「伊吹山麓よもぎ」を使った機能性製品の開発(第2報)

今泉茂巳、加島隆洋

Developments of Functional Products of *Ibuki Sanroku Yomogi* (II)

Shigemi IMAIZUMI and Takahiro KASHIMA

「伊吹山麓よもぎ」をエタノールで抽出し、得られた抽出液からロータリーエバポレーターでエタノールを留去して「よもぎエキス」を試作した。生草を使用した方がよもぎ本来の香り保持することができた。また、エタノール留去時に太白油を添加することにより、扱いやすいエキスになると共に、低沸点の香気成分の揮散を抑えることが明らかになった。

「伊吹山麓よもぎ」のエタノール抽出液を用いて化粧石鹸を試作した。よもぎの緑色は石鹸の熟成中に時間ともに薄くなり、製品時にはほとんど消えてしまった。香りについては、よもぎの香気成分が残っていたものの、鹸化により生成した遊離脂肪酸とエタノールが反応してできたと思われる脂肪酸エチルの甘い香りが優位であった。

1. はじめに

岐阜県から滋賀県に広がる伊吹山麓には約280種類の薬草が繁殖しており¹、その中の1つである「よもぎ」は古くから草餅の材料や和漢薬(艾葉)、艾として利用されてきた。現在、揖斐川町の生産組織が伊吹山一帯に自生するよもぎを元に優良系統の選抜と栽培を行い、「伊吹山麓よもぎ」としてブランド化を進めており、ブランドカ向上のための新たな製品の開発が求められている。

よもぎを加工食品で使用する際、ブランチング後に乾燥粉末化やペースト化して使用することが多い。しかし、これらは粉砕不十分な繊毛を多く含むため、添加する食品によっては食感の低下をもたらす。

そこで、本研究では「伊吹山麓よもぎ」のエキスを開発し、 それを用いた製品展開を試みる。エキスにすることにより食 品添加時の食感低下を抑えることができ、さらに、美容製品 等への用途拡大が可能になる。また、よもぎを直接食する場 合は柔らかい新芽部分しか利用できないが、エキスでは新 芽部摘み取り後のよもぎを利用することができ、よもぎの有 効活用につながる。

本年度は、よもぎの特徴である「色」と「香り」に着目したエキスの検討を行うとともに、エタノール抽出液を使った化粧 石鹸を試作した。

2. 実験

2. 1 使用したよもぎ

2014年10月27日に揖斐川町のNPO法人が管理するよも ぎ圃場(揖斐郡揖斐川町春日美東)で「伊吹山麓よもぎ」を 根本から刈り取り、その全草を実験に供した。

2. 2 エキスの作製

収穫したよもぎを簡単に水洗いし、水気を切った後、よもぎ100gに対し800m1量のエタノール・水混合液により抽出を行った。関東化学(株)の99.5%一級エタノールを使用し、エタノール/水比100/0、90/10、80/20、70/30、60/40の混合比で抽出を行った。

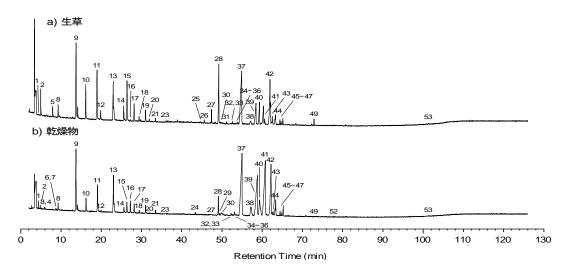
色が最も濃かった抽出液について、ロータリーエバポレーターを使用し、温度40℃、真空度100hPaで、エタノールを留去した。はじめに抽出液のみで処理したところ、非常に粘性の高いワセリン状のエキスができ、取り扱いが非常に困難であった。そこで、においのほとんどない太白油(マルホン太白胡麻油、竹本油脂(株))を抽出液100mlに対し5ml添加して処理を行った。エタノール留去後、一部がエマルジョン状態になったため、3,500rpm、1時間の遠心分離により油と水を分離し、油分を回収した。

2. 3 エタノール抽出液の色の評価

各エタノール抽出液の実際のエタノール濃度をヘッドスペースガスクロマトグラフィー(分析条件は省略)により求めた。その結果をもとに抽出液のエタノール濃度が80%になるように水またはエタノールを加え、評価試料とした。抽出液の色は主にクロロフィルよるものであるため、今回はクロロフィルaのQy帯のピーク(波長666nm、実測)の吸光度(A₆₆₆)を測定し、それに希釈率(D)を掛けた値により評価した。吸光

