

食品中の 食品添加物分析法

厚生省環境衛生局食品化学課 編

食品中の 食品添加物分析法

厚生省環境衛生局食品化学課 編

講談社サイエンティフィク

内 部 交 流

F 173 / 158

食品中食品添加剤的分析方法

(日 3 - 12 / 88)

C—00360



NDC 433 638 p 23 cm

食品中の食品添加物分析法 定価 9500 円

編 者 厚生省環境衛生局食品化学課

発 行 者 三 木 章

発 行 所 株式会社 講 談 社

東京都文京区青羽 2-12-21

郵便番号 112

電話 (03) 945-1111 (大代表)

振替 東京 8-3930

印 刷 所 (株) 双文社印刷所

製 本 所 (株) 黒岩大光堂

1982 年 9 月 10 日 第 1 刷発行

落丁本・乱丁本は、講談社書籍製作部宛にお送りください。
送料小社負担にてお取替えします。

© Koseisho Kankyoseikyoku Shokuhinkagaku 1982

編集 講談社サイエンティフィック Printed in Japan

ISBN4-08-139474-8(0) (KS)

編集・執筆者等名簿

	企画・編集委員長	藤井正美	
企画委員	伊藤 蒼志男	谷村 顯雄	
	慶田 雅洋	吉野 秀一郎	
編集委員	内田 祐二	日高 徹	
	小見 邦雄	平山 佳伸	
	加藤 洋次	松田 勉	
	金尾 宏之	吉野 秀一郎	
	丹治 敏英		

試験法審査委員兼試験法原案作成および解説事項執筆者

【関西部会】

部会長	慶田 雅洋	国立衛生試験所大阪支所食品部長
委員	浅居 良輝	雪印乳業(株)本社分析センター
	有本 光良	和歌山県衛生研究所食品薬化学部
	伊藤 蒼志男	国立衛生試験所大阪支所食品部第一室長
	小川 俊次郎	国立衛生試験所大阪支所食品部
	小原 一雄	(財)日本食品分析センター大阪支所衛生試験第二課長
	金田 吉男	兵庫県衛生研究所生活環境部長
	佐藤 勝也	雪印乳業(株)分析センター室長
	山東 英幸	和歌山県衛生研究所食品薬化学部
	住本 建夫	大阪府公衆衛生研究所食品化学課
	高橋 強	明治乳業(株)研究所分析研究室長
	田嶋 克彦	サントリー(株)中央研究所品質第一チーム課長
	田中 喜作	神戸市環境保健研究所食品化学部副部長
	田中 涼一	大阪府公衆衛生研究所食品化学課

編纂・執筆等名簿

辻 沢 広	和歌山県衛生研究所食品薬化学部
外 海 泰 秀	国立衛生試験所大阪支所食品部主任研究官
豊 田 正 武	国立衛生試験所大阪支所食品部主任研究官
中 村 恵 三	国立衛生試験所大阪支所食品部第二室長
中 山 博 嗣	サントリー(株)中央研究所
野 田 勝 彦	明治乳業(株)研究所・課長
橋 爪 崇	和歌山県衛生研究所食品薬化学部
橋 本 昭 洋	ニッカウキスキー(株)生産技術センター主任
深 沢 喜 延	山梨県衛生公害研究所食品化学科
藤 原 孝 行	ニッカウキスキー(株)西宮工場製造課長
松 木 幸 夫	神戸市環境保健研究所食品化学部長
峯 孝 則	サントリー(株)中央研究所
横 山 剛	和歌山県衛生研究所食品薬化学部長
渡 辺 功	大阪府公衆衛生研究所食品化学課

〔関東部会〕

部会長	・ 藤 井 正 美	厚生省環境衛生局食品化学課長
委 員	石 崎 陸 雄	茨城県衛生研究所環境保健部
	・ 加 藤 洋 次	台商(株)小田原研究所次長
	・ 金 尾 宏 之	(元)味の素(株)製品評価室副部長
	上 条 昌 彌	横浜市衛生研究所化学課
	鈴 木 幸 夫	横浜市衛生研究所化学課長
	・ 谷 村 顕 雄	国立衛生試験所食品添加物部長
	直 井 家 寿 太	東京都衛生研究所食品研究科長
	中 谷 弘 実	武田薬品工業(株)食品研究所副所長
	成 田 弘 子	静岡県衛生研究所主任研究員
	福 住 栄 一	台商(株)常務取締役営業部長
	山 崎 進	味の素(株)中央研究所
	和 田 裕	前神奈川県公害研究所長

