

JECFA=GC 装置の適正試験サンプル

適正試験用サンプル 中の成分	溶出順序		標準化された面積百分率 (%) 〔FIDによる〕	
	非極性カラム	極性カラム	非極性カラム	極性カラム
Benzyl alcohol	1	4	22.0	21.3
Acetophenone	2	2	21.1	21.4
Linalool	3	1	20.8	21.0
Benzyl acetate	4	3	18.6	19.1
Hydroxycitronellal	5	5	16.7	16.7

## 研究 1 香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比に対する直線性の 検証

### 1) 試料

- a) プロピオン酸 (GC 純度 99.5%)  
内標準物質 ジノルマルブチルエーテル (GC 純度 100.0%)
- b)  $\beta$ -メントール (GC 純度 100.0%)  
内標準物質 ベンジルアルコール (GC 純度 100.0%)
- c) オクタナール (GC 純度 99.2%)  
内標準物質 6-メチル-5-ヘプテン-2-オン (GC 純度 99.3%)
- d) 酢酸ブチル (GC 純度 99.9%)  
内標準物質 6-メチル-5-ヘプテン-2-オン (GC 純度 99.3%)
- e) 酢酸ベンジル (GC 純度 99.8%)  
内標準物質 酪酸シクロヘキシル (GC 純度 99.7%)
- f) 酪酸シクロヘキシル (GC 純度 99.7%)  
内標準物質 酢酸ベンジル (GC 純度 99.8%)
- g) アセトフェノン (GC 純度 99.1%)  
内標準物質 2-ウンデカノン (GC 純度 99.4%)
- h)  $\gamma$ -ウンデカラク톤 (GC 純度 98.4%)  
内標準物質  $\gamma$ -デカラク톤 (GC 純度 97.9%)

いずれも市販流通している食品添加物規格品

### 2) 方法

被検香料化合物および内標準物質は 0.7/1.0、0.85/1.0、1.0/1.0、1.15/1.0、1.3/

1.0の5種類の重量比で混合したものを検液とし、それぞれ5検液を調製した。計25点の検液を非極性カラムと極性カラムのGCで1回測定し、被検香料化合物と内標準物質の面積値を求め、検量線を作成した。測定は1被検香料化合物について2研究室が担当して行った。

### 3) 結果および考察

GC測定より得られた25検液のデータ(表-7~14)について、香料化合物の重量/内標準物質の重量をx軸に、香料化合物の面積値/内標準物質の面積値をy軸にプロットし、検量線と寄与率を求め、図-1~8および表-5に示した。この結果より、8研究室の全ての検量線において危険率1%で各々有意の相関があり、相関係数(R)は全ての検量線で0.99以上となったため、検量線の直線性が検証された。

さらに、官能基の異なる香料化合物を用いても、またGC測定条件の異なる8研究室において同様な検量線が得られたことより、GC装置やカラムの種類が異なっても、支障なく測定できることが示された。

## 研究 2 香料化合物の純度とピーク面積比に対する直線性の検証

### 1) 試料

- a) プロピオン酸 (GC純度 99.5%)  
内標準物質 ジノルマルブチルエーテル (GC純度 100.0%)
  - b) l-メントール (GC純度 100.0%)  
内標準物質 ベンジルアルコール (GC純度 100.0%)
  - c) オクタナール (GC純度 99.2%)  
内標準物質 6-メチル-5-ヘプテン-2-オン (GC純度 99.3%)
  - d) 酢酸ブチル (GC純度 99.9%)  
内標準物質 6-メチル-5-ヘプテン-2-オン (GC純度 99.3%)
  - e) 酢酸ベンジル (GC純度 99.8%)  
内標準物質 酪酸シクロヘキシル (GC純度 99.7%)
  - f) 酪酸シクロヘキシル (GC純度 99.7%)  
内標準物質 酢酸ベンジル (GC純度 99.8%)
  - g) アセトフェノン (GC純度 99.1%)  
内標準物質 2-ウンデカノン (GC純度 99.4%)
  - h)  $\gamma$ -ウンデカラクトン (GC純度 98.4%)  
内標準物質  $\gamma$ -デカラクトン (GC純度 97.9%)
  - i) ベンジルベンゾエート (GC純度 100.0%)
- いずれも市販流通している食品添加物規格品

## 2) 方法

被検香料化合物に純度調製物質としてベンジルベンゾエートを 10、6、3、0 重量%混合することにより、被検香料化合物の純度を 90、94、97、100%とした。各々の純度の被検香料化合物と内標準物質を 1.0/1.0 の重量比で混合した 4 種類の検液をそれぞれ 5 検液ずつ作成し、計 20 点の検液を非極性カラムと極性カラムの GC で測定し、被検香料化合物と内標準物質の面積値を求め、検量線を作成した。測定は 1 被検香料化合物について 2 研究室が担当して行った。測定結果に基づいて下記の計算式で面積補正係数の逆数  $1/F$  を求めた。

$$1/F = \frac{A}{B + C} \times \frac{D}{E}$$

A : 被検香料化合物のピーク面積

B : 被検香料化合物の重量

C : ベンジルベンゾエートの重量

D : 内標準物質の重量

E : 内標準物質のピーク面積

## 3) 結果および考察

GC 測定より得られた 20 検液のデータ (表-15~30) を用い、被検香料化合物の純度を x 軸に、 $1/F$  を y 軸にプロットし、この 20 点のデータによる検量線と寄与率を求め、図-9~16 および表-6 に示した。この結果より、8 香料化合物における 8 研究室の全ての検量線において危険率 1% で各々有意の相関があり、相関係数 (R) は全て 0.99 以上であったため、検量線の直線性が検証された。

