マイクロ波加熱によるペクチンの抽出

真部正敏*・猶原 順*・佐藤 禎**・岡田純也*

The Extraction of Pectin by Microwave Heating

Masatoshi MANABE*, Jun NAOHARA*, Tadashi SATO* and Junya OKADA*

* Department of Bioresource Science, Faculty of Agriculture, Kagawa University, Miki-cho, Kita-gun, Kagawa-ken 761-07

In order to shorten the extraction time as well as to get high quality pectin, extraction of pectin by microwave (Mw) heating (2450 MHz, 1030 W) was investigated. In the pectin extracted with 0.05 N hydrochloric acid from the pulp of Satsuma mandarin (*Citrus unshiu* MARC.) and apple fruit (*Malus pumila* MILLER var *domestica* SCHNEIDER), the extraction time by Mw heating was considerably shortened as compared with the ordinary method by water bath at 85°C. Further, the content of pectin extracted by Mw heating was higher than that of pectin extracted by water bath. Pectin was extracted by Mw heating for five minutes a time and the extraction was repeated three times. As the basis of total extracted pectin, about 60~75% of pectin at the first time and 20~25% at the second time were extracted. Galacturonic acid content, degree of esterification, relative viscosity of pectin prepared from the pulp of citrus and apple fruit were both decreased according to the increase of extraction time.

(Received Sep. 18, 1987)

市販のペクチンは、一般にカンキツやリンゴの加工残渣から製造されるが、ペクチンを抽出する条件は種々異なる。例えば、OWENS ら¹⁾によればオレンジ果皮では pH 1.3~1.4 の酸液を用い、90°~100°C、1 時間の加熱抽出が行われている。かんきつペクチンの抽出に関する報告はこれ以外にも数多くみられる²⁾が、これは、供試材料の熟度、抽出剤の種類、抽出液の pH、抽出温度や時間など抽出に係わる要因が多岐にわたるためである。従って、確定したペクチンの抽出方法はないにしても、かんきつの場合、ペクチンの抽出は pH 2.0 の酸液で 93°~100°C、45~60 分で行う例が多い³⁾。

このように、ペクチンを抽出するには高温、長時間の加熱処理が必要であり、そのために、原料に含まれるペクチンの変性は避けられない。従って、ペクチンの抽出量や性状が従来の加熱方法に劣ることなく、なるべく短時間で抽出できる方法の開発が望まれる。著者らはこれまでに試みられていないマイクロ波 (Mw) によるペクチンの加熱抽出を試みることにした。

Mw 照射による加熱 (Mw 加熱) は、食品工業分野において膨化、乾燥、食肉類の調理加工、解凍、殺菌などに応用⁴⁾されているし、Mw を調理に応用したときの特質については種々の例が挙げられている⁵⁾。しかしながら、これまで Mw による食品成分の抽出はみあたらない。

本研究は Mw を照射してペクチンを抽出し、ペクチンの抽出効率とその性状について調べたものである。

実験方法

1. 供試材料

市販の新鮮な温州ミカンとリンゴを用いた。これらはミキサーで磨砕し、ろ布 (木綿) でろ別し、得られた残渣に 2.5 倍量の 99% エタノール (EtOH) を加え 5 分間沸騰した。再びろ布でろ取し、残渣に 70% EtOH を 2.5 倍量加えて一夜放置し、ろ布でろ過した。この 70% EtOH 処理を計 3 回繰り返した後、残渣を減圧下、45°C で乾燥し、アルコール不溶性固形物 (AIS) を得

* 香川大学農学部生物資源科学科 (〒761-07 香川県木田郡三木町)

