

131 酒類保存のため酒類に混和することができる物品

清 澄

柿タンニン(粉末のもの)及びタンニン酸を添加した柿タンニン(粉末のもの)

131-1 清澄効果(おり下げ試験)

おり下げ未処理酒類を試験管にとり、説明書に記載されている方法に従い処理し、清澄効果を判定する。

131-2 力価(コロイド滴定法)

131-2-1 試薬

28%アンモニア水

N/400 ポリビニル硫酸カリウム溶液

ポリビニル硫酸カリウム 0.4050 g を 1 l の水に溶かす。

N/200 メチルグリコールキトサン溶液

メチルグリコールキトサン 3.0 g を 1 l の水に溶かす。間接滴定法により空試験との差から滴定値を求めるものであるから、正確に N/200 でなくても良い。正確な濃度は N/400 ポリビニル硫酸カリウム溶液で標定する。

トルイジンブルー指示薬

0.1%の水溶液をつくる。

131-2-2 試験操作

検体約 10 g を精ひょうし、水に溶かして 100 ml とする。この 1 ml に水を加えて 250 ml としてその 20 ml をとり、これに N/200 メチルグリコールキトサン 5 ml とトルイジンブルー指示薬 1 滴を加え、28%アンモニア水 3 ml を加えて pH を 12.2 に調整した後、余分のメチルグリコールキトサンを N/400 ポリビニル硫酸カリウム溶液で逆滴定する。

滴定の終点は指示薬の色が青色から赤紫色に変わった点とする。

空試験との差を a ml とする。

検体 1 g あたりの力価は次式による。

$$\text{力価} = a \times \frac{250}{\text{精ひょうした検体 (g)}} \times 5$$

(注) 検体の濃度が高すぎる場合には適宜希釈して測定する。

131-3 鉄 溶 出

131-3-1 試薬

硝酸(特級)

過塩素酸(特級)

N/2 塩酸

水に濃塩酸(特級)4.4 mlを攪拌しながら徐々に加え、100 mlにフィルアップする。

鉄標準溶液(原子吸光用)

131-3-2 試験操作

131-1によるおり下げ試験終了後の酒類10 mlを50 ml容ケルダール分解びんにとり、濃縮し乾固寸前とした後硝酸5 mlを加え、加熱分解する。未分解のときは更に硝酸を添加する。分解が進んだ時点で硝酸-過塩素酸(1:1)混液2 mlを加え、加熱を続ける。

分解液を無色透明とした後、直火でできるだけ過塩素酸を除去し、残留物にN/2塩酸を加え可溶物を完全に溶かし、一定量として原子吸光測定用分解液とする。

おり下げ試験前の酒類についても同様にして分解液を得る。

これをJIS K 0102:2013(工場排水試験方法)の57.2に倣い原子吸光光度計を用いて定量する。

試験酒類中の鉄含有量を $a(\text{mg}/\ell)$ 、おり下げ試験前の酒類中の鉄含有量を $b(\text{mg}/\ell)$ とすれば、鉄溶出量は次式で求めることができる。

$$\text{鉄溶出量}(\text{mg}/\ell) = a - b$$

131-4 鉛

131-4-1 試薬

硝酸(特級)

過塩素酸(特級)

N/2 塩酸

131-3-1による。

鉛標準溶液(原子吸光用)

131-4-2 試験操作

検体2~3 gを精ひょうし、ケルダール分解びんにとり、131-3-2により加熱分解する。原子吸光光度計により分解液の鉛中空陰極ランプ283.3 nmの吸光度を求め、標準溶液を用いて作成した検量線から分解液中の鉛含有量を求め、検体中の鉛含有量(mg/kg)に換算する。

131-5 ヒ 素

食品添加物公定書装置Bの方法による。

131-6 火落菌(火落菌検出法)

131-6-1 試薬

火落菌検出培地

酵母エキス10 g、ペプトン5 g、ブドウ糖25 g、硫酸マグネシウム($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)0.1

g、硫酸マンガン($\text{MnSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) 0.025 g、硫酸第一鉄($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.0025 g、アクチジオン 0.005 g、窒化ナトリウム 0.05 g、酢酸ナトリウム 10 g、メバロン酸 0.005 g、アスコルビン酸 0~10 g を水 850~900 ml に溶解し、pH 5.2 に調整後、更に寒天 1 g を加え、焦げ付かないように軽く沸騰させ寒天を溶解し、70°C 程度まで冷却する。これにエチルアルコール 150~100 ml を加え、素早くかき混ぜ、熱時、清浄な試験管に 5~10 ml ずつ分注して栓をした後、冷却する。