表1 香気成分分析条件

X1 自X/X// / / / / / / / / / / / / / / / /									
	Without Sniffing	With Sniffing							
-SPME-									
Fiber Coating	50/30µm DVB/CAR/PDMS								
Pre Heating	40°C, 30min								
Adsorption	40°C, 10min								
-GC-									
Column	HP-INNOWax 60m, 0.25mmID, 0.5μmdf								
Carrier Gas	He 150kPa	He 245kPa							
Injection Method	Split, 1:20	Splitless (0.5min)							
Injector Temp.	$250^{\circ}\mathrm{C}$								
Oven Temp.	50°C(6min)-2°C/min-250°C(20min)								
-MS-									
Ionization Method	EI, 70eV								
Ion Source Temp.	230°C								
Interface Temp.	250°C								
Detector Voltage	Tuned	Turned+0.2kV							
Scan Range	m/z 29-500								



No.	成 分	保持時間	保持指標	生草		乾燥物		面積比
		(min)		$A_{\rm F}$ (x 10 ⁴)	S_{F}	$A_{\rm D}$ (x 10 ⁴)	S_{D}	$A_{ m D}/A_{ m F}$
1	acetaldehyde	4.430	810	6.7		14.4		2.14
2	dimethyl sulfide	4.944	822	111.5	0	11.2	0	0.10
3	isobutyl aldehyde	5.890	845	ND		9.5		_
4	acetone	5.947	846	ND		8.5		_
5	methanol	7.909	892	73.7		ND		_
6	2-methylbutanal	8.655	910	ND		6.9		_
7	isovaleraldehyde	8.830	914	ND		6.3	0	_
8	ethanol	9.272	925	90.4	0	32.7		0.36
9	α-pinene	13.714	1021	819.9	0	417.5	0	0.51
10	camphene	16.156	1062	279.8		89.3		0.32
11	β-pinene	18.956	1107	546.0	0	472.9	0	0.87
12	sabinene	19.858	1120	59.6		50.7		0.85
13	β-myrcene + α-phellandrene	22.980	1165	585.3	0	432.5	0	0.74
14	d-limonene	25.564	1201	81.6		65.4		0.80
15	1.8-cineol	26.400	1212	382.0	0	136.8	0	0.36
16	2-hexenal	27.221	1224	13.4	_	120.4	Ō	8.97
17	cis-β-ocimene	28.271	1238	296.0	0	90.2	Ō	0.30
18	trans-6-ocimene	29.450	1254	78.2	Ŏ	25.9	Õ	0.33
19	p-cymene	30.992	1275	89.3	Ö	87.0	_	0.97
20	ψ-cumene	31.900	1288	22.0	_	7.6	0	0.34
21	(5E)-3,3-dimethyl-1,5-heptadiene?	33.465	1309	38.4		34.9		0.91
22	(sniffing only)	34.345	_	ND		ND	0	_
23	hemimellitene	36.060	1345	9.7	0	3.4		0.35
$\frac{26}{24}$	1-octen-3-ol	43.403	1448	ND	0	13.9		-
25	sabinene hydrate	44.719	1467	9.3		ND	0	_
26	isocyclocitral	45.593	1479	28.9		ND	Ö	_
27	copaene	47.380	1501	66.9		11.7		0.17
28	camphor	49.136	1531	475.1	0	102.6	0	0.22
29	benzaldehyde	49.368	1534	ND	0	12.4		-
30	(not identified)	49.794	1541	8.6	0	47.9	0	5.58
31	3-pinanone	51.120	1561	29.5	0	ND		-
32	trans-chrysanthenyl acetate?	52.280	1578	8.4		19.2	0	2.28
33	pinocarvone	52.590	1583	27.1		8.1	0	0.30
34	bornyl acetate	53.063	1590	17.4		41.4		2.37
35	a-bergamotene	53.519	1596	8.4		5.6		0.67
36	6-elemene	54.007	1604	46.6		158.4	0	3.40
37	6-caryophyllene	54.942	1619	1489.7	0	2395.4	Ö	1.61
38	6-sesquiphellandrene	57.122	1653	57.1	0	223.7	Ö	3.92
39	6-farnesene	58.488	1674	347.3	0	845.1	Õ	2.43
40	α-humulene	59.437	1689	425.7	Ö	490.0	Ö	1.15
41	ß-himachalene + borneol	60.382	1704	382.8	0	1184.3	ŏ	3.09
42	germacrene D + zingiberene	61.979	1731	926.0	0	900.7	ŏ	0.97
43	(not identified)	62.526	1740	69.8	Ö	45.5	Ö	0.65
44	(not identified)	63.381	1754	230.5	0	126.7	\circ	0.55
45	8-cadinene	64.473	1772	51.3		59.4	0	1.16
46	y-cadinene	64.779	1777	37.1		23.0	0	0.62
47	γ-cadmene α-curcumene	65.135	1783	48.5	0	143.8	0	2.97
48	(sniffing only)	68.022	1700	ND	Ö	ND	Ö	2.31
49	phenylethyl alcohol	72.896	1916	78.1	\circ	ND ND	0	_
49 50	(sniffing only)	72.896	1910	78.1 ND		ND ND	0	_
50 51	(sniffing only)	74.681	_	ND ND	0	ND ND	0	_
51 52	caryophyllene oxide	77.405	2006	ND ND	\cup	ND 13.5	0	_
52 53	coumarin	101.343	$\frac{2006}{2485}$	ND 7.7		13.5 5.3	O	0.69
93 sk/	Coumarin ::cc			1.1		0.3		บ.ชฮ

