

Smart Aroma Database を用いた 化粧品中の香気成分の分析

中筋 悠斗

ユーザーベネフィット

- ◆ Smart Aroma Databaseには香りに関連する500以上の成分が登録されており、効率的に香気成分の分析ができます。
- ◆ 化粧品のような複雑なマトリックスのサンプルにおいても、Smart Aroma Databaseを用いることで簡単にMRMメソッドを作成し、高精度に分析を行うことが可能です。

■はじめに

香りは製品やブランドイメージなどに大きく影響し、特に食品や化粧品においては重要な役割を果たします。最近では、人の印象に影響を与える要因の一つとしても香りは注目されており、化粧品やパーソナルケア商品においても肌触りや機能性だけでなく香りでも判断されるケースが増加してきました。しかし、香りの評価は人の嗅覚に頼る官能評価が行われており、香りの感じ方には人の嗜好や体調にも影響されるために多数の評価結果をもとに統計的に判断されることが多くあります。このため、香りの評価には専門性や多くの時間が必要とされており、生産性の向上や品質の安定化のためにも機器分析に注目が集まってきました。

このような香りに関係する香気成分の分析にはガスクロマトグラフィーによる分析が有効です。しかし、ガスクロマトグラフィーでは香気成分にターゲットを絞って分析したい場合にも多数の夾雑成分が検出されることから解析が非常に難しいことが課題でした。そこで本稿では、500成分以上の香気成分の分析情報および化合物情報を登録した特長的なデータベースであるSmart Aroma Databaseによって化粧品中の香気成分を分析した例をご紹介します。



図1 AOC-6000 Plus + GCMS-TQ™8040 NX

■ Smart Aroma Databaseを用いた分析

Smart Aroma Databaseは香気に関与する重要成分約500種類の分析情報が登録されたデータベースで、重要とされる数百成分を幅広く分析するワイドターゲット分析から、SIM/MRMモードによってサンプルに含まれるキー化合物のみに絞り込んで分析を行うターゲット分析までの流れをサポートします。Smart Aroma Databaseでは、サンプル分析前にn-アルカン標準試料を用いた保持時間修正を行うのみで、分析メソッドを作成することが可能であり、得られた結果の保持時間や類似度、イオン比などの複数の判定基準をもとに香気成分を高精度に自動同定します。



図2 Smart Aroma Databaseを用いた分析の流れ

■ 試料および分析条件

装置にはAOC-6000 PlusおよびGCMS-TQ8040 NXを接続したシステムを使用し、揮発性成分を濃縮してGC-MSに導入するSPME法によって分析しました。試料には市販のリップグロスを使用し、試料20mgを直接SPME分析用スクリーブバイアル上に秤量して封入しました。

分析はSmart Aroma Databaseに登録されている分析条件で、まずScan分析によってサンプルに含まれる成分を同定しました。次に、同定された成分のSIMおよびMRMメソッドを自動作成して、SIMおよびMRM分析を行いました。

表1 分析条件

System	
GCMS Model	: GCMS-TQ8040 NX
Autosampler	: AOC-6000 Plus
Database	: Smart Aroma Database
Column	: SH-I-5Siil MS (30m × 0.25 mm I.D. 0.25 μm)
AOC-6000 conditions	
SPME Arrow	: DVB/Carbon WR/PDMS (O.D.: 1.1 m, Film thickness: 120 μm, length: 20 mm)
Conditioning Temp.	: 270°C
Pre Conditioning Time	: 10 min
Vial Incubation Time	: 15 min
Stirrer Speed	: 250 rpm
Sample Extract Time	: 30 min
Sample Desorb Time	: 1 min
Post Conditioning Time	: 5min
GC conditions	
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 5
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: 圧力 (83.5kPa)
Column Temp.	: 50°C (5min)_10°C/min_250°C (10min)
MS conditions	
Ion Source Temp.	: 200°C
Interface Temp.	: 250°C
Data Acquisition Mode	: Scan, SIM, MRM
Event Time	: 0.3 sec (Scan)
Scan Range	: m/z 35 - 400

■ Smart Aroma DatabaseによるScan分析

Smart Aroma DatabaseのScan分析によって31成分の香気成分が検出されました。表2に検出された成分の一覧とライブラリ検索の類似度を示します。

Smart Aroma Databaseには登録された香気成分のみで構成されたライブラリが付属しているため、保持時間やイオン比だけではなく、ライブラリ検索による類似度によっても絞り込みを行うことで、より正確で効率的にワイドターゲット分析を行うことが可能です。

また、Smart Aroma Databaseには登録成分の官能情報が登録されており、検出された化合物の香気の特長について同定結果と同時に確認することが可能です。図3にはLabSolutions Insight™によるSmart Aroma Databaseの解析画面を示しました。製品の香りについて評価する場合にはどの成分が製品の香りにどのような役割で寄与しているのかを判断する必要がありますが、Smart Aroma Databaseでは図3のように同定結果と官能情報を同時に確認することができるため、香料の配合について検討する際の基礎評価として適しています。

