報 文

液化ブタンによる大豆の抽出に関する研究 (第2報)

最適抽出条件と製品の品質

安田 耕作*・川瀬 義行*・徳永 敏一*

Studies on Extraction of Soybeans by Liquid Butane. II.

Optimum Extraction Condition and Quality of the Products

Kōsaku YASUDA, Yoshiyuki KAWASE and Toshikazu TOKUNAGA

Abstract

In a previous paper, some experimental results were shown relating to the adaptability of liquid butane as an extraction solvent for soybean extraction, the extraction condition and the quality of the products.

The present study has been done in order to confirm these results in a series of bench scale experimentation under increased pressure using an extractor of about 10~15 kg charge of soybean flakes per batch.

The results of the present study are as follows :

1. The soybean meals of residual oil content of about 1% are obtained by extracting soybean flakes of about 0.4 mm thickness for 2 hours at 40°C.

2. Since the solvent of the meals is easily removed at a slightly elevated temperature (50~60°C), the meals can be completely freed from the solvent without causing any denaturation of the protein in the meals.

3. Butane extracted oil is light-colored and has a low acid value and lecithin content, so that the oil is refined easily with only a smaller loss and the deodorized oil has a good flavor and a good stability in the A.O.M. test.

緒 言

前報(第1報)¹⁾において液化ブタンは大豆の抽出溶剤として十分使用できることを推定し、さらにその抽出原油は酸価やガム質含量が小さく精製が容易であることおよびその抽出油カスは低温で脱溶剤が容易であるから未変性脱脂大豆を製造するには好適の抽出溶剤であることを述べた。

今回は前報で推定した最適抽出条件で抽出できる、やや大規模の加圧式抽出装置を設置して、これについて最適抽出条件とその抽出油および抽出油カスの品質を詳細に検討した。

実験および実験結果

実験に用いた抽出装置は最高使用圧力 10 kg/cm²(ゲージ圧)、1 回仕込み量 10~15 kg の大型ソックスレー式加圧抽出装置である。抽出装置の概略を 図-1 に示す。

液化ブタン(以下単にブタンと記す)の仕込みはあらかじめ抽出装置を真空ポンプで真空にして溶剤入口から圧入し、必要に応じてコンデンサー上部からわずかに残存する空気を抜き取る。空気に同伴して排出されるブタンガスは大豆油を充テンした吸収塔を通し、大豆油に吸

図-1

収させて回収し、空気分は大気中に放出する。

原料は所定の圧延度および水分のものを調製して抽出缶に仕込みフタをしてから溶剤蒸気で原料中の空気を排除してコンデンサー上部から抜き取る。

抽出時の抽出缶および蒸発缶の加熱は温水加熱器から得られる所定温度の温水で行ない、必要に応じて蒸発缶の加熱は蒸気加熱を併用する。

抽出は溶剤タンクから蒸発缶に溶剤を移してこれを加

* 日清製油株式会社研究所 (横浜市神奈川区千若町 1 の 3)
Nisshin Oil Mills, Ltd. Research Laboratory

熱、蒸発させコンデンサーで凝縮したものを流量計を通して一定流量にして、抽出缶上部からシャワーにして落として行なう。抽出は浸抽式 (Immersion type)、ロ抽式 (Percolation type) いずれも実施できる。なお必要に応じて抽出時、原料のかきまぜを行なった。

油カスの脱溶剤は油カスをかきまぜながら蒸発缶から発生する溶剤蒸気または窒素ガスを過熱器で過熱して、抽出缶下部から吹き込む。窒素ガス吹き込みにより装置内の圧力が上昇したら圧力調整装置により自動的に排ガスを抜き取り、吸収塔を通して大気中に放出する。

溶剤としてはいずれも第 1 報記載のブタン、ペンタン、ヘキサンを用いた。

1. 抽出条件の検討

溶剤が抽出溶剤として適するかどうかを決定する一つの要素として抽出速度がある。一般にヘキサン抽出の場合溶剤比 (通常これを溶剤 l/原料 kg で表わす) が 1 程度、抽出時間が 1.5~2 hr 程度で油カス残油分 1% 以下となるような抽出条件が採用されている。ブタン抽出の場合もヘキサン抽出の作業方法の一つの目標として考えて抽出条件を決定することにした。

