

過酢酸製剤

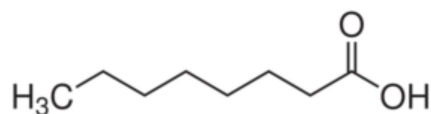
1. 成分規格

オクタン酸

Octanoic Acid

Caprylic Acid

カプリル酸



$C_8H_{16}O_2$

分子量 144.21

Octanoic acid [124-07-2]

含 量 本品は、オクタン酸 ($C_8H_{16}O_2$) 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 0.3 g 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 $2.0 \mu\text{g/g}$ 以下

本品 2.0 g を量り、白金製、石英製若しくは磁製のろつぼ又は石英製のビーカーに入れる。硫酸 1 ml 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 $450\sim 600^\circ\text{C}$ 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) 1 ml 及び硝酸 1 ml 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) 10 ml 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 10 ml とし、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 1 ml を正確に量り、水を加えて正確に 100 ml とする。この液 4 ml を正確に量り、硝酸（1→100）を加えて正確に 10 ml 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 0.3 ml を量り、本品を加えて 10 ml 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℃、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 0.25～0.53 mm、長さ 30～60 m 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 0.25～1 μ m の厚さで被覆したものを使用する。カラム温度は、150℃ から毎分 5℃ で昇温し、230℃ に到達後、24 分間保持する。

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 1 g 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 5 ml、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。第一変曲点及び第二変曲点における 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 1 g 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 0.2 g 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)

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。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 ($C_2H_8O_7P_2$) の含量 (%)

$$= \frac{\text{検液中のリンの濃度 } (\mu\text{g/ml}) \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 61.94 \times 12}$$

(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 20 μ l 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 ($\mu\text{g/ml}$) を求め、次式

により含量を求める。

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

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 5 μ m 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°C

移動相 酢酸 0.12 g を水 350ml に溶かし、アセトニトリル 650ml を加える。

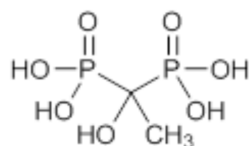
流量 1.0ml/分

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

HEDP

エチドロン酸



$\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$

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 ($\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2$) 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 (1.0 g、水 100ml)

(3) 塩化物 Cl として 0.004%以下

本品約 25 g 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。

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

(4) 亜リン酸 H_3PO_3 として 4.0% 以下

本品約 1.5 g 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 0.80 g 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 1 ml 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 $10 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下

本品約 0.2 g を精密に量り、容器に入れ、硝酸 5 ml 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 1 ml 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 $40 \mu\text{l}$ 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。

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

(7) ヒ素 As_2O_3 として $6.7 \mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.30 g、第 1 法、装置 B)

定量法 本品約 3 g を精密に量り、水 150ml を加えて溶かし、かくはんしながら 1 mol/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、第二変曲点とする。終点における 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量を a ml とする。

$$\begin{aligned} & 1\text{-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸 } (\text{C}_2\text{H}_8\text{O}_7\text{P}_2) \text{ の} \\ & \text{含量 (\%)} \\ & = \frac{a \times 206.0}{\text{試料の採取量 (g)} \times 30} - \text{亜リン酸の量 (\%)} \times 1.675 \end{aligned}$$

2. 試薬・試液等

(1) 試薬・試液

アスコルビン酸試液 L-アスコルビン酸 1.76 g を量り、水を加えて溶かし、100ml とする。

塩化 1, 10-フェナントロリニウム 1 水和物 $C_{12}H_9ClN_2 \cdot H_2O$ [K 8202]
オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラム (500mg) 内径 10~25mm のポリエチレン製のカラム管に、オクタデシルシリル化シリカゲル 0.5 g を充填したものの、又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

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 $d_{20}^{20}=0.909\sim 0.915$

定量法 本品約 0.05 g 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 1 ml 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 $1.5\mu m$ 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。

注入口温度 $280^{\circ}C$

検出器温度 $280^{\circ}C$

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。

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3水和物 1.37 g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4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。

