

日本食品科学工学会第73回大会

2026年8月27日(木) 17:30 ~ 17:45

2KAp09w035

全自動オンライン固相抽出-GC/MSシステムを用いた 香気成分分析法の開発と固相マイクロ抽出法との比較

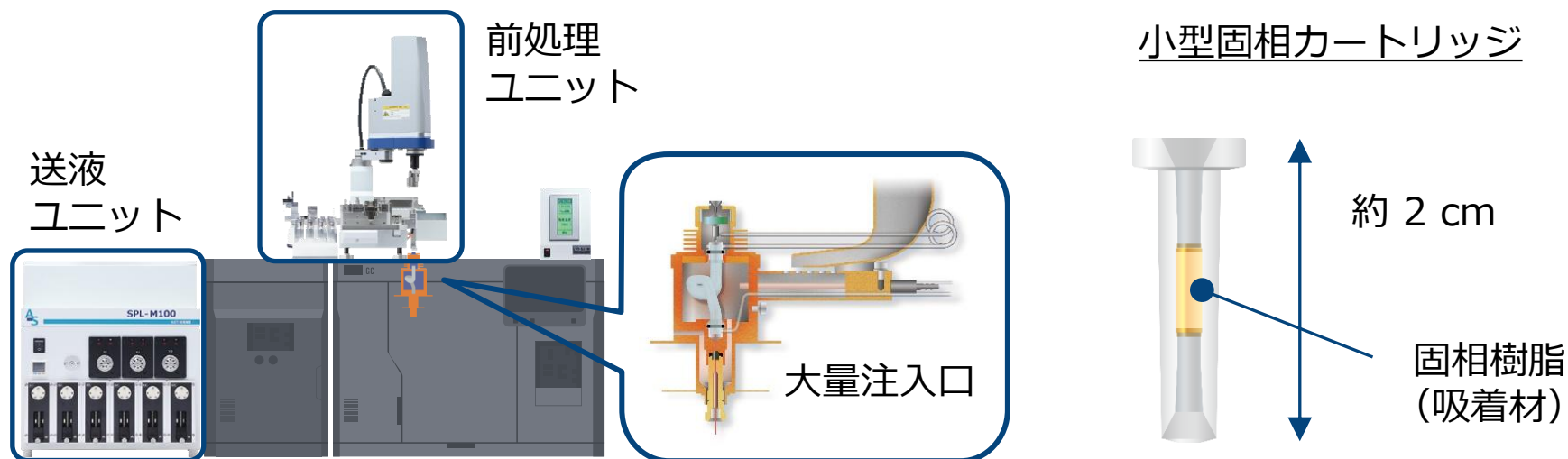
*新川 翔也、佐々野 僚一
株式会社アイスティサイエンス



Beyond your Imagination

AiSTI SCIENCE

全自動オンライン固相抽出-GCシステム（オンラインSPE-GCシステム）

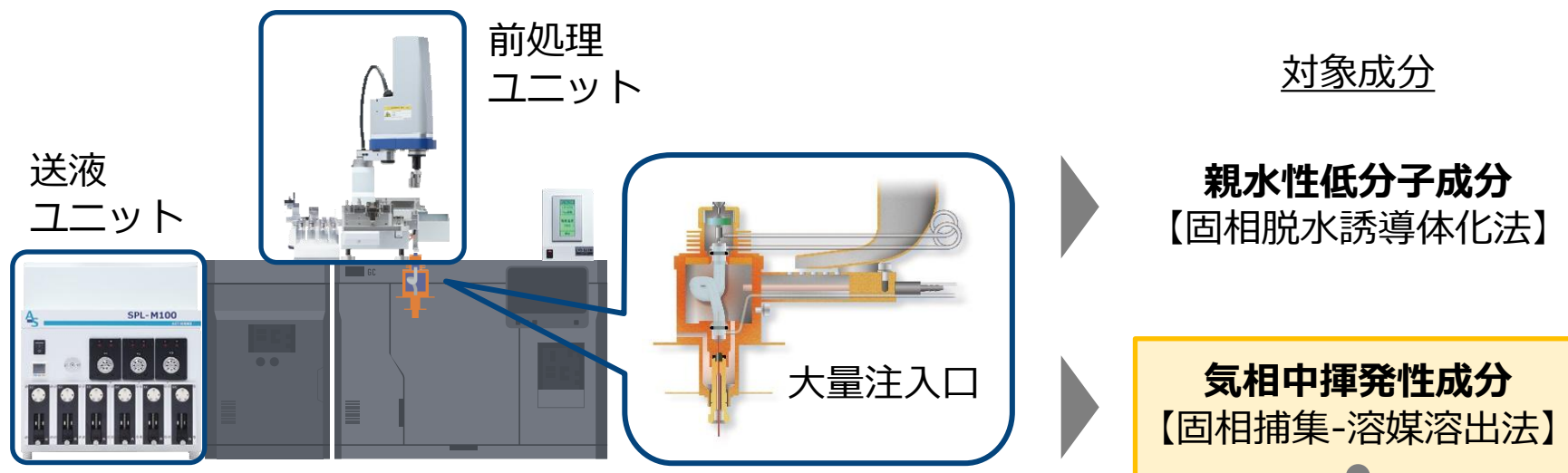


