

## 目的

お茶は世界中で非常にポピュラーな飲料であり、その消費量は増加し続けています。品種や添加されるフレーバーの種類が多く、コーヒーに代わる選択肢として関心が高まっており、市場の拡大のために、お茶のメーカーは、常に新しい味やより高品質な製品を求めています。

本研究では、フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO を用いて、ブランドの異なるミント緑茶の香りの差異を評価しました。



## サンプルと測定条件

### サンプル

市販されているミント緑茶3ブランド、Brightley®（ストアブランド）、Lipton®、Twinings® を分析サンプルに用いました。これらの茶葉を80℃に加熱した水で、7通りの時間（1, 2, 3, 5, 10, 15, 20分）で浸出しました。各浸出時間のサンプルについて、3回の繰り返し分析を行いました。浸出時間3分のサンプルをベンチマークと定義し（表1）、各サンプルのフレーバープロファイルを比較しました。

表1：ベンチマーキングのサンプルセット

サンプル	コード
Brightley® - 浸出時間 3 分	B3
Lipton® - 浸出時間 3 分	L3
Twinings® - 浸出時間 3 分	T3

## フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO

超高速 GC 技術を基盤としたフラッシュ GC ノーズ Heracles NEO (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 (0-300℃) 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、優れた感度が得られます。カラムの高速昇温 (最大 480℃/分) により、2~3 分程度で測定結果が得られ、通常の分析サイクルは 8 分です。



図 1: 超高速 GC 技術を基盤としたフラッシュ GC ノーズ Heracles NEO

装置本体には、サンプリングと注入の自動化のためにオートサンプラ (RSI) 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も備えています。

## AroChembase: 化合物のプレスクリーニングと官能的特徴づけのための保持指標 & においライブラリ

Heracles NEO には、保持指標 & においライブラリ AroChemBase が付属しています。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、加えて関連する文献情報まで含まれています。AroChemBase によって、Heracles 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。

## 香り分析

### 測定条件

全てのサンプルについて、設定した時間に従い、ティーバッグ 1 個を 80℃ に加熱した水 100mL に浸出し、浸出液 1mL をバイアルに採取しました。測定条件を表 2 に示します。

表 2 : Heracles NEO 分析パラメータ

パラメータ	
サンプル量	1 mL
バイアルサイズ	20 mL
データ取得時間	110 秒
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
ヘッドスペース注入量	5 mL

保持時間を保持指標に変換するために、n-アルカン (n-ペンタンから n-ヘキサデカン) の標準混合液を測定しました。

### 揮発性化合物プロファイル

ミント緑茶サンプルの揮発化合物のプロファイルと比較した結果を図 2 に示しました。3 つのブランドのクロマトグラムは、定性的、定量的な差異を示しました。

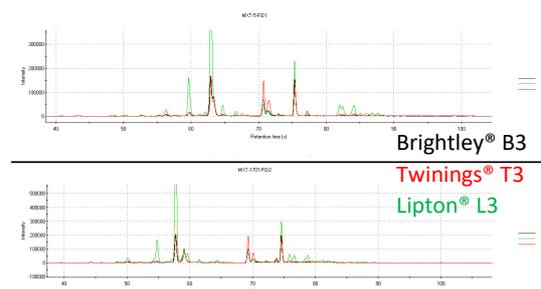


図 2 : Heracles NEO によって得られたミント緑茶サンプルの揮発性化合物プロファイル

サンプル間の識別に寄与する揮発性化合物のピークを変数として、主成分分析に基づく香りマップを構築しました (図 3)。3 つのサンプルは明確に識別されました。Brightley® と Twinings® は互いに近いポジションを示し、Lipton® は他のブランドと異なるポジションを示しました。

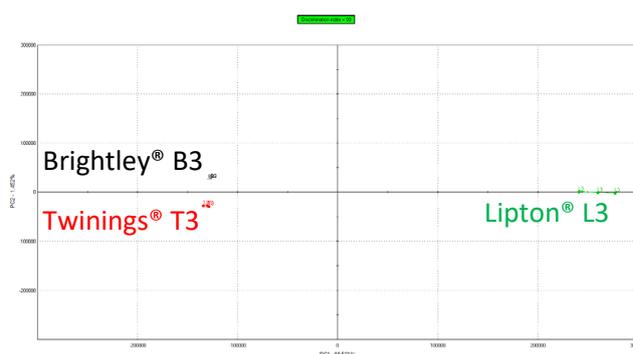


図 3 : 3 分間浸出したミント緑茶サンプルの主成分分析 (PCA) に基づく香りマップ

### 香りのプロファイル比較

AlphaSoft の保存期間アルゴリズムを用いて、ミント緑茶 3 ブランドの浸出時間の違いによる全体的な揮発性化合物プロファイルの変化を比較しました。浸出時間 1 分のサンプルに対する各浸出サンプルの距離として、香りの変化を表現しました。3 つのミント緑茶サンプルは、異なる浸出時間に伴う変化を示しました (図 4)。Lipton® と Twinings® は 2-3 分の浸出時間で最も揮発性化合物プロファイルの強度が高くなり、5 分からは低下していました。一方、Brightley® は、3 分以降に強度が増加しました。

