

GC/MSによる2-アルキルシクロブタノンの分析

—放射線照射食品の検知—

Analysis of 2-Alkylcyclobutanones by GC/MS

- Detection of Irradiated Foods -

■はじめに

Introduction

食品照射とは、食品にエックス線やガンマ線といった放射線を照射することによって、食品に付着した微生物を死滅させ、食品の長期貯蔵を可能にする技術です。この技術は、香辛料や肉類などに対して世界中で多く利用されていますが、日本においては、ばれいしょの発芽防止目的以外での使用は原則認められていません。

2-アルキルシクロブタノンは、放射線照射によって食品中の脂質から特異的に生成します。生成する2-アルキルシクロブタノンは脂質の脂肪酸組成によりアルキル基が異なりますが、パルミチン酸由来の2-ドデシルシクロブタノン（以下、2-DCB）とステアリン酸由来の2-テトラデシルシクロブタノン（以下、2-TCB）が主な生成物として知られています。これらは非照射食品からは検出されないことから、照射検知の指標として欧州標準規格法（EN1785）や、厚生労働省の定める放射線照射された食品の検知法のひとつ（アルキルシクロブタノン法；厚生労働省 平成22年3月30日付 食安発

0330第3号）に採用されています。

本アプリケーションニュースでは、脂肪を抽出可能な食品（牛肉、豚肉、鶏肉、鮭、カマンベールチーズ等）を対象としたアルキルシクロブタノン法に準拠した2-アルキルシクロブタノンの分析例についてご紹介します。

K. Yamada J. Nagata

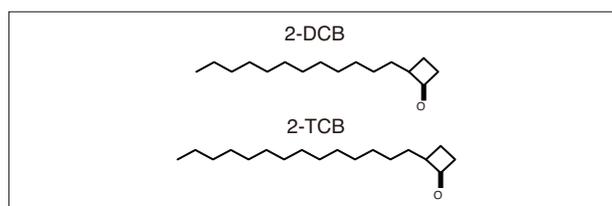


Fig. 1 2-DCBと2-TCBの構造式
Structure of 2-DCB and 2-TCB

■分析方法

Materials and Method

試料には市販の豚ひき肉を用い、コバルト-60をγ線源とし、室温下で1 kGy照射したものと照射していないものについて分析しました。前処理フローをFig. 2に示しました。

本試験法では、GC/MS測定に対し、定量のためのSIM測定と判定のためのSCAN測定が要求されています。ここでは、SCAN/SIMモードによる1回の分析で測定を行い、SIM測定結果から試料中の2-DCBと2-TCBを内部標準法にて定量しました。GC/MS条件をTable 1に示しました。

