

賦形剤及び固結防止剤の添加が ブドウ果汁噴霧乾燥品の吸湿性に与える影響

三宅由子*

Effect of Dilutants and Anti-Caking Agents on Hygroscopicity of Spray-Dried Grape Juice Powder

Yuko MIYAKE

1. はじめに

噴霧乾燥技術はインスタントコーヒーや粉ミルク等の製造において汎用されている技術であるが、果汁のように糖類を豊富に含む原料では、乾燥中の装置内壁への付着による回収率の低下や吸湿による乾燥粉末の固結が問題となっている¹⁾。特に低分子量の糖類を含む原料で問題が発生することが多く、果糖>ブドウ糖>ショ糖の順に付着性・吸湿性が高いと言われている²⁾。果汁に含まれる糖類の組成は果実の種類によって異なることが知られており、付着性・吸湿性の最も高い果糖の占める割合が比較的高いのはブドウである³⁾。そこで本研究では、糖類を豊富に含む原料として、ブドウ果汁を選択し、噴霧乾燥する際に添加する賦形剤の種類と配合量、固結防止剤の添加等を検討し、製造条件が乾燥粉末の回収率及び吸湿による固結性に与える影響を明らかにするとともに、噴霧乾燥に関する基礎データの蓄積を行ったのでその結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 果汁の調製

農業研究所伊賀農業研究室で収穫されたブドウ‘マスカットベリーA’の果実を皮付きのまま家庭用ジューサーで搾汁した後、果汁をチャック付ポリエチレン袋に入れ、-50℃の冷凍庫で保存

した。冷凍保存果汁は使用前に流水で解凍した後、スプレーノズルの閉塞を防ぐため目開き710µmのメッシュを通過させた。得られた果汁のBrix値をデジタル糖度計で測定し、精製水を加えてBrix値が6, 8, 10, 12, 14, 16及び18の7水準になるように調製した。

Brix値を調製した果汁200gをマグネチックスターラーで攪拌し、賦形剤を添加・溶解した。賦形剤は、噴霧乾燥で最も汎用されているマルトデキストリン(サンエイ糖化(株), NSD500, 以下, MDと略す)の他、 α -シクロデキストリン((株)林原, 以下, CDと略す)、アラビアガム(和光純薬工業(株), 以下, GAと略す)の3種類を使用した。賦形剤の添加量は、果汁の固形分重量に対して1または2倍量となる量とした。果汁の固形分重量は、以下の式より推定した。Brix値は厳密には溶液中の光を屈折させる物質をすべてショ糖とみなした場合の濃度であるが、果糖やブドウ糖の濃度(g/100g)とBrix値がほぼ等しいこと⁴⁾、ブドウ果汁の固形分はほぼすべてが糖類と考えられることから採用した。

$$\text{果汁の固形分重量(g)} = \text{果汁重量(g)} \times \frac{\text{Brix 値}}{100}$$

2.2 噴霧乾燥

噴霧乾燥には、ミニスプレードライヤー(日本ビュッヒ(株), B-290)を使用した。噴霧乾燥条件を表1に示す。なお、CDは溶解度が低く、果汁に完全には溶解しなかったため、果汁が均一に

* 食と医薬品研究課

送液されるように、マグネチックスターラーで攪拌しながら送液した。噴霧乾燥終了後、ミニスプレードライヤーのサンプル回収容器に回収された粉末の重量を計量し、これを回収量とした。回収率は以下の式より算出した。

$$\text{回収率}(\%) = \frac{\text{回収量}(\text{g})}{\left(\begin{array}{c} \text{果汁の固形} \\ \text{分重量}(\text{g}) \end{array} \right) + \left(\begin{array}{c} \text{賦形剤} \\ \text{添加量}(\text{g}) \end{array} \right)} \times 100$$

2.3 造粒

比表面積減少による固結性低減を図るために、噴霧乾燥粉末を造粒し、その効果を検討した。ブドウ果汁の噴霧乾燥粉末を錠剤粉碎器で攪拌しながら、80~90%エタノールを添加して練合した後、目開き 850 μm のメッシュを通して造粒した。得られた顆粒は、赤外線照射してアルコールを蒸発させた後、40 の通風乾燥機で1時間乾燥した。乾燥した顆粒は再度 850 μm のメッシュを通して整粒した。

