

厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

食品添加物の安全性確保に資する研究

令和2年度分担研究報告書

残留溶媒試験法に関する調査研究

研究分担者 建部千絵 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部主任研究官

研究要旨

残留溶媒試験法において、海外で使用されているガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）及び夾雑物の影響が少ないヘッドスペース（HS）を用いて、ショ糖脂肪酸エステル中のジメチルスルホキシド（DMSO）及びジメチルホルムアミド（DMF）の HS-GC/MS による分析法の検討を行った。HS-GC/MS の SIM モードで DMSO は m/z 63 及び m/z 78、DMF は m/z 44 及び m/z 73 で定量が可能であった。規格値相当の DMSO 及び DMF を添加したショ糖脂肪酸エステル 1 g に溶解溶媒として 1-メチル-2-ピロリジノン（NMP）1 mL または 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン（DMI）1 mL を加え、バイアル平衡化温度 110℃、バイアル平衡化時間 30 分で HS-GC/MS 法による標準添加法により添加回収試験を行った。NMP を溶解溶媒としたところ、いずれも 90%以上の回収率が得られ、DMI では DMI 中に DMF が含まれたため DMF の添加回収はできなかったが、DMSO は 80%以上の回収率が得られた。以上の結果から、DMSO や DMF のような高沸点の有機化合物の残留溶媒試験として、HS-GC/MS 法による標準添加法は有用な方法であることが明らかとなった。

A. 研究目的

食品添加物公定書における一般試験法は、共通な試験法及びこれに関連する情報をまとめたものである。別に規定する場合を除き、それぞれの試験法によって行う。昨年度、海外規格（米国食品用公定化学品集（FCC12）¹⁾、FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議（JECFA）²⁾）の一般試験法及び各条試験において残留溶媒試験法として採用されている方法についてまとめた。その中で食品添加物公定書（公

定書）³⁾において採用されていない試験方法として、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC/MS）を用いた方法があり、今後、日本の残留溶媒試験法においても採用するための検討が必要であると考えられた。

ショ糖脂肪酸エステルは、ショ糖を親水基、脂肪酸を親油基とした非イオン界面活性剤であり、古くから食品添加物として認められている食品添加物である。ショ糖脂肪酸エステルには純度試験とし

ジメチルスルホキシド (DMSO) 2 µg/g 以下、ジメチルホルムアミド (DMF) 1 µg/g 以下という規格が設定されており³⁾、いずれも、ショ糖脂肪酸エステルをテトラヒドロフランに溶解し、ガラスのパックドカラムを用いて、DMSO は炎光光度検出器 (硫黄フィルター装着)、DMF は窒素リン検出器により定量することとなっている。パックドカラムは分離も悪く、近年パックドカラムを装着できる GC 装置も少なくなっていることから、キャピラリーカラムへの変更が期待される。また、炎光光度検出器 (硫黄フィルター装着) や窒素リン検出器は特殊な検出器であり、水素炎イオン化検出器 (FID) や質量分析計 (MS) と比較すると汎用性が高いとは言えない。DMSO や DMF は Table 1 に示すように沸点が 150℃以上であり、一般的な残留溶媒の対象となる揮発性有機化合物と比較しても揮発しづらい化合物であるため、ヘッドスペース (HS) GC/FID 法では感度が十分に得られない可能性がある。本研究では、ショ糖脂肪酸エステル中の DMSO 及び DMF の分析法として、夾雑物の影響が少なく、良好な感度が得られるヘッドスペースガスクロマトグラフ質量分析計 (HS-GC/MS) を用いた方法について検討を行った。なお、HS 法では溶解溶媒として、DMF や DMSO より沸点が高い 1-メチル-2-ピロリジオン (NMP) 及び 1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン (DMI)⁴⁾ を溶解溶媒として用いて検討を行った。

B. 研究方法

1) 試薬・試液

ジメチルスルホキシド (DMSO、無水、 $\geq 99.9\%$)、ジメチルホルムアミド (DMF、無水、 $\geq 99.9\%$) 及び 1-メチル-2-ピロリジノン (NMP、99.5%、シグマアルドリッチ製)、1, 3-ジメチル-2-イミダゾリジノン (DMI、残留溶媒試験用、富士フィルム和光純薬製)、ショ糖脂肪酸エステル (東京化成製)

DMSO 標準原液/NMP 及び DMF 標準原液/NMP : DMSO 及び DMF を 100 mg ずつ精密に量り、それぞれ NMP で正確に 10 mL としそれぞれ DMSO 標準原液/NMP (DMSO 10 mg/mL) 及び DMF 標準原液/NMP (DMF 10 mg/mL) とした。

混合標準原液/NMP : DMSO 標準原液/NMP 及び DMF 標準原液/NMP をそれぞれ 1 mL ずつとり NMP で 10 mL とした。さらに、この液 5 mL をとり、NMP で 50 mL とし混合標準液/NMP (100 µg/mL) とした (DMSO : 100 µg/mL、DMF : 100 µg/mL)。

混合標準液 (0.5~5 µg/mL/NMP) : 混合標準液/NMP (100 µg/mL) 0.5 mL、1 mL 及び 2.5 mL をそれぞれ NMP で 50 mL とし、混合標準液/NMP (1、2 及び 5 µg/mL) とした。混合標準液/NMP (5 µg/mL) 5 mL を NMP で 50 mL とし、混合標準液/NMP (0.5 µg/mL) とした。

添加用混合標準液/NMP : DMSO 標準原液/NMP 及び DMF 標準原液/NMP をそれぞれ 2 mL 及び 1 mL とり NMP で 10 mL とした。この液 1 mL をとり、NMP で 10 mL とした。さらに、この液 2 mL をとり、NMP で 10 mL とし添加用混合標準液/NMP とした (DMSO : 40 µg/mL、DMF : 20 µg/mL)。

DMSO 標準原液/DMI 及び DMF 標準原液/DMI: DMSO 及び DMF を 100 mg ずつ精密に量り、それぞれ DMI で正確に 10 mL としそれぞれ DMSO 標準原液/DMI (DMSO 10 mg/mL) 及び DMF 標準原液/DMI (DMF 10 mg/mL) とした。

混合標準原液/DMI: DMSO 標準原液/DMI 及び DMF 標準原液/DMI をそれぞれ 1 mL ずつとり DMI で 10 mL とした。さらに、この液 5 mL をとり、DMI で 50 mL とし混合標準液/DMI (100 µg/mL) とした (DMSO: 100 µg/mL、DMF: 100 µg/mL)。

混合標準液 (0.5~5 µg/mL/DMI): 混合標準液/DMI (100 µg/mL) 0.5 mL、1 mL 及び 2.5 mL をそれぞれ DMI で 50 mL とし、混合標準液/DMI (1、2 及び 5 µg/mL) とした。混合標準液/DMI (5 µg/mL) 5 mL を DMI で 50 mL とし、混合標準液/DMI (0.5 µg/mL) とした。

