

異なる粒子径で作製したかんぴょう錠剤の性能評価

田中 孝国*、江口 智之、阪下 広海、加島 敬太、高屋 朋彰、川越 大輔
小山工業高等専門学校 物質工学科 (〒323-0806 小山市中久喜 771)

*tanakatakakuni@oyama-ct.ac.jp

Estimation of the performance of Kanpyo desiccating tablets made of different particle sizes

Takakuni TANAKA, Tomoyuki EGUCHI, Hiromi SAKASHITA, Keita KASHIMA,
Tomoaki KOUYA, and Daisuke KAWAGOE

National Institute of Technology, Oyama College

(771 Nakakuki, Oyama City, Tochigi Prefecture 323-0806, JAPAN)

(Received August 28, 2015; Accepted September 5, 2015)

Kanpyo (dried gourd shavings) consists of a lot of fiber and 95% water. We noticed this structure and performed basic preparation of a new desiccating tablet. In the research thus far, the Kanpyo desiccating tablet has demonstrated the ability to absorb 50–60 wt% water. However, water seepage oozed from the Kanpyo tablets after they absorbed the water. In this study, we examined how to stop water seepage from Kanpyo tablets. First, the Kanpyo powder particles were sieved to different sizes. Next, the Kanpyo powder of each particle size was machine pressed. The water-absorbing performance of each Kanpyo tablet was confirmed in a saturated container. The results show that the most suitable particle size was less than 75 μm . Tablets with this particle size showed continued water absorption for 300 hours.

Key words: Kanpyo / dried gourd / desiccating tablet

1. 背景

栃木県の代表的な農産物であるウリ科作物の干瓢(かんぴょう)は、夕顔の実を細長く剥いて紐状に切り、乾燥させた保存食として流通している。その一方で、かんぴょうの用途は限られた食品分野にとどまっており、輸入量の増加、生産者の高齢化や後継者不足により、国内生産量は減少傾向をたどっている。現在、かんぴょう果実の持つ食物繊維やミネラル成分を生かした機能的食

品としての開発が進められているが、消費量の増加にはまだつながっていない。

かんぴょうは果実 1 個あたり、水分 95%、タンパク質 0.5-1.0%、脂質 0.2%、糖分 2.0%、食物繊維 1-2%[1]、ミネラルとして特にカリウムが約 0.2% [2] 含有されていると報告されており、乾燥後は多孔質に富んだ構造体となることが知られている。

我々は、かんぴょうの多孔質性および吸水性に着目し、2011 年度よりかんぴょうを主原料とした乾燥錠剤の作

製を行っている [3]。この錠剤は、相対湿度 90%以上の条件下、約 50wt%の吸水率を示した。これは同条件下の包装用シリカゲルの示す 30-50wt%と同程度以上の吸水率であった。その一方で、かんぴょう錠剤(以下、錠剤)には問題点が 3 つ存在した。1 つ目は錠剤の強度が低く、崩壊しやすい点である。これは 2013 年度の研究において、食品用バインダーを添加して錠剤を作製したところ、デンプンもしくはヒドロキシプロピルセルロース(HPC) を 10 wt%添加することで、錠剤の強度上昇が可能であることが判明した [4]。2 つ目の問題点は、吸水後の錠剤はカビが繁茂してしまうことから、防カビの対応が必要であった。その対応として我々は、数種類の防腐剤を錠剤に添加する試験を行い、パラオキシ安息香酸エチルを防腐剤として 0.02wt%添加するとカビが繁茂しないことを前報で報告した [5]。

3 つ目の問題点は、飽和下で吸水した錠剤は、吸水率が約 50wt%を超えると、吸水した水を保持出来ずに滲出させてしまう現象である。これは、乾燥剤として致命的な点であった。今回我々は、吸水後に錠剤から滲出水が出てしまう現象を解決することを試みた。滲出水の原因の 1 つとして、乾燥材である B 型シリカゲル[6]の相対湿度低下による、水蒸気の放出(脱着)と類似した現象が考えられた。調湿敷マット等に使用される B 型シリカゲルは粒子の凝集が粗で径が大きい、粒子径が不揃いであること等から、湿度の変化に応じて、吸水と脱水を繰り返すことが知られており [6]、我々の錠剤の現象と類似していると考えられた。今回我々は、ふるいを用いて錠剤作製時のかんぴょう粉末試料の粒子径を揃えることによる滲出水への影響を検討したので報告する。

