

桑及び蚕沙の香気成分の抽出・定性分析

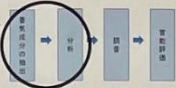
熊本県立 鹿本高等学校 2年 徳永 光 池田 伶亜

(1) 研究の動機

山鹿市でかつて盛だった養蚕業は近年衰退していたが、近年(株)あつまる山鹿シルクさんが山鹿市にシルク工場を建設され、蚕の人工飼料作製のため桑が大量生産されている。この無農薬桑葉を利用して、桑葉由来の愛される香水を開発したいと考えた。

(2) 研究の目的・手法

- ①桑葉・桑茶・蚕沙から、香気成分(精油)を抽出する最適な方法を見つける。
- ②得られた精油に多く含まれる香気成分から、香りを想定する。
- ③桑葉を活用した香水の調合の好条件を探る。



最終的に官能評価まで行う予定だが、本研究では分析まで行った。

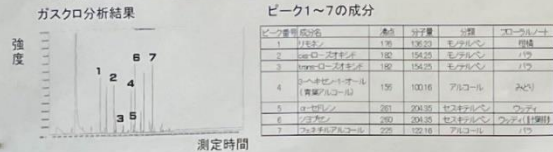
(3) はじめに

- ①桑葉の香気成分について
桑葉を嗅ぐと甘い香りと共に不快臭も感じられる。従来桑葉の香気成分は蚕の誘引成分(cis-ジャスモン、シトラール、リナロールなど)として研究が進められていた。なお、精油収率は0.00016%ととても低い。
- ②香りの正体と分類
香りの正体は「分子」である。分子の揮発度の違いにより、香りの割合が変化する。分子は揮発度の大きな順に、「トップノート」「ミドルノート」「ベースノート」に分類される。

	トップノート	ミドルノート	ベースノート
沸点	100℃前後	200℃前後	300℃前後
揮発速度	大きい	←	小さい
分子間力	弱い	←	強い

※最終的には分子間力を考慮しながら香気成分を調査したい。

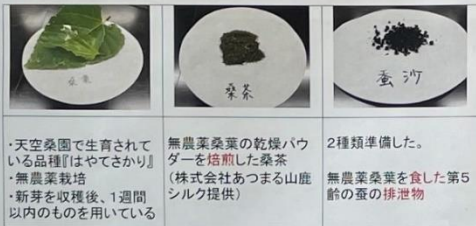
- ③香気成分の分析方法 ガスクロマトグラフ質量分析
参考: 市販のフローラル系香水を分析結果



(4) 研究概要

- ①香気成分の抽出方法
溶媒抽出、熱水蒸留、水蒸気蒸留、無水蒸留 の4つの方法を試みた。
このうち、溶媒抽出と無水蒸留は以下のデメリットがあったので、熱水蒸留と水蒸気蒸留をもちいることにした。
デメリット 溶媒抽出: 溶媒として使用するエタノールが、アレルギーの原因となる。高コスト。
無水蒸留: 試料中水分量に依るので、加熱時間を要する上に、精油の量も少ない。

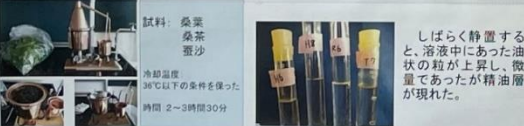
②香気成分を抽出する試料



③熱水蒸留による抽出



④水蒸気蒸留による抽出



- ⑤ ③、④の蒸留により得られた抽出物から、12種類のサンプルを製作した。そのうち、下表のサンプルについて、成分分析を行った。

サンプル名	試料	蒸留法	つけ込み・フローラル
H5-1		水蒸留	フローラル
H5-2	桑茶	水蒸留	つけ込み
H6		水蒸気蒸留	フローラル
R5-1		水蒸留	フローラル
R5-2	桑葉	水蒸留	つけ込み
R6		水蒸気蒸留	フローラル
T6	蚕沙	水蒸気蒸留	フローラル

(5) 結果と考察 GC/MSによる香気成分分析結果の検討

- ①熱水蒸留・水蒸気蒸留の各抽出手法間の比較
『桑の精油中の香気成分の変動』に着目しながら考察する。
- ②桑葉のピーク面積が大きい香気成分の特徴
- ③桑葉由来の香水作製にむけた調査のためのヒント

