

JASIS2024 新技術説明会

2024年9月4日（水） 11:15～11:45

幕張メッセ会議室104号室

【におい分析新技術!】 固相誘導体化法を活用した香気成分分析の自動化

株式会社アイスティサイエンス
新川 翔也



Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE

本日の内容

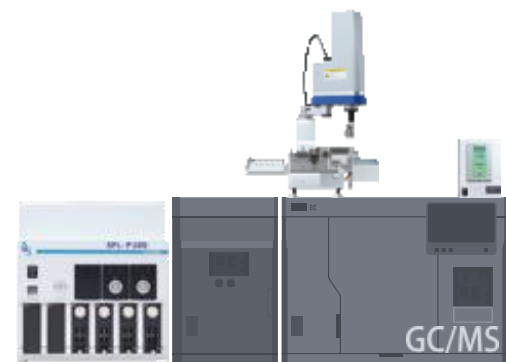
1. オンラインSPE-GCシステムについて
2. 液相中の香気成分分析
3. 気相中の香気成分分析
4. まとめ

オンラインSPEシリーズ

固相抽出からGC・LC測定までを完全自動化。測定装置の切り替えも可能な前処理システム。



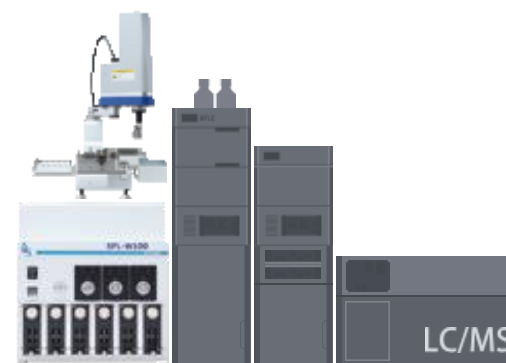
+ GC



SPE-GC/MS

SPL-P100
SPL-M100
SPL-P100FE
SPL-M100FE

+ LC



SPE-LC/MS

SPL-W100
SPL-E100

自動前処理と機器分析の進行例

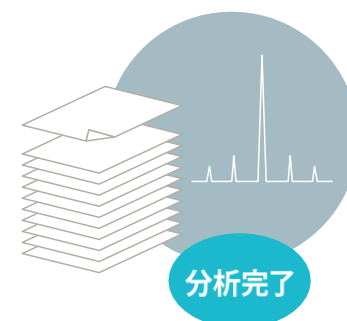


作業は溶媒と固相カートリッジを補充して試料をセットするだけ。
前処理と測定がオーバーラップしながら進行。

前 処 理



機器測定



Flash-SPE For Gas & Liquid Chromatography

特許取得

オンライン専用固相カートリッジ

- 固相充填量 2~5 mg
- 自動化に最適化されたシンプルなストレート構造
- 上下端から配管やニードルの連結が可能
- 通気乾燥が迅速

機械による自動化を容易に実現

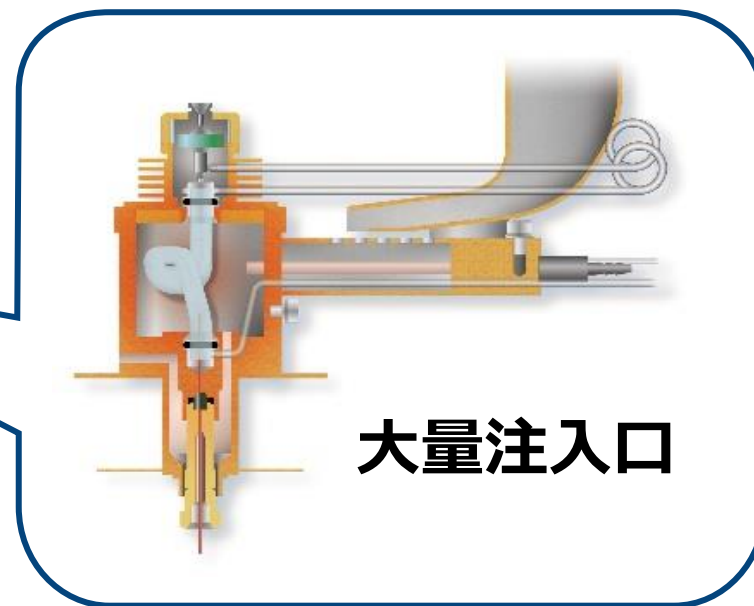
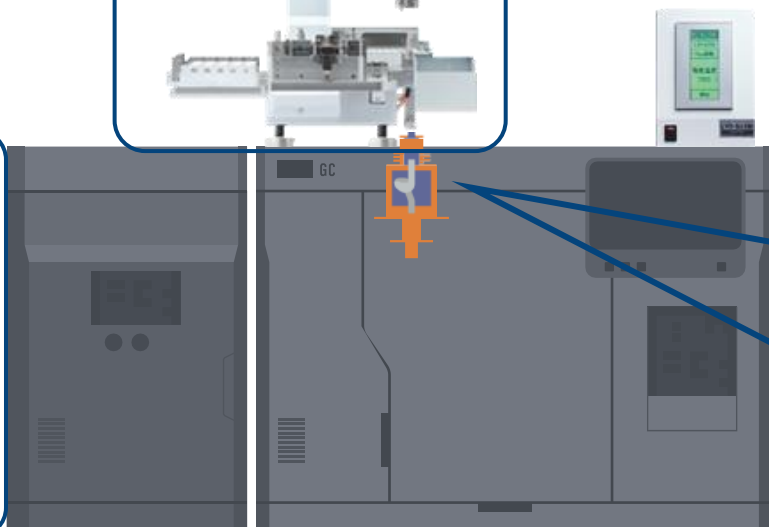
- 業務の効率化
- 異動による引き継ぎの省力化
- 人的ばらつきの縮小
- 実施記録の保存

