

エーテルで洗浄後、乾燥し、精製 CWSP および HWSP を得た。(収率 CWSP: 8.9% および 7.1%, HWSP: 30.0% および 31.3%)

単糖組成分析: 多糖試料 (1 mg) に *myo*-inositol 水溶液 (50 mg/ml, 50 μ l)、蒸留水 (200 μ l)、および 4 M TFA (250 μ l) を加え 120 °C で 2 時間加水分解した。これを放冷後、窒素気流下 50 °C で乾固した。さらにアセトニトリル 0.5 mL を加え窒素気流下で乾固する操作を行った。得られた酸加水分解物を水素化ホウ素ナトリウムで還元し、アルジトールを得た。ここに 1-メチルイミダゾール (0.2 mL) および無水酢酸 (2 mL) を加え、室温で 1 時間アセチル化を行った。

メチル化分析: 試料を DMSO (1 mL) に溶解後、NaOH 粉末 (30 mg) を加え、室温で 5 分間攪拌した。ここにヨウ化メチル (0.1 mL) を加え、さらに室温で 10 分間攪拌した。窒素ガスを当て過剰なヨウ化メチルを除去後、蒸留水とクロロホルムで分配し、得られたクロロホルム相を乾燥した。メチル化多糖を 2 N TFA 中、120°C で 2 時間加水分解した後、これを上述の単糖組成分析と同様の操作を行い、部分メチル化アルジトールアセテート誘導体を得て、GC および GC-MS で分析した。

C. 研究結果

得られた精製 CWSP および HWSP について、それぞれ GFC により重量平均分子量を求めたところ、CWSP は 3.21×10^6 および 3.25×10^6 、HWSP は 2.42×10^6 および 2.41×10^6 であった (Fig. 1)。また、それぞれの多分散度 (M_w/M_n) は CWSP は 2.25 および 2.17、HWCP は 2.56 および 2.71 であった。

続いて、それぞれの構成糖を分析したところ、Table 1 に示したように、CWSP はいずれのロットにおいてもマンノースとガラクトースの比が約 3 : 1 であるのに対して、HWSP は約 11~12 : 1 で

あった。さらにいずれの多糖についても痕跡量のグルコースが検出された。次にメチル化分析を行ったところ、Table 2 に示したようにマンノース残基は 1,4-結合残基と 1,4,6-結合残基であり、ガラクトース残基は全て非還元末端に結合していることが示唆された。

D. 考察

今回、脱脂操作後、冷水および熱水に不溶な画分が比較的多量に認められた。(Lot 1: 44.0%, Lot 2: 41.5%) 既存添加物のカシアガムはエビスグサモドキ種子の胚乳部分の破砕物であることから、不溶性のセルロースやヘミセルロースに相当する画分であることが考えられた。また、いずれのロットにおいても、ガラクトマンナンを得ることが出来たが、主成分としては分岐度の低いガラクトマンナンが主体であり、カロブビーンガムにも含まれていた平均マンノース 3 残基当たり 1 残基のガラクトースが結合したガラクトマンナンと同様の多糖が含まれていることが認められた。

E. 結論

本試料中には Fig. 4 に示した 2 種のガラクトマンナンが含まれていることが分かった。収量が多かったガラクトマンナンは分岐度の低い (平均約 20 残基当たり 1 残基) ものであった。

F. 研究発表

なし

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

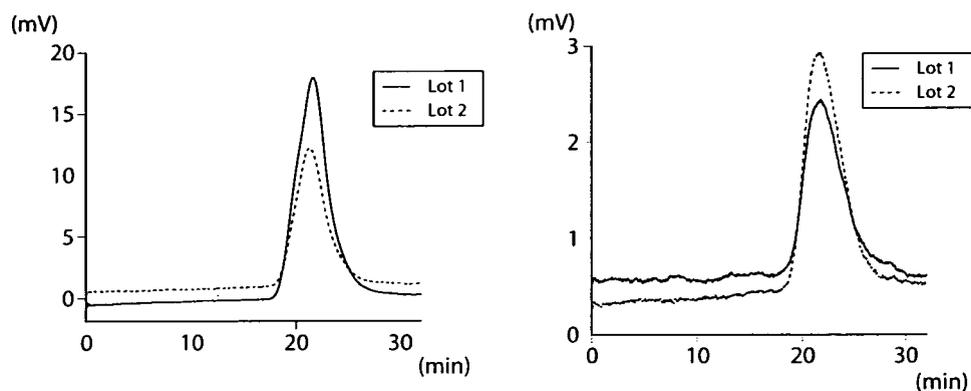


Fig. 1. GFC Patterns of CWSPs and HWSPs from Cassia Gums

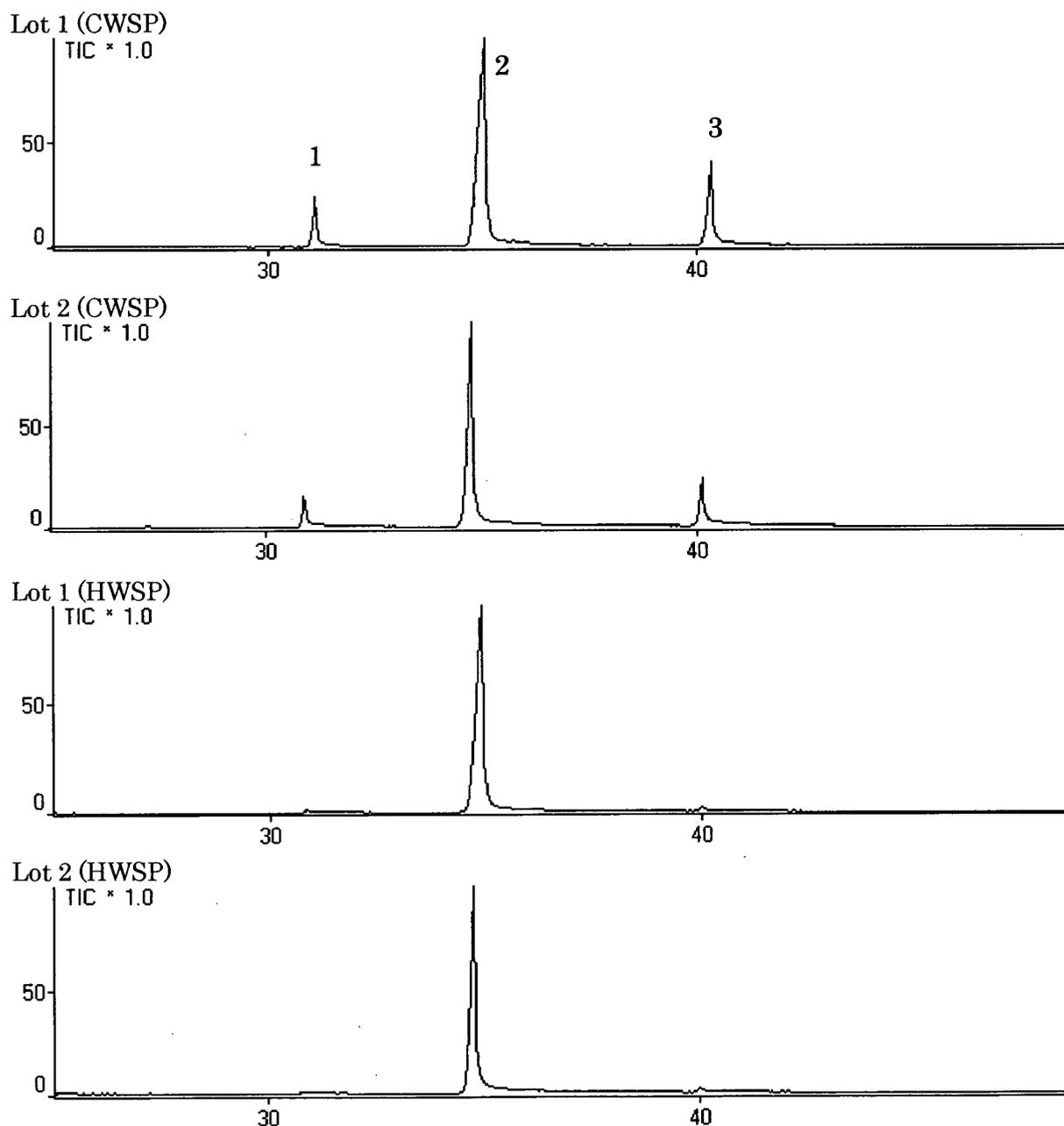


Fig. 2. Total Ion Chromatograms of Partially Methylated Alditol Acetates from Cassia Gums

