

ユーザーベネフィット

- ◆ 広い検量線範囲を作成することで希釈再分析を減らし分析時間の工数削減
- ◆ ベースイオンに対する相対イオン比を設定することで解析時間の工数削減

■はじめに

国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構と島津製作所は「食」の機能性成分解析を目的とした共同研究により農産物や食品に含まれる機能性成分の簡便で迅速かつ正確な分析手法の開発を行っています。



本報では大麦中の6種類の高級アルコールと3種類のフィトステロールを測定対象とした分析手法を検討し48サンプルを定量した結果を報告します。

表1 装置構成

GC-MS	: GCMS-QP2020 NX
オートインジェクタ	: AOC-20i Plus
オートサンブラ	: AOC-20s Plus
分析カラム	: SH-Rxi™-5Sil MS (15m × 0.25 mm I.D., df = 0.25 μm)
ガードカラム	: Rxi guard column (5m × 0.25 mm I.D.) P/N : 10029
ガラスインサート	: Topaz 3.5 mm ID Single Taper inlet Liner w/ Wool P/N : 23336, Restek Corp.

表2 分析条件

GC	
気化室温度	: 270 °C
注入モード	: スプリットレス (高圧注入 200 kPa, 1.1分)
サンプリング時間	: 1分
キャリアガス	: ヘリウム
制御モード	: 線速度一定 (77.3 cm/秒)
カラムオープン温度	: 200 °C (1分) → (25 °C/分) → 250 °C → (15 °C/分) → 320 °C (1分) 合計 8.67分
パージ流量	: 3 mL/分
試料注入量	: 2 μL
MS	
イオン源温度	: 230 °C
インターフェイス温度	: 270 °C
測定モード	: Simultaneous Scan/SIM (FAAST)
Scan質量範囲 (m/z)	: 35-600 (Scan速度 10000 μ/秒)
SIMモニターイオン (m/z)	: 図2参照

■試料の前処理

前処理のワークフローを図1に示します。

試料を秤量後、10 mLの1M NaOH(aq) : MeOHを用いて60 °Cで1時間保温することでけん化しました。液液抽出は10 mLのHexanes (富士フィルム和光純薬株式会社 P/N : 110-54-3) で行いました。

TMS誘導体化はTri-Sil HTP (HDMS : TMCS : ピリジン) (Thermo Scientific P/N : TS-48999) を用いて一時間60 °Cで加温振とうしました。

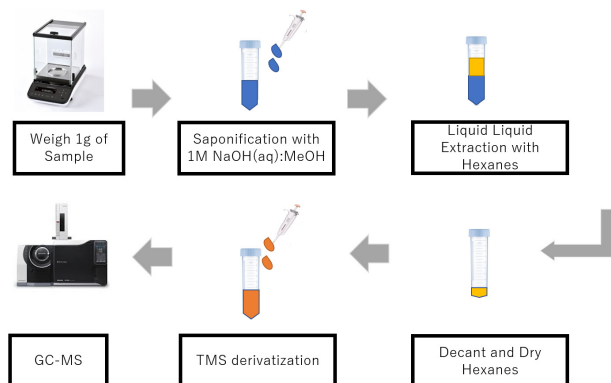
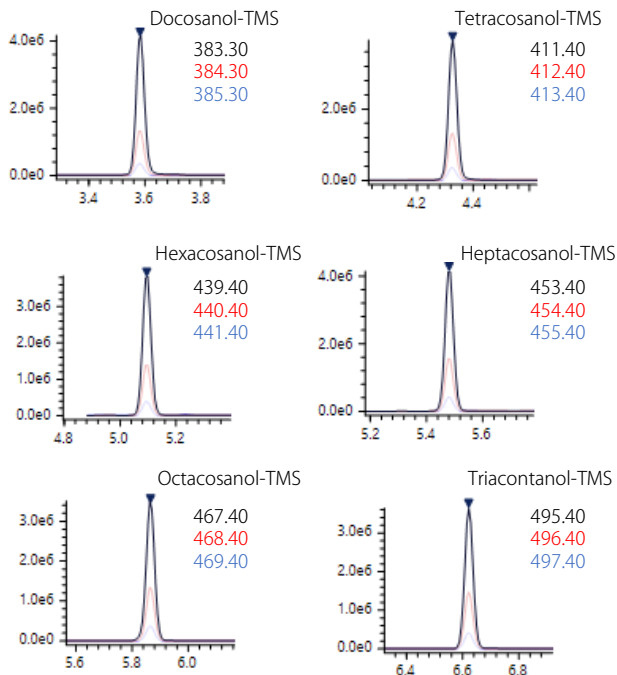