試験法原案作成または解説事項執筆者

秋谷 晃	ヤマサ醤油(株)研究所第5課
井上 孝夫	理研ビタミン(株)企画開発本部課長
今泉 幸彦	旭化成工業(株)食品研究所
入村 和子	前厚生省環境衛生局食品化学課
内田 祐二	三共(株)特品営業部課長
宇野 圭一	愛知県衛生研究所食品薬品部長
小見 邦雄	武田薬品工業(株)食品事業本部長室課長
桎原 亘	上野製薬(株)研究所分析室長
神蔵 美枝子	国立衛生試験所食品添加物部第三室長
神原 秀三郎	三栄化学工業(株)検査部長
楠井 貞郎	武田薬品工業(株)食品事業部高砂工場品質管理課長
後藤 力雄	アイゼン(株)常務取締役営業部長
堺 敬一	宮城県衛生研究所理化学部長
佐藤 和男	三共(株)品質管理部次長
佐藤 友太郎	東海物産(株)研究所長
佐仲 登	東京田辺製薬(株)特薬営業所主事
澤田 玄道	日本新薬(株)食品技術研究所長
沢田 幸七	武田薬品工業(株)中央研究所製薬研究所主任研究員
塩見 利紀	藤沢薬品工業(株)特薬事業本部営業企画担当主査
柴田 征一	大日本製薬(株)食品化成品部開発課長
鈴木 正儀	昭和電工(株)川崎工場技術部課長補佐
砂原 三利	(株)武蔵野化学研究所東京研究所研究室課長補佐
高木 誠司	武田薬品工業(株)食品事業部食品研究所主任研究員
高橋 武夫	第一工業製薬(株)第2研究所第3グループ課長
高橋 秀臣	旭化成工業(株)食品研究所第2研究室長
谷 米太郎	兵庫県衛生研究所食品薬品部長
丹治 敏英	厚生省環境衛生局食品化学課
中島 宣郎	武田薬品工業(株)食品事業部食品研究所主任研究員

編集・執筆者等名簿

中 村 一 成	日本ロシュ(株) 化学品本部ビタミンフラインケミカル部 営業 2 課
中 村 重 夫	塩野香科(株)大阪工場合成香科部副長
原 田 基 夫	国立衛生試験所食品添加物部第一室長
、日 高 徹	理研ビタミン(株)企画開発本部長
日 高 義 雄	エーザイ(株)研究開発本部食品研究室長
、平 山 佳 伸	厚生省環境衛生局食品化学課
古 崎 喜 市 郎	田辺製薬(株)研究所主任研究員
松 田 勉	厚生省環境衛生局食品化学課
松 永 孝 雄	味の素(株)製品評価室副部長
山 中 茂	千代田化学工業所取締役 (技術担当)
山 野 利 幸	(株)ロッテ中央研究所分析研究室長
湯 川 宗 昭	(株)武蔵野化学研究所
若 井 英 男	田辺製薬(株)特約業務室技術部長

企画編集委員紹介

- 藤井正美 1930 年生。医学博士，大阪大学医学部薬学科卒
(現)厚生省環境衛生局食品化学課長，秋田大(医)・慶応大(工院)・大阪大
(薬)各非常勤講師，日本公衆衛生学会理事・編集委員
- 平山佳伸 1952 年生。薬学博士，京都大学薬学部卒
(現)厚生省環境衛生局食品化学課
- 丹治敏英 1955 年生。東北大学薬学部卒
(現)厚生省環境衛生局食品化学課
- 松田勉 1958 年生。北海道大学薬学部卒
(現)厚生省環境衛生局食品化学課
- 谷村顕雄 1927 年生。薬学博士，東京大学医学部薬学科卒
(現)国立衛生試験所食品添加物部長，日本食品衛生学理事，中央薬事審議会
委員，食品衛生調査会委員
- 慶田雅洋 1932 年生。農学博士，東京大学農学部卒
(現)国立衛生試験所大阪支所食品部長，食品衛生調査会臨時委員，日本食品
衛生学会評議員，日本薬学会衛生化学調査委員
- 伊藤蒼志男 1936 年生。薬学博士，富山大学薬学部卒，大阪大学大学院修了
(現)国立衛生試験所大阪支所食品部第一室長，日本薬学会衛生化学調査委員
- 吉野秀一郎 1919 年生。金沢医科大学附属薬学専門部卒
第一製薬(株)特薬研究部長を経て
(現)日本食品添加物団体連合会専務理事
- 金尾宏之 1924 年生。日本大学工学部工業化学科卒
(元)味の素(株)製品評価室副部長
- 日高徹 1926 年生。技術士，浜松高等工業専門学校卒
(現)理研ビタミン(株)企画開発本部・部長，日本界面活性剤工業会理事
- 内田祐二 1935 年生。東京大学農学部農芸化学科卒
(現)三共(株)特品営業部課長
- 加藤洋次 1937 年生。名古屋大学農学部農芸化学科卒
(現)台商(株)研究所次長
- 小見邦雄 1938 年生。北海道大学薬学部卒
(現)武田薬品工業(株)食品事業本部長室課長

