

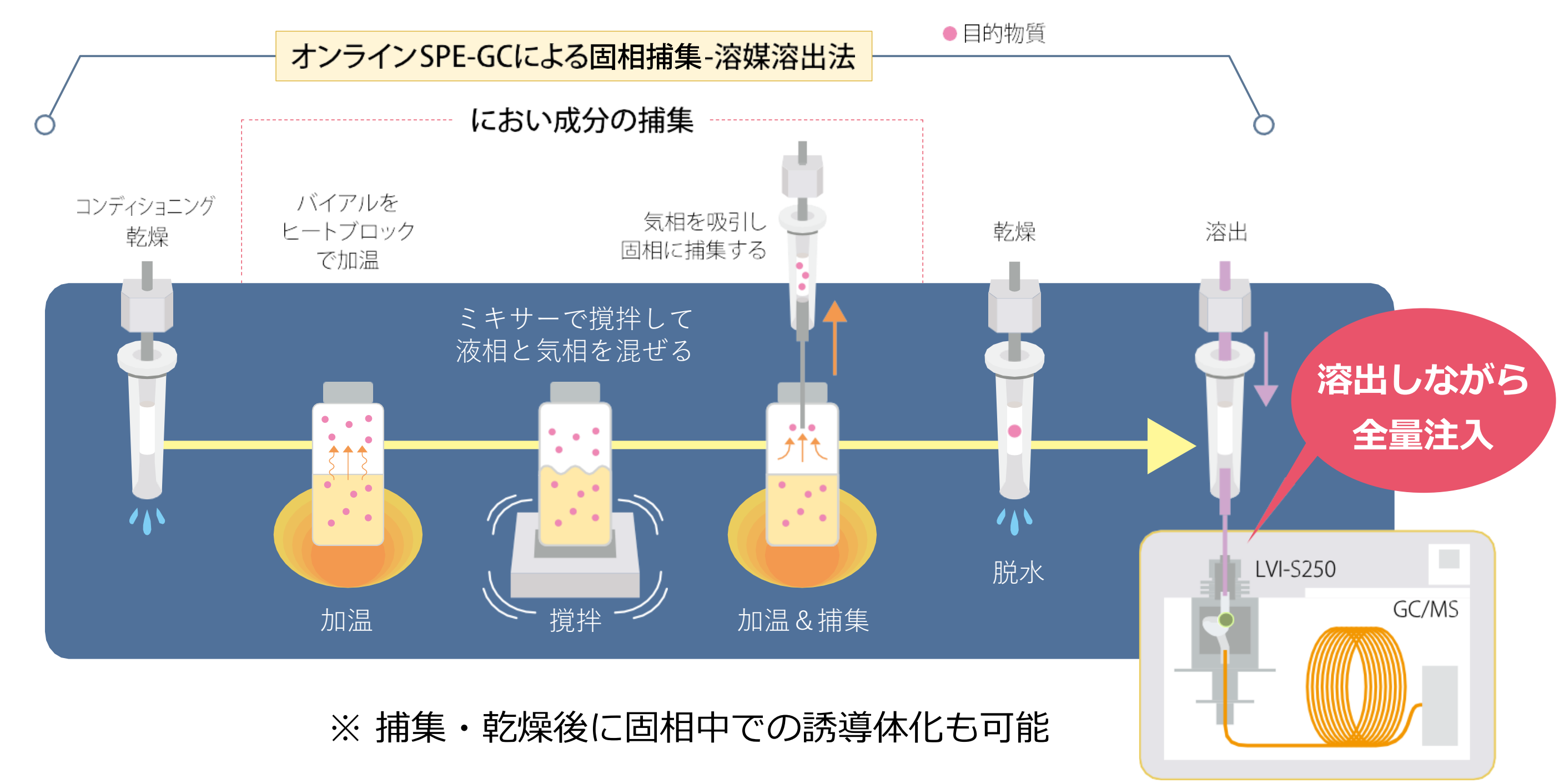
全自動オンライン固相抽出-GC/MSシステムを用いた 香気成分分析法の開発と固相マイクロ抽出法との比較

