

食品中の二酸化硫黄および亜硫酸塩類 HPLC 法の性能評価

(2023 年 11 月 13 日受付)

(2024 年 7 月 16 日受理)

安井明子、磯野真彩、山嶋裕季子、小林千種、大塚健治

東京都健康安全研究センター

Validation study of a HPLC method for sulfur dioxide and sulfites in foods

(Received November 13, 2023)

(Accepted July 16, 2024)

Akiko Yasui, Maaya Isono, Yukiko Yamajima, Chigusa Kobayashi, Kenji Otsuka

Tokyo Metropolitan Institute of Public Health

Abstract

In this study, we validate the use of a HPLC method, which is listed as the confirmation test for sulfur dioxide (SO₂) and sulfites in the notification, “Analytical Methods for Food Additives in Foods” by the Ministry of Health, Labour and Welfare in Japan, as a quantitative method.

Moreover, the stability of aqueous 1% triethanolamine (tris(2-hydroxyethyl)amine: TEA) SO₂ solution with several concentrations was tested. The results revealed that the long-term (1 year) stability at 5°C was favorable under the concentration of 1,000 µg/mL with the range of 0.1–20 µg/mL, which are normally used for standard stock and calibration solutions, respectively.

Conversely, the high-concentration standard solutions (10,000 and 20,000 µg/mL), usually used in spike tests around the upper acceptable limit, are unstable even after 3 days of storage at 5°C, suggesting that such solutions must be prepared at the time of their use.

Furthermore, recovery tests conducted by spiking an SO₂ solution equivalent to the upper acceptable limits to eight types of food showed the HPLC method was applicable for quantification. Thus, their recovery range was 86.9%–95.6% and their RSD of repeatability and intra-laboratory reproducibility were 1.7%–4.6% and 2.4%–6.9%, respectively. These results suggest that the HPLC method is useful for quantitative analysis of SO₂ in foods during daily inspections.

Keywords : 性能評価、二酸化硫黄、亜硫酸塩、HPLC
validation, sulfur dioxide, sulfites, HPLC

I 緒言

2019 年 6 月 28 日付で改正された「第 2 版食品中の食品添加物分析法」（以下通知法）において二酸化硫黄および亜硫酸塩類の試験法が一部変更され、液体クロマトグラフィーによる方法（以下 HPLC 法）が確認法として収載された¹⁾。通知法において、二酸化硫黄および亜硫酸塩類は、二酸化硫黄（以下 SO₂）として、比色法またはアルカリ滴定法で定量を行う。比色法は操作が複雑であり、使用する試薬も多く、毒物であるアジ化ナトリウムや劇物である水酸化ナトリウムなども用いる。これらの試薬と食品中の含硫化合物が反応して SO₂ を生成することもある²⁾。また、定量可能な検量線の範囲が狭いた

め、分析対象濃度は SO₂ として 0.1 g/kg 以下である。アルカリ滴定法は、滴定に影響を及ぼす酢酸など揮発性の酸を多く含む食品には適用することができない。また、定量限界が 0.1 g/kg であり、SO₂ 濃度が比較的高い食品が対象となっている。この 2 法と比較すると、HPLC 法は検量線の範囲が広いこと、分析適用できる食品の範囲が広いこと、毒物や劇物を使用しないこと、操作過程や使用する試薬の数が少なく、操作する人の熟練度に左右されにくいこと等、利点が多い。そのため、通常検査の定量試験にも適していると考えられる。

SO₂ は対象食品により基準値が異なる。そのため定量すべき濃度範囲は広い。今回、各食品の基準値濃度を添加して SO₂ の HPLC 法について性能評価を行い、定量分