

ヘッドスペースサンプラ HS-20 Trapの トラップモードによる香気成分の高感度分析

武守 佑典

ユーザーベネフィット

- ◆ トラップモードにより従来のヘッドスペースサンプラでは検出できない微量成分の分析が可能です。
- ◆ HS-20 Trapでは、簡単な操作・設定でヘッドスペースガスを濃縮し、高感度分析が可能です。

■はじめに

ヘッドスペースサンプラはバイアルに封入された試料を一定時間保温し、その気相部分（ヘッドスペースガス）をGCに導入することで、揮発性成分の高感度分析を行うことが出来ます。ヘッドスペースサンプラ：HS-20 Trapのトラップモードでは、ヘッドスペースガスを濃縮することができ、従来では難しかった超微量成分の分析が可能です。今回、液体状の食品をサンプルとして香気成分を分析し、通常のヘッドスペース分析（ループモード）と、トラップモードで感度比較を行いました。

■トラップモードによるサンプル濃縮

HS-20のトラップモデルでは電子冷却トラップを内蔵しています。図1のようにヘッドスペースガスを濃縮し高感度分析することが可能です。複数回ヘッドスペースガスを冷却されたトラップ管に導入し濃縮させます。その後、加熱することにより濃縮したヘッドスペースガスをGCに導入し、高感度分析を行うことが出来ます。また、トラップモードと通常のループモードはメソッドファイルで簡単に切り替えることができます。連続分析時もトラップモードとループモードを混在させることができます。

■試料と分析条件

液体状の食品サンプル2.5 mlをそのままヘッドスペースバイアルに封入しました。その後、ヘッドスペースサンプラにセットし、GCによりヘッドスペース分析を行いました。本実験の装置構成および分析条件を表1に示します。

表1 GC装置構成および分析条件

Model	: HS-20 Trap / Nexis GC-2030
HS-20 Trap Mode	: トラップ (トラップ管: Tenax®TA)
Multi Injection Times	: 5回
Oven Temperature	: 60 °C
Sample Line Temperature	: 100 °C
Transfer Line Temperature	: 100 °C
Trap Cooling Temperature	: -10 °C
Trap Heating Temperature	: 280 °C
Trap Waiting Temperature	: 25 °C
Vial Pressure	: 80 kPa
Dry Purge Pressure	: 60 kPa
Vial Heat-retention Time	: 30 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressurization Equilibrating Time	: 0.1 min
Loading Time	: 1 min
Loading Pressurization Time	: 0.1 min
Dry Purge Time	: 1 min
Injection Time	: 3 min
Needle Flush Time	: 5 min
GC Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1 : 20
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 線速度モード (30 cm/秒)
Column	: SH- Stabilwax™ (30 m × 0.25 mm I.D., 0.5 μm)
Column Temp.	: 40 °C - 5 °C/min - 240 °C
Detector	: FID-2030
Detector Temp.	: 260 °C
Detector Gas	: Make up (He) 24 mL/min H ₂ 32 mL/min Air 200 mL/min