なお、本実験では被検香料化合物の純度が 90% 以上の場合について検証を行ったが、この濃度範囲は流通する一般の香料化合物の純度を網羅するに十分な範囲であると考えられる。

## 研究 3 香料化合物の一点検量法による含量測定

### 1) 試料

- a) プロピオン酸 (GC 純度 99.5%)
- b)  $\rho$ -メントール (GC 純度 100.0%)
- c) オクタナール (GC 純度 99.2%)
- d) 酢酸ブチル (GC 純度 99.9%)
- e) 酢酸ベンジル (GC 純度 99.8%)
- f) 酪酸シクロヘキシル (GC 純度 99.7%)
- g) アセトフェノン (GC 純度 99.1%)
- h)  $\gamma$ -ウンデカラクトン (GC 純度 98.4%)

i) ベンジルベンゾエート (GC 純度 100.0%)

いずれも市販流通している食品添加物規格品

## 2) 方法

研究 2 の方法と同様にベンジルベンゾエートで被検香料化合物 8 品目を 90、94 および 97% に調製し測定した。その結果に基づいて下記の計算式で含量を算出し、測定値と純度を比較した。

$$G = \frac{H \times I}{J \times K} \times \frac{L \times M \times N}{O \times P} \times 100$$

G : 一点検量法で得られた被検香料化合物の含量% (測定値)

H : 被検香料化合物のピーク面積

I : ベンジルベンゾエートを添加していない被検香料化合物に混合した内標準物質のピーク面積

J : ベンジルベンゾエートを添加していない被検香料化合物のピーク面積

K : 被検香料化合物に混合した内標準物質のピーク面積

L : ベンジルベンゾエートを添加していない被検香料化合物の重量

M : ベンジルベンゾエートを添加していない被検香料化合物の GC 純度 (%) × 0.01

N : 被検香料化合物に混合した内標準物質の重量

O : 被検香料化合物の重量

P : ベンジルベンゾエートを添加していない被検香料化合物に混合した内標準物質の重量

$$Q = \frac{G}{R}$$

Q : 測定値 / 真値

R : 検体混合物中の被検香料化合物の重量%

## 3) 結果および考察

15 検液の GC 測定データを用い、各検液の一点検量法で得られた被検香料化合物の含量% (測定値) と検体混合物中の被検香料化合物の重量% (真値) との比「測定値 / 真値」を算出し、また、各純度における 5 検液の「測定値 / 真値」について AVER、SD、RSD を算出した。その結果は「測定値 / 真値」のすべての値が 0.98 以上であり、またその RSD も最大で 0.60 と十分低い値であった。表-15~30 に測定データを、また表-31 に AVER、SD、RSD をまとめて示した。

以上の結果より、この一点検量法による含量測定法は香料化合物の純度が90%以上において精度が高くかつ簡便で実用的な香料化合物の定量法であることが証明された。

## C. まとめ

GCによる「面積百分率法」を補う簡易な内標準含量測定法を開発すべく、これまで検討してきた「難揮発性および不揮発性物質の簡易検査法」およびその定量的な直線性のモデル試料（ベンジルアルコール）による検証結果を基に、今回、本法の実用性を確認するため、食品衛生法施行規則別表第2に記載されている香料化合物の中から、官能基を基準に選別した8品目を使用して検証を行った。

### ①香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比に対する直線性の検証

試料量と内標準物質の間での直線性を確認するため、相対比が重量比で0.7/1.0~1.3/1.0の間の5点での面積比と重量比の相関を検討した。その結果、上記の8品目の試料すべてにおいて相関係数(R)は、0.99以上となり直線性が確認された。

### ②香料化合物の純度とピーク面積比に対する直線性の検証

試料純度と面積補正係数の逆数との直線性を確認するために、純度が90~100%の間の4点での純度と面積比・重量比の相関を検討した。その結果、上記の8品目の試料すべてにおいて相関係数(R)は、0.99以上となり直線性が確認された。

### ③香料化合物の一点検量法による含量測定

上記8品目について、ベンジルベンゾエートを不純物としたモデル混合試料として、内標準物質と1.0/1.0での一点検量による簡易定量法により含量測定し、理論値と実測値の良好な一致が確認された。

以上の結果より、面積百分率法に一点検量法を組み合わせたGCによる含量測定法は、汎用的に一般の香料化合物に利用可能であることが結論され、今後、香料化合物全般に亘るGC法の適用範囲を定めていくことが課題となる。

## おわりに

本報告書の結果が、現行の食品添加物公定書記載「一般試験法：香料試験法」の化学的含有測定法と同時により実用的な香料化合物の含有測定法として、GC法が記載されるための一助となることを期待する。

本研究は、日本香料工業会の食品香料委員会および同委員会内に組織されている技術専門委員会が行ったものである。特に、当工業会加盟会社により香料化合物および分析化学に豊富な知見と技術を有するスタッフからなる技術専門委員会の研究努力とその成果に負

