

SPME-GC/MS(スキャン)による 異臭成分の高感度分析



<要旨> 固相マイクロ抽出 (SPME) -GC/MS による食品中異臭成分 (クロロフェノール類及びカビ臭原因物質) の高感度分析を紹介します。ミネラルウォーターでは、クロロフェノール類 100ppt 及びカビ臭原因物質 1ppt において良好な分離及び感度が得られました。緑茶飲料でも概ね良好な結果が得られました。

Key Words: 異臭、クロロフェノール類、カビ臭原因物質、ミネラルウォーター、緑茶、固相マイクロ抽出 (SPME)、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ますます高まっています。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、嗅覚閾値が低い成分が多く、高感度分析が必要になります。一方、簡便、高感度な前処理手法として、固相マイクロ抽出 (SPME) 法が、様々な分野で用いられ、食品香気成分や異臭分析などにも適用されています。本アプリケーションノートでは、SPME-GC/MS (スキャン) によるクロロフェノール類及びカビ臭原因物質の高感度分析を検討しました。

2. 測定条件

装置: Gerstel 社 MPS2 多機能オートサンプラ+
Agilent 社 7890A GC/5975C TAD MSD
(SPME)

ファイバー: Sigma-Aldrich 社 DVB/Carboxen/PDMS (2cm)

試料 : 10ml (塩化ナトリウム 3g: 塩析)
/20ml バイアル

加熱温度 : 60°C

抽出時間 : 30 分間
(GC)

注入法 : スプリットレス、2min

注入口温度: 270°C

カラム : HP-5ms 30m, 0.25mm, 0.25 μm

オープン温度: 40°C (3min)-10°C/min-280°C (5min)

カラム流量 : 1.2ml/min (コンスタントフローモード)
(MS)

トランスファーライン温度: 280°C

イオン化モード: EI, 電子エネルギー: 70eV

イオン源温度 : 230°C

測定モード : スキャン (m/z 29-400)

3. 結果

SPME ファイバーは、高感度分析に適した吸着型の

DVB/Carboxen/PDMS (長さ 2cm) を用いました。Table 1 に検討を行った異臭成分の WHO ガイドラインあるいは嗅覚閾値を示しました。添加最低濃度は、カビ臭原因物質の 2-Methylisoborneol (2-MIB)、Geosmin、2,4,6-Trichloroanisole (2,4,6-TCA) は 1ppt、クロロフェノール類の 2-Chlorophenol、4-Chlorophenol、2,4-Dichlorophenol、2,6-Dichlorophenol、2,4,6-Trichlorophenol は 100ppt としました。

Table 1 検討を行った異臭成分

#	化合物名	WHOガイドライン(*) あるいは嗅覚閾値	添加濃度 (ppt)
1	2-Chlorophenol	0.1-10ppb *	100
2	2,4-Dichlorophenol	0.3-40ppb *	100
3	2-Methylisoborneol (2-MIB)	5-10ppt	1
4	4-Chlorophenol	250ppb **	100
5	2,6-Dichlorophenol	3ppb **	100
6	2,4,6-Trichloroanisole (2,4,6-TCA)	0.1-2ppt	1
7	2,4,6-Trichlorophenol	2-300ppb *	100
8	Geosmin	1-10ppt	1

** 出典:「Advances in Taste-&-Odor Treatment & Control」, Amer Water Works Assn (1995)

市販のミネラルウォーター及び緑茶を試料とし、Table 1 記載濃度の異臭成分を添加し、本法による分析を行いました。Fig. 1 にミネラルウォーターの異臭成分添加品及び無添加品のマスプロマトグラムを示しました。クロロフェノール類 100ppt 及びカビ臭原因物質 1ppt とも高感度で検出可能でした。ただし、2,6-Dichlorophenol は妨害ピークが確認されました。Fig. 2 に緑茶の異臭成分添加品及び無添加品のマスプロマトグラムを示しました。緑茶は、ミネラルウォーターに比較してマトリックス成分が多く、2,4-Dichlorophenol、2,6-Dichlorophenol、2-MIB、4-chlorophenol で妨害がありました。特に、緑茶中 2-MIB は、1ppt レベルの分析は困難でしたが、添加濃度 10ppt では妨害ピークの約 2 倍の強度で検出されました。



