

(成果情報名) 豆腐よう製造におけるセレウス菌(<i>Bacillus cereus</i>)の制御方法							
(要約) 豆腐よりの製造において、55°C未満で豆腐の乾燥を行う場合のセレウス菌制御法として、豆腐を pH4.2 未満に低下させる酸処理法を検討した。酸処理は、豆腐を 0.5%クエン酸溶液で 85°C 30 分加熱処理後、冷蔵条件下で1晩浸漬することで、豆腐の物性を変えずに pH4.2 以下に調整できることが分かった。またセレウス菌と同属である枯草菌 (<i>Bacillus subtilis</i>) の耐熱性芽胞を豆腐へ接種して酸処理し、培養したところ枯草菌の増殖を抑えることが確認できた。							
(担当機関) 工業技術センター・食品・醸造班					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	食品加工	対象	豆腐よう	分類	実用化研究

[背景・ねらい]

豆腐よう製造では生物的危害としてセレウス菌が挙げられるため、豆腐の乾燥は 55°C以上で行う必要があるが、豆腐が硬くなりすぎてしまい豆腐よりの品質へ影響を及ぼす可能性がある。そこで、豆腐よう製造において 55°C未満で豆腐を乾燥する場合におけるセレウス菌制御方法を検討した。具体的には豆腐を、セレウス菌が増殖しにくい pH4.2 未満に低下させる酸処理について試験を行った。

[成果の内容・特徴]

- クエン酸溶液に豆腐を1晩浸漬しただけでは、豆腐の pH は低下しなかった。一方、豆腐をクエン酸溶液に浸漬したまま中心温度 85°Cで 30 分の加熱処理後、1晩冷蔵浸漬することで豆腐の pH を低下させることができた。
- 酸処理には 0.5%クエン酸溶液を用いることで、豆腐の物性を変えずに pH 4.2 未満に調整できる(表1)。
- 枯草菌芽胞を接種した豆腐を、A 処理なし(対照)、B 酸処理、C 加熱処理(85°Cで30分)の3種類の処理を行ったのち、35°Cおよび60°Cで培養した結果、B 酸処理で枯草菌の増殖を抑えることができた(表2)。
- 酸処理法を取り入れた豆腐よう製造は図1に示す工程で行うことができる。

[成果の活用面・留意点]

酸処理の際は、豆腐の中心温度をモニタリングすることが重要である。

[残された問題点]

クエン酸以外の pH 調整剤についてはさらなる検討が必要である。

[具体的データ]

表1 クエン酸濃度の違いによる酸処理豆腐の pH と外観

クエン酸濃度 (%)	酸処理後の豆腐のpH		酸処理後の豆腐の外観
	加熱処理直後	1晩浸漬後	
0.2	5.6	5.2	変化なし
0.5	5.1	4.1	変化なし
1.0	4.5	4.0	表面やや柔らか
1.5	4.2	3.8	表面柔らか、崩れあり
2.0	3.4	3.2	崩れた
4.0	3.2	3.3	崩れた

表2 各前処理豆腐における枯草菌芽胞の培養結果

		35℃培養	60℃培養
A	処理なし(対照)	+	-
B	酸処理	-	-
C	加熱処理	+	-

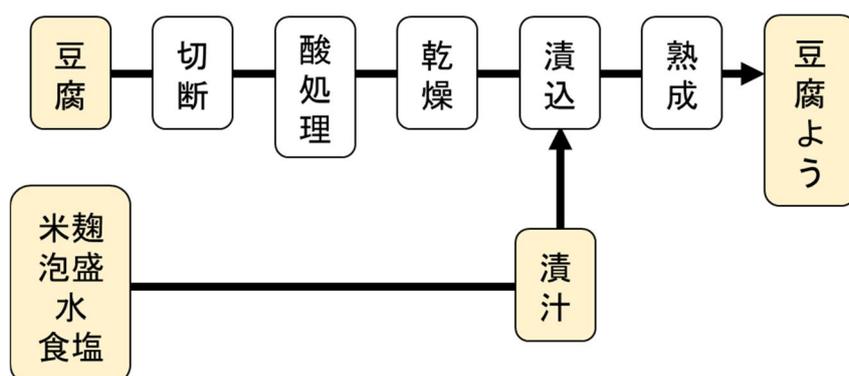


図1 酸処理法を取り入れた豆腐よりの製造工程

[研究情報]

課題 ID : 2019 技 012

研究課題名 : HACCP 制度化に向けた県産加工食品の現状調査

予算区分 : 県単、工業研究費 (単独)

研究期間 (事業全体の期間) : 2019 ~ 2022 年度

研究担当者 : 望月智代、豊川哲也

発表論文等 : 望月智代ら (2023) 沖縄県工技セ研報、No25 : 20-23

(成果情報名) 芋酒製造工程の安定化と地産地消に向けた取り組み							
(要約) 芋酒製造工程におけるアルコール取得量の安定化、地域特産物を活用した酒質のバラエティー化の検討、芋酒の安全性の確認を行い、以下の知見を得た。 1. 芋焼酎に比較して低いアルコール取得量及びばらつきの原因は、原料芋のデンプン価が低くばらついていることが原因であった。 2. 芋、南瓜、大麦など地域特産物を用いた製麹方法を検討したところ芋と大麦で良好な麹が作成可能であり、それぞれ特徴的な酒質のイメージが得られた。 3. イメージには、メタノールは含まれていなかった。							
(担当機関) 工業技術センター・食品・醸造班					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	醸造	対象	酒造業界	分類	実用化研究

