれの吸光度は、別に空試験を行い補正する。

定量法 本品約0.2 gを精密に量り、水50 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点の確認は、電位差計を用いる。ただ

し、終点は、第2変曲点とし、第1変曲点までの滴定量で補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL
=26.23mg (C₂H₅)₂NC₆H₄NH₂·H₂SO₄

(略)

1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸二水和物 C₁₄H₂₂N₂O₈·H₂O 本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、*trans*-1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸一水和物 (C₁₄H₂₂N₂O₈·H₂O) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数3000cm⁻¹、1750cm⁻¹、1710cm⁻¹、1590cm⁻¹、1430cm⁻¹、1400cm⁻¹、1240cm⁻¹及び1220cm⁻¹付近に吸収帯を認める。

純度試験 溶状 ほとんど澄明

本品約4.0gを量り、水酸化ナトリウム試液(1mol/L) 25mLを加えて溶かし、水を加えて100mLとし、検液とする。

定量法 本品0.4gを精密に量り、水酸化ナトリウム試液11mLを加えて溶かし、アンモニウム緩衝液(pH10.7) 2mL及び水を加えて100mLとし、0.05mol/L亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液 5滴)。終点は、液の青色が赤色になるときとする。

0.05mol/L亜鉛溶液 1mL=18.22mg C₁₄H₂₂N₂O₈·H₂O

(略)

酒石酸アンチモニルカリウム試液 ビス〔(+)-タルトラト〕ニアンチモン

(III) 酸二カリウム三水和物1.37gを量り、水350mLに徐々に加えて溶かし、更に水を加えて500mLとする。

酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 硫酸試液(2.5mol/L) 50mLを量り、酒石酸アンチモニルカリウム試液 5mL、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(1→25) 15mL及びL(+)-アスコルビン酸試液(11→625) 30mLを加えてよく混ぜる。用時調製する。

(略)

DPD・EDTA試液 *N,N*-ジエチル-*p*-フェニレンジアミン硫酸塩1.1gを乳鉢ですりつぶし、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.2g及び少量の水を加えて、必要があれば、かくはんしながら加温して溶かし、25w/v%硫酸 8mLを加えて混合した後、水を加えて1000mLとする。

(略)

デカン酸 C₁₀H₂₀O₂ 本品は、無～淡黄色の澄明な液体又は白～微淡黄色の結晶若しくは塊である。

含量 99.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の錠剤法により測定するとき、波数2676cm⁻¹、1700cm⁻¹、1299cm⁻¹、1268cm⁻¹、1232cm⁻¹、1200cm⁻¹、1075cm⁻¹、934cm⁻¹、825cm⁻¹及び686cm⁻¹付近に吸収帯を認める。

し、終点は、第二変曲点とし、第一変曲点までの滴定量で補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液 1mL
=26.23mg (C₂H₅)₂NC₆H₄NH₂·H₂SO₄

(略)

1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸一水和物 C₁₄H₂₂N₂O₈·H₂O 本品は、白色の粉末である。

含量 本品は、*trans*-1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸 1水和物 (C₁₄H₂₂N₂O₈·H₂O) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、3,000cm⁻¹、1,750cm⁻¹、1,710cm⁻¹、1,590cm⁻¹、1,430cm⁻¹、1,400cm⁻¹、1,240cm⁻¹、1,220cm⁻¹付近に吸収帯を認める。

純度試験 溶状 ほとんど澄明

本品4.0gを量り、水酸化ナトリウム試液25mLを加えて溶かし、水を加えて100mLとし、検液とする。

定量法 本品0.4gを精密に量り、水酸化ナトリウム試液11mLを加えて溶かし、アンモニア・塩化アンモニウム緩衝液(pH10.7) 2mL及び水を加えて100mLとし、0.05mol/L 塩化亜鉛溶液で滴定する(指示薬 エリオクロムブラックT試液 5滴)。

0.05mol/L 塩化亜鉛溶液 1mL=18.22mg C₁₄H₂₂N₂O₈·H₂O

(略)

酒石酸アンチモニルカリウム試液 ビス〔(+)-タルトラト〕ニアンチモン

(III) 酸二カリウム三水和物1.37gを量り、水350mLに徐々に加えて溶かし、更に水を加えて500mLとする。

酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液 硫酸試液(2.5mol/L) 50mLを量り、酒石酸アンチモニルカリウム試液 5mL、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液(1→25) 15mL及びアスコルビン酸試液30mLを加えてよく混ぜる。用時調製する。

(略)

DPD・EDTA試液 *N,N*-ジエチル-*p*-フェニレンジアミン硫酸塩1.1gを乳鉢ですりつぶし、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.2g及び少量の水を加えて、必要があれば、かくはんしながら加温して溶かし、25w/v%硫酸 8mLを加えて混合した後、水を加えて1,000mLとする。

(略)

デカン酸 C₁₀H₂₀O₂ 本品は、無～淡黄色の澄明な液体又は白～微淡黄色の結晶若しくは塊である。

含量 99.0%以上

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法中の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、2,676cm⁻¹、1,700cm⁻¹、1,299cm⁻¹、1,268cm⁻¹、1,232cm⁻¹、1,200cm⁻¹、1,075cm⁻¹、934cm⁻¹、825cm⁻¹及び686cm⁻¹付近に吸

純度試験 凝固点 29～33℃

定量法 本品約0.05 gを精密に量り、N、Oービス(トリメチルシリル)トリフルオロアセトアミド1 mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。その後、室温まで冷却したものを検液とし、次の条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

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ジメチルポリシロキサンを1.5μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60℃から毎分10℃で280℃まで昇温する。

