

図9 カンゾウ熱水抽出エキスのNO 産生抑制率 (%)

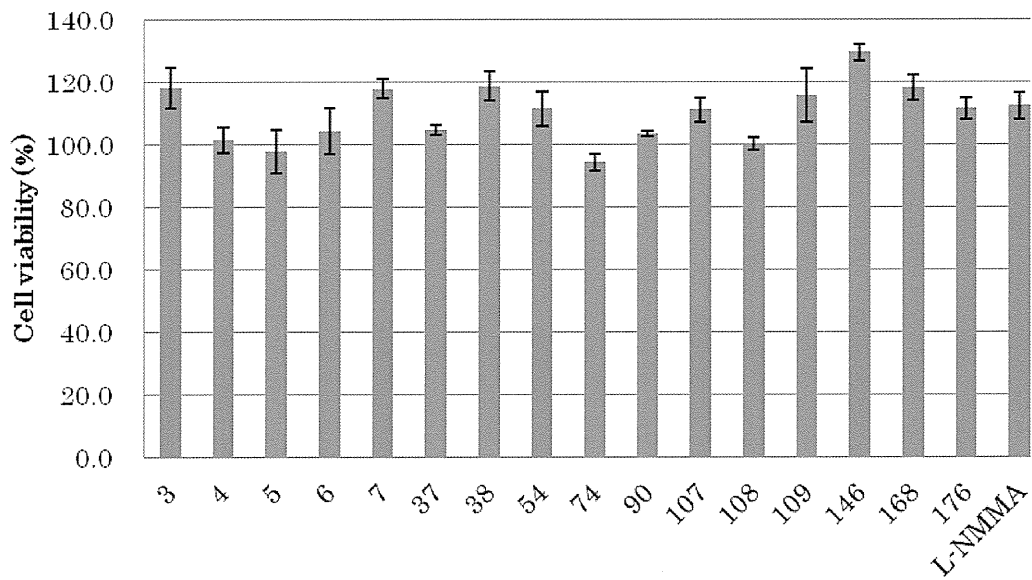


図10 カンゾウ熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

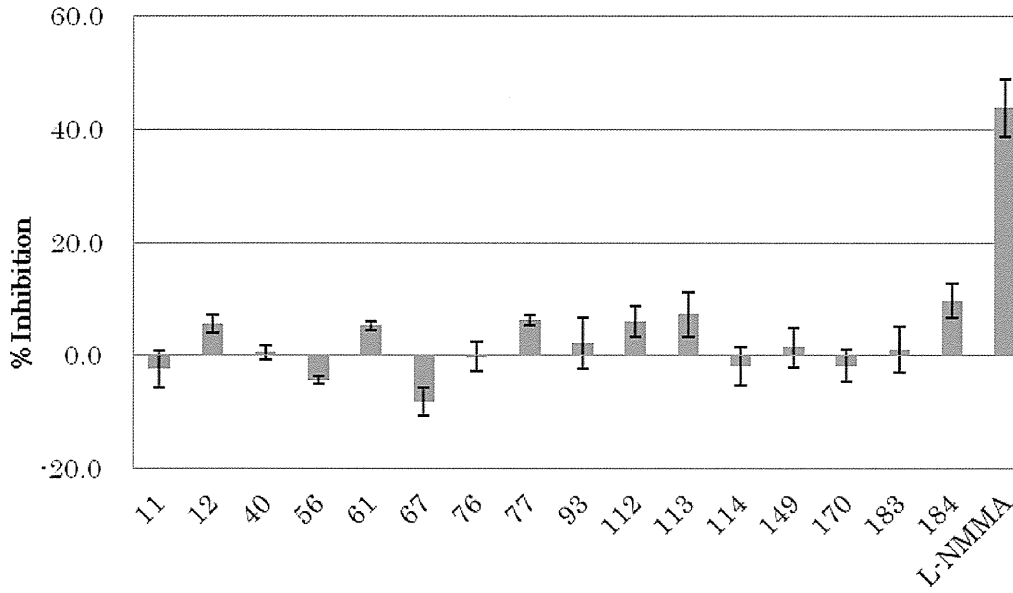


図11 ニンジン熱水抽出エキスのNO 産生抑制率 (%)

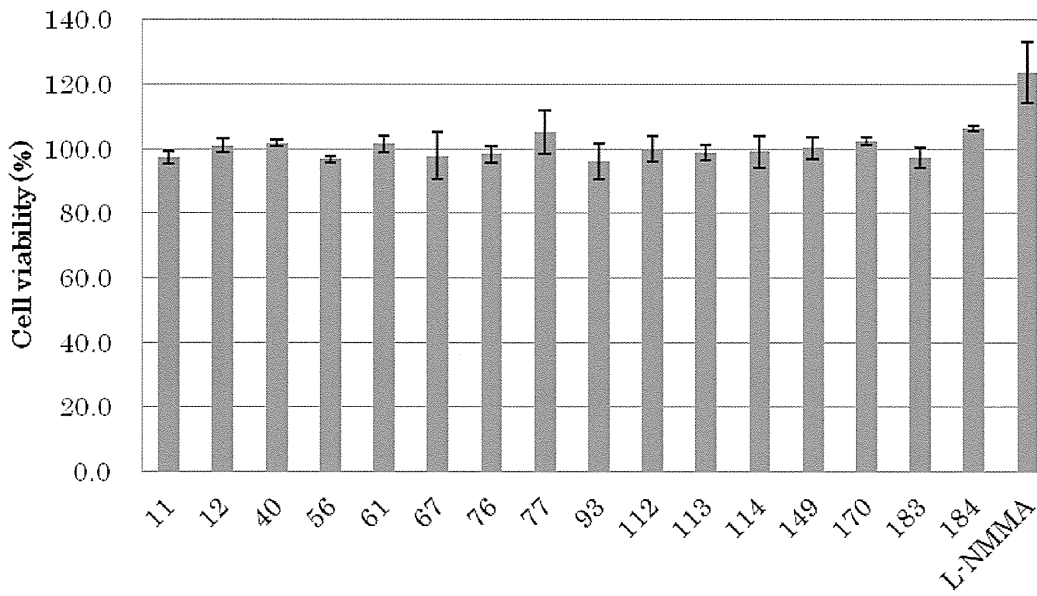


図12 ニンジン熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

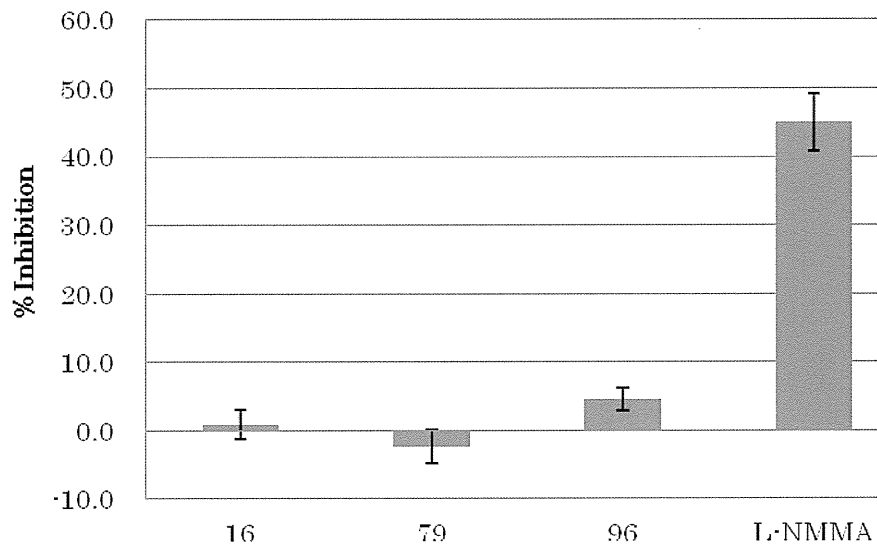


図13 ゴシツ熱水抽出エキスのNO 産生抑制率 (%)

