

牛肉の凍結乾燥特性について*

相良 泰行**・細川 明**

On Freeze-Drying Characteristics of Beef*

Yasuyuki SAGARA** Akira HOSOKAWA**

要 旨

凍結乾燥機構の解明とプロセスの最適操作法を検討することを目的とし、二次乾燥期まで含めた牛肉の乾燥特性を得るために、試料の加熱方式と温度条件を変えて実験を行った。乾燥特性として、乾燥プロセスにおける 1) 試料重量、2) 乾燥速度、3) 試料内温度分布、乾燥前後の試料の 4) 含水率、5) 形状、6) 密度および 7) 乾燥試料内水分分布を測定した。乾燥プロセスにおける乾燥特性の測定と同時に、操作に関する因子として 1) ヒータ、棚およびコンデンサ表面温度、2) 真空チャンバ内の全圧と非凝縮性ガス分圧の経時変化を測定した。本稿ではこれらの測定結果について報告すると共に、加熱条件と乾燥特性との相互関連性について考察した。なお、実験結果に基づき凍結乾燥機構の理論的解明などは続報に報告する予定である。

I 緒 言

食品材料の凍結乾燥プロセスは昇華により自由水などの大部分を除去する一次乾燥期と、これに続いて結合水などの残留水分を除去する二次乾燥期に分けられる。二次乾燥期の乾燥機構は真空乾燥の場合と同様であるから、凍結乾燥の機構上の特徴は一次乾燥期に昇華乾燥 (sublimation dehydration) 機構が含まれていることにある¹⁾。このため、従来の凍結乾燥に関する研究の大部分が昇華乾燥を取扱ったものであった。これらの内容は 1) 二次乾燥期を考慮する必要のない工業材料を試料に選んだもの²⁾³⁾、2) 乾燥速度を予測するためのモデルを提唱し、食品材料に適用したもの⁴⁾⁵⁾⁶⁾⁷⁾、3) 乾燥速度に影響をおよぼす食品材料の諸因子 (乾燥層の熱伝導率と透過率⁸⁾⁹⁾¹⁷⁾、試料内の温度分布と水分分布¹⁰⁾、昇華潜熱と昇華面の飽和蒸気圧など¹¹⁾) を測定し、これらの相互関連性を検討したもの¹²⁾などである。

しかし、実際の食品材料を対象とした凍結乾燥操作では、二次乾燥期は所望の水分の製品を得るためのいわば仕上げ乾燥期に当り、乾燥操作を確立するうえで欠かせ

ないプロセスである¹³⁾。また 3)にみられるように、材料側の諸因子に関する個別的測定例は数多いが、操作に関する因子 (加熱方式と温度条件、圧力およびコンデンサ温度など) と関連づけて測定された例は数少ない。実際の装置の設計や最適運転操作を検討するためには、二次乾燥期まで含めた乾燥特性の経時変化を操作に関する因子 (以下操作因子と略称する) と共に同一図面上に記録し、この結果を検討するのが一番の近道であると思われる。

筆者らはすでに乾燥プロセスにおける材料と装置内の熱と物質移動に関連する諸因子の経時変化を測定することを目的とした凍結乾燥装置を試作し、この装置の特性と牛肉乾燥の一事例について報告した¹⁴⁾。今回は凍結乾燥機構の解明とプロセスの最適操作法を検討することを目的とし、二次乾燥期まで含めた牛肉の乾燥特性を得るために、加熱方式と温度条件を変えて実験を行った。乾燥特性として、乾燥プロセスにおける 1) 試料重量、2) 乾燥速度 (計算値)、3) 試料内温度分布、乾燥前後の試料の 4) 含水率、5) 形状、6) 密度および 7) 乾燥試料内水分分布を測定した。乾燥プロセスにおける乾燥特性の測定と同時に、操作因子として 1) ヒータ、棚およびコンデンサ表面温度、2) 真空チャンバ内の全圧と非凝

* 昭和49年4月 農業機械学会 (東京) 講演

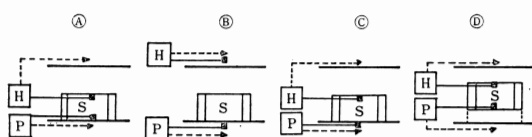
** 東京大学農学部 Faculty of Agriculture, University of Tokyo, Tokyo.

縮性ガス分圧の経時変化を測定した。本稿ではこれらの測定結果について報告すると共に、加熱条件と乾燥特性および操作因子との相互関連性について考察した。

II 実験装置および方法

1. 実験装置 本実験には筆者らが試作した凍結乾燥装置を使用した。この装置全体の構造、秤量装置、温度計測および制御関係の方法と使用機器については文献14)に詳説したので参照されたい。

2. 加熱方式 当実験で用いた4つの加熱方式(A~D)の概略図をFig. 1に示す。これらの方式は加熱方式が乾燥特性におよぼす影響を検討するために、過去の研究で個々に報告された実験例と実用面で用いられている加熱方式を整理して典型的な4つの方式に分類したものである。Aは筆者らが文献14)で報告した方式である。試料表面と底面の温度を一定に保つために、それぞ



Symbols ;

H : Controller for heater

P : Controller for platen

S : Beef sample

T : Thermo-couple

Fig. 1 Schematic diagrams of the four heating methods (A ; surface-bottom control, B ; heater-platen control, C : surface-platen control, D ; both-surface control)

れの温度を検出してヒータと棚の表面温度をコントロールした。また加熱温度条件と乾燥速度の関係を測定するために、種々の温度条件 (Table 1 参照) を設定した。Bはヒータと棚の表面温度を、Cは試料表面と棚表面の温度を一定に保つ方式である。Dは試料の両面を一定温度に保つ点でAと同様であるが、底面も空間に露出させて輻射加熱する方式である。実用規模の凍結乾燥装置ではBの方式を用いているものが多い。

