

製品滅菌機の洗浄と滅菌を 同時に行う次世代 CSIP 技術について



はやかわ・あつし
1997年 大日本印刷(株)
に入社, 2003年 (株)ア
セプティック・システ
ムに出向, 戦略市場開
発部, PET ボトル無菌
充填システムの開発に
従事

早川 睦 (時元翼, 玉川隆一)

1. はじめに

無菌包装 (Aseptic packaging) の歴史は、1961年 Hostettler らが容器を過酸化水素で殺菌した後、超高温 (UHT: Ultra High Temperature) で殺菌した牛乳を無菌的に充填し、初めて成功したことから始まった¹⁾。その後、この方式はレトルト殺菌のように容器を高温で処理しないため、耐熱性の不要な紙容器、カップ、パウチ、PET ボトルなど様々な容器に展開された。2011年から2015年における無菌包装の成長率は全世界で3.6%を示し、2015～2020年の成長率は4.5%と推測されている。特に中国・東南アジア地域は約8%と高い成長率が見込まれる²⁾。

大日本印刷(株) (以下、DNP) は45年にわたり、過酸化水素殺菌を活用した様々な食品包装の無菌

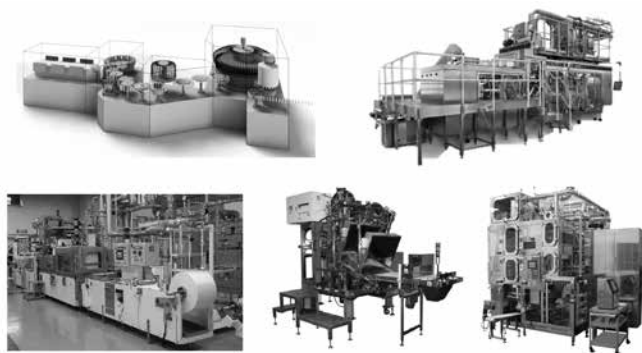
充填システムを開発してきた (第1図)。(株)アセプティック・システムはDNPのグループ会社であり、PET ボトルの無菌充填システムを専門に開発している。

無菌充填システムは、製造終了から次の製造開始までの間に、配管、タンク、充填機の定置洗浄 (以下、CIP: Cleaning In Place) を行うだけでなく、これらの機器滅菌 (以下、SIP: Sterilization In Place) も行う必要がある。

また、国内のPET ボトル無菌充填システムの多くは多品種小ロット生産で稼働しているため、年間の切替回数はラインによって違いはあるものの、300～500回程度である。故に、生産間における切替時間の短縮化は、ラインの生産能力を高める。

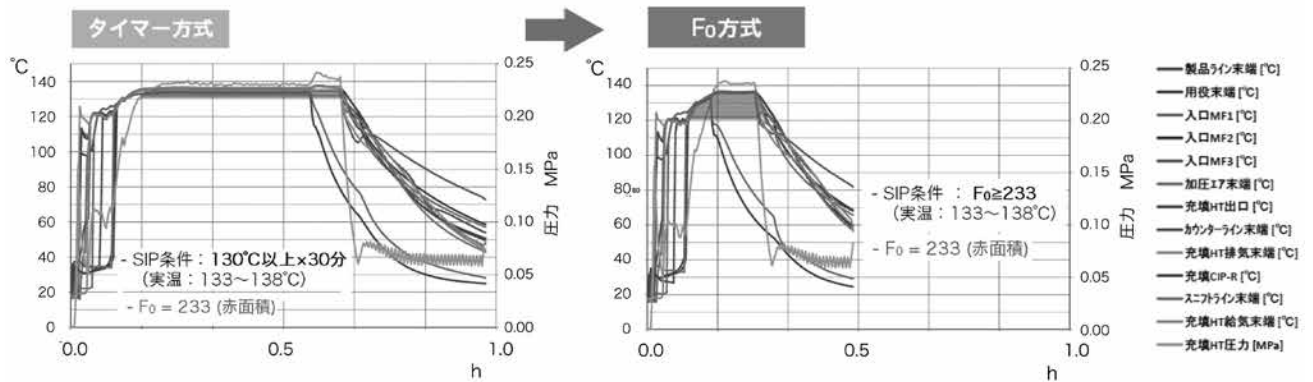
そこでわれわれはまず無菌充填システムのSIP時間に着目し、現行と同等の無菌性を担保したままSIP時間を短縮できないか検討した。その結果、SIP時の温度センサーの値より殺菌値 (F値) を1秒毎に算出し、F値を積算するソフトウェア (呼称: F₀方式) を2012年に開発した。本ソフトウェアの導入により、従来1時間ほどかかっていたSIP時間を約30分間に短縮し、大幅な生産性の向上 (最大50%) を実現した (第2図)。現在、国内の約30ラインで実施されている。この技術の詳細は序論で述べる。

