

## GC-MS Application Datasheet No. 49

## 酒類中の香気成分分析 – ウイスキー

酒類に含まれる香気成分は、その風味を決定し、嗜好を左右するため、官能試験や機器分析による管理がなされています。香気成分の前処理には種々の方法が存在しますが、今回はGC-MS分析でよく用いられるスタティックヘッドスペース法とダイナミックヘッドスペース法を用いてウイスキーの分析を行った結果を紹介します。

スタティックヘッドスペース(HS)法では、フーゼルアルコールや脂肪酸エチルエステル類といった主要な揮発性成分が分析されます。しかし、それぞれの酒類を特徴づける香気成分は濃度が非常に小さいため、ダイナミックヘッドスペース法による濃縮操作が必要となります。

そこで、試料を窒素ガスでバブリングし、追い出された揮発性成分をTenax TAで濃縮捕集後、加熱脱着(TD)法によりGCカラムに導入しました。

## 実験

## HS法

22 mLバイアルに試料を5 mL量り取り、PTFEシート付のシリコンゴムセプタムとアルミキャップをのせ、クリンパで密閉しました。このバイアルをTable 1の条件で分析しました。

Table 1 HS-GC/MS分析条件

HS	:TurboMatrix HS		
GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
カラム	:DB-WAX (長さ60 m, 0.25 mm I.D., df=0.5 μm)		
[HS]	[GC]	[MS]	
注入時間	カラムオープン	インターフェース	:230 °C
オープン温度	気化室温度	イオン源	:200 °C
ニードル温度	注入モード	測定モード	:Scan
トランスファ温度	キャリアガス	質量範囲	:m/z 29-400
サンプルシエーカー	制御モード	イベント時間	:0.3 秒
加圧時間		エミッション電流	:60 μA(標準)
引き上げ時間			
保温時間			
HSキャリアガス圧力			

## TD法

25 mLミゼットインピンジャーに試料を10 mL量り採った後、窒素ガスを50 mL/minで30分間通気し、Tenax TA捕集管(P/N 223-57102-91, 島津製作所)で捕集しました。その後、ドライパージとして捕集管に窒素ガスを50 mL/minで5分間通気し、この捕集管をTable 2の条件で分析しました。

Table 2 TD-GC/MS分析条件

TD	:TD-20		
GC-MS	:GCMS-QP2010 Ultra		
カラム	:DB-WAX (長さ60 m, 0.25 mm I.D., df=0.5 μm)		
[TD]	[GC]	[MS]	
捕集管加熱	カラムオープン	インターフェース	:230 °C
流量	注入モード	イオン源	:200 °C
二次トラップ管	キャリアガス	測定モード	:Scan
トラップ管冷却	制御モード	質量範囲	:m/z 29-400
トラップ管加熱		イベント時間	:0.3 秒
ライン		エミッション電流	:60 μA(標準)
バルブ			
インターフェース			

## 結果

HS法の分析結果をFig. 1に、TD法の分析結果をFig. 2に示します。HS法では主要成分のみが検出されていますが、TD法ではそれ以外の微量成分が多数検出されています。室温でのサンプリングにおいても、捕集管上での濃縮が効率良く行われていることがわかります。

