SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

ガスクロマトグラフ　Nexis™ GC-2030

HS-GC-FIDを用いたショ糖脂肪酸エステル中の残留溶媒の分析（食品添加物公定書）

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、ショ糖脂肪酸エステル中の不純物5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（HS)サンプラ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

ショ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箇所に植物由来の脂肪酸を結合させ、ショ糖脂肪酸エステルが作られます。

ショ糖に脂肪酸を結合させると甘くなくなり、ショ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、ショ糖脂肪酸エステルは、ショ糖部を親水基、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、医薬品等に広く用いられています。

ショ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書（FCC11）に規定されています。（FCC11版に関しては、島津アプリケーションニュース01-00495をご参照ください。）

本稿では食品添加物公定書に書かれている条件を元に、市販のショ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。

■標準試料およびサンプル調製

検量線作成用標準試料を調製します。

まず、メタノール、2-プロパノール、2-ブタノン、酢酸エチル、イソブタノールをそれぞれ0.2 g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）。

次に、A液5 mL、および、10 mLを正確に量り、水を加えて正確に20 mLとし、それぞれ、B液、および、C液とします。今回はさらに、B液を1/10希釈したD液も作製しました。

未知試料（今回は市販のショ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。

未知試料1 gに対して、水、または、標準試料を5 µLずつ加えるため、各成分の未知試料1 gあたりの含有量（µg）は表1のとおりとなります。

表1　試料1 g中の各成分の含有量

µg/g	0	0.5	5	10	20
標準試料	水	D	B	C	A

■分析条件

分析条件を表2に示します。食品添加物公定書に記載されているショ糖脂肪酸エステルの分析条件は、スプリットレスとなっていますが、本分析ではヘッドスペースサンプラ（HS-20 NX）を用いた場合の最適条件である、スプリット条件で分析しました。

表２　分析条件

GC分析条件	
Model	：Nexis GC-2030
Detector	：FID-2030
Column	：SH-1(0.53 ㎜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 ㎝/sec
Column Temp.	：40 ℃ (7 min)
FID Temp.	：200 ℃
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 ℃
Sampling Line temp.	：85 ℃
Transfer Line temp.	：110 ℃
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（標準添加法）および定量結果

市販ショ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5種の含有量は表3に示したとおりとなりました。食品添加物公定書では、メタノール、2-ブタノン、および、イソブタノールはそれぞれは10 µg/g以下、2-プロパノール、酢酸エチル、プロピレングリコール（今回は割愛）の合計量は0.035%以下と規定されており、今回確認している5種に関しては、その値をクリアしていることがわかりました。

表3　実サンプル中の5成分の含有量

化合物名	1 g中の含有量
メタノール	1.954（µg）
2-プロパノール	N.D.
2-ブタノン	N.D.
酢酸エチル	N.D.
イソブタノール	N.D.

