SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

No. M278A

GC/MS

ITEX DHS を用いた白ワイン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、ITEX DHS（インチューブ　ダイナミックヘッドスペース）法が開発されました。ITEX DHS はシリンジ内の吸着剤にバイアルのヘッドスペース成分を濃縮することで、従来のヘッドスペース法に比べ高感度に分析することが可能です。

本アプリケーションニュースでは、ITEX DHS を用いて、白ワイン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

■ITEX DHS を用いた試料導入

ITEX DHS は、加温したバイアルのヘッドスペース部をシリンジで複数回ポンピングすることで、揮発性成分をシリンジ先端に充填されている吸着剤に濃縮させます。その後、GC 注入口上部で、吸着材を加熱し、揮発性有機化合物を GC 注入口に導入し分析します（図 1）。抽出時のポンピングの回数を増やすことで、従来の HS 法にくらべ高感度化が可能です。

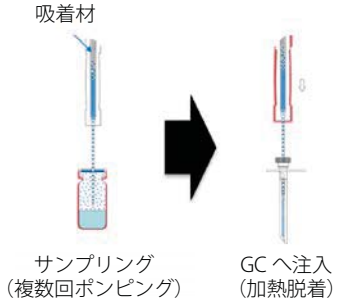

図 1　ITEX DHS の試料導入

■試料と分析条件

市販の白ワイン 10m L を、20 mL バイアルビンに充てんし測定試料としました。使用装置をおよび分析条件を表 1 に示します。なお、比較のため、HS 法でも分析を実施しました。

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）

ITEX DHS 条件

Trap	: Tenax® TA
Pre Cleaning Temp.	: 270 ℃
Pre Cleaning Time	: 5 min
Incubation Temp.	: 60 ℃
Incubation Time	: 10 min
Agitator Speed	: 500 rpm
Syringe Temp.	: 90 ℃
Trap Temp.	: 40 ℃
Extraction Strokes	: 50
Extraction Volume	: 1000 μL
Desorb Temp.	: 250 ℃
Desorb Flow Rate	: 100 μL/s
Injection Volume	: 500 μL

HS 条件

Incubation Temp.	: 60 ℃
Incubation Time	: 10 min
Agitator Speed	: 500 rpm
Syringe Temp.	: 90 ℃
Injection Flow Rate	: 10 mL/min
Injection Volume	: 500 μL

GC 条件

気化室温度	: 250 ℃
注入モード	: スプリット（スプリット比 15）
パージ流量	: 5.0 mL/min
制御モード	: 線速度一定（45 cm/sec）
カラムオーブン温度	: 40 ℃（3 min）→ 10 ℃/min → 250 ℃（3 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

HS と ITEX DHS の分析結果を図 2 に示します。HS では、アルコール類、エステル類、カルボン酸類などの主要成分のみ検出されましたが、ITEX DHS では、それ以外の微量成分のピークも検出されました。ピークとしては、アルコール類、エステル類、カルボン酸類の他、アルデヒド類やフラノン類、硫黄系化合物などが検出されました。また、ITEX DHS は、抽出時のポンピング回数を増やすことで、さらに感度を向上させることができます。図 3 に、硫黄臭の Dimethyl disulfide と、樽香として知られる Furfral の HS と ITEX DHS の各ポンピング回数でのピーク面積の比較を示します。