オンラインSPE-GCシステム基本構成

送液
ユニット

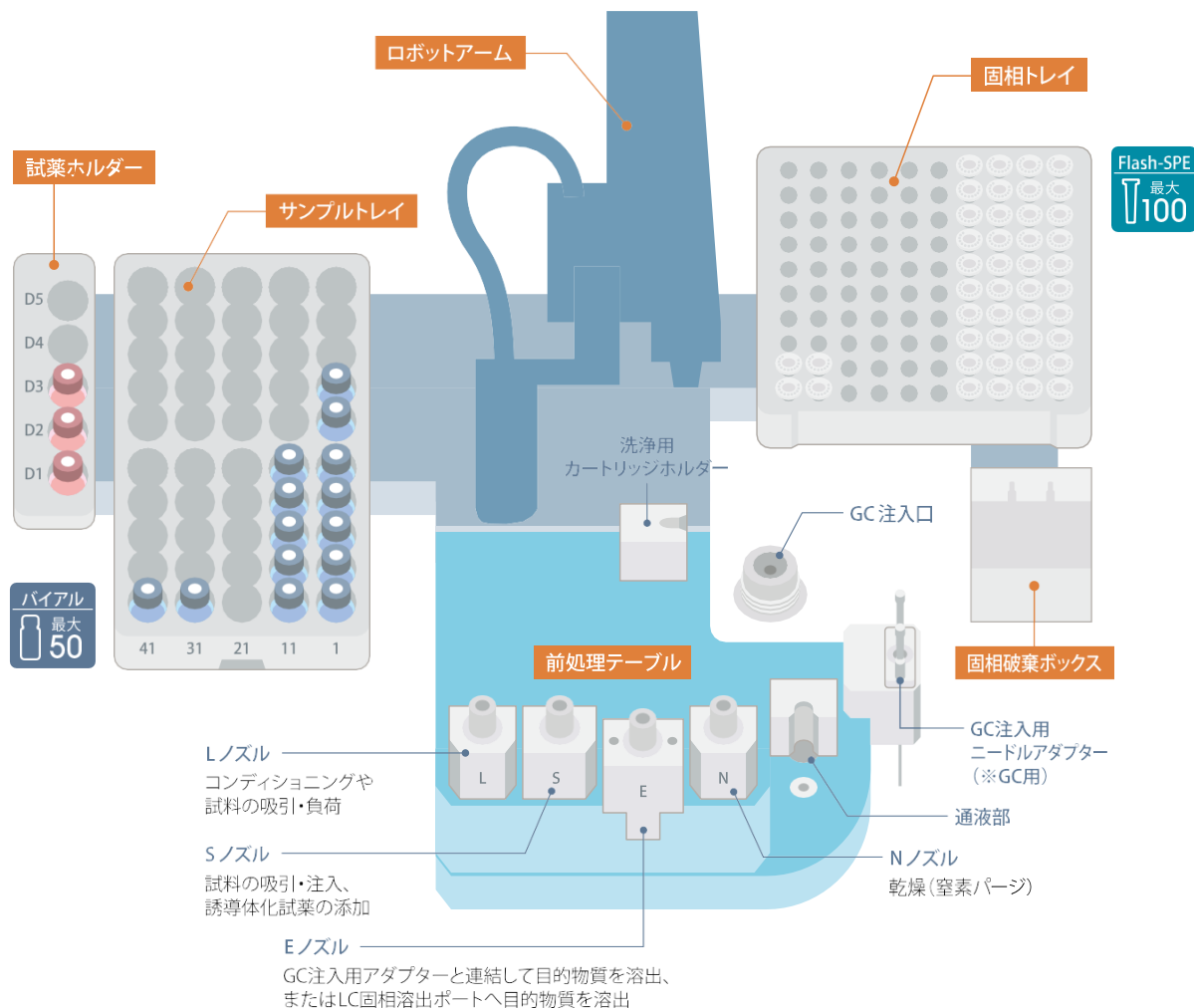


前処理ユニット



大量注入口

前処理ユニット



溶出溶媒を通液



固相カートリッジ

ニードルアダプター

注入口ガイド

注入口に溶出液を導入する直前の状態

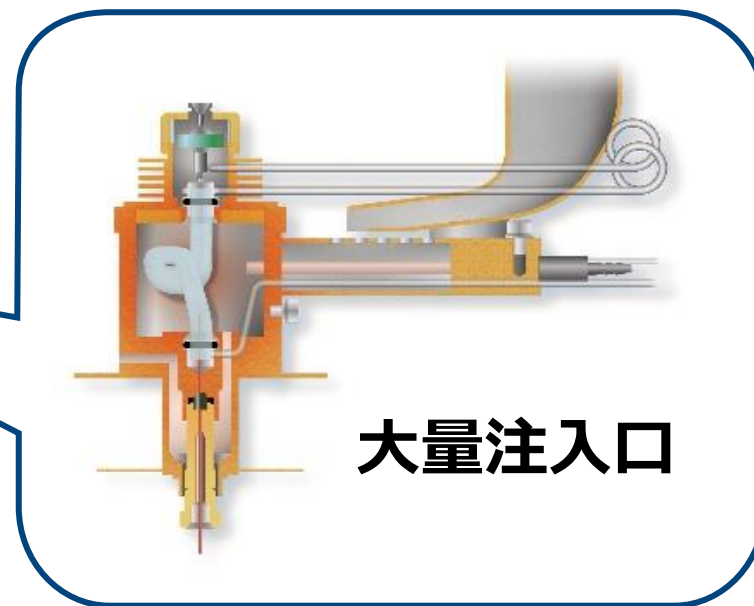
オンラインSPE-GCシステム+FEオプション

気相成分分析用
FEオプション

送液
ユニット



前処理ユニット

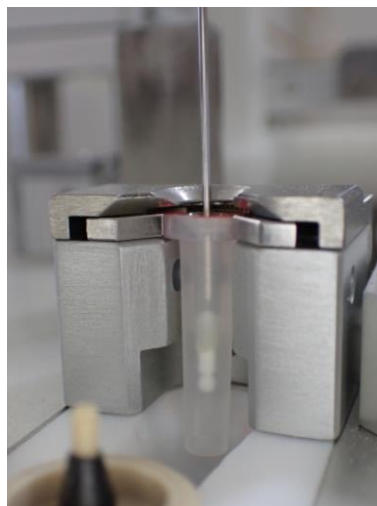


大量注入口

FEオプション：新機能



Sノズルで試薬を吸引



固相に試薬を含浸



20mLバイアルトレイ



トレイアダプター+ノーマルトレイ

Point!

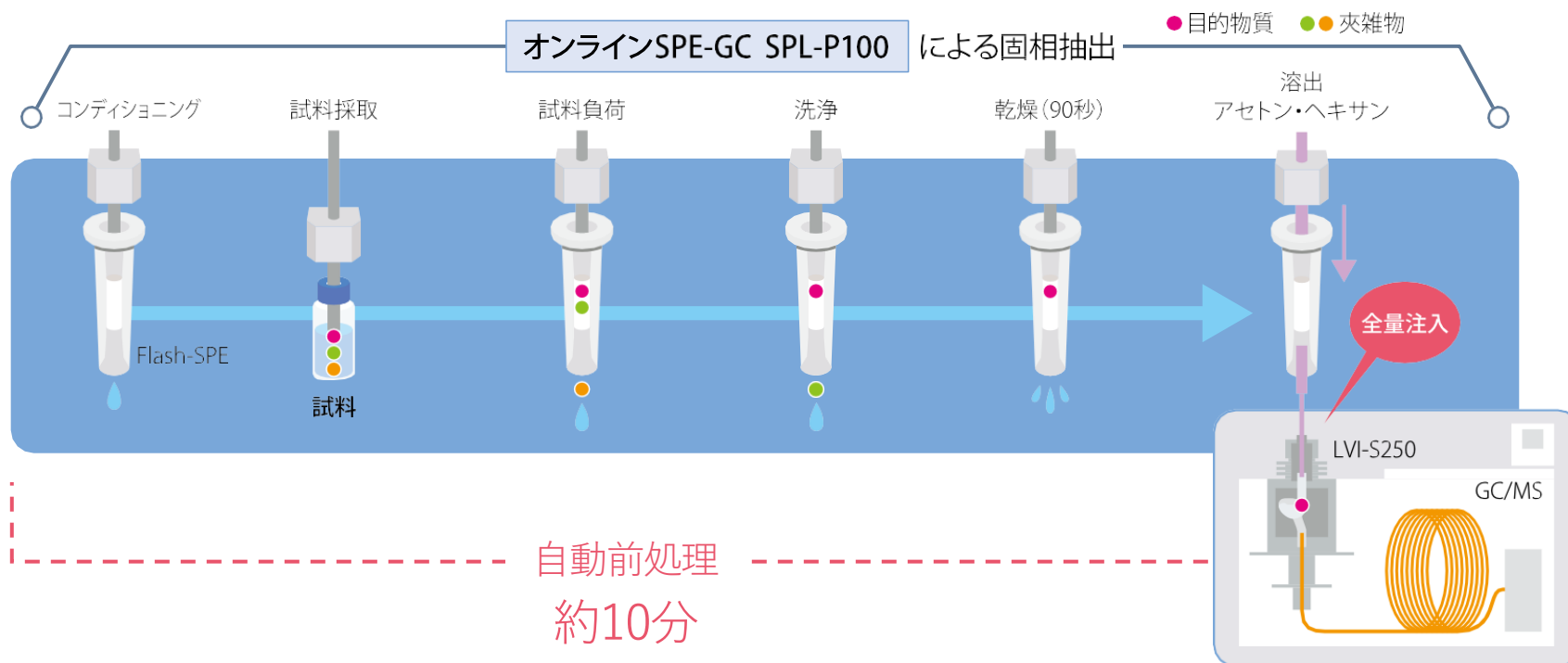
固相誘導体化に対応！

Point!