3. 加熱温度条件 Table 1 に実験区の番号、加熱方式および加熱温度条件を示す。実験区1~8の加熱方式はAである。この方式では、試料の加熱温度条件と乾燥特性との関係を把握して温度制御のための基礎資料を得る目的から、全乾燥プロセスを通じて試料表面と底面の温度を一定に保った。この方式の加熱温度の設定範囲を決定するための予備実験では、試料表面温度を85°Cに設定すると試料表面にこげ (scorch) が生じ、また底面を-7°C以上に設定すると試料底面の収縮が大きくなる試料があった。当実験では、先ずこれらの不都合な温度範囲を除外し、良好な品質が得られると思われる温度条件の範囲に限定した。すなわち、試料表面の温度は室内温度とビタミンCの破壊を生じない許容温度¹⁵⁾の範囲を目安として20.0~60.0°Cの間で設定し、底面の最高温度はHatcher ら¹⁰⁾の実験条件(実験区8)を目安として-12.0°C、最低温度はこの装置で凍結乾燥が可能となる限界温度を想定して-30.0°Cとした。

実験区9~10は試料表面温度を45.0°C、棚温度を-15.0°Cに設定した。ただし、実験区9の場合には予備実験により試料表面温度が45.0°Cを越えない範囲を調べ、

Table 1 Drying data for beef samples.

Run No	Heating method ¹⁾	Temperature (°C)				Chamber pressure (Torr)			Drying time (hr)
		Sample surface	Sample bottom	Heater	Platen	max. ²⁾	min. ³⁾	P _a ⁴⁾	
1	A	20.0	-30.0	372.5-89.8	-35.5--36.0	0.79	0.12	0.08	161.75
2	A	20.0	-25.0	387.4-109.2	-35.5--33.5	0.48	0.16	0.09	122.50
3	A	40.0	-15.0	418.7-111.2	-17.6--27.8	0.53	0.06	0.02	94.75
4	A	60.0	-15.0	469.6-171.5	-18.5--24.1	0.53	0.13	0.08	65.00
5	A	45.0	-14.0	369.3-131.8	-17.4--27.5	0.23	0.11	0.07	86.75
6	A	50.0	-13.0	450.0-159.6	-16.6--29.8	0.65	0.09	0.04	40.00
7	A	55.0	-12.0	437.5-163.7	-14.6--24.1	0.52	0.12	0.08	46.75
8	A	37.7	-12.2	415.5-132.3	-10.2--24.0	0.60	0.14	0.09	67.00
9	B	-25.7-44.5	-25.7--5.2	80.0	-15.0	0.98	0.16	0.09	62.33
10	C	45.0	-35.3--17.2	394.0-111.2	-15.0	0.95	0.10	0.06	67.50
11	D	45.0	45.0	209.7-63.5	207.5-51.0	0.78	0.15	0.09	46.25

1) Shown in fig. 1

2),3) The maximum and minimum value of the total pressure after heat supplied.

4) Partial pressure of non-condensing gas at the end of the drying process.

ヒータ温度を80.0°Cに設定した。試料表面と底面温度の設定方法、ヒータと棚表面の温度コントロールの精度および設定可能な温度範囲は文献14)の場合と同様である。

4. 秤量の精度 秤量約65gの牛肉試料の含水率を0.1%w.b.以下の読みで求めるために、試料重量93.57gに対する棚の変位が1.0mmのパネを使用した。これは秤量0.0~68.0gの範囲では装置の感量0.37g、精度1/250に相当する¹⁴⁾。

5. 試料の準備 試料はモモ肉(round)から切出した肉塊から脂肪分を除去し、実験条件をそろえるために、筋繊維の方向が熱・物質流の方向と一致するように¹⁾整形して試料容器に詰めた。重量測定後、温度分布測定用の熱電対を挿入して容器壁の周囲をグラスウールと銀箔で断熱した。凍結条件が乾燥特性および品質に与える影響を防ぐために、全ての試料を棚温度¹⁴⁾-35°Cで凍結した。試料の大きさは試料容器の内径と高さに等しく、これらの値をTable 2の欄外表に示した。

試料容器にはアクリルパイプの底面に銅板を接着したものを用いた。実験区11の場合には銅板の代りに野菜包装に用いられているビニール糸製の網を使用して蒸気の流れを妨げないようにした。この網上に試料を支持し、また側壁に孔をあけた同径のアクリルパイプを用いて、試料容器を棚上15mmの高さに支持した(Fig. 3参照)。

6. 試料の水分測定 牛肉の乾燥試料(dry sample)から18個の試片(specimen)を採取してカールフィッシュャ法で滴定して求め、この平均含水率を乾燥試料の含水率とした。この値を基準にして乾燥前後の試料重量から固形分重量、水分重量および生牛肉の含水率を推算した。Fig. 2に試片の採取個所とその大きさを示す。

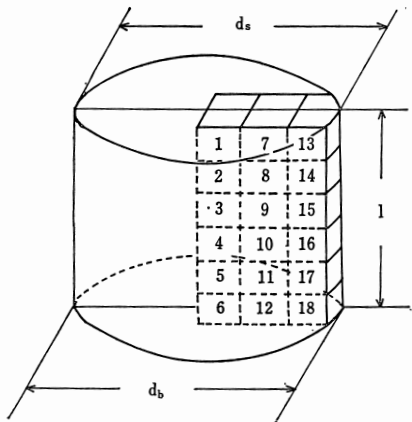


Fig. 2 Eighteen specimens of an beef sample for Karl Fischer titration and measuring locations of the sample. The size of a specimen was about 5×8×5 mm. Sample dimensions are shown Table 2.

