

X線CTによる冷凍パスタ中に形成される氷結晶の形状解析 X-ray CT Analysis of Ice Crystal Shape Formed in Frozen Pasta

野中 純子^a, 田中 昭宏^a, 張替 敬裕^a, 入江 謙太郎^a,
佐藤 眞直^b, 梶原 堅太郎^b, 佐野 則道^b
Junko Nonaka^a, Akihiro Tanaka^a, Takahiro Harigae^a, Kentaro Irie^a,
Masugu Sato^b, Kentaro Kajiwara^b, Norimichi Sano^b

^a(株)日清製粉グループ本社, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aNisshin Seifun Group Inc., ^bJASRI

冷凍パスタの冷凍劣化から冷凍焼けが起こるまでの凍結組織の変化を捉えることを目的とした。冷凍焼け発生の原因の一つとして考えられている保管温度の変化を周期的に生じさせた環境下(2条件)で保管することによって作成したサンプルにおいて、凍結組織の経時的な変化をX線CTにて観察した。その結果、パスタ凍結組織内の経時的な形状の変化(冷凍焼けが起こるまでの変化)「パスタ成分の分離凝縮→パスタ成分と氷の相分離→氷の粗大化→粗大化した部分からの氷の飛散(昇華)」を捉えることができた。

キーワード： X線CT、冷凍パスタ、氷結晶形状解析、冷凍焼け、冷凍劣化

背景と研究目的：

冷凍パスタなどの澱粉質ゲル状食品では、冷凍・保管中に生じる食感や外観の品質劣化が大きな課題となっている。その要因として、凍結の際に起こる氷核発生、その後発生する氷結晶の成長や合一および食品成分の凝集といった食品組織の形状変化が考えられているが、それらと品質との関係は明らかになっていない部分が多い。Spring-8のX線CT技術は凍結状態における組織の状態を非破壊で観察することができるため、その技術を利用し、条件を変えて保管した冷凍パスタの組織変化を経時的に捉えることが可能か検討した。

先の実験において、冷凍パスタの冷凍劣化から冷凍焼けが起こるまでの凍結組織の変化を捉えることを目的とし、保管温度の変化を周期的に生じさせた環境下(2条件)で保管した冷凍パスタの組織において、経時的な変化が観察されるか否かX線CTにて確認した。その結果、2条件共にパスタ成分と氷の相分離が認められ、その内1条件では保管中に経時的な氷の粗大化も認められた。しかしながら、保管条件と温度モニタリングの方法が適切でなかったため、サンプルにおいて冷凍焼けは観察できなかった[1]。よって今回の実験では、前述と同じ目的のもと、保管条件を見直して作成したサンプルについてX線CTでの観察を行った。

実験：

冷凍パスタは1.7mmの乾パスタを茹でて水冷し、-40°Cの庫内でパスタ1本ずつを急速凍結した後、プラスチック製の容器内にパスタ中央部が宙に浮いている状態で3本並べ、容器の上部をシールした。これらを、加速試験環境として条件A: -20—19°C 1時間⇄-7.3—7.0°C 10分の繰り返しと、条件B: -20.5—19.5°C 5時間⇄-8.5—8.0°C 10分の繰り返しの2種類の条件(図1.(a),(b))の環境下で保管した。本条件は、家庭用冷凍庫にて庫内温度が上がるデフロスト(庫内温度が5—15時間毎に-10°C程度に上昇)時の条件を参考にし、より温度変化の頻度を上げ、上昇時の温度もサンプルが溶けない程度に高く設定した。各条件、保管開始1, 2, 3, 4, 5週間目に取り出し、-20.2—-18.9°Cの安定した温度環境の冷凍庫に移して、保管期間の違いを比較するためのサンプルとした。このとき、移動した後-20.2—-18.9°Cにおかれる期間は3日以内とした。また、安定した温度環境の冷凍庫(図1.(c))に3日保管した冷凍パスタを比較対照のサンプルとした。

これらのサンプルを凍結したまま1本ずつサンプルホルダーに設置して測定に用いた。ビームラインBL19B2の実験ハッチ内に設置された回転ステージにサンプルを回転軸とパスタの長手方向が平行になるように設置し、液体窒素蒸気を吹き付けて冷却した。熱電対(クロメル-アルメル)

