

卒業論文要旨

溶媒抽出によるユズ種子粉の油回収条件の実験的検証

システム工学群

ものづくり先端技術研究室 1220174 山添 暖十

1. 序論

1.1 研究背景

馬路村農業協同組合(以下、馬路村農協)は、ユズの果肉や果皮を利用した食品等を生産している。しかし、ユズに含まれている種子(以下、ユズ種子)は廃棄物として扱われていた。そこで、新たな活用法として、ユズ種子に含まれる油(以下、ユズ種子油)に着目し、高知大学医学部の溝渕らと油の成分について共同研究を進めて来た。その結果、ユズ種子油には、リモニン、ノミリン、オバクノン(以下、リモノイド)という機能性成分が含まれていることが判明した。この研究成果を踏まえ、機能性成分を多く含んだユズ種子油生成システムの確立が求められている。

馬路村農協では、スクリー式プレス法の圧搾機を用いて、ユズ種子を圧搾し、油を回収している。その際に圧搾機から排出される搾油残渣の含油率(ユズ種子に対する油の重量割合)は約 12.3%である。先行研究⁽¹⁾によりユズ種子の含油率は約 25.8%と明らかになっているため、ユズ種子の油量に対して約 47.7%の油が搾油残渣に残存している。そこで、圧搾法に加えて搾油残渣に含まれる油を回収するため、溶媒抽出法に着目した。

1.2 研究目的

本研究では、搾油残渣を微粉末にした種子粉をサンプルとして、溶媒抽出した際の溶媒量や抽出時間等が油抽出量に及ぼす影響を実験的に検証した。また、ユズ種子油を溶媒抽出した際、リモノイドに及ぼす影響が不明であるため検証した。

2. 種子粉の含油率測定

2.1 研究目的

種子粉の含油率を明らかにするため、溶媒抽出法の一つであるソクスレー抽出法を用いて実験的に調べた。

2.2 実験方法

種子粉 5g をサンプルとして、有機溶媒にはヘキサン(ナカライテスク製)300ml を用いて、ソクスレー抽出機(桐山製作所製、EX86-2-3)を 10 時間稼働させた。抽出は 6 回行い、平均値を得た。

2.3 実験結果と考察

ソクスレー抽出実験で得られた種子粉の含油率測定の結果を表 3-2 に示す。種子粉には約 11.6%の油が含有しており、平均値の最大最小誤差は 0.3%以内であった。

種子粉の含油率とこれまでに調べられている搾油残渣の含油率を比較すると約 0.7%低くなっていた。この理由として、粉碎機内部への残存していたことが考えられる。馬路村農協では搾油残渣を粉碎する際に気流粉碎機を使用してい

る。気流粉碎機とは、搾油残渣同士を衝突させ粉碎する機器である。そのため、搾油残渣を粉碎する段階で、装置内壁に搾油残渣が衝突し、油が装置内部に付着したため含油率が低下した。

Table 1 Oil content

	1st	2nd	3rd	4th	5th	6th	average
Oil content [%]	11.74	11.60	11.39	11.51	11.82	11.71	11.63

3. 種子粉溶媒抽出における溶媒量と油回収率の関係

3.1 研究目的

前項ではヘキサン 300ml に対し、種子粉 5g をサンプルに実験を行った。しかし、実用化を考慮すると、大量の有機溶媒や種子粉が必要になる。そこで、溶媒量に対して油の抽出量を明らかにすることを目的とし、調査を行った。

3.2 実験方法

溶媒抽出法の一つである浸漬方式の実験を行った。種子粉 2.5g とヘキサンをビーカーに入れ、加熱攪拌ドライバス(アズワン株式会社製、HDBS-6)を用いて、15 分間 500rpm で攪拌させ、油を溶出する。攪拌後、円筒ろ紙(Advantec 製、No84, ID31mm, OD35mm, L120)を用いて溶液中の種子粉を分離する。その後、ヘキサンと油の混合液を加熱することで、ヘキサンを蒸発させ油のみにする。得た油の重量を基に油回収率(種子粉の含油率に対して抽出された油の重量割合)を算出した。ヘキサンの量は 50, 60, 75, 100, 125, 150ml で実験を行った。

