

高速液体クロマトグラフィーによる食品中の合成甘味料及び合成保存料の一斉分析法の改良

土田千鶴子¹⁾, 宮本 文夫, 小野 悦子²⁾, 佐伯 政信

Improvement of Simultaneous Determination of Artificial Sweetener and Preservatives in Foods by High Performance Liquid Chromatography

Chizuko TSUCHIDA¹⁾, Fumio MIYAMOTO, Etsuko ONO²⁾
and Masanobu SAEKI

I はじめに

合成甘味料のサッカリンナトリウム (SAC) 及び合成保存料のソルビン酸 (SOA), 安息香酸 (BA), デヒドロ酢酸 (DHA) 及びパラオキシ安息香酸エステル (PHBA-Es) 類は広範囲の食品に使用が許可されている。これらの食品添加物はいずれも食品衛生法で対象食品及び使用量について使用基準が定められているため、使用量の定量検査が必要である。現在、食品の化学的衛生行政検査においてその検査数は大きな割合を占めており、また行政処分等との関係から、迅速かつ正確な定量が要求されている。

最近、食品検査の信頼性を確保するために、指定検査機関¹⁾²⁾ならびに保健所、地方衛生研究所、食肉衛生検査所等の地方公共団体の食品衛生検査施設³⁾⁴⁾に対して業務管理基準の導入が法制化された。

この基準の中に精度管理の実施が盛り込まれており、理化学的検査の場合は「添加量が明らかな試験品 (検査対象物質を含まない試験品に一定量の検査対象物質を添加・調製した試験品)」を検査し、70%から120%の間の回収率を確保しなければならないこととなっている。

著者らは、食品中のSAC, SOA, BA, DHA及びPHBA-Es類の検査については千葉県食品添加物標準検査法⁵⁾に記載されている高速液体クロマトグラフィー (HPLC) による一斉分析法 (以下、従来法とする) を用いて行っているが、対象食品及び対象項目によっては上記の回収率の条件に適合しない場合が見受けられた。

そこで、従来法について見直しを行い、より正確な定量を目的に、標準溶液の調製方法、エーテル抽出液の濃縮方法及び試料からの各添加物の抽出方法について検討し、改良したので、それらの結果を報告する。

II 実験方法

1. 試料

SAC, SOA, BA, DHA及びPHBA-Es類の添加表

千葉県衛生研究所

1) 山武保健所 (元木更津保健所)

2) 船橋保健所 (元木更津保健所)

(2000年11月10日受理)

示のない市販のオレンジジュース、醤油、サンマの佃煮、こしあん等の食品12種類、ならびにSOA及びDHAの添加表示のある市販の魚肉ねり製品、チーズ等の食品4種類を用いた。

2. 試薬及び試液

SAC, SOA, BA及びDHA: 和光純薬工業株製, 東京化成工業株製及びSIGMA社製試薬特級品または特級品

パラオキシ安息香酸メチル (PHBM), パラオキシ安息香酸エチル (PHBE), パラオキシ安息香酸イソプロピル (PHBIP), パラオキシ安息香酸プロピル (PHBP), パラオキシ安息香酸イソブチル (PHBIB) 及びパラオキシ安息香酸ブチル (PHBB): 和光純薬工業株製及び東京化成工業株製試薬特級品または特級品

標準原液: 従来法に従いSAC, SOA, BA, DHA及びPHBA-Es類の各100mgを精秤し、メタノール50mlに溶解した後、水で100mlとした。冷蔵庫内で遮光、密閉して保存し、SOA及びDHAについては調製後1週間以内のものを使用した。

標準溶液: 標準原液を用時メタノール・水混液で希釈して1.0~10.0 µg/mlの標準溶液を調製した。

メタノール・水混液: メタノールと水を1:1の割合で混合して用いた。

5 mMクエン酸緩衝液pH4.0: クエン酸 (1水和物) 7gとクエン酸ナトリウム (2水和物) 6gを水に溶解して1000mlとし、これを水で10倍希釈して用いた。

