

膜利用によるフラクトオリゴ糖液の精製

誌名	富山県食品研究所研究報告 = Bulletin of Toyama Food Research Institute
ISSN	09196730
巻/号	5
掲載ページ	p. 57-60
発行年月	2004年12月

農林水産省 農林水産技術会議事務局筑波産学連携支援センター
Tsukuba Business-Academia Cooperation Support Center, Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council
Secretariat



膜利用によるフラクトオリゴ糖液の精製

加藤 肇一

(2004年10月1日受理)

フラクトオリゴ糖はグルコースにフラクトースが2～4個結合した構造をもつオリゴ糖で難う蝕¹⁾やカルシウム吸収促進効果²⁾を有する。フラクトオリゴ糖はショ糖を原料として転移酵素を作用させて製造されるが、未反応のショ糖と副生するグルコースの存在がフラクトオリゴ糖液の純度を低下させている。ショ糖およびグルコースを除去してフラクトオリゴ糖の純度を高めるには、一般的にカラム法が用いられるが大量処理には向いていない。そこで、大量処理に向いているといわれる膜処理法でそれが可能であるか検討した。

試験研究方法

1. 膜の選定試験

(1) 供試原料

フラクトオリゴ糖液 (日本オリゴ株式会社製) (水分26.5% タンパク質0.0% 脂質0.0% 糖質73.5% (内フラクトオリゴ糖 43.1%) 灰分0.0%)

この液をイオン交換水で希釈 (Brix糖度10, 15, 20度) したものを試験に供した。

(2) 膜処理方法

ア. 逆浸透処理装置

RUW-5 (日東電工製)

イ. テストセル

C70-F (日東電工製)

(有効膜面積・・・32cm²)

ウ. 使用逆浸透膜の種類

表1のとおり

エ. 操作条件

圧力・・・30kgf/cm²

流量・・・5ℓ/min

温度・・・20℃

オ. 測定項目

各試料濃度での膜透過流束を測定した。

(3) 糖組成分析

液体クロマトグラフィーにより下記の条件で糖組成 (供給液, 透過液) の分析を行った。

カラム: ダイソー SP-120-5-ODS-B

検出器: 昭和電工Shodex RI SE-31

溶離液: 水100%

流量 : 1 ml/min

2. フラクトオリゴ糖の分離・濃縮試験

(1) 供試原料

逆浸透処理装置を加圧無しで循環運転させて、フラクトオリゴ糖液10.0kgと逆浸透処理装置中のRO水とを混合均一化したもの (Brix糖度28.6度) を試験に供した。

(2) 膜処理方法

膜処理は先ずダイアフィルトレーション法 (膜を透過した透過液の体積分の水を供給液に加え、常に供給液の体積を一定に保つ方法) により行い、供給液のBrix糖度低下が緩やかになったとき、つまりグルコースとショ糖が十分に抜けたと思われる時点 (累積透過水量37ℓ) で、水の供給をやめ、フラクトオリゴ糖の濃縮工程に切り替えた。

ア. 逆浸透処理装置

RUW-5 (日東電工製)

イ. 膜モジュール

S2F (日東電工製)

(有効膜面積... 1.7m²)

ウ. 使用逆浸透膜

NTR-7450HG

エ. 操作条件

- 圧力・・・30kgf/cm²
- 流量・・・5 ℓ/min
- 温度・・・20℃

オ. 測定項目

膜透過流束, 供給液および透過液のBrix糖度

(3)測定方法

- ア. 透過率・・・透過液の濃度を供給液の濃度で除したものに100をかけた
- イ. Brix糖度・・・(株)アタゴの手持屈折計N1, N2を用いた

表1 使用逆浸透膜の仕様

膜名称	メーカー	材質	塩分阻止率	評価条件
NTR-7430	備日東電工	ポリエーテルスルフォン	30%	0.2%NaCl
NTR-7450	備日東電工	ポリエーテルスルフォン	50%	0.2%NaCl
UTC-20	備東レ	ポリアミド	99.6%	MgSO ₄
UTC-60	備東レ	ポリアミド	65%	NaCl
DESAL-5	デザリネーション備	複合膜	60%	0.2%NaCl

結果および考察

1. 膜の選定試験

膜透過流束を測定した結果は, NTR-7430がBrix糖度10度液で141 ℓ / (m² · h), Brix糖度15度液で97 ℓ / (m² · h), Brix糖度20度液で71 ℓ / (m² · h), 以下同様にNTR-7450が95, 66, 47, UTC-20が112, 75, 33, UTC-60が93, 56, 28, DESAL-5が76, 47, 23であった(図1)。いずれの膜もBrix糖度が大きいほど膜透過流束は小さくなる傾向がみられ, 最も膜透過流束が大きい膜はNTR-7430であり, 最も小さいのはDESAL-5であった。

