

食品の凍結乾燥過程における重量と電気容量の変化

土肥貞夫, 羽倉義雄^{*§}, 鈴木寛一^{*}

A Relationship Between Weight and Capacitance Changes during Freeze-drying Process of Food

Sadao Tohi, Yoshio Hagura^{*§} and Kanichi Suzuki^{*}

^{*} *Amano Jitsugyo CO., LTD., 4215 Satomi, Satosho-cho, Asakuchi-gun, Okayama, 719-0393, Japan*

^{**} *Faculty of Applied Biological Science, Hiroshima University, 1-4-4 Kagamiyama, Higashi-Hiroshima, Hiroshima, 739-8528, Japan*

The development of a non-destructive method was attempted for the measurement of food weight change (i.e. moisture content change) in a freeze-dryer. An aqueous solution of 10% dextrin was used as a food sample. Changes in both weight and temperature of the sample were simultaneously measured during a freeze-drying process. The capacitance of sample was also measured using two stainless steel heating shelf boards as a pair of electrode plates.

Sample temperature histories varied with the sample position in the dryer. Sample temperature did not precisely indicate the freeze-drying state of the sample. Determining the endpoint of freeze-drying based solely on the results of sample temperature measurements remained practical problems. The capacitance change showed a good correlation with the weight change. Thus, it is feasible to monitor the weight of a sample during freeze-drying by measuring its capacitance.

(Received Apr. 30, 2002; Accepted Aug. 2, 2002)

凍結乾燥は、凍結状態にある材料から水を昇華させて水分を除去するプロセスである¹⁾。凍結乾燥食品には、次のような特徴がある。①色、香り、栄養素などの熱的変性が少ない。②バクテリアや酵素の活性が抑制でき、長期保存が可能である。③乾燥前の形状を維持する。④組織が多孔質であり、水の付加による復元性が良い。しかし、実際の凍結乾燥食品の製造では、これらの特徴の全てを持つ食品を製造することは容易ではない。また、製品ごとに凍結乾燥条件を決める必要があり、技術的に不明な点も多く、製品化が困難な食品もある。さらに、他の乾燥法に比べて乾燥時間が長く、エネルギーコストが高いため製品価格も割高になる²⁾。

エネルギーコストを抑え、品質の一定した凍結乾燥食品を製造するためには、乾燥中の食品の状態を常に把握

し、最適な条件下で乾燥を進め、目的含水率に達した時点で乾燥を終了させる必要がある。しかし実際には、過去の経験に基づいて凍結乾燥条件を設定し、部分的な品温の変化を指標として全体の製造工程を管理している。そして乾燥不足が発生しないように、乾燥時間を多めに見積もって製造を行っている。このような現状の凍結乾燥工程の管理手法では、乾燥終点の見極めが困難であるため、乾燥エネルギーの浪費や製品不良を繰り返し発生する危険性が常にある³⁾。

Sagara ら⁴⁾は小型の凍結乾燥機内で、被乾燥物の重量変化を連続的に測定する方法を提案した。この方法は食品の乾燥状態をリアルタイムで測定できるため、効率的な操作条件を設定する有力な手段となる。しかし、実際の凍結乾燥機内では棚板が複雑に入り組んでいるた

天野実業株式会社 (〒719-0393 岡山県浅口郡里庄町里見 4215)

^{*} 広島大学生物生産学部 (〒739-8528 広島県東広島市鏡山 1-4-4)

[§] 連絡先 (Corresponding author), hagura@hiroshima-u.ac.jp

め、重量測定用のロードセルの設置が困難であるといった技術的な問題がある。

土肥ら⁵⁾は、常圧の通風乾燥機内で試料の電気容量を測定することにより、試料の乾燥状態（水分量の変化）を連続的に測定する方法を提案した。一般に水は、物理状態の変化によって固有の電気容量を持ち、相変化の前後で電気容量が大きく変化する⁶⁾。電気容量測定は、測定部位が減圧下でも測定可能である。この特性を利用して、凍結乾燥機内の食品の水分を、電気容量変化を用いて測定できれば、非破壊・非接触で食品の水分や乾燥終点を見極めることが可能となる。これは、凍結乾燥食品の製造工程をリアルタイムで計測・管理する手法の確立にも繋がる。

