

食安基発第 0430001 号  
平成 20 年 4 月 30 日

各 

各	}	都 道 府 県	衛生主管部(局)長 殿
		保健所設置市	
		特 別 区	

厚生労働省医薬食品局食品安全部基準審査課長

「食品中の食品添加物分析法」の改正について

標記分析法については、「食品中の食品添加物分析法について」（平成 12 年 3 月 30 日付け衛化第 15 号厚生省生活衛生局食品化学課長通知）の別添「第 2 版 食品中の食品添加物分析法」により定めているところであるが、「食品中の食品添加物分析法」を下記のとおり改正したので通知いたします。

なお、貴職におかれても、御活用の上、関係者に対する周知方よろしく願います。

記

1. ポリソルベート 20、同 60、同 65 及び同 80 が、本日、添加物として指定されたことに伴い、別添 1 のポリソルベート 20、同 60、同 65 及び同 80 の分析法を加えたこと。
2. 安息香酸及び安息香酸ナトリウム等 11 品目について、別添 2 のとおり試験法の一部を改正したこと。

## ポリソルベート20, ポリソルベート 60, ポリソルベート 65 及びポリソルベート 80

### Polysorbate 20, Polysorbate 60, Polysorbate 65 and Polysorbate 80

#### 1. 試験法の概要

食品中のポリソルベート類（ポリソルベート 20, ポリソルベート 60, ポリソルベート 65 及びポリソルベート 80）はアセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液（28 : 3 : 2）で抽出し、アルミナカラム及びシリカゲルミニカラムでクリーンアップした後、薄層クロマトグラフィーにより定性する。ポリソルベート類が検出された場合には、比色法により、ポリソルベート 80 として定量する。

#### 2. 試験法(薄層クロマトグラフィー及び比色法)

##### (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

###### ①抽出

試料 10g を容量 100ml の遠心管<sup>1)</sup> に正確に量り、水 10ml<sup>2)</sup> 及びヘキサン 5ml を加え、ホモジナイズ又はかくはんし、全体を混和させる<sup>3)</sup>。これにアセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液（28 : 3 : 2）30ml を加え、1 分間ホモジナイズする。遠心分離（5 分間、1,000 回転/分又は 1 分間、3,000 回転/分）<sup>4)</sup> 後、ヘキサン層と沈殿物との中間層を分液漏斗に移す<sup>5)</sup>、<sup>6)</sup>。遠心管に水 5ml を加え、ホモジナイズ又はかくはんした後、アセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液（28 : 3 : 2）40ml を加え、1 分間ホモジナイズする。遠心分離後、中間層を分取し<sup>6)</sup>、全中間層を分液漏斗に合わせ、ヘキサン 20ml を加え、軽く振り<sup>7)</sup>、静置する<sup>8)</sup>。下層を別の分液漏斗に移し、酢酸エチル 35ml を加えて軽く混ぜ合わせる。これに飽和食塩水約 10ml 及び塩化ナトリウム 2~5g を加え<sup>9)</sup>、5 分間振とうした後、静置する<sup>8)</sup>。下層の飽和食塩水層を除去し、更に塩化ナトリウム少量を加えて<sup>10)</sup> 軽く振とうし、静置後<sup>8)</sup>、下層の飽和食塩水層を除去する。残った上層を脱水ろ過し<sup>11)</sup>、ろ液を減圧濃縮容器にとり、減圧乾固する。

###### ②精製

減圧濃縮容器に酢酸エチル約 30ml を加え、残留物を溶解し<sup>12)</sup>、次に無水硫酸ナトリウム 2~5g<sup>13)</sup> を加えて振り混ぜ、酢酸エチル溶液をアルミナカラムへ静かに注入し、流出液は捨てる。減圧濃縮容器を酢酸エチル 100ml を用いて洗浄し、同様にアルミナカラムに注入し、流出液は捨てる<sup>14)</sup>。次にメタノール 10ml を減圧濃縮容器に加えて振り混ぜ、これに酢酸エチル 40ml を加え軽く混合する<sup>15)</sup>。この液をアルミナカラムへ注入し、流出液を別の減圧濃縮容器にとる。さらに、先の減圧濃縮容器を酢酸エチル・メタノール混液（4 : 1）100ml を用いて洗浄し、洗液をアルミナカラムに注入し、流出液を先の流出液と合わせて、40℃

