

Chromaster

■脂溶性ビタミン類の一斉分析

ビタミンは必須の栄養素であり、脂溶性ビタミンと水溶性ビタミンに区分されます。主な水溶性ビタミンには、ビタミンB群、ビタミンCなどが、主な脂溶性ビタミンには、ビタミンA、D、E、Kなどがあります。今回は脂溶性ビタミン7成分を逆相カラムで一斉分析し、DADで検出しました。DADを用いることで、最適波長における高感度一斉分析が可能です。さらに、検出されたピークは吸収スペクトルによる同定を行うことが可能となるため、食品のような夾雑成分の多い試料には特に有効です。

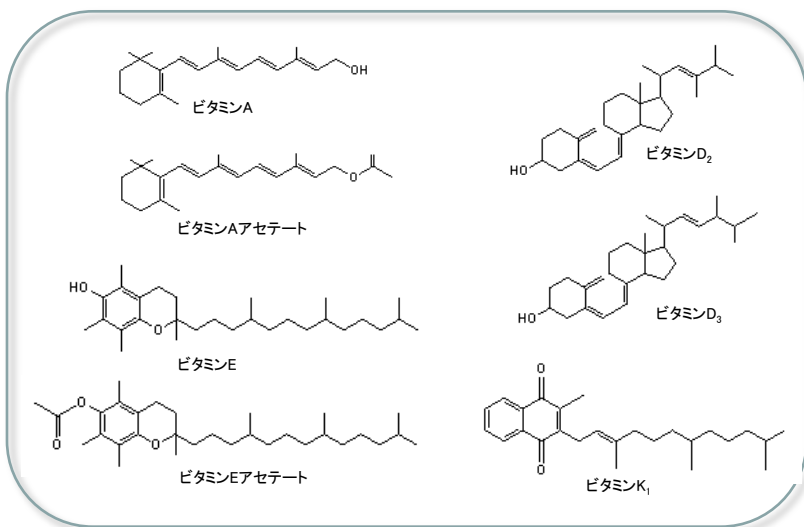
ご紹介した一斉分析は、定性が目的の場合にご使用ください。ビタミンは不安定な成分もあるため、定量分析には各ビタミンの個別試験法に沿った前処理と測定条件での分析をお勧めします。

◆脂溶性ビタミン類の一斉分析◆

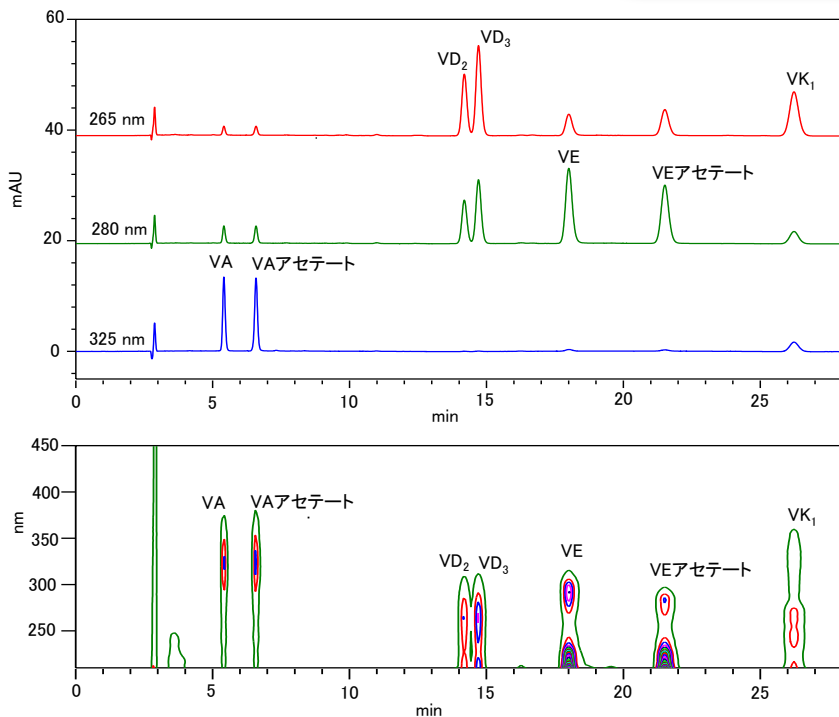
■標準試料 濃度と構造式

成分名	濃度
ビタミンA (レチノール)	1 mg/L
ビタミンAアセテート (酢酸レチノール)	10 mg/L
ビタミンD ₂ (エルゴカルシフェロール)	10 mg/L
ビタミンD ₃ (コレカルシフェロール)	10 mg/L
ビタミンE (dl- α -トコフェロール)	100 mg/L
ビタミンEアセテート (酢酸dl- α -トコフェロール)	100 mg/L
ビタミンK ₁ (フィロキノン)	10 mg/L

