

課題

他文献等調査した結果

○捕集管に吸着させ、加熱脱着させる方法

数百万円の装置の導入が必要。・・・×

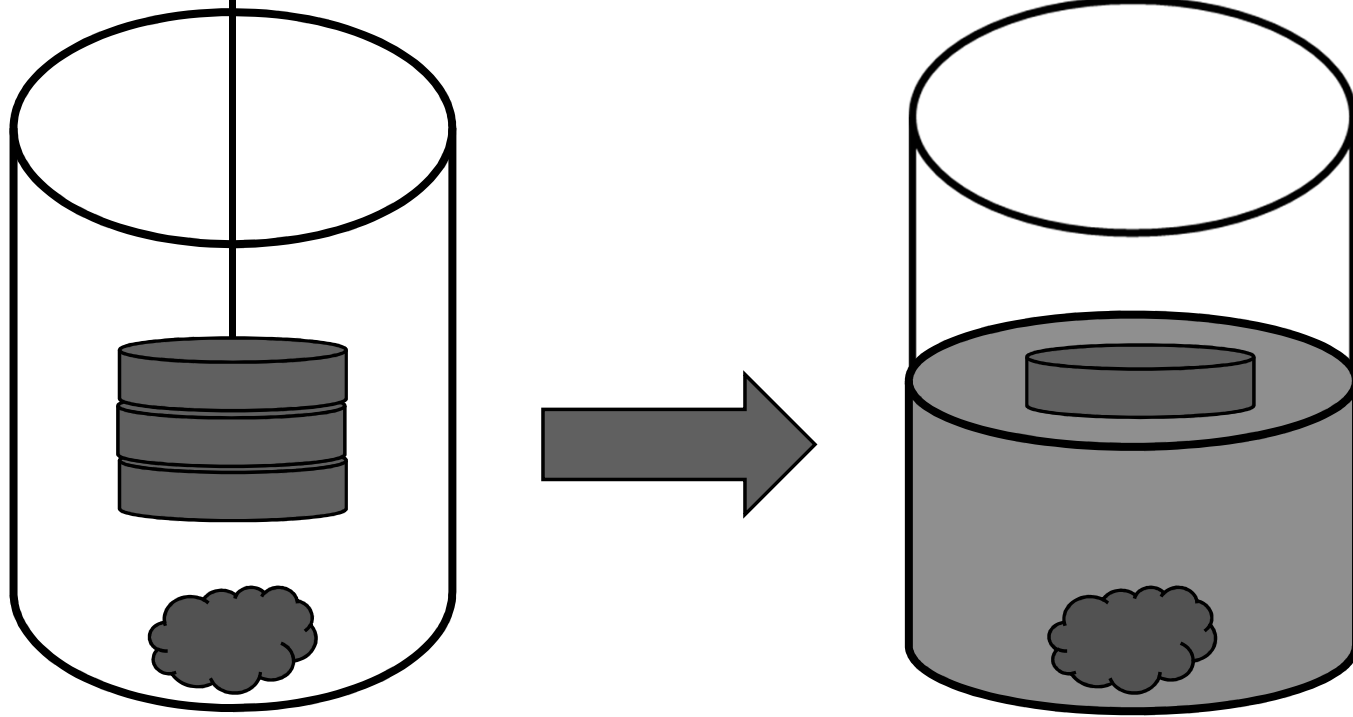
○MonoTrap[®]を用いる方法

MonoTrap[®] 3枚で吸着させ、

ジクロロメタンで溶出→濃縮・・・△

課題

楽にできないか？



気-液分配，塩析を用いることにより吸着効率が上がった

試験検体

大深当帰（6産地、47個体）、北海当帰（2産地、12個体）、修治加工の行われていない大深当帰（1産地、12個体）を個体別に粉砕し試料として用いた。

試験検体

サンプル番号	植物種	産地	湯揉みの有無	採取年月日	栽培指導	規格	入手検体数	試験検体数		
YTU2013NS	大深当帰	奈良県宇陀市	有	2013年秋	農研	小	3検体	3検体		
YTH2013HB		富貴地方		2013年秋	福田商店	大	10検体	6検体		
YTH2013HS				2013年秋	福田商店	小	10検体	6検体		
YTH2013HBN			無	2013年秋	福田商店	大	10検体	6検体		
YTH2013HSN		2013年秋		福田商店	小	10検体	6検体			
YTH2013MB		奈良県十津川村	茨城県	有	2013年秋	前忠	大	10検体	6検体	
YTT2013MS					2013年秋	前忠	小	10検体	6検体	
YTG2013MS					2013年秋	前忠	小	10検体	6検体	
YTI2013MB					2013年秋	前忠	大	10検体	6検体	
YTI2013MS					2013年秋	前忠	小	10検体	6検体	
YTCS2013A					中国・四川省	2013年秋	前忠	刻み	1検体	1検体
YTCS2013B						2013年秋	前忠	刻み	1検体	1検体
HTT2013MMN		北海当帰	北海道十勝茅室	無	2013年秋	前忠	中	10検体	6検体	
HTM2013MSN			北海道女満別		2013年秋	前忠	小	10検体	6検体	

