

InfinityLab LC/MSD iQ による 糖類の分析



Authors

野田 莉帆
田中 誠也
林 慶子

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

糖類は極性が高いため、LC を用いた分析では HILIC（親水性相互作用）や配位子交換カラムでの分離が有効です。また、糖類は UV 吸収を持たないため、示差屈折計（RI）が多用されますが、グラジエント分析が出来ず、多くの種類の糖類の一斉分析は困難です。

本アプリケーションノートでは、小型のシングル四重極 LC/MS である Agilent InfinityLab LC/MSD iQ を用いて、HILIC モードのグラジエント溶出による 9 種類の糖類の分析を行いました。

Key words: 糖分析、シングル四重極 LC/MS、食品

システム

Agilent Infinity II Prime LC and LC/MSD iQ

クオータナリポンプ (G7104C)
 マルチサンプラ (G7167A)
 マルチカラムサーモスタット (G7116A)
 シングル四重極 LC/MSD iQ (G6160A)
 ソフトウェア OpenLAB CDS 2.4

分析条件

試料調製

- 標準品 (ラムノース、アラビノース、フルクトース、マンノース、ガラクトース、グルコース、スクロース、ラクトース、マルトース 特級もしくは鹿特級) は関東化学(株)より購入しました。
- 各標準品は 10 mg/L となるように超純水で溶解させた後、50%アセトニトリル溶液で希釈しました。
- 清涼飲料水は50%アセトニトリルで希釈した後フィルター過 (0.2 μ m, PTFE) し分析に供しました。

表1. 分析条件

LC	
カラム	Shodex VG-50 2D 2.0 × 150 mm,
カラム温度	60°C
流速	0.15 mL/min
注入量	1.0 μ L
移動相	A: 0.05% アンモニア水溶液 B: アセトニトリル
MSD	
イオン化	ESI-Negative
ドライガス	10 L/min at 250°C
ネブライザ圧力	60 psi
キャピラリ電圧	3500 V
フラグメンタ電圧	40 V
SIMモニターイオン	m/z 149, 163, 179, 341

表2. グラジエントテーブル

時間 min	B %	流速 mL/min
0	88	0.15
10	88	0.15
20	80	0.15
26	80	0.15
26.1	88	0.4
35	88	0.4
36	88	0.15

結果

標準品各 0.1 mg/L のクロマトグラムを図1に示します。9種の糖類の分離を確認し、検出下限は 0.025 mg/L 以下でした。0.1 mg/L 5回連続分析における保持時間 相対標準偏差 (RSD) は 0.1%以下、面積 RSD は 5% 以下と良好な再現性を確認しました。

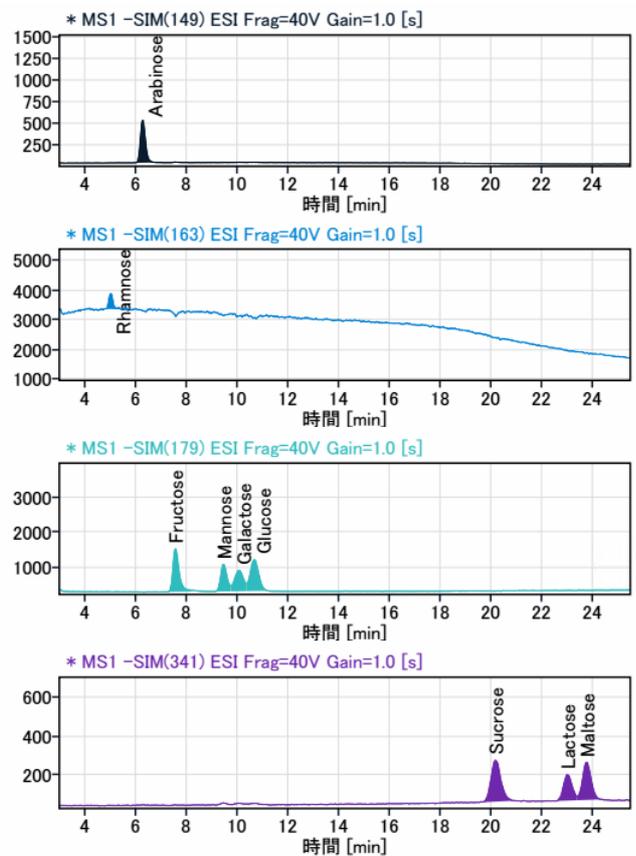


図1. 標準品各 0.1 mg/L における SIM クロマトグラム

各標準品の検量線範囲および決定係数を表3に示します。決定係数は0.998 以上と良好な直線性を確認しました。

表3. 検量線結果

化合物名	モニターイオン	検量線範囲 mg/L	決定係数
Rhamnose	163	0.1 – 5.0	0.999
Arabinose	149	0.01 – 5.0	0.998
Fructose	179	0.01 – 0.5	0.998
Mannose	179	0.01 – 0.5	0.999
Galactose	179	0.01 – 2.5	0.999
Glucose	179	0.01 – 0.5	0.998
Sucrose	341	0.01 – 5.0	0.999
Lactose	341	0.01 – 5.0	0.999
Maltose	341	0.01 – 2.5	0.999

実サンプルとして、清涼飲料水を測定した際のクロマトグラムを図2に示します。

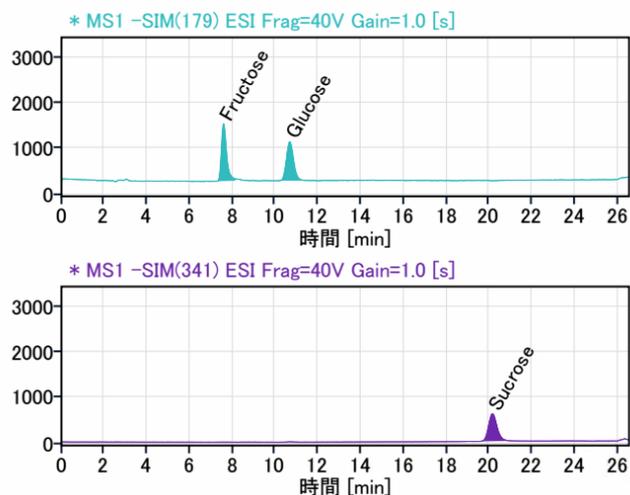


図2. サンプル（清涼飲料水 200,000 倍希釈液）クロマトグラム

サンプル中からフルクトース 0.116 mg/L、グルコース 0.104 mg/L、スクロース 0.295 mg/L が検出されました。

まとめ

Agilent Infinity II Prime LC システム及び LC/MSD iQ を用いて糖類の分析を行いました。9種類の糖類の直線性及び再現性は良好で、実サンプルからも検出・定量可能でした。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Printed in Japan, December 18, 2019

DE44221.9987615741

LC-MS-201912ND-001