

ユズ種子油生成システム構築に向けた油抽出法の検討

Examination of Oil Extraction Method for Construction of System to Produce Yuzu Seed Oil

知能機械工学コース

ものづくり先端技術研究室 1245018 中本 貴也

1. 緒言

高知県のユズ生産量は全国で最も多く、全国の 52.9%を占める¹⁾。ただし、農家の減少等の問題から生産量の頭打ちが危惧されている²⁾。この状況を鑑みて、ユズの機能性を活かした商品を創出し、1次産業への活性化の還元を見据えた研究が進められている。その中でも馬路村農業協同組合(以下、馬路村農協)は廃棄物として扱われていたユズ種子に着目し、高知大学医学部と高知工科大学と共同研究を行い、有効性の確認を進めてきた。その結果、ユズ種子に含有する油(以下、ユズ種子油)は抗酸化能³⁾や塗布による乾燥性皮膚炎による悪影響の抑制効果⁴⁾が溝渕らにより見い出され、機能性を考慮した生産のシステム化に向けた研究開発を進めている。

本研究はユズ種子油の生成において高回収率また機能性成分を十分に含有した油成分を得るためのシステム構築に向けた基礎研究の位置づけである。当初はユズ種子に油成分がどの程度含有しているかが不明であったため馬路村農協での油の回収効率(以下、油回収率)についても定量化することが不可能であった。そのため、ユズ種子の構成成分割合を求める実験と馬路村農協の油回収率を把握するため実験を行うなどの基礎データの収集を行った。次に、圧搾法と高油回収率に着目した実験を行った。具体的には、油圧プレス機を用いた簡易的な圧搾実験を行い、圧搾に適した条件を調べた。また、加圧後の空隙率に着目し、油回収率と空隙率の関係を把握する実験的検証を行った。

2. ユズ種子の構成割合

2. 1 実験方法

重量計(SHIMADZU 製, AUX220)を用いて種皮と胚乳の重量を測定し、重量比を求めた。次に、胚乳内部に存在する水分、油成分の重量を測定した。水分は水分計(METTLER TOLEDO 製, HB43)で測定した。次に、油成分の測定を行った。実験フローを図1に示す。

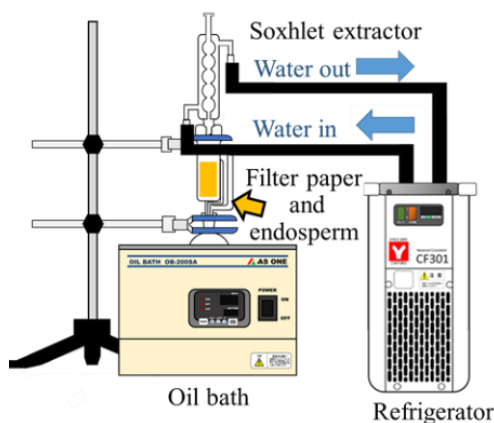


Fig.1 Experimental flow of Soxhlet extraction

本実験ではソクスレー抽出機(霧島製作所製)とヘキサン(純度 97%)を用いて 5g の粉碎胚乳から溶媒抽出を行い、油のみを得た。粉碎胚乳とは胚乳を市販ミキサー(TESCOM 製, TML162)で粉碎し、JIS 規格 850 μ m のふるいで分級したものである。そして、抽出後の油重量から油成分の重量割合を求めた。

2. 2 実験結果

実験結果を図2に示す。

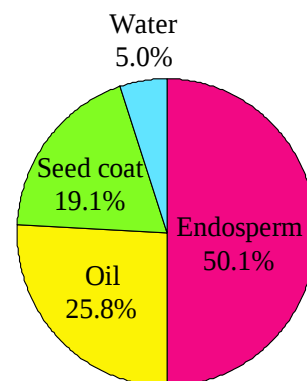


Fig.2 Composition of yuzu seeds

胚乳固形物が 50.1%、油成分 25.8%、種皮 19.1%、水分 5.0%であることを確認した。油成分の重量割合を油率とし、今後の実験ではこれを基に油回収率を求める。

