

Agilent J&W DB-WAX ウルトライナート キャピラリ GC カラムによる ラベンダーオイルの分析

アプリケーションノート

香料・香水分析

著者

Yun Zou
Agilent Technologies Ltd,
Shanghai

要約

Agilent J&W DB-Wax ウルトライナート GC カラムおよび DB-Wax GC カラムと GC/FID および GC/MSD を用いてラベンダーエッセンシャルオイルのサンプルを分析しました。36 種類の主要成分を同定しました。DB-Wax ウルトライナート GC カラムと DB-Wax GC カラムは同じ選択性を示しました。しかし、DB-Wax ウルトライナート GC カラムは、活性化合物に対してよりピーク形状が優れ、感度が向上しているため、複雑なエッセンシャルオイルの分析に適しています。

はじめに

ラベンダーエッセンシャルオイルは最も多用途なエッセンシャルオイルの 1 つです。このオイルはヘアケアおよびスキンケア製品によく添加されており、ブーケの香りによく含まれている成分です。また、ラベンダーオイルは、アロマセラピーにも使用され、鎮静、抗鼓腸、抗痙攣の作用があると考えられています [1]。このオイルは一般的に 100 種類以上の個別の成分と、多くの場合は同定および定量されていない多数の微量成分を含んでいます。通常、リナロールおよびリナリルアセートを高濃度に、酢酸ラバズリル、テルピネン-4-オール、ラバズロールを中濃度で含んでいます。1,8-シネオールおよび樟脳は多くの場合、低濃度から中濃度の間でさまざまです [2]。同じ種類のラベンダーエッセンシャルオイルであってもサプライヤごとに成分はさまざまです。成分は、種類、場所、土、天候の条件、さらには農園や蒸留製造者の技術レベルに依存します。ラベンダーオイルは市場価値が高いため、容量を増やすために混ぜ物を入れていることも少なくなく、また経済的理由のために価値のより低いオイルがラベンダーオイルとして模造されています。化学分析によるオイルの特性解析は生産チェーンにおける必須のステップで、研究者によっても品質管理ラボによっても実施されています。



Agilent Technologies

これらの複雑なオイルの特性分析は、GC-FID、GC/MS、GCxGC、GC/TOF などのさまざまな気相分析技術を用いて実施されています [3]。分析では多くの場合、2 種類の異なる固定相カラム、低極性カラム、極性カラムを用いて、信頼性のより高い定性的および定量的データを得ています。Lynam と Smith はかつて非極性 Agilent J&W DB-1ms ウルトライナートカラムを用い、ラベンダーオイルの適切な関連分析およびフィンガープリント分析が可能であることを証明しました [4]。今回の実験では、極性のある Agilent J&W DB-Wax ウルトライナートカラムの使用に焦点を当て、GC/FID と GC/MSD の両方を用いてラベンダーオイルのサンプルの主要な成分を分離します。また、エッセンシャルオイルの分析によく用いられる DB-Wax カラムと選択性を比較しています。DB-Wax カラムの保持インデックス (RI) は、Sadtler Standard Gas Chromatography Retention index Library (Sadtler Research Laboratories, Philadelphia, 1984) の例からわかるように以前から確立しています。

実験方法

サンプル

- **サンプル 1:** Shanghai Oasis Flavor & Fragrance Co. Ltd (上海、中国) から提供されたラベンダーオイル
- **サンプル 2:** ANPEL Scientific Instrument Co. Ltd (上海、中国) から購入した ChromaDex ラベンダーオイル (RG, CAS No. 8000-28-0)。研究と定性分析の目的のみに製造ラインが開発されたことが仕様に記載されています。

これらのサンプルはそれぞれ J&K Scientific (北京、中国) 製の酢酸エチル (>99.9%) を用いて 1:20 に希釈し、GC-FID と GC/MS 検出器を用いて分析しました。

機器

表 1 は装置と分析条件、表 2 は流路に用いた消耗品のリストです。

表 1. 分析条件:

