

# 研究報告

2009

第16号

平成21年10月



Journal of  
Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute

2009 October Vol.16

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。お手元がない場合は、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。



### 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)

平成 21 年 10 月 第 16 号

目 次

◆ 材料・電子・機械系

- 1 高品質 as-grown MgB<sub>2</sub> 膜を利用した高感度磁気センサ及び高周波フィルタ素子の開発  
(研究事業名：JST 地域イノベーション創出総合支援事業)  
目黒 和幸、阿部 貴志、原田 善之、池田 健、藤根 陽介、後藤 俊 . . . 1
- 2 近接場光学顕微鏡用プローブの開発  
(研究事業名：IMY 連携共同研究事業)  
目黒 和幸、嘉藤 勝也、岩松 新之輔、大坊 真洋 . . . . . 8
- 3 動画像圧縮規格 H.264 の開発支援ツールの研究  
(研究事業名：地域新生コンソーシアム研究開発事業)  
長谷川 辰雄、菊池 貴、菊池 清文、葛巻 清武、  
木村 克久、吉田 正雄\*\*\*\*、田山 克也 . . . . . 12
- 4 T法(1)による細穴放電加工の除去量の予測  
(研究事業名：岩手・宮城・山形連携会議共同研究)  
和合 健、千田 征樹 . . . . . 17
- 5 300kg高周波溶解炉におけるマンガン除去技術の優位性調査  
(研究事業名：NEDO エコイノベーション推進事業)  
高川 貫仁、池 浩之、岩清水 康二、小綿利憲、高橋直之 . . . . . 21
- 6 低切断荷重はさみの切断荷重の推定(第二報)  
(主要研究：都市エリア産学官連携促進事業発展型)  
飯村 崇、長嶋 宏之、井上 研司、井山 俊郎、本村 貢 . . . . . 25
- 7 理学療法用器具の CCM 合金製プローブの試作  
(研究事業名：都市エリア産学官連携促進事業発展型)  
飯村 崇、座間 誠一 . . . . . 30
- 8 オーステナイト鋳鉄の磁気特性に及ぼす各元素含有量の影響  
(研究事業名：企業との共同研究)  
池 浩之、高川 貫仁、岩清水 康二、橋本 修一 . . . . . 33
- 9 高速スピンドルを用いた切削加工における幾何形状誤差と工具摩耗  
(研究事業名：東北地域イノベーション創出共同体形成事業)  
堀田 昌宏、飯村 崇、池 浩之 . . . . . 41

◆ 環境・デザイン系

- 10 地場産品の販路開拓における新たな取り組み  
～木製食器の事業開発を目的とした「出前教室」の検証～  
(研究事業名:市場化促進事業)  
阿部 博、小林 正信、八重樫 幾世子 . . . . . 44
- 11 地場産品の販路開拓における新たな取り組み  
～AMTULモデルを用いた木製食器の販売戦略の検討～  
(研究事業名:市場化促進事業)  
阿部 博、小林 正信、八重樫 幾世子 . . . . . 48
- 12 漆塗膜の抗菌性の検証  
(研究事業名:基盤的・先導的技術研究開発事業)  
小林 正信\*\*、町田 俊一 . . . . . 52
- 13 小動物手術用マイクロピンセットの開発  
(研究事業名:都市エリア産学官連携促進事業発展型)  
長嶋宏之、飯村 崇、井上 研司、片山 泰章、首藤 文榮 . . . . . 54
- 14 鋳鉄製厨房用品における有機塗料の代替塗装法開発  
(研究事業名:JST シーズ発掘試験(発掘型))  
長嶋 宏之、中村義隆、箱崎利一 . . . . . 58
- 15 景観に配慮した防護柵の塗り替え塗装仕様の開発Ⅱ  
(研究事業名:基盤的・先導的技術研究開発事業)  
三上 義徳、穴沢 靖、飯村 崇 . . . . . 62
- 16 カラマツ樹皮の消臭剤への利用  
(研究事業名:基盤的・先導的技術研究開発事業)  
白藤 裕久、浪崎 安治 . . . . . 67
- 17 溶融スラグの凍結路面用防滑材利用のための基礎的研究  
(研究事業名:基盤的・先導的技術研究開発事業)  
佐藤 佳之、菅原 龍江、小野 元、小向 隆志 . . . . . 71
- 18 県境不法投棄物溶融スラグの市場化  
(研究事業名:産業廃棄物再資源化技術開発事業)  
菅原 龍江、八重樫 貴宗 . . . . . 75

◆ 食品加工・醸造系

- 19 ヤマブドウ濃縮果汁および果実ペーストの開発  
と濃縮果汁ワイン発酵条件の検討  
(研究事業名：地域資源活用型研究開発事業--第Ⅱ報)  
小浜 恵子、平野 高広、米倉 裕一 . . . . . 78
- 20 「地あぶら」搾油残渣からのバイオ燃料製造に関する基礎検討  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
及川 和志、遠山 良 . . . . . 82
- 21 地場産エゴマ油に含まれるリン脂質の低減に関する検討  
(研究事業名：JST シーズ発掘試験)  
及川 和志、高橋 一男、遠山 良 . . . . . 86
- 22 エゴマ種子の食物繊維と活性酸素消去能に関する検討  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
及川 和志、高橋 一男、遠山 良 . . . . . 93
- 23 岩手県産醤油の旨み成分と物性に関する基礎調査  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
及川 和志、畑山 誠、吉田 隆一、遠山 良 . . . . . 101
- 24 精米後の枯らし条件と浸漬割れ  
(研究事業名：ブランド支援と新ブランド開発事業)  
中山 繁喜\*\*、菊池 潔 . . . . . 106
- 25 精米条件と浸漬割れ  
(研究事業名：ブランド支援と新ブランド開発事業)  
中山 繁喜\*\*、菊池 潔 . . . . . 108
- 26 酒米育種系統・岩酒 904 の酒造適性  
(研究事業名：県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証事業)  
中山 繁喜、米倉 裕一、平野 高広、山口 佑子、遠山 良 . . . . . 110
- 27 酵素力価の電気化学的測定の見直し  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
佐藤 稔英、中山 繁喜、米倉 裕一、平野 高広、山口佑子 . . . . . 113
- 28 醸造用白米の『浸漬割れ』防止処理  
(研究事業名：県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証事業)  
佐藤 稔英、中山 繁喜、米倉 裕一、平野 高広、山口佑子 . . . . . 116

- 29 ヤマブドウ果汁しぼり粕からのポリフェノール製造試験  
(研究事業名：地域資源活用型研究開発事業)  
小浜 恵子、山口 祐子 . . . . . 119
- 30 ゆきちから湯種パンの製パン性  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
島津 裕子 . . . . . 122
- 31 雑穀麴ペーストを利用した洋菓子の試作  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
畑山 誠、遠山 良 . . . . . 129
- 32 蕎麦の製麴と味噌の試作  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
畑山 誠、及川 和志、遠山 良 . . . . . 134
- 33 3-DGを指標とした清酒の熟度測定  
(研究事業名：県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証事業)  
山口 佑子、中山 繁喜、菊地 潔 . . . . . 137
- 34 カリン (*Chaenomeles sinensis*) の部位別食品機能性  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
山口 佑子、伊藤 良仁、小浜 恵子 . . . . . 141
- 35 介護予防のための煮魚製品開発 (Ⅲ)  
(研究事業名：産学官連携研究プロジェクト事業 (新夢県土))  
武山 進一、三浦 誠、小野 昭男、遠山 良 . . . . . 144

## 高品質 as-grown MgB<sub>2</sub> 膜を利用した 高感度磁気センサ及び高周波フィルタ素子の開発\*

目黒 和幸\*\*、阿部 貴志\*\*、原田 善之\*\*\*、池田 健\*\*\*\*、藤根 陽介\*\*\*\*、\*\*\*\*\*、後藤 俊介\*\*\*\*、  
齊藤 敦\*\*\*\*\*、杉渕 真世\*\*\*\*\*、小林 宏一郎\*\*\*\*、吉澤 正人\*\*\*\*

高品質 as-grown MgB<sub>2</sub> 超伝導薄膜を用いた SQUID 磁気センサおよび 5GHz 帯高周波フィルタの開発を行った。高価な液体ヘリウムを用いずに小型冷凍機で動作する MgB<sub>2</sub>-SQUID 心磁計測システムを構築し、明瞭な心磁信号を検出することに成功した。また、多段擬スパイラル共振器型高周波フィルタの試作を行い、その周波数特性が設計値と非常に良く一致することを示した。

キーワード：MgB<sub>2</sub> 薄膜、超伝導量子干渉素子(SQUID)、心磁計、超伝導高周波フィルタ、微細加工

### Development of DC-SQUID Sensors and a 5 GHz Band Pass Filter using As-grown MgB<sub>2</sub> Film

MEGURO Kazuyuki\*\* , ABE Takashi\*\* , HARADA Yoshitomo\*\*\* , IKEDA Takeshi\*\*\*\* ,  
FUJINE Yousuke\*\*\*\* , \*\*\*\*\* , GOTO Syunsuke\*\*\*\*\* , SAITO Atsushi\*\*\*\*\* , SUGIBUCHI Mayo\*\*\*\*\* ,  
KOBAYASHI Kouichiro\*\*\*\* and YOSHIZAWA Masahito\*\*\*\*

This paper describes the development and fabrication of high quality as-grown MgB<sub>2</sub> thin film based DC-SQUID sensors and a 5 GHz miniaturized superconducting band pass filter. A prototype of the MgB<sub>2</sub>-SQUID system to measure a magnetocardiogram (MCG) is developed, which cooled by a pulse-tube cooler without liquid helium. MCG waveforms were successfully measured; the white magnetic noise of this system in a single layer magnetically shielded room was 0.37 pT/Hz<sup>1/2</sup>. The multi-pole superconducting microstrip quasi-spiral resonators (QSR) filter was designed and fabricated. The spectral characteristic of the fabricated filter agreed excellently with a simulated one.

**keywords: MgB<sub>2</sub> thin film, superconducting quantum interference device (SQUID), magnetocardiogram (MCG), superconducting band pass filter, microfabrication**

#### 1 緒言

2001 年に発見された超伝導体二ホウ化マグネシウム(MgB<sub>2</sub>)は 39 K の超伝導転移温度を有する金属間化合物<sup>1)</sup>であり、図1に示す AIB<sub>2</sub>型の層状結晶構造を有する物質である。以下に、MgB<sub>2</sub>超伝導体の主な特長を示す。

- (1) 希少金属を含んでおらず、豊富な資源を持つ Mg と B は共に安価で入手できる。また、2つの元素から構成されているため、薄膜の合成が容易である。

- (2) 高価な液体ヘリウムを使用せずに、小型の冷凍機により比較的簡単に到達できる 20~30 K の温度で動作する超伝導デバイスを実現できる。また、液体水素による冷却での動作も可能である。
- (3) 金属系超伝導体特有の良好な粒間結合を示し、成形・微細加工性に優れる。
- (4) 高温超伝導体と比較してコヒーレンス長が長く、異方性が低いことから、ネットワーク状の強い超伝導結合組織が形成される。

\* JST 地域イノベーション創出総合支援事業「重点地域研究開発推進プログラム」(実用化のための育成研究)  
\*\* 電子情報技術部  
\*\*\* JST イノベーションサテライト岩手(現. 物質材料研究機構)  
\*\*\*\* 岩手大学大学院工学研究科  
\*\*\*\*\* (有)ライトム  
\*\*\*\*\* 山形大学  
\*\*\*\*\* (株)岩手情報システム

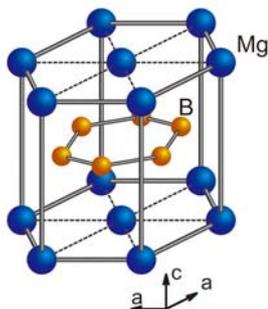


図1 MgB<sub>2</sub>の結晶構造

MgB<sub>2</sub>超伝導体のデバイス化に向けた最大の課題は、高品質なMgB<sub>2</sub>薄膜を形成することである。MgB<sub>2</sub>成膜の方法としては、Hybrid Physical-Chemical Vapor Deposition法<sup>2)</sup>やTwo-step法<sup>3),4)</sup>が他の研究グループから報告されている。これらの方法では成膜時の基板温度が高温であることや、成膜後にポストアニールを行う必要があることなど、多層構造や微細加工が必要なデバイスを作製するにあたってより多くのプロセスを行う必要がある。一方、分子線エピタキシー(Molecular Beam Epitaxy : MBE)装置を用いた共蒸着法によるas-grown MgB<sub>2</sub>膜の作製法が報告されており<sup>3)~7)</sup>、特に岩手大学の吉澤らのグループでは比較的低い成膜温度(200~300°C)での成膜により高い超伝導転移温度(T<sub>c</sub>)を有する高品質なMgB<sub>2</sub>膜が得られている<sup>8)</sup>。同じく吉澤グループでは酸化亜鉛(ZnO)とMgB<sub>2</sub>との格子ミスマッチが約5%と小さくなることに着目し、基板としてZnO単結晶を用いると、T<sub>c</sub>=37 K、平坦性(RMS 1 nm程度)、臨界電流 10<sup>6</sup> A/cm<sup>2</sup>の高品質なMgB<sub>2</sub>膜を得ることができる<sup>9)</sup>ことを報告している。

超伝導量子干渉素子 (Superconducting Quantum

Interference Device : SQUID)は、超伝導体リングに1個以上のジョセフソン接合を有する構造の素子であり、図2-(a)のようにリング内に2つのジョセフソン接合を持つものはDC-SQUIDと呼ばれる。以降、DC-SQUIDを単にSQUIDと表記する。ジョセフソン接合は常伝導層(N)ないしは絶縁層(I)を2つの超伝導体(S)でサンドイッチした構造(図2-(b))と、サブミクロンサイズのブリッジにて2つの超伝導体(S)を結合した構造(図2-(c))がある。前者では中間層の厚みやピンホールを制御する必要があり、後者はブリッジの幅や長さを精密に制御する必要があることから、高い微細加工技術や薄膜形成技術が要求される。SQUID素子は、非常に高い感度を持つ磁気センサであり、地磁気よりも6~8桁も小さな生体磁気までも検出可能である。近年、高齢化や食生活の欧米化に伴って狭心症や心筋梗塞などの虚血性心疾患が急速に増加していることから、特に心磁図計測の需要は高い。現在、生体磁気計測にはNb系超伝導SQUID素子が広く用いられているが、金属系超伝導体は加工性、耐久性、感度に優れているものの冷却には高価な液体ヘリウムが使用される。一方、高温超伝導SQUID素子は安価な液体窒素での冷却で済むが、感度や耐久性の面で不十分であるという課題がある。MgB<sub>2</sub>-SQUID素子を用いることで、感度、耐久性および冷却コストのバランスの良い心磁図計測システムを提供できる。

また、移動体通信技術の発展とともに、映像や音声などの大量のデータを伝送する高速移動体通信網における電波周波数資源の有効利用が急務となっている。移動体通信用の高周波フィルタには、小型化、低損失化、高い周波数選択性が必要であり、これらの要求をクリアするためには表面抵抗が低い超伝導フィルタが望ましい。超伝導フィルタの場合には加工性の良さが開発のポイントであり、MgB<sub>2</sub>を利用することで従来の氧化物系高温超伝導体における難加工性の課題を克服できると考えられる。

本報告では、基盤技術としての高品質MgB<sub>2</sub>膜の品質向上、冷凍機冷却型MgB<sub>2</sub>-SQUID心磁計の試作と性能評価、5 GHz帯MgB<sub>2</sub>超伝導フィルタの設計と試作の結果について述べる。

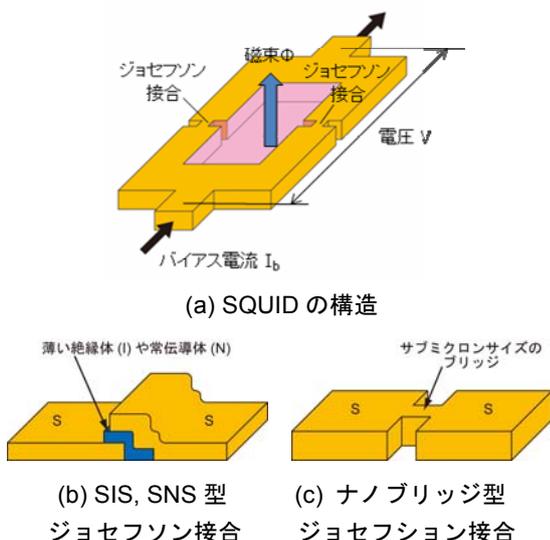


図2 SQUIDとジョセフソン接合の構造

## 2 高品質 MgB<sub>2</sub>膜の品質向上

### 2-1 MgB<sub>2</sub>の下地層としての ZnO 薄膜の作製

良質なMgB<sub>2</sub>膜を形成するための基板として、MBE装置を用いてc面サファイア基板上にZnO薄膜をヘテロエピタキシャル成長させる実験を行った。MgB<sub>2</sub>膜の表面粗さが大きいあるいは極端な場合で島状構造になっていると、高周波フィルタの

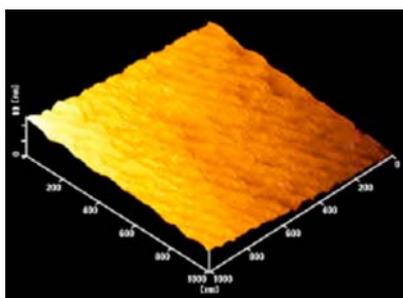


図3 ヘテロエピタキシャル成長ZnO 薄膜のAFM像  
(表面粗さ RMS 0.4~0.6 nm)