3. 馬路村農協での油回収率

3. 1 実験方法

ソクスレー抽出を用いて搾油残渣の含油重量を測定し、馬路村農協の搾油工程における油回収率を求めた。搾油残渣とは馬路村農協の圧搾工程で生成される搾油後のユズ種子である。

3. 2 実験結果と考察

油回収率は 55.0%になることを確認した。一般的に圧搾法は油回収率が約 80~90%高い結果が出るのだが⁵⁾⁻⁸⁾、本実験の結果はそれよりも小さい値となった。これは、圧搾前の下処理の有無による影響と推測した。工業的な圧搾では粗砕や圧遍を事前に行い、抽出の促進を行う⁹⁾。しかし、本実験で使用したユズ種子はそれを行わずに圧搾していたため油回収率が低くなったと考えられる。

4. 圧力と油回収率の関係

4. 1 実験方法

胚乳 1g に軸方向の圧力を加えたときの油の回収率を求めた。水分計(METTLER TOLEDO 製, HB43)で水分を除去した粉碎胚乳をろ紙(ADVANTEC 製 No. 2)に包み, ろ紙の上から油圧プレス機(WEIMALL 製, AT019MP12R-car)を用いて加圧をした。そして, 胚乳から油が抽出され, その油がろ紙に吸着される。このときのろ紙の増加重量を回収油重量とし, そこから油回収率を求めた。

4. 2 実験結果と考察

圧搾による油回収率を図 3 に示す。

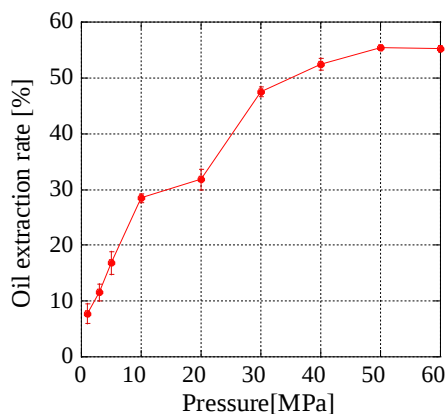


Fig.3 Pressure and oil extraction rate

油回収率は圧力とともに上昇し, 50MPa から 60MPa で油回収率が 55.8%で収束した。油回収率が収束した要因として粉碎胚乳内部の空隙による影響と推測する。空隙にユズ種子油が液架橋¹⁰⁾を作ることで, 粉碎胚乳間に保持されてしまい油回収率の収束が発生したと考えた。そのため, 空隙を操作することで油回収率を向上することが可能と推測し, 空隙と油回収率の関係を把握するための実験的検証を確認する必要がある。

5. 粉碎胚乳の空隙率測定

5. 1 実験方法

まず, 空隙を含めた粉碎胚乳の体積を測定した。実験ではゲーリュサック瓶(アズワン製, 50ml)を用いた。ゲーリュサック瓶に粉碎胚乳を満杯になるまで投入し, このときの粉碎胚乳の重量を測定した。このときの粉碎胚乳重量とゲーリュサック瓶の容積から単位質量当たりの体積を求め, これを基に空隙を含んだ粉碎胚乳体積を算出した。

次に, 空隙を除去した粉碎胚乳体積の測定を行った。粉碎胚乳 1g をゲーリュサック瓶に投入し, その後, 蒸留水(ナカライテスク製, 0.997g/cm^3)をゲーリュサック瓶が満液になるまで投入する。次に, 真空デシケーター(ASONE 製, 240GA-2 型)とドライ真空ポンプ(ULVAC 製, DTC-21)を用いて 2 時間減圧し, 粉碎胚乳内の空気を除去した。空気が抜けきるとゲーリュサック瓶内部の水位が下がるため, 再び満液になるまで蒸留水を投入した。このときの蒸留水と粉碎胚乳の重量を測定し, そこから空隙を除去した際の粉碎胚乳の体積を求めた。これらの実験から得た単位質量あたりの空隙を含んだ粉碎胚乳体積と単位質量あたりの空隙を除去した粉碎胚乳体積の比から空隙率を導出した。実験は各 3 回行った。