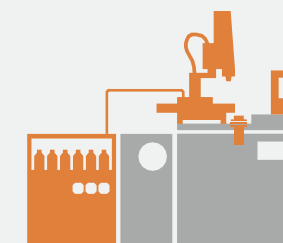
液相分析、気相分析の両方に対応！

液相中の香気成分分析

固相抽出法



少ない試料量でも高感度！

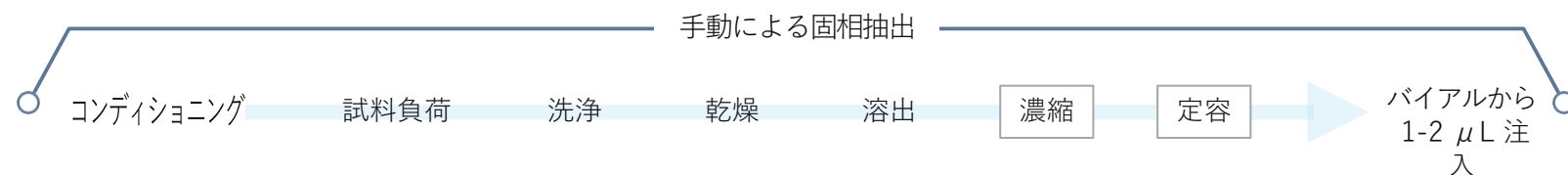


オンラインSPE-GC/MS

迅速化

省力化

コスト削減



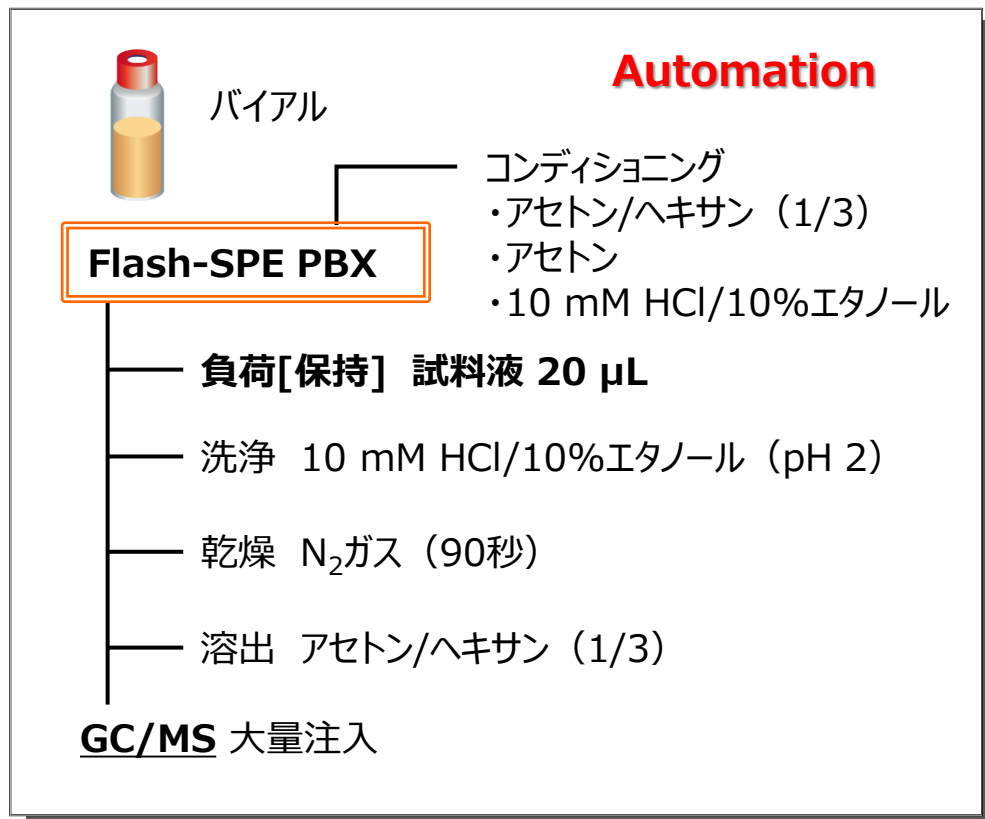
調製した検液の
一部しか注入できない



GC/MS

分析例：ビール

10%エタノール/10mM HCl 1 mL (ビール5倍希釈液)
・ 内部標準 0.5 mg/L



PTV Injector

Instrument	LVI-S250 (AiSTI Science)
Insert type	Spiral insert
Injector temp.	70°C (0.3 min) -100°C/min-290°C

GC

Instrument	7890B (Agilent)
Split	100 mL/min (70 kPa, 0.3 min) → Splitless (3 min) → 50 mL/min
Flow mode	Constant flow, 1.4 mL/min
Pre-column	0.25 mm i.d. × 0.5 m
Column	DB-WAX, 0.25 mm i.d. × 60 m, df=0.25 μ m
Oven temp.	40°C(4 min)-20°C/min-230°C(10 min), Total 21.5 min
Transferline temp.	250°C

MS

Instrument	5977B (Agilent)
Ion source temp.	260°C
Acquisition mode	Scan

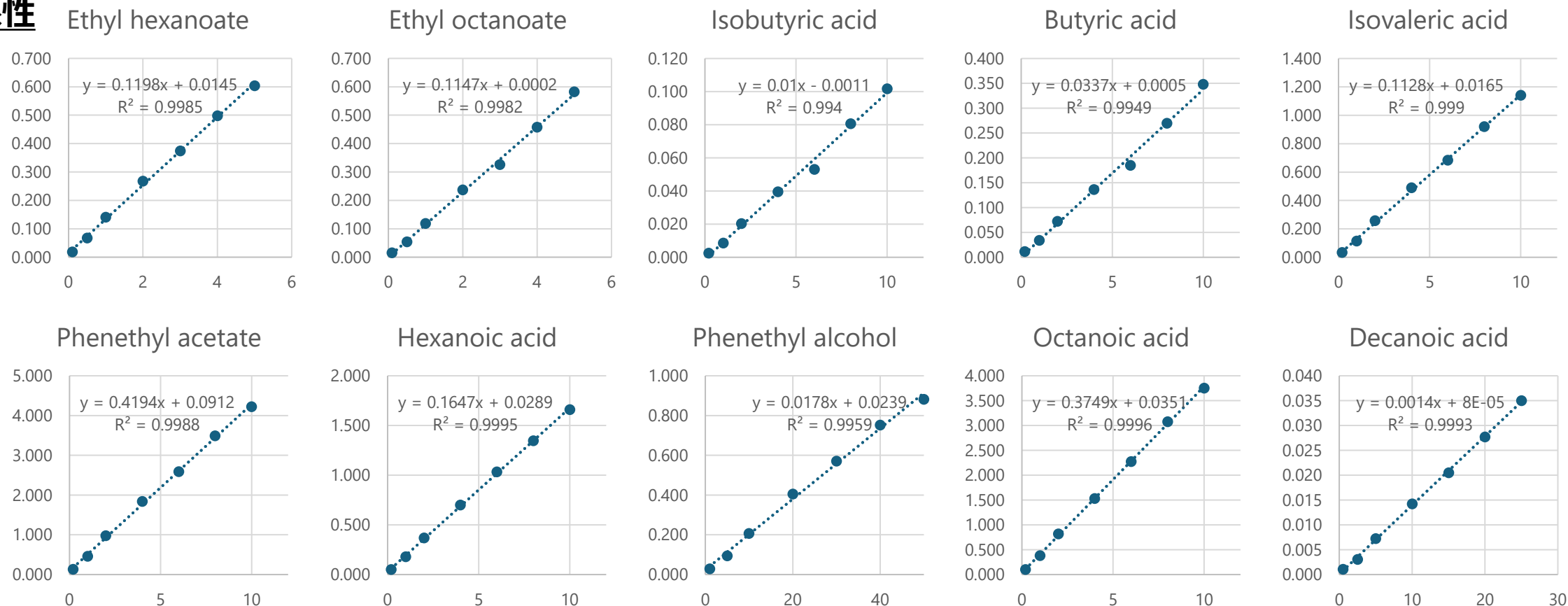
分析例：ビール未添加試料 再現性

再現性

成分名	定量値 (mg/L)						RSD%
	1	2	3	4	5	平均	
Ethyl hexanoate	0.10	0.10	0.10	0.10	0.11	0.10	1.9
Ethyl octanoate	0.31	0.31	0.32	0.31	0.31	0.31	0.7
Isobutyric acid	1.34	1.44	1.41	1.50	1.39	1.42	4.2
Butyric acid	0.98	1.01	1.02	1.07	1.02	1.02	3.2
Isovaleric acid	1.26	1.28	1.26	1.33	1.30	1.29	2.4
Phenethyl acetate	0.95	0.94	0.96	0.94	0.95	0.95	0.8
Hexanoic acid	2.85	2.86	2.65	2.82	2.85	2.81	3.1
Phenethyl alcohol	27.6	27.1	26.9	27.9	27.6	27.4	1.4
Octanoic acid	2.50	2.50	2.36	2.47	2.53	2.47	2.7
Decanoic acid	1.97	1.94	1.87	1.95	1.81	1.91	3.6

分析例：水添加試料における直線性

直線性



内部標準に対する
ピーク面積比率

試料中濃度 (mg/L)