添加用混合標準液/DMI: DMSO 標準原液/DMI 及び DMF 標準原液/DMI をそれぞれ 2 mL 及び 1 mL とり DMI で 10 mL とした。この液 1 mL をとり、DMI で 10 mL とした。さらに、この液 2 mL をとり、DMI で 10 mL とし添加用混合標準液/DMI とした (DMSO: 40 µg/mL、DMF: 20 µg/mL)。

2) 器具及び装置

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS): 7980B、5977B GC/MSD (アジレントテクノロジー製)、ヘッドスペースサンプラー: 7697A Headspace Sampler (アジレントテクノロジー製)。カラム: DB-624 UI (30 m、φ 0.25 mm、1.4 µm、アジレントテクノロジー製)

3) HS-GC/MS 条件

3)-1 GC/MS 条件

カラム温度: 40°C (5 min 保持) → 40°C /min → 240°C (3 分保持)、注入口温度: 200°C、キャリアーガス: ヘリウム、キャリアーガス流量: 1 mL/min、スプリット比: 30:1、スプリット流量: 30 mL/min、トータルフロー: 34 mL/min、セプタムパージフロー: 3 mL/min、カラム流量: 1 mL/min、イオン源: EI、イオン源温度: 230°C、四重極温度: 150°C、電子エネルギー: 70.0 eV、測定タイプ: TIC 及び SIM、スキャン範囲 (m/z): 40~400、選択イオン (m/z): 63 (DMSO)、78 (DMSO)、44 (DMF)、73 (DMF)。

3)-2 HS サンプラー条件

バイアル平衡化温度: 110°C、バイアル平衡化時間: 30 分、トランスファーライン温度: 150°C、注入時間: 0.5 min、バイアルサイズ: 20 mL、バイアル攪拌: レベル 5、充填圧力: 15 psi

4) SIM 条件の検討

NMP 又は添加用混合標準液/NMP 50 µL をバイアルに入れ、PTFE セプタム付きアルミシールで密閉し、バイアル平衡化温度: 100°C で、その他の条件は 3) HS-GC/MS 条件に従い、GC/MS 測定 (TIC) を行った。DMI 又は添加用混合標準液/DMI 50 µL をバイアルに入れ、PTFE セプタム付きアルミシールで密閉し、同様に GC/MS 測定 (TIC) を行った。

5) HS 条件の最適化

5)-1 試料液濃度の検討

STD/NMP バイアル

ショ糖脂肪酸エステル中の DMSO 及

び DMF の規格値 (DMSO 2 µg/g 以下、DMF 1 µg/g 以下) を考慮し、バイアルに DMSO 2 µg 及び DMF 1 µg 相当 (添加用混合標準液/NMP を 50 µL) を添加し、PTFE セプタム付きアルミシールで密閉した。別に NMP 50 µL をバイアルに添加し、ブランクとした。

SMP/NMP バイアル 1

ショ糖脂肪酸エステル 1 g をバイアルに量り、試料に DMSO 2 µg 及び DMF 1 µg 相当 (添加用混合標準液/NMP を 50 µL) を添加し、STD バイアルと同様に調製し、SMP バイアル 1 とした。別に NMP 50 µL をバイアルに添加し、ブランクとした。

SMP/NMP バイアル 2

ショ糖脂肪酸エステル 1 g をバイアルに量り、そこへ DMSO 2 µg 及び DMF 1 µg 相当 (添加用混合標準液/NMP を 50 µL) を添加し、NMP 1 mL を加え、攪拌子を入れ、PTFE セプタム付きアルミシールで密閉した。別にショ糖脂肪酸エステル 1 g に NMP 50 µL 及び 1 mL を添加し同様に調製し、ブランクとした。

さらに、ショ糖脂肪酸エステル 1 g 及び同様に添加用混合標準液/DMI 及び DMI を用いて、STD/DMI バイアル、SMP/DMI バイアル 1 及び 2 並びにブランクを調製した。

分析

各バイアルについて、バイアル平衡化温度 80℃でその他の条件は 3) HS-GC/MS 条件に従い分析し、DMSO 及び DMF の面積値を測定した。

5)-2 平衡化温度の検討

バイアルにショ糖脂肪酸エステル 1 g を精密に量り取り、そこへ DMSO 2 µg 及び DMF 1 µg 相当 (添加用混合標準液/NMP を 50 µL) を添加し、NMP 1 mL を加え、攪拌子を入れ、PTFE セプタム付きアルミシールで密閉し、SMP/NMP 試料液 1～7 を調製した (各 n=3)。同様に、1 µg/mL 混合標準液/DMI を用いて SMP/DMI 試料液 1～7 を調製した。

各試料液 1～7 は室温にて 5 分間マグネチックスターラーで攪拌した後、3)HS サンプラー条件において、バイアル平衡化温度 80、90、100、110、120、130 及び 140℃、平衡化時間 40 分でそれぞれ加熱し、GC/MS で DMSO 及び DMF のピーク面積値を測定した。

5)-3 平衡化時間の検討

5)-1 平衡化温度の検討と同様に、SMP/NMP 試料液 1～6 及び SMP/DMI 試料液 1～6 を調製し (各 n=3)、各試料液 1～6 は室温にて 5 分間マグネチックスターラーで攪拌した後、3)HS サンプラー条件において、平衡化温度 110℃で、平衡化時間を 10、20、30、40、50 及び 60 分でそれぞれ加熱し、GC/MS で分析を行い、DMSO 及び DMF のピーク面積値を測定した。

6) 添加回収試験

6)-1 添加試料液及びブランク試料液の調製

5 つのバイアルにショ糖脂肪酸エステル 1 g を精密に量り取り、そこへ DMSO 2 µg 及び DMF 1 µg 相当 (添加用混合標準液/NMP を 50 µL) を添加し、30 分室温で放置した。NMP 並びに混合標準液 0.5、1.0、2 及び 5 µg /mL/NMP 1 mL を

それぞれ加え、攪拌子を入れ、PTFE セブタム付きアルミシールで密閉し、添加試料液/NMP 1～5 を調製した (n=3)。別に添加用混合標準液の代わりに NMP 50 μ L を添加し、同様に調製したものをブランク試料液/NMP とした (n=3)。添加試料液/NMP 1～5 及びブランク試料液/NMP はそれぞれ室温にて5分間マグネチックスターラーで攪拌した後、3) HS-GC/MS 条件で分析し、GC/MS で DMSO 及び DMF のピーク面積値を測定した。更に、添加試料液/DMI 1～5 及びブランク試料液/DMI を同様に調製し、DMI には DMF が含まれていたことから、DMSO のみ 3) HS-GC/MS 条件で分析し、GC/MS で DMSO のピーク面積値を測定した。

6)-2 標準添加法による DMSO 及び DMF の定量及び添加回収率

ブランク試料液及び添加試料液 1～5 から得られたクロマトグラムから、DMSO 及び DMF のピーク面積を求めた。横軸に DMSO 及び DMF の濃度 (μ g/g)、縦軸に DMSO 及び DMF のピーク面積をとり、グラフにそれぞれの値をプロットし、関係線を作成し、関係線の横軸との交点と原点との距離から DMSO 及び DMF の濃度を求めた (μ g/g)。得られた濃度から添加回収率 (%) を求めた。

