

## ユズ搾汁残さからのペクチン抽出\*

松浦 靖<sup>\*1</sup>・十川 隆博<sup>\*1</sup>・永山 志穂<sup>\*1</sup>・日高 照利<sup>\*1</sup>

Extraction of Pectins from YUZU (*Citrus junos* Sieb. ex T. Tanaka) Residue

Yasushi MATSUURA, Takahiro TOGAWA, Shiho NAGAYAMA and Terutoshi HIDAKA

県内のユズ加工場において、加工により排出される内果皮（じょうのう膜）は有効利用されずに年間約450トン程度が廃棄されている。そこで、このユズ内果皮の更なる有効利用とゼロエミッションに向けた取組みとして、細胞壁に含まれるペクチンの抽出について検討した。その結果、ユズ内果皮にはペクチンが約2%含まれ、水に不溶性のペクチンが多いことがわかった。また、ユズ内果皮からのペクチン抽出において、pH3以下の酸性条件下、抽出温度70℃以上、抽出時間30分で十分にペクチンを抽出できることがわかった。

キーワード：ユズ，残さ，ペクチン抽出

### 1 はじめに

全国生産量4位を誇るユズは、約8割～9割が加工用として利用され、果汁、外果皮、種子は様々な商品に加工され販売されている。しかし、内果皮は有効利用されず、年間約450トン程度が廃棄されており、有効利用が望まれている。このようなことから、ユズ内果皮を食品素材として有効利用するため、細胞壁に多く含まれるペクチンの抽出について検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 原材料およびその一般成分分析

ユズ果汁搾汁時に排出される内果皮は、県内加工場にて11月に採取した。採取後は、内果皮をナイロン製の袋に小分けし、-20℃の冷凍庫で保存した。試料は用時、解凍して用いた。

一般成分は、五訂日本食品標準成分表分析マニュアル<sup>1)</sup>に準じて分析した。すなわち、水分：減圧70℃乾燥法、たんぱく質：ケルダール法、脂質：ソックスレー抽出法、灰分：550℃直接灰化法で行い、炭水化物は差し引き法で算出した。

#### 2-2 ペクチンの抽出

ペクチンは、新・食品分析法<sup>2)</sup>に準じて、アルコール不溶性固形物 (alcohol insoluble solid, AIS) を調製し、AISからペクチンを順次、分画抽出した。

##### 1) AISの調製

ユズ内果皮を430 mlのエタノールに入れ、逆流冷却管を付して湯浴中で15分間煮沸し、冷却後吸引ろ過した。残さはホモジナイザーでま碎してから吸引ろ過した。70%エタノールで糖の反応が陰性になるまで洗浄し、風乾物をAISとした。これ以降のペクチン抽出試験はAISを用いて行なった。

##### 2) 水溶性ペクチン (water soluble pectin, WSP) の抽出

AIS 200 mgに蒸留水150 mlを加え、スターラーで30分かくはんしてから12時間静置した。静置後は、250 mlに定容し、ろ液を水溶性ペクチン画分とした。

##### 3) ヘキサメタリン酸可溶性ペクチン (hexametaphosphate soluble pectin, HXSP) の抽出

水溶性ペクチンの残さをピーカーに移し、蒸留水135 mlと4%ヘキサメタリン酸ナトリウム溶液15 mlを加え、0.4%ヘキサメタリン酸ナトリウム濃度に調製し、スターラーで10分かくはんして

\* 廃棄物リサイクルに関する研究

\*1 食品開発部

から2時間静置した。静置後は、250 mlに定容し、ろ液をヘキサメタリン酸可溶性ペクチン画分とした。

#### 4) 塩酸可溶性ペクチン (hydrochloric acid soluble pectin, HSP) の抽出

ヘキサメタリン酸可溶性ペクチンの残さを三角フラスコに移し、蒸留水と1 N塩酸を加え、0.05 N塩酸濃度に調製した後、逆流冷却管を付して沸騰湯浴中で1時間加熱した。加熱後は、冷却し250 mlに定容し、ろ液を塩酸可溶性ペクチン画分とした。