10%塩化ナトリウム含有1%硫酸溶液: 塩化ナトリウム100gに水700ml及び10%硫酸100mlを加えて溶解し、水で1000mlとして用いた。

水は精製水を用い、特に品質の記載のない試薬及びその他の試薬はいずれも試薬特級品を用いた。

3. 装置

高速液体クロマトグラフ: 日本分光株製880-PU型ポンプ, 同860-CO型カラム恒温槽, 同875-UV型紫外外部検出器, 株島津製作所製CR-6A型データ処理装置を用いた。

4. HPLC条件

カラム: ジーエルサイエンス社製 Inertsil ODS-2 (4.6 mm i.d.×150mm)

SAC, SOA, BA, DHA及びPHBM用移動相, 検出波長及び感度: メタノール-アセトニトリル-5mMクエン酸緩衝液pH4.0 (6:12:82), 230nm, 0.04 AUFS

SOA, BA及びDHA用移動相, 検出波長及び感度: メタノー

不安定で分解しやすいため、SOAの標準原液は1ヶ月以内に作成し直すこととしている。その他の標準原液における長期間の安定性についてはこれまで十分に確認されていないので、従来法で調製した各標準原液について冷蔵庫内で遮光、密閉して保存し、濃度の経時変化を調べた。その結果、SAC及びBAの標準原液の濃度は8ヶ月保存後に共に1001 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、PHBA-Es類の標準原液の濃度は11ヶ月保存後に999~1012 $\mu\text{g}/\text{ml}$ を示し、濃度変化は全くなく安定であった。SOA及びDHAの標準原液については、図2に示したように両成分とも2週間まで安定で、3週間以降経時的な減少傾向が見られた。

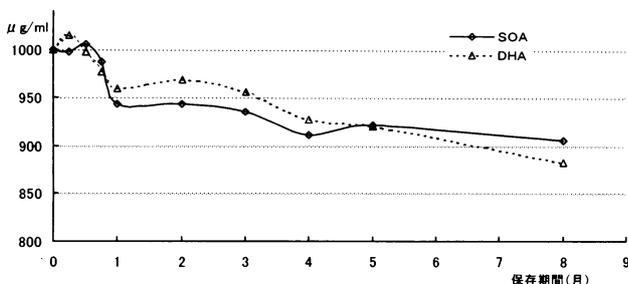


図2 従来法でのSOA及びDHAの標準原液の冷蔵保存における濃度の経時変化
標準原液の調製時の濃度：1000 $\mu\text{g}/\text{ml}$

以上の結果から、従来法のSOA及びDHAの標準原液についての保存期限は、安全性を見込んで1週間以内とすべきと考えられる。

SOA及びDHAの標準原液の保存中の化学的変化については不明であるが、SOAはアセトン溶液中で紫外線を照射されると幾何異性体が生成し、HPLCによる測定では測定値が低くなること、分光光度計による測定では変化がないことが知られている⁶⁾⁷⁾。そこで、SOA及びDHAの標準原液に254nmの紫外線を2晩照射し、照射後の濃度をHPLC及び分光光度計で測定した。その結果、照射後のSOA濃度はHPLC測定では954 $\mu\text{g}/\text{ml}$ に減少したが、分光光度計測定では1001 $\mu\text{g}/\text{ml}$ で変化がなく、幾何異性体の生成が示唆された。また、照射後のDHA濃度はHPLC測定では901 $\mu\text{g}/\text{ml}$ に、分光光度計測定でも935 $\mu\text{g}/\text{ml}$ に減少しており、分解が起こっている可能性が示唆された。SOA及びDHAの標準原液は上記のように紫外線等で変化を起こしやすいことから、冷蔵庫内で遮光、密閉して保存した場合でも、長期間には異性体の生成や分解が起こっている可能性が考えられる。

