

食品中の9種保存料分析における迅速な透析法の検討

山嶋 裕季子^a, 岩越 景子^a, 田中 麻梨恵^b, 田原 正一^a, 小林 千種^a

透析を用いた食品中の保存料検査の迅速化を検討した。保存料として安息香酸、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（エチル、イソプロピル、プロピル、イソブチル及びブチルエステル）及びパラオキシ安息香酸メチルの9種について、透析膜の有効長を50 cm、透析液を30% 2-プロパノール、試料採取量5 g、透析液と試料の総量100 mL、4時間の透析で74%以上の回収率を得た。保存料使用の市販食品を用いて、水蒸気蒸留法、透析液に30%メタノールを用いた24時間の透析法、本法での定量値を比較したところ、蒸留法に比べて透析法の定量値が高くなる傾向があった。本法では、透析時間を4時間に短縮、試料採取量と透析液総量の減量により効率化を達成した。

キーワード：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，透析，HPLC，食品，食品添加物

はじめに

食品中の保存料の試験法には、厚生労働省通知¹⁾で示されている水蒸気蒸留法（以下蒸留法と略す）、直接抽出法の他に透析法^{2,3)}が報告されている。当センターの保存料の分析には、特別な装置を必要とせず、多検体を同時に処理可能な、メタノール（以下MeOHと略す）を用いた24時間の透析法を日常分析法に採用している^{2,3)}（以下従来透析法と略す）。

一方、田原らは、甘味料分析において従来24時間を要する透析条件を改良し、4時間で同等の添加回収試験結果を達成した⁴⁾。保存料検査においても、より迅速かつ効率的な分析法の確立が求められており、甘味料分析での改良を参考に透析条件の検討を行った。本検討においては、保存料として、安息香酸（以下BAと略す）、ソルビン酸（以下SoAと略す）、デヒドロ酢酸（以下DHAと略す）、パラオキシ安息香酸エステル類（以下PHBA-Esと略す、指定添加物であるパラオキシ安息香酸エチル（以下P-Etと略す）、同イソプロピル（以下P-iPと略す）、同プロピル（以下P-nPと略す）、同イソブチル（以下P-iBと略す）及び同ブチル（以下P-nBと略す））及び指定外添加物の同メチル（以下P-Meと略す）を対象とした。

実験方法

1. 試料

1) 透析条件の検討及び添加回収試験用試料

東京都内で購入した、あらかじめ対象の保存料が含まれておらず、かつ液体クロマトグラム上の対象保存料の保持時間付近に妨害となるピークが検出されないことを確認したリンゴ果汁含有清涼飲料水、しょう油漬け漬物、はんぺん、ハム及びマーガリンを試料として用いた。

2) 保存料含有試料

東京都内で購入した。原材料名に安息香酸ナトリウム、ソルビン酸カリウム、パラオキシ安息香酸の表示がある清涼飲料水、ハム、魚介乾燥品及びマーガリンを試料として用いた。

2. 標準品・試薬

1) 標準品

BA：和光純薬工業（株）製、試薬特級、SoA：和光純薬工業（株）製、和光特級、DHA：東京化成工業（株）製、東京化成1級、P-Et、P-iP、P-nP、P-iB、P-nB及びP-Me：東京化成工業（株）製、東京化成特級。

2) 標準溶液

(1) 標準原液

BA、SoA、DHA、P-Et、P-iP、P-nP、P-iB、P-nB及びP-Me 50 mgを精密に量り、MeOHに溶解し、各々全量を50 mLとした（各々の濃度は1,000 µg/mL）。

(2) 低濃度添加用混合標準溶液

BA、SoA、DHA標準原液各5 mL及びP-Et、P-iP、P-nP、P-iB、P-nB、P-Me標準原液2.5 mLをMeOHで50 mLとした（各々の濃度はBA、SoA、DHA：100 µg/mL、PHBA-Es、P-Me：50 µg/mL）。

