

※本資料は、某化粧品会社から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。

化粧品におけるフレグランスの品質と持続性は、消費者の嗜好に直接影響する重要なパラメータです。実際消費者は、化粧品が良い香りを呈するだけでなく、その香りの持続性が高いことにも期待します。

目的

本アプリケーションノートは、電子嗅覚システム HERACLES(図1)によって、4種類の類似した化粧クリームを分析した結果を示します。本システムでは、サンプルの香りのプロファイルと比較、特徴づけることができます。試験の目的は、製造工程を管理するための品質管理モデルの構築と、人工皮膚を用いてフレグランスの持続性を計測することでした。

フラッシュガスクロマトグラフィー

電子嗅覚システムHERACLES (Alpha MOS, フランス)は、超高速クロマトグラフィー技術をベースにし、2種類の極性の異なるカラム(DB-5:微極性、DB-1701:低/中極性)と、検出器として各カラムに接続された2つのFIDを内蔵しています。従って、1回の分析によって、同時に2個のクロマトグラムが得られ、2つのカラムのデータを照合することで、化合物の絞り込みが可能となります。また、カラムの前に接続されているTenax吸着管によって、注入したフラクションを濃縮することができ、優れた感度を示します。さらに、高速昇温(最大20°C/秒)によって、分離時間が短縮され、1分以内に結果が得られます。また、分析間隔も4分と非常に短くなります。



図1: 超高速GC HERACLES

Arochembase: 化合物と官能的特徴をスクリーニングするためのKovats Index ライブラリ

Arochembase(Alpha MOS, フランス)は、HERACLESなどの電子嗅覚システム用ソフトウェアであるAlphaSoftで利用できるアドオンモジュールです。Arochembaseは、化合物の名称、分子式、CAS番号、分子量、Kovats Index、官能属性と参考文献情報から構成されています。このライブラリによって、HERACLESのクロマトグラムからサンプル中の化合物をスクリーニング、関連する官能的特徴を知ることができます。



香りのプロファイルの定性分析

HERACLESを用いて、異なるフレグランス濃度を持つ4種類の類似した化粧クリーム(A、B、C、D)を分析しました(分析パラメータは表1を参照)。ここでは、あらかじめ製品Cが品質の良い基準品として定義されました。

分析条件

表 1: 分析パラメータ

パラメータ	香り分析
ヘッドスペース生成条件	
バイアル	20ml
サンプル量	1.00±0.01g
人口皮膚	-
加熱温度	37°C
インキュベーション時間	20分
HERACLES条件	
シリンジ温度	47°C
注入量	1ml
インジェクタ温度	170°C
トラップ吸着温度	40°C
サンプリング時間	24秒
トラッププレバージ時間	5秒
トラップ脱離温度	250°C
トラップクリーニング時間	50秒
注入時間	1500ms
カラム温度条件	40°C(2s)-270°C(10秒)@5°C/s
カラムヘッド圧	16psi
検出器(FID)温度	280°C
データ取得パラメータ	
データ取得時間	50秒
測定間隔	5分

定性的な香りのマップ

4種類のクリームのお香りのプロファイルを迅速に比較するために、クロマトグラムのピークのデータを用いた主成分分析を行いました(図2)
4種類の製品は明確に識別され、フレグランスの強度の順位がグラフの横軸方向(右⇒左にシフトするほど強度が高い)に表現されました。

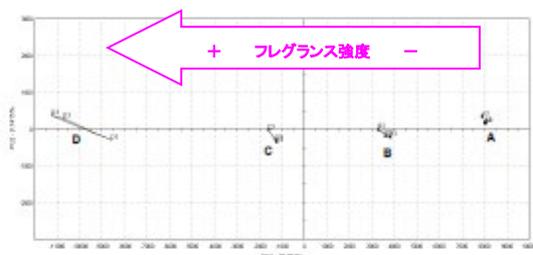


図2: HERACLESのデータによる主成分分析

品質管理チャート

品質基準の製品Cのデータを基に統計的品質管理(SQC)モデルを構築しました(図3)。このモデルは、製造段階におけるルーチン分析に適用されます。

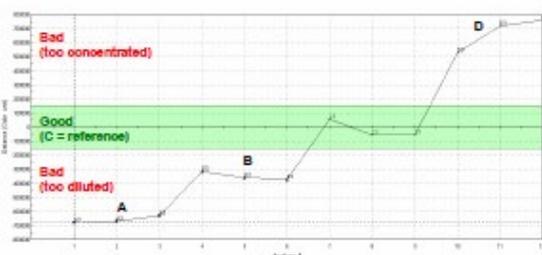


図3: HERACLESデータによる品質管理チャート

許容できるグレードの幅(緑の領域)は、サンプルCの主要なピークのデータに基づいて決定されました。チャートのY軸は、Odor Unit(基準サンプルに対するおの距離)を示します。

許容域に対して外れ値を示した全てのサンプルは仕様外と判定されます。

SQCチャートによって、製品A、BそしてDは不合格と判定され、AとBは極度に希釈されており(フレグランス強度が低い)、反対にDは極度に濃縮されている(フレグランス強度が高い)と考えられます。

ArochemBaseを用いた主要な揮発性化合物のスクリーニング

化粧クリームのお香りの主要な揮発性化合物は、2つのカラムにおけるKovats Indexと保持時間を用いて推定されました(表2)。

この解析によって、様々な香気成分が存在し、リモネンや柑橘系の香りのする化合物が多く含まれることがわかりました。

表2: 4種類の化粧クリームのお香りの主要な揮発性化合物(2つのカラムの保持時間(RT)とKovats Index(K)に基づいて推定)

