

HS GC-QMSおよびmsFineAnalysis iQを用いたコーヒー香気成分の差異分析

関連製品：質量分析計(MS)

はじめに

msFineAnalysis iQは、四重極型ガスクロマトグラフ質量分析計による電子イオン化 (Electron Ionization, EI) 法マスペクトルを用いたライブラリーデータベース(DB)検索とソフトイオン化法マスペクトルによる分子量の確認を組み合わせた**統合解析**を行う自動定性解析ソフトウェアである。他に**デコンボリューションによるピーク自動検出**、**2検体の差異分析およびリテンションインデックス(RI)定性機能**があり、EI法のDB検索のみを用いた場合よりも短手番で確度の高い定性分析を実現することができる。

コーヒーの香りには非常に多くの香気成分が含まれており、ガスクロマトグラム(TICC)において多数のピークが検出され、定性やサンプル間の違いを解析するのに時間を要する。そこでmsFineAnalysis iQでコーヒー香気成分の差異分析および統合解析を行い、その機能を確認したので報告する。

測定方法

測定にはトラップ型ヘッドスペース装置MS-62071STRAPと、GC-QMS装置JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zetaを使用し、イオン化法はEI法およびソフトイオン化法(SI)として低イオン化エネルギー法を用いた。測定試料は、市販のインスタントドリップ式パック(A:開封直後、B:開封から5日後)で抽出したコーヒー2mLを使用し、ヘッドスペースで加熱した際の気相ガス成分についてEI法(n=5)とSI法(n=1)で測定した。HS GC-QMS測定の詳細条件をTable 1に示す。この測定データを用いて2検体比較(A,B)の差異分析を試みた。尚、差異分析の機能についてはMSTips No.348を参照のこと。



JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta w/ MS-62071STRAP

Table 1 Measurement Condition

GC		HS		MS	
Column	InertCap WAX (GL Sciences Inc.) 60 m × 0.32 mm id, 0.5 μm film thickness	Sample temp.	60 °C	Interface temp.	250 °C
Oven temp.	40 °C(3min)→10 °C/min→250 °C(10min)	Heating time	15 min	Ion source temp.	250 °C
Carrier gas	1.5 mL/min (Constant Flow)	Sampling mode	Trap	Acquisition mode	Scan (m/z 29-400)
Injection temp.	250 °C	Number of sampling	3	Ionization	EI(70eV, 50μA) SI(15eV, 30μA)
Injection mode	Split 30:1	Trap tube	AQUATRAP1 (GL Sciences Inc.)		

測定結果

Figure 1に差異分析結果(ボルケーノプロット)を示す。開封直後(A)と開封から5日後(B)の成分数と検出量(ピーク面積値)の違いが一目で確認できた。実際、Aに特徴的な成分は64ピーク(A Only 49ピーク、A > B 15ピーク)、共通成分は23ピーク(A=B)、Bに特徴的な成分は4ピークだった。次に、特徴的な成分の統合解析結果とマスペクトル(ID:010, 042, 075)を一例として示す。