表面抵抗の増加や積層デバイスの作製時にリーク電流などの欠陥の原因となり得る。そこで、ZnO薄膜の成膜は表面粗さRMS 1.0 nm以下を目標とした。

ZnO低温バッファ層の導入とZnO高温成膜の条件の最適化(亜鉛と酸素の供給比、基板温度など)により、表面粗さRMS 0.4~0.6 nmという平坦なZnO膜を作製することができた(図3)。また、原子間力顕微鏡(AFM)による表面構造の観察から特定の結晶軸方向に細長く伸びた構造を持つことと、X線回折より膜全体がほぼc軸配向していることがわかった。他にも、ラジカルガンで生成された正負イオンを除くために設置されたイオントラップの電圧値によって、ZnO膜の平坦性や結晶の質が大きく変化するという興味深い結果が得られた。

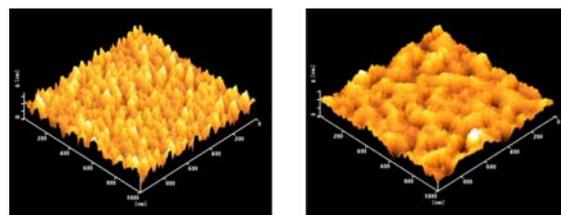
## 2-2 高品質 MgB<sub>2</sub>膜成膜

MBE装置で作製したas-grown MgB<sub>2</sub>薄膜は平坦性が高いことが知られているものの、Tcは34~35K前後とバルク単結晶の値よりわずかながら低く、面内方向の配向性に乏しいという課題があった。

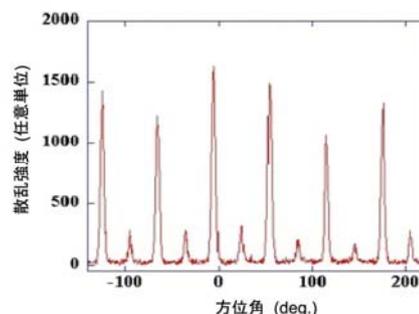
そこで、各種基板毎の成長条件の最適化により、高面内配向性、高超伝導転移温度、高平坦性を併せ持つMgB<sub>2</sub>薄膜の成膜条件を確立することと、デバイスの実用化に向けたMgB<sub>2</sub>薄膜の量産化を目標とした。

SQUID用にチタン(Ti)を、高周波フィルタ用に酸化マグネシウム(MgO)およびZnOをバッファ層に用いる検討を行った。これらの材料は電子線セルを使用することで低温かつ低レートでの成膜が可能で、不純物混入と膜界面での反応層形成の低減が期待できる。図4はTiバッファ層の挿入と成膜条件の最適化によって作製したMgB<sub>2</sub>膜の(a)AFM像と(b)X線回折の結果である。Tiバッファ層の挿入によって表面粗さRMS 0.6 nmを達成し、6回対称性を明確に示す面内配向性が示された。また、この試料のTcは37 Kを超えることが確認された。

高周波フィルタ用に検討したMgOバッファ層は表面粗さをRms 1 nm以下にすることに成功し



(a) MgB<sub>2</sub>薄膜のAFM像  
(左右とも典型的な像で、表面粗さ RMS 0.6 nm)



(b) X線回折パターン (6回対称性が確認できる)

図4 Tiバッファ層を用いたMgB<sub>2</sub>薄膜のAFM像とX線回折パターン

たが、その上へのMgB<sub>2</sub>膜形成の条件出しが完了せず各特性を評価するには至らなかった。また、前項で述べたZnO膜の上へMgB<sub>2</sub>膜を形成した結果、膜の品質はまだ十分といえるものではなかった。Tcも約33.5 Kと低い値であったため、MgB<sub>2</sub>膜の成長条件をさらに詰める必要があると考えられる。

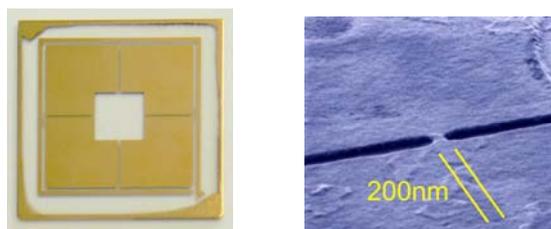
次に、ZnO単結晶基板にMgB<sub>2</sub>膜を直接成膜し、電気的特性評価を行った。ZnO単結晶基板には表裏が存在するが、そのZn面とO面にそれぞれMgB<sub>2</sub>膜を成長したところ、結晶性やTcに大きな差は見られなかった。ただしO面成長の場合には、常伝導抵抗などの電気的特性のバラつきが大きい傾向が見られた。また、ZnOとMgB<sub>2</sub>の界面には反応層が形成されることがわかった。

また、MgB<sub>2</sub>薄膜の量産化を目指してMBEの試料ホルダのサイズアップ化を図った。大型化に伴う膜の均質性の維持が問題点であるが、基板加熱源および蒸着物のフラックスが均質に基板全面に到達する2インチをサイズの上限とし、ホルダ機構の改良を施した。その結果、従来の1インチホルダでは6バッチ/月であった生産能力が、12バッチ/月へと生産効率が従来の2倍に向上した。

## 3 SQUID 磁気センサおよび心磁計測システムの開発

### 3-1 ナノブリッジ型 SQUID センサの作製

集束イオンビーム加工装置(FIB)を用いて超伝導体の一部に超伝導体同士を弱く結合させるナノブリッジ(幅・長さ共に数百nm)を形成し、ナノブリ



(a) SQUIDの外観 (b) ナノブリッジ部のSIM像

図5 試作したSQUID素子の写真

ナノブリッジ接合型SQUID素子の開発を行った。前述のMBE装置で作製したMgB<sub>2</sub>薄膜に、微細加工中の劣化や酸化を防止するためにAu/Ti膜をスパッタ成膜したものを試料とした。SQUID素子は、磁束を捕捉するピックアップコイルとSQUIDリングが直接カップリングした構造にした。このような構造にすると、SQUIDの出力電圧とピックアップコイルからの磁束伝達効率はトレードオフな関係になるため、インダクタンスをシミュレーションによって求めてSQUIDパターン設計を行った。図5-(a)に試作したSQUID素子の外観写真を示す。ナノブリッジ部以外はフォトリソグラフィプロセスとイオンミリングにより形成した。ここではマグネトメータ方式の結果について述べるが、マグネトメータ方式では微弱磁気信号と環境ノイズを原理的に分離できないため、別な方式として平面一次微分型ピックアップコイルを持つグラジオメータ方式SQUIDの試作も行った。図5-(b)にFIB装置を用いて作成したナノブリッジの二次イオン(SIM)像を示す。ナノブリッジのサイズは、幅約200 nm、長さ約200 nmである。このサイズはFIB装置の加工精度限界に近く、ナノブリッジの出来上がり寸法が不安定でSQUIDの歩留が悪いという問題点があった。磁場侵入長を $\lambda_L$ (=115 nm)、膜厚を $d$ とすると、有効磁場侵入長 $\lambda_{eff}$ は式(1)のように表

$$\lambda_{eff} = \lambda_L \coth\left(\frac{d}{2\lambda_L}\right) \quad \dots (1)$$

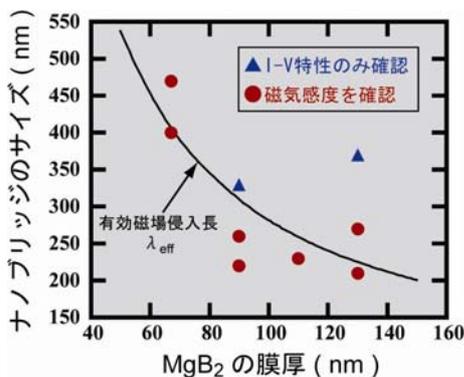
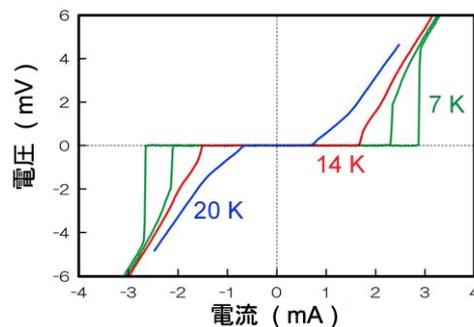


図6 MgB<sub>2</sub>の膜厚とナノブリッジサイズの関係

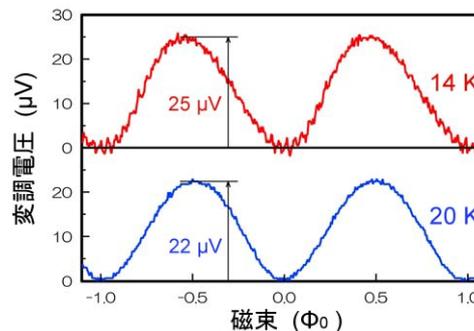
わされる。

式(1)によれば、膜厚を薄くすることでナノブリッジのサイズを広くできる。この予想に基づいて、MgB<sub>2</sub>膜の膜厚とナノブリッジのサイズを振り、試作したSQUID素子の性能を評価した結果を図6に示す。従来はMgB<sub>2</sub>の膜厚を150 nm程度としていたため、ナノブリッジのサイズがFIB装置の加工限界付近であったのに対して、膜厚65 nmにまで薄くすることでナノブリッジのサイズを400~500 nmと安定して加工可能な領域にすることができた。この改善により、SQUID素子試作の歩留が90%程度にまで向上させることができた。図7にMgB<sub>2</sub>膜で試作した典型的なSQUID素子のI-V特性と $\Phi$ -V特性を示す。接合抵抗や接合容量が大きい場合、あるいは温度が低い場合にはI-V特性にヒステリシスが現れ、バイアス電流が不安定になることにより磁気感度を得られないことがある。この対処法として、SQUID素子と並列に適当な抵抗を挿入することによってヒステリシスを解消する方法を見出した。

これまではAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、ZnOなどの高価な基板を用いたMgB<sub>2</sub>成膜のみでしかI-V、 $\Phi$ -V特性(磁気感度)を得る事ができなかったが、ナノブリッジ加工の歩留の向上とMgB<sub>2</sub>膜成膜技術の向上により、比較的安価に入手可能なSi基板を用いたMgB<sub>2</sub>膜でもT<sub>c</sub>=34.7 Kと高い値を有し、I-Vおよび $\Phi$ -V特性を得る事ができるようになった。



(a) MgB<sub>2</sub>-SQUID素子のI-V特性



(b) MgB<sub>2</sub>-SQUID素子の $\Phi$ -V特性

図7 試作したMgB<sub>2</sub>-SQUID素子のI-V特性および $\Phi$ -V特性

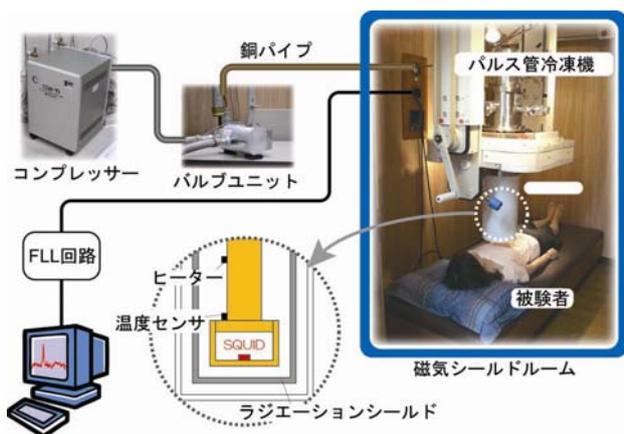


図8 冷凍機冷却式心磁計測システムの概略図

### 3-2 冷凍機冷却式心磁計測システムの開発

as-grown MgB<sub>2</sub>薄膜超伝導体のT<sub>c</sub>は約37Kであり、SQUIDの動作温度は20~30Kと想定される。そこで、パルス管冷凍機を用いた冷却システムおよび周辺技術の開発を行い、心磁計測システムの構築を行った。図8に構築した心磁計測システムの概略図を示す。パルス管冷凍機本体およびSQUIDセンサは磁気シールドルーム内に設置し、被験者の心磁図を測定する。機械的振動および磁氣的雑音の大きなバルブユニットをシールドルーム外に設置できるように、約4 mの銅パイプを介して冷凍機本体と切り離して設置した。また、微弱な磁気信号を感度良く検出できるように、様々な外乱の対策を施した。電気的ノイズについては、同じ建物内の他の大型装置等の使用により生じる電圧変動やグラウンド・ループからのノイズの流入を抑えるために、商用電源ラインへのトランス設置およびアース周りの強化を行った。さらに、すべての信号線のツイストペア化を徹底し、ケーブルを最短にすることで電磁由来のノイズ低減に努めた。この結果、商用電源由来の50 Hzおよびその高調波成分(100Hz、150 Hz...)のノイズレベルを大幅に改

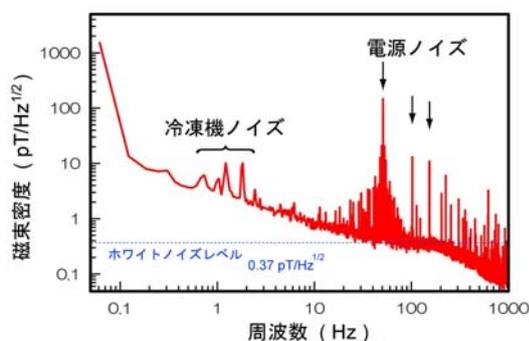


図9 磁気ノイズスペクトルの測定結果  
(ホワイトノイズレベルは約 0.37 pT/Hz<sup>1/2</sup>)

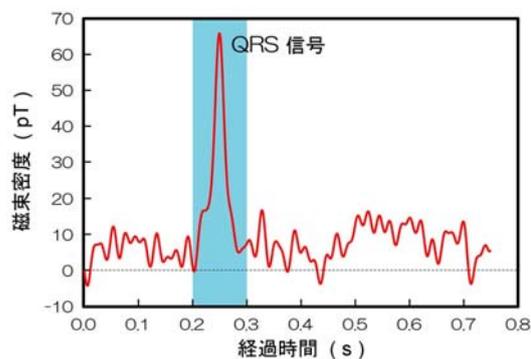


図10 心磁波形の測定結果

善することができた。しかし、これらの対策をとっても1.2~20 Hzの低周波領域におけるノイズは一向に低減できなかった。そこで、加速度計と音圧レベル計を用いて機械的振動の計測を行ったところ、冷凍機動作中にはHeガスの断熱圧縮/膨張サイクルにより基本振動数1.2 Hzとその高調波成分の機械的振動がコールドヘッドに直に伝わっていることが確認された。他にも、冷凍機内部の磁性体の撤去、渦電流対策などの磁氣的ノイズ対策を施し、心磁システムの環境改善を進めた。心磁計測システムとMgB<sub>2</sub>-SQUIDの性能を含めて、磁気ノイズスペクトル測定を行った結果を図9に示す。ホワイトノイズレベルは約0.37 pT/Hz<sup>1/2</sup>と目標値であった1 pT/Hz<sup>1/2</sup>をクリアしたが、心磁測定で重要な1.0 Hz付近(心臓の拍動は一般的に1.0~1.2 Hzであるため)は冷凍機の機械的振動ノイズと1/fノイズがかなり大きい。低周波領域のノイズレベルの低減は今後の課題である。このようにノイズはやや残されているものの、図10に示すように心磁波形に明瞭なQRS信号を検出することに成功した。しかし、P波やT波がノイズに埋もれており、実用化に向けて更なるS/N比向上が必要である。

また、ダイナミックレンジ向上のためのSQUID制御回路(FLL回路)の改良、磁気計測感度向上のためのac-bias方式の検討、シールドルームレス化をそれぞれ進めた。デジタル制御型FLL回路の改良により、1 Hzにおけるダイナミックレンジ 154 dBを実現した。MgB<sub>2</sub>-SQUIDへの実装には至らなかったが、マルチチャンネル化により4ch/1ユニットシステムの試作に成功、これまでのDC-bias方式からAC-bias方式に変更することで1/fノイズを約1/2に低減、MgB<sub>2</sub>-SQUIDと同程度の性能を持つ高温超伝導体SQUIDを用いてシールドルーム無しで心磁信号を検出することに成功するなど、多方面から高感度化とノイズ低減に成功した。

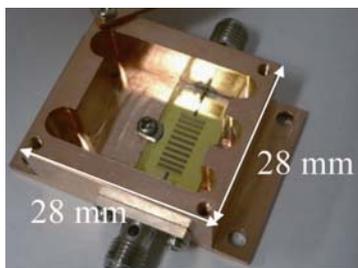


図11 擬スパイラル共振器(QSR)の構造

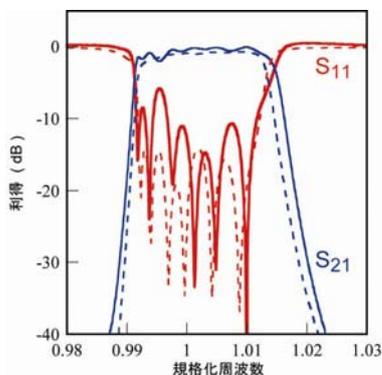
#### 4 通信用高周波フィルタ素子の開発

次世代移動体通信基地局受信用小型フィルタの開発を目指して、 $MgB_2$ 薄膜を用いた超小型フィルタの開発を行った。超伝導フィルタの設計仕様は、中心周波数 5.00 GHz、帯域幅 100 MHz、帯域内リップル 0.30 dB以内、挿入損失 1 dB以内、フィルタサイズ 3mm角内に16段式相当とした。この仕様をクリアするため、従来の楕型共振器<sup>10)</sup>やヘアピン型共振器<sup>10)</sup>ではなく、図11に示すような上下にC型スパイラル共振器<sup>11)</sup>、中心にRewound型スパイラル共振器<sup>11)</sup>を配置した構造を持つ擬スパイラル共振器(Quasi-spiral resonator : QSR)を提案し、フィルタの小型化を行った。

