

## 5 平成3年度食品添加物分析法の検討について

### 【食品化学科】

#### 目 的

保健所では、食品添加物については「食品中の食品添加物分析法」に添って分析を行っているが、分析手法の詳細な部分についての問題点があるので、統一試料を用いて各機関で試験を実施し、その結果を持ち寄って検討し、標準操作手順書を作成し分析結果の信頼性を高めることを目的とした。

平成元年度は酸化防止剤 (BHA、BHT)、平成2年度は保存料 (BA、DHA、SOA) について実施したが、本年度は防かび剤 (DP、OPP、TBZ) について3保健所と衛生研究所の4機関が実施した。

#### 平成3年度の分析実施内容

- (1) 対象物質：防かび剤 (DP、OPP、TBZ)
- (2) 対象食品：かんきつ類の果皮
- (3) 分析方法：「食品中の食品添加物分析法」に従い各機関独自で実施
- (4) 分析用統一試料の作製：オレンジ、レモン、グレープフルーツ各5kgを購入、果皮を採取し、調理用スピードカッターで細切したものに、DP、OPPはヘキサンに、TBZは酢酸エチルに溶解し、噴霧器で添加し、各機関に冷凍配布した。

#### 問 題 点

- (1) 蒸留後フラスコ内の残渣を用いてTBZの測定に用いる場合エマルジョンをおこした。
- (2) 減圧濃縮法はクデルナーダニッシュとロータリーエバポレーターの二種で実施されていた。
- (3) OPP、DPの測定において内部標準物質 (アントラセン) はRtが対象物質と離れすぎている。またジメチルナフタレンについては妨害ピークを認めた。
- (4) 統一試料が水溶液のようなものでなく果皮だったので添加量の均一性に問題があった。
- (5) DP測定にはカラムクリンナップ処理が必要で

あり、保健所では初めての操作のためガラス器具不足、フロリジルの活性化のやり方、流出速度などに問題があった。

- (6) 全般に回収が悪く、測定回数も少なかった。

#### 検 討 結 果

- (1) DPについて

合成ケイ酸マグネシウム (フロリジル) は130度8時間以上加熱処理する必要がある。

クリンナップ流出速度は1~2滴/秒とする。

エマルジョンした場合、NaClあるいはアルコールを添加する。

- (2) OPPについて

液性を確認する事。

DP、OPPについてはジメチルナフタレン (内標) 添加前に内標の妨害ピークの存在を確認する必要がある。また、精油定量装置の冷却管は二段接続とすること及び濃縮前にn-ノナンを添加すること。

- (3) TBZについて

抽出はホモジナイザーよりもポリトロンが便利である。蒸留残渣を利用したSampleは抽出時、乳化して分離不十分であるため、これを利用しないこと。ろ過はろ過鐘付フィルターでろ過すること。

#### ま と め

TBZ、DP、OPPは同時系統一斉分析を目標にしたが、手間がかかりすぎ、又基準値も他の添加物に比べて低いため分析担当者には煩雑だった。

精度管理対象物質は水溶液のようなもので実施した方が良いという意見もあるが、添加物の使用に則したものを、あくまでも対象検体とすべきだと考える。

今回はガスクロマトグラフによる試験であったが、他の方法として、液体クロマトグラスによる試験法もあり、保健所などの機器整備とあわせて検討する必要がある。