

短報

食品添加物製剤の主成分分析 —酸化防止剤—

山田利治、川名清子

Determination of principal compound in food additive preparations — Antioxidant —

Toshiharu YAMADA, Kiyoko KAWANA

はじめに

食品添加物製剤は添加物の持つ機能をより有効に発揮させるため、または安定化させるために、2種類以上の添加物を配合したり、水や食品素材で希釈したりして添加物本来の効果を期待する目的で製造されたものを行い、食品衛生法で成分の名称や配合割合の表示が義務付けられている。しかし、確立された分析法がなく、成分の含量許容範囲も定められていない。そこで製剤が表示通り正しく配合されているかどうか分析、確認する必要がある。製剤はその配合割合、種類が多岐にわたるため、製剤からの抽出方法の検討、共存物質の影響、モデルサンプルによる回収率の検討など、多くの時間と工夫を要するが、適切な分析法を確立することが重要である^{1, 2)}。今回は製剤中の酸化防止剤について分析法を検討したので報告する。

実験方法

1 試料

県内製造所より入手した製剤を使用した。

2 試薬及び標準溶液

ブチルヒドロキシアニソール(BHA)、ジブチルヒドロキシトルエン(BHT)、フルオレン、n-ヘキサン、エタノールは和光純薬製特級品を用いた。

標準溶液：BHA および BHT の各々100mg を正確に量り、n-ヘキサンに溶解し、正確に100mL(1000 μg/mL)とした。

内部標準溶液：フルオレン100mg を正確に量り、n-ヘキサンに溶解し、正確に100mL(1000 μg/mL)とした。

3 ガスクロマトグラフ (GC) 装置および測定条件

装置：シマズ GC-15APF(FID 検出器付)、C-R5A クロマトパック。

カラム：5% Silicone OV-17(3mmID × 2 m)、カラム温度：160°C、注入口温度：230°C、キャリアーガス：窒素 50mL/min、注入量：5 μL。

4 試験溶液の調製

試料 0.5gを正確に量り、エタノール10mLを加えて5分間超音波処理し、n-ヘキサン30mLを加えてさらに5分間処理して、遠心分離(3000rpm、5min)を行い、上清を分取する。残留物にn-ヘキサン30mLを加えて同様に処理し、上清を合わせn-ヘキサンで100mLとする。この2mLをとりn-ヘキサンで10mLとし、GC注入用試験溶液とする。

結果及び考察

1 抽出法の検討

酸化防止剤を含む3種類の製剤の表示内容を表1に示した。

表1 酸化防止剤製剤の組成表示

1. 製剤 N	
BHT	10.0 %
グリセリン脂肪酸エステル	2.2 %
食品素材 (大豆油、水)	87.8 %
	100.0 %
2. 製剤 A	
BHA	10.0 %
グアーガム	0.2 %
ソルビット	2.0 %
アラビアガム	9.0 %
クエン酸 (無水)	1.0 %
エタノール	2.0 %
食品素材 (水)	75.8 %
	100.0 %
3. 製剤 T	
BHT	10.0 %
グリセリン脂肪酸エステル	3.5 %
キサントガム	0.15 %
プロピレングリコール	10.0 %
レシチン	1.5 %
食品素材 (水)	74.85 %
	100.0 %

主成分の BHA、BHT が10%含有されているという表示にもとづいて抽出方法を検討し、結果を表2に示した。

表2 酸化防止剤製剤の分析結果 (%)

試料名	主成分名	表示量	分析方法		
			(1)	(2)	(3)
製剤 N	BHT	10.0	4.4	9.6	10.0
製剤 A	BHA	10.0	7.8	8.9	9.6
製剤 T	BHT	10.0	1.6	7.1	9.7

(n=3)

(1) n-ヘキサンのみで抽出したときは1.6%–7.8%、(2) 一定量の水を加えて n-ヘキサンで抽出したときは7.1%–9.6%、(3) エタノールを加えて5分間の超音波処理を行い n-ヘキサンで抽出したときは9.6%–10.0%の結果が得られ、(3) の方法が最も表示に近い高い値を示した。エタノールを加えて5分間の超音波処理で試料のエマルジョン破壊が容易になり、n-ヘキサンへの BHA、BHT の抽出率が上昇したものと思われた。

2 GC 条件の検討

BHA、BHT の GC 分析にはカラムとして5% Silicone OV-17を選択し³⁾ 分離能とカラム圧を考慮してカラム温度は160°C、窒素流量は50mL/minとした。

