

高速高分離分析の応用（その7） 安息香酸，ソルビン酸，デヒドロ酢酸の分析

High Speed with High Resolution Analysis (Part 7)
Analysis of Benzoic Acid, Sorbic Acid, and Dehydroacetic Acid

食品の微生物の増殖抑制や食中毒の予防を目的として、安息香酸（ナトリウム）、ソルビン酸（カリウム）、デヒドロ酢酸ナトリウムなどの保存料が用いられていますが、一般に食品中のこれら成分の分析はHPLCにより行われます。

ここでは、超高速LCシステム“Prominence UFLC”および高速高分離用高性能カラム“Shim-pack XR-ODS”を用いた安息香酸，ソルビン酸，デヒドロ酢酸の高速分析例をご紹介します。

T.Yamaguchi

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.1に安息香酸，ソルビン酸およびデヒドロ酢酸の構造式を示します。

安息香酸，ソルビン酸およびデヒドロ酢酸の標準混合溶液（各10 mg/L）をShim-pack XR-ODS（粒子径2.2 μm）と汎用カラムShim-pack VP-ODS（粒子径4.6 μm）で分析

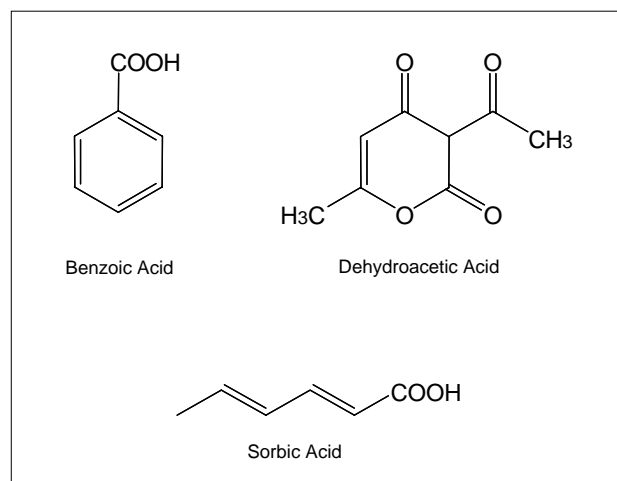


Fig.1 食品保存料3成分の構造式
Structures of 3 Food Preservatives

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.2 μm) Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm)
Mobile Phase	: 5 mmol/L (Sodium) Citrate buffer (pH4.2) / Acetonitrile = 3 / 1 (v / v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min (XR-ODS) 1.0 mL/min (VP-ODS)
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 4 μL (XR-ODS) 10 μL (VP-ODS)
Detection	: SPD-20A at 230 nm
UV Cell	: Semi-micro cell (XR-ODS) Conventional cell (VP-ODS)

した例をFig.2に、またその分析条件をTable 1に示します。

Shim-pack XR-ODSでは、Shim-pack VP-ODSに対して1/2の長さのカラムを用い移動相線速度を約2.4倍に高めて分析することにより、分離を保ちつつ、1サイクルの分析時間を約1/5に短縮することができました。

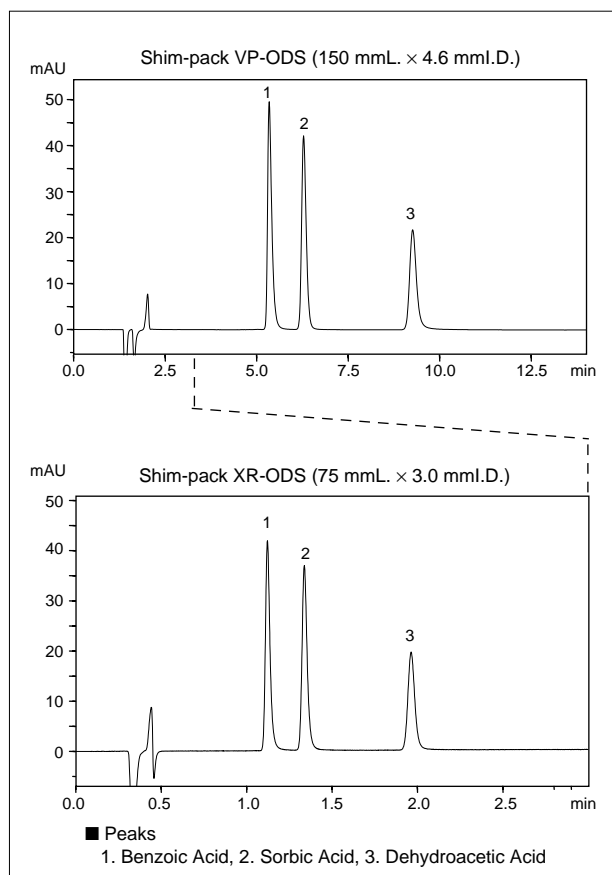


Fig.2 食品保存料3成分のクロマトグラム
(上段:Shim-pack VP-ODS 下段: Shim-pack XR-ODS)
Chromatogram of a Standard Mixture of 3 Food Preservatives
(Upper:Shim-pack VP-ODS, Lower:Shim-pack XR-ODS)