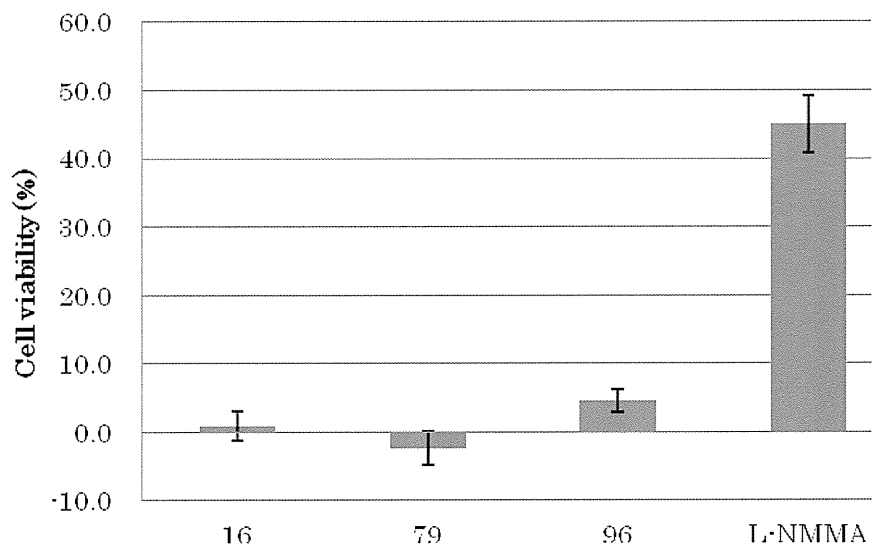


図14 ゴシツ熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

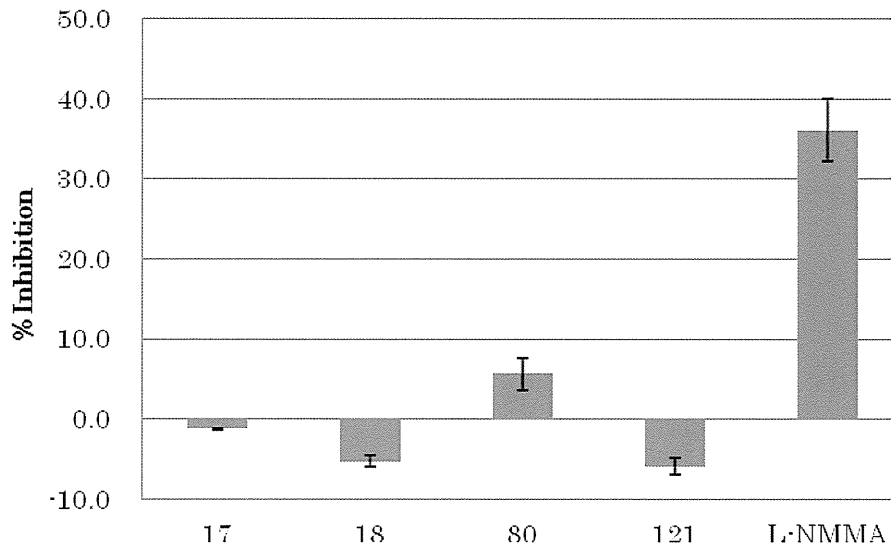


図 15 サイコ熱水抽出エキスのNO 産生抑制率 (%)

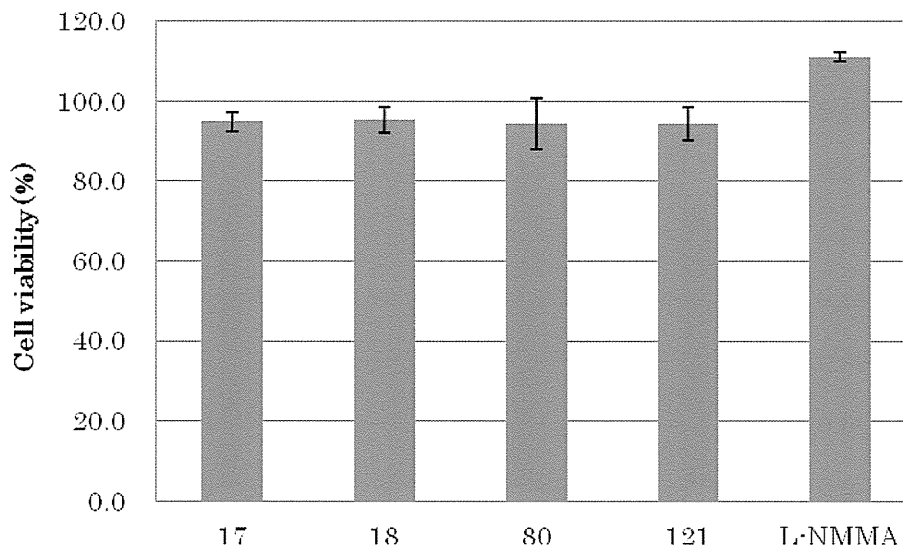


図 16 サイコ熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

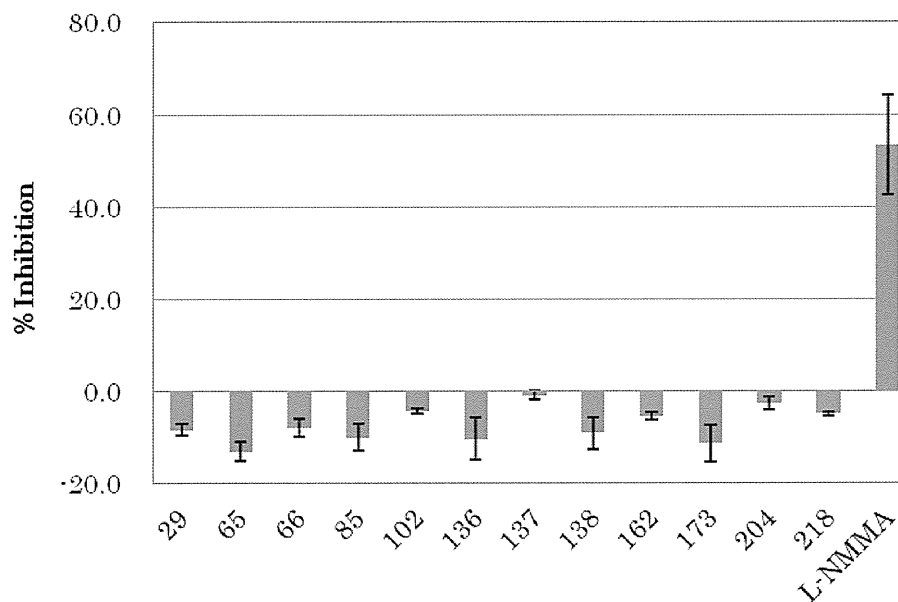


図17 トウキ熱水抽出エキスのNO 産生抑制率 (%)

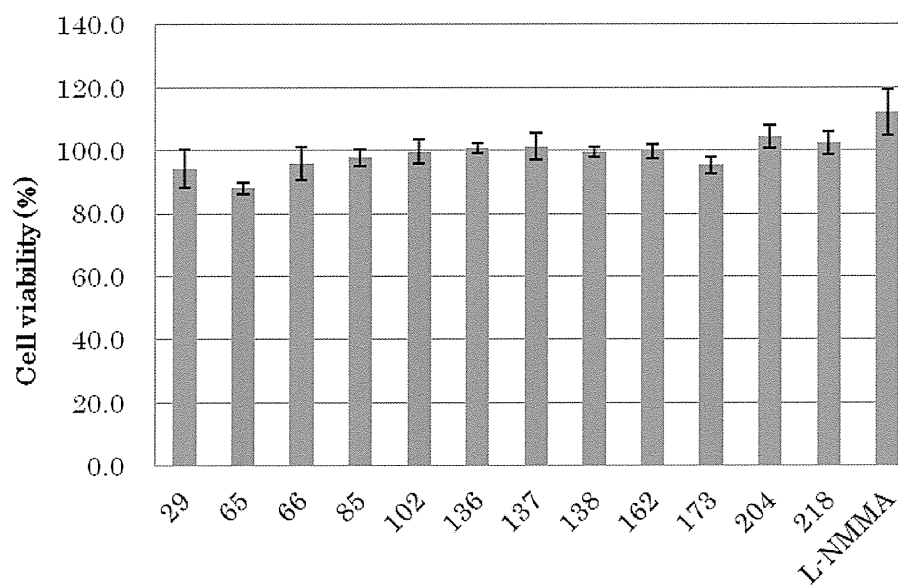


図18 トウキ熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

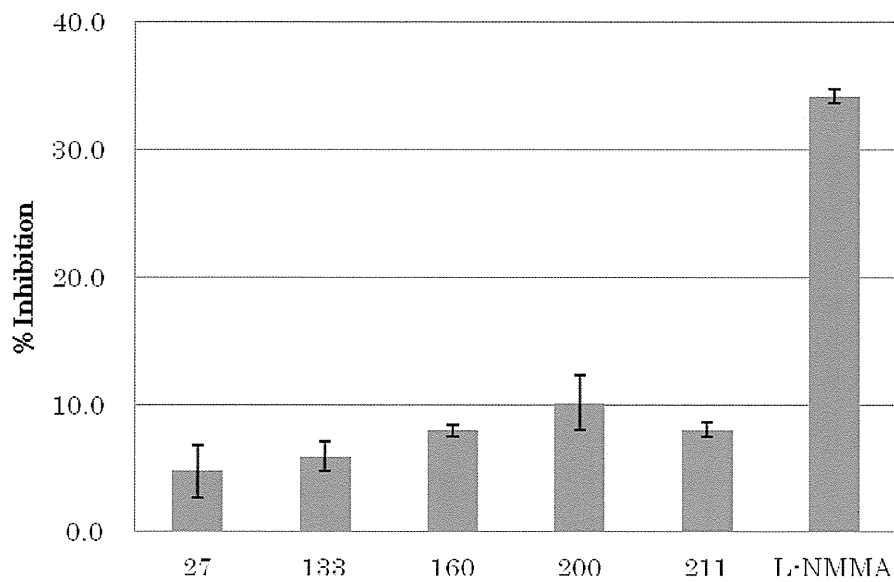


図19 ソヨウ熱水抽出エキスのNO産生抑制率 (%)

