

オンラインSPE-GC/MSシステムを使用した固相捕集-溶媒溶出法による揮発性成分分析

○新川翔也, 浅井智紀, 佐々野僚一 (株式会社アイスティサイエンス)

1. オンラインSPE-GC/MSシステムによる固相捕集-溶媒溶出法*1

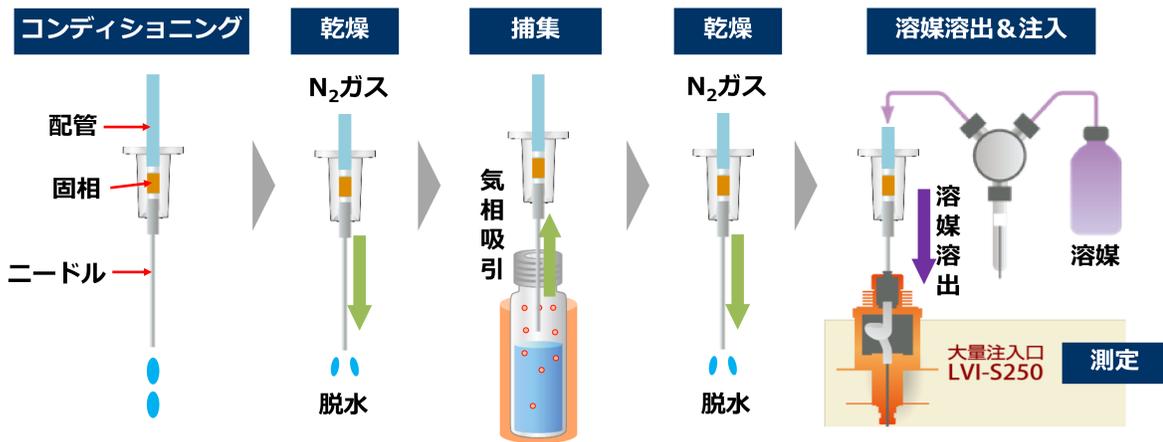


表1. 揮発性成分分析手法の比較

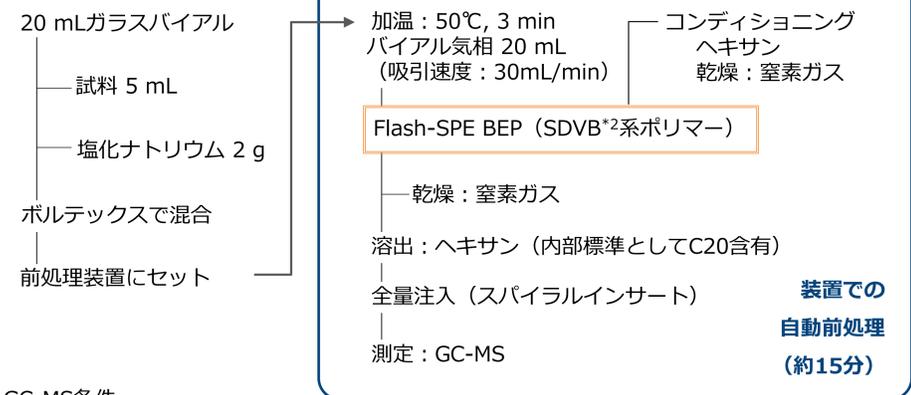
比較項目	溶媒抽出	減圧蒸留 (SAFE)	固相捕集-加熱脱着	固相捕集-溶媒溶出
網羅性	○	○	△	△
自動化	△	×	○	○
熱分解	○	○	△	○
感度	△	○	○	○
誘導体化	△	△	×	○