本システム（SPL-M100FE）および小型固相カートリッジの特徴

- カートリッジのストレート構造により配管接続・通液・通気が容易
- 胃袋型インサートで溶出液の全量をGC注入口に導入可能

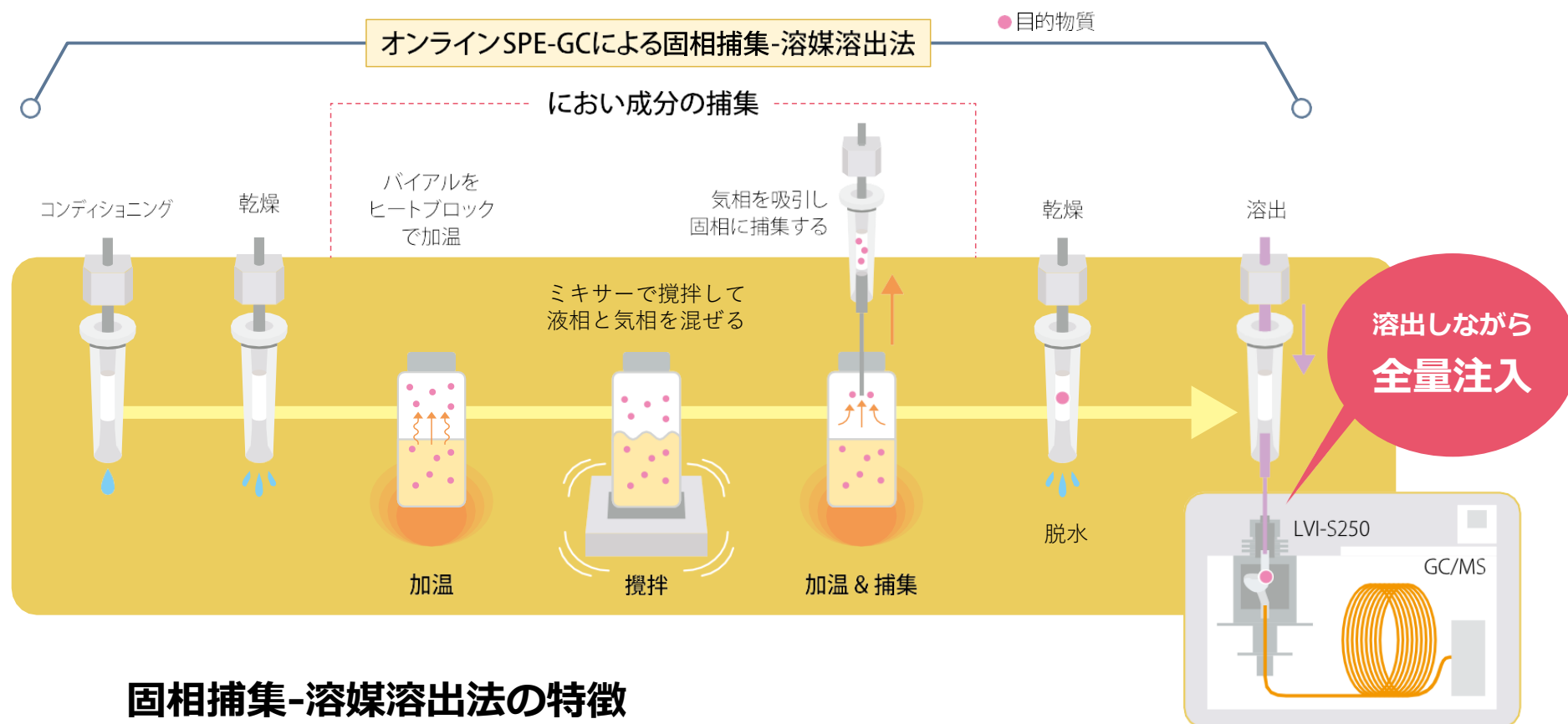
研究背景

全自動オンライン固相抽出-GCシステム（オンラインSPE-GCシステム）



固相カートリッジに気体を通して成分を捕集・濃縮、その後溶媒で脱離
↓
主要な分析法である固相マイクロ抽出法（SPME法）との比較はされていない

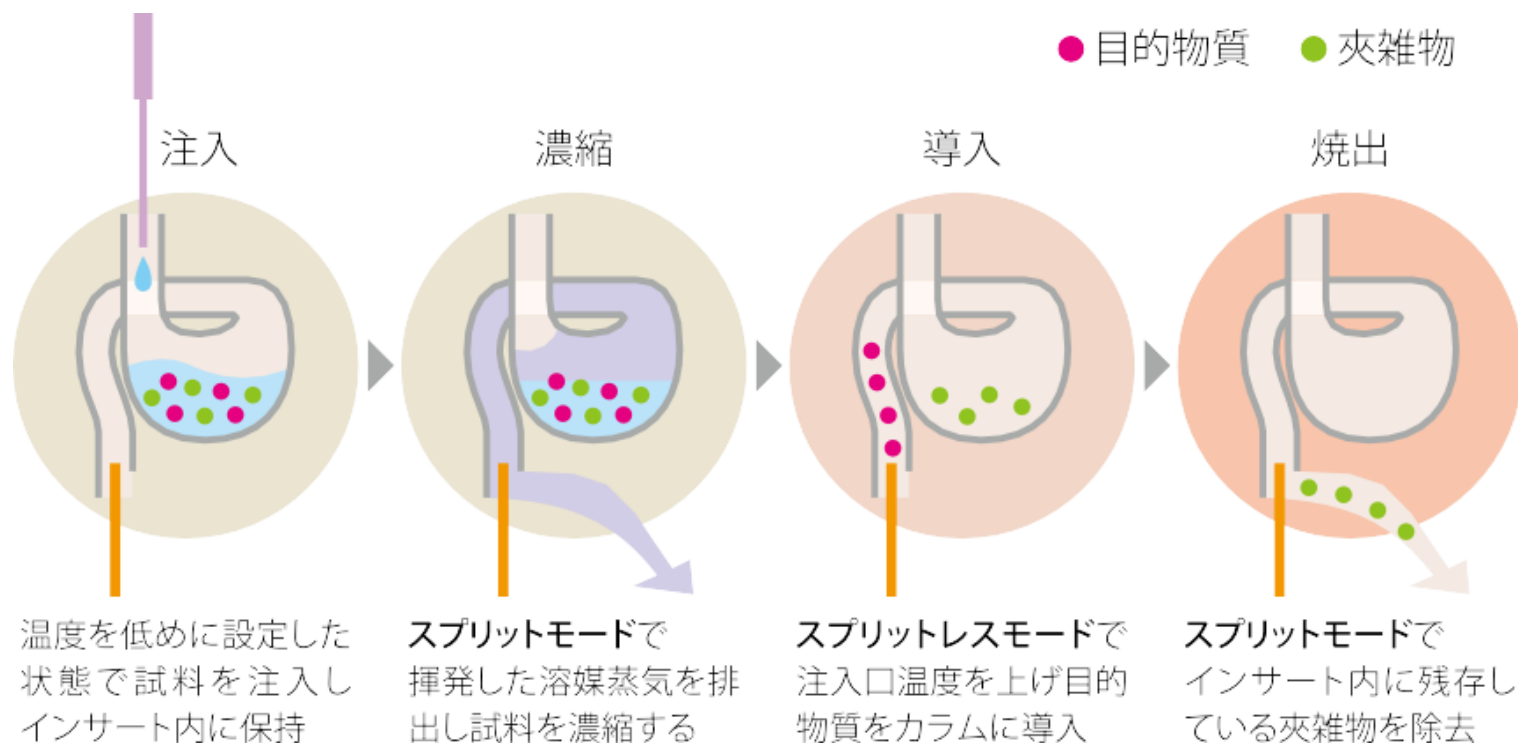
