

本資料は、AlphaMOS（フランス）にて分析した結果に基づくものです。

## 目的

ココナツオイルはパーソナルケアやホームケア、食品などに幅広く利用されており、最終製品の一貫した品質を保証するために、その官能的特性は厳密に管理されなければなりません。

本アプリケーションノートでは、原料の品質のさらなる管理を目的として、予め官能評価パネルによって評価された複数のココナツオイルをフラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いて分析した結果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 $\mu$ 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 - 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 5~9 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 II

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 (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づけのための保持指標&においライブラリ

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

品質の異なる 13 種類のサンプル (表 1) を分析しました。7 サンプル (R1 - R7) をモデル構築のための標準サンプルとし、残りの 6 サンプルを品質の判定が必要なブラインドサンプルとしました。予め官能評価を実施し、酸敗臭、甘い香り、カラメル香の 3 つの属性について、強度を 0 (弱) ~3 (強) のスケールでスコア化しました。

表 1: 分析したココナッツオイルサンプル

サンプルラベル	酸敗臭	甘い香り	カラメル香
R1 (基準)	0	1	1
R2	0	2	1
R3	0	2	2
R4	0	3	3
R5	0	0	0
R6	3	0	0
R7	1	1	1
A1 - A7	ブラインドサンプル		

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II を用いて、表 2 に示した条件でサンプルを測定しました。はじめに、保持時間を保持指標へ変換するため、n-アルカン（n-ヘキサンから n-ヘキサデカンまで）の標準混合液を測定しました。保持指標 & おおいライブラリ AroChemBase を用いて化合物の特徴付けを行うためです。

表 2: HERACLES II 分析パラメータ

パラメータ	設定値
サンプル量	2 ± 0.02 g
バイアルサイズ	20 mL
ヘッドスペース注入量	5 mL
インキュベーション温度	80°C
インキュベーション時間	20 分
カラム温度プログラム	50 - 80°C @ 1°C/s → 80 - 250°C @ 3°C/s → 250°C (21s)
データ取得時間	110 s

## クロマトグラム

品質の異なるココナッツオイルサンプル 3 種のクロマトグラムを比較しました (図 2)。酸敗臭を呈する R6 (赤) は、R4 (緑) やブラインドサンプルの A2 (青) よりも強度の高いピークが多数検出され、より高濃度の揮発性化合物を含むことが示されました。

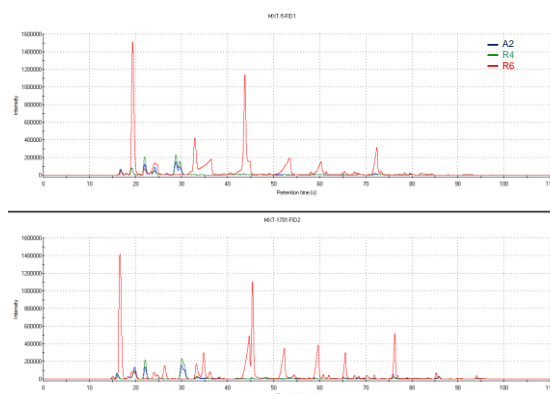


図 2: HERACLES II によって得られた 3 種類のココナッツオイルの揮発性化合物のプロファイル

## においマップ

HERACLES II の測定データ (クロマトグラムの保持時間や面積値) を用いて主成分分析を行い、標準サンプル R1~R7 についてのにおいマップを構築しました (図 3)。

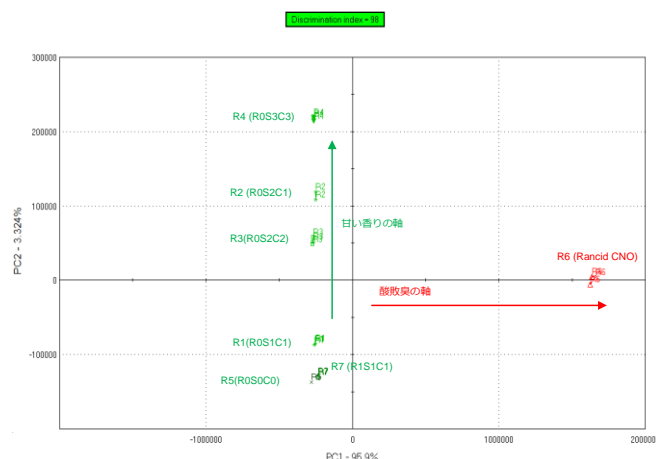


図 3: 標準サンプル R1~R7 のにおいマップ (検出された全てのピークによる主成分分析)

