

加熱脱着GCMSを用いたアロマオイル中の 香気成分の分析

辻畑 仁美、東 祐衣

ユーザーベネフィット

- ◆ モノトラップを使うことで香気成分を簡単に分析することができます。
- ◆ 加熱脱着装置TD-30Rのリコレクト機能で、一度サンプリングした試料の繰り返し測定が可能です。
- ◆ GCMSとにおい嗅ぎ用スニッフィングポートを組み合わせることで、機器測定の結果と官能評価の比較が可能です。

■はじめに

アロマオイルは植物由来の香料・精油で、原材料によりそれぞれ特有のにおいがあります。このようなにおいの評価には官能試験がよく用いられますが、人の鼻で感覚的ににおいの情報を得るため評価が主観的になってしまいます。そこで、官能評価の情報とGCMSなどの機器分析を組み合わせることにより、客観的ににおいの評価を可能にします。

本稿では、3種アロマオイルから発生する香気成分を香気成分捕集材モノトラップを用いて捕集後、分析し、香気成分を簡単に比較しました。また、AroChemBaseを用いて検出された化合物のにおいの質を調べました。さらに、におい嗅ぎ用スニッフィングポートをGCMSと組み合わせているため、機器測定の結果と官能評価の比較が可能です。



図2 TD-30R+GCMS QP™-2020 NX

■装置構成

装置には、ガスクロマトグラフ質量分析計 GCMS-QP2020NX (図2) を使用し、加熱脱着装置TD-30Rとにおい嗅ぎ用スニッフィングポートOP275pro II (GL Sciences Inc.) を搭載しました。図1に装置構成概略図を示します。分岐素子は、においかぎとMSの検出器分岐に用います。TD-30Rで加熱脱着した成分はカラムで分離され、分離された成分は分岐素子によりMSとスニッフィングポートに分けられます。これにより、機器分析と官能評価を同時に行うことができます。このとき、スニッフィングポートとMSの分岐比は「スニッフィングポート：MS=1：0.5」です。

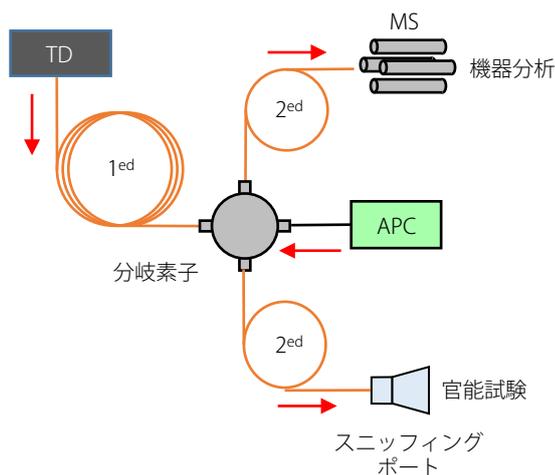


図1 装置構成概略図

■実験

市販の3種アロマオイル(ローズ、ジャスミン、シトラス)を10%エタノール水溶液で希釈し、0.1%アロマオイル溶液を準備しました。図3にサンプル準備のイメージ図を示します。0.1%アロマオイル溶液1mLをそれぞれ20mLバイアルに添加しました。アロマオイルを添加したバイアルのキャップにMTHolder (GL Sciences Inc.、P/N : 1050-79003) を用いてMono Trap RGC18 TD (GL Sciences Inc.、P/N : 1050-74201) を固定し、図3①のようにセットしました。恒温ヒーターを用いて40℃で30分間保温し、アロマオイルから発生する香気成分をモノトラップに捕集しました。その後、図3②のようにモノトラップを加熱脱着用捕集管に入れ分析しました。なお、分析中に加熱脱着用捕集管から試料が吹き出さないように試料の片方に針金を置きました。分析条件を表2に示します。