注入口温度 280℃

検出器温度 280℃

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5～20分間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 1：20(ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。)

(略)

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウムn水和物(還元型)
 $C_{21}H_{27}N_7Na_2O_{14}P_2 \cdot nH_2O$ [606-68-8、無水物] 本品は、白～淡黄色の粉末で、水に溶ける。

(略)

ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物 $C_8H_4K_2O_{12}Sb_2 \cdot 3H_2O$ [K 8533、特級] [28300-74-5] 【ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物】

(略)

ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル試液 ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル15 gを量り、水を加えて100 mLとする。

(略)

硫酸試液(2.5 mol/L) 硫酸140 mLを量り、水に徐々に加え、冷後、更に水を加えて1000 mLとする。

(略)

硫酸セリウム(IV)四水和物 $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ [K 8976、特級] [10294-42-5] 【硫酸セリウム(IV)四水和物】

(略)

リン酸緩衝液(エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有) リン酸水素二ナ

収帯を認める。

純度試験 凝固点 29～33℃

定量法 本品約0.05 gを精密に量り、N、Oービストリメチルシリルトリフルオロアセトアミド1 mLを加え、密閉して混合し、水浴上で30分間加熱する。その後、室温まで冷却したものを検液とし、次の条件でガスクロマトグラフィーを行い、主ピークの面積百分率を求める。

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のケイ酸ガラス製細管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1.5μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度 60℃から280℃まで毎分10℃で昇温する。

注入口温度 280℃

検出器温度 280℃

注入方式 スプリット(20：1)。ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

キャリアーガス ヘリウム

流量 被検成分のピークが5～20分間に現れるように調整する。

(略)

β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウム水和物(還元型)
 $C_{21}H_{27}N_7Na_2O_{14}P_2$ 本品は、白～淡黄色の粉末で、水に溶ける。

(略)

ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物 $C_8H_4K_2O_{12}Sb_2 \cdot 3H_2O$ 【ビス[(+)-タルトラト]ニアンチモン(III)酸二カリウム三水和物、K 8533】

(略)

ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル試液 ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル15 gを量り、水を加えて100 mLとする。

(略)

硫酸試液(2.5 mol/L) 硫酸70 mLを量り、水350 mLに徐々に加え、冷後、水を加えて500 mLとする。

(略)

硫酸セリウム(IV)四水和物 $Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ 【硫酸セリウム(IV)四水和物、K 8976】

(略)

リン酸緩衝液(エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有) 無水リン酸二ナ

トリウム24.0 g、リン酸二水素カリウム46.0 g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.8 gを量り、水を加えて溶かして1000mLとする。

(略)

リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸含有) リン酸二水素カリウム2.7 gを水で正確に100mLとし、水酸化ナトリウム試液 (0.2mol/L) でpH6.5に調整した後、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸二水和物0.13 gを加えて溶かす。

(略)

リン酸緩衝液 (pH7.3) リン酸二水素ナトリウム二水和物138 gを量り、水800mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→2) でpH7.3に調整した後、水を加えて1000mLとする。

(略)

2. 容量分析用標準液

(略)

0.005mol/L 硝酸銀溶液 1000mL中硝酸銀 (AgNO₃、分子量169.87) 0.8493 gを含む。0.1mol/L 硝酸銀溶液に水を加えて20倍容量に薄め、標定は行わず、0.1mol/L 硝酸銀溶液のファクターを用いる。用時調製する。

(略)

0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液 1000mL中硫酸セリウム (IV) 四水和物 (Ce (SO₄)₂ · 4H₂O、分子量404.30) 40.43 gを含む。

硫酸セリウム (IV) 四水和物約40.4 gを量り、硫酸50mLを加えてかき混ぜる。さらに、発熱に注意してかき混ぜながら、水900mLを20mLずつ徐々に加える。24時間放置した後、ガラスろ過器でろ過し、水を加えて1000mLとする。

標定 本液25mLを正確に量り、硫酸 (1→6) 30mLを加え、0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約0.2mL)。終点は、液の色が青緑色から黄赤色になるときとする。ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液のファクター

f₁ : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の消費量 (mL)

(略)

3. 標準液

(略)

イットリウム標準原液 本液1mLは、イットリウム (Y) 1mgを含む。誘導結合プラズマ発光分光分析用に調製したものをを用いる。

(略)

鉄標準原液 硫酸アンモニウム鉄 (III) · 12水8.63 gを正確に量り、硝酸 (1→3) 25mL及び水を加えて溶かして正確に1000mLとする。本液1mLは、鉄

トリウム24.0 g、リン酸一カリウム46.0 g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム二水和物0.8 gを量り、水を加えて溶かして1,000mLとする。

(略)

リン酸緩衝液 (pH6.5、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸含有) リン酸一カリウム2.7 gを水で正確に100mLとし、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液でpH6.5に調整した後、1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸一水和物0.13 gを加えて溶かす。

(略)

リン酸緩衝液 (pH7.3) リン酸一ナトリウム138 gを量り、水800mLを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (1→2) でpH7.3に調整した後、水を加えて1,000mLとする。

(略)

2. 容量分析用標準液

(略)

0.005mol/L 硝酸銀溶液 1,000mL中硝酸銀 (AgNO₃、分子量169.87) 0.8493 gを含む。0.1mol/L 硝酸銀溶液に水を加えて20倍容量に薄める。

(略)

0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液 1,000mL中硫酸セリウム (IV) 四水和物 (Ce (SO₄)₂ · 4H₂O、分子量404.30) 40.43 gを含む。

