—原著—

食器用洗剤混入事件のための界面活性剤抽出法

安達美和*¹, 高橋知行*²北海道警察旭川方面本部鑑識課科学捜査研究室*¹北海道警察本部刑事部科学捜査研究所*²〒078-8511 旭川市 1 条通25丁目*¹〒060-8520 札幌市中央区北 2 条西 7 丁目*²**Simultaneous Extraction of Surfactants for Product Tampering Case
involving Dishwashing Detergents**Yoshikazu Adachi*¹ and Tomoyuki Takahashi*²*Forensic Science Laboratory, Hokkaido Police Asahikawa Headquarters*¹**1-Jyo St., 25-Chome, Asahikawa 078-8511, Japan*¹**Forensic Science Laboratory, Hokkaido Police Headquarters*²**Kita2, Nishi7, Chuoh-ku, Sapporo 060-8520, Japan*²**(Received 14 October 2005; accepted 4 August 2006)*

In the case of food adulteration or suicidal swallowing using dishwashing detergents, several extraction methods were evaluated to extract anionic, nonionic and amphoteric surfactants. Six extraction procedures: diatomaceous earth (ChemElut/chloroform or ethyl acetate), ion-pair liquid-liquid extraction (with methylene blue/chloroform), mixed-mode solid-phase extraction (SPEC PLUS DAU, C₁₈ plus cation exchanger), C₁₈-based solid-phase extraction (Sep-Pak Plus C₁₈) and polymer-based reverse phase extraction (Oasis HLB) were tested. Eleven surfactants: fatty acid alkanolamide (AA), alkyl ether sulfate (AES), alkylglycoside (AG), alkylamine oxide (AO), alpha-olefin sulfonate (AOS-C=C), hydroxy-alkane sulfonate (AOS-OH), alkylamide propylbetaine (APB), fatty acid (FAT), alkyl-hydroxysulfobetaine (HSB), alkylbenzenesulfonate (LAS), and polyoxyethylene alkyl ether (POE), were extracted from spiked water and highest recoveries (91% for AES to 101% for AO) were obtained with Oasis HLB. On the assumption of food adulteration or stomach contents analysis, soy bean paste “miso” soup, yogurt and curry were spiked with dishwashing detergents and extracted using Oasis HLB. Extraction recoveries from these spiked foods were decreased (1% for LAS and FAT from yogurt to 78% for AO from curry) compared to extraction from spiked water. Except extraction of FAT from miso soup, protein precipitation by ethanol prior to Oasis HLB extraction was effective to improve extraction recoveries (67% for AA from yogurt to 101% for AA from miso soup).

Key words: Product tampering, Dishwashing detergent, Extraction recovery, LC-MS.

緒 言

食器用洗剤は食品への異物混入や自殺企図による嚥下など、法化学の分析対象となることが多い日用化学製品である。我々は一般家庭向けに市販されている食器用洗剤63点を入手して高速液体クロマトグラフィー/質量分析 (LC/MS) で分析し、製品に含まれる界面活性剤の同定と製品間の異同識別を1回の試料注入で行う方法を既に報告した¹⁾。

LC/MS による界面活性剤の分析は洗剤製品を1000倍に希釈したものでも可能なほど高感度であるため、食品に混入された場合でも試料によっては希釈とろ過だけで分析に供することが可能な場合も考えられる。しかし洗剤濃度や試料マトリクスによって界面活性剤の抽出が必要となった場合、応用できる知見は少ない。

界面活性剤の抽出法についての報告の大半は環境分析を主眼としたものであるため、試料マトリクスは自然水や土砂、スラッジであり、食品や胃内容物などの法化学的試料から抽出する場合についての報告は少なく、Nishikawa らによる報告²⁾で言及されているのみである。

また、分析対象となる界面活性剤も内分泌かく乱物質の疑いが指摘されるアルキルベンゼン・アルキルフェノール系界面活性剤に報告が集中している³⁻⁵⁾ため、それ以外の界面活性剤が多用されている食器用洗剤の抽出への適用は困難である。

