

寒天の規格基準

○食品、添加物等の規格基準

第1 食品

A～C (略)

D 各条

○寒天

1 寒天の成分規格

寒天は、その1kgにつき、ホウ素化合物の含有量がホウ酸(H_3BO_3)として1g以下でなければならない。この場合のホウ酸の試験法はつぎのとおりとする。

ホウ酸の試験法

試料を 100° で3時間乾燥して粉末とし、その25～100gをはかり、10%水酸化ナトリウム溶液でしめらせた後石英ザラまたは白金ザラで蒸発乾固し、有機物が全く炭化するまで電気炉(約 500°)で加熱し、冷後これを別の石英ザラまたは白金ザラにいれ、熱湯約20mlを加えてかき混ぜ、明らかに酸性となるまで10%塩酸を滴加する。これをろ過し、ろ紙を少量の熱湯で洗い洗液をろ液に合わせる。この際、液の量は50～60mlをこえないようにする。残留物をろ紙とともに石英ザラまたは白金ザラに移し、石灰乳でアルカリ性とし、水溶上で蒸発乾固した後、熱灼して灰化する。これに10%塩酸5～6mlを加えて溶かし、さきのろ液と洗液の混合液に合わせる。さらにこの液に、少量の水で石英ザラまたは白金ザラを洗った液を合わせる。これに塩化カルシウム0.5gおよびフェノールフタレイン試液2～3滴を加え、さらに液が淡紅色を持続するまで、10%水酸化ナトリウム溶液を滴加する。つぎに石灰乳を加えて全量を100mlとし、これをよく混和した後、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液50mlに液の紅色が消えるまで 0.5mol/l 硫酸を加えた後、メチルオレンジ試液2～3滴を加え、さらに液の黄色が紅色に変わるまで 0.5mol/l 硫酸を滴加する。約1分間煮沸して炭酸ガスを除き、放冷した後、液が黄色に変わるまで 0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液を滴加する。この液に中性マンニツトまたは中性グリセリン1～2gおよびフェノールフタレイン試液2～3滴を加え、液が持続する紅色を呈するまで、 0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。さらに中性マンニツトまたは中性グリセリン少量を加え、もし液の紅色が消えたときは滴定を続ける。別に同様の方法で空試験を行なう。ただし、ろ液と洗液の混合液の代わりに同量の水を用い、残留物とろ紙の代りにろ紙のみを用いるものとする。

0.1mol/l 水酸化ナトリウム溶液 1ml = $0.0062\text{gH}_3\text{BO}_3$

寒天のホウ酸試験法（案）

1. 試験溶液の調製

a 乾式分解法

試料 25～100g を 100℃ で 3 時間乾燥して粉末とし、粉碎等で均一化した後、その 1～2g を分解容器^{注1)}に精密に量り入れ、1%炭酸ナトリウム溶液 5 mL を加える。次いでホットプレート上に移し、順次温度を上げて加熱し、ときどき石英棒を用いて灰を粉碎しつつ、煙が出なくなるまで加熱する。予備灰化終了後、電気炉に入れ 500℃ で 1 晩灰化を行う。冷後、水を約 10 mL 加えて加温しながら灰をできるだけ懸濁・溶解し、1 mol/L 硝酸^{注2)} 5 mL を加えてよく混合し、水で全量を 50 mL とし、試験溶液とする。別に、試料を用いずに試料の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

b 湿式分解法

試料 25～100g を 100℃ で 3 時間乾燥して粉末とし、粉碎等で均一化した後、その 1～2g を 100～300 mL 容の分解容器^{注1)}に精密に量り入れ、水 10 mL と硝酸^{注2)} 10 mL を加え、テフロン製時計皿で覆ってホットプレート又はヒーティングブロック上で約 180℃ で 3 時間加熱する。冷後、水で全量を 50 mL とし、試験溶液とする。別に、試料を用いずに試料の場合と同様に操作して得られた溶液を空試験溶液とする。