3.3 実験結果と考察

抽出に使用したヘキサン量と油回収率の関係を図 1 に示す。ヘキサン量を増やすと油回収率も増加した。理由として、

ヘキサン量が多

い場合、溶出し

た油の濃度が低

くなり、単位時

間あたりの油抽

出量(以下、抽

出速度)は増加す

る。そのため、

抽出時間 15 分の本

実験では油回収

率に差が見られ

た。また、ヘキサ

ン量 125ml と

150ml における

油回収率の差は

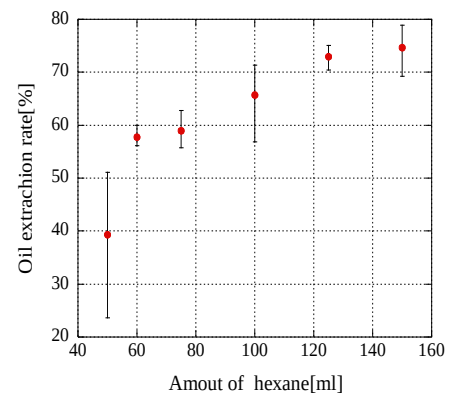


Fig. 1 Relationship between Amount of hexene and oil extraction rate

1%以内と微小であり、油回収率の増加は 80%で収束する傾向となった。このことから、ヘキサン量増加による抽出速度の促進には限界があることが予想される。すなわち、油回収率を増加させるためには抽出時間を考慮する必要がある。次に、ヘキサン量に対して抽出された油量(以下、ヘキサン効率)を評価した。ヘキサン量とヘキサン効率の関係を図2に示す。

ヘキサン量が 60ml のときにヘキサン効率が約 0.32%と最も高く、ピーク値をとった。したがって、抽出に使用するヘキサン量 60ml に対して種子粉 2.5g の比率 ($4.17 \times 10^{-2} \text{g/ml}$) とすることで、ヘキサン量に対して抽出できる油量が最も多くなった。

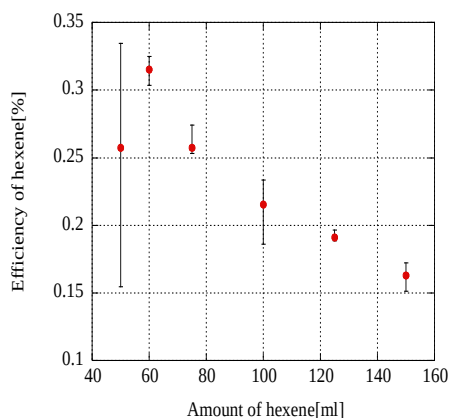


Fig. 2 Relationship between amount of hexene and efficiency of hexene

4. 種子粉溶媒抽出における抽出時間と油回収率の関係

4.1 研究目的

抽出時間が油回収率に及ぼす影響を把握するため、実験的検証をした。

4.2 実験方法

第 3 章と同様に浸漬方式実験で実験したため実験方法は省略する。種子粉 2.5g、ヘキサン量はヘキサン効率が最も高い値となった 60ml を使用した。抽出時間は 10s、60s、300s、900s、1800s、3600s で実験を行った。

4.3 実験結果と考察

抽出時間と油回収率の関係を図3に示す。なお、900 秒のデータは図1の実験データを引用した。時間経過とともに油回収率は増加する傾向であった。また、抽出時間 1800 秒と 3600 秒における油回収率の差は 1%以内と微小であり、油回収率の増加は 62%に収束した。

ユズ種子油は、種子粉内にヘキサンが浸透し、ヘキサン中に油が溶出することで抽出される。抽出時間の経過とともにヘキサン中の油量は増加するため、ヘキサンに対する油の濃度は抽出時間に伴い増加する。そのため、単位時間当たりの油抽出量は抽出時間とともに減少することが予測される。したがって、抽出時間の増加に伴い、油回収率は収束したと考えられる。

