

カレーズ抽出による保存料・甘味料一斉分析法における抽出時間検証結果

保健科学課 食品化学担当

1 はじめに

福岡市保健環境研究所では、食品添加物として広く使用される保存料・甘味料の一斉分析を行う際には、一般的な透析抽出ではなく、既報¹⁾のとおりカレーズ抽出（以下「カレーズ法」とする。）を行っている。

収去検査結果の信頼性確保を目的として、これまでも加工食品中の保存料・甘味料一斉分析に伴う不確かさの推定¹⁾や保存料混合標準溶液の長期安定性の確認²⁾を行ってきた。

カレーズ法では、均質化した試料を微アルカリ性にして一晚（通常 18 時間）静置抽出後に、除タンパクを行っているが、抽出時間を検証したデータがなかった。そこで、実際に添加物が使用された食品（実試料）及びブランク試料に標準品を添加した試料を用いて、抽出時間による分析値の差異について検証を行ったので報告する。

2 方法

2.1 試料

実試料：平成 30 年度に福岡市内で販売され、ソルビン酸（以下、「SOA」とする。）又はサッカリンナトリウム（以下、「Sac-Na」とする。）が使用された魚介乾製品 1 件、魚肉ねり製品 2 件、食肉製品 1 件を試料とした。

ブランク試料：保存料（SOA、安息香酸（以下、「BA」とする。）、デヒドロ酢酸（以下、「DHA」とする。））・甘味料（アセスルファムカリウム（以下、「Aces-K」とする。）、Sac-Na）5 項目を含まない容器包装詰加圧加熱殺菌食品（カレー）を試料とした。

2.2 試薬等

既報²⁾に従った。

2.3 装置及び測定条件

既報²⁾に従い HPLC で行った。

2.4 試験溶液の調製

既報²⁾に従い行った。ただし、均質化した実試料 20 g に蒸留水を加え、炭酸ナトリウム溶液にて微アルカリに

調整後、抽出のための静置時間については、1～24 時間の間で継時的に変更して行った。

また、ブランク試料 20 g に、SOA・BA・DHA・Aces-K・Sac-Na を各 1000 µg/mL 含む標準溶液をそれぞれ定量下限値相当（0.01 g/kg）となるように添加し、30 分間静置したものを同様に操作し添加回収試験を行った。

2.5 分析方法

既報²⁾に従い、SOA・BA・DHA・Aces-K・Sac-Na 混合標準溶液を 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10 µg/mL となるように希釈し、HPLC に注入し、得られたピーク面積から絶対検量線を作成して、定量した。なお、添加回収試験では、前述の 7 点の混合標準溶液に加え 0.05 µg/mL を加えた 8 点検量とした。

3 結果及び考察

カレーズ法における、抽出のための静置時間を 1～24 時間の間で変更した実試料 4 件の SOA の分析結果を表 1 及び図 1 に、Sac-Na の分析結果を表 2 及び図 2 に示す。なお、魚介乾製品については 1～2 時間後のデータはない。

その結果、抽出時間が 3～24 時間において、分析値に差は認められず、魚介乾製品以外の試料においては 1～24 時間でも SOA 及び Sac-Na の分析値に変化が認められなかった。通常抽出時間を 18 時間としているが、1 時間以上抽出することで、同じ分析値が得られることが推察された。

表 1 抽出時間ごとの市販加工食品中の SOA 分析値

検体	抽出時間 (h)							平均	CV (%)
	1	2	3	6	9	18	24		
魚介乾製品 (さきいか)			0.25	0.24	0.23	0.26	0.24	0.24	4.2
食肉製品 (豚ロースハム)	1.00	1.01	1.02	1.02	1.03	1.01	1.04	1.02	1.2
魚肉ねり製品 (丸天)	1.49	1.48	1.52	1.53	1.54	1.52	1.51	1.51	1.3
魚肉ねり製品 (蒲鉾)	0.98	1.00	1.01	1.00	0.98	1.00	1.00	1.00	0.9

