

令和3年度

「仙台市放射光施設活用事例創出事業（トライアルユース事業）」

コヒーレントX線タイコグラフィを利用した 食品における油脂分布評価法の開発

青葉化成株式会社 泉開発研究所 開発研究部 商品開発課 高橋



青葉化成株式会社

本社 〒984-8642
仙台市若林区卸町1丁目5番地6号
TEL 022-232-3691 (代)
代表者 取締役社長 石田 一

設立 1956年（昭和31年）8月20日

事業内容

- ①食品加工用資材（食品添加物、衛生関連資材、食品加工用機器類等）の販売
- ②オリジナル商品（日持向上剤、品質改良剤、調味料・調味液、増粘安定剤、洗浄除菌剤等）の研究開発・製造・販売
- ③食品工場のクリーンルームの設置、塗床工事・防カビ工事等の設計施工
- ④食品工場の環境衛生のチェック、コンサルティング、改善の立案、並びに関連衛生資材の販売

拠点



青葉化成株式会社

サンプル作成
報告書作成

放射光利用申請

応募

測定サポート

採択

仙台市

SPring-8 BL24XU

兵庫県立大学
高山 裕貴 様

ひょうご科学技術協会
漆原 良昌 様

弊社で開発した粉末魚油の改良を検討

▶ 粉末魚油の内部構造評価が必要

粉末魚油製造工程(特許技術※)

酵素架橋ゼラチンで包摂

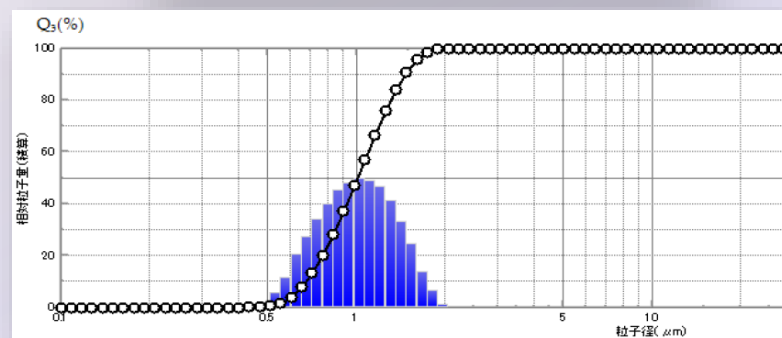


魚油

乳化



粉末化



1 μm程度に乳化
(レーザー回折式粒度分布計)

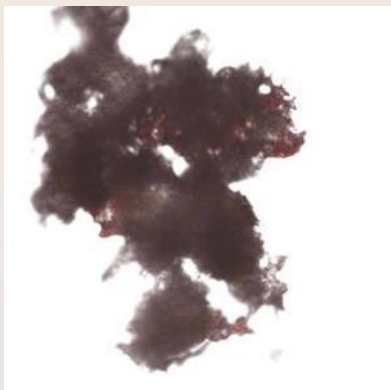


DHA 100 mg/g入り魚油パウダー
として製品化

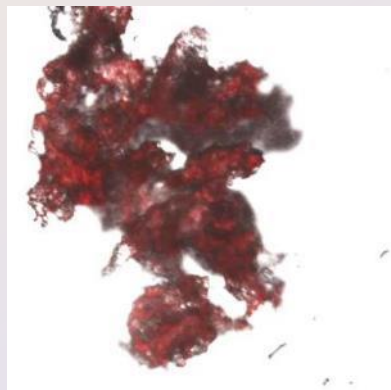
粉末魚油内部構造評価

共焦点レーザー顕微鏡で観察

粉末表面
(深度0%)



粉末断面
(深度50%)



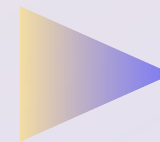
約600 μm

染色した赤色部分が油脂
油脂が全体に分散しているのは評価できた

粉末魚油内部構造イメージ

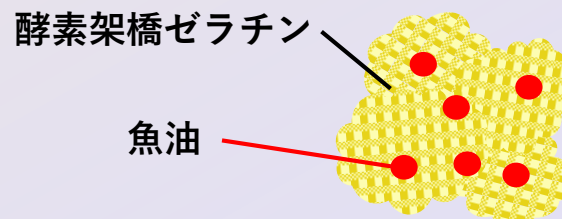


魚油乳化液

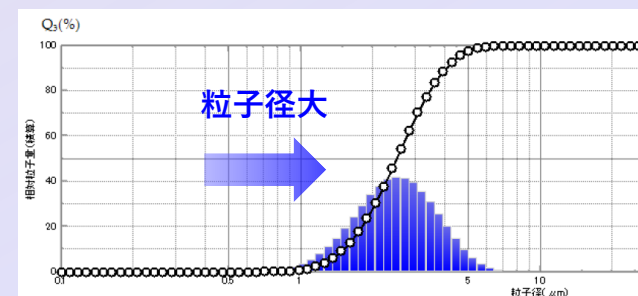
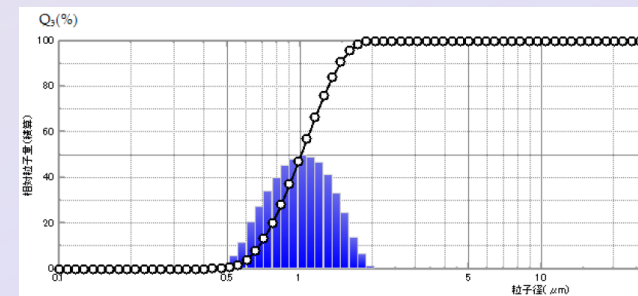
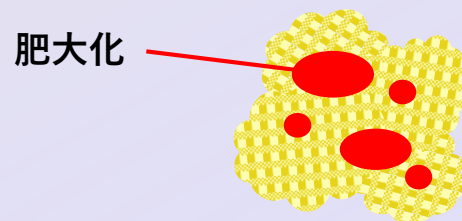


粉末魚油

Case 1

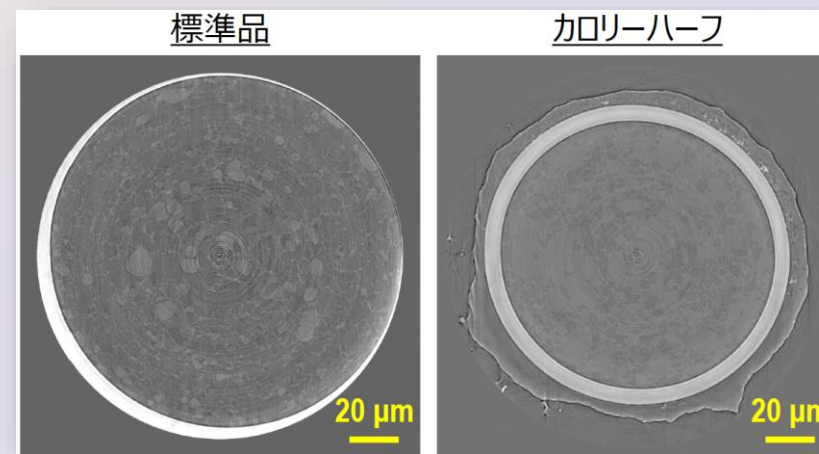
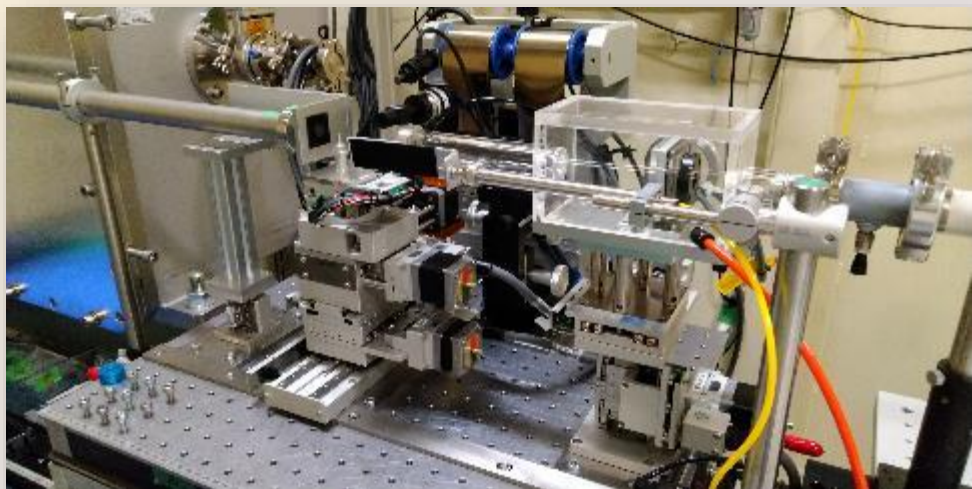


