

※本資料は、調味料・ソースメーカーより提供されたサンプルについて、Alpha MOS(フランス)にて分析した結果に基づくものです。

目的

スパイスソースのような加工食品は、新たな生産ロットを試験する段階まで品質の基準となる製品を維持することが難しく、品質の官能評価は、容易ではありません。

本アプリケーションノートは、ソースの様々なロットの品質評価に、ガスクロマトグラフィーを基盤とした電子嗅覚システムの利用を提案しています。



- 1 GCノーズULYS-S
- 2 オートサンブラ
- 3 GC-オルファクトメーター

デュアルGCノーズ

分析にはGCノーズULYS-Sを使用しました。本システムには、スプリット/スプリットレスインジェクタ(液体注入、またはヘッドスペース注入モード)、1本のカラム(SE-54、長さ25m x 内径0.53mm x 膜厚1 μ m)と2種類の検出器「水素炎イオン化型検出器(FID)と炎光光度検出器(FPD)」が搭載されています。

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推定が可能です。

オートサンブラを含むシステム全体は、AlphaSoftによって完全に管理されます。また、本ソフトウェアは、クロマトグラムの取得やインテグレーション、包括的ケモメトリクスパッケージによる電子嗅覚システムとしての官能分析機能を有しています。

本研究では、ULYS-SにGCオルファクトメーターを接続し、化合物溶出中にオペレーターが知覚する官能属性を記述できるようにしました。

AroChemBase: 化合物のスクリーニングと官能的特徴づけのための保持指標ライブラリ

GCノーズULYS-Sに、保持指標&においライブラリ AroChemBase(アロケムベース)を追加しました。本ソフトウェアモジュールは、保持指標のマッチングに基づいて、クロマトグラムから直接、関連する化合物と官能属性を特徴づけることができるよう設計されています。

ライブラリは化合物名、分子式、CAS番号、分子量、保持指標、官能属性、そして関連する文献情報から構成されています。

官能的品質の比較

品質、あるいは製造日の異なる9個のランチソース(表1)を、GCノーズULYS-Sで分析しました(分析パラメータは表2参照)。

ランチソースのロット管理

表1: サンプルセット

サンプルラベル	製造日	品質
G1	09/10	良品
G2	10/03	
G3	10/20	
G4	11/15	
G5	11/24	
B1	09/12	不良品(他の種類のソースからの汚染の疑いあり)
B2	09/28	
U1	10/17	未知の品質(ブラインドサンプル)
U2	11/26	

表 2: 分析パラメータ

パラメータ	設定値
サンプル量	4g/20 mL
インキュベーション	100°C、20 分間
シリンジ温度	110°C
注入量	5mL
インジェクタ温度	200°C
キャリアガス圧力	10 kPa
温度プログラム	40°C (60 秒) to 250°C@15°C/分
FID 温度	260°C
FPD 温度	280°C
FPD 用水素圧力	35kPa

クロマトグラム

ULYS-Sによって得られたクロマトグラムは、品質の異なる2つのソースの間に、化学組成の顕著な差があることを示しました。(図1)。

特に、FPD検出器で得られたクロマトグラムは、不良品ロット中に存在する硫黄化合物が、官能的な品質の違いに寄与する疑いがあることを示しました。

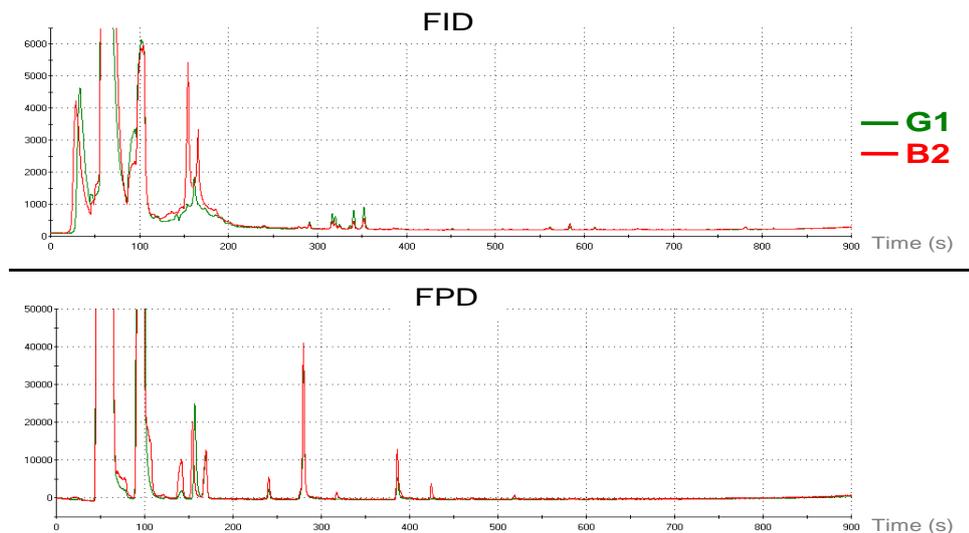


図1: ULYS-Sの2種類の検出器で得られた品質の異なる2つのソースのクロマトグラム

においマップ

FIDのクロマトグラム上の差異が顕著であったピーク(保持時間581.79 - 608.94 - 643.41 - 724.43 - 1035.22秒に対応)を選択し、異なるソースのにおいのプロファイルを容易に比較できるように、AlphaSoftを用いてにおいマップ(図2左)を構築しました。