2. 実験操作

2-1 かんぴょう粉末試料の前準備

市販品である紐状のかんぴょう製品を試料として実験に使用した。市販品は、調理時の吸水性を高める目的で水分を約 20-30wt%含んでいる。そのため、これまでの報告[3-5]と同様に、製品を乾燥器(55℃、4 日)で乾燥

後に 1min のミル破碎を行い、かんぴょう粉末試料を作製し、以後の実験に使用した。乾燥方法については、安価で簡便な製造法の開発を目指しているため、特定の装置が必要な凍結乾燥法については、検討を行っていない。

2-2 かんぴょう粉末試料のふるい分け

破碎したかんぴょう粉末試料をふるい振とう機(アズワン MVS-1N)を用いてふるい分けを行った。用いたステンレスふるいのサイズは、100、90、75、63、53 μm の 5 種類であり、30 分間のふるい分けを行い、100、90、75、63、53 μm 以下の各々 5 種類のかんぴょう粉末試料と、100 μm 以上(粗粒)のかんぴょう粉末試料を作製した。同時に、上記の粉末はふるいの目以下の粒子径の干瓢粉末が含まれているため、より粒子径を揃える目的で、100-90、90-75、75-3、63-53 μm の粒子径を持つかんぴょう粉末試料を作成した。作製したかんぴょう粉末試料はふるい分けの際に水分を吸収しているため、蒸発皿にのせ乾燥器(50℃)で恒量になるまで再乾燥を行った。

2-3 かんぴょう粉末試料の錠剤化

かんぴょう粉末試料 0.50g をプレス成型することで錠剤化を行った。用いたプレス機は、ハンドプレス SSP-10A(SHIMADZU Excellence in Science)、プレス条件は 3t、5min である。ふるい分けを実施した全ての試料を同条件で成型を行った。

2-4 かんぴょう錠剤の吸水実験

成型した錠剤を秤量済みの磁性ルツボに入れ、図 1 の吸水実験装置に設置し、錠剤の重量の経日変化を測定することで吸水性を評価した。

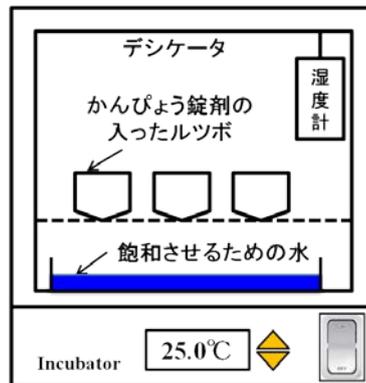


図 1 吸水実験装置の模式図 [3-5]

装置内はこれまで [3-5] と同様に、相対湿度 90%以上、25.0°Cに設定した。

2-5 かんぴょう錠剤の強度試験

吸水前後の錠剤について、材料試験機(島津 AUTODRAPHAGS-X)を用いて、圧縮の強度試験を実施した。試験速度 5mm/min で錠剤が破断するまでデータ収集を行い、それぞれの破断点を比較し、強度の比較を行った。尚、これまでの実験により、かんぴょう錠剤は、圧力がかけられた際にクラックが生じて崩壊することが判明している。本報告の破断点とは、材料試験中にクラックが発生したことで、試験圧力[N]が低下した点のことを示している。

3. 実験結果及び考察

3-1 ふるい分けを実施したかんぴょう錠剤の吸水特性

図2は、ふるい分けを実施した錠剤の外観写真である。粒径の違いによる外見上の色等の違いは無かった。

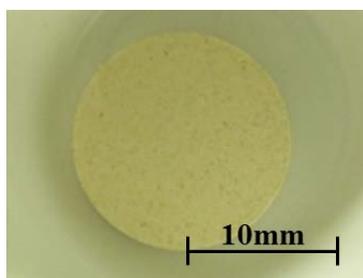


図2 ふるい分けを実施した錠剤 (75-63 μm)

