

Application News

No. C109

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

直接イオン化法 DART の応用 (その 2) LCMS-2020 を用いた食品中の脂質類の迅速分析

Application of Direct Analysis in Real Time (Part 2)
Rapid Analysis of Triglycerides and Fatty Acids in Food Oil Using LCMS-2020

直接イオン化法である DART (Direct Analysis in Real Time) は、質量分析装置と組み合わせることで、分析対象の化合物を前処理なく迅速に分析することができます。既報 C108 で、DART をイオン源とした LCMS-2020 を用いて食品中の遊離脂肪酸、アミノ酸を分析した例をご紹介しました。

食品中の脂肪酸はトリグリセリドに結合して存在していることが多く、人がトリグリセリドを摂取すると、エネルギーとして用いられるのみならず、結合している各種脂肪酸が有する生理機能を獲得します。そのため、トリグリセリドの分子種の研究に関心が寄せられています。一般的に、トリグリセリド分析には LC や GC が用いられますが、煩雑なサンプル前処理、長い分析時間、キャリアオーバーなどの問題があるとされています。

今回は、同システムでトリグリセリドを含む食品中の脂質を前処理なしで分析した例をご紹介します。

K. Matsumoto

■ DART-MS 分析条件

DART-MS Analytical Conditions

DART のイオン源として DART-SVP (イオンセンス社, MA, USA)、質量分析装置としてシングル四重極型質量分析計 LCMS-2020 を用いました。LCMS-2020 は最速 15000 u/sec の超高速スキャン、さらに 15 msec の超高速極性切り替え機能を搭載しており、一秒間にポジティブ、ネガティブ両極性で m/z 50-1500 の領域を複数回スキャンすることができます。この機能を用いることで、トリグリセリド (ポジティブイオンにて検出) と脂肪酸 (ネガティブイオンにて検出) の両極性のスペクトルを同時に検出することができました。また、試料を DART イオン源から放出されるガスにあてるだけで分析することができたため、測定時間は 1 サンプルあたり 10 秒程度と高いスループットでした。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

DART Heater Temperature	: 400 °C
Scan Type	: m/z 50-1500 (Positive / Negative)
Neburizing Gas Flow	: 1.5 L/min.
Drying Gas Flow	: 5.0 L/min.
DL Temperature	: 250 °C
Block Heater Temperature	: 400 °C

■ 各種食品油中の脂質の分析

Analysis of Triglycerides and Fatty Acids in Various Food Oils

脂肪酸組成が既知の食品油脂 (ショートニングとラード) のマススペクトルを示します (Fig. 1, Fig. 2)。ポジティブイオンのマススペクトルでは、いずれのサンプルでもモノグリセリド、ジグリセリド、トリグリセリドが検出されています。ネガティブイオンは、ショートニングではリノール酸、オレイン酸が、ラードではオレイン酸が主に検出されています。

