

## デコンボリューションを用いた ビール香気成分の定性分析

食品や飲料に含まれる香気成分の分析には、定性能力の優れたガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS) が使用されます。しかし、マトリックスが多い試料や前処理で高濃縮を行った場合、多くのピークが検出され、目的成分が他のピークに埋もれてしまい、トータルイオンクロマトグラム (TIC) から目的成分を見つけ出すのが困難な場合があります。

NIST 社が提供する AMDIS プログラムは、GCMS データをデコンボリューションすることで、重なりあったマススペクトルから単一のスペクトルを抽出して、ピーク検出を行います。さらに、検出した全ピークについて、マススペクトルライブラリから検索を行い、化合物の同定を行います。デコンボリューションを用いることで、目的ピークが隣接ピークと重なっている場合でも、ピークの検出・同定を行うことができます。

本稿では、デコンボリューションを用いてビール中の香気成分の同定を行った結果を報告します。

K. Kawamura

### ■ 試料と分析条件

試料として、市販されているピルスナータイプのビールを用いました。ビール 10 mL と NaCl 3 g を 20 mL バイアルに入れ、多機能オートサンプラ AOC-6000 にセットしました。試料導入には、化合物を高濃縮可能な SPME Arrow を使用しました。図 1 に分析に使用した GCMS-QP™2020 NX 及び多機能オートサンプラ AOC-6000 の外観を示します。表 1 に装置システム及び分析条件を示します。



図 1 GCMS-QP™2020 NX + AOC-6000

表 1 分析条件

オートサンプラ	: AOC-6000
GC-MS	: GCMS-QP2020 NX
カラム	: InertCap® Pure Wax (長さ 30 m、0.25 mm I.D.、df=0.25 μm) (ジーエルサイエンス)

#### SPME Arrow 条件

SPME Arrow	: DVB/Carbon WR/PDMS (外径 1.1 mm、膜厚 120 μm、長さ 20 mm)
Conditioning Temp.	: 250 °C
Pre Conditioning Time	: 5 min
Incubation Temp.	: 80 °C
Incubation Time	: 10 min
Agitator Speed	: 250 rpm
Sample Extract Time	: 30 min
Stirrer Speed	: 500 rpm
Sample Desorb Time	: 2 min (250 °C : GC 気化室温度)

#### GC 条件

気化室温度	: 250 °C
注入モード	: スプリット (1 : 5)
パージ流量	: 3.0 mL/min
制御モード	: 圧力一定 (83.5 kPa)
カラムオープン温度	: 50 °C (5 min) → 10 °C/min → 250 °C (10 min)

#### MS 条件

インターフェース温度	: 250 °C
イオン源温度	: 200 °C
イオン化法	: EI
測定モード	: Scan
イベント時間	: 0.1 秒

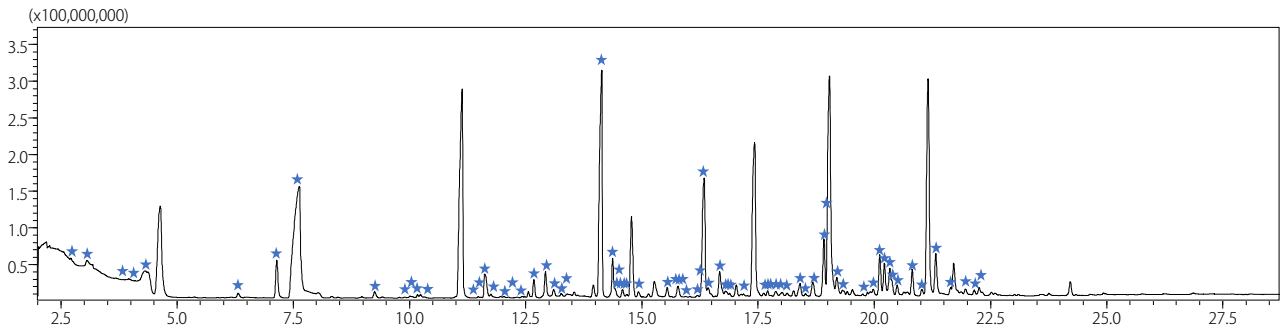


図2 ビールのトータルイオンクロマトグラム (TIC)  
(星印は香気成分のターゲット解析で同定されたピーク)

