

「食品添加物の基準の設定及び成分規格の改正について」対して寄せられたご意見について

1. 募集期間

平成15年6月23日～平成15年7月22日

2. 提出された意見数

1 件

3. 主なご意見内容及びそれに対する回答案

別紙のとおり。

(回答案)

(意見) 先ずは試験法のバリデーションを実施すべき。

食用黄色5号アルミニウムレーキの「純度試験の(5)副成色素 スルファニルアゾG塩色素、スルファニル酸アゾR塩色素、スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素」を原色素と同様にHPLC法による試験とし、総量として5%以下と規定する旨の改正案に対し、①根拠としている参照論文では、アルミニウムレーキ化した副成色素を用いた添加回収試験が未実施であること、②疑似試料(アルミニウムレーキ化した副成色素)を用いて改正案に従った追試験を行った結果、測定結果にバラツキが見られたこと、③従来の確認試験法に採用されている試料溶液の調製法を応用することにより、より良好な測定結果が得られたことから、先ずは試験法のバリデーションの実施をすべきとのご指摘を頂きました。

このご意見に基づき、国立医薬品食品衛生研究所を含む3機関において、改正案とご提案頂いた調製法について、比較試験を実施いたしました。(参考1)

その結果、今回の改正案の方が再現性が高く、試験実施機関による結果の差も少ないこと、ご提案頂いた調製法を用いた試験では30回程度の分析によりカラムが劣化することなどから、原案どおり成分規格を改正することが適当であると考えています。

(意見) 米国では検定後の色素でレーキを合成することもあり、食用黄色5号の規格には副成色素の規格があるが、食用黄色5号アルミニウムレーキの規格には副成色素の規格はない。このように日米の制度的な違いもある。

輸入食品に使用されたタール色素については、厚生労働大臣が指定した添加物として、その名称が別表第2に規定されていれば食用黄色5号アルミニウムレーキとして規制されていないことから、日本国内で限度規格が設定されても規制されることはない。このように明らかなダブルスタンダードであり、規格の増加によるコストアップを国内の食品メーカーのみが被ることになる。規制緩和の流れのなかで、国内メーカーが不利になる規制強化がなされてもよいのであろうか。

(回答案)

食品衛生法における規制は内外無差別に適用されるものです。なお、米国におけるタール色素アルミニウムレーキの規制については、我が国において採用できるのか否か議論していく必要があると考えております。現在、第8版食品添加物公定書の作成に向けた作業を始めていることから、ご指摘の件についても、その中で専門家のご意見を伺いながら検討してまいりたいと考えております。

## 比較試験（食用黄色 5 号アルミニウムレーキ中の副成色素の測定）

## HPLC 試験溶液の調製

## 第 1 法（改正案）

試料 0.10 g を 100 ml のビーカーに採り、アンモニア水(4→100) 60 ml を加え、ホットプレート上で加熱した。約 40 ml まで濃縮後、放冷し、遠心管に移し、水 5 ml で 2 回洗い込んだ。10,000 rpm, 10℃, 15 分間遠心分離し、上清を 100 ml のメスフラスコに採った。残渣に水 10 ml を加えよく振り混ぜた後、同様に遠心分離し、上清を先のメスフラスコに合わせ、酢酸アンモニウム(7.7→1,000)で定容とした。

## 第 2 法（提案）

試料 0.10 g を 100 ml のビーカーに採り、硫酸(1→20) 5 ml を加え、沸騰水浴上で 30 分間加熱した。放冷後、酢酸アンモニウム(3→2,000) で 100 ml の定容とした。

試料No.1.No.2の分析結果

第一法 (改正案)

(%)

試験機関	副成色素	試料No.	添加量	副成色素含量%					平均	回収率	変動係数
				1	2	3	4	5			
A	SA-RS	1	0.50%	0.444	0.534	0.505	0.452	0.443	0.476	95.1	8.7
		2	1.00%	1.078	0.983	0.974	0.975	1.017	1.005	100.5	4.4
	SA-GS	1	0.50%	0.096	0.106	0.103	0.099	0.099	0.101	20.1	3.9
		2	1.00%	0.169	0.164	0.162	0.164	0.166	0.165	16.5	1.6
	SA-N+	1	0.50%	0.363	0.421	0.398	0.361	0.352	0.379	75.8	7.7
		2	1.00%	0.716	0.666	0.663	0.654	0.685	0.677	67.7	3.6
B	SA-RS	1	0.50%	0.65	0.555	0.166	0.382	0.407	0.432	86.4	42.8
		2	1.00%	1.135	0.8	0.769	0.631	0.763	0.820	82.0	22.9
	SA-GS	1	0.50%	0.148	0.143	0.119	0.132	0.135	0.135	27.1	8.2
		2	1.00%	0.236	0.217	0.188	0.194	0.203	0.208	20.8	9.3
	SA-N+	1	0.50%	0.352	0.316	0.344	0.37	0.399	0.356	71.2	8.7
		2	1.00%	0.536	0.326	0.575	0.523	0.482	0.488	48.8	19.8
C	SA-RS	1	0.50%	0.507	0.544	0.447	0.516	0.451	0.493	98.6	8.6
		2	1.00%	0.923	0.808	1.010	1.141	1.141	1.004	100.4	14.3
	SA-GS	1	0.50%	0.077	0.082	0.077	0.077	0.077	0.078	15.6	2.6
		2	1.00%	0.128	0.122	0.128	0.133	0.133	0.129	12.9	3.5
	SA-N+	1	0.50%	0.354	0.390	0.303	0.362	0.300	0.342	68.4	11.5
		2	1.00%	0.446	0.579	0.696	0.675	0.579	0.595	59.5	16.7

