

水素キャリアガス専用 Hydrolnert イオン源を用いた GC/MS による異臭データベースの評価

著者

杉立 久仁代

服部 直美

野原 健太

大塚 剛史

中村 貞夫

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

水素キャリアガスを用いた GC/MS による異臭成分分析は、保持指標 (RI) とマススペクトルが重要な同定要素となります。従来のイオン源を用いた場合には一部の化合物でマススペクトルの変化が認められましたが、水素キャリアガス専用の Hydrolnert イオン源を用いることで、ヘリウムキャリアガスと同等のマススペクトルが得られました。また、保持指標についてもヘリウムキャリアガスの値が利用できることが分かりました。

はじめに

アジレントはこれまで約 560 化合物を対象とした異臭データベースを蓄積してきました。¹⁾ それらの化合物の中でもカビ臭は、閾値が低いため、食品分野で問題になることが多く、さらに、材料、環境など様々な分野でも対応を求められることがあります。また匂い成分は同じ成分でもその濃度や人によって感じ方が大きく異なります。そこで、アジレントの異臭データベースは一般に異臭とされる化合物のみならず、よい香りとしてされている化合物も多く含んでいます。

一般に異臭分析では、多様な化合物が要因となることが多いため、標準品を用いないノンターゲット分析を行うことが多く、その場合、化合物の同定にはマススペクトルの他、保持指標 (RI) が重要な同定要素となります。さらに近年のヘリウム不足の問題により、キャリアガスを変更せざるを得ない状況も生じています。しかしながら、本異臭データベースはキャリアガスにヘリウムを用いて開発されているため、水素キャリアガスでも活用できるか検討を行いましたので報告します。

分析条件

装置： Agilent 8890-5977B GC/MS
 カラム： DB-WAXUI (p/n 122-7032UI)
 長さ 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25 μm
 注入モード： スプリット (20:1)
 注入口温度： 250 °C
 注入口ライナ： ウルトライナーチ, シングルテーパー低圧力損失,
 シングルテーパー, ウール入り
 (p/n 5190-2295)
 注入量： 1 μL
 カラム流量： 1.0 mL/min
 オープン温度： 40 °C (3 min) - 10 °C /min - 250 °C (2 min)
 トランスファーライン温度： 250 °C
 イオン源温度： 250 °C

イオン源には従来のイオン源と水素キャリアガス専用の HydroInert イオン源を用いました。

異臭データベースに登録されている 560 化合物のうち、物性の異なる異臭成分を 230 化合物ピックアップし、検討に用いました。

異臭データベースに登録されている化合物の内訳を図 1 に示します。

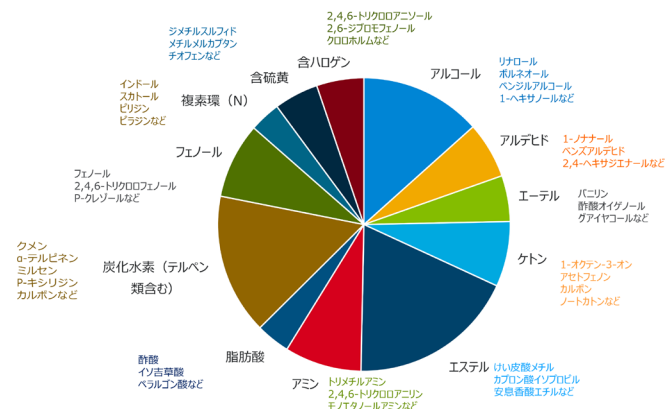


図 1. 異臭分析用データベースに登録されている化合物の内訳

結果

水素キャリアガスを用いた時の RI の一致率を表 1 に示します。ほぼすべての化合物で RI 誤差は ±30 以内に収まっていた。比較的ずれの大きかった、2,4,6-トリプロモアニソール、2,4,6-トリプロモフェノールでも誤差は 35 以内となり、水素キャリアガスを用いても RI が十分に使えることが分かりました。