次に、さらなる切替時間の短縮化を目的に、CIPとSIPを同時に行うことで、SIPそのものを無くせないか検討した (以下、CSIP)。2017年、



第1図 DNPの無菌充填システム

- (上左) PET ボトル無菌充填システム
- (上右) 紙容器無菌充填システム (SIG Combibloc)
- (下左) ポーション無菌充填システム
- (下中) BIB 無菌充填システム
- (下右) パウチ無菌充填システム



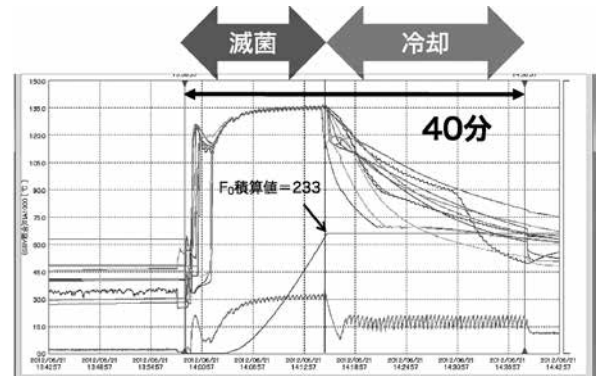
第2図 タイマー方式と F_0 方式の比較 (カラー図表をHPに掲載C032)
 F_0 方式は従来SIPの下限条件と同等の殺菌値(F_0 値)でSIPを終了します

CSIPの実用化に成功し、現在製造で使用されている。その実用化までの開発経緯と実機での検証結果を本論で述べる。なお稿末に、CIPで使用する洗浄剤そのものの殺菌効果について評価した結果を添付する。

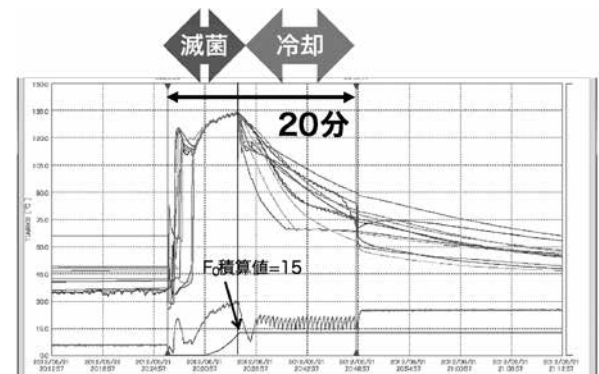
2. SIP時間の短縮化技術 (F_0 方式) について

PETボトル無菌充填システムでは、製品滅菌機(UHT)、アセプティックタンク、充填機、除菌エアフィルターといった無菌化に必要な機器類に対し、各10~20個の温度センサーを取り付けて滅菌状態を確認している。従来のSIPは、これら温度センサーの温度が所定温度に達温してからの時間をカウントすることによりSIPを行ってきた(呼称:タイマー方式)。この方式は、最低温度を示すセンサーが酸性飲料で121.1°C、低酸性飲料で130°Cに達してから、15分間(高酸性飲料)または30分間(低酸性飲料)の維持で滅菌完了としていた。温度と時間が異なる理由は製品により無菌性に必要な殺菌値が異なるためである。

これに対して、われわれはSIP系内における各温度センサーの最低温度から殺菌値(F_0 値)を積算する「 F_0 方式」を開発した。製品液ラインでは、 $F_0 \geq 233$ (低酸性飲料)、 $F_0 \geq 15$ (高酸性飲料)と設定することで、タイマー方式と同等の殺菌値が得られる。 F_0 値は熱量の積算値であるため、SIP工程がスタートして機器を加熱し始めた段階から F_0 値を取り込み、積算することが可能である。実際には機器をコントロールするPLC



第3図 低酸性飲料向けSIPの所用時間(30~40分)
(カラー図表をHPに掲載C033)



第4図 高酸性飲料向けSIPの所用時間(20~30分)
(カラー図表をHPに掲載C034)

(Programmable Logic Controller)で1秒毎にすべての温度センサーからの温度を測定し、その最低温度を使って F_0 値を積算している。そして F_0 値が設定値に達したところで滅菌完了と判定し、機器冷却へと工程が進む。

F_0 値を算出するにあたり、「べき乗」の計算処理が必要になる。昨今のPLCの性能向上のおかげでこのべき乗の計算が、しかも高速でできるようになった。こうした制御方法により、従来は1時