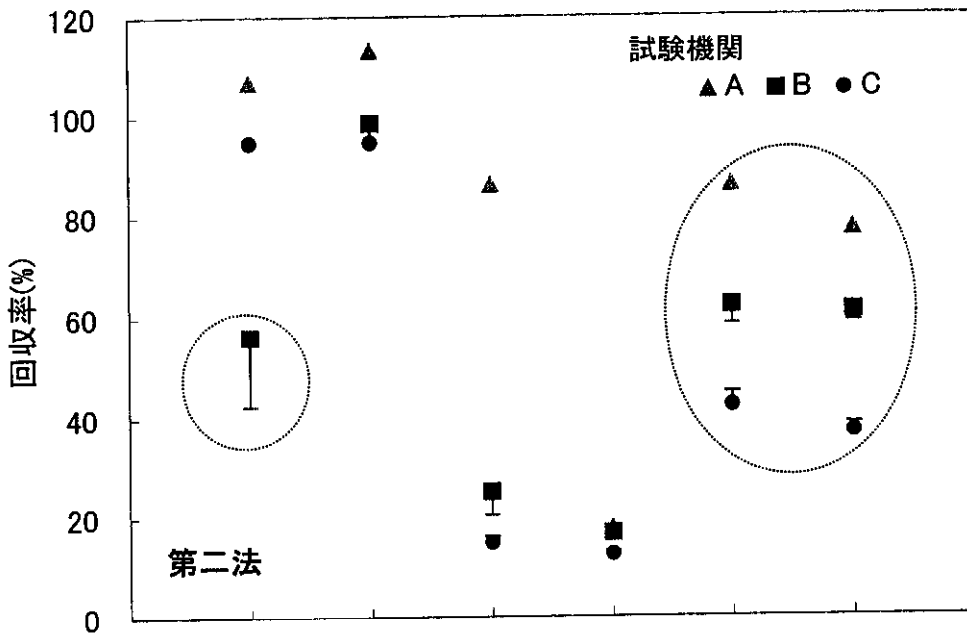
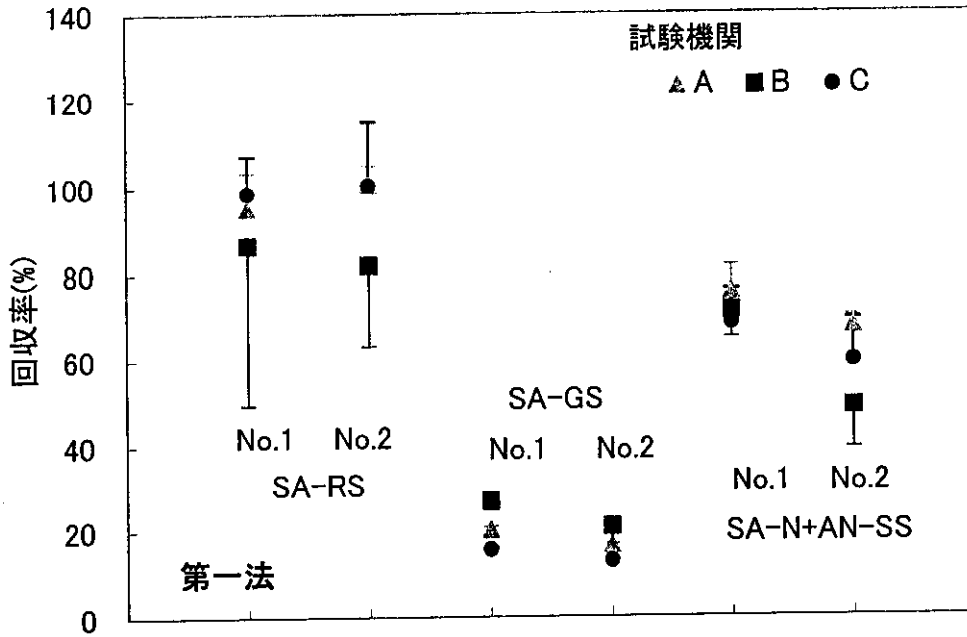
試料No.1.No.2の分析結果

第二法 (提案)

(%)

試験機関	副成色素	試料No.	添加量	副成色素含量%					平均	回収率	変動係数
				1	2	3	4	5			
A	SA-RS	1	0.50%	0.535	0.536	0.535	0.534	0.535	0.535	107.0	0.1
		2	1.00%	1.138	1.137	1.133	1.135	1.128	1.134	113.4	0.3
	SA-GS	1	0.50%	0.107	0.107	0.108	0.107	0.108	0.107	21.5	0.5
		2	1.00%	0.179	0.178	0.178	0.177	0.178	0.178	17.8	0.4
	SA-N+	1	0.50%	0.433	0.433	0.432	0.433	0.432	0.433	86.5	0.1
		2	1.00%	0.777	0.776	0.774	0.774	0.773	0.775	77.5	0.2
B	SA-RS	1	0.50%	0.217	0.25	0.23	0.343	0.367	0.281	56.3	24.4
		2	1.00%	0.984	0.993	0.987	0.993	0.98	0.987	98.7	0.6
	SA-GS	1	0.50%	0.125	0.112	0.104	0.123	0.164	0.126	25.1	18.4
		2	1.00%	0.164	0.166	0.17	0.17	0.169	0.168	16.8	1.6
	SA-N+	1	0.50%	0.34	0.31	0.305	0.289	0.316	0.312	62.4	6.0
		2	1.00%	0.579	0.634	0.622	0.601	0.626	0.612	61.2	3.6
C	SA-RS	1	0.50%	0.498	0.484	0.470	0.437	0.484	0.475	94.9	4.9
		2	1.00%	0.950	0.944	1.026	1.048	0.961	0.986	98.6	4.9
	SA-GS	1	0.50%	0.082	0.077	0.077	0.068	0.068	0.074	14.9	8.2
		2	1.00%	0.122	0.117	0.128	0.133	0.122	0.124	12.4	4.9
	SA-N+	1	0.50%	0.223	0.223	0.216	0.195	0.200	0.212	42.3	6.2
		2	1.00%	0.365	0.344	0.389	0.374	0.380	0.370	37.0	4.7