酸化防止剤についてのガスクロマトグラム例を図に示した。製剤 N は図の (B) 製剤 T と同様のクロマトパターンであったので省略した。本条件下での BHA 保持時間は7.3分、BHT は6.3分であり、内部標準物質フルオレンは13分であった。3種類の製剤いずれも共存物質による妨害ピークは認められず、良好な結果が得られた。

3 検量線

BHA 及び BHT それぞれの標準溶液 0.4、0.6、0.8、1.0 および 2.0mL を正確にとり、それぞれにフルオレン溶液 1.0mL を正確に加え、n-ヘキサンで10.0mL とし、内部標準法による面積値によって検量線を作成した。40 – 200 μ g/mL の範囲でともに良好な直線性を示した。

4 添加回収実験

配合成分の添加物単品原料を製造所より同時に入手したものを用い、3種類の製剤の表示と同じ配合割合のモデル製剤を実験室で調製し、本分析方法を用いて BHA、BHT の添加回収率を求めたものを表3に示した。

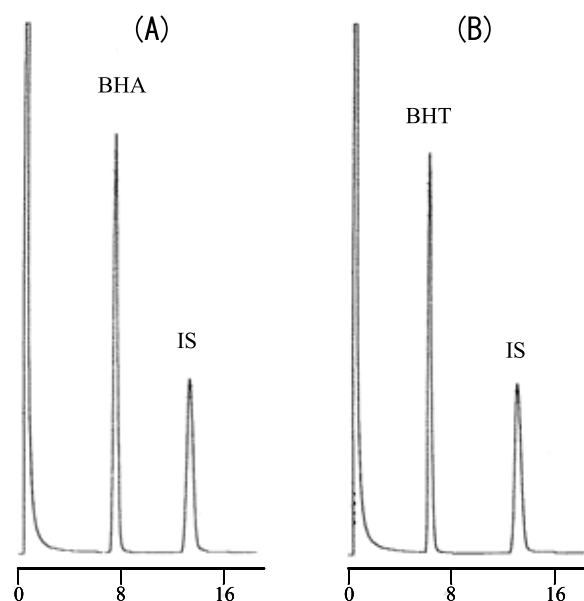


図 酸化防止剤製剤のガスクロマトグラム

A) 製剤 A, (B) 製剤 T

IS : 内部標準物質(フルオレン 100 μ g/mL)

GC 条件 : 実験方法 3 に記載

表3 モデル製剤による添加回収率

モデル製剤	主成分名	配合割合 (%)	回収率 (%) *
製剤 N	BHT	10.0	99.8 \pm 0.3
製剤 A'	BHA	10.0	98.1 \pm 0.3
製剤 T'	BHT	10.0	98.6 \pm 0.5

* 平均値 \pm SD (n=3)

それぞれ3回繰り返し測定したところ、いずれも98%以上の回収率を示し、標準偏差は0.5以内であり、良好な結果が得られた。

5 製剤の評価

製剤中の成分含量の許容範囲は現時点で定められてはいない。食品添加物製剤は薬事法による製剤含量規格とは異なり、期待される機能で食品に添加されるものであり、それほど厳密でないのが一般的である。東京都⁴⁾ではその配合量の違いによって許容範囲を提示しており、含量5%–10%では \pm 30%としている。この値を参考に今回実施した3製剤の含量表示10%を評価するとき、 \pm 0.4%以内となり大変良好な結果であった。

まとめ

食品添加物の酸化防止剤製剤について分析法を検討し、GCによる方法を確立した。すなわち、製剤から主成分の BHA (ブチルヒドロキシアニソール)、BHT

(ジブチルヒドロキシトルエン) の n-ヘキサン抽出に際して超音波処理を行うことにより、エマルジョンの破壊が容易になり、BHA と BHT の抽出率が上昇し、良好な結果を得ることができた。また、配合成分の添加物単品原料を製造所より同時に入手し、表示と同じ配合割合のモデル製剤を調製し、本分析法を用いて BHA、BHT の添加回収率を求めたところ、共に98%以上を示し、共存物質の影響もなく、この分析方法の妥当性が示された。

文献

- 1) 岸 弘子、川名清子、谷 孝之：食品添加物製剤中の有機酸の分析、神奈川衛研報告、28、43-46 (1998)
- 2) 中島和男、高橋巖、広門雅子、植松洋子、松井敬子、風間成孔：食品添加物製剤中の天然物の分析、東京衛研年報、39、147-150 (1988)
- 3) 谷村顕雄等監修：食品中の食品添加物分析法解説書、講談社、p94 (1993)
- 4) 風間成孔：食品添加物および食品添加物製剤の分析法、FFI ジャーナル、157、28-41 (1993)