

※本資料の分析結果は、アルファ・モス・ジャパン株式会社にて、ポリエチレンの供給元から提供されたサンプルを元に行ったものです。

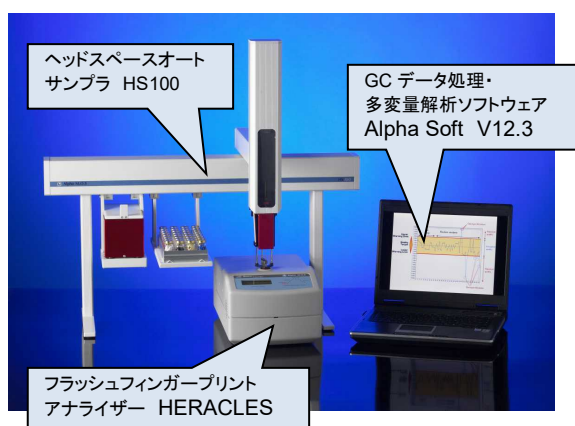
はじめに

ポリエチレンは、食品容器や包装用フィルム、ボトルキャップなど、様々な用途に利用されています。原料のペレットの“におい”は最終製品の品質に少なからず影響を与えるため、そのポリエチレン臭を低減することが、より求められています。

ここでは、現場の官能評価によって他社品よりもにおいが強いとされた現行ポリエチレンペレットの改良品を用意し、においがどの程度軽減されたか、また目標とする他社品にどれだけ近づいたかについて、電子嗅覚システムを用いて客観的に評価した例を紹介します。

電子嗅覚システム HERACLES

分析装置には、におい分析とVOC定量の2つの役割を兼ねる超高速GCベースの電子嗅覚システム「フラッシュフィンガープリントアナライザー HERACLES」を使用しました。揮発性成分を60秒以内に分離可能な本装置は、1検体5分の分析で、迅速な結果を必要とするニーズに応えます。また、本体にP&Tを内蔵し、人の嗅覚閾値に匹敵する高感度分析に対応。極性の異なる2種類のカラムを同時に使用しているため、複合的なにおい成分の分離にも優れています。



システム構成

装置	フラッシュフィンガープリントアナライザー HERACLES
ソフトウェア	GC データ処理・多変量解析ソフトウェア Alpha Soft V12.3
オートサンプラ	ヘッドスペースサンプラ HS100

サンプル内容

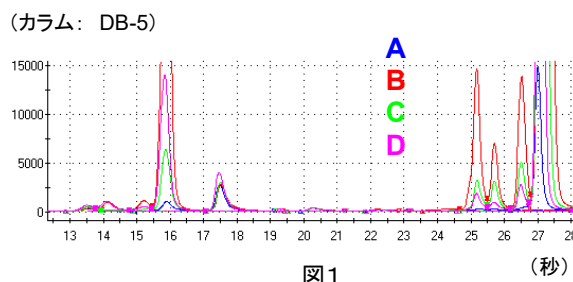
ラベル	分類
A	他社品 (ターゲット)
B	現行品
C	製造プロセスの違う改良品
D	触媒の違う改良品

測定条件

サンプル調製	
サンプル量	1g
バイアルサイズ	10ml
オートサンプラパラメータ	
インキュベーション時間	15分
インキュベーション温度	50°C
シリンジ温度	60°C
シリンジパージ時間	90秒
ヘッドスペース注入量	3000μl
ヘッドスペース注入速度	270μl/s
本体 Heracles パラメータ	
キャリアガス	水素
インジェクタ	スプリットレス, 200°C
検出器	FID 2 個, 260°C
カラム	DB-5(無極性): 100μm × 2m
	DB-1701(低/中極性): 100μm × 2m
カラム昇温条件	40°C(10s) - 250°C(2s) @5°C/s
トラップ条件	吸着: 40°C
	プレパージ: 5s
	脱離: 250°C, 20秒
	クリーニング: 60s
注入時間	1300ms

クロマトグラムの比較

全サンプルのクロマトグラムを重ね合わせ、その一部を拡大して比較しました(図1)。高速昇温ながら、十分な分離能が得られ、サンプル間の違いが明確に示されています。



ピーク強度の比較

Alpha Soft の変数最適化機能を用いて、検出された全てのピークの中からサンプルの識別に寄与している 12 個を選択し、そのピーク面積をサンプル間で比較しました(図 2)。