以下で減圧乾固する。残留物に酢酸エチル 10mlを加えて溶解し、シリカゲルミニカラム (690mg)<sup>16)</sup>に注入し、流出液は捨てる。次いで酢酸エチル 20～30mlを注入し流出液は捨てる<sup>17)</sup>。シリカゲルミニカラムを逆さにし<sup>18)</sup>、ジクロロメタン・メタノール混液 (2:1) 10mlを注入し、流出液を減圧濃縮容器にとり、減圧乾固する。得られた残留物をジクロロメタンに溶解し、10mlとして<sup>19)</sup>試料液とする。このうち 0.5mlを正確に量り、薄層クロマトグラフィー用試料液とする。

### (3) 標準液の調製

#### ① 定性 (薄層クロマトグラフィー) 用

ポリソルベート 80 及びポリソルベート 65 をそれぞれ 0.10gずつ正確に量り<sup>20)</sup>、ジクロロメタンを加え、超音波で完全に溶解した後、ジクロロメタンでそれぞれ正確に 50mlとし、定性用ポリソルベート 80 標準液及び定性用ポリソルベート 65 標準液とする (これらの液 1mlは、ポリソルベート 80 あるいはポリソルベート 65 2mgを含む)。

#### ② 比色法用

ポリソルベート 80 標準品<sup>21)</sup>約 0.1gを精密に量り、少量のジクロロメタンを加え、超音波で完全に溶解した後、ジクロロメタンで正確に 50mlとし、定量用標準原液とする (この液 1mlは、ポリソルベート 80 2mgを含む)。

定量用標準原液 1, 1ml 及び 2ml をそれぞれ正確に量り、ジクロロメタンでそれぞれ正確に 20, 10ml 及び 10ml とし、100, 200  $\mu$ g/ml 及び 400  $\mu$ g/ml の定量用標準液とする。100  $\mu$ g/ml の定量用標準液 2 ml 及び 5 ml をそれぞれ正確に量り、それぞれジクロロメタンで正確に 10 ml とし、20  $\mu$ g/ml 及び 50  $\mu$ g/ml の定量用標準液とする。

### (4) 測定法

#### ① 薄層クロマトグラフィー (定性)

シリカゲル薄層板<sup>22)</sup>の一端から約 20mmの位置を原線とし、両側から少なくとも 10mm離し、原線上に、薄層クロマトグラフィー用試料液全量<sup>23)</sup>、定性用ポリソルベート 80 標準液 5 及び 100  $\mu$ l (それぞれポリソルベート 80 として 10 及び 200  $\mu$ g相当となる) 及び定性用ポリソルベート 65 標準液 100  $\mu$ l (ポリソルベート 65 として 200  $\mu$ g相当となる) を 10mm以上の間隔で、スポットの直径が 3 mm以下になるように付けた後、風乾する。次に試料液をつけた端を下にして、この薄層板を展開用容器に入れ、密閉して展開を行う。展開用容器にはあらかじめ展開溶媒としてジクロロメタン・メタノール・アセトン・水混液 (100:20:15:3) を 10mmの深さに入れ、展開溶媒の蒸気で飽和しておく。展開溶媒の先端が原線より約 10cmの高さに上昇したときに薄層板を取り出し、風乾する。この薄層板にドラーゲンドルフ試液を噴霧し、標準液及び試料液の、スポットの位置及び色の濃さを自然光下で比較観察する<sup>24)</sup>。

## ② 比色法（定量）

### a 測定条件

分光光度計を用い、波長 620nm における吸光度を液層 1cm で測定する。

### b 測定液の調製

試料液<sup>25)</sup>5mlを正確に量り、チオシアン酸コバルト試液 5mlを加え、5 分間振とう<sup>26)</sup>し、遠心分離（5 分間、3,000 回転/分）する<sup>27)</sup>。上層のチオシアン酸コバルト溶液を捨て、下層のジクロロメタン層を採取し<sup>28)</sup>、測定液とする。

### c 検量線

ジクロロメタン<sup>29)</sup>及び定量用標準液 5mlをそれぞれ正確に量り、それぞれにチオシアン酸コバルト試液 5 mlを加え、b測定液の調製における試料液と同様に操作し、吸光度を測定し、検量線を作成する<sup>30)</sup>。

