

β -クリプトキサンチンはウンシュウミカン(Citrus unshiu)の可食部中などに含まれているカロテノイド色素の一つです。主に必須栄養素であるビタミンAに代謝されるプロビタミンAとしての働きのほか、分子骨格の共役二重結合に由来した高い抗酸化作用を持っていることが知られています。生活習慣病予防や骨粗鬆症の発症率の低下に効果があるとされており、その機能性を用いた食品やサプリメント・清涼飲料水等が多く販売されています。

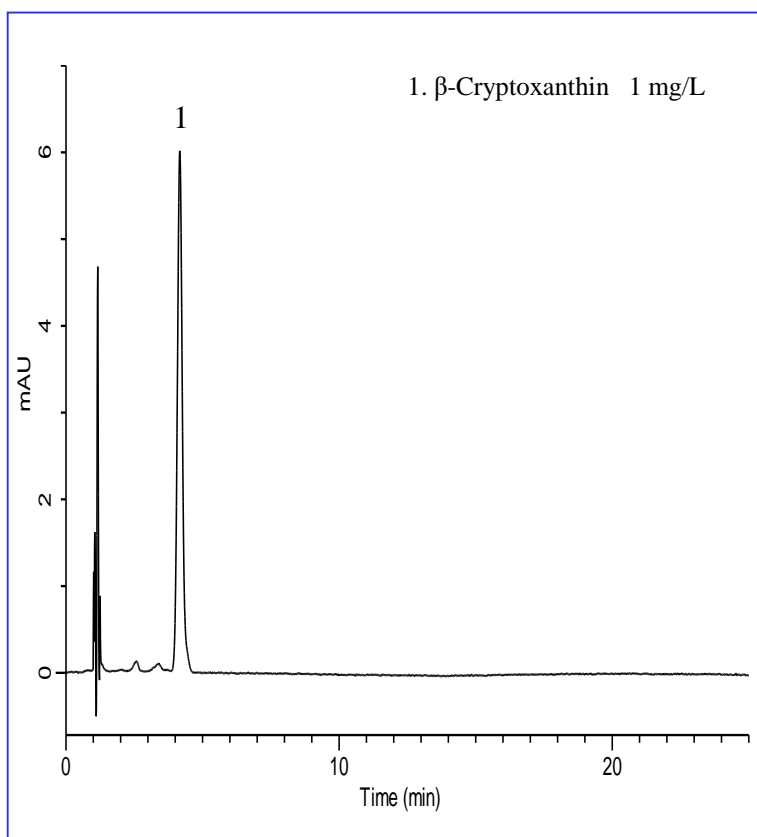
今回は溶離液条件を食品衛生検査指針及びJAS改正案を参考にし、分析を行いました。

(S.Miura)

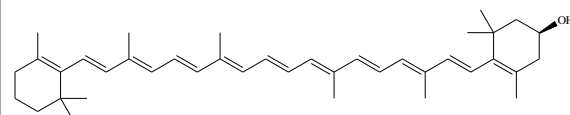
日本農林規格(JAS)改正案 記載条件のクロマトグラム

2019年日本農林規格(JAS)改正案ではInertsil ODS-3を使用したHPLC条件が記載されています。今回は同様の規格で、より不活性度の高いカラムInertSustain C18を使用した分析例をご紹介します。こちらのカラムを使用した場合も、ODS-3と同様の分離パターンにて分析を行うことが可能となっています。

標準溶液の分析例

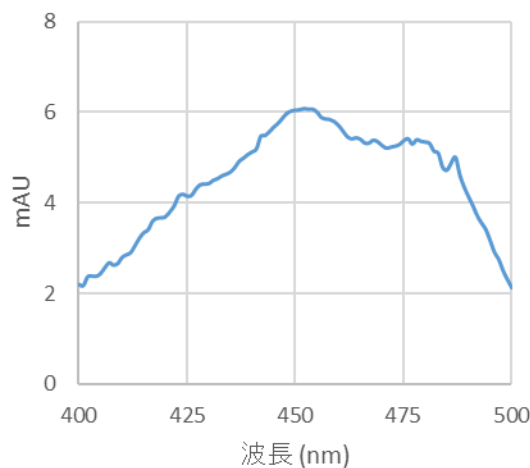


構造式



β -クリプトキサンチン

Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.