硫酸セリウム (IV) 四水和物約40.4 gを量り、硫酸50mLを加えてかき混ぜる。さらに、発熱に注意してかき混ぜながら、水900mLを20mLずつ徐々に加える。24時間放置した後、ガラスろ過器でろ過し、水を加えて1,000mLとする。

標定 本液25mLを正確に量り、硫酸 (1→6) 30mLを加え、0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液で滴定する (指示薬 フェロイン試液 約0.2mL)。終点は、液の色が青緑色から黄赤色になるときとする。ファクターは、次の式によって算出する。

$$f = f_1 \times V / 25$$

ただし、f : 0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液のファクター

f₁ : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液のファクター

V : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液の消費量 (mL)

(略)

3. 標準液

(略)

イットリウム標準原液 本液1mLは、イットリウム (Y) 1mgを含む。誘導結合プラズマ発光強度測定用に調製したものをを用いる。

(略)

鉄標準原液 硫酸アンモニウム鉄 (III) 12水和物8.63 gを正確に量り、硝酸 (1→3) 25mL及び水を加えて溶かして正確に1,000mLとする。本液1mLは

(Fe) 1 mgを含む。遮光して保存する。

(略)

4. ~11. (略)

D 成分規格・保存基準各条

(略)

アスパラギナーゼ

Asparaginase

(略)

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP株由来)

酵素活性 本品は、1 g 当たり3500単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、淡褐色の液体又は白～灰白色の顆粒である。

確認試験 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5 µg/g 以下

本品0.8 gを量り、以下「アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72株由来)」の純度試験(1)を準用する。

(2) ヒ素 Asとして3 µg/g 以下 (0.50 g、第3法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、細菌数は50000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。ただし、生菌数試験の試料液は第3法、大腸菌試験及びサルモネラ試験の前培養液は、それぞれ第3法及び第2法により調製する。

酵素活性測定法 (1) 基質溶液

L-アスパラギン水和物0.25 gを量り、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 15mLを加え、かくはんして完全に溶かした後、遮光し、これをA液とする。β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウム水和物 (還元型) 0.011 g、2-ケトグルタル酸二ナトリウム水和物0.063 g及び1680単位以上に対応する量のL-グルタミン酸デヒドロゲナーゼ (ウシ肝臓由来) を量り、A液に加え、かくはんして溶かした後、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) を加えて正確に25mLとする。用時調製する。

(2) 試料溶液

本品約1.0 gを精密に量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で希釈して、1 mL中に0.6単位を含む液を調製し、試料液とする。

(3) 標準原液

、鉄 (Fe) 1 mgを含む。遮光して保存する。

(略)

4. ~11. (略)

D 成分規格・保存基準各条

(略)

アスパラギナーゼ

Asparaginase

(略)

アスパラギナーゼ (*A. oryzae* NZYM-SP株由来)

酵素活性 本品は、1 g あるいは1 mL 当たり3,500単位以上の酵素活性を有する。

性状 本品は、淡褐色の液体又は白～灰白色の顆粒である。

確認試験 本品は、酵素活性測定法により試験を行うとき、活性を示す。

純度試験 (1) 鉛 Pbとして5.0 µg/g 以下

本品0.8 gを量り、以下「アスパラギナーゼ (*A. niger* ASP-72株由来)」の純度試験(1)を準用する。

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

微生物限度 微生物限度試験法により試験を行うとき、本品1 gにつき、細菌数は50,000以下である。また、大腸菌及びサルモネラは認めない。なお、サルモネラの試験は、「ナイシン」の微生物限度試験を準用する。

酵素活性測定法 (1) 基質溶液

L-アスパラギン₁水和物0.25 gを量り、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) 15mLを加え、かくはんして完全に溶かした後、遮光し、これをA液とする。β-ニコチンアミドアデニンジヌクレオチド二ナトリウム水和物 (還元型) 0.011 g、2-ケトグルタル酸二ナトリウム0.063 g及び1,680単位以上に対応する量のL-グルタミン酸デヒドロゲナーゼ (ウシ肝臓由来) を量り、A液に加え、かくはんして溶かした後、MOPS緩衝液 (0.1mol/L、pH7.0) を加えて正確に25mLとする。用時調製する。

(2) 試料溶液

本品約1.0 gを精密に量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で希釈して、1 mL中に0.6単位を含む液を調製し、試料溶液とする。

(3) 標準原液

775単位に対応する量の酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. oryzae*由来) を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で8倍、10倍、15倍、20倍及び30倍に希釈して、1 mL中に0.9688単位、0.7750単位、0.5167単位、0.3875単位及び0.2583単位を含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。

(4) 操作法

試験管に基質溶液4.6mLを量り、37.0±0.5℃で8分間加温した後、試料液0.400mLを加えてかくはんし、37.0±0.5℃で90秒間加温した液を検液とする。検液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度Aを測定する。別に、基質溶液4.6mLずつを量り、5本の試験管に入れ、37.0±0.5℃で8分間加温し、試料液の代わりに、それぞれの試験管に異なる濃度の標準原液0.400mLずつを加えて、以下検液の調製と同様に操作し、標準液とする。標準液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度を測定する。得られた吸光度と標準原液1 mL中の酵素活性 (単位/mL) から検量線を作成し、試料液中の酵素活性U (単位/mL) を検量線から求める。次式により、試料の酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、L-アスパラギンから、1分間にアンモニア 1 µmolを遊離する酵素量を1単位とする。

$$\text{酵素活性 (単位/g)} = \frac{U \times D \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、U：試料溶液中の酵素活性 (単位/mL)
D：試料溶液の希釈係数

