

サイクラミン酸の中国産食品からの検出事例

誌名	長野県衛生公害研究所研究報告
ISSN	03879070
著者名	宮川,あし子 月岡,忠 寺澤,潤一
発行元	長野県衛生公害研究所
巻/号	26号
掲載ページ	p. 49-50
発行年月	2004年3月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council
Secretariat



資 料

サイクラミン酸の
中国産食品からの検出事例

宮川あし子, 月岡 忠, 寺澤潤一

A Survey of Detection of Cyclamate in Foods
Imported from China.Ashiko MIYAGAWA, Tadashi TSUKIOKA,
Jun-ichi TERASAWA

キーワード：食品添加物；サイクラミン酸；黒梅

1. はじめに

サイクラミン酸は、国内ではチクロの名前で知られており、昭和31年に食品添加物に指定された甘味料である。安全性に疑問が生じたため、昭和44年に食品添加物の指定から削除され¹⁾、我が国では使用が許可されていない。しかし、中国等では使用が認められており、輸入された食品からしばしば検出されている²⁾。

平成13年に東京都の検査で、長野県において小分け包装された黒梅からサイクラミン酸が検出された。平成14年にも中国から輸入されたきんかんなどの甘味果実、漬け物等からサイクラミン酸が検出され問題となった。これらの違反事例に際し、県内における中国からの輸入食品について、サイクラミン酸の含有量を調査したので、その結果について報告する。

2. 調査方法

2.1 試料

平成13年から14年にかけて県内の業者で小分け包装されていた食品及び県内で流通していた食品あわせて56検体を用いた。

2.2 試薬

標準品：シクロヘキシルスルファミン酸ナトリウムは和光純薬(株)製特級を用いた。

その他の試薬：n-ヘキサンは残留農薬試験用、アセトニトリルは高速液体クロマトグラフ用、次亜塩素酸ナトリウムは有効塩素5%以上の化学用を2倍に希釈したものをいい、その他は試薬特級を用いた。

2.3 分析方法

2.3.1 試験液の調製

試験液の調製は「食品中の食品添加物分析法」³⁾に準

じた。すなわち試料10gをとり、水を加え沸騰水浴中で加熱し抽出した。冷却後100mlに定容し10mlを分取した。これにn-ヘキサン5mlを加えた後、50%硫酸溶液2ml及び次亜塩素酸ナトリウム試液1mlを加え振とうし反応させた。ヘキサン層に5%炭酸水素ナトリウム溶液25mlを加えて振とう後、ヘキサン層を分取し試験液とした。

2.3.2 定量及び定性

高速液体クロマトグラフ(HPLC)及びガスクロマトグラフ質量分析計(GC/MS)により定量及び定性を行った。HPLC及びGC/MSの測定条件を以下に示す。

1) HPLC

装置：日本分光工業(株)製880-PU型ポンプ及び同870-U型紫外可視分光検出器、カラム：L-column ODS 4.5mm i.d.×150mm、移動相：アセトニトリル・水(7:3)、流速：1ml/min、検出波長：314nm、カラム温度：40°C、注入量：20 μ l

2) GC/MS

装置：日本電子(株)製GC-mate、カラム：DB-5(5%フェニルメチルシリコン 0.32mm i.d.×30m 膜厚0.25 μ m)、カラム温度：50°C(2min)→7°C/min→250°C(5min)、注入口温度：150°C、イオン源温度：250°C、キャリアーガス：He 1ml/min、イオン化電圧：70V、モニターイオン(m/z)：55, 83, 167

3. 結 果

試料から抽出したサイクラミン酸の反応生成物のN,N-ジクロロシクロヘキシルアミンをHPLCで測定した結果、いずれの食品においてもHPLCにおける妨害は認められなかった(図1)。N,N-ジクロロシクロヘキシルアミンのGC/MSのマスキンググラムを図2に、マススペクトルを図3に示した。N,N-ジクロロシクロヘキシルアミンは、GCのインサートで分解され易いため注入口温度を150°Cに下げることにより分析が可能であった。

表1 違反事例における輸入食品中のサイクラミン酸含有量

試料名	検体数	検出数	サイクラミン酸含有量(g/kg)
			最小～最大
黒梅	27	14	0.025～16.7
その他甘味乾燥果実	10	1	1.4
乾燥果実	3	0	—
漬け物	6	5	0.23～0.61
その他の食品	10	0	—
計	56	20	

