

ことから我が国で流通している乾燥唐辛子を原料に用いた製品について検査を行う必要が生じた

スタンⅠの検査法としては2003年9月にイギリスの食品基準庁(FSA Food Standards Agency)から示されたガイダンスノートに唐辛子製品中のスタンⅠのHPLCを用いた定性定量法が提示されている²⁾。今回、乾燥唐辛子製品中のスタンⅠを分析するにあたって、この方法を参考とすることにした。スタンⅠを始めとするフェニルアゾ系色素は欧米で化粧品・医薬品用として使用が認められ、また、我が国でも化粧品用の法定色素として認められているスタンⅢ³⁾など、食品用に転用される可能性のある色素も存在する⁴⁾。そこで、これらのうち橙色から赤色系の同族体色素について同時に分析する方法を検討したところ、良好な結果が得られたので報告する

B 研究方法

1 試料

市販のカイエヌペッパー粉末、チリパウダー(トウガラシ、食塩、クミン、その他香辛料)、パプリカ粉末、七味唐辛子(唐辛子、ゆず、ケシの実、麻の実、黒ごま、山椒、青海苔)、チリソース(唐辛子、砂糖、ニンニク、酢、EDTA・CaNa₂)、パスタソース(トマト、トマトピューレ、オリーブ油、塩、ニンニク、ライススターチ、パセリ、唐辛子)トムヤムペースト(唐辛子、植物油、レモンガラス、食塩、砂糖、香辛料、酸味料、調味料(アミノ酸))カレールウ(小麦粉、植物油、食塩、砂糖、カレー粉、パプリカ、パセリ、フェネル、レッドペッパー、香辛料、豆粉、ごま、調味料、

カラメル色素)を用いた()内は原材料である

2 試薬

1)混合標準溶液 スタンⅠ(CI 12055, 和光純薬工業(株)製),スタンⅡ(CI 12140, 東京化成工業(株)製),スタンⅢ(CI 26100, 和光純薬工業(株)製, クロマトグラフ用), スタンレッド G (CI 12150, メルク社製), スタンオレンジ G (CI 11920, アルドリッチ社製)の各50mgを精秤し、アセトンに溶解して100mLとしたものを混合標準原液とした。本液1mLは各色素500 μ gを含有する。これをエタノールで希釈し、0.5, 1.0, 2.0, 5.0, 10 μ g/mLの濃度系列を調製し、色素の混合標準溶液とした

2)アセトニトリル 高速液体クロマトグラフィ用

3)その他の試薬は市販特級品を用いた

3 装置

1)高速液体クロマトグラフ 日本分光工業(株)製 PU-2089 Plus 型ポンプ, 同 UV-2075 Plus 型紫外可視検出器, 同 AS 2057 Plus 型オートサンプラー, 同 CO 2065 Plus 型恒温槽及び(株)島津製作所製 C-R7A plus 型データ処理装置で構成したものをを用いた

2)ホモジナイザー (株)エスエムテール製 HF93 型

3)遠心分離器 (株)久保田製作所製 5100 型

4 試験溶液の調製

1)抽出 乾燥試料(カイエヌペッパー粉末、パプリカ粉末、チリパウダー、七味唐辛子)については、その5gをホモジナイザーカップに採り、これにエタノール50mLを加えて10分間ホモジナイス(10,000

rpm)した後、遠心分離(3,000 rpm)し、得られた上清を共栓メスシリンダーに分取した。遠心分離後の残渣に、再び、エタノール 45 mLを加え、同様に処理した後、上清を合わせ、エタノールを用いて 100 mLとした。これを 0.45 μ m のメンブレンフィルターでろ過し、試験溶液とした。

ペースト状の試料(チリソース、パスタソース、トムヤムペースト、カレールウ)については、その 10 g をホモシナイザーカップに採り、水分含量に応じて無水硫酸ナトリウムを 20~50 g 及びエタノール 50 mL を加えて 10 分間ホモシナイズした後、遠心分離し、得られた上清を共栓メスシリンダーに分取した。以下、乾燥試料と同様の操作を行い、試験溶液を調製した。

5 HPLC による定性及び定量

標準溶液及び試験溶液を高速液体クロマトグラフに付し、各色素の標準品の保持時間と比較し、定性を行った。また、標準溶液を用いて作成した検量線から試験溶液中の各色素の濃度を求めた。

HPLC 条件

カラム Capcell Pak C18 MG (5 μ m, 4.6 mm i.d. \times 250 mm, 資生堂(株)製), 移動相 アセトニトリル・水 (85/15) 混液, 流速 1.0 mL/min, カラム温度 40 $^{\circ}$ C, 検出波長 480 nm, 注入量 10 μ L

C 結果及び考察

1 抽出

試料からの抽出については、スタンⅠのみを対象とした FSA 提示の方法では抽出溶媒にメタノールを用いている。しかし、スタンⅡやスタンⅢではより極性が低くなり、トムヤムペースト等、脂質が存在する

試料ではメタノールへの移行率が低下するため、回収率が低くなる傾向が認められた。特にスタンⅢの回収率は低く 60%程度であった。そこで、メタノールより極性が低く、比較的脂質との分離もよいエタノールに変更したところ、スタンⅢで 70%以上の回収率が得られたことから抽出溶媒にはエタノールを用いることとした。また、チリソースやパスタソース中に含まれる水は抽出溶媒の極性を上げ、特に極性の低いスタンⅢの回収率低下の原因になると考えられたので、脱水剤として無水硫酸ナトリウムを添加することにした。

2 HPLC 条件

5 種の色素の分離条件についてはカラムに Capcell Pak C18 MG, 移動相にアセトニトリル・水系を用いて検討した。その結果、アセトニトリル・水の比率が 85/15 の時に 5 種の色素の分離もよく、分析時間も 30 分程度であることが分かった。また、各試料のエタノールで抽出したものを直接 HPLC に付してもクロマトグラム上に特に妨害となるピークも認められず、クリーンアップ操作を行う必要は特に認められなかった。そこで、エタノールで抽出したものをそのまま HPLC 用試験溶液とした。それぞれの保持時間はスタンレッド G で 7.6 分、スタンⅠで約 8.3 分、スタンⅡで 13.8 分、スタンⅢで 19.2 分であった。しかしながら、スタンオレンジ G は本条件下、3.8 分(ピーク A)と 6.6 分(ピーク B)の位置に 2 本のピークとして出現し、混合物であることが分かった。

