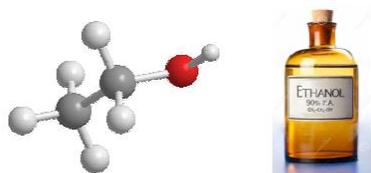


本資料は、Alpha MOS（フランス）にて分析した結果に基づくものです。

## 目的

無変性アルコールが食品の製造に用いられる場合（フレーバーや抽出物、酢、食用色素、キャンディグレース、酵母、様々なスプレー、動物飼料サプリメントなど）、その品質は大変重要です。食品用アルコールは、中性で異臭や異味がないことを確認するために官能評価と分析化学的手法によって評価されています。

本アプリケーションノートでは、フラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いた食品用アルコールの評価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 $\mu$ 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。AlphaSoft はクロマトグラフィー機能に加え、サンプルのフィンガープリント分析や比較、定量・定性モデルや品質管理チャートの構築など、データを視覚化するための様々な多変量解析ツールを備えています。

## AroChembase:

### 化合物の予備スクリーニングと官能的特徴付けのための保持指標ライブラリ

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。ライブラリには、化合物ごとの名称、分子式、CAS 番号、分子量、保持指標といった化学情報に加え、官能記述子や閾値情報、そして関連する文献情報まで含まれています。AroChemBase によって、HERACLES II のクロマトグラムから化合物の予備スクリーニングを行い、官能的特徴の情報を得ることができます。

## サンプルと分析条件

はじめに、保持時間を保持指標へ変換するため、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。次に、蒸留酒の生産に使用される純エタノールの4つのサンプル（表1）を用意し、HERACLES IIによりヘッドスペース分析（表2）を行いました。サンプルRは、リファレンス品質（無臭エタノール）に相当し、3つのブラインドサンプル（U1、U2、U3）のなかでサンプルU1に官能評価ではっきりとした異臭が検出されました。

表 1: 純エタノールサンプル

サンプルラベル	エタノール含有量（体積%）
R（リファレンス）	96.30
U1	96.11
U2	96.36
U3	96.01

表 2: HERACLES II の分析パラメータ

パラメータ	値
サンプル量	1 mL + 水 1mL
ヘッドスペースバイアル	20 ml
注入量	2.5 ml
インキュベーション温度	40°C
インキュベーション時間	20 分
オープン温度	40 (2 s) 1°C/s - 80°C, 3°C/s
取得時間	90 s

## クロマトグラム

HERACLES II による測定で得られたクロマトグラムの比較により、無臭サンプルと異臭エタノール間の揮発性プロファイルのわずかな違いが示されました（図 2）。特に異臭がしたサンプル U1 のクロマトグラム（図 2 の赤色）には、リファレンス品質のエタノール（図 2 の緑色）には検出されない複数の化合物の存在が認められました。

