

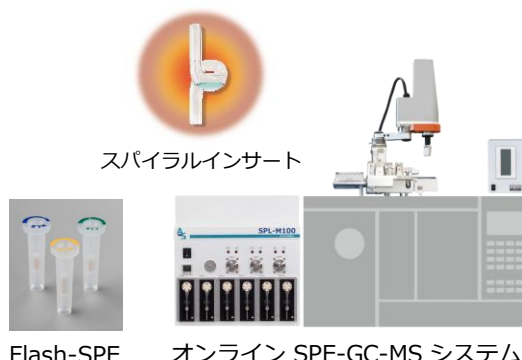
# ビール中沸点香気成分の定量分析

## はじめに

固相抽出は高い精製効果が期待でき脱着時の熱ストレスが少ない利点がありますが、負荷した試料量に対して溶出液の一部しか導入されないという欠点がありました。全自動オンライン SPE-GCシステムは溶出液の全量をGC注入口に導入することができ、少ない試料量でも従来と同等の感度を確保することができます。

香気成分の固相抽出本アプリケーションではビールの中沸点成分を対象に、液体試料から固相カートリッジを用いて分析した事例をご紹介します。

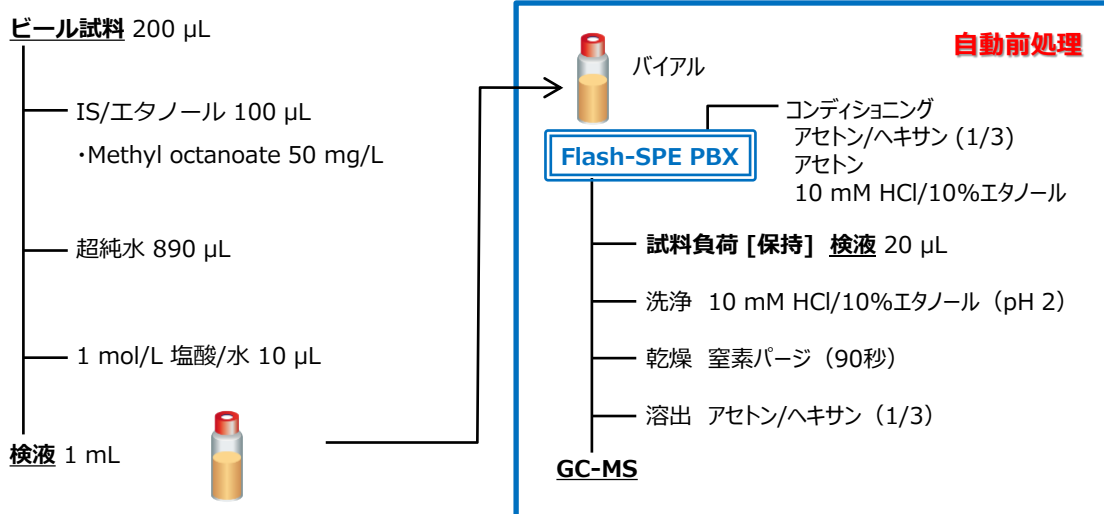
ビールは5倍希釈し、エタノール濃度が約10%となるように調製します。また、脂肪酸を疎水性相互作用で吸着させるために検液のpHを2以下となるように調整します。この溶液を固相に通液し、同組成の溶媒で洗浄を行います。その後窒素パージにより水を除去し、アセトン/ヘキサン（1/3）で目的成分を溶出させ、大量注入法によりGCカラムに導入します。



Flash-SPE

オンライン SPE-GC-MS システム

## 前処理フロー



## 分析条件

### SPE-GCインターフェース

固相カートリッジ

### PTV注入口

インサート

注入口温度

### ガスクロマトグラフ

注入条件

制御モード

プレカラム

分析カラム

オープン温度

トランスファーライン

### 質量分析計

データ取得モード

### SPL-M100 (AiSTI SCIENCE)

Flash-SPE PBX

### LVI-S250 (AiSTI SCIENCE)

スパイラルインサート

70℃(0.3 min)-100℃/min-290℃

大量注入法；スプリットベント流量：100 mL/min (70 kPa, 0.3 min) → Splitless (3 min) → 50 mL/min

流量一定（コンスタントフロー），1.4 mL/min

0.25 mm i.d. x 0.5 m

DB-WAX, 0.25 mm i.d. x 60 m, df=0.25 µm

40℃(4 min)-20℃/min-230℃(10min), 21.5 min

250℃

SIM



SPL-M100

for SPE-GC system

## Sample



ビール

## Information

技術開発部  
新川 翔也

AiSTI SCIENCE

### Product

オンライン SPE-GC  
SPL-M100

固相カートリッジ  
Flash-SPE

大量注入口装置  
LVI-S250


AiSTI SCIENCE CO.,Ltd.

