

## におい分析用ガスクロマトグラフ飛行時間型質量分析計 (GC/TOF MS)

キーワード：におい分析、マルチ脱着機能、

### はじめに

嗅覚を刺激し、においを感じる物質は、約 40 万種類も存在すると言われていています。におい物質は気体状態で鼻腔に取り込まれるため、その分析には、主にガスクロマトグラフ質量分析計が用いられています。当所には、様々な試料のにおいの分析、特に、におい物質名の推定依頼が多く寄せられるため、高分離・高感度分析が可能なガスクロマトグラフ飛行時間型質量分析計 (Agilent 7250 GC/Q-TOF + 8890 GC System) を導入しました (図 1)。本装置は、無機および有機系捕集剤ににおい物質を吸着後、加熱脱着法により導入するオートサンプラー (GERSTEL MPS robotic pro, TD3.5+, DHS3.5+) が付属しています。ここでは、フルーツジュースの分析事例を紹介いたします。



図 1 GC/TOF MS の外観

### マルチ脱着機能による試料導入

試料から揮発するにおい物質を網羅的に捕集するため、まず、室温で炭素系捕集剤が充填された捕集管を用い、揮発性の高い(低沸点)におい物質を捕集します。次に 80 °C に試料を加熱し、最も汎用性の高い有機系捕集剤が充填され

た捕集管を用い、揮発性の低い(高沸点)におい物質および水溶性が高いにおい物質を捕集します。これら 2 本の捕集管を連続的に加熱脱着し、一括して全量のおい物質を GC/TOF MS に導入します。脱着温度が異なる捕集管 (炭素系; 300 °C、有機系; 240 °C) からの連続導入が可能ですので、食品等の幅広いにおい成分の高感度分析に対応できます。

### 分析方法および条件

試料として、市販の 3 種類の 100 % フルーツジュース (濃縮還元) を用いました。装置の分析条件を表 1 に示します。データ取得後、装置付属の解析ソフトウェア (Agilent MassHunter WorkStation Unknown Analysis Ver. 10.0) およびライブラリソフトウェア (NIST 20) により、ピーク分解 (デコンボリューション) 後の各におい物質について、ライブラリ検索 (一致率 80 % 以上) を行いました。さらに、GC/MS 用香気成分・RI\* データベース (GERSTEL Aroma Office 2D Ver. 7.0) により、上記の解析で得られたにおい物質のうち、RI が一致するにおい物質を抽出しました。

\*リテンションインデックス、直鎖炭化水素 (*n*-アルカン) に対する相対的な保持指標 (無単位)、化合物の同定に役立つ

表 1 分析条件

注入モード	スプリット 30:1
カラム	Agilent, 122-7062 DB-WAX (長さ: 60 m、内径: 250 μm、膜厚: 0.25 μm)
オープン温度	40 °C・3 分間保持 → (昇温速度; 5 °C/min) → 240 °C・17 分間保持
イオン化法	EI, 70 eV
イオン源温度	200 °C
インターフェース温度	230 °C
四重極温度	150 °C
測定モード	TOF ( <i>m/z</i> 33~500)

## 分析結果

分析により得られたトータルイオンクロマトグラム(TIC)を図2に示します。3種類のフルーツジュースから揮発するにおい物質の種類が異なることから、それぞれのTIC形状が異なっていることがわかります。また、表2に、デコンボリューション後、一致率80%以上でのライブラリ検索後、および香気成分・RIデータベースによりRIが一致したにおい物質の種類数を示します。各操作により、におい物質が確実に絞り込まれていることがわかります。

