

ジンに含まれる香気成分について

湧田裕子、豊川哲也、比嘉賢一、仲里彬*

県産クラフトジンの開発を目的に、市販品ジン及び県内の酒造所で試作したクラフトジンの香気成分の分析を行った。ジンのボタニカル（浸漬抽出する植物）であるジュニパーベリー成分の α -ピネン、リモネン等の確認を行い、クロマトグラムのパターンから市販品ジンが大きく3つのグループに分かれることが分かった。さらに、市販品ジンの α -ピネン、リモネンの定量分析を行った結果、ジンによって含有量が大きく違うことが確認された。また、モノテルペン成分である α -ピネン、リモネンは、ジンのアルコール濃度を下げることで揮散し、含有量が大きく減少することが分かった。

1 はじめに

当センターではこれまでに沖縄産の素材を生かした酒類の開発を目的にワイン、リキュール等の研究を行ってきた。今回、ボタニカルとして県産素材を使用したジンの開発に県内酒造所（瑞穂酒造株式会社）と取り組んだ。県産素材を用いることで、沖縄らしいフレーバーを持ったクラフトジンを開発することを目標に研究を行った。当センターでは、市販商品の香気成分の分析とプロファイリングをサブテーマで担当し、ジンに含まれる香気成分について検討した。ガスクロマトグラフ装置（GC）を用いたヘッドスペース法により、市販品及び試作品ジン、主要ボタニカルであるジュニパーベリーの成分分析を行った。市販品ジンの分析は開発商品と比較をするため、国産品を含めた個性的なクラフトジンを中心に行った。酒造所では分析データを元にジンの主要成分の比較を行い、最適な製造条件を検討した。最終的に、目指していた地域の素材（ボタニカル）を生かした沖縄産のクラフトジンを開発することができた。当センターで行った分析はジュニパーベリー成分が主となり、県産素材の香気成分の確認は行えなかったが、今回試験をした原材料のジュニパーベリー、市販品ジン、開発クラフトジン等の香気成分の分析、 α -ピネン及びリモネンの定量分析、ジンの希釈によるモノテルペン類の含有量変化等の結果が得られたので報告する。

2 実験方法

2-1 供試サンプル

供試サンプルは、市販品ジンの外国産12点、国産5点の17点及び、開発クラフトジン2点、ベース酒の泡盛とした。ジンは記号で表し、外国産がg01~12、国産j01~07と記した。今回開発したジンは国産に含めた。また、原材料のジュニパーベリーは、実2gを50%エタノール100mLに4時間及び21時間浸漬しろ過した抽出液（2%ジュニパーベリー抽出液）を分析に用いた。

2-1 ジンの香気成分の分析

ジンの香気成分の分析はガスクロマトグラフ装置（HERACLES II アルファ・モス製）を用い、ヘッドスペース法により行った。検出器はFID、カラムはMXT-5とMXT-WAXの2種類を使用した。GCの分析条件は、前処理、注入量、オープン温度等の検討を行い、表1に示した条件に決定した。

検出された成分を確認するため、ジュニパーベリーの成分について文献¹⁾から調べ、標準試薬を用いて両カラムのリテンションタイムにより確認を行った。泡盛成分の分析も同様に行った。

表1 GC分析条件

前処理	試料10mLを60℃で10分間インキュベート
注入量	ヘッドスペースガス 500 μ L
カラム	MXT-5及びMXT-WAX（両方とも10m \times 0.18mm id 0.4 μ m film）
キャリアガス	水素 昇圧速度 1.6kPa
オープン温度	40℃（恒温時間 5秒） ~250℃（昇温速度 1.5℃/秒、恒温時間 60秒）
注入口温度	210℃
トラップ温度	40℃
検出器温度	270℃
スプリット比	10対1

2-2 α -ピネン、リモネンの定量分析

標準試薬は(1S)-(-)- α -ピネン（東京化成工業）、(+)-リモネン（東京化成工業）を使用した。サンプルはアルコール濃度をそろえずに原液で測定を行い、後から補正を行った。標準溶液は、低濃度1~20mg/L、高濃度20~60mg/Lの間で作成し、45%エタノールを用い調整した。分析値の補正は、 α -ピネン、リモネン濃度が3ppm、10ppm、30ppm標準溶液を39%、42%、47%、49%エタノール溶液を用い調整し、補正值を求めた。

