

高速高分離分析の応用（その16） 柑橘果汁中フラバノン類の分析（その2）

High Speed with High Resolution Analysis (Part 16)
Analysis of Flavanones in Citrus Juice (Part 2)

アプリケーションニュースNo.L363では、超高速LC “Prominence UFLC” とフォトダイオードアレイ検出器SPD-M20Aを用いた柑橘類果汁中フラバノン類5成分の高速分析例をご紹介しました。

今回は “Prominence UFLC” /SPD-M20Aに、さらに質

量分析計LCMS-2010EVを接続して、新たにネオヘスペリジンを加えたフラバノン類6成分を高速分析し、UVスペクトルおよびマススペクトルにより微量成分の確認を行った例をご紹介します。

K.Watanabe

フラバノン類6成分の分析

Analysis of 6 Flavanones

Fig.1に分析対象としたフラバノン類を示します。今回はアプリケーションニュースNo.L363で分析対象とした5成分にネオヘスペリジンを加えた計6成分を分析しました。

Fig.2にSPD-M20Aを用いた標準品6成分の一斉分析結果を、Fig.3にネオヘスペリジンのUVスペクトルを示します。また、Table 1に分析条件を示します。

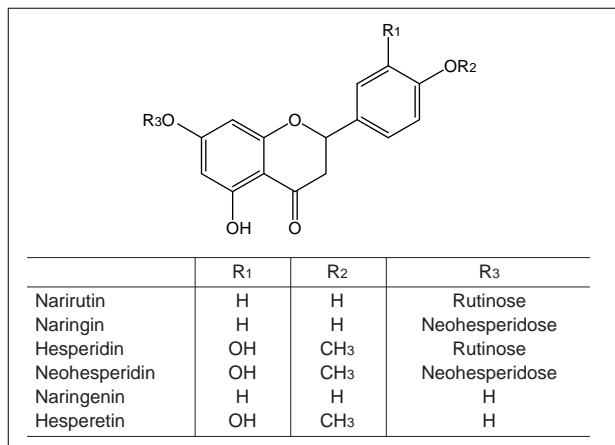


Fig.1 フラバノン類の構造式
Structures of Flavanones

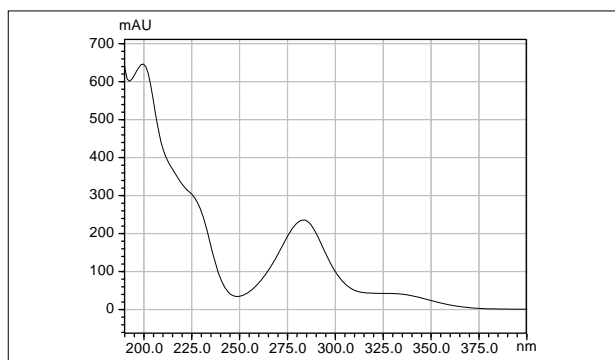


Fig.3 ネオヘスペリジンのUVスペクトル
Spectrum of Neohesperidin

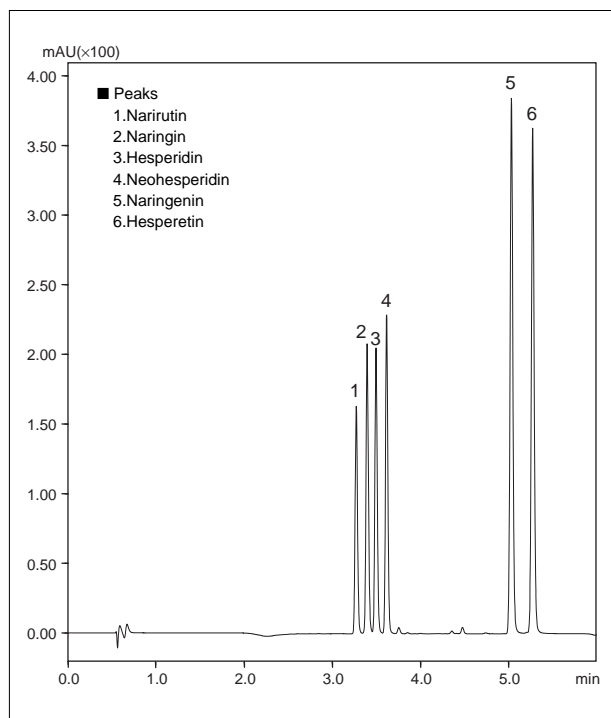


Fig.2 フラバノン類6成分のクロマトグラム(各100 mg/L, 2 μL注入)
Chromatogram of a Standard Mixture of 6 Flavanones