第1表 洗浄性テストにおけるCIP条件

製品	洗浄剤	濃度	循環時間	HTU温度
緑茶	苛性ソーダ	1%	15分	・80℃ ・140℃
	塩素化アルカリ	・苛性ソーダ：1% ・塩素濃度：600ppm	15分	・80℃ ・140℃
	リン酸	1%	15分	・80℃ ・140℃
ミルク コーヒー	苛性ソーダ	1%	15分	・80℃ ・140℃
	塩素化アルカリ	・苛性ソーダ：1% ・塩素濃度：600ppm	15分	・80℃ ・140℃
	リン酸	1%	15分	・80℃ ・140℃

間程度かかっていたSIPが低酸性飲料で30～40分(第3図)、高酸性飲料で20～30分(第4図)へと短縮できた。またこれに伴い蒸気の使用量も大幅に削減され、ボイラーの負荷が低減されて省エネルギーやコストダウンの効果が得られた。

3. CIPとSIPの同時化技術(CSIP)について

PETボトル無菌充填システムの生産間の切替時間に関して、従来包装ラインや調合等の前処理を除き、アセプティックタンクや充填チャンバー内の洗浄・滅菌時間は約150分かかっていた。しかし、近年その時間は飛躍的に短縮され、最新設備では約80分で完了する。ところが、製品滅菌機は、CIPとSIPに少なくとも約130分以上要している。詰まるところ、製品滅菌機のCIPとSIPが短縮されない限り、切替時間の短縮化は困難である。

そこで、われわれはCIP流量を維持したまま、CIP温度をSIP温度まで上げ、CIPとSIPを同時に行い、CIPだけでSIPまで完了できないか検討した。その実用化までの開発経緯と実機検証結果を述べる。

4. CSIPのラボ検証結果

CIPの温度をSIPの温度で行うCSIPを開発するにあたり、製品滅菌機の洗浄性、脱臭性、腐食性、および無菌性の維持監視方法について検討した。

I-1 ラボ洗浄性確認テスト

<目的>

140℃CIPの洗浄効果を一般的な80℃CIPと比較する。

<方法>

①擬似汚れの付着：製品(緑茶、ミルクコーヒ



(左) 第5図 岩井機械工業(株) 小型UHT



(右) 第6図 拭き取り検査の様子(HTU出口)

ー)をホールディングチューブ(以下、HTU)の出口温度が140℃の条件で9時間循環させた。

②拭き取り検査(洗浄前サンプル)

③第1表の条件でCIP実施

④拭き取り検査(洗浄後サンプル)

⑤有機物・無機物の総量を80℃、140℃CIPで比較

・装置：岩井機械工業(株)製 小型UHT(運転時60L/h, CIP時140L/h)(第5図)

・拭き取り箇所：HTU直後の配管(第6図)