パラメータ	値
GC システム	Agilent 7890B/5977A MSD と Agilent 7890B FID 装備
カラム	Agilent J&W DB-Wax UI, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (p/n 122-7032UI) Agilent J&W DB-Wax, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm (p/n 122-7032)
オートサンブラ	Agilent 7693 オートサンブラおよびサンプルトレイ、5 μL シリンジ (p/n G4513-80213)、注入量 1 μL
キャリアガス	ヘリウム、定流量モード、RT ロッキング: D-リモネンを 8.450 分にロック
注入口	スプリット/スプリットレス、250 °C、スプリット比 200:1
オープン	52 °C (2 分間)、5 °C/min ~ 80 °C (4 分間)、4 °C/min ~ 250 °C (1 分間)
MSD	Agilent 5977A MSD
溶媒ディレイ	3.4 分
MS 温度	230 °C (イオン源)、150 °C (四重極)
トランスファーライン	250 °C
MS	EI, スキャン (40 ~ 400 amu)

表 2. 使用した消耗品

パラメータ	値
バイアル	茶色、ラベル付、認証済み、2 mL、スクリュートップ、バイアルバック (p/n 5182-0554)
セプタム	ノンスティック BTO セプタム (p/n 5183-4757)
カラムナット	セルフタイト、注入口/検出器 (p/n 5190-6194) セルフタイト、MS インターフェース用 (p/n 5190-5233)
フェエラル	15% グラファイト: 85% ベスベル、ショート、内径 0.4 mm、0.1 ~ 0.25 mm カラム用 (10 個、p/n 5181-3323)
ライナ	Agilent ウルトライナートスプリットライナ、ガラスウール入り (p/n 5190-2295)
注入口シール	ウルトライナート、金メッキ、ワッシャ付き (p/n 5190-6144)

結果と考察

本分析の目的はエッセンシャルオイル分析における、Agilent J&W DB-Wax ウルトライナートカラムの性能の評価と Agilent J&W DB-Wax ウルトライナートカラムと Agilent J&W DB-Wax カラムとの選択性の比較でした。

最初に GC-FID でラベンダーオイルのサンプルを評価した後、GC/MS で同定しました。図 1 と 2 はラベンダーオイルのサンプル 1 と 2 の GC-FID クロマトグラムを示しています。図 3 と 4 はラベンダーオイルのサンプル 1 と 2 の GC/MS トータルイオンクロマトグラムを示しています。

図 1 に示すように、J&W DB-Wax ウルトライナート GC カラムにより主要成分は適切に分離され、優れたピーク形状が得られます。図 2、3、4 は DB-Wax カラムと DB-Wax UI GC カラム間での同じ選択性を示しています。

