# マイクロチャンバー及び加熱脱着GC-MSを用いたハンバーガーの香気成分分析

# 関連製品:質量分析計(MS)

#### 1. 概要

マイクロチャンバー/加熱抽出装置は、加熱したチャンバー内に設置した試料の揮発性有機化合物を吸着剤入りのサンプルチューブに通気させて捕集する装置である。試料はチャンバーに直接投入でき、幅広い試料量に設定可能である。また、加熱脱着装置(TD)は、サンプルチューブを加熱し、脱離した気体をGCに導入する前処理装置である。サンプルチューブから脱離した気体は冷却したフォーカシングトラップに捕集され、続いてフォーカシングトラップの高速加熱により脱離させる。この2段階の加熱脱着により高感度な分析が可能となる。これらの手法は、放散ガスや食品の香気成分などを効率的に捕集できるため、プラスチック製品、木製品、繊維製品、食品等の幅広い分野で製品評価に採用されている。(MSTips No.435, 436, 459) 今回、本手法を用いて食品の香気成分を分析した結果、有用性が示されたので報告する。



μ-CTE250



TD-Xr100-JMS-Q1600GC UltraQuad™ SQ-Zeta

#### 2. 実験

Fig.1にサンプリングの概略図を示す。試料には、市販のハンバーガー7.5gを用いた。全種類の具材(バンズ, パティ, ソース, ピクルス)が入るようにカットしたハンバーガーをアルミホイルを敷いたマイクロチャンバー( $\mu$ -CTE250, MARKES社製)に設置した。チャンバー温度は食事を想定した30  $^{\circ}$ Cに設定した。測定には、前処理装置として加熱脱着装置(TD-Xr100, MARKES社製)を装着したGC-MS(JMS-Q1600GC, 日本電子製)を使用した。イオン化法はEI法およびソフトイオン化(SI)法として光イオン化(PI)法を用いた。得られたデータの解析は、統合解析 $^{1}$ ソフトウェア(msFineAnalysis iQ, 日本電子製)を用いた。Table 1に測定条件を示す。

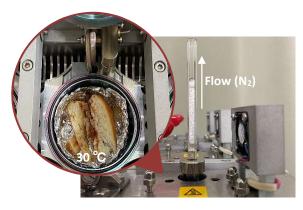


Fig.1 Sampling process

# Table 1 Measurement Condition

Micro- Chamber	Sampling	30 ℃(10 min), 50 mL/min (N2)
TD	Sample tube type	Tenax TA
	Tube desorption	250 °C(10 min), 50 mL/min, Splitless
	Trap desorption	25-300 °C(3 min), 50 mL/min, Split (1/3.5)
GC	Column	Inart Cap Pure-WAX, 60 m length× 0.25 mm id, 0.25 µm film thickness
	Column flow	2.0 mL/min (He)
	Oven temp.	40 ℃(3 min)-8 ℃/min-250 ℃(5.75 min)
	Inlet temp.	200 ℃
MS	Interface temp.	230 ℃
	Ion source temp.	200 ℃
	Ionization	EI (70 eV, 50 μA)
		PI (approx.10 eV, Fil.Off)
	Scan range	m/z 29-400

#### 3. 測定結果

#### 3.1 TICCとデコンボリューションピーク

Fig.2|CTD-GC-MS測定のTICクロマトグラム(黒色実線)及びデコンボリューションピーク(灰色)を示す。msFineAnalysis iQのデコンボリューション検出機能では、TICC上で確認できない微量成分や、1成分のように見えるピーク中の複数成分を検出することが可能である。本機能により、測定結果から50ピーク(ID:[001]~[050])検出された。主に、食酢(ピクルスやソース)の香気成分であるAcetic acid、牛肉(パティ)の香気成分であるAcetoin、麦芽(バンズ)の香気成分である1-Butanol, 3-methyl-などが検出された。また、柑橘類、ハーブ、スパイスの香気成分である、D-Limonene、Carvone、Eugenolなどが検出された。

この資料に掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。



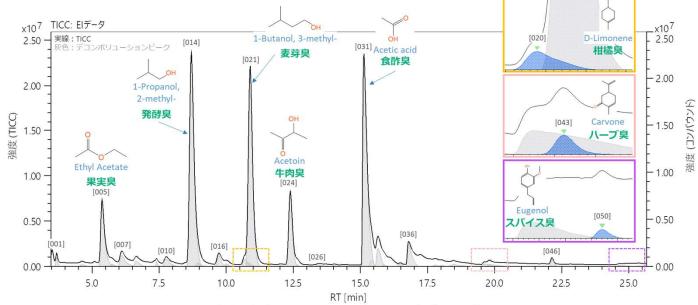


Fig.2 TIC chromatogram and Deconvolution peaks

### 3.3 統合解析結果

Table 2にmsFineAnalysis iQによる統合解析結果を示す。統合解析は、EI測定データのデータベース検索に加え、PI測定による分子イオンの確認やリテンションインデックス(RI)、同位体マッチングなどの同定機能を用いた総合的な解析により高精度な定性結果を提供する。尚、表の背景色は定性結果の確度を表し、青は確度が高い結果を示す。結果より、ハンバーガー由来と推定される複数の香気成分が高確度で確認された。

