

[成果情報名]牛肉中の甘い香りを含む揮発性物質を迅速・簡便に測定する方法

[要約]融解した僅か 0.2g の脂肪を用いて、加熱時に生じる香りを微量固相抽出ファイバーにより採取する。これを GCMS 分析することで、酸化臭（アルデヒド類）、牧草臭（テルペノイド類）、甘い香り（ラクトン類やエステル類）などを測定することができる。

[キーワード]牛肉、香り、SPME、GCMS、揮発性物質

[担当]東北農研・日本短角研究チーム

[代表連絡先]電話 019-643-3433

[区分]東北農業・畜産、畜産草地

[分類]研究・普及

[背景・ねらい]

食肉の香りは品質評価のうえで極めて重要な要素である。一般的に香気分析には数百グラムのサンプルと数時間の抽出作業が必要であるが、近年開発された微量固相抽出 (SPME) ファイバーは、少量サンプルで短時間に抽出作業ができることから様々な分野で使用されている。しかし何を分析するかによって抽出条件を検討する必要がある。そこで、本成果情報は SPME による脂肪を含む牛肉の香気分析法の開発を目指したものである。

[成果の内容・特徴]

1．図 1 に従って調製し、融解した脂肪 0.2g を 10mL のボトルへ移す。図 2 に示した装置を用いてボトルを 100℃ に加熱して、発生する揮発性成分をヘリウムガスパージにより SPME ファイバー (DVB/CAR/PDMS) で 30 分間採取し直ちに分析することが出来る。分析装置は DB-5MS カラム (30m × 0.32mm × 1.0 μ m) を装着した GCMS により行う。

2．成分の同定はマススペクトルライブラリーとの類似度および既報または標準品のリニアリテンションインデックス値 (LRI) との比較により実施する。表 1 に同定された成分と変動係数 (CV%) による再現性を示す。ラクトン類は類似度が低い、標準品の LRI と固有イオンから同定が可能で、固有イオンによる測定で低い CV を得ることが出来る。ただし、 α -ヘキサデカラクトン及びフィテン 1 は標準品や文献値がなく LRI による比較は行っていない。

[成果の活用面・留意点]

1．表 1 に示した物質以外にも、甘い香りとして 2-ペンチル-フラン (LRI=992) やブチロラクトン (LRI=917) が検出されることもある

2．アルデヒド類の測定が出来るので脂質酸化の程度も同時に判断できる。

3．微量サンプルで分析できることから、高価な牛肉に対する調査や香り発生のメカニズムの研究、また、バイオプシサンプルでも分析が可能なることから生体での挙動など様々な場面での活用が期待される。

4．定量分析の場合は、標準品を用いて検量線を作成する必要があるが、酸化防止剤など人為的に高濃度の物質を添加したサンプルでは添加量が SPME の捕集能力を超えることがあり、正しい検量線が作成出来ないことがあるので注意を要する。

[具体的データ]

脂肪または脂肪を含む牛肉を細切
 ↓
 試料と同量の蒸留水を加える
 ↓
 沸水中で10分間加熱
 ↓
 デカンテーションにより脂肪層を回収
 ↓
 3,000rpmで1分間遠心分離
 ↓
 上澄をガラスピペットで採取し0.20gを
 ガラスバイアルへ
 ↓
 図2に示す装置にセットする

