

ヒノキを利用した精油の製造と精製技術

岩田在博*, 小川友樹*, 宮崎翔伍*, 中村信利*², 小池英和*³, 松下直美*³

Production and Purification Technology of Hinoki Essential Oils
 Arihiro Iwata, Tomoki Ogawa, Shogo Miyazaki, Nobutoshi Nakamura,
 Hidekazu Koike and Naomi Matsushita

1. 緒言

ヒノキオイルは、ウッディで樟脳様のスパイシーな香りをもつ淡黄色のやや粘度のある液体であり¹⁾、入浴剤や化粧品などの香料に利用されている。

吉川林産興業(株)は県内の山林に生息するヒノキの間伐材を活用し、水蒸気蒸留によってヒノキオイルを製造し香料として販売をしている(図1参照)が、天然物由来の製品のため、色調や芳香成分である α -ピネンの含有量が安定しないという課題があった。



図1 吉川林産興業(株)のヒノキオイル製品

とくに(株)アースクルがヒノキオイルを原料として、入浴剤(浴用化粧品)を製造する際に(図2参照)、香气成分、色調、水分量など品質が安定した製品の供給体制が求められていた。



図2 (株)アースクルの浴用化粧品

本研究では減圧蒸留や吸着処理などの手法を用い、精油を安定的に生産するための精製技術を開発した。またヒノキの葉を利用した精油を試作し、さらに他社の製品との比較も行った。

* 企業支援部環境技術グループ

*² 吉川林産興業株式会社*³ 株式会社アースクル

2. 実験方法

2・1 実験に利用した装置

ガスクロマトグラフおよび質量分析装置は、島津製作所製 GC-2010 Plus および PerkinElmer 製 Clarus 600 C GC/MS を用いた。IR スペクトルは日本分光(株)製 FT/IR-6300 で測定を行った。

2・2 実験に利用した原料

ヒノキは県内で採集されたもの(図3参照)を細断して用い、常圧で水蒸気蒸留を行い、留出液を脱水してオイルを得た。



図3 山口県産のヒノキ

精油の製造に用いられる水蒸気蒸留法は、図4に示すように香气成分を含む原料に水蒸気を通じて香气成分を留出させ、冷却器で凝縮してから精油と水(芳香蒸留水)に分離する手法である^{1,2)}。

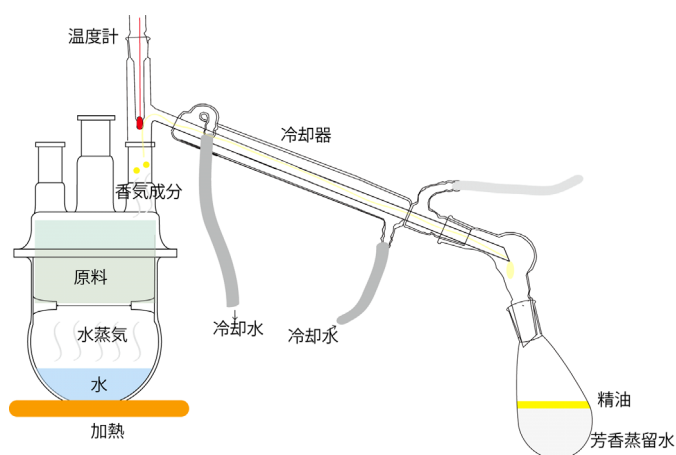


図4 水蒸気蒸留法による精油の製造

3. 実験結果

3・1 ヒノキオイルの成分分析

ヒノキオイルのガスクロマトグラフチャートを図5に示す。成分は、 α -ピネンなどのモノテルペン類 (C_{10})、カジネン、カジノールなどのセスキテルペン類 (C_{15}) など多くの有機化合物を含んでいる。

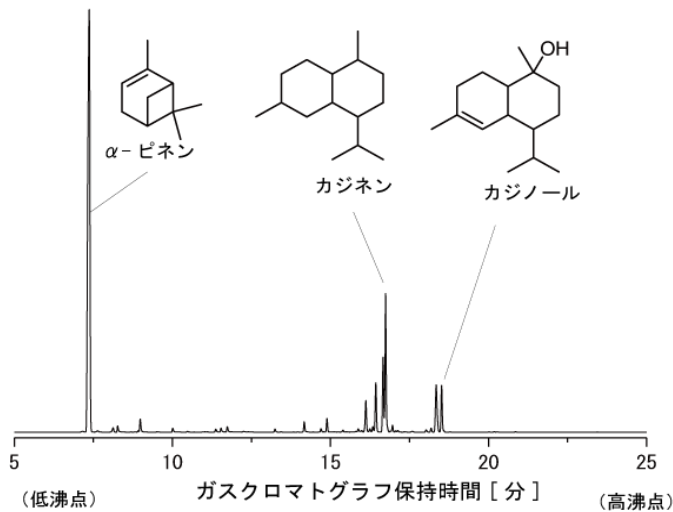


図5 ヒノキオイルのGCチャート

本研究では、①ヒノキオイルの主成分であること、②低沸点のため香りの第一印象として残りやすいこと、③4員環構造を持つため化学的に不安定であり劣化等の指標となること、④含有量が少ない製品は不合格品となる傾向がみられることの原因から、 α -ピネンの含有量に着目して分析を行うこととした。