[背景・ねらい]

江戸後期から明治中期の近世に、庶民の酒として広く普及していた芋酒（イメージ）は、2018年に復活して以来、古くて新しい島酒として消費者に認知されつつある。芋酒を更に普及していくためには、1. 製造工程におけるアルコール取得量の安定化、2. 地域特産物を活用した酒質のバラエティー化などの検討、3. 芋酒の安全性などの確認を行った。

[成果の内容・特徴]

- 芋酒のアルコール取得量の安定化について、酒税法に定める「酒類の原料として取り扱わない物品」である塩類やビタミン類および発酵助成剤をもろみに添加し効果を検討した（表1）。いずれの「酒類の原料として取り扱わない物品」を添加したもろみのアルコール濃度も、9.7%程度で顕著な差は認められなかった。そこで、主原料である甘藷のデンプン価を測定したところ大きなばらつきが認められた（表2）。アルコール発酵のばらつきの主要な原因は原料芋のデンプン価によるものと考えられた。
- 芋酒の原料は、甘藷、黒糖、米麹である。甘藷および黒糖は沖縄産であるが、米麹は泡盛原料用に輸入されたタイ米を使用している。地産地消や地酒へのこだわりという観点から、麹を県産原料である甘藷、南瓜、大麦で調製し醸造を行った。芋麹、南瓜麹、麦麹では酸性プロテアーゼ活性や酸性カルボキシペプチダーゼ活性が低く（表3）、もろみでの発酵が遅れる傾向が認められたが実用上問題ない範囲であった。製成した芋酒はカンキツ系の香りが共通して感じられ、芋麹では蜜や黒糖の香り、麦麹では、乳酸発酵の香りとともに麦に由来する香ばしさが感じられた。南瓜麹は麹菌の生育が悪く実用性は乏しいと判断した。
- 芋焼酎には、麦焼酎や米焼酎と比較して多くのメタノールが含まれていることが知られている。メタノールの産生は、原料である芋に含まれるペクチンを基質として麹菌が産生するペクチンメチルエステラーゼの関与によって生成する見方が有力である。芋酒も原料の大半が甘藷であることから、各社製品のメタノール含量をガスクロマトグラフィーで測定した。測定の結果、メタノールの溶出位置にピークは認められなかった（図1）。

[成果の活用面・留意点]

- 品質が高く安定した芋酒原料を契約栽培などで確保する必要がある。
- 製造方法や原料を変えた場合メタノール含有量をチェックする必要がある。

[残された問題点]

芋麹、大麦麹はタイ米と比較して割高である。

[具体的データ]

表1 酒類の原料として取り扱わない物品

	物品の名称	添加量 (もろみ重量に対して)
塩類	塩化カルシウム、塩化マグネシウム、硝酸カリウム、硫酸アンモニウム	0.1%
ビタミン類	チアミン塩酸塩	0.05%
発酵助成剤	りん酸アンモニウム、硫酸亜鉛、チアミン塩酸塩、葉酸、パントテン酸カルシウム、ナイアシン、不活化酵母（シンワフーズ社製 GOLD）	0.1%

表2 原料甘藷のデンプン価

	蒸イモのでんぷん価
コガネセンガン	29.2
ちゅら恋紅（伊是名産 2020）	24.1
ちゅら恋紅（八重瀬産 2020）	30.7
ちゅら恋紅（八重瀬産 2019）	38.3
ちゅら恋紅（不明、2020）	21.1
おきゆめムラサキ（八重山産 2019）	17.1

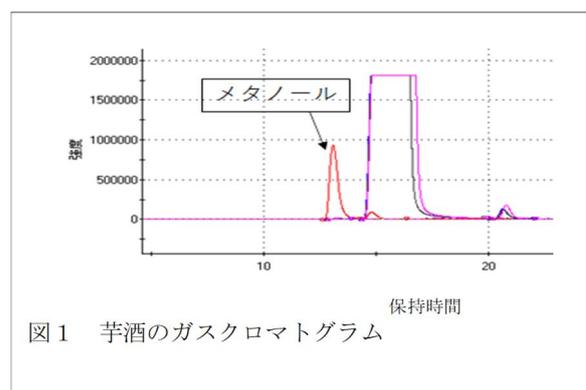


図1 芋酒のガスクロマトグラム

表3 各種麴の化学分析

	水分	酸度	酵素活性 (U/g 乾燥麴)			
			AA	AP	ACP	GA
甘藷麴	33.2	3.4	37	6744	1481	259
南瓜麴	37.8	2.1	101	4542	1307	187
麦麴	29.7	1.4	301	1248	4289	475
泡盛麴*	≒32	4~5	≒100	≒17000	≒5000	≒150

AA: α -アミラーゼ活性、AP: 酸性プロテアーゼ活性、ACP: 酸性カルボキシペプチダーゼ活性、GA: グルコアミラーゼ活性、*) 本格焼酎製造技術（日本醸造協会）。数値は平均値 (n=3) \pm 標準偏差で示す。

