

分析事例の紹介

ヘッドスペース分析システム HS-20 による食用油の臭気成分の分析 -ループ・トラップモードとマルチインジェクション回数の比較検討-

キーワード

- ✓ ヘッドスペース
- ✓ 食用油
- ✓ ループ
- ✓ トラップ
- ✓ マルチインジェクション

装置 HS-20, GCMS-QP2020



はじめに

ヘッドスペース分析システム付きガスクロマトグラフ質量分析装置 HS-20, GCMS-QP2020 を用いて、食用油の臭気成分を分析した事例を紹介する。HS-20 は、ループモードとトラップモードで分析することができる。図1に、ループ・トラップモードの概念図を示す。ループモードでは、サンプルバイアル瓶の揮発性成分をループ管に捕集し、GCMS で分析を行う。一方、トラップモードでは、トラップ管に揮発性成分を吸着捕集し、加熱脱着して揮発成分を GC に導入する。揮発性成分を濃縮できるため、高感度で分析することができる。また、トラップモードでは、複数回のサンプリングが可能である（マルチインジェクション）。本事例では、食用油の臭気成分分析に対して、ループ・トラップモードとマルチインジェクション回数を比較検討した。

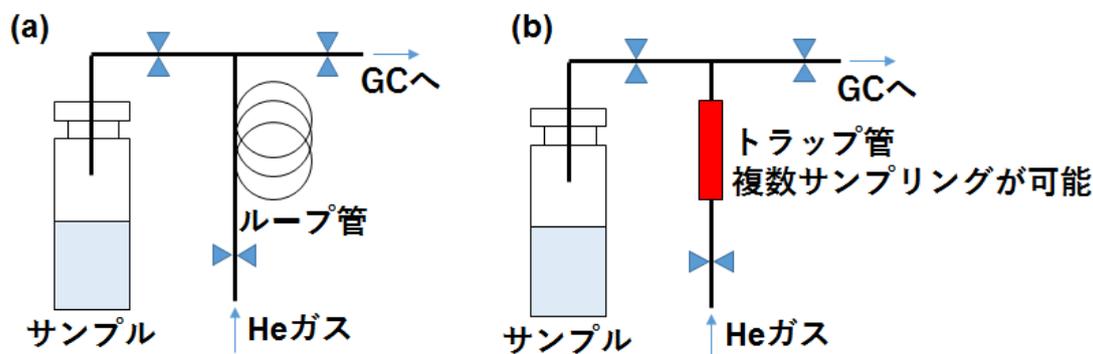


図1 (a)ループモードと(b)トラップモードの概念図

実験

鶏の唐揚げを調理した食用油 400 μ l をヘッドスペース分析用バイアル瓶に入れ、キャップをクリンプし、測定用試料とした。トラップモードの分析条件を以下に示す。

HS

- ・トラップ管：TenaxTA
- ・保温温度：40℃
- ・保温時間：20 min.
- ・トランスファー温度：150℃
- ・サンプル温度 150℃
- ・マルチインジェクション回数：1~5

GC

- ・カラム：DB-WAX
(60m, 0.25, 0.25)
- ・スプリット 5:1
- ・オープン温度：
40℃(2min)→ 10℃
/min →230℃(5min)

MS

- ・イオン源：250℃
- ・インターフェイス温度：250℃
- ・スキャンモード：
35 ~ 400 m/z

ループモードとトラップモードを比較するために、バイアル瓶の保温温度を低く設定し、臭気成分の揮発を抑制した。

結果

図1に、ループモードとトラップモードで測定した食用油の臭気成分のトータルイオンクロマトグラムを示す。使用済み食用油の臭いの原因となるアルデヒド類が検出された(表1)。トラップモードは、ループモードと比較して、ピーク強度が顕著に増加した。また、ループモードでは検出されなかった微量成分が検出されたことから、トラップモードの優位性が示された。

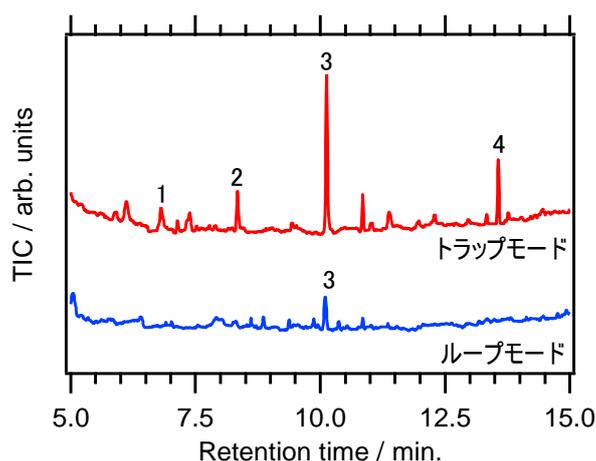


図1 使用済み食用油ヘッドスペースのトータルイオンクロマトグラム。

表1 使用済み食用油の臭気成分

ピーク No.	化合物名
1	ブタナール
2	ペンタナール
3	ヘキサナール
4	オクタナール

図2は、トラップモード、マルチインジェクション回数 1~5 回で測定した食用油の臭気成分のトータルイオンクロマトグラムである。マルチインジェクション回数に比例して、ピーク強度が増加した。

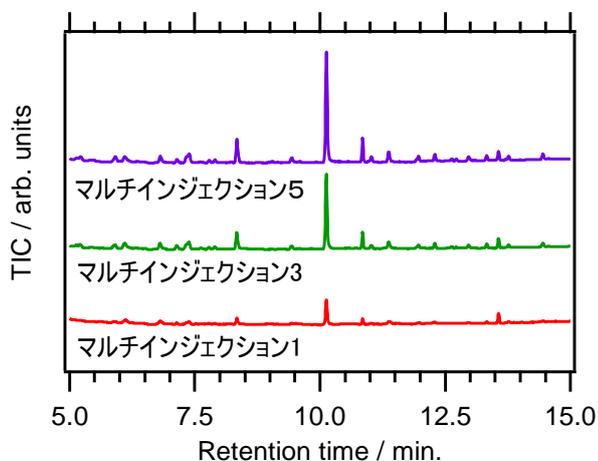


図2 使用済み食用油ヘッドスペースのトータルイオンクロマトグラム。

まとめ

食用油の臭気成分分析に対して、ループ・トラップモードとマルチインジェクション回数を比較検討した事例を紹介した。微量臭気成分の分析には、トラップモードに加え、揮発性成分サンプリング時のマルチインジェクションが有効であることを示した。

静岡理科大学 先端機器分析センター www.sist.ac.jp/kiki/

Advanced Instrumental Analysis Center,
Shizuoka Institute of Science and Technology



〒437-8555
静岡県袋井市豊沢2200-2
TEL : 0538-45-0175
E-mail : kiki@ob.sist.ac.jp