

本資料は、大手食品企業より提供された小麦サンプルを用いて Alpha MOS（フランス）にて分析した結果に基づくものです。

目的

小麦は多くの加工食品に基本原料として利用され、安定した高い品質が求められます。汚染された小麦は、貯蔵内では他の原料をロットごと汚染しかねず、加工プロセスで除去されない場合には、最終製品に影響を及ぼす恐れがあります。小麦の汚染の評価は通常、原料の受入時に目視検査やにおいの官能評価によって行われますが、機器分析法を適用することで、通常の品質管理プロセスを大幅に簡素化し改善することが可能です。

本アプリケーションノートでは、電子嗅覚システムを用いた小麦の分析とオフフレーバーの検出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 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 - 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

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いて、8 つの小麦サンプルを測定しました。

表 1: 小麦サンプルのリスト

コード	品質
GA	良品
GB	良品
GC	良品
GD	良品
TE	汚染品
TF	汚染品
TG	汚染品
TH	汚染品

小麦のオフフレーバーの評価

HERACLES II の分析条件

表 2: HERACLES II の主な分析条件

パラメータ	値
サンプル量	20mL バイアルに 5 g ± 0.01 *全粒小麦サンプルを粉碎機にて 15 秒間粉碎
ヘッドスペース生成	90°C で 20 min
シリンジ温度	100°C
注入量	5000 μL
注入速度	100 μL/s
注入温度	220°C
インジェクタバント	30 mL/min
トラップ温度	60°C
トラップ圧力	60 kPa (2s) - 0.25kPa/s - 90 kPa
トラップ時間	70 s
トラップ脱着温度	240°C
オープン温度プログラム	60°C (2s) - 80°C @1°C/s ~280°C (0s) @2°C/s
FID 温度	280°C
取得時間	120 s
注入間隔	9 min

クロマトグラムのプロファイル

HERACLES II により、小麦サンプルのヘッドスペースをわずか2分で分離することができました (図2)。2つのカラムで得られたクロマトグラムを比較すると、小麦の良品と汚染品の間に、複数の揮発成分濃度に関する差が観察され、特に良品中よりも汚染品に高濃度で存在する化合物が多く検出されています。

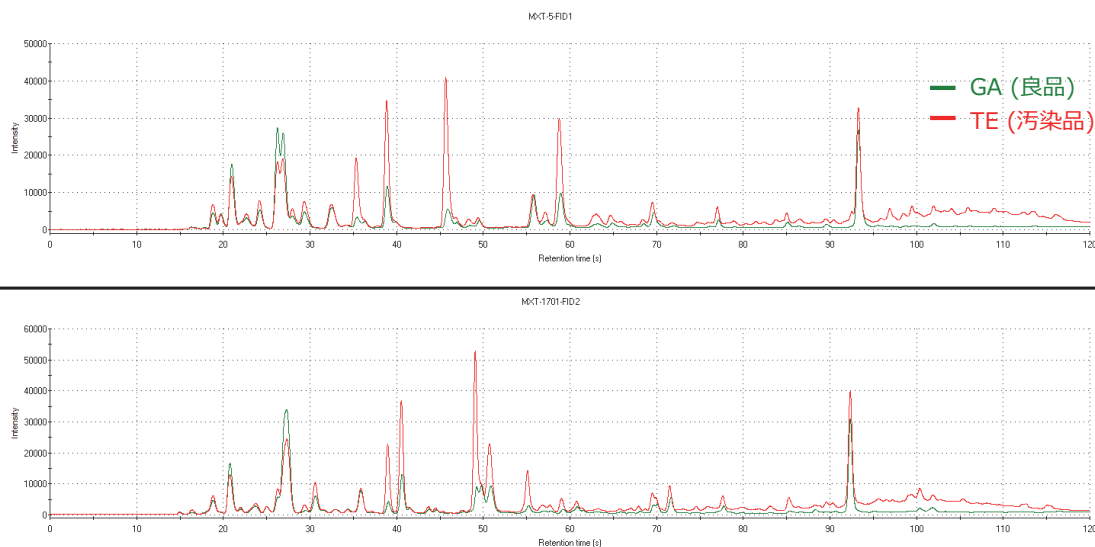


図 2: HERACLES II の 2 つのカラムで得られた小麦の 2 サンプル (GA と TE) のクロマトグラム (横軸は保持時間 (秒))