[研究情報]

課題 ID : 2020 技 017

研究課題名 : 芋酒製造工程の安定化と地産地消に向けた取り組み

予算区分 : 受託、工業研究費（受託）

研究期間 : 2020 年度

研究担当者 : 豊川哲也、紀元智恵、玉村隆子

発表論文等 : なし

(成果情報名) 黒糖汚れの洗浄方法							
(要約) 沖縄黒糖における品質管理技術向上のため、 <u>黒糖汚れの洗浄方法</u> について検討した。 <u>金属器具</u> の洗浄試験では強アルカリ洗剤を用いた浸漬洗浄が、 <u>ゴム手袋</u> では洗濯機洗浄が、 <u>床</u> では強アルカリ洗剤を用いた泡洗浄が効果的であることが認められた。							
(担当機関) 工業技術センター・食品・醸造班					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	食品加工	対象	黒糖	分類	実用化研究

[背景・ねらい]

黒糖はショ糖、ブドウ糖および果糖が含まれている。また糖類以外の成分としては、クエン酸などの有機酸やカルシウムや鉄分などのミネラル類、サトウキビ表皮に由来するワックス成分、製糖過程で微生物が生産したデキストランなどの多糖類を含んでいる。そのため、黒糖汚れは還元糖やデキストランによる粘性やミネラル類によるスケール（無機物による汚れ）が発生し、単純糖質による汚れと比較して洗浄が困難である。そこで黒糖汚れについて洗浄剤と洗浄方法を検討した。

[成果の内容・特徴]

1. 洗浄試験では、金属製器具、防湿防水のゴム手袋、エポキシ樹脂塗装の床の3種類について検討した（表1～3）。また、評価はATP測定による清浄度（RLU値）により行った。
2. 金属製器具モデルではNo.9強アルカリ洗剤による浸漬洗浄（図1）が、ゴム手袋モデルではNo.13洗濯用洗剤による洗濯機洗浄（図2）が効果的であった。
3. 床モデルでは、No.15かけ流し（水60℃）およびNo.16強アルカリ洗剤による泡洗浄で効果が確認された（図3）。ただしすすぎ後の水切りが良好だったNo.16が最も効果的な洗浄方法であると考えられた。

[成果の活用面・留意点]

製糖工場や黒糖を原料に用いる食品工場などで適応可能な技術である。

[残された問題点]

特になし

[具体的データ]

表1. 金属製器具モデルの洗浄条件

No.	洗浄方法	洗浄剤
1	流水	水(20℃)
2	流水	水(45℃)
3	摩擦	水(20℃)
4	摩擦	水(45℃)
5	摩擦	中性洗剤(3倍希釈)
6	摩擦	微弱アルカリ洗剤(300倍希釈)
7	摩擦	弱アルカリ洗剤(300倍希釈)
8	泡	弱アルカリ洗剤(300倍希釈)
9	浸漬	強アルカリ洗剤(100倍希釈)

表2. ゴム手袋モデルの洗浄条件

No.	洗浄方法	洗浄剤
10	摩擦	水(20℃)
11	摩擦	水(45℃)
12	摩擦	中性洗剤(3倍希釈)
13	洗濯機	弱アルカリ洗剤(洗濯用)

表3. 床モデルの洗浄条件

No.	洗浄方法	洗浄剤
14	かけ流し	水(20℃)
15	かけ流し	水(60℃)
16	泡	強アルカリ洗剤(50倍希釈)

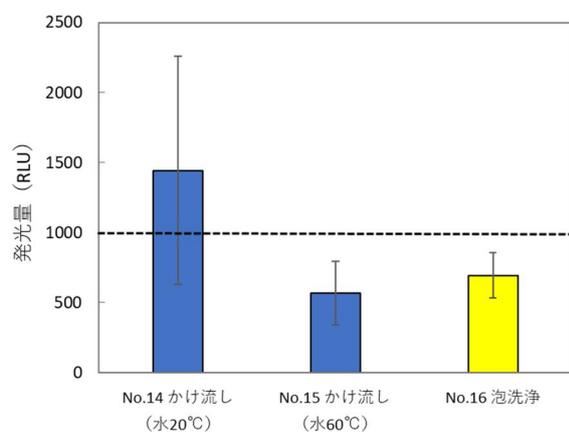


図3. 床モデルの洗浄試験

※ 床の清浄度の目安 1000RLU 未満を基準とした。

[研究情報]

課題 ID : 2020 技 027

研究課題名 : 黒糖品質検査指導

予算区分 : 受託、工業研究費 (受託)