まず、QSRを用いてチェビシェフ型フィルタの開発を行った。チェビシェフ型フィルタは帯域内にリップルが生じるが、遮断特性が急峻になるという特徴を持ち、回路設計において共振器を並列に並べるだけで実現可能であるため設計が容易であるという特徴を持つ。線幅40 $\mu$ mのQSRを用い、多段式フィルタの設計と試作を行った。図12にチェビシェフ型10段式フィルタの外観写真と周波数特性を示す。10 mm $\times$ 20 mmの基板内に5.0 mm $\times$ 15.0



(a) フィルタ試作機の外観写真



(b) フィルタ試作機の周波数特性  
(実線:測定値、点線:設計値)

図12 チェビシェフ型10段式フィルタ試作機の外観写真と周波数特性

mmのサイズでパターンニングされている。フィルタ特性は、中心周波数 5.035 GHz、帯域幅 126 MHz、帯域通過リップル 0.73 dB、挿入損失 0.36 dBで設計し、実測値は設計値と非常に良い一致を示した。この後、さらにフィルタのスカート特性を向上させるために14段まで多段化を進めて良好な特性を得た。フィルタの小型化のために線幅10 $\mu$ mプロセスとCascaded Quadruplet(CQ)型フィルタの設計・試作へと移行した。最終的には、チェビシェフ型16段式に相当するCQ型8段式フィルタの試作に成功した。銅キャビティを含めたサイズは、19 mm $\times$ 25 mm $\times$ 11.2 mmにまで小型化することができた。なお、これらのフィルタの設計、試作、および特性評価についての詳細は参考文献<sup>12)</sup>により詳しく述べられているので参照されたい。

#### 5 結言

高品質 as-grown  $MgB_2$  超伝導薄膜を用いた、冷凍機冷却型  $MgB_2$ -SQUID 心磁計と 5 GHz 帯  $MgB_2$  超伝導フィルタの試作を行った。

種々のバッファ層の検討と成長条件の確立による as-grown  $MgB_2$  薄膜の更なる高品質化と、MBE の試料ホルダのサイズアップによる  $MgB_2$  薄膜の量産化に目処が立った。

$MgB_2$  膜厚の最適化と FIB 装置でのナノブリッジ形成技術の向上により、SQUID 素子の歩留が大幅に向上した。小型冷凍機を搭載した心磁計測システムを構築し、試作した  $MgB_2$ -SQUID センサで明瞭な心磁信号を検出することに成功した。このシステムのホワイトノイズレベルは約 0.37 pT/Hz<sup>1/2</sup>と目標値であった 1 pT/Hz<sup>1/2</sup>をクリアした。しかし、冷凍機の機械的振動ノイズ(約 1.2 Hz)のレベルが大きいため、心磁計測にはノイズ低減が課題として残されている。

また、チェビシェフ型および CQ 型多段 QSR フィルタの設計と試作を行い、その周波数特性が設計値と非常に良く一致することを実証した。さらにそのサイズを 19 mm $\times$ 25 mm $\times$ 11.2 mm にまで小型化することに成功した。

#### 謝辞

本研究は、JSTイノベーションサテライト岩手実用化のための育成研究および岩手県ZnOプロジェクトの支援を受けて行われたものです。本研究を行うにあたり、 $MgB_2$ 膜成膜、微細加工プロセス、SQUIDおよび高周波フィルタの評価などで実働していただいた多くの学生諸氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) J. Nagamatsu, N. Nakagawa, T. Muranaka, Y. Zenitani and J. Akimitsu, *Nature* **410**, 63-64 (2001).
- 2) X. Zeng, A. V. Pogrebnnyakov, A. Kotcharov, J. E. Jones, X. X. Xi, E. M. Lyszczek, J. M. Redwing, S. Xu, Q. Li, J. Lettieri, D. G. Schlom, W. Tian, X. Pan and Z. K. Liu, *Nature Mater.* **1**, 35-38 (2002).
- 3) K. Ueda and M. Naito, *J. Appl. Phys.* **93**, 2113-2120 (2003).
- 4) W. Jo, J-H. Huh, T. Ohnishi, A. F. Marshall, M. R. Beasley and R. H. Hammond, *Appl. Phys. Lett.* **80**, 3563-3565 (2002).
- 5) A. J. Erven, T. H. Kim, M. Muenzenberg and J. S. Moodera, *Appl. Phys. Lett.* **81**, 4982-4984 (2002).
- 6) A. Saito, A. Kawakami, H. Shimakage and Z. Wang, *Jpn. J. Appl. Phys.* **41**, L127-L129 (2002).
- 7) Y. Kobayashi, T. Doi, H. Kitaguchi, M. Okuzono, K. Nagatomo, S. Hamada and Y. Hakuraku, *低温工学* **40**, 7-11 (2005).
- 8) Y. Harada, T. Takahashi, H. Iriuda, M. Kuroha, Y. Nakanishi and M. Yoshizawa, *Physica C* **426** 1453 (2005).
- 9) Y. Harada, T. Takahashi, M. Kuroha, H. Iriuda, Y. Nakanishi, F. Izumida, H. Endo and M. Yoshizawa, *Physica C* **445-448**, 884-886 (2006).
- 10) F. Aita, M. Takezawa, K. Aizawa, A. Saito, S. Ohshima, *Physica C* **426-431**, 1633-1637 (2005).
- 11) Z. Ma, T. Kawaguchi, Y. Kobayashi, TECHNICAL REPORT OF IEICE MW2002-70, 1-5.
- 12) S. Ono, Y. Harada, A. Saito, T. Kato, J. -H. Lee, T. Oba, M. Yoshizawa, and S. Ohshima, *Physica C* **468**, 1969-1972 (2008).

## 近接場光学顕微鏡用プローブの開発\*

目黒 和幸\*\*、嘉藤 勝也\*\*\*、岩松 新之輔\*\*\*\*、大坊 真洋\*\*\*

パターンニングされた半導体ウェハ上の微小なパーティクルの検出は、電子・光デバイス生産の重要な工程になっている。近接場光学顕微鏡(SNOM)は光の回折限界を超えた空間分解能で分光やイメージングを行うことができ、微小なパーティクルの強力な分析装置である。本研究では、新しいタイプの SNOM 用プローブを提案し、試作したプローブにおける表面プラズモンの伝播長とプローブ先端の電場増強因子について評価を行った。

キーワード：近接場光学顕微鏡、表面プラズモン、貴金属薄膜、石英の微細加工

## Fabrication of High-quality Probes for Scanning Near-field Optical Microscope

MEGURO Kazuyuki\*\* , KATO Katsuya\*\*\* , IWAMATSU Shinnosuke\*\*\*\* and DAIBO Masahiro\*\*\*

Detection of nano-particles on patterned semiconductor wafers is a critical step in electronic and/or photonic devices production. A scanning near-field optical microscope (SNOM) that allows optical spectroscopy and imaging with spatial resolution beyond the diffraction limit is a very powerful tool for the investigation of nano-particles. In this study, propagation length of surface plasmon polaritons and field enhancement factors of the sharp tip on newly designed SNOM probes were evaluated.

**keywords: scanning near-field optical microscope (SNOM), surface plasmon polariton, noble metal thin films, microfabrication on quartz**

### 1 緒言

半導体産業において、薄膜形成時の欠陥発生や配線不良による歩留低下を低減させるために、半導体ウェハ上のパーティクル除去は極めて重要な項目である。半導体デバイスのプロセスルールは40 nm台へと微細化が進み、管理すべきパーティクルサイズもさらに微小なものとなっているため、その分析技術開発が急務とされている。微粒子の定性分析法には多くの手法があげられるが、光学的手法はその簡便さとデータベースの充実により広く用いられている。しかし、光学的な手法では回折限界に阻まれて、数百nm程度の空間分解能しか有していない。この課題を解決するために開発されたのが近接場光学顕微鏡(scanning near-field optical microscope : SNOM)であり、数十nmの空間分解能で形状観察や分光を行うことができる。特にSNOMを用いた極微量の試料からのラマン分光は多くのグループで精力的に研究が行われている<sup>1)~3)</sup>。一般にSNOMでは先鋭化ファイバープローブが用いられているが、ファイバープローブのスループットが低く微弱光計測にはハードルが高い。ナノ微粒子や鋭い金属針の先で生じる表面プラズモン共鳴による電場増強効果を利用した表面増強ラマン散乱 (surface

enhanced Raman scattering : SERS)<sup>4),5)</sup>によって微弱なラマン散乱光を増倍して検出し、単分子分光を目指す研究が盛んに行われている。

本報告では、高い電場増強効果を有する近接場プローブを作製し、表面プラズモンの伝播効率について検討を行った結果について述べる。

### 2 実験

#### 2-1 近接場プローブの構造と試料作製方法

作製する近接場プローブの構造と動作の概略を図1に示す。近接場プローブは、使用する光の波長範囲で透明な板状の光学材料に、微小な突起と貴金属薄膜を有した構造になっている。誘電体/金属界面に誘電体側から光が入射する場合、臨界角以上のある角度 $\theta_{spp}$ (誘電体と金属の誘電率、および金属の膜厚で決まる)で入射したときに金属/空気界面の表面プラズモンが効率的に励起されることが知られている。突起部の斜面の傾きが一定ではないため、裏面よりレーザー光を入射すると斜面のどこかで入射角が $\theta_{spp}$ を満たし、表面プラズモンが励起される。金属表面に生じた表面プラズモンは、入射光の波数を保存して突起先端に向かって伝播する。その後、突起先端部分では大きな電場増強効果を得る近

\* IMY 連携共同研究「光学材料の微細加工」Gr.

\*\* 電子情報技術部

\*\*\* 岩手大学大学院工学研究科

\*\*\*\* 山形県工業技術センター

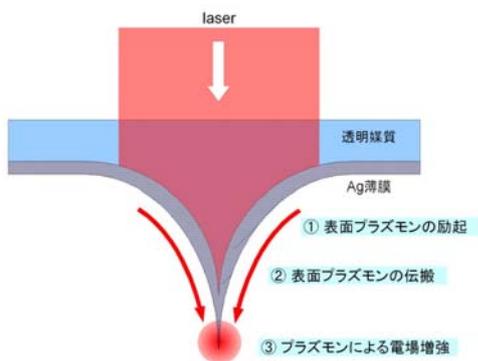


図1 表面プラズモン集光型プローブ

接場光が発生することが期待できる。本提案の表面プラズモン集光型プローブは次の4つの利点があると考えられる。

- (1) 複数箇所が発生した表面プラズモンを集光するため、従来の金属針より高い電場強度を持つ近接場光を発生できる。
- (2) 対称性の良いプローブ先端の裏面から照明するため、プローブ先端での入射光電場の対称性が良い。
- (3) 試料表面に直接励起光が照射されないため、S/Nを向上できる。
- (4) 半導体微細加工プロセスで作製できれば、将来的に量産化が可能。

プローブの材料は、広い波長範囲で透明性が高く、半導体プロセスでの使用実績の高い石英を用いた。フォトリソグラフィによって石英ウェハ上に様々な形状をパターンニングし、フッ化水素酸による等方性ウェットエッチングを行った。パターン形成には、円形、同心円状の円環、正方形などのマスクを使用した。ウェットエッチングで形成した突起を有する石英基板上にAgないしAu薄膜をスパッタ成膜したものを試料とした。ラマン分光実験の場合には、さらにその上にC<sub>60</sub>分子(図2)を真空蒸着したものを試料とした。C<sub>60</sub>は、炭素原子60個からなるI<sub>h</sub>対称を持つサッカーボール状の分子であり、真空蒸着が比較的容易であることと化学的・熱的に安定であることから、ラマン分光実験の試料に選んだ。

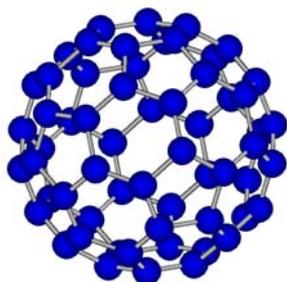


図2 C<sub>60</sub>分子の構造

## 2-2 プローブ先端における電場増強効果の評価

図3に、プローブ先端における電場増強効果の評価するための実験配置図を示す。試料表面へレーザーを入射し、特定の波数領域のラマン散乱光を検出してマッピング測定を行う。こうすることで、プローブのどの位置で電場強度が高いかを評価できる。

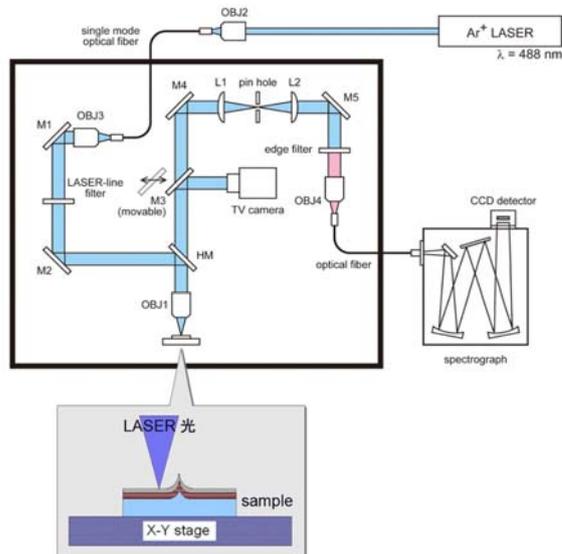


図3 プローブ先端における電場増強効果の評価実験配置

## 2-3 表面プラズモン伝播の評価

図4に、表面プラズモンの伝播を評価するための実験配置図を示す。試料裏面からレーザーを入射し、プローブ先端部まで表面プラズモンが伝播すればエッジで散乱光が検出できることを利用し、表面プラズモンの伝播特性について評価するものである。また、波長が長い方が表面プラズモンの伝播長も長くなることが知られているため、励起レーザー光の波長を785 nmとした。Au薄膜で波長785 nmで励起した時に、表面プラズモンの伝播長は約40 μmと報告されている<sup>6)</sup>。

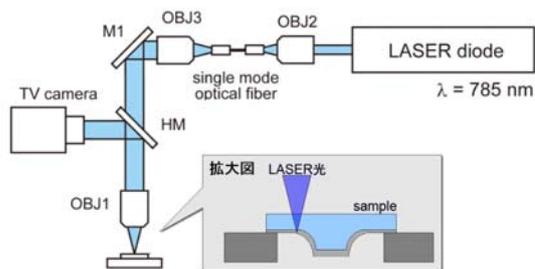


図4 表面プラズモン伝播の評価実験配置図

### 3 結果と考察

#### 3-1 電場増強効果の評価結果

試料は、C<sub>60</sub>、Ag、石英の3種類の材料からなるため、これらの物質に由来するラマン散乱光と蛍光が生じると考えられる。そこで、①石英基板のみ、②C<sub>60</sub>/石英、③Ag(50 nm)/石英、④C<sub>60</sub>/BK7、⑤C<sub>60</sub>/Ag(50 nm)/石英の各試料を準備し、それぞれのラマンスペクトルを測定した。図5に、この測定結果を示す。図中の④で顕著に見られるように、C<sub>60</sub>由来のラマンピークは3本確認できる。1424 cm<sup>-1</sup>はH<sub>g</sub>(7)およびF<sub>1u</sub>(3)、1464 cm<sup>-1</sup>はA<sub>g</sub>(2)、1580 cm<sup>-1</sup>はH<sub>g</sub>(8)の各振動モードに帰属される<sup>7)</sup>。⑤の試料では特に1580 cm<sup>-1</sup>のピークがブロードになっているが、これはSERS効果が発生する際に局在化プラズモンポラリトンによる電磁気学的増強機構に加えてC<sub>60</sub>とAgの間で化学的相互作用(吸着)による電荷移動が生じたためと考えられる。他にもスペクトルの広い領域でバックグラウンドの上昇が見られるが、その影響が比較的少なくC<sub>60</sub>のモードを反映した1580 cm<sup>-1</sup>を中心に1555~1596 cm<sup>-1</sup>の範囲でラマンマッピングを行った。

ラマンマッピングは、スキャン範囲 20 μm×20 μmを1 μm間隔で計400ヶ所、入射レーザーパワー1.3 mW、一点当たりの積算時間10 secで測定を行った。プローブの形状は、直径22 μmと30 μmの円形マスクで作成した円錐形状の突起と、同心円状の円環マスクで作成したリング付突起を使用した。この測定結果を図6に示す。22 μm円形および30 μm円形のパターンでは、突起の近傍でラマン散乱光強度が強く(黄緑~黄色)なっていることから、間接的に電場増強効果を確認した。突起の斜面部分でラマン散乱光が弱く(青色)なっているのは、Ag薄膜上のC<sub>60</sub>分子の選択律が厳しいことによる励起効率の低下および集光レンズで捕捉できる散乱光が弱くなるためと考えられる。同心円状パターンの場合には、突起およびリングの外形がわかる程度にラマン散乱光が強くなっているが、顕著な電場増強効果とまでは