固相捕集-溶媒溶出法



固相捕集-溶媒溶出法の特徴

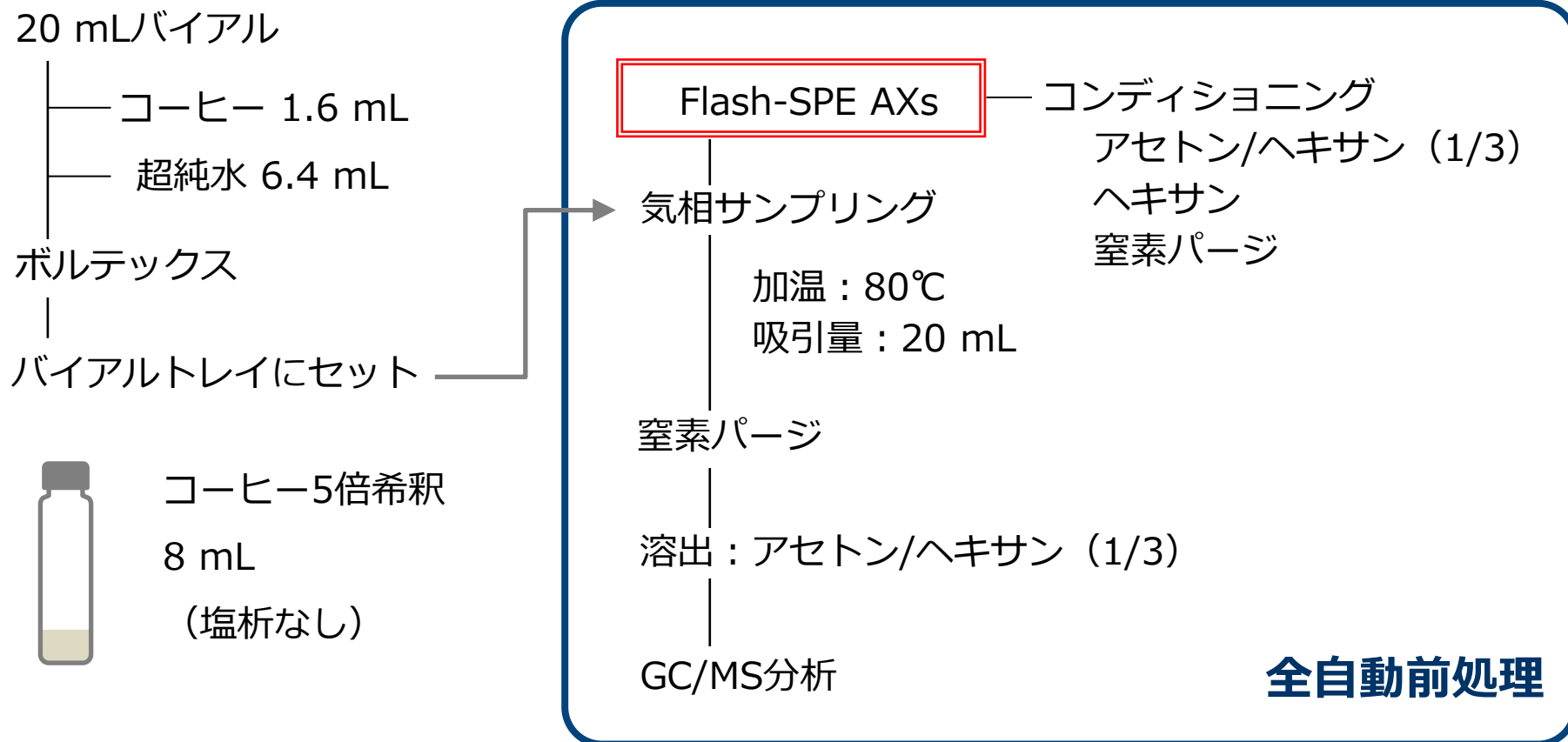
- ヘッドスペース気相を吸引し固相に捕集
- 誘導体化（シリル化）も可能

大量注入口内での溶出液の濃縮



注入口温度	70℃	昇温中	250℃
スプリット比	20:1	スプリットレス	約35:1

固相捕集-溶媒溶出法 前処理フロー



分析条件

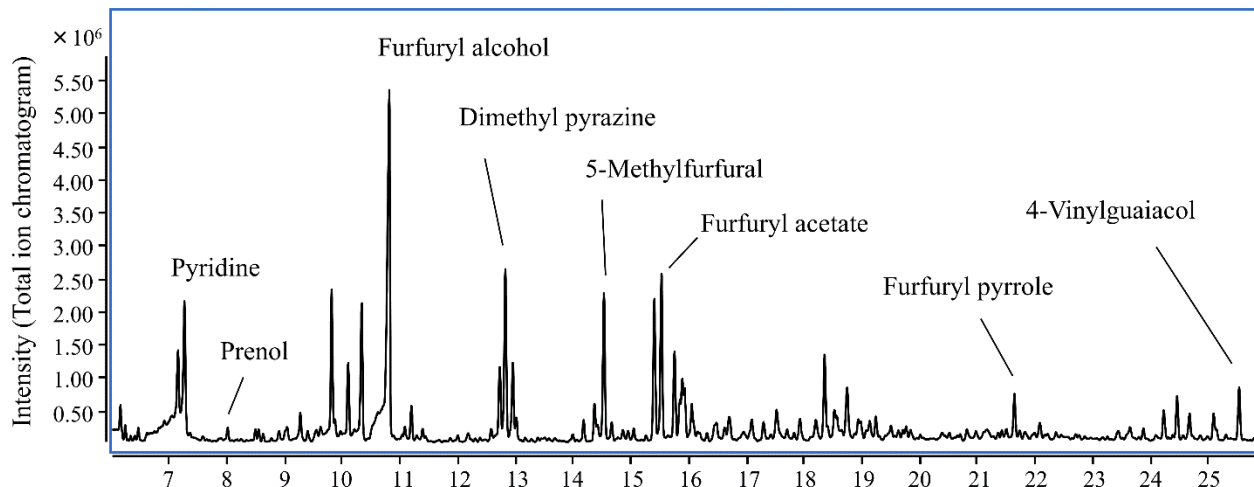
固相捕集-溶媒溶出法

SPME法

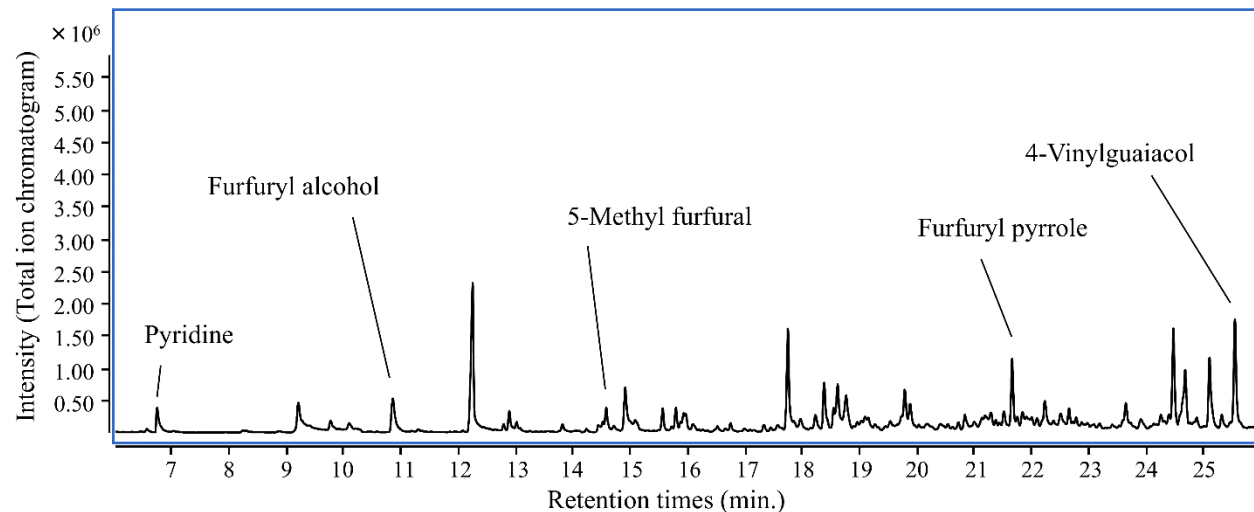
捕集剤	Flash-SPE AXs (DVB系ポリマー)	SPME ファイバ (65 μ m, DVB/PDMS)
捕集時間	80℃で5分加温後10mL吸引×2回	80℃、約25分
注入方式	SPL-M100FE + LVI-S250	マニュアル注入、標準注入口
インサート	スパイラルインサート	ストレートライナー (i.d. 0.75 mm)
注入口温度	70℃ (0.25 min) -100℃/min-250℃	290℃
スプリット比	28 mL/min (70 kPa, 0.25 min) → Splitless (2.75 min) → 50 mL/min (1 min)	Splitless (1 min)
ガスクロマトグラフ	7890B (Agilent)	
流量制御	コンスタントフロー, 1.4 mL/min	
プレカラム	0.25 mm i.d. × 0.5 m	
分析カラム	VF-5ms, 0.25 mm i.d. × 30 m, df=0.5 μm	
オープン温度	40℃ (4 min) -5℃/min-160℃-30℃/min-310℃ (2 min) , Total 35.0 min	
トランスファーライン	290℃	
質量分析計	5977B (Agilent)	
イオン源温度	260℃	
データ取得モード	Scan (m/z 33-350)	