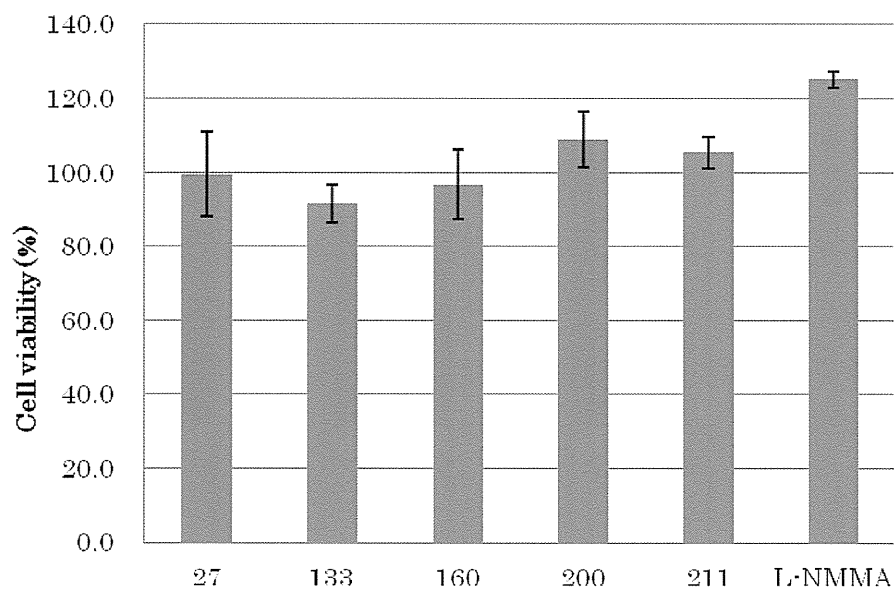


図20 ソヨウ熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

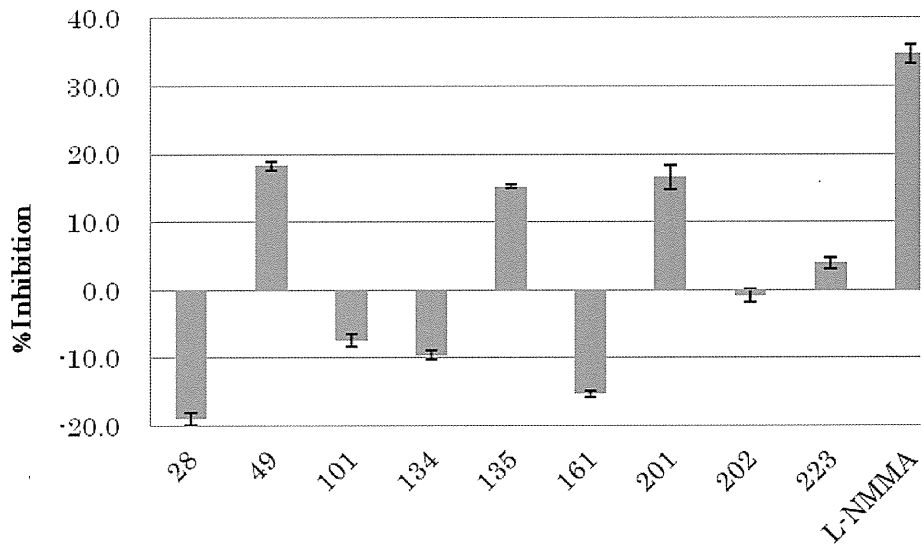


図21 ダイオウ熱水抽出エキスのNO 産生抑制率 (%)

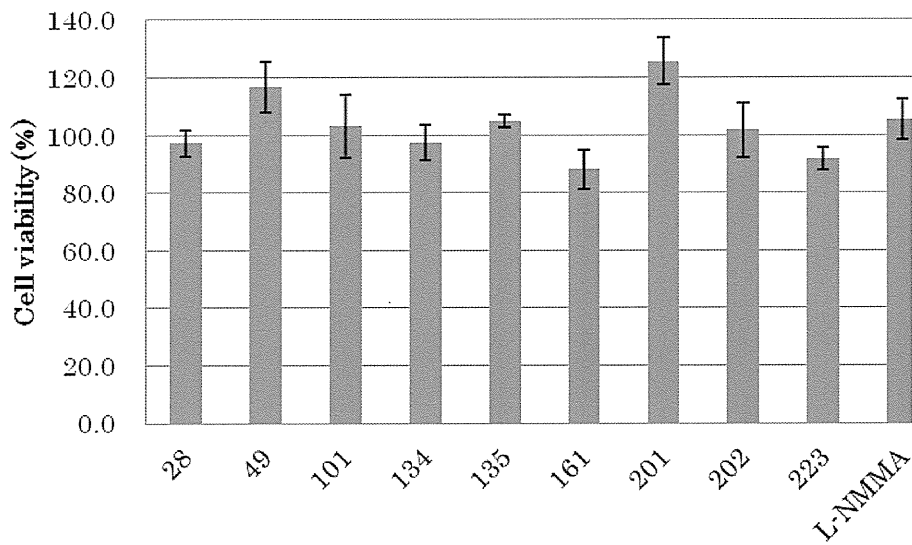


図22 ダイオウ熱水抽出エキスの細胞生存率 (%)

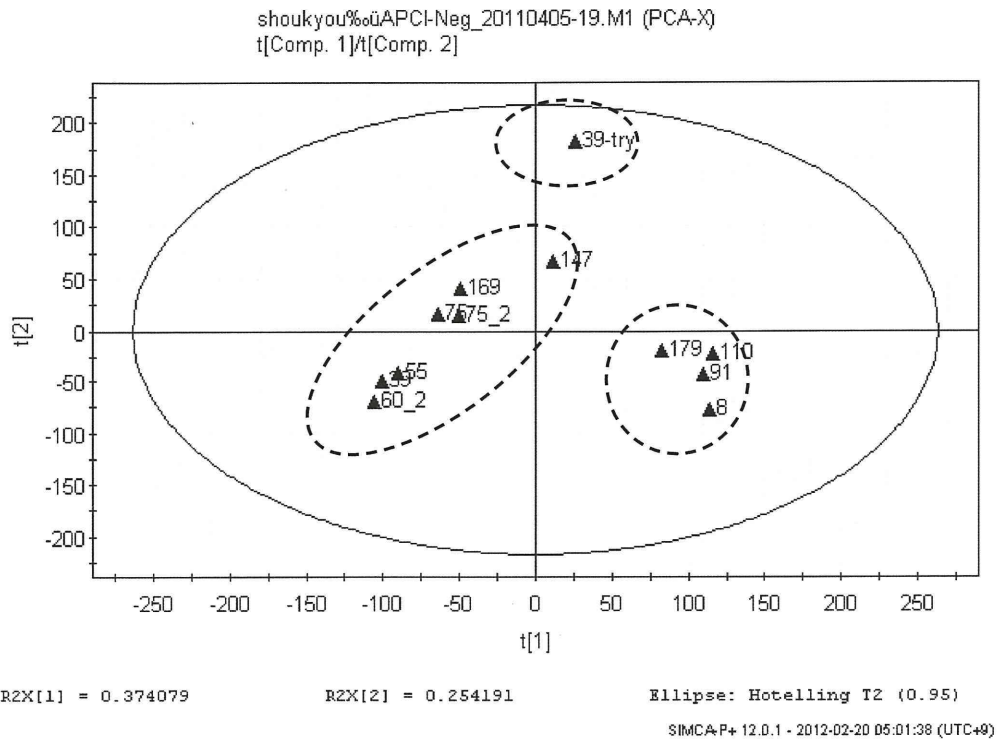


図 23 ショウキョウ市場品の主成分分析 (PCA)

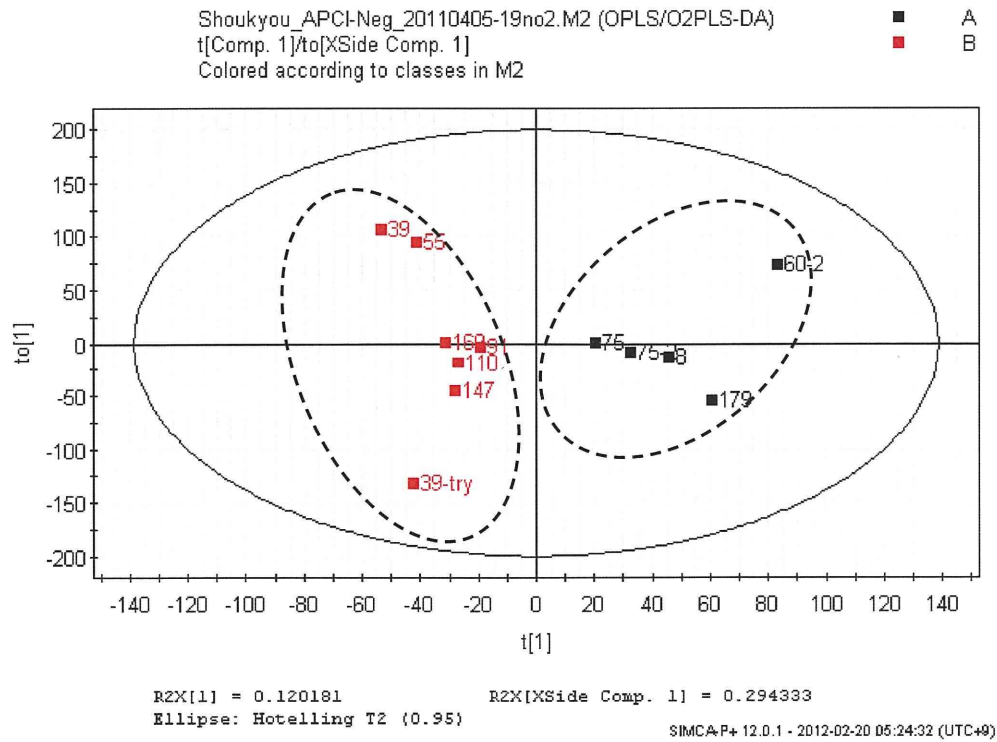


図 24 ショウキョウ市場品の判別分析 (OPLS-DA)



