

加熱脱着GC/MSによる冷凍エビのにおい成分の分析

Analysis of Flavor in Frozen Shrimp Using Thermal Desorption-GC/MS

食品のにおいは、味や風味、鮮度等に係わる重要な要素です。従来、においの分析ではサンプルを加熱して揮発したガスを分析するヘッドスペース法が広く用いられてきました。ヘッドスペース法では目的成分を気相に移行させるために試料加熱を行います。しかしながら、生鮮食品は、加熱することで試料変性の恐れがあります。ヘッドスペース法で加熱温度を下げることは可能ですが感度も

低下します。熱変性の恐れがある試料の分析では、室温付近の温度で揮発したガスを濃縮できる加熱脱着法が有効です。本アプリケーションニュースでは、室温で揮発する微量のにおい成分の分析例として冷凍エビのにおい成分の分析を紹介しました。

Y. Saito

分析概要

Outline of Analysis

1 サンプリング

におい成分を捕集しました。

2 試料導入

におい成分をGC/MSに導入しました。

3 データ解析

3-1 定性分析

マススペクトルからにおい成分を同定しました。

3-2 発生ガスの定量分析

同定した成分について、既知濃度の標準試料

を用いて検量線を作成し、発生量を計算しました。

1 サンプリング

Sampling Method

冷凍した試料5 gをバイアルビンに封入し、30分間室温に放置してバイアルビン内で解凍しました。窒素ガスを毎分100 mL/minにて送り込み、追い出されたガス500 mLを捕集管に通過させることで、充填した吸着剤に測定対象物質をトラップし、におい成分を濃縮しました。本分析ではトリメチルアミンのため、CarbotrapB+Carboxen1000を充填した捕集管(SHIMADZU PN223-57474-91)を使用しました。加熱脱着法で頻繁に使われているTENAX-TAを充填した捕集管はトリメチルアミン類の保持力が弱く、破過(ブレイクスルー)が懸念されます。捕集管の種類は、測定対象成分により使い分ける必要があります。

2 試料導入

Sample Introduction

冷凍エビのにおい成分を加熱脱着法にて分析しました。分析条件をTable 1に示しました。加熱脱着法とは揮発成分を捕集した捕集管を装置に装着し、捕集した揮発性成分を加熱脱着しGC/MSに導入する方法です。捕集管からの脱着時に、揮発性化合物のサンプル幅(バンド幅)が広がるため、通常、2次トラップ部を設けて揮発性化合物を冷却再濃縮し、バンド幅を狭くし、ガスクロマトグラフィによる高分離を実現しています。加熱脱着法における試料導入の概念図をFig. 2に示しました。

