

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 29 年 6 月 15 日現在

機関番号：12102

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K14825

研究課題名(和文) 真空低温場における噴霧液体の凍結・昇華特性の実験的解析

研究課題名(英文) Experimental analysis of freezing / sublimation characteristics of atomized liquid in vacuumed low temperature field

研究代表者

北村 豊 (KITAMURA, Yutaka)

筑波大学・生命環境系・教授

研究者番号：20246672

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：農産物や食品の健康機能成分には、加熱により失活・分解・消失するビタミンやアミノ酸、プロバイオティクスなどが知られている。これらの熱感受性の高い成分を十分保持しながらこれらの食材を乾燥するには、その材料を著しく昇温させない操作が有効である。本研究で着目する噴霧乾燥は、液体食品を貯蔵安定性の高い粉末に変換するために広く使用されてきた加工技術である。ここでは噴霧乾燥チャンバ内に真空低温場(5 kPa、50℃)を作出し、果汁を事例とする粉末化技術を確立した。

研究成果の概要(英文)：Agricultural products and foods are known to contain health function components such as vitamins, amino acids, probiotics, which are inactivated, decomposed and eliminated by heating. In order to dry these ingredients while sufficiently retaining these highly heat sensitive ingredients, it is effective to operate the material not to significantly raise the temperature. Spray drying, which is focused on in this research, is a processing technology that has been widely used for converting liquid foods into powders with high storage stability. Here, a vacuum low temperature field (5 kPa, 50 °C) was created in the spray drying chamber, and a powdering technique was taken as an example of fruit juice.

研究分野：農産食品加工学

キーワード：真空噴霧乾燥 ガラス転移温度 水分活性 アスコルビン酸

1. 研究開始当初の背景

(1) 保健機能食品や健康食品には、身体の生理学的機能の向上に効果的とされる、いわゆる「健康機能性成分」が含まれる。これらの中には、熱に対して不安定であり、加熱操作の過程で分解・不活化するもの、例えばビタミンやアミノ酸、プロバイオティクスなどが知られている。

(2) これらの熱感受性の高い健康機能性成分が、保健機能・健康食品の商品化において有用価値を形成する要因になるとみなし、その生産から消費に至る同質・同量性を確保する加工プロセスを新たに開発・構築しようとするものである。ここでは液状食品のハンドリング性向上に有効な噴霧乾燥を対象として、乾燥温度の低減技術に着目した。

(3) 本技術により原料由来の健康機能性成分を豊富に含み、なおかつ長期の保存性を有する高品質の乾燥粉末を製造できれば、年々拡大する保健健康食品の市場に対して、消費者の健康増進に資する高品質低コストの食品供給が可能となる。

2. 研究の目的

(1) 真空低温場を噴霧乾燥チャンバ内に作出し、水や食品溶液の凍結および粉末化特性を、噴霧乾燥条件を変化させながら、実験的に明らかにした。

(2) 原料を高温にすることなくその粉末化を可能にする新たな噴霧乾燥技術確立のための工学的基礎資料を得た。

3. 研究の方法

(1) 熱感受性の高い健康機能成分を含む液体食品の粉末化プロセスとして、過去に開発した減圧噴霧乾燥法を進化させた乾燥法を新たに開発するための基礎実験を行った。真空ポンプや冷媒循環機などを用いて、真空(5 kPa 以下)かつ低温(0 以下)の雰囲気ベンチスケールのガラスチャンバ内に再現し、二流体ノズルを用いて噴霧・微細化した液体粒子の凍結および乾燥の特性を明らかにした。ここでは、液体の噴霧特性を制御する因子として、その噴霧圧や流量・温度の変化が水、食品コロイド、スラリーの乾燥特性に与える影響を解明した。

(2) 同乾燥チャンバにマイクロ波放射伝熱を行う機構を設け、伝熱方式の違い(過熱水蒸気供給との比較)が水や食品コロイド・スラリーの乾燥特性に与える影響を物質収支の解析や粉末の物性測定により明らかにした。

4. 研究成果

(1) 市販ミカン果汁と賦形剤としてのマルトデキストリン(DE 12)を使用して得た粉

末のガラス転移温度や水分収着に与える真空低温場乾燥の影響が検討された。果汁固形分(以下、OJ)とマルトデキストリン固形分(以下、MD)を4つの異なる比率すなわち60:40、50:50、40:60、30:70で調製したミカン果汁の粉末化を行い、含水率、吸湿性、水分活性、粒子径などの物性値(表1)が求められた。サイクロンセパレータで最もよく粉末が回収されたのは、OJ/MD比が30:70の粉末であった。また粉末の水分収着等温線が等水蒸気圧法により求められ、異なる水分活性値における粉末の熱移動特性が熱量分析により計測された。