UV/VIS 吸収スペクトル

Conditions

System	: Chromaster HPLC system
Column	: InertSustain C18 (5 μ m, 150 x 4.6 mm I.D.)
Column Cat. No.	: 5020-07345
Eluent	: 0.12 mM Ascorbyl palmitate in (CH ₃ OH / CHCl ₃ = 24/1, v/v)
Flow rate	: 1.5 mL/min
Col. Temp.	: 40 °C
Detection	: VIS 455 nm
Injection Vol.	: 20 μ L
Sample	: Standard

β-クリプトキサンチンの分析例

ウンシュウミカンの外果皮のみを除去した後、ホモジナイザーを用いて粉碎し、抽出は2019年日本農林規格(JAS)改正案に従い操作を行いました。けん化を行った後内容を溶解し、ろ過したものを試料溶液としました。

前処理

試料秤量

約2.0 g 秤量

抽出

ピロガロール溶液(30 g/L) 15 mL添加
 硫酸ナトリウム 10 g
 振とう抽出 5 min
 遠心分離 5 min
 上清を回収(メスフラスコ) (②)
 残渣にピロガロール溶液15 mLを加え①を繰り返し、
 上清を回収(③)
 ②と③を合わせてピロガロール溶液で50 mLに定容

けん化

遠沈管に定容液を取る 10 mL
 60%水酸化カリウム溶液 1 mL
 加熱(70 °C) 30 min
 冷却(室温)

不けん化剤回収

1%塩化ナトリウム溶液 20 mL
 2-プロパノール 5 mL
 酢酸エチル/ヘキサン(9:1)混合液 12mL添加
 振とう 5 min
 遠心分離 5 min
 上清を回収(ナスフラスコ) (②)
 残渣に対して①を繰り返し、上清を回収(③)
 ③の操作を繰り返す(④)
 ②③④を合わせたものを減圧留去