うところが多い。参加研究者は下記の通りである。

大崎 和彦	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
渋谷 三郎	高砂香料工業株式会社
立場 秀樹	小川香料株式会社
富澤 政仁	小林香料株式会社
仁井 皓迪	長岡香料株式会社
長谷部 昭雄	曾田香料株式会社
東仲 隆治	日本香料薬品株式会社
渡部 一郎	長谷川香料株式会社
我妻 譲	塩野香料株式会社
秋山 靖	稲畑香料株式会社
石田 正秀	曾田香料株式会社
石塚 茂樹	小林香料株式会社
馬野 克己	高田香料株式会社
岡村 弘之	長谷川香料株式会社
嘉屋 和史	株式会社昭和農芸
佐藤 朗好	高砂香料工業株式会社
佐藤 修司	クエスト・インターナショナル・ジャパン株式会社
杉沢 義夫	アイ・エフ・エフ日本株式会社
鈴木 潤	曾田香料株式会社
関谷 史子	高砂香料工業株式会社
野崎 忠	株式会社井上香料製造所
土屋 一行	ジボダン ジャパン株式会社
所 一彦	高砂香料工業株式会社
福本 隆行	三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
彌勒地 義治	理研香料工業株式会社
山本 隆志	小川香料株式会社
川村 洋	日本香料工業会
丸山 進平	日本香料工業会

#### D. 健康危機管理情報

我が国で使用されている香料化合物の品目数は 2,577 (平成 12 年度調査)、これらの含量を迅速に且つ成分内容を正確に測定できる方法を確立することは、香料の安全性の質の向上に大きく寄与するものである。

## 引用文献リスト

1. 日本香料工業会：平成 12 年度厚生科学研究報告書「日本における食品香料化合物の使用実態調査」（平成 13 年 3 月）
2. 日本香料工業会：平成 11 年度厚生科学研究報告書「香料化合物のガスクロマトグラフィーによる含量測定法の検討」（平成 12 年 3 月）
3. 日本香料工業会：平成 13 年度厚生科学研究報告書「香料化合物の含量測定法における GC 法の有効性の検討」（平成 14 年 3 月）
4. 日本規格協会編，「JIS ハンドブック 化学分析」，日本規格協会（1997）30 ページ
5. Fifty-third meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives(JECFA) ,held in Geneva,6-15 June 2000.  
Compendium of food additive specifications Addendum 8  
Section B. Specifications of certain flavouring agents  
Gas Chromatographic (GC) assay of flavouring agents
6. FOOD CHEMICALS CODEX FOURTH EDITION 569-570(1996) National Academy Press

表一1 ガスクロマトグラム測定条件

Lab. No. (測定条件)	カラム			キャリアーガス			温度			注入量	スプリット比
	種類	サイズ	膜厚	ガス	流速	オープン	注入口	検出器			
									非極性		
1	DB-1	0.25mm × 30	0.25 μm	N <sub>2</sub>	0.7ml/m	80~210°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:250	
	DB-WAX	0.25mm × 30	0.25 μm	N <sub>2</sub>	0.7ml/m	80~210°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:250	
2	HP-1	0.25mm × 30	0.25 μm	N <sub>2</sub>	0.7ml/m	80~230°C(3°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:200	
	DB-WAX	0.25mm × 30	0.25 μm	N <sub>2</sub>	0.7ml/m	80~230°C(3°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:200	
3	DB-1	0.32mm × 30	0.25 μm	He	1.0ml/m	60~230°C(5°C)	250°C	250°C	0.5 μl	1:100	
	DB-WAX	0.32mm × 30	0.25 μm	He	1.0ml/m	60~230°C(5°C)	250°C	250°C	0.5 μl	1:100	
4	DB-1	0.25mm × 30	0.25 μm	He	1.0ml/m	50~240°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:150	
	HP-INNOWAX	0.25mm × 30	0.25 μm	He	1.0ml/m	50~240°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:150	
5	TC-1	0.25mm × 30	0.25 μm	He	0.8ml/m	50~240°C(5°C)、5min	250°C	250°C	0.1 μl	1:100	
	TC-WAX	0.25mm × 30	0.25 μm	He	0.8ml/m	50~240°C(5°C)、5min	250°C	250°C	0.1 μl	1:100	
6	DB-1	0.32mm × 30	1.00 μm	He	1.0ml/m	50~250°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:100	
	DB-WAX	0.25mm × 30	0.25 μm	He	1.0ml/m	50~250°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:100	
7	TC-1	0.25mm × 60	0.25 μm	He	1.2ml/m	50~240°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:60	
	TC-WAX	0.25mm × 60	0.25 μm	He	1.2ml/m	50~240°C(5°C)	250°C	250°C	0.2 μl	1:60	
8	TC-1	0.25mm × 30	0.25 μm	N <sub>2</sub>	1.0ml/m	70~230°C(5°C)	250°C	250°C	1.0 μl	1:150	
	TC-WAX	0.25mm × 30	0.25 μm	N <sub>2</sub>	1.0ml/m	70~230°C(5°C)	250°C	250°C	1.0 μl	1:150	



