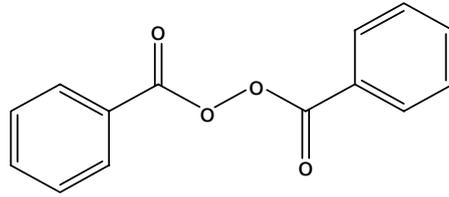


(参考)

### 過酸化ベンゾイル

Benzoyl Peroxide



$C_{14}H_{10}O_4$  : 242.23

## 1. 試験法の概要

小麦粉及び小麦粉製品中の過酸化ベンゾイルは、アセトニトリルで抽出後、逆相高速液体クロマトグラフィーで定量する<sup>1)</sup>。

## 2. 試験法 (液体クロマトグラフィー)

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試料液の調製<sup>2)</sup>

粉末試料はそのまま固形試料は粉碎後、試料約 10 g を精密に量り、アセトニトリルを正確に 50 ml 加え、マグネチックスターラーで 15 分間攪拌する。この液をメンブランフィルター(0.45  $\mu$ m)に通し、試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

水添加過酸化ベンゾイル<sup>3)</sup>は、以下の方法に従って、あらかじめ滴定により含量を求めておく。その約 250 mg を精密に量り、共栓フラスコに入れ、アセトン 15 ml を加えて振り混ぜる。この液にヨウ化カリウム溶液(1→2)3 ml を加え、直ちに密栓し、1 分間振り混ぜる。遊離したヨウ素を 0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定し、過酸化ベンゾイル含有比を計算する。別に空試験を行い補正する。

0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml = 12.112 mg  $C_{14}H_{10}O_4$

標準液の調製：水添加過酸化ベンゾイル<sup>4)</sup>を過酸化ベンゾイルとして約 0.25 g を精密に量り、アセトニトリルを加えて溶かして正確に 50 ml とする。その 2 ml を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 200 ml としたものを標準液とする(この液 1 ml は過酸化ベンゾイル約 50  $\mu$ g を含む)。標準液 1 ~ 50 ml を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 ml とし、検量線用標準液とする(これらの液 1 ml は過酸化ベンゾイル約 0.5 ~ 25  $\mu$ g を含む)。

#### (4) 測定法

##### 測定条件

紫外外部吸収検出器付高速液体クロマトグラフを用い、次の条件によって測定する。

カラム充てん剤：オクタデシルシリル化シリカゲル

カラム管：内径 4.6 mm、長さ 250 mm

移動相：アセトニトリル・水混液 (55:45)

流速：1.0 ml/分

カラム温度：40

測定波長：235 nm

##### 検量線

検量線用標準液それぞれ 20 µl ずつを正確に量り、それぞれを高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク面積から検量線を作成する。

##### 定量

試料液 20 µl を正確に量り、高速液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク面積と検量線から試料液中の過酸化ベンゾイル濃度 (µg/ml) を求め、次式によって試料中の過酸化ベンゾイル含量 (mg/kg) を計算する<sup>5)</sup>。

$$\text{過酸化ベンゾイル含量 (mg/kg)} = \frac{A \times 50}{W}$$

A: 試料液中の過酸化ベンゾイル濃度 (µg/ml)

W: 試料の採取量 (g)

#### 試薬・試液

1. 水添加過酸化ベンゾイル：ALDRICH 社製 USP grade、シグマ アルドリッチジャパン社製 SAJ 一級を用いた。
2. アセトン：[ 試薬特級 ]
3. ヨウ化カリウム：[ 試薬特級 ]
4. 0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液：[ 試薬 ]
5. アセトニトリル：[ 高速液体クロマトグラフ用 ]
6. 水：水道水を超純水製造装置で処理した水

##### [注]

- 1) 過酸化ベンゾイルは、小麦粉以外の食品には使用できないので、小麦粉及び小麦粉製品からの定量法を記載した。

- 2) 本法は小麦粉及び乾製品に使用できる。試料によってはホモジナイズし、ろ過又は遠心分離した後、そのろ液又は上澄みを 50 ml に定容し、メンブランフィルターに通したものを試料液とする。
- 3) 食品添加物として指定されている希釈過酸化ベンゾイルは、過酸化ベンゾイルに爆発の危険性があるため、ミョウバン、リン酸カルシウム塩類、硫酸カルシウム、炭酸カルシウム及びデンプンのうちの一つ以上で 20%に希釈したものであるが、我が国で生産されていないため入手する事ができない。そこで、市販の試薬として入手可能な水添加過酸化ベンゾイルを標準として使用する。過酸化ベンゾイルは 60 以上、あるいは還元性物質の共存で爆発する危険性があるので、もとの容器内に保存し、状態が変化しないように取り扱うように注意する。
- 4) 水添加過酸化ベンゾイルは、25%程度の水を含んでいるため、調製した標準溶液の濃度をあらかじめ滴定により定める必要がある。
- 5) 本法の検出下限は 0.2 mg/kg である。なお、小麦粉及び乾製品における添加回収率は 97.1 ~ 99.4%である。
- 6) はるさめを試料とする場合は、できるだけ細かくし、約 5 g を精密に量り、水 10 mL を加え、3 時間程度膨潤させ、さらにアセトニトリル 25 mL を加え、氷冷下、高速ホモジナイザー（ポリトロン等）で 100 秒程度ホモジネートする。遠心分離（2500rpm、5 分）後その上澄みを採り、必要に応じてろ過後、アセトニトリルで正確に 50 mL としたものを 0.45  $\mu$ m のフィルターでろ過し、HPLC 用試料液とする。