

HS-GC-FIDを用いたシヨ糖脂肪酸エステル中の残留溶媒の分析 (FCC11)

橋本 紅良

ユーザーベネフィット

- ◆ HS-GC-FIDを用いることにより、FCC11を参照としたシヨ糖脂肪酸エステル中の不純物4種の分析が行えます。
- ◆ 標準添加法により、対象物質の定量が容易に行えます。
- ◆ ヘッドスペースサンブラ(HS)を用いることにより、煩わしい前処理は不要です。

■はじめに

シヨ糖は砂糖の主成分で、ぶどう糖に果糖が結びついた物質です。1つの分子には水になじむ部分が8箇所あり、この8箇所は植物由来の脂肪酸を結合させ、シヨ糖脂肪酸エステルが作られます。

シヨ糖に脂肪酸を結合させると甘くなくなり、シヨ糖脂肪酸エステルは無味無臭となります。このことにより、シヨ糖脂肪酸エステルは、シヨ糖部を親水基、脂肪酸部分を親油基とした非イオン界面活性剤となり、乳化剤、分散剤、粘度調製用添加剤、起泡剤、老化防止剤などとして、食品、試料、医薬品等に広く用いられています。

シヨ糖脂肪酸エステル中の残留溶媒試験法は、食品添加物公定書や米国食品化学物質規格集 (FCC11) に規定されています。(食品添加物公定書版に関しては、島津アプリケーションニュース 01-00486 をご参照ください。)

本稿ではFCC11に書かれている条件を参考に、市販のシヨ糖脂肪酸エステル中の残留溶媒の分離・分析、定量をしましたので紹介します。

■測定試料の調製

標準添加法を用いて定量を行うための測定試料を調製します。

まず、メタノール、メチルエチルケトン、酢酸エチル、イソブタノールをそれぞれ500 mgずつ精秤し、混合して水を加えて正確に50 mLとします (A液)。このA液を元に、水で希釈し、200 µg/mL (B液)、300 µg/mL (C液)、400 µg/mL (D液) となるように調整します。

未知試料 (今回は市販のシヨ糖脂肪酸エステルを使用) をヘッドスペースバイアル瓶に1 gずつ量り取り、上記調製した標準試料および水を5 µLずつ正確に加え、検液とし、次項に示す条件で分析しました (標準添加法)。

各標準試料中のそれぞれの成分量は表1に示す通りとなります。

表1 試料1g中の各成分の含有量

溶液中の溶媒濃度 (µg/mL)	0	200	300	400
試料中の溶媒濃度 (mg/kg)	0	1	1.5	2
標準試料	水	B	C	D

■分析条件

分析条件を表2に示します。ヘッドスペースサンブラ (HS-20 NX) を用い、ループモードで1 mL注入し、定量しました。

表2 分析条件

GC分析条件	
Model	: Nexis GC-2030
Detector	: FID-2030
Column	: SH-1 (0.53 mm I.D. × 30 m, d.f.=1.5 µm) (P/N 221-75732-30)
Inj. Mode	: Split 1:10
Carrier Gas	: 線速度一定モード(N ₂)
Linear Velocity	: 30 cm/sec
Column Temp.	: 40 °C (7 min)
FID Temp.	: 200 °C
Makeup Gas	: N ₂ 24 mL/min
H ₂ Flow	: 32 mL/min
Air Flow	: 200 mL/min
HS分析条件	
Model	: HS-20 NX (Loop)
Oven Temperature	: 80 °C
Sampling Line temp.	: 85 °C
Transfer Line temp.	: 110 °C
Vial Pressure	: 80.0 kPa (N ₂)
Vial Holding Time	: 40 min.
Vial Pressurization Time	: 1.0 min.
Pressure Equili. Time	: 0.1 min.
Loading Time	: 0.5 min.
Injection Time	: 0.5 min.
Needle Flush Time	: 5 min.

■検量線および定量結果

市販シヨ糖脂肪酸エステルに各濃度の標準試料を添加した試料のクロマトグラムの重ね書きの一例を図1に、各成分の検量線を図2に示します。どの成分に関しても相関係数 R ≥ 0.998 となり、相関性の良い検量線が得られました。

今回使用した試料中の化合物4種の規制値、および、定量値は表3に示します。どの溶媒も規制値を下回る値となりました。

表3 実サンプル中の4成分の規制値および定量値

化合物名	定量値	規制値
メタノール	2.37 (mg/kg)	10 (mg/kg)
メチルエチルケトン	N.D.	10 (mg/kg)
酢酸エチル	N.D.	350 (mg/kg)
イソブタノール	0.16 (mg/kg)	10 (mg/kg)