Shoukyou\_APCI-Neg\_20110405-19no2.M2 (OPLS/O2PLS-DA)  
 p[Comp. 1]/p(corr)[Comp. 1]

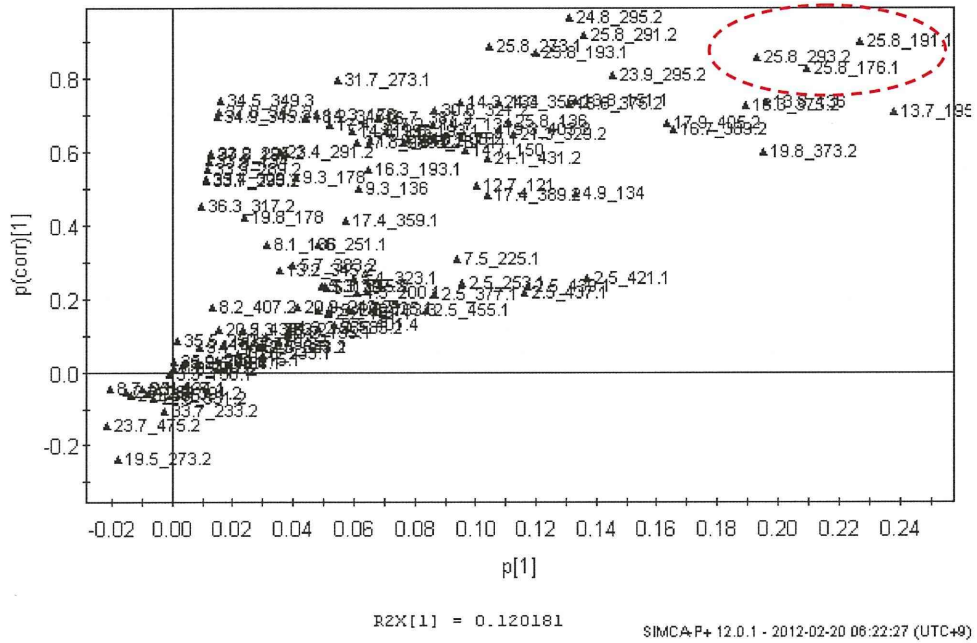


図25 ショウキョウ市場品の判別分析 (OPLS-DA) の S plot

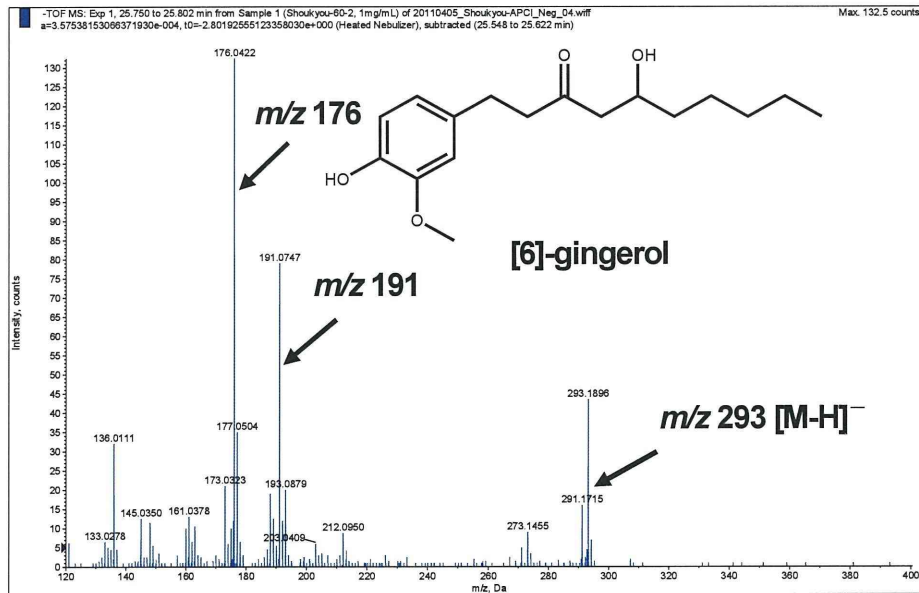


図26 Mass spectrum (APCI-negative) of  $t_R$  25.8 min. (NIB-60-2)

表1 生薬国内市場品のNO産生抑制活性と細胞生存率

NIB#	生薬名	NO抑制率 (%)	細胞生存率 (%)	産地	備考
8	ショウキョウ	13.7	96.9	中国雲南省	無硫片
39	ショウキョウ	6.5	95.0	中国雲南省	
39try	ショウキョウ	8.7	94.4	中国雲南省	
55	ショウキョウ	6.0	90.2	中国雲南省	
60-2	ショウキョウ	20.5	93.8	中国雲南省	
75	ショウキョウ	21.0	95.2	中国雲南省	栽培品
75-2	ショウキョウ	21.5	95.8	中国雲南省	栽培品
91	ショウキョウ	7.7	90.5	中国雲南省	
110	ショウキョウ	2.0	84.4	中国雲南省	
147	ショウキョウ	6.7	95.0	中国雲南省	
169	ショウキョウ	4.2	88.3	中国雲南省	栽培品
179	ショウキョウ	19.1	89.6	中国雲南省	
1	オウゴン	51.9	96.5	中国河北省	栽培品
1-2	オウゴン	67.6	93.1	中国河北省	栽培品
2	オウゴン	34.2	105.4	中国河北省	野生品
35	オウゴン	48.9	104.8	中国河北省	
36	オウゴン	15.8	108.5	中国河北省	尖
57	オウゴン	23.9	108.6	中国山東省	
59	オウゴン	-0.7	104.7	中国河北省	栽培品
73	オウゴン	18.7	111.4	中国河北省	野生品
89	オウゴン	7.8	106.6	中国河北省	
105	オウゴン	34.7	99.1	中国河北省	栽培品
106	オウゴン	4.6	104.9	中国内蒙古自治区	野生、尖
142	オウゴン	7.4	114.5	中国河北省	片ゴン
145	オウゴン	53.8	98.1	中国河北省	
167	オウゴン	18.3	120.3	中国陝西省	栽培品
174	オウゴン	51.3	105.4	中国河北省	野生、尖
175	オウゴン	51.3	94.0	中国陝西省	栽培品 (3年)
9	ソウジュツ	6.0	94.9	中国湖北省	古立
10	ソウジュツ	-2.4	87.9	内蒙古	津
58	ソウジュツ	1.1	94.5	中国湖北省	
58-2	ソウジュツ	-3.8	90.8	中国湖北省	

58-3	ソウジュツ	0.0	89.7	中国湖北省	
92	ソウジュツ	0.1	85.1	中国湖北省	
111	ソウジュツ	1.6	94.5	中国湖北省	野生品
148	ソウジュツ	-1.8	90.8	中国湖北省	
181	ソウジュツ	1.9	94.0	中国湖北省	古立
182	ソウジュツ	-2.3	91.9	中国陕西省	
13	オウレン	116.7	49.1	中国四川省	3等級
41	オウレン	111.5	49.8	中国雲南省	
42	オウレン	115.4	48.2	中国重慶	3等級
94	オウレン	109.0	48.4	中国四川省	
115	オウレン	114.1	45.2	日本岐阜県	栽培品
116	オウレン	115.4	47.1	中国重慶	栽培品（主ご使用）
150	オウレン	115.4	46.2	中国四川省	栽培品
185	オウレン	117.9	55.6	日本福井県	越前
186	オウレン	117.9	44.8	中国四川省	1等
215	オウレン	116.7	45.4	中国四川省	
3	カンゾウ	31.2	118.5	中国内蒙古自治区	西北丁級
4	カンゾウ	7.8	101.6	中国寧夏	西北丁級
5	カンゾウ	11.2	97.9	中国内蒙古自治区	東北1号
6	カンゾウ	11.7	104.4	中国内蒙古自治区	東北2号
7	カンゾウ	21.8	118.0	中国内蒙古自治区	東北3号
37	カンゾウ	12.4	104.9	中国内蒙古自治区	
38	カンゾウ	35.8	118.9	中国甘肅省	西北丁級
54	カンゾウ	16.2	111.6	中国吉林省	
74	カンゾウ	6.3	94.5	中国甘肅省	野生品西北「主ご使用」
90	カンゾウ	6.6	103.6	中国寧夏	西北甘草
107	カンゾウ	16.6	111.2	中国寧夏	野生品・西北甘草・丙（主ご使用）
108	カンゾウ	6.6	100.4	中国寧夏	野生品・西北甘草・乙
109	カンゾウ	17.7	116.0	中国内蒙古自治区	野生品・西北甘草・丙
146	カンゾウ	22.9	129.7	中国甘肅省	西北
168	カンゾウ	20.0	118.5	中国内蒙古自治区	野生品（主ご使用）
176	カンゾウ	8.1	111.6	中国内蒙古自治区	野生品（東北甘草2号）
11	ニンジン	-2.3	97.2	中国吉林省	生干
12	ニンジン	5.6	101.0	中国吉林省	湯通
40	ニンジン	0.5	101.8	中国吉林省	5-6年根