本研究では、凍結乾燥過程における食品の重量変化と品温変化を同時に測定して、品温測定による乾燥終点の見極めの有効性を検討した。次に、凍結乾燥機内の加熱用の棚板を電極板として利用して、凍結乾燥過程における食品の電気容量変化を測定した。そして、重量変化と電気容量変化との関係を調べ、電気容量測定による食品の凍結乾燥状態の連続計測の可能性を検討した。

実験方法

1. 試料

凍結乾燥試料として、デキストリン（パインデックス #2, 松谷化学工業(株)）に水を加えた10%デキストリン水溶液を使用した。試料充填量が異なる三種類（500 g, 1300 g, 1500 g）の食品用トレーを使用した。食品トレーは、ポリプロピレン製で、直方体状の凹み（以後、セルと呼ぶ）が複数個配置された形状をしている（Fig.

1)。充填量500 g（外寸：横200 mm×縦270 mm×高さ10 mm）の食品トレーには、セル（横48 mm×縦52 mm×高さ10 mm）が20個配置されている。同様に1300 gのトレー（外寸：210 mm×270 mm×25 mm）にはセル（40 mm×52 mm×25 mm）が25個、1500 g（外寸：200 mm×270 mm×30 mm）のトレーにはセル（48 mm×52 mm×30 mm）が20個配置されている。

試料を食品トレーに分注し、 -30°C に設定した冷凍庫内で凍結した後、凍結乾燥機内で一定の操作条件（真空度：66.6 Pa以下、棚加熱温度： 80°C ）において凍結乾燥した。棚板の加熱には棚板に埋め込まれたニクロム線を用い、電圧の調節により棚加熱温度を一定に保った。

2. 重量変化の測定

Fig. 2に実験装置の概略図を示した。凍結乾燥機内（縦320 mm×横620 mm×奥行400 mm）には、4枚のステンレス鋼製加熱用棚板（横220 mm×奥行300 mm×厚み12 mm）が左右2枚ずつ設置されている。本実験では、下側の棚板の上に凍結した試料をトレーごと置いて、凍結乾燥を行った。

重量測定の場合（Fig. 2の左側の棚板）、上側の棚板を固定し、下側の棚板と試料を上皿ばね秤の上に置き、凍結乾燥中の試料の重量変化を測定した。また、試料中の異なる二箇所（Temp-1, Temp-2）に温度センサーを挿して品温変化を同時に記録した（Fig. 3）。このとき、温度センサーの設置が重量変化に影響を及ぼさないことを予め確認しておいた。また本実験では、凍結乾燥試料の重量測定に上皿ばね秤を用いたため、乾燥の進行に伴って棚板間距離が減少する（1500 gの除荷重で変化量5 mm）。本実験装置では、棚板間距離が変化しても乾燥速