表-2 GC装置の適正試験

①非極性カラム

Lab. No.	面積百分率(%)平均値								平均	RSD(%)	JECFA 標準値
	1	2	3	4	5	6	7	8			
Benzyl alcohol	22.0	21.7	22.3	21.8	21.4	21.7	22.0	22.1	21.9	1.3	22.0
Acetophenone	21.4	21.0	20.8	21.0	21.2	21.0	21.3	21.2	21.1	0.9	21.1
Linalool	21.2	21.1	20.8	21.4	21.6	21.0	21.4	20.4	21.1	1.8	20.8
Benzyl acetate	18.8	18.6	18.9	18.9	18.8	18.6	18.8	18.5	18.7	0.8	18.6
Hydroxycitronellal	16.6	16.5	17.2	16.9	16.9	16.3	16.4	15.9	16.6	2.5	16.7

②極性カラム

Lab. No.	面積百分率(%)平均値								平均	RSD(%)	JECFA 標準値
	1	2	3	4	5	6	7	8			
Benzyl alcohol	21.9	21.7	22.3	22.0	21.7	21.6	22.0	21.2	21.6	1.5	21.3
Acetophenone	21.3	21.0	21.2	21.2	21.1	20.9	21.2	21.0	21.2	0.6	21.4
Linalool	21.6	21.2	21.2	21.5	21.5	21.1	21.7	21.6	21.6	1.0	21.0
Benzyl acetate	18.9	18.6	19.0	18.8	18.8	18.6	18.7	18.8	18.9	0.7	19.1
Hydroxycitronellal	16.4	16.5	16.2	16.5	16.8	16.3	16.2	16.1	16.3	1.4	16.7

表-3 被検香料化合物のGC面積百分率法による含量測定

①非極性カラム

Lab. No.	被検香料化合物	面積百分率(%)					平均	RSD (%)
	内標準物質	1	2	3	4	5		
1	Propionic acid	99.7	99.6	99.6	99.7	99.6	99.6	0.01
	Di-n-butyl ether	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
2	Propionic acid	99.6	99.6	99.5	99.5	99.5	99.5	0.02
	Di-n-butyl ether	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
1	l-Menthol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	Benzyl alcohol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
2	l-Menthol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.01
	Benzyl alcohol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
3	Octanal	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	6-Methyl-5-hepten-2-one	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
4	Octanal	99.2	99.2	99.2	99.2	99.2	99.2	0.02
	6-Methyl-5-hepten-2-one	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	0.01
3	Butyl acetate	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	6-Methyl-5-hepten-2-one	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
4	Butyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.02
	6-Methyl-5-hepten-2-one	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	0.01
5	Benzyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.00
	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
6	Benzyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.00
	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
5	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
	Benzyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.00
6	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
	Benzyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.00
7	Acetophenone	99.1	99.5	99.5	99.4	99.1	99.3	0.18
	2-Undecanone	99.4	99.4	99.6	99.6	99.6	99.5	0.12
8	Acetophenone	99.5	99.5	99.6	99.6	99.6	99.6	0.03
	2-Undecanone	99.4	99.4	99.4	99.5	99.5	99.4	0.06
7	γ-Undecalactone	98.8	98.8	97.9	98.8	97.5	98.4	0.65
	γ-Decalactone	97.8	97.9	98.4	97.7	97.8	97.9	0.27
8	γ-Undecalactone	98.6	98.5	98.5	98.6	98.6	98.6	0.06
	γ-Decalactone	97.9	97.9	97.9	97.9	97.9	97.9	0.00

表-4 被検香料化合物のGC面積百分率法による含量測定

②極性カラム

Lab. No.	被検香料化合物	面積百分率(%)					平均	RSD (%)
	内標準物質	1	2	3	4	5		
1	Propionic acid	99.6	99.6	99.6	99.5	99.5	99.6	0.01
	Di-n-butyl ether	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
2	Propionic acid	99.6	99.6	99.6	99.6	99.6	99.6	0.00
	Di-n-butyl ether	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
1	l-Menthol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	Benzyl alcohol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
2	l-Menthol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	Benzyl alcohol	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
3	Octanal	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	6-Methyl-5-hepten-2-one	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
4	Octanal	99.3	99.2	99.2	99.2	99.2	99.2	0.02
	6-Methyl-5-hepten-2-one	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	0.01
3	Butyl acetate	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	6-Methyl-5-hepten-2-one	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
4	Butyl acetate	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	0.00
	6-Methyl-5-hepten-2-one	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	99.3	0.01
5	Benzyl acetate	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	0.00
	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
6	Benzyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.00
	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
5	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
	Benzyl acetate	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	99.8	0.00
6	Cyclohexyl butyrate	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	99.7	0.00
	Benzyl acetate	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	99.9	0.00
7	Acetophenone	98.9	99.3	99.3	99.0	98.9	99.1	0.19
	2-Undecanone	99.5	99.6	99.8	99.8	99.7	99.7	0.13
8	Acetophenone	99.6	99.6	99.6	99.5	99.5	99.6	0.06
	2-Undecanone	99.8	99.9	99.8	99.7	99.7	99.8	0.08
7	$\gamma$ -Undecalactone	99.0	98.9	98.0	97.9	98.8	98.5	0.53
	$\gamma$ -Decalactone	97.9	98.0	98.5	97.8	97.9	98.0	0.30
8	$\gamma$ -Undecalactone	98.7	98.7	98.7	98.7	98.7	98.7	0.00
	$\gamma$ -Decalactone	97.9	97.9	97.9	97.9	97.9	97.9	0.00

