

## Application News

GC-MS GCMS-QP™2020 NX

# Smart Aroma Database™を用いた牛乳の 香気成分分析

武守 佑典、東 祐衣、真保 恵美子

### ユーザーベネフィット

- ◆ Smart Aroma Databaseは香りに関連する成分が約500成分登録されており、効率的に香気成分の分析ができます。
- ◆ SPME Arrowにより香気成分を濃縮することにより、香気成分濃度が低い牛乳においても良好に分析が行えます。

### ■はじめに

牛乳の香気成分は美味しさを決める重要な要素の一つで、生産地、飼料、殺菌方法、保存方法等により大きく異なると言われています。一方、牛乳の香気成分濃度は非常に低濃度で、多数の香気成分を網羅的に分析することは困難だとされています。本実験では、6種類の牛乳をサンプルとして、固相マイクロ抽出法（SPME Arrow）で香気成分を濃縮後、香気成分データベース：Smart Aroma Databaseを用いてGC/MSで分析し、牛乳間の比較検討を行いました。

### ■分析方法・試料

分析条件を表1に示します。固相マイクロ抽出にはSPME Arrowを使用しました。図1の通り従来の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。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。産地・殺菌方法が異なる6種類の牛乳をサンプルとし、各牛乳を3 ml バイアルに封入しました。40℃、30分加熱後、固相マイクロ抽出を行い、Smart Aroma Databaseの分析条件を使用して、香気成分の分析を行いました。（Smart Aroma Databaseの分析フローは、01-00316をご参照ください。）



図1 SPME Arrowと従来のSPMEファイバーの比較

### ■分析結果

Smart Aroma Databaseに登録されている香気成分に関して、その定量／確認イオンおよび保持指標をもとにピーク同定を行い45種類の香気成分を同定することができました。同定できた化合物を表2示します。

表2 同定された牛乳の香気成分

| 表1 装置構成および分析条件        |                                                          |
|-----------------------|----------------------------------------------------------|
| <b>装置</b>             |                                                          |
| GCMS                  | : GCMS-QP2020 NX                                         |
| データベース                | : Smart Aroma Database                                   |
| オートサンブラ               | : AOC-6000 Plus                                          |
| カラム                   | : InertCap® Pure Wax<br>(長さ30 m、0.25 mm I.D.、df=0.25 µm) |
| <b>SPME Arrow</b>     |                                                          |
| SPME Arrow            | : 外径1.1 mm DVB/Carbon WR/PDMS、120 µm                     |
| Conditioning Temp.    | : 270℃                                                   |
| Pre Conditioning Time | : 10 min                                                 |
| Incubation Temp.      | : 40℃                                                    |
| Incubation Time       | : 5 min                                                  |
| Stirrer Speed         | : 250 rpm                                                |
| Agitator Speed        | : 250 rpm                                                |
| Sample Extract Time   | : 30 min                                                 |
| Sample Desorb Time    | : 2 min (250℃ : GC 気化室温度)                                |
| <b>GC条件</b>           |                                                          |
| 気化室温度                 | : 250℃                                                   |
| 注入モード                 | : スプリットレス<br>(サンプリング時間: 1 min)                           |
| パージ流量                 | : 3.0 mL/min                                             |
| 制御モード                 | : 圧力 (83.5 kPa)                                          |
| カラムオープン温度             | : 50℃ (5 min) → 10℃/min<br>→ 250℃ (10 min)               |
| <b>MS条件</b>           |                                                          |
| インターフェース温度            | : 250℃                                                   |
| 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                                                   |

|                        |                          |
|------------------------|--------------------------|
| Ethyl acetate          | trans-2-Heptenal         |
| Diacetyl               | 6-Methyl-5-hepten-2-one  |
| alpha-Pinene           | 1-Hexanol                |
| Dimethyl disulfide     | Dimethyl trisulfide      |
| Butyl acetate          | 2-Nonanone               |
| 2-Hexanone             | 3-Octanol                |
| Hexanal                | alpha,p-Dimethylstyrene  |
| Isobutanol             | Ethyl octanoate          |
| Pyridine               | 1-Octen-3-ol             |
| o-Xylene               | 1-Heptanol               |
| 2-Heptanone            | Menthone                 |
| Limonene               | 2-Acetylfuran            |
| 2-Pentylfuran          | Dimethyl sulfoxide       |
| Ethyl hexanoate        | 1-Octanol                |
| Styrene                | 2-Undecanone             |
| 1-Pentanol             | Acetophenone             |
| 3-Octanone             | Furfuryl alcohol         |
| p-Cymene               | Butylated hydroxytoluene |
| Hexyl acetate          | delta-Octalactone        |
| 1,2,4-Trimethylbenzene | Caprylic acid            |
| 2-Octanone             | delta-Decalactone        |
| 3-Heptanol             | delta-Dodecalactone      |
| 2,6-Dimethylpyrazine   |                          |

## ■ 多変量解析結果

今回の分析結果を、多変量解析ソフトウェアSIMCA 17®（インフォコム社）により主成分分析を行いました。その結果のスコアプロットを図2に示します。2種類の牛乳サンプル（牛乳②、⑥）がスコアプロット上で大きく分離し、香気特性が大きく異なることが確認できました。そのローディングプロットを図3に示します。香気特性の異なる牛乳②と⑥の詳細を確認するため、ローディングプロットから確認できた、牛乳②、⑥に相対的に多く検出された化合物の一部を表3に示しました。また、牛乳②、⑥のHexanalとEthyl hexanoateのマスキロマトグラムの比較を図4、5に示しました。

