

---

# 研究報告

# 2007

平成19年6月 第14号



Journal of  
Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute

2007 June Vol.14

**地方独立行政法人**  
**岩手県工業技術センター**

---

## ◆ 複写ご利用について

必要に応じて、印刷してご利用ください。

## ◆ CD-ROM 版について

- (1) 一般オーディオ用 CD プレーヤでは絶対に再生しないで下さい。大音量によって耳に障害を持ったり、スピーカを破損する恐れがあります。
- (2) 内容は PDF 文書として収録しており、Adobe Acrobat Reader 5.0 以上、または Adobe Acrobat 5.0 以上など、PDF(1.4)文書を閲覧できるソフトウェアが必要です。Acrobat Reader は、Adobe 社の製品です。お手元にならない場合は、Adobe 社のサイト (<http://www.adobe.co.jp>) にアクセスして入手して下さい。

## ◆ 掲載内容の写真紹介（一部）です



ナンブコムギのアップルパイ



紫外線センサモジュール



靴ベラ試作品（漆焼付塗装）



人工股関節試作品



廃棄物溶融スラグをコンクリート骨材に利用

# 地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告

平成 19 年 6 月 第 14 号

## 目 次

### ◆ 食品加工・醸造系

- 1 岩手県産酒米育種系統の醸造適性評価(VII)  
(主要研究:「吟ぎんが」「ぎんおとめ」ブランド支援研究推進事業)  
高橋 亨、中山 繁喜、櫻井 廣 . . . . . 7
- 2 低グルテリン米を用いた低精白純米酒の開発  
(主要研究:「吟ぎんが」「ぎんおとめ」ブランド支援研究推進事業)  
中山 繁喜、高橋 亨、櫻井 廣 . . . . . 10
- 3 篩い下米米粉を用いた冷麺の検討  
(主要研究:先端技術を活用した農林水産研究高度化事業研究)  
武山 進一、遠山 良 . . . . . 13
- 4 篩い下米を用いた発芽玄米の検討【投稿論文再掲】  
(主要研究:先端技術を活用した農林水産研究高度化事業研究)  
武山 進一、遠山 良、齊藤 博之 . . . . . 17
- 5 ナンブコムギのアップルパイ開発  
(主要研究:県産小麦使用加工品開発事業)  
島津 裕子、遠山 良 . . . . . 22
- 6 介護予防のための煮魚製品開発 (I)  
(主要研究:産学官連携研究プロジェクト事業(新夢県土))  
武山 進一、遠山 良、小野 昭男 . . . . . 28
- 7 優良清酒酵母の開発  
(基盤的・先導的技術研究開発事業)  
高橋 亨、山口 佑子、畑山 誠、米倉 裕一、中山 繁喜、櫻井 廣 . . . . . 32
- 8 ビール及び発泡酒の蒸留とその評価  
(基盤的・先導的技術研究開発事業)  
米倉 裕一、山口 佑子、櫻井 廣 . . . . . 35
- 9 尿素の葉面散布がリンゴ果汁の窒素量とワイン発酵へ及ぼす影響  
(基盤的・先導的技術研究開発事業)  
米倉 裕一、山口 佑子、中山 繁喜、櫻井 廣 . . . . . 37

10	赤ワイン用ぶどう品種の醸造適性試験 (Ⅲ) (基盤的・先導的技術研究開発事業)	
	山口 佑子、米倉 裕一、大野 浩、田村 博明、櫻井 廣	40
11	豆腐の堅さ簡易測定法の提案 (基盤的・先導的技術研究開発事業)	
	伊藤 良仁	44
12	ヒエを原料とした麺の製法 (基盤的・先導的技術研究開発事業)	
	前田 穰、遠山 良	47
13	The Formation Mechanism by Yeast of 4-Hydroxy-2(or5)-ethyl-5(or2)-methyl-3(2H)-furanone in Miso 【投稿論文再掲】 (基盤的・先導的技術研究開発事業)	
	OHATA Motoko, KOHAMA Keiko, MORIMITSU Yasujiro, KUBOTA Kikue and SUGAWARA Etsuko	53

◆ 材料・電子・機械系

1	超小型 ZnO 単結晶紫外線センサに関する研究【投稿論文要旨】 (重点研究：地域新生コンソーシアム事業)	
	遠藤 治之、長谷川 辰雄、米倉 勇雄、杉渕 真世、高橋 広祐、 後藤 俊介、柏葉 安兵衛	60
2	非接触法による 3 次元形状高精度測定技術の開発 (主要研究：地域新生コンソーシアム事業)	
	和合 健、米倉 勇雄	61
3	球状黒鉛鑄鉄溶湯を用いたチル試験片の作製 (主要研究：NEDO 産業技術研究助成事業)	
	池 浩之、高川 貫仁、岩清水 康二	64
4	溶射およびプラズマ粉体内盛溶接による Co-Cr-Mo 合金の複合化 (主要研究：都市エリア産学官連携促進事業 いわて県央・釜石エリア)	
	小野 元、桑嶋 孝幸、齋藤 貴、飯村 崇、千葉晶彦	68
5	鑄鉄溶湯から取り除きやすい脱マンガンスラグの開発 (主要研究：JST サライト岩手実用化のための可能性試験、日本鑄造工学会若手研究奨励基金)	
	高川 貫仁、池 浩之、岩清水 康二、瀬川 晃児	76

- 6 アルミニウム溶湯清浄度評価基準策定のための溶湯調査  
(主要研究：東北経済産業局委託事業)  
岩清水 康二\*\*、池 浩之\*\*、高川 貫仁・・・・・・・・・・・・・・・・ 80
- 7 創成電極工具を用いた微細放電加工  
(基盤的・先導的技術研究開発事業)  
和合 健、飯村 崇、鄭 鋼、藤村 和彦・・・・・・・・・・・・・・・・ 83
- 8 CoCrMo 合金のエンドミル側面切削加工特性に関する研究  
(技術者受入型開発支援事業)  
大石 敦彦、和合 健・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 88
- 9 2次元パターン測定による画像測定機の性能評価  
(産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会共同実験)  
大石 敦彦、和合 健・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 93

◆ 環境・デザイン系

- 1 岩手県産漆の焼付塗装強度  
(主要研究：財団法人いわて産業振興センター 平成 18 年度研究開発支援事業)  
小林 正信・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 97
- 2 岩手・青森県境不法投棄物を熔融したスラグの骨材としての特性【投稿論文再掲】  
(主要研究：産業廃棄物再資源化技術開発事業)  
佐々木 秀幸、藤原 忠司、小山田 哲也、平野 高広、菅原 龍江、  
白藤 裕久、八重樫 貴宗・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 100
- 3 未利用木材を活用した緑化用環境資材の開発Ⅱ  
(主要研究：支援研究活動活性化事業)  
有賀 康弘、白藤 裕久、浪崎 安治、八重樫 貴宗・・・・・・・・ 106
- 4 微小化した未利用木材資源の吸水性評価と資材の開発  
(主要研究：企業ニーズ型共同研究事業)  
白藤 裕久、浪崎 安治、遠藤 保仁・・・・・・・・・・・・・・・・ 110
- 5 工業塗装における水性塗料の塗装前処理と塗膜性能に関する研究  
(基盤的・先導的技術研究開発事業)  
穴沢 靖、佐藤 隆洋・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 114
- 6 熔融スラグの市場化準備（製品ニーズ調査）  
(基盤的・先導的技術研究開発事業)  
菅原 龍江・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 120

Journal of Local Independent Administrative Agency

Iwate Industrial Research Institute

2007 June Vol. **14**

— Contents —

◆ Food Processing & Brewing

1. Evaluation of New Rice Bred in Iwate Prefecture for Sake Brewing(VII)  
TAKAHASHI Tohru, NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi..... 7
2. Sake Brewing from Low-Glutelin Rice  
NAKAYAMA Shigeki, TAKAHASHI Tohru and SAKURAI Hiroshi..... 10
3. Application of Furuishita-mai Rice Powder for "Reimen" Production  
TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo..... 13
4. Application of None-Standard Furuishita-mai for Germinated Rice Production  
TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo, SAITO Hiroyuki..... 17
5. Developing an Apple Pie with *Nanbukomugi* Wheat Flour  
SHIMAZU Hiroko, TOYAMA Ryo..... 22
6. Development of Boiled Fish Products as a Preventive Food of Nursing Care  
TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo and ONO Akio..... 28
7. Selection of Good Sake Yeast  
TAKAHASHI Tohru, YAMAGUCHI Yuko, HATAKEYAMA Makoto, YONEKURA Yuichi,  
NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi..... 32
8. Evaluation of the Distilled Beer or "Happoshu"  
YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko and SAKURAI Hiroshi..... 35
9. Influence of the Foliar Spray of Urea Solution to the Amount of Nitrogen in an  
Apple Juice and the Fermentation of Apple Wine  
YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko, NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi.... 37
10. Brewing Test of Red Wine-Grape Vines  
YAMAGUCHI Yuko, YONEKURA Yuichi, ONO Hiroshi,  
TAMURA Hiroaki and SAKURAI Hiroshi..... 40
11. Easy Measurement Method of "Tofu" Hardness  
ITO Yoshihito..... 44

12. Processing Method of Noodles from Japanese Barnyard Millet MAEDA Yutaka, TOYAMA Ryo.....	47
13. The Formation Mechanism by Yeast of 4-Hydroxy-2(or5)-ethyl-5(or2)-methyl-3(2H)-furanone in Miso OHATA Motoko, KOHAMA Keiko, MORIMITSU Yasujiro, KUBOTA Kikue and SUGAWARA Etsuko.....	53

◆ Material & Electronics & Mechanics

1. Study on ZnO Ultraviolet Sensor ENDO Haruyuki, HASEGAWA Tatsuo, YONEKURA Isao, SUGIBUCHI Mayo, TAKAHASHI Kohsuke, GOTO Shunsuke and KASHIWABA Yasube.....	60
2. Development of High Accuracy Measurement Method for 3 Dimension Feature by Non-contact Probe WAGO Takeshi and YONEKURA Isao.....	61
3. The chill specimen made by using molten metal of spheroidal graphite cast iron IKE Hiroyuki, TAKAGAWA Takahito and IWASHIMIZU Kouji.....	64
4. Development of Composite Materials from Co-Cr-Mo alloy by Thermal Spraying and Plasma Transferred Arc Welding ONO Tsukasa, KUWASHIMA Takayuki, SAITO Takashi, IIMURA Takashi and CHIBA Akihiko.....	68
5. Development of the Manganese Removal Slag to Easily Remove from Molten Cast Iron TAKAGAWA Takahito, IKE Hiroyuki, IWASHIMIZU Kouji and SEGAWA kouji.....	76
6. Examination of Purity Standard of Aluminum Casting IWASHIMIZU Koji, IKE Hiroyuki and TAKAGAWA Takahito.....	80
7. Study of Micro-EDM Processing using Electrode Tool Formed by EDM WAGO Takeshi, IIMURA Takashi, ZHENG Gang and FUJIMURA Kazuhiko.....	83
8. Study on Milling Characteristic of CoCrMo Alloy OISHI Atsuhiko, WAGO Takeshi.....	88
9. Evaluation of Performance on Video Measuring Machine by 2 Dimension Pattern Gauge WAGO Takeshi, YONEKURA Isao.....	93

◆ Environment & Design

1. Strength of Lacquer in Iwate Prefecture by Baking Finish  
KOBAYSHI Masanobu..... 97
2. A Characteristic as Aggregate of the Slag Which Melted Illegally Dumped Wastes  
in the Area Bordering Iwate and Aomori Prefectures  
SASAKI Hideyuki, FUJIWARA Tadashi, OYAMADA Tetsuya, HIRANO Takahiro,  
SUGAWARA Ryukou, SHIRAFUJI Yasuhisa and YAEGASHI Takamune..... 100
3. Development of the Materials for Revegetation Made from Unused Lumber  
ARUGA Yasuhiro, SHIRAFUJI Yasuhisa, NAMIZAKI Yasuji and YAEGASHI Takamune 106
4. Evaluation of the water absorbability and Development of materials  
made from unused lumber  
SHIRAFUJI Yasuhisa, NAMIZAKI Yasuji..... 110
5. Coating Preprocessing and Coating Film Properties of Waterborne Paint  
in the Industrial Coating  
ANAZAWA Yasushi, SATOH Takahiro..... 114
6. Preparation of Making to Market of Molten Slag (Product Needs Investigation)  
SUGAWARA Ryukou..... 120



# 岩手県産酒米育種系統の醸造適性評価(Ⅶ)\*

高橋 亨\*\*、中山繁喜\*\*\*、櫻井 廣\*\*\*\*

「吟ぎんが」を上回り「山田錦」並の酒造適性を有する酒造好適米を開発するため、岩手県農業研究センターが育種している4系統について酒造用原料米全国統一分析法に基づく原料米分析、見掛精米歩合40%精米試験を行い、2系統について総米30kgの清酒醸造試験を行った。原料米分析の結果、酒造適性基準値を満たしているものは「岩酒854号」と「岩酒855号」であった。また、精米試験では良好なものから「岩酒855号」、「岩酒854号」、「岩酒853号」の順であった。醸造試験の結果、「岩酒852号」、「岩酒855号」とも対照の「山田錦」より酒質が劣った。

キーワード：岩手県産酒米、岩酒852号、岩酒853号、岩酒854号、岩酒855号、醸造適性

## Evaluation of New Rice Bred in Iwate Prefecture for Sake Brewing (Ⅶ)

TAKAHASHI Tohru, NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi

The brewing aptitude of the four varieties of sake rice that were newly bred in Iwate prefecture, was evaluated. As a result of the analysis of the raw material rice, it was found that *Iwasake 854* and *Iwasake 855* fit the standard values of rice suitable for sake brewing. That the polishing properties of these three varieties were in order of merit *Iwasake 855*, *Iwasake 854*, *Iwasake 853*. *Iwasake 852* and *Iwasake 855* were inferior to the control *Yamadanishiki* because of the tasting of the sake produced.

key words : brewer's rice, *Iwasake 852*, *Iwasake 853*, *Iwasake 854*, *Iwasake 855*,  
brewing aptitude

### 1 緒言

岩手県には現在、「吟ぎんが」<sup>1),2),3)</sup>と「ぎんおとめ」<sup>4)</sup>の2種類のオリジナル酒造好適米がある。県内酒造会社において「吟ぎんが」は主に精米歩合50%以下に精米し吟醸酒、純米吟醸酒の原料米として、「ぎんおとめ」は主に精米歩合55~60%に精米し特別純米酒、特別本醸造酒に使用されている。しかし、精米歩合40%以下の大吟醸酒のほとんどは県外産の「山田錦」に依存している。

現在、岩手県農業研究センターでは「山田錦」並の醸造適性を目指した酒造好適米の育種を行っている。今回、我々はこの育成過程の4系統について、清酒醸造試験を含む醸造適性評価を行い酒米開発に取り組んだので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試原料米

岩手県農業研究センター水稻育種研究室で育成された4系統を試験した。その系統名と交配組み合わせを表1に示した。岩酒852号は「山田錦」を片親に持つ「華想い」の酒造適性と登熟の早さがあり、岩酒853~855号は「吟ぎんが」にいちもち病耐性を付与した系統である。ま

た、対照には平成18年兵庫県産「山田錦」を用いた。

#### 2-2 原料米分析

原料米は酒造用原料米全国統一分析法<sup>5)</sup>に準じて分析した。

表1 供試原料米の系統名及び組み合わせ

交配組み合わせ	
岩酒852号	華想い/ぎんおとめ
岩酒853号	吟ぎんが/越南181号
岩酒854号	吟ぎんが/越南181号
岩酒855号	吟ぎんが/越南181号

#### 2-3 40%精米試験

(株)チヨダエンジニアリング製HS-4試験精米機を使用し、玄米100gを張り込み、ロール回転数1,500rpmで見掛精米歩合40%を目標に精米した。

#### 2-4 清酒醸造試験

原料米分析および40%精米試験で成績の良い2系統を選び、総米30kgで清酒醸造試験を行った。2系統および対照の「山田錦」は、新中野工業(株)製ミニ精米機で見掛精米歩合40%に精米し掛米とした。麴米はすべて岩手県酒造協同組合から購入した精米歩合40%の「山田錦」

\* 「吟ぎんが」「ぎんおとめ」ブランド支援研究推進事業

\*\* 醸造技術部(現 財団法人いわて産業振興センター)

\*\*\* 醸造技術部(現 食品醸造技術部)

\*\*\*\* 醸造技術部(現 顧問)

を使用した。洗米はMJP式洗米機(白垣産業(株)製)を用い2分間洗米し、蒸きょうは、OH式二重蒸気槽付き甑(増田商事(株)製)を用い60分蒸しを行い、終了前10分間は加熱した乾燥蒸気を通じた。種麴は(株)秋田今野商店の「特別吟醸用 No.5 菌」を白米100kg当たり30g用い、薄盛三段式製麴機(ハクヨウ(株)製)により添、仲、留麴をまとめて製麴した。酵母は「岩手吟醸2号」を用い、酒母を用いない酵母仕込みとし、仕込み配合は表2のとおりとした。留添時の温度は6℃、最高温度11.0℃、日本酒度-4~-3で醸造アルコールを添加し上槽した。

製成酒の一般成分は国税庁所定分析法<sup>6)</sup>に基づいて分析し、香氣成分はHEWLETT PACKARD製ヘッドスペースガスクロマトグラフ5890 SERIES 2により分析した。酒質は平成18酒造年度岩手県新酒鑑評会審査員16名により評価を得た。

表2 清酒醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米	4.8	9.6	15.6	30.0
蒸米	3.1	7.7	13.2	24.0
麴米	1.7	1.9	2.4	6.0
汲水	6.0	12.0	24.0	42.0
30%アルコール(1)				10.0

・単位はkg  
・酵母仕込(岩手吟醸2号)による3段仕込

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 原料米分析及び40%精米試験

少数検体の酒造用米の適性評価法として、斉藤らは過去17年間(1976~1993年)の酒造用原料米全国統一分析法に基づく分析データを解析し、原料米の酒造適性は

玄米千粒重、20分吸水値、蒸米吸水値、消化性直接還元糖、粗タンパク質量の5項目で評価できること、そしてこれら5項目に基準値を設定し、その範囲内であれば酒造に適すると評価できるとしている<sup>7),8),9)</sup>。当時と測定法が異なる項目もあるが、今回試験した4系統の原料米について、おおよそこの基準に基づいて酒造適性を評価した。今回試験した4系統及び「山田錦」の原料米分析結果を表3に、40%精米試験結果は表4に示した。

表3の結果から、「岩酒854号」、「岩酒855号」はすべての項目で基準を満たしていた。「岩酒852号」は20分吸水の基準を満たしていなかった。ただし昨年度の試験(データ未掲載)ではすべての基準を満たしていた。平成18年は梅雨時期の低温、日照不足のため作況指数が98であった。「岩酒852号」は天候不順に弱い可能性があると考えられた。「岩酒853号」は玄米千粒重、20分吸水2項目で基準を満たしておらず、酒造適性は低いと考えられた。

今回の供試試料の交配組み合わせは表1で示したように2タイプである。岩手県農業研究センターと協議し、組み合わせの異なる2タイプを醸造試験に供することにした。「岩酒852号」は唯一「華想い/ぎんおとめ」の組み合わせであり醸造試験を行うこととした。「吟ぎんが/越南181号」の組み合わせは3系統あり40%精米試験結果で選抜した。表4の結果から、無効精米歩合と碎米混入率の和が最も小さく精米特性が良好と判断したのは「岩酒855号」であった。前述のとおり酒造用原料米全国統一分析で問題ないことから、もう1系統は「岩酒855号」について醸造試験を行うこととした。

表3 原料米分析結果

系統名	玄米 千粒重 (g)	20分 吸水 (%)	120分 吸水 (%)	蒸米 吸水率 (%)	糖度 Brix (°)	アミ/酸度 (ml)	粗蛋白質 (%)	無効精米 歩合 (%)	碎米 混入率 (%)
山田錦(対照)	27.2	28.2	30.1	36.3	10.3	0.7	4.5	5.5	<b>17.0</b>
岩酒852号	26.0	<b>24.5</b>	27.6	33.6	10.0	0.7	5.1	3.3	4.9
岩酒853号	<b>28.3</b>	<b>24.4</b>	29.8	36.2	11.1	0.8	5.2	7.1	9.3
岩酒854号	27.7	29.0	30.1	35.3	11.2	0.8	5.0	5.7	6.6
岩酒855号	26.6	28.2	29.3	34.8	11.7	0.9	5.1	3.6	9.5

下線部：適性の劣る項目

表4 40%精米試験結果

系統名	見掛精米歩合 (%)	真精米歩合 (%)	無効精米歩合 (%)	碎米混入率 (%)	精米時間 (時間)
岩酒853号	37.2	43.8	6.6	20.7	3.0
岩酒854号	41.7	45.9	4.2	14.2	2.8
岩酒855号	39.9	42.9	3.0	9.0	3.3

・2回繰り返し平均値

表 5 清酒製造事績及び製成酒成分

系統名	もろみ日数 (日)	アルコール濃度 (%)	日本酒度	滴定酸度 (mℓ)	アミノ酸度 (mℓ)	アルコール収得率 (%)	粕歩合 (%)
山田錦(対照)	30	16.6	+4	1.9	1.0	32.4	49.6
岩酒 852 号	26	16.0	+1	2.2	1.4	27.7	66.6
岩酒 855 号	27	16.8	+4	1.9	1.0	32.7	54.6

表 6 審査員による酒質の評価

系統名	評点*	コメント
山田錦(対照)	3.0	スッキリ、旨味
岩酒 852 号	3.3	酸味、雑味
岩酒 855 号	3.6	味薄、雑味

\*:5点法で採点、数字の低い方が良好 パネラー14名

### 3-2 清酒醸造試験

もろみ経過は3本とも前半はボームが残り、遅れ気味であったが、ボーム3以下になってからキレが速く、「岩酒 852 号」「岩酒 855 号」はもろみ日数が30日に満たずに上槽となった。対照である「山田錦」の最高ボームは8.0(6,8日目)であったのに対し、「岩酒 852 号」は7.6(6日目)、「岩酒 855 号」は8.6(6日目)であった。これは表3の原料米分析結果のBrixと同様、「山田錦」に比べ「岩酒 852 号」はやや溶けにくい傾向、「岩酒 855 号」はやや溶けやすい傾向を示した。

製造事績及び製成酒の分析結果を表5に示した。「岩酒 852 号」はアルコール収得率が低く、粕歩合が高いことから「山田錦」に比べて溶解性が低く、硬い米質であると思われた。一方「岩酒 855 号」は粕歩合が高いもののアルコール収得率は「山田錦」並みであり、「山田錦」に近い軟らかめの米であると考えられた。

審査員による酒質の評価を表6に示した。「岩酒 852 号」は評点の平均は3.3、「岩酒 855 号」は3.6とどちらも「山田錦」に劣った。「岩酒 852 号」は酸味や雑味、「岩酒 855 号」は味薄や雑味の指摘があり、2系統とも山田錦のような旨味を出すことができなかった。

データは示していないが、今回醸造試験を行った4系統の他に47系統について理化学分析を行い、酒造適性を評価した結果、醸造適性に優れたものが24系統あった。これら系統のなかから次年度の醸造試験系統が誕生する。「華想い」や「山田錦」が母本として用いられている系統が多く、山田錦の様な旨みのある酒造好適米が期待される。

### 4 結 言

岩手県農業研究センター水稻育種研究室が育種している4系統について醸造適性を評価した。

酒造用原料米全国統一分析において、「岩酒 854 号」「岩酒 855 号」はすべての項目で酒造適性基準値の範囲内であり、酒造適性が高いと考えられた。「岩酒 852 号」は20分吸水、「岩酒 853 号」は玄米千粒重、20分吸水で基準を満たしていなかった。また、見掛精米歩合40%精米試験結果では「岩酒 855 号」の成績が良かった。

醸造試験では、「岩酒 852 号」「岩酒 855 号」とも発酵経過に大きな問題はなかった。しかし、官能評価では「岩酒 852 号」「岩酒 855 号」とも対照の「山田錦」に劣った。

### 文 献

- 1) 高橋 亨, 櫻井 廣: 岩手県工業技術センター研究報告, 6, 81 (1999)
- 2) 荻内 謙吾, 尾形 茂, 神山 芳典: 酒造好適米新品種「吟ぎんが」の玄米品質特性, 東北農業研究, 52, 9-10(1999)
- 3) 小田中 浩哉, 扇良 明, 高橋 亨, 中野 央子, 佐藤 喬, 高橋 正樹, 照井 儀明, 神山 芳典, 櫻井 廣: 1999. 水稻新品種「吟ぎんが」の特性, 東北農業研究, 52, 7-8(1999)
- 4) 畠山 均, 菅原 浩視, 佐々木 力, 高橋 亨, 漆原 昌二, 小綿 寿志, 中西 商量, 仲條 眞介, 櫻井 廣: 酒造好適米新品種「ぎんおとめ」の育成経緯及び特性, 東北農業研究, 53, 3-4(2000)
- 5) 酒米研究会: 酒造用原料米全国統一分析法 (1996)
- 6) 注解編集委員会編: 第4回改正 国税庁所定分析法注解, 日本醸造協会 (1993)
- 7) 斉藤 博之, 谷口 肇: 醸協, 90, 387 (1995)
- 8) 斉藤 博之, 西澤 直行: 醸協, 91, 123 (1996)
- 9) 斉藤 博之, 西澤 直行: 醸協, 91, 737 (1996)

# 低グルテリン米を用いた低精白純米酒の開発\*

中山 繁喜\*\*、高橋 亨\*\*\*、櫻井 廣\*\*\*\*

低グルテリン米「岩手 79 号」を原料米に、味薄に感じない製成酒を造るため、1.麴の使用割合を増やす、2.麴米に低グルテリン米以外を用いる、3.精米歩合を昨年の 80%から 90%に上げる製造法を検討した。その結果、麴米に低グルテリン米以外を使うと昨年指摘された香りの欠点が改善され、対照より良い評価の酒を造ることができた。アミノ酸度が低い特徴は変わらなかったが、企業の方は酸味が際立つ酒質に興味を持つ人が多く、低グルテリン米は酒質の多様化に貢献できると思われた。

キーワード：低精白米、純米酒、低グルテリン米

## Sake Brewing from Low-Glutelin Rice

NAKAYAMA Shigeki, TAKAHASHI Tohru and SAKURAI Hiroshi

Sake brewing from low glutelin rice *iwatesake 79* was examined. They were made by the method of using more *koji*, of using ordinary rice for *koji*, and of using 90% polished rice. As a result, we could brew sake of evaluation better than contrast, using rice except for low-glutelin rice. However, it has not been improved by the lowness of the degree of amino acid. It seemed that there are many people who get interested in the taste of sake featured by the acidity and expect to low-glutelin rice.

key words : low polished rice, junmai-shu, low-glutelin rice

### 1 緒言

平成 17 年年度に、低グルテリン米「岩手 79 号」を原料に低精白純米酒の試験醸造を行ったところ、旨みが少なく酸味が目立つ酒質になった<sup>1)</sup>。そこで平成 18 年度は旨みの供給源である米麴を通常の 2 倍使用する方法、米麴だけは消化性タンパク質を持つ酒米で米麴を造る方法、平成 17 年度使用した精米歩合 80%白米ではなく精米歩合 90%白米を使用する方法で、製成酒の味の薄さを解消する事をねらい検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試験区

原料米に低グルテリン米の「岩手酒 79 号」を使い、精米歩合 80%、麴歩合 20%の製造法を対照（試験区 A）に、麴歩合を 40%に増やした試験区 B、麴米に酒米である精米歩合 80%の「ぎんおとめ」を用いた試験区 C、掛米と麴米とも精米歩合 90%の白米を用いた試験区 D を設定した。

試験区 B~C は製成酒のアミノ酸を増し、味が薄い酒質にならない製造法を考慮した。

#### 2-2 仕込方法

洗米は MJP 式洗米機（白垣産業(株)）を用いて 3 分間行った。水切り後、掛米は 0.05%リパーゼ（天野エンザ

表 1 試験区

試験区	麴歩合 (%)	麴米	精米歩合 (%)
A	20	岩手 79 号	80
B	40	岩手 79 号	80
C	20	ぎんおとめ	80
D	20	岩手 79 号	90

表 2 仕込配合(麴歩合 20%)

	添	留	計
米麴(kg)	1.5	—	1.5
掛米(kg)	—	5.5	5.5
水(ℓ)	3.3	5.8	9.1

使用酵母：協会 701 号

表 3 仕込配合(麴歩合 40%)

	添	留	計
米麴(kg)	2.8	—	2.8
掛米(kg)	—	4.2	4.2
水(ℓ)	3.5	5.6	9.1

イム(株)製)溶液に浸漬し、麴米は水道水に浸漬した。蒸きょうはサンキューボイラー2型((株)品川工業所製)を用い、50 分間行った。

仕込みは総米 7kg の二段仕込みとし、試験区 A、C、D は麴歩合 20% (表 2)、試験区 B は麴歩合 40% (表 3) とし

\* 「吟ぎんが」、「ぎんおとめ」ブランド支援と新ブランド開発事業

\*\* 醸造技術部 (現 食品醸造技術部)

\*\*\* 醸造技術部 (現 財団法人いわて産業振興センター)

\*\*\*\* 醸造技術部 (現 顧問)

た。原料米は岩手県農業研究センターで平成10年に交配した低グルテリン米「岩手酒79号」と県産「ぎんおとめ」を、新中野(株)製30kg張ミニ精米機で精米歩合80%もしくは90%に精米して用いた。

製麴は、床用製麴機(株)ハクヨウ製)を用い、米品種と精米歩合別に添麴と留麴をまとめて造った。仕込み温度は添仕込み16℃、留仕込み8℃、最高温度は13℃を目標にした。

### 2-3 分析および製成酒の評価

もろみと製成酒の分析は、国税庁所定分析法<sup>2)</sup>に準じた。米麴の酵素活性はα-アミラーゼ測定キット(キッコーマン(株)製)、糖化力分別定量キット(同)、酸性カルボキシペプチターゼ測定キット(同)を用いて測定した。

製成酒の官能評価は醸造技術部員5人で行い、5点評価法(1:優、2:良、3:可、4:やや難、5:難点)とし、平均値を評点とした。また、平成18年度岩手県新酒鑑評会製造技術研究会に参加したメーカー担当者に個別に聞き取り調査を行った。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 掛米の原料処理

原料処理結果を表4に示す。「岩手酒79号」と「ぎんおとめ」の精米歩合80%白米は1時間、岩手酒79号の精米歩合90%白米は2時間浸漬した。蒸米吸水率は36.9~38.4%とやや固めになった。

表4 掛米の原料処理結果

試験区	水温(℃)	浸漬時間(分)	浸漬吸水率(%)	蒸米吸水率(%)
A 対照	16	60	24.7	37.6
B 麴40%	16	60	25.6	38.4
C ぎんおとめ	16	60	25.8	38.0
D 90%精米	16	120	26.2	36.9

### 3-2 製麴

製麴時間は52時間、最高温度40~42℃で14時間保持した。出麴の性状は3区分とも破精廻りが良く、「ぎんおとめ」は柔らかめで麴の成長が早く見えた。

酵素活性を表4に示す。「岩手酒79号」の麴2種はα-アミラーゼが標準力価<sup>3)</sup>に近く、グルコアミラーゼが低くて酸性カルボキシペプチターゼが標準力価の約2倍と高かった。「ぎんおとめ」麴は標準力価に近かった。

### 3-3 もろみ経過

図1にもろみ品温経過を示す。温度経過は4試験区ともほぼ同様であった。しかし、ボーマの減少度が異なり試験区Bは14日目、試験区Cは15日目、試験区Aは19

表4 麴の酵素力価

米品種(精米歩合)	α-アミラーゼ(u/g)	グルコアミラーゼ(u/g)	ACP*1(u/g)	水分(%)
岩手酒79号(80%)*2	943	142	9,284	20.6
ぎんおとめ(80%)*3	1,184	200	5,991	22.4
岩手酒79号(90%)*4	1,048	132	9,900	18.8

注) \*1 ACP:酸性カルボキシペプチターゼ

\*2 試験区A対照と試験区B麴歩合40%に使用

\*3 試験区Cぎんおとめ麴に使用

\*4 試験区D90%精米に使用

日目、試験区Dは20日目に上槽した。試験区B、Cは品温を早く下げもろみ期間を延ばすべきであった。

平成17年度懸念された発酵中の硫化臭は、試験区B、Cでは発生せず、試験区A、Dは上槽前に消失した。昨年より麴の破精廻りをよくした効果と考えられた。

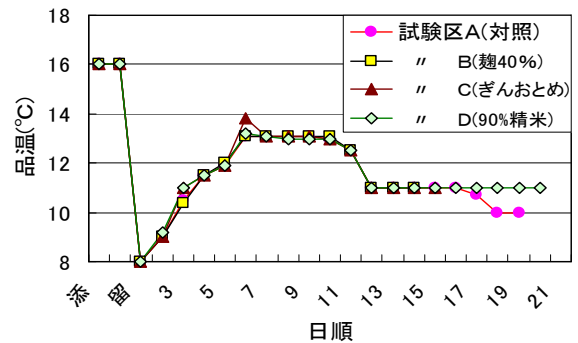


図1 もろみ品温経過

### 3-4 製成酒の成分および製成実績

表6に製造実績および製成酒成分を示す。麴歩合40%の試験区Bは、粕歩合が低く純アルコール取得量が高く古川ら<sup>4)</sup>の報告どおり米の溶解効果が認められた。もろみ期間を一般的な20日程度に伸ばすようにもろみ管理すれば、米が溶けて日本酒度が目標の±0付近になったと思われる。しかし、麴量を増やしても製成酒のアミノ酸度は対照より低かった。

麴米のみ「ぎんおとめ」を使った試験区Cも米の溶解効果が認められた。しかし、試験区Bと同様にもろみ期間を延ばすような管理が必要であり、製成酒のアミノ酸度を高める効果はなかった。

精米歩合90%に高めた試験区Dはアルコール取得量が少なく、製成酒のアミノ酸度は対照より低かった。

### 3-4 製成酒の評価

製成酒の官能評価結果を表4に示す。全般的に旨みが少なく酸味が目立つ酒質であったが、試験区Cは、「ぎんおとめ」の旨みが感じられ評価が最も良かった。試験区Dは精米歩合90%白米を使用したため糠臭が感じられたが評価は試験区Cに次いで良かった。試験区Bは麴の風味が強く現れ対照より評価が悪かった。

表6 清酒製造実績及び製成酒成分

試験区	A	B	C	D
もろみ日数 (日)	19	14	15	20
製成数量 (ℓ)	7.9	9.4	8.9	8.9
純アルコール取得量 (ℓ / t)	163	234	209	184
粕歩合 (%)	68.5	50.0	58.8	55.7
アルコール濃度 (%)	14.4	17.4	16.4	14.5
酸度 (mℓ)	2.4	2.7	2.4	2.5
アミノ酸度 (mℓ)	0.8	0.7	0.6	0.5
日本酒度	-1	+5	+5	-2

企業の方は、酸味の強さに驚き敬遠する人もいたが、後に残らない酸味に興味を持つ人の方が多かった。低グルテリン米は、雑味が出にくいので酸味等がきれいに映えるので、一般米と併用し酒質の多様化を図る材料として使用するのが得策と考えられる。

表7 製成酒の評価

試験区	評価値	コメント
A	3.2	すっきり、旨味少ない、酸味浮く、香りクセ
B	3.4	麴臭、酢エチ臭、老香味、色多い
C	2.4	この中では無難、味細い
D	3.0	酸味、後味が渋い、糠臭

#### 4 結 言

県が品種登録を進めている低グルテリン米岩手酒 79号を用いた純米酒の試験醸造を行った。精米歩合 80% 白米を原料に麴歩合 20%の製造法を対照に、1) 麴歩合を増やす、2) 麴米に低グルテリン米以外を使う、3) 精米歩合を 80%から 90%に上げる方法で、味の濃さを求めることを検討した。試験醸造の結果、どの方法も製成酒のアミノ酸度を高められず、狙いどおりの酒質にはならなかったが、麴米に「ぎんおとめ」を使うとアルコール取得量が増え、特有のクセ香が解消され酒質評価が上がるのが分かった。低グルテリン米は、酸味が多いが雑味が無くすっきりした酒質になるので酸味酒等特徴ある酒造りに活用できると考えられる。

#### 文 献

- 1) 中山 繁喜, 畑山 誠, 高橋 亨: 岩手県工業技術センター研究報告, 13, 49 (2006)
- 2) 注解編集委員会: 第4回改訂 国税庁所定分析法注解, 日本醸造協会, 7 (1993)
- 3) 佐藤 信, 川嶋 宏, 梅田 紀彦, 斎藤 富男, 蓼沼 誠, 古市 明紀: 増補改訂酒造講本, 日本醸造協会, 101 (1996)
- 4) 古川幸子, 水間智哉, 清川良文, 飯田修一, 松下景, 前田英郎, 春原嘉弘, 若井芳則: 日本生物工学会, 3, 84 (2004)

# 篩い下米の米粉を用いた冷麺の検討\*

武山 進一\*\*、遠山 良\*\*

篩い下米は炊いた場合に“粘りが少なく”、“ぱさつく”等の特徴がある。このデンプンの特徴に着目し、品質特性調査を行うとともに、篩い下米の新用途開発の一環として、篩い下米の米粉を盛岡冷麺に配合することを検討した。篩い下米の米粉を30%配合した場合、押出法ではソフトな食感の麺を、蒸練法では本来の冷麺に近い食感の冷麺が試作出来た。

キーワード：篩い下米、冷麺

## Application of Furuishita-mai Rice Powder for “Reimen” Production

TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo

Cooked Furuishita-mai has the characteristics of a little glutinous and crumbling. We took notice of these properties of rice starch, and investigated the properties of several kinds of rice powder, and examined Furuishita-mai rice powder to apply to ingredient of Reimen as a part of new usages development. As a result, we made 2 kinds of Reimen both of these mixed 30% Furuishita-mai rice powder for trial purpose, the one made by extrusion method had soft texture and the other made by kneading with steam blowing method had nearly normal Reimen's texture.

**key words** : Furuishita-mai (non-standard rice), Reimen (Korean noodle)

### 1 緒 言

篩い下米と称される一定基準の大きさに満たない米は、価値の低い米として扱われ、その発生量は平年作時で収穫量の約6%もあり（H16年度岩手県産）、冷害年にはその割合が増加する。H15年の大冷害を受けて計画された冷害対策事業（H16-H18）の取り組みとして、この篩い下米の新用途開発を行うこととなった。篩い下米はタンパク量が多いという特徴があり、機能性成分GABAを含む遊離アミノ酸量も多いと考え、発芽玄米用途への利用を検討し、報告している<sup>1-2)</sup>。

篩い下米は、炊いた場合には“粘りが少なく”、“ぱさついた”食味になることが知られており、麺に米粉を入れて利用しようとするような場合には、篩い下米は配合し易いと考えた。このように、篩下米のデンプンの特徴に着目し、価格的にも安価な麺が作ることが出来れば、

篩い下米の新たな用途開発に繋がると期待された。

麺に関しては、麺の物性としてその独特の強い弾力が特徴とされている盛岡冷麺が他の麺に較べ米粉配合割合の許容範囲が広いと考えられた。そこで、篩い下米の米粉の盛岡冷麺への配合用途を検討することにした。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

H15年及びH17年に岩手県花巻地区で収穫されたひとめぼれ、あきたこまちを試料とし、粒厚の異なる3規格の玄米を供試した。粒厚1.9mm以上の玄米を篩い上、この粒厚に満たない篩い下玄米のうち、粒厚1.9~1.8mmを篩い下1、粒厚1.8mm未満を篩い下2と、標記する（表1）。H15年産に関しては、脱酸素剤入りの長期保存用の袋に入れ冷蔵保管していたものを用い、使用にあたり品質の低下がないことを予め確認した。

\*平成18年度先端技術を活用した農林水産研究高度化事業研究

\*\*食品技術部（現 食品醸造技術部）

表1 粒厚区分

粒厚	粒厚区分
1.9mm以上	篩い上
1.9-1.8mm	篩い下1
1.8mm未満	篩い下2

官能評価のための米粉入り麺の試作には、市販規格外米である“中米(上)”(㈱北日本製袋製、粒厚1.85-1.75mm)を試験区に加えた。“中米(上)”は、篩い下米から良質な部分を選別し更に乳白粒等を除いたもので、米の品種表示は行われてない。ただし、今回入手した“中米(上)”の品種は、ひとめぼれであることを確認している。

冷麺の原料粉については、馬鈴薯デンプン(南十勝農工連澱粉工場製、南十勝)、小麦粉(㈱府金製粉製、オリンピック1号)、重炭酸ナトリウム(㈱旭硝子製)および食塩を用いた。

## 2-2 処理条件

### 2-2-1 精米および製粉処理

精米は、家庭用精米機(BR-EA35HH、㈱象印)を用い精米率約90%の白米に調整した。

製粉は、高速度粉砕機(HS-10、㈱名濃)を用いて行った。米粉の粒度は約80メッシュに調整した(スクリーン0.3使用時の基準メッシュ)。

## 2-3 冷麺試作

### 2-3-1 配合

デンプン60%、小麦粉40%、加水50%(対粉)、重曹1%(対粉)、食塩2%(対粉)を基本配合とし、押出法で製麺したものを対照品とした。米粉入り冷麺は、デンプンと小麦粉の配合比率を6:4に保ちながら、原料粉中の米粉配合割合を30%に設定し、押出法および蒸練法で製麺した。

### 2-3-2 押出法による製麺

原料粉1kgに重曹と食塩を溶かした熱水を加えてミキシング(2.5分前後)し、出来上がった麺生地を油圧式押出型冷麺機(三上製麺機製)で製麺した。ミキシングは、多用途対応ミキサー(マイティ25、㈱愛工舎製作所)を用い、中速(180rpm)で1分間、低速(118rpm)で1~2分間(生地の状態により適宜調整)を行った。

麺生地のミキシング方法の検討として、米粉を半分に分け、一方をデンプンと小麦粉に混合しミキシングを開始し、30後に残りの米粉を少しずつ混合することを行った。このミキシング方法は、生地に米粉を生粉の状態ですり込むことから、生粉すり込み方式と称した。

### 2-3-3 蒸練法による製麺

原料粉3kgに食塩水(対粉2%)1.5kgを加え2分間ミキシングし、蒸練機で13分間蒸練。糊化した生地を熱い状態のまま製麺機で圧延(ロール間隙1.2mm)し麺帯とし、広げた状態で放冷。その後、麺棒に巻き取りポリ袋で包

み約1時間放置。放置後、製麺機で製麺(切刃角12番)した。

蒸練は小型蒸練機(団子郎・型式BKS型、㈱品川工業所)を、製麺はフッ素樹脂コーティング処理を施した大竹式製麺機(150mm試験機、㈱大竹製麺機)を用いた。

## 2-4 測定条件

### 2-4-1 アミロース量測定

簡易ヨード比色法を測定原理とした、オートアナライザー(Auto Analyzer 3、ビーエルテック㈱)による測定。検量線はアミロース含量既知の標準米試料で作成した。

### 2-4-2 アミログラフ測定

ブラベンダービスコグラフ(VS/PT100)で測定した。米粉40g(乾物)に加水して450gに調整後、30℃→1.5℃/分昇温→93℃(10分)→1.5℃/分冷却→30℃(6分)の測定条件で行った。

### 2-4-3 官能試験

官能試験は、評価項目を外観、香り、味、かたさ、粘弾性についての好き嫌い、かたさ、粘弾性についての強弱、及び総合評価の8項目とし、対照品(3点)を基準とする7段階(0~6点)評価で実施した。パネラーはセンター職員19名とした。

### 2-4-4 物性測定

(有)タケトモ電機製テンシプレッサー My Boy Systemを用いて、麺のかたさを1バイト法で測定(巾1mm×長さ20mmプレート型プランジャー使用)した。測定用の冷麺試料の調整については、遠山ら<sup>3)</sup>の方法に従った。テンシプレッサーでの測定条件を表2に示す。

表2 1バイト法での測定条件

Distance	15mm	Bite speed(mm/sec)	2
Clearance	0.05mm	Loadcell	10 kg
Thickness1	4mm	Plunger area (cm <sup>2</sup> )	1.000
Thickness2	7mm	Selector	99
Repeat time	1	Mode check	2
Static time	0 sec	Deformation	95%

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 篩い下米の米粉に関する試験

#### 3-1-1 米粉の品質特性調査

篩い下米を米粉に調整し麺に配合する場合、米粉中のデンプンの特性が重要と考え、作柄による違いを調べた。H15年産(冷害年次)及びH17年産(平年作年次)の篩い下米の米粉のデンプンの品質特性として、アミロース量、アミログラムの測定結果を表3に示す。アミログラムでの糊化開始温度とアミロース量は作柄の影響を受ける<sup>4)</sup>ことが知られている。篩い下1についてのアミロース量と糊化開始温度の測定結果を図1に示す。H15年産(冷害年)とH17年産(平年作)の糊化開始温度比較では、両品種ともH15年産の方が高値であったが、アミロース



量に関しては、ひとめぼれではH15年産の方が高値であったものの、あきたこまちでは両年に差はみられなかった。このように、アミロース量と糊化開始温度の間には明確な比例関係は認められなかった。

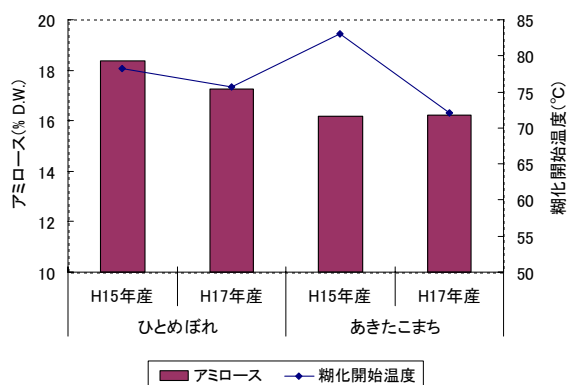


図1 篩い下1の、年度、品種別アミロース含量と糊化開始温度

H17年産についての粒厚別のアミロース量と糊化開始温度の測定結果を図2に示す。

結果より、篩い下米は篩い上米よりもアミロース量が低い傾向に、糊化開始温度は高い傾向にあったものの、粒厚と糊化開始温度、粒厚とアミロース量の間には、比例的な関係は認められなかった。

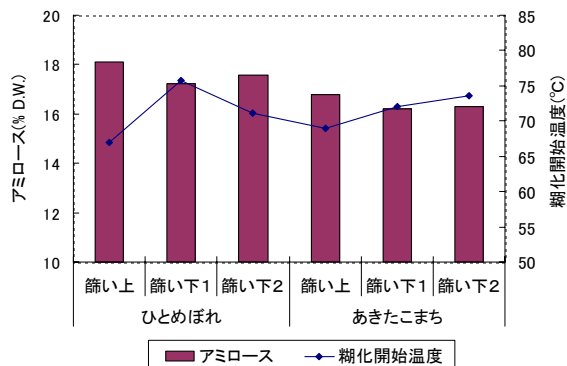


図2 品種および粒厚別アミロース含量と糊化開始温度

### 3-2 米粉入り冷麺の検討

#### 3-2-1 押出法による製麺

篩い下米の米粉および篩い上米の米粉(対照品)を30%配合させて押出法で製麺を行った冷麺の物性測定結果を図3に示す。米粉を配合することで冷麺の物性は低下する傾向とあった。配合割合を多くしたり、米の粒厚が大きい程その傾向が高くなり、軟らかくなり過ぎて麺線のつながりが不良になる場合もあった。その原因として麺生地へのミキシングが強すぎることを確認し、検討の結果、適切なミキシング加減をつかんだ。この様にしてミキシング加減を調整したところ、米粉を30%配合した場合でも、軟らかめながら製麺することが出来た。

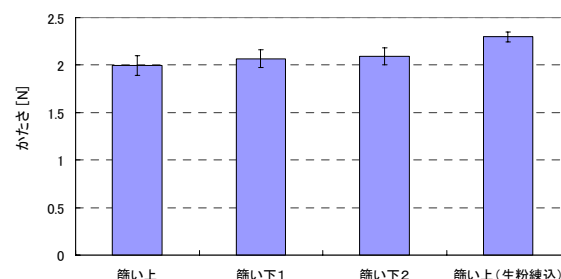


図3 30%米粉入り冷麺のかたさ(押出法)

米の粒厚と麺の物性(かたさ)との関連については、麺生地へのミキシング加減を調整することで粒厚による麺の物性の差を解消することが出来た。また、米粉をミキシング時に添加する方法(生粉練込)を検討したところ、麺の物性が向上した。この場合、篩い上米で効果が高く、かたさは約15%増加した。

食味に関しては、篩い下米を配合した麺の食味は、渋味やえぐ味が強く感じられるものであったことから、無選別状態での篩い下米の利用を断念し、市販の規格外米である“中米(上)”を用いることにした。“中米(上)”の米粉30%配合冷麺を押出法で試作したところ、通常の冷麺と比べてソフトな食感の麺(約62%のかたさ)となり、「冷麺らしさに欠ける」が「ご飯の味がして美味しい」との評価を得た。

表3 米粉のアミロース量、アミログラム測定結果

年度	品種	粒厚区分	粒厚	精米割合 (%)	アミロース (% DW)	糊化温度 (°C)	最高粘度 (BU)	Breakdown (BU)	Setback (BU)
H17	ひとめぼれ	篩い上	1.9mm上	93	18.1	66.9	586	200	467
		篩い下1	1.8-1.9mm	91	17.2	75.7	482	157	467
		篩い下2	1.8mm以下	78	17.6	71.2	498	175	457
H17	あきたこまち	篩い上	1.9mm上	92	16.8	68.9	596	200	496
		篩い下1	1.8-1.9mm	90	16.2	72.1	545	172	491
		篩い下2	1.8mm以下	85	16.3	73.6	509	163	523
H17	中米(上)	1.75-1.85mm	93	16.1	77.5	421	118	419	
		1.75-1.85mm	92	16.3	79.2	425	121	423	
H15	ひとめぼれ	篩い下1	1.8-1.9mm	93	18.4	78.3	406	92	444
		篩い下2	1.8mm以下	85	18.9	81.6	398	95	450
		あきたこまち	篩い下1	1.8-1.9mm	93	16.2	83.0	362	66
篩い下2	1.8mm以下		88	16.9	81.1	368	68	417	

### 3-2-2 蒸練法による製麺

蒸練法による製麺の検討として、原料生地を蒸練機でアルファ化(写真1)後、ロール式製麺機で圧延、冷却(老化)、切り出し製麺し、“中米(上)”米粉を30%配合した冷麺を試作した。“中米(上)”米粉を30%配合し蒸練法及び押出法で製麺した冷麺と、対照としての米粉を配合しない通常の冷麺の物性測定結果を図4に示す。

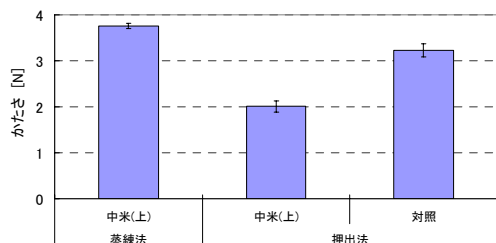


図4 蒸練法と押出法のかたさ比較

蒸練法による冷麺は、対照との比較では、麺の物性では“かたさ”が約16%高くなった。切り出し製麺時に麺線の太さ変えることで(切刃角12番)、冷麺の特徴である“かたく”て“弾力のある”麺に調整することが可能となり、本来の冷麺に近い食感の麺にすることが出来た。

食味に関しては、押出法による通常の冷麺を対照品として、ひとめぼれ篩い上米粉30%配合および“中米(上)”米粉30%配合の冷麺を官能評価した。評価は、対照品を3点とする0-6点評価で高値ほど“好き”もしくは“強い”側とするもので、その結果を図5に示す。“中米(上)”は“味”(2.7点)、“総合評価”(2.4点)となり、ほぼ満足出来る結果であった。“篩い上”との比較では、“味”の評価が下回っていたものの、他の評価項目では有為差がなかった(危険率5%)。

試食後の感想としては「麺にご飯の味がして美味しい」、「冷麺の独特の食感に味わいが加わって良い」等の評価が得られており、篩い下米の米粉30%配合冷麺は新しい麺製品として有望と考えられた。



写真1 麺生地の蒸練工程

(左：蒸練処理中、右：蒸練後の糊化した生地)

### 4 結 言

篩い下米は炊いた場合に“粘りが少なく”、“ぱさつく”等の特徴がある。このデンプンの特徴に着目し、品質特性調査を行うとともに、篩い下米の新用途開発の一環として、篩い下米の米粉を盛岡冷麺に配合することを検討した。その結果、次に示すことがわかった。

- (1) H15年産(冷害被害米)及び17年産の篩い下米について、デンプンの品質特性を調査した。粒厚と糊化開始温度、粒厚とアミロース量の間には、比例的な関係は認められなかった。
- (2) 篩い下米の米粉の冷麺への用途開発では、米粉入り冷麺(30%配合)への利用を検討した。押出法ではソフトな食感の麺を、蒸練法では本来の冷麺に近い食感の麺が試作出来た。

本研究は、平成18年度先端技術を活用した農林水産研究高度化事業研究「やませ気象下の水稻生育・被害予測モデルと冷害回避技術の開発」の一課題として行われた。

本研究を進めるにあたり、アミロース含量測定に協力して頂いた岩手県農業研究センター農産部水稻育種研究室の阿部陽専門研究員、中野央子主任専門研究員に感謝致します。

### 文 献

- 1) 武山進一, 遠山良, 齊藤博之: 岩手工技セ研報, 13, 21(2006)
- 2) 武山進一, 遠山良, 齊藤博之: 日調科誌, 40, 99(2007)
- 3) 遠山良, 種谷真一: 食科工, 46, 155(1999)
- 4) 石谷孝佑, 大坪研一編: 米の科学, p. 51, p. 88-92, 朝倉書店(1995)

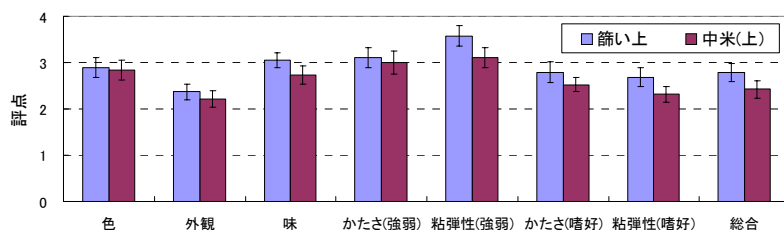


図5 蒸練法による米粉入り冷麺の官能試験結果(n=19)

7点評価法で調査。「普通」(0点)を基準とし、高い値ほど「好き」、もしくは「強い」側評価。

## 篩い下米を用いた発芽玄米の検討

### Application of Non-standard Furuishita-mai for Germinated Rice Production

武山進一\*<sup>§</sup> 遠山 良\* 齊藤博之\*  
Shinichi Takeyama Ryo Toyama Hiroyuki Saito

Feasibility was examined of using Furuishita-mai (non-standard rice with a grain thickness of less than 1.9 mm) for the germinated rice production. We investigated two kinds of Furuishita-mai that had been harvested as normal crops in 2004 in respect of their quality, compositional characteristics, and amount of  $\gamma$ -amino-butyric acids (GABA) during germination, and evaluated trial products with these germinated rice samples at the 1-kg scale. The germinated rice made in the trial with normal grains of Furuishita-mai having a grain thickness of 1.8-1.9 mm had 13 mg/100 g (dry weight) of GABA. This amount was equal to the GABA content of the control samples with a grain thickness of more than 1.9 mm, and a sensory test on this Furuishita-mai sample gave an intermediate score. The sensory test score for Chuu-mai, which is non-standard rice on the open market, was lower than that for the normal 1.8-1.9-mm grains of Furuishita-mai, but it is considered that Chuu-mai would be desirable for producing germinated rice in consideration of its cost.

キーワード：篩い下米 Furuishita-mai；発芽玄米 the germinated rice； $\gamma$ -アミノ酪酸  $\gamma$ -amino-butyric acid

#### 緒 言

玄米は収穫後に篩選別（東北地方では通常、篩目幅 1.9 mm もしくは 1.85 mm）され、その篩い上が飯米用として出荷される。篩い下の米は、更に目幅の細かい篩により粒厚別に調整され、“篩い下米”もしくは単に“篩い下”と称され、粒厚が小さくなるほど価値の低い米として扱われている。篩い下米の量は、平年作の場合収穫量の約 6% に達し（H 16 年度、岩手県産、粒厚 1.7~1.9 mm が占める重量割合<sup>1)</sup>、発生量が多い豊作年には価格は大きく下落するとされている。この篩い下米について、有効な活用法や新しい用途を見出すことは生産者側の長年の課題となっている。

一方、発芽玄米<sup>2-3)</sup>は通常玄米の約 4 倍の価格で販売されている高付加価値商品といえる。価格の安い篩い下米が原料として利用出来れば、発芽玄米の低価格化が期待される。この様な、篩い下米の新用途開発がその付加価値向上につながると考えられた。

我々は前報<sup>4)</sup>で、H 15 年の冷害被害を受けた篩い下米について発芽時の GABA を中心としたアミノ酸量について測定し、それらアミノ酸が篩い上での場合とほぼ同様に産生されることを確認した。翌 H 16 年度は水稻の作柄が平年作（岩手県の作況指数 102）<sup>1)</sup>であったことから、H 16 年度産の篩い下米を“平年作時の篩い下米”と位置づけ、平年作時の篩い下米による発芽玄米の試験を行った。具体的には、平年作時の篩い下米の成分的特徴と発芽時の

GABA 量を調査し、さらに kg オーダーで発芽玄米を試作、炊飯したものについて官能試験と物性測定による評価を行った。

#### 実験方法

##### 1. 試料

H 16 年に岩手県花巻地区で収穫されたひとめぼれ、あきたこまちを試料とし、粒厚の異なる 3 規格の玄米を試した。粒厚 1.9 mm 以上の玄米を篩い上、この粒厚に満たない篩い下玄米のうち、粒厚 1.9~1.8 mm を篩い下 1、粒厚 1.8 mm 未満を篩い下 2 と、表記する。

官能評価のための 1 kg スケールでの発芽玄米試作には、市販規格外米である“中米”（㈱北日本製袋製、粒厚 1.85~1.75 mm）を試験区に加えた。“中米”は、篩い下米から良質な部分を選別したもので、米の品種表示は行われていない。ただし、今回入手した“中米”の品種は、ひとめぼれであることを確認している。

##### 2. 処理条件

###### 1) 風力選別処理

篩い下玄米中の稲麴病粒除去のため、国光社製風力選別機 EF-30 を用いて選別した。

###### 2) 色彩選別による選別処理

篩い下玄米について玄米粒の色調の違いによる成分特性を調査するため、品質判定機 RS-2000（静岡精機製）を用いて篩い下玄米の選別処理を行った。同機種による品質判定区分名 = 良質粒、未熟粒、被害粒、死米、着色粒、胴割粒、の 6 種に選別すると共に、それぞれの割合（粒数比）を求めた。

###### 3) 発芽玄米試作

玄米 1 kg を、次亜塩素酸 Na<sup>5)</sup> 600 倍希釈溶液に 30 分浸

\* 岩手県工業技術センター  
(Iwate Industrial Research Institute)

<sup>§</sup> 連絡先 地方独立行政法人 岩手県工業技術センター 食品技術部  
〒020-0852 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2  
TEL 019(635)1115 FAX 019(635)0311

漬し殺菌処理後、水道水 2L (32℃) を加え、32℃ 恒温槽で 24 時間(途中 1 回水交換)浸漬することで発芽玄米とし、水洗～水切り後に(株)メイワパックス製 R6 (160×250 mm 三方袋) フィルムに約 120 g ずつ入れ真空包装し、レトルト殺菌処理 (121℃, 5 分間) を行った。

4) 炊飯条件

試作品は、マイコン炊飯ジャー (JAG-A 100, タイガー魔法瓶) で、240 g (2 合) ずつ炊飯した。加水量は、各試験区毎に試し炊きし、篩い上=2.0 倍、篩い下 1 及び 2 の良質粒=1.9 倍、中米=1.8 倍 (いずれも重量比) とした。

3. 測定条件

1) 一般成分分析

水分は常圧乾燥法 (135℃, 2 時間)、タンパク含量はケルテック分解装置 (2020 型, TECATOR) 及びケルテック自動蒸留装置 (1035 型, TECATOR) による測定、灰分は 550℃ 直接灰化法による測定を行った。

2) 発芽率測定

篩い下玄米の発芽する能力の有無を調べるため、発芽率を測定した。シャーレ 3 枚にろ紙を敷き、ろ紙が浸る程度に蒸留水を加え、篩い下玄米各 100 粒ずつを入れ置床した。32℃ で 20 時間後に発芽数を計測し、発芽率を求めた。僅かでも芽が出ていれば発芽とし、判断がつかかねる場合には更に継続し芽が脹らんだものを発芽数に加えた。

3) GABA 量測定

玄米及び発芽のための浸漬 6, 12, 24, 36 時間毎の玄米中の GABA を測定した。大久<sup>6)</sup>らの試験法に準じ、0.1 N-HCL で抽出後、全自動高速アミノ酸分析機 (JLC-300, 日本電子) にて測定した。

4) 官能試験

官能試験は、評価項目を外観、香り、味、かたさ、粘りについての好き嫌い、及び総合評価の 6 項目とし、好き (+

3) ~嫌い (-3) の 7 点尺度法で実施した。パネラーはセンター職員 22 名とした。

実験結果および考察

1. 篩い下米に関する試験

1) 成分及び千粒重

ひとめぼれ、あきたこまちの収穫年、粒厚毎のタンパク質含量、灰分、千粒重、碎米率、容積重を表 1 に示す。

ひとめぼれ、あきたこまち共に粒厚が小さくなるほどタンパク質含量、灰分、碎米率が高く、千粒重、容積重が低くなった。品質は篩い上と篩い下 1 の間に差がみられ、タンパク質含量で約 1%, 千粒重で 4~5 g とその差は顕著であった。品種による違いについては、あきたこまちの方がひとめぼれよりも、タンパク質含量で 0.5~0.6%, また灰分も 0.05~0.06% 高かった。

前報<sup>4)</sup>では冷害年である H 15 年産の篩い下米の分析を行っており、その結果との比較では、H 16 年産がタンパク質含量と灰分量は低く、千粒重と容積重が高かった。兩年の作柄による分析値の差は、粒厚が大きいものほど広がる傾向にあり、ひとめぼれのタンパク質含量を一例にあげれば、H 15 年産のタンパク質含量は篩い上で 7.73%, 篩い下 1 で 8.50%, 篩い下 2 で 8.36% であったので<sup>4)</sup>、H 16 年産との差はそれぞれ、0.65%, 0.41%, 0.23% であった。

2) 篩い下米の品質

篩い下米はその品質程度に応じて、色調の異なる玄米粒で構成されていることが特徴である。篩い下米の品質を把握するため、色彩選別方法による品質判定機を用い品質判定区分割合 (粒数%) を求めた結果を表 2 に、また、そのタンパク質含量、灰分量を表 3 に示す。

ひとめぼれ、あきたこまち共に篩い下 1 では、良質粒の

表 1. 品種及び粒厚毎の測定結果

品種	粒厚区分	タンパク質 (%)	灰分 (%)	千粒重 (g)	碎米率 (%)	容積重 (g/L)
ひとめぼれ	篩い上	7.08	1.31	22.9	0.13	873
	篩い下 1	8.09	1.45	17.3	1.36	843
	篩い下 2	8.59	1.63	14.1	12.32	784
あきたこまち	篩い上	7.67	1.42	21.5	0.13	873
	篩い下 1	8.63	1.57	17.2	0.15	847
	篩い下 2	9.09	1.77	13.8	2.09	812

タンパク質、灰分は乾物換算値、千粒重は水分 13.8% 換算値。

表 2. 品質判定区分割合 (粒数%)

品種	粒厚区分	良質粒	未熟粒	被害粒	死米	着色粒	胴割粒
ひとめぼれ	篩い下 1	43.4	36.8	12.0	6.0	0.7	1.2
	篩い下 2	17.5	44.0	10.7	25.4	2.1	0.3
あきたこまち	篩い下 1	58.1	30.5	8.1	2.0	0.4	0.9
	篩い下 2	24.3	51.3	10.1	12.1	2.0	0.2

篩い下米を用いた発芽玄米の検討

表3. 品質判定区分毎のタンパク質, 灰分

品種	粒厚区分	品質判定区分	タンパク質 (%)	灰分 (%)
ひとめぼれ	篩い下1	良質粒	7.98	1.45
		未熟粒	8.39	1.52
		被害粒	7.84	1.46
		死米	7.45	1.47
	篩い下2	良質粒	8.54	1.57
		未熟粒	8.74	1.60
		被害粒	8.23	1.54
		死米	8.26	1.70
あきたこまち	篩い下1	良質粒	8.36	1.51
		未熟粒	8.94	1.56
		被害粒	8.27	1.57
		死米	8.16	1.62
	篩い下2	良質粒	9.03	1.63
		未熟粒	9.37	1.73
		被害粒	8.64	1.63
		死米	8.99	1.83

タンパク質, 灰分は乾物換算値。

割合が一番大きく、次に未熟粒、被害粒の順であった。しかし、篩い下2では未熟粒と死米の占める割合が大きくなり、ひとめぼれでは未熟粒が約4割を、あきたこまちでは未熟粒が約5割を占め、続いて死米もしくは良質粒、被害粒の順となった。

冷害年であるH15年産の結果<sup>4)</sup>と比較すれば、平年産であるH16年産の方が、(1)良質粒の割合が少ない、(2)未熟粒が被害粒に対して多い、という傾向であった。

品質判定区分別の測定結果から、未熟粒のタンパク質含量、灰分量は良質粒や被害粒の値よりも高かった。タンパク質含量は、冷害年であるH15年産の場合、被害粒で多く、つぎに良質粒、未熟粒、死米の順であった<sup>4)</sup>のに対し、H16年産では、未熟粒、良質粒、被害粒、死米の順となり、未熟粒のタンパク質含量がH15年産よりもかなり高かった。

## 2. GABA産生に関する試験

### 1) 篩い下米の発芽率

ひとめぼれ、あきたこまちの篩い上、篩い下1、及び篩い下2の発芽率測定結果を表4に、篩い下1の品質判定区分別発芽率測定結果を表5に示す。発芽率は、篩い下米でも90%以上の高い発芽率を示していた。品質判定機による選別区分毎の比較では、発芽率は良質粒と被害粒が同程度に高く、未熟粒、死米の順に低下した。

### 2) 篩い下米のGABA量

ひとめぼれ、あきたこまちの玄米中のGABA量を表6に、その篩い下1の品質判定区分別GABA量を表7に示した。粒厚が小さい程GABA量が多く、篩い下2は篩い上の2倍以上のGABA量であった。前報<sup>4)</sup>では冷害年次としてH15年産玄米中のGABA量を報告しているが、平

表4. 発芽率(粒数%)

	篩い上	篩い下1	篩い下2
ひとめぼれ	99	94	92
あきたこまち	97	96	92

表5. 篩い下1・品質判定区分別発芽率(粒数%)

	良質粒	未熟粒	被害粒	死米
ひとめぼれ	95	95	98	93
あきたこまち	98	93	96	91

表6. 玄米中のGABA量(mg% D.W.)

