

## キーワード

香りの持続性、香水の強度、香水の経時安定性、人工皮膚上での香水の蒸発速度、電子嗅覚システム、高速 GC

## アプリケーションのベネフィット

- 人工皮膚上での香水の経時安定性を簡単かつ確実にシミュレーションできる
- 超高速 GC を用いた蒸発速度の客観的かつ正確な測定

## 目的

化粧品に含まれる香りの質と強度は、消費者の好みに直接影響する重要なパラメータで



す。実際、消費者は化粧品に良い香りだけでなく、持続的な香りを求めています。本アプリケーションノートでは、人工皮膚とフラッシュ GC ノーズを使用して、香りの経時安定性を評価する効率的な分析プロトコルを提案します。

## サンプルと測定条件

### サンプル

本研究では、あらかじめペルチェシステムで32℃に加熱した複数の人工皮膚 (Vitro-Skin®, IMS) に、3種類のフレグランスを噴霧しました。



人工皮膚サンプルは、一定の温度で異なる時間 (0分、30分、1時間、2時間、4時間、6時間) 乾燥さ

せました。その後、サンプルを20mLバイアルに入れ、フラッシュGCノーズ Heracles NEO (Alpha MOS, France)を用いてヘッドスペース分析を行いました。

## 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 180µm Restek 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 (0-280℃) 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、優れた感度を得られます。カラムの高速昇温 (最大 480℃/分) により、2~3分程度で測定結果が得られ、分析サイクルは5~9分程度です。



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 (PAL3 RSI, CTC Analytics) が据え付けられています。操作はAlphaSoftソフトウェアを介して行います。AlphaSoftは、クロマトグラフィー機能に加え、サンプル比較のためのフィンガープリント分析、定量・定性モデル、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

本試験で用いられた Heracles NEO には、保持指標 & においライブラリ AroChemBase (Alpha MOS, France) が追加されています。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。

## におい分析

### 測定条件

本分析に最適化された測定条件は表 1 のとおりです。

表 1 : Heracles NEO 分析パラメータ

パラメータ	
サンプル量	10 $\mu$ L
バイアルサイズ	20 mL
データ取得時間	120 s
インキュベーション	60 $^{\circ}$ C (20 分)
ヘッドスペース注入量	5000 $\mu$ L

保持時間を保持指標に変換するために、n-アルカン (n-ヘキサン から n-ヘキサデカン) の標準混合液を測定しています。

### クロマトグラム

Heracles NEO で得られた 3 種類のフレグランス処方 of クロマトグラムを重ね合わせ、比較しました (図 2、図 3)。

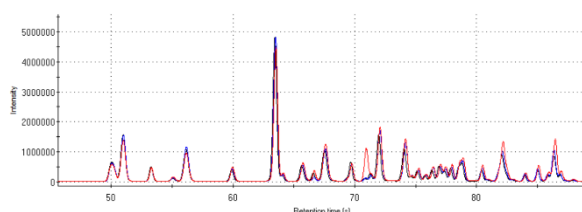


図 2 : 3 種類の処方の t=0min におけるクロマトグラムの重ね合わせ (拡大図)

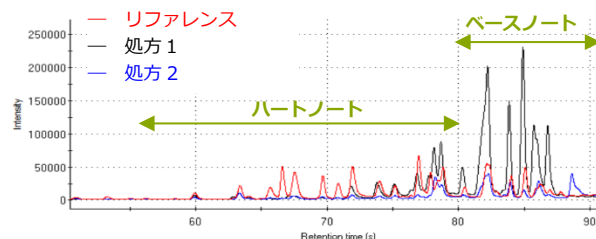


図 3 : 3 種類の処方の t = 120min におけるクロマトグラムの重ね合わせ (拡大図)