(3) 使用基準上限濃度添加用混合標準溶液

BA 1,250 mg、SoA 1,250 mg及びDHA 125 mgを精密に量り、MeOHに溶解し、各々全量を25 mLとした（各々の濃度はBA、SoA：50,000 µg/mL、DHA：5,000 µg/mL）。P-Et 75.2 mg、P-iP及びP-nP 81.5 mg、P-iB及びP-nB 87.9 mg、P-Me 62.5 mgを精密に量り、MeOHに溶解し、全量を25 mLとした（混合溶液の濃度はP-Et、P-iP、P-nP、P-iB、P-nB：パラオキシ安息香酸（以下PHBAと略す）として2,500 µg/mL、P-Me：2,500 µg/mL）。

3) 透析液

^a 東京都健康安全研究センター食品化学部食品添加物研究科
169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1

^b 当時：東京都健康安全研究センター食品化学部食品添加物研究科

30(v/v)% 2-プロパノール（以下2-PrOHと略す）溶液。

4) その他の試薬

2-PrOHは特級、MeOH、アセトニトリル（以下MeCNと略す）はHPLC用を用いた。

3. 器具及び装置

1) 透析膜

透析用セルロースチューブ（透過分子量14,000, 孔径50 Å, 平面幅44 mm, 直径28 mm, 壁厚0.0203 mm, Viskase社製）を長さ65 cmに切って使用した。あらかじめ精製水に10分間以上浸した後、水を替えて数回洗い、一端を結んで閉じたものを使用した。

2) 遠心管

100 mL及び50 mL容、本体はポリエチレン製、蓋は高密度ポリエチレン製、レーザーマーカ目盛付（100 mL：高さ104 mm, 直径45 mm, 50 mL容：高さ75 mm, 直径29 mm, 旭硝子（株）製）。

3) HPLC

アジレントテクノロジー（株）製1260シリーズ

4. HPLC条件

カラム：Cosmosil 3C18-AR-II（3.0 mm i.d.×100 mm, 3 µm）、カラム温度：40°C、移動相：A液；MeOH・MeCN・5 mmol/Lクエン酸緩衝液（1：2：7）、B液；MeOH・MeCN（1：2）、グラジエント条件：A液 100%（0-6分）→70%（10.5-25分）→100%（25.1-35分）、流速：0.8 mL/min、注入量：20 µL、測定波長：230 nm（BA, SoA及びDHA）、260 nm（P-Me及びPHBA-Es）及び310 nm（DHA, 230 nmで夾雑ピークが認められた場合の参考波長）。

5. 試験溶液の調製

清涼飲料水はよく混和し、固形試料はフードプロセッサで細切して均一化し、マーガリンは室温に放置して軟化した後スパーテルでよく混和して均質化した。試料5.0 gを透析液30 mLを用いて透析膜に充填し、空気が入らないように長さが50 cmになるように結んで密封した。マーガリンはビーカーに採取後、50°Cの水浴で溶かしてから同様に操作した。透析膜の内容物が全体に均一になるように混ぜつつ半分に折り、更に半分に折り、遠心管に緩く更に半分に折り畳むように入れ、透析液を注いだ。ガラス棒を用いて折り目の間の空気を除いた後、透析液で100 mLとして付属の蓋で密栓し、密栓直後及び、30分、1、2、3及び4時間ごとに10回上下反転混和して4時間透析を行った。得られた外液を0.45 µmのメンブランフィルターでろ過し、HPLC溶液とした。

蒸留法は厚生労働省通知¹⁾に従い、従来透析法は、坂牧らの方法³⁾に従った。ただし、従来透析法は、透析液を30% MeOH、充填に50 mLを用い、透析膜の有効長を30 cmとし、全量200 mLに定容後、メスシリンダーの口をパラフ

イン製伸展密封シートで密封し、透析開始直後及び、30分、1、2、3、4及び24時間ごとに10回上下反転混和して24時間透析を行い、試料溶液を調製した。

6. 検量線

標準原液を蒸留法は水、従来透析法は30% MeOH、本法は30% 2-PrOHで希釈し、BA, SoA, DHAが0.5（PHBA-Es及びP-Meが各0.25）、1（0.5）、2.5（1.25）、5（2.5）、10（5）µg/mLの検量線用混合標準溶液を調製した。これらの溶液をHPLCに注入し、ピーク面積による絶対検量線法を用いて検量線を作成した。定量下限は厚生労働省通知¹⁾に示された0.01 g/kg（BA, SoA, DHA）、0.05 g/kg（PHBA-Es, P-Me）とした。