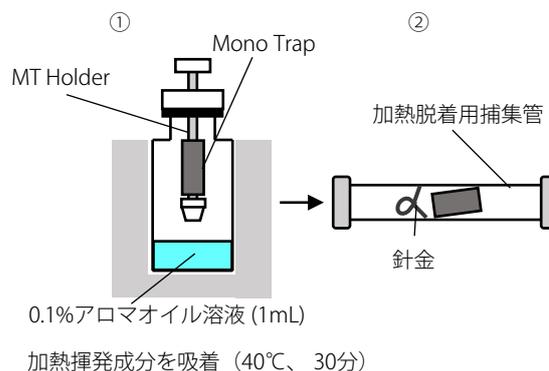


図3 サンプル準備イメージ図

■ 3種アロマオイルの比較

3種のアロマオイル（ローズ、ジャスミン、シトラス）から検出された香気成分のTICクロマトグラムを図4に示しました。TICクロマトグラムのパターンが異なることから、アロマオイルの種類により、含まれる香気成分の種類や混合比が異なることがわかりました。

検出された化合物、においの質、面積値を表1に示しました。においの質はAroChemBase（アルファ・モス・ジャパン）を用いて調べました。ローズとジャスミンからはフローラル系の香りを持つ成分が多く検出され、シトラスからは柑橘系の香りを持つ成分が多く検出されました。