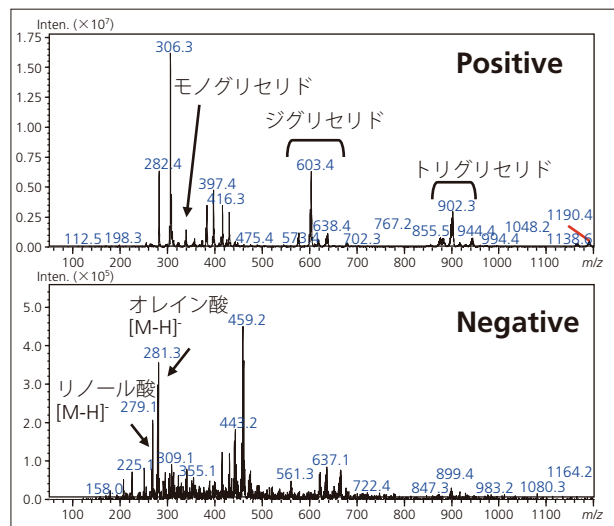


Fig. 1 ショートニングの MS スペクトル
Mass Spectra for Shortening

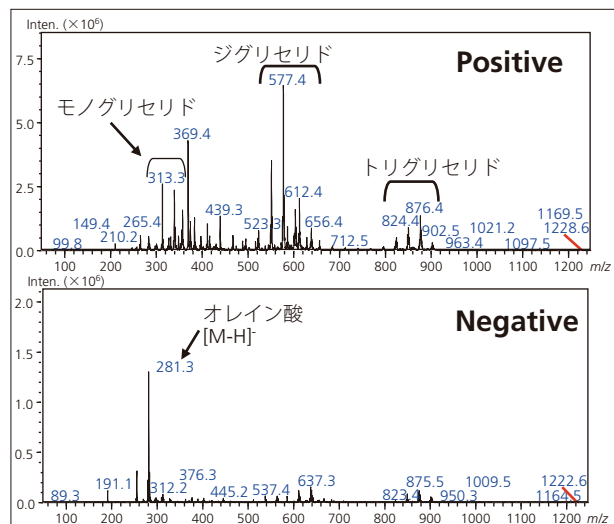


Fig. 2 ラードの MS スペクトル
Mass Spectra for Lard

ネガティブイオンのMSスペクトルの m/z 200 ~ 320 を拡大したものを示します (Fig. 3, Fig. 4)。ショートニングはパルミチン酸由来ピークの強度が小さく、オレイン酸、リノール酸が強く検出されました。一方、ラードはオレイン酸、パルミチン酸由来のピークが強く検出されました。

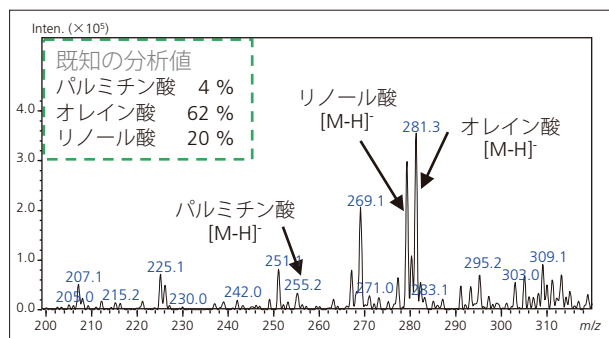


Fig. 3 ショートニングのネガティブ MS スペクトル (m/z 200-320)
Negative Mass Spectrum for Shortening (m/z 200-320)

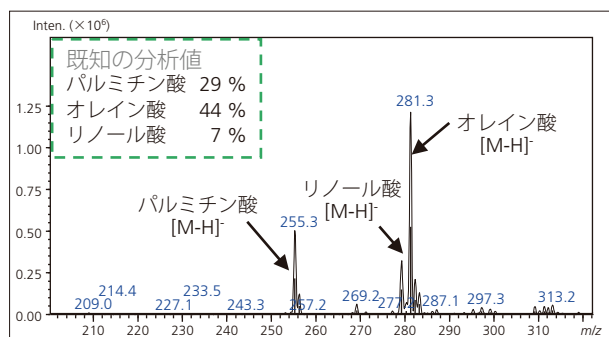


Fig. 4 ラードのネガティブ MS スペクトル (m/z 200-320)
Negative Mass Spectrum for Lard (m/z 200-320)

ポジティブイオンのMSスペクトルの m/z 800 ~ 920 を拡大したものを示します (図中のトリグリセリドの脂肪酸は組み合わせのみ表示)。ショートニングは、トリグリセリドの3つの脂肪酸の全てがオレイン酸で構成されているトリオレイン OOO など、オレイン酸やリノール酸から構成されるトリグリセリド由来のピークが目立って検出され、遊離の脂肪酸組成と関連する結果が得られました。一方、ラードはオレイン酸やパルミチン酸から構成されるトリグリセリド由来のピークが検出されました。