膜分離によりフラクトオリゴ糖液からグルコースとショ糖を除去するにはフラクトオリゴ糖(ケストース (GF₂), ニストース (GF₃), フラクトフラノシルニストース (GF₄) の3種の透過率が小さく, かつグルコースとショ糖の透過率が大きい膜の選択が必要である。本実験での結果は, Brix糖度10度の試験区でNTR-7430がグルコースとショ糖合計の透過率は60%, フラクトオリゴ糖3種合計の透過率は19%, 以下

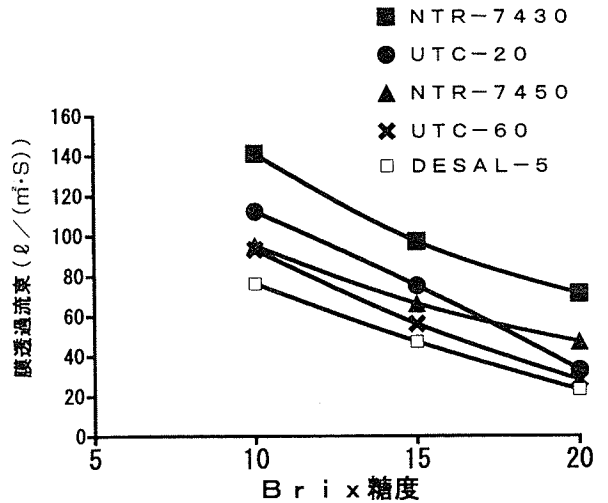


図1 フラクトオリゴ糖液のBrix糖度と膜透過流束との関係

同様にNTR-7450が36%, 11%, UTC-20が5%, 0%, UTC-60が3%, 0%, およびDESAL-5が3%, 0%であった(図2)。Brix糖度15度の試験区ではNTR-7430が63%, 24%, NTR-7450が54%, 9%, UTC-20が1%, 0%, UTC-60が4%, 0%, およびDESAL-5が7%, 0%であった(図3)。Brix糖度20度の試験区ではNTR-7430が89%, 58%, NTR-7450が62%, 20%, UTC-20が9%, 0%, UTC-60が6%, 0%, およびDESAL-5が0%, 0%であった(図4)。