Peak 1: 1,5-di-*O*-acetyl-2,3,4,6-tetra-*O*-methyl galactitol

Peak 2: 1,4,5-tri-*O*-acetyl-2,3,6-tetra-*O*-methyl mannitol

Peak 3: 1,4,5,6-tetra-*O*-acetyl-2,3-di-*O*-methyl mannitol

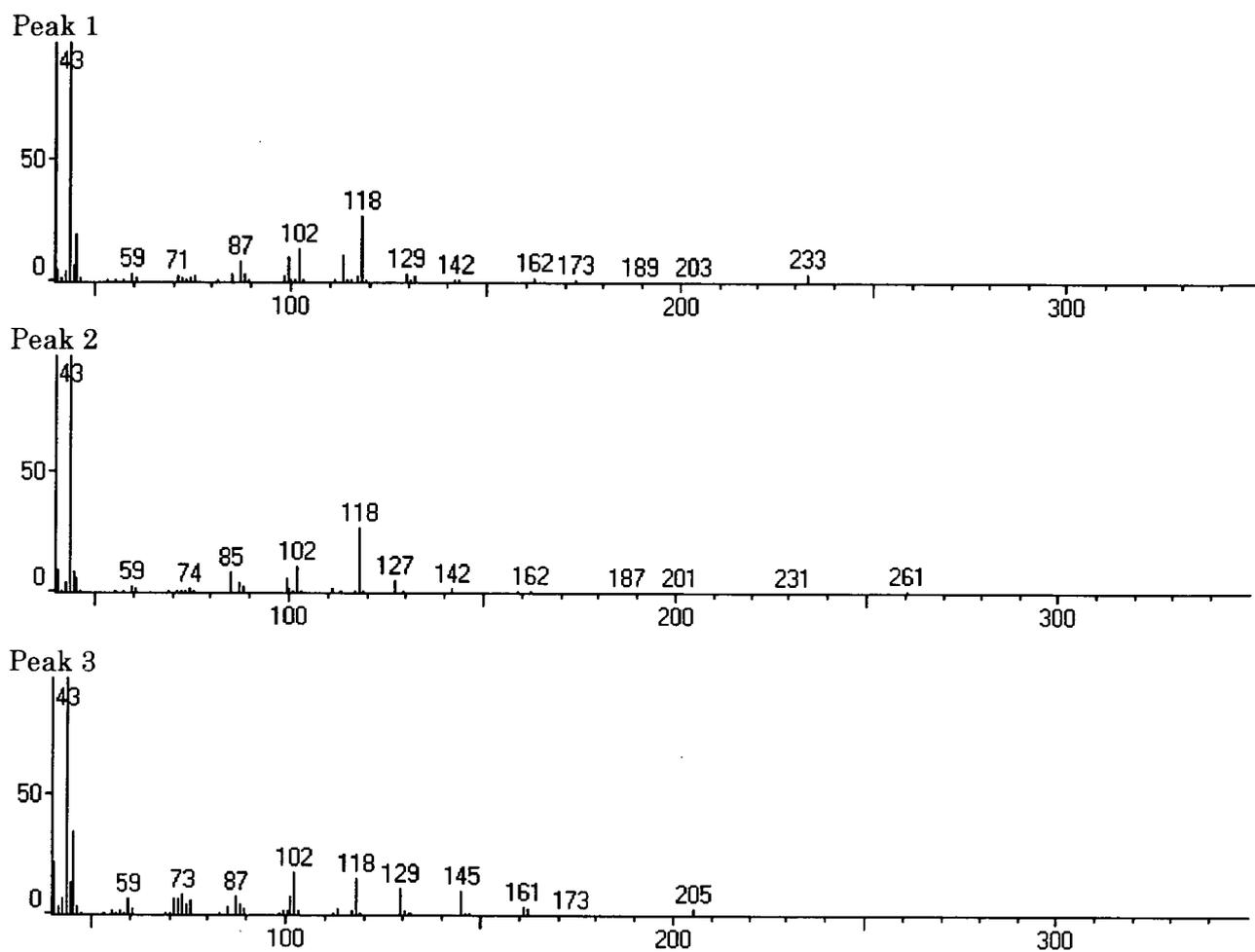


Fig. 3. Mass spectrum of Peak 1, 2 and 3.

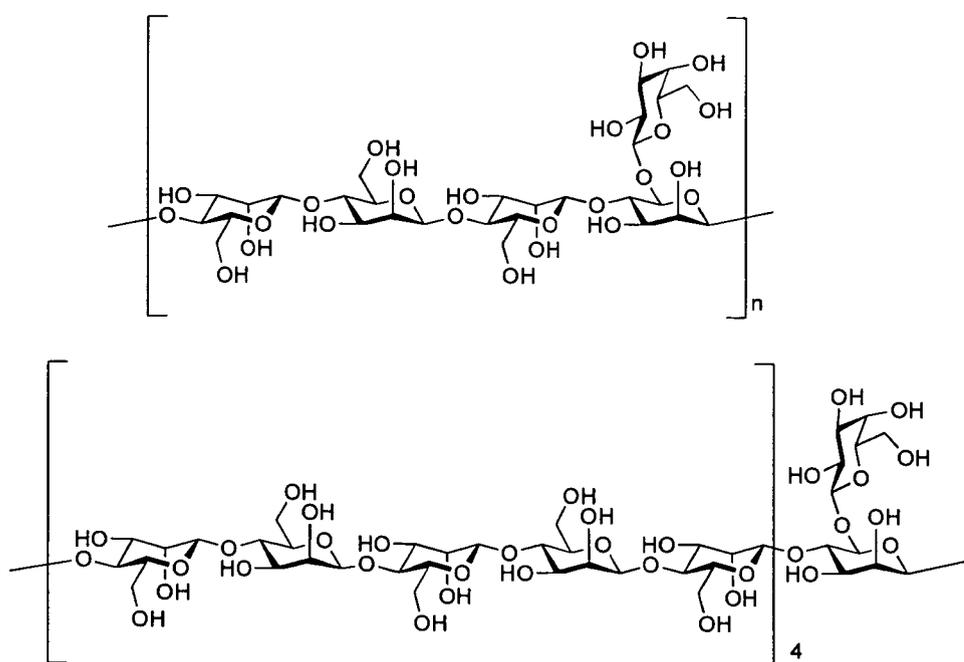


Fig. 4. Proposed Structures of CWSP and HWSP from Cassia Gum

Table 1. Sugar composition of polysaccharides

Monosaccharides	Lot 1		Lot 2	
	CWSP	HWSP	CWSP	HWSP
Mannose	75.1%	89.6%	75.6%	87.7%
Galactose	22.5%	7.2%	22.0%	8.7%
Glucose	2.4%	3.2%	2.4%	3.6%

Table 2. Methylation analysis of polysaccharides

Identification	Deduced linkage	Lot 1		Lot 2	
		CWSP	HWSP	CWSP	HWSP
2,3,6-Me ₃ -Man*	→4)-Man-(1→	59.7%	84.8%	63.2%	85.6%
2,4,6-Me ₃ -Hex	→3)-Man-(1→	2.1%	3.1%	1.9%	3.2%
2,3-Me ₂ -Man	→4,6)-Man-(1→	21.7%	6.7%	20.7%	6.9%
2,3,4,6-Me ₄ -Gal	Gal-(1→	16.5%	5.4%	14.1%	4.3%

* 2,3,6-Me₃-Man = 1,5-di-*O*-acetyl-2,3,6-tri-*O*-methyl mannitol.

厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）
分担研究報告書

カロブビーンガムの成分に関する研究

分担研究者 李 貞範 富山大学大学院医学薬学研究部（薬学）助教

研究要旨

カロブビーンガムを溶解度に基づき分画し、2種の多糖画分を得た。それぞれについて、各種分析を実施した結果、いずれもガラクトマンナンであるが、分岐度が異なることが認められた。

A. 研究目的

カロブビーンガムは「マメ科イナゴマメ (*Ceratonia siliqua* LINNE) の種子の胚乳部分を、粉碎して得られたもの、又はこれを熱時水に溶解後、ろ過し、イソプロピルアルコールで沈殿して得られたものである。主成分は多糖類である。」と定義されている。今回、2種の標品について、分画操作を行い、それぞれ得られた画分について各種分析を行った。

B. 研究方法

試料：成分分析に供したカロブビーンガム(2ロット)は日本食品添加物協会を通じて入手した。

装置及び測定条件：HPLCは島津製作所製 Shimadzu Prominence システム（ポンプ：LC-20AD、カラムオープン：CTO-20A、システムコントローラー：CBM-20A）および LabSystem 製 RI 検出器 (RI-2000) を用い、データ処理は島津製作所製 LC ワークステーション (LCsolution) により解析した。GPC は下記条件で実施した。

カラム：TSKgel GMPW_{XL} (7.6 mm × 300 mm × 2, Tosoh 社製)、移動相：0.1 M NaNO₃、流速：0.6 mL/min、カラム温度：40°C、検出：RI

GCはGLサイエンス社製GC-353ガスクロマトグラ

フに、インテグレーターとして日立社製 D-7000 を接続したのを用い、下記条件で測定した。

カラム：SP-2330 (3.2 mm × 30 m, Spelco 製)、キャリアーガス：N₂、検出器：FID、カラム温度 160-210°C (2°C/min) , 210-240°C (5°C/min) , 240°C (9 min)

GC-MSは島津製作所製QP-5000システムを用いて、下記の条件で実施した。

カラム：DB-5MS (3.2 mm × 30 m, J&W 製)、キャリアーガス：He、検出器：MS、カラム温度 100-200°C (2°C/min)、200-300°C (20°C/min)

試料の分画：試料 (1 g) に 80% EtOH (20 ml) を加え、室温で 20 分間攪拌した後、遠心分離を行った。得られた沈殿部を EtOH、アセトン、およびジエチルエーテルで順次洗浄した後乾燥した。ここに蒸留水 (100 ml) を加え、室温で一晩攪拌した。遠心分離により可溶部を得た後、これに 2 倍量のアセトンを加え、多糖を沈殿させた (CWSP)。一方、沈殿部については、蒸留水を加え、80°C で加温し、遠心分離により可溶部を得た後、これに 2 倍量のアセトンを加え、多糖を沈殿させた (HWSP)。CWSP および HWSP いずれについても、蒸留水 (100 ml) を加え、80°C で加温し、再度溶解し、可溶部を得た。ここに 2 倍量のエトOHを加え、

生じた沈殿部を EtOH、アセトン、およびジエチルエーテルで洗浄後、乾燥し、精製 CWSP および HWSP を得た。(収率 CWSP: 24.2% および 31.7%, HWSP: 35.9% および 18.5%)

単糖組成分析: 多糖試料 (1 mg) に *myo*-inositol 水溶液 (50 mg/ml, 50 μ l)、蒸留水 (200 μ l)、および 4 M TFA (250 μ l) を加え 120 °C で 2 時間加水分解した。これを放冷後、窒素気流下 50 °C で乾固した。さらにアセトニトリル 0.5 mL を加え窒素気流下で乾固する操作を行った。得られた酸加水分解物を水素化ホウ素ナトリウムで還元し、アルジトールを得た。ここに 1-メチルイミダゾール (0.2 mL) および無水酢酸 (2 mL) を加え、室温で 1 時間アセチル化を行った。

メチル化分析: 試料を DMSO (1 mL) に溶解後、NaOH 粉末 (30 mg) を加え、室温で 5 分間攪拌した。ここにヨウ化メチル (0.1 mL) を加え、さらに室温で 10 分間攪拌した。窒素ガスを当て過剰なヨウ化メチルを除去後、蒸留水とクロロホルムで分配し、得られたクロロホルム相を乾燥した。メチル化多糖を 2 N TFA 中、120°C で 2 時間加水分解した後、これを上述の単糖組成分析と同様の操作を行い、部分メチル化アルジトールアセテート誘導体を得て、GC および GC-MS で分析した。

C. 研究結果

得られた CWSP および HWSP について、それぞれ GFC により重量平均分子量を求めたところ、CWSP は 2.33×10^6 および 2.71×10^6 、HWSP は 3.67×10^6 および 3.39×10^6 であった (Fig. 1)。また、それぞれの多分散度 (M_w/M_n) は CWSP は 2.16 および 2.03、HWCP は 1.50 および 1.88 であった。

それぞれの画分について構成糖を分析したところ、Table 1 に示したように、いずれの標品もマンノースとガラクトースで構成されており、痕

跡量のグルコースも検出された。しかしながら、マンノースとガラクトースの比は CWSP と HWSP で大きく異なっており、それぞれ約 3:1、および約 5:1 であった。

次にメチル化分析を行ったところ、Table 2 に示したようにいずれの多糖についてもマンノース残基は 1,4-結合残基と 1,4,6-結合残基であり、ガラクトース残基は全て非還元末端に結合していることが示唆された。また、1,3-結合マンノース残基の存在も示唆された。

D. 考察

今回、室温と熱水で可溶化される多糖が異なることを見出した。それぞれについて分析したところ、いずれもガラクトマンナンであることが認められたが、CWSP は平均マンノース 4 残基当たり 1 残基のガラクトースが、一方 HWSP では平均マンノース 6 残基当たり 1 残基のガラクトースが結合していることが示唆された。この分岐度の差により、溶解性が異なることが考えられた。

E. 結論

増粘安定剤として使用されているカロブベーンガム中には、少なくとも Fig. 4 に示したように分岐度の異なる 2 種のガラクトマンナンが含まれていることが示唆された。

