

マイクロ波水蒸気蒸留法による柑橘類精油の回収

高温高压流体技術研究所
加藤俊作

各種の柑橘類の果皮についてマイクロ波水蒸気蒸留法で精油の回収実験を行った結果、短時間に効率よく回収できることを認めた。得られた精油についてGC-MS分析を行った。また、添加する水分量の抽出速度、効率への影響を調べた。

【はじめに】

柑橘類果皮中の精油は生理活性成分を含み、水蒸気蒸留法などで回収され、高価な製品として販売されている。例えば、ゆず精油は、血管を拡張させ血行を促進し、新陳代謝を活発にするので、体が温まり、冷え性に効果があり、風邪をひきにくくなるといわれ、キロ20万円程度で売買されている。従来の水蒸気蒸留法では、ボイラーなどで過熱水蒸気を発生させ、試料を充填した容器内に吹き込み、水蒸気と共に精油を蒸発・回収する方法であり、大量の水蒸気が必要であり、長時間を要する。

最近、バイオマス中の水の加熱を利用したマイクロ波水蒸気蒸留法が開発され、注目されている。水などの極性分子を含む物質は、マイクロ波照射により、局部的急速加熱される。柑橘類の果皮などは水を80%以上含んでおり、マイクロ波照射すると急速に内部から加熱され、水蒸気が発生するために、バイオマスの細胞壁が破壊され、水蒸気と共に、精油が蒸発してくる。これを冷却回収することにより、短時間に効率よく精油が回収できる。加熱蒸発される水は果皮中の水のみであり、従来の水蒸気蒸留に比べ、水の蒸発に要するエネルギーが著しく少なく、回収に要する時間も短時間であり、回収に要する時間・エネルギー共に1/10以下になることが報告されている。

今回、各種の柑橘類果皮についてマイクロ波水蒸気蒸留法での精油の回収を試み、最適条件を明らかにし、得られた精油についてGC-MS分析を行ったので報告する。

【実験方法】

本研究に用いたマイクロ波水蒸気蒸留装置の概略を図1に示す。蒸留器はマイクロストーン製、マイクロ波反応装置は四国計測工業製μを用いた。

柑橘類は市販の柑橘類の果皮及びジュース搾残渣の果皮を簡単な調理用チョッパーで5~10mm片に破碎したものをを用いた。

破碎した果皮を300mlのセパラブルフラスコに100g充填し、上部に蒸留器及び熱電対を取り付けた。

蒸発成分は上部の冷却器で冷却され、分留管で分離され、回収された水は反応系に戻される構造となっている。

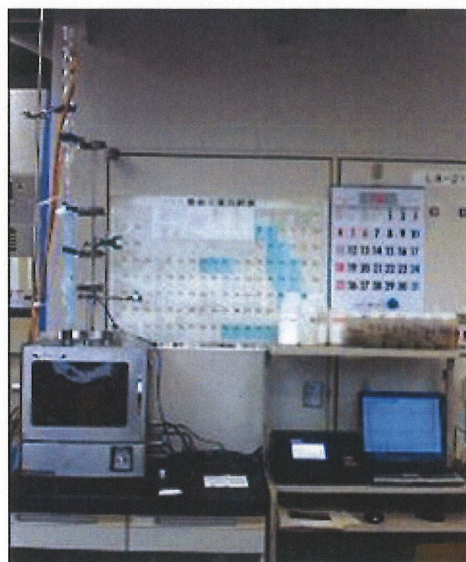


図1 MW水蒸気蒸留装置

【実験結果と考察】

本装置での加熱速度を、リボンヒーターを巻いた通常加熱と比較した。マイクロ波出力を390W一定にし、マイクロ波照射を行った。結果を図2に示す。マイクロ波加熱法では4分で100℃に到達し、7分後には蒸留物が流出した。通常加熱法ではヒーター温度を220℃まで温度を上げたが、留分が得られず、容器周辺部の果皮が黒く炭化した。なお、通常加熱法では果皮がつかれる程度に水を入れることによって抽出可能となった。

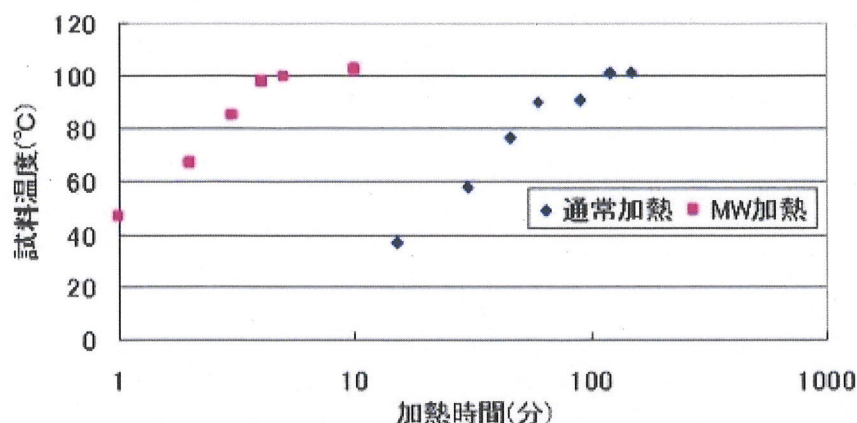


図2 通常加熱及びMW加熱の温度上昇速度の比較

果皮を容器内に充填し、マイクロ波照射した結果、15～20分で精油の流出が完了する。20分以上加熱した場合、上部の果皮が乾燥し、炭化が始まる。充填果皮が少ない場合、果皮が乾燥し、炭化が早まることが分かった。充填果皮量が少ない場合、水を加えることによって、炭化を防ぐことができる。