(略)

亜セレン酸ナトリウム
Sodium Selenite

Na₂SeO₃ · 5 H₂O 分子量 263.01

Disodium selenite pentahydrate [26970-82-1]

含量 本品は、亜セレン酸ナトリウム (Na₂SeO₃ · 5 H₂O) 98.5~101.5%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.05 g に水2.5mL及び10%塩酸試液2.5mLを加えて溶かし、沸騰させる。これにL (+) -アスコルビン酸0.05 gを加えるとき、赤色の沈殿を生じ、これを数分間放置するとき、沈殿は赤褐~黒色に変わる。

(2) 本品0.05 g に水5 mL及び10%塩酸試液1 mLを加えて溶かし、塩化バリウム溶液 (3→50) 1 mLを加えるとき、沈殿を生じない。

775単位に対応する量の酵素活性測定用アスパラギナーゼ (*A. oryzae*由来) を量り、酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液を酢酸緩衝液 (0.1mol/L、pH5.0、ポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル含有) で8倍、10倍、15倍、20倍及び30倍に希釈して、1 mL中に0.9688単位、0.7750単位、0.5167単位、0.3875単位及び0.2583単位を含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。

(4) 操作法

試験管に基質溶液4.6mLを量り、37.0±0.5℃で8分間加温した後、試料液0.400mLを加えてかくはんし、37.0±0.5℃で90秒間加温した液を検液とする。検液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度Aを測定する。別に、基質溶液4.6mLずつを量り、5本の試験管に入れ、37.0±0.5℃で8分間加温し、試料液の代わりに、それぞれの試験管に異なる濃度の標準原液0.400mLずつを加えて、以下検液の調製と同様に操作し、標準液とする。標準液につき、水を対照として、波長340nmにおける吸光度を測定する。得られた吸光度と標準原液1 mL中の酵素活性 (単位/mL) から検量線を作成し、試料溶液中の酵素活性U (単位/mL) を検量線から求める。次式により、試料の酵素活性を求める。その酵素活性の単位は、操作法の条件で試験するとき、L-アスパラギンから、1分間にアンモニア 1 µmolを遊離させる酵素量を1単位とする。

$$\text{酵素活性 (単位/g)} = \frac{U \times D \times 100}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

ただし、U：試料溶液中の酵素活性 (単位/mL)
D：試料溶液の希釈係数

(略)

亜セレン酸ナトリウム
Sodium Selenite

Na₂SeO₃ · 5 H₂O 分子量 263.01

Disodium selenite pentahydrate [26970-82-1]

含量 本品は、亜セレン酸ナトリウム (Na₂SeO₃ · 5 H₂O) 98.5~101.5%を含む。

性状 本品は、白色の結晶性の粉末である。

確認試験 (1) 本品0.05 g に水2.5mL及び希塩酸2.5mLを加えて溶かし、沸騰させる。これにL-アスコルビン酸0.05 gを加えるとき、赤色の沈殿を生じ、これを数分間放置するとき、沈殿は赤褐~黒色に変わる。

(2) 本品0.05 g に水5 mL及び希塩酸1 mLを加えて溶かし、塩化バリウム溶液 (3→50) 1 mLを加えるとき、沈殿を生じない。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

pH 9.8~10.8 (2.0 g、水 (二酸化炭素除去) 20mL)

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (2.0 g、水 (二酸化炭素除去) 20mL)

(2) 塩化物 Clとして0.005%以下

本品2.0 gを量り、ネスラー管に入れ、水約30mLを加えて溶かし、硝酸4 mLを加えて混合し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを用いる。

(3) 硫酸塩 SO₄として0.03%以下 (0.8 g、比較液 0.005mol/L硫酸0.50mL)

(4) 鉛 Pbとして2.0μg/g以下

鉛標準原液2 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により鉛の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉛の量を求める。

(5) 鉄 Feとして50μg/g以下

鉄標準原液5 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法により鉄の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉄の量を求める。

(6) ヒ素 Asとして3.0μg/g以下

ヒ素標準原液3 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法によりヒ素の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中のヒ素の量を求める。

(3) 本品は、ナトリウム塩の反応を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色、澄明 (2.0 g、二酸化炭素を含まない水20mL)

(2) 液性 pH9.8~10.8 (2.0 g、二酸化炭素を含まない水20mL)

(3) 塩化物 Clとして0.005%以下

本品2.0 gを量り、ネスラー管に入れ、水約30mLを加えて溶かし、硝酸4 mLを加えて混合し、試料液とする。比較液には0.01mol/L塩酸0.30mLを用いる。

(4) 硫酸塩 SO₄として0.03%以下 (0.8 g、比較液 0.005mol/L硫酸0.50mL)

(5) 鉛 Pbとして2.0μg/g以下

鉛標準原液2 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法により鉛の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉛の量を求める。

(6) 鉄 Feとして50μg/g以下

鉄標準原液5 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法により鉄の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試料中の鉄の量を求める。

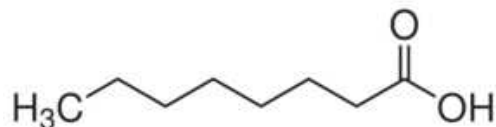
(7) ヒ素 As₂O₃として4.0μg/g以下

ヒ素標準原液(誘導結合プラズマ発光強度測定法用)3 mLを正確に量り、硝酸(1→200)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。本品1.00 gを量り、メスフラスコに入れ、硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、検液とする。同様に、本品1.00 gずつを量り、3本のメスフラスコに入れ、標準液0.5mL、1 mL及び2 mLを正確に加え、それぞれに硝酸(1→200)を加えて溶かして10mLとし、標準検液とする。検液及び3濃度の標準検液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法によりヒ素の発光強度を測定する。横軸に検液及び各標準検液中の添加量(μg)、縦軸に発光強度をとり、関係線を作成する。関係線の横軸との交点と原点との距離から、試

