

# 多検体自動固相抽出装置による 食品中の保存料の分析

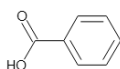
## はじめに

食品添加物の保存料は表示が義務付けられており、安全性確保の観点から使用基準が設定されています。食品中の保存料（安息香酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸、パラオキシ安息香酸エステル類）の分析法には水蒸気蒸留法が用いられていますが、操作の煩雑さが課題となっています。

本アプリケーションでは、前処理操作の時間短縮と簡便化を目的として多検体自動固相抽出装置を用いた分析を紹介します。

## 対象化合物

安息香酸



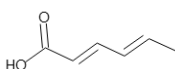
LogP : 1.83  
pKa : 4.21

デヒドロ酢酸



LogP : 0.78  
pKa : 5.3

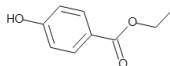
ソルビン酸



LogP : 1.33  
pKa : 4.76

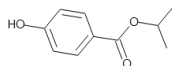
### パラオキシ安息香酸エステル類

パラオキシ安息香酸  
エチル



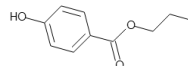
LogP : 1.96  
pKa : 8.31±0.13

パラオキシ安息香酸  
イソプロピル



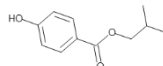
LogP : 2.34  
pKa : -

パラオキシ安息香酸  
プロピル



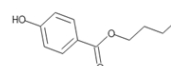
LogP : -  
pKa : 8.4

パラオキシ安息香酸  
イソブチル



LogP : 3.4  
pKa : -

パラオキシ安息香酸  
ブチル



LogP : 3.6  
pKa : 8.47

## ST-R100のシステム概要

多検体自動固相抽出装置  
ST-R100



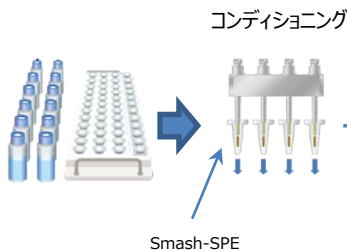
固相カートリッジ  
Smash-SPE



約1.5 cm

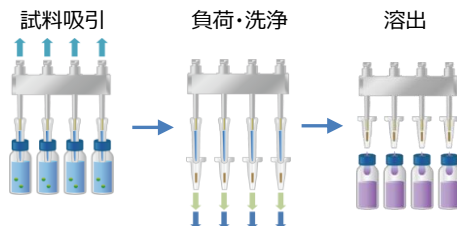
### 1度に4検体ずつ同時処理

#### ① 試料をバイアルに分注



Smash-SPE

#### ② 固相抽出



#### ③ 測定



- ① 試料をバイアルに入れR100にセットします。
- ② Smash-SPEを用いて固相抽出します。
- ③ R100からバイアルを取り出してHPLCで測定します。

本アプリケーションでは保持モードで使用しています。  
保持モード：目的成分を固相に保持して夾雑成分をスルー



多検体自動固相抽出装置  
ST-R100  
for Smash-SPE

### Sample



### Information

第118回 日本食品衛生学会学術講演会 講演要旨集p.54

「多検体自動固相抽出装置による食品中の保存料の分析法の開発」

小西賢治<sup>1</sup>, 島三記絵<sup>1</sup>, 伊藤里恵<sup>2</sup>, 佐々野僚一<sup>1,2</sup>, 穂山浩<sup>2</sup>

