

## 自動前処理装置 ATLAS-LEXT NHD を用いた 飲料中香气成分の溶媒抽出の自動化

虎井 彩<sup>1</sup>, 川満 春菜<sup>2</sup>, 河村 和広<sup>2</sup>, 石井 寿成<sup>2</sup>  
1,島津トラステック株式会社 2,株式会社島津製作所

### ユーザーベネフィット

- ◆ ATLAS-LEXT NHDによって、煩雑な溶媒抽出の作業を自動化することができます（最大72バイアルセット可能）。
- ◆ ATLAS-LEXT NHDの最大6試料同時処理が可能な設計と並行処理機能により、スループットが向上します。
- ◆ 新設計の“バイアルキャップ”を用いることで、前処理中の試料の揮発を最小限に抑えることが出来ます。

### はじめに

香气に寄与する化合物の抽出方法の1つとして、溶媒抽出法が挙げられます。溶媒抽出法は様々な性質をもつ化合物を幅広く抽出するために、香气に寄与する化合物のスクリーニングに向いています。その一方で、手動での溶媒抽出は手間がかかり、手技による誤差が生じやすいという懸念点も存在します。溶媒抽出作業の自動化が実現できれば、これらの懸念点が解消される可能性があります。

本実験では、自動前処理装置 ATLAS-LEXT NHDを用いて、日本酒の香气に寄与する化合物の溶媒抽出の自動化に関する検討を行いました。ATLAS-LEXT NHD で溶媒抽出をした試料をGC-MSで分析しました。GC-MS の分析では、Smart Aroma Database™ を用いてMRM のメソッドを作成し、再現性の評価を行いました。

### 自動前処理装置 ATLAS-LEXT NHD

ATLAS-LEXT NHDは、最大72バイアルをセットすることが可能な卓上ラボラトリーオートメーションシステムです。試料をセットしてスタートボタンを押すだけで、GC-MS などの機器分析に適した前処理を正確に効率よく全自動で行えます。

ATLAS-LEXT NHDがもつ機能として、試薬分注・希釈・攪拌・遠心・搬送があり、機器分析に必要な一通りの前処理が装置一台で行えます。この機能を組み合わせた前処理シーケンスは専用のソフトウェアで簡単に作成できます。シーケンスは最大5個まで、装置本体に保存できます。

#### — 装置特長 —

- ① 簡単な操作
- ② コンパクトなデザイン
- ③ 目的の化合物を効率よく抽出可能



図1 ATLAS-LEXT NHDの外観（左図）と紹介ページQRコード（右図）

スリット入りセパタムを採用すれば、試料を1.5mLバイアルに分注することができます。

新開発のサンプルバイアルキャップによって、溶媒抽出中に試料が揮発することによる影響を、低減可能です。サンプルキャップバイアルを用いることで、香气分析目的の溶媒抽出を、ATLAS-LEXT NHDで行うことが出来るようになりました。



図2 ATLAS-LEXT NHDに1.5mLバイアルをセットした様子（左図）  
溶媒抽出中にサンプルバイアルキャップを使用した様子（右図）

### ATLAS-LEXT NHD 溶媒抽出条件

日本酒の香气に寄与する化合物の溶媒抽出に用いたシーケンスを図3に示します。ATLAS-LEXT NHDでは、最大6試料の同時処理が可能です。本実験では、再現性の評価を行うことを目的に、6試料分作成しました。

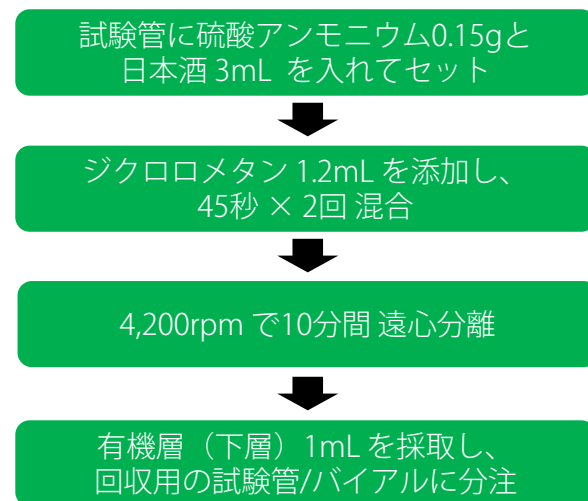


図3 今回採用した ATLAS-LEXT NHD のシーケンス

## ■ GCMS 分析条件

ATLAS-LEXT NHD で前処理した試料を、Smart Aroma Database の分析条件を使用して、液体注入法により分析を行いました。高濃度に含まれる化合物の存在も想定して、10倍希釈した試料の分析も行いました。具体的な分析条件を、表 1 に示します。