F. 研究発表

なし

G. 知的財産権の出願・登録状況

なし

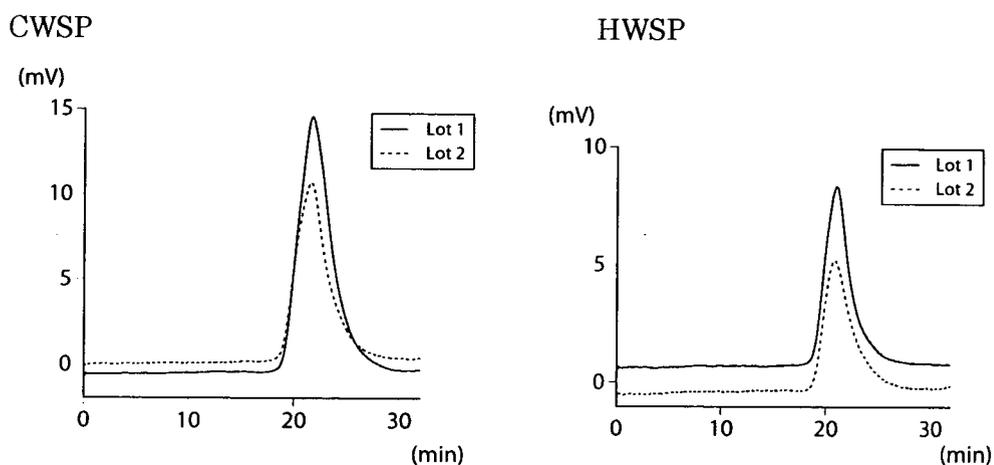


Fig. 1. GFC patterns of CWSPs and HWSPs from Carob Bean Gums

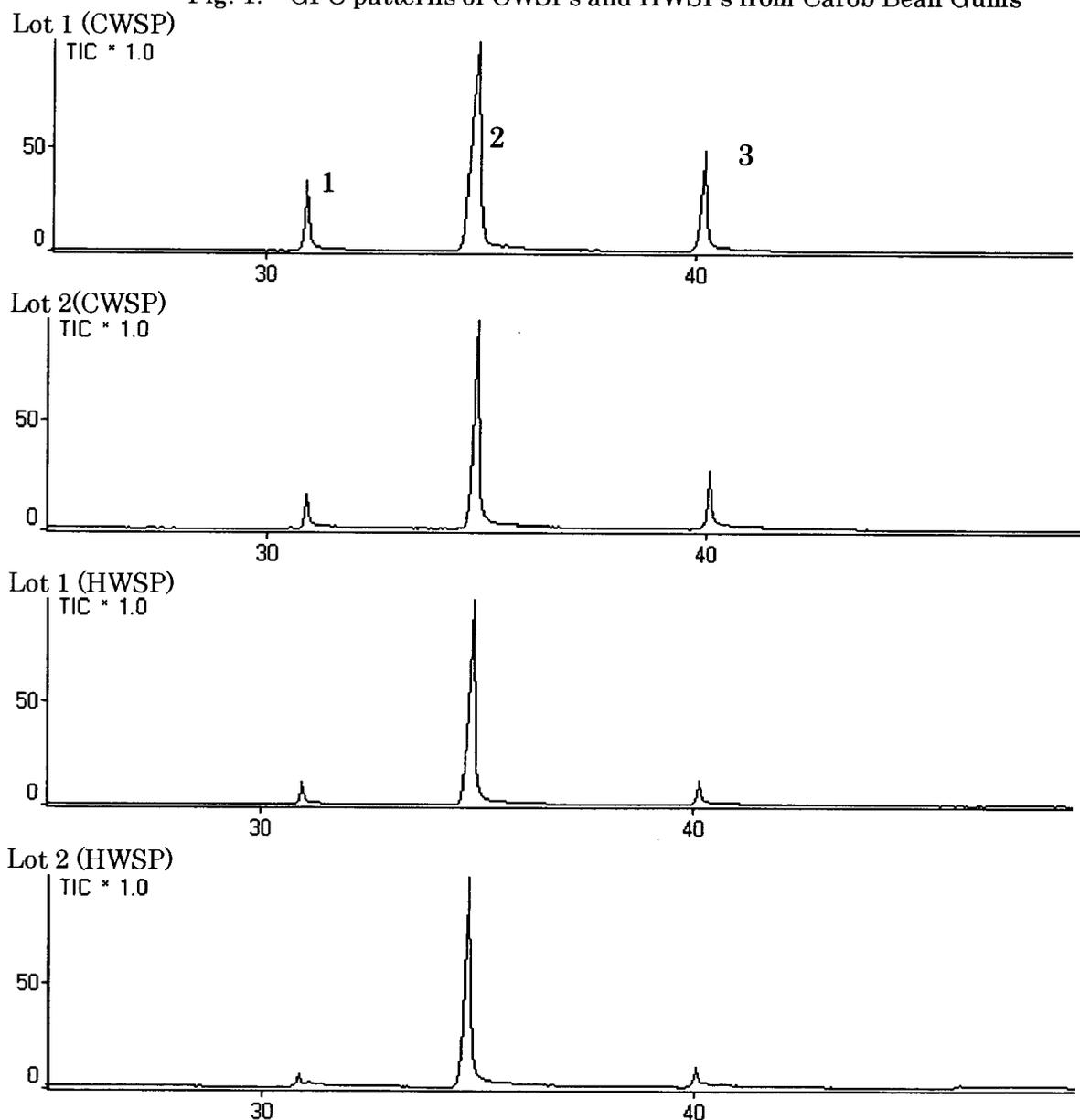


Fig. 2. Total Ion Chromatograms of Partially Methylated Alditol Acetates from Carob Bean Gums
 Peak 1: 1,5-di-*O*-acetyl-2,3,4,6-tetra-*O*-methyl galactitol
 Peak 2: 1,4,5-tri-*O*-acetyl-2,3,6-tetra-*O*-methyl mannitol
 Peak 3: 1,4,5,6-tetra-*O*-acetyl-2,3-di-*O*-methyl mannitol

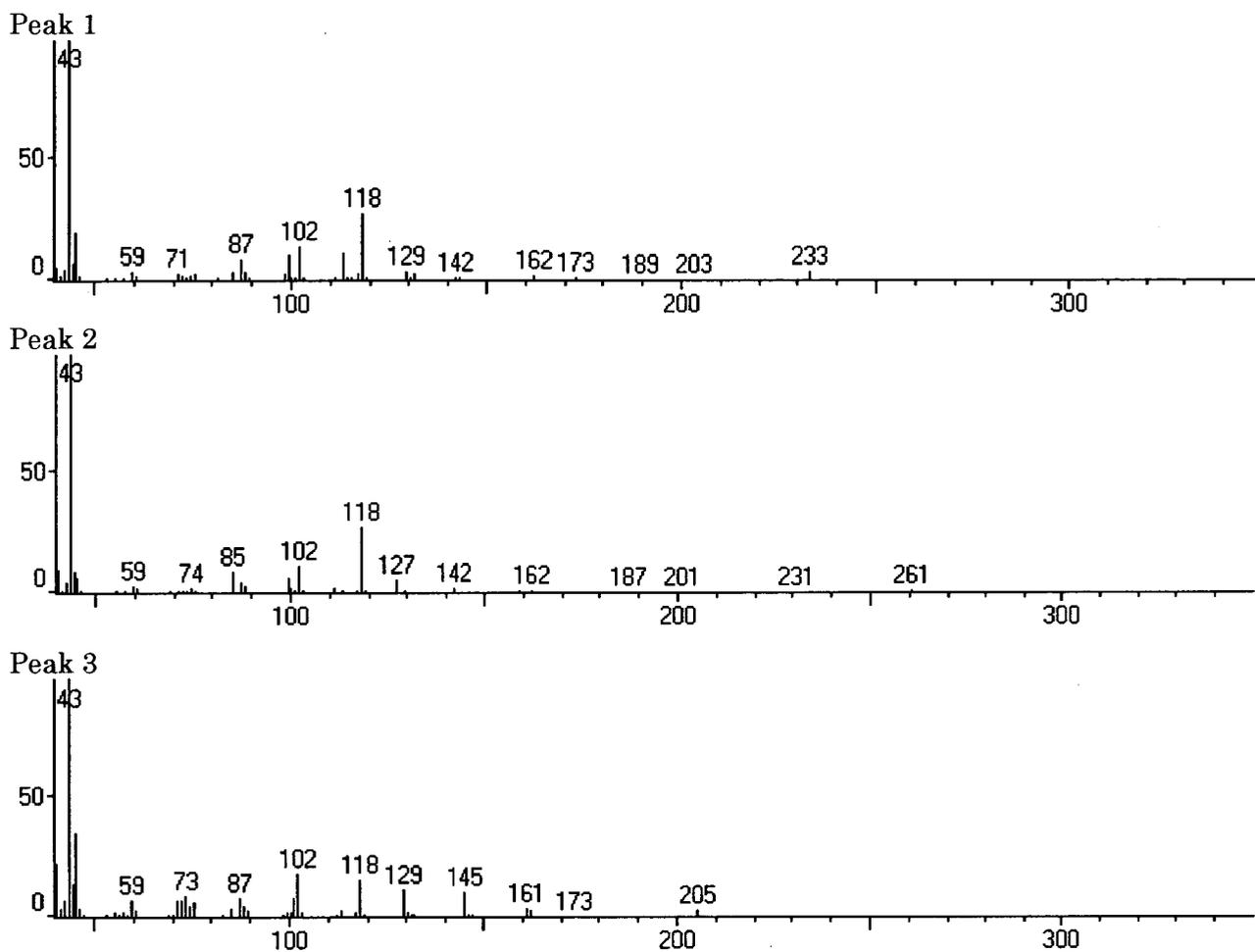
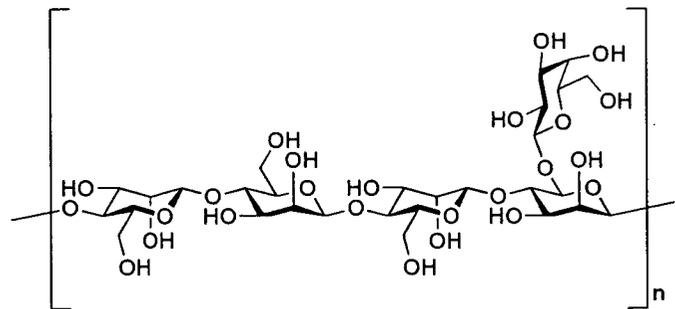


Fig. 3. Mass spectrum of Peak 1, 2 and 3.

CWSP



HWSP

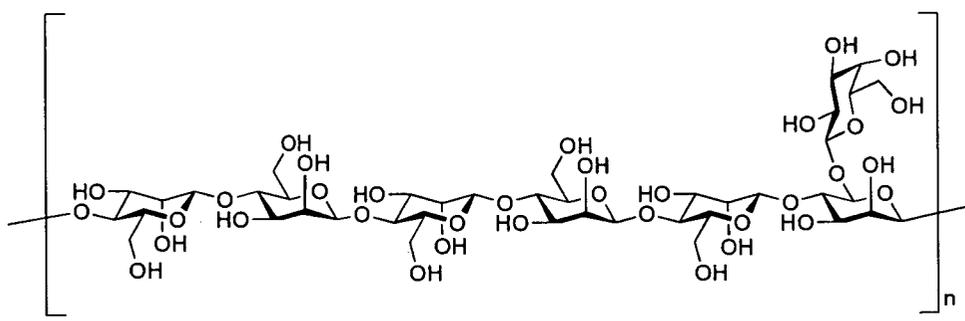


Fig. 4. Proposed Structures of CWSP and HWSP from Carob Bean Gum

Table 1. Sugar composition of polysaccharides

Monosaccharides	Lot 1		Lot 2	
	CWSP	HWSP	CWSP	HWSP
Mannose	77.6%	83.0%	77.5%	84.3%
Galactose	22.4%	17.0%	22.5%	15.7%
Glucose	trace	trace	trace	trace

Table 2. Methylation analysis of polysaccharides

Identification	Deduced linkage	Lot 1		Lot 2	
		CWSP	HWSP	CWSP	HWSP
2,3,6-Me ₃ -Man*	→4)-Man-(1→	59.7%	69.9%	61.2%	73.4%
2,4,6-Me ₃ -Man	→3)-Man-(1→	trace	trace	trace	trace
2,3-Me ₂ -Man	→4,6)-Man-(1→	22.0%	15.2%	21.6%	14.9%
2,3,4,6-Me ₄ -Gal	Gal-(1→	18.3%	14.9%	17.1%	11.7%

* 2,3,6-Me₃-Man = 1,5-di-*O*-acetyl-2,3,6-tri-*O*-methyl mannitol.

