

食品中のフェノール系酸化防止剤の分析

Determination of Phenolic Antioxidants in Food

食品中の成分は、空気中の酸素に暴露されることにより各種酸化生成物を生じ、品質劣化につながります。このため、各種酸化防止剤が食品添加剤として使用されますが、今回は、特に油脂製食品に用いられるフェノール系酸化防止剤のHPLCによる分析法を取り上げます。

日本で食品添加物とされているフェノール系酸化防止剤は、BHT（ブチルヒドロキシトルエン）、BHA（ブチ

ルヒドロキシアニソール）、NDGA（ノルジヒドログアヤレチック酸）、PG（没食子酸プロピル）の4種類で、油脂、バター、魚介冷凍品、魚介乾製品などに使用が許可されています。

ここでは、これら4成分に、諸外国で使用されている5成分を加えたフェノール系酸化防止剤9成分の分析例をご紹介します。 A. Yamamoto

グラジエント溶出法による9成分の一斉分析

Simultaneous Determination of 9 Antioxidants by Gradient Elution

Fig.1（左）は、フェノール系酸化防止剤9成分をグラジエント溶出法により一斉分析（UV検出）した例です。試料は、各成分25mg/L（メタノール溶液）を10 μ L注入しています。Fig.1（右）は、同条件で、蛍光検出した結果です。TBHQ、NDGA、OG、PG、DG、BHAの6成分は、UV検出に比較して、感度と選択性が増します。また、TBHQ、NDGA、BHAの3成分については、蛍光波長を短波長に変更することにより、さらに感度が向上が可能です。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack FC-ODS (75mmL. x 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A : 5% Acetic Acid-water B : Methanol/Acetonitrile = 1/1 (v/v) B (40%) B (80%)/15min Linear Gradient
Flow Rate	: 1.0mL/min
Column Temp.	: 40
Detection	: SPD-10Avp at 280nm RF-10AXL Ex at 275nm, Em at 365nm

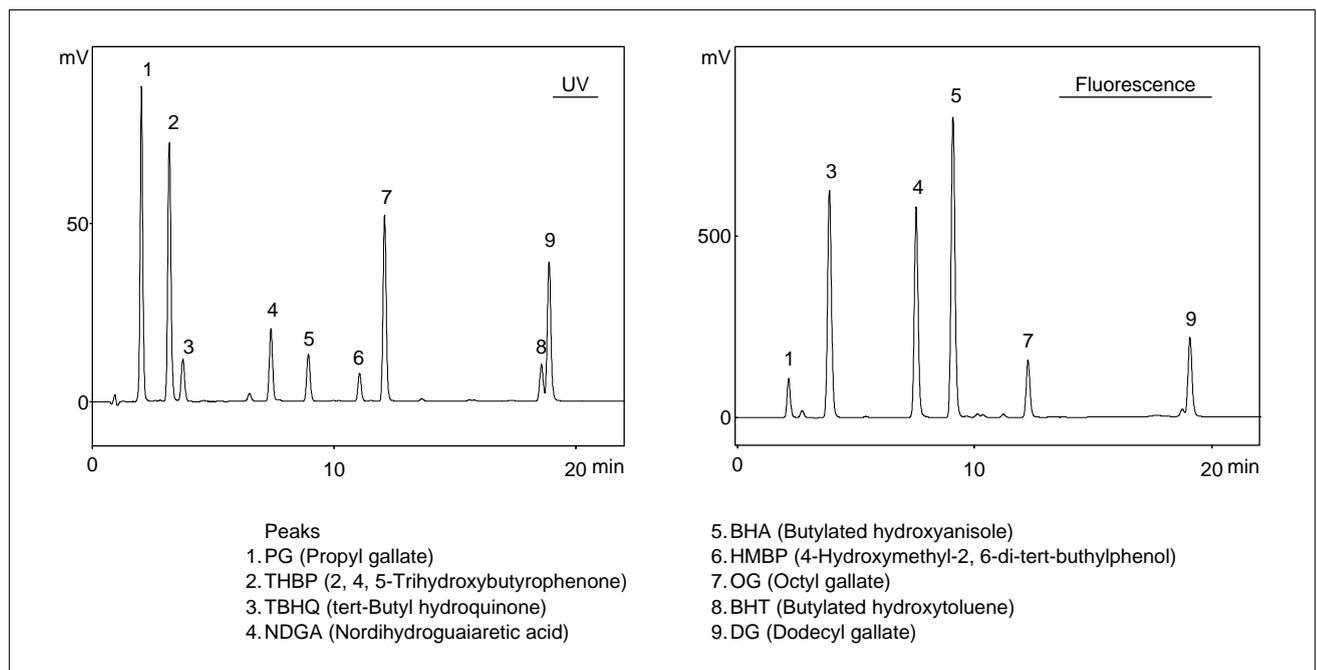


Fig.1 標準品9成分のグラジエント溶出法によるクロマトグラム（各25mg/L，10 μ L注入）
Chromatogram of A Standard Mixture of 9 Antioxidants by Gradient Elution (25mg/L each, 10 μ L Inj.)
(left) SPD-10Avp at 280nm,
(right) RF-10AXL Ex at 275nm, Em at 365nm