56	ニンジン	-4.4	96.9	中国吉林省	
61	ニンジン	5.3	101.5	中国吉林省	湯通
67	ニンジン	-8.1	97.8	中国吉林省	栽培品
76	ニンジン	-0.2	98.3	中国吉林省	栽培品 生干「主に使用」
77	ニンジン	6.4	105.3	中国吉林省	栽培品 湯通し
93	ニンジン	2.1	96.0	中国遼寧省	
112	ニンジン	6.1	100.1	中国吉林省	栽培品 湯通し
113	ニンジン	7.3	98.9	中国吉林省	栽培品 紅参
114	ニンジン	-1.9	99.2	中国吉林省	栽培品 生干「主に使用」
149	ニンジン	1.5	100.3	中国吉林省	
170	ニンジン	-1.8	102.5	中国吉林省	栽培品 「主に使用」
183	ニンジン	1.1	97.3	中国吉林省	生干人参
184	ニンジン	9.7	106.5	日本福島県	湯通人参
16	ゴシツ	0.9	110.8	中国河南省	特級去頭
79	ゴシツ	-2.3	117.7	中国河南省	栽培品「主に使用」
96	ゴシツ	4.5	106.0	中国河南省	
17	サイコ	-1.3	96.2	日本茨城県	
18	サイコ	-5.3	97.4	中国遼寧省	中国栽培三島
80	サイコ	5.6	90.7	中国湖北省	野生品（主に使用）
121	サイコ	-6.0	97.4	中国河北省	野生品・津柴胡（主に使用）
29	トウキ	-8.2	94.2	日本北海道	
65	トウキ	-13.0	87.9	日本北海道	北海当帰
66	トウキ	-7.9	95.7	日本奈良県	大和当帰 大深
85	トウキ	-9.9	97.7	日本北海道	栽培品「主に使用」
102	トウキ	-4.2	99.6	中国浙江省	
136	トウキ	-10.2	100.6	中国四川省	栽培品・大和種当帰
137	トウキ	-0.8	101.2	日本奈良県	栽培品・大和当帰
138	トウキ	-9.0	99.6	日本新潟県	栽培品・奈良県以外で栽培した国産当帰
162	トウキ	-5.3	99.7	中国四川省	和種（栽培品）
173	トウキ	-11.2	95.3	中国山東省	
204	トウキ	-2.5	104.2	日本奈良県	大和当帰
218	トウキ	-4.9	102.4	日本群馬県	
27	ソヨウ	4.8	99.4	中国山東省	
133	ソヨウ	5.9	91.5	中国河南省	栽培品
160	ソヨウ	8.0	96.7	中国河北省	和種

200	ソヨウ	10.1	108.9	中国浙江省	
211	ソヨウ	8.1	105.4	日本岩手県	
28	ダイオウ	-19.1	97.3	中国四川省	
49	ダイオウ	18.3	116.7	中国四川省	
101	ダイオウ	-7.4	103.0	中国青海省	
134	ダイオウ	-9.6	97.4	中国四川省	野生品・雅黄（主に使用）
135	ダイオウ	15.2	104.9	中国青海省	野生品・錦紋大黄（箱黄）
161	ダイオウ	-15.4	88.1	中国四川省	3～4等級
201	ダイオウ	16.6	125.7	中国青海省	包黄
202	ダイオウ	-0.9	101.7	中国四川省	雅黄・1級
223	ダイオウ	3.9	91.6	中国青海省	

厚生労働科学研究費補助金（創薬基盤推進研究推進事業）  
漢方薬に使用される薬用植物の総合情報データベース構築のための  
基盤整備に関する研究（H22-創薬総合-一般-013）  
分担研究報告書

分担研究課題 成分分析データ、遺伝子鑑別情報及び漢方処方関連情報に関する研究

研究分担者 国立医薬品食品衛生研究所生薬部長 合田幸広

LC-MS/MS を用いた成分分析プロファイルに基づく生薬の  
化学成分情報のデータベース化に関する研究

研究協力者 鎌倉浩之 国立医薬品食品衛生研究所 生薬部主任研究官

第16改正日本薬局方において漢方処方エキスの新規品目が追加収載され、合計22処方となった。その品質を規定するために概ね3種の指標成分とその含量が定められているが、多数の天然化合物を含む漢方製剤の品質を保証するには質的に不十分と考えられる。漢方処方は、複数の生薬の組み合わせから成るため、その品質は、個々の構成生薬の品質に依存する。異なった品質の生薬を使用した場合、漢方製剤の品質も異なってくる。そこで生薬の化学成分に着目し、LC-MS/MSを用いた分析プロファイルから、生薬の化学成分情報のデータベース化を行い、品質の情報化を試みることにした。今回、繁用漢方処方であるケイヒ及びビャクヤクについて、品質の情報化のために、HPLCの移動相の種類やグラジエント条件の検討、MS条件やMS/MS条件の検討及び分析時間の検討等のLC-MS/MS分析条件検討を行った。その結果、ケイヒ及びビャクヤクに含まれる成分についての化学情報の集積が可能となった。

#### A. 研究目的

第15改正日本薬局方において、初めて漢方処方エキスが収載された。第16改正日本薬局方において、新規品目が追加され合計22処方となった。また、その品質を規定するために概ね3種の指標成分とその含量が定められている。しかし、多数の天然化合物を含む漢方製剤の品質を保証するには質的に不十分と考えられる。近年、漢方製剤や生薬の薬理学的あるいは臨床的な研究では、試験に使用した薬剤や被験薬物の品質が厳しく問われるようになってきている。例えば生薬抽出エキスの薬理研究の場合、使用した生薬の標本の保管や生薬エキスについての分析評価が必須条件になりつつある<sup>1)</sup>。

漢方処方は、複数の生薬の組み合わせから成るため、その品質は、個々の構成生薬の品質に依存する。異なった品質の生薬を使用した場合、漢方製剤の品質も異なってくる。そこで生薬の化学成分に着目し、LC-MS/MSを用いた分析プロファイルから、生薬の化学成分情報のデータベース化を行い、品質の情報化を試みることにした。

今回は、ケイヒ及びビャクヤクを対象として試験を行った。

【ケイヒ】<sup>1-10)</sup>

日本薬局方においては、精油含量が規定されている。その主成分はケイアルデヒド（80～90%）とされる。また、特徴的なジテルペノイド類を含有する。そこで、これらの成分を

含め、HPLCの移動相の種類やグラジエント条件の検討、MS条件やMS/MS条件の検討及び分析時間の検討等を行い、データ採取条件の検討を行った。

【シャクヤク】<sup>1,11,12)</sup>

日本薬局方においては、ペオニフロリン含量が規定されている。これ以外にもアルビフロリン等の同様なピナン骨格を持つ特徴的な化合物を含有する。そこで、これらの成分を含め、HPLCの移動相の種類やグラジエント条件の検討、MS条件やMS/MS条件の検討及び分析時間の検討等を行い、データ採取条件の検討を行った。

## B. 研究方法

試薬・試液：アセトニトリル、メタノールはLiChrosolv gradient grade LC用(Merck社)を、その他の試薬は特級品を用いた。

### 1. 試験液の調製

各凍結乾燥水抽出エキスにメタノールを加え、1 mg/mL に調製しこれを試験液とした。

### 2. LC-PDA-MS/MS 測定

LC部にShimadzu Prominence UFLC システムを配したLTQ Orbitrap 質量分析計(Thermo Fisher Scientific 社)を用いた。

#### 測定条件

##### カラム

Inertsul ODS-4 (2.0  $\mu\text{m}$ ), 4.6 x 150 mm,  
(GL Science 社), 40°C (ケイヒ)

Hypersil Gold (1.9  $\mu\text{m}$ ), 2.1 x 100 mm  
(Thermo Fisher Scientific 社), 40°C (シャクヤク)

##### 移動相

A 液 (0.1% 酢酸溶液)

B 液 (0.1% 酢酸アセトニトリル溶液)

##### グラジエント条件

initial (% B = 5) - 30 min (% B = 70) -  
35 min (% B = 100) - 38 min (% B = 100)

##### 流速

0.8 mL/min (ケイヒ)

0.2 mL/min (シャクヤク)

スキャン  $m/z$  範囲：100~2,000

プリカーサー  $m/z$  範囲：3.5

CID 電圧：45 V

キャピラリー温度：300°C

APCI コロナ電圧：6.0 kV (ケイヒ)

ESI スプレー電圧：-3.0 kV (シャクヤク)

## C. 研究結果

図 1,2 にケイヒの全イオンクロマトグラム(TIC)を示した。ケイヒの特徴的な成分であるケイアルデヒドは保持時間21.2分付近に検出された。これらのクロマトグラムにおいて高い強度を示した成分を表 1 に示した。また、測定データの例として、ケイアルデヒド等の6 ピークのマススペクトルを図 3~17 に示した。また、図 18, 19 にシャクヤクの TIC を示した。シャクヤクの特徴的な成分であるペオニフロリンは 9.7 分付近に、アルビフロリンは 9.1 分付近にそれぞれ検出された。これらのクロマトグラムにおいて高い強度を示した成分を表 2 に示した。また、測定データの例として、アルビフロリン及びペオニフロリンのマススペクトルを図 20~26 に示した。

## D. 考察

### 1. ケイヒ及びシャクヤクの分析条件

HPLC 条件は、グラジエント条件以外は、昨年度と同様の0.1% 酢酸を含む水/アセトニトリル系のグラジエント条件とした。MS 条件は、ケイヒにおいては、イオン化モードがESI では効率的なイオン化が認められなかったため APCI で行った。それ以外は昨年度と同様の条件とした。

