

GC/TOFMS によるスペアミントオイルの高速分析

スペアミント オイルは様々な食品に香料として広く使われています。産地の違いによる、スペアミントオイルのわずかな違いは、食品の香りそして結果的には品質に著しい影響を及ぼします。したがって、オイル成分の慎重な分析は一貫した製品を製造するのに重要となります。

エッセンシャル オイルの分析は、一般的にはガスクロマトグラフィー-水素炎イオン化検出器 (FID) を用いて行われています。しかしながら、この方法では個々の成分の完全なクロマトグラフ分解能を得るのに、一時間またはそれ以上という非常に長いデータ取込時間が必要となります。

一方、LECO Pegasus III 飛行時間型質量分析計 (TOFMS) の場合、高速 GC テクニックを用いると、スペアミントオイルの分析が、その 1/10 以下の時間で完了します。高速スペクトル取込速度 (最高 500 スペクトル/秒) により、重なっているクロマトグラム ピークの自動スペクトル デコンボリューションが可能となるため、オイル中の主要な検体だけでなく、同時に溶出したごく微量の成分でも検出することができます。個々の成分は、保持指標及びマススペクトルを用いて、同定します。

全般的な GC/TOFMS 条件が様々なエッセンシャルオイル用に設けられました。今回は、その条件を最適化することなくそのまま用いてスペアミントオイル試料を分析しました。取込には全体で 2.3 分かかりました。データ処理は自動で行われ、NIST ライブラリ、及び Terpene Essential Oil マススペクトル データベースと照らし合わせたライブラリ検索により 61 の成分が同定されました。

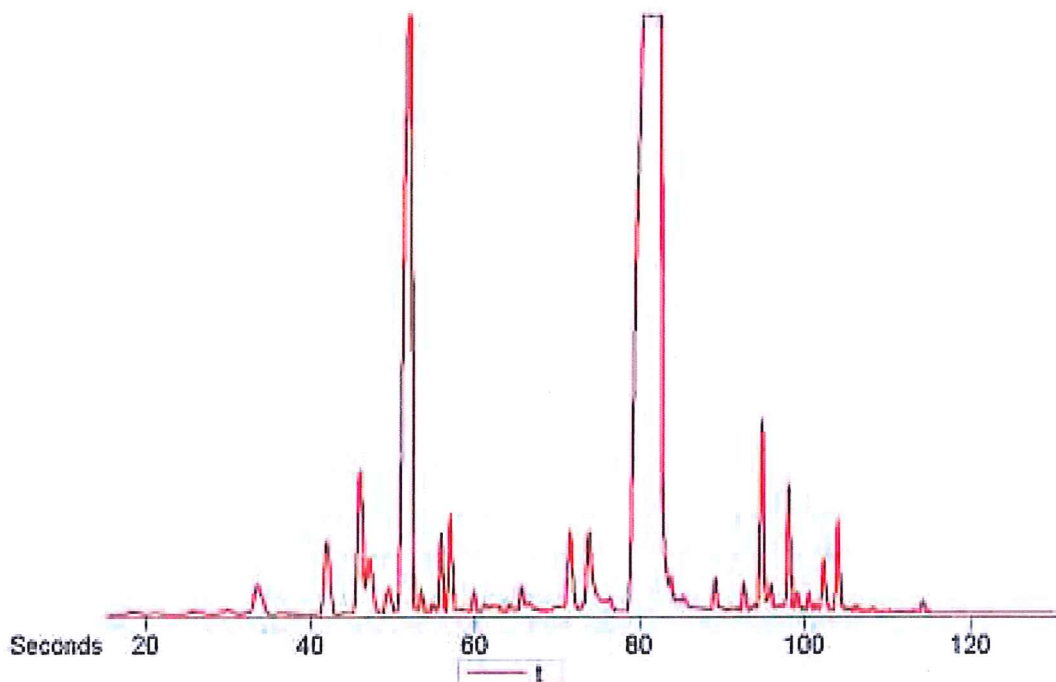


図 1 スペアミントオイル分析の TIC クロマトグラム: 分析時間 2.3 分

表 2 スペアメントオイル分析の成分名、保持時間、スペクトル類似係数、及びライブラリヒット数
(ヒット順位)