演題番号：
2KAp09w035

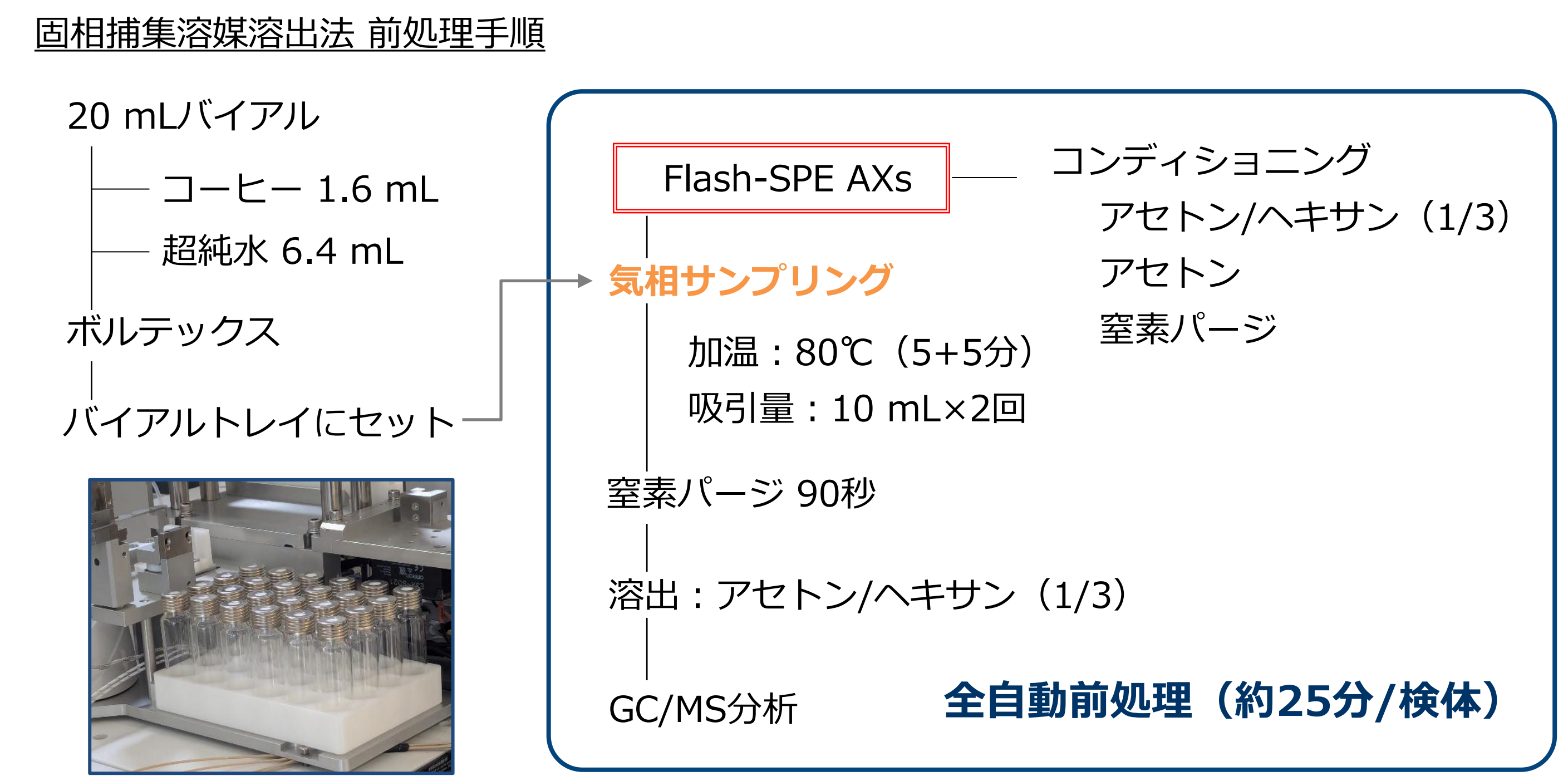
○新川翔也, 佐々野僚一（株式会社アイスティサイエンス）

本発表に関して、開示すべき利益相反関連事項はありません。

1. システム概要



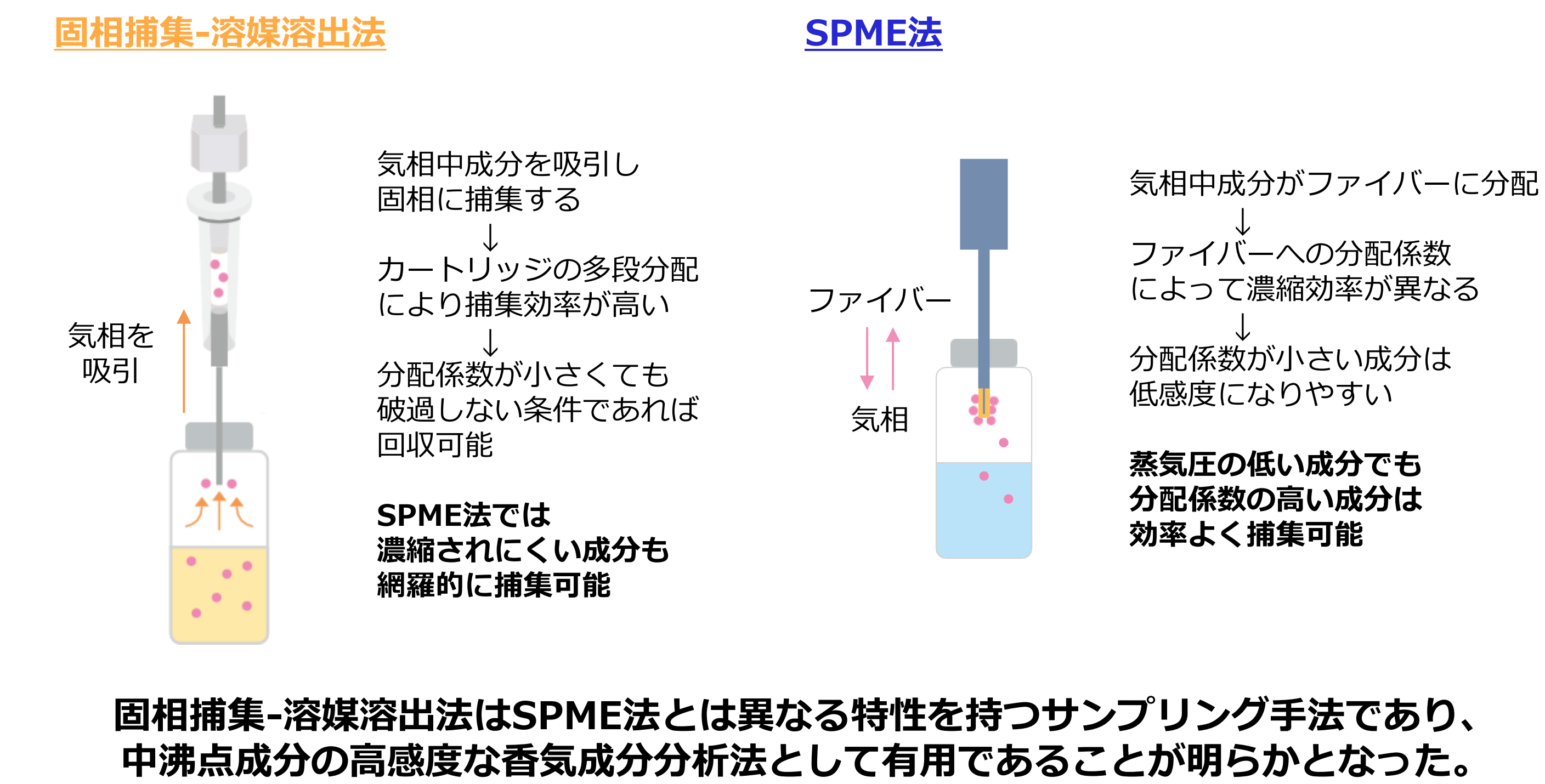
2. 実験方法



サンプリング条件およびGC-MS条件

	固相捕集-溶媒溶出法	SPME法
捕集材	Flash-SPE AXs	SPME ファイバ (65 μm, DVB/PDMS)
捕集時間	80℃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（内径 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-320℃ (3 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)	

4. 結論



3. 結果と考察

コーヒーメーカーで抽出したドリップコーヒーを5倍希釈し、20mLヘッドスペースバイアルに移し入れて固相捕集-溶媒溶出法およびSPME法で5回連続測定を行った。それぞれのクロマトグラムを図1、各検出ピーク強度と成分推定結果を図2に示す。

固相捕集-溶媒溶出法では前半に溶出するピークの検出強度が高い傾向があり、SPME法では後半の溶出ピークの検出強度が高い傾向が見られた。特に低強度成分では固相捕集-溶媒溶出法でのみ検出（試料/ブランク強度比>3）された成分が多くあり、後半ピークについても十分な検出強度が得られていた。

