

# 試験研究報告

平成17年度

福島県  
ノイテックプラザ  
FUKUSHIMA TECHNOLOGY CENTRE

# 平成17年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告 目 次

## ○研究開発事業

### 公募型新事業創出プロジェクト研究事業

- 1 食品残滓等の高度利用システムの確立と事業展開（第2報）…………… 1  
－有機性廃棄物の高度生物処理に関する新規微生物の検索と  
高度化学処理及び素材化技術に関する研究－  
研究開発部プロセス技術グループ 池田信也 渡邊 真 大野正博  
常磐興産株式会社  
常磐開発株式会社  
有限会社バイオインテック  
いわき明星大学科学技術学部
  
- 2 ナタデココ類生産菌を用いた新機能性食品の開発…………… 5  
－農産物の機能性成分を保持した素材化技術の開発と応用<その1>－  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
鈴木英二 谷口 彩 小野真紀子  
河野圭助  
  
郡山女子大学  
株式会社太田酢店  
トーニチ株式会社  
株式会社かねほん  
旭乳業株式会社  
サンヨー缶詰株式会社

### 地域活性化共同研究開発事業

- 1 マイクロ構造を持つ微細プラスチック部品成形技術の開発（第2報）…………… 9  
研究開発部プロセス技術グループ 本田和夫 三瓶義之  
安斎弘樹 伊藤嘉亮  
モルデック株式会社 竹内 忍 加川秀見  
駿河精機株式会社 金成伸治 鈴木裕宣 吉津達美
  
- 2 液晶用ディンプル型反射板製造法の開発…………… 13  
研究開発部プロセス技術グループ 吉田 智 菅原康則 富田大輔  
フガク工機株式会社東北工場 村上正弘 下嶋勇人  
パーフェクトン株式会社 佐原二夫 菊地 康 川名英彦  
株式会社アンデスインテック 馬上幸一 木村龍彦
  
- 3 常圧過熱水蒸気を利用した食品の微生物制御及び加工技術の開発…………… 15  
－ソバ常在微生物に対する過熱水蒸気の殺菌効果－  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
小野和広 遠藤浩志  
株式会社シスコムエンジニアリング 長澤正輝 須田征人 永山公一  
高木三鶴  
阿部製粉株式会社 山田純市  
郡山女子大学 庄司一郎

- 4 新エネルギー発電システムの開発……………19  
 研究開発部システム技術グループ 高橋 淳 尾形直秀 大内繁男  
 高樋 昌 平山和弘 浜尾和秀  
 吉田英一  
 北芝電機株式会社 佐々木英 二瓶裕勝  
 有限会社エイチ・エス・エレクトリック 関本英雄  
 JUKI電産株式会社 山口誠一郎  
 福島コンピューターシステム株式会社 佐藤義博 渡辺 隆
- 5 炭素繊維縫合糸の開発と炭素繊維三次元織物の試作提案（第1報）……………23  
 福島技術支援センター繊維・材料グループ  
 三浦文明 伊藤哲司  
 東瀬 慎 佐々木ふさ子  
 株式会社ニーズプロダクト  
 株式会社シラカワ二本松工場

---

## 調査研究開発事業

---

- 1 内燃機関への植物油利用技術……………27  
 いわき技術支援センター材料グループ 藤井正沸 中山誠一

---

## 福島、山形、新潟三県公設試験研究機関共同研究事業

---

- 1 スギ等針葉樹材への機能性付与による新用途開発……………29  
 -樹脂コーティング処理による機能性付与技術の開発(3)-  
 会津若松技術支援センター産業工芸グループ  
 橋本春夫

---

## 受託研究事業

---

- 1 血糖値改善効果を有する桑葉の製品開発(第2報)……………33  
 会津若松技術支援センター食品技術グループ  
 後藤裕子 河野圭助  
 宮澤陽夫 仲川清隆  
 東北大学大学院農学研究科  
 東北農業研究センター 木村俊之  
 農業試験場梁川支場 野木照修  
 ミナト製菓株式会社 小島芳弘
- 2 光重合性漆印刷インキによる迅速彩色技術の開発……………36  
 会津若松技術支援センター産業工芸グループ  
 須藤靖典 出羽重遠  
 福田寿寛

---

## 試験研究機関ネットワーク共同研究事業

---

- 1 ソバの機能性に影響を及ぼす品種および栽培条件……………39  
ー播種期および栽培地の異なるソバ品種の収量とルチン含量ー  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
遠藤浩志 小野和広  
農業試験場会津地域研究支場 渡部 隆  
(現 農業総合センター会津地域研究所)
- 2 福島県オリジナル大吟醸向け酒米品種の育成 (第1報) ……42  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
高橋 亮 鈴木賢二  
櫛田長子  
農業試験場 佐藤弘一 吉田直史  
(現 農業総合センター) 佐久間秀明

---

## ニーズ対応型研究開発事業

---

- 1 歯科用材料および虫歯予防技術の開発……………45  
研究開発部材料技術グループ 加藤和裕  
奥羽大学歯学部 長岡正博 大橋明石 宮澤忠蔵
- 2 Niフリー高耐食ステンレス材の開発……………48  
研究開発部材料技術グループ 光井 啓 栗花信介
- 3 亜鉛めっきのクロムフリー化成処理技術の実証化研究……………51  
ータンニン酸の架橋と遷移金属系による耐食処理の検討ー  
研究開発部材料技術グループ 宇津木隆宏 渡部 修
- 4 音響解析による清酒もろみの発酵状態の判定……………54  
研究開発部システム技術グループ 高樋 昌 平山和弘  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
鈴木賢二 高橋 亮  
福島県酒造協同組合 阿部 淳
- 5 食卓回りを中心とした食器・家具の開発 (第2報) ……57  
ー産業工芸分野におけるユニバーサルデザインの提案ー  
会津若松技術支援センター産業工芸グループ  
出羽重遠 福田寿寛 須藤靖典  
山崎智史 水野善幸
- 6 新多様性清酒酵母の開発……………60  
ー優良高香気性酵母の選択と大吟醸酒の試験醸造ー  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
鈴木賢二 高橋 亮 櫛田長子

## ○技術相談・移転事業

---

### 戦略的ものづくり技術移転推進事業

---

#### 公募型ものづくり短期研究開発事業

##### I 一括公募型

- 1 金属製品削り加工のバリ・かえり取り・・・・・・・・・・・・・・・・・・63  
ー交差穴内面のバリ取り技術ー  
いわき技術支援センター材料グループ 緑川祐二 藤井正沸  
株式会社ムラコシ 水原孝一
- 2 肉盛りめっきによる表面補修法・・・・・・・・・・・・・・・・・・65  
いわき技術支援センター材料グループ 齋藤 宏 藤井正沸  
株式会社サカエ鉄工所 野木 清
- 3 耐熱土鍋類の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・68  
会津若松技術支援センター産業工芸グループ  
山崎智史 水野善幸  
大堀相馬焼協同組合
- 4 錐面部のキズ検査装置の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・70  
研究開発部システム技術グループ 吉田英一 大内繁男 高橋 淳  
株式会社ムラコシ 水原孝一 小松浩之

##### II 随時公募型

- 1 竹炭粉を用いた工芸品の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・72  
会津若松技術支援センター産業工芸グループ  
須藤靖典 出羽重遠 福田寿寛
- 2 酒粕の風味を活かしたソフトクリーム製造・・・・・・・・・・74  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
河野圭助 小野真紀子  
国権酒造株式会社 細井信浩  
有限会社仁井田本家 仁井田穩彦
- 3 会津身不知柿の素材化・・・・・・・・・・・・・・・・・・76  
会津若松技術支援センター食品技術グループ  
後藤裕子 河野圭助  
株式会社オノギ食品 小野木國一

## ○その他の関連事業

---

### バイオマス利用による地域循環システム研究事業

---

- 1 バイオマス利用による地域循環システム研究（第2報）・・・・・・・・78  
研究開発部プロセス技術グループ 池田信也 渡邊 真 大野正博  
福島県いわき養護学校  
いわき市上神谷地区の皆様

---

## 事例報告

---

- 1 ICP-AESによる鉄鋼中のタングステン量分析……………82  
いわき技術支援センター材料グループ 中山誠一

# 公募型新事業創出プロジェクト研究事業

# 食品残滓等の高度利用システムの確立と事業展開（第2報）

－有機性廃棄物の高度生物処理に関する新規微生物の検索と  
高度化学処理及び素材化技術に関する研究－

Establishment and Business Progressing of Advanced Use System

such as Food Waste Matters(2nd Report)

-Research on Retrieval of New Microorganism Concerning Advanced Biological Treatment of

Organic Waste, Upgrade Study Processing, and Technology of Making Material-

研究開発部プロセス技術グループ 池田信也・渡邊 真・大野正博  
常磐興産株式会社、常磐開発株式会社、  
有限会社 バイオインテック、いわき明星大学 科学技術学部

平成16年度に引き続き<sup>1)</sup>、廃棄されている米飯を材料として、温泉を熱源として利用したアルコール発酵の方法について検討した。米飯中のデンプンの糖化については、前年度の方法を改良した方法を試みた。その結果、問題となっていた浸透圧ストレスによる生育阻害は若干軽減されたが、大きな改善は見られなかった。また、アルコール耐性の高い酵母を取得したが、熱に対する耐性が低かった。

Key words:リサイクル、アルコール発酵、糸状菌、温泉、アルコール耐性酵母

## 1. 緒言

現在、食品関係の事業所では、平成13年度に施行された、「食品循環資源の再生利用等の促進に関する法律」により、廃棄物の減量化の対策に迫られている。

本法律は、全ての食品関係事業者を対象として、再生利用等の実施率を平成18年度までに20%に向上させることを目標としている。

更に、年間の食品廃棄物等の排出量が100トン以上の事業所に於いては、食品循環資源の再利用等が不十分であると見なされる場合に、勧告、罰金などの措置が取られ、企業名が公表される場合もある。

我々は、平成16年度より県内の大規模温泉利用施設に付属する、食堂、ホテル及びレストランからの廃棄物である米飯を材料に、発酵のための熱源として温泉水を利用して、米飯の糖化やアルコール発酵を試み、一定の知見を得た所であるが、連続発酵に支障が出たため、今年度は米飯の糖化条件の変更や、糖化方法の再検討を行った。

また、新規のアルコール耐性の高い酵母を取得するための実験を行い、新たな知見を得たのでここに報告する。

## 2. 実験

前年度は、米飯を利用して、前処理をせずに麴を作り糖化を行う方法と、酵素を利用して糖化する方法について検討したが、今年度は、その結果を踏まえて、麴作りのための各種条件を設定した。

また、アルコール発酵試験については、前年度同様、利用しようとする温泉水の温度が40～50℃と高温で、また、エタノールを蒸留しながら培養するため、比較的高温で発酵が可能な酵母を利用して、アルコール発酵

試験を行った。

更に、高アルコール発酵の酵母とは、アルコール耐性の高い酵母から選抜するため、まず、エタノール濃度を変化させた培地を用いて、アルコール耐性の高い酵母の選抜を行い、連続発酵を試みた。

### 2. 1. 原料（米飯）について

前年度は、廃棄された米飯を利用したが、今年度は、前年度この研究のために試験栽培され収穫された米を利用し、市販の炊飯器で炊いた物を利用した。

米飯は炊きあがった直後、ビニール袋に分けて、5℃の冷蔵庫で1時間放冷したのち、-20℃の冷凍庫で保管した。

清酒醸造などでは、米飯に糸状菌を添加、培養して麴を作り、その後水を添加して糖化を行う。

麴用に作られた蒸米と一般食用米飯の一番の違いは、その水分である。

これは、米飯が水で炊かれるのに対して、麴用の蒸し米は限定吸水ののち、蒸煮されるためである。

実際の水分は、米飯で約60%、麴米で約30%となっており、大きく異なっていた。

### 2. 2. 糖化試験

前年度は、米飯にそのまま糸状菌を散布し培養する個体培養法と、米飯に脱塩水を加えてから糸状菌を混合して培養する固液混合培養法の2種類で糖化を行ったが、固体培養の場合は水分が高いために糸状菌がうまく繁殖せず、米の表面にわずかに繁殖する程度で、生成される糖濃度が低かった。

また、固液混合培養では、時間がかかるものの糖化が固体培養よりも進んだが、水を加えるために糖濃度



が低下してしまった。

そこで、菌体外に放出される糖化酵素を有効活用するため、それぞれ培養後、糖化酵素の至適温度である55℃にて糖化を行い、糖濃度を高める方策を採った。

これにより、糖化が進行したことに伴いアルコールの生成量も増加したが、培養時間及び糖化にかかる時間が長くなり、実用的ではなかった。

また、糸状菌を繁殖させるかわりに、糖化酵素であるグルコチームを利用して糖化したところ、短時間に糖濃度が上昇した。しかし、糸状菌の繁殖によって生成される有機酸やビタミンがほとんど生成されないため、アルコール発酵が弱く、糖濃度は高いもののアルコール濃度が低かった。

そこで、今年度は、米飯の水分を調整することによって、糸状菌の繁殖状態を改善することとした。

さらに、今年度は、糸状菌を液体培養したのち利用する方法、及び、糸状菌と糖化酵素を組み合わせた3種類の糖化方法について検討した。

糖化後のグルコース濃度の計測は、前報<sup>1)</sup>と同様、高速液体クロマトグラフィー（アジレント社製1100システム）により分析を行った。

#### （1）米飯の乾燥と糸状菌を利用した糖化試験

今年度、常磐興産株式会社の行っている分担研究において、廃坑跡から汲み上げられる温水を熱交換した結果、約50℃の温風が利用できることがわかった。

米飯の乾燥には粳米のデンプンの糊化温度（61～78℃）以下の温度である必要があり米飯の乾燥温度は50℃とした。これには、熱交換後の温風が乾燥に適している。

米飯の水分と乾燥時間の関係を図1に示す。

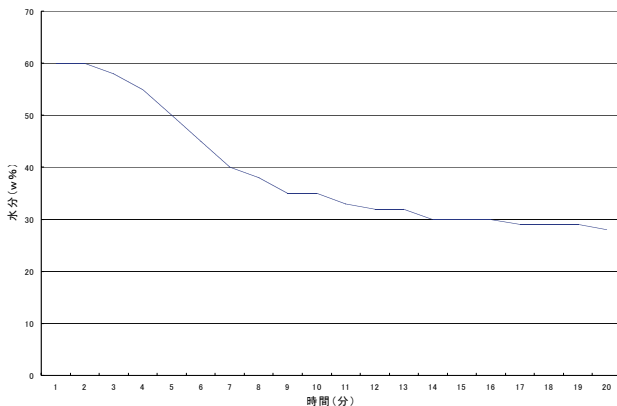


図1 米飯の水分と乾燥時間

この試験の結果、50℃の場合は15分程度乾燥させればよいことがわかり、以降、乾燥した米飯を利用することとした。

温風乾燥後の米飯は、110℃で2時間乾燥後、重量を計測し、乾燥前の水分との差をもって乾燥後の米飯

の水分（W%）とした。

ステンレスのトレーにガーゼを敷いたものの上に乾燥した米飯をのせ、麹菌を散布、混合した。その後、30℃の恒温機で96時間培養した。

今年度使用した糸状菌は、 $\alpha$ -アミラーゼとグルコアミラーゼの両者を持つ、*Asp. awamori*のみとした。

培養後、100mlの滅菌水を加え、30℃で96時間振とう培養したあと、糖化酵素の至適温度である55℃で48時間反応させた。

#### （2）糖化酵素と糸状菌の両方を利用した糖化試験

前年度は、糸状菌及び糖化酵素を単独で利用したが、糖の生成やアルコール発酵の改善を考えて、両者を同時に使用する方法を試みた。

糖化酵素は、前年度と同じ、グルコチーム（NAGASE ENZYMES製 グルコチーム#20000）を使用し、糸状菌は他の実験と同様、*Asp. awamori*を使用した。

まず、米飯100gにグルコチーム0.05gを混合し、48時間、55℃で振とうしながら反応させた。その後、*Asp. awamori*を1g加え30℃で96時間振とう培養した。

#### （3）糸状菌を液体培養して利用した糖化試験

糸状菌の濃度を高めるために、液体培地を用いて振とう培養を行った。

まず、*Asp. awamori*をCzapek液体培地に接種し、96時間30℃で振とう培養し、その後、米飯を100g加えて更に96時間培養した。その後、糖化酵素の至適温度である55℃で48時間反応させた。

### 2. 3. 酵母について

実験には、前報<sup>1)</sup>同様、清酒酵母などに比べ、比較的高温で発酵し、マルトースなども資化することができる、ワイン酵母「KW-3」を利用した。

また、アルコール耐性酵母の選抜の元株としては、細胞融合法などによるアルコール耐性機能強化に利用されたり、自身もアルコール耐性が高いとされている、同じワイン酵母の「OC-2」を使用することとした。

### 2. 4. アルコール発酵試験

糖化した米飯に、前培養した酵母を100ml加えて96時間静地培養したのち、100gの米飯を加えさらに96時間静地培養した。培養温度は、30℃とした。

生成したアルコールの濃度は、発酵後の液体を濾過したのち蒸留し、エタノール分析計（アタゴ社製 PE T-109）でエタノール濃度として測定した。

### 2. 5. 連続発酵試験

前報<sup>1)</sup>と同様、エバポレーターと減圧装置を利用して、糖化液の連続発酵試験を行った。

試験のフローを図2に示す。

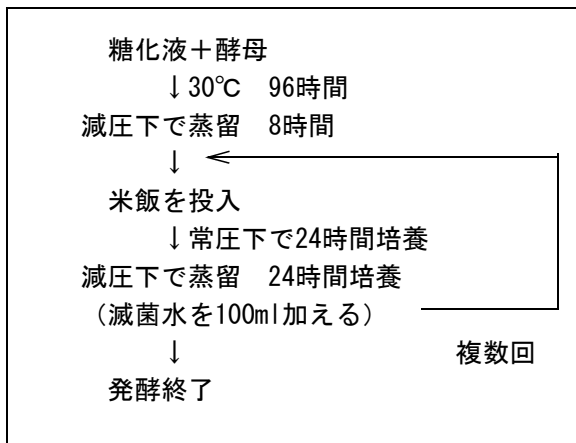


図2 連続発酵試験のフロー

糖化液は、糸状菌を使用したもの、糸状菌と酵素の両方を使用したもの、糸状菌を液体培養したのち米飯を加えたものの3種類を使用した。

酵母は、KW-3を使用し、48時間麴汁培地で前培養したものをを使用した。

蒸留した液体は、米飯を投入する前に回収し、それぞれエタノール濃度を計測した。

発酵終了の判断は、2回目以降に蒸留した液体中のエタノール濃度が、前回より半分以下になったときに、試験を終了することとした。

## 2. 6. アルコール耐性酵母の取得

アルコール耐性試験は、麴汁液体培地 (Brix. 12) にエタノールを混合して、その濃度を0~25%になるよう調整し、増殖を試験した。

まず、エタノールを5%濃度から開始し、増殖能力を持つ酵母を寒天培地から釣菌して、次に10%濃度のエタノール入り麴汁液体培地で培養する。

さらに、この液体培地で増殖した菌を釣菌して、次にまた、高濃度の培地で培養し、順次耐性のあるものを選抜した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 糖化試験

糖化液中のグルコース濃度を試験結果を図3に示す。

凡例 A：米飯を乾燥したのち糸状菌を利用した場合

B：糖化酵素と糸状菌を両方利用した場合

C：糸状菌を液体培養したのち利用した場合

#### (1) 米飯の乾燥と糸状菌を利用した糖化試験

乾燥した米飯は、通常の麴菌と比べて米粒それぞれの分離は改善されなかったものの、攪拌性は改善され、そのままの米飯よりも麴菌の散布状況は改善された。

そのことに伴い、糸状菌の繁殖も良くなっていた。

結果的には、糖化酵素のみを使用した糖化試験のグルコース濃度(8.5%)には達していない。

これは、米飯の乾燥の際、厚みのある部分とそうでない部分が出るため、乾燥にむらができ、一部米飯がβ化してしまい、糖化に利用されない部分となってしまったものと考えられた。

廃棄米飯を使用することを考えると、表面の粘着性が高いため厚さのむらをなくすることは不可能に近く、50°C以下の条件でも、β化を解消することはできなかった。

これらの結果から、米飯の乾燥による対策は、根本的な解決とならないことがわかった。

#### (2) 糖化酵素と糸状菌の両方を利用した糖化試験

糖化酵素により、ほぼ全てのデンプンが糖化されるが、糸状菌の生育に伴って少量ではあるが、糖が消費されるため、糖化酵素のみで糖化した物よりも若干低いグルコース濃度となった。

ただ、振とう培養の際の、内容物の動きから、糖化後の内容物の粘度が、他に比べ低いように感じられた。

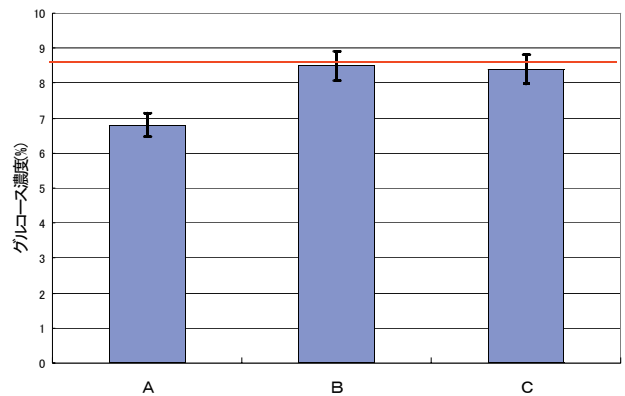


図3 糖化試験によるグルコース濃度の比較

#### (3) 糸状菌を液体培養して利用した糖化試験

米飯を乾燥させて糸状菌を散布する方法に比べ、グルコース濃度が高かった。また、糖化酵素と糸状菌の両方を使った糖化とほぼ同じ結果となった。

これは、糖化酵素と糸状菌の両方を使用した場合と同じように、糸状菌の生育に伴って、糖が消費されるためと考えられる。

しかし、米飯と混合し培養していく中で、表面に、糸状菌が産出したと思われる膜が生成し、糖化が遅れるという現象が起こった。これは、今回行った他の糸状菌を使用した方法でも見られる現象であるが、液体培養した際には、膜生成後は振とうしても内容物が供回りして、内容物がほとんど攪拌されない事が原因であると考えられた。

糸状菌の菌糸は通常米飯の中に食い込んでいくために、液体中に伸びることはない。しかし、液体培養の場合、溶出するデンプンを利用するために、菌糸が液体表面上を無秩序に伸びて、絡みあっていくために膜

が生成されるものと推察されたが、明確な理由は不明である。

### 3. 2. アルコール発酵試験

今年度のアルコール発酵試験では、糖濃度に比例したアルコール濃度が得られた。結果を、図4（凡例は図3と同じ。）に示す。

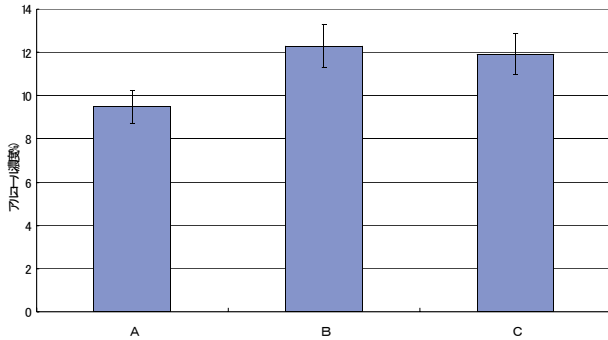


図4 アルコール生成量の比較

これは全てが糸状菌を利用している事による当然の結果であるが、前述した糸状菌を液体培養した糖化液については、酵母を添加したのち、静地培養中に糸状菌が好氣的環境である液体表面に増加し、同様の膜を生成する場所が見られた。

しかし、このような場合でも、アルコール発酵が著しく低下したりすることはなかった。

これらのことから、アルコール発酵試験においては、糖化酵素と糸状菌の両方を利用した場合と、糸状菌を液体培養した場合において優位性があることがわかった。

米飯の乾燥による利用は、乾燥が均一になるような方策がとられない限り、簡便性以外の優位性はないことがわかった。

### 3. 3. 連続発酵試験

連続発酵試験の場合、前報<sup>1)</sup>の結果から、単に糖化液中のグルコース濃度ばかりでなく、糖化液の粘度が大きな鍵であることが判明している。

3種類の糖化方法による連続蒸留試験を行った結果、糖化酵素と糸状菌の両方を利用した場合の糖化液を利用したものが、若干他よりも3回目のアルコール生成量が多いものの、発酵終了の基準からすれば、2回が限度で、他との優位性はなかった。

現在の装置では、糖化液の液量や糖濃度を一定に保つことができないため、発酵の制御が難しいとも言えるが、こういった環境に適応する酵母を選択していくことも重要な要素であると考えられた。

### 3. 4. アルコール耐性酵母の取得

アルコール耐性のある酵母に関しては、0C-2を利用

した試験で、エタノール濃度15%の培地中で生育する菌を取得した。

現在、生育条件等について検討中であるが、蒸留を行いながらの連続発酵を行うことを前提にして、できるだけ高温で生育することが望ましく、温度の耐性について試験を行ってみた。

今回分離した酵母を、30℃、40℃、50℃で培養したところ、40℃では著しく生育が低下し、50℃では全く生育しなかった。

通常、清酒用酵母やワイン酵母は、高温（40℃以上。）に対する耐性がほとんど無く、*Hansenula polymorpha*などのような、高温耐性酵母のみが、40℃以上でのエタノール発酵能を持つ<sup>2)</sup>。

アルコール生成能の向上に関する研究においては、通常、培養温度をあまり考慮していないことが多く、本研究においても、アルコール耐性のみ考慮してきたが、次年度以降は、耐熱性についても考慮した試験を行いながら、微生物の選抜を行う方針である。

## 4. 結言

前年度に引き続き、廃棄米飯を利用して、温泉の熱を利用することを想定したアルコール発酵の方法について検討した。

その結果、糖化酵素と糸状菌の両方を利用して糖化する方法と、糸状菌を液体培養したのちに利用する方法が、米飯を乾燥させてから糸状菌を生育させてから糖化する方法に比べてグルコース濃度が高く、アルコール生成量も多かった。

また、糖化酵素と糸状菌の両方を利用する方法は、糖化液の性質を若干改善することができたが、連続培養は前年度と変わらず2回が限度で、差はなかった。

今年度は、アルコール耐性の高い酵母の選抜を試みた結果、ワイン酵母である0C-2を元株として、15%のエタノール含有培地中で生育する菌株を取得した。

しかし、想定される連続培養での温度条件（40～50℃）での生育能が著しく低かった。

次年度は、高温耐性とエタノール耐性の両方を併せ持つ菌株の選抜を行い、効率的な糖化及び発酵条件を検討するとともに、廃棄米飯からのアルコール連続発酵法を確立していく方針である。

### 参考文献

- 1) 池田信也他：“食品残滓等の高度利用システムの確立と事業展開”、平成16年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、2005
- 2) 柄倉辰六郎編：“酵母のバイオサイエンス”、学会出版センター、1990

# ナタデココ類生産菌を用いた新規機能性食品の開発

—農産物の機能性成分を保持した素材化技術の開発と応用<その1>—

Development of new functional food that uses bacterium of "nata de coco" production

-Development and application of technology of making material that maintains functionality elements of farm products-

会津若松技術支援センター食品技術グループ 鈴木英二・谷口 彩・小野真紀子・河野圭助  
郡山女子大学・(株)太田酢店・トーニチ(株)・(株)かねほん・旭乳業(株)・サンヨー缶詰(株)

ナタデココをサプリメント効果のある機能性食品として開発することを目的に、県内食酢醸造所から県産果実類を培地として、バクテリアセルロース高生産菌の分離を行った。その結果、バクテリアセルロースを生産する菌株を8株分離した。また、ナタデココに機能性を付与するために県産果実類の乾燥微粉末等を用いて、バクテリアセルロースの生産性試験を行った。その結果、良好にバクテリアセルロースを高生産する培地として麹汁培地が選択できた。また、麹汁培地でのバクテリアセルロース高生産条件を検討した。

key words バクテリアセルロース ナタデココ

## 1. 緒言

酢酸菌の生産するセルロースはナタデココの名で知られている。この特徴によりバクテリアセルロース(Bacterial Cellulose:以下「BC」)は植物セルロースと同様に難消化性であり、腸内細菌の発酵を調節する作用を持つ一方で、植物セルロースには認められない血中コレステロールを低下させる作用も併せ持っている。<sup>1)</sup>そこで本研究は BC に県産農産物の機能性成分を添加することにより新規機能性食品として開発することを目的として試験を行った。

今回は BC 生産菌を食酢製造副産物から、県産農産物を培地として用いて分離を試みた。また、分離した BC 生産菌を用いて糖質の栄養源として県産果実類を用いた BC の生産を検討した。分離した BC 高生産株において生産条件の検討も行った。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 酢醸造醪からのBC生産菌の分離

#### 2. 1. 1. 分離源試料および分離培地

(株)太田酢店の生産する、米酢醸造醪、りんご酢醸造醪から酢酸菌の副産物を採取し、分離源として用いた。また分離培地として県産果実類を用いた選択培地を用いて分離を行った。

#### 2. 1. 2. BC生産菌の分離

県産果実類を用いた選択培地を分離培地として用い、セルロース膜を形成するコロニーおよび生育旺盛なコロニーを BC 生産菌として単離した。

### 2. 2. 分離菌におけるBC生産能試験

#### 2. 2. 1. 分離菌供試菌株

米酢醸造醪およびりんご酢醸造醪から県産果実類を用いた選択培地を用いて分離した分離菌 22 株を供試菌株とした。

### 2. 2. 2. 分離菌によるBC生産能試験

分離菌 22 株と標準株 *Gluconacetobacter.xylinus* (NBRC13693)を H・S 培地によって BC 生産能を比較した。

### 2. 3. 県産果実類を基質とした分離菌BC生産能試験

#### 2. 3. 1. 分離菌供試菌株

米酢醸造醪、りんご酢醸造醪から県産果実類を用いた選択培地を用いて分離し、BC 生産が認められた 8 株を供試菌株とした。

#### 2. 3. 2. 分離菌によるBC生産能試験

分離菌 8 株と標準株 *G.xylinus* (NBRC13693)を県産果実類等の培地にて BC 生産能を試験した。県産果実類等培地として、りんご果汁培地、ぶどう果汁培地、柿果汁培地、ブルーベリー果汁培地、麹汁培地、スキムミルク培地、ミルク培地を用いて試験を行った。

BC 湿重量は、生成した BC を金網上で 1 分間水切りをした後に重量を測定した。BC 乾燥重量は、生成した BC を水洗後 17.5%NaOH に 24 時間浸析し、その後十分に水洗し乾燥後これを BC 精製乾燥重量とした。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 酢醸造醪からのBC生産菌の分離

#### 3. 1. 1. BC生産菌の分離

(株)太田酢店の生産する、米酢醸造醪、りんご酢醸造醪から酢酸菌の副産物を採取し、分離源として用いた。各培地における酢酸菌出現菌数を計測した。またセルロース膜を形成するコロニーおよび生育旺盛なコロニーを BC 生産菌として単離した。これらの中から酢酸菌を 22 菌株分離した。

### 3. 2. 分離菌におけるBC生産能試験

#### 3. 2. 1. 分離菌によるBC生産能試験

これらの分離菌の中で BC 生成を示した株は 8 菌株存在した。この 8 菌株は、生産された BC 乾燥重量において、すべて BC 高生産標準株である *G.xylinus* (NBRC13693) 株より高い生産性を示す株であった。その中でも分離菌 5HS22 株は BC を高生産する株であった。

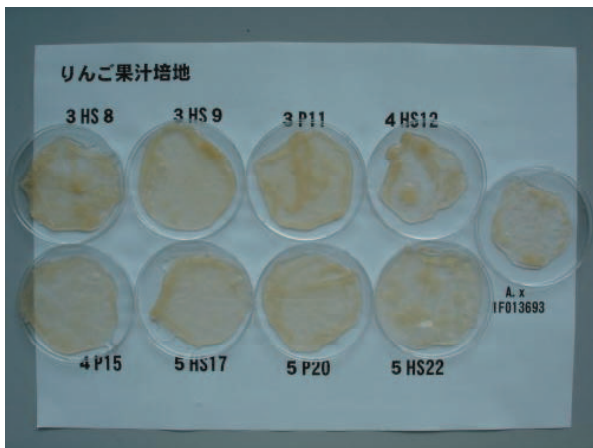
### 3. 3. 県産果実類を基質とした分離菌BC生産能試験

#### 3. 3. 1. 分離菌によるBC生産能試験

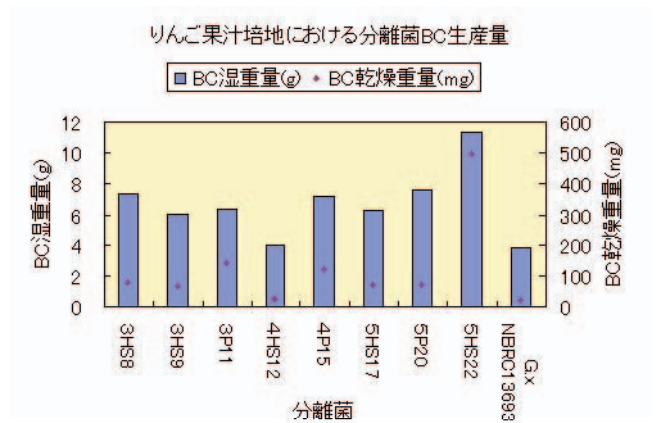
県産果実類等の培地であるりんご果汁培地を用いた分離菌による BC 生産湿状態,BC 生産量を図.1 に示した。ぶどう果汁培地を用いた BC 生産湿状態,BC 生産

量を図.2 に示した。柿果汁培地を用いた BC 生産湿状態,BC 生産量を図.3 に示した。ブルーベリー果汁培地を用いた BC 生産湿状態,BC 生産量を図.4 に示した。麴汁培地を用いた BC 生産湿状態,BC 生産量を図.5 に示した。スキムミルク培地を用いた BC 生産湿状態,BC 生産量を図.6 に示した。ミルク培地を用いた BC 生産湿状態,BC 生産量を図.7 に示した。

培地に利用する果実等によって、分離菌株の BC 生産量が相違することがわかった。また、各培地における分離菌株の全体的な BC 生産量は、麴汁培地>スキムミルク培地>ぶどう果汁培地>ミルク培地>りんご果汁培地>柿果汁培地>ブルーベリー果汁培地の順に BC を高生産することがわかった。

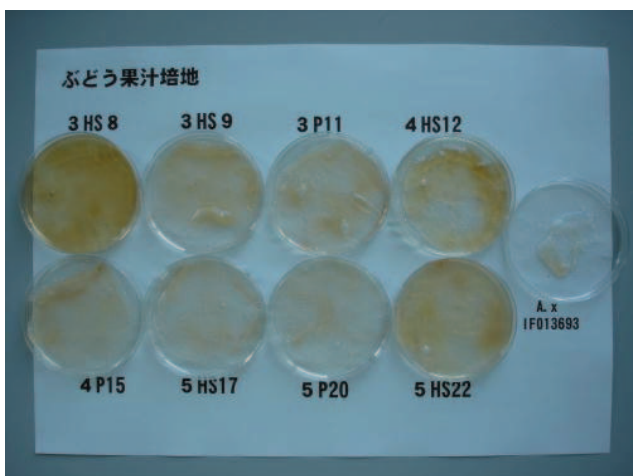


りんご果汁培地における分離菌BC生産湿状態

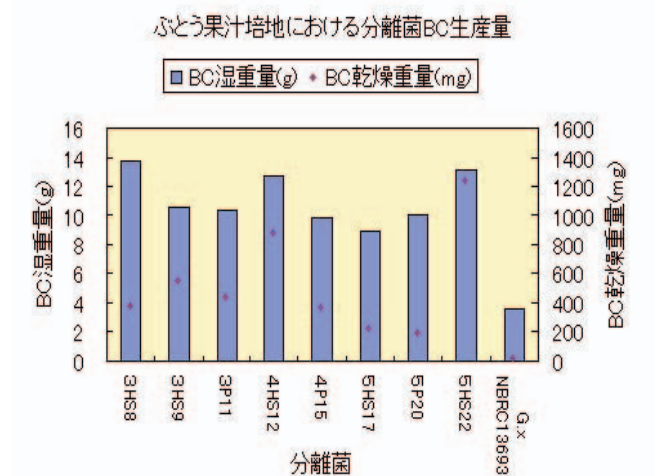


りんご果汁培地における分離菌BC生産量

図.1 りんご果汁培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量

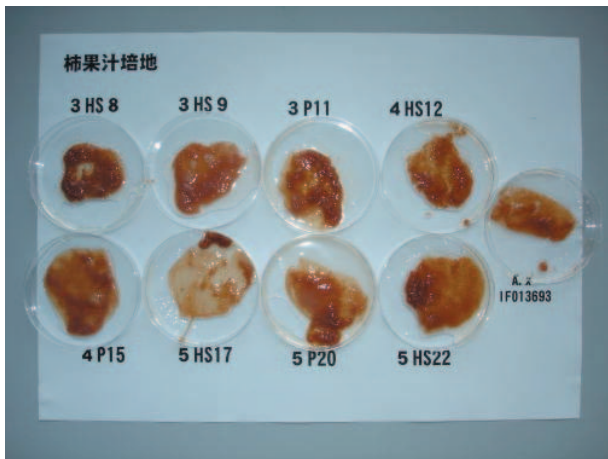


ぶどう果汁培地における分離菌BC生産湿状態

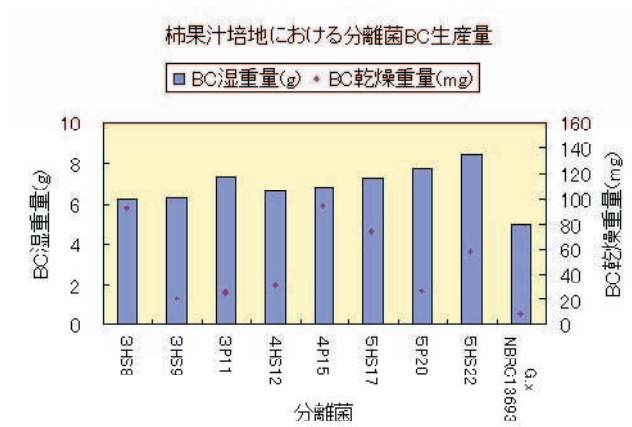


ぶどう果汁培地における分離菌BC生産量

図.2 ぶどう果汁培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量

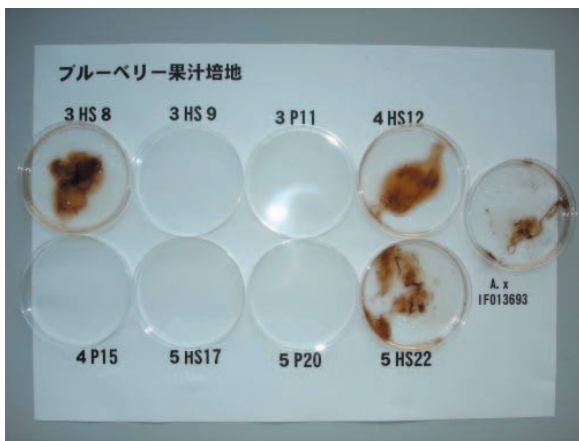


柿果汁培地における分離菌BC生産湿状態

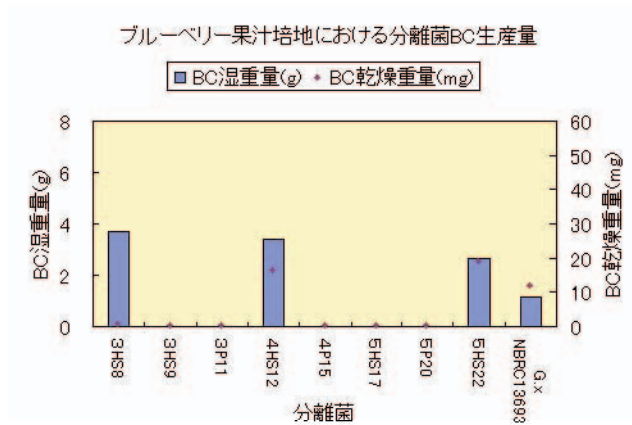


柿果汁培地における分離菌BC生産量

図. 3 柿果汁培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量

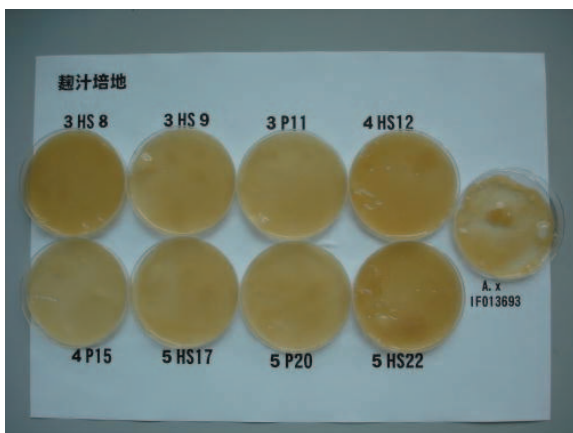


ブルーベリー果汁培地における分離菌BC生産湿状態

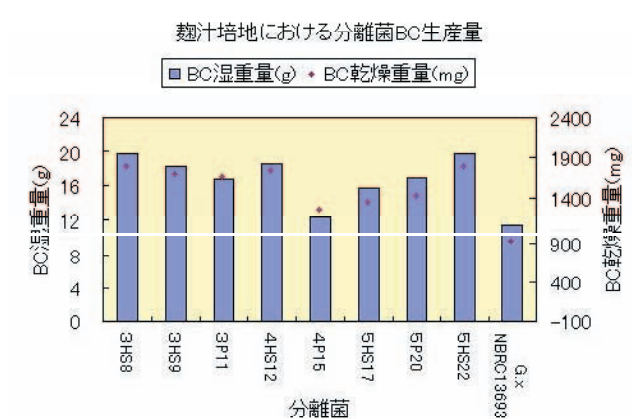


ブルーベリー果汁培地における分離菌BC生産量

図. 4 ブルーベリー果汁培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量

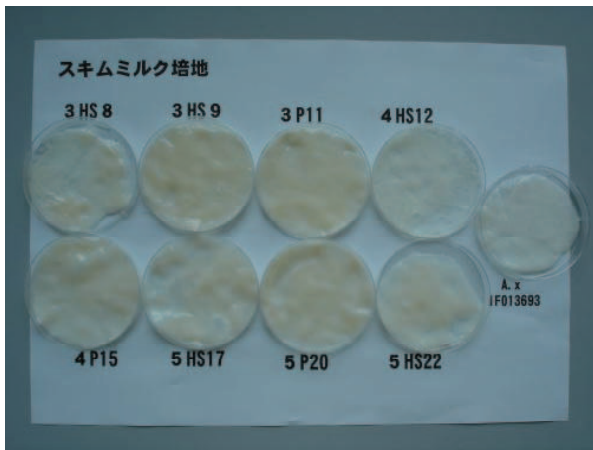


麴汁培地における分離菌BC生産湿状態

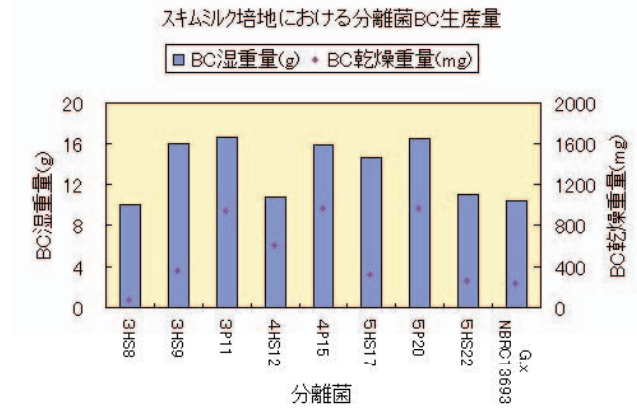


麴汁培地における分離菌BC生産量

図. 5 麴汁培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量

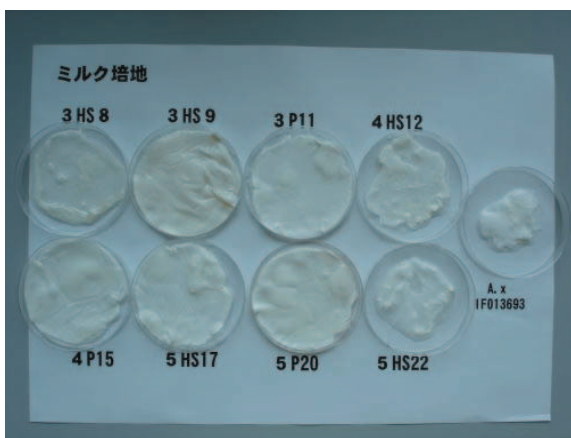


スキムミルク培地における分離菌BC生産湿状態

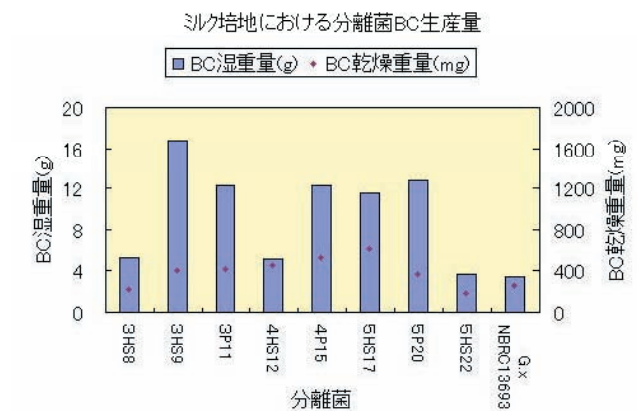


スキムミルク培地における分離菌BC生産量

図. 6 スキムミルク培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量



ミルク培地における分離菌BC生産湿状態



ミルク培地における分離菌BC生産量

図. 7 ミルク培地を用いた分離菌によるBC生産湿状態, BC生産量

以上の結果より、試験した県産果実等の培地ではBCの高生産には麴汁培地が最適であることがわかった。またBC生産菌8菌株の中でも5HS22菌株がBC生産性が良好であり、この5HS22菌株における県産果実類等を用いた培地のBC生成湿重量を図.8に示した。

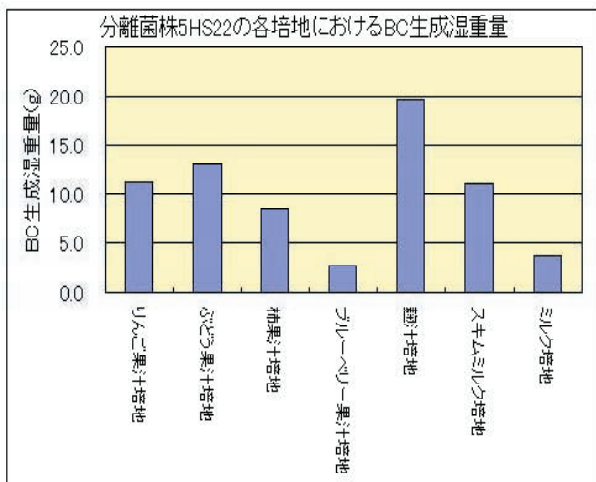


図. 8 分離菌5HS22における県産果実類等を用いた各培地のBC生成湿重量

#### 4. 結論

ナタデココを機能性食品として開発するために食酢醸造所からナタデココであるバクテリアセルロース生産菌を分離することができた。良好な生育を見せた22菌株を分離した。これらの分離菌のうち8菌株がBC生産性を示す菌株であった。最もBC高生産した菌株は5HS22株であり、BC高生産標準株 *G.xylinus* (NBR013693)と比較しても、良好な生産性を示す菌株であった。

BC高生産株5HS22株において、BC生産における基質として、県産果実類および県産畜農産物の培地を用いた結果、良好なBC生産性を示す培地として麴汁培地が有望であった。

今後、BCの大量生産と培養条件の検討、さらに生産したBCの付加価値付与等が課題である。

#### 文献

- 1) 戸田登志也、桑名好恵、桐山修八：ナタデココの新機能・血中コレステロール低下作用と応用開発、食品と開発、29, 8, 16～21 (1994)

# 地域活性化共同研究開発事業



# マイクロ構造を持つ微細プラスチック部品成形技術の開発（第2報）

## Development of Micro Precision Plastic Injection Molding Technology (2nd Report)

研究開発部プロセス技術グループ 本田和夫・三瓶義之・安斎弘樹・伊藤嘉亮  
モルデック株式会社 竹内 忍・加川秀見  
駿河精機株式会社 金成伸治・鈴木裕宣・吉津達美

本研究では、フォトリソグラフィとめっきによりマイクロ構造を持つ金型を作製し、それを用いた微細プラスチック部品の成形技術の確立を目的とする。平成17年度は、厚膜フォトリソ（SU-8、Photec-4056）による、マイクロパターン作製のめっき条件の検討による密着性の向上、幅20 $\mu$ m高さ50 $\mu$ mのニッケルパターンの作製を行った。また、熱サイクル成形による転写性の向上により、幅20 $\mu$ m高さ40 $\mu$ mのマイクロ構造を持った厚さ0.4mmのPMMA樹脂製部品の成形が可能になった。これらの結果、PMMA樹脂製マイクロ流路基板の連続成形が可能となった。