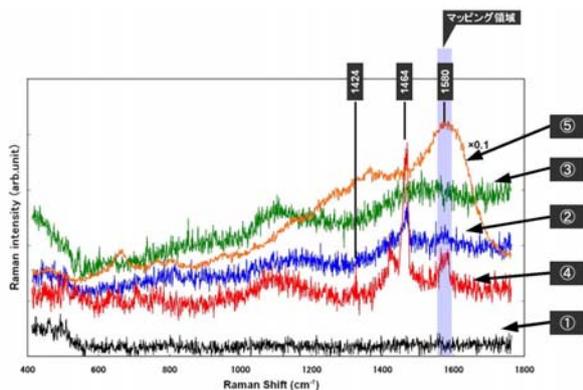
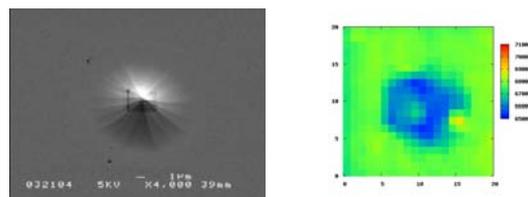
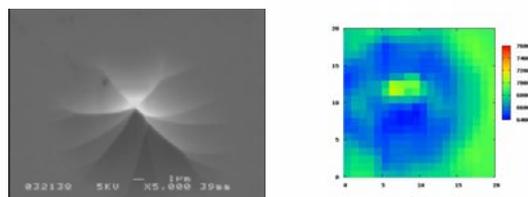


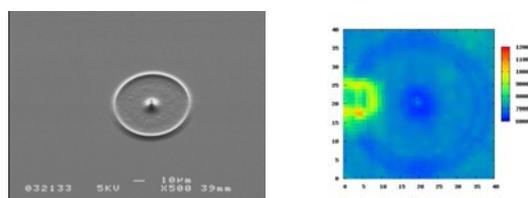
図5 準備した各試料のラマンスペクトル



(a) 円形マスク(直径 22 μm)



(b) 円形マスク(直径 30 μm)



(c) 同心円状の円環マスク(中心直径 30 μm)

図6 プローブのSEM写真とラマンマッピングの結果

言えない。ただし、リング左側に謎の強い散乱体があり、場を乱している可能性も考えられる。ここで、リング部に注目すると、偏光依存性の影響でX方向とY方向で強度分布が異なっていることがわかる。また、30 μm円形のパターンでも斜面に残った稜のうちX方向に向かったもので電場が増強していることを示すデータが得られた。

#### 3-2 表面プラズモン伝播の評価結果

図7に表面プラズモンの伝播長評価に使用した試料のSEM写真を示す。試料の石英側からP偏光のレーザー光を入射し、斜面に対して入射位置を1 μmずつ変化させていき、Au薄膜側からエッジ付近の散乱光の様子をCCDカメラで観察した。この結果を図8に示す。図8-(A)~(C)は突起の裾野付近に光が入射している状態、(D)~(F)は斜面への入射角が

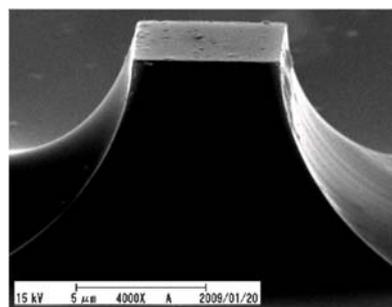


図7 表面プラズモン伝播長評価用の四角形突起

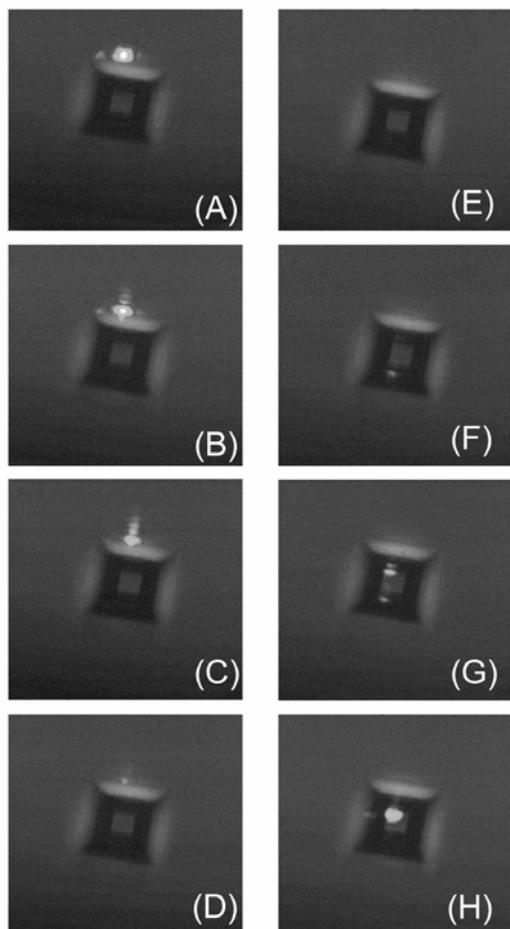


図8 励起光の入射位置の違いによる散乱光の様子

全反射領域の状態、(G)~(H)は突起頂上の平坦部に光が入射している状態である。Transfer-Matrix法によるシミュレーションおよび突起の無いAu薄膜(50nm)/石英試料でのATR実験の結果から、約42°の入射角のとき表面プラズモンが効率的に励起されているはずであり、表面プラズモンが伝播して頂上のエッジにまで到達すればエッジで強く光散乱が生じることが予想される。この条件で入射している位置が(D)~(F)の間で必ず存在するはずであるが、エッジでの散乱光は観測できなかった。写真は(D)~(F)の3枚しか示していないがこの間も連続的に掃引して確認している。

表面プラズモンの伝播が確認できなかった理由について考察する。図9に試料表面のAFM像を示すが、表面粗さRMS 7 nm程度が確認できた。この表面粗さのため、Au薄膜の誘電率の虚部が大きくなっていることが考えられ、表面プラズモンの伝播長が短くなってしまったことが予想される。即ち、表面プラズモンが島状構造に局在しており、適当な大きさの電場増強効果はあるものの表面プラズモンがスムーズに流れない構造になっていることがわかった。

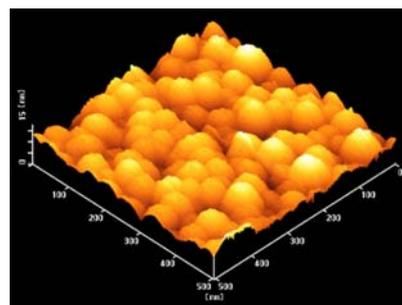


図9 Au薄膜表面のAFM像(表面粗さRMS 7 nm)

#### 4 結言

本報告では、フォトリソグラフィ技術を用いて近接場光学顕微鏡用のプローブを作製し、プローブ先端における電場増強効果の程度と表面プラズモンの伝播効率について評価を行った。鋭い突起を有するプローブの先端では、Agの表面プラズモンの共鳴励起で生じた電場増強効果によるC<sub>60</sub>分子のラマン散乱光の増強現象が確認できた。また、表面プラズモンの伝播特性の評価を行ったが、表面プラズモンが伝播することを示すエッジでの散乱光を観測することはできなかった。これはAu薄膜の表面粗さが大きく、表面プラズモンがスムーズに流れることを阻害しているためであると考えられる。この対策として、Au薄膜の平坦性向上と膜厚制御が今後の課題であると考えられる。

#### 参考文献

- 1) B. Pettinger, B. Ren, G. Picardi, R. Schuster, and G. Ertl, *Phys. Rev. Lett.* **92**, 096101 (2004).
- 2) H. Watanabe, Y. Ishida, N. Hayazawa, Y. Inouye, and S. Kawata, *Phys. Rev. B.* **69**, 155418 (2004).
- 3) N. Lee, R.D. Hartschuh, D. Mehtani, A. Kisliuk, M.D. Foster, A.P. Sokolov, J.F. Maguire, and M. Green, *J. Raman Spectr.* **38**, 789-796 (2007).
- 4) A. M. Michaels, M. Nirmal, and L. E. Brus, *J. Am. Chem. Soc.* **121**, 9932 (1999).
- 5) K. Kneipp, Y. Wang, H. Kneipp, L. T. Perelman, I. Itzkan, R. R. Dasari, and M. S. Feld, *Phys. Rev. Lett.* **78**, 1667 (1997).
- 6) B. Lamprecht, J. R. Krenn, G. Schider, H. Ditlbacher, M. Salerno, N. Felidj, A. Leitner, F. R. Aussenegg, J. C. Weeber, *Appl. Phys. Lett.* **79**, 51 (2001).
- 7) Z. Niu and Y. Fang, *Vib. Spectrosc.* **43**, 415 (2007).

## 動画画像圧縮規格 H. 264 の開発支援ツールの研究\*

長谷川 辰雄\*\*、菊池 貴\*\*、菊池 清文\*\*、  
葛巻 清武\*\*\*、木村 克久\*\*\*、吉田 正雄\*\*\*\*、田山 克也\*\*\*\*

近年、車載カメラや DVD レコーダの画像の高精細化に伴い、その画像データ量が膨大に増え続けているため、画像の品質を落とさずデータ量を減らす圧縮技術が求められている。従来規格の MPEG2 では能力不足となっており、MPEG2 の 2 倍以上の高圧縮率を可能とする新規格の H. 264/AVC 対応製品の開発が各メーカーの急務となっている。そこで本研究では、車載カメラ/情報家電メーカーの要望が高い「動画画像再生 (デコーダ)」に的を絞った「H. 264 用開発支援ツール」を試作開発した。

キーワード : H. 264、デコーダ、開発支援ツール

### Research of Development Tool Kit for H.264

HASEGAWA Tatsuo, KIKUCHI Takashi, KIKUCHI Kiyofumi,  
KUZUMAKI Kiyotake, KIMURA Katsuhisa, YOSHIDA Masao and TAYAMA Katsuya

Recently, those amounts of image data keep increasing with development of mobile camera and high density DVD. The ability of the present MPEG2 technology is insufficient to deal with this enormous amount of data. The product makers require Software Development Kit for new specification H.264/AVC. This report is mentioned about the way of developing "the development support tool for H.264" with the present image compression of double and more.

key words : H.264, decoder, development tool kit

#### 1 緒 言

試作開発した H. 264 用開発支援ツールは、FPGA(Field Programmable Gate Array)開発支援ボード (ハードウェア) と、このボード上で稼働する専用ソフトウェアで構築される。FPGA 開発支援ボードは、小規模から大規模までの開発に柔軟に対応できるように、回路規模が異なる 2 種類の FPGA を搭載し、並行動作や協調動作の開発を可能とした。特徴は画像を取り扱うための大容量メモリ 512MB を搭載し、周辺デバイスに DVI 出力、USB、JTAG、SSRAM、FLASH を装備し柔軟な開発が可能となっている。これによって、小規模から大規模までのアプリケーション開発を、1 つのボードで行えるハードウェア環境を実現した。また、専用ソフトウェアは、FPGA に H. 264 データ供給するための CPU ソフトウェアと、FPGA 上で稼働する H. 264 再生コア・ソフトウェアで構成され、H. 264 コード解析が容易な開発環境を実現した。

#### 2 実験方法

##### 2-1 開発条件

H. 264 動画圧縮・再生用の組込み機器開発は PC で稼働

するソフト開発とは異なり、省電力・省メモリという厳しい制約下で動画処理プログラムを動作させる必要がある。試作開発した FPGA 開発支援ボードは、組込み動画処理開発では一般的な動作クロック 100MHz、外部メモリが 512MB という条件で開発した。FPGA 回路プログラムの作成は、C 言語を Verilog 言語へ自動変換するソフトウェア「Codeveloper」を用いて記述したプログラムと、一部 Verilog 言語で作成したプログラムを組み合わせで開発した。表 1 に開発条件を示す。

表 1 開発条件

FPGA 動作周波数	100MHz
外部メモリ (DDR2)	512MB
FPGA 回路プログラム	Codeveloper 用 C 言語 及び Verilog 言語

##### 2-2 FPGA 開発支援ボードの構成と特徴

FPGA 開発支援ボードの構成は、組込み動画機器の開発者が、様々な規模の回路ロジックに柔軟に対応できるように、大規模用、小規模用及び並列処理用の開発が可能

\* 戦略的基盤技術高度化支援事業

\*\* 電子情報技術部

\*\*\* 有限会社エボテック

\*\*\*\* 株式会社イーアールアイ

となる設計とした。具体的には回路規模が異なる2種類のFPGAと、それらと接続される周辺デバイスおよび、外部ホストと接続するためのホスト・インタフェースで構成されている(図1)。以下に本ボードの特徴を述べる。

- ①32bit/33MHz PCI、32bit/33MHz MPXの2種類の外部I/Fで、いずれか片方を外部ホストとして使用できる。
- ②StratixII、CycloneII 2種類のFPGAを搭載しており、実装するデコーダの大きさ、速度などにより、何れか片方を選択して動作させる事ができる。また、2種類のFPGA間にブリッジI/Fを持ち、2つのFPGAの並行動作または、協調動作を行うことも可能である。
- ③2種類のFPGAそれぞれにDVIドライバ/ポートが接続されており、何れか片方、または両方のポートからRGB出力ができる。
- ④2種類のFPGAそれぞれの演算に必要な様々なメモリーデバイスが接続されており、システムを自由に構築できる。
- ⑤ALTERA Daughter Cardポートを持ち、様々な外部接続を可能とするため、ALTERA Daughter Cardの中から選択して接続することにより、本ボードの機能を拡張できる。
- ⑥ロジックアナライザを接続できるデバックポートを持ち、FPGAにロジックアナライザI/Fを実装することにより、ロジックアナライザでのデバックが可能である。



図1 FPGA開発支援ボード外観図

2-3 H.264 デコード解析用ソフトウェアの構成

H.264 デコードの機能は、エン트로ピー復号化、逆量子化・逆DCT(Discreet Cosign Transform)、動き補償、画面内予測、重み付き予測、デブロッキングフィルタで構成され、その処理の流れは図2のように表される。消費電力、省回路規模が要求される組み込み機器開発において、上記のH.264 デコード機能の実装は困難と言われている<sup>1)</sup>。そこで、本研究はH.264の組み込み機器開発を容易に解析・評価できることを目的に、デコード方法を3種類に分けて評価できるソフトウェアを開発した。第一はH.264規格の参照ソフトウェアであるJM(Joint Model)14.0版(以下JM)をベースにした解析ソフトであ

り、H.264フル規格の評価を目的としたものである。第二はH.264規格の最小構成であるベースライン・プロファイルをさらに機能限定し、小規模の開発を目的としたものである。第三はデコードの一部分の機能をFPGA上に電子回路化し、高速化の評価を目的とするものである。下記に3種類の内容を説明する。

①フル規格版

H.264規格の全てのデコード機能について、処理の流れや計算方法、データ構造を解析・評価することを目的とした組み込みソフトウェアである。FPGA上のNIOS II CPUで稼働する。

②機能限定版

監視カメラや車載カメラシステム等、ある特定の小型アプリケーションの用途に合わせ、これに必要な機能に限定し解析・評価することを目的とした組み込みソフトウェアである。FPGA上のNIOS II CPUで稼働する。

③高速化版

H.264デコードの主要機能のうち、「動き補償」や「イントラ予測」、「デブロッキングフィルタ」を部分的にFPGA回路化し高速化を図った組み込みソフトウェアである。動き補償では8~10%の高速化を実現した。このFPGA回路化に際しては、ソフトウェア開発で一般的なC言語でアルゴリズムを開発し、それをFPGA回路コード(Verilog)へ自動変換するソフト「Codeveloper」を使って実現した。Codeveloperを使用したH.264のプログラム化は世界初である(2009年3月時点)。NIOS II CPUとFPGA回路の協調で稼働する。

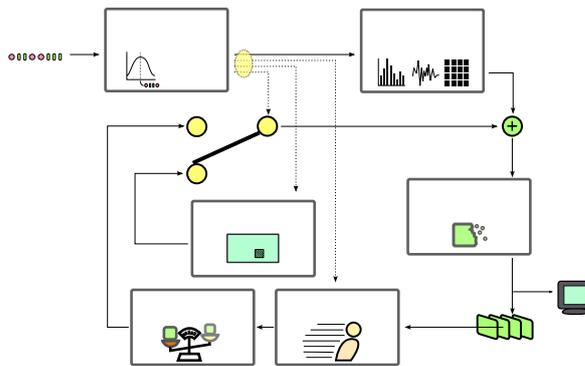


図2 H.264解析用ソフトウェアの構造図

3 実験結果

3-1 速度計測

効率よくデコード性能を向上させるためには、処理時間が長い部分からハードウェア化(FPGA回路化)を進めた。ここでは、実際にFPGAボード上で稼働するH.264エンコードの各関数にかかる時間と、各処理時間の全処理時間に対する割合を求めた。計測方法は、FPGAにタイマーモジュールを搭載し、各関数の処理時間を10nsec(1

億分の1秒)単位で計測した。試験条件及び結果を以下に述べる。

①テストデータ

動画像圧縮の国際標準化機関の JVT (Joint Video Team) で公開されているテストシーケンスを使用した。

表 2 のテスト 1 は高圧縮エントロピーの CABAC (Context-based Adaptive Binary Arithmetic Code) で圧縮したもので、テスト 2 は従来方式を拡張した CAVLC (Context-based Adaptive Variable Length Code) で圧縮したデータである。

②NIOS II 用ソフトウェア

速度計測のために、JM を改造し NIOS II IDE によりビルドしたものを使用した。

③NALU\_t 構造体を削除し、NALU 切り出しモジュールをハードウェア化及び DPB 処理部分の効率化

表 2 に示す実験結果から、ReadMB (エントロピー復号化)、DecodeMB (動き補償)、Deblock (デブロッキングフィルタ) の機能に処理負荷が大きいことが分かった。

