SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. M277A

GC/MS

SPME Arrow を用いたコーヒー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、SPME Arrow 法が開発されました。SPME Arrow は、従来の SPME に比べ大容量の吸着剤が塗布されており、揮発性成分を高濃縮することができるため、これまで感度が不足していたアプリケーションへの適応が期待できます。

本アプリケーションニュースでは、SPME Arrow を用いて、コーヒー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

SPME Arrow を用いた試料導入

SPME Arrow は従来の SPME ファイバーに比べ 5〜20 倍程の吸着剤が保持されており、高感度分析が可能です（図 1）。さらに、太く頑丈な構造のため、従来の SPME ファイバーに比べ、高い耐久性を誇ります。

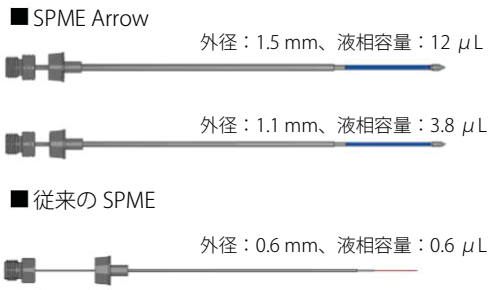

図 1　SPME Arrow と従来の SPME ファイバーの比較

試料と分析条件

試料は市販のコーヒー粉を 2 g はかりとり、20 mL バイアルに入れ、AOC-6000 にセットしました。分析条件を表 1 に示します。なお、比較のため、従来法である SPME でも測定しました。

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）

SPME Arrow 条件

SPME Arrow	: PDMS（外径 1.1 mm、膜厚 100 μm、長さ 20 mm）
Conditioning Temp.	: 270 ℃
Pre Conditioning Time	: 5 min
Incubation Temp.	: 60 ℃
Incubation Time	: 8 min
Stirrer Speed	: 250 rpm
Sample Extract Time	: 30 min
Sample Desorb Time	: 2 min（250 ℃：GC 気化室温度）

SPME 条件

SPME ファイバー	: PDMS（膜厚 100 μm、長さ 10 mm）
Conditioning Temp.	: 270 ℃
Pre Conditioning Time	: 5 min
Incubation Temp.	: 60 ℃
Incubation Time	: 8 min
Agitator Speed	: 250 rpm
Sample Extract Time	: 30 min
Sample Desorb Time	: 2 min（250 ℃：GC 気化室温度）

GC 条件

気化室温度	: 250 ℃
注入モード	: スプリットレス
パージ流量	: 5.0 mL/min
制御モード	: 線速度一定（25.5 cm/sec）
カラムオーブン温度	: 40 ℃（3 min）→ 5 ℃/min → 250 ℃（5 min）

MS 条件

インターフェース温度	: 230 ℃
イオン源温度	: 200 ℃
イオン化法	: EI
測定モード	: Scan
イベント時間	: 0.3 秒

■分析結果

SPME Arrow と SPME の分析結果を図 2 に示します。コーヒーの香気成分として知られる短鎖アルデヒド類、フェノール類、ピリジン類、ピラジン類の他、複数の硫黄系化合物が検出されました。SPME Arrow では、従来の SPME に比べ、香気成分を高濃縮して分析することができました。図 3 に、いくつかの香気成分のマスクロマトグラム面積値の比較を示します。

■まとめ

従来の SPME に比べ、大容量の吸着剤を保持している SPME Arrow を用いることで、SPME では分析の難しい微量成分も高感度に分析することができます。