表 1. 水素キャリアガスを用いた時の既存ライブラリ RI との誤差

RI 誤差	化合物数 (合計 230)
±10 以内	157
10 ~ 20	56
20 ~ 30	15
30 以上	2

* DB-WAX UI カラムを使用
 * n-アルカンを用いて RI を計算

従来のイオン源と水素キャリアガス専用 HydroInert イオン源を用いた場合のマススペクトル一致率を比較した結果を図 2 に示します。

従来のイオン源を用いて水素キャリアガスで分析した場合、マススペクトルの一致率が 90 % 以上になる化合物は 230 化合物中 174 化合物でした。一方 HydroInert イオン源を用いた場合は 230 化合物中 200 化合物が 90 % 以上の一致率を示しました。

従来のイオン源で特に一致率の低かった化合物として、ジメチルスルホキド、2-メチルイソボルネオール、ジェオスミン、シンナムアルデヒド、グリシジルメチルエーテルなどが挙げられました。これらの化合物は HydroInert イオン源を用いることでマススペクトルの一致率が向上しました。図 3 にこれらの化合物の構造式とマススペクトルを示します。



図 2. 異臭分析用データベース (He) とのマススペクトルの一致率

ジメチルスルホキシド [バターやタマネギ臭、生臭]



従来イオン源ではジメチルスルホキシドの一致率は低く、ジメチルスルフィドの一致率が90.7%と高いことから、スルフィドへの変化が示唆されました。

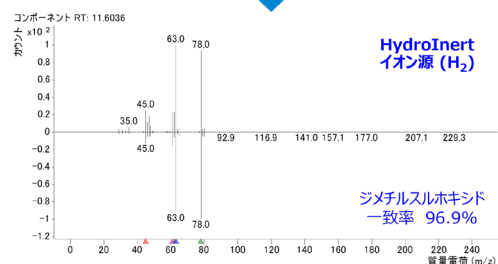
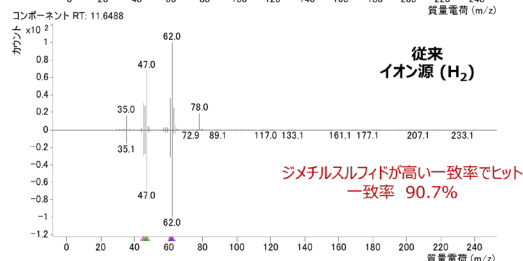
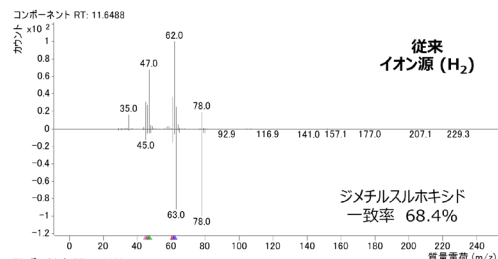


図 3. 従来イオン源でマススペクトルの変化のあった化合物の構造式、マススペクトルおよび一致率 (反転スペクトルは異臭分析用データベースに登録されているマススペクトルでヘリウムキャリアガスで測定されたもの)

ジエオスミン [土壌の匂い、ガビ臭原因物質]

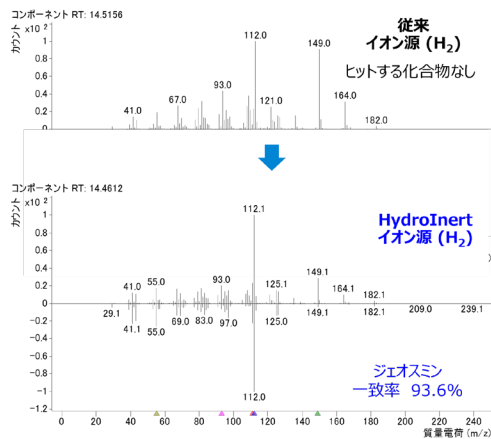
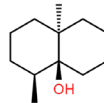
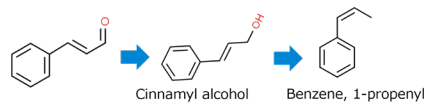


図 3. (続き)