単位：g/kg

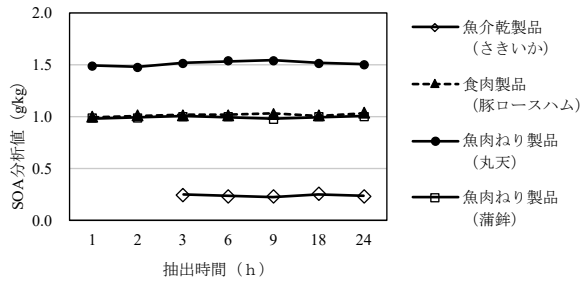


図1 抽出時間ごとの市販加工食品中の SOA 分析値

表2 抽出時間ごとの市販加工食品中の Sac-Na 分析値

検体	抽出時間 (h)							平均	CV (%)
	1	2	3	6	9	18	24		
魚肉ねり製品 (蒲鉾)	0.051	0.052	0.053	0.053	0.051	0.052	0.053	0.05	1.3

単位: g/kg

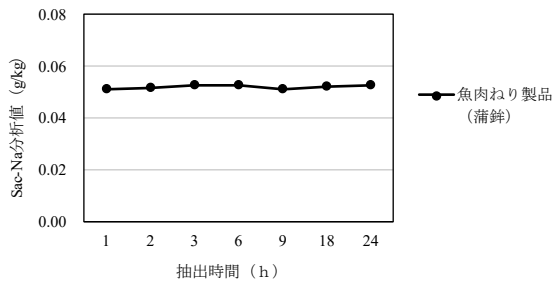


図2 抽出時間ごとの市販加工食品中の Sac-Na 分析値

同様に、添加回収試験の結果を表3及び図3に示す。定量下限値相当添加した試料において、抽出時間を1～24時間の間で変化させた場合の回収率は88～124%であり、抽出時間による差は認められなかった。

これらのことより、通常18時間としているカレーズ法の抽出時間については少なくとも1時間以上でほぼ同じ分析値となり、24時間までは変化が認められなかった。

これらのことから、通常抽出時間18時間は妥当なものであり、場合によっては短縮することが可能であることが示唆された。

表3 抽出時間ごとの SOA, BA, DHA, Aces-K, Sac-Na 回収率

項目	抽出時間 (h)							平均	CV (%)
	1	2	3	6	9	18	24		
SOA	105	109	111	107	112	108	109	109	2.0
BA	104	105	108	108	109	104	107	106	1.8
DHA	86	90	90	87	88	86	89	88	1.8
Aces-K	125	123	126	124	125	122	123	124	1.1
Sac-Na	95	96	99	97	100	94	96	97	2.0

単位: %

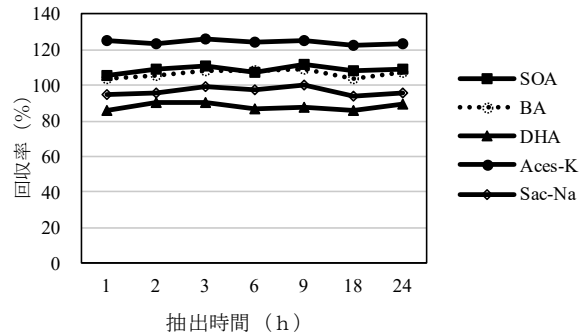


図3 抽出時間ごとの SOA, BA, DHA, Aces-K, Sac-Na 回収率

4 まとめ

検査結果の信頼性確保のため、実試料及び標準品を添加したブランク試料を用いて、カレーズ法における抽出時間による分析値の差異について検証を行った。その結果、抽出時間が1～24時間の間において、分析値に差は認められなかったことから、通常抽出時間(18時間)は妥当であり、抽出時間が1時間以上で同等の分析値が得られることが示唆された。

文献

- 1) 牟田朱美, 他: Carrez 抽出を用いた加工食品中の保存料・甘味料一斉分析に伴う不確かさの推定 日本食品化学学会誌 25 卷 3 号 167～173, 2018
- 2) 牟田朱美, 他: ソルビン酸・安息香酸・デヒドロ酢酸混合標準溶液の長期安定性, 福岡市保健環境研究所報, 42, 178～180, 2016
- 3) 厚生労働省監修: 食品衛生検査指針 食品添加物編 2003, 12～20, 233～239, 社団法人 日本食品衛生協会, 2003