

琉球大学学術リポジトリ

[原著論文]ポータブル屈折旋光計による純糖率測定に適したサトウキビ搾汁液の簡易清澄化法の検討

メタデータ	言語: 出版者: 南方資源利用技術研究会 公開日: 2019-09-02 キーワード (Ja): サトウキビ搾汁液, 純糖率, 屈折旋光計, 膜ろ過, ろ過助剤 キーワード (En): sugarcane juice, apparent sugar purity, refracto-polarimeter, membrane filtration, filter aid 作成者: 広瀬, 直人, 小野, 裕嗣, 前田, 剛希, 和田, 浩二 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/20.500.12000/0002017077

ポータブル屈折旋光計による純糖率測定に適した サトウキビ搾汁液の簡易清澄化法の検討

広瀬 直人^{1*}、小野 裕嗣²、前田 剛希¹、和田 浩二³

¹ 沖縄県農業研究センター

² 国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構 高度解析センター

³ 琉球大学農学部亜熱帯生物資源科学科

A study of simple clarification procedure for the determination of apparent purity in crude sugarcane juice using portable refracto-polarimeter

Naoto HIROSE^{1*}, Hiroshi ONO², Goki MAEDA¹, Koji WADA³

¹ *Okinawa Prefectural Agricultural Research Center*

² *Advanced Analysis Center, National Agriculture and Food Research Organization (NARO)*

³ *Department of Bioscience and Biotechnology, Faculty of Agriculture, University of the Ryukyus*

キーワード：サトウキビ搾汁液、純糖率、屈折旋光計、膜ろ過、ろ過助剤

Key words : sugarcane juice, apparent sugar purity, refracto-polarimeter, membrane filtration, filter aid

緒言

サトウキビは沖縄県の基幹作物として県内ほぼ全域で栽培されており、平成 27 年度の収穫面積は 13,212ha、収穫量は 754,671t である¹⁾。このうち約 1 割が黒糖生産に用いられ、年間 8,000t 程度の黒糖が生産されている²⁾。黒糖はサトウキビ搾汁液（以下、蔗汁とする）をそのまま濃縮、固化させて製造するため、蔗汁の品質が黒糖品質に大きく影響する。特に蔗汁中の水溶性成分におけるショ糖の含有率を表す純糖率は、仕上げ加熱温度や冷却攪拌時間などの製造条件や、製造された黒糖の水分含

量および水分活性などの品質に大きく影響する^{3,4)}。すなわち、安定した品質の黒糖製造には、日常的に蔗汁原料の純糖率を測定することが極めて重要である。

純糖率の測定には、屈折率と旋光度を用いて計算する手法が用いられている⁵⁾。分蜜糖工業においては、糖用屈折計（Brix 計）と計算式が組み込まれた旋光計を組み合わせた検糖計システム⁶⁾を用いた測定が普及している。検糖計システムには、高精度な光学系と、恒温機能や光路長の長いセルが採用されており、高い精度と再現性を得ることが可能である。しかしながら、前処理を含めた本測定の手順は非常に煩雑で、機器も高価である。したがって、必要な設備と要員を分析に充てるのが難しい小規模な含蜜糖工場においては、常用法とすることが困

Corresponding Author: 広瀬 直人
沖縄県糸満市真壁 820
e-mail : hirosent@pref.okinawa.lg.jp

難である。こうした状況の中、近年、屈折率と旋光度を同時測定できるポータブルタイプの安価な屈折旋光計が発売された。本機の測定精度は据え置き型の検糖計に劣るが、価格面から検糖計システムの導入が難しい現場において代替システムとして活用が期待されている。

旋光計は透過光を検出するため、測定試料中の不溶物の混在は光の透過量を著しく減少させ、受光器のS/N比の低下を招く。微細な繊維など不溶成分を多く含む蔗汁の旋光度の分析には、入念な清澄化の前処理を行う必要があるが、ポータブルタイプの旋光計の場合は光路長が短いことから、多少の着色や濁りがある試料も測定できる。そこで、本研究ではポータブル屈折旋光計を用いた蔗汁純糖率の簡易分析方法を確立することを目的として、簡便かつ安価な蔗汁の清澄化手順を確立するために検討を行った。