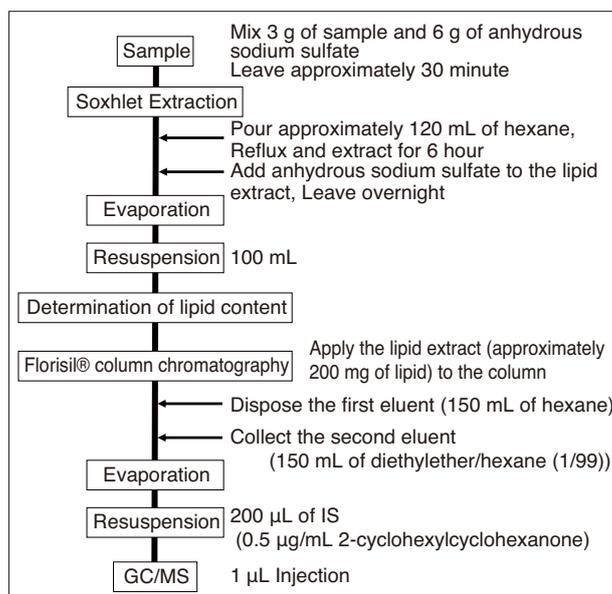


Fig. 2 前処理フロー
Sample Preparation

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

| | | | |
|------------------|--|---------------|----------------------|
| Model | : GCMS-QP2010 Ultra | -MS- | |
| -GC- | | I.F. Temp. | : 280 °C |
| Column | : Rxi-5MS (30 m × 0.25 mm I.D.df=0.25 µm) | I.S. Temp. | : 230 °C |
| Col.Temp. | : 60 °C (1 min) -10 °C/min-300 °C (10 min) | Ionization | : EI |
| Carrier Gas | : He (46.3 cm/sec, 100 kPa) | Mode | : SCAN/SIM |
| Carrier Gas Mode | : Constant Linear Velocity Mode | Scan Range | : <i>m/z</i> 95-115 |
| Injection Temp. | : 250 °C | Scan Interval | : 0.3 sec |
| Injection Method | : Splitless Injection (1 min) | Monitor Ion | : <i>m/z</i> 98, 112 |
| Injection Volume | : 1 µL | SIM Interval | : 0.2 sec |

■分析結果

Sample Analysis

照射試料と非照射試料のSIMクロマトグラムをFig. 3, 4に、照射試料のマスペクトルをFig. 5に示しました。照射試料では2-DCB、2-TCBともにピークが検出され、脂肪中濃度はそれぞれ0.077 $\mu\text{g/g}$ と0.151 $\mu\text{g/g}$ でした。非照射試料ではピークは検出されませんでした。

アルキルシクロブタノン法では、以下の4項目を全て満たす場合に照射食品とみなされます。

- 1) 標準溶液と同じ保持時間に、 m/z 98および m/z 112にS/N比3以上のピークが認められること

- 2) m/z 98に対する m/z 112の相対イオン強度比が、その濃度に近い濃度水準の標準溶液における相対強度比の $\pm 20\%$ 以内であること
 - 3) 保持時間付近で m/z 95~ m/z 115の範囲でSCAN測定を行うとき、 m/z 98および m/z 112が主要イオンであること(2つのイオンの合計強度が50%以上であること)
 - 4) 上記項目を満たした場合の定量値が、標準溶液のS/N比3から算出した濃度以上であること
- 今回の照射食品の測定結果は上記判定項目を全て満たしており、陽性と判定されました。