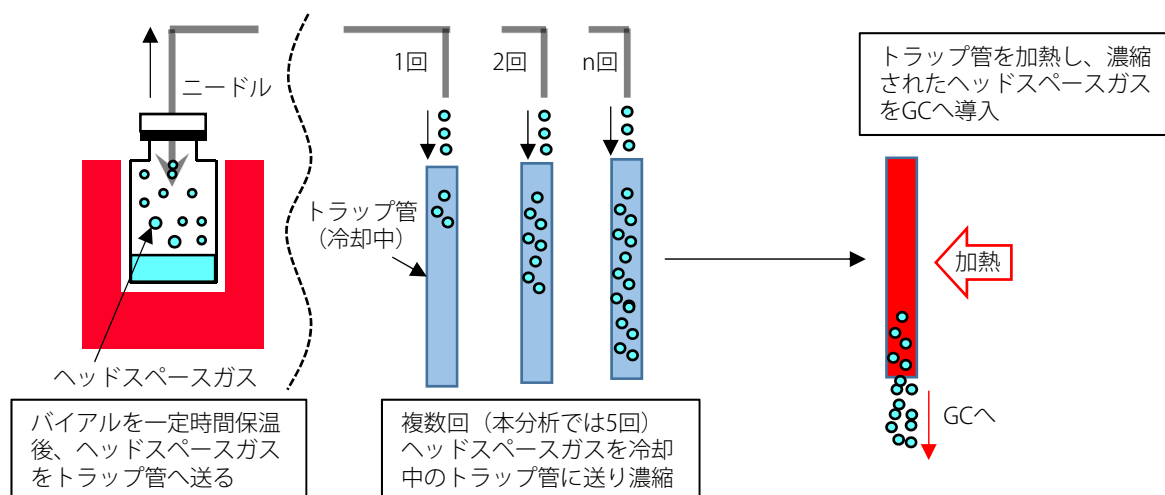


図1 トラップモード使用時の、サンプル濃縮のイメージ

■分析結果

同じサンプルをループおよびトラップモードで分析し比較したクロマトグラムを図2に示しました。トラップモードの方が大幅に感度を向上することが出来ました。なお、水分、バイアルセブタム、封入時の雰囲気等のサンプル由来以外のピークも確認できました。従いまして、サンプル由来以外のピーク確認のためブランク分析を行うことが重要です。また、3種類の食品サンプルをトラップモードで分析し比較したクロマトグラムを図3に示しました。各サンプル間の違いを確認することが出来ました。

■まとめ

実際の食品サンプルをHS-20のトラップおよびループモードで分析を行い、トラップモードで簡単に感度向上を行うことが出来ました。また、3種類の食品サンプルを分析し、サンプル間の違いを確認しました。