^{*(}sniffing only): GC/MS ピークは確認されず、においだけを感じた成分 *(not identified): GC/MS ピークは確認されたが、同定が不可能だった成分 * S_F , S_D \bigcirc : 1 回/3 回以上においを感じた

図 1 よもぎの生草と乾燥物の揮発成分のピーク面積 (A_F,A_D) とにおい嗅ぎ結果 (S_F,S_D)

度測定は紫外可視吸光光度計UV-2450((株)島津製作所) を使用した。

2. 4 香気成分の分析

よもぎの生草5gまたはエキス1mlを40mlへッドスペースボトルに採り、固相マイクロ抽出ガスクロマトグラフィー質量分析法(SPME-GC/MS)より香気成分の分析を行った。GCMS-QP2010Plus((株)島津製作所)を使用してGC/MS分析を行い、検出ピークについてマススペクトルデータベース(NIST, Wiley)および保持指標²⁾により成分を同定した。なお、生草については付属するSniffer 9000(Brechbühler AG)を使用して、におい嗅ぎ分析(GC/O)も同時に行った。分析条件は表1のとおりである。

2.5 石鹸の試作

本年度は、よもぎのエタノール抽出液を用いて石鹸を試作した。エタノール抽出液250gとゴマ油275gを混合し、80分間湯煎してエタノールを揮散除去した。湯煎後、重量が約310gまで減少したため、ゴマ油を40g追加して全量を350gにし、そこへ、ヤシ油140g、マカデミアナッツ油105g、ヒマシ油35.0g、シア脂70gを加えた。油脂温度を約40℃にしたところへ40℃の苛性ソーダ水を苛性ソーダ量が100.5gになる量加え、手動で撹拌した。トレースを確認したところ(12分後)で撹拌を止め、型に入れた。保温箱内で11日間熟成した後型から出し、さらに9日間熟成した後成形した。

3. 結果及び考察

3. 1 よもぎの香気成分

よもぎの生草と自然乾燥物の香気成分分析結果を図1に示す。なお、各試料とも3回分析を行い、ピーク面積は3回の平均値、におい嗅ぎは3回中1回でも匂った成分に○を付けてある。乾燥よもぎでは特に保持時間の早い成分で生草に比べピーク面積が小さい傾向が見られ、乾燥により低沸点成分が揮発していることが示唆された。また、乾燥よもぎでは生草で検出されないアルデヒド類(ピーク3, 6, 7, 29)やケトン(ピーク4)、アルコール(ピーク24)、セスキテルペンの酸

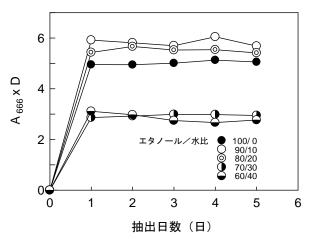


図2 抽出液の波長666nmにおける吸光度(A₆₆₆, 80%エタ ノール溶媒換算)×希釈率(D)

化物(ピーク52)が検出された。これは、乾燥中によもぎの成分が酸化されて生成されたものと思われる。この中の幾つかの成分は、スニッフィングでも検出されていることから、よもぎの香りを維持するという点では生草を使う方が良いことが明らかになった。

3.2 よもぎ抽出液の色について

エタノール・水混合液で5日間抽出したよもぎ抽出液の色の評価結果を図2に示す。エタノール/水比を変えた溶液で抽出を行ったところ、エタノール/水=90/10で抽出した時に一番濃い緑色を示した。また、抽出時間は1日あれば充分であることが明らかになった。