図：内部標準補正あり検量線（内部標準物質：Methyl octanoate）

分析例：ビール添加回収試験

回収率

成分名	未添加 (n=5)	添加濃度1 (n=3)				添加濃度2 (n=3)			
	平均濃度 (mg/L)	添加濃度 (mg/L)	平均濃度 (mg/L)	RSD (%)	回収率 (%)	添加濃度 (mg/L)	平均濃度 (mg/L)	RSD (%)	回収率 (%)
Ethyl hexanoate	0.10	0.50	0.69	1.2	112	2.0	2.25	1.1	106
Ethyl octanoate	0.31	0.50	0.85	0.7	104	2.0	2.43	1.1	105
Isobutyric acid	1.42	1.0	2.62	6.3	119	4.0	6.31	6.0	122
Butyric acid	1.02	1.0	2.17	5.4	112	4.0	5.77	6.6	118
Isovaleric acid	1.29	1.0	2.43	3.8	113	4.0	5.53	3.2	106
Phenethyl acetate	0.95	1.0	2.05	2.0	107	4.0	4.97	0.9	100
Hexanoic acid	2.81	1.0	3.90	1.9	112	4.0	6.74	2.6	99
Phenethyl alcohol	27.4	5.0	32.7	2.9	117	20	45.0	2.6	90
Octanoic acid	2.47	1.0	3.61	1.6	115	4.0	6.39	0.6	98
Decanoic acid	1.91	2.5	4.71	2.7	109	10	12.28	1.4	103

