

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¹⁾、島三記絵¹⁾、伊藤里恵²⁾、佐々野僚一¹⁾²⁾、穂山浩²⁾

¹⁾株式会社アイスティサイエンス、²⁾星薬科大学薬学部

【目的】食品中の食品添加物分析法において、保存料（安息香酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸およびパラオキシ安息香酸エステル類）の分析には水蒸気蒸留法を用いた方法が制定されている。水蒸気蒸留法は精製効果が高く定量性が良いが、操作が煩雑で時間もかかるため多検体の分析には困難を要する。本研究では、簡易で迅速に多検体処理可能な分析を目的に、充填量が少ない新型固相抽出ミニカートリッジと多検体同時処理型固相抽出装置を用いた食品中の保存料の一斉分析法を開発したので報告する。

【方法】

装置：多検体自動固相抽出装置ST-R100（アイスティサイエンス社製）、器具：固相カートリッジ：Smash-SPE PBX（アイスティサイエンス）、試料：清涼飲料水（スポーツドリンク）図1に前処理、表1にHPLC条件を示す。

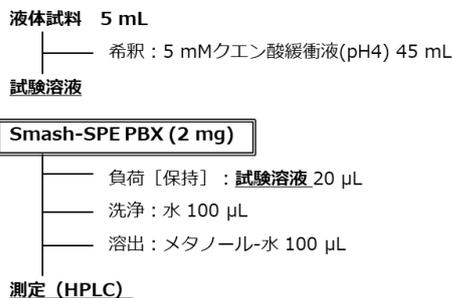


図1. 前処理フロー

表1. 測定条件

HPLC：Prominence-i（島津製作所）
カラム：Inertsil ODS-3 5 μ m 4.6 \times 150 mm (GLサイエンス)
検出器：UV (230 nm, 260 nm)
移動相：
A) 5 mmol/L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 mmol/L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)

【結果と考察】逆相固相抽出による前処理の

検討：試料液を5 mMクエン酸緩衝液(pH4)で希釈して固相へ負荷することで安息香酸、ソルビン酸の解離が抑えられて固相への保持が良好になることが確認できた。デヒドロ酢酸、パラオキシ安息香酸エステル類は負荷液のpHにかかわらず固相への保持が可能であった。溶出条件の検討では、有機溶媒(メタノール)比率を変化させて溶出挙動を調査したところ、メタノール比率が高くなるほど溶出量も増え、メタノール-水(9/1)以上で一定となったため、溶出溶媒にメタノール-水(9/1)を選択した(図2)。

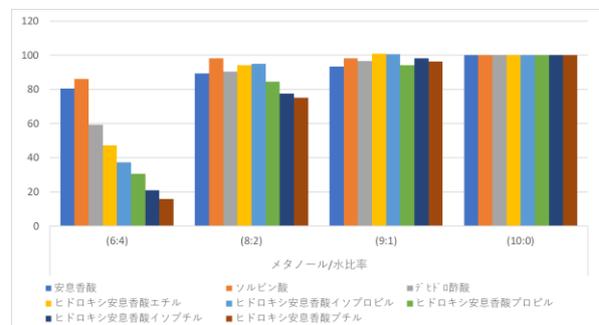


図2. 溶出溶媒のメタノール比率と回収率
液体試料における添加回収試験：原材料表示に保存料が記載されていない市販の清涼飲料水を用いて0.01 g/kg になるように保存料を添加し添加回収試験を実施した。安息香酸、ソルビン酸、デヒドロ酢酸、パラオキシ安息香酸エステル類について回収率92-104%、RSD4.6%(n=7)以内の良好な結果が得られた。現在、他の試料への適用性を検討している。