<sup>1</sup>株式会社アイステイサイエンス, <sup>2</sup>星薬科大学薬学部

### Key Word

固相抽出

AiSTI SCIENCE

### Product

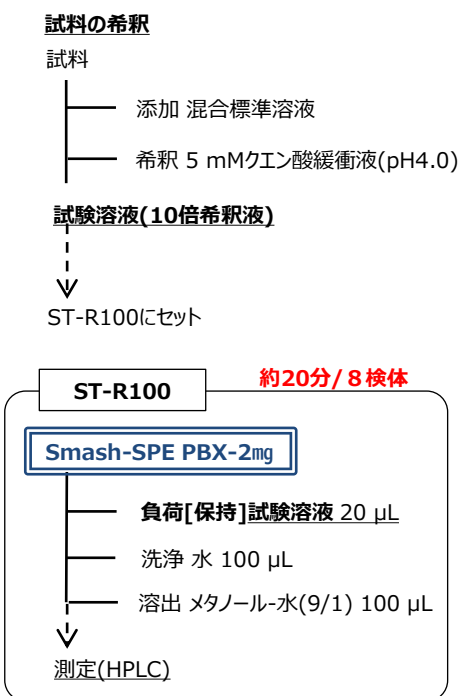
ST-R100  
Smash-SPE PBX

株式会社アイステイサイエンス

〒640-8390  
和歌山市有本18-3  
TEL. 073-475-0033  
FAX. 073-497-5011

www.aisti.co.jp

## 前処理フロー



## 実験方法

- 添加濃度 (試料中) : 10 ppm(0.01 g/kg)
- 最終バイアル中濃度 : 0.2 ppm
- 定量用検量線 : 1点: 0.2 ppm 絶対検量線

## 測定条件

HPLC : Prominence-i (島津製作所)

カラム : Inertsil ODS-3 (内径4.6 mm×長さ150 mm×粒径5  $\mu$ m) GLサイエンス 移動相

A) 5 mM クエン酸緩衝液(pH4.0)/アセトニトリル/メタノール混液 (7 : 2 : 1)

B) 5 mM クエン酸緩衝液(pH4.0)/アセトニトリル/メタノール混液 (11 : 4 : 5)

グラジエント条件 : B.Conc 0 %(0-10 min)→100 %(15-27 min)→0 %(27-30 min)

カラム温度 : 40  $^{\circ}$ C

流速 : 1.0 mL/min

検出器 : UV

測定波長 : 230 nm , 260 nm

注入量 : 20  $\mu$ L

## 結果

(1)今回用いた試料では、妨害ピークはみられず良好なクロマトグラムが得られました。(図1)

(2)ST-R100を用いた4食品の添加回収試験において保存料8成分すべて真度、精度ともに良好な結果が得られました。(表1)

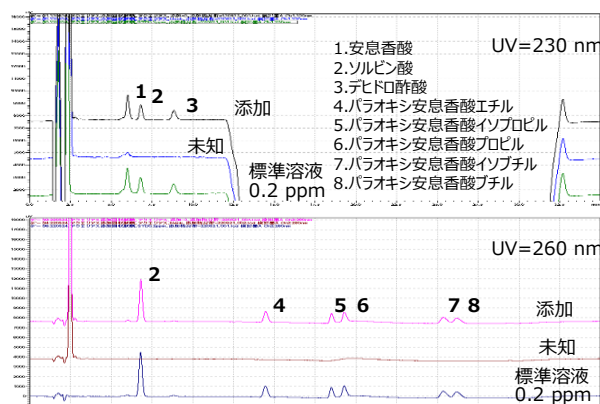


図1 スポーツドリンク中の保存料分析のクロマトグラム

表1 添加回収試験結果

添加濃度 : 試料中10ppm、併行数 : n = 8

成分名	RT(min)	波長 (nm)	スポーツドリンク		ひやしあめ <sup>※</sup>		ガムシロップ		ケーキシロップ	
			平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)	平均回収率 (%)	RSD (%)
1 安息香酸	6.1	230	93	4.6	118	4.1	115	2.8	105	4.0
2 ソルビン酸	6.9	260	103	2.7	110	3.7	107	3.1	99	2.7
3 デヒドロ酢酸	8.9	230	97	4.5	105	3.8	102	3.3	94	3.3
4 パラオキシ安息香酸エチル	14.5	260	100	2.1	108	4.2	104	3.1	97	2.7
5 パラオキシ安息香酸イソプロピル	18.6	260	104	2.3	106	4.5	103	3.1	97	3.3
6 パラオキシ安息香酸プロピル	19.4	260	93	2.3	105	4.6	102	3.0	97	4.1
7 パラオキシ安息香酸イソブチル	25.5	260	98	2.9	100	5.9	97	3.2	93	3.7
8 パラオキシ安息香酸ブチル	26.3	260	92	3.6	96	8.8	92	3.3	89	4.0

※ 麦芽水飴を湯で溶き、生姜の搾り汁やおろし生姜を加えた飴湯を冷やした飲料

## まとめ

多検体自動固相抽出装置を使用することで水蒸気蒸留法を用いることなく簡便・迅速に保存料の前処理を行うことができました。