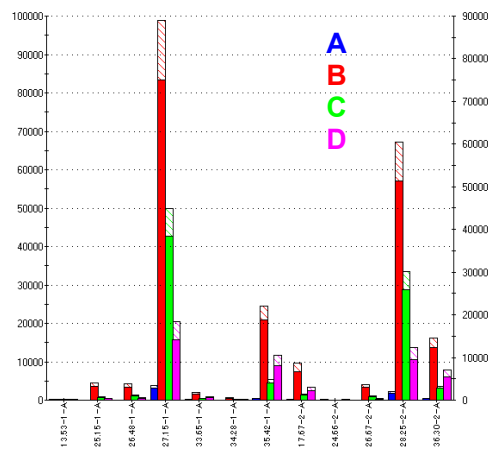


図2

選択された全てのピークにおいて、現行品 B の面積が最大であるのに対し、ターゲットの他社品 A が最小で、においの強度に影響していることが示唆されます。一方、改良品 C、D のピーク面積は、現行品 B よりも明らかに小さく、においの低減効果が期待できます。

主成分分析によるマッピング

複数のピークの情報を 2 次元、または 3 次元グラフに要約して表現するために、多変量解析手法のひとつ、主成分分析を用います。図 3 は、保持時間 (RT) を説明変数とし、複数の RT でのピーク面積を主成分分析したグラフ(横軸; 第一主成分, 縦軸; 第二主成分)を示します。

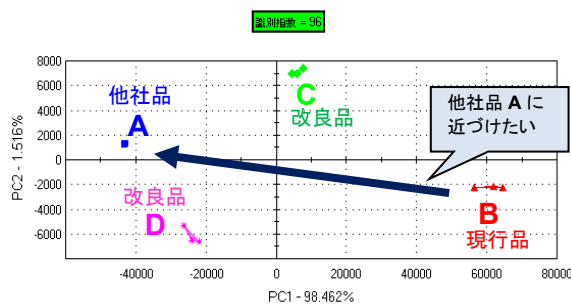


図3

3 回の繰り返し分析によって得られた各サンプルのグループは、サンプル間で明確に分類され、そのポジショニングは、においの類似性、相違性と関係します。現行品 B と他社品 A には、顕著な違いが認められたのに対し、改良品 C と D は、ターゲットとした他社品 A により近づいたことを視覚的に表現することができました。

SQC による有意差の検定

統計的品質管理 (SQC) は、リファレンスサンプルに対するにおいの同等性を把握するために有効な解析手法です。図 4 は、他社品 A をリファレンスとし、そのグレードと同じと見なすための上下限値を計算した SQC モデルに、サンプル B~D をプロジェクトしたグラフを示します。

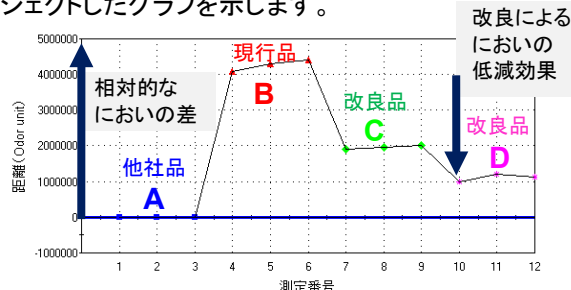


図4

この結果から、サンプル B~D のいずれも他社品 A とは統計的に有意な差があることが証明されました。しかしながら、中でも改良品 D がターゲットである他社品 A のグレードに最も近いことが数値で求まり、改良による低臭効果が明示されました。

再現性の確認

サンプルの分類のために選択したピークの相対標準偏差 (%RSD) の平均値は、いずれのサンプルでも 10% 以下であり、本分析手法の優れた再現性が確認されました。

サンプル名	%RSD
A	3.74
B	4.38
C	3.57
D	8.29

総括

ポリエチレンペレットのにおい低減について、フラッシュフィンガープリントアナライザー HERACLES を用いて測定し、クロマトグラムの比較から、ピーク強度の比較、主成分分析によるマッピング、SQC による検定まで、様々な角度から解析した結果、改良の効果と、ターゲットにどれだけ近づいたかを、客観的に評価することができました。1 検体 5 分という超高速におい分析が可能な HERACLES は、時間と労力を要するにおいの改良という目的を、より短時間で確実に達成するための有効的なツールとして機能しています。

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

2011 年 1 月