食器用洗剤の異同識別においては界面活性剤の種類とその量比が重要な指標となる¹⁾。界面活性剤ごとに高回収率の手法を組み合わせる抽出・定量を行うことでもこれらの指標が得られるが、作業は煩雑となるため、一斉抽出法の開発が望まれる。

法化学的試料の場合、食品に混入されたり嚥下される洗剤の量は数 mL～数10 mL が予想され、ppm から ppb レベルの環境試料の分析などに比べてはるかに界面活性剤濃度の高い例が多いと考えられる。一般に抽出法の開発では抽出率の高さを優先するが、抽出率が低くても各界面活性剤の量比を保ったまま抽出できれば LC/MS の高感度分析でおぎな

える。

したがって、法化学試料からの界面活性剤抽出法の選定にあたっては、一斉抽出できることと各界面活性剤間の量比を保つため回収率にばらつきの少ないことが要求される。

本研究では食器用洗剤に使用される代表的な界面活性剤¹⁾11種：脂肪酸アルカノールアミド (AA), アルキルエーテル硫酸エステルナトリウム (AES), アルキルグリコシド (AG), アルキルアミンオキシド (AO), アルファオレフィンスルホン酸ナトリウム (アルファオレフィン型 AOS-C=C とヒドロキシ型 AOS-OH の2種), アルキルアミドプロピルベタイン (APB), 脂肪酸カリウム (FAT), アルキルヒドロキシスルホベタイン (HSB), 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム (LAS), ポリオキシエチレンアルキルエーテル (POE) を選択した。また、抽出法については(1)薬毒物の一般的な抽出法として液々抽出法, (2)陰イオン界面活性剤の試験法にも利用されているイオンペア抽出法, (3)現在の薬毒物抽出法の主流である固相抽出法 3 種を選択した。

これらの抽出法を用いて界面活性剤11種について添加回収実験による抽出率の比較を行い、法化学試料からの界面活性剤の LC/MS 分析に適した抽出法を検討したので報告する。

材料および方法

1 試料および試薬

食器用洗剤のファミリーコンパクト (花王, 界面活性剤41%), チャーミー V (ライオン, 界面活性剤40%), なの花台所石けん (ミヨシ石鹸, 界面活性剤28%), ビューフレッシュ (カネヨ石鹸, 界面活性剤18%), ヤシノミ PowerMini (サラヤ, 界面活性剤45%), 添加回収実験用の食品として即席味噌汁 (あさり風味生味噌タイプ, マルコメ), ヨーグルト (明治ブルガリアヨーグルト LB81 低糖タイプ, 明治乳業), レトルトカレー (ククレカレー甘口, ハウス食品工業) はそれぞれ小売店から購入し

た。

SPEC PLUS DAU (3 mL 用, Ansys Diagnostic, INC.) は三和通商 (東京都港区芝浦), Sep-Pak Plus C₁₈ と Oasis HLB (60 mg, 3 mL 用) は Waters Corp. (Milford MA, U.S.A.), 珪藻土カラム (ChemElut 5 mL 用) は Varian Inc. (Palo Alto CA, U.S.A.) から購入した。

メタノールは高速液体クロマトグラフィー用, 他の試薬はすべて分析用特級品を用いた。純水は Milli-Q SP ICP-MS (Millipore Corp., Billerica MA, U.S.A.) により製造したものを用いた。メンブランフィルターは DISMIC-13HP (PTFE, 孔径0.45 μ m, Millipore Corp.) を用いた。

2 洗剤標準液の調製

食器用洗剤のファミリーコンパクトを 1 g/L となるように純水で希釈したものを洗剤標準液 A とした。ファミリーコンパクトは AO, AES, AG, HSB および POE を含有するためこれら 5 種の界面活性剤の抽出率算出に用いた。