表2 同定結果の一覧

化合物名	類似度	化合物名	類似度
1-Butanol	95	Limonene	96
Methyl Butanoate	96	Benzyl alcohol	94
Ethyl isobutyrate	92	Diethyl malonate	93
Ethyl butanoate	96	(E)-Linalool oxide	84
Ethyl lactate	92	Pentyl butyrate	92
Butyl acetate	97	Linalool	96
Ethyl 2-methylbutyrate	96	Nonanal	94
cis-3-Hexen-1-ol	80	Benzyl acetate	94
Isoamyl acetate	97	(Z)-3-hexenyl butyrate	96
Methyl hexanoate	96	Hexyl butyrate	85
Benzaldehyde	94	Ethyl octanoate	92
Ethyl hexanoate	94	n-Decanal	95
Octanal	88	Benzyl butyrate	81
(3Z)-3-Hexenyl acetate	95	Methyl cinnamate	86
Hexyl acetate	98	gamma-Decalactone	93
		gamma-Undecalactone	93

化合物情報			官能情報
化合物名	保持時間	面積	コメント
Limonene	8.652	199705.00	lemon, oran...
Benzyl alcohol	8.740	2494982.00	sweet, flower
Diethyl malonate	9.467	299970.00	apple

図3 LabSolutions Insightの解析画面

特に、多検体の比較を行うような場合においては、サンプルによって夾雑成分は異なるため、SIM分析の解析ではサンプルに合わせて適切な定量イオンへの修正や誤同定の修正が必要になる場合があります。このような場合には、より選択性の高いMRM分析を行うことで夾雑成分の影響がさらに抑制され、より正確な定量に加えてイオンの修正といった解析の労力を削減することが可能です。

一般に、MRM分析の条件検討は難しく手間を要しますが、Smart Aroma Databaseでは選択した成分のMRMメソッドを自動で作成することが可能なため、経験や手間を要せずに高度なMRM分析を簡単に行うことが可能です。図4にはSmart Aroma DatabaseによってSIM分析とMRM分析を行った結果の比較を示します。図4を見るとSIM分析ではターゲット成分のまわりに多数の夾雑成分のピークが確認されますが、MRM分析ではより対象成分のピークを選択的に検出できていることがわかります。このように化粧品のようなマトリックスの複雑なサンプルを分析する場合にはMRM分析を行うことによって、夾雑成分の影響を有効に抑えることができるため、正確な定量に加えて解析の労力の削減も期待できます。

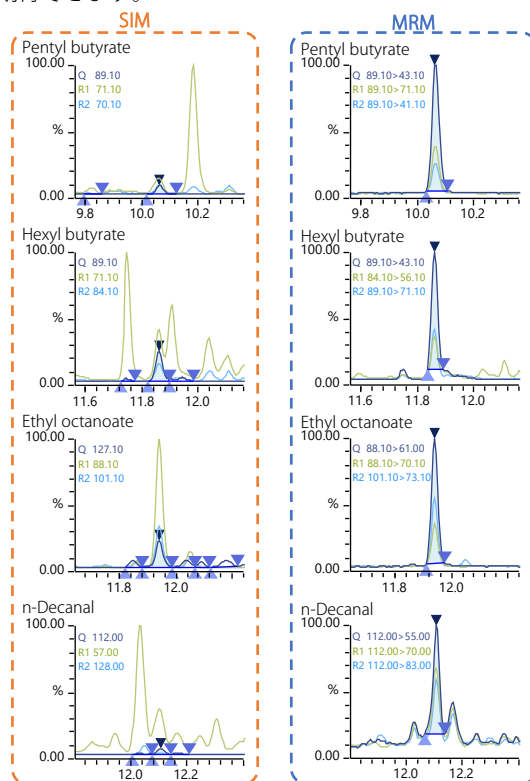


図4 SIM分析とMRM分析の比較

■ SIMおよびMRMモードによる分析

続いて、Scan分析によって同定された成分31成分についてSmart Aroma DatabaseによってSIMおよびMRM分析メソッドを自動作成して分析を行いました。

香りは香気成分のバランスによって決まるため、香気成分の定量分析においては正確な定量が重要です。しかし、化粧品やパーソナルケア製品には香料や有効成分として植物などから抽出される天然由来の成分を含む場合が多くあります。このような成分は多数の妨害ピークとして検出されるため、質量を絞り込んで分析するSIM分析であっても定量イオンに夾雑成分のイオンが重なることによってターゲット成分の正確な定量を困難にする場合があります。

GCMS-TQ、Smart Aroma Database、LabSolutions Insightは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所

■ まとめ

Smart Aroma Databaseによってリップグロスから発生する31成分の香気成分を検出することができました。Smart Aroma Databaseではターゲット成分のマスキングマトグラムとイオン比だけではなく、付属の香気成分ライブラリを用いたマススペクトルの類似度による絞り込みによって香気成分のより正確で効率的な定性分析をサポートします。また、指定の内部標準を事前に分析することで、開発に有効な情報である半定量値を得ることも可能です。

加えて、Smart Aroma Databaseでは簡単にSIMおよびMRMメソッドを作成することが可能なため、化粧品のようなマトリックスの複雑なサンプルであっても簡単に高度な香気成分の分析を行うことが可能です。

01-00479-JP 初版発行：2022年12月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/ap/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club に登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。