Tel : +81-73-475-0033

E-mail : [as@aisti.co.jp](mailto:as@aisti.co.jp)

HP : [www.aisti.co.jp](http://www.aisti.co.jp)

## 結果

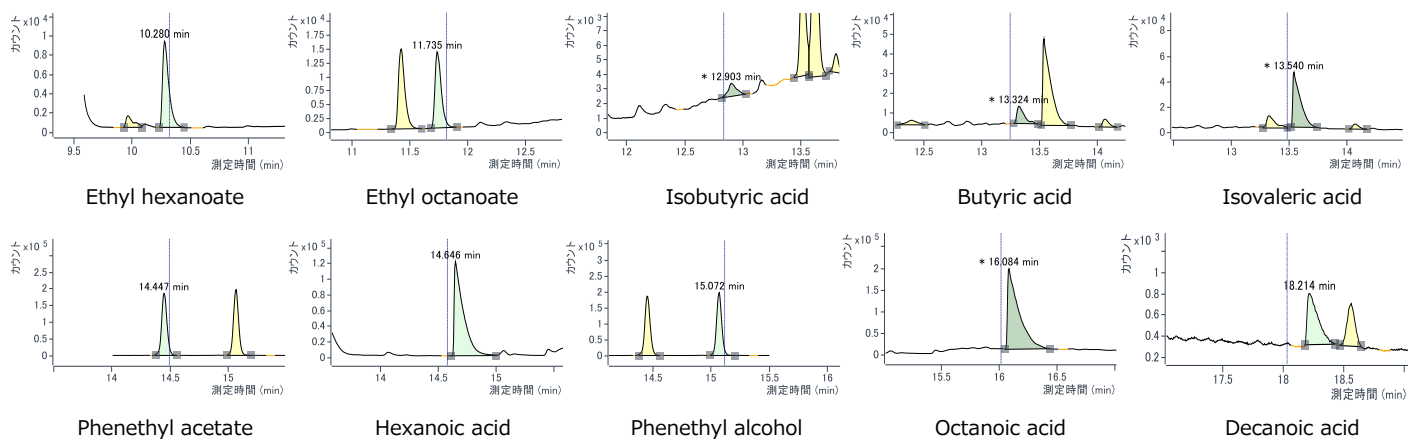


図 1: ビール試料のクロマトグラム

表 1: 検量線直線性

| 成分名               | 濃度範囲<br>(試料中濃度, mg/L)       | R <sup>2</sup><br>(IS補正*1) |
|-------------------|-----------------------------|----------------------------|
| Ethyl hexanoate   | 0.1, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5     | 0.998                      |
| Ethy octanoate    | 0.1, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5     | 0.998                      |
| Isobutyric acid   | 0.2, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0.995                      |
| Butyric acid      | 0.2, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0.995                      |
| Isovaleric acid   | 0.2, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0.999                      |
| Phenethyl acetate | 0.2, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0.999                      |
| Hexanoic acid     | 0.2, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0.999                      |
| Phenethyl alcohol | 1, 5, 10, 20, 30, 40, 50    | 0.996                      |
| Octanoic acid     | 0.5, 2.5, 5, 10, 15, 20, 25 | 0.997                      |
| Decanoic acid     | 0.2, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0.999                      |

\* 内部標準物質: Methyl octanoate 試料中濃度 0.5 mg/L

表 2: 添加回収試験結果 (n=3) および再現性試験結果 (n=5)

|                   | 添加試料 (0.5~ mg/L)<br>(n=3) | 添加試料 (2~ mg/L)<br>(n=3) | ビール無添加試料<br>(n=5)  |
|-------------------|---------------------------|-------------------------|--------------------|
| 成分名               | 回収率%<br>(IS補正*定量値)        | 回収率%<br>(IS補正*定量値)      | RSD%<br>(IS補正*定量値) |
| Ethyl hexanoate   | 112                       | 106                     | 1.7                |
| Ethy octanoate    | 104                       | 105                     | 0.7                |
| Isobutyric acid   | 122                       | 121                     | 3.5                |
| Butyric acid      | 117                       | 123                     | 5.4                |
| Isovaleric acid   | 110                       | 105                     | 6.0                |
| Phenethyl acetate | 107                       | 100                     | 0.8                |
| Hexanoic acid     | 111                       | 99                      | 3.5                |
| Phenethyl alcohol | 117                       | 90                      | 1.3                |
| Octanoic acid     | 119                       | 100                     | 2.5                |
| Decanoic acid     | 112                       | 102                     | 2.2                |

\* 内部標準物質: Methyl octanoate 試料中濃度 0.5 mg/L