## ■ デコンボリューションによるデータ解析

GCMSsolution™の AMDIS 連携アドイン機能を使用することで、GCMSsolution から AMDIS でのデコンボリューションによるピーク検出および同定をシームレスに行うことができます。さらに、検出・同定されたピークの保持時間情報及び化合物情報は、GCMSsolution に反映され、より詳細な解析を行うことができます。

AMDIS でデコンボリューションされたピークは、指定したマススペクトルライブラリで化合物を同定します(ターゲット解析)。また、検出されたピークに対して GCMSsolution の自動定性機能を使用して NIST ライブラリ等での定性を行うことができます(ノンターゲット解析)。

本分析のトータルイオンクロマトグラム (TIC) を図2に示します。デコンボリューションピークの定性には、AMDIS に搭載されている香気成分ライブラリ (NISTFF) を使用しました。AMDIS での解析で、1384 のピークが検出され、そのうち 78 ピークについて化合物が同定されました。

## ■ 香気成分のターゲット解析

香気成分ライブラリを用いたターゲット解析では、78 の化合物が同定されました。これらピークのうち、TIC では検出が難しく、デコンボリューションによって同定できた化合物がありました。その一例として、ゲラニオールのクロマトグラムを図3に示します。ゲラニオールは、本分析の TIC 上では隣接するカプロン酸のピークに埋もれており、TIC では同定するのが困難でした。なお、ゲラニオールは、モノテルペンアルコールの1種で、ビールにおいてホップ由来の香気成分として知られています。

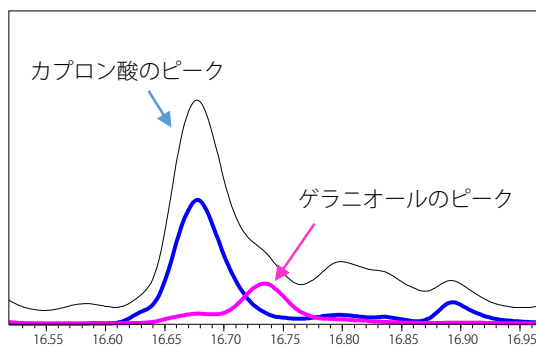


図3 ゲラニオールのマスククロマトグラムと TIC

## ■ ノンターゲット解析

香気成分以外の化合物について網羅的に同定したい場合は、ノンターゲット解析を行います。AMDIS のデコンボリューションで検出したピークの保持時間情報から、GCMSsolution の自動定性機能を使用して NIST ライブラリによる自動定性を行うことができます(図4)。この際、マトリックスに埋もれているピークについては、リバースサーチを適応することで、精度良く定性できます。

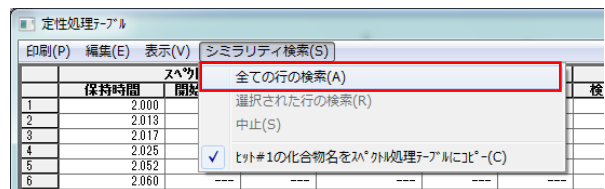


図4 GCMSsolution での自動定性

ノンターゲットでの解析結果の一例として、図5に示す保持時間 14.44 分のピークが trans-4-デセン酸エチルと同定されました。

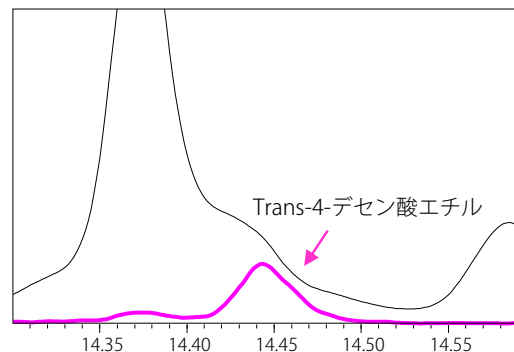


図5 trans-4-デセン酸エチルのマスククロマトグラムと TIC

## ■ まとめ

デコンボリューションを用いることで、重なりあったピークから単一ピークを抽出し、化合物の同定を行うことができました。GCMSsolution の AMDIS アドイン機能を用いることで、デコンボリューションによる解析を支援します。同定した化合物について、多変量解析などを用いることで、これらの成分のにおいへの寄与を探索することができます。

GCMSsolution AMDIS Add-in については、弊社営業までお問い合わせください。  
GCMS-QP および GCMSsolution は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。  
InertCap は、ジーエルサイエンス株式会社の日本における登録商標です。

**株式会社 島津製作所**

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年1月

島津コールセンター ☎0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。