

ショ糖脂肪酸エステルの分析に 影響を与える食品成分について

木原 敏博 佐藤 稔 大谷 崇 菊地由生子

要 旨

食品中のショ糖脂肪酸エステル(SuE)を分析する上で、影響を与える食品成分について考察した。考慮した食品成分は、脂肪、蛋白質、炭水化物、糖分、および水分含量で、おのおのを主な成分とする食品を試料として用いた。食品成分の影響を調べるために、各試料に SuE を添加して、その添加回収率を求める方法をとった。その結果として、試料の水分含量が低いと回収率が低くなる、またショ糖の存在が回収率を著しく下げることが判った。

1. 緒 言

SuE は乳化分散、でんぷんや蛋白の変性防止、起泡増進等の目的で、乳製品、菓子、マーガリン、練り製品等加工食品に広く用いられている。また耐熱性菌に対するの制菌効果から缶コーヒーにも使用されている。添加量は製品あたり約 0.1~数%である。SuE は、その脂肪酸の組成やエステル化の割合によりさまざまな種類が存在し、多種の機能を持っている添加物である。

食品中の SuE の分析は薄層クロマトグラフィ(TLC)、ガスクロマトグラフィ(GC)²⁾、高速液体クロマトグラフィ(HPLC)³⁾等で行われている。しかし、脂肪酸の組成、またエステル化度の多様性から、個々の組成にたいする分析は困難であるので、当所ではモノステアレートに注目して GC を用いて、分析をおこなっている。

食品からの抽出に関しては、各種溶媒を用いて抽出率を検討した文献^{2),3)}がありテトラヒドロフラン(THF)の抽出率がよいという結果が出ている。しかし、幾つかの食品で回収率の低いものがあり、また抽出溶媒によっては食品の違いによって抽出率が大きく異なるものがある。その理由として食品の成分、状態によっては回収率に影響を与えるものがあることが考えられる。そこで今回は、食品を5つの分類(水分の多いもの、脂肪の多いもの、蛋白質の多いもの、でんぷんの多いもの、糖分の多いもの)に分けて回収率の検討をおこなったところ、若干の知見が得られたので報告する。

2. 方 法

2-1 試 薬

SuE の標準品は、食品添加物の DK エステル SS (第一工業製薬㈱)を村上等の方法³⁾を用いて精製、モノエステル部分を用いた。トリメチルシリル化(TMS化)試薬には、*N, O*-bis(trimethylsilyl) trifluoroacetamide(BSTFA)(GLサイエンス)、シリカゲルは Keisel gel 60 (Mesh 70~230)(メルク社)を用いた。その他の試薬は市販の特級品を用いた。

2-2 器具、装置

ホモジナイザー・Polytron
誘導体化装置・リアクティサーモ(GLサイエンス)
ガスクロマトグラフ・日立 163(日立製作所)FID 検出器
ガスクロマトグラフィ用カラム・0.5%OV-17/
Chromosorb WAW DMSC (3 mmΦ×1.5 m)
シリカゲルカラム・シリカゲルを 110°C、24 時間乾燥後、内径 1.5 cm のクロマト管へ高さが 10 cm になるようにクロロホルムで湿式充填した³⁾。

2-3 試 料

用いた試料について、その状態、主に含まれている成分、水分含量を表 1 に示す。試料の水分含量は常圧 100°C 恒量乾燥法を用いた。各試料には SuE 濃度が 0.02% になるように添加した。

2-4 分析操作

四方田等の方法²⁾に準拠した。
抽出・試料 10 g を 200 ml のコニカルビーカーに取り、THF 50 ml を加える。ホモジナイザーで 2 分ほどホモジナイズし上澄をろ過する。残さには更に同様の

表1 試料の含水量と主な成分

試料	食品の状態	主な食品成分	水分含量%
A	液体	水分	85.8
B	半固体	でんぷん	69.4
C	スラリー状	蛋白質	84.1
D	液体	脂肪	80.6
E	半固体	糖分, でんぷん	57.7

操作を加えてろ液を合わせる。ろ液を濃縮乾固した後 THF で 10 ml にメスアップして抽出液とする。

精製：抽出液 1 ml をシリカゲルカラムに負荷する。エーテル-クロロホルム混液 (1:99) を 50 ml カラムに流し脂肪などの非極性物質を洗浄する。次に 5% メタノール含有クロロホルム 50 ml で低極性の物質を溶出させる。最後にメタノールを 100 ml 流して、これを SuE 画分とする。

誘導体化：メタノール画分を蒸発乾固後、ピリジン 1 ml に溶かし、BSTFA 1 ml と過塩素酸ナトリウム 20 mg を加えた後、135°C で 20 分加熱し TMS 化する。

