SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No.C133

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

トリプル四重極型 LC/MS/MS を用いた甘味料 16 成分の同時一斉分析

Simultaneous Analysis of 16 Sweeteners Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8050]

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工甘味料は，食品衛生法における指定添加物に該当し，一部の対象食品及び使用量については使用基準が定められているものがあります。

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。

アプリケーションニュース C121 では，指定添加物および指定外添加物に該当する人工甘味料 9 成分のトリプル四重極型LC/MS/MS LCMS-8040 による同時一斉分析法をご紹介しましたが，本報では，16 成分を LCMS-8050 を用いて同時一斉分析を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，甘味料 16 成分の MRM 測定を実施しました。定量下限値付近における各化合物のクロマトグラムを Fig. 1 に，検量線範囲と相関係数を Table 2 に示します。尚，検量点には，正確さが 100 ± 20 % 以内，面積値再現性（%RSD）が 20 % 以内を満たす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。

Table 1　分析条件
Analytical Conditions

Column	: Unison UK-C18 (150 mm L. × 3.0 mm I.D., 3.0 µm)	Injection Volume	: 1 µL
Mobile Phases	: A 5 mmol/L Ammonium formate - Water	Probe Voltage	: + 4.0 kV (ESI-positive mode) / -3.0 kV (ESI-negative mode)
	: B 5 mmol/L Ammonium formate - Methanol	Nebulizing Gas Flow	: 3 L/min
Gradient	: B.Conc. 0 % (0.0-2.0 min) → 70 % (4.5 min) → 90 % (8.0-12.0 min) → 0 % (12.01-15.0 min)	Heating Gas Flow	: 10 L/min
		Interface Temperature	: 300 °C
		DL Temperature	: 150 °C
Flow Rate	: 0.4 mL/min	Block Heater Temperature	: 250 °C
Column Temperature	: 40 °C	Drying Gas Flow	: 10 L/min