3 検出波長

5 種の色素を高感度に同時に検出できる波長について検討した。それぞれの可視部

における極大波長はスダンレッド G で 500nm, スダン I で 480nm, スダン II で 500nm, スダン III では 510nm 付近であった。スダンオレンジ G ではピーク A は 380nm, ピーク B は 440nm 付近であったが, 各ピークの極大波長における吸収強度はほとんど同じであった。そこで, 検出波長としては, 前 4 種の色素が感度よく検出でき, スダンオレンジ G のピーク B も比較的感度よく検出できる 480nm とした。スダンオレンジ G の定量値は, 480nm ではピーク A の吸収強度がピーク B の 1/5 以下になることからピーク B を用いて算出することにした。図 1 に 5 種の色素のクロマトグラムを示した。

4 検量線

検量線は各色素の 0.5~10 $\mu\text{g/mL}$ の範囲で直線性が得られた。定量限界は試料あたり 5.0~10 $\mu\text{g/g}$ であった。

5 添加回収実験

市販のカイエヌペッパー粉末, チリパウダー, パプリカ粉末, 七味唐辛子には各色素を 100 及び 20 $\mu\text{g/g}$, チリソース, パスタソース, トムヤムペースト, カレールウについては 50 及び 10 $\mu\text{g/g}$ となるように添加し, 本法にしたがって添加回収実験を行った。結果は表 1 に示したように, トムヤムペーストやカレールウのような油脂を含有する食品では, 油溶性の高いスダン II 及びスダン III での回収率が低くなる傾向がみられたか, いずれも 70%以上とおおむね良好な回収率が確保できた。

カイエンペッパー粉末とトムヤムペーストのクロマトグラムを図 2 に示した。

本法は乾燥唐辛子を原料とした製品のスダン I 及びその同族体色素の分析法として

十分使用できるものと思われる。

D 結論

乾燥唐辛子を原料に用いた香辛料製品や調味料からのスダン I, スダン II, スダン III, スダンレッド G, スダンオレンジ G の赤色系油溶性色素の同時分析法について検討した。

試料からの抽出にはエタノールを用い, 分離, 定量は HPLC で行った。カラムは Capcell Pak C18 MG, 移動相にはアセトニトリル・水 (85 : 15) 混液を用いて分離し, 検出は波長 480 nm で行った。

各種の乾燥唐辛子製品に 10~100 $\mu\text{g/g}$ となるように添加して添加回収実験を行ったところ, 回収率は 72% 以上であった。また, 本法の定量限界は試料あたり 5.0~10 $\mu\text{g/g}$ であった。

本法の作成後, EU ではスダン I に加えて, スダン II, スダン III 等についても輸入時の検査済み証明を義務つけたこともあり⁹⁾, それに対応できる本法は有用であると考えられる。

E 文献

1) 東京都健康局食品医薬品安全部食品監視課事務連絡 “指定外添加物を検出したパスタソース「フラマープラント パスタソース・アラビアータ」の自主回収について” (情報提供) 平成 15 年 10 月 30 日,

2) Food Standards Agency “Guidance Notes on Sudan I in chilli imported from India”

(Sep 15, 2003) <http://www.foodstandards.gov.uk/foodindustry/guidance/notes/foodguid/sudanguidance>

3) 日本化粧品工業連合会編 法定色素ハンドブック, 82-84, 1988, 薬事日報社, 東京

4) 日本輸入食品安全推進協会編著 食品添加物インディクス, 98, 2002, 中央法規出版, 東京

5) EU “New measures to stop imports of chilli and chilli products with carcinogenic red dye ” (Jan 21, 2004) [http://europa.eu.int/comm/dgs/health_consumer/library/](http://europa.eu.int/comm/dgs/health_consumer/library/press/press326_en.pdf)

[press/press326_en.pdf](http://europa.eu.int/comm/dgs/health_consumer/library/press/press326_en.pdf)

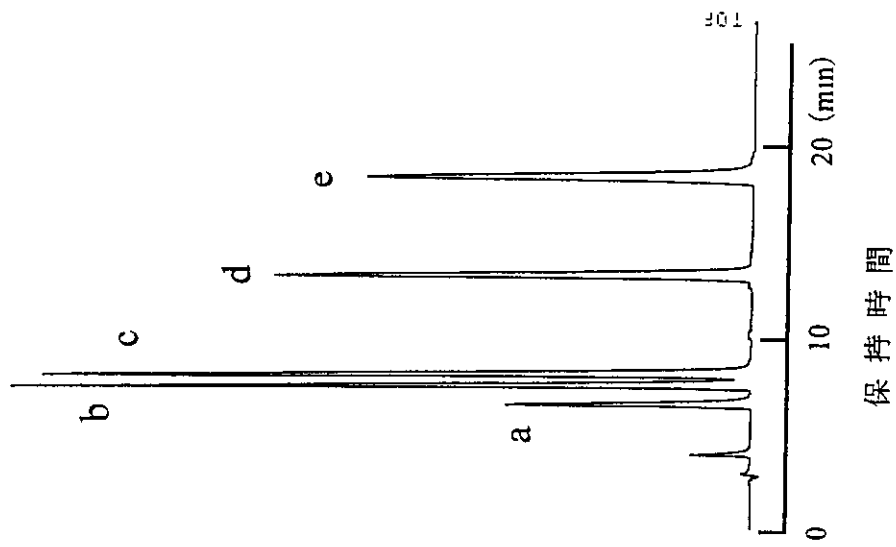


図1 混合色素標準溶液のクロマトグラム

混合色素標準溶液の濃度 5 µg/mL

a スダンオレンシG, b スダンレットG, c スダンI, d スダンII, e スタンIII
HPLC 条件

カラム Capcell Pak C18 MG (5 µm, 4.6 mm i.d. × 250 mm), 移動相 アセトニトリル・水
(85:15) 混液, 流速 1.0 mL/min, カラム温度 40 °C, 検出波長 480 nm, 注入量 10 µL

表 1 各種乾燥唐辛子製品からの 5 種の色素の添加回収率

品名	添加量 ($\mu\text{g/g}$)	回収率(%)				
		スタノレノノG	スタノレノドG	スタノI	スタノII	スタノIII
カイエンヌペーパー末	100	95.5	94.5	95.9	95.4	97.3
	20	93.2	96.8	94.6	96.5	93.6
パプリカ末	100	101	96.6	97.6	98.9	103
	20	87.8	101	96.5	100	105
チリパウダー	100	95.1	94.8	95.2	96.0	95.4
	20	90.6	97.8	98.2	95.7	96.1
七味唐辛子	100	92.5	93.5	94.0	95.3	93.4
	20	95.2	97.1	95.4	96.2	96.8
チリソース	50	93.5	95.0	95.4	94.9	96.6
	10	94.6	92.7	91.8	93.4	94.4
パスタソース	50	92.1	91.9	91.9	90.1	89.4
	10	90.3	88.4	86.1	84.7	84.1
トムヤムペースト	50	86.6	89.5	86.1	79.8	72.2
カレールー	50	92.1	91.6	91.4	86.1	76.2
	10	96.5	90.2	86.2	84.2	75.5