た。これを粉碎し、30 メッシュの篩で篩別して供試した。

2. ペクチンの抽出

1 l のビーカーに AIS 1 g をとり、各種抽出液 (0.05 N の塩酸液、硫酸液及びシュウ酸アンモニウム液) 100 ml を加えた。このビーカーを家庭用電子レンジ (シャープ製 R-5850, 2450 MHz, 1030 w) の中心部に置き、出力切り換えの表示で強 (電子レンジの出力を 100 とする強さ) で Mw を照射すれば、溶液は加熱される。抽出の温度は約 91°C であった。抽出時間については、予備試験の結果、ペクチン抽出量が 5 分間の加熱でほぼ最大になることが認められたので、1 回の照射を 5 分とし、この 5 分間照射を 3 回繰り返してペクチンを抽出することにした。5 分間照射したときの溶媒の蒸発による損失は約 30% であった。

Mw 抽出と湯浴抽出とでペクチンの抽出にどの程度差異が現われるかについて調べた。後者の抽出は 1 m の空冷ガラス管を付した 500 ml 容三角フラスコに AIS 1 g をとり、100 ml の抽出液を加えて 85°C の湯浴で抽出した。この抽出温度については、樽谷らが報告した試

験の結果⁶⁾を参考にしたものである。

3. 粉末ペクチンの調製

Mw 照射して得られたペクチン溶液から、以下に示す方法で粉末ペクチンを調製した。すなわち抽出液を pH 6.0 に調製し一夜脱イオン水で透析した後、約 10 分の 1 容まで減圧濃縮した。これに 2.5 倍量の 99% EtOH を加えてペクチンを沈殿させ、東洋ろ紙 No. 2A でろ過した。沈殿物に 70% EtOH、続いて 99% EtOH を加えてそれぞれ脱水処理した後、ペクチンを通風乾燥し、45°C で減圧乾燥した。

4. ペクチンの性状

ガラクトロン酸はカルバゾール硫酸法⁷⁾、エステル化度はアルカリけん化法⁸⁾で定量した。相対粘度は 0.5% ペクチン溶液 5 ml をとり、オストワルド粘度計を用い 25°C で測定した。平均分子量は CHRISTENSEN の方法の改良法⁹⁾で測定した。これらの測定の詳細については相対粘度を除き既報¹⁰⁾に記載のとおりである。

実験結果及び考察

1. ペクチンの抽出

温州ミカンの AIS から、前記のように抽出剤の種類を変えてペクチンを抽出した。その結果は Fig.1 に示

Fig. 1 Extraction of pectin from Satsuma mandarin fruit by microwave heating

▨ : 0.05 N hydrochloric acid soluble pectin
 ● : 0.05 N sulfuric acid soluble pectin
 ▨ : 0.05 N ammonium oxalate soluble pectin
 — : total extracted pectin

Fig. 2 Extraction of pectin from Satsuma mandarin fruit by water bath at 85°C

○ : 0.05 N hydrochloric acid soluble pectin,
 ● : 0.05 N sulfuric acid soluble pectin,
 △ : 0.05 N ammonium oxalate soluble pectin

すように Mw 加熱法では5分間照射1回で、AIS 当たり 16~24% のペクチンが抽出された。この抽出残渣に前と同じく溶液を加えて5分間加熱し、第2回目の抽出を行ったところ、AIS に対するペクチン量は6~7%であった。2回の照射で得られたペクチンは塩酸抽出区が最も高く、AIS に対して30%、次いで硫酸抽出区25%、シュウ酸アンモニウム抽出区22%であった。第3回目は、いずれも少量のペクチンが抽出されるにすぎなかった。Mw 加熱法によれば、5分間の照射を2回行うことにより、AIS 中のペクチン抽出はほぼ完了すると思われる。

湯浴抽出の結果は Fig.2 に示すように、ペクチン量は30分の加熱処理で AIS 当たり12~18%、60分の加熱では14~22%であった。これらの結果から明らかに、ペクチンの抽出は湯浴法によるよりも、Mw 加熱による方が、所要時間が大幅に短縮されるばかりで