食器用洗剤のチャーミー V を 1 g/L となるように純水で希釈したものを洗剤標準液 B とした。チャーミー V は AO, AES, AA および AOS を含有しており, 本標準液 B を AA と AOS の抽出率算出に用いた。

APB, FAT および LAS の抽出率算出においては一つの食器用洗剤でこれらの 3 成分を含有するものが入手できなかったため, より少ない実験回数で回収率を求めるために 3 種の食器用洗剤を混合したものを希釈して抽出用標準液とした。すなわち, 食器用洗剤のビューフレッシュ, なの花台所石けん, ヤシノミ PowerMini の各々 1 g を同一のメスフラスコにとり, 純水で 1 L にメスアップしたものを洗剤標準液 C とした。なお, ビューフレッシュは LAS, なの花台所石けんは FAT, ヤシノミ PowerMini は APB と POE を含有する。

3 LC/MS

3.1 分析条件

液体クロマトグラフィー装置は Alliance 2690 型高速液体クロマトグラフ (Waters Corp.) を用いた。カラムは Symmetry C₁₈ (2.1 mm i.d. $\times$ 150 mm, 粒子径 3.5 μ m, Waters Corp.), カラム温度 30°C とし

た。移動相は溶離液 A: 10 mM 酢酸アンモニウム, 溶離液 B: メタノールとし, グラジエント条件は溶離液 B 65% から 95% まで 1.5%/min の直線グラジエント後, 10 min 保持した。流速は 0.2 mL/min とし, 試料はオートサンプラーを用いて 10 μ L を注入した。

質量分析装置は ZMD 型質量検出器 (micromass Ltd., Wythenshawe, U.K.) を用いた。イオン化法はエレクトロスプレーイオン化法, 質量分析条件はコーン電圧; +20 V (ポジティブモード) および -20 V (ネガティブモード) 条件下, 各々 m/z 100 から 900 の範囲をスキャン (1 sec/scan, スキャン間隔 0.1 sec) とした。サンプルコーン温度は 120°C, キャピラリー電圧は 3.5 kV, 脱溶媒ガス (N₂) 条件は温度 400°C, 流量 400 L/h とした。

装置の制御とデータの取得・解析はすべて Mass-Lynx (Ver.3.4, micromass Ltd.) で行った。

3.2 回収率の算出

各法で得られた抽出物について純水を用いてそれぞれ抽出前の洗剤標準液と同量の溶液として LC/MS で分析した。洗剤標準液の分析結果から得られた各界面活性剤のピーク面積値を 100% として抽出法ごとの回収率 (%) を求めた。各界面活性剤の回収率算出に用いた m/z と溶出時間は以下のとおりである。ポジティブモード: AA (m/z 316, 20.5 min), AG (m/z 366, 17.9 min), AO (m/z 230, 16.6 min), APB (m/z 343, 13.8 min), HSB (m/z 352, 11.3 min), POE (m/z 601, 23.1 min), ネガティブモード: AES (m/z 353, 15.8 min), AOS-C=C (m/z 275, 15.8 min), AOS-OH (m/z 293, 11.9 min), FAT (m/z 227, 19.2 min), LAS (m/z 325, 17.7 min)。

4 抽出および添加回収実験

4.1 抽出法の検討

抽出法の比較は以下の 5 条件で行った。それぞれの抽出法で得られた溶出液はすべて窒素気流下 60°C で蒸発乾固させ, 残渣を純水に溶解して抽出前の洗剤標準液と同量の溶液とした後, メンブランフィルターでろ過したものを分析用試料とした。抽出はすべて自然落下で行い, 食品からの添加回収実験では流速が遅い場合にのみシリンジによる加圧を適宜行った。

4.1.1 珪藻土カラムによる抽出

洗剤標準液 5 mL を珪藻土カラムに添加して10分静置した後、有機溶剤 8 mL で抽出する操作を 2 回繰り返した。有機溶剤はクロロホルムと酢酸エチルの 2 種類について検討した。