数値は平均値 (n=2~3) である

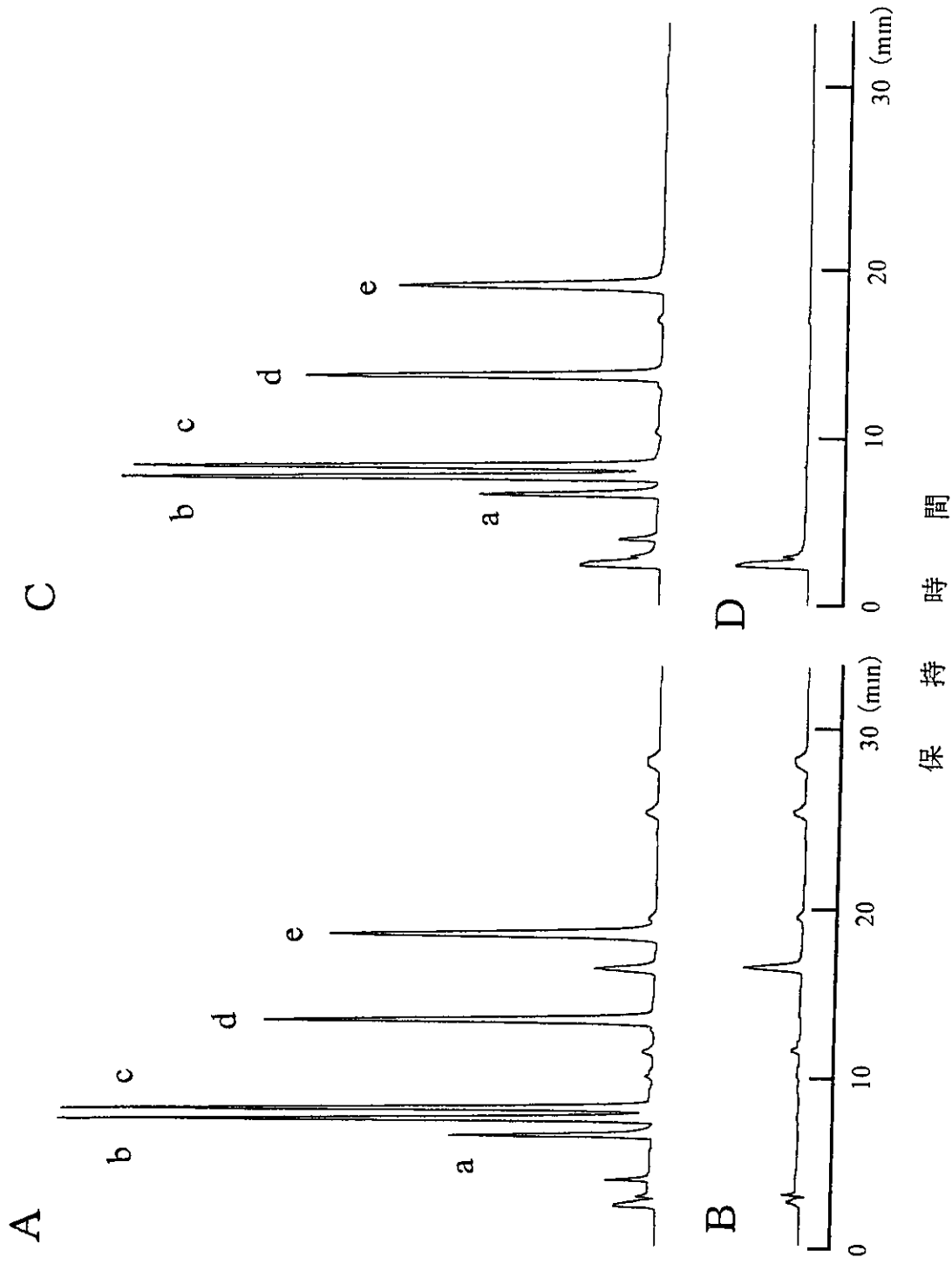


図2 5種の色素を添加した乾燥唐辛子製品の試験溶液のクロマトグラム
 A カイエニンヌパー末 (各 100 μ g/添加), B カイエニンヌパー末 (無添加),
 C トムヤムペースト (各 50 μ g/添加), D トムヤムペースト (無添加)
 a スダンオレンシG, b スダンレノトG, c スダンI, d スダンII, e スダンIII

2 牛乳中の亜塩素酸塩の分析法

A 研究目的

亜塩素酸ナトリウムは殺菌漂白剤として、柑橘類の果皮（菓子製造に用いるものに限る）、さくらんぼ、生食用野菜及び卵類（卵殻の部分に限る）、ふき、もも、ふとうに使用が許可されているか、最終製品に残留しないことか条件になっている。しかし、亜塩素酸は塩素臭がしないことから、野菜、食品製造機や容器等の殺菌漂白に使用された後、十分な濯きかなされないと亜塩素酸塩が残存し、食品に移行する懸念がある。

また、牛乳中に塩素系殺菌剤が存在するとクロロホルム等有機塩素化合物の生成の原因物質となることか明らかにされている。

1³⁾ 牛乳ビンあるいはパック等の殺菌消毒に用いられ、特に臭いのない亜塩素酸塩では残存か見過ごされる可能性が考えられる野菜、鮮魚の漬け汁等では亜塩素酸塩の分析⁴⁾が報告されているが、牛乳中の亜塩素酸塩に関しては報告が見られない。そこで、牛乳中の亜塩素酸塩の分析法を検討した。

B 研究方法

1) 試料

市販の牛乳 4 種類を用いた

2) 試薬

亜塩素酸ナトリウム 和光純薬社製、0.1 mole/L チオ硫酸ナトリウムを用いて滴定し、亜塩素酸ナトリウムの含有量を算出したところ 78.14%であった。

亜塩素酸ナトリウム標準原液 亜塩素酸ナトリウム 128 mg を正確に量り、水を加えてとかし、100 ml とした

o-シアニシシン・二塩酸塩 purified

crystals, Sigma

硝酸 精密分析用、70%、関東化学（株）製

テトラ n-ブチルアンモニウムヒドロキシド(TBAH) 10%水溶液、東京化成（株）製

メタノール 高速液体クロマトグラフ用超純水 水道水を Milli-RX Plus Milli Q SP Reagent Water System（ミリポア社製）で処理した