6. ガムベースの成分・品質に関する研究

厚生労働科学研究費補助金(食品の安心・安全確保推進研究事業)

既存添加物の成分と品質評価に関する研究

平成 19 年度分担研究報告書

ガムベース等の成分・品質に関する研究

分担研究者 秋山卓美 国立医薬品食品衛生研究所食品添加物部 主任研究官

研究要旨 既存添加物名簿に記載されているテルペノイド系ガムベースの品質規格策定を目的として、UPLC/MS により実試料の分析を行った。TIC では従来の LC/MS と比較してシャープなクロマトピークが得られ、いずれの場合も品目間で明らかな違いが認められた。分子イオンピークの m/z から構造を推定し、クロマトピークに含まれる成分のタイプ分類を行った。含有成分の同定をせずに品目の特徴を明らかにすることができ、UPLC/MS が確認試験法として有用であることが示された。品目の特徴を決める化合物群に対応するマスキングクロマトグラムでは、多くのクロマトピークをベースライン分離することができたため、同一品目内での製品の差や品質を分析することが可能と考えられた。

A. 研究目的

既存添加物名簿に記載されているガムベースの中には、未だ公的規格が策定されていないものが多い。構成成分が十分明らかになっていない品目があること、試験法の検討が不十分であることなどに依る。

ガムベースには高分子からなるものと水溶性の低い低分子からなるものがあるが、低分子のものの中にテルペノイドが主成分と考えられるものがある。これらの品目の品質規格策定を目的として、構成成分の分離・同定を利用した確認試験法に関する研究を行った。昨年までの報告で、TLC で分離してパターンから同定できること、トリテルペノイドが主成分とされているマスチック、ダンマル樹脂、ニューコウ、ベンゾインガム、エレミ樹脂を LC/MS や GC/MS で分析して指標成分になり得る化合物の分離・同定ができることを報告した。特に LC/MS では、誘導体化が不要であることから、試験法として有用であることが示された。引き

続き本研究では、より高性能な UPLC/MS のシステムを用いた手法により、トリテルペノイドが主成分とされている品目の分析を行った。また、ジテルペノイドが主成分とされているコーパル樹脂とロシンについても同じ手法により検討した。

B. 研究方法

(1) 試料

用いた試料は以下のとおりである。食品添加物製品は日本食品添加物協会より入手した。マスチック：食品添加物。ダンマル樹脂：食品添加物。ニューコウ：食品添加物。ベンゾインガム：一般香料用。エレミ樹脂：食品添加物。コーパル樹脂：食品添加物。ロシン：試薬。

粉末状の試料であるニューコウ以外の試料を乳鉢で粉末状にした。20 mg/ml の濃度となるようにメタノールを加えて攪拌後、3,000 rpm, 20℃で 20 分間遠心分離を行い、その上清を

フィルターろ過してメタノール抽出液とした。

(2) LC/MS conditions 1

Instrument: UPLC/SQD system (Waters)

Column: ACQITY UPLC BEH C18 (2.1 mm i.d. × 100 mm, Waters) and VanGuard Pre-column (2.1 mm i.d. × 5 mm, Waters)

Column Temperature: 35°C

Solvent A: 10 mmol/L ammonium acetate/0.05% acetic acid

Solvent B: acetonitrile

Gradient: 0□1 min = 65% B → 1□10 min = 65□95% B → 10□22 min = 90% B

Flow rate: 0.4 mL/min

MS conditions: mode, ESI negative; cone voltage, 30 V.

(3) LC/MS conditions 2

Instrument: UPLC/SQD system (Waters)

Column: ACQITY UPLC BEH C18 (2.1 mm i.d. × 100 mm, Waters) and VanGuard Pre-column (2.1 mm i.d. × 5 mm, Waters)

Column Temperature: 35°C

Solvent A: water

Solvent B: acetonitrile

Gradient, 0□20 min = 80□98% B → 20□30 min = 98% B

Flow rate: 0.2 mL/min

MS conditions: mode, APCI positive; cone voltage, 60 V; corona current, 1 μA.

(倫理面への配慮)

特に無し。

C. 結果

(1) ESI ネガティブモードによる検出

逆相系カラムを用い、10 mmol/L 酢酸アンモニウム/0.05%酢酸-アセトニトリル系で分離して ESI-MS ネガティブモードで

質量分析を行った。図 1A にすべての品目の TIC を示した。いずれの品目も、従来の LC/MS と比較してシャープなクロマトピークが得られた。また、品目間で明らかな違いが認められた。したがって、TIC のみで品目間の区別が可能と考えられた。

同一品目の製品間の比較や、品質評価のためには構成成分、特にガムベースとしての性質に関わると考えられるテルペノイドの定量が有用である。しかし、すべての構成成分の構造が明らかになっているわけではない。そこで、成分の分子量から構造を推定し、クロマトピークに含まれる成分のタイプ分類を行った。クロマトピークのマススペクトル中、強度が強く、 m/z が大きいマスピークを分子イオンピークと考え、その m/z から構造を推定した。ネガティブモードでは、triterpene acid, triterpene aldehyde acid, diterpene acid, diterpene dicarboxylic acid の脱プロトン体が検出された。これらをさらに不飽和度 (degree of unsaturation, DU), 酸素原子の数 (O), アセチル基の数 (Ac) によって分類した。一部の成分については昨年度までの結果などにより同定を行った。

以下に品目毎に詳細に説明する。

(2) マスチック

triterpene acid (DU = 7, O = 1), triterpene acid (DU = 6, O = 1)および triterpene acid (DU = 6, O = 1, Ac = 1)が多く含まれていた (図 1B)。triterpene acid (DU = 7, O = 1)のマスプロットグラム上で強度の高いクロマトピークは moronic acid (1), oleanonic acid (2), masticadienonic acid (3) 及び isomasticadienonic acid (4)であり, triterpene acid (DU = 6, O = 1, Ac = 1)の場合は

3-*O*-acetyl-3-epimasticadienolic acid (5)及び3-*O*-acetyl-3-epiisomasticadienolic acid (6)と考えられる。

(3) ダンマル樹脂

triterpene acid (DU = 7, O = 1), triterpene acid (DU = 5, O = 1)および triterpene acid (DU = 6, O = 2)が多く含まれていた(図 1C)。マスチックに見られたアセチル化された成分は検出されなかった。triterpene acid (DU = 7, O = 1)のマスクロマトグラム上で強度の高いクロマトピークは ursonic acid (7)であり, triterpene acid (DU = 5, O = 1)の唯一のピークは dammarenolic acid (8)と考えられる。マスクロマトグラムでは, TIC で分離できなかった7と8を単一のピークとして検出することができた。

(4) ニュウコウ

triterpene acid (DU = 8, O = 1), triterpene acid (DU = 7, O = 1), triterpene acid (DU = 6, O = 1), triterpene acid (DU = 7, O = 2), triterpene acid (DU = 8, O = 1, Ac = 1), triterpene acid (DU = 7, O = 1, Ac = 1), triterpene acid (DU = 6, O = 1, Ac = 1), triterpene acid (DU = 7, O = 2, Ac = 1)が多く含まれていた(図 1D)。triterpene acid (DU = 7, O = 1)では 9,11-dehydro- β -boswellic acid (15), triterpene acid (DU = 6, O = 1)では α -boswellic acid (11)や β -boswellic acid (12), triterpene acid (DU = 7, O = 2)では 11-keto- β -boswellic acid (9), triterpene acid (DU = 6, O = 1, Ac = 1)では acetyl- α -boswellic acid (13)と β -boswellic acid (14), triterpene acid (DU = 7, O = 2, Ac = 1)では acetyl-11-keto- β -boswellic acid (10)が検出された。TIC では保持時間 7~10 分に多くのピークがあるが, マスクロマトグラムでは不飽和度に応じたタイプ毎に分けて検出できた。