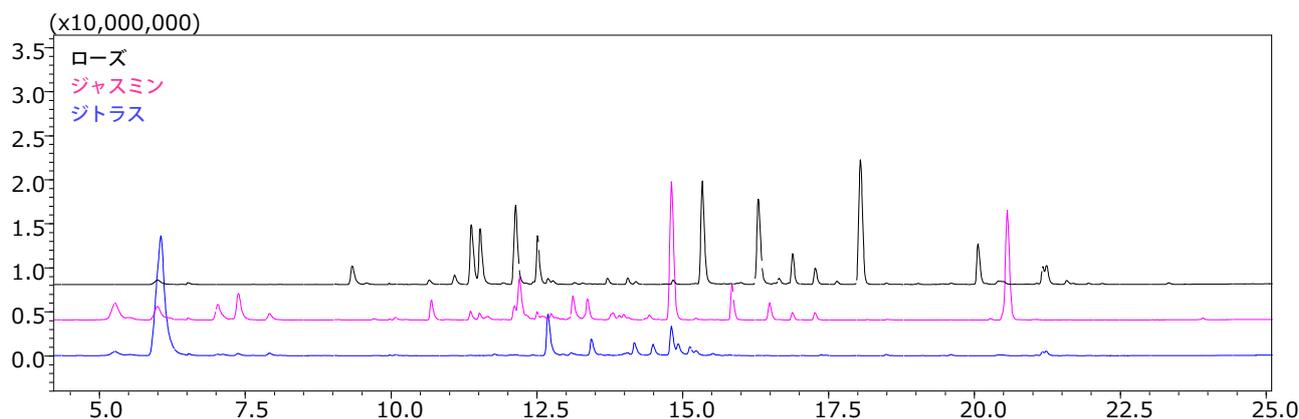


図4 3種アロマオイルのTICクロマトグラム

表1 検出された化合物、においの質、面積値一覧

ID	保持時間	成分名 (NIST 20参照)	においの質 (AroChemBase参照)	面積値 (TIC)		
				ローズ	ジャスミン	シトラス
1	5.28	.beta.-Myrcene	バルサム、エーテル、フルーティ		17,995,830	3,738,989
2	6.00	D-Limonene	柑橘、フルーティ、ミント、	3,915,956	12,069,787	142,430,410
3	7.03	.beta.-Ocimene	柑橘、青草、トロピカル、ウッディ	—	11,156,377	686,482
4	7.12	.gamma.-Terpinene	柑橘、エーテル、フルーティ	—	—	791,638
5	7.38	.beta.-Ocimene	柑橘、青草、トロピカル、ウッディ	—	17,997,663	1,362,237
6	9.34	(2S,4R)-4-Methyl-2-(2-methylprop-1-en-1-yl)tetrahydro-2H-pyran	フローラル、ゼラニウム、青草	10,117,978	—	—
7	10.65	2,4-Dimethylcyclohex-3-ene-1-carbaldehyde	アルデヒド、フローラル、青草	2,071,481	—	—
8	10.69	Benzene, 1-methoxy-4-methyl-	ナフチル	—	9,334,868	—
9	11.09	L-Menthone	フレッシュ、青草、ハーブ	4,273,663	—	—
10	11.37	Di(propylene glycol) methyl ether		29,870,628	3,631,224	—
11	11.52	Di(propylene glycol) methyl ether		26,632,591	2,872,850	—
12	12.13	Di(propylene glycol) methyl ether		40,689,139	5,553,666	—
13	12.20	1H-Cycloprop[e]azulene, 1a,2,3,4a,5,6,7b-octahydro-1,1,4,7-tetramethyl-, [1aR-(1a.alpha.,4.alpha.,4a.beta.,7b.alpha.)]-	バルサム、ウッディ	—	22,099,236	—
14	12.52	Linalool	アニス、ベルガモット、柑橘	20,304,188	2,614,771	—
15	12.70	.alpha.-Cedrene			—	21,611,361
16	12.77	Di(propylene glycol) methyl ether		1,315,011	—	—
17	13.11	Caryophyllene	フルーティ、青草、カビ臭い	—	12,127,132	—
18	13.36	Benzoic acid, methyl ester	アーモンド、フローラル、フレグランス	—	10,145,069	—
19	13.43	Thujopsene		—	—	8,013,120
20	13.71	dl-Menthol	クール、メントール、ペパーミント	2,225,828	—	—
21	14.17	Thujopsene		—	—	6,218,628
22	14.19	Neral	柑橘、脂肪、フルーティ	1,200,182	—	—
23	14.49	Spiro[5.5]undec-2-ene, 3,7,7-trimethyl-11-methylene-, (-)		—	—	5,096,333
24	14.80	Acetic acid, phenylmethyl ester	焦げ臭い、フローラル、フレッシュ	—	74,963,283	—
25	14.81	Cedrene-V6		—	—	13,608,109
26	14.84	2,6-Octadienal, 3,7-dimethyl-, (E)-	柑橘、フローラル、フルーティ	1,485,880	—	—
27	14.92	Spiro[5.5]undeca-1,8-diene, 1,5,5,9-tetramethyl-, (R)-	ハーブ	—	—	6,070,326
28	15.33	Citronellol	フローラル、フレッシュ、パラ	50,339,873	—	—
29	15.84	Acetic acid, 2-phenylethyl ester	リンゴ、アプリコット、フローラル	—	14,769,621	—
30	16.30	.alpha.-Ionone	バルサム、ヒマラヤスギ、フローラル	44,127,799	—	—
31	16.49	2-Nonenal, 2-pentyl-		—	7,961,242	—
32	16.88	Phenylethyl Alcohol	フローラル、花、ハチミツ	11,638,269	2,873,788	—
33	17.27	.beta.-Ionone	ベリー、フローラル、フルーティ (甘い)	6,634,835	3,157,040	—
34	18.05	Diphenyl ether	ゼラニウム、青草、フェノール	66,420,205	—	—
35	18.48	Isopropyl myristate	ほのかな、脂肪、フローラル	—	—	430,215
36	19.59	Phenol, 2-methoxy-4-(2-propenyl)-, acetate	バルサム、カーネーション、グローブ	—	—	468,011
37	20.07	Benzenemethanol, .alpha.-(trichloromethyl)-, acetate	フローラル、濃厚な、粉っぽい	17,778,726	—	—
38	20.27	Methyl anthranilate	芳香、ココナッツ、フローラル	—	503,894	—
39	20.56	Cinnamaldehyde, .alpha.-pentyl-	フローラル、フルーティ、青草	—	62,100,032	—