定容

エタノールで5 mLに定容

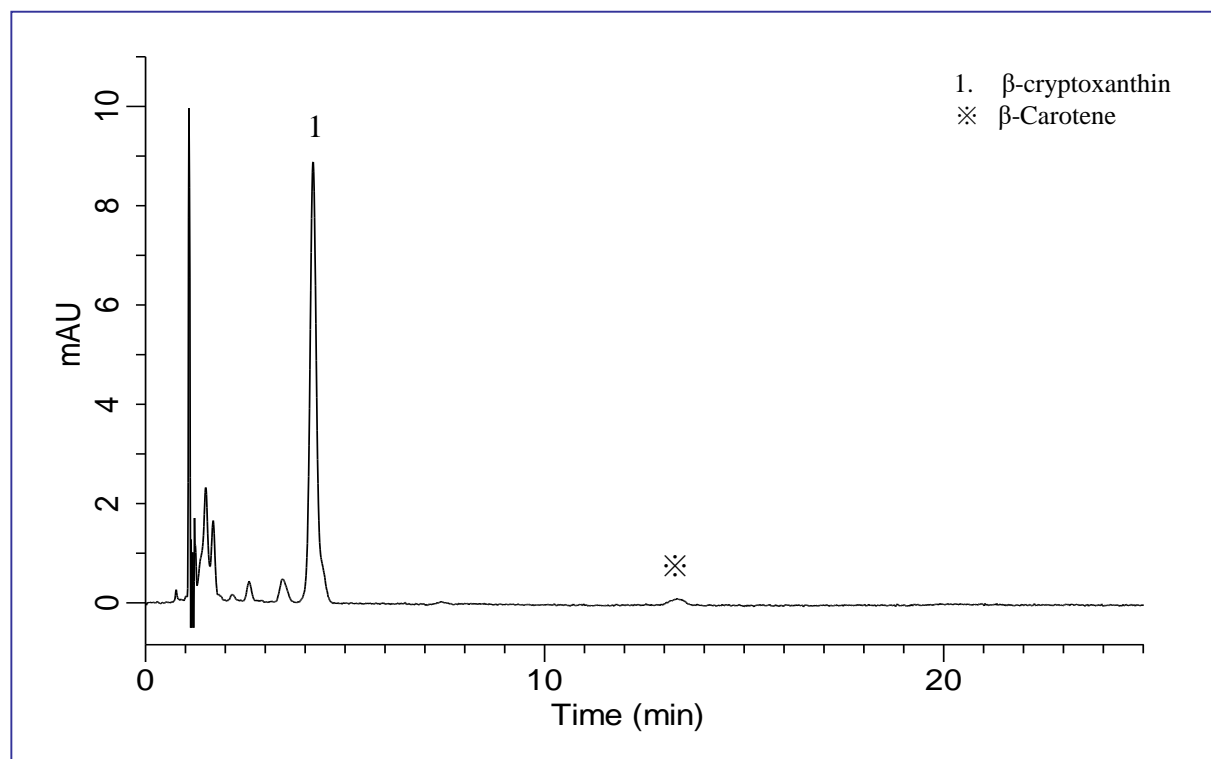
ろ過

回収液をGLクロマトディスク13P(0.45 μm)へ通液

試料溶液

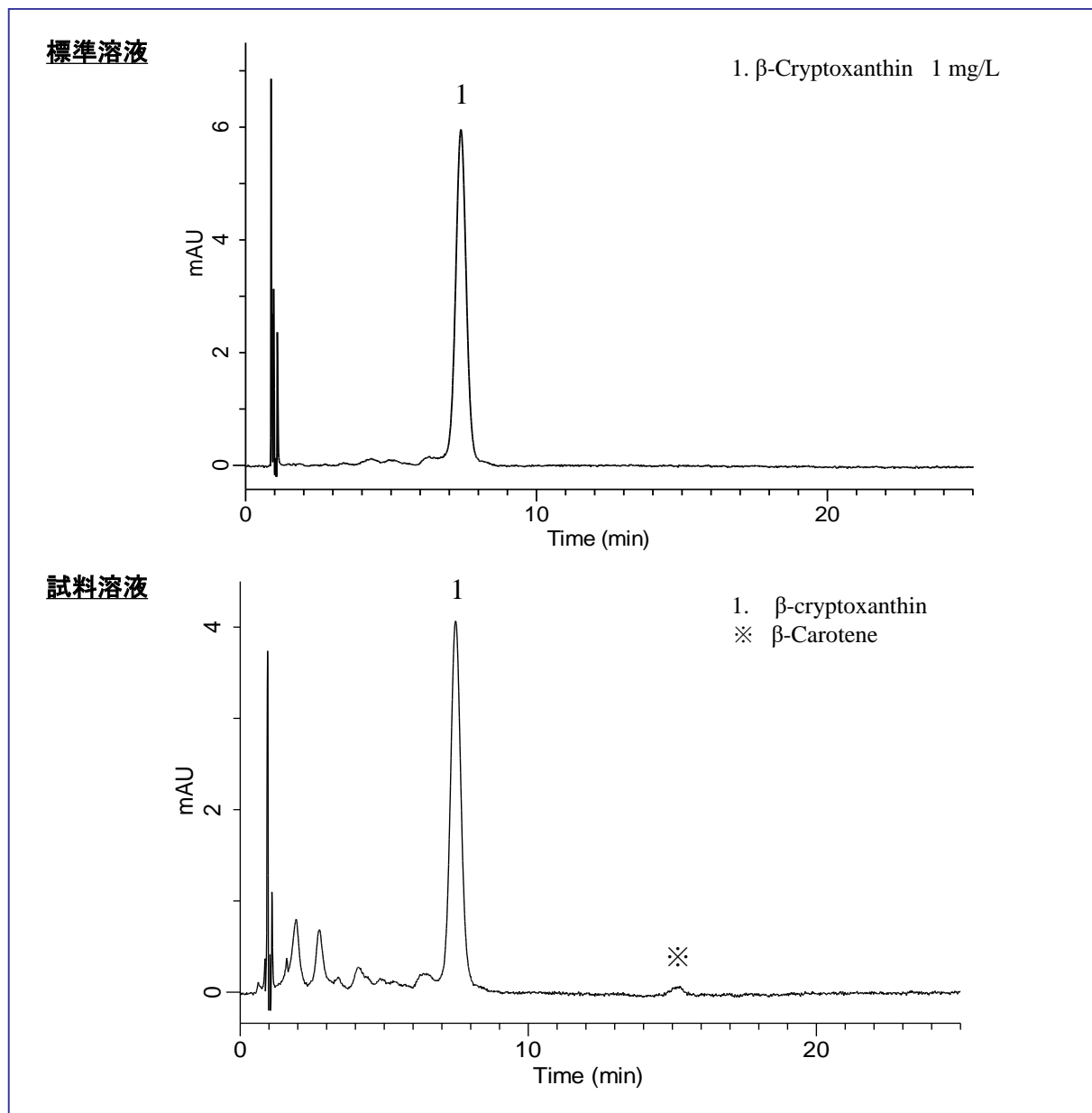
HPLC

試料溶液の分析例



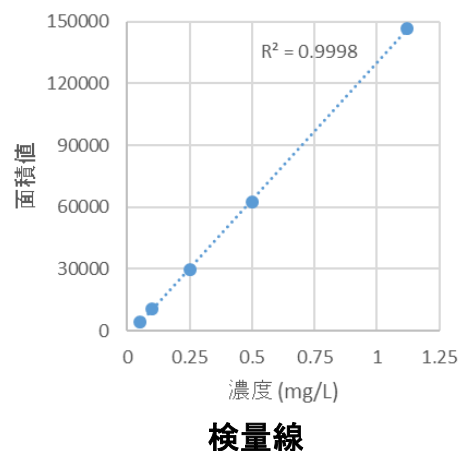
食品衛生検査指針(カロテン分析) 記載条件のクロマトグラム

β-クリプトキサンチンはカロテンの一種であるため、同様の溶離液条件にて分析を行うことが可能です。今回は食品衛生検査指針を参考にし、比較的疎水性の高い溶媒を溶離液として使用しました。また、立体構造の違いを認識しやすいODSカラムを使用し測定を行いました。



Conditions

System	: HITACHI Chromaster
Column	: Inertsil ODS-P (5 μm, 150 x 4.6 mm I.D.)
Column Cat. No.	: 5020-02001
Eluent	: A) CH ₃ CN B) CH ₃ OH C) THF A/B/C = 55/40/5, v/v/v
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Col. Temp.	: 20 °C
Detection	: VIS 455 nm (5430 Diode Array Detector)
Injection Vol.	: 20 μL
Sample	: Standard



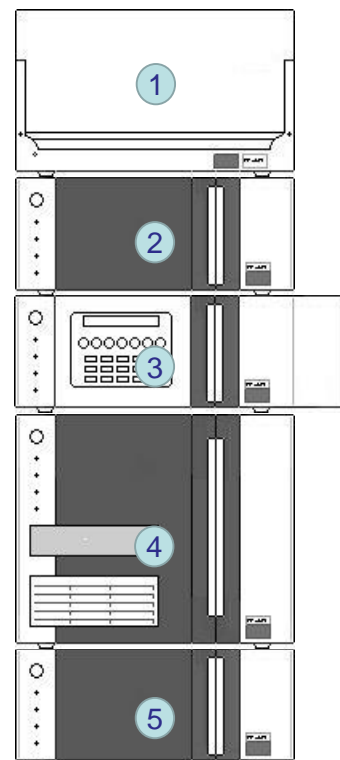
使用製品

- 分析カラム
 - InertSustain C18 5 μ m 150 x 4.6 mm I.D.
Cat.No. 5020-07345
 - Inertsil ODS-P 5 μ m, 150 x 4.6 mm I.D.
Cat.No. 5020-02001
- バイアル関連製品
 - ポリプロピレンバイアル 1.5 mL 100本
Cat.No.1030-51019
 - セプタム付スクリューキャップPTFE赤/シリコン白 厚さ1.0 mm
Cat.No.1030-51222
- シリンジフィルター
 - GLクロマトディスク 13P
Cat.No. 5040-28541
 - プラスチックディスポーザブルシリンジ 10 mL ルアーロック型
Cat. No.1030-55110



- HPLC装置
 - 日立HPLCシステム Chromaster

No.	品名	型番
1	オーガナイザー	
2	検出器	5430
3	カラムオープン	5310
4	オートサンプラー	5280
5	ポンプ	5110



ジールサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお薦めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましては、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く 9:00-17:00)

04-2934-1100 **info@glsc.co.jp**



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html