・有機物：フキトリマスター試薬キットを使用

・無機物：エクリンカルテスターを使用

※理工協産(株)にて評価

<結果>

誌面の都合上、代表的なテスト結果のみ示す。

(1) 有機物の除去効果

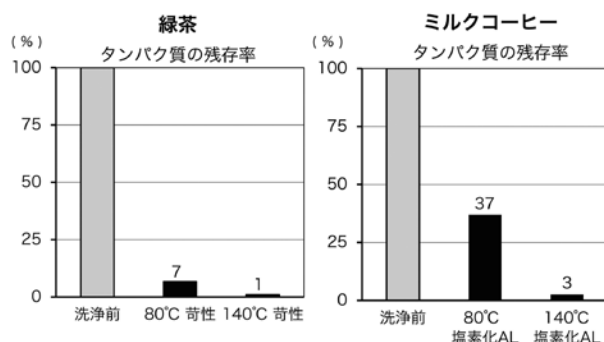
・緑茶、ミルクコーヒーの有機物の洗浄性テスト結果を第7図に示す。

・140℃のアルカリCIPは一般的な80℃CIPよりも有機物の除去効果が高いことを確認した。

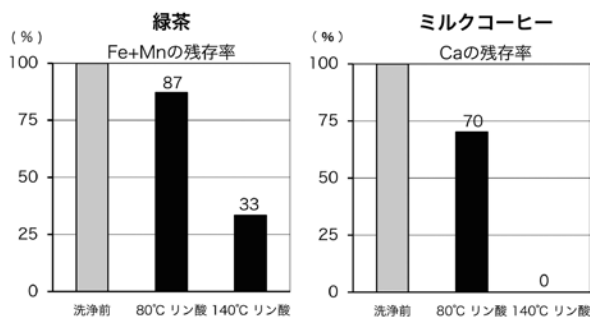
(2) 無機物の除去効果

・緑茶、ミルクコーヒーの無機物の洗浄性テスト結果を第8図に示す。

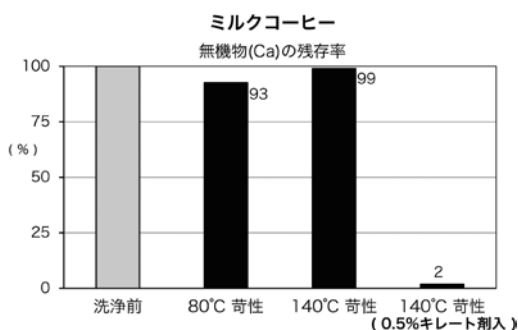
・140℃リン酸のCIPは一般的な80℃CIPよ



第7図 洗浄性テストの結果：有機物



第8図 洗浄性テストの結果：無機物



第9図 洗浄性テストの結果：無機物 ※キレートの効果

りも無機物の除去効果が高いことを確認した。

(3) キレート剤添加苛性ソーダによる無機物の除去効果

- ・ミルクコーヒーの無機物の洗浄性テスト結果を第9図に示す。
- ・苛性ソーダを80°Cから140°Cに上げてCIPしても無機物(Ca)は除去できなかった。そこで、140°C苛性ソーダに0.5%のキレート剤を添加した結果、残存無機物は2%まで除去できた。従って、キレート剤入り140°C苛性ソーダのCIPは、有機物だけでなく無機物も同時に除去できることを確認した。

I - 2 ラボ脱臭効果確認テスト

<目的>

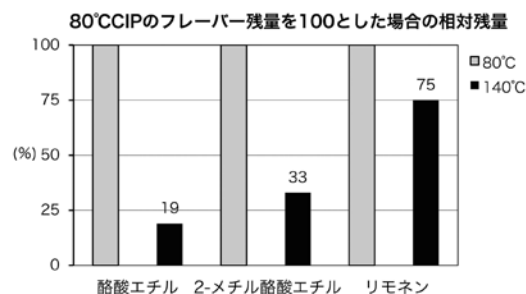
140°C CIPの脱臭効果を一般的な80°C CIPと比較する。

<方法>

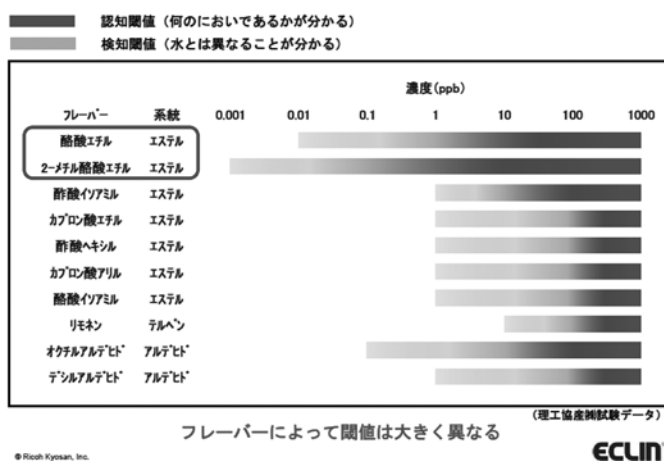
①着香工程：オレンジジュース (PETボトル入り飲料) をHTU出口115°Cの条件で4時間循環 (30°C→115°C→30°C)。

②CIP工程：苛性ソーダ約2%，循環15分，80°Cと140°Cの2条件で実施。

※洗浄前サンプルとして、CIPの初期濯ぎ水をサンプリング



第10図 脱臭テスト結果



フレーバーによって閾値は大きく異なる

第11図 フレーバーの閾値 (カラー図表をHPに掲載C035) (理工協産殿 資料提供)

③濯ぎ工程：

- ・80°C CIP：常温の水を給水し20分間濯ぐ
- ・140°C CIP：140°Cで10分間濯いだ後、常温の水でさらに10分間濯ぐ

※洗浄後サンプルとして、CIPの最終濯ぎ水をサンプリング

④洗浄前後の濯ぎ水をGC/MS分析し、濯ぎ水中に含まれる酪酸エチル、2-メチル酪酸エチル、リモネンの量を測定

※理工協産(株)殿にて評価

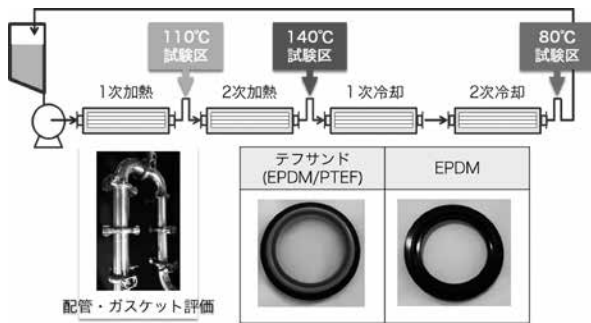
⑤80°Cと140°Cの各フレーバーの残存量を比較

・装置：岩井機械工業(株)製 小型UHT (着香工程80 L/h, CIP時140 L/h)

