

冷凍

Vol.77 No.892 平成14年 2月号

CONTENTS

記録

平成13年度日本冷凍空調学会学術講演会・特別講演

食品材料の凍結乾燥プロセスにおける移動現象の解明と

実用操作への応用相良泰行 2 (94)

ヒートポンプシステムへの「自然作動媒体」の使用に関する

レビュー.....スペイン・グランダム (飛原英治(訳)) 11 (103)

平成13年度日本冷凍空調学会学術講演会・基調講演

冷媒圧縮機の最新技術動向東條健司 14 (106)

吸着ヒートポンプの最新技術動向柳 秀治 19 (111)

食品冷凍と低温流通の最新動向水谷順一 25 (117)

冷凍空調分野に係わる伝熱研究 —産学共同研究を振り返って—

.....小山 繁 30 (122)

IT時代を迎えた冷凍空調分野の最新通信・制御システム

.....井上雅裕 35 (127)

環境配慮型の建築に求められる空調システム伊香賀俊治 40 (132)

初級講座

吸収冷凍機入門⑧功刀能文 45 (137)

電気設備 第8回 予備電源と非常電源田尻陸夫 53 (145)

新技術・新製品・新設備紹介

K2K ニュートリノ振動実験で用いる電磁ホーン用冷却水循環装置

.....山野井豊・田中英雄 57 (149)

データセンターにおける冷媒自然循環システム省エネルギー

効果検証野口 哲・田代博一 61 (153)

快適性を向上させた省電力ルームエアコンの開発

.....野中正之・大塚 厚 66 (158)

海外文献紹介

食品冷凍の分野における各国文献情報(69)

.....高野克己・萩原知明(訳) 70 (162)

報告記

IKK 2001 見学記岩谷良平 76 (168)

IKK 2001 訪問リポート —自然冷媒への動向—川村邦明 82 (174)

試験

平成13年度第三種冷凍機械責任者試験問題解説..... 85 (177)

最近気になる用語

⑨5衝突噴流冷却 94 (186)

会務報告 96 (188)

平成 13 年度日本冷凍空調学会学術講演会特別講演*

**食品材料の凍結乾燥プロセスにおける
移動現象の解明と実用操作への応用**

相 良 泰 行**

Yasuyuki SAGARA

1. はじめに

一般的な乾燥操作の主な目的は、対象とする材料の貯蔵性および輸送性を高めることにある。しかし近年、乾燥には簡単な復水・加熱などの操作によって短時間で乾燥前の状態に復元すること、すなわち形状・味・香り・色・栄養価・テクスチャおよび生物活性などの属性を乾燥以前の状態と同様に維持することが要望されるようになってきた。さらに、凍結乾燥法の特徴を生かしてセラミック材料などを微粒子化する方法として、すなわち工業材料の加工技術として利用する試みもなされている。

原理的に凍結乾燥法はこれらの要望を満足させる理想的な方法であると考えられているが、実際には技術的に困難な点も多く、商業ベースで実用化された製品の種類も必ずしも豊富ではない。また、他の乾燥法に比べて乾燥時間が長くてエネルギーコストが高いため、製品価格も割高となっている。しかし、食品などに対して即席性と高品質が望まれる時代にあつて、凍結乾燥法は他の乾燥法と競合しながら徐々にその適用範囲を拡大している現状にある。いずれにせよ生体・薬品・食品などの分野にあつて、質量ともに今後の発展が期待され、それらが技術的な問題の解決に負うところの大きな乾燥法であるといえる。

この講演では先ず、食品を対象とした凍結乾燥プロセスの概要を紹介し、次に、乾燥サイクル最適化のために不可欠なデータである材料乾燥層の移動物性値計測システムについて述べ、最後に、卵スープ乾燥プロセス効率化の実用例について紹介する。



相良泰行氏

2. 乾燥特性計測システム**2.1 凍結乾燥実験装置**

食品材料を対象とした凍結乾燥装置の最適な運転操作法を確立し、乾燥時間を短縮して生産コストを下げするためには、乾燥プロセスにおける乾燥速度、材料内の温度・圧力・水分の分布および乾燥時間などを定量的に把握する必要がある。

筆者らは図1に示すような被乾燥材料の乾燥特性と乾燥層の移動物性値を同時計測するシステムを開発した。真空チャンバ（内径 492×奥行 470 mm）内部ガスは主弁および外部コンデンサを経て油回転真空ポン

*平成 13 年 10 月 17 日(水)、於 東京商船大学の講演より、
著者による再構成

**東京大学

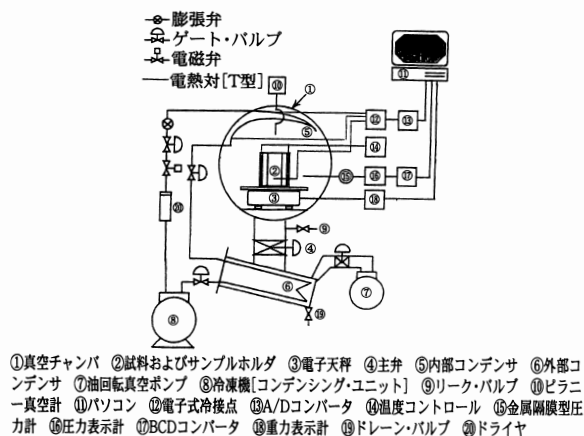


図1 凍結乾燥特性計測システムの概略図

により排気される。水蒸気を凝縮するための真空チャンバ内部コンデンサおよび外部コンデンサの表面温度は冷凍機（空冷式 1.5 kW, R 22）により -45℃まで冷却される。また、乾燥中の試料の状態を観察できるように、真空チャンバには厚さ 30 mm の透明アクリル板製ドアが取り付けられている。

