

## キーワード

ハイドロアルコールジェル, 香りの品質管理, フラッシュ GC ノーズ, 超高速 GC, Sensory ID

## アプリケーションの利点

- ハイドロアルコールジェルの全体的な香りの品質に関するロット間の容易な比較
- 不良品の原因調査

## 目的

ハイドロアルコールジェルは、バクテリアに対する手指消毒剤として使用され、迅速な効果を有します。



ハイドロアルコールジェルの主要な成分の1つはエタノールで、石油化学プロセスまたは植物材料から生成されます。一部の異臭はエタノールに由来する可能性があり、最終的なハイドロアルコールジェルに関する消費者からのクレームを回避するために、その香りの品質を注意深く制御することは非常に重要です。

本アプリケーションノートでは、植物起源のエタノールの様々な品質をフラッシュ GC ノーズ Heracles NEO を用いて評価し、その官能的な適合性を確認しました。

## サンプルと測定条件

### サンプル

2種類の品質を表す8つのエタノールサンプルを分析しました。4つは良品 (GS1からGS4)、4つは不良品 (BS1からBS4) です。

## 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 (0-280 $^{\circ}$ 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、通常の実験サイクルは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 (PAL3 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、サンプル比較のためのフィンガープリント分析、定量・定性モデル、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

最適化された測定条件を表 1 に示しました。

表 1 : Heracles NEO 分析パラメータ

パラメータ	
サンプル量	1 g + 水 (2mL)
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

品質の異なる 2 種のエタノール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。クロマトグラムの複数のピーク面積に顕著な違いが示されました。

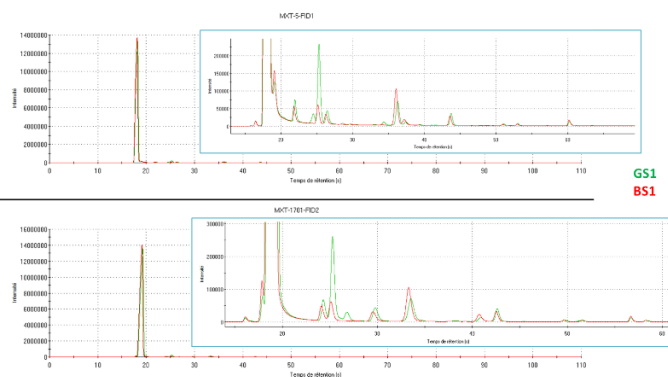


図 2 : エタノールサンプルの揮発性化合物プロファイル

最も識別に寄与してい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)。8 種のエタノールサンプルは、品質の違いによって明確に識別されました。

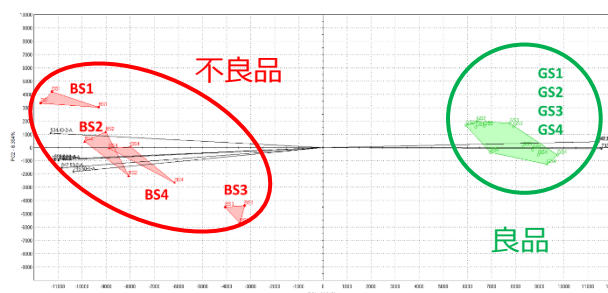


図 3 : 主成分分析 (PCA) に基づく品質の異なる 8 種のエタノールサンプル (良品・不良品) の香りマップ

## 品質管理 : クロマトグラムグローバル判別モデル Sensory ID

AlphaSoft には、官能品質を評価しリファレンスへの適合を保証するための複数の品質管理モデルがあります。Sensory ID モデルは、ピークのインテグレーションを必要とせずにクロマトグラムをグローバルに処理するための手法 (特許取得済み) です。ピークが許容範囲外にあるか、新しいピークが現れているか欠落しているか、ピーク強度が低いか高いか等を検出することにより、正確で完全な官能のフィンガープリントを提供します (図 4)。

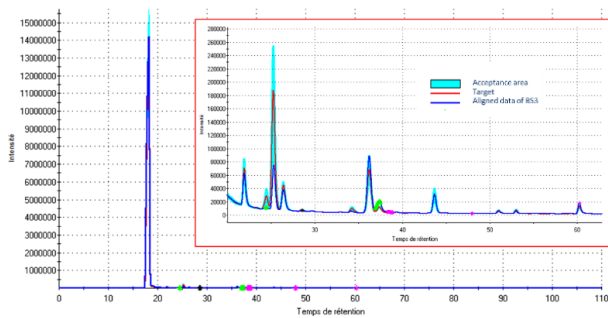


図 4: MXT-5 カラムの reference サンプルのクロマトグラム (赤線) と許容範囲 (青色)。BS3 サンプルの重ね合わせ (青線)。

このモデルにより、製造中に発生する可能性のある化学的および官能的な不良品を効率的に追跡でき、合格/不合格が容易に判断可能です。本研究では、良品ロット GS1、GS2、GS3 をリファレンスとして使用しました (図 5)。その後、他のサンプルは良否不明としてプロジェクトされました。許容範囲は緑色で表示されており、サンプルが範囲内にプロジェクトされた場合、リファレンスに適合 (合格) と見なされますが、範囲外では、サンプルは許容範囲外 (不合格) と見なされます。