5. 2 実験結果

粉碎胚乳の空隙率を表 1 に示す。

Table 1 Porosity of crushed endosperm				
	1	2	3	Average
Porosity [%]	60.8	61.9	62.0	61.6

空隙率は 60~62% で収束し, 平均して 61.6% であった。この値を基準とし, 加圧後の空隙率変化を確認する。

6. 圧力と空隙率の関係

6. 1 実験方法

加圧後の粒子層高さを測定し, 空隙率を求めた。実験では粉碎胚乳 1.5g をステンレス架台に置き, 上からラップをかける。次に, 油圧プレス機(WEIMALL 製, AT019MP12R-car)を用いて粉碎胚乳の加圧した。そして, 加圧後の粒子層高さを膜厚計(ElektroPhysik 製, MiniTest725 / SensorNo.7)で測定し, 加圧前後の粒子層高さから空隙率を導出した。

6. 2 実験結果と考察

実験結果を図 4 に示す。

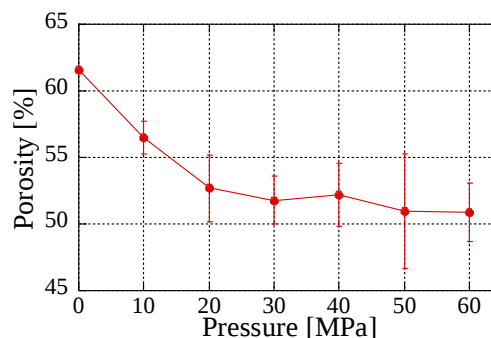


Fig.4 Pressure and porosity

空隙率は 0~20MPa の範囲で下がり, 20MPa 以上では傾向が緩やかになり, 50MPa と 60MPa では空隙率が 51.7% で収束した。また, 空隙率を基に空隙体積を求め, 空隙体積から油回収率を導出したものを図 5 に示す。

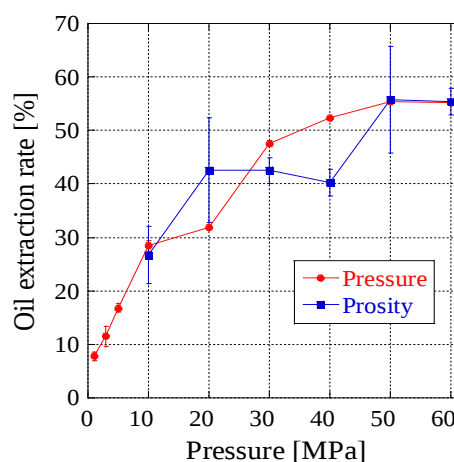


Fig.5 Comparison of pressure and oil extraction rate

圧力による油回収率と空隙率から求めた油回収率は近い傾向を示した。このことから空隙と油回収率には相関があり、空隙の低減で高油回収が可能と推測し、空隙を低減可能な圧搾法について検討する必要がある。

7. 加圧回数と空隙率の関係

7. 1 実験方法

加圧後の粒子層高さを測定し、空隙率を求めた。実験では粉碎胚乳 1.5g をステンレスの架台に置き、ラップをかける。次に、油圧プレス機(WEIMALL 製, AT019MP12R-car)で粉碎胚乳へ 10MPa で 1 分間加圧した。そして、減圧し再び 10MPa で 1 分間加圧をした。加圧回数を 1 回から 4 回で操作し、測定した。その後、加圧後の粒子層高さを膜厚計(ElektroPhysik 製, MiniTest725 / SensorNo.7)で測定し、加圧前後の粒子層高さから空隙率を求めた。