3-1-1 ジンの香気成分の分析

2%ジュニパーベリー抽出液のクロマトグラムを図1

*瑞穂酒造株式会社 製造部品質管理室

に示す。MXT-5 カラムで保持時間が 67～95 秒の間に主成分、また、120～145 秒あたりに微量な成分が確認された。標準試薬から、 α -ピネン（ピーク 1）、ミルセン（ピーク 2）、 β -ピネン（ピーク 3）、リモネン（ピーク 4）の 4 成分を特定した。 α -ピネンはジュニパーベリーの主成分であり、ピーク面積が一番大きく含有量が多いことが分かった。ミルセンと β -ピネンは MXT-5 カラムではピークが重なり分離ができなかったが、MXT-WAX カラムでは分離ができた。 α -ピネンはヒノキ等の針葉樹の木材の様な香り、ミルセンはセリやハーブ様の香り、リモネンは柑橘類の香りのする成分である。

図 2 にクラフトジンの開発に用いたベース酒（泡盛）のクロマトグラムを示した。標準試薬を用いて、泡盛の主成分である、n-プロピルアルコール（ピーク 5）、酢酸エチル（ピーク 6）、イソブチルアルコール（ピーク 7）、イソアミルアルコール（ピーク 8）を確認した。これらの成分は、市販品ジンでは国産品 2 点に含まれていた。

クロマトグラムから市販品ジンの傾向が分かれ、①全体的にピークの小さいグループ（g01、g02、g03、g04、g05、g08、g10）、②リモネンの方が α -ピネンのピークより大きいグループ（g06、g09、j01、j02、j03、j04、j05）、③ α -ピネンの方がリモネンのピークより大きいグループ（g07、g11、g12、j06、j07）に分けることができた。各々の代表的なクロマトグラムを図 3 に示した。

ジュニパーベリー抽出液はリモネンを多量に含まないことから、②のグループのリモネンは、柑橘系のボタニカル由来によるものと考えられた。

また、③のグループの α -ピネンは、ジュニパーベリー特有の成分であることから、ジュニパーベリーの抽出量が比較的多いジンと考えられた。今回開発したジンはこのグループに入り、ジュニパーベリーの香味を 1 つの特徴とした商品になっている。

3-1-2 α ピネン及びリモネンの定量

α -ピネン、リモネンの定量にはこの 2 成分と他の成分の重なりが無い MXT-5 カラムの分析データを採用した。

今回、サンプルを 30% のアルコール濃度に希釈後、保管中に α -ピネン、リモネンが揮発したため、原液で分析したデータを用いて成分濃度を求めた。

濃度の計算は、初め、45% エタノール溶液で作成した標準溶液の検量線からサンプルの成分濃度を求め、その後、エタノール濃度での補正を行った。補正の方法は、エタノール濃度が 39%、42%、47%、49% の溶液を用いて、 α -ピネン、リモネンの濃度が 3mg/mL、10 mg/mL、30 mg/mL の標準溶液を調整し分析を行った。各標準溶液のピーク面積と、45% エタノールの標準溶液のピーク面積から比を求め、さらに、各エタノール濃度での 3mg/mL、10 mg/mL、30 mg/mL の標準液の面積比の平均

