

59 アジピン酸

Adipic Acid

 $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_4 : 146.14$

1. 試験法の概要

食品中のアジピン酸は、アジピン酸をメチル化体とし、ガスクロマトグラフィーにより定量する。

2. 試験法 (ガスクロマトグラフィー)

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試料液の調製

① 液状食品

試料約 5g を精密に量り、メタノールを加えて正確に 50ml とする。この液 10ml をナス型フラスコに採り、エバポレーターで溶媒を蒸発させる¹⁾。次いで、残留物にメタノール 1~2ml を加えて溶かし²⁾、次にアセトン約 20ml を加え、析出物及び水分を除去する目的で乾燥ろ紙でろ過する。ろ液をナス型フラスコに入れ、エバポレーターで約 3ml に濃縮する。濃縮液にジアゾメタン試液³⁾ 2ml を加え、室温で約 10 分間放置した後、溶媒を留去し⁴⁾、アセトンを加えて正確に 10ml とし、試料液とする。

② 固体食品⁵⁾

試料約 5g を精密に量り、150ml のホモジナイザー用カップに入れ、0.5mol/l 硫酸を加え pH2 以下とし⁶⁾、混和する。次にメタノール約 20ml を加え約 3 分間ホモジナイズし、ろ過する。この操作を更に 1 回繰り返す。先のろ液と合わせた後、1mol/l 水酸化ナトリウム溶液で pH5 とする⁷⁾。この液にメタノールを加えて正確に 50ml とし、この液 10ml をナス型フラスコに採り、以下、①液状食品の場合と同様に操作し、試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

アジピン酸 0.100g を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100ml とし、標準液とする (こ

の液 1ml は、アジピン酸 1mg を含む)。標準液 0, 0.5, 1, 2ml 及び 3ml を正確に量り、それぞれアセトンを加えて約 3ml とし、ジアゾメタン試液 2ml を加え、室温で約 10 分間放置した後、溶媒を留去し⁴⁾、アセトンを加えて正確に 10ml とし、検量線用標準液とする (これらの液 1ml は、それぞれアジピン酸 0, 50, 100, 200 μ g 及び 300 μ g を含む)。

(4) 測定法

① 測定条件

水素炎イオン化型検出器付ガスクロマトグラフ (FID-GC) を用い、次の条件によって測定する。

カラム充てん剤：80~100 メッシュのシラン処理されたガスクロマトグラフィー用ケイソウ土担体に、アルキレングリコールフタル酸エステルを 5% の割合で含ませたもの⁸⁾。

カラム管：ガラス製、内径 3mm、長さ 1m

カラム温度：140℃

注入口温度：200℃

キャリアーガス：窒素、30ml/分

② 検量線

検量線用標準液 2 μ l ずつをそれぞれ正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、ピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量

試料液 2 μ l を正確に量り、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ又はピーク面積と検量線から試料液中のアジピン酸濃度 (μ g/ml) を求め、次式によって検体中のアジピン酸含量 (g/kg) を計算する。

$$\text{アジピン酸含量 (g/kg)} = \frac{C \times 10 \times 5}{W \times 1,000 \times 1,000} \times 1,000$$

C：試料液中のアジピン酸濃度 (μ g/ml)

W：試料の採取量 (g)

試薬・試液

1. ジアゾメタン試液⁹⁾：N-メチル-N-ニトロソ-p-トルエンスルホンアミド 4.3g をエチルエーテル 26ml に溶かし、あらかじめ KOH 1g を水 1.6ml 及びエタノール 5ml に溶かした溶液を入れたフラスコ中に注意して加え、水浴上 65℃において蒸留して留液約 20ml を採る。ただし、受器にはエチルエーテル 5ml を入れた共栓フラスコを用い、冷却器の先端は受器のエチルエーテルの液面下に浸し、受器は氷水中に浸して冷却する。ドラフト内で操

作する。用時調製する。

2. *N*-メチル-*N*-ニトロソ-*p*-トルエンスルホンアミド：市販の特級品を用いる。

[注]

- 1) 乾固しないように注意する。
- 2) チーズでは不溶物の残る場合がある。
- 3) 反応後の試料液に微黄色が残らないときは、ジアゾメタン試液を追加する。
- 4) ジアゾメタン試液中のエチルエーテルを除去する。
- 5) チーズ、ゼリー、プリン等の軟試料は、細切又はホモジナイズカップ中でガラス棒等により細碎してもよい。
キャンディーは少量の水に溶解し、以後①液状食品の方法に従って処理するとよい。
- 6) チーズで約 5ml、ゼリー、プリン等では 1~2ml で pH2 以下となる。
- 7) にごりを生ずる場合があるが差し支えない。
脂肪を多く含む試料の場合は、pH を調整したろ液を分液漏斗に入れ、同量の *n*-ヘキサンで洗浄し、ヘキサン層を捨てる。
- 8) 5% Thermon-3,000 として市販されている。
- 9) ジアゾメタン (CH_2N_2) は黄色のガス体 (bp. -23°C) でエチルエーテルに溶け、溶液は低温でも徐々に分解する。ここには市販試薬を用いた一般的調製法を採用したが、より簡便な方法としてニトロソメチル尿素を合成しておいて用時その少量にエチルエーテルと NaOH 溶液を加えて生ずる黄色のエチルエーテル層を使用する方法もある (日本化学会編：実験化学講座 20, p.373 (1963))。鮮黄色を呈する溶液は密栓して冷蔵庫に保存すれば 1~2 週間は使用できる。激しい反応性を有する有毒なガスであるから取り扱いには注意を要する。過剰な溶液を処理するには、このエチルエーテル溶液は使用後酢酸中に少量ずつ加えて廃棄する。