表 2 速度計測結果

	テスト 1	テスト 2
FILE SIZE	194	395
ENTROPY	CABAC	CAVLC
VIDEO FRAMES	30	30
REF-FRAME	IBBP	IBBP
FIELD/FRAME	FIELD	FIELD
RESOLUTION	720x480	720x480
StartMB (%)	1.904	2.201
ReadMB (%)	29.650	23.415
DecodeMB (%)	28.215	30.409
compute_colocated(%)	4.324	5.454
Deblock (%)	22.963	26.051
store_picture_in_dpb(%)	7.966	8.604

3-2 動き補償の FPGA 回路開発

H. 264 の処理機能のうち、負荷の大きい「動き補償」を FPGA 回路化する方法及びその実験結果について述べる。

3-2-1 輝度信号の動き補償

(1) 輝度信号の動き補償設計方法

動き補償処理は、輝度信号の動き補償と色差信号の動き補償の 2 つに分けられる。輝度信号の動き補償処理は、1/2 画素精度の予測画像を作成する際に 6 タップ・フィルタ処理を行う。このとき、マクロブロックサイズが 16 × 16 の場合、16 × 16 ~ 21 × 21 画素のデータが必要になる。6 タップ・フィルタ処理は、図 3 に示す整数画素 A, B, C, D, E, F を用いて、 $p = (A - 5B + 20C + 20D - 5E + F) / 32$  で表される積和演算であり、この処理を 1 マクロブロックにつき 256 ~ 529 回の演算を行うため処理量が非常に多い。また、

1/4 画素精度の予測画像を作成するにはさらに 256 回の平均処理が必要となる。このように、輝度信号の動き補償処理はメモリへの頻繁なランダムアクセスと、大量の計算処理が必要になる。これを高速化するため、高速メモリアクセスの「CDC (CoDeveloper Control) モジュール」及び「輝度信号の動き補償ハード」を開発した (図 4)。「輝度信号の動き補償ハード」の開発には C 言語を VerilogHDL 言語に変換するツール (Codeveloper) を使用した。



p : 1/2 画素精度

A, B, C, D, E, F : 整数画素

図 3 6 タップフィルタの計算方法

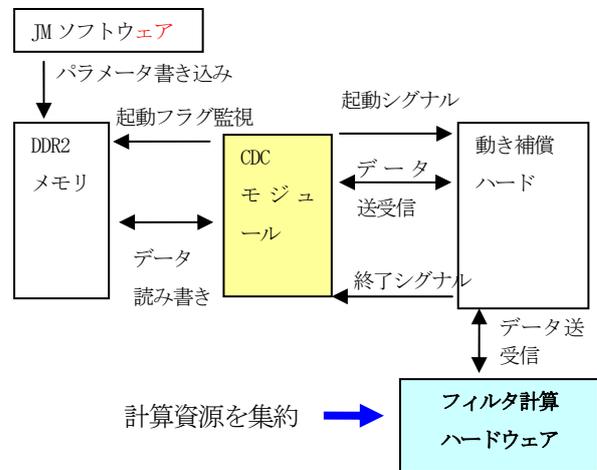


図 4 輝度信号の動き補償のソフトウェア構造図

(2) 輝度信号の動き補償実験結果

上記の CDC モジュールを使用して、輝度信号の動き補償の一部分の FPGA ハード化を行い、速度計測の比較実験を行った。この実験条件と結果を表 3、4 に示す。このハード処理によりソフト処理に対して約 160 倍以上の高速化を実現した。これによって、メモリアクセスの高速化及びデータの流をストリームとレジスタ・インタフェースで処理する CDC モジュールと、Codeveloper で作成した C 言語によるハード化によって、FPGA 開発手法を実現した。

表 3 輝度信号の動き補償実験条件

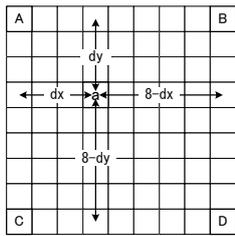
画像サイズ	FPGA 動作周波数	測定回数	NIOS II データ キャッシュ
320 × 240	100MHz	260 回	無し

表 4 速度計測の実験結果

試験条件	ソフト処理 平均 (μs)	ハード処理 平均 (μs)	ソフト/ハード
動き方向 : 横	984.5	5.8	168.7

3-2-2 色差信号の動き補償

(1) 色差信号の動き補償設計方法



- A, B, C, D : 整数画素
- dx, dy : A から 1/8 画素の距離
- 予測補間画素計算 :  

$$a = [(8-x)(8-y)A + dx(8-dy)B + (8-dx)dyC + dx dy D] / 64 \dots \text{式 1}$$

図5 色差信号の動き補償計算方法

色差信号の動き補償は、予測画素値を図5のように、整数画素値 (A、B、C、D) を 1/8 画素精度で線形補間して生成する。線形補間とは、式1に示すように、元の信号からの距離に比例した係数を掛けて補完を行うことである。

(2) 色差信号の動き補償実験結果

動き補償 (色差) の FPGA 回路化の実行結果を表5に示す。ソフトウェアのみのデコード (再生) 結果と、動き補償 (色差) + 逆DCT のハードウェアをソフトウェアに組み込んだ結果である。この結果から、6%程度の高速化ができた。ただし、この色差信号の動き補償ハードウェアのメモリアクセスはCodeveloper のメモリ関数を使用しているためアクセス速度は遅い。今後はCDCモジュールを組み込むことでさらに高速化を図る予定である。

表5 実験結果

実験構成	sec	fps
ソフトウェアのみ	17.954	1.671
ソフトウェア +動き補償 (色差) +逆DCT	17.848	1.681

3-3 イントラ予測の開発

(1) イントラ予測の設計方法

符号化されたデータから画像を生成する際、同一画面内にて予測対象となるマクロブロック (縦 16x 横 16 画素を 1 マクロブロックとする) の周辺にある予測済画素値を参照して新たに画像を生成する方法をイントラ予測という。予測画素算出の後、変換係数を参照して逆離散コサイン変換 (IDCT) を行い最終的な画素値を得る。輝度値のイントラ予測では、1 回の処理で予測を行う画素の単位が 4x4、16x16、8x8 と 3 通り存在する。4x4、8x8 については 9 つのモードのいずれかで予測が行われ、16x16 では Vertical、Horizontal、DC の 3 モードに Plane を加えた全 4 モードで予測を行う。色差については、8x8 単位で予測を行い、予測モードは輝度 16x16 と同様の 4 モードで予測を行う。これらの各モードについて、Codeveloper 用 C 言語でコードを作成し、FPGA 上で動作を確認した。

(2) イントラ予測の実験結果

イントラ予測をハード化 (FPGA 回路化) した結果を表6に示す。この結果からハード処理ではソフト処理に対して部分的に 8~9 倍の高速化を実現した。試験条件はブロックサイズを 4x4 から 16x16 に変化させたものと色差信号とで比較した。

表6 イントラ予測の実験結果

試験条件 (ブロックサイズ)	ソフト処理 (ms)	ハード処理 (ms)	比較 (ms)
イントラ 4x4	228.186	27.565	-200.621 (8.33 倍)
イントラ 8x8	176.129	19.422	-156.707 (9.09 倍)
イントラ 16x16	9.700	9.187	-0.513 (1.11 倍)
イントラ 色差信号	142.485	16.171	-126.314 (9.09 倍)

3-4 全体デコード結果

H.264 映像の全体的なデコードの実験では、機能限定版 (NIOS II CPU のソフトウェア処理) と輝度信号の動き補償の一部を FPGA 回路化した高速化版の比較実験を行った。実験に使用した H.264 ファイルは独自に撮影しエンコードしたものである。表示速度の結果を表7に示す。

表7 表示実行結果

H.264 種類	フレーム数	ソフト+ハード (FPS)	ソフトのみ (FPS)	高速化率
fall31	281	12.1	11.1	9.0%
ETCrayfish	199	10.0	9.3	7.5%
fish38	315	10.2	9.0	13.0%
Monkey	89	9.4	8.7	8.0%



(a) 56 フレーム



(b) 125 フレーム



(c) 238 フレーム



(d) 300 フレーム

図6 fish38 のデコード画像 (抜粋)

また、この実験における画像表示の結果を図6に示す。

この結果からハード化によって表示速度(FPS : Flame Per Second)の高速化を実現した。

#### 4 結 言

開発した「H. 264 開発支援ツール」は、小規模から大規模までの開発に柔軟に対応できるように、回路規模が異なる2種類のFPGAを搭載し、並行動作や協調動作の開発を可能とした。512MBの大容量メモリや周辺インタフェースも充実し開発自由度の高いツールとなっている。H. 264 デコードソフトウェアは、フル規格版、機能限定版、高速処理版の3つの解析ツールとし

て実現した。その特徴はC言語からハード言語への自動変換技術であり、本ツールの強みとなっている。ただし、ハード化は部分的にしか実装されておらず、全体的な性能の向上には至っていない。今後はハード化の範囲を広げ、全体的な性能向上を図っていく予定である。

#### 文 献

- 1) 小野, 村上, 浅井, 動画像の高効率符号化、オーム社、pp. 144-149(2005)。

# T法(1)による細穴放電加工の除去量の予測\*

和合 健\*\*, 飯村 崇\*\*, 黒澤 裕也\*\*\*

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による微細穴加工の高度化に取り組んでいる。ここでは、 $\phi 0.1\text{mm}$  程度の微細電極を使用した細穴放電加工を例に取り上げ、T法(1)によりエネルギーから放電加工量を定量的に予測する時の予測精度を検証した結果、高い予測精度が得られた。

**キーワード**：細穴放電加工，T法(1)，エネルギー，精度検証，定量評価，非線形

## Estimation of Removal Quantity on Electric Discharge Machining of a Minute Hole by T method (1)

WAGO Takeshi, IIMURA Takashi, KUROSAWA Yuya

A minute hole processing by electric discharge machining was performed as Iwate Prefecture's main theme in IMY cooperation meeting on "ultra-precision machining technology of automobile manufacture". In this below, removal quantity of diameter  $\phi 0.1\text{mm}$  minute hole by electrical discharge machining was estimated from used energy values by T method(1). As a result, it was found that high accuracy estimation was performed by the method.

**key words** : Minute hole EDM, T method(1), energy, verify of accuracy, evaluation of determination, non-liner

### 1 緒言

放電加工は、金型製造におけるマザー加工の位置付けにあり、加工ノウハウを蓄積して対処することによりサブミクロンを追求できる高精度加工が実現できる。従来のエネルギーの評価方法は、仕事に使用されるエネルギーの最大値、最小値、ばらつき等による相対値で評価されていたが、エネルギーから放電加工結果を定量的に評価するためにはエネルギーと放電加工結果が高い相関を持ち、両者の関係が1対1で関連付けることができるかを検証する必要がある。そこで、T法(1)を適用して放電加工に適した単位空間、信号空間へのメンバー（実験番号列）の配置を見つけ出すことによりエネルギーから放電加工結果を定量的に高精度予測する手法の構築に取り組んだ。

### 2 放電加工技術の評価

切削加工の場合は、入力をエネルギーとして出力を除去量とした場合、SN比が高く感度が大きい条件が適正な切削現象が為されていると定義できる。対して放電加工

工では、多数設定値の組み合わせで入力エネルギーの大きさや性質が決定されるため切削加工と同様な線形式の入出力関係が定義できるとは限らない。放電加工の入出力関係は図1に示す想像図のとおり、入力を加工エネルギー、出力を除去量とした場合に非線形の関係であると予想される。以上を踏まえ、ここでエネルギーから放電加工結果を定量的に予測する場合の放電加工の入出力関係は、非線形ではあるが1対1で定まる関係であり、SN

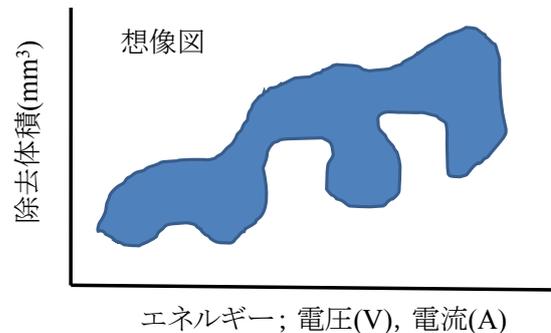


図1 エネルギーと除去体積の関係

\* IMY 連携会議「自動車部材関連における超精密加工技術」Gr

\*\* 材料技術部

\*\*\* 岩手大学工学部機械工学科先端加工研究室

比が高い関係で良い放電加工が行われると考えられる。T法(1)は項目毎に独立して単位空間と信号データからSN比と感度が算出できる<sup>1)</sup>ため非線形の評価が行える。ここでの入出力関係は式(1)に基づき、除去体積を信号 $\hat{M}_i$ 、電圧と電流の波形 $y_{ki}$ を出力とした。

$$\hat{M}_i = \frac{\eta_1 \times \frac{y_{1i}}{\beta_1} + \eta_2 \times \frac{y_{2i}}{\beta_2} + \eta_3 \times \frac{y_{3i}}{\beta_3} + \dots + \eta_k \times \frac{y_{ki}}{\beta_k}}{\eta_1 + \eta_2 + \dots + \eta_k} \quad (1)$$

ここで、 $\hat{M}_i$ は予測真値(mm<sup>3</sup>)、 $\eta_k$ はSN比(db)、 $\beta_k$ は比例定数、 $k$ は項目数、 $i$ は信号数、 $y_{ki}$ は未知データ(V, A)である。

### 3 実験装置及び方法

#### 3-1 実験装置

放電加工機は三菱電機製 EDSCAN8E を用いた。電極はφ0.1mmの銅パイプを使用し、加工材にSKH51相当品である竹内型材研究所製 THF51 を使用した。電極の主軸への保持治具は、φ0.05mm~φ0.3mmが保持できる菱電工機製 RCH-03LA を使用した。電流測定子は日置電機製 3274 を用いた。この電流測定子は、DC~10MHzの周波数帯域を持ち、放電による高周波領域の測定に適用できる。放電は高速現象であるため通常の測定ではデジタルオシロスコープが使用されるが、ここではA/D変換器(NI製 USB-5133)を使用した。このA/D変換器は100MS/sの高速抽出の性能を有することから、プログラム言語NI製LabVIEW8.5の制御によりA/D変換器を経由して電圧と電流を直接パソコンに取り込むことでT法の演算を有効に活用できる。

#### 3-2 予備実験

予備実験は、放電加工に影響を与える6種類の制御因子を設定して30分間の細穴放電加工を行い、加工結果として穴径と穴深さを取得した。共通の加工条件は、パイプ中心から加工液噴出、振れ抑制案内の高さを50μmとした。また、開始5分後の加工中の極間電圧と入力電流の波形を測定した。表1に示したA~Fの6種類の制御因子を直交表L<sub>18</sub>に配置した。ここでの直交表L<sub>18</sub>の使用目的は、パラメータ設計における交互作用を交絡させるためではなく、単に因子のランダムな組み合わせを得るために使用した。誤差因子は、ランダムな制御因子の組み合わせにおいて自動的に組み込まれていると判断し個別に設定しなかった。図2に放電加工結果、図3に1パルスの電圧波形、図4に1パルスの電流波形を示す。二つの図中の番号3が信号データとした良好な結果の波形、番号15が単位空間とした平均的な波形であり図中に強調して示した。

表1 因子と水準

因子		水準		
		1	2	3
A	μSF回路 (M111)	ON	OFF	-
B	コンデンサ回路 (M113)	ON	OFF	ON
C	電圧LOW設定 (M115)	ON	OFF	ON
D	回転速度 (r/min)	100	200	400
E	電気条件 (Eパック)	E855	E1951	E1952
F	揺動半径 (μm)	50	55	60

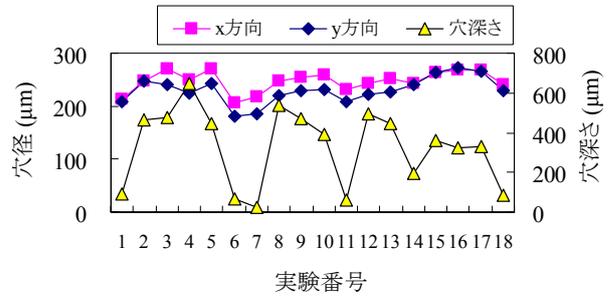


図2 予備実験での放電加工結果

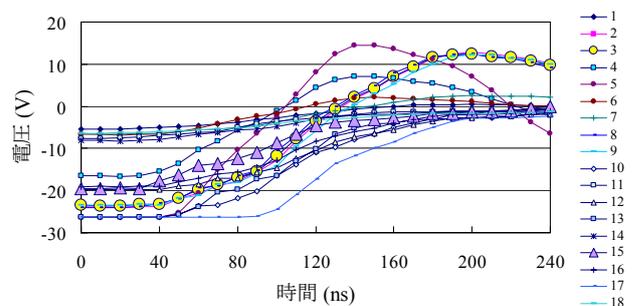


図3 1パルスの電圧波形

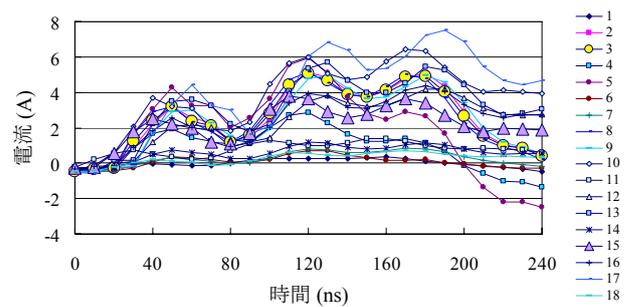


図4 1パルスの電流波形

#### (1) 信号データを両端に設定した場合の予測真値の算出

直交表L<sub>18</sub>を使用してランダムな因子の組み合わせによる単位空間と信号データを作成するための予備実験を行った。除去量は体積(mm<sup>3</sup>)として計算することとして図2の穴径と穴深さから除去体積を算出した。T法(1)では出力値が中位にあり、できるだけ均質で数の多いところから単位空間のメンバーを選択する。図5から除去