2. 試験法

a ICP-AES 法

①装置

ICP 発光分光分析装置

②試薬・試液

次に示すもの以外は、第 2 添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

B (1 mg /mL) 溶液

ホウ酸(H_3BO_3) 5.715 g をメスフラスコ 1 L に採り、水で溶かして全量を 1 L にする。

検量線用 B 標準液

B (1 mg /mL) 溶液を順次 0.1 mol/L 硝酸で希釈して調製する。

Y (1 mg /mL) 溶液

硝酸イットリウム ($Y(NO_3)_3$) 0.773 g をビーカーに採り、硝酸 5 mL を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコ 250 mL に移し、ビーカーは水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、水を加えて 250 mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する^{注3)}。

Y (100 μg/mL) 溶液

Y (1 mg /mL) 溶液 10 mL を採り、0.1 mol/L 硝酸で 100 mL とする。

③試験操作^{注4)}

試験溶液 1 mL を 0.1 mol/L 硝酸を用いて適宜希釈し、内標準として Y (100 μg/mL) 溶液 500 μL を加えた後、0.1 mol/L 硝酸で全量を 50 mL とし、ICP-AES 用試験溶液とする。B 及び Y につき、それぞれ分析波長 249.6、371.0 nm の発光強度を測定し、内標準 Y に対する B の相対発光強度比を求め、ICP-AES 用試験溶液と同濃度の内標準を含み B を 0、0.1、0.25、0.5、0.75、1.0 μg/mL 含む検量線用 B 標準液から作成した検量線から濃度 A を求める。別に空試験溶液 1 mL について同様に操作して得られた濃度 Ab の値で補正し、A-Ab から試料中の B 濃度を求め、5.720 を乗じてホウ酸濃度に換算する。

b ICP-MS 法

①装置

ICP 質量分析装置

②試薬・試液

B (1 mg /mL) 溶液

ホウ酸(H_3BO_3) 5.715 g をメスフラスコ 1 L に採り、水で溶かして全量を 1 L にする。

検量線用 B 標準液

B (1 mg /mL) 溶液を順次 0.1 mol/L 硝酸で希釈して調製する。

Y (1 mg /mL) 溶液

硝酸イットリウム ($Y(NO_3)_3$) 0.773 g をビーカーに採り、硝酸 5 mL を加えて加熱溶解し、冷後、メスフラスコ 250 mL に移し、ビーカーは水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、水を加えて 250 mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する^{注3)}。

Y (1 µg/mL) 溶液

Y (1 mg /mL) 溶液 1 mL を採り、0.1 mol/L 硝酸で 1000 mL とする。

Sc (1 mg /mL) 溶液

硝酸スカンジウム ($Sc(NO_3)_3$) 1.283 g をビーカーに採り、少量の硝酸 (1+1) で溶かし、メスフラスコ 250 mL に移し、ビーカーは水で洗い、洗液もメスフラスコに合わせ、水を加えて全量を 250 mL とする。本溶液は、冷暗所に保存する。

Sc (1 µg/mL) 溶液

Sc (1 mg /mL) 溶液 1 mL を採り、0.1 mol/L 硝酸で 1000 mL とする。

③試験操作^{注4)}

試験溶液を 0.1 mol/L 硝酸を用いて適宜希釈し、内標準として Y (1 µg/mL) 溶液 500 µL 又は Sc (1 µg/mL) 溶液 500 µL を加えた後、0.1 mol/L 硝酸で全量を 50 mL とし、ICP-MS 用試験溶液とする。B 及び Y 又は Sc につき、それぞれ質量数 11、89、45 でイオン強度を測定し、内標準 Y 又は Sc に対する B の相対イオン強度比を求め、ICP-MS 用試験溶液と同濃度の内標準を含み B を 0、5、10、20、30、40 ng/mL 含む検量線用 B 標準液から作成した検量線から濃度 A を求める。別に空試験溶液 1 mL について同様に操作して得られた濃度 A_b の値で補正し、 $A-A_b$ から試料中の B 濃度を求め、5.720 を乗じてホウ酸濃度に換算する。

注 1：分解容器として、乾式分解の場合は石英製、白金皿等、湿式分解の場合は石英製、テフロン製、白金皿等、ホウ素のコンタミのほとんどない器具を使用し、パイレックスなどガラス製の器具は使用しないこと。