(5) ベンゾインガム

triterpene acid (DU = 6, O = 2)および triterpene acid (DU = 7, O = 2)が多く含まれていた(図 1E)。triterpene acid (DU = 6, O = 2)として sumaresinolic acid (19)が検出された。

(6) エレミ樹脂

triterpene acid (DU = 7, O = 1), triterpene acid (DU = 6, O = 1), triterpene acid (DU = 6, O = 1, Ac = 1)が多く含まれていた(図 1F)。TIC では保持時間 8 分付近に見られる3本のピークを, マスクロマトグラムでは triterpene acid (DU = 7, O = 1)と triterpene acid (DU = 6, O = 1)とで区別して検出できた。

(7) コーパル樹脂

diterpene acid (DU = 5), diterpene aldehyde acid (DU = 4), diterpene acid (DU = 4, O = 1), diterpene acid (DU = 3, O = 1), diterpene dicarboxylic acid (DU = 4), diterpene dicarboxylic acid (DU = 5, O = 1)が多く含まれていた(図 1G)。diterpene aldehyde acid (DU = 4)のマスクロマトグラムで強度の高いクロマトピークは agathalic acid (18), diterpene dicarboxylic acid (DU = 4)のマスクロマトグラムに見られるピークは agathic acid (17)であると考えられる。他に diterpene acid (DU = 4, O = 1)の agatholic acid (19)が含まれると思われる。マスクロマトグラムでは, 保持時間 1~2 分のクロマトピークをベースライン分離することができた。

(8) ロシン

diterpene acid (DU = 7), diterpene acid (DU = 6), diterpene acid (DU = 5), diterpene acid (DU = 4), diterpene aldehyde acid (DU = 4)および diterpene dicarboxylic acid (DU = 5)が多く含まれていた(図 1H)。diterpene acid (DU = 6)である dehydroabiatic acid (20), diterpene

acid (DU = 5)である abietic acid (21), diterpene acid (DU = 4)である dihydroabietic acid (22)などが含まれていると考えられる。

(9) APCI ポジティブモードによる検出

水-アセトニトリル系で分離して APCI-MS ポジティブモードで分析した。図 2A にマスチック, ダンマル樹脂, ニュウコウ, エレミ樹脂の TIC を示した。ベンゾインガム, コーパル樹脂, ロシンの TIC には目立ったクロマトピークがなかった。

ネガティブモードで検出した場合と同様にクロマトピークに含まれる成分のタイプ分類を行った。マススペクトル中, 強度が強く m/z が大きいマスピークを分子イオンピークと考え, その m/z から構造を推定した。ポジティブモードでは, triterpene, triterpene aldehyde のプロトン付加体が検出された。これらをさらに不飽和度 (degree of unsaturation, DU) と酸素原子の数 (O) によって分類した。

マスチックには triterpene (DU = 7, O = 1)および triterpene (DU = 6, O = 1)が多く含まれていた(図 2B)。ダンマル樹脂には triterpene (DU = 7, O = 1), triterpene (DU = 6, O = 1), triterpene aldehyde (DU = 7, O = 1)および triterpene aldehyde (DU = 6, O = 1)が多く含まれていた(図 2C)。triterpene (DU = 7, O = 1)である dammaradienone (23), triterpene aldehyde (DU = 7, O = 1)である oleanonic aldehyde (24)が検出された。エレミ樹脂には triterpene (DU = 7, O = 1), triterpene (DU = 6, O = 1)および triterpene acid (DU = 6, O = 1)が多く含まれていた(図 3D)。triterpene (DU = 6, O = 1)では α -amyrin (25)と β -amyrin (26)が検出された。

D. 考察

TIC では従来の LC/MS と比較してシャープなクロマトピークが得られ, いずれの場合も品目間で明らかな違いが認められた。分子イオンピークの m/z から構造を推定し, クロマトピークに含まれる成分のタイプ分類を行った。一部のクロマトピークについては同定を行った。いずれの試料についても文献情報から推測される組成と矛盾しない結果が得られた。マスキロマトグラムでは, TIC では分離できなかった多くのクロマトピークをベースライン分離することができた。したがって, スキャンデータからマスキロマトグラムを作成することにより, あるいは SIR モードで測定することにより, 同一品目内での製品の差や品質を分析することが可能と考えられた。さらに, それぞれの品目に特異的で, 確認試験における指標成分となり得るテルペノイド系化合物が存在しており, これらを用いた確認試験も可能であると考えられた。以上により, UPLC/MS が確認試験法として有用であり, また, 品質を評価する試験にも応用可能であることが示された。

これまでの 3 年間の研究で, テルペノイドを主成分とするガムベースの成分分析・同定と確認試験法の開発を行ってきた。簡便な確認試験として TLC 分析法が利用できることと, LC/MS や GC/MS で分析して指標成分になり得る化合物の分離・同定し, GC/MS 分析法と LC/MS 分析法がテルペノイドを主成分とするガムベースの含有成分確認のための試験法として有用であることを示すことができた。今回確立した分析法のうちでは, UPLC/MS 分析法が最も確認精度が高く

適用できる品目が広い確認試験法であると
考えられるが、現在はまだ分析機器が高価
であることが難点である。現状では、分析
者の置かれている分析機器環境に応じて
UPLC/MS 分析法以外の分析法を選択するこ
とが必要である場合が少なくないと推測され
るので、参考として、GC/MS 分析法、LC/MS
分析法、UPLC/MS 分析法の特徴を補足資料
にまとめた。

E. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

秋山卓美，山崎壮，棚元憲一：既存添加
物名簿収載の樹脂由来ガムベースの成
分・品質に関する研究。第44回全国衛生
化学技術協議会年会，2007年11月、津

F. 知的財産権の出願・登録状況

特になし

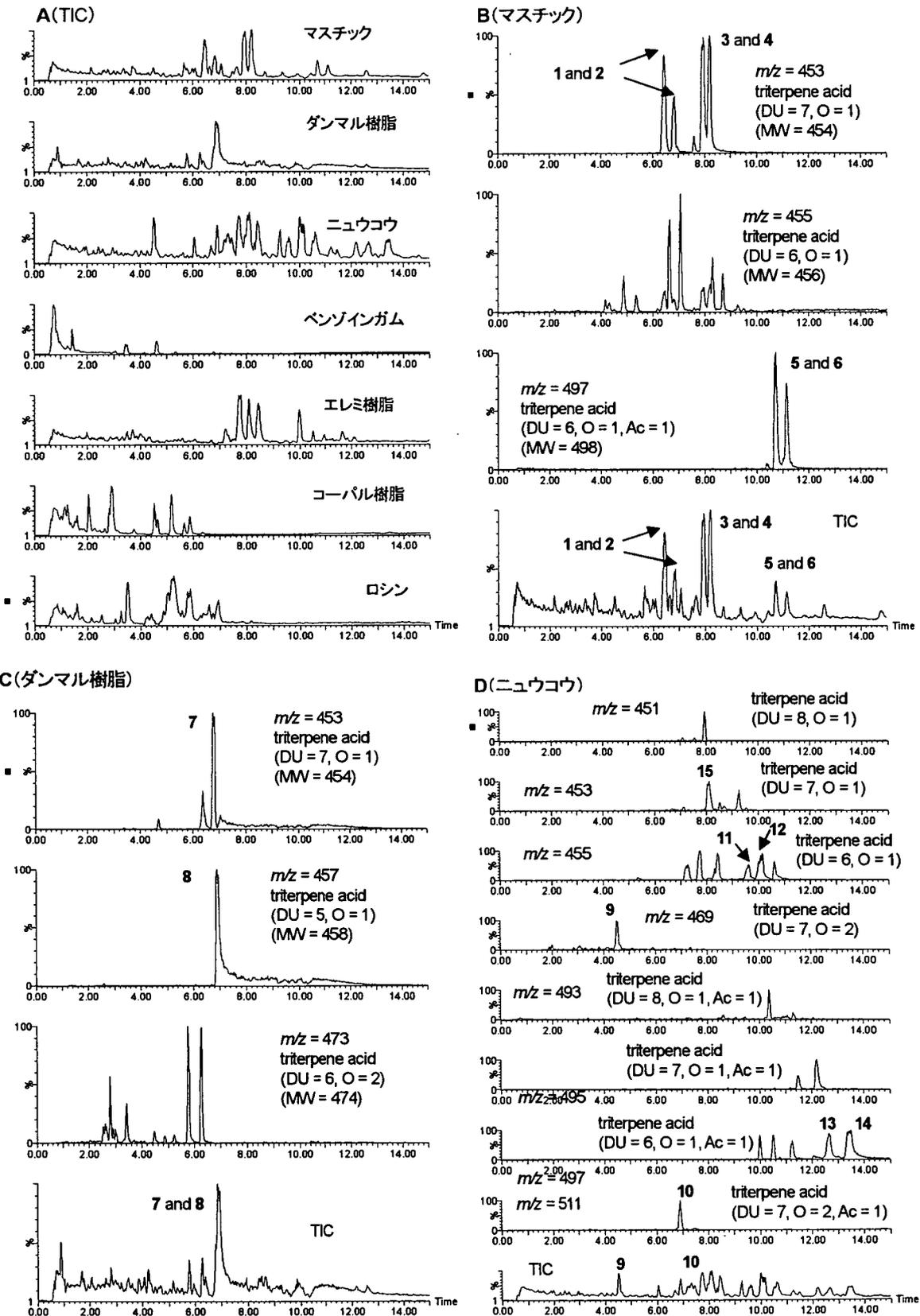
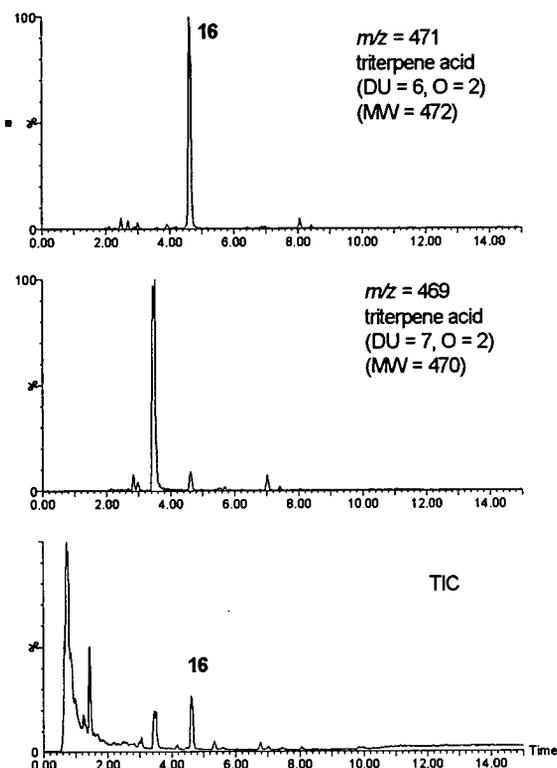
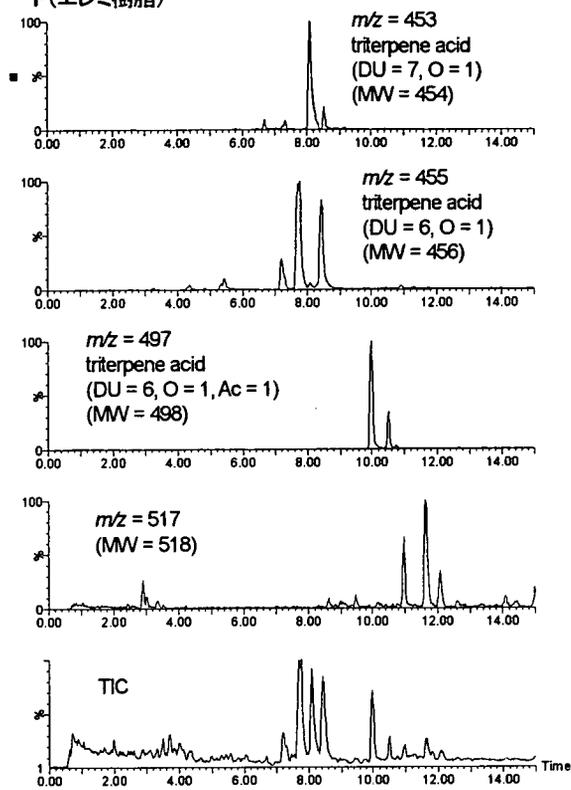


図1 酢酸アンモニウム-アセトニトリル系による分離とESI-MS ネガティブモードでの検出

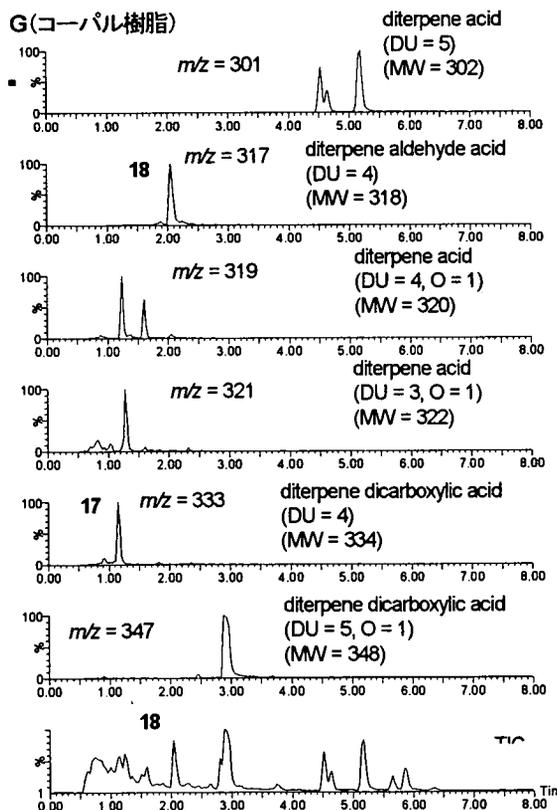
E (ベンゾインガム)



F (エレミ樹脂)



G (コーパール樹脂)



H (ロシン)

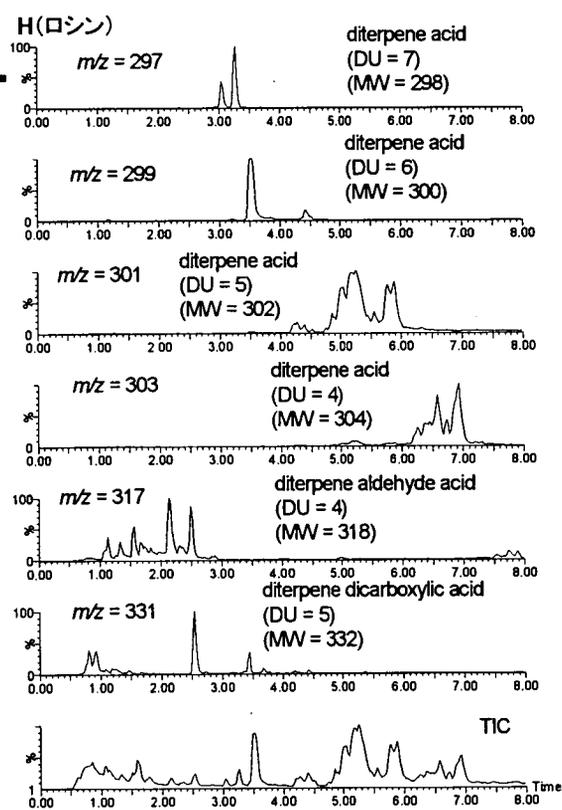


図1 (続き)