1.1 原料大豆フレークの圧延度が 0.7 mm の場合

原料大豆フレークは油分 21.08%, 水分 7.4% のものを使用した。抽出条件および抽出実験結果を 表-1 に示す。

表-1

番号	抽 出 条 件						油カス 残 油 (%)
	抽出形式	温度 (°C)	圧 力 (ゲージ圧) (kg/cm ²)	時 間 (min)	溶剤流量 (l/hr)	備 考	
1	ロ抽式	25	2.2	120	130	溶剤循環 不完全	2.30
2	〃	30	2.8	120	130	—	1.90
3	〃	30	2.8	360	130	—	0.93
4	〃	50	5.2	120	130	—	1.47
5	浸抽式	40	4.0	120	—	バッチ式 6 回抽出	1.65
6	〃	40	4.0	120	—	バッチ式 7 回抽出	1.45
7	〃	40	4.0	120	—	バッチ式 8 回抽出	1.35

注) 原料仕込み量は 12 kg/バッチである (本表以下他の表においても同じ)。

1.2 原料大豆フレークの圧延度が 0.4 mm の場合

原料大豆フレークは油分 19.4%, 水分 6.6% のものを使用した。抽出条件および抽出実験結果を 表-2 に示す。

表-2

番号	抽 出 条 件 ^{a)}					油カス 残 油 (%)
	温度 (°C)	圧 力 (ゲージ圧) (kg/cm ²)	時 間 (min)	溶剤流量 (l/hr)	溶 剤 比 (溶剤 l/ 原料 kg) ^{b)}	
1	30	2.9	120	50	1.04	1.07
2	40	3.8	120	50	1.04	0.85

注) a) : 抽出法はいずれもロ抽式による。

b) : 工業的抽出作業の場合には低濃度の抽出 ミセラを原料に対して向流的に流して繰り返し抽出を行なう。

本表の溶剤比は同一溶剤を繰り返し 8 回使用するものとして計算した。したがってこの計算値は工業的装置の場合の溶剤比とは意味が違ってくるが一応の目安とした。

a) および b) は本表以下他の表の場合にも適用する。

1.3 原料大豆フレークの圧延度が 0.25 mm の場合
原料大豆フレークは油分 19.4%, 水分 7.0% のものを用いた。抽出条件および抽出実験結果を 表-3 に示す。

表-3

番号	抽 出 条 件					油カス 残 油 (%)
	温度 (°C)	圧 力 (ゲージ圧) (kg/cm ²)	時 間 (min)	溶剤流量 (l/hr)	溶 剤 比 (溶剤 l/ 原料 kg)	
1	30	2.9	120	50	1.04	0.79
2	50	5.4	120	50	1.04	0.64
3	30	3.0	60	60	0.63	0.88

1.4 ヘキサン抽出との比較 以上の実験でブタン抽出の場合圧延度および抽出温度を適当に選べば油カスの残油を 1% 程度にすることができると判断されたが、今回は同一原料を同一装置でブタン、ペンタンおよびヘキサンを用いて抽出し、油カスの残油を比較した。原料大豆フレークは圧延度 0.4 mm, 油分 19.5%, 水分 7.0% のものを用いた。抽出条件 および 抽出実験結果を 表-4 に示す。

表-4

番 号	抽 出 条 件						油カス 残 油 (%)
	溶 剤	温度 (℃)	圧 力 (ゲージ圧) (kg/cm ²)	時間 (min)	溶剤流量 (l/hr)	溶 剤 比 (溶剤 l/ 原料 kg)	
1	ブ タ ン	30	2.8	120	60	1.25	1.28
2	〃	40	4.0	120	50	1.04	1.02
3	ペンタン	48	0.6	120	50	1.04	1.92
4	〃	48	0.6	150	50	1.30	1.02
5	ヘキサン	70	0.2	105	50	0.91	1.20
6	〃	80	1.0	105	50	0.91	0.91

