

超高速分析の応用(その2) クルクミン不純物の分析

Ultra Fast Analysis (Part2) Analysis of Impurities in Curcumin

Prominence UFLCとLCMS-2010EVを用いた超高速分析の例をアプリケーションニュースNo.C49でご紹介しました。スループットの向上は不純物の分析においても勿論有効であり、数十分、時には数時間にも及ぶ分析時間を

短縮することは業務の効率化に大きく寄与します。ここではフォトダイオードアレイ (PDA) 検出と質量分析 (MS) を利用したクルクミン標準品の分析例をご紹介します。

S.Kawano

クルクミン標準品の分析

Analysis of Curcumin Standard Solution

クルクミンはウコンに含まれるポリフェノールの一種であり、食用色素として用いられています。Fig.1にクルクミンとその類似成分あわせて3成分(クルクミノイド)の構造を示します。測定試料の市販クルクミン標準品は純度の異なる、グレードAおよびグレードBを用意しました。メタノールに溶解して1 mg/mL溶液を調製し、PDA検出波長は425 nmとしました。質量分析ではエレクトロスプレーイオン化法を用いて脱プロトン分子を検出しました。グレードAは比較的クルクミンの純度が低く、粒子径5 μmのカラムを用いた分析では20分以上の分析時間が必要ですが

(Fig.2 (a),(b)), Prominence UFLCを用いることにより7分に短縮することができました (Fig.2 (c),(d))。PDAクロマトグラムにおける面積百分率はビスデメトキシクルクミンが1.11%、デメトキシクルクミンが11.46%、クルクミンが87.19%でした。これらの成分以外に微小ピークが $t_R=1.34$ min ($\text{max } 338$ nm, m/z 337), $t_R=1.48$ min ($\text{max } 349$ nm, m/z 367), $t_R=2.77$ min ($\text{max } 429$ nm, m/z 383)に認められました。高純度のグレードBの場合は、ビスデメトキシクルクミンとデメトキシクルクミンは検出されませんでした (Fig.2 (e),(f))。

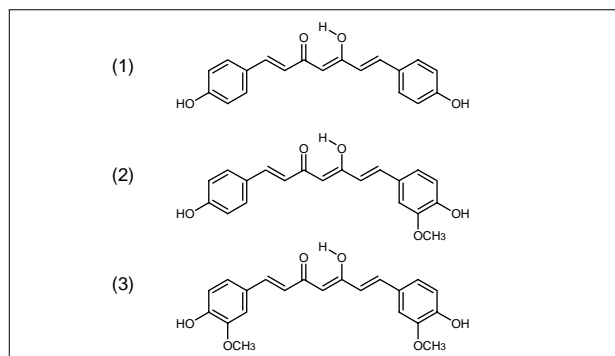


Fig.1 クルクミノイドの化学構造
Structures of curcuminoids (1: bisdemethoxycurcumin (MW 308), 2: demethoxycurcumin (MW 338), 3: curcumin (MW 368))

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mmL. × 2.0 mmI.D., 2.2 μm, UFLC) Shim-pack VP-ODS (150 mmL. × 2.0 mmI.D., 5 μm, HPLC)
Mobile phase	: 0.1 % formic acid/acetonitrile = 60/40
Flow rate	: 0.4 mL/min (UFLC), 0.2 mL/min (HPLC)
Column temperature	: 40 °C
Injection volume	: 1 μL
Detection	
PDA	
SPD-M20A	: 425 nm
MS	
Probe voltage	: -3.5 kV (ESI-Negative mode)
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min
Drying gas pressure	: 0.15 MPa (UFLC), 0.10 MPa (HPLC)
CDL temperature	: 250 °C
Block heater temperature	: 200 °C
CDL, Q-array voltages	: using default values
Scan range	: m/z 150 - 500

