

(参考)

9. 香料化合物のガスクロマトグラフ法

装置

一般試験法7のガスクロマトグラフ法に準拠する。

操作法

一般試験法7のガスクロマトグラフ法に準拠し、別に規定するもののほか、次の方法による。なお、香料化合物が固体の場合、別に規定する溶媒に溶解した後、同様に操作する。

第1法 面積百分率法

この方法は、保存により不揮発成分等を生成せず、すべての成分がクロマトグラム上で分離することが明らかな香料化合物に用いる。試料注入後、0~40分間に現れるすべての成分のピーク面積の総和を100とし、それに対する香料成分のピーク面積百分率を求め、含量とする。ただし、香料化合物が固体で溶媒に溶解する場合は、別に、溶媒により同様に試験を行い、溶媒由来のピークを確認後、溶媒由来のピークを除いたピーク面積の総和を100とする。

操作条件(1)

沸点が150℃以上の香料化合物に適用する。

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径0.25~0.53mm、長さ30m~60mのケイ酸ガラス製の細管に、ジメチルポリシロキサン(非極性カラム)またはポリエチレングリコール(極性カラム)を0.25~1 μmの厚さで被覆したもの。

カラム温度: 50℃から毎分5℃で昇温し、230℃に到達後4分間保持する。

注入口温度 225~275℃

検出器温度 250~300℃

注入方式 内径0.25~0.35mmカラムの場合はスプリット 30:60:1~250:1。

ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

~~内径 0.35~0.53mm カラムの場合はスプリットレス。~~

キャリアーガス：ヘリウムまたは窒素を用いる。被検香料化合物のピークの保持時間が5~20分の間になるように流量を調整する。

操作条件(2)

沸点が150℃未満の香料化合物に適用する。

検出器 水素炎イオン化検出器

カラム 内径 0.25~0.53mm、長さ 30m~60m のケイ酸ガラス製の細管に、ジメチルポリシロキサン（非極性カラム）またはポリエチレングリコール（極性カラム）を 0.25~1 μm の厚さで被覆したもの。

カラム温度：50℃で5分間保持した後、毎分5℃で、230℃まで昇温する。

注入口温度 125~175℃

検出器温度 250~300℃

注入方式 内径 0.25~0.35mm カラムの場合はスプリット 3060:1~250:1。

ただし、いずれの成分もカラムの許容範囲を超えないように設定する。

~~内径 0.35~0.53mm カラムの場合はスプリットレス。~~

キャリアーガス：ヘリウムまたは窒素を用いる。被検香料化合物のピークの保持時間が5~20分の間になるように流量を調整する。

第二法 内標準法

この方法は、保存により不揮発成分等が生成し、クロマトグラム上に分離しない成分を含有する香料化合物に用いる。一点検量による内標準法であり、被検香料化合物になるべく近い保持時間を持ち、いずれのピークとも完全に分離する安定な物質を内標準物質とする。別に規定するもののほか、以下の方法による。被検香料化合物と内標準物質を、ピーク面積比がほぼ等しくなるように、それぞれ約 T_1 g 及び約 S_1 g を精密に量り、混合して試料溶液とする。別に、標準被検香料化合物と内標準物質を、同様にしてピーク面積比がほぼ等しくなるように、それぞれの約 T_2 g 及び約 S_2 g を精密に量り、混合して標準溶液とする。いずれの採取量も、試料溶液、標準溶液により得られるピーク面積値が、それぞれの検量線の直線性が得られる範囲内となるように設定する。試料溶液と

標準溶液の適量を正確に量り、ガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する、被検香料化合物のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、標準被検香料化合物の含量を $A\%$ とするとき、次式により被検香料化合物の含量を求める。

$$\text{被検香料化合物の含量} = \frac{T_2 \times A}{T_1} \times \frac{S_1}{S_2} \times \frac{Q_T}{Q_S} \quad (\%)$$

通例、標準溶液の規定量を繰り返し注入し、得られたそれぞれのクロマトグラムから、内標準物質のピーク面積又はピーク高さに対する標準被検香料化合物のピーク面積又はピーク高さの比を求め、その相対標準偏差（変動係数）を求めて再現性を確かめる。

