
Orbitrap-LC/MS によるクロシン及びその類縁成分の 網羅的分析法の検討

(¹ 三栄源エフ・エフ・アイ(株))

○石橋 諒¹, 箕川 剛¹, 大城 沙織¹, 中島 光一¹, 西野 雅之¹

【目的】クロシンに代表される天然色素成分は複数の類縁化合物の集合体であり、その組成は原料植物の品種や生産国によって異なる。そのため、成分個別に標準品をもって定量することが難しい。そこで演者らは、標準品がないクロシン類縁成分を個別に、簡便かつ迅速に同定・定量する分析法構築を目指した。具体的には、Orbitrap-LC/MS にクチナシ果実由来のクロシン及びその類縁体を供し、All Ion Fragmentation (AIF) モードの MS/MS 測定上で得られる各色素成分のアグリコンフラグメントイオンのピーク面積に対して、同測定で得た市販アグリコン成分標準品の同イオンピーク面積から作成した検量線が定量性を付与できるか検討したので報告する。

【方法】1.試料・試薬

クチナシ果実の水抽出液を試料とした。主成分であるクロシンと、そのアグリコンであるクロセチンの標準品は、和光純薬工業社製を用いた。

2.AIF 測定条件の最適化

試料及びクロシン標準品を HCD10 から 100 まで個別に設定した AIF 測定条件に供し、それぞれから得られるクロセチンイオンのピーク面積値を求めた。

3.Orbitrap-LC/MS 条件

〈LC 条件〉カラム: InertsilODS-4 (2.1mm i.d.×150mm、3 μm)、移動相:0.1%ギ酸水(A)/MeCN(B)、グラジエント条件:B 0%(0分)→10%(10分)→30%(30分)→100%(60分)→100%(70分)、流量:0.2mL/分。〈MS 条件〉イオン化法:ESI negative、Scan m/z 100-1000、HCD energy: Stepped NCE10/20/30、測定イオン:クロセチン(m/z 327.1620)。

【結果・考察】HCD20での検出感度が最も高く、AIF測定設定値(Stepped NCE)は10/20/30が最適であることが分かった。本条件でクロセチン標準品の同イオンピーク面積値を検量線に試料をAIF測定した結果、クチナシ果実由来クロセチン、及びその配糖体について同定すると共に定量性を付与できる可能性が示唆された。