Key words: MEMS、フォトリソグラフィ、めっき、電鍍、プラスチック射出成形

## 1. 緒言

MEMS技術の進展により、高感度な分析チップなどが多く開発されている<sup>1)</sup>。これらはICプロセスにより、シリコンや石英、ガラスなどで作られているが、比較的広い面積を必要とするものは低価格化が困難である。一方、マイクロ分析チップなどはプラスチック材料でも十分なものが多く、射出成形による量産技術の確立が望まれている。しかしながら、金型の製作コスト、微細部の樹脂充填不足などの技術的な問題が多く残されている。

本研究では、フォトリソグラフィとめっき法により、幅20～100 $\mu$ m、高さ50～100 $\mu$ mの金属マイクロ構造を金型入子上に直接形成するとともに、それらを精度良く転写するプラスチック射出成形技術を開発することを目的とする。具体例としてプラスチック製マイクロ分析チップ基板の量産技術を開発する。

平成16年度には、フォトリソパターン化条件、めっき法、めっき上面の研磨法の検討を行い金属パターンの作製を行った。また、マイクロ流路基板の金型を試作し、射出成形実験を行った<sup>2)</sup>。

平成17年度は、3種類のレジストのパターン化、めっきの密着性向上と微細化とその反復プロセスによる微細金属パターンの三次元化、射出成形でのマイクロ構造の転写性・離型性について検討した。さらに、マイクロ流路基板を試作したので以下に報告する。

## 2. マイクロ三次元構造の作製

### 2.1. 厚膜フォトリソのパターン化

レジストは化薬マイクロケム（株）製のSU-8 2035、SU-8 3050の2種の液状レジストと、日立化成工業（株）製の膜厚56 $\mu$ mのドライフィルムレジストPhotec HM-4056の合計

表1 SU-8の処理条件

レジスト名称	SU-8 2035	SU-8 3050
塗布方法	アプリケータ	アプリケータ
プリベーク:73°C	450sec	570sec
103°C	600sec	1140sec
露光	300(mJ/cm <sup>2</sup> )	350(mJ/cm <sup>2</sup> )
PEB:73°C	270sec	390sec
103°C	540sec	600sec
現像(専用現像液)	300sec	360sec
リンス(IPA)	60sec	60sec

表2 Photec HM-4056の処理条件

レジスト名称	PHOTEC HM-4056
基盤加熱	乾燥機(160°C-10min)
ラミネート	マウンタ(100°C加熱)
露光	85(mJ/cm <sup>2</sup> )
現像(Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	240sec
リンス(水)	60sec

3種類使用した。レジストの解像力と断面形状の評価には、20mm×20mm厚さ0.2mmのシリコンウエハ基板上に、パターンとして幅20 $\mu$ m、50 $\mu$ m、80 $\mu$ m、100 $\mu$ mのライン&スペース(以後L&Sと略す)を用いた。露光はユニオン光学(株)製の両面コンタクトアライナーPEM-800を用いた。前報同様300nm以下の波長をカットする光フィルターを使用し、露光量の測定には中心感度365nmの紫外線照度計を用いた。

表1にSU-8の処理条件、表2にPhotec

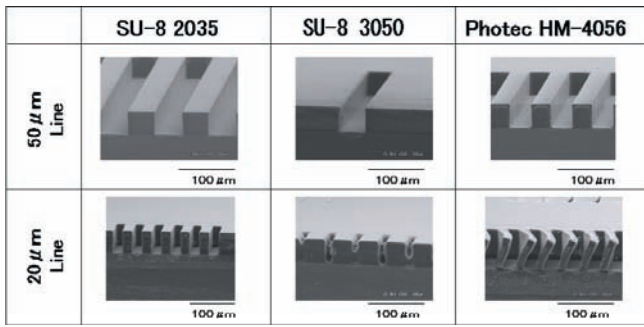


図1 各レジストの断面形状

HM-4056の処理条件を、図1にパターンニングした各レジストの断面SEM写真を示す。このレジスト中で最も分解能が高かったのは、SU-8 2035であるが、密着力が弱く長いパターンでは剥離が生じた。一方、残りの2つは密着性は良好であるが分解能が低く、20  $\mu\text{m}$ パターンの形成には適さないことがわかった。

## 2. 2. めっき

めっきは、前報同様スルファミン酸ニッケル浴による電気めっき法を用いた。めっきの密着性の観点から基板はRIGOR (SKD11相当：ウツデホルム)を熱処理後に鏡面仕上げをしたものを用いた。表3にめっき条件を示す。めっき前に超純水に浸漬し超音波照射によりパターン内の気泡を除去した。次に基板が濡れた状態のまま塩酸ニッケル浴に浸漬し、電流密度  $2\text{ A/dm}^2$  で10秒間陽極処理を行った後に極性を反転して1分間の下めっきを行った。本めっきは、前報同様スルファミン酸ニッケル浴により電流密度  $1\text{ A/dm}^2$  で行った。成膜速度は  $10\text{ }\mu\text{m/h}$  であった。

図2に作製したニッケル金属パターンを示す。b.のように狭いところでは幅  $8\text{ }\mu\text{m}$  高さ  $30\text{ }\mu\text{m}$  のパターンへのめっきも可能となった。

## 2. 3. めっき上面の加工

プロセスの繰り返しによりめっきパターンを積層し、微細パターンの三次元化が必要となる。そこで、めっき膜の析出に起因する凹凸を除去し、めっき上面を平準化するための、めっき上面の加工法を検討した。前報では精密研磨機による研磨を行ったが、処理ごとにパターン高さを一定にするのが困難であった。そこで、繰り返し精度を確保するため単結晶ダイヤモンド工具

表3 めっき条件

前処理	超純水浸漬 超音波照射	超純水 1min 超純水 10sec
下めっき	陽極処理 陰極処理	塩酸Ni浴 $2\text{ A/dm}^2$ 10sec 塩酸Ni浴 $2\text{ A/dm}^2$ 1min
本めっき	ニッケルめっき	スルファミン酸ニッケル浴 $1\text{ A/dm}^2$

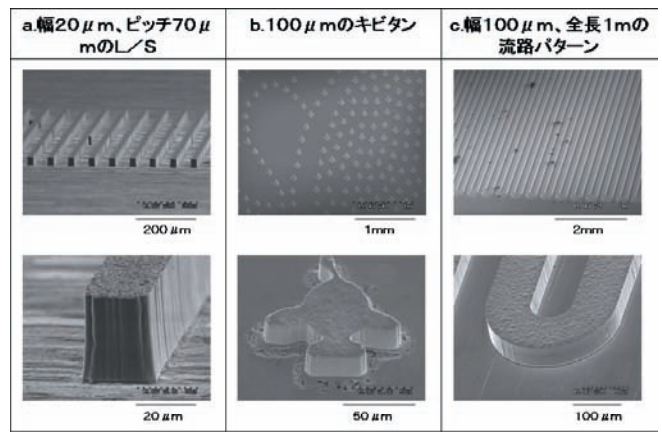


図2 めっきパターン

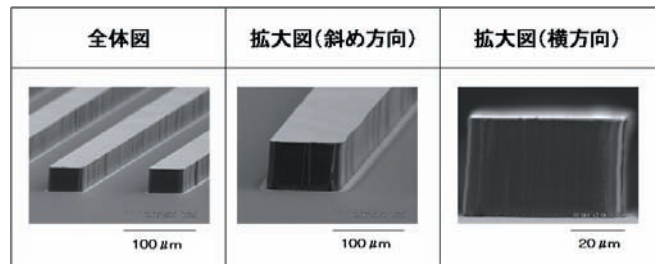


図3 切削加工後のパターン

による切削加工を試みた。

図3に加工後のニッケルパターンのSEM写真を示す。現状では  $2\text{ }\mu\text{m}$  ほどのバリが出るが、パターンにダメージを与えずに加工できた。この微細なバリが、射出成形時の離型性に及ぼす影響については今後検討する。

## 2. 4. 三次元構造の検討

マイクロ構造の三次元化に向けて2段構造の形成を試みた。形状の違うパターンを2層に積層する方法と、高さの違う構造物を2回に分けて形成する方法について検討した。図4に試作した2段構造のSEM写真を示す。aおよびbは、1層目のめっき後に切削加工で上面を平坦にした後、2層目の工程を繰り返すことでめっきパターンを積層したものである。パターン露光

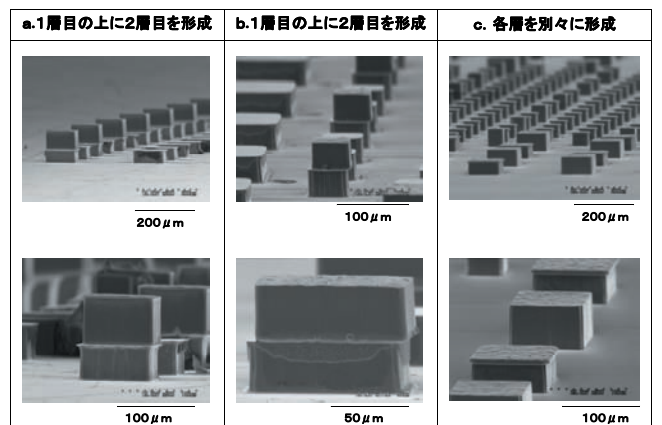


図4 ニッケル2段構造のパターン

時のフォトマスクの位置ずれにより、パターン側面に  $10\ \mu\text{m}$  程度の段差が発生している。これは、光軸のずれに起因することが判明しており、現在、補正法を検討中である。cは、1層目のめっき後にレジストを除去し、1層目よりも厚くレジストを塗布し、パターンニング、めっきを行うことで高さの違う構造を形成したものである。

これらの手法を組み合わせることで、多様な三次元構造を形成できると考える。今後は、積層精度の向上と、射出成形による耐久性評価を行う。

### 3. 射出成形

#### 3. 1. 微細部の転写性

小型電動射出成形機 (Microsystem 50 : Battenfeld 社) を用い、金型温度を変化させた時の微細部の転写性と離型性について検討した。前報と同じ  $25\ \text{mm} \times 20\ \text{mm} \times t\ 0.4\ \text{mm}$  の薄板成形用金型を用い、フィルムゲート厚さを  $0.15\ \text{mm}$  とした。図5に示すように、幅  $50\ \mu\text{m}$  深さ  $100\ \mu\text{m}$ 、幅  $20\ \mu\text{m}$  深さ  $40\ \mu\text{m}$  の溝を、製品部の6箇所樹脂流動方向に対して平行、直角それぞれ3本ずつ彫り込んだキャビティ入子を作製し実験に用いた。旭化成ケミカルズ (株) 製のアクリル樹脂 DELPET 560F を用い、金型温度を  $65\ ^\circ\text{C}$  から  $120\ ^\circ\text{C}$  まで変化させ、成形品のリブの高さを三次元レーザー測定機 (NH-3 : 三鷹光器) で測定し、充填率を調べた。

表4に主な成形条件を、図6および図7に金型温度と微細溝への充填率の関係を示す。金型の溝深さに対

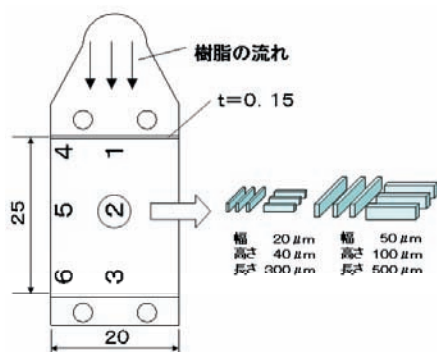


図5 マイクロリブ成形品形状 ( $t = 0.4$ )

表4 成形条件

樹脂	DELPET 560F (PMMA)
樹脂温度	$230\ ^\circ\text{C}$
射出速度	$700\ \text{mm/sec}$
射出圧力	$70\ \text{MPa}$
保圧	$40\ \text{MPa}\ 2\ \text{sec}$
金型温度	$60\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$

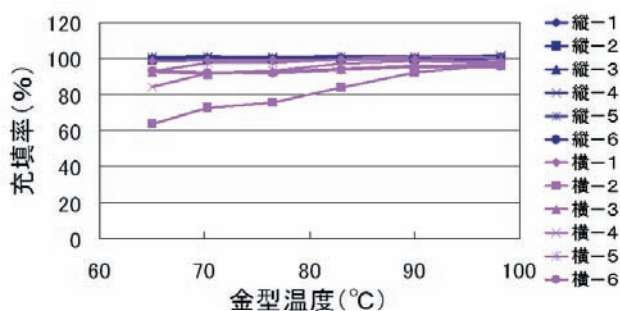


図6 幅 $50\ \mu\text{m}$ 、高さ $100\ \mu\text{m}$ 時の充填率

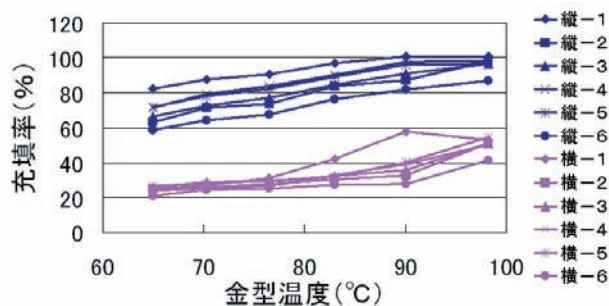


図7 幅 $20\ \mu\text{m}$ 、高さ $40\ \mu\text{m}$ 時の充填率

する成形品のリブ高さの百分率を充填率とした。金型温度が  $100\ ^\circ\text{C}$  以上では、成形品の冷却不足により離型できなかった。幅  $50\ \mu\text{m}$  では金型温度  $98\ ^\circ\text{C}$  で、樹脂流動と直角な溝も完全に充填したが、幅  $20\ \mu\text{m}$  は離型できる限界の金型温度でも完全に充填しなかった。特に樹脂流動と直角なパターンでは充填率  $60\ \%$  以下であった。また、金型温度  $98\ ^\circ\text{C}$  では冷却時間が  $5$  分以上必要であった。

#### 3. 2. 熱サイクル成形

微細溝への充填率を上げるため、射出前に樹脂材料の軟化点以上に金型温度を昇温し、射出と同時に金型を冷却し、樹脂の軟化点以下に降温して成形品を取出す熱サイクル成形を試みた。

カートリッジヒータと冷却水を制御し、金型の昇温、降温を繰り返して成形した。図8に熱サイクル成形で成形したマイクロリブのSEM写真を示す。射出時の金型温度  $110\ ^\circ\text{C}$ 、型開き温度  $80\ ^\circ\text{C}$  で、樹脂流動方向によらず幅  $20\ \mu\text{m}$  深さ  $40\ \mu\text{m}$  の溝に完全に充填できた。しかし、金型全体を昇温、降温することになり、

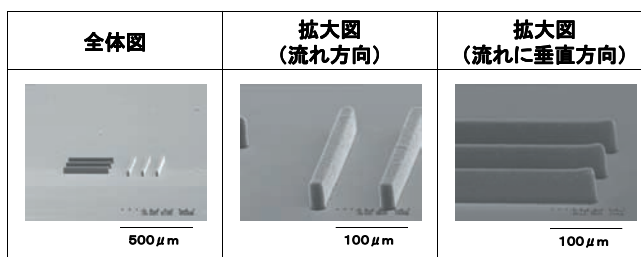


図8 熱サイクルによる成形品

加熱・冷却に長時間を要し成形サイクルは5分30秒程であった。

### 3. 3. 熱サイクル成形用金型の開発

金型の加熱・冷却時間を短縮し、工業的に実現可能な成形サイクルを達成するため、新たに熱サイクル成形用金型を開発した。断熱材と入子を組み合わせ、入子を直接加熱、冷却する構造とした。

図9に開発した熱サイクル成形用金型の外観を示す。白い部分が断熱材である。今後は、断熱材配置と温度制御法の検討を行い、成形サイクルの短縮を図る。

### 3. 4. マイクロ流路基板の試作

アクリル樹脂DELPEET560Fを用い、マイクロ流路基板などの試作を行った。現状での、一段のマイクロ構造を形成したキャビティ入子の製作期間は、フォトマスク作製に3日、フォトリソグラフィに半日、

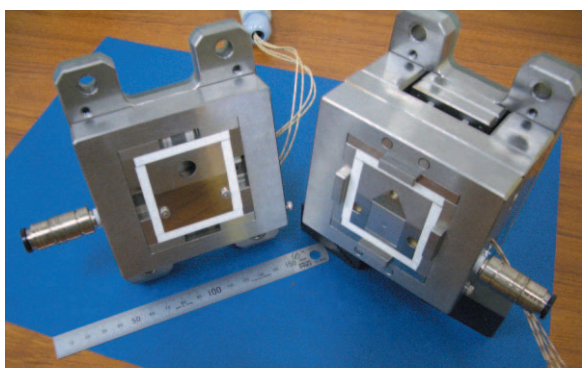


図9 熱サイクル成形用金型

めっきに1日、上面切削とレジスト剥離に1日の合計5日半で可能となっている。

図10に成形品サンプルのSEM写真を示す。厚さ0.4mmの薄板上に20～50μmでアスペクト比1～2のマイクロ構造を持つ成形品を実現できた。今後は射出成形による数千ショットレベルでの耐久性評価を行う。

## 4. 結言

厚膜レジストのパターン化、ニッケルめっき、切削により、金型材料基板上に幅20μmアスペクト比2のマイクロ構造を直接形成するマイクロ金型製造技術を確認した。また、熱サイクル成形により、幅20μmアスペクト比2のマイクロ構造を持つ射出成形品の量産技術を開発した。

今後は、三次元形状金型による成形、及び耐久性の検証を行い、マイクロ流路基板やマイクロウエルチップを試作する。

## 参考文献

- 1) 北森、庄子、馬場、藤田：“マイクロ科学チップの技術と応用”、丸善株式会社、2004
- 2) “マイクロ構造を持つ微細プラスチック部品成形技術の開発(第1報)”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.9-12、2005

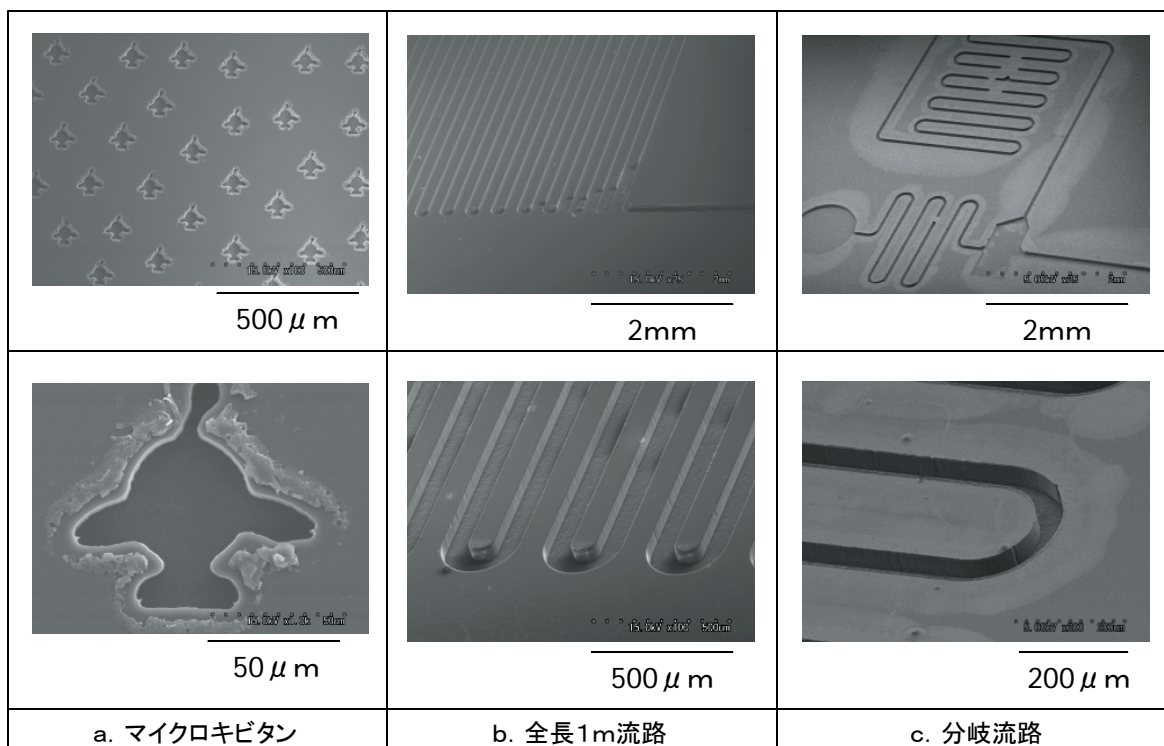


図10 成形サンプル

# 液晶用ディンプル型反射板製造法の開発

## Development of the Method for Manufacturing Dimple-Type Reflector

研究開発部プロセス技術グループ 吉田智 菅原康則 富田大輔  
フガク工機株式会社東北工場 村上正弘 下嶋勇人  
パーフェクトン株式会社 佐原二夫 菊地康 川名英彦  
株式会社アンデスイントック 馬上幸一 木村龍彦

半透過型液晶パネルに使用される内面拡散板に理想的な反射特性を持たせ、より付加価値を高めるため、反射板表面に微細なディンプルパターンを形成する方法について検討した。反射板へのパターン転写工程としては、高速ミーリングによる金型へのディンプルパターン加工、射出成形によるパターン転写用樹脂板の製造、樹脂板を用いたガラス基板へのパターン転写があり、県内企業3社と共同で各工程の技術開発に取り組んだ結果、希望する特性を持つ携帯電話用2.4inサイズの内面拡散反射板の試作を行うことができた。

Key words:内面拡散反射板、ディンプルパターン、高速ミーリング、射出成形

## 1. 緒言

携帯電話に代表されるモバイル製品には、一般に屋内・屋外いずれの環境においても良好な視認性が得られる半透過型液晶パネルが使用されており、現在はパネル前面に散乱フィルムを貼り付けて拡散機能を持たせた前方拡散方式のパネルが主流となっている。しかし、この方式のパネルは、製造法が簡単でコストが安いというメリットはあるが、画像のボケや反射モード時の画面が暗くなるなどの問題がある。これに対してパネル内面に拡散反射板を形成する内面拡散方式では、カラーフィルターと反射板の距離が短いため画像のボケや色のにじみがなく鮮明な画像が得られ、高精細化への対応が可能である。しかし、現在のフォトリソグラフィ等の化学的手法を用いる製造技術では反射板表面形状を安定的に形成することが難しく、画面の明るさの面で十分な特性を得ることができない。

この改善方法のひとつとして、拡散反射板の表面に図1のような凹球面が不等間隔に配置されたディンプル形状を形成する手法がある。この手法は入射光を一定の範囲に反射させて、反射光をより効率的に利用できるように画像表示が明るく、かつ光の反射と拡散が同じポイントなので視差がなく、表示が二重に見えることもない最も優れた方法である。

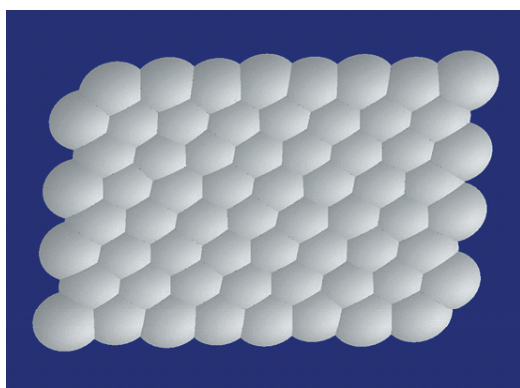


図1 拡散反射板の理想的な表面形状

本研究では、市場拡大が予想される携帯電話にターゲットを絞り、このディンプル形状を持つ2.4inサイズの拡散反射板を短期間かつ適正なコストで製造する技術の確立を目指し、電源立地地域対策交付金補助事業として平成16～17年の2年間にわたって県内企業と共同で研究を行った。以下に研究概要を示す。

## 2. 研究内容

本研究で取り上げた反射板の製造工程は、①金型(マスター板)表面へのディンプルパターン加工、②射出成形によるパターン転写用樹脂板(スタンパー)製造、③スタンパーによるガラス基板表面へのディンプルパターン転写の3工程からなる。このため、ハイテクプラザおよび県内企業で分担して各工程における技術課題解決に取り組んだ。それぞれの研究内容および成果は以下のとおりである。

### 2. 1. 液晶用ディンプル型反射板製造法の開発

ハイテクプラザでは、金型(マスター板)表面にディンプルパターンを形成するための基礎技術として、高速ミーリングを応用した極小径工具による加工技術について、工具の選定、加工条件、金型材質などの検討を行った。

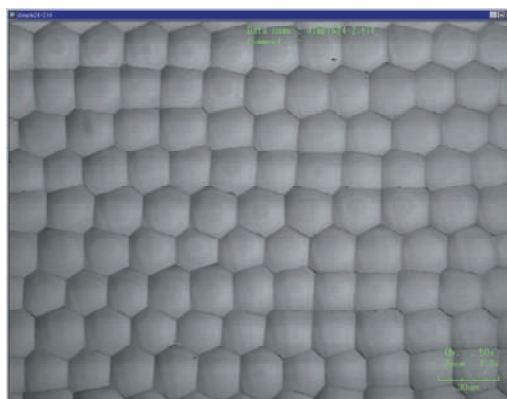


図2 ディンプル加工面

その結果、単結晶ダイヤモンドエンドミルを用いてディンプルパターンを高速に加工する技術を開発し、図2に示すようなほぼ理想的な反射特性を持つディンプルパターンの加工を行うことができた。

また、2.4in以上の液晶パネルへの応用を視野に入れた大型マスター板加工の可否についても加工実験を行い検討した。

## 2. 2. ディンプル型反射板用マスター板(金型)加工技術の検討

フガク工機株式会社東北工場では、前節で開発された加工方法を基に、実際の製造環境におけるディンプル型マスター板の加工について、加工用治具の作製、加工条件の検討などを行なった。

その結果、図3に示すような全面にディンプルパターンが加工された2.4inサイズマスター板(50×40mm)の試作を行うことができた。また、マスター板洗浄方法などの周辺技術についての検討も行った。

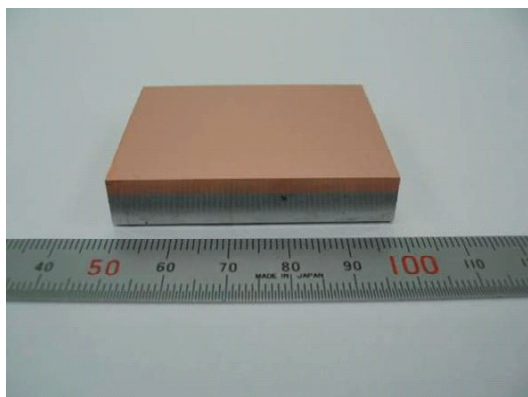


図3 2.4inサイズマスター板

## 2. 3. 射出成形によるパターン転写用樹脂板(スタンパー)の製造技術の検討

パーフェクトン株式会社では、前節で加工された金型(マスター板)を使用し、液晶用ガラス基板にディンプルパターンを転写するための樹脂板(スタンパー)を

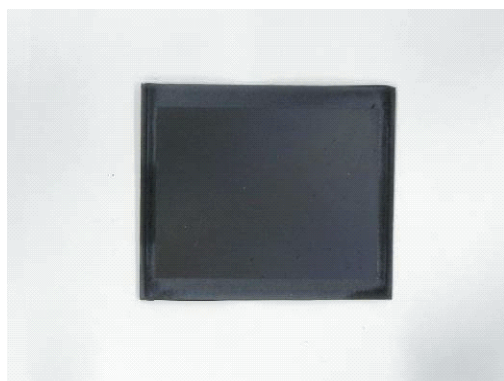


図4 パターン転写用樹脂板(スタンパー)

を射出成形で製造する技術について、成形機、成形材料、金型形状、成形条件などの検討を行なった。

その結果、パターン転写工程に必要な板厚差 $5\mu\text{m}$ 以下の精度で図4のようなスタンパーの成形を行なうことができた。また、連続12時間の射出成形実験を行った結果、板厚のばらつきは $2\sim 3\mu\text{m}$ 程度であることを確認した。

## 2. 4. スタンパーによるガラス板へのパターン転写技術の検討

アンデスインテック株式会社では、前節で作製されたパターン転写用樹脂板(スタンパー)を使用してガラス基板上にディンプルパターンを形成する手法の検討および転写装置の開発を行なった。

その結果、開発企業で希望する反射特性をほぼ満足する2.4in内面拡散反射板の試作を行うことができた(図5、図6)。

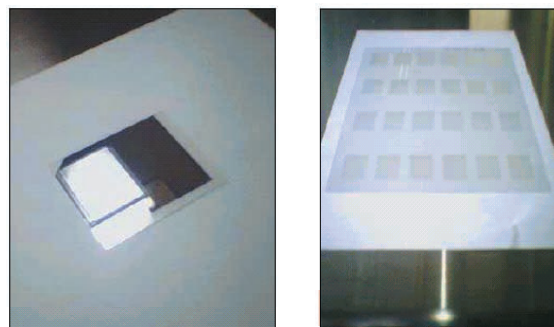


図5 内面拡散反射板(左)とガラス基板(右)

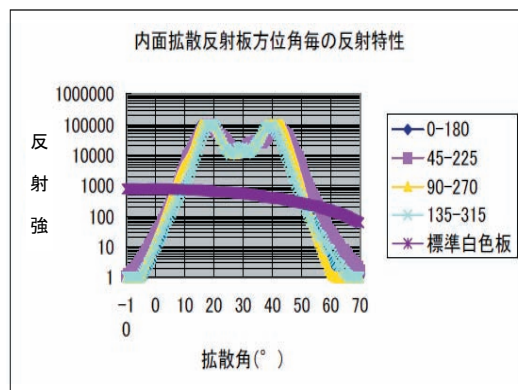


図6 内面拡散反射板反射特性

## 3. 結言

以上、ディンプル型内面拡散反射板製造法について研究を行い、2.4in内面拡散反射板を試作することができた。

なお、本研究の詳細な内容については、平成18年3月発行の研究成果報告書「液晶用ディンプル型反射板製造法の開発」を参照されたい。

# 常圧過熱水蒸気を利用した食品の微生物制御及び加工技術の開発

## ーソバ常在微生物に対する過熱水蒸気の殺菌効果ー

Development of Food Processing Technology and Microbial Control by Superheated Steam

--Sterilizing Effect of Superheated Steam on Microbes in Buckwheat --

会津若松技術支援センター食品技術グループ 小野和広、遠藤浩志  
㈱シスコムエンジニアリング 永澤正輝、須田征人、永山公一、高木三鶴  
阿部製粉㈱ 山田純市  
郡山女子大学 庄司一郎

ソバ加工品の微生物制御及び品質保持技術の開発を目的に、熱効率が高く、湿熱状態での迅速な表面加熱に特徴のある常圧過熱水蒸気処理を応用し、ソバに付着する微生物の低減効果を検討した。その結果、常圧過熱水蒸気を、果皮を脱皮した抜き実処理することにより、ソバに付着する一般細菌、大腸菌群の低減に顕著な効果のあることがわかった。これにより常圧過熱水蒸気処理はソバの常在微生物低減化およびソバ加工品の微生物制御に有効であることが示唆された。

Key words: 常圧過熱水蒸気、玄ソバ、抜き実、殺菌、微生物制御

## 1. 緒言

ソバは良質のタンパク質、食物繊維、ミネラルを多く含み、加えて毛細血管強化作用のあるルチンをはじめとしたポリフェノール類を有する。また血圧上昇抑制作用のあるアンジオテンシン I 変換酵素阻害活性を有することで知られ、栄養的、生理機能的に優れた食品である<sup>1)~4)</sup>。近年、こうしたソバの特性が認知されるとともに健康志向の高まりを背景として、ソバの需要も増加傾向にある。

福島県のソバの作付面積および収穫量は 3,350ha、2,410t(平成 16 年度)で、いずれも北海道に次いで多く、国内有数のソバ生産量を誇っている。こうした地域特性を活かし商品開発および消費拡大を図ることはソバ生産県として意義があり、県産ソバの普及、ブランド化は重要な課題と考えられる。

しかしソバはコムギ等に比べ微生物数が多く、麺等への加工後、腐敗や変質が早く<sup>5)6)</sup>、生そばとしての流通には制約がある。

一方、著者らはこれまで、野菜の殺菌技術について検討し、白菜への常圧過熱水蒸気(Superheated steam 以下 SHS)処理は浅漬け製造における微生物制御に有効である可能性を明らかにした<sup>7)</sup>。SHS は飽和水蒸気を常圧のまま 100℃以上に加熱した熱放射性ガスであり、熱効率が高く、酸化や着色の少ない加熱や乾燥が可能である<sup>8)</sup>。また食材表面を湿熱の状態ですぐに加熱できることから、新たな食品の加工・殺菌技術として注目されるようになってきている<sup>9)~12)</sup>。

以上のような背景から、本研究では SHS 処理をソバの製粉工程に導入し、付着微生物の低減化を図り、日持ちがよく品質変化の少ないそば加工品の原料を開発することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試材料

#### (1) 市販ソバ粉およびコムギ粉の微生物測定

県内の製粉会社、製麺会社から供給された市販ソバ粉 8 点 (外国産 3 点、国内産 5 点(うち県内産 3 点))、コムギ粉 6 点 (外国産 3 点、国内産 3 点 (うち県内産 1 点)) を供試した。

#### (2) ソバの部位別微生物測定および SHS 処理試験

ソバの部位別微生物測定には 2005 年の福島県産および北海道産ソバを、SHS 処理試験には同年の福島県産ソバを用い、玄ソバおよびその果皮(殻)を脱皮した種実(以下、抜き実)について試験した。抜き実は玄ソバ脱皮機(国光 SP-M)により調製した。

### 2. 2. ソバの部位別の微生物の測定

玄ソバおよびその抜き実の表面処理前後の微生物数から存在部位を検討した。玄ソバは磨き、磨き後の水洗、磨き後の表面殺菌処理を、また抜き実は水洗、表面殺菌処理を行った。磨き処理は玄ソバ磨き機(国光 SK-160)により、水洗処理は 20 倍量の滅菌水で 1 分間洗浄することにより、また表面殺菌処理は 20 倍量の 37%ホルムアルデヒド液(和光純薬)で 1 分間浸漬後、滅菌水で洗浄(1 分間)することにより行った。

### 2. 3. SHS処理

磨き後の玄ソバおよび、その抜き実について SHS 処理を行った。SHS 処理は㈱小名浜製作所が試作した SHS 処理装置を用いた。SHS を飽和させた 40(幅)×20(高さ)×140(奥行) cmの処理室内で行ない、処理前後の微生物数から殺菌効果を比較した。

## 2. 4. 微生物の計数方法

処理前後の玄そばおよび抜き実の微生物は下記の方法で計数した。

一般細菌は標準寒天、また大腸菌群はデスオキシコレート培地(ともに栄研化学)を用い、常法により計数した。好気性芽胞菌は 80℃・10 分間の温浴処理後、標準寒天培地を用い計数した<sup>13)</sup>。これらの測定は3反復で行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3. 1. 市販ソバ粉とコムギ粉の微生物

図1に市販ソバ粉とコムギ粉の微生物数を測定した結果を示した。

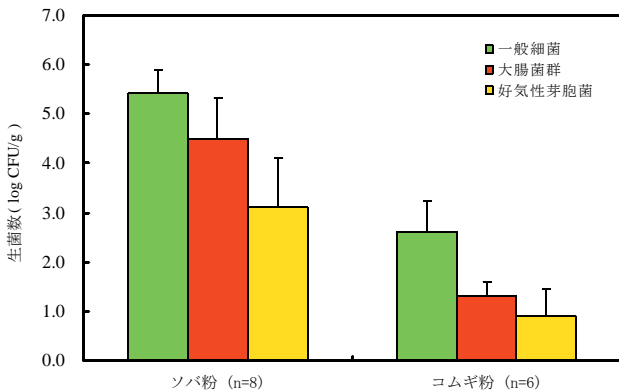


図1 市販ソバ粉とコムギ粉中の微生物数  
それぞれの平均値と標準偏差を示した。

ソバ粉(n=8)の一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数は、それぞれ 5.4、4.5、3.1logCFU/g で、同様にコムギ粉(n=6)では各 2.6、1.3、0.9logCFU/g だった。ソバ粉はコムギ粉に比べ、一般細菌、大腸菌群は約 3logCFU/g、好気性芽胞菌は約 2logCFU/g 多く、両者の微生物数には顕著な差が認められた。またソバ粉、コムギ粉とも一般細菌の約 10%は大腸菌群、また約 1%は好気性芽胞菌だった。

図2に外国産と国内産のソバ粉の微生物数を示した。

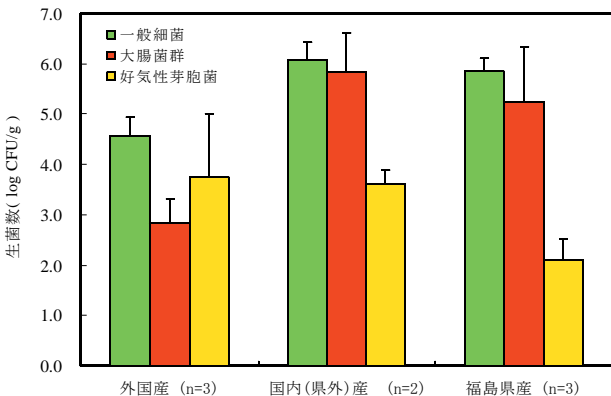


図2 外国産と国内産のソバ粉の微生物数  
それぞれの平均値と標準偏差を示した。

外国産(n=3)の一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数はそれぞれ 4.6、2.8、3.8logCFU/g だった。また国内(県外)産(n=2)は各 6.1、5.8、3.6logCFU/g、同様に県内産(n=3)は各 5.9、5.2、2.1logCFU/g だった。外国産は国内(県外)産や県内産に比べ、一般細菌は 1.3 ~ 1.5logCFU/g、大腸菌群は 2.4 ~ 3.0logCFU/g 少なかったが、好気性芽胞菌は 0.2 ~ 1.7logCFU/g 多かった。一方、県内産は県外産に比べ、一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌のいずれの菌もやや少なかった。

以上の結果から、ソバ粉はコムギ粉に比べ、外国産、国内産を問わず、一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌が顕著に多いことが明らかとなった。これらの結果は既報<sup>5)</sup>とほぼ一致しており、このことが、麺等への加工後、変敗、変質を早める要因となっているものと考えられた。

### 3. 2. ソバの部位別の微生物分布

図3に玄そばの各処理前後の微生物数を測定した結果を示した。無処理の玄そばの一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数はそれぞれ 8.0、7.3、3.0logCFU/g だった。また磨き後の菌数は各 7.9、7.4、3.0logCFU/g、水洗処理後は各 7.8、7.1、3.0logCFU/g で、磨きおよび水洗処理による減少はほとんど認められなかった。

一方、表面殺菌処理後の一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数は各 6.6、4.7、2.8logCFU/g で、処理により、それぞれ 1.4、2.6、0.2logCFU/g 減少した。しかし依然として 6logCFU/g 以上の一般細菌および、4logCFU/g 以上の大腸菌群が残存し、これらの結果から、ソバの細菌は果皮(殻)表面のみならず、内部にも多数存在することが推定された。

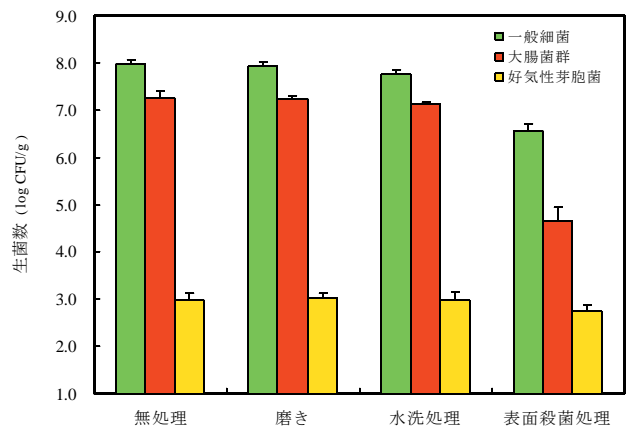


図3 玄そばの磨き、水洗、表面殺菌処理後の微生物数

県内産ソバを供試し、水洗処理は 20 倍量の滅菌水、表面殺菌処理は 20 倍量のホルムアルデヒド液に 1 分間浸漬後、滅菌水で洗浄した。生菌数は 3 反復の平均値を示した。

図4に抜き実の水洗および表面殺菌処理後の微生物数を測定した結果を示した。



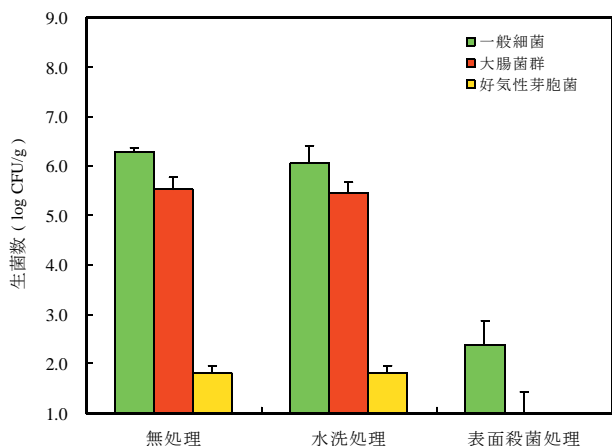


図4 抜き実の水洗、表面殺菌処理後の生菌数

県内産ソバを供試し、水洗処理は20倍量の滅菌水、表面殺菌処理は20倍量のホルムアルデヒド液に1分間浸漬後滅菌水で洗浄した。生菌数は3反復の平均値を示した。

無処理の抜き実の一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数はそれぞれ6.3、5.5、1.8logCFU/gで、いずれも玄ソバの菌数より約1～2logCFU/g少なかった。また、水洗処理後の菌数は各6.1、5.5、1.8logCFU/gで、無処理と大差なく、玄ソバと同様、水洗処理による菌数低減効果は認められなかった。一方、表面殺菌処理後の菌数は、一般細菌は2.4logCFU/gで、無処理より3.9logCFU/g少なかった。また大腸菌群は10CFU/g以下、好気性芽胞菌は検出されなかった。

これにより、ソバの微生物は主に果皮の内外および、抜き実の表面に付着しており、抜き実の内部(胚乳部、胚芽部)の菌数は少ないことが明らかとなった。

以上の結果から、微生物低減化のためのSHS処理は、抜き実への表面処理が有効と考えられた。

### 3. 3. 玄ソバへのSHS処理による殺菌効果

図5-1、5-2に、玄ソバに対し5秒および10秒間SHS処理した時の菌数変化を示した。

処理時間5秒の場合、一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数は、110℃処理では各7.3、6.9、2.3logCFU/g、130℃では各7.1、6.8、2.2logCFU/g、150℃では各6.7、5.9、2.2logCFU/gだった。無処理に比べ、110℃および130℃では0.4～0.7logCFU/g、150℃では0.5～1.4logCFU/gの減少にとどまり、顕著な低減効果は認められなかった。

一方、処理時間10秒の場合、一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数は、110℃が各5.3、3.8、2.0logCFU/g、130℃では各4.6、3.7、2.1logCFU/g、150℃では各4.3、3.3、2.1logCFU/gだった。一般細菌、大腸菌群は、処理温度の上昇とともに低減する傾向が見られ、150℃処理後の菌数は、無処理より約3～4logCFU/g減少した。これにより玄ソバは10秒以上のSHS処理により

菌数低減効果を向上できることがわかった。

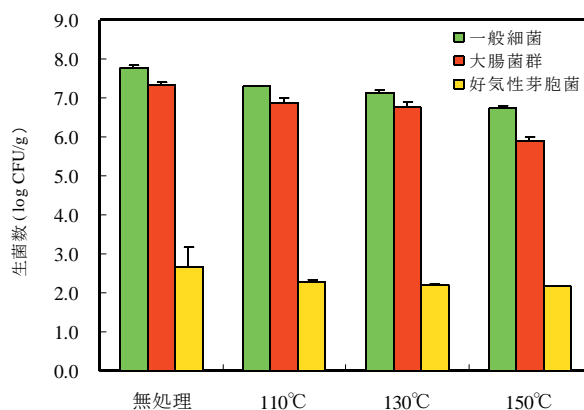


図5-1 SHS処理による玄ソバの菌数変化(処理時間5秒)

生菌数は3反復の平均値、標準偏差を示した。

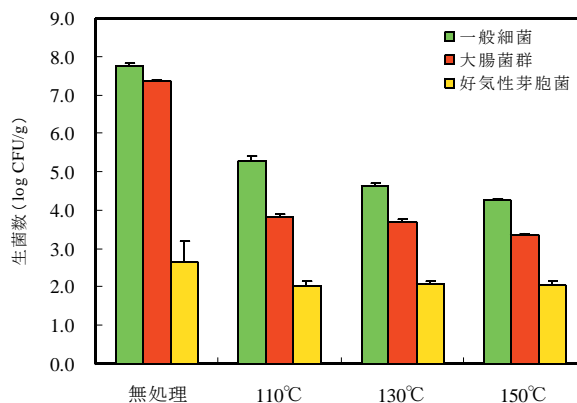


図5-2 SHS処理による玄ソバの菌数変化(処理時間10秒)

生菌数は3反復の平均値、標準偏差を示した。

### 3. 4. 抜き実へのSHS処理による殺菌効果

図6-1、6-2に、抜き実に対し5秒および10秒間SHS処理したときの菌数変化を示した。

処理時間5秒における一般細菌、大腸菌群、好気性芽胞菌数は、110℃では各2.3、1.8、0.9logCFU/g、130℃では各1.9、1.6、1.1logCFU/g、150℃では各1.8、1.3、1.1logCFU/gだった。無処理に比べ一般細菌は4.0～4.5、大腸菌群は4.2～4.6、好気性芽胞菌は0.7～0.9logCFU/g減少した。

10秒間処理後の抜き実の一般細菌数は1.4～1.8logCFU/g、好気性芽胞菌数は0.9～1.9logCFU/gで、大腸菌群は検出されなかった。処理により、一般細菌は4.5～4.9、大腸菌群は5.9、好気性芽胞菌は0.8～0.9logCFU/g低減し、5秒処理時以上の顕著な低減効果が認められた。

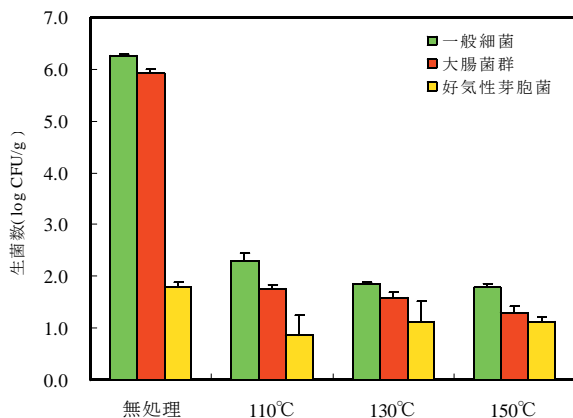


図6-1 SHS処理による抜き実の菌数変化(処理時間 5 秒)  
生菌数は 3 反復の平均値、標準偏差を示した。

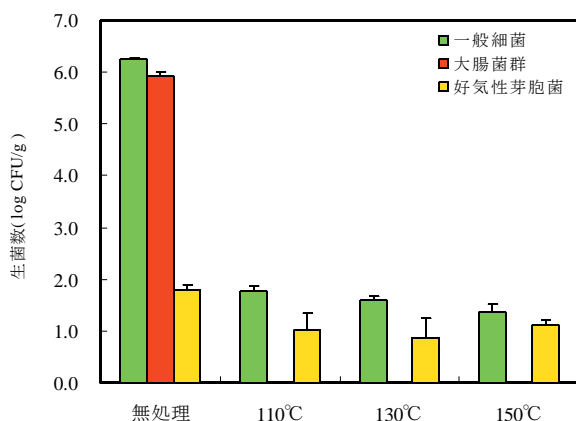


図6-2 SHS処理による抜き実の菌数変化(処理時間 10 秒)  
生菌数は 3 反復の平均値、標準偏差を示した。

以上の結果、抜き実への SHS 処理は残存菌数を一般細菌では 100CFU/g 以下に、また大腸菌群では不検出レベルと、コムギ粉(図 1)の菌数レベル以下に低減することが可能であり、顕著な微生物低減効果のあることが明らかとなった。これらの結果より、麺等への加工後の微生物制御や品質保持を図る上での効果が期待される。

#### 4. 結言

日持ちが良く品質変化の少ないそば加工品の原料を開発することを目的として、そば種実における常在微生物の存在部位を明らかにするとともに、SHS 処理がそば常在微生物の低減化に有効かどうかを検討した。

その結果、そばの常在微生物のほとんどは果皮の内外面および抜き実表面に存在し、抜き実内部には少ないことが判明した。以上の結果を踏まえ、そばへの SHS 処理を行ったところ、抜き実に SHS 処理することにより、そばの菌数低減に顕著な効果のあることが明らかとなった。

以上の結果から、そばへの SHS 処理は、生菌数の少ないそば粉の製造につながり、加工後の微生物制御を図る上で有効であることが示唆された。

#### 謝辞

本試験を遂行するにあたり、指導とご助言を賜りました独立行政法人食品総合研究所・製造工学研究室室長、五十部誠一郎氏、独立行政法人農業・生物系特定産業技術研究機構東北農業研究センター・品質評価研究室室長、渡辺満氏に深謝申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 三宅一嘉, 前田智子, 森田尚文: ソバ製粉工程における各種画分の一般成分およびタンパク質の特性について, 食品工業, 10.30. 64-70 (2004).
- 2) 小原哲二郎: 雑穀, 樹村房, 42, 410-459 (1981).
- 3) 渡辺 満: 機能性からソバの品質を考える, 第 6 回ソバ研究会講演要旨集, 14-17 (2006).
- 4) 小原忠彦, 大日向洋, 村松信之, 松橋鉄治郎: 高速液体クロマトグラフィーによるそばルチン定量, 日食工誌, 36, 114-119(1989).
- 5) 松家 修, 大西 勉, 鎌田裕子, 太田 徹: 麺類に対する細菌汚染対策について, 食品衛生研究, 35, 337-343 (1985).
- 6) 村松信之, 唐沢秀行, 金子昌二, 大日向洋, 大池昶威: ソバ粉の菌数変化に及ぼす炭酸ガスの処理圧力及び温度の影響, 長野食工試研報, 23, 44-47 (1995).
- 7) 小野和広, 遠藤浩志, 稲津康弘, 宮尾茂雄: 白菜付着微生物に対する過熱水蒸気の殺菌効果, 食科工, 53, 172-178 (2006).
- 8) 保坂秀明: 常圧過熱水蒸気の商品への利用, 食品工業, 8.30. 46-55 (1999).
- 9) 鈴木寛一, 雨坪知音, 羽倉義雄: 過熱水蒸気を用いた野菜のブランピング, 日本食品工学会講演要旨集 69, (2002).
- 10) 西岡不二男, 浅岡大介, 山崎雅夫: 過熱水蒸気を用いたホタテ白干し製品の高品質化, 食科工, 51, 167-171 (2004).
- 11) 森下敏朗, 小窪正人, 堂園眞澄, 河野幹雄, 井戸川幸弘, 水光正仁: 豚レバーの食材化と品質変化, 宮崎県工業試験場・宮崎県食品加工研究開発センター研究報告, 42, 121-126 (1997).
- 12) 五十部誠一郎: 過熱水蒸気を用いた食品の殺菌技術, フードケミカル, 11. 57-62 (2005)
- 13) 厚生労働省監修, 食品衛生検査指針 (社団法人日本食品検査協会) P159 (2004).