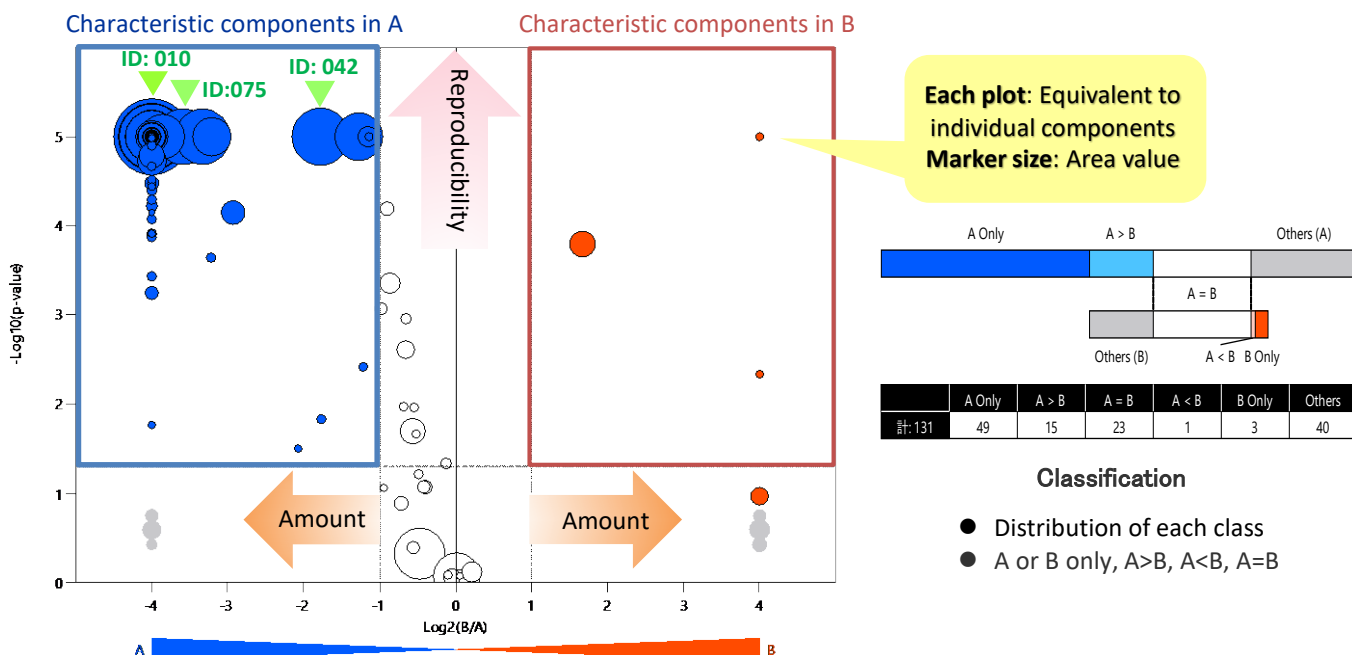


Figure 1 Volcano plot of variance component analysis result between fresh coffee (A) and oxidized coffee (B)

開封直後(A)の特徴的な香気成分として統合解析で推定された類似度900以上の化合物名をTable 2に示す。アルデヒド類、フラン類、エステル類、ケトン類、ピロール類、ピリジン類などが推定された。一例として“Furan,2-methyl-”(ID:010)、“Pyridine”(ID:042)、“2-Furanmethanol,acetate”(ID:075)のEI法およびSI法(低イオン化エネルギー)におけるマススペクトルをFigure 2に示す。どの化合物においてもSIによる分子イオンが確認されており、また、 ΔRI (基準値=|50|)からも検索結果を補完できた。

Table 2 Integrated qualitative analysis result of characteristic aroma components in fresh coffee (A)

