

## マイクロ波加熱法によるオカラ液状化条件の検討

下古谷博司<sup>\*1</sup>, 内田享佑<sup>1</sup>, 国枝義彦<sup>1</sup>, 高木康之<sup>2</sup>, 林征雄<sup>2</sup>, 鈴木郁功<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 鈴鹿工業高等専門学校・材料工学科 (〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町官有地)

hshimo@mse.suzuka-ct.ac.jp

<sup>2</sup> 鈴鹿医療科学大学保健衛生学部医療栄養学科 (〒510-0293 三重県鈴鹿市岸岡町 1001)

## Liquefaction conditions of Okara by Microwave Heating

Hiroshi SHIMOFURUYA, Kyosuke UCHIDA, Yoshihiko KUNIEDA, Yasuyuki TAKAGI,  
Ikuo HAYASHI and Ikukatsu SUZUKI

Department of Materials Science and Engineering, Suzuka National College of Technology,  
Shiroko-cho, Suzuka-shi, Mie 5100294, Japan

Department of Clinical Nutrition, Faculty of Health Science, Suzuka University of Medical Science,  
Kishioka-cho, Suzuka-shi, Mie 5100293, Japan

(Received December 2, 2010; Accepted January 14, 2011)

### Abstract

Recently, microwave heating has become an increasingly popular method of heating. It is replacing the classical method because it is clean, cheap, and convenient. In this study, the liquefaction of Okara under microwave irradiation is investigated under varying parameters: reaction time, concentration of sulfuric acid, and the ratio of Okara and polyethylene glycol 400 (PEG400). Results showed the optimum liquefaction condition is obtained at 60min of reaction time, a 5% concentration of sulfuric acid, and ratio of Okara to PEG400 of 1:5. Under optimum conditions, microwave heating had a conversion ratio of 96%, and the liquefied Okara was dark-brown. On the other hand, when Okara was liquefied under conditions identical to those used in conventional heating, the conversion ratio was about 67%. Consequently, microwave heating is more effective than conventional heating.

**Key word:** Microwave heating, Liquefaction, Okara

### 1. 緒言

オカラは、大豆から豆腐を製造する際の副生成物であり、現在、オカラのほとんどが食用として消費されておらず、食品産業廃棄物として処理されている。このオカラの有効利用法として機能性食品への応用など食品業界を中心に各方面で実施されている[1~3]。著者らもオカラの有効利用法として水中に懸濁しているカオリン粒子の凝集沈殿に関する論文を本紙に報告している[4]。

一方、著者らは、最近、廃棄系バイオマスの有効利用法

として、この廃棄系バイオマスをマイクロ波加熱法により液状化した後、多価イソシアナート化合物と反応させポリウレタン材料への変換に関する研究を実施しており、廃棄系バイオマスとしてヌカを用いた「マイクロ波加熱法によるヌカ液状化条件の検討」という論文を本紙に報告した[5]。今回、廃棄系バイオマスとして豆腐を作る際に副産物として発生するオカラを用い、マイクロ波加熱法によるオカラの液状化条件について検討したので報告する。

また、グリーンケミストリーの観点から、加熱法には油

浴加熱などの従来法とは異なりマイクロ波加熱法を用いた。このマイクロ波加熱法の特徴は、反応効率が低い(原料を無駄にしない)、省エネである、環境に優しい、急速加熱が可能、反応時間を短縮できる、選択性が向上する等があげられる [6, 7]。

## 2. 実験方法

### 2.1 オカラ

オカラは近隣のスーパーで購入し凍結乾燥した後、ミルミキサーFM-50(サン株式会社)を用いて30秒間粉碎した。この操作により得られた微粉末を試料として使用した。

### 2.2 試薬

本研究に用いたポリエチレングリコール 400(PEG400)は和光純薬工業(株)製の1級を使用し、酸触媒である硫酸およびジオキサン等その他の試薬は和光純薬工業(株)製の特級を用いた。

