



GC×GC-TOFMSを用いた迅速香気分析評価

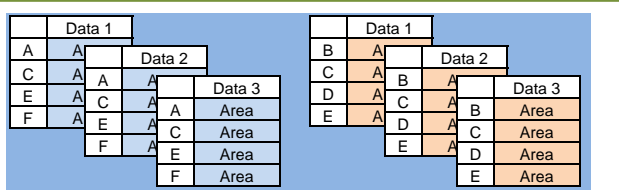
LECOの新しい検体群間比較ツール(Statistical Compare)

GC×GC-TOFMSによる香気成分評価

LECOのGC×GC-TOFMSによる香気分析は、高感度、高いピーク分離能力、正確な成分同定など多くの利点により皆様から大変好評をいただいております。そして今回、新しい検体群間比較ツールである“Statistical Compare”が加わった事により、今まで、ピーク数が莫大であったために、検体比較に多くの労力をかけていた一連の解析作業が飛躍的に短縮されました。

Statistical Compareの機能

Statistical Compareはデータアライメントとフィッシャーレシオの計算から構成される検体群間比較ツールです。



↓ アライメント処理

	SampleA			SampleB		
	Data 1	Data 2	Data 3	Data 1	Data 2	Data 3
A	Area	Area	Area			
B				Area	Area	Area
C	Area	Area	Area	Area	Area	Area
D				Area	Area	Area
E	Area	Area	Area	Area	Area	Area
F	Area	Area	Area	Area	Area	Area

サンプルAからは成分A, C, E及びFが、サンプルBからは成分B, C, D及びEが同定され、それぞれピーク面積が計算されました。検体群間の成分比較のためには、全てのピークデータをピーク番号、名称などが統一された同じシートにまとめる必要があります。アライメント処理により全てのデータは一枚のシートにまとめられます。

3検体の成分比較におけるワークフロー例

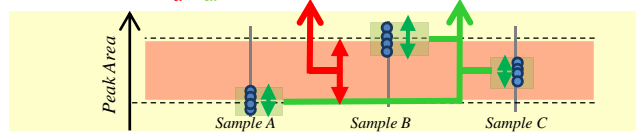
SPMEによるサンプリング後GC×GC-TOFMS測定を3検体、繰り返し4回測定した場合の解析終了までの時間

- | | | |
|---|------|------------|
| ① サンプリング (5ml) | 10分 | 16:50開始 |
| ② サンプリング測定 60min x N x 検体数 | 12時間 | 16:00開始 |
| ----- 翌日 ----- | | |
| ③ 自動ピーク解析&ライブラリサーチ
15分 x 測定数 | 3時間 | 9:00開始 |
| ④ Statistical Compare (自動計算)
データアライメント | 45分 | 12:00終了/開始 |
| ⑤ Statistical Compare (自動計算)
Fisher Ratio値算出 | 5分 | 13:00終了 |

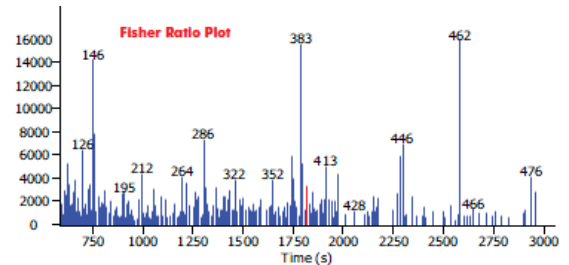
サンプリングから、データ解析までほぼ全ての工程が自動処理により行われるため、特別な経験が必要としません。このワークフローにより、誰でも、何時でも、何回やっても安定したデータ比較が可能になります。このようなシステムティックなワークフローは品質管理のような多検体を扱う部門においては実験のスケジュールが立てやすいというメリットがあります。

Fisher Ratioの算出

$$\text{Fisher Ratio} = \frac{\sigma_{cl}^2}{\sigma_{in}^2} = \frac{(\text{class-to-class variation})}{(\text{within-class variation})}$$