気相中の香気成分分析

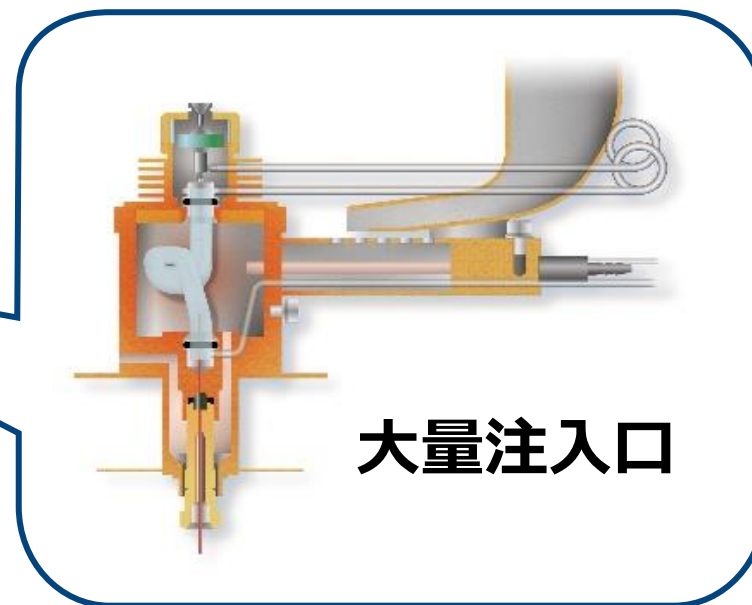
オンラインSPE-GCシステム+FEオプション

気相成分分析用
FEオプション

送液
ユニット

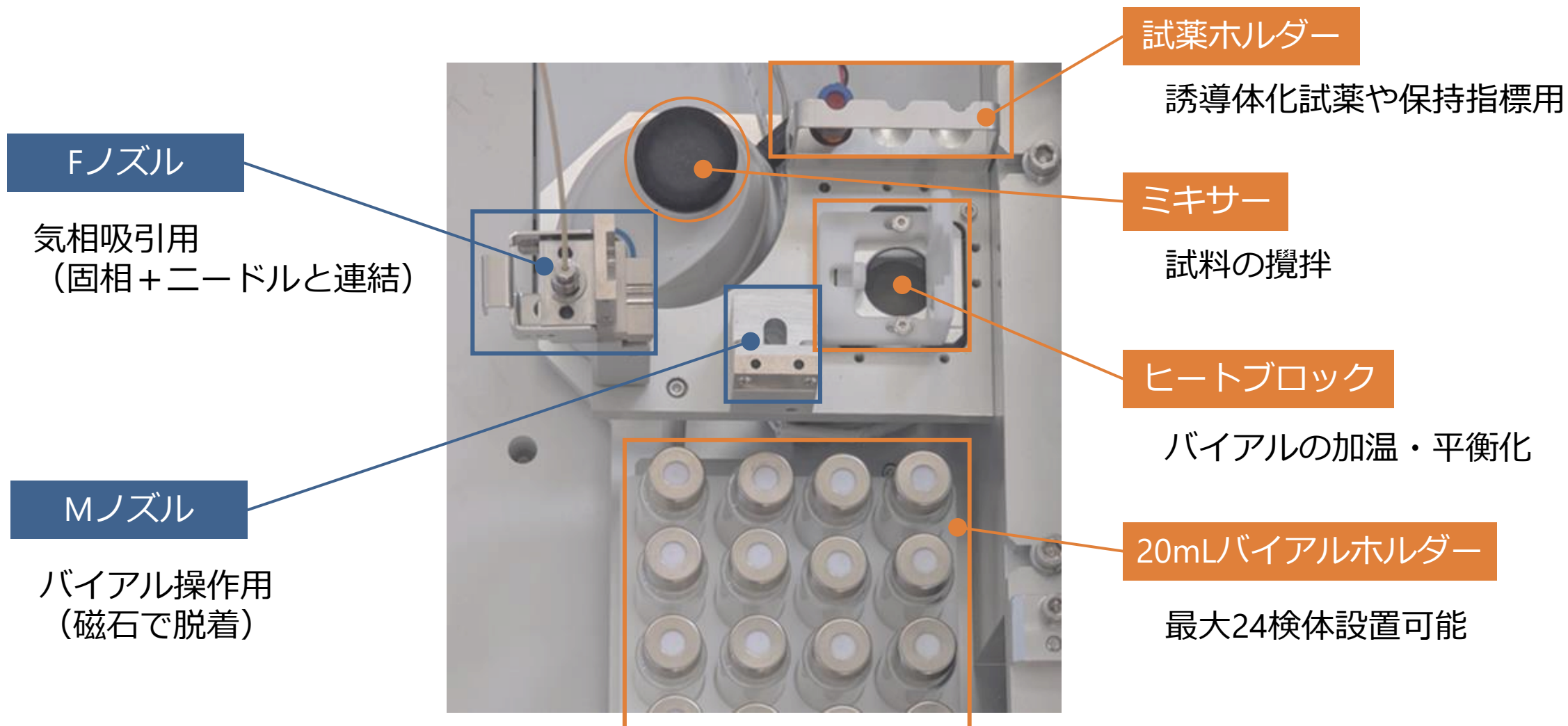


前処理ユニット



大量注入口

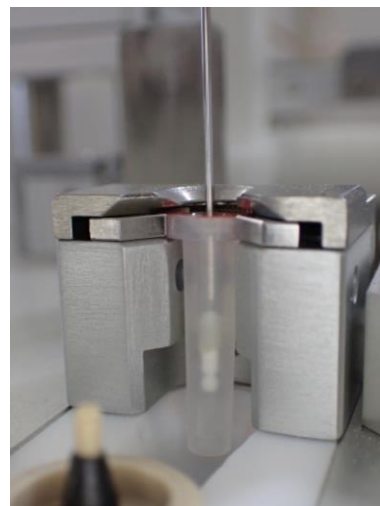
FEオプション：部品構成



FEオプション：新機能



Sノズルで試薬を吸引



固相に試薬を含浸



20mLバイアルトレイ



トレイアダプター+ノーマルトレイ

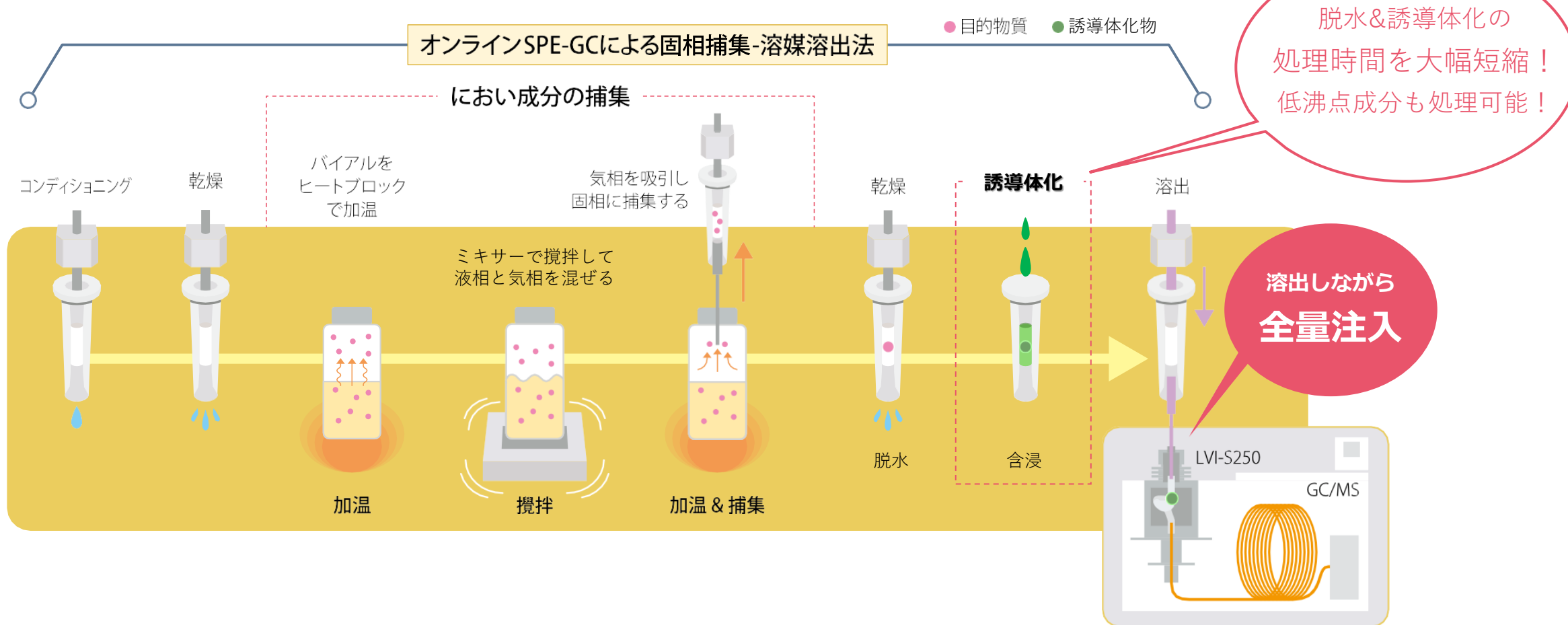
Point!

固相誘導体化に対応！

Point!

液相分析、気相分析の両方に対応！

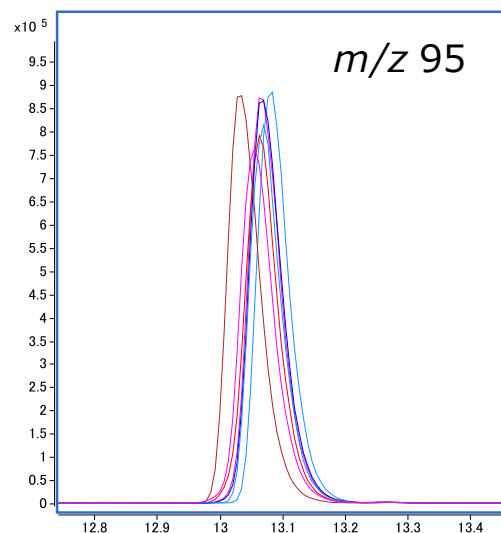
固相捕集 – (誘導体化) – 溶媒溶出法



分析例：カビ臭

再現性

2-Methylisoborneol

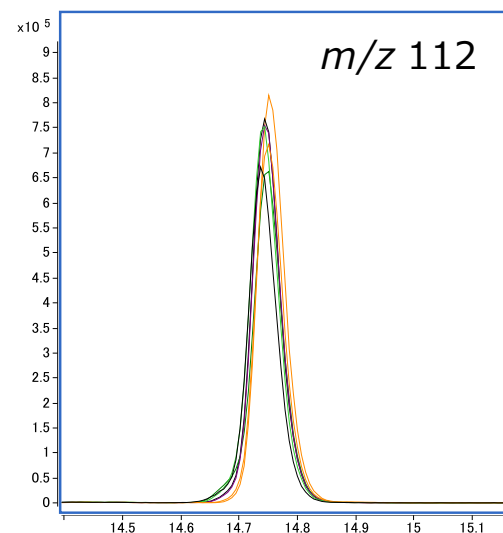


バイアル中濃度：10 $\mu\text{g/L}$

Average: 3,156,403

RSD (n=7): 5.4%

Geosmin

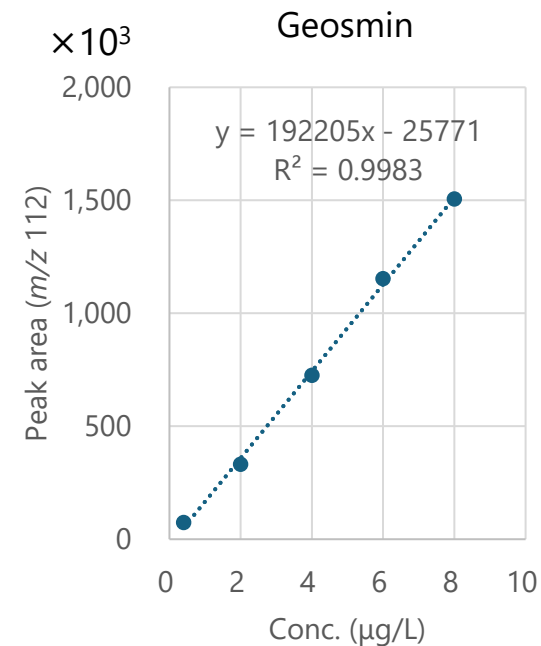
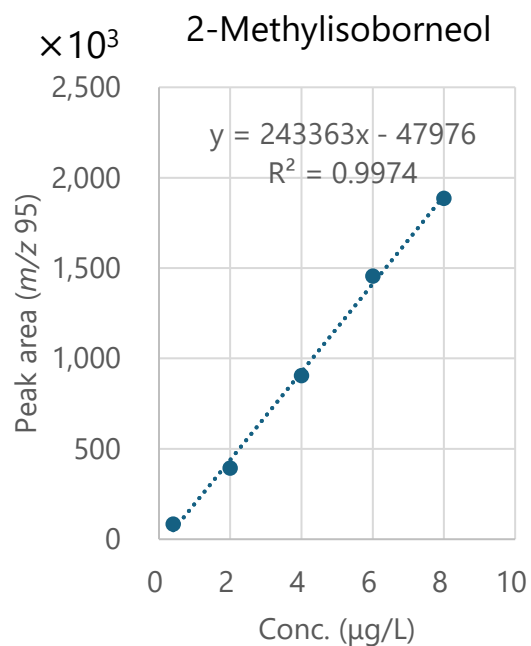


