GC-MSによるコーヒーサンプルの AnalyzerPro®を用いた自動比較

質量分析およびMSデータ処理の進歩により、これまで観測されていなかった微量サンプルや未知の成分の分析が可能になった。MS機器から取得される情報量が増加するにつれて、研究者らは観察された多数の成分を分析するためのより単純な技術を求めている。結果として、包括的な分析技術および多重分類分析を含むデータ処理に対する需要が高まっている。

ここでは、「ハード」および「ソフト」イオン化を伴う高分解能GC-MSを使用したノンターゲット分析、およびエンドツーエンドのMSソフトウェアソリューションであるAnalyzerProを使用した成分分析の新しい手法を紹介する。

サンプルとして4種類の市販のコーヒー豆(A:インドネシア人; B:エチオピア人; C:グアテマラ人; D:ブラジル人)を選択した。各試料を5回測定した。試料は以下のように調製した。

1. 1グラムのコーヒー豆を22mlのヘッドスペース(HS)バイアルに添加し、15mLの100℃の水を添加し、次いでバイアルを密封した。
2. 周囲温度に室温まで冷却した後、10mLの上清を別のHSバイアルに入れ、2 μ Lの内部標準(p-ブロモフルオロベンゼン)をサンプルに添加した。
3. 2mLの上記溶液をバイアルに密封し、ヘッドスペース分析に使用した。

Table 1. Analytical Conditions

Headspace Conditions	
System	MS-62070STRAP (JEOL)
Mode	Trap mode
Extract	3 times
Heating condition	60 °C, 15 minutes
GC-TOFMS Conditions	
System	JMS-T200GC (JEOL)
Ionization mode	EI+ 70 eV, 300μA, FI+ -10kV, 8mA (Carbotec 5μm)
GC Column	ZB-WAX (Phenomenex) 30m x 0.18mm, 0.18 μm
Oven temperature	40 °C (3min) → 30 °C / min → 250 °C (10min)
Inlet temperature	250 °C
He flow	1.0 mL/min (constant flow)
m/z range	*m/z* 35-600
Spectrum recording speed	0.3 seconds

表1は、ヘッドスペースおよびGC-MS分析の実験条件を示す。図1は、4つのコーヒー豆それぞれについて、フィールドイオン化(FI)ヘッドスペースGC-MSから得られたTICクロマトグラムを示している。

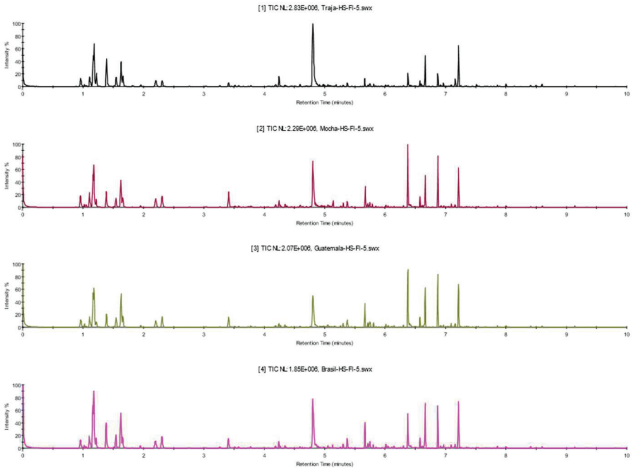

Figure 1. FI GC-MS Chromatograms of 4 Coffee Bean Profiles

高強度で検出された成分間には視覚的な違いがあるが、検出された成分をすべて手作業で調べるのは非常に時間のかかる作業である。このプロセスは非常に主観的であるため、客観的クロマトグラフデコンボリューションおよびピーク検出が可能なソフトウェアの使用は、サンプル間の成分の比較においてより効果的である。コーヒー中の揮発性成分の包括的な分析には、SpectralWorksのAnalyzerProを使用した。AnalyzerProは、まずクロマトグラムデコンボリューションからクロマトグラムから問題の成分を抽出した。プログラムは自動的に成分のすべてのマススペクトルをNISTライブラリから検索した。結果は表にまとめられ、得られたデータは主成分分析(PCA)にかけれた。図2は、各サンプルのp-ブロモフルオロベンゼン内部標準ピーク面積に対して標準化されたヘッドスペースEI GC-MSサンプルのPCAの結果を示している。

PCAスコアプロットは、コーヒー豆の産地に応じてサンプルデータが適切にグループ化されていることを示している。対応するローディングプロットを図3に示す。カテゴリーの分離に最も寄与する要素をローディングプロットから選択することは簡単なステップである。たとえば、ローディングプロットの一番右側にある項目を選択すると、インドネシアのコーヒーと他のコーヒーとの最大の差別を説明する要素が表示される。

これは、図4に示すように、この成分の平均面積プロットを見れば容易に確認できる。このことは、他の3種類と比較して、これがインドネシアコーヒーの特徴的な成分であることを示している。これは、これらのデータで識別できる多くの特性の違いのごく一例である。

AnalyzerProで利用可能なクロマトグラフデコンボリューションとPCAの強力な組み合わせは、複数のサンプルグループを区別する特徴的な成分を素早く簡単に抽出することができる。ハードおよびソフトイオン化技術、ならびに高分解能または低分解能のMSデータを処理することができる。

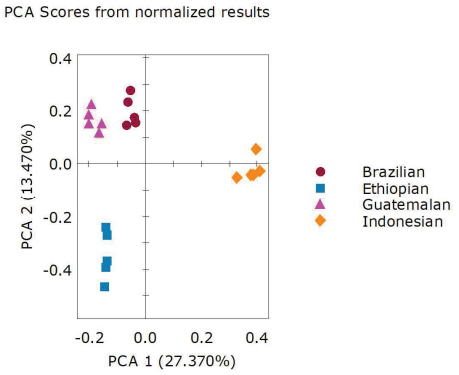

Figure 2. PCA plot of EI GC-MS of coffee bean profiles

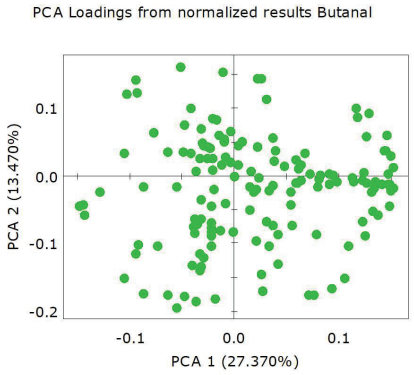

Figure 3. Loadings Plot PCA1 versus PCA2

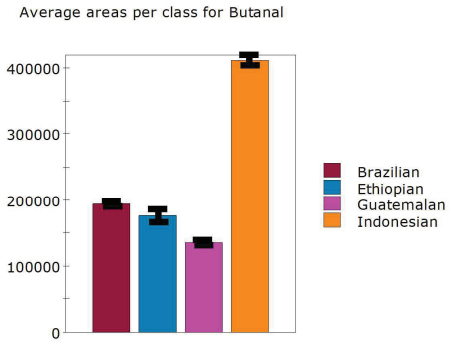

Figure 4. Average peak areas of Butanal in coffee beans

謝辞

MS-62070 STRAP HeadspaceオートサンプラーとJMS-T200GC AccuTOF GCxからのデータをご提供いただいた日本電子株式会社に感謝します。

翻訳：インフォコム株式会社