### 2. ケイヒの分析結果

ピーク 1 のマススペクトル (図 3) は、 $m/z$  317  $[\text{M}+\text{H}]^+$  を主とし、これをプリカーサーイオンとした MS/MS (図 4) は、 $m/z$  299 や  $m/z$  281 といった脱水ピーク等が観測された。ピーク 2 のマススペクトル (図 5) は、 $m/z$  390  $[\text{M}+\text{H}+\text{CH}_3\text{CN}]^+$  を主とし、 $m/z$  331 の脱水ピークや  $m/z$  349  $[\text{M}+\text{H}]^+$  が観測された。また、 $m/z$  291  $[\text{M}+\text{H}]^+$  の共溶出が観測された。これらのピークをプレカーサーイオンとした MS/MS (図 6~9) は、いずれも脱水ピークを主としたスペクトルとして観測された。ピ

ーク 3 のマススペクトル (図 10) は、 $m/z$  432  $[M+H+CH_3CN]^+$  を主とし、 $C_2H_4O_2$  分が解離した  $m/z$  331 のピーク等が観測された。 $m/z$  432 をプリカーサーイオンとした MS/MS (図 11) は、 $C_2H_4O_2$  分が解離した  $m/z$  372 のピークを主とするスペクトルであった。ピーク 1 ~ 3 に関しては、プロダクトイオンが脱水ピークが主であることや推定組成式などから、ケイヒに特徴的なジテルペノイドと推定した。ピーク 4 のマススペクトル (図 12) は  $m/z$  147  $[M+H]^+$  を主とするスペクトルであった。これをプリカーサーイオンとした MS/MS (図 13) は  $m/z$  103 の脱炭酸ピークとして観測された。推定組成式等からクマリンと推定された。ピーク 5 のマススペクトル (図 14) は  $m/z$  133  $[M+H]^+$  を主とし、これをプリカーサーイオンとした MS/MS (図 15) は  $m/z$  115 の脱水ピークを主とし、また、脱 CO ピークが観測された。推定組成式等からケイアルデヒドと推定された。ピーク 6 のマススペクトル (図 16) は  $m/z$  163  $[M+H]^+$  を主とし、これをプリカーサーイオンとした MS/MS (図 17) は脱 CO ピーク  $m/z$  135 を主とし、また、脱水ピーク  $m/z$  145 が観測された。推定組成式等からサフロールと推定された。これらのスペクトル解析の結果から、本分析条件によって測定されたデータ (表 1) には、ケイヒに含まれる成分についての化学情報が含まれることが明らかとなり、特徴的なデータの集積が可能となった。

### 3. シャクヤクの分析結果

ポジティブモードでのピーク 1 のマススペクトル (図 20) は、 $m/z$  481  $[M+H]^+$  を主とし、 $m/z$  961  $[2M+H]^+$  等のピークが観測された。 $m/z$  481 をプレカーサーイオンとした MS/MS (図 21) はグルコースとベンゾイル基が解離した  $m/z$  197 を主とし、グルコースが解離した  $m/z$  319 等のピークが観測された。ポジティブモードでのピーク 2 のマススペクトル (図 22) は、 $m/z$  179 のグルコース、水及びベンゾイル基が解離したピークを主とし、 $m/z$  463 の脱水ピークや  $m/z$  498 のアンモニウムイオン付加ピークが観測された。一方、ネガティブモードでのピーク 1 のマススペクトル

(図 23) は、 $m/z$  539  $[M-H+CH_3CO_2H]^-$  を主とし、 $m/z$  1019  $[2M-H+CH_3CO_2H]^-$  等が観測された。 $m/z$  479  $[M-H]^-$  をプリカーサーイオンとした MS/MS (図 24) では、 $m/z$  357 のグルコースが解離したものにアセトニトリルの付加したピークが主であった。ネガティブモードでのピーク 2 のマススペクトル (図 25) は、 $m/z$  539  $[M-H+CH_3CO_2H]^-$  を主とし、 $m/z$  959  $[2M-H]^-$ 、 $m/z$  1019  $[2M-H+CH_3CO_2H]^-$  等が観測された。 $m/z$  479  $[M-H]^-$  をプリカーサーイオンとした MS/MS (図 26) では、 $CH_2O$  の解離した  $m/z$  449 を主としたピークが観測された。これらの結果から、ピーク 1 はアルビフロリン、ピーク 2 はペオニフロリンと推定された。これらのスペクトル解析の結果から、本分析条件によって測定されたデータ (表 2) には、シャクヤクに含まれる成分についての化学情報が含まれることが明らかとなり、特徴的なデータの集積が可能となった。

### E. 結論

ケイヒ及びシャクヤクについて、LC-MS/MS を用いた分析プロファイルから、生薬の化学成分情報のデータベース化を行い、品質の情報化を試みることにした。昨年度検討を行った測定条件を元に、HPLC の条件の検討、MS 条件や MS/MS 条件の検討等を行い、データ採取条件の検討を行った。その結果、ケイヒ及びシャクヤクに含まれる成分についての化学情報の集積が可能となった。

### 文献

- 1) 第十六改正日本薬局方解説書、広川書店、東京
- 2) Isogai, A., Suzuki, A., Tamura, S., Murakoshi, S., Ohashi, Y., Sasada, Y.: Structures of Cinnzeylanine and Cinnzeylanol, Polyhydroxylated Pentacyclic Diterpens from *Cinnamomum zeylanicum* Nees, *Agric. Biol. Chem.*, **40**, 2305-2306 (1976)
- 3) Isogai, A., Murakoshi, S., Suzuki, A., Tamura, S.: Chemistry and Biological Activities of Cinnzeylanine and Cinnzeylanol, New Insecticidal Substances from *Cinnamomum*



- zeylanicum* Nees, *Agric. Biol. Chem.*, **41**, 1779-1784 (1977)
- 4) Yagi, A., Tokubuchi, N., Nohara, T., Nonaka, G., Nishioka, I., Koda, A.: The Constituents of Cinnamomi Cortex. I. Structures of Cinnassiol A and Its Glucoside, *Chem. Pharm. Bull.*, **28**, 1432-1436 (1980)
- 5) Nohara, T., Nishioka, I., Tokubuchi, N., Miyahara, K., Kawasaki, T.: Cinnassiol C<sub>1</sub>, a Novel Type of Diterpene from Cinnamomi Cortex, *Chem. Pharm. Bull.*, **28**, 1989-1970 (1980)
- 6) Nohara, T., Tokubuchi, N., Kurokawa, M., Nishioka, I.: The Constituents of Cinnamomi Cortex. III. Structures of Cinnassiol B and Its Glucoside, *Chem. Pharm. Bull.*, **28**, 2682-2686 (1980)
- 7) Nohara, T., Kashiwada, Y., Murakami, K., Tomimatsu, T., Kido, M., Yagi, A., Nishioka, I.: *Chem. Pharm. Bull.*, **29**, 2451-2459 (1981)
- 8) Kashiwada, Y., Nohara, T., Tomimatsu, T., Nishioka, I.: Constituents of Cinnamomi Cortex IV. Structures of Cinnassiol C<sub>1</sub> Glucoside, C<sub>2</sub> and C<sub>3</sub>, *Chem. Pharm. Bull.*, **29**, 2686-2688 (1981)
- 9) ter Heide, R.: Qualitative Analysis of the Essential Oil of Cassia (*Cinnamomum cassia* Blume), *J. Agric. Food Chem.*, **20**, 747-751 (1972)
- 10) Senanayake, U. M., Lee, T. H., Wills, R. B. H.: Volatile Constituents of Cinnamomn (*Cinnamomum zeylanicum*) Oils, *J. Agric. Food Chem.*, **26**, 822-824 (1978)
- 11) シャクヤク, *The Japanese Pharmacopoeia Technical Information 2006*, (財) 日本公定書協会編, (株) じほう, 東京, pp1491-2 (2006), ISBN 4-8407-3591-3
- 12) Wang, Q., Liu, R., Guo, H., Ye, M., Huo, C., Bi, K., Guo, D.: Simultaneous LC Determination of Major Constituents in Red and White Peony Root, *Chromatographia*, **62**, 581-588 (2005)
- F. 健康危険情報  
なし
- G. 研究発表  
1. 論文発表  
なし  
2. 学会発表等  
なし
- H. 知的財産権の出願・登録状況  
なし