定量法 本品約0.1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、水100mLを加えて溶かし、ヨウ化カリウム3g及び塩酸(2→3)5mLを加え、直ちに密栓して暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄赤色になったときに加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=6.575mg Na₂SeO₃・5H₂O
(略)

オクタン酸
Octanoic Acid
Caprylic Acid
カプリル酸



C₈H₁₆O₂ 分子量 144.21
Octanoic acid [124-07-2]

含量 本品は、オクタン酸(C₈H₁₆O₂)95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある。

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) 酸価 366~396

本品約0.3gを精密に量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

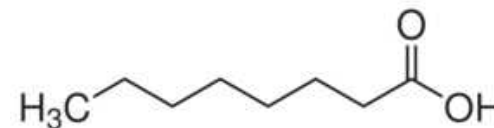
(2) 鉛 Pbとして2μg/g以下(2.0g、第1法、比較液 鉛標準液4.0mL、フレイム方式)

料中のヒ素の量を求める。

定量法 本品約0.1gを精密に量り、共栓フラスコに入れ、水100mLを加えて溶かし、ヨウ化カリウム3g及び塩酸(2→3)5mLを加え、直ちに密栓して暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄赤色になったときに加え、終点は液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=6.575mg Na₂SeO₃・5H₂O
(略)

オクタン酸
Octanoic Acid
Caprylic Acid
カプリル酸



C₈H₁₆O₂ 分子量 144.21
Octanoic acid [124-07-2]

含量 本品は、オクタン酸(C₈H₁₆O₂)95.0%以上を含む。

性状 本品は、無色の油状の液体で、わずかににおいがある。

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) 酸価 366~396

本品約0.3gを精密に量り、香料試験法中の酸価の試験を行う。

(2) 鉛 Pbとして2.0μg/g以下

本品2.0gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸1mlを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。試料が炭化した後、容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450~600℃で強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸(1→4)1ml及び硝酸1mlで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸(1→4)10mlを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に少量の硝酸(1→100)を加え、加温して溶かし、冷後、更に硝酸(1→100)を加えて正確に10mlと

(3) デカン酸 3.0%以下

本品を検液とする。別にデカン酸0.3mLを量り、本品を加えて10mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、比較液によりデカン酸のピークを確認する。検液注入後、0～40分間に現れる全ての成分のピーク面積の総和 A_T 及びデカン酸のピーク面積 A_S を求め、次式によりデカン酸の量を求める。

$$\text{デカン酸の量 (\%)} = \frac{A_S}{A_T} \times 100$$

水分 0.4%以下 (5 g、容量滴定法、直接滴定)

強熱残分 0.1%以下 (10 g、800°C、15分間)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(4)により定量する。ただし、カラムは内径0.25～0.53mm、長さ30～60m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0.25～1µmの厚さで被覆したものを使用する。カラム温度は、150°Cから毎分5°Cで230°Cまで昇温し、230°Cを24分間保持する。

(略)

過酢酸製剤

Peracetic Acid Composition

[79-21-0、過酢酸]

定義 本品は、過酢酸、「酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸12～15%、酢酸30～50%、過酸化水素4～12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸1%未満又はこれにオクタン酸10%以下を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定量法 (1) 過酢酸及び酢酸

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)にメタノール5mL、続いて水10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、流出液を100mLのビーカーにとる。次に、水10mLを注入し、流出液を先のビーカーに合わせ、水約50mLを加え、0.1mol/L水酸化

し、検液とする。なお、500°C以下で灰化操作を行う場合には、耐熱ガラス製のビーカーを使用することができる。別に、鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、硝酸(1→100)を加えて正確に10mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(3) デカン酸 3.0%以下

本品を検液とする。別にデカン酸0.3mLを量り、本品を加えて10mLとしたものを比較液とする。検液及び比較液につき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、比較液によりデカン酸のピークを確認する。検液注入後、0～40分間に現れる全ての成分のピーク面積の総和 A_T 及びデカン酸のピーク面積 A_S を求め、次式によりデカン酸の量を求める。

$$\text{デカン酸の量 (\%)} = \frac{A_S}{A_T} \times 100$$

水分 0.4%以下 (5 g、直接滴定)

強熱残分 0.1%以下 (10 g、800°C、15分間)

定量法 香料試験法中の香料のガスクロマトグラフィーの面積百分率法の操作条件(1)により定量する。ただし、カラムは内径0.25～0.53mm、長さ30～60mのケイ酸ガラス製の細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを0.25～1µmの厚さで被覆したものを使用する。カラム温度は、150°Cから毎分5°Cで昇温し、230°Cに到達後、24分間保持する。

(略)

過酢酸製剤

Peracetic Acid Composition

[79-21-0、過酢酸]

定義 本品は、過酢酸、「酢酸」、「過酸化水素」及び「1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸」又はこれに「オクタン酸」を含む水溶液である。「オクタン酸」を含むことにより、過オクタン酸が生成することがある。

含量 本品は、過酢酸12～15%、酢酸30～50%、過酸化水素4～12%及び1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸1%未満又はこれにオクタン酸10%以下を含む。