実験材料及び方法

(1) 実験材料

蔗汁は沖縄県農業研究センターで収穫した農林15号（株出、2015年3月16日収穫、Brix 23.3、純糖率 93.2%）および農林8号（春植、2017年5月15日収穫、Brix 19.2、純糖率 94.0%）を用いた。また、低純糖率の蔗汁は、ハーベスタ収穫したサトウキビにおいて品質低下が早いことを利用し⁷⁾、ハーベスタ収穫茎（2016年5月9日収穫、品種不明）を圃場に2週間放置した後、搾汁することにより調製した（2016年5月26日搾汁、Brix 15.6、純糖率 55.5%）。これら蔗汁の純糖率は、(2)に示す従来法で測定した。ろ過助剤の検討には、波照間製糖(株)波照間工場で2016年2月に採取した蔗汁（第1汁：三重圧搾機の第一搾汁機から得られた蔗汁、Brix 14.7、純糖率は未測定）を供試した。

(2) 蔗汁純糖率の測定方法

従来法として、旋光度とBrixの測定値より純糖率を算出する検糖計システム（Abbemat550/MCP500、Anton-paar）を用いた。LegendreとClarke⁶⁾の方法に従い、蔗汁100 mLに水酸化カルシウムを1.5 g添加して良く混和し、さらに塩化アルミニウム（Ⅲ）六水和物を3.5 g加えて十分に混和した後不溶物をNo.2ろ紙により除去して得

られたろ液を旋光度の測定に供した。屈折計によるBrixの測定には、蔗汁をそのまま用いた。

ポータブルタイプの安価な屈折旋光計による屈折率と旋光度の簡易測定は、ポータブル屈折旋光計（RePo-1、アタゴ）を用いて行った。本機は屈折率と同時に旋光度を測定し、Brixに加えて純糖率を自動計算して表示することができる。この機能は、糖類の種類によって密度や屈折率はあまり変わらず、比旋光度のみが異なることを利用した⁸⁾ 検糖計システムと同じ原理に基づいている。

(3) 膜ろ過法による蔗汁の清澄化と純糖率の測定

蔗汁を卓上遠心機（Mini-6KT、Allsheng）で遠心分離（1,700×g、1分間）し、得られた上清を孔径0.45 μmのPVDF膜（PVDF-25 mm GD/X、Whatman）でろ過して得られた溶液の純糖率をポータブル屈折旋光計により測定した。また、不溶物の除去効果を比較検討するため、遠心分離に代えてNo.2ろ紙（保留粒子径5 μm、アドバンテック）による通常ろ過、またはNo.5Aろ紙（保留粒子径7 μm、桐山製作所）による吸引ろ過を行った。

(4) ろ過助剤法による蔗汁の清澄化と純糖率の測定

蔗汁11 mLに珪藻土系のろ過助剤（セライト、関東化学；ハイフロスーパーセル、関東化学；特撰スーパーライト、株式会社東京今野商店）を0.5～2.0 g混合し、定性ろ紙（No.2、アドバンテック）または円錐形コーヒー用ペーパーフィルター（VCF-02-100W、ハリオ）でろ過したろ液をポータブル屈折旋光計による測定に供した。

実験結果及び考察

(1) 膜ろ過法による蔗汁の清澄化と純糖率の測定

蔗汁を遠心分離した上清、あるいはろ過により得られたろ液をポータブル屈折旋光計で測定したところ、Brixは測定できたが、旋光度が測定できなかったため、純糖率は測定エラーとなった。そこで、遠心分離やろ過で除去できない微細粒子を0.45 μmの膜ろ過で除去したところ、純糖率を測定できた（表1）。ただし、No.5Aによる吸引ろ過では、95 mm径のろ紙を用いても10 mL程度のろ液を得るのに10分以上を要し、また目詰まりも頻発したことから、ろ過による粗大粒子の除去は容易ではなく、遠

表 1 膜ろ過法による蔗汁の清澄化と純糖率測定可否

前処理方法	測定値		測定の可否*
	Brix	純糖率(%)	
遠心分離	22.9	測定不可	×
No.2ろ過	22.9	測定不可	×
No.5A吸引ろ過	22.9	測定不可	×
遠心分離 → 膜ろ過	22.9	92.7	◎
No.5A吸引ろ過 → 膜ろ過	22.9	92.9	○
等量エタノール混合 → 遠心分離	26.8	41.3	×
水酸化カルシウムと塩化アルミニウム混和処理	24.6	84.5	×

