

本資料は、Alpha MOS（フランス）にて分析した結果に基づくものです。

目的

p-クレゾールは、牛乳中の腐敗臭や畜舎臭などの原因となる揮発性化合物で、バチルス・サーキュランス¹による細菌汚染によって生成されることがあります。本アプリケーションノートでは、フラッシュ GC ノーズを用いた牛乳中の p-クレゾールの定量化について紹介します。



装置：

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II

超高速 GC 技術を基盤としたフラッシュ GC ノーズ HERACLES II (図 1) には、極性の異なる 2 種類のメタルキャピラリーカラムが並行に配置され（本研究では、微極性の MXT-5 と低/中極性の MXT-1701、長さ 10m、内径 180 μ m を使用）、各々に水素炎イオン化検出器 (FID) が接続されています。同時に 2 つのクロマトグラムが得られるため、保持指標データによる化合物検索の際、より明確な絞り込みが可能となります。

また、ペルチェ式クーラー (0 - 260 $^{\circ}$ C) により温度制御された固相吸着トラップが内蔵されているため、低分子の揮発性化合物の効果的なプレ濃縮を実現し、優れた感度 (pg オーダー) を得ることができます。カラムの高速昇温 (最大 600 $^{\circ}$ C/min) により、2~3 分程度で測定結果が得られ、分析サイクルもわずか 5~8 分です。



図 1：フラッシュ GC ノーズ HERACLES II

装置本体には、サンプリングや注入の自動化のためにオートサンプラ (HS100) が据え付けられています。操作はソフトウェア AlphaSoft を介して行います。本研究では、2 種類のカラムの保持指標に基づいた揮発性化合物の推定を行うために、保持指標 & においライブラリ AroChemBase を使用しました。このライブラリでは、クロマトグラムから化合物の化学情報だけでなく官能的特徴を知ることができます。

サンプルと分析条件

保持時間を保持指標へ変換するため、はじめに n-アルカン (n-ヘキサンから n-ヘキサデカンまで) の標準混合液を測定しました。牛乳サンプルとして、メタノール中の p-クレゾール溶液 (0.5g / L) を部分脱脂乳に 0.1~10 μ L 添加し、p-クレゾールの最終濃度として 10~ 1000 μ g / L の範囲内で段階的に調製しました。そして、20mL バイアル内に部分脱脂乳 5g と塩析を目的とした塩化ナトリウム 2g を加え、サンプルのヘッドスペースを生成しました。

表 1：牛乳分析の HERACLES 分析条件

パラメータ	値
サンプル量	5 ml
NaCl	2 g
ヘッドスペースバイアル	20 ml
加熱温度	90 $^{\circ}$ C
注入量	5 ml
トラップ捕集温度	60 $^{\circ}$ C
トラップ脱着温度	240 $^{\circ}$ C
カラム圧力	60 kPa (0s) 0.25 kPa/s - 90 kPa
オープン温度	40 (2 s) 1 $^{\circ}$ C/s - 80 $^{\circ}$ C, 3 $^{\circ}$ C/s - 280 $^{\circ}$ C (8 s)
取得時間	120 s
注入間隔	8 min

クロマトグラフのプロファイル

牛乳サンプルのヘッドスペースは、2 分という短時間で潜在的な異臭化合物を分離することができました。(図 2)。