Case 2



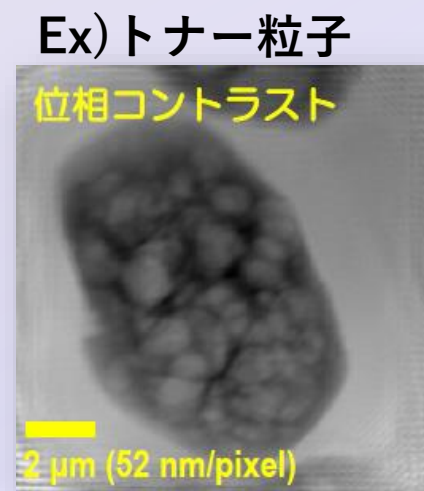
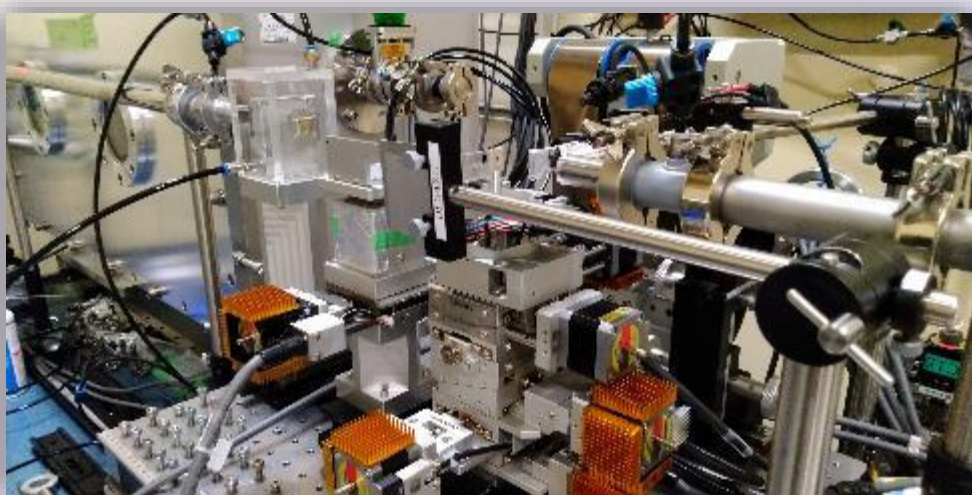
1 μm の乳化径を維持しているのか評価したい
油滴の大きさは、酸化安定性等に影響する

- ・ **結像型X線CT** 屈折コントラスト像による三次元イメージングを行う
Ex) マヨネーズ



兵庫県立大学
高山先生提供

- ・ **タイコグラフィ** 位相コントラスト像による100 nm分解能広視野二次元イメージングを行う



兵庫県立大学
高山先生提供

測定サンプル

Sample1: **1 μm** に乳化した魚油粉末(従来製法) Sample2: **0.1 μm** に乳化した魚油粉末(新規製法)

粉末外観

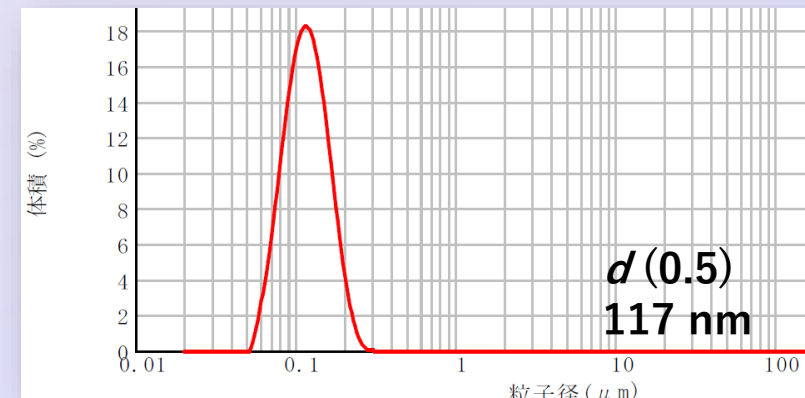
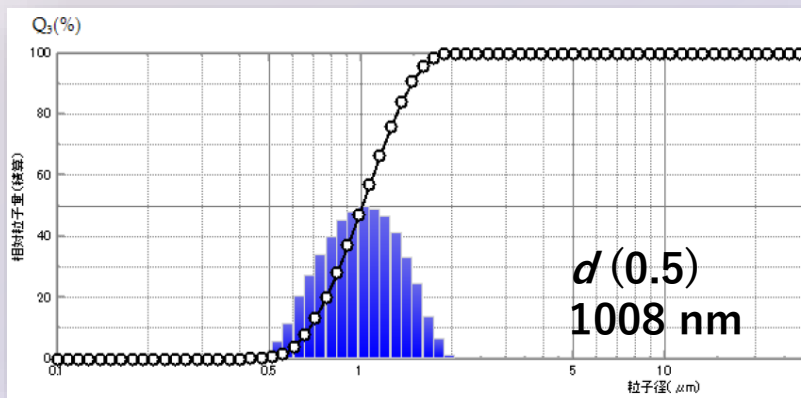


2 mmスクリーンパス



2 mmスクリーンパス

乳化液滴径

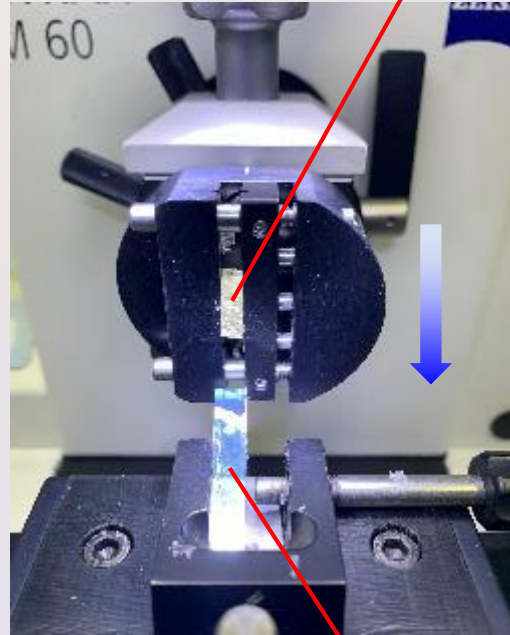


薄片状サンプルの作製 (タイコグラフィ用)



ミクロトーム

(宮城県産業技術総合センター)