	ひとめぼれ	あきたこまち
篩い上	5.3	5.5
篩い下1	8.3	7.1
篩い下2	13.2	11.1

表7. 篩い下1・品質判定区分別GABA量(mg% D.W.)

	ひとめぼれ	あきたこまち
良質粒	8.5	7.2
未熟粒	13.6	12.4
被害粒	6.4	5.8
死米	13.2	9.9

年産であるH16年産のGABA量は、篩い下1で冷害年の1.5~1.9倍、篩い下2で1.8倍多い含有量であった。

品質判定区分別でのGABA量は、未熟粒が一番多く、続いて死米、良質粒、被害粒の順であった。H15年産の場合、死米のGABA量が未熟粒のGABA量よりも多い傾向にあり<sup>4)</sup>、また各品質判定区分ともGABA量はH16年産よりも少ない傾向であった。

### 3) 発芽処理によるGABA産生

32℃の水浸漬により玄米を発芽処理した場合のGABA量を図1に示した。発芽処理12~18時間後までは、篩い下の方が篩い上よりもGABA量が高いが、18~24時間後に同程度のGABA量(14~15mg% D.W.)になった。24~36時間後では篩い下1と篩い上のGABA量は僅かに減少したが、篩い下2のGABA量は2試験区間で異なった動きを示した。前報<sup>4)</sup>では冷害年次(H15年産)の玄米の発芽処理におけるGABA量を測定しているが、H16年産米の篩い下米の方が全般的にGABA量は多く推移し、また12時間後以降でのGABA量の減少傾向も小さかった。

### 4) 品質判定区分別GABA産生

篩い下1について、品質判定機による品質判定区分毎に発芽処理を行いGABA量を測定した結果を図2に示した。未熟粒は初期段階(12~18時間後)で良質粒や被害粒よりもGABAが多い傾向にあったが、その後は同程度か僅かに下回る量となった。

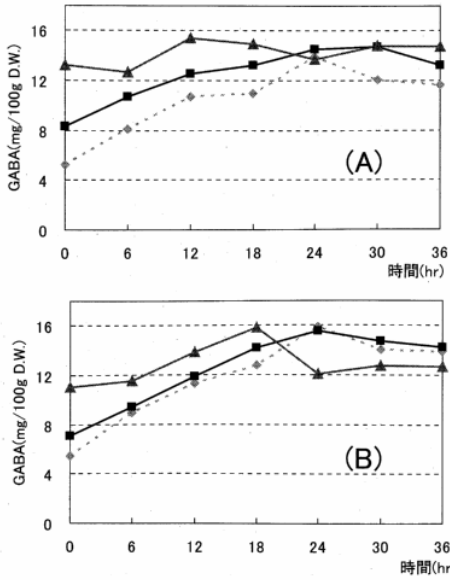


図1. H16年産玄米の発芽処理によるGABA量変化  
 (A) ひとめぼれ; (B) あきたこまち  
 ◆ 篩い上 ■ 篩い下1 ▲ 篩い下2

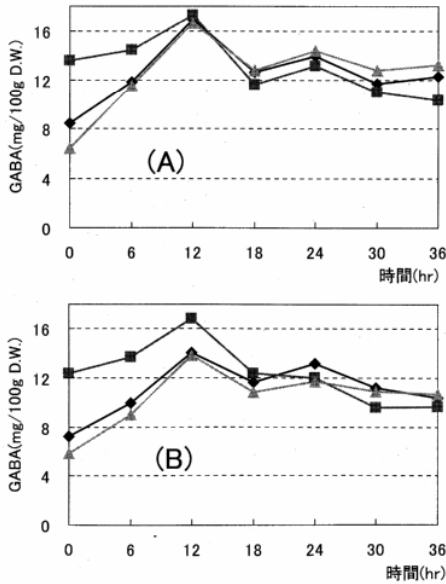


図2. 篩い下1の品質判定区分別GABA量変化  
 (A) ひとめぼれ; (B) あきたこまち  
 ◆ 良質粒 ■ 未熟粒 ▲ 被害粒

また、前記した篩い下2での発芽処理によるGABA量の増減傾向は、未熟粒の発芽によるGABA量の推移と似ていた。これは篩い下米の中の未熟粒の割合(粒数)が高いことによると解釈された。

### 3. 篩い下米による発芽玄米の試作

#### 1) 発芽玄米試作

篩い下による発芽玄米の官能及び物性評価を行うためにひとめぼれの篩い上、同篩い下1・良質粒、同篩い下2・

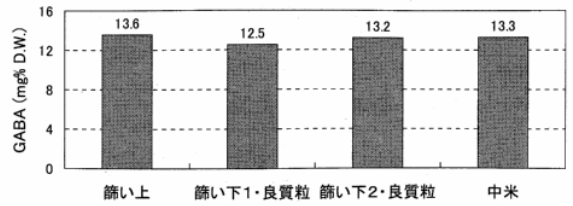


図3. 発芽玄米試作品のGABA量

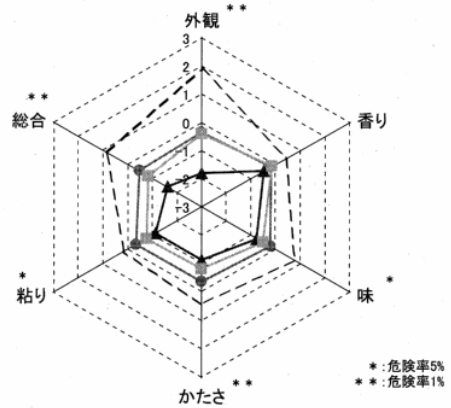


図4. ひとめぼれ発芽玄米の官能試験結果 (n=22)

--- 篩い上 ● 篩い下1・良質粒 ▲ 篩い下2・良質粒 ■ 中米  
 7点尺度法で調査。「普通」(0点)を基準とし、高い値ほど「好き」側評価。  
 \* : 危険率5%  
 \*\* : 危険率1%

質粒、および市販規格外米である“中米”を試験区とし、1kgスケールで発芽玄米を試作した。篩い下米については、あらかじめ無選別のもので試作並びに試食し、無選別の状態では苦味等の刺激的な味が強く食味評価の対象外と判断した。このことから、色彩選別機で良質部分を選別した“良質粒”を用いることにした。

試作品のGABA量を、図3に示す。GABA量は12~13(mg% D.W.)と、10gスケールでの試験時と同等の含量であった。

#### 2) 官能試験結果

発芽玄米試作品を炊飯し官能試験を行った結果を、図4に示す。

篩い上(対照区)は、全ての項目で評価が高く篩い下米を用いた試験区との差は大きいものであった。特に外観での差は大きく総合評価での差に影響していた。篩い下1・良質粒は、全ての項目において中間的な評価(好きでも嫌いでもない)であったのに対し、篩い下2・良質粒では、全ての項目で最下位の評価となり、特に外観の評価が悪かった。“中米”は、篩い下1・良質粒に次ぐ評価を得た。篩い下米による発芽玄米化の際に問題となる異物混入対策などのコスト増を考えると、色彩選別処理により良質な部分が選別された“中米”は、発芽玄米の原料として有望であると考えられた。

## 結 言

平年作であったH16年産2品種の篩い下米について、その成分特性を調査すると共に、発芽玄米用途への利用を図るため、発芽時のGABAの変化について調査した。さらに、市販規格外米を含めた試作と試食による評価を行った。その結果、次に示すことがわかった。

- (1) ひとめぼれ、あきたこまち共に粒厚が小さくなるほどタンパク質含量、灰分含量が高かった。篩い上と篩い下1の間には品質差があり、タンパク質含量で約1%、千粒重で4~5gとその差は顕著であった。
- (2) 篩い下米のGABA量は、粒厚が小さい程高い傾向にあるが、32℃ 18~24時間の発芽処理では、粒厚による差が無くなり14~15mg%になった。
- (3) 未熟粒は発芽処理の初期段階(12~18時間後)で良質粒や被害粒よりもGABAが多い傾向にあったが、その後は同程度か僅かに下回る量であった。
- (4) 発芽玄米の試作試験を実施し、篩い下1・良質粒でのGABA量(13mg%)が篩い上でのGABA量と同等であることを確認したが、官能試験では中間的な評価であった。
- (5) 市販規格外米である“中米“の発芽玄米試作品は、

篩い下1・良質粒に次ぐ評価を得、異物混入対策コストを考慮すると、発芽玄米の原料として有望と考えられた。

本研究は、平成17年度先端技術を活用した農林水産研究高度化事業研究「やませ気象下の水稻生育・被害予測モデルと冷害回避技術の開発」の一課題として行われた。

## 文 献

- 1) 農林水産統計いわて：東北農政局盛岡統計・情報センター発表(H16.12.1)
- 2) 茅原紘, 三宅薫(2003)：驚異の生きた発芽玄米, 小学館スクエア
- 3) 大海淳(2001)：発芽玄米のすべて, 総合労働研究所
- 4) 武山進一, 遠山良, 齊藤博之(2006), 冷害被害米の成分特性とその発芽によるGABAを中心とした遊離アミノ酸の変化：岩手工技セ研報, 13, 21-25
- 5) 石谷孝佑, 大坪研一編：米の科学, p.113, 朝倉書店(1995)
- 6) 大久長範, 大能俊久, 森勝美(2003), 発芽玄米と初発芽玄米の $\gamma$ -アミノ酪酸および遊離アミノ酸含量：食科工, 50, 316-318

(平成18年8月11日受付, 平成19年1月31日受理)

## 和文抄録

篩い下米の有効活用を目的として、発芽玄米製造への利用の可能性を検討した。平年作であったH16年産2品種の篩い下米について、その品質、成分特性、発芽時のGABA量等を調べ、更に1kgスケールでの試作を行った。篩い下1(粒厚1.9-1.8mm)・良質粒を用いた試作品のGABA量は13mg%で篩い上でのGABA量と同等、官能試験では中間的な評価であった。また、市販規格外米である“中米”の評価はこれよりやや下回るが、コスト面を考慮した場合には発芽玄米原料として有望と考えられた。

# ナンブコムギのアップルパイ開発\*

島津 裕子\*\*、遠山 良\*\*

本県の主力品種であるナンブコムギについて、平成 14～17 年度はパンへの加工利用を検討してきた。製パン性を向上させる原料配合や製造工程を見出し、ナンブコムギの風味や、ゆきちからの食感を活かしたパンを開発し提案してきたところである。今年度は県産小麦の更なる用途拡大のため、パイへの加工利用を検討した。パイは一般的に小麦の強力粉と薄力粉のブレンドで造られている。これらとナンブコムギを比較した結果、ナンブコムギはこれらに匹敵するパイ加工適性を有することが認められた。

さらに、ナンブコムギと県産りんごのアップルパイの開発に取り組み、原料配合やデザイン等検討し、その結果を県内企業へ情報提供した。

キーワード：ナンブコムギ、パイ、アップルパイ

## Developing an Apple Pie with *Nanbukomugi* Wheat Flour

SHIMAZU Hiroko, TOYAMA Ryo

Applying *Nanbukomugi*, one of the major wheat breeds in Iwate Prefecture, to make bread was examined in fiscal 2002 - 2005. Combination of ingredients which improves bread making and process of bread making were found and a variety of bread which takes advantages of the flavor of *Nanbukomugi* wheat and the touch of *Yukichikara* were developed and proposed. This year, in order to expand the use of Iwate wheat, applying *Nanbukomugi* to make pie was examined. Pie is generally made by blending strong flour and weak flour of foreign wheat. Comparing with these flour, *Nanbukomugi* has as good aptitude for pie as foreign flour has.

Furthermore, development of apple pie with *Nanbukomugi* and Iwate apples was started, and combination of ingredients and its design were examined. This result is proposed to enterprises in Iwate.

key words : *Nanbukomugi*, pie, apple pie

### 1 緒 言

県産小麦の需要の拡大を目的に、平成 14 年から県産小麦使用加工品開発事業がスタートした。

平成 14 年度は関村ら<sup>1)</sup>が、ナンブコムギの製パン性を把握し、平成 15 年度は著者ら<sup>2)</sup>が、ナンブコムギの特性に配慮した製パン方法並びに原料配合等を検討し、ナンブコムギの個性を活かしたパンを開発した。

平成 16 年度には前年に岩手県の奨励品種となったパン用硬質小麦ゆきちからをブレンドして、ナンブコムギの風味とゆきちからの食感を活かした県産小麦 100%パンを開発し、加工業者の方々へ情報提供した<sup>3)</sup>。

翌平成 17 年度はナンブコムギのビーアシュタンゲン開発に取り組んだ。ビーアシュタンゲンはビールに合う棒状のパンで、乾燥状態まで焼きあげる。ナンブコムギで造るとサクサク食感が好まれる。分割・成形の省力化や多様性について検討し、5 種類のビーアシュタンゲンを開発提案した<sup>4)</sup>。

そして、平成 18 年度は県産小麦の新用途開発を目的にパイへの加工利用を検討した。ナンブコムギのパイ加工適性を調べると共に、県産りんごを使用したアップルパイの開発にも取り組んだので、その結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 小麦粉分析

水分の分析は、135℃ 1 時間乾燥、灰分は 550℃で恒量に達するまで灰化、粗蛋白質はケルダール法にて分析し、蛋白換算係数 5.7 を乗じて算出した。ビスコグラムについてはブラベンダー社製を用いて測定した。

#### 2-2 パイ生地調整

パイ生地の調整はアメリカンタイプ（バターを練り込む）またはフレンチタイプ（シート状のバターを折り込む）の何れかにより調整した。

アメリカンタイプ原料配合：ナンブコムギ 400g、塩 8g、無塩バター300g、水 150ml。

\* 県産小麦使用加工品開発事業

\*\* 食品技術部（現食品醸造技術部）



フレンチタイプ原料配合:ナンブコムギ 1kg、水 400ml、酢 50ml、塩 22.5g、溶かし無塩バター150g、無塩発酵シートバター500g。

2-3 パイ生地特性把握

パイに使用される小麦粉は、一般的に強力粉と薄力粉を7対3から5対5程度混合したものが用いられている。そこで、ナンブコムギのパイ加工適性を調べるため、もっともシンプルなパイであるリーフパイを焼き、外表と比較検討した。

2-4 ナンブコムギのアップルパイの開発

パイの形や大きさ、そしてまた副原料の配合等について検討を加えた。これらの評価には、外観、味、香り、

食感、総合等について、良い5、やや良い4、普通3、やや劣る2、劣る1の5段階評価による官能試験を実施した。

3 結果および考察

3-1 供試小麦の分析結果

試験に供した県産小麦5点の分析結果を表1に示した。5点とも県内の製粉会社から購入した平成17年産の小麦である。ナンブコムギC以外は最高粘度が300BU前後でやや低めであった。蛋白質含量はナンブコムギ4点の平均が9.9%、ゆきちからは10.1%でほぼ同程度であった。

表1 供試小麦の分析結果

小麦粉	水分 (%)	灰分 (%)	蛋白質 (%)	アミログラフ結果	
				最高粘度 (BU)	最高粘度時温度 (℃)
ナンブコムギA	14.1	0.44	9.7	272	87.9
ナンブコムギB	13.4	0.51	10.3	297	85.4
ナンブコムギC	12.9	0.47	9.9	729	92.5
ナンブコムギD	15.2	0.47	9.7	366	90.1
ゆきちから	13.4	0.47	10.1	305	77.4

3-2 ナンブコムギのパイ加工適性

ナンブコムギのパイ加工適性を調べるため、リーフパイを焼き、通常使用されている強力粉と薄力粉のブレンドと比較検討した。なお、リーフパイの焼成では、どうしても焼きムラが生じてしまうことから、データの信頼性を高めるため、焼成並びに20名以上のパネラーによる官能試験を3回繰り返した。

外観を写真1～3に示した。



写真1①強力粉:薄力粉 (50:50)



写真2②強力粉:薄力粉 (70:30)



写真3 ③ナンブコムギ



写真4 パイの厚さ (左から① ② ③の順)

これら写真からもわかるように、ナンブコムギのリーフパイは、強力粉と薄力粉をブレンドして造ったものと比較し、外観的にほとんど遜色が無い。また、パイの

厚さも写真4に示したように、ほぼ同じであった。シビアにみれば若干薄めかとも思えるが、ほとんど気づかないレベルである。なお、参考までに、強力粉100%で作ったものは、最もボリュームが出た。

次にこれらリーフパイの官能試験結果を図1～3に示した。良い:5、やや良い:4、ふつう:3、やや劣る:2、劣る:1の5段階評価で、3回実施し、その評価の平均値を図示した。

ナンブコムギのリーフパイは強力粉や薄力粉のブレンドのものと比較し、決して劣らず、ほぼ同程度の評価を得ている。香りについては、各回の評価がバラついているものの、食感や総合は安定して、外表に勝るとも劣らない評価であった。

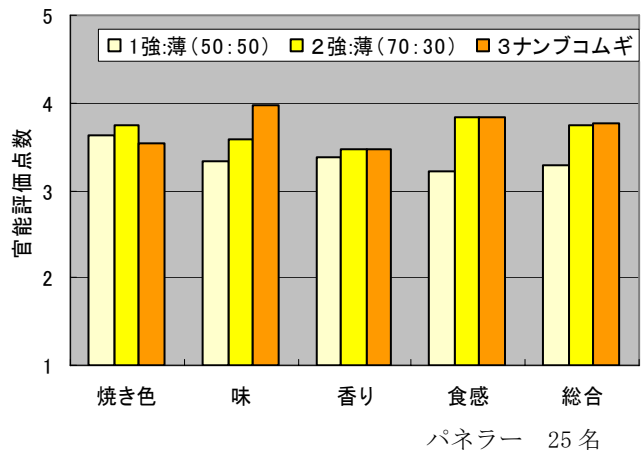


図1 1回目官能試験結果

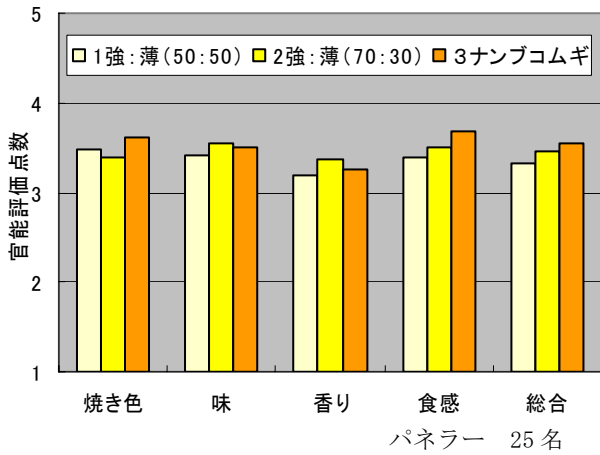


図2 2回目官能試験結果

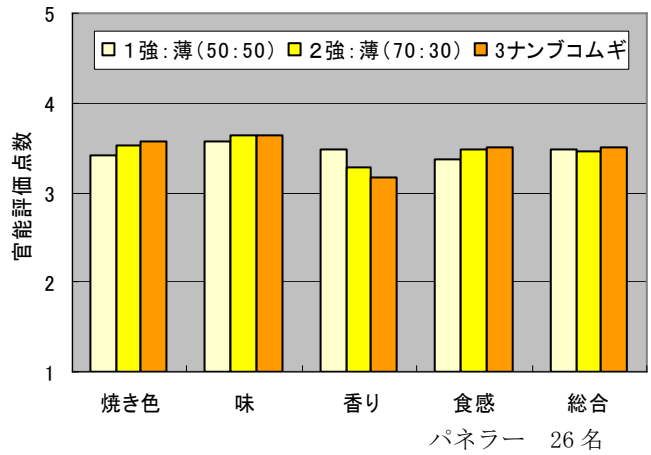


図3 3回目官能試験結果

これらの結果から、ナンブコムギはパイ加工適性があることが認められた。

3-3 ナンブコムギ銘柄間の比較

次に購入したナンブコムギ3銘柄について、リーフパイ焼成試験を実施し、ナンブコムギ間の比較を試みた。その結果を図4、5に示した。

2回の繰り返し試験の結果、3点の中で、Aは全般的に評価が高めで、Bは低めの傾向を示した。なお、小麦粉の蛋白質含量はAから順に9.7%、10.3%、9.9%である。粉により、リーフパイの品質に差は認められたもの

の、すべて普通評価の3以上であった。このことから、ナンブコムギのパイ加工適性が認められた。

3-4 ナンブコムギとゆきちからの比較

さらに、パン用小麦ゆきちからについてもパイ加工適性を検討した。リーフパイを焼成し、その官能試験結果を図6、7に示した。なお、粉の蛋白質含量はナンブコムギ9.7%、ゆきちから10.1%である。

2回の試験結果で、両者の官能評価点数は、非常に接近している。平均点では、ナンブコムギとゆきちからは、ほぼ同レベルのパイ加工適性であった。

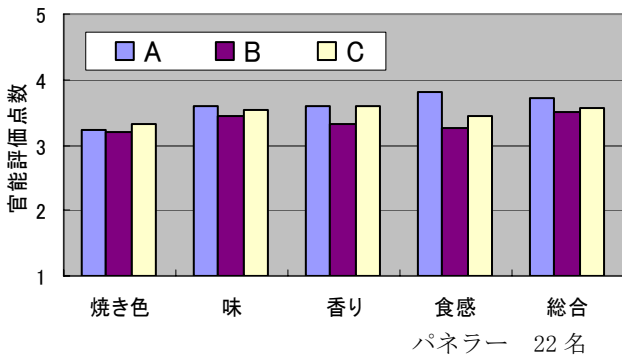


図4 1回目ナンブコムギ3点比較

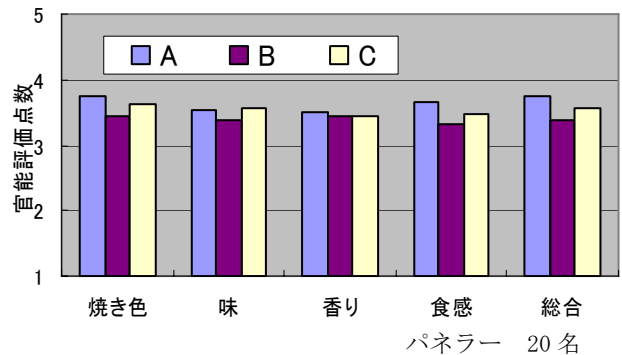


図5 2回目ナンブコムギ3点比較

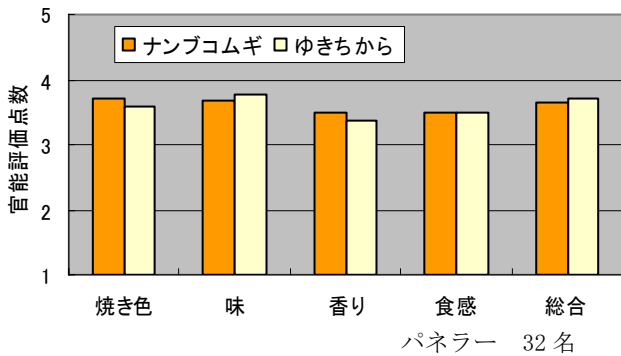


図6 1回目ゆきちからとの比較

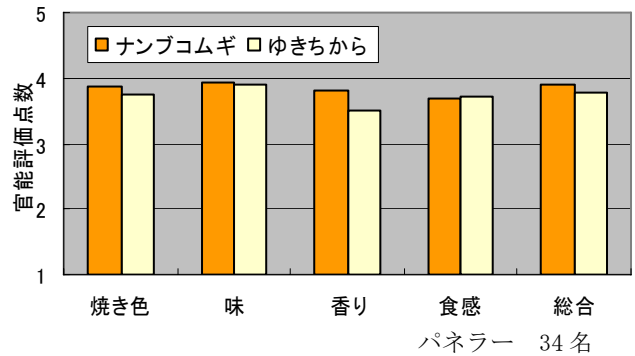


図7 2回目ゆきちからとの比較

表2 リーフパイの硬さに対する評価

リーフパイ		硬い	やや硬い	適当	やや軟らかい	軟らかい	計
ナンブコムギ	1回目	0	2	21	9	0	32
	2回目	1	2	24	6	1	34
ゆきちから	1回目	0	7	22	3	0	32
	2回目	1	14	18	0	1	34

食感の評価は平均値で見ると、ナンブコムギもゆきちからもほぼ同じである。しかし、硬さについては表2に示したように、若干異なってくる。ナンブコムギ、ゆきちからともに硬さを「適当」と評価した人が最も多い。しかし、次に多いのが、ナンブコムギは「やや軟らかい」、ゆきちからは「やや硬い」という評価である。つまり、ナンブコムギとゆきちからともに同程度のパイ加工適性であるが、パイ生地の硬さはナンブコムギの方がゆきちからよりやや軟らかめであることがわかった。

### 3-5 ナンブコムギのアップルパイ開発

#### 3-5-1 ミニアップルパイの開発 (直径5cm)

カットして食べるアップルパイは、カット段階での崩れ防止が課題となる。そこで、切らずにそのまま食べるミニアップルパイの開発に取り組んだ。製造工程を写真5に示した。



写真5 ミニアップルパイ製造工程

ナンブコムギを使用し、アメリカンタイプのパイ生地を調整、3つ折を3回。4mmの厚さの生地を直径6cmの丸型でくり抜き、直径5cmの型に敷く。これに脱水したりんごプリザーブを19g入れ、上に厚さ3mmの星型をかぶせ焼成した。焼き上がり重量は約36gである。

このミニアップルパイについて、23名のパネラーによる官能試験を実施し、その結果を図8に示した。小さく

食べやすい。味が良い等評価が良かった。なお、パイ生地の食感については、下の生地がりんごの水分を吸ってサクサク感がなくなってしまったのが残念との評価もあり、りんごの更なる水分対策が必要と思われた。また、りんごプリザーブ19gでは星型が浮いて離れてしまいやすかったが、17gに減らすことで、解決できた。

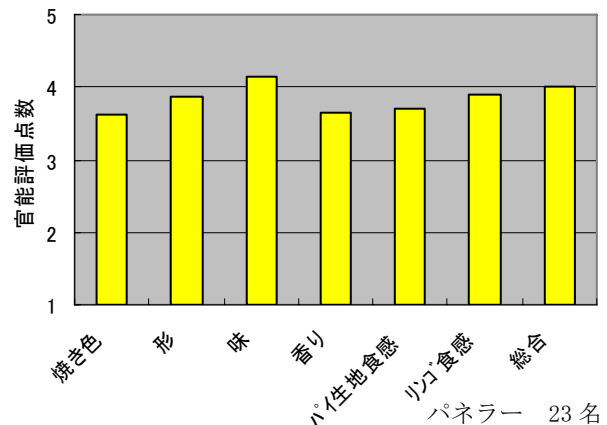


図8 ミニアップルパイ官能試験結果

#### 3-5-2 アップルパイの開発 (直径7cm)

ミニアップルパイでは、量的にやや物足りなさを感じる人もいることから、直径7cmのアップルパイも開発してみた(写真6)。

厚さ3mmの生地を直径9cmの型でくり抜き、7cmの型に敷いて、これにりんごプリザーブ30gを入れ、1.3mm厚さの星型をかぶせ焼成した。焼き上がり重量は約54gであった。



写真6 7cmアップルパイ

24名のパネラーによる官能試験結果は図9のとおりで、概ね好評であった。なお、パイ生地の食感については、焼いた当日官能試験した人はサクサクして良いと評価したが、翌日食べた人からはパイ生地のサクサク感ないとコメントされた。翌日までサクサク感を保つには、りんごプリザーブの水分移動を如何に抑えるかが課題となる。

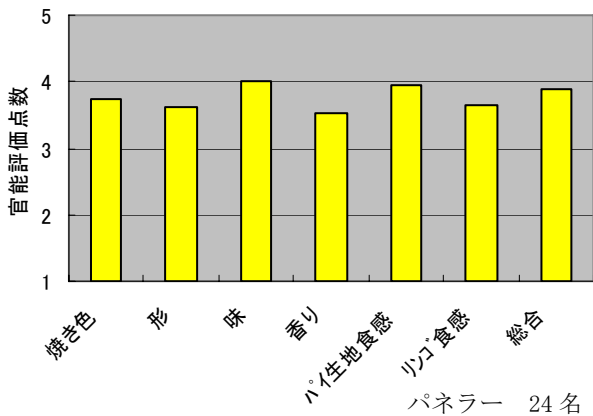


図9 7cmアップルパイ官能試験結果

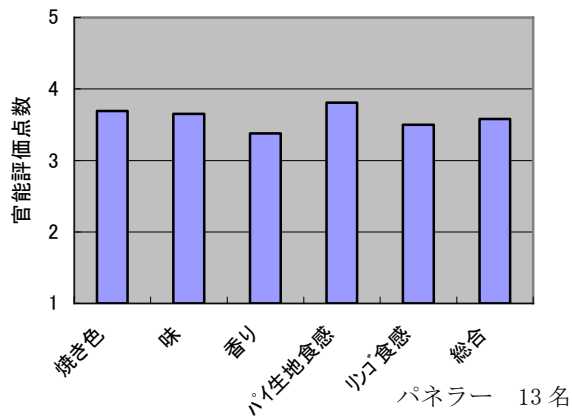


図11 ホワイトチョコレート使用パイ官能試験

### 3-3-3 アップルパイの副原料配合検討

アップルパイの風味向上ならびにりんごプリザーブとパイ生地との緩衝用にカスタードクリーム、サワークリーム、ホワイトチョコレート、小倉あん等の配合を検討した。その結果を写真7～8、図10～12に示した。

#### ○ クリーム使用

クリームはりんごプリザーブ 250g に対し、いずれも60g ずつ使用した。クリームの風味をほのかに感じられる程度である。ともに味、パイ生地食感の評価が良好であった。



写真7 クリーム配合パイ外観

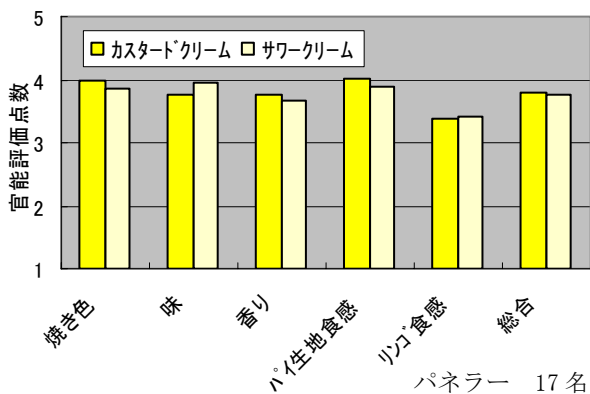


図10 クリーム使用パイ官能試験

#### ○ ホワイトチョコレート使用

1個にホワイトチョコレート約5g使用した。味は隠し味程度で、パネラーでチョコレートの味を指摘した人はなかった。ホワイトチョコレートの香料のせい、香りの評価は3.5であった。

#### ○ 小倉あん使用

りんごプリザーブに同量の小倉あんをミックスし10cm四方のパイ生地に約26g包んだ。4隅をまとめた正方形と三つ折りの長方形の2種類成形した(写真8)。



写真8 りんご&小倉あん外観

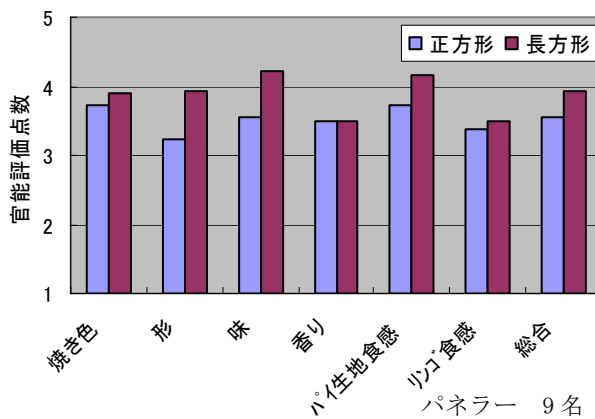


図12 りんご&小倉あん成形比較

これらの官能試験結果を図12に示した。

りんごと小倉あんの組み合わせは、はじめてということで驚かれたが、半数の人が意外に美味しいと評価した。勿論中には、別々の方が良いとのコメントもあった。また、成形としては、長方形の方が食べやすいためか、評価が良かった。

### 3-3-4 デザインの検討

写真9のように種々のデザインでアップルパイ試作した。単純なデザインやネット状のものが好まれる傾向にあった。



写真9 アップルパイのデザイン

### 3-3-5 アップルパイ試食アンケート調査

平成19年1月19日に開催された岩手麦づくり懇談会において、参加者にナンブコムギと県産りんごのアップルパイ3種類の試食アンケートに協力頂いた。5段階評価の平均値は表3に示したとおりで、概ね好評であった。

表3 試食アンケート調査結果

パイの種類	外観	味	香り	食感	総合	パネラー
標準カットタイプ <sup>o</sup>	3.9	3.9	3.7	3.9	3.9	15名
ネットタイプ*	4.3	4.2	3.8	4.0	4.2	58名
りんご&小倉あん	4.1	4.0	3.7	4.0	4.2	58名

\* : カスタードクリーム配合

## 4 結 言

県産小麦の新用途開発を目的に、パイへの加工利用を検討した。パイは一般に小麦の強力粉と薄力粉のブレンドで造られている。そこで、これらと本県の主力品種であるナンブコムギでリーフパイを焼き、比較検討した。その結果、ナンブコムギで、これら小麦に匹敵するリーフパイを焼き上げることができた。これにより、ナンブコムギにはパイ加工適性があることが認められた。

さらに、ナンブコムギと県産りんごを組み合わせたアップルパイの開発に取り組み、副原料やデザインに検討を加え、数種類を開発し提案した。これらについては、概ね好評であった。県産小麦を使用したパイの新製品開発の一助となれば幸いである。

最後に、官能試験にご協力いただいた皆様に心より感謝いたします。

## 文 献

- 1) 関村 照吉他1名：岩工技報, 10, 85 (2003)
- 2) 島津 裕子他2名：岩工技報, 11, 27 (2004)
- 3) 島津 裕子他2名：岩工技報, 12, 26 (2005)
- 4) 島津 裕子他2名：岩工技報, 13 (2006)
- 5) 及川太平：フルーツ菓子の秘訣, 旭屋出版 (2005)

# 介護予防のための煮魚製品開発（I）\*

武山 進一\*\*、遠山 良\*\*、小野 昭男\*\*\*

介護予防食品として、魚本来の形を保ちながらやわらかさを調節した煮魚製品を開発することになった。現行の煮魚製品のかたさを測定したところ、ユニバーサルデザインフード<sup>1-3)</sup>区分1の規格値 $5 \times 10^5 \text{N/m}^2$ をほぼ満足していた。レトルト調理条件と煮魚のかたさとの関連を調査し、レトルト処理を過度に行っても煮魚が軟らかくならないことを確認した。煮魚の保水性の維持が課題となった。

キーワード：介護予防食品、煮魚製品、レトルト調理

## Development of Boiled Fish Products as a Preventive Food of Nursing Care

TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo and ONO Akio

For the development of preventive food of nursing care, we have been trying to make the boiled fish products, which keep original shape of fish, whereas which has soft texture. The hardness of the boiled fish products in present mostly satisfied the standard value of universal design food (UDF) classification 1 (under  $5 \times 10^5 \text{N/m}^2$ ). We studied correlation between retort cooking condition and the hardness of the boiled fishes, and found that the excessive retort cooking condition had not the effect of tenderer the boiled fishes. How it could be improved water retentivity of the boiled fishes became the problem to be solved.

**key words** : Preventive food of nursing care, Boiled fish products, Retort cooking

### 1 結 言

急速に進行する高齢化社会への対応として、高齢者向けの食品開発が求められている。しかし、咀嚼・嚥下機能が低下した高齢者や要介護者を対象とする食品の多くは、刻み食や流動食が中心で、これらは食の楽しさを感じさせるものではない。三陸沿岸で収穫される新鮮な魚を対象に、魚本来の形を保ちながら軟らかさを調節し、尚かつ機能性成分を多く含む高齢者向け食品を“介護予防食品”と位置づけ、産学官連携で開発を始めた。

厚生労働省が示す高齢者用食品の測定法<sup>4)</sup>に従い煮魚製品の“かたさ”測定を検討後、現行煮魚製品（酢浸漬処理と2段階のレトルト加熱調理による製法）のかたさを調査した。また、やわらかさ調整技術開発における基礎試験として、レトルト加熱処理条件と煮魚の“かたさ”

との関連を調査した。また、別途実施された酢添加効果の調査結果にも触れ、得られた知見について報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

##### 2-1-1 レトルト試験用試料

原料の魚は、イワシ、サバ、サンマを冷凍状態で小野食品より入手した。下処理として、イワシとサンマは半解凍した状態で頭、尾、ワタを除去し、サンマはさらに二つに分割。サバは二枚におろした半身をさらに等分の切り身に加工した。これらをブランピング処理し、更に個別急速冷凍処理（IQF）した。レトルト処理を行う場合には、冷凍魚試料を半解凍状態にしてイワシは二尾、サンマは二切れ、サバは一切ずつを、レトルト処理条件に応じて(株)メイワパックス製R-5フィルム(160×250mm

\*平成18年度産学官連携研究プロジェクト事業（新夢県土）

\*\*食品技術部（現 食品醸造技術部）

\*\*\*小野食品株式会社（釜石市両石町4-24-7）

三方袋、NY25/ドライ/レトルトCP70)、もしくはH-2フィルム(160×220mm三方袋、PET12/ドライ/A19/ドライレトルトCP70)に入れ、真空包装した。

### 2-1-2 現行品のかたさ測定調査用試料

現行煮魚製品として、小野食品製冷凍食品「イワシ生姜煮」、「サンマ生姜煮」、「サバ味噌煮」をかたさ測定用試料とした。この製品の製法の特徴は、レトルト調理加熱を2段階に分けている点と、調味液に酢を用いている点にある。酢浸漬処理後のレトルト加熱により、魚は骨まで軟らかな状態になるとされている。

冷凍状態で流通されている製品であることから、試験時には水に浸して解凍後に測定に供した。

### 2-2 処理条件

#### 2-2-1 レトルト処理条件

熱水式レトルト殺菌装置として、高温高压調理殺菌試験器(株)日阪製作所製 RCS-40RTGNを用い、下記条件でレトルト処理した。

処理条件：回収式<sup>5)</sup>

サブ方式：二段冷却=有、回転式=有、予備加熱=有

予備加熱条件：98℃、5分間加熱

レトルト調理条件：

115℃ (1.5kg/cm<sup>2</sup>) 30分、60分加熱

120℃ (1.8kg/cm<sup>2</sup>) 15分、30分、60分、75分加熱

125℃ (2.1kg/cm<sup>2</sup>) 30分、60分加熱

### 2-3 測定条件

#### 2-3-1 かたさ測定

平成6年に厚生省(当時)が示した高齢者用食品の「かたさ」の測定法<sup>4)</sup>に従い、(株)山電クリープメーターRE-33005を用いて測定した。測定法に従い、測定対象が固形物で不定型な塊状の試料であることから、直径3mmプランジャーを用い、圧縮速度10mm/sec、クリアランスを試料の厚さの30%とした場合の最大力を求め、単位面積あたりの最大力をかたさ [N/m<sup>2</sup>] とした。測定は、20±2℃の条件の下で行った。クリープメーターでの測定条件を、表1に示す。

表1 高齢者用食品の「かたさ」測定条件

ロードセル	2kgf	測定速度	10mm/sec
アンプ倍率	1倍	プランジャーNO.	4
格納ピッチ	0.01sec	接触面直径	3mm
測定歪率	70%	サンプル厚さ	(実測値)

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 煮魚製品のかたさ測定

##### 3-1-1 かたさ測定の検討

高齢者用食品のかたさ測定法<sup>4)</sup>では、測定対象が固形物である場合その大きさ別の測定方法の規定はあるが、測定部位等にはきまりがない。煮魚のかたさ測定では、魚種の違い、魚の大きさのバラツキ、魚骨を測定対象に入れるか否か等の要因があり、そもそも一定かつ正確な

測定が困難と言える。ただし、高齢者用食品かたさ測定は、測定時のプランジャーの圧縮速度が10mm/秒と高速であるように、実際の咀嚼を模していると考えられている。このことから、煮魚を実際に食べる状況を想定した測定として、煮魚を口に入れられる程度の大きさに包丁でカットし(写真1参照)、その中央部分を測定した。このとき、筋肉組織の間隙部分は避ける様にし、かたさが得られる部分での測定を行うこととした。

測定の一例として、サンマ生姜煮でのかたさ測定例を示す。サンマ(2尾)を測定のためにカットした状態を写真1に、そのかたさの測定値を表2に示す。



写真1 かたさ測定のためカットした状態(サンマ2尾)

表2 サンマの測定部位別のかたさ(実測値)

サンマ生姜煮 測定部位	かたさ(厚さ)	
	[N/m <sup>2</sup> ]	[mm]
①	4.95E+05	20.1
②	2.44E+05	18.3
③	4.36E+05	17.4
④	4.20E+05	22.7
⑤	4.37E+05	20.4
⑥	5.83E+05	16.9

結果より、測定した6箇所のバラツキは大きく、厚さのない尾に近い部分が高かったり(測定部位⑥)、あるいは頭部に近い位置(測定部位①)であったりした。このバラツキを少なくするため、1尾(サバは1切れ)について2~3箇所ずつ測定してその最高値を採り、4~8尾(サバは4~8切れ)での平均値を求め、「かたさ」の値とした。

#### 3-1-2 現行煮魚製品のかたさ

現行煮魚製品である「イワシ生姜煮」、「サバ味噌煮」、「サンマ生姜煮」のかたさを測定した結果を図1に示す。

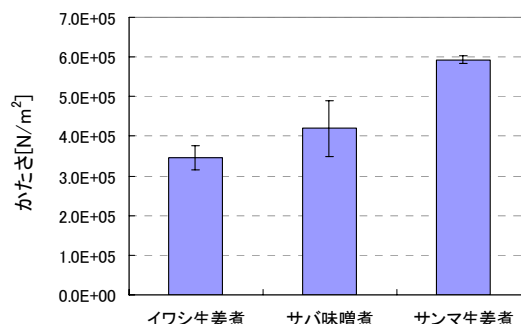


図1 現行煮魚製品(3種類)のかたさ測定結果

結果は、イワシ生姜煮、サバ味噌煮、サンマ生姜煮の順に高かった。また、サバ味噌煮では、切り身の部位が一定していない為か、かたさのバラツキが大きかった。

介護用食品の規格としては、日本介護食品協議会で策定された自主規格<sup>1-3)</sup>(ユニバーサルデザインフード、以下「UDF」と省略する)があり、「容易にかめる」～「かまなくてよい」の4段階に相当する“かたさ”と“粘度”の規格値が制定されている。今回の研究は、煮魚製品を高齢者用途にかたさを調整しようとするものであり、具体的にはUDF規格の区分1～2の範囲に準ずるものを目指している。UDF区分1及び2の区分形状、物性規格値(かたさ上限値)を表3に示す。

表3 UDF区分(1および2)の規格<sup>1-3)</sup>(抜粋)

	区分1	区分2
区分形状	容易にかめる	歯ぐきでつぶせる
かたさ上限値 N/m <sup>2</sup>	5×10 <sup>5</sup>	5×10 <sup>4</sup>

注) UDF区分=ユニバーサルデザインフード区分の略。

日本介護食品協議会の自主規格<sup>1-3)</sup>。

先に示した現行煮魚製品のかたさ測定結果をUDF規格にあてはめると、サンマ生姜煮だけがUDF区分1を僅かに上回っていたものの、イワシ生姜煮とサバ味噌煮はUDF区分1の範囲内にあった。よって、現行煮魚製品は概ねUDF区分1(“容易にかめる”)のかたさであるとされた。

### 3-2 やわらかさ調整技術の検討

煮魚製品をより高齢者向け食品とする場合には、現行の煮魚製品を更にやわらかく、またその程度が調整可能であることが望ましい。煮魚をやわらかくする調理する方法としては、レトルト調理、食酢等の酸の添加、アルコールの添加、プロテアーゼ処理等があり、現行の煮魚製品製造でも採り入れられている方法でもある。我々はこの中からレトルト調理をとりあげ、レトルト調理条件と煮魚のかたさとの関連を調査することにした。また、別途行われた試作試験についても触れる。

#### 3-2-1 レトルト処理条件の検討

レトルト調理条件として、加熱温度を120℃で処理時間を15分、30分、60分、75分とした場合、加熱温度を115℃、125℃として30分、60分処理した場合、での煮魚のかたさの測定結果を図2～4に示す。

120℃レトルト加熱では、処理時間15分(F値5.0～7.0)と処理時間30分(F値19.0～22.7)にかたさの違いがあり、煮魚はこの間にやわらかくなったことがうかがえた。しかし、それ以上の処理(60分、75分)では変わらないかやや減少する程度であった。また、115℃加熱の場合には処理時間30分(F値4.6～5.3)でのかたさは、120℃30分加熱のかたさに近く、F値が低いながらも、やわらかくなっていると言えた。

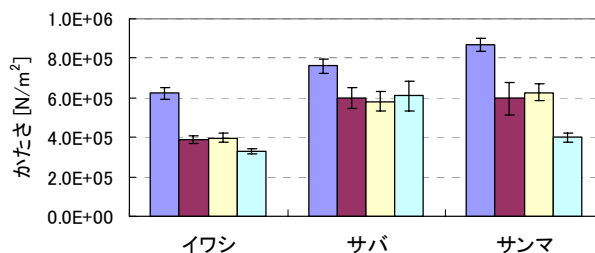


図2 120℃レトルト処理時のかたさ測定結果

■ 15分 ■ 30分 ■ 60分 ■ 75分

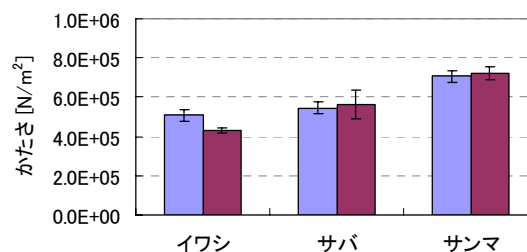


図3 115℃レトルト処理時のかたさ測定結果

■ 30分 ■ 60分

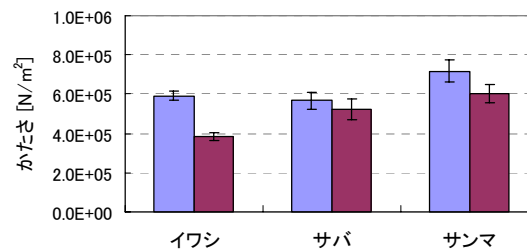


図4 125℃レトルト処理時のかたさ測定結果

■ 30分 ■ 60分

一方、125℃加熱処理では、30分処理時(F値71.7～86.5)のかたさは、120℃加熱時よりも高いものが一部あり、やわらかくはなっていない状況であった。実際、煮魚の身を解すとパサついた状態になっていて、魚の身は締まった様な状態になっていた。これは、タンパク質の変性に伴い保水性が低下する<sup>6)</sup>ことによるもので、旨味成分の流出<sup>7-8)</sup>にもつながる。レトルト加熱時の保水性の低下をいかに防ぐかが課題となった。

以上のことから、現状での一般的なレトルト調理法では、煮魚はある程度までやわらかくなるが、それ以上の高温・長時間加熱は効果が少ないとされた。

#### 3-2-2 酢使用量を調整した試作試験について

現行煮魚製品の製造工程において一次調理として120℃・75分間の水煮処理が行われ、この際の調味液に酢が使用されている。この酢の使用量を0～5%に変えた試作試験が行われ、官能試験、かたさの測定が別途実施されている<sup>9)</sup>。それによれば、加熱調理段階の酢の効果として、「骨や身の軟化には一定の効果があるが、酢の増量と柔らかさには相関関係が認められなかった」との結果が得られている。強い酸味が感じられるまで濃度を高くしても、比例した効果が得られなかったとのことであった。



以上のように、現行煮魚製品を更にやわらかくする為の検討として、レトルト調理での高温・長時間調理処理の場合には離水による身の縮まり、浸漬時の酢添加量増においてもその軟化効果の限界が確認されたことになる。やわらかくする為の常套的な調理技術を過度に行ってもその効果が期待したものでなかったが、課題が明らかとなり、今後その克服あるいは別手法での検討を続けることにした。

#### 4 結 言

厚生労働省が示す高齢者用食品の測定法に従い煮魚のかたさ測定を検討後、小野食品で実施されている製造法(酢浸漬処理と2段階のレトルト加熱調理)による現行製品でも概ねUDF区分1(“容易にかめる”)内のかたさであることを確認した。また、基礎試験としてレトルト加熱処理条件と煮魚の“かたさ”との関連を調査し、過度の加熱条件下では、離水がおき身が縮まることを確認し、更なるやわらかさを調整する場合の課題が明らかとなった。

本研究は、平成18年度産学官連携研究プロジェクト事業(新夢県土)「魚介類等産地産食材を利用した新しいカテゴリーの食品である介護予防食品の開発」の一部として実施された。

#### 文 献

- 1) 日本介護食品協議会編：ユニバーサルデザインフード自主規格
- 2) 西成勝好, 大越ひろ, 神山かおる, 山本隆: 食感創造ハンドブック, p. 145, サイエンスフォーラム(2005)
- 3) 佐々木真希: 月刊フードケミカル, 2004-2, 44(2004)
- 4) 厚生省(当時)：高齢者用食品の表示許可の取扱いについて、平成6年2月23日衛新第15号厚生省生活衛生局食品保健課新開発食品保健対策室長通知(1994)
- 5) 清水潮, 横山理雄著: レトルト食品の基礎と応用, p. 124, 幸書房(2002)
- 6) 横山理雄, 矢野俊治監: レトルト食品入門, p. 154, 日本食糧新聞社(2001)
- 7) 山中英明, 田中宗彦著: 水産物の利用—原料から加工調理まで—, p. 78, 成山堂書店(1999)
- 8) 相羽孝昭, 西出亨, 横山理雄編: これからの高齢者食品開発, p. 198, 幸書房(2006)
- 9) 小野食品(株): H18年度社内資料(未発表)

# 優良清酒酵母の開発\*

高橋 亨\*\*、山口 佑子\*\*\*、畑山 誠\*\*\*\*

米倉裕一\*\*\*、中山繁喜\*\*\*、櫻井 廣\*\*\*\*\*

「岩手吟醸 2 号」由来で、酸低生産性、または香り成分高生産性酵母の取得を試みた。もろみ等から 214 株の酵母を単離し、麴エキスで培養試験を行い目的に沿った株として 27 株を選抜した。次に総米 100g で醸造試験を行い、有望株として「L-13」、「L-52」、「C-41」、「H-31」、「Y-15」の 5 株を得た。総米 7kg の醸造試験では「L-13」、「L-52」、「C-41」が対照より劣ることが分かった。総米 150kg で醸造試験を行ったところ、「H-31」は対照に劣り、「Y-15」は発酵性、香り成分で対照に優れたものの、滴定酸度、官能評価で対象に劣ることが分かり、実用化のメリットは低いと考えられた。

キーワード：「岩手吟醸 2 号」、酵母、低酸性、香り成分高生産性

## Selection of Good Sake Yeast

TAKAHASHI Tohru, YAMAGUCHI Yuko, HATAKEYAMA Makoto  
YONEKURA Yuichi, NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi

We extracted the single colony of the *Iwate-Ginjou No.2* and tried acquisition of low acid productivity or high fragrance productivity yeast. First, we isolated 214 strains of yeast from *Moromi* etc. We conducted componential analysis about 214 strains of liquid culture liquid, and selected 27 good strains. Furthermore, the brewing examination were done from 100g of the total rice, and five strains, "L-13", "L-52", "C-41", "H-31", and "Y-15", were obtained as a hopeful stock. Although "L-13", "L-52", and "C-41" were done the brewing examination of 7kg of the total rice, "H-31" was inferior to *Iwate-Ginjou No. 2*. When "H-31" and "Y-15" were done the brewing examination from 150kg of the total rice, they were inferior to contrast clearly. On the other hand, although "Y-15" had excellent fermentation activity and a fragrance component compared with contrast, it was inferior to contrast in acidity and sensory evaluation, and was considered that the merit of practical use is low.

key words : *Iwate-Ginjo No. 2*, sake yeast, low Acidity, high fragrance ingredient

### 1 緒 言

岩手県ではオリジナル酵母として「岩手吟醸 2 号」が吟醸酒用酵母として利用されている。しかし、近年の嗜好の変化や商品の多様化から、「もっと高い香りを出す酵母が欲しい」、「もう少し酸の低い酵母が欲しい」といった要望が聞かれるようになった。今回「岩手吟醸 2 号」をベースに、香り成分高生産性、あるいは低酸性酵母の開発を試みた。

### 2 実験方法

#### 2-1 酵母の単離

「岩手吟醸 2 号」麴エキス培養液、当センターで仕込んだもろみ、県内酒造会社のもろみを平板培養し、単コ

ロニーから酵母を釣菌した。

#### 2-2 培養試験および醸造試験

取得した株は、麴エキス培地 (Brix. 20°) で 30°C、1 晩前培養後、麴エキス培地 (Brix. 10°) で 15°C、一週間静置培養した。培養液を遠心分離して酵母菌体を取り除いた上澄を成分分析し培養試験とした。

醸造試験は総米 100g と 7kg、150kg で行った。100g の試験は、初添を水麴とし、踊りを 1 日とり、留添に蒸米の 2 段仕込みとした。麴は徳島金長(株)製乾燥麴 T-70 を 20g 使用、掛米は「山田錦」(精米歩合 40%) を 80g 用い、汲水歩合は 140%とした。初添、踊りの仕込温度は 15°C、留仕込温度は 8°Cにした。1 日に 1°C 恒温器の温度を上げ 10°C で発酵を行い、重量の減少が見られなくなった時点

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 醸造技術部 (現 財団法人いわて産業振興センター)

\*\*\* 醸造技術部 (現 食品醸造技術部)

\*\*\*\* 秋田県総合食品研究所派遣 (現 食品醸造技術部)

\*\*\*\*\* 醸造技術部 (現 顧問)

で遠心分離により上槽した。7kg、150kgの醸造試験では麴米、掛米とも「吟ぎんが」(精米歩合50%)を使用した。仕込配合は表1、表2のとおりとした。初添の温度を16℃、

留添温度を7℃、最高温度を12℃とし、日本酒度-4を目安に醸造アルコールを添加し上槽した。

## 2-4 成分分析および官能評価

培養液、製成酒の一般成分は国税庁所定分析法<sup>1)</sup>に基づいて分析した。香気成分はHEWLETT PACKARD製ヘッドスペースガスクロマトグラフ 5890 SERIES 2により分析した。

製成酒は醸造技術部員5名で行った。対象を3点とする5点法で行った。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 酵母の単離と試験管培養

県内酒造会社のもろみから50株、センターのもろみから50株、液体培養物から114株の計214株の酵母を単離した。

これらの酵母を麴エキス培地(Brix. 10°)で培養した培養液の滴定酸度、アルコール濃度を測定し、アルコール濃度が平均より高く、滴定酸度が低いもの27株を選別し、総米0.1kgの醸造試験に供した。

表1 総米7kg 醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米	1.2	2.3	3.5	7.0
蒸米	0.8	1.8	3.0	5.6
麴米	0.4	0.5	0.5	1.4
汲水	1.9	3.0	4.9	9.8
30%アルコール(1)				2.5

- ・単位はkg
- ・酵母仕込による3段仕込

表2 総米150kg 醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米	26	49	75	150
蒸米	18	39	63	120
麴米	8	10	12	20
汲水	33	64	113	217
30%アルコール(1)				55

- ・単位はkg
- ・酵母仕込による3段仕込

表3 総米0.1kg 醸造試験結果

酵母	一般成分					香気成分(ppm)			
	日本酒度	アルコール (%)	酸度 (ml)	アミノ酸度 (ml)	グルコース (%)	Ethyl Acetate	i-Amyl Acetate	i-Amyl Alcohol	Ethyl Caproate
H-6	-10	17.5	2.6	2.3	1.9	46	3.6	140	3.7
H-12	-9	17.7	3.2	2.3	1.6	45	4.0	134	3.3
H-26	-3	18.5	2.4	2.1	1.5	61	5.3	158	4.4
H-31	-15	17.2	2.4	2.1	2.5	52	4.5	141	6.1
H-36	-2	18.2	2.4	2.3	1.5	61	5.4	151	4.3
L-13	1	18.6	2.8	2.0	0.9	65	5.8	144	5.8
L-22	-6.5	18.6	2.9	2.1	1.4	86	7.5	143	5.6
L-24	7	19.7	2.9	2.0	0.6	59	4.5	143	5.1
L-34	7	19.6	2.7	2.1	0.6	67	5.5	147	4.9
L-52	8	19.1	2.9	2.0	0.5	70	5.5	139	5.3
L-53	5	19.2	3.0	1.8	0.7	78	6.1	147	5.6
C-26	-32	14.8	3.1	2.6	4.3	45	5.5	163	5.1
C-33	-8	17.2	2.8	2.4	1.5	52	4.2	126	5.1
C-41	1	18.6	2.9	2.4	0.9	88	7.6	142	7.0
C-55	-8	18.0	2.6	2.4	1.9	50	5.5	148	4.8
C-57	-13	17.4	3.0	2.3	1.9	39	3.4	110	6.0
C-58	-3.5	19.1	2.4	2.2	1.0	41	2.9	127	4.1
Y-11	-1	18.6	2.4	2.2	1.3	60	5.4	154	4.5
Y-15	-3	18.7	2.3	2.3	1.4	59	5.7	152	4.6
Y-21	-6	18.4	2.5	2.2	1.7	63	6.1	153	5.5
Y-31	-11	17.6	2.3	2.2	2.0	58	6.0	150	4.4
Y-36	-3.5	18.6	2.8	2.3	1.6	60	5.6	156	4.7
Y-37	-2		2.6	2.1	1.4	60	5.1	153	5.1
Y-40	-4.5	21.9	2.6	2.2	1.6	63	6.3	156	6.0
Y-41	-2.5	19.1	2.4	2.3	1.4	66	6.0	150	5.3
Y-43	-5	18.8	2.7	2.3	1.6	65	6.3	148	5.8
Y-47	-6	18.2	2.5	2.3	1.6	63	6.0	143	4.7

