

1260 Infinity III LCで  
同等の結果を得られます

## シングル四重極 LC/MS を用いた プベルル酸の分析

### 著者

野田 莉帆  
安田 恭子  
林 明生  
アジレント・テクノロジー  
株式会社

### 要旨

プベルル酸は青かびの一種の代謝産物から発見された7員環芳香族化合物の1つで、食中毒を引き起こすことが報告されています。そのため、毒性の評価や検証にプベルル酸の高感度の定量法が求められています。

このアプリケーションノートでは、シングル四重極 LC/MS を用いてプベルル酸を分析する手法を紹介します。

## 測定システム

Agilent 1260 Infinity II LC システム  
G7111B クォータナリポンプ  
G7129A バイアルサンブラ  
G7116B マルチカラムサーモスタット  
G7117C ダイオードアレイ検出器  
Agilent InfinityLab LC/MSD  
G6125C シングル四重極 LC/MS

## 試料調製

標準物質は研究用試薬プベルル酸（長良サイエンス）を用いました。50 % アセトニトリル水溶液で溶解させた後、0.1 % ギ酸含有水溶液で希釈しました。

## 分析条件

既報 1 を参考に酸性移動相・低カラム温度条件で分析を行いました。SUS 配管仕様の HPLC システムを使用したため、分析に先立ってカラムを含めた LC システムを 0.1 % リン酸 50 % アセトニトリル水溶液で洗浄しました。その際、MS にリン酸を導入しないようダイバータバルブを廃液ポジションに設定しました。

表 1. 分析条件

LC	
移動相 A	0.1 % ギ酸含有水
移動相 B	0.1 % ギ酸含有アセトニトリル
B conc.	2 %B (0–5 min) → 100 %B (10 min) → 100 %B (15 min)
Post time	8 min
流速	0.4 mL/min
カラム	Poroshell 120 Aq-C18 (2.1×100 mm、2.7 μm、p/n 695775-742)
カラム温度	10 °C
注入量	2 μL
MS	
ドライガス	12 L/min at 350 °C
ネブライザ圧力	50 psi
キャピラリ電圧	2500 V
フラグメンタ電圧	70 V
イオン化	ESI-Negative
モニターイオン	SIM $m/z$ 197.2

## 結果

検量線各濃度における SIM クロマトグラムを図 1 に、0.03 – 3 mg/L における検量線を図 2 に示します。決定係数 0.999 以上と良好な直線性を示しました。0.1 mg/L における 3 回連続分析の結果、保持時間の RSD は 0.044 %、面積 RSD は 1.265 % と良好な再現性を確認しました。

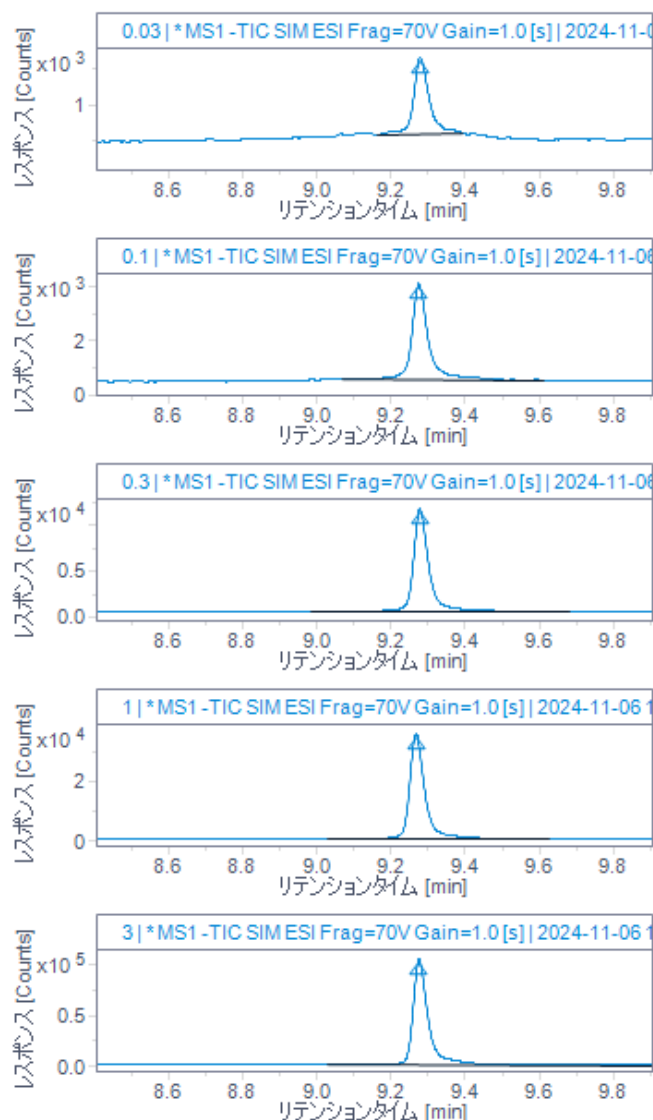


図 1. 検量線各濃度における SIM クロマトグラム

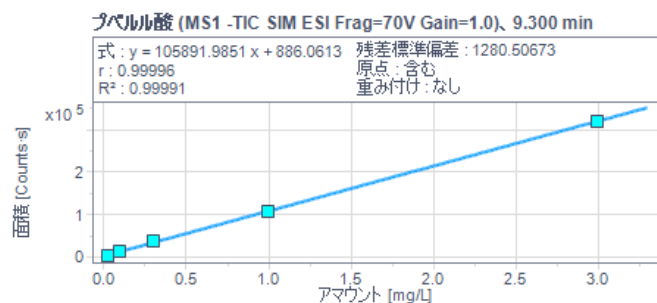


図 2. 0.03 – 3 mg/L における検量線

## まとめ

Agilent InfinityLab LC/MSD を用いてフベルル酸の分析を行いました。シングル四重極においても広い濃度範囲で直線性を確認し、再現性も良好でした。既報 1 の Infinity LC とトリプル四重極 LC/MS (TQ) による測定例との使い分けとして、飲料試料であれば MSD を使用した本報、食品抽出液など高マトリックス試料の場合や同一の LC/MS システムで PFAS など他アプリケーションとの併用の場合は TQ を推奨します。

## 参考

- 5994-7943JAJP [Agilent 6475 トリプル四重極 LC/MS を用いたフベルル酸の分析](#)、アジレント・テクノロジー、2024

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンタ

**0120-477-111**

[email\\_japan@agilent.com](mailto:email_japan@agilent.com)

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE-002918

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Printed in Japan, November 27, 2024

5994-7976JAJP