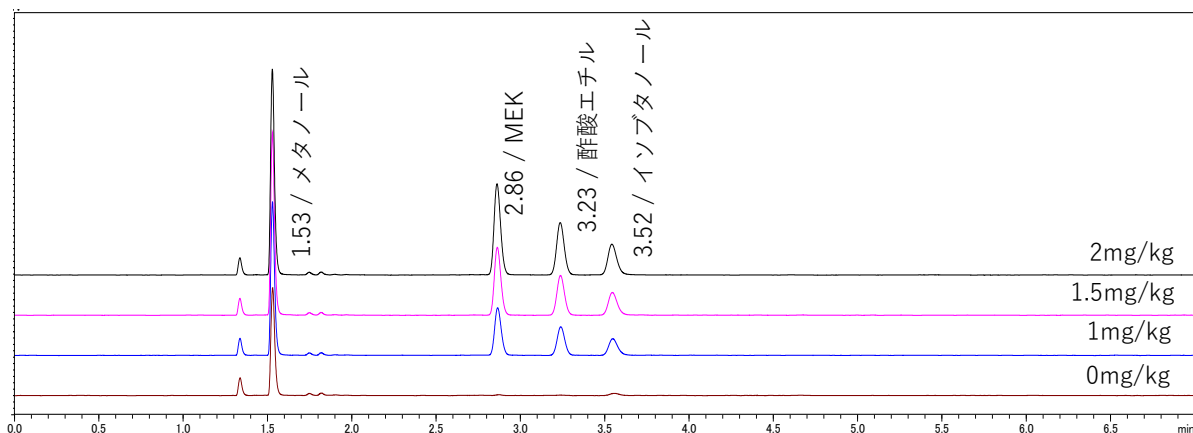


図1 市販シヨ糖脂肪酸エステルに標準試料を添加した試料のクロマトグラム

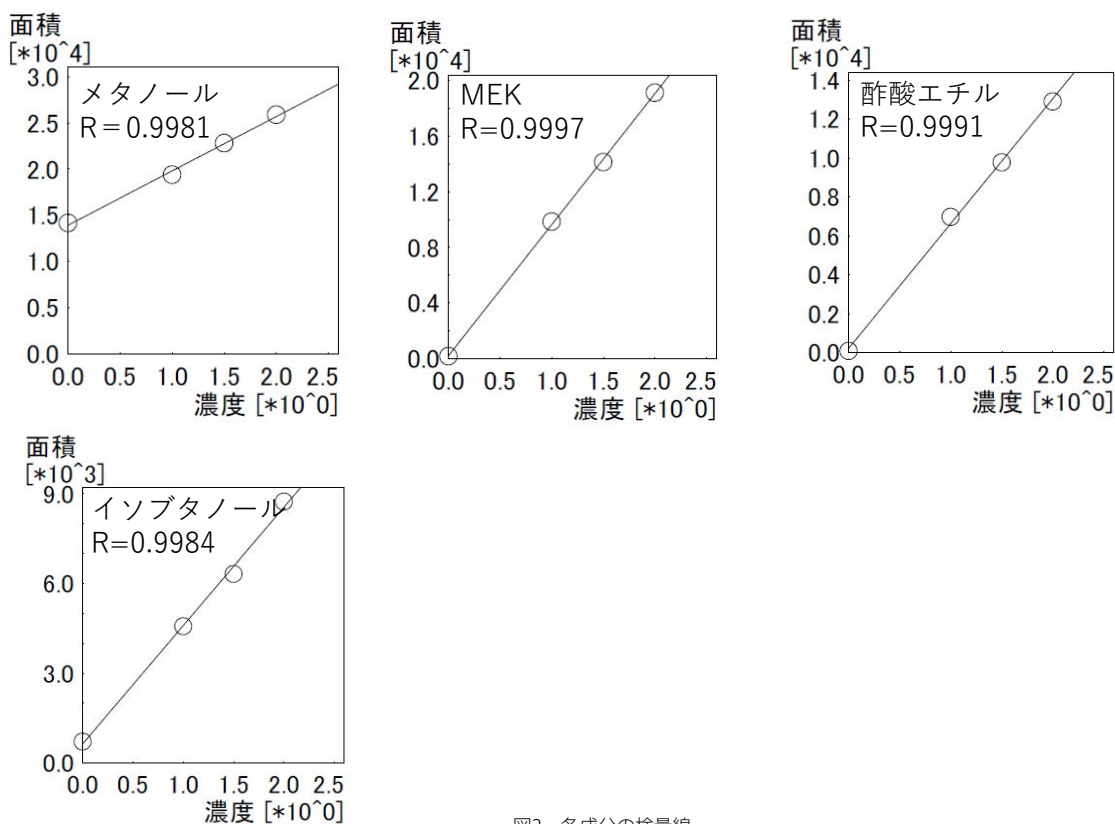


図2 各成分の検量線

■まとめ

米国食品化学物質規格集 (FCC11) に書かれている条件を参考に、ヘッドスペースサンプラ (HS-20 NX) を用いて、市販のシヨ糖脂肪酸エステル中の残留溶媒を分析しました。その結果、ピーク分離はもちろん、相関性の良い検量線、定量値が得られました。

なお、参考までに今回使用しました装置の外観図を図3に示します。



図3 Nexis™ GC-2030+HS-20 NX (ループモデル)

<参考文献>

米国食品化学物質規格集 FCC11(Food Chemical Codex 11)

Nexisは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所

01-00495-JP 初版発行：2023年 2月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。

<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。

新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2023