

食品中の保存料及び甘味料の分析法の検討

健康・食品安全科学部 食品薬品科学グループ

背景と目的

加工食品中の食品添加物検査は、保存料、着色料、甘味料、漂白剤、発色剤、酸化防止剤、品質保持剤、防ばい剤など食品添加物の種類ごとに個別の分析法を用いて行うため、同時に検査できる項目が限られており、検査に時間を要していました。

なかでも保存料検査については、抽出に水蒸気蒸留法を採用しており、特殊な器具が必要であること、ガスを用いるため安全上常時監視が必要となることから、多検体処理が難しく、検査の簡便化が課題となっていました。

そこで、検査の簡便化及び効率化を図ることを目的として、保存料と甘味料の同時抽出およびHPLCによる一斉分析法の検討を行いました。

分析対象成分

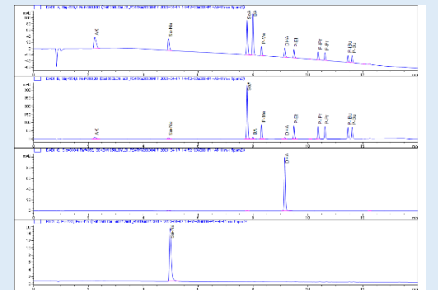
保存料9成分
 安息香酸
 ソルビン酸
 デヒドロ酢酸
 パラオキシ安息香酸エステル類5成分
 パラオキシ安息香酸メチル
 甘味料2成分
 アセスルファムカリウム
 サッカリンナトリウム

HPLC測定条件の検討

従来の分析法では、①甘味料、②安息香酸・ソルビン酸・デヒドロ酢酸、③パラオキシ安息香酸エステル類の3グループに分けて個別に測定していたため、分析にかかっていたため、そこで今回、保存料と甘味料を同時に測定できる条件について検討を行いました。

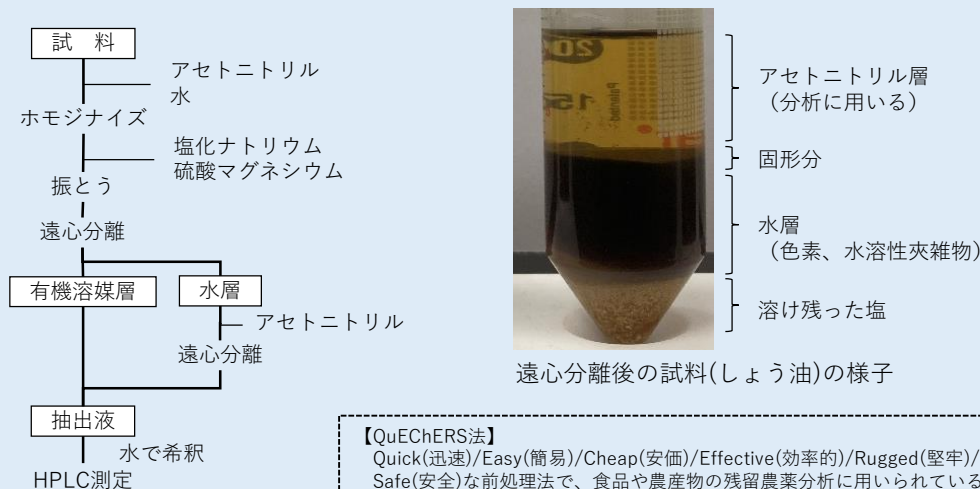
市販のさまざまな分析カラムを比較検討した結果、逆相系のフェニルカラムを用いることにより、検討対象の11成分をベースライン分離し、30分/サンプルで測定することが可能となりました。

また、小径カラムを用いることで有機溶媒の使用量を削減することができました。



分析法

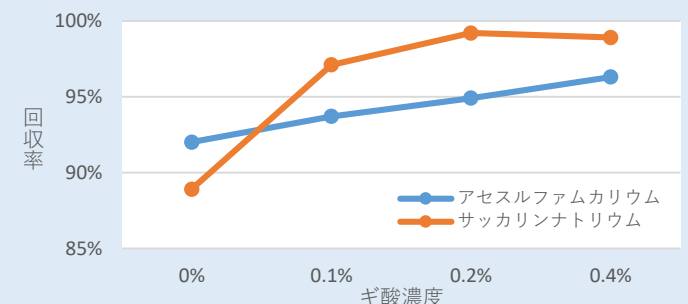
試料の前処理には、QuEChERS法に準拠した抽出法を採用しました。



抽出溶媒の検討

強酸性物質である甘味料はアセトニトリルと水による抽出では回収率が低かったため、抽出溶媒のpHを下げる目的でギ酸の添加およびその濃度について検討しました。

ギ酸を加えることで甘味料の回収率が向上したことから、水の代わりに0.4%ギ酸溶液を加えることとしました。



添加回収試験

検討した分析法を用い、代表的な5食品を試料として添加回収試験(添加濃度 0.2g/kg、n=3)を実施しました。その結果、すべての成分で回収率は72.2~104.2%、RSDは0.1~4.1%と良好な結果が得られました。

食品の種類	アセスルファムカリウム	サッカリンナトリウム	安息香酸	ソルビン酸	デヒドロ酢酸	パラオキシ安息香酸イソブチル	パラオキシ安息香酸イソプロピル	パラオキシ安息香酸エチル	パラオキシ安息香酸ブチル	パラオキシ安息香酸プロピル	パラオキシ安息香酸メチル
たくあん漬	90.3	93.1	91.7	90.6	91.9	90.5	89.9	90.4	89.9	89.4	90.4
しょう油	88.0	92.4	98.5	100.3	104.2	98.6	97.3	98.8	96.8	101.8	99.7
清涼飲料水	96.3	101.6	100.2	99.5	98.8	99.0	97.1	98.2	96.5	98.2	99.6
ビスケット	75.7	72.2	99.3	99.1	98.1	98.6	95.8	98.7	95.4	97.3	98.2
ロースハム	84.9	76.3	100.4	99.6	98.9	99.3	97.3	99.4	97.2	102.5	102.1

成果

- ◆ 個別に分析していた保存料と甘味料を同時分析することが可能となり、分析時間を大幅に短縮することができました。
- ◆ 今回検討した分析法は、特殊な器具が不要で、従来の水蒸気蒸留法よりも操作が簡便であり、多検体の同時処理も可能であることから、食品添加物検査の効率化に有効な手法であると考えます。

今後の課題

- ◆ 加工食品は種類が多く、食品ごとに成分や食品夾雑物が異なることから、他の食品についても今回の分析法が適用できるか検証していく必要があります。

分析に要する時間の比較