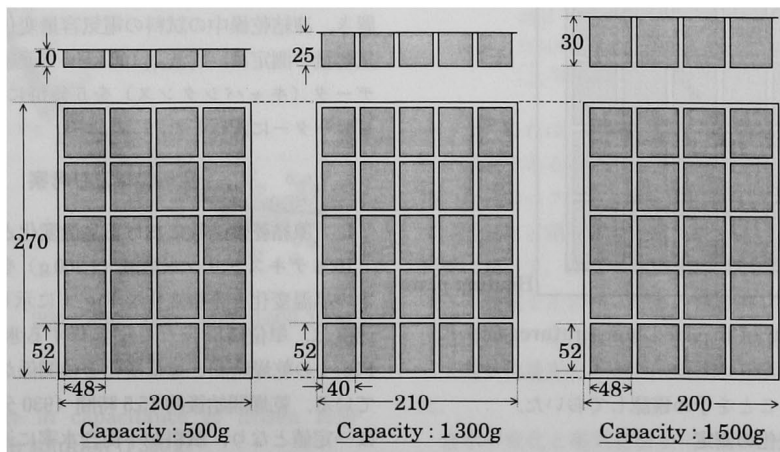


Fig. 1 Three types of trays

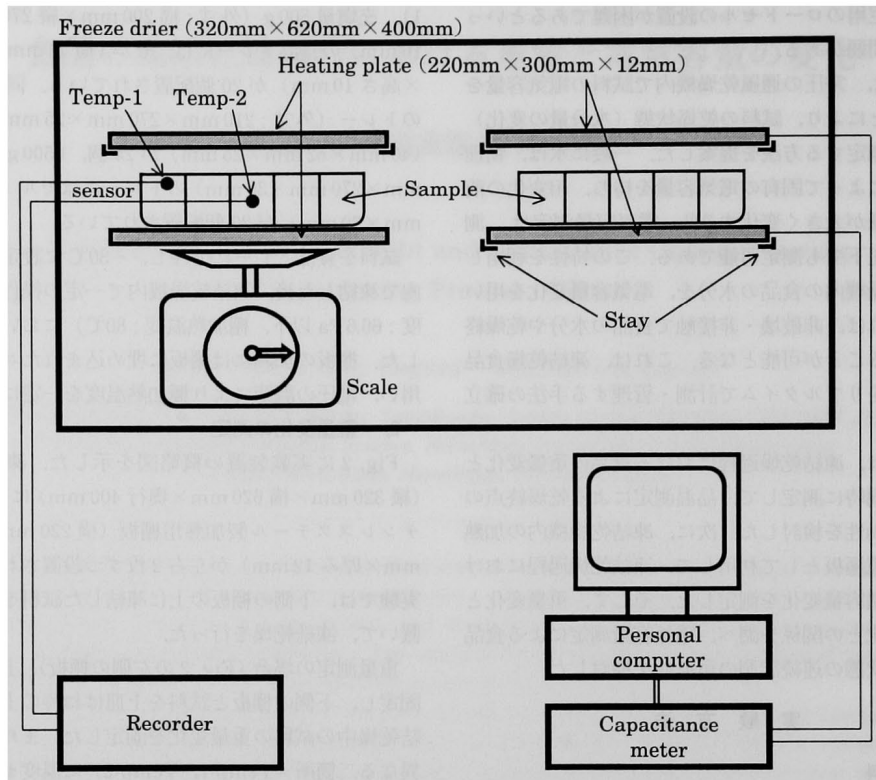


Fig. 2 Schematic diagram of experimental apparatus

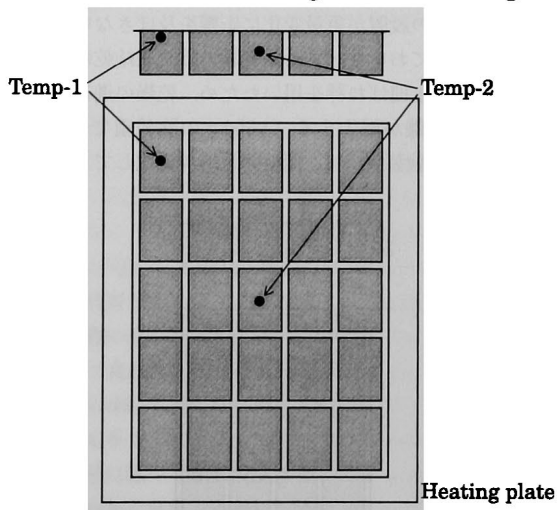


Fig. 3 Position of inserted temperature sensors

度には影響がないことを予め確認しておいた。

3. 電気容量変化の測定

電気容量の測定では (Fig. 2 の右側の棚板), 凍結乾燥

機内の二枚の加熱用棚板 (ステンレススチール製) を電気容量測定用の電極板 (間隔 40 mm) とした。それぞれの棚板を電氣的に独立した絶縁状態とし, 二枚の棚板をキャパシタンスメーター (HIOKI, LCR3522) に接続した。凍結した試料をトレごと下側の棚板 (電極板) に置き, 凍結乾燥中の試料の電気容量変化を測定した。電気容量の測定は, 周波数 100 kHz で連続して行い, 測定データ (キャパシタンス) を 5 分毎にパーソナルコンピュータに記録した。