体積が  $0.02\text{mm}^3$  付近に集中していることが分かる。したがって、本研究では、実験番号 10, 13, 15 を単位空間のメンバーとして選択した。信号データは、T法(1)では良好な集団と劣悪な集団の両端を選択することから除去体積が大きい実験番号 2, 3 と除去体積が小さい実験番号 6, 11 を設定した。この信号データの設定方法を以下で“信号データ (両端)”と表現する。未知データは、単位空間と信号データの設定値を除いた全 11 個の電圧及び電流波形を用いた。項目は電圧及び電流波形が立ち上がった瞬間の値から連続的にそれぞれ 25 個抜き出し、計 50 項目とした。図 6 に予測値と実測値の比較を示した。信号データを両端にする場合、式(1)の予測真値は単位空間からのベクトル量で示され大きさと方向を合わせもっているため単位空間の真値に予測真値を単純加算すれば良い。信号データを両端に設定した場合は、予測値と実測値はそれぞれの波形の平均値が一致しているが両端の精度は悪い。本実験の目的はパラメータ設計の評価指標として使用するための精度検証であり、良好な実測値を精度良く予測することが重要であり劣悪な実測値の予測精度の低さは無視しても良い。

(2) 信号データを良好な集団のみに設定した場合の予測真値の算出

次に、単位空間はそのままにして信号データを良好な集団のみに設定した。信号データは除去体積が大きい実験番号 3, 4, 5 である。未知データは、単位空間と信号データの設定値を除いた全 12 個の電圧及び電流波形を用いた。信号データに良好な集団のみに設定する場合は、予測真値  $\hat{M}_i$  は単位空間からのスカラー量で示され加減算の方向は示されない。そのため加減算の方向を判断する指標が必要になる。以下に加減算の判断指標を説明する。図 3 と図 4 の電圧、電流波形を観察すると除去体積が大きい波形は波形の山谷の差が大きい傾向が見られた。そこで加減算の判断指標を電圧及び電流波形の山谷の最大差(以下、電圧 PV 及び電流 PV という)とし、式(2)から予測除去体積を算出する。

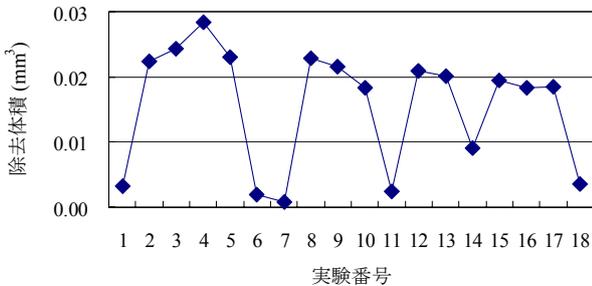


図 5 除去体積

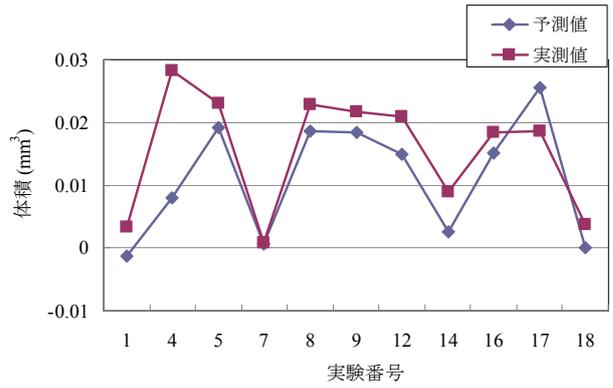


図 6 予備実験での信号データ (両端) の予測値と実測値

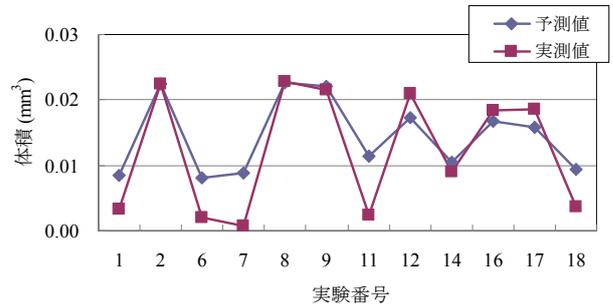


図 7 予備実験での信号データ (良好のみ, 電圧 PV) の予測値と実測値

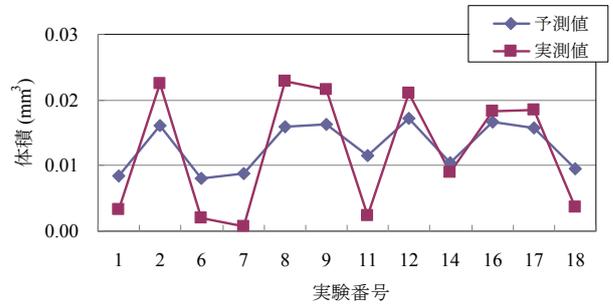


図 8 予備実験での信号データ (良好のみ, 電流 PV) の予測値と実測値

$$\begin{cases} Vol_{est} = a + b & (PV_{samp} > PV_{base}) \\ Vol_{est} = a - b & (PV_{samp} < PV_{base}) \end{cases} \quad (2)$$

ここで、 $Vol_{est}$ は予測除去体積( $\text{mm}^3$ )、 $a$ は単位空間の真値( $\text{mm}^3$ )、 $b$ は予測真値( $\text{mm}^3$ )、 $PV_{samp}$ は未知データの電圧 PV(V)または電流 PV(A)、 $PV_{base}$ は単位空間の電圧 PV(V)または電流 PV(A)である。この信号データの設定方法を以下で“信号データ (良好のみ, 電圧 PV)”, “信号データ (良好のみ, 電流 PV)”と表現する。図 7 に信号データ (良好のみ, 電圧 PV) の予測値と実測値の比

較, 図8に信号データ(良好のみ, 電流 PV)の予測値と実測値の比較を示す。信号データ(良好のみ, 電圧 PV)の場合は, 除去体積の大きな集団の予測精度が高いが除去体積の小さい集団の予測精度が低いことがわかる。一方, 信号データ(良好のみ, 電流 PV)の場合は, 実験番号2, 8, 9の3カ所で加減算の方向が間違っている。これは, 入力電流が小さい場合でそれに倣って必ずしも除去体積が小さくなるとは限らないことを示しており, 電流波形の山谷の最大差は加減算の判断指標には適さない。

(3) 項目診断

図9(a)に代表例として実験番号3の電圧及び電流波形を示し, 図9(b)に信号データを良好な集団のみとした時の電圧波形の項目診断図, 図9(c)に信号データを良好な集団のみとした時の電流波形の項目診断図を示した。ここでの項目診断は, 1; その項目を使用する, 2; その項目を使用しない, と設定したため左上がりりでその項目を有意と判定する。図9(b)の電圧では波形の初期と後期で有意を示しており, 図9(c)の電流では波形状を示す波形に対応して周期的に有意を示している。この結果, 電流の波形は位相から大きく影響を受けるので予測精度の信頼性が低く, 電圧は連続的な有意判定が見られるので波形状を精査することで予測精度の向上が期待できる。

4 結 言

φ0.1mm程度の微細電極を使用した細穴放電加工を例に取り上げ, パラメータ設計においてエネルギーを定量的な評価指標に使用するために T 法(1)を適用した時の除去量の予測精度を検証し, 以下の結論が得られた。

- (1) T 法(1)の信号データへのメンバーの配列では除去量の良好な集団と劣悪な集団による両端を設定した場合よりも除去量の良好な集団のみを設定した場合において予測精度が向上した。
- (2) 除去量が良好な集団のみを信号データに設定する場合には, 単位空間の除去量に対して予測真値を加減算する判断指標が必要になるが, 電圧波形の山谷の最大差を使用することで的確に加減算を判断することができた。
- (3) 結論として, エネルギーを使用した除去量の予測で高い精度が得られることがわかったので, 細穴放電加工のパラメータ設計においてエネルギーを使用して定量的に評価できることが示され, 使用者による最適な電気条件の探索に利用できる。

文 献

- 1) 田口玄一: 目的機能と基本機能(6)-T 法による総合予測-, 品質工学, Vol.13, No.3, p5-10(2005)

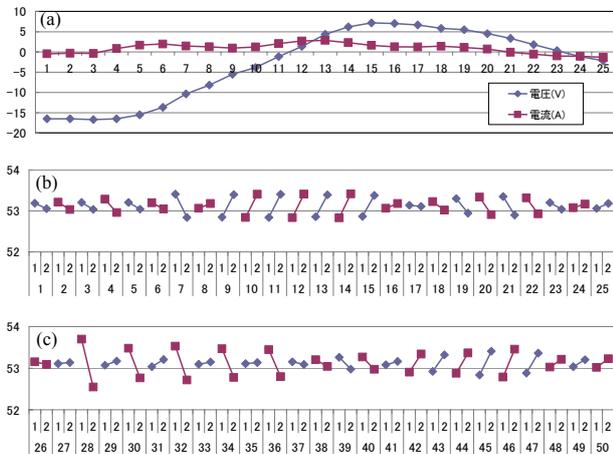


図9 項目診断図

# 300kg 高周波溶解炉におけるマンガン除去技術の優位性調査\*

高川 貫仁\*\*、池 浩之\*\*、岩清水 康二\*\*、

小綿利憲\*\*\*、高橋直之\*\*\*\*

マンガン含有量の高い鋼スクラップを原材料とする鑄鉄からのマンガン酸化除去技術について、溶解量 300kg の高周波溶解炉を用いて溶解実験を行った。そして、作業性やコスト、得られた鑄鉄の機械的性質について、マンガン希釈法やマンガン無害化技術と比較し、酸化除去技術の優位性について調査した。得られた結果は、次のとおり。

- 1) 無害化技術および希釈法と比較し、除去技術により得られた鑄鉄の機械的性質は、目標材質である JIS G 5502 の FCD450 の規格値を十分満足した。
- 2) 酸化除去の溶解作業は、除滓作業が作業者への負担となった。
- 3) 酸化除去技術の処理コストは希釈法の約 1/4 であり、無害化技術の処理コストは非常に安価で、希釈法の約 1/10~1/5 であると試算された。
- 4) 除去技術の処理コストは、無害化技術より高く、その主な要因は加珪に要するコストであった。

キーワード：鑄鉄、マンガン除去、酸化鉄、機械的性質

## Superiority Investigation of the Manganese Removal Technology in the 300kg-High Frequency Induction Furnace.

TAKAGAWA Takahito, IKE Hiroyuki, IWASHIMIZU Kouji,  
KOWATA Toshinori and TAKAHASHI Naoyuki

The oxidation removal technology of manganese from cast iron using steel scrap of high manganese content as raw materials was verified by the melting experiment in the 300kg-high frequency induction furnace. And the superiority of the removal technology was investigated by comparing with the dilution method and the neutralization technology about mechanical property of the obtained cast iron, operation efficiency, and cost of the process. The results are summarized as follows,

- 1) The mechanical property of cast iron treated by the removal technology satisfied the standard value of FCD450 in JIS G 5502 enough compared with neutralization technology and dilution method.
- 2) In the melting operation of removal technology, slagging operation had become a burden to the melter.
- 3) It was provisionally calculated that the processing cost of removal technology was about 1/4 of the dilution method. And the cost of the neutralization technology was very cheap, about 1/10-1/5 of it.
- 4) The processing cost of the removal technology was higher than that of the neutralization technology. The processing cost of the removal technology became expensive to need the supply of silicon.

key words : cast iron, manganese removal, iron oxide, mechanical property

### 1 緒 言

現在、自動車産業をはじめ、造船、建設産業において、省エネルギーを目的とした部材の軽量化のために高張力鋼の採用割合が増えている。高張力鋼の高強度化は、主にマ

ンガンの添加により行われており、その添加割合は最大で 2.7%と高い。一方、国内の鑄鉄鑄物メーカーでは、コスト低減のため鉄スクラップを主原料としているが、上述のことより鉄スクラップにおける高張力鋼の割合も高まり、こ

\* 交付金

\*\* 材料技術部

\*\*\* 国立大学法人岩手大学

\*\*\*\* 福島製鋼株式会社

れに含まれるマンガンによる鑄鉄材料の脆化が大きな問題になっている。

鑄鉄材料のマンガンを除くために、著者らは、酸化鉄(FeO)添加による鑄鉄溶湯のマンガンを除去技術に取り組んだ<sup>1),2)</sup>。本技術は、マンガンを酸素と反応しやすいことを利用したマンガンを除去技術であり、酸化鉄の添加量にほぼ比例してマンガンを除去することができる。しかし、実装業に即して実施した例がないことや、発生するスラグ処理の問題もあり、実用化には至っていない。

そこで本調査では、「酸化鉄添加による除去技術(以下、除去技術と記す)」の実用化を目的に、溶解量300kgの高周波溶解炉を用いて検証実験を行い、作業性やコスト、得られた鑄鉄の機械的性質について、マンガンを含有量が高いままで鑄鉄の脆化を解決しようとする「マンガンを無害化技術(以下、無害化技術と記す)」や一般的な解決方法である「銑鉄による希釈法(以下、希釈法と記す)」と比較し、除去技術の優位性について調査した。

## 2 実験方法

### 2-1 目標材質および組成

目標とする鑄鉄の材質は、延性の高いFCD450 (JIS G 5502)とした。FCD450の一般的なマンガンを規定値は0.4%である。

鑄鉄鑄物メーカーに納品される鉄スクラップのマンガンを含有量は、2008年度に自動車メーカー等に聞き取り調査した結果、現在の0.4%から、今後0.8%まで増加することが予想された。また、高周波誘導炉などの電気炉による鑄鉄の溶解原材料配合比は、大きくは、鑄鉄戻り材が50%で、鉄スクラップが50%である。

これらより、本調査におけるマンガンを含有量の目標値は、「除去技術」においては0.6%から0.4%まで下げる

( $0.6\% = [\text{戻り材のマンガンを含有量}]0.4\% \times [\text{戻り材の配合比}]0.5 + [\text{鉄スクラップのマンガンを含有量}]0.8\% \times [\text{鉄スクラップの配合比}]0.5$ )、「無害化技術」においては0.8%( $= [\text{戻り材のマンガンを含有量}]0.8\% \times [\text{戻り材の配合比}]0.5 + [\text{鉄スクラップのマンガンを含有量}]0.8\% \times [\text{鉄スクラップの配合比}]0.5$ )、「希釈法」においては0.4%とした。

### 2-2 溶解方法

溶解は300kg高周波溶解炉により行った。「希釈法」は、マンガンを含有量を溶解炉内で0.4%に調整し、サンドイッチ法により球状化処理、次いで1次接種を行った。「除去技術」は、溶解炉内に酸化鉄を2%添加しマンガンを含有量を0.6%から0.4%まで下げた後にフェロシリコンによりシリコン含有量を調整し、球状化処理ならびに1次接種を行った。「無害化技術」はレアアース添加<sup>3)</sup>による処理およびビスマス添加<sup>4)</sup>による処理を行った。レアアース添加技術は、レアアースを予め球状化処理剤と一緒に球状

表1 各処理技術により得られた鑄鉄の化学組成

	C	Si	Mn	P	S	Mg	Ce	O
銑鉄による希釈法	3.76	2.73	0.44	0.036	0.009	0.039	0.005	11
酸化鉄添加による除去技術	3.43	2.55	0.44	0.034	0.004	0.036	0.005	10
レアアース添加による無害化技術	3.64	2.66	0.77	0.039	0.027	0.032	0.030	7
ビスマス添加による無害化技術	3.60	3.25	0.77	0.037	0.013	0.035	0.006	15

(単位：C~Ceはmass%，Oはmass ppm)

化処理取鍋のポケットにセットしておき、鑄鉄組成をマンガンを含有量0.8%、硫黄含有量0.05%に調整し、球状化処理すると共に無害化処理を行い、1次接種を行った。ビスマス添加技術は、鑄鉄組成をマンガンを含有量0.8%に調整し、球状化処理ならびに1次接種した後、鑄型注湯時にビスマス系接種剤を注湯流接種した。

鑄込みは、JIS G 5502 Y型供試材B号(肉厚25mm)に行い、その後、引張試験片(JIS4号試験片)及びシャルピー衝撃試験片(JIS 2mmUノッチ)を作成し、試験に供した。得られた鑄鉄の化学組成を表1に示す。

## 3 実験結果

### 3-1 組織観察

図1に、各処理技術により得られた組織観察結果を示

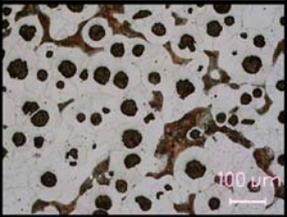
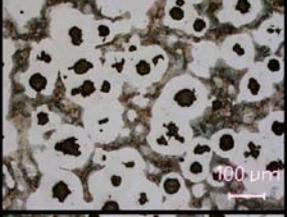
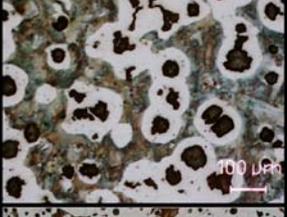
	光学顕微鏡組織	黒鉛および基地組織
銑鉄による希釈法		黒鉛球状化率：98% 黒鉛粒数：193個/mm <sup>2</sup> 黒鉛平均粒径：25 μm 黒鉛面積率：11% フェライト面積率：73% バースライト面積率：16%
酸化鉄添加による除去技術		黒鉛球状化率：93% 黒鉛粒数：187個/mm <sup>2</sup> 黒鉛平均粒径：20 μm 黒鉛面積率：8% フェライト面積率：55% バースライト面積率：37%
レアアース添加による無害化技術		黒鉛球状化率：78% 黒鉛粒数：202個/mm <sup>2</sup> 黒鉛平均粒径：25 μm 黒鉛面積率：12% フェライト面積率：40% バースライト面積率：48%
ビスマス添加による無害化技術		黒鉛球状化率：97% 黒鉛粒数：524個/mm <sup>2</sup> 黒鉛平均粒径：16 μm 黒鉛面積率：10% フェライト面積率：76% バースライト面積率：14%