7. 2 実験結果と考察

図 6 に実験結果を示す。

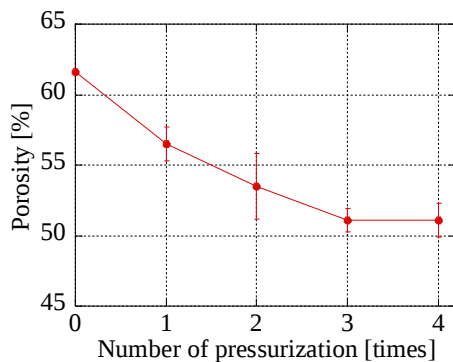


Fig.6 Pressurization frequency and porosity

加圧回数 1 回から 3 回では空隙率は減少し、4 回目では 3 回目と空隙率が不変となり、51.5%付近で収束した。この結果は第 6 章の 50MPa から 60MPa の 1 回加圧後の空隙率 51.7% に近い値であったため、空隙率の低減には加圧回数の増加や 10MPa 以上の圧力で複数回加圧が効果的と推測した。

8. 平織金網を用いた油回収率実験

8. 1 実験方法

油圧プレス機(WEIMALL 製, AT019MP12R-car)を用いて、粉碎胚乳から抽出される油重量の測定した。粉碎胚乳 1g を水分計(METTLER TOLEDO 製, HB43)で水分を除去し、ステンレス架台に平織金網(ステンレス製 80 mm×80 mm)を 3 枚置き、その上に粉碎胚乳を乗せた。そして、油圧プレス機で加圧した。加圧圧力は 10MPa から 60MPa まで 10MPa 間隔で変化させ、加圧時間は 1 分で測定を行った。加圧後の平織金網の増加重量とステンレス架台等に付着した油を採取し、それらの総合した重量から油回収率を求めた。

8. 2 実験結果と考察

第 4 章で求めた油回収率と本章で得られた油回収率を比較したものを図 7 に示す。油回収率は圧力とともに向上し、50MPa から 60MPa の範囲で 44.5%に収束した。本実験の油回収率は第 4 章で得た油回収率よりも低くなった。これはろ紙と平織金網の吸着力の影響ではないかと推測した。ろ紙等の多孔性物質は毛管力によって油を吸着するが¹¹⁾、平織金網は油を吸着しないため油回収率が低くなったと考えられる。

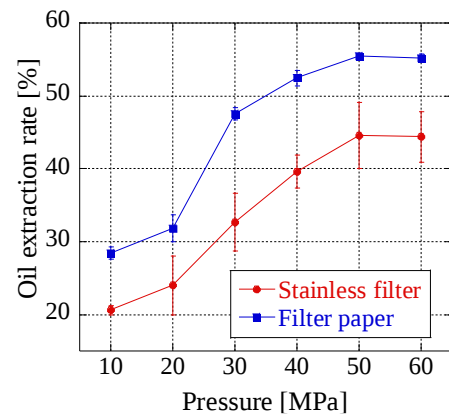


Fig.7 Pressure and oil extraction rate

9. 複数加圧時の油回収率

9. 1 実験方法

油圧プレス機(WEIMALL 製, AT019MP12R-car)を用いて、粉碎胚乳から抽出される油重量の測定を行った。粉碎胚乳 1g を水分計(METTLER TOLEDO 製, HB43)で水分を除去した。次に、ステンレス架台の上に平織金網(ステンレス製 80 mm×80 mm)を 3 枚置き、その上に粉碎胚乳を載せた。そして、油圧プレス機で 1 分間加圧した。1 分間加圧後に減圧を行い、再び同圧力で加圧した。本実験では圧力を 10MPa と 60MPa の 2 パターンで測定した。

9. 2 実験結果と考察

図 8 に実験結果を示す。

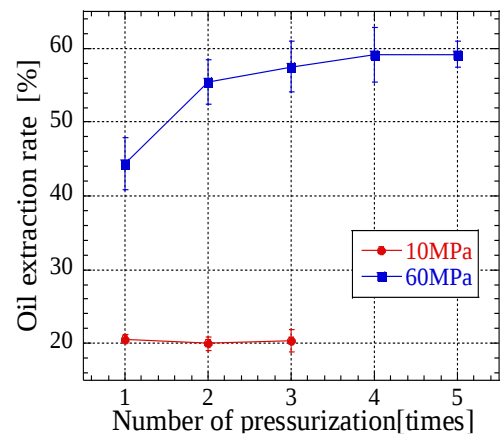


Fig.8 Pressurization frequency and oil recovery rate

10MPa は加圧回数を増しても油回収率の変化が起こらず、20.3%で収束した。それに対して、60MPa では 4 回加圧までは油回収率が増加し、それ以降は 59.2%で収束した。10MPa の複数加圧は空隙の低減には効果的であることが 7 項にて把握している。以上のことから、空隙率の低減操作による油回収率の向上は見込めない。