樹脂固定したサンプル

ガラス刃



厚さ約10 μm に切削

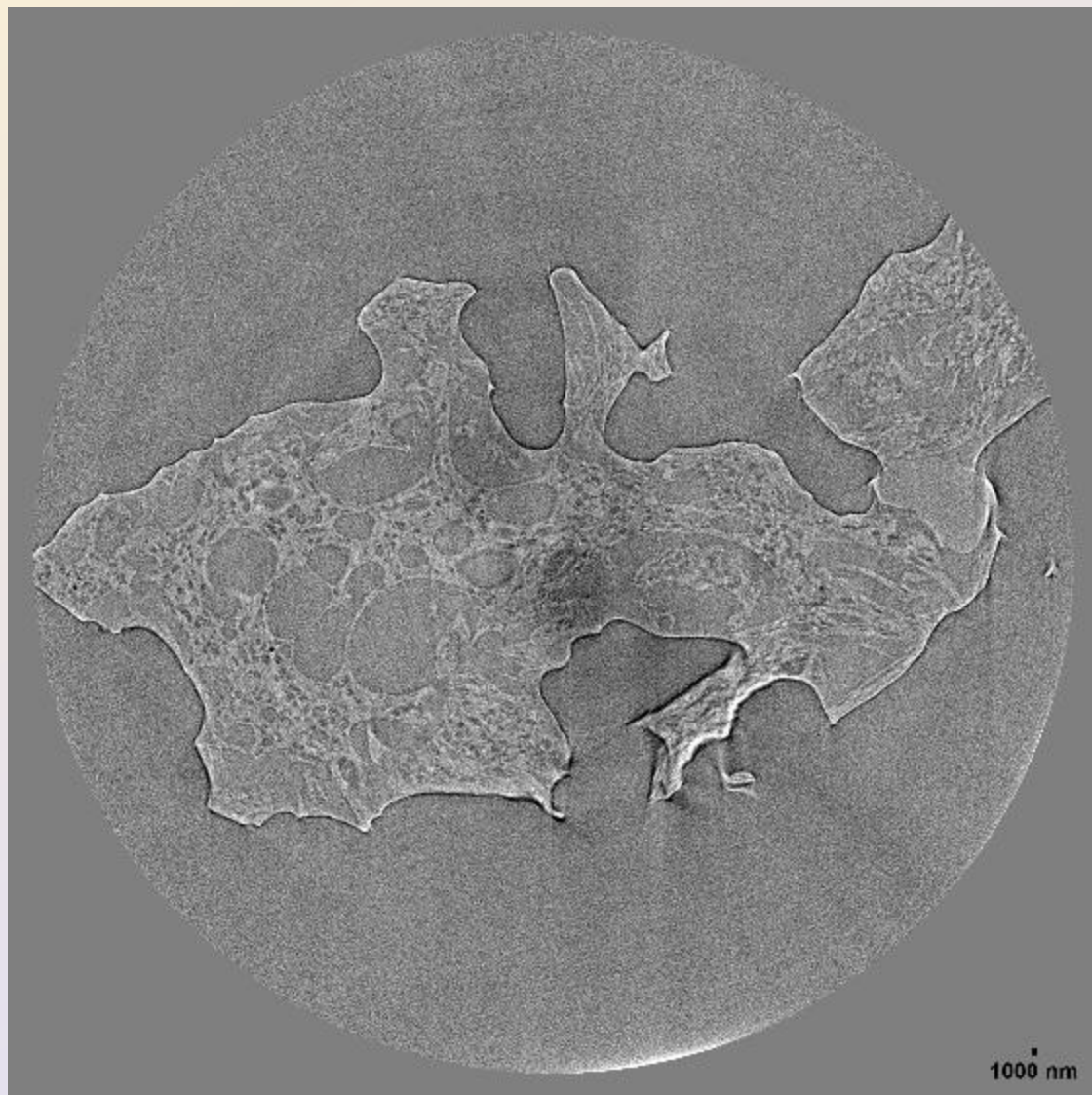


薄片試料

粉末試料

試料台に乗せたサンプル

Sample1: $1\mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油



(87 nm/pixel)

Sample2: $0.1\mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油

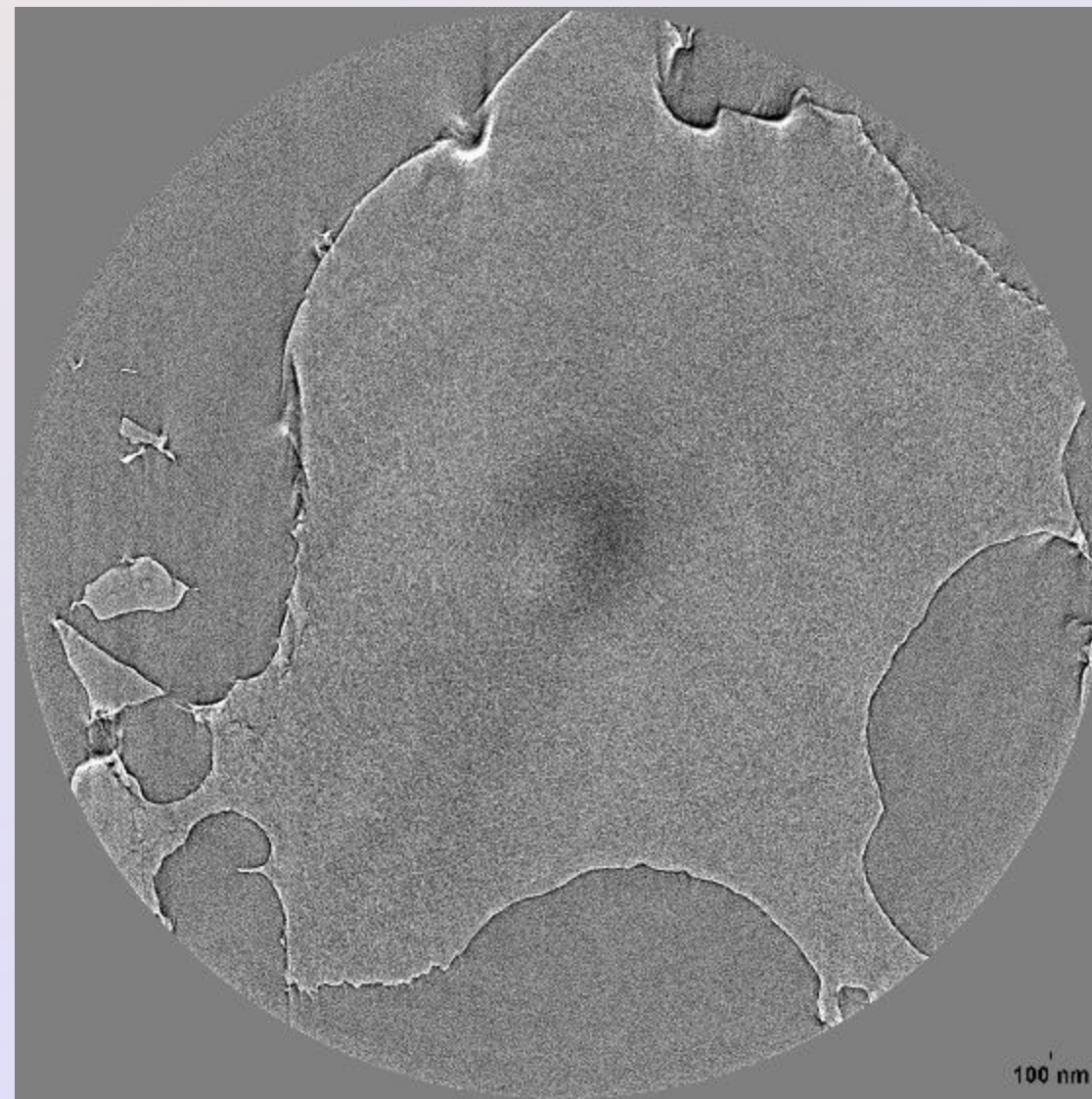
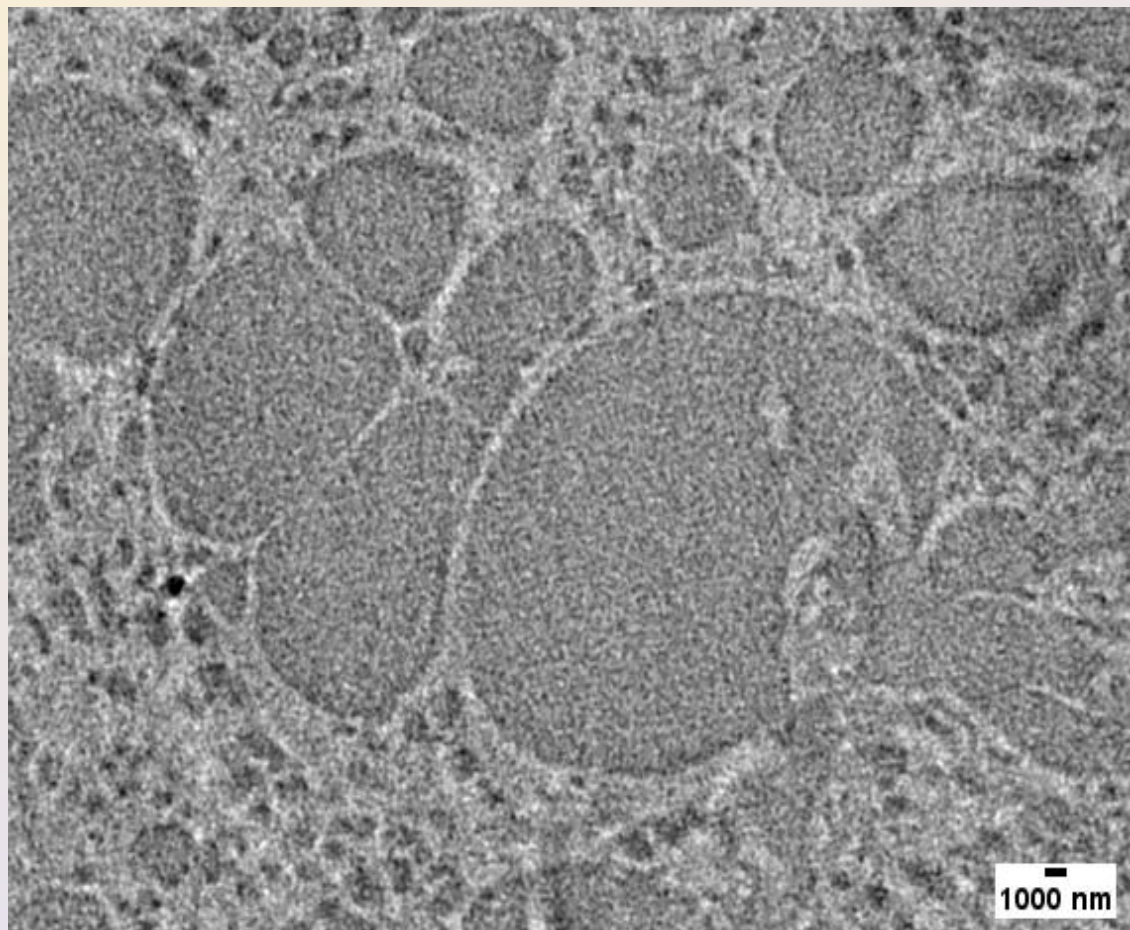


