

msFineAnalysis iQ Ver.2のターゲット分析例③

マイクロチャンバー及び加熱脱着GC-MS法による大豆ミート食品中大豆臭成分の探索

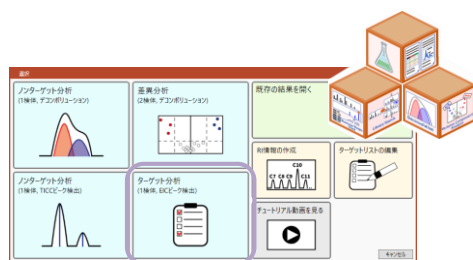
関連製品: 質量分析計(MS)

1. 概要

植物性代替肉の課題の一つは、動物性食肉の風味の再現であり、香りはその風味に大きく影響する。特に、大豆ミート食品においては大豆臭の低減が課題であり、試料の香気成分中に含まれる微量な大豆臭成分の把握は重要となる。食品香気成分の分析法として加熱脱着(TD)-GC-MS法がある。試料の香気成分を高感度かつ網羅的に分析出来る一方で、検出される多数の成分の中から特定の成分を探索するのには時間を要する。

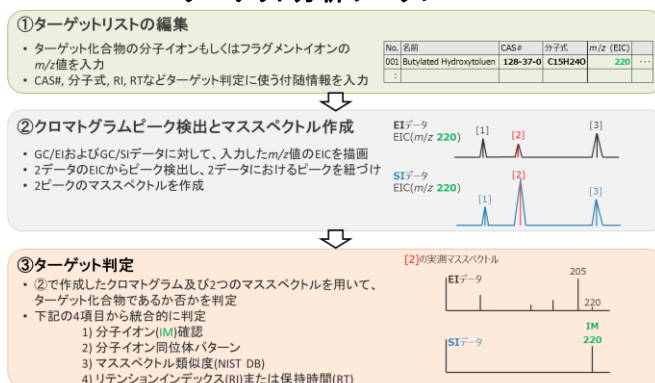
ターゲット分析は、GC/EI測定データ及びソフトイオン化(SI)測定データを用いる統合解析¹⁾をベースとした、特定化合物のみを迅速且つ高精度に探索及び判定する手法である。本手法では、事前に探索したい化合物のCAS#, 分子式(もしくは分子量)、フラグメント組成式などを**ターゲットリスト**に登録する。登録した情報をもとに、GC/EI測定データ及びGC/SI測定データに対して抽出イオンクロマトグラム(EIC)を描画し、ピークを検出する。検出したピークについて、マスペクトル中の分子イオンピーク及びその同位体パターン、NIST データベース検索によるスペクトル類似度やリテンションインデックス(RI)を確認し、これらの総合的な結果をもって目的の化合物であるか否かを判定する。

今回は、TD-GC-MS法を用いて大豆ミート食品の香気成分を測定し、ターゲット分析により大豆臭成分のみを迅速に分析した。



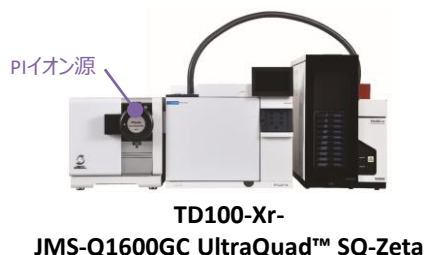
統合解析ソフトウェアmsFineAnalysis iQ Ver.2

ターゲット分析ワークフロー



2. 実験

試料には、市販の大豆ミート食品(ハンバーグ)を10 g用い、マイクロチャンバー(μ -CTE250, MARKES社製)を用いて香気成分を捕集した。測定には、前処理装置として加熱脱着装置(TD100-Xr, MARKES社製)を装着したGC-MS(JMS-Q1600GC, JEOL製)を使用した。イオン化法はEI法およびソフトイオン化(SI)法として光イオン化(PI)法を用いた。得られたデータの解析は、統合解析¹⁾ソフトウェア(msFineAnalysis iQ, JEOL製)を用いた。Table 1に測定条件を示す

 μ -CTE250

TD100-Xr-

JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta

Table 1 Measurement Condition

Micro-Chamber/ Thermal Extractor	μ -CTE250 (Markes International Ltd.)
Sampling temp.	50 °C, 15 min
Sampling flow	50 mL/min (N ₂)
TD	TD100-xr (Markes International Ltd.)
Sample tube type	Tenax TA
Flow path temp	150 °C
Dry-purge	5 min, 50 mL/min
Tube desorb	250 °C, 10 min, 50 mL/min
Focusing trap type	U-T11GPC-2S
Trap cooling	0 °C
Trap-purge	1 min, 50 mL/min
Trap desorb	300 °C, 3 min
TD split	10:1 (split flow:18 mL/min)
GC	8890 GC (Agilent Technologies)
Inlet temp.	250 °C
Column	DB-5MS (Agilent Technologies), 30 m x 0.25 mm, 0.25 μ m
Oven temp.	40 °C(1 min)-10 °C/min-300 °C(3 min)
Column flow	2.0 mL/min (He)
MS	JMS-Q1600GC (JEOL Ltd.)
Interface temp.	250 °C
Ion source temp.	250 °C
Ionization	EI (70 eV, 50 μ A), PI
Scan range	m/z 19 ~ 500