つまり、DB-Wax カラムから DB-Wax UI カラムへのアップグレード時のメソッド開発や再バリデーションは必要ありません。

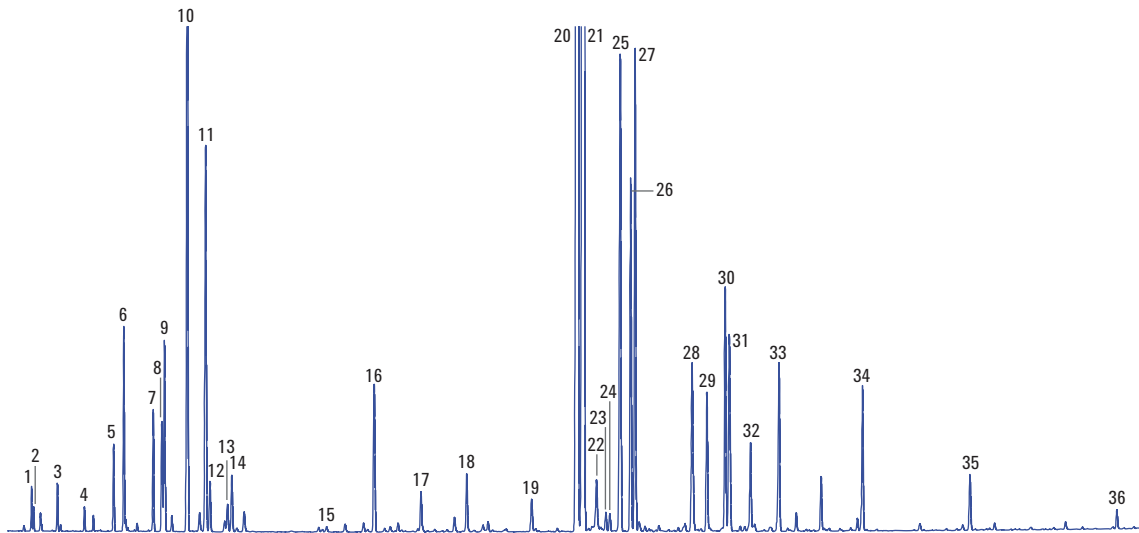


図 1. Agilent J&W DB-Wax ウルトライナート、30 m カラムでのラベンダーオイルサンプル 1 の GC/FID クロマトグラム。クロマトグラフィーの分析条件は表 1 を、ピーク同定は表 3 を参照。

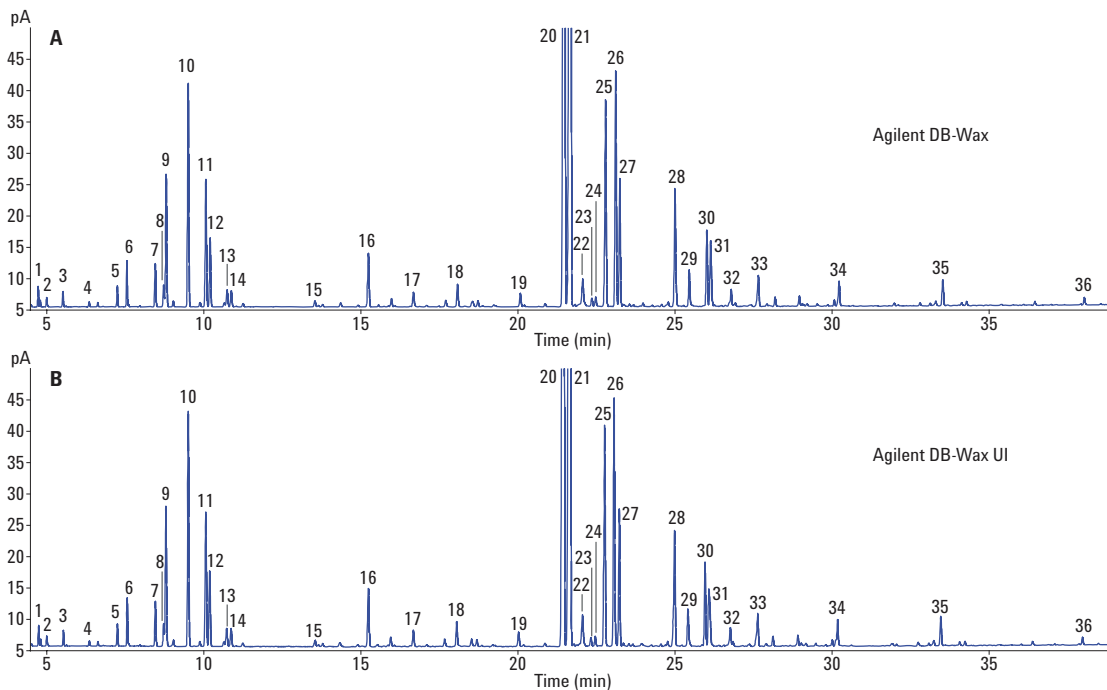


図 2. Agilent DB-Wax および Agilent DB-Wax ウルトライナート GC カラムでのラベンダーオイルサンプル 2 の GC/FID クロマトグラム。ピーク同定は表 3 を参照。

