

資料

岐阜県の食品添加物使用適正化事業における食品添加物検査について (平成26～31年度)

栗本喜普, 林 典子, 遠藤利加

要 旨

平成26年度から平成31年度(令和元年度)に食品添加物使用適正化事業に基づき実施した食品添加物検査について報告する。総検体数は2,548件で、国産品は1,838件、輸入品は710件であった。検査項目は保存料8項目(安息香酸, ソルビン酸, デヒドロ酢酸, パラオキシ安息香酸エステル類5種), 甘味料2項目(アセスルファムカリウム, サッカリンナトリウム), 着色料16項目(許可色素12種, 許可外色素4種), 亜硝酸根及び亜硫酸塩類の計28項目である。6年間で使用基準違反が延べ4件, 表示違反が延べ22件, 違反疑い等が延べ54件確認され, 関係自治体等への調査, 指導及び情報提供の対象となった。保健所等による違反食品の調査結果から, 原材料変更時の表示修正漏れや表示間違いが主な違反原因の半数以上を占めており, 次いで他国向け製品の輸入や製造時の過失が多いことが判明した。

検体として収去された食品の添加物使用実態について解析したところ, 人工甘味料の使用状況に消費者の健康志向の高まりを背景とした変化が確認された。

キーワード: 食品添加物使用適正化事業, 食品添加物検査, 添加物使用実態

1 はじめに

食品添加物は, 食品の保存性を高める, 見栄えを良くする等, 様々な目的のために使用されており, 今日では食品の製造・流通に欠かせないものとなっている。平成31年度に岐阜県において実施された, 県内消費者を対象とした「食の安全性に関するアンケート」においても, 回答者の半数以上が食品添加物の必要性を認めている。しかし一方で, 食品の安全性について不安に感じているものとしても食品添加物と回答した者は多く, 輸入食品と共にその安全性について消費者の関心が高いことが伺えた。添加物に不安を感じる理由としては, 人体への影響, 表示のわかり難さ及び違反食品の流通事案の発生等があげられた。また, 規制が不十分であると回答している者も多く, 県内流通食品の検査を実施し, 食品添加物の使用基準並びに使用表示を監視指導することは, これら県民の不安を解消し, 食の安全・安心を確保するうえで重要であると考えられた。

今回, 平成26年度から平成31年度の6年間に岐阜県食品衛生監視指導計画に基づき実施した食品添加物使用適正化事業における添加物検査について報告する。

2 材料等

2.1 検体

検査対象は, 岐阜市を除く県内のスーパーマーケット, ドラッグストア等の小売店及び食品製造所等において保健所等が収去又は買上げした加工食品である。食品添加物使用基準に基づく食品分類別検体数を表1に示す。

表1 食品添加物使用基準に基づく食品分類別検体数

	名称	検体数	(%)	名称	検体数	(%)
漬物	しょうゆ漬	444	17.4	シロップ	16	0.6
	たくあん漬	330	13.0	シラップ漬け	15	0.6
	塩漬	197	7.7	チーズ	14	0.5
	酢漬	142	5.6	しょうゆ	11	0.4
	こうじ漬	50	2.0	たれ	10	0.4
	かす漬	30	1.2	いかくん、たこくん	9	0.4
	みそ漬	25	1.0	ソース	9	0.4
	計	1218	47.8	つゆ	8	0.3
菓子	244	9.6	干しぶどう	8	0.3	
食肉製品	226	8.9	ゲチャップ	7	0.3	
果実酒	169	6.6	あん類	6	0.2	
清涼飲料水	120	4.7	魚肉ソーセージ	5	0.2	
つくだ煮	88	3.5	魚介乾製品	5	0.2	
そうざい	69	2.7	ニョッキ	4	0.2	
魚肉練り製品	44	1.7	酢	2	0.1	
ジャム	40	1.6	果実ペースト	2	0.1	
みそ	39	1.5	干しずもも	2	0.1	
煮豆	38	1.5	その他	97	3.8	
乾燥果実	23	0.9	合計	2548		

2.2 標準品及び器材等

分析に用いた標準品は、保存料及び甘味料は関東化学(株)製(食品分析用)、着色料は東京化成工業(株)製、亜硝酸根(亜硝酸ナトリウム)は関東化学(株)製(特級)、二酸化硫黄及び亜硫酸塩類(亜硫酸水素ナトリウム)は富士フィルム和光純薬(株)製(特級)である。着色料精製用の固相抽出カートリッジはWaters社製 Sep-Pak Vac C18 (1g/6cc)を用いた。透析には積水マテリアルソリューションズ(株)製の分画分子量12,000~14,000のセルロースチューブを用いた。

