

マジックケミソーパーPDMSを用いた固相抽出による 泥炭燃焼時に生じた煙成分の定性分析

【背景】 ウイスキーの製造工程には、風味付けも兼ねた泥炭(ピート)の燃焼・燻煙による原料麦芽の乾燥工程がある。この泥炭の燃焼時に生じた煙の成分について、マジックケミソーパーPDMSによる捕集と熱脱着-GC/MS測定を試みた。

【方法】 泥炭試料(イギリス・アイラ島産, 2.5 mg)が入った20 mLヘッドスペースバイアルのヘッドスペース中にマジックケミソーパーPDMS S500(PDMS膜厚 500 μm, 以下MC-S500)を吊り下げ、バイアルに蓋をしてヘッドスペースバイアル下部の外側からバーナーで約1分間加熱して試料を燃焼させた。その後20 °Cで10分間静置し、MC-S500に煙の成分を捕集した。続いて、フロースルーエコカップLHF内にMC-S500を入れ、GC/MS注入口に直結したパイロライザー(EGA/PY-3030D)にて熱脱着を行った。熱脱着により揮発した成分をGCに導入し、分離カラム入口でマイクロジェット・クライオトラップを使用して冷却捕集した後、GC/MS分析を行った。

【結果】 泥炭試料の燃焼により生じた煙成分のクロマトグラムをFig. 1に示す。また、主要ピークの定性結果をTable 1に示す。セルロースなど多糖類の熱分解生成物であるフルフラール類(3, 4)やlevoglucosenone (8)のピークが強く検出された。一方、ウイスキーに独特な風味をもたらすフェノール性化合物のピークも多数検出された。以上より、MC-S500を用いた固相抽出により泥炭の燃焼時に生じた煙の成分について定性分析が可能であった。

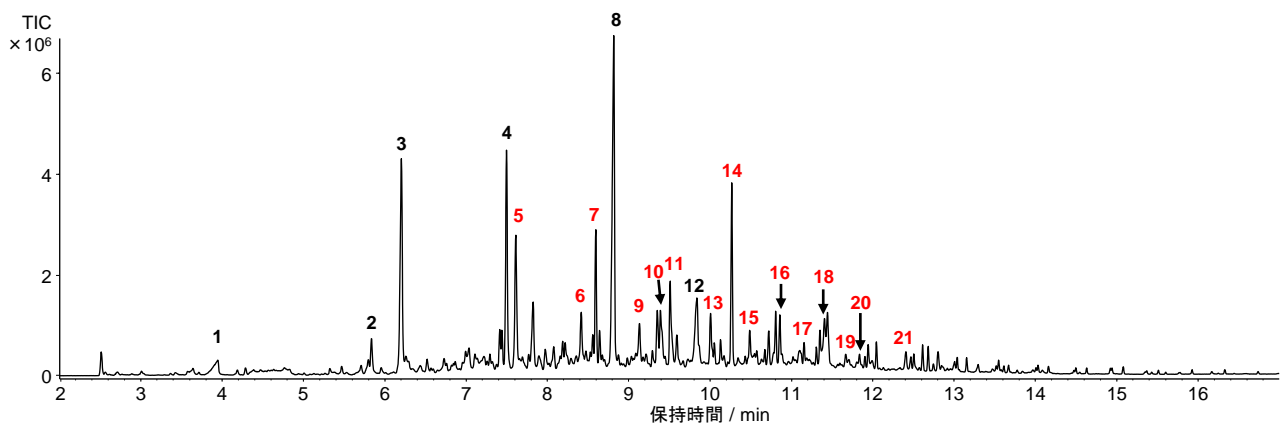


Fig. 1 泥炭の燃焼時に生じた煙成分のクロマトグラム

試料: 2.5 mg (封入後、外から加熱して燃焼), 抽出条件: 20 mLヘッドスペースバイアルのヘッドスペースに20 °Cで10 min 静置
熱脱着温度: 100 – 250 °C (50 °C/min, 3 min 保持), マイクロジェット・クライオトラップにより冷却捕集
分離カラム: UA+5 (5 %ジフェニル-95 %ジメチルポリシロキサン), L=30 m, i.d.=0.25 mm, df=0.25 μm, カラム流量: 1 mL/min, スプリット比: 1/5, GCオープン: 40 °C (3 min 保持) – 250 °C (10 °C/min, 4 min 保持)

Table 1 マジックケミソーパーPDMSに捕集された泥炭燃焼時の煙成分 (赤字はフェノール性化合物)

| # | 化合物名 | # | 化合物名 | # | 化合物名 |
|---|-------------------|----|------------------|----|------------------|
| 1 | Acetic acid | 8 | Levoglucosenone | 15 | Syringol |
| 2 | 2-Furanone | 9 | Ethylphenol | 16 | Vanillin |
| 3 | Furfural | 10 | Creosol | 17 | Isoeugenol |
| 4 | 5-Methyl furfural | 11 | 4-Vinylphenol | 18 | Apocynin |
| 5 | Phenol | 12 | Nonanoic acid | 19 | Guaiaicylacetone |
| 6 | Cresol | 13 | 4-Ethylguaiaicol | 20 | 4-Vinylsyringol |
| 7 | Guaiaicol | 14 | 4-Vinylguaiaicol | 21 | Syringaldehyde |

Keywords : 泥炭(ピート), ウイスキー, 固相抽出, 熱脱着(TD)-GC/MS

使用製品 : マルチショット・パイロライザー, マジックケミソーパーPDMS S500, マイクロジェット・クライオトラップ, UA+5, フロースルーエコカップLHF, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野 : 食品成分分析, におい分析, 法科学

関連テクニカルノート : [MCA-001](#)

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
www.frontier-lab.com/jp