### 2.3 オカラ液状化条件の検討

シバタ製の50mlの三口フラスコに必要な量のPEG400を入れ、酸分解するために触媒として硫酸をPEG400量に対し任意量(%, 全ての%は重量%を示す)添加しマグネチックスターラーで攪拌混合した。試料であるオカラを加え全体が均一になるように攪拌混合した。この三口フラスコをIDX社製のマイクロ波反応装置であるグリーンモチーフIにセットし、温度制御用熱伝対を挿入した後、マグネチックスターラーで攪拌しながら150℃の温度で一定時間加熱し液状化した。得られた液状化物に5倍量のジオキサン溶液(ジオキサン:蒸留水=4:1)を加え希釈し吸引ろ過した。その後、残渣が残っているろ紙を120℃の乾燥器内で2時間乾燥させた後デシケーターに移し室温になるまで冷却した。電子天秤を用いてろ紙の重量を測定し、ろ紙上に残留する固形分量を求めた。また、オカラの液状化率は次式により計算した。

$$\text{液状化率}(\%) = (A - B) / A \times 100$$

A:オカラ使用量(g), B:ろ紙上の固形分量(g)

## 3. 結果と考察

### 3.1 反応時間と液状化率の関係

硫酸濃度を5%, 反応温度を150℃としPEG400の使用量はオカラの5倍量(重量比)とし、オカラを液状化する時の反応時間と液状化率の関係について調べた。Fig. 1は反応時間と液状化率の関係を示している。

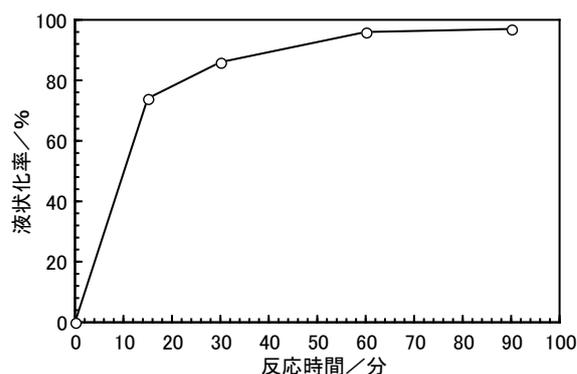


Fig. 1 反応時間と液状化率の関係

Fig. 1から明らかのように、オカラの液状化率は反応時間が経過するにつれて液状化率も高くなり、15分までは急激に増加しているが、その後は緩やかとなり60分以後は頭打ち状態となった。そのため、最適反応時間として60分を選択した。

### 3.2 硫酸濃度と液状化率の関係

反応時間を60分、オカラに対するPEG400の使用量を5倍、反応温度150℃という条件に固定し、触媒である硫酸濃度と液状化率の関係について調べた (Fig. 2)。

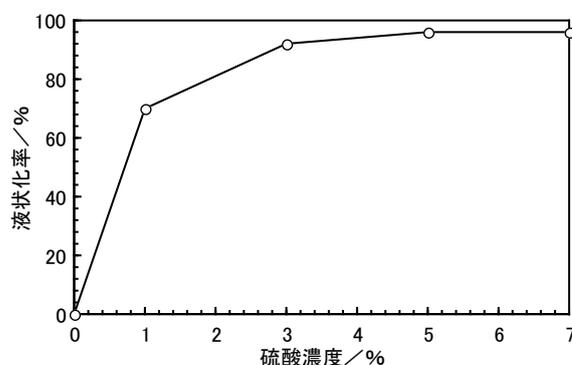


Fig. 2 硫酸濃度と液状化率の関係

その結果、硫酸濃度の上昇とともに液状化率も高くなり、硫酸濃度 3%時に 92%という液状化率が得られ、5%と 7% 使用時には 96%という高い液状化率で一定値を示した。従って、触媒である硫酸の最適濃度は 5%とした。