実際に吉川林産興業(株)で製造されたヒノキオイルを分析すると、 α -ピネンの含有量は23%~59%と一定しなかった。とくに水蒸気蒸留後数年間経過したものは、 α -ピネンの含有率は低かった。

3・3 ヒノキオイルの蒸留精製

ヒノキオイル (α -ピネン含有率 38%) を減圧蒸留し、 α -ピネンの分離を試みた。50 mmHg の条件で 50~70 °C の留分を回収すると、 α -ピネンを 97% の純度で得られた。蒸留釜の残留物はカジネン、カジノールを含む主にセスキテルペン類からなる高沸点成分で、 α -ピネンの含有率はわずか6%であった。減圧蒸留によりヒノキオイルから α -ピネンを高濃度に含む精油を分離することができた(図6)。

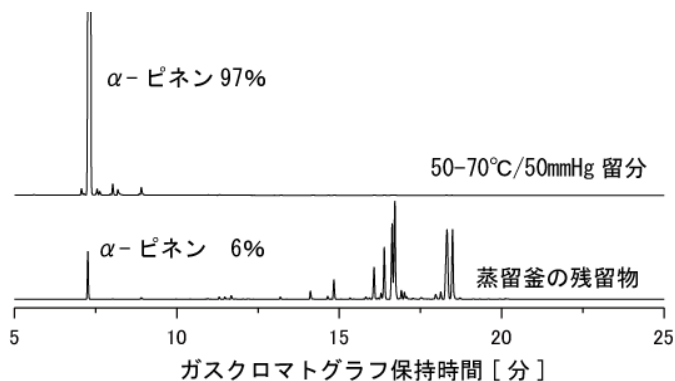


図6 蒸留により分離した精油のGCチャート

ヒノキオイルは、通常淡黄色の液体であるが、原材料の状態や水蒸気蒸留の条件により赤褐色となることがある。減圧蒸留(沸点~88 °C/1 mmHg)することで、 α -ピネンの含有率を変えずに脱色されたヒノキオイルを得ることができた(図7)。

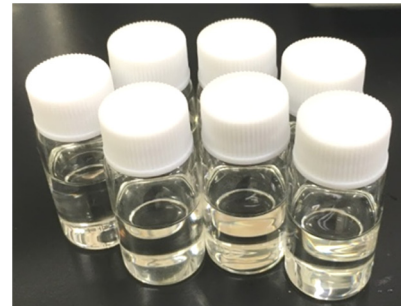


図7 脱色されたヒノキオイルのサンプル

水蒸気蒸留された精油をさらに減圧蒸留するとコストがかかるが、脱色されたヒノキオイルが製造されていないことから、新たな商品展開が可能となるものと考えられる。

3・4 吸着処理による脱色

赤褐色となったヒノキオイルを精製する手法として吸着処理を検討した。エタノールを展開溶媒としたシリカゲルカラムによる分離によって、 α -ピネンの含有率をほとんど変えることなく、脱色されたヒノキオイルと着色成分が濃縮されたヒノキオイルに分離することも可能となった(図8)。

α -ピネンの含有率が異なるヒノキオイル、また色調の異なるヒノキオイルを保有し、製品の規格外である精油に混合することで規格内の製品とすることが可能となった。

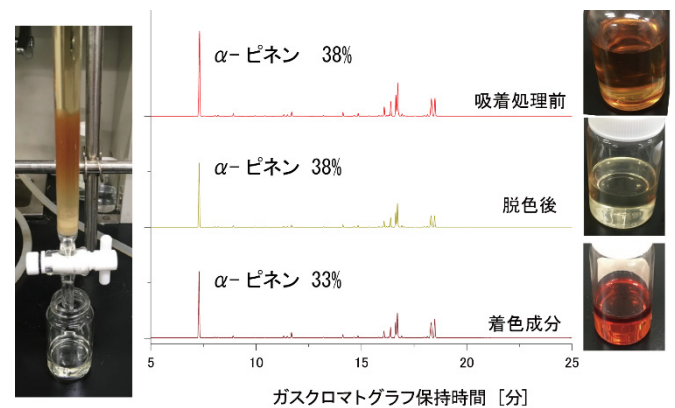


図8 吸着処理によるヒノキオイルの脱色

3・5 ヒノキの葉から精油の試作

ヒノキは、幹からだけでなく葉や根からも精油を得ることが可能であり、葉の精油はフレッシュで強い樟脳の香りをもつとされ、香料の他、床みがき剤や殺虫剤にも使用されている¹⁾。山口県産のヒノキの葉を入手することができたので(図9)、精油の試作を行った。