- ・標準原液は、エタノールで希釈
- ・標準溶液は、標準原液をメタノールで希釈



■標準試料測定例



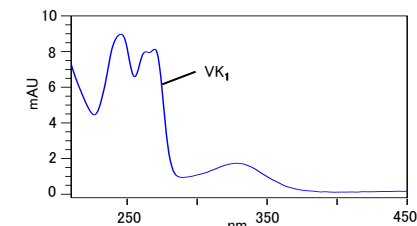
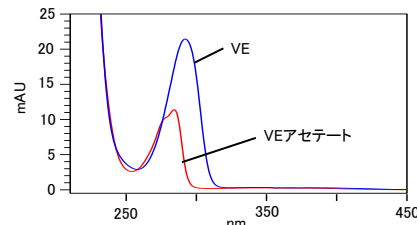
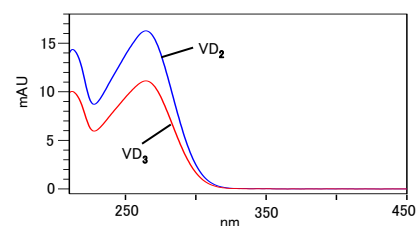
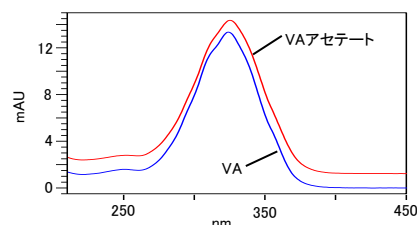
【等高線表示と抽出クロマトグラム】

【分析条件】

溶離液: CH₃CN / CH₃OH = 60 / 40 (v/v)
 流量: 1.0mL/min
 注入量: 10 μ L
 カラム: HITACHI LaChrom C18 (5 μ m)
 (4.6mmI.D. × 250mm)
 カラム温度: 40°C
 検出: DAD 265、280、325nm

【装置構成】

Chromaster
 5110 ポンプ
 5210 オートサンブラ
 5310 カラムオープン
 5430 ダイオードアレイ検出器
 Empower2 データ処理システム

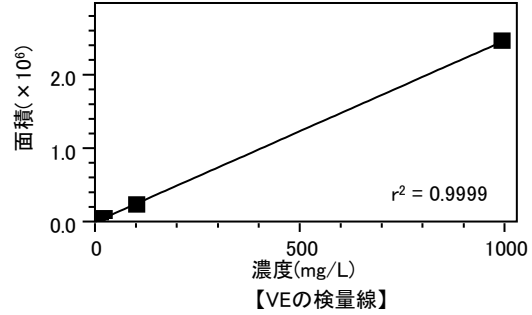
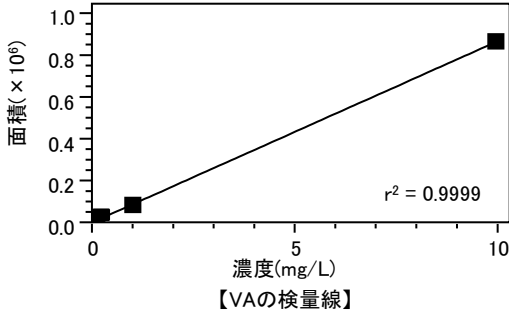