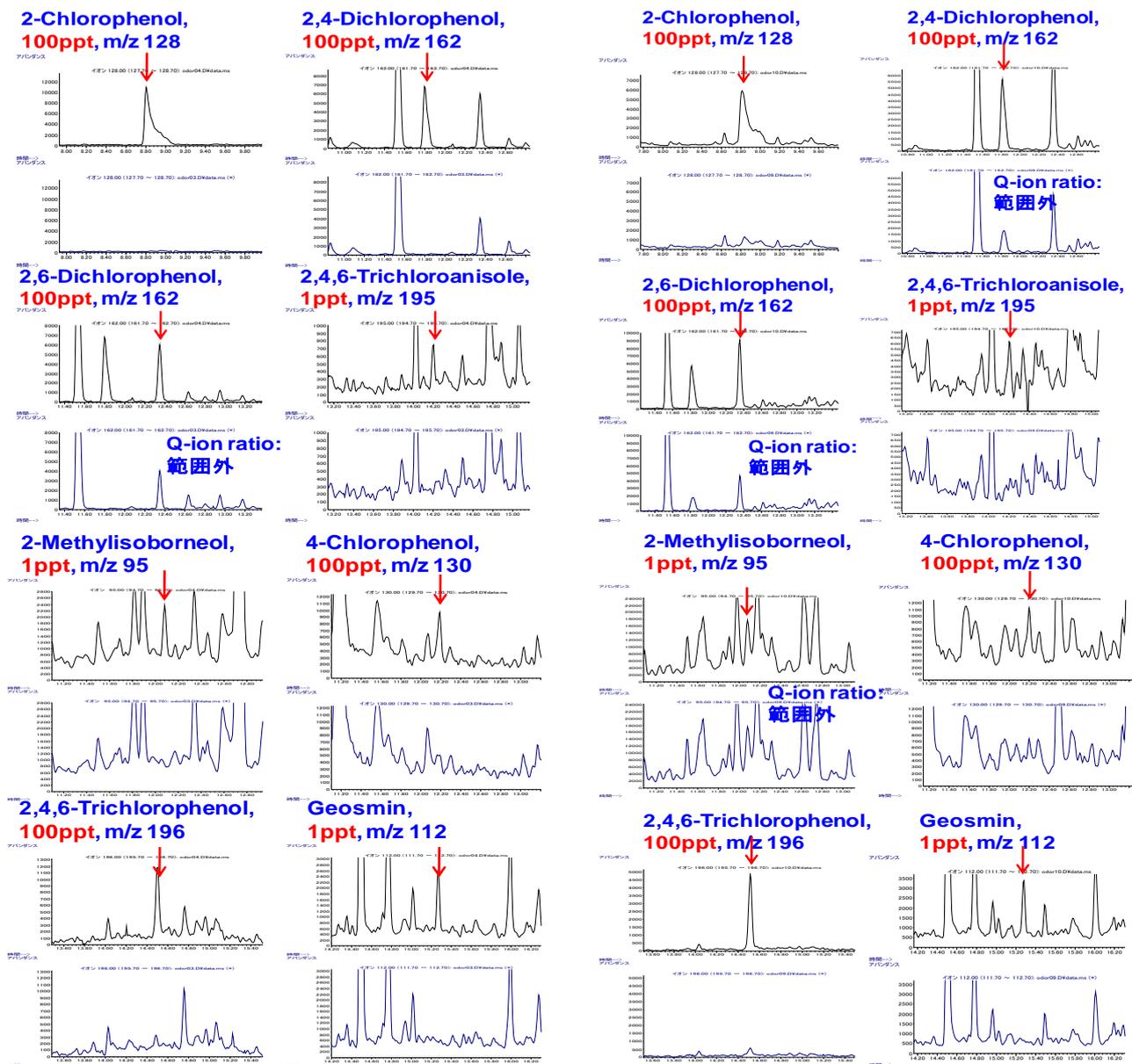


Fig. 1 ミネラルウォーター異臭成分添加品（上図）及び無添加品（下図）のマスキロマトグラム

Table 2 異臭8成分のピーク面積値の繰り返し再現性 (n=4)

#	化合物	RT (min)	m/z	添加濃度 (ppt)	ミネラルウォーター RSD(%)	緑茶 RSD(%)
1	2-Chlorophenol	8.804	128	1000	7.7	4.2
2	2,4-Dichlorophenol	11.799	162	1000	7.0	6.2
3	2-Methylisoborneol	12.080	95	10	9.5	5.4
4	4-Chlorophenol	12.189	130	1000	9.6	4.7
5	2,6-Dichlorophenol	12.347	162	1000	5.9	4.7
6	2,4,6-Trichloroanisole	14.196	195	10	5.0	5.3
7	2,4,6-Trichlorophenol	14.502	196	1000	6.2	4.7
8	Geosmin	15.274	112	10	9.1	3.9

Table 2 に、異臭 8 成分を添加したミネラルウォーター及び緑茶（添加濃度：クロロフェノール類 1000ppt、カビ臭原因物質 10ppt）の本法による繰り返し再現性 (n=4) を示しました。いずれも RSD で 10%以下と良好な結果でした。

Fig. 2 緑茶異臭成分添加品（上図）及び無添加品（下図）のマスキロマトグラム

4. まとめ

DVB/Carboxen/PDMS（長さ 2cm）ファイバーを用いる SPME-GC/MS（スキャン）は、ミネラルウォーター中異臭 8 成分（クロロフェノール類及びカビ臭原因物質）の高感度分析が可能でした。緑茶飲料でも概ね良好な結果が得られましたが、2-MIB は一桁 ppt レベルではマトリックスの妨害があり、分析は困難でした。

【GCMS-201007NK-004】

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