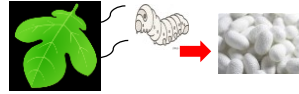


桑及び蚕沙の香気成分の抽出・定性分析

熊本県立 鹿本高等学校 科学部YDP班
2年 徳永 光 池田 怜亜

動機 桑について

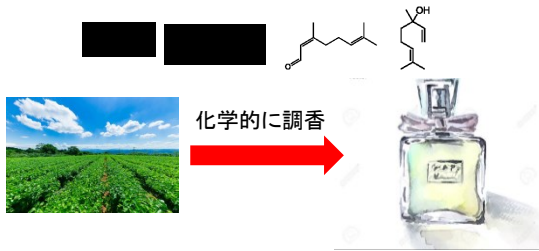


桑葉は、シルク工場によって蚕の人工飼料作製のために大量生産されている。

無農薬桑葉の新たな付加価値をみたい。



【写真】(上)あつまる山鹿シルク (下)天空桑園



桑葉由来の愛される香水開発をめざす！

本研究の目的

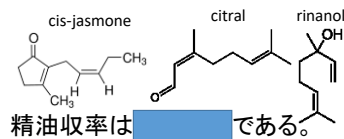
桑葉・桑茶・蚕沙から抽出した香気成分を活用した**香水作製**を目指している。

- 1 本校化学実験室で、香気成分(精油)の**最適な抽出方法**を見つける。
- 2 得られた桑葉で多く含まれている香気成分から**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。

はじめに～桑葉と香気成分～



_____としての研究が進められていた。



桑葉を嗅ぐと甘い香りがしたが、不快臭もある。

はじめに～化学的に調香するとは～

香りの正体は分子である。

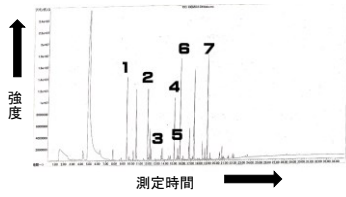


揮発具合によって漂う香りの割合が変化する

時間経過によって香りの変化が生じる

揮発速度 分類名	揮発速度 (大) ←-----→ (小)		
	トップノート	ミドルノート	ベースノート
直後	8	2	0
1時間後	1	6	3
3時間後	1	4	5
6時間後	0	2	8

はじめに～香氣成分の分析について～



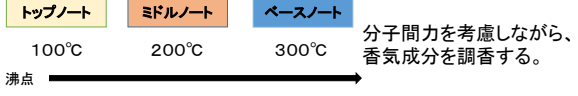
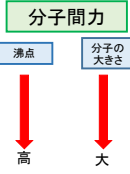
【図】市販フローラル系香水

機器名	ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS)
サンプリング法	SPME
対象物	揮性の低い物質 (水にとげにくい)
測定例	<ul style="list-style-type: none"> 食品中に含まれる香り成分の含有量の測定 (定量分析) 未知化合物の同定 (定性分析)

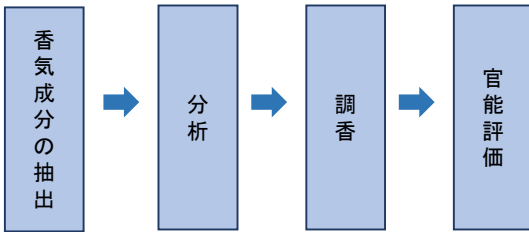


はじめに～分析結果より～

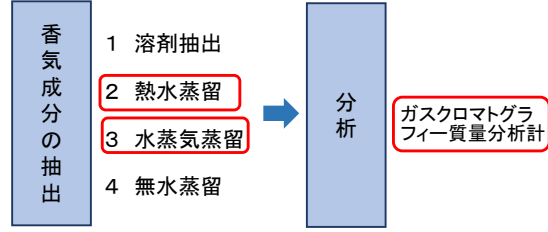
ピーク番号	成分名	沸点	分子量	分類	フローラルノート
1	リネン	176	136.23	モノテルペン	柑橘
2	cis-ローズオキシド	182	154.25	モノテルペン	バラ
3	trans-ローズオキシド	182	154.25	モノテルペン	バラ
4	3-ヘキセン-1-オール (青葉アルコール)	156	100.16	アルコール	みどり
5	α-セドレン	261	204.35	セスキテルペン	ウッディ
6	ソヨブセン	260	204.35	セスキテルペン	ウッディ (新薬樹)
7	フェニルアルコール	225	122.18	アルコール	バラ



研究手法 最終的に官能評価まで行う



研究手法 本研究は分析まで行った

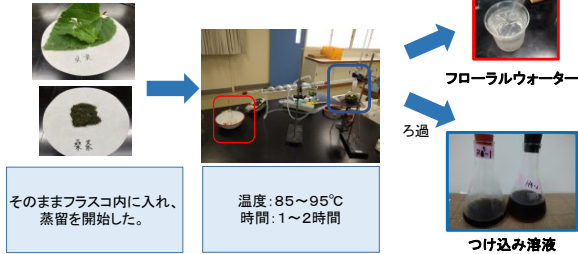


実験操作

試料について

<ul style="list-style-type: none"> ・天宮桑園で生育されている品種『はやてさかり』 ・無農薬栽培 ・新芽を収穫後、1週間以内のものを用いている 	無農薬桑葉の乾燥パウダーを焙煎した桑茶 (株式会社あつまる山鹿シルク提供)	2種類準備した。無農薬桑葉を食した第5齢の蚕の排泄物