バイアル中濃度：10 $\mu\text{g/L}$

Average: 2,595,621

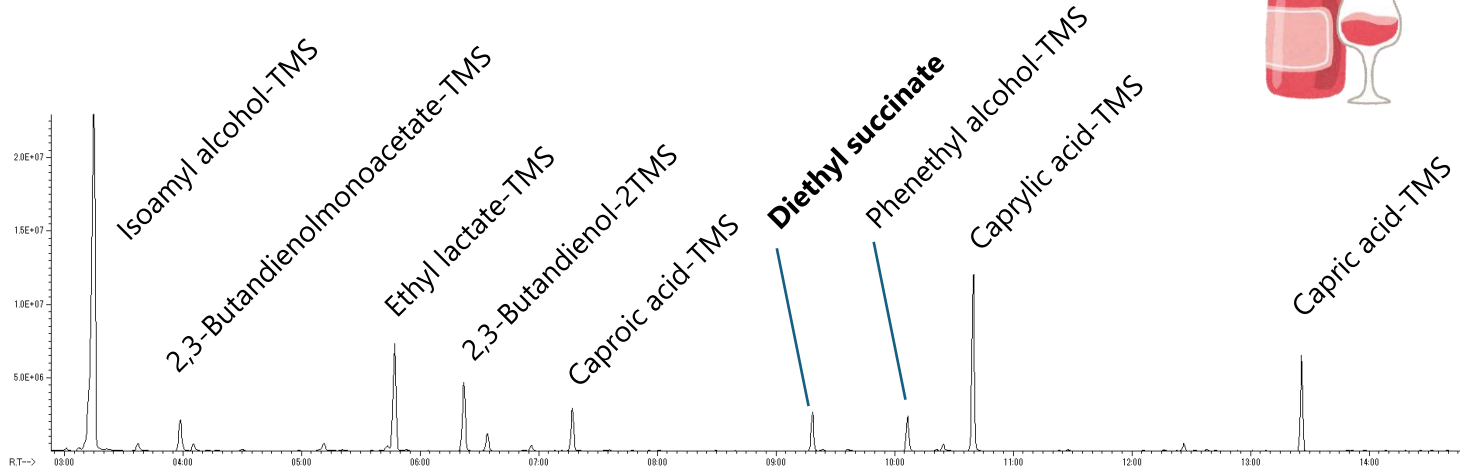
RSD (n=7): 6.1%

直線性

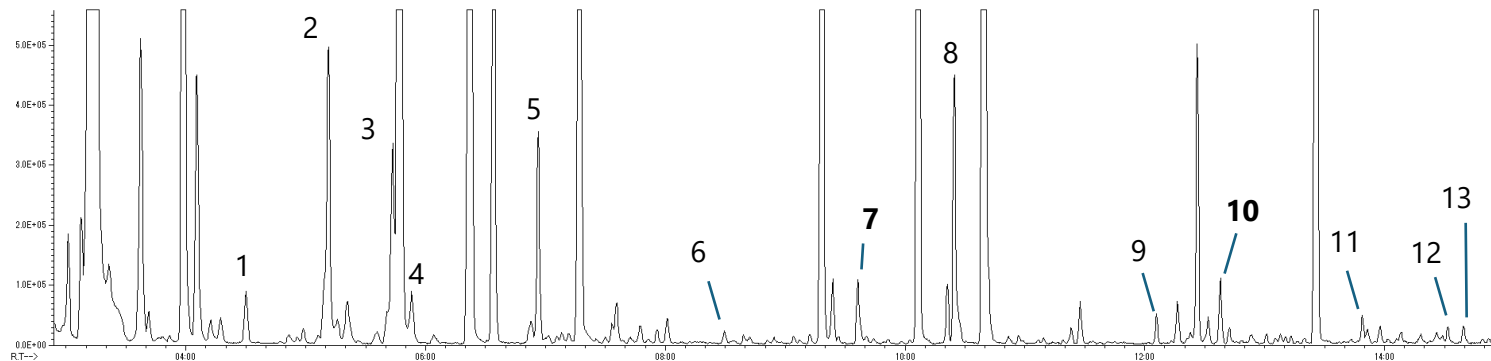


サンプル調製：試料 5 mL + NaCl 2 g

誘導体化分析例：ワイン



縦軸拡大



誘導体化されない成分も検出可能
(エステルなど)

1. Isovareric acid-TMS
2. 3-Ethoxypropanol-TMS
3. Propylene glycol-2TMS
4. Ethyl glycolate-TMS
5. Lactic acid-TMS
6. 2-Furonic acid-TMS
- 7. Ethyl caprylate**
8. Monoethyl succinate-TMS
9. Nonanoic acid-TMS
- 10. Ethyl caprate**
11. Diethyl 2-hydroxyglutarate-TMS
12. Ethyl 3-phenyllactate-TMS
13. Diethyl tartarate-2TMS

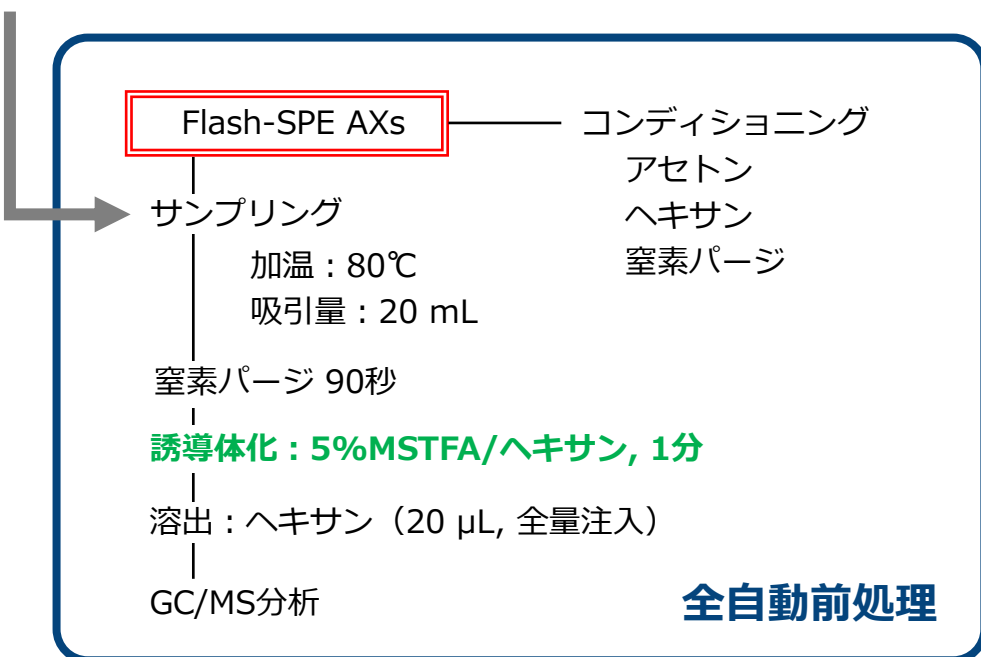
誘導体化分析例：糞便中短鎖脂肪酸

前処理条件

20 mL ヘッドスペースバイアル

- 糞便500倍希釈液 2.5 mL (10 mM 塩酸-水)
- 内部標準 (酢酸-d4など)

サンプルトレイにセット



GC/MS条件

PTV Injector

Instrument	LVI-S250 (AiSTI Science)
Insert type	Spiral insert
Injector temp.	220°C(0.5 min)-100°C/min-290°C

GC

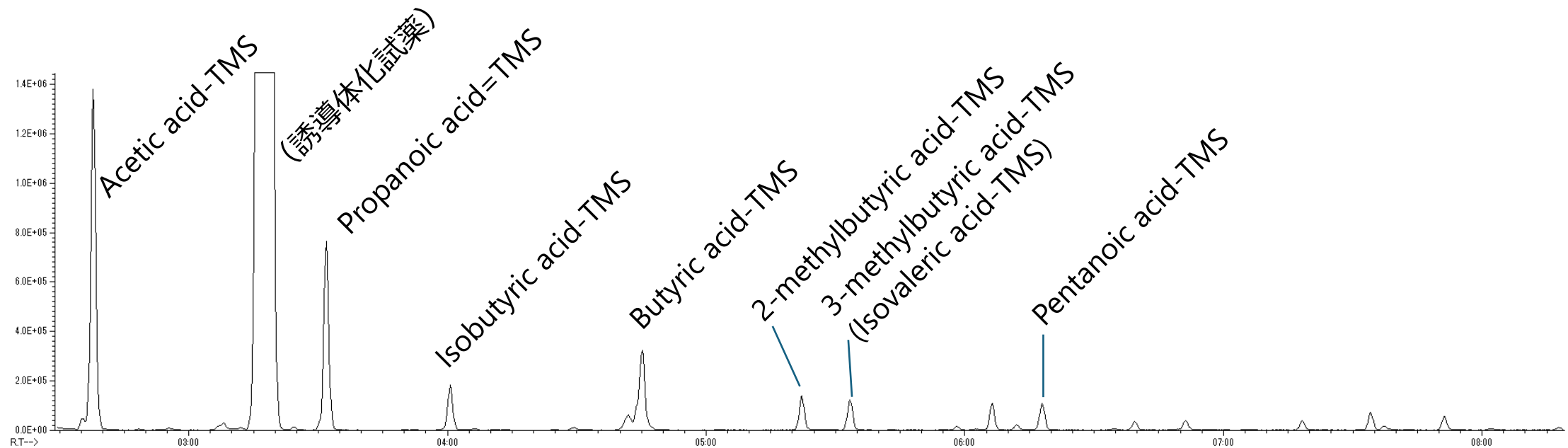
Instrument	7890B (Agilent)
Split	1:50
Flow mode	Constant flow, 1.0 mL/min
Column	VF-5ms, 0.25 mm i.d. × 30 m, df=0.25 μm
Oven temp.	60°C (2 min) -10°C/min-110°C-30°C/min-310°C (2 min) , Total 17 min
Transferline temp.	290°C