SOAの異性体は種々の食品から検出されているが、ワインやシロップのような酸性の液状食品ではSOAが多量に検出されているにもかかわらず異性体はほとんど検出されておらず⁶⁾、酸性の液状食品中ではSOAは安定化しているものと考えられた。そこで、SOA及びDHAを100 $\mu\text{g}/\text{g}$ の濃度で添加したオレンジジュースについて、標準原液と同様な保存条件で経時変化を調べたところ、両者とも1ヶ月以上濃度変化は全くなく安定であった。この結果から、従来法のSOA及びDHAの標準原液における濃度の経時的減少は溶解液にメタノール・水混液を用いているためと推測された。そこで、次にメタノール・水混液の代わりにメタノール及びメタノール・5 mMクエン酸緩衝液pH4.0 (1:9) で調製したSOA及びDHAの標準原液について保存時の経時変化を調べた。その結果、メタノールで調製したSOA及びDHAの標準原液の濃度は6ヶ月保存後に991 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 及び1006 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、メ

タノール・5 mMクエン酸緩衝液pH4.0 (1:9) で調製したSOA及びDHAの標準原液の濃度は6ヶ月保存後に995 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 及び985 $\mu\text{g}/\text{ml}$ を示し、濃度変化はほとんどなく安定であった。

以上の結果と標準原液の調製の容易さを考慮すると、標準原液はメタノールで調製することが望ましいと思われた。

2. エーテル濃縮方法の検討

従来法では、各添加物をエチルエーテルで抽出精製して試験溶液を調製する。エーテル抽出液を減圧濃縮する際にSOA、BA及びDHAが揮散しやすく、乾固すると回収率が低くなる傾向がある。このため、従来法では風乾法で試験溶液を調製しているが、操作のやり方によっては回収率の低下を招く恐れがある。

そこで、エーテル濃縮時の回収率向上と操作の簡便化を目的として、重曹添加法を検討した。

2機関において、SAC、SOA、BA及びDHAを添加したオレンジジュースのエーテル抽出液を30mlずつ分取し、重曹添加法と風乾法で試験溶液を調製して各添加物の回収率を求め比較した。その結果、表1に示したように2機関とも同様な傾向を示した。SACは重曹添加法と風乾法で回収率に差が見られなかったが、SOA、BA及びDHAは重曹添加法の方が風乾法より回収率が良好であった。機関1における風乾法の標準偏差(%)値がSOA、BA及びDHAにおいて10%を超えていることから、風乾法は再現性が得にくい方法と思われる。

表1 オレンジジュースに添加したSAC、SOA、BA及びDHAのエーテル濃縮方法による回収率の比較

添加物	添加量 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	回収率(%)			
		重曹添加法		風乾法	
		機関1	機関2	機関1	機関2
SAC	166	103±2.8	98±1.5	102±4.4	101±1.0
SOA	83	103±2.1	91±3.1	65±16.4	83±3.9
BA	207	103±3.3	92±3.2	74±10.9	87±3.0
DHA	102	101±1.4	84±3.8	70±13.0	82±2.8

各測定値は5試行の平均値±標準偏差(%)を示す。

機関1: 木更津保健所

機関2: 衛生研究所

また、市販のSOA添加の魚肉ねり製品及び食肉製品について、エーテル抽出液を30mlずつ分取し、重曹添加法、風乾法及び乾固法の3方法で試験溶液を調製し、測定値を比較した。その結果表2に示したように重曹添加法の値に対する風乾法の値は0.59~1.04倍、乾固法の値は0.43~1.01倍で、重曹添加法が風乾法及び乾固法より高い値を示す場合が多かった。

