

トラップヘッドスペース (THS) を用いた 香気成分の分析

青野 晃

ユーザーベネフィット

- ◆ 電子冷却トラップの高い濃縮率により低沸点成分から高沸点成分まで一度に短時間で分析することが可能です。
- ◆ スタティックヘッドスペース (SHS) 分析の20倍以上の感度が得られます。
- ◆ トラップモードとループモードを濃度に応じて切り替えて使用できます。

■はじめに

香気成分の測定法には多機能オートサンプラーを利用した濃縮法が利用されますが、導入コストが高く、操作やメンテナンスが難しいという課題があります。

HS-20 NX Trapは水質分析などに利用されるヘッドスペースサンプラーに電子冷却トラップを搭載したトラップヘッドスペースサンプラーで、多機能オートサンプラーに比べて安価で操作も簡単です。

スタティックヘッドスペース法(SHS)であるループモードでは、ヘッドスペース1 mLを取り出すのに対して、トラップヘッドスペース法(THS)であるトラップモードでは、ヘッドスペースの約90% (20 mLバイアルに固体試料を入れた場合は約18 mL) を取り出せます。そのため主成分だけではなく微量でも香気全体に影響を与えるような成分の検出・定性が容易です。また電子冷却トラップはトラップを室温以下に冷却できるため、低沸点成分の回収率も低下しないという特長があります。

本稿では、食品・香辛料の香気成分の測定結果をSHSとTHSで比較紹介します。

■装置構成と分析条件

ガスクロマトグラフ質量分析計GCMS-QP2020 NXとヘッドスペースガスサンプラーHS-20 NX Trapによる香気成分の分析条件を表1に示します。

表1 分析条件

GCMS分析条件	
Model	: GCMS-QP2020 NX
Column	: SH-I-6245il MS Cap. (0.32 mm I.D. × 30 m, d.f.= 1.8 μm)
Column temp.	: 40 °C (2 min) - 10 °C/min - 200 °C (6 min) Total 24 min
Injection Mode	: Split 1:20
Carrier Gas Controller	: 線速度一定モード (He)
Linear Velocity	: 43.2 cm/sec
Interface temp.	: 250 °C
Ion source temp.	: 200 °C
SCAN	: m/z 35-400
HS分析条件	
Oven Temperature	: 70 °C
Equilibration Time	: 45 min
Sample Line temp.	: 150 °C
Transfer Line temp.	: 150 °C
Vial Stirring	: Off
Vial Volume	: 20 mL
Vial Pressurization Time	: 0.5 min
Vial Press. Equilib. Time	: 0.1 min
Loading Time	: 0.5 min
Load Equilib. Time	: 0 min
Multi injection	: 3
Vial Pressure	: 100.0 kPa(He)
Trap cooling temp.	: -10 °C
Trap heating temp.	: 250 °C
Trap adsorbent	: Tenax TA 60/80 mesh 37 mg
Injection time	: 5.0 min
Needle flush time	: 5.0 min

■トラップヘッドスペース法 (THS)

図1にTHSの原理を示しました。サンプルを一定時間保温した後でニードルを挿し加圧します。固体サンプルの場合のバイアル内圧は80 °C保温で10 kPa、100 °Cで22 kPaなのでその2倍以上の圧力で1分間加圧します (Pressurizing time)。次にヘッドスペースをトラップに導入します (Load time)。これでヘッドスペース中の分子の約50%がトラップに濃縮されます。この加圧とロードを繰り返すことをMulti injectionと呼びます。Multi injection 2回目で75%、3回目で87.5%が濃縮されると見積もられます。

トラップは電子冷却が可能なので低沸点成分でも破過容量が高いという特長があります (表2)。Multi injectionを3回行う場合は破過容量>0.060 L必要ですが、トラップを-10 °Cに冷却することでエタノールやアセトアルデヒドのような低沸点香気成分も1種類の吸着剤で濃縮が可能になります。