7. 乾燥操作 凍結操作の終了点は棚上で凍結中の試料内温度分布と棚温度の変化が平衡に達した時刻とし、この時点で真空ポンプを始動し乾燥操作を開始した。真空チャンバ内の全圧が1.0Torr以下になった時点で加熱を開始した。乾燥終了点は各実験区の加熱条件下で全ての測定値の経時変化が認められなくなった時刻とした。コンデンサの表面温度は全ての実験区で-45.0°Cに設定した。実験は各実験区につき2~5回行い、このうち実験条件が最も忠実に実現された試料を1つ選び、これに関するデータをTable 2に示した。

III 実験結果および考察

1. 乾燥プロセスの概略 加熱方式Aの場合、乾燥プロセスにおける乾燥特性と操作因子の経時変化は筆者らがすでに報告した文献14)のFig. 7に示したものと同様の傾向を示した。このためこれらの実験区の乾燥特性と操作因子の経時変化を同一図面上に示すことを省略した。Dの場合、筆者らの知る限りではこの方式に関する実験データは報告されていないので、乾燥特性の経時変化を操作因子と共にFig. 3に示した。B, Cの場合は実験の目的から、Aとは著しく異なる傾向を示した乾燥特性、すなわち試料内温度分布と重量変化について次節以下に示した。

2. 両面輻射加熱(実験区11)の乾燥プロセス Fig. 3に加熱開始後の乾燥特性と操作因子の経時変化を示す。図中にヒータ、棚および試料の位置関係を示した。ヒータと棚温度は加熱開始直後ほぼ同一の最高温度(Table 1参照)に達するが、これ以後は指数関数的に低下した。また、試料表面とヒータ間の距離が底面と棚表面のそれに比べて大きいために、全プロセスを通じてヒータより棚表面温度の方が低い値を示した。

試料内温度分布を測定した熱電対番号は試料表面から順に①~⑦で示されている。試料温度は乾燥時間の経過とともに、両面に近い測定個所から順に上昇し、昇華面が両面から進行していることを示している。試料中心の測定個所④の温度が底面側の測定個所⑤よりも先に上昇していることから、表面側が底面側より早く乾燥したことを示している。これは容器底面の網により試料底面の熱を受ける有効面積が小さくなったためと、試料の支持台が蒸気流の障害になったためであると考えられる。

測定個所⑤の温度の挙動から、両面から乾燥が進行する場合には凍結層の温度は乾燥の進行に伴い徐々に低下し、凍結層が消滅して温度の急上昇が始まる直前に全乾燥期間を通じて最低温度を記録することが解った。その後、試料温度はほぼ均一となり、乾燥プロセスが二次乾燥期に移行したことを示している。

重量曲線も試料温度が均一となった時点から徐々に平衡に達した。乾燥時間26.25hrにおける乾燥速度は0.088 kg/(m²h)となり、一次乾燥期の初期、例えば乾燥時間1.0hrの乾燥速度2.99kg/(m²h)と比べて2桁低い値を示した。

3. 操作因子の特性

(1) ヒータと棚の温度 Table 1 に試料表面と底面、ヒータおよび棚の温度変化の範囲を示す。実験区9を除き、ヒータ温度は加熱開始直後に急上昇し、全乾燥期間を通じて最高温度に達した。ヒータ棚の左側の数値がこの時の値を示している。その後、ヒータ温度はON-OFF動作をくり返しながら徐々に低下し、乾燥終了点では右側に示す値となった。この値は試料表面の温度条件が高いほど高い数値を示している。最高温度の値は加熱開始時刻の試料表面温度と設定温度との差(表中には示していない)が大きいほど高くなる傾向を示した。

棚温度は文献14)にも示したように、乾燥の前半(一次乾燥期)には試料を加熱するように作用し、後半(二次乾燥期)には冷却するように作用した。前者の最高温度を棚温度欄の左側に、後者の最低温度を右側に示した。ただし、実験区1, 2では終始冷却する側に作用し、実験区11ではヒータとして作用した。

(2) 真空チャンパ内の圧力 Table 1 の圧力欄に示さ

れた max. と min. の値はそれぞれ全乾燥期間を通じて現われた全圧の最大値と最小値である。最大値は加熱開始のとき、加熱開始直後に試料表面の水分が急激に昇華したときに現われた。最小値は乾燥終了点であった。P_aはマクレオド真空計¹⁴⁾で測定した乾燥終了点の非凝縮性ガス分圧の値である。この値は全圧の最低値よりさらに1桁低い値を示した。このことは乾燥終了点の全圧が水蒸気(凝縮性ガス)に依存していることを示している。したがって、コンデンサの能力が全圧を決定する主要因であると考えられた。

4. 乾燥特性

(1) 外観の特性と品質 全ての実験区で、乾燥試料の色は淡いピンク色を呈し、外観はバルサ材に似ていた。ただし、試料表面温度を60℃に設定した実験区4の試料のなかには、表面の色が視覚的には明確に判断できない程度ではあるが褐変したものがあつた。他の文献¹⁶⁾に説明されている乾燥試料の品質と比較して良好な乾燥牛肉が得られた。

(2) 試料の物性値と形状 Table 2 に乾燥前後の試料の重量、含水率、密度および乾燥牛肉の形状変化を示す。生牛肉の含水率は70~76%w.b., 乾燥牛肉のそれは2~8%w.b.であつた。乾燥牛肉の密度は0.31~0.37 g/cm³であつた。加熱温度条件と収縮率の関係は明確に現われなかったが、全ての実験区で乾燥試料は直径方向に収縮し、筋繊維の方向に膨張した。全体として生牛肉に対し0.0~11.4%の容積の収縮を示した。また直径方向の収縮の度合は表面より底面の方が大きく、各乾燥試料の形状は実験区1~10では逆円錐台状、実験区11では円筒状となった。筆者らが加熱温度条件を設定した際に参考にした Hatcher らの報文¹⁰⁾には試料の形状変化に関するデータが示されていないため、彼等の試料との比較はできなかった。他方、King⁹⁾らは凍結乾燥した七面鳥肉(turkey meat)の容積は12.7~22.4%収縮すると報告しており、筆者らの牛肉に関するデータは幾分低い値を示した。実験区1の試料は乾燥時間161.75hrを要し、容積の収縮率は6.7%であつた。この収縮率の値は乾燥時間の短い他の実験区のものと比較して大きく、収縮の度合は試料表面より底面の方が大きかつた。これは乾燥中に凍結層の組織が変化して収縮するためと考えられ、必ずしも乾燥時間が長いほど良好な品質が得られるとは限らないことを示していると思われる。

