

香気成分と加熱温度の関係性評価 -電子タバコリキッドの加熱発生ガス分析-

中筋 悠斗、石井 寿成

ユーザーベネフィット

- ◆ 香気分析用データベースのSmart Aroma Database™を用いることで簡単に香気成分の定性分析が可能です。
- ◆ HS-20 NXを用いることにより、簡便なサンプル前処理で分析できます。
- ◆ HS-20 NXは300℃までの高温加熱が可能のため、幅広い温度域においてサンプルからの発生ガス分析が可能です。

■はじめに

電子タバコは近年、日本でも人気が高まってきています。電子タバコはタバコ葉を使用せず、グリセリンやプロピレングリコールに香料等が添加された電子タバコリキッド (e-liquid) を加熱して使用されます。海外ではニコチンを含んだe-liquidもありますが、日本では薬事法による規制のためニコチン入りのe-liquidは販売が禁止されており、主に様々なフレーバーの香りを楽しむために使用されています。

香りを構成する香気成分は成分ごとに蒸気圧が異なるため、温度に応じて気化する香気成分の比率が変化します。このため、e-liquidの香りは温度に応じて変化することが予想されます。このような香りや香気成分の関係性を客観的に評価するためには、GC/MS法による分析が有効です。本稿では、Smart Aroma Databaseおよびヘッドスペースサンプリングを使用することで、実条件に近い環境を再現しながら、試料の希釈なしの簡単な方法で香気成分を分析しました。



図1 GCMS-QP™2020 NX + HS-20 NX + AOC-30i

■装置構成および分析条件

装置にはガスクロマトグラフ質量分析計GCMS-QP2020 NXにヘッドスペースサンプラーHS-20 NXを接続した構成を使用しました。分析条件はSmart Aroma Database専用の分析メソッドを使用しました。

電子タバコリキッドの加熱温度に近い条件で分析するため、ヘッドスペースサンプラーの設定を段階的に条件を変化させて連続分析できるプログレスモードとし、バイアル保温温度を増分20℃で、150℃~270℃の範囲でデータを取得しました。

試料には市販のフルーツフレーバーのe-liquidを使用し、ヘッドスペースサンプラー用クリンプバイアル (PN: 227-34140-01) 内に1 mgを直接秤量しました。バイアルキャップには耐熱クリンプキャップ (PN: S225-40950-91) を使用し、セプタムには高耐熱セプタム (PN: S225-40956-02) を使用しました。

表1 分析条件

GC-MS分析条件	
モデル	: GCMS-QP2020 NX
カラム	: SH-I-5Sil MS
注入モード	: スプリット
スプリット比	: 10
キャリアガス	: He
イオン源温度	: 200 °C
インターフェイス温度	: 250 °C
測定モード	: Scan
HS分析条件	
モード	: ループ (1ml)
分析モード	: プログレス (増分20℃)
バイアル保温温度	: 150~270 °C
トランスファーライン温度	: 280 °C
サンプルライン温度	: 280 °C
バイアル加圧圧力	: 100 kPa
加圧時間	: 0.5 min
ロード時間	: 0.5 min
注入時間	: 0.5 min
ロード平衡化時間	: 0.1 min

■結果

得られた結果をSmart Aroma Databaseによって解析したところ、香気成分が47成分同定されました。次に、香気成分のピーク面積と温度の関係性を調べるため、得られた各成分の面積値を標準化し、統計解析ソフトウェアのRを使用してクラスター分析を行い、図2のようなヒートマップを作成しました。バイアル内のe-liquidの蒸気圧はバイアル保温温度の上昇に伴って大きくなるため、図2には各バイアル保温温度におけるバイアル内の蒸気圧を測定し算出した、加圧ガスによる希釈率によって面積値を補正した値を使用しました。

図2の各成分の面積値とバイアル保温温度の関係を表したヒートマップからは温度と成分の関係が一目で読み取れます。全体から、バイアル保温温度の上昇に伴って発生ガス中の香気成分の量が増加する傾向が確認でき、特に210℃からの増加が顕著である事が見取れます。一方で、温度に応じた香気成分量の変化は詳細に見ると成分毎に様々であることも分かります。