その他の試薬は市販の試薬特級を用いた

3) 器具及び装置

0.2 μm フィルター マイシヨリデスク W 25 2 水系、東ソー（株）製

冷却遠心分離器 himac CF 15R 日立製作所（株）製

ポストカラム反応装置付き HPLC システムコントローラー、オートインジェクター、ポンプ、カラムオープン及び UV VIB 検出器は LC-10A シリーズ、ポストカラム用オープン CRV-6A、データ処理装置 CR-7A Plus 島津製作所（株）製

4) HPLC 測定条件

カラム Shim-pack VP-ODS 2.0 mm 1 d x 250 mm

ガードカラム Shim-pack GVP ODS 2.0 mm 1 d x 5 mm

プレカラム Shim pack GRD ODS 4.0 mm 1 d x 250 mm

移動相 メタノール 20 ml に脱気した水 700 ml を加え、酢酸 2.0 g、10% TBAH 45 g を加えて混和後、10% TBAH で pH 6.365 に調整し、脱気した水で正確に 1,000 ml とした

カラムオープン温度 40℃

反応槽温度 80℃

反応部 混合部, PEEK coil 0.5 mm i.d. x 10 cm, 反応コイル, 0.25 mm i.d. x 5 m, プレヒートコイル, 0.25 mm i.d. x 4 m
抵抗部, 0.13 mm i.d. x 3m, 0.016 mm i.d. x 1 m

反応試液 脱気した水 700 ml に硝酸 60 ml, 及び臭化カリウム 10.0 g を加えた。これに α -シアニジン・二塩酸塩 500 mg をメタノール 200 ml で結晶が残らないように完全に溶解してから加え, 脱気した水で正確に 1,000 ml とした

測定波長 450 nm

流速 移動相, 0.3 ml/分, 反応試液, 0.1 ml/分

注入量 50 μ l

5) 試験溶液の調製

牛乳 10 g を遠心管に採り, 0.1 mole/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml, 次いで 0.1 mole/L 酢酸亜鉛溶液 1 ml を加え, 振り混ぜた。15,000 rpm, 5℃, 15 分間遠心分離し, 上清を採り, 0.1 mole/L 水酸化ナトリウム溶液 1 ml を加え, 水で 10 ml とした。0.2 μ m のフィルターを通過させ, HPLC 用試験溶液とした

6) HPLC による定性及び定量

標準溶液及び試験溶液をポストカラム誘導体化 HPLC に付し, 保持時間を比較し, 定性を行った。また, 標準溶液による検量線(図 1)から, 試料液中の亜塩素酸ナトリウムの濃度を算出した

C 結果及び考察

1) 前処理条件の検討

牛乳中に含まれるカゼインは, リン酸カルシウムの複化合物であり, 等電点 pH 4.6 で沈殿するが, 亜塩素酸ナトリウムは加熱及び酸性で不安定であるため, 加熱及び酸性による除タンパク剤は利用出来ない。また, アセトニトリル及びアセトンの有機溶媒による除タンパク操作では 15,000 rpm, 5℃, 15 分間の遠心分離後の上清に濁りが見られ, 0.2 μ m のフィルターも通過しにくい。更に, HPLC 上のピーク形状も悪く, 添加回収率も低かった(図 2)。そこで, 中性からアルカリ性の除タンパク剤として, 魚卵中の亜硝酸塩を分析する際, 除タンパク剤として用いられている, 酢酸亜鉛と水酸化ナトリウムを検討した。酢酸亜鉛はアルカリ性で水酸化亜鉛を生じ, 色素などの除去にも効果があることが知られている⁶⁾。牛乳中の細かいコロイド粒子を包み込み, 効果的な除タンパクが可能であると考えられた

牛乳 1 ml に 0.1 mole/L 酢酸亜鉛溶液 1 ml について 0.1 mole/L 水酸化ナトリウム 2 ml を加え混合した後, 15,000 rpm, 5℃, 15 分間遠心分離したが, 上清は白濁していて, 十分な除タンパク効果は得られなかった。これは, 用いた除タンパク剤がアルカリ性のため, 牛乳中の主成分であるカゼインが一部溶解し, 沈殿しなかったためと思われる。そこで, 0.1 mole/L 酢酸亜鉛 1 ml に対する 0.1 mole/L 水酸化ナトリウムの量を検討した。NaOH 1.5 ml ても若干の濁りがみられた。1 ml の場合は, 上清は透明であり, 0.2 μ m のフィルターも支障なく通過した

このろ液を試験溶液とし, HPLC を行ったところ, 亜塩素酸の保持時間前に負のピ

ークか出現した。このため、亜塩素酸は全く検出出来なかった。これは、逆相交換カートリッジ、限外ろ過等でも改善されなかった。これらの原因は試験溶液の pH がアルカリ性で無いため、亜塩素酸イオンが二酸化塩素となり、HPLC カラムに保持されないためと考えられた。よって、上清に 0.1 mole/L 水酸化ナトリウム 1 ml を加え、pH9 付近のアルカリ性にした。試験溶液中に過剰に残留している Zn^{2+} が再び白沈を生ずるため、水で 10ml とした後、0.2 μ m フィルターを通し、HPLC 用試験溶液とした (図 3)

2) 添加回収実験

試料の試験溶液では亜塩素酸の保持時間付近に夾雑物によるピークは見られなかった。0.2 ppm 濃度での添加回収率は平均 86.64% (n=6)、変動係数は 3.12% であり、良好な分析結果が得られた。

3) 市販牛乳中の亜塩素酸塩の分析

市販の牛乳 4 品目からは、亜塩素酸塩は検出されなかった。

D 結論

牛乳中の亜塩素酸塩の微量分析法を検討した。牛乳中のカゼインを除去するために、中性条件で除タンパクを行った。また、反応試液及び移動相の使用量を削減出来るセミマイクロポストカラム誘導体化 HPLC で測定が可能であった。定量限界 0.2 ppm の微量定量法が確立された。

E 文献

1) P. Tiefel, K. Guthy. Model tests for

the formation of chloroform by chlorine containing cleaning and disinfection products, *Milchwissenschaftl* 52, 686-691 (1997)

2) P. Resch, K. Guthy. Chloroform in milk and dairy products, *Deutsche Lebensmittel-Rundschau* 95, 418-423 (1999)

