

※本資料の分析結果は、Alpha MOS(フランス)にて、スパイスソースの製造元から提供されたサンプルを元に行ったものです。

味の継続的な発展という面では、マーケティングと研究開発部門は、既存製品を市場の期待に常に一致させるために、時には製品の改良プロセスを考える必要があります。

目的

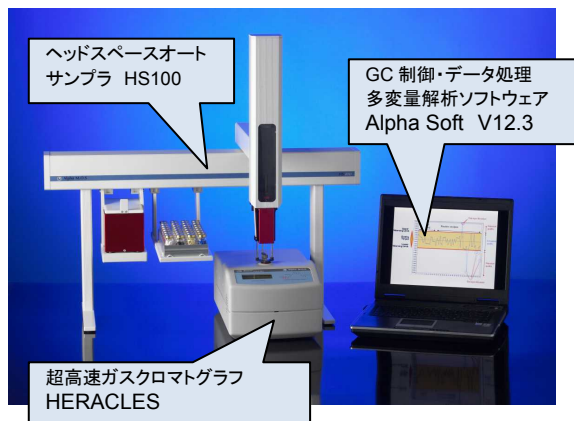
本アプリケーションノートは、電子嗅覚システムHERACLESにより2つの類似したスパイスソースの香りに関する比較分析を記述しています。

2種類のソースAとBのうち、ブランドAはマーケットリーダーによって製造されたソースです。はじめに、2つのソースの香りプロファイルを比較し、次いで再配合に先立ち、製品に用いられている可能性のある原料をプレスクリーニングするために、様々なハーブやスパイスの分析を実施しました。

超高速ガスクロマトグラフ HERACLES

電子嗅覚システムHERACLESは以下の様な特徴を持つ、超高速ガスクロマトグラフ装置です。

- 2本の極性の異なる短い(2m)カラムを採用 DB-5(微極性), DB-1701(中極性)
- 2個のFID(水素炎イオン化検出器) 同時に2つのクロマトグラムを表示
- Tenax樹脂を用いたパージ&トラップ機構 濃縮効果で検出感度が大幅に向上
- 最大 25°C/秒の超高速な昇温速度 大幅に分析サイクルを短縮(最短5分間隔)



AROCHEMBASE:

化合物名とその官能(におい)評価を特徴付けできるKovats Indexライブラリ

AROCHEMBASEライブラリは、電子嗅覚システムHERACLESのソフトウェアAlpha Softに追加して使用できるKovats Indexライブラリです。化合物名、構造式、CAS番号、分子量、Kovats保持指標、官能特性(におい記述)、参考文献などから構成されており、HERACLESでのクロマトグラムから化合物をスクリーニングし、さらにその官能(におい)特性を知ることができます。

においプロファイルの比較

ブランドの異なるAとBの2つの類似ソースを電子嗅覚システムHERACLESにて分析しました(分析条件は表1を参照)。消費者に好まれているブランドAのソースが、今回の分析におけるターゲット品です。

表 1. 分析条件

パラメータ	値
ヘッドスペース分析条件	
バイアル	20mL
サンプル量	1 ± 0.01g
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
シリンジ温度	50°C
ヘッドスペース注入量	5mL
HERACLES 分析条件	
キャリアガス	水素
インジェクター温度	200°C
トラップ温度	40°C
サンプリング時間	4 秒
トラップパージ時間	5 秒
トラップ脱離温度	250°C
トラップクリーニング時間	50 秒
注入時間	1.5 秒
カラム昇温条件	40°C(10s) to 270°C(4s) 5°C/毎秒
カラムヘッド圧力	16psi
検出器温度	280°C
データ取得時間	60 秒
分析間隔	5 分

クロマトグラム比較

HERACLES によって得られたクロマトグラムを比較したところ、2つの競合製品間に相対的に重要とみられる違いが見つかりました（図1参照）。

ブランドAのソースは、ブランドBに比べて揮発性化合物がより多く含まれており、においプロファイルがよりリッチであることが示されたのに対し、ブランドBのソースにはターゲットのソースAに存在しない揮発性化合物が観察されました。

AROCHEMBASEを用いたにおい化合物推定

推定された化合物のほとんどは、以下の分類に該当します。

- テルペン類(α -pinene, β -pinene, limonene, carvoneなど、芳香植物の天然成分に含まれています。)
- ケトン類(2,4-pentanedione)
- 酢酸塩類(isoamyl acetate, ethyl acetateなど)

