

GC-MSによるスクラロースの簡易迅速分析法の検討

中尾 朱美¹・廣中 博見²Development of Simple and Rapid Method using GC-MS
for the Determination of SucraloseAkemi NAKAO¹, Hiromi HIRONAKA²

Summary

Simple and rapid method using gaschromatography / mass spectrometry (GC-MS) for the determination of sucralose in food was developed. Sample or extracts of sample were derived using of trimethylsilyl (TMS) agent and diluted with ethylacetate. This method could be completed in less than 180 minutes. TMS-Sucralose calibration curve was linear in the concentration range 0.5-10ppm ($R=0.999$). The detection limits was 2ppm. The recoveries of sucralose from juice and ramune were 104% and 96.2% respectively, although from chewing gum was 64%.

Key Words : スクラロース sucralose, GC-MS Gaschromatography / mass spectrometry, トリメチルシリル Trimethylsilyl

I はじめに

ここ数年、消費者の健康志向の高まりによりシュガーレス・低カロリー性甘味料を使用した製品が普及してきた。これは砂糖など従来からの甘味料が肥満、虫歯の原因になるなどの理由から過剰摂取の制限意識が強くなってきたことによる。低カロリー甘味料のうちキシリトール、スクラロース、アセスルファムKは食品添加物として認可され、スクラロース^{1)・2)}とアセスルファムKでは使用基準が設けられた^{3)・4)}。アセスルファムKは当所で行っている保存料、甘味料の同時分析により迅速分析が可能である⁵⁾。スクラロースは平成11年7月に厚生省令第75号で食品添加物として許可され、厚生省告示第167号で使用基準及び成分規格が設けられたため、行政検査を行って使用基準に適合しているか検査を行う必要がある。スクラロースの定量法としてはUVあるいはRI検出器を用いたHPLC^{6)~8)}パルスド・アンペロメトリック・イオンクロマトグラフィー⁹⁾などが報告されているが、検出感度や汎用性が十分ではない。

そこで今回、トリメチルシリル (TMS) を用い誘導体化しGC-MSで分析するという、スクラロースの簡便な分析法について検討し、同時に市販食品で表示と基準に

ついて適合性を調査したので報告する。

II 材料および方法

1 試料

市販食品 (スクラロース表示なしおよびあるもの)

2 試薬

- ・スクラロース標準品：三栄源エフエフアイ製
- ・TMS-Z：Pierce社製
- ・その他の試薬：市販特級を使用した。

3 機器及び運転条件

1) ガスクロマトグラフ

PERKIN ELMER社製, Auto System GasChromatograph

カラム：FFAP(30m × 0.25mm i.d., 0.25 μm)

注入口温度：250℃

検出器温度：150℃

カラム温度：60℃(1min.) → 30℃/min. → 240℃(5min.)

キャリアーガス流量：He 8.0PSI

GC負荷量：3.0 μl

注入方法：スプリットレス

2) GC-MS

PERKIN ELMER社製, Q-Mass 910 Mass Spectrometer

定量および定性はFULL SCANで行った。

1. 福岡市保健環境研究所 理化学課 (現所属：衛生化学部門)

2. 福岡市保健環境研究所 理化学課 (現所属：環境科学部門)

定性用イオン：m/Z=308, 343

定量用：m/Z=308

4 検査方法

液体試料は 5.0g を量り取りエタノールを加えて全量を 50ml としたものを試料溶液とし、そのうち 1ml を GC バイアルに取り、乾固させた後 TMS-Z 試薬 0.2ml を加え封じた。固形試料は 10mg を GC バイアルに量り取り TMS-Z 試薬 0.2ml を加え封じた。軽く振とうした後、60 ~ 70 °C で 2 時間加温した。2-メチル-2-プロパノールを数滴加え、過剰な TMS-Z 試薬と反応させた。標準試薬についても試料と同様な操作を行った。液体試料および固形試料は酢酸エチルで 5ml に定容し、標準試薬は適宜酢酸エチルで希釈した。