3) 日高利夫, 桐ヶ谷忠司, 上条昌彌, 木川寛, 河村太郎. ヘットスペース法を用いる野菜中の残留塩素及び低沸点有機塩素化合物の同時定量, *食衛誌*, 32, 308-314 (1991)

4) UV 検出イオンクロマトグラフィーによる野菜及び鶏卵に使用された亜塩素酸ナトリウムの分析と水浸漬効果. 鈴木仁, 奥本千代美, 勝木康隆, 友松俊夫, 田村行弘, 伊藤誉志男, 石綿肇, 山田隆, 西島基弘, *食衛誌*, 38, 22-26 (1997)

5) 齋田清隆, 宮沢啓貴, 櫻井有里子, 池野恵美, 桐ヶ谷忠司, 笹尾忠由, 長岡登. 魚浸漬液中における亜塩素酸イオンの分析と挙動, 第 39 回全国衛生化学技術協議会年会 p. 74-75 (2002)

6) 第 2 版 食品中の食品添加物分析法. 厚生省生活衛生局食品化学課, p. 98-101 (2000)

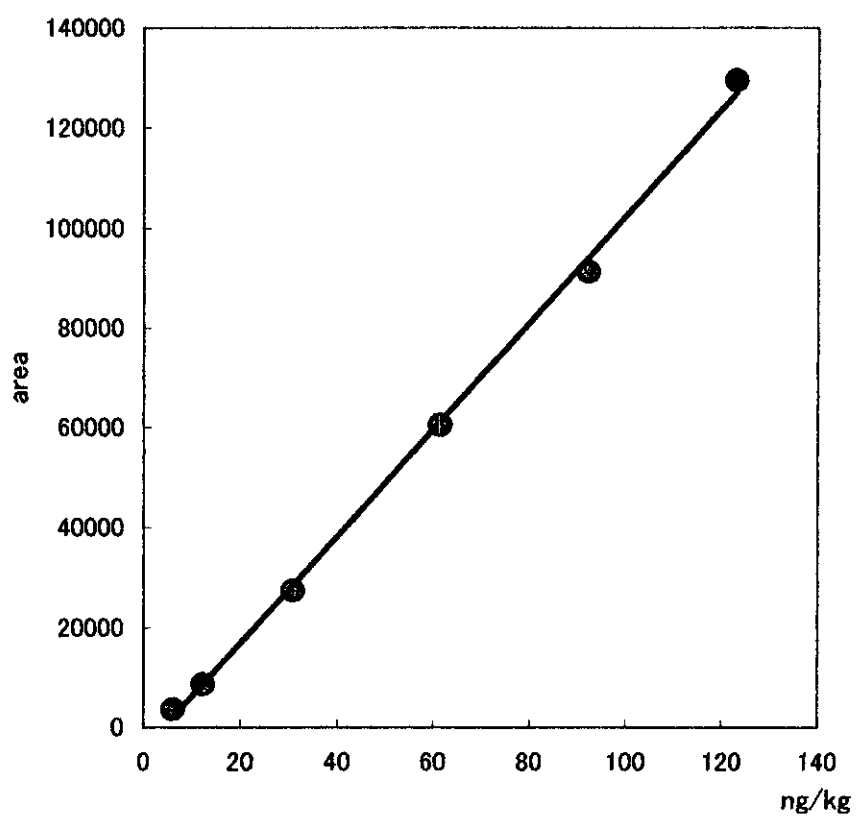


図 1 亜塩素酸ナトリウムの検量線

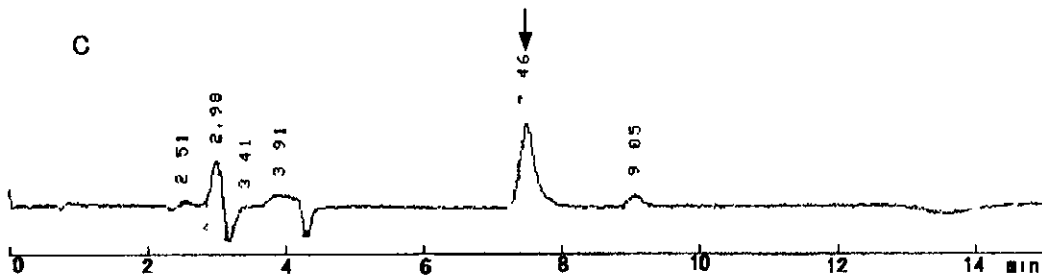
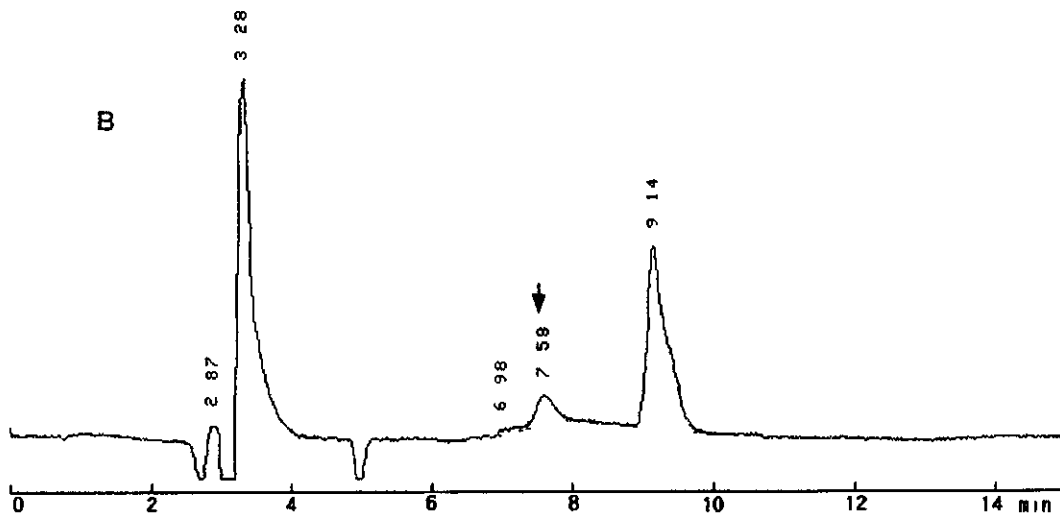
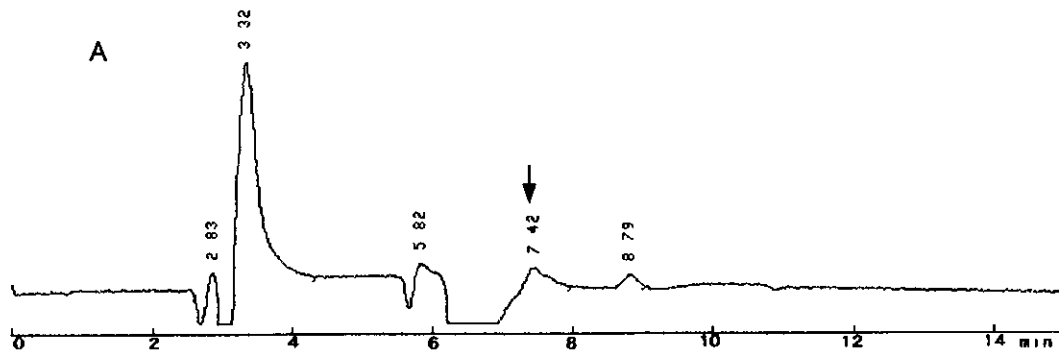