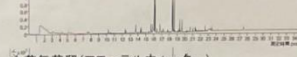
【①抽出法の比較】

- (A)桑葉の熱水蒸留(フローラルウォーターとつけ込み液)、水蒸気蒸留の GC/MS 測定結果

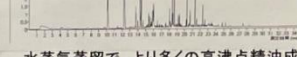
熱水(フローラルウォーター)



熱水(つけ込み液)



水蒸気蒸留(フローラルウォーター)

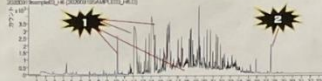


フローラルウォーター中の成分

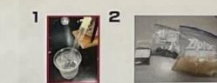
抽出液	物質名	沸点	熱水蒸留	水蒸気蒸留
熱水(フローラルウォーター)	シトラール	156.23	○	○
熱水(つけ込み液)	シネオール	156.23	○	○
水蒸気蒸留(フローラルウォーター)	シトラール	156.23	○	○
水蒸気蒸留(つけ込み液)	シネオール	156.23	○	○

水蒸気蒸留で、より多くの高沸点精油成分の回収に成功している。

(B)桑茶の分析結果からわかった抽出法の問題点



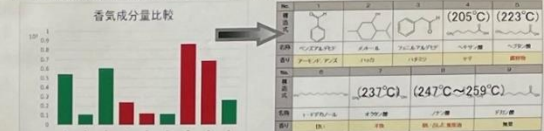
- 強度の強いピークは
1. オクタデカメチルシクロオクタデカンノリコサン(沸点188℃)
この他にも多種多様なシリコン化合物が抽出された。
2. フタル酸ジブチル(沸点340℃)
全サンプルから抽出された。



- 1については、シリコン由来のシリコン。
- 2については保存袋の可塑剤が原因と考えられた。
栓の素材や、保存袋を検討すべきである。

【②得られた桑葉の香気成分について】

GC/MS 測定結果から、同定一致スコアが 90.0%以上かつ、ピーク面積が 1.00×10^{-7} 以上のもの(1~7)を抽出した。4、5、7、8のピークは不快な香りである。※()の温度は沸点。



桑葉の不快臭の主な原因は、高級脂肪酸である。
桑葉の不快臭はミドルノート(沸点範囲200℃台)に集中している。

【③研究の成果および香水作製のための調査のヒント】

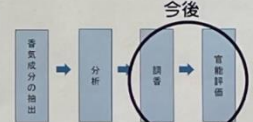
- ・GC/MSによって抽出手法の評価を行うことができた。
- ・実験室環境下の精油の抽出には、水蒸気蒸留が最善手法である。
- ・実験器具や保存手法の見直しが必要である。
- ・桑葉中の香気成分の不快臭の主な原因は、高級脂肪酸であり、ミドルノートに集中している。

桑葉由来の香水作製にむけた調査のヒント

- 不快臭を打ち消すための手立て
1 沸点200℃台の香料を調合する。
打ち消す、もしくは好転させる香料を検討する。
- 2 トップノート(低沸点)とベースノート(高沸点)の香料の組み合わせを検討する。

(6) 今後の展望

- ・実験器具の見直し検討。
- ・官能評価と香気成分の配合比の相関関係の調査。
- ・調査師から調査の理論を学ぶ機会をいただく。
- ・桑葉・蚕沙についても同様の研究を進める。



本研究に際して、研究支援、試料提供をいただいた皆様に心より感謝申し上げます。

- 熊本大学大学院生命科学研究部 機器分析分野
和田 美貴代 特任准教授、河原 哲平 特任准教授
- 熊本県産業技術センター食品加工技術室
佐藤 宗雄 様
- 熊本大学大学院先端科学技術部 物質材料生命工学部門
田附 常幸 特任准教授
- 山鹿市経済部農業振興課
宮崎 浩二 様
- 株式会社あつまる山鹿シルク
島田 裕太 社長、竹崎 正二 工場長、洲上 博貴 様

【参考文献】

- 1 日本蚕糸学会; カイコの科学(朝倉書店、2020)
- 2 日本蚕糸学会; カイコの実験(朝倉書店、2019)
- 3 長島 司; 精油の化学(フレグランスジャーナル社、2014)
- 4 畑中 顯和; 進化する「みどりの香り」(フレグランスジャーナル社、2008)
- 5 渡辺 忠雄; 桑葉の揮発性成分について(IV)桑葉精油のアルコール性成分について(日本蚕糸学会誌 第27巻 第5号、1958)
- 6 米元 俊一 他; 大分竹田の Saffron の匂い嗅ぎガスクロマトグラフ質量分析計と官能評価による香気成分に関する研究(学術論文)