表1 検体リスト

※1 農研:奈良県農業研究開発センター 福田商店:(奈良県桜井市、生薬卸) 前忠(奈良県吉野郡下市町、生薬卸)
 ※2 入手先が、見た目の大きさのみで判定したもの。概ねの重量は、小:30g前後、中:50g前後、大:100g前後。大きいものが等級が高いと判定される。

試験方法

トウキ末1.0g、15%NaCl 20mL、内標準溶液（1.0ng/mLオクタノン溶液）を捕集瓶にとり、10分間振り混ぜた後、MonoTrap（DC C18）を加えて、60°C60分恒温振盪して捕集し、MonoTrapを抽出瓶にとり、ジクロロメタン500 μ L加え、超音波を5分間照射し、抽出液を遠心分離し、試料溶液とした。試料溶液1 μ Lにつき、図1試験条件により、GC-M Sを用いて測定した。GC-M Sから得られたデータについて、ピークアライメント及び化合物同定を「GCMS solution」により行った。

試験方法

GC

カラム：

InertCap Pure-WAX (30m
×0.25mm I.D. df=0.25μm)

インジェクション温度：250°C

カラム温度：40°C(5min)-
(4°C/min)-250°C(5min)

インジェクションモード：スプリ
ットレス

キャリアーガス：He

カラム流量：圧力一定 (120kPa)

パージ流量：5mL/min

インジェクション量：1μL

MS

イオン源：200°C

インターフェース温度：250°C

イオン化電圧：70eV

検出器電圧：Auto+0.02kV
(約1.02kV)

スキャンレンジ：m/z30~350

図1 試験条件

分析結果

アルキルピラジン類、フロクマリン類等について、44成分のデータを得た※1。

※1 ライブラリー（MSスペクトルと保持指標）との比較による成分の同定であり、標準物質との比較による同定は行っていない。

データが得られた成分

化合物名	化合物名
Hexanal	Hexanoic acid
Heptanal	Benzyl alcohol
3-オクタノン (内標準物質)	1-Pentanone, 1-phenyl-
p-シメン	Phenylethyl Alcohol
2,6-ジメチルピラジン	Heptanoic acid
2,3-ジメチルピラジン	p-Cymen-7-ol
Formic acid, hexyl ester	2(3H)-Furanone, 5-hexyldihydro-
Pyrazine, 2-ethyl-5-methyl-	チモール
2,3,5-トリメチルピラジン	Thymol
Pyrazine, 2,6-diethyl-	n-Decanoic acid
Ammonium acetate	trans-2-Decenoic acid ①
5-エチル-2,3-ジメチルピラジン	2-Propanol, 1-(hexadecyloxy)-
1-Octen-3-ol	trans-2-Decenoic acid ②
2,3,5,6-テトラメチルピラジン	ブチリデンフタリド
1-(3-Isopropenyl-2,2-dimethylcyclopropyl)-2-methylpropan-1-one	リグスチリド
ベンズアルデヒド	1(3H)-Isobenzofuranone, 3-butylidene-
2,3,5-Trimethyl-6-ethylpyrazine	3-(1'-methylbutylidene)-4,5-dihydrophthalide
Bicyclo[3.1.0]hexan-2-ol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)-	プソラレン
3-Cyclohexen-1-ol, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-, (R)-	9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester
Butanoic acid	2H,8H-Benzo[1,2-b:5,4-b']dipyran-2-one, 8,8-dimethyl-
Tricosyl pentafluoropropionate	ベルガプテン
Nonadecyl pentafluoropropionate	キサントトキシシ
Tiglic acid	

多変量解析

試料のグループ分けを行い、それぞれの成分のピーク面積比についてOPLS-DA法により解析し、S-Plotで寄与成分を選抜した。

① 植物種の比較

大深当帰59個体及び北海当帰12個体