水の添加量と精油の回収速度との関係を調べた。果皮100gに水を50g、100g加え、精油回収速度を求めた。結果を図3に示す。対数目盛の近似線を加えた。果皮のみの場合、加熱20分で抽出が完了した。水の添加量が増すにつれ、流出速度が遅くなり、過剰の水にマイクロ波エネルギーが使用され、精油の流出速度が遅くなるものと推察された。

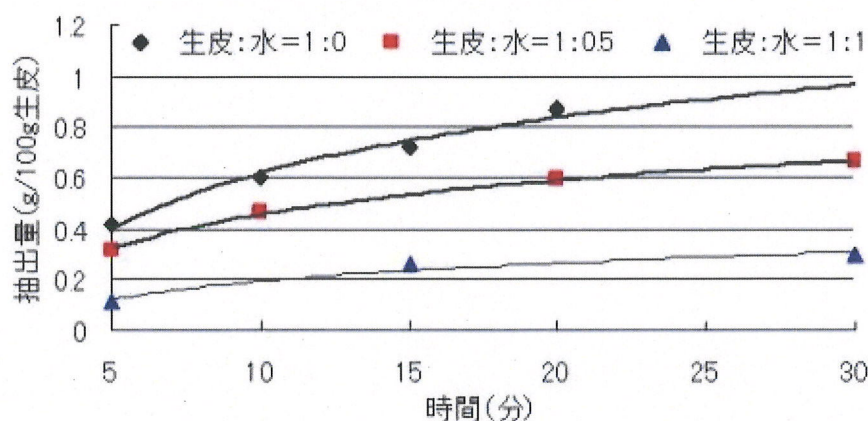


図3 MW水蒸気蒸留法による柑橘精油の回収

得られた精油についてGC-MS分析を行った。ゆず果皮から回収した精油のGC-MSスペクトルを図4に示す。主要ピークはリモネン、リモナール、テルペン類であることが分かった。各種柑橘類について成分ごと定量した組成を表1に示す。

いずれの果皮精油はリモネンが主体であることが分かる。

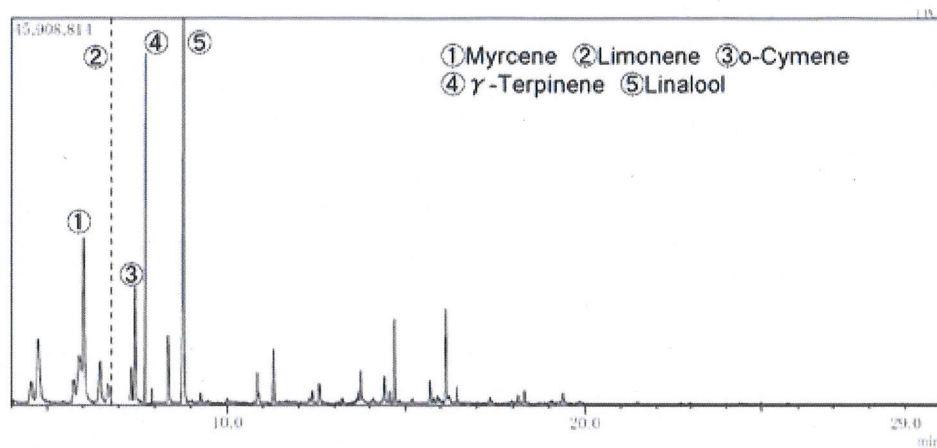


図4 ゆず果皮から回収した精油のGC-MSスペクトル

表1 各種柑橘果皮から回収した精油の組成

No.	サンプル	Limonene	β -Phellandrene	γ -Terpinene	Linalool
1	みかん生	94.4	-	5.6	-
2	ゆず	84.1	3.3	9.3	3.3
3	オレンジ	100	-	-	-
4	ダイダイ	100	-	-	-
5	文旦	94.6	-	5.4	-
6	グレープフルーツ	98.5	-	1.5	-
7	伊予柑	96.5	-	3.5	-
8	ポンカン	94.2	-	5.8	-
9	はるみ	98	-	2	-
10	甘夏	95	-	5	-

【まとめ】

柑橘果皮が有する水のみを加熱するため、消費エネルギーが少なく、且つ、短時間に精油が回収できることが分かった。

工業的な回収装置の開発が重要である。