当初、3 種類の処方のクロマトグラムは、かなり類似した揮発性化合物のプロファイルを示しましたが、120 分乾燥させると、大きな違いが現れました。

- 処方 1 は、他の 2 つの処方よりもベースノートが多く含まれている。
- リファレンスは、他の 2 つの処方よりもハートノートが多く含まれている。

### 全体的な香りの特徴

経時的な違いを可視化するため、サンプルのヘッドスペースから検出された揮発性化合物を元に、主成分分析 (PCA) に基づく香りマップを各処方について作成しました。

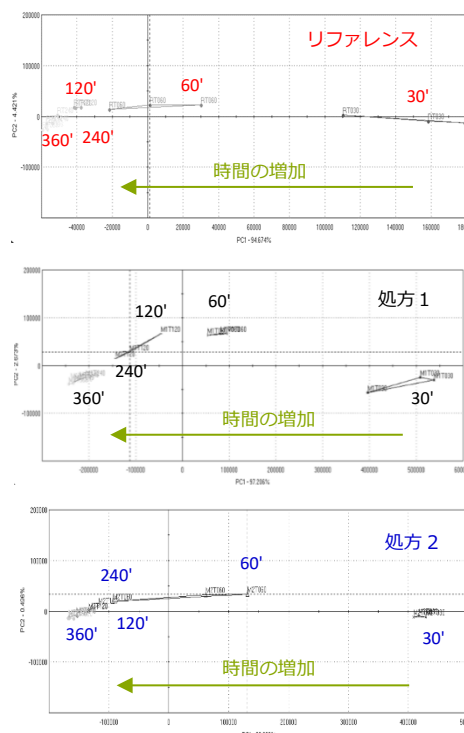


図 4: 異なる時間帯で分析した 3 つのフレグランス処方の香りマップ (PCA)

## 速度論的解析 – 持続性

フレグランスの持続性の変化は、さまざまな時間経過後に人工皮膚に残っている揮発性化合物の量を測定することによって評価されました。

以下の事柄に着目し、さらに詳細な評価を行いました（図 5）。

- エタノール含有量
- トップノートの含有量：保持時間 40 秒以下の化合物
- ハートノート：保持時間が 40 秒から 80 秒の化合物
- ベースノート：保持時間が 80 秒以上の化合物