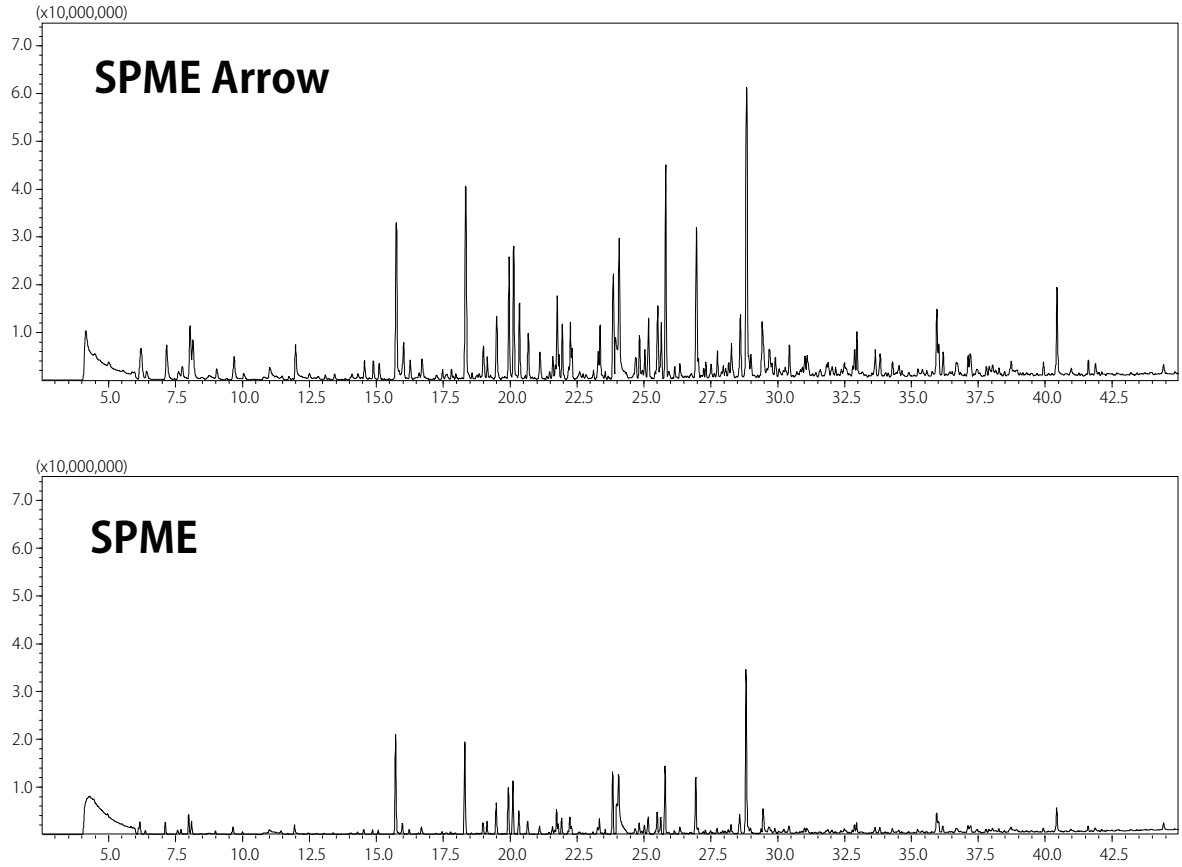

図 2　SPME Arrow と従来の SPME ファイバーの比較

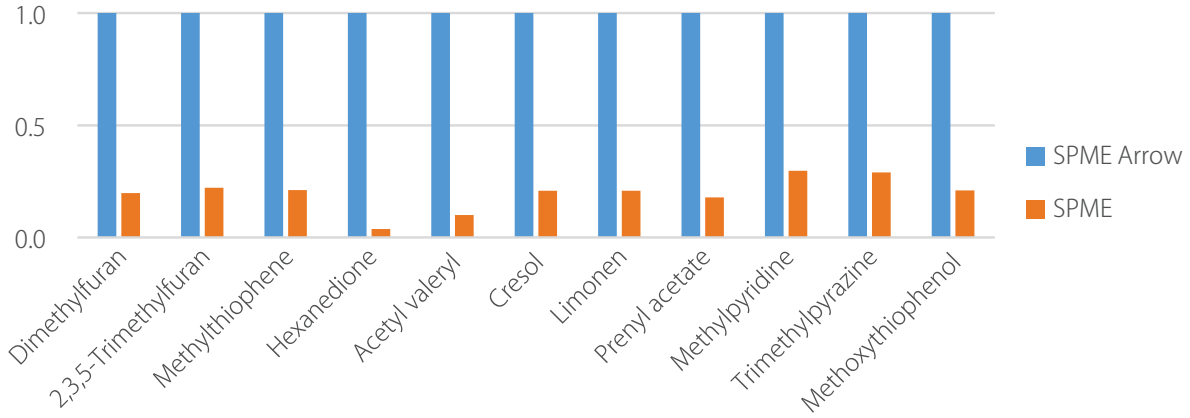

図 3　代表的な香気成分の面積値の比較（SPME Arrow を 1 したときの面積比）

GCMS-QP は、株式会社 島津製作所の商標です。

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
島津コールセンター　0120-131691
(075) 813-1691

初版発行：2018 年 11 月
A 改訂版発行：2019 年 10 月

※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。