(倫理面への配慮)

本研究は、倫理面にかかわる事項はない。

C. 研究結果及び考察

1) SIM 条件の検討

NMP 及び添加用混合標準液/NMP について GC/MS 測定 (TIC) を行ったところ、NMP には DMSO 及び DMF は確認されなかった。添加用混合標準液/NMP では、Fig.1 (A) に示すように、10.2 分に NMP のピークが確認され、8.7 分に DMF、9.3 分に DMSO が確認でき、各ピークの MS シグナルは DMF で m/z 44 及び m/z 73、DMSO で m/z 63 及び m/z 78 が確認できた。また、DMI 及び添加用混合標準液/DMI について同様に GC/MS 測定を行ったところ、DMI には DMSO 及び DMF は確認されなかった。添加用混合標準液/DMI では、Fig.1 (B) に示すように、10.6 分に DMI のピークが確認され、8.7 分に DMF、9.3 分に DMSO が確認でき、各ピークの MS シグナルは DMF で m/z 44 及び m/z 73、DMSO で m/z 63 及び m/z 78 が確認できた。以上の結果から、SIM の m/z は DMF で m/z 44 及び m/z 73、DMSO で m/z 63 及び m/z 78 とすることとした。

2) HS 条件の最適化

2)-1 試料液濃度の検討

STD/NMP バイアルについてバイアル平衡化温度 80 $^{\circ}$ C、バイアル平衡化時間 40 分で、その他の条件は 3) HS-GC/MS 条件に従い、GC/MS 測定 (TIC 及び SIM) を行った。その結果、Fig.2 に示すように、DMSO 及び DMF いずれのシグナルも確認することができた。同様に、STD/DMI バイアルについても DMSO 及び DMF のシグナルを確認することができた。しかし、DMI ブランクから、SIM で DMF (m/z 44 及び m/z 73) シグナルが確認された。

更に、ショ糖脂肪酸エステル 1 g に添加用混合標準液 50 μ L (DMSO 2 μ g 及び、DMF 1 μ g) を添加した SMP/NMP 1 及び SMP/DMI 1 バイアルについて同様に分析を行った。その結果、Fig.3 に示すように、いずれも DMSO 及び DMF のシグナルを確認することはできたが、繰り返し分析を行った場合、面積値のばらつきが非常に大きかった。これは、粉末試料 1 g に対して、添加用混合標準液の添加量が少なく (50 μ L)、バイアルの中で均一な状態となりにくいことが原因と考えられた。

そこで、ショ糖脂肪酸エステル 1 g に添加用混合標準液 50 μ L (DMSO 2 μ g 及び、DMF 1 μ g) を添加した後、NMP または DMI 1 mL をそれぞれ添加し、攪拌子で均一にした SMP/NMP 2 及び SMP/DMI 2 バイアルについて同様に分析を行った。その結果、Fig. 4 に示すように、いずれも SMP/NMP 1 及び SMP/DMI 1 の時よりは、各シグナルの大きさは小さかったが DMSO 及び DMF のシグナルを確認することができ、複数分析した場合もばらつきが小さかった。以上の結果から、ショ糖脂肪酸エステル 1 g について 1 mL の溶媒を添加し均一の状態とした方が良好な結果が得られると考えられた。また、溶解溶媒として NMP の方がショ糖脂肪酸エステルを容易に溶解し、NMP の方が溶媒としては適当と考えられた。DMI は溶媒中に DMF が含まれており、ショ糖脂肪酸エステルも溶解しづらかったが、参考のために DMI も用いて以下の検討を行った。

2)-2 平衡化温度の検討

SMP/NMP バイアル 2 及び SMP/DMI バイアル 2 について、バイアル平衡化温度を 80、90、100、110、120、130 及び 140 $^{\circ}$ C で変化させ、DMSO 及び DMF のシグナル面積を測定した。その結果、Fig. 5 に示すように、いずれも加熱温度が高くなるにつれて DMSO 及び DMF の各シグナル面積値が大きくなる傾向が見られたが、SMP/NMP バイアル 2 では 120 $^{\circ}$ C 以上で各シグナルの面積値のばらつきが大きかった。一例として、SMP/NMP バイアル 2 の平衡化温度 90 $^{\circ}$ C、110 $^{\circ}$ C 及び 140 $^{\circ}$ C での TIC マスクロマトグラムを示す (Fig.6)。その結果、平衡化温度 90 $^{\circ}$ C では DMSO のピークが非常に小さく、平衡化温度 140 $^{\circ}$ C では溶出時間 10.2 分付近の NMP ピークも複数に分解しており、DMSO 及び DMF の溶出時間付近に多数の夾雑物ピークが確認できた。また、DMSO のピークも近辺の夾雑物ピークと重なっていることが明らかとなった。一方、SMP/DMI バイアル 2 では加熱温度が高くなるにつれて DMF と DMSO で面積値の差が大きくなり、ばらつきも大きくなる傾向が見られた。以上の結果から、面積値のばらつきも小さく、ある程度の感度を得られる温度として、平衡化温度は 110 $^{\circ}$ C とすることとした。

2)-3 平衡化時間の検討

SMP/NMP バイアル 2 及び SMP/DMI バイアル 2 について、バイアル平衡化温度を 110 $^{\circ}$ C で、バイアル平衡化時間を 10、20、30、40、50 及び 60 分間とし、DMSO 及び DMF のシグナル面積を測定した。

その結果、Fig. 7に示すように、平衡化時間で面積値に大きな差は見られなかったが、10分、40～60分ではばらつきが大きい傾向が見られた。

以上の結果から、面積値のばらつきも小さく、ある程度の感度を得られる加熱時間として、平衡化時間を30分とした。

3) 検量線

標準添加法を行うにあたり、HS-GC/MS法でDMSO及びDMFの検量線が作成出来るかを確かめるために、混合標準液(0.5～5 µg/mL/NMP)及び混合標準液(0.5～5 µg/mL/DMI)を用いて、DMSO及びDMFのSIMクロマトグラムで直線性が得られるか確認した。その結果、Fig. 8に示すように、混合標準液(0.5～5 µg/mL/NMP)では決定係数(R^2)=0.999以上の良好な結果が得られた。混合標準液(0.5～5 µg/mL/DMI)では決定係数(R^2)=0.99以上であった。また、得られた近似曲線からDMI中のDMF含量はおよそ1.0 µg/mL(m/z 44及び m/z 73から得られたDMF含量の平均値)であった。

4) 添加回収試験

規格値相当のDMSO及びDMFをショ糖脂肪酸エステルに添加し、標準添加法により、DMSO及びDMFの含量を求め、回収率を求めた。その結果、Table 2に示すように、NMPを溶解溶媒とした場合、DMSOでは m/z 63で96.3%、 m/z 78で92.4%、DMFでは m/z 44で96.3%、 m/z 73で97.4%となり、良好な結果が得られた。またDMIを溶解溶媒とした場合、DMSOで m/z 63で83.6%、 m/z 78で86.4%となり、NMPより低い回収