7. 添加回収試験

1) 添加方法

試料を5.0 gずつビーカー、または25 mL容遠心管に採り、添加用標準溶液を添加した。スパーテルで十分混和後、30分間以上室温に放置した。なお、マーガリンはビーカーに採取後50°Cの水浴で溶かしてから添加用標準溶液を添加して混和後、室温に放置した。

定量下限値の倍量濃度となるように添加する検討では、試料に低濃度添加用混合標準溶液を、BA, SoA, DHAが0.02 g/kg, PHBA-Es及びP-Meが0.01 g/kgになるよう添加した。

定量下限値濃度となるように添加する検討では、試料に低濃度添加用混合標準溶液を、BA, SoA, DHAは0.01 g/kg, PHBA-Es及びP-Meが0.005 g/kgになるよう添加した。

使用基準上限値濃度となるように添加する検討では、食品ごとの使用量上限値になるよう添加した。すなわち、リンゴ果汁含有清涼飲料水はBAが0.60 g/kg, P-Et, P-iP, P-nP, P-iB及びP-nBがPHBAに換算して各々0.10 g/kg, また指定外添加物で使用量の基準がないP-Meについても0.10 g/kgになるよう添加した。福神漬（しょう油漬の漬物）はSoAが1.0 g/kg, はんぺん（魚肉ねり製品）及びハム（食肉製品）はSoAが2.0 g/kg, マーガリンはBAが1.0 g/kg, SoAが1.0 g/kg, DHAが0.50 g/kgになるよう添加した。

2) 添加回収率の算出方法

各添加回収試験において、試料に添加した標準溶液の同量を遠心管に入れ、透析液で100 mLに定容した溶液を調製した（基準溶液）。これらの溶液中の各保存料のピーク面積を100%として、各添加回収試験溶液中の比率を算出し、平均値（RSD）（%）で表した。なお、使用基準上限値の添加においては、各基準溶液及び試験溶液を検量線の範囲に収まるよう30% 2-PrOHで適宜希釈して測定した。

