

論文審査の結果の要旨

申請者氏名 上野 茂昭

本論文の目的は、冷凍食品内に形成される氷結晶性状を非破壊的に計測する方法を開発することにある。そのために溶液系材料として凍結寒天ゲルおよび凍結ゼラチンゲルを供試材料とし、先ずマイクロスライサ画像処理システムを用いてこれらの材料内に形成される氷結晶性状を3次的に計測する方法を開発すると共に、氷結晶性状の凍結速度依存性を明らかにした。次にこれらの供試材料の誘電特性を計測し、氷結晶性状を非破壊的に計測するのに有効な誘電特性のパラメータを抽出した。さらに供試材料内の氷結晶性状モデルの静電場数値シミュレーションにより、誘電特性に影響を及ぼす氷結晶性状パラメータを明らかにした。最終的には、氷結晶性状は誘電特性の計測により非破壊的に計測可能であることを確認した。以下に本論文の具体的手法と成果について概説する。

ゼラチンと寒天粉末に純水と蛍光試薬(Rhodamine B)を添加してモデル食品とし、これらをプログラムフリーザおよび液体窒素凍結装置により種々の冷却速度で一次元凍結した。次にマイクロスライサ画像処理システムを用いて、凍結資料をミクロン単位の押し上げ機構と回転刃により連続的に切削し、露出した顕微鏡撮影断面及び再構築立体像の画像処理により、氷結晶等価円直径、周囲長、粒界線密度、数密度、形状および体積などの特徴量を計測した。その結果、試料の最終到達温度が低く凍結速度が大きいほど、氷結晶等価円直径は小さく、また粒界線密度および数密度は増大することなど、凍結条件と氷結晶特徴量の関係を定量的に明らかにした。特に、従来は困難であった氷柱の3次元構造を可視化することに成功し、氷柱は連続または結合・枝分かれの構造を形成することを明らかにした。

次に、凍結ゼラチンゲルの誘電特性を明らかにするために、種々の冷却速度により凍結した試料の有効複素誘電率を算出した。具体的には、先ず凍結試料の中心部の温度を種々の一定温度に保ち、インピーダンスの絶対値および位相角を測定し、比誘電率、比誘電損率および導電率を算出した。また、示差走査型熱量計を用いた熱分析により、これらの凍結ゼラチンゲルのゼラチン層は、ガラス状態にあることが推察された。さらに、比誘電損率が特定の周波数において極大値を示すデバイ緩和分散が観られ、極大値を示す周波数は、測定温度の上昇につれて増大することが分かった。他方、緩和の活性化エネルギーは氷のそれとほぼ等しいことから、凍結ゼラチンゲルの物性は主に氷の物性に支配され、試料の導電性の影響を含んだデバイ型緩和分散モデルに導電率の影響を考慮した理論式が適用可能であることが分かった。次に、氷結晶性状を示すパラメータとして氷結晶の等価円直径、粒界線密度および数密度を計測し、デバイ型緩和モデル式に導電率を考慮したモデル式のパラメータである、緩和時間、直流成分の導電率および比有効誘電率との関係を明らかにした。

これらのパラメータの中で、緩和時間は氷結晶性状によらず一定であり、緩和時間は氷結晶性状に依存しないことが推察された。また同様に、直流成分の導電率および比有効誘電率の氷結晶構造依存性を明らかにするために、これらのパラメータをモデル式と実測値の最小2乗近似より算出し氷結晶構造の依存性を検討した。その結果、直流成分の導電率および有効誘電率は、氷結晶等価円直径が増大するほど減少し、氷結晶粒界線密度および数密度が増大するほど増大することが明らかとなった。ただし、直流成分の導電率は、氷結晶サイズが小さくならないと、その差が顕在化しない傾向が明らかとなった。一方、比有効誘電率は氷結晶構造の差異に比較的敏感であり、氷結晶サイズが大きい場合でも比誘電率で10~20程度も差があり、構造の違いが検出できることを明らかにした。

非破壊計測法としての誘電特性計測の有効性を理論的に検証するために、マイクロスライサ画像処理システムにより得られた氷結晶断面画像を対象にして、電位差1Vの平行電極を設定し、分散相である氷に対し誘電率100、連続相であるゼラチンゲルに対し誘電率1~50を仮定して、系内の静電場を数値シミュレーションした。その結果、氷結晶等価円直径が小さいほど、比有効誘電率が大きな値を示すことが確認された。また、氷結晶の形状と有効誘電率の関係を把握する事を目的とし、氷結晶固相率一定の条件下で氷結晶の形を四角と円に単純化した氷結晶モデルについて同様の解析を行った結果、四角形および接触四角形モデルにおける比有効誘電率は、氷結晶サイズが小さくなるにつれ大きくなることが明らかとなった。さらに、単一の結晶粒界に対して、静電場・氷結晶粒界のなす角度を0度~90度と変化させた静電場の数値シミュレーションの結果、比有効誘電率は角度の増加とともに減少し、45度において急激に減少することが分かり、静電場における静電容量および比有効誘電率は、氷結晶の粒界と電場のなす角度の影響を強く受けることを明らかにした。

以上のように、誘電特性の実測値および数値シミュレーション結果から、氷結晶サイズが小さいほど比有効誘電率は大きくなることが明らかとなり、マイクロスライサ画像処理システムによる氷結晶画像解析およびインピーダンスメータによる誘電特性の計測とその静電場の数値シミュレーションにより、凍結試料内に形成される氷結晶性状を非破壊的に計測できる事を確認した。以上の審査結果から、審査委員一同は本論文の学術的な独創性と実用的な有用性を高く評価し、博士学位論文として価値あるものと認めた。