### 3.3 PEG400 使用量と液状化率の関係

反応時間を 60 分、硫酸濃度を 5%、反応温度 150℃の反応条件に固定し、オカラと PEG400 の使用量(比率)を 1:3, 1:5, 1:7 と変化させた時の液状化率に及ぼす影響について調べた (Fig. 3)。

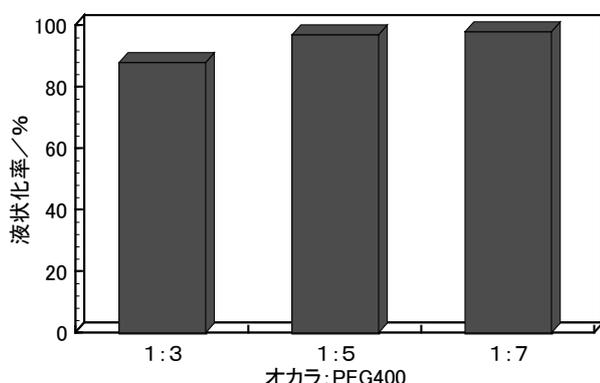


Fig. 3 PEG400 使用量がオカラ液状化率に及ぼす影響

Fig. 3 から分かるように、オカラと PEG400 の比率が 1:3 の時は、他の条件より低い液状化率を示したが、1:5 および 1:7 ではほぼ同じ値が得られた。従って、PEG400 の使用量はオカラの 5 倍量が最適であると判断した。PEG400 の使用量がオカラの 3 倍程度では反応混合物中に占める粉末状のオカラの割合が大きく、その結果、混合物の粘性が高くなり、攪拌困難な状況となった。そのため、オカラが炭化する傾向が強くなり、PEG400 の使用量が少ない環境ではオカラの液状化率が低下したものと考えられた。

以上の結果を整理すると、マイクロ波加熱法を用いてオカラを液状化する場合の最適液状化条件は Table1 に示すとおりとなった。

Table1 オカラの最適液状化条件

反応時間	硫酸濃度	オカラ : PEG400
60 分	5%	1:5

これまで加熱法と言えば、油浴などを用いた外部加熱法が一般的であった。そこで、従来法である油浴加熱法とマイクロ波加熱法との相違を調べたために、オカラの液状化条件を Table1 に示したマイクロ波加熱法の最適液状化条件に固定し、マイクロ波加熱法と従来法である油浴加熱法の両法によりオカラの液状化率に及ぼす影響について比較した。その結果を Fig. 4 に示す。

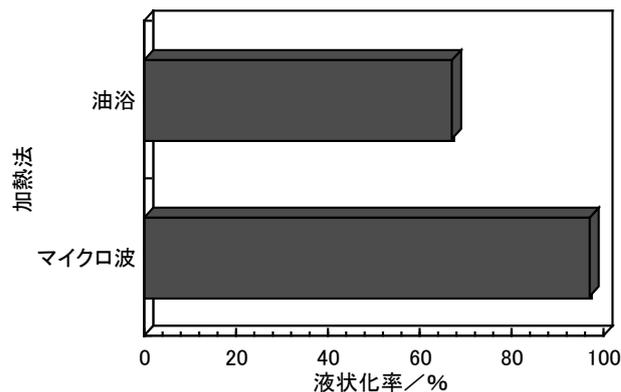


Fig. 4 加熱法と液状化率の関係

マイクロ波加熱法によるオカラの最適液状化条件を油浴加熱法に適用すると 67%の液状化率しか得られず、油浴加熱法でマイクロ波加熱法と同程度の液状化率を得るためには、反応時間をもっと長くするか、酸触媒である硫酸の使用量を多くしなければならないことが分かった。このことから、マイクロ波加熱法は従来法である油浴加熱法よりオカラの液状化反応を迅速に進行させることが明らかとなった。これは、マイクロ波加熱法が従来法である油浴加熱法より効率良くオカラの液状化反応を進行させたことを示しておりマイクロ波加熱法のもつ特徴の一つである高効率性が反映した結果であると考えられる [6]。