2.3 装置

高速液体クロマトグラフ(HPLC): 島津製作所 LC-20A

紫外・可視分光光度計: 島津製作所 UV-2600

3 方法

3.1 保存料及び甘味料

3.1.1 試料液の抽出及び精製

試料液は、通知法¹⁾及び食品衛生検査指針²⁾に基づき調製した。保存料試料液は、平成27年度までは通知法に記載のある水蒸気蒸留法によって抽出していたが、抽出工程の効率化及びパラオキシ安息香酸エステル類の回収率の向上のため、透析法による抽出を検討し、共に良好な結果が得られたため、平成28年度以降は透析法により抽出を行った。透析チューブに試料5g、透析内液として50%メタノール(高タンパク、高脂質検体では60%メタノール)20ml程度を加え、透析外液(透析内液と同様)で試料液量を200mlとし、24時間放置して得られた透析外液を0.45µmのメンブランフィルターでろ過し、HPLCで測定した。甘味料試料液は、試料20g、透析内液を10%塩化ナトリウム含有0.01mol/L塩酸(高タンパク検体では0.01~0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液)、透析外液を0.01mol/L塩酸(高タンパク検体では蒸留水)、透析時間を24~48時間とし、得られた透析外液を0.45µmのメンブランフィルターでろ過し、HPLCで測定した。

3.1.2 測定条件

保存料及び甘味料のHPLC測定条件を表2及び表3に示す。分析により得られたピークの保持時間とスペクトルの類似度(0.999以上)により同定を行った。保存料は条件①で測定するが、パラオキシ安息香酸エステル類が検出された場合は条件②で再測定し、スペクトル形状の確認を実施している。定量限界はパラオキシ安息香酸エステル類は0.005g/kg、安息香酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸は0.01g/kgとした。

表2 保存料測定条件

カラム	Shim-Pack FC-ODS 75×4.6 mm I.D. (粒子径3µl)
移動相	
条件①	A液: 5 mmol/Lクエン酸緩衝液: 7-ヒトトリル: メタノール = (7:2:1) B液: 5 mmol/Lクエン酸緩衝液: 7-ヒトトリル: メタノール = (11:4:5) グラジエント条件: B液 0%(0 min)→0%(5 min)→100%(7.5 min) →100%(17 min)→0%(18 min)
条件②	6.1 mmol/L CTA-Br含有26 mmol/Lリン酸二水素ナトリウム溶液: 7-ヒトトリル: メタノール = (25:13:13)
測定波長	230 nm, 260 nm
カラム温度	40°C
注入量	10 µl
流速	1.0 ml/min

表3 甘味料測定条件

カラム	Shim-Pack VP-ODS 150×4.6 mm I.D. (粒子径5µl)
移動相	5 mmol/L CTA-Cl含有10 mmol/Lクエン酸緩衝液: 7-ヒトトリル = (4:3)
測定波長	230 nm
カラム温度	40°C
注入量	10 µl
流速	1.0 ml/min

3.1.3 検量線

5, 10, 20, 30 µg/mlの4点検量線を用いた。

3.1.4 その他

食品中のソルビン酸は流通の過程で異性体化することが知られており、当所の検査においてもソルビン酸使用食品からソルビン酸異性体は高頻度に確認される。当所では食品衛生法に基づくソルビン酸の基準が使用基準であることを踏まえ、ソルビン酸の検量線を用いたグループ検量により異性体を合算した値を報告値としている。

3.2 着色料

3.2.1 試料液の抽出及び精製

試料液は通知法¹⁾に基づき調製した。採取した試料液は固相抽出カートリッジで精製し、50%メタノール又は100%メタノールで溶出させ、0.45µmのメンブランフィルターでろ過し、HPLCで測定した。

3.2.2 測定条件

着色料のHPLC測定条件を表4に示す。分析により得られたピークの保持時間とスペクトルの類似度(0.99以上)により同定を行った。検出限界は試料液濃度として、許可色素のうちR102, R105, B1, G3は1.0µg/ml, その他の許可色素は0.5µg/mlとした。許可外色素の検出限界は、アズルビン、パテントブルー、キノリンイエローは1.0µg/ml, オレンジIIは2.0µg/mlとした。