MS

Instrument	5977B (Agilent)
Ion source temp.	260°C
Acquisition mode	Scan (m/z 33-350)

誘導体化分析例：糞便中短鎖脂肪酸

GC/MS トータルイオンクロマトグラム



誘導体化分析例：糞便中短鎖脂肪酸

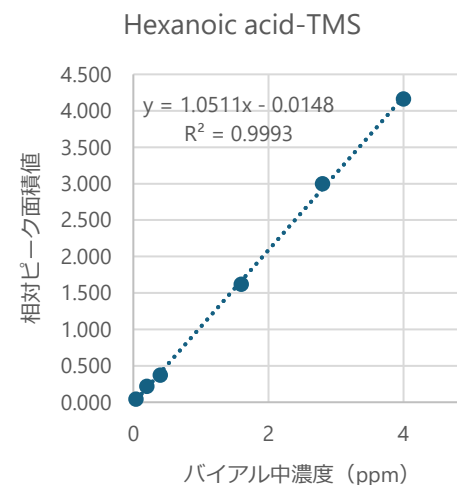
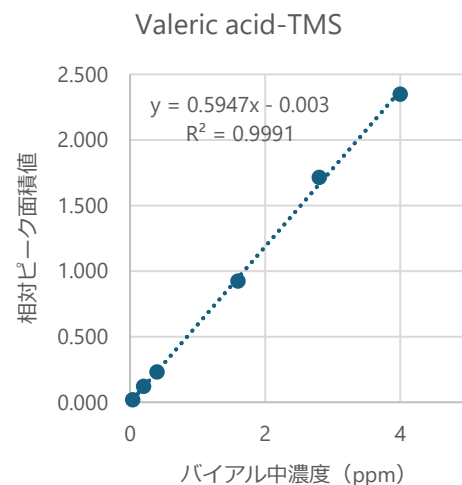
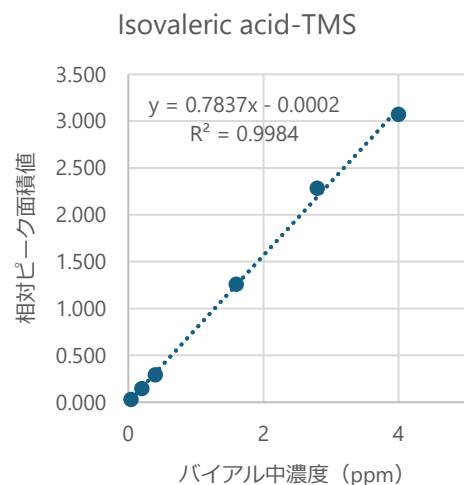
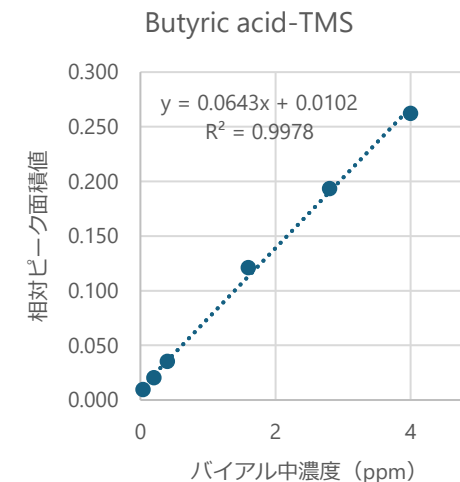
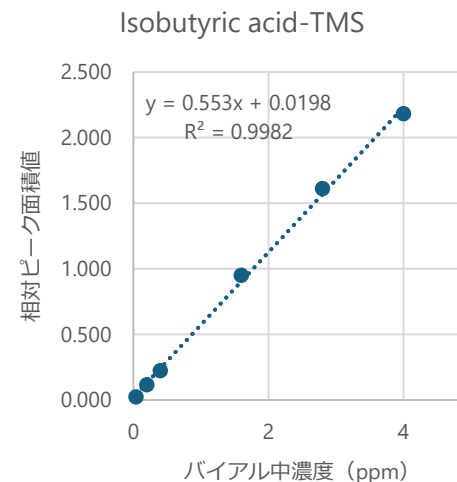
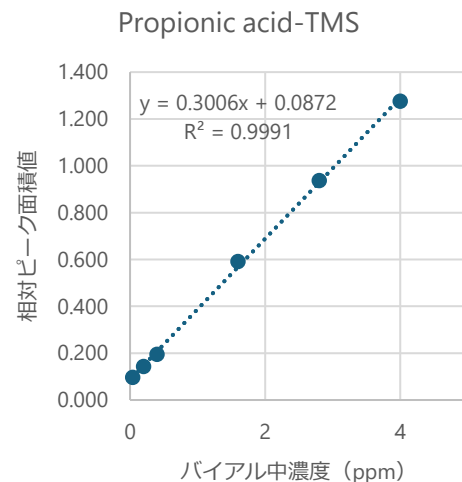
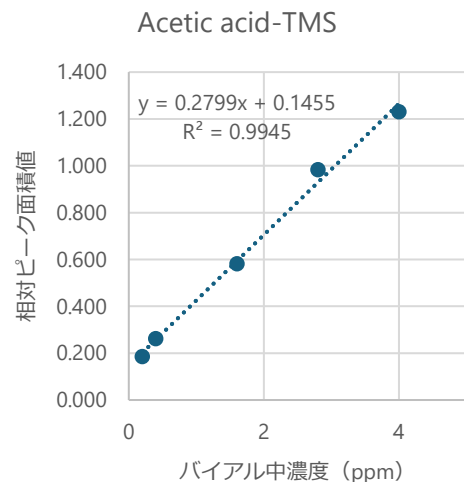
再現性

成分名	内部標準物質に対する相対面積値, N.D.: Not Detected (絶対面積値<1000)								
	水 (Blank)	糞便1	糞便2	糞便3	糞便4	糞便5	糞便6	平均	RSD (%)
Acetic acid-d4-TMS (IS)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	—	—
Acetic acid-TMS	0.172	1.649	1.614	1.666	1.629	1.616	1.670	1.641	1.5
Propionic acid-TMS	0.085	0.692	0.691	0.673	0.705	0.670	0.763	0.699	4.8
Isobutyric acid-TMS	N.D.	0.190	0.198	0.174	0.181	0.188	0.197	0.188	5.0
Butyric acid-TMS	N.D.	0.377	0.361	0.351	0.354	0.348	0.366	0.359	3.0
Crotonic acid-TMS (IS)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	—	—
Isovaleric acid-TMS	N.D.	0.199	0.204	0.191	0.192	0.196	0.193	0.196	2.6
Valeric acid-TMS	N.D.	0.143	0.157	0.148	0.156	0.138	0.136	0.147	6.1
Tiglic acid-TMS (IS)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	—	—
Hexanoic acid-TMS	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	—	—
Hexenoic acid-TMS (IS)	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	—	—

各炭素数に応じた内部標準物質の補正によって良好な再現性が得られた

誘導体化分析例：糞便中短鎖脂肪酸

直線性



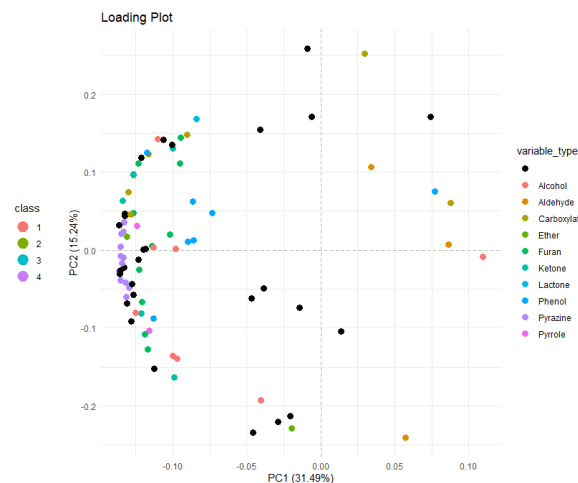
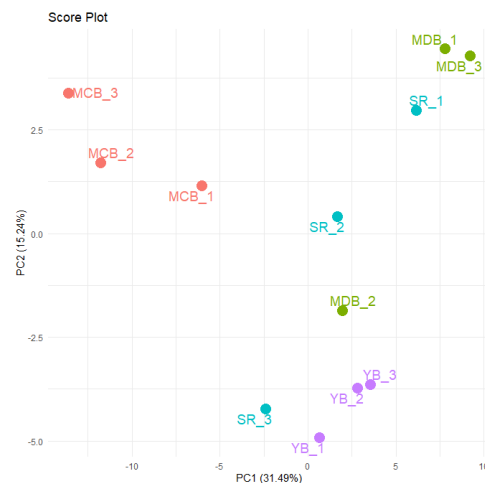
バイアル中濃度
0.04～4 ppmの範囲で
直線性を確認
(酢酸のみ 0.2 ppm～)

