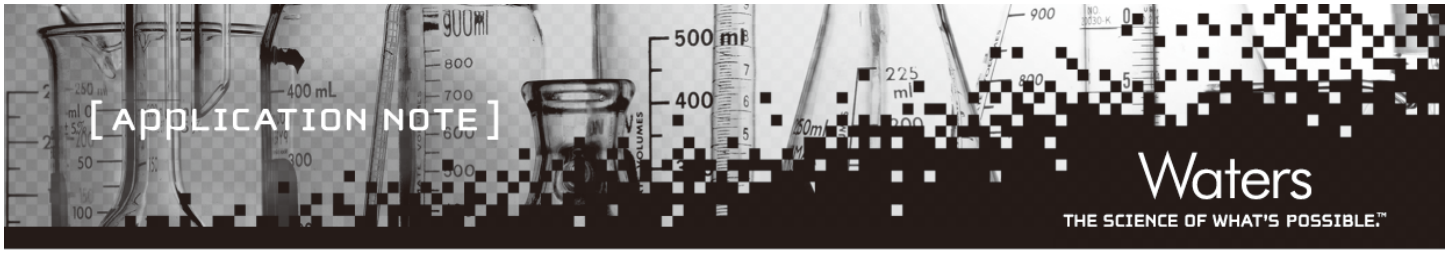


グリシドール脂肪酸エステル分析メソッドの開発

No. 2009110001 J

概要

植物油に含まれているグリシドール脂肪酸エステルが、グリシドールの関連物質であることから現在食品健康影響評価が行われています。
グリシドールは国際がん研究機関(IARC)により、おそらく発がん性があるとされるカテゴリである、発がん性物質グループ2Aに分類されていますが、現在グリシドール脂肪酸エステルが遺伝毒性を持つ発がん物質であるかどうかの毒性学的なデータはまだ得られていません。
リスク評価を行う場合、グリシドール脂肪酸エステルを高感度で検出し、同定、定量する事は非常に重要になります。
今回は、3種のグリシドール脂肪酸エステルについてLC/MS/MSを用いた分析メソッドの開発を行いましたので、ご紹介いたします。

