

## LC-MSによるベルガプテンの分析

### Analysis of bergapten by LC-MS

ベルガモットはミカン科の常緑樹で、果皮を圧搾して得られるエッセンスはアロマテラピーに使用され、紅茶のアールグレイの香りづけ、香水やオーデオロンの原料としても用いられます。柑橘系の爽やかな香りが好まれ、愛好者の多いエッセンスです。ベルガモットエッセンス

にはテルペン類を中心に様々な成分が含まれています。フラノクマリン類も比較的微量含まれ、このうちの代表的な化合物のひとつがベルガプテン(5-メトキシソラレン, Fig.1)です。ここでは、LC-MSによるベルガプテンの分析例をご紹介します。

S. Kawano

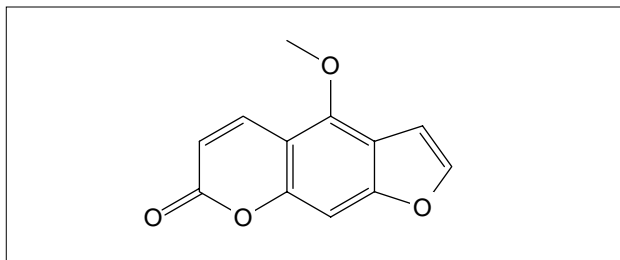


Fig.1 ベルガプテンの構造  
Structure of bergapten

ベルガプテンは低極性化合物であり、この成分の測定において、イオン化法はAPCI(大気圧化学イオン化)あるいはAPPI(大気圧光イオン化)としました。マススペクトルをFig.2に示しますが、APCIとAPPIとでマススペクトルに大きな違いは見られず、 $MH^+$  ( $m/z$  217)および $[M+H+CH_3OH]^+$  ( $m/z$  249)が検出されました。いずれのイオン化法を用いても $m/z$  217をモニターイオンとしたSIMによりベルガプテン10 pgを検出することが可能で、S/NはAPCIで25、APPIで14でした(Fig.3)

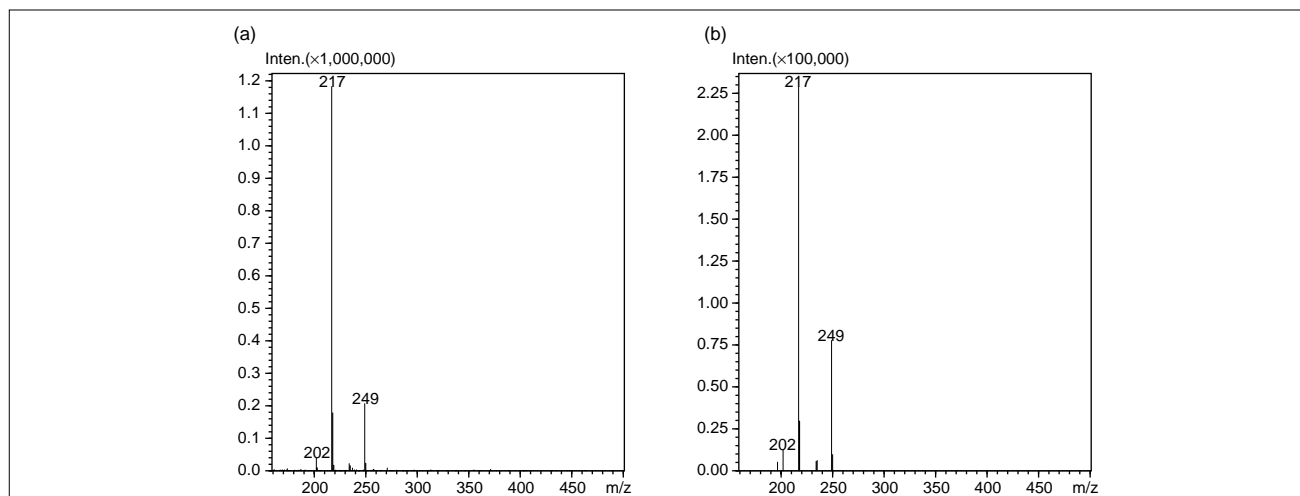


Fig.2 ベルガプテンのマススペクトル( a ):APCI ( b ):APPI )  
Mass spectra of bergapten ((a): APCI, (b): APPI)