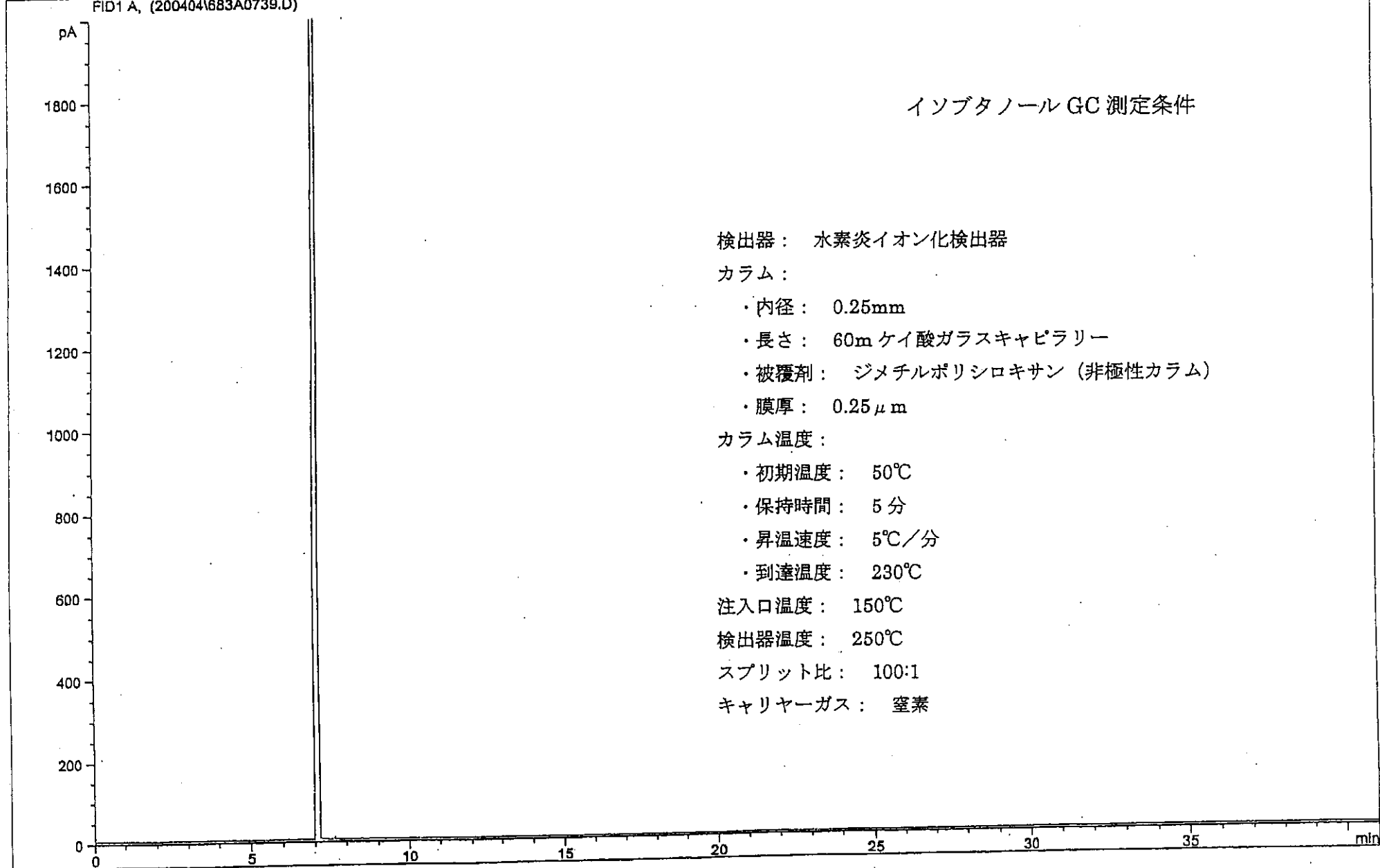
操作条件は、第一法と同様に、沸点が 150°C 以上の香料化合物では、操作条件(1)に、沸点が 150°C 未満の香料化合物では、操作条件(2)に従って試験を行う。

イソブタノールのガスクロマトグラム

参考資料2

Current Chromatogram (s)

FID1 A, (2004041683A0739.D)



