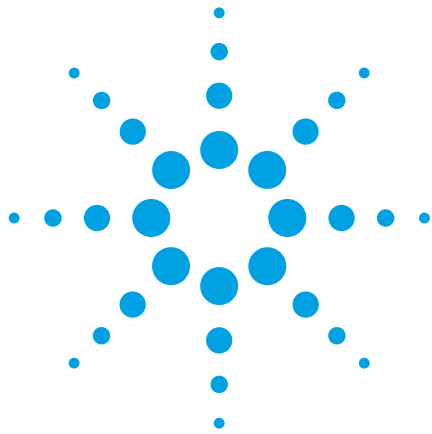




再現性の高いサンプル前処理による 廃水中の合成甘味料の分析

アプリケーションノート

環境

著者

Sabine Junginger
Zweckverband Landeswasserversorgung
89129 Langenau
Germany

Elisabeth Korte
Agilent Technologies GmbH & Co.
Germany

はじめに

合成甘味料は砂糖の代用品であり、天然の糖類の摂取による糖尿病や虫歯の発生に関する消費者の感心が高まるにつれて使用量が増えています。ただし、研究により、一部の人工甘味料によって特定の動物に腫瘍が発生することがわかっています [1]。人の健康に与える潜在的な危険を防ぐために、食品や水に含まれる甘味料の量を管理する必要があります。污水处理プラントは、人工甘味料を廃水から完全には除去しないため、これらの汚染物質が下流の水を汚染し、飲料水に含まれることがあります。例えば、ドイツで分析を行ったすべての表流水で、アセスルファム、サッカリン、チクロ、スクラロースが検出されました [2]。

アジレントの固相抽出 (SPE) を使用して、LC/MS 分析の前に水から甘味料を事前に濃縮します。この例では、高い回収率値と非常に優れた標準偏差で 4 種類の甘味料のルーチン検出を提供する再現性の高い SPE メソッドを確立しました (図 1)。



Agilent Technologies

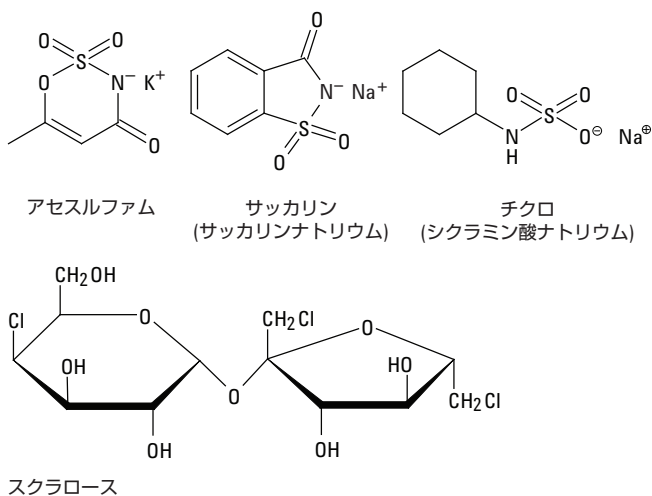


図 1. 人工甘味料の化学構造

実験方法

SPE メソッド

Agilent Bond Elut Plexa (200 mg、6 mL、部品番号 12109206) を使用して水サンプルを抽出しました。このポリマー系 SPE 製品は、分析性能と使いやすさを向上し、極性および中極性化学種を水サンプルから抽出するための優れた充填剤です。水サンプルの事前濃縮には、200 mg の充填剤が充填された SPE カートリッジを採用します。このカートリッジを、3 mL のメタノールに続き、流量 5 mL/min の 3 mL の酸性 HPLC 水 (硫酸、pH 2) でコンディショニングします。水サンプル (100 mL) を、硫酸を使用して pH 2 まで酸性化し、流量 5 mL/min でロードします。水サンプル中のアセスルファム、チクロ、サッカリン、スクラロースの濃度は 1 ppb です。カートリッジからの対象化合物の溶出は、5 mL のメタノールを使用し、流量 2 mL/min で行います。窒素ガスを使用して、ほぼ乾燥状態になるまで溶媒を蒸発させ、1 mL のアセトニトリル : 水 (5:95) に再溶解させます。

LC/MS の条件

カラム	Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C18、4.6 x 50 mm、1.8 µm (部品番号 927975-902)	
移動相 A	水、2 mM 炭酸アンモニウム	
移動相 B	メタノール、2 mM 炭酸アンモニウム	
流量	0.6 mL /min	
グラジエント	時間 (分)	B (%)
	0.0	2
	7.0	75
	9.0	75
	9.1	2
	15.0	2

甘味料	RT (分)	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)
アセスルファム	2.21	162	82
	2.21	162	78
チクロ	3.49	178.2	80
	3.49	178.2	81
サッカリン	2.96	182	42
	2.96	182	106
スクラロース	5.37	395.2	35
	5.37	397	37

結果と考察

表 1 に、注入量 20 µL および 2 µL の 4 種類の甘味料について回収率と RSD を示します。アセスルファム、サッカリン、スクラロースは、20 µL を注入したときに 86 % を超える回収率値を達成しました。非常に極性の高い対象化合物であるシクラミン酸ナトリウム塩では、回収率 74 % で検出することができました。また、スクラロースは 2 µL の注入では検出されませんでした。

表 1. Agilent Bond Elut Plexa を使用した SPE の後、LC/MS/MS で測定した水中甘味料の回収率と RSD 値。甘味料のスパイク濃度は 1 ppb

回収率および RSD (%)				
注入量	アセスルファム	チクロ	サッカリン	スクラロース
20 µL	86	74	91	86
RSD 20 µL	7	5	2	15
2 µL	92	77	92	nd
RSD 2 µL	7	5	2	—

結論

Agilent Bond Elut Plexa SPE を使用し、廃水に含まれる 4 種類の一般的な甘味料について、この吸着剤の濃縮能力を評価しました。使いやすさと高い回収率により、この充填剤は、水質管理を担当するルーチンラボで使用するための優れた選択肢となります。

参考文献

1. Takayama et al. "Long-Term Toxicity and Carcinogenicity Study of Cyclamate in Nonhuman Primates," *Toxicol. Sci.* (2000) 53: 33-39.
2. Scheurer et al. "Analysis and Occurrence of Seven Artificial Sweeteners in German Waste Water and Surface Water and in Soil Aquifer Treatment," *Anal. Bioanal. Chem.* (2009) 394: 1585–1594.

詳細情報

アジレントの製品とサービスの詳細については、アジレントの Web サイト (www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc., 2011
Printed in Japan
July 25, 2011
5990-8248JAJP



Agilent Technologies