表2 3種のエーテル濃縮方法による魚肉ねり製品及び食肉製品中のSOA測定値の比較

試料	No.	測定値 ($\mu\text{g}/\text{g}$)		
		重曹添加法	風乾法	乾固法
魚肉ねり製品	1	1610 (0.1)	1220 (0.76)	1620 (1.01)
	2	1560 (0.1)	1480 (0.95)	1470 (0.94)
	3	1240 (0.1)	1260 (1.02)	1240 (1.00)
	4	1230 (0.1)	1110 (0.90)	1200 (0.98)
	5	1090 (0.1)	1070 (0.98)	1080 (0.99)
	6	1050 (0.1)	1010 (0.96)	953 (0.91)
	7	1000 (0.1)	884 (0.88)	919 (0.92)
	8	994 (0.1)	1030 (1.04)	907 (0.91)
	9	938 (0.1)	877 (0.93)	948 (1.01)
	10	460 (0.1)	389 (0.85)	446 (0.97)
	11	195 (0.1)	171 (0.88)	142 (0.73)
	12	98 (0.1)	58 (0.59)	42 (0.43)
食肉製品	1	874 (0.1)	648 (0.74)	842 (0.96)

()内は重曹添加法を1とした場合の各試料における風乾法と乾固法の比率を示す

以上の結果から、SOA、BA及びDHAの試験溶液調製におけるエーテル抽出液の減圧濃縮は、重曹添加法を用いることとした。なお、重曹添加法では、炭酸水素ナトリウムの添加により試験溶液のpHが上昇し、各添加物のピーク高が低くなる傾向が見られたため、定量は全てピーク面積で行うこととした。

次に、6種類のPHBA-Es類を20µg/gの濃度で添加した佃煮類(のり、エビ、ハマグリ、鯨及びサンマ)のエーテル抽出液を30mlずつ分取し、重曹添加法、乾固法及びアルカリ処理-乾固法で試験溶液を調製して回収率を比較した。その結果、3方法の回収率にほとんど差は認められなかった。アルカリ処理-乾固法は酸性物質を除去することができ、妨害ピークをより減少させることができると考えられることから、PHBA-Es類の試験溶液調製におけるエーテル抽出液の減圧濃縮はアルカリ処理-乾固法を用いることとした。

3. 抽出方法の検討

著者が5種の佃煮類について従来法の試験溶液IでPHBA-Es類の内部精度管理(20µg/gの濃度での添加回収実験)を行った結果、のりの佃煮のPHBM、PHBE、PHBIP、エビ及びハマグリ、のり佃煮のPHBMが70%以上の回収率を示したが、その他については、70~120%の間の回収率を確保することができなかった。いずれの佃煮類においても、PHBA-Es類の回収率はPHBM>PHBE>PHBIP>PHBP>PHBIB>PHBBの傾向を示し、エステル分子量が高くなるほど回収率が低下することが分かった。また、同じ佃煮類でも原料によって各成分の回収率に差が見られた。各成分の回収率はいずれものり>エビ>ハマグリ>鯨>サンマの傾向を示し、蛋白や脂肪含量が高い食品の方が回収率が低くなる傾向が観察された。エステルの分子量が高くなるほど回収率が低下する傾向及び蛋白や脂肪含量が高い食品の方が回収率が低下する傾向は、他の固形食品においても同様に観察され、固形食品に共通する傾向と考えられた。

一方、水及び醤油について上記と同様にPHBA-Es類の回

収率を求めたところ、水については99.1~109.3%、醤油については102.9~111.1%の回収率が得られ、液状食品の試験溶液Iでは上記のような傾向は観察されなかった。

以上の結果から、PHBA-Es類は従来法では抽出時に一部が固形食品中の蛋白や脂肪等の食品成分に吸着され、抽出されなかったものと考えられた。最も極性の小さいPHBBは、従来法の抽出溶媒では特に溶解しにくいために食品成分へ多量に吸着し、回収率が最も低くなったものと推測される。

PHBA-Es類の分析法として食品衛生検査指針⁹⁾に直接抽出による方法が記載されているが、脂肪含有率が5%以上の食品ではPHBMを除くPHBA-Es類の回収率が50~65%しか得られず、液々分配操作がその原因と考えられている。そのため、改良法としてミニカラムを用いる方法が最近報告された⁹⁾。現在、多種の食品からPHBA-Es類を全て良好に回収し分析する方法の確立は検討課題となっている。