### d 定量

測定液の波長 620nmにおける吸光度を測定し、検量線より、試料液中のポリソルベート濃度（ポリソルベート 80 として、 $\mu\text{g/ml}$ ）を求め、次式によって検体中のポリソルベート含量（ポリソルベート 80 として、 $\text{g/kg}$ ）を計算する<sup>31)</sup>。

$$\text{ポリソルベート含量 (g/kg)} = \frac{C \times 10 \times \text{試料液の希釈倍率}}{W} \times \frac{1}{1000}$$

C：試料溶液中のポリソルベートの濃度（ $\mu\text{g/ml}$ ）

W：試料の採取量（g）

## 試薬・試液

1. アセトニトリル：[特級]
2. アルミナ：酸化アルミニウム（塩基性）<sup>32)</sup>
3. アルミナカラム：活栓付クロマトグラフ管（内径 1.5cm、長さ 30cm）に酢酸エチル約 20mlを入れ、脱脂綿を緩く詰め、アルミナ 10 gを少しずつ入れて<sup>33)</sup>充填し、無水硫酸ナトリウム 5gを積層し<sup>34)</sup>、酢酸エチル 30～50mlを流して、コンディショニングしておく。クロマト管の上部に、脱脂綿を詰めた漏斗を置き、漏斗を通して沈殿物を含む液を流し込むと、カラムが詰まるのを防ぐことができる。
4. 塩化ナトリウム：[特級]
5. 塩基性硝酸ビスマス：[特級]
6. 酢酸：[特級]
7. ジクロロメタン：[特級]
8. 硝酸コバルト 6 水和物：[特級]
9. シリカゲル薄層板：市販品を用いる。
10. シリカゲルミニカラム(690mg)：内径 8～9mm のポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したシリカゲル 690mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

11. チオシアン酸アンモニウム：[特級]
12. チオシアン酸コバルト試液：チオシアン酸アンモニウム 50 g，硝酸コバルト 6 水和物 15g 及び塩化ナトリウム 25g を水に溶かして 250ml とする。
13. ドラーゲンドルフ試液：塩基性硝酸ビスマス 1.7g を 20vol%酢酸 100ml に溶かし，その 10ml と 40w/v%ヨウ化カリウム溶液 10ml 及び酢酸 40ml を混合し，水で 250ml とする。
14. ヘキサン：[特級]
15. 飽和食塩水：塩化ナトリウム 400g に水 1 L を加え，加温しながらよく攪拌し，冷後上澄液を用いる
16. ポリソルベート 80：ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノオレエート， Tween 80
17. ポリソルベート 65：ポリオキシエチレン(20)ソルビタントリステアレート， Tween 65
18. ポリソルベート 80 標準品：オレイン酸純度 99%以上。
19. 無水硫酸ナトリウム：[特級]
20. メタノール：[特級]
21. ヨウ化カリウム：[特級]

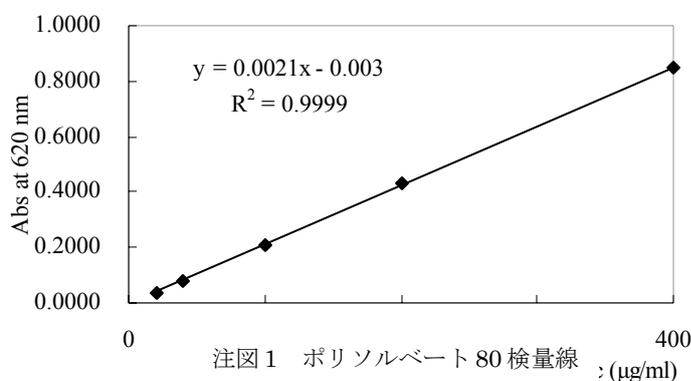
[注]