4.1.2 Sep-Pak Plus C₁₈ による抽出

メタノール 5 mL と純水 10 mL を順次通じてコンディショニングした Sep-Pak Plus C₁₈ カートリッジ（ガラスシリンジをリザーバとして使用）に洗剤標準液 5 mL を通じて界面活性剤を吸着させた。カートリッジに水 2 mL を通じて洗浄した後、メタノール 5 mL で溶出した。

4.1.3 SPEC PLUS DAU による抽出

メタノール 1 mL と純水 1 mL を順次通じてコンディショニングした SPEC PLUS DAU カートリッジに洗剤標準液 2 mL を通じて界面活性剤を吸着させた。カートリッジに水 1 mL を通じて洗浄した後、メタノール 2 mL で溶出した。

4.1.4 Oasis HLB による抽出

メタノール 1 mL と純水 1 mL を順次通じてコンディショニングした Oasis HLB カートリッジ（60 mg, 3 mL 用）に洗剤標準液 2 mL を通じて界面活性剤を吸着させた。カートリッジに水 1 mL を通じて洗浄した後、メタノール 2 mL で溶出した。

4.1.5 イオンペア抽出

約 250 mL の水に濃硫酸 6 g を加えて放冷した後メチレンブルー 0.015 g を溶解し、500 mL 定容としたものをメチレンブルー試液とした。洗剤標準液 2 mL にメチレンブルー試液を加え、有機相にメチレンブルーが抽出されなくなるまでクロロホルムで繰り返し抽出した。

4.2 食品への添加回収実験

4.2.1 遠心分離後上清を分析

生味噌タイプの即席味噌汁 21 g に 160 mL の温水（水道水を 1 度沸騰させたもの）を加えてよく攪拌し、味噌汁を調製した。この味噌汁 3 mL、ヨーグルト 1 g またはカレー 1 g に対して洗剤標準液 A～C の各々を 3 mL ずつ添加して攪拌した後、遠心分離した上清を上記のとおり Oasis HLB で抽出した。

4.2.2 除タンパクし、遠心分離後上清を分析

上記同様に洗剤標準液 3 mL を添加した食品 3 種のそれぞれにエタノール 20 mL を加えてよく攪拌した後、遠心分離した上清を湯浴で乾固した。乾固した残渣を純水 5 mL に溶解し、Oasis HLB に吸着させた後メタノール 2 mL で溶出した。

結果と考察

1 抽出法の比較

水からの抽出率の結果を Table 1 に示した。珪藻土カラムによる抽出では生体試料からの薬物抽出に汎用されるクロロホルムと酢酸エチルについて検討した。この 2 種の有機溶剤いずれも平均抽出率は低く、ほとんど抽出されない界面活性剤があるなど、界面活性剤間のばらつきも大きい。本研究の目的としては不適であった。

陰イオン界面活性剤の予試験・定量法であるメチレンブルー/クロロホルムによるイオンペア抽出法は珪藻土カラムによるクロロホルム抽出に比べて陰イオン界面活性剤（AES, FAT, LAS, AOS）と APB で抽出率が向上したが、HSB の抽出率はほとんど向上せず、AA の抽出率は逆に低下した。結果に改善はみられたものの、イオンペア抽出法も本研究の目的には不十分と判断した。

固相抽出 3 法はいずれも界面活性剤ごとの回収率のばらつきが少なく、平均回収率も 90% 以上の良好な結果を示した。Nishikawa らは Mix-mode 型の固相抽出材を使用した場合に POE の回収率が低下することを報告し、抽出材への強い吸着が原因と考察している²⁾。今回用いた Mix-mode 型固相抽出材は Nishikawa らの検討した製品とは異なり、POE についても十分な回収率が得られた。リザーバを別途用意しなければならない Sep-Pak Plus C₁₈ よりも本体がリザーバを兼ねる構造の SPEC PLUS DAU や Oasis HLB の方が操作が簡便である。界面活性剤間の回収率のばらつきが最も少ない Oasis HLB が本研究の界面活性剤の抽出に適していると判断して以下の添加回収実験に用いた。