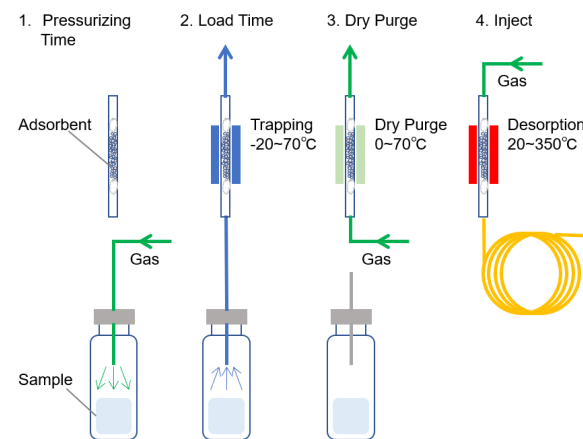


図1 THSの原理

表2 トラップ温度と破過容量 (L) Tenax TA

Compounds	-20 °C	-10 °C	0 °C	10 °C	20 °C
Chloromethane	0.107	0.069	0.031	0.020	0.009
Methanol	0.173	0.110	0.048	0.031	0.013
Vinyl chloride	0.194	0.129	0.063	0.042	0.020
Acetone	4.835	2.935	1.036	0.629	0.222
Pentane	4.662	2.795	0.929	0.557	0.185
Water	0.010	0.007	0.005	0.004	0.002
Ethanol	1.283	0.788	0.292	0.179	0.067
Acetaldehyde	0.276	0.178	0.081	0.053	0.024

■ 香気成分の測定例

図2にアーモンドから発生する香気成分の測定結果を示しました。THSでは、アセトアルデヒドやペンタンのような低沸点成分も高い回収率で検出できていることがわかります。SHSでは検出できないジメチルジスルフィド、アセタールのような、微量でも香気全体に大きな影響を与える成分もTHSでは検出することができました。

