

## GC-MS Application Datasheet No.39

GC-MSと多機能注入口(OPTIC-4)による  
モノリス捕集剤(MonoTrap)を使用した桃ジュース香気成分の分析

加熱脱着機能を有するOPTIC-4は、注入口のライナー部に捕集剤をセットし、加熱脱着を行うことのできる多機能注入口です。新規捕集剤MonoTrapとの組み合わせで、香気成分の高感度分析を実現できます。

MonoTrapは、独自の多孔性高純度シリカのモノリス構造体であり、大きな表面積による捕集能力によって微量成分を濃縮する全く新しい捕集ツールです。豊富な吸着材の種類により、極性の化合物を含めた多くの化合物を効率良く濃縮することができ、超高感度分析が可能となります。この手法をMonolithic Material Sorptive Extraction(MMSE法)として、GC-MSの前処理として応用しました。今回は、グラファイトカーボンとオクタデシル基のハイブリッドタイプであるMonoTrap RGC18 TD(加熱脱着用)を使用し、桃ジュースの香気成分を濃縮し、高極性キャピラリーカラムで分析を行いました。

## 実験

## 捕集

市販の桃ジュース30 mLとMonoTrap RGC18 TDを40 mLバイアルに入れ、室温で1時間攪拌サンプリングします。

## 分析

MonoTrapをバイアルから取りだし、表面を軽く水洗いして専用ライナーに入れた後、OPTIC-4にセットして加熱脱着します。



MonoTrap RGC18 TD  
Cat.No.1050-74201  
(ジーエルサイエンス製)



専用ライナー  
Cat.No.1003-75001  
(ジーエルサイエンス製)

Table 1 分析条件

## 装置

|               |   |
|---------------|---|
| Injection(TD) | : OPTIC-4 (ATAS GL International BV, Eindhoven, the Netherlands)          |
| GC-MS         | : GCMS-QP2010 Ultra (Shimadzu).   |
| Column        | : InertCap Pure-WAX (0.25 mm x 30 m, df=0.25 $\mu$ m (GL Sciences, Japan) |

## [Injector]

|             |  |
|-------------|--|
| 加熱脱着温度      | : 40 °C $\rightarrow$ (50 °C/秒) $\rightarrow$ 200 °C |
| キャリアガス      | : ヘリウム   |
| カラム流量       | : 1.0 mL/分   |
| スプリット流量     | : 1:10   |
| クライオフォーカス温度 | : トラップ時 -160 °C<br>導入時 250 °C                        |

## [GC]

|            |   |
|------------|---|
| カラムオープン温度: | 40 °C (5分) $\rightarrow$ (4 °C/分) $\rightarrow$ 250 °C $\rightarrow$ (5分) |
|------------|---|

## [MS]

|            |                  |
|------------|------------------|
| インターフェース温度 | : 250 °C         |
| イオン源温度     | : 200 °C         |
| 溶媒溶出時間     | : 0.5 分          |
| データ採取時間    | : 1.0 – 60分      |
| 測定モード      | : TIC            |
| 質量範囲       | : $m/z$ 30-600   |
| 検出器電圧      | : +0.87 kV (絶対値) |