Image Jにより画像表示した (以下同様)

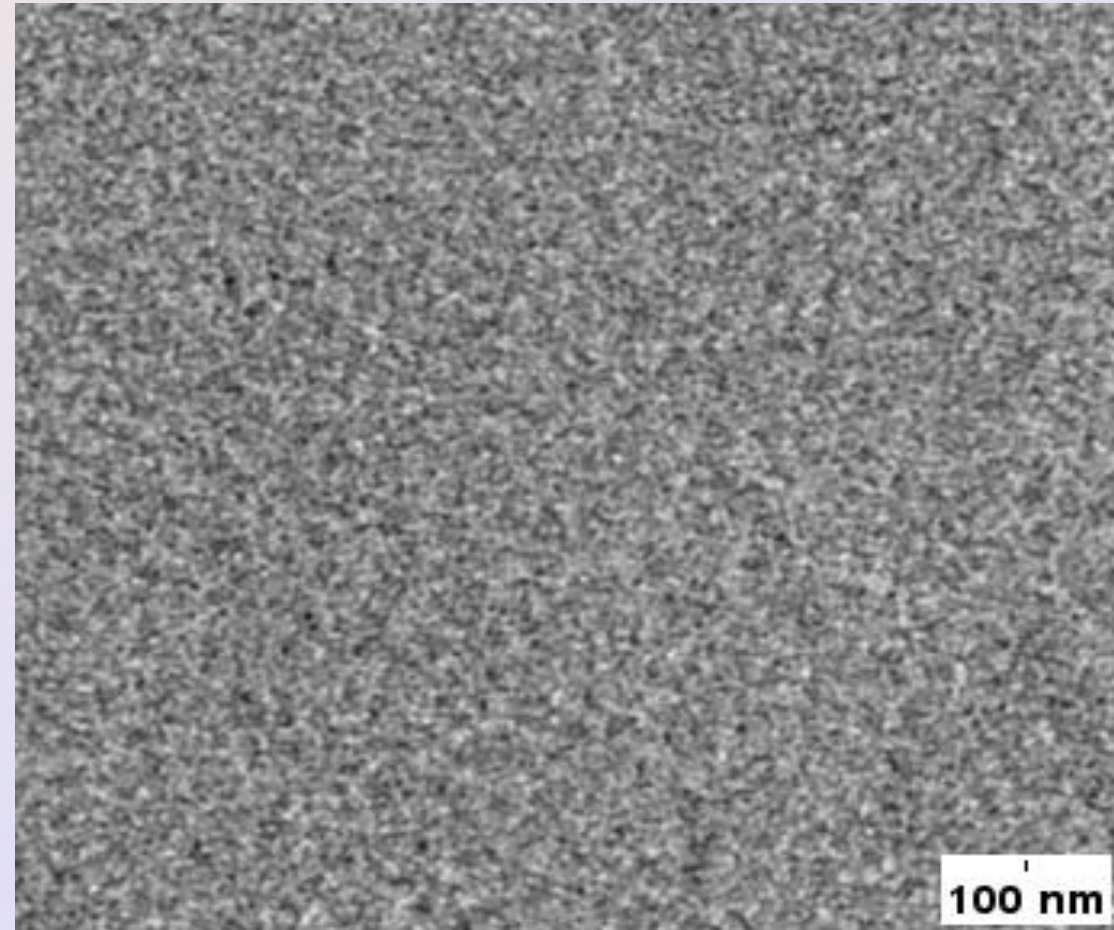
Sample1: $1\mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油



(87 nm/pixel)

油滴の合一化が発生していると推測された

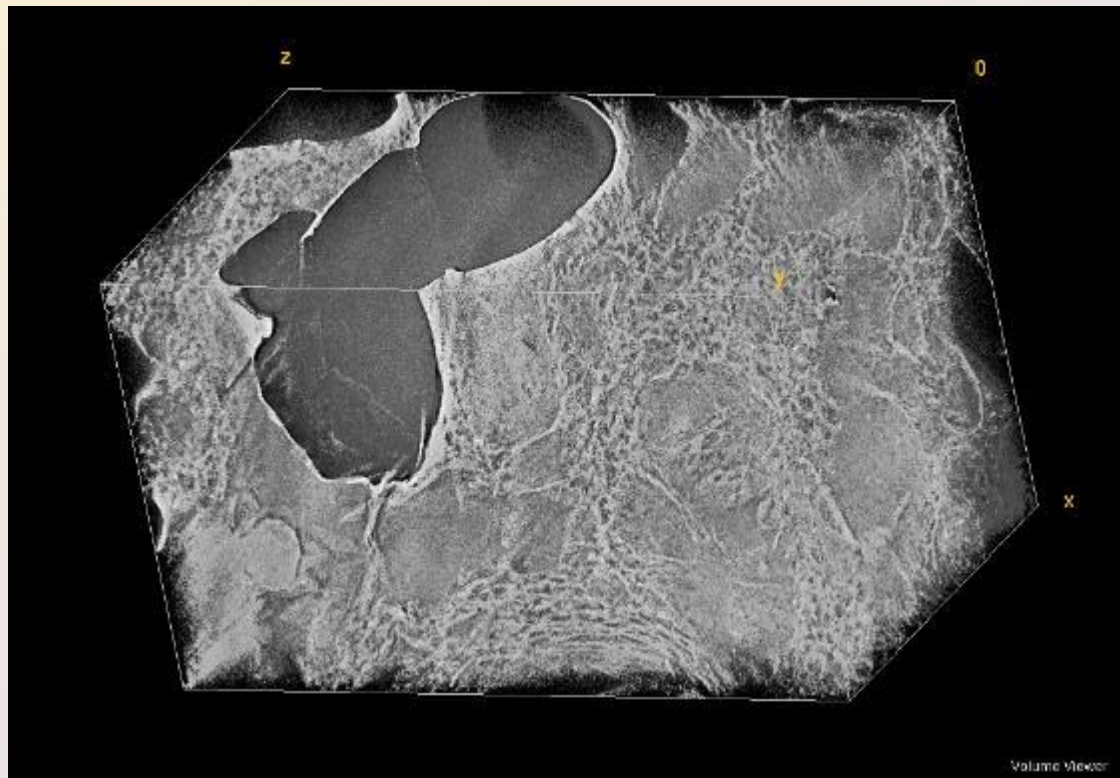
Sample2: $0.1\mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油