<謝辞>

本測定を行うにあたり、ご協力いただいた株式会社ユーグレナ 生産技術開発部、水上早紀氏、豊川知華氏に感謝いたします。

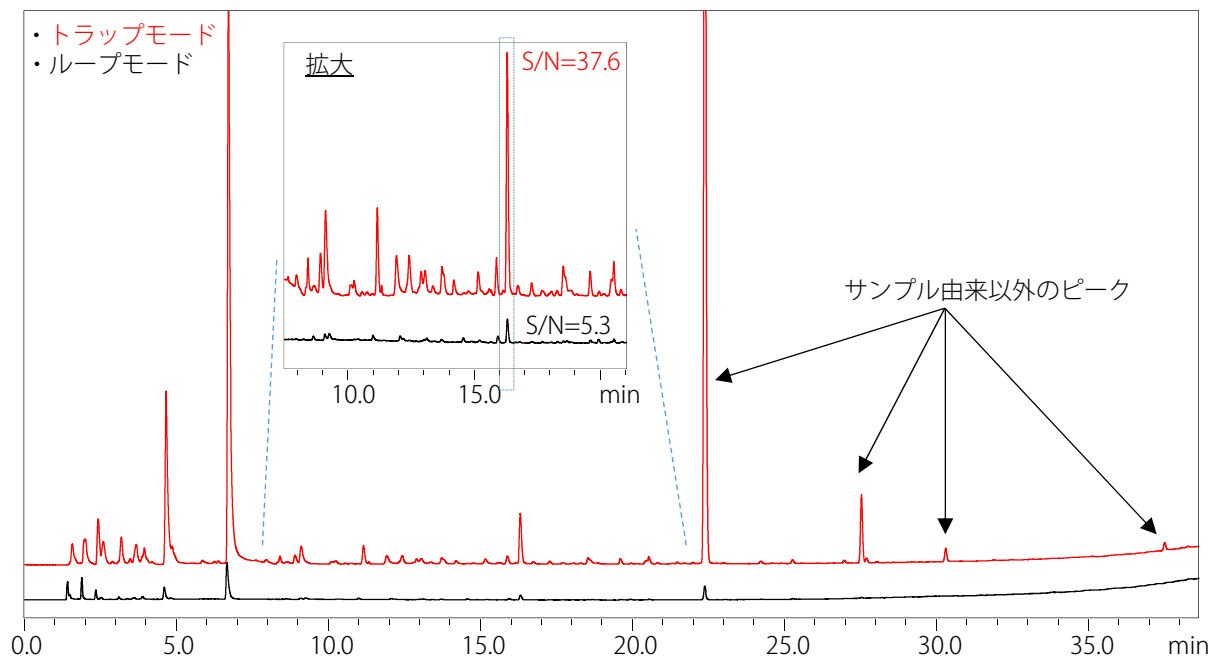


図2 ループモードおよびトラップモード時のクロマトグラム比較

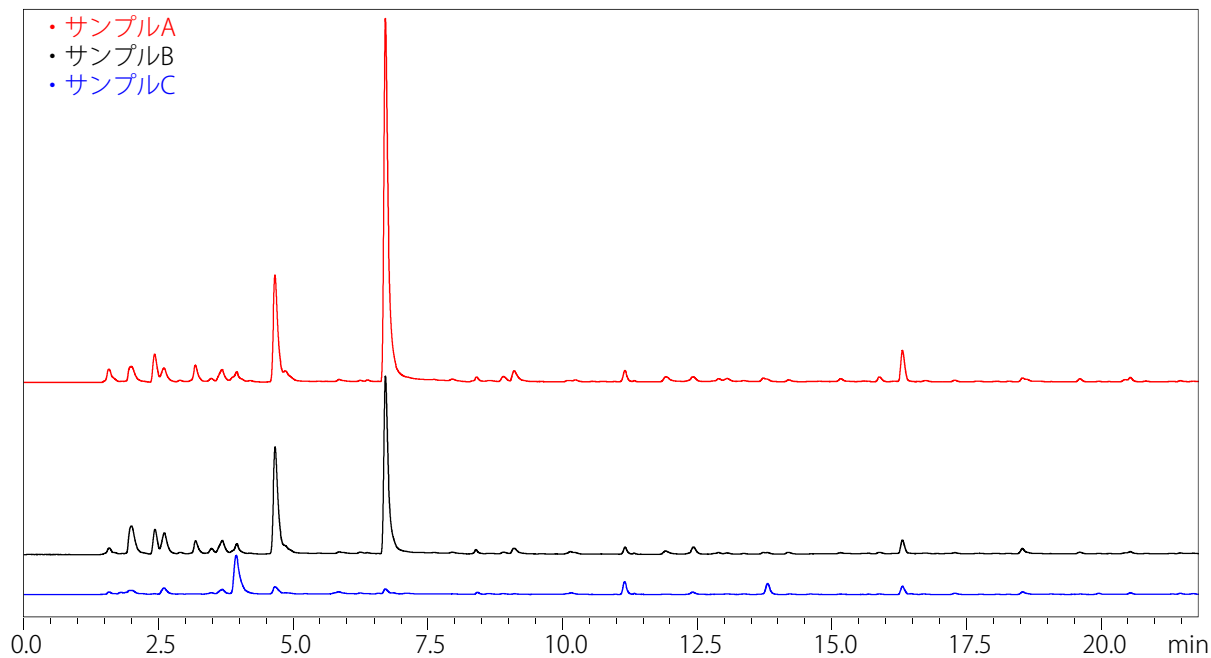


図3 3種類の食品サンプルをトラップモードで分析した場合のクロマトグラム比較

Nexisは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。
Stabilwaxは、Restek Corporationの米国およびその他の国における商標または登録商標です。
Tenaxは、Buchem B.V.の登録商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00138-JP 初版発行：2021年4月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021