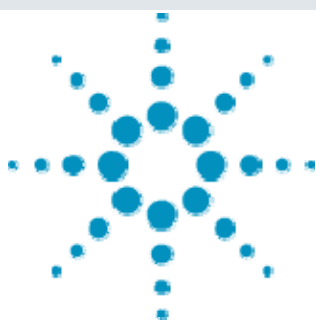




GC/MS による食品の異臭分析



＜要旨＞ 食品の異臭分析に、前処理としてヘッドスペース法あるいはスターバー抽出法を用い、GC/MS で測定を行いました。また、匂い嗅ぎ装置により、異臭の原因となる物質を特定することができました。

（スターバー抽出法：アプリケーションノート MS-200711-005 「Twister を用いる驚異の抽出法：SBSE（スターバー抽出）法」参照、匂い嗅ぎ装置：アプリケーションノート MS-200711-004 「GERSTEL 社匂い嗅ぎ装置の紹介及びアプリケーション」参照）

Key Words: 食品、異臭分析、におい嗅ぎ装置（ODP）、スニッフィング（Sniff-GC）、オルファクトメトリ（GC-O）、におい嗅ぎシステム、ヘッドスペース法、スターバー抽出法、GC/MS

* * * * *

1. はじめに

近年、食品の安全性に対する社会的な関心が高まっています。食品における異臭苦情は数も多く、迅速な対応が要求されます。食品の異臭は、腐敗臭、硫黄臭、カビ臭、消毒臭、溶剤臭等に代表されますが、その原因の特定を官能試験のみで行うには、難しいことが多々あります。一般に、異臭分析には、GC/MS 法が用いられています。異臭品と正常品のクロマトグラムを比較して、違いのあるピークを探し出し、その成分を特定します。さらに、におい嗅ぎ GC（Sniff-GC）を併用し、各ピークのにおいを嗅ぎ（人間が嗅ぐ）、異臭の原因ピークを明らかにすることも行われています。このアプリケーションノートでは、前処理にヘッドスペース法やスターバー抽出法を用いて、GC/MS あるいは GC/MS+におい嗅ぎ装置により食品の異臭分析を行った例を紹介します。

2. 測定条件

2.1 素麺、ニンジンピューレ

（ヘッドスペース）

加熱：80℃ 20min

サンプルループ：3ml

（GC/MS）

カラム：DB-WAX 60m, 0.25mm, 0.5um

オープン温度：35℃ (5min)-5℃/min-180℃ (0min)
-10℃/min-240℃ (5min)

注入モード：パルスドスプリット、パルス圧 45psi、パルス時間 1min

スプリット比：15:1

注入温度：200℃

カラム流量：1.0ml/min(He、定流量モード)

イオン化法：EI、70eV

イオン源温度：230℃

質量範囲：m/z 29-300

2.2 クリーミングパウダー

（スターバー抽出）

抽出条件：室温、1000rpm、1時間

（加熱脱着装置）

TDS モード：スプリットレス

TDS 脱着温度：20℃ (1min)-60℃/min-180℃ (5min)

TDS 脱着流量：50ml

CIS：ソルベントベントモード、スプリットレス 3min、
Quartz wool

CIS 温度：-150℃ (0.5min)-12℃/s-250℃ (10min)
（GC/MS）

カラム：DB-WAX 30m, 0.25mm, 0.5um

オープン温度：35℃ (3min)-8℃/min-240℃ (5min)

カラム流量：1.2ml/min (He、定流量モード)

イオン化法：EI、70eV

イオン源温度：230℃

質量範囲：m/z 29-400

2.3 日本酒

（スターバー抽出）

抽出条件：室温、1000rpm、1時間

（加熱脱着装置）

TDS モード：スプリットレス

TDS 脱着温度：20℃ (1min)-60℃/min-180℃ (5min)

TDS 脱着流量：50ml

CIS：ソルベントベントモード、スプリットレス 3min、
Quartz wool

CIS 温度：-150℃ (0.5min)-12℃/s-250℃ (10min)
（GC/MS+ODP）

カラム：DB-WAX 60m, 0.25mm, 0.5um

オープン温度：35℃ (5min)-5℃/min-240℃ (4min)

カラム流量：1.8ml/min (He)



Agilent Technologies

イオン化法: EI、70eV
イオン源温度: 230°C
質量範囲: m/z 29–350

3. 結果

素麺及びニンジンピューレの前処理には、ヘッドスペース法を用いました。Fig. 1 に、素麺の異臭品及び正常品のトータルイオンクロマトグラム (TIC) を示しました。油脂の酸化によるアルデヒド類が数多く検出されました。

