味噌の揮発性成分の簡易濃縮によるGC/MS/O分析

― ポータブル・サーマル・ディソーバー Handy TDと簡易濃縮ツールMonoTrap®とOPV277の利用 ―

HandyTD TD265と簡易濃縮ツールMonoTrap RGPS TDを用いて、市販味噌の揮発性成分のスクリーニング分析を行いました。MonoTrapでヘッドスペースガスを捕集後、HandyTDで加熱導入しGC/MS/Oにて、カラムで分離された香気成分の官能評価を行いました。

GC/O [Gas Chromatography/Olfactometry]とは、GCの分析カラム出口を分岐し、一方をFIDやMSなどの検出器に接続して成分分析を行い、同時にもう一方でオペレーターが鼻でにおいを嗅ぐ手法です。HandyTD TD265はコンパクトで持ち運びができ、操作も簡便な加熱脱離装置です。捕集後、MonoTrapを入れたガラスライナーをセットし、加熱脱離した成分をGC注入口に導入します。

前処理の手順

味噌

11.29 g
44mLのバイアルに入れる

捕集(HS)
MonoTrap RGPS TD×1個

37℃、1 時間

TD/GC/MS/O

HandyTDで
GC/MS/Oへ導入

GC/MS/O Conditions

System	: Thermal Desorption-GC/MS/O (HandyTD TD265)
Column	: InertCap Pure-WAX 0.25 mm I.D. × 60 m, df = 0.25 μm
Col.Cat. No.	: 1010-68162
Col.Temp.	: 40 ℃(5 min) – 8 ℃/min – 250 ℃
Carrier Gas	: He, 260 kPa
GC Inlet	: 250 ℃, Split 5:1
Detection	: MS Scan (*m/z* 15-450)
Olfactory port	: OP275, 250 ℃

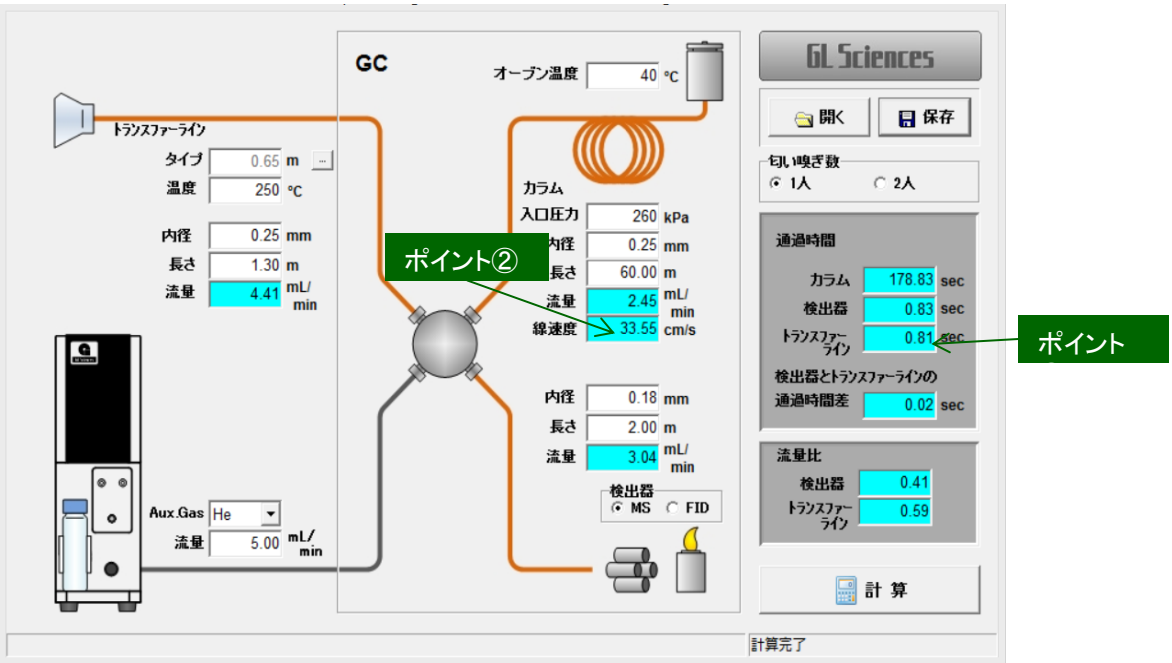
HandyTD Conditions

Desorb Temp.	: 40 ℃-45 ℃/sec-250 ℃(1.5 min)
Desorb Press.	: 290 kPa

GC/O分岐比率の計算

カラム出口から検出器およびトランスファーラインオペレーター(鼻)への分岐比は、接続配管の内径と長さで調節します。Split managerでは、GC/O分析に必要な配管の内径、長さなどのバランスやGC条件をシミュレートすることができます。

