

本資料は、農業関連・食品産業におけるリーディングカンパニー、Bunge（ハンガリー）より提供された油脂サンプルを Alpha MOS フランスで測定した結果に基づくものです。

目的

植物油の官能的品質は、産地や植物原料の品質、抽出・精製プロセスなどの複数のパラメータに依存します。調味料に使用されたり、多くの加工食品の原材料として添加されていることから、植物油の官能的特徴は高品質で、安定していることが重要です。推奨される方法に従った官能評価は、しばしば植物油の感覚特性の評価に用いられます。

本研究では、フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO を用いてひまわり油を測定し、その測定データと官能評価パネルの結果との相関を検証しました。



装置

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 μ 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 (0-300 $^{\circ}$ 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、通常の分析サイクルは 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 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 (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。

サンプルと分析条件

精製されたひまわり油 8 ロット(FVF_01～FVF_08)について、Heracles NEO による分析と平行して官能評価も実施しました。

Heracles NEO 分析条件

パラメータ	設定
サンプル量	10 g ± 0.01g/50mL バイアル
ヘッドスペース ジェネレーション	60°C, 20 min
シリンジ温度	70°C
注入量	5000 µL
注入速度	100 µL/s
インジェクタ温度	200°C
注入圧	10 kPa
注入口ベント	30 mL/min
トラップ温度	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 (2 s) ~ 80°C@ 1°C/s → 280°C (11 s) @3°C/s
FID 温度	280°C
データ取得時間	120 秒
測定間隔	9 min

官能評価の条件

パラメータ	設定
メソッド	AOCS recommended practice Cg 2-83
評価者数	8 名
スコアのスケール	1 (品質不良) ~ 10 (品質良好)、 平均スコアを考慮
実施時間	2.5 ~ 3 時間

クロマトグラム

Heracles NEO によって得られたクロマトグラムを比較したところ (図 3)、ロット間で顕著な VOC 濃度の差異が認められました。この差異が官能属性における差異を示唆している可能性が考えられます。

化学的特徴づけ

AroChemBase と 2 つのカラム (MXT-5 と MXT-1701) の保持指標を用いて、サンプルの化学的組成の特徴づけを試みました。

AroChemBase によって推定された主要な揮発性化合物を表 1 に示し、それらのピーク面積値についてサンプル間で比較しました (図 4)。

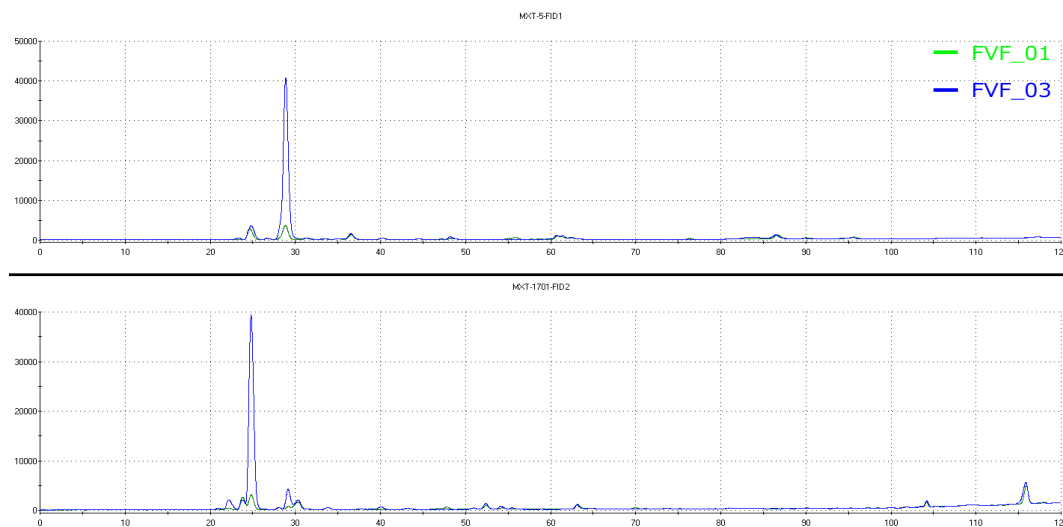


図 3: ロットの異なるひまわり油(FVF_01 と FVF_03)のクロマトグラム (上段 : MXT-5、下段 : MXT-1701)

表 1：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（*RT：保持時間、**RI：保持指標）

*RT MXT-5 (±0.1s)	*RT MXT-1701 (±0.1s)	**RI MXT-5 (±20)	**RI MXT-1701 (±20)	推定された 化合物	官能記述子	バッチ間の強度の大小
24.8	22.2	431	448	未同定	/	3-4
24.8	23.8	431	483	Acetaldehyde	エーテル様, フルクトシ, フルフェイ	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, 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	未同定	/	5
48.2	40.1	700	700	Heptane	アルカン	7 < 4 < 3
60.7	63.1	801	894	Hexanal	脂肪, 青草様	1-2-3-4-8