(3) 試料内温度分布 加熱方式Aの場合、温度分布の経時変化は文献14)のFig. 8と同様の傾向を示し、この傾向はHatcherらの実験結果¹⁰⁾とも定性的に一致した。加熱方式B, CおよびDの試料内温度分布の経時変化をFig. 4に示す。図には試料表面、中心および底面の温度を示した。以上の結果から得られた試料内温度分

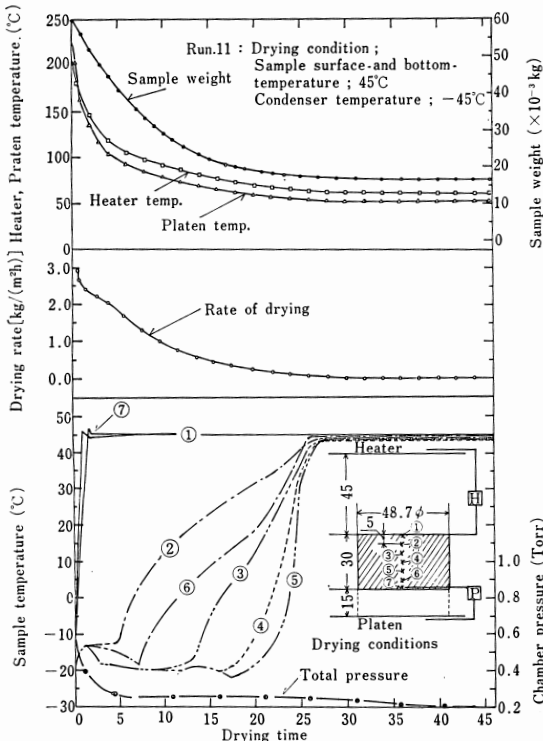


Fig. 3 Drying characteristics of the beef sample during freeze-drying. (Run. 11).

布の変化のパターンを模式図として Fig. 5 に示した。試料底面から蒸気移動のない (1), (2) の場合 (加熱方式 A, B, C に相当), 一次乾燥期を通じて 1) 乾燥層の温度勾配は常に凍結層より大きく, 2) 昇華面の温度は試料内の最低温度を示し, その値は昇華面の位置が中央部にあるほど低く, 底面に近づくにつれて徐々に高くな

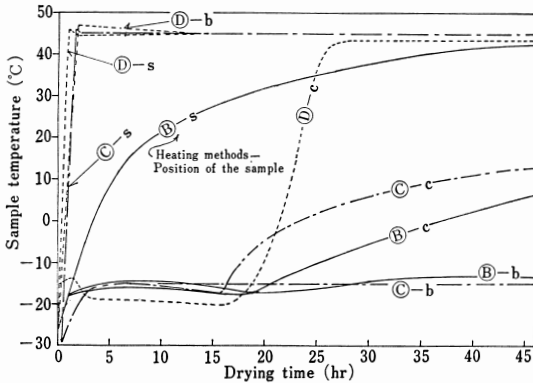


Fig. 4 Sample surface-, center- and bottom-temperatures versus drying time. B C D correspond to heating methods given in Fig. 1.

る傾向を示した。両面から昇華面が進む(3)の場合, 凍結層の温度は二次乾燥期に移行する直前で全乾燥期間を通じて最低温度を示した。また, この試料を中心で分割すると, 左側部分のパターンは(1)の試料底面を断熱した場合に相当するものと考えられる。二次乾燥期に移行すると, 温度分布はいずれの場合にも試料表面と底面温度の範囲で直線的分布を示した。

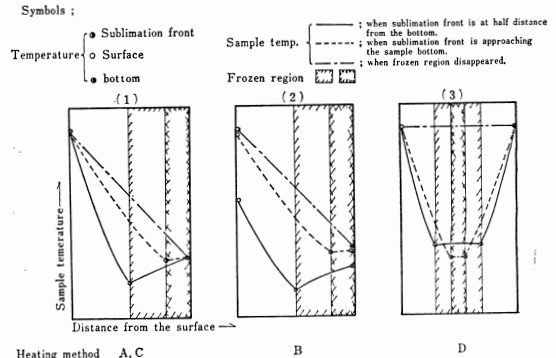


Fig. 5 Schematic diagrams of three typical patterns of the temperature distribution in beef samples during freeze-drying. Heating methods are shown in Fig. 1.

Table 2 Physical properties of raw- and dry-samples.

Run No	Weight (g)			Moisture content (% w. b.)		Density (g/cm ³)		Dimension ²⁾ (cm)			Volume (cm ³)	Shrinkage ³⁾ (%)			
	raw	dry	solid	raw	dry ¹⁾	raw	dry	d _s	dry d _b	1	dry v	d _s	dry d _b	1	dry v
1	64.32	16.87	15.50	75.9	8.14	1.14	0.32	4.77	4.59	3.07	52.8	2.7	6.2	+ 2.2	6.7
2	65.91	19.95	18.71	71.6	6.23	1.17	0.36	4.73	4.63	3.23	55.4	3.5	5.6	+ 7.5	2.1
3	65.53	17.93	16.70	74.5	6.86	1.16	0.33	4.71	4.60	3.16	53.6	4.0	6.1	+ 5.2	5.2
4	65.86	17.63	16.98	74.2	3.67	1.16	0.33	4.72	4.58	3.19	54.1	3.7	6.6	+ 6.3	4.3
5	66.26	17.55	16.84	74.6	4.07	1.17	0.31	4.74	4.60	3.27	56.0	3.3	6.1	+ 9.0	1.0
6	66.23	20.00	18.94	71.4	5.33	1.17	0.35	4.71	4.59	3.32	56.6	4.0	6.3	+10.5	0.0
7	65.10	17.47	16.86	74.1	3.48	1.15	0.31	4.75	4.54	3.37	57.0	3.2	7.4	+12.1	0.7
8	68.84	20.36	19.66	70.1	3.40	1.16	0.37	4.70	4.60	3.20	54.7	4.3	5.7	+ 7.3	3.2
Average	66.01	18.47	17.52	73.3	5.15	1.16	0.34	4.73	4.59	3.23	55.0	3.6	6.3	+ 7.5	2.9
9	60.77	16.42	15.96	73.7	2.82	1.09	0.33	4.66	4.48	3.07	50.3	4.4	8.1	+ 2.3	10.0
10	60.31	16.71	16.35	72.9	2.19	1.08	0.34	4.68	4.48	3.01	49.5	4.0	8.0	+ 0.2	11.4
11	61.58	17.02	16.63	73.0	2.33	1.10	0.33	4.62	4.64	3.07	51.6	5.2	4.8	+ 2.3	7.6
Average	60.89	16.68	16.31	73.2	2.45	1.09	0.33	4.65	4.53	3.05	50.5	4.5	7.0	+ 1.6	9.7

