

# Application News

GC-MS GCMS-QP™2020 NX

## Smart Aroma Database™とヘッドスペース法を用いた飲料の品質管理における香気分析

東 祐衣、真保恵美子、武守佑典、河村和広

### ユーザーベネフィット

- ◆ Smart Aroma Databaseは香りに関連する約500成分が登録されており、効率的に香気成分の分析・解析ができます。
- ◆ HS-20 NXではサンプル準備や分析条件の設定がシンプルです。分析数の多い香気成分の品質管理に有用です。
- ◆ FASST分析により主要成分はSIM測定、その他の成分はScan測定で同時にモニタリング可能です。

### ■はじめに

ビールは麦芽を発酵して製造される世界中で愛飲される飲料で麦芽の種類や発酵方法に応じて香りや味が変わります。このような食品の香気成分分析には定性能力に優れたGC-MSが用いられますが、検出された数百を超える化合物の中からどの成分が香りに影響するのか調べるには膨大なデータの処理が必要で、大変な労力を要します。そのため、化合物情報が事前に登録されている“データベース”を使用することで、データの精査の手間を大幅に省くことができます。

今回は香気成分の品質管理を想定してメーカーや種類、製造方法の異なるビールサンプルの香気成分をヘッドスペース (HS) Trap法で抽出しGC-MSで分析しました。

GC-MSでの分析では、Smart Aroma Databaseを用いてScan/SIM同時分析 (FASST分析) を行い、目的成分をSIMで高感度で分析しながら、Scanの結果でその他の香気成分の定性を行いました。

### ■ Smart Aroma Databaseのポイント

Smart Aroma Databaseは、香気に関与する重要な500成分以上の化合物の分析条件と官能情報が登録されています。図2のフローに従うと簡単にデータベースからメソッドを作成できるため分析条件の検討も不要です。Scan測定では、保持時間情報、イオン情報、マススペクトル情報から登録化合物の有無を自動で判別することができます。また、SIMやMRMモードでの高感度なターゲット分析用メソッドを作成することができ、品質管理における高精度なターゲット分析を行うことができます。

化合物名 (J)	保持時間	コメント (J) においの質
2-Methylfuran	4.946	chocolate, cocoa
Ethyl formate	5.145	pungent
Butanal	5.801	pungent, green
Ethyl acetate	5.972	pineapple
Acetal	6.172	fruit, cream
2-Butanone	6.172	ether

化合物

分析条件

官能情報

図1 Smart Aroma database 登録情報

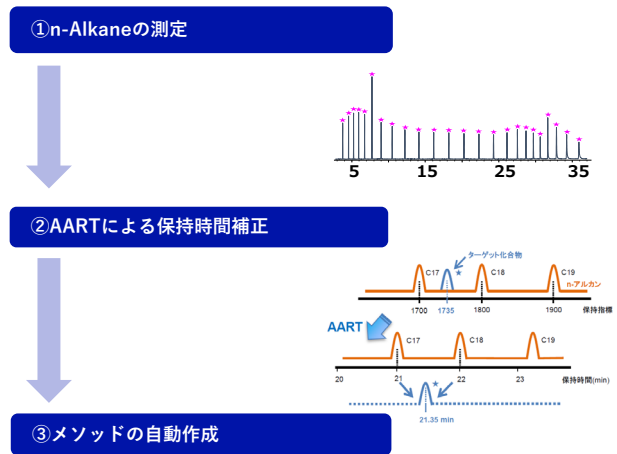


図2 Smart Aroma Databaseによる分析フロー

### ■ FASST分析と高速スキャン制御技術

ScanモードとSIMモードを高速に切り換えるFASST分析を用いることで、ターゲット化合物はSIM測定で高感度に、その他化合物はScan測定で同時にモニタリング可能です。さらに高速スキャン制御技術 (Advanced Scanning Speed Protocol: ASSP™) によりFASST分析において、Scanデータでの良好な感度とマススペクトルの取得が可能です。

### ■ ヘッドスペース (HS) 法

ヘッドスペース(HS)法は気化した揮発性成分をGCへ導入する前処理法です。HS法は試料準備が簡単・シンプルで再現性も良い分析法のため、ルーチン分析を行う品質管理に良く使われています。今回は、HS-20 NXのTrapモデル(図3)を用い、トラップヘッドスペース法で前処理を行いました。トラップヘッドスペース法は、電子冷却トラップを用いた濃縮を行うため、香気成分を高感度に分析することができます。



図3 HS-20 NX+GCMS-QP™2020 NX

## ■ HS法を用いたビールの分析結果

今回は品質管理でのルーチン分析を想定し、HS-20 NX+GC-MSを用いて、ビールの主要香気成分7種（Ethyl acetate、Isobutanol、Isoamyl acetate、Isoamyl alcohol、Ethyl hexanoate、Ethyl octanoate、2-Phenylethanol）をSIMでターゲット化合物として測定し、その他成分に関してはScan測定するFASST測定（Scan/SIM同時測定）をしました。バイアルにビール8 gとNaCl 3gを封入し、内部標準試料として3-Octanolを終濃度1ppmとなるように添加して測定しました。分析条件を表1に示します。