率であった。

D. 結論

ショ糖脂肪酸エステル中のDMSO及びDMFのHS-GC/MSによる分析法の検討を行った。HS-GC/MSのSIMモードでDMF m/z 44、 m/z 73、DMSOでは m/z 63及び m/z 78で定量が可能であった。規格値相当のDMSO及びDMFを添加したショ糖脂肪酸エステル1 gに溶解溶媒としてNMP 1 mLまたはDMI 1 mLを加え、バイアル平衡化温度110℃、バイアル平衡化時間30分でHS-GC/MS法による標準添加法により添加回収試験を行ったところ、NMPを溶解溶媒としたところいずれも90%以上の回収率が得られ、DMIではDMI中にDMFが含まれたためDMFの添加回収試験は実施できなかったが、DMSOは80%以上の回収率が得られた。以上の結果から、DMFやDMSOのような高沸点の有機化合物の残留溶媒試験として、HS-GC/MS法による標準添加法は有用な方法であることが明らかとなった。

E. 研究発表

特になし

F. 知的財産権の出願・登録状況

特になし

G. 参考論文

- 1) Food Chemical Codex 12, 2020, United States Pharmacopeial Convention, Inc.
- 2) FAO JECFA Monograph 1:

Combined Compendium of Food Additive Specifications - Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives - All specifications monographs from the 1st to the 65th meeting (1956-2005) - Vol.4: Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in

the food additive specifications, 2006, Food & Agricultural Organization of the United Nations.

- 3) 第 9 版食品添加物公定書, 2018, 厚生労働省.
- 4) Muller et al., *Anal. Methods*, 2019, **11**, 2119-2122.

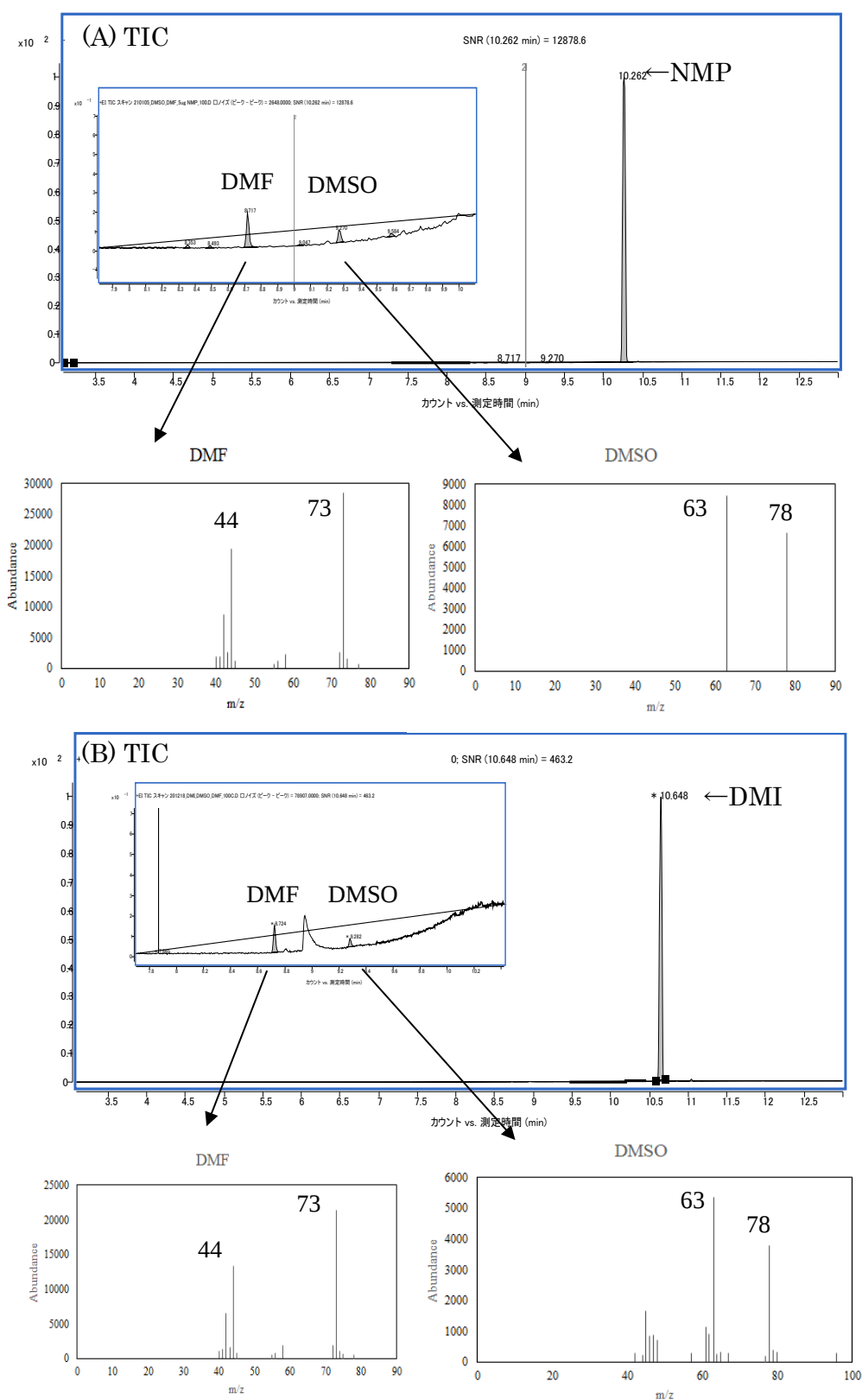


Fig. 1 DMF 及び DMSO 混合標準液の TIC 及び各ピークにおける MS スペクトル
 (A) 混合標準液/NMP、(B) 混合標準液/DMI、バイアル平衡化温度: 100℃、
 バイアル平衡化時間: 30 分