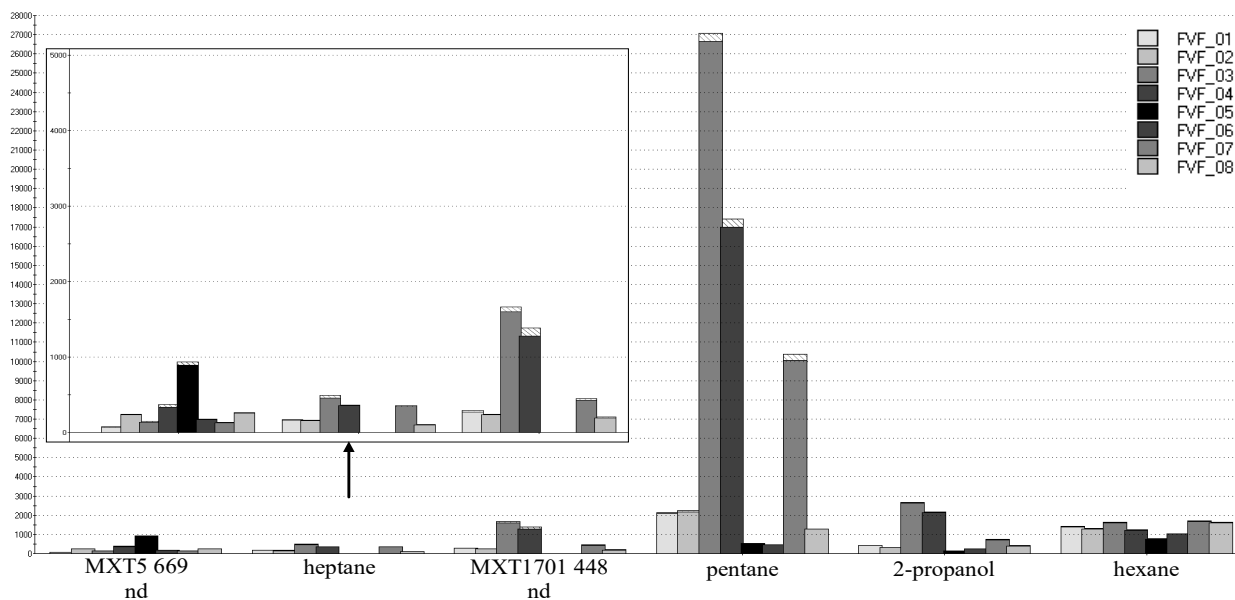


図 4：精製したひまわり油の識別に寄与する分子の面積値比較

においの特徴付け

においマップ

Heracles によって得られたクロマトグラムにおける重要な化合物のピークを選択して、主成分分析（PCA）によるにおいマップを構築しました（図 5）。解析には、以下の保持指標に対応するピークを選択しました：

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

得られたにおいマップにおいて、ひまわり油サンプルは、揮発性化合物の組成に応じて明確に識別されました。

マップ上のサンプルの分布は、官能評価パネルによって決定された官能評価得点と関連があると思われる結果を示しました。

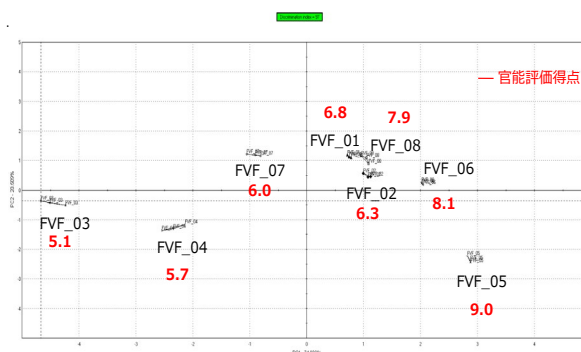


図 5：Heracles データによるひまわり油の主成分分析結果

官能評価

表 2 に、各ひまわり油サンプルの官能評価の平均スコアを示しました。

表 2: ひまわり油の官能評価スコアの平均値

サンプル	官能評価の平均スコア
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

本研究により、機器データと官能評価データを相関付けることによって、官能評価と同一のスケールで、官能評価得点を予測することができ、植物油の官能特性を迅速に評価できる非常に有用なツールであることが示されました。

機器分析と官能評価結果の相関

官能評価スコア (X 軸) と Heracles のデータ (Y 軸) の間の部分最小二乗法 (PLS) に基づく定量モデルを構築しました (図 6)。

より堅牢なモデルを得るためには、更なるサンプルが必要ではありますが、得られたモデルは高い相関係数 (0.943) を示しました。Heracles NEO を用いて、官能評価パネルと同一のスケールに基づき、未知サンプルの官能評価スコア予測に適用可能であることを示唆しています。

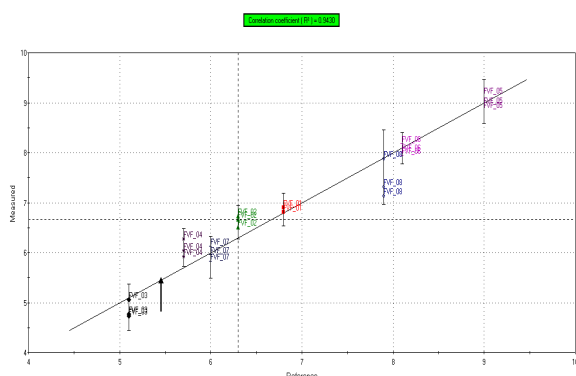


図 6: 官能評価パネルと Heracles データの PLS (部分最小二乗法) 解析に基づく相関モデル

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。

2019年1月