

N-10

超臨界二酸化炭素を用いた植物の種子からの種油の抽出 Extraction of seed oil from vegetable seeds using supercritical carbon dioxide

○杉浦裕昌¹, 松田弘幸², 栗原清文², 栃木勝己³*Hirosuke Sugiura¹, Hiroyuki Matsuda², Kiyofumi Kurihara², Katsumi Tochigi³

Abstract: : In this study, seed oil was extracted from grape seeds and sunflower seeds by supercritical carbon dioxide. Experimental conditions, especially extraction temperature and pressure were examined. Maximum extraction rate of seed oil could be obtained at 308 K and 25.0 MPa. The value of maximum extraction rate were compared with those of soxhlet extraction. The maximum extraction efficiencies of grape and sunflower seed were 46.0 % and 62.2 %, respectively.

1. 緒言

種油は、植物の種に含まれる油分を圧搾し抽出して得られたものであり、その成分にはオレイン酸やリノール酸などの不飽和脂肪酸やビタミン E、ポリフェノール類などが含まれる。種油の用途は広く、健康食品や印刷インキ、近年ではバイオ燃料などにも利用されている。この種油の抽出においては、従来のヘキサン等の溶剤を用いた方法に代えて、近年超臨界二酸化炭素(ScCO_2)を用いた超臨界抽出法が注目されている¹⁾。 CO_2 は毒性がなく安価であることや、臨界温度が 304.12 K と比較的室温に近いことから、温和な条件での抽出操作が可能となることや大気開放で抽出物との分離が用意になるなどの利点がある²⁾。

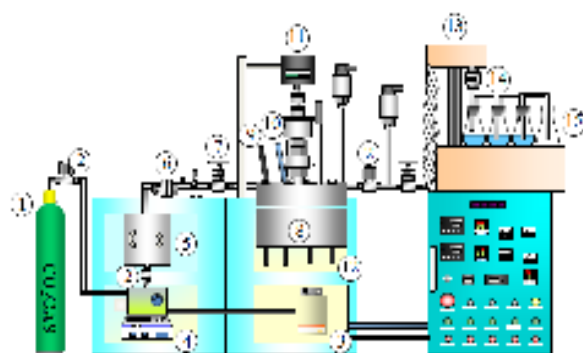
本研究は、 ScCO_2 を用いて植物の種から種油を抽出するための最適な抽出条件の確立を目的として、ぶどうの種からグレープシードオイルの抽出を温度 308-323 K、圧力 7.3-30.0 MPa、ひまわりの種からひまわり油の抽出を温度 308-318 K、圧力 15.0-25.0 MPa において行った。

2. 試料

本研究の試料として使用したぶどうの種はメルシャン株式会社より譲渡されたもの(品種:メルロー)を、ひまわりの種は株式会社ペッツイシバシで販売されているもの(品種: NUSEED6946 他多数, 産地: カナダ)をそれぞれ使用した。実験に際してはこれらを 48 時間凍結乾燥させ、大阪ケミカル株式会社製粉碎機 Labo Milser LM-PLUS で粉砕し、所定粒径の網目を有する試験用ふるいによりふるい分けを行った。なお、種々検討を行った結果、ぶどうの種の粒径分布は 0.30-0.85 mm、ひまわりの種は 0.30-0.50 mm とした。また、 CO_2 は昭和炭酸株式会社製純度 99.990 vol%以上のものを、アセトンは和光純薬工業株式会社製のものを使用した。

3. 測定装置および測定方法

本研究で使用した抽出装置の概略図を Fig. 1 に示す。本装置は半回分式であり、抽出セル⑧を中心に冷却ユニット③、HPLC ポンプ④、背圧制御装置⑬、抽出物回収用サンプル瓶⑮から構成されている。抽出セルは耐圧硝子工業株式会社製であり、スティックヒータ⑫、攪拌機⑪、温度計



- ① : CO₂ tank ② : Inline filter ③ : Cooling unit
 ④ : HPLC pump ⑤ : Preheater ⑥ : Check valve
 ⑦ : Back pressure valve ⑧ : Extraction cell
 ⑨ : Pressure gauge ⑩ : Thermometer ⑪ : Stirrer
 ⑫ : Heating unit ⑬ : Back pressure regulator
 ⑭ : Quick connector ⑮ : Extraction unit

Fig. 1 Experimental apparatus for the extraction of grape seed oil using ScCO_2

⑩, 圧力計⑨からなり, 容積 96 cm³, 最高使用圧力 40 MPa, 最高使用温度 673 K である. 温度測定には神港テクノス株式会社製シース PC-BR 精度±1 K のものを, 圧力測定には株式会社テムテック研究所製 NPS60SW 精度±0.1 MPa のものをそれぞれ使用した. 測定方法は既報³⁾と同様であるが, 抽出物はあらかじめアセトンを仕込んだサンプル瓶⑤に回収し, ロータリーエバポレーターにてアセトンを除去することで得られた. その後, 試料および抽出物の質量を測定し, 式(1)を用いて抽出率を算出した.

$$\text{抽出率[g/g]} = \frac{\text{抽出物の質量[g]}}{\text{試料の質量[g]}} \quad (1)$$

なお, ScCO₂ 抽出による抽出効率の検討のために *n*-ヘキサンを用いたソックスレー抽出もあわせて行った. その結果, 抽出率はグレープシードオイルが 0.198 g/g, ひまわり油が 0.333 g/g であった. これらを試料中の抽出物の重量とみなした.

