

Application News

No. M288

ガスクロマトグラフィー

GCMS™と GC-SCD を組み合わせた食品 におい分析への新たなアプローチ (1)

食品のにおい分析では、定性能力に優れた GCMS が使用されます。一方で、硫黄化合物は微量でもにおいに寄与するため、GCMS では感度や他成分との分離の面で、検出が困難な場合があります。本実験では、網羅的なにおい成分の定性を得意とする GCMS と硫黄化合物のみを高感度かつ選択的に検出することができる GC-SCD を組み合わせた食品のにおい分析の検討を行いました。

検討方法は、食品の中でも特ににおいの強いキムチをサンプルとして、保存した袋から外気に移るにおいの分析を行いました。

Y. Takemori, K. Kawamura, T. Ishii

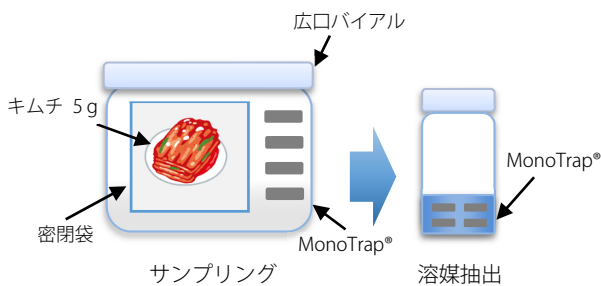


GCMS-QP™2020 NX + Nexis™ SCD-2030 の外観

■ 試料と分析方法

市販のキムチをサンプルとして、以下の手順で試料を準備しました。

- ① キムチ 5g を袋 (ポリエチレン) に入れ密閉する。
- ② ①と MonoTrap® (DCC-18、GL サイエンス) 4 個を広口バイアルに入れ密封する。
- ③ 室温で 2 時間放置する。
- ④ MonoTrap® を広口バイアルより取り出す。
- ⑤ ④をジエチルエーテル/n-ペンタン混合液 (1:1) 1 mL により抽出を行う。



■ 分析条件

本実験の GC 装置構成および分析条件を表 1 に、GCMS 装置構成および分析条件を表 2 に示しました。

表 1 GC 装置構成および分析条件

Model	: Nexis GC-2030/SCD-2030
Injection Volume	: 1 µL
Injection	: SPL
Injection Temp.	: 250 °C
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1 : 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 圧力一定 (44.5 kPa)
Column	: InertCap® 5MS/Sil (30 m×0.32 mm I.D., 0.50 µm)
Column Temp.	: 50 °C (5 min) – 10 °C/min – 250 °C (10 min)
Detector	: 化学発光硫黄検出器 (SCD)
Interface Temp.	: 200 °C
Electric Furnace Temp.	: 850 °C
Detector Gas	: H ₂ 80.0 mL/min N ₂ 40.0 mL/min O ₂ 10.0 mL/min O ₃ 25.0 mL/min

表 2 GCMS 装置構成および分析条件

Model	: GCMS-QP2020NX
GC	
Injection Volume	: 1 µL
Injection	: SPL
Injection Temp.	: 250 °C
Injection Mode	: スプリット
Split Ratio	: 1 : 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 圧力一定 (44.5 kPa)
Column	: InertCap® 5MS/Sil (30 m×0.32 mm I.D., 0.50 µm)
Column Temp.	: 50 °C (5 min) – 10 °C/min – 250 °C (10 min)
MS (EI 法)	
Ion Source Temp.	: 200 °C
Interface Temp.	: 250 °C
Ionization Mode	: EI
Measurement Mode	: Scan
Event Time	: 0.3 秒

■分析結果

図1にGC-SCDのクロマトグラム、図2にGCMSのトータルイオンクロマトグラム（TIC）を示しました。GC-SCDにより、8種類の硫黄化合物を選択的かつ高感度に分析することが出来ました。一方、GCMSのスキャン分析では、4種類の硫黄成分が検出でき、加えてアルコール類、ケトン類等のその他化合物を検出することが出来ました。表3に本実験で検出された硫黄化合物を示します。本結果から、GCMSではおい成分を網羅的に検出できた一方、GC-SCDでは微量の硫黄化合物を検出することが出来ました。