GC 条件：表 2 に示す。

3. 結果と考察

SuE の添加回収試験を、前記の操作にしたがって行った結果を表 3 に示す。試料 B、試料 E の回収率がそれぞれ 36.0%、22.0% と低い値となっている。試料 B、試料 E は炭水化物が主な成分であり、かつ水分含量の低い試料である。回収率の低下がどちらに原因があるのか、また両方が原因となっているのかを調べるために、試料 B、E にそれぞれ水 10 ml を加えてから分析操作を行った。その結果を表 4 に示した。試料 B、E ともに回収率の改善が見られた。この結果から、試料の水分含量が SuE の回収率に影響を与えると考えられる。水分含量の低い試料で回収率が低かったのは

表2 GC 条件

column · 0.5% OV-17
Chromosorb WAW DMCS (3mmΦ×1.5m)
column temp · 160°C ~ 330°C 10°C/min
injection temp · 330°C
injection vol · 3μl
detector · FID

表3 各試料での添加回収率

試料	回収率%
A	66.3
B	36.0
C	62.0
D	65.9
E	22.0

SuE 0.02% 添加

表4 水を加えて抽出した場合の回収率

試料	主な食品成分	回収率%
B	でんぷん	70.5
D	糖分, でんぷん	57.1

SuE の Hydrophilic, Lipophilic, Balance (HLB) が高いために、抽出溶媒の THF のみでは抽出が不十分であるためと考えられる。そこで水を加えることにより、水と THF との協同効果で抽出が行われたために回収率が上がったと考えられる。しかし、試料 B、E ともに前回よりは回収率は上がったものの、試料 E に関しては十分な回収率が得られていない。この原因として、試料 E では抽出操作の段階で濃縮乾固するさいに、糖分が供雑物として大量に析出してくるが、これが妨害物質となっていることが考えられる。そこでモデルとして 5%、50% ショ糖溶液それぞれ 10 g を用いて前記添加回収実験をおこなった。その結果を表 5 に示した。表 5 において、a はシリカゲル分画をおこなった後で TMS 化して GC にかけた場合、b は抽出した後シリカゲル分画をおこなわないでそのまま TMS 化して GC にかけた場合の回収率である。また標準物質でのチャートを図 1 に、a に関するチャートを図 2 に、b に関するチャートを図 3 に示した。標準物質には SuE の他に、プロピレングリコールモノステアレート (PE)、ソルビタンモノステアレート (SE) も含まれている。

表5 ショ糖溶液での回収率

ショ糖濃度 %	回収率 ^{a)} %	回収率 ^{b)} %
5	60.0	71.4
50	14.3	41.4

a : 抽出後シリカゲルで分画してから TMS 化
b : 抽出後そのまま TMS 化

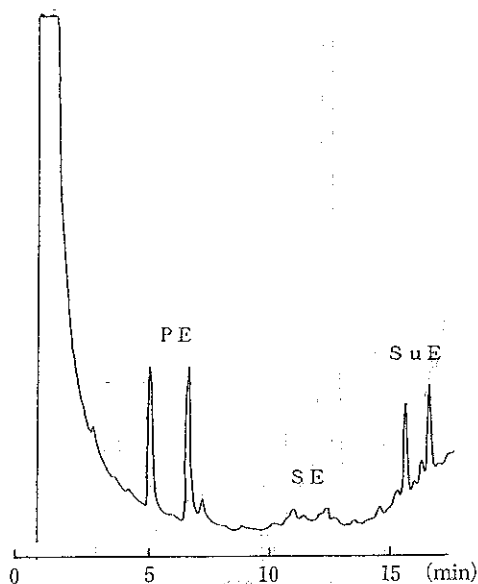


図1 標準物質でのクロマトグラム

表5に関して、ショ糖濃度5%と50%を比べると、a、bともに濃度50%の方が回収率が下がっている。このことはショ糖の存在が回収率に影響を与えていることを示している。また濃度50%でのaとbを比べると、シリカゲル分画を行ったaの方が回収率が著しく低い。これはショ糖がシリカゲル分画の際に、何らか

の妨害となっていることを示している。図3のチャートを見ると、図2には見られないピークが、SuEのピークの近傍に立っている、これはTMS化が十分に行われない場合に生じるもので、ショ糖によりSuEのTMS化が阻害されていることを示している。

ショ糖がSuEの回収率に影響を与える理由としては、SuEの親水基はショ糖であり化学的性質がよく似通っているためであると考えられる。それにより、抽出、シリカゲル分画、TMS化の各段階において様々な形で妨害となっていると考えられる。この問題に関しては、抽出時においてショ糖とSuEが十分に分離できる方法があれば根本的な解決となるが、これは今後の課題である。