定量用オクタン酸 オクタン酸、定量用を見よ。

デカン酸 $C_{10}H_{20}O_2$ 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、 $2,676\text{cm}^{-1}$ 、 $1,700\text{cm}^{-1}$ 、 $1,299\text{cm}^{-1}$ 、 $1,268\text{cm}^{-1}$ 、 $1,232\text{cm}^{-1}$ 、 $1,200\text{cm}^{-1}$ 、 $1,075\text{cm}^{-1}$ 、 934cm^{-1} 、 825cm^{-1} 及び 686cm^{-1} 付近に吸収帯を認める。

純度試験 凝固点 29～33°C

定量法 本品約 0.05 g 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 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用ジメチルポリシロキサンを $1.5\mu\text{m}$ の厚さで被覆したもの。

カラム温度 60°C から 280°C まで毎分 10°C で昇温する。

注入口温度 280°C

検出器温度 280°C

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。

ビス [(+) -タルトラト] ニアンチモン (III) 酸二カリウム 3 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]

フェロイン試液 硫酸鉄 (II) 7 水和物 0.70 g を量り、水 70ml 及び塩化 1, 10-フェナントロリニウム 1 水和物 1.78 g を加えて溶かし、更に水を加えて 100ml とする。

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

硫酸試液 (0.5mol/L) 硫酸 14ml を量り、水 350ml に徐々に加え、冷後、水を加えて 500ml とする。

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

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。

(2) 容量分析用標準液

0.005mol/L 硝酸銀溶液 1,000ml 中硝酸銀 ($AgNO_3$ 、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。

0.1mol/L 硫酸セリウム (IV) 溶液 1,000ml 中硫酸セリウム (IV) 4 水和物 ($Ce(SO_4)_2 \cdot 4H_2O$ 、分子量 404.30) 40.43 g を含む。

硫酸セリウム (IV) 4 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

f_1 : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液のファクター

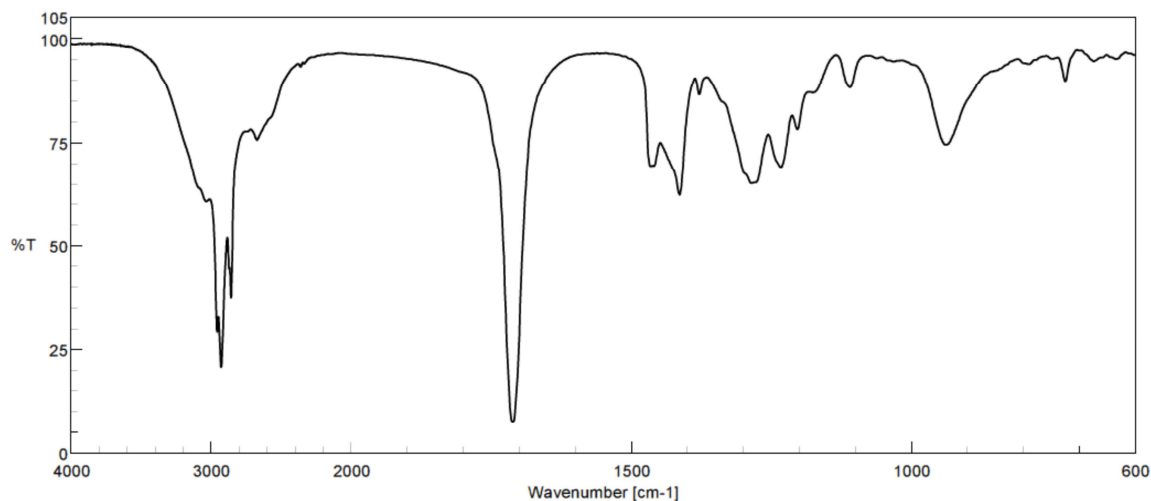
V : 0.1mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム溶液の消費量 (ml)

(3) 標準液

イットリウム標準原液 本液 1 ml は、イットリウム (Y) 1 mg 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。