においマップにおいて、酸敗臭の最も強い R6 は他のサンプルと顕著に識別され、PC1 軸方向は酸敗臭の軸となりうることを示唆されました。また、全てのサンプルが明確に識別されました。

ブラインドサンプルのプロファイルを評価するために、図 3 のにおいマップにそれらのデータをプロジェクした結果が図 4 です。

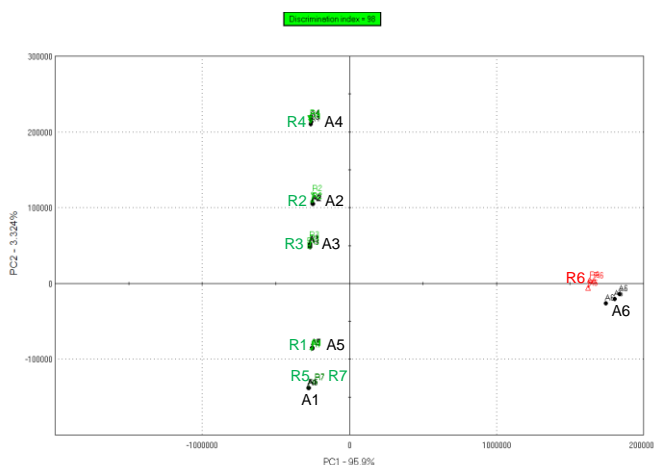


図4: ブラインドサンプル (黒のドット) をプロジェクトしたココナッツオイルの主成分分析

においマップにおいて、各ブラインドサンプルは、次の通りトレーニングサンプルのいずれかの近くにプロジェクトされました：

- A1 → R5
- A2 → R2
- A3 → R3
- A4 → R4
- A5 → R1
- A6 → R6

## 揮発性化合物の特徴付け

保持指標&においライブラリ AroChemBase を検索することにより、ココナッツオイルの「におい」の識別に寄与する揮発性化合物の官能特徴を確認することができました (表3)。

図5は各ココナッツオイルサンプルの主要な揮発性化合物の組成を示しています。

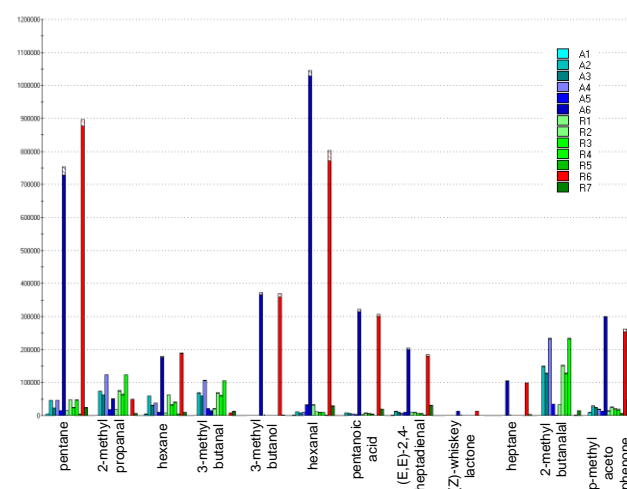


図5: ココナッツオイルの主要な揮発性化合物の濃度 (ピーク面積値) 比較

表3: ココナッツオイル中に識別された主な揮発性化合物 (AroChemBase を使用)