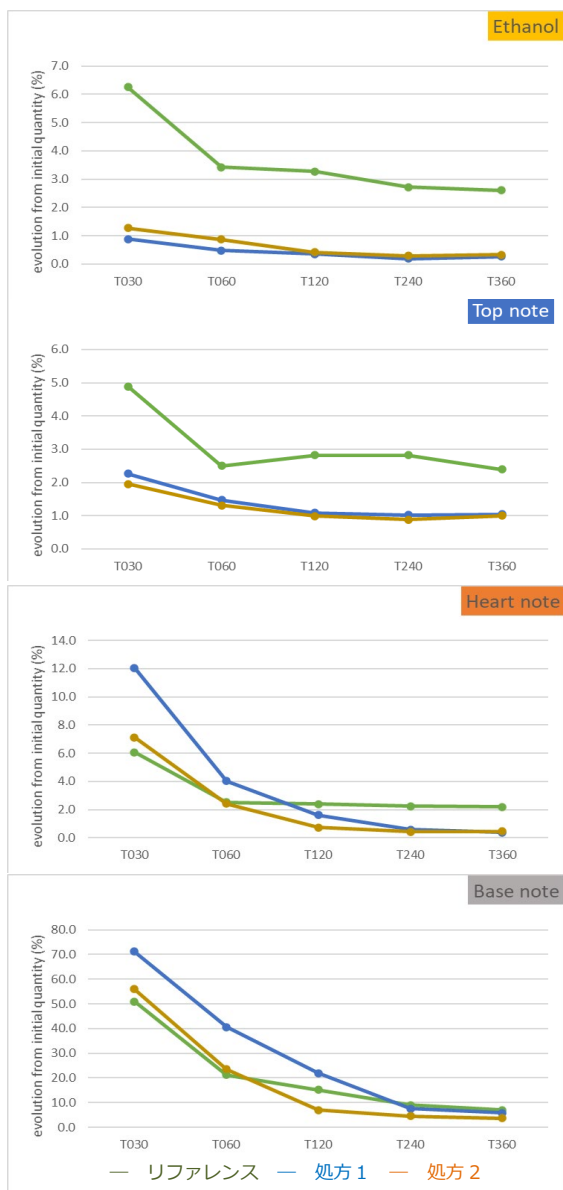


図 5：各処方における揮発性化合物のイニシャルからの変化

揮発性化合物含有量の速度論的解析（図 5）から、以下のことが分かります。

- リファレンスは、他の 2 つの処方と比較して、エタノール、トップノート、ハートノートに対する安定性が高い
- 処方 2 は、60 分まではハートノートとベースノートが安定しているが、その後大きく減少する。

## 一部の香気成分の物質に着目

Kovats Index と AroChemBase データベースを用いて、トップノート、ハートノート、ベースノートにおける特定の化合物のバランスに着目することができました（表 1、図 6）。

表 1：トップノート、ハートノート、ベースノートに含まれる化合物とその官能記述子の AroChemBase による検索

	RT MXT5 (± 0.1s)	RT MXT1701 (± 0.1s)	RI MXT5 (± 20)	RI MXT1701 (± 20)	Molecule	Sensory Descriptors
Top Notes	22.0	25.7	602	662	2-methylfuran	Chocolate, gassy, acetone
	23.3	27.4	625	686	Ethyl acetate	Fruity, green, orange
Heart Notes	56.2	54.7	950	961	1S(-)-α-pinene	Fresh, pine, resinous, herbaceous
	72.1	75.2	1184	1280	Decan-3-one	Citrus, floral, fruity
Base Notes	82.2	82.6	1380	1443	Z-hexenyl hexanoate	Fruity, green, grassy, pear
	86.4	85.7	1470	1514	β-caryophyllene	Fruity, green, woody

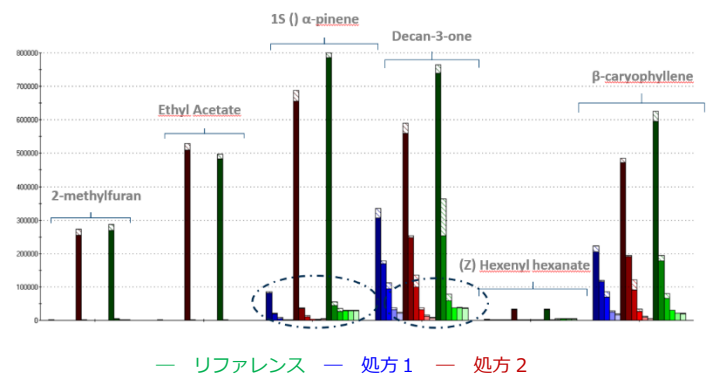


図 5：3 種類の処方、および時系列的に測定された主要ピークの面積値

α-pinene と decan-3-one の割合は、リファレンスの方が経時的に安定していることが観察されました。

## 結論

人工皮膚の使用は、実際の皮膚上での香りの挙動をシミュレーションするのに便利で信頼性の高い方法です。また、HERACLES NEO による揮発性化合物の測定は、グローバルに、また化学物質ごとに、フレグランスの速度論的な動態を簡便かつ迅速に分析する方法を提供します。

本研究は、フラッシュ GC ノーズ Heracles NEO がフレグランスおよび化粧品業界において、製品開発や品質保証に応用できる貴重な意思決定ツールになることを示唆するものです。

- フレグランス強度の持続性評価による処方最適化
- 競合製品のベンチマーキング
- 原材料や最終製品の官能管理
- 消費者クレームの調査
- パッケージの相互作用制御
- 不具合品の検出
- 工程変更が官能品質に及ぼす影響

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。

2022年4月