下図は、本アプリケーション分析時の条件です。設定のポイントは、①検出器とトランスファーラインの通過時間差が小さくする(1 秒以下)点、②注入圧力を調整し、分析カラムの線速度(流量)を最適に調整する点です。

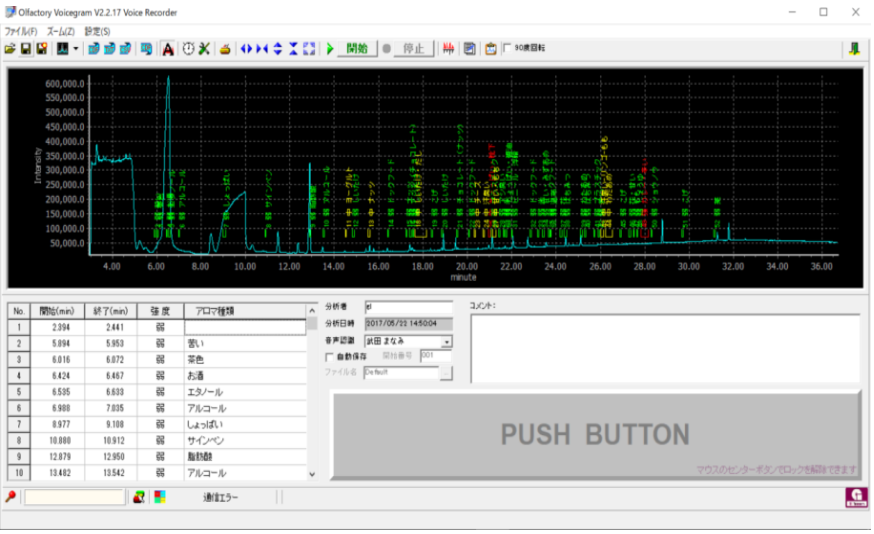


Split managerを使用した、本アプリケーションデータ取得時の条件のシミュレーション

ニオイの記録と編集

＜音声録音ソフトウェア Olfactory Voicegram ＞

音声録音GC/O分析中、オペレーターは様々なニオイを絶えず感じ続けています。ニオイを嗅ぎながら、「いつ」・「どんなニオイ」を感じたかを手書きで記録するのは困難です。本アプリケーションでは、ニオイの記録専用ソフトウェアを使用し、味噌香気成分の記録を行います。Olfactory Voicegramはマウスのクリックと、ヘッドセットのマイクを使用してニオイを記録します。



GC/MS/O 分析中

音声録音ソフトウェアで、「いつ」・「どんなニオイを感じたか」を記録します。
ニオイを感じたら、“PUSH BUTTON”をクリックしながらマイクで音声を録音します。
また、「アロマパレット」では、あらかじめ登録したキワードから選択することができます。
※GC/MSの場合、リアルタイムのクロマトグラムはこのソフトの画面に表示されません。