図 2 亜塩素酸塩を添加した牛乳から調製した試験溶液のHPLC
 A アセトンによる除タンパク処理
 B アセトニトリルによる除タンパク処理
 C 亜塩素酸ナトリウム20ng/ml
 → 亜塩素酸ナトリウム

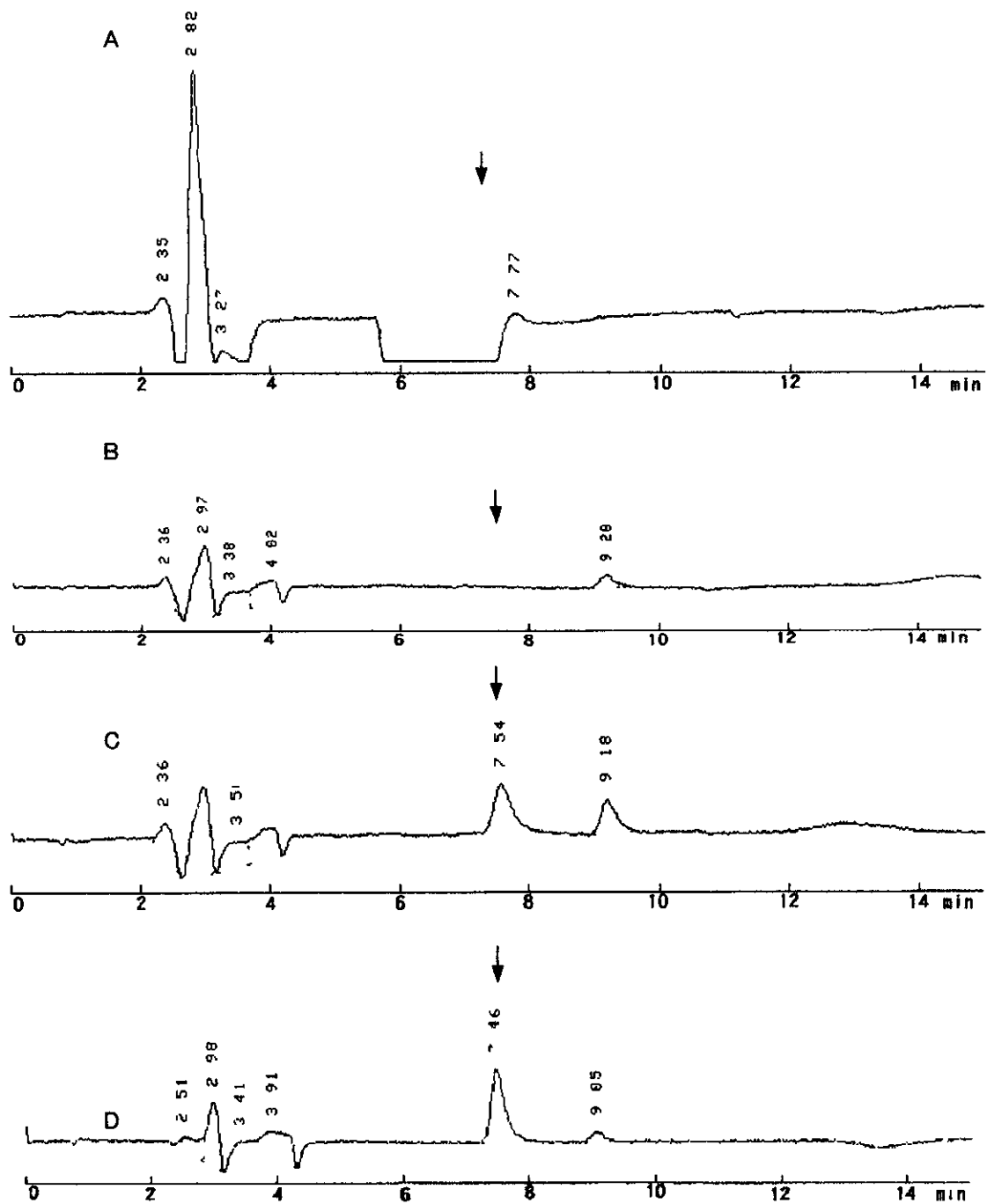


図3 酢酸亜鉛及び水酸化ナトリウムで除タンパク処理した牛乳の試験溶液のHPLC
 A 酢酸亜鉛 水酸化ナトリウム=1:1で除タンパク処理した0.2ppm亜塩素酸ナトリウム添加の牛乳
 B 酢酸亜鉛 水酸化ナトリウム=1:1で除タンパク処理後、水酸化ナトリウム溶液を加えた牛乳
 C 酢酸亜鉛 水酸化ナトリウム=1:1で除タンパク処理後、水酸化ナトリウム溶液を加えた
 0.2ppm 亜塩素酸ナトリウム添加の牛乳
 D 亜塩素酸ナトリウム20ng/ml → 亜塩素酸ナトリウム

Ⅱ 分担研究報告書

- 8 生産量統計及び行政検査結果を
基にした食品添加物の摂取量の推定

分担研究者 四方田 千佳子

厚生労働科学研究費補助金（食品安全確保研究事業）
分担研究報告書

生産量統計及び行政検査結果を基にした食品添加物の摂取量の推定

分担研究者 四方田千佳子 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部第一室長

（研究要旨）生産量統計に基づく摂取量調査では、指定添加物に関する調査が昭和57年以後3年ごとに実施されているが、本年度は平成16年度を最終総括年度とする第7回調査の2年次に当たり、未回答の企業及び新たに対象として認められた企業に対する追加のアンケート調査を行った。既存添加物については摂取量の推定が困難であるため、生産・流通調査に限って調査を行うこととし、初年度のアンケート調査を行った（委託研究、別紙参照）