2 添加回収実験

実験結果の一例としてヨーグルトに洗剤標準液 A（ファミリーコンパクト）を添加回収し LC/MS

Table 1 Extraction Recoveries of Surfactants from Spiked Water Samples with Various Extraction Methods.
(%, mean $\pm$ S.D., n = 3)

Surfactants	diatomaceous earth /chloroform	diatomaceous earth /ethylacetate	ionpair extraction ^{l)}	SPEC PLUS DAU /methanol	Sep-PakC ₁₈ /methanol	OasisHLB /methanol
nonionic						
AA ^{a)}	62 ($\pm$ 4)	86 ($\pm$ 2)	6 ($\pm$ 1)	93 ($\pm$ 7)	86 ($\pm$ 3)	96 ($\pm$ 9)
AG ^{b)}	117 ($\pm$ 15)	80 ($\pm$ 16)	90 ($\pm$ 12)	101 ($\pm$ 6)	101 ($\pm$ 9)	92 ($\pm$ 3)
AO ^{c)}	97 ($\pm$ 2)	85 ($\pm$ 1)	96 ($\pm$ 6)	93 ($\pm$ 0)	89 ($\pm$ 4)	101 ($\pm$ 5)
POE ^{d)}	100 ($\pm$ 4)	57 ($\pm$ 1)	93 ($\pm$ 8)	103 ($\pm$ 1)	103 ($\pm$ 1)	99 ($\pm$ 5)
anionic						
AES ^{e)}	13 ($\pm$ 1)	80 ($\pm$ 2)	84 ($\pm$ 15)	101 ($\pm$ 1)	95 ($\pm$ 3)	91 ($\pm$ 16)
AOS-C=C ^{f)}	6 ($\pm$ 0)	61 ($\pm$ 4)	6 ($\pm$ 1)	99 ($\pm$ 2)	93 ($\pm$ 1)	98 ($\pm$ 4)
AOS-OH ^{g)}	0 ($\pm$ 0)	9 ($\pm$ 0)	4 ($\pm$ 0)	84 ($\pm$ 4)	98 ($\pm$ 7)	104 ($\pm$ 3)
FAT ^{h)}	39 ($\pm$ 3)	55 ($\pm$ 2)	91 ($\pm$ 14)	97 ($\pm$ 3)	95 ($\pm$ 4)	99 ($\pm$ 7)
LAS ⁱ⁾	0 ($\pm$ 0)	79 ($\pm$ 5)	68 ($\pm$ 12)	99 ($\pm$ 4)	89 ($\pm$ 8)	95 ($\pm$ 12)
amphoteric						
APB ^{j)}	4 ($\pm$ 0)	54 ($\pm$ 1)	66 ($\pm$ 7)	98 ($\pm$ 2)	93 ($\pm$ 5)	100 ($\pm$ 10)
HSB ^{k)}	9 ($\pm$ 1)	68 ($\pm$ 2)	15 ($\pm$ 4)	97 ($\pm$ 3)	95 ($\pm$ 1)	97 ($\pm$ 5)

a) fatty acid alkanolamide, b) alkylglycoside, c) alkylamine oxide, d) polyoxyethylene alkyl ether, e) alkyl ether sulfate, f) α -olefin sulfonate (alkene sulfonate), g) α -olefin sulfonate (hydroxy-alkane sulfonate), h) fatty acid, i) alkylbenzenesulfonate, j) alkylamide propylbetaine, k) alkylhydroxysulfobetaine, l) methyleneblue as ionpair reagent and liquid-liquid extraction with chloroform.

Fig. 1 Effect of protein precipitation for recoveries of dishwashing detergents from spiked yogurt using Oasis HLB. (a) Total ion chromatogram (TIC) of control dishwashing detergents diluted with pure water. (b) TIC of dishwashing detergents extracted by Oasis HLB without protein precipitation. (c) TIC of dishwashing detergents extracted by Oasis HLB after protein precipitation by ethanol.