* Raw sample dimension (cm) and volume (cm³).

Sample No	d _s	d _b	1	v
1 ~ 8	4.90	4.90	3.00	56.57
9 ~ 11	4.87	4.87	3.00	55.88

1) Average moisture content of the 18 specimens of a beef sample shown in Fig. 2.

2) Measuring locations are shown in Fig. 2.

3) Referred to initial, raw sample dimension.

(4) 試料重量および乾燥速度 実験区1~7と11の試料重量と乾燥速度の経時変化をそれぞれ Fig. 6 と Fig. 7 に示す。いずれの試料重量曲線も乾燥初期に急激に低下し、後期になるにつれてその割合は小さくなる。これらの傾向は牛肉の球形試料を輻射加熱した Hoge⁷⁾ らの実験結果と類似していた。

重量曲線から計算で求めた乾燥速度曲線 (Fig. 7) は加熱開始直後に急上昇して最高速度に達するが、これ以後は指数関数的に低下する。乾燥の初期には、乾燥速度は表面温度が高い試料ほど、また後期には底面温度が高いほど速くなる傾向がみられる。これは加熱方式Aの場合、試料表面の水分は急激に昇華するが、熱伝導率の低い乾燥層の厚さが増すとともに昇華面への熱供給が困難

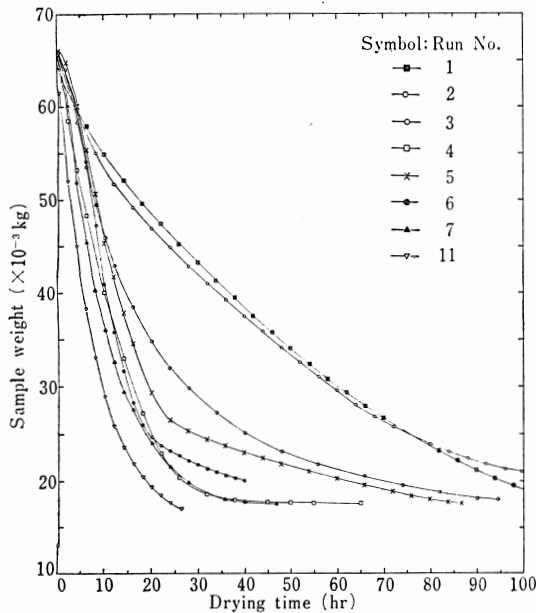


Fig. 6 Sample weight versus drying time. Drying conditions and data for each sample are shown in Table 1 and 2.

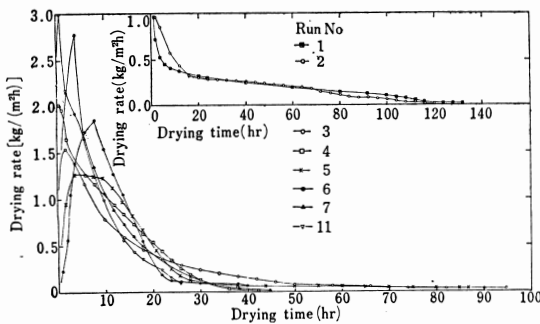


Fig. 7 Drying rate versus drying time of beef samples.

となって表面温度の乾燥速度におよぼす影響の割合は小さくなり、さらに昇華面が底面に近づくと、底面からの熱供給が有効となって底面温度の影響の割合が大きくなるためであると考えられる。したがって、乾燥速度に対し表面温度は乾燥初期に、底面温度は後期に影響をおよぼす割合が大きいといえる。

一次から二次乾燥期への移行点を求めることは乾燥操作を検討するうえで必要であると考えられるが、重量および乾燥速度曲線から判断することは困難であった。Hoge⁷⁾ らは前述の実験から得られた乾燥速度曲線を用いて移行点を求めている。そこでは、一次乾燥期の後期に乾燥速度曲線が急激に変化して $0 \text{ kg}/(\text{m}^2\text{h})$ に近づく直線部分を延長した直線が、時間軸と交わる点を移行点としている。しかし、この方法は実験区1や2の場合のように乾燥速度が全体的に小さく、乾燥速度曲線に急激な変化が現れない場合には適用不能であった。そこで筆者らは次に述べる理由から、個々の試料の全水分の80%を除去した時点、すなわち生牛肉の水分を100とした場合の水分残存率が20%になった時刻を移行点とした。これは1)実験区11にみられるように (Fig. 3 参照)、水分残存率が20%に達した時点で、試料内の最低温度を記録していた個所の温度が急激に上昇し始めており、すでに凍結層が消滅していることを示していること、2)加熱方式Dを用いて別途行った幾つかの実験で、試料内温度分布の変