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

3. 測定結果

3.1 ノンターゲット分析

Figure 1にTD-GC-MS測定の結果を示す。主なピークとして、玉葱の香り成分として知られるDimethyl disulfideやハンパークの調味料の一つであるナツメグの香り成分として知られる4-Terpineolなどが検出され、TD-GC-MS法による、大豆ミート食品の香り成分分析が可能であることが示された。(MSTips No. 504)

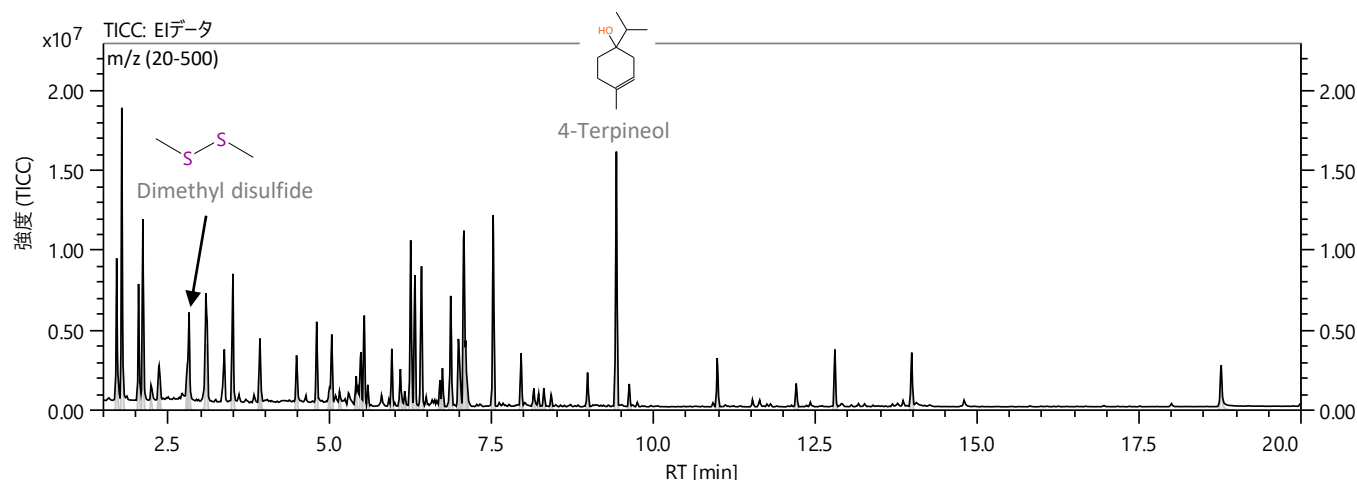


Figure 1 EI/TIC chromatogram

3.2 ターゲットリストの編集

Table 2に、大豆臭に寄与する成分として知られている化合物を6種類登録したターゲットリストを示す。ターゲット分析では、分子式、フラグメント組成式、 m/z 値のいずれかの情報により化合物を探索できる。今回登録した化合物のマスペクトルでは特徴的なフラグメントイオンとして脱水イオン ($-H_2O$) が検出される。そのため今回は、化合物の探索にフラグメント組成式情報を用いた (尚、Pentanalは $-CO$ を登録)。このように、ターゲット分析では分子イオンが検出されない場合でも探索することが可能である。

