

※本資料は、アグリビジネスと食品関連のリーディングカンパニーであるBunge(ハンガリー)から提供された油脂サンプルについて、Alpha MOS(フランス)にて分析した結果に基づくものです。

目的

植物油の官能的品質は、植物原料の産地や品質、抽出・精製工程といった幾つかのパラメータに依存します。調味料として消費され、あるいは多くの加工食品の基本原料として組成されることから、植物油の官能的特性は高い品質と一定の品質が保たれなければなりません。推奨される方法に従った官能評価は、植物油の官能的特性の評価によく採用されます。

本アプリケーションノートは、電子嗅覚システムによるひまわり油の分析と、官能評価パネルによる評価と機器分析結果の相関性について記述しています。



装置

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、超高速ガスクロマトグラフィー技術を基盤としています。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。従って、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

HERACLES II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(HS100)が取り付けられています。装置はAlphaSoftという専用ソフトウェアで操作します。AlphaSoftは、標準的なクロマトグラフィーの機能に加え、サンプル間のフィンガープリント分析と比較、定性や定量モデル、品質管理手法のようなケモメトリクス解析のツールを提供します。

AroChemBase:

化合物の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

HERACLES IIには、AlphaSoft内で利用可能なモジュール、AroChemBase(アロケムベース)が追加されました。AroChemBaseは化合物の名称、CAS番号、分子量、保持指標、官能属性と関連する文献情報のライブラリで構成されています。

AroChemBaseを用いると、HERACLES IIによって得られたクロマトグラムのピークを直接クリックすることで、化合物のスクリーニングと官能的特徴を知ることができます。

サンプルと分析条件

精製された8バッチのひまわり油 (FVF_01 ~ FVF_08) を以下の方法で分析しました。

- ▶ HERACLES II による分析
- ▶ 官能評価

表1: HERACLES II 分析条件

パラメータ	設定値
サンプル量	10 g ± 0.01 / 50mLバイアル
ヘッドスペース ジェネレーション条件	60°C, 20min
シリンジ温度	70°C
注入量	5000 µL
注入速度	100 µL/s
注入口温度	200°C
注入口圧	10 kPa
注入口ベント	30 mL/min
トラップ吸着温度	20°C
トラップ圧	40 kPa
スプリット	5 mL/min
トラップ時間	60 s
トラップ脱離温度	240°C
カラム温度プログラム	40°C (2s) - 1°C/s - 80°C - 3°C/s - 280°C (11s)
FID温度	280°C
データ取得時間	120 s
測定間隔	9 min

表2: 官能評価条件

パラメータ	設定値
試験方法	AOCS推奨メソッド Cg 2-83
評価者数	8
得点のスケール	1(品質悪) ~ 10(品質良), 平均得点を考慮
評価時間	2.5 ~ 3時間

クロマトグラフィーのプロファイル

HERACLES II による分析によって得られたクロマトグラムの比較から、ひまわり油の異なるバッチ間にVOC濃度の顕著な差があることがわかりました。この結果が官能属性における差と関係している可能性が考えられます。

化学的な特徴

保持指標ライブラリAroChemBaseおよび2種のカラムMXT-5 / MXT-1701における保持指標を用いて、化学組成を推定することができました。主要な揮発性化合物を表3に示しました。バッチ間の差に主に寄与している化合物は太字で示しています(図4の各化合物の存在比参照)。