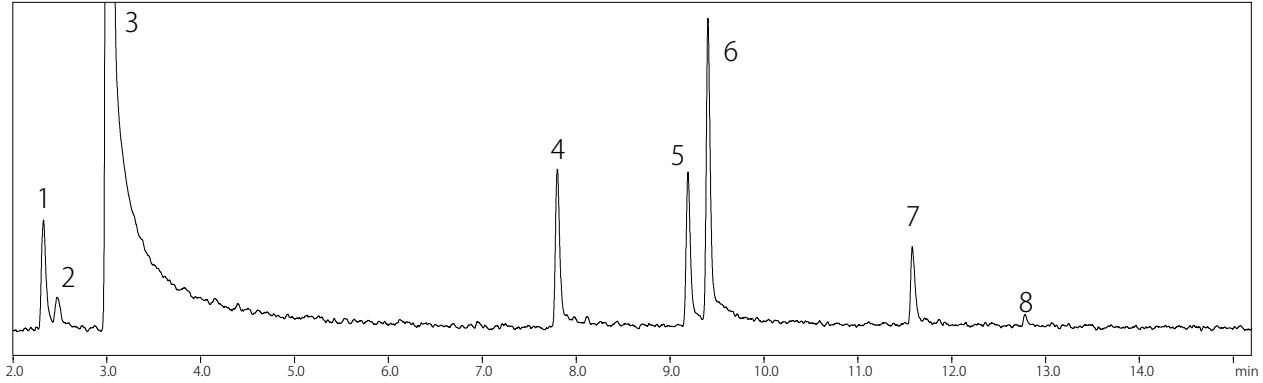


図1 GC-SCDのクロマトグラム

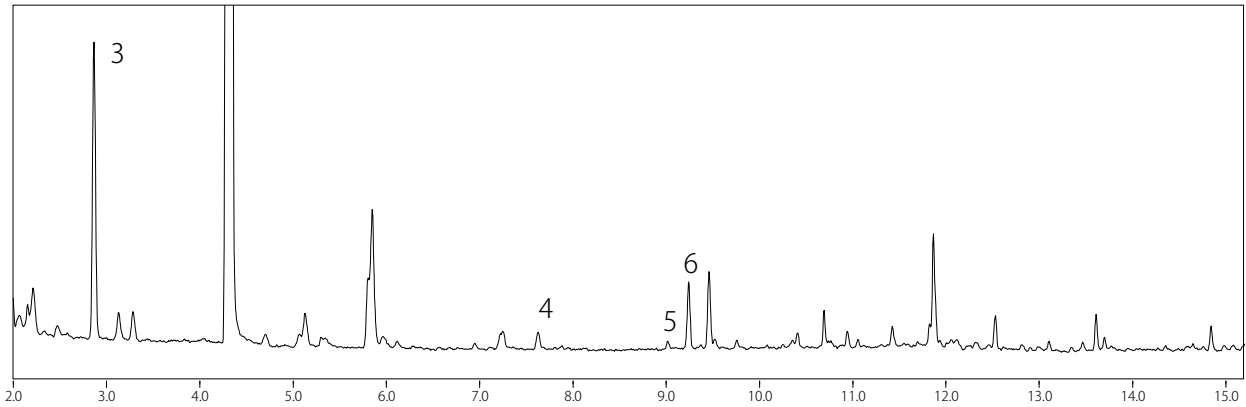


図2 GCMSのトータルイオンクロマトグラム

表3 検出した硫黄化合物

ID	Compound Name	ID	Compound Name
1	Allyl Methyl Sulfide	5	Dimethyl trisulfide
2	S-methylthioacetate	6	4-Isothiocyanato-1-butene
3	Dimethyl disulfide	7	Diallyl disulfide
4	Allyl Methyl Disulfide	8	Trisulfide, methyl 2-propeny

■まとめ

GC-SCDおよびGCMSを使用し、キムチを保存した袋から外気へ漏れるにの分析を行い、8種類の硫黄化合物を検出することが出来ました。GC-SCDとGCMSの組み合わせにより、硫黄化合物同定を容易にでき、微量の硫黄成分も検出することが出来ました。

GCMS、GCMS-QP、および Nexis 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。
MonoTrap および InertCap は、ジーエルサイエンス株式会社の日本における登録商標です。

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：2020年1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。