SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

GC　Nexis™ GC-2030

エッセンシャルオイルの香気成分分析 -高粘性試料の安定的連続分析の提案-

石井 寿成

ユーザーベネフィット

- ◆ Sampler Navigator機能を用いて、高粘性試料を安定して連続分析できる条件を、誰でも簡単に設定できます。
- ◆ AOC-30iで洗浄用バイアルの最大本数が増えたことにより、溶媒枯渇を防ぎ、多検体の分析を連続的に行えます。
- ◆ 複数種類の洗浄溶媒を組み合わせることで、洗浄性能を最大化できます。

■はじめに

植物や果実から水蒸気蒸留等によって得られるエッセンシャルオイルは、化粧品や食品の添加物として広く利用されています。エッセンシャルオイルの中には粘性の高いものが多く、GCでの分析時には希釈が推奨されますが、微量香気成分の測定は難しくなります。

本稿では、AOC-30iのSampler Navigator機能を用いてペパーミントオイルを分析し、微量香気成分の測定を行いました。

図 1　Nexis™ GC-2030 + AOC-30i

■シリンジ洗浄溶媒の選択

エッセンシャルオイルは粘性が高く、針先に試料が残りやすい上に、極性の異なる化合物が混ざった複雑な試料です。連続分析の際、キャリーオーバーやサンプル汚染を防ぐためには、シリンジ洗浄が重要となります。

AOC-30iでは洗浄用バイアルを4本搭載可能です。複数種類の溶媒でシリンジを洗浄することができ、様々な化合物が混ざった複雑な試料にも対応可能です。

エッセンシャルオイル分析では、極性溶媒のエタノールや、アセトン、無極性溶媒のヘキサンを組み合わせることで洗浄性能を最大化できます。

さらに、洗浄バイアル数の増加に伴い、針先についた試料による洗浄溶媒への汚染や、洗浄溶媒の枯渇といった、連続分析で起こりうるトラブルを防ぐことができます。

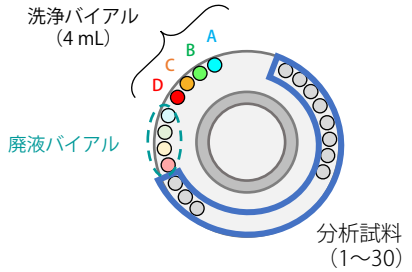

図 2　AOC-30iのターレット

■Sampler Navigatorによる注入条件の設定

エッセンシャルオイルなどの粘性が高い試料を分析する場合、シリンジ内に気泡が混入し、正確に一定量を注入できないことがあります。図3上にレモンオイルを「標準」の条件で連続分析した際のクロマトグラムを示しました。8回目の分析でうまく注入できていないことが分かります。粘性試料を分析する際は、試料の注入速度や、シリンジ洗浄回数を検討する必要があります。

LabSolutions™ GCでは、サンプルの性状や分析目的に応じて、AOC-30iの推奨条件がプリセットとして用意されています（図4）。各プリセットは分析者のノウハウを反映させたもので、ワンクリックで推奨条件に設定することができます。「高粘性試料」のプリセットは粘性試料を安定して注入するための条件を設定しており、図3下に示すように、エッセンシャルオイルの注入条件として使用することが可能です。

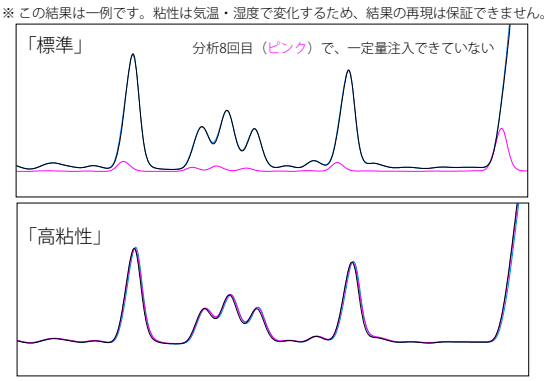

図 3　レモンオイルの連続10回分析における7、8、9回目のクロマトグラム重ね書き

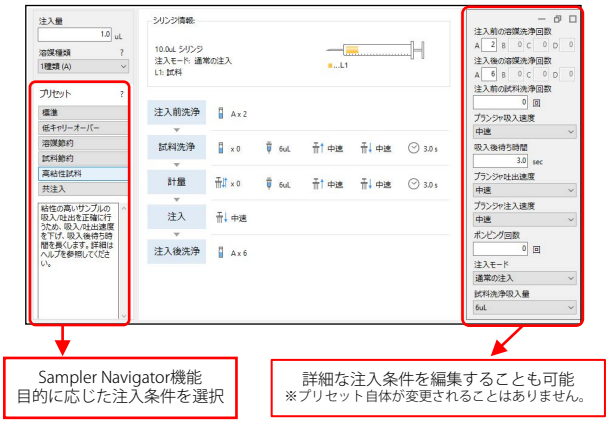

図 4　LabSolutions™ GCの設定画面

■ペパーミントオイルの分析

ペパーミントオイルの分析を、Nexis GC-2030 + AOC-30iを用いて、以下の条件で行いました。シリンジはXtra Life Microsyringe, 10uL（P/N 227-35400-01）を使用しました。