100、90、75、63、53μm 以下の粒子径の粉末を含むかんぴょう錠剤の吸水特性を図3に示した。吸水率は以下の(1)式を用いて算出した。

$$\text{吸水率 [\%]} = \frac{\text{吸水した水の量 [g]}}{\text{錠剤の重さ [g]}} \times 100 \quad (1)$$

全ての条件において約 300 時間吸水を続け、総質量の

約 50-60wt%の吸水率を示した。100μm 以下は約 150 時間、90μm 以下は約 300 時間、63μm 以下では 420 時間、53μm 以下では 220 時間で滲出水 (図3) が見られたが、75μm 以下は実験終了時まで滲出水は見られなかった。更に図4より、吸水率が高い程、滲出水が早く見られることが判明した。75μm 以下が最も吸水率が低くなる原因の一つとして、錠剤の持つ空隙の減少が考えられた。様々なサイズの粒子径を含む紛体を充填(本実験ではプレス)した場合、大きな粒子間の隙間に小さな粒子が入り込み、密に充填することが知られている [7]。更に、空隙率が最小値を示す値は、紛体において常に一定ではなく、紛体の持つ小粒子の付着性によって変化することが知られている [8]。今回のミル破碎およびふるい条件によって得られた 75μm 以下のかんぴょう粉末粒子は、成型すると錠剤の空隙率が最小になる(比表面積が減少する)と考えられた。尚、空隙率および比表面積の関係式は、以下の Kozeny Carman の式によって把握可能である [9]。

$$S_w = \frac{14}{\rho} \sqrt{\frac{A \cdot t \cdot \Delta p \cdot \varepsilon^3}{\eta \cdot Q \cdot L \cdot (1-\varepsilon)^2}} \quad (2)$$

(2)の式中、 S_w は比表面積 [cm²/g]、 Q は t 秒間に粉体の充填層(断面積 A [cm²]、長さ L [cm])を透過した流体の体積であり、 ρ は粉体粒子の密度[g/cm³]、 ε は空隙率[-]、 Δp は圧力降下[Pa]、 η は流体の粘度[Pa · s]を示す。この式より、 L 、 A はプレス装置の金型およびプレス圧によって定まる定数である。また、 Δp 、 η 、 Q は本実験には関係のないパラメータであるため定数と仮定する。 ρ も錠剤を作製する材料はかんぴょうのみであるため、各条件のかんぴょう錠剤で一定とすると、空隙率、比表面積以外の数値は全て定数であると仮定できる。従って、(2) の Kozeny Carman の式から空隙率が減少する事により、比表面積が減少することが考えられた。

また、100、90μm では約 400 時間でカビの発生が見られたのに対し、75、63、53μm では実験終了時までカ

ビの発生が見られなかった。理由は不明である。

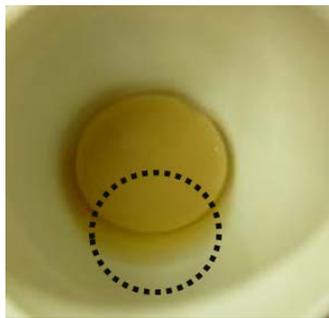


図3 滲出水の様子 (100 μm 以下)
(図中の点線は滲出水を示す)

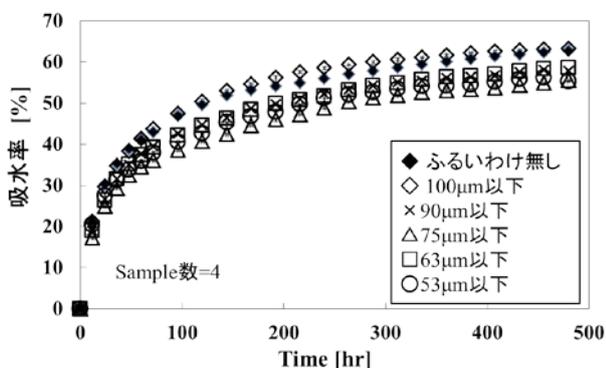


図4 粒径の異なる錠剤の吸水特性

(プロットについて：100 μm 以下とは、100 μm 以下の全ての粒子径を全て含んでいることを示す)