図1 前処理のワークフロー

■ 結果

高級アルコール



フィトステロール

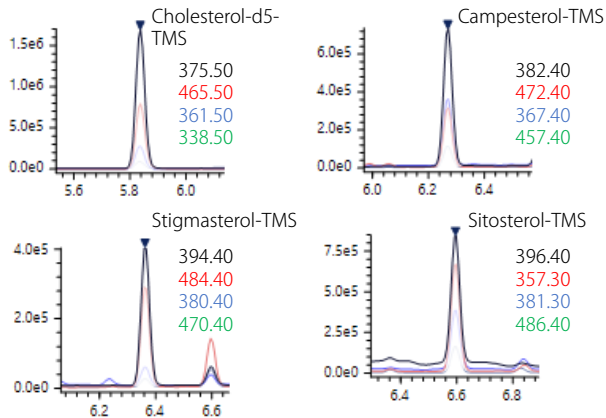


図2 クロマトグラム (0.1 µg/mL µg/g)

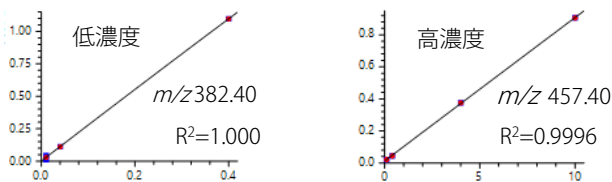


図3 Campesterol-TMSの検量線 (低濃度と高濃度域)

夾雑成分が多い食品で簡便な前処理を用いると、保持時間、ピーク形状、イオン比を用いて同定の確度を上げるために解析時間が長くなることがあります。特に計算が煩雑なイオン比もLabSolutions Insight™を使用することで簡便に解析を進めることができます (図4)。

2002/657/EC

Relative Abundance (% of base peak)	Maximum Tolerance
> 50 %	± 10 %
20 % to 50 %	± 15 %
10 % to 20 %	± 20 %
≤ 10 %	± 50 %

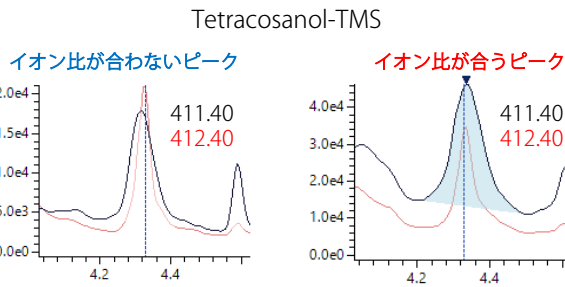
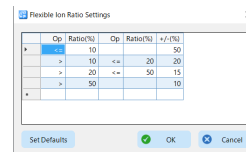


図4 LabSolutions Insightによるイオン比設定

表3のように添加回収結果も良好でした。

表3 回収率

Compound	SPK1	SPK2	SPK3	SPK4	SPK5	SPK6	Average	RSD (%)
Docosanol-TMS	103	100	108	112	111	104	107	4.9
Tetracosanol-TMS	104	99	111	117	114	101	108	7.2
Hexacosanol-TMS	101	97	107	111	111	98	104	6.5
Heptacosanol-TMS	94	86	90	86	88	57	83	13.5
Octacosanol-TMS	89	89	91	90	94	85	89	2.8
Triacontanol-TMS	89	92	75	74	77	76	81	7.8
Stigmasterol-TMS	66	73	58	61	53	57	61	7.3

サンプル1の定量結果を表4に示します。

表4 サンプル1 (単位 µg/g)

	Docosanol	Tetracosanol	Hexacosanol	Heptacosanol	Octacosanol	Triacontanol
Sample 1	0.069	0.036	0.037	0.042	0.018	0.020
	Campesterol	Stigmasterol	Sitosterol			
Sample 1	1.894	0.668	2.224			

■ まとめ

島津製作所ヘルスケアR&Dセンター内の食品機能性解析共同研究ラボにて国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構様と共同研究 (2019年4月~2022年3月予定) を行い、GCMS-QP2020 NXを用いて高級アルコールとフィトステロールの一斉分析法を開発しました。

開発した分析方法によって48サンプルの定量分析を行い品種による高級アルコールとフィトステロールの含有量の違いなどを確認しました。

本実験を進めるにあたり国立研究開発法人農業・食品産業技術総合研究機構の山本万里先生、十一浩典研究員、市来弥生研究員から多大な助言を賜りました。厚く感謝を申し上げます。

GCMS、GCMS-TQ、GCMS-QP、およびLabSolutions Insightは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。RxiおよびTopazは、Restek Corporationの米国およびその他の国における商標です。