を用いて測定したサンプル周りの雰囲気温度は約 -30°C であった。X線のエネルギーは 12.4 keV に設定し、高調波除去のためX線ミラーをミラー角 4 mrad に設定した。凍結試料を回転させながらサンプルステージ下流側に設置したX線CCDカメラで透過X線画像を測定した。サンプルからCCDカメラまでのカメラ長は 30 mm 、サンプルを 180° 回転する間に 0.5° ステップで 361 枚の透過X線画像を測定した。透過X線画像データの1画素のサイズは $2.9\text{ }\mu\text{m}$ 、1枚当たりの測定時の露光時間は 250 ms であった。得られた透過X線画像データを用いてFiltered Back Projection法に基く画像再構成を行い、回転軸に直交した断面におけるX線線吸収係数の2次元分布を得た。条件Aについては画像のパスタ部分を全て選択し、画素値を $-7\text{--}7\text{ cm}^{-1}$ の範囲で 256 階調に離散値化し、選択した面積で割った値の頻度分布を評価した。

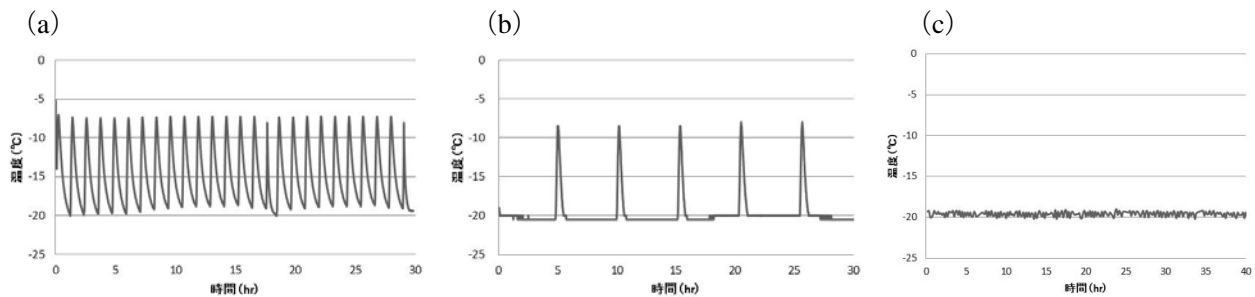


図1. 条件A(a)及びB(b)と $-20.2\text{--}18.9^{\circ}\text{C}$ の安定温度環境下(c)における容器内の温度履歴

結果および考察：

条件A、Bについてそれぞれ保管期間1, 2, 3, 4, 5週間で保管したサンプルの断層像と、安定温度下で3日間保管したサンプルの断層像を図2., 3.に示す。画像の濃淡はカラースケールに示すようにサンプル中のX線線吸収係数の分布を示し、色が濃いほどX線線吸収係数が大きい、すなわち密度が大きいことを示している。空気のX線線吸収係数は 0 cm^{-1} 、氷のX線線吸収係数の計算値は 2.45 cm^{-1} である。今回、サンプル移送時に凍結温度帯を維持できなかった可能性があるため、次回以降はサンプルを直接持参することで確実な温度維持を図りたい。結果については保管条件の違いと保管期間の経時的な変化の傾向は観察できたと考え、得られた画像とデータから考察を行った。

安定温度下保管サンプルと条件A、Bの保管1週間を比較すると、大きな変化は見られなかったが、保管2週間ではパスタ内部に灰色の部分と黒い部分が確認できるので、保管2週間まででパスタ成分が分離凝縮し、氷との相分離が起きていると考えられた。条件Aでは保管3週間から、条件Bでは保管4週間からパスタ表層の一部に空隙が確認できた。これは氷が粗大化し、表層の部分では粗大化した氷がパスタ成分の間から飛散(昇華)したことにより空隙が形成していると考えられた。保管5週間では、条件A、Bいずれも空隙がパスタ表層全てに及んでいる様子が確認できた。また、図4にて示した条件AのX線線吸収係数の頻度比率は保管期間が経過するにつれてピーク幅が広がっており、パスタ内部が不均一になっていることが確認できた。サンプルの目視確認では条件A及びBともに表面が白化していたがAの方が白化の面積は大きかった。表面の乾燥は条件Aの方が進んでいた。以上、X線CTでの観察結果と目視での観察結果より、温度変化頻度が高い条件Aは空隙の形成が早く、かつ大きく起こり、目視での冷凍焼け(白化・乾燥)も確認されたことから、[1]の結果と同様の傾向である温度変化の頻度が高い程、冷凍焼けが促進されることが確認できた。

