

減圧水蒸気蒸留法による小麦粉香気の実験

Analysis of Aroma Compounds Produced under Reduced Pressure Steam Distillation of Wheat Flour

食物学科 高橋 京子
Dept. of Food and Nutrition Kyoko Takahashi

抄 録 小麦粉の香気の実験法について検討するため、減圧水蒸気蒸留法により小麦粉の香気を捕集し、GC分析とGC-Sniffing分析(カラム:DB-1, 30 m)をおこなった。GC保持時間50分から70分の間に、小麦粉の香気を実験している香気成分が検出され、減圧水蒸気蒸留法を用いた分析は、小麦粉の香気成分を明らかにするために良い方法であることが確認できた。

キーワード: 小麦粉, 香気, スニフing分析

Abstract The aroma compounds produced under reduced pressure steam distillation of wheat flour were analyzed by GC and GC-Sniffing (column: DB-1, 30 m). The characteristic aroma compounds were detected from at 50 minutes to at 70 minutes in GC analysis. This suggests that analysis by a reduced pressure steam distillation of wheat flour is a good approach to clarify the aroma of wheat flour.

Keywords: flour, wheat, aroma, flavor, GC-Sniffing

1. 緒言

小麦は、とうもろこし、米と共に世界の三大作物と呼ばれ、生産量が多い重要な食糧のひとつである。パン類、麺類、菓子類等々の原料として広く利用されている。小麦の香気成分に関する報告¹⁻⁸⁾は、パン等の小麦加工食品についての研究が多く、発酵や焼成中に香気が生産することが確認されている¹⁻³⁾。しかし、原料である小麦の香気に関する報告は少ない。原料の小麦の香気成分は加工後の食品の香気に影響を与えると考えられることから、小麦粉の香気成分の実験をおこなうこととした。

香気成分の実験法には、溶媒抽出法、固相抽出法、ヘッドスペースガス分析法、水蒸気蒸留法等の種々の方法があり、香気成分は一般に揮発性成分で構成されているが、用いる方法によって検出されやすい成分に違いがある。含有成分の種類によって適している香気捕集方法は異なるが、小麦粉の香気成分分析にどのような香気捕集方法が適しているのか、明らかではない。

本報告では、微量成分を濃縮しやすく、試料捕集時の加熱による成分変化を起こす可能性がなく、揮発性成分のみを捕集することが可能な、減圧水蒸気蒸留法によって揮発性成分を捕集することとした。揮発性成分のうち香気に関与しない成分もあるため、実際に香気を有する成分を分析する方法として、GCとGC-Sniffingによる分析をおこなって、小麦粉香気の実験法を検討することとした。

2. 実験方法

2.1 材料

市販の日清製粉(株)製「日清の小麦粉フラワー(薄力小麦粉)」を用いた。

2.2 減圧水蒸気蒸留法による香気分析試料の調製

27 mmHg (27°C) の条件下、以下の方法で減圧水蒸気蒸留を3回おこなった。

蒸留1回につき、小麦粉100 gを水400 mlに懸濁し、3Lナスフラスコに入れた。水を沸騰させ、水蒸気をナスフラスコ中の原料に導入した。水蒸気と

共に揮発した物質を冷却管により冷却し、留出液を1Lナスフラスコ内に氷冷(0℃)捕集し、これを捕集液1とした。更に液体窒素(-196℃)により捕集管に捕集し、捕集液2とした。捕集直後に捕集液1と捕集液2の香気を直接、鼻で嗅いだ。捕集液1と捕集液2を合わせた。3回の試料のうち、2回については、蒸留を途中で一時中断して、捕集液を集め、中断前後の捕集液をそれぞれ、fr.1とfr.2とした。

捕集液をジクロロメタンにより抽出し、無水硫酸ナトリウムにより乾燥し、濾過した。常圧濃縮装置を用いて、40~50℃で濃縮後、内部標準物質としてEicosane(C₂₀H₄₂)のクロロホルム溶液を一定量添加し、香気分析試料とした。