注)  : 総米150kg 仕込み酵母、  : 総米7kg 仕込み酵母

### 3-2 醸造試験

総米 0.1kg 醸造試験結果を表 3 に示した。発酵性が強く、かつ酸度が低いあるいはカブロン酸エチル濃度が高かった 5 株を選抜した。その中から製成酒の官能評価等により「H-31」、「Y-15」株を総米 150kg の醸造試験に、「L-13」、「L-52」、「C-41」株を総米 7kg の醸造試験に供した。

総米 7kg の醸造試験結果を表 4 に示した。試験した 3 株の酵母はいずれも「岩手吟醸 2 号」より、もろみ日数が長くなった。製成酒の滴定酸度が高く、「酸が少ない」という目標を満たさなかった。また、カブロン酸エチル濃度も「岩手吟醸 2 号」より少なく、香氣成分でのメリットもなかった。官能評価においても、「L-52」株は評点 3 で対照並みで他の株は対照に劣ることから、実用化するメリットはないと考えられた。

総米 150kg の醸造試験結果を表 5 に示した。「岩手吟醸 2 号」はもろみ日数 39 日と長めになった。また、アミノ酸度が 1.5ml とやや多めに、カブロン酸エチルは 2.0ppm と低く、酵母の実力が十分発揮できなかった。

「H-31」株はもろみ日数が 40 日と長くなった。また、もろみ末期で滴定酸度が 3.0ml になり、上槽前に除酸処理を行う必要があったこと、もろみ末期のクレが止まり、酵母の発酵力が弱いことが確認され、実用化は難しいと判断した。

「Y-15」株はもろみ日数 32 日と標準的であり、対照より早かった。アミノ酸度も対照より 0.1ml 低く、発酵性が強いことが確認された。しかし、滴定酸度は対照より

0.1ml 多く、酸度が低いという目標は達成されなかった。カブロン酸エチルと酢酸イソアミルは、対照より高かったが、今回の結果から「H-15」の優位性を明らかにできないと思われた。官能評価では味うす、酸味、渋味の指摘が多く対照に劣った。これらのことから「H-15」は実用化のメリットが少ないと考えられた。

### 4 結 言

「岩手吟醸 2 号」の改良を試みるために定法により 214 株を単離した。麹エキス培養によって 27 株を選抜し、100g での醸造試験を行った結果、「L-13」、「L-52」、「C-41」、「H-31」、「Y-15」の 5 株が有望と考えられた。「L-13」、「L-52」、「C-41」は総米 7kg で醸造試験を行ったが、「岩手吟醸 2 号」を上回り実用に適した株でないことがわかった。「H-31」、「Y-15」は総米 150kg で醸造試験を行ったところ、「H-31」は発酵力が弱く実用化に向かないことが明らかになった。「Y-15」は発酵力が強かったものの、滴定酸度はやや高めであった。香氣成分は「岩手吟醸 2 号」よりやや高めであったが、今回の醸造試験では「岩手吟醸 2 号」の製成酒は、香氣成分は通常の仕込みに比べ低いものであったため、本当に「Y-15」の香氣成分が優れているか判断は難しいものであった。また、官能評価では評価が低く、実用化のメリットは小さいと考えられた。

### 文 献

- 1) 注解編集委員会編：第 4 回改正 国税庁所定分析法 注解，日本醸造協会（1993）

表 4 7kg 醸造試験結果

	吟 2	C-41	L-13	L-52
もろみ日数 (日)	26	33	34	36
日本酒度	+2	+3	+3	+2
アルコール (%)	16.9	17.0	17.1	17.5
滴定酸度 (ml)	1.8	2.2	2.2	2.2
アミノ酸度 (ml)	1.2	1.1	1.7	1.7
カブロン酸エチル (ppm)	3.2	2.0	2.0	1.7
酢酸イソアミル (ppm)	0.4	±	0.5	0.5
イソアミルアルコール (ppm)	103	109	111	111
官能評価 (評点)	3.0	3.8	3.9	3.0

表 5 150kg 醸造試験結果

	吟 2	H-31	Y-15
もろみ日数 (日)	39	40	32
日本酒度	+2.5	-1.5	+3
アルコール (%)	17.0	17.0	17.1
滴定酸度 (ml)	1.6	1.8*	1.7
アミノ酸度 (ml)	1.5	2.0	1.4
カブロン酸エチル (ppm)	2.0	2.4	2.1
酢酸イソアミル (ppm)	0.3	0.7	0.6
イソアミルアルコール (ppm)	109	127	111
官能評価 (評点)	3.0	4.4	3.4

\* 除酸処理後の滴定酸度

## ビール及び発泡酒の蒸留とその評価\*

米倉 裕一\*\*、山口佑子\*\*、櫻井 廣\*\*

ビールや発泡酒を蒸留し、その評価を行った。その結果、減圧蒸留したものよりも常圧蒸留したものの方が、個性があり新しい蒸留酒としての可能性が高かった。

キーワード：ビール、発泡酒、蒸留

## Evaluation of the distilled beer or “Happoshu”

YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko and SAKURAI Hiroshi

Beer or “Happoshu” kinds were distilled and their values were evaluated. The liquor under atmospheric pressure distillation had their individuality better than the one under decompressed distillation.

key words: beer, distillation,

### 1 結 言

ビールや発泡酒などのビール様飲料を醸造した場合、残りビールと呼ばれる数パーセントの澱部分が生じる。また、他の酒類に比べアルコール度数が低く、糖分やアミノ酸など有機物が多いため、商品サイクルが短く期限切れとなりやすい。これらビールは、通常廃棄しているが、何か他のアルコール飲料として有効活用できないか検討した。前報では、ビールを蒸留しリキュールの試作を行い一定の評価を得た<sup>1)</sup>。本報では、ビール及び発泡酒を蒸留し、その蒸留酒そのものについて評価した。

### 2 実験方法

#### 2-1 原 料

県内4社の地ビールメーカーのビール及び発泡酒を原料とした。(表1)

表1 使用原料の種類と使用部分

製品名	種 類	使用部	製造元
オイスタースタウト	発泡酒	澱部分	世嬉の一酒造(株)
アップルラガー	発泡酒	澱部分	(株)ベアレン醸造所
ワサビエール	発泡酒	製品	(株)宮守ブロイハウス
アンバーエール	ビール	製品	平庭高原ビール

#### 2-2 蒸 留

蒸留方法は、常圧と減圧2つの方法を用いた。原料はあらかじめ開放容器に移し、炭酸ガスを抜いた後に使用した。常圧蒸留は、リボンヒーターを巻いた冷却塔付き20L容の釜で1回の蒸留でアルコール度数が30%となるまで行った。また、減圧蒸留は、10L容ロータリーエバポレーター(柴田科学社製RE10)とダイヤフラム真空

ポンプ(柴田科学社製V-500)を用い、真空度131mmHg、バス温度60℃の条件下で、1回の蒸留でアルコール度数が45%となるまで行った。両蒸留とも初留は採取しなかった。

#### 2-3 官能評価

供試した蒸留酒は、4種類のビール及び発泡酒を常圧蒸留(アルコール濃度30%)及び減圧蒸留(アルコール濃度45%)したものと前報<sup>1)</sup>で同様に蒸留したバイツエンの合計10種類について、薄めることなくストレートで行った。評価は、風味について総合的に良い1、普通2、悪い3の3段階とし、それぞれ評点の理由をコメントしてもらった。パネラーは、県内地ビールメーカーの技術者9名とした。

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 蒸 留

常圧蒸留及び減圧蒸留した結果を表2、3に示す。減圧蒸留は、常圧蒸留に比べ、温度及び真空度の制御管理により純アルコール回収率が高かった。また、アルコール度数が高い原料の回収率が高かった。アンバーエールを減圧蒸留したものは、炭酸ガスが十分に抜ける前に蒸留したため突沸を起こし回収率が低下した。オイスタースタウトを常圧蒸留したものは白濁し、ガラスフィルター(アドバンテック東洋GA100)でろ過しても消えなかった。

#### 3-2 蒸留酒の評価

蒸留酒の官能評価結果を表4に示す。昨年度蒸留した

\* 基盤的先導的研究推進事業

\*\* 醸造技術部(現 食品醸造技術部)

表2 常圧蒸留結果

	原料の使用量及び成分			蒸留後の生成量及び成分			純アルコール回収率(%)
	数量(L)	アルコール(%)	純アルコール換算(L)	数量(L)	アルコール(%)	純アルコール換算(L)	
オイスタースタウト	9.0	7.3	0.66	1.70	30.4	0.52	78.3
アップルラガー	10.0	5.9	0.59	1.37	30.0	0.41	69.7
ワサビエール	12.0	4.7	0.56	1.03	30.1	0.31	55.0
アンバーエール	12.2	4.6	0.56	1.10	29.8	0.33	58.4

表3 減圧蒸留結果

	原料の使用量及び成分			蒸留後の生成量及び成分			純アルコール回収率(%)
	数量(L)	アルコール(%)	純アルコール換算(L)	数量(L)	アルコール(%)	純アルコール換算(L)	
オイスタースタウト	3.2	7.3	0.23	0.50	43.0	0.22	92.0
アップルラガー	6.5	5.9	0.38	0.71	44.8	0.32	82.9
ワサビエール	8.0	4.7	0.37	0.71	45.2	0.32	85.4
アンバーエール	7.9	4.6	0.36	0.54	45.3	0.24	67.4

表4 蒸留酒の官能評価

		評点	寸 評
常 圧 蒸 留	オイスタースタウト	2.44	白濁、酵母臭、牡蠣臭、ヨード香、風味独特
	アップルラガー	1.44	フルーティ、リンゴ香、甘香、マイルド、癖少ない、スッキリ
	ワサビエール	2.33	青草臭、モルト臭、辛味、苦味、ワサビの刺激良、清涼感
	アンバーエール	2.11	モルト臭、味薄、粉っぽい、甘味、香特徴、アーモンド様香
	バイツェン(2005 蒸留)	1.33	スッキリ、飲易い、フルーティ、華やか、バナナ
減 圧 蒸 留	オイスタースタウト	1.78	香難、牡蠣臭、深み、こく、ヨード香、ユニーク、飲易い、味特徴的
	アップルラガー	1.78	青草臭、ダイアセチル臭、スッキリ、飲易い、アップル香、甘香、香難、苦味、無難
	ワサビエール	1.78	青草臭、辛味、味薄、ワサビ香良、日本的蒸留酒、使用法次第ではおもしろい
	アンバーエール	1.89	癖少、苦味、あらい、飲易い、甘香、マイルド、無難、バター様臭、カaramel臭良、コーヒークリキュール原料?
	バイツェン(2005 蒸留)	1.56	風味少、味薄、香良、フルーティ、甘み、飲易い、なめらか

\* 評点：良い1、普通2、悪い3

バイツェンの評価が、常圧、減圧のどちらの蒸留においても評価が高かった。1年間の熟成期間が大きく左右しているものと思われる。また、加熱温度が低い減圧法では、加熱影響が少なく雑味の少ない無難な風味になったためか、全体的には常圧法より評価が高く、評価に差がでなかった。対して、常圧法は評価の良いものと悪いものの差が大きく、良いものは減圧法のものより良かった。常圧法では、加熱臭など様々な風味が混ざり、個人的なお酒となったため、評価が高いものは個人的な新しい酒と評価されたが、低いものは風味が強すぎるとの評価を受けたと思われる。評価の高い上位2点は常圧蒸留のものであり、風味が特徴的でスッキリとの評がありそのことを裏付けるものである。また、白濁したオイスタースタウトなど今回評点の低いものであっても、初留を採取するなどの蒸留法の改善や長期貯蔵することにより、個性があり飲み口も良い新しい蒸留酒となる可能性が示唆された。

#### 4 結 言

ビール及び発泡酒を常圧及び減圧蒸留し評価を行った。その結果、減圧蒸留はサンプル間での評価の差が小さく、無難な評価であった。それに対し常圧蒸留は、評価の良いものは、減圧蒸留が高いなど、評価の高いものと低いものの差が大きかった。これは、個性的な蒸留酒となったことによると思われる、蒸留法の工夫や長期熟成することにより新しい蒸留酒となる可能性が大きいと思われた。今回、この試験に当たりサンプルを提供していただいた、世嬉の一酒造株式会社様、株式会社ベアレン醸造所様、株式会社宮守プロイハウス様、平庭高原ビール様に感謝いたします。また、官能評価していただいた県内各地ビールメーカーの方々に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 米倉、山口、櫻井：岩工技セ,**13**, 70 (2006)

# 尿素の葉面散布がリンゴ果汁の窒素量とワイン発酵へ及ぼす影響\*

米倉 裕一\*\*、山口 佑子\*\*、中山 繁喜\*\*、櫻井 廣\*\*\*

施肥が果汁中の窒素量やワインの発酵に及ぼす影響を検討した。その結果、尿素的葉面散布により窒素含量の増加が見られ、ワインの発酵が促進された。

キーワード：施肥、窒素量、ワイン

## Influence of the Foliar Spray of Urea Solution to the Amount of Nitrogen in an Apple Juice and the Fermentation of Apple Wine

YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko, NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi

Influence of the fertilization to the nitrogen content and the fermentation of the apple juice were studied. The amount of nitrogen was increased and the fermentation was helped by the foliar spray of *Urea* solution.

key words: fertilization, nitrogen, wine

### 1 結 言

リンゴやブルーベリーなどを原料としてワイン醸造した場合、発酵が著しく遅れる場合がある。この原因として、果汁中の窒素量が少ないことがあげられ、アンモニアやリン酸アンモニウムなどの窒素源を添加することで改善することが明らかとなっている<sup>1)2)3)4)</sup>。しかし、これら窒素源を添加すると、果実のフレッシュ感が薄れるなど風味へ影響を及ぼす。そこで、果汁へ窒素源を添加することなく窒素量を高めるために、著者は<sup>5)</sup>、種々のリンゴやぶどう果汁の窒素含量と発酵スピードを測定し窒素量の影響を把握した。さらに、前報<sup>6)</sup>では、果汁窒素量が少ないリンゴであるメイポールを使い、栽培条件による窒素量変化と発酵や風味について検討し、葉面散布が効果的と思われた。しかし、窒素含量と発酵時間において一部曖昧な点があり、本報ではこの点について再試験を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 原料果実と仕込区分

原料果実は、2006年産の独立行政法人農業・生物系特定産業技術研究機構果樹研究所リンゴ研究部（以下果樹研または果）および岩手県農業研究センター（以下県農研または農）で収穫されたものを用い、それぞれ特に葉面散布を行わなかった「無処理区」と500倍尿素液を葉

面散布した「尿素散布」の4試験区とした。葉面散布回数、果樹研で3回、県農研では2回行った。

#### 2-2 果汁の調整

リンゴは、乾いた布で拭き、電動おろし器（（株）シンガーハッピージャパン製 RHG-16）ですりおろし、亜硫酸濃度が100ppmになるようメタ重亜硫酸カリウムを添加し油圧搾機（池田機械工業（株）製 M-60）にて最高圧30Kgf/cm<sup>2</sup>で搾汁した。また、この搾汁液に、100ppmペクチナーゼ（（株）ナガセ製）および30ppmゼラチン（野洲化学工業（株）製）を添加し、冷蔵庫で一晩放置後、遠心濾過し、清澄果汁とした。

#### 2-3 一般分析および遊離アミノ酸分析

一般分析はアルコール、比重、総酸、pH、色調は国税庁所定分析法に準じた<sup>7)</sup>。また、遊離アミノ酸は、JLC-300（日本電子（株）製）を用い、グリシン換算で求めた。

#### 2-4 発酵試験

清澄果汁を初期糖度がBrix.17%になるように結晶ブドウ糖で補糖した。この調整果汁1Lに乾燥酵母 *EC-1118*（ラルマン社製）を0.4g/L添加し、品温18°Cで発酵を行った。発酵終了は、Brix.9%程度あるいは発酵が緩慢となったところとした。発酵停止は亜硫酸濃度が50ppmになるようメタ重亜硫酸カリウムを添加して行い、その後、遠心分離およびガラスフィルターGA-100でろ過し生成酒とした。

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業  
\*\* 醸造技術部（現 食品醸造技術部）  
\*\*\* 醸造技術部（現 顧問）

表1 果実の収量および果汁成分

	重量 (Kg)	個数	平均重量 (g/個)	比重	pH	総酸 (%)	遊離アミノ酸 (mg/l)	420nm (×5)	530nm (×5)
無処理(果)	3.47	122	28.4	1.044	3.07	1.81	73	0.163	0.368
尿素散布(果)	3.41	126	27.1	1.043	3.14	1.76	146	0.111	0.184
無処理(農)	5.13	152	33.8	1.042	3.22	1.52	199	0.122	0.029
尿素散布(農)	4.99	150	33.3	1.042	3.25	1.49	296	0.099	0.021

### 2-5 官能試験

官能評価は、色調 (1,2 段階)、香 (1,2,3 段階)、味 (1,2,3,4,5 段階) について良いものに高い評価をした。パネラーはワインメーカー6人、試験研究機関2人の8名で2007年2月8日に行った。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 果実の収量および果汁成分

試験区の果実重量と果汁の一般成分を表1に示す。尿素散布の有無による平均果実重量は、前報<sup>6)</sup>と異なり差はほとんど無かった。果汁の窒素含量を示す遊離アミノ酸含量は、尿素散布により明らかに高く、前報<sup>6)</sup>で曖昧であった尿素散布による果汁窒素含量の増加がはっきりと認められた。また、メイポールの特徴である赤の色調は前報<sup>6)</sup>より薄く、県農研の2試験区では黄色の果汁色であった。この原因として表2に示すとおり、遊離アミノ酸含量が増加したことが一因にあげられるが、遊離アミノ酸含量の増加が見られない果樹研の無処理区でも、赤の色調を示す530nmの値が、70%弱と大幅に低下しており、気候や土壌、その他の要因も大きく作用していると思われる。メイポール果汁の窒素含量を上げることも必要ではあるが、最大の特徴である赤い色素を引き出す栽培法の確立がより重要と思われた。

表2 昨年との果汁成分の比較

	色調※ (530nm)	遊離アミノ酸 含量※
無処理(果)	68%	0.9倍
尿素散布(果)	32%	1.8倍
無処理(農)	23%	2.3倍
尿素散布(農)	38%	1.1倍

※ (本年の分析値) / (昨年分析値)

#### 3-2 発酵試験及び製成酒

リンゴ果汁の発酵経過を糖(Brix.)の減少量で示す(図1)。各試験区がBrix.11%となった日数は、果樹研の無処理区で28日、尿素散布区で13日、県農研の無処理区で12日、尿素散布区で8日であり、散布により発酵期間が短縮された。本試験で、尿素的葉面散布により果汁窒素含量が増加し、さらに、発酵期間が促進することができた。

#### 3-3 生成酒と官能評価

生成酒は、アルコール度数が5%前後、エキス分が10%

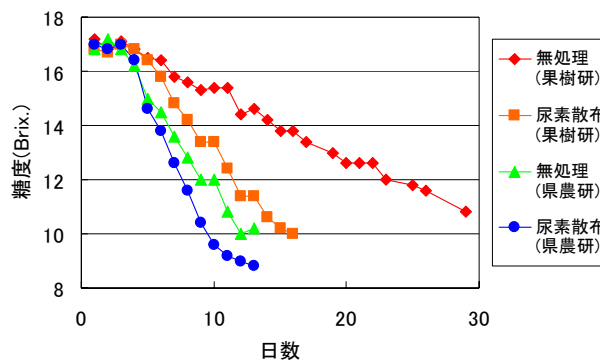


図1 リンゴ果汁の発酵経過

前後のワインとなった。果樹研の無処理区は、Brix.10%台で発酵終了したため、アルコール度数が低く、エキス分が高いワインとなった。対して、Brix.8%台で発酵終了した県農研の尿素散布区は、アルコール度数が高く、エキス分の低いワインとなった。(表3)

表3 製成酒の成分

	アルコール (%)	エキス分 (%)
無処理(果)	4.1	11.1
尿素散布(果)	5.0	9.3
無処理(農)	5.0	9.6
尿素散布(農)	6.3	7.4

次に、官能評価結果を表4に示す。色、香、味の全てにおいて、果樹研の無処理区、尿素散布区、県農研の無処理区、尿素散布区と遊離アミノ酸含量が低い順に評価が高かった。評価が一番高い果樹研の無処理区は、酸味は強いが、フレッシュで果実の香りがあり、赤色がきれいとの評価が多かった。評価が低くなるに従い、メイポ

表4 官能評価

	評点				寸評
	色	香	味	総合	
無処理(果)	2.0	2.1	2.6	6.7	赤色、香良、フレッシュ、酸強
尿素散布(果)	1.7	1.6	2.5	5.8	朱色、フレッシュ欠、酸良、異臭
無処理(農)	1.2	1.4	2.0	4.6	黄色、フレッシュ欠、えぐみ、酸ハナレ、未熟果様
尿素散布(農)	1.1	1.3	1.8	4.2	黄色、フレッシュ欠、えぐみ、異臭、薬品臭、未熟果様



ールの特徴である赤色や、フレッシュ感が減少し、果実本来の香りとは異なる香りが増えるとの指摘が多かった。果汁にアンモニアやリン酸アンモニウム等の窒素源を添加したときと同様の指摘があり、窒素源の増加は、色、風味に影響を及ぼすと思われた。メイポールは、酸味が強く単独のワインにはしがたいことから、窒素量含量が比較的高く、酸の低い他のリンゴ品種とブレンドすることが実用的と思われた。

#### 4 結 言

尿素有葉面散布により、果汁中の窒素量と発酵期間がどのように変化するか検討した。その結果、尿素有葉面散布により果汁窒素量が増加し、発酵が促進した。しかし、前報同様、メイポールの特徴である赤い色調が損な

われることや風味の低下等の問題も生じた。

今回、この試験に当たり栽培試験及びサンプルを提供していただいた、独立行政法人農業・生物系特定産業技術研究機構果樹研究所リンゴ研究部および岩手県農業研究センターの方々に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 大久保,桜井,中山,野里,大森:岩醸食試,**21**,61-64(1987)
- 2) 桜井,大久保,斉藤,大森:岩醸食試,**22**,110-112 (1988)
- 3) 高橋,桜井,斉藤,大森:岩醸食試,**23**, 72-75 (1989)
- 4) 米倉、櫻井:岩工技セ,**11**, 49-52 (2004)
- 5) 米倉、中山、櫻井:岩工技セ,**12**, 55-57 (2005)
- 6) 米倉、山口、中山、櫻井:岩工技セ,**13**, 67-69 (2006)
- 7) 国税庁所定分析法注解:日本醸造協会(1993)

# 赤ワイン用ぶどう品種の醸造適性試験（Ⅲ）\*

山口 佑子\*\*、米倉 裕一\*\*、大野 浩\*\*\*、田村 博明\*\*\*、櫻井 廣\*\*

寒冷地向き赤ワイン用ぶどうとして植栽された3系統（山梨38号、42号、44号）について、甲斐ノワールを対照として栽培試験と醸造適性試験を行った。2006年のぶどう生育は、春先の低温の影響により遅れ気味であったが、果実成熟期の好天に恵まれ高い品質のぶどうを得られた。官能検査の結果、前報同様に山梨38号と44号の評価が高かった。

キーワード：2006年、栽培・醸造適性試験、醸造専用ブドウ品種

## Brewing Test of Red Wine-Grape Vines

YAMAGUCHI Yuko, YONEKURA Yuichi, ONO Hiroshi  
TAMURA Hiroaki and SAKURAI Hiroshi

The wine was made from 3 new types of red grapes especially suited to cold climates. Kai noir was used for reference. In 2006, growth of these grapes delayed a little because of the low temperature at the early spring. From September to October, the temperature was higher than that of previous years, and there was a lot of sunshine. Therefore, this year's grape crop was good. The wine produced by Yamanashi 38 and Yamanashi 44 were evaluated highly by a sensory test, and it is suggested that these families of grapes are suitable for wine brewing in Iwate prefecture..

Key words: 2005 year, cultivation and brewing test, wine grape vine

### 1 緒 言

現在、岩手でワイン品種として奨励されている品種は、白用品種のリースリング・リオンとS-9110の2品種であり、リースリング・リオンは岩手の主要な白ワイン品種となっている<sup>1)</sup>。一方、赤用品種はメルローとカベルネ・フランの2品種が奨励されているが、岩手のような寒冷地では酸の抜けが悪く赤色が薄いなどの品質の低下がしばしば見られることから、岩手に合った品種の選抜が必要とされている。

既報<sup>2)</sup>および前報<sup>3)</sup>では、山梨県で育種選抜した赤ワイン用ぶどう品種の中から岩手の気候風土にあった品種を選抜することを目的として、栽培およびワイン醸造適性試験を行い結果について報告した。本報では、2004年産、2005年産に引き続き試験を行い、年度差等について検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試験樹について

前報<sup>3)</sup>同様、岩手県農業研究センター（北上市）に植栽されている山梨県果樹試験場で醸造用として育成された3系統（山梨38号、42号、44号）と、対照として甲斐ノワール（山梨県果樹試験場で育成された赤ワイン専用品種）を用いた。

表1 交配組み合わせ

試験品種	交配
山梨 38号	山梨 27号(甲州三尺×メルロー)×メルロー
山梨 42号	甲斐ノワール×カベルネ・ソービニオン
山梨 44号	カベルネ・ソービニオン×ツヴァイゲルト・レーベ
甲斐ノワール	ブラック・クイーン×カベルネ・ソービニオン

これらの試験樹は、平成12年に植栽され、植栽時樹齢は1年生である。

#### 2-2 果汁、ワインの一般分析

既報<sup>2)</sup>に従って行った。

#### 2-3 ワインの醸造

収穫した各系統のぶどうを除梗・破砕機にかけ、メタ重亜硫酸カリウム 100ppm を添加後、翌日、乾燥酵母 L-2323(ラルバン社製)を 0.4g/L となるよう添加し、発酵を開始した。補糖は、結晶ブドウ糖を初期糖度が 22° となるように1日目に行った。かもし期間は4日間行い、搾汁後マロラクティック発酵(以降 MLF) スターター(商品名「ビニフローラ エノス」、シイベルヘグナー社製)を 0.01g/L となるように添加した。発酵終了後、メタ重亜硫酸カリウム 100ppm を添加し、遠心分離にて澱引きした。その後、タンニン 10ppm、ゼラチン 10ppm、ベントナイト 100ppm となるように添加し、-4℃で14日間放置し、

\* 赤ワイン用ぶどう品種の醸造適性試験 第3報

\*\* 醸造技術部(現在 食品醸造技術部)

\*\*\* 岩手県農業研究センター

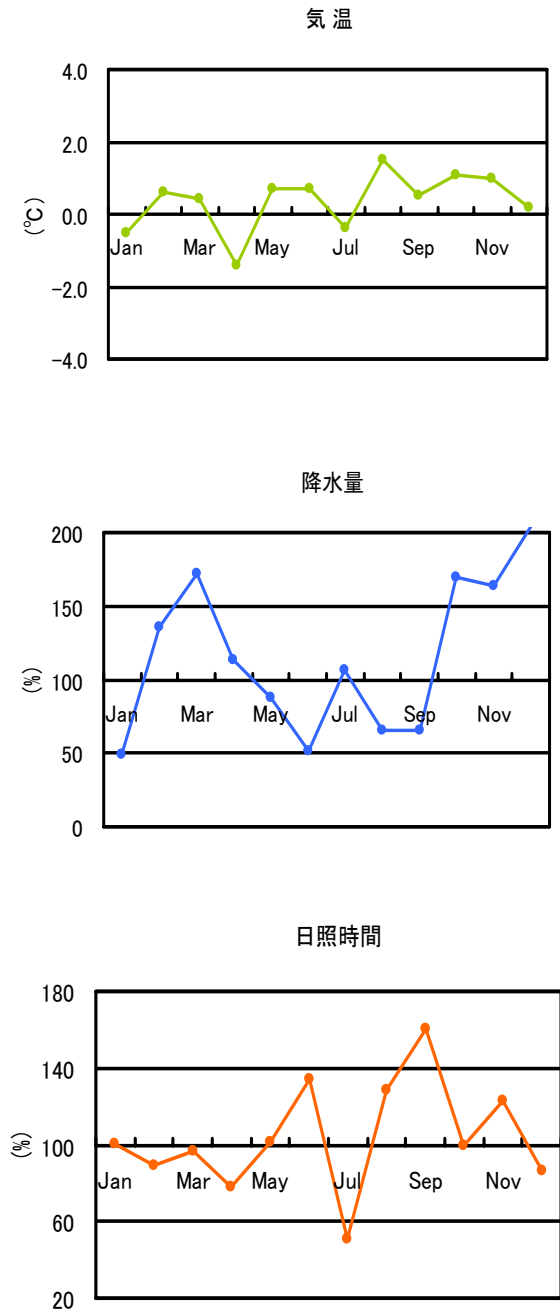


図1 気温、日照時間、降水量の平年値比較 (2006年岩手県北上市)

酒石酸を析出させ、その後清澄濾過を行った。

2-4 官能試験

官能評価は、色調2点、香り3点、味5点の10点満点で評価した。パネラーはワインメーカー10人、試験研究機関3人の13名で2007年2月8日に行った。

3 実験結果

3-1 2006年の気象経過およびぶどうの生育状況

ぶどう育成試験地(北上市)における2006年の気温、日照時間、降水量の平年値比較を図1に示した。なお、平年値および日照時間の資料は、気象庁気象統計情報に

よった。

ぶどう活動期の4月から10月にかけての有効積算温度は1589.5.1℃(平年比106%)、30℃以上の日数は22日とやや少なく、降水量859mm(平年比89%)、日照時間880.6時間(平年比105%)であった。

2006年のぶどう生育は、春先の低温の影響により、発芽期・開花期は平年に比べ1週間程度の遅れとなった。その後、果実成熟期は比較的好天の日が多く、気温も高めであったため、果実の糖度は高めとなり、収穫期も平年より数日早まった。栽培状況を表2、3に示す。

表2 ぶどう品種の生育状況

試験品種	発芽期	開花期	収穫期
山梨 38号	May. 09	Jun. 27	Oct. 12
山梨 42号	May. 13	Jun. 29	Oct. 12
山梨 44号	May. 13	Jun. 29	Oct. 12
甲斐ノワール	May. 12	Jun. 29	Oct. 12

表3 ぶどう品種の果実品質

試験品種	収量(kg)	果房重(g)	果粒重(g)
山梨 38号	31.3	219.8	1.8
山梨 42号	14.1	270.2	2.3
山梨 44号	44.9	225.8	2.0
甲斐ノワール	47.6	316.0	2.1

3-2 原料果汁

果実の状態は、山梨38号が過熟気味で仕込みの時点で裂果、カビ、酢酸臭等が見られた。他の系統の状態は良好であった。

仕込みに供した果汁処理および成分を表4に示す。搾汁率は、対照の甲斐ノワールと比較してどの品種も高かった。糖度は、天候の影響で全体的に高い値であった。特に山梨44号は20%以上と高い値を示し、対照よりも低い値であった山梨38号と山梨42号でも平年並みの糖度であった。総酸は、対照と山梨42号が1%以上と酸が強くと、山梨38号と山梨44号は0.7%前後と比較的少なく、この傾向は2004年産、2005年産と同様であった。

表4 ぶどう品種の果汁成分

	仕込量(kg)	搾汁率(%)	糖度(°)	総酸(%)	pH
山梨 38号	14.8	77.9	18.8	0.75	3.40
山梨 42号	17.3	82.1	17.5	1.79	3.11
山梨 44号	16.4	76.0	22.3	0.64	3.40
甲斐ノワール	14.0	73.6	20.1	1.52	3.13

3-3 ワインの醸造試験

アルコール発酵の経過を糖の減少量で示す(図2)。発酵開始時の品温は25℃で、2日目には26℃となった。その後、4日目までに24℃程度まで下がった。発酵経過は4系統ともほぼ同じ経過を取り、5日目に圧搾しMLFスターターを添加した。

表5 ワイン成分

	アルコール (%)	比重	総酸 (%)	エキス (%)	残糖分 (g/l)	pH	色調		亜硫酸		アミノ態窒素 (mg/l)	酒石酸 (%)	リンゴ酸 (%)	乳酸 (%)	総フェノール (mg/l)
							430nm	530nm	遊離型 (mg/l)	結合型 (mg/l)					
山梨38号	10.9	0.994	0.59	2.39	2.60	3.72	0.245	0.429	8.0	22.4	112	0.12	trace	0.21	1,137
山梨42号	10.6	0.998	1.33	3.33	2.46	3.29	0.255	0.372	9.6	25.6	112	0.15	0.67	0.12	869
山梨44号	10.8	0.995	0.57	2.62	4.78	3.83	0.351	0.623	16.0	20.8	150	0.11	0.03	0.21	1,920
甲斐ノワール	10.1	0.997	1.16	2.92	2.46	3.40	0.537	0.832	6.4	19.2	75	0.18	0.44	0.31	1,237

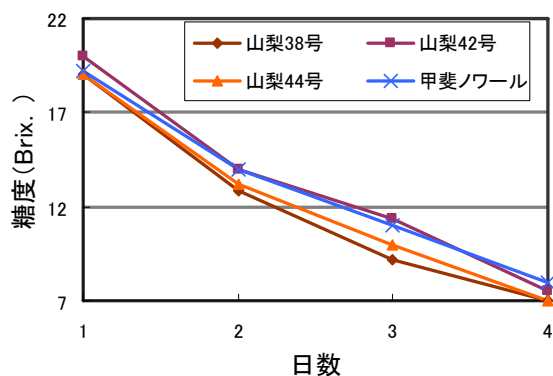


図2 アルコール発酵の経過

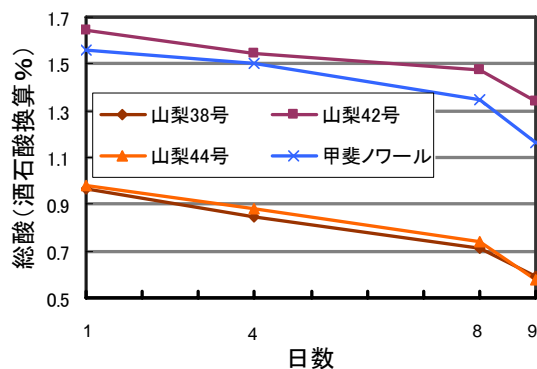


図3 マロラクティック発酵の経過

次に、MLFの経過を総酸の減少量で示す(図3)。品温は20~21℃で9日間行った。その間の総酸の減少量は、山梨38号、山梨44号、甲斐ノワールで0.4%前後と大幅に減少していた。山梨42号については0.3%の減少であった。

### 3-4 ワイン分析および官能試験

ワインの一般成分を表5に、官能試験結果を表6に示す。アルコール度数10.1~10.9、比重0.994~0.997、エキス分4以下、還元糖は山梨44号以外で3g/l以下とライトタイプのワインに仕上がった。山梨44号のみ還元糖が4.5g/lとやや高めに仕上がった。ワインのpHは全ての系統で果汁よりも高くなっており、総酸でも全ての系統で果汁よりも低くなっていた。有機酸含有量は、酒石酸では系統間で大きな差は無いが、リンゴ酸は山梨38

号と山梨44号で0.05%以下であるのに対し、甲斐ノワールでは0.44%、山梨42号では0.67%含有していた。乳酸は、山梨38号と山梨44号が同程度、甲斐ノワールがそれよりもやや高く、山梨42号は0.1%程度と低い値であった。

官能評価では、山梨38号と山梨44号が高い評価を得た。山梨44号は、色が濃く、渋みは強いが味がしっかりとしているという評価を得た。山梨38号は、色も良好で酸と渋みのバランスが良いという評価であった。山梨42号は、色が薄く酸が強いため評価が低かった。この傾向は2005年産、2006年産と同様であった。

表6 官能試験結果

	色	香	味	総合	短評
山梨38号	1.92	2.00	3.00	6.92	味のバランス良。
山梨42号	1.35	1.50	2.46	5.31	酸強い。色薄い。
山梨44号	1.92	1.92	3.15	7.00	タン強。色濃い。
甲斐ノワール	1.85	1.69	2.69	6.23	やや梗臭。渋残る

## 4 考察

2006年産は天候に恵まれ、どの品種でも2004年産、2005年産以上に高い糖度を得られた。果汁の酸度は2005年産と同程度で、山梨38号と山梨44号は比較的酸の抜けが良く、山梨42号は酸の抜けが悪いという傾向が確認できた。また、前報同様に山梨38号と山梨44号はMLF時のリンゴ酸の減少が著しく、MLFが効果的であることが示された。一方、山梨42号はMLFの効果が低く、これはpHが影響していると考えられる。以上のことから、前報同様に山梨38号と山梨44号は岩手県の赤ワイン用ブドウ品種として有望であるといえる。

2004年から3年間試験を行ってきたが、他の試験地でも山梨38号は高い評価を得ており、これらの結果を踏まえて山梨38号は品種名「ビジュノワール」として品種登録される予定になっている(2006年に出願済み)。また山梨44号は寒冷地で評価が高く、現在育成地である山梨県で品種登録に向けて準備を進めている。山梨42号については寒冷地での評価が低いことや、現行品種との差別化が難しいという点から、今後の試験は中止することとなった。

今後は、山梨38号および44号について、岩手県農業研究センターを中心に県内メーカーへの普及に向けた情

報提供を行い、岩手県の奨励品種登録を目指す予定である。

## 5 結 言

2005年に引き続き本県における赤ワイン用ブドウ系統の適応性検定試験を行った結果、3系統の中から山梨38号と山梨44号の2系統が有望であることが分かった。これは、2004年産、2005年産と同様の傾向であった。

また、山梨38号は全国的に評価が高く、品種名「ビジュノワール」として品種登録される予定である。

## 文 献

- 1) 大澤 純也：岩醸食試，10 (1976) ～17 (1983)
- 2) 米倉 裕一：岩手県工技センター研報，12, 58-60 (2005)
- 3) 山口 佑子：岩手県工技センター研報，13, 73-75 (2006)

## 豆腐の堅さ簡易測定法の提案\*

伊藤 良仁\*\*

豆腐の品質管理における重要な項目の一つに「堅さ」がある。これまでの評価（数値化）方法は、高価な物性測定装置を用いるものがほとんどであった。そこで、安価なプッシュプルゲージを利用し、製造現場でも気軽に測定できる手法を考案した。

キーワード：豆腐、堅さ測定

## Easy Measurement Method of “Tofu” Hardness

ITO Yoshihito

“Hardness” is one of important parameters to determine the quality of tofu-gel. Usually measurements of the hardness were carried out using a costly machine Texturometer. In this paper, the author proposes an easy method using inexpensive push-pull gauge.

key words : *tofu*, hardness, measurement

### 1 緒 言

盛岡市が消費量日本一となるなど、岩手県民の豆腐への関心度は高く、原料となる大豆の育種なども自治体を中心となって進められている。一方、豆腐加工業者においては、年々厳しくなる消費者やバイヤーの要求に応えるため、新製品の開発とともに、品質管理が重要度を増している。

豆腐における品質管理のための評価は、納豆の場合<sup>1)</sup>のように共通手法が提唱されておらず、学術研究の場合でもメーカーの場合でも各者様々な方法<sup>2~5)</sup>で行われているのが現状である。豆腐の品質に大きな影響を与えるのが風味と物性（堅さ）である。風味については、糖成分などの分析を行う場合もあるが、通常、官能検査によって評価することが多い。一方、物性については、官能検査とともにテクスチャーメーターによる測定を行い数値化する場合がある。サンプルをステージに乗せれば後は自動で測定を行う装置が数社から販売されており、試験研究機関や大手企業で導入されている。しかし、中小企業では、要望は高いものの高価格のため採用しているところは非常に少ない。また、測定値として採用されているのは官能評価と相関が高い「破断強度(最大応力)」<sup>5)</sup>であり、連続測定されている2次元のチャートは利用されない例がほとんどである。

そこで、入手するデータを最大応力だけに絞り込めば、より安価な製造現場でも気軽に測定（数値化）できるシステムの構築が可能ではないかと考えた。本報では、工業部品などの強度測定に使われているプッシュ・プルゲージ（デジタルフォースゲージ）を転用した豆腐の簡易堅さ測定法を考案したので報告する。

### 2 実験方法および結果

#### 2-1 使用機材

測定器本体には、経済性と測定範囲および分解能から汎用型デジタルフォースゲージ：FGC-0.2B（日本電産シンボ(株)）（写真1）を選択した。最大測定値は200g、分解能0.1gである。計測アダプタ（プランジャー）には付属部品として提供される延長棒(L:92)および出張り形状用（山形70°）（同社）（写真2）を設定した。通常、テクスチャーメーターによる測定では径の大きい（10～20mm）の円筒形プランジャーを用いるが、今回は経済性を優先し、付属品から選ぶこととした。また、「歯で噛む」ことを想定した設定でもある。



写真1 デジタルフォースゲージ



写真2 計測アダプタ

測定器を固定し上下動を行うためのスタンドに、手動式簡易試験スタンド（レバー式）：FGS-50L（同社）を、さらに、クリアランスを調整するためジャッキ、ステンレストレー（汎用品）を加え、測定装置一式とした。テクスチャーメーターと比較して1/20～1/10の価格で購入することができる。

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品技術部（現 食品醸造技術部）

## 2-2 手動誤差の確認

今回設定を試みた測定システムの中で、最も誤差を生み出す可能性があるものは「手動によるストローク」である。そこで、実際に豆腐測定する前に、シリコセン C-55 (信越ポリマー (株)) をダミーとして用い、100g 程度の最大応力になるよう設定し、誤差を測定した。

500 回の測定結果、測定値平均 104.7g で標準偏差が 0.901、変動係数は 0.0086 であり、100 回の測定中 99 回は ±2g 以内に収まる精度であった。

## 2-3 測定サンプルのセットを含む測定条件

通常、テクスチャーメーターでは、サンプルの形状を円筒形とし、それよりも小さい径の円筒状プランジャーを用いて測定<sup>2~5)</sup>する。その場合、数値が小さいサンプルが「柔らかいため貫入した」のか、「脆いため割れた」のかを 2 次元チャートで判断する。

今回設定したシステムでは、得られるデータが最大応力のみであるため、この点の判断ができない。そこで、プラスチックセル (内径 30・高さ 45mm の円筒、底に空気穴 (市販フィルムケース転用)) で打ち抜くことにより充填し、そのまま測定に供する方法を採用した。従って、「割れ」を防ぐことにより、「割れやすさ」の評価はできなくなるが、「柔らかさ (堅さ)」を指標として多種類の豆腐を同じ尺度 (条件) で比較できると考えられる。



写真3 サンプルの充填

測定条件は、ストローク : 50mm、貫入速度 : 50mm/1sec (手動)、貫入長 : 30mm、試料 : プラスチックセルに充填 (1 丁につき 5 点調製)、測定温度 : 外気温 = 室温、試料温度 = 4~10℃ と設定した。(写真 4)

ストローク長は、スタンドの設定 (固定) に依存する。貫入速度は、手動でレバーを下げる際にブレが少なく、また、歯で噛む状況に近い 1 ストローク 1 秒とした。測定サンプルは、前述の通り、プラスチックセルで打ち抜くことにより調製する。堅さにバラツキが大きい木綿豆腐に対応するため、中央と四角の計 5 点をサンプリングする。必要数のセルを準備しておけば、多数の豆腐からサンプリングし、後でまとめて測定することも可能である。注意点としては、木綿豆腐の場合、通常、表面が最も堅いため、評価する目的によって、サンプル調製の際にセル上面に豆腐の表面を設置するか、削除して内部分を測定するかを予め決めておく必要がある。また、製品

によっては、セルの高さ (45mm) よりも薄いものがある。この場合は、打ち抜いた後、セル底面にサンプルが接触するように、優しく押し込み、ジャッキで台の高さを調整することにより貫入長 30mm を順守する。



写真4 測定装置全景

## 2-4 市販豆腐の測定

設定したシステムで複数の市販豆腐を測定した結果を表 1 と表 2 に示した。絹ごし豆腐、木綿豆腐のそれぞれ、4 メーカー (銘柄) を入手し、一部は製造日が異なる同じ製品も測定した (セルへの充填は豆腐表面部分を含めた)。

絹ごし豆腐の測定値は、各銘柄平均で 43.6g~66.8g であり、この数値範囲は、2-2 で求めた測定誤差よりも十分に大きいものであった。また、標準偏差は 2.1~3.0、標準偏差を平均値で割った変動係数は 0.039~0.056 であった。両方の値共に測定数 n (最低 5、最高 50) とは相関が無かった。

木綿豆腐の測定値は、各銘柄平均で 82.1g~121.6g であり (E 社 292.7g は、いわゆる岩豆腐であり、通常の木綿豆腐とは商品的に異なる)、絹ごし豆腐と同様に、数値範囲は、測定誤差よりも十分に大きいものであった。また、標準偏差は 10.5~17.0 (E 社を除く)、変動係数は 0.117~0.147 (E 社を除く) であった。両方の値共に測定数 n (最低 5、最高 60) とは相関が無かったが、絹ごしに比べ一丁の中でのバラツキも大きいため、実際に評価する場合には測定数値の平均だけではなく標準偏差も重要な項目となる。

得られた測定値をもとに、豆腐を食べ慣れている職員数名で官能試験を行った結果、絹ごし豆腐でも木綿豆腐でも、測定値がおおむね 20g 以上差がある場合に官能的な差を感じる事が示された。今回は、統計的な処理を行えるほど試験を繰り返していないので、精度に欠ける部分があるが、実測した数値、官能的な閾値、測定誤差それぞれに十分な差があることから、この測定手法は品質管理に活用できるものと思われる。

表 1 市販豆腐測定結果(絹ごし豆腐)

メーカー	A社			B社		C社	D社
	測定日	H19.1.10	H19.1.19	H19.1.23	H19.1.10	H19.1.11	H19.1.23
測定値平均(g)	59.8	43.6	52.6	61.1	66.8	46.7	57.0
標準偏差	2.4	2.4	2.1	2.6	2.9	2.6	3.0
変動係数	0.041	0.056	0.039	0.043	0.044	0.055	0.053
n	5	50	10	20	10	10	10

表 2 市販豆腐測定結果(木綿豆腐)

メーカー	A社			C社	D社		E社
	測定日	H19.1.11	H19.1.19	H19.1.23	H19.1.23	H19.1.11	H19.1.23
測定値平均(g)	121.6	111.0	109.5	84.2	82.1	90.3	292.7
標準偏差	17.0	15.1	15.1	12.4	11.4	10.5	21.4
変動係数	0.140	0.136	0.138	0.147	0.139	0.117	0.073
n	20	60	10	10	5	10	10

### 3 考 察

豆腐の堅さを安価でかつ現場で気軽に測定できるシステム構築を目的として、プッシュ・プルゲージを転用した簡易測定法を考案した。経済性を優先し、機能を最小限にとどめた装置を採用したため、細かいテクスチャーの解析などには利用できないが、実際に、各種の豆腐を測定した結果、官能試験の感度よりも測定誤差（バラツキ）が小さいことが示され、（官能試験と併用する）品質管理基準の一つとしての可能性を示すことができたものとする。

### 4 結 言

詳細な官能評価との相関性や、実際に製造現場で使用した場合の有効性など、検討しなければならない部分が多いが、将来的に標準手法として採用されることになれば幸いと思っている。今後、製造業の方々との協議を進め、普及に努めたいと考えている。

### 文 献

- 1) 納豆試験法研究会：納豆試験法，12-13（1990）
- 2) 農産業振興奨励会：先端的技術等収集調査事業「リポキシゲナーゼ欠失大豆の需要開発事業実績報告書」，33-58（1993）
- 3) 中村善行、戸田恭子：平成16年度専門技術員専門研修テキスト「豆腐加工適正の評価技術」（2004）
- 4) 川井英雄ら：日食工，37，293-297（1990）
- 5) 三浦芳助、米安実：日食工，28，36-40（1981）



# ヒエを原料とした麺の製法\*

前田 穰\*\*、遠山 良\*\*\*

従来の方法では雑穀のみの製麺は困難であった。そこで本研究では雑穀のみを原料とした麺の製造技術の確立を目的に、雑穀生地の特性把握と製麺試験を行った。製麺試験は、蒸練機、フッ素処理ローラー、ジュール加熱器を用いて行った。蒸練機及びフッ素処理ローラーを用いることにより、ヒエのみを原料とした製麺に成功した。

キーワード：ヒエ、麺、蒸練、フッ素処理ローラー、ジュール加熱器、雑穀

## Processing Method of Noodles from Japanese Barnyard Millet

MAEDA Yutaka, TOYAMA Ryo

Processing of noodles only from millet was difficult in earlier methods. In this study, we studied the character of the dough and the procedure for noodle making only from millet as the raw materials. The test of processing of noodles was done by using steam-mixer, fluoridation-roller and joule-heater. We succeeded in processing of noodles only from Japanese barnyard millet.

key words : Japanese barnyard millet, noodles, steam-mixing, joule-heating, millet

### 1 緒言

食物繊維、ミネラルを豊富に含む雑穀が健康に良いことは疑いない。雑穀の消費量をさらに拡大するためには、加工特性を明らかにして美味しい加工品を開発し、安定した品質の商品を提供することが重要である。

現状では雑穀の消費は白米との混合炊飯が主体であるが、雑穀のみを原料とした麺を商品化できれば、消費拡大に繋がるものと考えられる。しかしながら、雑穀粉はそば粉、小麦粉等の従来より製麺材料として用いられてきたものとは違い、単独での製麺は容易では無い。

本研究では昨年度の検討<sup>1)</sup>に引き続き、雑穀を主原料とした製麺方法の検討を行い、蒸練機及びフッ素処理ローラーを用いることにより、ヒエのみを原料とした製麺に成功したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 原料

花巻産のヒエ（達磨）、ウルチアワ（虎の尾）、モチアワ（大槌 10）、キビ（釜石 16）を精白済みのものを購入し、高速粉砕機 HS-10（名濃、0.3mm スクリーン使用）で製粉し、試験に供した。

#### 2-2 一般成分測定

水分は 105℃ 常圧加熱乾燥法により測定した。粗タンパク質はケルダール法で得た全窒素に定数 6.25 を乗じ算定した。灰分は 550℃ 直接灰化法で測定した。粗脂肪はジエチルエーテルによるソックスレー法で測定した。

#### 2-3 雑穀粉の粒度分析

レーザー回折式粒度分布測定装置 LA-500（HORI BA）で測定を行い、分散媒にはオクタノールを使用した。

#### 2-4 アミログラム

ビスコグラフ（ブラベンダー社）を用い測定した。試料は雑穀粉が乾重量で 40 g、測定試料中の水分量が 450 g となるように調整した。測定条件は以下のとおり。

回転速度：毎分 75 回転

ステップ 1：30℃ から 95℃ まで、毎分 1.5℃ で昇温

ステップ 2：10 分間 95℃ 保持

ステップ 3：95℃ から 30℃ まで、毎分 1.5℃ で降温

ステップ 4：30℃ で 6 分間保持

#### 2-5 蒸練処理

雑穀粉に加水し、多用途対応縦型ミキサー・マイティ 25（愛工舎製作所）で 1 分間混捏した生地を小型蒸練機・団五郎（品川工業所）に投入し、10 分間蒸練した。蒸練部分の倒し角は 45 度とした。蒸練部分を倒すことにより、生地は攪拌部分に持ちあげられる、落下により叩きつけられる、攪拌部分で押しつけられる等、十分に捏ねられることを確認した。蒸気の生成はサンキウボイラー 2 型（品川工業所）を用い、蒸練時には最大生成量の蒸気を導入した。

#### 2-6 押し製麺

蒸練生地を油圧式押し製麺機（三上製麺製作所）で麺線状に成形した。押し出口の直下に沸騰した鍋を用意しておき、押し出すと同時に 1 分間の茹で調理を行った。

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品技術部（現青森県ふるさと食品研究センター）

\*\*\* 食品技術部（現食品醸造技術部）

2-7 フッ素処理ローラーによる製麺

150mm 試験機 (大竹麺機) のローラーをフッ素処理したものを用いた。ローラー間隔1.5mmで蒸練生地を1回、伸し処理を行い、麺帯とした。結果、麺帯厚は1.7~1.8mmとなった。麺線切り出しは10番切り刃で行い、麺線の幅は3mmとなった。

2-8 ヒエ麵の試食結果

平成19年2月28日に岩手県工業技術センターで開催した、「岩手の農水産物を活用した食品開発研究発表会」において、蒸練機及びフッ素処理ローラーを用いて調製したヒエ麵についての試食アンケートを実施した。試食に供した麵は、3週間凍結保存したものをを用いた。

2-9 ジュール製麺試験

バッチ式ジュール加熱機を用い、加水混合生地 500g を通電しジュール加熱生地とした。通電効率を高めるために塩化ナトリウムを2.5g加えた。20℃に調整した加水混合生地をジュール加熱機に投入し、生地温度が10分後に95℃になるように昇温させ、その後10分間、95℃で保持した。加熱後、生地をポリ塩化ビニリデン製のフィルムで包み、自然放冷した。

2-10 ジュール加熱生地の破断強度及び破断歪み

ジュール加熱生地を1辺25mmの立方体に切り出し、テンシプレッサー My Boy (タケトモ電機) を用い、上面中央への直径5mm円柱プランジャーで押し込み測定を行った。押し込み速度は毎秒2mmで行った。押し込み測定時の第一ピークから破断強度と破断距離を読み取った。次式により、破断歪みを求めた。

$$\text{破断歪み (\%)} = \frac{\text{破断距離 (mm)}}{25 \text{ mm (試料高)}} \times 100$$

3 結果と考察

3-1 原料雑穀の特性について

試験に用いた雑穀粉の一般成分を表1に示した。アミログラムを図1に、アミログラムから算出した糊化特性を表2に示した。ヒエ及びウルチアワは最高粘度、コンシステンシー値が大きく、モチアワ及びキビは低くなった。岩手県で栽培されている雑穀のアミロース含量については、ヒエ「達磨」が32.9%、粳系アワ「虎の尾」が33.9%、糯系アワ「大槌10」が3.7%、糯系キビ「釜石16」が2.2%との報告<sup>2)</sup>がある。

雑穀粉の粒度組成を図2に示した。ヒエがもっとも平均粒径が小さく、キビが最も大きくなった。100μmより大きい粒径の出現頻度は、ヒエが2.3%、ウルチアワが0%、モチアワが0.2%、キビが1.5%であった。

3-2 押し出し法による雑穀麵の試作について

それぞれの雑穀について、蒸練生地を冷麺製造用の押し出し製麺機で成形することによる麵試作を行った。蒸練前加水量と結果を表3に示す。ヒエ及びウルチアワについては蒸練機及び押し出し製麺機を用いることにより製麺が可能であることが確認できた。一方、モチアワ及びキ

ビについては、押し出し後の湯中において全て崩壊してしまい、製麺することは出来なかった。ヒエ及びウルチアワを加熱調製した生地は柔軟性が有りながらも湯中保持性があることを昨年度の検討<sup>1)</sup>で確認しているが、その特性により今回の製麺が実現できたと思われる。

表1 雑穀粉の一般成分

	水分(%)	粗タンパク質(%)	灰分(%)	粗脂肪(%)	炭水化物(%)
ヒエ	12.4	7.6	0.4	1.0	78.6
ウルチアワ	12.6	9.2	1.0	2.2	75.0
モチアワ	12.3	10.0	1.2	3.0	73.5
キビ	13.8	10.4	0.7	1.2	73.9

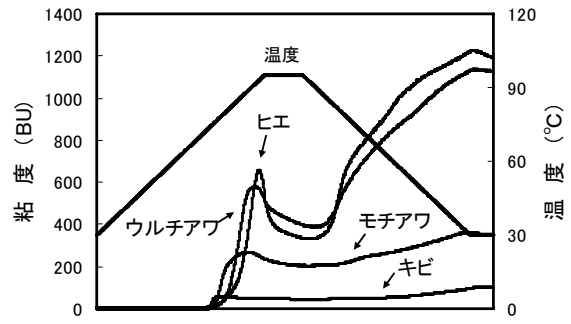


図1 雑穀粉のアミログラム

表2 雑穀粉の糊化特性

	糊化開始温度(°C)	最高粘度到達温度(°C)	最高粘度 (BU)	ブレイクダウン(BU)	コンシステンシー(BU)
ヒエ	74.7	92.3	655	323	847
ウルチアワ	75.7	91.0	574	180	500
モチアワ	74.5	87.0	265	62	149
キビ	72.9	76.3	52	10	50

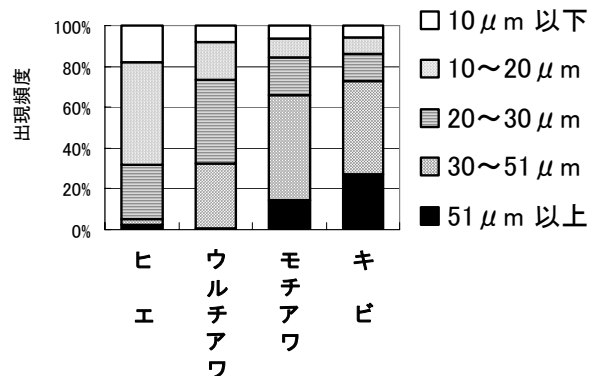


図2 雑穀粉の粒度組成

ヒエ及びウルチアワの蒸練生地を押し出し成形した麺線を湯中に投入することなく適当な長さに切り、生麺様にするにも検討した。押し出し後、ノズルからつり下がった状態の麺線に馬鈴薯デンプンを振りかけるなどの試みを行ったが、生地同士の癒着を防止することはできなかった。モチアワ及びキビについては蒸練による製麺方法の原料には適さないものと判断し、以降の検討を行わなかった。押し出し製麺の結果が最も良好であったヒエについて、更に検討を進めることにした。

### 3-3 フッ素処理ローラーによるヒエ麺の製法

押し出し法の場合、食堂等で生地調製直後に提供する場合には適するものの、お土産など保存性を要求される商品の製法には不適である。そこで新潟県食品研究所で確立されたライスヌードルの製法<sup>3) 4)</sup>（以下、新潟法とする）を参考として蒸練生地をフッ素処理ローラーで麺帯とする製麺方法を検討した。

蒸練処理を行うと生地温度が高まるまでに生地表面で蒸気が結露し、生地への加水が進行する。その影響を受け、検討当初は蒸練生地の水分にばらつきが生じた。処理前に蒸練機に蒸気を通導し十分な暖気を行うこと、結露によって溜まった水を排出してから生地を投入すること、投入する生地の量を一定とすること、投入生地の温度を約 20℃とすることにより、蒸練生地の水分を安定させられるようになった。

蒸練前加水量と蒸練後の生地水分、フッ素処理ローラーでの麺帯形成の容易さを表 4 にまとめた。押し出し製法で採用した、蒸練前加水量が 60% の場合には生地が固く、ローラーに押し込むのが困難であり、フッ素処理ローラーを用いて製麺する場合には、蒸練前加水を 65~70% とするのが適当であった。また、蒸練前加水量が適切な場合でも、蒸練後に蒸練生地の温度が下がると生地が固くなり、麺帯形成は困難となった。

麺帯形成直後に麺線切り出しを試したところ、完全に切断することが出来なかったり、うまく切れた場合でも麺線同士が癒着するといった問題が発生した。一方、調製した生地を常温で一晩おいてから切り出したところ、切り出しも容易であり、打ち粉を用いなくても麺線の癒着は発生しなかった。新潟法においては蒸練直後にローラーで麺帯とし、一晩冷蔵してから麺線に切り出している。蒸練を用いた製麺においては、蒸練直後に麺帯形成を行い、時間をおいてからの麺線切り出しが有効であることが判った。この方法で得られた麺線を茹で調理し、試食したところ、ヒエの風味が感じられる麺であった。

蒸練によるヒエ麺の製法は、「蒸気加熱と捏ね処理により生地をつなぎ」、「生地の柔軟性があるうちに麺帯形成し」、「麺帯を一晩放置して適度に澱粉を老化させてから麺線に切り出す」方法であり、ヒエなどのグルテンや付着性水溶性タンパク質を含まない穀類の製麺方法として有効であると考えられた。

表 3 押し出し製麺の結果

	蒸練前加水量 (対雑穀粉重量)	結果
ヒエ	50%	蒸練後にまとまらず、直径3センチ前後の粒状になった。(押し出しは行わなかった)
	60%	製麺に成功。
ウルチアワ	50%	製麺に成功。
モチアワ	40%	加熱ムラがあり、生地の一部が粉状になった。(押し出しは行わなかった)
	50%	押し出し後、湯中で崩壊。
キビ	40%	加熱ムラがあり、生地の一部が粉状になった。(押し出しは行わなかった)
	50%	押し出し後、湯中で崩壊。

表 4 蒸練前加水量と麺帯形成性

蒸練前			→	蒸練後	
加水量 (対ヒエ粉重量)	生地水分	生地の状態		生地水分	麺帯形成の 容易さ
50%	42%	生地がまとまらない	→	(生地がまとまらない)	—
60%	46%	生地がまとまらない	→	52%	硬い
65%	47%	しっとり	→	54%	ちょうど良い
70%	49%	表面に水が浮く	→	55%	ちょうど良い
75%	50%	流動性がある	→	57%	柔らかすぎる

### 3-4 生粉添加を併用したヒエ麺の製法

新潟法では蒸練後の生地に非加熱の「生粉」を添加することにより麺のコシを強めている。本研究でも蒸練前加水量 70% の生地に生粉を全体の 5~30% 加え混合した後に麺帯形成、切り出しを行ってみた。生粉を加えることにより蒸練生地は柔軟となり麺帯形成は容易になったが、麺の食感はざらつきが感じられ、品質は劣化した。

フォーやビーフンなど米粉を原料とした麺の場合、高アミロース米が適すると言われている。新潟法はアミロース含量が 20% 前後の通常の飯米を原料としながらコシの強さを実現するために、生粉添加という工夫を必要としたが、高アミロースであるヒエの場合、生粉添加は不要であると考えられた。

### 3-5 ヒエ麺についての試食アンケート結果

アンケート結果を図 4 ~6 に示した。ヒエ麺について「商品として価値が有る」と回答したのは 56 人中 32 人（全体の 56%）であり、参加者の半数には好意的に受け止められた。価値が有ると回答した方の理由は風味や食感という嗜好性だけでなく、健康や話題性などの付加価値を含んでの評価であった。「商品として価値が無い」と回答したのは 8 人（全体の 14%）であり、回答理由は風味と食感のみであり、食感については全員が選択していた。

