

三番蜜を原料とした新規製糖技術の開発 -非溶媒を用いた三番蜜からの蔗糖分離技術-

大谷武人*, 安藤浩毅**, 神園純子***

Development of New Sugar-Technology from Molasses -The Isolation Technique of Sucrose from Molasses with Organic Solvents-

Taketo OTANI, Hiroki ANDO and Junko KAMIZONO

製糖副産物として知られる三番蜜を原料として、非溶媒（糖に対してはアルコール類など）に対する糖の溶解度と比重差を用いて、三番蜜に含まれる糖の回収を試みた。原料の三番蜜を水で所定の濃度になるように希釈し、アルコール類を三番蜜層に重層した後、三番蜜層を緩やかに攪拌することで、アルコール層と三番蜜層の界面に白濁した中間層が形成された。その中間層を回収し、抽出に使用したアルコール分を除去することで、希釈三番蜜に含まれる糖の約4割を回収できた。

Keyword : 三番蜜, 非溶媒, 晶析, 液液抽出

1. 緒 言

サトウキビを生産している鹿児島県の離島（種子島、奄美大島、喜界島、徳之島、沖永良部島、与論島）では、製糖業が島の基幹産業となっている。粗糖（蔗糖の精製前の糖）を製造する企業は各島に1社、計6社存在しており、昭和38年の粗糖輸入自由化以降、国内の甘味資源自給率向上のために、サトウキビ栽培への支援および各工場の蔗糖収率向上に向けて各社、日々努力をしている。またその一方で製糖時に副産物として排出されるバガスや三番蜜の付加価値の高い利用方法の開発が重要課題となっている。

製糖副産物であるバガスや三番蜜のうち、バガスは、ほとんどが製糖工場のボイラー燃料として利用されている¹⁾。一方、三番蜜中には、糖が重量ベースで40～45%ほど含まれているが²⁾、その粘性や、カリウムを主とするミネラル分の多さ、またコスト面から糖の結晶化を繰り返す現在のシステムでは糖の回収は限界となっている。

そこで、現在の製糖システムで最終的に産出される三番蜜を原料とし、蔗糖を効率よく回収できる簡易な製糖技術を検討した。

一般的に糖蜜から糖を回収する化学的手法としてカルシウム・サッカレート法がある³⁾。しかし、本方法はカルシウム系の酸化物、水酸化物を使用しなければならないため、必要試薬も多くなり、操作方法も複雑になる。

一方糖は、水への溶解性とアルコール類への溶解性が異なるという物理的な性質を有している⁴⁾。また三番蜜には

有機溶剤系と比較して比重が大きいという性質がある。

そこで本研究では、糖の溶解度に着目した、比較的簡便な抽出に続く非溶媒晶析と比重分離で糖のみを回収する方法について検討を行った。また、糖が回収できることが確認された際には、効率的に三番蜜より糖を回収する方法についても併せて検討した。

2. 実験方法

2. 1 供試試料

原料には南西糖業(株)産の三番蜜を用いて、水／三番蜜比を0.5（原料の三番蜜に対する希釈倍率1.5倍）とした水分50wt%の三番蜜を調整し、水による希釈で析出した固形分を遠心分離により除いた上清を供試試料とした（以下、希釈三番蜜とする）。

2. 2 アルコール溶媒を用いた糖回収試験

希釈三番蜜から糖回収を検討するアルコール類として、エタノール、メタノール、1-プロパノール、2-プロパノール（以上すべて和光純薬工業(株)製）の4種類のアルコール類を用いた。図1に示すように10mLの試験管内に希釈三番蜜2mLを注入し、アルコール類8mLを静かに重層し、試験管の底部分を10秒間タッピングした後静置し、その変化を観察した。

2. 3 回分式での糖回収試験

希釈三番蜜を原料、エタノールを抽出溶媒として用いて、糖の抽出試験を行った。図2に示すように、希釈三番蜜50mLを加工トールビーカー内に投入し、その上から静かにエタノールを100mLになるように重層した。液層の攪拌には、スリーワンモーター（HEIDON社製）を用いた。また、