クロマトグラム

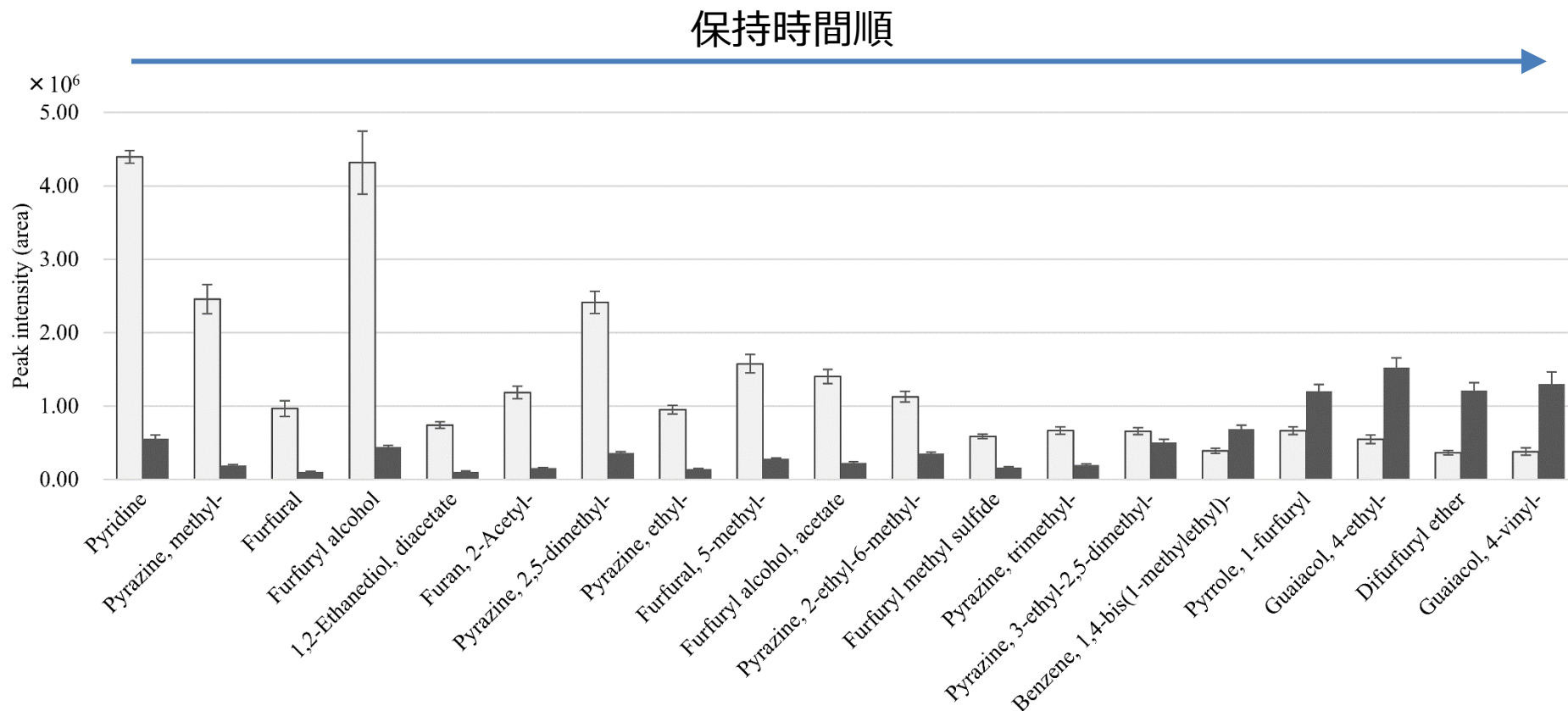
固相捕集
-溶媒溶出法



SPME法



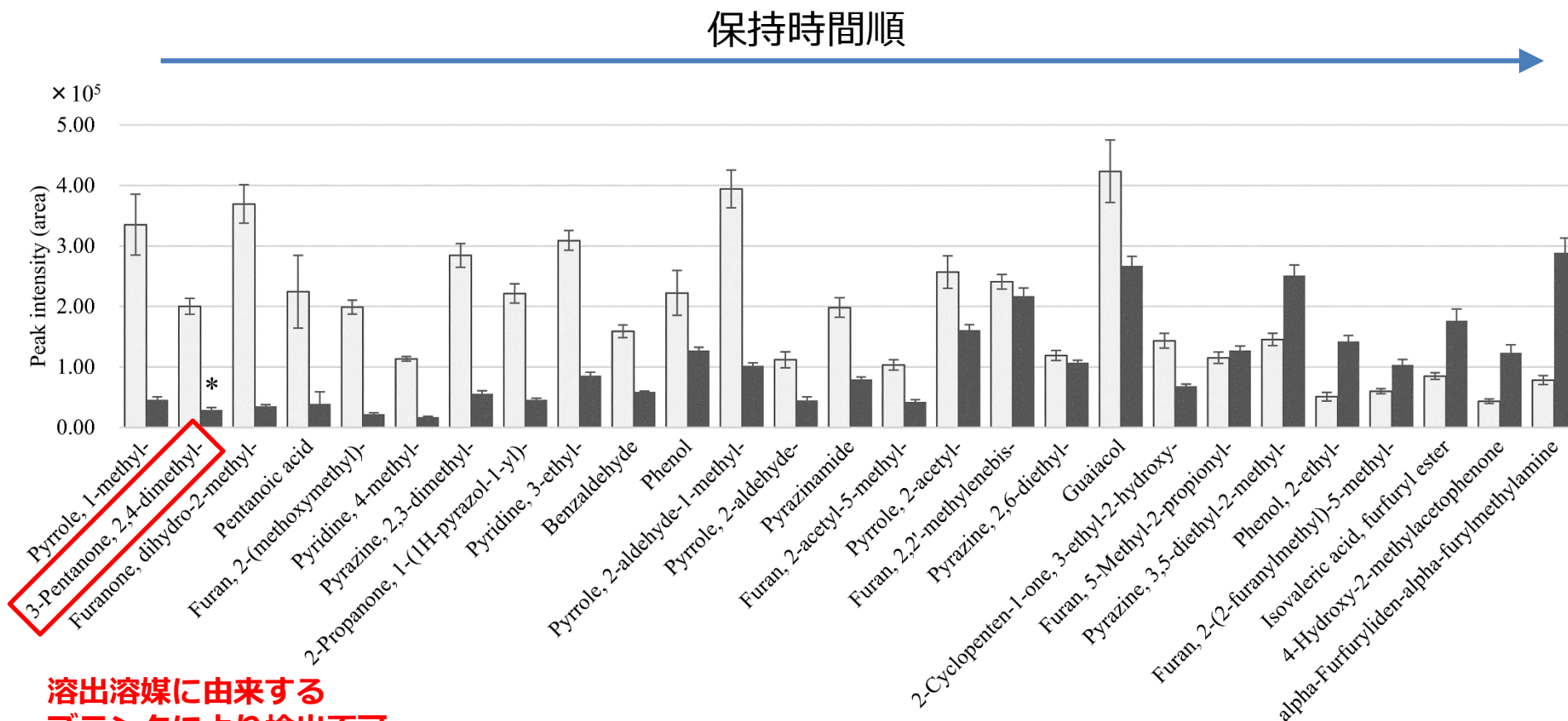
検出ピーク強度の比較（高強度）



左：固相捕集-溶媒溶出法、右：SPME法

高濃度で存在する成分についてはいずれの手法でも検出可能

検出ピーク強度の比較（中強度）



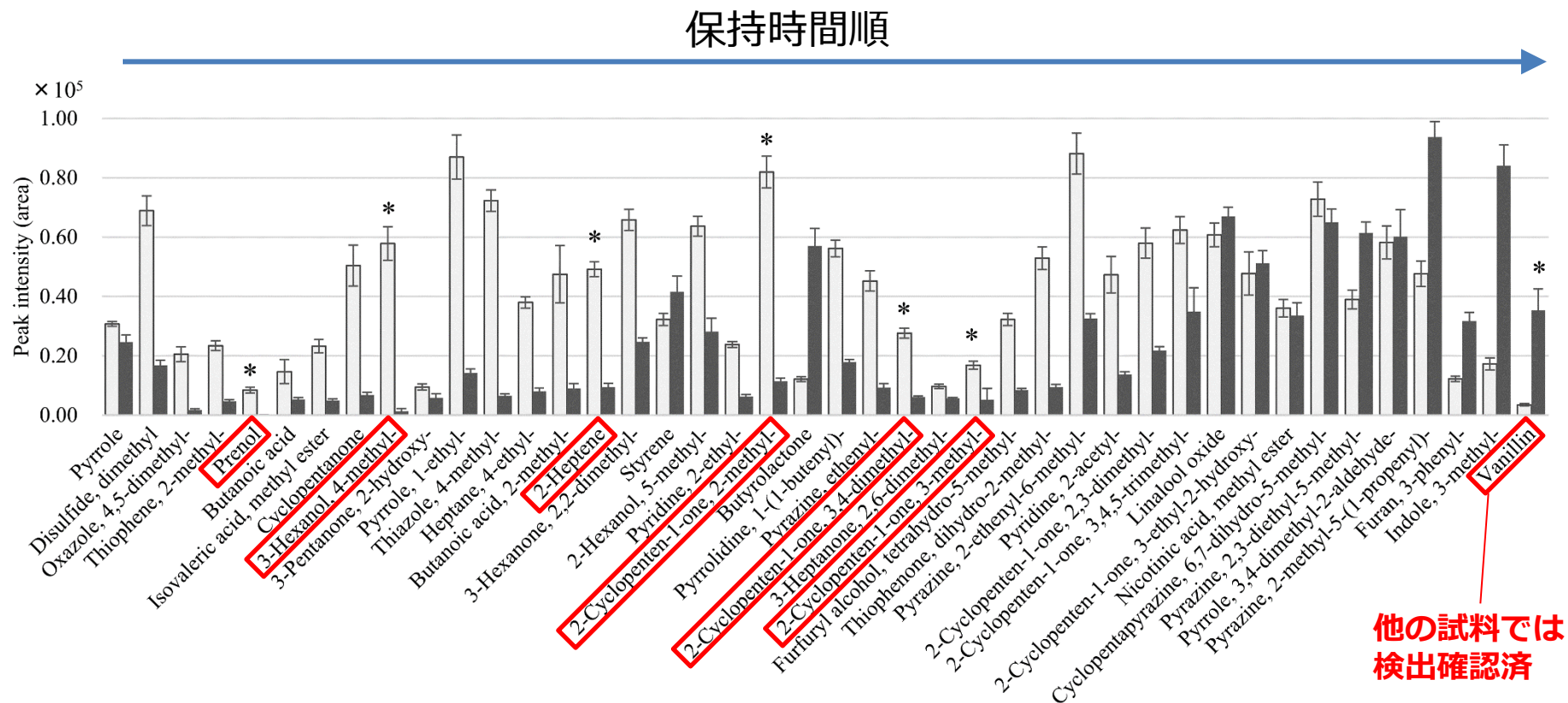
溶出溶媒に由来する
ブランクにより検出不可

左：固相捕集-溶媒溶出法、右：SPME法

* 当該手法でのみ検出（試料/ブランク強度比>3）

一部の成分で固相捕集-溶媒溶出法における溶媒ブランクの影響が見られた

検出ピーク強度の比較（低強度）