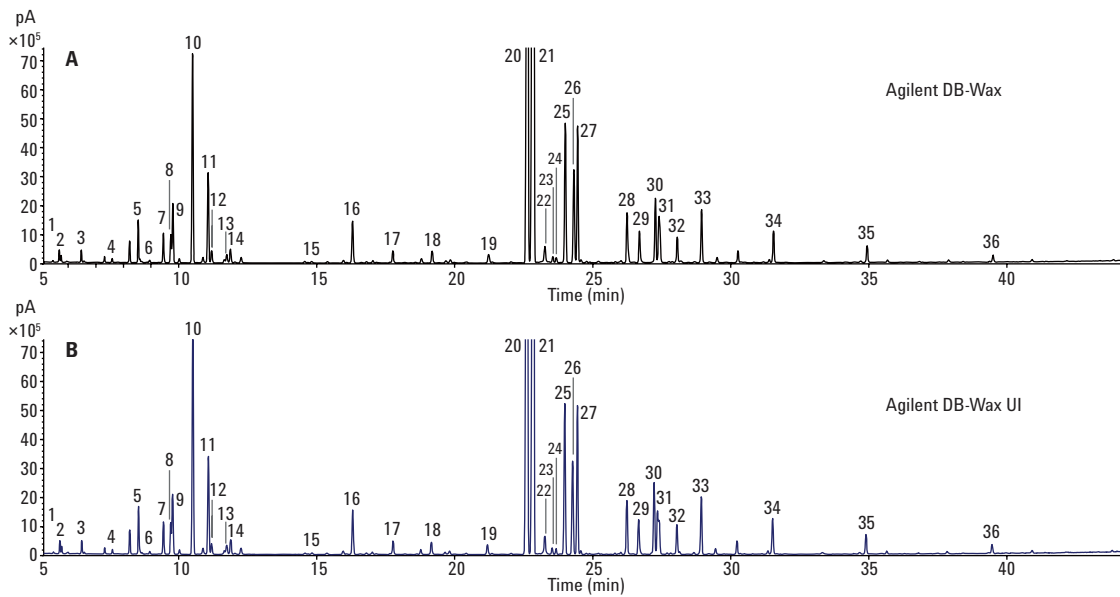


図 3. ラベンダーオイルサンプル 1 の GC/MS トータルイオンクロマトグラム。
 Agilent J&W DB-Wax, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm GC カラムと Agilent J&W DB-Wax ウルトライナート, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm GC カラムを使用。