なく、抽出されるペクチン量もかなり多くなることがわかった。

次に Mw 加熱法でリンゴの AIS からペクチンを抽出した。Fig. 3 にみられるように、AIS 当たりのペクチン量は温州ミカンに比べてやや低い、ペクチンの抽出の傾向はいずれの溶液もよく類似していることがわかった。Fig. 4 はリンゴペクチンの湯浴抽出の結果を示したものである。Mw で3回抽出したペクチン量と比べて、シュウ酸アンモニウム抽出区では、両者がほぼ同じであったが、塩酸抽出区ではかなり低い値を示した。

2. Mw 加熱法により調製したペクチンの性質

Mw 加熱により 0.05 N 塩酸で抽出、調製したペクチンの AIS 当たりの収率は Table 1 に示すとおりである。本表は、ペクチンの抽出の項で使用した3種の抽出液の中で、抽出量の最も多かった塩酸抽出区のペクチンを取りあげ、その結果を示したものである。温州ミカンでは第1回目の収率は AIS 当たり 26.7% であり、

Fig. 3 Extraction of pectin from apple fruit by microwave heating
The symbols are the same as in Fig. 1.

Fig. 4 Extraction of pectin from apple fruit by water bath at 85°C
The symbols are the same as in Fig. 2.

Table 1 Content of pectin extracted by microwave heating and water bath
(% AIS* basis)

Sample	Reagent	Microwave irradiation				Water bath	
		1st (5 min)	2nd (5 min)	3rd (5 min)	Total (15 min)	85°C	60 min
Satsuma mandarin	0.05N HCl	26.7(78.8)	5.5(16.2)	1.7(5.0)	33.9(100.0)**		28.6
Apple	0.05N HCl	19.1(71.3)	5.1(19.0)	2.6(9.7)	26.8(100.0)**		

*Alcohol insoluble substance

**A parenthesis shows component part of total extracted pectin.

第 3 回目までの全収率は 33.9% であった。このうち、第 1 回目抽出のペクチンは全ペクチン量の約 80% に相当した。湯浴抽出によるペクチンの収率は、Mw 加熱による第 1 回目の収率とほぼ同じであった。一方、リングでは第 1 回目の収率は全ペクチン量の約 70% であった。すなわち、温州ミカンでは Mw 加熱 5 分で、AIS に含まれるペクチンの約 8 割は回収が可能である。

調製したペクチンの無水ガラクトuron酸量は Table 2 に示すとおりである。温州ミカンとリングのどちらも Mw の照射回数が増すにつれてガラクトuron酸量は低下する傾向が認められた。このガラクトuron酸量の低下はリングでは少なく、第 1 回目抽出のペクチンに比べて、第 3 回目のもので約 3% の減であったが、温州ミカンでは約 18% の減少がみられた。湯浴抽出による温州ミカンのペクチンのウロン酸含量は、Mw 加熱による第 1 回目と第 2 回目抽出のペクチンに比べてやや低い値であった。Table 3 に調製ペクチンのエステル化度をガラクトuron酸残基に対する割合で示した。エステル化度は抽出の回数が増すにつれて低下し、第 1 回目抽出のペクチンに比べて第 3 回目抽出のものは、リングで約 4%、温州ミカンでは約 23% の減少であった。湯浴抽出によるペクチンのエステル化度は、Mw 加熱法で調製したペクチンより少し低い値を示した。

Mw 加熱がペクチンのエステル化度にどのような影響を与えるかについて、エステル化度 55% の高メトキシルペクチン 0.5% を含む、0.05 N 塩酸溶液に Mw を照射して調べた。無照射におけるエステル化度を 100 とすれば、照射 10 分で 87.1% にまで低下した。このように、Mw を照射することにより、エステル化度は低下するため、1 回の加熱時間を 5 分までとし、これを反復してペクチンを抽出することが望ましい。調製ペクチンの相対粘度については、Table 4 に示すように第 1 回目の 5 分間抽出で得られたペクチンが最も高く、抽出の回数が増すにつれて低下した。特に温州ミカンの第 3 回目抽出のペクチンにおいて粘度低下は顕著であった。湯浴抽出によるペクチンの相対粘度は、Mw 加熱による第 1 回目抽出のペクチンと比べてほぼ同じであった。

