

LC-PDA-MS による食品中の 6 種甘味料における迅速な 一斉分析法の検討

(2020 年 1 月 22 日受付)

(2020 年 7 月 10 日受理)

山本純代、田原正一、石井悦子、小林千種

東京都健康安全研究センター

Rapid simultaneous analysis of six sweeteners in foods using LC-PDA-MS

(Received January 22, 2020)

(Accepted July 10, 2020)

Sumiyo Yamamoto, Shoichi Tahara, Etsuko Ishii, Chigusa Kobayashi

Tokyo Metropolitan Institute of Public Health

Abstract

We developed an analytical method for the simultaneous determination of six sweeteners such as saccharin sodium (Sa), acesulfame potassium (AK), aspartame (APM), dulcin (Du), sucralose (SCR) and cyclamic acid (CY) in foods using liquid chromatograph coupled with photo diode array and single mass spectrometric detectors (LC-PDA-MS). This method was based on our previous study concerning determination of Sa, AK, APM, Du in foods using rapid dialysis technique for 1 hour. In this study, the previous condition was also applied to SCR and CY. After the dialysis clean-up, the six sweeteners were separated on a phenyl type HPLC column, and were detected by PDA for Sa, AK and Du, and by MS for SCR, CY and APM. Owing to the effective clean-up and measurement system described above, SCR and CY were successfully determined without any additional treatment such as solid phase extraction for SCR and derivatization for CY those had been required in some conventional method. The analytical time of this method was about a half day for one sample. The recovery test of various foods after spiking six sweeteners at 0.02 g/kg (CY: 0.01 g/kg) were 92.5 to 108.8% and the relative standard deviation ranged from 0.1 to 4.7%.

Keywords : 食品、甘味料、透析法、一斉分析、高速液体クロマトグラフ質量分析計
food, sweetener, dialysis method, simultaneous analysis, LC-MS

I 緒言

食品添加物である甘味料は砂糖の代替品としてだけでなく、う蝕の予防、不快な味のマスキング効果および摂取カロリー低減効果などの機能を持つことから様々な食品に用いられている。近年、消費者の健康・ダイエット志向の高まりから、甘味料を使用する食品の種類は増加している。このような状況の下、国内に流通する食品は、甘味料の使用において食品衛生法の使用基準および食品表示法における表示基準を遵守しなければならないため、検査機関における検査のニーズが高まっている。

検査機関では多数の検体に対応するために、迅速かつ簡便な分析法が求められている。現在、食品中の甘味料の前処理には透析法が用いられ、食品衛生検査指針におけ

る、サッカリンナトリウム (Saccharin sodium, Sa)、アセスルファムカリウム (Acesulfame potassium, AK)、アスパルテーム (Aspartame, APM) の透析時間は 24 時間以上とされている^{1,2)}。そのため、食品衛生検査指針では、透析に時間を要する点やそれぞれの HPLC 条件が異なる点で課題を有している。さらに、使用頻度が高まっているスクラロース (Sucralose, SCR) の分析には固相抽出が用いられ、指定外添加物であるサイクラミン酸 (Cyclamic acid, CY) の分析法は熱水抽出後に誘導体化反応を行う必要がある^{3,4)}。このように、同時に分析評価が望まれる甘味料について異なる前処理を行い、それぞれに測定を実施しているのでは非常に効率が悪い。著者らはすでに食品中の Sa, AK, APM および Du の 4 種について、透析処理に要する時間が 1 時間という迅速な透析法 (前報) を確立している⁵⁾。その一方で、SCR およ