

GC/TOFMS によるナツメグの定性分析： 微量成分の自動ピーク検出とスペクトルデコンボリューション

ナツメグはカリブで千年以上もの間栽培されている古い香辛料のひとつです。ナツメグ エキスは現在でも香料として様々な食品に使われています。しかし、ナツメグ エキスの分析は、比較的多量に含まれている揮発性成分と半揮発性成分により複雑になります。そのため、通常ナツメグの GC もしくは GC/MS 分析には一時間以上もの時間がかかります。質量分析計には、同時溶出物質の同定用にマルチチャンネル検出モードがあるにも関わらず、遅いスペクトル収集速度及びデコンボリューション ソフトウェアの不備により、高速ガスクロマトグラフィーへの適用は遅れていました。そのため、以前はできるだけ多くの成分が完全に分離されるように GC の分析条件を検討してきました。

LECO Pegasus III GC/TOFMS が持つ特色により、香料分析の時間短縮が実現しました。

- ・ 最大 500 スペクトル/秒の収集速度：最小の GC ピーク分離幅での、正確な同定が可能なため、データの品質を損なうことなく、高速ガスクロマトグラフを使用した分離時間の短縮を実現します。
- ・ 全スペクトルを取り込めるという Pegasus III の特色により、優れたデコンボリューション ソフトウェアの開発が可能となりました。複雑な同時溶出物中の他成分をピーク検出機能により効率的に検出できます。また、デコンボリューション機能により、同時溶出物の質量スペクトルを各検体の正確な質量スペクトルに分別できます。

ナツメグ エキス分析における Pegasus III のこうした特殊な機能の潜在的利点を現地流通業者から購入したナツメグのエキスを用いて評価しました。図 1 に TIC クロマトグラムを示します。表 2 に、検体、保持時間、及び NIST スペクトルデータベースと比較したときのライブラリ サーチ結果の正確さを示します。