今回、試食に供した麺は冷凍保存したものであり、冷凍前の麺に比べ、なめらかさが劣っており、評価が低く

なつたと思われた。一方で風味についての評価は低くはなかつた。製麺後の品質管理を適切に行い、良い食感を維持できれば、ヒエ麺の商品化が可能であると思われた。

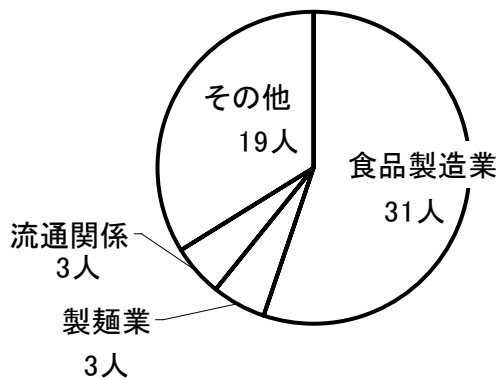


図3 試食参加者の内訳

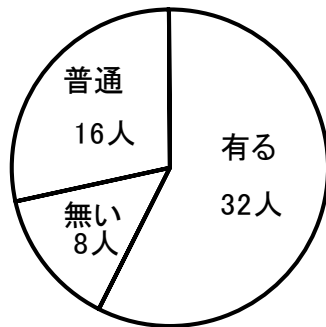


図4 アンケート結果 「ヒエ麺に価値はあるか」

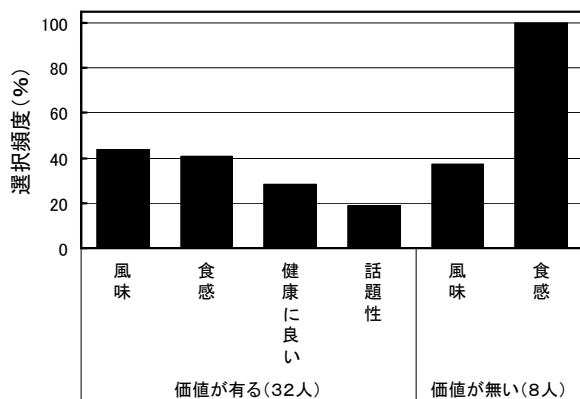


図5 評価の理由 (複数回答可)

### 3-6 ジュール加熱器による製麺方法の検討

ブロック状の加熱ヒエ生地を調製し、それを麺線状に切り出すことによる製麺方法を検討した。一般的な方法でブロック生地を加熱すれば、生地の外周から入熱する事になり、結果、生地外周部から澱粉糊化が進行、生地中の水分ムラを生じる。ジュール加熱は対象物に通電し、対象物自身を発熱させる技術である。ジュール加熱であれば、ブロック状生地においても加熱ムラが発生しにくいと考え、検討に用いることとした。

予備試験によって得られたジュール加熱生地は一般的な加熱方法によって得られた加熱生地と異なり、周辺部が加熱不十分となった。これは外部への熱流出のためである。以降の検討では、加熱部分を断熱剤で覆うとともに、測定試料は周辺部を除去してから調製した。

加熱後 24 時間経過したジュール加熱生地の破断強度及び破断歪みを図 6 に示した。加熱部分加水量が増えるに従い、破断強度は減少し、破断歪みは増大した。水分 50%及び 55%のジュール加熱生地は脆く、65%では柔らかすぎるために包丁での麺線切出しは困難であった。一方、水分 60%では常温で 24 時間経過すると、包丁での切出しが可能であった。以降の検討は水分 60%のジュール加熱生地について行うこととした。

水分 60%のジュール加熱生地を麺線状に切り出し、茹で調理をしてみたところ、湯中で崩壊することはなかったものの、柔らかすぎる食感であった。このことから加熱時間等の検討だけでは、ジュール加熱機による麺製造は困難であると判断し、副素材の併用を検討した。

ジュール加熱試験に先立ち、ヒエ粉の糊化特性に対する副素材の影響をアミログラムで検討した。副素材はフォー等の製法時に物性向上効果があるとの指摘がある乳酸、鹹水として用いられる炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、うどん等製麺時に用いられる塩化ナトリウム、デンプンを糊化しやすくするという塩化カリウム<sup>5)</sup>、糖類の代表としてスクロースを選択した。糊化特性は雑穀粉に溶液を加えた直後と溶液を加えてから常温で 24 時間経過したものについて測定した。

特徴的なアミログラムを図 7 に、アミログラムを元に算出した糊化特性を表 6 に、アミログラム測定時の試料 pH を表 7 に示した。乳酸は最高粘度、ブレイクダウンを顕著に減少させた。炭酸ナトリウム、炭酸カリウムはブレイクダウンを減少させた。その他の副素材による糊化特性の変化は少なかった。また、いずれの副素材においても溶液添加 2 4 時間後には最高粘度、ブレイクダウンの減少が発生したが、それはわずかであった。

糊化特性に影響が認められた乳酸と炭酸ナトリウムについて、ジュール加熱生地の物性を測定し、結果を図 8、図 9 に示した。乳酸は加熱調製後の時間が長くなるにつれ破断強度が著しく大きくなることが判った。澱粉が主体である麺の場合には乳酸を添加することにより、より固い麺になることが示唆された。一方、炭酸ナトリウム

は加熱調整後の時間が長くなっても破断歪みの減少が少なかった。炭酸ナトリウム等鹹水は加熱澱粉生地の柔軟性を保持することが示唆された。

物性測定に用いたものと同様の処理をした生地を包丁で麺線状に切り出し、茹で調理をしてみたところ、いずれの麺も柔らかすぎた。しかしながら乳酸を用いた麺の

表面は非常に滑らかでつるつるとした食感であること、炭酸ナトリウムを用いた麺は 10 分間加熱しても湯中で崩壊しない程、つながりの良いことを確認した。今回の検討では添加物と生地特性の関係についての知見は得られたが、ジュール加熱機での製麺には成功しなかった。

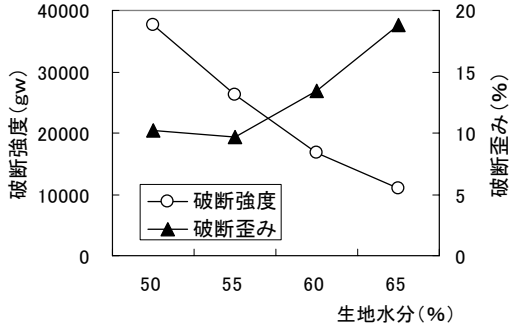


図6 ジュール加熱生地の破断強度と破断歪み

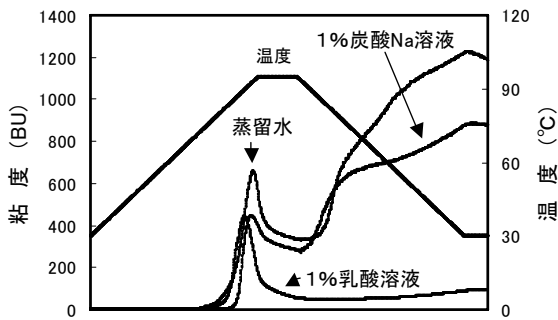


図7 副素材のヒエ粉アミログラムへの影響

表6 副素材のヒエ粉糊化特性への影響

ビスコグラムに用いた溶液	測定前 溶液浸漬時間	糊化開始 温度(°C)	最高粘度 到達温度(°C)	最高粘度 (BU)	ブレイク ダウン(BU)	コンシステ ンシー(BU)
蒸留水	0	74.7	92.3	655	323	847
	24	79.2	92.0	535	191	624
乳酸	0	77.0	89.1	443	399	45
	24	78.7	88.9	408	369	44
炭酸ナトリウム	0	84.4	91.4	446	176	607
	24	84.1	90.6	473	189	607
炭酸カリウム	0	83.6	90.7	463	175	616
	24	82.9	89.9	492	199	607
塩化ナトリウム	0	82.1	93.9	572	213	721
	24	81.6	93.8	550	190	715
塩化カリウム	0	82.0	93.7	528	196	674
	24	83.1	94.0	493	161	651
スクロース	0	79.0	92.0	557	223	749
	24	76.7	91.7	527	193	611

※溶液濃度はすべて1%

表7 副素材による試料pHの変化

ビスコグラムに用いた溶液	測定前 溶液浸漬時間	溶液 調整時pH	雑穀粉懸濁液 調製時pH	雑穀粉懸濁液 調製24時間後pH	測定後 試料pH
蒸留水	0				6.4
	24	7.1	6.3	6.4	6.3
乳酸	0				2.5
	24	2.2	2.4	2.5	2.5
炭酸ナトリウム	0				10.5
	24	11.4	10.9	10.8	10.6
炭酸カリウム	0				10.8
	24	11.7	11.1	11.0	10.8
塩化ナトリウム	0				5.9
	24	5.3	6.2	6.2	6.2
塩化カリウム	0				6.0
	24	5.7	6.1	6.2	6.0
スクロース	0				6.3
	24	8.3	7.9	6.2	6.1

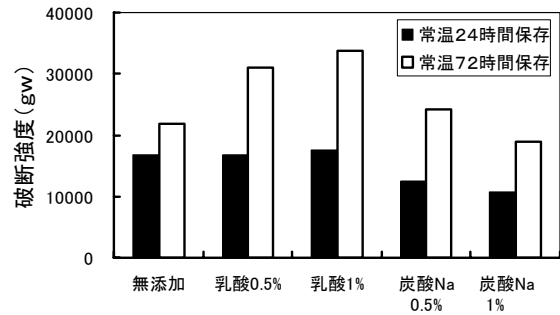


図8 副素材のジュール加熱生地破断強度への影響

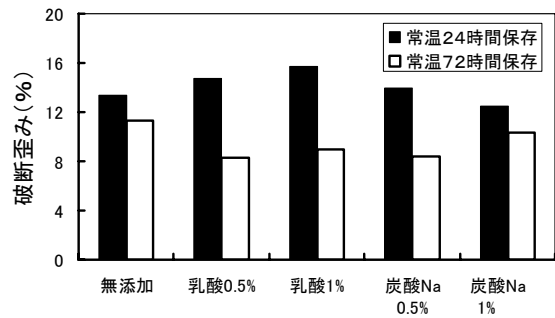


図9 副素材のジュール加熱生地破断歪みへの影響

#### 4 結 言

蒸練機及びフッ素処理ローラーを用いることにより、ヒエのみを原料とした製麺が可能であることを明らかにした。試食アンケートの結果、ヒエ麺について半数の回答者が「商品として価値がある」と回答した。ヒエ麺を商品化するには、製麺後の品質管理が重要課題であると思われた。

#### 謝 意

ジュール加熱器を用いた試験において、ご指導、ご助言を頂いた秋田県総合食品研究所及び同研究所秋山美展所長に謝意を表します。

また、雑穀粉の粒度測定において協力していただいた、

青森県ふるさと食品研究センター及び同研究所福士奈々子技師に謝意を表します。

#### 文 献

- 1) 前田穰、遠山 良：岩手県工業技術センター研究報告、13, 58 (2007)
- 2) ヒエ、アワ、キビのでんぷん：平成13年度東北農業研究成果情報
- 3) ライス・ヌードル全国講習会資料
- 4) 特願 53-026176「麺状食品とその製造法ならびに装置」
- 5) 朝倉書店：デンプンハンドブック



## The Formation Mechanism by Yeast of 4-Hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone in Miso

Motoko OHATA,<sup>1,3</sup> Keiko KOHAMA,<sup>2</sup> Yasujiro MORIMITSU,<sup>3</sup>  
Kikue KUBOTA,<sup>3</sup> and Etsuko SUGAWARA<sup>1,†</sup>

<sup>1</sup>Faculty of Education, Iwate University, 3-18-33 Ueda, Morioka 020-8550, Japan

<sup>2</sup>Iwate Industrial Research Institute, 3-35-2 Shinden, Iioka, Morioka 020-0852, Japan

<sup>3</sup>Graduate School of Humanities and Laboratory of Food Chemistry, Ochanomizu University, 2-1-1 Otsuka, Bunkyo-ku, Tokyo 112-8610, Japan

Received August 25, 2006; Accepted November 13, 2006; Online Publication, February 7, 2007

[doi:10.1271/bbb.60466]

The mechanism of the formation of 4-hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone (HEMF) with yeast under cultivation in a medium containing amino-carbonyl reactants of ribose and glycine was investigated using stable isotopes of the corresponding compounds. It was confirmed that the skeleton of the five-membered ring and the methyl group of the side chain of HEMF was formed from ribose, and that the ethyl group was derived from the glucose metabolite by yeast. The formation of HEMF was confirmed when acetaldehyde as the glucose metabolite and a cell-free extract from yeast were added to the medium containing amino-carbonyl reactants. These results suggest that the role of yeast in HEMF formation is not only to provide the glucose metabolite, but also in combining the amino-carbonyl reactants with the glucose metabolite.

**Key words:** 4-hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone; yeast; miso

More than 200 flavor components have been confirmed in miso.<sup>1,2</sup> 4-Hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone (HEMF) has a strong, sweet, and caramel-like aroma and is very important as the characteristic component of soy sauce and miso, with a very low threshold value of less than 20 ppb in water.<sup>3</sup> Although a small amount of HEMF has been detected in cheese<sup>4</sup> and beer<sup>5</sup> in recent years, it was first found in soy sauce,<sup>6-8</sup> and then in miso,<sup>9</sup> their contents of HEMF being much higher than in other fermented foods.

Blank and Fay have reported a formation mechanism for HEMF by the amino-carbonyl reaction.<sup>10</sup> According to their report, HEMF was formed by combining the C<sub>5</sub>-1-deoxydiketose from pentose with acetaldehyde generated by the Strecker degradation of alanine when

pentose and alanine were heated together, but the amount of HEMF formed was very small and did not reach the content levels detected in miso or soy sauce.

Sugawara and Sakurai have reported on a formation mechanism by yeast for HEMF in miso,<sup>11</sup> whereby HEMF formation was promoted by cultivating yeast (*Zygosaccharomyces rouxii* 061) in a heat-sterilized medium that contained glucose, ribose, and an amino acid (glutamic acid, threonine, serine, or alanine). It was also found that much more HEMF formed when yeast was cultivated in a model medium containing glycine instead of alanine or serine. In addition, the amount of HEMF formed by the yeast was influenced by the glucose content in the medium (Sugawara, E. *et al.*, unpublished results). We assumed that the precursor of HEMF, containing 7 carbons, is formed from the amino-carbonyl reaction products of 5 carbons (the C<sub>5</sub> precursor) formed by ribose and glycine, and from the chemical compounds of 2 carbons (the C<sub>2</sub> precursor), which perhaps form by active glucose metabolism of the yeast, as in the case of acetaldehyde, reported by Blank and Fay.<sup>10</sup>

The main purpose of the present study was to clarify the hypothetical pathway of HEMF formation by yeast. Stable isotopes were used to investigate how the sugar moiety and amino acid contribute to HEMF formation by yeast. Yeast was incubated in a medium containing the stable isotopes [U-<sup>13</sup>C]-ribose, [U-<sup>13</sup>C]-glycine, [U-<sup>13</sup>C]-glucose, and [6-<sup>13</sup>C]-glucose, and the incorporation of <sup>13</sup>C atoms into the skeleton of HEMF was investigated to confirm the roles of ribose, glycine, and glucose, which were in the medium. It is also investigated whether the C<sub>2</sub> precursor would be provided by yeast. We considered acetaldehyde to be the C<sub>2</sub> precursor because it is one of the glucose metabolites,

<sup>†</sup> To whom correspondence should be addressed. Tel: +81-19-621-6604; Fax: +81-19-621-6609; E-mail: etsukos@iwate-u.ac.jp

Abbreviations: HEMF, 4-hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone; GC, gas chromatography; GC-MS, gas chromatography-mass spectrometry; FID, flame ionization detector

and acetaldehyde generated by the Strecker degradation of alanine and C<sub>5</sub>-1-deoxydiketose from pentose has been shown to lead to HEMF by Blank and Fay.<sup>10</sup> We also investigated whether the C<sub>5</sub> precursor and acetaldehyde would be combined by an enzymatic reaction using a cell-free extract prepared from yeast, in order to clarify the role of yeast in HEMF formation, besides providing the C<sub>2</sub> precursor.

## Materials and Methods

**Reagents.** D-glucose, sodium chloride, glycine, acetaldehyde, potassium dihydrogenphosphate, magnesium sulfate heptahydrate, anhydrous sodium sulfate, glycerol, dithiothreitol, diethyl ether, and hydrochloric acid were obtained from Kanto Chemical Company (Tokyo). D-ribose was obtained from Nacalai Tesque (Kyoto), and the yeast extract was obtained from Becton, Dickinson (New Jersey). Kiage soy sauce was purchased from a local market in Morioka, Japan, and tris(hydroxymethyl)aminomethane and dichloromethane were purchased from Aldrich (Tokyo). [6-<sup>13</sup>C]-Glucose, [U-<sup>13</sup>C]-glucose, and [U-<sup>13</sup>C]-ribose were obtained from Cambridge Isotope Laboratories (MA), and [U-<sup>13</sup>C]-glycine was obtained from Isotec (Tokyo). The standard for HEMF was obtained from Tokyo Kasei Kogyo (Tokyo).

**Microorganisms.** The yeast strain used in this study was *Zygosaccharomyces rouxii* 061, a halophilic yeast commonly used in producing Sendai miso, due to its ability to form a large amount of HEMF in miso. This strain was provided by the Experimental Station of the Miyagi Miso-Shoyu Industry Cooperative (Miyagi, Japan).

**Medium for the starter culture.** The medium for the starter culture was prepared from 10.0 ml of Kiage soy sauce, 5.0 g of D-glucose, and 10.0 g of sodium chloride dissolved in 100 ml of distilled water. The medium was adjusted to pH 5.2 with sodium hydroxide and then sterilized by autoclaving (1 kg/cm<sup>2</sup> at 121 °C for 15 min). The amino-carbonyl reaction appeared to proceed during sterilization.

**Experimental media.** Table 1 shows the compositions of the experimental media. The basic medium used in the experiments<sup>11</sup>) was prepared from 7.5 g of D-glucose, 2.5 g of D-ribose, 1.0 g of glycine, 10.0 g of sodium chloride, 1.0 g of potassium dihydrogenphosphate, 0.5 g of magnesium sulfate heptahydrate, and 0.5 g of yeast extract dissolved in 100 ml of distilled water. The medium was adjusted to pH 5.2 with sodium hydroxide, and then sterilized. Four additional media were prepared: medium A-I, the basic medium without glucose; medium A-II, the basic medium without glucose but with 0.05 g of acetaldehyde; medium B-I, the basic medium without glucose or sodium chloride; and medium B-II, the basic medium without glucose or

**Table 1.** Composition of Media Used in HEMF Production

	Basic medium	Medium A-I	Medium A-II	Medium B-I	Medium B-II
Glucose (g)	7.5	— <sup>b</sup>	—	—	—
Ribose (g)	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Glycine (g)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
NaCl (g)	10.0	10.0	10.0	—	—
KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> (g)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
MgSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O (g)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Yeast extract (g)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Acetaldehyde (g) <sup>a</sup>	—	—	0.05	—	0.05
Water (ml)	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0

<sup>a</sup> Acetaldehyde was added after sterilization.

<sup>b</sup> No addition.

sodium chloride, but with 0.05 g of acetaldehyde. The total volume of the experimental media with the stable isotope was 3.0 ml of the basic medium. Each medium was sterilized after preparation.

**Cultivation.** A loopful of *Z. rouxii* 061 from a slant culture was incubated in the medium for the starter culture (50 ml) at 27 °C for 2 d, before the medium was centrifuged (7,000 rpm for 10 min at 4 °C) and the yeast cells were collected. The collected cells were washed with a washing buffer containing 10 ml of 1 M Tris-hydrochloric acid (pH 7.4), 2.48 g of sodium chloride, and 0.123 g of magnesium sulfate heptahydrate dissolved in distilled water, and this solution was made up to 500 ml with distilled water, and sterilized. The supernatant was separated by centrifuging it twice under the same conditions to obtain intact cells. The intact cells were added to each experimental medium and the final concentration was adjusted to 10<sup>8</sup> cells/ml, before the medium was incubated at 27 °C. Acetaldehyde and the intact cells were added to the medium in the experiments with acetaldehyde.

**Preparation of a cell-free extract from *Z. rouxii* 061.** The starter culture, incubated for 2 d, was centrifuged (7,000 rpm for 10 min at 4 °C), and the yeast cells were collected. The collected cells were washed with the washing buffer, and the supernatant was separated by centrifuging it twice under the same conditions to obtain washed cells. Ten grams of sterilized glass beads and 10 ml of a breaking buffer containing 10 ml of 1 M Tris-hydrochloric acid (pH 8.0), 20 g of glycerol, and 1.5 mg of dithiothreitol dissolved in distilled water was made up to 500 ml with distilled water, before it was sterilized. The washed cells were added to the breaking buffer, and then the buffer solution was frozen at -20 °C for 1 h. The cells were then disrupted in a vortex mixer (Vortex-Genie 2, Scientific Industries, Tokyo) at 0 °C for a total of 30 min. The solution of disrupted cells was centrifuged (7,000 rpm for 10 min at 4 °C), and the supernatant obtained was recentrifuged (12,000 rpm for 10 min at 4 °C) to obtain cell-free extract.



**Application of cell-free extract.** Ten ml of cell-free extract was added to media B-I and B-II adjusted to pH 7.5, and the solution incubated at 27 °C for 6–24 h.

**Measurement of quantities of acetaldehyde and protein.** After this incubation, the quantity of acetaldehyde in the centrifuged supernatant was measured using the F-KIT (Roche, Mannheim), while the quantity of protein in the prepared cell-free extract was measured according to the method of Bradford.<sup>12)</sup>

**Determination of HEMF.** Aroma concentrates were prepared by the Tenax TA resin adsorption method<sup>9,11)</sup> from the supernatant that had been centrifuged to remove yeast cells. These aroma concentrates were analyzed by gas chromatography (GC) and gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS); the experimental and analytical conditions were described in detail in previous reports,<sup>9,11)</sup> except for the GC–MS model. The GC–MS model used here was a Shimadzu QP-2010 gas chromatograph–mass spectrometer (GC part: a Shimadzu GC-2010 gas chromatograph). All data were processed according to Wiley database 338323 compounds.

Experiments using stable isotopes were conducted by extracting the supernatant (3 ml) of the yeast cells removed by centrifugation after incubation with two successive additions of 3 ml of dichloromethane in a 20-ml vial under magnetic stirring 5 min each time. The two organic phases were collected, dried over anhydrous sodium sulfate, and concentrated under nitrogen. The aroma concentrate obtained was analyzed by GC–MS under the analysis conditions already indicated.

## Results and Discussion

### Contribution of ribose and glycine to HEMF structure

We have explained that pentose, amino acid, and glucose have important roles in the formation of HEMF by yeast in the model medium,<sup>11)</sup> although it has not been clarified how each compound transformed into the structure of HEMF. A control experiment indicated that HEMF was effectively formed when yeast was incubated using normal glucose, normal ribose, and normal glycine in the basic medium. The structure was confirmed by GC–MS. The mass spectrum is shown in Fig. 1A. The main fragment ions of HEMF were assigned as follows:  $m/z$  142,  $M^+$ ; 127,  $(M - CH_3)^+$ ; 114,  $(M - CH_3CH_2)^+$ ; 99,  $(M - COCH_3)^+$ ; 85,  $(M - COCH_2CH_3)^+$ ; 71,  $(M - CH_3COCHO)^+$ ; 57,  $(CH_3 - CH_2CO)^+$  and 43,  $(CH_3CO)^+$ . [ $U-^{13}C$ ]-ribose instead of normal ribose was then incubated in the same medium. The MS data for the HEMF obtained are shown in Fig. 1B. A fragment of the molecular ion was found at  $m/z$  147, indicating that the HEMF formed contained five  $^{13}C$  atoms. These  $^{13}C$  atoms were not present in the ethyl group of the side chain, because they were found in the fragments  $(M - CH_3)^+$  at  $m/z$  132

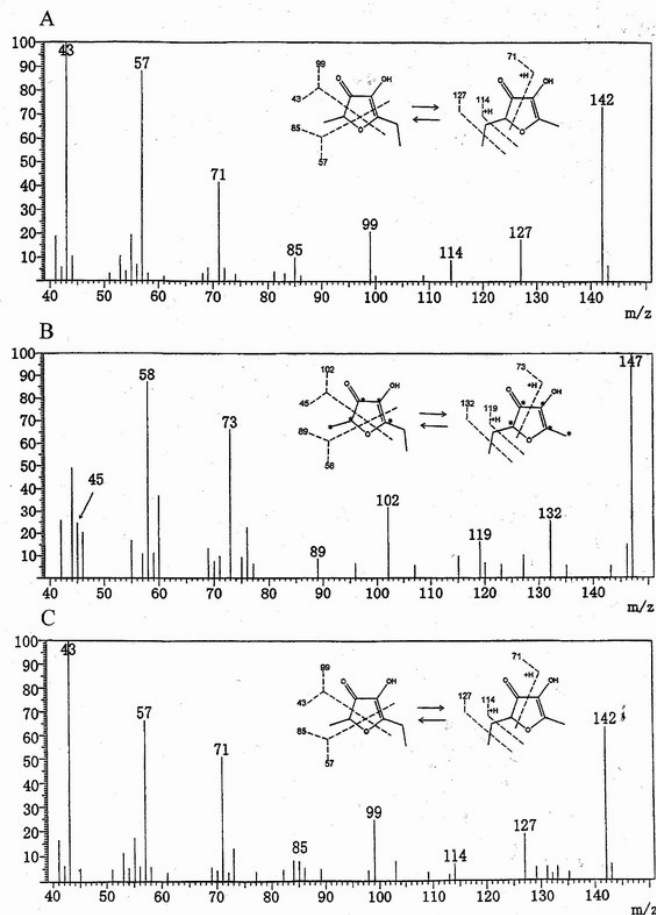
and  $(M - CH_3CH_2)^+$  at  $m/z$  119. The MS result that all carbons included in the fragments of  $(^{13}CH_3^{13}CO)^+$  at  $m/z$  45 and  $(M - ^{13}COCH_2CH_3)^+$  at  $m/z$  89 were  $^{13}C$  atoms confirmed that all carbons of the five-ring and the methyl group of the side chain were  $^{13}C$  atoms. In further experiment, [ $U-^{13}C$ ]-glycine was added to the medium instead of normal glycine and the same incubation was conducted. The MS data for the HEMF obtained are shown in Fig. 1C. In this case, the MS data for HEMF were the same as those in the control experiment. This result indicates that no carbons of glycine contributed to the structure of HEMF. These results reveal that the five-ring and the methyl group of the side chain of HEMF were formed from ribose, and that the ethyl group of the side chain was not formed from glycine. We assumed that the formation mechanism of HEMF by yeast is based on the formation of the amino-carbonyl products of ribose and glycine, and that its subsequent decomposition (the elimination of the moiety from glycine) forms the  $C_5$ -1-deoxydiketose (the  $C_5$  precursor), reported to be formed from pentose by Blank and Fay.<sup>10)</sup> Further enolization of this compound can lead to the intermediate, which reacts with the  $C_2$  precursor formed by active metabolism of yeast. Accordingly, the carbons of glycine did not contribute to the structure of the  $C_5$  precursor, and were not included in HEMF.

### Contribution of glucose to the ethyl group of HEMF

No HEMF was detected when the control experiment was done without glucose. It appears that glucose had an important role in the formation of HEMF by yeast. To determine the contribution of glucose, [ $U-^{13}C$ ]-glucose was added to the medium instead of common glucose. The MS data for the HEMF obtained are shown in Fig. 2A. After incubation, the fragment of the molecular ion at  $m/z$  144 indicates that two  $^{13}C$  atoms from glucose were incorporated into the structure of HEMF. The incorporation of two  $^{13}C$  atoms is also indicated by fragments  $(^{13}CH_3^{13}CH_2CO)^+$ ,  $(M - CH_3COCHO)^+$ , and  $(M - COCH_3)^+$ , at  $m/z$  59, 73 and 101 respectively. Fragments  $(CH_3CO)^+$  at  $m/z$  43 and  $(M - CO^{13}CH_2^{13}CH_3)^+$  at  $m/z$  85 were the same as those obtained using common glucose. In addition, the daughter ions at  $m/z$  128  $(M - ^{13}CH_3)^+$  and  $m/z$  114  $(M - ^{13}CH_3 - ^{13}CH_2)^+$  showed the presence of two  $^{13}C$  atoms in the ethyl group of the side chain.

These results suggest that the  $C_2$  precursor, in which all carbons were labeled, was initially generated from [ $U-^{13}C$ ]-glucose by metabolism of yeast. This  $C_2$  precursor and the  $C_5$  precursor from ribose then combined before cyclization of the compound of 7 carbons was obtained, resulting in HEMF finally being formed.

To investigate the formation pathway of the ethyl group from glucose, a similar incubation was conducted using [ $6-^{13}C$ ]-glucose instead of [ $U-^{13}C$ ]-glucose. The MS data for the HEMF obtained are shown in Fig. 2B. The intensity of the parent molecular ions at  $m/z$  142



**Fig. 1.** GC-MS Data for HEMF Obtained by Incubation of Yeast with Normal Glucose, [U-<sup>13</sup>C]-Ribose, or [U-<sup>13</sup>C]-Glycine Instead of the Corresponding Unlabeled Compound in the Basic Medium.

A, normal glucose; B, [U-<sup>13</sup>C]-ribose; C, [U-<sup>13</sup>C]-glycine

\*, <sup>13</sup>C atom

and 143 was about one to one, indicating that mono-labeled HEMF and unlabeled HEMF formed in approximately a ratio of one to one. The daughter ions at  $m/z$  58, 72, and 100 respectively produced fragments at  $m/z$  57, 71, and 99 by the fragmentation of monolabeled and unlabeled HEMF. These ions were of nearly equal intensity. The fragments at  $m/z$  43 and  $m/z$  85 were the same as those of unlabeled HEMF, while the daughter ions at  $m/z$  127 ( $M - ^{13}\text{CH}_3$ )<sup>+</sup> and  $m/z$  114 ( $M - ^{13}\text{CH}_3\text{CH}_2$ )<sup>+</sup> showed the presence of one <sup>13</sup>C atom in the methyl moiety of the ethyl group. These results indicate that the same amounts of the C<sub>2</sub> precursors, one of which was labeled and the other unlabeled, were formed from one molecule of glucose, and reacted equally with the C<sub>5</sub> precursor. Hence we were able to confirm that the C<sub>2</sub> precursor was formed by the glucose metabolism of yeast, and that this formed C<sub>2</sub> precursor constituted the ethyl group of HEMF.

#### *Effectiveness of acetaldehyde as the C<sub>2</sub> precursor*

It was apparent that the C<sub>2</sub> precursor was formed by

glucose metabolism of yeast, although the chemical structure of this C<sub>2</sub> precursor could not be determined. Acetaldehyde was used as the C<sub>2</sub> precursor in this experiment because it is the intermediate in the glucose metabolism of yeast. In the glycolysis system (glucose metabolism) of yeast, two molecules of pyruvic acid, which is a very important intermediate in biosynthesis, are generated by the anaerobic degradation of one molecule of glucose. The pyruvic acid generated is degraded to acetaldehyde by alcoholic fermentation of the yeast. In addition, as described by Blank and Fay,<sup>10)</sup> the C<sub>2</sub> precursor was acetaldehyde generated by the degradation of alanine in the formative pathway of HEMF in the absence of yeast. To investigate the contribution of acetaldehyde as the C<sub>2</sub> precursor to HEMF formation, the effects of medium A-II with acetaldehyde instead of glucose, and of medium A-I without acetaldehyde or glucose, were compared with that of the basic medium.

HEMF was generated in basic medium containing 7.5% glucose at a concentration of 5.8 ppm after 6h,

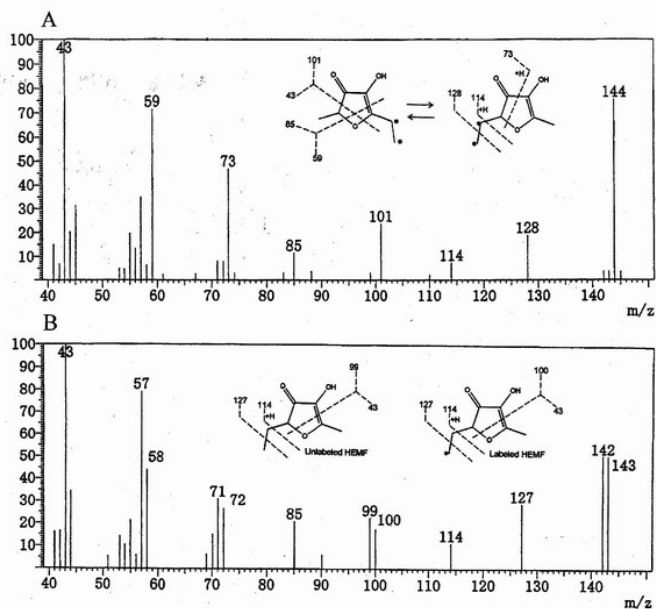


Fig. 2. GC-MS Data for HEMF Obtained by Incubation of Yeast with [ $U\text{-}^{13}\text{C}$ ]-Glucose or [ $6\text{-}^{13}\text{C}$ ]-Glucose Instead of the Corresponding Unlabeled Compound in the Basic Medium.

A, [ $U\text{-}^{13}\text{C}$ ]-glucose; B, [ $6\text{-}^{13}\text{C}$ ]-glucose

\*,  $^{13}\text{C}$  atom

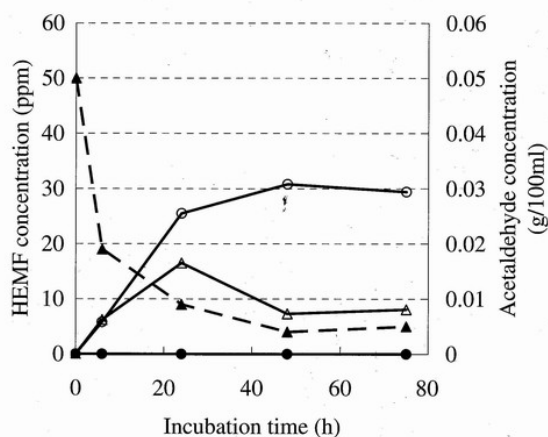


Fig. 3. Formation of HEMF by Yeast Using Acetaldehyde as the  $C_2$  Precursor, and Concentration of Acetaldehyde in Medium A-II.

—○—, HEMF concentration in the basic medium (containing glucose); —●—, HEMF concentration in medium A-I (containing neither glucose nor acetaldehyde); —△—, HEMF concentration in medium A-II (containing acetaldehyde but no glucose); —▲—, acetaldehyde concentration in medium A-II.

25.5 ppm after 24 h, 30.8 ppm after 48 h, and 29.4 ppm after 72 h, as shown in Fig. 3. HEMF was not detected when no yeast was added to the both medium. The concentration of HEMF in medium A-I (containing no glucose or acetaldehyde) was below the detection limit of GC analysis during the period of incubation, while the concentration of HEMF in medium A-II (containing

acetaldehyde but no glucose) was 6.2 ppm after 6 h and 16.5 ppm after 24 h. These results show the effectiveness of acetaldehyde as a  $C_2$  precursor. But the amounts of HEMF formed declined with incubation at more than 30 h, because HEMF is an unstable compound.<sup>7)</sup> It was concluded that the amount of decomposed HEMF was greater than the amount of formed HEMF. Moreover, as shown in Fig. 3, acetaldehyde was almost absent in medium A-II at 30 h, because this compound was used for the formation of HEMF and/or vaporized. Therefore, HEMF was thought to be formed by the addition of acetaldehyde in the medium intermittently. In this study, the concentration of acetaldehyde generated by the glucose metabolism of yeast was not determined in the basic medium. The concentration of acetaldehyde in the basic medium must be determined.

#### Combination of the $C_5$ precursor with the $C_2$ precursor through the action of yeast

Yeast was probably involved in the combination of the  $C_5$  precursor and acetaldehyde, although the combination of these compounds was not confirmed to be due to the enzymatic reaction caused by yeast. To investigate whether it involved the enzymatic reaction caused by yeast, a cell-free extract was obtained by disrupting the cells of *Z. rouxii* 061. The quantity of protein in the cell-free extract prepared in this study was 1.22 mg/ml. Medium B-I, not containing acetaldehyde as the  $C_2$  precursor, and medium B-II, containing acetaldehyde, were incubated with prepared cell-free extract to investigate whether HEMF would form. The HEMF concentrations after incubation are shown in Table 2.

**Table 2.** Formation of HEMF by Reaction with a Cell-Free Extract of *Z. rouxii* 061

Incubation time (h)	HEMF concentration (ppm)	
	B-I <sup>a</sup>	B-II <sup>b</sup>
6	— <sup>c</sup>	0.5
24	—	3.8

<sup>a</sup>Medium contained no acetaldehyde.<sup>b</sup>Medium contained acetaldehyde.<sup>c</sup>Not detected.

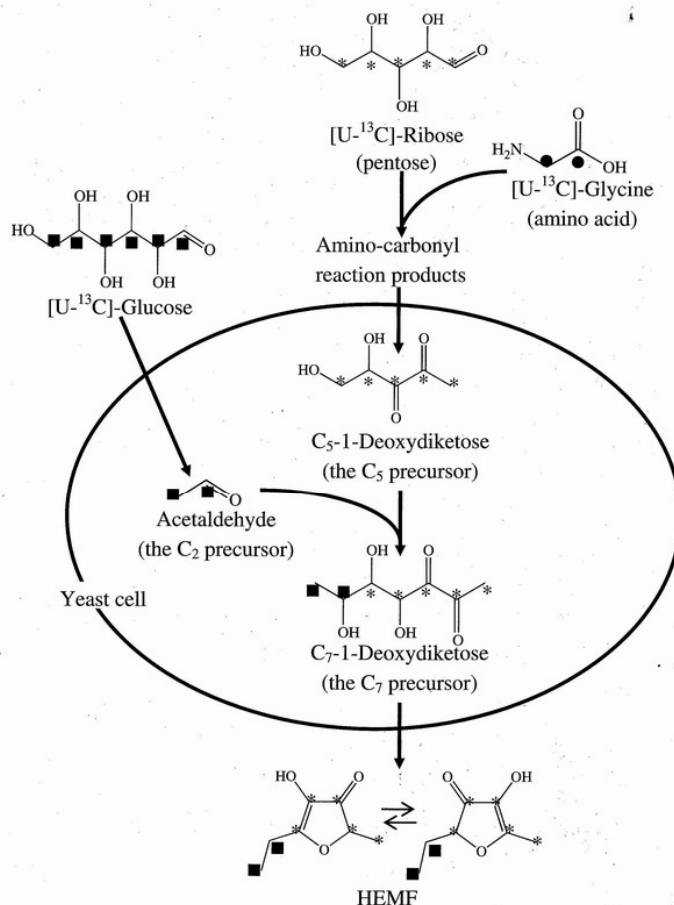
No HEMF was detected in medium B-I (no acetaldehyde), but a significant concentration of 0.5 ppm after 6 h and 3.8 ppm after 24 h, formed in medium B-II. In addition, no HEMF was detected in the case of an added cell-free extract that had been inactivated by heating at 70 °C for 10 min or in the case of no cell-free extract. These results suggest that the C<sub>5</sub> precursor and acetaldehyde were enzymatically combined by the *Z. rouxii* 061 yeast.

The results of this study confirm that the five-ring and

the methyl group of the side chain of HEMF were formed from the chemical compound of 5 carbons generated by the amino-carbonyl reaction of ribose and glycine (the C<sub>5</sub> precursor), and that the ethyl group of the side chain of HEMF was formed from the chemical compound of 2 carbons generated by the glucose metabolism of yeast (the C<sub>2</sub> precursor). Acetaldehyde appears to have been effective as the C<sub>2</sub> precursor, and the C<sub>5</sub> and C<sub>2</sub> precursors were probably enzymatically combined by yeast. Consequently, the formation mechanism of HEMF in Fig. 4 was inferred from the results obtained in this study. In miso and soy sauce, HEMF was probably formed by the combination of the compound of 5 carbons generated by the amino-carbonyl reaction under mild conditions of fermentation and the 2 carbon compound of the glucose metabolite formed by yeast, enzymatically.

### Acknowledgments

The authors thank Dr. Y. Sakurai for much useful advice.



**Fig. 4.** Hypothetical Formation Pathway of HEMF by Yeast.  
\*, ●, or ■, <sup>13</sup>C atom

## References

- 1) Honma, N., Aroma and the aroma components of miso. (1) *Nippon Jyozo Kyokaishi* (in Japanese), **82**, 480–487 (1987).
- 2) Honma, N., Aroma and the aroma components of miso. (2) *Nippon Jyozo Kyokaishi* (in Japanese), **82**, 548–553 (1987).
- 3) Huber, U. A., Homofraneol: a powerful tool to prepare and improve sophisticated high-quality flavors. *Perfume. Flavor.*, **17**, 15–19 (1992).
- 4) Milo, C., and Reineccius, G. A., Identification and quantification of potent odorants in regular-fat and low-fat mild cheddar cheese. *J. Agric. Food Chem.*, **45**, 3590–3594 (1997).
- 5) Fritsch, H. T., and Schieberle, P., Identification based on quantitative measurements and aroma recombination of the character impact odorants in a Bavarian pilsner-type beer. *J. Agric. Food Chem.*, **53**, 7544–7551 (2005).
- 6) Nunomura, N., Sasaki, M., Asano, Y., and Yokotsuka, T., Isolation and identification of 4-Hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone, as a flavor component in *shoyu* (soy sauce). *Agric. Biol. Chem.*, **40**, 491–495 (1976).
- 7) Yokotsuka, T., Sasaki, M., Nunomura, N., and Asano, Y., The flavor of soy sauce. (1) *Nippon Jyozo Kyokaishi* (in Japanese), **75**, 516–522 (1980).
- 8) Sasaki, M., and Mori, S., The flavor of soy sauce. *Nippon Jyozo Kyokaishi* (in Japanese), **86**, 913–922 (1991).
- 9) Sugawara, E., Identification of 4-hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone as flavor component in miso. *Nippon Shokuhin Kogyo Gakkaishi* (in Japanese), **38**, 491–493 (1991).
- 10) Blank, I., and Fay, L. B., Formation of 4-hydroxy-2,5-dimethyl-3(2H)-furanone and 4-hydroxy-2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-3(2H)-furanone through Maillard reaction based on pentose sugars. *J. Agric. Food Chem.*, **44**, 531–536 (1996).
- 11) Sugawara, E., and Sakurai, Y., Effect of media constituents on the formation by halophilic yeast of the 2(or 5)-ethyl-5(or 2)-methyl-4-hydroxy-3(2H)-furanone aroma component specific to *miso*. *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **63**, 749–752 (1999).
- 12) Bradford, M. M., A rapid and sensitive method for quantification of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Anal. Biochem.*, **72**, 248–254 (1976).

# 超小型ZnO単結晶紫外線センサに関する研究<sup>\*,\*\*</sup>

遠藤 治之<sup>A</sup>、長谷川 辰雄<sup>A</sup>、米倉 勇雄<sup>A</sup>、杉渕 真世<sup>B</sup>、

高橋 広祐<sup>B</sup>、後藤 俊介<sup>C</sup>、柏葉 安兵衛<sup>D</sup>

近年太陽光紫外線等の検知用途で、小型で安価な紫外線センサに対するニーズが増えている。我々のグループでは、ZnO 単結晶の紫外線センサへの応用を検討し研究開発を進めている。本報告では、太陽光紫外線検知を目指して開発した、超小型 ZnO 紫外線センサ及び紫外線センサモジュールについて報告する。

キーワード：酸化亜鉛 (ZnO) 単結晶、ショットキーフォトダイオード、紫外線センサ、紫外線センサモジュール

## Study on ZnO Ultraviolet Sensor

ENDO Haruyuki, HASEGAWA Tatsuo, YONEKURA Isao, SUGIBUCHI Mayo, TAKAHASHI Kohsuke, GOTO Shunsuke and KASHIWABA Yasube

Recently, ultraviolet rays reaching the earth's surface have increased due to increasing ozone depletion, and they may have adverse effects on the human body. Therefore, there is a need for a small and low-cost ultraviolet sensor. In this paper, ultraviolet sensor of a Schottky barrier photodiode using a ZnO single crystal and ultraviolet sensor module are described.

**key words : zinc oxide single crystal, Schottky photodiode, ultraviolet sensor, ultraviolet sensor module**

近年オゾン層破壊が進行し、地表へ到来する紫外線量が増加している。その為、太陽光紫外線が健康に及ぼす悪影響が懸念されている。このような背景からパーソナルユースにおいても、手軽に紫外線量を知り、それに応じて日傘や帽子をかぶるなどの対策をしたいというような、紫外線センサに対するニーズが増えてきている。

本研究開発では ZnO プロジェクトの一環として、ZnO 単結晶基板の高い紫外線吸収特性を活用し、紫外線センサへの応用研究を進めてきた。開発したセンサ素子は、ZnO 基板上に半透明 Pt 電極、裏面に Al オーミック電極を形成した光起電力型フォトダイオード構造を持つ。尚、本センサの詳細は、電気学会論文誌 E (IEEC Trans. SM, Vol. 127, No.3, 2007) および American Institute of Physics, Applied Physics Letter ( Appl. Phys. Lett., 90\_121906) を参照されたい。図 1 には、ZnO 単結晶紫外線センサを搭載した、紫外線センサモジュールの外観写真を示す。本モジュールは、紫外線センサと周囲温度補正用のサーミスタ出力をマイコン IC へ入力することにより、周囲温度補正等の信号処理し、液晶ディスプレイへ表示する構成となっている。また、メモリに内蔵した感度や暗電流等のセンサ定数を適宜書き換えることにより、センサ感度や周囲温

度依存性の補正が可能である。本モジュールには、1) 紫外線量の数値出力 (擬似 UV インデックス表示)、2) 任意に設定した紫外線量からの減衰率表示、3) アナログ電圧出力、計 3 種の動作モードを設定した。これらの機能により、太陽光紫外線量測定から、UV カット化粧品などのカット率 (減衰率) 表示、そして紫外線照射装置等における UV 受光量の電圧出力等の用途へ対応可能である。



図 1 紫外線センサモジュールの外観図

\* 経済産業省地域新生コンソーシアム事業  
\*\* 酸化亜鉛産業クラスター形成事業  
A 電子機械技術部  
B (株)岩手情報システム  
C (有)ライトム  
D 岩手大学地域連携推進センター

# 非接触法による 3 次元形状高精度測定技術の開発\*

和合 健\*\*、米倉 勇雄\*\*

JIS B 7440-2 附属書 A 中間点検に使用するアーティファクトの要素設計と非接触 CMM に適応する測定要素の設計及び検証をした。その結果、独自設計の機構を有するアーティファクト及び非接触 CMM に適する測定要素球の表面改質方法を見いだした。

キーワード：CMM、アーティファクト、非接触、着脱

## Development of High Accuracy Measurement Method for 3 Dimension Feature by Non-contact Probe

WAGO Takeshi and YONEKURA Isao

The artifact which used on interim checking according to JIS B 7440-2 appendix-A was designed for measurement elements applied to Non-contact probe CMM and was verified. As a results, artifact could be made to form original design and it found out that suitable surface modification method for measurement element spheres using non-contact probe.

**key words : CMM, artifact, non-contact, attachment and detachment**

### 1 はじめに

近年、モールド成型やプレス加工において高精度な曲面形状測定が要求されており、そこではレーザや CCD カメラを用いた非接触式による座標測定機(以下、非接触型 CMM という)が使用される。非接触型 CMM は接触型 CMM と異なる測定原理のため非接触型 CMM の性能評価にはその測定原理に適応したアーティファクトが要求される。

ここでは、非接触型 CMM に適応するアーティファクトを設計製作するために、以下に示す二つの目的により実験を行った。一つは JIS B 7440-2 附属書 A 中間点検<sup>1)</sup>で使用する CMM 測定誤差抽出の性能が高く取り扱いが容易で独自に製作できるアーティファクトの形状設計であり、もう一つは非接触型 CMM に適用する測定要素の設計と精度検証である。

### 2 アーティファクトの要素設計

開発したアーティファクトはボールディメンジョンゲージ(Ball Dimension Gauge: BDG)と呼び図 1 に示す。寸法安定性を高める方法は、本体にナイフエッジを使用することで解決する。ナイフエッジの材料は JIS G 4401 (炭素工具鋼鋼材)の SK5 又はこれと同等以上のものとし、硬さは焼入れしたものでは Hv490(Hs65) ~ Hv620(Hs75)の範囲で残留応力除去のための熱処理が施され、経年変化が小さく寸法安定性に優れている。開発するアーティファクトは、ナイフエッジを使用した本体に

円筒形の上面に円錐形状の彫り込みをしたマグネット治具を瞬間接着剤により任意に配置固定する。本体をナイフエッジとマグネットによる構成としたことで従来のアーティファクト製作で要求された高度な製造技術が不要となる。マグネット治具に直径が異なる 2 種類のベアリング球を磁力で固定することで接合による球の真球度低下を排除する。

### 3 レーザ型プローブに適する測定要素の検証実験

#### 3-1 球の設計

測定要素は CMM の幾何学的誤差と同時にプロービング誤差の抽出を行うことができる球を採用した。測定要素球は、接触型 CMM を使用した不確かさの小さい値を付けるために真球度が高いこと、非接触型 CMM による測定を行うために球が適度な散乱光を生じる表面性状を有すること、プローブ原理に適合する球表面の選択とゲージ輸送時に球を取り外し小さく収納するためにマグネット治具に固定できる磁性体であること、以上の 3 つの条件を備えることが必要になる。

#### 3-2 標示因子の設定

レーザ型プローブに適応するため表面改質を行い 4 種類の表面性状として標示因子 A : 表面性状を 4 水準設定した。水準は、水準 1 : 鏡面、水準 2 : 黒塗り、水準 3 : 化学研磨 + 表面被膜 (以下、表面被膜という)、水準 4 : 無電解ニッケルメッキ (以下、無電解メッキという)とした。

\* 地域新生コンソーシアム研究開発事業

\*\* 電子機械技術部

\*\*\* (株)ニュートン

球の表面改質が影響するマグネット治具への取り付け取り外しの再現性を検証するために標示因子 B: 球の着脱を3水準設定した。標示因子 C: 測定の繰り返しは表面性状が影響する繰り返し誤差を求めるために2水準設定した。特性値はφ1インチ球とφ1/2インチ球における測定要素球の中心座標のX座標、Y座標、Z座標、直径、真球度として、標示因子毎の標準偏差の工程平均を算出し、標示因子の影響の大きさを求めた。ここで、因子Bの球の着脱は一旦球をマグネット治具から取り外し再度取り付け後測定を行う行為を言う。因子Cの測定の繰り返しは同一状態で球に対し繰り返し測定を行う行為を言う。精度検証実験はテストピース (以下、BDG-T という) で行い、そのワーク座標系を図2に示す。

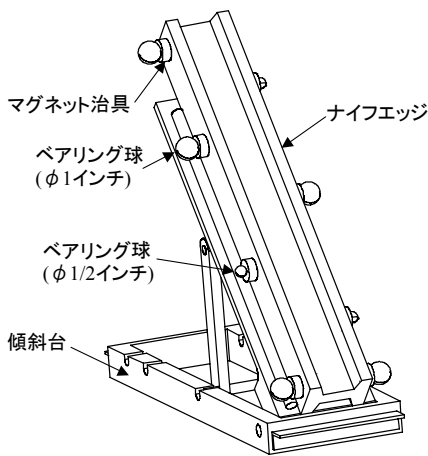


図1 ポールディメンジョンゲージ

表1 標示因子

因子	水準			
	1	2	3	4
A 表面性状	鏡面	黒塗	表面被膜	無電解メッキ
B 球の着脱	1回目	2回目	3回目	—
C 測定の繰り返し	1回目	2回目	—	—

表2 割り付け表

番号	測定方式	特性値: XYZ座標値, 球径, 真球度					
		標示因子 A <sub>1</sub> : 鏡面					
		B <sub>1</sub>		B <sub>2</sub>		B <sub>3</sub>	
		C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>
1	接触型CMM						
2	非接触型CMM					—	—
		A <sub>2</sub> : 黒塗					
		A <sub>3</sub> : 表面被膜					
		A <sub>4</sub> : 無電解メッキ					

※)非接触型CMMでは真球度を除く

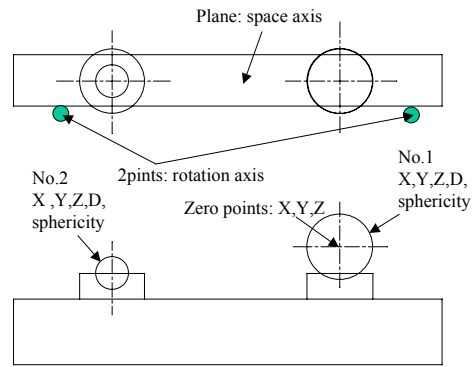


図2 テストピース (BDG-T)

### 3-3 球の表面粗さ

フォームタリサーフ PGI1240 で各球の表面性状について表面粗さを測定した。φ1インチ球では、鏡面が Ra0.004 μm、黒塗りが Ra0.071 μm、表面被膜が Ra0.310 μm、無電解メッキが Ra0.353 μmの結果となった。φ1/2インチ球では鏡面が Ra0.021 μm、黒塗りが Ra0.023 μm、表面被膜が Ra0.299 μm、無電解メッキが Ra0.309 μmの結果となった。

### 3-4 実験結果及び考察

標示因子 A: 表面性状の4水準の球に対して非接触式のレーザ型プローブにより測定を行った結果、鏡面と黒塗りの水準はφ1/2インチ球が測定できなかった。図3と図4に示す凡例の Each set は標示因子 B: 球の着脱の効果、Internal of set は標示因子 C: 測定の繰り返しの効果を表す。図3と図4から表面被膜と無電解メッキの場合に標示因子 C: 測定の繰り返しでφ1インチ球の球径以外の特性値で標準偏差の平均値が 1 μm 未満となり良好な結果であった。標示因子 B: 球の着脱では無電解メッキの場合でφ1/2インチ球でのZ座標値の標準偏差の平均値は 1.13 μm が最大値となり、他の特性値は 1 μm 未満となった。これは接触型 CMM の場合よりも標示因子 B: 球の着脱の標準偏差は小さく良好な結果である。非接触型プローブでは利得が 0~60 ノッチまで設定できる状況において、鏡面 60、黒塗 30、表面被膜 34、無電解メッキ 15、基準球 12 の設定が適した測定設定であり、利得設定ノッチが小さい設定の方が標準偏差の小さい測定が行えることがわかった。

### 3-5 絶対座標値の検証

接触型 CMM による XYZ 座標値及び球径を標準値として、非接触型 CMM による標示因子 A: 表面性状毎の測定値と比較した結果を図5に示す。φ1インチ球とφ1/2インチ球を合わせた XYZ 座標値における標準値との差の平均値は、表面被膜で -1.33 μm、無電解メッキで -3.92 μm、φ1インチ球のみで黒塗 -6.62 μm、鏡面 -2.76 μm となった。接触型 CMM における表面被膜と無電解メッキの標示因子 B: 球の着脱の効果はそれぞれ 1.45 μm、2.66 μm と算出された。この結果、球中心の位置誤差とマグネット治具への装着再現性の誤差が一致した。



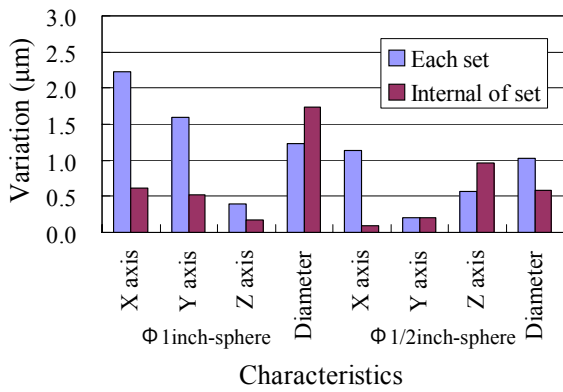


図3 外側割付の標示因子：表面被膜

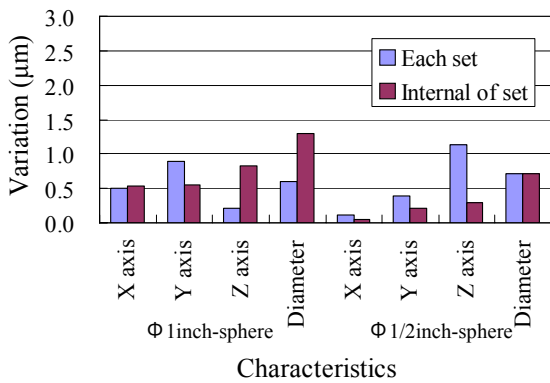


図4 外側割付の標示因子：無電解メッキ

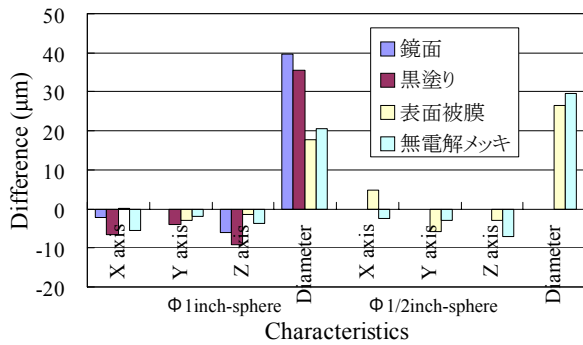


図5 接触型CMMを標準値とした絶対値評価

#### 4 結 言

JIS B 7440-2 附属書 A 中間点検に使用するアーティファクトの要素設計と非接触型 CMM に適応する測定要素の設計及び検証をした結果以下の事項が明らかとなった。

- 1) 提案するアーティファクトはナイフエッジを本体とすることにより適切な熱処理が施され経時変化を小さくすることができる。
- 2) マグネット治具により測定要素球を着脱することで接触及び非接触の双方のプロブ原理に適した表面性状の球が選択できる。
- 3) 標示因子 A：表面性状では無電解メッキの場合にマグネット治具への球の着脱の効果が標準偏差の平均値でφ1/2インチのZ座標値を除き1μm未満及びレーザー型プロブの検出性においても最も良好な利得を示し、非接触プロブに適する表面改質であることがわかった。

#### 文 献

- 1) JIS B 7440-2 (製品の幾何特性仕様(GPS)一座標測定機(CMM)の受入検査及び定期検査一第2部:寸法測定)、日本規格協会(2003)

# 球状黒鉛鑄鉄溶湯を用いたチル試験片の作製\*

池 浩之\*\*、高川貫仁\*\*、岩清水康二\*\*

鑄鉄内のチル判別装置の開発を目的に、鑄鉄中にチルを発生させ、その他の欠陥が無い試験片の作製について検討した。試験片の材種は、球状黒鉛鑄鉄の FCD400 を用いた。試験片の形状は、直径がφ50 mm で、厚みが 6mm と 3mm の 2 種類とした。そして試験片鑄型の湯口寸法も変化させた。

その結果、厚みが 6mm の試験片では、欠陥の無いチル試験片が出来た。しかし試験片の表面で一部パーライトが生じた。また 3mm の試験片では、多量のチルが発生した。そして湯口体積を 10 倍にすると引け巣は無くなった。

キーワード：チル、引け巣、球状黒鉛鑄鉄、湯口、非破壊試験

## The chill specimen made by using molten metal of spheroidal graphite cast iron

IKE Hiroyuki、TAKAGAWA Takahito and IWASHIMIZU Kouji

For developing the detection device of chill in the cast iron, making the cast iron specimens with only chill but without other defect was examined. JIS FCD400 of spheroidal graphite cast iron was used. The thickness of the specimens were changed to 6mm and 3mm with diameter of φ50mm.