III 結果および考察

1 GC-MS によるスクラロースの定量

本法でのスクラロースの直線性を調べた。各濃度とピーク面積の関係を Fig. 1 に示す。定量には m/Z=308 を用いた。スクラロース濃度 0.5 ~ 10ppm の範囲でピーク面積との相関係数は 0.999 であり、良好な直線関係が得られた。また、マススペクトルによる定性確認も良好であったため定量下限値は 2ppm とした。Fig. 2 にスクラロースのマススペクトルを示す。

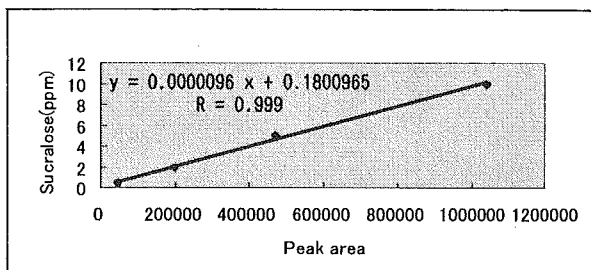


Fig.1. TMS-Sucralose calibration curve

2 スクラロースの回収率の検討

清涼飲料水 5g にスクラロースを 2mg, 錠菓 10mg に同

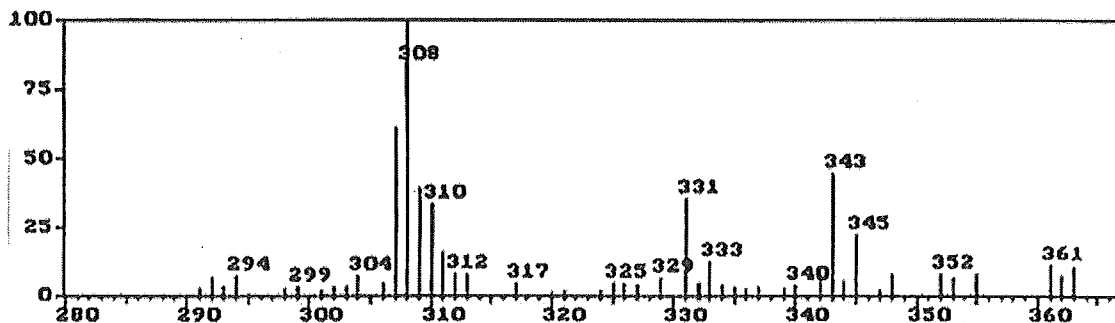


Fig.2. Mass spectrum of TMS-sucralose

18 μ g を添加し回収率を求めた。Table 1 に示すように結果は良好であった。

添加量はいずれも基準値であり、定性・定量ともに基準値の適否を判別することに問題ないと思われる。

同様に、ガム 10mg に 26 μ g 添加したところ、回収率は 64% 程度であった。回収率が低いことは試薬の消費のためとも考えられたため、試薬量を 1ml として試験したが回収率が大きく変わることはなかった。また、チョコレートおよびキャンディーについても同様の添加回収を行ったが、麦芽糖に由来する妨害ピークの影響が大きく、定量することはできなかった。添加量を 10 倍量にした時も同程度の回収率であった。Fig. 3 に標準品および添加回収実験時のサンプルのマススペクトルおよびクロマトグラムを示す。

Table 1. Recoveries of Sucralose from Foods

food	amount added	Recovery%	RSD
beverage	0.4g/Kg	104	11.7
ramune	1.8g/Kg	96	7.7
gum	2.6g/Kg	64	6.2