真空チャンバ内には試料質量を連続記録する電子天秤（島津製作所製 EB-3200S）が組み込まれているが、この天秤はロードセルの部分と電子回路および表示部分を分離し、前者のみを真空チャンバ内部に設置している。試料は輻射ヒータにより加熱され、これを制御する温度コントローラはデジタル指示調節計（千野製作所製 DA1131-000）とサイリスタレギュレーター（千野製作所製 DA1131-000）で構成されている。試料表面温度は温度制御用の熱電対を検出端として電源電圧を PID 制御することにより制御可能である。真空チャンバ内の全圧は金属隔膜型圧力計（MKS製310BHS-10：計測範囲 0~1 333 Pa）とピラニ真空計（計測範囲：0~3 000 Pa）を併用して計測

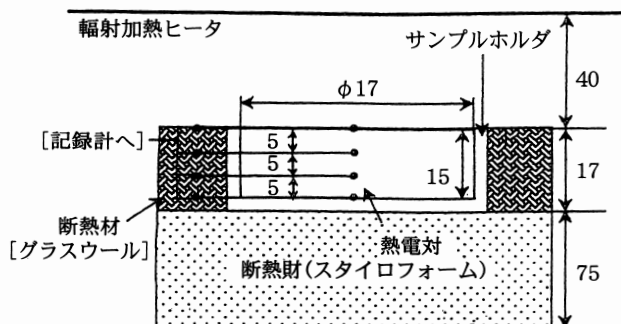


図2 液状および粒子状材料用サンプルホルダ

する。すなわち、減圧を開始してからチャンバ内圧力が 10 Torr (1 333 Pa) 以下に到達するまではピラニ真空計の値を目安として用いる。これはピラニ真空計が窒素ガスで校正してあり、これを用いて非凝縮性ガスである水蒸気と空気の混合ガス圧力を計測すると、凍結乾燥の実用的操作圧力条件下では実際の値より数 10 % 高い値を示すことが知られているので¹⁾、減圧後の乾燥プロセスにおける真空チャンバ内全圧計測には金属隔膜型圧力計を用いている。試料内温度分布、ヒータおよびコンデンサ表面温度は熱電対（T-type, $\phi=0.2$ mm）により検出し、これらのデータは電子式冷接点および A/D コンバータを介してパソコンに集録される。

2.2 サンプルホルダ

図2に液状および粒子状材料用サンプルホルダの概略図を示す。サンプルホルダはアクリル製容器であり、これを凍結・乾燥プロセスにおける試料内の熱と物質移動の方向が一次元となるように断熱した。凍結プロセスではサンプルホルダの側面をグラスウールで、乾燥プロセスではさらに試料容器底面をスタイロフォームで断熱した。固形試料の凍結乾燥特性と移動物性値を計測するためのサンプルホルダを図3に示す、一般に固形材料の周囲を断熱することは極めて困難である

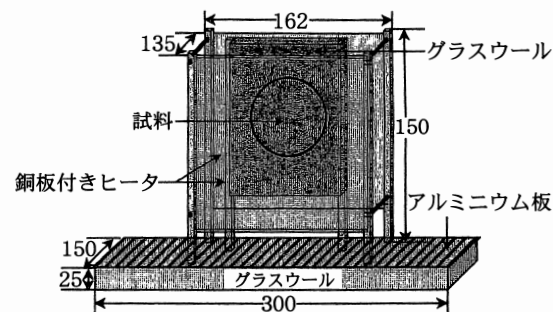
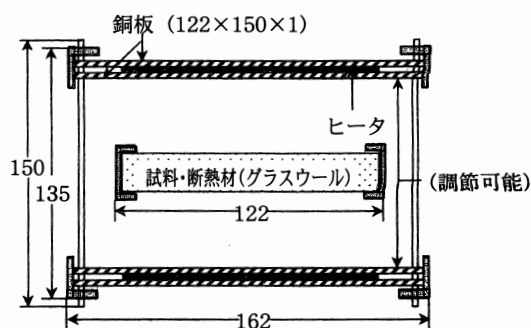


図3 固形材料用両面輻射加熱方式サンプルホルダ

ため、このホルダは試料両面から輻射加熱する装置となっている。図に示すヒータはシリコン製ヒータに厚さ1mmの銅板を両側から接着したものであり、ヒータ表面と試料両表面との距離は調節が可能である。凍結終了後の試料を断熱材ごと、装置の中央部へ垂直に挿入し、この加熱装置全体の重量変化を計測する。

2.3 含水率測定法

乾燥前後における試料の含水率は、乾燥試料の含水率をカールフィッシャ滴定法により求め、このデータに基づき初期含水率を推算する方法を採っている。カールフィッシャ法はメチルアルコールおよびピリジンの存在下で、水がヨウ素および亜硫酸ガスと定量的に反応することを利用した水分定量法である。

3. 乾燥特性の計測例

図4に濃度37%、試料厚さ25mmのコーヒー溶液を表面温度45℃で一定値に制御しながら凍結乾燥した場合の乾燥特性を示す。試料重量から求めた乾燥速度は、試料表面温度が設定値に達した時点で最高速度に達するが、その後は指数関数的減少を示している。試料内温度分布の経時変化を見ると、試料表面に近い温度測定点から順に急激な温度上昇を示し、これらの温度上昇開始点において昇華面が通過したことを示している。すなわち、乾燥層の厚さを予測することが可能である。また、最初の温度上昇点から次の温度上昇点までの時間間隔が次第に大きくなっていることから、