洗浄溶媒には、アセトン（A、C）、エタノール（B）、ヘキサン（D）を使用しました。

※この時、A → 注入 → B → C → D の順番で洗浄します。

表 1　分析条件

Model	: Nexis GC-2030 ／AOC-30i
Injection Volume	: 0.5 µL
Injection Temp.	: 260 ℃
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1:100
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度（40 cm/sec）
Column	: SH-Wax (30 m × 0.32 mm I.D., 1.0 µm) *1
Column Temp	: 90 ℃ - 8 ℃/min -240 ℃（15 min）
Detector	: 水素炎イオン化検出器（FID）
Detector Temp	: 300 ℃
Detector Gas	: H_2 32.0 mL/min、Air 200 mL/min
Makeup Gas	: He（24 mL/min）
Injector Setting	: ポンピング回数　0回
	注入前試料洗浄　0回
	試料注入速度　中速
	プランジャ吸引速度　中速
	吸引後待ち時間　3.0 sec
	※「高粘性試料」プリセットにて自動設定

*1 P/N：221-75897-30

■結果

図5のクロマトグラムにて、17の成分を同定しました。同定された17成分において、5回の連続分析で面積再現性0.8 %以下と良好な結果を得ることができました（表2）。「高粘性試料」ではシリンジの動作速度を通常より遅くし、また、洗浄の回数を増やすことで、分析を継続できるよう設定しています。

表 2　各化合物の面積再現性（n=5）

No.	化合物名	保持時間（min）	面積再現性（RSD%）
1	β-Pinene	2.632	0.67
2	Sabinene	3.306	0.70
3	D-Limonene	4.107	0.68
4	Eucalyptol	4.294	0.62
5	p-Cymene	4.919	0.65
6	3-Octanol	6.173	0.63
7	trans-Sabinene hydrate	7.398	0.67
8	D-Menthone	7.748	0.61
9	D-isomenthone	8.161	0.60
10	β-Bourbonene	8.471	0.61
11	Menthyl formate	8.844	0.72
12	Menthyl acetate	8.958	0.59
13	Isopulegol	9.156	0.65
14	Neomenthol	9.352	0.63
15	Terpinen-4-ol	9.542	0.56
16	Menthol	10.038	0.61
17	Peritone	11.625	0.62

■まとめ – 考察 –

エッセンシャルオイルのような粘性試料を希釈せずに注入する場合は、Sampler Navigatorの「高粘性試料」プリセットを参考にして分析することをおすすめします。再現性良く安定して連続分析が可能です。

より再現性よく分析したい場合は、シリンジの吐出がうまくいくことを確認した上で、ポンピング回数を増加させるか、試料注入時のプランジャ注入速度を速くしてください。また、「高粘性試料」プリセットでも連続して分析できない場合は、プランジャ吸引速度と注入速度を低速にすることをおすすめします。

■粘性試料分析の注意点

難揮発性成分が多く含まれる粘性試料は、希釈して分析されることを推奨します。例として、食用油のようなトリアシルグリセロールなどが多く含まれる試料は、必ず希釈してください。

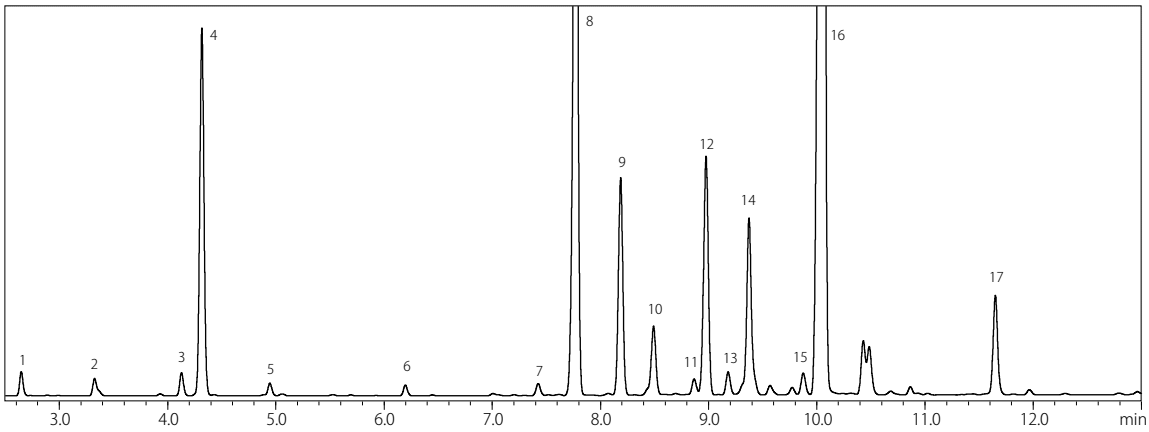

図 5　ペパーミントオイルのクロマトグラム

NexisおよびLabSolutionsは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所　分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/

初版発行：2021年2月
01-00004A-JP　A改訂版発行：2023年3月

島津コールセンター　0120-131691

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。
本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2021

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

Nexis™ GC-2030
ガスクロマトグラフ

AOC-30シリーズ
オートインジェクタ/オートサンプラ

関連分野

食品・飲料

石油・化学工業

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