

JMS-T100GC “AccuTOF GC”を用いた油脂中 トリグリセリドのソフトイオン化法による分析

【はじめに】

JMS-T100GC “AccuTOF GC”にて、市販のバターとマーガリンの主成分であるトリグリセリド類の分析を行った。測定はソフトイオン化法である化学イオン化 (CI) 法と、電界イオン化 (FI) 法を用いて行い、得られたトータルイオンカレントクロマトグラム (TIC) 上の全成分の質量スペクトルを、全て足し合わせて平均化した質量スペクトルにて解析を行った。

【試料及び条件】

試料

市販バターおよびマーガリンを約 9mg 秤量し、トルエン 1mL で溶解した。
各 200 μ L を遠心分離させ、懸濁物を遠沈させた後、1 μ L を GC に注入した。

GC 条件

カラム: DB-5ms 5m x 0.25mm、0.1 μ m
オープン: 100°C (1min) \rightarrow 30°C/min \rightarrow 350°C (7min)
注入口: 380°C、Split (バター100:1、マーガリン 200:1)
注入量: 1.0 μ L
キャリアガス: He (定流量モード: 2.4mL/min)

MS 条件

MS: JMS-T100GC “AccuTOF GC”
CI(+)条件: イオン化電圧: 200 V
イオン化電流: 300 μ A
イオン化室温度: 260 °C
CI ガス: アンモニア (1.0mL/min)
FI(+)条件: カソード電圧: -10 kV
エミッタ電流: 40 mA (40 msec)
イオン化室温度: 室温
GC-ITF 温度: 350 °C
測定質量範囲: m/z 50-1000
スペクトル記録間隔: 0.4 sec

【結果及び考察】

Fig.1 にバターの TIC を、Fig.2 にマーガリンの TIC を示す。

GC/FI 法、GC/CI 法ともに、トリグリセリド由来と思われるクロマトグラムピーク群が観測された。今回は、クロマトグラムピーク個々の成分を同定するのではなく、観測された全ての質量スペクトルを足し合わせ平均化したものを使用し、解析を行った。Fig.1、2 中にある点線矢印の範囲内全ての質量スペクトルを足し合わせ平均化した質量スペクトルを Fig.3、4 に示す。

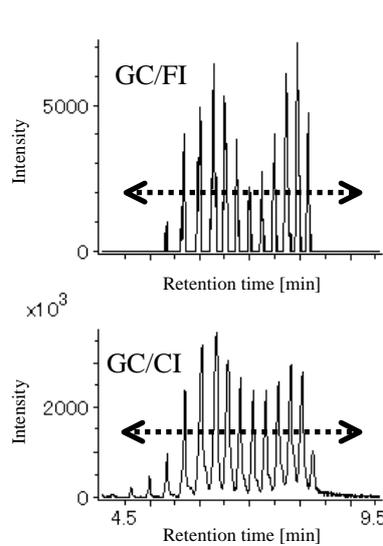


Fig.1 TICs of butter

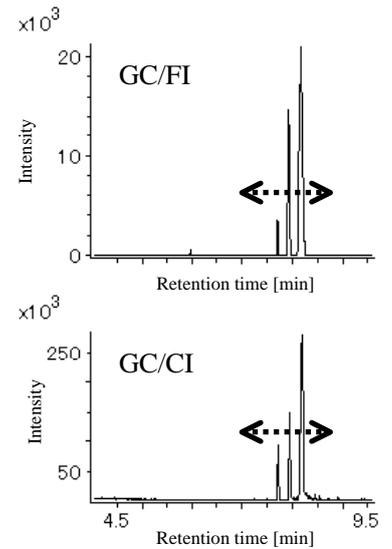


Fig.2 TICs of margarine

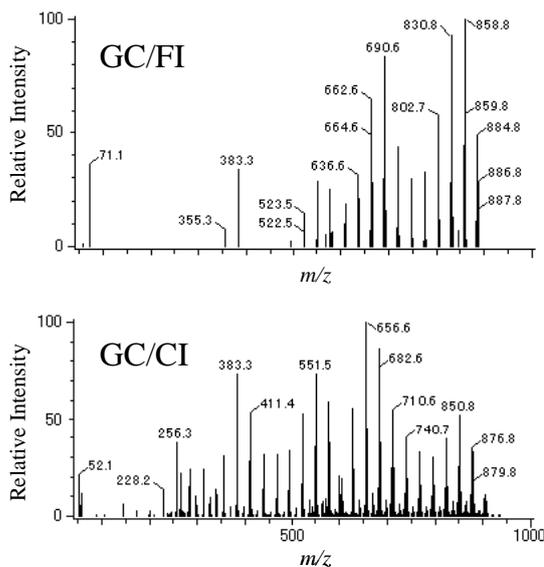


Fig.3 Mass spectra of butter

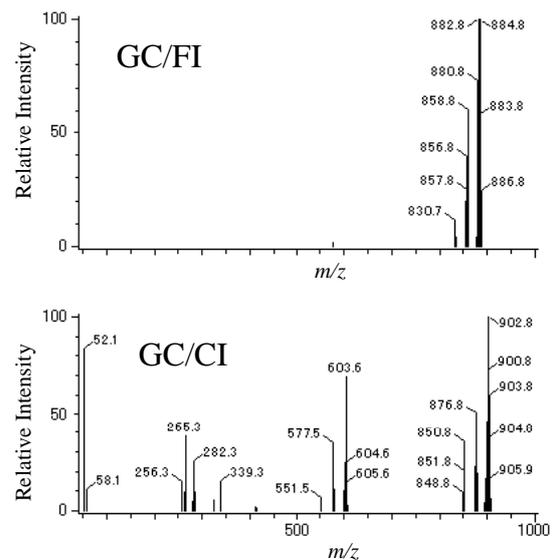


Fig.4 Mass spectra of margarine

Fig.3 はバターの全域平均化質量スペクトル、Fig.4 はマーガリンの全域平均化質量スペクトルである。全域平均化質量スペクトルでは分子イオン由来のイオン群 (GC/FI法では M^+ が、GC/CI法では $[M+NH_4]^+$ が観測された) と、フラグメントイオン群が多数観測されており、特にGC/FI法よりもGC/CI法の方が、フラグメントイオンが多い傾向であった。Fig.3、Fig.4 を比較すると、両試料共にGC/FI法の方がよりソフトにイオン化が行えたといえる。

JMS-T100GC では油脂の主成分であるトリグリセリドを、ソフトイオン化法である CI 法及び FI 法にて測定が可能である。分子イオン由来のイオンを観測することで、トリグリセリド類の定性分析、及び含有成分比などの情報を容易に得ることが可能となる。