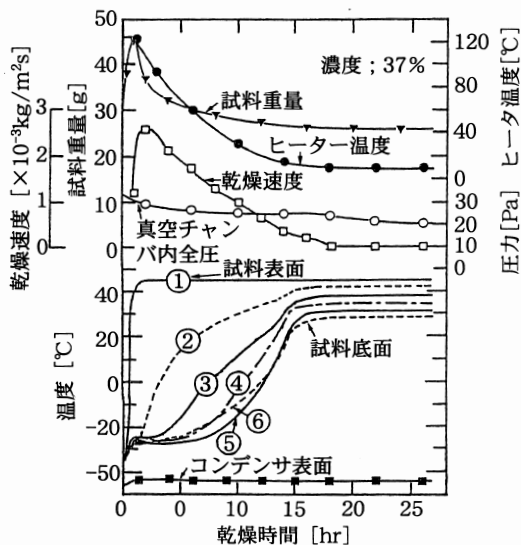


図4 コーヒー溶液の乾燥特性

乾燥層が次第に厚くなるにつれ、乾燥層を通じて供給される熱流束に対する伝熱抵抗が大きくなっていることがわかる。さらに、試料内温度分布を見ると、昇華面の温度が最も低い値を示し、また、凍結層の温度は昇華面の温度に等しい均一な分布を示す。これらの実験結果より、コーヒー溶液の乾燥速度は乾燥層の熱移動速度により律速されているものと判断される。

これとは逆にリンゴなどの細胞質材料や高濃度塩分溶液では、それらの乾燥速度が乾燥層の水蒸気移動速度に律速されることが報告されている²⁾、また、コーヒー溶液では乾燥中を通じて、凍結層は約-20℃以下に維持されるが、乾燥速度が水蒸気移動速度に律速されるような材料では過剰に供給された熱量が昇華潜熱として消費されるだけでなく、凍結層を加熱するためにも使われる。このため、凍結層の温度上昇による融解と発泡を招く結果となる。したがって、このような材料の加熱条件を決定するためには、水蒸気の移動速度を正確に予測し、適正な熱供給速度を知る必要がある。

4. 移動物性値推算モデル

乾燥速度は乾燥層の熱および物質移動速度に律速されるので、両移動速度を正確に計算し乾燥速度を予測するためには乾燥層の移動物性値、特に熱伝導率と水蒸気の透過係数が不可欠な物性値となる。筆者は前項に示した乾燥測定データからこれらの移動物性値を推算するためのモデルを提唱している。図5に乾燥プロセスにおける材料乾燥層の移動物性値推算モデルを示す³⁾。このモデルでは材料を半無限平板と仮定し、その底面は断熱され、一次元的な熱および物質移動が生

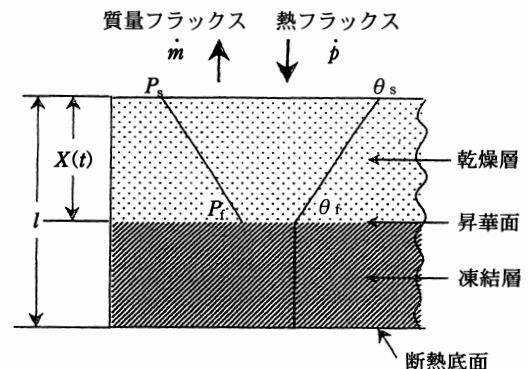


図5 乾燥層の移動物性値推算モデル

じているものとする。また材料の両面から輻射加熱する場合には、断熱底面を試料の中心とみなすことによりモデルの適用が可能である。さらに、このモデルには次に示すような仮定を設けている。

- 1) 昇華面は材料表面から均一に後退する。乾燥プロセスの後期にこの仮定が成立しない場合には、乾燥前半期の乾燥特性データを使用する。
- 2) 乾燥は準定常状態で進行し、材料内各部の温度・圧力および昇華面の位置などの経時変化は小さい。
- 3) 乾燥層の温度・圧力分布は直線で近似でき、凍結層の温度は均一でこれを昇華面の温度とみなすことができる。筆者らの試算によれば乾燥層温度分布の直線近似誤差は最大でも5%である。
- 4) 乾燥層を通じて供給された熱はすべて昇華潜熱として消費される。

以上の仮定をもとに試料についての熱および物質移動速度式を導入すると、熱伝導率と透過係数の計算式が得られる³⁾。

5. 移動物性値

5.1 牛肉

図6に乾燥層平均圧力に対する牛肉の乾燥層熱伝導率を示す。図中の λ^* は乾燥層を通過する水蒸気により吸収される熱量を無視して測定された、すなわち、定常法により計測された熱伝導率であることを示す。通常の乾燥条件下では熱伝導率の乾燥層温度および圧力依存性はみられず、また測定した全てのデータの平