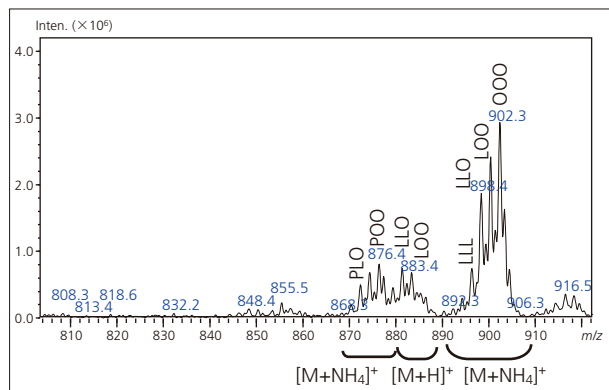


Fig. 5 ショートニングのポジティブ MS スペクトル (m/z 800-920)
Positive Mass Spectrum for Shortening (m/z 800-920)

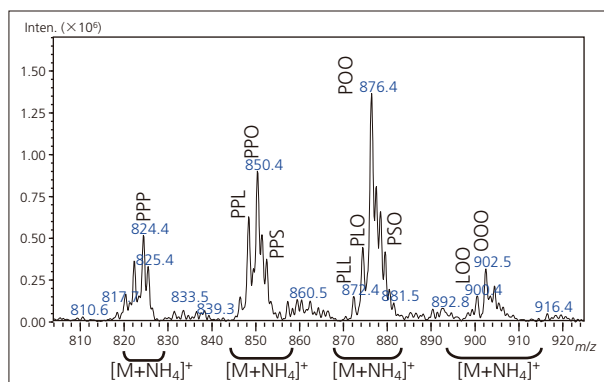


Fig. 6 ラードのポジティブ MS スペクトル (m/z 800-920)
Positive Mass Spectrum for Lard (m/z 800-920)

同じ傾向は、モノグリセリド、ジグリセリドでも見られました。ラードのポジティブのMSスペクトルの m/z 300 ~ 380, m/z 540 ~ 620 を拡大したものを示します (Fig. 7, Fig. 8)。オレイン酸やパルミチン酸から構成されたモノグリセリド、ジグリセリド由来のピークが見られます。

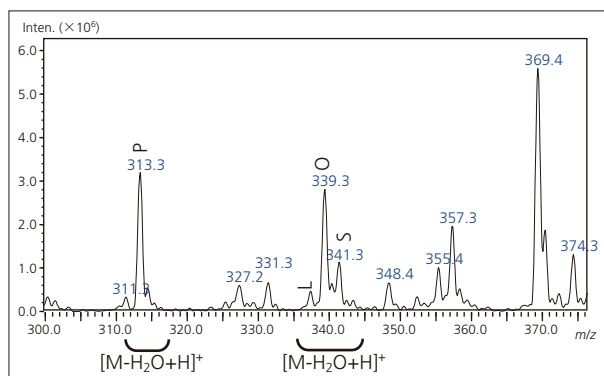


Fig. 7 ラードのポジティブ MS スペクトル (m/z 300-380)
Positive Mass Spectrum for Lard (m/z 300-380)

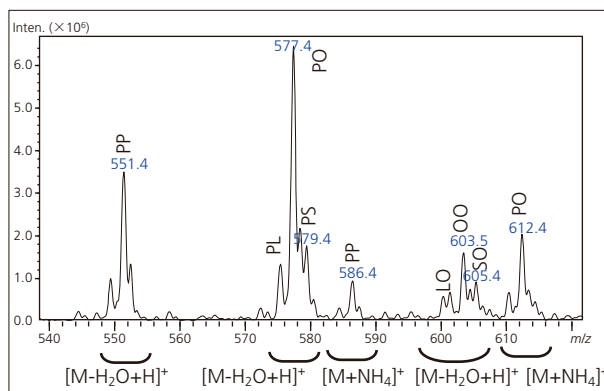


Fig. 8 ラードのポジティブ MS スペクトル (m/z 540-620)
Positive Mass Spectrum for Lard (m/z 540-620)

公益財団法人 日本食品油脂検査協会 和田 俊先生 (国立大学法人 東京海洋大学 名誉教授) に、食品油脂サンプルのご提供、データの解析にご協力いただきました。