・接液部のガスケット：EPDM製

<結果>

80°Cと140°C CIPの脱臭テスト結果を第10図に示す。最終濯ぎ水中に含まれる代表的な指標フレーバーである酪酸エチル、2-メチル酪酸エチル、リモネンの残存量は、一般的な80°C CIPよりも140°C CIPの方が少ないことを確認した。特に140°C CIPの条件は、酪酸エチル、



第12図 腐食性テスト装置 (ガスケット, 配管)

第2表 腐食性テストにおける CIP 条件

洗 浄 剤	濃 度	循環温度
苛性ソーダ	苛性ソーダ：5% (有効塩素600ppm)	・80°C ・110°C ・140°C
塩素化アルカリ	5%	・80°C ・110°C ・140°C
リン酸	5%	・80°C ・110°C ・140°C

2-メチル酪酸エチルに対して高い脱臭効果が得られた。これらのフレーバーは多くの果汁飲料やエナジードリンクに含まれており、かつ検知閾値が0.01-0.001ppbと極めて低いフレーバーであるため、今後高温 CIP による高い脱臭効果が期待される (第11図)。

II. ラボ腐食性確認テスト

<目的>

高温 CIP によるガスケット, 配管への影響を確認する。

<方法>

・供試ガスケット：テフサンド (EPDM/PTFE), EPDM※1

・供試配管：SUS304, SUS316L※1

※1 実機と同じ岩井機械工業(株)製

・腐食性テスト装置 (第12図)

・CIP 条件：第2表 (腐食性を確認するため洗剤は高濃度の5%で実施)

・洗浄時間：150h (CIP 循環30分/回 × 切替300回/年 ≒ 実機1年相当)

・ガスケットの評価方法：外観検査, 紙へのスクラッチ評価, 重量測定

・配管の評価方法：外観検査, JFE テクノリサーチ殿にて分析

<結果>

誌面の都合上, 代表的なテスト結果のみ示す。

材質	テフサンド (EPDM/PTFE)			EPDM		
	80°C	110°C	140°C	80°C	110°C	140°C
塩素化アルカリ						
苛性ソーダ						
リン酸						
※未処理						

□：劣化が確認された試験区

第13図 ガスケット腐食性テスト結果

(150h 処理≒約1年相当) (カラー図表を HP に掲載 C036)

(1) ガスケット (第13図)

・テフサンド：すべての試験区で腐食は見られず良好な結果であった。

・EPDM：140°C塩素化アルカリの試験区のみ劣化が確認された。そのため、塩素化アルカリによる EPDM 製ガスケットの CIP 温度と処理時間の影響を追加テストとして行った。テスト結果より EPDM 製ガスケットは、140°C塩素化アルカリで75時間が上限であり、1~2回/週の使用頻度であれば、1年間メンテナンスなしで使用可能と判断した。

紙へのスクラッチ評価結果においても、140°C塩素化アルカリの120h, 150h 試験区は他よりも EPDM 製ガスケットに含まれる充填剤 (カーボン等) の析出が多く見られた。

(2) 配管

・140°C塩素化アルカリの試験区で SUS304 配管の一部が変色した。それ以外で SUS 配管の外観変化は見られなかった。

・変色した SUS 配管を JFE テクノリサーチ(株)殿で分析した結果、腐食に起因すると推測される腐食孔や粒界は認められず、腐食・孔食している可能性は低いとの結果を得た。