As a result, in case of the test pieces of 6mm in the thickness, the chill specimen not defective was able to be made. However, a part of pearlite was generated on the surface of the test piece. Moreover, a lot of chill was generated in each material at the test piece of 3mm. And, when the volume of the down sprue was increase by a factor of 10, it has been understood that shrinkage cavity in the material disappears.

key words : chill、shrinkage cavity、spheroidal graphite cast iron、down sprue、nondestructive examination

### 1 緒言

著者らは、鑄鉄中に生じるチルの渦電流法や交流磁化法による非破壊判別装置の共同研究を行っている。ここで著者らの担当は、装置開発のために必要な引け巣等の欠陥を含まないチル試験片の作成である。前報<sup>1)</sup>では、片状黒鉛鑄鉄溶湯を用いチル試験片を作成した。そこでは、CとSi量および冷却速度を変化させて、チル試験片を作成した。その結果、亜共晶組成の片状黒鉛鑄鉄を生成する溶湯では、φ50、6mm厚の円盤状試験片で、冷やし金を用いないでチルが発生することが分かった。しかし、試験片の最終凝固部であるほぼ中央部に引け巣が生じた。そして、溶湯の保持時間を長くして、C量を減少させ、Si量を増加させると試験片表面部のパーライト相が生じにくくなるが、試験片内部（中心部）の引け巣は大きくなることなどを報告した。また、冷やし金を用い

た 3mm厚み試験片では、さらに多くのセメンタイト相が晶出した。しかし微細共晶黒鉛とマイクロポアも試験片内に多く発生した。そして鑄型側と冷やし金側でセメンタイトの大きさが変化することが分かった。また試験片上部で巣が発生し易いことから、湯口体積を大きくする必要があったと考えられた。

そこで、本研究では球状黒鉛鑄鉄溶湯を用いて、湯口体積の変化が及ぼす、試験片中のセメンタイト相および引け巣などへの影響について調べた。

### 2 実験方法

鑄型形状は、前報<sup>1)</sup>で用いた原型を基本として、湯口体積を基本の 1 倍、3 倍、5 倍、10 倍と相似形で大きく変化させた。この時の湯口体積は基本原型が 3570mm<sup>3</sup>、3 倍が 10710mm<sup>3</sup>、5 倍が 18322mm<sup>3</sup>そして 10 倍が

\* NEDO 平成 17 年度産業技術研究助成事業

\*\* 材料技術部

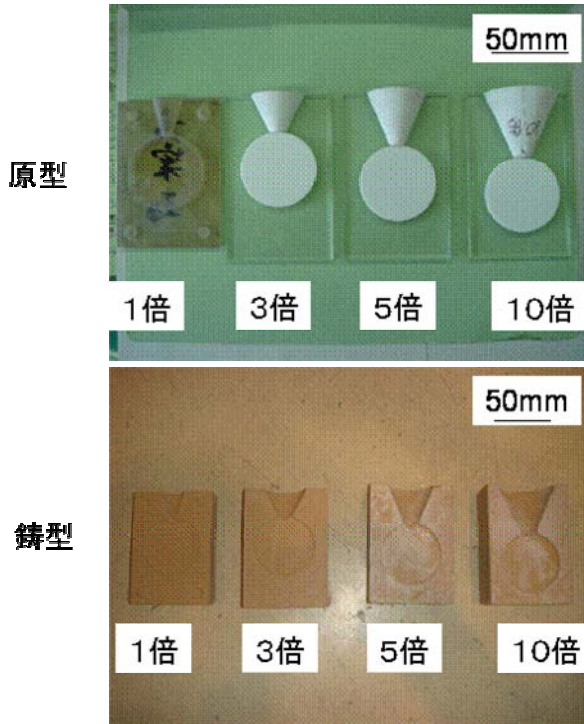


図1 湯口体積を変化させた原型とこれを基に作製した炭酸ガス型

36644mm<sup>3</sup>である。ここで作成した原型および炭酸ガス鑄型を図1に示した。6mm厚み試験片の鑄型は、同じ湯口寸法のガス型2個をシャコ万力で固定して用いた。また3mm厚み試験片の場合は、本ガス型と冷やし金を用いて冷却速度をより高めた。これらの鑄型にFCD400相当の溶湯を約1400~1450℃の温度範囲で鑄込み、試験片を作製した。球状化処理は、日下レアメタル製M-6球状化材を用いてサンドイッチ法により行った。また、チル化を促進するために、ここでは接種処理は行わなかった。表1には、本溶湯の組成を示した。作製した6mmおよび3mm厚み試験片は、切断後光学顕微鏡、電子顕微鏡による組織観察を行った。

表1 鑄鉄溶湯の成分

元素	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ti	Mg
(%)	3.883	2.42	0.283	0.027	0.008	0.036	0.011	0.045

### 3 実験結果

図2に、湯口体積を変化させた6mm厚試験片を示した。試験片の外観を観察した結果では、湯口体積に関係なく、試験片に引け巣等は観察されなかった。次にこれら試験片を図3に示したように切断して、試験片中央部(観察用切断片M)の組織観察を行った。図4には、この時の試験片表面の光学顕微鏡組織(ピクリン酸溶液で腐食)を示した。これより湯口体積に関係なく、いずれの試験片中にもセメントイト相が晶出し、チル化が確認された。また球状黒鉛の周りにフェライトが析出し、その周囲にはパーライト相も観察された。図5には6mm



図2 鑄込み後の6mm厚試験片の外観



図3 切断した6mm厚試験片

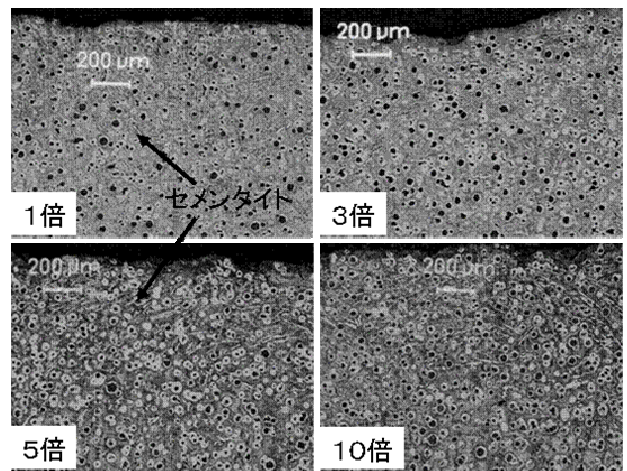


図4 6mm厚試験片の表面部の腐食後の組織

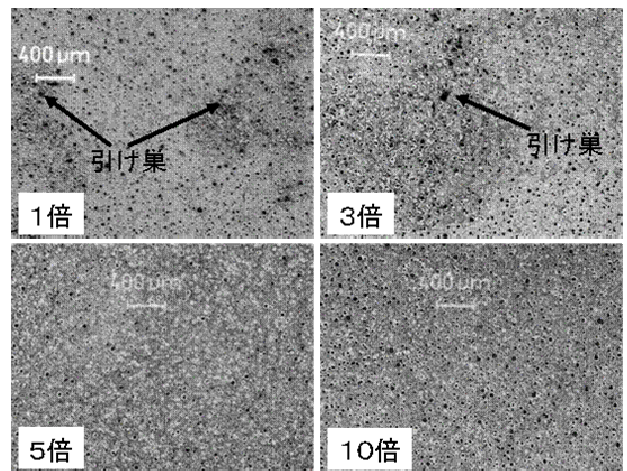


図5 6mm厚試験片の内部の腐食後の組織

試験片の内部の原寸40倍の電子顕微鏡組織を示した。これから分かるように試験片中心部では、湯口1倍の場合、引け巣が数カ所観察された。しかし、湯口体積が3倍になると引け巣は減少した。そして5倍、10倍と湯口体積が大きくなると引け巣は、試験片中心部で観察されなかった。すなわち、球状黒鉛鑄鉄溶湯を用いた6mm

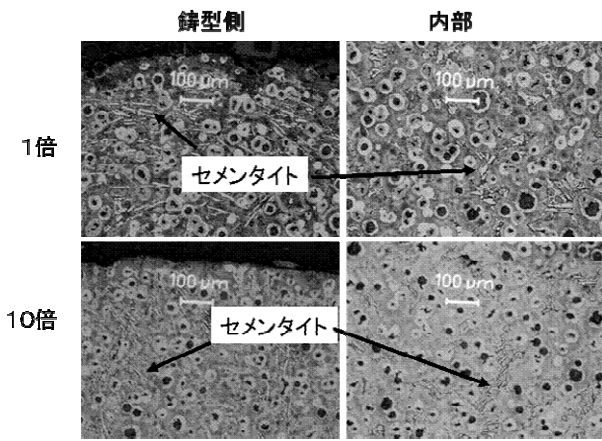


図6 6mm試験片の腐食後組織例

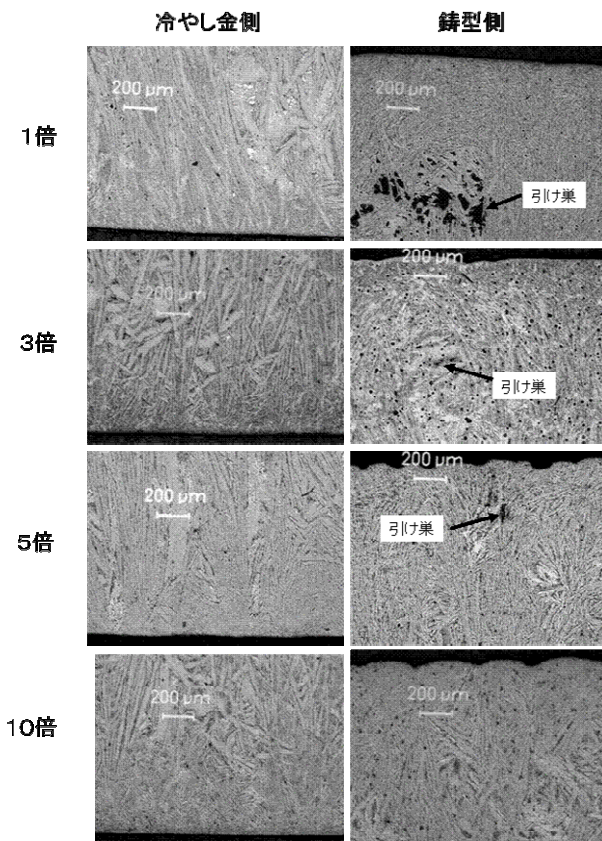


図7 3mm厚試験片の腐食後の組織

厚試験片では、引け巣等の欠陥を含まないチル試験片を得ることが出来た。そして湯口体積を5倍以上にすると引け巣は無くなるのが分かった。これは湯口体積を大きくすることにより、湯口絞りも大きくなり(図1参照)、原型を5倍以上にすることにより、押し湯効果の向上のみでなく、湯流れ性の向上、注湯時のガス巻き込みの低減などが図られたためと考えられた。

図6は、図4、図5と同じ試験片で倍率を高く(原寸400倍)した光学顕微鏡組織を示した。図6より試験片表面では、針状または板状のセメンタイト相が観察されるが、試験片中心部では共晶状の炭化物(セメンタイト相)が観察されることが分かった。これは試験片表面部と中心部の冷却速度の違いによるものと考えられた。すなわち、試験片表面部では冷却速度が早いために、過共晶組

成である球状黒鉛鉄は、初晶のセメンタイトが晶出する。しかし、鋳型に接触した極表面部では、鋳型などからの熱供給によりセメンタイト相がパーライト層に変態したと考えられた。これは、片状黒鉛鉄の結果<sup>1)</sup>と同じであった。一方、試験片の中心部では、冷却速度が比較的遅いため、初晶のセメンタイトは晶出せず、共晶セメンタイトが晶出したと考えられた。

次に、図7には3mm試験片の腐食後の組織写真を示した。左側が冷やし金に面したところで、右側が鋳型に面した部分の組織である。この場合、冷やし金側は非常に細かいセメンタイト相と微細な黒鉛が晶出した。そしていずれの試験片も冷やし金側には、引けや湯周り不良と思われる巣は観察されなかった。しかし、鋳型側に大きな引け巣が発生した。特に湯口体積1倍の場合は、粗大な引け巣が鋳型側に生じた。そしてその大きさや数は、湯口体積が大きくなるほど徐々に小さくなる傾向にあった。さらに、10倍の湯口体積になると、引け巣は全く観察されなかった。3mm試験片の場合、6mm試験片に比較して冷却速度が早いことや、湯口寸法も小さいために10倍以上の湯口体積が必要になると考えられた。

#### 4 考察

以上の結果より、球状黒鉛鉄溶湯を用いた場合、6mm厚試験片および3mm厚試験片で、引け巣などの欠陥を含まないチル試験片を作成することが出来た。ただし、6mm厚試験片の場合、湯口体積を5倍以上にする必要がある。さらに3mm厚試験片の場合は10倍以上にする必要がある。さらに6mm厚試験片では、鋳型と接触していた極表面部は、約0.1mmのパーライト相が生じるため、切削や研削加工などにより取り除く必要があることも分かった。

ところで前報において、片状黒鉛鉄の場合、湯口体積が1倍では引け巣等の欠陥を含まないチル試験片を作成することが出来なかった。そして、球状黒鉛鉄と同じ過共晶 ( $Sc > 1$ ) 組成の場合、ほとんどチル化組織が得られず、高温保持時間を長くすると試験片内部の引け巣が大きくなることも分かった。そこで、過共晶の片状黒鉛鉄溶湯を用いて、湯口体積を変化させた6mm厚試験片を作成した。なお、ここで用いた溶湯は、前報の溶湯IIと同じ組成に調整(炭素飽和度 $Sc=1.13$ )した。そして、鉄を約1500℃で溶解したのち、約1400℃で注湯した。この場合も接種処理は行なわなかった。図8は、こうして得られた試験片を前回同様に切断した後、試験片中央部(切断片M)を観察した結果である。いずれの試験片の組織にも共晶セルがはっきりと観察された。そして共晶セル内ではフェライトと微細黒鉛が観察され、セルとセルの間隙には、成長した黒鉛やパーライト相が観察された。そして共晶セルの寸法は湯口体積にほとんど関係なくほぼ一定であった。しかしここで、いずれの試験片にもセメンタイト相は全く観察されなかった。なお前報に

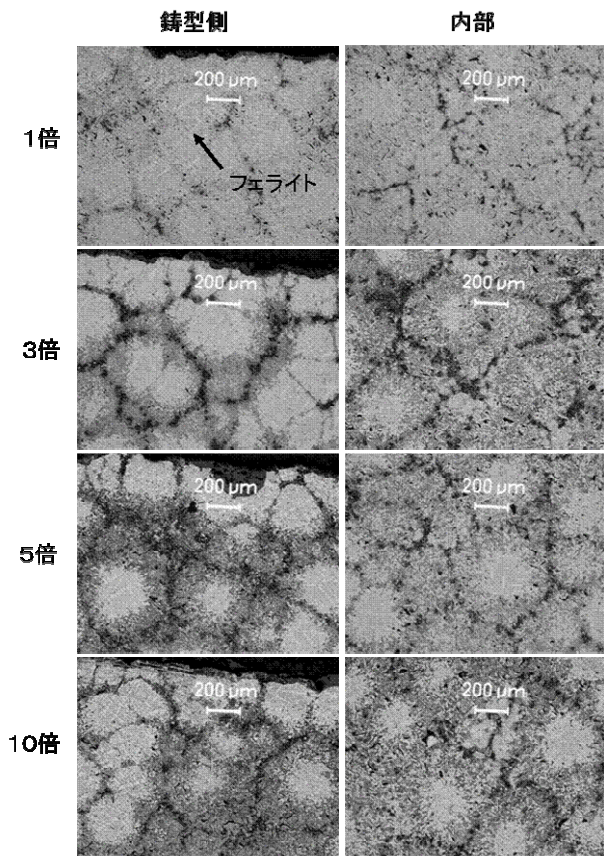


図8 片状黒鉛鑄鉄の6mm厚試験片の腐食後の組織

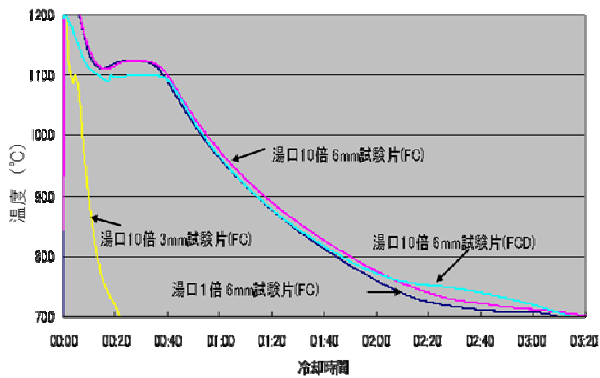


図9 各試験片の冷却曲線

において、図8の1倍の鑄型側に観察されるような、白色の組織を、「初晶セメントライトがデンドライト状に晶出した」と説明したが、これは間違いで、再度分析を行ったところデンドライト状に生じているのはフェライト相であることが分かった。ここで訂正する。図8において、試験片内部でも引け巣等の欠陥もほとんど観察されなかった。

そこで、この過共晶の片状黒鉛鑄鉄で、セメントライト相が観察されなかった原因を調べるために、鑄型内での冷却曲線を測定した結果例を図9に示した。これより片状黒鉛鑄鉄の場合、湯口体積が変化しても、冷却速度および過冷度はほとんど変わらなかった。一方球状黒鉛鑄鉄は、冷却速度はほとんど変わらないが、過冷度が大きくなっていることが分かった。そして過冷度は、片状黒鉛

鑄鉄の3mm試験片とほとんど変わらなかった。したがって球状黒鉛鑄鉄で、チル試験片が得られ、片状黒鉛鑄鉄でチル試験片が得られなかった理由は、球状黒鉛鑄鉄では、過冷度が大きくなるためであった。

なお最後に、ここでは組織観察結果等を省略したが、過共晶の片状黒鉛鑄鉄の場合、3mm試験片では多量のチルが生じた。これは、図9に結果を併示したように冷却速度および過冷度が大きいためである。さらに亜共晶の片状黒鉛鑄鉄の場合は、6mm厚試験片でもチル試験片が得られた。これは前報の結果と同じであった。

### 5 結論

球状黒鉛鑄鉄溶湯を用いて、鑄型の湯口体積を変化させ、引け巣等の欠陥を含まず、試験片全体にチルを発生させた試験片を鑄造により作製することを試みた。その結果以下の結論が得られた。

(1)厚さ6mmの試験片の場合、試験片表面では針状または板状のセメントライト相が晶出した。そして試験片内部では共晶セメントライト相が晶出した。しかし、試験片のごく表面部はパーライト相が生じた。このとき、湯口体積を5倍以上にすると引け巣などの欠陥の無い試験片が得られた。

(2)厚さ3mm試験片では、全面チルの試験片が得られた。しかし、湯口寸法を10倍以上にしないと、引け巣を含まない健全な試験片は得られなかった。

(3)過共晶の片状黒鉛鑄鉄の場合、チルを含む厚み6mm試験片は作成できなかった。その理由は冷却速度および過冷度が小さいためであった。

### 5 参考文献

1)非破壊試験用チル試験片の作成：岩手県工業技術センター研究報告, 13, 107 (2006) .

# 溶射およびプラズマ粉体肉盛溶接によるCo-Cr-Mo合金の複合化\*

小野 元\*\*、桑嶋孝幸\*\*、齋藤貴\*\*、飯村崇\*\*、千葉晶彦\*\*\*

フレーム溶射、高速フレーム(HVOF)溶射、プラズマ溶射、プラズマ粉体肉盛溶接(PTA)を用いてCo-Cr-Mo合金と鉄鋼材料との複合化を検討した。材料はCo-Cr-Mo造粒焼結粉末、基材はステンレス鋼丸棒と炭素鋼板材を使用した。HVOF溶射とプラズマ溶射で硬さ450HVを示す緻密な溶射皮膜が得られた。PTA法では微細なCoFe化合物を含むFe-Co-Cr-Mo合金を肉盛層に形成することができた。この合金は硬さ520HVを示し、一般産業分野でも幅広い応用が期待できる。

キーワード：Co基合金、溶射、プラズマ粉体肉盛溶接

## Development of Composite Materials from Co-Cr-Mo alloy by Thermal Spraying and Plasma Transferred Arc Welding

ONO Tsukasa, KUWASHIMA Takayuki, SAITO Takashi, IIMURA Takashi, CHIBA Akihiko

Composite materials from Co-Cr-Mo alloy and steel were prepared by flame spraying, HVOF spraying, plasma spraying and plasma transferred arc welding (PTA). The Co-Cr-Mo granulated powder were used as materials and stainless steel round bars and carbon steel plates were used as substrates. Spray coatings by HVOF spraying and plasma spraying shows very close structures and it exhibits a hardness of about 450 HV. Fe-Co-Cr-Mo alloy including fine CoFe compound is formed in clad layer by PTA. The alloy shows a hardness of about 520 HV, therefore it is expected to be a wide range of industrial applications.

key words : Co-base alloy, thermal spraying, plasma transferred arc welding

### 1 緒 言

Co基合金は機械的特性と耐食性に優れることから1930年代に生体インプラント材料としての開発がはじまり<sup>1)</sup>、現在、ASTMで铸造用合金(F75)と鍛造用合金(F90, F562)が規格化されている。これらCo基合金には最もアレルギーを起こしやすいとされるNiが、铸造用では1%以下の添加が許され、鍛造用では塑性加工性を高めるために9~37%と多量に添加されている。EUヨーロッパでは1994年にNiに関するEC指令が公示され、Niを含んだ製品の製造および輸入が規制されている<sup>2)</sup>。このことから岩手大学の千葉晶彦教授らは2000年頃からNiを添加しないCo-Cr-Mo合金(以下、CCM合金)の塑性加工特性<sup>3)</sup>、摩擦摩耗特性<sup>4)</sup>、生体適合性<sup>5)</sup>などに関する研究を精力的に行っている。それに伴い、製造プロセスも従来からある铸造法と鍛造法の改良に加え新たに回転水中紡糸法<sup>6)</sup>や粉末冶金法<sup>7)</sup>が試みられ、様々な特性を有する铸造材、展伸材、焼結材が開発されている。

このように今後も幅広い展開が期待されるCCM合金であるが、一般産業分野で使用されている金属材料と比べると、まだまだ原料コストが高く機械加工が難しい材料であることは否めない。これらの問題点を解決するため、筆者らは溶射法とプラズマ粉体肉盛溶接法(以下、PTA)

によるCCM合金と鉄鋼材料との複合化を検討した。溶射法とは燃焼ガスやプラズマ等で溶射材料を加熱溶融し、それをガスの勢いで基材表面に吹きつけて数百ミクロン程度の皮膜を形成する技術である。一方、PTA法とはプラズマアークで基材表面を加熱溶融し、そこにPTA材料を投入溶解し肉盛することで数ミリ程度の肉盛層を形成する技術である。両者で使用した原料粉末には予めCCM合金を作製する必要がなく、原料粉末の組成を自由に設計できる特徴を有する造粒焼結粉末を用いた。これらの手法により原料・加工コストの削減が期待でき、CCM合金の医療機器分野のみならず一般産業分野への利用促進が期待できる。

溶射皮膜は溶射材料を加熱溶融する熱源(粒子温度)と材料を基材に吹き飛ばす運動エネルギー(粒子速度)によってその皮膜性状が大きく異なる。そこで本研究ではフレーム溶射、高速フレーム(HVOF)溶射、プラズマ溶射という3つの方法を用い、その皮膜性状を調査した。また、PTAは溶接電流によってPTA材料と基材との複合化を制御できることから、本研究ではCCM合金と鉄鋼材料との複合化に及ぼす溶接電流の影響を評価した。

\* 都市エリア産学官連携促進事業 いわて県央・釜石エリア

\*\* 岩手県工業技術センター

\*\*\* 岩手大学工学部(現：東北大学金属材料研究所)

2 実験方法

2-1 供試材

溶射材料、PTA 材料には粒径  $1\mu\text{m}$  程度の Co、Cr、Mo 粉末に結合材を加え混合・焼結した Co-29wt%Cr-6wt%Mo 造粒焼結粉末(パウレックス(株)製)を用いた。粒径は溶射材料が  $10\sim 45\mu\text{m}$ 、PTA 材料は  $125\sim 250\mu\text{m}$  である。それぞれの SEM 写真を図 1 に示す。

溶射基材は、アセトンで脱脂した後、粒度  $840\mu\text{m}$ (#54) のアルミナグリッドによるブラスト処理にて表面を粗面化した SUS304 ステンレス鋼丸棒(長さ 120mm、直径 20mm)を用いた。PTA 基材は、機械加工により表面の酸化皮膜を除去した S20C 機械構造用炭素鋼板材(200mm×200mm×15mm)を用いた。

2-2 溶射方法

溶射装置はすべてスルーザーメテコ製で、フレイム溶射はガス溶射装置 5P II 型、HVOF 溶射は高速ガス溶射装置 DJC 型、プラズマ溶射はプラズマ溶射装置 F4-MB 型を用いた。表 1 にそれぞれの溶射条件と特徴を示す。

溶射は、ターンテーブルに固定した基材を周速度 470mm/s で回転させ、そこにプログラム制御 6 軸多関節ロボットに取り付けた溶射ガンを 1500mm/min で垂直送りした。はじめに基材を  $100^{\circ}\text{C}$  前後に予熱した後、皮膜厚さ  $250\sim 300\mu\text{m}$  になるようパス数を調整して基材外周に溶射皮膜を作製した。それぞれの溶射の様子を図 2 に示す。

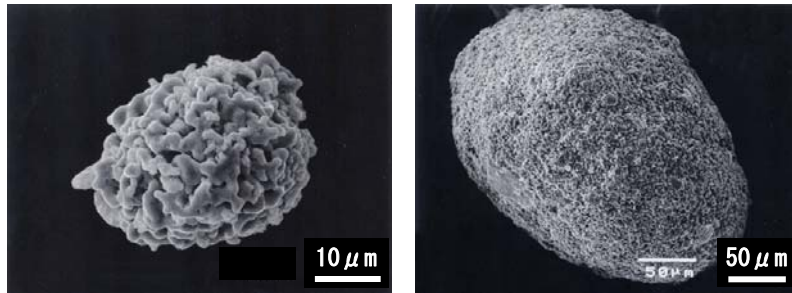


図 1 溶射材料および PTA 材料の SEM 写真

表 1 溶射条件と特徴

	フレイム	HVOF	プラズマ
ガス(圧力 MPa、流量 L/min)			
燃焼ガス	アセチレン(0.1、34) 酸素(0.2、35)	プロピレン(0.7、40) 酸素(1.0、44)	—
ガン冷却ガス	—	空気(0.5、48)	—
粉末供給ガス	—	窒素(1.0、13)	—
作動ガス	—	—	アルゴン(0.5、55) 水素(0.3、9.5)
電圧(V)、電流(A)	—	—	70~75、600
溶射距離(mm)	200	200	140
粒子温度( $^{\circ}\text{C}$ )	約 3,000	約 3,000	約 15,000
粒子速度(m/s)	約 150	約 500	約 200
溶射材料	金属	金属、サーメット	金属、サーメット、セラミックス



図 2 溶射の様子

## 2-3 PTA 方法

(株)日鉄溶接工業製 高品位溶接加工システム SWPS-1 を用いて PTA を行った。プログラム制御 6 軸多関節ロボットに取り付けた溶接トーチを基材との距離 9mm、送り速度 60mm/min、ウィビング周波数 1.0Hz、ウィビング振幅 12mm で動かした。パイロットガス(Ar)流量 1.5 L/min、シールドガス(Ar)流量 20L/min、粉末キャリアガス(Ar)流量 1.0L/min、粉末供給速度 15g/min とし、溶接電流を 65, 87, 103, 115, 130 A の 5 条件で行った。PTA の様子を図 3 に示す。

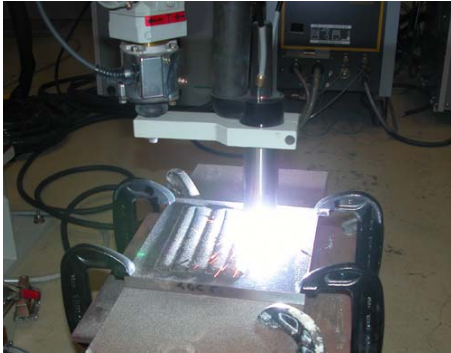


図 3 PTA の様子

## 2-4 評価方法

溶射試料は精密切断機で所定の大きさに切断し埋込樹脂に包埋後、自動研磨機で仕上げた皮膜断面をそれぞれ評価した。PTA 試料は精密切断機で所定の大きさに切断し、肉盛層の外観と断面形状を観察した後、埋込樹脂に包埋し自動研磨機で仕上げた肉盛層断面をそれぞれ評価した。

溶射皮膜と肉盛層の組織をライカ(株)製 金属用光学顕微鏡 DMC HCにて光学顕微鏡観察し、日本電子(株)製 X線マイクロアナライザー(EPMA) JXA-8900Mを用いて観察および分析を行った。分析条件は加速電圧 15kV、プローブ電流  $5 \times 10^{-8}$ A とし、プローブ径 100  $\mu$ m での定性分析と 120  $\mu$ m  $\times$  90  $\mu$ m の領域をステージスキャンにて面分析した。また、120  $\mu$ m  $\times$  90  $\mu$ m 領域の組成像 5 カ所を撮影し、その画像解析からそれぞれの気孔率等を計算した。

肉盛層の化学成分を調べるため、エダックス(株)製 エネルギー分散型微小部蛍光 X線分析装置 Eagle IIにて定性・半定量分析を行った。分析条件は X線源 Rh、管電圧 30kV、管電流 90  $\mu$ A、分析雰囲気 10Pa、分析径 300  $\mu$ m である。

溶射皮膜と肉盛層の合金相、化合物相を明らかにするため、(株)リガク製 X線回折装置 RINT-2200 および同製微小部 X線回折装置 RINT-2550V を用いて X線回折を行った。肉盛層は集中法光学系、X線源 Cu、管電圧 40kV、管電流 30mA で行い、溶射皮膜は平行ビーム法光学系、X線源 Cr、管電圧 40kV、管電流 200mA、コリメーター径 100  $\mu$ m で行った。

溶射皮膜と肉盛層の硬さを調べるため、(株)アカシ製

デジタル式微小硬度計 MVK-H100A2 にてビッカース硬さ試験を行った。試験条件は試験力 2.0~2.9N(200~300g)、保持時間 15sec で 10 点を測定しその平均を求めた。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 溶射皮膜の外観、組織、気孔率

溶射試料の外観を図 4 に示す。フレーム溶射は黒色、HVOF溶射は灰色、プラズマ溶射は緑色の外観を呈している。色の違いは溶射雰囲気、粒子温度、粒子速度に起因する。つまり、フレーム溶射は可燃性ガスによる燃焼炎雰囲気中を粒子が飛行する間に黒色の酸化物を生成させるが、HVOF溶射はその粒子速度が著しく速いため酸化物がほとんど形成されない。そして、プラズマ溶射は粒子温度が高く Ar と H<sub>2</sub> ガスによる燃焼炎雰囲気であるため緑色の酸化物が形成されると考えられる。

溶射皮膜断面の光学顕微鏡組織を図 5 に示す。フレーム皮膜は金属光沢がない灰色の基地に数 10  $\mu$ m の金属光沢を示す粒子と大小様々な大きさの気孔(黒色)が多数観察される。HVOF 皮膜は金属光沢がある基地に 10  $\mu$ m 弱の気孔が多数観察される。プラズマ皮膜は扁平粒子が積み重なって形成されるラメラ(層状)構造が明瞭に観察され、所々に 10  $\mu$ m 以下の気孔が確認できる。

表 2 に溶射皮膜の気孔率、最大気孔断面積、標準偏差を示す。最大気孔断面積とは観察した領域内で最も大きい気孔の断面積である。フレーム皮膜は気孔率が 10%以上と非常に高く、断面積から推測すると直径 25  $\mu$ m 相当の気孔があり、そのばらつきも多いことが分かる。一方、HVOF 皮膜は気孔率が 10%以下となり最大でも直径 10  $\mu$ m 相当の気孔となり、プラズマ皮膜に至っては気孔率が 2%、最大直径 5  $\mu$ m 相当であることが分かる。一般に緻密な溶射皮膜でもその気孔率は 2~3%といわれているので、緻密さの点でプラズマ溶射は十分な皮膜が得られることが分かった。



図 4 溶射試料の外観  
(左からフレーム、HVOF、プラズマ)

表 2 溶射皮膜の気孔率

溶射皮膜	気孔率 (%)	最大気孔断面積 ( $\mu$ m <sup>2</sup> )	標準偏差
フレーム	12	700	5
HVOF	7	100	1
プラズマ	2	25	1



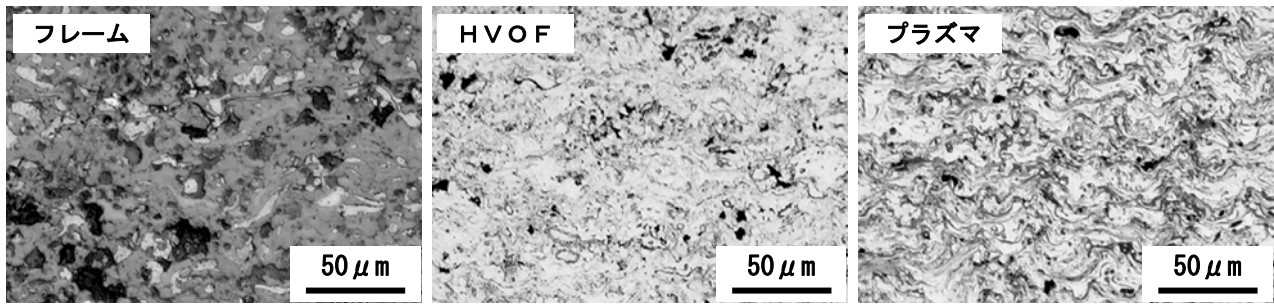


図5 溶射皮膜の光学顕微鏡組織

### 3-2 溶射皮膜のEPMA分析

溶射材料(粒子)に供給されるエネルギーは粒子温度と粒子速度から推測できる。供給エネルギーが低いと粒子は十分に軟化・溶融せず気孔の多い皮膜構造となり、燃焼雰囲気によっては酸化してしまう。一方、供給エネルギーが高いと緻密な皮膜が形成されると容易に想像できるが、溶射材料によっては粒子温度が高いと分解・蒸発する恐れがある。今回の溶射材料は造粒粉であることから、溶射皮膜が緻密であることはもちろんのこと、その組成分布が均一で合金化していることが望ましい。そこで、EPMAにて溶射皮膜の組成分布を調査した。

溶射皮膜の組成像とCo、Cr、Mo、Oの面分析結果から得られたCo、Cr、Mo複合マップとCo、Cr、O複合マップを図6に示す。組成像の濃淡は試料を構成する元素の原子番号に依存し、原子番号が小さいところは暗く、大きいところは明るく表示されることから、組成分布の均一・不均一性を定性的に評価できる。また、複合マップは右のカラーバーに示されている元素の分布状態が分かる。フレーム皮膜の組成像は著しく不均一な組成分布を示し、複合マップから酸化した基地中(灰色)に未溶融Co(赤)とMo(青)、酸化Co(紫)とCr(水色)が粗大に偏析していることが分かる。HVOF皮膜の組成像は灰色基地中に白色、暗い灰色をした粒子が点在する組成分布を示し、複合マップからCCM合金相基地中に未溶融Mo(青)と酸化Cr(水色)が若干偏析していることが分かる。プラズマ皮膜の組成像は灰色基地中に白色と暗い灰色が層状を呈する組成分布を示し、複合マップからCCM合金相基地中に未溶融Cr(緑)、酸化Co(紫)とCr(水色)が確認できる。また、皮膜の酸化状態を $O-K\alpha$ のピーク強度で相対比較したところ、フレーム皮膜は約13,000cps、HVOF皮膜は約2,000cps、プラズマ皮膜は約4,000cpsであることが分かった。

これらの結果から、粒子温度と粒子速度による供給エネルギーが共に低いフレーム溶射は皮膜の合金化が不十分で、速度による供給エネルギーが高いHVOF溶射と温度による供給エネルギーが高いプラズマ溶射ではほぼ合金化した皮膜が得られることが分かった。しかし、プラズマ溶射皮膜は加熱溶融雰囲気がHVOFに比べ不活性であるものの粒子温度が高いことからやや酸化することが分かった。

### 3-3 溶射皮膜のX線回折

EPMA分析の結果から溶射皮膜は程度の差があるものの酸化していることが分かった。また、CCM合金は1000°C付近でマルテンサイト変態を起こし、1000°C以上では $\gamma$ (fcc)相、それ以下では $\epsilon$ (hcp)相が平衡相として形成される<sup>8)</sup>。そこで、X線回折にて皮膜の合金相と化合物相を同定した。

図7は皮膜断面のX線回折パターンである。どの皮膜も $\gamma$ 相(●印)と $\epsilon$ 相(■印)が確認され、それらのピーク強度比は溶射法によらずほぼ同じである。その他に、フレーム皮膜はCr酸化物(▲印)とCo酸化物(▼印)のピークが明瞭に同定され、HVOF皮膜は僅かに $Cr_2O_3$ (▲印)、フレーム皮膜も僅かに $CoCr_2O_4$ (◆印)のピークが確認された。これらの結果はEPMAの面分析の結果と良い一致を示している。

### 3-4 溶射皮膜の硬さ

溶射皮膜および比較として従来のCCM鍛造合金のビッカース硬さを図8に示す。どの溶射皮膜でも平均450HV程度(HRC換算で45~46HRC)の値を示し、CCM鍛造合金より約100ポイント高い。測定値のばらつきではフレーム、HVOF、プラズマの順で小さくなることから、プラズマ皮膜がより均一な皮膜構造であることが分かる。

CCM合金において硬さの増加に寄与する組織は $\epsilon$ 相と $\sigma$ 相(Cr、Moリッチ相)である<sup>9)</sup>。しかし、X線回折によると皮膜の $\epsilon$ 相はCCM鍛造合金に比べ多くはなく、 $\sigma$ 相については定量的な評価ができなかった。また、圧縮残留応力も硬さの上昇に寄与するが、溶射条件によって残留応力が必ずしも圧縮に働くとは限らない。このことから、今回、可能性として提示できるのは皮膜中に存在する酸化物の寄与のみである。また、皮膜の中ではフレーム皮膜が最も硬さが高くばらつきが大きい。この原因として、1 $\mu$ m以下の微細な酸化物の分散による基地硬さの増加と数10 $\mu$ mの粗大な気孔と偏析物による皮膜構造のばらつきが考えられる。

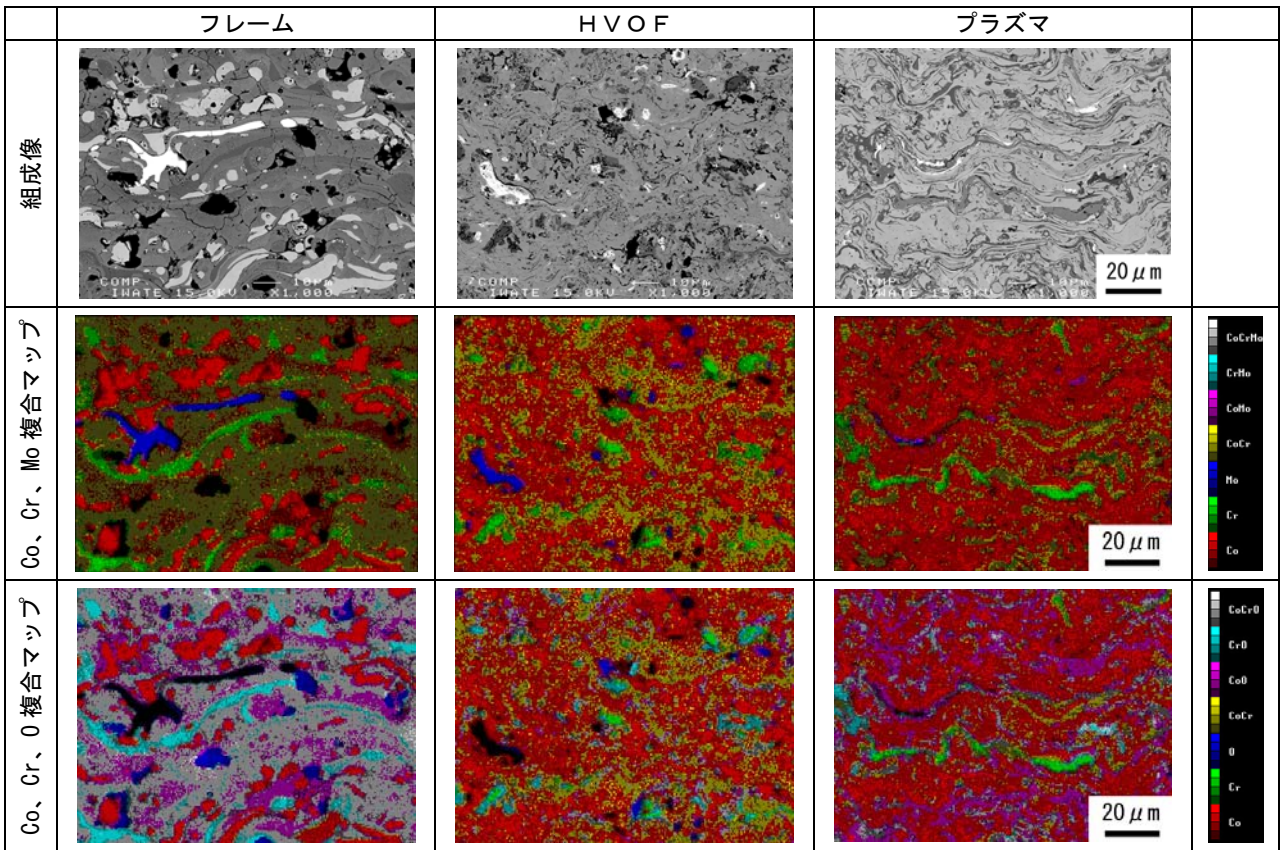


図6 溶射皮膜の組成像と複合マップ

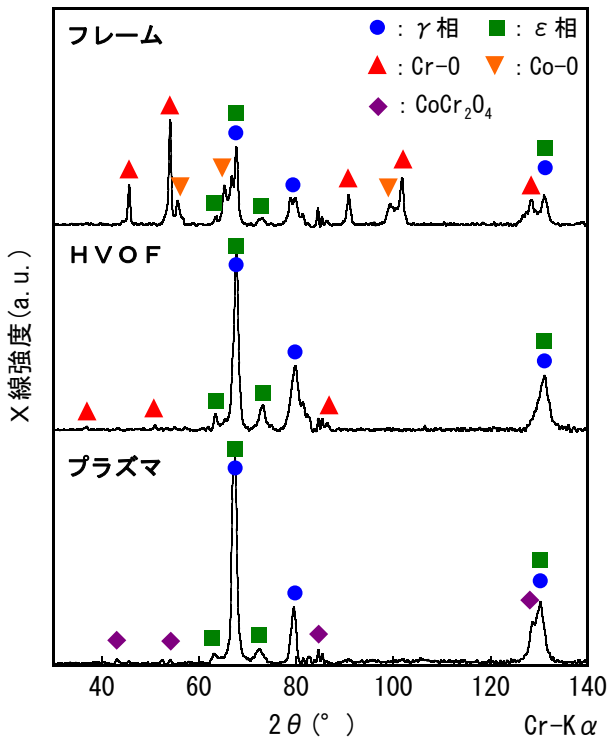


図7 溶射皮膜のX線回折パターン

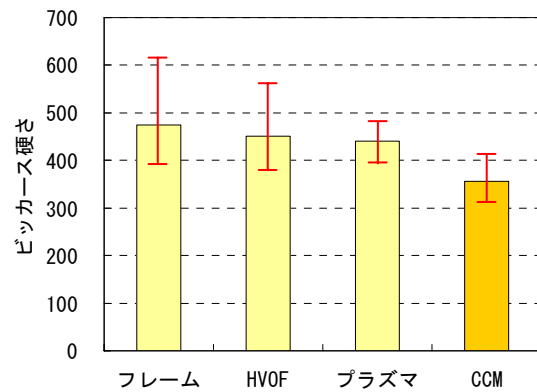


図8 溶射皮膜の硬さ

3-5 肉盛層の外観と断面形状

溶接電流を変えて作製した肉盛層の外観と断面形状を図9に示す。溶接電流65AではPTA材料の溶融が不十分でかつ基材もほとんど溶融していないため、肉盛層は島状に形成されている。87Aでは、PTA材料は溶融しているが基材がほとんど溶融していないため、基材への溶け込みがほとんど確認できない肉盛層となっている。肉盛層の幅は約10mm、最大厚さは約1mmである。103Aになると基材も溶融するため、肉盛層は基材内部に溶け込んだ形状をしている。肉盛層の幅は約12mm、最大厚さは約2mmである。

このように、溶接電流を制御することによって基材にほとんど溶け込まない肉盛層を形成したり、基材に十分に溶け込ませた肉盛層を形成することができる。また、溶接電流をより高くすると、溶け込み深さはより深くなることを確認している。

3-6 肉盛層の化学成分と硬さ

溶接電流によってPTA材料と基材との溶け込み量、つまり複合化を制御できるが、これはすなわち肉盛層の化学成分が変化することを意味する。また、それによって機械的特性が変化していることも考えられる。そこで、肉盛層の定性・半定量分析および硬さ試験を行った。

溶接電流(65, 87, 103, 115, 130 A)による肉盛層の組成比を図10に示す。87AまではPTA材料の化学成分とほぼ同じCo-29wt%Cr-6wt%Moの組成比を示しているが、基材への溶け込みが確認される103AからはFeが50wt%以上検出され、一方、Coは30wt%以下に低下する。次にビッカース硬さを図11に示す。65~87Aでは約400HVを示し、Feが溶け込むことで一度300HV以下に低下するが、さらに溶接電流が上がり130Aになると500HV以上に上昇する。

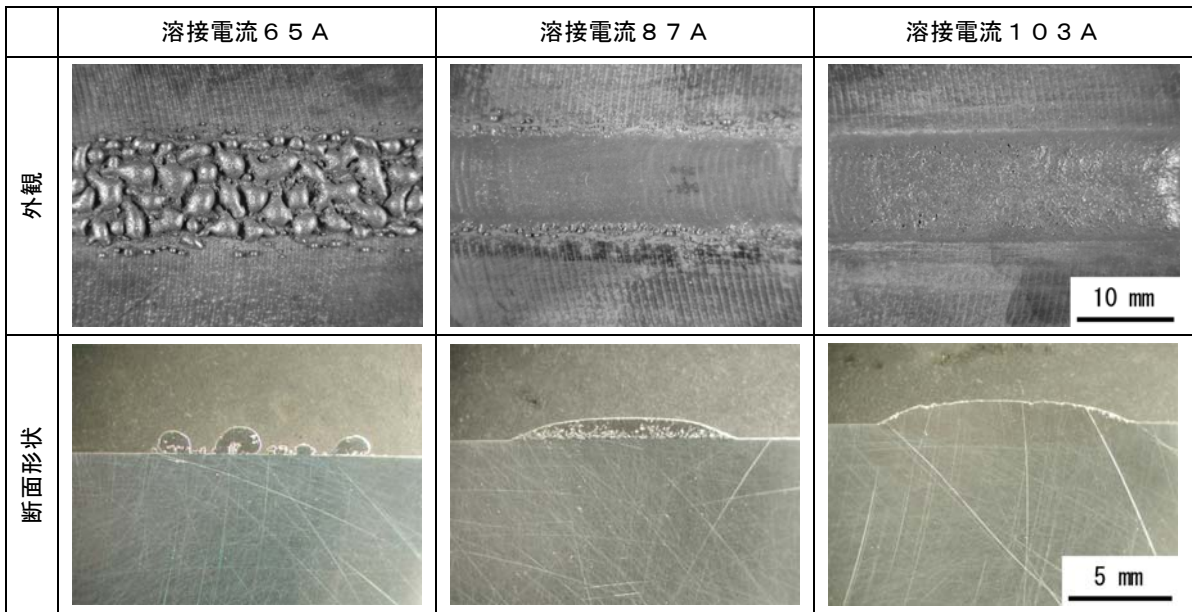


図9 溶接電流による肉盛層の外観と断面形状の違い

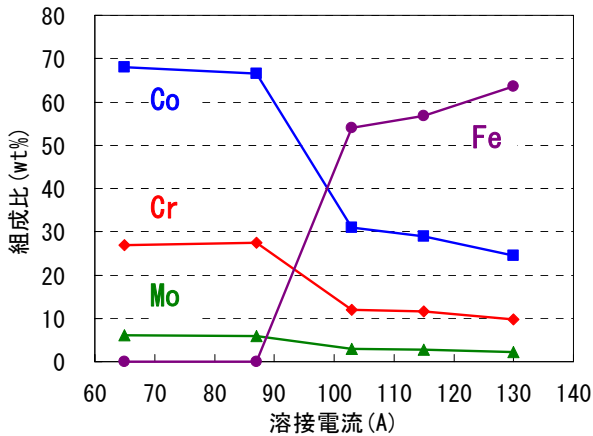


図10 肉盛層の化学成分

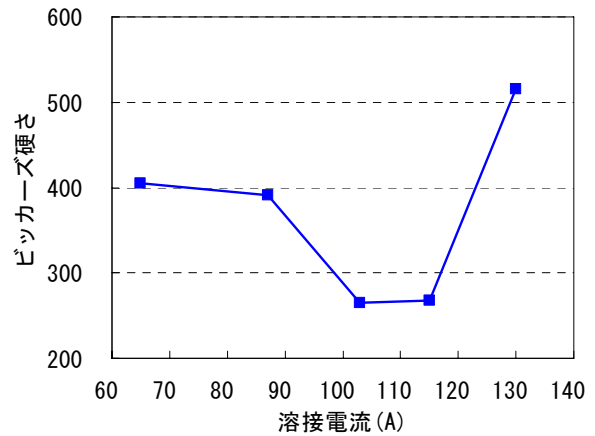


図11 肉盛層の硬さ

これらの結果から、87A 以下の肉盛層は CCM 肉盛合金が形成され、その硬さは従来の CCM 鍛造合金より約 50 ポイント高いことが分かった。また、103A 以上の肉盛層は Fe が主成分の Fe-CCM 肉盛合金が形成され、Fe の溶け込み量によって硬さが低下または増加することが分かった。

### 3-7 肉盛層の組織

溶接電流によって肉盛層の化学成分が変化し、それに伴って硬さが増減することが分かった。その原因を明らかにするため、特徴的な硬さを示す 87A(400HV)、115A(270HV)、130A(520HV)の肉盛層について光学顕微鏡観察および EPMA 分析を行った。

図 12(上)はそれぞれの光学顕微鏡組織であり、鑄造材で典型的なデンドライト組織である点は共通しているが、デンドライト間に存在する生成物の形態に違いがみられる。87Aは基地に対して黒く見える生成物が多数観察され、115Aはその数が著しく低下している。一方、130Aは基地

に対して白く見える生成物が比較的広い面積で観察される。つぎに EPMAにて分析した組成像を図 12(下)に示す。87Aは基地中に白の生成物が多数観察され、所々に黒の生成物がある。定性分析および面分析の結果、白い生成物は Cr、Mo リッチであることから硬くて脆い  $\sigma$  相(正方晶  $\text{Co}(\text{Cr}, \text{Mo})$  化合物)<sup>10)</sup>、一方、黒い生成物は Cr、O リッチであることから凝固中に残留した Cr 酸化物であると考えられる。115Aは Cr 酸化物がほとんどなくなり、 $\sigma$  相もわずかに確認できる程度である。一方、130Aは前の 2 つとは大きく異なり、デンドライト組織は  $1\mu\text{m}$  程度の非常に微細な組成分布を示している。

以上の結果から、肉盛層はすべてデンドライト組織を呈しているが、溶接電流によって  $\sigma$  相の析出量や基地組織そのものが変化していることが分かった。硬さの増減はこの微細組織の変化が大きく影響していると考えられる。

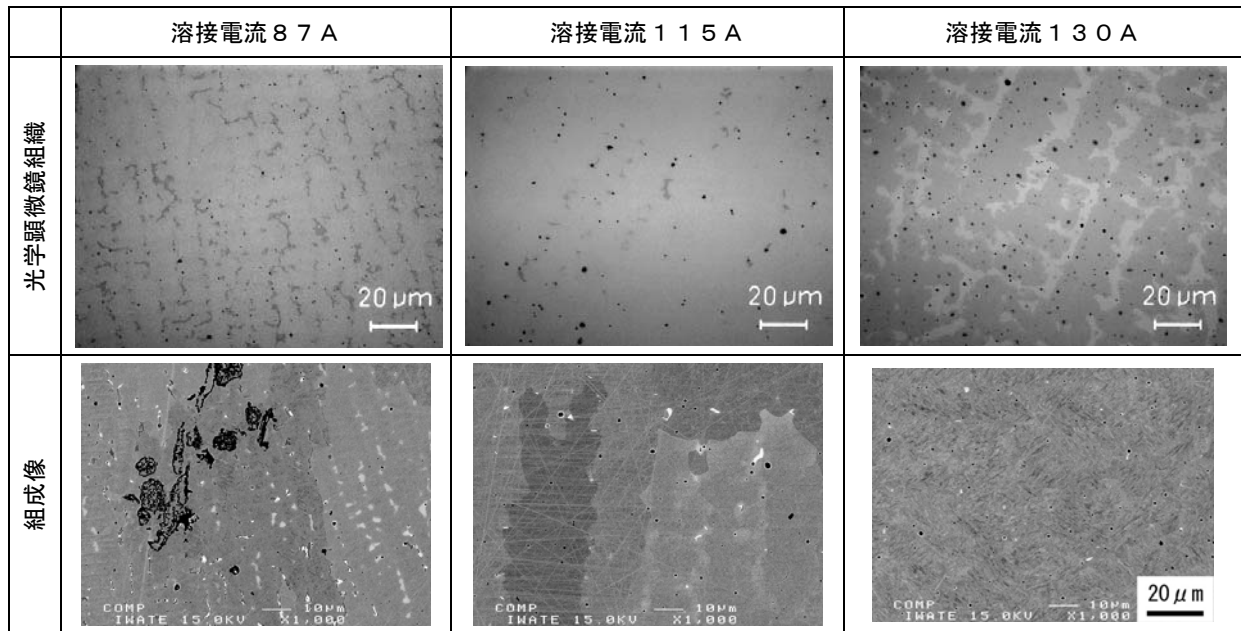


図 12 溶接電流による肉盛層の光学顕微鏡組織(上)と組成像(下)

### 3-8 肉盛層の X 線回折

溶接電流によって肉盛層の基地組織が 130A で大きく変化することが分かった。そこで 87A、115A、130A の肉盛層について、X 線回折を用いて合金相と化合物相の同定を行った結果を図 13 に示す。87A は  $\gamma$  相のピーク(●印)と僅かに  $\epsilon$  相のピーク(■印)が確認でき、115A では  $\gamma$  相のみとなり  $\epsilon$  相は確認できない。そして、130A になると  $\gamma$  相の他に  $\text{CoFe}$  化合物のピーク(▲印)が同定された。これらの結果から、87A の基地は CCM 鑄造合金によくみられる  $\gamma$ 、 $\epsilon$  二相共存組織、115A の基地は  $\gamma$  単相組織、130A の基地は  $\gamma$  相と  $\text{CoFe}$  化合物の混合微細組織であることが分かった。

純 Co は  $420^\circ\text{C}$  付近で  $\gamma$  相と  $\epsilon$  相に相変態を起こす。そして、純 Co に元素添加することでその相変態温度が変化し、温度が上昇すると  $\epsilon$  相がより安定化し、低下すると  $\gamma$  相がより安定化することが報告されている<sup>11), 12)</sup>。それによると、Cr と Mo は  $\epsilon$  相安定化元素であるのに対し、Fe は  $\gamma$  相安定化元素であることが分かっている。さらに、Fe は  $\gamma$  相 Co に 100at% 固溶し、相変態温度の低下率は約  $50^\circ\text{C}/\text{at}\%$  とされ、 $\gamma$  相安定化の効果が非常に大きい元素であることが推測される。また、先にも述べたように  $\gamma$  相は  $\epsilon$  相および  $\epsilon$  相と共に析出しやすい  $\sigma$  相より硬さが低い。これらのことから、今回作製した 115A の Fe-CCM 肉盛合金は Fe 添加によって基地が  $\gamma$  単相となり、硬さが

400HVから270HVに低下するといえる。

一方、130AのFe-CCM肉盛合金は硬さが520HV(HRC換算で50~51HRC)と著しく上昇する。これは、鉄鋼材料でフェライト( $\alpha$ -Fe)とセメンタイト( $Fe_3C$ )が層状微細組織になることで硬さが上昇するように、 $\gamma$ 相とCoFe化合物の混合微細組織になるためと考えられる。また、Feが $\gamma$ 相Coにすべて固溶せずCoFe化合物として析出するのは、Fe添加量の増加に加えて溶接入熱量や冷却速度などが影響していると考えられる。

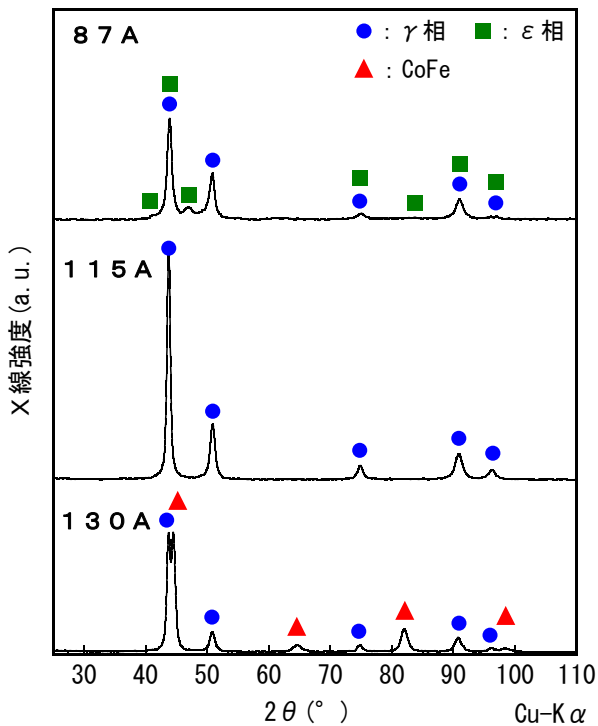


図13 肉盛層のX線回折パターン

#### 4 結 言

溶射法によるCCM合金の複合化を検討した結果、緻密な皮膜を得るにはプラズマ溶射法、酸化を抑制するにはHVOF溶射法が適しており、それら溶射皮膜の硬さはCCM鍛造合金より優れていることが分かった。

PTA法によるCCM合金と基材との複合化を検討した結果、肉盛層に積極的にFeを溶解込ませることで硬さ500HV以上を有する $\gamma$ 相とCoFe化合物の混合微細組織が得られることが分かった。

#### 文 献

- 1) F.R.Morrall, Cobalt alloys as implants in humans, J.Materials, 4, 384-421 (1968)
- 2) 新素材技術スタッフ, 静岡県環境衛生科学研究所報告, 15, 57-61 (2005)
- 3) S.-H.Lee, E.Takahashi, N.Nomura, A.Chiba, Materials Transactions, 46, 1790-1793 (2005)
- 4) K.kumagai, N.Nomura, T.Ono, M.Hotta, A.Chiba, Materials Transactions, 46, 1578-1587 (2005)

- 5) 沼田泰子, 首藤文榮, 野村直之, 千葉晶彦, 日本金属学会, 70, 142-145 (2006)
- 6) A.Chiba, N.Nomura, Y.Ono, Acta Mater., 55, 2119-2128 (2007)
- 7) 野村直之, 宇津橋雅子, 阿部麻里子, 小野元, 千葉晶彦, 日本金属学会誌, 70, 281-286 (2006)
- 8) 千葉晶彦, まてりあ, 46, 194-197 (2007)
- 9) 佐藤嘉, 野村直之, 藤沼重雄, 千葉晶彦, 日本金属学会誌, 70, 275-280 (2006)
- 10) 李尚学, 高橋英児, 野村直之, 千葉晶彦, 日本金属学会誌, 70, 260-264 (2006)
- 11) 千葉晶彦, バイオマテリアル, 23, 107-113 (2005)
- 12) C.T.Sims, Superalloys II

# 鑄鉄溶湯から取り除きやすい脱マンガンスラッグの開発\*

高川 貫仁\*\*、池 浩之\*\*、岩清水 康二\*\*、瀬川 晃児\*\*

酸化鉄添加による鑄鉄溶湯の脱マンガ処理において、発生するスラッグの除去を容易にするため、シリカおよびアルミナ添加の効果を検討した。得られた結果は次のとおりである。

- 1)  $\text{SiO}_2$ を1.6mass%添加することによりスラッグは団子状に固まり、スラッグを鉄棒で除去することができた。
- 2)  $\text{SiO}_2$ を添加した場合、脱Mn率および脱Si率が低下したため、スラッグの $\text{SiO}_2$ 濃度は上がりづらかった。
- 3)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ を1.0mass%添加することによりスラッグの粘度は上がり、スラッグを除去することができた。

キーワード：脱マンガ、鑄鉄、スラッグ、酸化鉄、鉄スクラップ

## Development of the Manganese Removal Slag to Easily Remove from Molten Cast Iron

TAKAGAWA Takahito, IKE Hiroyuki, IWASHIMIZU Kouji and SEGAWA kouji

In the manganese removal from molten cast iron by means of FeO addition, the effect of  $\text{SiO}_2$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  addition on the easiness of removal of slag was examined. The following results have been obtained;

- 1) The slag was formed like the dumpling by addition of  $\text{SiO}_2$  of 1.6mass%, and the slag was removed by an iron bar.
- 2) In addition of  $\text{SiO}_2$ , the concentration of  $\text{SiO}_2$  in slag did not readily increase by decrease of silicon and manganese oxidation.
- 3) The viscosity of slag was raised by addition of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  of 1.0mass%, and the slag was removed.

key words : manganese removal, cast iron, slag, iron oxide, steel scrap

### 1 結 言

近年、鋼材の高強度化に伴い、鉄スクラップ中のマンガ含有量が高くなってきている。マンガは鑄鉄を硬くもろくする。銑鉄鑄物製造メーカーは、マンガ含有量が高い鉄スクラップを用いて柔軟性のある銑鉄鑄物を製造しなければならない状況にある。

この状況を解決するために、著者らは、酸化鉄(FeO)添加による鑄鉄溶湯の脱マンガ処理について平成15年度から取り組んできた<sup>1),2)</sup>。すなわち、溶解量5kgの小規模実験で、以下の結果を報告した。

- ①鑄鉄溶湯中のマンガ含有量は、試薬酸化鉄を4%添加することにより、1.0%から0.4%まで下がった(脱マンガ処理前のシリコン含有量は1.0%)。
- ②試薬酸化鉄の代替として、県内で廃棄される酸化鉄(鋼材酸化皮膜)も有効であった。

③鑄鉄溶湯中の酸素含有量は、酸化鉄を添加することにより増加したが、フェロシリコン(Fe-Si合金)を添加することにより、脱マンガ処理前のレベルに戻った。

④脱マンガ処理後に、球化处理を行い、JIS-FCD450の材質を得ることができた。

これらの結果を元に、100kgの高周波誘導炉を用いて工場実験を行ったところ、小規模実験と同様の結果が得られた。

しかし、酸化鉄添加により生成するスラッグ(主な成分は、酸化マンガや酸化鉄、シリカ)は粘度が低く、除滓に時間がかかることが分かった。

一般的な除滓は、「除滓剤を適量湯面に撒きスラッグと絡め、これを鉄の棒に絡めて炉外に出す」という方法で行われる。除滓剤は、鑄鉄湯面に撒かれると熱により発泡し、その高い粘度によりスラッグと絡まる。そのため、通常操業のよう

\* JST サライト岩手実用化のための可能性試験、日本鑄造工学会若手研究奨励基金

\*\* 材料技術部

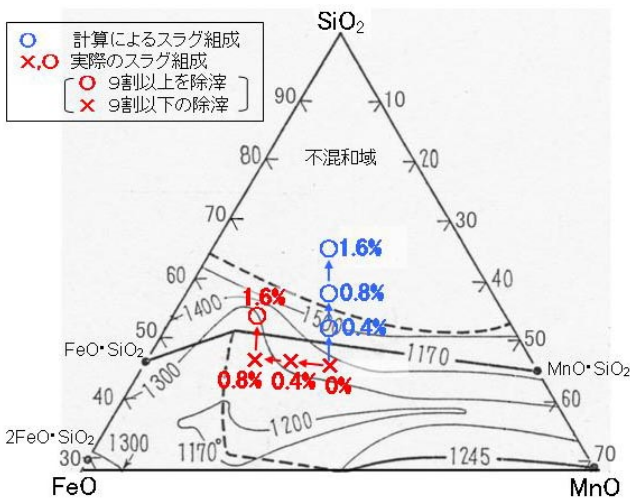


図1 SiO<sub>2</sub>を添加したときの除滓性評価結果及び生成スラグ組成 (FeO 添加量 4.0mass%)

な僅かな滓を取り除くには短時間で済むが、本脱マンガン処理のようにスラグが発生する場合には、何度も除滓剤を添加する必要がある、除滓に時間がかかる。

そこで、スラグ自体の粘度を高くした方が除滓に優位であると考えた。

本研究では、生成するスラグの粘度を変える方法として、工場入手しやすいシリカ (SiO<sub>2</sub>) やアルミナ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) を溶湯に添加し、その除滓性について検討した。

## 2 実験方法

試験用の铸铁溶湯は、化学組成が 4.0%C-1.0%Si-1.0%Mn になるように銑鉄、電解鉄、フェロマンガン (Fe-Mn 合金) および黒鉛粒を配合し、高周波誘導炉にて溶解し作製した。铸铁溶解量は 3kg とし、ルツボには黒鉛ルツボを用いた。

铸铁溶湯溶解後、元湯の分析試料を採取し、再度加熱した。溶湯温度が 1450°C に達した後、試薬酸化鉄 (FeO) を 4.0mass% と同時に試薬シリカ (SiO<sub>2</sub>) 及び試薬アルミナ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) を所定量添加し、脱マンガン処理を行った。その後、生成したスラグについて、除滓性の評価を行った。

除滓性の評価方法は、直径 15mm の鉄棒の先にスラグを絡ませて、全量を炉外に取り出せれば「◎」、9割以上取り出せれば「○」、取り出せなければ「×」という、3基準による判定とした。