表一5 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比の検量線および寄与率

被検香料化合物	Lab. No.	非極性		極性	
		検量線	寄与率	検量線	寄与率
Propionic acid	1	$y = 0.5248x - 0.0161$	0.9996	$y = 0.5206x - 0.0012$	0.9999
	2	$y = 0.5175x + 0.0026$	1.0000	$y = 0.5189x + 0.0008$	1.0000
l-Menthol	1	$y = 0.9928x - 0.0038$	0.9999	$y = 1.0012x - 0.0027$	0.9999
	2	$y = 0.9908x - 0.0006$	1.0000	$y = 0.9917x - 0.0007$	1.0000
Octanal	3	$y = 0.9772x + 0.0044$	1.0000	$y = 0.7264x + 0.0267$	0.9934
	4	$y = 0.9857x + 0.0025$	0.9999	$y = 0.9564x + 0.0167$	0.9998
Butyl acetate	3	$y = 0.6944x + 0.0061$	0.9984	$y = 0.7280x - 0.0034$	0.9995
	4	$y = 0.7304x - 0.0039$	0.9983	$y = 0.7443x + 0.0046$	0.9979
Benzyl acetate	5	$y = 0.9801x + 0.0152$	0.9982	$y = 1.0249x - 0.0157$	0.9973
	6	$y = 1.0042x - 0.0006$	0.9998	$y = 1.0025x - 0.0011$	0.9998
Cyclohexyl butyrate	5	$y = 1.0064x - 0.0051$	0.9972	$y = 0.9959x - 0.0040$	0.9981
	6	$y = 0.9920x + 0.0050$	0.9990	$y = 0.9944x + 0.0048$	0.9990
Acetophenone	7	$y = 1.0081x + 0.0030$	0.9996	$y = 1.0244x - 0.0029$	0.9998
	8	$y = 1.0303x - 0.0424$	0.9989	$y = 1.0194x - 0.0404$	0.9979
γ-Undecalactone	7	$y = 1.0356x - 0.0012$	0.9996	$y = 1.0351x - 0.0039$	0.9998
	8	$y = 1.0193x + 0.0258$	0.9989	$y = 1.0272x + 0.0153$	0.9978

表一6 被検香料化合物の純度と1/Fの検量線および寄与率

被検香料化合物	Lab. No.	非極性		極性	
		検量線	寄与率	検量線	寄与率
Propionic acid	1	$y = 0.0056x - 0.0499$	0.9914	$y = 0.0050x + 0.0213$	0.9952
	2	$y = 0.0052x + 0.0045$	0.9984	$y = 0.0052x - 0.0035$	0.9985
l-Menthhol	1	$y = 0.0099x - 0.0035$	0.9955	$y = 0.0102x - 0.0183$	0.9990
	2	$y = 0.0101x - 0.0180$	0.9994	$y = 0.0096x + 0.0273$	0.9977
Octanal	3	$y = 0.0098x - 0.0006$	0.9989	$y = 0.0091x - 0.0153$	0.9932
	4	$y = 0.0101x - 0.0062$	0.9906	$y = 0.0103x - 0.0487$	0.9934
Butyl acetate	3	$y = 0.0072x + 0.0065$	0.9952	$y = 0.0079x - 0.0001$	0.9945
	4	$y = 0.0079x - 0.0370$	0.9955	$y = 0.0072x + 0.0081$	0.9928
Benzyl acetate	5	$y = 0.0101x - 0.0082$	0.9940	$y = 0.0104x - 0.0170$	0.9953
	6	$y = 0.0097x + 0.0316$	0.9925	$y = 0.0095x + 0.0463$	0.9936
Cyclohexyl butyrate	5	$y = 0.0094x + 0.0589$	0.9965	$y = 0.0089x + 0.0866$	0.9914
	6	$y = 0.0102x - 0.0177$	0.9932	$y = 0.0103x - 0.0235$	0.9961
Acetophenone	7	$y = 0.0118x - 0.1218$	0.9924	$y = 0.0121x - 0.1372$	0.9920
	8	$y = 0.0101x - 0.0080$	0.9969	$y = 0.0094x + 0.0483$	0.9953
γ-Undecalactone	7	$y = 0.0109x - 0.0388$	0.9975	$y = 0.0108x - 0.0307$	0.9982
	8	$y = 0.0108x - 0.0253$	0.9957	$y = 0.0100x + 0.0458$	0.9967