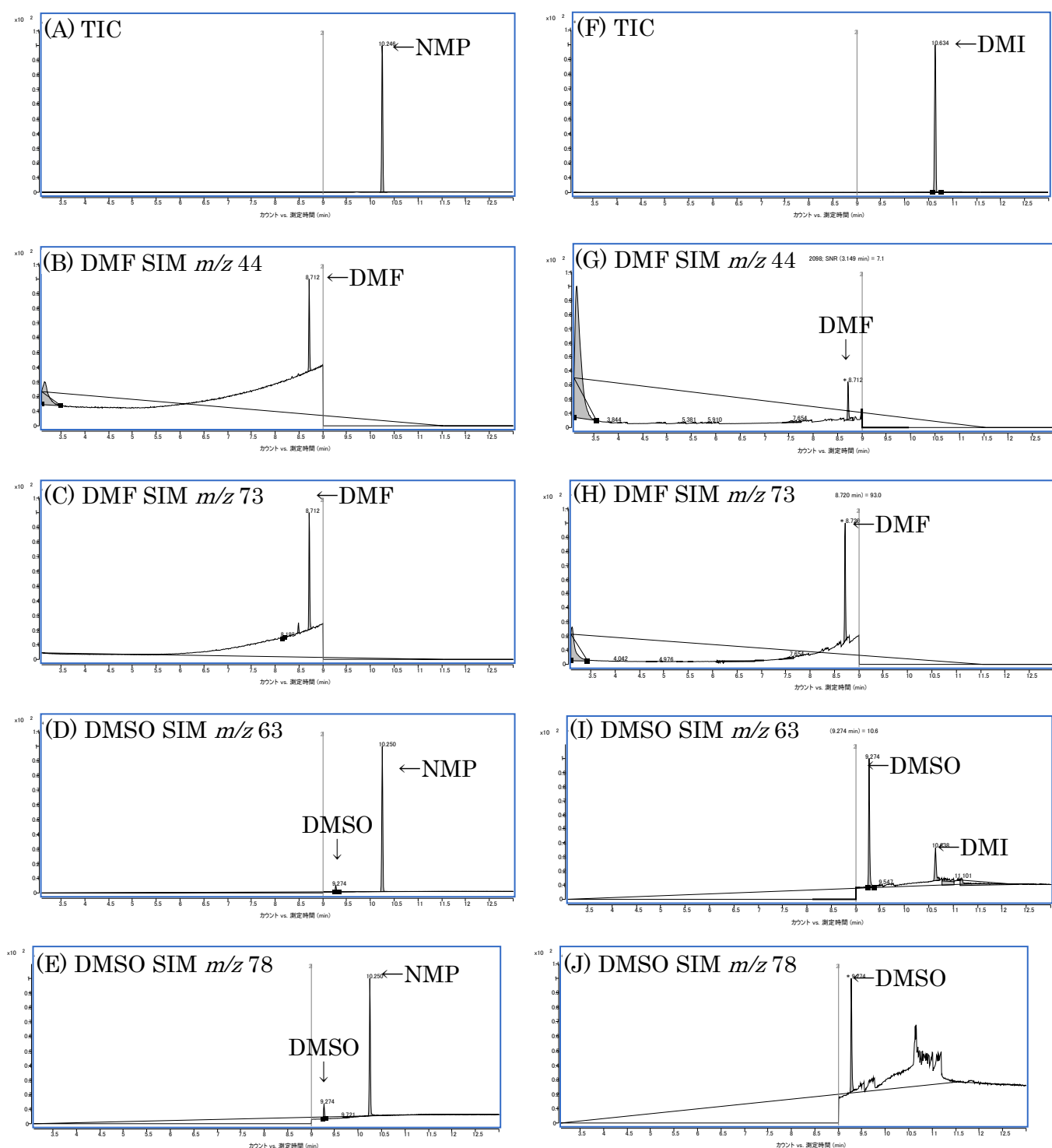


Fig. 2 STD/NMP バイアル及び STD/DMI バイアルの GC/MS クロマトグラム

DMSO 2 μg 及び DMF 1 μg 相当添加したバイアルを分析したもの。(A) ~ (E) STD/NMP バイアル、(F) ~ (J) STD/DMI バイアル。バイアル平衡化温度：80 $^{\circ}\text{C}$ 、バイアル平衡化時間：40 分

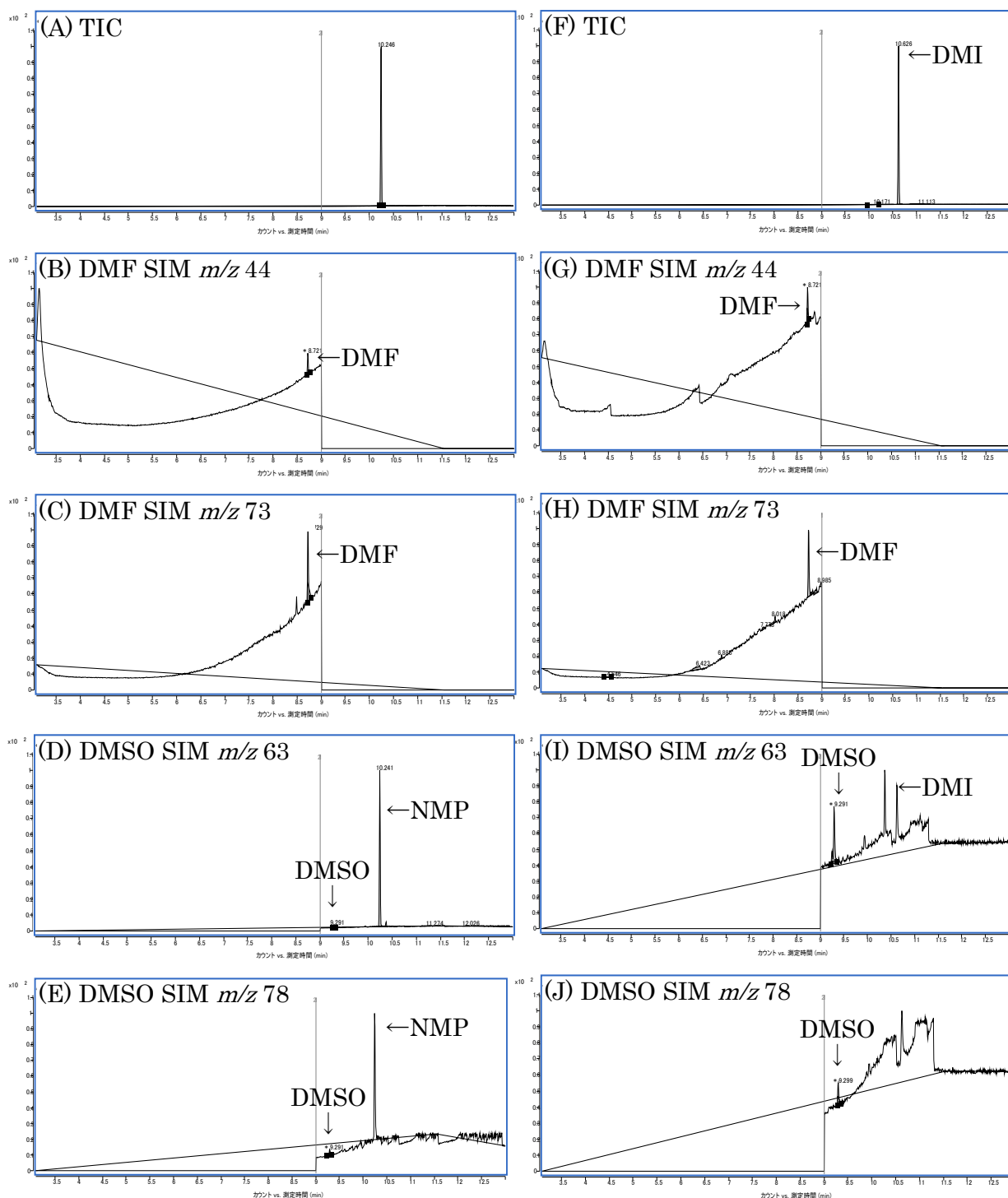


Fig. 3 SMP/NMP バイアル 1 及び SMP/DMI バイアル 1 の GC/MS クロマトグラム
 ショ糖脂肪酸エステル 1 g に DMSO 及び DMF 1 μ g 相当添加したバイアルを分析したもの。
 (A) ~ (E) SMP/NMP バイアル 1、(F) ~ (J) SMP/DMI バイアル 1。バイアル平衡化温度：
 80℃、バイアル平衡化時間：40 分

