

食品中ポリソルベートの迅速分析法

(2011年6月20日受付)

(2012年1月24日受理)

野村千枝、山口瑞香、阿久津和彦、尾花裕孝

大阪府立公衆衛生研究所

Rapid analytical method of polysorbates in foods

(Received June 20, 2011)

(Accepted January 24, 2012)

Chie Nomura, Mizuka Yamaguchi, Kazuhiko Akutsu, Hirotaka Obana

Osaka Prefectural Institute of Public Health

Abstract

In April 2008, the polysorbates emulsifiers (PSs) were approved as food additives, thereafter it has been increasingly used in Japan. The analytical method in foods was notified by the Ministry Health, Labour and Welfare. In the official method, PSs were extracted from processed foods with the mixture of acetonitrile-methanol-n-hexane and the extract was cleaned up on an alumina column and a silica gel cartridge to remove food color and other interfering substances. In such a complicated process, including salting-out and liquid-liquid partition, this method often showed poor recovery of PSs.

To simplify operations and improve purification process and recovery rates, we have examined commercially available column cartridges: a silica gel, a diol, an Ag-ion, an alumina-B, and a graphitized carbon black column cartridges. In this paper, we propose an effective new method for analysis of PSs.

A new method uses ethyl acetate containing 10% methanol for extraction of PSs, and a diol cartridge (MEGA Bond Elut-Diol) and an Alumina-B cartridge (Sep-Pak Plus Alumina B) for removal of fat and food color. The presence and the content of PSs are determined by TLC and colorimetric assay, respectively. Using a new method, the recoveries of PS80 in foods fortified at the levels 0.05-5 g/kg ranged from 47 to 89%. The limit of quantitation for PS80 in foods was 0.05 g/kg.

Keywords: 食品、ポリソルベート、固相抽出
food, polysorbate, solid-phase extraction

I 緒言

ポリソルベート (PS) は、非イオン性界面活性剤であるソルビタン脂肪酸エステルにエチレンオキシドを重合反応させて作り出されたもので、構成脂肪酸の種類および結合数により PS20、40、60、65、80、85 の 6 品目に分類される¹⁾。米国では PS20、60、65、80 が、EU では PS20、40、60、65、80 の使用が許可されている^{2,3)}。日本でも平成 20 年 4 月に PS 類 (PS20、60、65、80 の 4 品目) が食品添加物 (食品用乳化剤) として新規に指定され、各食品に対する PS 類の使用量の総量を PS80 に換算したものを基準値とした⁴⁾。

PS 類は全体的に親水性であるが、PS20 は PS60、80 に比べ親水性が強く、一方 PS65 は親油性が強いという特徴がある。このような特徴を生かして食品に応じて使い分けがな

れているため、PS 類の使用対象食品は漬け物、ソース、チョコレート、ショートニング、ガム等々、広範にわたる²⁾。また各 PS は便宜的に脂肪酸の個数とポリオキシエチレン基の含量が規定されている¹⁻³⁾。PS65 と PS85 は脂肪酸数 3 個、他は 1 個とされポリオキシエチレン基は合計数が約 20 個とされているが、実際は 1 種類の PS 中に低極性から高極性の物質を含む混合物である。そのため PS 含有食品から全ての PS 成分を完全に抽出、精製するのは困難である^{5,6)}。そのような状況下で、厚生労働省より PS 類の分析法が通知された (以下、通知法)⁷⁾。

通知法の概要を以下に示す。食品中の PS 類 (PS20、PS60、PS65 及び PS80) はアセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液 (28:3:2) で抽出し、アルミナ (AL) オープンカラム及びシリカゲルミニカラムでクリーンアップし試験溶液