バターへの分析

Analysis of Butter Sample

バターをFig.2の前処理法に従って分析した例をFig.3に示します。分析条件はTable1と同じ（UV 280nm検出）です。下段はバターの分析結果で、上段はバターに前処理段階でフェノール系酸化防止剤9成分を20mg/Lになるように添加した結果です

0.5g Butter	Add 1g Sodium sulfate
Mixing	5mL Acetonitrile/Isopropanol/Ethanol = 2/1/1 (v/v/v)
Left at -20 over 1hr	
Centrifuge 3000rpm, 5min	
Supernatant	
Filtration	
Inject 10 μ L	

Fig.2 バター試料の前処理
Pretreatment of Butter Sample

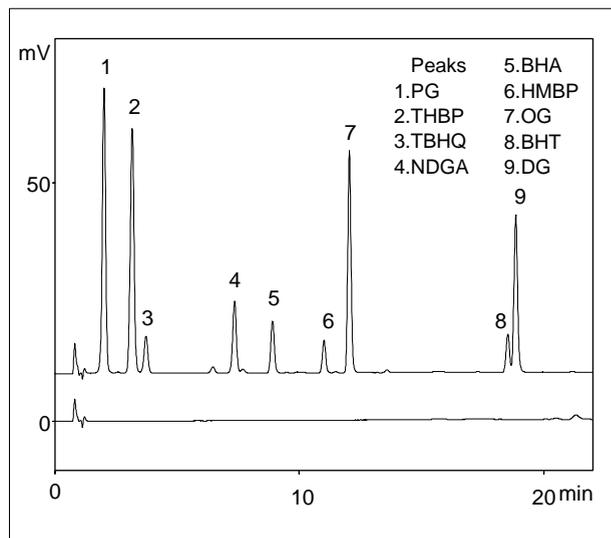


Fig.3 バターの分析
Analysis of Butter Sample
(upper) Sample : spiked, 20mg/L each
(lower) Sample

一定組成溶出法による5成分の分析

Determination of 5 Antioxidants by Isocratic Elution

Fig.4は、一定組成溶出法による5成分の分析例です。左は、UV検出器、右は蛍光検出器によるクロマトグラムです。分析条件は、Table2に示します。試料は、各成分25mg/L（メタノール溶液）を10 μ L注入しています。有機溶媒濃度を増やすことにより、HMBP, OG, BHT, DGの分析も可能です。特定の成分をルーチン分析するのに適しています。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack FC-ODS (75mmL. x 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: 5% Acetic Acid-water / Methanol / Acetonitrile = 6/2/2 (v/v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40
Detection	: SPD-10Avp at 280nm RF-10AXL Ex at 275nm, Em at 365nm

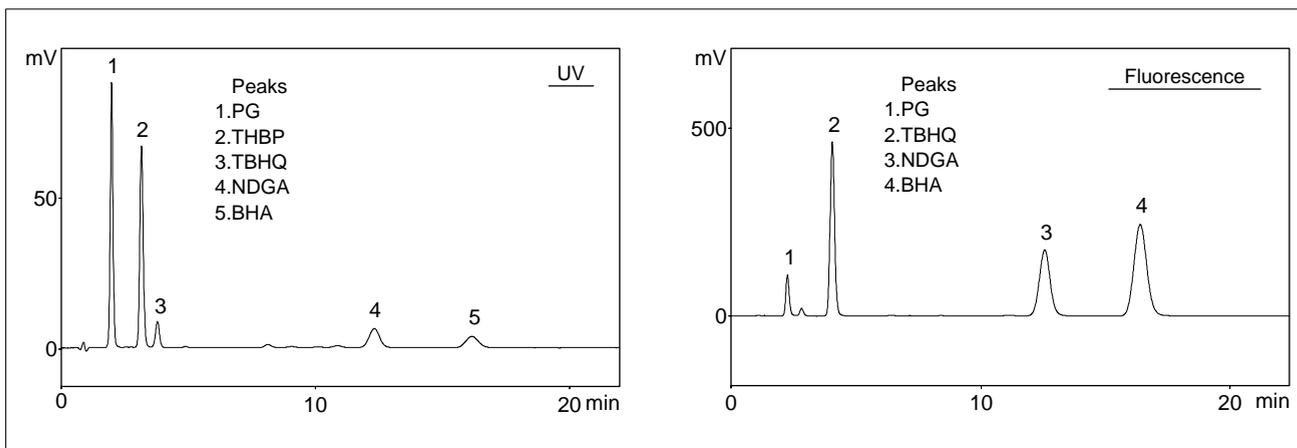


Fig.4 標準品5成分の一定組成溶出法によるクロマトグラム
Determination by Isocratic Elution Method by Isocratic Elution
(left) SPD-10Avp at 280nm,
(right) RF-10AXL Ex at 275nm, Em at 365nm

参考文献

- 1) 衛生試験法・注解2000
- 2) 第2版 食品中食品添加物分析法

初版発行：2002年9月
A改訂版発行：2002年12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。