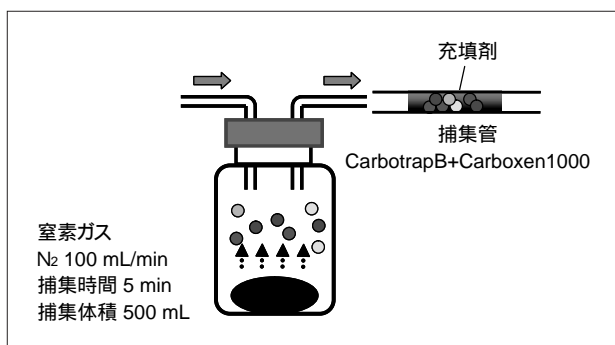


Fig. 1 サンプリング法の概念図
Schematic Diagram of Sampling Method

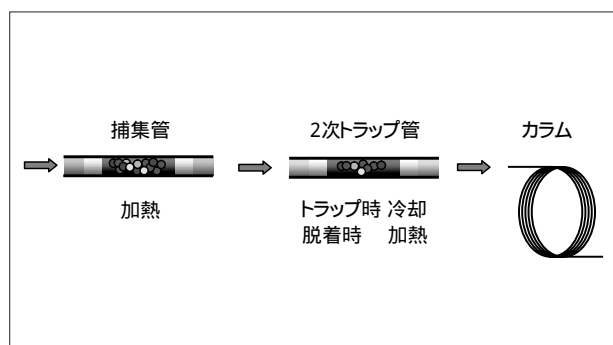


Fig. 2 加熱脱着法における試料導入の概念図
Schematic Diagram of Thermal Desorption

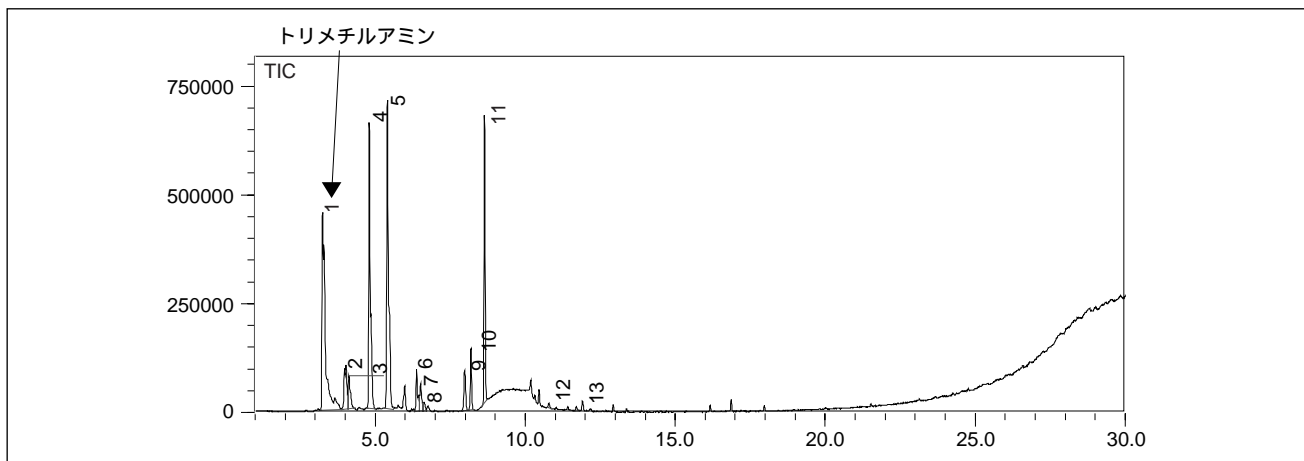


Fig. 3 冷凍エビのトータルイオンクロマトグラム
TIC of Frozen Shrimp

3 データ解析

3-1 定性分析

Qualitative Analysis

冷凍エビ分析結果のトータルイオンクロマトグラムをFig.3に示しました。

主要なピークをNIST08のデータベースを用いたシミュリティ検索により同定しました。同定結果を、Table 2に示しました。トリメチルアミン、二硫化炭素、硫化ジメチルなどの成分が確認されました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

-TD-	
Model	: TD-20
Desorp Temp.	: 250 °C
Desorp Flow Rate	: 60 mL/min
Desorb Time	: 10 min
1st Trap Tube	: CarbotrapB+Carboxen1000 (SHIMADZU PN223-57474-91)
2nd Trap	: TENAX-TA (SHIMADZU PN223-54144-91)
Trap Low Temp.	: -20 °C
Trap High Temp.	: 250 °C
Valve Temp.	: 230 °C
Line Temp.	: 250 °C
IF Temp.	: 230 °C
Model : GCMS-QP2010 Plus	
-GC-	
Column	: RESTEK Stabilwax (60 m × 0.32 mm I.D. df = 0.5 μm)
Column Temp.	: 40 °C (2 min) - 8 °C/min - 250 °C (15 min)
Carrier Gas	: He (Constant Linear Velocity Mode)
Linear Velocity	: 36 cm/s
Injection Method	: Split
Split Ratio	: 15:1
-MS-	
Interface Temp.	: 230 °C
Ion Box Temp.	: 200 °C
Ionization Method	: EI
Scan Range	: m/z 35 - 550
Scan Interval	: 0.5 s

Table 2 シミュリティ検索による同定結果
Result of Similarity Search

Peak	compound name
1	Trimethylamine
2	Carbon disulfide (CS ₂)
3	Dimethyl sulfide
4	Acetone
5	Tetrahydrofuran(THF)
6	Isopropyl alcohol
7	Chloromethoxymethane
8	Ethanol
9	Acetonitrile
10	Chloroform
11	Toluene
12	1-Butanol
13	Pyridine

3-2 発生ガスの定量分析

Quantitative Analysis of Generated Gas

ピーク番号1(保持時間3分付近)に検出したトリメチルアミンについて発生ガス量の定量分析を試みました。

メタノールにて希釈したトリメチルアミンの標準試料を、捕集管に0.1, 0.3, 1 μg相当添加し、サンプルと同様に測定しました。m/z 58のマスキングクロマトグラムの面積値を用いて検量線を作成しFig. 4に示しました。定量計算の結果、捕集した500 mLあたり1 μgと算出されました。

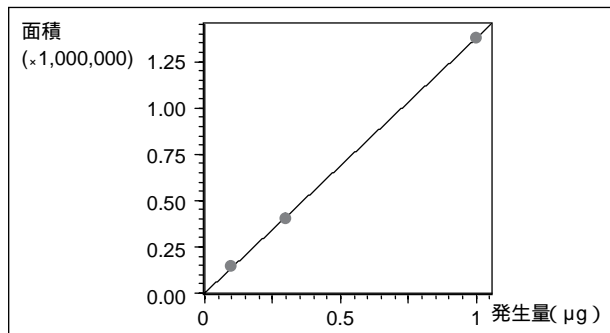


Fig. 4 トリメチルアミンの検量線 (m/z 58)
Calibration Curve of Trimethylamine

初版発行：2010年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎0120-131691(携帯電話不可)
●携帯電話専用番号(075)813-1691

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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

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/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。