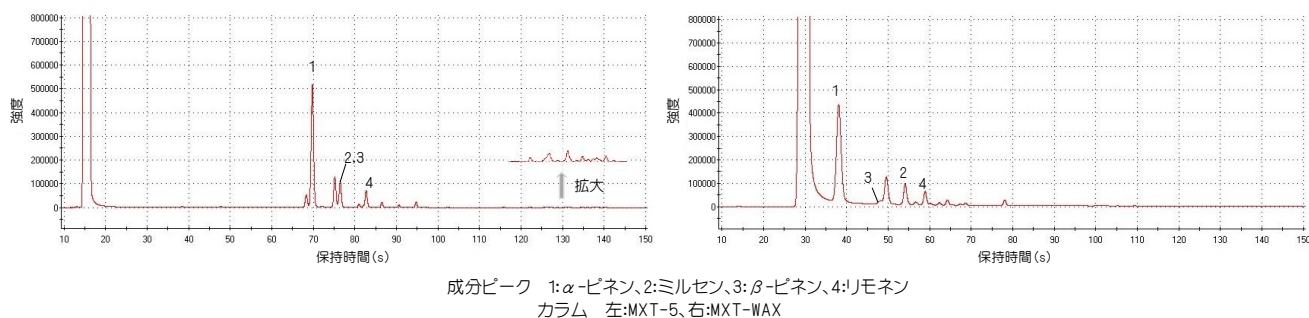


図 1 2%ジュニパーベリー抽出液のクロマトグラム

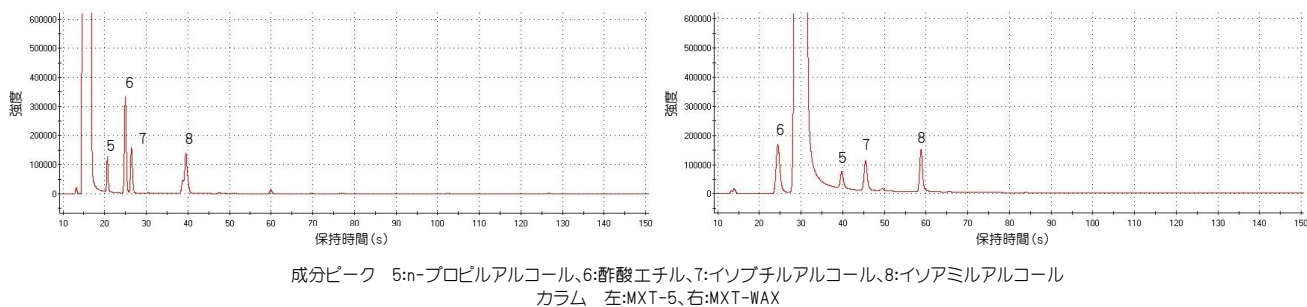


図 2 ジンのベース酒（泡盛）のクロマトグラム

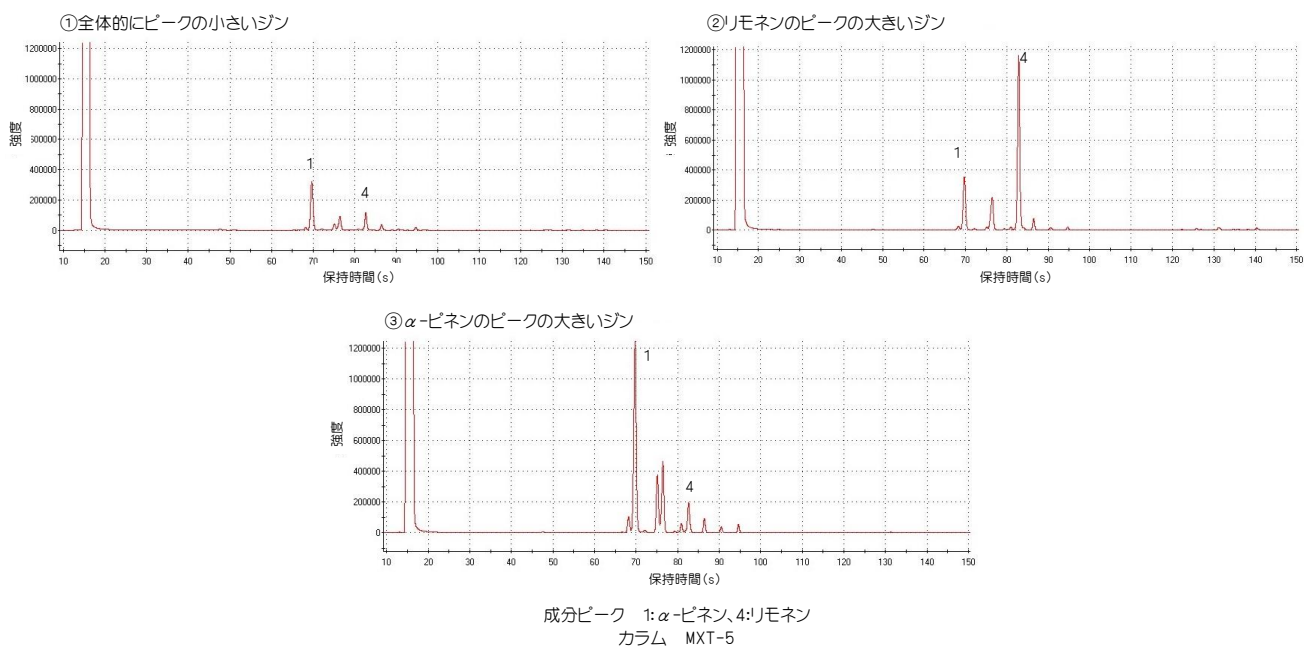


図3 市販品ジンの代表的なクロマトグラム

表2 エタノール濃度による補正值

エタノール (%)	α-ピネン	リモネン
39.0	1.73	1.76
42.0	1.27	1.30
45.0	1.00	1.00
47.0	0.83	0.83
49.0	0.64	0.65

45%エタノールを1とした時の面積比
数値は成分濃度3mg/L、10mg/L、30mg/Lの面積比の平均値

表3 各サンプルのα-ピネン、リモネン含有量

試料名	エタノール (%)	α-ピネン (mg/L)	リモネン (mg/L)
g01	46.9	4.8	4.9
g02	45.1	4.5	4.8
g03	43.3	7.2	4.2
g04	43.7	2.7	4.3
g05	42.5	3.9	9.2
g06	46.9	10.0	58.2
g07	37.6	7.5	7.6
g08	40.0	3.7	2.2
g09	41.7	4.3	18.8
g10	45.7	6.0	5.0
g11	44.8	12.9	4.5
g12	41.0	21.2	6.1
j01	45.4	14.1	42.6
j02	47.4	17.5	34.9
j03	47.2	12.9	56.1
j04	45.1	1.5	34.6
j05	47.0	1.1	31.0
j06	49.1	21.4	8.5
j07	49.0	19.7	7.8
2%ジュニパーベリー抽出液_4時間	45.0	24.7	5.7
2%ジュニパーベリー抽出液_21時間	45.0	50.3	14.4