■まとめ

揮発性成分を濃縮可能な ITEX DHS を用いることで、従来の HS では検出の難しい微量成分も高感度に分析することができます。

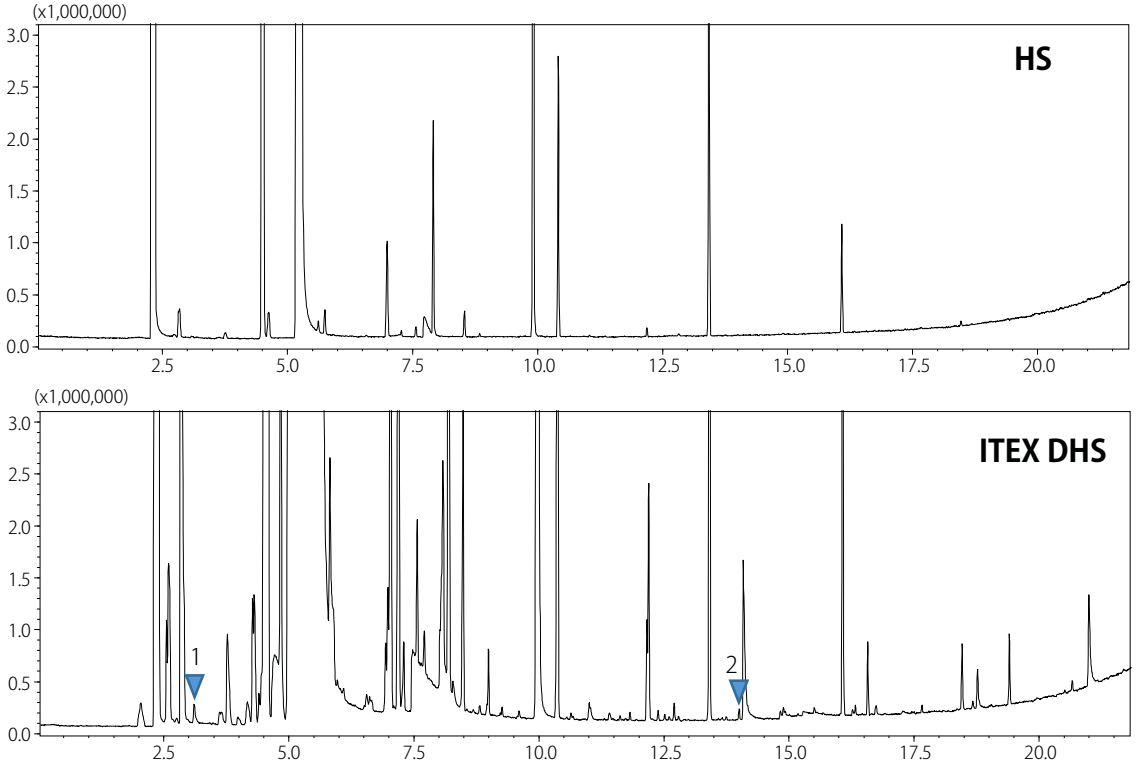

図 2　HS と ITEX DHS の TIC 比較

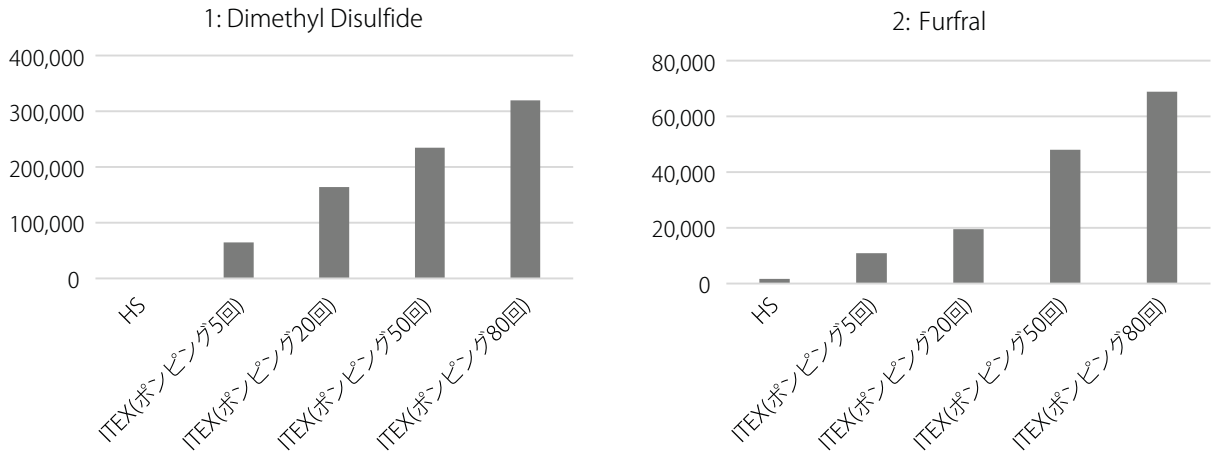

図 3　HS と ITEX DHS の各ポンピング回数でのピーク面積の比較

GCMS-QP は、株式会社 島津製作所の商標です。
Tenax は、Buchem B.V.の登録商標です。

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
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。