本実験にて、冷凍焼けを起こす保管条件を確立し、パスタ凍結組織内の経時的な形状の変化(冷凍焼けが起こるまでの変化)「パスタ成分の分離凝縮→パスタ成分と氷の相分離→氷の粗大化→粗大化した部分からの氷の飛散(昇華)」を捉えることができた。

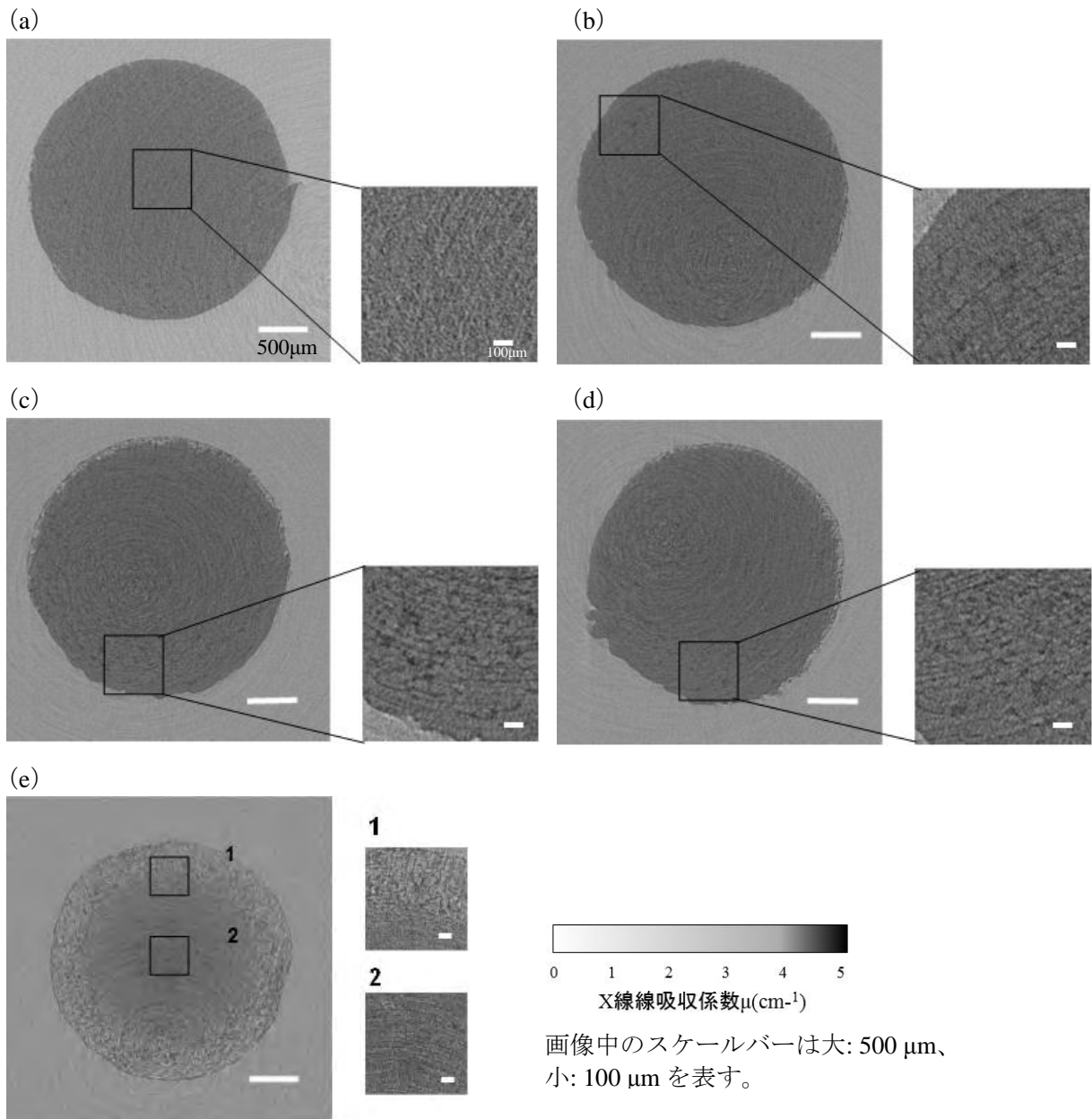
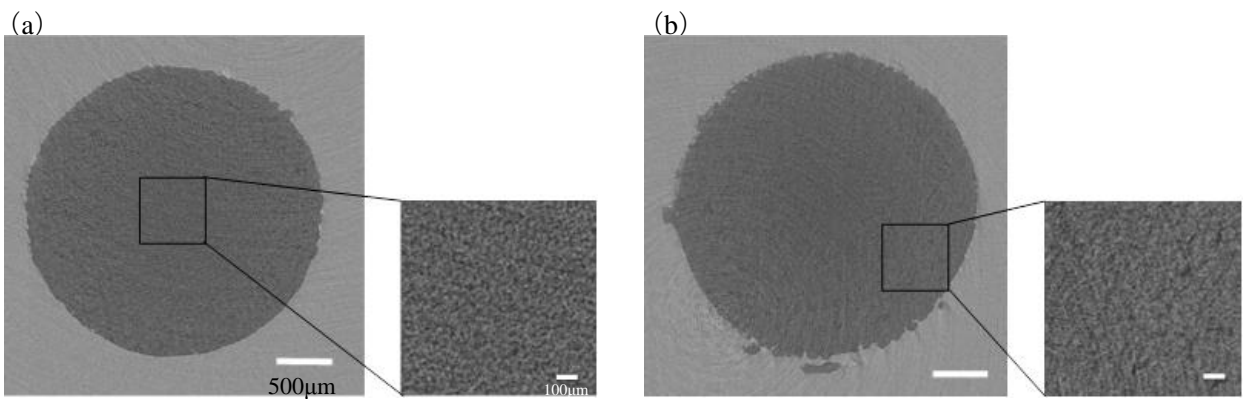