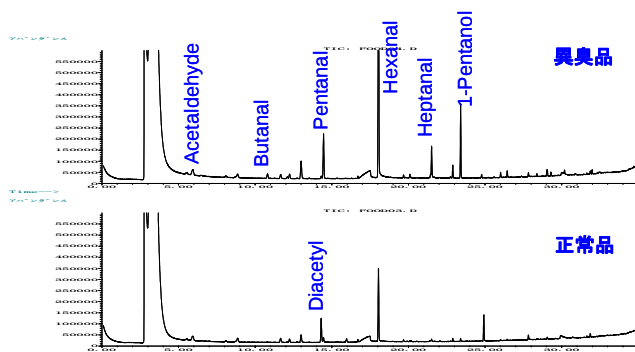


Fig. 1 素麺の異臭品及び正常品の TIC

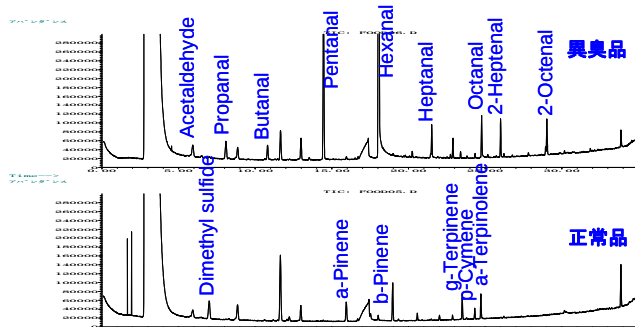


Fig. 2 ニンジンピューレの異臭品及び正常品の TIC
(試料: 15ml + NaCl 3.5g)

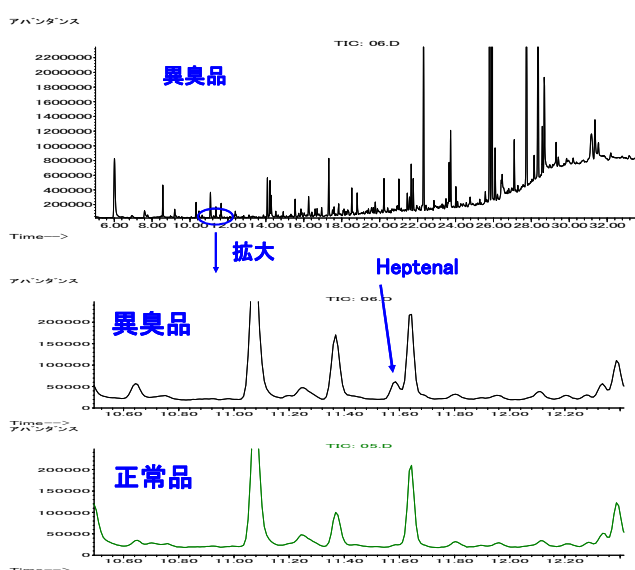


Fig. 3 クリーミングパウダーの異臭品及び正常品の TIC
(試料 2.5g をブランク水で 10ml)

Fig. 2 に、ニンジンピューレの異臭品及び正常品の TIC を示しました。異臭品には、アルデヒド類が検出されました。

クリーミングパウダー及び日本酒の前処理には、スターバー抽出法を用いました。日本酒については、GC/MS に匂い嗅ぎ装置を併用しました。Fig. 3 にクリーミングパウダーの異臭品及び正常品の TIC を示しました。異臭品からは、微量でも風味を損なうヘプテナールが検出されました。Fig. 4 に、日本酒の異臭品の TIC、匂い嗅ぎクロマトグラム (アロマグラム)、マススペクトルを示しました。TIC 上では、非常に小さいピークですが、匂い嗅ぎにより硫黄系の悪臭を感じ、MS データからジメチルトリサルファイドと分かりました。

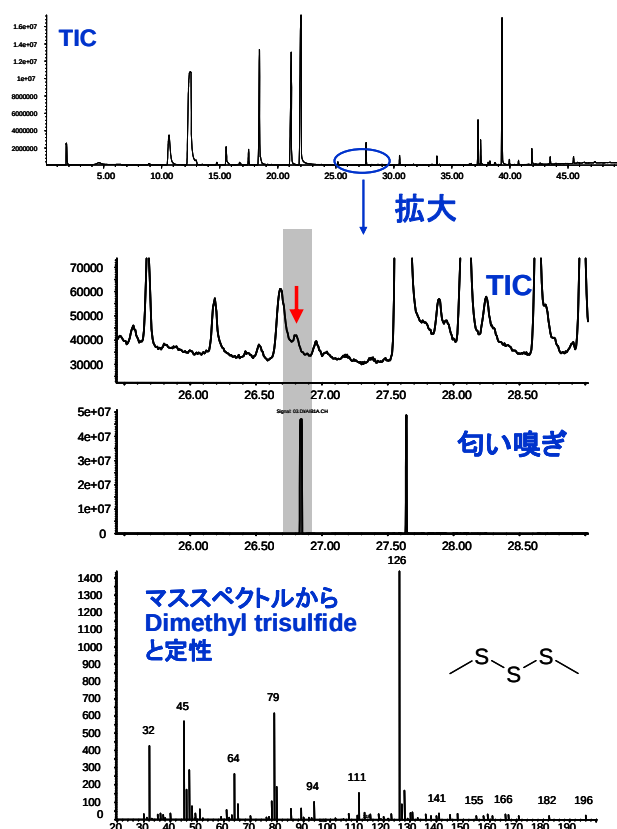


Fig. 4 日本酒の異臭品の TIC、匂い嗅ぎクロマトグラム及びマススペクトル
(試料: 10ml)

4. まとめ

ヘッドスペース GC/MS 及びスターバー抽出 GC/MS は、食品の異臭分析に有用でした。また、匂い嗅ぎ装置は、試料の異臭の原因となる物質を特定する上で有効でした。

【GCMS-200902NK-003】

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies