

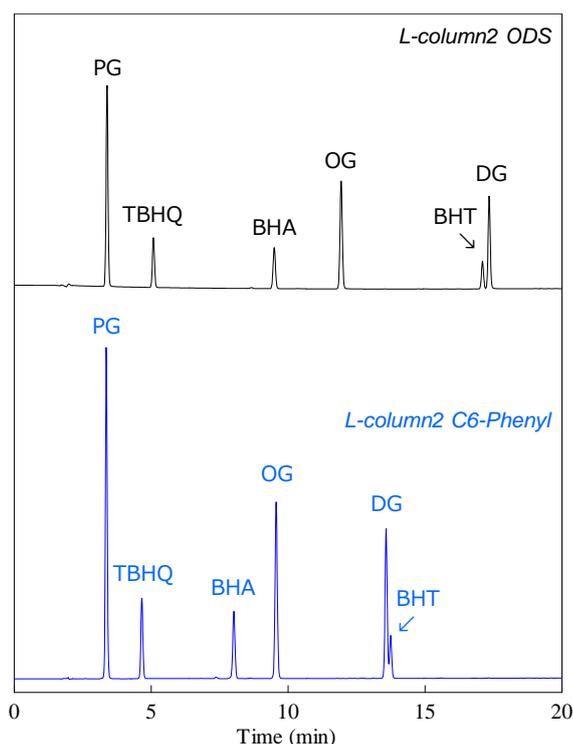
フェノール系酸化防止剤 Phenolic Antioxidants

指定添加物リスト(食品衛生法施工規則別表1、平成25年5月15日改正まで記載分)にあるBHA、BHT、PGと、海外で使用されているTBHQ、OG、DGをHPLC分析しました。ODSカラムとフェニルカラムでは分離挙動が異なる結果が得られました。食品衛生法検査指針、食品添加物編2003の試験法と、*tert*-ブチルヒドロキノン(TBHQ)の試験法(食安監発第0303001号)に記載の溶離液のアセトニトリル/メタノール(1/1)と5%酢酸溶液の2液を用いて、グラジエント溶離法により、6種のフェノール系酸化防止剤が分離できました。

Key words : フェノール系酸化防止剤 食品添加物
Column : USP category: L1, L11

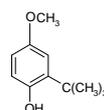
[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 5 μm, 12 nm), 4.6 mm I.D. × 150 mm L.; Cat. No. 722070
L-column2 C6-Phenyl (Phenyl-hexyl, 5 μm, 12 nm), 4.6 mm I.D. × 150 mm L.; Cat. No. 722076
Eluent : A: CH₃CN/CH₃OH (50/50); B: 5% CH₃COOH in H₂O
A/B, 40/60-100/0 (0-20 min)
Flow rate : 1 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : UV 280 nm
Injection volume : 5 μL
System : Nexera (Shimadzu Co.)

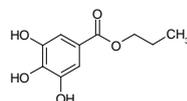


Sample:

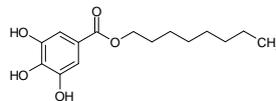
Butylated hydroxyanisole (BHA)
ブチルヒドロキシアニソール



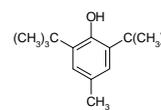
Propyl Gallate (PG)
没食子酸プロピル



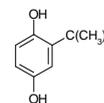
n-Octyl Gallate (OG)
没食子酸オクチル



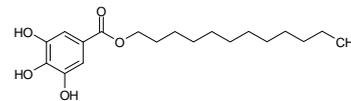
Butylated hydroxytoluene (BHT)
ジブチルヒドロキシルエン



