

超高速分析の応用(その1) カテキン類 合成着色料の分析

Ultra Fast Analysis (Part1) Analysis of Catechins and Artificial Colorings

近年様々な分野で分析のハイスループット化が求められています。“Prominence UFLC”は、高速高分離を目指して開発された超高速LCシステムであり、従来のLCと比較して時間短縮が達成されるのはもちろん、耐久性の向上やキャリーオーバーの抑制によってデータの信頼性を確保し、なおかつ通常のLC分析やカラムスイッチング

システムなどへの対応といった拡張性も有しています。本システムは新開発の高性能カラム“Shim-pack XR-ODS”の使用によって優れたパフォーマンスを発揮します。

ここでは“Prominence UFLC”とLCMS-2010EVを用いた、カテキン類および合成着色料の超高速分析例をご紹介します。

S.Kawano

LC-MS用Shim-pack XR-ODS

Shim-pack XR-ODS for LC-MS Analysis

Shim-pack XR-ODSには、内径4.6 mm, 3.0 mmおよび2.0 mmの各種カラムが用意されていますが、LC-MS用としては、主にTable 2に示します内径2.0 mmのシリーズがご使用いただけます。

カテキン類の分析

Analysis of Catechins

Fig.1に緑茶飲料中カテキン類8成分の分析例を示します。多くの分析において、選択性の高い質量分析計を用いること自体が高速化につながりますが、ジアステレオマーの分離にはカラムを始め、分離システムの果たす役割が重要です。従来の分析では20~30 min程度の分析時間が必要ですが、Prominence UFLCを用いることにより2.5 minに短縮することができました。

Table 2 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shim-pack XR-ODS (50 mmL. × 2.0 mmI.D., 2.2 μm)
Mobile phase	: A; 0.1 % formic acid – water/tetrahydrofuran = 95/5 B; acetonitrile
Time program	: B Conc. 3 % (0 min)→35 % (2.5 min)
Flow rate	: 0.5 mL/min
Column temperature	: 50 °C
Injection volume	: 2 μL
Probe voltage	: -3.5 kV (ESI-Negative mode)
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min
Drying gas pressure	: 0.2 MPa
CDL temperature	: 250 °C
Block heater temperature	: 200 °C
CDL, Q-array voltages	: using default values
SIM	: m/z 305 ((-)-gallocatechin, (-)-epigallocatechin) m/z 289 ((+)-catechin, (-)-epicatechin) m/z 457 (-)-epigallocatechin gallate, (-)-gallocatechin gallate m/z 441 ((-)-epicatechin gallate, (-)-catechin gallate)

Table 1 Shim-pack XR-ODS(LC-MS用)
Shim-pack XR-ODS for LC-MS analysis

Part number	Dimensions		Optimum flow rate (mL/min)
	Inner diameter (mm)	Length (mm)	
228-41605-91	2.0	30	0.4 – 0.5
228-41605-92		50	
228-41605-93		75	
228-41605-94		100	

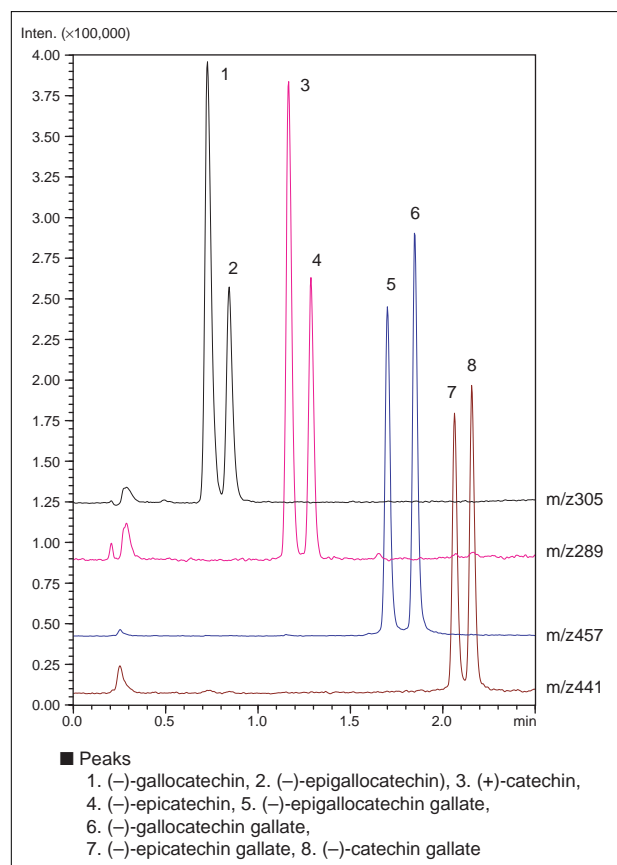


Fig.1 緑茶飲料中カテキン類のSIMクロマトグラム
SIM chromatograms of catechins in green tea

合成着色料の分析

Analysis of Artificial Colorings

合成着色料標準品（10～100 μg/mL）の分析例をFig.2に示します。12成分を約5 min で分離することができました。イオン化法はESIを用い、ネガティブイオンを検出しました。合成着色料はナトリウム塩として供給されますが、ここでは水素置換体とし、全体の電荷がゼロのものを分子と考えます。多くの成分は[M-H]⁻の他、[2M-H]⁻や[M-2H]²⁻を与えました（Fig.3）。フロキシンは塩素原子と臭素原子を、ローズベンガルは塩素原子を複数含む複雑な同位体パターンを示します。これら複数のイオンは成分同定の有力な情報となりますが、マススペクトルの解釈をより容易にすることと、同時に測定したフォトダイオードアレイ検出器によるUVスペクトルを有効に活用するためにも十分な分離が必要になります。