アロマパレット
パレット数や背景色も編集できます。

分析終了

テキストボックスをクリックすると、録音を聞くことができます。
録音した音声を再生し、テキスト変換を行うか、または直接ニオイの情報をテキストボックスに入力します。

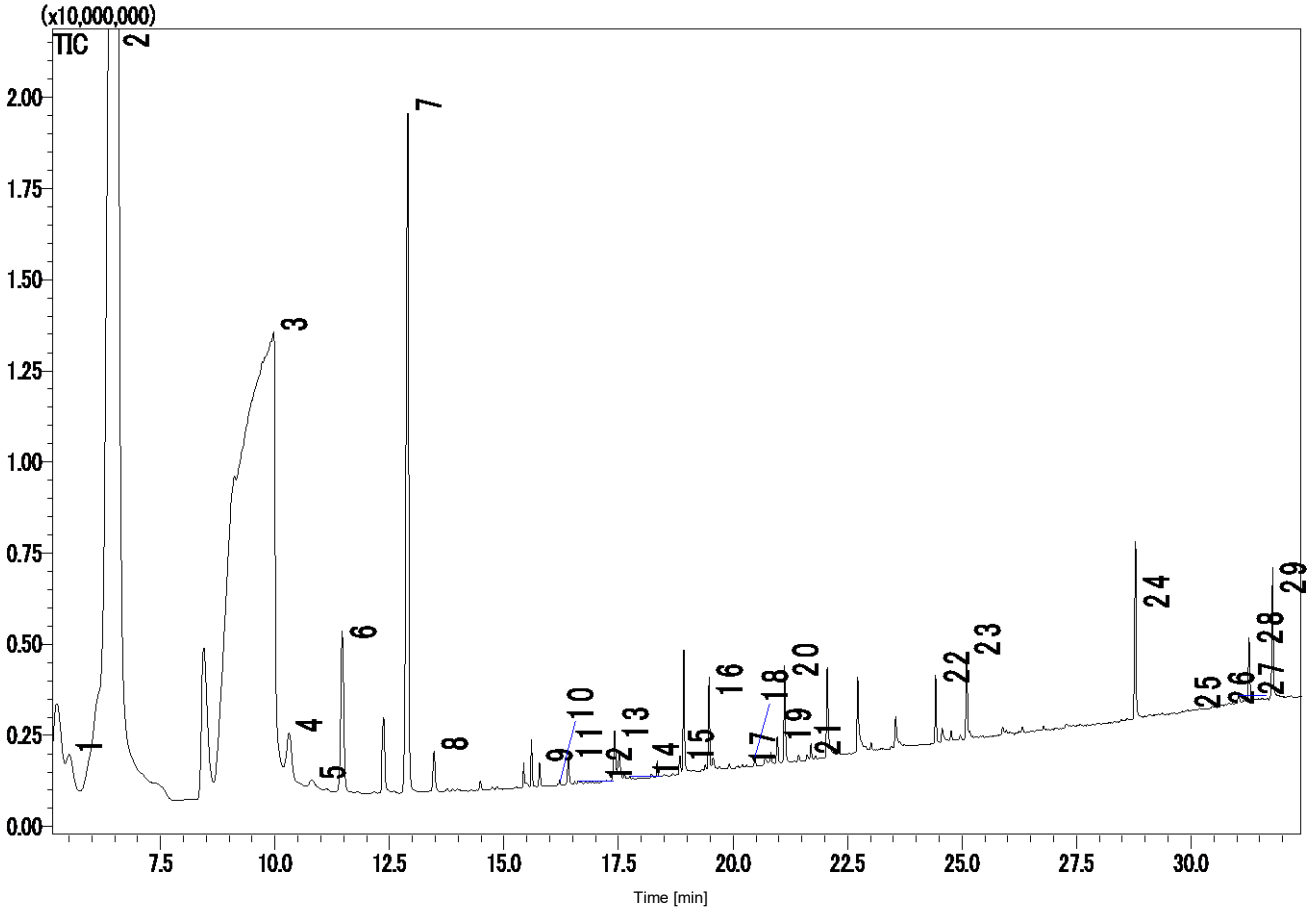
録音内容の確認・編集

No.	開始(min)	終了(min)	強 度	アロマ種類
1	2.394	2.441	弱	
2	5.894	5.953	弱	苦い
3	6.016	6.072	弱	茶色
4	6.424	6.467	弱	お酒
5	6.535	6.633	弱	

GC/MSのクロマトグラムと合成

GC/MSの場合、GC/MSワークステーションでクロマトグラムを AIAフォーマットに変換します。変換後のAIAファイルを読み込み、ニオイの記録と組み合わせます。