研究期間 (事業全体の期間) : 2020 ~ 2022 年度

研究担当者 : 望月智代、豊川哲也

発表論文等 : 豊川哲也ら (2023) 沖縄県工技セ研報、No25 : 31-34

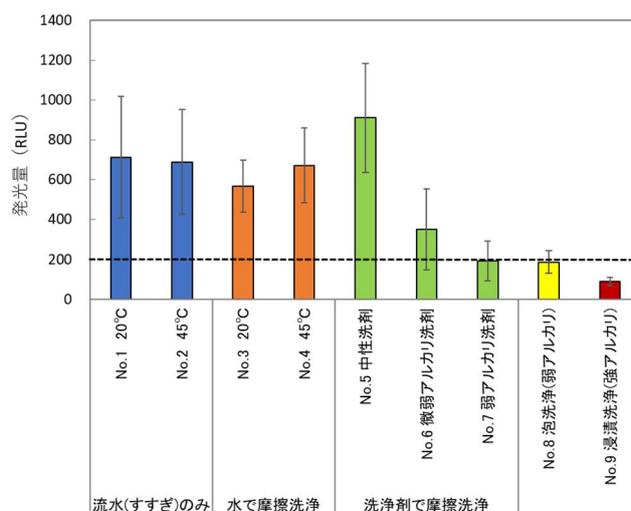


図1. 金属器具モデルの洗浄試験

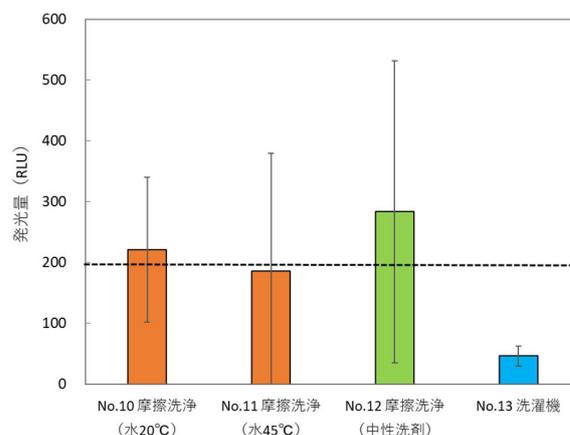


図2. ゴム手袋モデルの洗浄試験

※ 金属器具、ゴム手袋は、食品が直接触れる器具の合格値 200RLU 未満を基準とした。

(成果情報名) 沖縄豆腐の品質について～保温中の経時変化～							
(要約) 60℃で保温した沖縄豆腐2種類について、製造直後(0時間)から7時間後までの物性(弾性率、破断応力)、離水率、食味の変化を調べた。その結果、弾性率と破断応力ではいずれも有意差は確認されなかった。また、保温時間の経過により離水が進行し、食味では2種類の豆腐で類似した経時変化を示した。具体的には、保温初期はえぐ味が感じられ、柔らかくまとまりがない食感を示し、保温2時間で塩味や甘味が生じてまとまりや弾力のある食感となり、えぐ味の低下が見られた。保温4時間経過すると塩味と甘味が低下し、7時間では豆臭が生じた。							
(担当機関) 工業技術センター・食品・醸造班					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	食品加工	対象	豆腐	分類	実用化研究

[背景・ねらい]

HACCP義務化に伴い、温かい状態で販売する沖縄豆腐いわゆる「あちこー豆腐」の衛生管理指標として、セレウス菌を制御することが明示された。その方法として、流通販売時に豆腐の温度が55℃を下回った場合は3時間以内に喫食、または速やかに冷却し冷蔵保管することが新しい目安として示されている。これを受け、県内では55℃以上で保温したまま流通販売を行う豆腐製造者が一部で見られるようになった。しかし、これまでに行われてこなかった方法であるために、保温による品質低下を懸念する意見が業界より寄せられた。そこで本研究では、沖縄豆腐を60℃で7時間保温した場合における品質の経時変化を調べた。

[成果の内容・特徴]

1. 試験には、工業技術センターで製造した豆腐(以下、モデル豆腐)と市販豆腐を用いた。
2. いずれの豆腐においても、製造後7時間までの弾性率や破断応力に有意差は見られなかった(図1、2)。
3. いずれの豆腐においても、保温時間の経過により離水は進行した(図3)。
4. 食味の経時変化は2種類の豆腐で類似していた。具体的には、保温初期はえぐ味が感じられ、柔らかくまとまりがない食感を示し、保温2時間で塩味や甘味が生じ、まとまりや弾力のある食感となり、えぐ味の低下が見られた。保温4時間経過すると塩味と甘味が低下し、7時間では豆臭が生じた。(表1)

[成果の活用面・留意点]

流通販売時の品質の変化に関する根拠資料となる。

[残された問題点]

離水により流出する成分と豆腐の食味との関連性はさらなる検討が必要である。

[具体的データ]

