

アグリビジネス創出フェア in 東海 Web展示

一般財団法人 日本食品分析センター①

～LC-MS/MSによるポリアミン3種の迅速分析法の検討～

- ① 背景・目的
- ② 分析法
- ③ 検量線
- ④ クロマトグラム例
- ⑤ 測定結果
- ⑥ 各ポリアミン含有量
- ⑦ まとめ

LC-MS/MSによるポリアミン3種の迅速分析法の検討

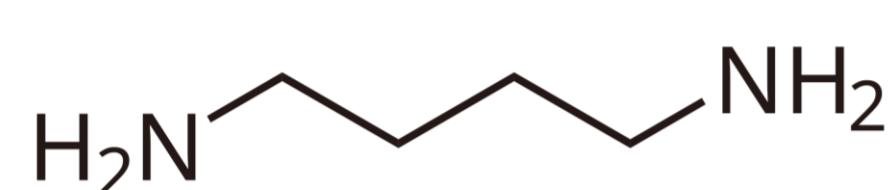
一般財団法人日本食品分析センター 彩都研究所 微量試験部 微量試験課 小椋 和彦

背景・目的

ポリアミンは細胞の必須成分として細胞の成長と増殖に関与しており、老化防止効果などが期待されています。代表的なポリアミンであるプロテッシン、スペルミジン及びスペルミンは親水性が高く、一般にHPLCの測定で多く使用されるカラムには殆ど保持されません。このため当財団の分析法は従来、ダンシルクロライドによって誘導体化処理した後、測定を行っていました。しかし、誘導体化は工程が長く、操作の習得にも熟練を要します。本発表では煩雑な誘導体化処理を省略し、LC-MS/MSを用いて迅速に測定可能な分析法を検討しましたのでご紹介します。

代表的なポリアミン3種

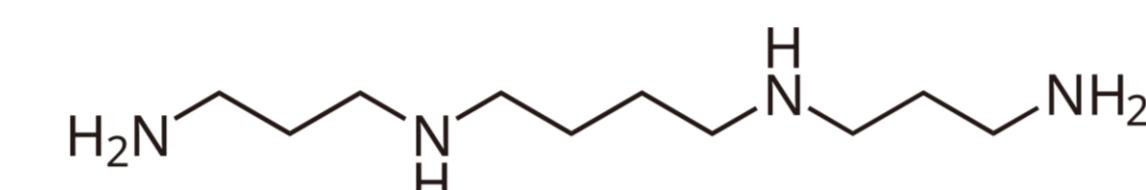
プロテッシン



スペルミジン



スペルミン



発酵食品、肉、野菜、果実、きのこ類、種実類等
様々な食品に含まれるとされる
代謝活性効果あり

しかし、食品中のポリアミン含有量についての知見は少ない…
→迅速で簡便に分析できる試験法が期待される

分析法

試料採取1 g

+ 0.2 mol/L過塩素酸25 mL

遠心分離(2250×g, 5 min)

ろ過

水で50 mLに定容

500 μL分取

水で50 mLに定容

↓ LC-MS/MS

抽出後水で希釈
誘導体化なし
精製不要

LC-MS/MS測定条件

ポンプ : LC-30AD [島津製作所]
MS部 : Triple Quad 6500+ [AB SCIEX]
カラム : Shim-pack Scepter PFP-120, φ2.1 mm × 100 mm, 3 μm [島津製作所]
カラム温度 : 40 °C
移動相 : A液 ; 水
B液 ; アセトニトリル : ギ酸(1000:10)
B (%) 50 (7 min保持)
流量 : 0.4 mL/min, 注入量 : 1 μL又は0.1 μL
イオン化法 : ESI(正イオン検出モード)
イオン化温度 : 400 °C