2.4 固結防止剤の添加

固結防止剤として食品添加物の微粒二酸化ケイ素(富士シリシア化学(株),サイロページ 720,平均粒子径:3.86 μm)の添加について検討した。食品への添加上限が2%と規定されているため、ブドウ果汁の顆粒 2.0 g に対して、固結防止剤を 0.04 g 添加し、チャック付ポリエチレン袋(120×85 mm)内で1分間混合した。

2.5 噴霧乾燥粉末及び顆粒の評価

2.5.1 吸湿による固結性の評価

ブドウ果汁の噴霧乾燥粉末または顆粒各 2.0 g を 50 mL サンプル瓶に入れ、30、相対湿度 80% に設定した恒温恒湿器に蓋を開放した状態で静置した。0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0、5.0 及び 6.0 時間後に取り出して試料の状態を観察し、表 2 に示した基準で評価した。

2.5.2 水蒸気吸着等温線の測定

造粒による水蒸気吸着量の低減効果を確認するために、ブドウ果汁の噴霧乾燥粉末及び顆粒の水蒸気吸着等温線を測定した。測定には、水蒸気吸着量測定装置を用いた。直径 12 mm のストレートセルに噴霧乾燥粉末または顆粒を 40 mg 入れ、50 のマントルヒーターで8時間予備乾燥を行った。測定は 25 で、相対湿度 5~90%(5%間隔)の範囲について実施した。

表 1 噴霧乾燥条件

入口温度(設定値)	130
出口温度(実測値)	64~76
サンプル送液速度	3 mL/min
噴霧ガス流量	473 L/hr
スプレーノズル径	700 μm

表 2 評価基準

流動性良好で、固結していない
固結しているが、瓶を傾ければつぶれる
固結しているが、薬さじでつぶれる
× 固結しており、薬さじでもつぶれない

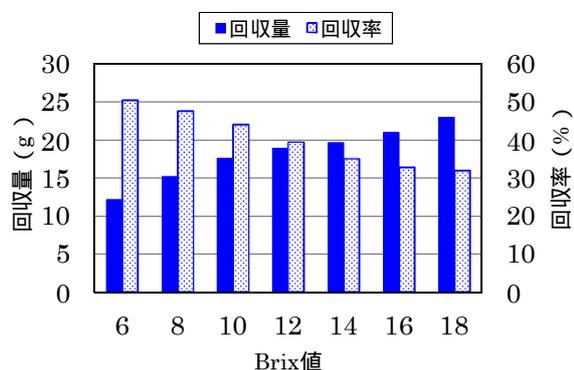


図 1 ブドウ果汁の Brix 値が噴霧乾燥粉末の回収量及び回収率に与える影響

賦形剤: マルトデキストリン, 添加量: 1 倍量

3. 結果と考察

3.1 ブドウ果汁の Brix 値(糖類濃度, w/w%)が噴霧乾燥粉末の回収量及び回収率に与える影響

Brix 値を 7 水準に調製したブドウ果汁に、賦形剤 MD を果汁の固形分重量に対して 1 倍量となる量を添加して噴霧乾燥を行った。得られた粉末の回収量及び回収率を図 1 に示す。

Brix 値が高くなるほど果汁中に含まれる固形分が多くなるため、Brix 値の上昇とともに粉末の回収量は増加した。これに対して、回収率は、Brix 値が高くなるほど低下する傾向が認められた。果汁の固形分が多くなると(すなわち、糖類の含有量が多くなると)、乾燥途中の粒子の粘着性が高まり、装置内壁への付着量が増加することが回収率低下の原因と考えられた。また、18°Brix の果汁では、噴霧乾燥中にスプレーノズルの閉塞が発

生した。

これらの結果より、噴霧乾燥粉末の回収率を上げ、ノズル閉塞のトラブルを避けるためには、果汁の Brix 値は低いほうが望ましいことがわかったが、Brix 値が低すぎると必要量を乾燥するのに要する時間が長くなり、噴霧乾燥効率が低下した。そこで、これ以降の検討では、回収率と乾燥効率のバランスを考慮して、10 °Brix を採用することとした。

3.2 賦形剤の種類及び添加量がブドウ果汁の噴霧乾燥粉末の回収量、回収率及び吸湿による固結性に与える影響

10 °Brix に調製したブドウ果汁に 3 種類の賦形剤を果汁の固形分重量に対して 1 または 2 倍量となる量を添加し、噴霧乾燥を行った。得られた粉末の回収量及び回収率を図 2 に示す。