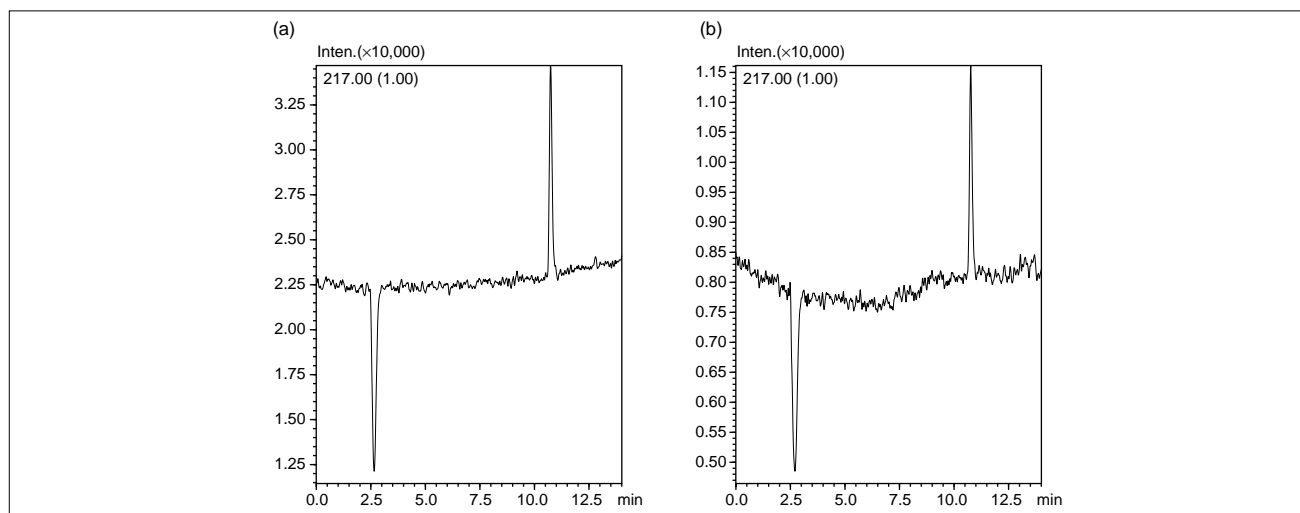


Fig.3 ベルガプテン10 pgのSIMクロマトグラム( a ): APCI ( b ): APPI )  
SIM chromatograms of bergapten (10 pg) ((a): APCI, (b): APPI)

Fig.4に10-1000 ng/mLにおける検量線（5濃度，各濃度5回繰り返し，重み付け：1/C）を示します。相関係数はいずれも0.999以上であり，良好な直線性が得られました。

Fig.5に市販ベルガモットエッセンシャルオイル中のベルガプテンを測定した例を示します。試料はテトラヒド

ロフランにて10倍希釈し，1  $\mu$ Lを注入しました。夾雑成分の影響をうけることなく測定でき，いずれのイオン化法によっても原液中の濃度は約650 ng/mLと計算されました。