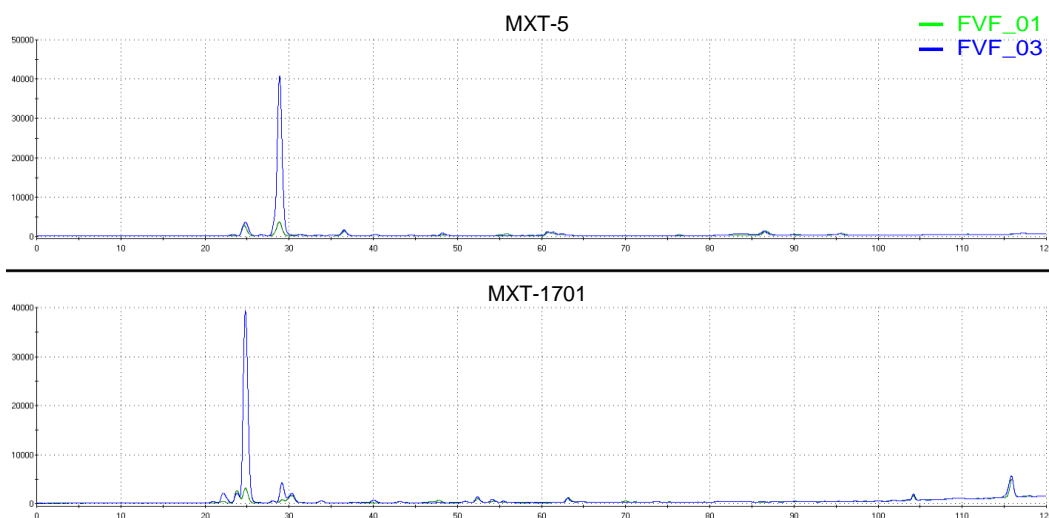


図2: HERACLES II の2種類のカラムにおけるひまわり油FVF_01とFVF_03のクロマトグラム

植物油の官能評価得点の決定

表3: 保持指標によって推定されたひまわり油のヘッドスペース中の揮発性化合物

保持時間 MXT-5 (±0.1s)	保持時間 MXT-1701 (±0.1s)	保持指標 MXT-5 (±20)	保持指標 MXT-1701 (±20)	推定された 化合物	官能記述子	バッチ間の存在量の関係
24.8	22.2	431	448	未推定	—	3 - 4
24.8	23.8	431	483	Acetaldehyde	エーテル様, 新鮮, フルーティー	4-5 < 3-6-7-8 < 1-2
28.9	24.8	500	502	Pentane	アルカン	5-6 < 8 < 1-2 << 7 < 4 < 3
28.9	29.2	500	580	Propan-2-ol	アルコール様, エーテル様	7 < 4 < 3
36.5	30.4	601	599	Hexane	アルカン	5 < 1-2-4-6 < 3-7-8
44.5	37.8	669	675	未推定	—	5
48.2	40.1	700	700	Heptane	アルカン	7 < 4 < 3
60.7	63.1	801	894	Hexanal	脂肪, 青草	1-2-3-4-8