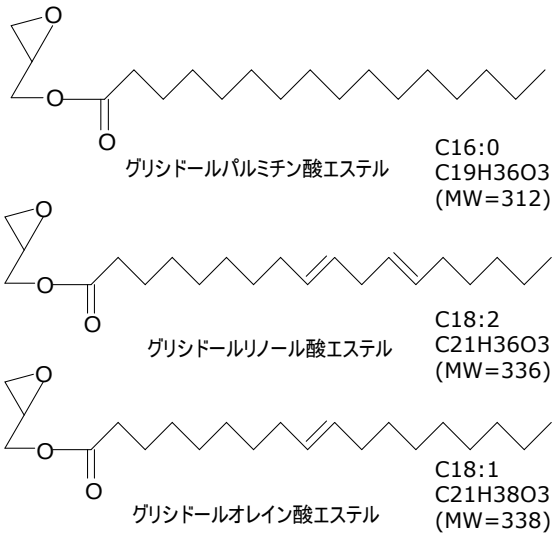


図1. グリシドール脂肪酸エステルの構造式

標準品及びサンプル調整

1. グリシドールリノール酸エステル
2. グリシドールオレイン酸エステル
3. グリシドールパルミチン酸エステル

標準品を20%IPAを含むアセトニトリルで溶解

分析条件

UPLC条件

LC システム:Waters ACQUITY UPLC® システム

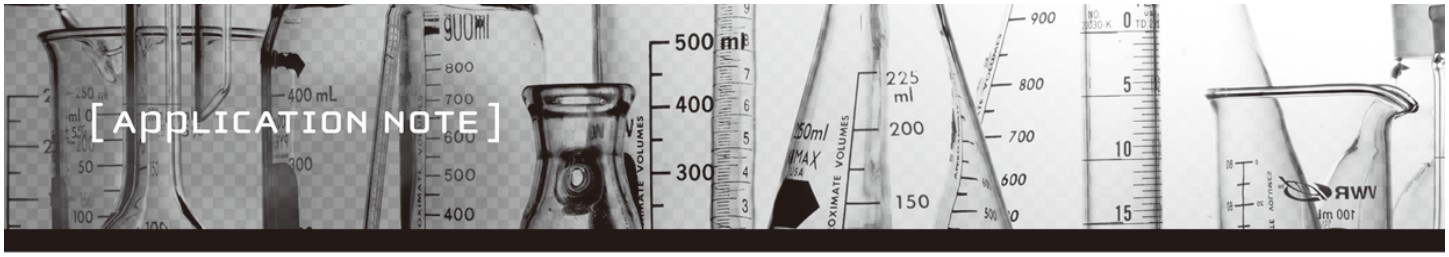
カラム:ACQUITY UPLC® BEH C18
2.1×50 mm 1.7 µm
移動相A:0.05%ギ酸水溶液
移動相B: 0.05%ギ酸アセトニトリル
強洗浄溶媒:0.2%-ギ酸水/IPA/MeOH/MeCN(1/1/1/1)
400µL
弱洗浄溶媒:50%-アセトニトリル水溶液 800µL
流量:0.4 mL/min
カラム温度:45℃
注入量: 3 µL
分析時間: 7.5 min
グラジエント:

時間 (min)	A%	B%	Curve
0.0	25	75	Initial
0.3	25	75	6
4.0	15	85	6
5.3	5	95	6
6.0	0	100	11
6.7	25	75	11

MS条件

MS システム:Xevo™ TQ MS
イオン化モード:ESI+
イオン化電圧:2.0 kV
脱溶媒ガス:窒素ガス 1200 L/hr (650℃)
コーンガス:窒素ガス 50 L/hr
イオン源温度:150 ℃
取り込みモード:Multiple Reaction Monitoring (MRM)

化合物	ﾌﾟﾚｶｰｻｲｵﾝ (m/z)	ﾌﾟﾛﾀﾞｸﾄｲｵﾝ (m/z)	ﾃﾞｭｳｪﾙﾀｲﾑ (sec)	ｺｰﾝ電圧 (V)	ｺﾘｼﾞｮﾝｴﾈﾙｷﾞｰ (eV)
グリシドールパルミチン酸エステル	313.5	57.0	0.072	26	24
	313.5	71.0	0.072	26	22
グリシドールリノール酸エステル	337.5	81.0	0.072	26	26
	337.5	95.0	0.072	26	20
グリシドールオレイン酸エステル	339.5	69.0	0.072	26	28
	339.5	83.0	0.072	26	26



結果と考察

図2に1 ppbのクロマトグラム、図3に0.5 ppb～10 ppbにおける検量線の結果を示します。
全ての化合物において良好な結果が得られました。
グリシドール脂肪酸エステルは、一般的に植物油等の製品中に0.5 - 100ppm 程度含有しているといわれています。
この結果より、製品中のグリシドール脂肪酸エステルのリスク評価を行うために
必要な感度が十分に得られることが確認できます。
また、高感度に目的物質が検出できるため、油脂をはじめとする実サンプルの注入量も抑えることが可能となり、装置への負担も軽減できます。

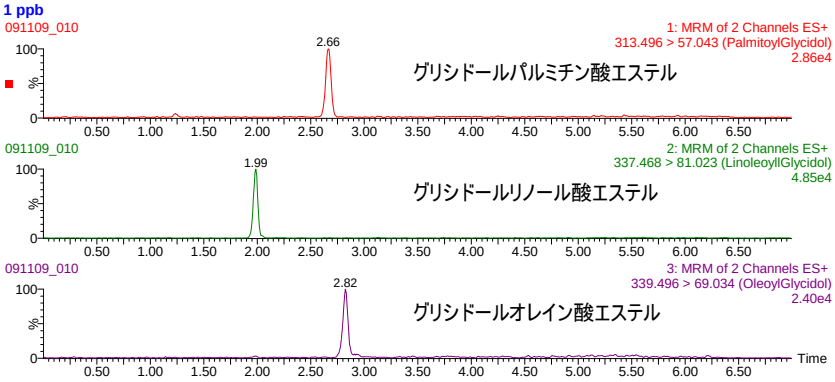


図2. 各標準品のマスクロマトグラム (1 ppb)