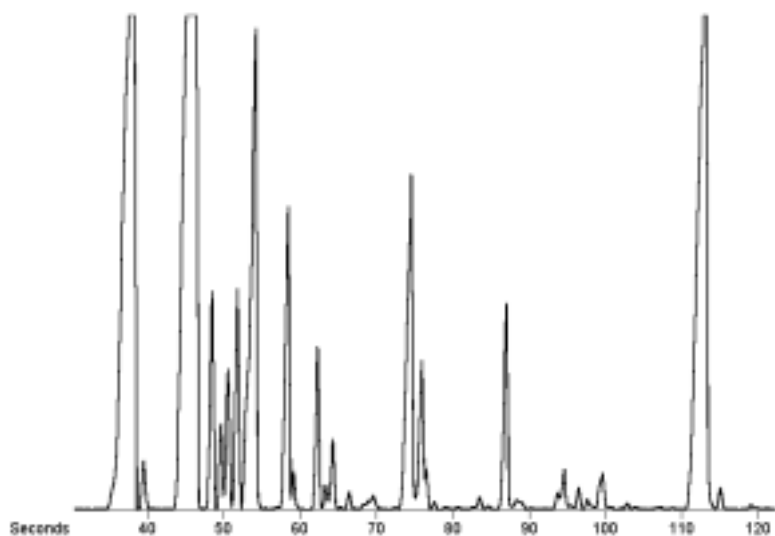


図 1 ナツメグ エキスの TIC クロマトグラム: 60 検体、2 分

表1 ナツメグ エキスのピーク テーブル

RTは保持時間、Hitはライブラリでヒットした順位のことです。

Peak	Name	R.T.	Similarity	Reverse	Hit
1	Tricyclene	33.81	719	896	1
2	-Pinene	37.26	927	931	1
3	Camphene	39.56	945	961	1
4	Thuja-2,4(10)-diene*	40.67	749	898	1
5	-Pinene	46.51	917	919	1
6	Dehydro-1,8-Cineole*	47.56	466	665	1
7	Mesitylene*	47.76	714	894	1
8	-Myrcene	48.56	889	890	2
9	-Phellandrene	49.71	886	887	1
10	Decane	50.06	763	870	1
11	3-Carene	50.61	880	893	4
12	-Terpinene	51.86	914	925	1
13	o-Cymene	53.06	885	885	1
14	Limonene	54.26	870	901	1
15	cis- β -Ocimene*	55.56	802	919	1
16	trans- β -Ocimene*	56.91	819	881	1
17	-Terpinene	58.51	918	936	1
18	cis-Sabinenehydrate	59.16	891	893	2
19	Terpinolene	62.36	926	940	1
20	trans-Sabinenehydrate	63.41	897	900	1
21	Linalool	64.36	883	886	1
22	Undecane	64.56	707	779	2
23	endo-Fenchyl alcohol	65.36	819	896	1
24	cis- β -Terpineol	66.46	888	902	1
25	trans-Pinocarveol*	68.41	746	877	1
26	cis-2-Cyclohexen-1-ol, -methyl-4-(1-methylethyl)	69.01	852	865	1
27	Isothujol	69.66	792	804	1
28	Borneol	72.61	754	817	1
29	4-Terpineol	74.66	896	914	1
30	p-Cymen-8-ol	75.16	697	843	1
31	-Terpineol	76.01	907	908	1
32	-Terpineol	76.61	824	849	2
33	Dodecane	77.41	855	943	1
34	trans-Piperitol	77.66	870	909	1
35	cis-Limonene oxide	82.56	688	794	2
36	cis-Geraniol	83.56	890	897	1
37	-Isosafrole	87.01	900	911	2
38	Bicyclo[4.1.0]heptan-3-ol, 4,7,7-trimethyl-, (1 α ,3 α ,4 β ,6 α)-	88.36	758	819	1
39	Thymol	88.71	601	718	3
40	Tridecane	88.91	787	856	5
41	p-Pentylanisole	89.21	776	786	1
42	-Terpinyl acetate*	93.76	814	885	1
43	Eugenol	94.61	863	870	2
44	Ylangene	96.56	874	879	1
45	Geranyl acetate*	97.66	832	908	2
46	Isovanillin	98.36	866	910	1
47	Naphthalene, 2,3-dimethyl-	98.56	690	867	1
48	Longifolene	99.26	865	869	6
49	Methyl eugenol*	99.71	838	906	1
50	Naphthalene, 2,6-dimethyl-	100.36	838	917	1
51	Caryophyllene*	100.86	784	929	2
52	-Bergamotene	102.86	913	941	1
53	Isoeugenol	103.91	804	905	1
54	-Farnesene	105.16	653	837	1
55	Germacrene D	107.01	694	905	1
56	-Zingiberene*	108.91	656	886	1
57	Myristicin	113.26	830	863	1
58	Elemicin*	115.06	815	914	3
59	Methoxyeugenol	119.11	889	910	1
60	Hexadecane	119.46	774	904	1

この分析で用いられた高速な分離条件によって同時に溶出した検体の正確なピーク位置を特定し、同定を行う上でのピーク検出機能及びデコンボリューション機能の有効性を図2及び3で評価することができます。図2では、中央で溶出した成分が比較的低濃度にもかかわらず、同時溶出した3成分の位置をピーク検出機能により正確に求められています。この成分はTICクロマトグラムにすら現れていません。3検体全ての質量スペクトルはデコンボリューション機能によりそれぞれが正確に分離されています。ライブラリサーチ結果を図3に示します。