行政検査の結果を基にした食品添加物の摂取量推定では、ソルビン酸をモデルとして、データのデジタル収集システム、データベースの構築を確立したフロッピーディスクによるデータ提出機関は105機関であった。ソルビン酸の総検体数は24,820件、そのうち検出したものは7100件で、検出率は28.6%であった。最も検出数の多かったのは、魚介練り製品で、次いでしょうゆ漬物、ウインナーソーセージであった。食品分類として、平成14年度食品添加物基準策定費により作成された食品添加物使用実態調査用食品分類を使用した。現時点ではこの各食品の摂取量がまだ算定されていない。そこで、本年度は、食品をマーケットバスケット方式による食品添加物摂取量調査用加工食品群へ割り振り直して、ソルビン酸の摂取量を推定した。ソルビン酸の推定摂取量は27.28mg/人/日であり、魚介練り製品、野菜漬物、ウインナーソーセージからの摂取量が半分を占めた。ソルビン酸のADIは1,250mg/人/日であり、得られた摂取量は、ADIの2.2%であった。

研究協力者

松田りえ子 国立医薬品食品衛生研究所

戸田恭子 国立医薬品食品衛生研究所

A. 研究目的

行政検査に基づく食品添加物の摂取量調査を効率的に実施するため、ソルビン酸をモデル添加物として、昨年度に試作した食品添加物の行政検査結果集計用ファイルを配布、回収して、行政検査結果のデータベースを作成の上、実際に摂取量を推定する

B 研究方法

平成15年5月に、厚生労働省食品安全部基準審査課長名で各自治体にソルビン酸に関わる行政試験結果調査を依頼した。昨年度に試作したデータ収集用ファイルをフロッピーディスク及び実施要項を別添のように配布した。国立医薬品食品衛生研究所への返信は郵送あるいはメールで行われた。ソルビン酸の食品中含有量データを収集し、食品添加物含有量モニタリング用サーバーを始動した。データ収集には、食品汚染物データ入力システムを参考に作成した食品添加物データ収集用ファイ

ルを使用し、食品分類は、平成14年度に作成された食品添加物使用実態調査用食品分類を活用した。ただし、食品分類中のそれぞれの食品の摂取量は、今年度、健康栄養研究所の吉池らにより報告される予定となっているが、現時点ではそれぞれの食品ごとの摂取量が求められていないため、マーケットバスケット法による摂取量調査用加工食品群の各食品喫食量を基に、摂取量を推定した。

C 研究結果および考察

1 食品中の含有量データ

地方自治体検査機関の105機関から解答が期限内に到着した。各機関のソルビン酸測定結果をアクセスに移し、データベース化した。表1には、ソルビン酸、ソルビン酸カリウムの使用基準を示した。各自治体での総検体食品24,820件のうち7,100件でソルビン酸が検出され、検出率は28.60%であった。

ソルビン酸の分析は、HPLC法、GC法、UV法で実施されており、総検体数の中で、それぞれの分析法ごとの検査件数は、HPLCが20,853件、UVが2,376件、GCが1,587件であった(図1)。それぞれの測定方法の検出限界は、HPLC法では0.001~0.050g/kg、GC法では0.005~0.100g/kg、UV法では0.001~0.100g/kgの範囲にあり、いずれの場合も、検出限界0.010g/kgの報告値が最も多かった。

表2に、食品分類コードごとのソルビン酸検出件数を検出食品の多い順に並べて示した。最も検出例の多かったのは魚介類、練り製品で、全体の28.8%を占めた。次いで、漬け物類、魚介加工品、肉加工品等で

あった。図2には、検出数50以上の食品群を検出数の多い順に図示した。

図3、図4には魚介類練り製品中のソルビン酸の含有量の分布を示した。含有量はかなり広い分布を示したが、図3の魚介類練り製品では、中心値は使用量の最大限度値の半分の1g/kg程度であり、数例は使用量の最大限度値を超えていた違反事例であった。図4のたくあん漬けでは、かなりなだらかな広がりを持った分布となったが、やはり使用量の最大限度値の半分当たりが中心値であった。ソルビン酸は食品中で分解することが報告されており、必ずしも添加量がそのまま含有量ではないと考えられるが、行政検査における測定結果では、その他の食品でも、使用量の最大限度値の半分程度を中心とした分布が認められた。

ソルビン酸の使用量が地方により異なる可能性が考えられたため、魚介類、練り製品について、各自治体検査機関を、東北、北海道、関東、中部、北陸、関西、中国、九州、四国に分類して、総検体数当たりの検出割合を図示した(図5)。全体として、検出量の多い部分では、九州、四国など南部で検出率が高く、検出量の少ない部分では北海道、東北などの北部の検出率が高い傾向が認められた。魚介類、練り製品では、地方色があり、暑い地方ではややソルビン酸の含有量が高いものと思われた。

なお、各機関でのソルビン酸検査結果の入力に当たり、当システムに寄せられた問題点は、以下のものであった。

生ハム、ハンバーグの食品コードが見あたらない

半々に混合されたものはどこへ分類
するのか

焼き肉のたれがない（ソース？）

裂きイカ，イカあげがない

食品名としてリスト内の近いものを
書いて，それ以外は自由に書くのか

これらの問題点は，こちらの指示不足もあるが，調査対象食品添加物ごとに変わるものと考えられ，徐々に改良していくことが必要と思われた。

2 ソルビン酸の一人一日摂取量の推定

平成 14 年度食品添加物使用実態調査用食品分類であり，各食品の摂取量が明らかにされると，含有量データベースより直ちに摂取量を計算できるようになるが，今回は，便宜的に各食品コードをマーケットバスケット法による摂取量調査用の加工食品群へ振り分け，摂取量を見積もることとした。表 3 に平成 14 年度に改訂した，マーケットバスケット法による摂取量調査用加工食品群の喫食量を示した。ただし，今回調査対象とした食品のなかにはこの加工食品群には包含されないものがあった。今回の摂取量推定には反映されなかった食品を表 4 にまとめて示した。これらのものはそれほど摂取量の大きなものではなく，摂取量そのものへの影響は余り大きくないと考えられたため，除外したまま摂取量推定を行った。

表 5 に群別食品番号，加工食品群食品名，食品コードの関連を示した。この振り分けを基に摂取量を推定し結果を表 6 に示した。各群別表食品名ごとの調査平均含有量を計算し，各食品からの摂取量推定値を計算し，総和から総摂取量を求めている。