試料No.1, No.2の三機関での分析結果



試料No.3-No.5の分析結果

第一法 (改正案)

(%)

試験機関	副成色素	試料No.	添加量	副成色素含量%					平均	回収率	変動係数	
				1	2	3	4	5				
A	SA-RS		3 0.3%(0.061%)	0.066	0.064	0.063	0.062	0.058	0.063	102.6	4.7	
			4 0.5%(0.102%)	0.101	0.102	0.098	0.096	0.093	0.098	96.1	3.7	
			5 1.0%(0.203%)	0.196	0.195	0.197	0.201	0.189	0.196	96.4	2.2	
	SA-GS		3 0.3%(0.047%)	0.044	0.045	0.044	0.043	0.046	0.044	94.5	2.6	
			4 0.5%(0.078%)	0.075	0.073	0.071	0.073	0.074	0.073	93.8	2.0	
			5 1.0%(0.155%)	0.143	0.149	0.15	0.146	0.146	0.147	94.7	1.9	
	SA-N+		3 0.3%(0.070%)	0.072	0.071	0.069	0.066	0.064	0.068	97.7	4.9	
			4 0.5%(0.117%)	0.114	0.113	0.115	0.105	0.104	0.110	94.2	4.8	
			5 1.0%(0.234%)	0.219	0.224	0.216	0.225	0.216	0.220	94.0	2.0	
	B	SA-RS		3 0.3%(0.061%)	0.056	0.057	0.056	0.06	0.055	0.057	93.1	3.4
				4 0.5%(0.102%)	0.082	0.097	0.089	0.088	0.094	0.090	88.2	6.4
				5 1.0%(0.203%)	0.194	0.183	0.2	0.198	0.189	0.193	95.0	3.6
		SA-GS		3 0.3%(0.047%)	0.045	0.04	0.039	0.041	0.04	0.041	87.2	5.7
				4 0.5%(0.078%)	0.068	0.072	0.069	0.067	0.071	0.069	89.0	3.0
				5 1.0%(0.155%)	0.144	0.142	0.143	0.155	0.144	0.146	93.9	3.7
SA-N+			3 0.3%(0.070%)	0.07	0.07	0.067	0.064	0.062	0.067	95.1	5.4	
			4 0.5%(0.117%)	0.09	0.106	0.108	0.109	0.106	0.104	88.7	7.5	
			5 1.0%(0.234%)	0.201	0.203	0.218	0.227	0.216	0.213	91.0	5.1	
C		SA-RS		3 0.3%(0.061%)	0.064	0.059	0.063	0.060	0.059	0.061	100.2	4.2
				4 0.5%(0.102%)	0.103	0.105	0.102	0.107	0.111	0.106	103.6	3.4
				5 1.0%(0.203%)	0.205	0.203	0.213	0.200	0.204	0.205	101.0	2.4
		SA-GS		3 0.3%(0.047%)	0.034	0.034	0.033	0.035	0.033	0.034	72.2	2.9
				4 0.5%(0.078%)	0.063	0.059	0.058	0.061	0.059	0.060	76.9	2.9
				5 1.0%(0.155%)	0.112	0.111	0.115	0.111	0.111	0.112	72.2	1.6
	SA-N+		3 0.3%(0.070%)	0.067	0.059	0.066	0.060	0.061	0.063	89.4	5.9	
			4 0.5%(0.117%)	0.107	0.114	0.110	0.115	0.111	0.112	95.4	2.7	
			5 1.0%(0.234%)	0.207	0.193	0.220	0.187	0.211	0.204	87.0	6.7	