気相の揮発性成分を固相に捕集し、その溶出液を全量GCに導入する手法

固相捕集-溶媒溶出法は他手法と比較して多くの利点を持つ

2. 実験方法

前処理フロー



GC-MS条件

注入口条件	LVI-S250 (AiSTI Science)
注入口	大量注入
注入条件	大量注入
注入口温度	70°C(0.25 min)-120°C/min-240°C(18 min)
スプリット比	100, 0.2 min-20, 0.5 min-Splitless, 2 min-100, 2 min-15
GC条件	
カラム	プレカラム 50 cm + VF-5ms, 0.25mm i.d. x 30m, df;0.25µm
制御モード	コンスタントフロー、1 mL/min
オープン温度	60°C(2 min)-10°C/min-190°C-30°C/min-310°C(3 min)
MS条件	
インターフェース温度	260°C
イオン源温度	280°C
取得モード	Scan (m/z 41-350)

解析条件

解析ソフト1	COSMO(AiSTI Science)
解析ソフト2	MS-DIAL v4.9.221218
使用ライブラリ	Wiley Registry™ 12th Edition/NIST20 Mass Spectral Library

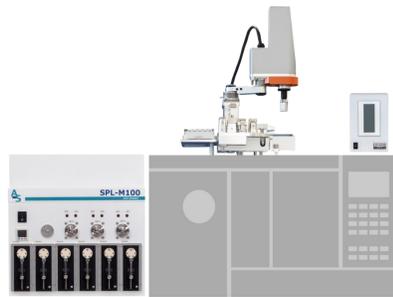


図1. オンラインSPE-GC/MSシステム SPL-M100 (AiSTI Science)

4. 考察

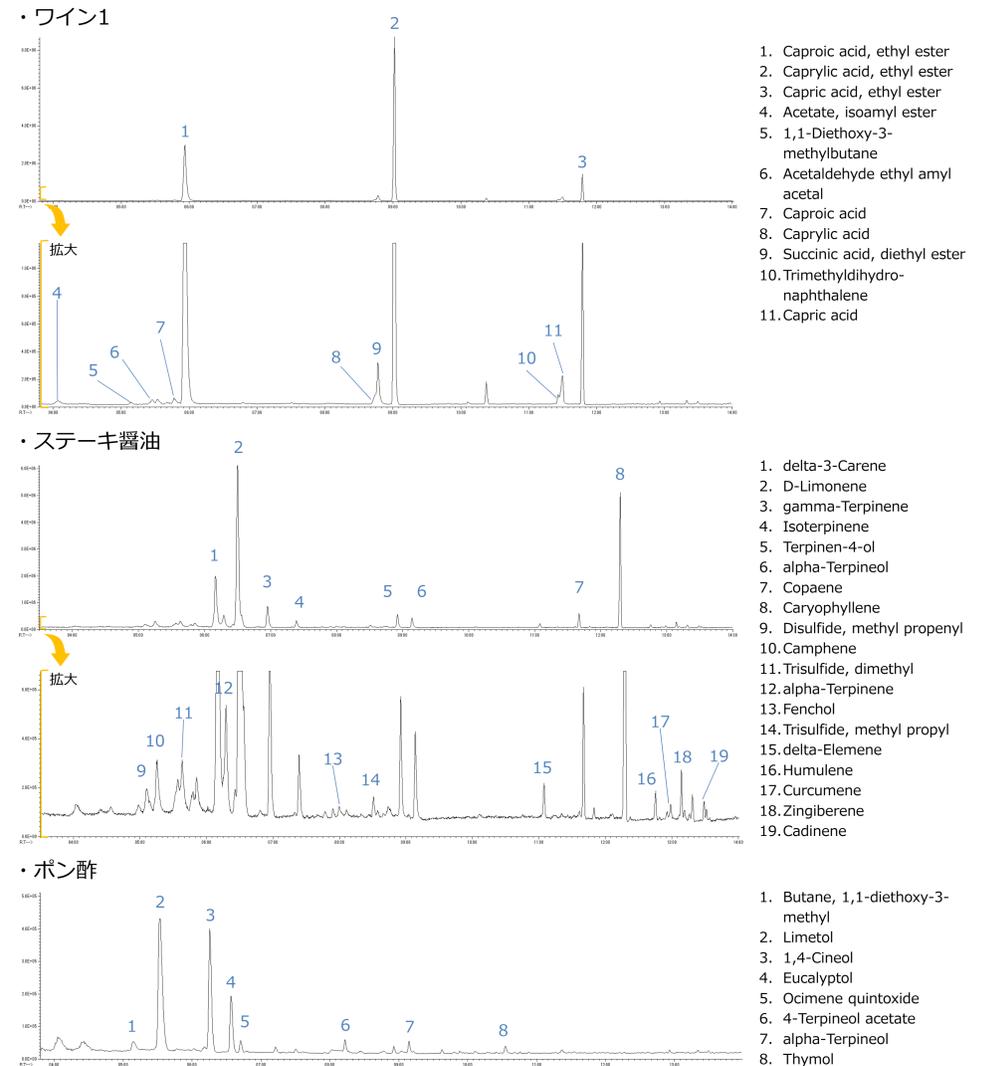
ワインについて、果実香を呈するエチルエステル類が高い強度で検出され、その前駆体である脂肪酸についても検出された。2つのワイン製品を比較したところエチルエステル類のピーク強度には異なる傾向が見られた(図2、表2)。

