

## Smart Aroma Database™ のMRMデータベースを活用した香気成分の高感度分析

川満 春菜<sup>1</sup>, 河村 和広<sup>1</sup>, 虎井 彩<sup>2</sup>, 石井 寿成<sup>1</sup>  
1 株式会社島津製作所 2 島津トラステック株式会社

### ユーザーベネフィット

- ◆ MRMトランジション情報を含んだSmart Aroma Databaseを用いることで、簡単にMRM法による分析が出来ます。
- ◆ MRM法による測定では、スキャン法に比べて感度と選択性が向上します。
- ◆ 夾雑成分の影響で検出や定量が難しかった成分も、MRM法で改善する可能性があります。

### ■ はじめに

食品・飲料の香気は多くの成分の組み合わせで構成されています。香気の評価は、人による官能評価に加え、ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）などの機器による成分分析を行うことが有用です。しかし、香気成分は微量でも香気に寄与する成分もあり、高感度な分析技術が求められています。

GC-MS(MS)用香気分析データベースとして開発したSmart Aroma Database には、MRMトランジションの情報が含まれています。MRM法では、スキャン法と比べてより高感度・高選択的な分析を実現します。しかしMRM法を活用するためには、煩雑な条件検討が必要です。MRMトランジション情報を含んだSmart Aroma Database は、登録されている約500成分においてこの煩雑さを解決します。

本実験では、香気成分分析においてMRM法を活用するメリットを示すために、日本酒の香気に寄与する成分の絶対検量線法による精密定量を行いました。

### ■ MRM法

MRM法は、トリプル四重極質量分析計を用いた夾雑成分の多い試料中の微量成分を選択的に定量できる手法です。図1に示すように、MRM法を用いることで、スキャン法では検出できない微量成分も検出できることがあります。

