

LC-MSによるスーダン色素およびパラレッドの分析

Analysis of Sudan Dyes and Para Red using LC-MS

スーダン色素はオイル，ワックス等の着色に用いられる赤色合成色素です。発ガン性が疑われており日本や欧米において食品への添加は認められていませんが，国によってはチリパウダー，パブリカ等の発色に使用されています。EUでは2003年5月に輸入トウガラシ製品からスーダンが検出されて以来多くの検出事例が報告されており，日本においても輸入時検査を強化してきました。

スーダンおよびパラレッドの分析法としては，平成18年5月1日付厚生労働省食安監発第0501008号「食品中のスーダン色素およびパラレッドの試験法について」(以下 通知法)が通知されており，定量試験法としてHPLC法が，確認試験法の一つとしてLC-MS法が記載されています。

ここではLC-MSによるスーダン色素およびパラレッドの同時定量分析例をご紹介します。

T.Goda

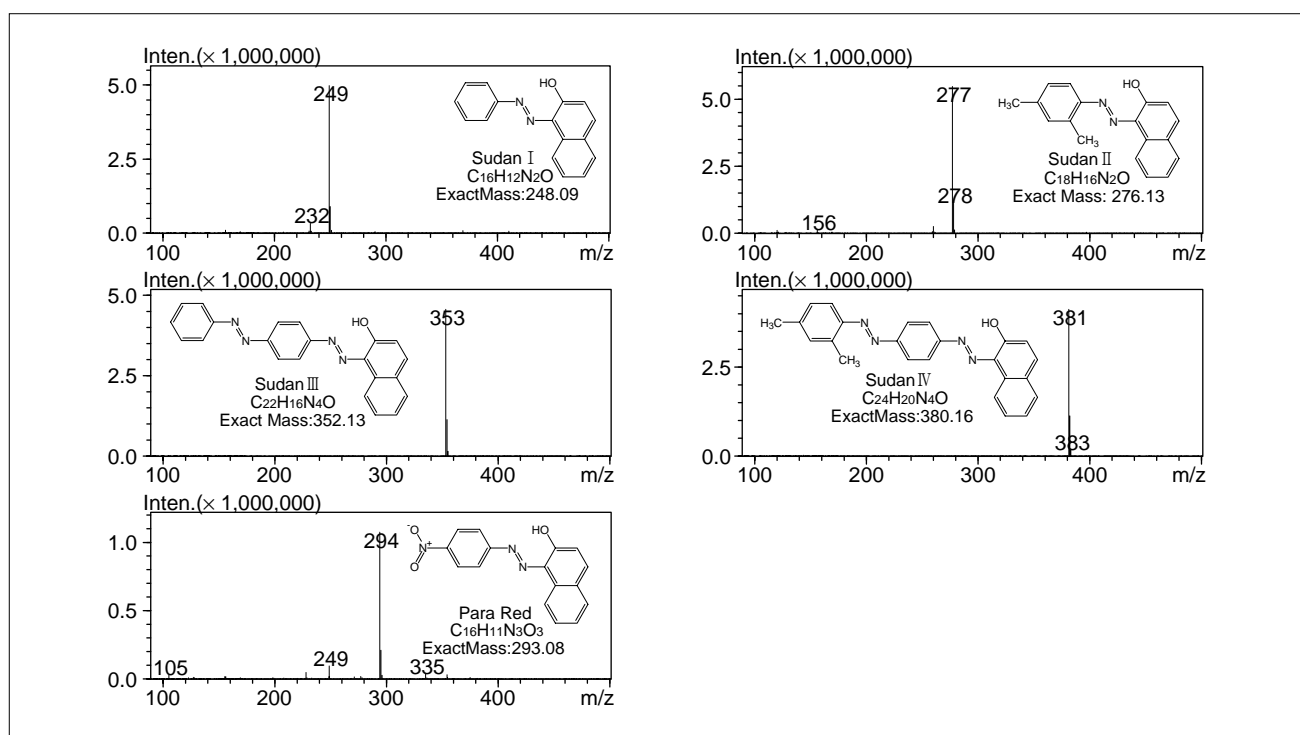


Fig.1 スーダン色素およびパラレッドの正イオンマススペクトル
Positive ESI mass spectra of Sudan Dyes and Para Red