Table 2 Effect of Protein Precipitation for Extraction Recoveries of Surfactants from Spiked Food Samples.
Recovery (% , mean $\pm$ S.D., n = 3)

Surfactants	Soy Bean Paste “Miso” Soup		Yogurt		Curry	
	without Protein Precipitation	after Protein Precipitation	without Protein Precipitation	after Protein Precipitation	without Protein Precipitation	after Protein Precipitation
nonionic						
AA ^{a)}	34 ($\pm$ 4)	101 ($\pm$ 6)	8 ($\pm$ 5)	67 ($\pm$ 8)	27 ($\pm$ 2)	73 ($\pm$ 8)
AG ^{b)}	51 ($\pm$ 3)	86 ($\pm$ 9)	42 ($\pm$ 1)	98 ($\pm$ 2)	41 ($\pm$ 1)	92 ($\pm$ 9)
AO ^{c)}	74 ($\pm$ 1)	85 ($\pm$ 2)	69 ($\pm$ 4)	95 ($\pm$ 1)	78 ($\pm$ 1)	93 ($\pm$ 4)
POE ^{d)}	58 ($\pm$ 1)	80 ($\pm$ 7)	71 ($\pm$ 2)	90 ($\pm$ 3)	61 ($\pm$ 3)	86 ($\pm$ 7)
anionic						
AES ^{e)}	36 ($\pm$ 2)	77 ($\pm$ 5)	6 ($\pm$ 12)	83 ($\pm$ 3)	29 ($\pm$ 1)	81 ($\pm$ 8)
AOS-C=C ^{f)}	27 ($\pm$ 3)	68 ($\pm$ 8)	3 ($\pm$ 4)	83 ($\pm$ 3)	31 ($\pm$ 2)	79 ($\pm$ 11)
AOS-OH ^{g)}	44 ($\pm$ 5)	79 ($\pm$ 10)	11 ($\pm$ 3)	94 ($\pm$ 3)	38 ($\pm$ 3)	85 ($\pm$ 13)
FAT ^{h)}	49 ($\pm$ 2)	44 ($\pm$ 5)	1 ($\pm$ 10)	97 ($\pm$ 8)	32 ($\pm$ 3)	80 ($\pm$ 6)
LAS ⁱ⁾	42 ($\pm$ 1)	75 ($\pm$ 5)	1 ($\pm$ 24)	86 ($\pm$ 8)	50 ($\pm$ 2)	97 ($\pm$ 10)
amphoteric						
APB ^{j)}	70 ($\pm$ 4)	81 ($\pm$ 7)	61 ($\pm$ 3)	78 ($\pm$ 6)	67 ($\pm$ 5)	89 ($\pm$ 8)
HSB ^{k)}	74 ($\pm$ 1)	81 ($\pm$ 6)	72 ($\pm$ 2)	91 ($\pm$ 2)	65 ($\pm$ 1)	91 ($\pm$ 3)

a)-k); same annotations as Table 1.

で分析した結果を Fig. 1 に示した。

食品 3 種への添加回収実験の結果を Table 2 に示した。いずれの結果も遠心上清をそのまま Oasis HLB で抽出した場合、純水から抽出する実験と比較して回収率が大きく低下した。

即席味噌汁とヨーグルトをそれぞれ純水で希釈した遠心上清をあらかじめ調製し、そこに洗剤を添加回収した実験では、いずれの試料も純水からの回収率と遜色ない結果が得られた（データは添付しない）。

したがって遠心分離の時に生じる沈殿に界面活性剤が吸着して共沈することで回収率の大きな低下をもたらしたものと考えられる。特に食品中の難溶性タンパク質への吸着が考えられるため、この吸着を抑える条件について検討した。