一方、Fig. 5 は液状化前の反応混合物と得られたオカラ液状化物の写真である。この写真ではオカラが PEG400 上に浮いたように見えているが、実際液状化する時はマグネチックスターラーで攪拌するためオカラが PEG400 の中に均一に分散している。この反応混合物をグリーンモチーフ I で Table1 に示した最適液状化条件下で液状化すると濃いこげ茶色の液状化物が得られた (Fig. 5 の下側)。これは、オカラに含まれるセルロース等が硫酸触媒により分解

され低分子化すると同時に、競争反応である糖質の炭化反応も進行し液状化物がこげ茶色になったと考えられる。

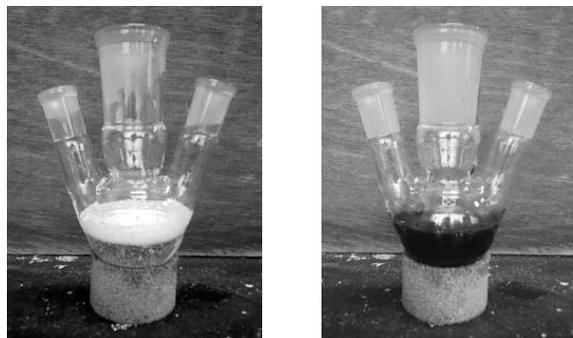


Fig. 5 得られたオカラの液状化物

左:液状化前の反応混合物, 右:オカラ液状化物

#### 4. まとめ

廃棄系バイオマスであるオカラの有効利用法として多価イソシアネート化合物と反応させポリウレタン材料へ変換するためには、固形物であるオカラを液状化する必要がある。そこで、マイクロ波加熱法を用いてオカラの最適液状化条件について検討した結果、加熱時間 60 分、硫酸濃度 5%、オカラ使用量に対する PEG400 の比率は 1:5 であった (Table1)。一方、この最適液状化条件でオカラを液状化すると、マイクロ波加熱法では 96%という高い液状化率が得られたが、油浴加熱法では 67%という低い値しか得られなかった。このことから、マイクロ波加熱法を採用することで従来法である油浴加熱法より短時間で効率

良くオカラを液状化することができ有利であることが明らかとなった。また、廃棄系バイオマスとしてヌカを用いた場合にも、マイクロ波加熱法を利用することで、従来法である油浴加熱法より短時間で効率良くヌカを液状化することができ、マイクロ波加熱法が有効であると報告されている [5]。短時間で液状化反応が終了するということは電気消費量を削減できグリーンケミストリーの観点からもマイクロ波加熱法が従来法より有効であると言える。

#### 5. 参考文献

- 1) 桑原秀明, 大澤克己, 高橋修一, 黒河内邦夫, 小栗勇, 長野食工試研報, 25 号, pp. 20-24 (1997)
- 2) 関口良治, 食品と科学, 10 巻, pp. 96-98 (1986)
- 3) M. Matsuo, Biosci. Biotech. Biochem., Vol. 61, pp. 1968-1972 (1997)
- 4) 下古谷博司, 国枝義彦, 林征雄, 鈴木郁功, 技術・教育研究論文誌, Vol. 12, No. 1, pp. 5-8 (2005)
- 5) 下古谷博司, 加藤大樹, 国枝義彦, 高木康之, 林征雄, 鈴木郁功, 技術・教育研究論文誌, Vol. 17, No. 2, pp. 67-70 (2010)
- 6) 柳田祥三, 和田雄二, 山本哲士, マイクロ波化学の応用, 化学工業, 10 号, pp. 1-5 (2002)
- 7) 小島秀子, 有機合成におけるマイクロ波の利用, 化学工業, 10 号, pp. 58-63 (2002)