# 新エネルギー発電システムの開発

— A Development of Power System for Renewable Energy —

研究開発部システム技術グループ

高橋 淳 尾形 直秀 大内 繁男

高樋 昌 平山 和弘 浜尾 和秀 吉田 英一

北芝電機株式会社

佐々木 英 二瓶 裕勝

有限会社エイチ・エス・エレクトリック

関本 英雄

JUKI 電産株式会社

山口 誠一郎

福島コンピューターシステム株式会社

佐藤 義博 渡辺 隆

風力などの新エネルギーを利用した発電システムを実用化するため、平成17年度から平成19年度までの3カ年で新エネルギー発電システムの開発を行う。開発する発電システムは、高効率・高機能で安価な発電システムを目指す。平成17年度は、新エネルギー発電システムを実現するのに必要なスイッチトリラクタンスジェネレータの開発、フルデジタル電力変換の試作、小型分散電源監視装置の開発、発電システム監視ネットワークの構築を行った。

Key words: スイッチトリラクタンスジェネレータ、FPGA、分散型電源、マイクログリッド

## 1. 緒言

地球温暖化防止やゼロエミッション時代の形成と、エネルギーの地産地消にむけて風力などの新エネルギーを利用する技術開発が注目されている。本研究では、新しい構造の発電機、フルデジタル化した系統連系が可能な電力変換器、小型分散電源の協調動作を行うマイクログリッドを実現する発電システムの監視・制御システムを開発する。

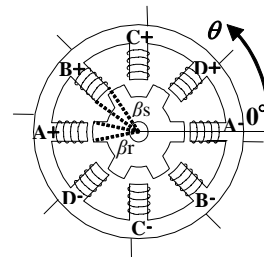
平成17年度の研究内容について、2. に発電機として使用するスイッチトリラクタンスジェネレータ、3. にフルデジタル電力変換器、4. に小型分散電源監視装置、5. にインターネットを使ったマイクログリッドの開発について報告する。

## 2. 励磁回路にSRGを利用した8/6SRG

スイッチトリラクタンスジェネレータ（以下SRGと略記）は構造が簡単で堅牢など多くの特徴を持つ。<sup>1)</sup> 一般にSRGの励磁回路には非対称ハーフブリッジコンバータ（以下AHBCと略記）が使用されている。今回は、AHBCに比べて半分のスイッチング素子数で回路を構成できるサプレッションレジスタコンバータ（以下SRCと略記）を励磁回路に利用したSRGの特性を評価した。

図1に実験に使用した固定子極8極、回転子極6極の4相8/6SRGの諸元を示す。各相のコイルは直列に接続されている。図2にAHBCでSRGを励磁した回路を示す。図3にはSRCを利用した回路を示す。 $L_a \sim L_d$ はそれぞれA～D相の固定子巻線インダクタンスであり、回転子位置角に対して周期的に変化する。適切なタイミングで励磁回路のスイッチを開閉して固定子極を励磁すれば発電出力が得られ、負荷抵抗 $R_L$ に電力が供給される。

SRCを用いたSRGの発電特性の一例を図4に示す。図中の実線がSRCによる入力電力、発電出力および効率



Outer diameter of stator	100mm
Inner diameter of stator	50.2mm
Length of air gap	0.2mm
Stator pole arc $\beta_s$	20.1°
Rotor pole arc $\beta_r$	23.5°
Stack length	50mm
Number of windings/pole	52 turns
Core material	50H290

図1 SRGの緒元

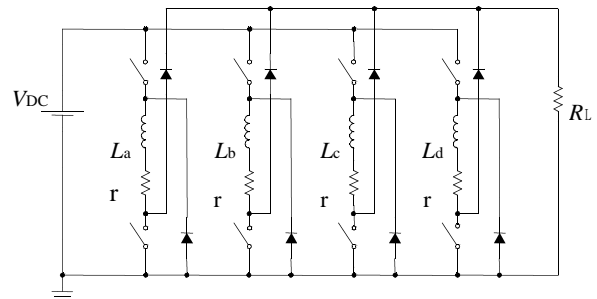


図2 AHBCで励磁したSRG

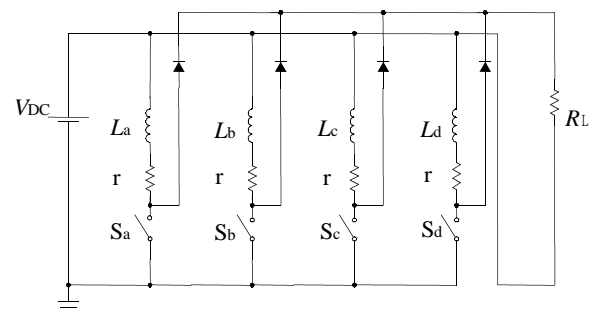


図3 SRCで励磁したSRG

の測定値を示す。負荷抵抗は $10 \Omega$ とした。実線はSRC、点線はAHBCを利用した回路の測定値である。 $P_e$ 、 $P_m$ 、 $P_o$ はそれぞれ励磁入力、機械入力、出力である。効率は $P_o / (P_e + P_m)$ で求めた。励磁回路にAHBCを利用しても

SRCを利用してほぼ同等の性能が得られているのがわかる。図5にSRC使用時の直流電源電圧  $V_{dc}$ =30、40、50[V]における回転数に対する発電出力と効率を示す。同図より、広い範囲で80%前後の効率が得られていることがわかる。出力と効率の実測値が計算値と比較して小さいのは、シミュレーションでは鉄損を考慮していないことなどの影響と考えられる。シミュレーションは有限要素法によって行いMaxwell2Dを用いた。

SRCはスイッチング素子数が半分ですみハイサイドドライブ回路を必要としないので安価に構成できることが利点と考えられる。

### 3. フルデジタル電力変換器の開発

#### 3. 1. 商用電力への電力変換

風力などの自然エネルギーを利用して発電された電力は、電圧や周波数が一定ではない。それに対し、一般家庭で使用している商用電力は、電圧、周波数が一定である。自然エネルギーにより発電した電力を一般の電気機器に使用するためには、図6に示すように、自然エネルギーで発電した電力を、商用電力と同じ電

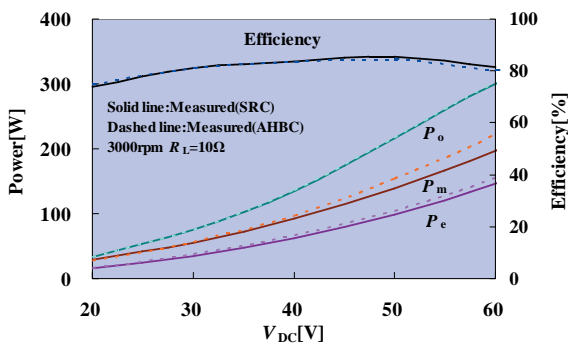


図4 SRGの入出力と効率

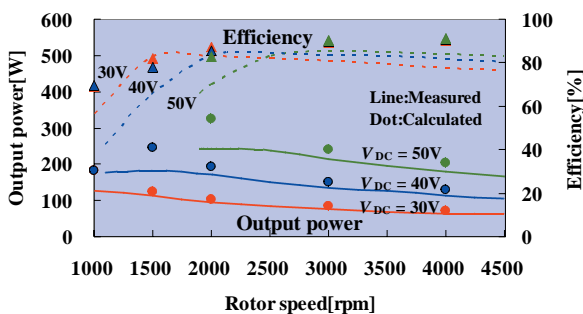


図5 励磁電圧を変化させた場合の出力と効率

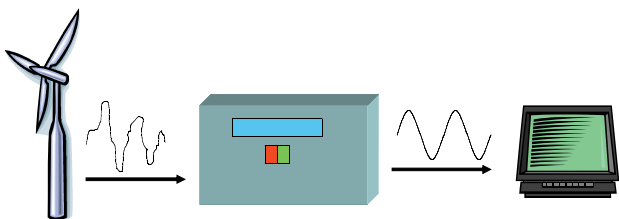


図6 商用電力への電力変換

圧、周波数に変換する電力変換器が必要となる。

#### 3. 2. 試作した電力変換器の構成

今回試作した電力変換器の仕様を以下に示す。

- 容量 : 3kW
- 入力電圧範囲 : 40V ~ 200V
- 出力電圧 : 交流 100V
- 周波数 : 50Hz

電力変換器の容量と入力電圧範囲は、2. で述べたSRGの性能より決定した。試作した電力変換器の構成を図7に示す。SRGの出力を整流器により、直流に変換する。DC/DC変換器により直流200V一定にし、DC/AC変換器で100V一定の交流電圧に変換し出力する。AC/DC変換器の出力は、系統連系部により商用系統と系統連系を可能な構造とした。発電機と商用系統から電力を得られない場合に、非常用として使用可能なバッテリーを備えた。

#### 3. 3. フルデジタル制御

DC/DC変換器、DC/AC変換器は、図8に示すPWM(Pulse Width Modulation)により電圧値の変換を行っている。PWMは、同じ周期で同じ大きさを持つパルス列の幅を変え、平滑化することにより出力値を制御している。

DC/DC変換器、DC/AC変換器を制御する制御回路は、FPGAによるデジタル制御を行っている。デジタル制御は、従来のアナログ制御と比較して、以下のような優位性を持つ。

- ・高度な制御が可能である

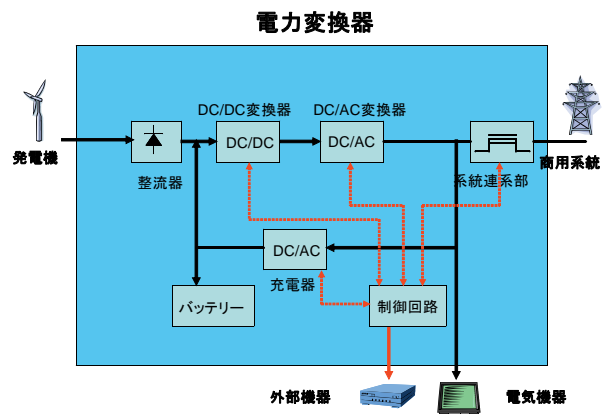


図7 電力変換器の構成

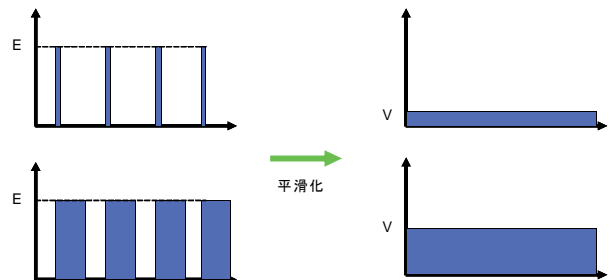


図8 PWM変調

- ・外部機器との通信が容易である
  - ・制御方式の変更が可能である
  - ・温度、時間変化による性能の変化がない
  - ・部品の特性のバラツキを抑えるための調整が不要
- デジタル制御により制御を行った DC/AC 変換器の出力波形を図 9 に示す。出力波形は、商用電力と同じ、100V、50Hz である。図 9 の出力波形は、波形の歪みを補正する制御は行っていないが、平成 18 年度は出力波形の歪みを補正する制御を行う予定である。

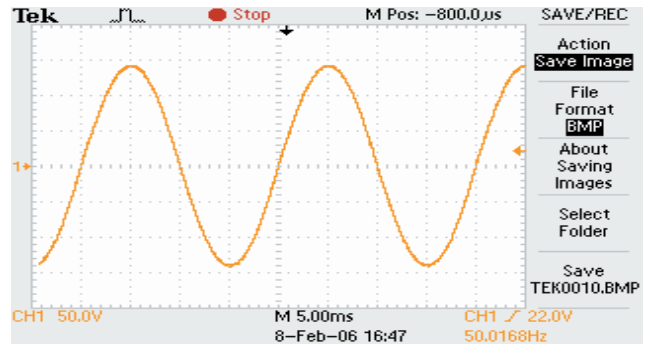


図9 出力波形

## 4. 小型分散型電源監視装置の開発

### 4. 1. 機能、及び仕様

小型分散型電源監視装置はユーザーの操作を受け、運転状態の設定を行い、発電機やインバータの出力、また負荷状態を計測しながら設定された運転状態に適切に制御するという単体としての制御の他に、共にグリッドを構成する他の小型分散型電源と通信を介して情報を交換し、グリッド全体として協調動作をおこなうという制御を併せて行う必要がある。

これらの実装のための要素として、以下の3つの機能について仕様を決定した。

#### (1) 計測・制御インターフェース

発電機、インバータの出力電圧、出力電流、位相などの電気的特性の入力、それらの制御用の信号についてはインバータを実装する FPGA にシリアル通信ポートを設けることで、シリアル通信で行うことにした。

さらに、発電量の予想に必要と思われる風力、温度、湿度などの天候によるデータは直接監視装置に入力するために A/D 変換器や、カウンタなどの入力についても検討した。

#### (2) ヒューマンインターフェース機能

小型分散型電源のユーザーが装置を操作する際に必要な入力装置はタッチパネル、メンブレンスイッチなどを用いることにした。機器状態などをモニタするための出力装置には LCD パネル、LED などを使うことにした。これらの入出力装置のデバイスドライバ開発も併せて行った。

#### (3) ネットワーク通信機能

グリッドを構成する各小型分散型電源は互いに通信を行い全体として協調運転を行うが、この通信手段には TCP/IP ネットワーク通信の上で WEB サービスの形態で情報交換を行うアプリケーションを開発した。

### 4. 2. 開発環境、及び実装

開発する監視装置アプリケーションは組込みシステムで汎用的に使用できる部分も多くあり、これらのソフトウェアはオープンソースとして公開することが有用である。このためにはカーネルをはじめとする基本ソフトウェア自体もオープンソースであることが開発



図10 小型分散型電源監視装置の機能

者にとって都合が良いため、TOPPERS プロジェクトの資産を利用した開発環境の上でアプリケーション開発を行った。

- ・実行環境
  - MS7727CP02 (T-engine 本体)
  - MSTLANTX01 (イーサネット拡張ボード)
- ・リアルタイムカーネル
  - TOPPERS/JSP 1.4.2
- ・TCP/IP 通信スタック
  - TINET
- ・開発ツール
  - gnu ツール (binutils, gcc)
  - ライブラリ (newlib)

今年度はグリッドの通信に使用される TCP/IP 通信スタックについて TOPPERS プロジェクトの資産である TINET を上記ハードウェアで動作するように移植を行った。今後は、SOAP をはじめとする WEB サービスの要素の実装を進め、ネットワークでの運用試験を行う予定である。

## 5. インターネットを使ったマイクログリッドの開発

### 5. 1. 目的

電力安定供給のため、広域の電力系統の状態を的確に把握し最適な運用を行うには、情報通信技術基盤が重要な役割を担っている。電力会社では従来から、通信用の専用回線を保持し電力系統の監視・制御を行っ

てきた<sup>2)</sup>。筆者等の目指す電力系統は、工場や家庭等が保有する分散した発電機を監視・制御し、協調運転に供することである。通信は低コスト化と容易な接続性が必須事項となるため、インターネット回線（以下、IP 網と言う。）を用いることとし運用面の課題を探ることとする。

本章では、IP 網に接続された分散電源をリモート制御するアプリケーションプログラム開発の基盤環境の実現と、今後普及が期待されるマイクログリッド<sup>3)</sup>の制御アプリケーション開発に対するデータ交換基盤の提案を目的とする。

分散電源を制御するための制御コードとしては XML (eXtensible Markup Language) 言語を利用し、IP 網を介した分散電源の制御を可能にするシステムを開発し、その有効性を実証する。

### 5. 2. 全体概要

本開発では、以下3つを主な目標として進める。

- (1) 分散電源の制御を人間が理解できるドキュメントとして表現可能にするため、拡張可能なマークアップ言語である XML 言語を使用する。
- (2) 自立的な機器間通信可能なプログラムであること。
- (3) 発電機動作を機能単位に分解し、機器間の仕様の差異を吸収する機構を開発すると共に、その実行環境を開発することで達成する。

本システムは、図 11 に示すように電力監視指令所が分散電源を管理する一般的な構成を基本とし<sup>2)4)</sup>、分散電源は IP 網で接続されデータ通信を行うものとする。本開発で具現化する特長は以下のとおりである。

- (1) ブラウザ端末から http プロトコルで監視サーバにアクセス可能とし、分散電源を容易に制御する。
- (2) 制御のプログラム言語としては W3C (World Wide Web Consortium) 勧告の XML に従った標準的なものとし、各種多様な機器に対して柔軟に対応できる体系とする。

本システムは、牧田ら<sup>5)</sup>の方法を参考に分散電源を動作内容によって分類・整理する。発電機の一つ一つの動作を「機能」と定義付け、XML の文書型定義 (DTD) の作成指針とする。本指針に基づいて作成された DTD を元に、「機能」集合を文書により定義し、「分散電源」を構成する。

### 5. 3. 監視・制御データ

本システムのデータ交換は、分散電源—分散電源、分散電源—電力監視指令所、電力監視指令所—仮想電力会社とし、自立的な機器間通信の実現を達成する。

仮想電力会社とのデータ交換には、電圧、周波数、位相、電力品質〔高調波、波形歪〕が最小限必要と考え図 12 に示すクラスを策定する。

次年度は実際のシステム開発を行い、実験から、IP 網利用時の通信上の課題、データ交換による監視制御上の課題を整理し解決してゆくこととする。

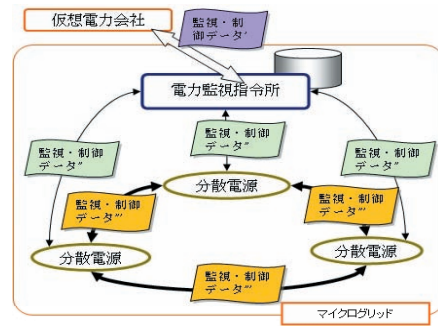


図11 通信モデル

voltage	frequency	phase	quality
-volt	-helz	-degree	-harmonic_wave
+	+	+	-harmonic_distortion
+	+	+	-load_unbalance
			+
			+

図12 クラス図

## 6. 結言

新エネルギー発電システムに必要な SRG の開発、フルデジタル電力変換器の試作、小型分散型電源監視装置の開発、発電システム監視ネットワークの基盤構築を行った。SRG の開発では、励磁回路の検討を行い、AHBC に対して構造が簡単な SRC が AHBC と同等の効率を得られることを確かめた。フルデジタル電力変換器の試作では、フルデジタル制御による電力変換器を試作し、直流 200V を商用電力と同じ交流 100V に変換することができた。小型分散電源監視装置の開発では、小型分散電源監視装置に通信機能を持たせるため TCP/IP を実装中である。発電システム監視ネットワークの基盤構築では、分散電源を監視・制御するためのネットワークの基本構成を構築した。平成 18 年度は、平成 17 年度の研究成果を基に発電システムの開発を行う予定である。

### 参考文献

- 1) E Richter and C. Ferreira, "Performance Evaluation of a 250 kW Switched Reluctance Starter Generator," *Conference Record of the 1995 IEEE Industry Applications, Vol. 1*, pp.434-440, 1995.
- 2) 電力安定供給のための情報通信技術, 芹澤善積, 2005.3, 情報処理,p294-299
- 3) マイクログリッド, 合田忠弘・他,(社)日本電気協会新聞部(2004)
- 4) 電力用通信に関わる IEC 標準の動向と今後の方向性, 芹澤善積・他,2004.3,(財)電力中央研究所
- 5) IPA 家庭等の情報化推進事業,家電機器制御コード組込みマークアップ言語の開発,牧田実・他,2001.2,シャープ株式会社

# 炭素繊維縫合糸の開発と炭素繊維三次元織物の試作提案（第1報）

Development of carbon fiber thread and the trial production proposal of 3-dimensional carbon fiber textiles. I

福島技術支援センター繊維・材料グループ 三浦文明・伊藤哲司・東瀬慎・佐々木ふさ子  
共同研究企業 株式会社ニーズプロダクト・株式会社シラカワ二本松工場

炭素繊維織物の密度や組織の検討を行い、炭素繊維複合材料の基材となる炭素繊維三次元織物を試作しました。また、三次元織物を製造するための技術開発と、利用分野の拡大を図るため炭素繊維縫合糸の開発に取り組みました。そして、そのサンプルや製造技術について航空機製造メーカーや繊維素材製造メーカーをはじめ学会等へ提案してきました。その結果、各分野の方々から今後の開発につながる意見やヒントを得ることができました。

Key words: 炭素繊維、三次元織物、縫合糸

## 1. 緒言

炭素繊維は非常に軽くて強く、また耐熱性、電気伝導性、耐薬品性などに優れているため次世代の産業資材として航空宇宙、自動車、機械、電機、建築土木、スポーツ用品など各分野での利用が加速しています。

現在まで我々は、炭素繊維複合材料の積層間剥離の問題を解決するために、炭素繊維織物をステッチ方式により三次元構造の織物にする技術開発を行ってきました。本研究では、さらに炭素繊維の利用と応用分野の拡大を図るため、炭素繊維縫合糸の開発を行い、炭素繊維織物の積層間を炭素繊維（炭素繊維Z糸）で縫合した三次元織物の試作開発に取り組みました。試作品は航空機・自動車などの一次構造部材の基材や電器機などの放熱・導電機能素材として提案しました。また、炭素繊維を用いた三次元織物製造加工技術の改良と提案を併せて行いました。

## 2. 炭素繊維三次元織物製造方法

### 2.1 炭素繊維織物の糸設計

炭素繊維を芯糸、水溶性繊維を鞘糸にダブルカバリリング加工を行った糸で織物を作ります。また、積層する最表面の炭素繊維織物には、積層材料縫合機（図1）の画像処理用として認識糸と一緒に織込みます。この認識糸を積層材料縫合機に取り付けたCCDカメラで読み取り、自動的に炭素繊維の隙間を認識して縫合していきます。

- ・芯糸：炭素繊維 PYROFIL TR30S 6K 三菱レイヨン株式会社製
- ・鞘糸：水溶性繊維 ソルブロン SF55T/15F 株式会社ニチビ製
- ・認識糸：水溶性繊維 ソルブロン SF330T/100 × 5 株式会社ニチビ製 + 上記鞘糸ダブルカバリリング

（詳細については平成15、16、17年度福島県ハイテクプラザ報告書「スーパー繊維を活用した産業資

材の開発」を参照）

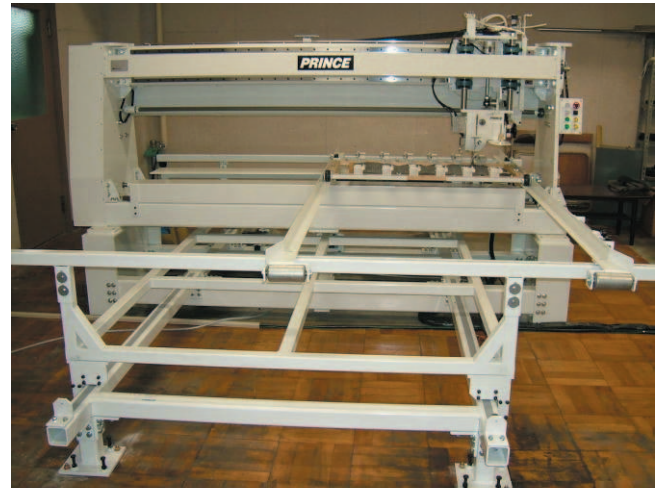


図1 積層材料縫合機

### 2.2 炭素繊維織物の密度設計

認識糸の密度は、織物積層間の剥離の強度を考慮し画像でパターンを認識しやすい同一の組織と間隔になるよう設計します。今回の試作では、タテ糸は炭素繊維4本と認識糸1本、ヨコ糸は炭素繊維2本と認識糸1本が交互になるよう配列しました。

織物の密度は前回の織物の開織状態（図2左）を考慮し、より織物表面がフラットになるように炭素繊維は4.0（本/cm）、認識糸は6.7（本/cm）としました。（図2右）

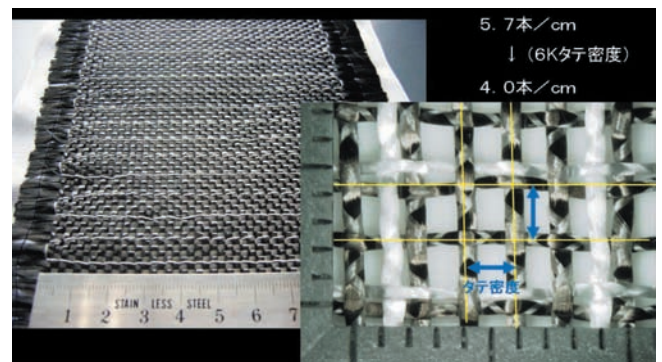


図2 三次元炭素繊維織物と密度

### 2. 3 炭素繊維織物の筈設計

この織物を織るための筈の仕様は、図3に示すように炭素繊維用(A)4羽と認識糸用(B)1羽の繰り返しパターンからなる特殊筈で、図4は実際試作した小幅織物用の特殊筈です。これにより画像処理の際に同一の認識糸の組織が形成され、縫合針挿入の際に織物の地糸(面内糸)に衝突しにくい隙間を作ることができます。

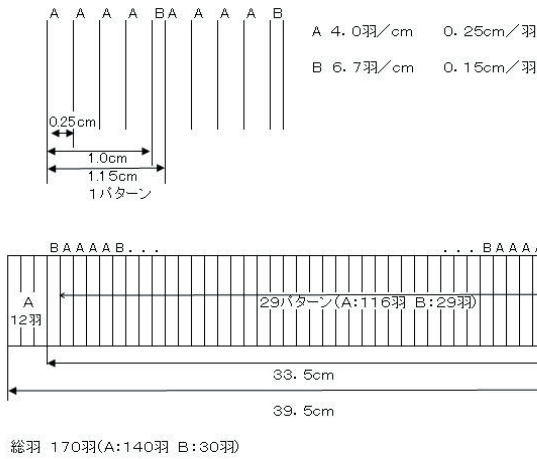


図3 筈仕様

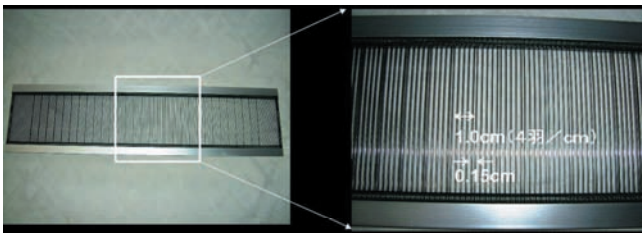


図4 小幅織物用特殊筈

### 2. 4 炭素繊維織物の組織設計

織物組織として、平織と斜文(綾)織を試作しました。

平織は図5に示すように、タテ糸とヨコ糸がそれぞれ交互に浮沈して交錯しており、図の右方からみたタテ糸(4)断面、下方からみたヨコ糸(一)断面とも交互に屈曲した構造となります。この織物を構成する糸の屈曲を少なくし、タテ糸あるいはヨコ糸が連続的に浮くようにした組織が斜文(綾)織です。

斜文織には様々な種類が存在しますが、図6に示す4枚の綜統を用いた3/1斜文といわれる組織(1完全組織)は、タテ糸(4)及びヨコ糸(一)の断面図からもわかるように、タテ糸がヨコ糸3本に対して連続的に浮いた組織となります。

図7及び図8は、それぞれ水溶性繊維でカバリングした炭素繊維を用いて試織した平織物と3/1斜文織

物です。積層する最表面に使用するために、水溶性の認識糸(白糸部分)が一定間隔で入れてあります。

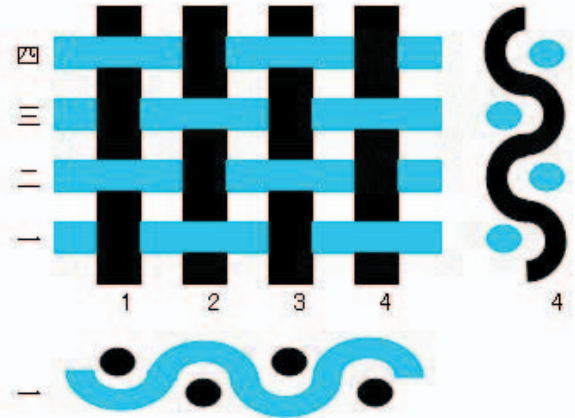


図5 平織組織と断面図

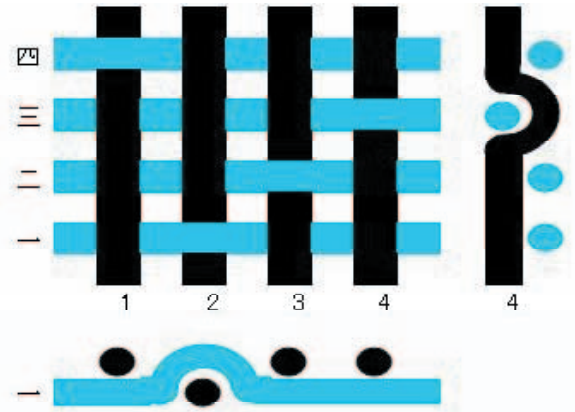


図6 3/1斜文組織と断面図

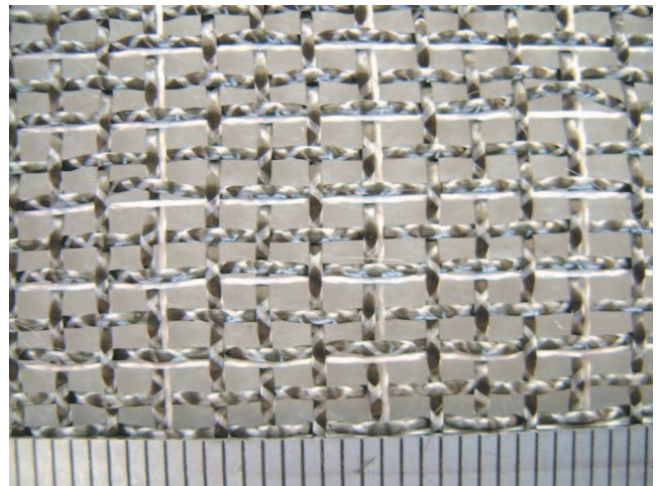


図7 認識糸を入れた炭素繊維平織物



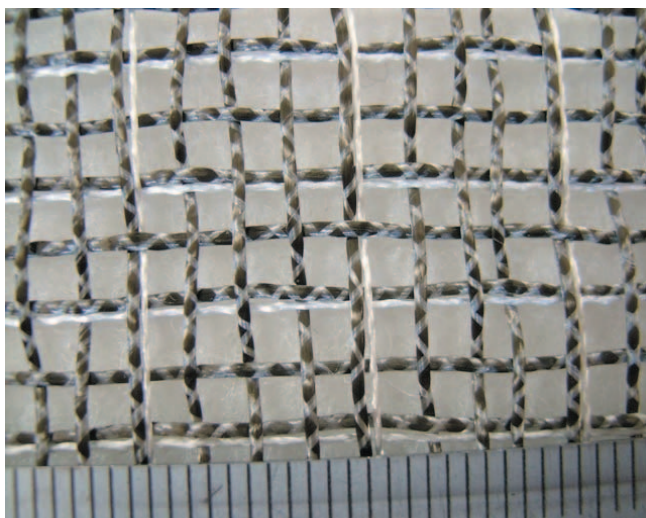


図8 認識糸を入れた炭素繊維3／1斜文織物



図9 積層材料縫合機上糸部（ヘッド）

## 2.5 炭素繊維織物の積層縫合と縫合糸

炭素繊維織物の積層縫合は、上糸部のヘッド（図9）と下糸部の釜（図10）がX-Y方向に同期制御可能な本縫い（Lock Stitch）方式の自動縫合機（全体図1）により行います。ヘッドにはCCDカメラが内蔵されており、炭素繊維織物の認識糸を画像認識することで面内糸を損傷することなく正確に面内糸間の隙間に縫合針を挿入することができます。

本縫いの縫合糸は、図11のように上糸と下糸からなり、それぞれが生地の中間において互いに結節し縫い目を形成しています。従って、縫合糸にはこの上糸と下糸の引掛強さ、天びんや糸調子皿などの糸調節による引張強さ、糸ガイドによる摩擦強さなどが要求されます。

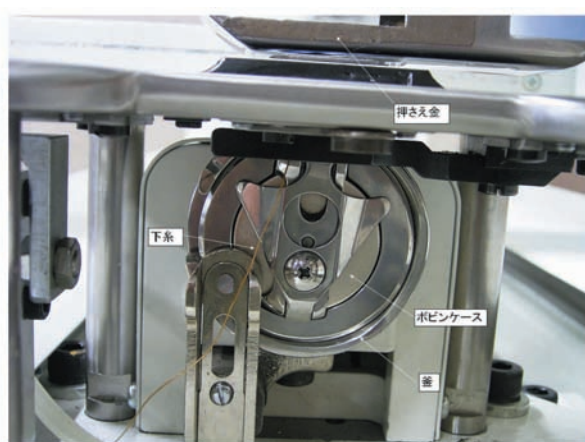


図10 積層材料縫合機下糸部（釜）

## 2.6 炭素繊維縫合糸の試作

まず、既存タイプの炭素繊維に撚り加工を行い炭素繊維縫合糸の試作をしてみました。

縫合糸の構成図は図12に示すように、上撚り方向は縫合する際に針にできる上糸のループを下糸部の釜の剣先が捕らえる時、撚りが戻らないZ撚（左撚）とします。従って下撚り方向はS撚（右撚）とし、これを三本用いた三子糸としました。その試作品は図13のとおりです。

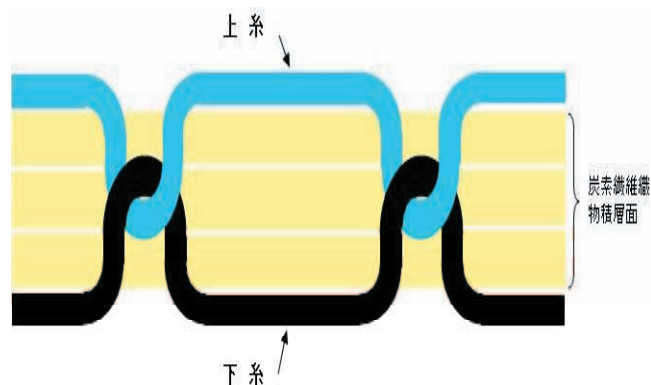


図11 本縫いの縫い目断面図

<仕様>

・炭素繊維：BESFIGHT HTA 1 K 東邦テナックス株式会社製

・下撚：S撚 撚数 300 T/M

・上撚：Z撚 撚数 200 T/M

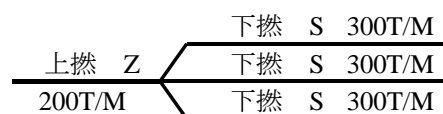


図12 炭素繊維縫合糸構成図



図 1 3 試作炭素繊維縫合糸

### 3. 結果と考察

織物複合材料は外力が作用した場合、積層間剥離の問題とともに繊維交差部の存在のため、交差部に応力の集中が起こる問題<sup>1)</sup>が指摘されており、織物がもつ本来の力学的特性を十分に活かすには、織物のうねりをよりフラットなものにする必要があります。そこで、炭素繊維織物の密度と組織について、平成16年度までの試作結果を基に再検討を行い試織しました。

その結果、織密度を大きくすることにより、精練後の水溶性繊維で収束されていた炭素繊維が開織するスペースを確保することができました。また、織組織を3/1斜文組織にすることにより、タテ糸とヨコ糸の浮沈交錯する組織点を平組織に比べ1/4にすることができました。但しこの場合、織物としての組織が緩くなり糸のスリップが発生し易くなるため、積層縫合する際には生地固定に注意する必要があります。

本縫い方式における縫い目については必ずしも上糸と下糸が積層生地内で結節している(図11)とは限らず、縫製条件によっては下糸が積層部表面で上糸と結節、あるいは上糸が積層部底面で下糸と結節する縫い目が発生します。このタイプ(Modified Lock Stitch)でのCFRP結合部の層間剥離に伴うエネルギー消費はLock Stitchに比べ増加するという報告<sup>2)</sup>もなされています。従って、今後縫合時における上糸、下糸の張力バランスによる生地剥離強度をテストしていく必要があります。

炭素繊維縫合糸の試作結果については、原糸となる炭素繊維がフィラメントタイプであり、撚加工や縫合時の糸ガイド・針等による擦れのため毛羽立ちが発生し、著しく損傷を受けてしまいました。現在、樹脂の含浸やより屈曲性や結節性に優れるスパンタイプの縫合糸の試作について開発を進めているところです。

三次元織物の提案については、その製造方法を含め縫合糸にアラミド繊維を用いた三次元織物サンプルを国内航空機製造メーカーや繊維素材製造メーカー、全国繊維技術交流プラザ、学会、大学、各種展示会等で提案し発表や展示を行ってきました。現在、この中で得られた意見等をもとに、縫合方法を含め実用化を目指した開発を進めています。

### 4. 結言

(1) 炭素繊維織物の密度に関する検討、試作を行い、水溶性繊維の精練開織後における炭素繊維織物表面のフラット化を図りました。

(2) 炭素繊維織物の組織に関する検討、試作を行い、炭素繊維織物組織を3/1斜文にすることにより、タテ糸とヨコ糸の浮沈交錯する組織点を少なくしました。

(3) 炭素繊維縫合糸の試作については、フィラメントタイプからなる炭素繊維の撚り加工糸では、撚りあるいは縫合時における針やガイド等による損傷が見られました。

(4) 炭素繊維三次元織物の提案については、縫合糸にアラミド繊維を用いた三次元織物サンプルをその製造方法と併せて国内航空機や繊維素材製造メーカー、学会等に提案し発表や展示を行ってきました。

### 参考文献

- 1) 座古勝, 倉敷哲生, 中井啓晶, 伴野学 “積層ずれを有する開織織物複合材料の損傷進展挙動に関する研究”, 第35回FRPシンポジウム講演論文集, 310, (2006)
- 2) 岩堀豊, 杉本直, 林洋一, 石川隆司, 堀川晋, 福田博 “貫層糸の違いによる縫合CFRP面外力学特性” 第34回FRPシンポジウム講演論文集, 57, (2005)

# 調査研究開発事業

# 内燃機関への植物油利用技術

## Application of Vegetable Oil to Internal Combustion Engine

いわき技術支援センター 材料グループ 藤井 正沸 中山 誠一

再生可能資源としての植物油を直接ディーゼルエンジンの燃料として使用できるかを知るために、植物油の特性やエンジンの動力試験について軽油やBDFと比較した。植物油としては、福島県内で栽培されたひまわりの油を搾油状態で使用した。その結果、渦流室式燃焼室を有するディーゼルエンジンにおいて、ひまわり油を燃料としても十分な出力を得ることができた。しかし、燃料消費率が高く、未燃物質の排気も多いことから、長時間運転に伴う問題点があると予想された。

Key words:ディーゼルエンジン、植物油、BDF、ひまわり油、予熱

### 1. 緒言

原油の高騰や二酸化炭素排出量の増加が社会的な問題となり、福島県においては遊休耕地が増加し、その活用が求められている。油糧植物栽培からのエネルギー生産は現状コストでは見合わないが、社会的な課題と将来への対策として必要となることが予想される。国内においては、現時点で廃食用油からのバイオディーゼル燃料（以下 BDF とする）生産が行われ始めているが、その絶対量と処理コストにおいて植物油を直接利用することの優位性が捨てられるものではない。

植物油として使用したひまわり油は、軽油に比べて粘性が高く燃えにくい性質が知られている。低質の燃料でも燃焼し易い副燃焼室を有するディーゼルエンジンで、これを燃料とした運転状態を試験した。軽油、BDF と比較してその違いを示した。

燃焼性の改善には、燃料の予熱効果が期待されるため、エンジン冷却水を利用した燃料予熱システムについての実験も行った。

今回の調査の結果から、燃料として使える可能性を示したが、多くの問題も残された結果となった。技術的な課題も多く、具体的な研究要素に展開できれば望ましい。

### 2. 実験方法

#### 2. 1. 燃料

実験に使用した植物燃料には、幾種かの食用油から動粘度特性の良い大越町で生産されたひまわり油を選んだ。これは機械的な搾油のみの油製品のままで使用した。比較のために用いた BDF については、未使用の市販サラダ油（日清オイリオグループ株式会社製）をアルカリ触媒法にてエステル交換したものを使用した。他に一般的な燃料として軽油を使用した。

#### 2. 2. ディーゼルエンジン及び実験方法

渦流室式4気筒燃焼室、80 PS、2700ccのディーゼルエンジンを使用して、アイドリング、動力試験、予熱燃料での試験を実施した。このディーゼル

エンジンには、エンジンの動作状態をモニターする各種のセンサーを図1のように取り付けた。他に、排気口出口にレーザ散乱光測定システムを取り付けて、排気ガス中の微粒子濃度の測定を行った。

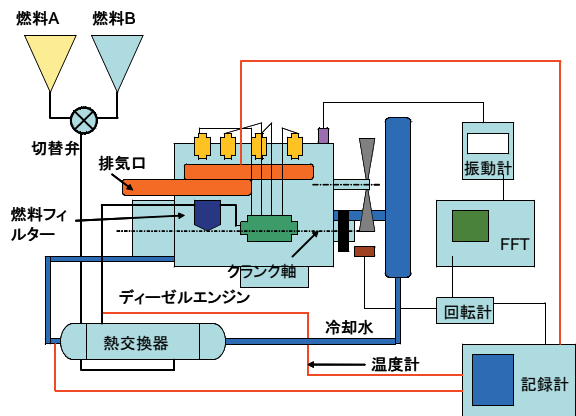


図1 使用したディーゼルエンジンと測定器の構成

### 3. 実験結果

植物油燃料としての優位性を比較するため、食用油の動粘性の温度特性を調べた結果が図2である。低温

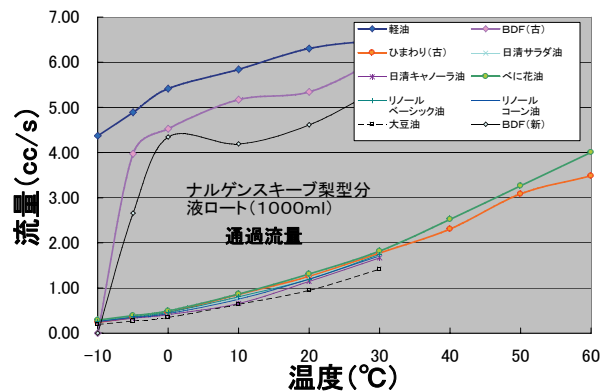


図2 食用油動粘性の温度特性

時における燃料通過流量は軽油、BDF に比べほとんどの食用油は1/10程度となる。その中で、流動特

性の高いひまわり油は60℃で3cc/s以上となり実用可能と考えた。

ひまわり油を用いたディーゼルエンジンのアイドリングを行った結果が図3である。軽油やBDFに比べ低速回転で安定している。また、始動時の安定性が低いことがわかった。

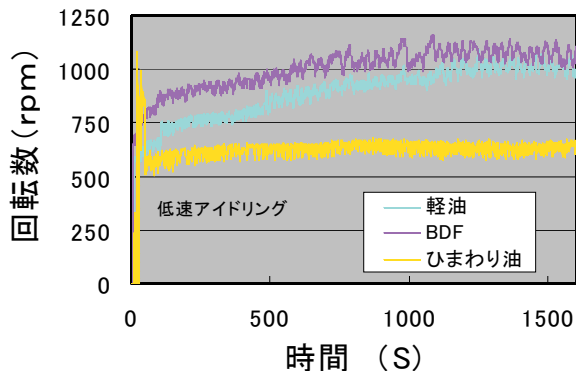


図3 低速アイドリング時におけるエンジン回転数

また、エンジン回転数を2200rpmとした場合の運転状態を表1に示した。燃料別の大きな違いは燃料消費率と排気濃度であり、ひまわり油の優位性は低

表1 高速アイドリング時の運転状態

燃料	軽油	BDF	ひまわり油	温ひまわり油
振動 (G)	13	11	12	11.5
油圧 (MPa)	0.3	0.3	0.3	0.3
燃料消費率 (cc/min)	33.3	37	43.5	50
気温 (°C)	18	18	18	18
燃料供給温度 (°C)	29.4	29.9	30.1	69.6
排気温度 (°C)	140	151	170	185
冷却水温度 (°C)	85	85	86	85
排煙濃度 (V)	-0.25	-0.17	-0.68	-0.66

い。熱交換器を使用して温めたひまわり油（温ひまわり油）も同様に優位性は低かった。

次に、車載されたディーゼルエンジンで、タイヤ軸出力を調べるため、シャシダイナモ試験を実施した結果を図4に示した。この結果において、ひまわり油と軽油を比較してもエンジン出力の差が小さいことが分かった。この点において、ひまわり油はディーゼルエンジンの燃料として使用することが可能と思われた。

ひまわり油を予熱した場合の動力特性に変化があまり見られなかった。これは、予熱の効果が低いのではなく、熱交換器の出口からシリンダ燃焼室までの燃料経路が車両を用いたため長くなり、予熱された燃料が途中で冷却されてしまったことが後でわかった。

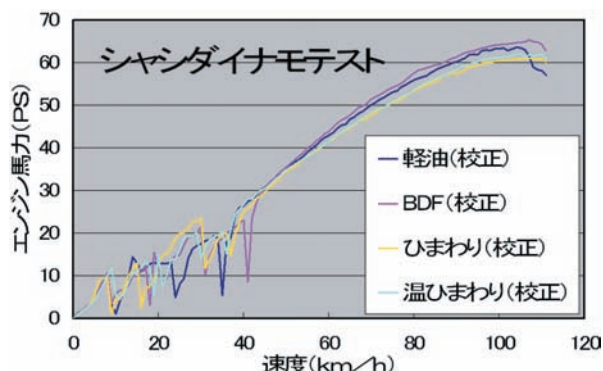


図4 エンジンの性能試験

燃料別に排気ガスの汚染度を調べた結果を表2に示した。ひまわり油を燃料とした場合、排気ガス中に未燃物質が多く含まれており

燃焼性が低いことがわかる。このような状態で連続運転を続けるとエンジンに支障を来すことが予想される。今回の実験では、最大30分の連続運転は可能であったが、まだ実用レベルとは言い難い。

これに比べて、BDFは汚染度が小さく実用性の高さが推定できる。

植物油は種類や生産地によって含有される脂肪酸の組成が幾分異なるものと思われる。実験では各種の植物油の違いをFTIRで調べたが、判別できないことがわかった。これらの分析においてはクロマトグラフ法による分析が必要であり、燃焼に適した燃料組成の解明が予熱方法と併せて今後の課題となった。

表2 排気ガスの汚染度

燃料種	排煙汚染度
軽油	32.0%
BDF	14.0%
ひまわり	55.7%
温ひまわり	65.0%

#### 4. 結言

植物油を直接ディーゼルエンジンの燃料として使用するために、ひまわり油で渦流室式ディーゼルエンジンを運転できる（始動性や長期運転には問題はあるが）ことがわかった。しかし、燃焼の改善や他形式のディーゼルエンジンへの適用には技術的な課題が多くあると考えている。