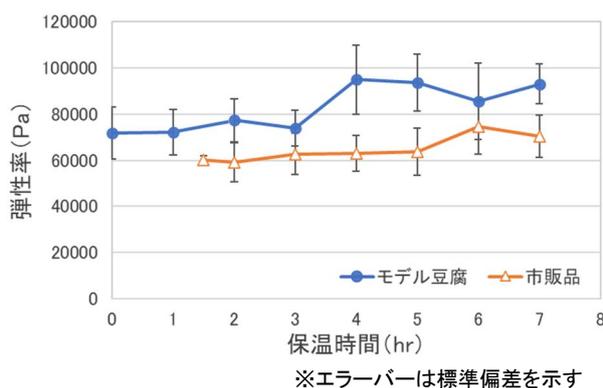


図1 弾性率の経時変化

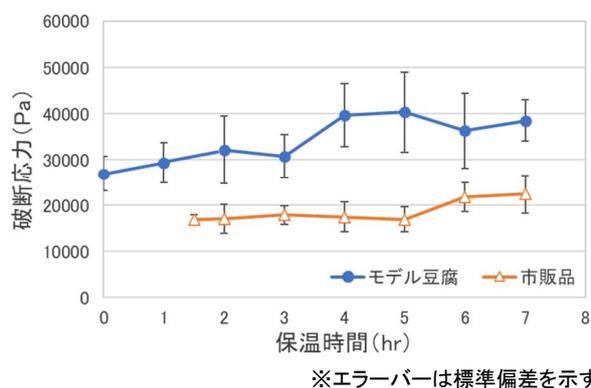


図2 破断応力の経時変化

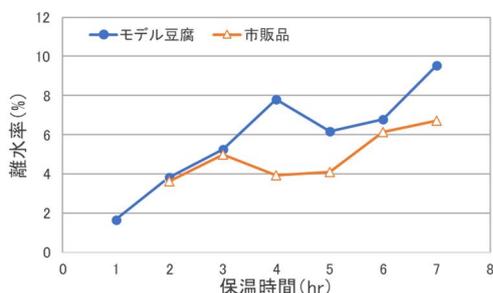


図3 保温による離水率の変化

表1 保温による食味の変化

	モデル豆腐		市販豆腐	
	味	食感	味	食感
0hr	塩味弱い 後味でえぐ味あり 大豆感なし	まとまりがない 歯ごたえなし ぼろっと崩れる	未評価	未評価
1hr	塩味が出てきた えぐ味あり 豆腐らしい味	まとまりがでてきた	あつさり えぐ味あり	柔らかい
2hr	甘味が出てきた 後味のえぐ味低下	なめらかさあり	塩味が出てきた	弾力が出てきた ねっとり感
3hr	えぐ味弱い	ざらつきあり	味がはっきりしてきた 塩味・甘味あり 大豆のコク えぐ味弱い	まとまりがでてきた
4hr	塩味低下	ざらつきあり	味がややあつさり コクが低下	ざらつきあり
5hr	塩味低下 旨味あり	弾力が出てきた	塩味・甘味あり	なめらかさあり
6hr	えぐ味がなくなった 風味がおだやか	くちやつき少し	塩味、甘味やや低下	なめらかさあり
7hr	未評価	未評価	味が重くなってきた 豆臭	特になし

[研究情報]

課題 ID : 2022 技 009、2023 技 021

研究課題名 : 沖縄豆腐製造における新たな技術開発と品質調査

予算区分 : 県単、工業研究費 (単独)、企業連携共同研究開発支援事業

研究期間 (事業全体の期間) : 2022 ~ 2023 年度

研究担当者 : 望月智代、豊川哲也、松本亜里奈

発表論文等 : 望月智代ら (2024) 沖縄県工技セ研報、No26 : 22-25

(成果情報名) 生コンスラッジ中性化処理後の簡易六価クロム検出法の検討							
(要約) 本事業では、コンクリート製品製造工場や生コンクリート工場のミキサーやアジテータ車からの洗い水などに含まれる生コンスラッジを中性化処理することで無害化し、再生資源としての活用を図る。有害物質を含んでいる生コンスラッジを中性化処理により無害化し、再生資源材として製品化することを目指すうえで、品質安定化(六価クロム含有量が土壤環境基準以下)が重要となることから、製造された再生資源材を製造現場で検査する手法が必要となる。同手法の確立について、パックテスト等の手法を利用し、簡易六価クロム検出法について検討した。							
(担当機関) 工業技術センター					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	環境化学	対象	リサイクル	分類	実用化研究

[背景・ねらい]

有害な六価クロムを含む生コンスラッジは中性化処理して再生資源としての活用を図るため、六価クロムの溶出に関する評価を製品開発および品質管理のため行う必要がある。そのため、現場で中性化処理後の生コンスラッジを簡易的に分析する手法を検討した。

[成果の内容・特徴]

1. 生コンスラッジ等の六価クロム溶出に関する評価を、製品開発および品質管理のため自社内で迅速に行うことが可能になる。
2. 共立理科化学研究所から技術資料として出されている「土壌中の6価クロム溶出量の測定」を利用し、一部試験条件を変更・追加して、生コンスラッジの六価クロム溶出量測定方法(簡易法)とした。
3. 生産現場で対応可能なパックテスト等の簡易的分析装置を使用して、六価クロム検出が可能になる。
4. 自社内での品質管理においては外部機関に分析依頼するよりも、安価に、また迅速に測定することが可能になる。

[成果の活用面・留意点]

1. 生コンスラッジからの六価クロム溶出試験は、経過時間に影響され安定しないため、データを蓄積する必要がある。
2. 簡易法と公定法の比較では、簡易法がより多くの六価クロムを溶出させた。簡易法では六価クロム溶出に関するリスクを、より強く反映した測定結果を示した。
3. 簡易法と公定法の測定結果を定期的に比較して、簡易法の測定結果を確認する必要がある。
4. 簡易法での測定が出来ない試料があるため、分析結果の確認が必要である。

[残された問題点]

多くの生コンスラッジ、中性化処理スラッジを簡易分析することで、信頼性を向上させる必要がある。

[具体的データ]



図 デジタルパケットテスト SP (左側装置)、およびパケットテスト (共立理化学研究所)