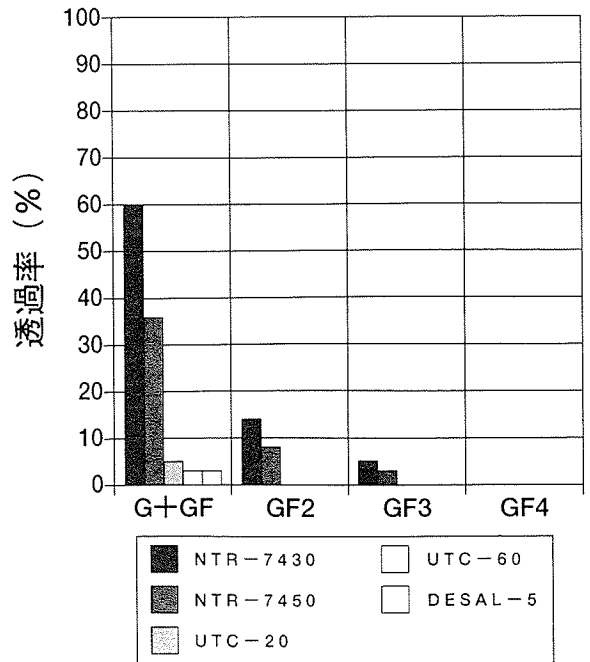


図2 フラクトオリゴ糖液(Brix糖度10)の各糖の透過率

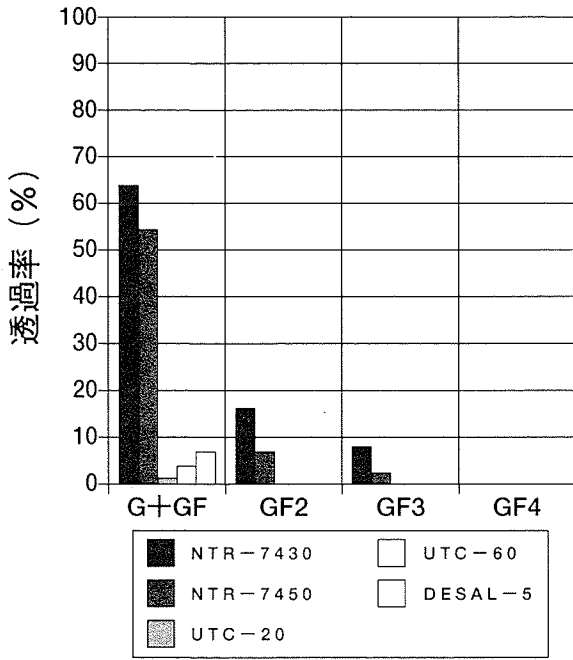


図3 フラクトオリゴ糖液 (Brix糖度15) の各糖の透過率

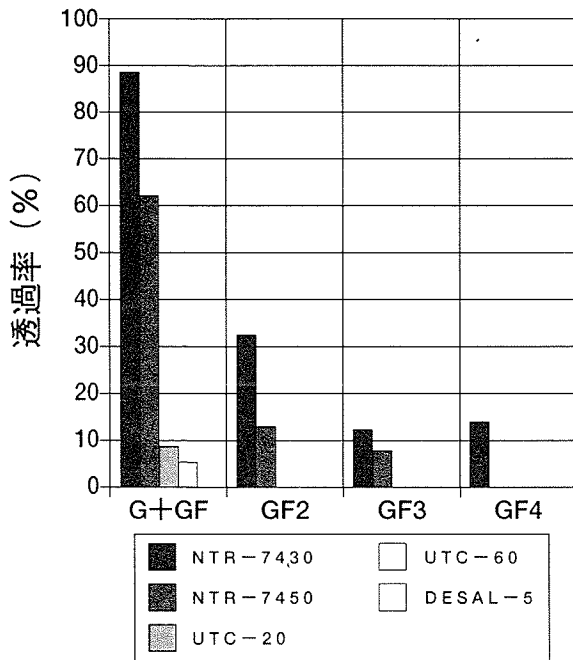


図4 フラクトオリゴ糖液 (Brix糖度20) の各糖の透過率

以上の結果よりNTR-7450膜およびNTR-7430膜がフラクトオリゴ糖とグルコース、ショ糖の分離に適していると考えられた。次にNTR-7450膜を用い、膜面積が本試験の約560倍の規模で分離・濃縮試験を行った。

2. フラクトオリゴ糖の分離・濃縮試験

ダイアフィルトレーション工程スタート直後に供給液Brix糖度が28.6度、透過液Brix糖度が18.5度であったものが、処理の進行に伴っていずれも低下し、累積透過水量が37ℓ時 (ダイアフィルトレーション工程終了時) で16.4、4.0度となった (図5)。この工程中、膜透過流束は一貫して上昇を続け、スタート時に16.7ℓ/(m²・h)であったものが終了時には31.3ℓ/(m²・h)にまで上昇した。濃縮工程に切り替えた後は、累積透過水量が42ℓの時点で供給液Brix糖度が19.4度、透過液Brix糖度が4.2度、膜透過流束が29.7ℓ/(m²・h)であったものが処理の進行に伴い、Brix糖度は両者とも上昇し、膜透過流束が著しく低下して処理が効率的ではなくなった時点で濃縮工程を終了した。この時点 (累積透過水量53ℓ) での供給液Brix糖度は38.0度、透過液Brix糖度は10.5度、また膜透過流束は6.2ℓ/(m²・h)となった。

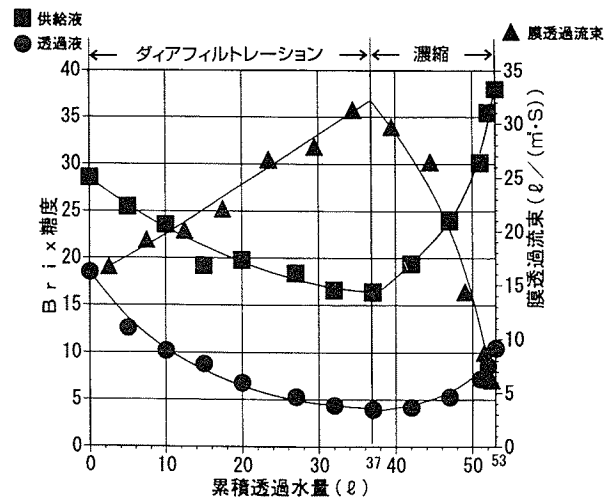


図5 累積透過水量とBrix糖度および膜透過流束との関係

ダイアフィルトレーション工程および濃縮工程における各糖の透過率を測定した結果、除去したいグルコースとショ糖を合わせた透過率はダイアフィルトレーション工程スタート時で95%、累積透過水量が20ℓ時まではほぼ同様の水準を保ち、その後ダイアフィルトレーション工程終了時まで低下を続け、53%となった (図6)。濃縮工程に切り替えた後は逆に上昇し、

