

Application News

No. M278A

GC/MS

ITEX DHS を用いた白ワイン香気成分の高感度分析

食品や飲料中の香気成分の分析には、定性能力の優れたガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS) が使用されます。また、その試料導入にはサンプリングが簡便な SPME (固相マイクロ抽出法) や HS (ヘッドスペース) 法が使用されることが多くなっています。しかし、こうした試料導入方法では、一部香気成分の分析において、感度が不足する問題が生じることがあります。

今回、多機能オートサンプラー AOC-6000 の新たな試料導入オプションとして、ITEX DHS (インチューブ ダイナミックヘッドスペース) 法が開発されました。ITEX DHS はシリンジ内の吸着剤にバイアルのヘッドスペース成分を濃縮することで、従来のヘッドスペース法に比べ高感度に分析することが可能です。

本アプリケーションニュースでは、ITEX DHS を用いて、白ワイン香気成分の分析を行いましたので、その結果を報告します。

K. Kawamura

先端に充填されている吸着剤に濃縮させます。その後、GC 注入口上部で、吸着材を加熱し、揮発性有機化合物を GC 注入口に導入し分析します (図 1)。抽出時のポンピングの回数を増やすことで、従来の HS 法に比べ高感度化が可能です。

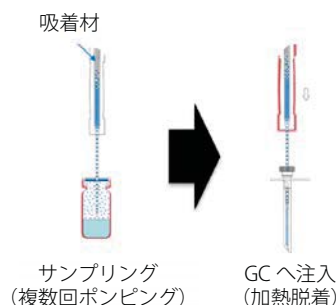


図 1 ITEX DHS の試料導入

■ ITEX DHS を用いた試料導入

ITEX DHS は、加温したバイアルのヘッドスペース部をシリンジで複数回ポンピングすることで、揮発性成分をシリンジ

■ 試料と分析条件

市販の白ワイン 10 mL を、20 mL バイアルビンに充てんし測定試料としました。使用装置をおよび分析条件を表 1 に示します。なお、比較のため、HS 法でも分析を実施しました。

表 1 分析条件

GCMS	: GCMS-QP™2020		
オートサンプラ	: AOC-6000		
カラム	: DB-WAXetr (長さ 60 m、0.25 mm I.D.、df=0.25 μm)		
ITEX DHS 条件		HS 条件	
Trap	: Tenax® TA	Incubation Temp.	: 60 °C
Pre Cleaning Temp.	: 270 °C	Incubation Time	: 10 min
Pre Cleaning Time	: 5 min	Agitator Speed	: 500 rpm
Incubation Temp.	: 60 °C	Syringe Temp.	: 90 °C
Incubation Time	: 10 min	Injection Flow Rate	: 10 mL/min
Agitator Speed	: 500 rpm	Injection Volume	: 500 μL
Syringe Temp.	: 90 °C		
Trap Temp.	: 40 °C		
Extraction Strokes	: 50		
Extraction Volume	: 1000 μL		
Desorb Temp.	: 250 °C		
Desorb Flow Rate	: 100 μL/s		
Injection Volume	: 500 μL		
GC 条件		MS 条件	
気化室温度	: 250 °C	インターフェース温度	: 230 °C
注入モード	: スプリット (スプリット比 15)	イオン源温度	: 200 °C
ページ流量	: 5.0 mL/min	イオン化法	: EI
制御モード	: 線速度一定 (45 cm/sec)	測定モード	: Scan
カラムオープン温度	: 40 °C (3 min) → 10 °C/min → 250 °C (3 min)	イベント時間	: 0.3 秒

■分析結果

HS と ITEX DHS の分析結果を図 2 に示します。HS では、アルコール類、エステル類、カルボン酸類などの主要成分のみ検出されましたが、ITEX DHS では、それ以外の微量成分のピークも検出されました。ピークとしては、アルコール類、エステル類、カルボン酸類の他、アルデヒド類やフラノン類、硫黄系化合物などが検出されました。また、ITEX DHS は、抽出時のポンピング回数を増やすことで、さらに感度を向上させることができます。図 3 に、硫黄臭の Dimethyl disulfide と、樽香として知られる Furfural の HS と ITEX DHS の各ポンピング回数でのピーク面積の比較を示します。