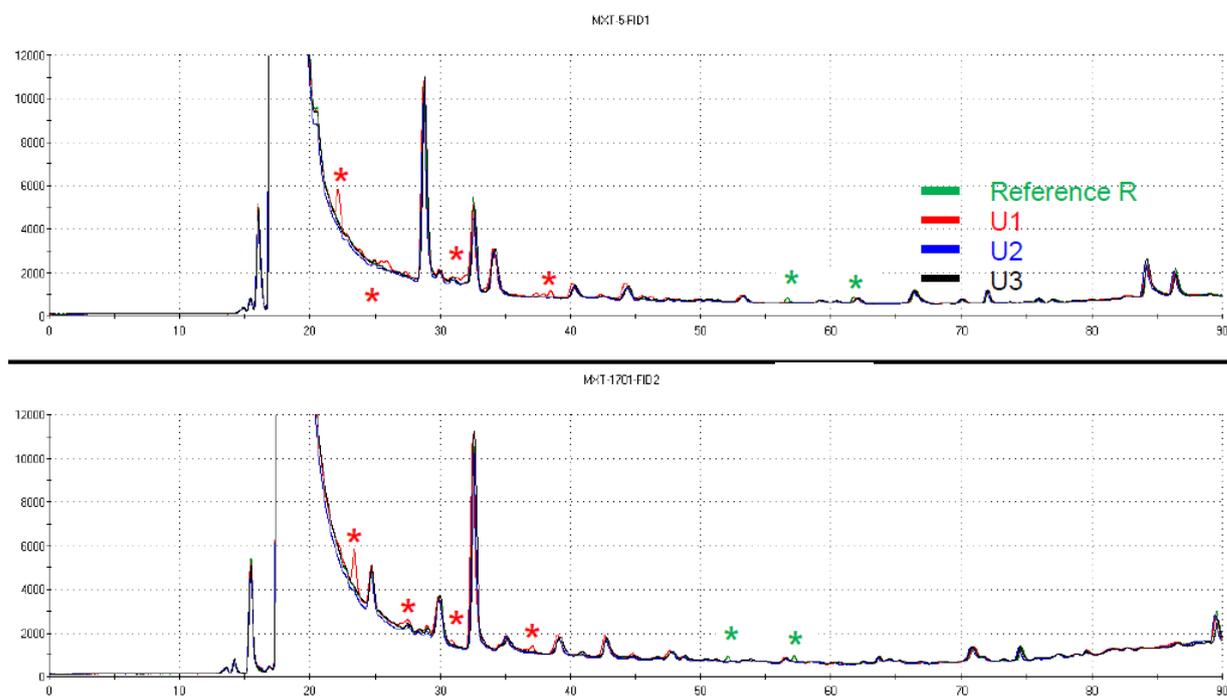


図 2: HERACLES II の 2 つのカラム MXT-5（上）および MXT-1701（下）によるエタノールサンプルのクロマトグラムの重ね合わせ

## においマップ

HERACLES IIによる測定データ（クロマトグラム）から、最も識別力の高いピークのみを考慮して主成分分析を行いました。「においマップ」（図 3）で、4 つのエタノールサンプルは、その揮発性プロファイルの違いに基づいて明らかに識別されました。サンプル U2 と U3 は非常に近いところにプロットされており、揮発性化合物（におい）のプロファイルが似通っていることを示しています。

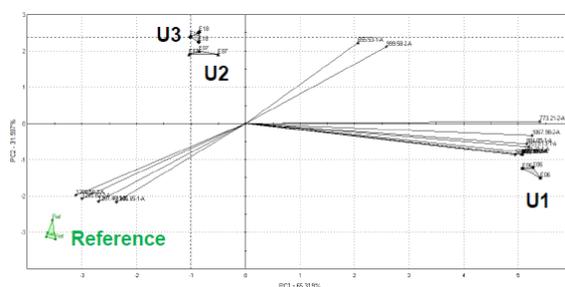


図 3: 識別力の高い揮発性化合物から得られたエタノールサンプルのにおいマップ (PCA)

## 揮発性化合物の特徴付け

保持指標&においライブラリ AroChemBase を検索することにより、各サンプルの「におい」の識別に寄与する揮発性化合物の官能的特徴を確認することができました（表3）。

表3:エタノールサンプルのヘッドスペース中に識別された主な揮発性化合物（AroChemBase を使用）

RT MXT-5	RT MXT-1701	RI MXT-5	RI MXT-1701	検索された化合物	官能的特徴	より多く含まれるサンプル
22.1	23.4	603	701	butan-2-ol	エーテル	U1
25.0	27.5	656	775	butan-1-ol	チーズ、発酵	U1
27.3	29.0	701	800	pentan-2-ol	フルーティ、グリーン、プラスチック	U1
38.5	32.1	883	936	isoamyl acetate	バナナ、フレッシュ	U1
45.5	40.7	999	997	n-decane	アルカン	U1
46.2	44.8	1011	1069	1,3-dichlorobenzene, 2-ethyl 6-methyl pyrazine		U1
42.3	40.7	946	997	propyl benzene		U1
56.5	52.7	1201	1202	n-dodecane		R
61.7	57.2	1301	1301	n-tridecane		R