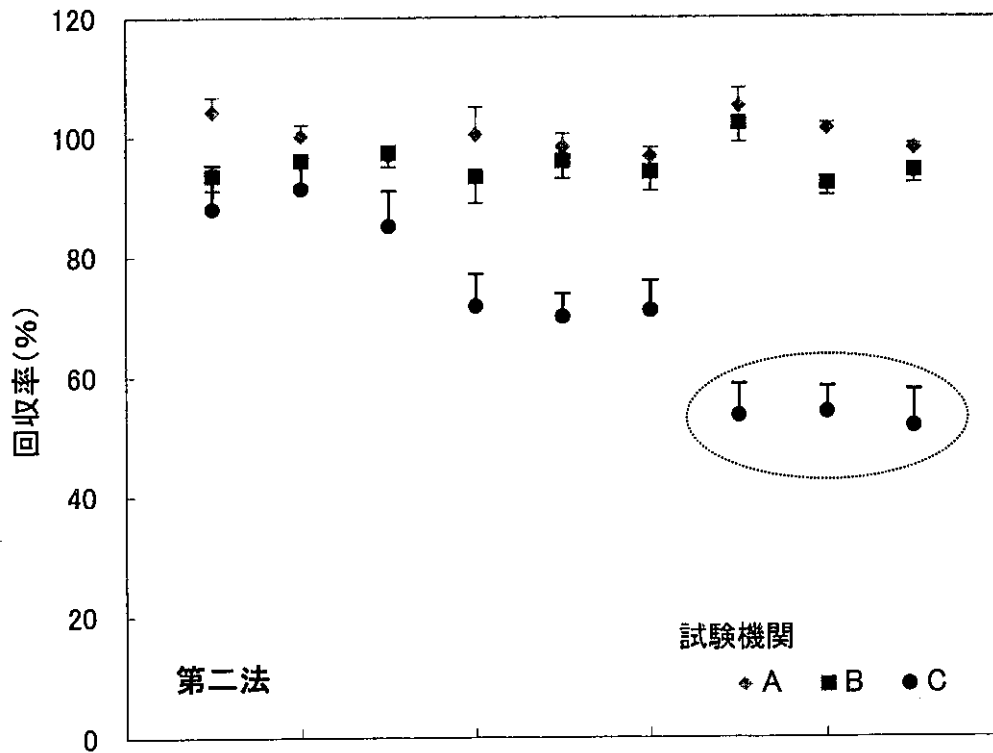
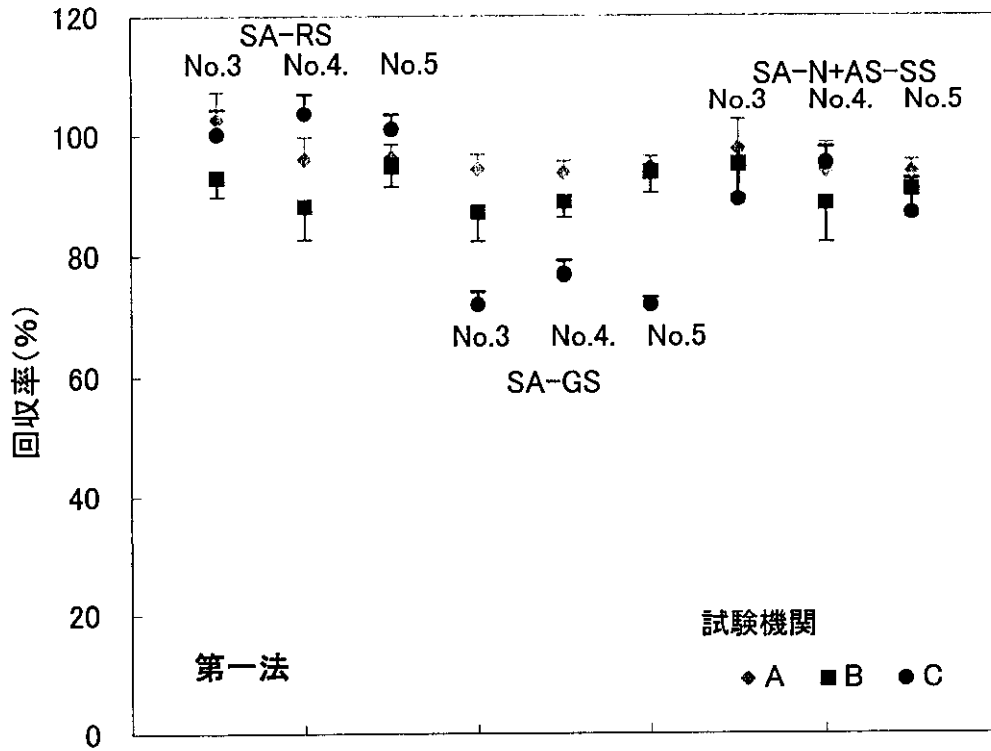
試料No.3-No.5の分析結果

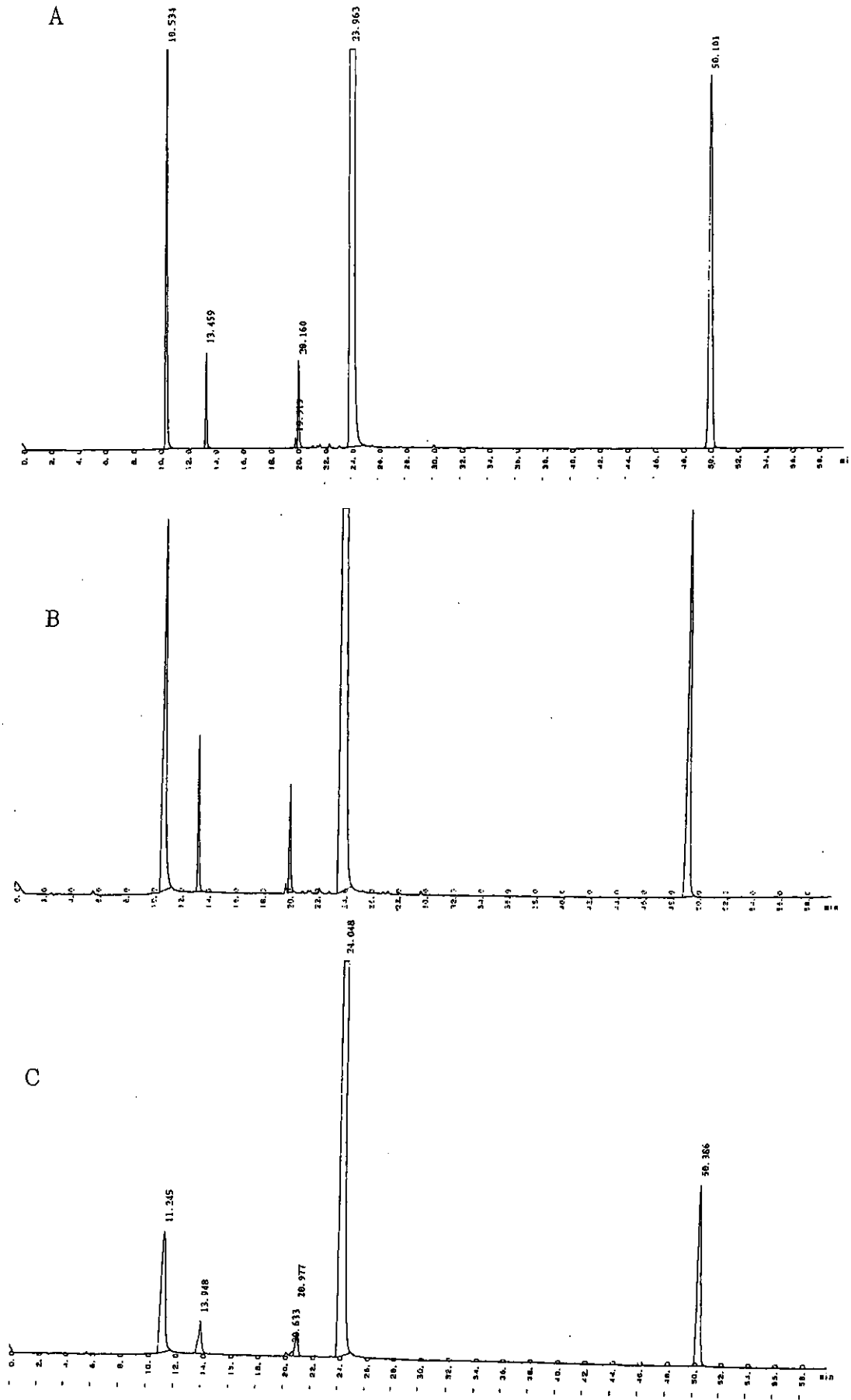
第二法 (提案)