図 中性化処理後生コンスラッジ試料

表 中性化処理後生コンスラッジ六価クロム及び鉄溶出量測定結果 (under は測定下限値以下を示す)

No	サンプル分類	採取日	サンプル名	溶出後pH	硫酸処理後 pH	パケットテスト Cr ⁶⁺ (mg/L)	HACH Cr ⁶⁺ (mg/L)	鉄 (低濃度) Fe(mg/L)
1	中和後	2023/7/18	1回目 (1/1)	6.5	2.8	under		under
2	中和後	2023/7/18	1回目 (1/2)	7.2	2.8	under		under
3	中和後	2023/7/18	1回目 (1/3)	8.0	2.8	under		under
4	中和後	2023/7/18	2回目 (2/1)	8.4	2.8	under		under
5	中和後	2023/7/18	2回目 (2/2)	8.2	2.7	under		under
6	中和後	2023/7/18	2回目 (2/3)	8.1	2.7	under		under
7	中和後	2023/7/18	3回目 (3/1)	7.9	2.7	under		under
8	中和後	2023/7/18	3回目 (3/2)	7.6	2.8	under		under
9	中和後	2023/7/18	3回目 (3/3)	7.8	2.7	under		under
10	中和後	2023/9/13	辺野古歩道 (赤薄い)	8.6	2.8	under	under	under
11	中和後	2023/9/13	辺野古歩道 (赤濃い)	8.2	2.8	under		under
			測定下限値			0.05	0.01	0.05

[研究情報]

課題 ID : 2023 技 012

研究課題名 : 生コンスラッジ中性化処理後の簡易六価クロム検出法の検討

予算区分 : 受託、工業研究費 (受託)

研究期間 (事業全体の期間) : 2023 年度

研究担当者 : 中村英二郎、安里将仁

発表論文等 : なし

(成果情報名) 新規製造法による豆腐様の物性および官能評価							
(要約) 2020年に衛生管理システムである HACCP が食品衛生法で義務化された。当然ながら、沖縄の伝統的食品である豆腐様もこのシステムに対応する必要がある。食品・醸造班では、HACCP システムに対応した豆腐様の製造工程を検討しており、 <u>危害要因</u> の一つである <u>セレウス</u> の増殖を阻止するため 60℃での乾燥と酸処理を製造工程に取り入れている。また、風味の改良には微生物スターター接種を行っている。こうした処理の効果について、風味の差異を従来の豆腐様と比較検討し、60℃乾燥では従来の豆腐様と顕著な差がないこと、酸処理とスターター接種によりチーズ様の風味が付与されることが明らかとなった。							
(担当機関) 工業技術センター					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	醸造	対象	豆腐よう製造業	分類	実用化研究

[背景・ねらい]

2020年に「HACCPによる衛生管理」が義務化された。食品・醸造班では、これを見越して HACCP システムに対応した豆腐様の新規製造方法の開発を行ってきた。新規製造法では、酸処理やスターター接種を行い風味に優れた豆腐様を開発した。HACCPに対応した新規製造法への移行には、豆腐様のおいしさの重要な要素である食感や風味を、物性や官能評価などのデータで示すことが重要である。

[成果の内容・特徴]

豆腐様の製造において、危害要因の一つであるセレウスの増殖を阻止するため 60℃での乾燥と酸処理の工程を取り入れている。また、風味の改良には微生物スターター接種を行っており、こうした処理の効果について検討した。

1. 60℃乾燥処理では豆腐様の硬さや風味に影響を与えなかったが、酸処理およびスターター接種により、破断強度が増加し（図1）、食感として硬くなることが示唆された。
2. 官能評価を行いコレスポンデンス分析を実施した（図2）。分析の結果は、新規製造法豆腐様の風味は従来の豆腐様に近いものであり、酸処理およびスターター接種によりブルーチーズに似た風味となった。
3. 実際にセレウスを豆腐に接種し 60℃乾燥と酸処理を行ったところ、セレウスの増殖は認められず豆腐ようセレウスの危害防止に有効であることが認められた（表1）。

[成果の活用面・留意点]

1. 60℃乾燥は、従来と同等の風味の豆腐様を HACCP システムに対応した製造法である。
2. 酸処理スターター接種豆腐様は、豆腐様の新ジャンルとして期待できる。

[残された問題点]

酸処理豆腐様は、従来の豆腐様と比べて硬く、ブルーチーズに近い風味であるため、いかに新ジャンルとして普及させるかが課題となる。

[具体的データ]

