

蒸発光散乱検出器を用いた清涼飲料水中のマルトオリゴ糖一斉分析

松岡 佳那, 岩田 奈津紀, 寺田 英敏, 堀江 真之介 島津製作所 分析計測事業部

1. 概要

糖類は紫外吸光が190 nmから195 nmの短波長域のみでしか得られないため、分析時には示差屈折率検出器(RID)を使うことが一般的である。しかし、RIDによる検出時には屈折率が変化するグラジエント溶離法を用いることができず、イソクラティック溶離せざるを得ないため、糖類の一斉分析には長時間を要する。一方、蒸発光散乱検出器(ELSD)はグラジエント溶離法も適用することができるため、多成分の分析において時間短縮が可能である。

また、食品中に含まれる糖類は含有量に差がある場合が多い。含有量に差がある糖類の一斉分析をELSDを用いて行う場合には全成分の濃度範囲について最適なゲインの設定が必要になる。本発表では、ELSDのダイナミックレンジ拡張機能を用いて、ゲインの検討や切り替えを行うことなく、低濃度から高濃度まで同じメソッドでデータを採取し、清涼飲料水に含まれるマルトオリゴ糖7種(G1～G7)の定量を行った例について報告する。

2. 実験と方法

2-1. 前処理条件

清涼飲料水は0.2 μmのメンブランフィルターでろ過した後、水で20倍希釈したものを、試料として用いた。

2-2. 分析条件

糖分離手法は親水性相互作用クロマトグラフィー(HILIC)を用いた。検出は全てダイナミックレンジ拡張機能を搭載したELSDで行った(表1)。

表 1 分析条件

System	: Nexera™ XR
Column	: Shodex Asahipak NH2P-50 4E (250 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase	: A) Water B) Acetonitrile
Time Program	: B. Conc. 70% (0 min) →40% (25 min) →70% (25.01 min) →70% (30 min)
Flow Rate	: 1 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 10 μL
Vial	: LabTotal Vial for LC 1.5 mL, Glass
Detection	: ELSD-LT III
Gain	: Wide
Filter	: 4 sec
Drift Tube Temp.	: 40 °C
Nebulizer Gas	: N ₂
Gas Pressure	: 350 kPa