GC分析ではシリキサン系カラムを使用していることから、前半に溶出するピークほどSPMEファイバーのPDMS層に捕集されにくいと考えられる。カートリッジ内で多段的な分配が得られる固相捕集-溶媒溶出法ではそれらの成分の捕集効率が高くピーク強度が高くなっていると推定される。

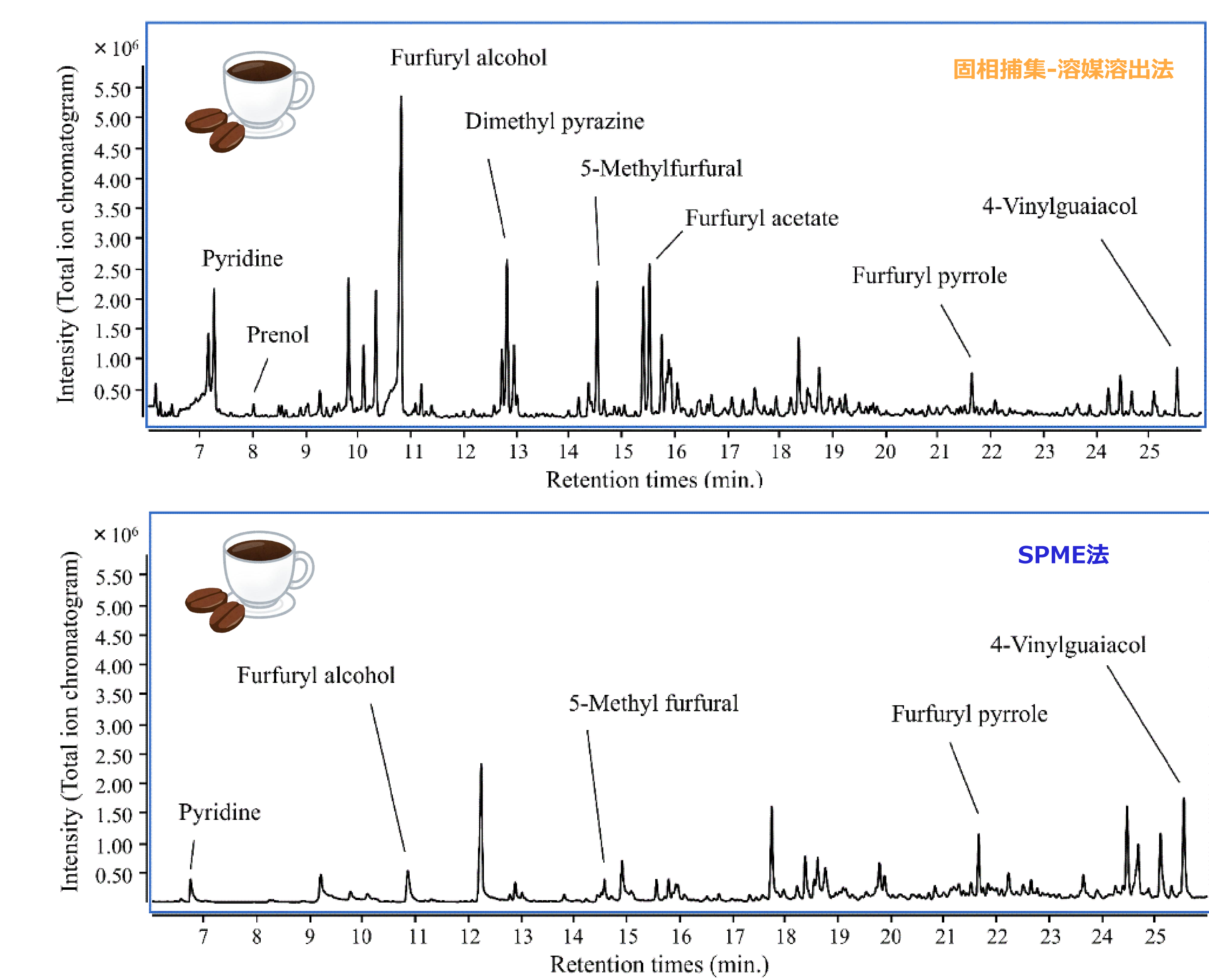


図1：各手法で得られたトータルイオンクロマトグラム（上：固相捕集-溶媒溶出法、下：SPME法）