MD 及び CD に関しては、果汁の固形分重量に対して 2 倍量添加したほうが、回収量及び回収率ともに大きくなった。Shrestha et al. はオレンジ果汁の噴霧乾燥について、MD の添加量が回収率に与える影響を検討した結果、乾燥粉末の回収率を高めるためには、果汁は最大 40 % までしか配合できないと結論づけている⁵⁾。言い換えると、果汁の固形分重量に対して 1.5 倍量以上の MD の添加が必要ということになり、今回の検討で賦形剤を 2 倍量添加したほうが高い回収率であったことと一致する。一方、GA は、果汁の固形分重量に対して 2 倍量添加すると、1 倍量添加した場合に比べて回収率が低下した。これは、GA は増粘多糖類の 1 種であることから添加量の増加とともに果汁の粘度が上昇し、噴霧乾燥中の装置内壁への付着が増加したことが原因と考えられた。

表 3 に噴霧乾燥粉末の吸湿による固結性評価結果を示す。CD 及び GA の 2 倍量添加でやや固結しにくい傾向が認められたが、それでも 1.5 時間後には完全に固結した。

3.3 造粒によるブドウ果汁の噴霧乾燥粉末の固結性低減効果

本研究で使用したミニスプレードライヤーは小型機であるため、得られた粉末の粒子径は非常に小さく (50 % 粒子径: 8.55 μm)、より吸湿しやすい状態であったと考えられた。そこで、噴霧乾燥粉末を造粒し、比表面積を減少させることで、吸湿による固結性を低減させる方法について検討し

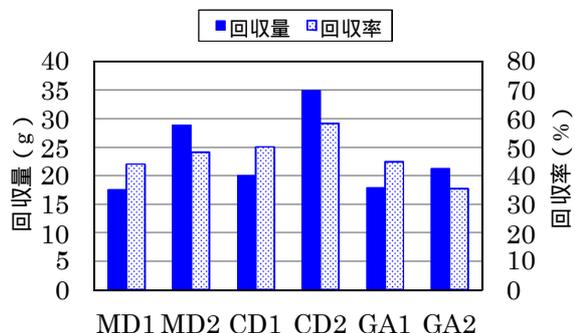


図 2 賦形剤の種類及び添加量がブドウ果汁の噴霧乾燥粉末の回収量及び回収率に与える影響

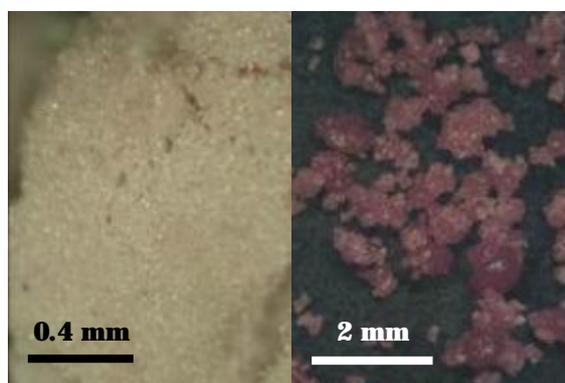
ブドウ果汁の Brix 値: 10 °Brix

MD1: マルトデキストリン 1 倍量添加, MD2: マルトデキストリン 2 倍量添加, CD1: α-シクロデキストリン 1 倍量添加, CD2: α-シクロデキストリン 2 倍量添加, GA1: アラビアガム 1 倍量添加, GA2: アラビアガム 2 倍量添加

表 3 ブドウ果汁の噴霧乾燥粉末の吸湿による固結性評価結果

	保持時間 (hr)			
	0.5	1.0	1.5	2.0
MD1	×	×	×	×
MD2		×	×	×
CD1		×	×	×
CD2			×	×
GA1		×	×	×
GA2			×	×