そこで、PHBA-Es類が水には溶けにくい、メタノールには容易に溶解する性質を利用して、抽出溶媒としてメタノール・水混液を用いる改良A法及びメタノールを用いる改良B法を検討した。水及び7種の固形食品にSAC、SOA、BA、DHA及びPHBA-Es類を20µg/gの濃度で添加し、従来法、改良A法及び改良B法で抽出し、試験溶液Iにおける回収率を求め、比較した。その結果を表3に示した。SAC、SOA、BA、DHAの回収率は、大福餅、のり佃煮、サンマ佃煮、魚肉ソーセージにおいてはいずれの抽出方法も81.7%以上を示し、3種の抽出法で差異は見られなかった。こしあん、マヨネーズ、マーガリンにおいては従来法で70%以下の低い回収率のものが見られ、それらにおける改良A法と改良B法の回収率は82.6%以上を示し、改良A法とB法における回収率の向上が観察された。また、PHBA-Es類の回収率は、7種の食品のいずれにおいても改良B法>改良A法>従来法の傾向を示しており、改良A法とB法は従来法に比べ回収率が大きく向上した。

表3 3種の抽出法による水及び食品における甘味料と保存料の添加回収率の比較(試験溶液I)

添加物	抽出法	回収率(%)								
		水	大福餅	のり佃煮	サンマ佃煮	こしあん	魚肉ソーセージ	マヨネーズ	マーガリン	
SAC	従来法	107.7	197.9	220.5	125.5	65.8	91.5	104.6	93.2	
	改良A法	93.8	180.0	111.6	140.0	100.5	97.7	99.1	103.2	
	改良B法	94.3	117.8	101.0	96.8	95.7	94.2	99.3	103.1	
SOA	従来法	103.4	89.8	99.6	92.1	79.9	89.2	89.5	65.2	
	改良A法	93.6	105.2	97.1	89.8	99.9	96.4	93.4	95.4	
	改良B法	96.0	95.0	94.5	94.5	97.0	99.4	93.8	95.9	
BA	従来法	100.8	89.8	98.9	81.7	72.6	89.6	52.7	56.5	
	改良A法	92.7	100.5	103.9	84.1	101.8	97.9	82.6	94.3	
	改良B法	96.9	100.3	96.4	92.0	97.5	97.9	88.5	96.4	
DHA	従来法	98.5	91.3	96.3	90.6	87.5	85.2	52.7	53.0	
	改良A法	91.5	101.8	94.1	94.1	100.8	90.9	82.6	84.9	
	改良B法	95.8	93.1	93.2	90.2	92.4	99.1	88.5	94.4	
PHBM	従来法	103.6	86.9	94.5	68.5	64.7	76.6	64.3	85.5	
	改良A法	99.3	97.7	98.6	100.6	94.0	94.9	92.3	90.6	
	改良B法	96.4	97.5	94.5	94.9	98.0	101.1	93.3	98.9	
PHBE	従来法	109.3	81.5	89.6	49.9	55.5	64.4	40.9	67.7	
	改良A法	98.8	96.6	98.3	94.9	96.1	98.3	88.8	90.5	
	改良B法	98.8	98.6	103.9	102.6	98.3	102.4	96.1	98.9	
PHBIP	従来法	102.3	73.6	72.3	31.5	43.6	46.5	23.9	44.2	
	改良A法	99.6	95.6	98.7	91.8	96.4	95.0	79.8	81.4	
	改良B法	99.3	98.9	103.1	104.6	98.2	101.1	97.1	97.7	
PHBP	従来法	101.4	69.4	66.7	26.9	37.3	40.7	21.2	38.7	
	改良A法	99.3	94.9	98.3	89.5	94.8	93.8	74.7	77.0	
	改良B法	99.9	99.7	103.8	104.1	98.3	102.3	95.8	97.0	
PHBIB	従来法	99.1	55.4	44.0	11.9	25.0	22.5	14.0	17.4	
	改良A法	97.4	91.3	95.8	83.4	92.3	86.1	58.3	59.9	
	改良B法	100.7	100.1	102.8	104.3	99.4	103.3	89.5	96.6	
PHBB	従来法	100.3	52.8	40.8	11.9	24.1	21.3	13.8	16.4	
	改良A法	96.6	89.9	94.4	78.6	90.8	83.8	55.4	57.2	
	改良B法	99.5	100.4	103.1	103.8	97.7	100.7	93.3	95.2	