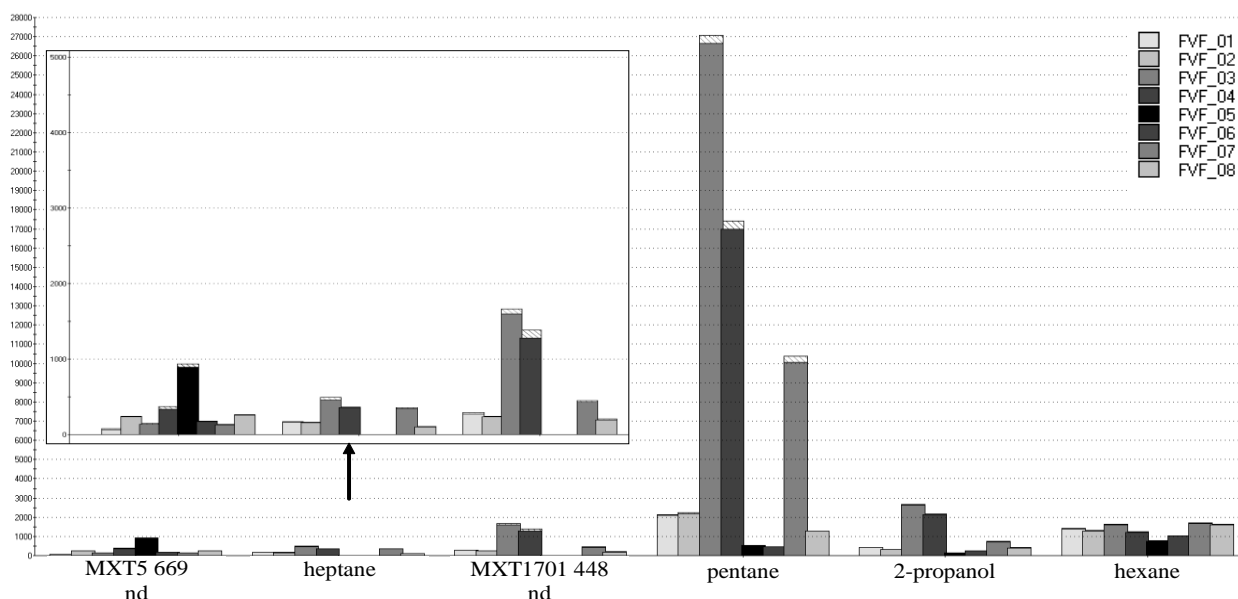


図4: HERACLES II による分析に基づく精製ひまわり油中の識別に貢献する分子の存在比

においの特徴

においマップ

HERACLES II の分析によって得られたクロマトグラムにおいて重要な化合物を選択した上で、においマップを構築しました(図5)。以下の保持指標に対応するピークを選択しました。

- ▶ MXT-5: 500, 669, 700
- ▶ MXT-1701: 448, 502, 580, 599

主成分分析によるひまわり油のにおいマップは、各サンプルの揮発性化合物の組成に従って、明確な識別を示しました。

マップ上のサンプルの分布は、官能評価パネルによって判定された得点と関連するようでした。

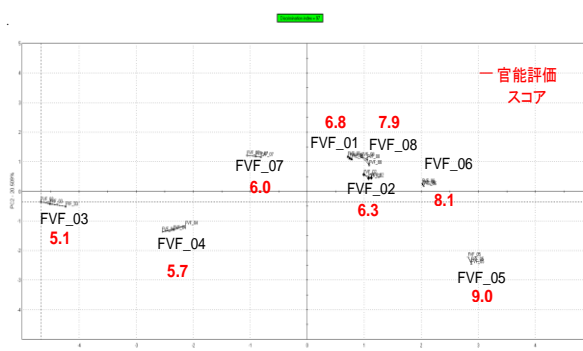


図5: HERACLES II の分析によって得られたひまわり油の主成分分析結果

植物油の官能評価得点の決定

官能評価

表4は、各油脂サンプルに対して全パネリストによって求められた官能評価得点の平均値を示しています。

表4: パネルによるひまわり油の官能評価平均得点

サンプル	平均得点
FVF_01	6.8
FVF_02	6.3
FVF_03	5.1
FVF_04	5.7
FVF_05	9.0
FVF_06	8.1
FVF_07	6.0
FVF_08	7.9

結論

HERACLES IIは、植物油の官能的品質を迅速に評価することができる非常に強力なツールに成り得ます。機器分析結果を官能評価と関連付けることで、HERACLES II は、官能評価と同一のスケールで官能評価得点を決定することができます。

製品情報

フラッシュGCノーズ HERACLESII

<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。

2013年12月

機器分析と官能評価の相関

官能評価得点(x軸)-HERACLES II 測定(y軸)間のPLS回帰分析に基づく定量モデルを構築しました(図6)。

より強固なモデルを得るためには追加サンプルが必要ではあるものの、グラフは高い相関係数(0.943)を示しました。この結果は、官能評価パネルと同一の得点のスケールに基づいて、HERACLES II が新規の油脂サンプルの官能評価得点の決定に利用できることを示しています。

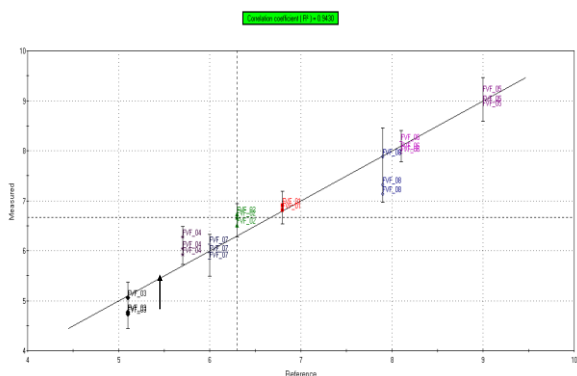


図6: PLS回帰分析に基づく官能評価—HERACLES II 間の相関モデル