- 1) 容量 100ml 以上の遠心管を用いても良い。
- 2) フリーズドライ製品等の場合は，先に水 10ml を加え試料を膨潤させる。試料の膨潤が足りない場合には，水の量を増やしても良いが，その場合は，加えた水と次に加えるヘキサンとアセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液の割合が，2：1：6 となるようにし，それ以降の抽出に用いる水，ヘキサン，アセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液及び酢酸エチルの量も，増やした水の量に応じて同じ割合で増やす。たとえば，はじめに加える水を 10ml 追加して，20ml とした場合には，ヘキサンは 10ml，アセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液は 60ml とし，次に加える水は 10ml，アセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液は 80ml，ヘキサンは 40ml，酢酸エチルは 70ml とする。
- 3) 試料がチョコレート等の場合はあらかじめ加温して融解させる。わかめには，TLC ではポリソルベート 80 と異なる Rf 値を示し，定性には影響を与えないが，比色定量には影響を与える物質が含まれており，比色の際のブランク値が大きくなることがあるため，必要に応じてホモジナイズの前に除いておく。他の海藻類の場合にも注意が必要。
- 4) 遠心分離の回転数は用いる遠心管に応じて選択する。
- 5) ヘキサン層は捨てず，直接，中間層を採取する。次の操作でヘキサンによる洗浄を行うので，ヘキサンが少量混ざってしまってもよい。
- 6) 遠心分離で試料が沈まず，中間層の浮遊物が多い場合には，固形物を除くために，綿栓でろ過をして，分液漏斗へ移す。ろ過後の残留物は，遠心分離した沈殿物と合わせ，再度抽出に用いる。
- 7) 食品の種類によっては，エマルジョンを生じて溶媒が十分に分離しない場合があり，

回収率が悪くなる原因となるので、軽く振る。

- 8) 分液漏斗中の溶媒が分離するのに時間がかかる食品の場合は、十分に分離してから次の操作を行う。
- 9) 食塩水を飽和に保つために薬さじ 1 杯程度を加える。加えた塩化ナトリウムは完全には溶けない。
- 10) 1 回の除去では飽和食塩水層を除けない場合があるため、酢酸エチルから水を分離させるため更に少量の塩化ナトリウムを加える。この時、塩化ナトリウムの量が多いと酢酸エチル層と飽和食塩水層の境界線が見えにくくなるので注意する。
- 11) あらかじめ漏斗に脱脂綿を緩く詰め、無水硫酸ナトリウムを積層し、酢酸エチルで湿らせておく。
- 12) ポリソルベートは、次の操作で加えるメタノールには溶解するので、無理に残留物を酢酸エチルに溶解させない。
- 13) 薬さじ 1 杯程度でよい。試料がガムの場合は無水硫酸ナトリウムを加えない。
- 14) 試料がガムの場合は、TLC の際に妨害がみられるため、アンモニア水を含む溶液で以下のように洗浄操作を行う。アルミナカラムには無水硫酸ナトリウムを積層せず、減圧濃縮容器は、酢酸エチル 100 ml で洗浄する代わりに、酢酸エチル・n-プロパノール・アンモニア水混液(100:1:1)50 ml で洗浄してアルミナカラムに注入し、流出液を捨てる。更に、アルミナカラム内のアンモニア水を取り除くために、減圧濃縮容器を酢酸エチル 50 ml で洗浄し、洗液をアルミナカラムに注入し、流出液を捨てる。
- 15) 酢酸エチルを加えると白く濁る場合があるが、濁った液をそのままアルミナカラムへ注入し、流出液を別の減圧濃縮容器に回収する。
- 16) シリカゲルミニカラムとして、Sep-Pak Plus Silica(690mg)もしくはその同等品が使用できる。Sep-Pak Plus Silica は使用前に酢酸エチル 10ml を通過させてコンディショニングしておく。
- 17) 洗浄液が透明になるまで酢酸エチルを流す。少量の色素は酢酸エチルでは洗浄されないため、少量の色素が残っていてもよい。
- 18) 溶出液の容量を減らすためにバックフラッシュ法を用いるが、カートリッジに負荷する際、沈殿物がある場合は、バックフラッシュ法で溶出すると沈殿物が落ちるため、逆さにせず、ジクロロメタン・メタノール混液 (2:1) 30ml で溶出してもよい。
- 19) 濃度が高い場合には、適宜希釈する。
- 20) 薄層クロマトグラフィーでは、ポリソルベート 80、ポリソルベート 60、ポリソルベート 20 は同様の Rf 値のスポットパターンを示すが、ポリソルベート 65 は異なるため、定性用標準液は、ポリソルベート 80 及びポリソルベート 65 とする。
- 21) ポリソルベート 80 標準品として、日油株式会社製ポリソルベート 80(HX)(オレイン酸純度 99%)もしくはその同等品が使用できる。
- 22) シリカゲル薄層板として、Merck社製Silica gel F<sub>254</sub>、もしくはその同等品が使用できる。薄層板は 120°C で 30 分間加熱し活性化したものを使用する。