【脂溶性ビタミンのスペクトル】

Chromaster

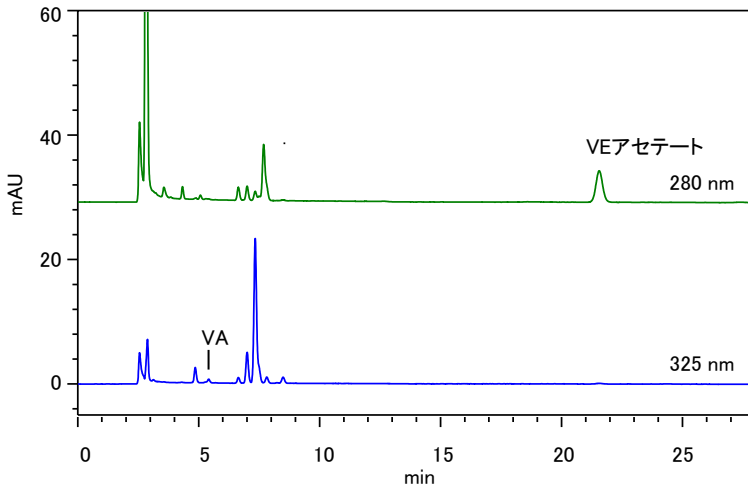
■脂溶性ビタミン類の一斉分析

■直線性

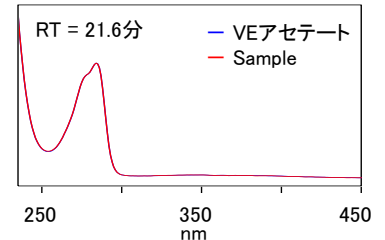
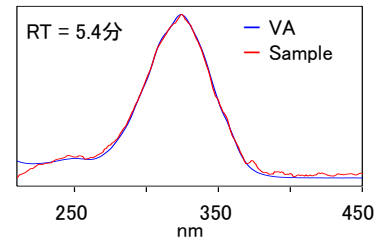


検量線の範囲は、VA 0.01 ~ 10 mg/L、VAアセテート・VD₂・VD₃・VK₁ 0.1 ~ 100 mg/L、VE・VEアセテート 1 ~ 1000 mg/L
いずれも、 $r^2 = 0.9999$ 以上と良好な直線性が得られました。

■試料分析例①: 目薬

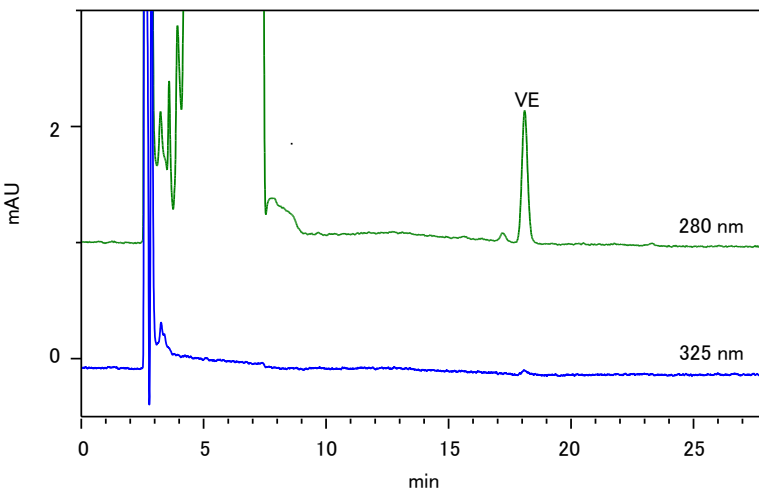


【目薬の前処理法】
試料をメタノールで10倍希釈し、0.2 μm フィルタでろ過

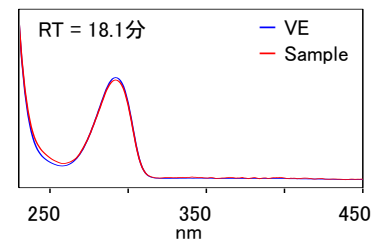


【検出された各ピークと標準試料のスペクトル】

■試料分析例②: サプリメント



【サプリメントの前処理法】
試料 0.1 g を秤りメタノールで 10 mL に定容し、0.2 μm フィルタでろ過



【検出されたピークと標準試料のスペクトル】

ビタミンE

天然: d-α-トコフェロール
植物油から抽出、そのまま安定化させたもの
天然型: 酢酸d-α-トコフェロール
植物油から抽出、安定化させるために酢酸をつけたもの
合成: 酢酸dl-α-トコフェロール
化学的合成により製造したもの
生理活性は合成<天然型<天然の順に高くなる

結果: 目薬からはビタミンAとビタミンEアセテートが、サプリメントからはビタミンEが検出されました。各ピークは標準試料のスペクトルと比較し、高い一致度が得られました。目薬のVAのように濃度の低い成分でも十分な定性ができています。医薬品としてのビタミンEには、天然/天然型/合成と3つのタイプがありますが、製品によって使い分けられていることがわかります。

注意: 本資料に掲載のデータは測定例を示すもので、性能を保証するものではありません。