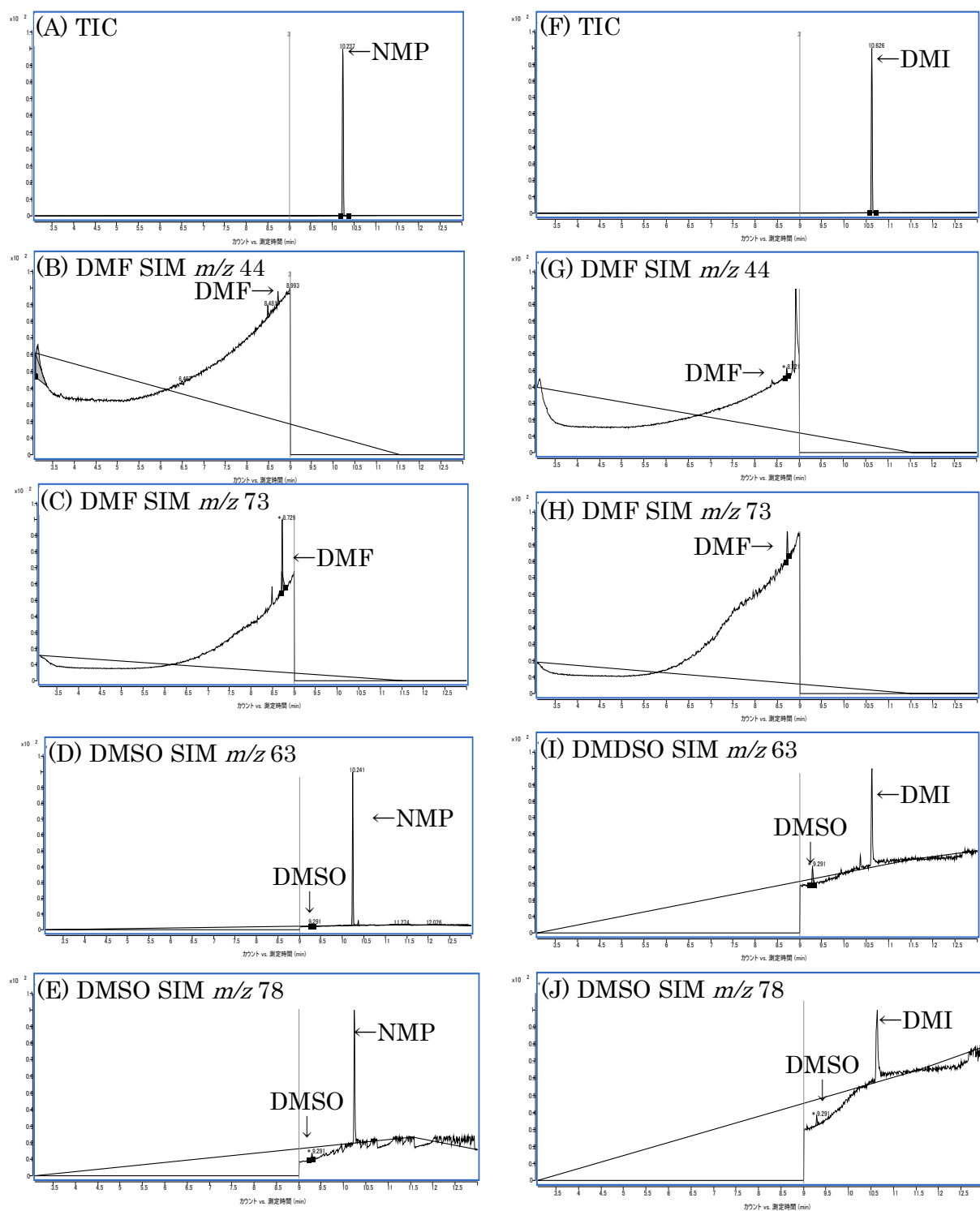


Fig. 4 SMP/NMP バイアル 2 及び SMP/DMI バイアル 2 の GC/MS クロマトグラム
 ショ糖脂肪酸エステル 1 g に DMSO 2 μ g 及び DMF 1 μ g 相当添加し、NMP 又は DMI
 1 mL を加えたバイアルを分析したもの。(A) ~ (E) SMP/NMP バイアル 2、(F) ~
 (J) SMP/DMI バイアル 2。バイアル平衡化温度：80℃、バイアル平衡化時間：40 分

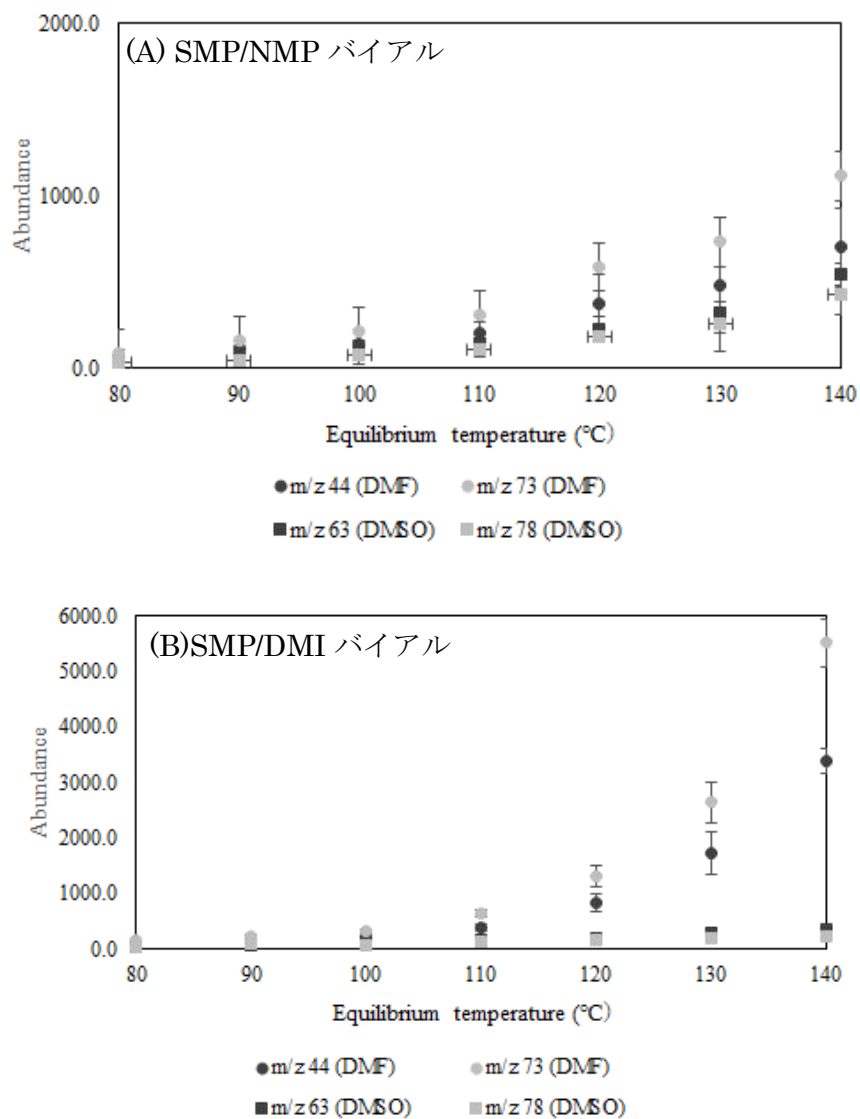


Fig. 5 バイアル平衡化温度の検討

ショ糖脂肪酸エステル 1 g に DMSO 2 μ g 及び DMF 1 μ g 相当添加し、NMP 又は DMI 1 mL を加えたバイアルを分析したもの。バイアル平衡化温度： 90～140°C、バイアル平衡化時間： 40 分。