III. 製品滅菌機の無菌性監視方法の開発

<目的>

製品滅菌機の HTU を通過する液の殺菌価 (F 値) を連続的に測定するソフトを開発する。

<方法>

・製品滅菌機の流量と HTU 体積より HTU 通過時間を1秒毎に算出。

・HTU 出口温度, 低酸性飲料・高酸性飲料向



第14図 実機検証：S&T式熱交換器

け基準温度とZ値より、1秒毎のF値を算出。全データを記録・保管。

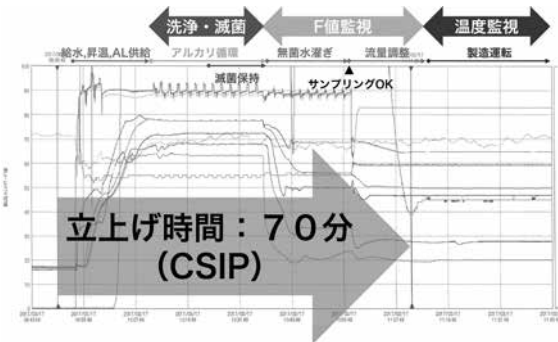
- ・全製品の滅菌パラメーターに滅菌下限F値を設け、CSIP中のみ従来の殺菌温度低下異常をこのF値で監視。

<結果>

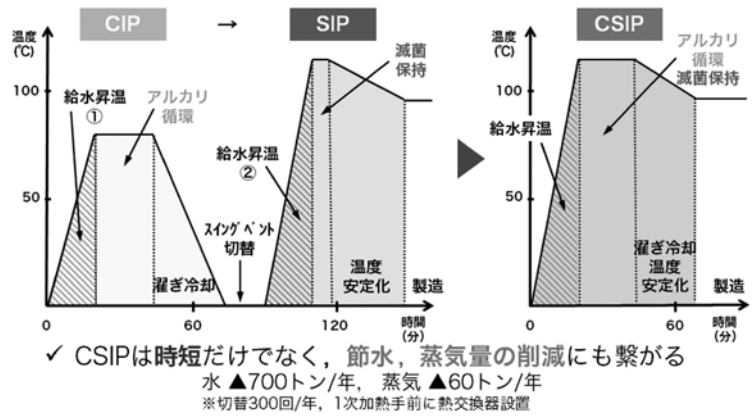
これまで製品滅菌機でSIP終了後から次の生産条件へ移行する間は、HTU出入口温度を基準温度±1~2℃で制御させながら殺菌温度低下異常が発生しないように、循環している無菌水の温度を緩やかに変化させ、次の生産条件へ移行していた。しかし、今回F値制御を導入したことで、新水を供給しながら製品滅菌機内を最大流量で濯いでも殺菌温度低下異常は起きず、しかも温度と流量を同時に変化させ、無菌性を維持・監視しながら速やかに次の製造条件へ移行することができた。

5. CSIPの実機検証結果

実機UHTは生産時最大31m³/h, CSIP時40m³/h,



第15図 CSIPのトレンドグラフ (カラー図表をHPに掲載C037)



第16図 CIPとSIPの同時化を検討(カラー図表をHPに掲載C038)

滞液量2,320Lのシェル&チューブ式熱交換器で検証した(第14図)。

(1) CSIPのトレンドグラフ

実機でのCSIPのトレンドデータを第15図に示す。製造終了後CSIPを起動させ、給水・達温後、洗浄滅菌を同時に行い、F値を監視しながら洗剤を濯ぎ、温度条件を次の製造条件へ移行した。CSIPの立ち上げ時間は70分で完了した。製品滅菌機を満水にするための給水工程(2,320L)と洗浄滅菌温度までの昇温工程は、従来CIPとSIPに其々(それぞれ)1回ずつ行っていたが、CSIPは1回のみとなり(第16図の斜線部)、節水と省エネルギーに繋がった。

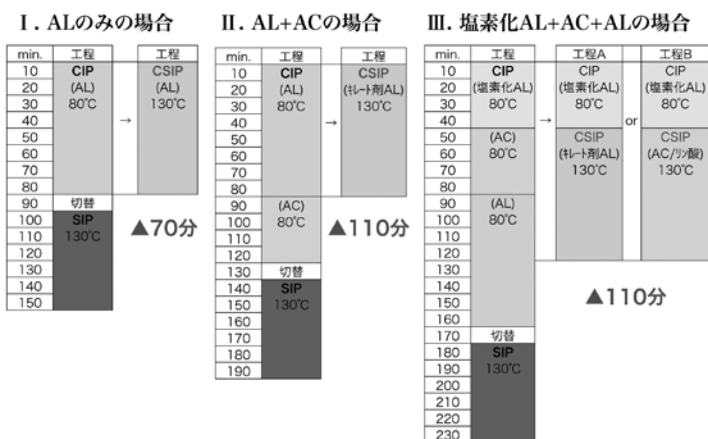
(2) CSIPの無菌検証：培地充填テスト結果

液体培地を調合より送液し、CSIPで立ち上げた製品滅菌機で培地を滅菌し、PETボトル無菌充填機で約1万本充填した。30℃で1週間培養した後、腐敗ボトルがないか全数目視検査で確認した。このテストを計4回行った結果、すべて陰性であったため、CSIPによる無菌性が実証された。

