

目的

お茶の美味しさは、お湯の温度や浸出時間と関係があり、茶葉の種類や目的に応じてお湯の温度や浸出時間を調整することで、本来の風味を引き立てることができます。

本研究では、超高速 GC であるフラッシュ GC ノーズ Heracles NEO を用いて、浸出時間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であるBrightley® (ストアブランド)を分析に使用しました。この緑茶を表1に示した時間で浸出し、サンプルとしました。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。

表1：サンプルセットと浸出時間

サンプル	コード
Brightley® - 浸出時間 1 分	B1
Brightley® - 浸出時間 2 分	B2
Brightley® - 浸出時間 3 分	B3
Brightley® - 浸出時間 5 分	B5
Brightley® - 浸出時間 10 分	B10
Brightley® - 浸出時間 15 分	B15
Brightley® - 浸出時間 20 分	B20

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 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 (0-300 $^{\circ}$ 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、優れた感度が得られます。カラムの高速昇温 (最大 480 $^{\circ}$ C/分)により、2~3 分程度で測定結果が得られ、通常のアナリサイクルは 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。

香りの分析

測定条件

最適化した測定条件を表 2 に示しました。

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-ヘキサン 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

浸出時間の異なる緑茶サンプルの揮発性化合物プロファイルを比較した結果は図 2 の通りです。クロマトグラムは、定性的な差異を示しました。

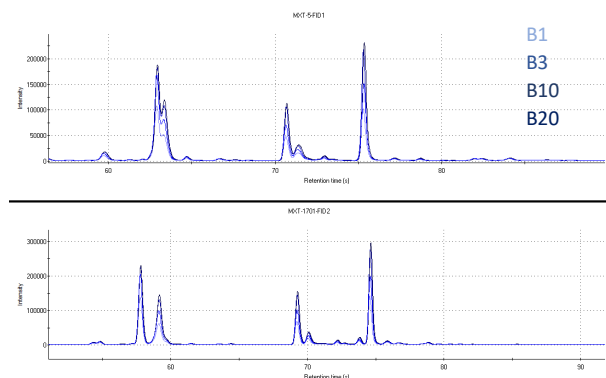


図 2 : 緑茶サンプルの揮発性化合物プロファイル

検出された全ての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)。浸出時間の異なる 4 種の緑茶サンプルは明確に識別されました。浸出時間の増加に伴い、横軸 (PC1) に沿って右方向 (揮発性化合物増加) にシフトする分布となりました。

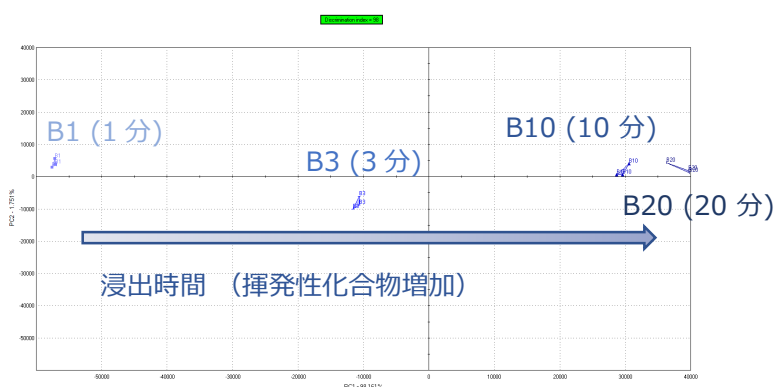


図 3 : 主成分分析 (PCA) に基づく

浸出時間の異なる 4 種の緑茶サンプルの香りマップ

6 個の主要なピークについて、AroChemBase を用いて化合物を推定し、それらの面積値を AlphaSoft によって比較しました (図 4)。浸出時間の長いサンプルは、Methanol や Carvone などの化合物の揮発量が大きいことが示されました。

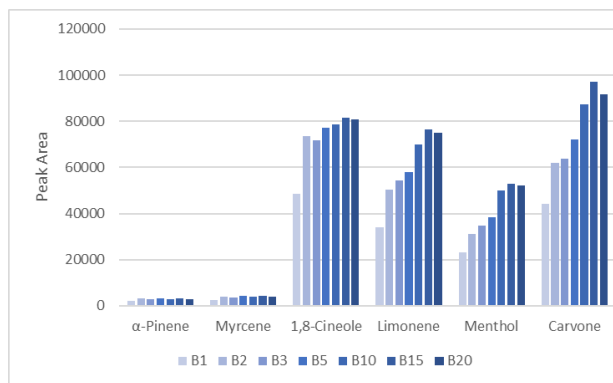


図 4：各浸出時間の主要な 6 化合物のピーク面積値

品質管理への応用

AlphaSoft は、製品の官能的品質の評価やリファレンスサンプルとの品質の一貫性の確認に適した複数の品質管理向け解析機能を有しています。SQC（統計的品質管理）モデルは、リファレンスグループと他のサンプルの感覚的な距離を比較することで、リファレンスとの一貫性を容易に解釈できます。このモデルは、オンラインでの品質管理にも利用でき、測定完了直後に判定結果を出力することができます。

浸出時間 3 分（製造元によって勧められた時間）のサンプルをリファレンスと定義しました（図 5）。他の浸出時間のサンプルは未知サンプルとしてプロジェクトしています。許容範囲は青で示しており、許容範囲内にプロットされればリファレンスと同等、外れ値を示したサンプルは許容範囲外とみなされます。浸出時間 2 分の B2 のみが許容範囲内にプロジェクトされ、浸出時間 2 分と 3 分のサンプルは、香気成分量が類似していることを示唆しました。

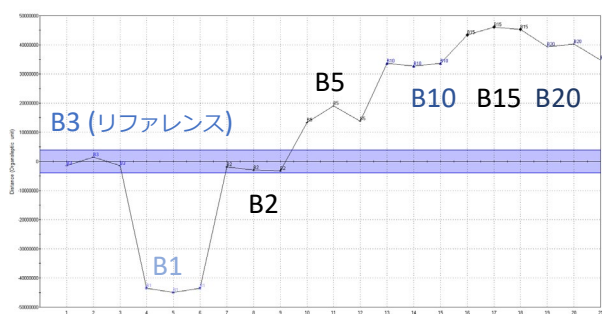


図 5：緑茶サンプルの SQC 解析結果

基準とした浸出時間 3 分の B3 と同等であるのは、浸出時間 2 分の B2 のみで、他の浸出時間のサンプルは B3 と有意に異なることが示されました。

結論

フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO を用いて、浸出時間の異なるミント緑茶を測定し、浸出時間が緑茶中の香気成分の揮発に明確な影響を及ぼすことが示されました。

SQC 解析によって、重大な香りの変化を伴う緑茶の浸出の品質を管理することができました。

本研究によって、浸出時間の異なる緑茶の差異評価から原料や製品の品質・プロセス管理まで、Heracles NEO が幅広く応用でき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 12 月