ソルビン酸の一人一日摂取量は 27.28mg となり，平成 14 年度の厚生科学研究報告「生産量統計を基にした食品添加物の摂取量の推定」による，ソルビン酸の摂取量推定値は 28.80mg，1994 年の加工食品群を使用したマーケットバスケット方式による摂取量値 27.5mg とも良く一致した。ソルビン酸の摂取量に定める食品群別割合を図 6 に示した。魚介練り製品，野菜漬物，ソーセージ類で半分を占めていた。

D. 結論

各地方自治体による行政検査データを，エクセルファイルで収集し，アクセスにデータベース化することにより，多量のデータの蓄積，解析が可能となり，食品添加物含有量，摂取量調査を容易に実施できるシステムを作成した。今後，食品使用実態調査用商品分類の，各食品の摂取量の調査が進むと，容易に行政検査による食品添加物含有量をデータベースとする食品添加物の一人一日摂取量値が得られるようになり，全国自治体で実施されている膨大な行政検査結果を，厚生労働行政に有効に活用できるようになると考えられる。

また，食品の喫食量が年齢別に求められれば，各年齢層ごとの食品添加物の摂取量推定も可能であり，今後の活用が期待される。

食 基 発 第 号

平成 15 年 5 月 12 日

各

都	道	府	県
政	令	市	
特	別	区	

 衛生主管部（局）長殿

厚生労働省医薬局食品保健部基準課長

食品中の食品添加物の検査結果について

食品衛生行政の円滑な推進について日頃よりご協力いただきありがとうございます。

さて、標記につきましては、各自治体のご協力をいただき、その集計結果をご報告してきたところでありますが、今年度も検査結果の集計をしたいと考えております。

つきましては、各自治体において、原則として平成14年4月1日から平成15年3月31日までに検査されたソルビン酸についての分析結果につき、同封の実施要領に従い入力していただき、データを同封のフロッピーディスクにて本年7月末日までにご返送いただきますようお願い申し上げます。また、検査結果が大量に及ぶ場合には、どの期間のものか明示した上、期間を適宜短縮して差し支えありません。

なお、ご回答いただいたデータは、厚生科学研究班において集計しますが、各自治体毎の検査結果は公表するものではないことを申し添えます。

食品添加物検査結果集計実施要領

1. 食品添加物試験結果データ入力の実施について

食品添加物の試験結果の集計につきましては、従来、記入用の食品添加物検出量実態調査表への手入力をお願いしておりました。しかし、データ入力のデジタル化、データベース化により、詳細な生データを収集することが可能となり、より正確な食品添加物の含有量実態の把握、食品添加物の摂取量推定が可能になると思われまます。従いまして、今年度より、フロッピーディスクによるデータ入力の試行をお願いすることになりました。本年度は、システムの試動と改良を目指すこととしておりますので、食品添加物としてはソルビン酸のみを取り上げ、平成14年4月より平成15年3月の間に実施されましたソルビン酸についての個々の食品の分析結果を御入力いただき、7月末までにご返送いただきますようお願いいたします。

2. データの入力

同封されていますフロッピーディスクには、食添システム送付用（エクセルファイル）と、データシート入力方法（ワードファイル）の2つのファイルが入っています。データシート入力方法に記載の方法により、エクセルファイルのデータシートへ入力して下さい。入力前に、ファイルのコピーを取って頂き、コピーしたものにへ入力して頂ければ安心です。日本語はすべて全角で、英数字は半角で入力して下さい。今回は、食品添加物としてソルビン酸のみを指定していますので、食品添加物名は記入して頂かなくても結構です。

注1) 以前は、食品ごとに測定値をまとめて、試験検体数、平均値、最大値、最小値の記載をお願いしておりましたが、今回からは、ひとつひとつの食品についての生の測定値の入力となりますので、ご注意ください。

注2) 特に食品名の入力に際しましては、食品名のシートから食品を探すのが大変と思われまますので、エクセルの[[編集]-[検索]]を使って、名称の一部から検索を実行していただくことが出来ます。

3. データの保存

データシートのみを、下記のようにセーブしてください。

- 1 データシートを表示し、メニューバーから、[ファイル]をクリックし、プルダウンメニューから[名前をつけて保存]を選びます。
- 2 [ファイル名をつけて保存]ダイアログボックスが現れますので、[ファイルの種類]ボックスから、「CSV カンマ区切り」を選択します。機関名を入力して保存してください。テキストファイルで保存されます。

エクセルファイル（xls）ファイルのままですと、データが大きくなりますし、ウイルス感染時にデータが破壊される恐れがありますので、必ずcsvファイルに保存してください。

注) データシート中に、機関名がありますので、フロッピーディスクにはラベルを貼らないで、そのままご提出下さい。

4. 入力方法についての問い合わせ及びフロッピー送付先

入力に関するお問い合わせ、入力していただいたフロッピーの送付は下記宛にお願いします。お問い合わせはできるだけFAXまたはメールでお願いします。

〒158-8501 東京都世田谷区上用賀 1-18-1

国立医薬品食品衛生研究所
食品添加物部 四方田千佳子
戸田恭子

TEL 03-3700-1141 FAX 03-3700-9403

E-mail yomota@nihs.go.jp, toda@nihs.go.jp

データシート入力方法

データシートは以下に従って入力して下さい。

カラム A 機関名（機関の所属を都道府県，市区で記載）

カラム B 機関コード

シート表（食添用システム.xls；機関 code，国名略号）に従い，4桁のコードを入力してください。

カラム C 分析年

西暦（暦年）の4桁を入力してください。（例 2003年→2003）

カラム D 試料番号

機関ごとに独自に番号をつけてください。その際，試料番号の重複がないようにしてください。試料番号は，すべての行に入力してください。

カラム E, F, G, P 食品群のコード，食品群名，食品名，備考欄

シート表（食添用システム.xls；食品名）を見て記入してください。ただし，食品群はプルダウンリストから選んで下さい。食品名表に個別名が含まれていない食品は，なるべく近いものにふりわけ，カラム P に詳細を記入してください。どうしても分けられないものに関してのみ，食品名にその他入力し，カラム P に詳細を記入してください。

カラム H 食品の製造場所を，国内1，輸入2，プルダウンリストから選択して下さい。

カラム I 輸入の場合の国名 国は国名略号のシートから，略号を探して記入して下さい。

カラム J 食品添加物名

分析した添加物の名称を任意に入力してください。

カラム K 分析法はプルダウンリストから選んで下さい。