表一七 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

① 非極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
Propionic acid	1	1回目	0.705	0.354	0.852	0.429	1.010	0.510	1.149	0.589	1.297	0.665
		2回目	0.700	0.352	0.850	0.429	1.000	0.504	1.147	0.588	1.299	0.667
		3回目	0.701	0.353	0.849	0.429	0.998	0.503	1.154	0.591	1.299	0.664
		4回目	0.687	0.346	0.842	0.425	1.001	0.512	1.150	0.591	1.301	0.667
		5回目	0.693	0.349	0.850	0.429	1.005	0.514	1.152	0.589	1.301	0.665
Propionic acid	2	1回目	0.700	0.365	0.850	0.442	1.000	0.519	1.149	0.598	1.300	0.675
		2回目	0.700	0.365	0.850	0.442	1.000	0.521	1.150	0.598	1.300	0.675
		3回目	0.700	0.365	0.851	0.443	1.001	0.521	1.150	0.598	1.300	0.675
		4回目	0.701	0.365	0.851	0.442	1.001	0.520	1.149	0.598	1.301	0.676
		5回目	0.700	0.365	0.850	0.442	1.000	0.520	1.150	0.597	1.300	0.676
l-Menthol	1	1回目	0.690	0.681	0.850	0.841	0.997	0.981	1.147	1.135	1.297	1.279
		2回目	0.703	0.695	0.852	0.844	0.999	0.989	1.145	1.135	1.293	1.282
		3回目	0.697	0.685	0.845	0.837	0.998	0.984	1.146	1.134	1.297	1.284
		4回目	0.698	0.689	0.848	0.837	0.996	0.989	1.150	1.136	1.301	1.288
		5回目	0.698	0.689	0.851	0.842	1.000	0.990	1.151	1.142	1.298	1.284
l-Menthol	2	1回目	0.700	0.694	0.851	0.842	1.001	0.990	1.150	1.140	1.299	1.286
		2回目	0.699	0.692	0.851	0.842	0.999	0.991	1.151	1.140	1.299	1.286
		3回目	0.701	0.693	0.851	0.842	1.000	0.990	1.149	1.139	1.299	1.285
		4回目	0.699	0.692	0.850	0.842	1.000	0.990	1.149	1.139	1.301	1.288
		5回目	0.701	0.693	0.850	0.842	1.000	0.990	1.150	1.140	1.300	1.287

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量

b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値

表一8 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

② 極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
1		1回目	0.705	0.366	0.852	0.442	1.010	0.525	1.149	0.595	1.297	0.677
		2回目	0.700	0.366	0.850	0.443	1.000	0.520	1.147	0.597	1.299	0.674
		3回目	0.701	0.364	0.849	0.440	0.998	0.516	1.154	0.599	1.299	0.675
		4回目	0.687	0.356	0.842	0.437	1.001	0.519	1.150	0.596	1.301	0.676
		5回目	0.693	0.359	0.850	0.440	1.005	0.522	1.152	0.597	1.301	0.678
Propionic acid		1回目	0.700	0.364	0.850	0.442	1.000	0.519	1.149	0.597	1.300	0.675
		2回目	0.700	0.363	0.850	0.442	1.000	0.519	1.150	0.599	1.300	0.675
		3回目	0.700	0.365	0.851	0.442	1.001	0.520	1.150	0.598	1.300	0.675
		4回目	0.701	0.364	0.851	0.441	1.001	0.522	1.149	0.597	1.301	0.675
		5回目	0.700	0.365	0.850	0.441	1.000	0.519	1.150	0.597	1.300	0.677
1		1回目	0.690	0.689	0.850	0.849	0.997	0.994	1.147	1.146	1.297	1.300
		2回目	0.703	0.702	0.852	0.851	0.999	0.996	1.145	1.144	1.293	1.298
		3回目	0.697	0.697	0.845	0.844	0.998	0.997	1.146	1.143	1.297	1.295
		4回目	0.698	0.696	0.848	0.846	0.996	0.993	1.150	1.146	1.301	1.298
		5回目	0.698	0.697	0.851	0.847	1.000	0.998	1.151	1.150	1.298	1.295
2		1回目	0.700	0.689	0.851	0.835	1.001	0.985	1.150	1.135	1.299	1.283
		2回目	0.699	0.687	0.851	0.837	0.999	0.985	1.151	1.134	1.299	1.281
		3回目	0.701	0.688	0.851	0.835	1.000	0.983	1.149	1.133	1.299	1.281
		4回目	0.699	0.687	0.850	0.835	1.000	0.985	1.149	1.132	1.301	1.283
		5回目	0.701	0.689	0.850	0.835	1.000	0.985	1.150	1.133	1.300	1.281

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量  
b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値

表一9 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

① 非極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
Octanal	3	1回目	0.702	0.690	0.852	0.838	1.004	0.986	1.149	1.127	1.295	1.270
		2回目	0.695	0.683	0.850	0.835	1.007	0.989	1.150	1.130	1.297	1.271
		3回目	0.700	0.688	0.847	0.832	1.000	0.982	1.151	1.130	1.298	1.273
		4回目	0.701	0.689	0.848	0.832	1.002	0.985	1.148	1.126	1.299	1.273
		5回目	0.702	0.690	0.847	0.833	0.999	0.981	1.138	1.116	1.299	1.274
Butyl acetate	3	1回目	0.694	0.687	0.848	0.839	0.997	0.986	1.146	1.128	1.305	1.290
		2回目	0.701	0.694	0.849	0.839	0.982	0.971	1.147	1.130	1.296	1.282
		3回目	0.696	0.689	0.846	0.835	0.999	0.988	1.132	1.114	1.302	1.287
		4回目	0.704	0.696	0.859	0.850	0.980	0.969	1.140	1.128	1.291	1.277
		5回目	0.702	0.695	0.855	0.846	0.998	0.987	1.139	1.126	1.300	1.285
Butyl acetate	4	1回目	0.709	0.504	0.851	0.603	1.001	0.706	1.150	0.808	1.304	0.921
		2回目	0.696	0.496	0.702	0.485	1.004	0.700	1.151	0.804	1.305	0.909
		3回目	0.705	0.488	0.842	0.595	1.006	0.698	1.149	0.789	1.287	0.900
		4回目	0.694	0.489	0.856	0.601	0.999	0.705	1.133	0.800	1.300	0.912
		5回目	0.703	0.491	0.847	0.600	1.002	0.698	1.147	0.792	1.297	0.909
Butyl acetate	4	1回目	0.700	0.506	0.852	0.621	1.009	0.732	1.128	0.822	1.312	0.946
		2回目	0.699	0.502	0.851	0.618	0.996	0.718	1.157	0.856	1.304	0.956
		3回目	0.701	0.516	0.846	0.613	0.998	0.720	1.160	0.850	1.299	0.934
		4回目	0.699	0.509	0.851	0.619	0.994	0.711	1.136	0.827	1.308	0.952
		5回目	0.706	0.512	0.857	0.620	1.018	0.734	1.153	0.851	1.294	0.938