性状 本品は、無色透明な液体で、特異な刺激性のにおいがある。

定量法 (1) 過酢酸及び酢酸

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとし、試料液とする。オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム(500mg)にメタノール5mL、続いて水10mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに正確に10mLの試料液を注入し、流出液を100mLのビーカーにとる。次に、水10mLを注入し、流出液を先のビーカーに合わせ、水約50mLを加え、0.1mol/L水酸化

ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定を行う。指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。第1変曲点及び第2変曲点における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 a mL及び b mLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{過酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{(b - a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times 0.1 \times 60.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 過酸化水素

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、250mLの三角フラスコに入れ、氷冷した硫酸試液(0.5mol/L)75mLを加えて検液とする。この検液にフェロイン試液2滴を加えて、0.1mol/L硫酸セリウム(IV)溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液のだいたい色が淡赤色を経て無色になるときとする。次式により含量を求める。

$$\text{過酸化水素 (H}_2\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)} \times 0.1 \times 17.00}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸

本品約0.2gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、水50mLを加える。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、液が淡赤色を呈するときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液(2.5mol/L)を加える。この液に更に、硫酸試液(2.5mol/L)2mLを加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム0.4gを加えて混ぜた後、沸石を入れ、蒸発する水を補いながら、ホットプレート上で90分間加熱した後、約10mLとなるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液2滴を加え、液が微赤色になるまで水酸化ナトリウム溶液(1→40)を加える。この液を50mLのメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。試料液10mLを正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液2.0mLを加えてよく混ぜ、20分間放置し、検液とする。対照液は、水10mLを用いて試料液と同様に操作して調製する。別にリン酸二水素カリウム0.2195gを量り、水を加えて正確に1000mLとし、この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に1000mLとし、標準原液とする。標準原液0mL、3mL、5mL、10mL、15mL及び20mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に50mLとし、それぞれを10mLずつ正確に量り、試料液と

ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定を行う。指示電極はガラス電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。第1変曲点及び第2変曲点における0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量 a mL及び b mLを求め、次式により含量を求める。

$$\text{過酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_3\text{) の含量 (\%)} = \frac{(b - a) \times 0.1 \times 76.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

$$\text{酢酸 (C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a \times 0.1 \times 60.05}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 過酸化水素

本品約1gを精密に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、250mLの三角フラスコに入れ、氷冷した硫酸試液(0.5mol/L)75mLを加えて検液とする。この検液にフェロイン試液2滴を加えて、0.1mol/L硫酸セリウム(IV)溶液で滴定する。ただし、滴定の終点は液のだいたい色が淡赤色を経て無色になるときとする。次式により含量を求める。

$$\text{過酸化水素 (H}_2\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{0.1\text{mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液の消費量 (mL)} \times 0.1 \times 17.00}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(3) 1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸

本品約0.2gを精密に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液3mLを正確に量り、100mLのビーカーに入れ、水50mLを加える。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、液が淡赤色を呈するときは、淡赤色が消えるまで硫酸試液(2.5mol/L)を加える。この液に更に、硫酸試液(2.5mol/L)2mLを加えて混ぜ、ペルオキシ二硫酸アンモニウム0.4gを加えて混ぜた後、沸石を入れ、蒸発する水を補いながら、ホットプレート上で90分間加熱した後、約10mLとなるまで加熱を続ける。冷後、フェノールフタレイン試液2滴を加え、液が微赤色になるまで水酸化ナトリウム溶液(1→40)を加える。この液を50mLのメスフラスコに移す。次に少量の水で沸石及びビーカーを数回洗い、洗液をメスフラスコに合わせ、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。試料液10mLを正確に量り、酒石酸アンチモン・モリブデン酸試液2.0mLを加えてよく混ぜ、20分間放置し、検液とする。対照液は、水10mLを用いて試料液と同様に操作して調製する。別にリン酸一カリウム0.2195gを量り、水を加えて正確に1,000mLとし、この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に1,000mLとし、標準原液とする。標準原液0mL、3mL、5mL、10mL、15mL及び20mLを正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に50mLとし、それぞれを10mLずつ正確に量り、試料液と

同様に操作し、標準液とする。検液及び6濃度の標準液につき、波長650nmにおける吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & 1\text{-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2 \\ & \text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のリンの濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12} \end{aligned}$$

(4) オクタン酸

本品約0.7gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、検液とする。別に、定量用オクタン酸約0.2gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液0.5mL、1mL、2.5mL、5mL及び10mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えてそれぞれ正確に20mLとし、標準液とする。検液及び5濃度の標準液をそれぞれ20μL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タン酸のピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のオクタン酸のピーク面積から検液中のオクタン酸の濃度(μg/mL)を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{オクタン酸 (C}_8\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 50}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50} \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 210nm)
カラム充填剤 5μm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 30℃
移動相 酢酸0.12gを水350mLに溶かし、アセトニトリル650mLを加える

流量 1.0mL/分

(略)

次亜臭素酸水
Hypobromous Acid Water

定義 本品は、1, 3-ジブromo-5, 5-ジメチルヒダントインを加水分解することにより得られる、次亜臭素酸を主成分とする水溶液である。

含量 本品は、有効臭素75~900mg/kgを含む。

性状 本品は、無色の液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおい

同様に操作し、標準液とする。検液及び6濃度の標準液につき、波長650nmにおける吸光度を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液の吸光度から検液中のリンの濃度を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & 1\text{-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 (C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2 \\ & \text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のリンの濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12} \end{aligned}$$