植物油を現在の燃料価格で使用するには、栽培コストが大きな課題である。低価格で燃焼性の高い植物油について、栽培技術の観点からも検討が必要と思われる。

#### 謝辞

本研究の遂行に当たり、エンジン出力特性の試験を協力頂いた郡山高等技術専門校、植物油を提供頂いた農業試験場に感謝申し上げます。

福島、山形、新潟三県  
公設試験研究機関共同研究事業

# スギ等針葉樹材への機能性付与による新用途開発 －樹脂コーティング処理による機能性付与技術の開発(3)－

New use development by the functional grant to needle-leaf tree material, such as a Japan cedar

－ Development of the functional grant technology by resin coating processing .(3)－

会津若松技術支援センター 産業工芸グループ 橋本春夫

スギ材で最も軟質な早材部の表面硬度向上を目指し、樹脂コーティング処理液(塗料)における有機溶剤の低減化及び不織布シートによるコーティング膜の補強効果について検討を試みた。その結果、下記の知見を得ることができた。

- 1) 軟質なスギ材の表面硬度を向上させる手法としては、下塗り層に不織布シートを補強材とし、上塗り層に溶剤系硬質ウレタン樹脂塗料を用いることにより、ボールペン等でも傷つき難い表面処理方法となった。有機溶剤の低減化では、下塗り層で1%以下まで低減できたが、上塗り層で表面硬度の確保から低減を実現することができなかった。
- 2) 繊維直交方向(幅接ぎした方向)の曲げ強さでも強度向上が得られ、幅接ぎ板材や集成化板材の効果的な表面処理方法であることも確認できた。
- 3) 不織布シートを補強材としたコーティング膜は、防水・防湿効果が得られ、水分による影響が少ない表面処理方法であることも確認できた。更に、学校用机のスギ天板や収納家具及び内装用スギフローリングや床スギブロック室内用スギドア等の試作を実施した。

Key words : 表面処理方法、表面改質、表面硬化、樹脂処理、木工塗装

## 1. 緒言

我が国のスギなどの針葉樹人工林資源は、蓄積量が増加して潜在的供給能力を高めつつあるが、安価な輸入木材の台頭などにより市場性を失い、林業経営への意欲が低下し、森林の適正な維持管理が困難な状況に陥っている。そこで、スギ等の針葉樹材による住宅の内外装部材や机等の家具部材としての利活用を目標として集成化・複合化技術の開発を進め、併せて材質改良処理技術の開発による新たな機能性付与を目的に、福島・山形・新潟の三県が連携し、技術開発の研究を実施している。

そこで本研究では、樹脂コーティング処理液(塗料)における有機溶剤の低減化及び不織布シートによるコーティング膜の補強効果について検討を試みた。更に、学校用机の天板、収納家具、フローリング等の試作を実施し、一応の知見を得た。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試材料

供試材料は、人工乾燥したスギ針葉樹材を概ね二方桁目取りした材料を(L2000 × W56 × T24 mm)を桁目(厚み)方向に12枚酢ビ系接着剤で集成化した板材(L1000 × W288 × T20 mm)及び板目(幅)方向に10枚を本ざね継ぎ加工後、酢ビ系接着剤で幅接ぎした板材(L1000 × W450 × T20 mm)を製作した材料に樹脂コーティング処理を施した。

表1 供試材料の材質

平均含水率(%)	気乾比重	平均年輪幅(mm)
11.80	0.38	2.40

### 2. 2. 供試樹脂

供試樹脂は、下塗り樹脂に水分分散型熱可塑性樹脂(完全水系水分分散型共重合ポリエステル樹脂原液に水性ポリウレタン系樹脂塗料を添加した樹脂)を、上塗り塗料に合成樹脂塗料(サンユーペイント(株)社製溶剤系硬質ウレタン樹脂塗料)を供した。

### 2. 3. 供試不織布シート

不織布シートは、ポリエステル系不織布シート目付(坪量)24(g/m<sup>2</sup>)とポリエステル系不織布シート目付(坪量)18(g/m<sup>2</sup>)の2種類を供した。

### 2. 4. 樹脂コーティング処理材の作成

#### 2. 4. 1 塗装処理材(不織布 無)の作成

予めスギ板材の両面に下塗り樹脂を塗布し、強制乾燥させ、サンドペーパー(#180)で研磨した処理面にローラーで下塗り樹脂の2回塗布(150g/m<sup>2</sup>)を両面に施し、強制乾燥(温度40℃湿度60%の恒温恒湿槽で1時間)し、下塗り層を形成させた。この下塗り層の処理面に上塗り塗料の合成樹脂塗料をスプレーで塗布(約100g/m<sup>2</sup>)し、両面に上塗り層を形成させた。

#### 2. 4. 2 A処理材(不織布1枚)の作成

予めスギ板材の両面に下塗り樹脂を塗布強制乾燥させ、サンドペーパー(#180)で研磨した処理面に不織布シート目付24(g/m<sup>2</sup>)を重ね合わせて、この不織布シートにローラーで下塗り樹脂の塗布(150g/m<sup>2</sup>)を両面に施し、強制乾燥(温度40℃湿度60%の恒温恒湿槽で1時間)し、下塗り層を形成させた。この下塗り層の処理面に上塗り塗料の合成樹脂塗料をスプレーで塗布(約100g/m<sup>2</sup>)し、両面に上塗り層を形成させた。

### 2. 4. 3 B処理材(不織布2枚)の作成

予めスギ板材の両面に下塗り樹脂を塗布強制乾燥させ、サンドペーパー(#180)で研磨した処理面に不織布シート目付 18(g/m<sup>2</sup>)を重ね合わせて、この不織布シートにローラーで下塗り樹脂の塗布(150g/m<sup>2</sup>)を両面に施し、強制乾燥(温度 40℃湿度 60%の恒温恒湿槽で1時間)し、この処理面に再度不織布シート目付 24(g/m<sup>2</sup>)を重ね合わせて、この不織布シートにローラーで下塗り樹脂を塗布(100g/m<sup>2</sup>)を両面に施し、強制乾燥(温度 40℃湿度 60%の恒温恒湿槽で1時間)し、下塗り層を形成させた。この下塗り層の処理面に上塗り塗料の合成樹脂塗料をスプレーで塗布(約 100g/m<sup>2</sup>)し、両面に上塗り層を形成させた。

上記3種類の処理材を、下塗り層の樹脂流動開始温度以上に加熱保持した熱プレスで圧縮変形させ、直ちに冷却プレスで急冷硬化した。その熱プレス等条件は、蒸気加熱式ホットプレスを用い、加熱温度 120℃で、0.3Mpa(3 kg/cm<sup>2</sup>)-30~40sec、加熱圧縮した。直ちに常温プレスで 0.3Mpa(3 kg/cm<sup>2</sup>)、2min 冷却圧縮を行い解放し、3種類の処理材を作成した。

### 2. 5. 物性の評価

前記条件で作成した樹脂コーティング処理を温度 25℃湿度 60%の恒温恒湿槽中に7日間放置後、表2に示す、評価試験項目ごとに試験片形状を採取した。

表2 評価試験項目

供試材料	処理方法	試験項目及び試験片形状
柾目板材	無処理材	①表面硬さ試験 (W120×T20×L330mm)
	塗装処理材 A 処理材 B 処理材	
柾目板材	無処理材	①表面硬さ試験 (W120×T20×L330mm) ②曲げ強さ JISZ2101 に準じた繊維方向 の曲げ試験 (W20×T20×L320mm) 繊維直交方向の曲げ試験 (W50×T20×L300mm) ③吸湿性及び吸水性 (W50×L50×T20mm)
	塗装処理材 A 処理材 B 処理材	

#### 2. 5. 1 表面硬さ

表面硬さの試験方法は、スギ早材部(春材部)の圧入強さと同じ面の鉄筆の引っ掻き傷の深さを測定し、3種類の処理材における効果を比較した。

スギ早材部の圧入強さは、万能試験機 AG-2000E・トラペジウム(島津製作所製)を用い、早材部に直径 3mmの鋼球を 3 mm/min の平均送り速度で圧入(図1)し、圧入深さ 0.32 mmにおける荷重(N)を測定した。無処理材の測定値を基準としての荷重増加割合を算出した。

鉄筆の引っ掻き傷の深さを測定は、鉛筆引っ掻き硬度試験機を用い、重り 1.0 kgを載せ、スギ表面に鉄筆をセットし、引っ掻き傷を表面形状測定機((株)東京精密社製サーフコム 1400D-64)を用い、圧入強さ測定面と同じ早材部の深さを測定した。

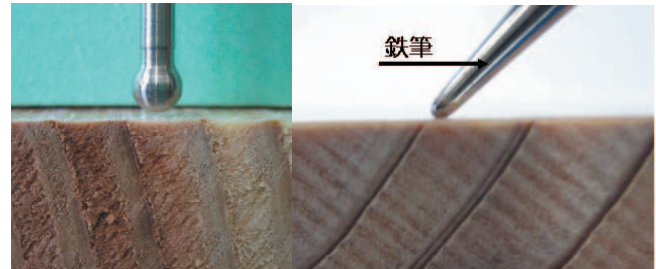


図1 圧入強さ(直径3mm鋼球)及び鉄筆による引っ掻き試験

#### 2. 5. 2 曲げ強さ

曲げ強さの試験方法は、JISZ2101 に準じ、木表面から荷重を加える、中央集中荷重による曲げ試験(スパン 280 mm、送り速度 3 mm/min)及び繊維方向に対して平行して荷重を加える繊維直交方向(幅接ぎした方向)で、荷重点がラミナーの中心で、木表面から荷重を加える中央集中荷重による曲げ試験(スパン 220 mm、送り速度 3 mm/min)を万能試験機 AG-2000E・トラペジウム(島津製作所製)を用いて行い、曲げ強さ、曲げヤング係数を算出した。

#### 2. 5. 3 吸湿性及び吸水性

塗装処理材、A処理材、B処理材における下塗り層を形成させた段階で、試験片を採取したもの及び完成後の試験片の採取を行い、温度 40℃湿度 60%の恒温恒湿槽中に7日間放置後、木口面及び側面をアルミ箔でシールしたものをを用いた。吸湿性では、温度 40℃湿度 60%の恒温恒湿槽中に3日間以上放置したものを温度 40℃湿度 95%の恒温恒湿槽中に24時間放置し、重量変化による両面からの吸湿率を算出した。

吸水性では、木口面及び側面をアルミ箔でシールしたものをを用い、温度 25℃の恒温水槽の水中に24時間浸漬し、重量変化による吸水率を算出した。

## 3. 結果

### 3. 1. 表面硬さ

スギ材における最も柔らかな早材部の表面硬さを 3 mm鋼球での圧入強さと鉄筆による引っ掻き傷の深さを同一面で測定し、不織布によるコーティング膜の補強効果を測定した。その結果は、柾目板材の無処理材の測定値を基準として処理方法と圧入強さ増加割合及び鉄筆による引っ掻き傷の深さ測定の平均値を図2に示す。圧入強さでは、不織布シート1枚(A処理材)で約



2倍前後の増加を示し、不織布シート2枚(B処理材)で約3倍前後の増加を示した。また、鉄筆による引っ掻き傷の深さでは、無処理材の傷が表面形状測定機((株)東京精密社製サーフコム 1400D-64)での測定範囲以上の凹みであった。従って、塗装処理材との比較では、不織布シート1枚で約1/4程度の凹み、不織布シート2枚で約1/7程度の凹みとなった。

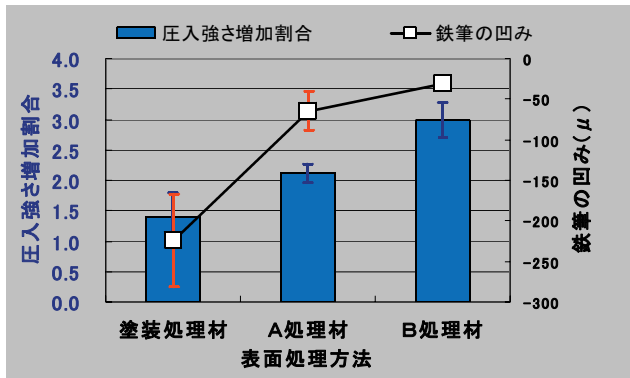


図2 柎目板材の処理方法と圧入強さの増加割合及び鉄筆による引っ掻き傷深さの関係図

ごとの圧入強さ増加割合及び鉄筆による引っ掻き傷の深さ測定の平均値を図4に示す。圧入強さでは、不織布シート1枚で約2.5倍前後の増加を示し、不織布シート2枚で約3倍前後の増加を示した。また、鉄筆による引っ掻き傷の深さでは、塗装処理材との比較で不織布シート1枚で約1/4程度の凹み、不織布シート2枚で約1/6程度の凹みとなった。

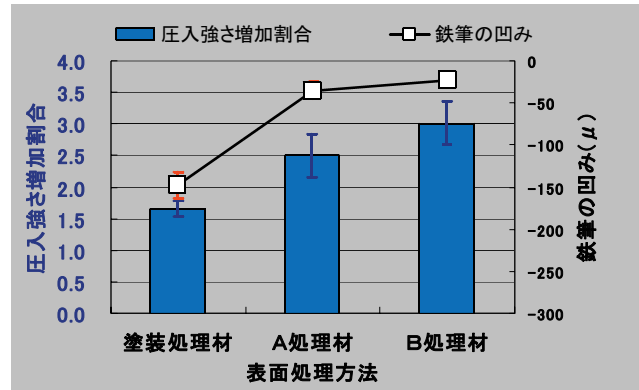


図4 板目板材の処理方法と圧入強さの増加割合及び鉄筆による引っ掻き傷深さの関係図

塗膜硬度の表示法として一般的に使用されている鉛筆硬度との比較を図3に示す。

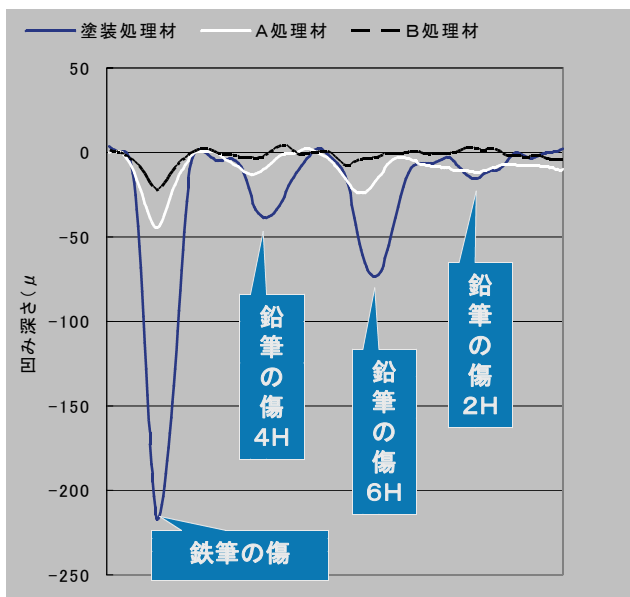


図3 柎目板材の処理方法と鉄筆及び鉛筆硬度ごとの引っ掻き傷の深さのうねり曲線図

本試験には、柎目板材に表面処理したものを、鉄筆、鉛筆 2H、鉛筆 4H、鉛筆 6H の4種類で引っ掻き傷を与え、傷の凹みを表面形状測定機でうねり曲線で比較した。この凹み曲線から、塗装処理材で鉛筆硬度 2H 以下、不織布シート1枚で鉛筆硬度 4H 以下、不織布シート2枚で鉛筆硬度 6H 以下の鉛筆硬度であることが分かった。

板目板材の無処理材の測定値を基準として処理方法

この結果から、軟質なスギ材の表面硬度を向上させる手法は、下塗り層に不織布シートを導入し、上塗り層に溶剤系硬質ウレタン樹脂塗料を用いることにより、ボールペン等でも傷つき難い表面にが実現できた。また、柎目板材、板目板材ともに有機溶剤の低減化では、下塗り層で不織布シートの導入により有機溶剤の利用を1%以下まで低減化ができたが、上塗り層で表面硬度の確保から低減化が実現できなかった。

### 3. 2. 曲げ強さ

板目材の表面処理方法による、JISZ2101 に準じた曲げ強さ及び曲げヤング係数を図5に示し、繊維方向に対して平行して荷重を加える繊維直交方向(幅接ぎした方向)の曲げ強さ及び曲げヤング係数を図6に示す。JISZ2101 に準じた曲げ強さでは、無処理材と表面処理方法において強度的に違いはなかった。しかし、繊維直交方向(幅接ぎした方向)の曲げ強さでは、無処理材と表面処理材の間で強度的に増加傾向を示した。更に、無処理材や塗装処理材では、接着面の破壊が多く発生したが、不織布シートを導入した処理材では、接着面の破壊が少なかった。

この結果から、軟質なスギ材の表面硬度を向上させる手法として用いた不織布シートを補強材とした樹脂コーティング処理材は、幅接ぎ板材や集成化板材の接着方向で強度向上効果のある処理方法であることも確認できた。

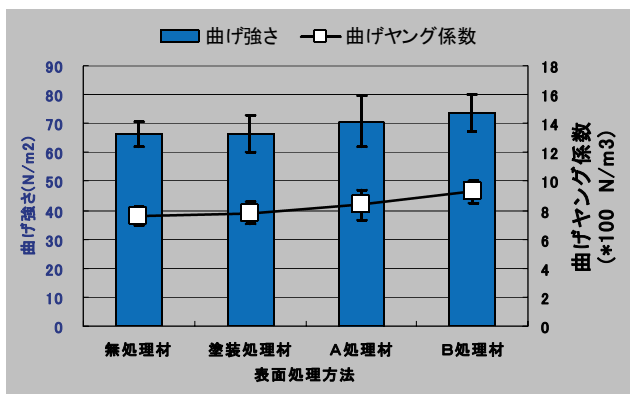


図5 板目材の処理方法における繊維方向の曲げ強さ及び曲げヤング係数の関係図

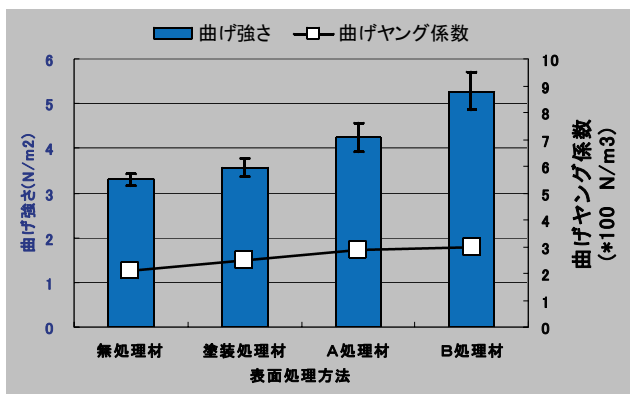


図6 板目材の処理方法における繊維直角方向の曲げ強さ及び曲げヤング係数の関係図

### 3. 3. 吸湿性と吸水性

板目材の表面処理方法による吸湿率及び吸水率を図7に示す。塗装処理材では、下塗り層の形成膜程度で吸湿率、吸水率とも無処理材に近い値を示した。

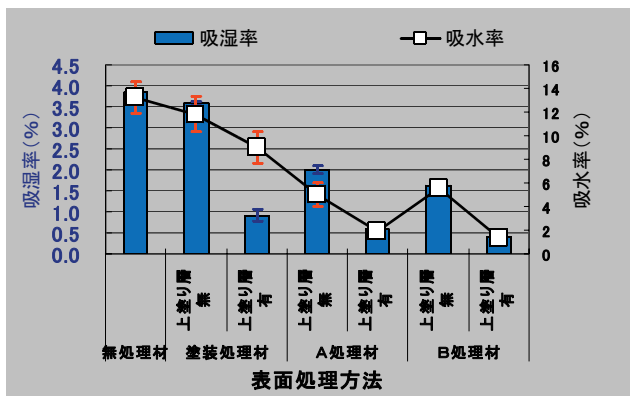


図7 板目材の処理方法における吸湿率及び吸水率の関係図

しかし、上塗り層を形成させることにより吸湿率は8割程度まで大幅な低下を示したが、吸水率では3割程度の低下を示した。また、不織布シートを補強材としたA、B処理材の下塗り層で、吸湿・吸水率で無処理材より5～6割程度の低下、上塗り層を形成後で、

8～9割程度まで大幅な低下を示した。

この結果から、軟質なスギ材の表面硬度を向上させる手法として用いた不織布シートを補強材とした樹脂コーティング処理材は、防湿・防水効果もある処理方法であることが確認できた。

## 4. 結言

スギ材で最も軟質な早材部の表面硬度の向上を目指し、樹脂コーティング処理液(塗料)における有機溶剤の低減化及び不織布シートによるコーティング膜の補強効果について検討を試みた。その結果、下記の知見を得た。

1) 軟質なスギ材の表面硬度を向上させる手法としては、下塗り層に不織布シートを補強材とし、上塗り層に溶剤系硬質ウレタン樹脂塗料を用いることにより、ボールペン等でも傷つき難い表面処理方法となった。

有機溶剤の低減化では、下塗り層で1%以下まで低減できたが、上塗り層で表面硬度の確保から低減を実現することができなかった。

2) 繊維直交方向(幅接ぎした方向)の曲げ強さでも強度向上が得られ、幅接ぎ板材や集成化板材の効果的な表面処理方法であることも確認できた。

3) 不織布シートを補強材としたコーティング膜は、防水・防湿効果が得られ、水分による影響が少ない表面処理方法であることも確認できた。

今後、製造コストの削減や更なる有機溶剤の低減化に向けた表面処理方法の確立及び品質面からの検討を実施する。

## 謝辞

本研究の遂行に当たり、不織布等のサンプルをご提供いただいた、石崎商事株式会社、株式会社戸田に感謝いたします。

# 受託研究事業

# 血糖値改善効果を有する桑葉の製品開発(第2報)

Production of mulberry with improvement of the blood sugar level

会津若松技術支援センター食品技術グループ	後藤裕子	河野圭助
東北大学大学院農学研究科	宮澤陽夫	仲川清隆
東北農業研究センター	木村俊之	
農業試験場梁川支場	野木照修	
ミナト製薬株式会社	小島芳弘	

桑葉には血糖値改善作用のある1-デオキシノジリマイシン(DNJ)が含まれている。DNJを多く含有する桑葉原料を安定的に生産するため、桑の品種、採取時期毎に葉のDNJ含量を測定し、DNJを多く含有する品種、時期について、再現性を確認した。また、同じ品種の桑について産地毎にDNJ含量を測定した結果、産地間差は品種によって異なり、品種に適した栽培条件を検討する必要があると考えられる。

Key words:桑葉、1-デオキシノジリマイシン(DNJ)

## 1. 緒言

国内の糖尿病患者およびその予備軍の総数は、1620万人にのぼると推計されている<sup>1)</sup>。人口の高齢化に伴い、この数は更に増加することが予想され、その予防策が急務となっている。

桑葉に含まれる1-デオキシノジリマイシン(DNJ)は、構造がブドウ糖に類似したアザ糖の一種であり、消化管内で糖類分解酵素( $\alpha$ -グルコシダーゼ)の活性を阻害することによって、糖質の消化吸収を遅延させ、摂食後の血糖値上昇を抑制する効果のあることが明らかにされている<sup>2)・3)</sup>。桑葉の血糖値上昇抑制効果については、マウスの他、ヒトでも確認されており<sup>4)・5)</sup>、桑葉を利用した血糖値改善は糖尿病の予防につながることを期待される。平成15年度の厚生労働省の調査<sup>6)</sup>では、糖尿病医療費は年間1兆1465億円にのぼり、予防に関わる商品の開発は医療費の削減をもたらし、新たな消費の広まり等による経済効果も期待されている。

さらに、養蚕業の衰退に伴い増加している遊休桑園の有効活用といった面からも、多くの桑葉加工品(桑茶、パウダー、サプリメント等)が市販されている。しかし、DNJは一般的な分析カラムに保持されず、特徴的な官能基を持たないことなどから、従来の技術では定量分析が難しく、原料段階から製品までのDNJ含量の検討が行われていなかった。

著者らは、DNJの新規定量法<sup>7)</sup>を開発し、桑葉の原料段階からのDNJ含量の検討を行った<sup>8)</sup>。こうした成果を基に本研究では、DNJをより多く含有する桑葉製品を開発することを目的としている。

平成16年度は、桑の品種、葉の採取時期、部位毎に葉のDNJ含量を測定し、DNJを多く含有する原料の生産調整技術について検討した結果、品種は鶴田、採取時期は7~8月、部位は新芽の部分にDNJが多く含まれることを明らかにした<sup>9)</sup>。

平成17年度は、DNJを多く含有する原料を安定的

に生産するため、品種、採取時期、部位毎のDNJ含量の再現性を確認するとともに、同一品種の産地間差について調査した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試原料

当県農業試験場梁川支場で栽培された桑7品種(改良鼠返、はやてさかり、一ノ瀬、鶴田、改良秋田、松本1号、たちみどり)の葉を平成17年6月に採取した。このうち4品種(改良鼠返、はやてさかり、一ノ瀬、鶴田)については、それぞれ株の平均的な新梢5本を枝先端から約50cmで伐採し、葉を供試した。また、改良鼠返については農業試験場以外に県内11カ所の栽培地毎に枝先端から約30cmの葉を採取した。また、改良鼠返、はやてさかり、一ノ瀬、鶴田については、6月、7月、8月、9月の時期毎に葉を採取した。

### 2. 2. 原料の処理

品種、採取時期、部位毎に採取した葉を水洗浄し、真空凍結乾燥機(TFD-550、宝製作所)で乾燥(凍結温度 $-40^{\circ}\text{C}$ 、棚温 $20^{\circ}\text{C}$ 、48時間)した後、微粉末化( $500\mu\text{m}$ 以下)したものを分析に用いた。

### 2. 3. DNJ定量分析

木村らの方法<sup>7)</sup>で定量した。乾燥粉末について水分を測定し、水分補正して乾燥重量あたりの含量を算出した。

### 2. 4. DNJ抽出試験

DNJ高含有製品の開発に向けて、桑葉乾燥粉末からDNJを抽出する試験を行った。抽出溶媒として、水およびエタノール水溶液(エタノール10%、30%、50%、75%、99.5%)をそれぞれ用いた。桑葉(改良鼠

返) 真空凍結乾燥粉末10gに対して、抽出溶媒を100ml 加え、スターラーで10分間、攪拌後、濾紙(アドバン テック、定性濾紙No.2)で濾過し、濾液を真空凍結乾 燥して得られた抽出物のDNJを測定した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3. 1. 品種毎のDNJ含量

6月に上部50cmを採取した4品種の桑葉のDNJ含量 を測定した結果、鶴田が改良鼠返や一ノ瀬の約2倍の DNJを含有していることが明らかになった(図1)。

#### 3. 2. 産地毎のDNJ含量

改良鼠返(春切)について、産地毎に葉のDNJ含 量を測定した結果を図2に示す。はやてさかりについ

ても産地間差を調べたが、品種によって傾向が異なっ ていた。共同研究機関の調査で施肥量がDNJ含量に 影響するという結果も出ており、品種毎に適した栽培 条件を検討する必要があると考えられる。

#### 3. 3. 採取時期毎のDNJ含量

4品種について、葉の採取時期毎のDNJ含量を測 定した結果を図3に示す。

4品種とも8月にDNJ含量が最も多くなり、9月に 向けて減少する、という傾向が確認された。

#### 3. 4. DNJ抽出効率

抽出溶媒毎に抽出されたDNJ量(桑葉乾燥粉末 10gあたり)を図4に示す。

50%エタノールで効率的にDNJが抽出されること が明らかになった。

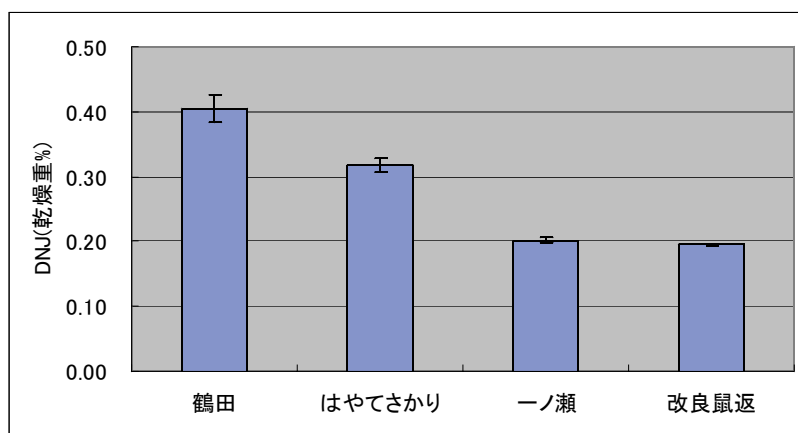


図1 品種毎の桑葉DNJ含量 (6月, 上部50cm)

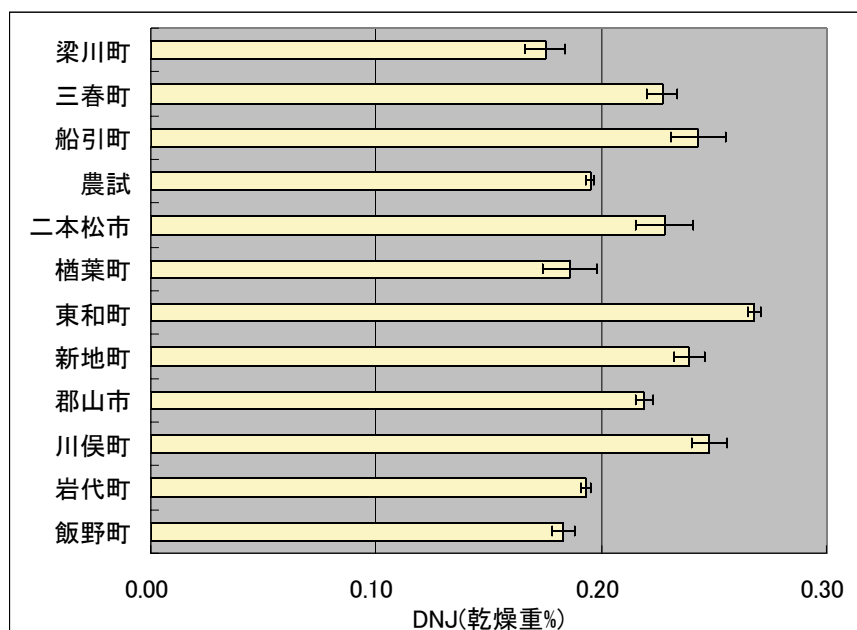


図2 栽培地毎の桑葉DNJ含量 (6月, 改良鼠返, 上部30cm)

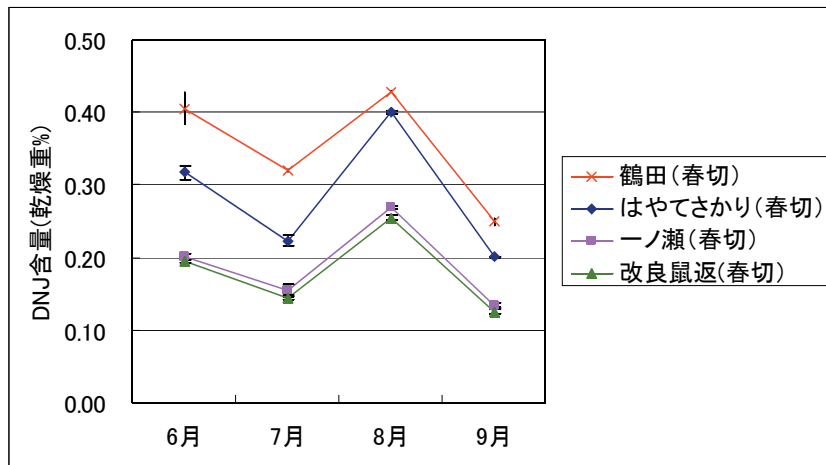


図3 DNJ含量の季節変動

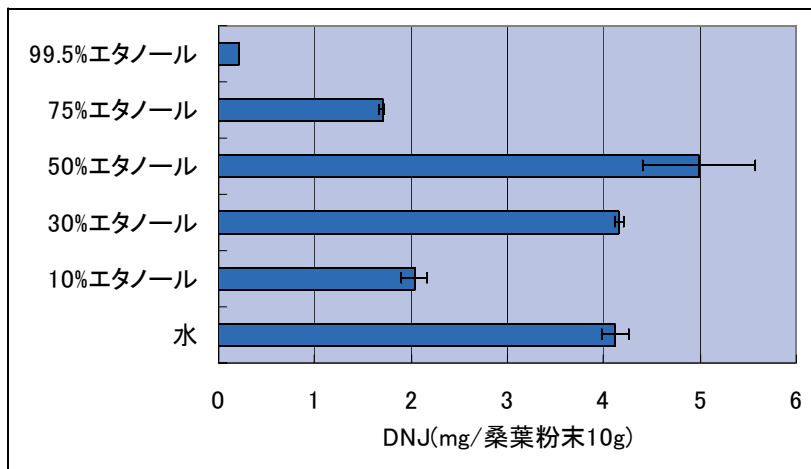


図4 DNJ抽出試験

#### 4. 結言

血糖値改善作用のあるDNJを多く含有する桑葉原料を安定的に生産するため、桑の品種、葉の採取時期、部位毎の葉のDNJ含量の再現性を確認するとともに、同一品種の産地間差を調査した。その結果、DNJを多く含有する品種、葉の採取時期、部位について、再現性を確認した。また品種毎に適した栽培条件を検討する必要があることを確認した。加えて、桑葉乾燥粉末からDNJを抽出する溶媒について検討した結果、50%エタノール水溶液でDNJが効率的に抽出されることを明らかにした。

今後は、平成16~17年度の成果をもとに、DNJを多く含有する桑葉原料の安定的な大量供給体制を構築する。また、新芽等の原料を用いてDNJを多く含有する加工品の試作を実施し、その製造法を確立するとともに、共同研究機関においては、それらの試作品や桑葉から精製したDNJを用いて、血糖値改善効果に関する実証試験を行う。

その結果、桑葉の需要の喚起による産業の活性化と、DNJ高含有桑葉製品による糖尿病予防が期待される。

#### 参考文献

- 1) 厚生労働省：平成14年度糖尿病実態調査報告, 2004
- 2) T. Niwa, et. al : Agr. Bio. Chem. 34 pp. 996, 1970
- 3) Y. Yoshikuni, et. al : Agr. Bio. Chem. 52 pp. 121, 1988
- 4) 小島芳弘ら：日本栄養・食糧学会誌. 54. 6 pp. 361-364, 2001
- 5) 齊藤嘉美：臨床医薬, 18. 12 pp. 1389-1396, 2002
- 6) 厚生労働省：平成15年度国民医療費の概況, 2005
- 7) T. Kimura, et. al : J. Agric. Food Chem. , 52. 6 pp. 1415-1418, 2004
- 8) 齋藤裕子ら：平成14年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, pp. 63-65, 2003
- 9) 齋藤裕子ら：平成16年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, pp. 50-52, 2005

# 光重合性漆印刷インキによる迅速彩色技術の開発

## Development of quick coloring technology by ultraviolet rays polymerisable Urushi printing ink.

会津若松技術支援センター産業工芸グループ 須藤靖典 出羽重遠 福田寿寛

UV 漆インキの特徴は、加飾文様をシルクスクリーンで印刷し、印刷された文様面に紫外線を照射し硬化させた後、金属箔・金属粉・ナイロン粉などを直ちに蒔き付けることが出来る秒速型蒔絵用漆インキである。作業は誰にでも容易に出来る技法として確立され、活用的一步を踏み出したが実用化に向けて硬化メカニズム及び塗膜物性の把握が不十分であったことから、(独)産業技術総合研究所(以下、産総研)との委託研究に於いて、UV 漆インキの変性及び精製技術が進展したことで実用化に目処がついた。

Key words: 光重合性含漆合成樹脂組成物、UV インキ、シルクスクリーン、

## 1. はじめに

### 1. 1 研究内容について

平成17年5月より(独)産業技術総合研究所(以下、産総研)と福島県ハイテクプラザに於いて、「平成17年度中小企業産業技術研究開発(中小企業支援型研究開発)」に係わる受託研究を行い、産総研でのUV 漆インキの光重合硬化の際のメカニズムの解析と重合度の分析結果を基に、著者らは、UV 漆インキの精製技術を確立し、加えて、各種物性試験の結果を基に適正な硬化条件と付着性確認、自動酸化反応の進捗状況の把握を行った。

## 2. 実験

### 2. 1 UVインキの変性実験

本研究では、インキの主剤をラジカル重合型エポキシアクリレート化合物を選択した。選択理由としては、環境を考慮し溶剤を使用しない安全性の高い、ノンソルタイプインキを目指す目的と、印刷後の肉持ち感が他のアクリレート化合物よりも良く、漆との相溶性が良好と判断したためである。また、配合する漆は、紫外線照射後の自動酸化反応による塗膜の硬度上昇が期待できる酵素重合型「素黒目漆」を選択した。しかし、「素黒目漆」には印刷インキとしての重要な機能である「揺変性」がないことから、エポキシアクリレート化合物と酵素重合型「素黒目漆」を混合した後、印刷適正粘度を付加させる目的で、「揺変剤」やその他の添加剤を微量添加し、フェニルビス(2,4,5-トリメチルベンゾイル)-ホスフィンオキsidを主成分とする光重合開始剤、ピンホールや樹脂の表面張力を緩和する目的で多官能のモノマーやレベリング剤を加え、ニーデングミキサーで攪拌・混合を行い、UV 漆インキを精製した。

## 2. 2 物性試験

### 2. 2. 1 付着性試験

配合条件の異なる4種類のUV 漆インキ透と2種類の彩色UV 漆インキを、#600のサンドペーパーで研磨したウレタン塗装試験片と、研磨を行わないウレタン塗装試験片に対して、50 $\mu$ mの塗膜を形成し、硬化させ後、その付着性を確認することとした。これは、ウレタン塗料は合成樹脂漆器素地の中塗り、上塗り塗料として使用されることが多く、その塗膜にUV 漆インキを付着させることで実用化の足掛かりとする目的で行った。また、試験方法としては、JIS K 5600-5-6塗料一般試験法を用いて付着性実験を行った結果、研磨を行ったウレタン塗装試験片では100/100の付着性が得られたが、研磨をしないウレタン塗装試験片では、UV 漆インキ透②を除き、付着性が得られなかった。付着性が得られたUV 漆インキ透②は、レベリング剤を1~2%添加したインキであるが、付着性とレベリング剤の関係について、また、付着のメカニズムについて今後の検討課題となった。

### 2. 2. 2 引っ掻き試験

スガ摩耗試験機(NUS-ISO-3)を使用し、荷重1kg、ユニ鉛筆B~6Hを使用したJIS K 5600-5-4塗料一般試験法による引っ掻き硬度(鉛筆法)を行った。塗膜厚みは、付着性試験と同様に50 $\mu$ mの塗膜を形成し、紫外線によって硬化させた塗膜を10日間放置した。その結果、UV 漆インキ透4種類(試験片①



黒

図1 彩漆UV漆インキ黒



赤

図1 彩漆UV漆インキ赤

～④) と彩色 UV 漆インキ 2 種類 (⑤-1、⑤-2) の塗膜は、B～2Hまで引っ掻き傷は殆ど付かない事を確認した。(図-1.2)

### 2. 2. 3 耐光性試験

スガ促進耐光性試験機 (デューパネル促進耐光性試験機) を使用して、JIS K 5600-7-8塗料一般試験法による、250時間の耐光性試験を行った。試験条件は、放射照度30W/m<sup>2</sup>の設定で積算光量26,700～27,000kJ/m<sup>2</sup> 照射し、その退色評価を日

表 1 彩色UV漆インキ⑤-1 (赤)

受光角	L*	a*	b*	L*	a*	b*
10	180.92	67.82	53.88	76.63	95.95	113.68
15	120.33	87.74	61.05	101.85	54.2	21
20	98.89	78.1	-52.89	118.37	30.42	1.39
25	151.31	23.79	132.74	93.5	55.18	17.64
30	109.76	172	130.82	86.35	57.24	79.4
35	170.5	109.7	64.62	79.84	89.49	35.45
40	193.6	197.86	111.33	109.3	54.73	12.65
45	151.92	201.18	30.5	83.64	56.95	5.49
250時間後						

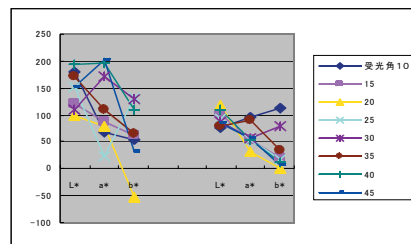


図 3 彩色UV漆インキ⑤-1赤退色度

### 2. 2. 4 ヒートサイクル試験

耐候性試験機(SE-77-CI-4)を使用し、-40℃～80℃、ヒートサイクルサイクル試験を6サイクル行い、硬化後の塗膜の温・湿度変化による割れ、ヒビ、シワ、ツヤの引けなどを耐光性試験同様、変角色彩計と目視による測定を行った。その結果、UV 漆インキ透①と②については、耐光性試験同様に赤味と青味が増し、温・湿度による影響を受けていること確認した。また、彩色 UV 漆インキ赤は、L\* (明度) の変化は少ないものの、a\*、b\* では赤味と青味が増していることを確認した。黒については、L\* (明度) が下がり黒味が増し、a\*、b\* では、赤味と青味が増していることを確認した。

### 2. 2. 5 アセトン溶出試験

UV 漆インキ透①と②、彩色 UV 漆インキ赤と黒の塗膜の硬化状況と自動酸化反応による硬化状況を把握するため、アセトン浸漬(1時間)による重量変化の測定を行った。その結果、UV 漆インキ透の重量変化は少ないが、彩色 UV 漆インキ塗膜の重量変化は大きく、鉛筆引っ掻き硬度試験

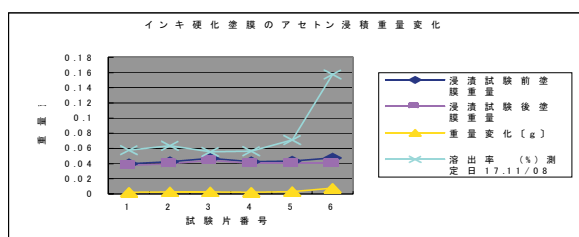


図 4 アセトン浸漬による重量変化

本電色工業(株)変角色彩計DDC-3000を使用し、明度、彩度、色相をL\*、a\*、b\*とした。その結果、UV 漆インキ透①と②については、L\* (明度) の変動は少なく白化傾向はなかったが、a\*、b\* の変動が大きく、赤味と青味が増す傾向が現れた。また、彩色 UV 漆インキ赤と黒は、L\* (明度) が黒味が増し、さらに、a\*、b\* では緑味と青味が増していることを確認した。その退色データを下記表-1と図-3で示す。

による表面的な硬さとは異なり、耐溶剤性の機能をも含めて目標とする塗膜が形成されていないことを確認した。(図-4)

## 3. 装飾効果

UV 漆インキの性能は、紫外線を照射することにより、硬質膜を得た後、当該文様部分に金・銀粉などの微粉末を蒔き付けることが出来る画期的な含漆蒔絵用インキであるが、その装飾効果は、紫外線照射光量により、その効果が異なってくる。そのため、その発色効果が顕著な金消粉や金箔を使用し、UV 漆インキの最適照射光量の把握とその光沢値の測定を行った。その結果、光沢計60°の反射測定条件で、光沢値89.7の塗膜に、UV 漆インキを使用した文様部分に紫外線を照射後、金消粉を蒔き付けた際の光沢値は246にまでの高い数値が得られた。金消粉は、会津漆器の伝統技法で



図-5彩色UV漆インキ赤



図-6彩色UV漆インキ赤



ある消蒔絵に使用される、代表的な蒔絵材料であり、漆器業界では、金消粉を蒔く際には金粉の消耗を極力抑えつつ、最大限に光沢が上がる時期を見計らって、蒔き付けるテクニックが必要とされる難度の高い技法である。このことから、UV 漆インキを活用することで、品質、効率、価格のいずれも、良好な結果が得られるものと確認した。(図-5.6)

## 4. 今後の展開と波及効果について

### 4.1 UV 漆インキの改良化について

本研究では、UV 漆インキ透の光重合硬化の際のメカニズム分析と、実用化に向けた印刷試験及びその物性試験を主にして研究を行ってきた。特にその中でも、合成樹脂素地への中塗り、上塗り塗料として使用されるウレタン塗膜への付着性、耐光性、引っ掻きなど、物性試験を通じてデータの収集を行ってきた。その結果、研磨を行わないウレタン塗膜への付着性については、レベリング剤を添加した UV 漆インキ以外のすべてについて、付着性が得られない結果となったが、原因としては、ウレタン塗装塗膜の硬度上昇による付着性の低下が大きく影響していることも考えられることから、完全な付着性が得られるための改良が必要となった。

### 4.2 UV 漆インキの彩色化について

本研究では、UV 漆インキの彩色化を図るため紫外線の透過性を考慮し、ステインを使用した。染料が中心の着色剤であったことから、耐光性などの物性面に問題を投げかける結果となった。この結果を基に、彩色化を図る場合、有機・無機系顔料の選択と平行し、これら顔料を微粒化するための攪拌と混合・分散方法を再検討する必要があることを確認した。本研究では、ニーディングミキサーを使用した。今後は、隠蔽性を増す効果も付加させる目的で、ロールミルやボールミルなどの装置などを活用したインキの精製が望ましいと判断した。また、蒔絵の方法は現段階でシルクスクリーン印刷を活用することが実用化に最も近く、UV 漆インキ及び彩色 UV 漆インキ共、印刷時の発泡を少なくし、メッシュの粗い紗から微細な紗まで平均的にインキが転写され、紗目も印刷面に残らない粘性のインキ精製技術の確立が必要とされる。その点、本研究では、会津漆器の伝統的技法である消し金蒔絵に応用できる UV 漆インキの変性及び硬化適正条件の把握が出来たことで、従来にはなかった発色性の高い消し金蒔絵が可能となったことは大きな成果である。

# 試験研究機関ネットワーク共同研究事業

# ソバの機能性に影響を及ぼす品種および栽培条件 — 播種期および栽培地の異なるソバ品種の収量とルチン含量 —

## Effect of Variety and Cropping Season and Planting Place

### on the Functionally Components of Buckwheat

#### Yield and Rutin Contents of the Buckwheat Differing in the Cropping Season and Planting Place

会津若松技術支援センター 食品技術グループ 遠藤浩志 小野和広

農業試験場 会津地域研究支場

渡部 隆

(現 農業総合センター 会津地域研究所)

機能性成分が多く栽培特性に優れたソバ品種の育成を目的に、会津地方の異なる3試験地で夏ソバと秋ソバを栽培し、生育および収量特性とルチン含量を調査した。供試ソバは試験品種として会津1号、2号、3号、対照として信濃1号、キタワセソバ、地元在来種等5品種であった。その結果、会津1、2、3号は夏ソバ、秋ソバを問わず、いずれの栽培地でも子実収量、千粒重、リットル重が多く、加えてルチン含量も多い傾向が認められた。これより会津1、2、3号はいずれも高い機能性を有するとともに、収量特性に優れた品種と考えられた。

Key words: ソバ、収量、ルチン含量、播種期

## 1. 緒言

ソバ種実(以下、ソバ)は、コメやコムギ等の主要穀類に比べ良質のタンパク質<sup>1)</sup>や食物繊維、無機成分を多く含有<sup>2)</sup>し、栄養的に優れた食品である。加えて毛細血管強化作用や抗酸化作用のあるルチンや、血圧上昇抑制作用のあるアンジオテンシンI変換酵素阻害活性等の機能性を有する<sup>3)</sup>ことから、高齢社会の進行と成人病の増加傾向が深刻なわが国では、ソバの摂取は栄養学的及び生体調節機能の面から意義がある。

一方、ソバは栽培上、湿害に極めて弱く倒伏しやすい作物である<sup>4)</sup>ため、気象変動による単収の年次変動も大きく、ソバの生産性向上を図るためには栽培特性に優れた多収品種の育成が望まれている。

消費者の健康志向が高まっている昨今、機能性成分含量が多く栽培特性に優れた品種の育成は、ソバの産地化を進める上で重要であり、また、消費者の要望に応えるとともに消費拡大の一役を担うと考えられる。

以上のような背景から本研究では品種や栽培地、栽培時期がソバの収量やルチン含量にどのような影響を与えるかについて検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試材料

夏栽培ソバ(以下、夏ソバ)は2005年に会津坂下町大字見明の福島県農業試験場会津地域研究支場内圃場(以下、坂下)で夏型品種のキタワセソバを対照に、育成系統の会津1、2、3号を試験品種として栽培し供試した。播種期を4月26日、播種量を0.5kg/a、1区面積を20.7m<sup>2</sup>とし2反復した。

秋栽培ソバ(以下、秋ソバ)は同年に坂下、南会津郡下郷町大字音金(以下、下郷)、耶麻郡磐梯町大字大谷(以下、磐梯)で、対照にキタワセソバと秋型品種の信濃1号と下郷町および磐梯町在来種を、試験品

種に会津1、2、3号を栽培し供試した。播種期を8月2日～9日、播種量を0.5kg/a、1区面積を坂下29.4m<sup>2</sup>、下郷23.6m<sup>2</sup>、磐梯39.2m<sup>2</sup>とし2反復した。

### 2. 2. 分析試料の調製

玄ソバはソバ脱皮機(国光社製 SP-M)により脱皮した抜き実を小型粉砕機(アズワン製 ワンダーブレンダー WB-1)により粒径355μm以下に粉砕して全粒粉を調製後、5℃の冷蔵庫に保存して供試した。