結果及び考察

1. HPLC条件の検討

通知¹⁾に記載されているHPLC条件の一つで、移動相にMeOH・MeCN・5 mmol/Lクエン酸緩衝液（1：2：7, A液）

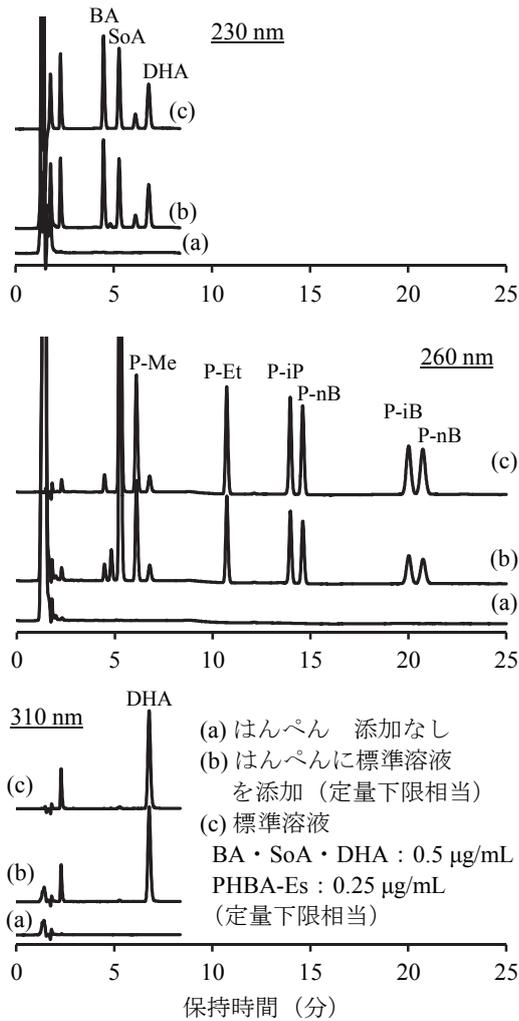


図1. 9種の保存料のクロマトグラム

と(5:4:11, C液)の2種類を用い, A液でBA, SoA, P-Me, DHAを溶出後にC液に切り替えてPHBA-Esを測定する条件では, 切り替え後に初めに溶出するP-Et付近のベースラインが安定せず, 定量下限値相当のピーク分離が不十分になった. そのため, この条件を基本にC液に変えてMeOH・MeCN(1:2, B液)を用いてグラジエント条件を検討したところ, 安定したベースラインが得られ, P-Etも良好に検出可能であった. 標準溶液及び標準溶液を添加したはんぺんのHPLC溶液のクロマトグラムを図1に示し

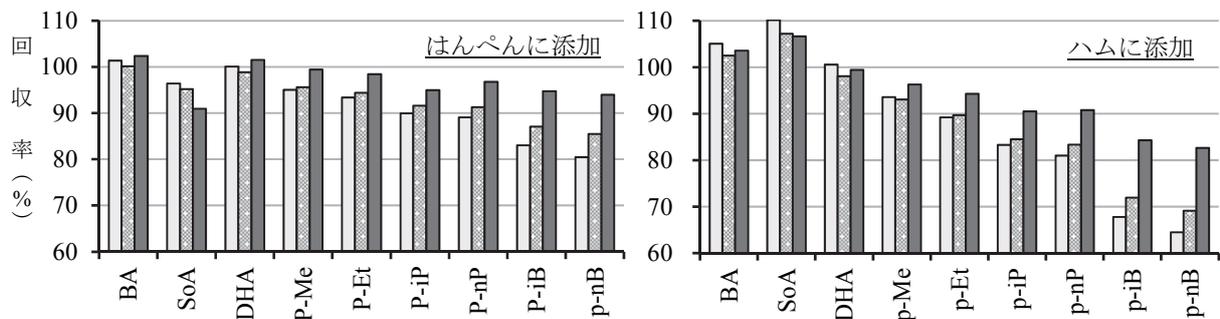


図2. 透析液に用いた溶媒の種類と保存料の回収率の比較

添加工量 BA, SoA, DHA 0.02 g/kg, PHBA-Es 0.01g/kg

た. 本条件では各保存料の分離が良好で, 最も溶出時間の遅いP-nBが約21分で溶出し, 次の測定への平衡化を含めて1分析35分での測定が可能となった.

2. 透析条件の検討

1) 透析に使用する溶媒の種類の検討

MeOHを用いた透析において, 高脂肪, 高タンパク質食品からのPHBA-Esの回収率は, アルキル基の炭素数が増えるほど低下し, 透析液のMeOH濃度が高くなるに従い上昇する. そのため, 清涼飲料水, しょうゆ, 漬物, ビスケット, ジェムには30% MeOHを, 高脂肪・高タンパク質食品には80% MeOHを透析液として用いている^{2,3)}. MeOH濃度が80%の透析液を用いた場合, 透析膜の硬化やMeOHの蒸発による液量の減少等, 問題を生じた. また, 先に示したHPLC条件で測定する際に, 80% MeOHを透析液とした時の試験溶液を水で希釈せずに測定するとBA, SoA, P-Me及びDHAのピークがブロードになり, P-Meでは定量下限値付近の濃度での検出が難しくなった. 試料を移動相と比べ著しく溶出力の強い溶媒に溶解した場合, ピークが歪む原因となる場合があり⁵⁾, 移動相の溶媒比率が30%のA液で溶出・測定されるこれらの保存料のピーク形状は, 注入時の溶媒と水の比率に影響を受けやすいと考えられた.

検査の作業効率の点から, 食品の性質ごとに透析液のMeOH濃度を変更することは煩雑であるため, 多くの種類の食品から, どの保存料についても良好な回収率で抽出可能な透析液が望ましい. そこで MeOHより極性が低い有機溶媒を選択することで, 溶媒の比率を抑えつつ, PHBA-Esの回収率の向上を目的とした透析液に用いる溶媒を検討した.