略称は図 2 に同じ



a) 噴霧乾燥粉末 b) 顆粒

図 3 ブドウ果汁の噴霧乾燥粉末と顆粒の実体顕微鏡写真

ブドウ果汁の Brix 値: 10 °Brix

賦形剤: マルトデキストリン, 添加量: 1 倍量

た MD1 倍量添加の噴霧乾燥粉末と得られた顆粒の写真を図 3 に示す。造粒することにより、50 % 粒子径が 551 μm の顆粒を得ることができた。他の 5 種類についても粒子径が同程度になるように造粒し、固結防止効果を評価した (表 4)。その結果、GA を 2 倍量添加した GA2 顆粒において、固結性が大きく改善されることがわかった。図 4 に 6 種類の噴霧乾燥粉末とその顆粒の水蒸気吸着等温線を示す。噴霧乾燥粉末では、相対湿度が 30 % を超えると急激に水蒸気吸着量が増加したが、造粒して比表面積を減少させたことにより、6 種類すべての顆粒で水蒸気吸着量を低減させることができた。

3.4 固結防止剤の添加の影響

本研究で得られた知見を基に、3 種類の賦形剤の長所及び短所を表 5 にまとめる。各賦形剤のコスト面についても合わせて記載した。

吸湿による固結性低減という意味では GA の 2 倍量添加が最も効果的であったが、果汁の粘度が上昇し、粉末の回収率が低下する点が問題となった。MD と CD を比較すると、回収率は CD のほうが高いが、固結性にはほとんど差はなかった。CD の価格は MD の約 3 倍と高価であるが、コストに見合うほど回収率が高いとは言い難い。

そこで、コスト面に優れた MD を用いたブドウ果汁の顆粒 (MD1 及び MD2 顆粒) に固結防止剤を添加して、吸湿による固結性を低減する方法を検討した (表 6 上段)。MD の添加量が少ない MD1 顆粒では、固結防止剤の添加による固結性の低減はほとんど認められなかったが MD2 顆粒では、固結防止剤未添加では完全に固結するまでの時間が 1 時間であったのが 4 時間にまで延長し、

表 4 ブドウ果汁の顆粒の吸湿による固結性評価結果

	保持時間 (hr)			
	0.5	1.0	1.5	2.0
MD1	×	×	×	×
MD2		×	×	×
CD1		×	×	×
CD2		×	×	×
GA1		×	×	×
GA2				

略称は図 2 に同じ

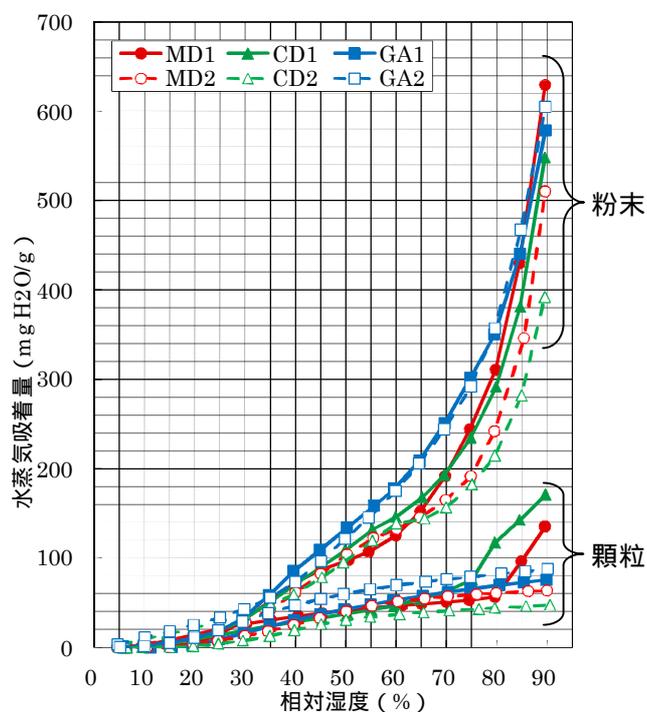


図 4 ブドウ果汁の噴霧乾燥粉末及び顆粒の水蒸気吸着等温線

略称は図 2 に同じ

表 5 各賦形剤の長所及び短所

	マルトデキストリン	α -シクロデキストリン	アラビアガム
長所	<ul style="list-style-type: none"> ・価格が安い ・多量に配合しても粘度に影響がない 	<ul style="list-style-type: none"> ・(他の 2 種に比べて)回収量・回収率がやや高い ・多量に配合しても粘度に影響がない 	<ul style="list-style-type: none"> ・価格が安い ・(他の 2 種に比べて)固結しにくい
短所	<ul style="list-style-type: none"> ・吸湿性が高く、固結しやすい 	<ul style="list-style-type: none"> ・価格が高い ・吸湿性が高く、固結しやすい ・溶解度が低いため、多量に配合すると、沈殿が発生する(噴霧乾燥中攪拌が必要) 	<ul style="list-style-type: none"> ・多量に配合すると粘度が上り、粉末の回収率が低下する