実験結果及び考察

1. 凍結乾燥過程における品温変化と重量変化

10% デキストリン水溶液 (1300 g) を凍結乾燥したときの品温変化と重量変化を Fig. 4 に示した。食品の乾燥速度は, 単位時間当たりに昇華する氷の量で表され, Fig. 4 の乾燥時間と重量変化との関係が乾燥曲線を表している。乾燥開始後約 15.5 時間 (930 分間) で重量がほぼ一定値となり, 試料が平衡含水率に達した。しかし, 品温は測定部位によって温度変化が異なり, 温度セン

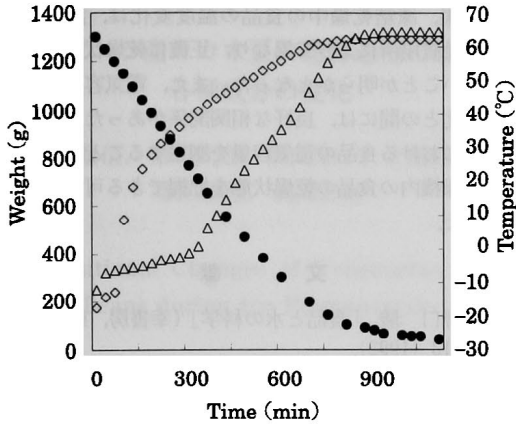


Fig. 4 Changes in weight and temperature of frozen 10% dextrin solution (1300 g)
●, Weight ; ◇, Temp-1 ; △, Temp-2

サー 1 (Temp-1) では約 13 時間 (780 分間), 温度センサー 2 (Temp-2) では約 14.5 時間 (870 分間) で平衡に達していた. 凍結乾燥は, 昇華面の後退により乾燥が進行する. 従って, 温度センサーの設置場所 (セルの中心と表面) によって温度変化が異なる. そのため, 一部の温度変化のみでは凍結乾燥機内全体の試料の乾燥状態を表せないことを示している.

2. 凍結乾燥過程における電気容量変化

10% デキストリン水溶液 (1300 g) を凍結乾燥した時の電気容量変化を Fig. 5 に示した. Fig. 5 では, 常圧における電気容量変化⁵⁾ と比べて測定値のバラツキが大きい.

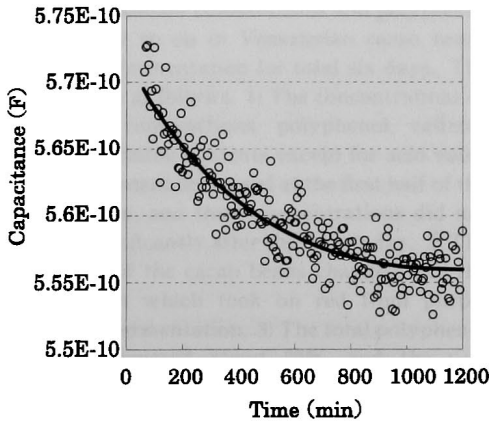


Fig. 5 Change in capacitance of frozen 10% dextrin solution (1300 g)
○, Raw data ; —, Smoothing data

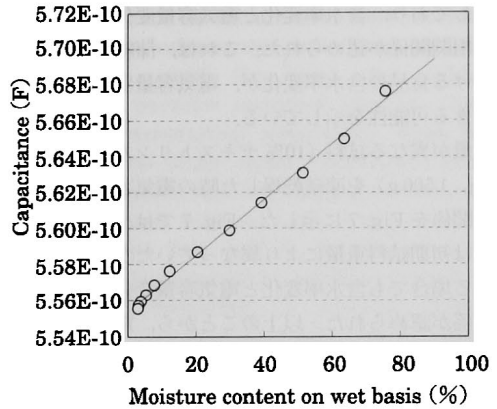


Fig. 6 Relationship between moisture content and capacitance of frozen 10% dextrin solution (1300 g)