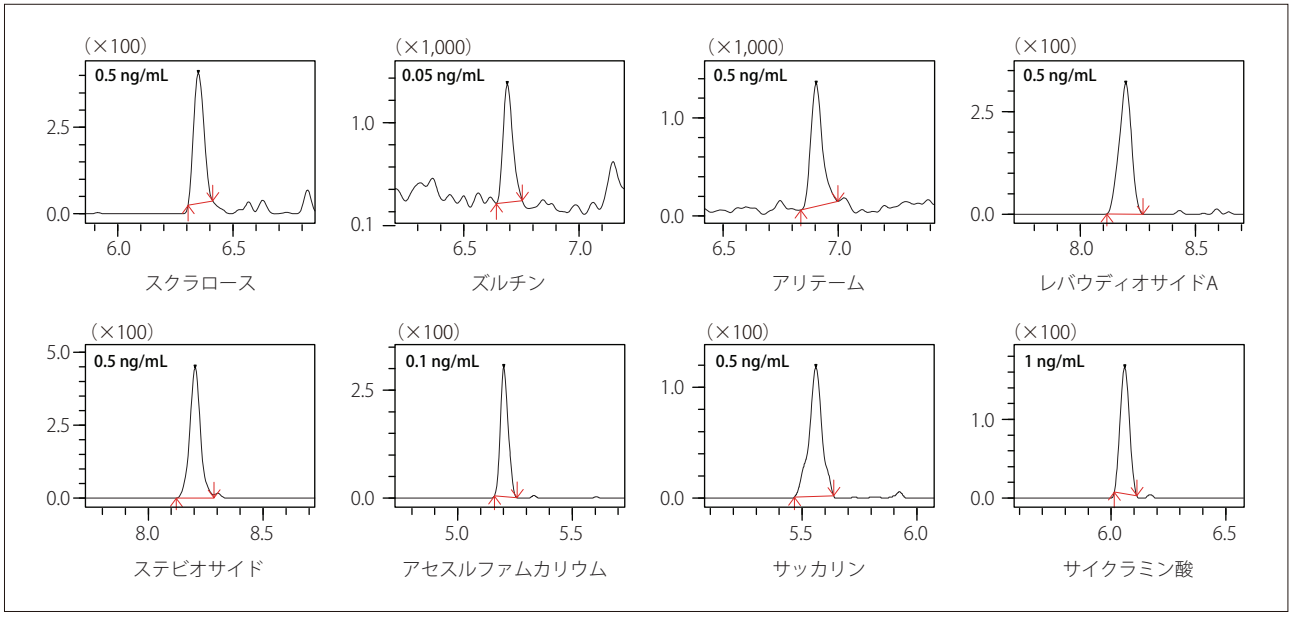

Fig. 1-1　甘味料 16 成分のクロマトグラム
Chromatograms of 16 Sweeteners

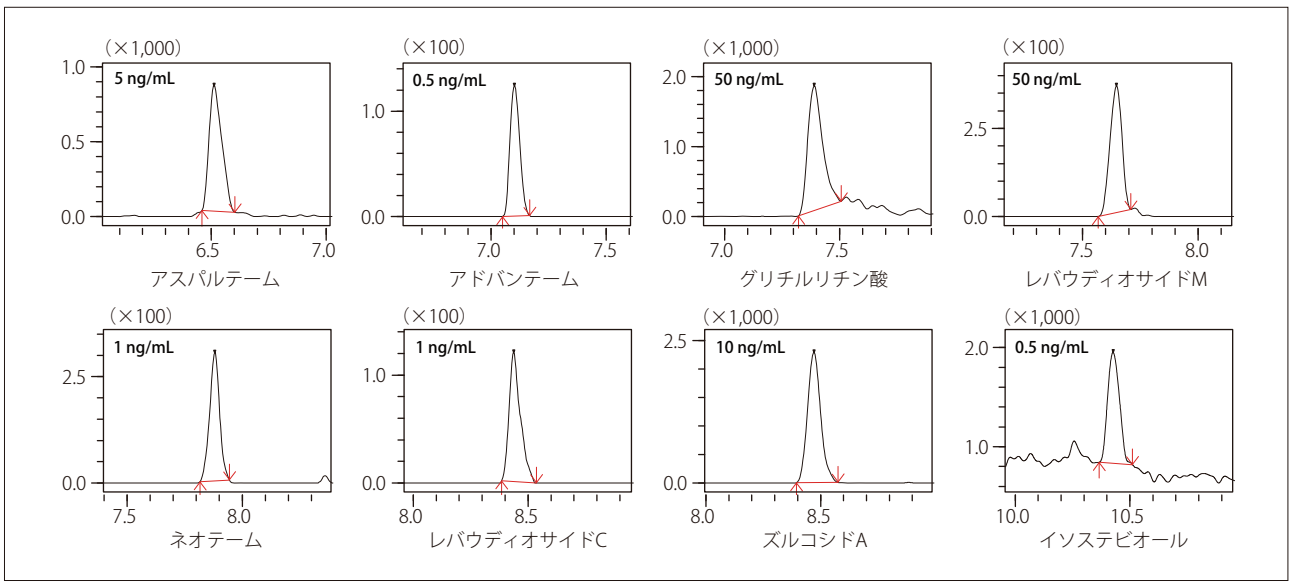

Fig. 1-2　甘味料 16 成分のクロマトグラム（続き）
Chromatograms of 16 Sweeteners

Table 2　甘味料 16 成分の直線性
Linearity of 16 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
スクラロース	+	414.00>199.10	6.36	0.5 - 100	0.999
ズルチン	+	181.20>108.10	6.70	0.05 - 10	0.999
アリテーム	+	332.20>129.00	6.92	0.5 - 100	0.999
レバウディオサイドA	+	984.50>325.10	8.21	0.5 - 100	0.999
ステビオサイド	+	822.00>319.30	8.23	0.5 - 100	0.999
アセスルファムカリウム	−	161.90>82.00	5.23	0.1 - 10	0.999
サッカリン	−	181.90>42.00	5.58	0.5 - 50	0.997
サイクラミン酸	−	178.00>80.00	6.08	1 - 100	0.999
アスパルテーム	−	293.40>261.10	6.53	5 - 100	0.999
アドバンテーム	−	457.30>200.30	7.12	0.5 - 100	0.999
グリチルリチン酸	−	821.20>351.10	7.41	50 - 1000	0.999
レバウディオサイドM	−	1289.60>802.90	7.66	50 - 1000	0.999
ネオテーム	−	377.30>200.00	7.90	1 - 100	0.999
レバウディオサイドC	−	949.50>787.20	8.46	1 - 100	0.999
ズルコシドA	−	787.50>625.20	8.50	10 - 1000	0.999
イソステビオール	−	317.30>317.30	10.46	0.5 - 1000	0.999

■実サンプルにおける回収率

Recoveries from Real World Samples

Fig. 2 に示す手順にて処理した試験溶液に甘味料を添加し，100 倍または 1000 倍に希釈した試料を測定することにより，添加回収率を確認しました。その結果を Table 3 に示します。

甘味料分析の前処理法としては透析法や固相抽出法が一般的ですが，操作が煩雑で手間と時間がかかることが難点です。溶媒抽出法による前処理では特別な器具は必要なく，簡便かつ迅速に処理を行うことが可能です。

Table 3　回収率
Recovery

化合物名	添加濃度	実試料	希釈倍率	回収率（%）
グリチルリチン酸	100 µg/mL	しょうゆ	100	85.20
アセスルファムカリウム	10 µg/mL	粉末清涼飲料（カフェオレ）	1000	81.21
アスパルテーム				104.2
ネオテーム	10 µg/mL	ケチャップ	100	108.5

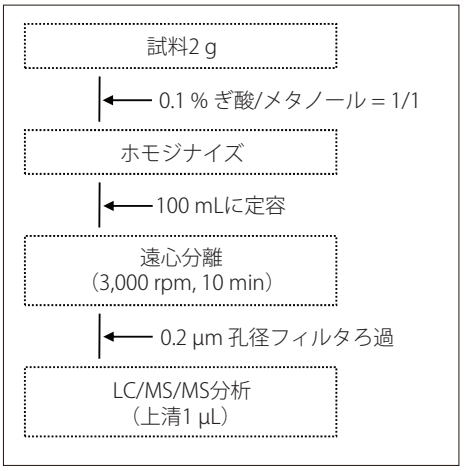

Fig. 2　前処理のワークフロー
Workflow of the Pretreatment

本アプリケーションニュース作成にあたり，一般財団法人日本食品分析センター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5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/solnavi/solnavi.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。