滅菌水

水を試験管にとり、加圧殺菌する。

131-6-2 試験操作

検体約 1 g に滅菌水 9 ml を加えてよく振り、次にその 1~2 白金耳を火落菌検出培地に接種し、30°C で一週間培養する。培地の混濁又は白色の液内集落の形成を認めた場合は、火落菌の存在を示す。

柿タンニン(液状のもの)及びタンニン酸を添加した柿タンニン(液状のもの)

131-7 清澄効果

131-1 による。

131-8 ボーメ

検体をシリンダーにとり、重ボーメ度浮ひょうを用いて 15°C における示度を読み、検体のボーメ度とする。

131-9 力 価

131-9-1 試薬

131-2-1 による。

131-9-2 試験操作

検体 5 ml を水に溶かして 100 ml とする。そのうち 10 ml をとり水で 250 ml とする。その 20 ml をとり、131-2-2 により測定し、空試験との差を a ml とする。

検体 1 ml あたりの力価は次式による。

$$\text{力価} = a \times 25$$

131-10 タンニン酸量

131-10-1 試薬

酢酸アンモニウム緩衝液(pH 7.5)

酢酸アンモニウム 20 g を約 80 ml の水に溶かし、1%のアンモニア水で pH 7.5 に調整後、水で 200 ml とする。

酒石酸鉄溶液

硫酸第一鉄($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.1 g と酒石酸ナトリウムカリウム($\text{COOKCHOH} \cdot \text{CHOHCOONa} \cdot$

4H₂O) 2.0 g を水に溶かして 100 ml とする。この試薬は、使用の都度調製する。

タンニン酸標準溶液

タンニン酸 0.5 g を水に溶かして 100 ml とする。この試薬は、使用の都度希釈して用いる。

131-10-2 試験操作

検体を水で 1000 倍に希釈し、この 5 ml を試験管にとり、酢酸アンモニウム緩衝液 5 ml を加えてよく攪拌する。これに酒石酸鉄溶液 1 ml を加えて攪拌し、生ずる呈色を 530 nm で測定する。

あらかじめ作成した検量線からタンニン酸量を求める。

タンニン酸量は、ここで得られたタンニン酸量に希釈倍率を乗じて算出する。

131-11 鉄 溶 出

131-3 による。

131-12 鉛

131-4 による。

131-13 ヒ 素

131-5 による。

131-14 火 落 菌

131-6 による。

タンパク質を主成分とするもの

131-15 清 澄 効 果

131-1 による。

131-16 全 窒 素

131-16-1 試薬

分解用触媒

硫酸銅と硫酸カリウムを重量比 1:9 で混ぜ荒く砕く。

濃硫酸

水酸化ナトリウム飽和溶液

N/10 水酸化ナトリウム溶液

3-5-1 により調製し力価を標定し、これを F とする。

N/10 硫酸

濃硫酸 3.0 ml を水を入れた 1 l 容メスフラスコにとり、さらに水を加えて全量を

1 ℓとする。この液 10 ml をとり、ブランスウィック指示薬を用いて N/10 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、その ml 数を a とする。

ブランスウィック指示薬

メチル・レッド 0.2g とメチレン・ブルー 0.1g を 95% (v/v) エチルアルコール 200 ml に溶解する。

131-16-2 試験操作

検体約 0.5 g を精ひょうして 50 ml 容ケルダールフラスコにとり、濃硫酸 10 ml 及び分解用触媒約 1 g を加えて、時々沸騰する程度に加熱し、内容が透明になるまで続ける。分解終了後冷却し少量の水で希釈した後、100 ml 容メスフラスコに移し、更に水を加えて全量を 100 ml とする。

その 10 ml を窒素蒸留装置にとる (Parnas-Wagner の装置を使用する)。受器中に N/10 硫酸 10 ml 及びブランスウィック指示薬 2~3 滴を入れて冷却管に接続した後、蒸留器中の硫酸分解液に飽和水酸化ナトリウム溶液を加えて強アルカリ性とし、水蒸気蒸留する。