醤油ベース調味料3種については、原材料の違いによって特徴成分に違いが見られた。特に、ステーキ醤油からは原材料のたまねぎやにんにくに由来する硫黄化合物、香辛料に由来するテルペン類など多くの成分が検出された。一方で4-ヒドロキシ-2-エチル-5-メチル-3-フランに代表されるフラン類や4-エチルグアヤコールなどのフェノール化合物などは未検出であった。これら成分は水酸基を持つことから親水性が高く、現在の溶出溶媒組成(ヘキサン)では固相に吸着されていたとしても溶出されずGCに導入されていないことが予想された。

今後の課題として、固相誘導体化による検出成分の拡大検討が挙げられる。トリメチルシリル化やメチル化によって水酸基などの親水性基を疎水性に変換し、溶出溶媒組成を変更することなく溶出可能な成分を拡大することが可能か検討する。

3. 結果

TICクロマトグラムおよび化合物推定結果



特徴成分の比較

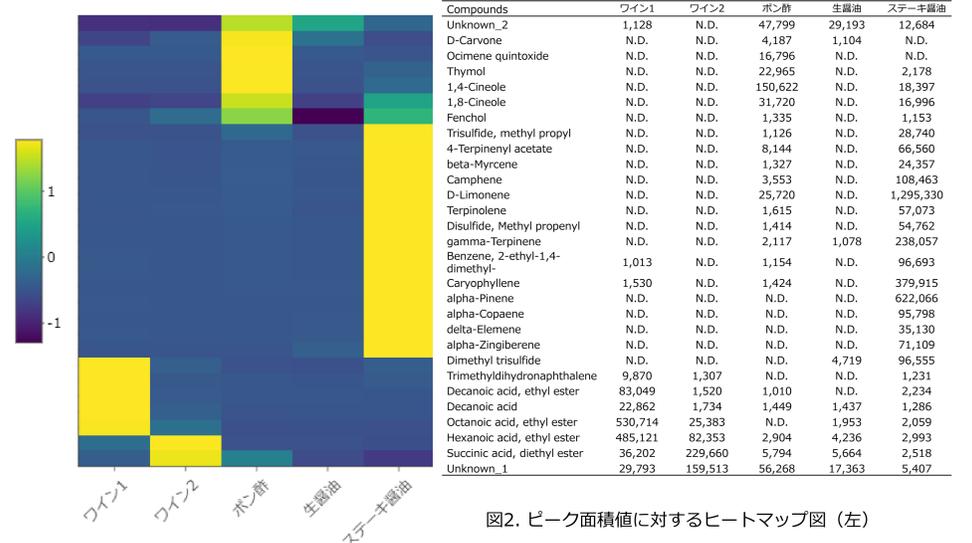


図2. ピーク面積値に対するヒートマップ図(左)

*1 本資料ではオンラインSPE-GC/MSシステムによる 固相捕集-溶媒溶出法を“固相捕集-溶媒溶出法”と省略表記します。
*2 SDVB: スチレン-ジビニルベンゼン