tert-Butylhydroquinone (TBHQ)
tert-ブチルヒドロキノン



Dodecyl Gallate (DG)
没食子酸ドデシル



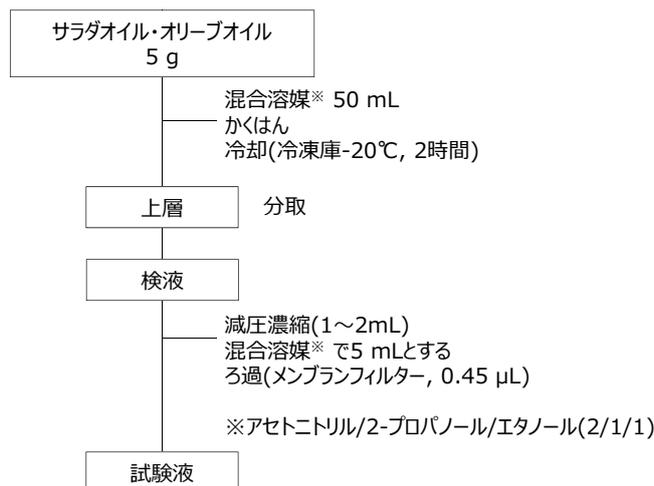
Sample solvent: CH₃CN
100 mg/L each

■ 食用油中の酸化防止剤

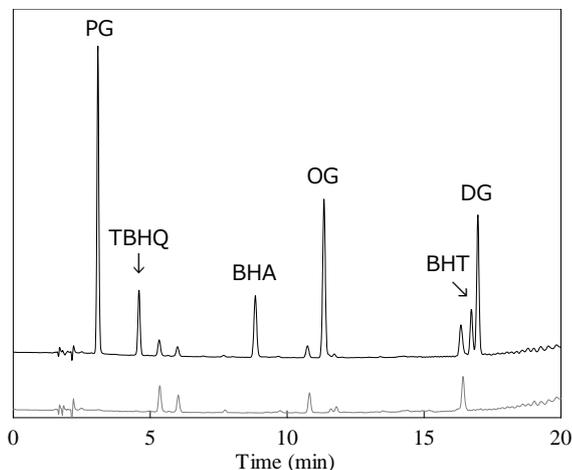
市販のサラダオイルとオリーブオイルの検液に、酸化防止剤(各100 mg/L)を1 mL添加しました。TBHQ試験法(食安監発第0303001号)ではTBHQの酸化による減少を防止するため、L-アスコルビン酸パルミチン酸エステルを抽出溶媒に添加することになっていす。ここでは、試料調製後すぐに分析したため、省略しています。

[Analytical conditions]

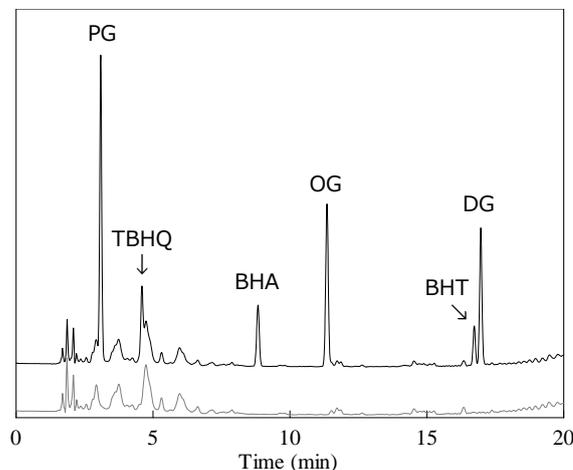
Column : L-column2 ODS (C18, 5 μm, 12 nm), 4.6 mm I.D. × 150 mm L.; Cat. No. 722070
 Eluent : A: CH₃CN/CH₃OH (50/50); B: 5% CH₃COOH in H₂O
 A/B, 40/60-100/0 (0-20 min)
 Flow rate : 1 mL/min
 Temperature : 40°C
 Detection : UV 280 nm
 Injection volume : 5 μL
 System : Nexera (Shimadzu Co.)



試料液の調製(食品衛生法検査指針, 食品添加物編2003)



サラダオイル抽出液
(上)酸化防止剤添加, (下)未添加



オリーブオイル抽出液
(上)酸化防止剤添加, (下)未添加

- この分析では5%酢酸溶液を用いています。即、配管等の腐食やカラムの性能低下を促進する濃度ではありませんが、2日程度分析を休止する場合は、酢酸を除いた溶離液で流路やカラムを置換することをお勧めします。
- 各試料を分析終了後ごとに溶離液Aを約30分流すことにより、ほとんどの油脂成分を溶出することができます(食品衛生法検査指針, 食品添加物編2003年より)。

2013.07 Nishi