医薬用外劇物以外でMeOHよりも極性が低い溶媒として, エタノール, 2-PrOHを選択した. 移動相A液の有機溶媒比率がおよそ3割であり, 坂牧らは30% MeOHでのスクリーニングを提案していることから³⁾, 溶媒濃度を30%に固定して, 各々の有機溶媒を用いた際の回収率を比較した.

一方, 本検討では, 透析時間の短縮とスケールダウンを図るため, 甘味料の迅速透析の条件^{4,6,7)}を転用した. 以後の検討では, 透析膜の有効長を50 cmとし, 透析管として100 mL容PP製遠心管を用い, 従来200 mLであった透析液

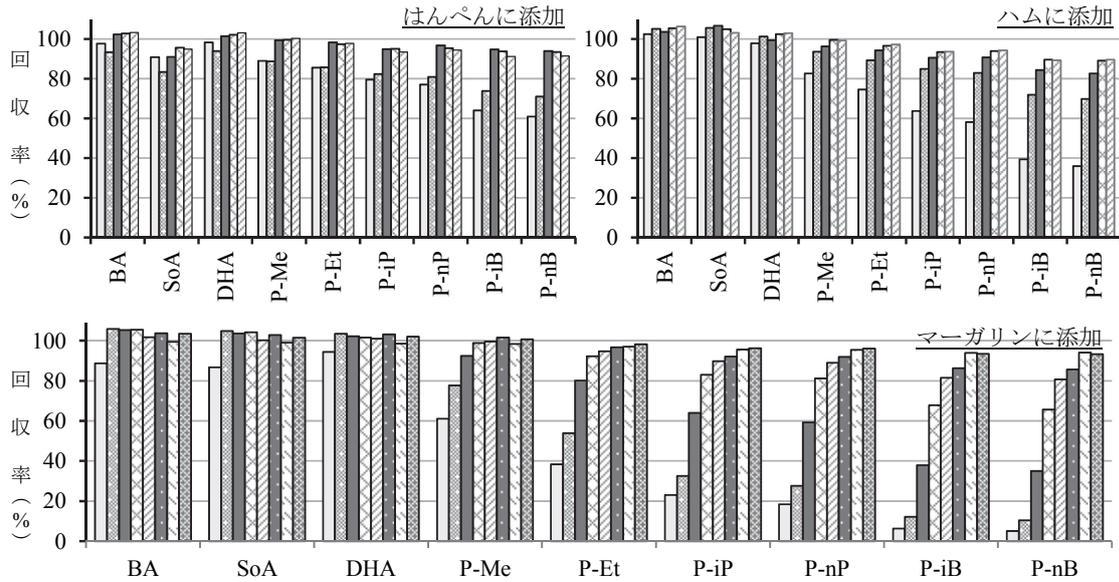


図3. 2-PrOH 濃度と保存料の回収率の比較
 2-PrOH 濃度 □ 10% ▨ 20% ▩ 30% ▧ 40% ▦ 50% ▥ 60% ▤ 70% ▣ 80%
 添加量 BA, SoA, DHA 0.02 g/kg, PHBA-Es 0.01g/kg

と試料の総量を半分の100 mLとして透析を行った。
 透析時間は、田原らの報告⁴⁾でサッカリン等の甘味料については有効長50 cmの透析膜を使用して4時間で透析が平衡化したことを参考に、4時間とした。予め試験溶液を測定して、各保存料の保持時間に妨害となるピークを認めなかったはんぺん及びハム5 gに、定量下限値の2倍相当の添加用標準溶液を添加して回収率を比較した。結果を図2に示した。

BA, SoA, DHA及びP-Meはいずれの溶媒でも90%以上の回収を得たが、PHBA-Esは分子量が大きくなるほど回収率が低くなった。はんぺんでは、いずれの溶媒でも80%以上の回収を得たが、ハムでは溶媒間で差が見られ、P-nBでは2-PrOHのみ80%の回収が得られた。以上の結果から、以後の検討では透析溶液に2-PrOHを用いた。