左：固相捕集-溶媒溶出法、右：SPME法

* 当該手法でのみ検出（試料/ブランク強度比>3）

固相捕集-溶媒溶出法でのみ検出：6ピーク、SPME法でのみ検出：2ピーク

SPME法との比較：考察

固相捕集-溶媒溶出法



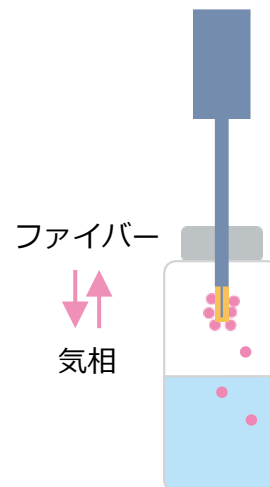
気相中成分を吸引し
固相に捕集する

↓
カートリッジの多段分配
により捕集効率が高い

↓
分配係数が小さくても
破過しない条件であれば
回収可能

**SPME法では
濃縮されにくい成分も
網羅的に捕集可能**

SPME法



気相中成分がファイバーに分配

↓
ファイバーへの分配係数
によって濃縮効率が異なる

↓
分配係数が小さい成分は
低感度になりやすい

**蒸気圧の低い成分でも
分配係数の高い成分は
効率よく捕集可能**

固相捕集-溶媒溶出法はSPME法とは異なる特性を持つサンプリング手法である

- 小型固相カートリッジおよびオンラインSPE-GC/MSシステムを用いた固相捕集-溶媒溶出法による香気成分分析法について、代表的な手法であるSPME法との比較を行った。
- コーヒー試料の分析により成分名が推定できた88ピークについて強度値の比較を行い、固相捕集-溶媒溶出法でのみ検出した成分が6種、SPME法でのみ検出した成分が2種と判定した。
- 固相捕集-溶媒溶出法では固相カートリッジの多段分配によりSPME法では濃縮されにくい成分も捕集可能であることが示唆された。
- 上記結果より、中沸点成分の高感度な香気成分分析法として有用であることが明らかとなった。

ご清聴ありがとうございました