

〔衛生化学, 25, 131 (1979)〕

### High-Speed Liquid Chromatographic Determination of o-Phenylphenol (OPP) in Citrus Fruits

TOKISHI HAYASHI, HIRONORI TSUCHIYA, TOSHIKO ADACHI,  
YUKO OHMORI, SATOSHI KAWAI, TAKEO OHNO

#### 高速液体クロマトグラフィーによる柑橘類中 o-Phenylphenol (OPP) の定量

林 時司, 土屋博紀, 安達俊子, 大森裕子, 河合 聡, 大野武男

#### 定量法

果皮はアルマイト製のおろし金でおろした後、適量の水を加え、ホモジナイズし、果皮 1g に相当するホモジネイトに水を加えて 20ml とする。また、果汁の場合は、ガラス製のレモンしぼり器でしぼった後、ホモジナイズし、果汁 10ml に相当するホモジネイトに水を加えて 20ml とする。こうして得られた試料のホモジネイト 20ml に内部標準物質 P-tert-amylphenol のメタノール溶液 (200 $\mu$ g/0.1ml) 0.1ml と、りん酸 1 ml を加えて水蒸気蒸留する。その留液 50ml に 1N水酸化ナトリウム溶液 10ml を加え、四塩化炭素 10ml で洗浄した後、有機層を除く。水層に食塩20g, 2N塩酸 10ml を加え、エーテル 10ml で抽出する。エーテル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥した後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去し、残渣をジメチルホルムアミド 3 滴と水 1 滴で溶かし、その約 60 $\mu$ l を高速液体クロマトグラフに注入する。

#### 測定条件

協和精密 KSD-W-321型ミニマイクロポンプ、島津—デュポン 840 型高速液体クロマトグラフ用 UV 検出器。メルク社製 Lichrosorb RP-18 (5 $\mu$ m) 2.1mm $\times$ 30cm, 50 $^{\circ}$ C, 330~360kg/cm<sup>2</sup>, 溶離液40%アセトニトリル水溶液 $\rightarrow$ 95%グラジエント法, 0.73ml/min。

#### 結果と考察

OPP は柑橘類の防黴剤として用いられた。水蒸気蒸留法による前処理によって試料中の妨害ピークが除去された。OPP 10 $\mu$ g の添加に対して平均回収率93.8%, 標準偏差パーセント1.5%と良好な結果が得られた。この方法は、市販のレモン、グレープフルーツ中の OPP の測定に応用された。