得られた香気分析試料をそれぞれ、試料A-fr.1, 試料A-fr.2, 試料B-fr.1, 試料B-fr.2, 試料Cとした。

2.3 香気分析試料の分析方法

(1) ガスクロマトグラフィー(GC)分析

試料A-fr.1, 試料A-fr.2, 試料B-fr.1, 試料B-fr.2, 試料Cについて、以下の分析条件でGC分析した。

GC装置：島津14型GC

キャピラリーカラム：

J&W Scientific DB-1

(30 m × 0.25 mm i.d., 膜厚 0.25 μm)

GCオープン温度：

50~200℃(2℃/min), 200℃(75 min)

キャリアガス：窒素ガス スプリットレス3分間

(カラム流量 1.1 ml/min, 窒素流量

21.6 ml/min, スプリット比 20 : 1)

GC注入口温度：220℃

FID検出器温度：200℃

ガスクロマトグラム記録装置：

島津C-R6A CHROMATOPAC

(2) GC-Sniffing分析

試料A-fr.1, 試料A-fr.2について、以下のようにGC-Sniffing分析した。

水素炎イオン化型検出器(FID)による検出とGC-Sniffing分析が同時に行える装置を用いた。

分析条件は、GC分析と同様とした。キャピラリーカラムの出口をアウトレットスプリッターシステムと匂い嗅ぎアダプターODO-1(ジーエルサイエンス(株)製)により分岐した。アウトレットスプリッター用メイクアップガス流量は、5.13 ml/minとした。分岐した一方を検出器(FID)に、他方をカラムオープン外に導いた。オープン外カラムの先端に鼻あて用ロートを取り付け、匂いを嗅ぐことによりGC-Sniffing分析した。GC-Sniffing分析は、2人のパネルが数分ごとに交代して1試料につき2回ずつおこなった。

3. 結果と考察

3.1 減圧水蒸気蒸留捕集液の香気

原料の小麦粉を減圧水蒸気蒸留した際の捕集液の捕集液1(氷水捕集)はいずれも捕集液2(液体窒素捕集)に比べて著しく液量が多かった。捕集液量と香気を表1に示した。

捕集液1(氷水捕集)の香気は、試料A-fr.1, 試料A-fr.2, 試料B-fr.1, 試料Cで、「白玉粉のようなにおい」で、いずれの試料でもほぼ共通であった。捕集液2(液体窒素捕集)は、「粉薬のようなにおい」「つんとする粉薬のようなにおい」、「刺激のある粉薬のようなにおい」で似ていた。捕集液2と捕集液1では、においの質が異なっており、捕集液2では、捕集液1に比べ、より低温でないと捕集されない成分があるためと考えられる。

表1 小麦粉減圧水蒸気蒸留捕集液の捕集液量と香気

試料名	捕集液量 (ml)	香気	
		捕集液1(氷水捕集)	捕集液2(液体窒素捕集)
A-fr.1	206	白玉粉のような	粉薬のような
A-fr.2	120	かすかに白玉粉のような	粉薬のような
B-fr.1	144	白玉粉のような	つんとする粉薬のような
B-fr.2	255	ジャガイモのような	刺激のある粉薬のような
C	330	白玉粉のような	粉薬のような

3.2 GC 分析による成分定量

試料 A-fr.1, 試料 A-fr.2, 試料 B-fr.1, 試料 B-fr.2, 試料 C について, GC 分析し, 検出された各成分のガスクロマトグラム上のピーク面積から, 内部標準

物質との比を求めた。FID 検出器による検出が炭素数に比例すると仮定して, 各成分の炭素数を 5 とした場合の, 含有量を計算した。各試料の成分含有量を, 表 2 に示した。