値を求め補正值とした(表2)。表2の補正值を各サンプルのアルコール濃度に合わせて案分した値で、初めに45%エタノール標準溶液で求めた成分濃度を割って補正後の濃度とした。

エタノール濃度の影響は、エタノール濃度が低いほどヘッドスペースでの成分の揮発量が多くなるため、表2より、2~3%エタノール濃度が下がると、ピーク面積が2~4割増加することが分かった。

市販品ジン、開発ジン、2%ジュニパーベリー抽出液のα-ピネン、リモネンの定量結果を表3に示した。α-ピネンについては量の多いジンで20mg/L程度含まれ、リモネンについては50mg/L以上含まれているジンもあった。α-ピネン、リモネンはジンの主要成分と考えられるが、商品によって大きく違うことが分かった。

2%ジュニパーベリー抽出液についてはα-ピネン、リモネン両方とも21時間抽出が4時間抽出の倍の濃度で含まれていた。

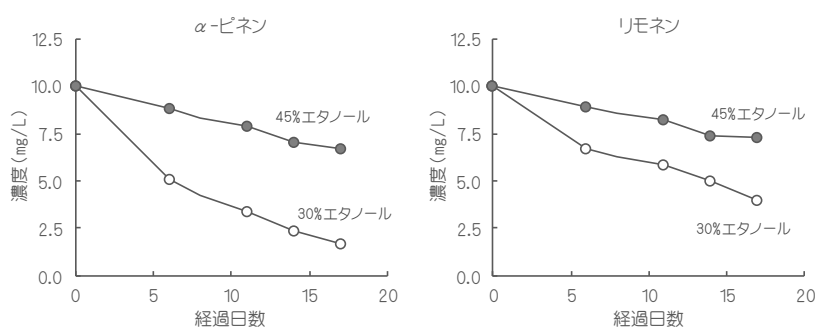


図4 アルコール濃度の違いによるα-ピネン、リモネンの含有量の経時変化

表4 希釈後のα-ピネン、リモネンの含有量 (3週間経過後)

試料名	α-ピネン (mg/L)	リモネン (mg/L)
g06	1.9	10.1
g11	3.7	2.0
g12	4.8	2.4
j01	3.2	8.8
j03	3.1	11.3
j06	5.9	4.4

3-1-3 α-ピネン、リモネンのアルコール濃度による揮散について

α-ピネン、リモネンが希釈することにより、揮散することが分かったため、アルコール濃度の違いによる含有量の経時変化を調べた。30%と45%のエタノール溶液に10mg/Lの濃度でα-ピネン、リモネンを溶かし、それぞれ110mLのバイアルに100mL入れた。数日置きに10mLずつ取って、GCで分析した。結果を図4に示す。45%エタノール溶液では、17日後にα-ピネン、リモネン両成分とも7mg/Lの濃度で保持されたが、30%エタノール溶液では、α-ピネンが2mg/Lまで、リモネンが4mg/Lまで減少した。また、市販品ジンを30%のエタノール濃度に希釈し、3週間経過した後のα-ピネン、リモネンの含有量を分析した結果を表4に示す。両成分は表3の希釈前の含有量から、希釈後3週間で2~5割の濃度まで減少した。モノテルペン類であるα-ピネン、リモネンをジン中に保つためには高いアルコール濃度が必要であることが分かった。

4 まとめ

ジンの香気成分について、市販品ジンの香気成分分析を行い、ジュニパーベリーの香気成分であるα-ピネン、リモネン、ミルセンや泡盛の主成分を確認することができた。

市販品ジンはクロマトパターンから成分量により大きく3つのグループに分けることができた。

ジンの主成分であるα-ピネンとリモネンの定量分析を行い、市販品ジンは含有量が数mg/Lから数十mg/Lと商品によって大きく違うことが分かった。

また、α-ピネンとリモネンはアルコール濃度を下げると大きく減少することが分かり、市販品ジンについても同様に減少した。

今回開発したクラフトジンは市販品ジンと比較してα-ピネンが多く含まれ、ジュニパーベリーの成分が一つの特徴となっていることを確認することができた。

なお本研究は、平成29年度受託研究事業の「泡盛製造技術と沖縄県産素材を生かしたクラフトジンの開発(2017技019)」で行ったものである。

参考文献

- 1) [食べ物] 香り百科事典 日本香料協会 (2007) 264~265p

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターに

ご連絡ください。