SIM測定の結果からビール7種の面積比を比較した結果を表2に示します。ビールの主要成分7種はWhite Aleに比較的多く含まれている傾向が確認できました。このようにターゲット化合物が決まっている場合はSIM測定を行うことで高感度にモニタリング・比較ができます。また、FASST分析のScanの結果をSmart Aroma Databaseで定性したところ141の香気成分が検出されました。検出した成分をSIMCA®17（インフォコム社）で主成分分析した結果を図4に示します。スコアプロットの結果から、アプリケーションニュース01-00316-JPと同様に各ビールを分類することができました。

表1 分析条件

Model	: GCMS-QP2020 NX	Loading	: 0.1 min
Autosampler	: HS-20 NX	Pressurization Time	: 10 min
[HS conditions]		Dry Purge Time	: 3 min
Mode	: Trap (Tenax®TA 60/80 mesh)	Injection Time	: 5 min
Multi Injection Times	: 5	Needle Flush Time	: 5 min
Oven Temperature	: 60 °C	[GC conditions]	
Sample Line Temperature	: 100 °C	Injection Mode	: split
Transfer Line Temperature	: 100 °C	Split Ratio	: 5
Trap Cooling Temperature	: -10 °C	Carrier Gas	: He
Trap Heating Temperature	: 280 °C	Carrier Gas Control	: 圧力 (83.5 kPa)
Trap Waiting Temperature	: 25 °C	Column	: InertCap Pure-wax (30 m × 0.25 mm I.D. 0.25 μm)
Vial Pressure	: 80kPa	Column temp	: 50 °C (5 min) - 10 °C/min - 250 °C (10 min)
Dry Purge Pressure	: 60kPa	[MS conditions]	
Vial Heat-retention Time	: 30 min	Ion source temp	: 200 °C
Vial Pressurization Time	: 1 min	Interface temp	: 250 °C
Vial Pressurization Equilibrating Time	: 0.1 min	Acquisition mode	: Scan/SIM
Loading Time	: 1 min	Event time	: 0.3 sec(Scan), 0.2 sec(SIM)
		m/z range	: m/z=35-400 (Scan)
			表2参照 (SIM)

表2 ビールの重要成分のSIM測定結果一覧

化合物	においの質	m/z	SIM測定の面積比平均 (n=3)						
			Ale 1	Ale 2	Barrel aged	IPA	Lager 1	Lager 2	White Ale
Ethyl acetate	pineapple	43.0	16.5	16.3	23.0	18.1	17.2	17.0	23.2
Isobutanol	wine, solvent, bitter	43.1	2.7	2.0	3.0	3.5	2.2	2.4	3.9
Isoamyl acetate	banana	87.1	0.4	0.4	0.2	0.3	1.2	0.8	1.0
Isoamyl alcohol	whiskey, malt, burnt	70.1	18.5	15.4	14.5	19.8	18.0	16.0	20.9
Ethyl hexanoate	apple peel, fruit	70.0	0.3	0.3	0.7	0.5	0.3	0.2	0.5
Ethyl octanoate	fruit, fat	127.0	1.3	0.8	2.0	1.3	1.2	0.7	1.6
2-Phenylethanol	honey, spice, rose, lilac	92.0	2.6	2.3	2.0	2.8	2.5	1.9	2.3

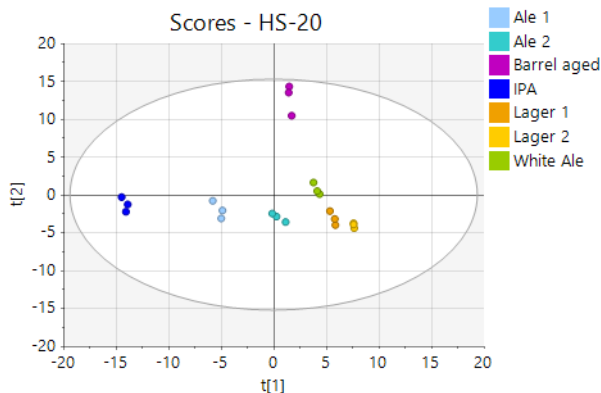


図4 HS-20で測定した結果のスコアプロット

<謝辞>

本測定を行うにあたり、ご協力いただいた有限会社 二軒茶屋餅角屋本店(伊勢角屋麦酒) 鈴木成宗社長、山宮拓馬氏、Far Yeast Brewing 株式会社 山田司朗社長、細貝洋一郎取締役に感謝いたします

GCMS-QP、ASSPおよびSmart Aroma Database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。SIMCA は、Sartorius Stedim Data Analytics AB 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

01-00317-JP 初版発行：2022年2月

島津コールセンター ☎ 0120-131691