図5に100-90、90-75、75-63、63-53 μm の範囲の粒子径を含むかんぴょう錠剤の吸水特性を示した。こちらも全ての条件において約300時間吸水を続け、総質量の約50-60wt%の吸水率を示した。63-53 μm では、約300時間を超えると滲出水が見られたのに対し、100-90、90-75、75-63 μm では実験終了時まで滲出水は見られなかった。また、400時間を超えると全ての条件にカビが繁茂し、吸水率の減少が見られた。この現象の原因として、吸水した水分が蒸散して重量が減少したこと、カビの好気的な代謝により、かんぴょうに含まれる炭水化物が二酸化炭素として放出されたこと [10] 等が原因と考えられた。

図5より、カビが繁茂する前の400時間前までは、粒子径が小さい程、吸水率が高いことが判明した。一般的に

粒子径が小さい程、比表面積(単位質量あたりの表面積)は大きくなるため、かんぴょう錠剤も粒子径が小さい(表面積が大きい程)、吸水率は上昇することが判明した。また、63-53 μm の範囲でのみ滲出水が見られたことから、吸水率が上昇することにより、滲出水が見られやすく傾向があることが考えられたが、要因については現段階では不明である。

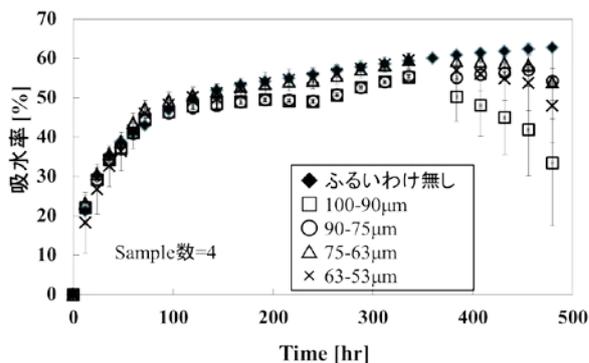


図5 粒径範囲の異なる錠剤の吸水特性

3-2 ふるい分けを実施したかんぴょう錠剤の吸水前後の強度比較

表1に100、90、75、63、53 μm 以下の粒子径を全て含むかんぴょう錠剤の、吸水前と吸水後の材料試験結果を示した。表1より粒状土の例[11]と同様に、吸水前では粒子径が小さくなるほど強度が低くなる傾向が見られた。吸水後は全てのサンプルにおいて、吸水前の強度の約8%まで減少することが判明した。

表1 粒径の異なる錠剤の強度測定 (Sample数=4)

粒子径 [μm]	破断点の値 [N]	
	吸水前	吸水後
100	57.9 \pm 3.4	1.61 \pm 1.4
90	35.8 \pm 1.1	0.57 \pm 0.2
75	33.8 \pm 2.8	0.71 \pm 0.3
63	34.5 \pm 7.6	0.53 \pm 0.09
53	31.3 \pm 2.0	0.43 \pm 0.1

続いて表2に100-90、90-75、75-63、63-53 μm の範囲

の粒子径を含む錠剤の、吸水前と吸水後の材料試験結果を示した。粒径の大きさに関わらず、吸水前では約45-46 [N]の強度を示した。吸水後は上記と同様に、全てのサンプルにおいて、吸水前の強度の約8%まで強度が減少することが判明した。

表2 粒径範囲の異なる錠剤の強度測定 (Sample 数=4)

粒子径 [μm]	破断点の値 [N]	
	吸水前	吸水後
100-90	45.5 \pm 3.0	3.13 \pm 1.6
90-75	46.2 \pm 3.0	0.75 \pm 0.2
75-63	46.0 \pm 5.1	0.60 \pm 0.4
63-53	45.9 \pm 1.0	1.57 \pm 0.77