Sensory ID モデルでは、不良品ロットがいずれも許容範囲外にあることを確認しました。

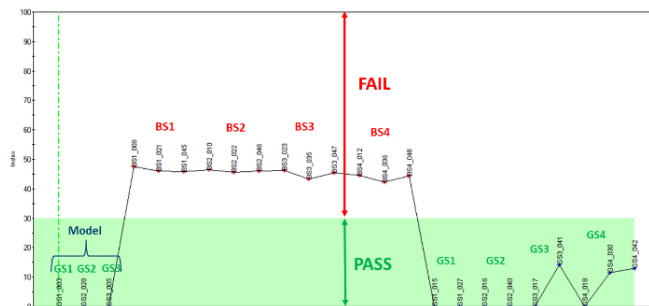


図 5: Heracles NEO で分析したエタノールサンプルの Sensory ID チャート

## 香りの化学成分の調査

香りに含まれる揮発性化合物の性質は、保持指標 & においライブラリ AroChemBase を用いて調査しました。表 2 は、エタノールサンプルに含まれる主な化合物のリスト、および Sensory ID における不良品ロットの判定結果を示しています。

表 2: エタノールサンプルで検出された主な化合物、および Sensory ID モデルにおける対リファレンス判定結果

Comparison with target peak intensity in SensoryID model					Acceptable	Lower	Higher	Absent	
RT MXT5 (± 0.1s)	RT MXT1701 (± 0.1s)	RI MXT5 (± 30)	RI MXT1701 (± 30)	Possible matching compound	Sensory attribute (s)	BS1	BS2	BS3	BS4
16.5	16.1	448	485	methanol	Alcohol, pungent				
19.1	17.9	504	535	furan	eEher				
24.5	26.7	607	702	2-butanol	Pleasant, strong odor, sweet, wine				
25.2	25.2	617	680	Ethyl acetate	Ether, fruity, orange, green, solvent				
26.4	29.7	630	732	2-methyl-1-propanol	Alcohol, fusel, glu, mold, stale				
32.8	39.3	706	832	3-pentanol	Fruity, green, hazelnut, oily				
34.2	34.2	716	782	methyl metacrylate	Acrid, aromatic, fruity				
36.1	33.4	734	770	2-methoxyfuran					
37.2	40.8	745	847	3-methyl-1-butanol	Alcohol, bitter, burnt, cheese, fermented, onion				
37.2	40.8	745	847	2-methyl-1-butanol	Banana, butter, fusel, malt, ripe onion, winy				
47.9	47.0	850	914	ethyl 2-methylbutyrate	Apple, blackberry, cognac, sour, sweet				
51.0	49.7	882	947	isoamyl acetate	Banana, fresh, solvent				
52.5	51.6	898	970	butyl 2-propenoate	Sour (pungent)				
60.2	56.7	999	1042	psi-cumene	Sour (pungent)				
60.2	58.3	999	1070	butyl butanoate	Banana, cherry, fruity, green, sweet				
65.8	59.7	1085	1089	gamma-terpinene	Citrus, herbaceous, oily				
66.9	60.5	1101	1101	undecane	Alkane, fusel				
72.4	66.1	1201	1201	dodecane	Alkane, fusel				
86.3	80	1502	1504	pentadecane	Alkane, fusel, sweet				

## 結論

フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO は、香りのプロファイルを正確かつ余すところなく評価し、エタノールおよびハイドロアルコールジェルの評価試験のための品質管理モデルを提供することができます。官能的な不良品の原因を調査し、製造プロセスの改善に役立てることができます。

本研究は、フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO が、製品開発や品質管理における多くのアプリケーションで、アルコールおよびハイドロアルコールジェルの製造現場での価値ある判断ツールになり得ることを示唆しています。

- 原料や最終製品の官能的品質管理
- 消費者クレームの調査
- 微量の汚染物質の検出
- 製造プロセス変更による官能的品質への影響評価

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。

2020年8月