しかしながら、本抽出液はさらに時間が経過すると次第に 褐色化した。抽出液をエバポレーションした際に水相が褐 色だったことから、クロロゲン酸等のポリフェノールが酸化重 合したのではないかと思われる³⁾。また、ポリフェノールがフェオフィチンに変わった可能性もあり³⁾、解決法も含め今後 更なる検討が必要である。

3.3 よもぎエキスの香気成分について

太白油ベースのよもぎエキスの香気成分分析結果を図3に示す。低沸点成分から高沸点成分までのよもぎの香気成分が検出されたが、生草と比べると低沸点成分のピークが小さく、エバポレーションにより多くの量が揮散していることが確認された。しかし、太白油を添加しないでエバポレーションしたエキスと比べると、高沸点成分ピーク面積に対する低沸点成分ピーク面積は大きかった。太白油の添加により低沸点成分の揮散が抑えられていると思われる。また、よもぎエキスには生草に見られなかったcrotonaldehydeのピークが見られた。エキス作製中に成分の酸化が起こっていると思われ、今後解決しなければならない課題である。

3. 4 よもぎ石鹸の色と香気成分

よもぎのエタノール抽出液を使用した石鹸は微かに緑色がかった薄黄色を呈していた。試作委託先の話では「時間とともに緑色が薄くなっていった。」とのことであり、熟成とともにクロロフィルが徐々に分解されていると思われる。香りについては、基本的に甘い香りがした。香気成分分析の結果を図4に示す。よもぎの香気成分が検出されたが、それよりもはるかに大きなエタノールや脂肪酸エチルのピークが見

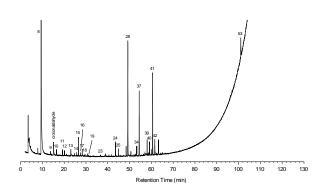


図3 よもぎエキスの揮発成分のガスクロマトグラフ (ピーク番号は図1を参照)

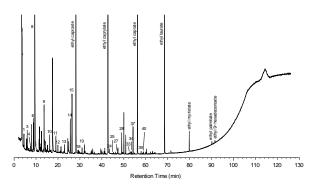


図4 伊吹山麓よもぎエキスを使用した石鹸の揮発成分のガスクロマトグラフ(ピーク番号は図1を参照)

られ、これらのエステルが香りの主要成分であると思われる。 湯煎によるエタノールの除去が不十分で、鹸化により生成した遊離脂肪酸とエタノールが反応してエステルができたと考えられ、エタノールの除去をさらに行うことにより、よりよもぎの香りが強い石鹸ができると思われる。その点では本年度開発した太白油ベースのよもぎエキスは、ほとんどのエタノールが除去されている点で有利である。また、よもぎのクロロフィルも濃縮されているため、少量添加するだけで濃い緑色になり、熟成時にクロロフィルが一部分解してもある程度緑色を保持することができるのではないかと思われる。

4. まとめ

「伊吹山麓よもぎ」のエタノール抽出液を作製し、ロータリーエバポレーターによりエタノールを留去して、よもぎエキスを作製した。原料にはよもぎ乾燥物よりも生草を用いた方が

元々の香りを保持した状態で抽出できた。また、エタノール 留去時は太白油等の食用油を添加した方が、エキスの取り 扱いが簡単な上、低沸点成分を保持できることが明らかに なった。

よもぎのエタノール抽出液を使用して石鹸を試作した。熟成の間に徐々にクロロフィルの緑色が失われ、製品時にはほとんど緑色が残っていなかった。香りの面では、よもぎの香気成分が検出されたものの、脂肪酸エチルの香りが強く、よもぎらしい香りとしては不十分であった。

今後、本年度作製した太白油ベースのよもぎエキスを使って石鹸の試作を試みる。先回よりも緑色が濃く、よりよもぎらしい香りの石鹸ができるのではないかと思われる。

【謝 辞】

NPO法人山菜の里いび様には「伊吹山麓よもぎ」をご提供いただきました。アトリエキク有限責任事業組合様には石鹸を試作していただきました。また、香気成分の分析においては財団法人越山科学技術振興財団から研究助成金を賜りました。以上の皆様に心から感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 水野, 伊吹山の薬草-基礎と応用-, 春日村役場, pp.138, 1997.
- NIST Chemistry WebBook, http://webbook.nist.gov/ chemistry/.
- 3) 木村ら, 光琳テクノブックス18「食品の変色の化学」, 光琳, pp.415, 1995.