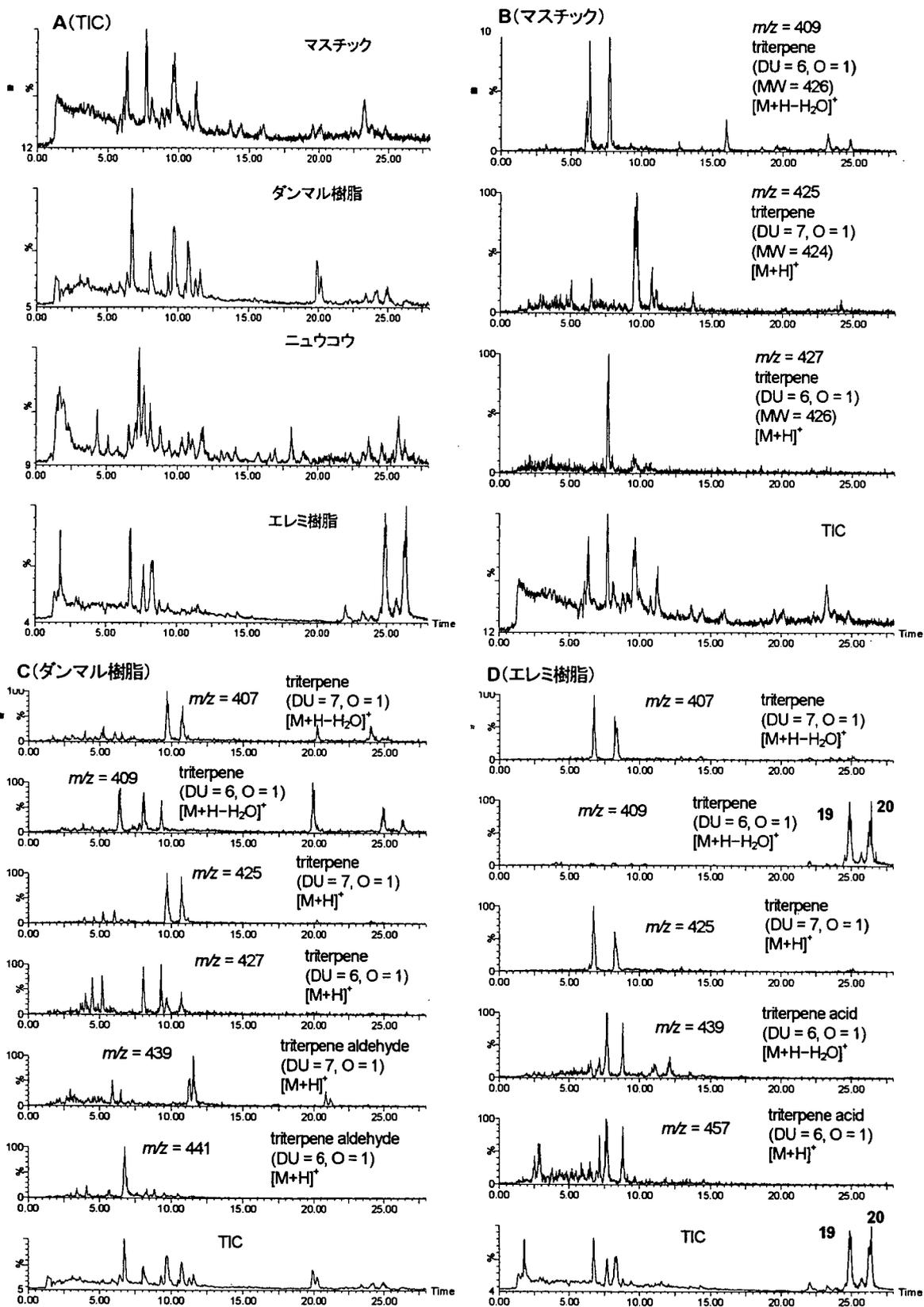


図2 水-アセトニトリル系による分離とAPCI-MS ポジティブモードでの検出

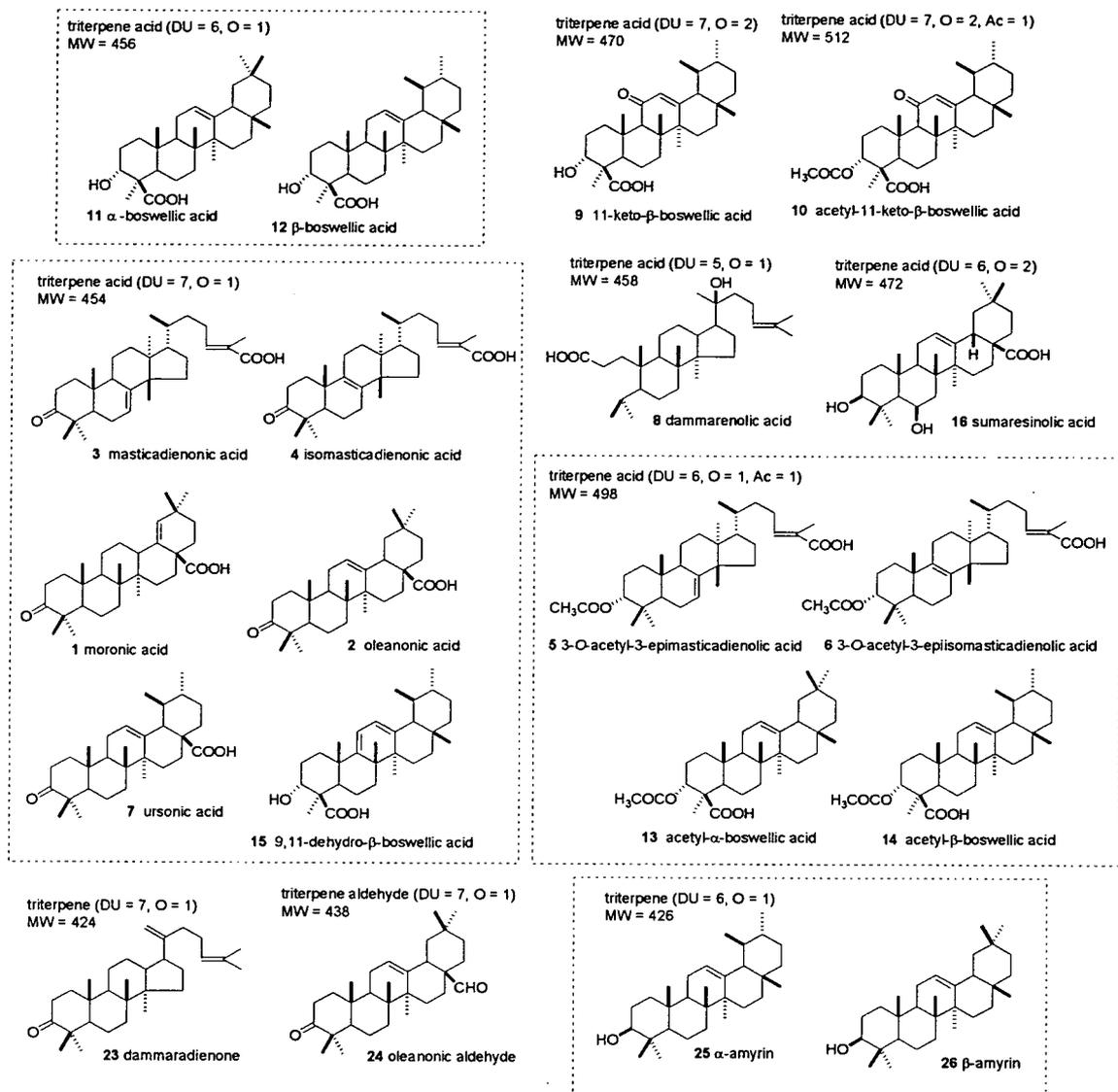
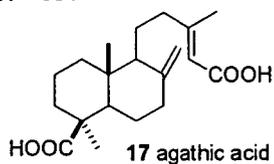
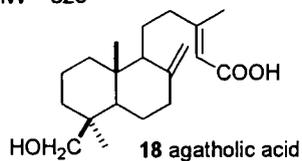


図3 マスチック、ダンマル樹脂、ニューコウ、ベンゾインガム及びエレミ樹脂の構成成分

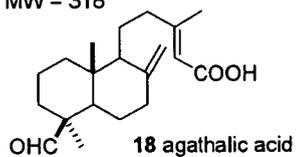
diterpene dicarboxylic acid (DU = 4)
MW = 334



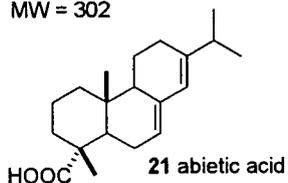
diterpene acid (DU = 4, O = 1)
MW = 320



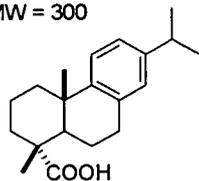
diterpene aldehyde acid (DU = 4)
MW = 318



diterpene acid (DU = 5)
MW = 302



diterpene acid (DU = 6)
MW = 300



diterpene acid (DU = 4)
MW = 304

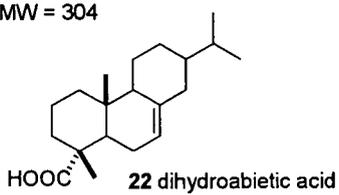


図4 コーパル樹脂及びピロシンの構成成分