

サプリメント中のグルコシルセラミドの定量

松岡 佳那

ユーザーベネフィット

- ◆ 移動相にクロロホルムを使用しないため、順相モードに比べて、安全にグルコシルセラミドを分析できます。
- ◆ グルコシルセラミドを順相モードと同程度に再現性よく高速分析し、高感度に検出できます。
- ◆ 二酸化炭素はHPLCで使用される有機溶媒に比べて安価なため、ランニングコスト削減効果が期待できます。

■はじめに

グルコシルセラミドは、グルコースにセラミドが結合したスフィンゴ糖脂質の一種であり、米やトウモロコシ、蒟蒻などに含まれています。グルコシルセラミドは保湿効果があることから、化粧品やサプリメントなどにしばしば用いられます。

グルコシルセラミドは光吸収性がほとんどないため、紫外可視吸光度 (UV-VIS) 検出器を用いて分析することはできません。蒸発光検出器 (ELSD) は移動相を噴霧、蒸発させ、微粒子化した目的成分の散乱光を測定する汎用性の高い検出器であり、UV吸収がない物質の検出も可能です。

また、グルコシルセラミドは分子種が多いため、トータルの含有量を測定する際には分子種を分離させずにまとめて溶出するようクロロホルムなどを用いる順相モードを用いて分析することが一般的です。超臨界クロマトグラフィ (SFC) は極性の低い二酸化炭素を移動相に用いることで有害性の高い有機溶媒を大量に用いることなく分析を行うことが可能です。

本稿では、SFCを用いて移動相にクロロホルムを使用することなく、順相モードに比べて安全に米由来グルコシルセラミドを分析し、ELSDで検出した例をご紹介します。

■標準品の分析

図1に米由来グルコシルセラミド標準品のクロマトグラムを、表1に分析条件を示します。SFCおよびグラジエント溶離法を用いることで、グルコシルセラミドを2分で溶出することができました。

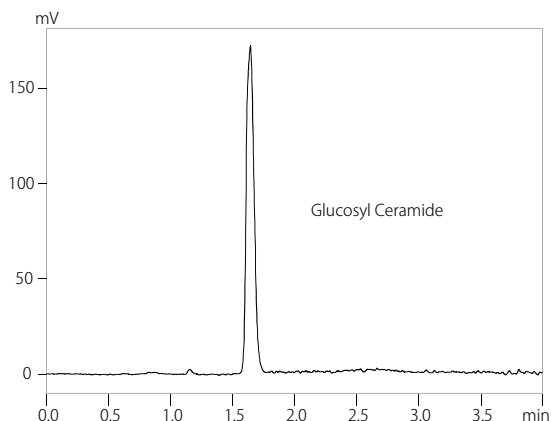


図1 米由来グルコシルセラミド標準品のクロマトグラム (50 mg/L)

表1 分析条件

System	: Nexera UC
Column	: Shim-pack™ UC Sil*1 (150 mm x 4.6 mm I.D., 5.0 μm)
Mobile Phase	: A) CO ₂ B) Methanol
Flow Rate	: 3.0 mL/min
Time Program	: B. Conc. 20% (0.0 min)→40% (3.0 - 4.0 min) →20% (5.0 - 8.0 min)
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 5 μL
Vial	: LabTotal Vial for LC 1.5 mL, Glass*2
BPR Temp.	: 70 °C
BPR Pressure	: 10 MPa
Detection	: ELSD-LTIII
	Gain : Wide
	Filter : 1 sec
	Drift Tube Temp. : 40 °C
	Nebulizer Gas : N ₂
	Gas Pressure : 350 kPa

*1 P/N: 227-30415-01、*2 P/N: 227-34001-01

■検量線

25、50、100、150、300 mg/Lの5点の米由来グルコシルセラミド標準品について検量線を作成しました。ELSDのレスポンスは濃度の対数に対して指数応答のため両対数軸でプロットします。