繰り返し測定で得られた各ピーク面積から、Fisher Ratio値が算出されます。この計算で、**検体間の分散**と**同一検体内の分散**は分子と分母の関係のため、繰り返し再現性が高く、検体間で濃度変動が大きいものほど高いFisher Ratio値が与えられます。Fisher Ratio値は、有意差の大きい成分を選別するための並び替えの指標として用いられるほか、右図のように時間軸に対してもプロットされるため、視覚的に確認が可能です。



Peak	Mass	麦焼酎A				麦焼酎B				麦焼酎C				Fisher Ratio
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	
3-THIOPHENECARBOXYLALDEHYDE	111	7690	8422	8633	8592	118884	124719	116456	130331					43575
2,4-Pentadien-1-ol, 3-ethyl-, (2Z)-	79					13844	15679	13445	15977					42184
ETHYL 2-(METHYLTHIO)ACETATE	61					64462	67281	68073	67336	3964	1742	2974	2562	38967
1,4-DIMETHYL-4-PENTENYL ACETATE	81	129420	89157	142653	144243	819248	819871	791698	803999	71766	72487	68873	67289	27113
Benzene, (2,2-dioxyethyl)-	47	486176	556366	642472	639465	749301	732869	738074	765665	56424	39902	41184	41000	26743
Benzene, chloro-	112	26317	28348	28348	27771	40849	43517	50524	51779	447876	451123	444506	427218	22346
3-(H)-FURANONE, 5-BUTYLDIHYDRO-4-METHYL-, CIS-	99	31372	42363	46674	45039	203755	216518	195075	210257					14072
ETHANETHIOIC ACID, S-METHYL ESTER	90					324519	346054	376722	343235					13780
CYCLOPROPANE, 1-(1,1-DIMETHYLETHYL)-2-METHYLENE-	95					9243	9162	7907	8938					11583
FURAN, 2-METHYL-	82	222720	184837	221913	214841	37509	39696	39423	36608	8445	8061	8003	7371	10786
BUTANAL, 2-METHYL-	57	634167	954623	795759	471687	1756655	1892540	1682241	1715755	69325	57901	59114	57682	10467
Methane, diethoxy-	59	53442	49616	61960	59737	487680	531951	453440	492667	4345	3493	5003	5240	10147
ETHYL 4-HYDROXYBUTANOATE	100	6252	5805	5972	5972	6252	6039	4046	6316	6757	6884	6539	7240	10146
Ethyl (E)-2-octenoate	55	995289	1027866	1090078	1067880	457227	426963	375630	375884	1977864	1905170	1999860	2007753	9660
4-HEPTEN-1-OL	81	70435	71480	71480	70222	353371	369787	337213	343156	31317	28684	29795	29648	9789
2-OCTENAL	83	6795	2013	7735	7601	71364	75585	68959	73576	4985	4966	5415	4544	7434
TETRADECANOIC ACID, ETHYL ESTER	101	556787	613806	636351	517882	293458	261910	181675	184071	754167	727825	696989	727033	7111
isoamyl lactate	70	1083	3009	1246	1246	28670	28250	30795	28946					6759
1,3-PENTANEDIONE	100	2679	1520	1520	2203	23427	24074	20435	23775	2198	1856	2077	2323	6344
1,2,3-PROPANETRICARBOXYLIC ACID, 2-HYDROXY-, TRIETHYL ESTER	214	1600	34061	1400	1509					31644	44047	34708	42809	6333

銘柄の違う麦焼酎から2000近くのピークが検出され、表のような成分分布の差が認められました(Fisher Ratio値上位20成分)

まとめ

食の安全基準の厳しい、日本の食品会社では顧客からのクレームに対する迅速な対応が求められています。LECOの香気成分比較のワークフローでは、今まで数週間かかっていた検体比較が24時間以内に完了する事がわかりました。

お客様の品質管理、クレーム対応処理の迅速化に、本ワークフローは大変有効な手段であるといえます。

お問い合わせ
LECOジャパンコーポレーション東京本社
〒140-0002
東京都品川区東品川1-31-5住友不動産東品川ビル
セパレーションサイエンス事業部
電話:03-5782-7800(大代表)