

LC/MS を用いたホウレンソウ中ルテインの定量分析

○井料 良輔^{A)}、松永 大輝^{B)}、松本 朋子^{C)}、八代 賢^{D)}、酒井 美穂^{D)}、野上 麻美子^{D)}、
菅本 和寛^{B)}、松下 洋一^{B)}

宮崎大学工学部教育研究支援技術センター^{A)}、宮崎大学工学部^{B)}、
宮崎大学産学・地域連携センター^{C)}、宮崎県総合農業試験場^{D)}

E-mail : iryo@cc.miyazaki-u.ac.jp

1. 緒言

高速液体クロマトグラフ質量分析装置 (LC/MS) は、微量成分の分析ができるため、環境分析や食品に含まれる天然成分の分析などに利用できる汎用性が高い装置である。LC/MS 分析を行う際の主な問題点としては、試料に含まれる夾雑成分の影響で目的成分のイオン化が抑制または促進されるマトリックス効果がある。今回、LC/MS を用いてホウレンソウ中のルテインの定量を行った。ルテイン定量を絶対検量線法で行うため、マトリックス効果を詳細に調べた。

2. 実験結果及び考察

冷凍ホウレンソウ 1 g をアセトン 4 mL で抽出しマトリックス液を調製した。最終濃度で 200 倍に希釈したマトリックス液を含むルテインの標準溶液 0.2, 0.5, 0.8 g/mL と、それを 10 倍に希釈し 2000 倍に希釈したマトリックス液を含むルテインの標準溶液 0.02, 0.05, 0.08 g/mL をそれぞれ調製した。調製した溶液を、下記の条件で LC/MS 分析を行い、濃度と面積値から検量線を作成した (図 1)。マトリックス共存下と非共存下の検量線を比較し、以下の式 (1) よりマトリックス効果を算出した。

$$\text{マトリックス効果 (\%)} = (1 - (\text{マトリックスの傾き} / \text{ソルベントの傾き})) \times 100 \quad \dots (1)$$

200 倍に希釈した溶液では、マトリックス効果が-980%となり大きなマトリックス効果があった。2000 倍に希釈するとマトリックス効果は 6%になった。以上の結果より、試料を 2000 倍に希釈すると絶対検量線法でホウレンソウ中のルテインを定量できることが分かった。

分析条件 (HPLC)

カラム : YMC Carotenoid S-5mm

移動相 : A) MeOH, B) MTBE, C) 水

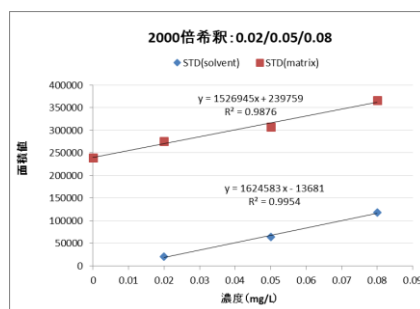
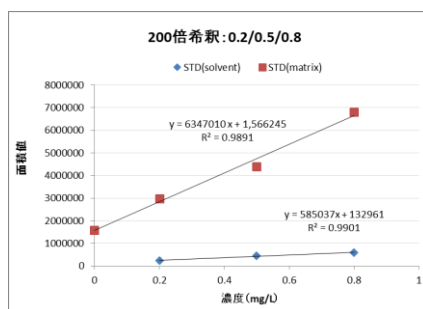
溶出法 : 0 min (A:B:C = 81:15:4)

→ 20 min (A:B:C = 65:31:0.9)

分析条件 (MS)

イオン化方式 : APCI (+)

検出 (m/z) : 551.4248[(M-H₂O)⁺]



マトリックス効果 : -980%

マトリックス効果 : 6.0%

図 1. 200 倍及び 2000 倍希釈における絶対検量線(STD(solvent))とマトリックス検量線(STD(matrix))の比較

謝辞

本報告は、革新的技術開発・緊急展開事業 (うち経営体強化プロジェクト) 課題名「機能性成分分析の高度迅速化による農産物における機能性表示食品商品化の加速」の一部として実施した。