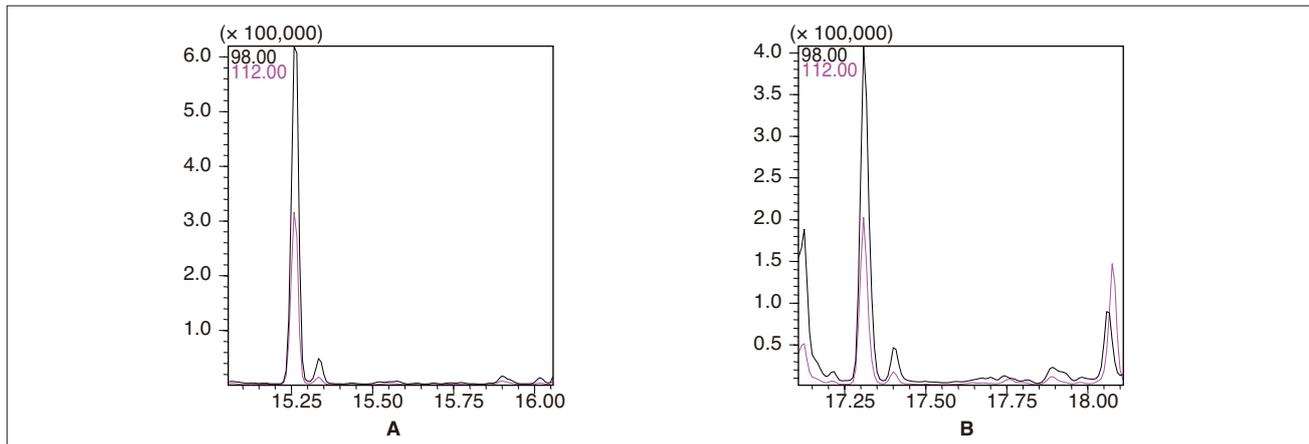


Fig. 3 非照射試料のSIMクロマトグラム
SIM Chromatogram of Unirradiated Sample

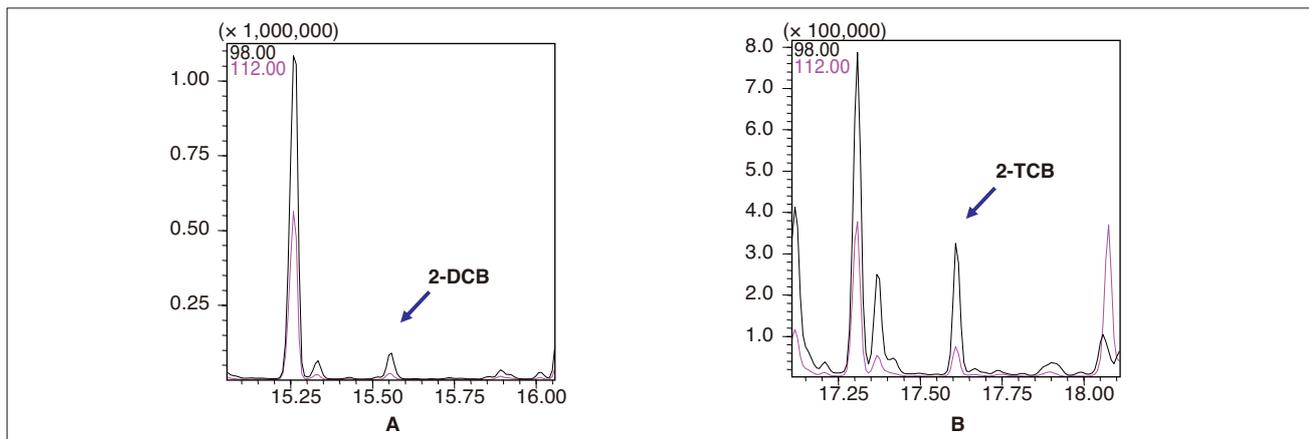


Fig. 4 照射試料のSIMクロマトグラム
SIM Chromatogram of Irradiated Sample

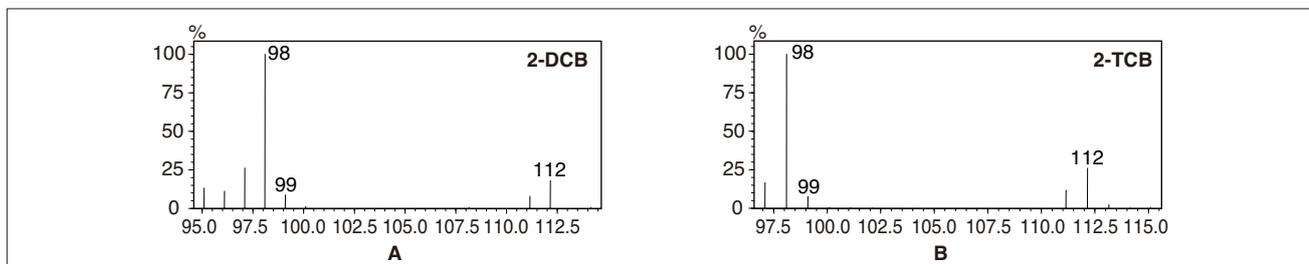


Fig. 5 2-DCBと2-TCBのマスペクトル (照射試料)
Mass Spectrum of 2-DCB and 2-TCB (Irradiated Sample)

[参考文献]

食安発0330第3号 平成22年3月30日「放射線照射された食品の検知法について」

初版発行：2011年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コールセンター

0120-131691
TEL: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>

会員制情報サービス「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。

3100-04101-570-1K
2011.4