GC/MSクロマトグラム

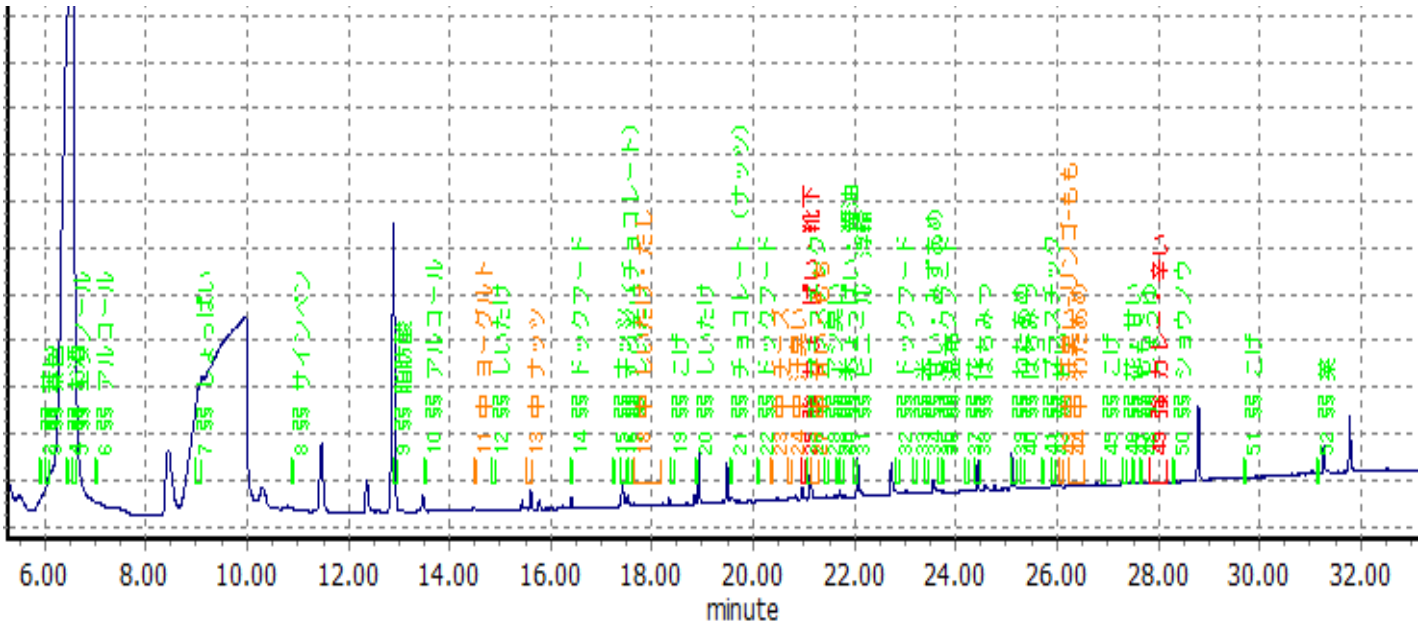


1. Ethyl acetate
2. Ethyl alchol
3. Water
4. 2-Methyl-1-propanol
5. Isoamyl acetate
6. 1-Butanol
7. 3-Methyl-1-butanol
8. Ethyl hexanoate
9. 1-Hexanol
10. 3-Ethoxy-1-propanol
11. 2-(1-Ethoxyethoxy)-3-methylbutane-1,4-diol
12. Nonanal
13. Acetic acid
14. Furfural
15. Benzaldehyde
16. 2,3-Butanediol
17. 1,5-Pentanediol
18. Butyrolactone
19. Isovareric acid
20. Ethyl benzoate
21. 2,5-Dimethyl-4-hydroxy-3-hexanone
22. Phenylethyl alcohol
23. Maltol
24. Ethyl decanoate
25. Ethyl hexacedanoate
26. Benzenecarboxylic acid
27. Ethyl octadecanoate
28. Ethyl Oleate
29. Linoleic acid ethyl ester

※標準試料での定性は行っておりません。ライブラリ検索結果になります。

官能評価結果

音声録音ソフトウェアで記録したニオイの情報とGCMSのクロマトグラムを照らし合わせることで、「どの成分」が「どんなニオイ」であるかを確認しました。例えば、20.946 ～ 21.028 minの靴下のようなニオイは、Isovareric acidであることがわかりました。