* 食品・化学部

** 食品・化学部（現 副所長）

*** 元食品・化学部

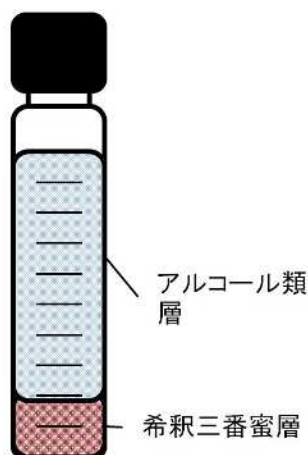


図1 試験管を用いた糖回収試験イメージ図

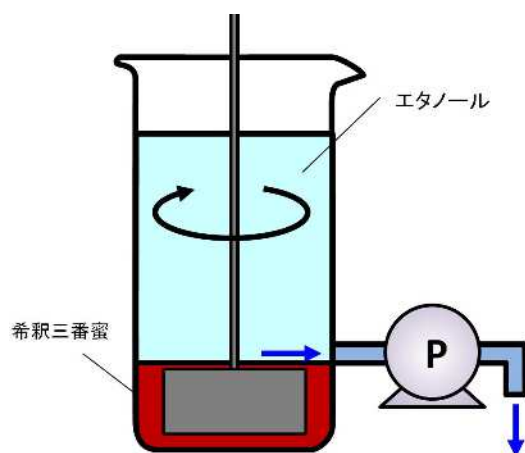


図2 回分式糖回収試験イメージ図



図3 試験管を用いた糖回収試験結果

液層の抽出・添加を行うポンプはMASTERFLEX L/S (Cole-Parmer社製) を使用した。

2. 4 分析方法

BUCHI Rotavapor R-205 (BUCHI製) で回収した液層からエタノールを除去した後に、残った残渣をFREEZE DRYER FD-5N (EYELA社製) を用いて凍結乾燥し、重量を測定した。凍結乾燥物の一部を所定の超純水に溶解させ、DX-c 500 (日本ダイオネクス(株)製)、カラム Carbopac PA1 (日本ダイオネクス(株)製) を用いて糖濃度を測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 アルコール溶媒を用いた糖回収試験

希釈三番蜜より、糖を回収するためにアルコール類4種類を対象に試験した結果、図3に示すように希釈三番蜜層とアルコール層の間に白濁層（以下、中間層とする）が確認され、この中間層を分析したところ、糖が検出された。

また4種のアルコール類の中間層形成量を計測した結果を表1に示す。4種のアルコール類の中ではエタノールが最も中間層形成量が多く、次いで2-プロパノール、メタノール、1-プロパノールの順に生成量が多いことが確認された。これらアルコール類は両親媒性の溶媒であることから、これらアルコール類が水と少しずつ混合していき、それと同時に水に溶解していた糖類が移行し、溶解度差によって析出したものと推察される⁴⁾。エタノール以外のアルコール類でも糖の抽出は確認できたものの、生成した中間層に含まれる糖を汎用的に利用する場合は、エタノールを使用することが望ましいと考えられる。

3. 2 回分式での糖回収試験

回分式での糖回収試験は希釈三番蜜を攪拌することにより、エタノールと希釈三番蜜とを効率的に接触させ、中間層を発生させて糖を回収する方法である。そこで攪拌の速度、攪拌方式、生成した中間層の抜き出し速度等を変更することで最適な糖回収方法を検討した。また、中間層の抜き

$$\text{糖回収率 (\%)} = \frac{\text{中間層に含まれる糖の絶対量 (g)}}{\text{希釈三番蜜に含まれる糖の絶対量 (g)}}$$

(1) 式

表1 アルコール類を用いた糖回収試験結果

アルコール類 各層	エタノール	メタノール	1-プロパノール	2-プロパノール
アルコール層 (mL)	7.2	7.5	7.9	7.3
中間層 (mL)	1.0	0.8	0.4	0.9
希釈三番蜜層 (mL)	1.8	1.7	1.7	1.8
全量 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0