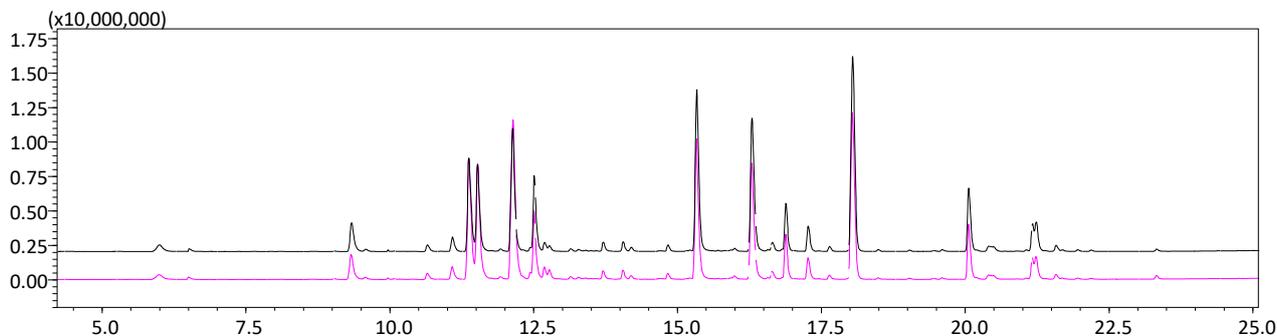


図5 ローズの1回目測定と2回目測定(再捕集)のTICクロマトグラムの重ね書き

■ 再捕集効率

図5にローズの1回目測定と2回目測定 (TD-30Rのリコレクト機能で1回目の測定時に再捕集したサンプルを測定) のTICクロマトグラムの重ね書きを示しました。2回目測定において、1回目と同じ形状のクロマトグラムが確認できました。

検出された化合物の内、図6にリモネンと α -イオノンの1回目測定と2回目測定のTICクロマトグラムの重ね書きを示しました。

加熱脱着装置TD-30Rのリコレクト機能で、一度サンプリングした試料の繰り返し測定が可能です。ただし、化合物によって再捕集効率は異なりますので注意が必要です。

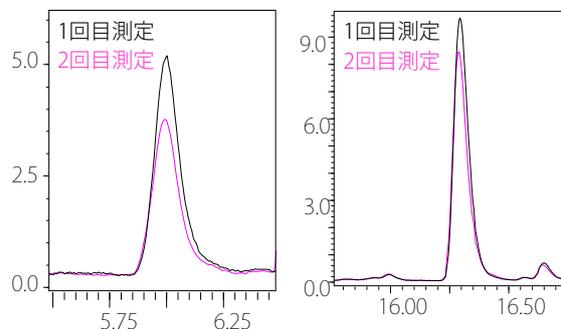
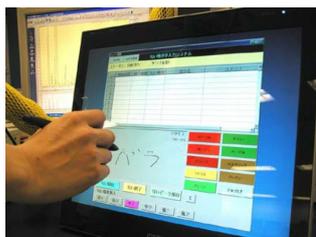


図6 ローズ中のリモネン(左)と α -イオン(右)の1回目測定と2回目測定(再捕集)のTICクロマトグラムの重ね書き

■ におい情報の記録

タブレット式のおい嗅ぎ手書きソフトウェアを用いて、スニффングポートで感じたにおい情報 (においの開始時間と終了時間、においの質や強度) を記録しました。

GCMSのTICとにおいアログラムの重ね書きが可能で、機器分析結果とにおいを比較する際に便利です。



■ まとめ

本稿では、香気成分をモノトラップで捕集し、TD-30R+GCMS QP2020 NXで分析することで、3種のアロマオイルから発生する香気成分を簡単に分析することができました。また、検出された成分のにおいの質をAroChemBaseで検索することで、においの質を比較・確認することができました。

さらに、GCMSの結果にスニффングポートとにおい嗅ぎ手書きソフトウェアを組み合わせることで官能評価と機器測定の結果を比較することができます。そして、TD-30Rのリコレクト機能を使用することで、一度サンプリングした試料の繰り返し測定 (繰り返しにおい嗅ぎ) も可能です。

表2 分析条件

Model	: GCMS-QP 2020 NX	[GC]	
Autosampler	: TD-30R	Injection Mode	: スプリット
[TD-30R]		Split Ratio	: 5
Tube desorb Temp.	: 250°C (10min)	Carrier Gas	: He
Tube desorb flow	: 60 mL/min	Carrier Gas Control	: 圧力 (160 kPa)
Trap cooling temp.	: -20 °C	Column	: InterCap Pure WAX (P/N 1010-68142) (30 m × 0.25 mm I.D., 0.25 μm)
Joint temp.	: 250 °C	Column temp.	: 50°C (5 min) - 10°C/min - 250°C (10 min)
Valve temp.	: 250 °C	[MS]	
Transfer line temp.	: 250 °C	Ion source temp.	: 200 °C
Air 圧力	: 200kPa	Interface temp.	: 250 °C
[Sniffer]		Acquisition mode	: Scan/SIM
分岐比	: Sniffer : MS = 1 : 0.5	Event time	: 0.1秒、0.15秒
Make Up 圧力	: 20kPa	m/z range	: m/z=45-500

GCMS-QP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。

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

01-00163-JP 初版発行：2021年9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

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」、「®」を明記していません。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。

<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club に登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。

新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2021