SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. M290

GC/MS

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 ℃
Pre Conditioning Time	: 5 min
Incubation Temp.	: 80 ℃
Incubation Time	: 10 min
Agitator Speed	: 250 rpm
Sample Extract Time	: 30 min
Stirrer Speed	: 500 rpm
Sample Desorb Time	: 2 min（250 ℃：GC 気化室温度）
GC 条件	
気化室温度	: 250 ℃
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）
カラムオーブン温度	: 50 ℃（5 min）→10 ℃/min → 250 ℃（10 min）
MS 条件	
インターフェース温度	: 250 ℃
イオン源温度	: 200 ℃
イオン化法	: EI
測定モード	: Scan
イベント時間	: 0.1 秒

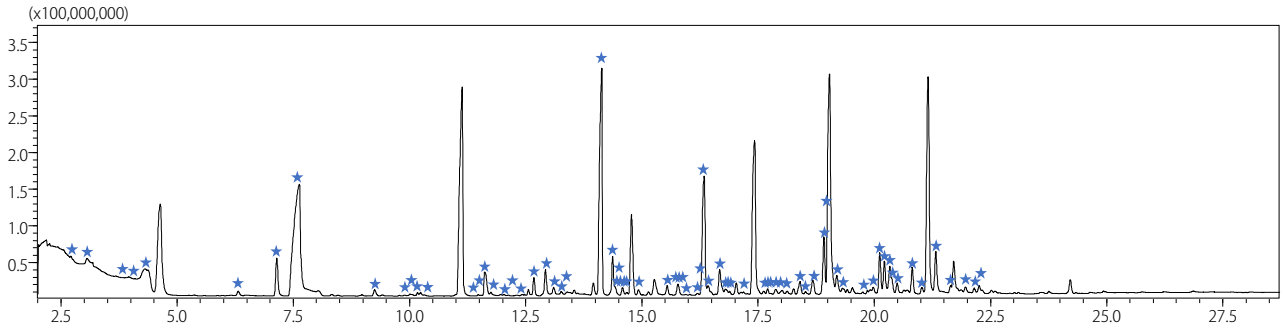

図 2　ビールのトータルイオンクロマトグラム（TIC）
（星印は香気成分のターゲット解析で同定されたピーク）

■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。

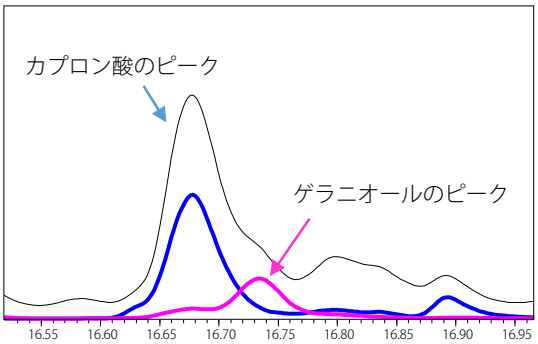

図 3　ゲラニオールのマスクロマトグラムと TIC

■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。

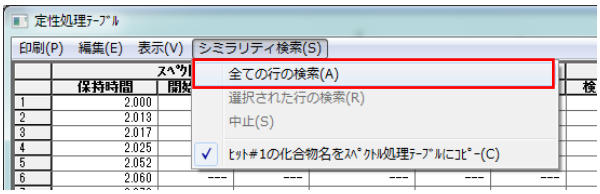

図 4　GCMSsolution での自動定性

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。

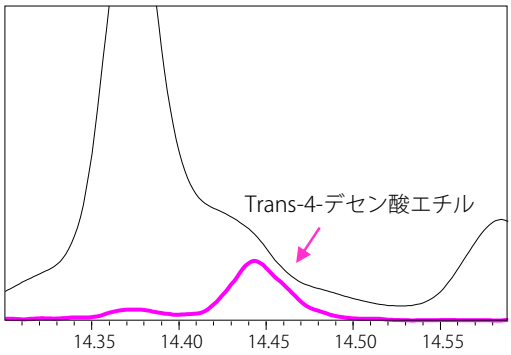

図 5　trans-4-デセン酸エチルのマスクロマトグラムと TIC

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

初版発行：2020 年 1 月

※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。