RT: 0.00 - 38.02

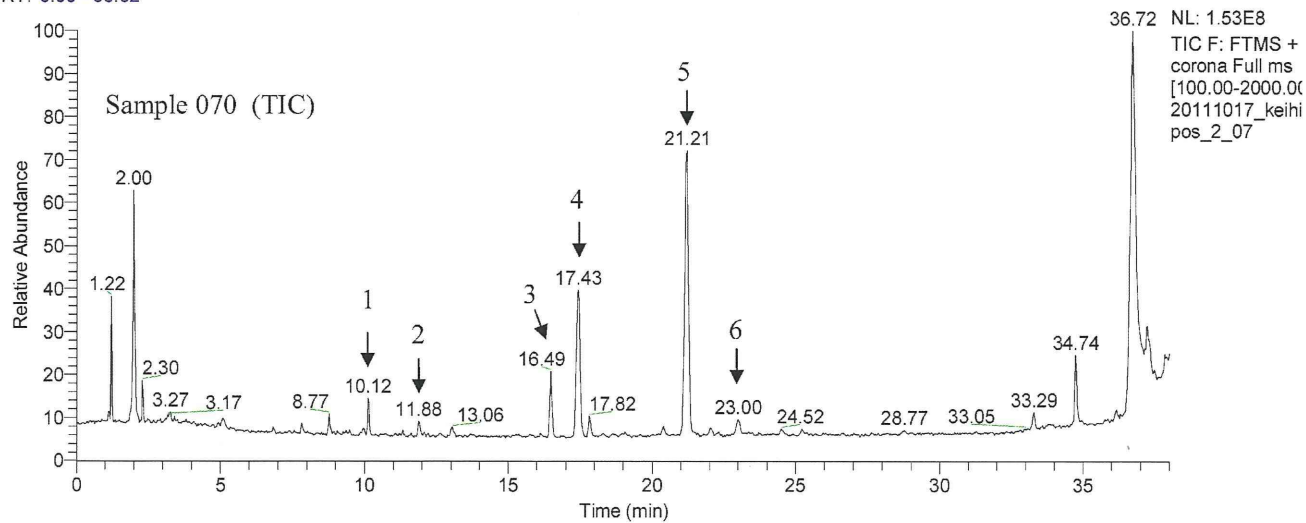


図1 ケイヒ 070 の APCI ポジティブモードによる全イオンクロマトグラム (TIC)

RT: 0.00 - 38.00

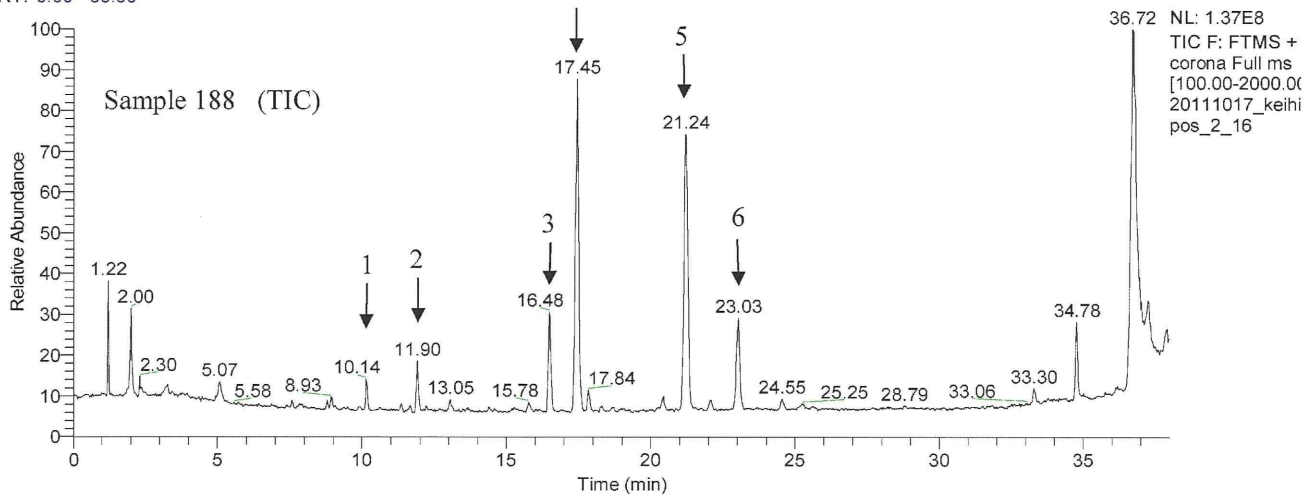


図2 ケイヒ 188 の APCI ポジティブモードによる全イオンクロマトグラム (TIC)

20111017\_Keihi\_APCI-Pos\_2\_16 #599 RT: 10.14 AV: 1 NL: 4.72E6  
 T: FTMS + p APCI corona Full ms [100.00-2000.00]

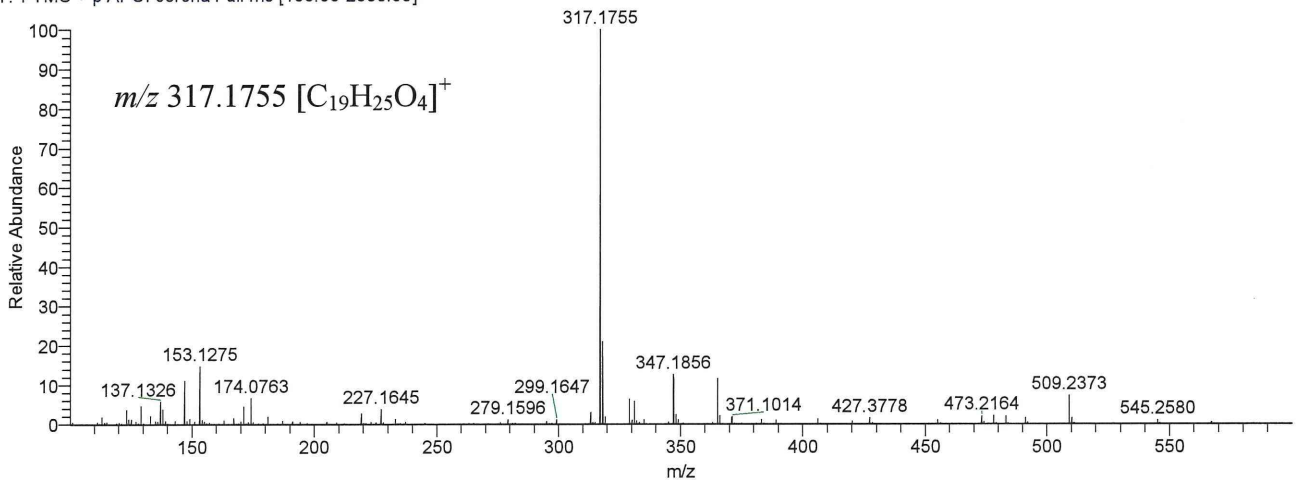


図3 ピーク 1 (rt. 10.4 min) のマススペクトル

20111017\_Keihi\_APCI-Pos\_2\_16 #599 RT: 10.13 AV: 1 NL: 1.16E6  
 T: FTMS + p APCI corona d Full ms2 317.18@cid35.00 [75.00-330.00]

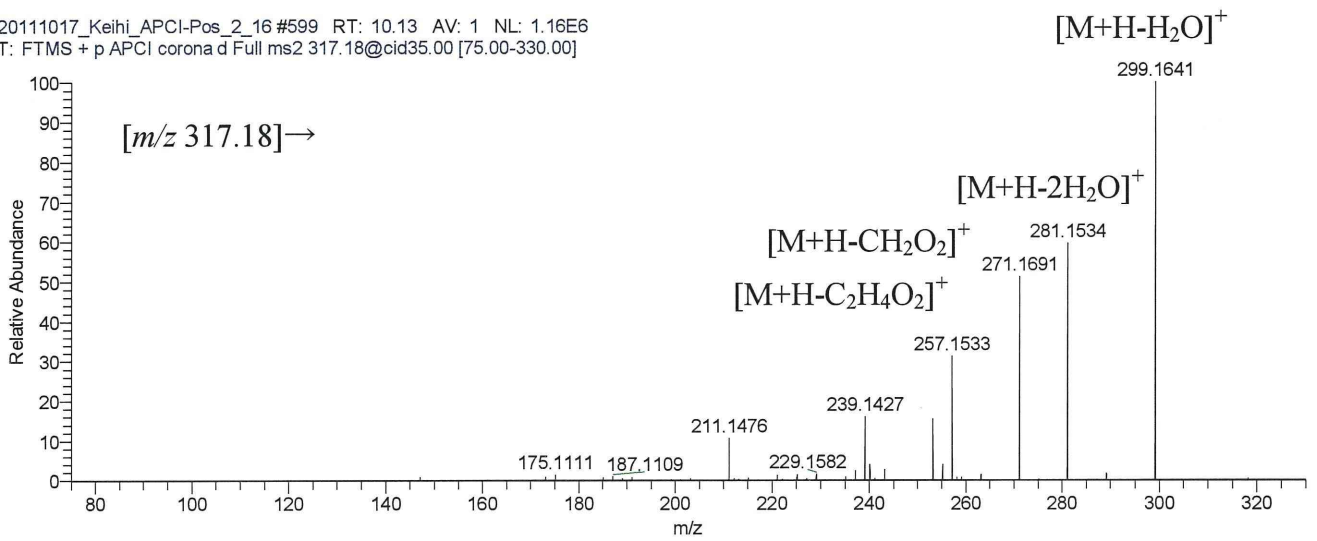


図4 m/z 317.18 をプリカーサーイオンとしたマススペクトル

20111017\_Keihi\_APCI-Pos\_2\_16 #702-705 RT: 11.87-11.90 AV: 2 NL: 3.29E6  
 T: FTMS + p APCI corona Full ms [100.00-2000.00]