表 2 小麦粉試料の揮発性成分含有量

GC-RT (min.)	含有量 ^{a)} (nmol)					GC-RT (min.)	含有量 ^{a)} (nmol)				
	A-fr.1	A-fr.2	B-fr.1	B-fr.2	C		A-fr.1	A-fr.2	B-fr.1	B-fr.2	C
3.44		131.5			8.0	58.88	38.3	41.4	6.6	15.8	
3.55		9.5				59.17	1.8	6.0			1171.2
3.69		24.5	8.4			59.80	0.8	2.9			
3.79		6.0			7.7	60.42	0.9	8.1			
3.88		16.8	5.3			61.12	3.2	4.2			13.4
4.39			1.2			61.48	2.0	39.4	3.2		
4.94			1.4	5.0		61.90	0.8	4.6			
5.00	0.6	18.0	5.7			62.11	1.8	3.7			7.2
5.26		2.7				62.41	0.8	4.3			
5.32		10.6	1.2			62.76	4.6	15.7	2.4	7.7	14.1
5.54		14.7	6.2			63.29	1.5	3.5			
5.68		4.6	1.4	5.9		63.97	7.2	15.1	1.5	8.3	32.2
5.83	1.1	13.6	34.1			64.49	1.3	7.8			
6.36		8.1	3.1			65.15	0.5	7.3			
6.68		9.3	3.4			65.78	0.6	4.5	1.7	4.7	7.7
7.62			0.8			66.57	0.6	3.7			
7.78	3.2		19.2		9.4	67.16	2.4	9.1	10.7	8.3	6.7
7.92			1.2			67.81	1.9	4.8	1.7	9.3	17.9
8.13		2.5			9.4	68.27	0.5	3.4			
8.31		4.5				68.88	0.7	3.1			
8.83		2.4	0.8			69.34	1.8	5.1			
9.09		5.2	2.3			70.11	1.3	4.4	1.8	7.0	
9.48		3.4	1.4			70.48	3.0	9.2	10.3	32.6	21.3
9.73			30.1			70.98		2.3			
11.12		2.8	1.4			71.42		4.1			
11.80			1.9			72.49	1.3	7.0	1.4	6.3	
12.45	0.7	2.3	1.5			72.74		3.3			
12.99	1.3	3.5	2.4			73.10	43.2	55.9	163.4	442.4	376.4
14.73		3.6				73.30		10.4			
15.15	1.5	2.6				74.73	22.2	62.7	10.8	80.5	72.5
15.98	2.7	7.5	7.2		16.5	75.15		3.8			
16.17			3.7			75.77		5.0	0.8		6.6
17.03	0.5	2.4	0.7			76.20	2.4	10.1	2.0		8.6
18.32	1.1		0.7			76.66		3.2			
18.64	2.0	3.2	2.4		13.2	77.18		2.2			
19.52		8.6				I.S. 77.88					
20.44	0.6	2.8			20.9	78.45		4.2			
22.62	2.0	9.4			13.0	79.10			10.1	23.4	
25.60	2.3		0.8		10.9	80.18		2.1	1.9	6.1	21.5
27.61	0.6	2.7			7.2	80.85			0.8		
28.86	20.3	18.6				81.87	2.4	9.7	2.7	9.3	11.9
31.21			1.1		7.8	85.37		11.3			6.8
31.66			4.1		6.9	85.66	9.5	6.5	3.2	9.0	
32.75	1.3	3.5			19.1	87.80	8.1	23.6			12.8
33.48		3.2				88.64		2.9			
37.94	3.4	3.8	1.4	5.5		89.28		2.5			
39.30	3.4	5.0	1.2	4.5	16.5	91.32			9.3	17.7	
42.88	0.7	4.6				95.53	4.4	2.7	34.6	47.6	
43.09		2.6				97.84			5.4	6.7	
43.93		7.3				98.57			10.2	12.5	
44.44	0.6	8.4				100.99			4.0	8.6	
46.23	15.0	17.0	6.5	32.0	54.1	109.43		5.4			
46.45	2.3	4.1	1.0	6.1	9.6	109.97		3.9			
46.65	1.6	2.2			6.7	110.92	1.4		5.7	14.6	
47.07		33.6				111.94		6.9			
47.90	0.7	2.3				114.04		12.8			
48.15	3.7	6.9	2.1	8.3	20.3	114.88		7.1			
48.63	5.1	5.1	1.1	4.8	8.0	116.32	1.1	24.5			
49.00		10.0	2.1			118.55		4.1			
51.51	0.5	4.0				119.69		8.2			
52.30	7.4	12.8	3.4	8.6	37.9	121.25		3.8			
53.39		4.9			6.1	122.72		2.3			
54.23	1.4	32.6			9.0	123.34		4.8			
55.42	3.4	13.5			51.0	125.98		13.5			
56.54	1.9	7.7			28.8	138.46	3.6	9.2			
56.89	0.9	2.2			7.1	140.60		9.0			
57.30	1.4	3.4			6.5	141.48		2.3			
57.98	0.5	31.1			22.2	144.91	20.6	158.3	20.7	52.9	68.1
58.43	1.3	3.2				148.50		4.7			
計							296	1320	501	912	
合計							1616		1413		1310

