

電子タバコリキッド中の2,3-Butanedione、 2,3-PentanedioneおよびAcetoinの分析

Chen Shen*1、中筋 悠斗*2

*1：島津企業管理（中国）有限公司、*2：株式会社島津製作所

ユーザーベネフィット

- ◆ 中国で規制が検討されている電子タバコリキッド中の添加剤成分について分析することができます。
- ◆ 電子タバコリキッドに含まれる香料の2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinを簡単な試料調製で高感度かつ再現性よく分析することができます。

■はじめに

電子タバコはタバコを模した電子機器であり、電子タバコリキッド (e-liquid) を加熱することによって煙のような蒸気を発生させ、その蒸気を吸うことでタバコのように使用されます。e-liquidはグリセリン、プロピレングリコール、水が主成分の粘性の液体で、香料や植物エキスなどの添加剤を添加することによって、様々なフレーバーがつけられています。e-liquidの香料には通常、2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinなどといった食品業界でも一般的に使用される添加剤が使用されます。しかし、これら香料の過剰摂取はヒトの健康に悪影響を及ぼす可能性があり、電子タバコにおいても近年では規格や規制が検討されつつあります。例として、China Electronics Chamber of Commerce (CECC) は、e-liquid中の不純物を厳しく制限する規格として、“Technical specification for safety of e-liquid (draft for comment)”を作成しています。この規格では、2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinの含有量が20 mg/kgを超えないことが規定されています。

本報では、ガスクロマトグラフ質量分析計GCMS-QP2020 NXを用いて、このような規格に基づいたe-liquid中の2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinの含有量を定量する分析方法について紹介します。この方法によって簡単な試料調製で、高感度かつ再現性よくe-liquid中の2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinの含有量を測定することができます。



図1 GCMS-QP™2020 NX

■分析条件および試料

今回使用した装置および分析条件を表1に、化合物情報を表2に示しました。

標準試料は初めに、マトリックスを合わせるため2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinのそれぞれをプロピレングリコール/グリセリン (80/20) によって各1,000 mg/Lに調製しました。検量線試料は、1,000 mg/Lに調製した試料をエタノールによって希釈し、0.2、0.4、0.5、1.0、2.0 mg/Lに調製しました。

実試料にはアイスオレンジ風味のe-liquidを使用しました。試料はe-liquid 1 gを10 mLのメスフラスコに直接秤量し、そこにエタノールを加えてメスアップしました。次に、栓をしたメスフラスコをボルテックスミキサーによって2,000 rpmで5分間攪拌し、メンブレンフィルターでろ過したものを実試料として分析しました。

表1 分析条件

モデル	: GCMS-QP2020 NX
カラム	: SH-I-624 Sil MS, 60 m × 0.32 mm × 1.8 μm
カラム温度プログラム	: 60°C(2min)_10°C/min_120°C(2min) _25°C/min_240°C(12min)
注入口温度	: 240 °C
キャリアガス制御	: 線速度一定 (25.8 cm/sec)
注入モード	: スプリット
スプリット比	: 20
イオン化方法	: EI
インターフェース温度	: 250 °C
イオン源温度	: 200 °C
測定モード	: SIM

表2 各化合物情報

No.	化合物名	CAS No.	保持時間 (min)	定量イオン (m/z)	確認イオン (m/z)
1	2,3-butanedione	431-03-8	7.897	86	43
2	2,3-pentanedione	600-14-6	10.271	100	57
3	Acetoin	513-86-0	11.388	88	46

■ 標準試料のクロマトグラム

図2には標準試料のスキャン分析によって得られたTICクロマトグラムを示しました。図2中に1、2、3で示したピークがそれぞれ2,3-Butanedione、2,3-Pentanedione、Acetoinに対応します。この、スキャン分析の結果を基に、各成分の定量イオンおよび確認イオンを決定しました。図3には各化合物の定量イオンおよび確認イオンのマスクロマトグラムを示しました。図3中の黒色のラインが定量イオン、オレンジのラインが確認イオンを表しています。

■ 検量線および検出下限

次に、5点の検量線試料を分析し0.2-2.0 mg/Lの範囲で検量線を作成しました。各化合物の検量線を図4に示します。各成分の検量線の相関係数は0.9992以上であり、良好な直線性が確認できました。また、S/N比3、10を基準としたときの検出下限および定量下限についても算出しました。各成分の検量線相関係数および、検出下限値、定量下限値を表3に記載しました。