図1 各処理技術により得られた組織観察結果

す。「希釈法」による鑄鉄組織は、フェライト率が73%と高く、黒鉛粒数が193個/mm<sup>2</sup>、黒鉛粒径は25μmであった。「除去技術」および「レアアース添加技術」は、黒鉛組織ならびに基地組織共に似た組織であり、フェライト面積率が約50%、黒鉛粒数が約200個/mm<sup>2</sup>、黒鉛平均粒径は約25μmであった。「希釈法」と比較して、黒鉛組織は似ているが、基地組織ではフェライト面積率が低かった。「ビスマス添加技術」は、フェライト面積率が76%、黒鉛粒数が524個/mm<sup>2</sup>、黒鉛平均粒径が16μmであり、「希釈法」と同等のフェライト面積率であり、黒鉛粒数は他の2倍以上であった。

「除去技術」および「レアアース添加技術」のフェライト面積率が「希釈法」より低かったのは、CE値が低いと考えられる。また「ビスマス添加技術」の場合、注湯流接種することにより黒鉛粒数が増し、その結果フェライト面積率が高くなったものと考えられる。

黒鉛球状化率は、「希釈法」および「除去技術」、「ビスマス添加技術」において90%以上と良い結果であったが、「レアアース添加技術」においては78%と低かった。この原因は分からないが、今後、くり返し溶解試験を行い検証する必要がある。

3-2 機械的性質

表2に、各処理技術により得られた鑄鉄の引張試験および硬さ試験結果を示す。いずれの鑄鉄も、目標材質であるFCD450を満足する材質であった。「希釈法」および「ビスマス添加技術」の引張強さが約500N/mm<sup>2</sup>で、伸びが16~22%と延性があるのに対し、「除去技術」および「レアアース添加技術」は、引張強さが約600N/mm<sup>2</sup>と高く、伸びが10~13%と若干低かった。これはフェライト面積率と黒鉛球状化率の影響が大きいと考えられる。

次に衝撃試験結果を図2に示す。試験は-40℃、-20℃、0℃、室温(20℃)で行った。「希釈法」および「ビスマス添加技術」は、温度に対して共にほぼ同じ値を示し、室温で約13J、-20℃で約9J、-40℃で約4Jであった。「除去技術」は、室温で8Jであり、0℃以下では約3Jでほぼ一定であった。「レアアース添加技術」は、本温度範囲では約3Jで一定であった。「除去技術」および「レアアース添加技術」は、「希釈法」や「ビスマス添加技術」に比較して吸収エネルギーが低かったが、これは、黒鉛球状化率が約80~90%と低かったことが大きな要因と考えられる。

3-3 作業性

各処理技術の作業性評価結果を表3

表2 各処理技術により得られた鑄鉄の引張試験および硬さ試験結果

	耐力 N/mm <sup>2</sup>	引張強さ N/mm <sup>2</sup>	伸び %	ブリネル硬さ HBW(10/3000)
鉄鉄による希釈法	352	492	22	163
酸化鉄添加による除去技術	370	579	13	183
レアアース添加による無害化技術	407	599	10	192
ビスマス添加による無害化技術	389	514	16	174
FCD450 (JIS 規格)	280 以上	450 以上	10 以上	140~210 (参考)

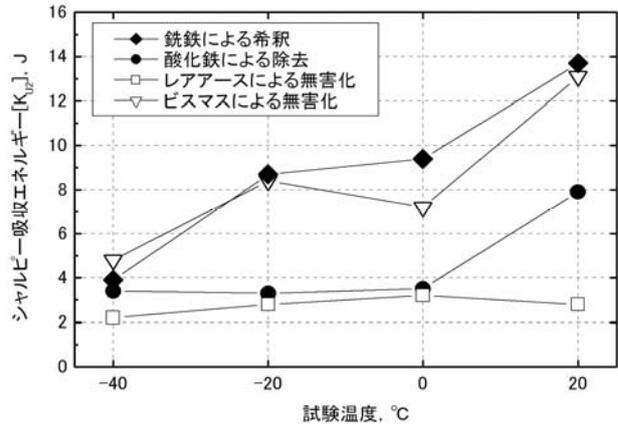


図2 各処理技術により得られた鑄鉄の衝撃試験結果

に示す。作業性では、「除去技術」が、他の処理技術に比較してスラグが多く発生するために、除滓作業において、時間や危険性が増す評価結果となった。

「除去技術」における粉塵については、炉内に酸化鉄を添加したときに、酸化鉄由来の黒っぽい粉塵が舞う。

表3 各処理技術の作業性評価結果

	処理にかかる時間	粉塵や異臭の有無	作業における危険性	スラグ発生量
鉄鉄による希釈法	0分	無し	無し	0.3kg 溶湯重量の0.1%
酸化鉄添加による除去技術	9分 (内訳) 1)除滓:3分 2)処理前後のMn,Si量の分析:6分	若干有り(粉塵) 黒い粉塵が若干発生。	有り 除滓が重労働。除滓時に火傷注意。	4.5kg 溶湯重量の1.5% (酸化鉄添加量は溶湯重量の2%)
レアアース添加による無害化技術	3分 処理前のSの分析:3分	無し 添加する硫黄の量に応じて異臭の発生の可能性有り。	無し REを炉内で添加する場合は、溶湯攪拌の必要あり。火傷注意。	0.3kg 溶湯重量の0.1%
ビスマス添加による無害化技術	0分	無し	有り 接種作業時に火傷注意。自動で接種できる場合は、危険性は無い。	0.3kg 溶湯重量の0.1%

ただし、酸化鉄がスラグ化する2~3分程度でこれは収まった。通常溶解においても粉塵の発生がないわけではなく、また、集塵設備が付いている溶解炉では、粉塵は問題にならないと思われる。「除去技術」の作業の危険性については、大変危険というわけではなく、注意が必要という程度の危険性である。

### 3-3 処理コスト

各処理技術の処理コストの試算結果を表4に示す。「除去技術」の処理コストは「希釈法」の26%、「無害化技術」の処理コストは「希釈法」の10~20%であり、いずれも「希釈法」と比較して採算性に大変優れていた。「希釈法」では、銑鉄(マンガン含有量が0.15%と仮定)を3割も配合しないと0.4%Mnの鑄鉄を得られず、配合割合が高く、さらに鉄スクラップとの価格差が大きいことから、高価な対策方法であることが分かる。

表4 300kgの鑄鉄溶湯に対する各処理コスト試算結果

	添加剤費用 (運搬費込み) A	産廃処理 費用 B	合計 A+B	鑄鉄 1ton 当 たりの処理費用 (A+B)/0.3
銑鉄による 希釈法	3,150 円	10 円	3,160 円	10,530 円
	(内訳) 1)銑鉄費用 3,150 円			
酸化鉄添加 による除去 技術	720 円	100 円	820 円	2,730 円
	(内訳)			
	1)酸化鉄費用 180 円			
	2)フェロシリコン費用 500 円 3)除滓剤費用 40 円			
レアアース 添加による 無害化技術	650 円	10 円	660 円	2,200 円
	(内訳) 1)RE 合金費用 650 円			
ビスマス添 加による無 害化技術	340 円	10 円	350 円	1,170 円
	(内訳) 1)Bi 系接種剤費用 340 円			

「除去技術」は、「無害化技術」と比較して、コストが高かった。「除去技術」における処理費用のうち、フェロシリコン(Fe-75%Si)がその費用の6割を占める。つまり、「除去技術」が他の処理技術に比較してコスト的に有利か否かはフェロシリコンの添加量および値段に大きく左右されることが分かる。

一番低コストの技術は、「ビスマス添加による無害化技術」であった。ビスマス接種剤の単価は、本調査で使った添加剤の中で一番高いのだが、添加量が少量であることから、処理費用は大幅に低かった。

### 3-4 「除去技術」の優位性

「酸化鉄添加による除去技術」は、300kgの高周波溶解炉において、充分対応可能であることが分かった。

「除去技術」の「希釈法」に対する優位性は、コスト面はかなり高いことが分かった。機械的性質については、いずれも目標材質をクリアしており、伸びの確認は今後も必要だが、鑄鉄の組成がそろえば、大きな差はないものと考えられる。

「除去技術」と「無害化技術」を比較した場合、作業性やコスト面で「無害化技術」の方が若干優位性が高いことは否めない。「無害化技術」では無害化剤にレアアースやビスマスという希少金属を用いているため、環境面からは「除去技術」の方が優位性はかなり高い。しかし、製造現場においては環境面の優位性のみでは技術のインパクトが小さい。

酸化鉄添加によるシリコンの酸化は、酸化鉄を無駄に消費するだけでなく、処理後の加圧コストも高くなり、スラグの発生ボリュームが増えることから除滓にかかる負担も大きくなる。そのため、今後、「除去技術」の作業面やコスト面における優位性を高めるために、できるだけシリコンを酸化させないでマンガンを優先酸化させる方法を検討する必要がある。

## 4 結 言

「酸化鉄添加によるマンガン除去技術」の実用化を目的に、300kg高周波溶解炉を用いて検証実験を行い、作業性やコスト、得られた鑄鉄の機械的性質について、「無害化技術」や「希釈法」と比較し、除去技術の優位性について調査した。得られた結果は以下のとおりである。

- 1) 無害化技術および希釈法と比較し、除去技術により得られた鑄鉄の機械的性質は、目標材質であるJIS G 5502のFCD450の規格値を十分満足した。
- 2) 除去技術の溶解作業は、除滓作業が作業者への負担となった。
- 3) 酸化除去技術の処理コストは

希釈法の約1/4であり、無害化技術の処理コストは非常に安価で希釈法の約1/10~1/5であると試算された。

- 4) 除去技術の処理コストは、無害化技術より高く、その主な要因は加圧に要するコストであった。

## 文 献

- 1) 高川貫仁, 勝負澤善行, 池浩之, 茨島明: 岩手県工業技術センター研究報告, 11 (2004) 132
- 2) 高川貫仁, 池浩之: 岩手県工業技術センター研究報告, 12 (2005) 87
- 3) 小綿利憲, 堀江皓, 平塚貞人: 鑄造工学, 79 (2007) 481
- 4) 齋藤弘典: 日本鑄造工学会東北支部大会講演概要集, 2006

この研究は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の平成20年度エコイノベーション推進事業により行った。

## 低切断荷重はさみの切断荷重の推定(第二報) \*

飯村 崇\*\*、長嶋宏之\*\*\*、井上研司\*\*\*\*、

井山俊郎\*\*\*\*\*、本村 貢\*\*\*\*\*

医療用や理美容用のはさみは一般的なはさみと比べて、切断に対する要求が非常に厳しい。具体的にはその切断荷重が、他のはさみと比べて非常に小さくなっている。その結果、荷重に影響する因子の推定が難しい。そこで、本報告では、昨年度の研究成果である空切り荷重の計算による推定に加え、ナイロン糸を切断する際の切断の様子を観察して、切断機構を推測し、それを元に数値計算を行うことで、切断荷重の計算による推定を試みた。その結果、ナイロン糸の物性を元にいくつかの仮定を盛り込んだ数値計算を行うことで、ナイロン糸の切断荷重の計算による推定が可能となった。また、この結果から、切断荷重に影響を及ぼす因子が明らかになった。

キーワード：はさみ、切断荷重

## Estimation of Cutting-Load with Low Cutting-Load Scissors

IIMURA Takashi, NAGASHIMA Hiroyuki, INOUE Kenji,  
IYAMA Toshirou and MOTOMURA Mitsugu

Cutting load of hair-cutting scissors or medical scissors was smaller than other ordinary scissors, and it was difficult to estimate effective factors on cutting-load. Therefore, the method to estimate cutting-load by observation of movement of cutting Nylon Strings with low cutting-load scissors was proposed in this paper. As a result, cutting-load was able to estimate by numerical calculation based on physical property of Nylon strings and on some assumption. Additionally, effective factors on cutting-load were clarified from this inference process.

**key words: Medical scissors, Hair-Cutting Scissors, Cutting-Load**

### 1 結 言

これまで、はさみの良否判定や、はさみ設計の簡便化を目的として、はさみの切断荷重を計算から推定する試みがなされ、大阪工業奨励館の藤原らや、岐阜県製品技術研究所の竹腰らが報告している。<sup>1)~5)</sup>しかし藤原らの報告は、基本的にラシヤ切りはさみ等、切断荷重の大きなはさみを対象にしており、竹腰らの報告においても金属板や径の大きな棒材の切断といった切断荷重の大きな状況を想定している。これら切断荷重が大きいはさみの場合、切断荷重に比べ、摩擦抵抗などは無視できる程度に小さく、検討の必要がない。これに対し、医療用や理美容用の切断荷重が低いはさみ(以後、低切断荷重はさみと呼ぶ)では、扱う切断荷

重が非常に小さく、刃やワッシャで起こる摩擦抵抗等が切断荷重に大きく影響を及ぼすと考えられることから、ラシヤ切りはさみ等と比べ荷重に影響する因子の推定が難しい。そこで、昨年度は、切断を伴わない空切りの際の荷重を計算により求める方法について検討を行った。空切りの場合、荷重に影響を及ぼすのは、はさみの各所で起こる摩擦である事は容易に想像が付くが、はさみにはおがみと呼ばれる形状が付与されており、このおがみ量を摩擦力に反映させることが問題であった。そのため、変形を「はさみ本体」、「ワッシャ」、「刃先端微小部」の3つに分けて考えることで、モデルを単純化することにより、空切り荷重を求めた。

この結果を発展させ、今年度は、ナイロン糸を低切

\* 都市エリア産学官連携促進事業発展型「MRI対応医療用はさみの開発」

\*\* 材料技術部

\*\*\* 企画デザイン部

\*\*\*\* (株)東光舎

\*\*\*\*\* 岩手大学 工学部 機械工学専攻

\*\*\*\*\* 早稲田大学 基幹理工学部 機械科学航空科学 機械科学専攻

断荷重はさみで切断する際の切断荷重を計算で求めることとした。初めに、ナイロン糸を切断する過程を、拡大鏡を用いて観察して、刃の近傍のナイロン糸切断に関与する要素を明確にした。それを元に切断の様子を簡単なモデルで表し、いくつかの仮定を導入することで、ナイロン糸切断の荷重を計算により求める事が可能になった。その結果に、昨年度検討を行った空切り荷重を合わせて、はさみの真の切断荷重を計算で求める方法を確立したので報告する。

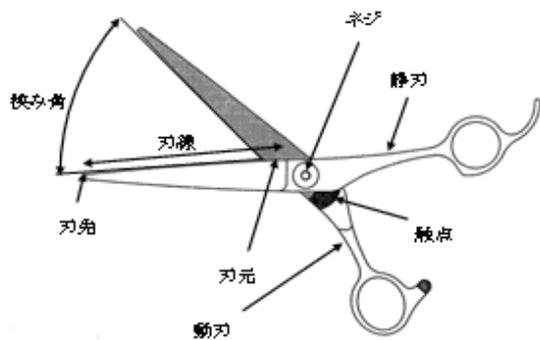


図1 はさみ各部の名称

## 2 切断現象の調査

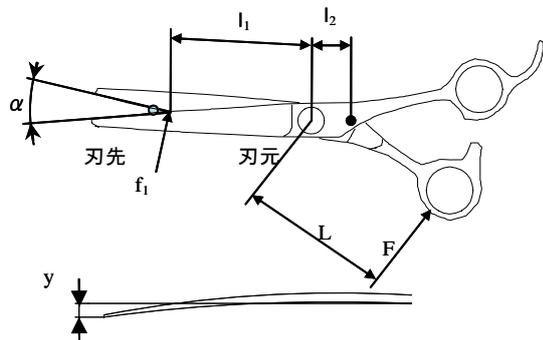


図2 低切断荷重はさみにかかる力と記号

図2に使用する記号を、以下にそれぞれの記号の意味を示す。

$L$ : ネジ～力点の距離 /  $F$ : 開閉荷重 /  $l_1$ : ネジ～刃線上の交点の距離 /  $f_1$ : 刃線上の交点での摩擦抵抗 /  $f_1'$ : 刃線上の交点での垂直荷重 /  $\mu_1$ : 刃及び触点の摩擦係数 /  $l_2$ : ネジ～触点の距離 /  $g$ : 重力加速度 /  $y$ : おがみ量(刃先端の垂直荷重を調整するために刃に付けられている曲がり量)

### 2-1 ナイロン糸切断の観察

緒言で触れたように、ナイロン糸の切断における刃や糸の挙動は微細であり、切断荷重に影響を及ぼしている要因が不明確である。そこで、拡大鏡を用い、切断時の刃先端やナイロン糸の挙動を観察した。また、切断途中および切断後のナイロン糸について、切り口の観察を行った。これらの結果から切断時の刃の動きを推測し、切断荷重に影響を及ぼすと考えられる要因