通知法ではLC-MSでのイオン化法として正イオンエレクトロスプレーイオン化 (ESI-positive) 法を用いることが記されています。はじめに，標準試料を用いてスキャン測定によるスペクトルの確認とSIM測定による直線性の確認を行いました。Fig.1にスーダン ~ およびパラレッドの構造式とマススペクトルを示します。いずれもプロトン化分子 ([M+H]⁺) がベースピークとして検出されました。Fig.2に5-1000 ng/mL の検量線 (n=5) を示します。相関係数はいずれも0.998以上と良好な直線性が得られました。また，通知法に記載された検出限界0.5 μg/g (前処理後の最終溶液の濃度として50 ng/mL) の1/10の濃度で各成分を十分確認することができました。

通知法には精度管理について5 μg/gでの添加回収率

を求めることが記されています。ここでは通知法に基づき，市販チリパウダー中のスーダン ~ およびパラレッドの精度確認のため添加回収試験を行いました。測定には感度，精度のよいSIMを用いました。前処理方法は通知法に従い，チリパウダー5 gに25 μgの標準品を添加しました。回収率100%と仮定すると，前処理後の最終溶液の濃度は500 ng/mLとなります。Fig.3にスーダン ~ およびパラレッドを添加した市販チリパウダーのSIMクロマトグラムを示します。黒色のクロマトグラムが標準品添加したチリパウダー，赤色のクロマトグラムが標準品未添加のチリパウダー，青色のクロマトグラムが標準試料です。回収率は97.9% ~ 108.0%，回収率の変動係数 (n=3) は0.81 ~ 2.00%といずれも良好な値が得られました。