3-3 カビの発生について

図6に、錠剤に発生したカビを示した。発生したカビは色が白もしくは黒であったことと、空中落下菌による汚染が考えられたため、これまでの報告 [3-5] 同様、一般的な毛カビ属もしくはコウジカビ属であると考えられた [12]。カビの繁茂の原因として、かんぴょうはグルコースやフルクトース等の遊離糖やミネラルが豊富なため [1,2]、吸水後にそれらの栄養成分が利用しやすくなったことが考えられた。尚、錠剤の防カビについては前報 [5] で報告済みである。吸水後の錠剤のカビ繁茂と粒径との関連については今回の実験では不明であった。

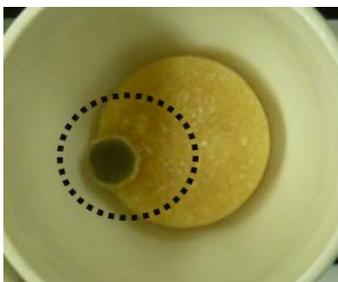


図6 発生したカビの様子 (100-90 μm)
(図中の点線は発生したカビを示す)

4. まとめと今後の展望

今回我々は、乾燥剤として開発中である、かんぴょう錠剤が吸水後に水分が保持出来ずに滲出してしまう現象の解決のために、シリカゲル乾燥剤を例に、錠剤作製前のかんぴょう粉末の粒径を揃えることに着目した。その結果、75 μm 以下の全ての粒子径の粉末を含む錠剤、100-90、90-75、75-63 μm の各々の範囲の粒子径の粉末を含む錠剤では、滲出水は実験終了時まで見られなかった。これらの粒子径で作られた錠剤は、吸水率が低い傾向が見られたことから、錠剤の比表面積が小さいことが考えられた。従って、粒子径を揃えて錠剤を形成するかんぴょう粉末の比表面積を制御し(吸水率は抑えられるが)、滲出水を防ぐことが可能であることが示唆された。本実験では、約50wt%の吸水率を示し、滲出水が観察されなかった条件の中で、最も容易にふるいわけ可能な75 μm 以下の粒子径を含む粉末が、錠剤の成型に適していた。

本報告で、かんぴょう錠剤の持つ3つ目の問題点が解決された。続いて、これらの修正を施した錠剤を作製し、温度や湿度条件を変化させた場合について検討する予定である。

参考文献

- [1] 小山商工会議所の「かんぴょううどん」ページ：
<http://www.oyama-cci.or.jp/kanpyou/> 等
- [2] 栃木県かんぴょう商業協同組合のかんぴょう専門
情報サイト：<http://www.kanpyo.jp/>
- [3] 田中孝国 他：かんぴょうを材料とした乾燥剤の作
製と評価, 電気化学会 技術・教育研究論文誌, Vol. 20,
No.1, pp.39-44 (2013)
- [4] 田中孝国 他：パインダーを添加したかんぴょう錠
剤の性能評価, 電気化学会 技術・教育研究論文誌,
Vol.21, No.1, pp.27-32 (2014)
- [5] 田中孝国 他：カビ対策として防腐剤を添加したか
んぴょう錠剤の性能評価, 電気化学会 技術・教育研究
論文誌, Vol.22, No.1, pp.17-21 (2015)

- [6] JIS Z 0701 包装用シリカゲル乾燥剤 (1987)
- [7] 鈴木 信夫:改訂六版 化学工学便覧, pp.258-259, 丸善株式会社(1999)
- [8] 鈴木 道隆, 大島 敏男:粒度分布のある付着性球形粒子ランダム充填層の空間率推定, 粉体工学会誌, Vol. 22, No. 9, pp.612-617 (1985)
- [9] 荒井 康夫: 粉体の材料化学, pp.185-186, 培風館 (1987)
- [10] 吉栖肇, 村上哲男:酵母展着多層フィルムによる食品の保存, 近畿大農紀要, No.27, pp.75-78(1994)
- [11] 福本 武明, 原 健夫: 粒状土の粒子強度分布に関する研究, 土木学会論文集, No.596, pp.91-99 (1998)
- [12] 相磯和嘉 他: 食品衛生学概説, pp.2-6, 光生館 (1991)