(4) オクタン酸

本品約0.7gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、検液とする。別に、定量用オクタン酸約0.2gを精密に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、標準原液とする。標準原液0.5mL、1mL、2.5mL、5mL及び10mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えてそれぞれ正確に20mLとし、標準液とする。検液及び5濃度の標準液をそれぞれ20μL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タン酸のピーク面積を測定し、検量線を作成する。この検量線と検液のオクタン酸のピーク面積から検液中のオクタン酸の濃度(μg/mL)を求め、次式により含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{オクタン酸 (C}_8\text{H}_{16}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} \\ & = \frac{\text{検液中のオクタン酸の濃度 (}\mu\text{g/mL)} \times 50}{\text{試料の採取量 (g)} \times 50} \end{aligned}$$

操作条件

検出器 紫外吸光光度計(測定波長 210nm)
カラム充填剤 5μm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 30℃
移動相 酢酸0.12gを水350mLに溶かし、アセトニトリル650mLを加える

流量 1.0mL/分

(略)

次亜臭素酸水
Hypobromous Acid Water

定義 本品は、1, 3-ジブromo-5, 5-ジメチルヒダントインを加水分解することにより得られる、次亜臭素酸を主成分とする水溶液である。

含量 本品は、有効臭素75~900mg/kgを含む。

性状 本品は、無色の液体で、においがいいか又はわずかに特異なにおい

がある。

確認試験 (1) 本品10mLにヨウ化カリウム0.15gを加えるとき、液は、黄～褐色を呈する。

(2) 本品1mLを水89mLに加え、検液とする。DPD・EDTA試液0.5mLにリン酸緩衝液（エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有）0.5mLを加え、更に検液10mLを加えるとき、液は、淡赤色を呈する。

(3) 本品10mLに水酸化ナトリウム溶液（1→2）1滴を加えた液は、波長324～330nmに極大吸収部がある。

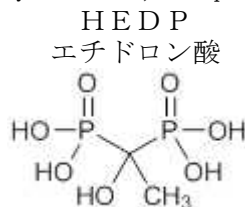
pH 4.0～7.5

定量法 本品約20gを精密に量り、水50mLを加え、ヨウ化カリウム1g及び酢酸（1→4）5mLを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=0.7990mg Br

(略)

1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸
1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic Acid



$C_2H_8O_7P_2$ 分子量 206.03
(1-Hydroxyethane-1,1-diyl)diphosphonic acid [2809-21-4]

含量 本品は、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) 58.0～62.0%を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。

pH 2.0以下 (1.0g、水100mL)

比重 1.430～1.471

純度試験 (1) 塩化物 Clとして0.004%以下

本品約25gを精密に量り、水50mL及び硝酸3mLを加え、0.005mol/L硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。終点における0.005mol/L硝酸銀溶液の消費量 a mLを求め、次式により塩化物の量を求める。ただし、

がある。

確認試験 (1) 本品10mLにヨウ化カリウム0.15gを加えるとき、液は、黄～褐色を呈する。

(2) 本品1mLを水89mLに加え、検液とする。DPD・EDTA試液0.5mLにリン酸緩衝液（エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム含有）0.5mLを加え、更に検液10mLを加えるとき、液は、淡赤色を呈する。

(3) 本品10mLに水酸化ナトリウム溶液（1→2）1滴を加えた液は、波長324～330nmに極大吸収部がある。

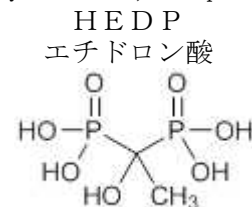
純度試験 液性 pH4.0～7.5

定量法 本品約20gを精密に量り、水50mLを加え、ヨウ化カリウム1g及び酢酸（1→4）5mLを加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置し、遊離したヨウ素を0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬 デンプン試液3mL）。ただし、デンプン試液は、終点近くで液の色が薄い黄色になったときに加える。終点は、液の青色が消えたときとする。別に空試験を行い補正する。

0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液1mL=0.7990mg Br

(略)

1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸
1-Hydroxyethylidene-1,1-diphosphonic Acid



$C_2H_8O_7P_2$ 分子量 206.03
(1-Hydroxyethane-1,1-diyl)diphosphonic acid [2809-21-4]

含量 本品は、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) 58.0～62.0%を含む。

性状 本品は、無～淡黄色の澄明な液体である。

純度試験 (1) 比重 1.430～1.471

(2) 液性 pH2.0以下 (1.0g、水100mL)

(3) 塩化物 Clとして0.004%以下

本品約25gを精密に量り、水50mL及び硝酸3mLを加え、0.005mol/L硝酸銀溶液で滴定を行う。終点の確認は、電位差計を用い、指示電極は銀電極を、参照電極は銀-塩化銀電極を用いる。終点における0.005mol/L硝酸銀溶液の消費量 a mLを求め、次式により塩化物の量を求める。ただし、

変曲点が2つ以上ある場合は、終点は、最終の変曲点とする。

$$\text{塩化物 (Cl) の量 (\%)} = \frac{a \times 0.005 \times 3.545}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 亜リン酸 H_3PO_3 として4.0%以下

本品約1.5gを精密に量り、ヨウ素フラスコに入れ、水20mL及びリン酸緩衝液(pH7.3)50mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→2)でpH7.3に調整する。次に0.05mol/Lヨウ素溶液25mLを正確に量って加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、酢酸5mLを加え、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。ただし、デンプン試液は、終点近くで液が薄い黄色になったときに加え、終点は、液の青色が消えるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$0.05\text{mol/Lヨウ素溶液 } 1\text{mL} = 4.10\text{mg } \text{H}_3\text{PO}_3$$

(3) 鉛 Pbとして5 $\mu\text{g/g}$ 以下(0.80g、第3法、比較液 鉛標準液 4.0mL、フレイム方式)