4. 結 語

ショ糖脂肪酸エステルを分析する上で影響を与える食品成分について考察した。その結果、水分含量とショ糖がSuEの回収率に影響を与えていることが判った。水分含量に関しては、低水分の食品で回収率が低かった。しかしこの問題に関しては、水を加えて抽出を行うことで回収率の改善がみられた。ショ糖に関しては、抽出操作、シリカゲル分画、TMS化、の各段階で妨害となっている。この問題の解決は今後の課題である。

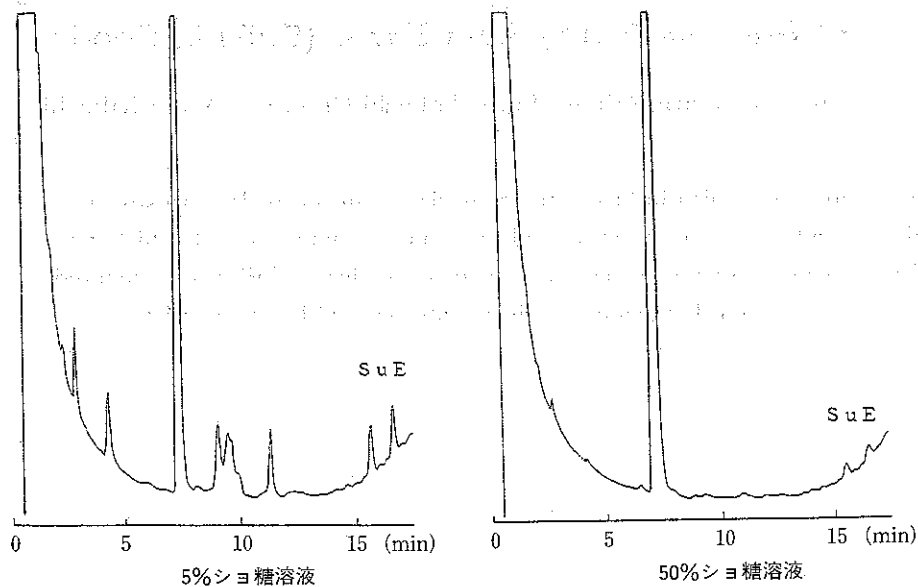


図2 シリカゲル分画した後TMS化した場合のクロマトグラム

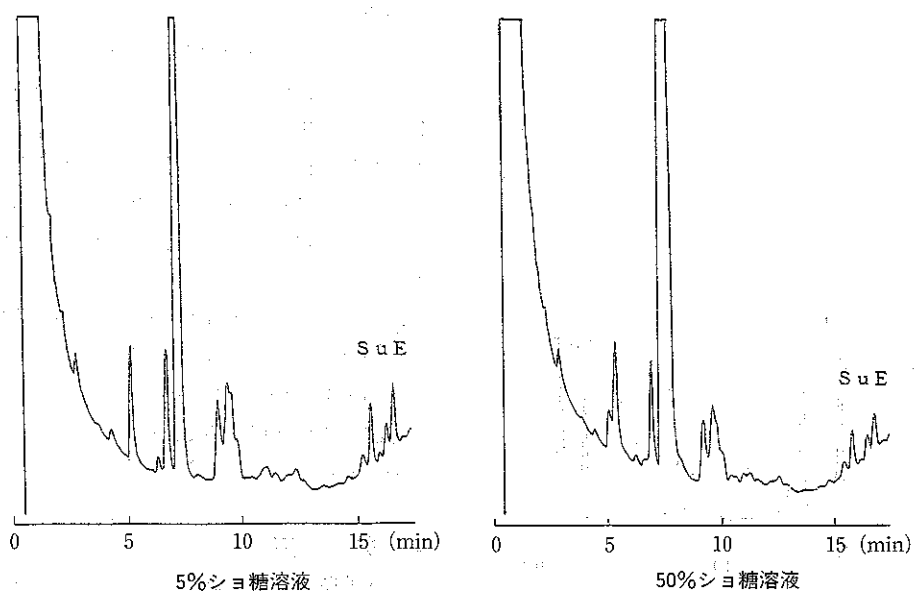


図3 シリガゲル分画せずに TMS 化した場合のクロマトグラム

5. 文 献

1) 食品化学新聞社：食品添加物総覧，49—50，1992.

2) 四方田千佳子，他：食衛誌，27，37—43，1986.

3) 村上千秋，他：同上，30，306—313，1989.

Study of the components which Influence the Analysis of Sucrose Fatty Acid Ester (SuE) in Foods

Satohiro Kihara, Minoru Sato, Takashi Otani and Yuko Kikuchi

The components which influence the analysis of SuE in foods were studied.

SuE was added to the several foods the main components of which were fat, porotein, carbohydrate, sugar, and water respectively, and recoveries of SuE were compared.

The results showed that sugar and little water caused low recoveries