MRM法を用いるためには、トランジションを組む必要があります。手順を表1に示します。MRMトランジション設定のための条件検討は煩雑であり、ノウハウが必要です。

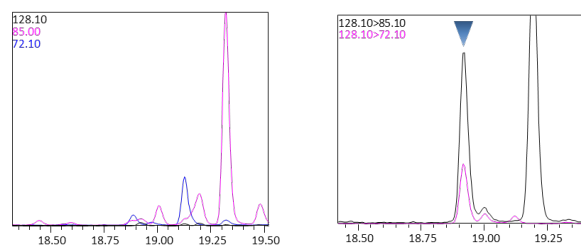


図1 Furaneol 分析結果  
左図：スキャン分析結果 右図：MRM分析結果

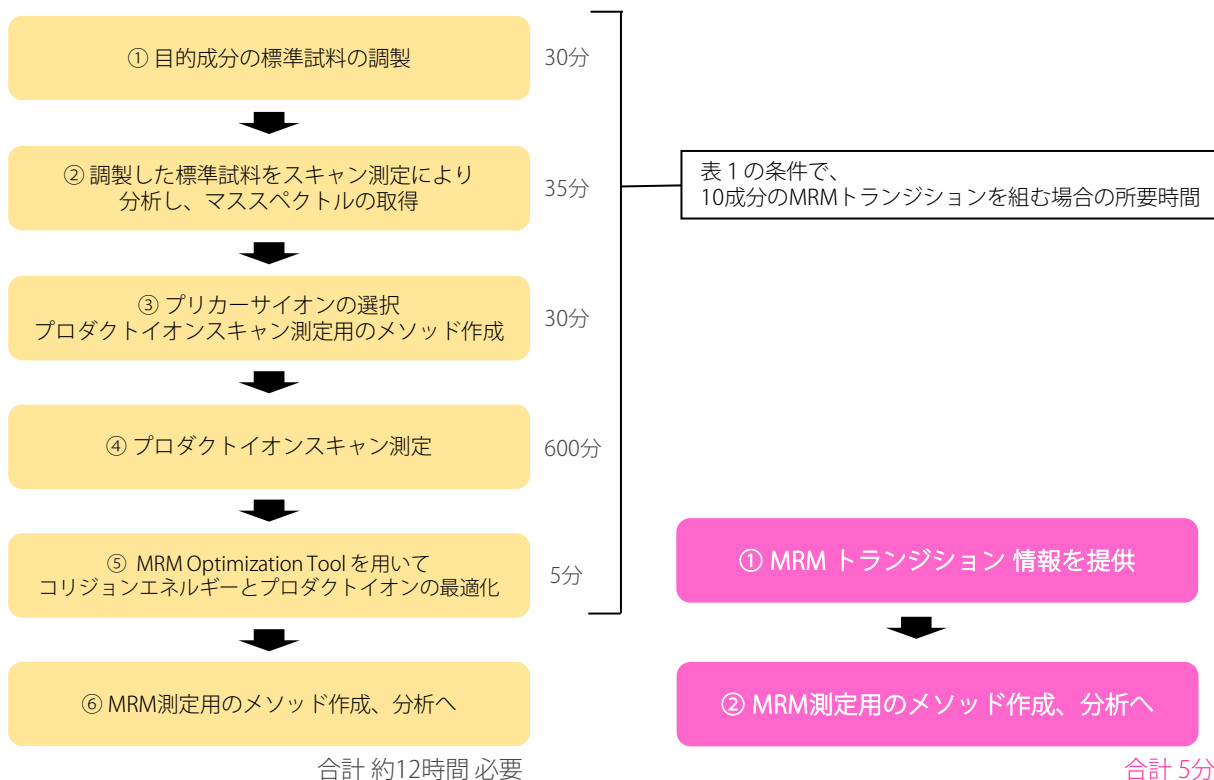


図2 MRM測定用のメソッド作成手順の比較  
一般的なMRM測定用のメソッド作成手順 (左図) Smart Aroma Databaseを活用した場合のMRM測定用メソッド作成手順 (右図)

## Smart Aroma Database

Smart Aroma Databaseは、香気に寄与する重要な500成分以上の成分が登録された、香気分析のワークフロー全体をサポートする唯一のデータベース製品です。

Smart Aroma Database は、MRMトランジション情報を含んでいます。これにより、図2に示すように煩雑な条件検討を省略し、簡便にMRM法による分析を行えます。

## 実験

Smart Aroma Database を用いてメソッドを作成し、液体注入法によって日本酒中の香気成分を定量しました。分析条件を表1に示します。試料には、自動前処理装置 ATLAS-LEXT NHD で溶媒抽出した日本酒を用いました。前処理の詳細は、アプリケーションニュース01-00468を参照下さい。分析対象は、日本酒の香気に寄与する重要な成分を選定しました(表2)。分析対象の成分(表2)を含む混合標準溶液を調製し、段階希釈して絶対検量線を作成して定量値を算出しました。高濃度に含まれる成分は、試料を20倍希釈して定量しました。

表1 測定装置および分析条件

装置	
GCMS	: GCMS-TQ8040 NX
データベース	: Smart Aroma Database
オートインジェクタ	: AOC-30i
オートサンブラ	: AOC-20s U
カラム	InertCap Pure-Wax (ジーエルサイエンス) : 30 m × 0.25 mm I.D., Df=0.25 mm Cat No. 1010-68142
GC条件	
気化室温度	: 250℃
注入モード	: スプリット (スプリット比5)
注入量	: 1 µL
パージ流量	: 3.0 mL/min
制御モード	: 圧力 (83.5 kPa)
カラムオープン温度	: 50℃ (5min) → 10℃/min → 250℃ (10min)
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	: MRM および スキャン
イベント時間	: 0.1 sec

## 分析結果

表2に、日本酒中の香気成分を定量した結果を示します。MRM法を用いることで、Diacetyl、Dimethyl Disulfide を検出できました。参考までに、Dimethyl Disulfide のクロマトグラムを示します(図3)。

高感度なMRM法を用いることで、スキャン法と比較するとより多くの微量成分を探し出せる可能性が高まると考えられます。

表2 分析対象成分の定量結果

化合物名	MRM		Scan	
	日本酒中濃度 [ng/µL]	n=3 RSD [%]	日本酒中濃度 [ng/µL]	n=3 RSD [%]
Ethyl acetate	99	2.9	84	0.96
Diacetyl	0.11	3.7	N.D.	—
Propanol	63	3.1	58	2.0
Dimethyl disulfide	0.013	11	N.D.	—
Isobutanol	68	3.5	52	1.7
Isoamyl acetate	2.7	3.1	1.4	9.6
Isoamyl alcohol	150	2.5	180	0.88
Ethyl hexanoate	1.8	6.4	1.5	7.6
Ethyl octanoate	0.14	4.6	0.15	8.2
Furfural	0.043	6.1	0.039	9.8
Diethyl succinate	0.077	5.1	0.078	4.4
2-Phenylethanol	100	2.2	130	1.6
p-Vinylguaiacol	1.1	2.2	0.71	6.9

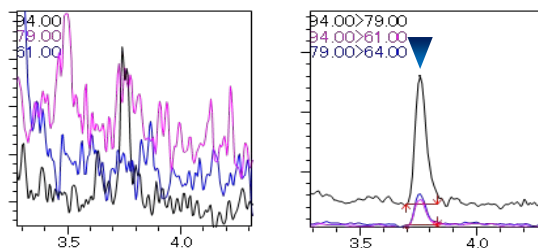


図3 日本酒中 Dimethyl disulfide 分析結果  
左図: スキャン分析結果 右図: MRM分析結果

## まとめ

本手法において、MRM法を用いることで高感度な分析を実現可能であることを示せました。またMRM法を用いることで、夾雑成分の多いサンプルの場合も、精度よく分析できることも期待できます。感度や選択性が求められる食品中の香気成分分析において、MRM法は非常に有効です。

Smart Aroma Database は、煩雑な条件検討を伴うMRM法による測定を、簡便に活用できる環境を提供します。



GCMS-TQ、Smart Aroma DatabaseおよびATLAS-LEXT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

01-00470-JP 初版発行: 2022年 11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」、「®」を明記していない場合があります。

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 にご登録いただけますと、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, 2022