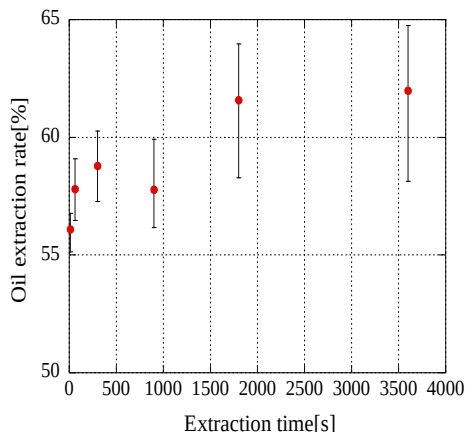


Fig. 3 Relationship between extraction time and oil extraction rate

5. 溶媒抽出で抽出される油の成分分析

5.1 研究目的

種子粉を溶媒抽出することでリモノイドに及ぼす影響を検証した。また、先行研究⁽¹⁾により油を加熱することでリモノイドがより多く抽出されることが確認されている。そのため、抽出時に加熱を行うことでリモノイドに及ぼす影響を検証した。

5.2 実験方法

油は 3 章と同様の浸漬方式にて抽出した。種子粉 2.5g、ヘキサン 60ml の比率を基にし、雰囲気温度 25°C と加熱温度 60°C の条件で、10ml の油を抽出した。

その後、高知県工業技術センターにてリモノイドの分析を行った。

5.3 実験結果と考察

リモノイド含有量の結果を図4に示す。油抽出時に加熱することで、リモニン は約 1.5 倍、ノミリンは約 6.5 倍、オブアクノンは約 4.7 倍抽出することができた。そのため、加熱が有効である結果を得た。今後は抽出時の加熱時間や、加熱温度がリモノイドに及ぼす影響を調査する必要がある。抽出時に加熱することで、種子粉とヘキサンは少量でリモノイドを多く抽出できる。そのため、抽出時に加熱することは効果的である。しかし、現代社会において、エネルギー問題は避けて通ることができない課題である。抽出時、加熱をするより多くのエネルギーが必要である。したがって、油を抽出する際には、太陽光発電で補う等の考慮が必要である。

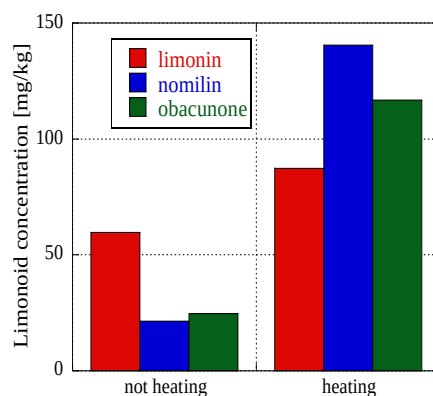


Fig. 4 Limonoid concentration

6. 結論

ヘキサンの単位量あたりに最も抽出効率の良い種子粉は $4.17 \times 10^{-2} \text{g/ml}$ であった。このとき、種子粉に含有する油の 61.6% が回収可能である。馬路村農協にて圧搾機から回収している油の回収率 52.3% と合わせると、ユズ種子に含まれる油の 80.0% の回収が可能となる。また、溶媒抽出時間についての実験から種子粉を 30 分間浸漬させることが有効である。しかも、ヘキサンを加温した状態で浸漬させると機能性成分の存在割合が油に増す傾向が得られた。以上のことから、圧搾機に溶媒抽出法を組み合わせることの効果が明らかとなった。

参考文献

- (1) 中本貴也, “ユズ種子油生成システム構築に向けた油抽出法”, 高知工科大学院工学研究科基盤工学専攻知能機械工学コース修士論文 (2021).
- (2) 川村優太, “機能性含有のユズ種子油生成システムについての開発”, 高知工科大学院工学研究科基盤工学専攻知能機械工学コース修士論文(2020)