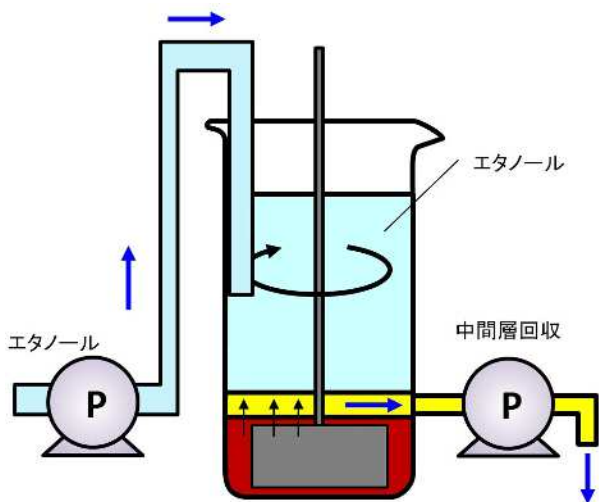


図4 エタノール追加型回分式糖回収試験イメージ図

表2 糖回収試験条件（エタノール追加方式）

希釈三番蜜糖濃度	24wt%
攪拌速度	15rpm
攪拌方法	10秒ごとに左右反転
中間層拔出し速度	1.0mL/min

表3 糖回収試験結果（エタノール追加方式）

	希釈三番蜜	中間層凍結乾燥物
糖濃度（wt%）	24	19
重量（g）	50	0.113
糖絶対量（g）	12	0.021
回収率（%）	—	0.175

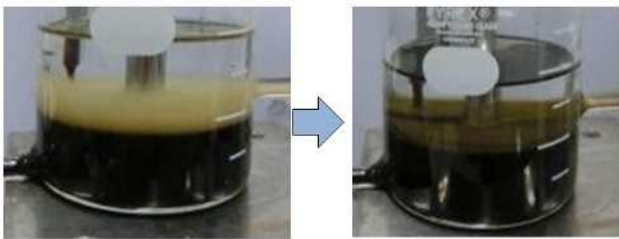


図5 中間層の消失

しを行うことで、エタノール層が減少することが想定されたため、図4に示すようにエタノールを追加するラインを設けた。

表2の条件において糖回収試験を行った結果を表3に示す。また希釈三番蜜糖からの糖の回収率を求める式を(1)式に示す。表2に示す条件で回収試験を行ったところ、表3に示すように約0.18%という低い回収率であったことが確認された。

表2の条件で中間層を回収すると、図5のように中間層形成後2時間ほどで中間層の消失が確認された。中間層は、

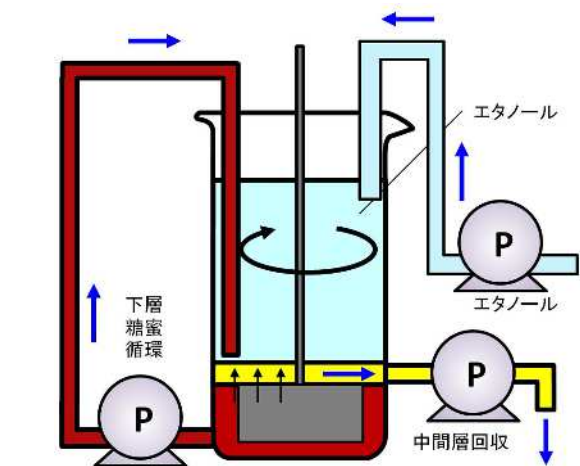


図6 希釈三番蜜追加型回分式糖回収試験イメージ図

表4 糖回収試験条件（希釈三番蜜循環方式）

希釈三番蜜糖濃度	24wt%
攪拌速度	15rpm
攪拌方法	10秒ごとに左右回転
中間層拔出し速度	1.0mL/min
希釈三番蜜循環速度	3.0mL/min

表5 糖回収試験結果（希釈三番蜜循環方式）

	希釈三番蜜	中間層凍結乾燥物
糖濃度（wt%）	24	62
重量（g）	58	5.3
糖絶対量（g）	14	3.3
回収率（%）	—	23.6

三番蜜中の糖が非溶媒であるエタノールと接触することにより生じるものである。そのため、攪拌による三番蜜とエタノールの接触のみでは、三番蜜上層の糖しかエタノール層に接触しなかったため、表2の条件で回収を行った際の回収率が低かったものと推察される。これは、液層の緩やかな攪拌のみでは中間層形成が困難であることを示している。しかし、攪拌速度の過度な上昇は界面の崩壊を招き、中間層の形成が起こらない可能性が高い。そこで、中間層の形成を効率的に行いかつ界面を安定な状態のままで中間層を形成させる目的で、図6に示すように希釈三番蜜を最下層から引き抜き、エタノール層へと送液する循環ラインを追加する方式を考案した。

