

FF-1 と質量分析装置を用いたにおい分析

はじめに

におい識別装置は、簡単に、においの違いを強度の違いと質の違いに分けて測定でき、ソフトウェアにより、官能値と合わせこむことができます。しかし、そのにおいの違いを引き起こしているにおい物質を特定することができませんので、その部分に付いては、ガスクロマトグラフ質量分析装置（以降 GCMS）との連携が必要になってきます。

FF-1 と GCMS の融合

食品や天然香料などの非常にたくさんの香気成分が含まれる A と B という製品があり、においが違うかどうか不明なときに、初めから GCMS で測定を行っても、ピークが多数検出され、においが違うのかどうかを判断するのが困難な場合があります。「FF-1」でにおいの違いを測定し、違いの有無がはっきりした後で、GCMS により、においの違いの原因物質を特定すると、検討が容易になります。ここではウーロン茶中の異臭を特定する例を示します。

実験内容

正常なウーロン茶と異臭が含まれていると思われるウーロン茶を「FF-1」により測定を行いました。

「FF-1」で異臭が含まれていると確認できたので、GCMS による測定を行い異臭成分を特定しました。

測定条件

FF-1

サンプル

正常なウーロン茶

異臭が含まれていると思われるウーロン茶 1

異臭が含まれていると思われるウーロン茶 2

装置設定

恒温槽温度（センサ室温度） : 60

定常時ガス流量 : 40 ml/min

（窒素 20ml/min 空気 20ml/min）

サンプリング

サンプリング流量 : 165 ml/min

予備サンプリング時間 : 10 s

サンプリング時間 : 180 s

捕集管温度 : 40

捕集管 : 通常用

サンプルは 20ml を 100ml のバブリング瓶に入れバブリングさせながらサンプリングを行いました。

クリーニング(捕集管・センサ)

捕集管温度 : 250

クリーニング流量 : 150 ml/min

クリーニング時間 : 60 s

解析方法

捕集管を加熱してセンサににおいが到達し、センサからは山形の信号が得られ、その各センサからの信号のピーク強度データを用いて解析しました。

GCMS

GCMS 測定条件

装置：GCMS-QP5050A

微量成分濃縮導入装置：CP-4010

分析条件

試料の濃縮

試料量	25ml	
試料加熱温度	50	追い出し時間 15 分
追い出し流量	30ml/min	
捕集管	TENAX	

捕集管から GC への導入

捕集管加熱温度	220	追い出し時間 10 分
トラップ温度	-100	

測定法：マスクロマトグラフィ

質量範囲	m/z 21-300
測定間隔	0.5 秒

GC 測定条件

カラム	DB-1 60m × 0.32mm 膜厚 1.0 ミクロン
カラム温度	40 (2min) -280 (8 /min)
注入口温度	250
ヘリウム圧力	100kPa

MS

I/F 温度	250
イオン化電圧	EI:70eV
イオン化電流	EI:60 μA

解析結果

FF-1 による解析

「FF-1」での識別結果を図 1 に示します。正常品と異臭品が識別できています。異臭品 1・異臭品 2 は同一の異臭と考えられるため、異臭品 1 のにおいの原因を GCMS を用いて特定を行います。

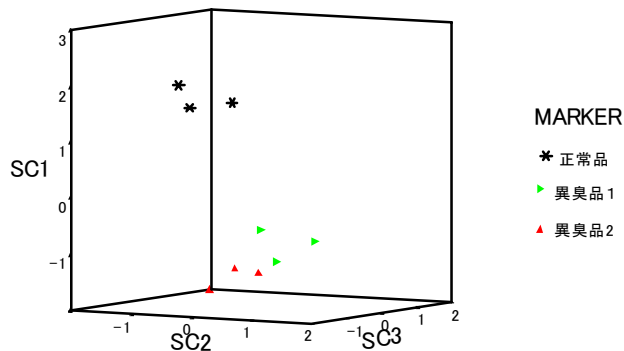


図 1 FF-1 での識別結果

GCMS による解析

GCMS では質量範囲 m/z 21-300 のすべてのイオンを 0.5 秒ごとに連続的に検出した TIC (total ion chromatogram) が得られます。この段階ではピーク数が多いため解析を簡単にするために、各時間の MS スペクトル合成し時間平均を取ることによって MS フィンガープリントを得ます。正常品と異臭品の MS フィンガープリントを図 2 に示します。