これらの化合物は、ハーブやスパイス、天然物抽出品や独自の香料によりソース中にもたらされたものと考えられ、ソースの香りや味の違いを生じさせ、特に後味に関与することがあります。また、両ブランドのソースに共通して検出された化合物には、濃度差が認められました。

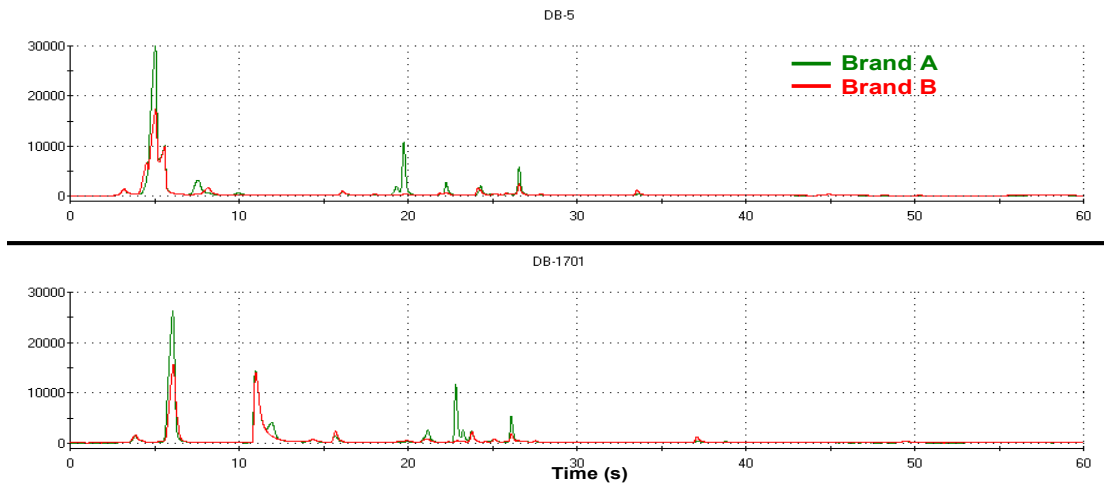


図 1. クロマトグラム

表 2. ソース中に検出された揮発性化合物リスト
-Kovats Index により検索した最も確実性の高い*化合物リスト-

保持時間(s)		保持指標		候補化合物名	におい記述子	由来推定
DB-5	DB-1701	DB-5	DB-1701			
3.2	3.8	407	540	-		
5.1	6.1	609	675	ethyl acetate	pineapple	vinegar
5.5	11	627	774	acetic acid	sour	vinegar
7.5	11.9	689	791	2,4-pentanedione	cheezy, buttery, almond	aroma
8.2	15.7	704	853	pentanol	fruit aroma	aroma
18	19.4	860	917	ethyl 3-methylbutanoate	fruit aroma	aroma
19.4	21.2	882	951	isoamyl acetate	banana, pear aroma	aroma
19.7	22.8	889	984	2-heptanone/heptanal/methyl 2-(methylthio) acetate	Green/Herb/cooked potato	aroma
22.3	23.3	939	993	a-pinene	pine, turpentine	rosemary
24.2	23.8	981	1004	b-pinene	pine, turpentine	rosemary
26.6	26.1	1032	1058	limonene/dipentene/p-cymene	lemon	rosemary/caraway
27.9	27.6	1062	1092	g-terpinene	gasoline, turpentine	aroma
33.5	37.2	1205	1342	2,4-nonadienal/a-cyclocitral geranium	pungent/mint	aroma
35.4	38.8	1254	1387	Carvone	mint	caraway

(*どちらのカラムにも検出されているため確実性が高いと考えられます。)

種々ハーブ・スパイスのスクリーニング分析

電子嗅覚システム HERACLES のハイスループット能力により、24 種の市販ハーブとスパイスを短時間のうちに分析することができました。

純粋なハーブとスパイスの主なピークをブランド A のソースのクロマトグラムと比較し、これらのハーブとスパイスがソースの原料として使用されている可能性について調べました(表 3 を参照)。

表 3. ブランド A のソースの原料として各スパイスやハーブが使用されている可能性

ハーブ /スパイス名	存在の可能性	主な揮発物質
Anise	Low	Anathole
Caraway	High	Limonene/carvone
Crrdamom	Medium	alpha-terpenyl acetate /1,8-cineol
Calery	Very Low	
Cinnamon	Very Low	
Cloves	Very Low	
Coriander	Very Low	
Cumin	High	Carvone
Curry	Low	
Fennel	Medium	
Garlic	Very low	
Ginger	Low	
Laurel	Low	
Lemon	High	Limonene
Mint	High	Limonene/carvone
Nutmeg	Very Low	
Oregano	Very Low	
Paprika	Medium	
Pepper	Low	
Pink peppercorns	Low	
Rosemary	High	alpha-pinene/1,8-cineol /camphor
Shallots	Very Low	
Thyme	Very Low	Thymol
Turmeric	Medium	