図2. 冷凍パスタ断面の X 線 CT2 次元画像(条件 A) : (a)保管 1 週間, (b)保管 2 週間, (c)保管 3 週間, (d)保管 4 週間, (e)保管 5 週間



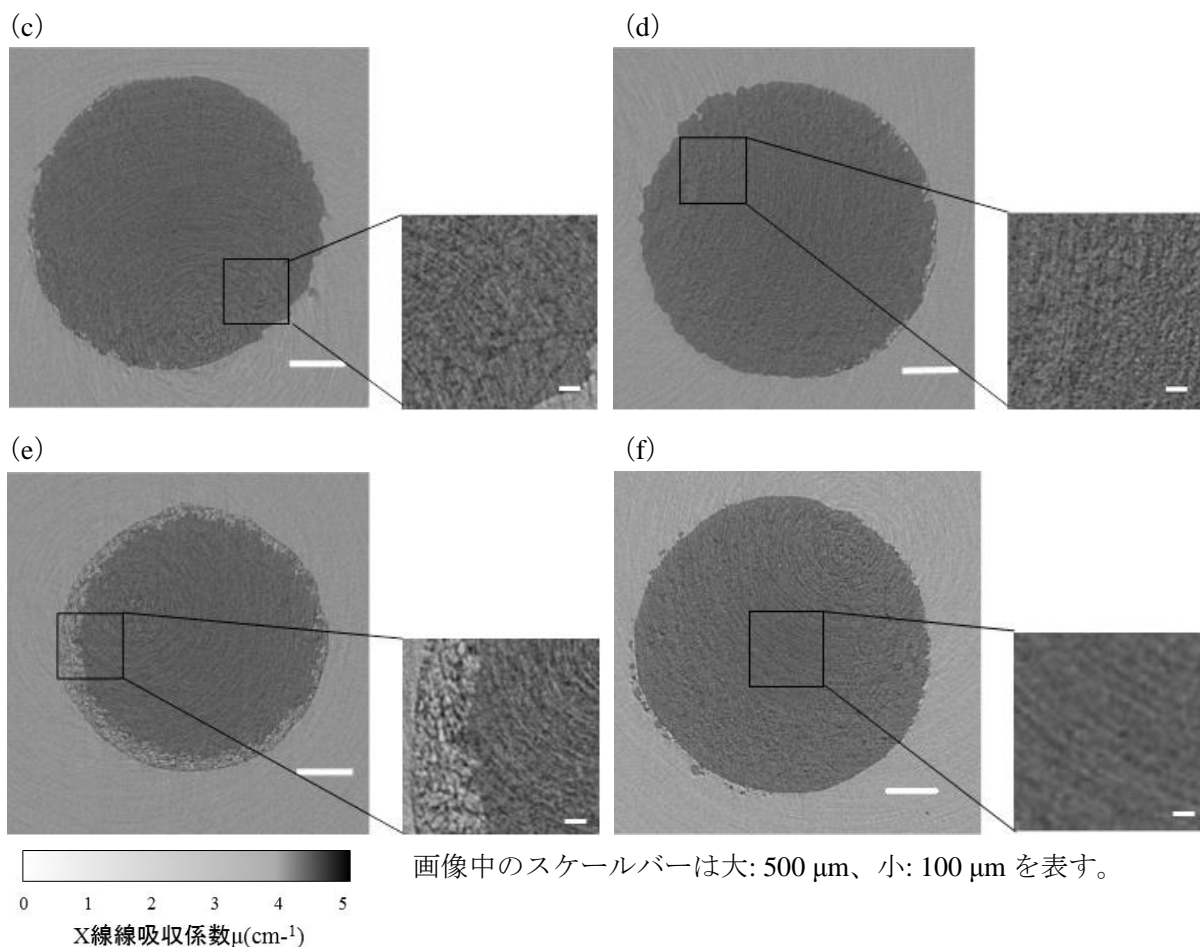


図 3. 冷凍パスタ断面の X 線 CT2 次元画像：(a) 条件 B 保管 1 週間、(b) 条件 B 保管 2 週間、(c) 条件 B 保管 3 週間、(d) 条件 B 保管 4 週間、(e) 条件 B 保管 5 週間、(f) -20.2 – -18.9°C の安定温度環境下 保管 3 日

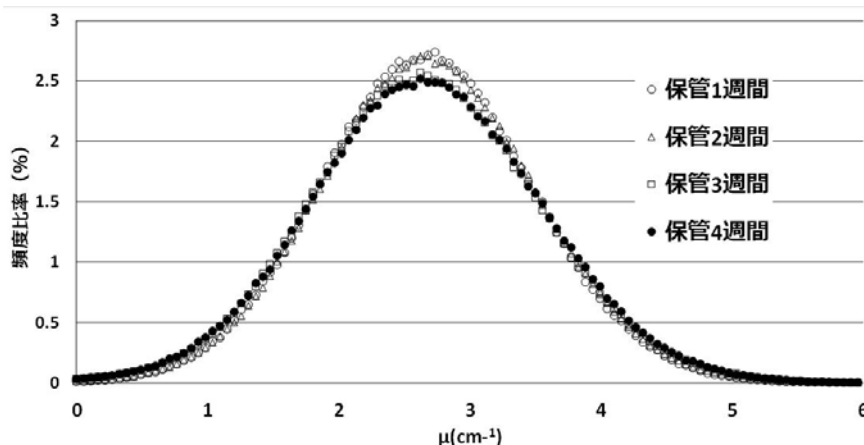


図 4. X 線線吸収係数の頻度比率(保管条件 A 保管 1~4 週間)

今後の課題：

今回の実験で試料移送に問題があったので、同じ試料水準をもう一度測定したい。また、冷凍焼けを起こす保管条件を見出したので、冷凍焼け軽減策を施した冷凍パスタについてその効果を検証したい。

参考文献：

[1] 野中純子 他、利用課題実験報告書、2016B1867.