除滓性評価後、脱マンガン処理後の铸铁の分析試料を採取し、固体発光分光分析装置により諸元素の定量分析を行った。また、鉄棒で除去したスラグ及びルツボに残ったスラグについては、鉄乳鉢で粉末

状にした後、圧縮試験機により圧粉体を成形し、波長分散型蛍光 X 線分析装置にて簡易定量分析を行った。

## 3 実験結果

### 3-1 シリカ (SiO<sub>2</sub>) 添加の効果

除滓性に及ぼす SiO<sub>2</sub> の効果について、SiO<sub>2</sub> を 0, 0.4, 0.8, 1.6mass% の 4 レベルに変化させて調べた。図 1 は、スラグの取り除き易さについての評価結果ならびに生成したスラグ組成を、SiO<sub>2</sub>-FeO-MnO 系状態図にプロットした図である。青で示したプロットは、「計算によるスラグ組成」であり、これは、FeO を 4.0mass% 添加したときのスラグ組成結果に、単純に所定量の SiO<sub>2</sub> を足したときのスラグ計算値である。その結果、SiO<sub>2</sub> の濃度は、SiO<sub>2</sub> 添加量 0.8mass% までは約 50mass% で一定値を示し、SiO<sub>2</sub> 添加量 1.6mass% でようやく増加した。次に、SiO<sub>2</sub> 添加量 0.8mass% と 1.6mass% のときの除滓の様子を図 2 に示す。スラグは、SiO<sub>2</sub> 添加量 0.8mass% までは、鉄棒に若干付着するだけで絡まなかった。SiO<sub>2</sub> 添加量 1.6mass% では、スラグは鉄棒には絡まないが、団子状の固



a) SiO<sub>2</sub> 添加量 0.8mass%

b) SiO<sub>2</sub> 添加量 1.6mass%

図2 SiO<sub>2</sub>を添加したスラグの鉄棒による除滓の様子 (FeO 添加量 4mass%)

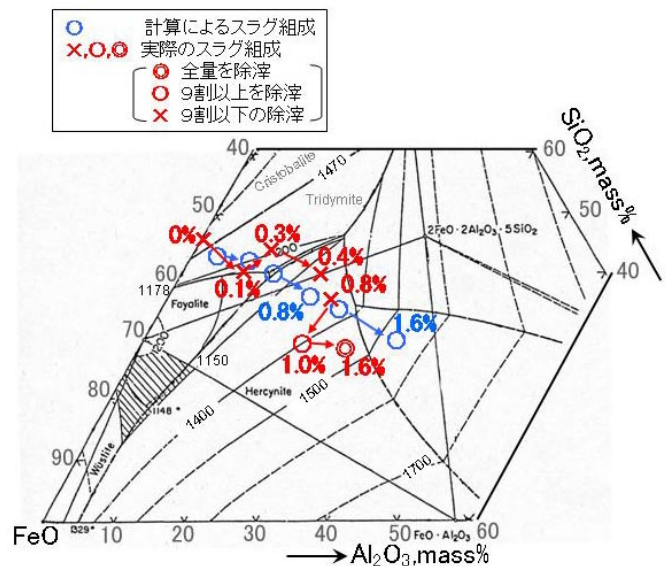


図3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加したときの除滓性評価結果及び生成スラグ組成 (FeO 添加量 4.0mass%)

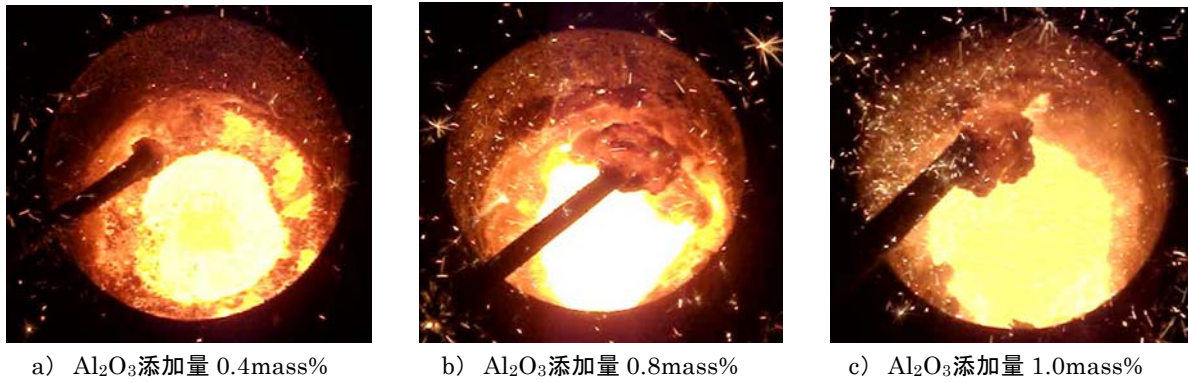


図4 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加したスラグの鉄棒による除滓の様子(FeO添加量 4.0mass%)

まりを形成するようになった。そのため、大きな固まりのスラグを鉄棒に乗せて除去することにより、スラグのほぼ全量を除去することが出来た。ただし、細かいスラグは、小さく粘度も低いため、鉄棒では除去できなかった。

### 3-2 アルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)添加の影響

除滓性に及ぼすAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の効果について、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を0.1, 0.3, 0.4, 0.8, 1.0, 1.6mass%の6レベルに変化させて調べた。図3は、スラグの取り除き易さについての評価結果ならびに生成したスラグ組成を、SiO<sub>2</sub>-FeO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系状態図にプロットした図である。本来はFeO-MnO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系状態図で示すべきであるが、この4元系状態図がないため、(FeO+MnO)を便宜上FeOとして図に示した。図中、青で示したプロットは、「計算によるスラグ組成」であり、これは、FeOを4.0mass%添加したときのスラグ組成結果に、単純に所定量のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を足したときのスラグ計算値である。その結果、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の濃度は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量の増加に伴い、ほぼ予想組成どおり上がっていった。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の1.6mass%添加で、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の濃度は約30mass%になり、スラグの組成は高融点域にシフトした。次に、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量0.4mass%、0.8mass%及び1.6mass%のときの除滓の様子を図4に示す。スラグは、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量0.4mass%までは、鉄棒に若干付着するだけで絡まなかった。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量0.8mass%では、粘度が上がり、鉄棒に若干絡むようになった。Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量1.0mass%では、さらに粘度が増した。そのため、スラグのほぼ全量を除去することが出来た。ただし、若干のスラグは、ルツボの内壁にねっとり付着し、除去できなかった。図には示さないが、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量1.6mass%では、スラグは粘度を保ちながら固まりを形成した。そのため、細かいスラグも、スラグ表面の粘度が高いために鉄棒に絡み、スラグの全てを除去することが出来た。

## 4 考 察

SiO<sub>2</sub>添加の実験において、予想では、スラグ組成は、SiO<sub>2</sub>を0.8mass%以上添加することによりSiO<sub>2</sub>不混和域に

入り、これによりスラグの粘度は上がり、スラグは除去しやすくなると考えたが、実際は、スラグ中のSiO<sub>2</sub>濃度はなかなか上昇せず、SiO<sub>2</sub>を1.6mass%以上添加してもSiO<sub>2</sub>不混和域までは動かなかった。図5に脱Si率及び脱Mn率に及ぼすSiO<sub>2</sub>及びAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量の影響を示す。図より、SiO<sub>2</sub>を添加した場合、0.4mass%添加しただけで脱Mn率および脱Si率が大きく低下した。これより、SiO<sub>2</sub>を添加すると、溶湯中のSiとFeOの反応により生じるSiO<sub>2</sub>の生成量は減少し、結果的にスラグのSiO<sub>2</sub>の濃度が上がりづらくなるということが分かった。

次に、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加の実験において、スラグのAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>濃度は、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の添加量の増加に伴い上昇し、スラグ組成は計算どおり高融点側にシフトした。これは、図6に示すとおり、SiO<sub>2</sub>を添加したときとは違い、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量0.8mass%までは、脱Mn率および脱Si率は5%以内の低下で留

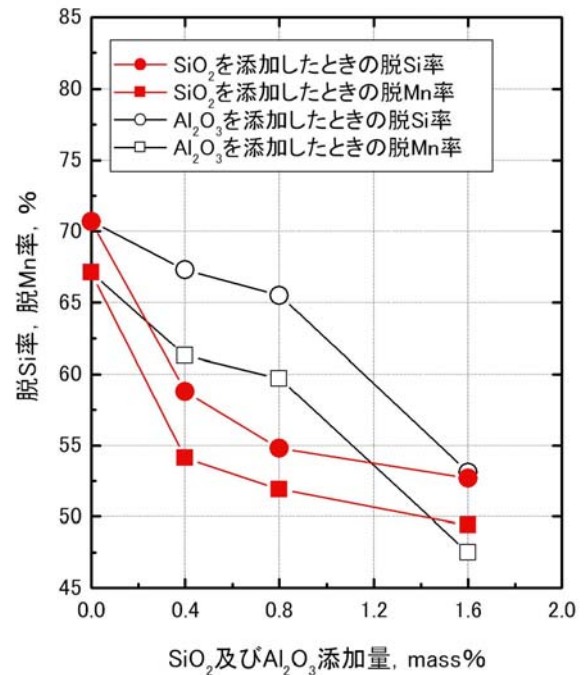


図5 脱Si率及び脱Mn率に及ぼすSiO<sub>2</sub>及びAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加量の影響(FeO添加量 4.0mass%)



まり、それほど大きく低下しなかったことが要因と考えられた。

今回の検討により、FeOと同時にSiO<sub>2</sub>を1.6mass%又はAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を1.0mass%以上添加することにより、スラグを鉄棒で取り除くことが出来た。ただし、添加量は1.0mass%以上必要であり、この量は除滓剤を使用した場合の除滓剤添加量と同等量である。そのため、本方法を除滓剤添加による除滓方法と比較した場合、①発泡しない分みかけの体積が小さいので、スラグ処理コストが安くなる。②ムライトサンドや珪砂を使用している鑄造工場においては、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>やSiO<sub>2</sub>の代わりに使用済み鑄物砂なども有用であると考えられ、除滓剤コストがかからない。という長所がある一方、脱Mn率は低下するという短所を合わせもつ結果となった。

ただし、SiO<sub>2</sub>の添加については、今後、添加するタイミングを変えて検討する必要がある。今回は、FeOと同時に添加したため、脱Si率および脱Mn率が低下し、これによりSiO<sub>2</sub>の濃度も上がらないという悪循環になってしまったが、FeOを添加して脱マンガン反応後にSiO<sub>2</sub>を添加することにより、図2の青プロットのような組成に変化させられる可能性がある。図2によれば、スラグ組成は、SiO<sub>2</sub>を0.4mass%添加することにより、融点1500℃の高融点域に入る。この通りに行けば、脱Si率および脱Mn率を保ったまま、スラグの除去も容易になると考えられる。

また、酸化鉄添加による脱マンガンスラグの除去には、鉄棒に絡めて採る方法以外の方法も検討する必要があると考えられた。

## 5 結 言

酸化鉄添加による鑄鉄溶湯の脱マンガン処理において、

発生するスラグの除去を容易にするため、シリカおよびアルミナ添加の効果を検討した。得られた結果は次のとおりである。

- 1) SiO<sub>2</sub>を1.6mass%添加することによりスラグは固まりを形成し、スラグを除去することができた。
- 2) SiO<sub>2</sub>を添加した場合、脱Mn率および脱Si率が大きく低下し、結果的にスラグのSiO<sub>2</sub>濃度を上げるには予想以上の添加が必要であった。
- 3) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を1.0mass%以上添加することによりスラグの粘度は上がり、ほぼ全てのスラグを除去することができた。
- 4) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を添加した場合、0.8mass%までは脱Mn率および脱Si率は大きく低下しなかったため、SiO<sub>2</sub>に比較して少量のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>添加でスラグ中のAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>濃度は上昇した。

本研究を遂行するにあたり、御助言をいただいた室蘭工業大学 片山博名誉教授、福島製鋼(株) 研究開発部 佐藤一広副部長および高橋直之氏、北芝電機(株) マトロシステム部 田中宏憲氏、(財)いわて産業振興センター 勝負澤善行氏に深く感謝いたします。また、鋼材酸化皮膜をご提供いただいた東京製鋼スチールコード(株)様に深く感謝いたします。

なお、本研究に使用した高周波溶解炉は、日本自転車振興会の補助金により導入したものです。

## 文 献

- 1) 岩手県工業技術センター研究報告, 11 (2004) 132
- 2) 岩手県工業技術センター研究報告, 12 (2005) 87

# アルミニウム溶湯清浄度評価基準策定のための溶湯調査\*

岩清水 康二\*\*、池 浩之\*\*、高川 貫仁\*\*

岩手県内のアルミニウム合金鋳造企業を対象にアルミニウム溶湯の清浄度の調査とその評価基準の策定を試みた。その結果、溶湯の清浄度を確認はできたが、細かい評価基準の策定には至らなかった。アルミニウム溶湯の清浄度を評価するために必要な基準を策定するには、溶解条件や溶湯処理条件、合金別にそれぞれサンプル数を増やし、データを蓄積することが必要であることがわかった。

キーワード：アルミニウム合金鋳造、溶湯清浄化、

## Examination of Purity Standard of Aluminum Casting

IWASHIMIZU Koji, IKE Hiroyuki and TAKAGAWA Takahito

Purity of molten aluminum was investigated for aluminum alloy casting company of Iwate, and planning of evaluation standard of molten aluminum was attempted. As a result, the purity of molten aluminum was able to be checked, but evaluation standard was not able to be made. To plan evaluation standard of purity of molten aluminum, it is necessary to accumulate the data of every aluminum alloy made by varying melt conditions and treatment conditions of molten aluminum.

key words : aluminum alloy, casting.

### 1 緒 言

アルミニウム合金溶湯中の介在物は、溶湯成分が大気中の酸素と反応して生成する $MgAl_2O_4$ 、 $Al_2O_3$ 、 $MgO$ 等の酸化被膜、酸化物が多いと考えられる。更に介在物は合金成分の酸化物だけではなく、溶解炉や溶解設備に使用される耐火物の混入もある。混入した介在物は大きさや形も様々であり、切削加工時にハードスポットとして問題となる場合がある。そのような介在物を除去するため、一般に $NaCl$ 、 $KCl$ 、 $NaF$ を主成分とするフラックスが添加される。添加されたフラックスは、酸化物等の介在物と反応し湯面へ浮上し、垢とりなどで除去される。更に、溶湯は介在物だけではなく、大気中の水分や燃焼ガス中の水分、耐火物中の水分と反応して水素ガスが溶け込むことにより、ポロシティ（気泡）となって品質への問題となる場合がある。この脱ガスの方法としては、溶湯へアルゴン、窒素等の不活性ガスを吹き込み、気泡に水素ガスを拡散させ除去するのが一般的である。以上の方法により現場では介在物、水素ガスの除去を行うが、清浄化された溶湯についての評価が確立されていないことから、どの程度、清浄化されているかや品質に適切な溶湯となっているかについては不明な点が多い。そのため、アルミニウム合金の鋳造現場において清浄度を確認している企業は少ない。

このことから、溶湯清浄度についての評価の策定と具体的な研究開発テーマの絞り込みを目的に調査を行った。

\* 東北経済産業局委託事業

\*\* 材料技術部

本報では、岩手非鉄金属加工技術研究会の協力を得、現状における溶湯の清浄度について調査した結果を報告する。

### 2 調査方法

岩手県内企業において鋳造、ダイカストで主に使われているアルミニウム合金ADC12、AC4C、AC7Aの溶湯を調査対象とした(表1)。ADC12は6企業、AC4Cは1企業、AC7Aは2企業の溶解炉よりサンプルを採取し、2種類の介在物測定と水素ガス含有量判定を行った。また、岩手県内企業での調査結果と比較のため、先端企業においてもADC12、AC4Cについて同様の調査を行った。

表1 調査対象としたアルミニウム合金の記号、特色

記号	合金系	鋳型区分	合金の特色
ADC12	Al-Si-Cu	ダイカスト	機械的性質、被削性および鋳造性がよい。
AC4C	Al-Si-Mg	金型、砂型	鋳造性がよく、靱性に優れ強度が要求される大型鋳物に用いられる。
AC7A	Al-Mg	金型、砂型	耐食性が優れ、靱性がよく、陽極酸化性がよい、鋳造性はよくない。

#### 2-1 Kモールド法

採取溶湯は、板状に鋳造(図1)し、ハンマーで5,6

片に破断して介在物について破面観察を目視で行った。1種の溶湯に対して板状に铸造したものを3本とり、15片について介在物数を測定し、K値を求め、日軽金株判定表(表2)に基づき、A~Eのランクに判定をした。

・K値=S/n

K: 1小片に認められる介在物数(ヶ/片)

S: nヶの小片に認められた介在物数の合計(ヶ)

n: 観察した小片の数(片)

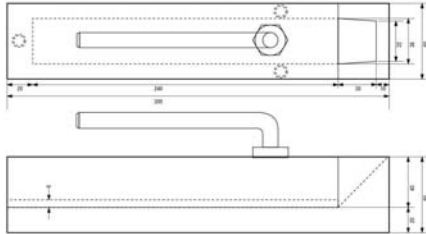


図1 Kモールド試験片鑄型

### 2-2 減圧凝固法

減圧凝固法は、炉前のガス含有量測定の手段として現場で利用可能な方法である。アルミニウム溶湯を鉄製小坩堝に約50cc入れ、720mmHgの減圧下で凝固させ、溶湯中の溶存ガスを、気泡として放出させた。凝固した試料を切断、研磨後、限度見本を基に目視により測定を行った(図2)。気泡の発生が少ない状態(1級) < 多い状態(7級)とし、気泡状態を観察して、アルミニウム溶湯中のガス量を判定した。介入するガスとして多く考えられるのは水素、窒素等であるが、目視により溶湯の良否を判定するため、ガスの特定はできない。しかし、炉前で溶湯のガス量を確認するためには有効である。



図2 試料切断面(エミリー紙#600研磨後)

### 2-3 溶湯清浄度評価装置による残渣率の測定

アルミニウム合金の溶湯をフィルターを通し、溶湯の試験前後の重量差を残渣率として清浄度を評価する方法である。溶湯中の酸化物等の介在物が多いと残渣率が上がり、溶湯が汚れていることが理解できる。ADC12の場合には残渣率が1.0%以上の場合、清浄化が必要であるとされている。

$$\text{残渣率} = (\text{試験重量} - \text{濾過重量}) / \text{試験重量} \times 100$$

## 3 調査結果

### 3-1 Kモールド法による調査結果

実験結果を表3に示す。目視観察で確認できる介在物は100μm程度であるが、介在物は300μmより大きくなると機械的性質に影響を及ぼすといわれている<sup>1)</sup>。

AC7Aは砂型鑄造用の溶湯でありK値は高めであるが、脱滓前、脱滓後を比較すると大きな差があった。ADC12は鑄造可能なA、B判定以外の結果が多いことから脱滓の効果が十分ではなく、100μm以上の介在物が残っていると思われる。

この方法は炉前における清浄度の確認には簡便で適しているが、目視による判断のため経験ならびに個人差が出やすいことに注意しなければならない。

表2 K値による清浄度判定基準

級	K値	清浄度の判定	鑄造可否の判定
A	<0.1	清浄な溶湯	鑄造しても良い
B	0.1~0.5	ほぼ清浄な溶湯	できれば処理したほうが良い
C	0.5~1.0	やや汚れている溶湯	処理の必要がある
D	1.0~10	汚れている溶湯	〃
E	>10	著しく汚れている溶湯	〃

表3 判定結果

番号	材質	K値	級	脱滓処理
あ	ADC12	1.5	D	なし
	ADC12	0.4	B	あり
い	ADC12	2.7	D	
	ADC12	2.4	D	
	ADC12	4.4	D	
う	ADC12	2.3	D	
え	ADC12	5.9	D	
	ADC12	4.9	D	
お	ADC12	0.5	B	あり
	ADC12	0.9	C	あり
か	ADC12	0.9	C	あり
	ADC12	0.7	C	あり
き	AC7A	4.3	D	あり
く	AC7A	24.9	E	なし
	AC7A	0.6	C	あり
	AC4C	6.6	D	なし
	AC4C	3.3	D	あり

### 3-2 減圧凝固法による調査結果

アルミニウム合金が凝固する際、気泡を形成しない限界固溶量は、ダイカスト用合金で0.3cc/100g、砂型用合金で0.15cc/100gといわれている<sup>2)</sup>。材種毎の判定結果の割合を図3に示す。脱ガス処理を行っている企業は少なく、その結果、ADC12種に関しては、5~7級(ガスの固溶量は0.3cc/100gを越える)が多かった。このため、

脱ガスの処理が必要であると考えられる。AC4C、AC7Aは砂型鑄造用の合金であり、坩堝にて十分に脱ガス処理を行うことから、処理前後に気泡の発生に大きく差が見られた。

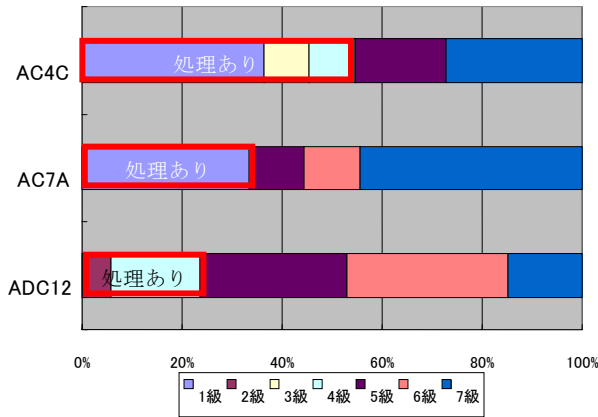


図3 減圧凝固判定結果

### 3-3 溶湯清浄度評価装置による結果

岩手県内企業で採取した溶湯の平均残渣率を表4に示す。ADC12に関しては、残渣率が1.0%を超えていることから、介在物の混入があることが示唆される。AC7A、AC4Cは、坩堝炉で溶解を行うため、大気との接触が多く、溶湯表面に酸化被膜が形成されやすいと思われる。

表4 溶湯清浄度評価装置結果

材種	平均残渣率 (%)	サンプル数 (個)
ADC12	1.43	12
AC7A	2.9	3
AC4C	1.22	2

### 3-4 先端企業における調査結果

アルミニウム合金の鑄造、ダイカストを行う先端企業にて県内企業と同じ方法で調査を行った。その結果を表5に示す。減圧凝固法や溶湯清浄度評価装置に結果は岩手県内企業と大きな差が見られないが、Kモールド法の結果に関しては、A、Bランクであり、介在物の粒子が小さいことが理解できた。先端企業の殆どは、炉前にてKモールドにより、溶湯の清浄度を測定していた。このことにより安定した品質を保っているとのことであった。

表5 先端企業調査結果

種別	材質	Kモールド		減圧凝固法	溶湯清浄度評価装置
		K値	級		
A	ADC12	0.3	B	4	0.56
B	ADC12	0.2	B	7	1.06
C	AC4C	0.06	A	1	0.78

## 4 結 言

清浄度を評価する方法として、Kモールド法、減圧凝固法、溶湯清浄度評価装置を使用し、清浄度の測定ができた。その結果、岩手県内の企業は、先端企業に比べ、K値が大幅に高いことから、K値による判定基準Bランク（ほぼ清浄な溶湯）、溶湯清浄度評価装置による残渣率は1.0%以下を目標に脱滓処理する必要があることが分かった。今後、評価基準を策定するには、溶解条件の違い、材種の違いなどにより各測定のサンプル数を増やすことが必要であり、疲労試験や引張試験などの強度試験の測定結果や不良発生率と介在物測定結果との関係を含め検討していくことで信頼性の高い評価基準を策定できると考える。

また、介在物の形成とその除去方法や脱ガスの方法についても検討を進めていくことが必要である。

本調査を実施するにあたり、サンプル調査で御協力を頂いた岩手非鉄金属加工技術研究会会員企業様、先端企業様、スタッフに深く感謝いたします。また、御指導・御助言をいただいた東京工業大学名誉教授 神尾彰彦氏、東京都立産業技術研究所 佐藤健二氏に深く感謝いたします。

## 文 献

- 1) 神尾 彰彦：研究会講演「アルミニウムの溶解と溶湯品質」(2006)
- 2) 山田盛雄：アルミニウム鑄鍛造技術便覧（カロス出版）(1991)

# 創成電極工具を用いた微細放電加工\*

和合 健\*\*、飯村 崇\*\*、鄭 鋼\*\*\*、藤村 和彦\*\*\*

IMY 連携会議「自動車部材関連における超精密加工技術」において岩手県は放電加工原理による微細穴加工についてプラスチック歯車金型を対象に取り組んでいる。ここでは $\phi 240 \pm 5 \mu\text{m}$  深さ 2.4mm を目標値としてパイプ電極による深穴加工を試みた。 $\phi 0.1\text{mm}$  の Cu パイプ電極を使用して 2 種類の加工条件 D1(電気条件 E1951)、D2(電気条件 E855)を設定して加工した結果、双方で実用的な深穴加工ができることを確認した。

キーワード：放電加工、深穴加工、パイプ電極、プラスチック歯車金型

## Study of Micro-EDM Processing using Electrode Tool Formed by EDM

WAGO Takeshi, IIMURA Takashi, ZHENG Gang and FUJIMURA Kazuhiko

Micro hole processing by electrical discharge machining principle was studied by Iwate prefecture group in order to manufacture die of plastic gear, and this study was positioned in IMY cooperation meeting “Development of ultra-precision machining technology for automobile manufacturing”. Deep holes were processed using pipe electrode tool to set nominal value as  $\phi 240 \pm 5 \mu\text{m}$  depth to 2.4mm. As a results, it was found that deep hole processing could be performed practically on both conditions. Two conditions was showed below, so common setting was pipe electrode tool of Cu  $\phi 0.1\text{mm}$ , difference settings were D1(electrical pack as E1951) and D2(electrical pack as E855).

key words : EDM, deep hole processing, pipe electrode tool, die of plastic gear

### 1 緒 言

本テーマは宮城県、山形県、岩手県で構成する IMY 連携会議「自動車部材関連における超精密加工技術」で共同研究として取り組んでいる。岩手県の分担課題は放電加工原理による微細穴加工についてプラスチック歯車金型を対象としている。プラスチック歯車は大量生産できることから製品の低コスト化が可能である。最近では情報家電分野などの精密動作を必要とする機器においても金属製歯車からプラスチック製歯車への置き換えが進んでおり、さらに微小なサイズのプラスチック歯車製作のためプラスチック成形金型の微細化が求められている。

本報では、パイプ電極を使用した微細軸穴を形成する加工方法について試みた。

### 2 実験方法

#### 2-1 目標値

プラスチック歯車のローター軸はモールドの流れ性を考慮した穴径の決定が必要となる。ここでは金型軸穴にモールドが流れ込む最小穴径を経験値から $\phi 0.24\text{mm}$ と定義した。金型軸穴の目標値は $\phi 0.24 \pm 0.005\text{mm}$  深さ 2.4mm として穴径の高精度化と L/D 比が 10 倍の微細深穴形成する。深穴加工を第一目標とした場合は放電加工

後に生じるスラッジ除去方法が要点になる。通常は電極ジャンプ、電極揺動、加工液噴出、噴射によりスラッジ除去を行っている。ここで噴出とはパイプ穴から加工液を排出する場合、噴射とは加工槽内のノズルから加工液を排出する場合を指す。今回は細穴加工が対象であるので大面積加工で有効となる電極ジャンプ、電極揺動は効果が小さいと予想され、細穴加工で最も汎用的に使用されているパイプ電極による加工液噴出がスラッジ除去に最も有効であると予測して実験を進めた。

#### 2-2 穴径の高精度化

放電加工によって穴径を $\phi 0.24 \pm 0.005\text{mm}$  に仕上げる場合、パイプ電極を使用した時の穴径は式(1)で示される。

$$\text{Dia} = 2\text{pp} + 2\text{yd} + 2\text{gp} \dots (1)$$

ここで、Dia は穴径(mm)、pp はパイプ電極の半径、yd は揺動半径、gp は放電ギャップと振れ誤差を足した余分値となる。パイプ内径により生じる放電残留片(以下、へそという)除去できる最小穴径を図1で説明する。中心線の交点が揺動中心であり揺動半径をパイプ電極内径の半径未満でへそ除去ができる。式(2)~式(4)に $\phi$

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 電子機械技術部

\*\*\* (株)ニュートン

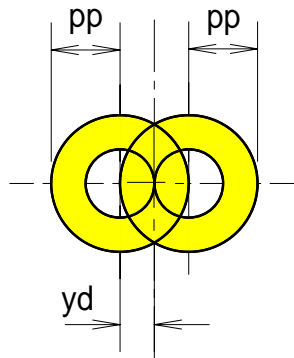


図1 へそ除去時の最小穴径

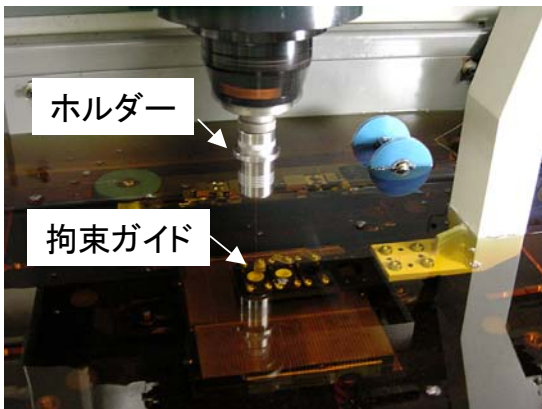


図2 電極ホルダーと拘束ガイド

0.2mm、φ0.1mm、φ0.08mmのパイプ電極径を使用したへそ除去最小穴径を示す。へそ除去の最小径を $Dia_{min}$ とすると以下の関係式となる。ここで放電ギャップと振れ誤差を合計した余分値は0.007mmと仮定した。

$$Dia(\phi 0.2)=2 \times 0.1+2 \times 0.05+2 \times \underline{0.007}$$

$$=0.314\text{mm} < Dia_{min} \dots\dots (2)$$

$$Dia(\phi 0.1)=2 \times 0.05+2 \times 0.025+2 \times \underline{0.007}$$

$$=0.164\text{mm} < Dia_{min} \dots\dots (3)$$

$$Dia(\phi 0.08)=2 \times 0.04+2 \times 0.02+2 \times \underline{0.007}$$

$$=0.127\text{mm} < Dia_{min} \dots\dots (4)$$

上式で示したへそ除去最小穴径を目安にして、下線で示した余分値を加工条件毎に定量化することでパイプ電極により目標値 $\phi 0.24 \pm 0.005\text{mm}$ を達成できると推測した。

2-3 実験装置

放電加工機は三菱電機製 EDSCAN8E を使用し、図2に示すパイプ電極を固定するホルダーは菱電工機製 RCH-03LA を使用した。このホルダーはシール機能を持ち電極保持径が0~0.5mmに対応できるユニバーサルな保持機構を有している。パイプ電極の注意点は既存の電極をコレットで固定するため芯振れ誤差が生じる。パイプ電極が通常使用される長さ100mm程度の長い電極では図2に示す拘束ガイドを使用して振れ誤差を低減する

が拘束ガイドと電極径の差により振れ誤差が生じ、穴径の高精度化のためには振れ誤差を定量化する必要がある。

3 実験その1：φ0.2mmパイプ電極（電気条件がE1952の場合）

3-1 実験方法

外径φ0.2mmのCuパイプ電極を使用して異なる3種類の加工条件を設定した。共通設定は加工物がSKH51(HRC60)、ツールパスは単純Z下送り、パイプ内径から加工液噴出、Eパック（電気条件）はE1952とした。E1952はCuパイプφ0.2mmを使用する場合の一般的な推奨条件である。加工条件A1、A2、A3の異なる設定は加工深さ指令値がA1でZ-2.0mm、A2でZ-4.0mm、A3でZ-20.0mmのみである。ここでは加工物表面をZ=0とした。

3-2 実験結果及び考察

放電加工がミーリング加工と比較して大きく異なる点は加工物除去に伴い電極が消耗することである。表1のとおりA1ではZ-2.0の指令値に対して実際の加工深さは1.000mm、A2ではZ-4.0の指令値に対して加工深さ2.312mm、A3ではZ-20.0の指令値で加工深さ13.394mmとなった。電極消耗率α(%)は式(5)から算出した。

$$\alpha = (a/t) \times 100 \dots\dots (5)$$

ここでaは電極消耗長さ(mm)、tは加工深さ(mm)となる。電極消耗率はA1が100.9%、A2が73.4%、A3が202.5%となり加工深さが大きくなるに従い電極消耗率も大きくなる傾向がある。図3から加工深さの増加に伴い電極消耗長さが増大していることがわかる。これは穴深さが大きくなるほどスラッジ排出が困難になり放電加工効率が低下するためと思われる。パイプ電極による深穴加工はスラッジ除去性能が高くL/D比は最大でA2の時に2.312/φ0.246=9.4を得た。加工速度は30μm/min程度でありA1~A3では大きな差は見られない。パイプ電極の噴出を使用するスラッジ除去により加工することで深穴加工が容易に行えることが分かったので今後はパイプ電極径の縮小、加工径精度の二つに要点を置くこととした。

表1 実験その1の加工条件

加工条件	A1	A2	A3
Eパック	E1952	E1952	E1952
電極(mm)	Cu φ0.2	Cu φ0.2	Cu φ0.2
加工深さ指令値(mm)	-2	-4	-20
加工時間(h:m:s)	31'2"	43'50"	3h24'44"
電極消耗率(%)	100.9	73.4	202.5
加工深さ(mm)	1.000	2.312	6.614
消耗長さ(mm)	1.009	1.698	13.394
加工速度(mm/min)	0.032	0.053	0.032
加工穴径φ(mm)	0.240	0.246	-
径拡大量(mm)	0.040	0.046	-

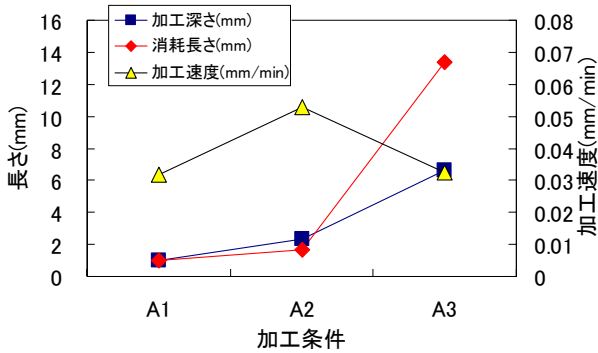


図3 Cuパイプ電極φ0.2 (E1952) の場合

表2 実験その2の加工条件

加工条件		B1	B2	B3
電気条件	Micro-SF回路	ON	OFF	OFF
	極間コンデンサ	OFF	OFF	ON
	電圧Low	ON	OFF	OFF
	Eパック	E855	E855	E855
電極(mm)		Cu φ0.2	Cu φ0.2	Cu φ0.2
加工深さ指令値(mm)		-2	-2	-2
加工時間(h:m:s)		41'18"	1h43'52"	1h6'43"
電極消耗率(%)		15.1	68.7	135.5
加工深さ(mm)		0.037	0.687	0.442
消耗長さ(mm)		0.005	0.472	0.599
加工速度(μ m/min)		0.0009	0.0066	0.0066
加工穴径φ(mm)		0.2146	0.2210	0.2223
径拡大量(mm)		0.015	0.021	0.022

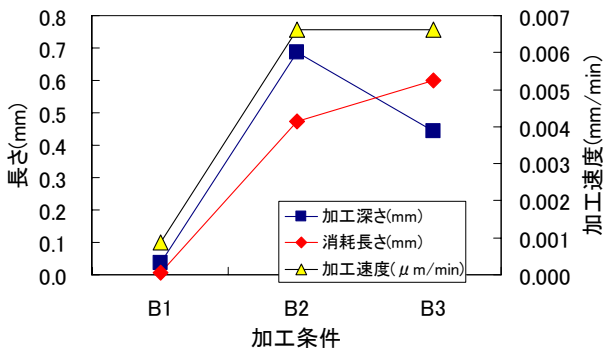


図4 Cuパイプ電極φ0.2 (E855) の場合

#### 4 実験その2：φ0.2mmパイプ電極(電気条件がE855の場合)

##### 4-1 実験方法

第3項の実験その1ではメーカーが推奨する通常のパイプ電極を使用した場合の電気条件E1952を設定した。電気条件E1952では放電ギャップと振れ誤差を含めた径拡大量が表1よりA1で0.040mm、A2で0.046mmとなった。加工穴径はA1で0.246mm、A2で0.240mmとなり目標値φ0.24mmと比較して同等以上であるため穴径の仕上げとへそを取り除くことが出来ない。電気条件を弱くすることで径拡大量の低減を試みた。加工条件B1、B2、B3の異なる3種類を設定した。共通条件は電極がCuパイプφ0.2mm、加工物がSKH51(HRC60)、

噴出有り、ツールパスはZ単純下送りZ-2.0mmとした。異なる加工条件は表2に示すとおり電気条件においてMicro-SF回路、極間コンデンサ、電圧Lowとなる3つの微細放電設定値の組み合わせを変えた。大元の電気条件となるEパックは3種類とも共通のE855とした。

##### 4-2 実験結果及び考察

EパックがE855とはピーク電流IPが0Aの設定で加工機本体をコンデンサとする浮遊容量を使用して放電加工を行う極小電気条件である。E855に対してMicro-SF回路、極間コンデンサ、電圧Lowの微細放電設定値を付加することにより目的に応じた電気加工条件を設定することができる。B1が最小電気条件の組み合わせとなり41'18"で加工を中断した。図4のとおり加工速度は0.9 μ m/minで加工深さは0.037mm、電極消耗率は15.1%であった。次に弱い電気条件はB2ですべての微細放電設定値がOFFである。加工速度は6.6mm/minで電極消耗率は68.7%であった。B3は極間コンデンサがONで3つの中では最も強い電気条件である。加工速度は6.6mm/minで電極消耗率は135.5%であった。この実験で最も注目している加工穴径はB1でφ0.2146mm、B2でφ0.2210mm、B3でφ0.2223mmとなり目標値φ0.24mmをB3で0.0177 μ m下回った。径拡大量はB1で0.015mm、B2で0.021mm、B3で0.022mmとなりE1952のA1の径拡大量0.040mmと比較して半分程度に縮小化し、これは電気条件を小さくしたために放電ギャップが小さくなったためと思われる。E855を使用することにより放電ギャップは小さくなることは分かったが、加工能率を考慮した場合はE1952の加工速度がA1で0.032mm/minに対してE855の加工速度がB2では0.0066mm/minとなり4.8倍異なる。加工能率と穴径の高精度化を追求するためにはさらに細いパイプ電極を使用する必要があることがわかった。

#### 5 実験その3：φ0.1mmパイプ電極

##### 5-1 実験方法

表3のとおり外径φ0.1mm、内径φ0.05mmのCuパイプ電極を使用して2種類の加工条件D1、D2を設定した。加工条件D1は電気条件EパックがE1951、D2がE855とした。E855時の微細放電設定はMicro-SF回路がON、極間コンデンサがOFF、電圧LowがONとした。共通条件は加工物がSKH51(HRC60)、ツールパスは単純Z下送りZ-0.8mmとした。加工穴の形状を測定するために2枚の平板を互いに合わせてバイスで挟み固定し、2枚板の接触線と加工穴中心が一致するように電極中心を位置合わせして深穴加工をした。加工後に平板の断面を測定顕微鏡で寸法測定することにより加工穴の円筒度を求めることができる。

##### 5-2 実験結果及び考察

φ0.1mmのパイプ電極では内径がφ0.05mmとなるため加工液がパイプ内径を通りパイプ先端から排出され

表3 実験その3の加工条件

加工条件	D1	D2
Eパック	E1951	E855
電極(mm)	Cuφ0.1	Cuφ0.1
加工深さ指令値(mm)	-0.8	-0.8
加工時間(h:m:s)	9'2"	41'11"
電極消耗率(%)	121.78	14.06
加工深さ(mm)	0.374	0.664
消耗長さ(mm)	0.455	0.212
加工速度(mm/min)	0.041	0.016
加工穴径φ(mm)	0.146	0.120
径拡大量(mm)	0.046	0.020

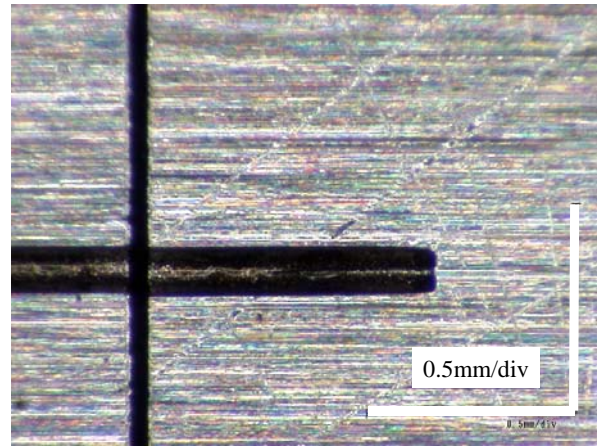


図8 D2の場合の軸穴断面図

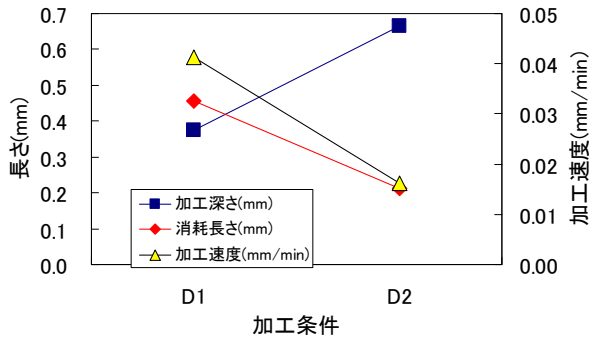


図5 Cuパイプ電極φ0.1の場合

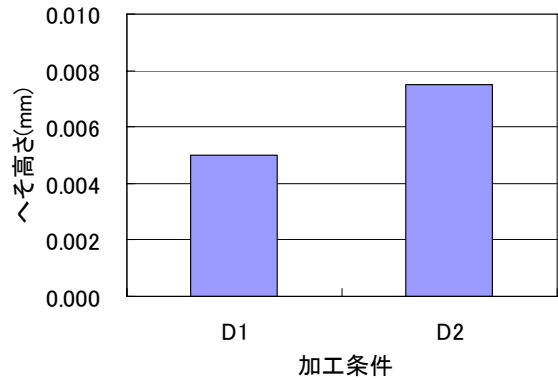


図9 Cuパイプ電極φ0.1の場合のへそ高さ

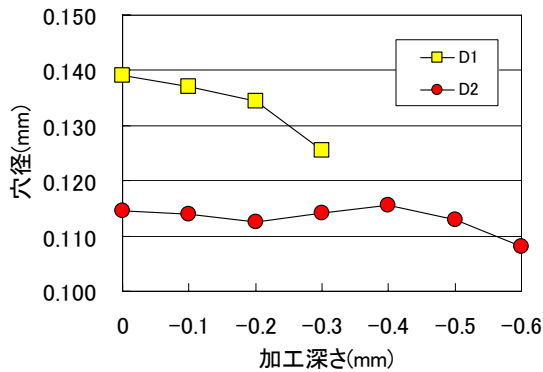


図6 Cuパイプ電極φ0.1の軸穴の円筒度

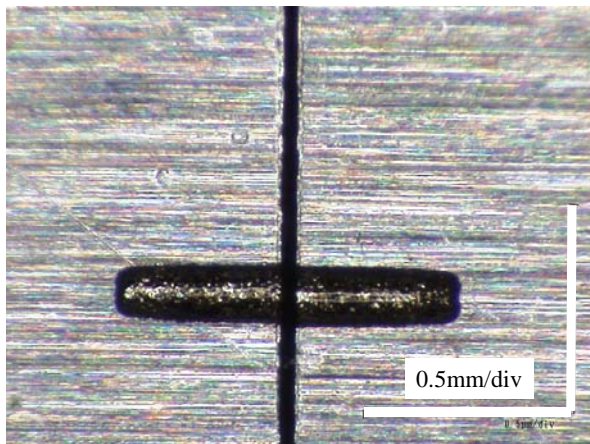


図7 D1の場合の軸穴断面図

る現象が達成できるかを検証したところ零程度の勢いではあるが加工液が噴出できることを確認した。図5のとおり電気条件を E1951 とした D1 は加工深さ 0.374mm で加工を中断しその時点での電極消耗率は 121.7%、加工速度は 0.041mm/min であった。電気条件を E855 とした D2 は加工深さ 0.664mm で加工を中断しその時点での電極消耗率は 14.1%、加工速度は 0.016mm/min であった。D2 では当初の予想を上回る大きな加工速度となり D1 と D2 の双方で実用的な深穴加工ができることを確認した。加工穴径は D1 でφ0.146mm、D2 でφ0.120mm となり目標値φ0.24mm の穴径加工を行うために D1 の場合で 0.094mm となる穴径仕上げを行うための十分な余裕寸法が得られた。径拡大量は D1 で 0.046mm、D2 で 0.020mm となり両者の差 0.026mm は放電ギャップ分と思われる、加工径精度の追求時に電気条件を変更することによりオフセット機能として有効活用できると予想した。互い合わせた平板の穴断面形状を測定して円筒度を求めた。測定方法は平板上面の傾きを測定機のチルト機構を使用して測定機の機械座標系と一致するように調整した。図6に穴深さ 0.1mm 間隔で測定した穴径の変動を示し、図7及び図8に各条件での軸穴断面図を示す。D1 では穴深さが大きくなるに従い穴径が小さくなり、加工穴の上面と底面の差は穴径で 0.0136mm となった。D2 では Z-0.4mm まで穴径上面と



の差は非常に小さいが Z-0.5mm で穴径上面との差は 0.0065mm となった。D1 は D2 に比べて電気条件が強いため電極先端が消耗したため軸穴形状が先細りになったと思われる。D2 では軸穴形状の先細りも非常に小さく良好な結果が得られた。へそ高さを図 9 に示す。D1 で 0.005mm、D2 で 0.0075mm のへそが測定された。φ 0.1 パイプ電極を使用することにより通常は残るへそがパイプ内径で生じる放電加工現象により除去されていた。φ 0.1 パイプ電極を使用することによりへそ除去が軸穴加工と同時に進められ有効作用となった。

## 6 結 言

パイプ電極による深穴加工に取り組み以下の事項が明らかとなった。

- (1) 外径 φ 0.2mm の Cu パイプ電極を使用し電気条件は通常加工で使用する E1952 により加工深さ指令値を A1: Z-2.0mm、A2: Z-4.0mm、A3: Z-20.0mm として加工した。その結果、電極消耗率は A1 が 100.9%、A2 が 73.4%、A3 が 202.5% となり加工深さが大きくなるに従い電極消耗率も大きくなる傾向

がある。

- (2) 外径 φ 0.2mm の Cu パイプ電極を使用し極小電気条件の E855 と 3 種類の微細放電設置値の組み合わせになる B1~B3 により加工した。その結果、加工穴径は B1 で φ 0.2146mm、B2 で φ 0.2210mm、B3 で φ 0.2223mm となり目標値 φ 0.24mm を下回ることができた。
- (3) Cu パイプ φ 0.1mm の電極を使用して 2 種類の加工条件 D1(電気条件 E1951)、D2(電気条件 E855)を設定して加工した。その結果、D1 は加工深さ 0.374mm 時の加工速度が 0.041mm/min、D2 は加工深さ 0.664mm 時の加工速度が 0.016mm/min となり双方で実用的な深穴加工ができることを確認した。
- (4) φ 0.1 パイプ電極を使用することにより通常は残るへそがパイプ内径で生じる放電加工現象により除去できることがわかった。

## 文 献

- 1) 三菱電機(株) : 三菱 NC 型彫放電加工機 EX シリーズ 取扱説明書

# CoCrMo合金のエンドミル側面切削加工特性に関する研究\*

大石 敦彦\*\*、和合 健\*\*\*

人工関節用材料の機械加工技術蓄積を目的として、CoCrMo合金におけるエンドミル側面加工時の切削抵抗評価を行った。その結果、相対的に、CoCrMo合金がS45Cより切削抵抗が大きいことがわかった。特に、法線分力と軸方向分力に大きな違いが見られた。また、加工面の精度には接線分力の影響が大きく、形状精度と相関関係があることがわかった。

キーワード：CoCrMo合金、エンドミル加工

## Study on Milling Characteristic of CoCrMo Alloy

OISHI Atsuhiko, WAGO Takeshi

This experiment was performed in order to accumulate for manufacturing technology of a total hip prosthesis and performed cut resistance evaluation at the time of end mill side processing in a CoCrMo alloy. As a result, a CoCrMo alloy relatively understood that cut resistance was big than S45C. A big difference was seen in particular in a normal component force and an axial direction component force. In addition, shape precision of processing side was influenced from force of tangent line component, so it found out that to correlate between processing force and shape precision.

key words : CoCrMo alloy, endmill side processing

### 1 緒言

CoCrMo合金は、強度、耐食性、耐摩耗性に優れた性質を有する材料である。その特徴を生かし、生体組織と接触して使用される材料（生体材料）としての利用が進みつつある。人工関節や人工歯根、整形用体内固定材など医療用デバイスに使用すべく開発が進められ、一部実用化されている。また、更なる高機能化、高生体適合化をねらった新材料 Ni レス CoCrMo合金が岩手大学工学部千葉研究室にて開発中である。

ここでは、岩手大学工学部千葉研究室と、産学官連携のもと、人工関節用新材料 Ni レス CoCrMo合金の機械加工技術開発について取り組んだ。CoCrMo合金の成分と機械的性質を表1に示す。本材料は、コバルト（Co）とクロム（Cr）を主成分としており、非常に切削が困難である材料と予想される。CoCrMo合金は、全く加工経験のない材料であり、一般的にも、切削データは無く加工実験により求める必要がある。本報告は、エンドミルの側面切削加工において切り込み量(mm)と一刃あたりの送り量(mm/tooth、以下送り量という)が及ぼす切削抵抗(N)と加工精度(mm)の関係について明らかにした。

### 2 実験方法

実験方法を図1に示す。25×25×100mmのブロック形状のテストピースを#40立型マシニングセンター（三井精機VS3A）上で外径φ10のエンドミルにより、各加

表1 供試合金の化学成分と機械的性質

【成分】 (wt%)

Cr	29
Mo	6
Ni	0.02
Co	bal

【機械的性質】

引張強さ (MPa)	1100
ビッカース硬さ (HV)	400
比重	8.5
伸び (%)	5

工条件を変えて加工実験をおこなった。各加工条件を表2に示す。評価は、切削加工時に工具が受ける反力（以下、切削抵抗という）と形状精度、面粗度にて実施した。切削抵抗は、テストピースとマシニングセンターのテーブルの間に設置された3成分切削動力計（9257Bキスラー社製）にて測定を行った。動力計の信号は、チャージアンプを介し、データレコーダ（RX808WB、TEAC社製）にて記録し、波形解析ソフトDADiSPにて解析を行った。

### 3 実験結果

#### 3-1 切り込み量と切削抵抗

図2にエンドミル2次元加工モデルを示す。エンド

\* 技術者受入型開発支援事業

\*\* (株)ミクニ

\*\*\* 電子機械技術部

表2 実験条件

テストピース (3種類)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• CoCrMo 合金 JIS 相当品</li> <li>• CoCrMo 合金 Ni レス品</li> <li>• S45C</li> </ul>
工具径(mm)	φ10
工具種類	4枚刃超硬エンドミル TiAlN コーティング ねじれ角 45°
工具突き出し長 (mm)	35
径方向 切り込み量 ar (mm)	0.2, 0.5, 1
軸方向 切り込み量 aa (mm)	5
工具1刃あたり 送り量 Sz (mm/tooth)	0.05, 0.1, 0.15
切削速度 V (m/min)	50
切削方式	ダウンカット
冷却方式	水溶性切削油

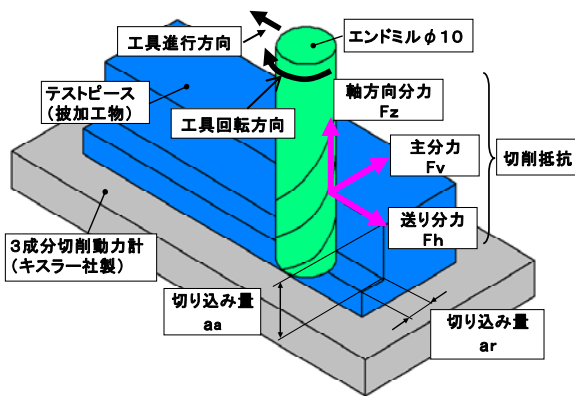


図1 実験方法

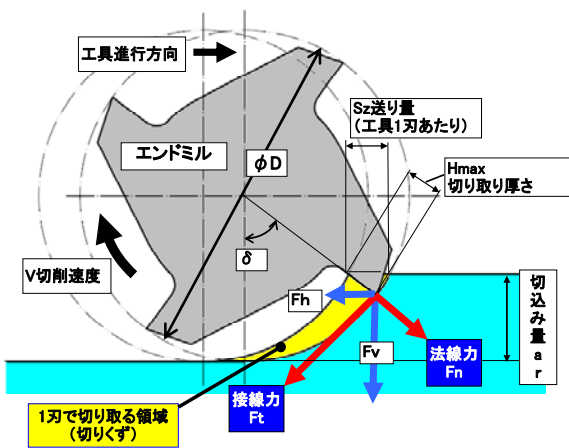


図2 エンドミル2次元加工モデル

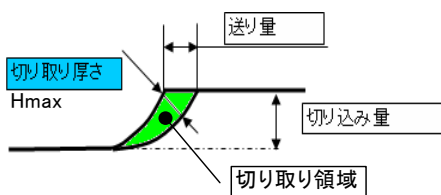


図3 切り取り厚さの説明

ミル加工とは、エンドミルの刃先が被加工物に進入し、切りくずを除去されることによって行われる。切りくずを除去するという仕事は、刃先の移動量と接線分力により行われる。ここで切り取り厚さとは図3のとおりエンドミル1刃が切り取る材料の一番厚い部分の長さ(mm)とする。接線分力は、除去される切りくずの切り取り厚さに依存し、切り取り厚さが最大値Hmaxとなるとこで接線分力も最大値となると考えられる。このとき、3分力切削動力計にて測定される3分力(Fh,Fv,Fz)も最大値となる。そこで、3分力切削動力計にて測定された分力Fh,Fvの最大値より、接線分力Ftと法線分力Fnの最大値を(1)式より算出した<sup>1)</sup>。

$$\left. \begin{aligned} F_n &= F_v \times \cos \delta - F_h \times \sin \delta \\ F_t &= F_v \times \sin \delta + F_h \times \cos \delta \\ \delta &= \cos^{-1} \frac{D/2 - ar}{D/2} \end{aligned} \right\} (1)$$

図4に、切り込み量、送り量と法線分力Fn、接線分力Ft、軸方向分力Fzの関係を示す。接線分力Ftは、3分力の中で一番大きな値を示し、切り込み量が大きくなるに従い比例的に大きくなり、送り量が大きくなるとその傾きが大きくなることがわかった。軸方向分力Fzについても同様な傾向を示すが、力の大きさは接線分力の40%程度低い値となっている。法線分力は、切り込み量、送り量に対する変化は小さく、ほぼ一定値を示すことがわかった。CoCrMo合金のJIS相当品と新材料Niレス品の比較では、法線分力については、10%程度Niレス品が大きい値を示すが、接線分力、軸方向分力については、大きな差がないことがわかった。

代表的な鉄系材料S45Cと比較するとCoCrMo合金のほうが、法線分力：約1.5~2倍、接線分力：約1.2倍、軸方向分力：約2~2.2倍程度大きい値を示した。相対的に、CoCrMo合金のほうが大きい切削抵抗となった。特に軸方向分力は、切り込み量、送り量に対する傾きに大きな違いが見られた。軸方向分力は、工具を引き抜く方向、被加工物を持ち上げる方向に力がかかるので、被加工物のクランプや工具の保持方法には、注意が必要である。図5に切り取り厚さの最大値Hmaxと法線分力Fn、接線分力Ftの関係を示す。切り取り厚さの最大値Hmaxは、式(2)にて算出した<sup>1)</sup>。

$$H_{max} = S_z \times \sin \delta \quad (2)$$

接線分力と切り取り厚さは、正比例関係となっている。CoCrMo合金とS45Cは同様な傾向となった。接線分力は、切り取り厚さに依存しており、切り取り厚さが同一であれば、送り量、切り込み量による差はないと予想した。しかし、実際には、同一切り取り厚さでも送り量が大きいほど接線分力が小さくなる傾向が示された。法

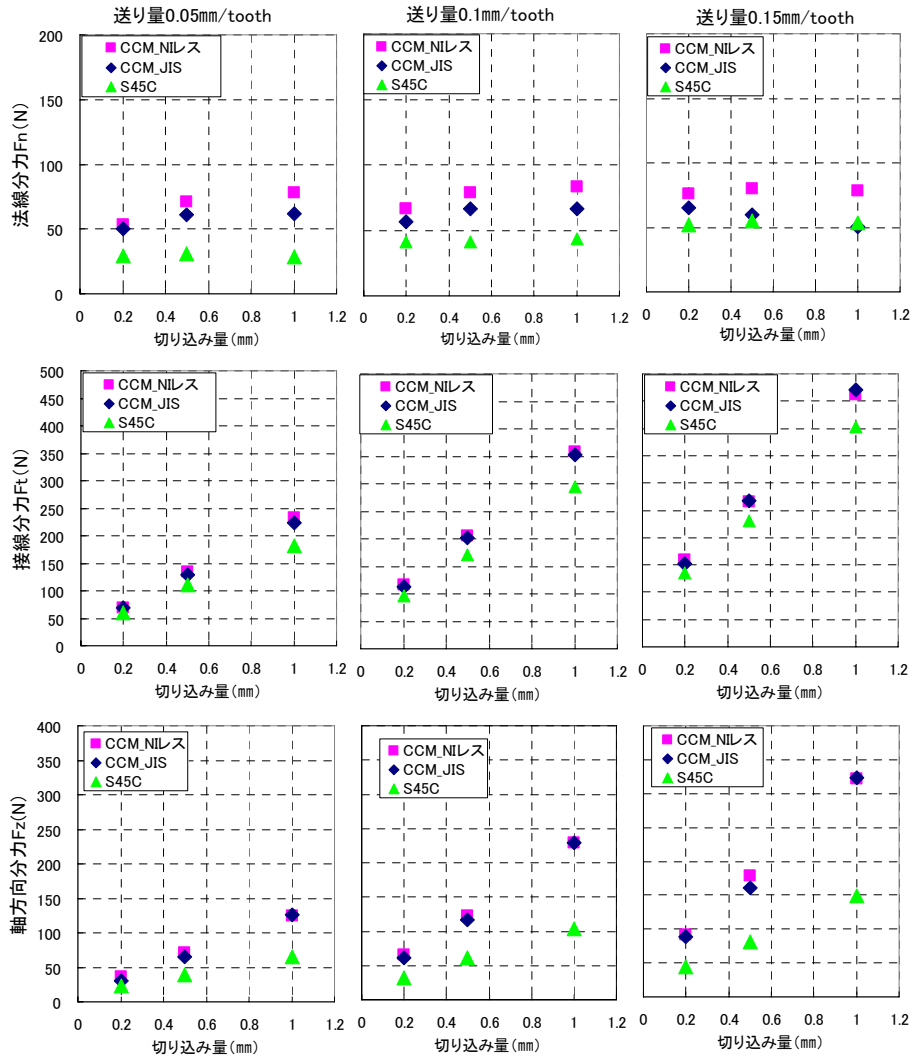


図4 送り量、送り量と切削抵抗

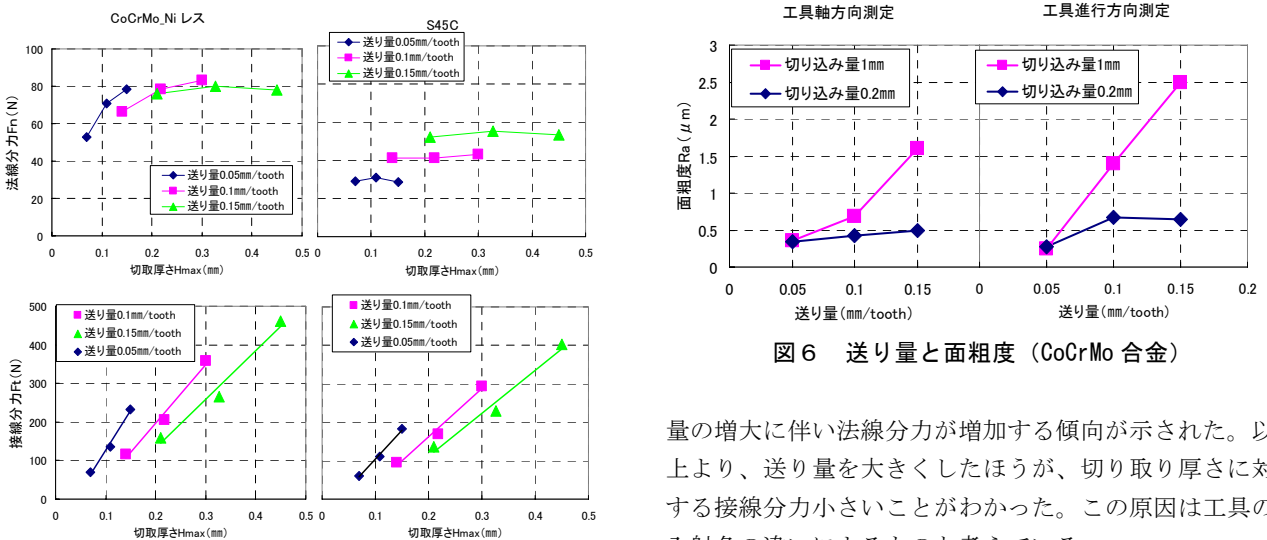


図5 切取り厚さと法線分力、接線分力

線分力と切取り厚さは、CoCrMo 合金と S45C で違う傾向が示された。CoCrMo 合金では、切取り厚さ 0.2mm 程度からほぼ一定の値を示すが、S45C は、送り

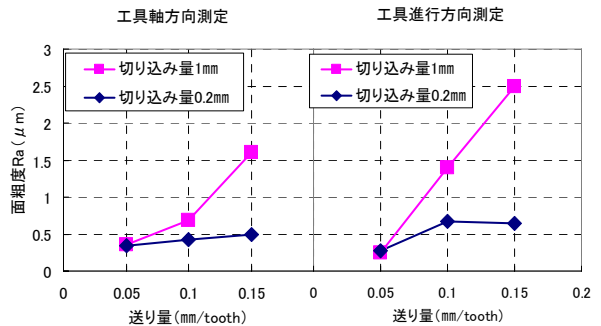


図6 送り量と面粗度 (CoCrMo 合金)

量の増大に伴い法線分力が増加する傾向が示された。以上より、送り量を大きくしたほうが、切取り厚さに対する接線分力小さいことがわかった。この原因は工具の入射角の違いによるものと考えている。

### 3-2 切取り量、送り量と加工精度

CoCrMo 合金の送り量に対する工具軸方向及び工具進行方向の面粗度測定結果を図6に示す。理論的には、面粗度は、工具径と送り量で決まる。しかし、本実験では、送り量 0.1mm/tooth 以上となると切取り量 0.2mm と

1 mm で面粗度に違いが見られた。切り込み量 1 mm のほうが、送り量に対して面粗度が大きく変化することがわかった。また、工具進行方向のみならず、工具軸方向についても、同様の傾向となった。これは、送り量増大に伴う、切削抵抗の増大により工具や被加工物のびり振動が面粗度に影響を与えているものと考えられる。図7に、加工面の拡大画像を示す。切り込み量 0.2mm では、送り量の増大に伴いカッターマークの巾が大きくなっているのがわかる。切り込み量 1 mm では、送り量 0.1mm/tooth 以上になると、工具先端加工面に工具びり振動が原因と思われる傷が発生した。図8に、送り 0.05, 0.1mm/tooth における加工面形状を測定した結果を示す。切り込み量 1 mm では、工具先端部で実加工量が減少し、加工寸法誤差が大きくなっている。これは、切り込み量の増大に伴い、切削抵抗が増大し工具先端に逃げが生じたためである。切削抵抗と加工寸法誤差の関係を図9に示す。法線分力と加工寸法誤差の間には、相関が見られない。接線分力と加工寸法誤差は、比例的な関

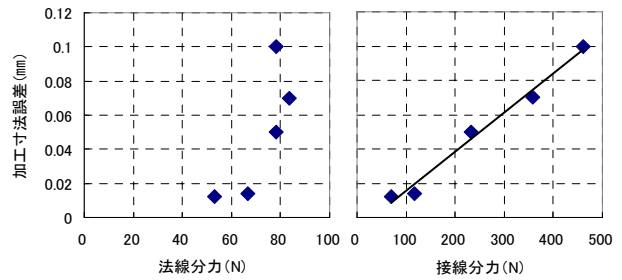


図9 切削抵抗と加工寸法誤差



図10 人工股関節 試作品

係にあり、正の相関関係にあることがわかった。よって、加工寸法誤差は、接線分力に依存しており加工精度の良い加工面を得るには、できるだけ接線分力を小さくする必要がある。

#### 4 結 言

今回の実験より以下のことがわかった。

- 1) CoCrMo 合金の切削抵抗は、S45C と比較して法線分力：約 1.5~2 倍、接線分力：約 1.2 倍、軸方向分力：約 2~2.2 倍程度大きい値を示す。
- 2) CoCrMo 合金の JIS 相当品と新材料 Ni レス品の比較では、法線分力については、10%程度 Ni レス品が大きい値を示すが、接線分力、軸方向分力については、大きな差がない。
- 3) 送り量を大きくしたほうが、切り取り厚さに対する接線分力は小さい。
- 4) 切り込み量 0.2mm では、送り量に対して加工面の面粗度変化が小さく有利である。
- 5) 加工面の工具の逃げによる寸法誤差は、接線分力と正の相関関係にある。加工精度の良い加工面を得るには、できるだけ接線分力を小さくする必要がある。
- 6) 3) ~5) より、エンドミル側面切削は、切り込み量を小さくして、送り量を大きくしたほうが、加工精度と効率のバランスがとれた条件となる。

今回の実験により得られた内容は、ある程度経験のある加工実務者であれば周知の内容である。しかし、加工熟練者は、経験則により加工条件を決めており、定量的な加工データは皆無である。そこで、CoCrMo 合金という全く加工経験のない材料を加工することもあり、エンドミルの加工を定量的にとらえるべく実験を実施した。

最後に、新材料 Ni レス CoCrMo 合金の人工股関節試作品を図10に示す。3D-CAD/CAM によるエンドミル加工技術と鏡面研削技術により完成させた。

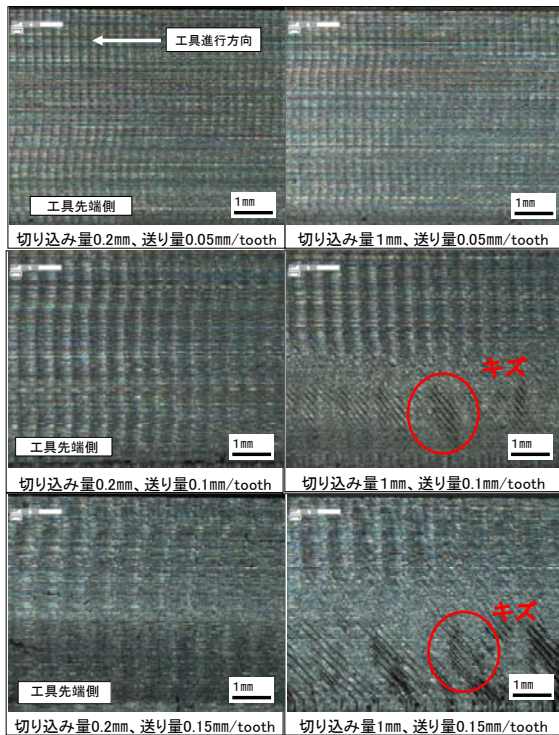


図7 加工面の拡大図

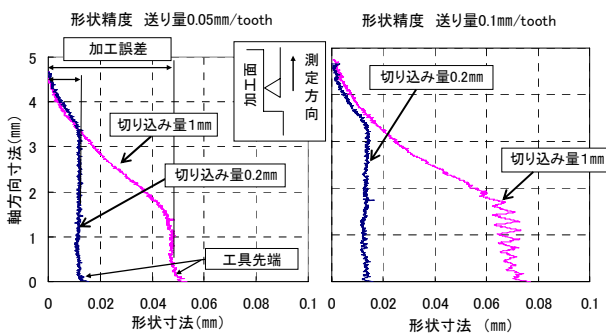


図8 加工面形状測定結果

文 献

- 1) 切削油技術研究会編フライス加工ハンドブック  
(1988)

# 2次元パターン測定による画像測定機の性能評価\*

和合 健\*\*、米倉 勇雄\*\*

ISO10360-7として規格が審議されている画像測定機の性能評価方法を検証するために、計測分科会形状計測研究会の持ち回り測定として13機関による2次元ゲージの持ち回り測定を行った。実験の結果、実験項目1～4での繰り返し5回の標準偏差の最大値は1.円測定及び2.四角測定の $0.14\mu\text{m}$ となり、この画像測定機は幾何学的誤差が小さく、測定性能が十分高いことが証明された。

キーワード：画像測定機、2次元ゲージ、性能評価

## Evaluation of Performance on Video Measuring Machine by 2 Dimension Pattern Gauge

WAGO Takeshi and YONEKURA Isao

Round robin test on an evaluation of performance of Video Measuring Machine were experimented using 2 dimension pattern gauge by 13 institutions belong to feature measurement study group in measurement division, this experiment was performed in order to verify evaluation of performance method on Video Measuring Machine proposed by ISO 10360-7 standard. As a result, maximum standard deviation of measurement was  $0.14\mu\text{m}$  in case of target feature as circle and square and 5 repeat times, therefore it was proved that Video Measuring Machine had capable high measuring performance.