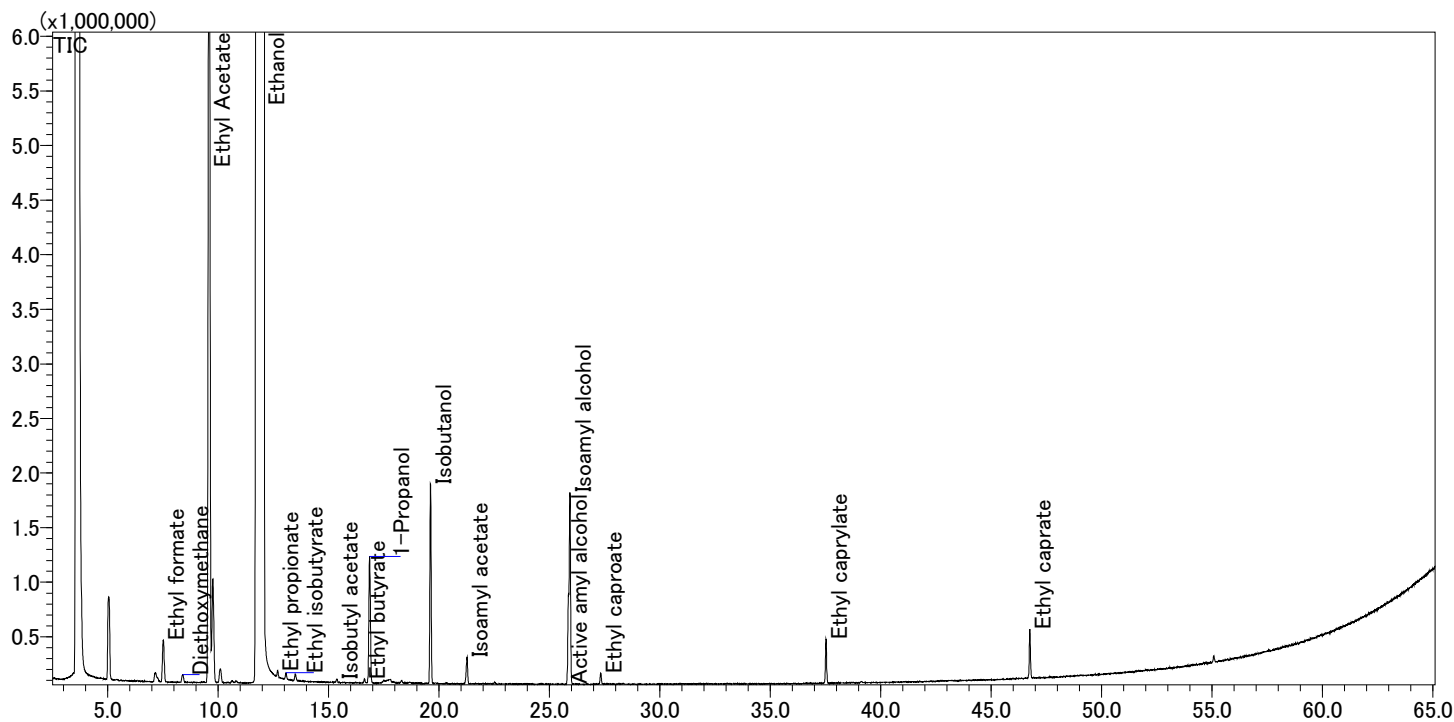


Fig. 1 HS-GC/MSIによるウイスキーのトータルイオンカレントクロマトグラム

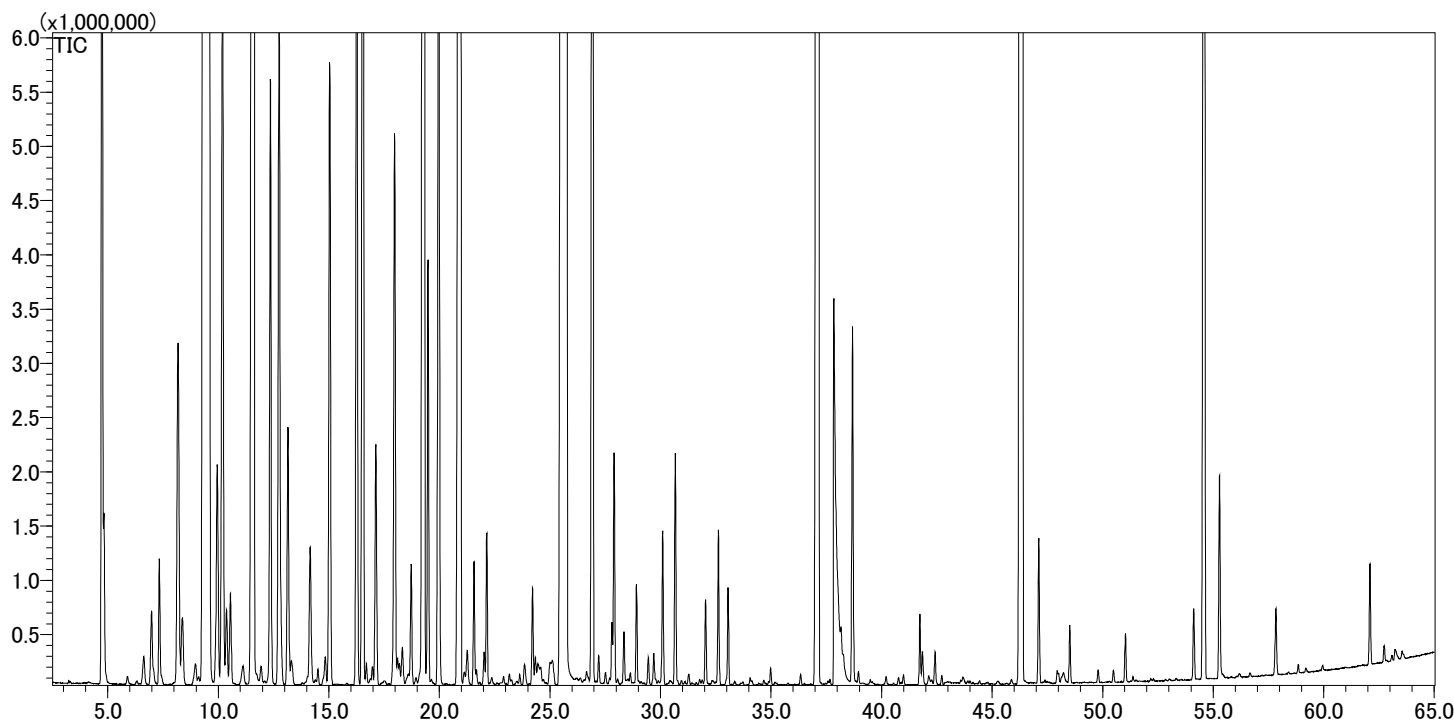


Fig. 2 TD-GC/MSIによるウイスキーのトータルイオンカレントクロマトグラム

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 © 2012 Shimadzu Corporation. All right reserved.