試験条件は表4に示すとおり、表2の試験条件に希釈三番蜜の循環速度を追加した。試験結果を表5に示す。希釈三番蜜循環型方式で中間層を回収すると、エタノール追加型方式では0.175%であった糖回収率が、23.6%と飛躍的に向上した。

糖循環ラインの併設によって、糖の収率は向上したが、

希釈三番蜜からの色素の移行が確認された。色素のエタノール層への移行は、静置しているだけでも確認できる現象であり、これを完全に防ぐことは難しいと考えられる。また、中間層形成時には、中間層が形成してしばらくしてから、色素成分が移行し、中間層が着色していることを確認しており、中間層中の糖のエタノール層への移行速度は色素の移行速度よりも速いことが示唆された。すなわち、色素が中間層へ移行するよりも速く多量の糖を回収することが可能であれば、色素の混入を極力減らした回収系を構築できると考えた。すなわち、試験初期で希釈三番蜜の循環および攪拌のみを行い、中間層を形成させた後に、糖の回収を行い、再び希釈三番蜜の循環、攪拌を行い中間層を形成し、糖を回収するという繰り返しの試験である（以後、多回回収方式とする）。

表6の条件で糖の多回回収試験を行った結果を表7に示す。多回回収試験の糖回収により、回収率が37%となり、本研究で最大の回収効率となった。多回的な糖の抽出を行うことで、色素成分などの混入が相対的に減ったことで、糖濃度が上昇し、回収率向上に寄与したと考えられる。

表6 糖回収試験条件（多回回収方式）

希釈三番蜜糖濃度	27wt%
攪拌速度	15rpm
攪拌方法	10秒ごとに左右回転
中間層拔出し速度	3.0mL/min(開始2時間後)
希釈三番蜜循環速度	3.0mL/min
間欠的中間層形成時間	2時間

表7 糖回収試験結果（多回回収方式）

	希釈三番蜜	中間層凍結乾燥物
糖濃度 (wt%)	27	67
重量 (g)	59	8.8
糖絶対量 (g)	16	5.9
回収率 (%)	—	37.5

4. 結 言

三番蜜からアルコール類を用いて、糖のアルコールに対する溶解度差を利用した糖の回収を検討した。また、糖の回収を行うにあたり、回収のシステムについても検討を行い、以下の知見が得られた。

- (1) 三番蜜からアルコール類を用いて、糖が回収できることを確認した。今回試験した4つのアルコール類すべてで糖の回収は可能であった。しかし、回収した糖を汎用的に使用する場合には、安全性などの面からエタノールの使用が適切であると考えられる。
- (2) 回分式の糖回収法では、攪拌羽根による攪拌を行った場合、希釈三番蜜中の糖の約0.2%の糖が回収できた。また三番蜜の循環を追加した場合、希釈三番蜜中の糖の23.6%、さらに中間層の多回回収を行うことで、希釈三番蜜中の糖の37.5%を回収することが出来た。

以上の点から、三番蜜を原料とした糖の回収が可能となり、三番蜜を原料とした、新規製糖技術の可能性が示唆された。現状では回分式の試験であるため、小規模な運用でしか利用出来ないが、一般工業で利用されている連続式の手法を試験していくことで、より工業的な利用が可能となると考えられる。

今後、さらなる回収率向上の手法や、連続式試験での実用化に向けたシステム化などを総合的に検討することで、製糖工場で使用可能な新規製糖技術となり得ると考えられる。

参 考 文 献

- 1) 前田和義, 原永智晴, 塩浦五男, 島村克広, 橋口英文, 池田雄三, 内田昌克: 製糖概要書, 日本甘蔗糖工業会 (2013)
- 2) 安藤浩毅, 古川郁子, 松永一彦, 向吉郁朗: 鹿児島県工業技術センター研究報告, 27, 13-17 (2014)
- 3) SCHNEIDER, F., et al. Technologisches Zuckers, Schaper (1968)
- 4) 精糖技術研究会: 製糖便覧, 精糖技術研究会 (1962)
- 5) 秦野賢一: Center News 群馬大学共同研究イノベーションセンター, 60-61 (2011)