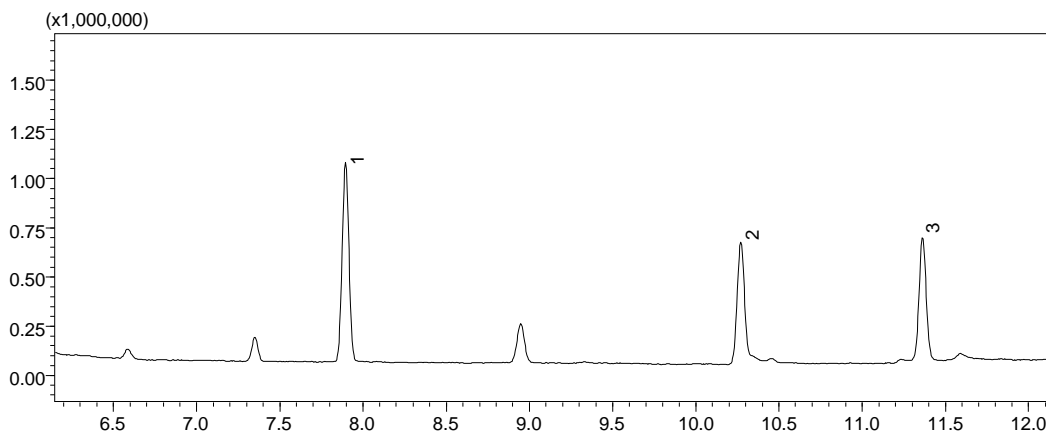


図2 標準試料のTICクロマトグラム

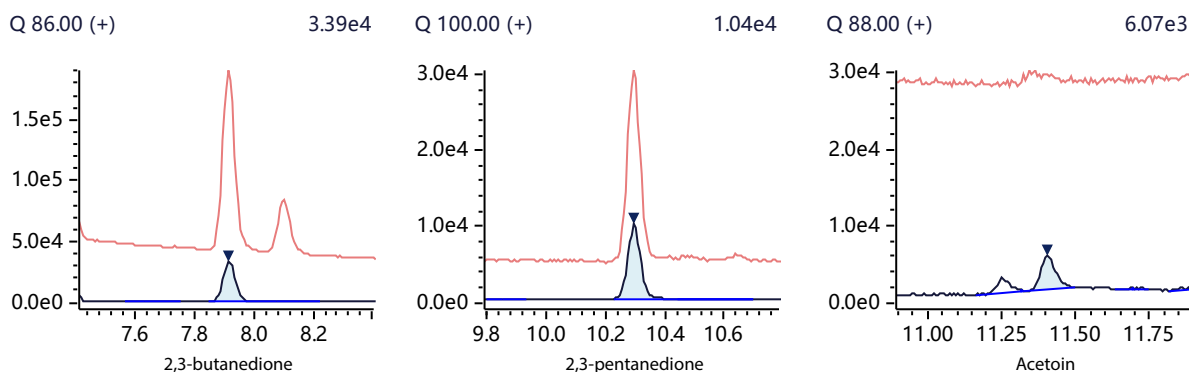


図3 各化合物のマスクロマトグラム (0.4 mg/L)

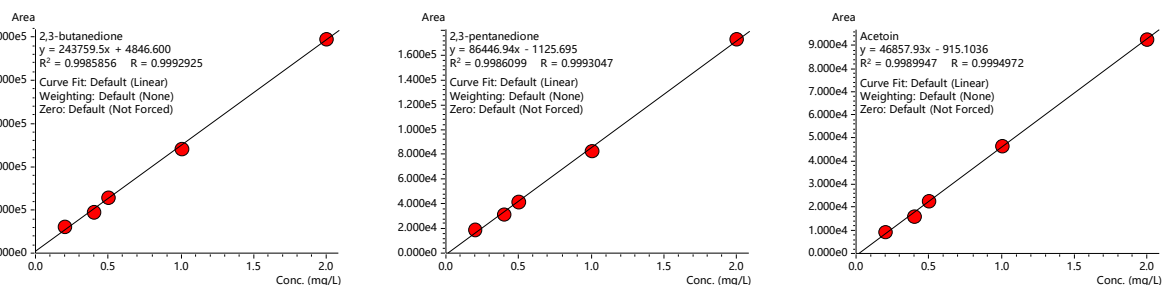


図4 各化合物の検量線 (0.2-2.0 mg/L)