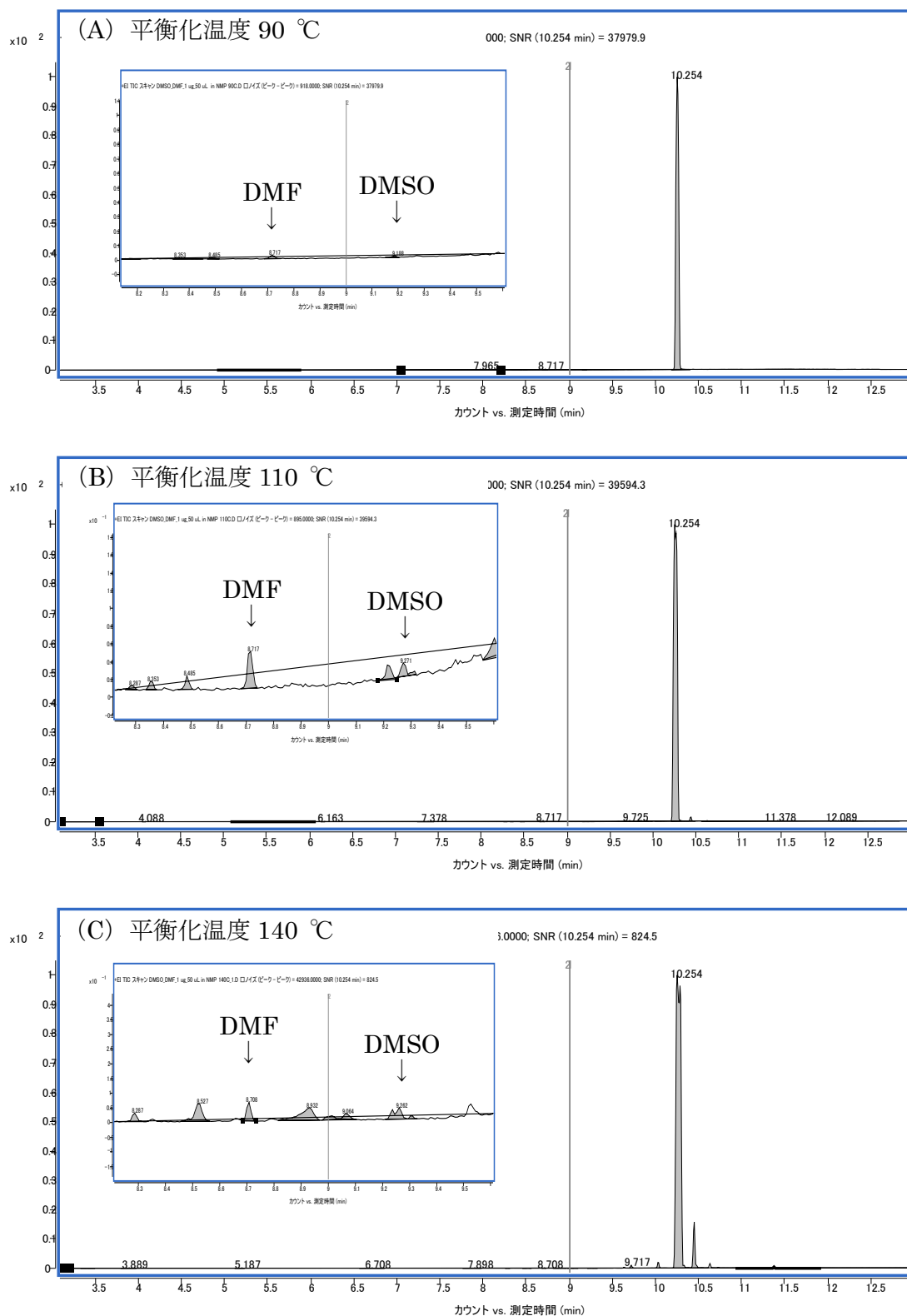


Fig.6 異なるバイアル平衡化温度での TIC マスクロマトグラム
 ショ糖脂肪酸エステル 1 g に DMSO 2 μ g 及び DMF 1 μ g 相当添加し、
 NMP 又は DMI 1 mL を加えたバイアルを分析したもの。平衡化温度：
 (A) 90°C、(B) 110°C、(C) 140°C、バイアル平衡化時間：40 分。