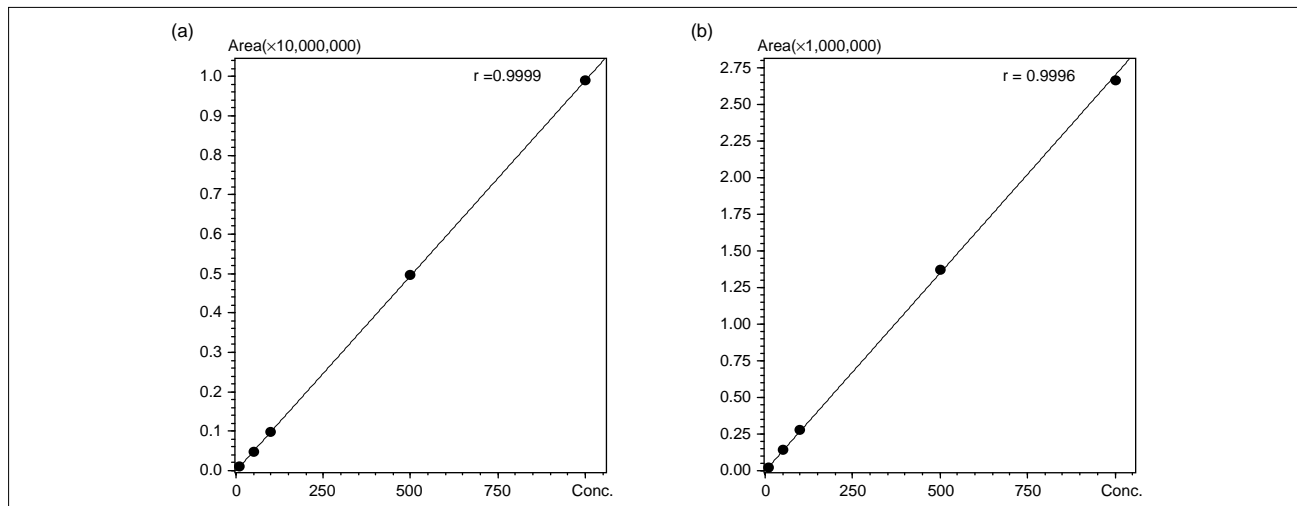


Fig.4 ベルガプテンの検量線(( a ): APCI ( b ): APPI )  
Calibration curves of bergapten ((a): APCI, (b): APPI)

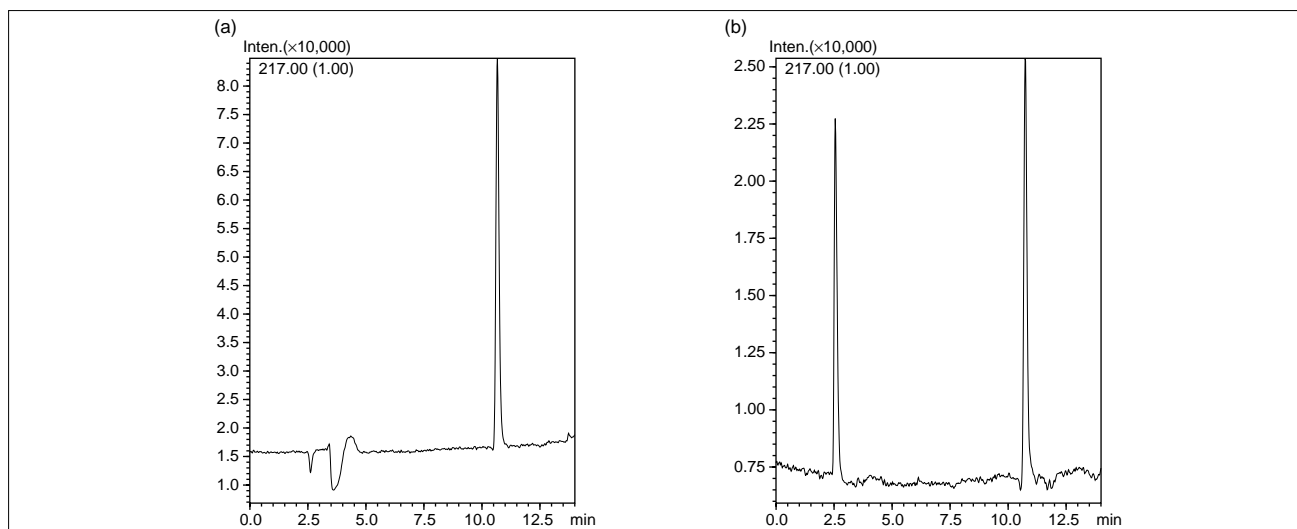


Fig.5 ベルガモットオイル中ベルガプテンのSIMクロマトグラム(( a ): APCI ( b ): APPI )  
SIM chromatograms of bergapten in a bergamot essential oil ((a): APCI, (b): APPI)

Table 1 分析条件  
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shim-pack FC-ODS (2.0 mm I.D. $\times$ 150 mmL.)	Nebulizing gas flow	: 2.5 L/min
Mobile phase A	: water containing 0.1% formic acid	Drying gas pressure	: 0.02 MPa
Mobile phase B	: methanol	Probe temperature	: 400 $^{\circ}$ C
Time program	: Standard: 50% B(0 min) $\rightarrow$ 90% B(10 min) $\rightarrow$ 50% B(10.01-25 min) Sample: 50% B(0 min) $\rightarrow$ 90% B(10-20 min) $\rightarrow$ 50% B(20.01-35 min)	CDL temperature	: 250 $^{\circ}$ C
Flow rate	: 0.15 mL/min	Block heater temperature	: 200 $^{\circ}$ C
Injection volume	: 1 $\mu$ L	CDL, Q-array voltages	: using default values
Column temperature	: 40 $^{\circ}$ C	Scan range	: $m/z$ 160-500 (1.0 sec)
Probe voltage	: +4.5 kV (APCI), 0 kV (APPI)	SIM	: $m/z$ 217 (1.0 sec)