2) 透析液の溶媒濃度の検討

透析液にMeOHを用いた報告^{2,3)}と同様、2-PrOH用いた場合でも溶媒比率が高いほど保存料の回収率が上昇すると予想された。そこで定量下限値の2倍相当の添加用標準溶液を添加したはんぺんとハムを用いて、2-PrOH濃度を10, 20, 30, 40及び50%として各保存料の回収率を比較した結果を図3に示した。40%になるとDHAのピーク形状が著しく鈍化し、50%になるとBA, SoA, P-Me及びDHAのピークトップが潰れて2峰になり、測定は困難であると判断した。以上から、透析液の2-PrOH濃度は30%を用いることとした。マーガリンについては、2-PrOHの濃度を変えて回収率を求めたところ、濃度が70%のとき回収率は90%以上となった。PHBA-Esは、幅広いpH領域で抗菌効果を示すが、タンパク質やデンプンに吸着されやすく、液体食品以外での効果は劣るとされている⁸⁾。また当センターでの検査でPHBA-Esが検出された食品は、清涼飲料水、国産

及び外国産のしょう油に限られている。検出事例のないマーガリン等の油脂食品では、定量よりも検出の有無を目的に検査が行われる。したがって、マーガリンの透析液は、BA, SoA, DHAの検出・定量には30% 2-PrOHを、PHBA-Esの検出には70%以上の濃度を用いることで、確実に判定可能であった。

3) 透析時間及び試料量の検討

透析時間及び試料量による回収率の変化について、定量下限値の2倍相当の添加用標準溶液を添加したはんぺんを

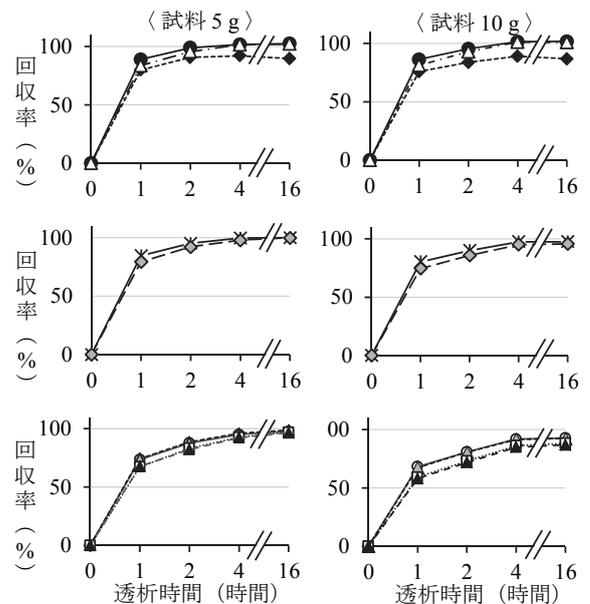


図4. はんぺんを用いた透析時間及び試料量の比較
 透析液：30% 2-PrOH

- BA ---◆--- SoA --△-- DHA
- *— P-Me ---◇--- P-Et —○— P-iP
- ▲--- P-nP □..... P-iB --▲-- P-nB

表1. 食品への添加回収試験結果

試料	添加量 (g/kg)	BA	SoA	DHA	P-Me	P-Et	P-iP	P-nP	P-iB	P-nB
リンゴ飲料 (清涼飲料水)	0.005				101.8 (0.9)	100.8 (1.2)	100.6 (1.8)	99.0 (1.2)	97.3 (1.8)	98.2 (1.4)
	0.01	105.3 (1.0)	106.5 (1.1)	101.9 (1.0)						
	0.10				101.5 (0.8)	100.7 (0.7)	99.9 (0.7)	100.0 (0.6)	98.7 (0.6)	98.8 (0.6)
	0.60	102.1 (0.8)								
福神漬 (しょう油漬け)	0.005				103.6 (1.4)	97.6 (1.9)	95.9 (0.3)	97.7 (1.5)	95.6 (1.1)	95.5 (1.2)
	0.01	100.9 (0.9)	99.2 (1.2)	102.7 (1.5)						
	1.0		102.3 (1.0)							
はんぺん (魚肉練り製品)	0.005				100.8 (1.8)	98.4 (0.5)	96.9 (0.6)	94.7 (0.4)	90.6 (0.6)	89.4 (1.5)
	0.01	106.4 (1.3)	99.5 (1.3)	103.0 (0.6)						
	2.0		97.3 (1.3)							
ハム (食肉製品)	0.005				96.0 (3.2)	89.1 (3.1)	85.6 (2.9)	85.0 (2.8)	76.1 (2.6)	73.9 (2.3)
	0.01	103.8 (2.9)	106.3 (2.9)	96.6 (3.2)						
	2.0		102.1 (1.0)							
マーガリン	0.005				94.2 (3.9)	81.3 (5.0)	65.3 (6.3)	60.7 (6.6)	40.0 (8.4)	37.3 (8.6)
	0.01	106.0 (4.9)	101.6 (5.1)	102.2 (3.5)						
	0.5			94.4 (2.4)						
	1.0	94.3 (2.3)	94.9 (2.2)							