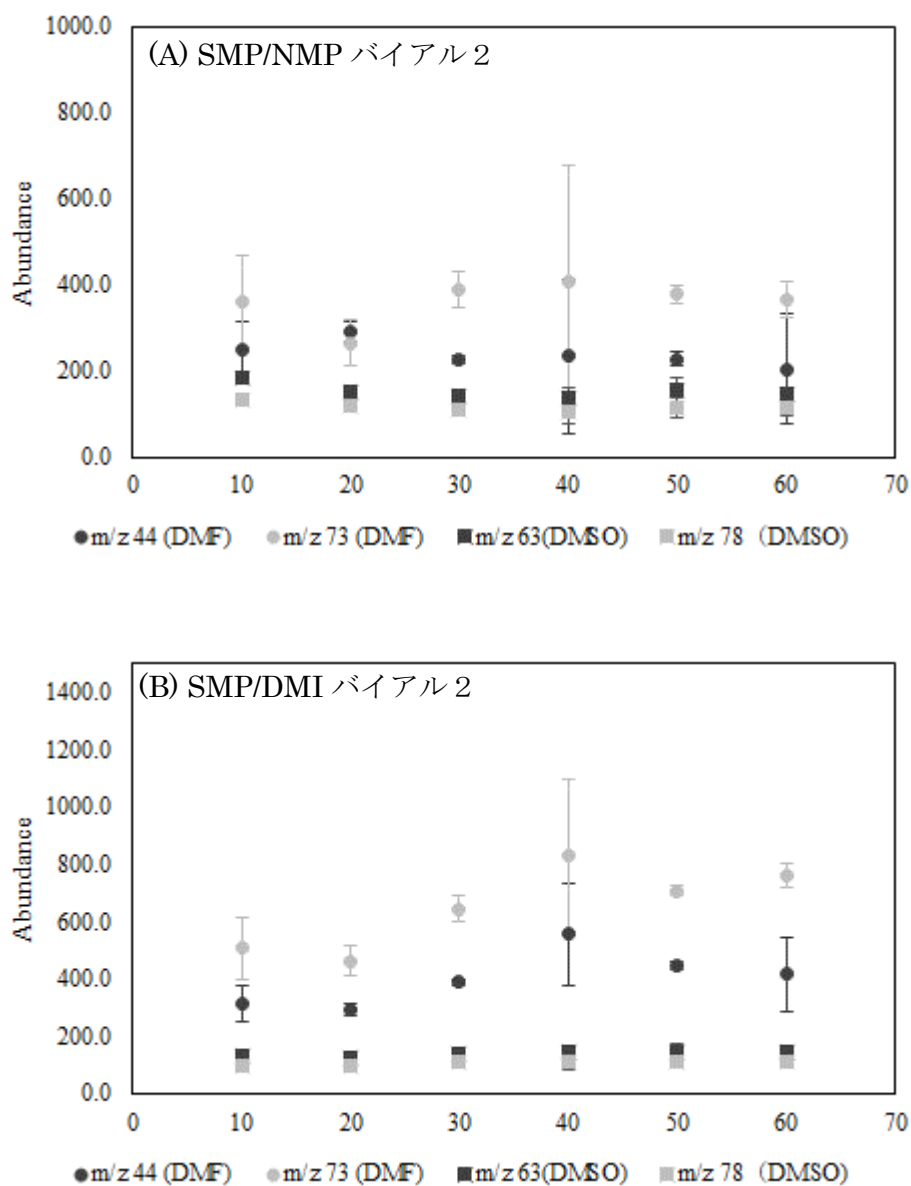


Fig. 7 バイアル平衡化時間の検討

ショ糖脂肪酸エステル 1 g に DMSO 2 μ g 及び DMF 1 μ g 相当添加し、NMP 又は DMI 1 mL を加えたバイアルを分析したもの。バイアル平衡化温度：110°C

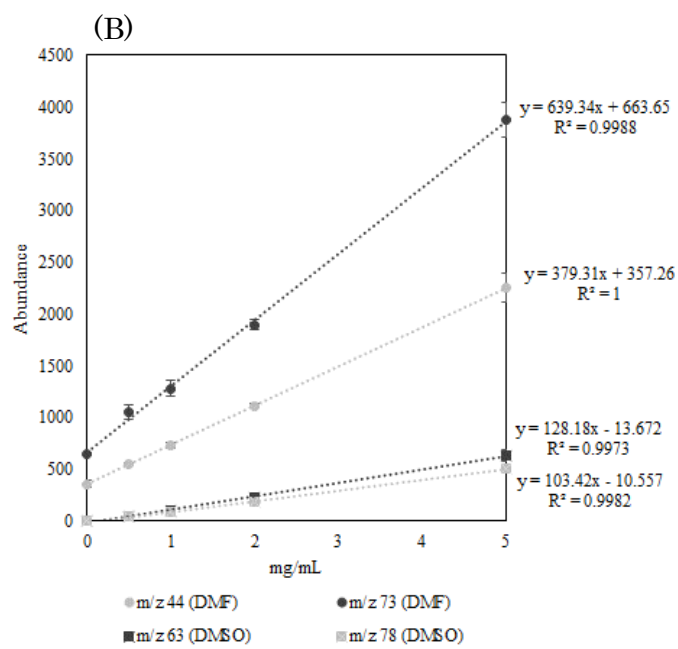
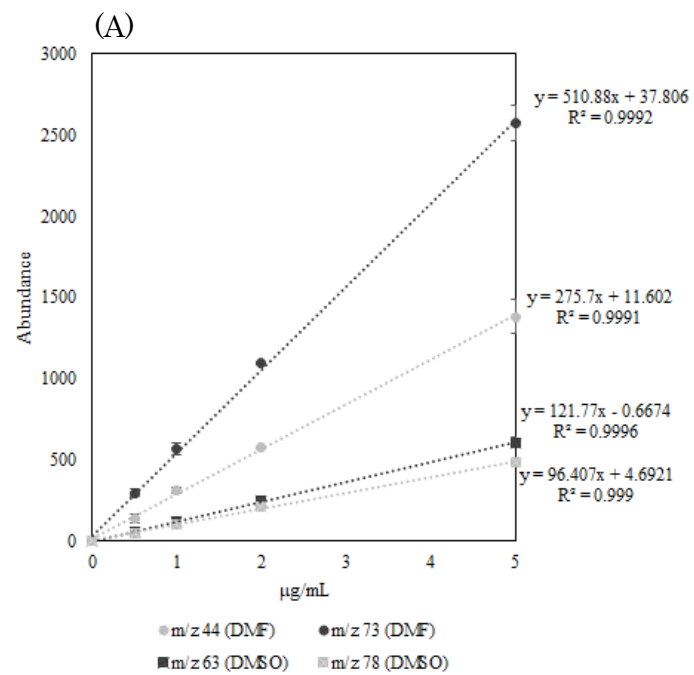


Fig. 8 DMF シグナル及び DMSO シグナルの検量線
 (A) 混合標準液 (0.5~5 $\mu\text{g/mL/NMP}$) 及び (B) 混合標準液 (0.5~5 $\mu\text{g/mL/DMSO}$)。バイアル平衡化温度：110℃、バイアル平衡化時間：30 分

Table 1 各化合物情報

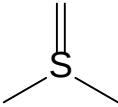
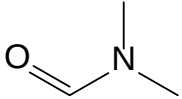
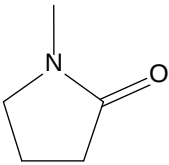
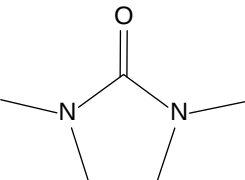
化合物名	分子量	構造式	融点 (°C)	沸点 (°C)	CAS
ジメチルスルホキシド (DMSO)	78.13		18.5	189	67-68-5
ジメチルホルムアミド (DMF)	73.09		-61	153	68-12-1
1-メチル-2-ピロリジオン (NMP)	99.13		-25	202	872-50-4
1,3-ジメチル 2-イミダゾ リジノン (DMI)	114.15		8.2	221	80-73-9

Table 2 添加回収試験結果 (n=3)

(A) 溶解溶媒 : NMP

NMP	(μg/g)			Average (μg/g)	S.D	Recovery (%)
	1	2	3			
m/z 44 (DMF)	0.92	0.93	1.04	0.96	0.07	96.3
m/z 73 (DMF)	1.01	1.07	0.84	0.97	0.12	97.4
m/z 63 (DMSO)	1.91	1.99	1.88	1.93	0.05	96.3
m/z 78 (DMSO)	1.98	1.83	1.74	1.85	0.12	92.4

添加濃度 ; DMSO : 2 μg/g, DMF : 1 μg/g

(B) 溶解溶媒 : DMI

DMI	(μg/g)			Average (μg/g)	S.D	Recovery (%)
	1	2	3			
m/z 63 (DMSO)	1.64	1.74	1.64	1.67	0.06	83.6
m/z 78 (DMSO)	1.74	1.70	1.74	1.73	0.02	86.4

添加濃度 ; DMSO : 2 μg/g, DMF : 1 μg/g