10MPa と 60MPa において油回収率の傾向がそれぞれ異なった。これは、細胞の破壊状況によるものと推測した。植物は細胞壁、細胞膜という組織の内部に油が存在している¹²⁻¹³⁾。そのため、油を流出させるには細胞壁と細胞膜を破壊する必要がある。この細胞破壊には圧力の依存性があり、10MPa では細胞破壊の影響が小さく油回収率が収束した。それに対し

60MPa では加圧回数毎に細胞破壊が促進されることで油回収率が向上したのではないかと考えられる。以上のことから、細胞破壊をより促進可能な圧搾法を検討する必要がある。

10. 結言

ユズ種子は重量割合にして25.8%に相当する油が含有することが明らかになり、馬路村農協の油回収率は55.0%という現状を把握した。このことを踏まえ本研究は油回収率55.0%より高い油回収率を実現可能な圧搾法の確立を目標とし、圧搾に適した条件の把握するための実験的検証を行った。圧搾では50MPa以上で油回収率が55.8%となり、馬路村農協よりも高い油回収率を得ることが可能であることが明らかになった。また、加圧方式を変更し、60MPaで加圧を繰り返すと油回収率59.2%に至ることが明らかになった。これらのことから、馬路村農協での圧搾工程において50MPa以上の圧力を加えることや搾油残渣を繰り返し圧搾することで既存技術以上の搾油効率を得ることが可能になる。

参考文献

- 1) 農林水産省 平成30年度 特産果樹生産動態等調査
かんきつ類の果樹
https://www.maff.go.jp/j/heyakodomo_sodan/0305/06.html
2021年9月8日
- 2) 高知大学医学部 看護学科 臨床看護学講座 溝渕研究室 講座紹介 <http://www.kochi-ms.ac.jp/~smlab/about.html>
2021年9月8日
- 3) 溝渕俊二, 他, ユズ種子オイルの経口摂取による抗酸化に関する人介試験, 日本静脈経腸栄養学会学術集会(岡山), 2017.2.24
- 4) 山脇京子, 渡部嘉哉, 溝渕俊二, 浅野公人, 峠篤士, 東谷望史, 抗アトピー性皮膚炎塗布剤としてのユズ種子オイルの可能性, Aromatopia, Vol.21, No.5, 2012, pp.56~59
2020年9月8日
- 5) 宮川高明, 食用油製造の実際(1988), p.30, p.50, 幸書房.
- 6) 藤田哲, 改訂食用油脂—その利用と油脂食品(2011), p.54, 幸書房.
- 7) 戸谷洋一郎, 油脂の特性と応用(2012), p.113, p.298, 幸書房.
- 8) カネダ株式会社, “油脂の脂肪酸組成表”, https://www.kaneda.co.jp/jigyuu/oils_composition.html (参照日 2021年1月21日).
- 9) 幸書房 食用油製造の実際 宮川高明著 2.1 精油の準備工程 pp. 30-31
- 10) 粉体工学通論 三輪茂雄著 第2章 粒子群の集積特性 2.2 湿った粒子群の特性 pp. 42-46

11) 粉体層の構造因子と毛管圧
https://www.jstage.jst.go.jp/article/shigentosozai1953/98/1137/98_1137_1147/_pdf

12) 宮川高明, 食用油製造の実際(1988), p. 30, 幸書房.

13) 日本油化学会編, 油脂・脂質の基礎と応用—栄養・健康から工業まで—, 改訂第3版(2019)p211, 日本油化学会.