**key words : Video Measuring Machine, 2 dimension pattern gauge, evaluation of performance**

### 1 緒言

測定物の微細化や低剛性化のために有接触法で寸法測定ができない製品が多くなっており、画像処理支援による測定顕微鏡（以下、画像測定機という）が多く活用されている。非接触法による測定は照明や測定物形状の影響から誤差の増大が予想され、定量的な誤差の算出が課題になっている。当工技センターが実施している技術者受入型開発支援事業においても、工具摩耗評価が要点になっており、そこで使用する画像測定機の測定誤差を明らかにすることが重要となっている。

ここでは、独立行政法人産業技術総合研究所計量標準総合センター（以下、NMIJ/AISTという）が提示する実験プロトコル<sup>1)</sup>に従い産業技術連携推進会議知的基盤部会計測分科会形状計測研究会の持ち回り測定として13機関による2次元ゲージの持ち回り測定を行い、岩手県工業技術センターで保有する画像測定機の測定誤差の傾向及び大きさを求めた。照明影響と形状誤差が小さい2次元ゲージを測定することにより画像測定機の本来性能による指示誤差を求めることができると推測して実験を進めた。

### 2 参加機関

持ち回り測定の参加機関は、NMIJ/AISTを主導として岩手県工業技術センター、福島県ハイテクプラザ、群馬県産業技術センター／東毛産業技術センター、長野県工業総合センター、石川県工業試験場、鳥取県産業技術センター、広島県立東部工業技術センター、山口県産業技術センター、熊本県工業技術センター、(株)ソキア、(株)ニコインストルメンツカンパニー、(株)ミットヨの全13機関である。

### 3 実験方法及び装置

#### 3-1 実験装置

測定実験には図1、図2に示すミットヨ製のHyperQV404-PROを使用した。測定機の主な仕様を表1に示す。HyperQVはミットヨ社における画像測定機の中でUltraQVの次の精度等級に位置する高精度型である。両者の違いは測定台移動ガイドの機構が静圧軸受けとボール軸受けの違いのようである。レンズ倍率に関する視野と分解能を表2に示す。測定では（対物レンズ×1ータ

\* 産技連計測分科会形状計測研究会共同実験

\*\* 電子機械技術部

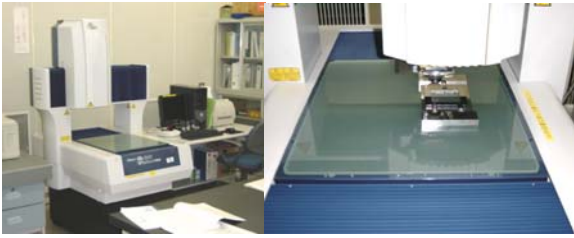


図1 測定機の外観 図2 測定テーブル

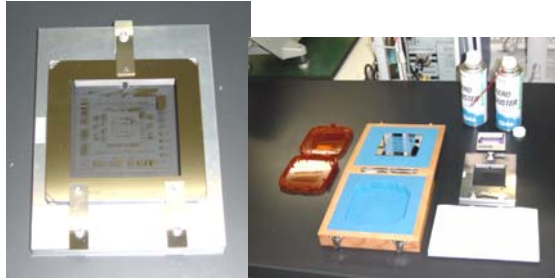


図3 2次元ゲージ 図4 持ち回り付属品

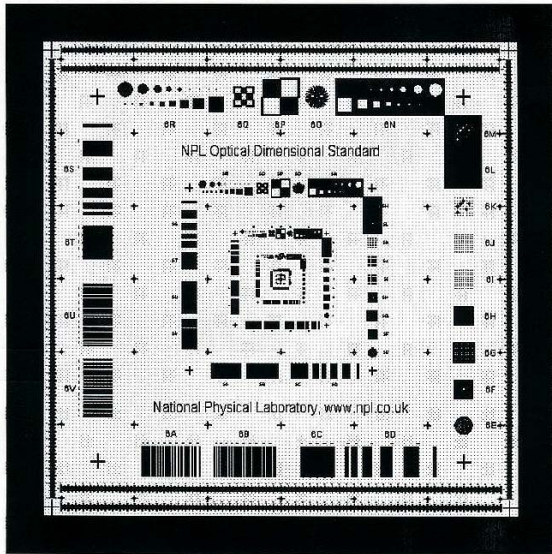


図5 2Dゲージ (NPL製) の模様パターン

ターレット×2、以下低倍率設定という)と(対物レンズ×2.5ターレット×2、以下高倍率設定という)の二つの倍率を使用して測定した。測定機は標準仕様機であり独自の改造は行っていない。持ち回り測定で使用した2次元ゲージを図3、持ち回り付属品を図4に示した。2次元ゲージは図5のとおりガラス表面にパターンが蒸着されているもので材質は合成石英、線膨張係数は $0.51 \times 10^{-6} / (K)$ 、大きさは $100\text{mm} \times 100\text{mm} \times 1.5\text{mm}$ である。測定テーブル上への固定方法は専用治具プレートを使用し3個のクランプで固定する。2次元ゲージは図4に示した木箱に収納して輸送される。

### 3-2 実験方法

測定プログラムは1. 円測定から4. 円測定まではミツトヨから提供された二つの測定プログラムを使用した。5. 座標測定は独自にプログラミングした測定プログ

表1 画像測定機的主要仕様

測定範囲	X	400
	Y	400
	Z	250
最小表示量	0.02 $\mu\text{m}$	
スケール	反射型リニアエンコーダ	
駆動方式	DCサーボモータ+ボールネジ(クルーズドロープ位置決め方式)	
ガイド方式	直動式ハードベアリング	
画像検出方式	CCDカメラ方式	
透過照明	白色合成LED	
拡大方式	3段階ターレット( $\times 1, \times 2, \times 6$ )	
指示精度( $U_1$ )	X,Y	$0.8+2L/1000 \mu\text{m}$
	Z	$3+2L/1000 \mu\text{m}$
指示精度( $U_2$ )	XY面	$1.4+3L/1000 \mu\text{m}$
積載最大重量	30Kg	
精度保証温度	20°C	

表2 レンズ倍率に関する視野と分解能

対物レンズ倍率	1×			2.5×			5×		
	1×	2×	6×	1×	2×	6×	1×	2×	6×
ターレット倍率	1×	2×	6×	1×	2×	6×	1×	2×	6×
視野(H×Vmm)	6.27×4.7	3.13×2.35	1.04×0.78	2.5×1.88	1.25×0.94	0.41×0.31	1.25×0.94	0.62×0.47	0.2×0.15
分解能( $\mu\text{m}$ )	2.50	1.30	0.40	1.00	0.50	0.18	0.50	0.25	0.07

表3 測定中の温度変動

	(単位: °C)				
測定項目	Avg	Max	Min	Range	Time(h,m)
低倍率測定	20.8	21.0	20.5	0.5	4h39m
高倍率測定	20.9	21.0	20.6	0.4	1h32m
座標測定-0°	20.7	20.8	20.7	0.1	15m
座標測定-45°	21.1	21.3	20.8	0.5	15m

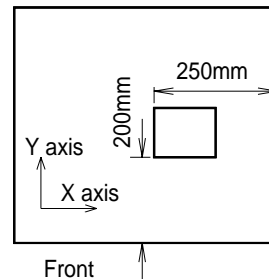


図6 測定台上のゲージ位置

表4 実験項目1. 円測定の因子と水準

水準	a)照明強度	b)走査方向	c)測定項目	d)繰り返し
1	通常	明から暗	直径	1回目
2	1%暗	暗から明	真円度	2回目
3	2%暗		X座標値	3回目
4			Y座標値	4回目
5				5回目

表5 実験項目2. 四角測定の因子と水準

水準	a)照明強度	b)走査方向	c)測定項目	d)繰り返し
1	通常	明から暗	対角距離1	1回目
2	1%暗	暗から明	対角距離2	2回目
3	2%暗			3回目
4				4回目
5				5回目



表6 実験項目3.線幅測定因子と水準

水準	a)照明強度	b)走査方向	c)線色	d)ステージ移動
1	通常	明から暗	黒	なし
2	1%暗	暗から明	白	あり
3	2%暗			

表7 実験項目4.円測定因子と水準

水準	a)照明強度	b)走査方向	c)測定項目	d)直径
1	通常	明から暗	直径	$\phi 1\text{mm}$
2	1%暗	暗から明	真円度	$\phi 0.707\text{mm}$
3	2%暗		X座標値	
4			Y座標値	

表8 実験項目5.座標測定因子と水準

水準	a)座標回転	b)座標軸
1	0度	X軸
2	45度	Y軸

ラムを使用した。ミットヨから提供された低倍率設定測定プログラムを使用して1.円測定から3.線幅を測定した。測定台のガラステーブルのチルト調整により2次元ゲージの四隅におけるZ座標の最大差を $17\mu\text{m}$ 以内とした。4.円測定は高倍率設定測定プログラムを使用した。低倍率設定では機械座標における円1と円2のY座標差を $33\mu\text{m}$ として2次元ゲージを設置した。高倍率設定では機械座標における円1と円2のY座標差を $21\mu\text{m}$ として2次元ゲージを設置した。5.座標測定は低倍率設定により測定を行った。回転無しのゲージ設置は高倍率設定測定での4.円測定からゲージを動かさず5.座標測定に移行したためゲージ設置の円1と円2のY座標差は $33\mu\text{m}$ である。 $45^\circ$ 回転は円1と円4のX座標の差を $88\mu\text{m}$ として2次元ゲージを設置した。ゲージを置く位置は、図6に示す測定台の右側中央部付近に設置した。測定中の部屋の蛍光灯照明はすべて消し、温度変動が小さいと思われる夜間に測定した。

3-3 測定機校正に使用した参照標準

測定機の校正は測定機メーカ(ミットヨ)が行っており、校正周期は2年である。最も近い校正日は2005/2/15にメーカ校正を行い、校正に使用した参照標準はメーカが社内標準としているものを使用したようである。また、2006/7/7(持ち回り測定の前日)に持ち回り測定を行う事前点検としてメーカが社内標準の参照標準を使用して測定機の精度確認を行った。

3-4 温度

温度計はエスペック製RS-12のデジタル集録型を使用した。測定精度は $0.5^\circ\text{C}$ であり、測定ではサンプリング周期を10分として平均値により温度を算出した。温度計の設置場所は持ち回り付属温度計と一緒に測定機の隣の机の上に置いた。表3に各測定項目の温度と測定時間を示す。温度の変動幅は最大で $0.5^\circ\text{C}$ であり温度変動による誤差は小さい。 $20^\circ\text{C}$ からのかたよりは最大で $1.3^\circ\text{C}$ みられ、熱膨張の影響を考慮する必要がある。測定時間は低倍率測定で4時間39分の長時間測定となった。

4 実験結果及び考察

プロトコルに指示された繰り返し5回の標準偏差を測定誤差とした。標準偏差の工程平均を因子毎に求め、要因効果図<sup>2)</sup>に因子の効果を表した。実験項目毎の因子の水準を表4～表8に示し、要因効果図を図7～図11に示す。実験項目が1.円測定、2.四角測定、3.線幅測定、4.円測定、5.座標測定でのそれぞれの全標準偏差の平均値は $0.14\mu\text{m}$ 、 $0.14\mu\text{m}$ 、 $0.07\mu\text{m}$ 、 $0.07\mu\text{m}$ 、 $0.09\mu\text{m}$ となった。実験項目1～4において因子の効果を考察した結果、4.円測定(視野 $1.3\text{mm} \times 0.95\text{mm}$ )で因子:照明強度において小さい設置値の場合で標準偏差が小さい。1.円測定の視野 $3.1\text{mm} \times 2.3\text{mm}$ では因子:照明強度の影響が表れないことから倍率の高い測定では照明の効果が測定分解能に反映した効果であると推測した。図10から $45^\circ$ 回転した場合でばらつきが大きく、座標軸ではY軸でばらつきが大きい。

実験項目毎の標準偏差の最大値は $0.14\mu\text{m}$ となり、 $2\sigma$ としても $0.28\mu\text{m}$ となり指示誤差 $U_1$ の初項値 $0.8\mu\text{m}$ を十分に満たす。実製品測定でのエッジ抽出誤差を除く測定機本体の幾何学的誤差が小さく、測定性能が十分高いことが証明された。

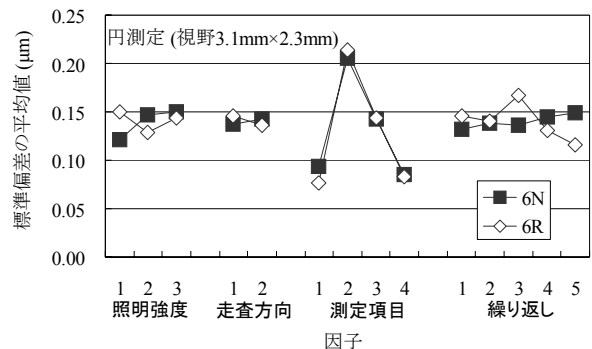


図7 実験項目1.円測定の要因効果図

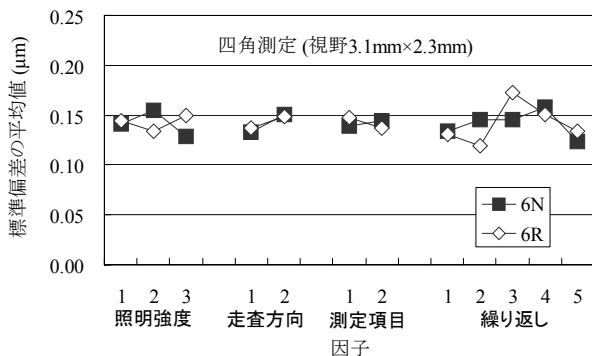


図8 実験項目2.四角測定の要因効果図

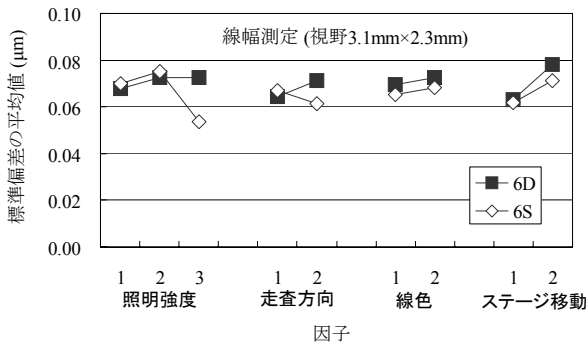


図9 実験項目3. 線幅測定の要因効果図

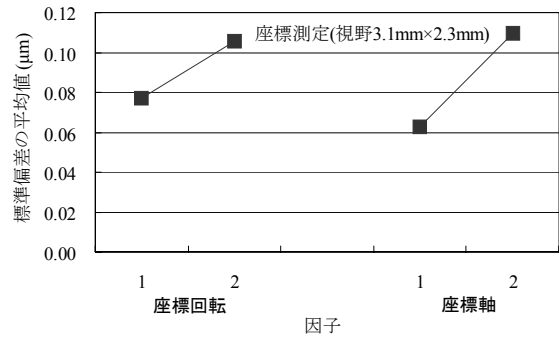


図11 実験項目5. 座標測定 of 要因効果図

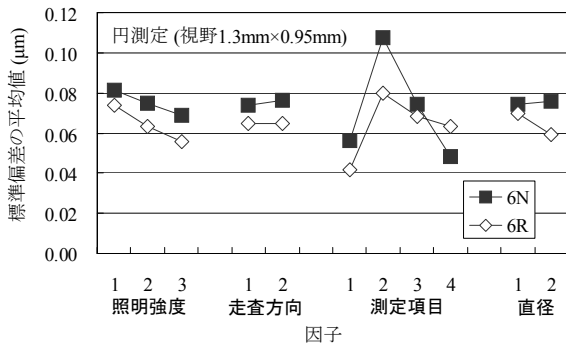


図10 実験項目4. 円測定 of 要因効果図

### 5 まとめ

プロトコルに従い実験を行った結果、実験項目1～4での繰り返し5回の標準偏差の最大値は1.円測定及び2.四角測定 of 0.14 μm となった。従って、測定機の幾何学的誤差は小さく、測定性能が十分高いことが証明された。

### 文献

- 1) NMIJ/AIST: 2次元パターン測定 Draft A(2006)
- 2) 矢野宏: 計測管理工学入門、工業調査会(1984)

# 岩手県産漆の焼付塗装強度\*

小林 正信\*\*

岩手県産漆を塗装した金属製靴ペラの試作開発の過程で、最適な岩手県産漆の焼付塗装条件を検討した。強固な塗膜が形成される焼付温度を明らかにするため、200℃～400℃の温度範囲で焼付した漆塗膜の剥離試験を行った。その結果、250℃での剥離強度が6.9N/mm<sup>2</sup>と最も高く、300℃以上の高温焼付では塗膜強度が低下する恐れがあることがわかった。また、湿度硬化させた塗膜も後熱処理することにより焼付塗装同等の剥離強度になることがわかった。  
キーワード：漆、焼付塗装、剥離試験

## Strength of Lacquer in Iwate Prefecture by Baking Finish

KOBAYSHI Masanobu

On the process of metallic shoehorn development, the optimum painting condition of lacquer in Iwate Prefecture was examined. The adhesion tests were examined for make strong film of lacquer by baking finish. The conditions of baking temperature for tests were within the range of from 200 to 400 degrees. As a result, maximum adhesion strength was 6.9N/mm<sup>2</sup> at 250 degrees, and over 300 degrees reduced strength. The strength of film that hardened with humidity and post-heat treatment at 250 degrees was same as strength of baking finish.

key words : Lacquer, Baking Finish, Adhesion Test

### 1 緒言

平成18年度研究開発支援事業(財いわた産業振興センター)の委託を受けて、「鉄と漆を融合した岩手オリジナル製品の開発」を実施した。事例として「靴ペラ」を試作開発した(図1)。鍛造成形した試作品は、軽量化した把手や携帯用デザインを特徴としている。

靴ペラの素材には南部鉄瓶の鉾(つる)の材料にも使われている炭素鋼を使用した。炭素鋼の防錆に加えて、塗装強度や製品付加価値を向上できる高品質塗装が必要であったため、岩手県産漆を塗装することとした。

金属へ漆を塗装する場合は焼付塗装が一般的である。



図1 試作した靴ペラ

焼付塗装は古くから甲冑具の塗装などに用いられており、熱の力で漆を硬化させる塗装方法で、漆を高湿雰囲気中で酸化重合させる漆器の塗装原理とは異なり、短時間で強固な塗膜を得られる。

漆の焼付塗装についての報告は少ない。木下ら<sup>1) 2)</sup>は焼付温度と硬化速度に伴う化学構造の変化を赤外線吸収スペクトル(IR)により検討し、焼付塗装の付着性や耐候性を評価した。生漆(浄法寺産)においては、付着強度が270℃で最も大きく、全般的に焼付塗装のほうが湿度硬化に優ると報告している。しかし、現場と実験室での結果の差異も認められ、各塗装現場の実態に即した実験の必要性を指摘している。

本県を代表する伝統的工芸品の南部鉄器も漆の焼付塗装を行っている製品である。そこで、南部鉄器で行われている漆の焼付方法を試作品塗装の参考とした。しかし、焼付塗装方法は工房によって異なり、経験に基づいた技術体系であった。そこで、強い塗膜が得られる塗装方法を確立するため、様々な温度条件下で焼付塗装した漆塗膜の剥離強度を測定し、岩手産漆に適した塗装温度や塗装手順を明らかにした。

### 2 実験方法

#### 2-1 焼付塗装の技術調査

盛岡市内の伝統的焼型製法を行う南部鉄器製造業A

\* (財いわた産業振興センター 平成18年度研究開発支援事業)

\*\* 企画デザイン部

社に協力を依頼して作業内容を聞き取りした。また、焼付作業時の温度を放射温度計(アズワン社製 IT-314 熱電対兼用型)により測定した。

### 2-2 焼付漆塗膜の剥離試験

漆を焼付した試験片を作成し剥離試験を行った。焼付温度は技術調査をもとに 200℃、250℃、300℃、350℃、400℃の5段階に設定した。試験片の基材は、試作した靴べらに使用した機械構造用炭素鋼 S10C (幅 30 mm、長さ 90 mm、厚さ 3mm) を用いた。塗装には浄法寺町で採取された岩手県産漆(2005年産)および中国産漆(2005年産)の2種類の生漆を用いた(表1)。基材への塗装方法は、南部鉄器の焼付工程に倣った手順で行った(表2)。塗装時の加熱にはホットプレートを使用した(図2)。

漆を塗装した試験片は常温で24時間放置した後に、引張治具を2液性エポキシ樹脂接着剤で接着した。接着剤を温度70℃、湿度50%RHの雰囲気中で4時間硬化させた後、引張式塗膜付着力試験機(太平理化学工業株式会社 エルコメータモデル 106)で剥離強度を3回測定し、平均値を剥離強度とした(図3)。

表1 試験に用いた漆の組成

試料	成分(重量%)			
	ウルシオール	水分	ゴム質	含窒素物
岩手県産漆	75.3	14.5	8.0	2.2
中国産漆	60.4	27.6	10.3	1.7

表2 塗装手順

1	予熱したホットプレートで基材を5分間加熱する。※1
2	タンポ状の綿ウェスで一定量の漆を塗布する。※2
3	2を繰り返して3回重ね塗りする。
4	発煙が止まったあと、さらに5分間加熱する。
5	ホットプレートより下ろし自然冷却する。
米1	基材表面が設定温度になるように事前に調整した。
※2	南部鉄器の着色では、「クゴぼうき」という塗装具を用いる。実験に用いる塗装具は各種検討した結果、上記の方法が良好だった。
※3	発煙時間は塗装温度で異なり低温ほど長い。



図2 ホットプレートによる焼付塗装



図3 試験機(左)、治具(右上)、剥離試験(右下)

### 2-3 塗装断面のSEM観察

剥離試験に用いた試験片と同様の方法で作成した観察用試験片の塗装断面を、電界放射型電子顕微鏡(株式会社エリオニクス社製 ERA-8800FE)で観察した(倍率2000倍及び5000倍)。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 焼付塗装の技術調査

焼付工程は南部鉄器の製造現場では着色工程と呼ばれる。なぜならば、鋳造後には金属色を呈している鉄器が、この工程で黒色に塗装されるからである。今回は、酸化被膜を形成するための火返しと呼ばれる工程と、その後の漆塗装、さらにオハグロ塗装までを調査対象とした。オハグロとは鉄片を茶や酢に浸した液体のことで、表面の艶を調整するために漆塗装の上に塗られている。各作業の調査結果および作業時の実測温度を表3に示す。

焼付の頃合いは、温度で変化する鉄器の表面色で見極めていた。加熱器具は火返し工程ではガスコンロを、他の工程では七輪を使用していた。漆の塗装面は非常に光沢があるが、オハグロ塗装後は落ち着いた艶になった。また、漆塗装の温度が低すぎると隠ぺい力が低下し、高すぎると漆の付着が悪いことが経験的に知られていた。

表3 南部鉄器着色工程の調査結果

作業名	作業内容	実測温度
火返し (火色返し)	酸化被膜を形成させる。温度に伴い金属表面色がグレー→赤色→青色→グレーに変色する。青色が消えれば漆塗装する。一度冷却する場合もある。	ガス炎 400~500℃ 鉄器 約320℃
漆塗装	七輪の上に製品を置きクゴぼうきで漆を塗装する。塗装面は光沢がある。塗装する漆は工房独自で調整する。	鉄器 230~260℃
オハグロ塗装	光沢を調整するため漆塗装と同様の方法で塗装する。	鉄器 約140℃
冷却	塗装済製品を自然冷却する。	常温

### 3-2 漆塗膜剥離試験

剥離試験結果を図4に示す。最大剥離強度は、岩手県産漆では焼付温度250℃での6.9 N/mm<sup>2</sup>であり、中国産漆では焼付温度200℃での6.7 N/mm<sup>2</sup>であった。この温度域での硬化時間は5-10分であった。どちらの漆も300℃以上の焼付温度から剥離強度が低下した。岩手県産漆の場合では、焼付温度300℃で5.5 N/mm<sup>2</sup>（最大剥離強度の約80%）、350℃で3.8 N/mm<sup>2</sup>（最大剥離強度の約55%）、400℃で2 N/mm<sup>2</sup>（最大剥離強度の約29%）であり、中国産漆も同様の傾向を示した。

以上の結果から、今回の実験方法で塗装を行う場合は焼付温度を200-250℃に設定するのが適切であるといえる。300℃を超える高温焼付は塗膜強度の低下を引き起こす恐れがあるので注意を要する。

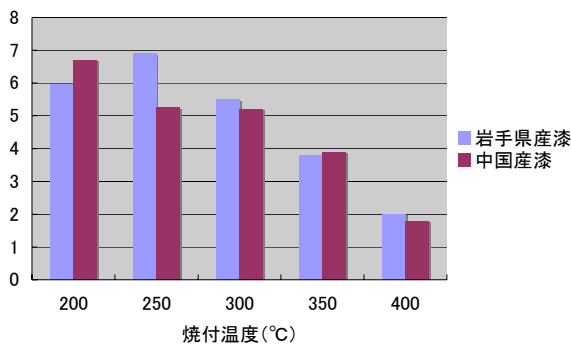
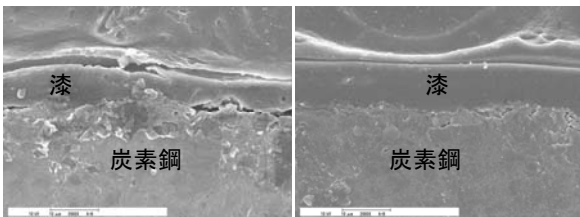


図4 剥離試験結果

### 3-3 焼付温度による塗装断面の変化

図5は岩手県産漆の250℃および400℃での焼付塗装断面のSEM画像である。250℃の塗装断面で見られる漆の成分分散は400℃では見られず、塗膜内部が均質で基材とも密着しているように見える。しかし、剥離試験結果と照合すると、400℃の塗装断面は熱による漆塗膜の分解が生じてきており、熱凝集により塗膜体積が減少したことで密な断面に見えるのではないかと推測する。



焼付温度 250℃                      焼付温度 400℃

図5 焼付塗装した岩手産漆塗膜断面

### 3-4 焼付方法による剥離強度の変化

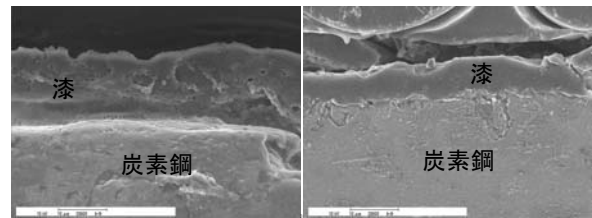
2-2では熱した基材に漆を塗布したが、あらかじめ常温で漆を塗布してから熱処理するなどの塗装方法もある。このような塗装方法の違いによって塗膜強度が受ける影響を確認するため、以下の①-③の手順で作成した試験片についても剥離試験を行った。実験に用いた岩手県産漆と剥離試験方法は2-2と同じである。焼付塗装の設定

温度は250℃とした。

- ① 25℃、75%RHの雰囲気中で24時間硬化させる。
- ② ①を20分間熱処理する。
- ③ 常温で基材に漆塗布し、直ちに20分間熱処理する。

実験の結果、①は剥離強度3.0 N/mm<sup>2</sup>であった。塗装後1週間程度で試験したため、塗膜がまだ軟らかいことを示す結果であると考えられる。②と③については剥離強度6.7 N/mm<sup>2</sup>で図4の岩手産漆の250℃焼付強度にほぼ近いものであった。以上の結果から、加熱処理では短時間で漆塗装が可能であり、湿度硬化した塗膜の重合を促進する効果も期待できるため、後熱処理も有効であると考えられる。

図6は①と②の塗装断面のSEM画像である。熱処理前にははっきりと確認できる漆成分の分散が熱処理後には減少し、250℃の塗装断面(図5)と類似した断層状態に変化しているのが確認できた。



熱処理前 (①)

熱処理後 (②)

図6 熱処理前後の岩手産漆塗膜断面

## 4 結 言

今回得られた知見は以下のように要約できる。

- (1) 岩手県産漆を250℃で焼付塗装したものが最も高い強度が得られた。
- (2) 塗装手順にかかわらず熱処理することで強度の向上が期待できる。

表3に示したように、南部鉄器の着色工程では250℃前後で漆塗装が行われている。これは、実験結果から考えられる最適な焼付温度にほぼ一致していた。製造現場の着色工程は経験的判断で行われる場合も多いが、それら伝統的技法が科学的にも理にかなっているものであることを裏付ける結果となった。

今回は南部鉄器の焼付技法から温度条件を設定したことで、漆の熱硬化が可能なすべての温度域の試験は行っていない。時間効率は劣るが200℃以下の温度でも漆の焼付が可能であるため、より低温域の評価は今後の課題としたい。

## 5 文 献

- 1) 木下 稔夫、上野 博志、中里 壽克、宮田 聖子：保存科学、37、34 (1998)
- 2) 木下 稔夫、上野 博志、加藤 寛、宮田 聖子：保存科学、38、82 (1999)

## 論文 岩手・青森県境不法投棄物を溶融したスラグの骨材としての特性

佐々木 秀幸<sup>\*1</sup>・藤原 忠司<sup>\*2</sup>・小山田 哲也<sup>\*3</sup>・平野 高広<sup>\*4</sup>  
菅原 龍江<sup>\*4</sup>・白藤 裕久<sup>\*4</sup>・八重樫 貴宗<sup>\*4</sup>

**要旨**：岩手・青森県境の不法投棄物の一部は、溶融処理でスラグ化されるが、不法投棄物の溶融例は少なく、得られたスラグの骨材としての特性を検討した例はほとんどない。本研究では、不法投棄物を3つの方式で溶融し、スラグの有害性と物性を明らかにした。その結果、スラグへの金属アルミニウムの残存、フッ素の溶出、密度の低い成分の含有等、通常の骨材では見られない問題が確認された。しかし、これらは適切な後処理や溶融条件の見直し等で改善でき、不法投棄物の溶融スラグを骨材として利用できる可能性は高いと考えられた。

**キーワード**：不法投棄物，溶融，スラグ，骨材，有害性，密度，モルタル膨張

### 1. はじめに

青森県田子町と岩手県二戸市に跨る27万m<sup>2</sup>の土地に、87.6万m<sup>3</sup>と推定される産業廃棄物が不法投棄された。この不法投棄物を減容化および無害化する方法として溶融処理が検討され、一部実施されている。溶融すればスラグが発生し、その有効活用が、今後の重要な課題となる。

一般廃棄物を溶融したスラグの場合、コンクリート用骨材として利用できるとの報告が多く、その品質は、溶融方式によって異なることも明らかにされている<sup>1)</sup>。一方、下水汚泥以外の産業廃棄物に関しては、スラグを骨材として適用している例が少なく、不法投棄物ともなれば、香川県豊島の例があるに過ぎない<sup>2)</sup>。

豊島のスラグの場合、土壤に含まれる花崗岩がアルカリ骨材反応を引き起こしたり<sup>3)</sup>、有害金属が基準を超過して溶出する可能性がある<sup>4)</sup>と報告されている。岩手・青森県境不法投棄物についても、有害物が含まれ、隠蔽のため土が被せられていることもあり、豊島と同様の問題が発生する恐れを否定できない。さらには、本例特有の問題が発生する可能性もあり、スラグを骨材として利用するには、十分な吟味を要する。

一般廃棄物と同様に、不法投棄物の場合も、

溶融方式によって、骨材としてのスラグの品質が異なると推察される。本研究では、岩手県側の不法投棄物を3つの溶融方式で処理し、得られたスラグの骨材としての品質を比較検討することで、スラグの有効利用に向けた基礎資料を得ようとした。

### 2. 実験概要

#### 2.1 対象とする不法投棄物

ボーリング調査のコア等を用い、62地点の廃棄物試料の、焼却および溶融の観点から必要な諸特性を調べた。それらは、廃棄物の水分、焼却時の低位発熱量と焼却によって発生する灰分および溶融時の溶流点などである。得られた分析結果から、平均的な特性を示す地点を選定し、その廃棄物を溶融試験試料とした。

#### 2.2 溶融処理

焼却・溶融処理には、実機を用いることとし、方式の異なる3つの廃棄物処理施設を選定した。表-1に、各施設が有する溶融炉の概要と溶融試験に供した不法投棄物の量を示す。

A社は、ストーカー式併用ロータリーキルンで焼却する。この際、質量で溶融試験試料の1.5倍の廃プラスチックを助燃剤とし、燃焼温度は

\*1 岩手県環境保健研究センター 企画情報部 (正会員)

\*2 岩手大学 工学部建設環境工学科教授 工博 (正会員)

\*3 岩手大学 工学部建設環境工学科助教 博士 (工学) (正会員)

\*4 岩手県工業技術センター 環境技術部

850℃以上を保持した。焼却によって発生する焼却灰（主灰）と、排ガス処理過程で得られる飛灰を混合して、回転式表面溶融炉で溶融した。溶融助剤として石灰石(CaCO<sub>3</sub>)を混合しており、混合比は焼却灰:飛灰:石灰石=65:25:10とした。

B社は、廃棄物を直接ガス化して溶融するシャフト式ガス化溶融方式である。一般廃棄物に質量で10%の溶融試験試料を混合して溶融した。溶融助剤として石灰石を加えており、混合比は焼却対象物:石灰石=96:4である。

C社では、A社の焼却施設で発生した主灰を、抵抗式電気溶融炉で溶融した。溶融助剤としてホタテ貝殻(CaCO<sub>3</sub>)とドロマイト(CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>)を添加した。混合比は焼却灰:ホタテ貝殻:ドロマイト=76:13:11とした。

A社およびB社では、溶融物を水冷するため、熱衝撃によってスラグが粉碎され、砂状のスラグとなる。A社の場合、これを磨砕して、細骨材としての利用を検討する。B社では、磨砕の加工を施していない。C社では、保温性の鋳型に流し込んで徐冷させるため、塊状のスラグが得られる。破碎およびふるい分けによって、寸法上は粗骨材にも細骨材にもなる。

なお、ここでは詳述しないが、焼却および溶融時の排ガス測定を行っており、いずれの施設でも、規制値を超える有害ガスは発生せず、安全に焼却・溶融処理できることを確認している。

## 2.3 安全性評価

溶融試験試料とその焼却灰および溶融スラグについて、環境庁告示第46号に基づいた溶出試験および第19号に基づいた含有試験を行い、土壤環境基準および土壤含有基準と比較して、安全性を評価した。また、ダイオキシン類の含有量については、ダイオキシン類に係る土壤調査測定マニュアル（環境省平成12年）に基づいて測定を行い評価した。

## 2.4 骨材の物性

一般のコンクリート用骨材と同様の物性試験を行い、溶融スラグの骨材としての品質を確認した。現状では、産業廃棄物を溶融処理したスラグのコンクリート用骨材としての規格はない。そこで、コンクリート用砕砂の日本工業規格(JIS A 5005)および「一般廃棄物、下水汚泥等の溶融固化物を用いたコンクリート用細骨材の標準情報(TR A 0016)」等と比較し、品質を判断した。

## 3. 実験結果

### 3.1 不法投棄物の分析

岩手県側62地点の不法投棄物および溶融試験試料の分析結果を表-2に示す。項目は、すべて焼却あるいは溶融特性に関わる。

各項目とも、最大値と最小値は、平均値から大きくかけ離れ、場所によって、焼却・溶融特性が著しく異なった。総体的に、水分が多く、

表-1 溶融炉の概要

社名	溶融方式	処理能力	熱源	溶融温度(℃)	対象物	助剤	冷却方式	用途	加工方法	溶融試験用廃棄物量(t)
A社	表面溶融	18t/日	重油	1300~1400	主灰 飛灰	石灰石	水冷	細骨材	磨砕	19.5
B社	シャフト式 直接ガス化溶融	50t/日	コークス	1700~1800	廃棄物	石灰石	水冷	細骨材	なし	4.4
C社	電気抵抗	50t/日	電気	1400~1500	主灰	ホタテ貝殻 ドロマイト	徐冷	粗骨材 細骨材	破碎 ふるい分け	57.2

表-2 不法投棄物および溶融試験試料の分析結果

試料	水分(%)	灰分(%)	可燃分(%)	低位発熱量(kJ/kg) ※1	溶流点(℃) ※2	灰分中の成分(%)							
						SiO <sub>2</sub>	CaO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Na <sub>2</sub> O	MgO	
ボーリング コア (試料数62)	平均値	40.2	46.0	13.9	1315	1299	40.27	8.72	18.41	10.99	1.36	0.34	2.17
	最大値	57.9	80.9	38.1	14142	>1700	60.45	42.22	72.80	32.26	20.77	2.35	14.07
	最小値	16.9	13.7	0.0	-1349	1158	0.14	0.12	1.83	0.21	0.00	0.00	0.29
溶融試験試料	49.4	34.6	16.0	799	1302	40.05	10.27	17.63	13.32	1.79	0.94	2.42	

※1 焼却における熱効率計算に使われる発熱量で、熱量計で測定される発熱量から、水蒸気分の蒸発熱を引いた発熱量  
 ※2 ISO 5401に定められた灰の溶融特性を表す温度で灰が溶けて流動する温度をいう

低位発熱量は低いため、焼却しにくく、多くの場合、焼却には補助燃料が必要になると考えられる。また、灰分が多く、両県の不法投棄物の全てを溶融すると仮定すると、40万トンものスラグが発生すると推定される。溶流点はおしなべて高く、溶融にも助剤が必要となる。

溶融試験試料は、全試料の平均値に比べて、水分が若干多く、灰分が少なくなっているが、溶融処理で重要な溶流点は平均値にほぼ等しく、化学成分も平均値に近い。

### 3.2 安全性評価

溶融試験試料とその焼却灰および溶融スラグの溶出試験と含有試験の結果を表-3に示す。以降、基準を超過した項目は網掛け表示とした。

溶出試験では、溶融試験試料から、基準を超過するフッ素やホウ素の溶出が認められ、焼却灰でも同様な結果となった。含有試験の場合、溶融試験試料では、鉛とフッ素が、焼却灰では、フッ素が基準値を超えた。溶融試験試料は有害物と判定され、これを焼却しても、安全性には問題が残る。

溶融スラグに着目すれば、カドミウム、ヒ素および鉛などの溶出量や含有量は、溶融試験試料や焼却灰に比べ、おしなべて小さな値となった。これらは、溶融温度以下で蒸発し<sup>5)</sup>、飛灰へと移行するため、スラグ中に残留する量はわず

かであると考えられる。これに対し、蒸発温度の高いフッ素とホウ素は、スラグ中に比較的多く含まれる<sup>6)</sup>。

スラグの場合、基準値を超えるのは、溶出試験におけるC社のフッ素のみであり、これを除けば、スラグとすることにより、無害化を図れるといえる。C社のスラグについてはフッ素の溶出を抑制する何らかの対応を要する。

ダイオキシン類の含有量を表-4に示す。溶融試験試料およびその焼却灰には、600pg-TEQ/gほどのダイオキシン類が含まれているが、スラグ中にはほとんど存在せず、溶融処理がダイオキシンの分解に有効であることが確認された。

### 3.3 骨材の物性

骨材試験結果を表-5に、細骨材の粒度曲線を図-1に示す。粒度分布に関しては、急冷スラグであるA社とB社の細骨材が粗めとなっている。コンクリート用細骨材として用いる場合、他の細骨材との混合使用が想定され、その際には、細かめの細骨材と組み合わせる必要がある。C社の細骨材には、中間粒度が少なく、組み合わせの際の留意点となる。

JIS規格およびTR標準情報で基準が設けられている密度や吸水率などの項目に関しては、ほとんど問題が見られないが、中には、基準を外

表-3 溶融試験試料、焼却灰およびスラグの溶出・含有試験結果

	試料	Cd	Cr <sup>6+</sup>	As	T-Hg	Se	Pb	F	B
溶出試験 (mg/l)	溶融試験試料	0.005	<0.02	0.007	<0.0005	<0.002	<0.005	5.6	3.8
	焼却灰	<0.005	<0.02	<0.005	<0.0005	<0.002	<0.005	1.5	1.6
	A社スラグ	<0.005	<0.02	<0.005	<0.0005	<0.002	<0.005	0.04	0.15
	B社スラグ	<0.005	<0.02	<0.005	<0.0005	<0.002	<0.005	0.15	<0.1
	C社スラグ	<0.005	<0.02	<0.005	<0.0005	<0.002	<0.005	1.1	<0.1
	環境基準値	≦0.01	≦0.05	≦0.01	≦0.0005	≦0.01	≦0.01	≦0.8	≦1
含有試験 (mg/kg)	溶融試験試料	3.3	<0.7	1.4	<0.1	0.10	460	13000	120
	焼却灰	<0.1	<0.7	1.2	<0.2	<0.1	1.5	7000	83
	A社スラグ	<0.1	<0.7	<0.1	<0.2	<0.1	6.9	1400	350
	B社スラグ	<0.1	<0.7	<0.1	<0.2	<0.1	<5	430	350
	C社スラグ	0.16	<0.7	<0.1	<0.2	0.11	1.5	1100	770
	含有基準値	≦150	≦250	≦150	≦15	≦150	≦150	≦4000	≦4000

表-4 溶融試験試料、焼却灰およびスラグのダイオキシン類含有量

溶融試験試料	焼却灰	A社スラグ	B社スラグ	C社スラグ	含有基準値(pg-TEQ/g)
590	640	62	0.45	22	≦1000



表-5 溶融スラグの骨材試験結果

試験項目	A社 スラグ	B社 スラグ	C社スラグ		JIS A5005等	TR A0016
			細骨材	粗骨材		
表乾密度 (g/cm <sup>3</sup> )	2.76	2.77	2.94	2.92	-	-
絶乾密度 (g/cm <sup>3</sup> )	2.75	2.70	2.68	2.89	≥2.5	≥2.5
粗粒率	3.22	3.12	3.28	7.48	-	-
吸水率 (%)	0.20	2.47	1.08	1.21	≤3.0	≤3.0
安定性 (%)	1.1	1.4	0.3	0.5	≤10	≤10
微粒分量 (%)	1.2	1.1	4.6	0.13	≤7	≤7
単位容積質量 (kg/l)	1.47	1.50	1.64	1.68	-	-
実積率 (%)	53	56	61	58	-	-
すりへり減量 (%)	-	-	-	26	≤40	-
アルカリ シリカ反応	Rc (mmol/l)	76	52	65	Rc>Sc	-
	Sc (mmol/l)	25	3	10		
密度1.95(g/cm <sup>3</sup> )の液体に浮く粒子 (%)	0.0	1.8	0.0	-	-	-
酸化カルシウム(CaOとして) (%)	28.20	30.92	28.61	-	-	≤45
全硫黄 (Sとして) (%)	0.30	0.20	0.20	-	-	≤2.0
三酸化硫黄(SO <sub>3</sub> として) (%)	検出せず	検出せず	0.30	-	-	≤0.5
金属鉄(Feとして) (%)	0.32	0.32	0.53	-	-	≤1.0
塩化物量(NaClとして) (%)	検出せず	検出せず	0.29	-	-	≤0.04
モルタルの膨張率 (%)	4.4	-1.6	-1.0	-	-	≤2.0

れるものがあった。

ひとつは、C社の塩化物量である。A社とB社の場合は、水砕処理工程で水に接するため塩化物は除去されるが、C社は徐冷方式であるため、水と接する工程がなく、飛灰に移行し切れなかった塩化物が残存していると推察される。

破碎したスラグを水洗処理すれば、塩化物を低減できる可能性があると考え、簡単な処理を施してみたところ、塩化物量は0.01%となり、基準を満たした。実用上、この問題は、無理なく解決できるといえる。

ふたつめは、A社のモルタル膨張率であり、基準の倍程度の膨張率を示す。この問題を解決しない限り、A社のスラグは使用不可能となる。

基準はないものの、B社のスラグでは、密度1.95g/cm<sup>3</sup>の液体に浮く粒子の割合の大きいことが、懸念される。実用に供するためには、この問題の解決も必要となる。

なお、アルカリシリカ反応はどのスラグも無害と判定されており、豊島のような懸念<sup>3)</sup>はない。

#### 4. 問題点の解決方法

##### 4.1 フッ素の溶出 (C社)

C社のスラグの溶出試験で、土壤環境基準を

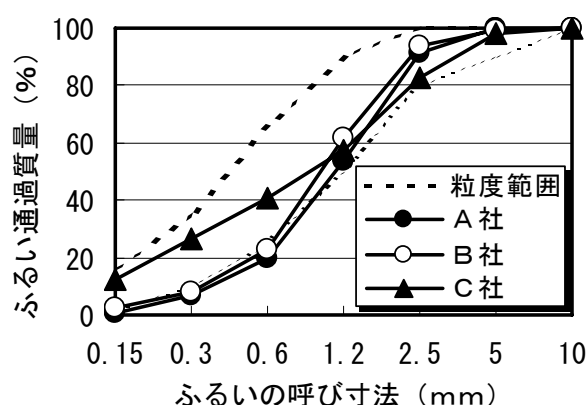


図-1 スラグ細骨材の粒度曲線

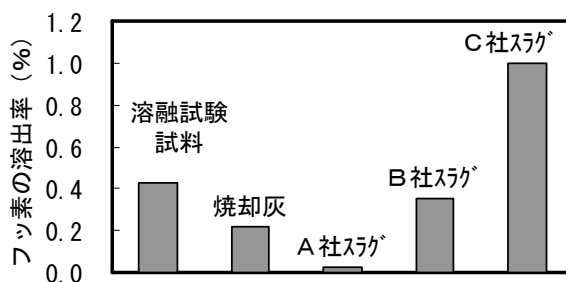


図-2 フッ素の溶出率

超過するフッ素の溶出が認められた。水への溶け易さを比較するために、溶出量/含有量を水へのフッ素の溶出率とし、図-2に示した。溶出率は、C社のスラグのみが、溶融試験試料を上回る高い値になっている。このことから、C社のスラグは、フッ素が溶出しやすい形態であ

ると考えられる。C社のスラグは、A社およびB社と異なり、徐冷方式のため結晶化している。これが溶出率の高さに関連している可能性がある。そこで、電気炉を用いてC社のスラグを1400℃で再溶融し、冷却速度を変えて徐冷する実験を行い、スラグのフッ素の溶出量を求めるとともに、結晶化度をX線回折装置で測定した。結果を図-3に示す。

溶出量は、冷却速度3℃/min付近を境に急激に減少している。3℃/min以上の速度で冷却したスラグのフッ素溶出量は、水冷スラグとほとんど変わらず、3℃/min以上の速度で冷却することで、フッ素の溶出を抑えることが可能となる。

結晶化度を、X線回折の総積分強度で表した。5℃/minまでの冷却では総積分強度は一定で、結晶化度は変わらない。10℃/minで冷却すると若干総積分強度が小さくなり、水冷スラグではガラス質となり、回折線は観測されない。

この実験結果により、C社のスラグの場合、フッ素の溶出を抑えて、かつ結晶が十分に成長する最適な冷却条件は3℃～5℃/minであると考えられ、実際の冷却でも、この点に留意すれば、フッ素溶出の問題は解決できると期待される。

#### 4.2 モルタルの膨張（A社）

TR A 0016に基づいてモルタルの膨張試験を行ったところ、A社のスラグが基準を超える膨張率を示した。

写真-1は、試験後のモルタルである。表面に発泡によると思われる孔が見受けられ、この内部には、白色の物質が存在していた。分析の結果、その物質は、金属アルミニウムで、泡はモルタル中の水酸化カルシウムと反応して発生した水素ガスによることが判明した。

溶融試験試料には、0.2%程の金属アルミニウムが含まれている。A社のスラグにも、同じく0.2%程の金属アルミニウムが含まれており、この溶融処理では、金属アルミニウムが十分に酸化されず、そのまま残存する割合が高いと推察された。酸化されていれば、発泡の恐れはない。

酸化の程度には、溶融時間が関わると思われ

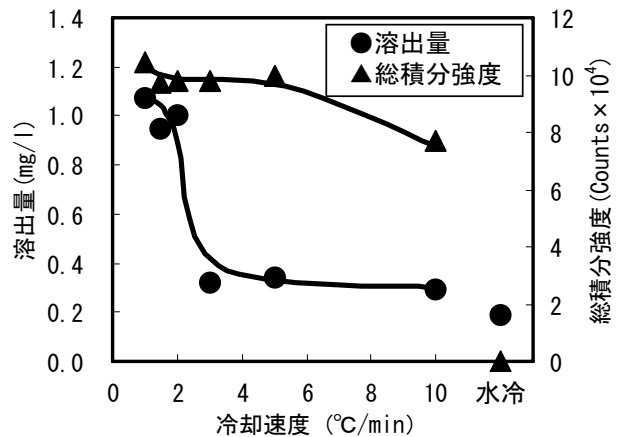


図-3 スラグ冷却速度とフッ素溶出量および総積分強度の関係

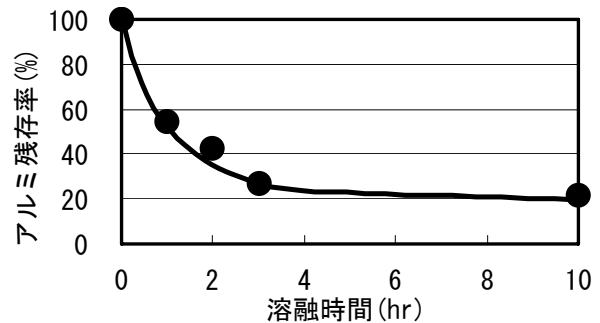


図-4 溶融時間とアルミニウム残存率

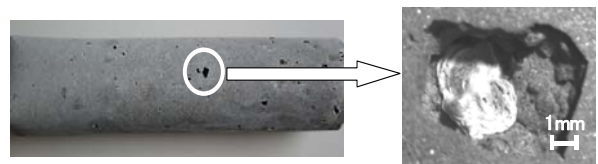


写真-1 金属アルミニウムによる発泡

る。そこで、膨張しないスラグに対して10wt%の粒状金属アルミニウム2gを加えて、電気炉中で1400℃まで加熱し、溶流点以上に保持された時間を溶融時間として、金属アルミニウムの残存率の関係を調べた。結果を図-4に示す。

溶融時間が長くなるほど、残存する金属アルミニウムが減少する。A社の場合、溶融した試料が、自然落下して水砕処理されるため、溶融時間が比較的短い。そのため、金属アルミニウムが残存することになる。他の溶融方式は、溶融時間を長くすることが可能であるが、A社は構造的に困難である。発泡は、金属アルミニウムとセメント中のアルカリ成分の反応による。この反応を、骨材としての使用前に済ませてお

けば、発泡の懸念は消える。この考えのもと、A社のプラントに消石灰の水溶液をスラグに噴霧するシャワーを設け、アルカリ処理することにした。処理したスラグを用いたモルタルの膨張率は-0.33%になったため、アルカリで事前処理を行うことの有効性が確認された。

#### 4.3 低密度の粒子（B社）

B社のスラグには、密度  $1.95 \text{ g/cm}^3$  の液体に浮く粒子が比較的多く含まれている。低減方法として、ハンマークラッシャーによる破碎処理の効果を検討した。

結果を図-5に示すが、回転数が高いほど、衝撃による破碎効率が高いため、軽い粒子の割合が減少しており、一定の効果が認められる。軽い粒子が多かった原因としては、熔融処理の際、熔融温度低下を懸念して通常よりコークス量を30%多くしたことが考えられ、スラグ温度が高くなって、窒素などの雰囲気ガスの一部がスラグ中へ巻き込まれたためと思われる。

#### 5. まとめ

岩手・青森県境の不法投棄物を3つの熔融炉でスラグ化し、骨材としての特性を明らかにしたところ、いずれの熔融方式にも、それぞれに特有の問題点が見受けられたため、その解決策を検討した。具体的には、以下のとおりである。

- (1) 徐冷方式によってスラグを結晶化させる場合、フッ素の溶出量が基準を上回る。この問題は、スラグの冷却速度を  $3\sim 5^\circ\text{C}/\text{min}$  程度に早めることで解決できる。
  - (2) 直接ガス化熔融炉の場合、コークス量によっては、スラグ中に吸水率が高く、密度の低い粒子が混在するが、破碎処理によって低減は可能である。
  - (3) 滞留時間が短い熔融方式では、スラグ中に金属アルミニウムが残存し、モルタルの膨張を引き起こす恐れがある。この問題は、骨材使用前に、アルカリ処理することで解決できる。
- これらの問題が解決されれば、他の特性に問題はみられず、対象としたいずれの熔融方式で

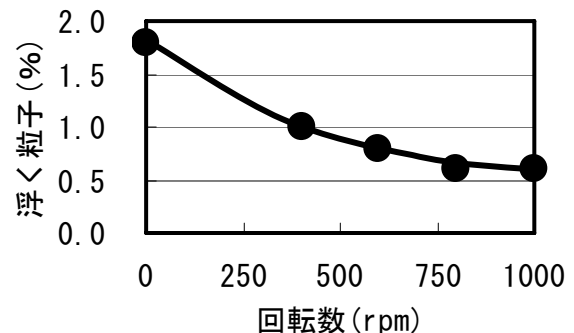


図-5 クラッシャー回転数と密度  $1.95 \text{ (g/cm}^3)$  の液体に浮く粒子の関係

生成されるスラグでも、骨材としての適用の可能性が高いと考えられる。ただし、実用化にあたっては、スラグを用いたコンクリートの特性把握が必要となる。不法投棄物の焼却・熔融特性は、場所によって大きく異なり、生成されるスラグの品質も変動すると予想されることから、これへの対処も、今後の課題である。

#### 参考文献

- 1) 北辻政文, 藤居宏一: ごみ熔融スラグを細骨材として用いたいコンクリートの性質のコ, 農業土木学会論文集, No.200, pp.59-67, 1999.4
- 2) 香川県豊島廃棄物等処理技術検討委員会: 豊島廃棄物に対する処理技術の検討, 廃棄物学会誌, Vol. 12, No.2, pp.117-124, 2001.3
- 3) 阿部清一ほか: 豊島廃棄物等の熔融特性～回転式表面熔融炉の処理特性～, 第15回廃棄物学会研究発表会講演論文集, pp.1516-1518, 2004.11
- 4) 阿部清一ほか: 豊島廃棄物等の熔融特性～副生物の再資源化～, 第15回廃棄物学会研究発表会講演論文集, pp.1522-1524, 2004.11
- 5) Yu-Ming Kuo, Ta-Chang lin, Pergy-jy Tsai: Metal behavior during vitrification of incinerator ash in a coke bed furnace, Journal of Hazardous Materials, B109, pp79-84, Feb.2004
- 6) 内山武ほか: 2段羽口式熔融還元炉による難処理金属スラッジの資源化技術の開発, 鉄と鋼, Vol.89, No.5, pp56-62, 2003.5

# 未利用木材を活用した緑化用環境資材の開発\* II

有賀 康弘\*\*、白藤 裕久\*\*、浪崎 安治\*\*、八重樫 貴宗\*\*

岩手県内の未利用木材を活用する方策として、保水性ボードへの利用を提案し、製品の試作を行った。さらに、保水性ボードをポーラスコンクリートブロックに組み込んだ製品を開発し、その緑化環境資材としての効果を確認した。

キーワード：緑化、未利用木材、木材チップ、ポーラスコンクリート

## Development of the Materials for Revegetation Made from Unused Lumber

ARUGA Yasuhiro, SHIRAFUJI Yasuhisa, NAMIZAKI Yasuji and YAEGASHI Takamune

We did the experimental production development of the board made from unused lumber in Iwate area. The board adds the function to supply moisture to porous concrete block for river revetment. It had an effect in the plants growth. We made the boards as an experiment from the Japanese cedar, to contain a lot of water. And we developed the product which incorporated the board in a porous concrete block. We confirmed that the composite materials was effective in growth of a plant.

