

生産地が異なるユズから抽出した果汁の香気成分分析

○北本 拓磨^{a)}

^{a)}宇都宮大学 工学部 技術部

1. はじめに

国産ユズ (*Citrus junos* Sieb. ex Tanaka) の出荷量は四国・九州地方が約 90%を占めており、栃木県を含む北関東地方の出荷量は 1%にも満たない。しかしながら、最北端の商業生産地とされる栃木県のユズは南方のユズに比べ香りが強いことがユズ生産者および一部の企業の間で知られており、大手酒造会社が県内産ユズを数十トン単位で買い付けを行った事例もある。そこで我々は四国・九州地方など北緯 34 度付近で栽培されるユズを暖地ユズ、栃木県など北緯 36 度付近で栽培されるユズを寒地ユズと定義し、それぞれのユズの特徴的香気成分を明らかにするためガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) によるユズ果汁の香気成分分析を実施した。

2. 分析試料と方法

分析試料は、栃木県的那須塩原市、宇都宮市、高根沢町、高知県の香美市、馬路村、安芸市で収穫されたユズから抽出したユズ果汁である。ユズの個体差を考慮して、1 つの生産地から収穫されたユズの中から 3 つのユズを無作為に抽出したものを 1 グループとし、生産地毎に 3 グループを抽出、分類した後、果汁搾汁器を用いて果汁を抽出した。

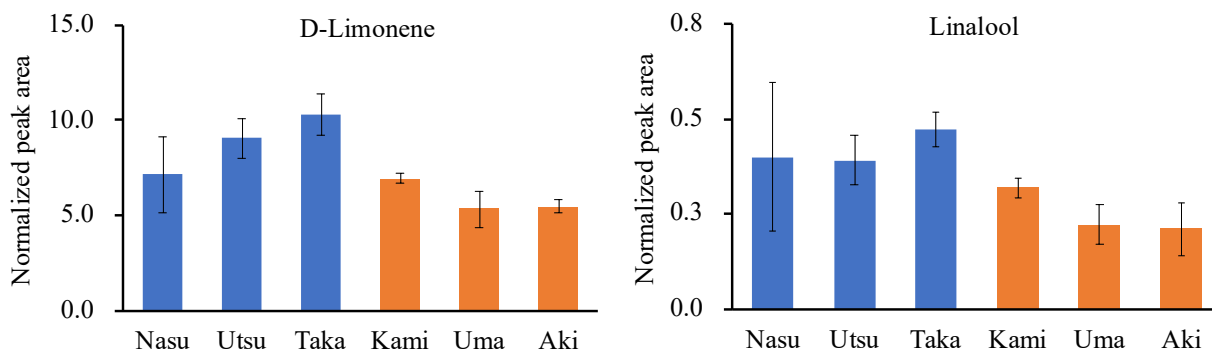
GC/MS 分析にあたり、固相マイクロ抽出 (Solid Phase Micro Extraction, SPME) 法およびジクロロメタン抽出法という 2 種類の抽出法により試料内に含まれる香気成分を抽出した。GC/MS への注入について、SPME 法は 1 mL のユズ果汁に内部標準物質混合液 (1-Heptanol, 2-Octanol, 3-Octanol, 2-Undecanone の 1:1:1:1 混合溶液) 1 μ L を加えた溶液を 20 mL ヘッドスペースバイアルに入れ、そのバイアル内に SPME ファイバを 2 min 挿入し、SPME ファイバに揮発性成分を吸着させたものをスプリットレス注入した。ジクロロメタン抽出法においては以下の手順でユズ含有成分を抽出した。まず、ユズ果汁 15 mL とジクロロメタン 5 mL を 30 mL 遠沈管に入れ、攪拌機を用いて 240 回/min の速度で 10 min 攪拌した。その後、遠心機で 5,000 rpm の速度で 5 min 遠心分離を行った後、ピペットでジクロロメタン層を抽出、さらに遠心機で 4,000 rpm の速度で 5 min 遠心分離を行い不純物を除去したものを分析試料とした。この分析試料 500 μ L に内部標準物質混合液 1 μ L を加えた溶液を 2 mL バイアルに入れ、スプリット比 10:1 で 1 μ L 注入した。