表4 着色料測定条件

カラム	Shim-Pack FC-ODS 75×4.6 mm I.D. (粒子径3µl)
移動相	A液: 0.01 mol/L酢酸アンモニウム B液: アセトニトリル グラジエント条件: B液 5%(0 min)→50%(22 min)
測定波長	420 nm, 520 nm, 620 nm
カラム温度	40°C
注入量	20 µl
流速	1.0 ml/min

3.2.3 検量線

10 µg/ml の一点検量線を用いた。

3.3 亜硝酸根

3.3.1 試料液の調製及び測定

試料液は通知法¹⁾に基づき調製し、紫外・可視分光光度計により測定した。

3.3.2 検量線

0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 µg/ml の6点検量線を用いた。

3.4 二酸化硫黄及び亜硫酸塩類

3.4.1 試料液の調製及び測定

試料液の調製及び測定は通知法¹⁾に基づき、二酸化硫黄含有量が約0.1 g/kg以上の食品はアルカリ滴定法により、約0.1 g/kg以下の食品は紫外・可視分光光度計を用いた比色法により実施した。

3.4.2 検量線

0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.0 µg/ml の6点検量線を用いた。

3.5 精度管理

内部精度管理として、すべての項目について添加回収試験を検査の都度、繰り返し試験 (n=5) を年に一回以上実施し、検査の信頼性を確保した。管理基準は回収率70~120%、Zスコア2以下、変動係数20%以下とした。さらに保存料及び着色料については、年に一回外部精度管理に参加した。

4 結果と課題

平成26年度から平成31年度までに実施した食品添加物の総検査項目数は22,890件であり、うち国産品の検査項目数は16,300件、輸入品の検査項目数は6,590件であった。6年間で使用基準違反事例は延べ4件確認され、内訳は基準値超過事例として安息香酸が1件、ソルビン酸が2件、使用が認められていない食品へのソルビン酸添加事例が1件であった。表示違反事例は延べ22件確認され、内訳は表示に記載のある添加物の不検出事例として保存料3件、甘味料1件、着色料6件、表示に記載のない添加物の検出事例として保存料2件、甘味料1件、着色料9件であった。違反が疑われた食品等の製造所等を管轄する自治体等への情報提供は延べ54件あった。年度別の違反件数を図1に示す。着色料による違反が平成29年度を除いて毎年度確認されている。また、食品分類別の違反件数は図2に示すとおりであり、着色料の表示違反が菓子及び清涼飲料水において多く確認されているのに対し、保存料に関する違反は多岐にわたる食品で確認された。

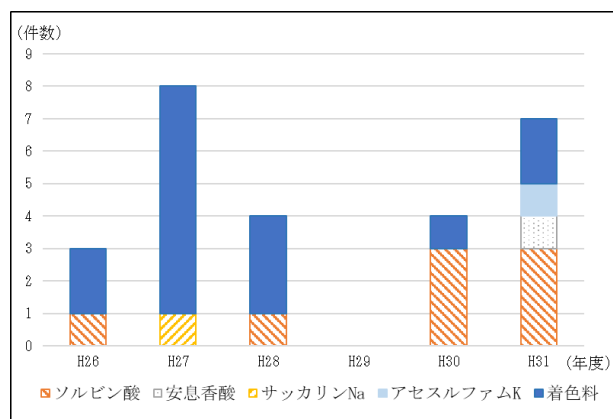


図1 年度別違反件数

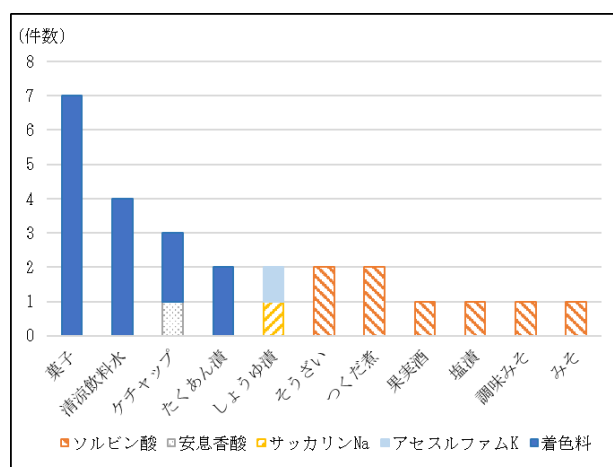


図2 食品分類別違反件数

保健所等の調査により判明した主な違反原因の割合を図3に示す。原材料の変更に伴う表示の修正漏れ及び表示間違いが全体の半数以上を占めており、次いで他国向け製品の輸入、コンタミネーションや攪拌不良等の製造時の過失が多い結果であった。また、キャリーオーバーに該当しない添加物の表示欠落事例や、添加物使用基準がない食品への添加事例等も確認された。