2. 油カス脱溶剤条件の検討

2.1 ブタン抽出油カスの脱溶剤条件 油カスは加熱により容易に熱変性を起こし、水溶性タンパク質を減ずるが、前報(第 1 報)にもみられたように 60°C 程度の抽出条件では熱変性はほとんど起こらないと考えてよい。したがって、未変性脱脂大豆を製造しようとする場合脱溶剤条件が最も重要な問題となってくる。脱溶剤を完全に行かない、しかも熱変性を起こさないような処理温度を知ることが今回の実験の目的である。脱溶剤実験結果を 表-5 に示す。

脱溶剤は抽出缶の溶剤を完全に抜き取り、コンデンサーは十分冷却水を通して冷却温度はほぼ 10°C に保ちながら過熱ガスを吹き込んだ。したがってこのときの抽出缶内の圧力は 1.0~1.3 kg/cm² ゲージ圧であった。油カスの溶剤量は北川式検知管により測定した (第 1 報参照)。

表-5

番号	原 料		脱 溶 剤 条 件			油 カ ス 品 質		
	水分 (%)	水溶性タンパク質 (%)	過熱ガス	油カス最高温度 (°C)	時間 (min)	水分 (%)	溶剤 (%)	水溶性タンパク質 (%)
1	7.4	83.1	窒素ガス	40	10	9.8	0.1	83.1
2	"	"	"	50	10	9.7	0.0	82.8
3	"	"	"	60	10	9.7	0.0	83.1
4	9.1	81.0	ブタン	74	10	11.4	0.0	80.2
5	"	"	"	81	10	10.5	0.0	78.5
6	"	"	"	90	10	10.4	0.0	77.0
7	11.6	82.0	"	45	15	13.6	0.0	81.8
8	"	"	"	90	20	13.8	0.0	73.9
9	8.0	80.0	"	60	10	11.0	0.0	80.3

2.2 ブタン、ペンタンおよびヘキサン抽出油カスの脱溶剤 ブタン抽出油カスの脱溶剤は 50~60°C で完全に実施され、しかもほとんど熱変性は起こらない。今回はペンタンおよびヘキサン抽出の場合の油カスの脱溶剤と油カスの品質を調べ、ブタン抽出の場合と比較した。実験結果を表-6 に示す。

表-6

番号	原 料		抽出条件		脱 溶 剤 条 件			油 カ ス 品 質		
	水分 (%)	水溶性タンパク質 (%)	溶 剤	温度 (°C)	過熱ガス	油カス最高温度 (°C)	時間 (min)	水分 (%)	溶剤量 (%)	水溶性タンパク質 (%)
1	11	82	ブタン	30	ブタン	45	10	12.7	0.0	81.4
2	"	"	ペンタン	43	ペンタン	86	10	13.5	0.1	80.3
3	"	"	ヘキサン	69	ヘキサン	100	10	9.7	0.3	59.5

3. ブタン抽出油の品質

前報 (第 1 報) で抽出油は酸価、レシチン分、色度いづれも小で良質であることを推定したが、今回は同一原料を同一装置で抽出し、抽出油を精製してそれぞれペンタン、ヘキサン抽出の場合と比較した。精製法 A は油に対してシュウ酸 0.14% (14% 水溶液) を添加し、60°C でかきまぜ、静置後上澄み油を採取し、20°Bé アルカリを酸価当量の 200% 添加して脱酸、洗浄、減圧乾燥し、3% 白土を加えて 105°C で減圧下脱色した。精製法 B は 20°Bé アルカリを酸価当量の 400% 添加して精製法 A と同様に脱酸、洗浄、脱色し、240°C、4 mmHg で 1 hr 水蒸気吹き込み脱臭を行なった。実験結果を表-7 に示す。

レシチン分はローレンツ法により、色度はロビボン

比色計 (133.4 mm セル使用) によって求めた。風味順位は 10 名の検査員により 2 点比較法で決定した。40°C 保存試験は 500 g の油を 1 l ビーカーで開放保存した。

考 察

表-1 について

原料大豆フレークの圧延度が 0.7 mm の場合、そのブタン抽出は非常に困難であってたとえ 30~50°C、2 hr 抽出では油カス残油分を 1% 以下にすることはできず、30°C、6 hr 抽出で初めて残油分は 1% 以下になる。また抽出温度を高くすることや、バッチ式抽出で抽出回数を多くすることは多少効果があると思われるが工業的操作条件としてはこれらの方法は好ましくないと判断した。