図2に得られた検量線を示します。寄与率 (r²) が0.999以上の良好な検量線が得られています。

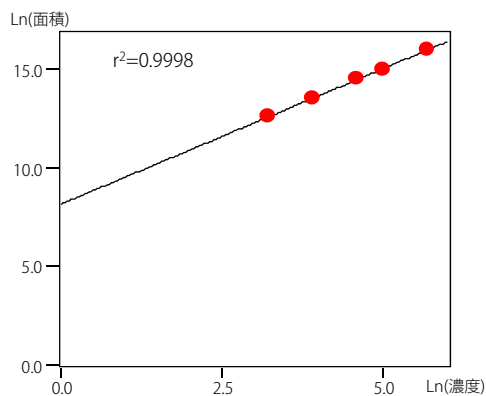


図2 検量線

■再現性

表2に再現性の結果を示します。再現性は、50 mg/Lの米由来グルコシルセラミド標準品について繰り返し分析 (n=6) を行い、評価しました。

保持時間および面積値について、相対標準偏差 (%RSD、n=6) がそれぞれ0.26、3.76であることから、両者とも良好な再現性を確認しました。

表2 再現性 (50 mg/L標準品)

Compound	Retention Time (%RSD)	Area (%RSD)
Glucosyl Ceramide	0.26	3.76

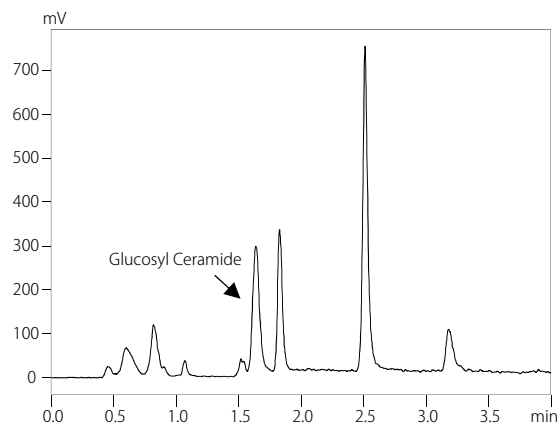


図4 サプリメントのクロマトグラム

■サプリメント中グルコシルセラミドの分析

市販のサプリメントを図3の前処理方法にて処理し、表1の条件で分析した結果を図4に示します。定量値から算出したサプリメント中のグルコシルセラミド含有量は3.1 mgでした。定量には図2の検量線を用いました。グルコシルセラミドは分子種が多く、米由来のグルコシルセラミドであっても抽出、精製方法などの様々な要因によって分子種組成が異なる場合があります。よって、正確に定量を行うためには、実サンプルに含まれているグルコシルセラミド原料と同じものを標準品として用いることをおすすめします。

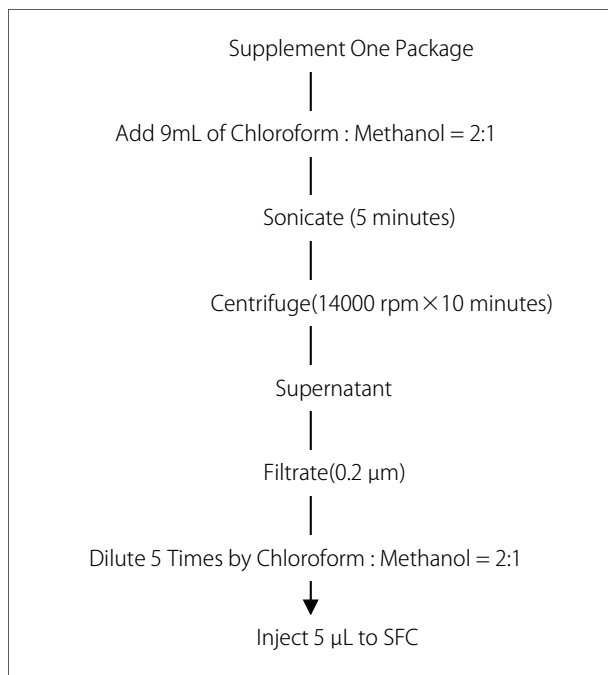


図3 サプリメントの前処理フロー

■まとめ

サプリメント中の米由来グルコシルセラミドの定量をSFCとELSDを用いて行いました。SFCでは有害性の高いクロロホルムを移動相に用いることなく、二酸化炭素を用いることで、安全性が向上するだけでなくグルコシルセラミドを2分以内に溶出させることができました。また、検出にELSDを用いることによって、高感度で再現性の良い分析を行うことができました。

さらに二酸化炭素はクロロホルムのほか、HPLCで使用する多くの有機溶媒に比べ安価な上、二酸化炭素由来の廃液処理コストはかからないため分析にかかるランニングコストの削減効果も期待できます。

NexeraおよびShim-pack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。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00123-JP 初版発行：2021年3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021