*◎: 測定に適する、○: 測定可能だがろ過に時間を要する、×: 測定できない。

心分離により除去する方が適していると判断された。

多糖類など高分子化合物の沈殿除去には、アルコール沈殿法がよく用いられている^{9,10)}ことから、アルコール沈殿法についても検討を行った。蔗汁に等量のエタノールを混合し、遠心分離(1,700×g、1分間)処理で不溶性の粗大成分を除去したところ、十分な清澄効果が得られた。しかし、ポータブル屈折旋光計による測定において、Brixおよび純糖率ともに正確な数値は得られなかった。増田ら⁸⁾は、屈折旋光計を用いた清酒もろみの分析において、エタノール濃度0~20%の範囲のとき、もろみの純糖率分析が可能であることを報告している。したがって、今回はエタノール濃度が50%と高かったことが測定できなかった要因であると考えられる。十分な清澄化効果が得られ、正確なBrixが測定可能な溶液を得るためのエタノール濃度についてさらに調べる必要がある。

一方、清澄化処理に水酸化カルシウムと塩化アルミニウム混和による処理を用いた場合、ポータブル屈折旋光計による測定において、旋光度は測定可能であったが、Brixの測定値が上昇するため、正しい純糖率が計算表示されなかった。おそらくは、清澄化処理の際に炭酸カルシウムと塩化アルミニウムが試料に溶解したことが原因と考えられる。

(2) ろ過助剤法による蔗汁の清澄化と純糖率の測定

珪藻土(セライト)は、液体中の懸濁固形分を除去する目的で古くから食品工業で使用されている優れたろ過助剤である。使用方法としては、ろ材表面にセライト層を形成させて液体中の懸濁固形分を除去するプレコートフィルター法と、液体に直接セライトを添加・分散してケーキを形成させ、ろ過時に

ろ過抵抗を低減させるボディフィード法がある¹¹⁾。

黒糖工場では、清澄化操作で生じたマッドから蔗汁を回収する工程においてプレコートフィルター法が一般に用いられている¹²⁾。また、SnordとThomas¹³⁾は蔗汁の旋光度測定において、セライトを用いてろ過する清澄化方法が利用可能であることを示している。本研究では、珪藻土系の各種ろ過助剤を蔗汁と混合してろ過する簡易なボディフィード法による清澄化の効果について検討した。国内で入手性の良い数種のろ過助剤を用いて、その効果を比較検討した。また、実用性を考慮すると、フィルターは安価なものが適当であることから、定性ろ紙(No.2)に替えて円錐形コーヒー用ペーパーフィルターが使用可能であるかどうかについても併せて検討した。

その結果、「特撰スーパーライト」をろ過助剤として用いた場合に、ろ過速度が速く、純糖率が測定可能なレベルにまで清澄化できることが明らかとなった。「セライト503」を用いた場合にも十分な効果が観察されたが、純糖率を測定可能な清澄化レベルにするためには、「特撰スーパーライト」よりも多くのろ過助剤の添加量が必要であった(表2)。

次に、多検体を安価に測定可能にするために定性ろ紙(No.2)に替えてコーヒーフィルターが代用可能であるか検討した。ろ過助剤の種類と使用量が同じ場合、定性ろ紙を用いた方がコーヒーフィルターを用いた場合に比べ試料の清澄度が高かった(吸光度の値が小さい)が、ろ過に時間を要した。コーヒーフィルターを用いた場合、清澄効果が低く、ろ過助剤の使用量によっては純糖率が測定できなかったが、ろ過速度が圧倒的に早いという利点が見出された。これらの結果は、安価なコーヒーフィルター

表2 ろ過助剤による蔗汁の清澄化と純糖率測定の可否

ろ過助剤 種類	使用量 (g)	ろ紙	ろ過 時間* (分:秒)	ろ液 吸光度 (589 nm)	測定値		測定の 可否**
					Brix	純糖率 (%)	
ハイフロスーパーセル	0.5	No.2	23:13	0.709	14.7	77.6	○
ハイフロスーパーセル	1.0	No.2	14:38	0.650	14.7	74.8	○
ハイフロスーパーセル	1.0	Coffee	02:26	1.378	14.7	測定不可	×
ハイフロスーパーセル	2.0	Coffee	05:27	1.293	14.7	測定不可	×
セライト503	0.5	No.2	10:18	0.814	14.9	測定不可	×
セライト503	1.0	No.2	13:11	0.657	14.7	75.5	○
セライト503	1.0	Coffee	01:46	1.861	14.7	測定不可	×
セライト503	2.0	Coffee	11:05	1.839	14.7	測定不可	×
特選スーパーライト	0.5	No.2	16:50	0.379	14.6	70.5	○
特選スーパーライト	1.0	No.2	19:15	0.322	14.6	67.8	○
特選スーパーライト	0.5	Coffee	06:59	0.547	14.7	72.8	◎
特選スーパーライト	1.0	Coffee	09:26	0.544	14.7	71.4	◎
対照(蔗汁)	0	No.2	34:20	1.324	14.7	測定不可	×

