

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

ジアセチル(2,3-butanedione)は、重要なフレーバー活性の、酸化性化合物です。細胞の健康状態に悪影響を及ぼし、神経変性疾患や一般的な細胞の老化に関与します。また、官能的特性にも影響を与えます。低濃度において、ジアセチルはビールのような発酵飲料の口当たりを好ましいものにする甘い香りによって特徴づけられます。ジアセチルは、濃度が増加するに連れて好ましくないバター様、あるいはバタースコッチ様のフレーバーを発生します。したがって、飲料の最終製品において、ジアセチルを確実に検出できることは非常に重要です。

本アプリケーションノートは、フラッシュ GC ノーズを用いたオレンジジュース中のジアセチルの定量分析について記載しています。目的は、0.1mg/L (10ppb)程度の低濃度での検出でした。

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、2種類の極性の異なるメタルカラム（微極性の MXT-5 と低/中極性の MXT-1701）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。サンプリングと注入の自動化のためにオートサンブラ（HS100）が取り付けられ、水の異臭分析などにも用いられます。本システムは、極性の異なる2種類のカラムによるクロマトグラム検出という特徴によって、共溶出による問題を軽減し、より精度の高い化合物の推定が可能です。高速の昇温率（最大 5°C/s）によって、分析時間は非常に短く（数分程度）、7 分間隔での分析が可能です。カラムの上流に接続された Tenax トラップによって、注入された画分の予備濃縮が行われ、集中的にカラムに注入することができます。



図 1：フラッシュ GC ノーズ HERACLES II とオートサンブラ HS100

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

AroChembase は、HERACLES II の制御・データ解析用のソフトウェアである AlphaSoft のアドオンモジュールです。化合物ごとの名称、分子式、CAS 番号、分子量、保持指標、官能記述子に加えて関連する文献情報を含むライブラリから構成されています。このライブラリによって、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、官能的特徴の情報が得られます。

試料と測定条件

市販されているオレンジジュース 9g に水、または異なる量のジアセチル溶液を添加した複数の試料（表 1）をフラッシュ GC ノーズ HERACLES II で



分析しました。他の試料の濃度を定量する検量線の構築と検出閾値を決定することを目的としました。

表 1：サンプル内容

サンプルラベル	オレンジジュース	水	ジアセチル溶液*	ジアセチル濃度(mg/L)
S0	9 g	1 mL	0 mL	0
S0.25		0.75 mL	0.25 mL	0.25
S0.5		0.5 mL	0.5 mL	0.5
S0.75		0.25 mL	0.75 mL	0.75
S1		0 mL	1 mL	1

*ジアセチル溶液の濃度は 10 mg/L

クロマトグラフィーの条件は、短時間で高い感度と分解能が得られるように最適化しました（表 2）。

測定条件

表 2：フラッシュ GC ノーズパラメーター

パラメーター	設定値
バイアル容量	50 mL
インキュベーション	50°Cに加熱されたトレイ上で 20 分
ヘッドスペース注入量	5 mL
トラップ吸着温度	40°C
トラップ脱離温度	240°C
カラム圧	60 kPa (10 秒) - 120 kPa @0.5 kPa/秒
昇温条件	40 (10 秒) - 280°C (30 秒) @ 3°C/秒
データ取得時間	120 秒
測定間隔	6 分

オレンジジュース中のジアセチルの検出と定量

結果と考察

クロマトグラムと再現性

ジアセチルを添加したオレンジジュースサンプルの全てのピークが 2 分以内に溶出しました (図 2)。AroChemBase によって、MXT-5 カラムにおけるジアセチルのピークを容易に検出し、推定することができました。MXT-1701 カラムでは、他の化合物のピークとの干渉によって正確な定量ができませんでした。したがって、MXT-5 の測定結果を用いて検量線を構築することにしました。