留液が約 40 ml となったならば受器を冷却管からはずし、更に数 ml 留液をとり、冷却管の先端に付着している留液を受器中に洗い込み、N/10 水酸化ナトリウム溶液で緑色になるまで逆滴定する。その滴定値を b ml とすれば、全窒素量は次式によって求める。

$$\text{全窒素(\%)} = \frac{(a-b) \times F \times 1.40}{\text{検体採取g数}}$$

131-17 鉄 溶 出

131-3 による。

131-18 鉛

131-4 による。

131-19 ヒ 素

131-5 による。

131-20 火 落 菌

131-6 による。

多糖類を主成分とするもの

131-21 清 澄 効 果

131-1 による。

131-22 アルギン酸、カラギーナン

水分

検体約 2 g をあらかじめひょう量した磁性るつぼにとって精ひょうし、110°C で 3 時間加熱乾燥後デシケーターに入れ室温まで放冷して再び精ひょうし、次式により水分を算出する。

$$\text{水分 \% (w/w)} = (a - b) / a \times 100$$

ただし、a は乾燥前の検体重量、b は乾燥後の検体重量である。

灰分

水分測定後のるつぼを電気炉に入れ 550~600°C で検体を完全に灰化し、デシケーターで室温まで放冷した後精ひょうし重量を c とすれば灰分は次式で算出される。

$$\text{灰分 \% (w/w)} = c / a \times 100$$

次式により得られる値をアルギン酸・カラギーナン量 % (w/w) とする。

$$\text{アルギン酸・カラギーナン含量 \% (w/w)} = 100 - \text{水分 \% (w/w)} - \text{灰分 \% (w/w)}$$

131-23 鉄 溶 出

131-3 による。

131-24 鉛

131-4 による。

131-25 ヒ 素

131-5 による。

131-26 火 落 菌

131-6 による。

プロテアーゼを主成分とするもの

131-27 清 澄 効 果

131-1 による。

131-28 力 価 (酸性プロテアーゼ)

131-28-1 試薬

マッキルベイン緩衝液 (pH 3.0)

111-10-1 による。

カゼイン溶液

111-10-1 による。

0.4 M トリクロール酢酸溶液 (TCA 溶液)

111-10-1 による。

フェノール試薬(フォリン・チオカルト試薬)

111-10-1 による。

0.4 M 炭酸ナトリウム溶液

111-10-1 による。

チロシン標準溶液

111-10-1 による。

検量線の作成

111-10-1 による。

131-28-2 酵素液の調製

検体約 1 g を精ひょうし、遊離塩素を含まない水に溶かして 100 ml とし、不溶物をろ紙でろ過し、酵素原液とする。測定にあたって更に 10~1,000 倍に希釈する。

131-28-3 試験操作

111-10-3 による。

131-28-4 力価の表示

力価は 60 分間にチロシン相当量 $1 \mu\text{g}$ を生ずる酵素量を 1 単位とする。したがって、酵素液 1 ml の酸性プロテアーゼ力価は、生成チロシン量 y から次式で求められる。

$$\text{力価} = y \times (6/1) (\text{反応液量}) \times 1/0.5 (\text{酵素量})$$

これに酵素液の希釈倍率を乗じて精ひょうした検体 1 g あたりの力価を求める。

131-29 鉄 溶 出

131-3 による。

131-30 鉛

131-4 による。

131-31 ヒ 素

131-5 による。

131-32 火 落 菌

131-6 による。

ペクチナーゼを主成分とするもの

131-33 清 澄 効 果

ペクチナーゼ未処理酒類に、説明書に記載されている使用量に準じ酵素剤を添加し、40°C で 3 時間放置後、清澄効果を判定する。

131-34 力価(ペクチナーゼの測定)

131-34-1 試薬

クエン酸緩衝液(pH 4.0)

N/10 塩酸 45 ml、0.1 M クエン酸ナトリウム溶液 55 mlの割合で混合し、pH 4.0 に調整する。

ペクチン酸溶液

ペクチン酸 0.55g を 100 mlのクエン酸緩衝液に添加し、攪拌しながら溶解する。

1 M 炭酸ナトリウム溶液

炭酸ナトリウム (無水) 105.2 g を水に溶かして 1 lとする。

N/10 ヨウ素溶液

ヨウ素 14 g とヨウ化カリウム 36 g を水に溶かして 1 lとする。着色びんで保存する。

2 M 硫酸

水に硫酸 196.2 g を攪拌しながら徐々に加え、1 lにフィルアップする。

可溶性デンプン溶液

可溶性デンプン 2 g を少量の水によく懸濁させ熱水 100 ml中に徐々に注ぎ、1~2 分間煮沸した後冷却する。

N/50 チオ硫酸ナトリウム溶液

チオ硫酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 4.968 g を水に溶かして 1 lとする。

131-34-2 酵素液の調製

検体約 1 g を精ひょうし、クエン酸緩衝液 100 mlに溶かして、ときどき振り混ぜながら 30°Cで 1 時間放置後ろ過する。

力価の測定に当たっては更に 1~10 倍に希釈する。

131-34-3 試験操作

ペクチン酸溶液 10 mlを 100 ml共栓付三角フラスコにとり、あらかじめ 40°Cに加温する。これに酵素液 1 mlを加え、40°Cで 30 分間反応させた後、1 M 炭酸ナトリウム溶液を 3 ml加える。