RT DB5	RT DB1701	K DB5	K DB1701	可能性の高い化合物	官能属性
12.7	13.9	845	907	ethyl 2-methylbutanoate	リンゴ、新鮮な
18.6	18.4	987	1019	β -myrcene	甘い、ブドウ
20.3	19.9	1030	1057	limonene	柑橘類
21.8	24.2	1066	1166	octanol	オレンジ、花
22.9	25.2	1094	1195	linalool	柑橘類
25.0	28.2	1148	1274	limonene oxide	柑橘類
25.4	28.8	1159	1289	heptanoic acid	チーズ
27.6	32.2	1215	1384	3-phenyl 2-propenal	シナモン
30.8	33.3	1295	1415	undecanone	フルーティー、柑橘類

人工皮膚を用いたフレグランスの持続性の評価

より実用的な状態での評価を行うために、4種類の化粧クリームを人工皮膚(Vitro-skin IMS ref. N-19 lot# 9341)に塗布し、各人工皮膚サンプルを気流下に放置したときのフレグランスの持続性を評価しました。



図4: 水和した人工皮膚サンプル

サンプル調製

- 人工皮膚の表面積: 25 cm² (5 x 5 cm)
- 人工皮膚の水和: 300gの15%グリセリン溶液を満たしたチャンバー内で、16時間室温にて放置
- 化粧クリームのお香りの塗布: 25 mgの化粧クリームを塗り、表面全体に広げる
- サンプリング: 各皮膚サンプルを100mlバイアルに入れ、セプタム付のキャップで密閉
- 1回目のHERACLESによる分析(条件は表3参照)の後、全てのバイアルはキャップを外して、空気を100ml/分で流したチャンバー内に放置

分析条件

表3: 分析パラメータ(化粧クリーム+人工皮膚)

パラメータ	香り分析
ヘッドスペース生成条件	
バイアル	100ml
サンプル量(化粧クリーム)	25.0±0.5mg
人工皮膚	25cm ²
加熱温度	37°C(ペルチエトレイ)
インキュベーション時間	10分
HERACLES条件	
シリンジ温度	47°C
注入量	5ml
インジェクタ温度	200°C
トラップ吸着温度	40°C
サンプリング時間	24秒
トラッププレバージ時間	5秒
トラップ脱離温度	250°C
トラップクリーニング時間	50秒
注入時間	2000ms
カラム温度条件	40°C(2s)-270°C(10秒)@5°C/s
カラムヘッド圧	16psi
検出器(FID)温度	280°C
データ取得パラメータ	
データ取得時間	50秒
測定間隔	4分

クロマトグラム

クロマトグラムの比較から、気流下に数時間放置した後、化粧クリームのほとんどの揮発性化合物が顕著に減少していることがわかりました。

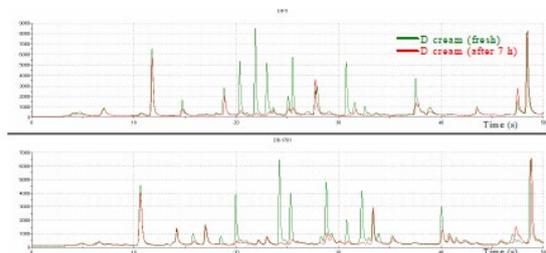


図5: クリーム塗布直後(緑)と気流下で7時間放置後(赤)の人工皮膚のクロマトグラム

フレグランスの持続性の定量

それぞれのクリームについて、フレグランス消失の動態を定量化しました。各サンプルの相対的なフレグランス含量を計算するために、最もフレグランス濃度の高いDを塗布した直後のサンプルを100%のリファレンスとしました。各サンプルのデータは、100%リファレンスに対するフレグランス強度の比率(%)で表現しました(図6)。

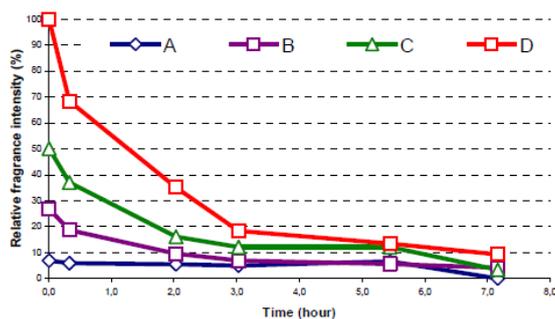


図6: 100ml/分の気流下における人工皮膚に塗布した化粧クリームのフレグランス消失の動態(100%=クリームD塗布直後)

図6は、クリームを塗布した直後のフレグランスの相対強度を示します: クリームCの強度はクリームDのおよそ50%で、クリームBとAはそれぞれ27%と7%でした。フレグランス消失の動態は、クリームの種類に関わらず、類似していました。Dが最も初期のフレグランス強度が高く、7時間経過後も初期の10%の強度を示し、最も長く香りが持続しました。

結論

本アプリケーションノートは、化粧クリームにおけるフレグランスの定性、定量分析について記述しています。

本実験結果から、以下の考察が行えました。

- ▶ 生産されるバッチをルーチンで分析、管理するための品質管理モデルを構築することができました。
- ▶ 欠陥の検知、あるいはベンチマーキングに有用となるクリーム中に存在する香気成分の化学的かつ官能的な情報を得ることができました。
- ▶ 人工皮膚に塗布したクリームのフレグランスの持続性を計測することができました。この結果を基にクリームに添加される最適なフレグランス濃度を決定することができます。

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。

2011年7月