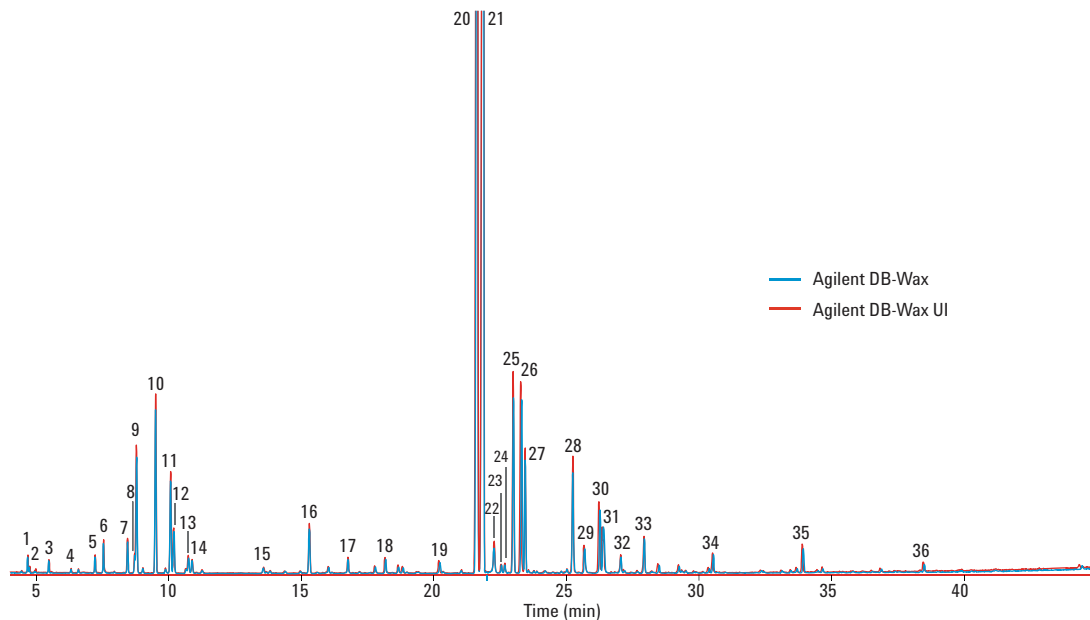


図 4. ラベンダーオイルサンプル 2 の GC/MS トータルイオンクロマトグラム。
 Agilent J&W DB-Wax (青) と Agilent J&W DB-Wax ウルトライナート, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm GC カラム (赤) を使用。

表 3. Agilent DB-Wax UI および Agilent DB-Wax カラムを用いた、ラベンダーオイルサンプル 1 および 2 の GC/MS および GC/FID 面積パーセンテージによるピーク同定。

ピーク 番号	化合物	Agilent DB-Wax UI	Agilent DB-Wax	Agilent DB-Wax UI	Agilent DB-Wax	Agilent DB-Wax UI	Agilent DB-Wax	ISO 3515 仕様
		RT サンプル 2	RT サンプル 2	面積 % サンプル 1	面積 % サンプル 1	面積 % サンプル 2	面積 % サンプル 2	
1	a-ピネン	4.755	4.734	0.166	0.171	0.161	0.158	
2	a-ツジエン	4.822	4.799	0.088	0.089	0.052	0.052	
3	カンフェン	5.542	5.527	0.194	0.201	0.136	0.134	
4	β -ピネン	6.366	6.356	0.103	0.105	0.047	0.047	
5	3-カレン	7.258	7.251	0.373	0.384	0.200	0.096	
6	ミルセン	7.573	7.561	0.846	0.852	0.424	0.416	
7	D-リモネン	8.468	8.465	0.594	0.604	0.448	0.416	0 ~ 1 %
8	β -フェランドレン	8.730	8.730	0.554	0.564	0.227	0.223	
9	ユーカリプトル	8.803	8.809	1.029	1.039	1.555	1.524	0 ~ 3 %
10	<i>cis</i> - β -オシメン	9.518	9.510	5.079	5.105	2.589	2.538	1 ~ 10 %
11	<i>trans</i> - β -オシメン	10.078	10.069	2.275	2.280	1.580	1.549	0.5 ~ 6 %
12	3-オクタノン	10.199	10.204	0.294	0.296	0.885	0.867	0 ~ 3 %
13	0-シメン	10.739	10.746	0.178	0.182	0.239	0.235	
14	酢酸ヘキシル	10.883	10.878	0.362	0.361	0.228	0.224	
15	ヘキシルイソブタノアート	13.550	13.540	0.035	0.034	0.093	0.091	
16	1-オクテン-3-イルアセテート	15.243	15.241	0.980	0.974	0.750	0.735	
17	酪酸ヘキシル	16.672	16.673	0.271	0.269	0.218	0.213	
18	1-オクテン-3-オール	18.052	18.077	0.374	0.368	0.334	0.328	
19	樟脳	20.024	20.074	0.229	0.227	0.199	0.195	0 ~ 1.5 %
20	β -リナロール	21.447	21.477	32.713	32.657	33.671	33.016	20 ~ 43 %
21	酢酸リナロール	21.665	21.675	32.506	32.651	38.258	37.513	25 ~ 47 %
22	a-サンタレン	22.049	22.059	0.460	0.454	0.554	0.543	
23	酢酸ボルニル	22.321	22.348	0.118	0.133	0.135	0.132	
24	a-ベルガモテン	22.458	22.469	0.107	0.113	0.135	0.133	
25	カリオフィレン	22.758	22.782	3.138	3.157	2.876	2.820	
26	テルピネン-4-オール	23.058	23.105	2.165	2.157	3.068	3.008	0 ~ 8 %
27	酢酸ラバンズリル	23.228	23.241	2.843	2.858	1.599	1.568	0 ~ 8 %
28	β -ファルネセン	24.985	24.991	1.204	1.196	1.639	1.607	
29	ラバンズロール	25.409	25.443	0.868	0.837	0.501	0.491	0 ~ 3 %
30	a-テルピネオール	25.953	26.004	1.453	1.445	0.972	0.953	0 ~ 2 %
31	ボルナノールとゲルマク レン D	26.076	26.128	1.460	1.443	1.032	1.012	
32	酢酸ネリル	26.760	26.779	0.557	0.554	0.265	0.260	
33	酢酸ゲラニル	27.627	27.645	1.083	1.082	0.495	0.485	
34	ゲラニオール	30.127	30.213	0.870	0.864	0.367	0.361	
35	カリオフィレンオキシド	33.445	33.501	0.372	0.364	0.368	0.361	
36	<i>tau</i> -カジノール	37.949	38.004	0.119	0.119	0.096	0.094	