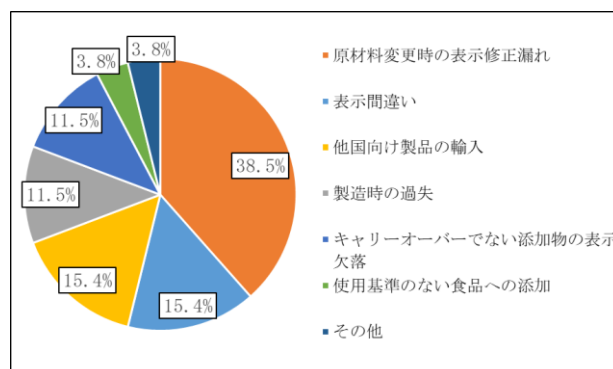


図3 違反事例の原因割合

6年間に添加物検査を目的として収去された食品における食品添加物の使用状況を解析したところ、年度毎の検体数に占める各甘味料使用食品の割合が、アスパルテームやサッカリンNaは横ばいもしくは減少傾向であるのに対し、スクラロースは平成26年度に1.6%

であったものが平成31年度には7.3%、D-ソルビトールは4.9%から10.4%にそれぞれ増加するなど、甘味料の使用状況が変化していることが判明した(図4)。全体としてはスクラロース等の非糖質系人工甘味料及びD-ソルビトール等の糖アルコールを使用した食品の割合は増加傾向にあり、これは近年の消費者の健康志向の高まりを背景とし、人工甘味料等が使用された低カロリー食品が多く流通するようになったことによるものと推察される。また、アスパルテームやスクラロース等の仕入れ量増加を見込む企業が増えているとの報告もあることから³⁾、今後も非糖質系人工甘味料等が使用された製品は増加していくものと予測される。

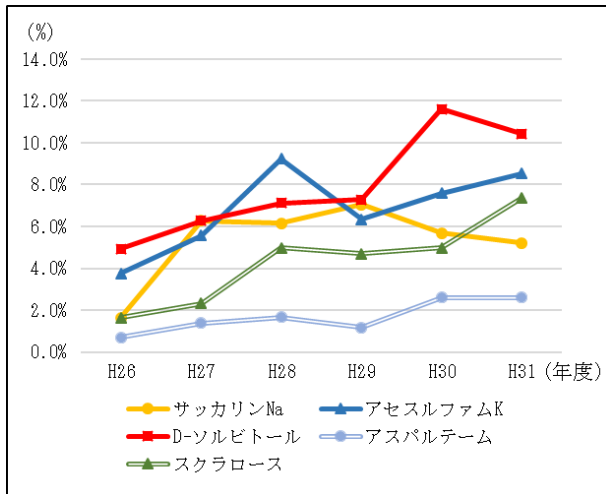


図4 年度別検体数に占める甘味料使用検体割合

食品添加物の使用状況は消費者のライフスタイルと共に変化している。県内流通食品の添加物使用適正化のためには、食品製造者等に対する関係法規等の一層の周知徹底と共に、使用実態に即した検査項目の見直しや拡充による効果的な監視指導を行うことが必要である。

謝 辞

情報提供にご協力いただきました岐阜県健康福祉部生活衛生課並びに各保健所の皆様に深く感謝申し上げます。

文 献

- 1) 「食品中の食品添加物分析法について」(平成12年3月30日付け衛化第15号厚生省生活衛生局食品化学課長通知)
- 2) 食品衛生検査指針 食品添加物編, 社団法人日本食品衛生協会, 2003.
- 3) 独立行政法人農畜産業振興機構: 食品メーカーにおける砂糖類および人工甘味料の利用形態～平成30年度甘味料およびでん粉の仕入れ動向等調査の概要～, https://www.alic.go.jp/joho-s/joho07_002088.html, 2019.

Inspection of Food Additives for Optimizing Usage in Gifu prefecture (2014~2019)

Yoshihiro KURIMOTO, Noriko HAYASHI, Rika ENDO

Gifu Prefectural Research Institute for Health and Environmental Sciences:
1-1, Naka-fudogaoka, Kakamigahara, Gifu 504-0838, Japan