主成分分析によるコーヒーの差異比較

誘導体化なし

WAX, 60 m

分析時間 52.5分/検体

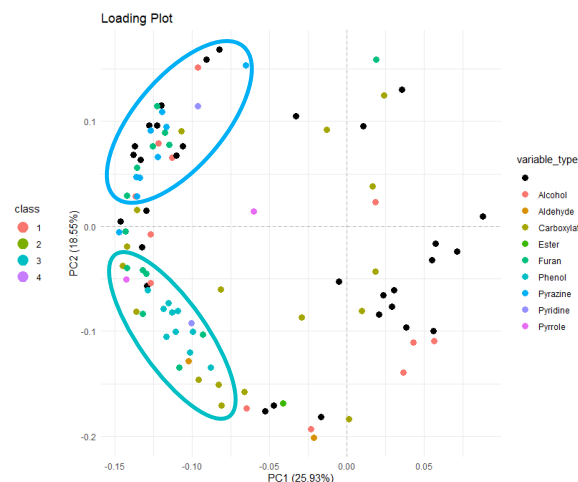
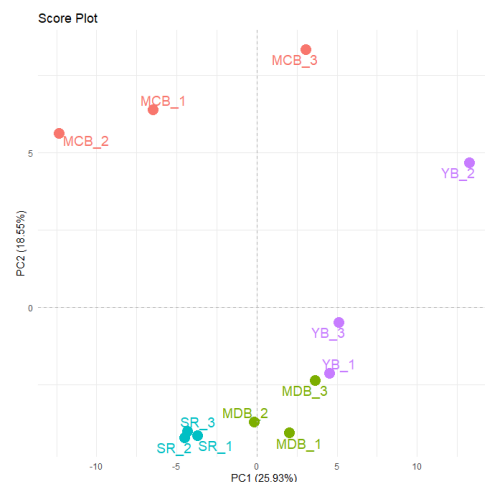


- ✓ マススペクトルによる定性
- ✓ においかぎによる定性

誘導体化あり

5%フェニル系, 30 m

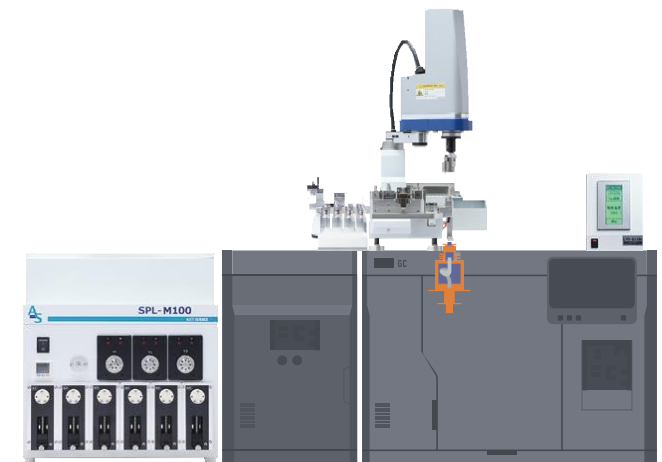
分析時間 24.0分/検体



- ✓ 分析時間の短縮
- ✓ ピークアライメントの易化
- ✓ 多変量解析での判別能向上

まとめ

- 固相カートリッジを用いたオンラインSPE-GCシステムで分析を効率化。
- トレイアダプターによって液相分析と気相分析の切り替えが容易に。
- におい成分の誘導体化によってルーチン分析に適した性能を実現。



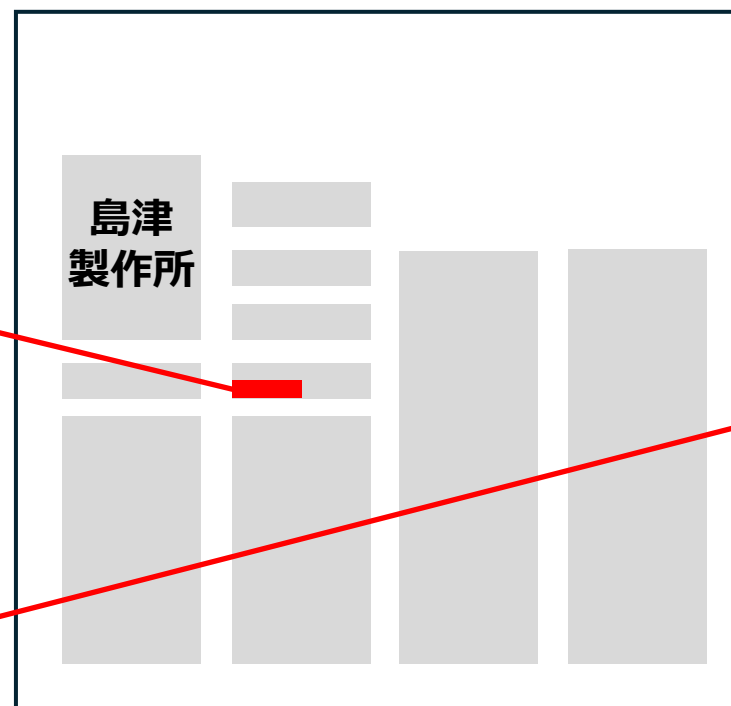
ブース案内

アイスティサイエンス
8A-602

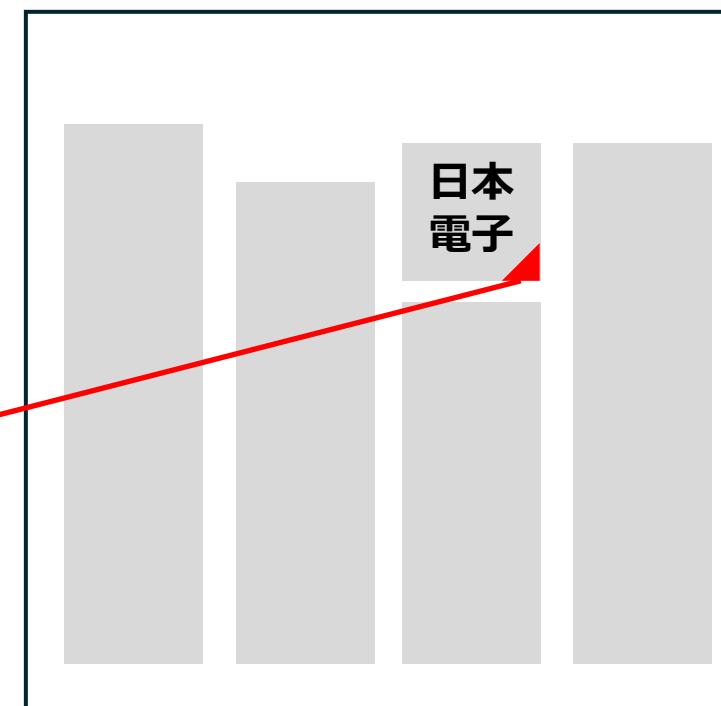
日本電子 様

5B-801 内

オンラインSPE-GCシステム



HALL8入口



HALL5入口

オンラインSPEシリーズ実機展示中！

ご清聴ありがとうございました

ホームページにて製品情報・技術情報を多数公開中！！
詳細は下記フォームよりお問い合わせください



株式会社
アイスティサイエンス

Tel.073-475-0033

イベント

サポートお問合せ

その他お問合せ

Metabolomics ソリューション 製品情報 分析方法 アプリケーションノート ピックアップ 会社概要 テクニカルサポート