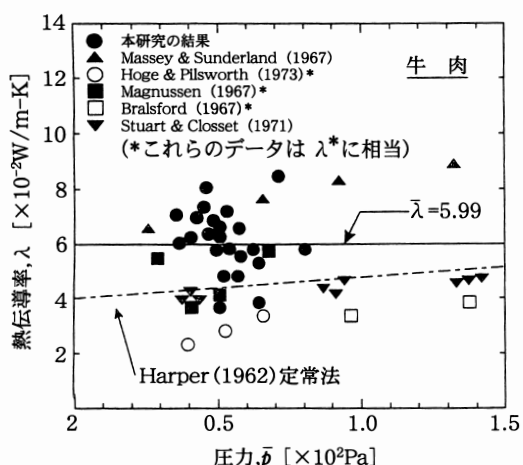


図6 生牛肉の熱伝導率

均値は0.0599 (W/m·K)であった。これとHarperが提唱した経験式により得られた曲線を比較すると、両方とも基本的に圧力が增大するにつれて熱伝導率の値は増大するが、その絶対値はHarperの曲線より大きい傾向を示す。これは我々の非定常測定法では、凍結乾燥プロセスにおける材料乾燥層に水蒸気流動が存在している条件下で、「有効熱伝導率」を測定しているためであると考えられる。

牛肉の透過係数と乾燥層平均圧力との関係を図7に示す。測定データとMellorの理論曲線との間に良好な一致がみられ、ここに提唱した数理モデルは基本的に妥当なものであることが確認された。また試料表面温度30~80℃の範囲では、透過係数は乾燥層平均温度が増加するにつれて増加し、試料表面温度80~100℃の範囲では減少する傾向をそれぞれ示した。これは試料表面温度が80℃以上になると、乾燥層を通じて供給された熱が昇華潜熱としてだけではなく、凍結層の温度を上昇させる顕熱として消費されたためであると考えられる。これらの結果から、牛肉の透過係数測定における数理モデルの適用範囲は、試料表面温度80℃以下であることがわかった。

5.2 コーヒー溶液とその他の材料

図8にコーヒー溶液の熱伝導率を乾燥層の空隙率に対してプロットしたデータを示す。空隙率0.7すなわち溶質濃度40%コーヒー溶液の熱伝導率の平均値は0.203 (W/m·K)であり、牛肉の場合と同様、乾燥層温度および圧力依存性はみられなかった。ここで空隙率は市販インスタントコーヒーの比容積0.625 (g/

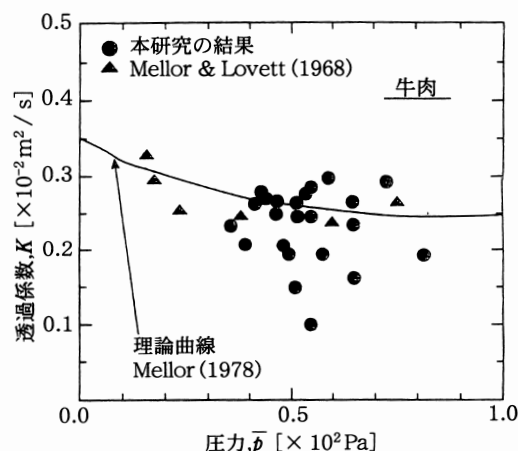


図7 生牛肉の水蒸気透過係数

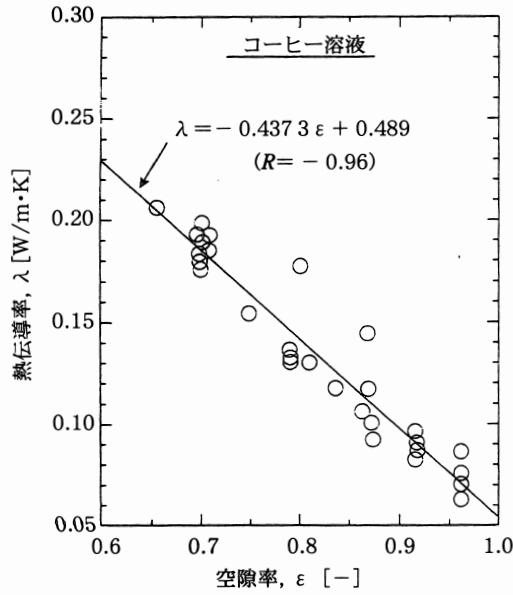


図8 コーヒー溶液の熱伝導率

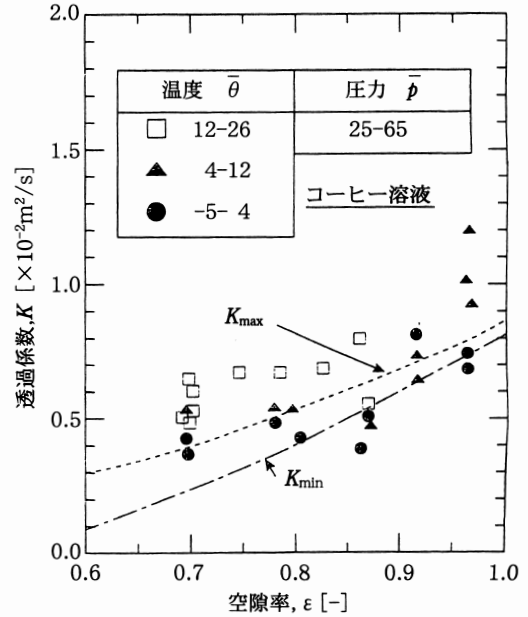


図9 コーヒー溶液の水蒸気透過係数

表1 凍結乾燥食品の熱伝導率と透過係数 (非定常法)