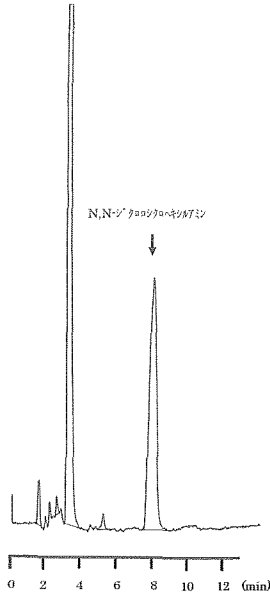


図1 HPLCのクロマトグラム

試料；しょうゆ漬けからの抽出・反応試験液

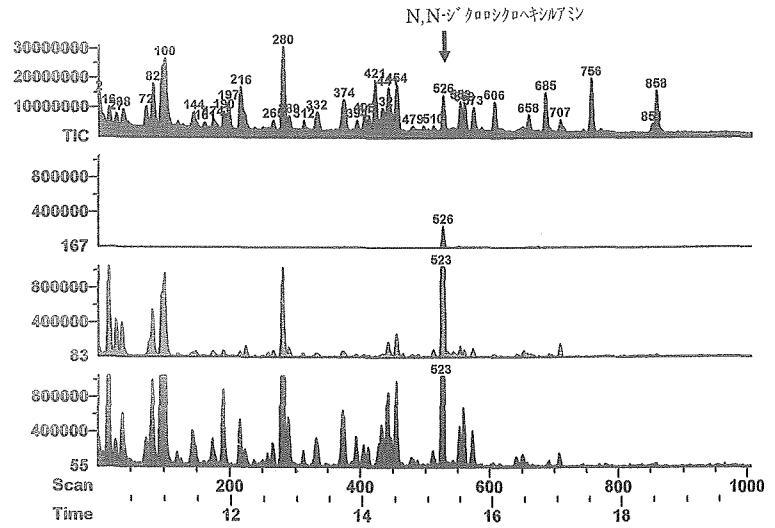


図2 分析試料TIC

試料；しょうゆ漬けからの抽出・反応液

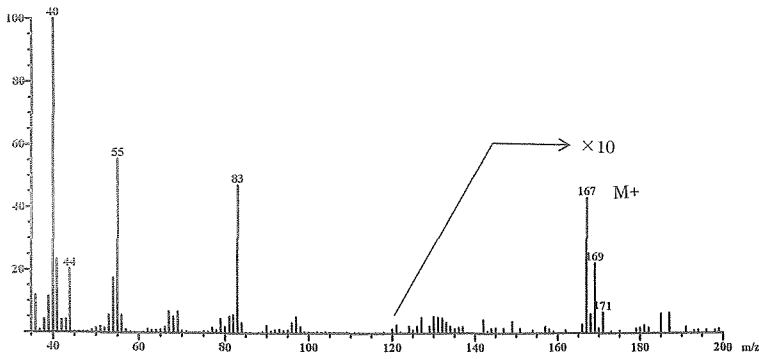


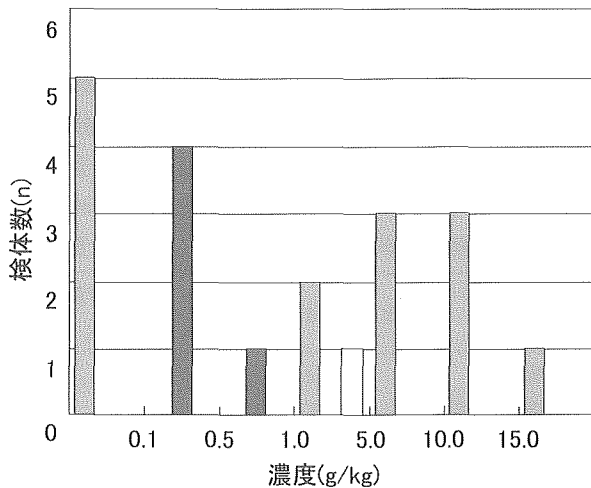
図3 N,N-ジクロロヘキシルアミンのマススペクトル
標準；40 ppm (サイクラミン酸として)

違反事例に際し調査した輸入食品中のサイクラミン酸の測定結果を表1, 含有量のヒストグラムを図4に示した。

サイクラミン酸が検出されたのは、黒梅、きんかんの甘味乾燥果実及び漬け物からで、いずれも中国からの輸入品であった。黒梅における検出濃度は0.025~16.7g/kgであり、明らかに添加されたと考えられる濃度のもの(3.3~16.7g/kg)と、製造工程における汚染ではないかと思われるもの(0.025~0.075g/kg)があった。その他の甘味乾燥果実及び漬け物から検出したサイクラミン酸は、添加されたと考えられる濃度であった。

文 献

- 1) 「食品衛生法施行規則及び食品、添加物等の一部改正について」：昭和44年10月31日付、環食化第9067号
- 2) 松田敏晴,松本ひろ子,粕谷陽子他：東京衛研年報, 53, 73~77 (2002).
- 3) 厚生省生活衛生局食品化学課：「食品中の食品添加物分析法」第2版, 362~365 (2000).



▨；黒梅 ▩；漬け物 □；乾燥甘味果実

図4 サイクラミン酸の実態調査結果