次に N/10 ヨウ素溶液 6 mlを加え、暗所に 30 分間放置する。

その後 2 M 硫酸 6 mlを加え、N/50 チオ硫酸ナトリウム溶液で、デンプン溶液を指示薬として滴定する。このときの滴定値を a mlとする。

別に対照として 100 ml共栓付三角フラスコに 1 M 炭酸ナトリウム溶液 3 mlを入れ、これに酵素液 1 mlを加える。次にペクチン酸溶液 10 mlを加え、更に N/10 ヨウ素溶液 6 mlを加え混合した後、暗所に 30 分間放置する。放置後同様に滴定し、このときの滴定値を b mlとする。

131-34-4 力価の表示

温度 40°Cにおいて、ペクチン酸から 30 分間で $1 \mu\text{mol}$ のガラクチュロン酸を生成する力価を 2 単位とする。検体 1 g あたりの力価は次式によって求める。

$$\text{力価} = (b-a) \times 513 \times \frac{2}{\text{検体 (g)}} \times \frac{1}{50} \times \text{希釈倍率}$$

(注) 還元されたヨウ素 1 mg 当量はガラクトキロン酸 0.513 mg 当量に相当する。

131-35 鉄 溶 出

131-3 による。

131-36 鉛

131-4 による。

131-37 ヒ 素

131-5 による。

131-38 細 菌 数

131-38-1 試薬

ペプトン-肉汁培地

ペプトン 10 g、ブイヨン肉汁エキス 10 g と食塩 5 g を水 1 ℓ に溶かし、pH 7.0 前後に調整後、寒天 10～15 g を加える。これを加熱溶解し、熱いうちにガーゼでろ過したものを綿栓付殺菌フラスコに分注し、加圧殺菌を行う。

131-38-2 検体の調製

検体 1 g を精ひょうし、99 ml の滅菌水中に懸濁する。この 1 ml をとり、99 ml の滅菌水で希釈する。

131-38-3 試験操作

ペプトン肉汁寒天培地を加熱によって融解し、固まらないように保温する。検体 1 ml を滅菌済シャーレにとり、これに上記培地 10～15 ml を加え混合後、寒天を固化させる。これを 37℃ で 48 時間培養し、コロニーを生成させる。コロニーを計数し、希釈倍率を乗じて検体 1 g 中の細菌数を求める。

二酸化ケイ素を主成分とするもの

131-39 清 澄 効 果

131-1 による。

131-40 鉄 分

131-40-1 試薬

N/2 無鉄塩酸

鉄標準溶液(原子吸光用)

131-40-2 試験操作

検体 10 mlをるつぼにとり、105℃で蒸発乾固したあと N/2 無鉄塩酸を加えて原容に戻し、原子吸光光度計により定量する。

113-41 鉛

131-4 による。

131-42 ヒ素

131-5 による。

131-43 火落菌

131-6 による。

その他のおり下げ剤

131-44 清澄効果

131-1 による。

131-45 鉄溶出

131-3 による。

131-46 鉛

131-4 による。

131-47 ヒ素

131-5 による。

131-48 火落菌

131-6 による。

酒質保全

ウレアーゼを主成分とするもの

131-49 効能

説明書に記載されている方法に従い処理し、効能を判定する。

131-50 鉄 溶 出

131-3 による。

131-51 鉛

131-4 による。

131-52 ヒ 素

131-5 による。

131-53 火 落 菌

131-6 による。

酸化防止、酒質保全、再発酵防止、酸度調整又は酒質矯正

既存添加物名簿に掲載されている指定告示物品又はこれらを使用した製剤

131-54 効 能

131-49 による。

131-55 酒質への影響

説明書に記載されている方法に従い処理し、色、香り、味等に異常をきたさないか判定する。

131-56 鉄 溶 出

131-3 による。

131-57 鉛

131-4 による。

131-58 ヒ 素

131-5 による。

131-59 火 落 菌

131-6 による。

上記以外の長官指定告示物品

131-60 規格基準

食品衛生法規格基準により、食品、添加物等の規格基準・保存基準各条に合致するか判定する。

副 剤

長官指定告示物品の機能を安定的かつ効果的に発揮させるために共存させる必要最小限度の物品

131-61 酒質への影響

説明書に記載されている方法に従い処理し、色、香り、味等に異常をきたさないか判定する。

131-62 鉄 溶 出

131-3 による。

131-63 鉛

131-4 による。

131-64 ヒ 素

131-5 による。

131-65 火 落 菌

131-6 による。