ラベンダーオイルのサンプル中の International Standard ISO 3515 [5] にある 36 種類の主要成分が同定されました。また、面積パーセントが積算され計算されました。この 36 成分は GC-FID クロマトグラムに見られる面積の約 96 % を占めています。表 3 は同定された成分、相対リテンションタイム、FID 面積パーセンテージのリストです。国際標準化機構 ISO 3515 では、ラベンダーオイル品質の評価を容易にするためにさまざまな由来のラベンダーオイルの特性を定めています。サプライヤはサンプル 2 の種類や場所は提供できませんでした。サンプル 1 のラベンダーは中国の新疆で栽培したものです。サンプル 1 とサンプル 2 に含まれる鍵となる成分の内容は異なりますが、いずれも ISO の要件を満たしています (表 3)。

DB-Wax および DB-Wax UI GC カラムはラベンダーオイルの分析で同じ選択性、および全体的に類似した性能を示しています。しかし、いくつかのケースでは DB-Wax UI の方がより適切なピーク形状を示し、不活性度の向上によりいくらかの選択性の向上が見られます。図 5 ではテルピネン-4-オール (ピーク 26) と α -テルピネオール (ピーク 30) などのより活性度の高い化合物は優れたピーク形状とより良好なレスポンスを DB-Wax UI GC カラムで示しています。これによりカラムの不活性性能が優れていることが分かります。ボルナノールとゲルマクレン D の 2 つの化合物 (ピーク 31) は表 1 のテスト条件下で DB-Wax UI で適切に分離されておらず、DB-Wax では共溶出されました。オープン温度が 50 °C (5 分)、5 °C/min ~ 250 °C (5 分) の場合に、ボルナノールとゲルマクレン D のより適切な分離能および他の主要な成分についての許容可能な分離能を得ることができました。しかし、ボルナノールとゲルマクレン D はラベンダーオイルの品質評価のために指定されている成分ではありません。表 1 の分析条件は、より信頼性の高い結果を得るためにこのアプリケーションノートで使用されました。