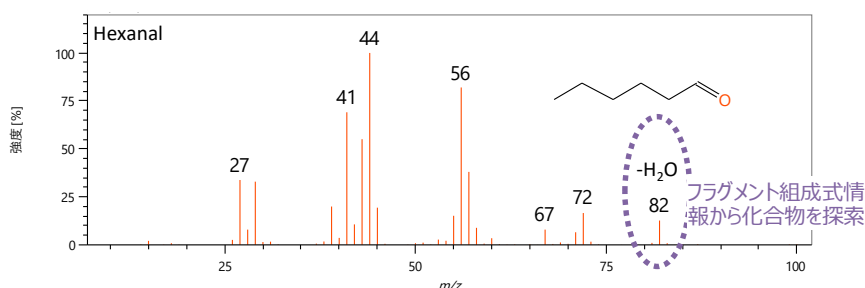


Table 2 Target List

ターゲットリストの編集												
ターゲットリストを開く... ターゲットリストを新規作成する CAS#サーチの設定...												
既存ターゲットリストから追加...												
行数を指定して追加... 1行を追加												
No.	名前	CAS#	NIST ライブラリー	EIC描画	分子式	フラグメント 組成式	m/z (EIC)	RT [min]	RI [iu] Non-Polar	RI [iu] Semi Non-Polar	RI [iu] Polar	コメント
☐	001 Pentanol	71-41-0	✓	フラグメント	C ₅ H ₁₂ O	C ₅ H ₁₀	70		753	765	1250	閲覧
☐	002 Hexanol	111-27-3	✓	フラグメント	C ₆ H ₁₄ O	C ₆ H ₁₂	84		854	868	1355	閲覧
☐	003 Heptanol	111-70-6	✓	フラグメント	C ₇ H ₁₆ O	C ₇ H ₁₄	98		953	970	1453	閲覧
☐	004 Pentanal	110-62-3	✓	フラグメント	C ₅ H ₁₀ O	C ₄ H ₁₀	58		675	700	979	閲覧
☐	005 Hexanal	66-25-1	✓	フラグメント	C ₆ H ₁₂ O	C ₆ H ₁₀	82		776	801	1083	閲覧
☐	006 Heptanal	111-71-7	✓	フラグメント	C ₇ H ₁₄ O	C ₇ H ₁₂	96		880	901	1185	閲覧
選択した化合物を削除												
名前を付けて保存...												
閉じる												

3.3 大豆臭成分のターゲット分析結果

Figure 2にターゲット分析結果を示す。図の左下ターゲット情報より、Pentanol、Hexanol、Pentanal、Hexanal、Heptanalの含有が確認された (背景色: 青)。選択中の[T005] Hexanalの探索のためにターゲットリストに登録した m/z 値は82であり、EI測定およびSI測定におけるEIC(m/z 82)から化合物の候補ピークが検出された。そのうち、RT 3.49 minのピーク (▼) のターゲット判定 (ターゲット化合物であるか否か) の結果をFigure 3に示す。