*11 mLの蔗汁にろ過助剤を混合してろ過し、4 mLのろ液を得るのに必要な時間を示した。

**◎:適する、○:測定可能だがろ過に時間を要する、×:測定できない。

が、セライトなどのろ過助剤を除去するためのフィルターとして利用可能であることを示唆した。定性ろ紙よりも安価で、ろ過速度の早いコーヒーフィルターを実用現場で使用するフィルターの第一候補として検討し、予備的に定性ろ紙の使用を検討することが望ましいと考えられた。

ポータブル屈折旋光計は589nm (Na-D線近似)を測定波長としている⁸⁾ことから、どの程度の蔗汁の清澄化がなされれば純糖率が測定可能であるか検討した。589nmにおける吸光度と得られる純糖率の相関に着目してみると、ろ過助剤を用いて得られたろ液の589nmにおける吸光度(光路長1cm)が0.81以上の試料では、屈折旋光計による純糖率の測定ができなかった(表2)。黒糖製造工程において蔗汁の589nmにおける吸光度を増加させる要因としては、微細粒子の混入の他、加熱によって褐変物質が生じることが考えられる¹⁴⁾。そこで、蔗汁をBrix 50まで加熱濃縮し褐変させたシラップを蒸留水で適宜希釈して、屈折旋光計による純糖率の測定可否と589nmにおける吸光度を比較したところ、試料の吸光度の値が0.9以上になると純糖率を測定できなくなることが分かった(表3)。これらの結果から、ポータブル屈折旋光計を用いて純糖率を測定できる試料の吸光度は0.8以下であると判断した。

表3 シラップの589nmにおける吸光度と屈折旋光計による純糖率測定可否

Brix	屈折旋光計測定値		吸光度 (589 nm)
	Brix	純糖率	
5.5	90.9	0.178	
14.3	88.8	0.652	
16.3	90.2	0.695	
18.6	90.3	0.750	
19.6	90.3	0.860	
20.7	測定不可	0.899	
21.8	測定不可	0.914	
26.5	測定不可	1.147	

(3) 従来法と簡易測定法による純糖率測定値の比較
収穫後すぐに搾汁して得た通常の蔗汁に、低純糖率の蔗汁を適宜混合してBrix 15.8 ~ 19.9、純糖率 67.0 ~ 94.0%のモデル蔗汁をいくつか調製し、従来法と簡易測定法で純糖率を測定し、得られた結果を比較した。その結果、膜ろ過およびろ過助剤を用いて調製した蔗汁は、共に異なる糖濃度の試料全てにおいて従来法と同等の測定値を得ることができた(図1)。それぞれの方法の概要と特徴をまとめたものを表4に示す。