平均(RSD)(%), n=3, 空欄は実施せず

用いて検討した。蒸留法の試料採取量¹⁾及び従来透析法での試料と透析液の総量の比率に等しい5 gと、ステビア甘味料の迅速透析⁶⁾で採用されている10 gを比較した。透析時間は1, 2, 4時間及び16時間として回収率を比較し、結果を図4に示した。採取量5 gではいずれの保存料も2時間の透析で80%以上、4時間で90%以上の回収率に到達した。10 gではP-iBとP-nBは4時間で8割に達した。試料採取量10 gに比べて5 gのほうが、試料中の保存料がより短時間に透析液中で平衡状態になるものと考えられた。本法では試料採取量を5 g、透析時間を4時間の条件を採用した。

3. 添加回収試験

使用基準のある5種類の食品について添加回収試験を行った結果を表1に示した (n=3)。透析液をそのままHPLCで測定した結果、クロマトグラム上の各保存料の保持時間付近に食品成分由来のピークが検出されたしょう油、味噌等は、今回の添加回収試験の対象から除いた。

定量下限濃度の添加回収試験では、いずれの食品においてもBA, SoA, DHA及びP-Meでは90%以上であった。PHBA-Esについてはリンゴ飲料、福神漬、はんぺん、ハムでは74%以上、マーガリンでは最も低いP-nB, P-iBで37%, 40%であった。マーガリンのRSDは他の食品に比べて大きく、PHBA-Esの分子量が大きくなるほど大きくなった。これは、透析膜への充填操作において、他の食品に比べて試料の洗い込みが不完全となり、充填量に差が生じ

たものと考えられ、さらに、PHBA-Esではピーク面積が小さいために面積値の差の比率が大きく影響したためと考えられた。一方、最もピーク面積の小さいP-nBもピークとして検出可能な感度であった。

使用基準上限濃度の添加回収試験では、いずれの食品でも94~102%と良好な回収率が得られた。

4. 市販食品を用いた蒸留法及び従来透析法との比較

保存料の使用が表示された7種類の食品を、蒸留法、従来透析法及び本法で測定し、定量値を比較した (n=5, 表2)。なおDHA及びP-Meを使用した食品は入手できなかったため実施しなかった。

蒸留法で得られた定量値に比べて、従来透析法では99.3~107.1%, 本法では101.9~110.0%となった。蒸留法に比べて透析法の定量値が高くなる傾向は既に報告されており⁹⁾、本法においても同様の傾向が認められた。各種食品に本法を適用した場合、液体クロマトグラム上において、いずれかの保存料の保持時間付近にピークが検出されないことの確認、または検出されたピークと当該保存料のPDAスペクトルの比較により、各保存料の検出の有無が判定可能となる。透析液中の食品成分由来の夾雑物質により本法での判定が難しい検体のみ、蒸留法を適用することで、一度に多数の検体を処理することが難しい蒸留法の適用件数を減らし、保存料検査の効率化を図ることが可能と考えられた。