Key words : environment materials, wood chip, porous concrete

### 1 緒 言

前報に続き、多自然型護岸等を目的としたポーラスコンクリートブロック製品に緑化機能を付与する手法として、木質ボードを保水材料として利用する緑化用環境資材の開発について検討した。県内の未利用木材を活用して製造可能な木質ボードは、ポーラスコンクリートブロックと組み合わせれば、水分を保持する機能を付与する保水性ボードとして役立つ。前報では、この考えから試作した製品を用いて予備実験を行い、植物根の伸長や活着に貢献できる緑化環境資材が作成可能であるという結果を得た。また、保水性ボードの成形条件を明らかにした<sup>1)</sup>。これらの結果に基づいて、保水性ボードを試作するとともに、ポーラスコンクリートを組み合わせた緑化用環境資材の試作と試験施工を行ったので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 保水性ボードの試作

前報の結果から、スギ材を用いて、吸水率が高く、運搬などのハンドリングに対しても十分な強度のある保水性ボードの試作を行った。

#### 2-2 緑化用環境資材の試作

実際のコンクリート製品製造工場において、保水性ボードを内部に組み込んだプレキャストタイプのポーラスコンクリートブロック製品の試作を行った。

#### 2-3 試作製品の曲げ強度試験

JIS A1106 コンクリートの曲げ強度試験方法に準じて試験を行った。

#### 2-4 緑化用環境資材の試験施工

試作した緑化環境資材について、実際の現場施工と同様の方法で屋外に施工し、植物の生育を観察した。また、寒冷地での冬期間の屋外暴露を試みた。

### 3 結果および考察

#### 3-1 保水性ボードの試作

県内産スギをオガ粉製造機(東亜技研工業(株)N-VP30)によって粒度4mmのオガ粉とした(図1)。これを含水率1~4%に調整して用いた。バインダーは、生分解性のポリ乳酸系繊維(ユニチカファイバー(株)、商標テラマ



図1 スギ(オガ粉)

\* 支援研究活動活性化事業

\*\* 環境技術部



図2 ポリ乳酸系繊維

ック、2.2Dtex、長さ 5mm) を用いた (図2)。オガ粉とバインダーの配合を表1に示した。

試作方法は、オガ粉とバインダーをロータリーミキサーを使って混合したものをアルミニウム製の型枠内にフォーミングし (図3)、型枠とともに熱板温度 175℃のホットプレス ((株) 小平製作所PY-50E) に装填し5分間熱圧縮して成形した<sup>2) 3) 4)</sup>。これにより仕上がり寸法 300mm×300mm×厚さ 10mmの保水性ボードを作成した (図4)。

表1 保水性ボード配合

密度 (g/cm <sup>3</sup> )	0.6
バインダー添加率 (%)	20
樹種	スギ (4mm オガ粉状)
バインダー	生分解性ポリ乳酸系繊維



図3 型枠へのフォーミング作業



図4 作成した保水性ボード

### 3-2 緑化用環境資材の試作

試作した保水性ボードを、ポーラスコンクリート内に図5のように組み込んで、保水機能を付与した緑化環境資材として、プレキャストのブロック製品を試作した。

コストの上昇を押さえるために、メーカーでの製造工程はできるだけ従来の既存製品と同等となるように留意した。ブロックの大きさは約1,000mm×1,000mm×200mmで、既存製品の金属製型枠をそのまま流用した。ポーラスコンクリートの仕様も既存製品と同等とした (表2)。既往の施工事例等の調査によると、植生にとって根が伸張しやすい空隙率は21%以上であれば良好であり、植生を重視する場合には25%以上とされている<sup>5)</sup>。

所定の配合を用いて振動締め台等によって型枠に打設した。図6～10に試作状況を示した。

表2 ポーラスコンクリート仕様

設計基準強度	1.0 N/mm <sup>2</sup>
連続空隙率 (目標)	25%

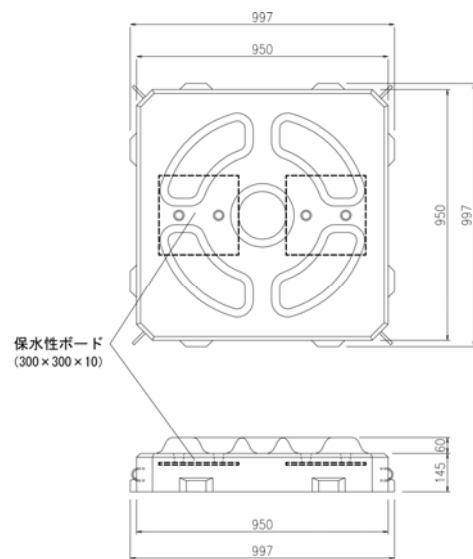


図5 ポーラスコンクリートブロック



図6 ブロック金属製型枠



図7 保水性ボード組み込み状況



図8 ポーラスコンクリート打設状況



図9 ポーラスコンクリートブロック



図10 ポーラスコンクリートブロック

### 2-3 試作製品の曲げ強度試験

試作したポーラスコンクリートブロックの曲げ強度試験を行った（図11）。スパンは860mmとした。結果を表3に示した。保水性ボードを組み込んだブロックの曲げ強度は、保水性ボード無しのブロックの曲げ強度の57%の値だった。これは、ブロックに対する保水性ボードの面積が曲げ強度に影響していると思われる。



図11 曲げ強度試験状況

表3 曲げ強度試験

保水性ボードの有無	有り	無し
最大荷重 (kN)	12.5	21.15
曲げ強度 (N/mm <sup>2</sup> )	1.24	2.17
曲げ強度の比較	57%	100%

### 2-4 緑化用環境資材の試験施工

保水性ボードを組み込んだポーラスコンクリートブロックを十分な養生期間を経た後、アスファルト舗装された駐車場の一角に試験施工した。地盤にみためのために盛り土を行い、そこへ通常行われている施工方法と同様に、試作したブロックを敷設して覆土を施した<sup>6)</sup>。施工後、経過を観察した。3ヶ月後には、周辺地域に自生する植生と同様の植物の定着が確認できた。

また、寒冷地等での冬期間の凍害について検討するために、北海道恵庭市において屋外暴露試験を行ったが、製品にひび割れや表面の劣化などの被害は見られなかった。図12～14に試験施工の状況を、図15に寒冷地屋外暴露試験の状況を示した。



図12 試験施工 盛り土と敷設状況（平成18年8月）



図13 試験施工 覆土状況（平成18年8月）



図14 施工後3ヶ月の状況（平成18年11月）



図15 寒冷地冬期屋外暴露状況 (平成19年3月)

#### 4 結言

未利用木材を活用する方策として、保水性ボードへの利用を提案した。さらに、保水性ボードをポーラスコンクリートブロックに組み込んだ製品を開発し、緑化環境資材としての効果を確認した。

今後は、試作した製品の商品化をめざして、実際の現場への試験的導入を実現したいと考えている。

また、製品ごとに保水性ボードの形状あるいはブロック内への配置方法等を十分に検討すれば、植生機能を

重視した多くのポーラスコンクリート商品への利用が可能であろう。

(「緑化用ブロック及びその製造方法」特許出願済)

本研究を実施するにあたって、共和コンクリート工業株式会社ならびに株式会社きら和ぎ両社の多大なご協力を得た。ご厚意に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 有賀康弘, 他: 岩手県工業技術センター研究報告, 13, p133-136 (2006)
- 2) 浪崎安治, 有賀康弘: 岩手県工業技術センター研究報告, 11, p137-140 (2004)
- 3) 浪崎安治, 八重樫貴宗: 岩手県工業技術センター研究報告, 12, p133-136 (2005)
- 4) 日本規格協会発行: 日本工業規格パーティクルボード JIS A5908 (2003)
- 5) セメントジャーナル社: ポーラスコンクリートの製造とこれからがわかる本 (2001)
- 6) 社団法人先端建設技術センター編: ポーラスコンクリート河川護岸工法の手引き (2002)

# 微小化した未利用木材資源の吸水性評価と資材の開発\*

白藤 裕久\*\*、浪崎 安治\*\*、遠藤 保仁\*\*\*

木材チップなどを二次破砕することによる吸水性の変化を評価した。破砕方法は国内において導入が容易な2方式を用いた。試験の結果、吸水性は2~3倍程度に向上し従来木材チップなどの木質材料が使用されていた製品の差別化に有効であると分かった。

キーワード：木材チップ、吸水、破砕

## Evaluation of the water absorbability and Development of materials made from unused lumber

SHIRAFUJI Yasuhisa, NAMIZAKI Yasuji and ENDO Yasuhito

We evaluated the change of the water absorbability that by crushing the wood chip etc. twice. As for the crushing method, we used two easy methods which are introduced in the interior. As a result of the examination, water absorbability improved to about 2 or 3 times. And we found it is effective in the differentiation of the existing various kinds materials made of wood chip.

Key words : wood chip, moisture characteristic, crushing

### 1 緒 言

木材チップ、チップダスト、スギバークなどの木質材料の一部は現在、畜産敷料、きのこ用菌床、土木資材などとして製品化され利用されている。しかし、単純に破砕した形状で利用されるため付加価値が低く、収益性の向上や市場の拡大を図ることができていない。

このような状況の中で、岩手県工業技術センターに寄せられた木材関連の技術相談の中に、木質材料の水分吸収・放出性能に着目し、吸水率を増大させたいという要望があった。これにより、主に畜産敷料としての木質材料を差別化し、さらには木質材料の用途開発をすることが目的だった。相談元企業では吸水率向上の方法として従来の破砕に加えて、二次破砕機による木質材料の微小化を考えていた。

文献調査等からは、木質材料の二次破砕による吸水率変化を材料の種類ごと、二次破砕方法ごとに直接評価検討している事例は認められず、堆肥化速度との関係で間接的に述べられているものがあるのみだった<sup>1)</sup>。そこで、この二次破砕物についての水分吸収・放出性能を簡易的に評価し、木質材料の差別化の可能性について検討した。

さらに、1本の原木から得られる二次破砕物の量と吸水率が二次破砕前後でどのように変化するかを、かさ密

度と吸水率の変化から歩留まりとして検討した。

そのうえで、畜産農家に二次破砕物を持ち込み、畜産敷料としての実際の使用感などを検討したので、それらの結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 木質材料の微小化（二次破砕）

針葉樹としてアカマツ、広葉樹としてナラ、バークとしてスギバークを二次破砕の対象に選択した。形状はアカマツが製紙用チップ（粒度 40mm）、ナラが菌床用おが粉（粒度 5mm）で、それぞれそのまま敷料としても利用される形状である。スギバークは、ほぼ剥皮したままの状態でおよそ長さ 150mm幅 20mmのものである。

また、二次破砕方法は二次破砕機として市販されているものの中から特徴的な破砕機構を持つものを2種類選定した。1つは2つのローラーで挟み圧砕する方式（ローラー式）で、もう1つはスクリューで圧送しながら出口に取り付けた刃物で微小化するエクストルーダー式である。

#### 2-2 吸水率測定

吸水率の測定方法はJIS Z 2101に規定されるような木材を対象としたものがあるが、一定の大きさの試験片を

\* 企業ニーズ型共同研究事業

\*\* 環境技術部

\*\*\* 葛巻林業株式会社



対象としたものであり、チップ化された状態や、パークを対象とした吸水率測定方法はない<sup>2)</sup>。また、土壌を対象としたものなどもあるが、これも今回の試料に適用するには適当でないと思われた。そこで今回は実際に使用される、二次破碎された状態での吸水率測定を試みた。乾燥後の一定重量(W1)の二次破碎試料をネットに入れ、水中に24時間浸した後の重量(W2)を測定した。それらから、重量あたりの吸水率(r1)を求めた。

$$r1 (\%) = ((W2 - W1) / W1) \times 100 \quad \dots (1)$$

また、JIS Z 7302-9 を準用して、かさ密度(d1)を測定し、重量あたりの吸水率から体積あたりの吸水率(r2)を算出した。

$$r2 (\%) = r1 \times d1 \quad \dots (2)$$

二次破碎前の試料についても同様の測定を行い、重量あたり吸水率(R1)と体積あたりの吸水率(R2)をそれぞれ(1)式、(2)式と同様に求めた。

なお、吸水率測定前とかさ密度測定前には試料を十分に乾燥した。

### 2-3 残留水分の経時変化

吸水率測定後の試験体を放置し、一定時間ごとの重量変化を測定し、残留水分の経時変化を測定した。

### 2-4 歩留まりの検討

まず、二次破碎前の一定体積(V1)の試料から得られる二次破碎物の体積(V2)を実機処理にて測定した。2-2で使用した乾燥状態試料とは違い、実際の現場で二次破碎を行う場合には、木質材料を水槽に一昼夜浸漬する。よって含水率は高く、ばらつきが大きい状態となる。そのため実機での二次破碎による体積変化を確認しておくことが、製品として販売する上で重要となる。破碎方式は、吸水率測定で良好な結果が得られたエクストルーダー式とし、破碎対象は2-1と同じ3種類(アカマツ、ナラ、スギパーク)とした。

また、畜産敷料のように水分を吸収するという点のみに機能を絞り込むのであれば、二次破碎による体積変化とともに単位体積あたりの吸水率変化も重要である。例えば、二次破碎前後で体積が増加し、単位体積あたり吸水率が同じ場合、敷料としての性能が向上しているし、二次破碎前後で体積が同じでも、単位体積あたり吸水率が向上していれば敷料としての性能が向上していると言える。

そこで、これらを勘案して歩留まりと表現し、それが二次破碎前の何%変化するかを次の式により考察した。

歩留まり変化(%)

$$= (V2 / V1) \times (r2 / R2) \times 100 \quad \dots (3)$$

## 3 結果と考察

### 3-1 木質材料の微小化(二次破碎)

二次破碎前後での形状変化を図1に示す。アカマツ、ナラともにローラー式では押しつぶされ粗い繊維状に解された状態となっているのに対し、エクストルーダー式

ではより細かく繊維状に解された状態となっている。スギパークについてはローラー式では多くは繊維状に解された状態となっているものの、原形を留めているものもみられた。それに対しエクストルーダー式では、アカマツやナラと同様に細かく繊維状に解されているうえ、繊維が引きちぎられた状態になっている。



図1 二次破碎方式、樹種ごと外観

### 3-2 吸水率測定

吸水率測定結果を図2に示す。アカマツ、ナラ、スギパークともに、2方式いずれの二次破碎方法でも重量あたりの吸水率の向上は認められた。ナラをエクストルーダー式二次破碎したものが吸水率向上効果が最も高く、二次破碎前で170%だったものが破碎後には610%と約3.5倍になった。全体的にエクストルーダー式の方がローラー式より吸水率の向上効果は高かった。

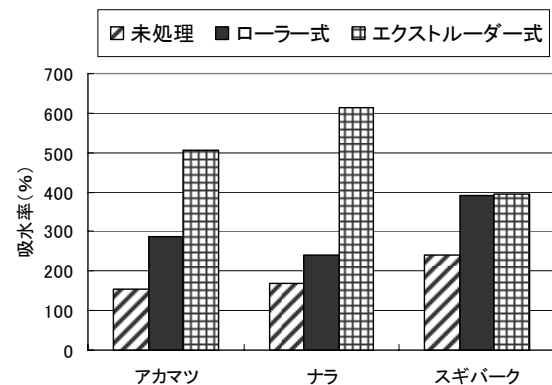


図2 樹種・処理方法ごと吸水率(重量あたり)

また、重量当り吸水率とかさ密度をもとに体積あたりの吸水率を求めた結果を図3に示す。体積あたり吸水率では、アカマツ、ナラにおいて大きな変化が見られない。しかし、スギパークでは二次破碎前で12%だった吸水率が破碎後には42%と約3.5倍に向上した。

アカマツ、ナラでは吸水率向上の原因が主に木繊維が細かく解繊し、間隙水を含みやすくなったことが影響し

ていると考えられるが、スギバークに関しては、別の理由が考えられる。

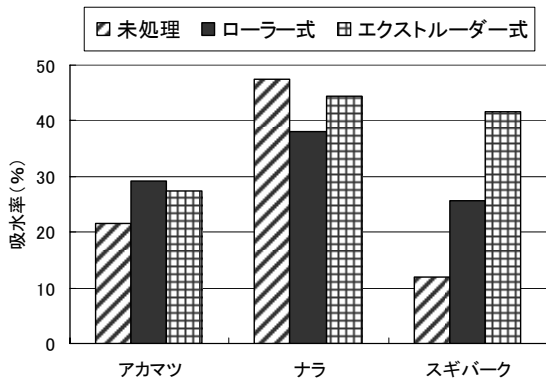


図3 樹種・処理方法ごと吸水率(体積あたり)

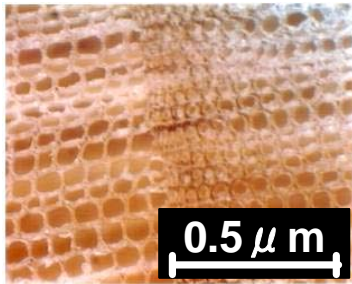


図4 アカマツ二次破碎前

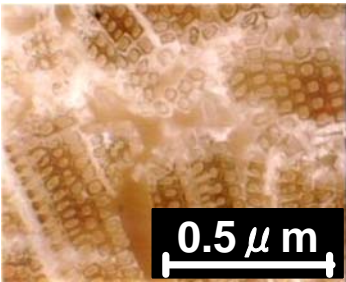


図5 アカマツ二次破碎後

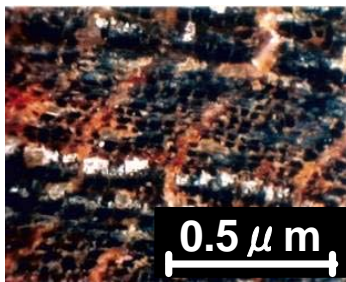


図6 スギバーク二次破碎前

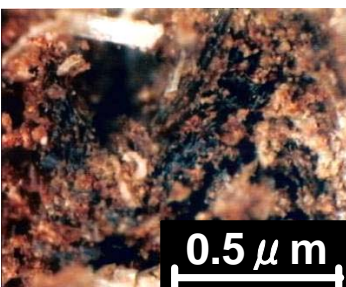


図7 スギバーク二次破碎後

そこで、二次破碎前後のアカマツとスギバークの状態について、マイクロスコップで拡大して観察した<sup>3)</sup>(図4~図7)。

二次破碎後のアカマツは半径方向では解繊され、接線方向では引き千切られている。しかし、細胞そのものは確認できる(図5)。それに対し、二次破碎後のスギバークでは細胞状の構造が破壊されている(図7)。このような変化が体積あたりの吸水率の増大に寄与した可能性があると考えられる。

### 3-3 残留水分の経時変化

図8に結果を示す。処理前、処理後に関わらず放置開始後72時間後にはほとんどが100%以下となるが、ナラ及びスギバークをエクストルーダー式二次破碎したものが残留水分は100%以上という結果を得た。

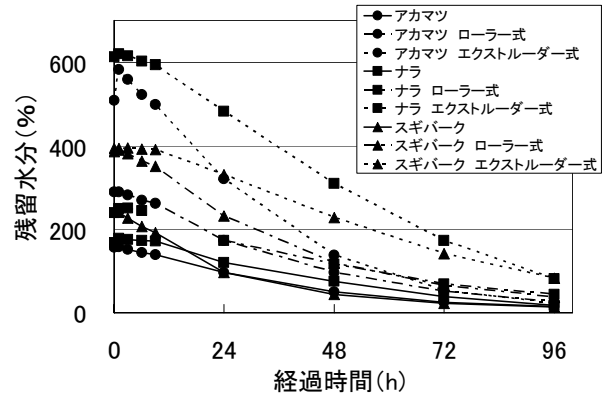


図8 残留水分の経時変化

### 3-4 歩留まりの検討

アカマツ、ナラ、スギバークのエクストルーダー式での二次破碎前後の体積変化と(3)式より求めた歩留まり変化を表1に示す。アカマツ、ナラでは体積は増加したが、スギバークでは減少した。しかし、歩留まり変化はいずれの樹種も増加している。これは、スギバークでは体積の減少分を単位体積あたりの吸水率増加でカバーしているからである。よって、エクストルーダー式での二次破碎で敷料としての歩留まりは、最低でも二次破碎前の160%に向上した。

表1 体積変化および歩留まり変化

	体積(l)		歩留まり変化(%)
	二次破碎前	二次破碎後	
アカマツ	75	115	190
ナラ	75	127	160
スギバーク	75	64	290

### 3-5 敷料としての適用

エクストルーダー式で二次破碎をした微小化物を畜産農家に持ち込み意見を聴取した。それによれば、吸水率が向上することで作業性はよくなるが、二次破碎に伴って微粒分が増えており、それが家畜にとってはストレス源となるのでそのままでの使用は難しいとのことだった。今後はその点の改善が必要となる。

#### 4 結言

木質材料の吸水率は二次破砕処理によって、最大で破砕前の約3.5倍になる。また、ローラー式二次破砕よりもエクストルーダー式二次破砕のほうが吸水率向上効果は大きい。さらに、エクストルーダー式二次破砕処理によって歩留まりも向上する。畜産敷料を想定した場合、最低でも処理前の160%の歩留まりが得られる。

よって、木質材料を二次破砕した場合、吸水率が高いという点で、畜産敷料として従来品と差別化を図ることができる。しかし、二次破砕の段階で微粒分が発生してしまうので、実用的にはこれを除去する必要がある。

本研究を実施するにあたって葛巻林業株式会社の多大なご協力を得た。末文ながらご厚意に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 澤辺功:スギバークの利用に関する研究 共同研究成果報告書(2000)
- 2) 日本木材学会編:木質科学実験マニュアル,文永堂出版(2000)
- 3) 島地謙,須藤彰司,原田浩著:木材の組織,森北出版(1976)

# 工業塗装における水性塗料の塗装前処理と塗膜性能に関する研究\*

穴沢 靖\*\*、佐藤隆洋\*\*\*

鋼板やアルミニウムダイキャスト塗装製品からの「脱クロム」、「脱 VOC」を図ることを目的として、ノンクロメート化成処理、水性塗料について各種塗膜性能から検討を行った。その結果、塗料の種類によって異なった性能を示すものの、溶剤型塗料で得られる付着性能や防食性能は得られず、溶剤型塗料の代替塗料としての利用については課題が多いことが確認できた。

キーワード：水性塗料、ノンクロメート化成処理、SAICAS 法

## Coating Preprocessing and Coating Film Properties of Waterborne Paint in the Industrial Coating

ANAZAWA Yasushi, SATOH Takahiro

For the purpose of attempting Chromium-free and lowering VOC from the iron sheet and the aluminum die-casting coating products, the examinations were done about non-chromatic treatment and the waterborne paint from coating film properties. As a result, neither the adhesive property nor the anti-corrosion property obtained with the solvent type coatings were obtained, and it was able to be confirmed that there were a lot of problems about use as the substitution coatings of the solvent type coatings though a different property depending on the kind of coatings was shown.

key words : waterborne paint, non-chromatic treatment, SAICAS method

### 1 緒 言

地球温暖化などの環境問題意識の高まりから、世界的に環境負荷低減の意識が高まっている。国内においても、2006年4月より大気汚染防止法の改正が行われ、揮発性有機化合物排出規制（VOC 規制）が始まっている。これにより事業者が排出する VOC の総量は2010年までに2000年対比で30%削減することが求められており、塗料から排出される VOC の低減化及び削減化対策は急務となっている。現在、一般工業用塗装市場において、VOC を削減するための環境対応型塗料として、「水溶性塗料」、「粉体塗料」、「ハイソリッド塗料」があり、

多様化の観点から水性塗料が注目されている。一方、世界的には欧州の六価クロム等重金属の使用規制（RoHS 規制等）が2006年7月に始まったことから、塗装前処理分野においても、その代替品の開発がここ4、5年精力的に行われている。

本研究は、工業塗装製品として多く利用される鋼板（SPCC）やアルミニウムダイキャスト（ADC12）塗装製品から「脱クロム」、「脱 VOC」を図ることを目的に、ノンクロメート化成処理や水溶性塗料の塗膜物性等について検討を行ったので、以下に報告する。

---

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業  
\*\* 環境技術部  
\*\*\* 美和ロック（株）盛岡工場

表1 塗料の種類

記号	下塗り塗料	乾燥温度	上塗り塗料	乾燥温度
MG-AW	熱硬化型エポキシプライマー (灰色)	120℃×20分	水性アクリルウレタン樹脂	120℃×20分
MG-AW	熱硬化型エポキシプライマー (黒色)	120℃×20分	水性アクリルウレタン樹脂	120℃×20分
I-115	水溶性エポキシプライマー	135℃×20分	水性アクリル樹脂	135℃×20分
SO-150	水性エポキシプライマー	80℃×30分	水性2液型ウレタン樹脂	80℃×30分

2 実験方法

2-1 供試材料

塗装素材として、1×70×150mmの鋼板 (SPCC) 及び5×70×75mmのアルミニウムダイキャスト (ADC12) を用いた。塗装前処理として、アルミニウムダイキャストにはノンクロメート化成処理剤 (マグボンド・M53) を用い、鋼板にはリン酸亜鉛化成皮膜処理剤 (パルボンド N144) を用いた。また、供試塗料として、現在市販されている3種類の水溶性塗料を用いた。表1にそれぞれ塗料名及び乾燥条件を示す。(以下、塗料については、記号で記す。)

2-2 試験片の作成

それぞれの塗装素材上部にハンガー用の直径5mmの穴をあけ塗装前処理を行った。塗装前処理の条件としては、脱脂処理が60℃、5分、化成処理が50℃、1分でどちらも浸漬処理で行った。なお、アルミニウムダイキャスト材は、直径0.3~0.6mmのステンレスショットブラストで処理したものを供した。塗装前処理した試験片に、それぞれ専用プライマーを塗布し、焼き付け乾燥を行い、上塗り塗料を1回塗布した後、焼き付け乾燥を行う2コート2ベーク (2C1B) により試験片を作成した。使用した塗装機は、手吹き用エアスプレーガンである。なお、MG-AW、MB-AWの下塗り塗料は色調が異なるが同じ塗料であり、水溶性の下塗り塗料がまだ開発されていないため、塗料メーカー推奨の溶剤型塗料を用いた。

2-3 塗膜物性試験

2-3-1 鉛筆硬度試験

JIS-K-5400(1990)8.4 鉛筆引っかき値 (手かき法) に準じて行い、それぞれ塗膜の硬さを評価した。

2-3-2 衝撃試験

JIS-K-5400(1990)8.3.2 デュポン式に準じて行い、塗膜面の割れ、剥がれ等の損傷について評価した。なお、撃ち型は半径6.35±0.03mm、おもりは質量500±1gを使用した。

2-3-3 付着性試験 (ゴバン目テープ法)

JIS-K-5600(1999) 5-6 付着性 (クロスカット法) に準じて行い、塗膜の付着性を評価した。なお、クロスカットは、

すき間間隔1mmカッターガイドを用いて行った。

2-3-4 表面界面解析装置 (SAICAS 法) による付着強度の測定

試験機は、サイカス AN 型 (大日本プラスチック (株) 製) を用いた。測定条件として、塗膜の切削速度は240/μm/min、荷重は0.35kgにより行った。なお、試験室の温度は25℃である。

2-3-5 キャス (CASS) 試験

脱脂処理及び化成処理を行い、塗装した後、膜厚測定及び試験片中央部にクロスカットをカッターで入れ、JIS-H-8502(1988) めっきの耐食性試験方法 7. キャス試験方法に準じて耐食性の比較を行った。

3 結果および考察

3-1 鉛筆硬度試験結果

4種類塗料の塗膜硬さを評価した結果を表2に示す。評価は、目視により塗膜のすり傷が残らない鉛筆の濃度記号を用いた。どちらの素材においても、MG-AW、MB-AWではB、I-115はH、SO-150はFとなった。一般的に金属塗装における溶剤型塗料では実用硬さとして、H~2Hの硬さが求められているのに対し、かなり軟らかい塗膜となっている。

表2 鉛筆硬度試験結果

塗料 素材	MG-AW	MB-AW	I-115	SO-150
ADC12	B	B	H	F
SPCC	B	B	H	F

3-2 衝撃試験結果

おもり高さ50cmからの衝撃による変形で塗膜表面に割れ・はがれができないかを評価した結果を表3に示す。また、試験後の衝撃痕の拡大写真を図1に示す。評価は、○、×評価である。(○:割れ剥がれができない、×:割れ・剥がれが発生) いずれの塗料でも衝撃に対し割れや剥がれは見られないが、衝撃痕周辺に撃ち型によるしわが発生し、既存の溶剤

型塗料では見られないような柔軟性のある塗膜となっている。この JIS 規格試験は衝撃に対する塗膜の付着性や硬さなどの塗膜物性を総合的に評価する試験であり、これまでの溶剤型塗料のように、ある一定以上の硬さを備えた塗膜に適合する試験である。今回の水溶性塗料のように柔軟性のある塗膜を評価するためには、割れ、剥がれの他に新たにしわの発生程度の項目について加える検討が今後必要と思われる。

表 3 衝撃試験結果（おもり高さ 50cm）

塗料 素材	MG-AW	MB-AW	I-115	SO-150
ADC12	○	○	○	○
SPCC	○	○	○	○

### 3-3 付着性試験（クロスカット法）結果

JIS-K5600(1999)8.3 試験結果の分類表により、クロスカット部分の表面の状態を評価した結果を表 4 に示す。なお、表中に示す数字は分類番号である。また、試験後のクロスカット部の表面の拡大写真を図 2 に示す。（分類 1：カットの交差点における塗膜の小さな剥がれがある状態、分類 2：カットの縁に沿って剥れる状態、分類 3：カットの縁に沿って部分的または全面的に剥がれる状態）いずれの塗料においても剥がれの程度には差があるものの全て剥がれを生じ、また、どちらの素材においても同じような剥がれ方を示し、付着力は溶剤型塗料に比べ非常に弱い結果となった。剥がれ部の拡大写真を図 3 に示す。いずれの剥がれも、下塗り塗料は残存しており、上塗り塗料と下塗り塗料との層間剥離となっていることがわかる。上塗り塗料の下塗り塗料に対する付着性の改善が課題であると思われる。

表 4 付着性試験（クロスカット法）結果

塗料 素材	MG-AW	MB-AW	I-115	SO-150
ADC12	2	2	3	2
SPCC	2	2	3	1

### 3-4 SAICAS法<sup>1-4)</sup>による測定結果

サイカス付着強度の測定結果を図 4、5 に示す。ADC12 のノンクロメート化成処理においては、MG-AW は 1.32kN/m、MB-AW は 1.16kN/m、I-115 は 0.97kN/m、SO-150 は 1.48kN/m の付着強度となった。また、SPCC のリン酸亜鉛化成皮膜処理においては、MG-AW は 1.05kN/m、MB-AW は 0.93kN/m、I-115 は 1.10kN/m、

SO-150 は 1.26kN/m の付着強度となり、ADC12 のノンクロメート処理が SPCC のリン酸亜鉛化成皮膜処理よりも高い値を示す傾向となった。どちらの処理においても、SO-150 が最も高い付着強度を示し、MB-AW よりも MG-AW が高い付着強度となった。これまで、ADC12 のノンクロメート化成皮膜処理やクロメート化成皮膜処理の溶剤型塗料において 1.5~1.8kN/m の付着強度が得られていることから、同じ前処理を行っても明らかに水溶性塗料は溶剤型塗料よりも付着性能が低い結果となった。

### 3-5 CASS 試験結果

4 種類の水溶性塗料の防錆性能を評価するため、48H の CASS 試験を行った。表 5 に塗料ごとのクロスカット部周辺のブリスター発生状況について評価した結果を示す。評価は、試験後のクロスカット部をテープ剥離した際の剥離部の片側最大剥がれ幅 (mm) である。図 6 に塗料ごとのクロスカット部、及び試験後にテープ剥離を行った拡大写真を示す。

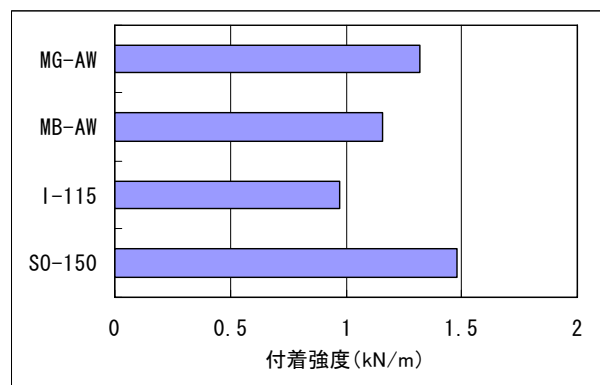


図 4 ADC12（ノンクロメート化成皮膜処理）における付着強度の測定結果

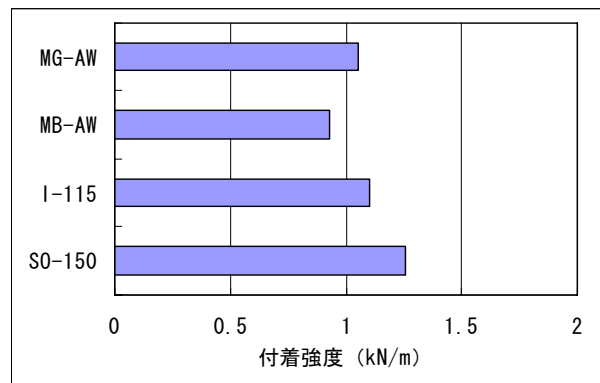


図 5 SPCC（リン酸亜鉛化成皮膜処理）における付着強度の測定結果

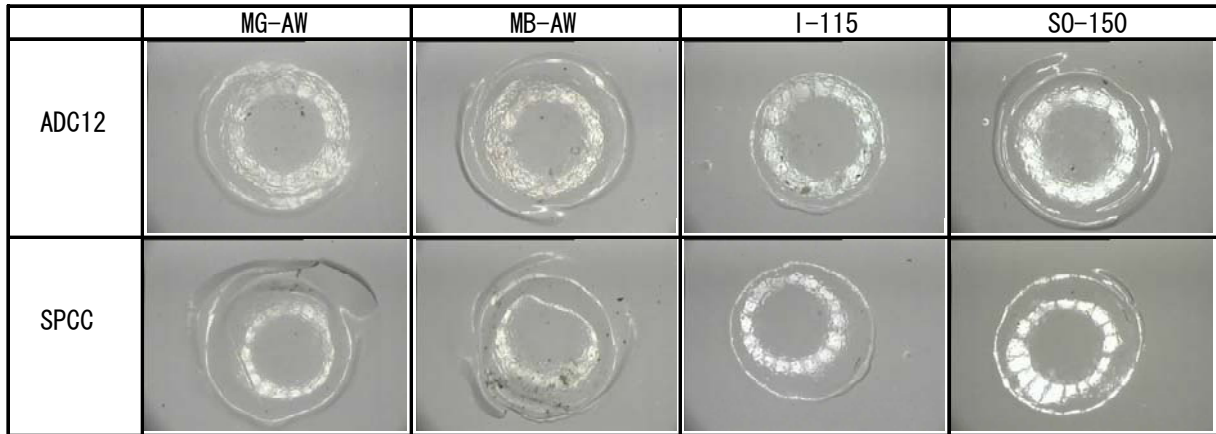


図1 衝撃試験における衝撃痕の観察結果 (×50)

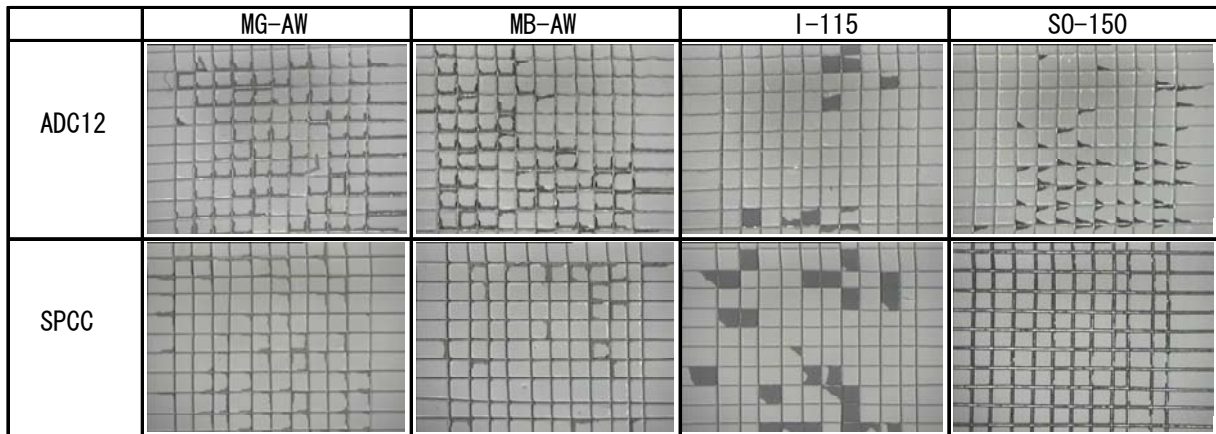


図2 付着力試験におけるクロスカット痕の観察結果 (×50)

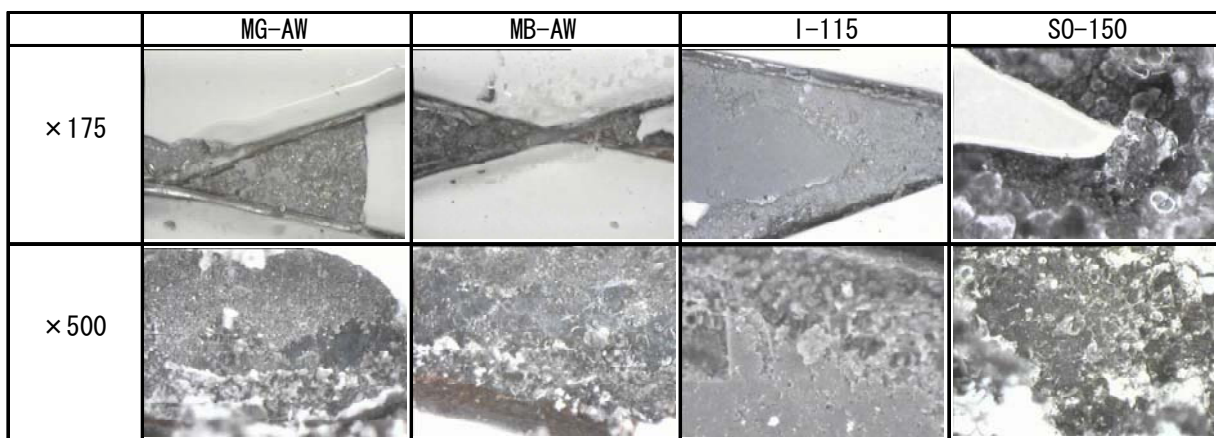


図3 付着力試験における剥がれ部の観察結果

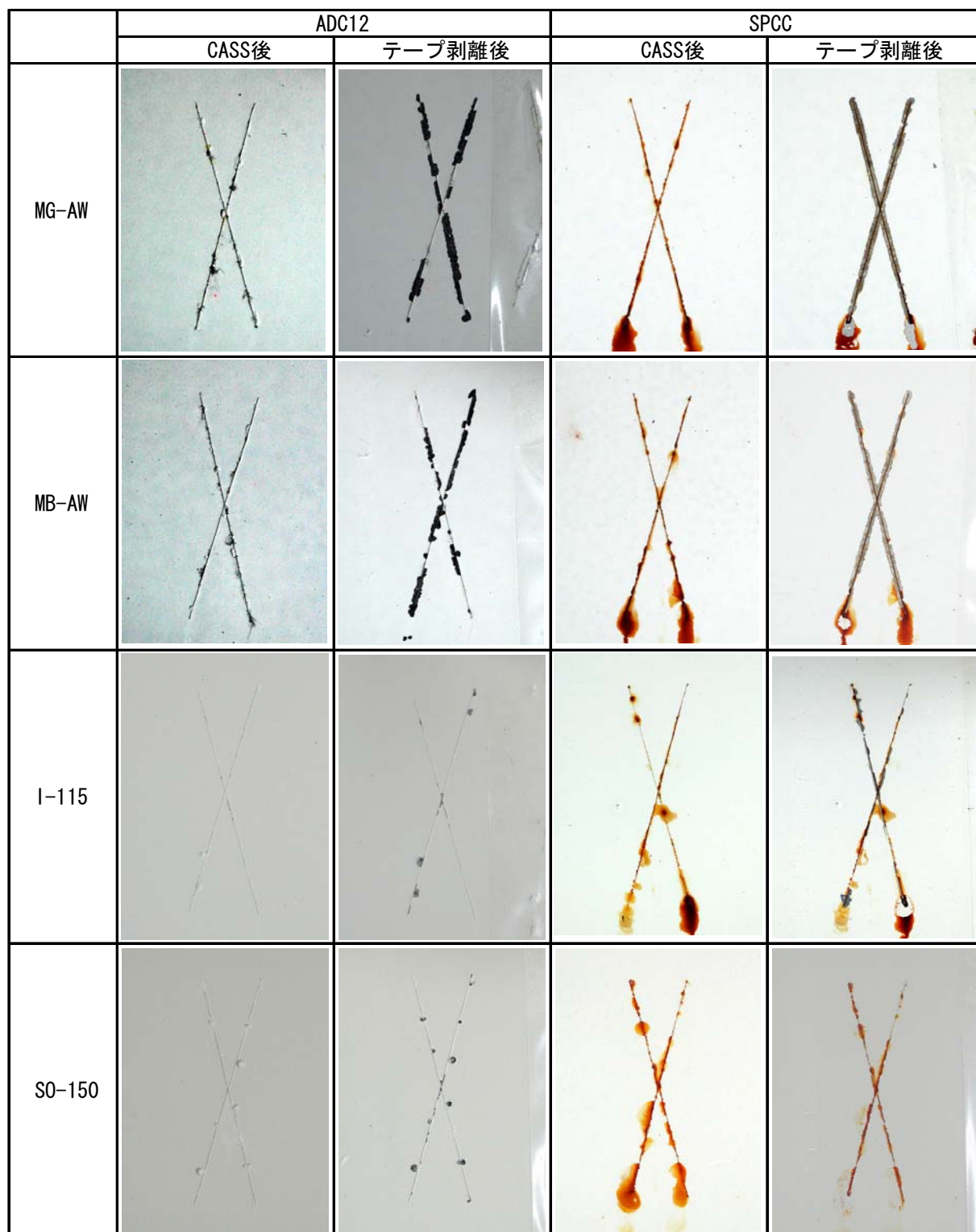


図6 CASS試験（48時間）におけるクロスカット部拡大写真

ADC12 の素材における剥がれ幅は、MG-AW、MB-AW で 2mm、I-115、SO-150 で 1mm となった。しかし、MG-AW、MB-AW ではクロスカット線に沿い帯状に剥がれたのに対し、I-115、SO-150 では点状の剥がれとなり、剥がれ面積は少なかった。

また、その剥がれ場所は、付着性試験と同様にすべての塗料で下塗り塗料と上塗り塗料の層間剥離であり、ノンクロメート化成皮膜と全ての下塗り塗料の付着性は良く、防食性能の評価よりも上塗り塗料の耐水性能の評価となった。



SPCCの素材における剥がれ幅は、MG-AW、MB-AWで2mm、I-115で1mm、S0-150で0.5mmとなった。しかし、MG-AW、MB-AWではクロスカット線に沿い帯状に素材面から剥がれ、リン酸亜鉛化成被膜への下塗り塗料の付着性は劣る結果となった。I-115、S0-150でもクロスカット線に沿った剥がれであるが、下塗りと上塗り塗料の層間剥離であり、剥がれ面積は少なく、特にS0-150ではわずかな剥がれとなり、下塗り塗料とリン酸亜鉛被膜の付着性は良好であった。

表5 CASS試験における片側最大剥がれ幅 (mm)

塗料 素材	MG-AW	MB-AW	I-115	S0-150
ADC12	2	2	1	1
SPCC	2	2	1	0.5

#### 4 まとめ

鋼板 (SPCC) 及びアルミニウムダイキャスト (ADC12) に対する水溶性塗料の塗膜性能について検討を行った結果、以下の知見を得た。

- (1) 鉛筆硬度試験の結果、塗膜硬さはB~Hを示し、軟らかい塗膜である。
- (2) 衝撃試験の結果、割れ剥がれは発生しないが、衝撃による塗膜のしわが発生し、柔軟性のある塗膜である。
- (3) 付着性試験 (クロスカット法) の結果、塗膜の剥がれが発生し、剥がれ程度には差があるものの、いずれも下塗り塗料と上塗り塗料の層間剥離である。

(4) サイカス付着強度の測定の結果、0.93~1.48kN/mの付着強度となり、前報で報告した溶剤型塗料の付着強度 (1.5~1.8kN/m) よりも低い値となったが、どちらの素材においてもS0-150が最も高い値を示した。

(5) CASS試験 (テープ剥離) の結果、下塗り塗膜と上塗り塗膜の間で膨れが発生し、上塗り塗料の耐水性や下塗り塗料に対する付着性が劣る傾向であった。また、溶剤型下塗り塗料は、リン酸亜鉛被膜処理よりもノンクロメート化成皮膜処理で安定した防食性能を示した。

以上のことから、現在使用されている溶剤型塗料の代替塗料として、水溶性塗料を利用するには課題が多いことが判明した。特に、上塗り塗料に実用性のある硬さや下塗り塗料に対する付着性の改善、耐水性の付与等が望まれる。

また、今後、VOCの低減化を図るための検討内容としては、下塗り塗料として水溶性塗料である電着塗料や微粒子粉体塗料の利用について検討する予定である。

#### 5 参考文献

- 1) 半田隆夫、斉藤博之、高沢壽佳：「第42回腐食防食討論会講演集」, p403, 腐食防食協会 (1995)
- 2) 半田隆夫、野路文男、高沢壽佳：塗装工学, Vol. 31, No3, p105 (1996)
- 3) 西山逸雄、島本幸三：塗装工学, Vol. 24, No3, p 101 (1989)
- 4) 西山逸雄：塗装技術, No4, p 112 (1995)

# 溶融スラグの市場化準備（製品ニーズ調査）\*

菅原 龍江\*\*

溶融スラグの市場化を図るため、製品ニーズ調査を行った結果、新規用途として根固めブロックへの応用の可能性が高いことが分かった。そこで、基礎試験を実施したところ、十分な強度を得ることができ、根固めブロックへの応用が有望であることが分かった。

キーワード：溶融スラグ、市場化、根固めブロック

## Preparation of Making to Market of Molten Slag (Product Needs Investigation)

SUGAWARA Ryukou

As a result of having performed product needs investigation to plan a market of molten slag, a thing very likely to be application to a root hardening block shared it as a new use. Therefore I could get enough strength when it carried out basics examination, and it shared it that application to a root hardening block was promising.

key words : molten slag, a market, a root hardening block

### 1 緒 言

岩手県内では、廃棄物処理施設として溶融炉の導入が進み、発生する溶融スラグが増加してきている。そのため、これらの新規用途の開発・製品化等、その有効活用が求められている。

岩手県工業技術センターでは、産業廃棄物再資源化技術開発事業（H15～H16、H17～H18）を進めており、岩手・青森県境不法投棄物の試験溶融スラグを建設材料へ利用する実証試験を行い、溶融スラグの特性や問題点を明らかにしてきている<sup>1,2)</sup>。また、溶融スラグを多角的に有効活用するため、試験研究機能強化推進事業（H17）として、他県先進地における活用事例等について広く調査を行った<sup>3)</sup>。

今回、これらの知見を基に、具体的にどのような製品であれば市場化できるかニーズ調査を行い、出口となるターゲットの詳細を固めるための試験等を行ったので、その結果について報告する。

### 2 調査研究方法

外部有識者3名（東京都内A氏、仙台市内B氏、岩手県内C氏）と個別に、これまでの研究成果を示した上で、具体的な溶融スラグ新規用途のターゲットを検討し、そのためのスラグ活用手法、業界に提案可能なターゲットを選定した。

選定したターゲットに溶融スラグを活用するにあたっては、利用しやすい使い方にするために、どのような利用方法にすべきかについて検討した。

また、検討したスラグ利用方法により必要な強度が得られるか調べるため、各種の供試体を作成し強度試験に供した。そして、選定したターゲットへ応用可能かどうか検討を加えた。

### 3 新規用途のターゲット選定

外部有識者の意見を踏まえ、溶融スラグ新規用途のターゲットとして魚礁の錘、及び根固めブロックについて検討を行った。

#### 3-1 魚礁の錘

既存のコンクリート製の箱型マスに溶融スラグを詰めてフタをし、魚礁の錘として使おうとするもの。

持ち運びが容易な軽量（50kg以内）のものを試験的に試作できるか検討したが、コンクリート製品は概して重く、それに溶融スラグを入れるとすぐ100kg以上になってしまうことから、既製品のコンクリート製マスでは軽量の製品は作れないことが分かった。

また、試作製造した場合の錘の強度測定等の試験も困難であり、データを示して業界に提案できるターゲットとはなりにくい、と思われた。

#### 3-2 根固めブロック

消波用あるいは河川で使う根固めブロックにコンクリート骨材の代替として溶融スラグを使おうとするもの。

根固めブロックは、重量があることが大切なので、強度はあまり問題にならない。しかし、大型製品のため、密度の異なる骨材（特に砂状の天然細骨材と水砕スラグ）を同一場所に固定することは難しく、重い骨材や溶融スラグは凝固前に

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 環境技術部

下方へ移動し、製品を均一化できなくなる可能性が高い。

したがって、熔融スラグをある程度の大きさの固まりにすれば移動しにくくなり、製品均一化に寄与することになることから、その方法を確立できれば、新規用途として有望である。また、供試体を作成すれば強度試験データも得やすいことから、ターゲットとして選定することとした。

#### 4 根固めブロック基礎試験

##### 4-1 熔融スラグ利用方法の検討

ターゲットとして選定した根固めブロックに熔融スラグを利用するため、スラグをある程度の大きさの固まりにする効果的な方法について検討することとし、以下の各種サンプルを作成した。

①紙、②ポリ塩化ビニリデンフィルム、③不織布、④綿布を用いて、熔融スラグ50g及び100gを各々包んだサンプル。  
⑤セメント12.5%、水12.5%、スラグ75%を練り混ぜて作ったスラグモルタルブロック。

これらのサンプルを、外部有識者（C氏）に提示して意見を聴取。その結果、スラグモルタルのブロック化の方法が良い、ということで、スラグ比率を変えたスラグモルタルブロックを作成し、供試体を作って圧縮強度試験に供した。



図1 スラグモルタルブロック

#### 4-2 スラグモルタルブロック試験

##### 4-2-1 スラグモルタルブロックの作成

家庭用製氷皿を用いて熔融スラグ75%配合または熔融スラグ60%配合のモルタルブロックを表1の配合により作成した。2日後に脱型し、ヤスリで角取りをしたものを、供試体に入れるブロックとした（図1）。表1に示す平均質量は角取り後の質量である。

使用した熔融スラグは2種類で、1つは回転式表面熔融炉の水砕スラグで、熔融温度は1300～1400℃程度、もう1つはシャフト式ガス化熔融炉の水砕スラグで、熔融温度は1700～1800℃程度である。いずれも形状は砂状で、性状は非晶質である。

表1 スラグモルタルブロックの配合量等

	配合量(この配合量で3回作成)				作成 個数	平均 質量
	水	セメント	スラグ	合計		
スラグ75% モルタル ブロック	90g	110g	600g	800g	63個	33.4 g
スラグ60% モルタル ブロック	120g	200g	480g	800g	63個	33.4 g

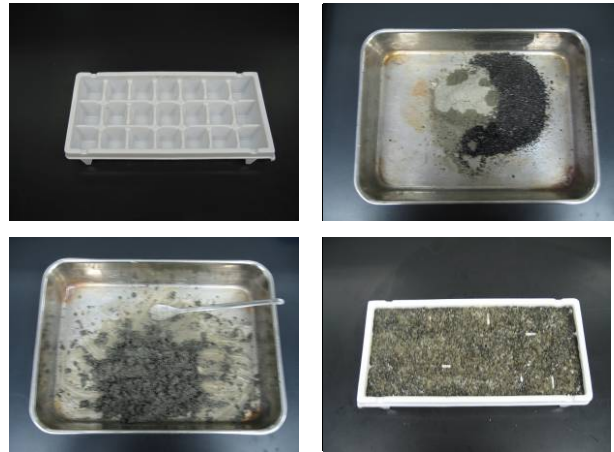


図2 スラグモルタルブロックの作成

##### 4-2-2 供試体作成及び強度試験方法

供試体は粗骨材は使わず、細骨材主体のモルタル状で作成した。その理由は、①使用した熔融スラグは砂状であるため、細骨材主体の方が対比しやすいこと、②供試体（直径100mm×高さ200mm）の中に、1辺が20mm前後のスラグモルタルブロックを10～25個入れた上に、さらに粗骨材を入れると、均等に混合できなくなる可能性が高いこと、のためである。

熔融スラグの置換率は、0%、10%、20%とし、置換方法として、スラグモルタルブロックの形で置換する場合と、ブロック化を行わず熔融スラグのまま（単体）で置換する場合とで、それぞれ供試体を作成した。

混和剤は、変性リグニンスルホン酸化合物を主成分とするAE減水剤（商品名ポゾリス78S）を使用した。

供試体の打設は、岩手県工業技術センターで実施し、標準養生（20±2℃の水中養生）とした。

圧縮強度試験は、共和コンクリート工業(株)水沢工場において材齢14日で実施した。試験機は、(株)森試験機製作所製の圧縮試験機(アムスラー型)を用いた(図3)。



図3 圧縮強度試験

配合量については、熔融スラグをモルタルへ適用した場合のモルタル計量表<sup>4)</sup>を参考にしながら、県内における配合状況を考慮して設定した。

圧縮強度試験は、最初に回転式表面熔融炉スラグを用いた供試体について実施したが、モルタルブロックそのものの圧縮強度は、スラグ75%含有のモルタルブロックに比べて、スラグ60%含有のブロックの方が約2倍の強度を示すと共に、スラグ置換による圧縮強度試験においてもスラグ60%含有のブロックの方が高い強度を得られたことから（10%スラグ置換時）、シャフト式ガス化熔融炉スラグを用いた試験では、スラグ60%含有のブロックのみとした。

#### 4-3 強度試験結果

両スラグのモルタルブロックの圧縮強度（表1の配合により供試体を作成して測定）を表2に示す。

また、両スラグのスラグ置換率0%、10%、20%の圧縮強度試験結果を図4に示す。

これらの試験の結果、スラグモルタルブロックによるスラグ置換及びブロック化しないスラグ（単体）によるスラグ置換とでは、後者の圧縮強度が高くなる傾向が見られたが、いずれの場合でも、27.9N/mm<sup>2</sup>以上の値であった。

また、回転式表面熔融炉スラグを用いた場合とシャフト式ガス化熔融炉スラグを用いた場合とでは、スラグモルタルブロックによるスラグ置換ではシャフト式ガス化熔融炉スラグの方が、またブロック化しないスラグ（単体）によるスラグ置換では回転式表面熔融炉スラグの方が、各々圧縮強度が高いことが分かった。

表2 スラグモルタルブロックの圧縮強度

スラグモルタルブロックの種類	圧縮強度
回転式表面熔融炉スラグ75%含有モルタルブロック	9.55 N/mm <sup>2</sup>
回転式表面熔融炉スラグ60%含有モルタルブロック	18.6 N/mm <sup>2</sup>
シャフト式ガス化熔融炉スラグ60%含有モルタルブロック	16.7 N/mm <sup>2</sup>

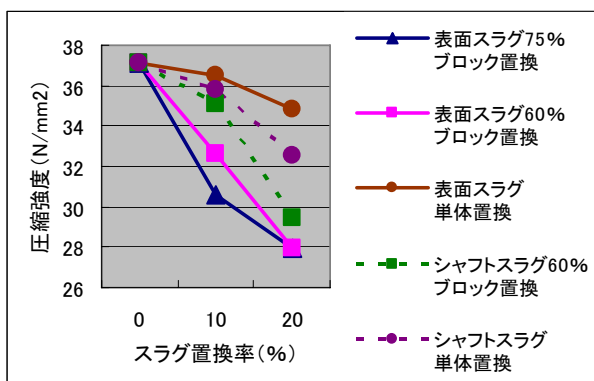


図4 スラグ置換による圧縮強度

なお、スラグモルタルブロックそのものの供試体の圧縮強度は、スラグ置換の供試体圧縮強度より大幅に低く、9.55N/mm<sup>2</sup>～18.6N/mm<sup>2</sup>の範囲の値であった。

#### 4-4 考察

##### 4-4-1 スラグモルタルブロックの密着性

スラグモルタルブロック入り供試体における強度試験時の破断状況を確認するため、圧縮強度試験実施後に供試体に横方向に圧力をかけて縦割りにし、その破断面を観察した。回転式表面熔融炉スラグ60%含有モルタルブロックによるスラグ20%置換の供試体の破断面を図5に示す。



図5 供試体の破断面

その結果、スラグモルタルブロックの破断面は供試体の破断面とほぼ連続しており、スラグモルタルブロックの界面で破断している箇所は少なかった。

当初はスラグモルタルブロック界面での破断が多く、圧縮強度も大幅に低下するのではないかと予想していたが、実際にはそうではなく、スラグモルタルブロックと供試体モルタルとの密着性は高いことが分かった。この密着性の高さにより、圧縮強度も高いレベルを維持できたのではないかとと思われる。

##### 4-4-2 根固めブロックへの応用の可能性

一般的な根固めブロックの設計基準強度（呼び強度）は、18N/mm<sup>2</sup>以上となっている<sup>5)</sup>。

今回実施した2種類のスラグによるモルタルブロック入りの供試体における圧縮強度試験では、27.9N/mm<sup>2</sup>～35.1N/mm<sup>2</sup>のデータが得られている。したがって、スラグモルタルブロックを根固めブロックに応用するには、少なくとも熔融スラグ20%置換相当の範囲までは、圧縮強度としては問題ないと考えられる。

ただし、今回は砂状の熔融スラグを固まりにするために、モルタルブロック化の作業を行い、これを骨材のように扱って供試体を作ったが、骨材をそのままの形で利用する場合に比べて工程が増えるほか、スラグモルタルブロックそのものの圧縮強度が、スラグ置換の圧縮強度より大幅に低いという問題点がある。

また、ブロック化しない熔融スラグ（単体）で置換した供試体の方が、スラグモルタルブロック入り供試体よりも圧縮強度が高く、熔融スラグ単体利用の方が強度的には有利であることも分かった。

溶融スラグを根固めブロックへ応用する際に課題となる製品の均一化を図るために溶融スラグのモルタルブロック化を試みたものであるが、問題点も明らかになってきたことから、本技術の実用化のためには、モルタルブロック化の方法等について、さらに検討を加えることが必要と思われる。

#### 4-4-3 根固めブロック応用のための現場的考察

通常、根固めブロックを製造する場合、当該ブロックの設置場所付近に型枠を作っておき、生コンプラントで製造された生コンクリートを専用の生コン車で現地に運び、型枠に流し込んでいる。

この生コンプラントでの製造時に砂状スラグを入れることは可能ではあるが、同じ生コンプラントにおいて、各方面の生コンクリートを供給しているので、特定の場所向けにスラグ入り生コンクリートを作ろうとすると、製造後にそのプラントに残ったスラグを洗い直す必要が生じ作業量が大幅に増大する。したがって、よほど大量のスラグ入り生コンクリートを連続して製造する場合でない限り、プラント側でスラグ入り生コンクリートを作るのは現実的ではない。

一方、設置場所では、砂状スラグは飛散の恐れがあるため保管できないが、ある程度の大きさのものなら保管は可能であり、生コンクリート投入後に別途型枠に入れることは可能である。特に定形的なもの（例えばインターロッキングブロック）であれば数量管理等も容易であり、発注者側でスラグ使用を仕様で盛り込んだ場合、スラグのブロック化は極めて有効な方法になりうる。

また、インターロッキングブロックのような形なら、既存の設備が活用でき、大量生産が可能で作り溜めも容易なことから、根固めブロックのように大量の骨材を短時間に調達する必要がある場合は、スラグの大量使用に有効であるとも考えられる。

## 5 結 言

溶融スラグの市場化を図るため、製品ニーズ調査を行った結果、新規用途として根固めブロックへの応用の可能性が高いことが分かった。そこで、根固めブロックへ

の応用を図るため、2種類の溶融スラグをモルタルで固めてブロック化し、そのスラグモルタルブロックを用いて供試体を作成し、圧縮強度試験を実施した。

その結果、一般的な根固めブロックの設計基準強度（呼び強度）を満たす圧縮強度が得られ、スラグモルタルブロックを根固めブロックに応用するには、少なくとも溶融スラグ20%置換相当の範囲までは、圧縮強度としては問題ないと考えられた。

今後の課題としては、モルタルブロック化の作業を行うことで工程が増えること、ブロック化しない溶融スラグ（単体）の利用の方が高い圧縮強度を得られることを踏まえて、モルタルブロック化の方法等について、例えばインターロッキングブロックのように定型化するなど、さらに検討を加えることが必要と思われる。

なお、本研究の実施にあたり、ニーズ調査にご協力頂いた外部有識者の方々、また圧縮強度試験を快くお引き受け頂いた共和コンクリート（株）岩手支店、同水沢工場の関係者の方々に感謝いたします。

## 文 献

- 1) 佐々木秀幸、平野高広、藤原智徳、藤原忠司、小山田哲也、安部隆司、中南真理子：岩手・青森県境不法投棄物の焼却及び溶融特性、廃棄物学会論文誌 Vol.16 No. 6, 492-500 (2005)
- 2) 菅原龍江、平野高広、佐々木秀幸、藤原忠司、小山田哲也：岩手・青森県境不法投棄物の分析と溶融処理、第16回廃棄物学会研究発表会講演論文集, 639-641 (2005)
- 3) 菅原龍江：溶融スラグの多角的有効活用について、地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告 VOL13, 152-155 (2006)
- 4) 鈴木大介、中田善久、永尾弘孝、田辺英男、伊藤学、菅田雅裕、松井勇、大塚秀三：溶融スラグ細骨材を用いた左官モルタルへの適用に関する実験的研究、第17回廃棄物学会研究発表会講演論文集, 641-643 (2006)
- 5) JIS A5308 (2004) 推奨仕様 4-1 積みブロック、宮城県土木設計マニュアルⅡ（設計施工編）ほか

地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告

平成 19 年 6 月 第 14 号

Journal of Local Independent Administrative Agency

Iwate Industrial Research Institute

2007 June Vol.14

発 行 平成 19 年 6 月 7 日

ISSN 1348-7779

地方独立行政法人岩手県工業技術センター

〒020-0852 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2

TEL: 019-635-1115

FAX: 019-635-0311

ホームページ URL: <http://www.pref.iwate.jp/~kiri/>

お問い合わせ E-mail: [CD0002@pref.iwate.jp](mailto:CD0002@pref.iwate.jp)