科学的特性

HERACLES II の 2 つのカラムで得られた保持指標を元に、AroChemBase ライブラリで、汚染品に有意な差として検出された化合物を抽出しました (表 3)。主な揮発性化合物のほとんどは、脂肪酸酸化や微生物の代謝に関係するアルデヒドおよびアルコールに相当することがわかりました。

においマップ

クロマトグラムのパターン解析で分類された「においマップ」 (図 3) は、良品と汚染品の明確な識別とともに、それらの識別に影響している化合物の種類も視覚化することができました。ここでは、アルコール、アルデヒド、アルカンと共に、ジエオスミンが官能的な違いを特徴付ける化合物と見なされました。

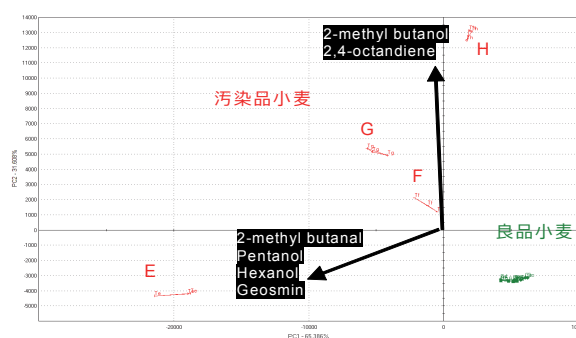


図 3: HERACLES II の測定で得られた小麦のクロマトグラムに関する主成分分析

小麦のオフフレーバーの評価

表 3: 保持指標ライブラリによって抽出された汚染品の小麦に多く含まれる化合物とそのにおいの特徴 (RT : 保持時間、RI : 保持指標)

*RT MXT-5 (±0.1s)	*RT MXT-1701 (±0.1s)	**RI MXT-5 (±20)	**RI MXT-1701 (±20)	候補化合物	官能記述子
24.2	26.39	623	731	2-methyl propan-1-ol	アルコール, ワイン
26.2	27.2	654	744	3-methyl butanal	青草様, モルト
26.9	27.2	664	744	2-methyl butanal	青草様, モルト
29.3	30.6	701	788	Pentanal / 2,3-pentanedione	バター, カaramel様
32.6	35.9	735	845	3-methyl butan-1-ol	アルコール, 発酵
32.6	37.7	736	864	2-methyl butan-1-ol	ワイン, パルサム様
35.5	38.9	766	877	Pentanol	果実様, 青草様
38.8	40.5	804	894	Hexanal	油脂様(or 獣脂), 青草様
40.9	33.6	827	824	2,4-octadiene	接着剤, 温和な
45.7	49.1	870	980	Hexan-1-ol	花様, 青草様
55.8	49.7	969	985	β-pinene	青草様, テルピン
58.8	50.8	999	996	n-decane	アルカン
64.7	56.6	1063	1058	2-methyl decane	-
93.2	92.2	1412	1499	Methyl undecanoate	ブランデー, ワイン
96.5	95.3	1461	1546	Geosmin	ビート, 土の様な

品質管理チャート

良品サンプルをリファレンスとして用いた品質管理チャート (SQC アルゴリズム) を構築しました。このモデルは、すべての汚染品サンプルが品質の許容範囲外であることを示しています。

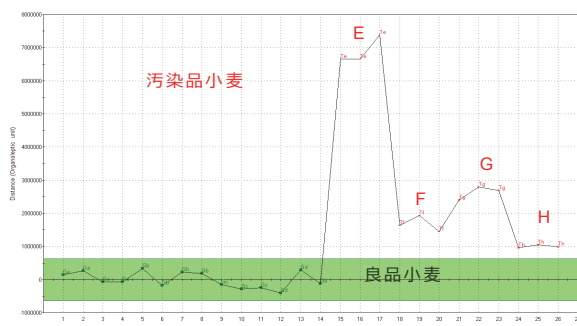


図 4: 良品をリファレンスとした品質管理チャート

結論

小麦の官能的品質を迅速に評価する手法として、フラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いた機器分析法の有用性が見出されました。

保持指標 & においライブラリ AroChemBase により、小麦の汚染サンプルには数種類のアルコールがより高濃度で検出され、それらは小麦の腐敗の原因となる微生物の代謝に由来する可能性を示唆しました。

製品情報

フラッシュGC ノーズ HERACLES II

<http://www.alpha-mos.co.jp/sensory/am-heracles-02.html>

保持指標 & においライブラリ AroChemBase

<http://www.alpha-mos.co.jp/sensory/am-arochembase.html>

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3月