### 2. 3. 水分とルチンの分析

水分は135℃、1時間常圧加熱乾燥法に従った。

ルチンは小原等<sup>5)</sup>の方法に従いHPLC法で測定した。粉砕ソバ粉2gにメタノール40mlを加え80℃で60分加熱還流抽出した。冷却後ろ過(No.2ろ紙)し、残渣及びろ紙はメタノール5mlで数回洗浄後、更にエタノールを40ml加えて同様に加熱還流抽出し、冷却後ろ過した。ろ液を先のろ液と合わせ減圧濃縮して約40mlとし、メタノールで50mlに定容後、HPLC用フィルター(0.45nm)でろ過し試験溶液とした。分析条件は次のとおりである。

高速液体クロマトグラフ: Jasco GULLIVER SYSTEM。カラム: Finepac SIL C18T-5 (4.6×250mm)。溶離液: 2.5%酢酸, メタノール, アセトニトリル(35:5:10)。流速: 1.0ml/分。検出波長: UV350nm。カラム温度: 30℃。試料注入量: 20μl。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 生育及び収量特性

表1に夏ソバと秋ソバにおける播種期、開花期、成熟期及び子実収量、千粒重、リットル重を示した。

夏ソバは開花期が6月6日、成熟期が7月9～14日で、開花期に品種の差はなかったが、成熟期は夏型

表1 夏ソバと秋ソバにおける播種期、開花期、成熟期および子実収量、千粒重、リットル重

作型	品種	播種期	開花期	成熟期	子実収量 (kg/a)	千粒重 (g)	リットル重 (g)
夏ソバ <sup>1)</sup>	キタワセソバ	4月26日	6月6日(41) <sup>2)</sup>	7月9日(74) <sup>2)</sup>	11.4	31.3	581
	会津1号	4月26日	6月6日(41)	7月13日(78)	12.0	28.5	610
	会津2号	4月26日	6月6日(41)	7月14日(79)	13.1	28.9	625
	会津3号	4月26日	6月6日(41)	7月14日(79)	12.1	28.3	630
	(平均)		(41)	(78)	12.2	29.3	612
秋ソバ <sup>1)</sup>	キタワセソバ	8月9日	9月9日(31)	10月10日(62)	21.3	34.8	591
	会津1号	8月9日	9月10日(32)	10月14日(66)	24.0	37.0	652
	会津2号	8月9日	9月10日(32)	10月15日(67)	24.6	35.4	650
	会津3号	8月9日	9月10日(32)	10月18日(70)	23.7	35.3	659
	(平均)		(32)	(66)	23.4	35.6	638

1) 夏ソバと秋ソバは坂下で栽培した。

2) ( )内の数値は播種日からの所要日数を示す。

表2 秋ソバにおける播種から開花・成熟期までの所要日数と子実収量、千粒重、リットル重の栽培地及び品種間差

栽培地及び品種	播種期 <sup>1)</sup> からの所要日数(日)		子実収量 (kg/a)	千粒重 (g)	リットル重 (g)	
	開花期まで	成熟期まで				
栽培地	坂下(標高180m)	32 <sup>2)</sup>	68 <sup>2)</sup>	21.5 <sup>2)</sup>	34.0 <sup>2)</sup>	622 <sup>2)</sup>
	下郷(標高770m)	25	61	14.2	31.5	618
	磐梯(標高300m)	28	65	14.4	30.8	616
品種	信濃1号	29 <sup>3)</sup>	69 <sup>3)</sup>	16.5 <sup>3)</sup>	32.8 <sup>3)</sup>	628 <sup>3)</sup>
	キタワセソバ	27	59	15.5	31.5	577
	下郷町在来	28	65	15.6	29.8	599
	磐梯町在来	29	68	16.2	31.0	603
	会津1号	28	63	18.7	33.4	635
	会津2号	29	64	17.2	32.8	633
	会津3号	28	66	18.1	33.0	646

1) 播種期は坂下が8月9日、下郷が8月2日、磐梯が8月4日だった。

2) 各品種の所要日数の平均値を示した。

3) 各栽培地での所要日数の平均値を示した。

品種のキタワセソバが会津1、2、3号より4～5日早かった。秋ソバは開花期が9月9～10日、成熟期は10月10～18日で、キタワセソバが開花期で1日、成熟期では4～8日、会津1、2、3号より早かった。

夏ソバおよび秋ソバにおける開花期および成熟期までの所要日数は平均で夏ソバが各41、78日、秋ソバが各32、66日で、秋ソバは開花期までで9日、成熟期までで12日いずれも短かった。

子実収量は1a当たり夏ソバが11.4～13.1kg、秋ソバが21.3～24.6kgで夏、秋ソバとも会津2号が最も多く、キタワセソバが最も少なかった。千粒重は夏ソバが28.3～31.3g、秋ソバが34.8～37.0gでキタワセソバは夏ソバでは最も多かったが、秋ソバでは最も少なかった。リットル重は夏ソバが581～630g、秋ソバが591～659gで夏、秋ソバとも会津3号が最も多く、キタワセソバが最も少なかった。

秋ソバの子実収量は4品種の平均が23.4kgで夏ソバ(12.2kg)の約1.9倍と顕著に多く、同様に秋ソバは千粒重が約1.2倍、リットル重が1.04倍といずれも多かった。夏ソバの収量特性が低下した原因として、開花以降の登熟盛期を高温(20℃以上)で経過したため、結実に悪影響を及ぼしたことによると推定される。

以上の結果から、秋ソバは夏ソバに比べ栽培期間は短いですが結実が良く大粒で多収の傾向があることがわかった。

表2に秋ソバにおける播種から開花・成熟期までの

所要日数と子実収量、千粒重、リットル重を栽培地と品種ごとに示した。

各栽培地における開花期までの所要日数は下郷(25日)、磐梯(28日)、坂下(32日)の順に短かった。同様に成熟期までの所要日数も下郷(標高770m)が61日と最も短く、磐梯(標高300m)は65日、坂下(標高180m)は68日と徐々に長くなり、標高の高い栽培地ほど栽培期間は短縮される傾向にあった。

各品種の播種から開花期までの所要日数は27～29日でキタワセソバは最も短かった。成熟期までの所要日数もキタワセソバが59日で最も短く、会津1、2、3号は63～66日でキタワセソバより4～7日長く秋型品種の信濃1号より3～6日短かった。これより、試験品種の会津1、2、3号の生態型は中間夏型と推定された。

子実収量は会津1、2、3号が各18.7、17.2、18.1kgで、他のどの品種よりも多く信濃1号(16.5kg)の1.04～1.13倍、キタワセソバ(15.5kg)の1.1～1.2倍だった。千粒重は品種間に大きな差はなかったが、会津1、2、3号は32.8～33.4gで他のいずれの品種よりも多かった。同様にリットル重も会津1号、2号、3号は633～646gで他(577～628g)よりも明らかに多かった。

以上の結果から試験品種の会津1、2、3号は栽培期間はキタワセソバよりやや長い、子実収量、千粒重、リットル重がいずれも多く、秋栽培用として平均して

優れた収量特性を有する品種であることがわかった。

### 3. 2. ルチン含量

図1に夏と秋に坂下で栽培したキタワセソバおよび会津1、2、3号のルチン含量を示した。

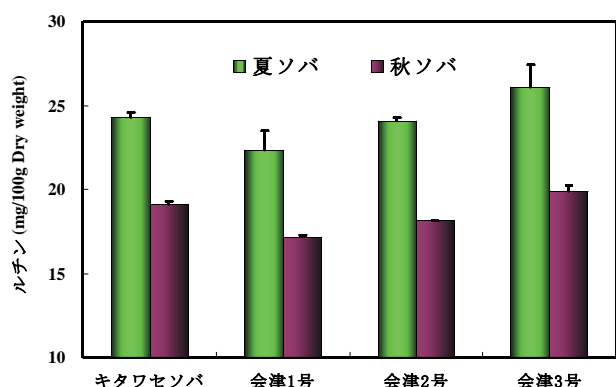


図1 品種の異なる夏ソバと秋ソバのルチン含量

乾物 100g 当たりのルチン含量は夏ソバの場合、会津 3 号が最も多く 26.0mg、以下、キタワセソバ (24.3mg)、会津 2 号 (24.1mg)、会津 1 号 (22.3mg) の順だった。また、秋ソバも同様に会津 3 号 (19.8mg) が最も多く、以下、キタワセソバ (19.1mg)、会津 2 号 (18.1mg)、会津 1 号 (17.2mg) だった。夏ソバはいずれの品種においても秋ソバより明らかに多く、平均は 24.2mg で秋ソバ (18.6mg) の約 1.3 倍だった。

ルチンは生物を構成する細胞壁や遺伝子を紫外線から防御する役目を果たし、その含量は日射量に比例する<sup>9)</sup>と考えられている。本試験においても、夏ソバと秋ソバのルチン含量の相違は、両者の登熟時期や期間中の日射量の差に起因していると推定される。

図2に坂下、下郷、磐梯で栽培した7品種の秋ソバのルチン含量を示した。

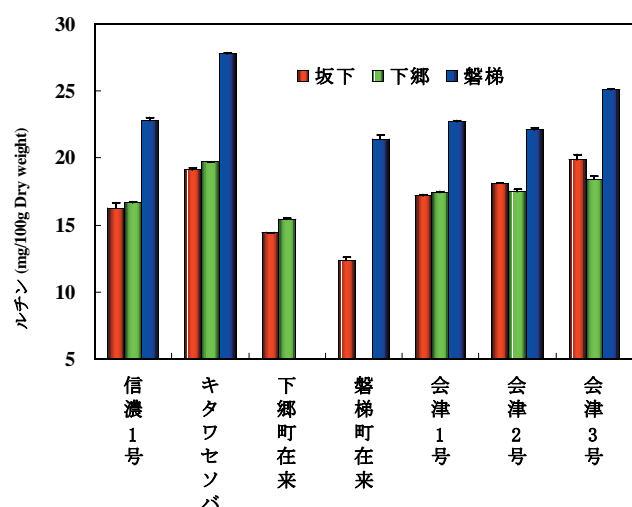


図2 品種および栽培地の異なる秋ソバのルチン含量

ルチン含量が最も多かったのは坂下では会津3号、下郷と磐梯ではキタワセソバで、地元在来種は栽培地

に関わりなく最も少なかった。3 試験地の平均において、育種系統の会津1、2、3号 (19.1 ~ 21.1mg) はキタワセソバ (22.2mg) よりやや少なかったが、秋型品種である信濃1号 や地元在来種よりは多かった。

一方、栽培地ごとのルチン含量は磐梯が全ての品種で最も多く平均 23.6mg だった。下郷 (平均 17.5mg) と坂下 (平均 16.8mg) には大きな差がなかったが、両栽培地とも磐梯よりは明らかに少なかった。

ルチン含量は登熟期の日射量に比例すると考えられているが、本試験における各栽培地間の気象条件の相違については不明な点が多く、土壌や施肥の条件を含め更なる検討が必要である。

以上、会津地方の異なる3つの栽培地での試験の結果、会津1、2、3号は栽培地にかかわらず安定してルチンの多い品種であることがわかった。

## 4. 結言

機能性成分が多く、栽培特性に優れたソバ品種の育成を目的に、会津地方の異なる3試験地において夏ソバと秋ソバを栽培し、収量やルチン含量を調査した。供試したソバは試験品種として育成系統の会津1号、2号および3号を、対照として信濃1号、キタワセソバ、地元在来種など4品種とした。その結果、会津1、2、3号は夏ソバおよび秋ソバとも子実収量、千粒重、リットル重が多く、また、いずれの栽培地でもルチン含量が多かった。このことから会津1、2、3号は高い機能性を有し、収量特性に優れた品種と考えられた。

## 謝辞

本試験を遂行するに当たり、貴重なご助言を賜りました独立行政法人東北農業研究センター作物機能開発部、渡辺 満氏に深謝申し上げます。

## 参考文献

- 1) 草野毅徳・宮下晴世：ソバの栄養成分について (第1報)、栄養と食糧、26、239 ~ 243 (1973)
- 2) 香川芳子：五訂食品成分表 (女子栄養大出版部 東京)、p.38 (2001)
- 3) 鈴木建夫・石川宣子・目黒 照：食品中のアンジオテンシン I 変換酵素阻害能について、日本農芸化学会誌、57、1143 ~ 1146 (1983)
- 4) 林 久喜：そば栽培と環境条件、そばの栽培技術、社団法人日本蕎麦協会、1 ~ 4 (1997)
- 5) 小原忠彦・大日方洋・村松信之・松橋鉄治郎：高速液体クロマトグラフィーによるそばルチンの定量、日本食品工業学会誌、36、114 ~ 120 (1989)
- 6) 鈴木建夫：“そば、食品としての価値と製品開発” 食品加工総覧加工品編、(農産漁村文化協会、東京)、第4巻、p238 (1999)

# 福島県オリジナル大吟醸向け酒米品種の育成（第1報）

Development of original rice cultivar for Ginjyousyu in Fukushima prefecture. (Part I)

会津若松技術支援センター 食品技術グループ 高橋 亮 鈴木賢二 櫛田長子  
農業試験場(現 農業総合センター) 佐藤弘一 吉田直史 佐久間秀明

福島県オリジナル大吟醸酒向け酒米品種の育成のため、農業試験場にて育種された主に「夢の香」を交配母体とする育成系統について、醸造適性に主眼をおいた新規酒造好適米の実用性を検討した。酒造原料米の性状分析、小仕込試験、及び製成酒の一般分析、香気成分分析、官能評価を行い、酒造適性に優れた「郡系酒452」「郡系酒663」「郡系酒621」を選抜系統とした。今後、選抜系統は総米90kgの中仕込み試験醸造によりさらに詳しい醸造特性について検討する。

Key words : 酒造好適米、酒米、夢の香、清酒

## 1. 緒言

本県初の育成酒米品種である「夢の香」は優れた酒造適性を備えており、本県酒造原料米の一翼を担っている。「夢の香」は、平成3年に福島県農業試験場において「八反錦1号」を母とし、「出羽燦々」を父として人工交配を行い、世代促進、系統選抜、特性検定試験、生産力検定試験、地域適応性等の検討の結果「福島酒2号」として誕生し、平成12年に品種登録され、当センターにおいて優れた酒造適性を有することが認められた。しかし、優れた酒造適性を有する「夢の香」ではあるが、心白が大きく、心白発現率が極めて高く、吸水性も非常に高いため、必ずしも大吟醸向けの高精白、限定吸水が容易ではないことから新たな大吟醸向けの酒米育種が望まれている。そこで本研究では福島県農業試験場との共同研究として、福島県オリジナル大吟醸酒向け酒米品種の育成のため、酒造適性に主眼をおいた新規酒造好適米の実用性を検討した。新たな酒造好適米の育種には10年程度を要するため、現在までに農業試験場で育種された既存の有望系統10種について、酒米特性試験、小仕込試験、製成酒の成分分析及び官能評価により優良系統を選抜した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 原料米

供試系統を表1に示した。農業試験場で育種された主に「夢の香」を交配母体とする育成系統10種、及び対照として「五百万石」、「夢の香」を供試系統とした。原料米は全て平成17年度福島県農業試験場産を用い、精米歩合70%(見掛け精米歩合)として供試した。いずれのサンプルも(株)佐竹製作所製テストミルTM-05を用い精米を行った。また、小仕込試験、及び50%精白米性状分析では(株)チヨダ製精米試験機HS-4を用い精米歩合50%(見掛け精米歩合)まで精米を行った。

### 2. 2. 原料米の性状分析

酒造用原料米全国統一分析法に従い行った。さらに、50%精白米における20分浸漬砕米率について試験した。

表1 供試系統

品種	交配親
五百万石	
夢の香	
郡系酒452	奥羽366×夢の香
郡系酒453	奥羽366×夢の香
郡系酒507	夢の香×奥羽346
郡系酒618	岩手酒52号×夢の香
郡系酒619	岩手酒52号×夢の香
郡系酒620	秋田酒77号×夢の香
郡系酒621	秋田酒77号×夢の香
郡系酒663	兵系酒66号×夢の香
郡系酒664	兵系酒66号×岩手酒52号
郡系酒665	兵系酒66号×東北糯161号

### 2. 3. 小仕込試験

精米歩合50%(見掛け精米歩合)まで精米した供試系統を用い、総米200gの酒母省略仕込みで行った。仕込み配合を表2に示した。仕込み温度8℃、最高品温12℃、以降は10℃一定で21日間発酵させ、遠心分離(9000rpm 5min 4℃)にて上槽した。

表2 小仕込試験配合

総米	200 g
蒸米	160 g
麴米	40 g
汲水	300 ml
乳酸	0.3 ml
培養酵母	1ml [約 $1 \times 10^7$ cells/ml]

### 2. 4. 一般成分分析

国税庁所定分析法<sup>1)</sup>に従い行った。

### 2. 5. 香気成分分析

ヘッドスペースオートサンプラー7050(Tekmar社製)、及びガスクロマトグラフ(GLサイエンス社製)を用い、ヘッドスペース法にて常法<sup>2)</sup>に従い行った。

### 2. 6. 官能評価

官能評価はきき猪口を用い、評価は3点法(1:優 2:普 3:難)にて行い、平均点を算出した。なお、パネラーは熟練した県内酒造業従業者7名、ならびに当所職員2名の計9名で行った。

### 3. 試験結果及び考察

#### 3. 1. 官能評価結果結果

官能評価結果を表3に示した。

表3 小仕込試験製成酒の官能評価結果

品 種 名	官能評価	
	(3点法)	寸評
五百万石	1.43	キレイ 上品 バランス良
夢の香	1.57	香味調和 旨味あり
郡系酒452	1.57	キレイ 甘旨味あり 香味良好
郡系酒453	2.14	旨味あり ニガ 味重
郡系酒507	2.57	ニガ くだい ザラツキ
郡系酒618	2.43	味薄 ニガ 香味不調和
郡系酒619	2.14	酸ウ 味重 シブ
郡系酒620	2.43	酸ウ 味重 ニガ ザラツキ
郡系酒621	1.57	ふくらみ 味良好 味重
郡系酒663	1.86	キレイ 細い バランス良
郡系酒664	2.57	くだい 味重
郡系酒665	2.00	やや酸ハル 香り高い

供試系統では3系統について「五百万石」に次ぎ、「夢の香」と同程度の高い評価が得られた。「郡系酒452」はキレイで甘味、旨味があり香味良好、「郡系酒621」は重いがふくらみがあり味良好、「郡系酒663」は細いがキレイでバランス良いという良好な評価が得られた。

#### 3. 2. 原料米の性状分析結果

70%精白、及び50%精白における酒造用原料米全国統一分析法による性状分析結果を表4-6に示した。

表4 70%精白における酒造原料米の性状分析結果

品 種 名	千粒重	玄米水分	精米歩合(70%)			砕米率 (%)	白米水分
			見かけ	真	無効		
五百万石	24.4	13.9	70.0	72.7	2.7	3.2	13.9
夢の香	23.4	14.0	70.0	73.3	3.3	4.8	13.5
郡系酒452	23.6	13.8	70.0	71.7	1.7	4.4	13.5
郡系酒453	23.3	13.9	69.9	71.9	2.0	4.0	13.6
郡系酒507	23.9	13.9	70.0	73.9	4.0	5.3	13.7
郡系酒618	24.4	13.8	69.9	73.0	3.1	7.2	13.7
郡系酒619	23.0	13.9	70.0	73.8	3.8	6.6	13.7
郡系酒620	24.1	14.1	70.0	73.6	3.7	7.9	13.6
郡系酒621	25.0	14.0	70.0	74.8	4.7	8.6	13.6
郡系酒663	25.0	14.1	70.0	71.0	0.9	10.3	13.5
郡系酒664	25.3	14.2	69.9	79.5	9.6	14.2	13.5
郡系酒665	25.9	14.0	69.9	75.0	5.0	10.1	13.3

表5 70%精白における酒造原料米の性状分析結果

品 種 名	吸水率		蒸米吸水率	消化性		粗蛋白 (%/DRY)	カリウム (ppm/DRY)
	20分	120分		Brix	F-N		
五百万石	25.6	26.8	32.1	10.6	0.7	5.2	384
夢の香	28.5	29.0	34.8	11.0	0.7	4.8	344
郡系酒452	27.6	29.3	35.4	10.6	0.7	4.6	262
郡系酒453	25.9	28.1	33.2	9.7	0.7	4.7	251
郡系酒507	27.6	30.3	35.4	9.6	0.7	4.8	319
郡系酒618	26.7	28.1	32.0	10.0	0.8	5.4	362
郡系酒619	27.5	28.8	32.8	11.2	0.8	5.0	354
郡系酒620	27.8	28.5	31.8	10.3	0.7	4.8	354
郡系酒621	26.1	26.4	29.1	10.7	0.8	5.0	325
郡系酒663	26.6	28.6	31.3	9.6	0.7	4.8	313
郡系酒664	26.3	28.0	29.7	9.4	0.8	5.2	491
郡系酒665	26.8	28.1	31.0	10.4	0.8	5.0	402

表6 50%精白における酒造原料米の性状分析結果

品 種 名	50%精米時間(min)	精米歩合(50%)			砕米率 (%)	20分浸漬砕米率
		見かけ	真	無効		
五百万石	195	49.6	49.7	0.2	7.3	16.0
夢の香	205	50.1	51.1	1.0	7.3	35.5
郡系酒452	297	50.0	50.2	0.2	2.4	38.5
郡系酒453	240	49.7	50.0	0.3	7.4	48.0
郡系酒507	177	50.3	53.6	3.3	6.4	60.0
郡系酒618	204	50.0	50.5	0.6	9.4	37.0
郡系酒619	220	49.9	51.4	1.5	9.1	31.0
郡系酒620	200	50.1	51.6	1.6	11.1	32.0
郡系酒621	200	49.3	49.8	0.5	9.0	51.0
郡系酒663	188	49.3	50.3	1.0	6.8	44.5
郡系酒664	180	50.0	55.7	5.7	7.1	32.5
郡系酒665	200	49.1	51.4	2.4	4.4	27.5

酒造好適米の条件として、粒の大きさ、充実度を示す千粒重が重く、精米特性を示す無効精米歩合、砕米率が低いこと、さらに粗蛋白、カリウム含量が低く、消化性が高いことがあげられる。また、吟醸用に用いられる高精白米は吸水性が高く、吸水が過多になりやすく、作業性や製成酒の酒質に影響するため限定吸水法(厳密に一定水分に調整する方法)が用いられる。そのため吸水性は酒造適性に関する大きな要素となる。

官能評価結果が良好であった3系統について性状分析の結果、対照と同程度の酒造適性を示した。

「郡系酒452」は、千粒重は「夢の香」並で、70%精白の無効精米歩合、砕米率が対照と同程度となった(表4)。50%精白までの精米時間は対照の1.5倍程度と精米効率はやや悪いが、50%精白の無効精米歩合、砕米率は対照より低い値となり良好な精米特性を示した(表6)。吸水率は20分、120分ともに高く、軟質米の性状を示し、さらに20分と120分の差が大きいため限定吸水に適しており、消化性は「五百万石」と同程度、粗蛋白、カリウム含量は対照よりも低い値を示したことから酒造適性が高いことが示唆された(表5)。

「郡系酒663」は70%精白の砕米率が「夢の香」の2倍以上と高いが、無効精米歩合が対照と比較し顕著に低く、千粒重がやや大きい値となり(表4)、50%精白の浸漬砕米率はやや高いが、無効精米歩合、砕米率は対照と同程度となり良好な精米特性を示した(表6)。また、消化性はやや低い、吸水率は20分、120分ともに高く、軟質米の性状を示し、さらに20分と120分の差が大きいため限定吸水に適しており、粗蛋白、カリウム含量は対照よりも低い値を示したことから「郡系酒452」に次ぎ酒造適性が高いことが示唆された(表5)。

「郡系酒621」は千粒重がやや大きい値となったが、70%精白の無効精米歩合、砕米率がやや高く(表4)、50%精白の無効精米歩合では「夢の香」より低い値を示したが、浸漬砕米率、及び砕米率はやや高いため精米特性が懸念される(表6)。また、消化性はやや高く、カリウム含量は対照よりも低い値を示したが、吸水率は20分、120分ともに低く、さらに20分と120分の差が小さいため吸水性が悪いことが示された。

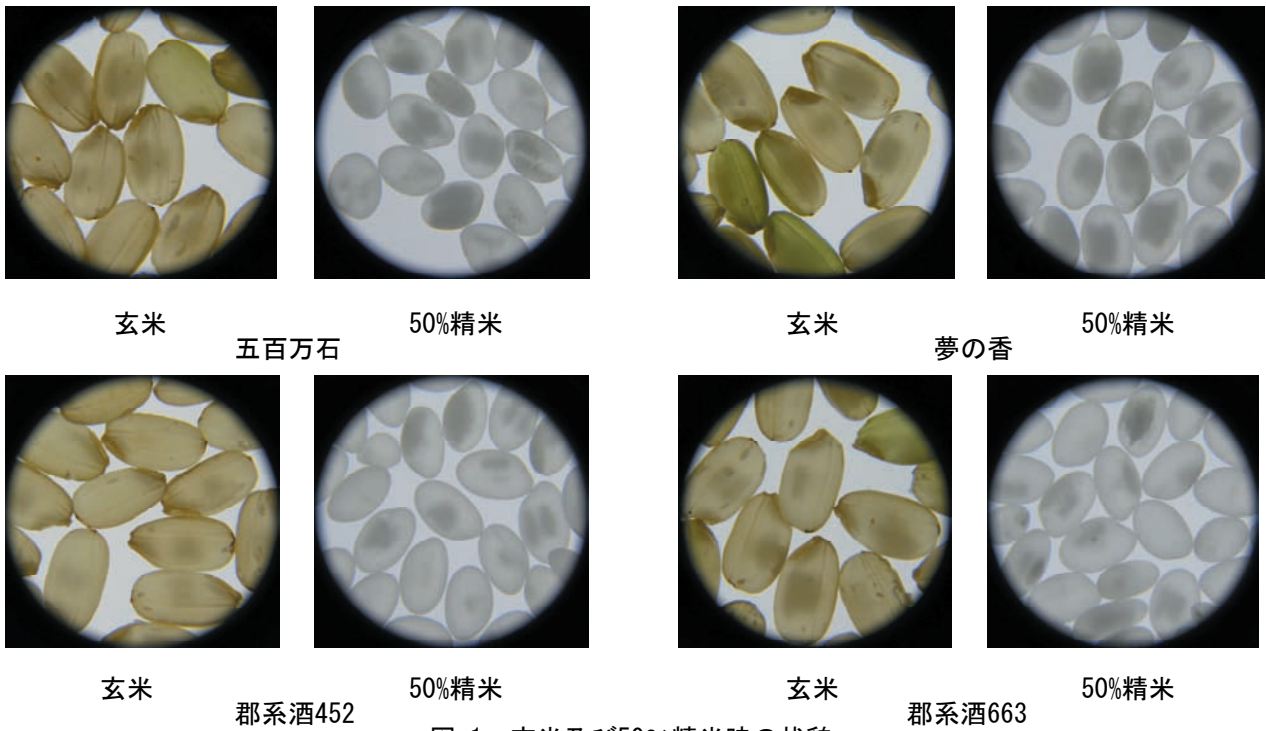


図 1 玄米及び50%精米時の状貌

「郡系酒621」は官能評価結果は良好だが、酒造適性にやや難がある結果となった。

### 3. 3. 玄米性状分析結果

玄米性状分析結果を表7に示した。

表 7 玄米性状分析結果 (%)

品種	心白粒	腹白粒	無心白粒	活青粒	胴割粒	碎粒	被害粒	死米粒	青死粒
五百万石	60.3	3.2	14.5	10.0	0.3	2.1	5.9	1.9	1.4
夢の香	64.8	1.5	12.8	8.5	0.3	2.5	2.5	3.4	1.8
郡系酒452	35.7	5.3	41.1	7.2	0.0	2.9	3.6	1.2	2.7
郡系酒453	36.5	2.4	43.1	5.8	0.0	2.5	1.7	5.3	1.8
郡系酒507	22.3	41.4	14.5	13.5	0.2	1.4	2.1	3.2	0.8
郡系酒618	48.6	14.8	21.1	2.9	0.2	2.8	4.8	1.6	2.9
郡系酒619	60.7	6.1	18.5	2.7	0.1	0.7	4.2	4.1	2.5
郡系酒620	75.0	4.1	2.7	7.5	0.0	1.8	2.4	4.1	1.8
郡系酒621	77.0	1.2	6.5	5.5	0.0	1.6	2.9	2.5	2.6
郡系酒663	34.3	12.8	32.8	9.9	0.0	1.7	2.2	1.9	3.8
郡系酒664	39.6	32.2	13.2	2.6	0.0	3.2	3.2	2.3	3.2
郡系酒665	49.4	14.5	17.6	7.9	0.0	1.1	3.5	2.9	2.2

心白は米中心部の白色不透明部分のことで、デンプン粒が粗につままっていて柔らかいため、吸水しやすく、糖化が容易であるという酒造好適米としての特徴があるが、心白が大きすぎると「夢の香」のように高精白にやや不向きとなる。玄米性状で特徴的な点として「郡系酒452」「郡系酒663」は心白粒が少ない分、無心白粒が多い傾向となり、精米時間はややかかるが、高精白に耐えうる素質があることが示唆された。

### 3. 4. 一般成分及び香気成分分析結果

一般成分、及び香気成分分析結果については選抜に影響するほどの大きな差は確認できなかったため結果については省略した。

以上の結果より、対照と同等程度の酒造適性を示した「郡系酒452」「郡系酒663」、及びそれに次ぐ「郡系酒621」を選抜系統とした。

なお、対照とした「五百万石」「夢の香」と選抜2系統「郡系酒452」「郡系酒663」の玄米、及び50%精米時の状貌を図1に示した。

## 4. 結言

福島県オリジナル大吟醸酒向け酒米品種の育成のため、農業試験場で育種された既存の有望系統10種について、酒米特性試験、小仕込試験、製成酒の成分分析及び官能評価により酒造適性に主眼をおいた新規酒造好適米の実用性を検討し、対照とした「五百万石」「夢の香」と同等程度の酒造適性を示した「郡系酒452」「郡系酒663」、及びそれに次ぐ「郡系酒621」を選抜した。今後、選抜された供試系統「郡系酒452」「郡系酒663」については、総米90kgでの試験醸造を行い、さらに詳しい酒造特性についての検討を行う。

### 参考文献

- 1) 西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解，日本醸造協会，(1993)
- 2) 吉澤 淑：醸協，68，59 (1973)



# ニーズ対応型研究開発事業

# 歯科用材料および虫歯予防技術の開発

Development of  $\alpha$ -TCP as a Fissure Sealant and a Prevention Method of Tooth Decay

研究開発部材料技術グループ 加藤和裕

奥羽大学歯学部

長岡正博 大橋明石 宮澤忠蔵

虫歯予防のため小窩裂溝に填塞できる $\alpha$ -TCPの開発を検討した。次に抜去した天然歯を用い填塞試験をした。その結果 $\alpha$ -TCP中のHApが、HAp化反応を促進することがわかり、短時間でHAp化、凝結する高活性な $\alpha$ -TCPが開発できた。調製した $\alpha$ -TCPは天然歯の小窩裂溝に填塞可能であった。さらに臨床で使用できる小窩裂溝装置を試作した。

Key words:小窩裂溝、予防填塞、りん酸カルシウム、ハイドロキシアパタイト

## 1. 緒言

ヒトの奥歯の噛み合わせ面には小窩裂溝という幅数十 $\mu$ mの溝があり、ここから虫歯が発生しやすいことが知られている<sup>1)</sup>。現在、小窩裂溝をレジンで塞ぐ虫歯予防処置法が普及しているが、レジンと歯の接着性が悪いこと、処置時に歯のエッチングが必要なこと、レジンの粘性が高いため裂溝内部までの封鎖が難しい等の問題があり、新たな填塞材の開発が期待されている。著者らは $\alpha$ -りん酸三カルシウム  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$  (以下、TCP)による小窩裂溝填塞を検討している。TCPは水と反応し、ハイドロキシアパタイト  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  (以下、HAp)を生成し、凝結する性質を持つ。HApは歯表面を構成するエナメル質の主成分であり、最終的に歯との同化が期待される。平成16年度までに湿式メカノケミカル法を経て合成したTCP (以下、合成TCP)は市販試薬 (以下、市販TCP)よりも短時間でHAp化すること、TCPの微粉化にはエタノールを助剤としたボールミル粉砕が有効であることなどを見出した。さらに、調製したTCPが微小空間に填塞可能であることを小窩裂溝モデルを用いて確認した。

本年度は、HAp化挙動に関して合成TCPと市販TCPとの差異の要因を調べ、より短時間でHAp化するTCPの調製を試みた。また臨床で使用できる小窩裂溝填塞方法の検討と装置試作をした。

## 2. 実験

### 2. 1. TCPの調製

前報<sup>2)</sup>と同様に合成した合成TCP、市販TCPおよび市販TCPに市販のHApの混合物 (以下混合TCP)をそれぞれボールミル粉砕した。粉砕にはジルコニア製ボールミル (内径75mm、高さ100mm)と径10mmのジルコニアボール1kgを用いた。TCP10g、ジルコニアボール、エチルアルコール1mlをボールミルに入れ、50rpmで3日間粉砕した。粉砕した市販TCPは一部を40℃の蒸留水中に投入し、0~4時間攪拌しながら処理をした。所定時間経過後直ちにTCPと水を分離し、エタノールで洗浄、乾燥して前処理TCPを得た。

### 2. 2. HAp化挙動評価試験

TCP微粉0.3gと蒸留水15cm<sup>3</sup>を内容積30cm<sup>3</sup>のストロール製棒びんに入れて十分攪拌後、栓をして37℃の恒温槽中で静置した。所定時間経過後粉体をろ別、エタノールで洗浄して水分を除去後80℃で乾燥した。

HAp化は、TG-DTAによる1100℃までの重量減少率の測定または粉末X線回折法により評価した。

### 2. 3. 天然歯を用いた填塞試験

填塞試験には抜去した天然歯を使用した。天然歯上面にTCP微粉を乗せ、超音波スケーラーで振動を加えて、微粉を導入した。蒸留水は、真空ポンプで天然歯小窩裂溝内を減圧後、大気圧に開放して内部に注入した。填塞物の均一化のため再度超音波スケーラー内で天然歯を振動させた後、37℃の恒温槽中に静置した。72時間後、ダイヤモンドディスクで切断し、断面を観察した。

## 3. 結果および考察

### 3. 1. 市販TCPと合成TCPの違い

市販TCPと合成TCPのX線回折プロファイルを図1に示す。両者の回折パターンはほぼ同一であるが、 $2\theta = 31.8^\circ$ 付近の回折ピークは、合成TCPでのみ観測される。このピークはHApの最強回折線の211ピーク位置と一致することから、合成TCP中に少量含まれるHApがTCPのHAp化挙動に影響を与えていると推測される。そこで次のようにTCP中にHApを共存させた試料を調製し、HAp化挙動を調べた。

### 3. 2. 混合TCPのHAp化挙動

市販TCP8gに市販HAp2gを混合、粉砕した混合TCPを調製し、市販TCP、合成TCPとHAp化挙動を比較した。重量減少率と水和時間の関係を図2に示す。HAp化反応が進行するに従い、重量減少率も増加する。

市販TCPでは6時間水和しても、重量減少率は増加しなかった。これに対し、混合TCPおよび合成TCPは水和3時間で重量減少率が増加した。従ってTCP中のHApは、HAp化反応を促進すると考えられる。しかし混合TCPは3時間水和しても凝結しなかった。TCPを小窩裂溝填塞材に使用する場合、短時間で凝結することが望ましい。TCPの凝結は、TCP粒子上に析出したHApによって粒子が互いに絡み合うためと考えられている<sup>3)</sup>ので、

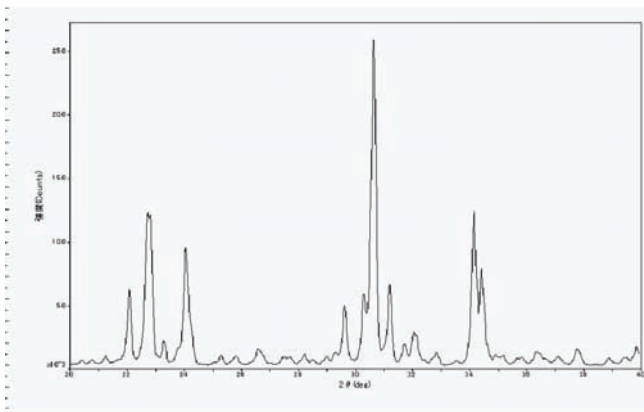


図1(a) 合成TCPのX線回折パターン

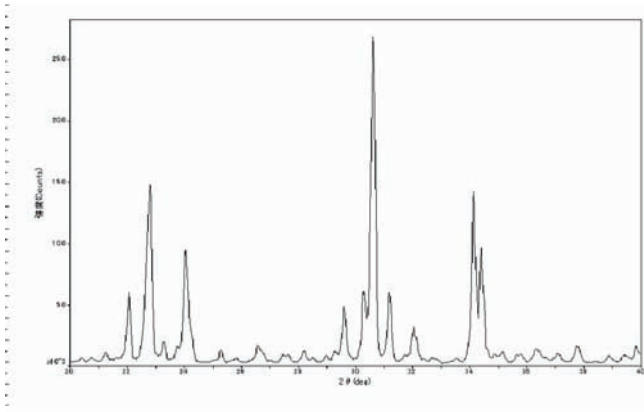


図1(b) 市販TCPのX線回折パターン

TCP中のHApの形態が凝結時間に影響すると推測される。そこでTCPの一部をHAp化し、HAp化挙動に与える影響を調べた。

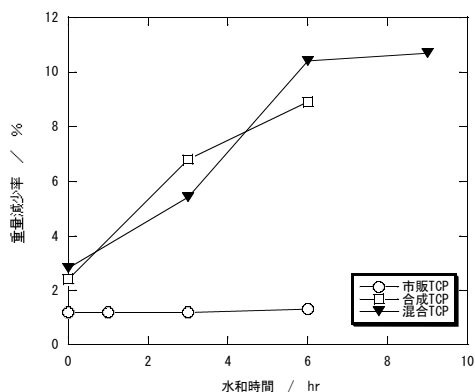


図2 市販TCP、合成TCPおよび混合TCPにおける水和時間と熱重量分析結果の関係

**3. 2. 前処理TCPのHAp化挙動** 粉碎した市販TCPを0~4時間前処理してHAp化挙動への影響を調べた。結果を図3に示す。前処理時間が長いほど、HAp化反応は促進された。しかし3時間以上前処理したTCPでは凝結は起きなかった。これらは水和0時間で既に高い重量減少率を示しており、前処理でTCP表面が過剰にHAp

化していたためと思われる。2時間の前処理品は、水和2時間で凝結した。このときX線回折分析からも結晶構造もTCPからHApの結晶相への変化が確認された。

以上のように粉碎した市販TCPを適切な条件で前処理してその一部をHAp化すると、HAp化・凝結する時間を大幅に短縮でき、小窩裂溝充填材として望ましい性質をもつTCPが調製できた。

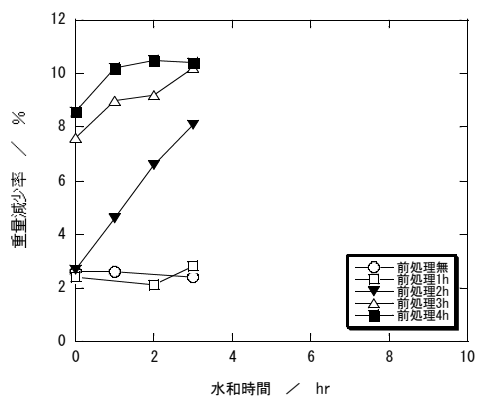


図3 前処理TCPにおける水和時間と熱重量分析結果の関係

### 3. 3. 天然歯の小窩裂溝へのα-TCP充填

16年度はHAp製セラミックスで小窩裂溝モデルを作製し、TCP微粉の充填試験を行った。17年度は抜去した天然歯を使用して、口腔外の操作で小窩裂溝へのTCP充填を試みた。結果を図4に示す。天然歯の小窩裂溝にもTCP充填が可能であることが確認できた。



図4 天然歯小窩裂溝へのTCP充填結果

**3. 4. 臨床で使用できる小窩裂溝充填法および装置の検討** 臨床での処置を考えると、微粉状のTCPを小窩裂溝に充填するのは困難である。これまでに実施した口腔外での充填試験では歯の上面にTCP微粉を乗せ、超音波スケーラーで歯に振動させ、TCPを裂溝内に導入した。しかし口腔内では唾液の影響で微粉の流動性が失われると予測される。また上顎奥歯の処置時には処置対象者の頭部を逆さまに近い状態にしなければならない。これらの理由からTCPは微粉ではなく、ある

程度の粘性を持ったペーストでの使用が望ましい。

ペーストの小窩裂溝導入にあたっては、裂溝内の空気の存在が障害となると思われる。そこで真空ピンセットの先端に図5のようにゴム製吸盤を取り付けて裂溝内を減圧できる装置を試作し、一端を封じた外径0.5mm、内径130 $\mu$ m、長さ約3mmのガラスキャピラリーで試験をした。

導入は次の手順で行った。

(1) キャピラリー開口部にTCP/H<sub>2</sub>O重量比2のペーストを乗せ、ペーストごと真空ピンセットで減圧。

(2) 減圧状態を10秒程度保持後、大気に開放し、裂溝内と大気の圧力差でペースト導入。

図6に導入結果を示す。先端部まで十分充填されてはいない。この点および充填密度や填塞物強度の評価は今後の課題であるが、改良を施すことで、口腔内で使用でき、しかも短い処置時間で填塞できると期待される。

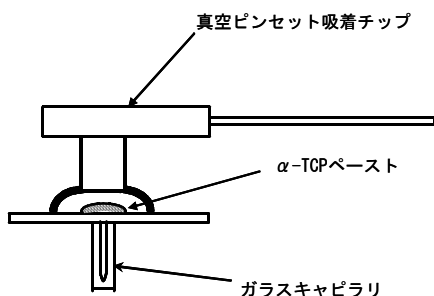


図5 試作した小窩裂溝填塞用真空ピンセットと先端部模式図

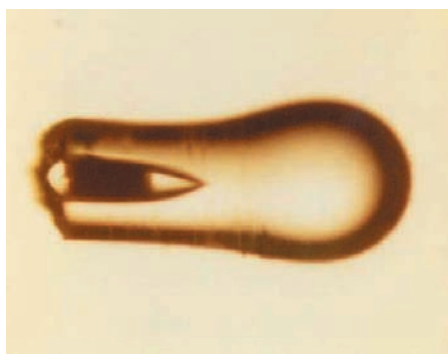


図6 試作した小窩裂溝填塞用真空ピンセットによるガラスキャピラリーへの填塞結果

#### 4. 結言

本研究では、虫歯予防のための小窩裂溝填塞に適したTCPの調製方法を検討した。その結果、市販TCPを適切な条件で前処理すると、短時間でHAp化・凝結する高活性なTCPが調製できた。また調製したTCPは天然歯の小窩裂溝に填塞可能であった。さらに臨床使用可能な小窩裂溝填塞装置を試作した。今後、裂溝深部までの到達性の改善、充填密度、填塞物強度の評価等を行う予定である。

#### 参考文献

- 1) 永野敏郎：“臼歯咬合面の小窩裂溝の形態とう蝕の初発部位との関係”、歯科学報、60、pp.1178-1188、1961
- 2) 加藤和裕、関根義孝：“歯科材料粉体の開発”、平成15年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書、pp.90-91
- 3) 門間英毅ら：“リン酸三カルシウムの水和と凝結におよぼす添加物の影響”、Gypsum and Lime、188、pp.11-16、1984

# Niフリー高耐食ステンレス材の開発

## Development of High Corrosion Resistant Nickel-free Stainless Steel

研究開発部材料技術グループ 光井 啓 栗花信介

本研究では真空熱処理炉を用いた加圧窒素吸収処理法を利用して、フェライト系ステンレス鋼に窒素を高濃度に固溶させることにより高耐食オーステナイト系ステンレス鋼の開発を試みた。昨年度は SUS430 鋼において温度・圧力・時間を変え最適な窒素吸収処理条件の検討を行った。今年度は SUS430 に不可避免的に含まれる微量 Al,V の影響について調査し、Al が組織微細化に寄与し機械的性質の向上に有効であることを明らかにした。また加圧窒素吸収処理により Fe-20%Cr、Fe-24%Cr 合金を高耐食性を有するオーステナイト系ステンレス鋼とすることを可能にした。

Key words:ニッケルフリー、ステンレス鋼、高窒素、窒素吸収処理、真空熱処理炉

### 1. 緒言

高耐食性材料として一般に用いられるオーステナイト系ステンレス鋼はニッケルを 8%以上含んでおり、その溶出により金属アレルギーを起こしやすいとされている。そのため Ni を使用しないステンレス鋼の開発が求められている。しかし、単純に Ni をなくしたフェライト系ステンレス鋼では十分な耐食性や強度が得られず、また生体材料として用いる場合には MRI (磁気共鳴画像) 検査の際に磁性を帯び支障をきたしてしまう。

鋼に窒素を添加し特性向上を図る研究は古くから行われてきており、ステンレス鋼においても高強度化を目的に窒素が添加されているが、過剰添加による鋭敏化の悪影響も考慮し、高々 0.数%程度にとどまっている。しかし最近では、窒素は Ni 同様オーステナイト( $\gamma$ )安定化元素であることから積極的に有効利用する研究が行われており、Ni の代わりに窒素を 1%以上固溶させた高窒素ステンレス鋼(HNSS)は従来のオーステナイト系ステンレス鋼に比べて高強度・高耐食性を有することが明らかになってきた<sup>1)</sup>。

本研究では真空熱処理炉を用いた加圧窒素吸収処理法を利用してフェライト系ステンレス鋼に窒素を高濃度に固溶させることにより高耐食オーステナイト系ステンレス鋼の開発を行った。

### 2. 試料および実験方法

供試材は、市販の SUS430、SUS304(比較材)および本研究で溶製した Fe-(20,24)%Cr 合金である。各試料の化学成分を表 1 に示す。市販材は各材料メーカーの製造方法の違いにより不可避免的に JIS 規格外元素の Al や V が微量に含まれることがある。これらは Cr 同様窒化物を形成しやすいので SUS430 は 3 種に区別した。Fe-(20,24)%Cr 合金は電解鉄(純度 99.9%)、金属クロム(純度 99.3%)を用いてアーク溶解により作製した。得られたインゴットは 1273K で熱間圧延した後、1mm 厚まで冷間圧延し試料とした。

加圧窒素吸収処理は 0.7MPa まで加圧可能な真空熱処理炉を用いて行った。真空排気しながら 10K/min

で 1473K まで昇温する。所定温度に達したら窒素ガスを導入し、0.1 ~ 0.7MPa の加圧窒素雰囲気中で等温保持する。保持時間は昨年度の研究結果<sup>2)</sup>を基に、厚さ 1mm の板材で内部まで均一な組織を得られる 8h とした。その後 0.7MPa まで窒素を導入し直ちにガス冷却した。

作製した試験片を光学顕微鏡観察、EPMA による元素マッピング、X 線回折、引張試験およびアノード分極曲線測定を行った。また、吸収窒素の定量は外部委託により行った。

表 1 化学分析結果

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	V
SUS430A (Al有り)	0.07	0.30	0.60	0.023	<0.001	0.084	16.03	0.009	0.055	0.031
SUS430B (V有り)	0.06	0.39	0.77	0.028	0.006	0.14	16.21	0.014	<0.01	0.11
SUS430C (Al,V無し)	0.03	0.25	0.54	0.02	0.004	0.18	15.57	0.009	<0.01	0.03
Fe-20%Cr	<0.01	0.042	<0.01	<0.01	0.002	<0.01	20.20	<0.01	-	<0.01
Fe-24%Cr	<0.01	0.049	<0.01	<0.01	0.001	<0.01	24.05	<0.01	-	<0.01
SUS304	0.05	0.41	0.82	0.029	0.002	8.16	17.81	0.15	-	0.097

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1. SUS430 (Fe-16%Cr)における加圧窒素吸収処理

##### 3.1.1. 微量含有Al, Vの組織に及ぼす影響

図 1 に窒素圧力 0.7MPa で窒素吸収処理した高窒素ステンレス鋼(HNSS)の組織および EPMA による元素マッピング結果を示す。ここで SUS430-C は 2mm 厚の板材であるが 8h 処理で内部まで均一な $\gamma$ 組織を得ている。 $\gamma$ 相結晶粒は SUS430-A が最も微細で、SUS430-B,C はほぼ同程度の結晶粒径を持つ。表 1 より SUS430-A,B はそれぞれ Al,V を微量に含み、図 1 (a)、1 (b)の元素マッピングに示すように Al 窒化物、(Cr,V)複合窒化物が析出していることが判った。したがって、オーステナイト組織は Al を含むことで微細化することが推察される。図 2 に熱力学計算ソフト Thermo-Calc<sup>3)</sup>を用いて計算した Fe-Cr-N-0.05%Al および Fe-Cr-N-0.10%V における等温断面計算状態図(1473K)を示す。図より 1473K で Al はすでに窒化物として析出している一方、V は $\gamma$ 相中に固溶していると言える。すなわち(Cr,V)窒化物は冷却過程で析出したもので、窒素吸収処理中に Al 窒化物のような結晶