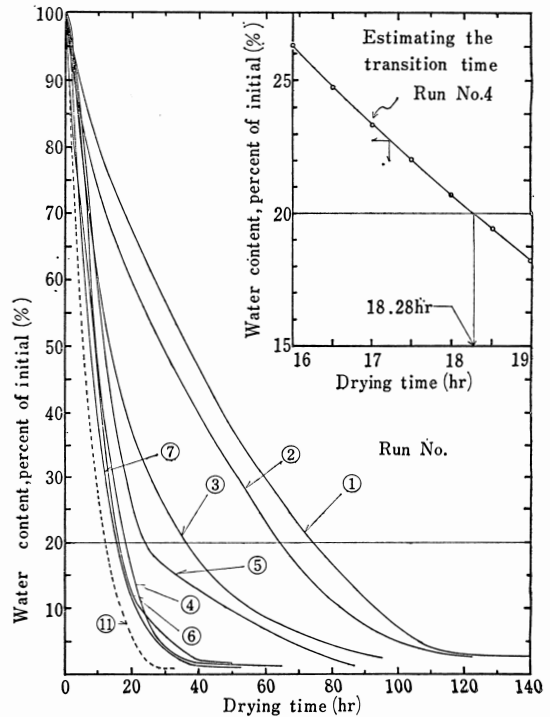


Fig. 8 Percent of initial water content versus drying time of beef sample.

化と水分残存率20%を目安にして移行点を推定し、乾燥途中で試料を取出し、切断して断面を観察した結果、凍結層が消滅したことが実際に確かめられたこと、3)Hogeらの方法が適用できた実験区の移行点における水分残存率がほぼ20%であったこと、4)他の文献¹⁶⁾にも1)の傾向を指摘したものがあることなどの理由による。

加熱方式Aの場合の水分残存率の経時変化を Fig. 8 に、加熱方式B, CおよびDの場合を Fig. 9 に示す。ただし、Fig. 8 には比較のためにD(実験区11)の場合も示した。たとえば、実験区4の場合には Fig. 8 の右上図に示すように18.28hrが一次乾燥時間、これより乾燥終了点までの時間が二次乾燥時間である。

このようにして得られた一次乾燥時間を Table 3 に示す。試料表面と底面の加熱温度条件にそれぞれ55°C, 18°Cの差がある場合(実験区1と7)、乾燥時間に59.0hrの差が生じた。底面の温度が等しく表面に20°Cの温度差がある場合(実験区3と4)の乾燥時間差は17.27hrであった。試料表面温度が等しい場合、加熱方式D(実験区11)の一次乾燥時間はA(実験区5)の約1/2であった。またDとBでは9.95hr、BとCでは3.61hrおよびDとCでは6.34hrの差が生じた。

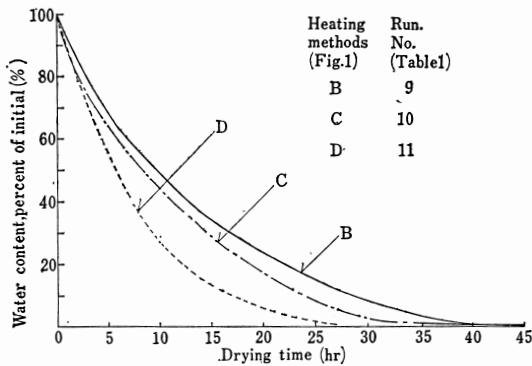


Fig. 9 Water content versus drying time.

Table 3 The drying times for the total, the 1st and the 2nd drying periods.

Run No.	Drying time (hr)		
	total	1st period	2nd period
1	161.75	74.45	87.30
2	122.50	64.15	58.35
3	94.75	36.12	58.63
4	65.00	18.30	46.70
5	86.75	23.70	63.05
6	40.00	15.93	24.10
7	46.75	15.48	31.27
8	67.00	24.05	42.95
9	62.33	22.10	40.23
10	67.50	18.49	49.01
11	46.25	12.15	34.10

乾燥終了点の水分残存率は一次乾燥期の加熱温度条件が高く、乾燥速度の大きい試料ほど低い値を示す傾向にあった。これは一次乾燥期において昇華乾燥と共に乾燥層の真空乾燥が進行し、この速度も加熱温度条件が高いほど大きくなるためと考えられる。

(5) 水分分布 試料内温度分布と二次乾燥時間が乾燥試料内の水分分布に与える影響を検討するために、含水率測定に供した試片(specimen)の温度に対する含水率の分布を二次乾燥時間の値と共に Fig. 10 に示した。試片の温度はその中心温度で代表させた。この温度は乾燥試料内の温度分布が表面と底面間で直線分布となるため、温度測定個所の値から内挿して求めた。また含水率の値は試料の直径方向の3個の試片の平均値である。含水率は試片の温度が高い程低い値を示した。当実験の全圧の範囲 0.02~0.09Torr では、乾燥試料内水分分布を決定する主要因は試料内温度分布であると考えられ、二次乾燥時間の影響は顕著に現われなかった。

IV 摘 要

二次乾燥期まで含めた牛肉の凍結乾燥特性を得るために、すでに試作した凍結乾燥装置を用い、試料の加熱方式と温度条件を変えて実験を行った。以下にこれらの条件と結果について要約する。

1. 試料の加熱方式と温度条件をそれぞれ Fig. 1 と Table 1 に示した。
2. 乾燥特性として、乾燥プロセスにおける 1) 試料重量、2) 乾燥速度(計算値)、3) 試料内温度分布、乾燥前後の試料の 4) 含水率、5) 形状、6) 密度および 7) 乾燥試料内水分分布を測定した。乾燥プロセスの操作因子として、1) ヒータ、棚およびコンデンサ表

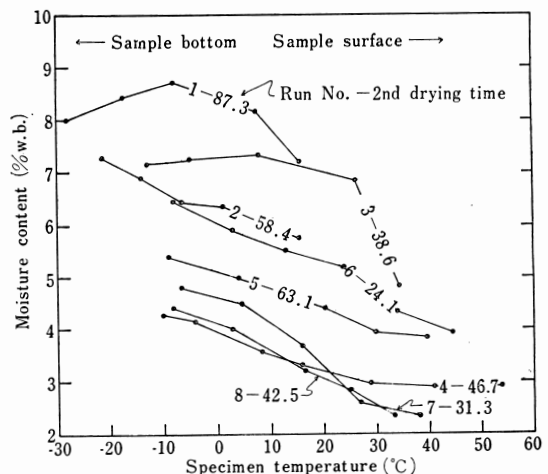


Fig. 10 Moisture content versus specimen temperature.