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量  
b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値



表一10 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

② 極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
Octanal	3	1回目	0.702	0.537	0.852	0.659	1.004	0.735	1.149	0.854	1.295	0.974
		2回目	0.695	0.532	0.850	0.630	1.007	0.756	1.150	0.873	1.297	0.977
		3回目	0.700	0.536	0.847	0.621	1.000	0.749	1.151	0.864	1.298	0.959
		4回目	0.701	0.537	0.848	0.657	1.002	0.737	1.148	0.856	1.299	0.995
		5回目	0.702	0.545	0.847	0.656	0.999	0.775	1.138	0.838	1.299	0.963
Butyl acetate	3	1回目	0.694	0.680	0.848	0.830	0.997	0.965	1.146	1.110	1.305	1.261
		2回目	0.701	0.687	0.849	0.828	0.982	0.952	1.147	1.113	1.296	1.256
		3回目	0.696	0.679	0.846	0.823	0.999	0.974	1.132	1.099	1.302	1.264
		4回目	0.704	0.690	0.859	0.842	0.980	0.956	1.140	1.100	1.291	1.255
		5回目	0.702	0.690	0.855	0.836	0.998	0.975	1.139	1.110	1.300	1.265
Butyl acetate	4	1回目	0.709	0.517	0.851	0.616	1.001	0.722	1.150	0.834	1.304	0.949
		2回目	0.696	0.508	0.702	0.509	1.004	0.732	1.151	0.836	1.305	0.948
		3回目	0.705	0.505	0.842	0.610	1.006	0.730	1.149	0.830	1.287	0.930
		4回目	0.694	0.503	0.856	0.615	0.999	0.722	1.133	0.829	1.300	0.944
		5回目	0.703	0.509	0.847	0.614	1.002	0.721	1.147	0.825	1.297	0.945
Butyl acetate	4	1回目	0.700	0.523	0.852	0.646	1.009	0.755	1.128	0.846	1.312	0.981
		2回目	0.699	0.516	0.851	0.636	0.996	0.738	1.157	0.879	1.304	0.979
		3回目	0.701	0.526	0.846	0.637	0.998	0.739	1.160	0.863	1.299	0.966
		4回目	0.699	0.523	0.851	0.642	0.994	0.744	1.136	0.866	1.308	0.961
		5回目	0.706	0.526	0.857	0.651	1.018	0.765	1.153	0.871	1.294	0.963

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量

b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値

表一11 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

① 非極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
Benzyl acetate	5	1回目	0.673	0.661	0.807	0.817	0.978	0.978	1.146	1.139	1.295	1.278
		2回目	0.701	0.698	0.830	0.845	1.001	0.997	1.151	1.128	1.288	1.259
		3回目	0.700	0.692	0.848	0.842	0.996	0.995	1.159	1.158	1.303	1.300
		4回目	0.699	0.695	0.823	0.838	0.991	0.986	1.146	1.135	1.293	1.287
		5回目	0.701	0.708	0.823	0.817	0.989	0.984	1.148	1.136	1.303	1.305
Benzyl acetate	6	1回目	0.701	0.707	0.860	0.865	1.013	1.010	1.155	1.159	1.303	1.306
		2回目	0.701	0.704	0.849	0.852	0.989	0.991	1.159	1.161	1.307	1.317
		3回目	0.706	0.707	0.852	0.858	1.006	1.007	1.154	1.162	1.301	1.306
		4回目	0.695	0.700	0.858	0.852	1.003	1.011	1.150	1.155	1.302	1.309
		5回目	0.699	0.702	0.858	0.864	0.991	0.990	1.164	1.167	1.293	1.297
Cyclohexyl butyrate	5	1回目	0.700	0.699	0.847	0.864	1.022	1.023	1.154	1.165	1.289	1.304
		2回目	0.701	0.677	0.846	0.830	0.999	1.003	1.148	1.141	1.293	1.271
		3回目	0.703	0.710	0.841	0.844	1.004	1.005	1.140	1.128	1.289	1.310
		4回目	0.702	0.701	0.847	0.848	1.009	1.015	1.154	1.155	1.306	1.319
		5回目	0.677	0.680	0.854	0.870	1.011	1.016	1.153	1.156	1.272	1.262
Cyclohexyl butyrate	6	1回目	0.664	0.682	0.842	0.839	0.987	0.990	1.148	1.141	1.306	1.319
		2回目	0.709	0.705	0.846	0.834	1.011	1.009	1.145	1.145	1.299	1.291
		3回目	0.704	0.700	0.848	0.850	0.994	0.993	1.142	1.129	1.291	1.280
		4回目	0.697	0.693	0.851	0.853	0.997	0.989	1.125	1.120	1.291	1.285
		5回目	0.692	0.689	0.851	0.845	1.009	1.010	1.155	1.147	1.300	1.292