- 23) 試料液は、ジクロロメタン溶液であるため、スポット中に溶媒が揮発して濃度が変わる恐れがあるため、0.5 ml を正確に採取して別の小さな容器に移し、全量をスポットする。また、別の容器に移した後、濃縮してからスポットしてもよい。
- 24) ポリソルベート 20, 60 及び 80 は同様の Rf 値のスポットパターンを示すが、ポリソルベート 65 は、他のポリソルベートに比べ、観察されるスポットの数は少なく、色は薄い。
- 25) TLC による分析の結果、試料液中のポリソルベート量が濃い場合は、ジクロロメタンで適宜希釈する。
- 26) 発色が不十分となる場合があるので、ジクロロメタン層とチオシアン酸コバルト試液層がよく混合するような振とう方法で行う。
- 27) 遠心分離の代わりに、10 分間以上静置してもよい。
- 28) 上層のチオシアン酸コバルト溶液はピペット等で下層ぎりぎりまで捨てる。下層のジクロロメタン層をピペット等で採取する際は、チオシアン酸コバルト溶液がピペットにつかないように注意する。ジクロロメタン層は空気に触れると退色するため、上層を捨てた後、すばやく測定する。
- 29) 試薬ブランクである。比色定量の際の対照として用いる。
- 30) チオシアン酸コバルト試液による比色法で作成したポリソルベート 80 の検量線の一例を注図 1 に示す。



- 31) 本試験法の定量限界は、0.02g/kg とする。種々の食品についてのポリソルベート 80 の添加回収率を注表 1 に示す。添加回収試験を行う場合は、ポリソルベート 80 の添加量を基準値の濃度又は 0.1g/kg とする。

注表1 ポリソルベート 80 の各種食品での添加回収率

試料	添加量 (g/kg)	回収率 (%) *
ホットケーキミックス	0.1	53.6±2.6
トマトケチャップ	0.1	68.7±1.7
粉末スープ (味噌)	0.1	52.8±1.6
オリーブオイル	0.1	65.2±4.1
ピクルス	0.1	60.7±1.4
クッキー	0.1	61.1±7.2
ドレッシング	0.1	68.0± 2.1
コチュジャン	0.1	76.2 ±2.6

\*3 試行の平均値±S.D

- 32) Merck 社製 Aluminum oxide 90 standardized (Cat.No.1.01097), もしくはその同等品が使用できる. 必要に応じて, 活性化 (135°C, 12 時間等) して用いる.
- 33) 酢酸エチルに懸濁せず, アルミナを粉体のまま入れる.
- 34) 試料がガムの場合は無水硫酸ナトリウムを積層しない.

## 参考

### ポリソルベート確認試験法

#### 1. 試験法の概要

食品中のポリソルベート類（ポリソルベート 20，ポリソルベート 60，ポリソルベート 65 及びポリソルベート 80）はアセトニトリル・ヘキサン・メタノール混液（28：3：2）で抽出し、アルミナカラム及びシリカゲルミニカラムでクリーンアップした後、減圧濃縮し、メタノールに溶解し、メンブランフィルターでろ過後、液体クロマトグラフィー質量分析法により確認を行う<sup>1)</sup>。

#### 2. 試験法（液体クロマトグラフ質量分析法）

##### （1）検体の採取と試料の調製

「第2版 食品中の食品添加物分析法 2000」の一般試料採取法を準用する。

##### （2）試料液の調製

ポリソルベート類試験法を準用し、数ml（2~4 ml）を正確に量り、減圧濃縮後、メタノールに溶解し、メンブランフィルターでろ過する。

##### （3）標準液の調製

ポリソルベート 20，ポリソルベート 60，ポリソルベート 65 及びポリソルベート 80 0.05g を量り、メタノールを加え、超音波で完全に溶解した後、メタノールで正確に 50ml とし、標準原液とする（これらの液 1ml は、ポリソルベート 20，ポリソルベート 60，ポリソルベート 65 又はポリソルベート 80 1mg を含む）。