(87 nm/pixel)

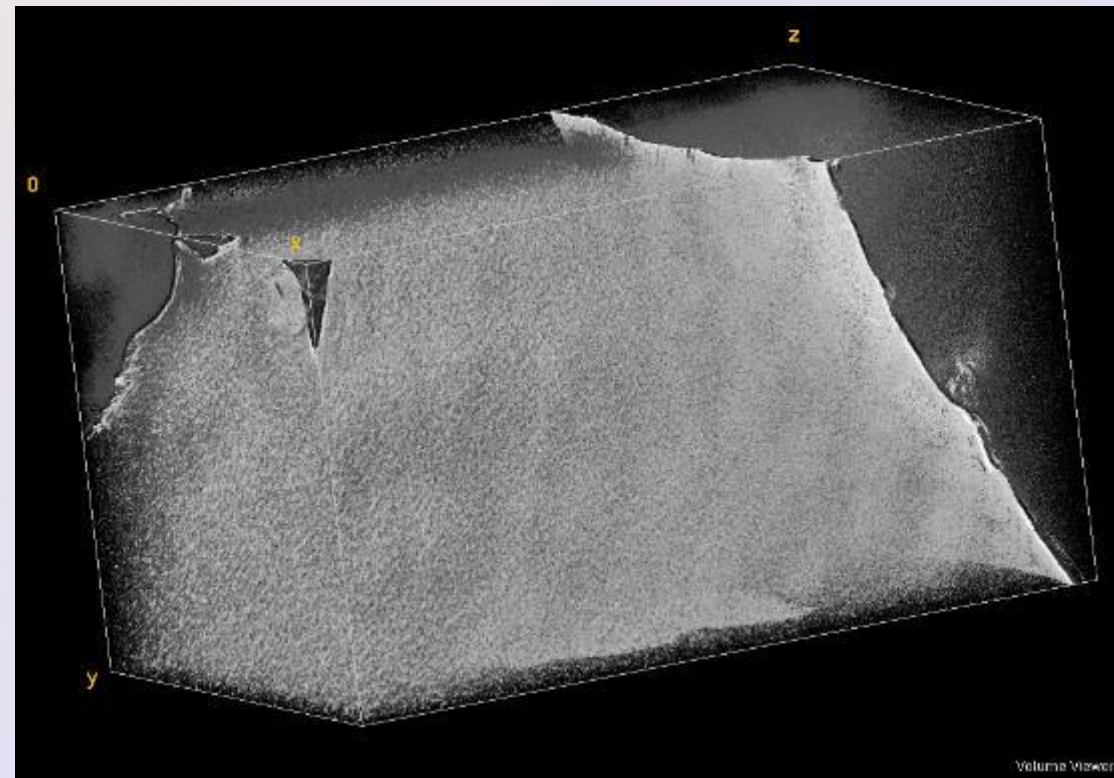
ノイズ様に均一に分散していると推測された

Sample1: $1\mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油



酵素架橋ゼラチンが複雑に絡み合い、
間に油滴が包摂されていると推測された

Sample2: $0.1\mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油

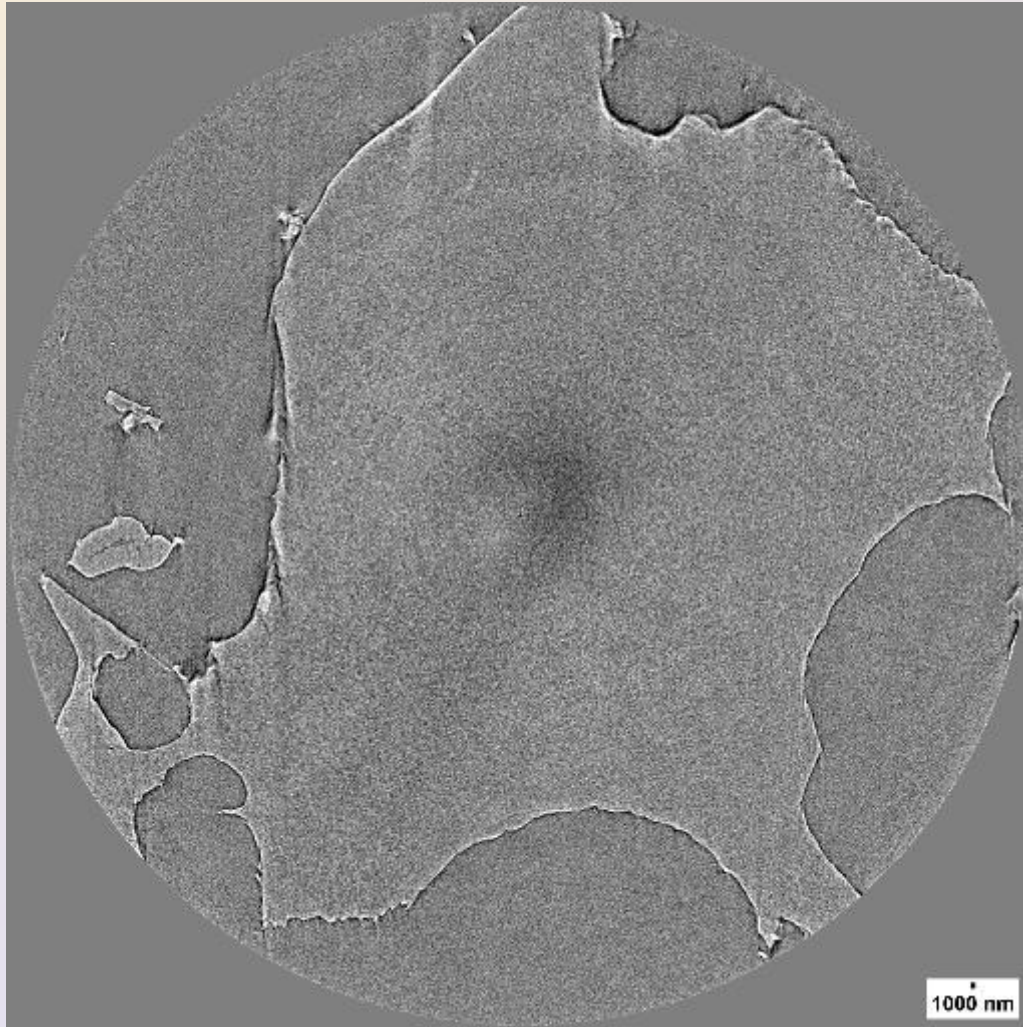


