

血流改善機能があるとされているムメフラール(MF)は加熱したウメ果肉に含まれる成分で<sup>(1)</sup>、夾雑物を固相抽出で取り除くことでHPLC-UVによる分析が可能です<sup>(2)</sup>。このたび、文献<sup>(2)</sup>の方法に基づいて梅肉エキスからMFを抽出し、LC-UVおよびLC-MS分析しましたので、紹介します。

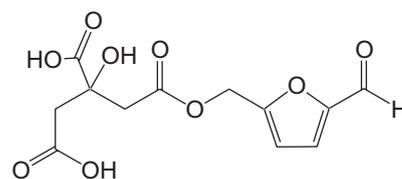
(1) Chuda Y. et al. *J. Agric. Food Chem.* 47(3), 828-831(1999).

(2) 箭田浩士ら *日本食品科学工学会誌* 50(4), 188-192(2003).

## ■ はじめに

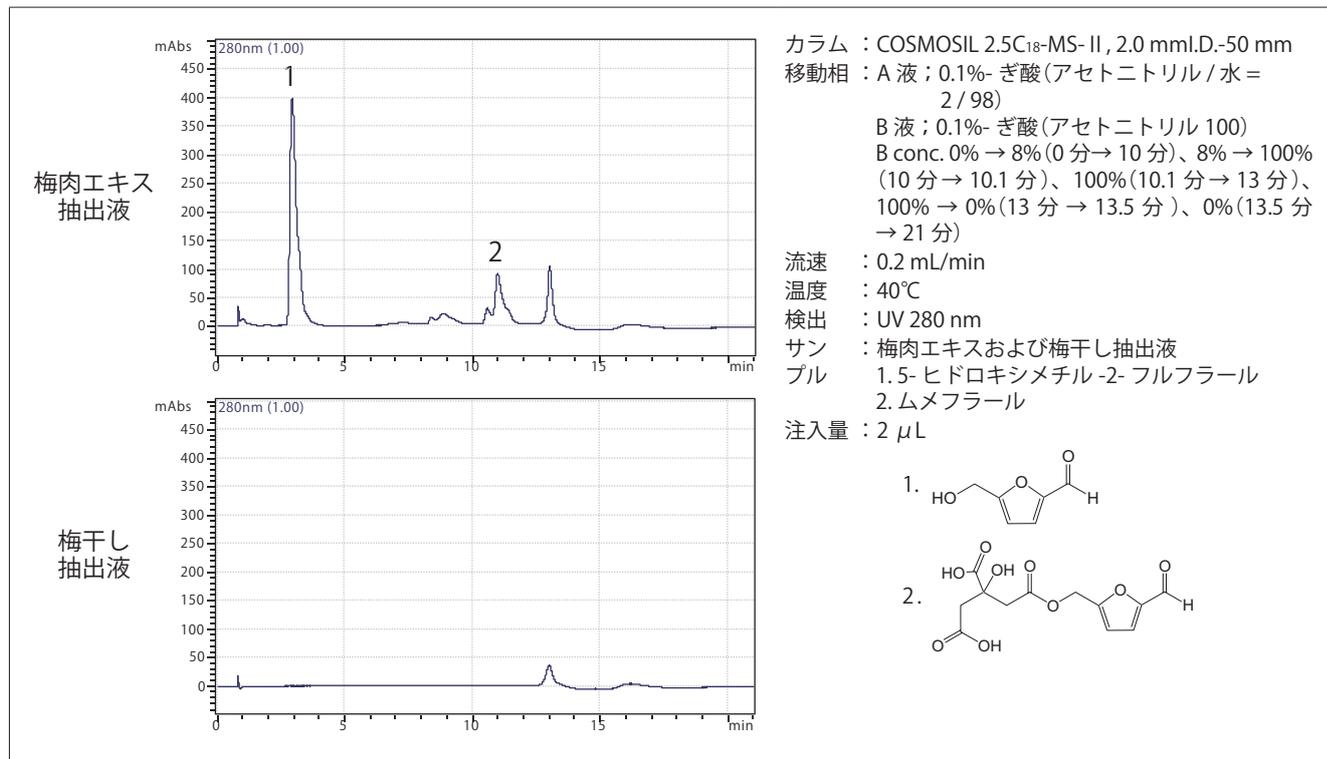
### ● 注目成分ムメフラールについて

MFは、5-ヒドロキシメチル-2-フルフラール(HMF)とクエン酸とがエステル結合した化合物で、梅肉エキスに含まれています。梅肉エキスは、青梅の搾り汁をペースト状になるまで加熱濃縮したもので、江戸時代から殺菌・整腸作用をもつ民間薬として使用されています。1 kgの青梅から20 g程度しか得ることができないと言われています。



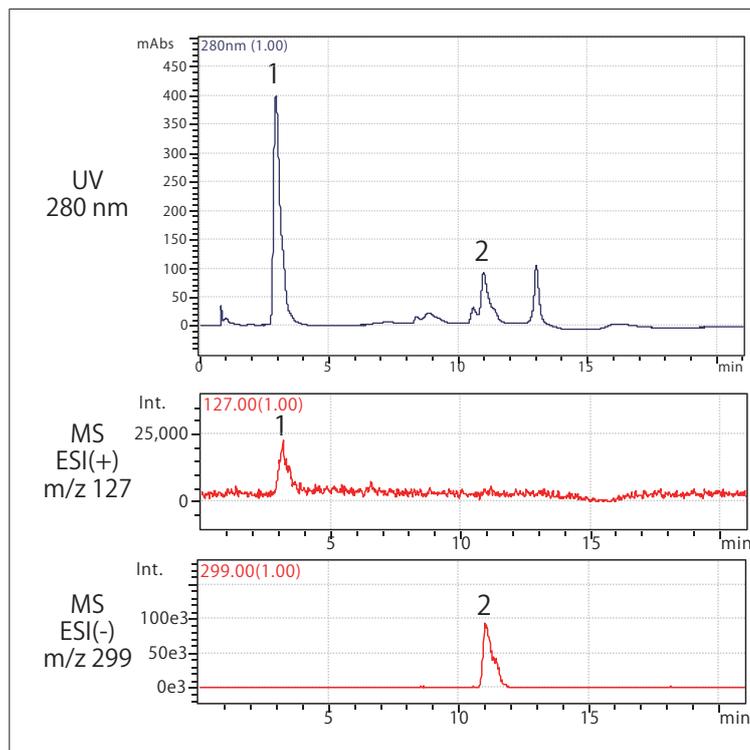
ムメフラールの構造式

## ■ 梅肉エキス抽出液と梅干し抽出液のHPLC-UVによる比較



梅肉エキス抽出液ではHMF、MFを検出し、両物質が含まれていることが分かりました。一方、梅干し抽出液はHMF、MFともに検出できませんでした。梅干し抽出液は、ウメ果実を加熱せずに作られているため、HMFおよびMFは含まれていないと考えられます。

## ■ 梅肉エキス抽出液の HPLC-MS による成分分析



カラム : COSMOSIL 2.5C<sub>18</sub>-MS-II, 2.0 mmI.D.-50 mm  
 移動相 : A 液 ; 0.1%- ぎ酸 (アセトニトリル / 水 = 2 / 98)

B 液 ; 0.1%- ぎ酸 (アセトニトリル 100)  
 B conc. 0% → 8% (0 分 → 10 分)、8% → 100% (10 分 → 10.1 分)、100% (10.1 分 → 13 分)、100% → 0% (13 分 → 13.5 分)、0% (13.5 分 → 21 分)

流速 : 0.2 mL/min

温度 : 40°C

検出 : MS [ESI probe, TIC (+) or (-), MW. 50 ~ 500]、UV 280 nm

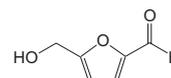
サン : 梅肉エキス抽出液

ブル 1. 5-ヒドロキシメチル-2-フルフラール

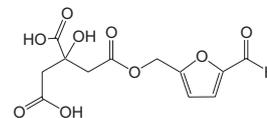
2. ムメフラール

注入量 : 2 μL

1.  
 (MW. 126)  
 (m/z=[M+H]<sup>+</sup>=127)



2.  
 (MW. 300)  
 (m/z=[M-H]<sup>-</sup>=299)



## ■ サンプル調製

### (1) 梅肉サンプルの調製

- ① 梅肉エキス  
市販梅肉エキスをビンの中でよくかき混ぜたものをサンプルとする。
- ② 梅干し  
梅干し 1 個の果肉をこそげ取り、ミクロスパーテルとピンセットでよくつぶしてかき混ぜ、均一にしたものをサンプルとする。

### (2) 溶解

- ① サンプル 150 mg を 15 mL- 遠心チューブに量り取る。
- ② Milli-Q® 水 5 mL を加え、ボルテックスしてサンプルを均一に分散させる。
- ③ 6,000×g、室温で 10 分遠心する。

### (3) 固相抽出

- ① Oasis® HLB Plus Cartridge にアセトニトリル 5 mL を添加してカートリッジを洗浄する。
- ② ① に Milli-Q® 水 5 mL を添加してコンディショニングする。
- ③ ② に (2)③ の上清すべてを添加し、ゆっくりプランジャーを押して吸着させる。
- ④ ③ に Milli-Q® 水 5 mL を流して洗浄し、最後の 1 滴まで出し切る。
- ⑤ ④ に、アセトニトリル / 水 = 20 / 80 5 mL を添加して溶出させる。
- ⑥ 回収した溶出液をサンプルとする。

Milli-Q® は Merck KGaA の登録商標です。

Oasis® はウォーターステクノロジーコーポレーションの登録商標です。

## ■ 分析に用いた製品

分類	用途	製品名	メーカー / 規格	製品番号	サイズ 内径×長さ (mm) / 容量	価格
カラム	分析	コスモシール 2.5C <sub>18</sub> -MS-II パックドカラム	SP (高速液体クロマトグラフ用)	08994-31	2.0 mmI.D.-50 mm	60,000
試薬	移動相	アセトニトリル		00430-41	1 L	6,900
		蒸留水		14029-91	1 L	1,470
		ぎ酸		08965-82	25 mL	5,000
サンプル前処理	固相抽出	Oasis® HLB Plus Short Cartridge	Waters	186000132	50 pkg	42,000

COSMOSIL コスモシール は、ナカライテスク株式会社の登録商標です。

ご注意ください 試験・研究用以外には使用しないでください。

※記載の内容は、'19年2月現在の情報に基づいております。

※価格に消費税は含まれておりません。

**nacalai tesque**  
 The quality for certainty.

● Web site  
<https://www.nacalai.co.jp/cosmosil/>

● 価格・納期のご照会  
試薬はご注文  
 0120-489-552

ナカライテスク株式会社

〒604-0855 京都市中京区二条通烏丸西入東玉屋町498

● 製品に関する技術的なご照会  
<https://www.nacalai.co.jp/ss/Contact/>  
 TEL:075-211-2703

■ 販売取扱店