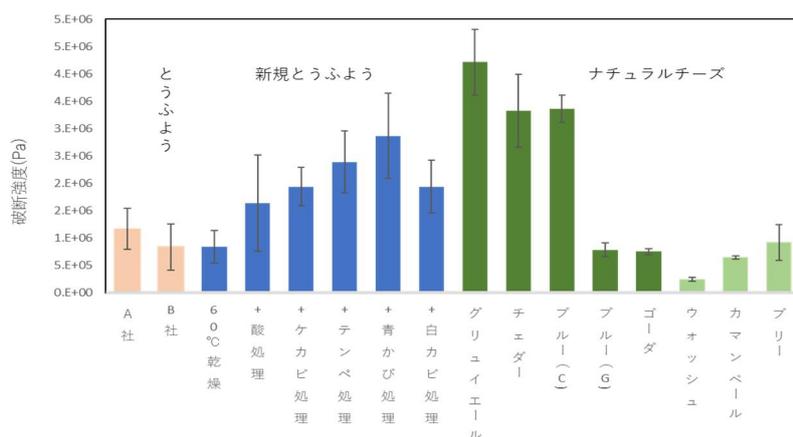


図1 各種豆腐よりの破断強度

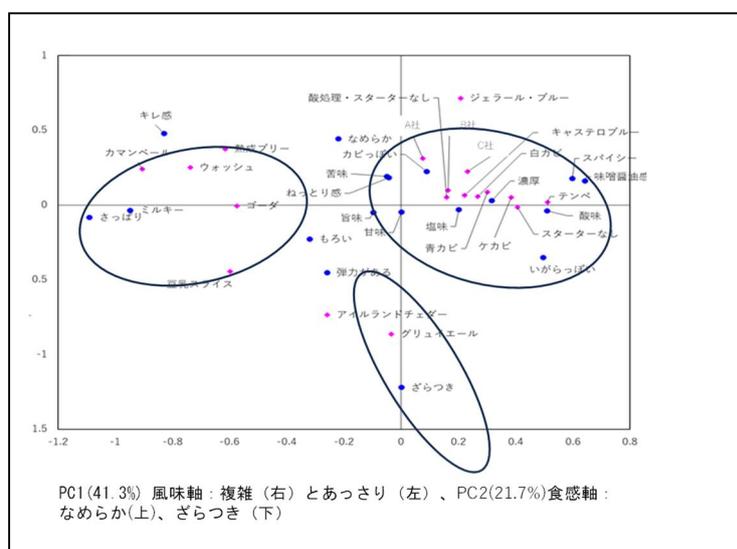


図2 官能評価のマッピング

表1 新規製造法で製造した豆腐よりのセレウス菌増殖

対照	2.7×10^7
60°C乾燥	1.8×10^3
酸処理	<300

*)セレウス菌接種量： 10^4 cfu/g (うち、芽胞菌数 10^2 cfu/g)

[研究情報]

課題 ID：2023 技 019

研究課題名：新規製造法による豆腐よりの物性および官能評価

予算区分：県単、工業研究費 (単独)

研究期間：2023 年度

研究担当者：豊川哲也、望月智代、松本亜里奈

発表論文等：なし

(成果情報名) フコイダン製品定量法における現行分析法と JHFA 推奨法の比較・検証							
(要約) オキナワモズクから精製して得られるフコイダンの構成糖の定量法として従来行われている比色法と(公財)日本健康・栄養食品協会(JHFA)が推奨する HPLC 法の比較、検証を行った。また、オキナワモズクに含まれるフコイダン量を推測するための分析法の検討を行った。その結果、フコイダンの主な構成糖であるフコース及びグルクロン酸と塩分を除いた乾燥重量に高い相関がみられることが分かった。							
(担当機関) 工業技術センター					連絡先	098-929-0111	
部会	食品・化学	専門	食品加工	対象	フコイダン	分類	試験・分析・調査

[背景・ねらい]

フコイダン製品の品質規格管理に活用するため、フコイダンの構成糖の定量法として製造現場で従来行われている比色法と(公財)日本健康・栄養食品協会(JHFA)が推奨する HPLC 法の比較、検証を行った。比色法は製造現場で、HPLC 法は専用の分析機器や設備が必要なため当センターで行った。さらに、HPLC 法で時間を要する誘導體化や LC 分析を簡易化する方法を検討した。また、フコイダンの原材料であるオキナワモズクの受入や保管中の品質管理に役立てるため、オキナワモズクに含まれるフコイダン量を推測するための分析法の検討を行った。

[成果の内容・特徴]

1. JHFA が推奨する HPLC 法でフコイダンの主な構成糖 2 成分(フコース、グルクロン酸) その他 4 成分(キシロース、マンノース、ガラクトース、ラムノース)の分析が当センターで可能となり、従来行われている比色法との比較、検証を行うことができた(図 1)。
2. UPLC カラムを用いた分析条件を検討し、フコイダンの主な構成糖であるフコースの分析について、HPLC 法で 50 分かかる LC 分析を 5 分に短縮することができた(図 1)。
3. オキナワモズクに含まれるフコイダン量を推測するため、前処理として硫酸又は塩酸による加水分解と熱水抽出を検討し、今回の条件では硫酸による前処理が適していることが分かった(表 1)。
4. 収穫時期、塩蔵、生など保存状態の異なるオキナワモズク 16 試料について、前処理後 HPLC 法により構成糖の分析を行い比較したところ、フコースとグルクロン酸に高い相関がみられた(表 2、図 2)。
5. 上記 16 試料の乾燥重量、塩分、Brix を測定し構成糖との比較を行ったところ、塩分を除いた乾燥重量とフコース及びグルクロン酸に高い相関がみられた(図 3)。

[成果の活用面・留意点]

1. 機器使用など当センターの分析機器、設備を利用し HPLC 法によるフコイダンの構成糖の定量分析が可能となった。
2. オキナワモズクについては、フコース量からグルクロン酸量を推測することができる。
3. オキナワモズクの塩分を除いた乾燥重量からフコース量及びグルクロン量を推測できることが示唆され、乾燥重量と塩分は現場での測定が可能なることから、オキナワモズクの品質管理への活用が期待される。