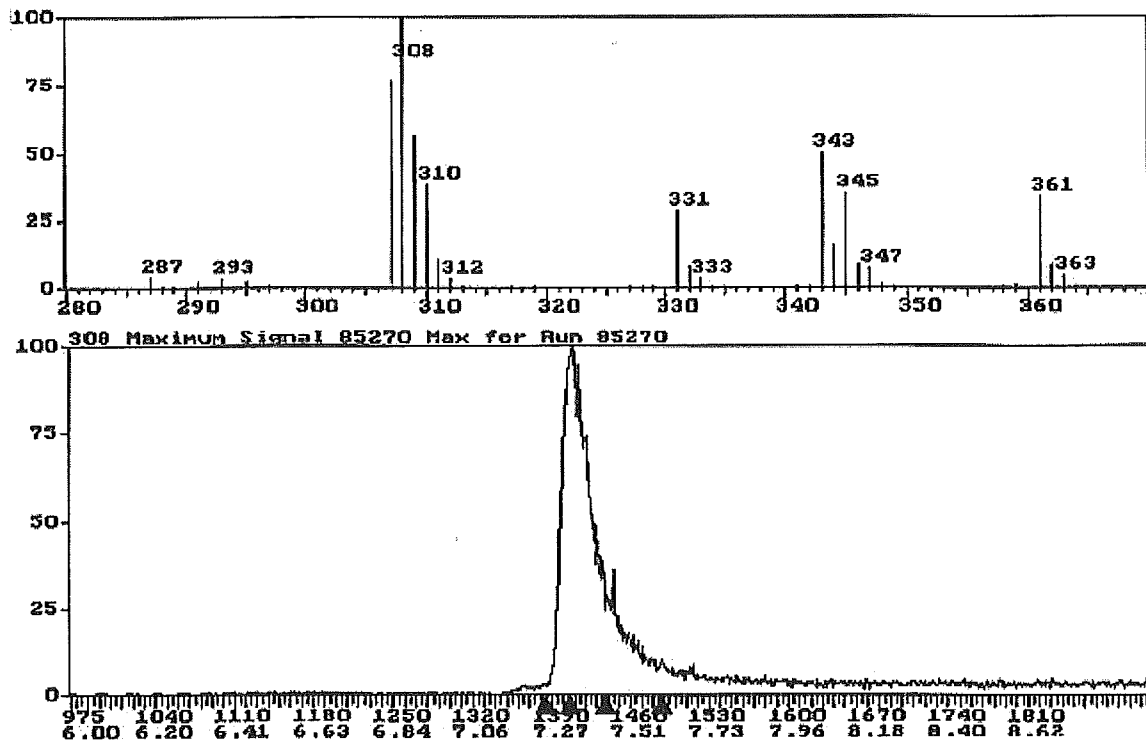
3 使用実態調査

添加回収実験の結果より清涼飲料水および錠菓に関して本法は有効であると思われたため、スクラロース表示のある市販の清涼飲料水 5 件について分析を行った。

Table 2. Results for Determination of Sucralose from Beverage

food	sucralose (g/Kg)
Lactic acid beverage	—
Coffee	—
Calory control beverage 1	—
Calory control beverage 2	0.074
Fruit juice	—