(%)

試験機関	副成色素	試料No.	添加量	副成色素含量%					平均	回収率	変動係数	
				1	2	3	4	5				
A	SA-RS		3 0.3%(0.061%)	0.062	0.065	0.064	0.062	0.065	0.064	104.3	2.4	
			4 0.5%(0.102%)	0.104	0.103	0.099	0.102	0.103	0.102	100.2	1.9	
			5 1.0%(0.203%)	0.196	0.197	0.199	0.196	0.196	0.197	96.9	0.7	
	SA-GS		3 0.3%(0.047%)	0.044	0.049	0.048	0.046	0.049	0.047	100.4	4.6	
			4 0.5%(0.078%)	0.076	0.075	0.078	0.079	0.076	0.077	98.5	2.1	
			5 1.0%(0.155%)	0.149	0.149	0.154	0.15	0.149	0.150	96.9	1.4	
	SA-N+		3 0.3%(0.070%)	0.072	0.072	0.076	0.076	0.072	0.074	105.1	3.0	
			4 0.5%(0.117%)	0.12	0.117	0.119	0.118	0.119	0.119	101.4	1.0	
			5 1.0%(0.234%)	0.23	0.227	0.23	0.229	0.232	0.230	98.1	0.8	
	B	SA-RS		3 0.3%(0.061%)	0.057	0.055	0.057	0.058	0.059	0.057	93.8	2.6
				4 0.5%(0.102%)	0.101	0.097	0.095	0.094	0.104	0.098	96.3	4.3
				5 1.0%(0.203%)	0.202	0.204	0.196	0.194	0.194	0.198	97.5	2.4
		SA-GS		3 0.3%(0.047%)	0.043	0.041	0.046	0.044	0.046	0.044	93.6	4.8
				4 0.5%(0.078%)	0.072	0.075	0.078	0.074	0.076	0.075	96.2	3.0
				5 1.0%(0.155%)	0.143	0.148	0.154	0.143	0.143	0.146	94.3	3.3
SA-N+			3 0.3%(0.070%)	0.071	0.071	0.075	0.069	0.072	0.072	102.3	3.1	
			4 0.5%(0.117%)	0.111	0.105	0.108	0.107	0.11	0.108	92.5	2.2	
			5 1.0%(0.234%)	0.218	0.218	0.229	0.218	0.223	0.221	94.5	2.2	
C		SA-RS		3 0.3%(0.061%)	0.055	0.050	0.048	0.060	0.055	0.054	88.1	8.4
				4 0.5%(0.102%)	0.098	0.093	0.085	0.099	0.092	0.093	91.5	5.7
				5 1.0%(0.203%)	0.151	0.182	0.178	0.174	0.178	0.173	85.1	7.1
		SA-GS		3 0.3%(0.047%)	0.036	0.033	0.030	0.036	0.033	0.034	71.8	7.3
				4 0.5%(0.078%)	0.057	0.056	0.050	0.056	0.055	0.055	70.1	5.4
				5 1.0%(0.155%)	0.097	0.116	0.113	0.113	0.112	0.110	71.1	6.9
	SA-N+		3 0.3%(0.070%)	0.035	0.035	0.034	0.043	0.040	0.038	53.6	9.8	
			4 0.5%(0.117%)	0.066	0.067	0.055	0.067	0.062	0.063	54.2	7.8	
			5 1.0%(0.234%)	0.097	0.132	0.127	0.129	0.122	0.121	51.8	11.7	

試料No.3-No.5の三機関での分析結果





試料2のHPLCクロマトグラム

A:第一法 B:第二法(新しいカラム) C:第二法(使用経過のカラム)