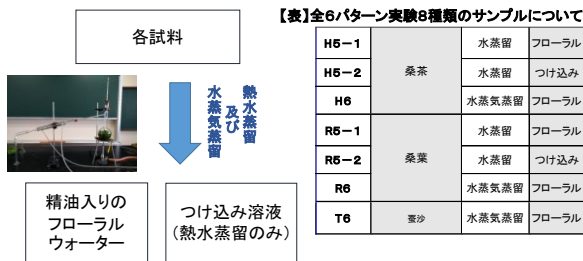
抽出法について(1)熱水蒸留



抽出法について(1)水蒸気蒸留について



サンプル一覧 全8パターン実験12種類のサンプルを作製した。



【表】全8パターン実験8種類のサンプルについて

試料	抽出法	抽出液
H5-1	桑茶	水蒸留 フローラル
H5-2		水蒸留 つけ込み
H6		水蒸気蒸留 フローラル
R5-1	桑葉	水蒸留 フローラル
R5-2		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

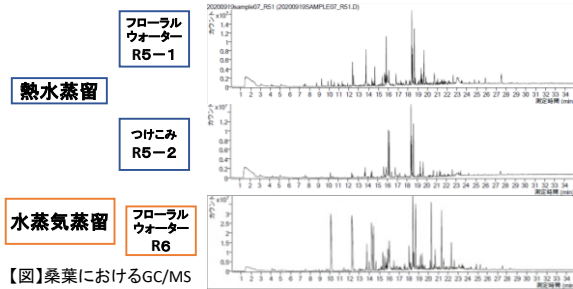
結果と考察

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香のためのヒント

(1) 抽出手法についての結果1

【桑葉R】



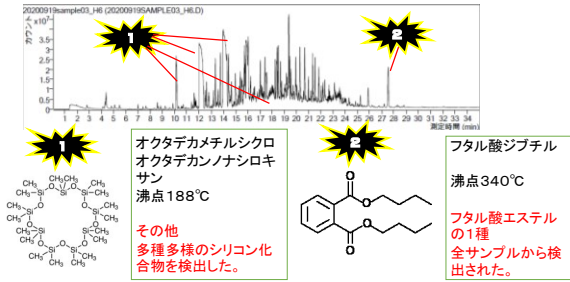
抽出法についての結果1

水蒸気蒸留(R6)で、より多くの高沸点精油成分の回収に成功している。

桑茶・蚕沙についても同様であった。

引用文献	物質名	沸点	R5-1	R6
	酢酸リナリル	105	×	×
	ε-ジヤスモン	134	×	○19.4310
葉精油成分	リナロール	198	○14.4669	○14.4675
	酢酸デリビエニル	220	×	×
葉精油成分	シトラール	228	×	×
	プロピルアルデヒド	48	×	×
	イソブチルアルデヒド	63	×	×
	ブチルアルデヒド	74.8	×	×
	メチルエチルケトン	79.64	×	×
	ブチルアルコール	82.4	×	×
	イソブチルアルコール	108	×	×
	イソブチルアルコール	108	×	×
	イソアミルアルコール	131.1	×	○9.6770
	イソアミルアセテイト	142	×	×
	イソアミルアセテイト	142	×	×
	トランス-2-ヘキセナール	146	○9.8696	○9.8670
3-ヘキセン-1-オール	156	○12.3565	○12.3562	
アセトフェノン	202	×	○18.0604	
ペンチルアルコール	205	○18.5369	○18.5412	
フェニルエチルアルコール	221	×	○18.9544	

(1) 抽出手法についての結果2・考察 【桑茶H6】



劣化したケイ素化合物

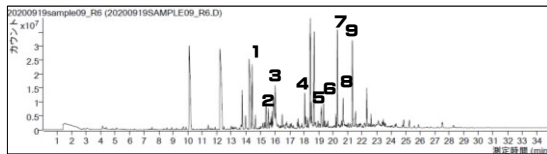
フタル酸エステル

シリコン栓由来のシリコンが原因
 栓の素材を検討するべき

保存袋の可塑剤が原因
 可塑剤成分は高沸点
 保存袋を検討するべき

(2) 得られた桑葉の香気成分について

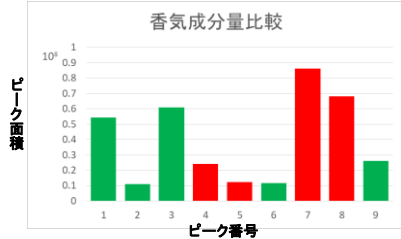
同一一致スコアが90.0%以上かつ、ピーク面積が 1.00×10^8 以上のものを抽出した。



(2) 得られた桑葉の香気成分について

No.	1	2	3	4	5
構造式					
名称	ベンズアルデヒド	メントール	フェニル酢酸	ヘキサン酸	ヘプタン酸
香り	アーモンド、アンズ	ハッカ	ハチミツ	ヤギ	腐敗物
No.	6	7	8	9	
構造式					
名称	1-ドデカノール	オクタン酸	ノナン酸	デカン酸	
香り	甘い	不快	使い古した食用油	無臭	

(2) 得られた桑葉の香気成分について



1	2	3	4	5	6	7	8	9
アンズ	ハッカ	ハチミツ	ヤギ	腐敗物	甘い	不快	古い油	無臭

桑葉の香気成分についての考察

ヘキサン酸 205°C	ヘプタン酸 223°C	オクタン酸 237°C	ノナン酸 247~259°C

- 桑葉の不快臭の主な原因は、 である。
- 桑葉の不快臭は (沸点範囲200°C台)に集中している。

桑葉由来の香水作製にむけた調香のヒント

■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。

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。
- 調香師から調香の理論を学ぶ機会をいただく。
- 桑茶・蚕沙についても同様の研究を進める。

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;カイコの実験単(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(日本蚕糸学雑誌 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)



まとめ

- GC-MSI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急務である。
- 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。

謝辞

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 機器分析学分野
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、竹寄 正二 工場長、瀬上 博貴 様

ご清聴ありがとうございました。