A) TMS-Sucralose standard



B) TMS-Sucralose in Sample

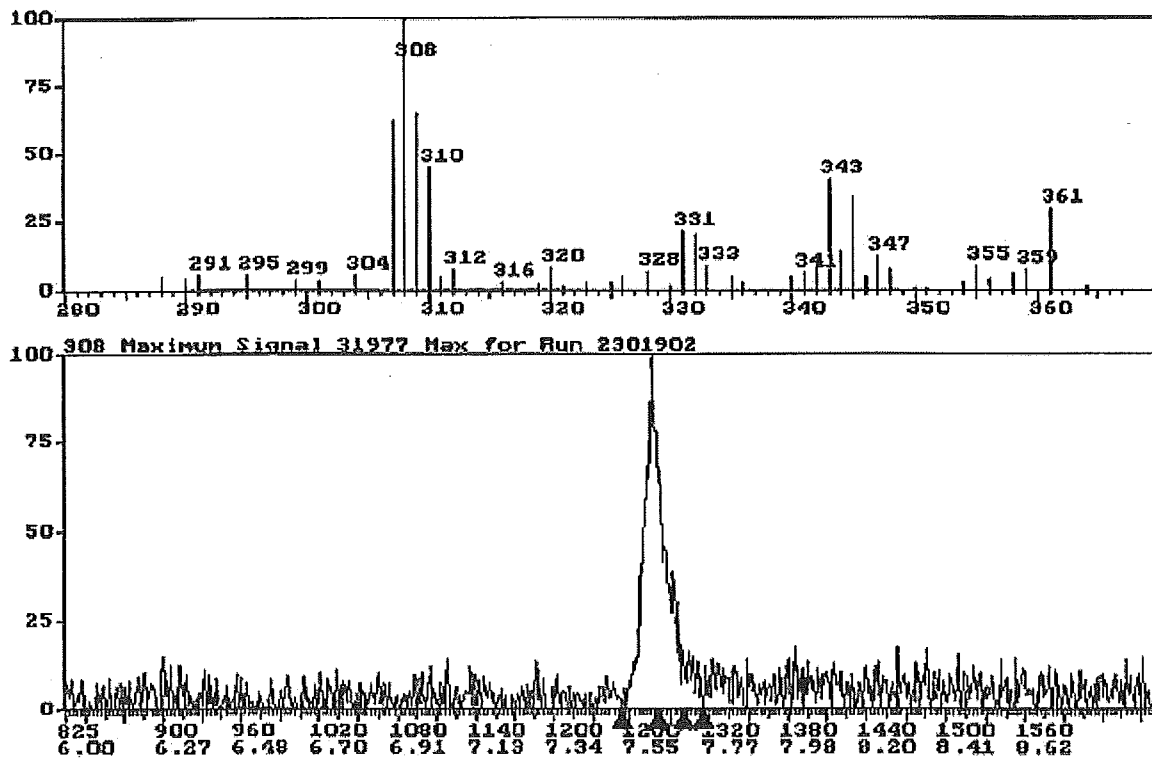


Fig.3. Mass spectrum and Chromatograms of A) TMS-Sucralose standard, B) TMS-Sucralose in Sample

IV まとめ

GC-MS 法によるスクラロースの簡易迅速分析法を検討した。本法による検体の分析所要時間はサンプリングから検出まで約 180 分間と短時間で測定可能であった。直線性については 0.5ppm ~ 10ppm の範囲でピーク面積との相関係数は 0.999 であり、良好な直線関係が得られた。また、マススペクトルも良好であった。

清涼飲料水における添加回収率は 104%、錠菓においては 96% であり、RSD はそれぞれ 11.7, 7.7 であった。

ガムに添加回収したところ回収率は 64%、RSD6.2 であった。チョコレートおよびキャンディーは本法では妨害ピークの影響で定量できなかった。

スクラロース表示のある市販の清涼飲料水について使用実態を調査した結果、1 検体より基準値以内のスクラロースが検出された。

清涼飲料水および錠菓については本法を用いることで簡便かつ迅速にスクラロースを定量することができた。

その他の食品については今後さらなる検討が必要であると思われる。

(謝辞)

本研究に際し、スクラロースの標準品を提供していただきました三栄源エフ・エフ・アイ(株)に深謝いたします

文献

- 1) 平成 11 年 7 月 30 日厚生省令第 75 号
- 2) 平成 11 年 7 月 30 日厚生省告示第 167 号
- 3) 平成 12 年 4 月 25 日厚生省令第 93 号
- 4) 平成 12 年 4 月 25 日厚生省告示第 225 号
- 5) 松井久仁子, 中嶋昌徳: アセスルファム K の迅速分析法の検討, 福岡市保健環境研究所報, 25, 127 ~ 130, 2000
- 6) M. E. QUINLAN and M. R. JENNER: Analysis and Stability of the Sweetener Sucralose in Beverages, J. Food Sci., 55(1), 244 ~ 247, 1990
- 7) 小林千種, 中里光男, 山嶋裕希子, 大野郁子, 河野美幸, 安田和夫: 食品衛生学雑誌, 2, 42, 139 ~ 143, 2001
- 8) 岸 弘子, 川名清子: Deterination of Sucralose in Food by Anion-Exchange Chromatography and Reverse-Phase Chromatography, 食品衛生学雑誌, 2, 42, 133 ~ 138, 2001
- 9) 正田芳郎, 小島次男: 高分解能ガスクロマトグラフィー, 223 ~ 229, (株) 化学同人, 1983