終了時点で105%となった。また、供試オリゴ糖液の中で最も分子量の大きいGF₄の透過率は全工程を通じて0%であり、次に大きいGF₃は3~10%の範囲、最も小さいGF₂は9~20%の範囲にあった。

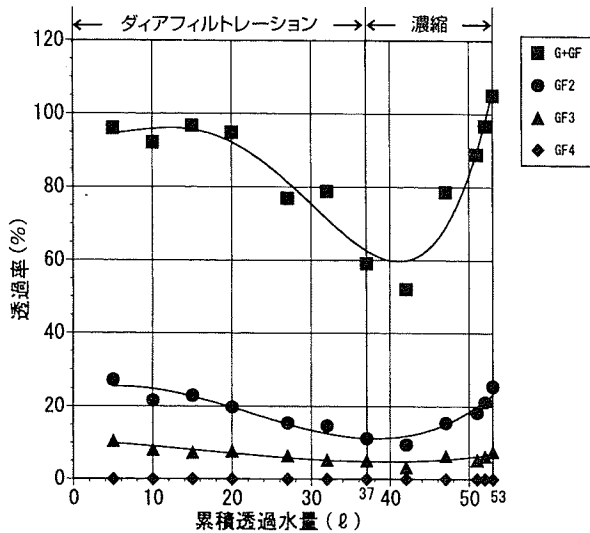


図6 累積透過水量と各糖の透過率との関係

最も重要な供給液のフラクトオリゴ糖の糖組成に占める割合はダイアフィルトレーションスタート時で58%であったものがその終了時で82%まで、その後の濃縮工程終了時で89%まで

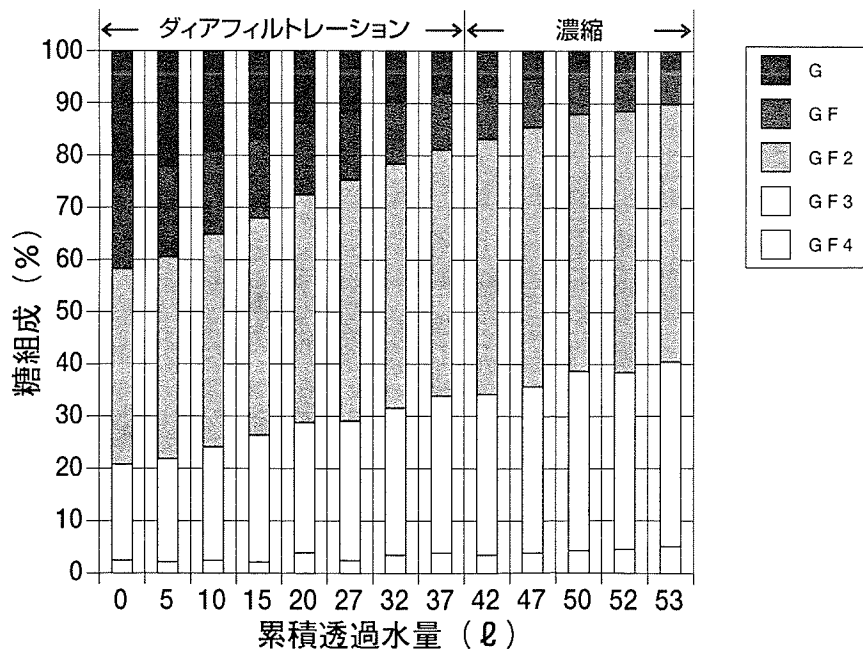


図7 各累積透過水量における供給液の糖組成推移

高くなった (図7)。この時のフラクトオリゴ糖回収率は53%であった。また、処理に要した時間はダイアフィルトレーション工程で58分間、濃縮工程で32分間であった。

以上の結果、グルコース (単糖) 及びショ糖 (二糖) とオリゴ糖 (三~五糖) のような分子量の大きさが接近している物質を膜により分離することが可能であることがわかった。このことにより膜分離技術を用いてフラクトオリゴ糖の純度を高めることが可能であった。

文 献

- 1) T.Ikeda, M.Hirasawa, T.Kurita, H.Hidaka, & T.Adachi:International Association for Dental Research, Abstract (Sydney, Australia) (1983)
- 2) 太田篤胤他: 栄食誌46, 2, 123 (1993)