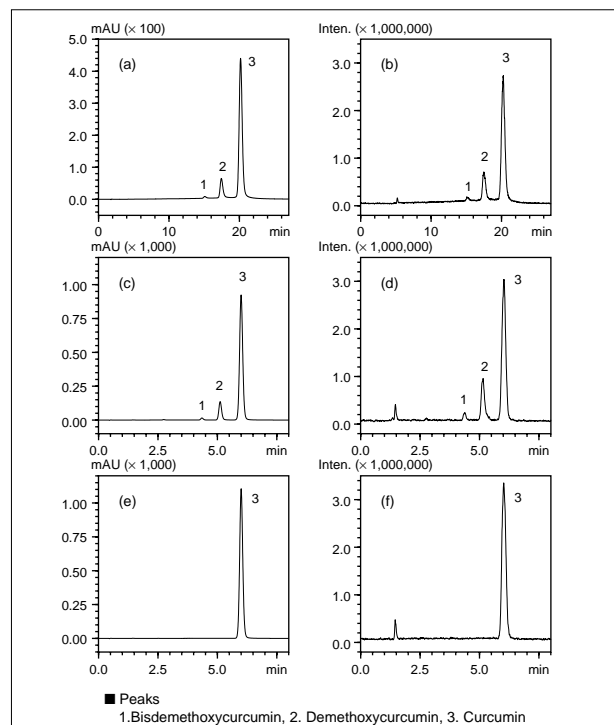


Fig.2 クルクミン標準品のPDAクロマトグラムトータルイオンクロマトグラム (TIC) PDA chromatograms, total ion chromatograms (TIC) of curcumin standard solutions ((a): PDA chromatogram of curcumin (grade A) by HPLC, (b): TIC of curcumin (grade A) by HPLC-MS, (c): PDA chromatogram of curcumin (grade A) by UFLC, (d): TIC of curcumin (grade A) by UFLC-MS, (e): PDA chromatogram of curcumin (grade B) by UFLC, (f): TIC of curcumin (grade B) by UFLC-MS)

PDAデータ

PDA data

クルクミノイドのUVスペクトルをFig.3に示します。
それぞれ420 nm付近に最大吸収波長をもつことがわかり

ます。ところがグレードAのデータについてピークピュリティ
を計算すると、5.35分に不純物が検出されました(Fig.(2))

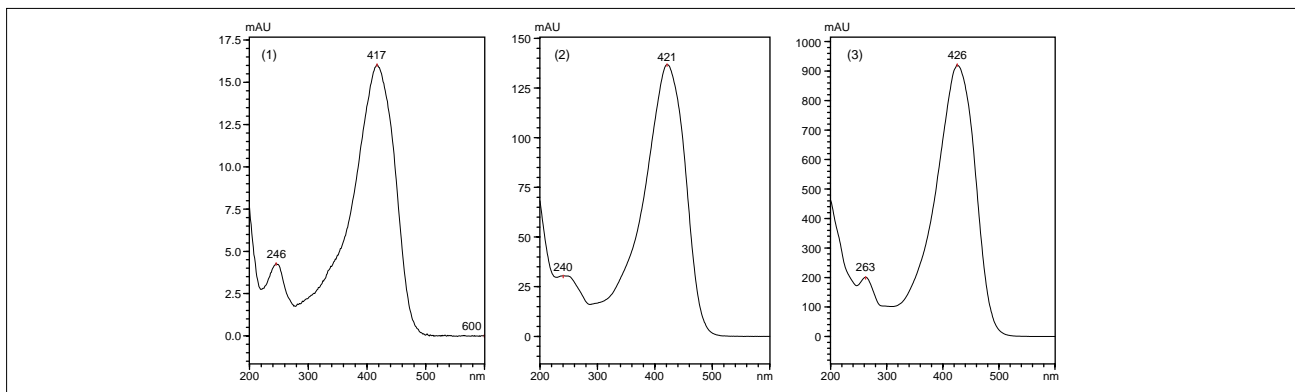


Fig.3 クルクミノイドのUVスペクトル
UV spectra of curcuminoids (1: bisdemethoxycurcumin, 2: demethoxycurcumin, 3: curcumin)