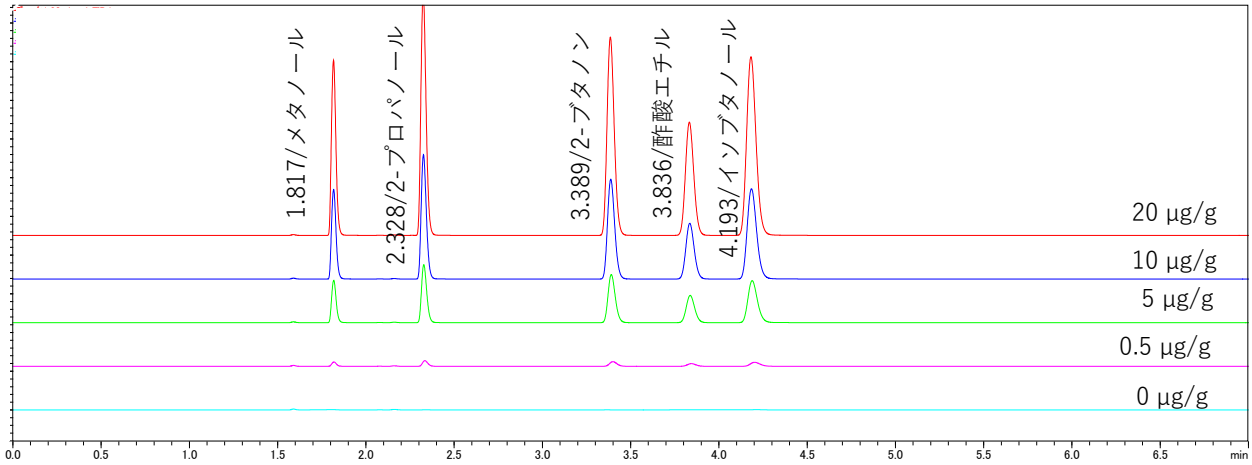

図1　市販ショ糖脂肪酸エステルに標準試料を添加した試料のクロマトグラム

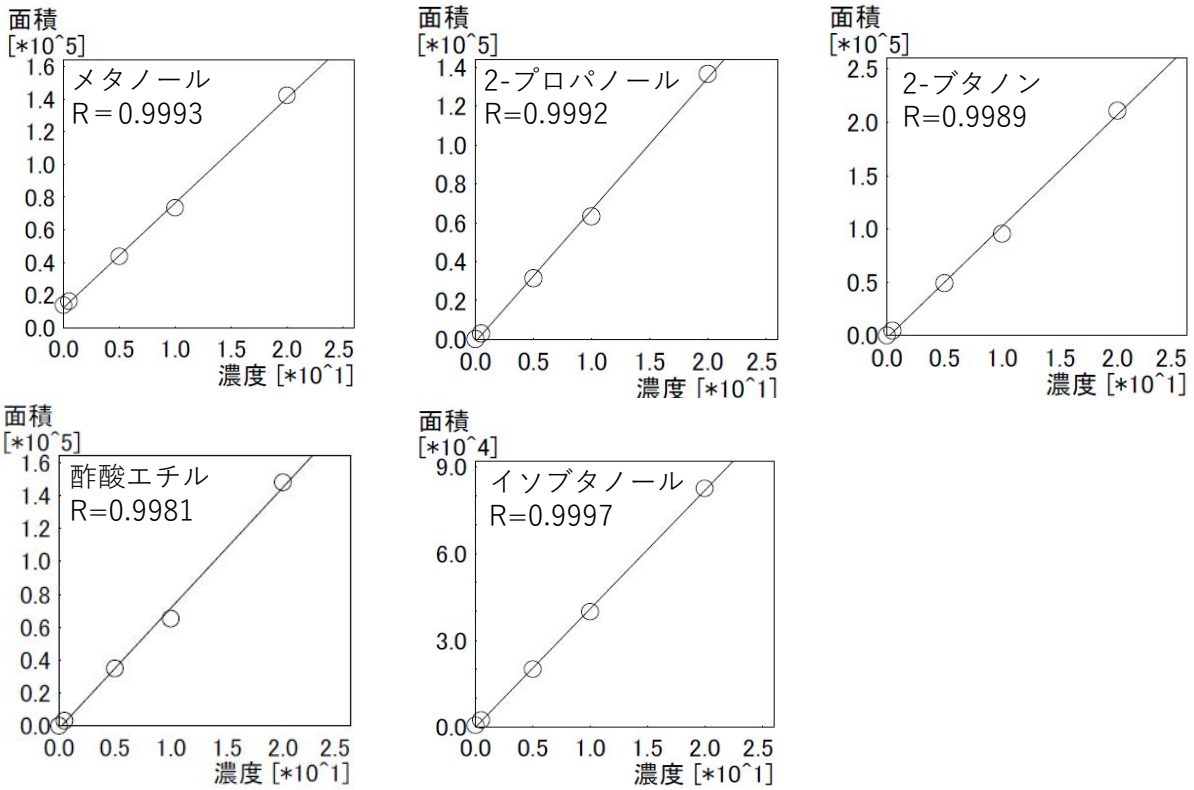

図2　各成分の検量線

■まとめ

食品添加物公定書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）を用いた場合の最適条件であるスプリット条件で、市販のショ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＞
厚生労働省消費者庁　第9版 食品添加物公定書 2018

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

01-00486-JP　　初版発行：2023年 1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
会員制情報サービス 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

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

Nexis™ GC-2030

ガスクロマトグラフ

関連分野

- 価格お問い合わせ
- 製品お問い合わせ
- 技術お問い合わせ
- その他お問い合わせ