

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 17 日現在

機関番号：13701

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23580347

研究課題名(和文) 氷結晶成長過程の可視化による品質劣化抑制のための食品冷凍技術の確立

研究課題名(英文) Visualization of an ice grain-growth process for improving a food refrigeration technique

研究代表者

岩本 悟志 (IWAMOTO, SATOSHI)

岐阜大学・応用生物科学部・准教授

研究者番号：00373233

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円、(間接経費) 1,260,000円

研究成果の概要(和文)：食品が冷凍される際、氷結晶が必要以上に大きく成長してしまうと、食品内部の微細構造や組織が破壊され、その品質が著しく劣化する。氷核の成長や水と細胞膜および組織との境界での氷結晶成長のメカニズムを明らかにするため、解析が容易な単分散油中水滴型エマルションを用いて、研究を行った結果、氷結晶ができない過冷却状態を微細水滴内で十分に保つことに成功した。また、微細水滴内で氷結晶が成長する様子も熱分析により詳細に観測できた。

研究成果の概要(英文)：Freezing is the most popular and efficient methods of food preservation. The conversion of water to ice through the crystallization process is the key step determining the efficiency of the process and the quality of the frozen product. Therefore, the control, understanding and prediction of the crystallization process and related phenomena are very essential for the improvement of freezing processes. In order to understand the crystallization process, it is desirable to clarify the relation between a nucleus formation and its growth by a thermal analysis. However, it is difficult to measure only one nucleus formation and its growth by a differential scanning calorimeter. In this study, using the water in oil (W/O) emulsion with a narrow size distribution prepared by microchannel emulsification, the thermal analysis of the crystallization process in the micro-sized water droplets was carried out.

研究分野：農業工学

科研費の分科・細目：農業情報

キーワード：農業情報 界面科学 エマルション

1. 研究開始当初の背景

生鮮食品や生体組織が緩慢冷凍されると、組織の細胞中に含まれる水中に氷核が形成され、氷結晶が成長する。氷結晶は細胞膜を突破り、他の細胞の氷結晶と接触し、細胞間で連結を形成する。この連結は増加し、その結果、氷は大きく成長し、生体組織を破壊する。この場合、解凍しても細胞内に水分が戻らず本来の機能や品質が損なわれる。氷結晶成長を防いで食品の持つ機能・品質を保つために、氷結晶成長温度帯(-5℃~-1)をできるだけ短時間のうちに通過させる急速冷凍技術が用いられている。この技術の一例としては、過冷却現象を利用した急速冷凍が挙げられる。また氷核形成をおさえる氷核形成阻害物質の探索も行なわれている。しかし、一旦、形成され始めた氷核の成長および細胞間の氷結晶連結形成による氷の成長の定量化はできていない。

生鮮食品や生体組織中の水は、細胞内に閉じ込められている。そのため冷凍により生成した氷結晶が細胞膜や細胞壁を破壊する過程は、細胞の大きさに隔離された空間での水の研究が必要である。すなわち微細な空間内の水の凝固や氷の連結形成について、熱力学や界面科学的あるいは氷結晶成長の可視化による成長速度の算出など多角的な観点から詳細なデータを蓄積する必要がある。具体的には界面での氷結晶成長速度の温度依存性や細胞間の斥力と氷の連結形成との関係の定量化が必要である。

2. 研究の目的

食品が冷凍される際、食品中の水が相変化し氷結晶が必要以上に大きく成長してしまうと、食品内部の微細構造や組織が破壊され、その品質が著しく劣化する。氷核の成長や水と細胞膜および組織との境界(界面)での氷結晶成長のメカニズムを明らかにして、食品の品質を維持できる冷凍条件を策定する。本研究

では、顕微鏡観察に適した単分散油中水滴型エマルションを用いることにより、水滴界面での凍結現象を可視化して、界面での氷結晶成長過程を解析し、品質劣化の少ない冷凍食品の製造法を確立する。

3. 研究の方法

(1) 単分散微細水滴エマルションの調製

研究代表者が現在所属している食品素材科学研究室のMC乳化装置を用い単分散エマルションを作製する。単分散水滴エマルション作製に適した油相については、これまでの研究を参考にし、氷結晶成長観察に適した油相の選択を行なう。水相の体積分率は、カールフィッシャー水分計で測定する。本項目で作製されたエマルションは、研究期間を通じて全ての実験に供試される。

(2) 単分散水滴エマルションの熱物性測定

単分散エマルションの熱物性をDSCで測定する。連続相、分散相ならびに水滴エマルションの凝固・融解曲線からそれぞれ、凝固温度、融解温度ならびに凝固エンタルピー、融解エンタルピーを算出する。エマルションの凝固曲線を作成して氷結晶成長の観察結果と照らし合わせ、界面での凍結に必要なエネルギーの算出に利用する。

(3) 氷結晶成長観察システムの構築

液体窒素に浸漬した銅ブロックを冷熱源、ステンレス箔ヒーターを温熱源とする温調ステージを製作する。観察面の結露を防止するために、ステージはスライドガラスを収納する密閉構造とし、観察用孔にパージ用窒素ガスの常時吹き付け機構を備えるものとする。冷却 CCD カメラを接続した蛍光倒立型位相差顕微鏡を用いてエマルションを動画記録できるシステムを構築する