## 結果と考察

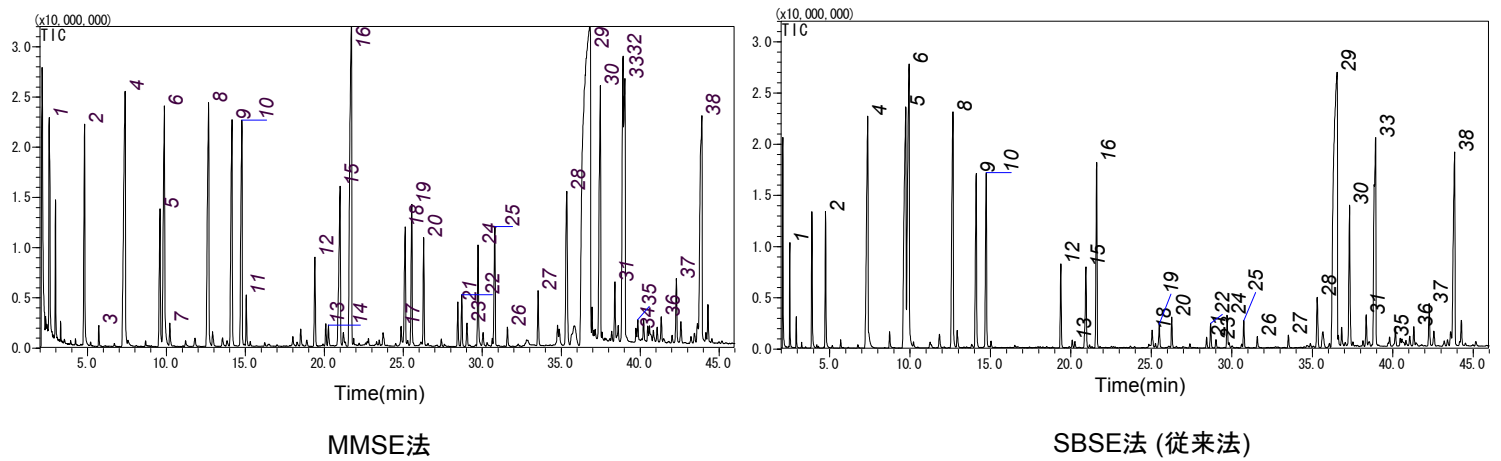


Fig. 1 MonoTrapを使用したMMSE法と、従来法(SBSE法)のクロマトグラムの比較

|                         |                                     |  |                              |
|-------------------------|-------------------------------------|--|------------------------------|
| 1. Ethyl Acetate        | 11. 2-Isopropyl-4-methylthiazole    | 20. Benzyl acetate                                     | 29. delta-Undecalactone      |
| 2. Ethyl butanoate      | 12. Octyl acetate                   | 21. cis-Geraniol                                       | 30. delta-Decalactone        |
| 3. Butyl acetate        | 13. Benzaldehyde                    | 22. beta-Damascenone                                   | 31. Eudesm-7(11)-en-4-ol     |
| 4. Isoamyl acetate      | 14. 2-Methyl-4-propyl-1,3-oxathiane | 23. 5-Methyl-2-(1-methyl-1-sulfanylethyl)cyclohexanone | 32. Ethyl caproate           |
| 5. D-Limonene           | 15. p-Menthan-2-one                 | 24. trans-Geraniol                                     | 33. delta-Undecalactone      |
| 6. Isobutyl isovalerate | 16. beta-Linalool                   | 25. gamma-Butylbutyrolactone                           | 34. n-Decanoic acid          |
| 7. 2-Hexenal            | 17. 2-Methylbutanoic acid           | 26. beta-Ionone beta-Ionone                            | 35. delta-Hexylvalerolactone |
| 8. Hexyl acetate        | 18. gamma-Caprolactone              | 27. gamma-n-Amylbutyrolactone                          | 36. gamma-Dodecalactone      |
| 9. 3-Hexenyl Acetate    | 19. Terpineol                       | 28. Triacetin  | 37. delta-Dodecalactone      |
| 10. 2-Hexenyl Acetate   |                                     |  | 38. Nootkatone               |

Fig.2は、SBSE法によって得られた各成分のピーク面積値を1として、MMSE法との感度比較を表したものです。MonoTrap RGC18 TDは、グラファイトカーボンとオクタデシル基のハイブリッドであるため、PDMSをコーティングした攪拌子を使用するSBSE法に比べ、極性の化合物に対して捕集効果が高く、高感度に分析することができました。

$\gamma$ -Caprolactone(18)や2-Isopropyl-4-methylthiazole(11)など、含S化合物やラクトン類などにおいて特に優位性が認められます。ラクトン類は、桃をはじめフルーツや乳製品に含まれる甘い香りを呈する成分です。2-Isopropyl-4-methylthiazoleはフルーツや野菜のフレーバーとして用いられます。

ソルゲル法によるモノリステクノロジーは京都大学曾我先生、中西先生により開発された日本発の新技術です。  
H. Minakuchi, K. Nakanishi, N. Soga, N. Ishizuka, N. Tanaka, Anal. Chem. 1996, 68, 3498-3501.  
Nakanishi, K., Pore structure control of silica gels based on phase separation. J. Porous Materials, 4 (1997) 67

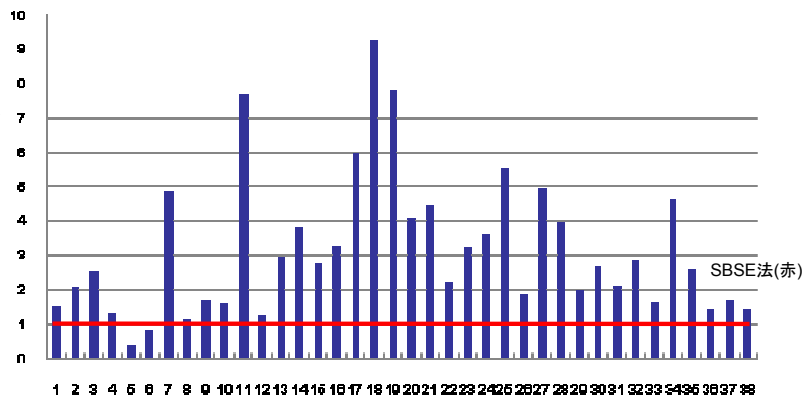


Fig. 2 MMSE法と、従来法(SBSE法)の感度比較

## まとめ

モノリス型捕集剤MonoTrapを用いたMMSE法によって、微量の香気成分を簡単な手順で高濃縮することができました。高感度である要因として、高濃縮だけではなく、MonoTrapの母体シリカ骨格に含まれるグラファイトカーボンによる吸着効率の向上に加え、不活性処理を施した高極性カラムを使用したこと、さらに、多機能注入口OPTIC-4による効率的な加熱脱着によって、香気成分分析の課題となっていた極性化合物の感度向上を達成することができたと思われます。MMSE法による濃縮と多機能注入口OPTIC-4による組み合わせは、気体中に存在する低濃度化合物の検出やスクリーニングの目的において、SBSE法などの一般的な濃縮法に代わる優れた手法です。

このデータ集は弊社が得た情報および内容のままにご提供するものであり、作成にあたり万全を期していますが、その正確性および特定の目的における有用性について保証するものではありません。弊社は、このデータ集の使用により直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても責任を負えないものであり、その使用により生じた結果および現象については使用者の責任とします。また、このデータ集の内容は将来予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2011 Shimadzu Corporation. All right reserved.

\*Based on monolithic technology, Merck KGaA, Darmstadt, Germany