

Agilent InfinityLab LC/MSD iQ による 機能性成分の分析 ～フルクトオリゴ糖～



著者

林 慶子

野田 莉帆

林 明生

アジレント・テクノロジー株式会社

要旨

特定保健用食品（トクホ）はからだの生理学的機能などに影響を与える保健機能成分（関与成分）を含み、その摂取により特定の保健の目的が期待できる旨の表示（保健の用途の表示）をする食品です。オリゴ糖は「お腹の調子を整える」関与成分の 1 つです。本アプリケーションノートではフルクトオリゴ糖を LC/MSD iQ で測定しました。

* フルクトオリゴ糖（Fructo-oligosaccharide）はフラクトオリゴ糖と表記されることもありますが、本アプリケーションノートではフルクトオリゴ糖と表記します。

システム

1260 Infinity II フレキシブルポンプ (G7104C)
 1290 Infinity II バイアルサンブラ+内蔵カラムコンパートメント (G7129C)
 InfinityLab LC/MSD iQ (G6160AA)

試料調製

フルクトオリゴ糖セット (富士フィルム和光純薬製: 製品番号 295-73401) に含まれる 1-ケトース、ニストース、1F-フルクトフラノシルニストースを秤量し、80 % メタノール溶液で溶解・希釈して標準試料としました。実試料は市販のオリゴ糖シロップを秤量し、80 % メタノール溶液で溶解・希釈したものを使用しました。

分析条件

表 1. 分析条件

LC	
カラム	Poroshell 120 HILIC-OH5, 2.1 x 100 mm, 2.7 μm (PN : 685775-601)
カラム温度	35 °C
移動相	10 mM 酢酸アンモニウム/アセトニトリル=20/80
流速	0.5 mL/min
注入量	1 μL
LC/MS	
イオン源	ESI-ネガティブ
ドライガス	10L@225 °C
ネブライザ	60 psi
キャピラリ電圧	2000 V
シグナル	SIM m/z=503, 665, 827: Fragmentor=300V

オリゴ糖 3 成分はプロトン脱離イオンをモニターしました。
 TimeFilter : 0.06 としました。

結果

図 1 に 1 mg/L 標準試料のクロマトグラムを示しました。3 成分のピークは良好に分離されました。溶出時間が早い方からケトース、ニストース、フルクトフラノシルニストースが溶出しました。フルクトフラノシルニストースの保持時間は 4.2 分でした。

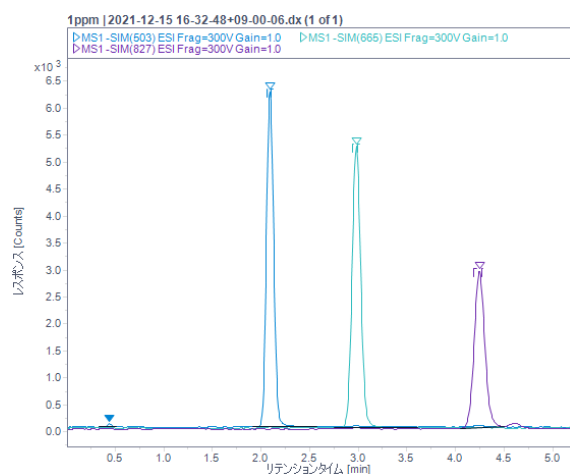


図 1. 1 mg/L 標準試料のクロマトグラム

メソッドのパフォーマンス確認のため、50 μg/L から 2000 μg/L の範囲で希釈系列を作成し検量線を作成しました。200 μg/L における繰り返し注入再現性と 50 μg/L における S/N 比を算出し、表 2 に示しました。

表 2. メソッドのパフォーマンスまとめ

	検量線		200 μg/L (N=6) の再現性 (RSD%)		50 μg/L
	直線範囲 (μg/L)	決定係数	溶出時間	面積値	S/N
ケトース	50 ~ 2000	0.997	0.040	1.46	182
ニストース	50 ~ 2000	0.999	0.044	1.71	214
フルクトフラノシルニストース	50 ~ 2000	0.999	0.048	2.15	65

次に、実試料での測定を実施しました。市販のオリゴ糖シロップを 10 mg/L に希釈し、測定を行いました。

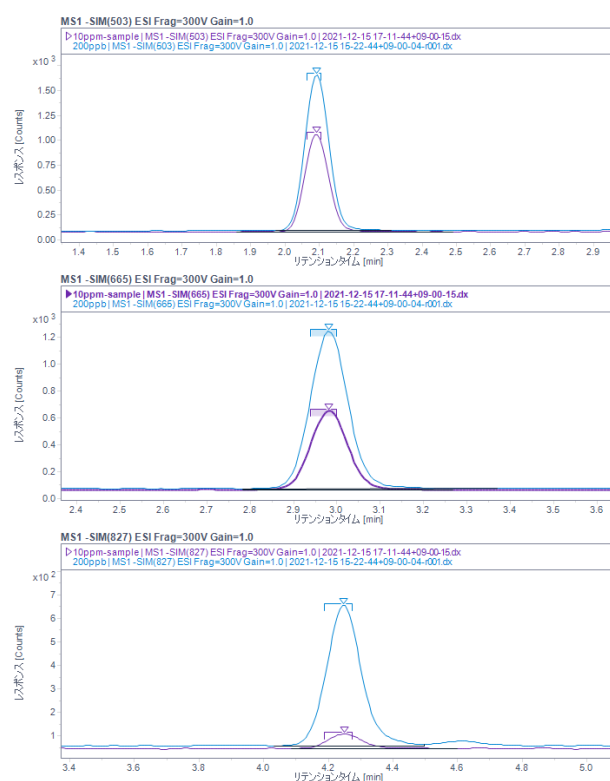


図 2. 実試料 (紫) および 200 μg/L 標準試料 (青) の重ね書き
 上: ケトース、中: ニストース、下: フルクトフラノシルニストース

まとめ

オリゴ糖を LC/MSD iQ で測定しました。一般的に糖類は示差屈折率計で検出されますが、本測定では LC/MS を用いることで低濃度でも検出が可能であることが示されました。また、Poroshell 120 HILIC-OH5 を用いることで良好なピーク形状を得ることができ、5 分程度の短時間で測定が可能でした。

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。

DE28232997

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2021

Printed in Japan, December 27, 2021

5994-4504JAJP