まえがき

食品衛生法では食品添加物を指定し、かつその品質規格を定めている。したがって食品に、一定量の食品添加物を使えば計算上どれ位の含量で含まれてくるか推定することはできるが、食品中に均等に分布しているか否かのチェックは常に必要である。一方、食品添加物の中には対象食品を制限したりあるいは食品中に混入できる上限を定めているものもあり、これらの検査は、食品の製造業、販売業においてあるいは輸出入検査などの場合には第三者機関において常に分析が行われている。

このように食品中の食品添加物の分析はいろいろな目的をもって行われているが、今日分析手法が異なるとき、得られてくる測定値は必ずしも一致しないことは常識となっている。したがって当事者あるいは第三者が行うような分析技術は一定のルールのもとに手法が統一されていることが望まれる。

しかしながら、分析技術の発達した今日、いくつもの手法があり、またその優劣の評価には、本書のような場合には装置の普及度、実験者の手法の経験や習熟等によっても変わり、必ずしも明確にどの方法がすぐれていると区分できるものではない。さらに近年の機器分析の進歩は著しく、常により迅速より正確性が標榜される分析技術が提起されてくる。

適・不適を定める分析あるいは当事者分析が第三者によってチェックされるような分析にあっては、比較上統一分析手法が必要な反面、分析技術の向上にも配慮が必要である。このため物質の品質規格試験を含め行政と関連する分析技術にあっては一定手法を揭示するとともに、一定期間において全面改定するという方法がとられている。

厚生省食品化学課では、食品衛生法の運用上、食品中の食品添加物の分析技術について統一分析法を作成しておくことが必要として 1981 年から 1982 年にかけて、3 回に分けてこれらの編集を行い標準分析法としての体裁を整え関係機関に連絡してきたが、本書は

これらを取りまとめ、さらに実験者の便宜を考え、試験の実際、他の試験法との関係などについて注記、解説を加え再編集したものである。

行政庁としては、この分析手法を公定分析法に準ずるものとして運用されたいとして都道府県に連絡しているが、今回の編集は過去に歴史的基盤があったものの上になされたものではなく、また普及率の少ないイオンクロマトグラフ、高速液体クロマトグラフなども将来を考えやむを得ず採用しているなど、行政上にわかに強制画一化し難い内容面も含まれている。したがって本書の分析手法は将来の公定分析法化の基盤となるものであると受けとめてもらっている。

本書についていろいろな御意見をいただき、内容ある分析法集成にたかめてゆきたいと考えている。以下、本書の分析手法について若干の事項を記載する。

(1) 食品添加物の分析技術に関する文献の多くは自治体衛生研究所の研究テーマとしてなされた業績が多く、また厚生省としても国立衛生試験所を中心として委託研究を行い、その蓄積をはかってきた。一方、食品添加物、食品製造業において製品の品質管理の立場から多くの分析技術が種々工夫され用いられてきたという歴史もある。

本分析手法原案は、昭和 54 年 10 月から昭和 56 年 3 月まで国公立試験研究機関、食品添加物製造業および食品製造業から提出された原案を食品中の食品添加物分析法に関する東と西の委員会および東西合同委員会で評価し、1 件ごとに審査し、同意された原案につき、厚生省食品化学課、日本食品添加物連合会技術委員会によって編成した“統一編集委員会”において一定ルールを設定し、所要の修正、改稿、整備を加えたものである。

(2) ただし、上記に属さない、すなわち今まで分析手法が確立されていなかったシリコーン樹脂、ポリイソブチレン、エリソルビン酸、繊維素グリコール酸ナトリウム、デンプングリコール酸ナトリウム等約 40 成分については、昭和 56 年度手法確立の研究テーマとして国立衛生試験所大阪支所 慶田雅洋食品部長が受託し、同部を中心に西の委員会メンバーが開発したものを同委員会で検討評価し、送付されてきたものを編集委員会が再審査し、所定の様式に調整し収載してある。