4. 測定結果

4.1 ぶどうの種からのグレープシードオイルの抽出

まず, ぶどうの種からグレープシードオイルを抽出するための最適温度の検討を行った. 今回は抽出時間 5 時間, CO₂ 流量 240 ml/h, 圧力 25.0 MPa を実験条件とし, 温度 308, 313, 318, 323 K で抽出実験を行った. その結果を Fig. 2 に示す. 図より, 圧力一定下では温度低下に伴い抽出率は上昇し, 308 K で最大抽出率 0.091 g/g を示した.

次に, 最適圧力の検討を行った. このときの温度を 308 K として, 圧力 7.3, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0 MPa に変化させて抽出実験を行った. その結果を Fig. 3 に示す. 図より, 25.0 MPa のときに最大抽出率 0.091 g/g を示した. これをソックスレー抽出による抽出率と比較すると, グレープシードオイルの最大抽出効率は 46.0% であった.

4.2 ひまわりの種からのひまわり油の抽出

ひまわりの種からひまわり油を抽出するための最適温度および最適圧力の検討を行った. 実験条件は抽出時間 5 時間, CO₂ 流量 240 ml/h とし, 温度を 308, 313, 318 K, 圧力を 15.0, 20.0, 25.0 MPa と変化させて抽出実験を行った. その結果を Fig. 4 に示す. 図より, 得られた抽出率はいずれの圧力でも温度変化による抽出率の差は小さく, その差は最大でも 0.008 g/g と僅かであった. また, 測定を行った温度範囲においては圧力上昇により抽出率が向上することを確認した. このときの最大抽出率は温度 308 K, 圧力 25.0 MPa のとき 0.207 g/g であり, 最大抽出効率は 62.2% であった.

5. 参考文献

- [1] 佐古猛ら, オレオサイエンス, **12**, 22-24 (2012)
- [2] 荒井康彦, 超臨界流体のすべて, テクノシステム(株) (2002)
- [3] 杉浦裕昌ら, 化学工学会群馬大会, E117 (2015)

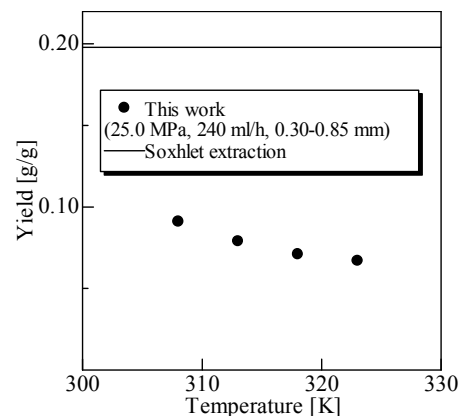


Fig. 2 Experimental results of extraction yield of grape seed oil at temperature 308-323 K

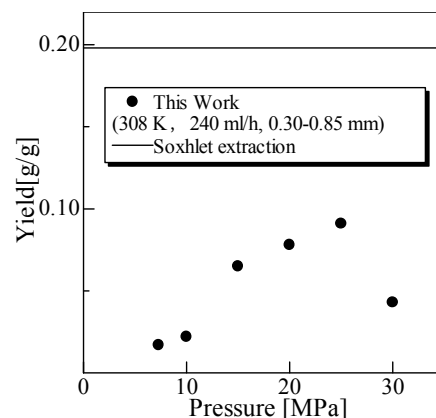


Fig. 3 Experimental results of extraction yield of grape seed oil at pressure at 7.3-25.0 MPa

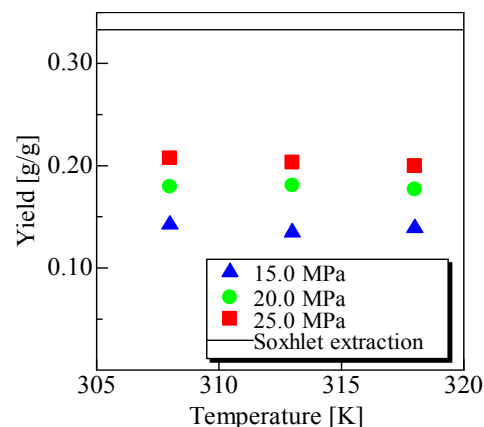


Fig. 4 Experimental results of extraction yield of sunflower oil