ULYS-Sによる測定データは、良品と不良品のソースの明確なにおいの差異を示しました。

この差異は、AroChemBaseによる検索によって、主に酢酸、酢酸エチルそしてテルペン類と関連付けられました。

FPDのクロマトグラム上の選択されたピーク(141.78 - 287.05 - 319.48 - 391.30 - 425.22 - 464.38 - 517.99 - 868.27秒)によって構築された同様のにおいマップ(図2右)においても、差異が認められました。

このにおいマップは、品質の違いに基づくにおいの差異が、硫黄化合物と関連付けられることを示しました。それは、GC-Oを用いた官能分析によっても確認できます。

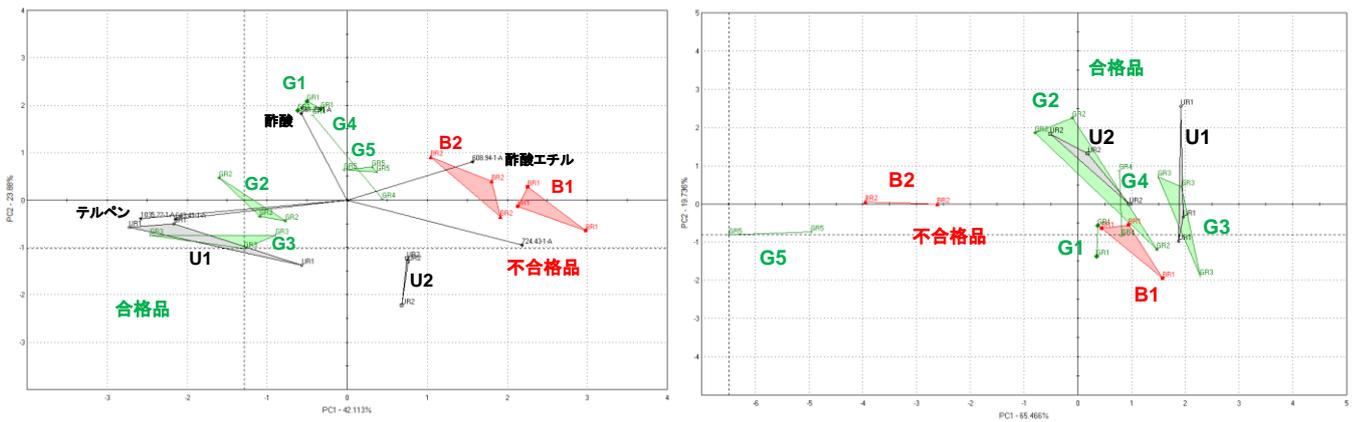


図2: 各検出器のクロマトグラムにおける選択ピークによって構築されたランチソースのにおいマップ: FID(左)とFPD(右)

GC-O分析

GC-O分析によって、いくつかのにおい分子を検出することができました(表3に詳述)。識別に貢献した主要な化合物は太字で示されています。

この官能評価によって、FPDで硫黄臭が検出されたことを確認することができました。それらの硫黄臭は、玉ねぎやニンニクのような、本来レシピに含まれるべきではない外部から香辛料の存在に由来すると考えられました。

表3: GC-O分析によって検出されたランチソースの主要なにおい成分

K SE-54 = SE-54の保持指標

nd = 未決定

K SE-54 (± 20)	descriptor by GC-O (intensity)	Possible molecules
350	fetid (+)	nd
400	fetid, sulfurous, dimethylsulfide (+)	acetaldehyde
560	buttery, caramellic (+)	butane-2,3-dione
582	sulfur, ethereal, mayonnaise (+)	butan-2-one
613	garlic (+)	methyl ethyl sulfide
694	vinegar, sour (+)	2-ethyl furan
796	floral, fruity (+)	ethyl butyrate
874	cabbage, odor of cooked (+)	2-methyl-3-Furanthiol
915	cooked potato (++)	methional
930	backed vegetable/potato, cabbage (+)	diethyl disulfide
980	shoe sole, leathers, sulfurous, cruciferous (+)	dimethyl trisulfide
1001	varnish (+)	nd
1068	wax, honey (+)	nd
1078	wax, honey (+)	nd
1121	vegetable, cruciferous, garlic	3-sulfanylhexan-1-ol
1132	caramelized onion (+)	sotolon
1155	metallic, spicy, onion, mushroom (++)	1-octen-3-hydroperoxide
1165	cooked, tomato sauce, spicy, sulfur	2,3-Diethyl-5-methylpyrazine
1190	mushroom	4-pentenyl isothiocyanate
1213	sulfur (+)	2,6-dimethylbenzenethiol
1225	sulfur (+)	benzothiazole
1237	sulfur, spicy (++)	carveol
1242	caraway, mustard, onion, sulfur, pungent, dries throat (+++)	carvone
1323	mustard, spicy, sulfurous (++)	p-Anisyl formate, piperanal
1824	mild (+)	nd
2074	peppery (+)	nd

結論

GCノーズULYS-SIによる分析により、ソースのにおいの差異を生じる重大な品質の隔たりが示されました。

品質のばらつきに寄与する化合物は、主に熟成の指標である酢酸、アセトアルデヒドや酢酸エチルでした。それらは酢のような原料に由来すると疑われます。

良品ロット間の差異に関しては、AroChemBaseによって、製品の不安定性の原因となる幾つかのテルペンが推定されました。これらの化合物の存在は、香辛料濃度に依存します。

GC-Oによる検証のおかげで、におい分子を検出し、FPDによる測定データについて確認することができました。つまり、刺激臭を持つ硫黄化合物が検出され、それらの存在は、恐らくニンニク、マスタード、あるいは玉ねぎといった、本来含まれるべきではない原料に起因すると考えられました。



GCノーズ ULYS / ULYS-S

<http://www.alpha-mos.co.jp/sensory/am-uly.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10月