シナムアルデヒド [シナモン、ニッキ様のにおい]



従来イオン源ではシナムアルデヒドと変換生成物 (Benzene, 1-propenyl) のマススペクトルが混在しています。

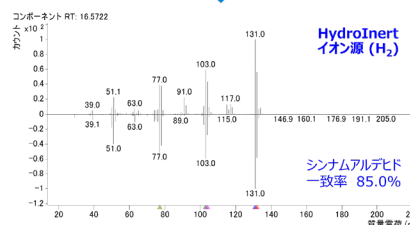
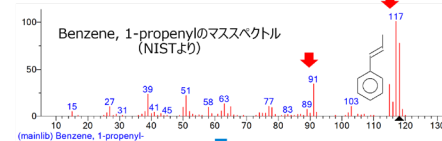
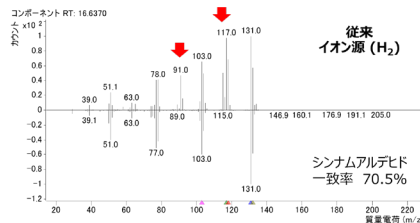
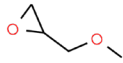


図 3. (続き)

グリシジルメチルエーテル 【樹脂的な溶剤臭】



開環後、脱水したと考えられる

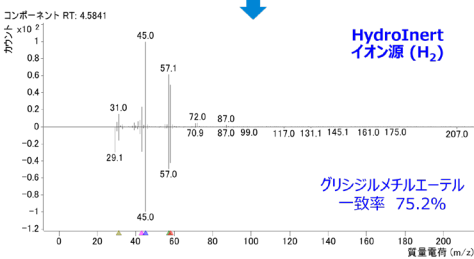
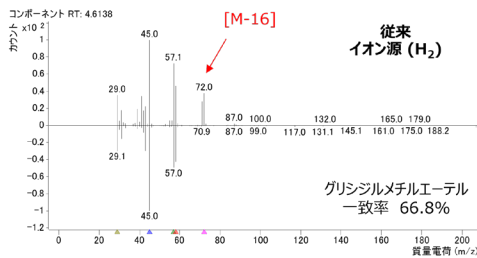


図 3. (続き)

まとめ

水素キャリアガスを使用する場合、従来のイオン源では一部の化合物でマススペクトルの変化が認められました。一方、HydroInert イオン源を用いると、ヘリウムキャリアガスと同等のマススペクトルが得られ、保持指標も一致することから、異臭データベースを利用できることが分かりました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE71722828

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Printed in Japan, February 1, 2023

5994-5751JAJP

参考文献

- 1) 杉立久仁代, 服部直美, 関口桂, 佐久井徳広, 野原健太, 中村貞夫: 日本食品衛生学会第 114 回学術講演会講演要旨集, 105 (2018)

本アプリケーションノートは 2022 年第 66 回香料・テルペンおよび精油化学に関する討論会、および 2022 年第 18 回日本食品衛生学会で発表した内容です。

※水素ガスの取り扱いについて

水素ガスは酸素との混合により引火爆発を起こしやすいガスです。水素ガスは水素ガス供給源、ガスを導入する分析機器および途中配管を含めた使用環境、機器操作等に、使用者の責任において細心の注意の上で取り扱う必要があります。

各 GC に関するより詳細な情報は、下記の技術概要をご確認ください。

技術概要：Agilent 8860 GC システムにおける水素の安全性 (資料番号 5994-5419JAJP)

[Agilent 8860 GC システムにおける水素の安全性 \(chem-agilent.com\)](http://chem-agilent.com)

技術概要：Agilent 8890 GC システムにおける水素の安全性 (資料番号 5994-5413JAJP)

[Agilent 8890 GC システムにおける水素の安全性 \(chem-agilent.com\)](http://chem-agilent.com)

技術概要：Agilent Intuvo 9000GC システムにおける水素の安全性 (資料番号 5994-5412JAJP)

[Agilent Intuvo 9000 GC システムにおける水素の安全性 \(chem-agilent.com\)](http://chem-agilent.com)

(chem-agilent.com)