(4) 鉄 Feとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品約0.2gを精密に量り、容器に入れ、硝酸5mLを加えて、マイクロ波を照射して試料を分解する装置で230°Cに昇温して灰化する。冷後、メスフラスコに移し、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。別に鉄標準液適量を正確に量り、硝酸(1→10)を加えて1mL中に鉄(Fe=55.85

変曲点が2つ以上ある場合は、終点は、最終の変曲点とする。

$$\text{塩化物 (Cl) の量 (\%)} = \frac{a \times 0.005 \times 3.545}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(4) 亜リン酸 H_3PO_3 として4.0%以下

本品約1.5gを精密に量り、ヨウ素フラスコに入れ、水20mL及びリン酸緩衝液(pH7.3)50mLを加え、水酸化ナトリウム溶液(1→2)でpH7.3に調整する。次に0.05mol/Lヨウ素溶液25mLを正確に量って加え、直ちに密栓して暗所に15分間放置した後、酢酸5mLを加え、過量のヨウ素を0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液1~3mL)。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液を加え、生じた青色が脱色されるときとする。別に空試験を行い補正する。

$$0.05\text{mol/Lヨウ素溶液 } 1\text{mL} = 4.10\text{mg } \text{H}_3\text{PO}_3$$

(5) 鉛 Pbとして5.0 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品0.80gを量り、白金製、石英製若しくは磁製のるつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸1mLを加え、徐々に温度を上げ、試料が炭化し、硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱する。必要があれば硫酸を更に加え、試料がほとんど炭化するまで加熱する。必要があれば、容器に緩く蓋をして電気炉に入れ、徐々に温度を上げて450~600°Cで強熱して灰化する。炭化物が残る場合は、必要があればガラス棒で炭化物を砕き、硫酸(1→4)1mL及び硝酸1mLで潤し、白煙が発生しなくなるまで加熱した後、電気炉で強熱して完全に灰化する。残留物に塩酸(1→4)10mLを入れ、水浴上で加熱して蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4)20mLを入れ、時計皿等で覆い、5分間沸騰させ、冷後、試料液とする。試料液にクエン酸水素二アンモニウム溶液(1→2)10mLを加え、チモールブルー試液1mLを指示薬として、アンモニア水を液の色が黄色から淡黄緑色に変わるまで加える。この液を分液漏斗又は遠心管に移し、灰化容器を少量の水又は温水で洗い、洗液を分液漏斗又は遠心管に合わせる。これにピロリジンジチオカルバミン酸アンモニウム溶液(3→100)5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチル10mLを正確に加えて5分間振とうした後、放置又は遠心分離する。その後、酢酸ブチル層をとり、これを検液とする。別に鉛標準原液1mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液4mLを正確に量り、試料液の場合と同様に操作し、比較液とする。検液及び比較液につき、鉛試験法第1法により試験を行う。

(6) 鉄 Feとして10 $\mu\text{g/g}$ 以下

本品約0.2gを精密に量り、容器に入れ、硝酸5mLを加えて、マイクロ波を照射して試料を分解する装置で230°Cに昇温して灰化する。冷後、メスフラスコに移し、水を加えて正確に50mLとし、試料液とする。別に鉄標準液適量を正確に量り、硝酸(1→10)を加えて1mL中に鉄(Fe=55.85

) 10ng、25ng、50ng、100ng及び200ngを含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。試料液及び5濃度の標準原液をそれぞれ10mLずつ正確に量り、内標準溶液40μLずつを正確に加え、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は、イットリウム標準原液1.0mLを量り、硝酸(1→10)を加えて100mLとする。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光分光分析法の内標準法により検量線を作成する。検量線から検液中の鉄の濃度 (ng/mL) を求め、次式により鉄の量を求める。

$$\text{鉄 (Fe) の量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{検液中の鉄の濃度 (ng/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 20}$$

(5) ヒ素 As として5μg/g以下(0.30g、第1法、標準色 ヒ素標準液3.0mL、装置B)

定量法 本品約3gを精密に量り、水150mLを加えて溶かし、かくはんしながら1mol/L水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定する。終点は、第2変曲点とする。終点における1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量をa mLとする。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$) の含量 (%)

$$= \frac{a \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 30} - \text{亜リン酸の量 (\%)} \times 1.675$$

(略)

E、F (略)

) 10ng、25ng、50ng、100ng及び200ngを含む5濃度の液を調製し、標準原液とする。試料液及び5濃度の標準原液をそれぞれ10mLずつ正確に量り、内標準溶液40μLずつを正確に加え、検液及び標準液とする。ただし、内標準溶液は、イットリウム標準原液1.0mLを量り、硝酸(1→10)を加えて100mLとする。検液及び標準液につき、誘導結合プラズマ発光強度測定法の内標準法により検量線を作成する。検量線から検液中の鉄の濃度 (ng/mL) を求め、次式により鉄の量を求める。

$$\text{鉄 (Fe) の量 (}\mu\text{g/g)} = \frac{\text{検液中の鉄の濃度 (ng/mL)}}{\text{試料の採取量 (g)} \times 20}$$

(7) ヒ素 As_2O_3 として6.7μg/g以下(0.30g、第1法、装置B)

定量法 本品約3gを精密に量り、水150mLを加えて溶かし、かくはんしながら1mol/L水酸化ナトリウム溶液で電位差計を用いて滴定する。終点は、第2変曲点とする。終点における1mol/L水酸化ナトリウム溶液の消費量をa mLとする。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$) の含量 (%)

$$= \frac{a \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 30} - \text{亜リン酸の量 (\%)} \times 1.675$$

(略)

E、F (略)