分析されたハーブとスパイスの中で、caraway, mint, cumin, lemonはブランドAのソースにおそらく含まれているものでしょう。そしてこれらの原料は、limoneneとcarvoneをもたらします。また、ブランドAのソース中のα-pinene, β-pinene、およびほかの香り成分は、rosemaryに由来するものと推測されます。

これらの原料は、天然原料としてだけでなく、エッセンシャルオイルや独自の香料として加えられている可能性があります。ターゲットソースに含まれているにおい原料をより正確に決定、同定するためには、より長く、そして徹底的に掘り下げた GC/MS分析を必要とすでしょう。

におい化合物の定量

電子嗅覚システム HERACLES は、化合物の定量にも用いることができます。以下の例は、ブランド B のソース中に酢酸エチルを標準添加する方法で、酢酸エチル濃度の定量モデルを構築したものです。分析条件は、純化合物に関して精度に優れた定量値を得るために適正化されています(表 4 参照)。

ブランド B のソースに酢酸エチルの添加量を増やして直線回帰式を作成しました(図 2 参照)。高い相関係数($r^2=0.9984$)が、高水準の定量精度を満たしていることを示唆しています。この定量モデルにより、ブランド A のターゲットソース中の含有量(12mg/kg)と一致させるためにブランド B のソースに加えるべき酢酸エチル量を決定することができました。

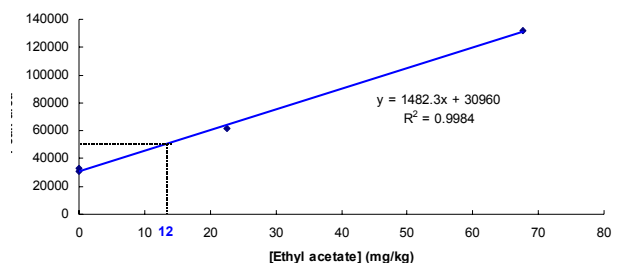


図 2. 標準添加法によるブランド B のソース中の酢酸エチル検量線

スパイスソースの定性的・定量的な再配合設計

表 4. ソース中の酢酸エチル濃度の定量分析条件

パラメータ	値
ヘッドスペース分析条件	
バイアル	20mL
サンプル量	2 ± 0.02 g
インキュベーション温度	60°C
インキュベーション時間	20 分
シリンジ温度	70°C
ヘッドスペース注入量	5mL
HERACLES 分析条件	
キャリアガス	水素
インジェクター温度	200°C
トラップ温度	40°C
サンプリング時間	4 秒
トラップパージ時間	5 秒
トラップ脱離温度	250°C
トラップクリーニング時間	50 秒
注入時間	2 秒
カラム昇温条件	40°C(10s) to 270°C(4s) 5°C/毎秒
カラムヘッド圧力	16psi
検出器温度	280°C
データ取得時間	60 秒
分析間隔	5 分

結論

本アプリケーションノートは、製品を定性的、定量的に再配合する応用事例を記述しました。官能評価をすることなく、電子嗅覚システムを用いてソースを分析し、マーケットリーダーの製品と比較することで成り立ちます。

本実験計画と結果からは、2つのソース間に官能評価で知覚されるであろう重要な芳香的、化学的な違いが存在することを確認しました。検出されたにおい化合物は、Alpha MOSのデータベース AROCHEMBASEによって特徴づけることができ、ブランドAのターゲットソースに含まれている可能性があるものとして、caraway, cumin, lemon, rosemary, mintが挙げられ、低濃度あるいはより可能性の低いものとしてturmeric, fennel, paprika, pepper, laurelが挙げられました。

さらに電子嗅覚システムHERACLESは、ソースの中に同定された化合物の含有量を定量することもできました。

迅速性(1サンプルあたりわずか5分)、感度(ppbレベル)、簡便性(サンプル前処理が不要)の特徴をあわせもつ電子嗅覚システムHERACLESは、プレスクリーニングやベンチマーキング、新製品開発、あるいは製品の再配合設計に理想的で最適な装置です。

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。

2011年1月