#### 2-3 ウロン酸の定量

調製したペクチン抽出液は、カルバゾール硫酸法<sup>3), 4)</sup>によりウロン酸を測定し、ペクチン含量とした。

すなわち、四ホウ酸ナトリウム・十水和物0.95 mgを濃硫酸100 mlに溶かした試薬5 mlを試験管に取り氷冷した。これにペクチン抽出液1 mlを器壁に伝わらせながら加え、室温以上にならないよう氷冷しながらかくはんした。かくはん後は、試験管の口をガラス球で蓋をし、沸騰湯浴中で10分間加熱し、その後室温まで水冷した。これに、0.125%カルバゾールエタノール溶液を0.2 ml加えて混合し、さらに15分間沸騰湯浴中で加熱し、発色させた。冷却後は、530 nmの波長で吸光度を測定し、ガラクトuron酸標準液を用い作製した検量線により、ウロン酸量を求め、ペクチン含量とした。

#### 2-4 抽出温度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

0.5%クエン酸溶液を抽出溶媒として、それぞれ25~80 まで温度を変えて抽出試験を行った。0.5%クエン酸溶液40 mlを50 mgのAIS粉末に加えて、各温度(25, 40, 50, 60, 70, 80 )に設定した湯浴中で2時間抽出した。その後直ちに冷却し、50 mlに定容し抽出液を調製した。

#### 2-5 抽出時間の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

0.5%クエン酸溶液を抽出溶媒として、それぞれ10~120分まで時間を変えて抽出試験を行った。0.5%クエン酸溶液40 mlを50 mgのAIS粉末に加えて、70 に設定した湯浴中で各時間(10, 20,

30, 60, 120分)抽出した。その後、2-4と同様の操作で抽出液を調製した。

#### 2-6 酸濃度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

蒸留水、0.5%クエン酸溶液、その10倍希釈溶液、100倍希釈溶液、1,000倍希釈溶液および0.05 N塩酸溶液を抽出溶媒として、それぞれ酸濃度を変えて抽出試験を行った。各溶媒40 mlを50 mgのAIS粉末に加えて、70 に設定した湯浴中で30分間抽出した。その後、2-4と同様の操作で抽出液を調製した。

### 3 結果および考察

#### 3-1 ユズ内果皮の一般成分

ユズ内果皮の一般成分を表1に示す。炭水化物が多く含まれており、乾物当たりの組成比で見ると、大部分の89.9%を占めることがわかった。

表1 ユズ内果皮の一般成分

一般成分	成分値 (g/100gFW)	乾物当たりの 組成比(%)
水分	84.7	-
たんぱく質	0.4	2.6
脂質	0.5	3.6
炭水化物	13.8	89.9
灰分	0.6	3.9
アルコール不溶性固形物(AIS)	8.9	-

#### 3-2 ユズ内果皮のペクチン組成および含量

ユズ内果皮新鮮重100 g当たりのAIS収量は8.9 gであり、表2に各抽出画分のペクチン含量および組成比を示した。ペクチンの含量は、3画分のペクチンを総量として表し、新鮮重100 g当たり2,146 mg含まれていた。このうち、水溶性ペクチンは480.2 mg含まれ、総ペクチンの22.8%を占めていた。水に不溶のヘキサメタリン酸可溶性ペクチン、塩酸可溶性ペクチンはそれぞれ、703.1 mg、952.8 mgと総ペクチンの77.2%を占めていたことから、ユズ内果皮からのペクチン抽出には酸性溶液を用いることで効率よくペクチンを抽出できることが示唆された。

表2 ユズ内果皮のペクチン組成および含量

抽出画分	含量 (mg/100gFW)	割合 (%)
水溶性ペクチン (WSP)	490.2	( 22.8)
ヘキサメタリン酸可溶性ペクチン (HXSP)	703.1	( 32.8)
塩酸可溶性ペクチン (HSP)	952.8	( 44.4)
ペクチン含量	2,146	( 100 )

### 3-2 抽出温度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

AIS粉末を用いて、0.5%クエン酸溶液により25~80℃で抽出した場合のペクチン抽出率を図1に示した。

抽出温度が上がるに従い、ペクチン抽出率が高くなった。加熱による有意なペクチン抽出は、40℃以上で起こり、特に70℃以上で効率よく抽出されることがわかった。このことから、本実験の温度帯において、ペクチン抽出の最適温度は、70℃であることがわかった。