表1. 粉末の物性値

| Powders<br>COJ/MD | Water<br>activity | Hygroscopicity<br>gH <sub>2</sub> O/g | Rehydration<br>Sec       | Bulk density<br>g/mL   |
|-------------------|-------------------|---------------------------------------|--------------------------|------------------------|
| 50:50             | 0.25              | 0.195±0.02 <sup>a</sup>               | 122.34±1.56 <sup>c</sup> | 0.70±0.03 <sup>a</sup> |
| 40:60             | 0.17              | 0.188±0.03 <sup>b</sup>               | 237.40±1.25 <sup>b</sup> | 0.72±0.02 <sup>a</sup> |
| 30:70             | 0.15              | 0.143±0.01 <sup>c</sup>               | 253.65±1.05 <sup>a</sup> | 0.73±0.02 <sup>a</sup> |

(2) 60:40のような果汁固形比の大きい条件では粉末が生産できなかったのは、市販のミカン果汁に高濃度で含有される糖がガラス転移温度を低下させることによると考えられた。水分収着実験データはBrunauer-Emmett-Teller (BET)およびGuggenheim-Anderson-de Boer (GAB)モデルによって精度よく相関づけられた。またTgに対する水の強い塑性効果がGordon-Taylorモデルにより説明され、ここでTgは粉末含水率の増加とともに大きく減少することが明らかにされた。

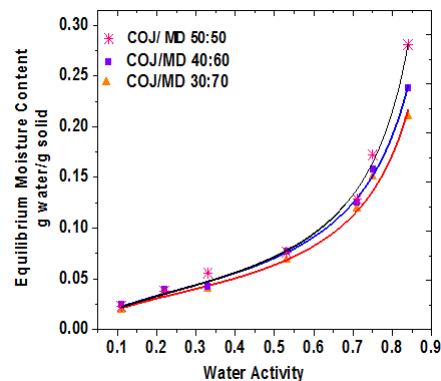


図1 GABモデルによる相関づけ

(3) 健康機能成分として知られるダイエタリーファイバー(パルプ)を含むミカン果汁を微細化して噴霧するため石臼式粉碎 Micro Wet Milling (以下MWM)の適用性が解析された。MWMはせん断、衝撃、破碎、摩擦により固形粒子を液中に分散するプロセスであり、粒子径をマイクロレベルにまで低減できるプロセスである。MWMへの原料供給速度や石臼の回転速度を変化させることにより、剥皮ミカンの粉碎に適した条件が得られた。すなわち供給速度15 mL/minと回転速度50rpmで操作されたMWMにおいて、商業的に生産され

たミカン果汁と比較して、より細かい粒子とより良い色合いのミカン果汁が加工された。

(4) MWM ミカン果汁の走査電子顕微鏡画像により、MWM がミカン果汁中パルプを微細化して全体の粒子径を減じることが明らかにされた。また生理活性物質について、MWM ミカン果汁はより高濃度のアスコルビン酸、総ポリフェノール、総フラボノイドを含み、その DPPH および FRAP 値により MWM ミカン果汁が商業的加工ミカン果汁よりも高い抗酸化性を有していることが証明された。MWM は果汁加工における副産物の最小化にも適用可能であり、より高い栄養成分を有する繊維質豊富な果汁を生産できることが明らかにされた。

(5) マルトデキストリン(DE 12)を賦形剤として用い、低温真空場および在来の Spray Drying(以下 SD)を応用して MWM ミカン果汁の粉末が加工された。すなわち OJ と MD の 4 つの比率すなわち 60:40、50:50、40:60 および 30:70 で、VSD と SD それぞれにより作成された MWM ミカン果汁粉末について、物理化学的特性および抗酸化特性が比較検討された。その結果、SD では 50:50 あるいはそれ以上の比率の MWM ミカン果汁は粉末化できなかったが、VSD では可能であった。またより OJ の比率が高い場合、SD でのサイクロン回収率は VSD の値よりもかなり小さかった。