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量

b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値

表-12 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

② 極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
Benzyl acetate	5	1回目	0.673	0.683	0.807	0.817	0.978	0.973	1.146	1.157	1.295	1.328
		2回目	0.701	0.700	0.830	0.844	1.001	1.003	1.151	1.149	1.288	1.301
		3回目	0.700	0.716	0.848	0.853	0.996	1.001	1.159	1.188	1.303	1.313
		4回目	0.699	0.701	0.823	0.815	0.991	0.996	1.146	1.155	1.293	1.336
		5回目	0.701	0.713	0.823	0.811	0.989	0.998	1.148	1.136	1.303	1.323
Cyclohexyl butyrate	6	1回目	0.701	0.705	0.860	0.863	1.013	1.008	1.155	1.157	1.303	1.303
		2回目	0.701	0.702	0.849	0.850	0.989	0.988	1.159	1.159	1.307	1.314
		3回目	0.706	0.706	0.852	0.857	1.006	1.005	1.154	1.159	1.301	1.303
		4回目	0.695	0.698	0.858	0.851	1.003	1.009	1.150	1.152	1.302	1.307
		5回目	0.699	0.700	0.858	0.862	0.991	0.988	1.164	1.164	1.293	1.295
Cyclohexyl butyrate	5	1回目	0.700	0.709	0.847	0.837	1.022	1.027	1.154	1.145	1.289	1.287
		2回目	0.701	0.697	0.846	0.830	0.999	0.997	1.148	1.143	1.293	1.293
		3回目	0.703	0.708	0.841	0.828	1.004	0.999	1.140	1.136	1.289	1.279
		4回目	0.702	0.677	0.847	0.822	1.009	1.004	1.154	1.156	1.306	1.281
		5回目	0.677	0.671	0.854	0.845	1.011	1.002	1.153	1.134	1.272	1.252
Cyclohexyl butyrate	6	1回目	0.664	0.683	0.842	0.841	0.987	0.993	1.148	1.143	1.306	1.322
		2回目	0.709	0.707	0.846	0.836	1.011	1.012	1.145	1.147	1.299	1.294
		3回目	0.704	0.702	0.848	0.851	0.994	0.995	1.142	1.132	1.291	1.283
		4回目	0.697	0.695	0.851	0.855	0.997	0.991	1.125	1.123	1.291	1.288
		5回目	0.692	0.691	0.851	0.847	1.009	1.012	1.155	1.150	1.300	1.296

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量

b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値

表-13 被検香料化合物と内標準物質の重量比とピーク面積比のデータ

① 非極性カラム

被検香料化合物	Lab. No.	重量比	0.7/1.0		0.85/1.0		1.0/1.0		1.15/1.0		1.3/1.0	
			A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>	A <sup>a)</sup>	B <sup>b)</sup>
Acetophenone	7	1回目	0.703	0.714	0.845	0.857	1.012	1.023	1.144	1.152	1.299	1.308
		2回目	0.698	0.710	0.846	0.856	0.999	1.014	1.150	1.160	1.299	1.312
		3回目	0.701	0.711	0.845	0.853	1.004	1.013	1.150	1.158	1.301	1.325
		4回目	0.700	0.707	0.848	0.858	1.001	1.006	1.141	1.149	1.300	1.306
		5回目	0.693	0.701	0.845	0.854	0.993	1.001	1.145	1.164	1.300	1.324
γ-Undecalactone	7	1回目	0.697	0.662	0.852	0.845	0.998	0.997	1.150	1.143	1.296	1.288
		2回目	0.697	0.665	0.851	0.842	0.997	0.994	1.151	1.141	1.296	1.287
		3回目	0.710	0.676	0.850	0.840	1.003	0.996	1.151	1.144	1.297	1.290
		4回目	0.702	0.678	0.851	0.840	1.003	0.997	1.150	1.140	1.300	1.287
		5回目	0.697	0.672	0.852	0.842	0.999	0.996	1.150	1.142	1.296	1.291
γ-Undecalactone	8	1回目	0.701	0.723	0.850	0.879	0.989	1.020	1.145	1.183	1.299	1.341
		2回目	0.702	0.723	0.846	0.872	1.000	1.038	1.141	1.182	1.295	1.344
		3回目	0.696	0.721	0.845	0.873	1.005	1.038	1.139	1.182	1.290	1.339
		4回目	0.697	0.728	0.846	0.883	0.997	1.033	1.148	1.183	1.299	1.347
		5回目	0.700	0.719	0.851	0.877	0.999	1.030	1.142	1.188	1.303	1.338
γ-Undecalactone	8	1回目	0.670	0.721	0.848	0.882	1.008	1.048	1.146	1.197	1.283	1.344
		2回目	0.670	0.725	0.848	0.887	1.008	1.050	1.146	1.199	1.284	1.338
		3回目	0.697	0.727	0.846	0.882	1.000	1.042	1.148	1.199	1.292	1.346
		4回目	0.697	0.728	0.844	0.885	1.000	1.045	1.150	1.189	1.298	1.346
		5回目	0.670	0.723	0.848	0.884	1.008	1.049	1.146	1.189	1.284	1.339

a)被検香料化合物の重量/内標準物質の重量

b)被検香料化合物の面積値/内標準物質の面積値