3. 結果

3-1. 標準品の分析

HILICとグラジエント溶離法を用いることで、マルトオリゴ糖7種全てを15分以内に溶出することが出来た(図1)。

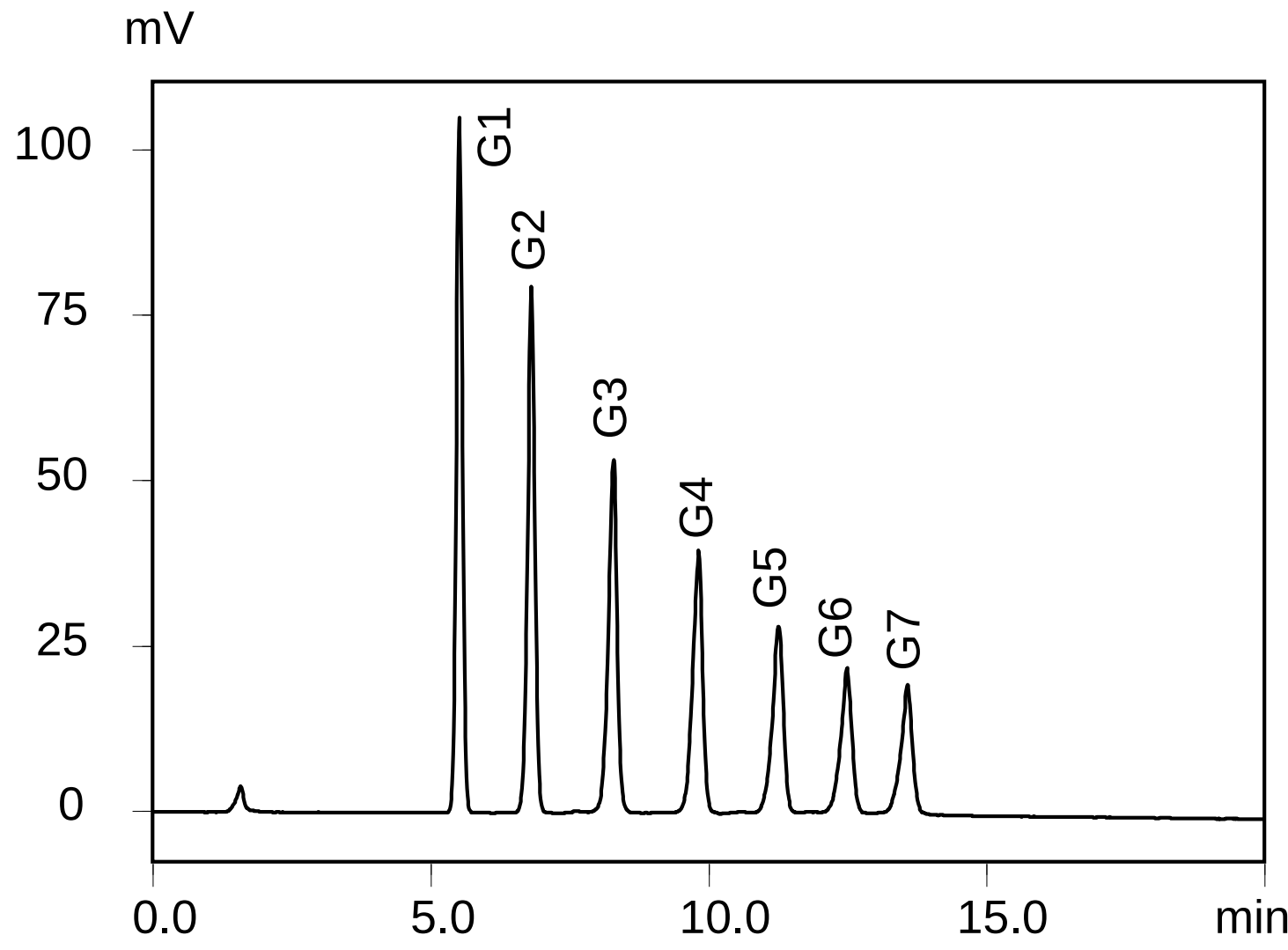


図1 マルトオリゴ糖7種(G1～G7)混合標準品(各0.05 g/L)のクロマトグラム

マルトオリゴ糖G1～G7の混合標準品を一斉分析し、検量線を作成した。ELSDのレスポンスは濃度に対して指数応答のため両対数軸でプロットした。G1の検量線については、0.05、0.10、1.00、1.50、2.00 g/Lの5点(その他の6成分は0.01、0.05、0.10、0.25、0.50 g/Lの5点)で作成した。