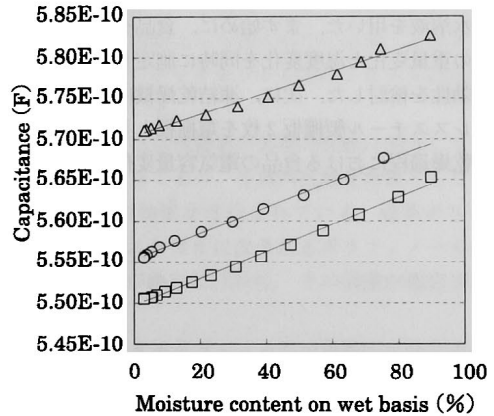


Fig. 7 Relationship between moisture content and capacitance of different weights of frozen 10% dextrin solution
□, 500 g ; ○, 1300 g ; △, 500 g

かった. これは, 加熱用棚板を電極板として利用したことによる原因であると考えられる. すなわち, 棚板には, 加熱のためのニクロム線が埋め込まれていることからノイズの混入など電気的な影響があったと考えられる. 予備実験において, 凍結乾燥の途中で加熱用棚板を含む乾燥機への通電を止めたところ, 測定値はバラツキの平均値付近でほぼ一定となった. そこで, 測定データを平滑化して電気容量変化を表し, 以後の考察に用いることにした.

含水率変化と電気容量変化の関係を Fig. 6 に示した. 乾燥に伴う含水率変化に対応して, 電気容量が直線的に

減少しており、含水率変化と電気容量変化との間には良好な相関関係が認められた。これは、凍結乾燥プロセスにおける食品の含水率変化が、電気容量変化によって測定できる可能性を示している。

重量が異なる試料 (10% デキストリン水溶液 500 g, 1300 g, 1500 g) を凍結乾燥した時の電気容量変化と変化との関係を Fig. 7 に示した。Fig. 7 では、電気容量の絶対値は初期試料重量により異なっていたが、試料重量が異なる場合でも含水率変化と電気容量変化との間には直線関係が認められた。以上のことから、電気容量変化を用いて凍結乾燥中の試料の重量変化を測定できることが示唆された。

要 約

凍結乾燥機内の食品の乾燥状態 (重量変化) の非破壊測定法を検討した。食品のモデルとして 10% デキストリン水溶液を用いた。まず始めに、食品を凍結乾燥したときの重量変化と温度変化を同時に測定して、温度測定の有効性を検討した。次に、凍結乾燥機内の加熱用のステンレススチール製棚板 2 枚を電極板として利用して、凍結乾燥過程における食品の電気容量変化を測定した。

その結果、凍結乾燥中の食品の温度変化は、温度センサーの設置場所によって異なり、正確に乾燥状態を表していないことが明らかとなった。また、電気容量変化と重量変化との間には、良好な相関関係があった。凍結乾燥過程における食品の電気容量を測定することにより、凍結乾燥機内の食品の乾燥状態を把握できる可能性が示唆された。

文 献

- 1) 野口 駿, 「食品と水の科学」(幸書房, 東京), p. 213 (1992).
 - 2) 高薄一弘, 「凍結乾燥技術」(技術情報協会, 東京), p. 3 (2001).
 - 3) 亀和田光男, 林 弘通, 土田 茂, 「乾燥食品の基礎と応用」(幸書房, 東京), p. 27 (1997).
 - 4) Sagara, Y., Ichiba, J. *Drying Technology*, **12**, 1081 (1994).
 - 5) Tohi, S., Hagura, Y. and Suzuki, K., *Food Science and Technology Research*, **8**, 257 (2002).
 - 6) 花井哲也, 「不均質構造と誘電率」(吉岡書店, 京都), p. 5 (2000).
- (平成 14 年 4 月 30 日受付, 平成 14 年 8 月 2 日受理)