(4) 単分散水滴エマルションのゼータ電位の測定

氷の連結を防ぐために、水滴間の斥力と氷結晶連結形成との関係を定量化する必要がある。本研究では、水滴間の斥力を反映するゼータ電位を様々な乳化剤で調製されたエマルションについて測定し数理モデル構築の基礎データとする。

(5) 氷結晶成長の観察

氷結晶成長観察システムを用いて、水滴界面での氷結晶成長および氷結晶連結を詳細観察する。具体的には図2に示す単分散水滴フロックを形成させた後、(3)で構築したシステムを用いて観察する。得られた画像から氷結晶の形状計測し、結晶の大きさの変化から結晶成長速度および氷結晶連結成長速度を算出する。

(6) 氷結晶成長速度の算出と数理モデル化

氷結晶成長観察結果をふまえて、界面における氷結晶成長速度と(2)で求められた界面での凝固エンタルピーの関連や(4)で計測されたゼータ電位と水滴間での氷結晶連結の成長速度についての相関関係を明らかにする。水滴のゼータ電位の変化や界面近傍の水の凝固エンタルピーを反映した数理モデルを提案する。

4. 研究成果

(1) マイクロチャンネル(MC)乳化装置を用い単分散エマルションを作製した。単分散水滴エマルション作製に適した油相については、ヘプタンを用いることで、液滴径の相対標準偏差が10%未満の単分散エマルションを作製することに成功した。

(2)(1)で調製したエマルションの熱物性を示差走査熱量計(DSC)で測定した。連続相、分散相ならびに水滴エマルションの凝固・融解曲線からそれぞれ、凝固温度、融解温度ならびに凝固エンタルピー、融解エンタルピーを算出に成功した。単分散エマルションを用いることで、これまで困難であったDSC曲線の詳細な解析が可能になった。

(3)顕微鏡視野の冷却に必要な冷熱源に低温の窒素ガスを送風するシステムを採用し調製を行った。精密な温度制御や観察面の結露防止に一部課題が残っているが、第一段階のプロトタイプは、完成した。

(4)単分散水滴エマルションのゼータ電位の測定を行ったところ、ゼータ電位は、ほぼゼロの値で、安定性については、界面活性剤濃度が影響を及ぼしていることが確認できた。

(5)冷却ステージを用いて-20℃で観察を行った結果、水滴間での氷による液滴連結の形成を確認できた。しかし、氷結晶の成長速度に関しては、冷却ステージの温度が十分に低下せずに定量的なデータを取得するには至らなかった。

(6)(5)でのデータの蓄積が不十分であったので数理モデルの構築には至らなかった。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計4件)

1. Xijier, Mori Y, Fukuoka M, Cairangzhuoma, Inagaki M, Iwamoto S, Kanamaru Y. (2012) Comparison of the efficacy of alpha-lactalbumin from equine, bovine, and human milk in the growth of intestinal IEC-6 cells. *Biosci Biotechnol Biochem*, 査読有, 76: 843-846.
2. Iwamoto S, Tanaka, Y, Nishizu T, Yamauchi R. (2012) Freezing behavior of

water in oil emulsion with a narrow size distribution. *Proceedings of EMULSIFICATION*, 査読有, 07.

3. Kadowaki A, Iwamoto S, Yamauchi R. (2012) The antioxidative effect of fullerenes during the peroxidation of methyl linoleate in toluene. *Biosci Biotechnol Biochem*, 査読有, 76: 212-214.
4. Saito F, Iwamoto S, Yamauchi R. (2011) 4-Oxo-2-nonenal as a pro-oxidant during the autoxidation of methyl linoleate in bulk phase. *Food Chemistry*, 査読有, 124: 1496-1499.

〔学会発表〕(計 4 件)

1. Iwamoto S, Tanaka, Y, Nishizu T, Yamauchi R. (2012) Freezing behavior of water in oil emulsion with a narrow size distribution. *Proceedings of EMULSIFICATION*, (Lyon, France)
2. 田中友紀、岩本悟志、西津貴久、山内亮 (2012) 油中水滴(W/O)型エマルジョンを用いた液滴凝集体における水の凍結挙動、日本食品科学工学会第 59 回大会(藤女子大学、札幌市)
3. 田中友紀、岩本悟志、西津貴久、山内亮 (2012) 単分散油中水滴(W/O)型エマルジョンにおける水の凍結挙動、平成 24 年度日本食品科学工学会中部支部大会(じゅうろくプラザ、岐阜市)
4. 田中友紀、岩本悟志、西津貴久、山内亮 (2011) 単分散油中水滴型エマルジョンにおける水の凍結挙動について、日本食品科学工学会第 58 回大会(東北大学、仙台市)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

岩本 悟志 (IWAMOTO, Satoshi)
岐阜大学・応用生物科学部・准教授
研究者番号：00373233

(2) 研究分担者

西津 貴久 (NISHIZU, Takahisa)
岐阜大学・応用生物科学部・教授
研究者番号：40228193