注 2：用いる硝酸は、プラスチック製のボトルに入った市販品を使用することが望ましい（ガラス製のボトルのものは使用しないことが望ましい）。

注 3：保存に褐色瓶を用いる場合は、金属の溶出がないことを確認する。

注 4：測定の際は、共存元素による妨害がないことを確認しておくこと。妨害となる信号が認められる場合は、ホウ素(B)の信号の 1/10 未満であることを確認する。また、試験溶液の測定は、水を測定したときのホウ素(B)の値が ICP-AES の場合 10 ppb 以下、ICP-MS の場合 0.5 ppb 以下（検量線の最小濃度の 1/10 以下）、検量線作成時には最小濃度の測定強度の値の 1/10 以下となったことを確認してから行うこと。試験溶液の測定ごとに、水や希硝酸などを洗浄液として用いること。

容器包装詰低酸性食品のボツリヌス食中毒対策に係る 食品規格部会での審議状況

1 経緯

(1) 平成 11 年に発生した容器包装詰食品によるボツリヌス食中毒¹等を発端に、常温流通する容器包装詰食品によるボツリヌス食中毒対策を検討するため、平成 14 年度から厚生労働科学研究費により「容器包装詰低酸性食品のボツリヌス食中毒に対するリスク評価」の研究を開始した。

＜容器包装詰低酸性食品＞

pH が 4.6 を超え、かつ、水分活性が 0.94 を超える容器包装詰食品

(2) 厚生労働科学研究においては、平成 14 年度は、容器包装詰低酸性食品のうち、ボツリヌス食中毒のリスクが高いと思われる食品群である「若干の気体透過性のある容器包装に詰められた容器包装詰加圧加熱殺菌食品」(以下「レトルト類似食品」という。)について研究が行われた。

2 平成 15 年 6 月 19 日 食品規格部会²

平成 14 年度の研究報告書の提出に伴い、レトルト類似食品及び関連する容器包装詰加圧加熱殺菌食品 (以下「いわゆるレトルト食品」という。)について、審議を行った。

○ 審議内容及びその結果

(1) レトルト類似食品の取扱いについて

論点：ボツリヌス食中毒対策として、どのような措置が必要か

結論：いわゆるレトルト食品とほぼ同程度のリスクである

講じるべき管理措置：

¹ 平成 11 年 8 月に千葉県内で容器包装詰の要冷蔵食品 (ハヤシライスの具) が原因と疑われるボツリヌス食中毒が発生。当該食品は加圧加熱されたものではないが、容器包装詰加圧加熱殺菌食品 (いわゆるレトルト食品) と包装形態が類似しており、冷蔵保存の表示がされていたものの、家庭内で常温保存されていた。

² 本部会は、内閣府に食品安全委員会が設立される以前に開催されたものであり、リスク評価及びリスク管理の両方について審議が行われた。

①中心部の温度を 120℃で 4 分間加熱する

②冷蔵（10℃以下）保存する

のいずれかの措置を講じるよう指導する。ただし、ボツリヌス菌接種試験によりボツリヌス毒素の産生が認められないものは除く。

（→平成 15 年 6 月 30 日付で通知発出:委員配布資料 3-2 参照）

(2) いわゆるレトルト食品の規格基準の改正について

論点：気密性及び気体透過性の概念をどのように考えるか

①気密性：ボツリヌス菌の増殖及び毒素産生への影響

②気体透過性：ボツリヌス菌の増殖及び毒素産生並びに油脂の変敗への影響

結論：「アルミレスパウチの遮光性及び気体透過性評価検討会」の研究結果を待つこととする。

講じるべき措置：保留（研究結果を待って審議を行う。）

3 平成 19 年 6 月 26 日 食品規格部会

平成 14 年度から実施していた容器包装詰低酸性食品の調査研究結果がとりまとまったことから、当該食品の今後の取扱いについて審議を行った。

○ 審議結果

(1) 厚生労働省の調査研究においてボツリヌス菌の接種試験を行った容器包装詰低酸性食品のうち、ボツリヌス菌の増殖又はボツリヌス毒素を産生した食品について、特に我が国固有の原材料のボツリヌス菌の汚染実態に係る追加調査を実施する。

(2) また、これまでの調査研究結果に追加調査の結果をあわせて、食品安全委員会に容器包装詰低酸性食品のボツリヌス食中毒に係る安全性評価を依頼する。