## タール色素の一般試験法、成分規格改正案

### 一般試験法

#### 2.2. タール色素試験法

##### 8. 副成色素

別に規定する量の試料約100mgを精密に量り、別に規定する溶液を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に規定された副成色素を減圧デシケーター中で24時間乾燥し、それぞれ10.0mgを量り、別に規定した溶液を加えて溶かして正確に100mlとし、標準原液とする。これらの標準原液1ml、2ml、5ml及び10mlの別に規定する量を正確に量り、それぞれに別に規定した溶液（標準原液の調製に用いた）を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ20μlずつを量り、それぞれの液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次に標準液のそれぞれの色素のピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の副成色素のピーク面積を測定し、検量線からそれぞれの色素量を求め、その合計値を求める。

##### 操作条件

検出器 可視部吸収検出器（測定波長 成分規格・保存基準各条に規定する）

カラム充てん剤 5μmの化学結合型オクタデシルシラン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℃

流速 1 ml/分

##### 9. 未反応原料及び反応中間体

別に規定する量の試料約100mgを精密に量り、別に規定する溶液を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に規定された未反応原料及び反応中間体を減圧デシケーター中で24時間乾燥し、それぞれ10.0mgを量り、別に規定した溶液を加えて溶かして正確に100mlとし、標準原液とする。これらの標準原液1ml、2ml、5ml及び10ml、5.0ml、2.0ml及び1.0mlを正確に量り、別に規定した溶液（標準原液の調製に用いた）を加えてそれぞれ正確に100mlとし、標準液とする。検液及び標準液それぞれ20μlずつを量り、それぞれの液につき、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行う。次にそれぞれの標準液のそれぞれのピーク面積を測定し、検量線を作成する。検液の未反応原料及び反応中間体のピーク面積を測定し、検量線からその量を求める。

##### 操作条件

検出器 紫外部吸収検出器（測定波長 成分規格・保存基準各条に規定する）

カラム充てん剤 5μmの化学結合型オクタデシルシラン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℃

流速 1 ml/分

##### 10. 非スルホン化芳香族第一級アミン

- (1) 本試験法を用いる場合において、例えば、「アニリンとして0.010%以下（タール色素試験法）」とあるのは、次の方法によるとき、非スルホン化芳香族第一級アミンが、アニリンとして0.010%以下であることを示す。

## 操作法

試料約2gを精密に2.0gを量り、水100mlの入った分液漏斗に入れ、更に水50mlを加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(4→100)5ml及び酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル層を分取し、水層に酢酸エチル50mlを加えて振り混ぜ、抽出する。酢酸エチル抽出液を合わせ、水酸化ナトリウム溶液(4→1,000)で、色が無くなるまで水洗する。この酢酸エチル抽出液を、薄めた塩酸塩酸(3→10)10mlで3回抽出し、塩酸抽出液を合わせ、水を加えて正確に100mlとし、試料液とする。試料液10mlを正確に試験管にとり、10分間氷中で冷やし、臭化カリウム溶液(1→2)1ml及び亜硝酸ナトリウム溶液(1→30)0.05mlを加えて混和し、10分間氷中で放置する。この混和液を、あらかじめ0.05mol/l 3-ヒドロキシ-2,7-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩溶液1ml及び炭酸ナトリウム溶液(1→10)10mlを入れた25mlのメスフラスコに、水で洗い移して正確に25mlとし、15分間暗所で放置し、検液とする。別に、アニリン10mgを量り、薄めた塩酸塩酸(3→10)30mlを加えて溶かし、更に水を加えて正確に100mlとする。この溶液2.0mlを正確に量り、薄めた塩酸塩酸(1→10)(3→10)30mlを加えて、更に水を加えて正確に100mlとし、この液を試料溶液と同様に操作して比較液とする。検液測定の場合は、試料液10.0mlを25mlのメスフラスコに正確にとり、0.05mol/l 3-ヒドロキシ-2,7-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩溶液1ml及び炭酸ナトリウム溶液(1→30)(1→10)10mlを入れ、水を加えて正確に25mlとし、対照液とする。比較液測定の場合は、薄めた塩酸塩酸(1→3)(10)10.03mlに、0.05mol/l 3-ヒドロキシ-2,7-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩溶液1ml及び炭酸ナトリウム溶液(1→30)(1→10)10mlを入れ、水を加えて正確に25mlとし、対照液とする。それぞれの液につき、510nmで吸光度を測定するとき、検液の吸光度は、比較液の吸光度以下である。

## 各条

### 食用赤色2号

#### 純度試験

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノ-1-ナフトレンスルホン酸=一ナトリウム塩、7-ヒドロキシ-1,3-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、3-ヒドロキシ-2,7-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、6-ヒドロキシ-2-ナフトレンスルホン酸=一ナトリウム塩及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフトレントリスルホン酸=三ナトリウム塩 総量として0.5%以下

本品100.0mg約100mlを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(1.54→1,000)を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-1-ナフトレンスルホン酸=一ナトリウム塩、7-ヒドロキシ-1,3-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、3-ヒドロキシ-2,7-ナフトレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、6-ヒドロキシ-2-ナフトレンスルホン酸=一ナトリウム塩及び7-ヒドロキシ

-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸＝三ナトリウム塩をそれぞれ10.0mgを量り、酢酸アンモニウム溶液(1.54 → 1,000)を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法(未反応原料及び反応中間体)により検液の4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸＝一ナトリウム塩、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸＝二ナトリウム塩、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸＝二ナトリウム塩、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸＝一ナトリウム塩及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸＝三ナトリウム塩の量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 238nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(1.54 → 1,000), B アセトニトリル

濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後、A : B(100:0)から(70:30)までの直線濃度勾配を50分間行う。