(6) 低温真空場および在来の SD について、OJ/MD 比 40:60、30:70 の粉末の物性解析に有意差はなかったが、色合いやアスコルビン酸含有量、他の生理活性物質の含有量には有意差が認められた。色合いについて低温真空場の粉末は SD 粉末よりも良好な値を示したが、それは前者の乾燥温度が低いことに由来すると考えられた。低温真空場では MWM ミカン果汁中のアスコルビン酸を最大で 74% 保持した一方、SD ではわずか 40% であったことから、低温で乾燥する方法は、SD よりも高品質の粉末を生産できると結論された。

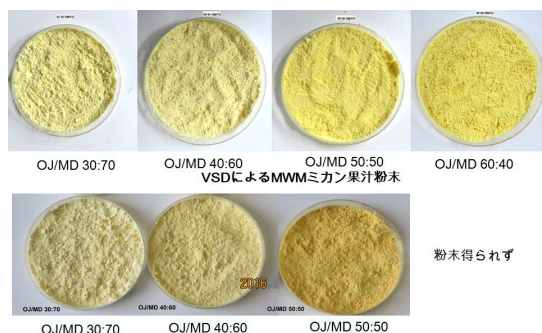


図 2 ミカン果汁粉末

(7) 真空低温場と SD のミカン果汁粉末のアスコルビン酸、色合い、抗酸化活性の変化が

90 日の保存試験を通じて示された。粉末は相対湿度 33%、温度 10、25、35 で保存され、MD が高く貯蔵温度が低いミカン果汁の粉末では、抗酸化物と同様、物性の変化は小さかった。MWM ミカン果汁粉末の貯蔵安定性について、ガラス転移 (Gordon Taylor および Khaliloufi のモデル) と水分収着 (GAB モデル) に基づき、それらを組み合わせた複合線図が導かれ、限界水分活性と限界含水率が、粉末の雰囲気温度に相当する 25 のガラス転移温度について得られた。

(8) すべての粉末の限界水分活性は 0.53 から 0.61 まで変化し、限界含水率は 0.10 から 0.08 g/g の範囲にあった。OJ と MD 比 30:70 で加工した VSD 粉末が最も安定すると考えられたのは、4 つの粉末の中で最も高い限界水分活性と最も低い含水率(0.11 g/g)が示されたからである。

(9) スターリングクーラー (現有) を組み込んだ冷却システムを利用して、噴霧ガスの低温化を図ったところ、噴射ノズルから噴射された気体は真空ポンプにより十分に減圧され真空断熱状態に保たれた冷却塔に導かれると、-80 まで冷やすことができた。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 3 件)

Md Zohurul Islam, Yutaka Kitamura, Mito Kokawa and Kamrunnaher Monalisa (2017). Degradation kinetics and storage stability of vacuum spray dried micro wet milled orange juice (*Citrus unshiu*) powder. Food and Bioprocess Technology 10(6), 1002-1014, 査読あり, DOI: 10.1007/s11947-017-1868-5

Md Zohurul Islam, Yutaka Kitamura, Mito Kokawa, Kamrunnaher Monalisa, Fu-Hsuan Tsai, & Shinichi Miyamura (2017). Effects of micro wet milling and vacuum spray drying on the physicochemical and antioxidant properties of orange (*Citrus unshiu*) juice with pulp powder. Food and Bioprocess Technology, 101, 132-144., 査読あり, DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fbp.2016.11.002>

Md Zohurul Islam, Yutaka Kitamura, Yoshitugu Yamano and Mai Kitamura. (2016). Effect of vacuum spray drying on the physicochemical properties, water sorption and glass transition phenomenon of orange juice powder.

Journal of Food Engineering, 169,  
131–140, 査読あり,  
<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.08.024>

〔学会発表〕(計2件)

Md Zohurul Islam, Mito Kokawa, and Yutaka Kitamura, Effects of Vacuum Spray Drying on Physical Properties and Stability of Micro Wet Milled Orange Juice Powder, 20<sup>th</sup> International Drying Symposium, Gifu, Japan, 2016年8月7日, 長良川国際会議場(岐阜県岐阜市)  
Md Zohurul Islam and Yutaka Kitamura, Physicochemical Properties, Antioxidant Activity and Stability of Vacuum Spray Dried Orange Juice (Citrus Sinensis) Powders, 74<sup>th</sup> Annual Meeting, The Japanese Society of Agricultural Machinery and Food Engineers, Iwate University, Japan, 2015年9月17日, 岩手大学(岩手県盛岡市)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

北村 豊 (KITAMURA, Yutaka)  
筑波大学・生命環境系・教授  
研究者番号：20246672