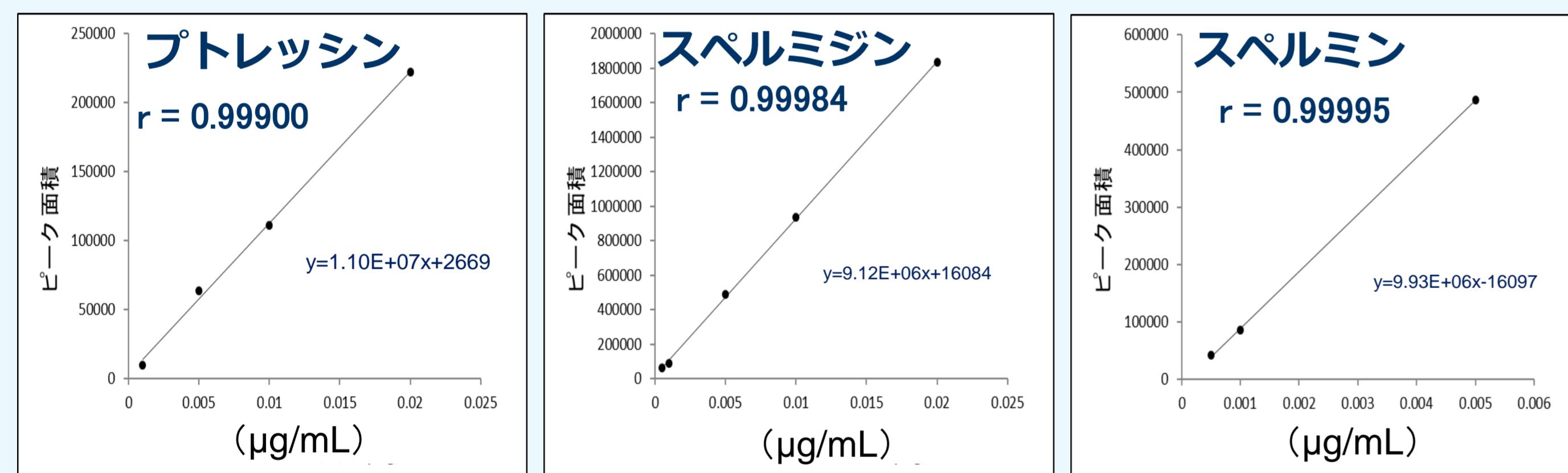
PFPカラム使用
塩基性化合物に強い保持

プロテッシン
確認イオンは取得できず

測定物質	設定質量数 (m/z)	測定条件	
		DP (V)	CE (eV)
プロテッシン	89→72(定量)	50	15
	—	—	—
スペルミジン	146→72(定量)	50	19
	146→129(確認)	50	10
スペルミン	203→84(定量)	50	40
	203→112(確認)	50	28

アイソクラティック測定
塩類を使用せず測定可

検量線



測定結果

食品名	単位: mg/100g ()内は添加回収率(%)			
	プロテッシン	スペルミジン	スペルミン	合計
オレンジ	7.7 (105)	<0.5 (97)	<0.5 (83)	7.7
マッシュルーム	2.4 (98)	7.9 (85)	<0.5 (84)	10.3
ハム	<0.5 (89)	<0.5 (99)	3.0 (87)	3.0
鮭白子	12 (82)	16 (89)	4.9 (85)	32.9
小麦胚芽	5.9 (96)	30 (102)	10 (80)	45.9

開発した方法で各食品を分析

(試験回数: 2)

添加回収試験も実施 (試験回数: 1)

添加濃度:

オレンジ、マッシュルーム、ハム:

10 mg/100g

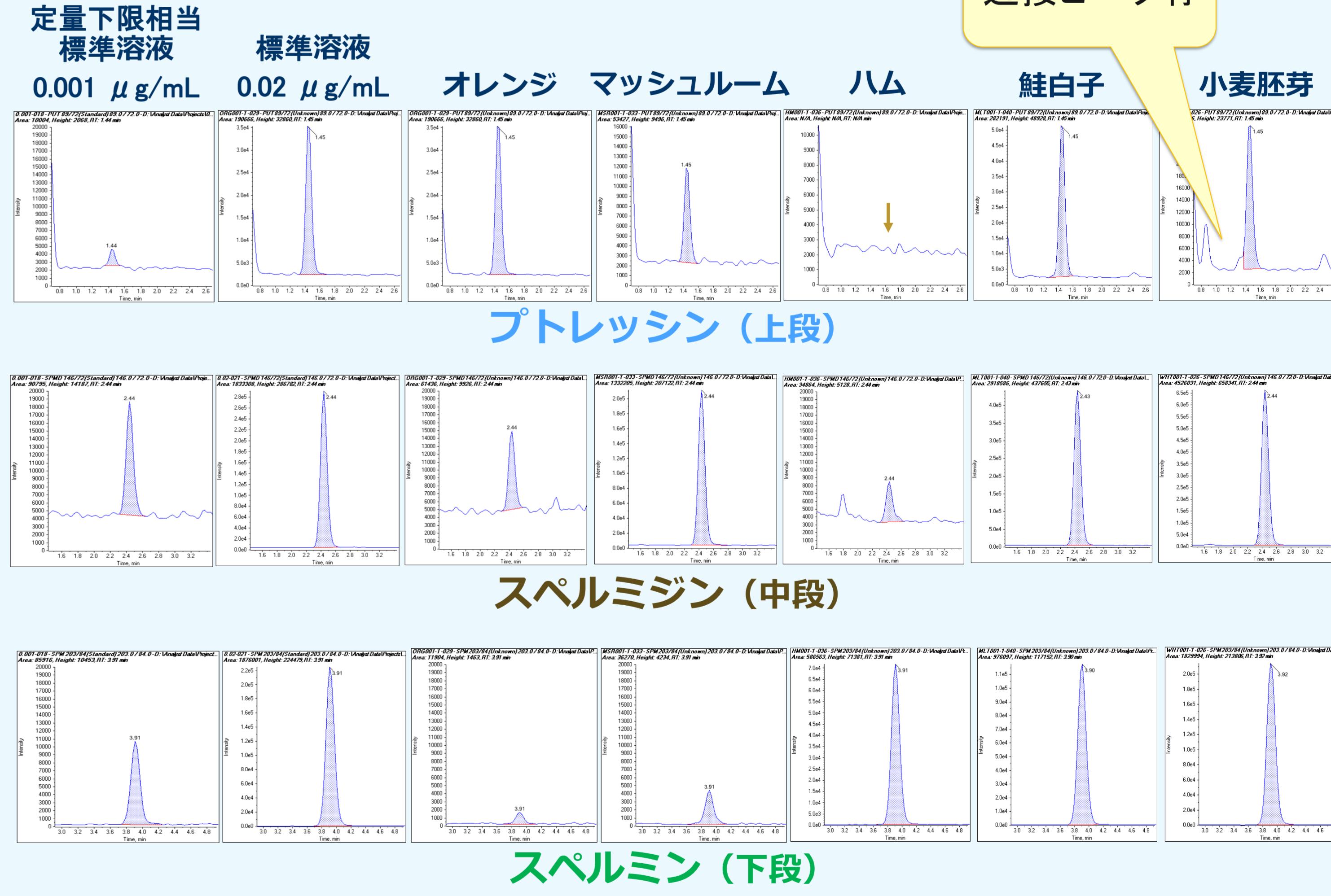
鮭白子: 12.5 mg/100g

小麦胚芽: 25 mg/100g

各ポリアミン含有量 (mg/100g)



クロマトグラム例



まとめ

◆LC-MS/MSを用い、誘導体化処理が不要なポリアミン3種の迅速分析法を検討した。
◆本分析法でポリアミンを含有する5つの食品について添加回収試験を実施した結果、回収率は80-102%の範囲であった。
◆プロテッシンの確認イオン取得や一部の食品における近接ピークの分離といった課題も残されており、今後さらなる検討を進める。