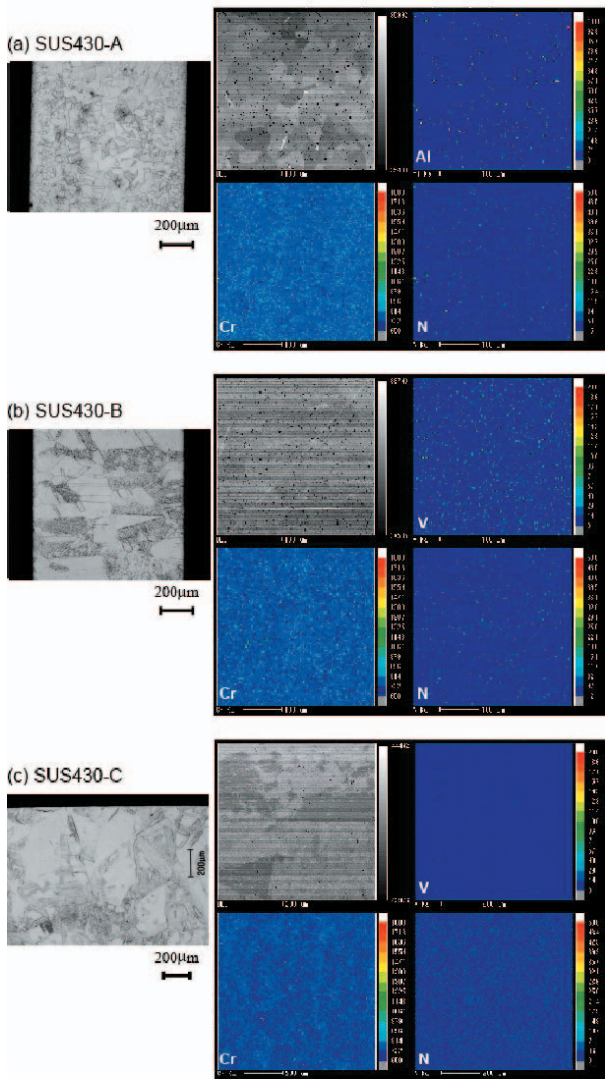


図1 HNSS (0.7MPa)の組織およびEPMAによる元素マッピング結果。

(a)SUS430-A, (b)SUS430-B, (c)SUS430-C(t2mm)

粒粗大化の抑制(ピンニング効果)が生じなかったと考えられる。

### 3.1.2. 機械的特性

図3にHNSS(0.7MPa)の引張試験結果を示す。SUS430未処理材は引張強度は低いものの高い延性を持っている。SUS430-Bは図1(b)に示すように組織が粗大化するため延性が著しく劣化してしまうものの、窒素の固溶強化により強度が上昇したと考えられる。一方、SUS430-AのようにAlが微量に含まれると組織が微細化するため(図1(a))、引張強度は約800MPaとさらに上昇し伸びも改善する。図4に引張強度および破断伸びに及ぼす窒素圧力と微量Alの影響を示す。未処理と50Paはフェライト( $\alpha$ )、0.1MPaはマルテンサイト(M)、0.4MPaと0.7MPaは $\gamma$ 組織である。Al,Vが無い場合、結晶粒が粗大化するため図4(a)に示すように窒素圧力に依存せず引張強度は同程度で延性は劣化する。一方、微量にAlを含有する場合、引張強

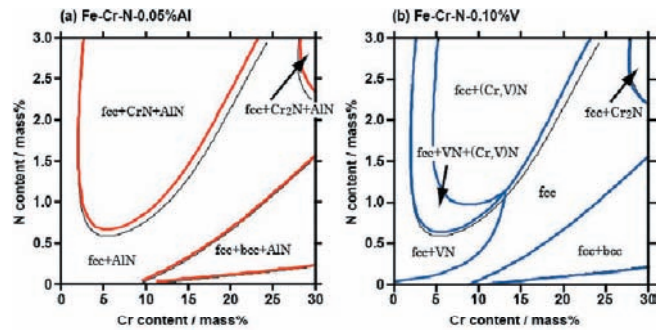


図2 1473Kにおける等温断面計算状態図

(a)Fe-Cr-N-0.05%Al, (b)Fe-Cr-N-0.10%V

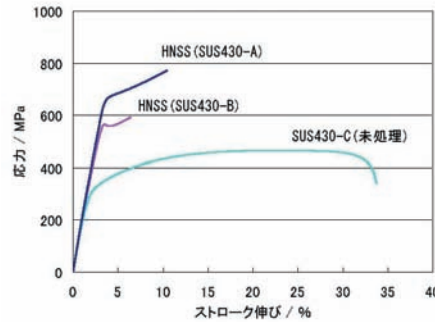


図3 HNSS (0.7MPa)の引張試験結果

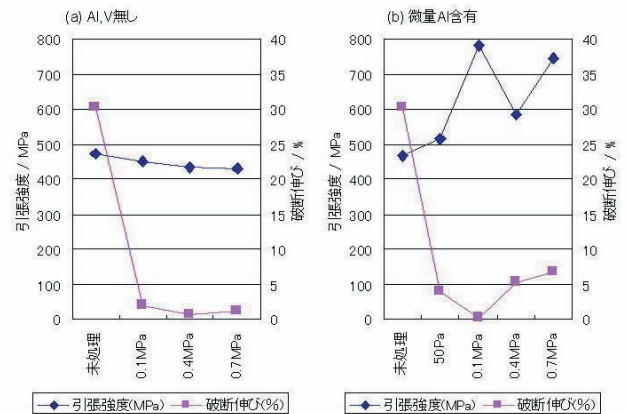


図4 引張強度および破断伸びに及ぼす窒素圧力と微量Alの影響。(a)Al,V無し(SUS430-C), (b)微量Al含有(SUS430-A)

度は上昇し延性はAl,Vが無い場合と比較して改善される(図4(b))。50Pa(真空熱処理)では組織は未処理材同様 $\alpha$ 相であるがそれと比較した結晶粒は粗大化しているため延性が乏しくなる。0.1MPaでは、組織はM相であるため引張強度は劇的に上昇するが延性は著しく劣化する。0.4MPaと0.7MPaを比較すると0.7MPaのほうがN吸収量が多いため引張強度は高くなる。強度・延性バランスを総合的に判断すると微量Alを含有し0.7MPaで窒素吸収処理したものが最も良好であると考えられる。

### 3.1.3. 耐食性

図5に0.9%NaCl水溶液(313K)での未処理材およびHNSS(0.7MPa)のアノード分極曲線と窒素吸収処理(0.4,0.7MPa)したときの孔食電位に及ぼす微量Al,Vの影響を示す。SUS430-Cでは窒素吸収処理により孔

食電位は高くなり、特に 0.4MPa では SUS304 相当(約 300mVvs.SCE)まで耐食性が向上した。一方、Al や V を微量含有するとそれらの窒化物により十分な耐食性向上は得られなかったが、固溶窒素の効果により鋭敏化現象のような著しい耐食性劣化も見られなかった。一般に固溶 N 量増加とともに耐食性は向上するとされているが、本研究では N 量の高い 0.7MPa より 0.4MPa のほうが耐食性が良好だった。これは冷却速度が比較的遅いため冷却過程で窒化物が析出し、その析出量は固溶 N 量の多い 0.7MPa のほうが多いためであると考えられる。

### 3. 2. Fe-(20, 24)%Cr 合金における窒素吸収処理

#### 3. 2. 1. 組織

図 6 に窒素吸収処理を施した Fe-(20,24)%Cr 合金の組織を示す。母相はいずれの条件においても  $\gamma$  相となったが、0.7MPa では両合金とも窒化物が析出しており、Fe-24%Cr 合金では層状組織も観察された(図 6 (f))。これらの窒化物は高濃度に母相に固溶した N が冷却過程で析出したものであると考えられる。結晶粒径は SUS430-C と同様、高温・長時間処理により粗大化している。

#### 3. 2. 2. 耐食性

図 7 に 0.9%NaCl 水溶液(313K)での Fe-(20,24)%Cr 合金におけるアノード分極曲線と孔食電位を示す。0.1MPa、0.4MPa では測定上限の 1000mVvs.SCE でも孔食は起こらない。また、窒化物が析出している 0.7MPa でも約 800mVvs.SCE と窒素吸収処理を行うことにより耐食性が劇的に向上することが判った。

### 4. 結言

本研究では真空熱処理炉を用いて加圧窒素吸収処理を行った SUS430(Fe-16%Cr)、Fe-20%Cr、Fe-24%Cr 合金の組織観察、機械的特性、耐食性の評価を行った。その結果、以下の知見を得た。

- 1) SUS430 において微量 Al を含有することで  $\gamma$  組織は微細化し、引張強度が劇的に向上する。一方、微量に V を含有していても結晶粒粗大化の抑制には効果が無く、窒化物析出により引張強度は向上するものの Al,V 無しのもと同様に延性を著しく劣化させる。
- 2) SUS430 において微量 Al,V を含有することで窒化物が析出するため十分な耐食性は得られないが、固溶窒素の効果により未処理材より劣化することはない。
- 3) Fe-(20,24)%Cr 合金において 1473K × 8h、0.1 MPa 以上の加圧窒素吸収処理により母相を均一な  $\gamma$  組織とすることができる。
- 4) 加圧窒素吸収処理した Fe-(20,24)%Cr 合金は窒化物が析出しても固溶窒素の効果により耐食性は劇的に

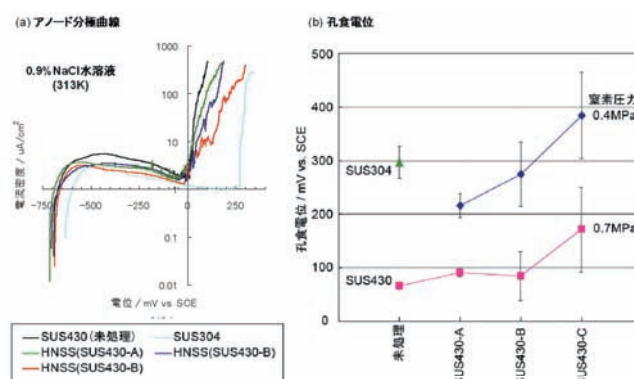


図 5 (a)HNSS(0.7MPa)のアノード分極曲線、(b)孔食電位に及ぼす微量 Al,V の影響(0.9%NaCl(313K))

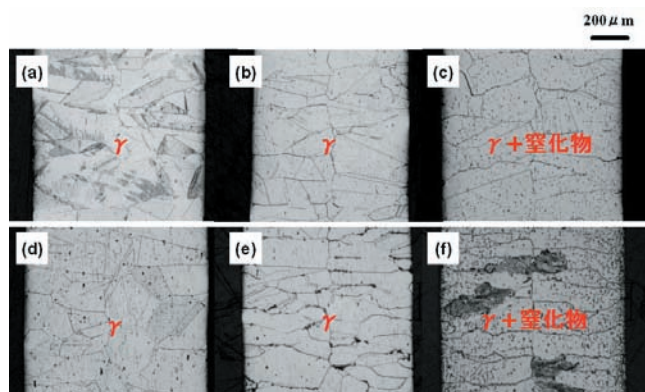


図 6 窒素吸収処理を施した Fe-20%Cr 合金 (a)0.1MPa, (b) 0.4MPa, (c) 0.7MPa および Fe-24%Cr 合金 (d) 0.1MPa, (e)0.4MPa, (f)0.7MPa の組織

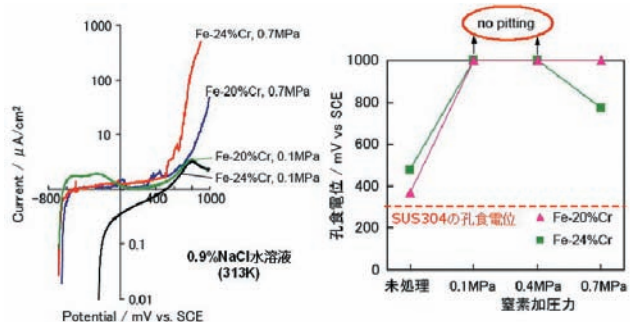


図 7 Fe-20%Cr および Fe-24%Cr 合金における (a)HNSS (0.4,0.7MPa)のアノード分極曲線および(b)孔食電位(0.9%NaCl(313K))

向上する。

### 参考文献

- 1) 坂本政記 他: "ミニ特集・高濃度窒素鋼の有効性とその応用", ふえらむ, Vol.9, (2004), pp.65-92.
- 2) 栗花信介, 光井 啓: "ニッケルフリー高耐食ステンレス材の開発", 平成 16 年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, (2005), pp.66-68.
- 3) B. Sundman, B. Jansson and J.-O. Andersson: CALPHAD, Vol.9, (1985), pp.153.

# 亜鉛めっきのクロムフリー化成処理技術の実証化研究

## ータンニン酸の架橋と遷移金属系による耐食処理の検討ー

Reserch for Demonstration of Chemical Conversion Treatment Technology by Chromium-free Formation to Zinc Plating

-Investigation on cross-linking for tannic acid and anti-corrosive treatment with transition metals-

研究開発部材料技術グループ 宇津木隆宏 渡部 修

亜鉛表面に形成されたタンニン酸皮膜に対して、変性タンパク質、タンパク質加水分解物またはポリアミンを使った架橋操作により、強固な皮膜に改質することができた。塩水噴霧試験による耐食性評価の結果、クロメートの有色処理程度まで改善することができた。また、黒色クロメートの代替皮膜として、バナジウム酸化物を用いた黒色皮膜の作製を行った。皮膜の黒色外観、密着性は良好であり、黒色皮膜の上層を遷移金属系で後処理することにより耐食性に関しても黒色クロメート相当のものが得られた。

Key words: 亜鉛めっき、タンニン酸、化成処理、耐食性、架橋、遷移金属

## 1. 緒言

様々な部品・筐体に利用されている亜鉛めっき品は、耐食性向上などのために、従来はクロメート皮膜と呼ばれる六価クロムを含む酸化物・水酸化物の皮膜で表面を被覆して使用されてきた。この皮膜は水溶性の六価クロムの自己修復性、三価クロムの不動態効果により高い耐食性を有する。しかし六価クロムは有害であるため、欧州では近年、RoHS指令やELV指令などにより使用が制限されており、日本国内でもその対応が求められている。現時点で代替として最も利用されているのが三価クロム酸化物による皮膜であるが、処理液中や皮膜の置かれる環境にクロムを三価から六価に酸化する様々な要因が存在し、実際に六価クロムが検出されたという報告もされている<sup>1)</sup>。

タンニン酸の亜鉛に対する防食効果の有効性が、以前より渡辺らによって報告されている<sup>2,3)</sup>。我々はこの点に着目し、平成14～16年度に、皮膜中にクロムを全く含まないクロムフリー化成皮膜の開発に取り組み<sup>4)</sup>、亜鉛を黒色化させつつバナジウム酸化物皮膜を形成させる技術<sup>5)</sup>と高い耐食性を示すタンニン類の抽出技術について有用な結果を得た<sup>6)</sup>。しかし実験段階のテストピースと実際の製品とを比較した場合、耐食性や着色が不十分である場合がある。本研究はこれらの開発した技術を実用化させることを最大の目的とし、実用段階を見据えた処理方法、膜厚、耐食性を満たすように化成処理方法や皮膜の改良を検討した。

## 2. 実験

### 2. 1. 試薬および試験片

化成処理に使用した薬品は全て、市販の試薬または中間製品として製品製造に供給されているものを使用した。平板の試験片は、冷間圧延鋼板 (SPCC / 50 × 100 × 1mm) にシアン浴で亜鉛めっきしたものを使用した。

### 2. 2. 化成処理方法

### 2. 2. 1 タンニン酸架橋の利用 (有色)

図1に化成処理方法を示す。

1層処理；亜鉛めっき板を1wt%硝酸に数秒間浸漬して表面を活性化した後、蒸留水に30秒間浸漬・洗浄した。続いて、タンニン処理液に30秒間浸漬処理し、再び蒸留水に30秒間浸漬・洗浄した。良く水を切り室温で風乾したものを1層処理の試料とした。

2層処理；上記操作でタンニン処理液、蒸留水に浸漬後に続けて、変性タンパク質、タンパク質加水分解物、ポリアミンをはじめとする改質処理液に30秒間浸漬処理し、蒸留水に30秒間浸漬・洗浄した。良く水を切り室温で風乾したものを2層処理の試料とした。

3層処理；上記操作で改質処理液、蒸留水に浸漬後に続けて、再びタンニン処理液に30秒間浸漬処理し、蒸留水に30秒間浸漬・洗浄した。良く水を切り室温で風乾したものを3層処理の試料とした。この改質処理とタンニン処理を繰り返して多層処理を行うことができる。

### 2. 2. 2 遷移金属系処理の利用 (黒色)

試料作製の手順を図2に示す。亜鉛めっき品を希硝酸浸漬により活性化処理した後、バナジン酸系処理により黒色皮膜を形成させた。さらに遷移金属系の処理液により後処理した後、60℃で乾燥し、得られた試料を各種分析評価に供した。なお各処理の間には純水による洗浄を十分に行った。

### 2. 3. 耐食性試験

塩水噴霧試験機は、塩乾湿複合サイクル試験機 ISO-3-CY・R (スガ試験機(株)製) を用い、JIS Z 2371-2000 に準拠した中性塩水噴霧試験を行った。試験は濃度 50 ± 5g/L に調製した塩化ナトリウム水溶液を連続的に噴霧し、温度を 35 ± 2℃ に保持した噴霧室内に、試験板を鉛直線に対して 20 ± 5° になるように保持し、一定時間暴露した前後の試験片表面の変化を白さび (亜鉛のさび) 発生面積などで外観評価した。



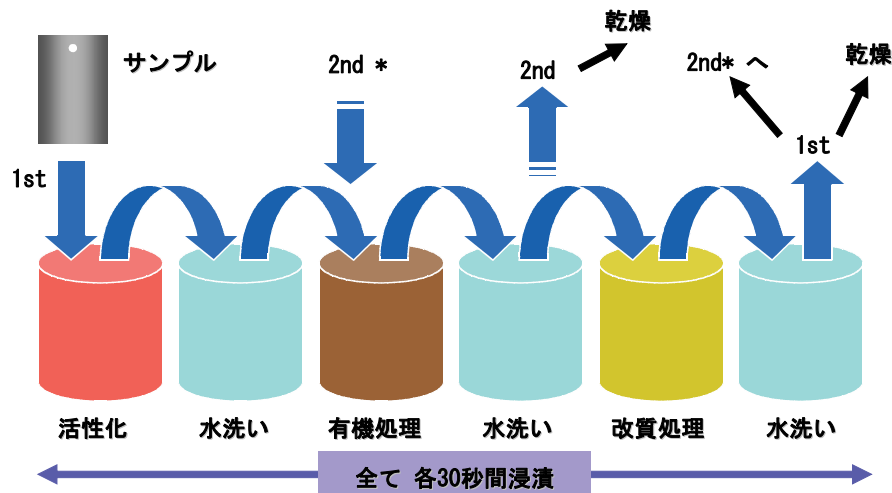


図1 化成処理方法

- 電気亜鉛めっき品（シアン浴）
- ↓水洗
- 希硝酸浸漬
- ↓水洗
- バナジン酸系処理（黒色化）
- ↓水洗
- 遷移金属系後処理
- ↓水洗
- 乾燥（60℃）

図2 試料作製手順

### 2. 4. 皮膜の深さ方向の組成分析

マーク型高周波グロー放電発光表面分析装置 JY-5000RF（榊堀場製作所製）を用い、表面から亜鉛めっき層までの元素のデプスプロファイルの測定を行った。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. タンニン酸架橋皮膜の評価

表1に耐食試験の結果を示す。この結果からタンニン酸処理後にさらに改質処理（架橋）をすることで耐食性がかなり向上することが分かった。タンニン酸単層処理をした試料とさらに改質処理をしたものとを比較して、変色の度合いや GD-OES による測定でも膜厚の変化が少ないことから、耐食性の向上は、厚膜化の効果よりも表面のタンニン酸を結びつけることによる言わば皮膜の堅牢化によるものであると考えられる。

天然物を含め有機化合物のみを使ったこの処理技術は、環境を考慮した今までにないものであり、今後の活用が期待される<sup>7,8)</sup>。

### 3. 2. 遷移金属系処理の評価

平成16年の研究報告の中で、新規なバナジン酸黒色皮膜の耐食性は、黒色皮膜単独で塩水噴霧試験の白さび発生まで24時間以下だった。そこで、より耐食性を向上させるため黒色皮膜をタンニン酸系の処理液に浸漬した後、アクリル系の樹脂によるトップコートを実施し、72時間白さびなしという結果が得られた。

しかしこの場合、膜厚が増すことで、ねじ等の寸法精度が要求される部品やアース等導電性が必要な筐体での利用ができなくなる。

そこで今回は、図3に示すような皮膜の設計方針で、より膜の薄い皮膜で後処理することにより耐食性を向上させる方法を検討し、遷移金属系の処理液によるコーティングを行った。

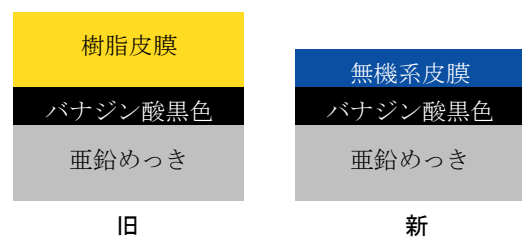


図3 皮膜の設計方針

GD-OES による皮膜のデプスプロファイルを図4に示す。この結果、当初の予想に反して、バナジウム層の上層に遷移金属の皮膜が形成されるのではなく、バナジウム層に浸透するような形態で存在していると考えられた。

塩水噴霧試験の結果を図5に示す。遷移金属系の処理を行わなかったバナジン酸黒色皮膜を対照とした。この結果、24時間で未処理の試料は白さびが発生し、処理品は白さびの発生が認められなかった。

以上の結果から考察すると、遷移金属系処理をすることは、これらがバナジウム層に存在する亜鉛と反応し、バナジン酸皮膜の目止めをする働きをしたものと推察される。これが部分的な白さびの発生を抑制する効果を示し、総合的な耐食性が向上したものと考えられる。なお、遷移金属系処理の前後で黒色の外観が悪化するようなことはないということが、塩水噴霧試験の0時間の写真により示されている。

この黒色皮膜を遷移金属系後処理する方法は、黒色クロメートにおける仕上げ処理と同じような扱いが可能のため、実際のラインでの使用に非常に適した処理方法である。また、膜厚も樹脂系のトップコートのように厚くならないため、ネジ等の小さく複雑な形状の部品の処理も可能である。

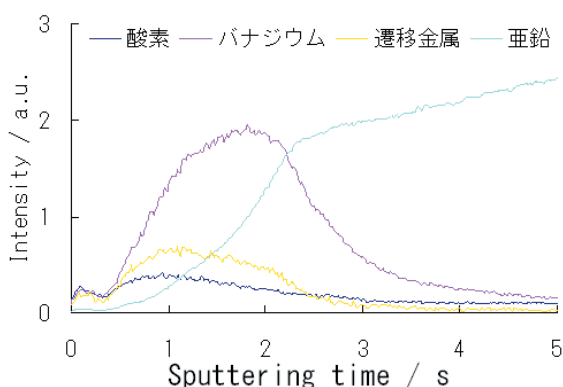


図4 GD-OESによる皮膜のデプスプロファイル



(左：遷移金属系処理あり／右：遷移金属系処理なし)  
図5 塩水噴霧試験

#### 4. 結言

今回の研究で、タンニン酸皮膜に対しては架橋処理をすることで皮膜の耐食性向上を実現し、トップコート処理では遷移金属系処理が耐食性向上に非常に有効であることを見出した。今後は、これらの技術を生かして、多様化、複合化、工程の簡素化などにも取り組み、より実用化に弾みをつけたい。

表1 耐食試験の結果(白さび面積)

試料	塩水噴霧試験での暴露時間ごとの白錆さび発生面積 (%)						
	0時間	15時間	26時間	48時間	72時間	96時間	161時間
亜鉛板(基準)	0	100	—	—	—	—	—
タンニン酸1層処理	0	5	7	10	20	30	55
タンニン酸2層処理	0	2	4	7	13	20	35
タンニン酸3層処理	0	0	0	0	2	5	10

#### 参考文献

- 1) 前嶋ら；表面技術協会第111回講演大会講演要旨集，155 (2005)。
- 2) 渡辺 孝，川崎博信，垂水英一，門 智；金属表面技術，29，38 (1978)。
- 3) 渡辺 孝，川崎博信，垂水英一，門 智；金属表面技術，29，523 (1978)。
- 4) “福島県ハイテクプラザ平成15年度試験研究報告”，16 (2003)。

- 5) 特許第 3763834 号；亜鉛または亜鉛合金の黒色化処理液および黒色化処理方法
- 6) “福島県ハイテクプラザ研究報告書—亜鉛めっきのクロムフリー化成処理技術—” (2005)。
- 7) 特許出願中；タンニンを利用した防食皮膜金属および防食皮膜形成方法。
- 8) 特許出願中 (ドイツ)；同上

# 音響解析による清酒もろみの発酵状態の判定

Evaluation of the fermentation state of Japanese sake Moromi mush  
based on sound analysis

研究開発部 システム技術グループ 高橋 昌・平山和弘  
会津若松技術支援センター 食品技術グループ 鈴木賢二・高橋 亮  
福島県酒造協同組合 阿部 淳

昨年度、清酒もろみから発生する音の特定周波数帯域における音圧が、BMD と相関が高く、清酒もろみの発酵状態の評価に利用可能であるという知見を得た。しかし、音圧の変化量が小さかったり、醸造環境によっては必要な音が騒音に埋もれてしまう可能性があった。そこで本年度は、安定した自動測定に向け音圧の変化をより確実に捉えるパラメータの導出を行った。その結果、発酵最盛期に特徴的な変化を示すパラメータを導出できた。また、このときピーク時期にずれが生じたものがあったが、調査の結果、ずれの大きさを米の硬さやもろみの粘度に置き換えられれば、次の醸造工程の検討に利用可能であることがわかった。

Key words:音響解析、BMD、音圧、状貌、発酵、醸造、清酒もろみ、ムーブレット

## 1. 緒言

清酒もろみの状態を判断するための測定項目は、ボーマ度（醸造初期）/日本酒度（醸造後期）、酸度、糖度など<sup>1)</sup>があるが、杜氏はこれらのデータと併せて、状貌といわれる清酒もろみの泡の出方や音の違い<sup>2)</sup>を長年の経験と勘によって判断し、酒造りを行っている。状貌を判断する基準を数値化し一般化できれば、発酵状態判断のための科学的要素が増え、清酒もろみの管理を容易にすると考えられる。

昨年度までの研究では、清酒もろみの発酵時に発生する音(以下、「清酒もろみ発酵音」という。)の特定周波数帯域における音圧と BMD に相関が見られ、音圧を清酒もろみの発酵状態の評価に利用することが可能であるという知見を得た<sup>3)</sup>。しかし、清酒もろみ発酵音の音圧の日々の変化は小さいことが多い。さらに、醸造タンクの近くに何らかの騒音源があるような醸造環境では、必要な音が騒音に埋もれてしまう。そのため、従来の音響解析方法だけを用いて自動測定を行うのは困難になる場合がある。したがって、安定した自動測定を行うためには、清酒もろみ発酵音の音圧と比較して発酵状態の変化をより確実に捉えることができるパラメータが必要である。

そこで本年度は、特徴量を抽出するために收音データに対してムーブレット変換<sup>4)</sup>を適用し、新規パラメータの導出を行った。また、得られた結果を踏まえ、酒造メーカーおよび会津若松技術支援センターでの聞き取り調査を行い、更に新規のパラメータの可能性を見出した。

## 2. 実験

### 2. 1. 收音手法

收音は、昨年度と同様に、県中地区にある酒造メーカー N 社にご協力いただき実施した。N 社の醸造室を

図 1 に示す。



図 1 醸造メーカーの醸造室

收音したタンク(10kL クラス：ホーロー製密閉型)および醸造されている品種は昨年度と同じものである。收音期間は留仕込から上槽までとし、平成 17 年 11 月 22 日から 12 月 11 日まで連日收音を実施した。

收音環境は、醸造室内の空調機は動作しておらず、醸造タンク内の清酒もろみをウォータージャケットにより温度調整している。本年も実際の製品醸造中に收音したため、ウォータージャケットを通常どおり動作させた状態で收音した。

收音作業は、清酒もろみの糶入れ作業後 2 時間以上経過し、かつ蔵人が作業を行わない 16 時～17 時の間に行い、10 秒程度のデータを收音した。

收音手法には收音データをパーソナルコンピュータのハードディスクに直接書き込むハードディスクレコーディングを用いた。收音マイクは TC30K(Earth Works)、USB オーディオインターフェースは UA5 (EDIROL)を用いた。サンプリング周波数を 48kHz と

し、收音マイクで得られた音は、USB オーディオインターフェースで A/D 変換し、パーソナルコンピュータのハードディスクに WAVE ファイルとして保存した。收音装置構成を図2に示す。

收音位置は昨年度の結果から醸造タンク開放面とした。收音の様子を図3に示す。

## 2. 2. 解析方法

收音データは音響解析ソフト DSSF3(吉正電子(株))を用いて 1/3 オクターブ周波数解析し各周波数ごとの音圧データとした。

また、同じ收音データに対し異音検出ソフト MA-AS50(シンクロ(株)：試用版)を用いてムーブレット変換を行い特徴量を抽出した。ムーブレット変換は、着目周波数における変動成分を抽出するもので、連続性を持たない特異音を抽出し強調する手法である。したがって、必要な音を聞き分けるという人間の聴覚と同等の判定が可能といわれている。本研究では、收音データに任意の周波数帯変動成分抽出処理を行い、その二乗平均波形の積分値を特徴量とした。以後、この値をムーブレット変換値と呼ぶ。

音圧データ、ムーブレット変換値いずれの場合も、

解析データ長は 10 秒程度收音した中の任意の 5 秒を用いた。

## 3. 結果

### 3. 1. 平成16年度收音データに対する解析結果

平成 16 年秋(11 月 16 日から 12 月 6 日)に N 社で收音したデータに関して得られた清酒もろみ発酵音の音圧(6.3kHz 中心)、BMD、ムーブレット変換値(着目周波数 6kHz)を図4に示す。

各ピーク時期が一致しており、発酵最盛期といわれる 6 日目付近にピークがある。また、清酒もろみ発酵音の音圧が緩やかに増減しているのに比べ、ムーブレット変換値は 5 日目から 9 日目にかけて急激に増減しており、非常に特徴的な推移を示している。

### 3. 2. 平成17年度收音データに対する解析結果

平成 17 年秋に N 社で收音したデータに関して得られた清酒もろみ発酵音の音圧(6.3kHz 中心)、BMD、ムーブレット変換値(着目周波数 6kHz)を図5に示す。



図2 收音装置構成

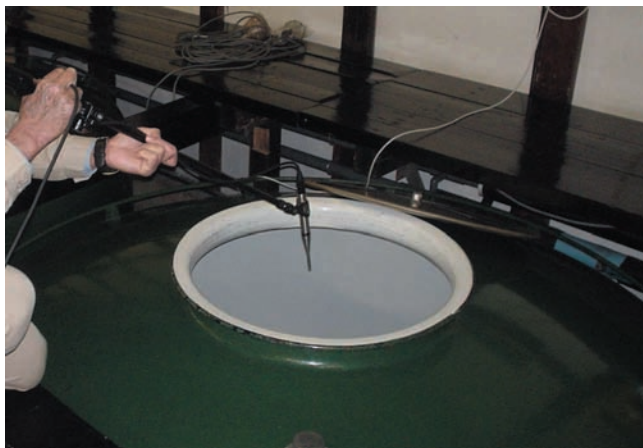


図3 醸造タンク開放面での收音

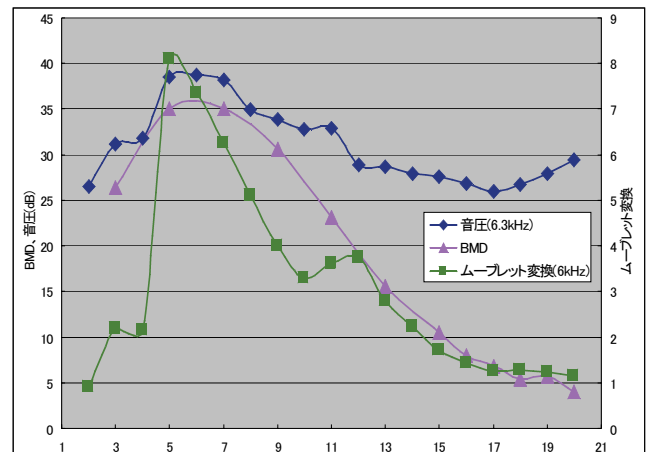


図4 H16年度データでの解析

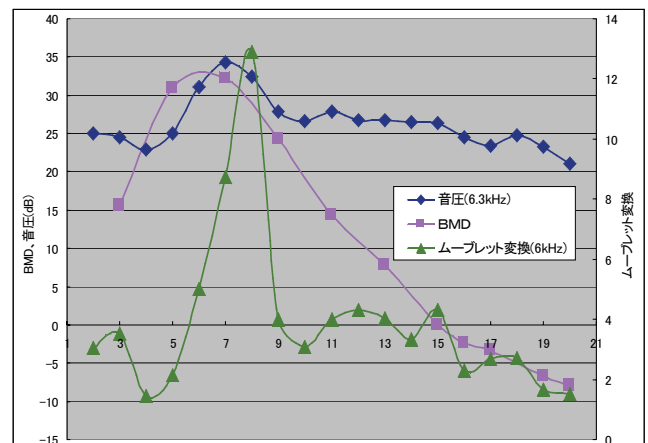


図5 H17年度データでの解析

BMD と比較して、音圧、ムーブレット変換値共にグラフのピーク時期が一日程度ずつずれているのがわかる。また、清酒もろみ発酵音の音圧の変化に比べムーブレット変換値は5日目から9日目にかけて急激に増減しており、特徴的な推移を示している。

### 3. 3. 聞き取り調査

平成14年～15年の調査研究期間を含め数年にわたり清酒もろみ発酵音の測定をしてきたが、音圧とBMDのピーク時期が大きくずれたのは平成17年度のみであった。一般的に清酒もろみ発酵音の音圧は、酵母がアルコール生成時に発生する二酸化炭素が泡となっちはじける時に生じるもので、発酵の結果と考えられる。また、BMDは清酒もろみの糖化や発酵の状態を表すものである。そのため、通常、音圧とBMDのピーク時期にずれが生じるということは考えにくい。そこで、音圧、BMD、ムーブレット変換値がずれた原因を探るため、N社および会津若松技術支援センターの担当者に対してピーク時期のずれに関する聞き取り調査を行った。その結果、以下のことがわかった。

#### ○米の硬さ

- ・全体的に平成17年の米は食米、酒米とも硬く浸漬もおそい
- ・アミロペクチンの直鎖部分が長めであり、これは豊作の年にみられる(平成17年は豊作)

#### ○気温

- ・收音時期は例年に比べ気温が低かった
- ・多くの醸造メーカーで”湧き(湧付き)<sup>5)</sup>”が遅いとの評価

#### ○酏(モト)の出来具合

- ・昨年のほうが”枯れ<sup>5)</sup>”ていた

これらのことから、米の硬さ・気温・酏の出来具合の違いが初期段階のもろみの状況(もろみの出来具合)に影響を及ぼし、ピーク時期のずれとなって出現したものと考えられる。ここで、逆にずれの大きさ(日数)を新規のパラメータとすれば、初期段階の清酒もろみの状況が判断できるようになり、次の醸造工程の検討に利用可能であると推察された。ただし、時間的ずれから導出される新規パラメータの有効性を確認するには、米の硬さや気温のように年ごとに変化する要因があるため長期にわたる調査が必要と思われる。

## 4. 結言

自動測定に利用可能な、変化を大きく捉える新規のパラメータを導出するために、收音データに対しムーブレット変換を適用したところ、発酵最盛期付近で急激に増減するという特徴的な変化を示すことがわかっ

た。これにより、自動測定の可能性が示唆された。

また、ムーブレット変換によって得られた結果をふまえ、清酒もろみ発酵音の音圧、BMD、ムーブレット変換値にピーク時期のずれが生じることについて聞き取り調査を行ったところ、ずれを新規のパラメータとして利用すれば、醸造工程へのフィードバックが可能であることが示唆された。

## 謝辞

本研究の遂行にあたり、收音作業、聞き取り調査にご協力いただいた酒造メーカーN社のスタッフの方々に謝意を表します。

## 参考文献

- 1)財団法人 日本醸造協会：増補改訂 最新酒造講本
- 2)財団法人 日本醸造協会：酒造教本 東京国税局鑑定指導室編
- 3)高樋昌、他：平成16年度福島県ハイテックプラ試験研究報告、p.72-74
- 4)<http://www.udc-synchro.co.jp/products/movelet/index.htm>：“異音検出判定システム”
- 5)<http://www.nihonnosake.net/>：“日本のお酒用語：か行、わ行”

# 食卓回りを中心とした食器・家具の開発（第2報）

—産業工芸分野におけるユニバーサルデザインの提案—

Development research of the tableware and furniture that a family uses in the central dining room of life.( 2 )

-Proposal of the universal design in an industrial craftwork field.-

会津若松技術支援センター産業工芸グループ 出羽 重遠 福田 寿寛 須藤 靖典  
山崎 智史 水野 善幸

産業工芸分野にユニバーサルデザインによる製品開発を浸透させるため、本研究を平成16年度から3ヶ年計画で実施している。平成16年度に行った食器のデザイン形状に反映するための用途別適正サイズ・形状の測定やモニタ調査を受け、平成17年度は汁椀及びカップ等について持ち上げるときの指の動き、最終的な保持時の指の位置について繰り返しモニタ調査を実施し、デザイン修正を行い、モニタ評価から得られたデータをもとに製品開発を行った。更に、安全で実用的な着色方法や会津色譜漆による拭き漆仕上げ工法についても研究し、開発製品への活用を実施した。

Key words : ユニバーサルデザイン、食器、食卓、ライフスタイル、生活シーン

## 1. 緒言

近年、少子高齢化社会や男女障がい者共生社会を反映し、業種を問わず、ユニバーサルデザイン<sup>1)</sup>の考え方による商品設計やモノづくりを行うことが要望されており、これ無しでは生活者に受け容れてもらえない状況があり、これは今後ますます大きくなる傾向にある。産業工芸分野であっても例外ではなく、ユニバーサルデザインを取り入れた製品開発が急務になっている。この背景を受け、産業工芸分野にユニバーサルデザインを浸透させるため、本研究を実施している。

人や家族のライフスタイルは年月と共に変化をし、季節や昼夜を通して生活シーンも変化する。人が生活する住宅、使用する什器もその変化に柔軟に対応するのが理想であるとの考え方から、一生を通じて生活者に負担をかけずに対応できる住宅、什器による暮らしを我々は「やわらかな生活」と名付け、その暮らしの中核をなす食卓回りに注目し、ユニバーサルデザインを考慮した食器・家具の開発と開発を支援するマニュアル作成を目的に3ヶ年計画で研究を行なっている。

今年度は、平成16年度に実施した食器のデザイン形状に反映するための用途別適正サイズや形状について測定やモニタ調査<sup>2)</sup>を受け、汁椀及びカップ等について持ち上げるときの指の動き、最終的な保持時の指の位置について繰り返しモニタ調査を実施し、デザイン修正を行い、試作品によるモニタ評価から得られたデータをもとに製品開発を行った。この開発プロセスから得られたデータをもとに「産業工芸分野におけるユニバーサルデザイン製品開発支援マニュアル」作成を並行して行った。更に、安全で実用的な着色方法や会津色譜漆による拭き漆仕上げ工法についても研究し、開発製品への活用を実施した結果を報告する。

## 2. 研究内容

### 2.1 器のデザイン基礎調査

平成16年度に行った「器の持ちやすさ調査1」（図1）（片手あるいは両手における持ちやすいサイズ調査）、「器の持ちやすさ調査2」（図2）（太さの違いによる把持力分布調査）の結果を踏まえ、「器の持



図1. 器の持ちやすさ調査1



図2. 器の持ちやすさ調査2



図3. 器の持ちやすさ調査3



図4. 若者が考える熱いモノを飲む器

ちやすさ調査3」（図3）（汁椀を持ち上げる時の指・指先の位置調査）や「若者が考える熱いモノを飲む器」（図4）のデザインアイデア調査<sup>2)</sup>を元に製品サンプルを製作し、繰り返し評価を行った。製品化のデザインを絞り込みを行い、具体的なユニバーサルデザインによる食器の開発を行った。

### 2.2 多用途カップのデザイン形状の検討

#### 2.2.1 多用途カップの評価調査

「器の持ちやすさ調査1」、「器の持ちやすさ調査2」、「若者が考える熱いモノを飲む器」において、人がモノを把持する時にどのようなサイズに安心感があり、好まれるのか調査を行ない、「片手で握りやす

い太さ」については53mm～75mmという結果が得られ、「両手で持ちやすい大きさ」については125mm～158mmという結果が得られた。

また、「意識せずを持つ」場合の把持力分布図を見ると被験者に個人差はあるものの指先で把持する傾向が顕著であった。

この結果を踏まえて次の段階の評価に供するためのサンプル製作を行った。

## 2.2.2 多用途カップのデザイン

2.1.1の評価調査から具体的なデザイン・サイズを整理し、図4の5点について3次元データを作成し、改めて詳細に細部の形状について調整を行った。



図5. 3次元データ化した多用途カップの原形

このデータを基に積層造型機によって評価サンプル(図5)の製作を行った。



図6. 積層造型機による評価サンプル

評価サンプル5点について軍手着用による滑りやすさや指の動きの鈍さを擬似的に再現した環境<sup>3)</sup>で「持ちやすい・持ちにくい」、「操作しやすい・操作しにくい」や「評価できる点・改良すべき点」について調査を行った。(図7)



図7. 軍手着用による評価

最終的には評価できる点等からサンプル番号①②③を選択し、改良すべき点を反映させて図8の試作図面による形状デザインに決定した。

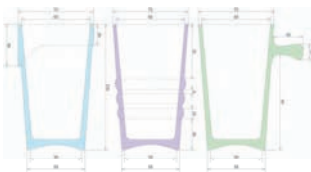


図8. 多用途カップ試作図面

## 2.2.3 多用途カップの製品製作

図8の試作図面を元に積層造型機でサンプルを製作し(図9)、製品製作における素材、製造方法等について検討を行った。



図9. 製作する多用途カップ

ユニバーサルデザインを念頭に置いた場合の素材や製造方法については、重量が軽く、熱伝導率が低く、自然塗料を使った木製漆塗り仕上げが最良と考えていた。しかし、図9の②以外の形状は、均等な回転体ではなく、轆轤成形による木製素地を製作することは困難との判断から陶磁器としての製品展開を試みた。図9の②については図10のように木製素地による黒漆、本朱漆、摺り漆仕上げを行い製作した。



図10. 木製漆塗りカップ



図11. 大堀相馬焼二重構造

図9の②も含めた3点に



図12. 磁器製多用途カップ

ついて鋳込み成形による磁器として製作した。重量を軽く、肉厚を薄く仕上げると熱いモノを注いだ場合、熱くて持てなくなった。重量が軽く、同時に熱くならない技術として大堀相馬焼(図11)において古くから使われた二重構造による成形技法がある。この技法によって製作した多用途カップが図12である。



図13. 評価サンプル汁椀A-D

## 2.3 UD汁椀のデザイン形状の検討

### 2.3.1 UD汁椀の評価調査

汁椀を「持ち上げる」や「保持する」場合の指の位置、保持性やデザイン性を考慮し、評価サンプル(図13)の4点を製作し、市販の汁椀等と一緒に評価調査を行った。<sup>2)</sup>(図3)

この結果、サンプルBが大多数の被験者の高い評価が得られた。さらに、聞き取り調査の改良点を反映したサンプルBの改良サンプルB1～B4(B1はBと同形)(図14)を木製摺り漆仕上げで製作を行った。



図14. 評価サンプル汁椀B1-B4

改良サンプルB1～B4において評価調査(図15)

を行った結果、B4の評価が高く、B4を基本に最終製品のデザイン修正を行った。



図15. 汁椀B1～B4の評価調査

### 2.3.2 UD汁椀の製品製作

最終評価調査をうけて、UD汁椀のデザイン修正(図16)において、特に指先の安定感を増すための修正を行った。また、収納時の収まりの改善と容量を考慮して内側形状を修正した。

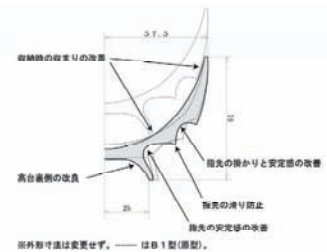


図16. UD汁椀の修正

UD製品を考えた場合、商品化に向けた総合的な形状、色、素材感などの検討を行う必要がある。現在の食生活に対応する様に、コンセプトや市場調査の結果を考慮し、イメージカラーは「洗い朱」とし、木目の美しさが活かせる拭き漆仕上げとした。塗りの仕上げを検討するためのサンプルとして、拭き漆仕上げ、色漆による拭き漆仕上げの光沢有・無、会津塗りの特徴である花塗り仕上げの4種(図17左)を作成し検討した。さらに、コストと仕上げ具合を確認するため工程サンプル(図17右)を作成し拭き漆の回数の目安を検討した。



図17. UD汁椀の塗り仕上げサンプル

今回開発した汁椀は、洗い朱拭き漆仕上げ(図18)とした。洗い朱は黒や本朱といったなじみ深い漆器の色とは異なり、柔らかな印象なので和洋混合の現在の食卓(図19)には違和感がないのではないかとと思われる。



図18. 完成したUD汁椀



図19. 実際の食卓場面

### 3. 結言

ユニバーサルデザインの製品開発は大企業の多くが既に行っている。調査も数百人規模で行い、膨大なデータを検証し、開発にかかる費用も甚大である。ユニバーサルデザインによる製品開発は、これだけ行えば完璧だというゴールはないと考える。発表した商品に対しても追跡調査を行い、常に改良していく姿勢が重要である。使い手を理解し、思いやりの精神で製品をデザインし、ものづくりをする必要がある。本研究における開発製品も完璧な製品だということではない。今後、地元企業などに技術移転し、商品としての評価を多数得られ、製品改良にフィードバックできればと考える。

### 参考文献

- 1) 「ユニバーサルデザインの考え方ー建築・都市・プロダクトデザイナーー」  
梶尾久夫(監修) 丸善株式会社 2002
- 2) 「食卓回りを中心とした食器・家具の開発」  
出羽重遠、福田寿寛 福島県ハイテクプラザ試験  
研究報告平成16年度 pp.80-82 2005
- 3) 「ユニバーサルデザインの教科書」  
中川聡(監修) 日経デザイン編 日経BP社  
2002



# 新多様性清酒酵母の開発

## 一優良高香気性酵母の選択と大吟醸酒の試験醸造一

Development of new yeast for a variety sakes

-Selection of new yeast and experiment brewing Ginjyousyu-

会津若松技術支援センター食品技術グループ 鈴木賢二・高橋亮・榎田長子

本県オリジナルの酒造酵母の開発を目的として、昨年度までにハイテクブラザプロセス技術グループが取得したセルレニン耐性株1049株より3株を選抜した。その後、小仕込み試験を行い、3株の中から最も優良と思われる「701-g31」株を選抜し、大吟醸酒の試験醸造を行ったところ、カプロン酸エチル濃度が11ppmにも達し、芳醇で良好な吟醸酒を得る事が可能であった。以上のことから「701-g31」株は吟醸酒製造に利用可能であることが伺えた。

Key words: カプロン酸エチル セルレニン耐性 清酒酵母 吟醸酒

## 1. 緒言

清酒における酵母の役割はその風味の良否を決める上で大変重要な存在となっている。そのため従来より、国税庁醸造試験所（現：独立行政法人酒類総合研究所）を中心として様々な優良酵母の開発が行われて来た。その一方で近年、各地域でオリジナルの酵母が開発され、各県で個性豊かな清酒の開発が盛んになっている。当県においても平成3年に「うつくしま夢酵母」が<sup>1)</sup>、平成9年には多酸性酵母「52-5-S38」が<sup>2)</sup>、開発されている。しかし、近年開催されている清酒鑑評会では、香気成分の中でも特にカプロン酸エチルの量が多いものの上位入賞の傾向が高いと考えられている。そこで、筆者らは平成16年度よりハイテクブラザプロセス技術グループとの共同研究を行い、吟醸酒向けセルレニン耐性酵母1049株の中から優良高香気性酵母として3株を取得した<sup>3)</sup>。これらの株を利用して再度小仕込み試験をし、その中から最も優れた1株を選抜し、その株を用いて大吟醸酒を醸造したところ、極めてカプロン酸エチルが高く、良好な吟醸酒が得られ、本株は吟醸酒醸造に十分に利用が可能と考えられたので報告する。

## 2. 試験方法

### 2. 1. 小仕込み試験

前報<sup>3)</sup>において取得した酵母の中から最も官能評価結果の良かった「701-15」、「901-A115」、「701-g31」の3株について、県内工場で主に使用されている吟醸酵母三株を対照に総米500gの小仕込み試験を行った。仕込みは一段仕込みとし、Brix12°に調整した麴汁で48時間培養した酵母を2.5mlずつ添加した。仕込み配合を表1に示す。醪はすべての区で最高品温を11℃、36日目に、純米酒として上槽した。