(100 mg/L each, 2 μL injected)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mmL. × 2.0 mmI.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A ; 10 mmol/L Ammonium formate buffer (pH 3.7) / Acetonitrile = 9 / 1 (v/v) B ; 10 mmol/L Ammonium formate buffer (pH 3.7) / Acetonitrile = 2 / 8 (v/v) B conc. 0 % (0.00 min)→50 % (5.00 min) →100 % (5.01-6.00 min)→0 % (6.01-9.00 min)
Flow Rate	: 0.4 mL/min with Semi-micro Mixer
Injection Volume	: 2 μL
Column Temp.	: 35 °C
Detection	: SPD-M20A at 285 nm
Flow Cell	: Semi-micro Cell

グレープフルーツ果汁飲料の分析

Analysis of Grapefruit Juice

Fig.4, Fig.5にSPD-M20AおよびLCMS-2010EVを用いた市販グレープフルーツ果汁飲料(果汁100%)の分析例を示します。試料はアプリケーションニュースNo.L363と同様の方法で前処理を行い、2 μ Lを注入しました。

クロマトグラムから、ナリルチンとナリンギンの他ヘスペリジン、ネオヘスペリジンが含まれていることがわかりますが、UVスペクトルおよびマススペクトルを比較

することにより、定性情報がさらに補完されます。また、ヘスペリジンのマススペクトルにおける m/z 507のイオンは、標準溶液のマススペクトルでは確認されないことから夾雑成分であると推測されます。このような場合でも m/z 609のイオンをモニタすることで、より正確な定量が可能となります。Table 2にLCMS-2010EVの条件を示します。(その他の条件はTable 1と同一です)