J&W DB-Wax ウルトライナートカラムは、カラムごとに優れた不活性度を確実にするために厳しいプローブを用いた厳格な QC 試験が実施されています。

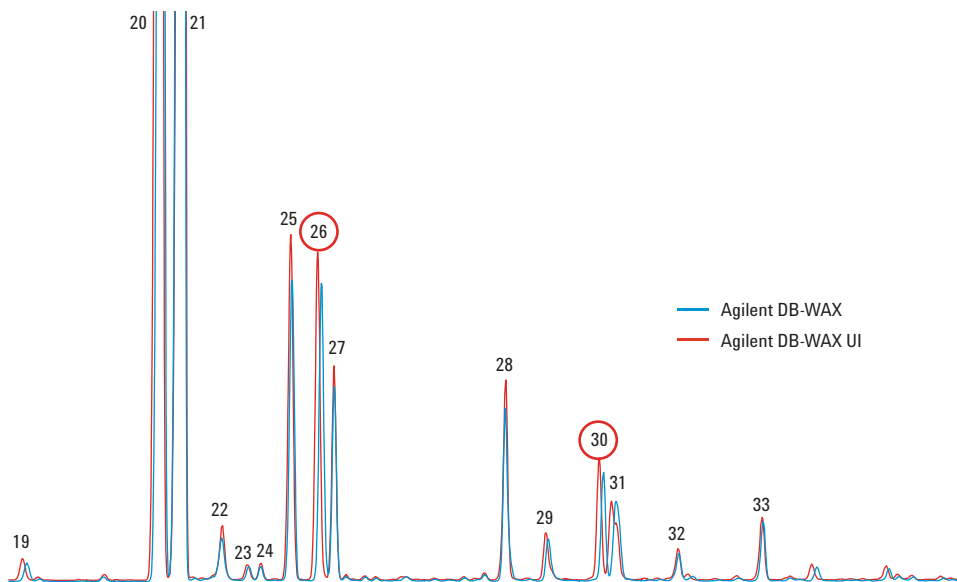


図 5. Agilent J&W DB-Wax (青) と Agilent J&W DB-Wax Ultra Inert 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm GC カラム (赤) による図 4 のラベンダーオイルサンプル 2 の GC/MS クロマトグラムの一部分の拡大図。

結論

Agilent J&W DB-Wax ウルトライナート GC カラムを、ラベンダーオイルのサンプルを GC/FID と GC/MSD を用い分析することによって評価しました。DB-Wax GC カラムとの比較では、同じ選択性を適切に示しました。この選択性は、Agilent DB-Wax カラムを DB-Wax UI GC カラムに置き換えて用いた場合、追加のメソッド開発やバリデーションが不要となることを意味しています。活性化化合物に対するより適切なピーク形状と選択性の向上が、DB-Wax UI GC カラムの優れた不活性度によって実現できました。DB-Wax UI GC カラムと非極性 Agilent J&W DB-1ms ウルトライナートカラムを組み合わせて用いた複雑なラベンダーエッセンシャルオイルの特性解析により、信頼性の高い定性および定量データを得て製品の品質を保証できます。

参考文献

1. Hawkins, E. B. MS, BSPharm, RPh; Ehrlich, S. D. NMD. Lavender. *Research Review* January **2007**, Phoenix, AZ. Review provided by VeriMed Healthcare Network.
2. McGimpsey, J. A.; Porter, N. G. Lavender. A grower's guide for commercial production, New Zealand Institute for Crop and Food Research Limited, Christchurch, New Zealand, **1999**.
3. Shellie, R.; Mondello, L.; Marriot, P.; Dugo, G. Characterization of Lavender Essential Oils by Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry with Correlation of Linear Retention indexes and Comparison with Comprehensive Two-Dimensional Gas Chromatography. *J. Chromatog. A* **2002**, 970, 225–234.
4. Kenneth Lynam, Doris Smith. *Lavender Oil Characterization Using Agilent J&W DB-1ms Ultra Inert Capillary GC Column*; Application note, Agilent Technologies, Inc. Publication number 5990-3700EN, **2009**.
5. ISO 3515:2002 - Oil of lavender (*Lavandula angustifolia* Mill.) Standard、次の国際標準化機構のウェブサイトからダウンロードできます: <http://www.iso.org>

詳細情報

本文書のデータは代表的な結果を記載したものです。アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2016

Printed in Japan

February 25, 2016

5991-6635JAJP



Agilent Technologies