標準原液 5ml をそれぞれ量り、それぞれメタノールで 10ml とし、標準液とする（これらの液 1ml は、ポリソルベート 20，ポリソルベート 60，ポリソルベート 65 又はポリソルベート 80 500  $\mu$ g を含む）。

##### （4）測定法<sup>2)</sup>

###### ①測定条件

カラム充てん剤<sup>3)</sup>：オクチルシリル化シリカゲル，粒径 5 $\mu$ m

カラム管：内径 2.0mm，長さ 150mm

移動相：A 0.1vol%ギ酸溶液，B 0.1vol%ギ酸メタノール溶液

濃度勾配 A:B(1:1)から(3:7)までの直線濃度勾配を 5 分間行い，A:B(3:7)から(1:99)までの直線濃度勾配を 25 分間行い，A:B (1:99)で 10 分間保持する。

カラム温度：40℃

流速：0.2ml/分

注入量：5 $\mu$ l

イオン化法 ESI 正イオンモード

測定質量( $m/z$ )スキャン 300-2000

SIMターゲットイオン<sup>4)</sup>

ポリソルベート 20：1249.74 [C<sub>58</sub>H<sub>114</sub>O<sub>26</sub>+Na]<sup>+</sup>

ポリソルベート 60：1333.84 [C<sub>64</sub>H<sub>126</sub>O<sub>26</sub>+Na]<sup>+</sup>

ポリソルベート 80：1331.82 [C<sub>64</sub>H<sub>124</sub>O<sub>26</sub>+Na]<sup>+</sup>

ポリソルベート 65：1866.36 [C<sub>100</sub>H<sub>194</sub>O<sub>28</sub>+Na]<sup>+</sup>

## ②定性確認

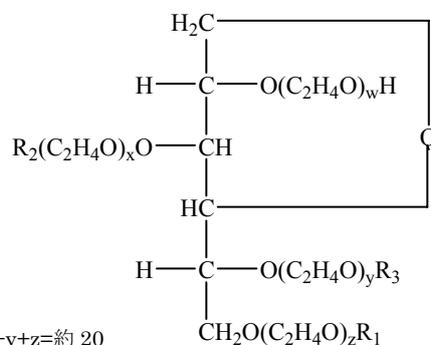
試料液を液体クロマトグラフ質量分析装置(LC-MS)に注入し、クロマトグラム上に検出されたピークの保持時間が標準液と一致することを確認する<sup>5)</sup>。

## 試薬・試液等

1. ギ酸：[高速液体クロマトグラフ用]
2. ポリソルベート 20：ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート， Tween 20
3. ポリソルベート 60：ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノステアレート， Tween 60
4. メタノール：[高速液体クロマトグラフ用]
5. その他の試薬<sup>6)</sup>はポリソルベート類試験法を準用する。

## [注]

- 1) 本法は、ポリソルベート類の確認試験法であり、定量分析は目的としない。ポリソルベートの種類を特定する必要がある場合に用いる。本法により、ポリソルベート 40 及びポリソルベート 85 も確認できる。ただし、ポリソルベート 60 には、ポリソルベート 40 の主成分であるポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノパルミテートが含まれているため、確認の際には注意を要する。



$w+x+y+z \approx 20$

ポリソルベート 20  $R_1 = \text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CO}-$ ,  $R_2 = R_3 = \text{H}$

ポリソルベート 60  $R_1 = \text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}-$  又は  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CO}-$ ,  $R_2 = R_3 = \text{H}$

ポリソルベート 65  $R_1 = R_2 = R_3 = \text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}-$  又は  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CO}-$

ポリソルベート 80  $R_1 = \text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}-$ ,  $R_2 = R_3 = \text{H}$

ただし、他の脂肪酸を含む。

ポリソルベート 20 : 1227.72 (ラウリン酸)  
ポリソルベート 60 : 1331.90 (ステアリン酸)  
ポリソルベート 80 : 1309.68 (オレイン酸)  
ポリソルベート 65 : 1842 (ステアリン酸)