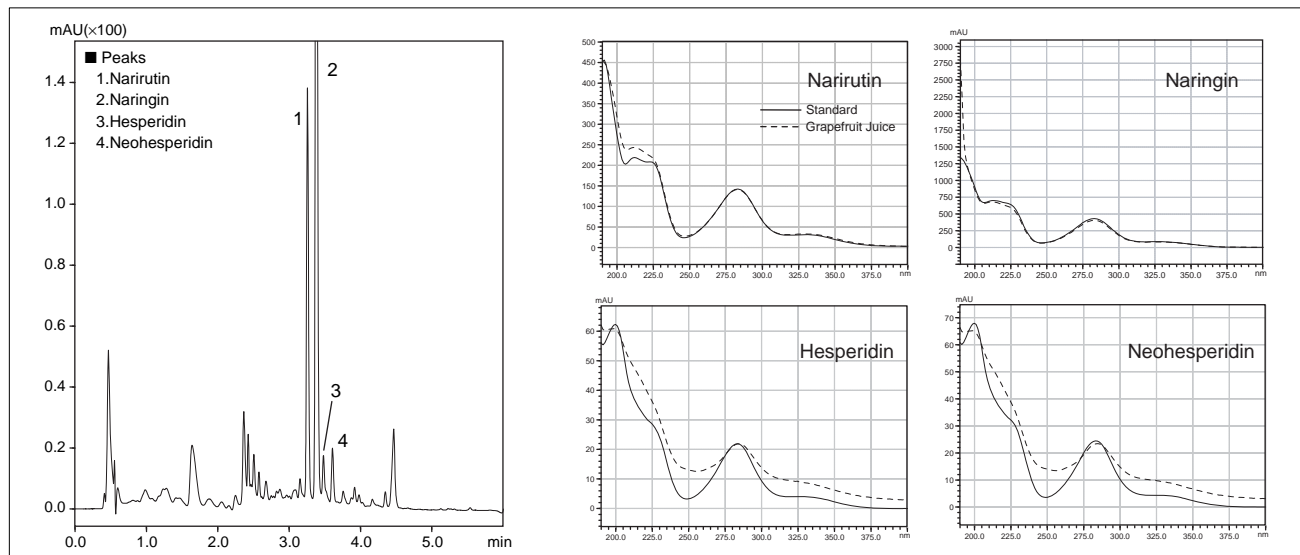


Fig.4 グレープフルーツ果汁中フラバノン類のUVクロマトグラムとUVスペクトル(2 μ L注入)
UV Chromatogram and Spectra of Flavanones in Grapefruit Juice (2 μ L injected)

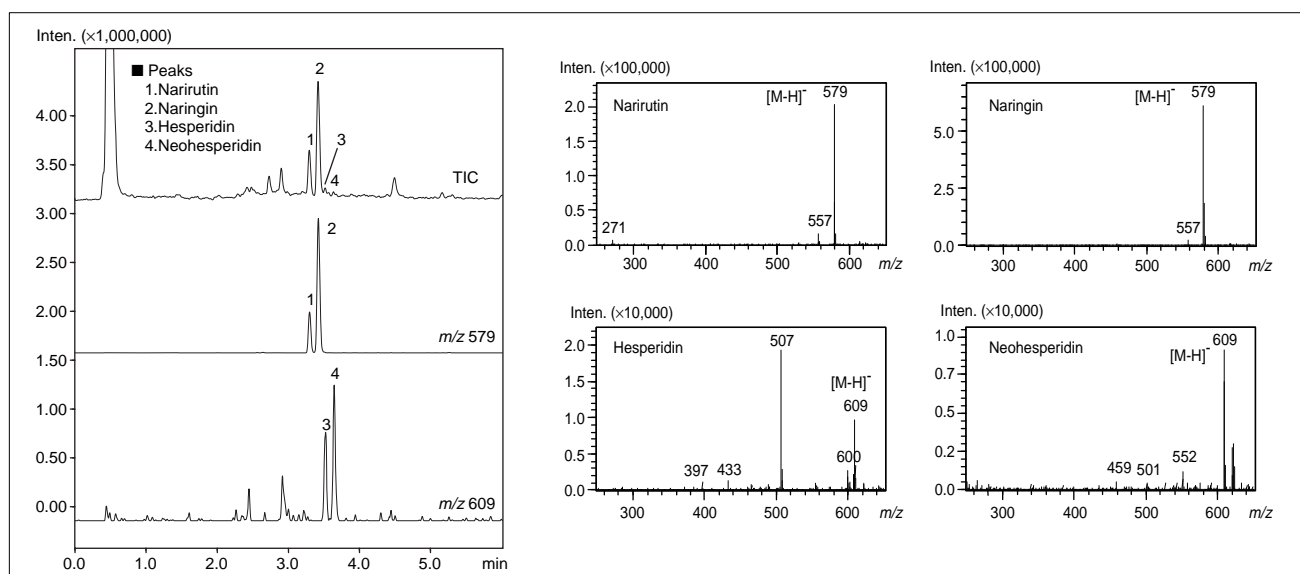


Fig.5 Scanモードによるグレープフルーツ果汁中フラバノン類のマスクロマトグラムとマススペクトル(2 μ L注入)
Mass Chromatograms and Mass Spectra of Flavanones in Grapefruit Juice by Scan Mode (2 μ L injected)

Table 2 LC-MS条件
LC-MS Conditions

Probe Voltage	: -3.5 kV (ESI-Negative mode)	CDL Temp.	: 250 °C
Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min	Block Heater Temp.	: 200 °C
Drying Gas Pressure	: 0.1 MPa	Scan Range	: m/z 100-650
CDL, Q-array Voltages	: using default values		

初版発行：2008年7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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。