表-2 について

原料大豆フレークの圧延度が 0.4 mm の場合、ブタン抽出温度 40°C、溶剤比 1 程度、2 hr 抽出で油カスの残油分は 1% 以下となる。

表-3 について

原料大豆フレークの圧延度が 0.25 mm の場合、ブタン抽出温度 30°C、溶剤比約 0.6、1 hr 抽出で油カスの残油分は 1% 以下となる。そしてこの場合抽出温度を高めてもそれほど大きい効果を認めない。抽出速度に及ぼす圧延度の影響は非常に大きく、したがって油脂抽出の点では圧延度 (mm) が小さいことが望ましいが油カスが粉末化する難点がある。

表-4 について

30°C ブタン抽出の抽出効果は 70°C ヘキサン抽出の場合と比べるとやや悪いと思われるが、原料大豆フレークの圧延度を適当に選ぶことにより問題は少なくなると考える。40°C ブタン抽出効果は 70°C ヘキサン抽出の場合とはほぼ同程度であると判断した。すなわち 0.4 mm 圧延度、溶剤比約 1、40°C、2 hr、ブタン抽出で油カス残油分は 1% 程度となり、しかもヘキサンによる 70°C 抽出の場合の油カス残油分と同等である。

表-5 について

ブタン抽出油カスの脱溶剤は 50~60°C ではほぼ完全に行なわれ、しかも油カスの熱変性はほとんど起こって

表-7

番号	溶 剤	油カス 残 油 (%)	原 油		脱ガム, 脱酸, 脱色			脱 臭 油				40℃ 保存試験 (10 日間)			
			酸 価	レシチン分 (%)	精製法	脱酸洗 浄の難 易	脱色油色度 20 Y/ R/0.1 N	色 度 20 Y/ R/0.1 N	A.O.M. 安定度 (hr)	風味 順位	ヨウ素価	色 度 20 Y/ R/0.1 N	過酸化 物 価	風味 順位	
1	ブ タ ン	0.88	1.38	1.09	< A B	容 易	3.2 2.8	— 2.3	— 12	— 2	— 125.1	— 3.0	— 2.5	— 2	
2	ブ タ ン	1.38	1.29	1.02	< A B	容 易	2.8 2.1	— 1.6	— 13	— 1	— 125.7	— 2.2	— 2.5	— 1	
3	ペンタン	1.02	1.82	1.72	< A B	やや困難	4.4 3.4	— 3.0	— 12	— 3	— 125.5	— 4.1	— 3.6	— 3	
4	ヘキサン	1.20	2.05	2.18	< A B	困 難	5.3 4.3	— 4.3	— 10	— 4	— 124.8	— 5.6	— 4.0	— 4	
5	ヘキサン	0.81	2.16	2.23	< A B	困 難	5.4 5.3	— 8.0	— 8	— 5	— 124.4	— 8.6	— 7.0	— 5	

ない。もちろんブタン抽出といえども高温脱溶剤では熱変性が起こり、この意味ではヘキサン抽出と変わりはない。殊に原料水分が多いと低温度の処理でも熱変性が起こりやすい。原料水分としては 9% 以下が望ましい。

脱溶剤時のコンデンサー冷却水温度は 10°C で、抽出缶内の最終圧力は 1~1.3 kg/cm² ゲージ圧であった。したがって脱溶剤後の抽出缶内は 1~1.3 kg/cm² ゲージ圧、50~60°C の過熱ブタンガスが充滿していることになり少なくとも液状ブタンはないと考えてよい。今回は装置の面でブタンガスの回収の問題には触れることはできなかった。過熱窒素ガスによる脱溶剤は大した効果を認めずむしろ過熱ブタンガスによる脱溶剤後過熱ブタンガスを排除するとき使用すべきであると判断した。

表-6 について

ブタン抽出油カスの脱溶剤は 45°C 程度の処理温度で十分であり、しかも油カスの熱変性は起こらないがペンタンおよびヘキサン抽出ではそれぞれの脱溶剤温度で多少溶剤が油カスに残り、油カスはいくらか熱変性を起こす。