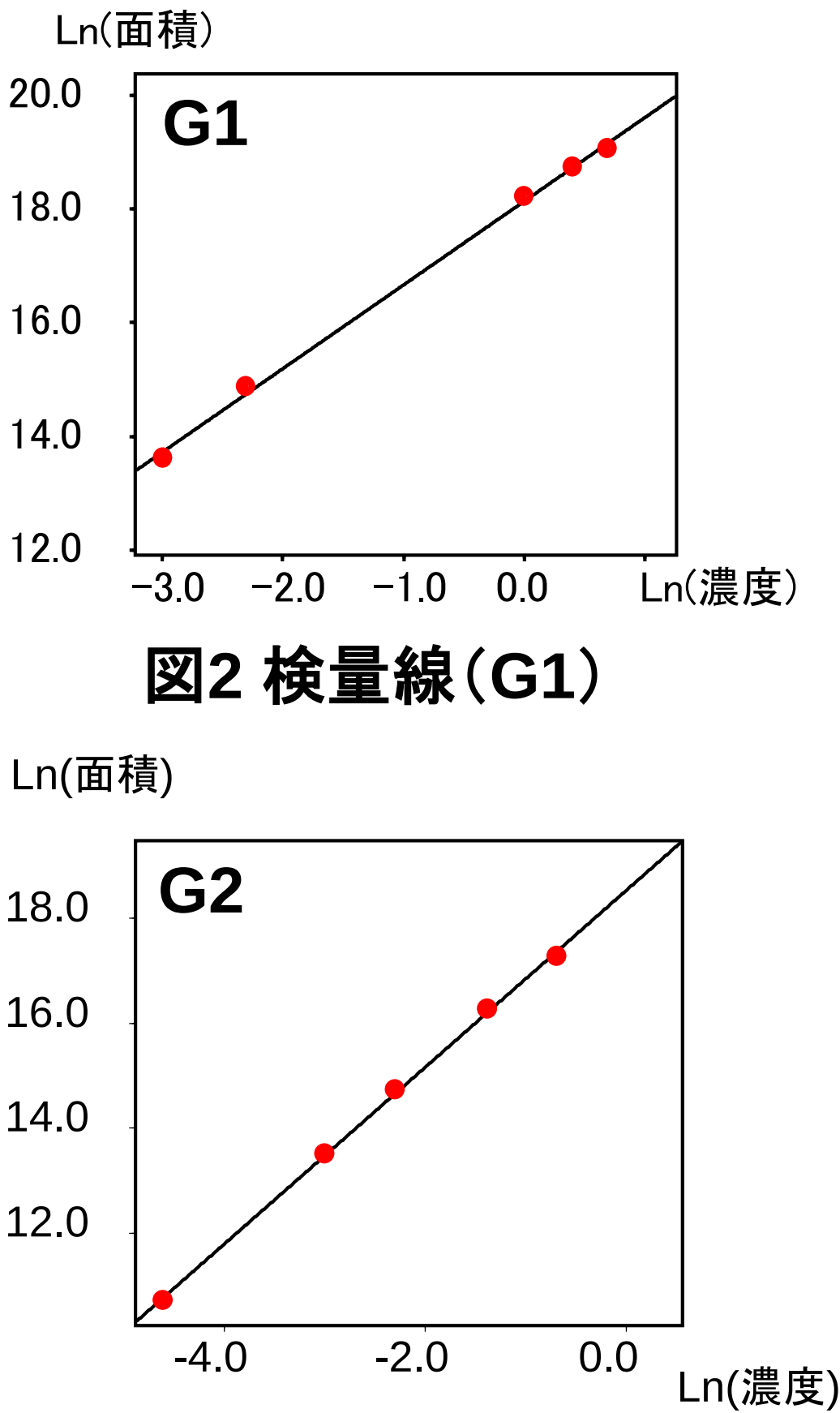


図3 検量線(G2)

表2 検量線の濃度と直線範囲

Compounds	Calibration Concentration range (g/L)	Linearity (r ²)
G1	0.05～2.00	0.9982
G2	0.01～0.50	0.9991
G3		0.9997
G4		0.9996
G5		0.9995
G6		0.9993
G7		0.9995

図2、図3に各々G1、G2の検量線を、表2に検量線の濃度範囲と直線性を示す。表2から各検量線の寄与率はいずれも0.998以上であった。

表3 0.05 g/Lの再現性(n=6)

Compounds	Retention Time (%RSD)	Area (%RSD)
G1	0.08	2.05
G2	0.09	1.24
G3	0.10	1.46
G4	0.05	1.71
G5	0.07	2.20
G6	0.10	1.79
G7	0.08	1.24

表3に0.05 g/Lでの再現性(n=6)を示す。表3から各成分とも保持時間再現性は%RSD≤0.10、面積再現性は%RSD≤2.20であり、ともに良好であった。