Table3 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shim-pack XR-ODS (50 mmL. × 2.0 mmL.D., 2.2 μm)
Mobile phase	: A; 20 mmol/L ammonium acetate buffer (pH 4.7) B; 20 mmol/L ammonium acetate buffer (pH 4.7) /acetonitrile = 1/1
Time program	: B Conc. 10 % (0 min)→100 % (5.0 min)
Flow rate	: 0.5 mL/min
Column temperature	: 40 °C
Injection volume	: 5 μL
Probe voltage	: -3.5 kV (ESI-Negative mode)
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min
Drying gas pressure	: 0.2 MPa
CDL temperature	: 250 °C
Block heater temperature	: 200 °C
CDL, Q-array voltages	: using default values
SIM	: m/z 200 – 1200

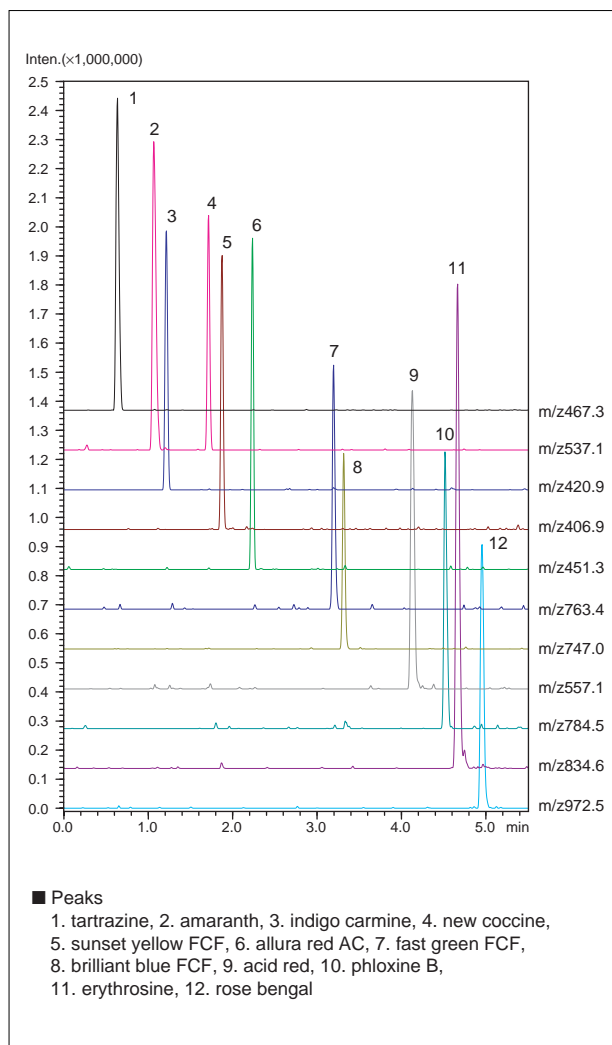


Fig.2 合成着色料のマスクロマトグラム
Mass chromatograms of artificial colorings

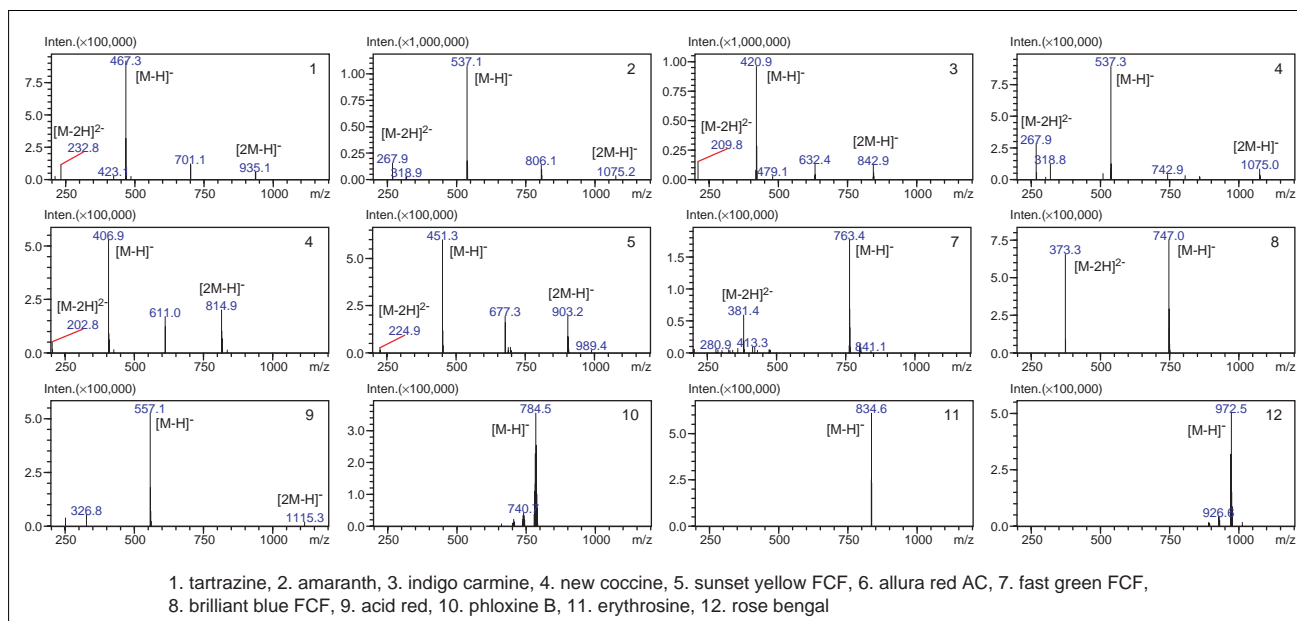


Fig.3 合成着色料のマススペクトル
Mass spectra of artificial colorings

初版発行：2006年12月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-12601-660-1K
2006.12