a) C 数 5 の化合物として含有量を算出した。

それぞれの試料の全成分の含有量の合計は、試料 A-fr.1 と試料 A-fr.2 の合計含有量、試料 B-fr.1 と試料 B-fr.2 の合計含有量、試料 C の3種で大きな違いはなかった。

検出された成分の GC 分析保持時間 (RT) は、開始直後から分析終了までの広範囲にわたっていた。

一方、試料 A-fr.2 について、5℃で4ヶ月間保管した後に GC 分析したところ、RT 20 分以下の成分が著しく減少しており、小麦粉香气成分には、揮発性の高い成分が多く含まれており、迅速な分析が必要であることがわかった。

3.3 GC-Sniffing 分析による香气分析

試料 A-fr.1 と試料 A-fr.2 について、GC-Sniffing 分析した結果を GC 分析で得られたクロマトグラムと共に、**図1**に示した。

香りが検出された GC 分析保持時間 (RT) は、45 ~ 80 分に集中していた。特に 50 ~ 70 分では、小麦の香气を特徴付けているような香りとして、試料 A-fr.1 では、「粉っぽいにおい」「かすかに小麦のような不快臭」のような不快臭」「白玉粉のようなにおい」、試料 A-fr.2 では「大福のような甘い粉のにおい」「粉っぽいほこりのようなにおい」「白玉粉のようなにおい」「もちのようなにおい」が感知された。

小麦粉の香气を特徴付けているような香气が感じられた成分のピークはいずれも小さく、低濃度でもにおいを感じる成分であると推察された。

GC-Sniffing 分析は、GC 分析をした後でおこなったことから、RT が早い成分が減少した可能性も考えられるが、今回の分析条件の 50 ~ 70 分で検出された成分は、比較的沸点が高いことが予想され、このような中高沸点化合物が、小麦の香气を特徴付ける成分として存在していたと考えられる。