直線性

Linearity

Fig.3にShim-pack XR-ODSを用いた安息香酸、ソルビン酸およびデヒドロ酢酸標準混合溶液（各1.0～100 mg/L）の検量線を示します。いずれの成分も寄与率（ R^2 ）0.9999と良好な直線性が得られました。

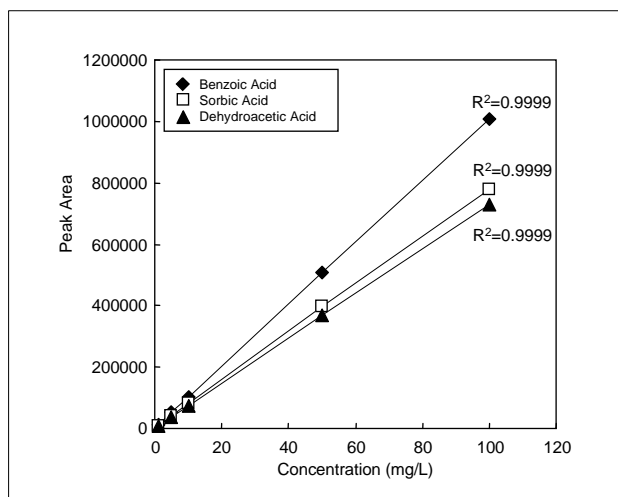


Fig.3 直線性(各1～100 mg/L 4 μ L注入)
Linearity (1~100 mg/L each, 4 μ L injected)

再現性

Repeatability

Table 2に同様に安息香酸、ソルビン酸およびデヒドロ酢酸標準混合溶液（各1.0 mg/L）を分析した際の保持時間およびピーク面積の相対標準偏差（ $n=6$ ）を示します。

Table 2 食品保存料3成分の再現性
Repeatability of Retention Time and Peak Area of
3 Food Preservatives

Compounds	Retention Time	Peak Area
	%RSD	%RSD
Benzoic Acid	0.035	0.68
Sorbic Acid	0.049	0.80
Dehydroacetic Acid	0.037	0.67

清涼飲料水の分析

Analysis of Soft Drink

Fig.4にShim-pack XR-ODSを用いて市販清涼飲料水を分析した例を示します。分析条件はTable 1と同じです。清涼飲料水は精製水で10倍に希釈、メンブランフィルタ（孔径0.2 μ m）でろ過後、4 μ Lを注入しました。

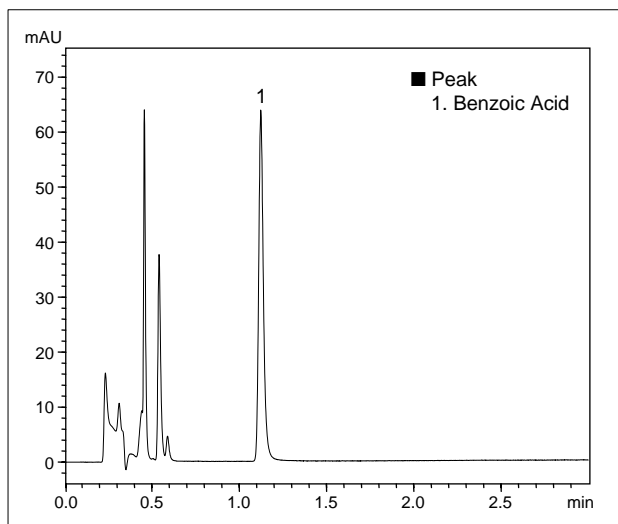


Fig.4 清涼飲料水のクロマトグラム
Chromatogram of Soft Drink

漬物汁の分析

Analysis of Pickle Squeeze

Fig.5に漬物汁を分析した例を示します。分析条件はTable 1と同じです。漬物汁は遠心分離後に上澄み液を採取し精製水で10倍に希釈、メンブランフィルタ（孔径0.2 μ m）でろ過後、4 μ Lを注入しました。

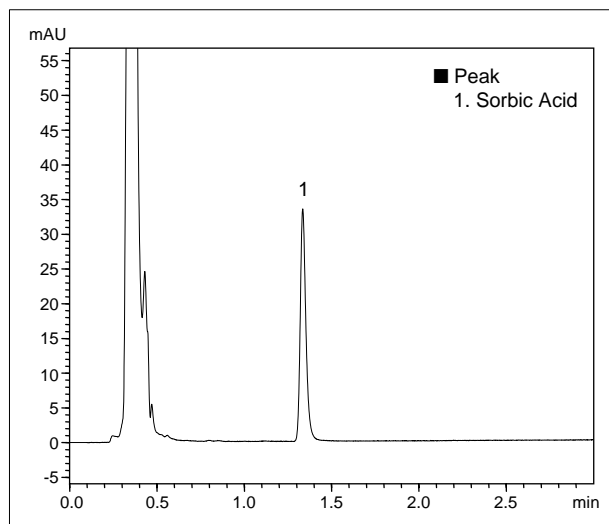


Fig.5 漬物汁のクロマトグラム
Chromatogram of Pickle Squeeze

初版発行：2007年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
☎ 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。