Peak	Name	R.T. (sec.)	Similarity	Reverse	Hit
1	Butanal, 3-methyl-	5.98	838	840	1
2	Furan, 2-ethyl-	7.08	893	897	1
3	1-Butanol, 2-methyl-	8.68	773	793	1
4	Butanoic acid, 2-methyl-, methyl ester	10.93	839	902	1
5	2-Hexenal	18.23	757	883	1
6	3-Hexen-1-ol	19.03	884	904	1
7	2-Hexen-1-ol, (E)-	20.83	720	801	1
8	n-Hexanol*	21.33	767	851	1
9	Furan, 2,5-diethyltetrahydro-	25.63	744	859	1
10	α -Pinene	33.53	933	936	1
11	Camphene	36.38	853	909	1
12	Thuja-2,4(10)-diene*	37.78	595	825	1
13	β -Pinene	41.98	924	925	1
14	1-Octen-3-ol*	44.18	739	776	2
15	β -Myrcene	46.13	899	899	1
16	3-Octanol	47.23	858	897	1
17	Octanal	48.08	756	841	1
18	Limonene	52.38	842	857	1
19	Benzene acetaldehyde*	53.13	837	866	1
20	cis- β -Ocimene*	53.53	899	925	1
21	trans- β -Ocimene*	54.93	896	929	1
22	γ -Terpinene	55.93	876	899	1
23	cis-Sabinenehydrate	57.13	853	931	4
24	Terpinolene	59.93	901	922	1
25	trans-Sabinenehydrate	61.28	833	913	4
26	Linalool*	62.13	751	871	1
27	cis-p-Menth-2-en-1-ol	64.28	820	830	3
28	Octanol acetate*	65.73	795	846	1
29	cis-Verbenol	67.38	733	747	1
30	Menthone	68.33	830	841	2
31	Pinocarvone*	69.18	788	832	1
32	4-Terpineol	71.58	874	874	1
33	Dihydrocarveol	76.53	875	887	1
34	trans-Piperitol	78.13	542	843	1
35	Carvone	79.73	905	926	1
36	Carvone oxide, trans-	82.93	676	683	1
37	p-Mentha-1,8-dien-3-one	83.33	789	832	1
38	Carvone oxide, cis-	83.78	863	873	1
39	Dihydrocarvyl acetate	89.18	885	907	1
40	Piperitenone*	89.88	748	889	1
41	Carvyl acetate	90.08	716	735	3
42	Eugenol	91.83	823	848	2
43	cis-Carvyl Acetate	92.73	890	892	1
44	α -Copaene*	93.93	864	907	1
45	β -Bourbonene	94.88	886	892	1
46	β -Elemene*	95.63	881	926	1
47	cis-Jasmone	95.88	854	862	1
48	α -trans-Bergamotene*	96.93	804	868	1
49	Caryophyllene	98.18	880	880	2
50	γ -Muurolene*	99.13	842	886	6
51	α -Humulene*	101.38	862	904	1
52	β -Farnesene	102.38	871	872	1
53	Germaacrene D	102.63	867	899	1
54	cis- γ -Cadinene*	104.23	814	849	8
55	Butanoic acid, 3-methyl-, 2-phenylethyl ester	104.83	759	816	3

56	Bicyclogermacrene*	105.68	872	920	1
57	Germacrene A*	106.43	857	903	5
58	α -Farnesene	107.28	796	816	1
59	δ -Cadinene*	108.28	826	885	1
60	Caryophyllene oxide	113.43	701	871	1
61	Viridiflorol	114.33	856	858	2

* Analyte found in the Essential Oil MS library. All other analytes were identified in the NIST MS Database.

データファイルは、取込後直ちに、ピーク検出、スペクトル デコンボリューション、及びライブラリサーチにより自動で処理されます。LECO独自のピーク検出機能により、スペアミントオイルの主成分と共に溶出した小さなピークを検出。図2は、Carvoneピークのテーリングの末端にある3つのピークを示しています。ピークを発見し、それらのスペクトルをピーク検出及びデコンボリューション機能で自動的に再構築します。結果得られたスペクトルは、最も小さな成分であっても類似係数が700以上でライブラリ スペクトルと一致しました。