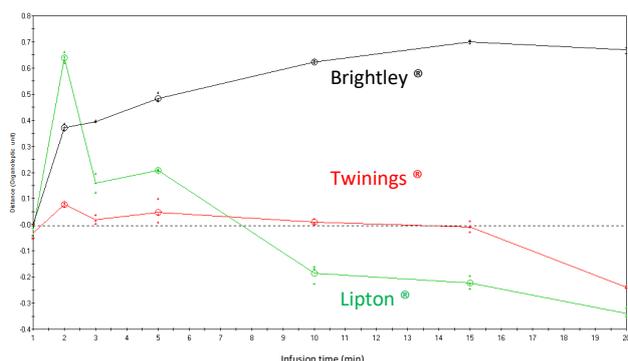


図4：保存期間モデルに基づくミント緑茶サンプルの浸出時間によるにおい変化の表現

保持指標&においライブラリ AroChemBase を用いて、ミント緑茶サンプルの識別に寄与する化合物の性質を調査しました。推定された化合物を表3に示します。

識別に寄与する主な化合物はテルペン類でした。AroChemBase には、官能的記述子やにおいの検知閾値や認知閾値の情報が含まれます（例：図7に示した Carvone）。推定された化合物は、緑茶サンプルにフルーティな香りやミントの香りを付与すると考えられます。

各化合物の浸出時間による強度変化を追跡しました。図5に、識別に寄与する主要な化合物のうち、AroChemBase によって 1,8-cineole と推定されたピークの追跡結果を示しました。

表3：識別に寄与する主要な化合物の AroChemBase による推定結果

保持指標 (±20)	保持指標 MXT-1701 (±20)	推定された化合物	におい記述子
952	964	α-pinene	ハーブ様、テルペン様
997	1027	Myrcene	フルーティ、ゼラニウム、エーテル様
1048	1073	1,8-cineole	樟脳、ハーブ様、メントール
1054	1094	Limonene	柑橘、フルーティ、ミント様
1182	1289	Menthol	メントール
1275	1411	Carvone	バジル、苦い、ミント様、ペパーミント

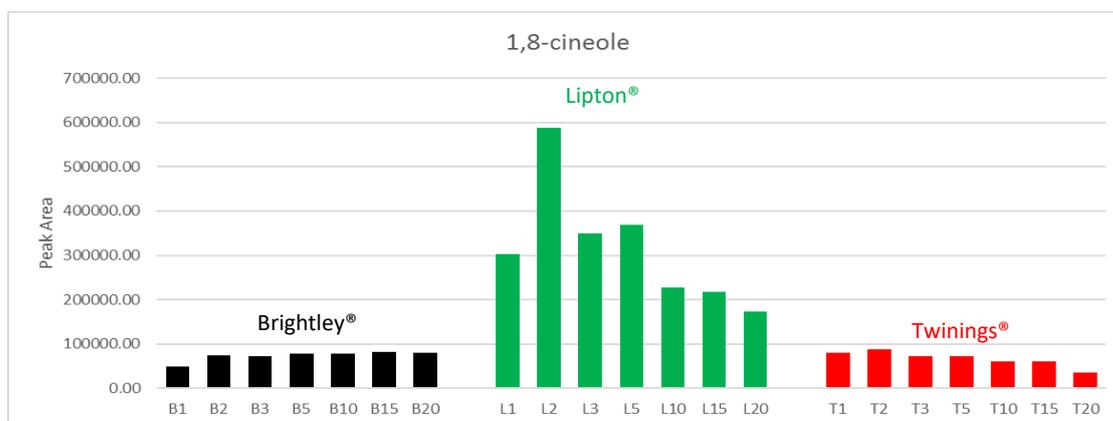


図5：浸出時間による 1,8-cineole の強度変化

## AroChemBase：揮発性化合物の推定

	Chemical Name	Formula	CAS #	MW	DB-5	DB-1701	Retention Index	Other
<input type="checkbox"/>	(-)-Carvone	C10H14O	6485-40-1	150	1264	1400		
<input type="checkbox"/>	(+)-Carvone	C10H14O	2244-16-8	150	1264	1399	1222	1742

Name and Synonyms		Sensory descriptors		Kovats retention index						
(-)-Carvone		basil		Value	Minimum	Maximum	Median	Mean	S-D	Number
(-)-Carvone		Bitter		DB-5	1264	1253	1276	1264	1264	12
		Caraway		DB-1701	1400	1386	1413	1400	1400	14
		Fennel								
		Minty								
		Peppermint								

Formula		CAS #		Molar mass (g/mol)		Application Domains	
C10H14O		6485-40-1		150		Food	

Odor threshold		Type	Value	Minimum	Maximum	S-D	Unit	Number
Air	Detection		0.03	0.02	0.15	0.05	mg/m3	5
Air	Recognition		0.11	0.10	0.12	1.e-2	mg/m3	1
Aqueous soln	Detection		5.e-3	5.e-3	5.e-3		mg/kg	1
Phthalate	Detection		8.00	0.32	2.82e+3	1.33e+3	mg/kg	2

図 7 : Carvone の官能属性

## 結論

フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO を用いて、ミントフレーバー緑茶の市販ブランドを比較しました。Heracles NEO によって、3 つのブランドは明確に識別され、各ブランドの浸出時間による香りプロファイルの変化が表現されました。また、浸出時間による化合物の強度変化を追跡することができました。AroChemBase によって、測定したミント緑茶サンプルの主要な化合物は、フルーティな香りやミント様の香りを呈する Menthol や 1,8-Cineole、Carvone と推定されました。

本研究では、ブランドの異なるミント緑茶の香りプロファイルの差異を短時間で比較し、マッピングすることができました。また、AroChemBase を組み合わせることでブランド間の差異に寄与する主要な化合物を推定することができ、Heracles NEO が、フレーバーティーのベンチマーキングや製品の特徴づけ、香りの変化を追跡する有用なツールであることが示されました。

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。 2018年11月