(3) CSIPの洗浄性テスト結果

製品Aを25時間製造した後、CSIPを起動させ、洗浄性を確認した。CSIPの条件は苛性ソーダ2%、循環25分で行い、拭き取り箇所はラボテストと同様に最も汚れが多いHTU近傍の配管で実施した。その結果、CSIP後の有機物・無機物の残渣はなく、洗浄性は良好であった。

また、実機のCSIPにおけるCIPパターンについて補足する。従来のCIPパターンを大別すると、主に3パターンあり、アルカリのみで洗浄する場



第17図 CSIPの洗浄・滅菌パターン (カラー図表をHPに掲載 C039) (左: CIP→SIP, 右: CSIP)

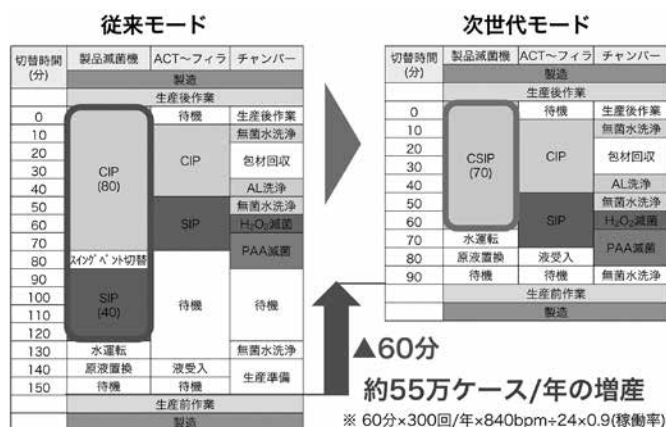
合、アルカリ+酸で洗浄する場合、塩素化アルカリ+酸+アルカリで洗浄する場合があります。これら3パターンを、CSIPで立ち上げると第17図のパターンとなる。いずれも最終のCIP工程をSIPと兼ねてCSIPで立ち上げ、時短を図る。無論、製品液の中身や殺菌温度、製造バッチ数によりこれらのパターンは適宜変更可能である。

(4) CSIPによる腐食性評価

実運用後、約1年であるが、腐食性に関するトラブルは発生していない。製品液の特性上、CSIPで塩素化アルカリを使用する必要がなく、アルカリは苛性ソーダのみで運用している。

(5) CSIPの時短効果

従来、PETボトル無菌充填システムでは、生産後作業から生産前作業までの洗浄・滅菌に約150分要していたが、CSIPを導入することで約90分まで短縮することができた。時短効果は約60分である。840bpm (bottle per minute) の



第18図 CSIPによる時短効果 (カラー図表をHPに掲載 C040)

PETボトル無菌充填システムにおいて年間300回の切替、稼働率90%で試算すると、年間約55万ケースの増産に繋がる見込みである(第18図)。

6. CSIPのまとめ

(1) 3つの課題であった洗浄・脱臭性、腐食性、無菌性について評価し、実運用レベルで問題ないことを確認した。

(2) 製品滅菌機のF値をリアルタイムで監視するソフトを開発した。これにより、無菌状態を維持・監視しつつ、洗剤を濯ぎながら

生産状態まで速やかに移行することができた。

(3) CIPとSIPの同時化により約60分の切替時間短縮が可能になった。CSIPは生産革新技術と考える。

(4) CSIPは高温CIPであるため、飲料工場の問題となる代表的なフレーバー(酪酸エチル、2-メチル酪酸エチル、リモネン)の脱臭効果も認められた。

(5) CSIPはCIPとSIPを行っているすべての無菌充填システム(第1図)で実施可能である。

7. おわりに

今回、液処理設備におけるSIP時間の短縮化技術(F₀方式)と製品滅菌機のCIPとSIPを同時に行うCSIPについて述べた。

CSIPに関し、乳業工場では30年以上も前から、製造中、製品滅菌機の汚れを除去するために、製造を一時中断し、製品を苛性ソーダ液やリン酸液に置き換えて、生産条件のまま140°C以上の高温でCIPを行っていた(呼称:中間洗浄)。すなわち高温CIPによる装置への影響については、設備構成が若干異なるものの、多数の実績がある。

一方、汚れが牛乳、練乳、ココア、バターミルクによる皮膜の場合、80°C以上の高温CIPは、洗浄性が同等かまたは低下するとの意見もある^{3,4,5)}。われわれの行ったミルクコーヒーやブラックコーヒーのCSIP洗浄性テストでも、汚れが過多になると苛性ソーダだけでは同様の傾向になる場合もあった。しかし、140°Cの塩素化アルカリを使用