無添加の各試料に各添加物成分を20µg/gとなるように添加した各測定値は2~4試行の平均値を示す

水及び3種の食品については更にSOA, BA, DHA及びPHBA-Es類の確認検査の試験溶液Ⅲにおける回収率を求め、比較した。その結果を表4に示した。SOA, BA, DHAの回収率は、サンマの佃煮において改良A法と改良B法が従来法より高く、回収率の向上が見られた。PHBA-Es類の回収率は、3種の食品のいずれにおいても改良B法>改良A法>従来法の傾向を示し、試験溶液Ⅰと同様に改良A法とB法は従来法に比べ回収率が大きく向上した。確認検査の試験溶液Ⅲについては、スクリーニング検査の試験溶液Ⅰに比べ全体的に回収率が低かった。特にPHBMは回収率がいずれの抽出方法においても60%に達せず、回収率の向上は今後の検討課題である。

表4 3種の抽出法による水及び食品における甘味料と保存料の添加回収率の比較(試験溶液Ⅲ)

添加物	抽出法	回収率(%)			
		水	大福餅	のり佃煮	サンマ佃煮
SOA	従来法	28.8	74.8	76.7	65.5
	改良A法	37.9	81.4	90.8	83.8
	改良B法	46.2	78.3	80.0	76.0
BA	従来法	80.1	79.8	83.5	64.9
	改良A法	63.3	78.7	80.2	73.7
	改良B法	94.8	91.1	98.9	87.5
DHA	従来法	79.5	82.6	83.1	67.4
	改良A法	78.8	89.8	88.8	82.8
	改良B法	86.3	83.6	86.2	80.1
PHBM	従来法	39.6	37.2	36.7	18.4
	改良A法	29.0	45.1	55.6	12.7
	改良B法	41.2	54.1	51.2	47.5
PHBE	従来法	56.5	59.3	45.1	30.9
	改良A法	60.2	73.4	87.0	31.7
	改良B法	73.0	83.2	81.5	76.7
PHBIP	従来法	90.6	66.7	79.4	47.9
	改良A法	87.9	84.9	90.9	66.2
	改良B法	90.5	92.7	89.9	89.3
PHBP	従来法	89.5	60.9	73.6	38.0
	改良A法	88.5	82.9	90.1	53.6
	改良B法	88.1	91.4	89.3	86.2
PHBIB	従来法	92.5	50.9	75.5	57.8
	改良A法	88.2	85.2	89.2	68.0
	改良B法	91.4	92.5	90.4	89.3
PHBB	従来法	79.9	47.7	59.8	41.1
	改良A法	88.7	84.0	88.4	65.4
	改良B法	92.2	91.9	90.0	87.2

無添加の各試料に各添加物成分を20μg/gとなるように添加した

次に、市販のSOA添加の魚肉ねり製品、食肉製品、漬物及びDHA添加のチーズについて、従来法、改良A法及び改良B法で抽出を行い、試験溶液Ⅰにおける測定値を比較した。その結果、表5に示したように魚肉ねり製品、食肉製品及びチーズについては改良A法>改良B法>従来法の傾向を示し、漬物は改良A法=従来法>改良B法であった。SOAやDHAの食品における回収率は改良A法とB法で差が見られなかったが、市販のSOAやDHA添加食品では改良A法の方がB法より測定値が高く、抽出効率が良いことが分かった。

上記の添加回収結果及び市販食品の測定結果から、通常の検査は改良A法で行うこととした。但し、マヨネーズ、マーガリン等のように特に油脂分の多い食品は、改良A法ではPHBA-Es類の回収率が70%以下となる場合があるため、油脂分の多い食品のPHBA-Es類の測定については改良B法で行うこととした。