図9 山口県産のヒノキの葉

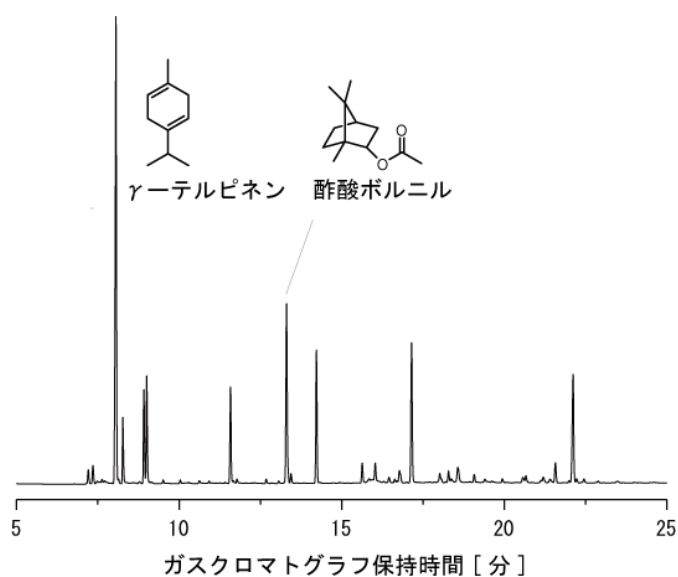


図10 ヒノキの葉から得た精油のGCチャート

ヒノキの葉 50.2 g を常圧で水蒸気蒸留し、留出液を脱水することで 0.2 g (収率 0.4%) の精油を得た。精油の成分分析を行うと、幹から得られたヒノキオイルとは異なり、 γ -テルピネンや酢酸ボルニルを多く含んでおり、 α -ピネンの含有量は 1% 程度であった (図 10)。

3・6 他社製品との比較

ヒノキオイルは各社から香料として市販されており、そ

の中から入手可能な 7 社のヒノキオイルを比較した。ヒノキの幹に由来するオイルが 5 社 (A~D 社および吉川林産興業(株))、米ヒノキ由来のオイルが 1 社 (E 社)、葉に由来するオイルが 1 社 (F 社) であった。ヒノキの幹に由来するオイル 5 社の中で、吉川林産興業(株)の製品は α -ピネンの含有量は比較的高濃度で、バランスの良い精油であることが分かった。

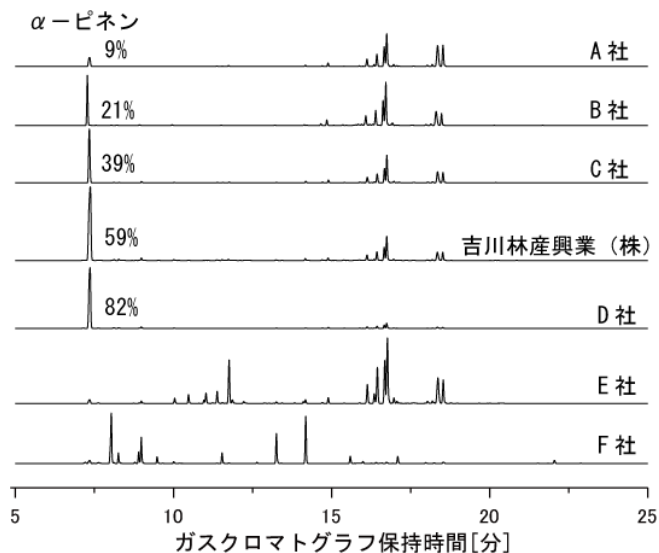


図11 各社のヒノキオイルの比較

4 結 言

ヒノキオイルの香気成分や色調が安定した製品の製造技術確立した。減圧蒸留や吸着処理により脱色されたヒノキオイルを製造できることが分かった。他社のヒノキオイルと比較すると山口県産のヒノキオイルは、香気成分である α -ピネンを多く含んだバランスの良い精油であることが分かった。ヒノキの葉を水蒸気蒸留したところ、幹から得られる香気成分とは異なり、 γ -テルピネンや酢酸ボルニルを含んだフレッシュで樟脳の香りを持つ精油が得られた。

なお、本研究の成果の一部は、日本化学会第 98 春季年会で発表した。

参考文献

- 1) 朝倉邦造：香りの総合事典，日本香料協会編(1998)。
- 2) 小澤美奈子：化学辞典，東京化学同人 (1994)。