表1 小仕込み試験仕込配合

仕込総量：総米500g（麴米100g、掛米400g）
原料米：「夢の香」
平成17年会津若松市湊地区産1等米
精白歩合：麴米40%、掛米50%
汲水：精製水700ml＋追い水50ml
乳酸：0.5ml

### 2. 2. 製成酒成分分析

一般成分の分析は国税庁所定分析法<sup>4)</sup>により行い、香気成分はTekmar社のヘッドスペースガスオートサンプラー7050 装備のGLサイエンス社製ガスクロマトグラフで行った。

### 2. 3. 官能検査

きき猪口を用い、評価を3点法（1:優 2:可 3:難あり ※以下同じ）で行った。なお、パネラーは当所酒造担当職員3名ならびに福島県酒造組合連合会派遣職員1名の計4名で行った。

### 2. 4. 試験醸造

先の小仕込み試験で最も評価の高かった「701-g31」株を用いて試験醸造を行った。対照区として、きょうかい1601酵母（以下K-1601）を用い、近年よく用いられる手法<sup>5)</sup>として、「701-g31」株に「うつくしま夢酵母」を7：3の割合で混合した区の三試験区で総米90kgの大吟醸酒の試験醸造を行った。表2に試験区の内訳を示す。原料米は「夢の香」を用い、精米は㈱チヨダ製HS-20 II CNCを用いて行った。

表2 試験醸造 試験区内訳

総米：90kg
原料米：「夢の香」精白歩合45%
平成17年会津若松市湊地区産1等米
使用酵母（それぞれ2リットルずつ添加）
試験区1：K-1601
試験区2：701-g31
試験区3：701-g31:F7-01（7:3）
乳酸：100ml
三段仕込み

### 2. 5. 製麴操作

麴米の原料を蒸きょう後、約40℃になるまで放冷し、その後、麴室に引き込み、床全体に広げて1～2時間時々返しながら放冷した。品温が約35℃まで下がるのを待ってから種麴として㈱秋田今野商店製「吟醸新グルコ菌」を100kgあたり10gを完全に振り切った。品温が30℃まで下がってからみ上げ、約14時間後、切り返しを行い、麴蓋法にて製麴を行った。な

お、温度経過を図1に示した。

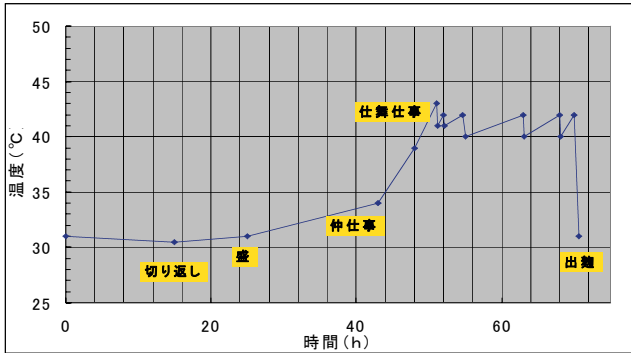


図1 製麹経過

また、出来上がった麹の酵素力価を(株)キッコーマン製の測定キットで測定した。

## 2. 6. 醪の作製

総米 90kg 仕込みで試験醸造を行った。仕込みは酵母仕込みとし各試験区に活性酵母 2 ℓ を添加した。仕込み配合を表3に示す。仕込は従来通り三段仕込みの前急型とし、汲水歩合は留添までで、約 140 % とした。

表3 醪仕込配合

	初添	仲添	留添	総量
総米 (kg)	15	30	45	90
掛米 (kg)	10	24	38	72
麹米 (kg)	5	6	7	18
水 (ℓ)	23	35	68	126
汲水歩合 (%)	153.3	116.6	151.1	140

## 2. 7. 試験醸造酒の官能検査

きき猪口を用い、評価を3点法で行った。なお、パネラーは福島県高品質酒研究会メンバー5名ならびに当所酒類担当職員3名の計8名で行った。

## 3. 試験結果及び考察

### 3. 1. 小仕込み試験結果

小仕込み試験の温度経過としては、仕込み直後 8°C、徐々に温度を上げ、最高品温を 11°C とし、36日目に純米酒として上槽した。

### 3. 2. 小仕込み試験製成酒の分析結果

小仕込み試験製成酒の分析結果を表4に、香气成分分析結果を表5に官能試験結果を表6に示す。これらの結果より、供試酵母は、現在酒造場で使用されている吟醸酵母と比較しても十分な発酵力があり、香气成分もほぼ同レベルである事がわかった。以上の結果から今回の供試株すべてが、清酒醸造に適していることが確認できた。さらに官能検査の結果、最も香味のバランスが良かった株として「701-g31」株を選択し、試験醸造を行なった。

表4 小仕込み試験製成酒の分析結果

分析項目	701-15	901-A113	701-g31	他社A	他社B	他社C
日本酒度	+6.5	+15	+13.5	+10	+4.5	+1.5
酸度 (ml)	2.00	2.00	1.97	1.95	1.96	1.89
アミノ酸度 (ml)	1.50	1.46	1.44	1.60	1.54	1.54
アルコール (%)	17.6	18.3	17.7	17.8	17.4	17.4
直糖分 (%)	1.16	0.36	0.50	1.36	2.48	2.56

表5 製成酒の香气成分分析結果 (ppm)

香气成分	701-15	901-A113	701-g31	他社A	他社B	他社C
i-BuOH	140	166	137	151	102	54
i-AmOH	285	313	298	308	286	446
E t OAc	38	55	50	48	57	46
i-BuOAc	0.06	0.10	0.06	0.13	0.14	—
i-AmOAc	2.12	2.65	2.61	3.14	4.18	3.09
E t OCap	5.72	2.78	5.96	3.48	4.95	5.37

表6 製成酒の官能検査結果

酵母	評価
701-15	香り高い、酢酸エチル臭、酢酸イブニル浮き、酸ウク
901-A113	香り穏やか、酢酸イブニル浮き、やや酸ウク
701-g31	香り高い、やや酸ウクも香味調和

### 3. 3. 試験醸造製麹結果

今回、製造した麹は、製麹時間としてはやや長めとなったが、予定どおりの突き破精となった。香りは栗香が高く、旨味、甘味ともにほどよく、比較的良好な出来具合であった。酵素力価を表7に示した。この結果、ややα-アミラーゼ力が低いもののほぼ理想的な吟醸麹であることが理解された。

表7 麹の酵素力価

測定項目	酵素力価 (U / g)
α-アミラーゼ	425
グルコアミラーゼ	187
酸性カルボキシペプチターゼ	1844

### 3. 4. 試験醸造醪経過

醪の温度経過について図2に、ポーメの経過について図3に示す。この結果、今回試験に供した「701-g31」株「701-g31」株を単独で使用した2号試験区が、最もキレが良く、アルコール製成も問題ない結果となり、最終的に試験区の中では最も早い30日目で上槽となった。この事から「701-g31」株は清酒を製造する上で十分な発酵力を備えている酵母であることが理解された。また、香气も良好で、7日目までは硫香が高かったが10日目以降はカブロン酸エチルの香气が高く、高香气性醪となった。また、原料米には、「夢の香」を使用したため、醪の中で溶ける傾向となり、順次追水を施し、最終的に汲水歩合は全試験区とも160%以上となった。

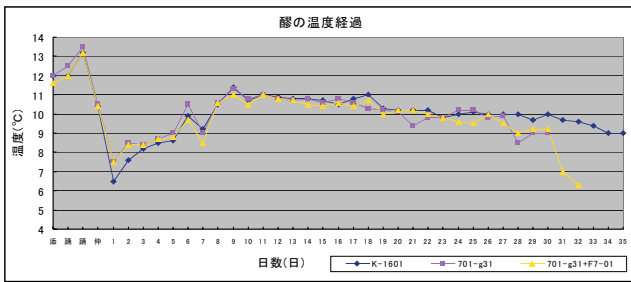


図2 醪の温度経過

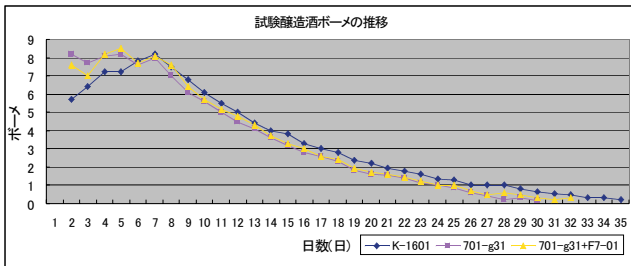


図3 ポーメの経過

### 3. 5. 製成酒の分析結果

製成酒の一般成分分析結果を表8に、香気成分分析結果を表9に示す。成分的には、特に問題なく全般的にはほぼ予定通りの酒質を得ることが可能であった。さらに香気成分を測定したところ、「701-g31」株を単独使用した区は吟醸香の主成分であるカプロン酸エチル量が11ppm以上に達し、十分な香気を生成することが理解された。

表8 製成酒の分析結果

分析項目	K-1601	701-g31	701-g31+F7-01
日本酒度	+5.0	+5.5	+5.0
酸度(ml)	1.15	1.32	1.30
アミノ酸度(ml)	0.84	0.78	0.77
アルコール(%)	17.9	17.7	17.7
直糖分(%)	2.34	2.12	2.16

表9 製成酒の香気成分分析結果 (ppm)

香気成分	K-1601	701-g31	701-g31+F7-01
n-PrOH (ノルマル <sup>プロピル</sup> アルコール)	123	141	140
i-BuOH (イソブチルアルコール)	33	49	55
i-AmOH (イソアミルアルコール)	266	144	160
EtOAc (酢酸エチル)	28	24	30
i-BuOAc (酢酸イソブチル)	tr.	tr.	tr.
i-AmOAc (酢酸イソアミル)	1.62	0.85	1.15
EtOCap (カプロン酸エチル)	8.14	11.68	9.42

tr : trace

### 3. 6. 官能試験結果

官能評価結果を表10に示す。その結果、最も良い結果となったのは「701-g31+F7-01」使用区で、次いで「K-1601」使用区、「701-g31」使用区の順となった。「701-g31」単独使用区の評価として、香りが高すぎて、やや香りが離れる傾向となり、最も悪い評価とな

った。反面、「701-g31+F7-01」区は香りが高い中でも香味のバランスが調和し、最終的に最も良い評価となった。今後、「701-g31」株を使用する際は、香りが離れないよう他の酵母との混合を行う事が望ましいと思われた。

表10 製成酒の官能評価結果

符号	評点	評価
K-1601	1.63	香り高い、甘い、やや酸ウク、ダレ、調和
701-g31	1.88	香りハナレ気味、粗い、やや酸ウク、インパクトあり
701-g31+F7-01	1.50	香り高い、やや酸ウク、香味調和、やや粕臭

(パネー8名：3点法)

## 4. 結言

当県のオリジナル吟醸酵母の開発を目的として、セルレニン耐性株 1049 株の中から、3株を選択し、それらを用いて小仕込み試験を行い、さらにその中から最も香味に優れた「701-g31」株を選択した。その株を用いて総米 90kg 仕込みで試験醸造を行ったところ香りが高く、良好な吟醸酒を得る事ができたことから「701-g31」株は清酒製造に十分使用可能であることがわかった。しかし、「701-g31」株は香りが高すぎる傾向にあり、官能検査の結果、従来の吟醸酵母「F7-01」株と併用した区が最も良い結果となったことから、今後他の酵母との併用ならびに併用割合について検討が必要と思われた。

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり、麹菌を提供くださいました株式会社秋田今野商店に深謝いたします。また、官能検査にご協力いただきました高品質清酒研究会会員5名に深謝いたします。

## 参考文献

- 1) 遠藤浩志、鈴木英二、高橋幹雄、斉藤孔男：福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター試験研究報告(食品部) pp.63-71(1992)
- 2) 桑田彰、鈴木英二、安川真：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.129-130(1998)
- 3) 大野正博、渡邊真、池田信也、鈴木賢二、鈴木英二、高橋亮、櫛田長子、佐藤正、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.78-79(2005)
- 4) 西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解
- 5) 宮尾俊輔：日本醸造協会誌 99, 10, pp.694(2004)

# 戦略的ものづくり技術移転推進事業

# 金属製品削り加工のバリ・かえり取り

## －交差穴内面のバリ取り技術－

### A Study of Electrolytic Deburring for the Inside Cross Hole

いわき技術支援センター材料グループ 緑川祐二 藤井正沸  
株式会社ムラコシ 水原孝一

交差した穴に発生したバリについて、電気化学的作用と砥粒による機械的加工を同時に行う複合的な加工方法で、バリの除去を検討した。その結果、ダイヤモンドで10秒、その後、特注した砥粒入りブラシ（逆転）で10秒の二工程（合計で20秒）でバリを除去することができた。

Key words:バリ取り、かえり取り、交差穴、電解砥粒、電解複合

## 1. 緒言

現在、加工性が良いことから鉛や硫黄を含有している快削鋼が一般的に広く使用されている。しかし、このような鉛などを含有している快削鋼は、環境問題から規制されてきている。快削鋼を使用しない場合、機械加工時に材料自体の切削性が低下するため工具摩耗が進行し、バリの発生率が急激に増加する。このため、従来から交差穴などのバリ取りには、ドリルやブラシなどにより工程数と時間をかけてバリを除去している。

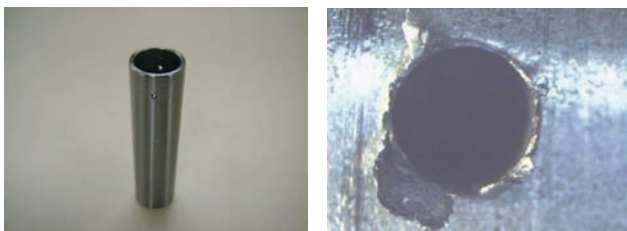
株式会社ムラコシでは、小さなバリが故障につながる自動車などの重要保安部品を製造しており、さらに効率的で確実にバリが除去できる方法を強く望んでいる。

そこで、本研究では電気化学的作用と砥粒による機械的加工を同時に行う複合的な加工方法を用い、効率よくバリを除去できる方法を確立することを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試験片

図 1-(a)に、実験に用いた自動車のブレーキ部品を示す。寸法は、外径 $\phi$ 21mm、内径 $\phi$ 17mm、長さ80mmで、材質はS20C（機械構造用炭素鋼鋼材）相当品を使用し、外周から $\phi$ 2mmのドリルで円周上に4カ所穴を開けたものである。図 1-(b)は、試験片内面から撮影したバリの状態を示す。バリの高さは、0.5~1mm、根元厚さは、0.04mm程度である。



(a)外観

(b)バリ

図1 試験片

### 2. 2. 実験方法

実験には、電解砥粒研磨装置（株式会社杉山商事製PIPE-10）を使用した。図2のように試験片をジグで固定して、主軸にはバリ取り材を固定した電極工具を取り付ける。電極工具は、試験片内で回転させながら上下に揺動を加える。その際、ノズルから電解液（20wt%硝酸ナトリウム水溶液）を試験片へ供給しながら、電極工具と試験片の間に通電して実験した。

バリの除去量は実体顕微鏡で観察してバリ取り時間を評価した。

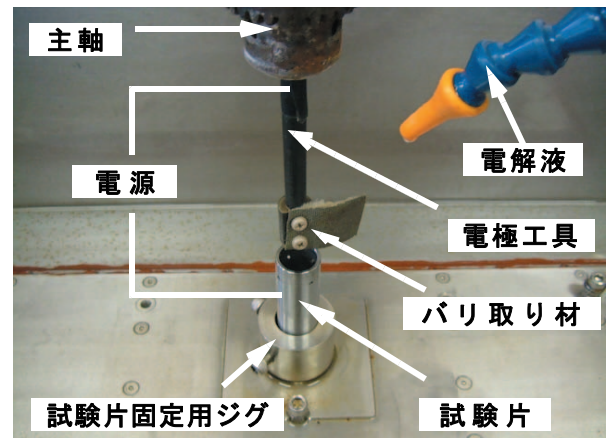


図2 実験方法

### 2. 3. 実験条件

実験は、表1に示す実験条件で検討した。

表1 実験条件

主軸回転数 (m/min)	11.4、22.8、34.2、45.6
主軸回転方向	正転、逆転
主軸揺動(Hz)	0、4
バリ取り材	ダイヤモンド(#100) 砥粒入りラバーブラシ(#120) 砥粒入りナイロンブラシ(#180)
電源	交流、直流、電源なし

### 3. 実験結果及び考察

図3-(a)に示す砥粒入りナイロンブラシで4分間バリ取りを行った場合、バリが $100\mu\text{m}$ 程度残ったのに対して、図3-(b)のように電極工具の先端に取り付けたダイヤモンドの場合、バリを完全に除去することができた。これは、ダイヤモンドの弾性力と遠心力により押しつけ力が向上したためと考えられる。また、電源の比較では、直流の場合にきれいにバリを除去することができた。これは、常に試験片を陽極にすることにより、溶解時間が長くなったことで除去できたと思われる。他の条件の場合、 $0.3\sim 0.6\text{mm}$ 程度のかえりが残った。

しかし、ダイヤモンドと直流の組み合わせの場合、バリを除去するために4分程度時間がかかってしまう。そこで、ダイヤモンドによるバリ取りのメカニズムを調べた。図4にダイヤモンドで10秒間バリ取りを行った写真を示す。この図で、ダイヤモンドは左から右(矢印①)に回転しており、右側はかえりがなくきれいに除去されていることがわかる。これは、バリがダイヤモンドと試験片の間に挟まれて除去できたと考えられる。一方、ドリル穴の左・上下面はかえりが見られ、バリ取り時間を20、30秒と長くしても同じ傾向を示した。

そこで、時間の短縮を目的としてダイヤモンドで10秒間実施しバリを完全にかえしてから、そのかえりをブラシで除去する二工程の方法を検討した。ブラシ回転方向は、ダイヤモンドと同回転および逆回転で検討した。

実験の結果、同回転の場合、砥粒入りラバーブラシでは30秒間実施してもあまり除去できなかったのに対し、砥粒入りナイロンブラシでは30秒間でほぼ除去ができ、60秒では図5に示すとおり完全に除去することができた。また、砥粒入りナイロンブラシを逆回転した場合、20秒間実施することでバリは完全に除去できた。さらに工具周速度を $11.4\text{m}/\text{min}$ から $45.6\text{m}/\text{min}$ に速くすることにより、図6に示すように10秒間の実施で完全に除去できた。このバリ取りの機構としては、この図のダイヤモンドは右から左に回転しており、ドリル穴の左側のバリを除去する。そして砥粒入りナイロンブラシは、逆回転させるためドリル穴の右側のバリを除去する。ドリル穴の上下面のバリは、ダイヤモンドおよび砥粒入りナイロンブラシを回転させる際、上下に揺動させるため除去できたと考えられる。

最後に、エッジ品質の向上を目的として、市販品の砥粒入りナイロンブラシから、試験片の内径に適した特注品に交換して実験を行って最適な条件を表2に示す。その結果、図7に示すようにエッジは凹凸がなく光沢のあるきれいな面に仕上げることができた。



(a) ナイロンブラシ (b) ダイヤシート  
図3 バリ取り材

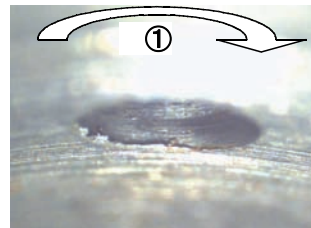


図4 ダイヤシート(10秒)  
(試験片軸方向から観察)

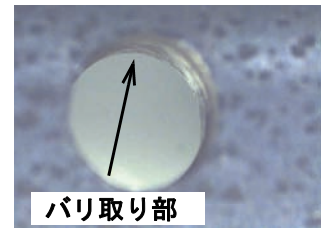


図5 ブラシ(60秒)  
(試験片外側から観察)

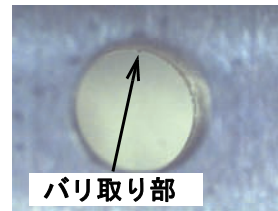


図6 逆回転ブラシ(10秒)  
(試験片外側から観察)

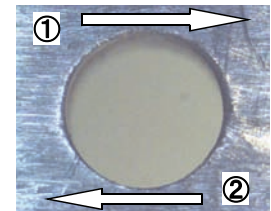


図7 バリ取り後  
(試験片内側から観察)

表2 最適なバリ取り条件

一工程目 (①)	ダイヤモンド (正転、10秒)
二工程目 (②)	特注品砥粒入りナイロンブラシ (逆転、10秒) (#180、 $\phi 20\text{mm}$ 、高さ $20\text{mm}$ )
電源	直流
電極工具周速度	$45.6\text{m}/\text{min}$
電極工具揺動	有 (4 Hz)

### 4. 結言

- 1) 電気化学的作用と砥粒による機械的加工を同時に行う複合的な加工方法がバリ取りに効果があることがわかった。
- 2) 電極工具のバリ取り材として、ダイヤモンドと特注した砥粒入りナイロンブラシが適していることがわかった。
- 3) 二工程 (合計20秒) による最適なバリ取り条件を確立することができた。
- 4) 従来と比較して、工程数を3から2へ削減することができた。

### 謝辞

本研究の遂行に当たり、ご指導、ご協力頂きました独立行政法人産業技術総合研究所の清宮紘一先生、神奈川工科大学名誉教授の高沢孝哉先生に感謝いたします。

# 肉盛りめっきによる表面補修法

Surface repairing method by the blush electroplating

いわき技術支援センター 材料グループ 齋藤 宏 藤井正沸  
株式会社サカエ鉄工所 野木 清

機械部品の摩耗部、損傷部を補修する方法のひとつとして電気部分めっき法を取り上げ、溶射法と比較することで有効な補修技術を検討した。その結果、電気部分めっき法により、約25分で成膜した100 $\mu$ mの皮膜は密着性が高いことがわかった。また、内面処理では液の飛散も少なく、電解電圧も安定して処理できた。以上より、電気部分めっき法は皮膜の信頼性が要求される補修で、特に内面処理に有効であることがわかった。

Key words: 要旨、電気部分めっき法、溶射法

## 1. 緒言

摩耗や損傷した機械部品を継続して使用するためには補修が必要である。多くの補修で利用されている溶射法や溶接法は、母材への熱影響が問題になる箇所には適用できない。そこで、熱影響のない電気部分めっき法に着目した。しかし、化学処理を伴いまだ広く利用されていないこと、皮膜の特性が不明な点などから、県内ではほとんど利用されていない状況にある。

本研究では、試験片へ電気部分めっき処理を施し、成膜した皮膜の物性を溶射皮膜と比較して、その特性を示すものである。具体的には、電気部分めっき処理で試験体へ均一なめっき皮膜を施し、溶射皮膜と厚さ、硬さ、組織、密着性を比較した。また、実際に円筒形状物に対し、その形状に合わせた炭素電極を用いたNi部分めっきを行うことで作業工程の実態についても把握した。

## 2. 試作及び実験内容

### 2. 1. 円筒用電気部分めっき処理装置



図1 円筒用電気部分めっき処理装置

図1に円筒研削盤の回転機構を利用した円筒用電気部分めっき処理装置を示す。電源は直流電源55V-20Aを使用し、めっき液を循環させるためにマグネットポンプを使用した。めっき液を加温する(目標40 $^{\circ}$ C)

ために、めっき液が流れるホースをウォーターバス中で温めた。

### 2. 2. SS400丸鋼、パイプへのNiめっき処理

図1の装置を用い、旋削加工を施した $\phi 39 \times 350$  [mm]の丸鋼及び $\phi 39 \times 100$  (内径31) [mm]のパイプを三明化成製前処理液及びめっき液を用い、下記の条件でNiめっき処理を行った。今回は前処理を電解式で行った。

なお、ワーク移動速度は、レーザ式タコメータで計測した回転数と処理面の円周の長さから計算した。厚さは、下式のとおり計算により求まる。

$$t[\mu\text{m}] = \frac{\text{電気化学当量}[\text{g/A}\cdot\text{hr}] \times \text{電流}[\text{A}] \times \text{時間}[\text{hr}] \times \text{電流効率}}{\text{めっきの比重}[\text{g/cm}^3] \times \text{表面積}[\text{cm}^2]} \times 10000$$

表1 電解条件

電極極性	処理液	作業内容	電圧 [V]	電流 [A]
+	エレクトロクリーニング	脱脂 水洗	10 ~ 20	4 ~ 6
-	アクチベータ #2	エッチング 水洗	6 ~ 8	10 ~ 14
-	炭酸ナトリウム	スマット除去 水洗	10 ~ 15	3 ~ 6
+	ニッケルアシッド	中間めっき 水洗	14 ~ 34	4 ~ 10
+	ニッケルハイスピード	肉盛りめっき	7 ~ 15	10

処理後の表面を観察し、表面粗さ測定機により、皮膜の段差から厚さを確認した。

### 2. 3. めっき皮膜と溶射皮膜の比較

試験片を使用して実際の補修に必要な作業工程を比較した。溶射法のような作業工程は、加熱、前加工、マ

スキング、下盛り、肉盛りである。これに対して電気部分めっき法は、アルミニウムテープ巻き、マスキング、脱脂、エッチング、スマット除去、中間めっき、肉盛りめっきとなり、前処理作業が複雑である。これらにより作製した試験片について、以下の評価を実施した。

- ・皮膜の厚さ測定
- ・皮膜のSEM観察
- ・皮膜の組織観察
- ・皮膜の硬さ測定
- ・へん平試験
- ・スクラッチ試験

溶射法に比べて、電気部分めっき法は工程数が多い。また、劇物を使用すること、廃液処理も必要であることから、工場での作業性を考慮した場合、溶射法に比べ電気部分めっき法は取り扱いに注意が必要である。

### 2. 4. FC材ブラケット軸受け部へのNiめっき処理

図1の装置を用い、外径151mm、内盛り部（内径52mm、幅16mm）のブラケット軸受け部へ三明化成製前処理液及び表2に示す新たに調整しためっき液と図2の電極を用い、表2の条件でNiめっき処理を行った。今回も前処理は電解式で行った。



図2 電極

表2 電解条件

処理面積	24cm <sup>2</sup>	
電解時間・電流	15min 10A	
ワーク周速度	11.9m/min	
めっき液 pH	7.7	
組成	硫酸ニッケル	12.4%
	ギ酸	21.4%
	水酸化アンモニウム	16.5%

### 2. 5. 皮膜の加工委託

電気部分めっきについて株式会社小野精工に加工を委託し、異なるめっき液によって処理した皮膜について一部比較を行った。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. SS400丸鋼、パイプへのNiめっき処理

表1の条件で成膜した皮膜形成状態は図3のとおりである。表面に幅約30mmで灰色の皮膜が形成された。計測したNi皮膜はおよそ100μmの厚さであることがわかった。なお、今回は処理面の両端に膜厚の均一化を図るため、アルミニウムテープを巻いてからマスキングテープを巻いた。その結果、左側の端は電流の集中が緩和されたが、右端部の膜厚が厚めに形成

される傾向が認められた。

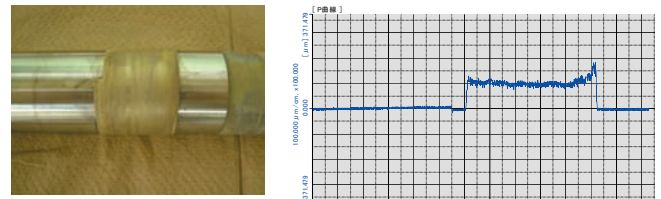


図3 皮膜外観及び厚さ測定結果

### 3. 2. 皮膜の厚さ測定

図4に皮膜厚さの測定結果を示した。めっき皮膜は概ね100μm（25分）である。溶射皮膜については、表面を機械加工で削って仕上げた状態で、厚さが250μm（5分）と厚くなっている。

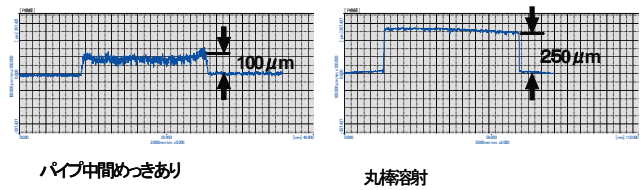


図4 厚さ測定結果

### 3. 3. 皮膜のSEM観察

図5は皮膜の表面状態を観察した結果である。溶射皮膜は機械加工で仕上げた表面である。短時間で成膜できる中性液を使用した電気部分めっき法の皮膜は、粒子が荒く、軸受面等に使用する場合には処理後に表面加工が必要である。

溶射皮膜(委託、機械加工あり)

めっき皮膜(いわき、中間あり)

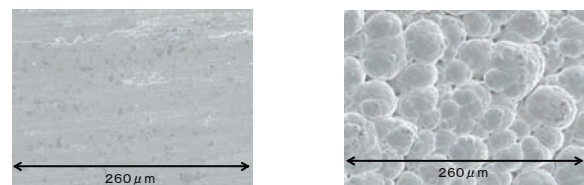


図5 皮膜表面

### 3. 4. 皮膜の組織観察

図6に示したように溶射皮膜はNi粒子が表面に吹き付けられて重なり合って成膜することから予想どおり、皮膜内部に多数の気孔が確認できた。これに対してめっき皮膜は比較的緻密な膜が得られている。

溶射皮膜

めっき皮膜(いわき、中間あり)

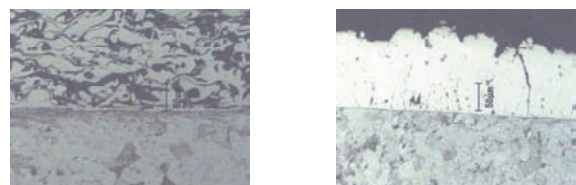


図6 皮膜組織



### 3. 5. 皮膜の硬さ測定

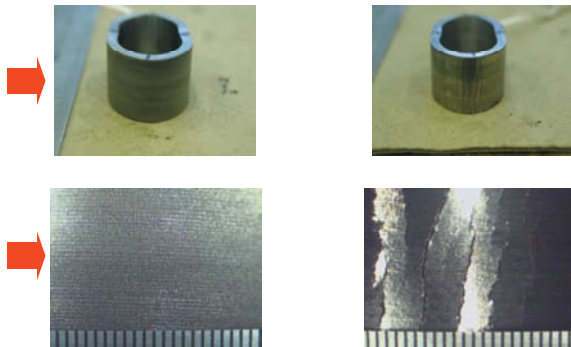
溶射皮膜が HV361、当所で成膜しためっき皮膜が HV572 であり、めっき皮膜は溶射皮膜に比べかなり硬いことがわかった。

### 3. 6. 皮膜のへん平試験

結果は溶射皮膜のみ側面部に軸方向へのクラックが発生した。めっき皮膜は硬いがクラックは発生しなかったことから、かなり密着性が高いことがわかった。

めっき皮膜(いわき、中間あり)

溶射皮膜



※矢印は押した方向を示す。

図7 皮膜外観

### 3. 7. 皮膜のスクラッチ試験

機械加工により仕上げた溶射皮膜は、膜厚は約 120  $\mu\text{m}$  の厚さがあり、めっき皮膜も約 100  $\mu\text{m}$  の厚さがある。これらを 196 N の荷重でスクラッチ試験を行ったが、図 8 に示したように膜厚が厚いため有効な剥離範囲になかったと考えられる。ただし、長時間使

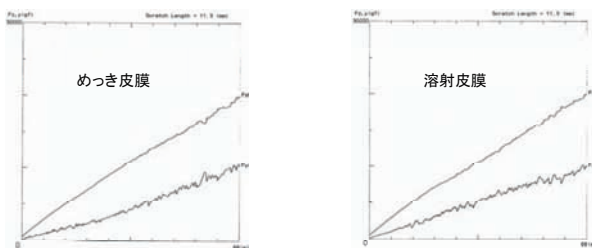


図8 荷重の変化

用しためっき液で行った部分めっきの皮膜では剥離が生じた。その皮膜の痕跡を EDX 分析した結果、Ni のピークが確認されたので、中間めっき層と肉盛りめっき層の界面で剥離したことが示唆され、めっき液の管理の必要性があるものと思われた。

### 3. 8. FC材ブラケット軸受け部へのNiめっき処理

めっきを施した軸受け部内面の観察より、皮膜が形成していることがわかる。また、三次元測定の結果、処理後の軸受け部内面には、約 100  $\mu\text{m}$  の皮膜ができた。このような構造の対象物に対しては、電極の固定が容易でめっき液の飛散も少なく、隅部まで皮膜を形成できる有効な方法であることがわかった。



図9 皮膜外観

## 4. 結言

電気部分めっき法により、約25分で成膜した100  $\mu\text{m}$  のめっき皮膜は緻密で、密着性が高いことがわかった。また、内面処理では液の飛散も少なく、電圧も安定して処理ができることもわかった。ただし、前処理工程数が多く、廃液処理が必要であること、コストがかかることなどの短所もわかった。以上より、電気部分めっき法の有効となる補修範囲は、膜の信頼性が要求される補修で、特に内面処理であることがわかった。溶射法との比較を行ってまとめたものを、表3に示す。

表3 比較表

		電気部分めっき法	溶射法
作	処理量	○	◎
	処理時間	○	◎
業	熱影響	◎	△
	処理コスト	△	◎
性	外面処理	○	◎
	内面処理	◎	○
膜特性	緻密さ	◎	△
	硬さ	○	○
	密着性	◎	○

## 謝辞

本研究の遂行にあたりご指導、ご協力をいただいた株式会社小野精工中町力マネージャー、有限会社三波鉄工所菅波文昭専務取締役、ハイテクプラザ材料技術グループ栗花信介専門研究員に感謝申し上げます。

# 耐熱土鍋類の開発

Development of earthenware pots with heatproof in OHBORI-SOMA YAKI

会津若松技術支援センター 産業工芸グループ 山崎智史・水野善幸  
大堀相馬焼協同組合

大堀相馬焼において、売れ筋となる新たなアイテムが必要となることから耐熱土鍋類の商品化を試みた。その結果、新たな商品群を開発することができた。

Key words : 伝統的工芸品、陶磁器、釉薬、ペタライト

## 1. 緒言

大堀相馬焼は、300年の歴史を持つ国指定の伝統的工芸品で、従来は輸出品も大量に生産していたうえ冠婚葬祭や贈答品にも広く重宝された。

しかしながら近年の売れ筋商品では、極限の低価格実用品と個性の強い趣味的な高級品に2極化される傾向にあり、中庸にある大堀相馬焼は苦戦を強いられているのが現状である。産地でも、新しいスタイルの高級品を開発しつつあるものの、決定打となり得るものを作り上げるのは容易ではない。

一方で、大堀相馬焼の産地は、ロクロや手びねりによる手作りにおいて、全国的にも卓越した技能を守り続けている。これらが大壺や巨大急須などオブジェ的要素の強いものだけではなく、現代生活で楽しめる商品に応用する必要がある。

土鍋類の場合、単なる実用品としてではなく、楽しむ器としての要素が強い。産地の卓越した技能によって窯元の個性をいかした魅力的な商品開発が期待されるうえ、単品で販売されるために購買層に抵抗感が少なく、福音となる可能性もある。

そこで今回は、素地の低熱膨張化によって、直火で使用可能な陶器（炊飯鍋・焼肉用陶板など）の商品化を目指すこととなった。

## 2. 低膨張素地の開発

### 2. 1. 素地原料

$\beta$ -ースポジューメン固溶体を素地に生成し、低熱膨張とするためペタライト(日陶産業製#200)を配合した。また、可塑性粘土には大堀坏土(大堀相馬焼協同組合より提供を受けたもの)と木節粘土を選定した。

### 2. 2. 実験方法及び結果

予め予備実験を行い、成形可能な配合条件で特性を確認することとした。これらの配合により練り土状で成形したものを用いて焼成し、試験に供した。

表1 素地の配合 (%)

	O1	O2	O3	K1	K2	K3	K4	K5
大堀坏土	70	60	50					
木節粘土				60	50	40	30	20
ペタライト	30	40	50	40	50	60	70	80

焼成は、全て酸化焼成として焼成温度は 1150 °C、1200 °C、1250 °Cで 30 分保持で試験を行った。

熱膨張率、ロクロ成形性等を考慮した結果より、木節粘土 40 %、ペタライト 60 %のものを 1200 °Cで焼成することとした。

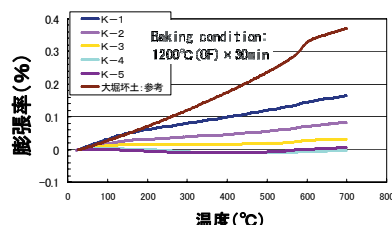


図1 調査した耐熱素地の熱膨張率 (1200°Cの酸化雰囲気中で30分焼成したもの)

なお、開発した素地については、JIS-S2400に基づく耐熱試験と家庭用ガスレンジによる空だき2時間により十分な耐熱性があることを確認している。

## 3. 低熱膨張釉薬の開発

素地と同等の低熱膨張釉とするため、ペタライトを主剤とし、石灰、ドロマイト、亜鉛華を熔融剤とした。また、色釉の調合を行うため、各種金属元素及び市販顔料を用いた。

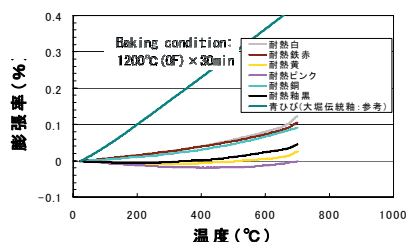


図2 開発した釉薬とその熱膨張率 (1200°Cの酸化雰囲気中で30分焼成したもの)

#### 4. 商品の試作

土鍋類の開発は、大堀相馬焼の産地におけるロクロをはじめとした手作りに対する卓越した技能と個性をいかすことに大きなねらいがある。従って各窯元独自の幅広いアイテムの考案を促すことを目的として、出来る限りにおいて多種多様なアイテムを盛り込むこととした。

図3は、今回作製した試作品の一例である。

耐熱土が直火での空だきにも耐えることをいかして、無水鍋としても使えるものを中心に試作した。

土鍋類は、"焼き芋鍋"、"ケーキを焼く無水鍋"、若しくは"郷土料理向けのテーブルウェア"など、和洋を問わず様々な生活用品への展開が可能のため、これらの試作例を参考にした様々な商品開発が期待される。



図3 所内における試作例

#### 5. 産地での商品化

当所での実験結果に基づき、大堀相馬焼の産地で開発した商品の一例を図4に示す。

大堀相馬焼の産地らしく、ロクロ等の技能が高さがいかされており、美しい仕上がりとなっている。

しかしながら現在のところ産地での想定価格は3000円程度と安価であることも否めない。独自の装飾等を施すことにより、数倍から十倍程度の高付加価値化は期待されるが、この観点からは今後課題を残す結果となった。



図4 大堀相馬焼で開発した商品例

#### 3. 結言

ペタライトを用いた直火で空だき可能な素地(粘土)とその素地に相性の良い釉薬(半透明、青緑、赤茶、黒、白、ピンク、黄色、青等)を開発した。また、これらを用いた試作と各種試験(実際の使用を含む)を行った結果、実用に耐えることを確認した。

既に、産地でも商品の開発に漕ぎ着けてはいるが「デザイン等の再検討による高付加価値化」、「大堀相馬焼のオリジナリティーをいかした商品開発」が今後の課題である。

# 錐面部のキズ検査装置の開発

Development of inspection system for blemish on conical surface

研究開発部システム技術グループ 吉田英一 大内繁男 高橋淳  
株式会社ムラコシ 水原孝一 小松浩之

目視検査では検出困難な微小なキズを、容易に検出できるキズ検査装置を開発した。キズ検査対象のブレーキ部品の錐面部には、加工時にできた切削痕があり、キズの判別を困難にしている。そこで、フーリエ変換を利用して切削痕を除去する画像処理ソフトウェアを開発した。株式会社ムラコシから提供された4つのキズ有りサンプル品を用いて、開発したキズ検査装置の効果を検証し、キズの特徴を残しながら切削痕のみ除去できることを確認した。

Key words:フーリエ変換、画像処理、ソフトウェア

## 1. 緒言

株式会社ムラコシでは、自動車のブレーキ部品を毎月300万個製造している。部品錐面部のキズは、ブレーキオイル漏れの原因になり、納入先からのクレームにつながる。現在は6倍の拡大鏡を使って、目視で全数検査を行っているが、微小なキズであることや、部品加工時に出来た同心円状の切削痕がキズの判別を困難にしている。また、キズの判定は検査員の感性に任せられており、合格品と判定された部品が不良品として返品される場合があり、問題となっている。

本研究では、CCDカメラで撮影した部品錐面部の画像にフーリエ変換を利用した画像処理を行い、切削痕を除去し、容易にキズを検査できる装置を開発することを目的とする。また、キズの有るサンプル品でその効果について検証する。

## 2. キズ検査装置

検査対象のブレーキ部品を図1に示す。部品錐面部は図1上部の円錐形の部分である。開発したキズ検査装置は図2に示すように、照明、レンズ、CCDカメラ、画像処理結果を出力するディスプレイ、パソコンなどで構成されている。



図1 ブレーキ部品

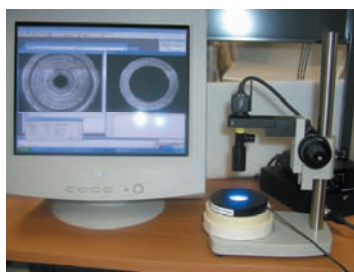


図2 キズ検査装置

### 2. 1. 照明の選択

赤色、白色ローアングルリング照明と青色、白色無影照明と赤色ドーム照明を使い、ブレーキ部品を立てて、真上から錐面部を撮影した。その結果、青色無影照明を使用したとき、鮮明な画像が得られることが分かり、キズ検査装置に使用した。



図3 青色無影照明

### 2. 2. レンズの選択

部品錐面部の検査領域の高低差は約1.9mmあり、焦点深度の浅いレンズを使用すると、画像がぼけてしまう。そこで、焦点深度が1.9mmと深いテレセントリックレンズを使用した。このレンズを使用することで、錐面上のキズや切削痕の鮮明な画像を撮影することができた。図4に示す画像が、実際にブレーキ部品の錐面部を撮影したものである。

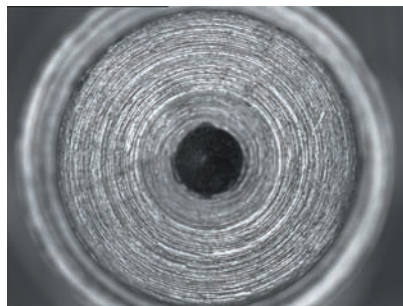


図4 部品錐面部の撮影画像

### 2. 3. 画像処理ソフトウェア

画像データに対してフーリエ変換を行うと、周波数成分に分解することができる。画像の形状と細かさが周波数と関係していることから、画像を変形して意図的に切削痕の周波数成分をある場所に集中させ、フィルタを使って除去する手法を考案した。

切削痕はほぼ等間隔の同心円の形状をしており、そのままフーリエ変換して2次元周波数変換すると、成分が円形に現れて、キズの成分と見分けが付かなくなってしまうため、切削痕を水平に変形する画像処理を行った後、フーリエ変換するようにした。これにより、切削痕の成分を垂直周波数に集中させ、キズの成分と分離することができた。

以上の手法により、フーリエ変換を利用して切削痕除去を行う画像処理ソフトウェアを開発した。

撮影した錐面部の画像から図5のように検査領域を抜き取り、図6のように切削痕が水平になるように変形した。この画像に対してフーリエ変換処理を行い、2次元周波数に変換した。図7(b)の画像は、図7(a)のキズと切削痕を撮影した原画像を2次元周波数変換した結果である。切削痕は垂直周波数に成分が現れ、キズは垂直周波数とは別の場所に成分が現れているのが分かる。

垂直周波数に現れた切削痕の成分を、図7(c)の画像のように2つの矩形フィルタで除去し、逆フーリエ変換で画像復元すると、図7(d)の画像のように切削痕が除去され、キズが顕在化された画像が出来る。

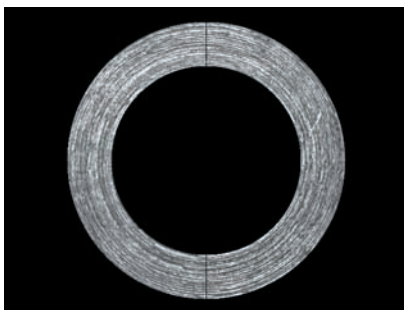


図5 検査領域を抜き取った画像

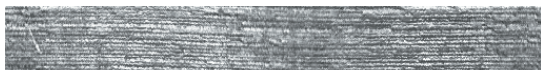


図6 切削痕が水平になるように変形した画像



(a)原画像 (b)2次元周波数 (c)フィルタリング (d)切削痕除去画像  
図7 フーリエ変換による切削痕除去

### 3. 実験

4つのキズ有りサンプル品を用いて、開発したキズ検査装置の効果を検証してみた。その結果、2.3の手法で切削痕を除去でき、キズを顕在化することに有効であることが分かった。

図8が切削痕除去前のキズ周辺の原画像である。図9が切削痕除去後の画像である。

この実験より、切削痕除去後の画像を利用することで容易にキズの判別を行うことが可能であることが分かった。

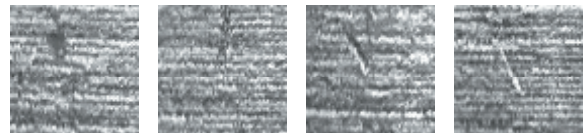


図8 切削痕除去前の元画像

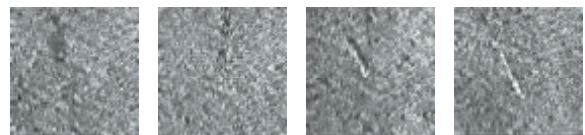


図9 切削痕除去後の画像

### 4. 結言

プレーキ部品の錐面部のキズ検査装置を開発した。切削痕を水平に変形した後、フーリエ変換で2次元周波数に変換することで、切削痕の成分を垂直周波数に集中させ、フィルタで除去する手法を考案した。この手法を実現するため、切削痕の変形や、フーリエ変換を利用した切削痕除去の画像処理ソフトウェアを開発した。

4つのキズ有りサンプル品を用いた実験により、切削痕を除去した画像を使い、キズが容易に判別できることが実証された。今後は工場内で実際に使用して、効果を検証する予定である。

### 謝辞

本研究の遂行にあたり、フーリエ変換を利用した画像処理についてアドバイスをいただいた日本大学工学部情報工学科の原靖彦教授に感謝いたします。

### 参考文献

- 1) 宇都幸雄 他：薄膜磁気ディスク表面欠陥検出、精密工学会秋季大会学術講演会講演論文、A-21 pp.35-36、1990
- 2) 八木伸行 他：C言語で学ぶ実践画像処理 第11章 周波数で処理する、オーム社、pp.164-183、1994

# 竹炭粉を用いた工芸品の開発

## Development of an industrial art object by bamboo charcoal powder.

会津若松技術支援センター産業工芸グループ 須藤靖典 出羽重遠 福田寿寛

竹炭の粉末を用いて、工芸品の素地を成形しました。素地の原型は石膏で型どりし、次に竹炭粉と漆、澱粉粉を配合し、素地の強度確認を行った。漆が配合されたことで強度が増す結果も得られたが、さらなる素地の補強材として麻布や麻紐を使い竹炭の素地を成形した。その結果、素地の厚みが均一化するとともに、軽量化が図られ、低温焼成を行っても変形の少ない、丈夫な素地として活用することが可能になった。

Key words:竹、炭、麻紐、成形、工芸品

### 1. はじめに

#### 1.1 研究内容について

竹炭工芸の主力品は、風鈴・花器など竹そのものが持つ自然形態を応用した工芸品の他、竹酢液や防湿剤などの幅広い商品を製造している。これらの商品は、完成品となるまでに研磨や切削などの工程で大量の竹炭粉が発生することから、竹炭粉の有効活用を目指す目的で漆を活用した商品化の検討をしていきたいとの要望が寄せられた。本研究では、過去の実績から漆と炭粉を混合することで、強固な固形物が出来ることから、漆と竹炭粉の配合比や混練方法、さらには、成形方法や加飾方法の検討を行うとともに、竹炭粉と漆を活用した工芸品素地の開発を行い、福島県の山間地域に於ける新規産業創出の目的を含めた研究を行った。

### 2. 実験

#### 2.1 配合と強度実験

本研究では、竹炭粉末の固形物を成形するため、自然素材を中心に上新粉やコーンスターチなどの澱粉粉と漆を配合し、その強度を確認した。その結果、上新粉、コーンスターチとも漆を配合することで竹炭粉末成形材の強度が高くなった。(表-1、図-1)

表-1 竹炭粉末素地強度試験結果

種類	曲げ強さ (Mpa) 平均値
1, コーンスターチ	7.28
2, コーンスターチ+漆	8.33
3, 上新粉(粉末)+水	1.09
4, 上新粉(粉末)+漆	8.24
5, 上新粉(糊状)	4.63
6, 上新粉(糊状)+漆	8.21
7, エポキシ樹脂	45.32

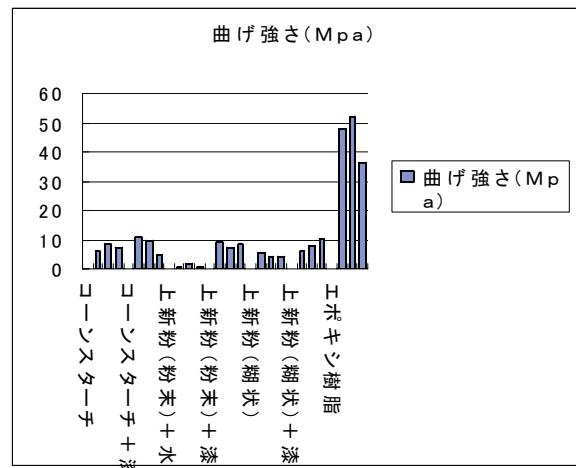


図-1 竹炭粉末素地強度試験結果



図-2 型押し丸物成形品



図-3 トロ箱を利用した丸物成形品



図-4 上塗りが終了したトロ箱丸物成形品

## 1. 2 成形実験

漆と上新粉などの澱粉粉を配合すると強度が向上した結果を基に、立体物の成形型素地として、PPと石膏を選択し、漆と澱粉粉を配合した竹炭粉末成形材を型押し(図-2)、若しくは、石膏素地に圧着させた。さらに、トロ箱(図-3)を利用することで丸物の成形が可能となった。しかし、硬化を促進させる目的で低温乾燥を行ったが、特にコーンスターチを調合した竹炭粉末成形材に膨れや、割れが生じた。原因としては、竹炭粉末成形材に含まれる空気と水分の除去が不十分であったため、加温による急激な水分の蒸発とコーンスターチの熱膨張が原因と推測される。そのため、空気を除

去し、改めて澱粉粉と漆、竹炭粉末を混合した成形材を調合し、成形実験を行い、乾燥は日陰干しとしたことで良好な仕上がりを得ることが出来た。(図-4)

## 2. 3 伝統的手法を応用した竹炭工芸品の成形

漆の伝統的技法である乾漆技法を応用し、自由な形態と軽量化を図る目的から麻紐を応用した成形実験を行った。その結果、竹炭粉末成形材の強度の他に、柔軟性と強さを兼ねた麻材との一体化が図られ、大きな形状の竹炭粉末工芸品の成形が可能となった。その工程は下記の表-2並びに図-5～9に示した通りである。

表-2 竹炭粉末の乾漆工法

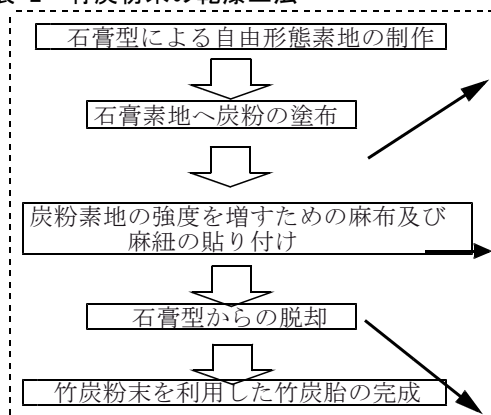


図-5石膏原型



図-6 麻紐巻き



図-7麻紐の接着



図-8 乾燥



図-9 型外し

## 3. まとめ

竹炭の粉末は、従来の竹炭工芸品を制作する過程で、大量に発生する。その一部は、吸湿剤や土壌改良剤として活用はされているが、いずれも低価格帯商品であることから、高付加価値商品への転換が切望されている。本研究では竹炭粉末と澱粉粉、漆を調合した竹炭粉末成型材を使った工芸品づくりの手法を開発したが、竹炭粉末成型材の調合方法や作業手順の技術移転とともに、より経済的で効率的なものづくりの体制を整えることが実用化に必要なものとなる。そこで、均一で安定的に供給体制を整えることが出来る製品を開発し、市場ターゲットを絞り込む必要がある。また、本

研究では、工芸品に限定した開発研究を行ってきたが、竹炭の持つ吸収性、吸湿性などの機能が発揮できる製品の開発とカーボン材としての機能を活かした工業的活用を模索することも、有効資源としての竹炭粉の再生利用に繋がる。近年では炭の塗料も開発され、住宅内装材の塗装に活用され、揮発性有機化合物を吸収する機能があることから、その活用に期待が高まっている。これら、広汎な用途が期待される自然素材である竹炭の有効活用法について、一提案を行い、企業での利活用の端緒につくことが出来た。今後はさらに広い用途に向けた商品作りが期待される。

# 酒粕の風味を活かしたソフトクリームの製造

Production of soft ice cream by use of flavor of sake lees.