クロマトグラム情報			差異分析結果		統合解析結果							スペクトル情報			
ID	RT [min]	高さ [%]	種別	出現数 (A)	出現数 (B)	化合物名	CAS#	Lib.	類似度	ΔRI [u]	組成式	分子量	分子量確認	IM m/z	IMイオン化
003	4.79	69.32	A > B	5	5	Acetaldehyde	75-07-0	replib	903	22	C2H4O	44	✓	44	SI
004	5.36	17.15	A Only	5	0	Methyl formate	107-31-3	replib	934	7	C2H4O2	60	✓	60	SI
006	5.80	22.86	A Only	5	0	Furan	110-00-9	replib	937	18	C4H4O	68	✓	68	SI
008	6.05	100.00	A > B	5	5	Acetone	67-64-1	replib	907	14	C3H6O	58	✓	58	SI
009	6.22	51.36	A > B	5	5	Acetic acid, methyl ester	79-20-9	mainlib	946	17	C3H6O2	74	✓	74	SI
010	6.90	97.47	A Only	5	0	Furan, 2-methyl-	534-22-5	replib	926	19	C5H6O	82	✓	82	SI
012	7.14	7.30	A Only	5	0	Ethyl Acetate	141-78-6	replib	930	16	C4H8O2	88	✓	88	SI
013	7.26	8.23	A > B	5	5	Methyl Alcohol	67-56-1	mainlib	921	8	C H4 O	32	✓	32	SI
015	7.40	44.90	A > B	5	5	2-Butanone	78-93-3	replib	911	11	C4H8O	72	✓	72	SI
022	8.36	7.94	A Only	5	0	Furan, 2,5-dimethyl-	625-86-5	replib	934	32	C6H8O	96	✓	96	SI
023	8.79	29.40	A > B	5	5	2,3-Butanedione	431-03-8	mainlib	927	16	C4H6O2	86	✓	86	SI
027	9.75	2.75	A Only	5	0	Thiophene	110-02-1	replib	910	22	C4H4S	84	✓	84	SI
029	10.06	2.17	A Only	5	0	Toluene	108-88-3	replib	904	22	C7H8	92	✓	92	SI
034	10.70	7.08	A Only	5	0	Disulfide, dimethyl	624-92-0	mainlib	918	22	C2H6S2	94	✓	94	SI
040	11.87	20.14	A Only	5	0	1H-Pyrrole, 1-methyl-	96-54-8	mainlib	909	21	C5H7N	81	✓	81	SI
042	12.63	75.12	A > B	5	5	Pyridine	110-86-1	replib	956	24	C5H5N	79	✓	79	SI
070	16.95	20.65	A Only	5	0	Furfural	98-01-1	replib	928	41	C5H4O2	96	✓	96	SI
075	17.74	82.31	A > B	5	5	2-Furanmethanol, acetate	623-17-6	mainlib	953	29	C7H8O3	140	✓	140	SI

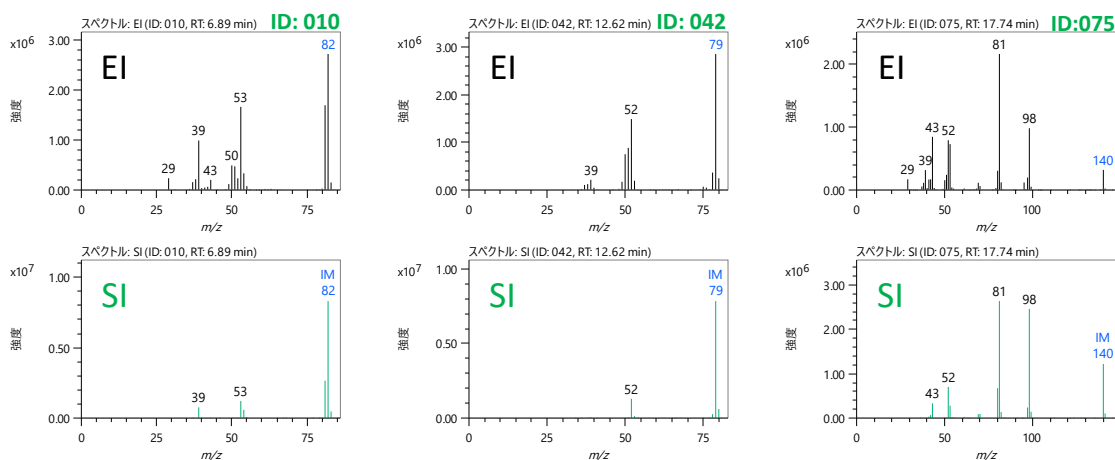


Figure 2 An example of the mass spectra detected from fresh coffee (A)

開封から5日後(B)の特徴的な香気成分として統合解析で推定されたすべての化合物名をTable 3に示す。開封直後(A)で確認された成分は減少・消失した一方、エタノールが特徴的な成分として推定された。

Table 3 Integrated qualitative analysis result of characteristic aroma components in oxidized coffee (B)