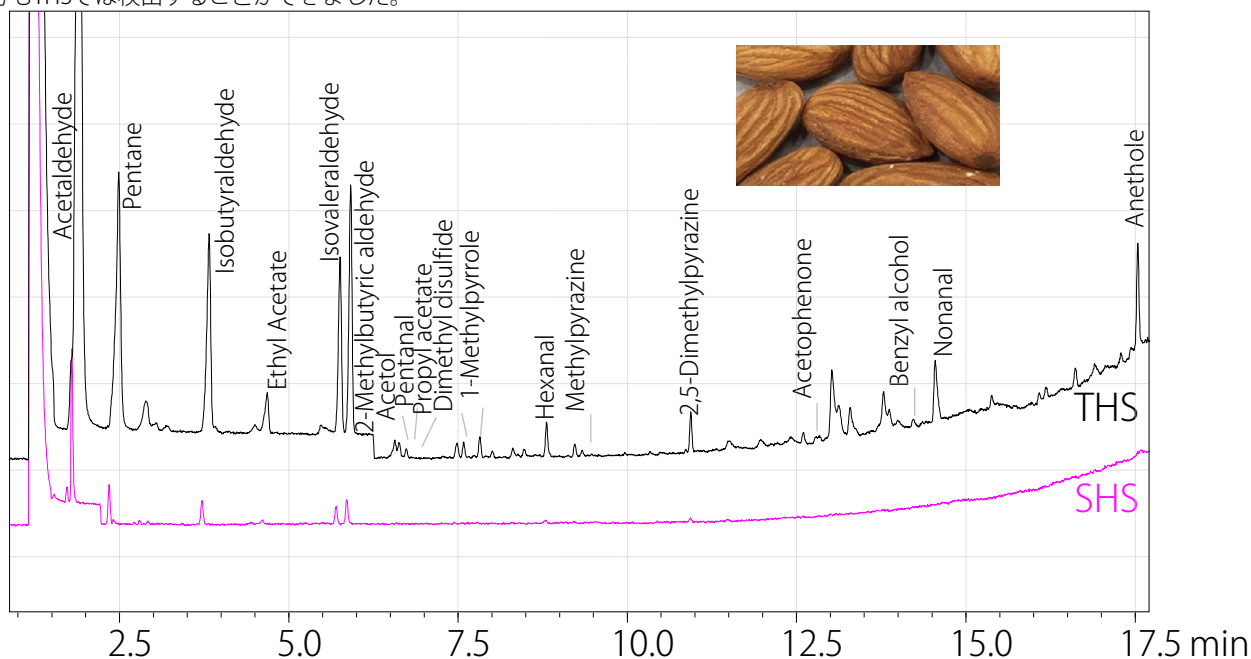


図2 アーモンドの香気成分

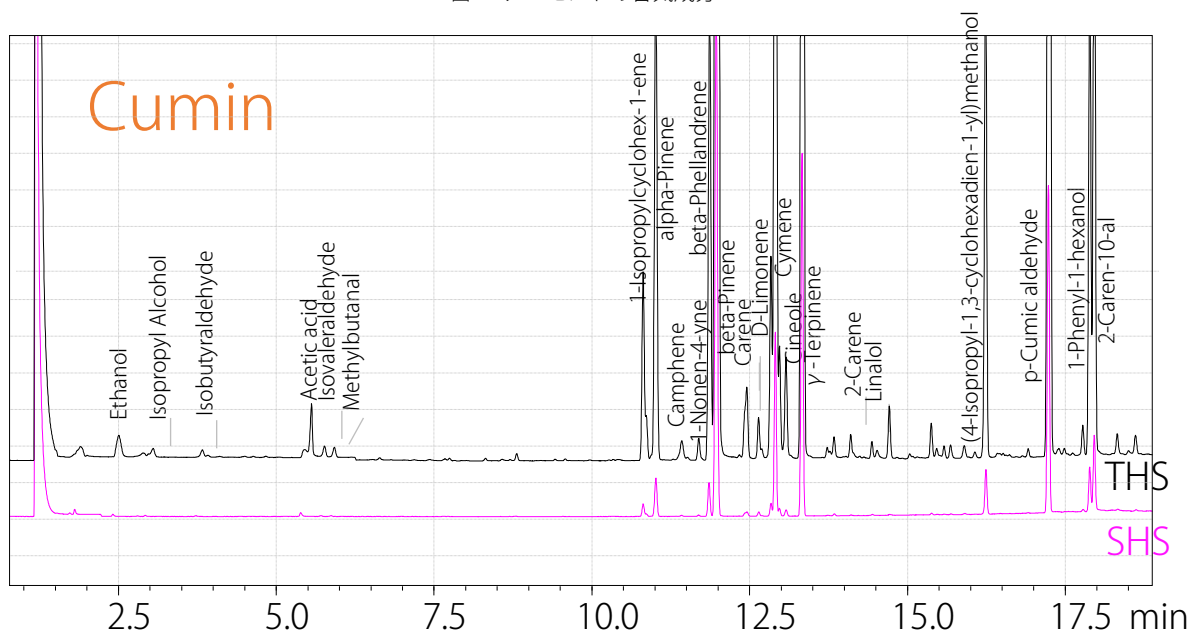


図3 クミンシードの香気成分

■ まとめ

THS分析は水中VOCやかび臭原因物質の分析など環境分野で利用されてきましたが、今回、食品から発生する香気の高感度分析にも利用できることがわかりました。香気分析で利用される他の濃縮システムと比べても安価で短時間

での抽出および測定が可能です。またトラップモードとループモードを切り替えて利用できるため高濃度から低濃度まで1つのシステムで対応可能です。

GCMS-QPI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。

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

01-00218-JP 初版発行：2021年8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」、「®」を明記していません。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。

<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。

新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2021