■まとめ

揮発性成分を濃縮可能な ITEX DHS を用いることで、従来の HS では検出の難しい微量成分も高感度に分析することができます。

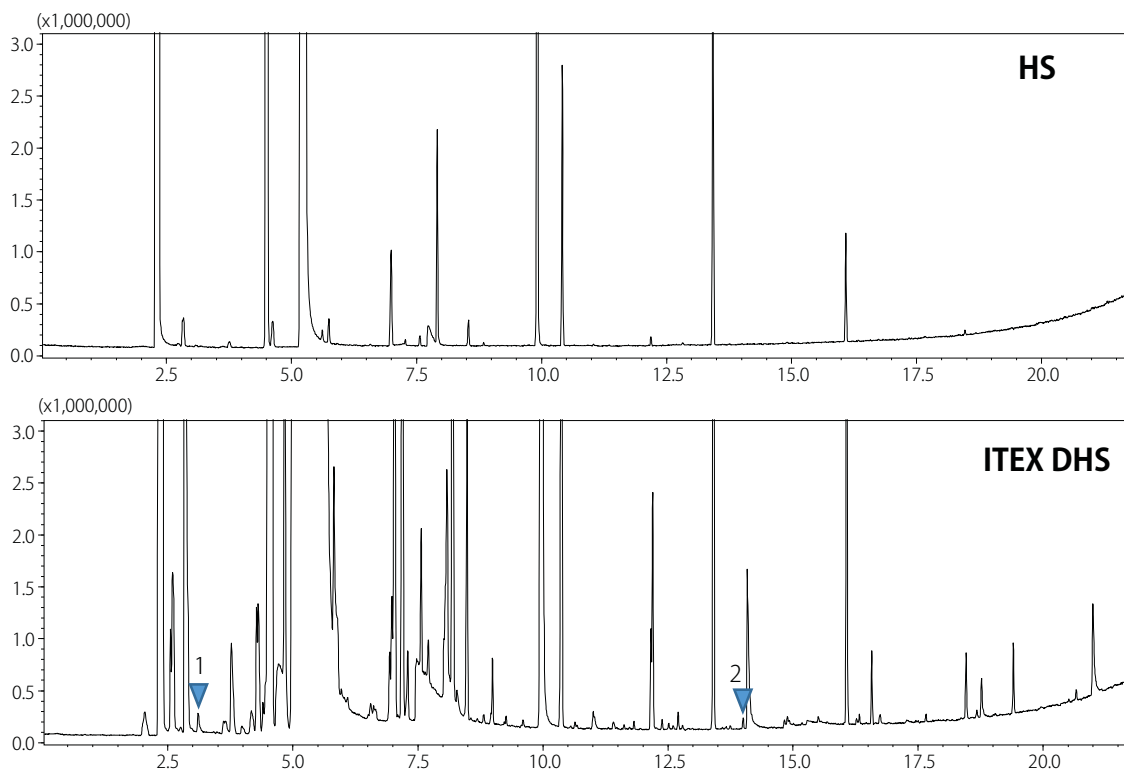


図 2 HS と ITEX DHS の TIC 比較

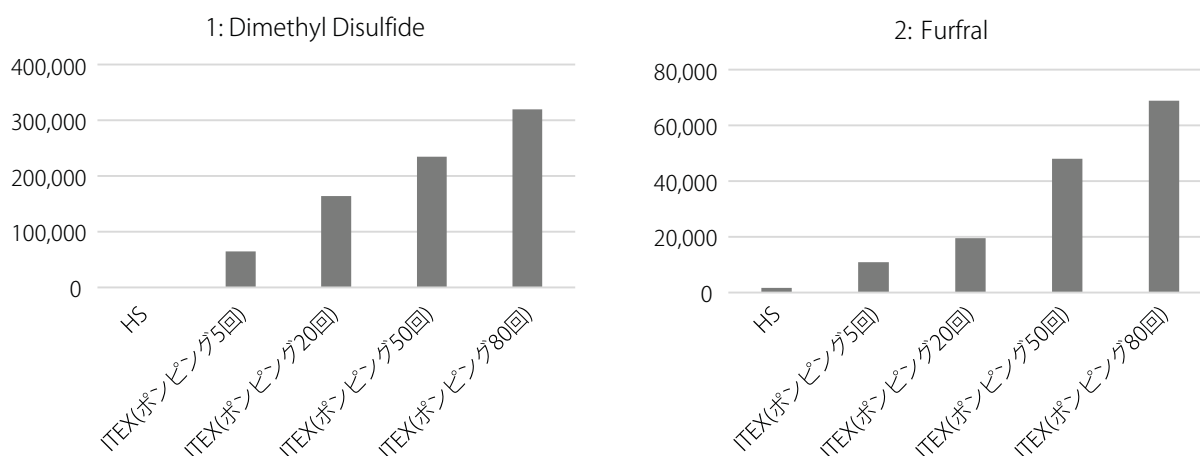


図 3 HS と ITEX DHS の各ポンピング回数でのピーク面積の比較

GCMS-QP は、株式会社 島津製作所の商標です。
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

初版発行：2018年11月
A改訂版発行：2019年10月

島津コールセンター ☎0120-131691
(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。