表2. 保存料含有の市販食品を用いた蒸留法および従来透析法との比較

	BA			SoA			PHBA-Es		
	蒸留法	従来透析法	本法	蒸留法	従来透析法	本法	蒸留法	従来透析法	本法
清涼飲料水	0.537 (0.4)	0.534 (1.1)	0.548 (1.3)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)	0.091 (1.0)*	0.097 (1.2)*	0.100 (1.3)*
たくあん漬け	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)	0.321 (0.4)	0.333 (0.5)	0.347 (1.3)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)
イチゴジャム	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)	0.492 (0.3)	0.504 (0.4)	0.511 (1.00)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)
さきいか	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)	0.218 (3.4)	0.234 (2.1)	0.237 (1.4)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)
ハム	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)	0.512 (0.7)	0.570 (1.3)	0.599 (1.2)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)
じゃこてん	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)	1.23 (0.5)	1.32 (0.5)	1.35 (0.7)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)
マーガリン	0.123 (1.3)	0.124 (3.8)	0.130 (4.7)	0.405 (0.7)	0.420 (3.6)	0.437 (4.9)	N.D.(—)	N.D.(—)	N.D.(—)

平均 (g/kg) (RSD, %), n=5, N.D.: BA, SoA < 0.010 g/kg; pHBA-Es < 0.005 g/kg (各エステルの濃度として), *: P-Et を検出

ま と め

透析を用いた食品中の保存料検査の迅速化を検討した。透析膜の有効長を50 cm, 透析液を30% 2-プロパノール, 試料量5 g, 透析総量100 mL, 4時間の透析で, マーガリンを除き74%以上の回収率を得た。保存料使用の市販食品を用いて, 蒸留法及び従来透析法, 本法での定量値を比較したところ, 蒸留法に比べて透析法の定量値が高くなる傾向があった。本法では, 従来透析法では24時間を要した透析時間を4時間に短縮し, 多検体の定性検査を実施する上で効率化を達成した。

文 献

- 1) 厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課長：食安基発0528第3号，食品中の食品添加物分析法の改正。別添2（通知），平成22年5月28日。
- 2) 粕谷陽子，松田敏晴，中里光男，他：東京健安研セ七年報，**54**, 104-108, 2003.
- 3) 坂牧成恵，貞升友紀，松本ひろ子，他：東京健安研セ七年報，**67**, 171-176, 2016.
- 4) 田原正一，藤原卓士，安井明子，他：食衛誌，**55**, 13-18, 2014.
- 5) 中村洋監修：液クロ虎の巻，10-11, 2001, 丸善，東京。
- 6) 山本純代，田原正一，杉木幹雄，他：食衛誌，**55**, 15-159, 2016.
- 7) 田原正一，山本純代，山嶋裕季子，他：食衛誌，**58**, 124-131, 2017.
- 8) 食品工業編集部 編纂：基礎からわかる保存料・日持ち向上剤，21-25, 2013, (株)光琳，東京。
- 9) 小川麻萌，日向綾子，佐藤千鶴子，他：東京健安研セ七年報，**68**, 171-175, 2017.

A Rapid Dialysis Method for the Determination of Nine Preservatives in Foods

Yukiko YAMAJIMA^a, Keiko IWAKOSHI^a, Marie TANAKA^b, Shoichi TAHARA^a and Chigusa KOBAYASHI^a

A rapid dialysis method was investigated for the determination of nine preservatives in foods: benzoic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid, methyl p-hydroxybenzoate, ethyl p-hydroxybenzoate, isopropyl p-hydroxybenzoate, propyl p-hydroxybenzoate, isobutyl p-hydroxybenzoate, and butyl p-hydroxybenzoate. This involved adding 5 g of the sample into a 50-cm net length dialysis tube and dialyzing this for 4 hours with a total volume of 100 mL, using 30% 2-propanol as the dialysis solution, which resulted in a recovery rate $\geq 74\%$. Preservatives in commercially available foods with preservatives were analyzed using this dialysis method, the dialysis method which used 30% methanol as the dialysis solution for 24 hours, and the steam distillation method. Quantitative values obtained from dialysis methods tended to be larger than those from the steam distillation method. The rapid dialysis method improved efficiency by shortening the dialysis time to 4 hours and reducing the amount of sampling and total dialysis volume required.

Keywords: preservative, benzoic acid, sorbic acid, dehydroacetic acid, esters of p-hydroxybenzoic acid, dialysis, HPLC, food additive

^a Tokyo Metropolitan Institute of Public Health,
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo 169-0073, Japan

^b Tokyo Metropolitan Institute of Public Health, at the time when this work was carried out