(3) 統一編集委員会は可能な限り、各原案相互の体裁の統一、記載順序、表現法などを主体に作業を行い、合わせて次のような諸点について調整している。

- 1) 試料中の食品添加物の測定は検量線の範囲にくるべきであり、かつ検量線の中央値あたりに標準的な添加量の試料液が合致すべきである。

- 2) 検量線の作成は、例えばガスクロマトグラフの場合、中央値は少なくともガスクロマトにおいてピーク高がチャート紙の中央付近まで延びている領域で設定されているべきである。
 - 3) 試料を加えたままメスアップし、汙液を試料液にする例があるが、不溶性の試料はその分試料液濃度を高めているわけであり、100分の1以上固型分が加わるケース（油脂食品1gに水を加えて100mlとする）ではすべて定量的に抽出後メスアップする。
 - 4) ガスクロマトグラフィーでピーク高比または面積比の両者の記載があるが、この両者は特定の食品対象では一致性が高いケースもあろうが、ピーク妨害は食品によって多種多様であり、リテンションタイム、ピーク模様を考慮し、主としてピーク高のみに統一した。
 - 5) 標準液、検量線用標準液の記載場所は「標準液の調製」と「測定」の項に分かれている。測定時標準液を分割して検量線用標準液としているものは後者に入れているが必ずしも統一されていない。
 - 6) 検量線用標準液の作り方は標準液を順次異なるとり一定量にうすめる方法、一定量の標準液のうすめ方で濃度差をつける方法があるが、とくに両者分別の意味はない。
- (4) 次のような諸点は、記載の都合上手法を一定化してあるが、この点に関しては必ずしも記載の方法に拘束されないことは一般約束2のとおりである。
- 1) 試料液の調製において、遠心分離あるいは汙過の両方の手法が食品別に効率よく使用できると考えられるものがあるが、いずれか1つの記載としている。
 - 2) 実験者の化学常識に委ねる、「適当量をとり」、「適当な濃度になるように正確に希釈し、」などの記載は、本資料は将来指示書化を予定している関係上、可能な限り具体的記述法としてある。
 - 3) 試料の採取法は、「約Agを正確にはかり」、「～としてA~Bmgに対応する試料の量を正確にはかり」の主として2つがある。前者は添加物の常識から使われているならAgの採取で十分定量できるというケースで多く使われており、後者は標準線の直線関係が微妙なようなものの場合、試料液中の添加物成分量を一定の範囲においておきたいというようなケースで使われるようにした。
- (5) 最初の集成化試みのため、広く行われているあるいは甲乙つけ難い分析手法はA法、B法と複数の分析法を掲げてある。将来的には1本化をはかって公定化に進みたい。今後、加工食品の輸出入の激化が予想されており、相手国の分析手法が異なることが質

まえがき

易上の二重労力を招いている実状がある。本指針の類は欧州にはなく、アメリカにおいて Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (通称 AOAC) が一応完成されているので、本分析手法についても一応前提を AOAC においてすべて検討を行った。相異なる手法については今後、日米間の行政交流会議において両者の整合性をはかってゆくことが同意されている。

企画・編集委員長

藤井正美

(厚生省食品化学課長)

目 次

ま え が き	vii
I 一般約束	1
II 一般試料採取法	7

各 論 編

1 無機化合物

1 亜塩素酸ナトリウム	11
2 亜硝酸ナトリウム	14
3 アンモニアおよびその塩類	19
4 過酸化水素	24
5 カルシウム塩類	29
6 次亜塩素酸およびその塩類	36
7 臭素酸カリウム	41
8 硝酸カリウムおよび硝酸ナトリウム	49
9 鉄化合物	58
10 二酸化炭素	63
11 マグネシウム塩類	67
12 ミュウバン類	70
13 無水亜硫酸および亜硫酸塩類	74
14 リン酸およびその塩類	85
15 ビロリン酸塩類	92
16 ポリリン酸塩類	96
17 メタリン酸塩類	99

2 有機酸類

18 クエン酸およびその塩類	101
19 コハク酸およびその塩類	110
20 シュウ酸	115

21	<i>d, dl</i> -酒石酸およびその塩類	121
22	ソルビン酸およびソルビン酸カリウム	123
23	乳酸およびその塩類	128
24	氷酢酸および酢酸ナトリウム	137
25	フマル酸およびフマル酸一ナトリウム	141
26	プロピオン酸カルシウムおよびプロピオン酸ナトリウム	145
27	<i>dl</i> -リンゴ酸および <i>dl</i> -リンゴ酸ナトリウム	150