以上の実験結果から明らかなように、ペクチンの抽出を Mw 加熱法で実施することが可能である。従来の湯浴を用いる抽出法に比べて、抽出時間は短縮され、さらに、ペクチンの品質がそこなわれないため、実用に結びつけることは容易であろう。

今回の一連の試験は電子レンジの加熱レベルを強で行ったが、弱（強の出力の約 40% に相当、抽出温度約 84℃）で行えば 5 分間の加熱による溶液の損失は 10% 以下であった。また、ペクチンは Mw の強レベルによる

Table 2 Content of anhydrogalacturonic acid in pectin extracted by microwave heating and water bath

Sample	Reagent	Microwave irradiation			Water bath 85°C, 60 min
		1st (5 min)	2nd (5 min)	3rd (5 min)	
Satsuma mandarin	0.05 N HCl	71.4	66.4	53.1	59.0
Apple	0.05 N HCl	65.2	64.7	62.5	

Table 3 Degree of esterification of pectin extracted by microwave heating and water bath

Sample	Reagent	Microwave irradiation			Water bath 85°C, 60 min
		1st (5 min)	2nd (5 min)	3rd (5 min)	
Satsuma mandarin	0.05 N HCl	67.4	66.3	52.2	54.1
Apple	0.05 N HCl	65.2	64.7	62.5	

*Anhydrogalacturonic acid

Table 4 Relative viscosity of pectin extracted by microwave heating and water bath

Sample	Reagent				(%)
		Microwave irradiation			Water bath
		1st (5 min)	2nd (5 min)	3rd (5 min)	85°C, 60 min
Satsuma mandarin	0.05 N HCl	9.6	7.2	2.1	8.3
Apple	0.05 N HCl	3.0	2.7	1.6	

加熱の 90% に達することがわかった。従って実用に当たっては Mw 照射装置をはじめとして検討を要する課題は残されている。

要 約

温州ミカンとリンゴのバルブに 0.05 N 塩酸液など 3 種の抽出液を加え、Mw (2450 MHz, 1030 w) を 1 回につき 5 分間照射してペクチンを抽出し、抽出の効果、抽出されたペクチンの性状を調べた。

(1) Mw 加熱による抽出では、湯浴による加熱抽出に比べて、抽出に要する時間は著しく短縮された。また、抽出されるペクチン量は、Mw 加熱法の方が高かった。

(2) Mw 加熱による抽出液をエタノール沈殿して調製したペクチンのガラクトuron酸量、エステル化度および相対粘度は、Mw の照射回数が増すに従って減少した。

終わりに、本実験を行うに当たり香川県三豊郡仁尾町のご協力をいただいた。ここに感謝いたします。

文 献

- OWENS, H.W., MCCREADY, R.M., and McCRAV, W.D.: *Food Technol.*, 3, 77 (1949).
- KERTESZ, Z.I.: *The Pectic Substances*, (Interscience Pub., New York) (1951).
- SWISHER, H.E. and SWISHER, L.H.: *Citrus Science and Technology*, (Nagy, S. *et al* eds., AVI Pub., Westport, CONNECTICUT) p. 311 (1977).
- 露木英男: 日食工誌, 2, 123 (1982).
- 肥後温子: 食品の物性 第11集, 53 (1985).
- 樽谷隆之・真部正敏: 日食工誌, 10, 316 (1963).
- BITTER, T. and MUIR, H.M.: *Anal. Biochem.*, 4, 330 (1962).
- MYERS, P.B. and BAKER, G.L.: *Univ. Delaware Agr. Expt. Sta., Bull. No.* 187 (1934).
- SMIT, C.J.B. and BRYANT, E.F.: *J. Food Sci.*, 32, 197 (1967).
- 真部正敏・猶原 順: 日食工誌, 33, 602 (1986).
(昭和 62 年 9 月 18 日 受理)