図5.に PIC(Product Ion confirmation)の結果を示します。
PICとは、MRMをトリガーとしたプロダクトイオンスキャン機能で、MRMでピークを検出すると、そのプレカーサ-イオンのプロダクトイオンスキャンに自動で切り替わりスペクトル情報を得る事ができます。その結果、通常の定量イオンと確認イオンのイオン比を用いた同定だけでなく、スペクトル情報からの同定も可能となり、より多くの情報を得る事ができます。

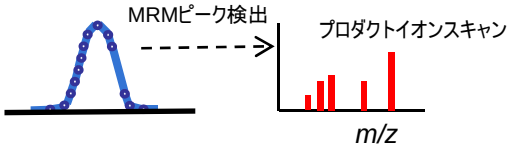


図4. PIC機能のイメージ図

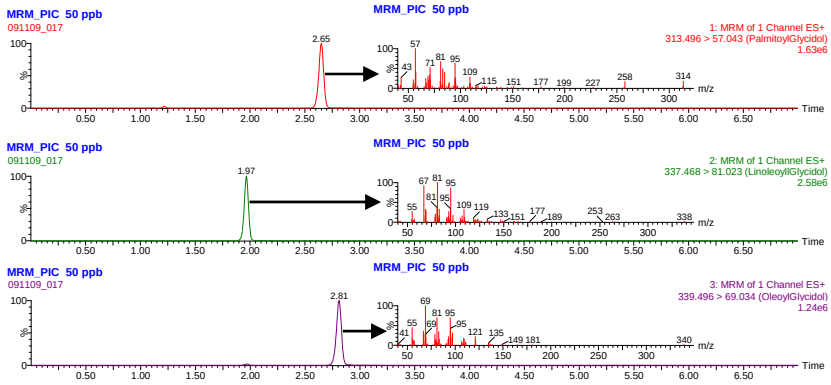
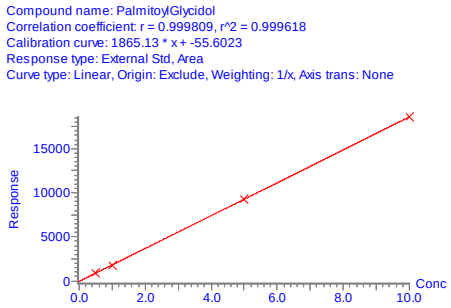
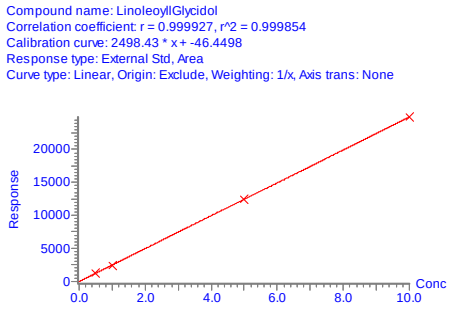


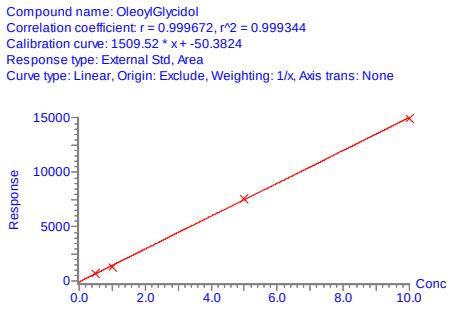
図5. PIC機能を用いたMRMデータ



グリシドールパルミチン酸エステル



グリシドールリノール酸エステル



グリシドールオレイン酸エステル

図3. 各標準品の検量線結果 0.5 ppb-10ppb

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.co.jp
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12 第5小池ビル
TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 カトキチ新大阪ビル11F
TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 静岡