

GC/MSによる食品中の 3-クロロ-1,2-プロパンジオール脂肪酸エステル の分析

山崎久実子¹, 古川祐輔¹, 伊佐川 聡¹, 木船信行¹, 渡井正俊¹, 漆山哲生²
[¹(財)日本食品分析センター, ²農林水産省]

【目的】

近年, 3-クロロ-1,2-プロパンジオール脂肪酸エステル (bound 3-MCPD)が, 脂質の多い食品に含有されていることが示された。bound 3-MCPDは, 体内で酵素分解され, 食品中に含まれることが好ましくない汚染物質とされる遊離の3-クロロ-1,2-プロパンジオール(3-MCPD)を生成する可能性がある。そこで, bound 3-MCPD定量法を検討した。文献¹⁾を参考として, ナトリウムメタキレートでエステル交換し, 3-MCPDを生成させ, フェニル酢酸を用いて誘導体化後GC/MS法に測定する分析法を検討し, 食用油を用いて妥当性確認を実施したので報告する。本試験法では, 遊離型3-MCPD (free 3-MCPD)も含めた総3-MCPD量を測定しfree 3-MCPD量を差し引いてbound 3-MCPD量とした。

【方法】

1) bound 3-MCPD

試料0.1gに *tert*-フェニルメチルエーテル-酢酸エチル (8:2)の混液0.5ml, 内標準物質 (3-MCPD-*d*₅)0.4μgを添加後, 0.5mol/Lナトリウムメタキレート-メタノール溶液1mlを加え, 10分間放置した。20%塩化ナトリウム水溶液3ml及び2-メチルヘキサン3mlを加え, 振とう後, 遠心分離した。水層に25%フェニル酢酸/アセトン-水(19:1)250μlを加え, 80℃で20分間誘導体化を行った。ヘキサン4mlで抽出し, ヘキサン層を濃縮乾固し, ヘキサン1mlを加え, 試験溶液とした。3-MCPD(20%塩化ナトリウム溶液:0.01~20μg)を添加し同様に操作し, 検

量線用標準溶液 (3-MCPDとして0.01~20μg/ml)とした。

2) free 3-MCPD

試料に内標準物質 (3-MCPD-*d*₅), 水及びヘキサンを添加後振とうし, 水層を多孔性ケイソウ土カラム (イキストレル-ト20NT)を用いて固相抽出した。2%フェニル酢酸-酢酸エチル溶液にて誘導体化後, Inert Sep FL-PRにて精製し, 試験溶液とした。

【結果及び考察】3-MCPD濃度と内標準物質とのピーク高さ比から作成した検量線は, 0.01~0.5μg/ml, 0.2~20μg/mlの範囲で良好な直線性を示した(相関係数 $r > 0.999$)。bound 3-MCPDの検出限界は0.08mg/kg, 定量限界は0.19mg/kgであった。添加回収試験の平均回収率(2濃度, 3回)は96.7, 84.2%であった。また, 2濃度の添加試験を7回繰り返し, 3日間行い, 一元配置の分散分析により求めた室内再現性精度($RSD_R\%$)は3.5, 6.3%であった。なお, 添加回収試験は3-MCPDを用いた。

最近, 本法では分析中に3-MCPDを生成する他の物質も測り込むとの報告²⁾があった。本試験法は, 食品中のbound 3-MCPD分析法としてはさらに検討する必要があるが, 試料中にbound 3-MCPDが検出されないことの確認手法として有効と考えられた。

1) Rüdiger Weißhaar et al Eur.J.Lipid Sci. Technol, 110, (2008) 183-186

2) DGF Standard Methods Section C-Fats C-8 (2009)