

イオンラップGC/MS/MSを用いた チョコレート中のかび臭物質の分析

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社 SIDアプリケーション部



GCMS10001

Key Words

- GC/MSⁿ
- イオンラップ
- 食品
- 菓子
- かび臭
- オフフレーバー

はじめに

食品を長期保存する場合には、食品の酸化などによる風味・食味の変化以外に、食品に付着するオフフレーバー（本来食品には含まれない不快な臭い）が問題になることがあります。中でも特殊な菌が生成する「かび臭物質」といわれる化合物が製品クレームの対象になった例も過去に数件報告されています。

通常、食品中のかび臭分析は水蒸気蒸留法を用いてヘプタン等の無極性溶媒に捕集させて行いますが、有効なクリーンアップ方法がないためサンプルによっては、分析が困難になります。そこで、チョコレート抽出液中のかび臭物質についてイオンラップGC/MSを用いて測定を行いました。

今回測定対象としたのは、

- 2,4,6-トリクロロアニソール(2,4,6-TCA)
- ジェオスミン

の2化合物です。

分析条件

GC TRACE GC

Column : HP-5MS 30m x 0.25mm ID x 0.25umdf

Injection mode : Splitless, 1min

Injection Temp. : 240°C

Oven Temp. : 40°C(4min)→12°C/min→260°C(5min)

Carrier gas : Helium, 1.0ml/min constant flow

Injection volume : 1ul

MS Ion-trap

Ion Source Temp : 200°C

Ionization mode : EI

Mode : Full scan

Scan range : 60-230



MS/MS condition

| Compound name | Precursor ion [m/z] | Product ion [m/z] | Collision energy [V] |
|---------------|---------------------|-------------------|----------------------|
| 2,4,6-TCA | 195 | 150-200 | 1.0 |
| Geosmin | 112 | 70-120 | 0.8 |



サンプル前処理

前処理方法：水蒸気蒸留
(Dean&Stark)

試料：チョコレート50g

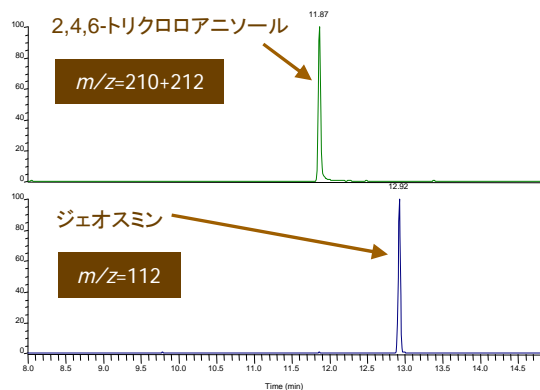
手順：n-ヘキサンに捕集、
無水硫酸ナトリウム添加
最終溶液に各物質スパイク
(試料中濃度2.5ppbに
なるように)



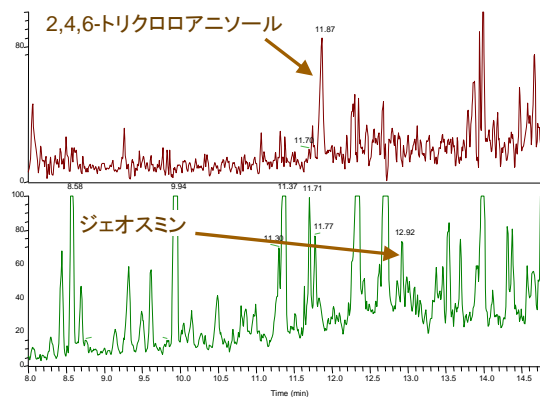
Dean & Stark 蒸留装置

フルスキャンモードでの測定

標準試料 0.1ppm

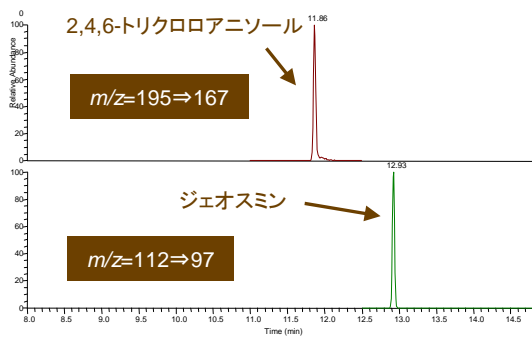


実試料 0.01ppm (検液中濃度)