ただし、エチレンオキシドが 20 分子縮合し、( )内の脂肪酸のみで構成されたとした場合の分子量

- 2) その他の測定条件は各測定機器に従い、標準液のピーク強度が最大となるようにあらかじめ最適化を行う。

参考としてフラグメント確認の測定条件の一例を示す。装置により、設定条件は異なる。

装置 : Waters AQUITY UPLC Quattro Premier

MS 条件

キャピラリー電圧 (Capillary) : 1.00 kV

コーン電圧 (Cone) : 100V

エクストラクター (Extractor) : 4.00V

ソース温度 (Source Temp) : 120 °C

脱溶媒温度 (Desolvation Temp.) : 400 °C

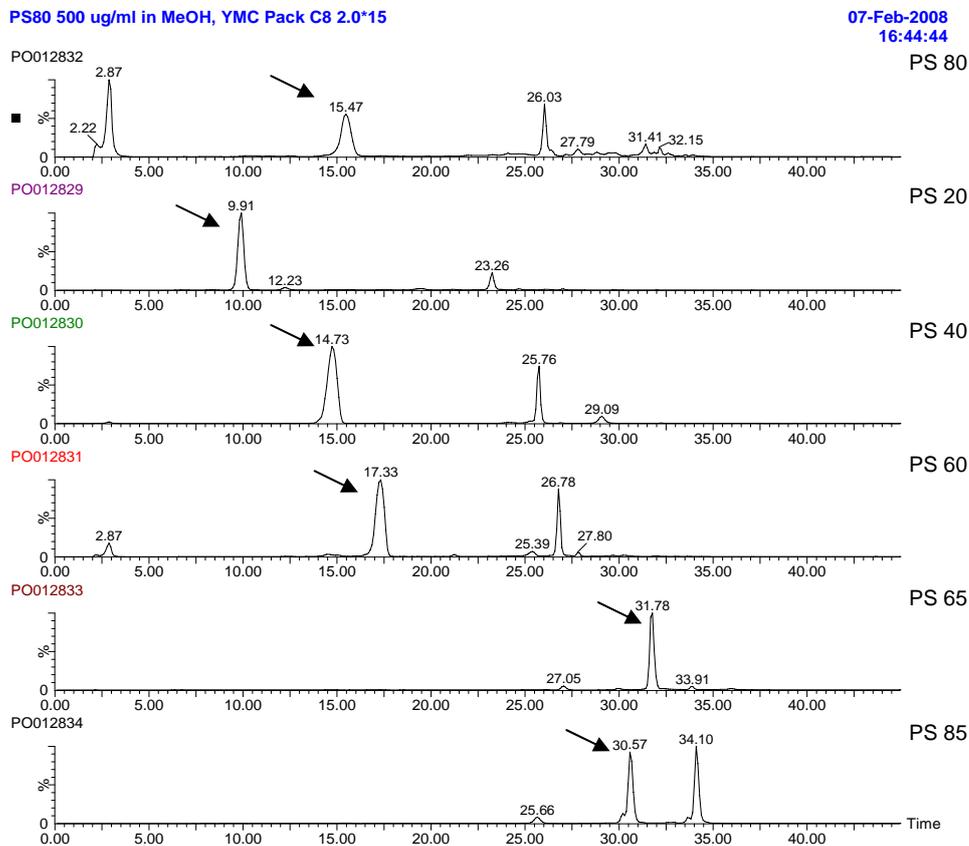
コーンガス流量 (Cone Gas Flow) : 47L/hr

脱溶媒ガス流量 (Desolvation Gas Flow) : 1000L/hr

- 3) 市販のカラムとして YMC Pack C8 S-5 (2.0×150mm, 5 μm) 等が使用できる。
- 4) SIMターゲットイオンは、ポリソルベート類の定義に合わせ、ポリオキシエチレン基が 20 分子縮合したものに、ナトリウム 1 分子が付加した場合のもので、感度の高いものではない。スキャン測定によりそれぞれの測定対象質量を確認後、実測値をターゲットイオンとして設定してもよい。