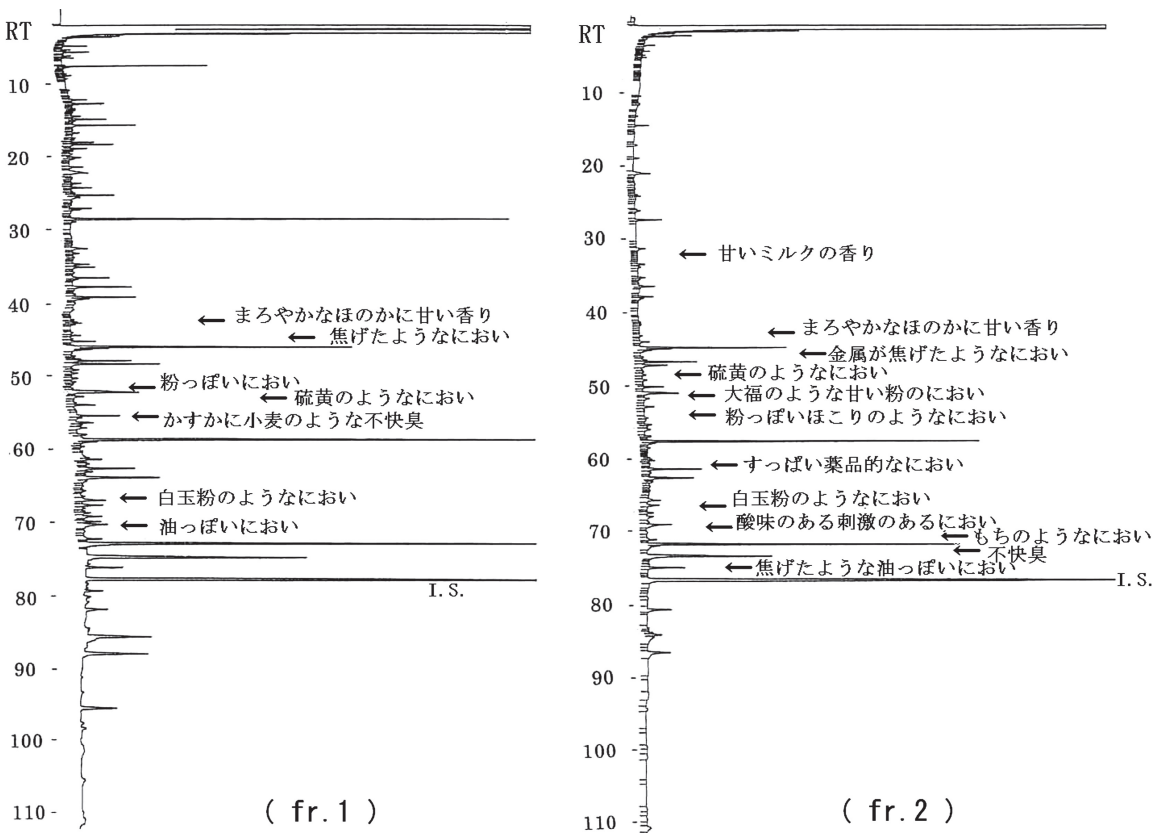


図1 小麦粉試料 A の GC-Sniffing による香气分析

小麦粉を特徴付けるような香気が多数検出されたことから、小麦粉を減圧水蒸気蒸留して得られる成分の分析は、小麦粉の香りを分析するうえで、有効な方法であることが確認された。

これらの香気成分がどのような化合物であるのか、今後、減圧水蒸気蒸留法により小麦粉の香気成分分析をおこないさらに検討することが必要である。

本研究をおこなうにあたり、実験にご協力いただいた鈴木純子氏、米地千代美氏に感謝いたします。

引用文献

- 1) 諸江辰男：食品と香料，東海大学出版会，196（1979）
- 2) Hansen A. and Hansen B.: *J. Cereal Sci.*, **19**, 185-190 (1994)
- 3) Chang C.-Y., Seitz L. M. and Chambers IV E.: *Cereal Chem.*, **72**, 237-242 (1995)
- 4) 荒井綜一，小林彰夫，矢島 泉，川崎通昭：最新香料の事典，朝倉書店，東京，288（2000）
- 5) 弘中泰雅：日本食品工業学会誌，**32**，486-492（1985）
- 6) McWilliams M. and Mackey A. C.: *J. Food Sci.*, **34**, 493-496 (1969)
- 7) Lorenz K. and Maga J.: *J. Agric. Food Chem.*, **20**, 769-772 (1972)
- 8) Sjoval O., Virtalaine T., Lapvetelainen A. and Kallio H.: *J. Agric. Food Chem.*, **48**, 3522-3527 (2000)