図1. 試料調製法

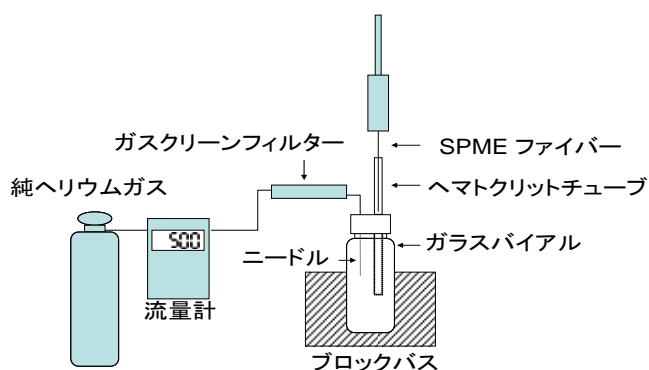


図2. 動的ヘッドスペース採取法

表1. 日本短角牛の脂肪より同定された揮発性物質

LRI	物質名	類似度 (%)	CV(%) n=3	LRI	物質名	類似度 (%)	CV(%) n=3
(アルコール類)				(テルペノイド類)			
769	ペンタノール	94	5.7	1785	フィテン1	NR ²⁾	5.4
871	ヘキサノール	91	5.1	1806	フィタン	96	5.7
982	1-オクテン-3-オール	91	12.2	1830	フィテン2(異性体1)	95	4.9
1031	2-エチル-ヘキサノール	94	15.3	1838	ネオフィタジエン	95	9.3
1074	オクタノール	90	11.5	1843	フィテン2(異性体2)	96	6.8
1080	4-メチル-フェノール	94	0.7	(ラクトン類)			
1174	ノナノール	82	2.0	1266	γ-オクタラクトン	(7.7) ¹⁾	
(アルデヒド類)				1371	γ-ノナラクトン	(7.2) ¹⁾	
803	ヘキサナール	94	4.2	1691	γ-ドデカラクトン	<80	7.5 (9.3) ¹⁾
856	2-ヘキサナール	82	5.7	1506	δ-デカラクトン	83	17.0 (3.3) ¹⁾
905	ヘプタナール	96	7.4	1721	δ-ドデカラクトン	82	9.2 (3.3) ¹⁾
961	2-ヘプタナール	90	1.9	1938	δ-テトラデカラクトン	<80	25.7 (2.0) ¹⁾
970	ベンズアルデヒド	97	13.1	2154	δ-ヘキサデカラクトン	NR ²⁾	10.1 (1.1) ¹⁾
1006	オクタナール	96	1.2	(エステル類)			
1063	2-オクテナール	90	1.2	1035	ブタン二酸ジメチル	<80	2.2
1108	ノナナール	96	5.3	1139	ペンタン二酸ジメチル	90	26.4
1165	2-ノネナール	93	4.6	1396	デカン酸エチル	94	3.4
1210	デカナール	90	3.2	1794	テトラデカン酸エチル	91	7.8
1268	2-デセナール	87	2.3	1994	ヘキサデカン酸エチル	84	7.4
1371	2-ウンデセナール	82	16.9	1975	9-ヘキサデセン酸 エチル	93	0.4
1414	ドデカナール	86	5.1	2171	9-オクタデセン酸エチル	87	4.1
1517	トリデカナール	84	28.5	(炭化水素)			
(ケトン類)				1200	ドデカン	95	5.1
842	4-ヒドロキシ-4-メチル-2-ペンタノン	95	4.5	1300	トリデカン	95	4.3
986	2,3-オクタンジオン	92	12.7	1400	テトラデカン	95	4.3
(酸)				1500	ペンタデカン	97	4
1170	オクタン酸	93	3.4	1602	ヘキサデカン	97	6.7
1266	ノナン酸	83	5.2	1699	ヘプタデカン	97	6.8
1366	デカン酸	96	16.2	1799	オクタデカン	98	4.9
				1899	ノナデカン	93	30.8

1) 括弧内の数値はシングルイオン(m/z=85 or 99, その他はトータルイオン(m/z=29~350)による測定

2) NRはライブラリーに登録されていないため手動により判定。

3) フィテン1、δ-ヘキサラクトン以外の物質は文献又は標準品によりLRI値が類似していることを確認済み。

4) GCの条件は カラム入口圧: 50kpa, インジェクションポート: 260°C

オープン温度: -10°Cで3minクライオフォーカス後、1minで40°Cとし290°Cまで5°C/minで昇温。

[その他]

研究課題名: 公共草地を基軸とした日本短角種等の放牧型牛肉生産と地域活性化方策

課題 ID: 212-d-03

予算区分: えさプロ、有機短角、基盤研究

研究期間: 2006~2008年度

研究担当者: 渡邊彰、樋口幹人、柴伸弥、今成麻衣、上田靖子(北農研)

発表論文等: A.Watanabe et al., 2008. Journal of Food Science, 73(5), 1220-1225