表 6 固結防止剤を添加したブドウ果汁の顆粒及び市販対照品の吸湿性による固結性評価結果

	保持時間 (hr)									
	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	5.0	6.0
MD1 (分級なし)		×	×	×	×	×	×	×	×	×
MD2 (分級なし)								×	×	×
MD2 (< 500 μm)						×	×	×	×	×
MD2 (> 500 μm)									×	×
かつおだし顆粒					×	×	×	×	×	×

略称は図 2 に同じ

吸湿による固結性を低減することができた。

吸湿による固結性を経時的に評価していた際に、顆粒の粒子径により吸湿の程度が異なるように感じたため、MD2 顆粒を目開き 500 μm のメッシュで分級し、それぞれの顆粒について、固結防止剤を添加して同様に固結性を評価した (表 6 中段)。その結果、粒子径が 500 μm 以上の MD2 顆粒では、流動性が良好な状態が 4 時間も継続した。対照品として評価した市販のかつおだし顆粒 (50% 粒子径: 935 μm) では、流動性が良好な状態が継続したのは 1.5 時間であったこと (表 6 下段) と比較して、十分な固結性低減効果が認められた。粒子径 500 μm 以上の顆粒において固結性が低減した理由として、微粒子を分級により除去したことで、固結防止剤が顆粒表面を効果的に被覆し、顆粒への水分吸着を遅らせることができたことが考えられた。

4. まとめ

糖類を豊富に含むブドウ果汁をモデルとし、賦形剤の種類と配合量、固結防止剤の添加等が噴霧乾燥粉末の回収率や吸湿による固結性に与える影響について検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 噴霧乾燥粉末の回収率を上げ、スプレーノズル閉塞のトラブルを避けるためには、果汁の Brix 値は低い方が望ましいが、低すぎると乾燥効率が低下することから、両者のバランスを考慮して Brix 値を設定する必要がある。
- (2) 賦形剤マルトデキストリン及び α-シクロデキストリンは、果汁の固形分重量に対して 2 倍量を添加したほうが、1 倍量添加の場合と比べて回収率が高かった。これに対して、アラビアガ

ムは添加により果汁の粘度が高まるため、添加量が増えると回収率が低下した。

- (3) 噴霧乾燥粉末を造粒することで、水蒸気吸着量を低減させることができた。
- (4) 噴霧乾燥粉末の造粒顆粒について吸湿による固結性を評価した結果、アラビアガムを果汁の固形分重量に対して 2 倍量添加した顆粒において、固結性は最も低減した。
- (5) マルトデキストリンを果汁の固形分重量に対して 2 倍量添加して噴霧乾燥した粉末は、そのままでは固結しやすかったが、造粒し、固結防止剤を 2% 添加することで、固結性を低減することができた。
- (6) 固結防止剤は、微粒子を除去した後に混合すると、固結防止効果が高まった。

謝辞

本研究で使用した固結防止剤は富士シリシア化学株式会社にサンプルをご提供いただいた。噴霧乾燥粉末の粒子径測定はスペクトリス株式会社マルバーン事業部にご協力いただいた。また、本研究で使用したブドウは農業研究所伊賀農業研究室からご提供いただいた。付記して、謝意を表します。

参考文献

- 1) O. R. Roustapour et al.: "An Experimental Investigation of Lime Juice Drying in a Pilot Plant Spray Dryer". *Drying Technol.*, 24, p181-188(2006)
- 2) B. R. Bhandari et al.: "Problems Associated with Spray Drying of Sugar-Rich Foods". *Drying Technol.*, 15(2), p671-684(1997)

- 3) 藤原孝之ほか：“高速液体クロマトグラフィーによる果実搾汁液の糖分析における簡易試料調製法”。日本食品科学工学会誌, 46, p81-88 (1999)
- 4) 前田安彦：“屈折計による品質管理 漬物・佃煮工業編”。アタゴ. p3-4(1980)

- 5) A. K. Shrestha et al.：“Glass Transition Behavior of Spray Dried Orange Juice Powder Measured by Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Thermal Mechanical Compression Test (TMCT)”。Int. J. Food Prop., 10(3), p661-673(2007)