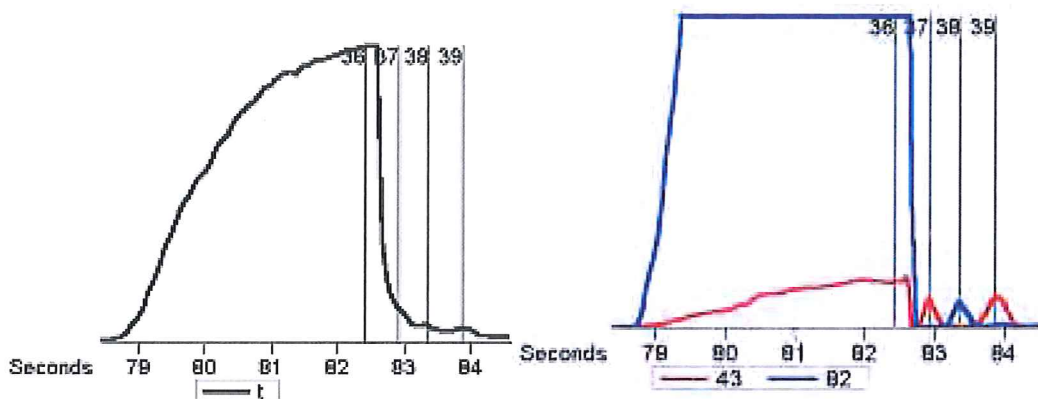


図2 自動ピーク検出により、3成分がテーリングの末端から検出されました。
左がTICクロマトグラム、右が選択されたイオンクロマトグラムです。

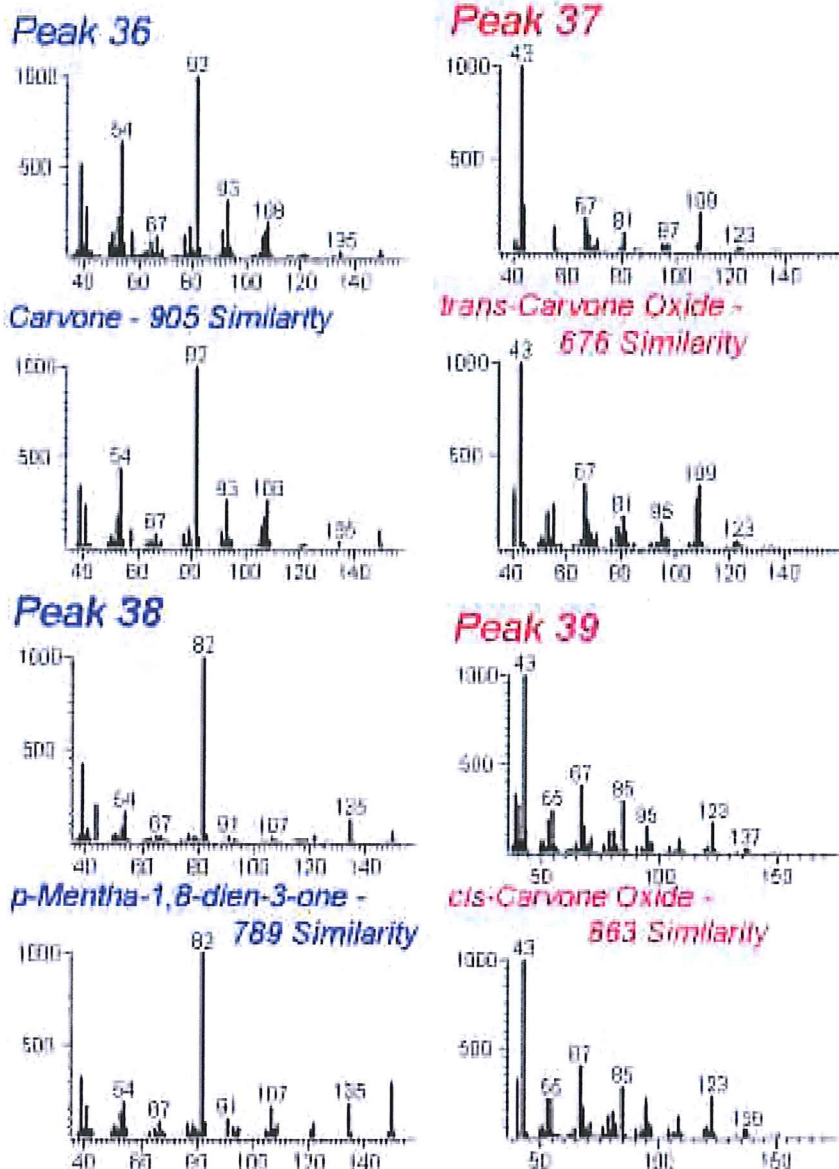


図 3 自動スペクトルデコンボリューションは、重なりあったクロマトグラム ピークのスペクトルをオイルの主要成分と同時に溶出した小さな成分であっても分離することができます。各ピークの上段のスペクトルは Pegasus III で取込まれたスペクトルです。下段のスペクトル ライブラリのスペクトルです。

結論

フレーバー分析や香料の迅速分析のため用意された一般的な条件を用いることにより、スペアミントオイル試料が僅か 2.3 分で分析できました。Pegasus III の特色であるピーク検出及びスペクトルデコンボリューション機能は、オイル中の微量成分でさえも発見することができ、データ処理時間を大幅に削減することができました。分析は今までに必要とされていた時間の 1/10 以下で完了しました。

LECOジャパン合同会社
 〒105-0014 東京都港区芝2-13-4
 住友不動産芝ビル4号館
 tel 03-6891-5800 fax 03-6891-5801



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