

JMS-Q1000GC Mk II Application Data

ヘッドスペース-GC/MS による 2,4,6-トリクロロアニソールの分析 ～トラップモードとループモードの強度比較～

【はじめに】

2,4,6-トリクロロアニソール(TCA)は、カビ臭気原因物質の一つであり、殺菌剤または木材の防腐剤として使用されているペンタクロロフェノール(PCP)や、2,4,6-トリクロロフェノール(TCP)が、主な発生源である。PCP, TCP から TCA への反応経路はいくつかあり、その1つとしてTCPが、ある種の微生物によりメチルエーテル化して生成されることが知られている。TCAは、気化しやすく臭いの閾値が低いため、食品中に混在してもpptレベルでカビ臭として感知できる。また、木材から発生したTCAが食品中に移り、異臭問題の原因となることがある。具体例としてワイン中からのカビ臭が広く知られている。本報告書では、ヘッドスペース-GC/MS法を用いて、木片中及び水溶液中に含まれるTCAの測定を行うとともに、トラップモードとループモードでの感度比較も行ったので報告する。

Table 1 Headspace sampling conditions.

【測定条件】

まず、200 ppm の TCA/メタノール溶液を調製した。その調製溶液を用いて NaCl を 4 g 加えたバイアルに TCA 50 ppt 水溶液を 10 mL 調製し、密封した(サンプル①)。別のバイアルに少量の木片を入れ、封じ込めてサンプル②を作製した。Table 1 及び 2 に示したようにサンプリング条件は、サンプル①、②共に 90 °C で 30 分間攪拌することによって抽出した。また測定

Instrument	S-trap (JEOL Ltd.)
Sampling mode	Trap mode/ Loop mode
Trap tube	GLTrap1
Sample loop volume	1 mL
Extraction times	3 times (Trap) / 1 time (loop)
Sample volume (NaCl)	Sample① : 10 mL (NaCl 4 g) Sample② : Several fragments (No NaCl)
Sampling pressure	20 kPa (Trap) / 10 kPa (Loop)
Sampling temp. (time, sample mixing)	90 °C (30 min, Strong)

条件は、弊社でカビ臭(2-MIB, ジェオスミン)の測定条件として推奨している条件に準じた。

Table 2 GC/MS measurement conditions.

【結果及び考察】

サンプル①の SCAN 測定による結果を Fig.1 に示した。同条件における TCA の R.T.値は、21:29 にピークが確認できた。得られたマススペクトルからは、ピーク強度の強い m/z 167, 195, 210 のイオンが検出

Instrument	JMS-Q1000GC Mk II (JEOL Ltd.)
Column	Inertcap1 (30 m × 0.25 mm (f. 0.4µm))
Oven temp. program	40 °C (3 min) → 5 °C/min → 150 °C (0 min) → 30 °C/min → 280 °C (5 min)
Carrier gas	He (15 psi, Constant Pressure)
Ionization mode	EI (70 eV, 100 µA)
Measurement mode	SCAN (m/z 46–220) / SIM (m/z 167, 195, 210)
Cycle time	500 ms (SCAN) / 150 ms/channel (SIM)
Chamber temp.	280 °C
Interface temp.	280 °C

され、ライブラリ検索の結果から TCA であることが確認された。サンプル②の測定は、それら 3 つの質量のイオンを SIM 測定し、Fig.2 に結果を示す。尚、ここではトラップモードとループモードの 2 種類の方法で比較検討した。その結果、サンプル②においても Fig.1 に示した R.T.値に TCA のピークが確認できた。その面積値及び S/N は、トラップモードでは 49,301 (S/N = 43)、ループモードでは 1,061 (S/N = 3)であり、サンプル②における面積値はトラップモードの方がループモードよりも 50 倍近い値が得られた。

【まとめ】

ヘッドスペース-GC/MS により、水溶液中の TCA が、上記測定条件では 21:29 に検出されることがわかった。

また、固体サンプル中に含まれる TCA でもヘッドスペース法を用いることで前処理無しに検出できた。また、ここでは紹介していないが、これまでに検討してきた実験系においても、一般にトラップモードではループモードに比べて、面積値で 1 桁以上の感度向上が見込めると考えられる。

【謝辞】

本分析を行うにあたり、木片サンプル及び水溶液サンプルをご提供いただいた大和製罐株式会社 総合研究所・加藤寛之氏に深謝いたします。

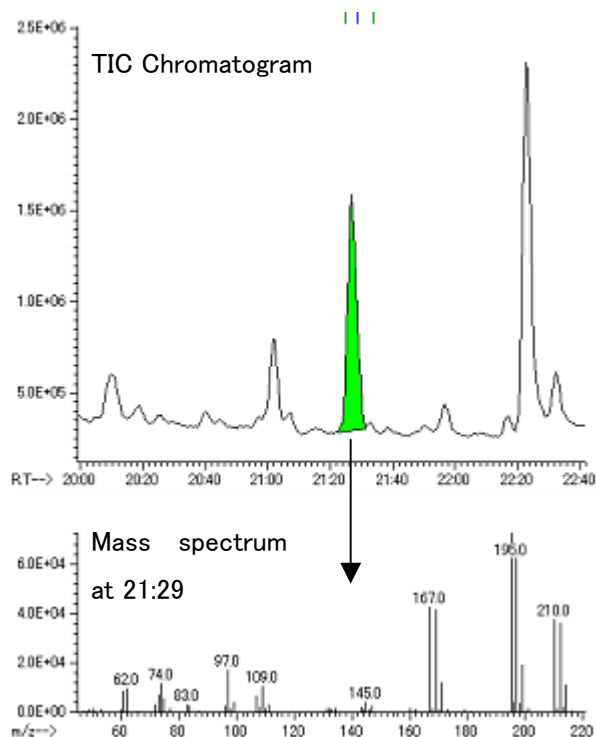


Fig.1 TIC chromatogram and mass spectrum of sample ① (Trap mode).

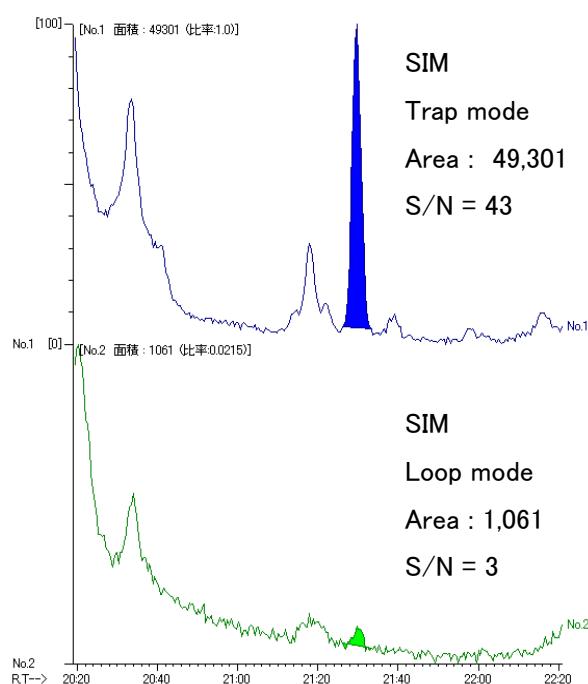


Fig.2 Mass chromatograms (m/z 195) of sample ② in trap mode and loop mode.