材 料	表面温度 (°C) θ_s	温 度* (°C) θ	圧 力* (Pa) p	熱伝導率 (W/m·k) λ	透過係数 ($10^{-2}m^2/s$) K
牛 肉	30~100	3.0~40.8	38.2~78.5	0.036~0.084	0.090~0.405
ミンチ牛肉	40	7.3~10.3	—	0.050~0.069	0.13~0.24
コーヒー溶液 (6~30%)**	20~53	-5.3~14.8	—	0.062~0.172	0.340~1.220
コーヒー溶液 (29~45%)**	-7~71	-14.1~26.1	47.1~66.6	0.153~0.277	0.213~0.649
コーヒー溶液 (10~36%)**	60	12.9~20.2	24.9~64.9	0.063~0.144	0.508~4.235
エ ビ	30~50	4.2~21.2	53.6~263	0.038~0.086	0.031~0.120

*乾燥層の平均値 **コーヒー溶質濃度

cm³) を用いて推算した値である。図に示すように熱伝導率と空隙率との間の回帰式は高い相関を示し、溶液系での熱伝導率は溶質濃度により決まる材料乾燥層の空隙率に依存することが明らかとなった。

図9にコーヒー溶液の透過係数と空隙率との関係を示す。図中の温度および圧力は乾燥層の平均温度および平均圧力を示す。透過係数は溶質濃度、すなわち、乾燥層の空隙率にまず依存し、次に乾燥層の温度と圧力に依存することがわかった。また、これまでに測定した各種食品材料の乾燥層熱伝導率と透過係数のデータを表1示す。

6. 乾燥層の構造と移動物性値

通常、昇華乾燥により材料に形成される乾燥層は多

孔質構造となり、一次乾燥期の昇華面後退速度は乾燥層の熱および水蒸気移動速度により律速される。青果物などの細胞質材料では細胞膜が乾燥層を通過する水蒸気的主要移動抵抗となるため、乾燥速度は物質移動速度により律速される。その他の大部分の固体および溶液系材料では熱移動速度律速となる。また、溶液系材料の乾燥層は凍結方法により外部から制御可能となるため、乾燥速度を向上させるためには凍結法により形成される氷結晶構造、すなわち、乾燥層の空隙構造と移動物性値の関係を定量的に把握する必要がある。一般に溶液系材料では、同じ濃度・空隙率でも凍結速度が速いほど細孔のサイズが小さくなるとともにその数が増加することが知られている。また、これらの凍結法による構造変化は主に乾燥層の透過係数に影響を

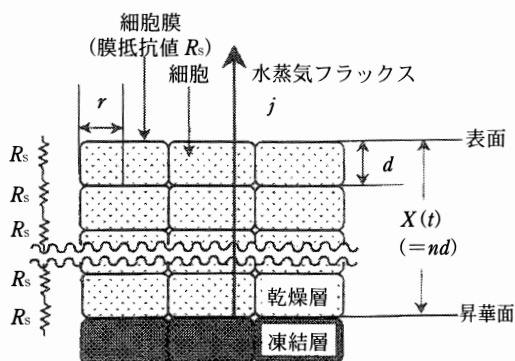


図10 細胞質材料の膜抵抗値推算モデル

及ぼす。

筆者らは乾燥層を均一な半径を持つ毛細管束とみなした幾何学的構造モデルから透過係数を推算する方法を提唱した⁴⁾。その一例として、このモデルをコーヒー溶液に適用した結果を図9に示す、図中の K_{max} および K_{min} はそれぞれ 25 Pa, 65 Pa の圧力条件下で空隙率を変数として得られた理論曲線を示す。図に示すように透過係数の計測データと推算曲線との間に良好な一致がみられた。また、図10に乾燥速度が乾燥層の水蒸気移動速度に律速される細胞質食品材料の透過係数を推算するための構造モデルを示す、このモデルでは、顕微鏡観察により細胞のサイズを求め、乾燥実験より得られた透過係数の値から細胞膜の水蒸気移動に対する抵抗値を求めることにより、材料固有の透過係数を推算することが可能である。

7. 立体氷結晶構造計測システム

従来、凍結材料内の氷結晶を観察する方法として、光学顕微鏡、電子顕微鏡、共焦点レーザー顕微鏡および核磁気共鳴イメージング法 (MRI) などが用いられてきたが、これらの測定装置はいずれも試料断面の2次元画像を計測するものであった。しかし、前節で述べたように、凍結乾燥した材料の構造は凍結プロセスにより材料内に形成される氷結晶のサイズや分布に依存する。また、この構造は移動物性値の支配要因であり、さらには乾燥速度に影響を及ぼす。このため凍結条件—乾燥層構造—移動物性値—乾燥速度の間に存在する関係を定量的に検討するためには、材料内氷結晶を3次元的に計測することが必要となる。

最近、筆者らは凍結プロセスにおいて材料内に形成

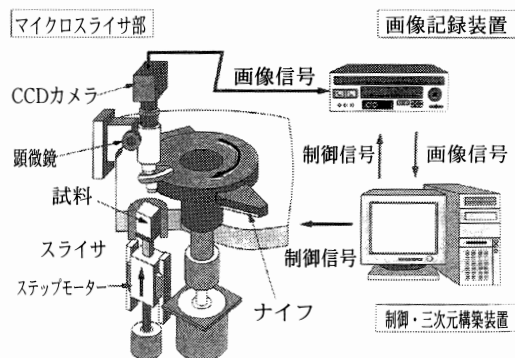


図11 マイクロスライサ画像処理システム

される氷結晶を立体的に観察し、更に、氷結晶の構造、サイズおよびその分布などについて定量的に計測する方法を開発することに成功した。具体的には供試材料に生牛肉を選び、その組織を蛍光染色することによって氷結晶と組織を識別し、現有する「マイクロスライサ画像処理システム」により冷凍食品内氷結晶を3次元的に観察する方法を確立した。