表-7 について

ブタン抽出原油はヘキサン抽出原油に比し、淡色で酸価、レシチン分がやや少なく、したがって脱酸、洗浄が容易でまた脱色油の色度も小となる。

ブタン抽出原油から得た脱臭製品油はヘキサン抽出原油のそれよりも色度、A.O.M. 安定度、風味ともに良好でまた保存性もよい。各抽出油のヨウ素価はいくらか異なるが実用上、問題になるほどの大きい差はないと判断した。

全般に今回の実験に使用した原料大豆は old crop のため品質が悪く、油カス水溶性タンパク質 85% 以上のものを得ることはできなかった。また抽出原油品質もやや悪く、ブタン抽出、ヘキサン抽出の比較はできても、たとえばヘキサン抽出原油の場合脱臭工程で着色が起こったり、A.O.M. 安定度が悪く必ずしも正常の挙動を示さなかった。new crop 原料大豆については今後なお検討する予定である。

結 論

1. 原 料

ブタン抽出の場合原料大豆の圧延度を 0.4 mm 以下にすることにより通常のヘキサン抽出条件（溶剤比約 1.2 hr 抽出）で油カス残油分を 1% 以下にすることができる。原料水分が多いと比較的低温処理でも油カスの熱変性が起こることを経験している。ブタン抽出、低温脱溶剤の場合でも原料水分は 9% 以下であることが望ましい。

2. 抽出条件

ブタンによる大豆油の抽出率は圧延度小で、抽出温度

が高く、抽出時間が長くそして溶剤比が大きいほど大となるが、実際問題としては圧延度の影響が最も大きい。抽出条件としてつぎの方法を提案する。

i) 抽出温度 30~40°C

ii) 圧延度と抽出時間

a. 圧延度 0.4 mm の場合、溶剤比 1 で 2 hr 抽出

b. 圧延度 0.25 mm の場合、溶剤比 0.6 で 1 hr 抽出

iii) 抽出方法

向流抽出法で、同一溶剤を用いて 8~10 回の抽出を行なう。抽出は口抽式 (Percolation type) が採用できるだろう。本実験で述べた溶剤比は実装置の場合の溶剤比とは意味が違う (表-2, 注 b) がその溶剤比を一定にしたブタンおよびヘキサン抽出の場合、抽出温度を適当に選べば油カス残油分を同程度にすることができる。しかも現にヘキサン抽出は溶剤比 1, 2 hr 程度の抽出法で工業化されている。したがって本実験で述べた溶剤比と実装置における溶剤比は結果的には大差はないと判断した。

3. 油カスの脱溶剤

ブタン抽出油カスの脱溶剤は 50~60°C, 10 min 程度の加熱で十分であって、しかも油カスの熱変性はほとんど起こらない。ヘキサン抽出の場合その脱溶剤は 100~90°C で不完全で、相当量の溶剤が残りしかも熱変性が起こる。ブタン抽出油カス脱溶剤時の装置内の圧力はもちろん低い方がよく 1~2 kg/cm² ゲージ圧に保つことが望ましい。したがってこのときのコンデンサー冷却温度は 10~15°C にする必要がある。

脱溶剤法は過熱ブタンガスで加熱する方法が油カスが均一に加熱されるのですぐれているがコンデンサー容量が大きくなる欠点がある。温水加熱式 Tube Dryer も一つの方法であろう。

窒素ガスが安価に入手できれば過熱窒素ガスを通じて脱溶剤することが考えられるが、現在市販窒素ガスはブタンガスよりも高価であり、实际的でない。

4. 製品の品質

i) 抽出油カス

原料および油カスの脱溶剤の項で述べたようなことが採用されれば油カスの水溶性タンパク質は高く、また外觀も良好である。

ii) 抽出油

一般にブタン抽出油の酸価およびレシチン分はヘキサン抽出油のそれよりも小でまた淡色である。したがって精製は容易で製品品質もよい。

終わりにのぞみ終始本研究の御指導を賜った佐藤正典博士、発表を許可して下さった坂口幸雄社長、種々御助言を賜った酒井技師長に厚くお礼申し上げます。

(昭和 36 年 3 月 14 日受理)

文 献

1) 安田ら, 本誌, 10, 390 (1961)