全体が**均一**になっている様子が推測された

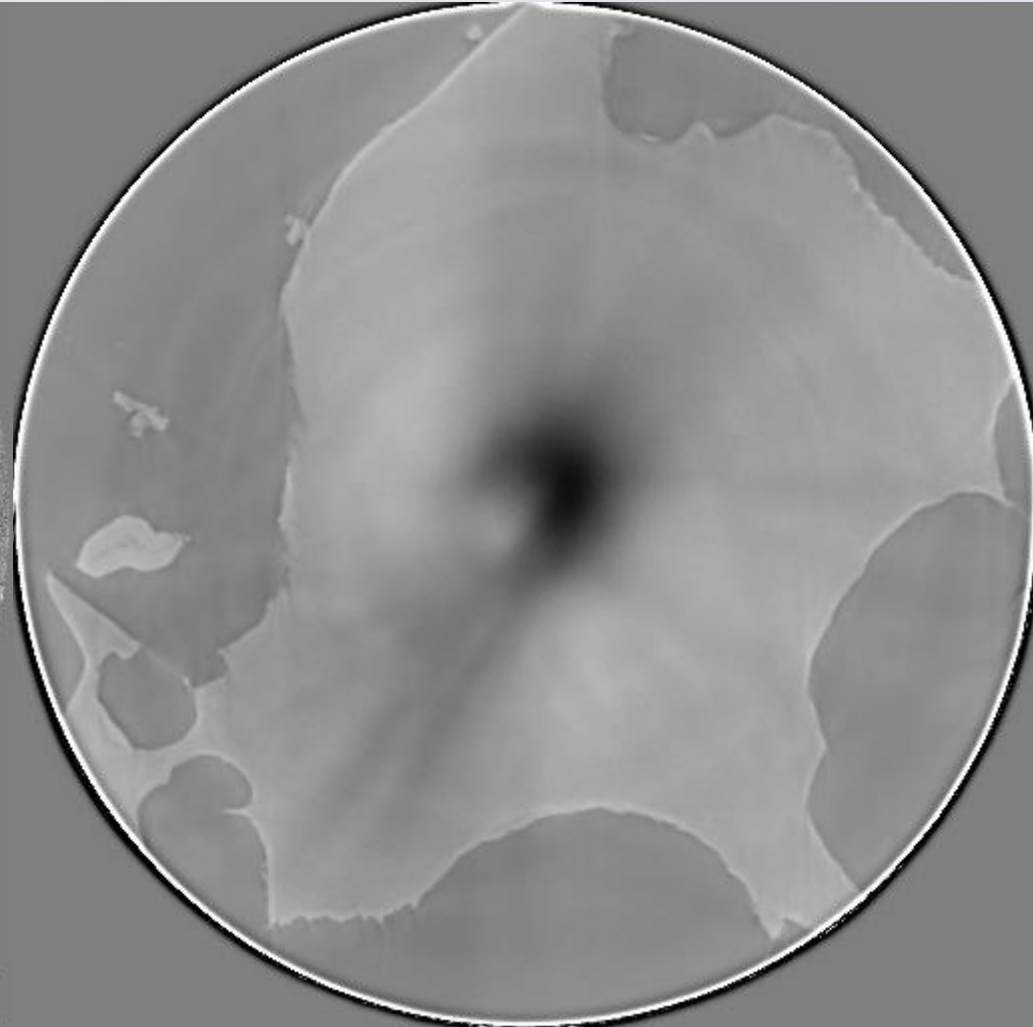
屈折コントラスト像から位相像を計算(兵庫県立大学 高山先生 提供)

屈折コントラスト

位相コントラスト



(87 nm/pixel)

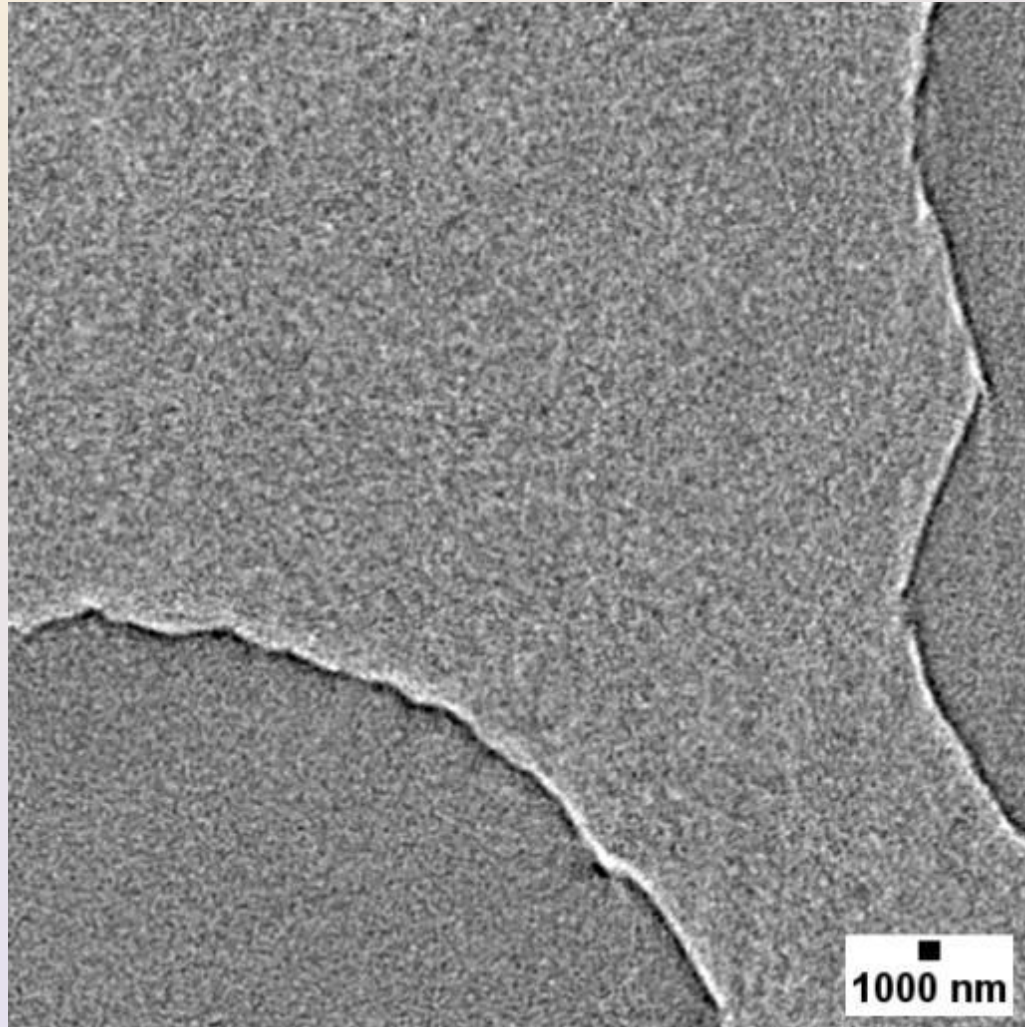


(87 nm/pixel)

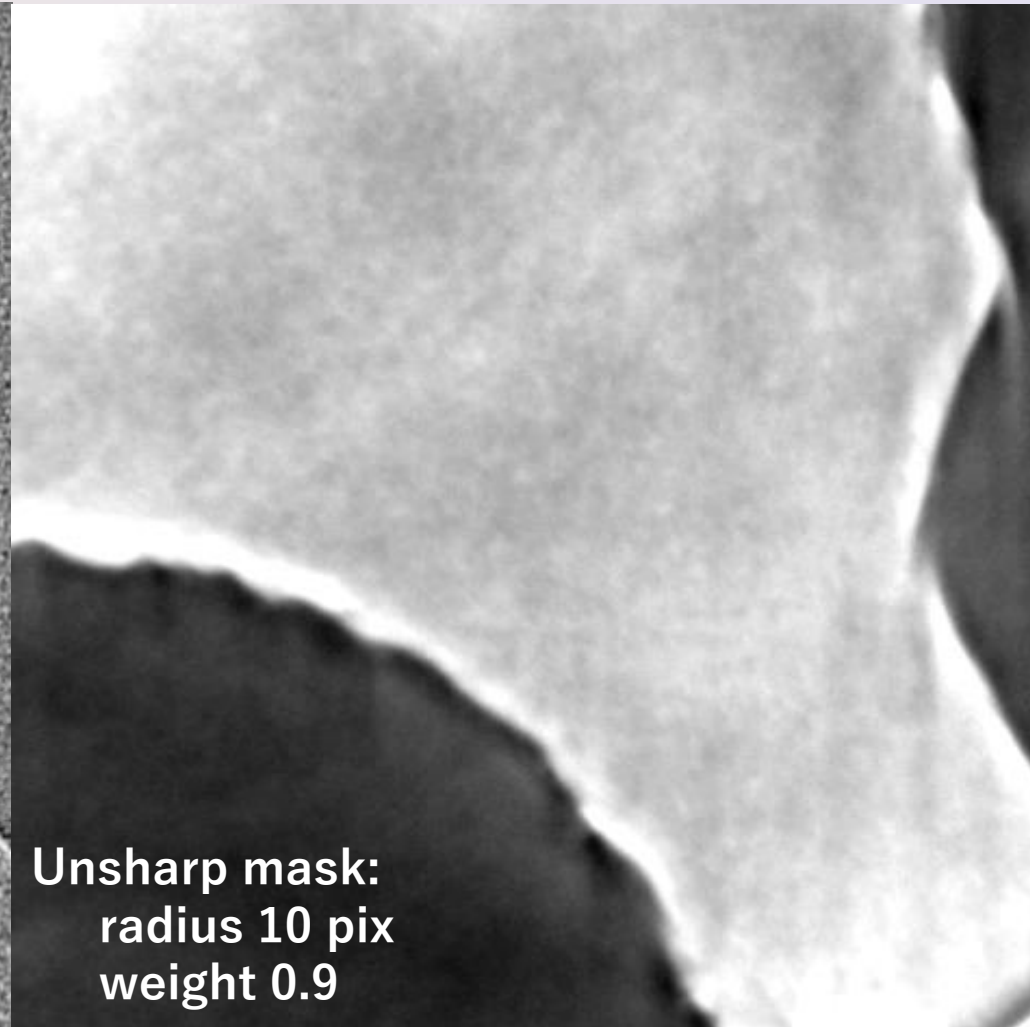
屈折コントラスト像から位相像を計算(兵庫県立大学 高山先生 提供)

