

食品添加物の分析 - 保存料の分析 -

Analysis of Food Preservatives

はじめに

Introduction

食品の保存料は微生物の増殖を抑制して食品の腐敗や変質を防止する目的で使用されており、添加する食品の性質によって使い分けられています。食品に使用される保存料の分析方法の多くは、目的成分を水蒸気蒸留法により抽出し、高速液体クロマトグラフ（HPLC）で定量分析を行う方法が用いられます。これらの保存料の中で、安息香酸、ソルビン酸、パラオキシ安息香酸メチル（PHBAメチル）、パラオキシ安息香酸エチル（PHBAエチル）、パラオキシ安息香酸プロピル（PHBAプロピル）、パラオキシ安息香酸ブチル（PHBAブチル）は、ガスクロマトグラフでも測定可能であるため、HPLCでの検出結果の確認方法としてガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）による分析方法が有効です。本アプリケーションニュースでは食品中の保存料6種をGC/MSで分析した例をご紹介します。

Y.Okamura

Table 1 分析条件例
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010 Plus
-GC-	
Column	: Rtx-5MS (30 m × 0.25 mm I.D.df=0.25 μm)
Column Temp.	: 60 °C-15 °C/min-280 °C (20 min)
Carrier Gas	: He, 45.0 cm/sec
Carrier Gas Mode	: Constant Linear Velocity Mode
Inj Temp.	: 250 °C
Injection Method	: Split Injection
Split Ratio	: 10:1
Injection Volume	: 1 μL
-MS-	
I.F. Temp.	: 260 °C
I.S. Temp.	: 230 °C
Ionization	: EI
Scan Range	: m/z 40-300
Scan Interval	: 0.3 sec

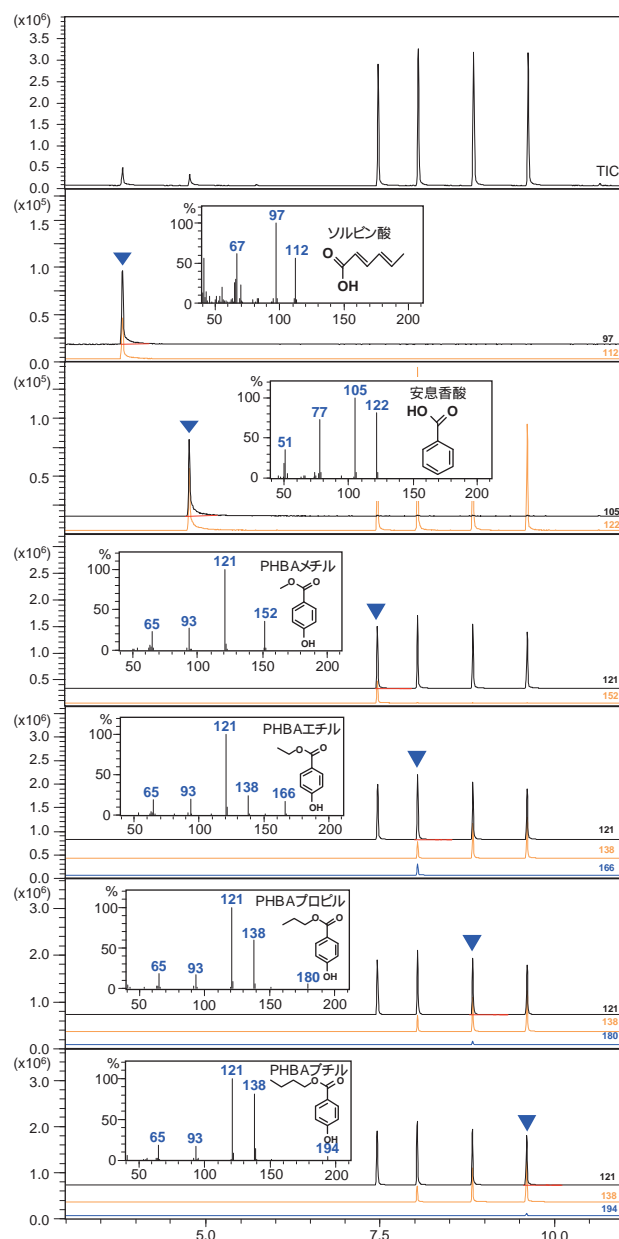


Fig.1 保存料6種のクロマトグラム (10mg/L)
Chromatograms of 6 Kind of Preservatives

結果と考察

Result and Discussion

標準試料

保存料標準品6種類の各10 mg/L溶液を、Table 1に示した分析条件で分析した結果のクロマトグラムをFig.1に示しました。最上段がTICクロマトグラム、二段目以下に成分毎の特徴的な m/z によるマスクロマトグラムと成分ピークのマススペクトルを示しました。安息香酸、ソルビン酸はPHBAエステル類と比較して感度が悪いものの、成分ピークを良好に検出することができました。