従来法では、旋光度計の測定に試料約100mLを要し、さらに屈折計の測定において、清澄化処理を行わない試料が別途必要である。一方、ポータブル

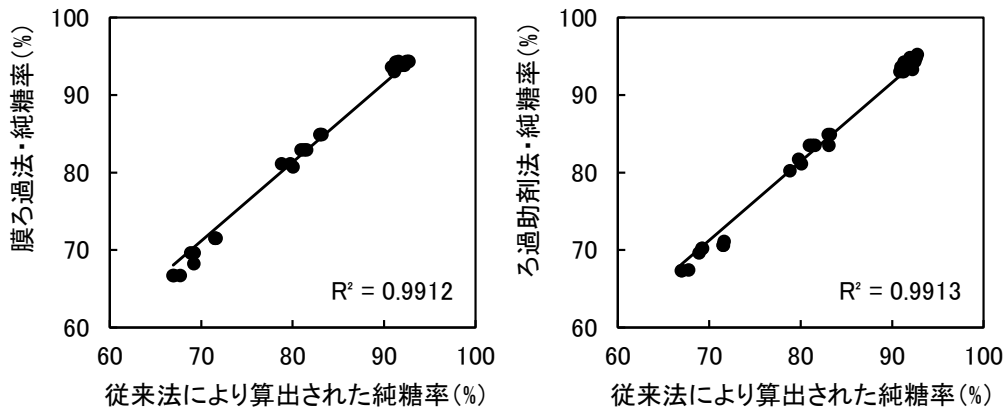


図1 従来法と簡易測定法による蔗汁純糖率測定値の比較
数字は決定係数 (n=30)。

表4 従来法と簡易測定法の測定手順比較

	従来法	簡易測定法	
		膜ろ過法	ろ過助剤法
清澄化処理手順	蔗汁(100mL) ↓ 水酸化カルシウム(1.5g)添加 良く混和 ↓ 塩化アルミニウム(Ⅲ)六水和物 (3.5g)添加 良く混和 ↓ No.2ろ紙でろ過 ↓ 測定試料(旋光計用) ^Z	蔗汁(5mL) ↓ 遠心分離(1,700×g・1分間) ↓ 膜ろ過 ↓ 測定試料	蔗汁(11mL) ↓ ろ過助剤(1.0g)添加 良く混和 ↓ ろ紙でろ過 ↓ 測定試料
測定に必要な試料	100mL	4mL	11mL
測定所要時間	45分間	3分間	10分間
メリット	高精度測定	所要時間がとても短い 操作がとても簡易	所要時間が短い 操作が簡易
デメリット	清澄化に時間を要する 機器類が高価	遠心分離処理が必要 1試料あたりのコストが高い	膜ろ過法よりも やや時間を要する
測定精度	屈折計	±0.015%	
	旋光計	±0.01° Z	
	純糖率 ^X	±0.07%	
測定機器 ^Y	検糖計システム(640万円)	ポータブル屈折旋光計(12万円)	
消耗品費(試料あたり) ^Y	約30円(試薬、ろ紙)	338円(膜)	約5円(ろ過助剤、ろ紙)

^X純糖率の測定精度は屈折計と旋光計の測定精度より算出

^Y機器(検糖計: Abbemat550/MCP500(Anton-paar)、屈折旋光計: RePo-1(アタゴ))及び消耗品は税抜参考価格

^Z屈折計は蔗汁を直接測定試料とする

屈折旋光計による簡易測定法では、膜ろ過による方法の場合で約4 mL、ろ過助剤を用いる方法の場合で約11 mLの蔗汁が有れば良く、従来の測定方法に比べて少量の試料で屈折率と旋光度を同時に測定することが可能であった。

また、試料あたりの測定時間についても、従来法では45分程度の時間を要するが、簡易測定法では膜ろ過による前処理において約3分、ろ過助剤に

よる前処理では約10分で屈折率と旋光度を測定することができ、純糖率を得ることができた。膜ろ過による不溶物の除去は、使用する膜が高価であることが課題となるが、測定時間が短く、操作も簡易であるという点で優位性があると考えられた。それに対して、ろ過助剤による不溶物の除去法は、膜ろ過による方法よりも若干の時間と手間を要するが、従来法よりも遥かに短時間で測定できること、かつ、

測定コストは最も安価であることがメリットとして挙げられる。ポータブル屈折旋光計を用いる簡易測定法では、測定精度は従来法で用いる検糖計システムの $\pm 0.07\%$ （純糖率）に対して、 $\pm 3.5\%$ と低いものの、機器本体が大幅に安価で取り扱いやすことから、本研究で見出した不溶物の除去法と組み合わせ、規模が小さな製糖工場等の現場においても適合できる技術になると考えられる。このように本研究の成果は、黒糖の品質安定化に向けて活用が期待される。

要 約

ポータブルタイプの屈折旋光計を用いた蔗汁純糖率の簡易測定法について検討した。蔗汁を遠心分離後に $0.45\ \mu\text{m}$ PVDF膜フィルターでろ過（膜ろ過法）、あるいは蔗汁にろ過助剤を混和後ろ過（ろ過助剤法）することにより不溶性夾雑物を除去した蔗汁は、ポータブル屈折旋光計で屈折率と旋光度を同時に測定することができ、純糖率を算出できた。こうした簡易測定法による蔗汁の純糖率の算出方法は、従来法による測定結果と同等の測定値を与えた。さらに本法は、測定に必要な試料の量を大幅に減らすことができた。従来法では純糖率の算出に100 mL程度の試料が必要であったが、簡易測定法では膜ろ過法で4 mL、ろ過助剤法では11 mLで測定が可能であった。また、試料1点あたりの測定時間は、従来法では約45分を要するが、簡易測定法では膜ろ過法で約3分、ろ過助剤法では約10分で測定を完了することができた。このように本簡易測定法は、試料の少量化と測定時間の迅速化を達成しつつ、従来法と同等の結果を得ることができる。したがって、本簡易測定法は、検糖計システムに替わる標準的な方法として小規模な含蜜糖工場で広く利用できるため、黒糖の品質安定化に大きく寄与することが期待される。