[残された問題点]

オキナワモズクのフコース量及び塩分を除いた乾燥重量については今後もデータ取りを進め、実際に製造現場で精製したフコイダンの歩留まりとの比較を行う必要がある。

[具体的データ]

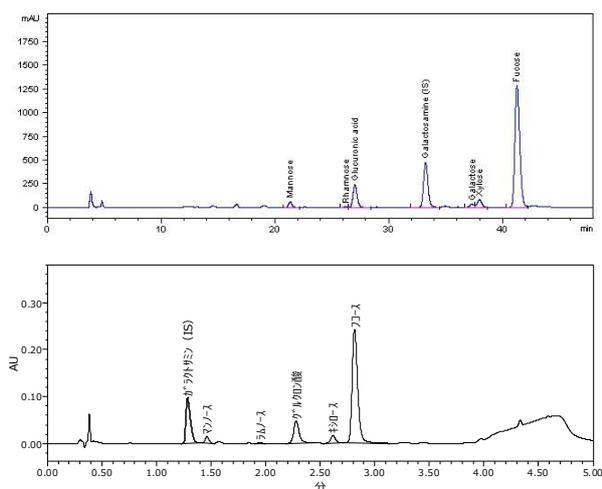


図1 フコイダン粉末試料の構成糖分析

上：HPLC法（分析時間50分）、
下：UPLCカラム（分析時間5分）

表1 オキナワモズクの前処理の検討

サンプル量	硫酸処理		塩酸処理		熱水処理	
	グルクロン酸	フコース	グルクロン酸	フコース	グルクロン酸	フコース
1g	0.34	1.21	0.13	1.05	-	-
2g	0.33	1.20	0.12	1.06	-	-
3g	0.33	1.20	0.13	1.07	-	-
5g	0.35	1.21	0.13	1.06	-	-
平均値	0.34	1.20	0.13	1.06	-	-
標準偏差	0.01	0.00	0.00	0.01	-	-

-: 不検出

表2 オキナワモズクの構成糖の分析値

no.	(w/w%)					
	マンノース	ラムノース	グルクロン酸	ガラクトース	キシロース	フコース
1	0.03	tr	0.27	0.03	0.05	0.96
2	0.03	tr	0.28	0.04	0.04	0.98
3	0.03	tr	0.28	0.02	0.04	1.01
4	0.04	tr	0.32	0.02	0.05	1.15
5	0.03	tr	0.30	0.02	0.05	1.10
6	0.04	tr	0.32	0.05	0.08	1.22
7	0.06	0.02	0.33	0.05	0.11	1.31
8	0.10	0.03	0.25	0.03	0.13	1.00
9	0.04	0.01	0.12	0.02	0.05	0.47
10	0.03	0.01	0.11	0.02	0.04	0.41
11	0.06	tr	0.33	0.05	0.05	1.20
12	0.03	tr	0.29	0.03	0.06	1.11
13	0.04	tr	0.29	0.04	0.07	1.15
14	0.04	tr	0.26	0.04	0.05	0.96
15	0.04	tr	0.16	0.02	0.05	0.63
16	0.04	0.01	0.14	0.02	0.05	0.55
最大値	0.10	0.03	0.33	0.05	0.13	1.31
最小値	0.03	tr	0.11	0.02	0.04	0.41

tr : 0.01以下

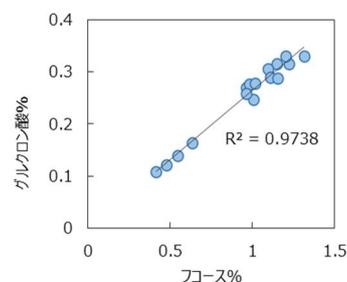


図2 オキナワモズクのフコースとグルクロン酸の関係

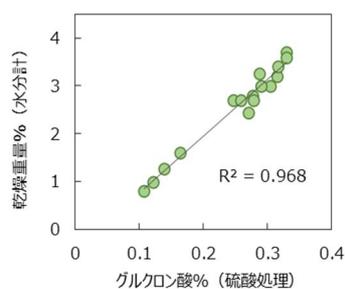
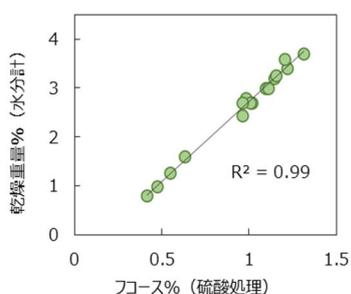


図3 オキナワモズクの塩分を除いた乾燥重量とフコース、グルクロン酸の関係

[研究情報]

課題 ID : 2023 技 020

研究課題名 : フコイダン製品定量法における現行分析法と JHFA 推奨法の比較・検証

予算区分 : 県単、企業連携共同研究開発支援事業

研究期間 (事業全体の期間) : 2023 年度

研究担当者 : 湧田裕子、大城洋子 (株式会社ホクガン)、鎌田靖弘

発表論文等 : 湧田裕子ら (2024) 沖縄県工技セ研報、No26 : 1-7