屈折コントラスト

位相コントラスト



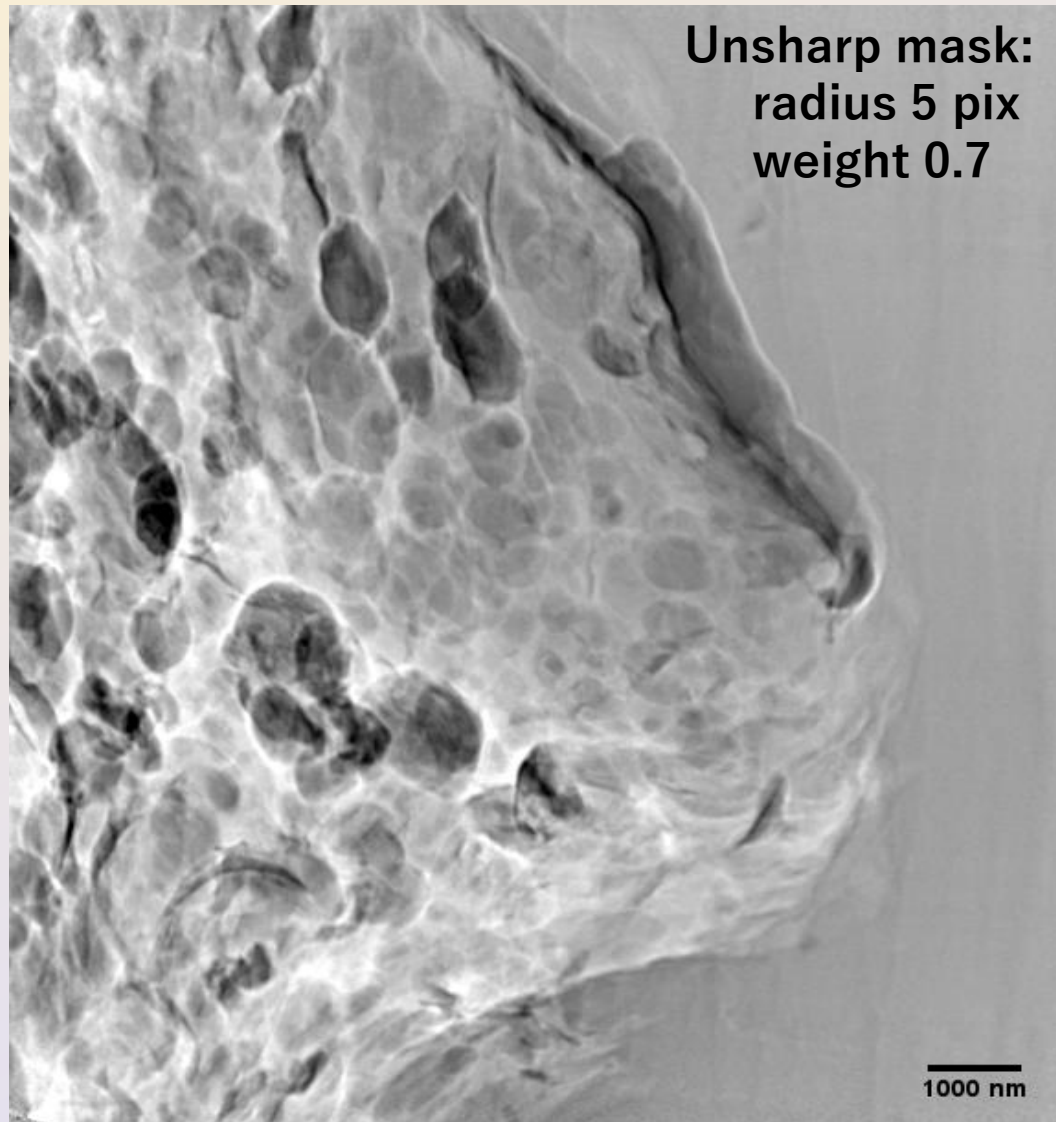
(87 nm/pixel)



Unsharp mask:
radius 10 pix
weight 0.9

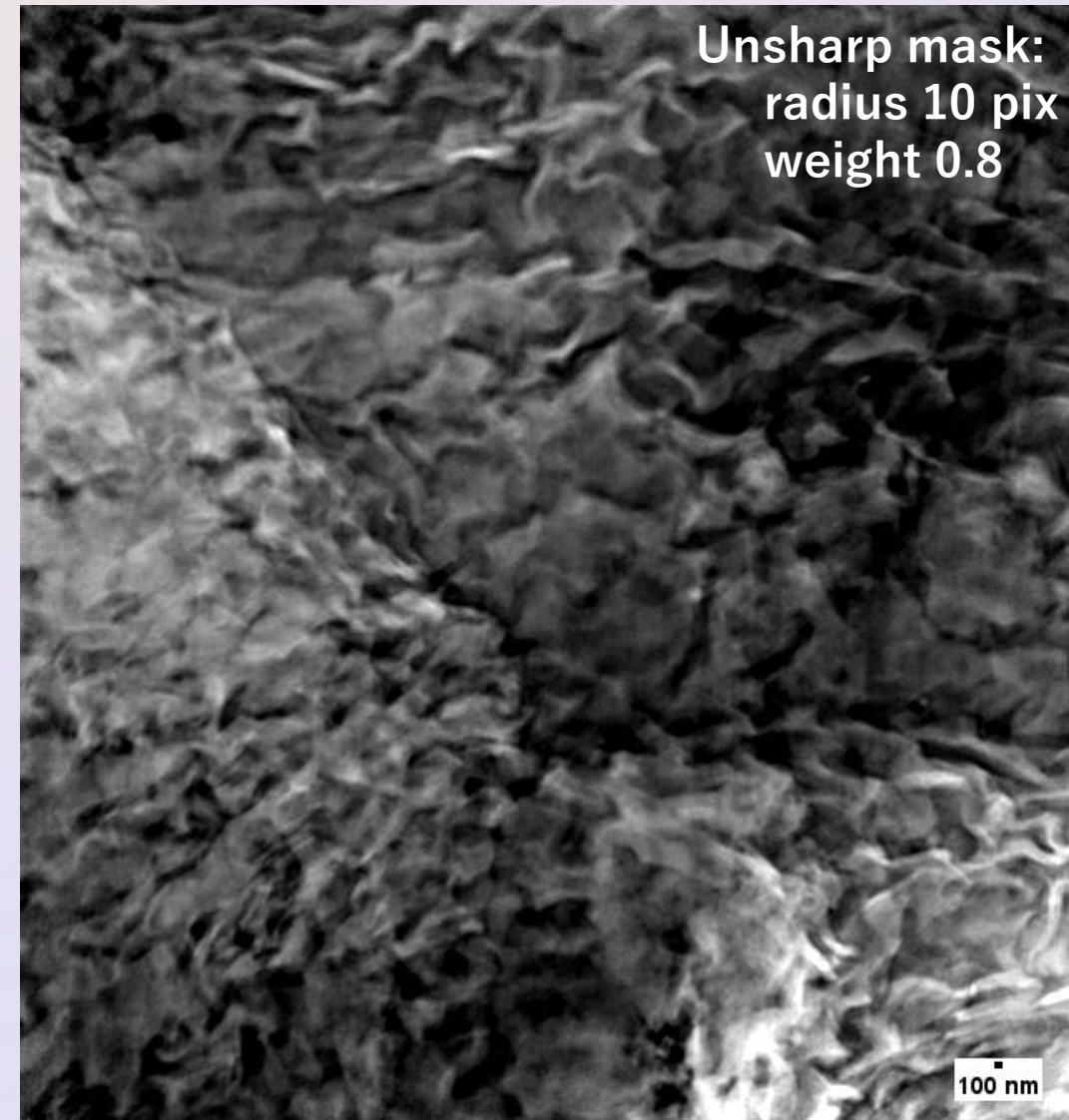
(87 nm/pixel)