使用した GC/MS は GCMS-QP2020NX/AOC-6000 Plus (株式会社島津製作所) であり、カラムは DB-WAX (60 m, 内径 0.32 mm, 膜厚 0.50 μ m; アジレント・テクノロジー株式会社) を使用した。昇温条件は 50 $^{\circ}$ C で 1 min 保持後、8 $^{\circ}$ C/min で 240 $^{\circ}$ C まで昇温後、20 min 保持した。

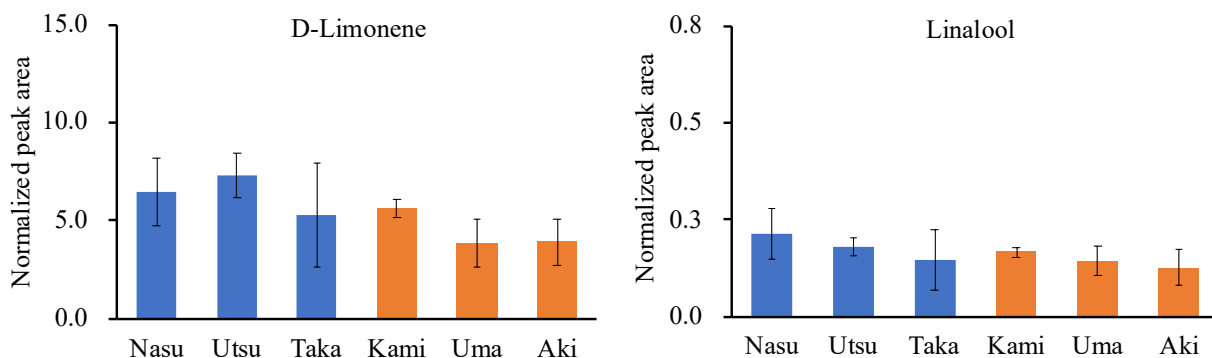
3. 結果

分析の結果、SPME 抽出法では 87 種類、ジクロロメタン抽出法では 75 種類の化合物が検出、同定された。抽出方法について比較すると、今回の分析条件においてはジクロロメタン抽出と比べて SPME 抽出の方が検出化合物数が多く、ピーク面積値が高い結果となった。SPME 抽出法およびジクロロメタン抽出法の分析結果例として、ユズの主要香気成分である D-Limonene および Linalool のピーク面積平均を図 1a, b に示す。D-Limonene および Linalool において寒地ユズのピーク面積平均が高い傾向がみられ

るものの、同一生産地内誤差が大きく、同一県内生産地間にも差がみられることから、寒地ユズ、暖地ユズ、つまり生産地緯度というパラメータだけで説明できる特徴は観測できなかった。ユズを含む青果物の成分に影響を与えるパラメータとしては生産地の緯度だけでなく、降水量、標高、寒暖差、水はけ、肥料など多岐にわたる。今後、特定のパラメータの影響を確かめるためには、それ以外の条件を可能な限り統一して生育したユズを試料とする必要があると考えられる。



(a) SPME 抽出法



(b) ジクロロメタン抽出法

図 1. 内部標準物質ピーク面積で標準化されたピーク面積平均。エラーバーは標準偏差。青色は寒地ユズ、橙色は暖地ユズを示す。生産地略称は以下の通り。Nasu: 那須塩原市, Utsu: 宇都宮市, Taka: 高根沢町, Kami: 香美市, Uma: 馬路村, Aki: 安芸市。

謝辞

本研究を遂行するにあたり、宮城県産業技術総合センター羽生氏、浅野氏には、香気成分分析の実施、および研究全般にわたり貴重な助言を賜った。また六本木美紀技術専門職員には、ジクロロメタン抽出の実施など、試料調整において多大なる協力を得た。ここに心からの謝意を表す。