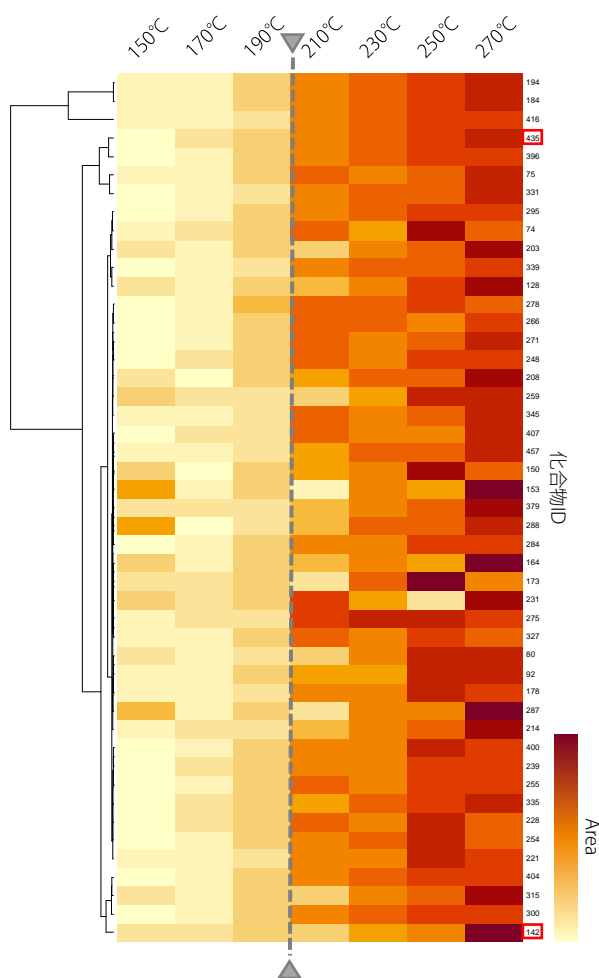


図2 香気成分の面積値とバイアル保温温度の関係

■ 香気の特長の変化

図2中に赤枠で示したように異なるクラスターに分類されたRaspberry ketoneおよびBenzonitrileの2成分について、温度に応じた定量イオンピーク的面積値の変化を図3に示しました。面積値は図2の解析と同様に加圧ガスによる希釈率を考慮して補正した値を使用しました。図3を見るとRaspberry ketoneについては、温度上昇に伴って徐々にピーク面積が大きくなる傾向が確認できますが、その変化は210℃付近を境に落ち着くことが分かります。一方で、Benzonitrileについても同様に、温度上昇に伴って徐々にピーク面積値が増加していく様子が確認できますが、270℃付近で急激に面積値が大きくなることを確認でき、2成分の面積値の増加の仕方は異なることが分かりました。

Smart Aroma Databaseには香気成分の官能情報も登録されており、Raspberry ketoneはラズベリーのような香り、Benzonitrile腐ったような香りである事が分かります。この官能情報と図3の結果を併せて考えると、210℃までの温度上昇に伴ってラズベリーのような香りが強まっていく一方で、さらに温度が上昇し270℃近くになると腐ったような香りが急激に強まることが推測されます。このように香気成分の変化と官能情報を紐付ける事によって、戦略的な香りの設計、評価に応用ができると考えられます。

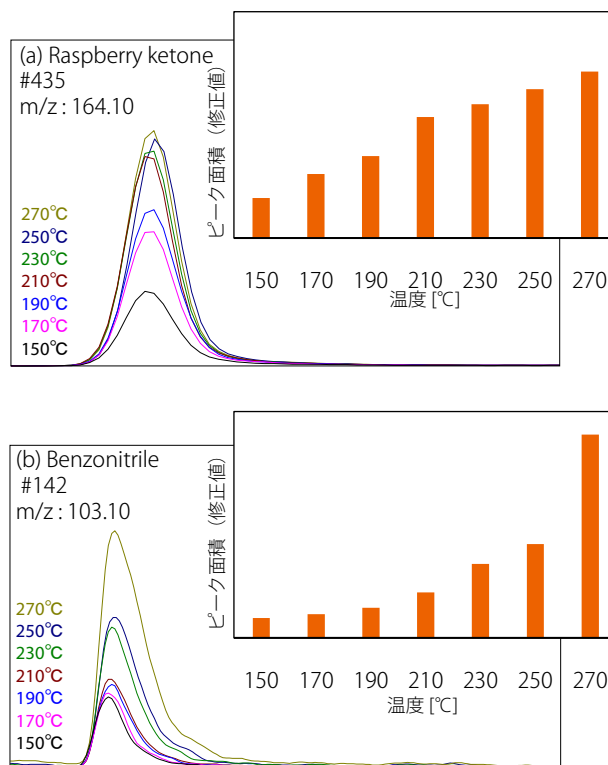


図3 温度と香気成分の定量イオンピーク面積の関係の例

■ まとめ

本アプリケーションニュースでは、ガスクロマトグラフ質量分析計GCMS-QP2020 NXとヘッドスペースサンブラHS-20 NXを使用して、e-liquid発生ガス中の香気成分と温度の関係の評価しました。

このシステムを用いる事でe-liquidに限らず、様々な化学品や食品などについて幅広い温度域で簡単に分析することができます。また、香気成分分析用データベースのSmart Aroma Databaseによって、簡単に香気成分の分析を行うことが可能です。加えて、香気成分の官能情報も登録されているため、香気成分の分析結果と官能情報を結び付けることによって、効率的な香りの設計、評価が期待できます。



図4 Smart Aroma Database™のイメージ

Smart Aroma DatabaseおよびGCMS-QPは、株式会社島津製作所またはその関係会社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

01-00353-JP 初版発行：2022年3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, 2022