#### Table 2 msFineAnalysis iQ results

背景色:白・・・確度が低い結果、黄・・・確認が必要な結果、青・・・確度が高い結果 クロマトグラム情報 マッチファク ΔRI [iu] 組成式 RT [min] 高さ[%] 化合物名 CAS# 分子量 分子量確認 付加/脱離 3.68 4.31 n-Hexane 110-54-3 C6 H14 142-82-5 N/A 0.21 Heptane C7 H16 無し 3.95 4.50 0.13 Octane 111-65-9 687 C8 H18 114 -C2H5 N/A C4 H8 O 0.84 Propanal, 2-methyl 72 0.97 5.37 29.94 Ethyl Acetate 141-78-6 941 C4 H8 O2 88 #1 0.92 N/A 6.11 5.27 Ethanol 64-17-5 C2 H6 O 46 無し 0.96 2.34 2,3-Butar 431-03-8 C4 H6 O2 136 7.40 2.19 a-Pinene 80-56-8 649 C10 H16 無し N/A 3.33 1-Propanol 71-23-8 C3 H8 O 60 8.03 0.22 2,3-Pentanedione 600-14-6 776 C5 H8 O2 100 無し N/A 94 100 8.29 0.10 Disulfide, dimethyl 624-92-0 C2 H6 S2 無し N/A 66-25-1 752 C6 H12 O -H2O 8.46 0.17 Hexanal N/A 8.70 100.00 1-Propanol, 2-methyl-78-83-1 C4 H10 O 74 0.98 1.66 B-Pinene 136 8.94 127-91-3 C10 H16 無し 0.93 9.72 4.85 3-Care 13466-78-9 C10 H16 136 無し 0.95 28634-89-1 815 1.14 Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-C10 H16 136 9.99 10.04 0.26 α-Phellandrene 99-83-2 13 C10 H16 136 無し N/A 687 0.08 Heptanal C7 H14 O 10.69 3.39 D-Limonene 5989-27-5 C10 H16 136 #1. 0.95 92.83 1-Butanol, 3-methyl-123-51-3 C5 H12 O 10.89 88 -H2O 11.68 0.19 1-Pyrrolidinamine, N-ethylidene 60144-27-6 609 C6 H12 N2 112 無し N/A 0.42 p-Cymene 99-87-6 C10 H14 134 12.39 34.41 Acetoin 513-86-0 C4 H8 Q2 88 #1. 0.96 12.66 0.71 2-Propanone, 1-hydroxy 116-09-6 C3 H6 O2 74 0.55 2-Butanol, 1-methoxy-13,42 53778-73-7 732 C5 H12 O2 104 -C2H5 N/A 13.71 0.29 2-Hydroxy-3-pentanone 5704-20-1 674 C5 H10 O2 102 728 839 C5 H12 O2 14.38 0.22 Nonanal C9 H18 O 124-19-6 142 15.12 98.58 Acetic acid 64-19-7 916 C2 H4 O2 60 無し 0.97 C5 H4 O2 98-01-1 15.40 2.66 Furfural 無し 0.97 15.66 15.88 8.32 Acetic acid 64-19-7 C2 H4 O2 60 無し 1.00 104-76-7 15 0.59 1-Hexanol, 2-ethyl-C8 H18 O 130 16.48 0.90 S-Benzoyl(thiohydroxylamine) 25740-80-1 631 C7 H7 N O S 153 -H N/A 無し 16.79 9.97 Propanoic acid 79-09-4 C3 H6 O2 0.94 0.08 2,3-Butanediol, [R-(R\*,R\*)]-24347-58-8 C4 H10 O2 17.80 0.66 Caryophyllene C15 H24 N/A 0.55 Ethanol, 2-(2-ethoxyethoxy) 18.03 111-90-0 871 C6 H14 O3 134 1.02 2-Furanmethanol 19.41 0.06 1-Propanol, 3-(methylthio)-505-10-2 703 C4 H10 O S 106 無し N/A 19.62 109-52-4 C5 H10 O2 102 19.81 0.88 Carvone 99-49-0 924 C10 H14 O 150 無し N/A 0.11 2-Propanol, 1,1'-oxybis-C6 H14 O3 21.82 0.17 Diethylboric acid, (2-methoxyethyl) este 622 N/A C7 H17 B O2 144 22.14 3.10 Phenylethyl Alcohol 60-12-8 964 658 C8 H10 O 122 0.95 22.82 0.13 1-Hexene, 3,5-dimethyl-423-69-0 C8 H16 112 N/A 23.26 0.09 Phenol 108-95-2 C6 H6 O 94 無し N/A 24.67 0.40 Octanoic acid 124-07-2 749 C8 H16 O2 144 25.35 0.21 Eugenol 97-53-0 C10 H12 O2 無し N/A

## まとめ

マイクロチャンバー及びTD-GC-MSを用いてハンバーガーの香気成分分析を行った。その結果、ハンバーガー由来の香気成分が複数検出され、 本手法による食品香気成分分析の有用性が示された。

参考文献 1) M. Ubukata et al, Rapid Commun Mass Spectrom., 34 (2020). DOI: 10.1002/rcm.8820

この資料に掲載した商品は、外国海替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせください。