### 食用赤色40号

純度試験

(6) 低スルホン化副成色素 1.0%以下

本品10.0mg約100mgを正確に精密に量り、酢酸アンモニウム溶液(7.7 → 1,000)を加えて溶かして正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾβ-ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素10.0 mgを量り、酢酸アンモニウム溶液(7.7 → 1,000)を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素)により、検液のクレシジンスルホン酸アゾβ-ナフトール色素及びクレシジンアゾシェファー塩色素の量を求め、その合計値を求める。

操作条件

測定波長 515nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000), B メタノール

濃度勾配 A : B(100:0)から(0:100)までの直線濃度勾配を50分間行う。

(7) 高スルホン化副成色素 1.0%以下

(6)の検液20μlを量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥したクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素それぞれ10.0mgずつを量り、酢酸アンモニウム溶液(7.7 → 1,000)を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法(副成色素)により、(6)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液のクレシジンスルホン酸アゾG塩色素及びクレシジンスルホン酸アゾR塩色素の量を求め、その合計値を求める。

(8) 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸＝一ナトリウム塩 0.3%以下

(6)の検液20μlを量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸＝一ナトリウム塩-10.0mgを量り、酢酸アンモニウム溶液(7.7 → 1,000)を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下ター

ル色素試験法（未反応原料及び反応中間体）により、検液の6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸二ナトリウム塩の量を求める。

#### 操作条件

検出器 紫外外部吸収検出器（測定波長 290nm）

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液（7.7 → 1,000），B メタノール

濃度勾配 A : B (100:0) から (0:100) までの直線濃度勾配を50分間行う。

(9) 4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 0.2%以下

(6)の検液 20 $\mu$ l を量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸 10.0mg を量り、酢酸アンモニウム溶液（7.7 → 1,000）を加えて溶かし、正確に 100ml とし、標準原液とする。以下タール色素試験法（未反応原料及び反応中間体）により(8)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の4-アミノ-5-メトキシ-2-メチルベンゼンスルホン酸の量を求める。

(10) 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム塩 1.0%以下

(6)の検液 20 $\mu$ l を量り、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム塩 10.0mg を量り、酢酸アンモニウム溶液（7.7 → 1,000）を加えて溶かし、正確に 100ml とし、標準原液とする。以下タール色素試験法（未反応原料及び反応中間体）により(8)の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、検液の6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム塩の量を求める。

食用赤色 40 号アルミニウムレーキ  
Food Red No.40 Aluminium Lake  
アルラレッド AC アルミニウムレーキ

#### 確認試験

(2) 本品 0.1g を量り、1%アンモニア水の溶液（4 → 100）60ml を加え、沸騰するまで加熱し、約 40ml とした後、放冷して遠心分離する。その上澄みを取り、残さに水 10ml を加えて、よく混和し、再度遠心分離する。両上澄み液に酢酸アンモニウム溶液（7.7 → 1,000）を加えて 100ml とする。~~に硫酸（1 → 20）5ml を加え、よくかき混ぜた後、酢酸アンモニウム溶液（3 → 2,000）を加えて 100ml とする。液が澄明でないときは遠心分離する。~~次に、測定する吸光度が 0.2 ~ 0.7 の範囲になるように、この液 1 ~ 10ml を量り、~~酢酸アンモニウム溶液（3 → 2,000）~~（7.7 → 1,000）を加えて 100ml とした液は、波長 497 ~ 501nm に極大吸収部がある。

#### 純度試験

(6) 低スルホン化副成色素 1.0%以下 (含量 85.0%として)

本品 0.10 g を量り、1%アンモニア水の溶液 (4→100) 60ml を加え、沸騰するまで加熱し、約 40ml とした後、放冷して遠心分離する。その上澄みを探り、残さにメタノール 10ml を加えて、よく混和し、再度遠心分離する。両上澄み液に酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000)を加えて正確に 100ml とし、これを検液とする。以下「食用赤色 40 号」の純度試験(6)を準用する。

(11) 非スルホン化芳香族第一級アミン アニリンとして 0.01%以下 (含量 85.0%として)

本品 ~~5.0 g~~ タール色素として 0.85 g を量り、~~タロロホルム酢酸エチル 70ml を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、乾いた定量分析用ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、する。ろ液を 200ml の丸底フラスコに入れる。ろ紙上の残留物を、~~タロロホルム酢酸エチル 10ml ずつで 3 回洗い、洗液を先のろ液に加える。硫酸 (0.15→1,000) 5 ml を加える。このろ液を、薄めた塩酸塩酸 (3→10) 10ml で 3 回抽出し、塩酸抽出液を合わせ、水を加えて正確に 50ml とし、試料液とする。~~~~以下「食用赤色 40 号」の純度試験(11)を準用する。

### 食用赤 102 号

#### 純度試験

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸=三ナトリウム塩 総量として0.5%以下

本品約100mgを精密に量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000) を加えて溶かし正確に100mlとし、検液とする。別に減圧デシケーター中で24時間乾燥した4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩・四水和物、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸=三ナトリウム塩をそれぞれ10.0mgを量り、酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000) を加えて溶かし、正確に100mlとし、標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により、検液の4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩、7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩、6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩及び7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸=三ナトリウム塩の量を求め、その合計値を求める。

#### 測定条件

測定波長 238nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000) , B アセトニトリル

濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後、A : B (100:0)から(70:30)までの直線濃度勾配を50分間行う。

## 食用黄色4号

### 純度試験

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸, 5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸, 4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4, 4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩 総量として0.5%以下