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

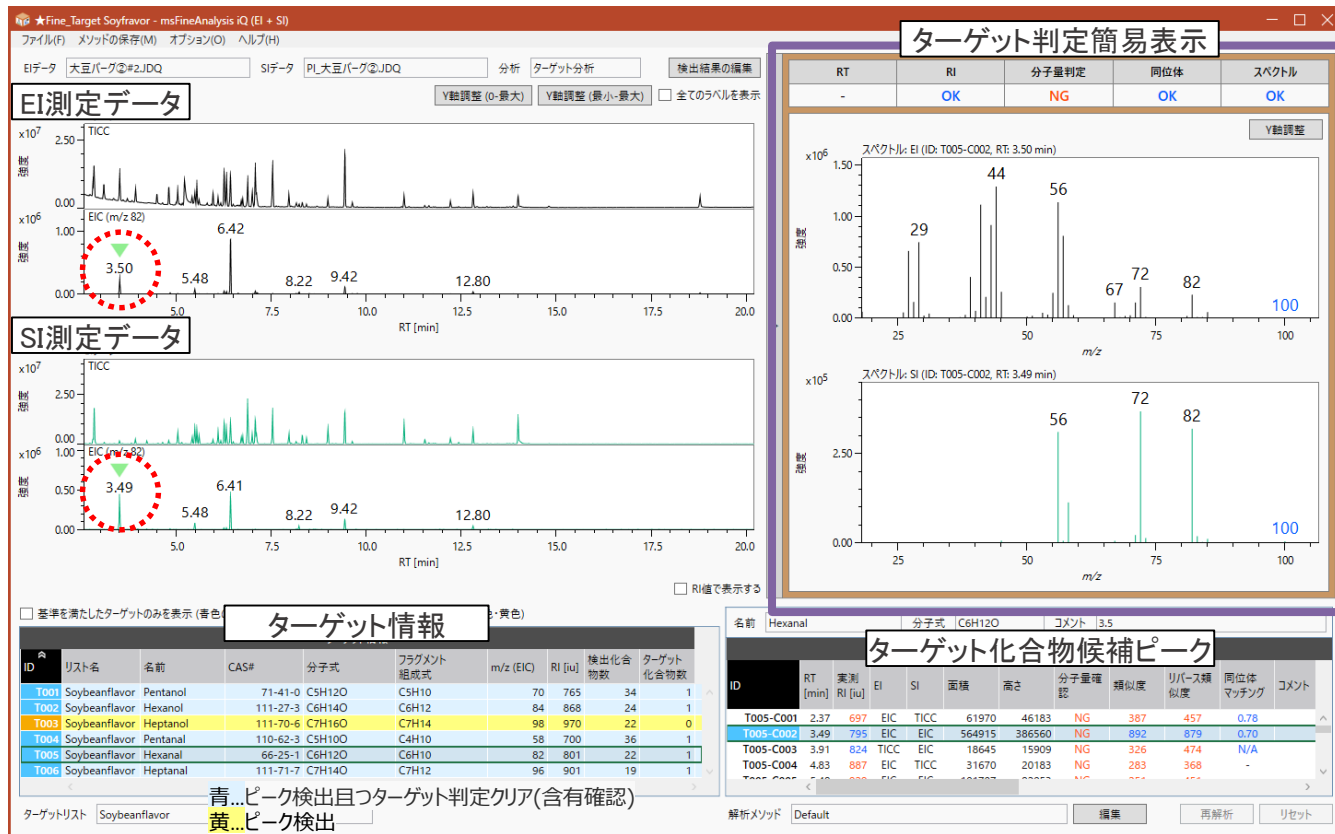


Figure 2 Result of Target Analysis

ターゲット判定の結果、スペクトル類似度 (Max 999) は892であり、実測RI値とデータベースRI値の差 (Δ RI:30以内で良好) についても-6 [iu]と良好で判定をクリアした。同位体パターン解析では、実測値と理論値の一致度のスコア (同位体マッチングスコア:Max1.00) は0.70で判定をクリアした。尚、分子イオンピーク確認では判定NGとなったが、Hexanalは分子イオンピーク強度が低いことがわかっているため、今回はターゲット判定を手動でOKに変更した。(OK) 以上より、HexanalがRT 3.49 minに検出されていることを確認できた。

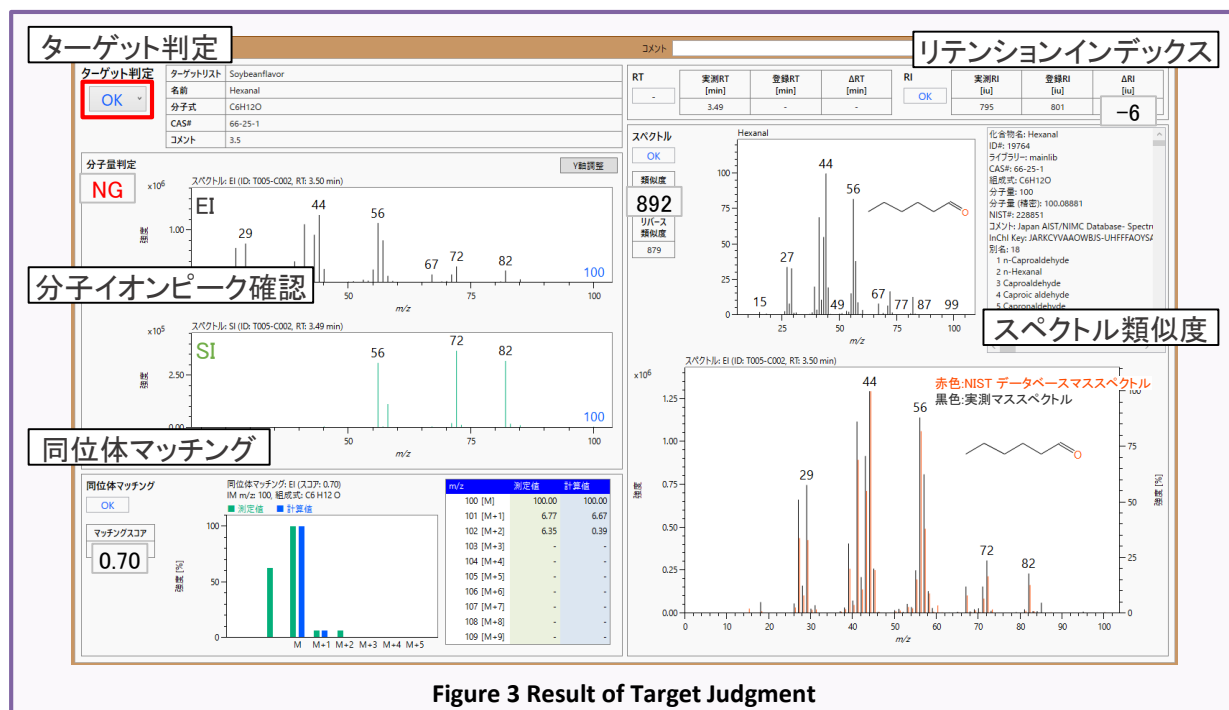


Figure 3 Result of Target Judgment

まとめ

TD-GC-MS法を用いて大豆ミート食品の香気成分を測定し、ターゲット分析により大豆臭成分を探索した結果、HexanalやHeptanalなどの大豆臭成分の含有を迅速に確認できた。以上より、ターゲット分析による特定の化合物の迅速且つ高精度な分析が可能であることが示された。

参考文献: 1) M. Ubukata et al, Rapid Commun Mass Spectrom., 34 (2020). DOI: 10.1002/rcm.8820

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。