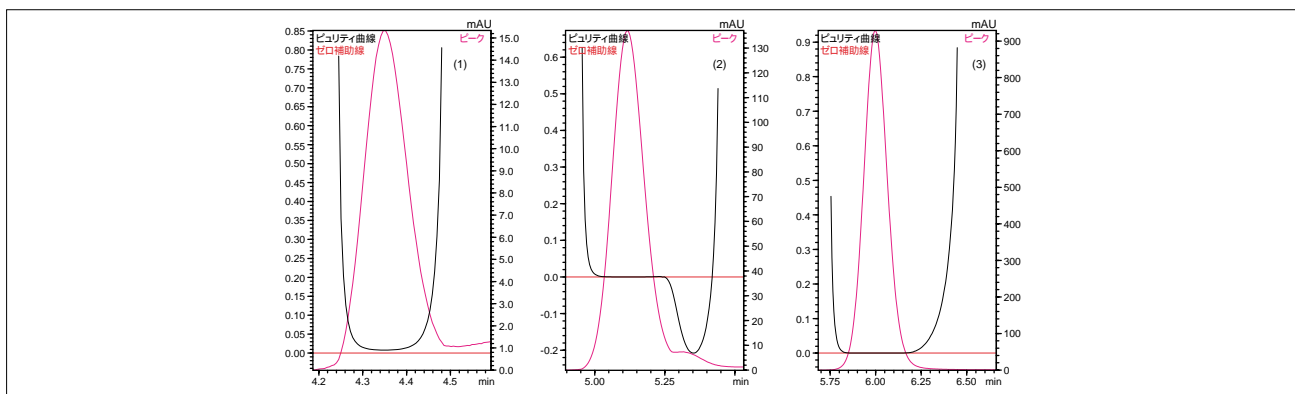


Fig.4 クルクミノイドのピュリティ曲線
Purity curves of curcuminoids (1: bisdemethoxycurcumin, 2: demethoxycurcumin, 3: curcumin)

もうひとつの不純物

Another impurity

5.35分のピーク(化合物X)に着目してマスクロマトグラム、UVスペクトルとマスペクトルを表示すると、Fig.5に示すデータが得られました。最大吸収波長は370 nm付近であり、 m/z 369のネガティブイオンが検出さ

れました。したがって化合物Xの分子量は370と推測されます。このようにUFLCの検出部にPDA, MSを利用することで、より一層の効率化が可能であると考えられます。

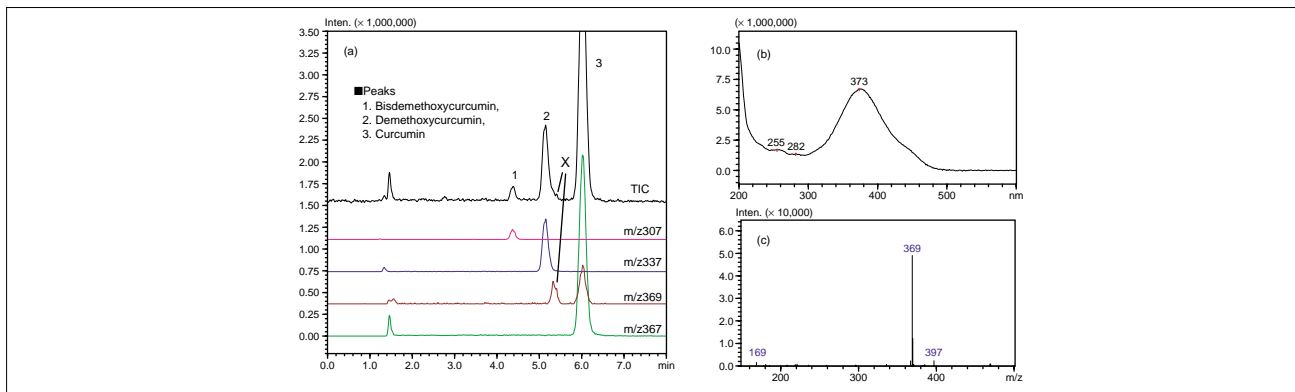


Fig.5 クルクミン標準品(grade A)のマスクロマトグラムと化合物XのUVスペクトル マスペクトル
Mass chromatograms of curcumin standard solution (grade A, (a)) and UV spectrum (b), mass spectrum (c) of compound X

初版発行：2007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

☎0120-131691(携帯電話不可)
●携帯電話専用番号(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。

3100-12702-660-1K
2007.12