

Application News

飲料中の香気成分分析における Smart Aroma Database™ の有用性

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

ユーザーベネフィット

- ◆ Smart Aroma Databaseの半定量機能を活用することで、おおよその定量値（半定量値）が自動で算出できます。
- ◆ 半定量値は検出された化合物の臭気閾値との比較や、検量線作成の目安として役立ちます。
- ◆ 感度補正用試料（2種）のみで半定量機能を活用可能です。検量線作成に必要な標準試料は不要です。

はじめに

香りは、食品や飲料のおいしさを決定づける重要な要素の1つです。食品や飲料の香りは非常に多くの化合物から構成されていますが、刺激的な香り、甘い香りなどの特徴的な香気への寄与度は化合物によって異なります。特徴的な香気への寄与する化合物を同定したり管理したりする上で、検出された化合物の濃度を知ることは非常に重要です。

Smart Aroma Database の特長の1つである「半定量機能」を使用すると、標準試料は用いずに検出された化合物のおおよその定量値（半定量値）を算出可能です。

本実験では、半定量機能の有用性を示すために、自動前処理装置 ATLAS-LEXT NHD を用いて溶媒抽出した日本酒を試料として、Smart Aroma Database を用いて半定量値と絶対検量線法による精密定量値の比較を行いました。

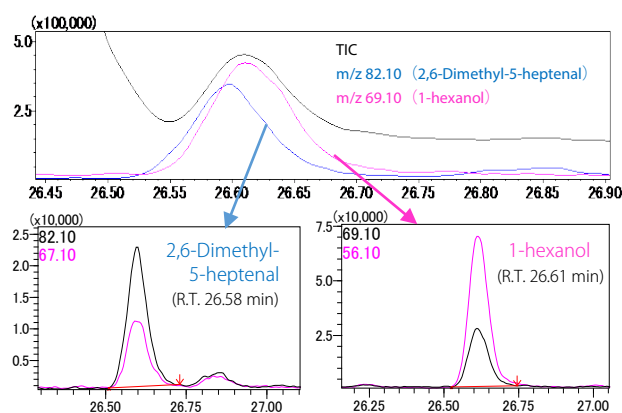


図2 重なった2つのピークを自動的に分離・検出した結果

Smart Aroma Database

Smart Aroma Databaseは、香気に寄与する重要な500成分以上の化合物が登録された、香気分析のワークフロー全体をサポートする唯一のデータベース製品です。煩雑な分析メソッドの作成作業や解析作業の効率化を実現します。

Smart Aroma Database ではスキャンモードによる分析で得られたトータルイオンクロマトグラム (TIC) の結果から、「保持指標情報」、「マススペクトル情報」、「マスクロマトグラム情報」を用いて登録された化合物を自動的に検出します。マスクロマトグラムの情報を用いて化合物を探索するメリットとして、TIC では同定が難しい化合物 (図1) やマトリックスに埋もれた化合物 (図2) を同定できる可能性が高まる点が挙げられます。

半定量機能

スキャンモードによる分析の際、標準試料を用いずに検出された化合物の半定量値を算出する機能です。検出された化合物の臭気閾値との比較や、標準試料を調製するための目安として活用可能です。

Smart Aroma Database の中には、標準試料と内部標準用試料のレスポンスの比が登録されています。この情報を用いて、検出された化合物の半定量値を算出します。図3の工程で、半定量分析メソッドを自動で作成可能です。このメソッドを用いて分析を行うと、分析結果に半定量値が自動的に算出されます。

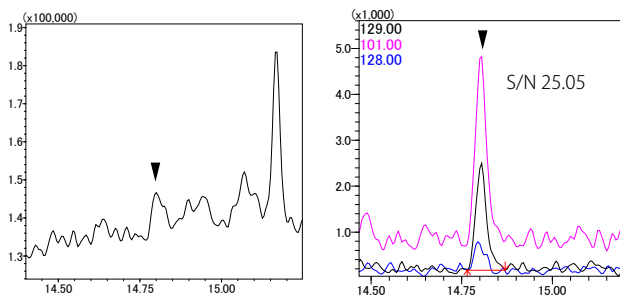


図1 Diethyl succinate 0.01 ng/μL スキャン分析結果
左図：従来法 (TIC) 右図：Smart Aroma Database (マスクロマトグラム)