7.1 マイクロスライサ画像処理システム

図11にマイクロスライサ画像処理システムの概略図を示す。本システムでは対象とする試料を連続的に切削、すなわちマルチスライシングして、その断面を露出させるマイクロスライサ部を含む断面画像作成装置、露出した2次元断面像をCCDカラーカメラで取り込む断面画像取込装置、取り込んだ原画像をレーザーディスクに収録する画像記録装置が一体化されている。

この他に、記録した原画像の情報に基づきボリューム・レンダリング法により3次元画像を再構築したり、実際には切断していない任意の試料断面画像を再構成して表示するなど、画像情報処理を行うワークステーションとしての機能を有する3次元画像構築装置、マイクロコンピュータによりスライスと記録タイミングを同期させるための信号を発生する信号発生器および撮像中の画像や収録された原画像、さらに再構築画像を観察者に表示するためのモニターが附属している。

マイクロスライサは、試料ホルダ、試料送りアクチュエータ、切削用の回転刃とそれをベルトで駆動するACサーボモータで構成されている。試料は試料ホルダに固定され、試料の下端をステッピングモータとボールネジを用いた直動機構により、下から押し上げられる。スライス用の刃は、材料の種類により選択可能

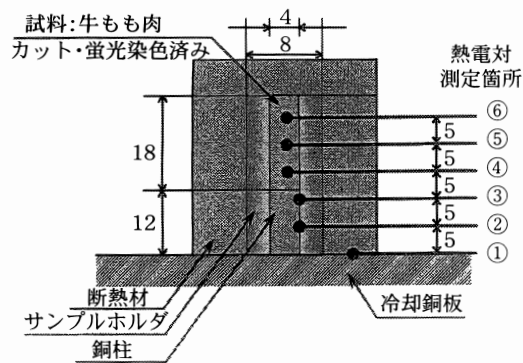


図12 サンプルホルダと温度測定箇所

であるが、生体や食品材料を対象とする場合には、ミクロトーム用ナイフを用いる。ナイフはACモータにより回転されるカッティングアームに装着され、試料上端部をスライスする。切削厚さはストローク22 mmに対し、 $0.5\sim 10\ \mu\text{m}$ である。凍結試料を観察する場合には投げ込み式クーラーによりスライス部を $-40\ ^\circ\text{C}$ までの冷却可能である。

従来の試料内部観察方法では、試料切片などの扱いに技術的困難な点がみられるが、本システムを用いることにより、試料作成に熟練を要さず、高速かつ平易に試料を観察することが可能である。また、包埋材で冷却固定化する方法により、試料の変形・位置ずれを防ぐことができる。さらに、得られた画像情報は光ディスクに保存されるので、データの劣化が起こらず、いつでも試料を作成した当時の画像情報を利用し、立体像を再現することができる。

7.2 計測法

供試材料には牛もも肉（山形産黒毛和牛）を選び、筋繊維の方向に沿って凍結用試料を切り出した。円筒形（ $4\ \text{mm}\phi\times 15\ \text{mm}$ ）に切り出した試料は、 $20\ \mu\text{M}$ に調整した蛍光試薬溶液に3時間浸漬したのち、図12に示すパラフィン製サンプルホルダに充填した。また、試料底部には銅柱を挿入し、温度測定点②③の温度履歴から、凍結過程の熱流束を推算した。

試料を一次元的に凍結するために、サンプルホルダの外周囲は発泡スチ

ロールで断熱した、また、サンプルホルダ下部から5 mm 間隔で熱電対を挿入し、凍結プロセスにおける温度分布の経時変化を測定した。この図に示した温度測定箇所はマイクロスライサによる切削部位とすることを想定している。液体窒素ガスを冷媒とするフリーザー上部に設けた冷却銅板は一定温度に制御され、この冷却版により試料底面より冷却される。

牛肉の凍結試料はマイクロスライサの蛍光顕微鏡を用い、倍率50倍、切削回転数60 rpm、切削厚さ $5\ \mu\text{m}$ にて、試料上部から銅柱上部まで切削し、画像を記録した。得られた2次元情報をワークステーション上でボリューム・レンダリング法により3次元像に再構築した。得られた画像は画像処理によって色のレベル変動、反転などが可能であり、光を発色している筋細胞を暗赤色に、暗く写る氷結晶を明るい色に変換し、識別を容易にする方法を採用した。

7.3 凍結曲線と氷結晶の構造

図13に試料底面設定温度 $-120\ ^\circ\text{C}$ における凍結・熱流束曲線および最終到達温度 $-106.9\ ^\circ\text{C}$ の部位における氷結晶断面画像を示す。熱流速は凍結初期の試料内温度勾配の変動に伴って、増大・減少し、後半では徐々に減少する傾向を示した。設定温度の差異による熱流束曲線の形状に違いは見られず、そのレンジのみが変化することがわかった。