3. 参照赤外吸収スペクトル

オクタン酸



4. 使用基準

オクタン酸

オクタン酸は、着香の目的で使用する場合及び過酢酸製剤として使用する場合以外に使用してはならない。

過酢酸

過酢酸は、過酢酸製剤として使用する場合以外に使用してはならない。

過酢酸製剤

過酢酸製剤は、牛、鶏及び豚の食肉、果実並びに野菜の表面殺菌の目的以外に使用してはならない。

過酢酸製剤の使用量は、過酢酸として、鶏の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 2.0 g 以下、牛及び豚の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 1.80 g 以下、果実及び野菜にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.080 g 以下並びに 1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸として、鶏の食肉にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.136 g 以下、牛及び豚の食肉にあつては浸

漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.024 g 以下、果実及び野菜にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.0048 g 以下でなければならない。

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸

1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸は、過酢酸製剤として使用する場合以外に使用してはならない。

5. 製造基準

過酢酸

過酢酸を製造する場合は、それぞれの成分規格に適合する酢酸及び過酸化水素を原料としたものでなければならない。

過酢酸製剤

過酢酸製剤を製造する場合は、過酢酸又はそれぞれの成分規格に適合する酢酸、過酸化水素、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸若しくはオクタン酸を原料とし、過酢酸若しくは酢酸及び過酸化水素に1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸を混合したもの又はこれにオクタン酸を混合したものでなければならない。

次亜臭素酸水

1. 成分規格

次亜臭素酸水

Hypobromous Acid Water

定 義 本品は、1, 3-ジブロモ-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 0.15 g を加えるとき、液は、黄~褐色を呈する。

(2) 本品 1 ml 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 20 g を精密に量り、水 50ml を加え、ヨウ化カリウム 1 g 及び酢酸（1→4）5 ml 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 1 ml = 0.7990mg Br

2. 試薬・試液

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）5ml に塩化バリウム溶液（1→10）1ml 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（0.5g、水20ml）

(2) 吸光度 本品0.02g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）2.5ml 及び硫酸ナトリウム0.48gを加えて溶かし、水を加えて正確に50ml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555nmにおける吸光度は0.005以下である。また、A液30mlにヨウ化カリウム0.3g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555nm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0.2gを精密に量り、水50mlを加えて溶かし、0.1mol/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

1, 2-シクロヘキサンジアミン四酢酸1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及び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

DPD・EDTA試液 N, N-ジエチル-p-フェニレンジアミン硫酸塩 1.1

g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2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。

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24.0g、リン酸一カリウム46.0g及びエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム2水和物0.8gを量り、水を加えて溶かして1,000mlとする。

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2.7g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1水和物0.13gを加えて溶かす。

3. 使用基準

次亜臭素酸水は、食肉の表面殺菌の目的以外に使用してはならない。

次亜臭素酸水の使用量は、臭素として、食肉（食鳥肉を除く。）にあつては浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.90g以下、食鳥肉にあつては浸漬液又は噴霧液1kgにつき0.45g以下でなければならない。

亜塩素酸ナトリウム

使用基準（下線部：改正部分）

亜塩素酸ナトリウムは、かずのこの加工品（干しかずのこ及び冷凍かずのこを除く。）、かんきつ類果皮（菓子製造に用いるものに限る。）、さくらんぼ、食肉、食肉製品、生食用野菜類、卵類（卵殻の部分に限る。以下この目において同じ。）、ふき、ぶどう及びもも以外の食品に使用してはならない。

亜塩素酸ナトリウムの使用量は、亜塩素酸ナトリウムとして、かずのこの加工品（干しかずのこ及び冷凍かずのこを除く。）、生食用野菜類及び卵類にあつては浸漬液 1 kg につき 0.50 g 以下、食肉及び食肉製品にあつては浸漬液又は噴霧液 1 kg につき 0.50～1.20 gでなければならない。また、使用した亜塩素酸ナトリウムは、最終食品の完成前に分解し、又は除去しなければならない。

亜塩素酸ナトリウムは、食肉及び食肉製品に使用するとき、pH2.3～2.9の浸漬液又は噴霧液を 30 秒以内で使用しなければならない。