

JMS-Q1000GC Application Data

バニラオイルにおけるスニッフィング分析

近年食品や日用品で様々な商品が開発され、それに伴いにおいに関する分析や研究が注目されている。においの分析は、これまでSPME法やHS法による GC/MS 分析が主流であった。これらの分析では、検出されるピークの定性・定量解析は行えるものの、においの評価は非常に困難であった。しかし、人間の嗅覚が非常に鋭いことで、人間の官能測定とGC/MSによる測定を組み合わせた「スニッフィングGC/MS法」を用いれば、微量でありながら香りを特徴付けている成分を見つけ出すことができる。そこでGLサイエンス製「スニッフィングポート OP275」を“Q1000GC”に装着しバニラオイルにおける香気分析を行ったので報告する。

OPV277 は 300℃まで温度設定できる加熱トランスファーラインを採用したことで、高沸点サンプルの場合でも再液化することがなく、これにより、臭気成分ピークの香りの違いや強弱を容易に嗅ぎ分けることが可能である。試料がGCに導入されると、キャピラリーカラムを通過し、その末端部分から一方はスニッフィングポートへ、もう一方は MS の方へと分岐される。その為、官能測定とGC/MSにおける測定が同時にできることになる。またオペレーターの嗅覚強度をレコーダに出力し、クロマトグラム上に記載できるという機能も搭載している。

測定条件は表 1、2に示す。スニッフィングの流量設定は、付属のスプリットマネージャーで計算し、流量 60kPaと設定した。

図 1 にはバニラオイルにおけるトータルイオンクロマトグラム(以下TIC)とスニッフィング結果を示した。図に示すようにTICで相対的に低く検出されているピークでも、スニッフィングでは、強いにおいとして感じる成分もあった。

表1 GC/MS条件

カラム	InertCap WAX 30m×0.25mm×0.25
昇温条件	40℃(1分)-5℃/分-250℃(5分)
モード(パーズ時間)	Split 50:1
流量	60kPa (定圧モード)
注入口温度	230℃
イオン化電流	200 μA
イオン化エネルギー	70 eV
検出器電圧	-1500V
イオン源温度	230℃
インターフェース温度	230℃
SCAN範囲(サイクルタイム)	m/z 50~500 (500ミリ秒)

表2 スニッフィング条件

トランスファーライン温度	250℃
--------------	------

[クロマトグラム] TIC : 428247 - 148615

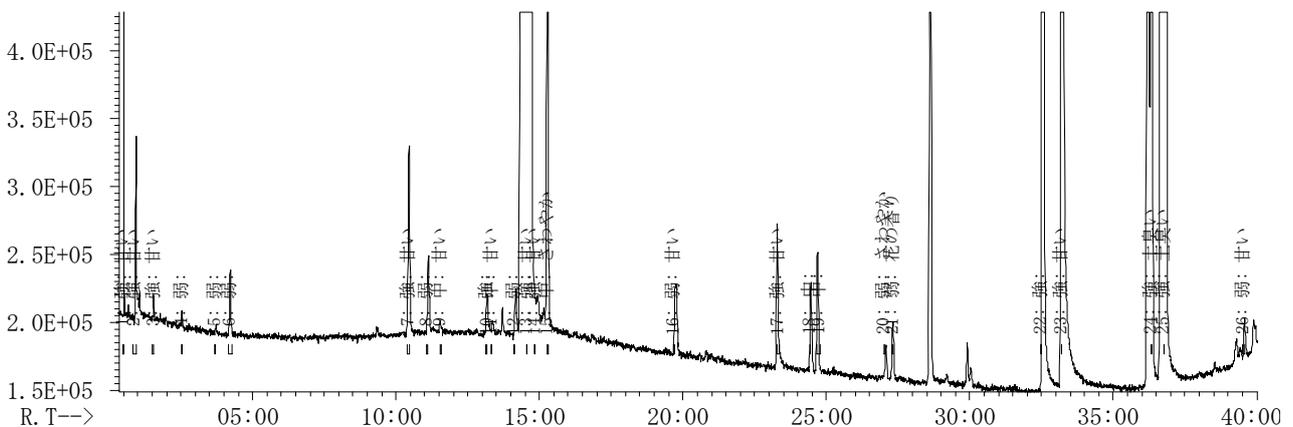


図1 バニラオイルにおけるTICとスニッフィング結果

また、においについては、あまいにおいや、さわやかなにおい等さまざまなにおいを感じ、バニラのにおいを特徴付けるにおいも感じることができた。

表3 スニッフing結果

ピークNo.	強度	においの種類	定性結果
1	強	甘い	MTBE
2	強	甘い	Propanoic acid, 2-chloro-,2-propenyl ester
3	強	甘い	Is-Pinene
4	弱		Pinene
5	弱		Myrcene
6	弱	甘酸っぱい	D-Limonene
7	強	甘い	Menthone
8	弱		D-Menthone
9	中	甘い	cis-3-Hexenyl isovalerate
10	強		Methyl acetate
11	中	甘い	Isopulegol
12	弱		Isomenthol
13	強	甘い	Trimethylphosphine
14	強	甘い	z-4-Nonadecen-1-ol-acetate
15	中	さわやか	4-Isopropyl-1-methylcyclohexanol
16	弱	甘い	Methoxytrimethylsilane
17	強	甘い	Ethyl maltol
18	中		Oxiranecarboxylic acid, 3-methyl-3-phenyl, ester, trans-
19	中		Oxiranecarboxylic acid, 3-methyl-3-phenyl, ester, cis-
20	弱	さわやか	2-Butenoic acid,3-methyl-3-phenyl, ethyl ester
21	弱	花のにおり	Oxiranecarboxylic acid,3-methyl-3-phenyl,ethyl ester
22	強	甘い	Ethyl Vanillin
23	強	甘い	Vanillin
24	強	土くさい	Veratraldehyde propylene glycol acetal
25	強	土くさい	6,6-Dimethyl-1,5,6,8-tetrahydro-7,9-dioxo-1,3-deaza-fluorene-2,4-dithione
26	弱	甘い	2-Methoxyhydroquinone

表 3 にはにおいを感じたクロマトの定性解析結果を示す。バニラオイル特有の成分である Vanillin 等もあり、嗅覚とクロマトの成分の特徴がほぼ一致していた。また、ピーク強度が弱い成分でも嗅覚では強く感じる成分もあり、スニッフing測定を用いることで、効果的に特徴成分を考察することができた。

以上のように、“Q1000GC”にスニッフingポート(OP275)を装着し、バニラオイルを測定したところ、特徴的なにおいの成分を確認することができた。