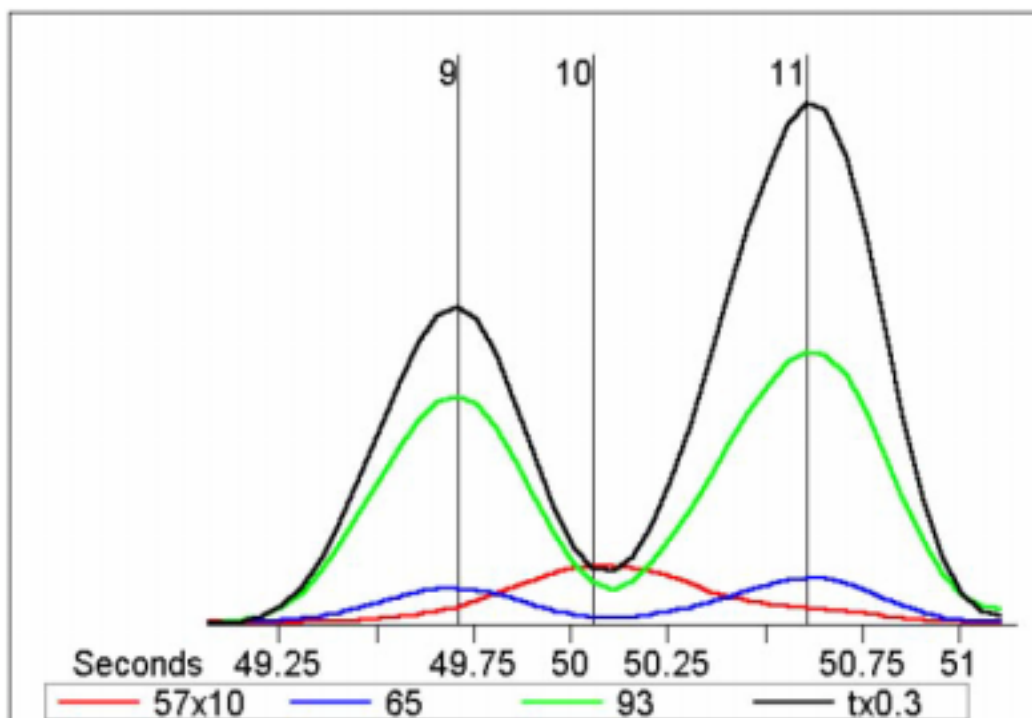


図2 TIC クロマトグラム（黒）及び検出された各ピーク。微量成分（Peak 10）が2つの高濃度成分と共に溶出しています。

マーカーは Pegasus III GC/TOFMS ピーク検出機能によって求められたピーク位置を示しています。M/z 65 と 93 と同じスケールで観察できるように、m/z 57 の強度は 10 倍で表示されています。

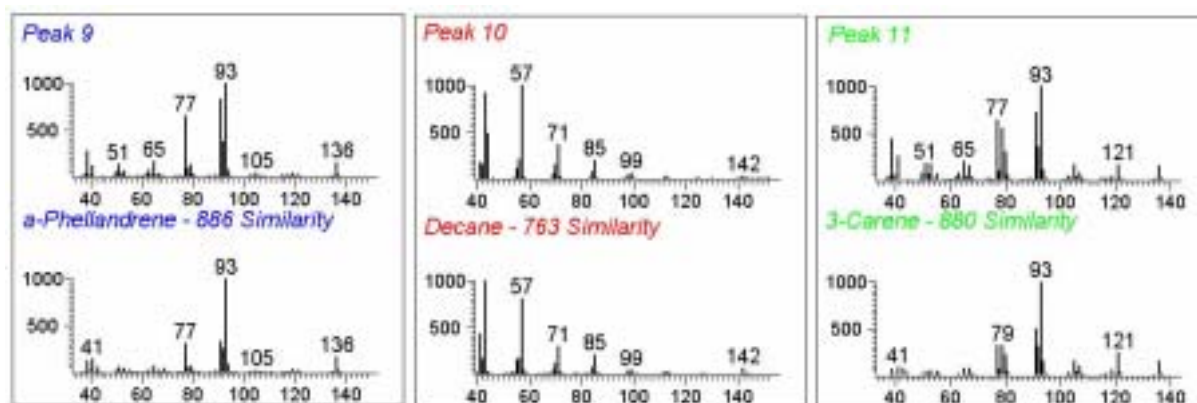


図3 Pegasus III GC/TOFMS デコンボリューション機能によって同定された同時溶出成分の質量スペクトル
上部: Pegasus III スペクトル 下部: NIST ライブラリ スペクトル

結論

高速 GC テクニック（短いマイクロポア カラムと高速昇温）及び高速質量スペクトル収集速度、そして独自のピーク検出機能及びスペクトル デコンボリューション機能の組み合わせにより Pegasus III GC/TOFMS を用いた 60 のナツメグ成分の正確な分析を 2 分で行うことを可能にしました。これはデータ収集にかかる時間が 1/10 にまで削減されたということを意味します。特殊なソフトウェア機能は、また、データ処理時間を大幅に減らし、分析時間を全体で 1 桁以上減らしました。

LECO ジャパン合同会社
〒140-0002 東京都品川区東品川1-31-5
Tel 03-5782-7800 Fax 03-5782-7801



LECO Corporation • 3000 Lakeview Ave. • St. Joseph, MI 49085-2396
Phone: 800-292-6141 • Fax: 269-982-8977 • info@leco.com • www.leco.com
ISO-9001:2000 • No. FM 24045