表 1 測定装置および分析条件

| 装置         |  |
|------------|--|
| GCMS       | : GCMS-TQ8040 NX   |
| データベース     | : Smart Aroma Database   |
| オートインジェクタ  | : AOC-30i  |
| オートサンブラ    | : AOC-20s U  |
| カラム        | : InertCap Pure-Wax (ジーエルサイエンス)<br>: 長さ 30 m × 0.25 mm I.D. , Df=0.25 mm<br>Cat No. 1010-68142 |
| GC条件       |  |
| 気化室温度      | : 250°C  |
| 注入モード      | : スプリット (スプリット比 5)   |
| 注入量        | : 1 µL   |
| ページ流量      | : 3.0 mL/min   |
| 制御モード      | : 圧力 (83.5 kPa)  |
| カラムオープン温度  | : 50°C (5min) → 10°C/min → 250°C (10min)   |
| MS条件       |  |
| インターフェース温度 | : 250°C  |
| イオン源温度     | : 200°C  |
| イオン化法      | : EI   |
| 測定モード      | : MRM  |
| イベント時間     | : 0.1 sec  |

## ■ ATLAS-LEXT NHD による前処理時間

ATLAS-LEXT NHD による溶媒抽出の所要時間は、6 試料で約 40 分でした。ATLAS-LEXT NHD を用いることで、手動での場合と比べて (約 60 分/6 試料) 溶媒抽出にかかる時間を約 33% 短縮できました。

手動による溶媒抽出の場合は、処理にかかる時間 (今回は約 60 分/6 試料) 全てにおいて作業者は拘束されます。ATLAS-LEXT NHD を用いることで、作業者の拘束時間は試料をセット・回収する時間 (今回は約 5 分/6 試料) のみとなり、それ以外の時間は作業者を解放することが出来ます。解放された時間を別の業務に充てることで、作業者の業務全体を効率化出来る可能性が示唆されました。

## ■ 再現性の評価結果

ATLAS-LEXT NHD で作成した 6 試料をそれぞれ 3 回ずつ MRM モードにより分析しました。各化合物のピーク面積値の平均値を算出し、6 試料間の再現性を評価した結果を表 2 に示します。分析対象の 12 化合物全てにおいて、良好な結果が得られました。

## ■ まとめ

ATLAS-LEXT NHD で作成した試料を GC-MS で分析し、良好な再現性が得られることが確認できました。

香気に寄与する化合物の溶媒抽出自動化の手段として、ATLAS-LEXT NHD は非常に有用です。



表 2 ATLAS-LEXT NHD で溶媒抽出した 6 試料間の再現性評価の結果 (測定モード: MRM)

| 化合物名              | ピーク面積値  |         |         |         |         |         |
|-------------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
|                   | D1      | D2      | D3      | D4      | D5      | D6      |
| Ethyl acetate     | 273762  | 223046  | 254914  | 264928  | 263822  | 268394  |
| Diacetyl          | 14191   | 11574   | 13634   | 13898   | 13898   | 13814   |
| Propanol          | 90194   | 88494   | 85196   | 88173   | 80180   | 76813   |
| Isobutanol        | 754406  | 744657  | 725904  | 738303  | 668997  | 646497  |
| Isoamyl acetate   | 1249999 | 1031428 | 1169452 | 1240903 | 1224204 | 1332444 |
| Isoamyl alcohol   | 3918680 | 3841220 | 3773770 | 3834569 | 3480573 | 3405127 |
| Ethyl hexanoate   | 263867  | 259672  | 256480  | 262817  | 240526  | 236659  |
| Ethyl octanoate   | 903706  | 772865  | 899619  | 942444  | 923951  | 1028187 |
| Furfural          | 7246    | 5914    | 7090    | 7539    | 7110    | 7757    |
| Diethyl succinate | 93543   | 79688   | 92541   | 95789   | 94080   | 103910  |
| 2-Phenylethanol   | 5563352 | 5406951 | 5396036 | 5513251 | 5060230 | 4897704 |
| p-Vinylguaiacol   | 252506  | 218180  | 263923  | 280530  | 283092  | 318382  |

GCMS-TQ、Smart Aroma Database および ATLAS-LEXT 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。

# 株式会社 島津製作所

01-00468-JP 初版発行: 2022年 11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」、「®」を明記していない場合があります。

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 に登録いただけますと、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