英文要約

Apparent sugar purity is represented as the percentage ratio of sucrose to the total soluble materials in a crude sugarcane juice product. It is calculated with values of refractive index and optical rotation obtained with saccharimeter. In this study, simple and rapid methodology

of apparent sugar purity in crude sugarcane juice was examined by using portable refractopolarimeter. To clarify the crude sugarcane juice, insoluble materials were removed by the combination of centrifugation and filtration (Membrane filtering method) or with a filter aid adsorption and filtration (Filter aid method). Both treated crude juices were successfully clarification and could be simultaneously measure the stabilized refractive index and optical rotation with portable refractopolarimeter. Although the conventional method requires 100 mL of sample for measurement, the improved methods could measure with the sample only 4 mL for the membrane filtering method and 11 mL for the filter aid method. In addition, although the conventional method requires 45 min for measuring time per one sample, the improved methods could measure with about 3 min for the membrane filtering method and about 10 min for the filter aid method. In this way, the improved method provided an equivalent value as with that of conventional method, and significantly reduced sample volume and measuring time required. Therefore, the improved methods examined in this study are expected to contribute to stabilize the quality of brown sugar product due to can be used at small-scale sugar factory in place of the conventional method.

謝 辞

本研究は、沖縄黒糖安定供給支援事業において実施した。サトウキビ試料を提供いただいた沖縄県農業研究センター作物班の皆様へ感謝いたします。

参考文献

- 1) 沖縄県農林水産部：農業生産の動向・さとうきび、沖縄の農林水産業、pp.18-19 (2017)。
- 2) 広瀬直人：沖縄を代表する農産加工品「黒糖」、食品と容器、58, 522-523 (2017)。
- 3) 前田剛希、下地格、手登根正、下地浩之、上地克美、伊志嶺弘勝、砂川正幸、知念潤、出花幸之介、宮城

- 克浩、萩貴之：黒糖の周年製造に向けたサトウキビ収穫時期と蔗汁品質からみた黒糖固化条件の検討、*沖縄農研報*, 9, 26-33 (2015).
- 4) 広瀬直人、前田剛希、高良健作、和田浩二：沖縄産黒糖の常温保存における物理化学的およびフレーバー特性の変化、*日食保蔵誌*, 41, 253-259 (2015).
- 5) Love, D. J.: Estimating dry solids and true purity from brix and apparent purity, *Proc. S. Afr. Sug. Technol. Ass.*, 76, 526-532 (2002).
- 6) Legendre, B. L. and Clarke, M.A.: Comparison of clarification reagents for polarization analysis of sugarcane juice, *J. Am. Soc. Sugar Cane Technol.*, 10, 75-81 (1990).
- 7) 渡邊健太：サトウキビの品質劣化に関する報告、*砂糖類・でん粉情報*, 9, 47-55 (2017).
- 8) 増田達也、小田卓治、野田衛：旋光度と屈折率の同時測定による清酒もろみの発酵工程管理、*分析化学*, 64, 527-531 (2015).
- 9) 水野卓：茶葉多糖類の構成糖組成について、*茶業研報*, 22, 121-123 (1964).
- 10) 松永一彦、瀬戸口眞治、下野かおり、亀澤浩幸、中村寿一：サトウキビ酢の高品質化に関する研究、*鹿児島工技報*, 23, 9-12 (2009).
- 11) 神笠諭：珪藻土とその工業的利用、*紛体工学誌*, 39, 114-121 (2002).
- 12) 垣花郁夫：フィルター、*沖縄黒糖製造ハンドブック*、沖縄県黒砂糖協同組合、pp.262-264 (2015).
- 13) Snord, J.D. and Thomas, N.S.: A study of celite filtration and near infrared polarimetry for juice analysis, *Proc. Aust. Soc. Sugar Cane Technol.*, 29, 472-480 (2007).
- 14) 阿部馨、奈良岡哲志、高岡芳明、松江一、川村孝嗣、打田悌治：食品の褐変に関する研究、*工技連東北北海道報*, 6, 16-24 (1993).