開始(mim)	終了(min)	強度	種類
5.894	5.953	弱	苦い
6.016	6.072	弱	茶色
6.424	6.467	弱	お酒
6.535	6.633	弱	エタノール
6.988	7.035	弱	アルコール
8.977	9.108	弱	しょっぱい
10.88	10.912	弱	サインペン
12.879	12.950	弱	脂肪酸
13.482	13.542	弱	アルコール
14.495	14.538	中	ヨーグルト
14.823	14.910	弱	しいたけ
15.525	15.620	中	ナッツ
16.397	16.440	弱	ドックフード
17.225	17.264	弱	ナッツ
17.392	17.492	弱	ナッツ（チョコレート）
17.532	17.583	弱	しいたけ
17.622	18.158	中	しいたけ・だし
18.368	18.444	弱	こげ
18.837	18.904	弱	しいたけ
19.523	19.562	弱	チョコレート（ナッツ）
20.058	20.097	弱	ドックフード
20.319	20.358	中	チーズ
20.696	20.767	中	汗臭い
20.946	**21.028**	**強**	**しょっぱい・靴下 (Isovareric acid)**
21.068	21.142	弱	プラスチック

開始(mim)	終了(min)	強度	種類
21.146	21.281	中	甘い・もち
21.404	21.479	弱	アシ臭い
21.611	21.658	弱	米
21.710	21.772	弱	しょっぱい・醤油
21.982	22.030	弱	ビニール　浮輪
22.819	22.882	弱	ドックフード
23.164	23.232	弱	米
23.380	23.459	弱	甘い・みずあめ
23.647	23.714	弱	ドックフード
23.729	23.769	弱	湿布
24.185	24.260	弱	花
24.359	**24.481**	**弱**	**はちみつ (Phenylethyl alcohol)**
25.091	**25.189**	**弱**	**わたあめ (Maltol)**
25.285	25.341	弱	はちみつ
25.697	25.737	弱	プラスチック
25.900	25.951	弱	甘い
26.026	26.130	中	汗臭い-リンゴ-もも
26.237	26.527	中	わたあめ
26.858	26.940	弱	こげ
27.286	27.357	弱	花・甘い
27.477	27.517	弱	もも
27.628	27.684	弱	しょうゆ
27.839	28.163	強	カレー・辛い
28.278	28.326	弱	ショウノウ
29.678	29.717	弱	こげ
31.120	31.174	弱	薬

使用製品

MonoTrap® RGPS TD

Cat.No. ：1050-74202
※アンプルに個別包装されて納品されます。

InertCap Pure-WAX

Cat.No. ： 1010-68162
0.25 mm I.D. × 60 m, df = 0.25 μm

ポータブル・サーマル・ディソーバー HandyTD TD265

Cat.No. ：2709-80000

音声録音におい嗅ぎシステム

音声録音におい嗅ぎシステムはスニッフィングポートと音声録音ソフトウェアで構成されたシステムです。

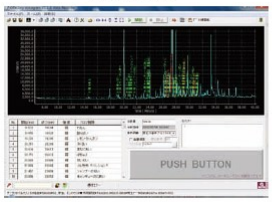
スニッフィングポート

OP275

OP275Pro

音声録音ソフトフェア Olfactory Voicegram

解析画面



アロマパレット

品名	トランスファーライン		入数	Cat. No.
	長さ	昇温可否		
音声録音におい嗅ぎシステム OPV277	650mm	不可	1式	2702-18504
音声録音におい嗅ぎシステム OPV277L	1000mm	不可	1式	2702-18514
音声録音におい嗅ぎシステム OPV277 Pro	650mm	可	1式	2702-18666
音声録音におい嗅ぎシステム OPV277 Pro L	1000mm	可	1式	2702-18669

GL Sciences
支える、あらゆる分析を。

ジーエルサイエンス株式会社
〒163-1130 東京都新宿区西新宿6-22-1新宿スクエアタワー30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622
https://www.gls.co.jp

製品・技術に関するご相談
カスタマーサポートセンター
TEL.04-2934-1100
受付時間：9:00～12:00 13:00～17:00
（土・日・祝日・弊社休日を除く）

お問い合わせフォーム

○各試験法は、変更される場合がありますので、分析をご検討される前に確認されることをお薦めいたします。
○データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任を負うものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。
○本資料に掲載している製品をご使用する際には、必ず「取扱説明書」をよくお読みのうえ、正しくお使いください。