ポリソルベート 40 及びポリソルベート 85 の  $m/z$  はそれぞれ 1305.81[C<sub>62</sub>H<sub>122</sub>O<sub>26</sub>+Na]<sup>+</sup> 及び 1860.31[C<sub>100</sub>H<sub>188</sub>O<sub>28</sub>+Na]<sup>+</sup> である。なお、ポリソルベート 40 の構成脂肪酸はパルミチン酸であるが、ポリソルベート 60 はステアリン酸の他にパルミチン酸を構成脂肪酸としているため、ポリソルベート 60 に由来する  $m/z$  1333.84[C<sub>64</sub>H<sub>126</sub>O<sub>26</sub>+Na]<sup>+</sup> とポリソルベート 40 の 1305.81[C<sub>62</sub>H<sub>122</sub>O<sub>26</sub>+Na]<sup>+</sup> が同程度観察される。
- 5) 各ポリソルベートの SIM クロマトグラムを注図 1 に、SIM で確認されたピークのリテンションタイムでの TIC の MS スペクトルの一例を注図 2 に示す。

# 注図 1 各ポリソルベートのSIMクロマトグラム

各ポリソルベート濃度：500 µg/ml



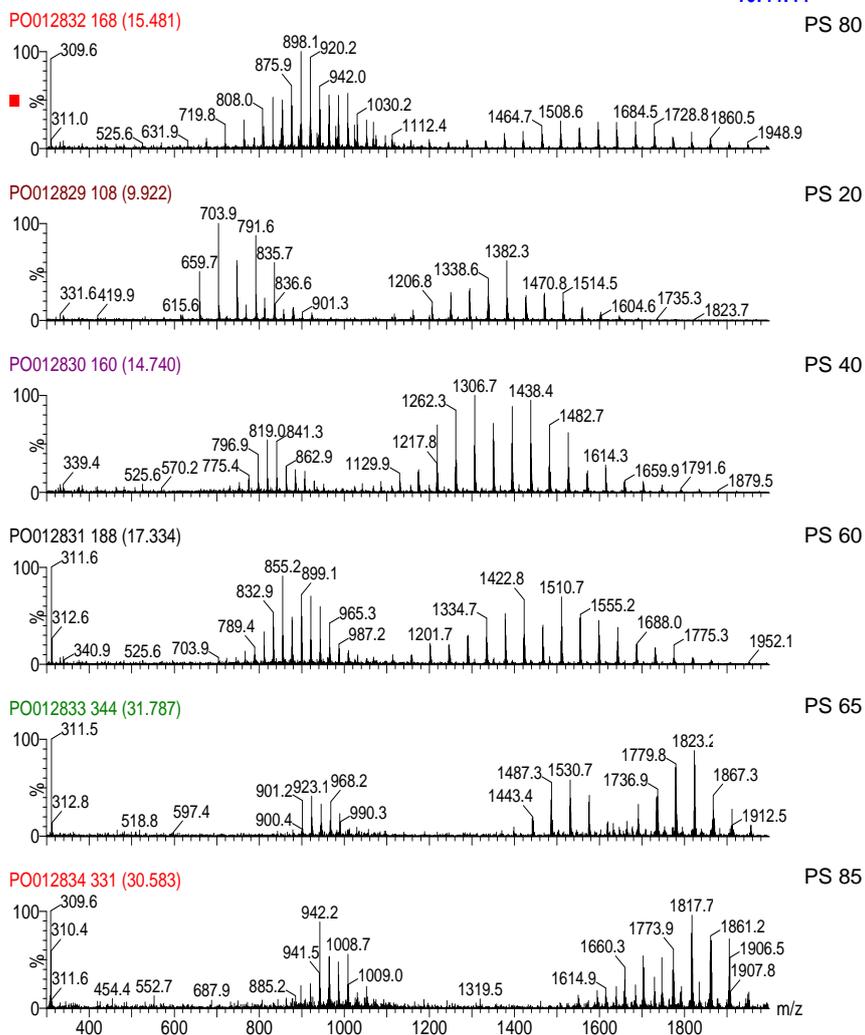
➡ は、各ポリソルベートのピークを示す。

**注図 2 SIMで確認されたピークのリテンションタイムでのTICのMSスペクトル**

PS80 500 ug/ml in MeOH, YMC Pack C8 2.0\*15

07-Feb-2008

16:44:44



6) ポリソルベート 40 は Tween 40, ポリソルベート 85 は Tween 85 が使用できる。