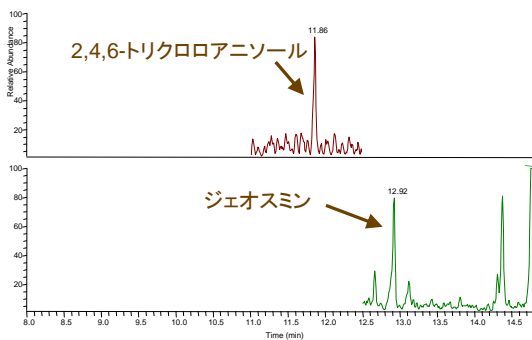


MS/MSモードでの測定

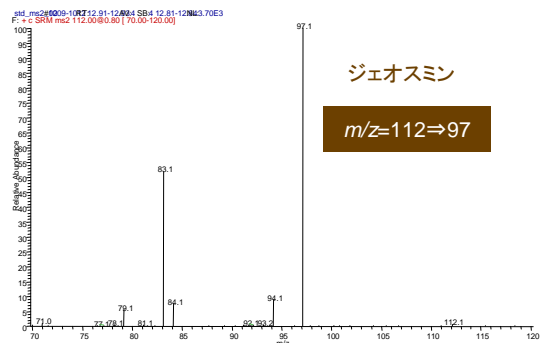
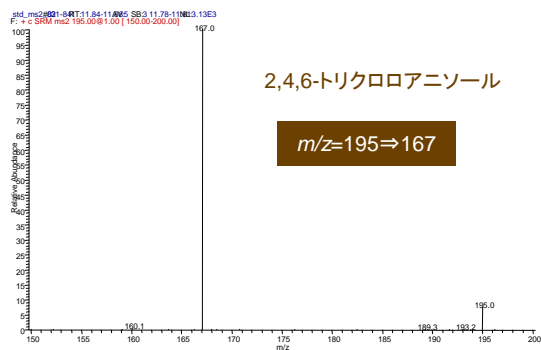
標準試料 0.1ppm



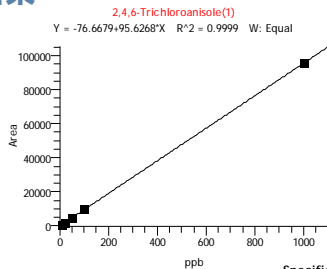
実試料 検液中濃度0.01ppm (試料中濃度2.5ppb)



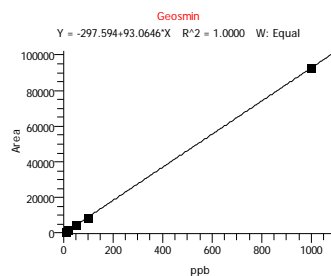
<MS/MSスペクトル>



MS/MSモードでの検量線、および 定量結果



| Filename | Sample Name | Area | Specified Amount | Calculated Amount |
|----------------|---------------|-------|------------------|-------------------|
| std_ms2_01 | std_1ppm | 95516 | 1000.000 | 999.641 |
| std_ms2_02 | std_100ppb | 9995 | 100.000 | 105.326 |
| std_ms2_03 | std_50ppb | 4448 | 50.000 | 47.319 |
| std_ms2_04 | std_20ppb | 1679 | 20.000 | 18.364 |
| std_ms2_05 | std_10ppb | 817 | 10.000 | 9.350 |
| sample1_ms2_01 | sample1 blank | | N/A | N/F |
| sample2_ms2_01 | sample2 | 510 | | 6.135 |



| Filename | Sample Name | Area | Specified Amount | Calculated Amount |
|----------------|---------------|-------|------------------|-------------------|
| std_ms2_01 | std_1ppm | 92788 | 1000.000 | 1000.222 |
| std_ms2_02 | std_100ppb | 8840 | 100.000 | 98.185 |
| std_ms2_03 | std_50ppb | 4199 | 50.000 | 48.317 |
| std_ms2_04 | std_20ppb | 1669 | 20.000 | 21.133 |
| std_ms2_05 | std_10ppb | 833 | 10.000 | 12.143 |
| sample1_ms2_01 | sample1 blank | | N/A | N/F |
| sample2_ms2_01 | sample2 | 876 | | 12.613 |

まとめ

今回、チョコレート中のカビ臭物質について、フルスキャンおよびMS/MSモードでの測定を行いました。

2,4,6-トリクロロアニソールとジェオスミンは、MS/MS法にて測定することで選択性を上げて測定することができました。また、MS/MS法による検量線および定量についても良好な結果が得られました。



GCMS10001

サーモフィッシャー
サイエンティフィック株式会社

フリーダイヤル
0120-753-670

FAX
0120-753-671

E-mail
info-jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp
(日本)
www.thermo.com
(グローバル)

©2010 Thermo Fisher Scientific Inc. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.