設定温度 $-120\ ^\circ\text{C}$ で凍結した試料の断面画像（図13）について観察した結果、試料の下部ほど細胞内に

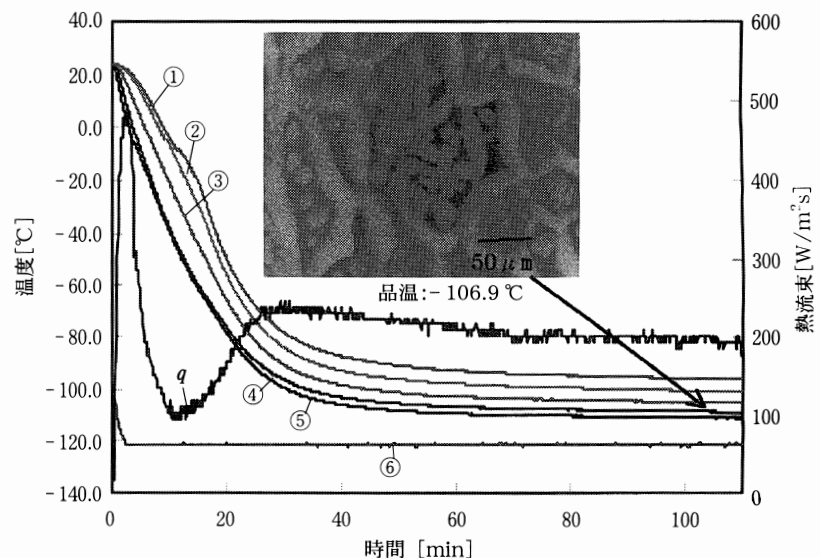


図13 凍結および熱流束曲線と断面画像

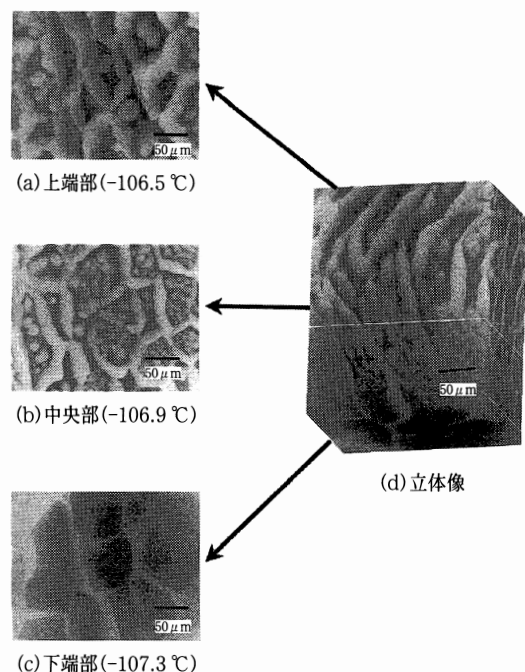


図14 凍結牛肉試料の水結晶断面および立体画像
(凍結温度 -120°C)

単独で存在する小さい氷結晶が多数確認され、そのサイズは直径 $30\mu\text{m}$ 程度であることが確認された、また、この画像に関する凍結条件は、氷結晶生成帯温度範囲 $-3\sim-7^{\circ}\text{C}$ における凍結曲線の通過時間が 50sec 、凍結速度 $12.5^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ および熱流束範囲 $q=183.1\sim159.2\text{W}/\text{m}^2\text{s}$ である。これらの条件は設定温度 -15°C の凍結条件に比べ、それぞれ到達温度差 $\Delta T=92.1^{\circ}\text{C}$ 、氷結晶生成帯時間差 $\Delta t=1776\text{sec}$ (29.6min)、凍結速度差 $\Delta R=444^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 、および熱流束差 $\Delta q=151.3\sim143.9\text{W}/\text{m}^2\text{s}$ に相当し、その結果、筋繊維間隙に形成される氷結晶の幅は約 $30\mu\text{m}$ であり、約60%小さい直径を示した。このことは凍結曲線が氷結晶生成温度帯を通過する際の凍結速度が大きくなると細胞間隙に形成される氷結晶のサイズは小さくなるという観察結果が定量的に確認されたことを意味する。

図14に -120°C に設定された冷却板に接している試料底面から厚さ 1mm の範囲の断面画像から再構築した立体氷結晶像を示す。また、図中に試料上端部、中央部、下端部の断面画像をそれぞれ示す。それぞれの図には試料底面温度と底部よりの距離 5mm の温度測定間で直線温度分布を仮定して求めた到達温度を示した。すなわち、これらの画像が撮影された試料の到

達温度範囲は、 $-106.5\sim-107.3^{\circ}\text{C}$ であり、試料上下端間の温度差は $\Delta T=0.8^{\circ}\text{C}$ である。この図の立体像に見られるように、厚さ 1mm の範囲において、氷柱のサイズは底面から垂直方向に向けて急激に増大していることがわかる。また図14の(a)に示された上端部の氷柱サイズは、図13に示したものと同程度になることがわかった。また両図には、細胞内に単体として球状の氷結晶が存在し、その直径は最大約 $30\mu\text{m}$ であることも確認された。さらに図14の(a)~(c)に示されるように、厚さ 1mm 、到達温度差 0.8°C の条件下において細胞内氷結晶サイズは急激に減少するとともに、その数が増大し、試料最下部の画像(c)に見られるように、細胞内氷結晶サイズは当システムの顕微鏡倍率の分解能である $1\mu\text{m}$ 前後に相当するほど小さくなり、いわゆる「氷核」が形成されていることがわかった。

