

食品中のサイクラミン酸試験法における一考察

(2017年1月31日受付)

(2017年7月5日受理)

朝倉敬行、山本信次、村上麻里子、田栗さやか、中里光男、安田和男

一般財団法人 東京顕微鏡院 食と環境の科学センター

A study on analytical methods of cyclamate in foods

(Received January 31, 2017)

(Accepted July 5, 2017)

Takayuki Asakura, Shinji Yamamoto, Mariko Murakami, Sayaka Taguri, Mitsuo Nakazato, Kazuo Yasuda

Institute for Food and Environment Sciences, Incorporated Foundation Tokyo Kenbikyo-in

Abstract

Recovery of cyclamate(CY) by the Notified method from certain food sample was found extremely low. In the Notified method, CY was extracted, derivatized and measured with LC-UV. LC-MS/MS measurement of the underivatized extract revealed that CY was satisfactory extracted from these food samples. The low recovery was elucidated to be due to the co-extracted food component, which may have reacted with the derivatizing reagent competitively with CY. Dialysis extracted, increase of the derivatizing reagent volume, and decreasing sample amount for derivatization have dramatically improved recovery of the CY from these samples. Recovery rate of cyclamate(CY) was compared and evaluated between two pretreatment methods: the method using solvent extraction and dialysis method. It was measured by HPLC after derivatizing CY to *N,N*-dichlorocyclohexylamine. The result of comparative study, CY in dried wasabi powder and reishi extract powder were satisfactory recovered by dialysis method, but were not entirely recovered by solvent extraction method. The case of pine bark extract powder and chinese tea leaf, CY was scarcely recovered with both methods. The elucidation of reason for difference in recovery between the two methods, was attempted using the above mentioned samples. The result of investigation, it was discovered that the recoveries of all samples increased with increasing concentration of hypochlorous acid in the reaction system. The information indicated that the organic matter involved in sample solutions after pretreatment consumed hypochlorous acid prior to CY.

Keywords : サイクラミン酸、甘味料、透析、溶媒抽出、液体クロマトグラフ - タンデム質量分析計
cyclamate, sweetener, dialysis, solvent extraction, LC-MS/MS

I 諸言

合成甘味料の一種であるサイクラミン酸は、別名チクロトと呼ばれ、わが国では1956年からそのナトリウム塩とカルシウム塩が食品添加物として使用されてきたが、アメリカでラットに膀胱がんを発生させる疑いがあるとのデータ¹⁾が公表されたことから1969年に使用が禁止され、以来現在も使用は認められていない。しかし、その後この疑いはFAO/WHO 合同食品添加物専門家会議(JECFA)の評価で否定されたこともあり、中国、台湾、EU諸国をはじめ多くの国々では現在もその使用が認められている²⁾。そのため、これらの国から輸入した食品からしばしばサイクラミン酸塩が検出されており、未許可添加物の中では最も食品衛生法違反となる事例

が多いものの一つである。

一般にサイクラミン酸の検査は、平成15年8月29日に厚生労働省から出された食安監発第0829009号「サイクラミン酸に係る試験法について」³⁾(以下、通知法)に従って行われる。しかし、試験対象となる食品が多岐に渡るため、夾雑物との分離が困難であったり、回収率がほとんど得られないものも見受けられる。実際に乾燥わさび粉末、霊芝抽出エキス粉末及び松樹皮抽出エキス粉末、中国茶(茶葉)では、通知法で分析した場合、サイクラミン酸の回収率が全く得られないか、極めて低い状況であった。

通知法では、試料中のサイクラミン酸を溶媒で抽出し、固相抽出で精製したのち、誘導體化して測定する。そこで、回収率の低かった食品について、前処理に溶媒抽出-固相