会津若松技術支援センター食品技術グループ 河野圭助 小野真紀子  
国権酒造株式会社 細井信浩 有限会社仁井田本家 仁井田穂彦

栄養素が豊富に含まれている酒粕の有効利用を目的として、酒粕ソフトクリームの製造を行った。酒粕をソフトクリームの副原料として添加するために、酒粕の素材化について検討した結果、真空凍結乾燥処理をすることにより、酒粕の成分を保持し、周年利用可能となる酒粕粉体を得ることができた。また、ソフトクリームミックスに対して酒粕粉体を5%添加することによって、酒粕の香味が活かされ、ミックスとのバランスがとれた風味豊かな酒粕ソフトクリームになることが明らかとなった。

Key words : 酒粕、ソフトクリーム、真空凍結乾燥、粉体化

## 1. 緒言

近年、地域農産物を活用したソフトクリームの製造・販売に取り組んでいる企業が多く大手メーカーの大量生産のものとは異なる、手作りの良さを活かした本物志向のソフトクリームが増加している。また、酒粕には、様々な栄養素（ビタミン、ミネラル、蛋白質、炭水化物等）が豊富に含まれており<sup>1)</sup>、酒造業界では酒粕の有効利用が強く望まれている。

そこで、酒粕の成分を保持し、周年利用を可能とするための素材化を行い、これをソフトクリームの副原料とし、酒粕の香味を活かした配合割合、及び原料配合について検討し知見を得たので報告する。

## 2. 実験方法

### 2. 1 供試試料

(有)仁井田本家より提供された平成16年に製造された酒粕を用いた。

### 2. 2 酒粕の粉体化

酒粕を真空凍結乾燥機（TFD-550型）を用いて凍結温度 $-40^{\circ}\text{C}$ 、真空度0.13 mbr、棚温 $20^{\circ}\text{C}$ 、48時間の条件で乾燥した。乾燥終了後、カッターミキサー（K55E型）で粉体化し、酒粕粉体を得た。

### 2. 3 酒粕のにおい分析及び素材化

酒粕の未処理状態である板粕、及び乾燥処理した粉体について図1に示した。これらを島津におい識別装置FF-1を用いて素材化の違いによる、においの差異を分析した。さらにソフトクリームミックスに対する酒粕の素材化を検討した。

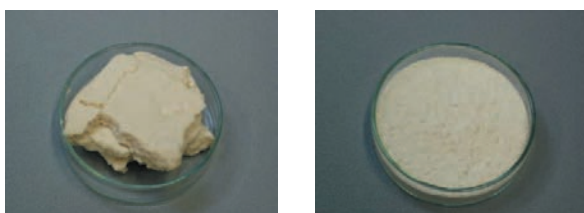


図. 1 酒粕：未処理（左）及び粉体処理（右）

### 2. 4 酒粕のアルコール度数と水分の測定

国税庁所定分析法<sup>2)</sup>新食品分析ハンドブック<sup>3)</sup>に従い、未処理の酒粕および酒粕粉体のアルコール度数と水分を測定した。

### 2. 5 酒粕香气成分測定

香气成分は、ノルマルプロピルアルコール(n-PrOH)、イソブチルアルコール(i-BuOH)、イソアミルアルコール(i-AmOH)、酢酸エチル(EtOAc)、酢酸イソブチル(i-BuOAc)、酢酸イソアミル(i-AmOAc)、カプロン酸エチル(EtOCap)について、ガスクロマトグラフ(GC353型)で測定した。

### 2. 6 酒粕ソフトクリーム製造

ソフトクリームフリーザー（SSF-M203PA型）を用いて酒粕ソフトクリームを製造した。

### 2. 7 酒粕ソフトクリーム官能評価

#### ①酒粕粉体の添加量の検討

ソフトクリームに添加する酒粕粉体の割合を検討するために、酒粕粉体を0から10%の2.5ポイント間隔の割合でソフトクリームミックスにそれぞれ添加し、外観・味・香り・口溶け・総合についての5点評法（悪：1 ← → 5：優）で行い、平均点を算出した。なお、パネラーは当所職員20名、ならびに酒造メーカー12名の計32名で行った。

#### ②ソフトクリームミックスの検討

①で決定した酒粕粉体の添加量において、酒粕の香味が最も活かされるソフトクリームミックスについて検討した。7種類のソフトクリームミックスを用い、脂肪分割合を表1に示した。

なお、評価法は①に準じ、パネラーは当所職員18名で行った。

表1 ソフトクリームミックス脂肪分割合

	無脂肪乳固形分	乳脂肪分	植物性脂肪分
No. 1	10.0%	8.0%	-
No. 2	8.5%	3.5%	-
No. 3	10.0%	8.0%	-
No. 4	6.0%	-	6.0%
No. 5	6.0%	3.0%	2.5%
No. 6	10.0%	5.0%	-
No. 7	13.0%	5.0%	-



## 2. 8 酒粕ソフトクリームにおい分析

島津におい識別装置 FF-1 を用いて7種類の酒粕ソフトクリームのおいを分析した。

## 2. 9 酒粕ソフトクリーム色差測定

酒粕ソフトクリームのミックスの違いによる色調の変化（ハンター L\*、a\*、b\*）を測色色差計（Color Meter ZE 2000 型）を用いて測定した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1 酒粕におい分析及び素材化の結果

酒粕の素材化の違いによる、においの差異を分析した結果を図. 2 に示した。

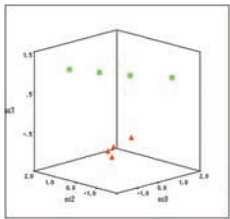


図. 2 酒粕素材化別におい分析 未処理状態の板粕は、乾燥処理をした酒粕粉体よりも、におい成分が強く検出された。また、ソフトクリームミックスにおける酒粕の素材化を検討した結果、ソフトクリームミックスに酒粕を添加する際、板粕ま

までは均一に混合することが困難であるが、粉体では容易であること、また板粕ではにおいが強すぎ、摂取量に限界があるが、粉体では多く摂取できること、さらに酒粕の成分を保持し、周年利用可能とするためには粉体の方が優れていることが確認された。

以上のことから、酒粕のソフトクリームに対する素材化には粉体が適正であると示唆された。

### 3. 2 酒粕アルコール度数と水分測定結果

酒粕のアルコール度数と水分を表 2 に示した。

未処理の板粕の状態ではアルコール度数が 10% であったが、真空凍結乾燥処理後の酒粕粉体では、アルコール度数は 0% だった。従って、酒粕粉体をソフトクリームの副原料として添加しても、未成年者も喫食することが可能であることがわかった。また、真空凍結乾燥処理後の水分含量は 4.6% であった。

表 2 酒粕、酒粕粉体のアルコール度数と水分

	アルコール度数 (%)	水分 (%)
未処理	10.0	57.6
酒粕粉体	0.0	4.6

### 3. 3 酒粕香气成分測定結果

酒粕の香气成分の測定結果を表. 3 に示した。

表. 3 酒粕香气成分

	未処理	酒粕粉体
n-PrOH	25.70	17.08
i-BuOH	5.80	2.42
i-AmOH	56.65	49.04
EtOAc	16.51	9.28
i-AmOAc	0.49	0.87
EtOCap	4.40	6.10

高級アルコールである n-PrOH、i-BuOH、i-AmOH は低沸点であるため、減少した。しかし、さわやかな香

りとされている EtOCap は、真空凍結乾燥処理をしても香气成分は失われることなく、濃縮された結果となった。さらに、EtOAc はネイルエナメル剤の溶剤やシンナーの臭いの成分であり、これが多く含まれていると食する時に不快に感じるが、これも高級アルコールと同様、低沸点で揮発性が高い物質であるため減少した。以上のことから、真空凍結乾燥処理をすることにより良い香りは残存し、不快臭は減少した。

### 3. 5. 酒粕ソフトクリーム官能評価結果

#### ①酒粕粉体添加量結果

酒粕粉体の添加量の官能評価結果を表. 4 に示した。2.5% では香味が不足し、7.5% 以上では酒粕の味が強すぎるという評価であった。

以上のことから、ソフトクリームミックスに対して酒粕粉体 5% の割合の添加が、酒粕の香味を活かされることが示唆された。

表. 4 酒粕粉体添加量官能評価

	外観	味	香り	口溶け	総合	Ave.
0%	3.8	3.6	3.0	3.9	3.9	3.6
2.5%	4.0	3.4	3.1	3.6	3.5	3.5
5%	3.8	3.6	3.3	3.6	3.6	3.6
7.5%	3.5	3.2	3.2	2.9	3.3	3.2
10%	3.3	2.7	2.9	2.7	2.6	2.8

#### ②ソフトクリームミックス検討結果

①で決定した酒粕粉体の添加量において、ソフトクリームミックスの官能評価結果、味・香り・総合でより評価が高く、乳脂肪分の高い No.1 のソフトクリームミックスを選抜した。

### 3. 6. 酒粕ソフトクリームにおい分析結果

7種類の酒粕ソフトクリームのおい分析の結果、官能評価で評価が高かったものと、においが弱いものとの相関があった。また、官能評価で評価が高かったものと、においが弱いものとの相関があった。

## 4. 結言

酒粕をソフトクリームの副原料として添加するため、酒粕の素材化について検討した結果、真空凍結乾燥処理をすることにより、酒粕の成分を保持し、周年利用可能となる酒粕粉体を得ることができた。

また、ソフトクリームミックスに対して酒粕粉体を 5% 添加することによって、酒粕の香味が活かされ、ソフトクリームミックスとのバランスがとれた風味豊かな酒粕ソフトクリームになることが明らかとなった。

さらに、蔵元により原料や造りに違いがあるため、その副産物である酒粕を利用したソフトクリームを製造することで差別化を図ることができ、多種多様な酒粕ソフトクリームの製造が可能であると推察された。

### 参考文献

- 1) 香川芳子監修：女子栄養大学出版部五訂食品成分表
- 2) 西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解
- 3) 菅原龍幸監修：新食品分析ハンドブック、

# 会津身不知柿の素材化

A study of processing persimmon, Aizu Mishirazu

会津若松技術支援センター食品技術グループ 後藤裕子 河野圭助  
株式会社オノギ食品 小野木國一

会津身不知柿は、脱渋後の渋戻りや加工工程で風味が消失するなどの問題から、加工用途が限定されていた。会津身不知柿の風味・食感を活かした食品素材化を目的として、果肉のスライス乾燥を試みた結果、最適な素材化法を確立した。

Key words: 会津身不知柿, 酸化防止

## 1. 緒言

会津身不知柿は、毎年皇室に献上されることでも知られる会津地方の特産果実であり、そのほとんどは脱渋処理後、生食用に出荷されている。生食用では出荷できる期間も限定されること、また規格外品の活用のためにも、菓子等への加工が求められてきたが、加工工程で加熱することにより再び渋くなる「渋戻り」や加工により果実の風味が失われやすいなどの問題から、加工用途が限定されていた。

本研究では、会津身不知柿の風味・食感を活かした食品素材化を目的として、その方法について検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 供試原料

平成17年産の会津身不知柿をアルコール脱渋したもの、およびアルコール・炭酸ガス併用脱渋したもの、未脱渋のものをそれぞれ購入した。未脱渋のものは炭酸ガス脱渋処理<sup>1)</sup>を行い、その後の試験に供した。

### 2. 2. 原料の処理

柿果実の皮をむき、厚さ約1.5cmにスライスしたものを果実表面の酸化防止を目的として、2%塩化ナトリウム・0.5%L-アスコルビン酸水溶液に浸漬した。浸漬時間は30分間と1時間で比較した。

### 2. 3. 乾燥

酸化防止処理後のスライス果肉を下記の方法で乾燥した。

#### ①通風乾燥

庫内温度50℃で18～19時間、または80℃で9時間、熱風循環式定温乾燥機（そよかぜ、いすゞ製作所）で乾燥した。

#### ②低温除湿乾燥

庫内温度40℃で22時間、除湿乾燥機（IHR-06-4、稲葉屋冷熱産業）で乾燥した。

### 2. 4. 明度の測定

スライス乾燥品を細切りし、測色色差計（ZE2000、

日本電色工業）で果肉の明度（L\*）を測定した。

## 2. 5. 官能試験

パネラー9名（女性4名、男性5名）により、スライス乾燥品の官能試験を行った。柿の外観、風味についての評価、および総合的な順位を指標とした。

## 3. 実験結果および考察

### 3. 1. 酸化防止処理時間による外観への影響

酸化防止処理時間毎のスライス乾燥品の明度変化を図1に示す。30分間のは1時間のものに比べて、室温保存による明度の低下が大きく、処理時間は1時間の方が適していることが確認された。

### 3. 2. 乾燥方法による外観への影響

乾燥方法毎のスライス乾燥品の明度変化を図2に、写真を図3に示す。低温除湿乾燥したものは通風乾燥したものに比べて、室温保存による明度の低下が大きく、写真からも褐変しやすいことが分かる。乾燥方法は、通風乾燥の方が適していることが確認された。

### 3. 3. 官能試験結果

官能試験の結果を表1に示す。脱渋方法では、アルコール脱渋、乾燥温度は80℃よりも50℃の方が評価が高かった。

## 4. 結言

会津身不知柿の風味・食感を活かした食品素材化について検討した結果、保存性や食味の優れたスライス乾燥品の製造方法を確立した。今回試作したスライス乾燥品は、そのまま食するほか、さまざまな加工食品の素材として活用できることから、今後、会津身不知柿の加工用途拡大が期待される。

## 参考文献

1) 齋藤裕子ら：平成13年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告，p69(2001)

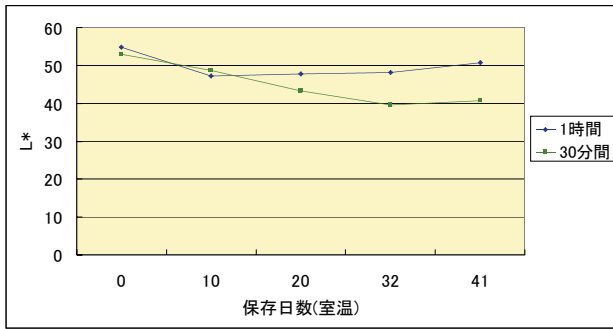


図1 浸漬時間毎の明度  
(アルコール脱渋, 通風乾燥50℃)

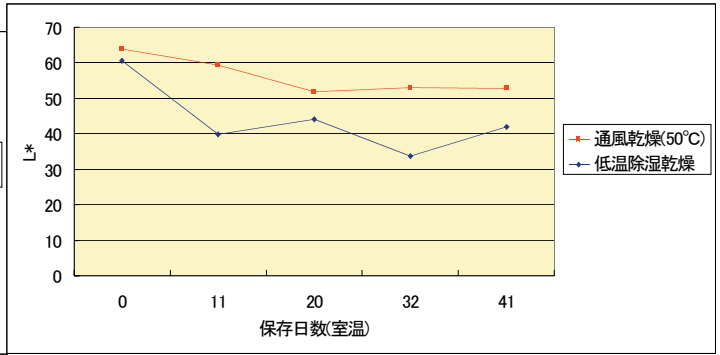


図2 乾燥方法毎の明度  
(アルコール・炭酸ガス併用脱渋)

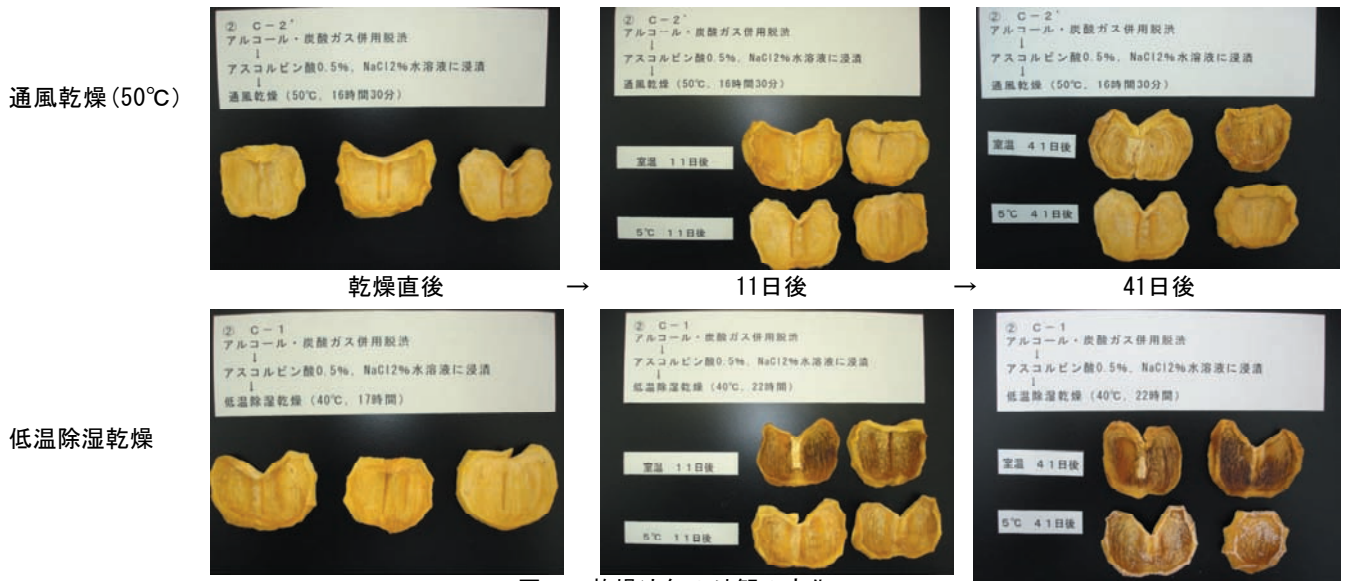


図3 乾燥法毎の外観の変化

表1 官能試験結果

試料No.	外観	柿の風味	順位
①	0.78	1.56	2
②	1.78	0.89	4
③	0.56	1.00	5
④	0.56	1.44	3
⑤	1.33	1.22	1

外観のスコア 0; 悪い 1; 普通 2; 良い  
柿の風味のスコア 0; 感じない 1; やや感じる 2; 強く感じる

試料No.	脱渋方法	乾燥方法	スライス方向
①	アルコール脱渋	50℃通風乾燥	繊維に平行
②	アルコール・炭酸ガス併用脱渋	50℃通風乾燥	繊維に平行
③	炭酸ガス脱渋	50℃通風乾燥	繊維に平行
④	アルコール脱渋	80℃通風乾燥	繊維に平行
⑤	アルコール脱渋	50℃通風乾燥	繊維に垂直

バイオマス利用による  
地域循環システム研究事業

# バイオマス利用による地域循環システム研究事業（第2報）

Research Project on Regional Recycling System Based on Biomass Resources (2nd Report)

研究開発部プロセス技術グループ 池田信也、渡邊 真、大野正博  
福島県いわき養護学校、いわき市上神谷地区の皆様

平成16年度に引き続き、地域循環システムの構築を行うことを目的とした実証実験を行った。実験は、福島県いわき養護学校とその近隣地区であるいわき市上神谷地区の住民の協力のもと、当所で開発した発酵槽を利用して、一般家庭の生ゴミの処理について検討した。その結果、約15tの廃棄物を処理し、約3.4tの処理物を得た。減少率は、77.7%と前報よりも大きく上回り、長期間安定した運転が行われた事が示唆された。この研究により、ランニングコストや経済効果及び学習効果、地域住民への効果が明確となり、地域循環システムの構築がコミュニティにおいても成立可能であることがわかった。

Key words: バイオマス利用、発酵槽、リサイクル

## 1. 緒言

現在、「食品循環資源の再生利用等の促進に関する法律」が平成13年5月から施行され、平成18年4月から20%の減量について実施されている。

しかし、これらの法律は、事業者に対しての法律であり、一般家庭から排出されるいわゆる「生ゴミ」については、他の可燃物との分別が義務づけられていないなど、収集後の処理やリサイクルは大変難しいものとなっている。

これら一般家庭から排出される食品廃棄物は、水分を大量に含む、季節や日によって成分が一定でない、異物の混入が多いなどのため、堆肥化が難しいとされ、また、家庭菜園などの一部での利用にとどまってきた。

そこで、本事業では、平成16年度より、家庭から様々な内容で排出される生ゴミで、投入物の内容（成分）と量に関して、どの程度の変動負荷に対応することが可能であるのかを検証して、一般家庭の生ゴミでも利用できるような発酵槽の完成を目的として、県立いわき養護学校とその地域住民の方々の協力を得て研究を行った。

## 2. 発酵槽について

処理を行う発酵槽は、前年度より使用している1次発酵槽及び2次発酵槽を引き続き使用した。

今回の研究では、各家庭に生ゴミ処理機を設置するのではなく、大型の生ゴミ処理機を設置し、回収方法を工夫することによって、1箇所ですべて処理する手法で試験を開始した。

日量100kg程度の大型の処理装置の場合、生ゴミの回収方法と処理物の利用先が確立されれば、長期の安定した運転が可能であると考えられ、コストの面でも、100軒程度の家庭に生ゴミ処理機を導入するコストを考えると、遜色のない運営が可能であると考えられる。

また、1箇所ですべて処理を行うことにより、各家庭で機械の管理や処理物の管理を行う必要がないなど、各家庭での負担も減ることから、メリットも大きいと考え

られる。

## 3. 実証実験について

実験を行う地域は、平成16年度に引き続きいわき市平上神谷地区を対象とした。

参加家庭数は、今年度も、全戸90軒が本実験に参加することとなった。収集にあたっては、前年度同様、3箇所のゴミポストに対して住民の方々が持参して投入していただくこととした。

その専用ポリバケツは、いわき養護学校の生徒及び教師が週3回、専用の台車を使って、ポリバケツごと入れ替えるという方法で収集を行った。

また、学校内のゴミについては下記のとおりであった。

ア 給食調理くず、イ 児童生徒の食べ残し、ウ 調理実習に伴う生ごみ、エ その他（文化祭等、学校行事に伴う物。）

### 3. 1. データの収集について

データの収集は、前年度同様、1次発酵槽及び2次発酵槽共通で温度、重量及び二酸化炭素濃度データを10分間隔で収集した。

また、排気中のアンモニア濃度、状態表示結果については1次発酵槽のみでデータ収集を行い、前年度同様、24時間分のデータを、毎日メールに添付する形で送信するように設定した。

2次発酵槽においては、毎日投入ではないため、今年度も、本体にデータを保存するのみにとどめた。

## 4. 実験結果及び考察

### 4. 1. 処理の状況

収集した生ゴミの量は、平成17年1月から12月までの間で、地域からの排出量が9,896kg、学校からの排出量が5,374kgで、合計15,267kgとなった。

この処理によって、処理物が約3,400kg排出された。なお、この中には、副資材として粕殻、及びpH調

整剤として石灰が含まれている。

籾殻の重量を正確に把握していないので、真の減量率を算出できないが、単純計算すれば、77.7%の減量率となる。

前報<sup>1)</sup>で報告した、2月から3月にかけての減量率よりも15%以上上昇しているが、これは、石灰投入などによる発酵状態の改善による効果が大いものと思われる。

各データの推移は図1のとおりで、このデータは、平成17年2月23日から同年12月8日まで約10ヶ月分のデータである。

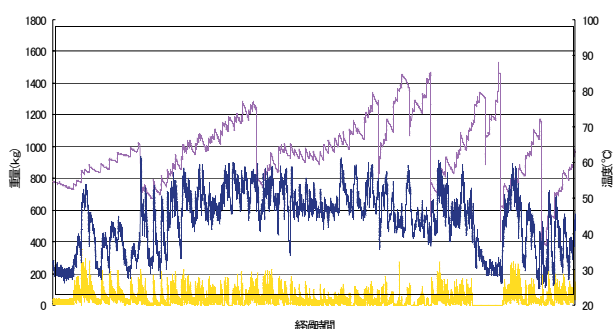


図1 重量、温度、二酸化炭素濃度の推移

(二酸化炭素濃度は、温度の目盛りを使用し、値は10倍で表示してある。)

発酵が順調に推移している時期には、投入開始直後から、二酸化炭素濃度の上昇と温度の上昇が起こっており、温度の上昇が大きいほど重量の減少が大きくなっている。また、投入ごとに、二酸化炭素濃度が上昇し、次の投入までに、濃度が減少するという従来どおりのパターンを繰り返している。

しかし、主に投入量の変化が大きい場合などにおいて、その後の発酵が不安定になる場合があった。また、その後も、投入物の水分が多い場合や、米飯の比率が多い物が投入された場合など、温度の上昇が見られなくなり、発酵が不安定になっている期間もあった。

そういった際には、pH調整を行うことによって、ほとんどの場合発酵を正常に回復させることができたが、1次発酵槽の投入限界量である1.2tに近い状態で発酵に不調を来した場合には、一部排出して、2次発酵槽へ移動するなどの対処が必要であった。

#### 4. 2. 処理物の成分について

生ゴミの成分に関しては、前年度の報告のとおり、肉、魚のあらなどのタンパク質が不足しており、槽内の微生物の育成に必要な、窒素分の供給が不足していた。

窒素分に関しては、分解生産物として、最終的にはアンモニアガスとなるが、実験開始当初は、予想どお

り、アンモニアセンサーのデータは25ppmをほとんど越えておらず、脱臭槽が2台連結することはほとんどなかった。

しかし、2ヶ月を過ぎた頃から、発酵が安定化したことに伴い槽内の発酵状態が好転したため、アンモニアの発生が増加し始め、脱臭槽は2台連結の状態が続いた。

これは、発酵状態を改善するため、pHを調節することを目的として、石灰を投入し始めたためである。

給食室からの米飯の排出量が多いことに関しては、今年度、検討をお願いしていたが、単純に米飯の量を減らすことができないため、前年度どおりの供給となり、排出量を減少させることはできなかった。

また、不足している窒素分については、窒素源として、硫酸の投入なども考慮したが、今年度、石灰を投入することで発酵状態を改善できるようになってからは、投入量についてのみ注意すれば、生ゴミの成分が変化しても、比較的安定した運転を維持することができるようになったため、特別な対策は行わなかった。

#### 4. 3. 発酵槽について

##### 4. 3. 1. 投入量の表示について

投入量の表示については、1日1回の投入を想定していたため、計算プログラムを変更している。

この表示に関して、学校の担当者からは、「表示が赤（投入中止）でも、地域からのゴミを入れざるを得ない。」といった意見があり、当初、地域からの協力が30軒として装置の仕様を決定した時点では、想定できない状況であった。

また、黄色の表示（分量の投入）に関しても、回収バケツからそのまま投入するために、正確な量の投入は不可能で、「投入量の表示」自体の効果を発揮できる場面は少なかったようである。

また、この表示を確認するのは、主に、管理者である先生方であったため、もう少し明確な表示が必要だったと考えられる。

##### 4. 3. 2. 投入リフト等について

投入リフト及び連動してモータで開閉する投入口の動作については、投入期間中、誤動作することはなかった。

ただし、投入口の開閉の移動をスムーズにするためのゴムのシートに水分や残った生ゴミ等が付着し、開閉に支障が出る場合があった。

これに関しては、ゴムのシートと蓋の間の距離を適切に取ることで、動きに支障はなくなった。

また、投入を担当していた生徒達も、作動させるためのボタンの位置を1度教えると、間違ったボタンを押すこともなく、支障なく投入していた。

今回の実験で製作した、バケツ運搬用の台車及びゴ

ミポストの台の高さは、リフトの昇降台の高さに合わせて製作した物で、中学生が二人だけでバケツを移動することも可能であった。

既存の台車などを使った場合には、バケツを持ち上げなければならず、バケツを倒したり、破損させたり、生徒が怪我をするなどの危険も考えられるが、安全性と負担の軽減を実現することができ、効果は大きかった。

#### 4. 3. 3. 脱臭について

当初、脱臭に関しては1槽のみで充分であるとの判断をしており、前年度の報告においても、投入物中の窒素源の不足等からアンモニアの発生は少なかったが、4月頃から、1次発酵槽の発酵が旺盛になると、アンモニア濃度が、常時 25ppm を越え、常時2段脱臭の状態となっていた。

また、実験開始から約2ヶ月後、切替弁が廃棄中のアンモニアにより腐食し、故障するなどの障害が起こった。これは、切替弁そのものを耐腐食性の材料を使用したものと交換することで解決した。

地域の住民の方々から、臭気に関する苦情は出ることはなかったが、投入時に投入口を開けた際の臭気については、担当の先生より、可能な限り少なくなるように工夫をして欲しいとの要望があった。

これは、投入口の開いている時間をできるだけ短くすることが、最も効果的な対処法であるが、投入口を開閉するためのモータの能力（速度）や、安全性を考えると、これ以上の速度の向上には無理があるため、懸案事項となった。

#### 4. 3. 4 データ収集について

データをメールに添付して送信する方法は、複数箇所にも同時に配信できることや、誤送信の場合、再送を行うなどの対策ができるため、確実にデータを受信でき、メリットは大きかった。

しかし、その分、データ収集やメール送信用装置が高価なものとなり、発酵槽自体のコストを上昇させることとなった。

また、発酵槽内の温度変化や外気温の変化が予想以上に大きく、本体内でのデータの収集、保存に問題はなかったものの、メール送信装置が熱暴走してメールが送信されないという事態が起こった。

そのため、装置自体を外に出すなどの対策が考えられたが、既存の配線を変更したり、装置自体を熱対策したものにする必要があるなど、大きな仕様変更が必要だったため、現状はそのままとなっている。

### 5. ランニングコスト

今回の研究におけるランニングコストを試算した。

経費内訳は、電気料、電話料、副資材費、人件費（管理費）とした。

必要な副資材は、籾殻、腐葉土（脱臭槽用）、石灰である。

#### 5. 1. 電気料

消費電力計算	電源 200V
実測値電流	5 A（攪拌時）
実測値電流	1 A（攪拌停止時）
実電力量	
1ヶ月使用量	
2台合計	$612 \text{ k w} \times 2 \div 1,300 \text{ kw}$

契約電力 10 kW、力率 0.80

電気使用量 1,300 kWh

支払い額 26,014 円

（支払額は、東北電力電気料金シミュレーションによる料金計算による結果。）

上記はベストデータであるので、発酵不良でヒーターが長時間必要だった状態を考慮し、電気料は月30,000円とした。

年間の電気料 360,000 円

#### 5. 2. 副資材費

##### (1) 籾殻

籾殻は無料なので、輸送車両のガソリン代とする。

リッター10kmの車両で、近隣農家から収集。

ガソリン代をリッター100円とする。

1回分の運送代・ $(5\text{km} \div 10\text{km}) \times 100 \text{ 円} = 50 \text{ 円}$

2ヶ月に1回排出し籾殻を投入するとすると、年6回。

$6 \text{ 回} \times 50 \text{ 円} = 300 \text{ 円}$

##### (2) 腐葉土

1年に一回交換。

2台分で、1袋45リットル500円を6袋使用。

$6 \text{ 袋} \times 500 \text{ 円} = 3,000 \text{ 円}$

##### (3) 消石灰

養護学校では、1ヶ月20kg使用。1袋10kgで800円

$800 \text{ 円} \times 2 \text{ 袋} \times 12 \text{ 月} = 19,200 \text{ 円}$

#### 5. 3. 人件費

管理にかかる人件費（1名）を計算する。

年間給与 4,000,000 円

年間250日勤務

1日8時間労働

発酵槽の管理従事割合 平均2時間/日

$4,000,000 \text{ 円} \div 250 \text{ 日} \div 8 \text{ 時間}$

$= 2,000 \text{ 円/時間}$

$2,000 \text{ 円} \times 2 \text{ 時間} \times 250 \text{ 日} = 1,000,000 \text{ 円}$

#### 5. 4. 試算結果

1年間のランニングコスト  
1,382,500円/年  
3,788円/日

※以下参考値

1軒あたりの負担額  
3,788円 ÷ 90軒 = 42円/日  
年間(365日) 15,330円

○初期コスト(装置代)も含む計算

1次発酵槽 8,500,000円  
2次発酵槽 5,000,000円  
合計 13,500,000円  
償却年数 8年  
修理費 250,000円(予想)/年  
1年分 1,937,500円  
(残存価値は考慮しない。)

ランニングコスト+初期コスト  
3,320,000円/年  
9,096円/日

※1軒あたり負担額  
約100円/日

これらの計算から判明したことは、装置代も含めた場合のコストは、そうでない場合の2.3倍となり、初期コストがかなりの負担となることがわかる。

また、装置を含めない場合でも、年間130万円以上の経済効果を上げなければ、維持できないことがわかった。

これらを、処理物の販売のみで収益を上げようとするれば、キロあたり450円となってしまう、市場に参入できる価格ではないため、現実的ではない。

また、いわき市の平成16年度のごみ処理費用は34円/kgであるのに対し、本システムでは、 $3,000,000円 \div 15,000kg = 200円/kg$  となっており、約6倍のコストが掛かる計算となっている。

これらのことから、こういった発酵槽による処理の継続及び装置の維持管理のためには、最低限の人員にしたとしても、環境税の導入や補助制度など、行政からのバックアップが不可欠であることがわかった。

## 6. 事業実施の効果について

平成16年度に行った地域の住民の方々に対するアンケートの結果によれば、本事業に対する評価は高かった。また、分別やゴミの持参についても、協力的で、これらの事業に協力することにより、より環境への意識が高まったとの意見も見られた。

さらに、この事業をとおして、養護学校の生徒達が

「環境問題」にまで結びつけることは難しかったが、関連する様々な取り組みの中で地域との繋がりを確認したり、リサイクルへの関心が高まったとの報告があり、「学習効果」という面では、経済効果とは別の大きな活動の意義があったと考えられる。

## 7. まとめ

本研究について以下にまとめた。

1 平成14年度に行った実証試験を踏まえ、処理装置自体の完成度を高めるために、ユーザーや設置される場所に応じた追加機能を付加することにより、ニーズに対応できる生ゴミ処理機の構想を得た。

2 ユーザーは、生ゴミ処理機の性能より、安全性や、取り扱いのしやすさ、投入の簡便さを求める傾向が見られるが、生ゴミの収集ポスト、台車、リフト、及び装置とリフトの連携を同時に考察した結果、より負担のかからない収集、投入が可能であることがわかった。

3 生ゴミ中の成分の変動に関しては、米飯などのでんぷん質の投入が大量になると、発酵が不安定になることがわかった。また、生ゴミ中の水分が多い場合も発酵が不安定となる要因となることがわかった。

4 発酵が不安定になった場合、石灰を混合してpHを上昇させることで、発酵を正常な状態に回復させることができた。

5 データ収集方法を、メールにデータを添付する方式に変更した結果、確実なデータの収集が可能になった。ただし、機器が熱暴走を起こすことがあり、十分な対策が必要であることがわかった。

6 発酵状態の表示については、設置場所での投入の状況に応じて、プログラムの変更が必要であることがわかった。

7 コスト計算を行ったところ、初期コストを含まない場合で、1日3,788円のランニングコストがかかることが計算によりわかった。

8 学校などを核として地域が協力することで、地域循環システムの構築が可能であることがわかった。

## 8. 謝辞

本研究の遂行にあたり、ご協力をいただいた、いわき市上神谷地区の住民の方々へ深謝いたします。

## 参考文献

1) 池田信也他：“バイオマス利用による地域循環システム研究事業”、平成16年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、2005



# 事例報告

# ICP-AESによる鉄鋼中のタングステン量分析

Analysis of Tungsten in Steel by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

いわき技術支援センター 材料グループ 中山誠一

鉄鋼中のタングステンを、ICP-AES（ICP発光分光分析）により定量する方法の検討を行った。その結果、最適な分解手法を用いることにより、一部の鉄鋼試料について精度よく定量分析することができた。また、従来法である重量法よりも短時間で定量することが可能になった。

Key words:鉄鋼、タングステン、ICP-AES

## 1. 緒言

タングステンは、その高融点、高強度等の特性から電球フィラメントなどに利用され、また、鉄鋼に添加されて、工具鋼、耐熱鋼などの幅広い用途に用いられているが、含有量が強度、耐食性といった特性に大きく影響するため、これを把握することは重要である。鉄及び鋼中のタングステン定量方法は、JIS G1220に重量法などが規定されているが、手順が煩雑で誤差要因が多い。一方、ICP-AES（ICP発光分光分析）による手法は簡便な上、精度が高いが、現在、JISには規定されていない。また、前処理に王水を用いると酸化タングステンの沈殿を生じるなどの問題もある。そこで今回、鉄鋼中のタングステン量をICP-AESで分析する方法の検討を行ったので報告する。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試料

試料は日本鉄鋼協会標準試料3種類（合金工具鋼SKS1種、高速度鋼55種、同3種）及び合金工具鋼SKS3種の実試料1種類を用いた。それぞれのタングステン含有量は表1のとおりである。

表1 試料の認証値

	W
合金工具鋼 SKS1 種 (SKS1)	4.40
高速度鋼 55 種 (SKH55)	6.10
高速度鋼 3 種 (SKH3)	17.48
合金工具鋼 SKS3 種 (SKS3) : 実試料	0.50 ~ 1.00

(単位: %)

### 2. 2. 試薬及び器具

試薬は和光純薬工業製特級を用い、ICP-AESによる定量分析のための検量線用標準液は、和光純薬工業製、原子吸光分析用タングステン標準液(1,000mg/l)を用い、検量線を作成した。また、器具（ビーカー、メスフラスコ、ホールピペット）はガラスまたはプラスチック製のものを用いた。

### 2. 3. 装置及び定量条件

ICP-AESは、セイコー電子工業製、SPS4000を用いた。タングステンの分析線波長は207.911nmで、両側のバックグラウンド補正を行った。

## 2. 4. 分析方法

### 2. 4. 1. ICP-AESによる定量

ICP-AESによる定量において、分解酸等の違いにより、以下の5通りについて検討を行った。なお、試料はかり取り量は、分解可能量、定量時のタングステン濃度等を考慮し、すべて0.2gとした。

#### ①硫酸-りん酸-硝酸分解

硫酸(1+4)20ml,りん酸(1+1)10mlで加熱分解後、硝酸10mlを加えて白煙処理を行った。

#### ②硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングなし

硫酸(1+4)20ml,りん酸(1+1)10mlで加熱分解後、硝酸10ml,ふっ化水素酸(1+1)2mlを加え白煙処理を行った。

#### ③硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングあり

硫酸(1+4)20ml,りん酸(1+1)10mlで加熱分解後、硝酸10ml,ふっ化水素酸(1+1)2mlを加え加熱し、白煙処理を行わず、ほう酸(4wt%)10mlを加えてマスキングをした。

#### ④硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングあり（テフロンビーカー）

③と同様の操作を、テフロンビーカーを用いて行った。

#### ⑤塩酸-硝酸分解

塩酸15ml,硝酸5mlで加熱分解を行った。

なお、①～⑤の操作の後、ろ過、洗浄を行い、ろ液は100mlメスフラスコに定容後正確に5倍希釈(10ml→50ml)し、残さはろ紙と共に灰化後、ピロ硫酸カリウム1gによる溶融を行い、塩酸(1+1)20mlで加熱溶解し100mlメスフラスコに定容した。これらの溶液中のタングステンをICP-AESにより定量分析した。③のフローシートを図1に示す。上記操作はSKS1とSKH55について行い、最適な手法においてSKH3とSKS3（実試料）も検討することとした。

### 2. 4. 2. 従来法による定量

ICP-AESによる定量との比較のために、従来法であるJIS G1220のシンコニン沈殿分離酸化タングステン(VI)重量法による定量を行った。

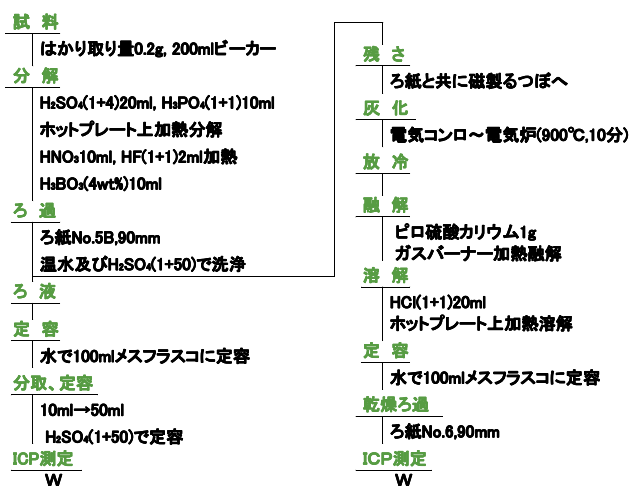


図1 鉄鋼中のタングステン分析フローシート

### 3. 結果及び考察

#### 3. 1. 各分解法による定量分析結果

各分解法によるタングステン回収率を図2に示す。なお、定量結果は2つ並行して分析した値の相加平均から算出した。

#### 3. 2. 各分解法の比較

SKS1,SKH55 共、塩酸-硝酸分解を除き、認証値と比べて比較的良好な結果であるが、硫酸-りん酸-硝酸分解、硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングなしは、若干回収率が悪かった。白煙処理の適当な時間の判別が難しく、処理時間が長すぎると残さが多くなってしまふ傾向があるようだ。その点、硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングありは白煙処理をしないため、分解終了の判別が容易である上、短時間で済む利点もある。従来法である重量法よりも回収率はよかった。ガラスピーカーの代わりにテフロンピーカーを用いた場合は、ふっ化水素酸による浸食がない利点はあるが、耐熱温度が低いため加熱むらが出やすいなどの問題もある。

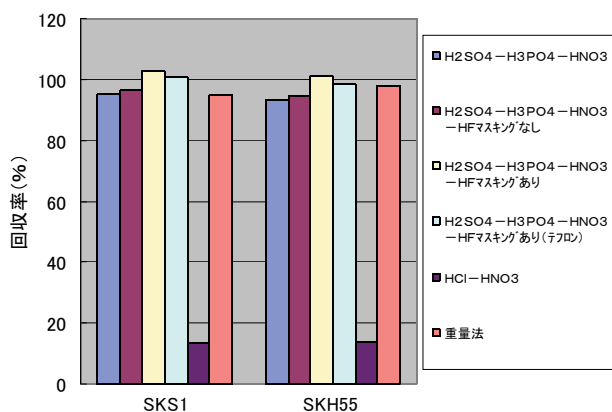


図2 各分解法によるタングステン回収率

以上から、最適な手法は、硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングありであることが分かり、

SKH3,SKS3 (実試料) をこの手法で検討した。SKS1,SKH55 を含めた各分解法によるタングステン量分析値を図3にまとめた。タングステン含有量の多いSKH3については、ICP-AESによる定量でやや低値となったが、含有量の低いSKS3(実試料)では良好な結果であったと思われる。

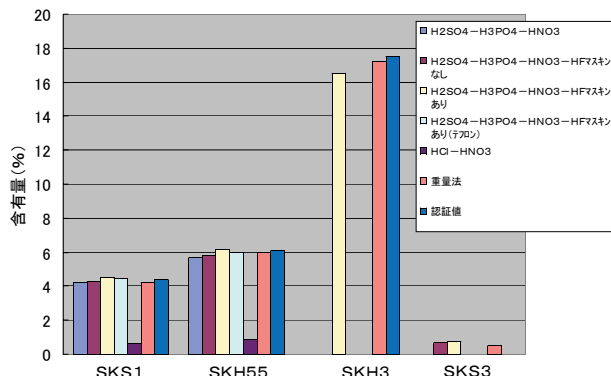


図3 各分解法によるタングステン量分析値

### 4. 結言

(1)ICP-AESによる定量で、最適な分解法は、「硫酸-りん酸-硝酸-ふっ化水素酸分解、マスキングあり」であることが分かった。この手法を用いることにより、SKS1,SKH55において精度よくタングステンを定量することができ、SKS3の実試料へも応用が可能であった。

(2)ICP-AESを用いることにより、従来法よりも短時間で鉄鋼中のタングステンを定量することが可能になった。

#### 参考文献

- 1)JIS G1220-1994 鉄及び鋼-タングステン定量方法
- 2)JIS G1217:2005 鉄及び鋼-クロム定量方法

# 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

平成17年度（2005年度）

平成18年12月発行

発行

## 福島県ハイテクプラザ

〒963-0215 郡山市待池台1丁目12番地

代 表 024-959-1741

企画管理グループ 024-959-1736

連携支援グループ 024-959-1741

材料技術グループ 024-959-1737

プロセス技術グループ 024-959-1738

システム技術グループ 024-959-1739

Facsimile 024-959-1761

## 福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

〒960-2154 福島市佐倉下字附ノ川1-3

代 表 024-593-1121

繊維・材料グループ 024-593-1122

Facsimile 024-593-1125

## 福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター

〒965-0006 会津若松市一箕町大字鶴賀字下柳原88-1

代 表 0242-39-2100

食品技術グループ 0242-39-2976・2977

産業工芸グループ 0242-39-2978

Facsimile 0242-39-0335

## 福島県ハイテクプラザいわき技術支援センター

〒972-8312 いわき市常磐下船尾町字杭出作23-32

材 料 グ ル ー プ 0246-44-1475(代表)

Facsimile 0246-43-6958

編集

福島県ハイテクプラザ 企画管理グループ

URL <http://www.fukushima-iri.go.jp>

E-mail [info@fukushima-iri.go.jp](mailto:info@fukushima-iri.go.jp)