これらの知見により、細胞内に球形氷結晶が生成する温度条件は約 -105°C 以下であり、その直径は約 $30\mu\text{m}$ である。この温度より 1°C 以下の範囲で氷結晶は氷核のサイズに減少することがわかった。また、この温度条件下では細胞内に存在していた水分が細胞外に移動して、細胞間隙の氷結晶サイズ増大に寄与する速度より凍結速度が勝ることを意味しており、実用的には顕微鏡観察のために、液体窒素を用いて生物試料を凍結固定する方法の合理性が確認された。

8. 卵スープ乾燥サイクルの改善例

通常、実用規模の凍結乾燥操作は、材料の品質劣化を招かない加熱温度条件を経験的に決定し、その温度を採用して加熱棚温度一定の条件下で行われる場合が多い。また、凍結乾燥プラントを保有していない食品メーカーは、レシピや包装形態などを決めて、乾燥機を保有している加工メーカーに製造を委託している。したがって、加工メーカーは多くの食品会社から多様な食品材料の製造を請け負うことになり、きめ細かなプラントの制御が困難となり、多種類の食品材料に適用可能で最も安全な制御法を採用せざるを得ない状況となっている。

図15は卵スープの乾燥サイクルを改善し、乾燥時間の短縮に成功した例を示す。加工メーカーでは棚温

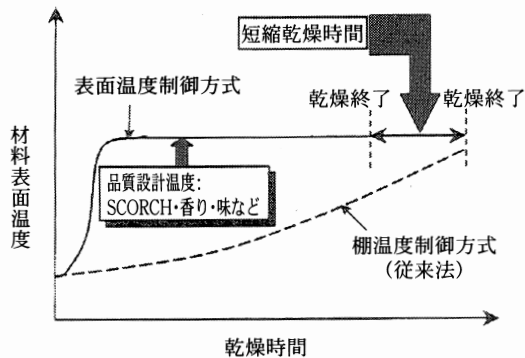


図 15 材料表面温度制御方式による乾燥サイクルの改善

度一定の条件下で乾燥を行っていたが、この方式では乾燥工程に 20 hr 時間以上を必要とし、これに乾燥前後の処理工程に要する時間を加えると 24 hr 以上を必要としていた。このため、作業員の就労時間帯がシフトする事態となって、雇用のためのコストが割高となり、また、エネルギーコストが嵩む原因となっていた。

筆者らは K 社の依頼により、最適加熱条件を探り、乾燥開始直後のできるだけ早期に材料表面温度を「品質設計温度」まで上昇させ、その後、その温度を維持する方式を提案した。その結果、17 hr 以内の乾燥サイクルが達成され、全工程の所要時間も 24 hr 以内となった。品質設計温度は「最終製品の品質許容範囲における材料表面最高温度条件」に相当し、卵スープの場合には、乾燥過程で表面に生ずる SCORCH 色（焦げ色）が最大の要因となった。また、この加熱プログラムを実用機で達成するために、乾燥機メーカーと乾燥機設計に関する検討を行い、乾燥サイクルのスケールアップを実現した。これらの成果は大学・食品企業・乾燥機メーカー 3 者の協同特許として、現在公開されている。

9. おわりに

凍結乾燥サイクルの最適化を図るためには、乾燥プラントの設計・運転に関する改善とともに、被乾燥材料の凍結法—乾燥層構造—移動物性値の相互関連性に関する基礎的情報が必要である。特に、乾燥層の構造を人為的にコントロールすることが可能である溶液系材料を対象とする場合には、これらの情報が重要となる。これらの情報が得られれば、乾燥サイクルのシミュレーションモデルにより、最適サイクルの検討を精度良く行うことが可能となる。乾燥サイクルの改善例に示したように、本講義が民間企業と大学の共同開発研究の端緒となれば幸いである。

文 献

- 1) 相良泰行：「最新バイオセンシングシステム」, pp. 351-364, R&D プランニング社, 東京(1983).
- 2) Y. Sagara: "Proc. 11 th Int. Drying Sym." 1 B pp. 980-987 (1998).
- 3) J. Ichiba, Y. Sagara: Drying Technology, 12(5), 1081 (1994).
- 4) Y. Sagara: "Drying '86" 1, 413-421 (1996).
- 5) 荒木徹也, 相良泰行: 低温生物工学会誌, 43(2)112-117 (1997).
- 6) 上西浩史, 荒木徹也, 相良泰行: 冷空論, 16(3) 273 (1999).
- 7) Y. Sagara: "Proc. of Fourth International Drying Symposium", Vol.2 (ed. By R. Touei & A. S. Mujumdar), pp.443-450, Kyoto, (1984).
- 8) Y. Sagara: "Fundamentals and Applications of Freeze-Drying to Biological Materials, Drugs and Foodstuffs" p.165, IIR, Paris (1985).
- 9) T. Araki, Y. Sagara, Kamaruddin A. and A. H. Tambubnan: Drying Technology 19(2), 297 (2001).
- 10) Y. Sagara: Drying Technology, 19(2), 281 (2001).
- 11) Y. Sagara: Food Sci. Technol., 7(3), 183 (2001).

複写される方に

本誌に掲載された著作物を複写したい方は、(株)日本複写権センターと包括複写許諾契約を締結されている企業の従業員以外は、著作権者から複写権等の行使の委託を受けている次の団体から許諾を受けて下さい。著作物の転載・翻訳のような複写以外の許諾は、直接当学会へご連絡下さい。

学協会著作権協会

〒107-0052 東京都港区赤坂 9-6-41 乃木坂ビル

Phone:03-3475-5618 Fax:03-3475-5619 E-mail: kammori@msh.biglobe.ne.jp