クロマトグラム情報			差異分析結果		統合解析結果							スペクトル情報			
ID	RT [min]	高さ [%]	種別	出現数 (A)	出現数 (B)	化合物名	CAS#	Lib.	類似度	ΔRI [u]	組成式	分子量	分子量確認	IM m/z	IMイオン化
020	7.90	14.16	A < B	5	5	Ethanol	64-17-5	replib	888	14	C2H6O	46	✓	46	SI
025	9.39	1.48	B Only	0	5	Acetonitrile	75-05-8	replib	929	15	C2H3N	41	✓	41	SI
088	19.99	1.27	B Only	0	5	2-Furanmethanol, 5-methyl-	3857-25-8	mainlib	687	27	C6H8O2	112	✓	112	SI
090	21.62	7.43	B Only	0	5	Hexanoic acid	142-62-1	replib	880	42	C6H12O2	116	✓	116	EI

A,B共通の香気成分として統合解析で推定された類似度850以上の化合物名をTable 4に示す。Acetic acid、2-Furanmethanol、ピラジン類が特徴的な成分として推定された。

Table 4 Integrated qualitative analysis result of characteristic aroma components in both coffee of A and B

クロマトグラム情報			差異分析結果		統合解析結果							スペクトル情報			
ID	RT [min]	高さ [%]	種別	出現数 (A)	出現数 (B)	化合物名	CAS#	Lib.	類似度	ΔRI [u]	組成式	分子量	分子量確認	IM m/z	IMイオン化
047	13.11	3.28	A = B	5	5	Pyrazine	290-37-9	replib	859	29	C4H4N2	80	✓	80	SI
052	14.00	15.92	A = B	5	5	Pyrazine, methyl-	109-08-0	replib	947	30	C5H6N2	94	✓	94	SI
056	14.62	9.18	A = B	5	5	2-Propanone, 1-hydroxy-	116-09-6	replib	916	36	C3H6O2	74	✓	74	SI
057	14.86	3.87	A = B	5	5	Pyrazine, 2,5-dimethyl-	123-32-0	replib	916	34	C6H8N2	108	✓	108	SI
058	14.94	4.32	A = B	5	5	Pyrazine, 2,6-dimethyl-	108-50-9	replib	916	32	C6H8N2	108	✓	108	SI
059	15.06	4.66	A = B	5	5	Pyrazine, ethyl-	13925-00-3	replib	924	31	C6H8N2	108	✓	108	SI
062	15.78	2.83	A = B	5	5	Pyrazine, 2-ethyl-6-methyl-	13925-03-6	replib	918	31	C7H10N2	122	✓	122	SI
064	15.89	1.81	A = B	5	5	Pyrazine, 2-ethyl-5-methyl-	13360-64-0	mainlib	896	38	C7H10N2	122	✓	122	SI
068	16.71	3.04	A = B	5	5	2-Propanone, 1-(acetyloxy)-	592-20-1	replib	870	10	C5H8O3	116	✓	116	SI
069	16.89	49.57	A = B	5	5	Acetic acid	64-19-7	replib	965	47	C2H4O2	60	✓	60	SI
072	17.55	7.88	A = B	5	5	Ethanone, 1-(2-furanyl)-	1192-62-7	replib	937	49	C6H6O2	110	✓	110	SI
083	19.27	53.60	A = B	5	5	2-Furanmethanol	98-00-0	mainlib	967	23	C5H6O2	98	✓	98	SI

まとめ

本報告では、HS GC-QMS およびmsFineAnalysis iQによるコーヒー香気成分の統合解析(差異分析機能)について紹介した。本手法を用いることで、多成分かつ様々な含有量の成分を迅速に識別できることが示された。このことからmsFineAnalysis iQによる統合解析は、定性解析精度の向上、作業時間の短縮、作業効率の向上を実現できるといえる。

このカタログに掲載した商品は、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。 Copyright © 2022 JEOL Ltd.