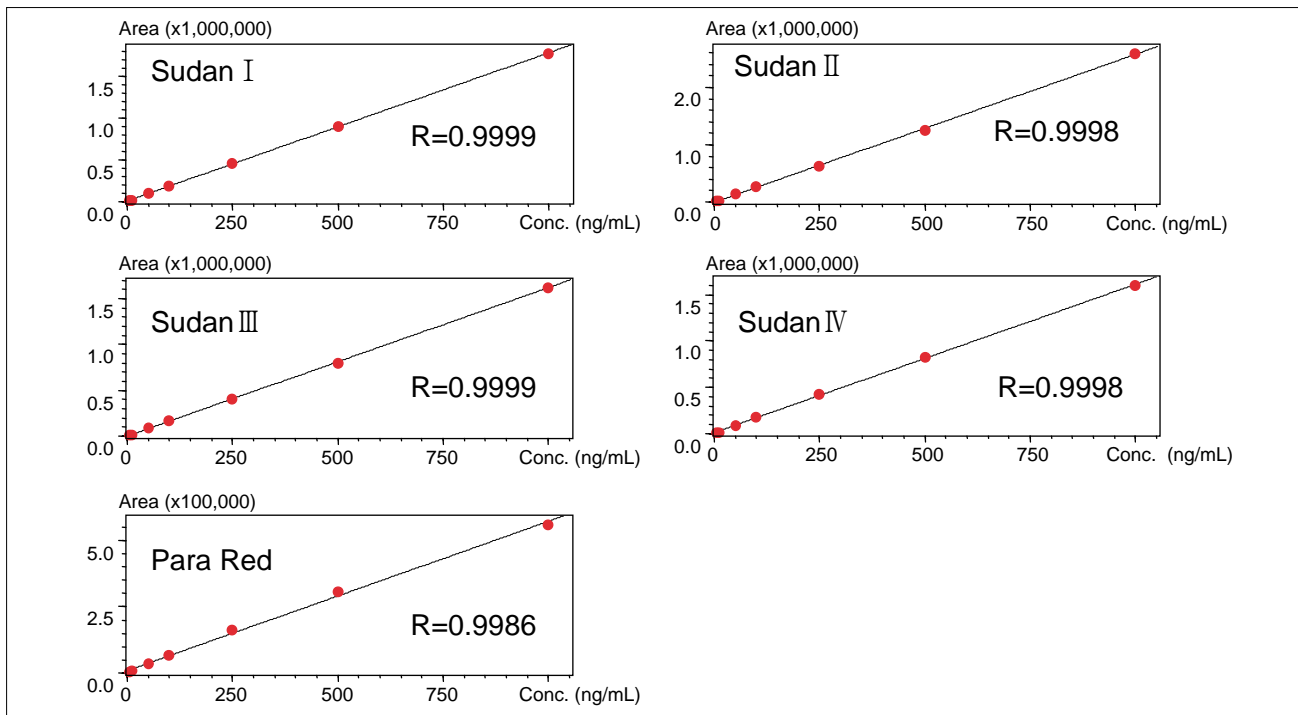


Fig.2 スーダン色素およびパラレッドの検量線
Calibration curves of Sudan Dyes and Para Red

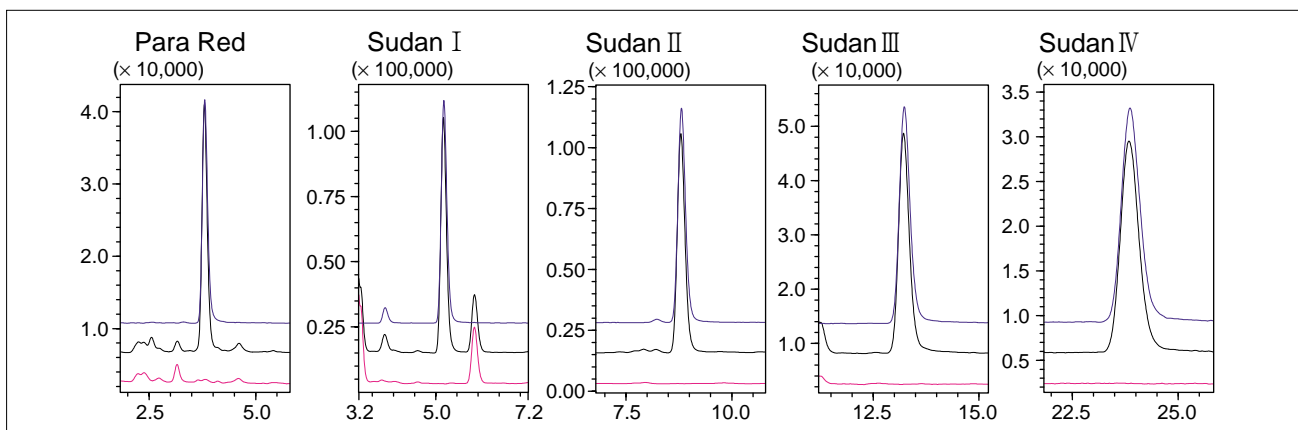


Fig.3 スーダン色素およびパラレッド各5 µg/g添加チリパウダー抽出液(黒),
チリパウダー抽出液(赤)および500 ng/L標準試料(青)のSIMクロマトグラム
SIM chromatograms of extract of chili powder with 5 µg/mL of Sudan Dyes and Para Red (black),
Chili powder extract(red) and Sudan Dyes and Para Red 500 ng/mL each (blue)

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shim-pack FC-ODS (2.0 mmI.D. × 150 mm)	Column temperatur	: 40 °C
Mobile phase	: water containing 0.1 % formic acid/acetonitrile = 15/85	BH temperature	: 200 °C
Flow rate	: 0.2 mL/min	Drying gas pressure	: 0.10 MPa
Injection volume	: 1 µL	Q-array RF voltage	: using default value
Probe voltage	: 4.5 kV (ESI-Positive mode)	SIM	: <i>m/z</i> 294,249,277,353,381
CDL temperature	: 250 °C		
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min		
CDL voltage	: using default value		
Q-array DC voltage	: using default value		
Scan range	: <i>m/z</i> 90-500		

初版発行：2007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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-07702-660-1K
2007.7