

Application News

No. C121

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた 甘味料 9 成分の同時一斉分析

Simultaneous Analysis of 9 Sweeteners Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8040]

サッカリンナトリウム、アスパルテーム、スクラロース、アセスルファムカリウムなどの人口甘味料は、食品衛生法における指定添加物に該当し、対象食品及び使用量について使用基準が定められています。

一方、日本以外の一部の地域で使用されているサイクラミン酸などは国内では指定外添加物にあたり、特定の輸入食品については検査が必要です。

このように、使用できる甘味料の定量検査のみならず指定外添加物の検査など、多種類の甘味料分析が求められています。

本報では、指定添加物および指定外添加物に該当する人口甘味料 9 種を、高速液体クロマトグラフ-トリプル四重極型質量分析計 LCMS-8040 で一斉分析した例をご紹介します。

M. Kawashima

標準溶液の分析

Analysis of a Standard Mixture

Table 1 に示す分析条件にて、10 ng/mL 9 成分混合標準溶液を 5 μ L 注入したときのクロマトグラムを Fig. 1 に、定量下限値付近のクロマトグラムを Fig. 2 に示しました。また、Table 2 に各化合物の保持時間、検量線範囲および相関係数を示しました。

検量点には、正確さが 100 \pm 20 % 以内、面積値再現性 (%RSD) が 20 % 以内のものを採用しています。いずれの化合物も相関係数 0.997 以上の良好な直線性が得られました。

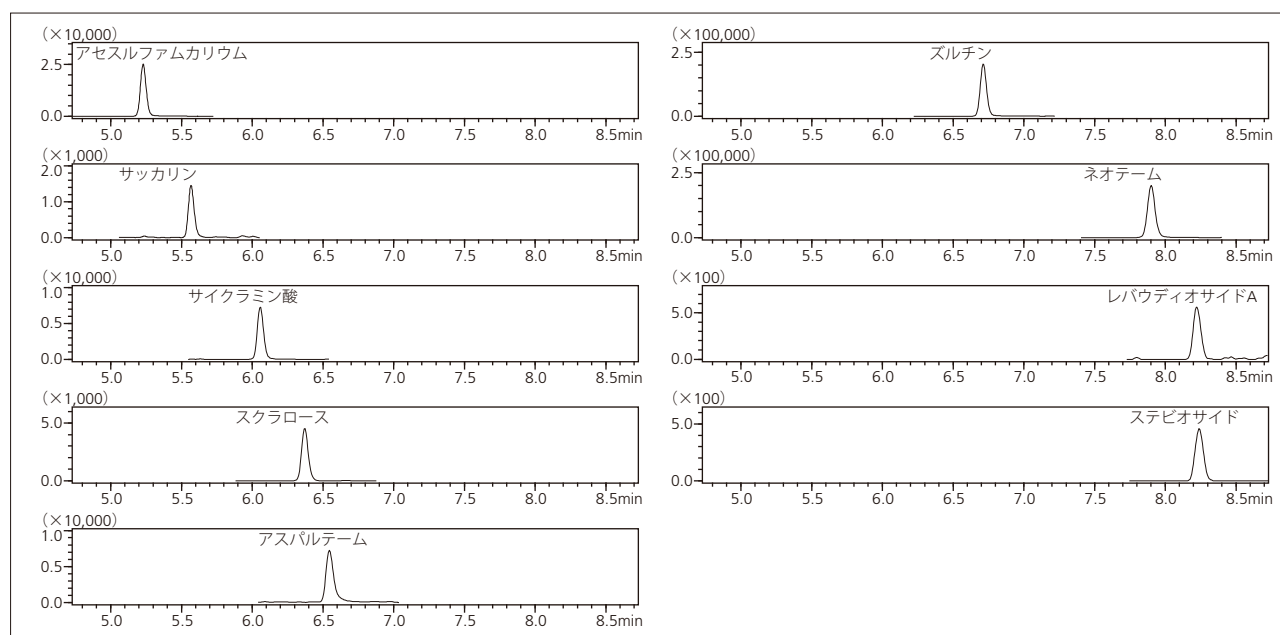


Fig. 1 10 ng/mL 甘味料 9 成分混合標準試料のクロマトグラム
Chromatograms of 10 ng/mL Standard Solution of 9 Sweeteners

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Unison UK-C18 (150 mmL. \times 3.0 mm I.D., 3.0 μ m)
Mobile Phases	: A 5 mmol/L Ammonium Formate - Water : B Methanol
Gradient	: B Conc. 0 % (0.0-2.0 min) \rightarrow 70 % (4.5 min) \rightarrow 90 % (8.0-12.0 min) \rightarrow 0 % (12.01-15.0 min)
Flow Rate	: 0.2 mL/min
Column Temperature	: 40 $^{\circ}$ C
Injection Volume	: 5 μ L
Probe Voltage	: + 4.5 kV (ESI-positive mode) / -3.5 kV (ESI-negative mode)
DL Temperature	: 300 $^{\circ}$ C
Block Heater Temperature	: 500 $^{\circ}$ C
Nebulizing Gas Flow	: 3 L/min
Drying Gas Flow	: 15 L/min