面温度, 2) 真空チャンバ内の全圧と非凝縮性ガス分圧の経時変化を測定した。試料両面を輻射加熱した場合の乾燥特性の経時変化を操作因子と共に Fig. 3 に示した。乾燥前後の試料の物性値と形状の変化を Table 2 に, 乾燥試料の水分分布を Fig. 10 に示した。

3. 試料内温度分布の典型的变化のパターンを Fig. 5 に示した。試料底面から蒸気移動のない場合 (Fig. 5 の (1), (2)), 一次乾燥期を通じて1) 乾燥層の温度勾配は凍結層より常に大きく, 2) 昇華面の温度は試料内の最低温度を示した。両面から昇華面が進行する場合 (Fig. 5 の (3)), 凍結層の温度は二次乾燥期に移行する直前で全乾燥時間を通じて最低温度を示した。3) 二次乾燥期の温度分布は試料表面と底面の温度範囲で直線分布を示した。
4. 筆者らは試料の水分残存率が20%に達する乾燥時間を一次乾燥時間とすることを提唱し, これらに基づく一次乾燥時間の値を Table 3 に示した。たとえば, 底面温度が等しく表面の加熱温度条件に20°Cの差がある場合 (実験区3と4), 一次乾燥時間差は約17.3hrであった。
5. 乾燥終了点の試料内温度分布は全圧が0.02~0.09 Torr の範囲では温度分布に影響された (Fig. 10)。また加熱温度の高い試料ほどその含水率は低かった (Table 2)。

(原稿受理昭和51年7月22日・質問期限昭和52年3月31日)

参 考 文 献

- 1) 細川明, 相良泰行; 食品の凍結乾燥と問題点, 農機誌, 第37巻1号, pp.102~106 (1975)
- 2) 片山功蔵, 林勇二郎; 真空凍結乾燥に関する研究, 日本機械学会論文集, 第37巻299号, pp.1387~1395 (1971)
- 3) Toei, R., Okazaki, M., Asaeda, M.; The Stability of Plane Sublimation and Model of Zone Sublimation in Freeze-Drying of Porous Bodies, J. of Chem. Engng. Japan, Vol. 8, No.4, pp.282~288 (1975)
- 4) Dyer, D. F., Sunderland, J. E.; Heat and Mass Transfer Mechanisms in Sublimation Dehydration, Trans. of the ASME, series C, J. of Heat Transfer, pp.379~384 (1968)
- 5) Cho, S. H., Sunderland, J. E.; Approximate Solution for Rate of Sublimation Dehydration of Food, Trans. of the ASAE, pp.559~561 (1970)
- 6) Fox, E. C., Thomson, W. J.; Coupled Heat and Mass Transport in Unsteady Sublimation Drying, AIChE Journal, Vol.18, No.4, pp.792~797 (1972)
- 7) Hoge, H. J., Pilsworth, M. N.; Freeze-Drying of Beef, J. of Food Science, Vol. 38, pp.841~848 (1973)
- 8) Massey, W. M., Sunderland, J. E.; Measurement of Thermal Conductivity During Freeze-Drying of Beef, Food Technology, Vol.21, No.3A, pp.90A~94A (1967)
- 9) King, C. J., Lam, W. K., Sandall, O. C.; Physical Properties Important for Freeze-Drying Poultry Meat, Food Technology, Vol.22, pp.1302~1308 (1968)
- 10) Hatcher, J. D., Lyons, D. W., Sunderland, J. E.; An Experimental Study of Moisture and Temperature Distributions During Freeze-Drying, J. of Food Science, Vol. 36, pp.33~35 (1971)
- 11) Hill, J. E., Sunderland, J. E.; Equilibrium Vapor Pressure and Latent Heat of Sublimation dehydration for Frozen Meats, Food Technology, Vol. 21, No.9, pp.112~114 (1967)
- 12) Sandall, O. C., King, C. J., Wilke, C. R.; The Relationship Between Transport Properties and Rates of Freeze-Drying of Poultry Meat, AIChE Journal, Vol.3, No.3, pp.428~438 (1967)
- 13) 小林正和; 液材料の凍結乾燥の理論的, 実験的分析と最適サイクルの研究, 冷凍, 第46巻524号, pp.15~42 (1971)
- 14) 相良泰行, 細川明; 試作した凍結乾燥装置の特性と牛肉乾燥の一事例, 農機誌, 第38巻2号, pp.225~231 (1976)
- 15) 大田勇夫; 化学技術と食品工業, 化学工学社, pp. 163~167 (1971)
- 16) 松田由美子; 食品の凍結乾燥—動物性食品—, 冷凍, 第48巻550号, pp.37~44 (1973)
- 17) Harper, J. C.; Transport Properties of Gases in Porous Media at Reduced Pressures With Reference to Freeze-Drying. AIChE Journal, Vol.8, No. 3, pp.298~302 (1962)

Summary

To study the drying characteristics of beef samples during freeze-drying process which includes the 2nd drying period, experiments with different conditions of heating methods, modes and sample temperatures were made using the freeze-drying apparatus which had been reported in reference (14). The results obtained from these experiments and the drying conditions are summarised as follows.

1. Different heating methods as well as the temperature conditions of the sample were shown

in Fig. 1 and Table 1, respectively.