タンパクへの吸着を抑制して回収率を向上させる手法は医薬品の血中濃度測定で様々な検討が加えられており⁶⁾、希釈や除タンパクによる方法が用いられている。希釈法は固相抽出に供する試料量の増加を伴うため除タンパク法を検討した。除タンパク法には酸を用いる方法・塩を用いる方法・有機溶剤を用いる方法等⁶⁾がある。

日本工業規格の界面活性剤試験法⁷⁾ではエタノー

ル可溶分から尿素と石油エーテル可溶分を差し引いた結果を界面活性剤の定量値と定めていることから、除タンパクに用いる有機溶剤はエタノールを選択した。

エタノールで除タンパク処理した試料を Oasis HLB で抽出した結果は Table 2 に示すとおり、味噌汁に添加した FAT の場合を除いて多くの界面活性剤で大幅に回収率が向上した。すでに報告のとおり、FAT を使用している食器用洗剤は 63 製品中 4 製品であり、そのうち 3 製品は FAT 単独使用である¹⁾ため、回収率が 50% 弱であっても実務上の影響は少ない。

したがって、食品への異物混入や胃内容物の分析では試料を水で 10 倍程度に希釈し、エタノールで除タンパクを行い、遠心上清を乾固したものを純水 5 mL に溶解し、Oasis HLB に吸着させ、メタノールで溶出させる手法が適していると判断された。遠心分離をしてもほとんど沈殿の生じないコーヒーや茶等が試料の場合にはエタノールによる除タンパク処理を省略することが可能である。

本抽出法によって塩濃度の高い液体試料（味噌汁）、胃内容物類似試料（ヨーグルト）、試料マトリクスが最も複雑なものの代表例（カレー）のいずれ

においても食器用洗剤に用いられる界面活性剤の簡便な一斉抽出が達成できた。

結 語

法化学的試料から食器用洗剤の界面活性剤を分析するための抽出法の比較と添加回収実験を LC/MS で行った。食器用洗剤には陰イオン・非イオン・両性の 3 種の界面活性剤が用いられているため液々抽出法ではすべてを同程度の回収率で抽出することは困難であった。検討した固相抽出法 3 法はいずれも良好な回収率を示した。中でも Oasis HLB は回収率のばらつきが小さく、固相カートリッジ本体がリザーバー機能を有する形状であるため、利用しやすい製品である。

食品への異物混入や胃内容物の分析では、試料を水で 10 倍程度に希釈した後エタノールで除タンパクを行い、遠心上清を乾固したものを水に溶解して Oasis HLB で抽出し、メタノールで溶出させる手法が適していると判断された。

文 献

- 1) 安達美和, 高橋知行: 高速液体クロマトグラフィー-質量分析による食器用洗剤の異同識別, 法科学技術, **10**(2), 99-109 (2005).
- 2) Nishikawa, M., Katagi, M., Miki, A. and Tsuchihashi, H.: Forensic Toxicological Determination of Surfactant by Liquid Chromatography/Electrospray Ionization Mass Spectrometry and Liquid Chromatography/Electrospray Ionization Tandem Mass Spectrometry. *J. Health Sci.*, **49**, 138-148 (2003).
- 3) Takino, M., Daishima, S. and Yamaguchi, K.: Determination of nonylphenol ethoxylate oligomers by liquid chromatography -electrospray mass spectrometry in river water and non-ionic surfactants. *J. Chromatogr. A*, **904**, 65-72 (2000).
- 4) Ferguson, P. L., Iden, C. R. and Brownawell, B. J.: Analysis of nonylphenol and nonylphenol ethoxylates in environmental samples by mixed-mode high-performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry. *J. Chromatogr. A*, **938**, 79-91 (2001).
- 5) 日本水環境学会[水環境と洗剤研究委員会]編: 非イオン界面活性剤と水環境, 技報堂出版, pp. 137-187 (2000).
- 6) McDowall, R. D.: Sample preparation for biomedical analysis. *J. Chromatogr.*, **492**, 3-58 (1989).
- 7) 日本工業規格 合成洗剤試験方法 JISK3362-1998.