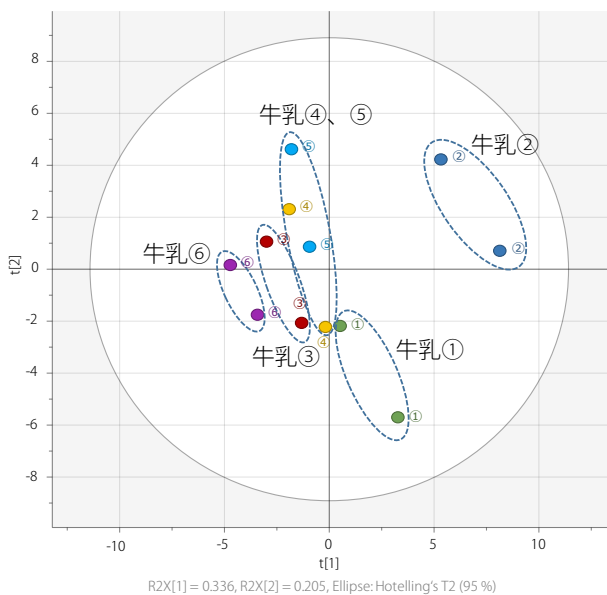


図2 スコアプロット

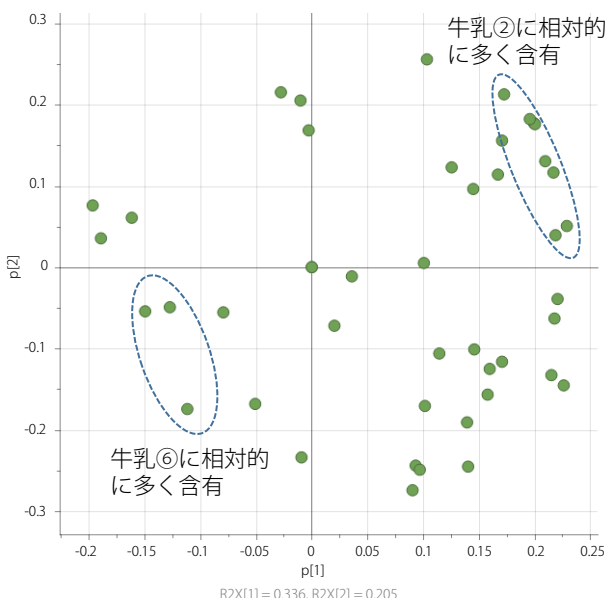


図3 ローディングプロット

表3 牛乳②、⑥に相対的に多く検出された化合物

| 牛乳②に相対的に多く含有        | 牛乳⑥に相対的に多く含有    |
|---------------------|-----------------|
| 1-Pentanol          | Butyl acetate   |
| 1-Hexanol           | Ethyl hexanoate |
| 1-Heptanol          | 3-Heptanol      |
| delta-Dodecalactone |                 |
| Hexanal             |                 |
| Isobutanol          |                 |
| 2-Pentylfuran       |                 |
| 2-Hexanone          |                 |

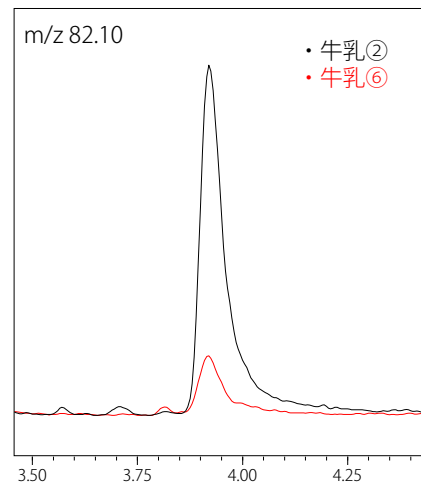


図4 Hexanalのマスキロマトグラム比較

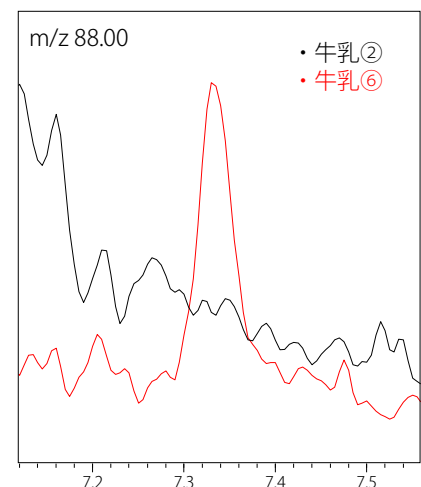


図5 Ethyl hexanoateのマスキロマトグラム比較

## ■ まとめ

固相マイクロ抽出法（SPME Arrow）で牛乳の香気成分を濃縮後、香気成分データベース：Smart Aroma Databaseを用いてGC/MSで分析し、牛乳の香気成分の比較検討を行うことができました。

<謝辞>

本測定を行うにあたり、サンプル供給等のご協力いただいた協同乳業株式会社の松本光晴 主幹研究員に感謝いたします。

GCMS-QP、Smart Aroma Databaseは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。  
SIMCA は、Sartorius Stedim Biotech社の登録商標です。  
InertCapは、ジーエルサイエンス株式会社の日本における登録商標です。

## 株式会社 島津製作所

01-00327-JP 初版発行：2022年 4月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。  
本文中では「TM」、「®」を明記していません。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。  
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。  
新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022

＞ アンケート

**関連製品** 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ GCMS-QP™2020  
NX

ガスクロマトグラフ質量分析計



＞ Smart Aroma  
Database™

GC-MS(/MS)香気分析用データベース

**関連分野**

＞ 食品・飲料

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