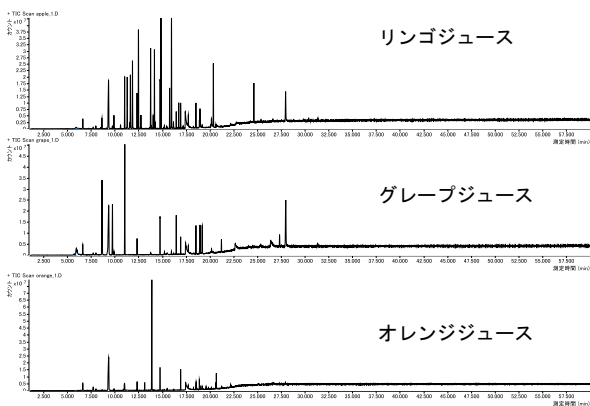


図2 得られたトータルイオンクロマトグラム

表2 得られたにおい物質の種類数

	デコンボリューション後のにおい物質	一致率80%以上のにおい物質	RIが一致したにおい物質
リンゴジュース	1999	180	82
グレープジュース	1796	132	54
オレンジジュース	1864	149	68

## 多変量解析結果

次に、絞り込まれたにおい物質のデータを用い、装置付属の多変量解析ソフトウェア(Agilent Mass Profiler Professional Ver. 15.1)により、主成分分析(PCA)および階層型クラスタ分析を行いました。データには、保持時間、化合物名、およびピーク面積等が含まれます。分析時には、同一試料で3回繰り返し採取データに対し、変動係数(CV値)が40%以下のおい物質を抽出するフィルタリングを行いました。まず、主成分分析結果(2次元PCAスコアプロット)を図3に示し

ます。図2のTIC形状の違い、すなわち揮発するにおい物質の違いが非常に反映されています。次に、階層型クラスタ分析から各フルーツジュースに特徴的なにおい物質を抽出した結果を表3に示します。

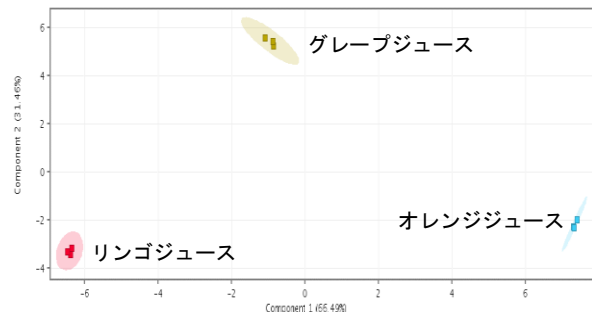


図3 主成分分析結果

表3 特徴的なにおい物質

リンゴジュース	酢酸ブチル、酢酸イソアミル、ヘプタン酸エチル、ブタナール、3-メチルブタナール、2-エチルフラン、2-酪酸メチル、イソ吉草酸エチル、酪酸ブチル、カプロン酸エチル、3-オクタノン、2-メチル酪酸ヘキシル、オクタノール、2-オクテナール、酢酸ベンジル、酢酸2-フェニルエチル、 $\beta$ -ダマスコン、ベンジルアルコール、 $\gamma$ -ウンデカラクトン
グレープジュース	酢酸メチル、クロトン酸エチル、2-ヘキセノール、3-ヒドロキシ酪酸エチル
オレンジジュース	2-ペンタノン、3-カレン、 $\alpha$ -フェランドレン、 $\alpha$ -テルピネン、 $\beta$ -フェランドレン、 $\gamma$ -テルピネン、 <i>p</i> -シメン-8-オール、カルベオール、リモネン、3-メチル-2-ブタノール、リナロール、ヴァレンセン、4-ビニルグアイヤコール、リモネンジオール

## 最後に

当所では、異臭分析や低臭気製品の評価を実施しています。また、消臭・脱臭性能、芳香製品のおい放散持続性、フィルムの臭気遮蔽性能、およびマスキング性能などに係る評価など、多種多様な評価依頼にオーダーメイド的に対応しています。詳細は担当者までお気軽にお問い合わせください。

## 参考文献

- 1) 一般財団法人日本ペットフード協会、2021年全国犬猫飼育実態調査  
<https://petfood.or.jp/data/chart2021/3.pdf>