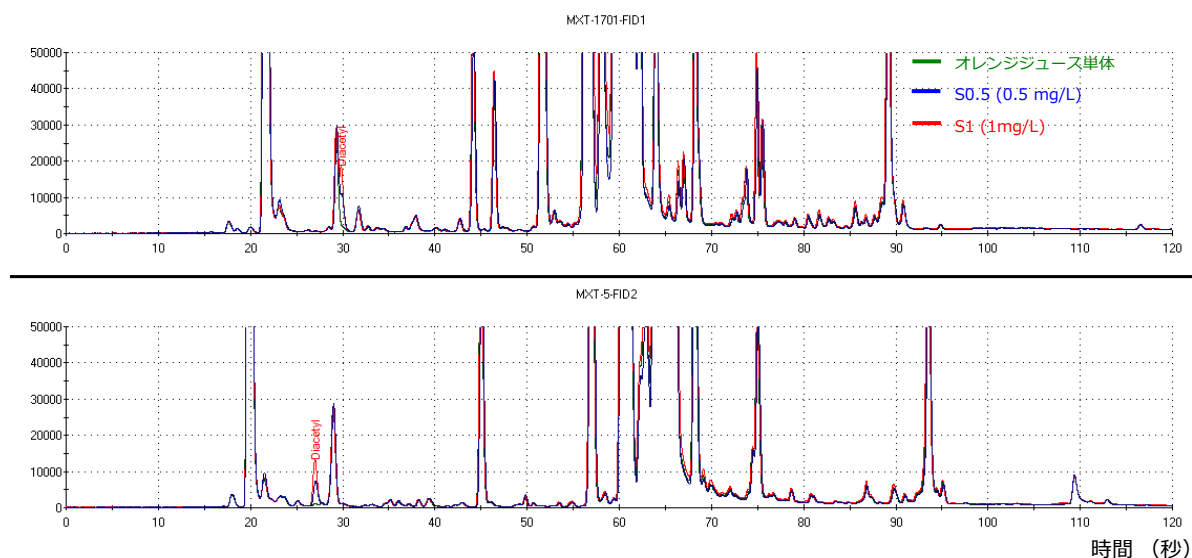


図 2 : フラッシュ GC ノーズ HERACLES II の 2 つのカラムにおけるジアセチルを添加したオレンジジュースのクロマトグラム

分析の再現性は、0.5 mg/L のジアセチルを含むオレンジジュースの 4 回の反復データにより評価しました。平均濃度は 0.53 mg/L と決定され、標準偏差 0.02 mg/L、相対標準偏差は 4% という結果でした。

ジアセチルの校正

ジアセチルの校正は、0~1mg/L のジアセチルを含むオレンジジュースを用いて行いました (図 3)。検量線は高い直線性を示しました (相関係数 $R^2 = 0.999$)。この定量モデルから、使用したオレンジジュースは 0.06mg/L (60ppb) のジアセチルが含まれていると推定されました。

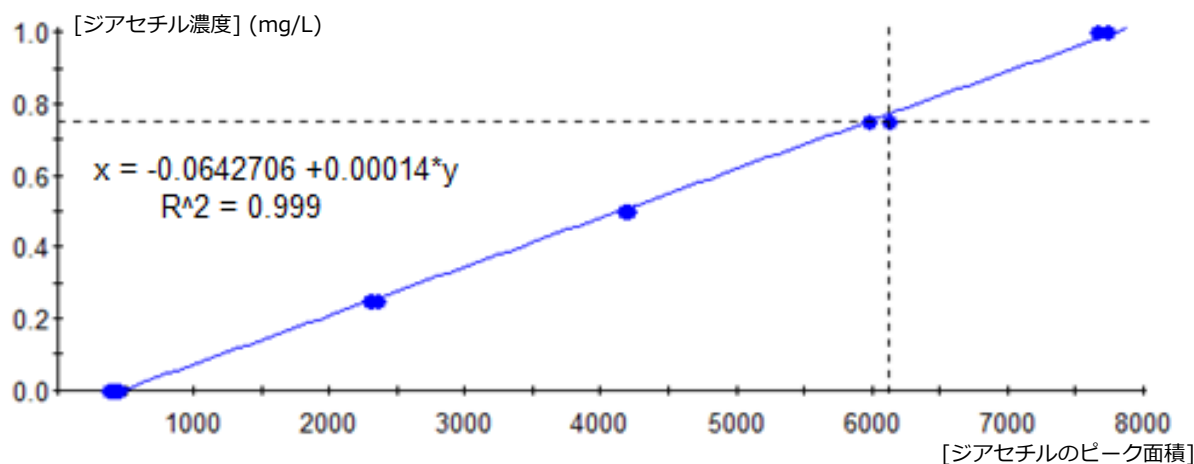


図 3 : MXT-5 カラムのデータによるオレンジジュース中のジアセチルの検量線

オレンジジュース中のジアセチルの検出と定量

ジアセチルの検出閾値

校正の段階から、0 - 1mg/L の範囲のジアセチルを
確実、かつ明確に検出し得ることを観察できました。
検出閾値を求める目的で、0.25mg/L より低い濃度
のジアセチルを含むオレンジジュースを分析しました。

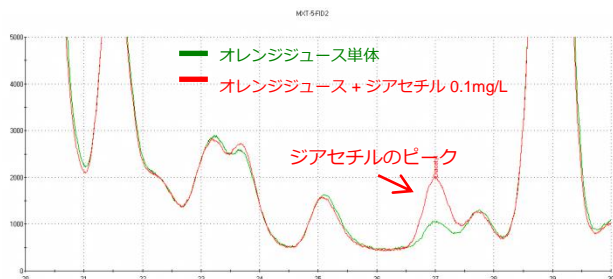


図 4 : オレンジジュース単体と 0.1mg/L (100ppb w/v) のジアセチルを添加したオレンジジュースのクロマトグラムの比較 (MXT-5 カラム)

図 4 のクロマトグラムは、0.1mg/L のジアセチルのピークを明確に検出できることを示しました。この結果から、検出閾値が 0.1mg/L より低いことが示されました。

結論

本アプリケーションノートは、飲料中のジアセチルの定量に対するフラッシュ GC ノーズ HERACLES II の適用性を示し、0 - 1mg/L の範囲で高い再現性と優れた正確性を持つことが示されました。

高い検出感度を実現し、ジアセチルの検出閾値は 0.1mg/L 以下であることがわかりました。

したがって、フラッシュ GC ノーズ HERACLES II は、飲料中のジアセチル含量を迅速、かつ確実に管理することができ、更に官能的なプロファイルと特性を評価することも可能です。

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>

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7月