また、スクリーニング検査の試験溶液Ⅰにおいて、大福餅とサンマの佃煮におけるSACの回収率が120%を超えていたが、こ

れは妨害食品成分による影響と考えられる。大福餅やサンマの佃煮のような食品については、従来法によるSACの確認検査法の試験溶液Ⅱを調製し、妨害成分を除去してから測定をする必要があると思われる。

表5 3種の抽出法による保存料添加食品の測定値の比較(試験溶液Ⅰ)

試料	保存料	抽出法	測定値(μg/g)	改良A法に対する比率
魚肉ねり製品	SOA	従来法	1044	(0.93)
		改良A法	1121	(1)
		改良B法	1039	(0.93)
食肉製品	SOA	従来法	816	(0.89)
		改良A法	912	(1)
		改良B法	883	(0.97)
チーズ	DHA	従来法	148	(0.87)
		改良A法	171	(1)
		改良B法	157	(0.92)
漬物	SOA	従来法	683	(1.01)
		改良A法	679	(1)
		改良B法	651	(0.96)

IV まとめ

食品中のSAC, SOA, BA, DHA及びPHBA-Es類のHPLCによる一斉分析法について、より正確な定量法の確立を目的に検討し、改良した。

従来法で調製したSOA及びDHAの標準原液は冷蔵保存中に経時的に減少するため、保存期限は1週間以内とすべきと考えられる。メタノールで調製したSOA及びDHAの標準原液は冷蔵保存で6ヶ月間は安定であるため、標準原液はメタノールで調製することが望ましいと思われた。

SOA, BA及びDHAの試験溶液調製におけるエーテル抽出液の減圧濃縮は重曹添加法を用いることとした。PHBA-Es類の試験溶液調製におけるエーテル抽出液の減圧濃縮はアルカリ処理-乾固法を用いることとした。

試料からの各添加物の抽出方法は通常の検査では抽出溶媒としてメタノール・水混液を用いる改良A法で行うこととした。油脂分の多い食品のPHBA-Es類の測定については抽出溶媒としてメタノールを用いる改良B法で行うこととした。

作成した改良法は、多種類の食品中の合成甘味料と合成保存料をこれまでより正確に定量できることから、行政検査に有効に適用できるものと考えられる。

文献

- 1) 法律(1995): 食品衛生法及び栄養改善法の一部を改正する法律, 平成7年5月24日, 法律第101号
- 2) 厚生省令(1996): 食品衛生法施行規則等の一部を改正する省令, 平成8年5月23日, 厚生省令第33号
- 3) 政令(1996): 食品衛生法施行令等の一部を改正する政令, 平成8年5月2日, 政令第109号
- 4) 厚生省令(1997): 食品衛生法施行規則等の一部を改正する省令, 平成9年1月16日, 厚生省令第2号
- 5) 千葉県衛生部衛生指導課編: 千葉県食品添加物標準検査法, 12-23, 1993.

- 6) 西山良子, 田村行弘, 井部明広, 上原真一, 上村 尚, 田端節子, 飯田真実, 二島太郎 (1991): 食品中で生成するソルビン酸の異性体について, 衛生化学, 37, 89-96.
- 7) 宝井辰紀, 菊池聡子, 桐ヶ谷忠司, 渡部健二郎, 木川 寛 (1994): 紫外線照射で生成するソルビン酸異性体に関して, 横浜衛研年報, 33, 137-138.
- 8) 厚生省生活衛生局監修: 食品衛生検査指針・食品中の食品添加物分析法, 29-32, 日本食品衛生協会, 東京, 1989.
- 9) 松野伸広, 加藤文秋, 石橋 亨, 伊藤 武, 坂井千三, 川崎洋子, 石橋 肇, 山田 隆 (1999): 食品中のパラオキシ安息香酸エステル類 (メチルエステルを含む) の一斉分析法, 日本食品衛生学会第78回学術講演会講演要旨集, 52.