3 高級脂肪酸化合物

28	オレイン酸ナトリウム	153
29	グリセリン脂肪酸エステル	158
30	ショ糖脂肪酸エステル	165
31	ステアрил乳酸カルシウム	169
32	ソルビタン脂肪酸エステル	175
33	プロピレングリコール脂肪酸エステル	181

4 芳香族化合物

34	安息香酸および安息香酸ナトリウム	187
35	オルトフェニルフェノールおよびオルトフェニルフェノールナトリウム	198
36	過酸化ベンゾイル	199
37	サッカリンおよびサッカリンナトリウム	207
38	ジフェニル	217
39	ジブチルヒドロキントルエン	221
40	チアベンダゾール	226
41	パラオキサン安息香酸エステル類	238
42	ピペロニルブトキシサイド	249
43	ブチルヒドロキシアニソール	254
44	没食子酸プロピル	256

5 糖類誘導体

45	グルコン酸およびその化合物	261
46	D-ソルビット	268
47	D-マンニット	278

6 ビタミン類

48	L-アスコルビン酸およびその化合物	283
49	エリソルビン酸およびエリソルビン酸ナトリウム	299
50	カルシフェロールおよびコレカルシフェロール	303
51	チアミン塩類	308
52	チアミン誘導体	318
53	dl- α -トコフェロール	325
54	ニコチン酸	330
55	ニコチン酸アミド	333
56	パントテン酸カルシウムおよびパントテン酸ナトリウム	336
57	ビタミンAおよびビタミンA脂肪酸エステル	346
58	ピリドキシン塩酸塩	358
59	葉酸	364
60	リボフラビンおよびその誘導体	373

7 アミノ酸類

61	L-アスパラギン酸ナトリウム	381
62	DL-アラニン	388
63	L-アルギニン・L-グルタミン酸塩	391
64	L-イソロイシン	395
65	グリシン	398
66	L-グルタミン酸およびその塩類	401
67	L-システイン塩酸塩	404
68	DL-スレオニンおよびL-スレオニン	408
69	L-テアニン	410
70	DL-トリプトファンおよびL-トリプトファン	418
71	L-バリン	422
72	L-ヒスチジン塩酸塩	425
73	L-フェニルアラニン	428
74	DL-メチオニンおよびL-メチオニン	432
75	L-リジン・L-アスパラギン酸塩およびL-リジン・L-グルタミン酸塩	435
76	L-リジン塩酸塩	440

8 核 酸 類

77	5'-イノシン酸ナトリウム	445
78	5'-ウリジル酸ナトリウム	454
79	5'-グアニル酸ナトリウム	456
80	5'-シチジル酸ナトリウム	458
81	5'-リボヌクレオチドナトリウムおよび 5'-リボヌクレオチド カルシウム	460

9 着色化合物

82	β -カロテン	473
83	三二酸化鉄	481
84	食用赤色 2 号およびそのアルミニウムレーキ	485
85	食用赤色 3 号およびそのアルミニウムレーキ	495
86	食用赤色 102 号	497
87	食用赤色 104 号	499
88	食用赤色 105 号	501
89	食用赤色 106 号	503
90	食用黄色 4 号およびそのアルミニウムレーキ	505
91	食用黄色 5 号およびそのアルミニウムレーキ	507
92	食用緑色 3 号およびそのアルミニウムレーキ	510
93	食用青色 1 号およびそのアルミニウムレーキ	512
94	食用青色 2 号およびそのアルミニウムレーキ	514
95	水溶性アナトール	516
96	鉄クロロフィリンナトリウム	524
97	銅クロロフィリンナトリウムおよび銅クロフィル	527

10 高分子化合物

98	アルギン酸ナトリウムおよびアルギン酸プロピレングリコールエステル	531
99	カゼインおよびカゼインナトリウム	538
100	シリコーン樹脂	542
101	セルロースおよびデンプンのグリコール酸誘導体	550
102	チューインガム基礎剤	554
103	ポリアクリル酸ナトリウム	565

104	メチルセルロース.....	573
-----	---------------	-----

11 その他の化合物

105	アセトン.....	581
106	グリセリン.....	584
107	グリチルリチン酸二ナトリウムおよびグリチルリチン酸三ナトリウム.....	589
108	デヒドロ酢酸およびデヒドロ酢酸ナトリウム.....	594
109	ナトリウムメチラート.....	598
110	プロピレングリコール.....	603
111	ヘキサン.....	608
112	流動パラフィン.....	613

索	引.....	617
---	--------	-----