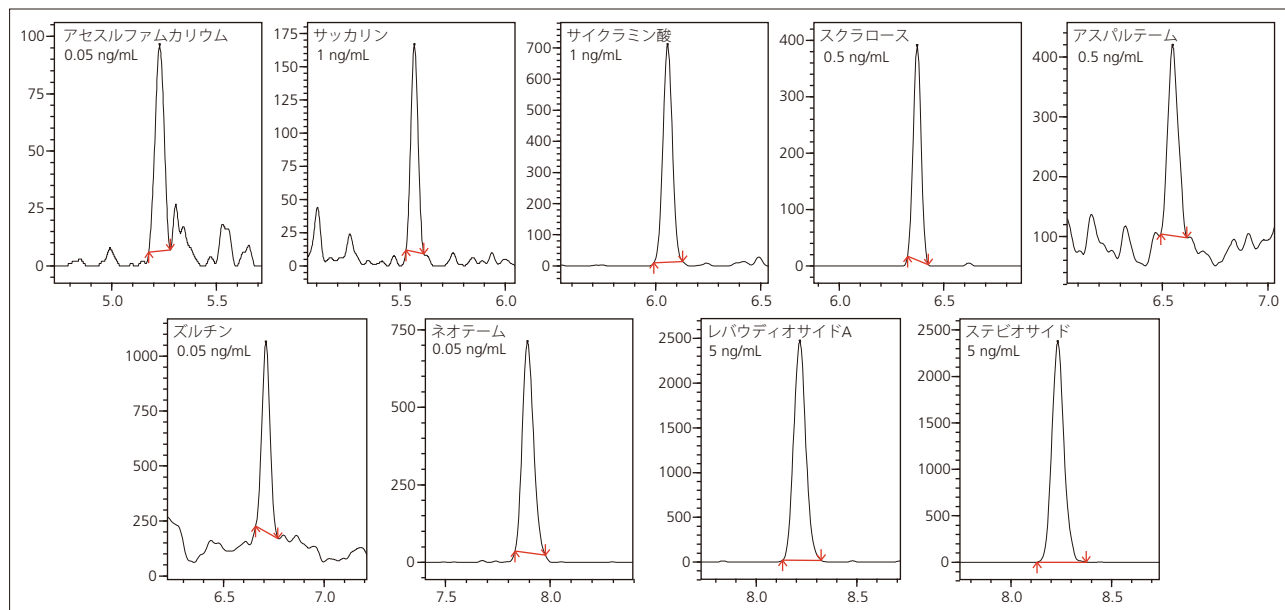


Fig. 2 甘味料9成分の定量下限値付近のクロマトグラム
Chromatograms of 9 Sweeteners at around LLOQ

Table 2 甘味料9成分の直線性
Linearity of 9 Sweeteners

化合物名	極性	トランジション	保持時間 (min)	検量線範囲 (ng/mL)	相関係数
アセスルファムカリウム	-	162.00 > 82.10	5.228	0.05 - 100	0.997
サッカリン	-	182.00 > 42.00	5.561	1 - 100	0.999
サイクラミン酸	-	178.00 > 80.00	6.057	1 - 100	0.998
スクラロース	+	413.90 > 199.00	6.370	0.5 - 500	0.999
アスパルテーム	-	293.10 > 261.10	6.543	0.5 - 1000	0.999
ズルチン	+	181.20 > 108.10	6.712	0.05 - 10	0.999
ネオテーム	+	379.10 > 172.20	7.898	0.05 - 1000	0.999
レバウディオサイドA	-	965.30 > 803.40	8.220	5 - 1000	0.999
ステビオサイド	+	822.30 > 319.20	8.238	5 - 1000	0.999

■実サンプルにおける回収率

Recoveries from Real World Samples

透析法にて前処理 (Fig. 3) を施した食品 (カレーペースト, 草もち, ソフトケーキ) に甘味料7種を添加し, マトリクス効果の確認を行いました。各試料の添加回収率を Table 3 に示します。尚, 処理後の透析外液はズルチンのみ 1000 倍希

釈した試料から, その他の化合物は 100 倍希釈した試料から添加回収率を算出しました。全ての試料について, 85 ~ 125 % の良好な回収率が得られました。

Table 3 甘味料7成分の添加回収率
Recovery of 7 Sweeteners

化合物名	添加濃度	回収率 (%)		
		カレーペースト	草もち	ソフトケーキ ショコラ
アセスルファムカリウム	5 µg/mL	100.8	94.2	93.7
サッカリン		97.0	87.7	88.3
サイクラミン酸		99.6	89.3	92.0
スクラロース		96.2	89.6	82.6
アスパルテーム		94.0	89.4	87.2
ズルチン		110.2	99.5	99.5
ネオテーム		122.5	106.9	110.0

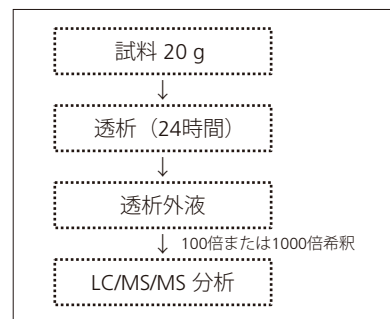


Fig. 3 前処理のワークフロー
Work Flow of the Pretreatment

本アプリケーションニュース作成にあたり, 一般社団法人 東京都食品衛生協会様より 試料提供およびご指導などのご協力をいただきました。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2016年1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691

※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。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavig/solnavig.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく, いろいろな情報サービスが受けられます。