

溶媒抽出 - 固相精製および HPLC による食品中の 保存料 8 種類の分析法の検討

(2023 年 12 月 11 日受付)

(2024 年 3 月 26 日受理)

野村千枝、柿本 葉、山口瑞香、藤原拓也、徳永佑亮、山崎朋美、新矢将尚

地方独立行政法人 大阪健康安全基盤研究所

Simultaneous analysis of eight preservatives in foods by HPLC after solvent extraction and solid-phase purification

(Received December 11, 2023)

(Accepted March 26, 2024)

Chie Nomura, Yo Kakimoto, Mizuka Yamaguchi, Takuya Fujiwara,
Yusuke Tokunaga, Tomomi Yamasaki, Masanao Shinya

Osaka Institute of Public Health

Abstract

Simultaneous analysis was examined for eight types of preservatives, benzoic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid, ethyl *p*-hydroxybenzoate, isopropyl *p*-hydroxybenzoate, propyl *p*-hydroxybenzoate, isobutyl *p*-hydroxybenzoate and butyl *p*-hydroxybenzoate, in foods by liquid chromatography after solvent extraction and solid-phase purification. Recovery tests using four types of food showed good results with recovery rates of 92 to 110%, reproducibility RSD of 1.2 to 7.0%, and laboratory reproducibility RSD of 2.6 to 9.5%.

Keywords : 保存料、固相精製、HPLC
preservative, solid phase extraction, HPLC

I 緒言

当所では食品中の保存料の検査は、80% メタノール溶液及び 50% メタノール溶液で抽出し、逆相 - 弱陰イオン交換カラム¹⁾ (Oasis WAX、以下 WAX カラムと表記) で精製した後 (溶媒抽出 - 固相精製)、多波長検出器付き高速液体クロマトグラフ (HPLC-PDA) で分析する方法を採用している²⁾。検査項目の保存料の種類は、国内で使用が許可されている安息香酸 (BA)、ソルビン酸 (SOA)、デヒドロ酢酸 (DHA)、パラオキシ安息香酸エチル (PHBA-Et)、パラオキシ安息香酸イソプロピル (PHBA-iPr)、パラオキシ安息香酸プロピル (PHBA-nPr)、パラオキシ安息香酸イソブチル (PHBA-iBu)、パラオキシ安息香酸ブチル (PHBA-nBu) の 8 種類である³⁾。ところが、乳製品等の添加回収試験において、BA、SOA、DHA の回収率の低下が認められた。挙動確認を行ったところ、乳製品等の脂質が多い試料存在下では、

WAX カラムが BA、SOA、DHA に対して保持が弱まることわかった。そこで、脂質の多い食品検査への適用を目的に、WAX に代わる固相精製カラムを選定し、妥当性確認を行ったので報告する。

II 実験方法

1. 試料

大阪市内で購入した赤ワイン、米酢、めんつゆ、いちごシロップ、バナナオレ、菓子類 (バナナチップス、バナナグミ、クリームサンドココアクッキー、チーズクリームサンドクラッカー、いちごクリームサンドチョコレートケーキ、ナッツクリームウェハース)、たくあん、マーガリン、いかくん、魚肉ソーセージ、ウィンナー、ベーコン、プロセスチーズ、および 2022 年度食品衛生外部精度管理調査 II の試料であるバナナペーストを用い