2. Experimental results provided important data pertinent to the drying characteristics of the sample tested and the corresponding operating conditions. The former consists of the change in sample weight, calculated drying rate and temperature distribution in the samples while the latter includes the surface temperatures of the heater, platen and condenser as well as the total and partial pressures of the non-condensing gas in vacuum chamber. A result obtained for the case in which both sample

surfaces were heated by radiation was shown in Fig. 3. The changes in moisture contents, dimensions and densities of raw and dry samples were presented in Table 2, while the moisture distribution in sample was shown in Fig. 10.

3. Three typical patterns of temperature distributions of beef samples during freeze-drying were shown in Fig. 5. During the 1st drying period where no water vapor transferred from the sample bottom (patterns 1 and 2 in Fig. 5), the temperature gradient in the dried region indicated larger value than that in the frozen region with the sublimation front showing a minimum temperature value. As the sublimation fronts proceeded inward from both top and bottom surfaces (patterns 3 in Fig. 5), the temperature of the frozen region decreased gradually and finally attained the minimum value at the instant immediately before the 2nd

drying period began. In the latter period, the temperature distribution was linear between the sample surface and bottom.

4. The drying time for the 1st drying period was defined as the time required to dry 80 percent of the sample water content. Measured value under the present experimental conditions were given in Table 3. For example, the difference of 17.30 hours was observed in the 1st drying time when the surface temperature differed 20°C from each other keeping the bottom temperatures the same.

5. When the total pressure was 0.02-0.09 torr at the end point of the drying process, the moisture distribution in the sample was influenced significantly by the temperature distribution within the sample. The higher the heating temperature of the sample, the lower the value of the moisture content.

訂 正

第38巻第2号「試作した凍結乾燥装置の特性と牛肉乾燥の一事例」(相良泰行, 細川 明)中に、誤りがありましたので下記の通り訂正します。

記

- 228頁 Table 1の欄外 * calculated from average moisture content shown in Table 3. を入れる。
 231頁 左の欄下より3行 誤) Fig. 8 正) Fig. 7
 225頁 右の欄下より11行 誤) (Fig. 1の⑱ 正) (Fig. 1の⑲)

(404頁よりつづく)

- ② 国際協力事業団よりの委託業務の決算について報告があり、残金については本部会計に雑収入として計上することにした。
 ③ ミシガン州立大スタウト教授と日米農業エネル

ギーセミナーについて打合せた結果、1979年7月上旬に開催することになったとの報告がありこれを了承した。

- ④ 次期常任理事会は昭和52年3月8日(火)開催の予定。

昭和51年度第3回常任理事会議事要録

- 1 日 時 昭和51年12月6日(月)
午前11時～午後4時30分
- 2 場 所 東京大学農学部農工学科会議室
- 3 出席者 松田会長, 江崎理事, 川村理事, 田原理事, 細川理事, 山中理事, 小林幹事, 斎藤事務局長

4 議 題

4.1 昭和52年度年次大会について

学会誌38巻第2号の会告の通り準備中であるとの報告がありこれを了承した。尚研究部会, 総会, 懇親会, 見学会, 講演時間など大会運営については大会運営委員会にて検討し決定してもらう事にした。

4.2 役員選挙について

学会誌38巻第2号167頁会告の通り実施するとの報告があり, これを了承した。

4.3 学会誌編集について

○38巻第2号は完成し, 第3号は作成中である。第3号には会員名簿を掲載するとの報告がありこれを了承した。尚学会誌の発行がおこなわれているが今後の発行を早めるように努力することです承した。

○小特集(農業エネルギー問題)の英文概要を発行してほしいとの要望があり, これについては予算など詳細について竹田策三氏に問い合わせ決定することにした。

4.4 試験便覧印工について

1編 測定法, 2編 用語, 3編 測定器メーカー, 販売店とし全体として約300頁となり目下校正中であるとの報告があり, これを了承した。

4.5 農機具図鑑編集について

原稿の整理がごさいだ委員会を開催し, 委員長と会長にて今後の見通しをつけることにした。

4.6 研究部会について

昭和52年度年次大会にて次の研究部会を開催するとの報告があり, これを了承した。

○農業動力部会(農業動力におけるエネルギーについて。農耕用機関の燃料と燃焼について)

○作業機部会(ワラの処理法について)

○農産機械部会(穀物の電氣的性質。水分検定への利用)

○畜産機械部会(牧草のハンドリング)

○綜合部会(農業機械教育問題について)

尚農産機械部会は資料を作成するが, 他部会は講演要旨に掲載することにした。詳細については川村理事が各研究部会長と相談の上決定し, 学会誌第38巻第3号に掲載することです承した。

4.7 委託業務について

工業技術院より51年度も引続き委託業務があり, 前年に引続き委員会は2回開催され検討中であるとの報告があり, これを了承した。

4.8 学会賞(功績賞)候補者推せんについて

学会誌第34巻第1号掲載の会告を参照して年齢満65歳以上の4氏を功績賞候補者として推せんすることにした。

また, 選考委員長は田原理事, 委員は常任理事とした。

4.9 学会賞規程改正について

細川理事より現在までの作業状況の説明があり, 後日資料を添えて各常任理事に連絡するとの報告があり, これを了承した。

4.10 日中学術交流について

長広仁蔵氏の尽力により具体化された案が提出されたが, もうすこし検討し実行できるような段階となれば実行委員会を設けて対処したいとの会長からの報告があり, これを了承した。

4.11 その他

① 昭和51年度年次大会の決算について予算より42,747円オーバーしたとの報告があり, これを了承した。尚詳細は次のとおりである。

昭和51年度年次大会決算報告書

取	入	支	出
1. 本部年次大会予算	700,000円	1. 講演要旨製作費	290,000円
2. 赤字(追加予算)42,747円		2. プログラム製作費	91,350円
		3. アルバイト代	110,000円
		4. 消耗品費	71,945円
		5. 昼食費	61,000円
		6. 通信費	44,400円
		7. 会議費	17,657円
		8. 交通費	8,450円
		9. 謝礼費	15,000円
		10. 雑費	12,945円
		11. 懇親会費補助	20,000円
計	742,747円	計	742,747円

(403頁へつづく)