表3 各化合物の検量線相関係数および検出・定量下限値

No.	化合物名	相関係数	検出下限 (mg/kg)	定量下限 (mg/kg)
1	2,3-butanedione	0.9992	0.05	0.17
2	2,3-pentanedione	0.9993	0.13	0.44
3	Acetoin	0.9994	1.27	4.25

■再現性の確認

濃度0.2 mg/Lの標準試料を6回繰り返し分析し、装置の再現性を評価しました。再現性試験の結果、各成分の%RSDは4.0以下であり、良好な再現性が確認できました。再現性試験の結果の詳細については表4に記載しました。

■実試料の定量結果と回収率

実試料のSIMクロマトグラムを図5に示しました。SIM測定では、Acetoinは検出されませんでした。次に、SIM測定の結果をもとに実試料の定量および添加回収試験を行いました。結果を表5に示します。標準試料の添加量は6 mg/kgとしており、各成分の回収率は75.8%~112.5%でした。

■まとめ

本報では、GCMS-QP2020 NXを用いてe-liquid中の2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinを定量する方法を紹介しました。各成分の検量線は0.2~2.0 mg/Lの範囲で相関係数が0.998以上と良好な直線性が確認できました。各成分の検出限界は0.05~1.27 mg/kgであり、規制への適合を十分に評価することが可能です。また、添加回収試験において各成分の回収率は75.8~112.5%でした。ここで紹介した方法を使用することで、簡単な試料調製によって、e-liquid中の2,3-Butanedione、2,3-PentanedioneおよびAcetoinの含有量を高感度かつ良好な再現性で分析することができます。

*電子タバコリキッド中のフタル酸エステルについても同様に規制が検討されています。こちらに関する分析例はアプリケーションニュース「GCMSを用いた電子タバコリキッド中のフタル酸エステルの定量」(03-GCMS-407-JP)で紹介しています。

表4 各成分の面積再現性

No.	化合物名	ピーク面積						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	2,3-butanedione	44032	42671	44494	43469	41203	40174	4.0
2	2,3-pentanedione	14231	14620	14838	14102	13377	14157	3.5
3	Acetoin	6695	6314	6386	6456	6479	6118	3.0

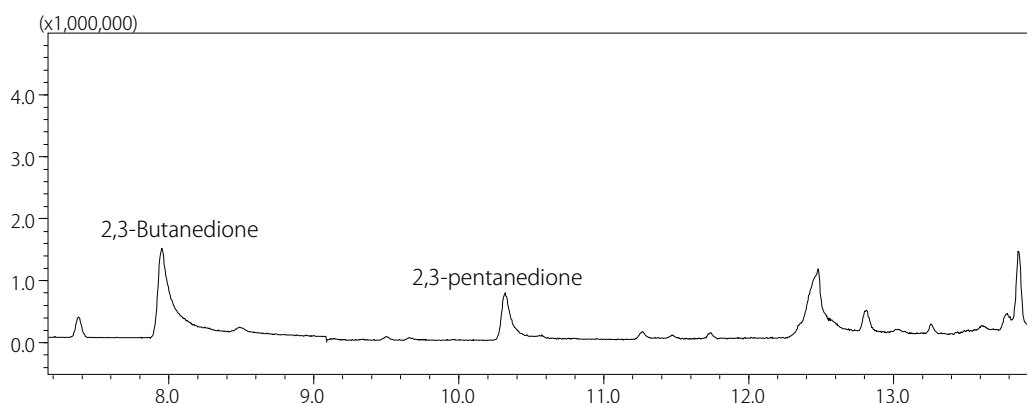


図5 実サンプルのSIMクロマトグラム

表5 実試料の添加回収試験結果

No.	化合物名	試料濃度 (mg/kg)	標準添加試料濃度 (mg/kg)	回収率 (%)
1	2,3-butanedione	3.7	10.2	108.3
2	2,3-pentanedione	4.1	8.6	75.8
3	Acetoin	N.D.	6.8	112.5

GCMS-QPIは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所

03-GCMS-415-JP 初版発行：2022年 5月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022