第3表 各洗浄剤の殺菌結果 (浸漬時間 10 分 ×75°C × 濃度 2%)

分類	菌名	殺菌効果			
		リン酸	硝酸	苛性ソーダ	塩素化アルカリ (有効塩素 600ppm)
細菌	<i>Bacillus amyloliquefaciens</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Bacillus circulans</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Bacillus coagulans</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Bacillus licheniformis</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Bacillus megaterium</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Bacillus pumilus</i>	△	◎	○	◎
	<i>Bacillus smithii</i>	△	◎	△	◎
	<i>Bacillus subtilis</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Bacillus toyonensis</i>	△	◎	△	◎
	<i>Brevibacillus choshinensis</i>	△	◎	◎	◎
	<i>Brevibacillus laterosporus</i>	△	◎	○	◎
	<i>Geobacillus stearothermophilus</i>	△	◎	△	◎
	<i>Paenibacillus alvei</i>	△	◎	△	◎
	<i>Paenibacillus macerans</i>	△	◎	△	◎
酵母	<i>Schizosaccharomyces pombe</i>	○	○	○	○
	<i>Zygosaccharomyces bailii</i>	○	○	○	○
放線菌	<i>Actinomadura nitritigenes</i>	△	○	○	○
カビ	<i>Hamigera avellanea</i>	○	○	○	○
	<i>Neosartorya hirsutiae</i>	△	○	○	○

記号：◎：6Log以上，○：5Log以上，△：5Log未満

すると洗浄効果は極めて良好であった。

また CIP で使用する苛性ソーダや硝酸は、古くから殺菌効果があることが知られている^{6, 7, 8)}。これまでに弊社で耐熱性および薬剤耐性の高い約

60株に対する洗浄剤の殺菌効果を調査した。代表的な菌のテスト結果を第3表に示す。その結果、塩素化アルカリと硝酸には高い殺菌効果が認められた。今後、CIP 液そのものの殺菌特性も活用し、高品質を維持したまま、さらなる無菌充填システムの製造原価低減と環境負荷低減に貢献していきたい。

*** 謝辞**

CSIP の開発に関し、ご助言を賜るとともに、本掲載に際してもご快諾を頂きました岩井機械工業株式会社と理工協産株式会社に、この場を借りて心より厚く御礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 八木直樹, 食品の無菌化包装システムハンドブック, サイエンスフォーラム, p281-295(1993).
- 2) Harikrishnan Pillai, Asian aseptic market: growth prospects through 2020, *Aseptipak Asia 2016*, Zenith Global Ltd p8(2016).
- 3) Schlussler, H. J. : *Milchwissenschaft*, **25**, 133(1970)
- 4) 吉良泰成, 食品工場におけるサニテーション, *New Food Industry*, **40**, No.1, p49-57(1997)
- 5) 森信二, 田中孝, 豊田活, 遠藤光春, 乳業工場の洗浄における管理ポイント, 乳業技術, **51**, p45-57(2001)
- 6) 太刀川善作, 高原勝広, 曾根忠平, CIP における殺菌方法, 食品工業, **23**, No.12, p49-56(1980)
- 7) 亀井俊郎, 中井芳江, 佐藤順, 夏目朱美, 杉本泰子, 野田勝彦, 生乳 *Bacillus sphaericus* 孢子に対する水酸化ナトリウム, 硝酸および過酸化水素の殺菌効果, 防菌防黴, **16**, No.9, p411-418(1988)
- 8) 芝崎 勲, 改訂新版・新・食品殺菌工学, p380-381(1998)



【新発売】

食品加工技術シリーズ DVD

第 16 巻 目で見る清涼飲料水の製造技術

—その2 果実飲料, 茶系飲料, ミネラルウォーター, コーヒー飲料—
に**英語字幕を加えたバージョンを作成しました**(日本語音声)
〔NTSC 形式, PAL 形式〕 定価 30,000 円 (税込, 送料別)

内容

◇果実飲料の製造; 2ピース缶と液体窒素充填・内圧検査, 紙容器への無菌充填 ◇緑茶飲料の製造; 抽出, ろ過, 加熱殺菌・充填・密閉・転倒殺菌 ◇ミネラルウォーターの製造 ◇コーヒー飲料の製造他
※解説書は添付していません

海外での日本の清涼飲料製造技術の紹介や教育などにご利用下さい!!

(NTSC, PALはDVDプレーヤーの形式で, 使用する国によって異なりますのでご注意ください)