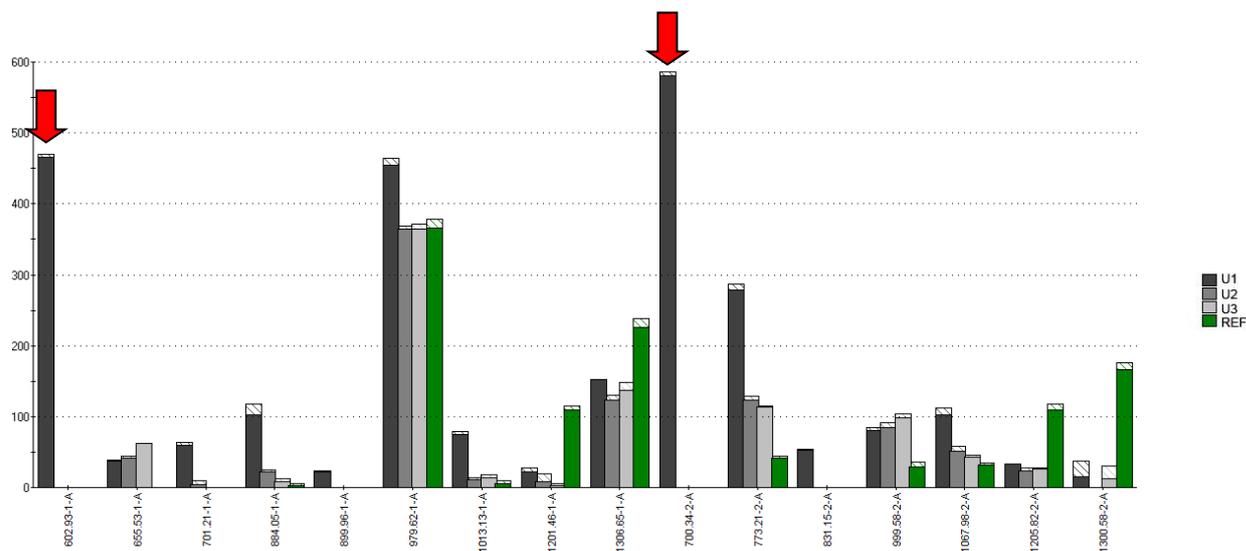


図4: エタノールの主な揮発性化合物の濃度（ピーク面積）

各サンプルにおける主な揮発性化合物の割合（ピーク面積）を比較したところ（図4）、特にサンプルU1中に1つの化合物が大きな割合を占めていることが分かりました（図4の赤色矢印）。2つのカラムの保持指標（MXT-5カラムのRI=603、MXT-1701カラムのRI=701）をもとにAroChemBaseで検索し

た結果、その化合物は、Butan-2-olであると同定することができました。

## 品質管理チャート

サンプル R を基準品質として、統計的品質管理モデルを確立しました（図 5）。この品質管理モデルでは、サンプル U2 と U3 は基準範囲内であるのに対し、サンプル U1 は品質の外れ品とみなされ、官能評価の結果を反映したものでした。

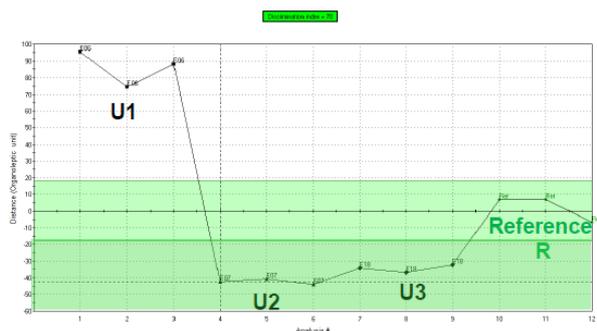


図 5: 蒸留酒の製造に使われる純エタノールの品質管理チャート

## 結論

本研究では、フラッシュ GC ノーズ HERACLES II が、食品用エタノールの純度や官能的品質の迅速な判定に有用であることが示されました。

HERACLES II は、望まない異臭の原因となり得る汚染物質や変性剤の痕跡を、少量でも検出します。装置の検出感度が高いため、官能評価では許容され得る微妙な違いも識別することができます。また、保持指標 & においライブラリとの組み合わせにより、その官能品質の違いを客観的に示すことも可能です。

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。

2015年7月