RT MXT-5 (± 0.1s)	RT MXT-1701 (± 0.1s)	KI MXT-5 (± 20)	KI MXT-1701 (± 20)	Possible identification	Descriptor
19.3	16.6	505	505	pentane	alkane
19.2	19.8	501	600	2-propanol	ethereal
22.0	22.1	560	637	2-methylpropanal	fruity, malty, spicy
24.2	19.8	601	602	hexane	alkane, kerosene
24.2	26.2	601	701	2-butanol	alcoholic
28.8	30.1	655	742	2-methyl butanal	almond, cocoa, green
29.6	30.1	666	745	3-methyl butanal	almond, malty, toasted
32.8	26.2	701	701	heptane	alkane, fruity, sweet
32.8	34.7	701	789	pentanal	almond, malty, pungent
36.4	-	736	-	3-methylbutanol	alcoholic, burnt, fermented
43.7	36.0	804	802	octane	alkane, fruity, sweet
43.7	45.3	804	895	hexanal	fatty, fishy, fruity
53.3	59.6	906	1070	pentanoic acid	cheese, pungent, sour
60.3	65.7	994	1161	(E,E)-2,4-heptadienal	fatty, nutty, oily, rancid
72.6	76.5	1185	1354	p-methylacetophenone	bitter almond, sweet
78.5	85.3	1294	1547	(Z) whiskey lactone	coconut

## 官能評価得点との相関

ソフトウェア AlphaSoft によって、各属性の官能評価スコアと検出されたピークの面積値との間の決定係数 R2 を算出することができます。この機能によって各記述子と最も相関の高い成分を定義することができます (表 4)。

表 4. 各属性の官能評価スコアに高い相関を示したピークの保持指標と決定係数 R2

RI*	酸敗臭	RI*	甘い香り	RI*	カラメル香
994.58(1)	0.96	666.15(1)	0.928	666.15(1)	0.784
1354.47(2)	0.954	742.42(2)	0.919	742.42(2)	0.769
1161.11(2)	0.945	655.13(1)	0.908	637.92(2)	0.754
906.11(1)	0.922	637.92(2)	0.905		
701.84(2)	0.915				
884.33(2)	0.902				
804.77(1)	0.901				

\*RI = 保持指標。  
括弧内の数字はカラム番号

さらに、ブラインドサンプルの 3 つの官能属性のスコアを予測するために、官能評価スコアと装置の測定データに関連付ける PLS 回帰分析モデルを構築しました (図 6)。表 5 は、ブラインドサンプルを図 6 の PLS モデルにプロジェクトすることで得られた予測結果を示しています。

表 5. PLS モデルへのプロジェクトによって算出されたブラインドサンプルの官能評価スコア

サンプルラベル	酸敗臭	甘い香り	カラメル香
A1	-0.07	0.46	0.36
A2	0.04	2.20	1.01
A3	0.10	1.83	1.84
A4	0.00	2.98	3.20
A5	0.17	0.84	0.93
A6	16.68	1.46	9.44

## 結論

フラッシュ GC ノーズ HERACLES II によるココナッツオイルの分析は官能評価に対して優れた相関が示されました。3 つの官能属性について、装置の分析データに基づいて得られたスコアは、官能評価パネルによって認められたものでした。

また、HERACLES II は、サンプルの全体的なにおいのプロファイルだけでなく、におい物質の化学的な特徴も迅速に比較することができるため、ココナッツオイル等の美容・食用油の官能的品質を迅速に評価する手法として有用であることが示されました。

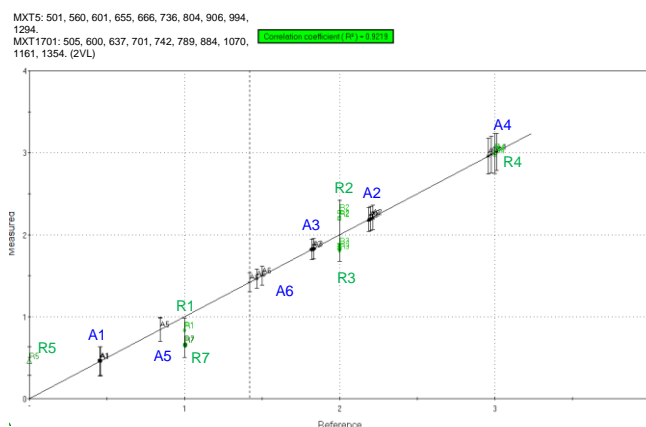


図 6: PLS アルゴリズムによるココナッツオイルの甘味スコア予測モデル  
(黒のドットはプロジェクトした未知サンプル)

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。

2016年4月