3-2. 実試料の分析

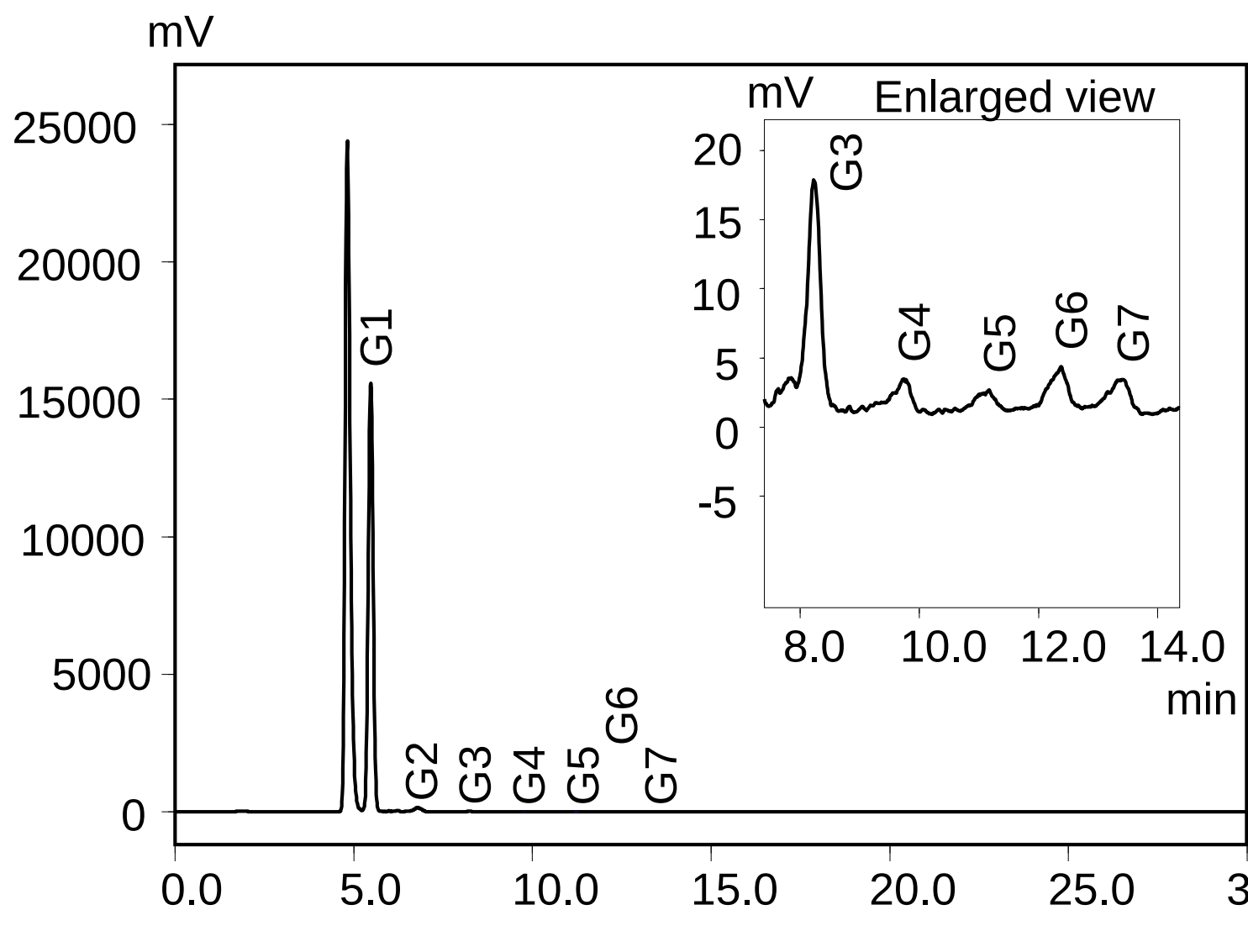


図4 清涼飲料水のクロマトグラム

表4 飲料中のマルトオリゴ糖分析結果

Compounds	Concentration ^{*1} (g/L)
G1	1.59
G2	0.10
G3	0.03
G4	0.02
G5	0.01
G6	0.02
G7	0.02

* 1 : 20倍希釈した試料の定量値

図4に清涼飲料水のクロマトグラムを、表4に分析結果を示す。G1の濃度のみが他成分と比べて約160倍大きいですが、他成分と同じメソッドでデータを採取し、同一分析内で定量を行うことが出来た。

4. まとめ

- HILICとグラジエント溶離法を用いて分離を行い、ELSDで検出するマルトオリゴ糖の7種一斉分析条件を構築し、清涼飲料水についてこれらの定量を行った。
- 低濃度から高濃度まで試料濃度に関わらず、同じメソッドでデータを採取し、濃度差が約160倍異なる清涼飲料水中のマルトオリゴ糖の各成分を同一分析内で定量可能であることを確認した。

Nexera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。
Asahipakは、昭和電気株式会社の登録商標です。
その他、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。