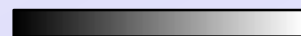
Sample1: $1\ \mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油



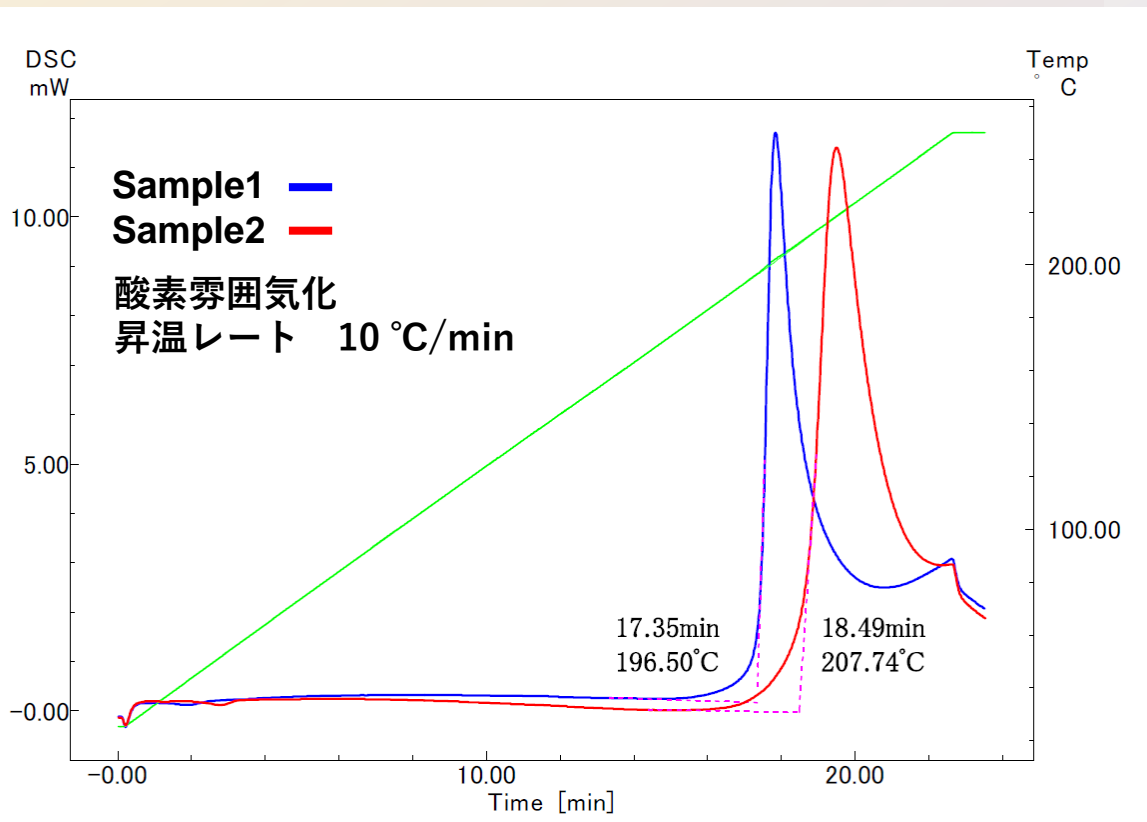
位相シフト(radian) (19.5 nm/pixel)
-0.36  0.68

Sample2: $0.1\ \mu\text{m}$ に乳化した粉末魚油



位相シフト(radian) (19.5 nm/pixel)
-0.63  0.29

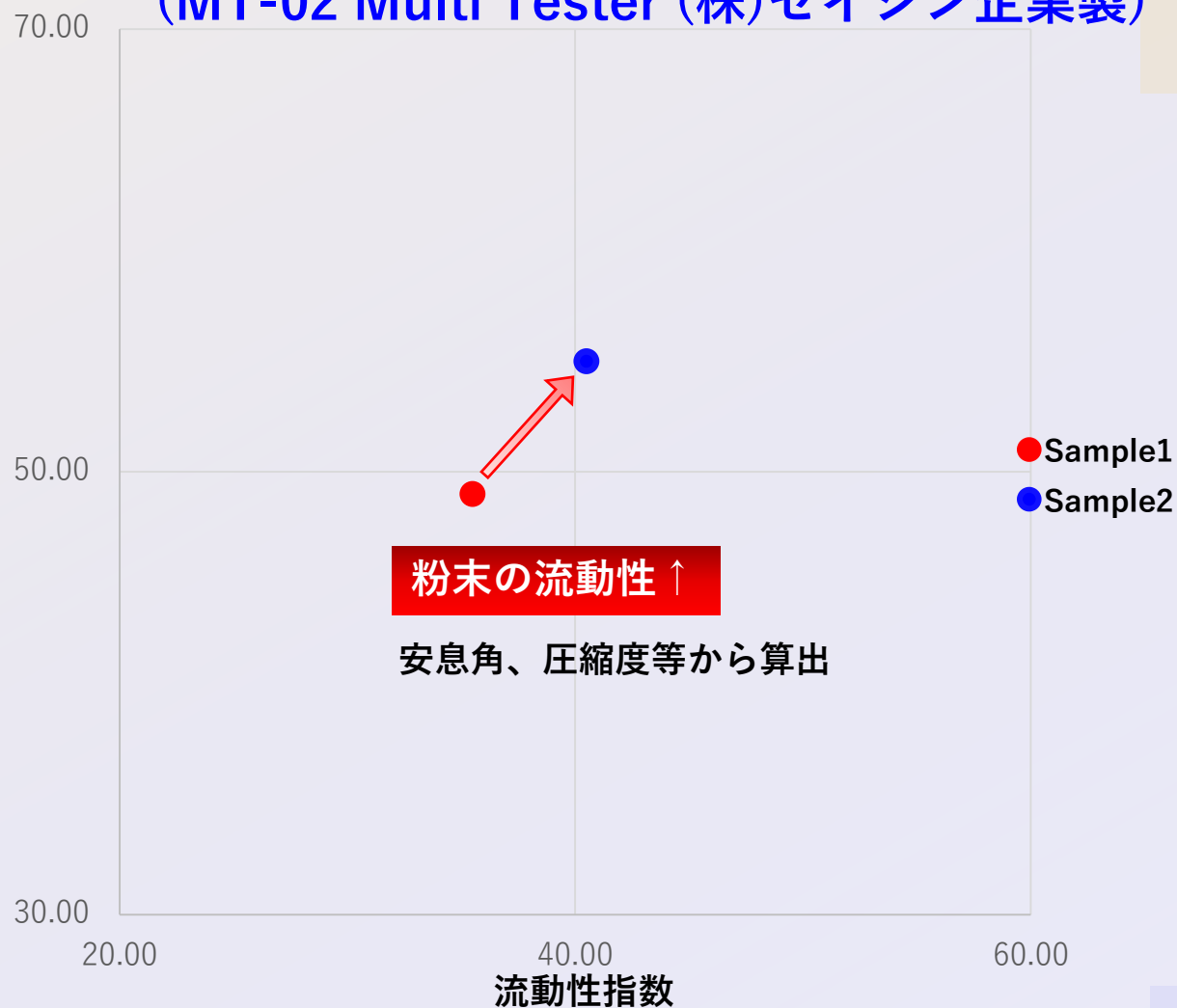
◆ DSC(示差走査熱量計)測定 (DSC60 plus (株)島津製作所製)



酸化開始温度 ↑ = 酸化抑制効果が高まったと推測

Sample1: 1 μ m に乳化した粉末魚油
Sample2: 0.1 μ m に乳化した粉末魚油

◆ パウダーテスター (MT-02 Multi Tester (株)セイシン企業製)



- ◆ 結像型X線CT、及びタイコグラフィで粉末魚油の**油滴分布**や**油滴の形状**を評価することができた
- ◆ Sample1に関しては、合一化によって**肥大化した油滴の形状**を評価することができた
- ◆ Sample2に関しては、**検出下限程度の微小さ**で**均一に分散**していると推測された