

LC Application News — No. 51

柑橘類中の防カビ剤の分析



カラム溶出液の液性変換により高感度検出

食品を保存したり輸送したりする場合に、細菌などによる腐敗や酸化などによる変質を防止するため、防腐剤などを添加して食品の劣化を防ぐことが食品衛生上必要となります。防腐剤は多種類開発されておりますが、わが国では柑橘類・バナナに対して輸送中の腐敗防止に限り、チアベンダゾール、*o*-フェニルフェノール、*p*-フェニルなどの防カビ剤の使用が認められています。これらの防カビ剤は混合して用いられることが多く、迅速かつ高感度な同時分析が必要となります。

チアベンダゾールは塩基性化合物であるため、酸性条件ではカラムに保持されません。しかし、蛍光感度はpH 3以下で急激に増加します。そこで、塩基性移動相を用いて逆相分配カラムで分離した後、カラム溶出液を硫酸により酸性に変換して検出することにしました。Table 1に分析条件を示します。

Table 1 Conditions

Instrument	: HP1100 HPLC
Column	: Develosil C8-UG-5 4.6×150mm
Mobile phase A	: 10mM Na ₂ HPO ₄
B	: Acetonitrile
Gradient time	: 0→15min
B%	: 20→100%
Flow rate	: 1.0ml/min
Injection vol.	: 20μl
Column temp.	: 25°C
Regent	: 20mM H ₂ SO ₄ , 0.4ml/min
Fl detector	: HP1046A
Ex wavelength	: 244nm
Em wavelength	: 350→310 nm (at 12min)
PMT gain	: 14
Lamp	: 220Hz

■防カビ剤標準液の分析例

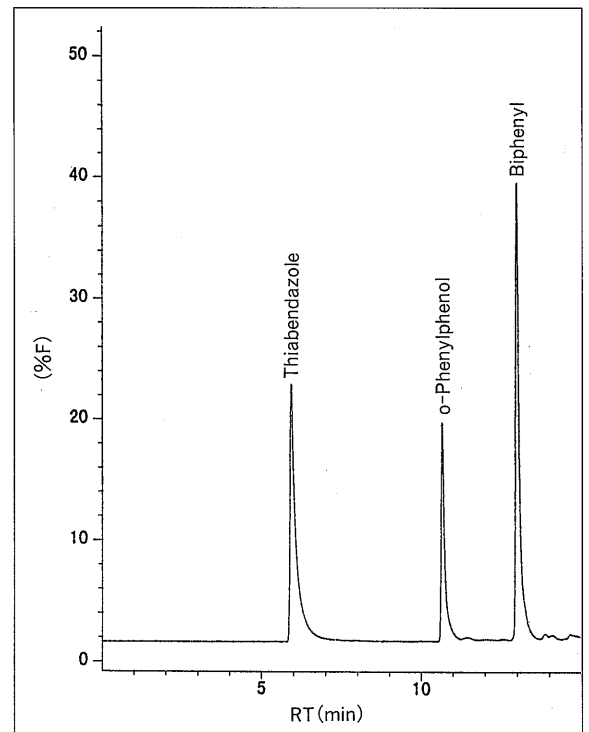


Fig. 1 Chromatogram of a standard mixture of fungicides.

No.	成分名	濃度 (μg/l)	時間 (分)
1	Thiabendazole	200	5.95
2	<i>o</i> -Phenylphenol	200	10.67
3	Biphenyl	200	13.01

測定方法

Fig. 2 にフロー図を示します。チアベンダゾールを高感度に検出するため、ポンプ 2 から硫酸を送液して液性を酸性に変換しました。Fig. 3 に柑橘類からの防カビ剤の抽出方法を示します。

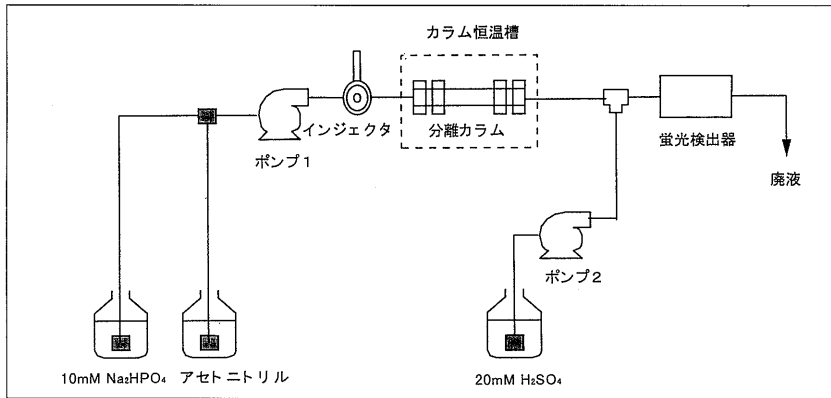


Fig. 2 Flow diagram of HPLC for the determination of fungicides.

■柑橘類からの防カビ剤の抽出方法

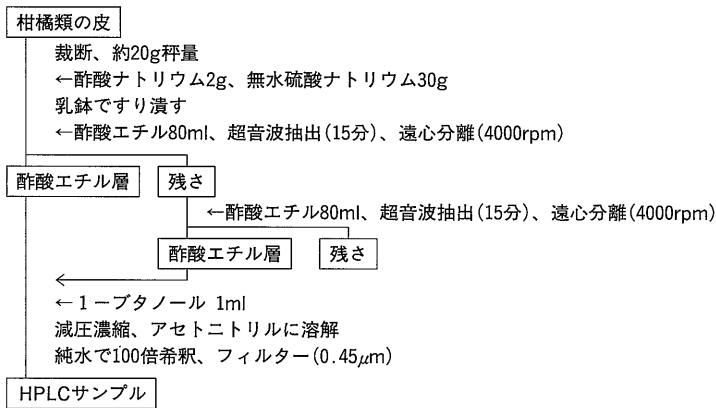


Fig. 3 Extraction of fungicides from citrus fruit.

■柑橘類に添加した防カビ剤の分析例(50 μg/l 添加)

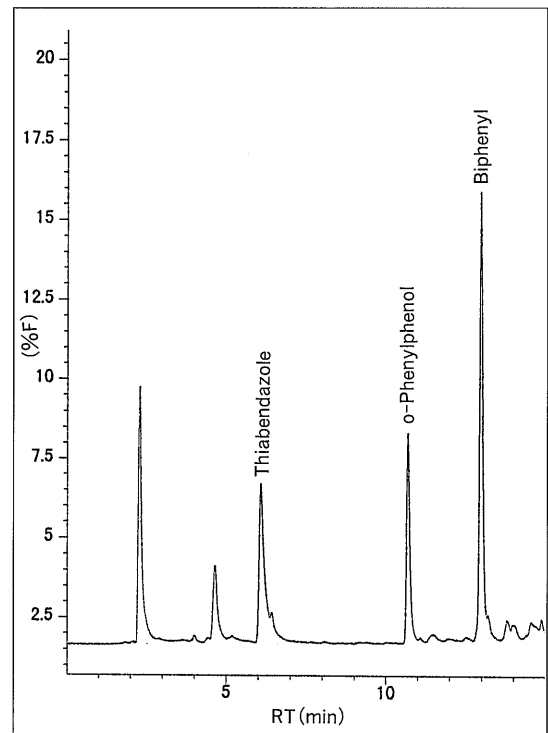


Fig. 4 Chromatogram of fungicides in spiked citrus fruit.

No.	成分名	時間(分)
1	Thiabendazole	6.07
2	o-Phenylphenol	10.69
3	Biphenyl	12.96