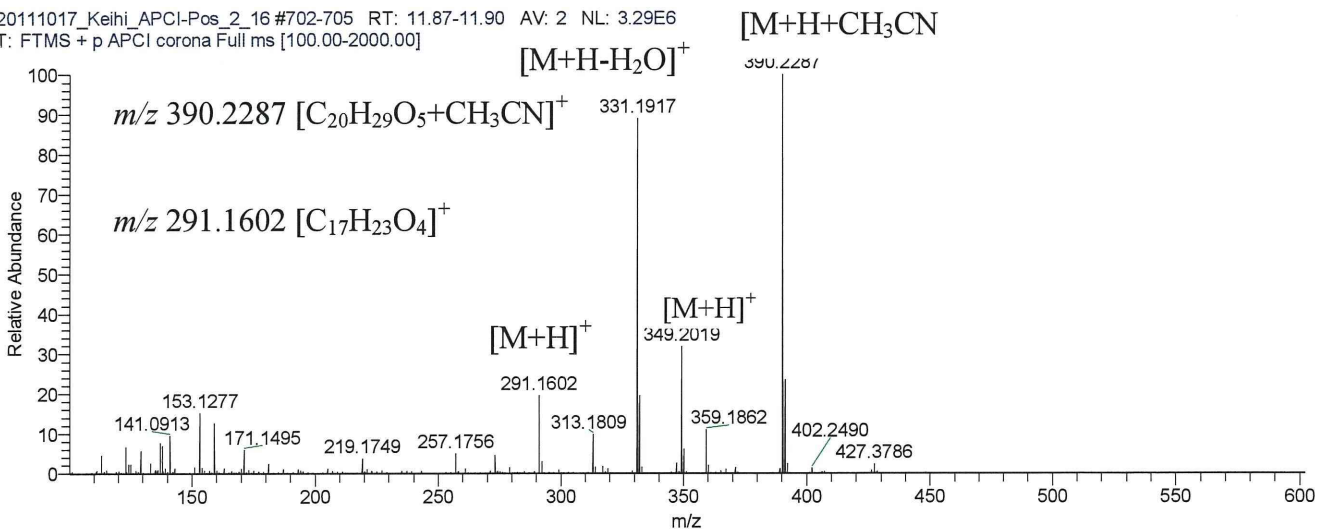


図5 ピーク 2 (rt. 11.9 min) のマススペクトル

20111017\_Keihi\_APCI-Pos\_2\_16 #701 RT: 11.85 AV: 1 NL: 5.70E5  
T: FTMS + p APCI corona d Full ms2 390.23@cid35.00 [95.00-405.00]

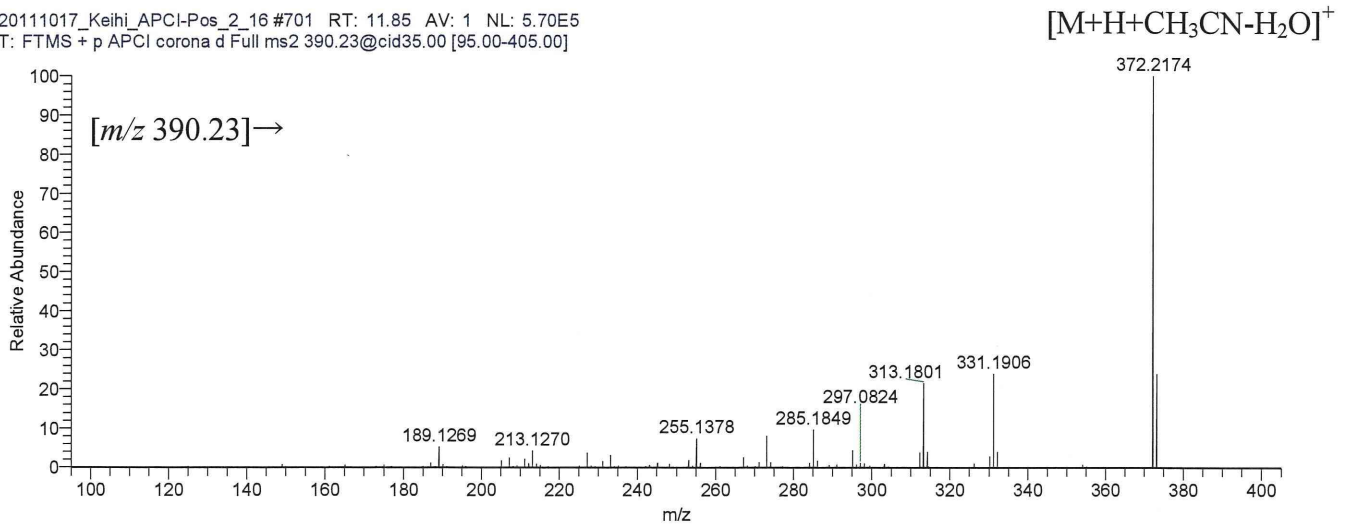


図6 m/z 390.23 をプリカーサーイオンとしたマススペクトル

20111017\_Keihi\_APCI-Pos\_2\_16 #705 RT: 11.92 AV: 1 NL: 8.63E5  
T: FTMS + p APCI corona d Full ms2 349.20@cid35.00 [85.00-360.00]

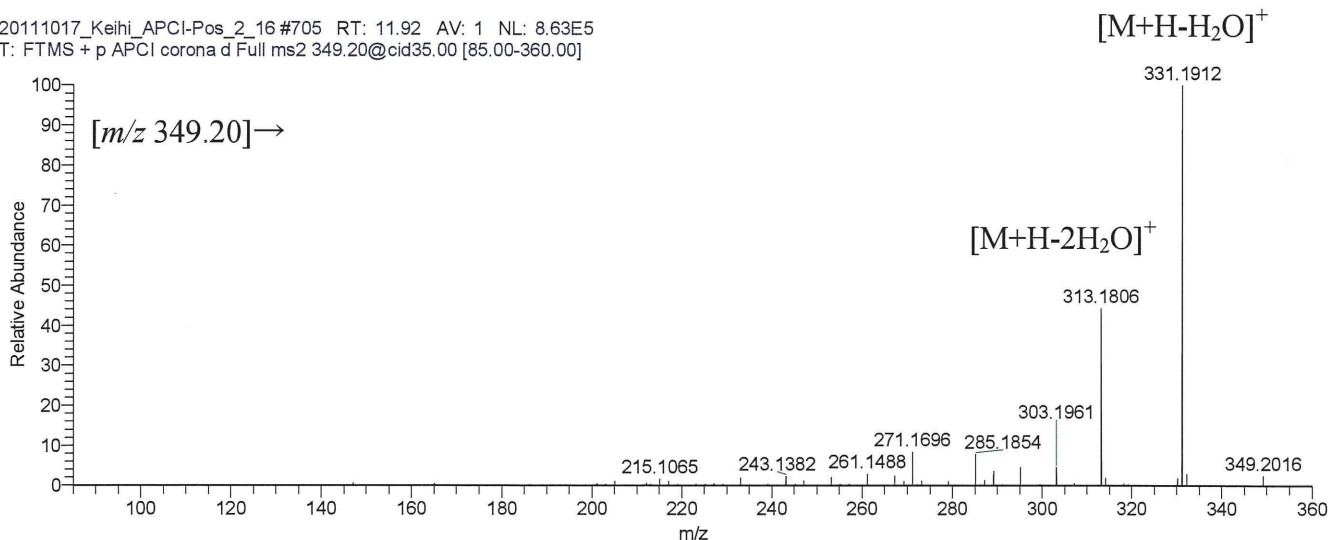


図7 m/z 349.20 をプリカーサーイオンとしたマススペクトル

20111017\_Keihi\_APCI-Pos\_2\_16 #703 RT: 11.88 AV: 1 NL: 1.81E6  
T: FTMS + p APCI corona d Full ms2 331.19@cid35.00 [80.00-345.00]

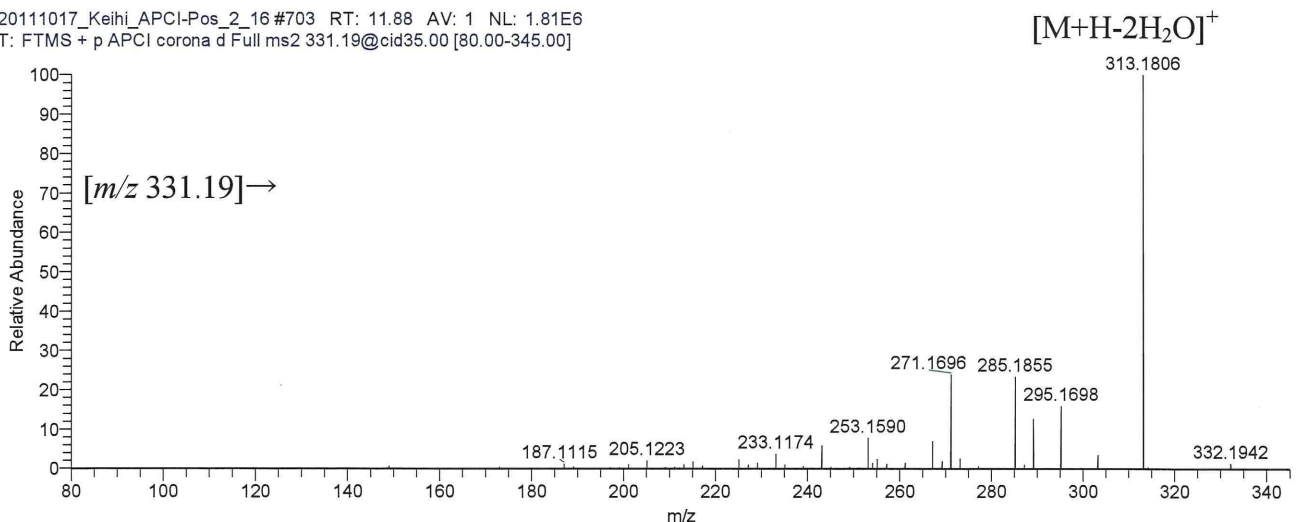


図8 m/z 331.19 をプリカーサーイオンとしたマススペクトル