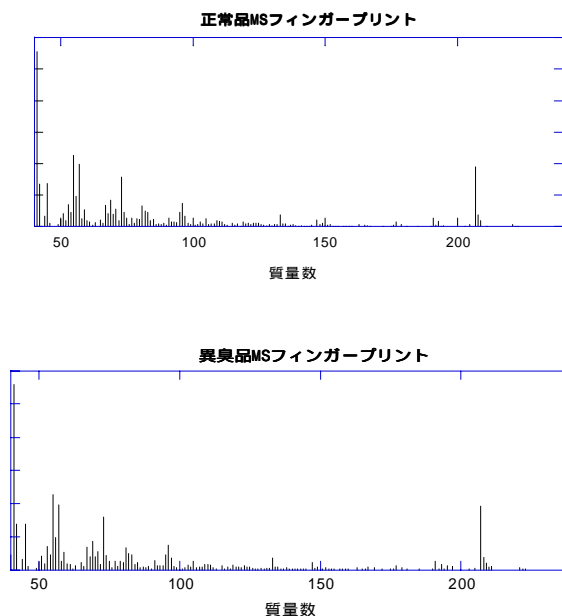


図 2 MS フィンガープリント

MS フィンガープリントの質量数とその強度を「FF-1」の分析方法を用いて解析を行います。図 3 は MS フィンガープリントより主成分分析を行った結果です。MS フィンガープリントによって異臭成分からのイオンの質量数と推測されるものが、番号を付けてあるものと推測されます。これらの推測された質量数の MS クロマトグラム検討すると

質量数 195,197,210,212

が異臭成分からのイオンの質量数と考えられます。これらの MS クロマトグラムは図 4 のようになり、28.9 分のピークが異臭成分となります。このピークの MS スペクトルは図 5 のようになり、トリクロロアニソールであることがわかりました。トリクロロアニソールはカビ臭の原因物質の一つとされています。

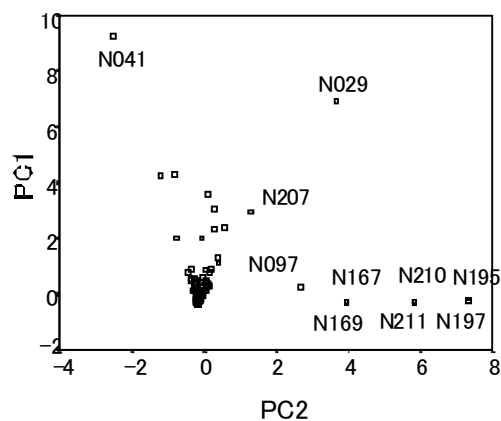


図3 MS フィンガープリント主成分分析

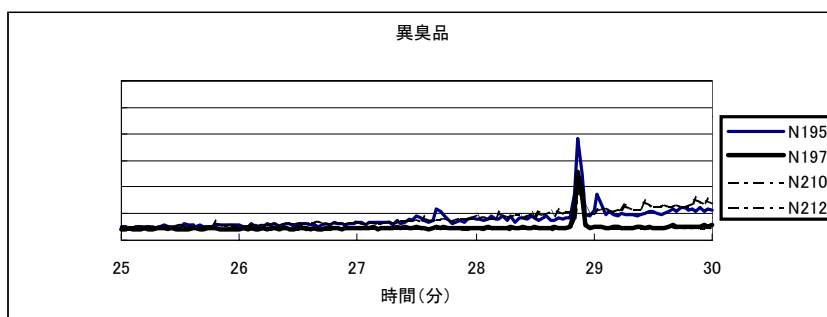


図4 MS クロマトグラム

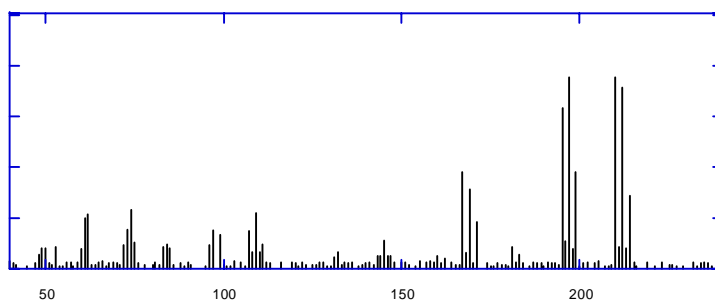


図5 異臭成分のMS スペクトル

結果の利用法

においの違いを「FF-1」で測定し確認した後に、GCMSのMSフィンガープリントデータに「FF-1」の多変量解析法を用いることにより、異臭の原因物質を特定できます。

異臭がするけれども、その原因が不明な場合に、その原因物質を特定する手段の一つとしてご利用いただけます。この例では飲料水ですが、食品、化成品などの分析も可能です。