本品100.0mg約100mgを精密に量り, 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000) を加えて溶かし正確に100mlとし, 検液とする。別に減圧デシケータ中で24時間乾燥した4-アミノベンゼンスルホン酸, 5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸, 4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4, 4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩をそれぞれ10.0mgを量り, 4, 4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩は水酸化ナトリウム溶液 (4 → 1,000) を加えて溶かし, 他は酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000) を加えて溶かし, 正確に100mlとし, 標準原液とする。ただし, 4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸の標準原液は用時調製する。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により検液の4-アミノベンゼンスルホン酸, 5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸, 4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸及び4, 4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩の量を24時間以内に求め, その合計値を求める。

### 測定条件

測定波長 4-アミノベンゼンスルホン酸 254nm  
5-ヒドロキシ-1-(4-スルホフェニル)-3-ピラゾールカルボン酸 254nm  
4-ヒドラジノベンゼンスルホン酸 254nm  
4, 4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩 358nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000, pH4.0), B アセトニトリル  
濃度勾配 A液を100%で5分間保持した後, A : B (100:0) から (70:30) までの直線濃度勾配を50分間行う。

## 食用黄色5号

### 純度試験

(5) 副成色素 スルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素 総量として5%以下。ただし, スルファニル酸アゾR塩以外の色素は2%以下

本品100.0mg約100mgを精密に量り, 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000, pH8.0) を加えて溶かして正確に100mlとし, 検液とする。別に減圧デシケータ中で24時間乾燥したスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素をそれぞれ10.0mgを量り, 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000, pH8.0) を加えて溶かして正確に100mlとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法 (副成色素) により, 検液のスルファニル酸アゾG塩色素, スルファニル酸アゾR塩色素, スルファニル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素の量を求め, その合計値を求める。

## 操作条件

検出器 可視部吸収検出器 (測定波長 482nm)

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000), B アセトニトリル

濃度勾配 A : B (100:0) から (60:40) までの直線濃度勾配を 50 分間行う。

(6) 未反応原料及び反応中間体 4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩, 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩, 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)=二ナトリウム塩及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩 総量として0.5%以下

本品100.0mgを量り, 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000, pH8.0) を加えて溶かし正確に100mlとし, 検液とする。別に減圧デシケータ中で24時間乾燥した4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩, 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩, 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)=二ナトリウム塩及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩をそれぞれ10.0mgを量り, 4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩は水酸化ナトリウム溶液 (4 → 1,000) を加えて溶かし, 他は酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000, pH8.0) を加えて溶かし, 正確に100mlとし, 標準原液とする。以下タール色素試験法 (未反応原料及び反応中間体) により, 検液の4-アミノベンゼンスルホン酸, 7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩, 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩, 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩, 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)=二ナトリウム塩及び4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩の量を24時間以内に求め, その合計値を求める。

測定波長	4-アミノベンゼンスルホン酸	232nm
	7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩	232nm
	3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩	232nm
	6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=一ナトリウム塩	232nm
	6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)=二ナトリウム塩	232nm
	4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸=二ナトリウム塩	358nm

移動相 A 酢酸アンモニウム溶液 (1.54 → 1,000), B アセトニトリル

濃度勾配 A : B (100:0) から (60:40) までの直線濃度勾配を 50 分間行う。

## 食用黄色 5 号アルミニウムレーキ

Food Yellow No.5

Aluminium Lake

サンセットイエローFCF アルミニウムレーキ

## 純度試験

(5) ~~他の色素レーキ (タール色素レーキ試験法, 他の色素レーキ(1))~~

副成色素 スルファニルアゾG塩色素、スルファニル酸アゾR塩色素、スルファニ

ル酸アゾβ-ナフトール色素及びアニリンアゾシェファー塩色素 総量として5%以下(含量85.0%として)

ただし、スルファニルアゾR塩色素以外の色素は2%以下(含量85.0%として)

本品 0.1gを量り、10%アンモニウム水の溶液(4→100) 60mlを加え、沸騰するまで加熱し、約40mlに濃縮した後、放冷して遠心分離する。その上澄みを探り、残さに水10mlを加えてよく混和し、再度遠心分離する。両上澄み液に酢酸アンモニウム溶液(7.7→1,000)を加えて正確に100mlとし、これを検液とする。以下、「食用黄色5号」の純度試験(5)を準用する。

#### 追加訂正

##### 1)-C 試薬・試液等

##### 4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム塩

本品を減圧デシケーター中で24時間乾燥した後、その10.0mgを量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)-水酸化ナトリウム溶液(4→1,000)を加えて溶かし正確に100mlとし、これをA液とする。A液10mlを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mlとし、吸光度を測定する。また、波長240nm及び358nmのそれぞれに吸収極大吸収部がある。

純度試験 他の芳香族化合物 A液10mlを正確に量り、酢酸アンモニウム溶液(3→2,000)を加えて正確に100mlとする。この液20μlを量り、成分規格・保存基準各条の項の食用黄色4号中の純度試験(6)に規定する操作条件で液体クロマトグラフィーを24時間以内に行うとき、一つのピークのみを認める。

#### 試薬の名称変更

(試薬名に含まれていた=と塩を削除した。)

旧 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム塩

新 4-アミノ-1-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム

旧 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム塩

新 6,6'-オキシビス(2-ナフタレンスルホン酸)二ナトリウム

旧 4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム塩

新 4,4'-(ジアゾアミノ)-ジベンゼンスルホン酸二ナトリウム

旧 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム塩

新 3-ヒドロキシ-2,7-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム



旧 7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸=二ナトリウム塩

新 7-ヒドロキシ-1,3-ナフタレンジスルホン酸二ナトリウム

旧 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸=ナトリウム塩

新 6-ヒドロキシ-2-ナフタレンスルホン酸ナトリウム

旧 7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸=三ナトリウム塩

新 7-ヒドロキシ-1,3,6-ナフタレントリスルホン酸三ナトリウム