市販清涼飲料

清涼飲料には保存料として安息香酸Naが添加されている製品が多く、ここでは安息香酸Naの使用が表示されている清涼飲料の分析を行いました。前処理は試料をエタノールにて50倍希釈したのみで分析しました。分析の結果、マスクロマトグラムにより安息香酸を検出する事ができました (Fig.2)。

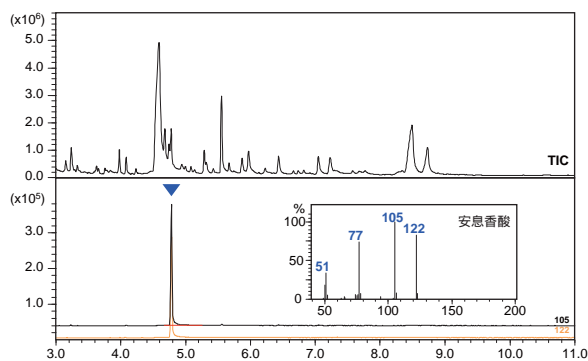


Fig.2 清涼飲料分析結果 (エタノールで50倍希釈)
Result of Soft Drink Analysis

液体調味料

日本では醤油などの液体調味料にPHBAエステル類の使用が認められています。液体調味料にPHBAエステル類を5 $\mu\text{g/g}$ となるよう添加した試料を分析しました。前処理は、試料をエタノールで10倍希釈後、遠心分離 (1000 rpm, 5分間) で沈殿物を除去し、上澄み溶液を試料としました。分析結果をFig.3に示しました。添加したPHBAエステル類をマスクロマトグラムにより良好に検出することができました。

清涼飲料、液体調味料ともにTICクロマトグラムでは多くの夾雑成分が検出され、目的成分の検出は困難ですが、特徴的な m/z で描いたマスクロマトグラムでは目的成分を明確に検出する事ができ、マススペクトルについてもスペクトル減算処理により、標準試料での測定結果と同等のマススペクトルを得ることができました。

標準品だけでなく、実試料においても保存料を簡便な前処理で検出可能であったことから、GC/MSによる分析はこれらの成分の確認手法として有効と考えられます。

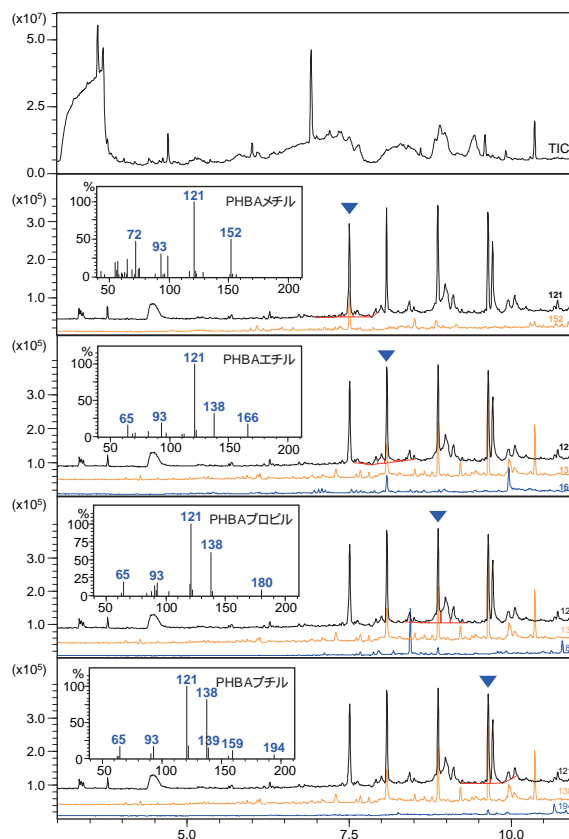


Fig.3 液体調味料分析結果
(PHBAエステル類 5 $\mu\text{g/g}$ となるよう添加後エタノールで10倍希釈)
Chromatograms of Soy Sauce Spiked with 4 kind of Preservatives

初版発行：2009年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。