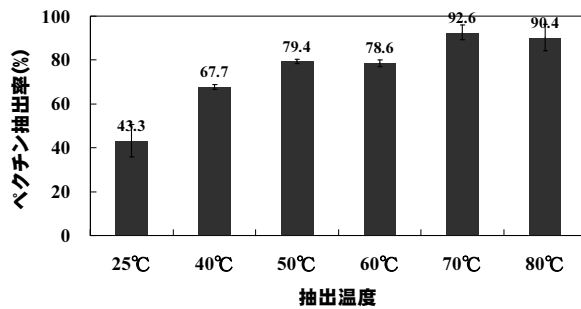


図1 抽出温度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

### 3-3 抽出時間の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

AIS粉末に0.5%クエン酸溶液を加え、抽出温度70℃、10~120分で抽出した場合のペクチン抽出率を図2に示した。

図2に示すように、抽出開始10分で74.6%のペクチンが抽出された。これ以上の加熱時間では、抽出率がわずかに上昇するが、30分でほとんどのペクチンを抽出できることから、70℃で30分加熱することでペクチンを十分抽出できることがわかった。

### 3-4 酸濃度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

AIS粉末に酸濃度を変えた溶媒（蒸留水、各濃度のクエン酸溶液、0.05 N塩酸溶液）を加え、抽出温度70℃、30分で抽出した場合のペクチン抽出率を図3に示した。

その結果、0.5%クエン酸溶液、その10倍希釈溶液および0.05 N塩酸溶液でペクチン抽出率が高くなった。これら抽出液のpHを測定すると、0.5%クエン酸溶液で2.31、その10倍希釈溶液で3.06、0.05 N塩酸で1.20とpHが約3以下であった。また、これら以外の抽出液のpHを測定したところ、0.5%クエン酸溶液の100倍希釈溶液で4.28、1,000倍希釈溶液で5.37、蒸留水のときに5.74であったことから、pH 3以下の酸性条件にすることでペクチンを効率よく抽出できることがわかった。

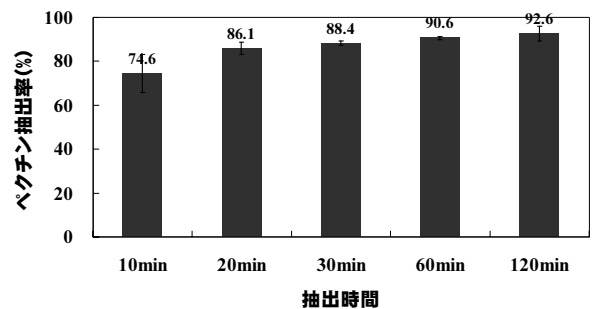


図2 抽出時間の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

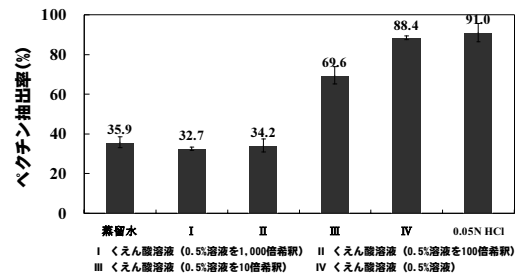


図3 酸濃度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響

## 4 まとめ

- ユズ内果皮は炭水化物を多く含み、乾物当たり89.9%の割合を占めることがわかった。
- ユズ内果皮100g（新鮮重）当たり、WSP 490.2 mg, HXSP 703.1 mg, HSP 952.8 mgと、3つの画分で2,146 mgのペクチンを含み、水に不溶性ペクチンの割合が多いことがわかった。
- 抽出温度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響について、加熱による有意なペクチン抽出は、40℃以上で起こり、特に70℃以上で効率よく抽出されることがわかった。

- 4) 抽出時間の違いがペクチン抽出に及ぼす影響については、抽出開始10分で74.6%、30分で約90%抽出され、30分以上の加熱によりペクチンを十分抽出できることがわかった。
- 5) 酸濃度の違いがペクチン抽出に及ぼす影響については、酸溶液のpHが3.06で抽出率 69.6%、2.31で88.4%、1.20で91.0%とpHが低くなるに従い抽出率が高くなったことから、pH 3以下の酸性条件で効率よくペクチンを抽出できることがわかった。

## 5 参考文献

- 1) 荘村多加志：分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説，中央法規出版，10-61 (2001)
- 2) 鎌田恒男：新・食品分析法，光琳，575-579 (1996)
- 3) Bitter T. and Muir H. M., A modified uronic acid carbazole reaction, *Anal. Biochem.*, 4, 330-334 (1962)
- 4) 玉城志博，シークワーシャー果実からのペクチンに関する研究，学位論文，13 (2008)