

※本資料は、日本の緑茶飲料メーカーによって供給された緑茶サンプルについて、AlphaMOS（フランス）のラボで得られた結果に基づくものです。



目的

食品や飲料の製造・加工システムは、清浄度、正確性、再現性を常に監視されています。製造ロットは要求される品質に適合し、クロスコンタミネーション（交差汚染）は避けなければなりません。

現在、汚染の検出は、GC や GC-MS などの従来の分析機器、あるいは官能評価（感覚や外観による評価など）を用いて行われています。

超高速ガスクロマトグラフィー技術を基盤とした電子嗅覚システムは、食品・飲料製品中の低レベルの汚染物質の測定に適用できます。本資料では、低濃度のフルーツフレーバー（0.5 - 10ppm）で汚染された緑茶と汚染されていない緑茶について、フラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いて分析した結果を示します。

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II

フラッシュGCノーズHERACLES II（図1）は、極性の異なる2種類のメタルカラム（微極性のMXT-5と低/中極性のMXT-1701、長さ10m、内径180 μ m）が並行に配置され、各々に水素炎イオン化検出器（FID）が接続されています。したがって、同時に2つのクロマトグラムが得られ、化合物のより明確な絞り込みが可能となります。ヘッドスペース注入と液体注入の2つのモードから選択できます。

また、ペルチェ式クーラー（0 - 260 $^{\circ}$ C）によって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予備濃縮を実現し、優れた感度（pg オーダー）を示します。高速のカラム昇温速度（最大 600 $^{\circ}$ C/min）により、数分以内に結果が得られ、分析サイクルはおおよそ 5~8 分となります。



図 1：超高速 GC 技術をベースとしたフラッシュ GC ノーズ HERACLES II

サンプル内容と分析条件

4 種類の異なるフレーバーを種々の濃度で添加した緑茶サンプルを調製し、HERACLES II で分析しました。本分析の目的は、緑茶中の同一フレーバーでの濃度レベルの識別と検出閾値を確立する検量線を構築することでした。各フレーバー（ピーチ、アップル、グレープ、ストロベリー）について、添加濃度を変えた 6 種類のサンプル（0.1ppm, 0.5ppm, 1ppm, 2.5ppm, 5ppm, 10ppm）を調製して分析しました。

表 1 分析パラメータ

サンプル量	1mL/10mL バイアル
インキュベーション条件	80 $^{\circ}$ C、10 分
注入口温度	200 $^{\circ}$ C
FID 温度	250 $^{\circ}$ C
カラム温度プログラム	35 $^{\circ}$ C(3s) \rightarrow 240 $^{\circ}$ C(3s)@5 $^{\circ}$ C/s
Tenax トラップ脱離温度	250 $^{\circ}$ C
キャリアガス	H ₂
注入量	5000 μ L

緑茶のクロスコンタミネーションのモニタリング

結果と考察

図 2 のクロマトグラムでは、アップルフレーバーの特徴的なピークと濃度による変化を確認することができました。

クロマトグラム

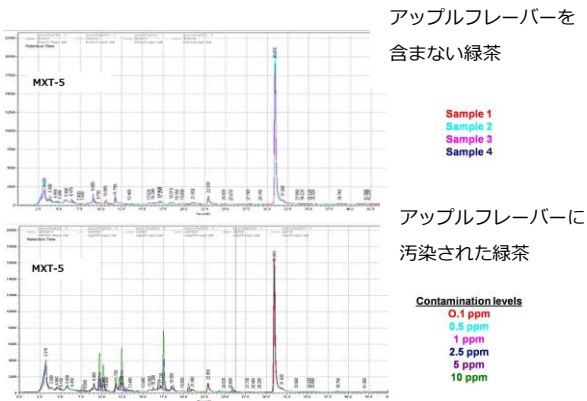


図 2: アップルフレーバーを含まない緑茶 (上) と汚染された緑茶のクロマトグラム (カラム: MXT-5)

同一フレーバーで汚染された緑茶の濃度間の識別

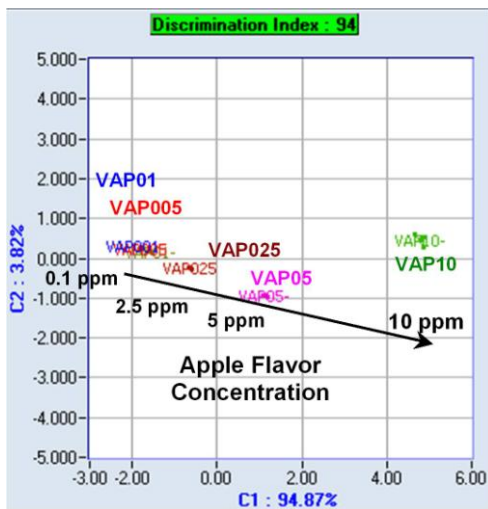


図 3: アップルフレーバー添加サンプルの主成分分析

データ処理を最適化することで、添加濃度の異なるサンプルが明確に識別され、濃度によって分類されました。本分析において 0.1ppm の濃度で明確に識別されたので、緑茶中のアップルフレーバーの検出閾値は 0.1ppm 以下になります。

フレーバー濃度定量のための検量線

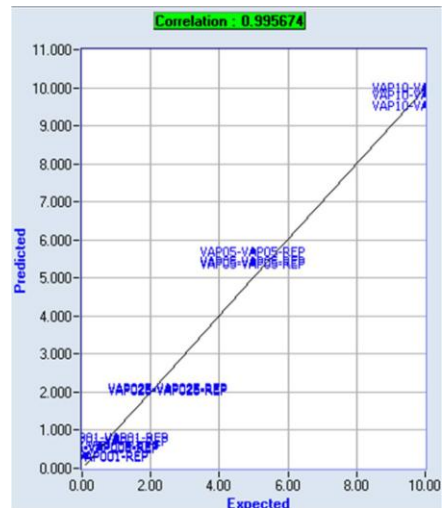


図 4: アップルフレーバー濃度の PLS 回帰分析

アップルフレーバーで汚染された緑茶サンプルの PLS (Partial Least Square) モデルは非常に高い相関を示しました ($R^2=0.9957$)。より多くのサンプルを分析することで、モデルによる定量分析と未知サンプルの予測が可能となります。

各フレーバーの検出閾値の決定

解析のために選択したピークに基づいて、緑茶中の汚染濃度 0.1ppm で算出された S/N 比により、検出閾値を予測しました。表 2 は、各汚染フレーバーの S/N 比を示しています。

表 2: 各フレーバーの S/N 比

	アップル	ストロベリー	グレープ	ピーチ
S/N 比	6.3	13.9	7.7	3.8
予想される検出閾値	16ppb	7ppb	13ppb	26ppb

結論

HERACLES II は以下に利用できることが示されました。

- 食品・飲料製品中に可能性のある汚染の検出
- 低濃度 (ppb レンジ) の汚染物質の測定
- 製品と製造工程の品質のモニタリング

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。

2014 年 4 月