イソブタノール GC 測定条件

- 検出器： 水素炎イオン化検出器
- カラム：
 - ・内径： 0.25mm
 - ・長さ： 60m ケイ酸ガラスキャピラリー
 - ・被覆剤： ジメチルポリシロキサン（非極性カラム）
 - ・膜厚： 0.25 μ m
- カラム温度：
 - ・初期温度： 50°C
 - ・保持時間： 5分
 - ・昇温速度： 5°C/分
 - ・到達温度： 230°C
- 注入口温度： 150°C
- 検出器温度： 250°C
- スプリット比： 100:1
- キャリアーガス： 窒素

平成 14 年度マーケットバスケット方式による 8 種甘味料の摂取量調査

【目的】

マーケットバスケット方式による摂取量調査を実施し、我が国における食品添加物の摂取実態を明らかにする。平成 14 年度は、甘味料につき、加工食品群による摂取量調査を実施した。

【方法】

調査に参加した地方衛生研究所 6 機関(札幌市衛生研究所, 仙台市衛生研究所, 東京都健康安全研究センター, 香川県環境保健研究センター, 北九州市環境科学研究所及び沖縄県衛生環境研究所)において天然に存在しないアスパルテーム, アセスルファムカリウム, サッカリンナトリウム, スクラロース, 天然にも存在するグリチルリチン酸, キシリトール, ソルビトール, マンニトールの計 8 種の甘味料について, 食品群ごとの含有量を測定し, 喫食量をかけることにより一日摂取量を算出した。マーケットバスケット調査用加工食品群は, 平成 12 年度の国民栄養調査結果等を基に改訂し, 新食品群で調査を実施した。

【結果及び考察】

8 種の甘味料について 6 機関の平均一日摂取量を食品群別に表に示した。アスパルテームは 5.85mg, アセスルファムカリウムは 0.74mg, サッカリンナトリウムは 0.65mg, スクラロースは 0.31mg であった。天然にも存在するものは, グリチルリチン酸は 0.59mg, キシリトールは 70.10mg, ソルビトールは 1052.95mg, マンニトールは 167.88mg であった。

また, 今回の調査では, 購入した食品中で甘味料の表示があったものについて, 個々の食品中の含有量を測定し足し合わせたもの(表示群)と, 表示の有無にかかわらず各群ごとに混合して分析したもの(混合群)とを比較検討した。天然に存在しない4種とキシリトールでは表示群は混合群の 112~126%の値となり, 食品群中の測定では回収率が下がることを考えると, 妥当な結果と考えられた。

グリチルリチン酸, ソルビトール及びマンニトールでは, 表示群では混合群の, それぞれ, 81%, 54%, 0.60%であった。このことから, キシリトールでは天然由来の摂取はほとんど無く, グリチルリチン酸でも天然由来の摂取量は小さいと考えられた。他方, マンニトールの摂取量の大部分, ソルビトールの摂取量の約半分が天然由来と考えられた。

表 8種の甘味料群別, 機関平均1日摂取量(mg)

	食品群							総摂取量
	1調味嗜好飲料	2穀類	3いも・豆類・種実類	4魚介類・肉類	5油脂類・乳類	6砂糖類・菓子類	7果実・野菜・海藻類	
1 アスパルテーム	3.37	0	0	0	0.18	2.30	0	5.85
アセスルファムカリウム	0.61	0	0	0	0	0.13	0	0.74
サッカリンナトリウム	0	0	0	0	0	0	0.65	0.65
スクラロース	0.15	0	0	0	0.06	0.09	0	0.31
2 グリチルリチン酸	0.04	0	0.04	0.03	0	0.27	0.21	0.59
キシリトール	0	0	0	0	0	70.10	0	70.10
ソルビトール	41.54	100.18	0	364.07	0	366.61	180.55	1052.95
マンニトール	42.78	0	43.70	21.42	0	14.04	45.93	167.88

1:天然に存在しないもの

2:天然にも存在するもの

(参考)

日本人における食品添加物（甘味料）の一日摂取量と許容一日摂取量（ADI）との比較

対象物質名	一日摂取量 (mg/人)	許容一日摂取量 (ADI) (mg/kg 体重)	日本人の平均体 重における一日 あたりの許容摂 取量 (mg/日)	摂取量の ADI に占める割 合 (%)
アスパルテーム	5.85	40	2000	0.29
アセスルファムカリウム	0.74	15	750	0.10
スクラロース	0.31	15	750	0.04
サッカリンナトリウム	0.648	5	250	0.26
グリチルリチン酸	0.59	設定されていない		
キシリトール	70.10			
ソルビトール	1052.95			
マンニトール	167.88			