

多検体自動固相抽出装置による 食品中の保存料の分析

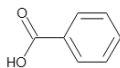
はじめに

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、高たんぱく食品及び高脂質食品は水蒸気蒸留法では低回収率になるため溶媒抽出法が推奨されています。

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



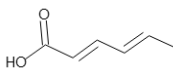
LogP : 1.83
pKa : 4.21

デヒドロ酢酸



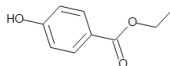
LogP : 0.78
pKa : 5.3

ソルビン酸

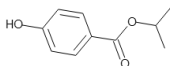


LogP : 1.33
pKa : 4.76

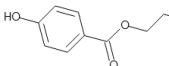
パラオキシ安息香酸エステル類

パラオキシ安息香酸
エチル


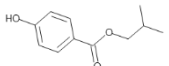
LogP : 1.96
pKa : 8.31±0.13

パラオキシ安息香酸
イソプロピル


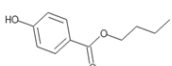
LogP : 2.34
pKa : -

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

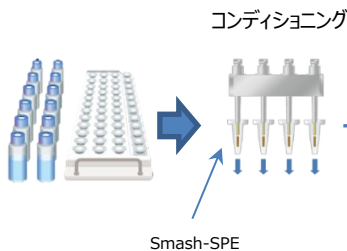
ST-R100のシステム概要

多検体自動固相抽出装置
ST-R100
(アイスティサイエンス)

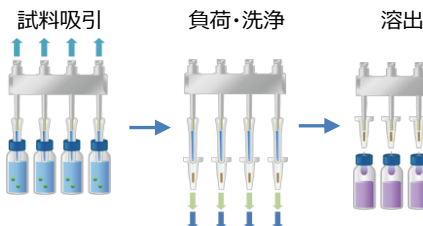
固相カートリッジ
Smash-SPE
(アイスティサイエンス)


1度に4検体ずつ同時処理

①試料をバイアルに分注



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。
- ②Smash-SPEを用いて固相抽出します。
- ③R100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

日本食品化学学会
第30回総会・学術大会
講演要旨集p.80

「自動前処理法を用いた
食品中の保存料分析法の
開発」

小西賢治¹, 島三記絵¹, 日暮優斗², 伊藤里恵², 岩崎雄介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

Key Word

固相抽出
食品添加物
自動前処理装置

AiSTI SCIENCE

Product

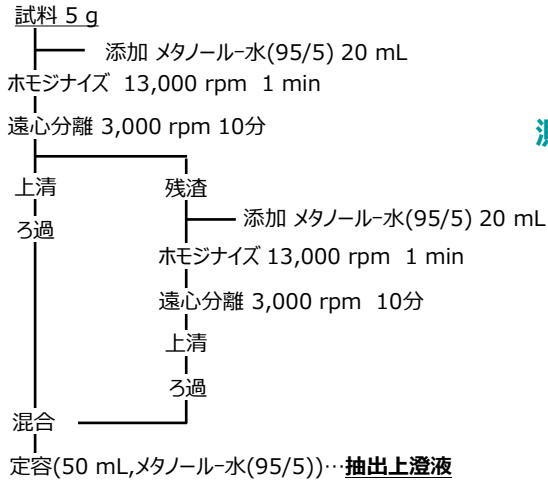
ST-R100
Smash-SPE PBX



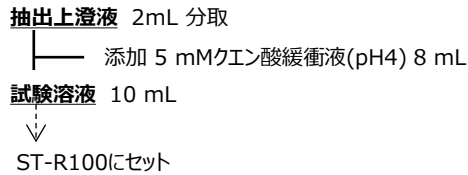
株式会社アイスティサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail: as@aisti.co.jp

前処理フロー

【抽出】



【希釈】



【精製】

約20分/8検体

ST-R100

Smash-SPE PBX-2 mg : 精製

負荷[保持]試験溶液 100 μ L洗浄 水 100 μ L溶出 メタノール-水(9/1) 100 μ L

測定(HPLC)

実験方法

- 粉碎方法 : 予冷式ドライアイス凍結粉碎法
- 添加濃度 (試料中) : 5 ppm(0.005 g/kg)
- 最終バイアル中濃度 : 0.1 ppm
- 定量用検量線 : 1点 : 0.1 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 μ 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 : 5 : 4)

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

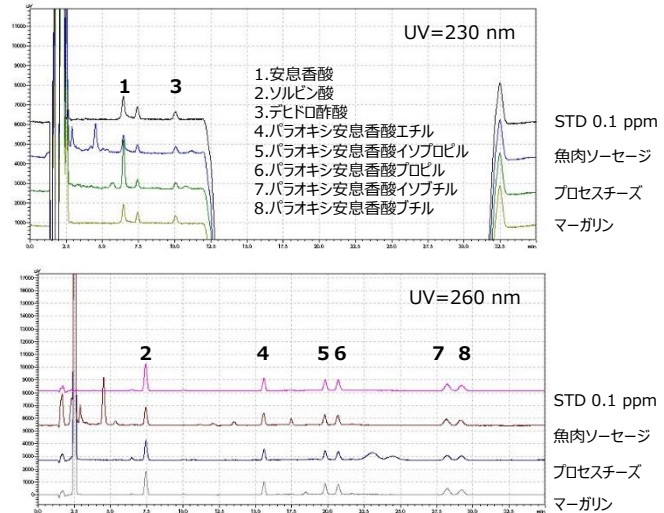
注入量 : 20 μ L

図1 UVクロマトグラム

表1 添加回収試験結果

添加濃度 : 試料中5 ppm、併行数 : n = 5

成分名	RT(分)	魚肉ソーセージ		プロセスチーズ		マーガリン	
		回収率 (%)	RSD (%)	回収率 (%)	RSD (%)	回収率 (%)	RSD (%)
1 安息香酸	6.4	101.0	8.5	108.1	10.8	102.1	5.5
2 ソルビン酸	7.4	87.9	2.0	87.7	5.1	98.7	6.3
3 テヒト酢酸	10.0	81.4	5.5	75.9	8.4	108.4	6.8
4 ヒドロキシ安息香酸エチル	15.5	100.0	3.4	96.2	4.9	104.5	7.4
5 ヒドロキシ安息香酸イソプロピル	19.8	93.3	2.6	95.6	5.1	101.3	8.9
6 ヒドロキシ安息香酸プロピル	20.8	96.0	3.1	92.5	4.2	91.6	9.1
7 ヒドロキシ安息香酸イソブチル	28.5	91.8	2.7	102.4	3.5	102.4	9.6
8 ヒドロキシ安息香酸ブチル	29.4	93.0	5.2	97.0	5.5	99.6	6.2

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3食品の添加回収試験において保存料8成分すべて回収率70%以上、RSD20%未満の良好な結果が得られました。(表1)

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・迅速に高たんぱく、高脂肪食品中の保存料の前処理を行うことができました。