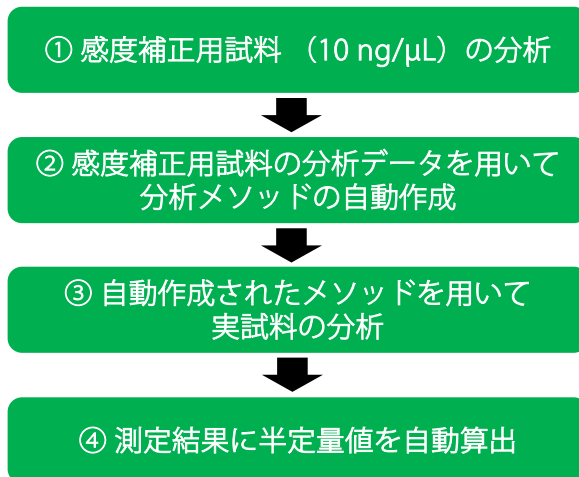


図3 Smart Aroma Database による半定量機能活用フロー

■ 実験

Smart Aroma Database を用いてメソッドを作成し、液体注入法によって半定量値と絶対検量線による精密定量値の比較を行いました。分析条件を表1に示します。

試料には、ATLAS-LEXT NHD で溶媒抽出した日本酒を用いました。前処理の詳細は、アプリケーションニュース01-00468を参照下さい。分析対象は、日本酒の香気に寄与する重要な化合物を選定しました。選定した10化合物を表2に示します。

半定量用メソッド作成用に、内部標準用試薬（表1）の混合溶液（10 ng/μL）を調製し、半定量値を算出しました。さらに、分析対象の化合物（表2）を含む混合標準溶液を調製し、段階希釈して絶対検量線を作成し、精密定量値を算出しました。

表1 測定装置および分析条件

装置・試薬	
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) : 長さ 30 m × 0.25 mm I.D. , Df=0.25 mm Cat No. 1010-68142
内部標準用試薬	: EPA 524.2 添加用溶液 (Sigma-Aldrich) Acenaphthene-d10 (Sigma-Aldrich)
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 5)
注入量	: 1 μL
パージ流量	: 3.0 mL/min
制御モード	: 圧力 (83.5kPa)
カラムオープン温度	: 50℃ (5min) → 10℃/min → 250℃ (10min)
MS条件	
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	: スキャン m/z 35 ~ 400



表2 同定された日本酒の香気に寄与する重要な10化合物

Propanol	Ethyl octanoate
Isobutanol	Furfural
Isoamyl acetate	Diethyl succinate
Isoamyl alcohol	2-Phenylethanol
Ethyl hexanoate	p-Vinylguaiacol

■ 分析結果

表3に、半定量値と精密定量値の比較した結果を示します。半定量値で算出される値は、精密定量値と比較して50%~200%の範囲に収まりました。半定量機能を用いることで、良好な定量値が算出されると考えられます。

表3 日本酒中の香气成分の濃度を用いた半定量値と精密定量値の比較

化合物名	試料の希釈倍率	半定量値 [ng/μL]	精密定量値 [ng/μL]
Propanol	20倍	30 (52)	58
Isobutanol	20倍	27 (51)	53
Isoamyl acetate	—	0.98 (70)	1.4
Isoamyl alcohol	20倍	130 (72)	180
Ethyl hexanoate	—	1.3 (93)	1.4
Ethyl octanoate	—	0.13 (87)	0.15
Furfural	—	0.020 (51)	0.039
Diethyl succinate	—	0.11 (141)	0.078
2-Phenylethanol	20倍	210 (162)	130
p-Vinylguaiacol	—	0.47 (66)	0.71

※ () = (半定量値 / 精密定量値) × 100

■ まとめ

本手法において、半定量値と精密定量値の比較は良好な結果が得られました。このことから、Smart Aroma Database の半定量機能は、香気に寄与する化合物を絞り込む作業、検量線を作成する作業の効率化に非常に有効であることが示唆されました。半定量機能で用いるレスポンスの比は、前処理における抽出効率の違いは加味されておりません。用いた前処理法によっては算出される半定量値は異なる可能性があります。

Smart Aroma Database の半定量機能は、香气分析の効率化に貢献します。

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

01-00469-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-TQ™8040

NX

トリプル四重極型 ガスクロマトグラフ質量分析計

関連分野

▶ 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