を抽出した。観察には図3の模式図に示すような装置を使用した。マイクロメータヘッドを用いて、鉋の柄の部分に送りを与え、切断を少しずつ進行させた。その時の、刃とナイロン糸の様子を、拡大鏡を用いて観察した。切断するナイロン糸は66ナイロンの直径 $\phi = 0.3(\text{mm})$ を用いた。66ナイロンは前処理として、温度 $23^\circ\text{C}$ 、湿度55%環境下に24時間以上保管したものを使用した。

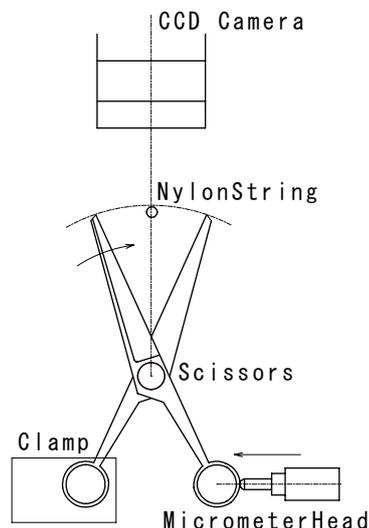


図3 切断挙動観察装置模式図

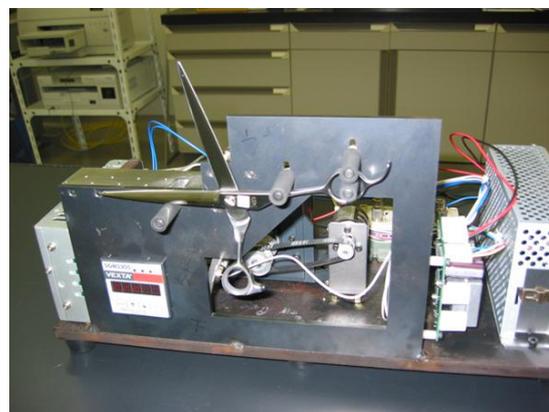


図4 切断荷重測定装置

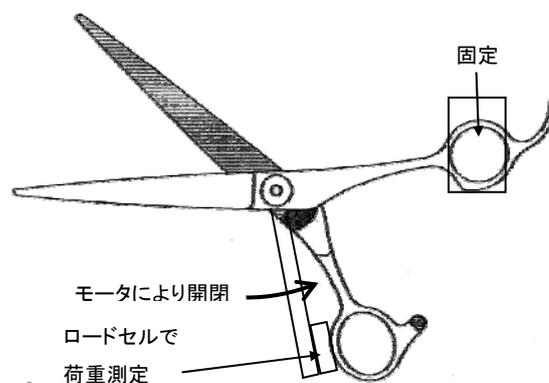
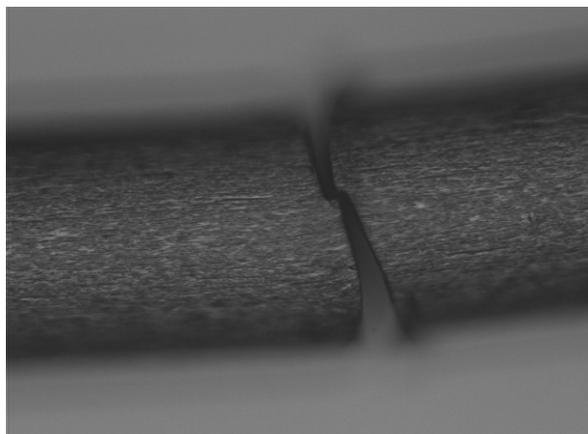


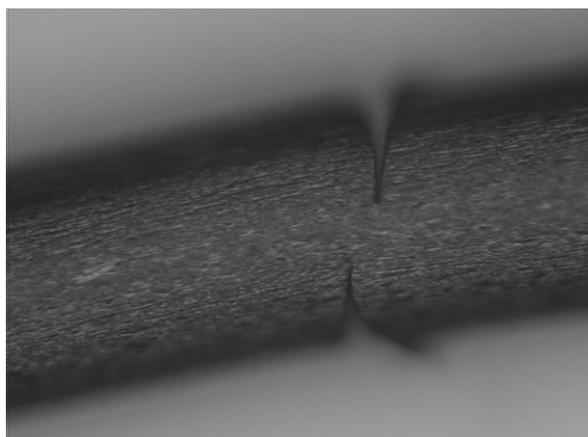
図5 切断荷重測定装置模式図

### 2-2 切断荷重の推定

観察により抽出された切断荷重に大きな影響を及ぼすと考えられる要因を、簡単なモデルで表現し、計算式を考えた。φ0.3mmのナイロンをベースに検討を行い、φ0.2mm、φ0.4mmに当てはめて、実測値との比較から、提案する計算方法の妥当性を確認した。切断に使用したナイロン糸は66ナイロンで、直径はφ=0.2(0.195~0.205)mm、φ=0.3(0.295~0.305)mm、φ



刃元側より撮影した切断直前のナイロン糸



刃先側より撮影した切断直前のナイロン糸

図6 切断直前のナイロン

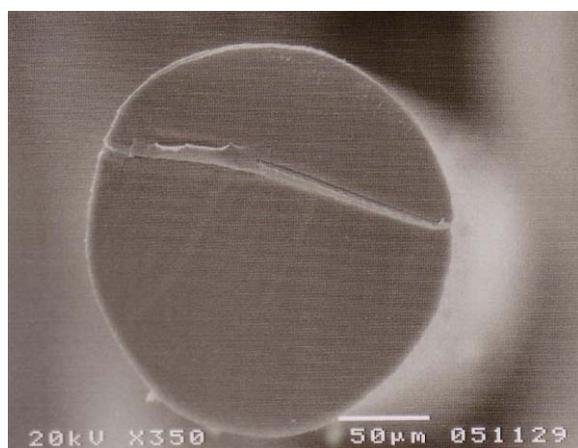


図7 ナイロン糸切断面

=0.4(0.395~0.405)mmの3種類で、あらかじめ、マ

イクロメータにて線径を測定したものを使用した。切断荷重の実測値を測定するのは図4の装置で、図5に示すように、切断時に柄にかかる荷重Fを、ロードセルを用いて測定した。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 切断の観察による荷重要因の抽出

マイクロメータヘッドを回転させ、ナイロン糸の切断を進行させると、ある程度まで刃が食い込んでいく様子を観察することができるが、ある点を過ぎると、それ以上マイクロメータヘッドを動かさなくとも切断が進行し、ナイロン糸が完全に切断されてしまうことがわかった。これは、次のような現象であると考えることができる。①マイクロメータヘッドを動かして切断を進めて行くにつれ、切断抵抗が発生し、それに伴って、柄の部分がたわむ。②さらに切断が進行すると、「ナイロン糸の強度」<「柄の部分に蓄積された荷重」となり、それ以上マイクロメータヘッドを動かさなくとも切断が進行する。どの時点で「ナイロン糸の強度」<「柄の部分に蓄積された荷重」となるか確認するために切断途中のナイロン糸を観察したのが図6である。この図は、切断が自動的に進行する直前の状態ではさみを止めた際のナイロン糸であり、1本のナイロン糸を2方向より観察している。また、切断後の断面を観察したのが図7である。図7の切断後の断面をみると、1本の筋が見える。この部分が、最終的に刃が交わって切断された部分であると考えられる。次に切断される直前のナイロン糸を観察した図6をみると、刃が交差してナイロン糸に食い込んでいる様子がわかる。また、刃同士がほぼ交差を始めるところまで近づいてもまだ切断されていない。これらのことから、おがみ形状の分、交差してナイロン糸に食い込んだ刃が、刃が閉じるに従っておがみをキャンセルする方向に変形することにより、ナイロン糸には引張りの力が発生し、刃の先端付近に残っている微小部分を引張りで切断し

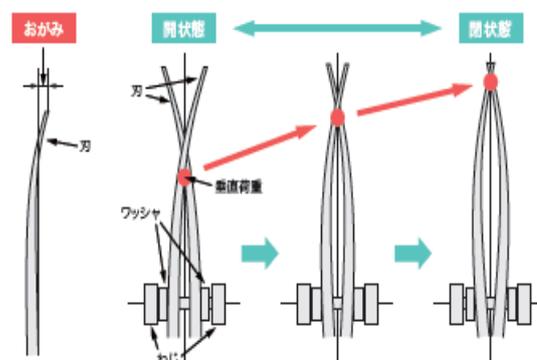


図8 ハサミの開閉を上から見た様子

ていく。(図8) この微小部分の引張切断が起こり始め

ると、切断が急激に進行するのではないかと考えられる。そのように仮定した場合、切断荷重が最大になるのは、この直前ということになる。この時点までで、切断荷重を増加させる要因として最も大きいと考えられるのは、刃が食い込んで行く過程でナイロン糸を圧縮変形させる力であると考えられる。

### 3-2 切断荷重の計算

ナイロン糸を圧縮変形させる力は、刃の先端Rが刃の進行方向にナイロン糸を圧縮変形させる力と、刃面に垂直な方向にナイロン糸を圧縮変形させる力の2つに分けることができる。今回の例では、先端が鋭利な刃物であり、刃先端Rでの圧縮は、刃面での圧縮に比べ、ほとんど無視することが可能であると考えられる。そのため、今回考える変形は、刃面に垂直方向の圧縮変形のみとする。刃面に垂直方向の圧縮力は、押し込まれる刃の体積に比例すると考えられる。図9のように切断部分を単純化すると、刃がナイロン糸に食い込むことによってナイロン糸を圧縮変形させる力は、次式で計算できる。

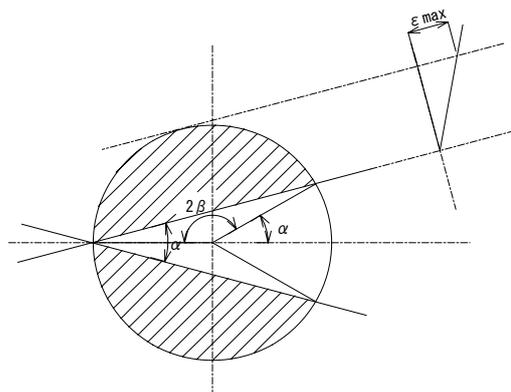
$$\begin{aligned}
 F_{press} &= E \cdot \varepsilon \cdot A \\
 &= E \cdot \int_0^\beta 2 \cdot r \cdot \sin \theta \times \varepsilon_{max} (\cos \theta - \cos \beta) \times r \cdot \sin \theta \cdot d\theta \\
 &= 2 \cdot E \cdot r^2 \cdot \varepsilon_{max} \int_0^\beta (\sin^2 \theta \cdot \cos \theta - \sin^2 \theta \cdot \cos \beta) d\theta
 \end{aligned}$$

(1)

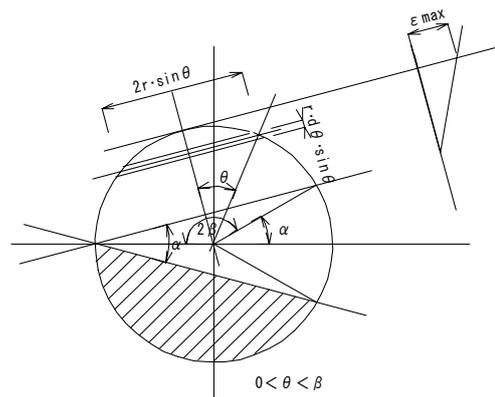
この式を用いて計算した値  $F_{press}$  に、第1報<sup>6),7)</sup>で報告した、空切り荷重  $F_{free}$  を合わせた値が、求める切断荷重  $F_{cut}$  となる。

$$F_{cut} = F_{press} \frac{l_1}{L} + F_{free} \tag{2}$$

仮に、ナイロン糸の端の部分での最大たわみ  $\varepsilon_{max}$  が2.4%、ナイロン糸のヤング率が1800MPaとして0.3mmのナイロンについて計算を行うと、計算値と実測値がよく一致する。この条件を用いて、 $\phi 0.2\text{mm}$  と  $\phi 0.4\text{mm}$  のナイロンについても計算値と実測値を比較したのが図10、11、12であり、 $\phi 0.2$ 、 $\phi 0.3\text{mm}$  については良く一致している。ただし、いずれの場合も、ネジ中心からの距離が0.05mより小さい、刃の根元の部分で切断したときの荷重が計算値と異なっている。これは、根元部分では挟み角が大きいこと、おがみ量が小さいことから、本来引張切断が始まる位置では、まだ、ナイロン糸の切断に十分な力が発生しておらず、さらに押し込みが行われた時点で、切断が開始されるためではないかと考えられる。また  $\phi 0.4\text{mm}$  のネジ中心からの距離が0.66m以上については、刃先端の剛性が不十分ではさみが変形したため、実測値が計算値よりも大きな値になってしまったのではないかと考えられる。これらは、今後調査を要する。



a) ナイロン糸切断面模式図



b) ひずみ計算模式図

図9 切断面模式図

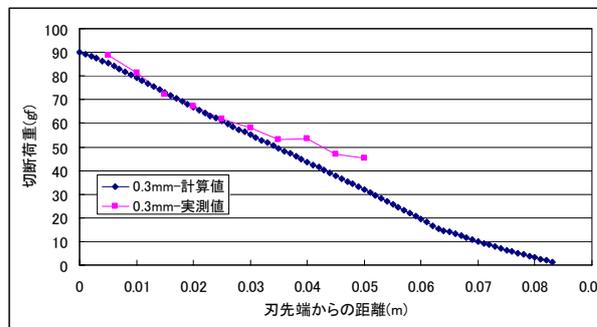


図10 切断荷重の計算値と実測値の比較 ( $\phi 0.3\text{mm}$ )

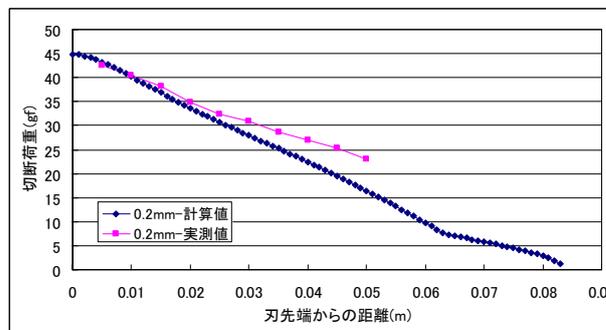


図11 切断荷重の計算値と実測地の比較 ( $\phi 0.2\text{mm}$ )

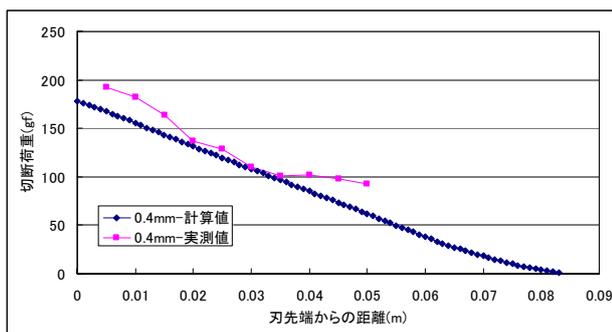


図 12 切断荷重の計算値と実測地の比較 (φ0.4mm)

#### 4 結 言

今回の研究から、以下のことが明らかとなった。

- 1) はさみの切断荷重は、刃が材料に食い込んでいく際に、材料を圧縮変形させる力が大きく影響し、最大値は、引張切断が発生する直前である。
- 2) 切断荷重は刃で圧縮する部分のひずみ量を計算で求め、それにヤング率をかけてやることで、計算により求めることができる。ただし、鋏の根元部分での切

断には他の要素が加わり、今回の計算だけでは求めることができない。

これにより、ナイロン糸の切断荷重の大まかなところが計算で推定可能となった。今後は計算で一致しない部分に関して、更に研究を行う予定である。また、材料を変えた場合、切断の様子が変わってくるが考えられる。それらについても、断面の比較などから、計算で求めることができるように研究を行う。

#### 文 献

- 1) 藤原：大阪府立工業奨励館報告、40(1966)、79-85
- 2) 藤原：大阪府立工業奨励館報告、43(1967)、48-55
- 3) 竹腰：岐阜県金属試験場業務報告、(1978)、36-38
- 4) 竹腰：岐阜県金属試験場業務報告、(1979)、26-88
- 5) 竹腰：岐阜県金属試験場業務報告、(1980)、21-25
- 6) 井上ら：第 55 回塑加連講論、(2004)
- 7) 飯村ら：精密工学会度東北支部学術講演会、(2007)、61-62

## 理学療法用器具の CCM 合金製プローブの試作\*

飯村 崇\*\*、座間誠一\*\*\*

理学療法用のプローブにはステンレス鋼製やアルミニウム合金製のものが用いられているが、いずれも安全性を問題視する意見がある。そこで、CCM 合金を用いて、長時間の肌への接触においてもアレルギーなどの問題を生じない安全性の高いプローブを試作した。試作は、主に切削加工で行った。試作プローブを使い性能評価を行ったところ、既存のプローブと比較し、加熱能力が高いプローブであることが解った。

キーワード：理学療法用、プローブ、CCM 合金

## Development of CCM-Probe for Physiatry

IIMURA Takashi, ZAMA Seiichi

Probe for Physiotherapy is made from Stainless Steel or Aluminum alloy. Each material has some problems from the standpoint of safety. Therefore, the probes were made as an experiment using CCM-alloy that safe to the human body. The trial probes could be made mainly by cutting process. As a result of evaluation of thermal property, heating ability of trial probes was higher than that of existing probes.

key words: Induced Hyperthermia, Probe, CCM-alloy

### 1 緒 言

理学療法で使用される超音波治療器や高周波治療器用のプローブはステンレス鋼製やアルミニウム合金製が用いられている。しかし、ステンレス鋼は金属アレルギーの原因とされる Ni を含んでおり、特に、肌に長時間接触して使用する場合、問題視されている。また、アルミニウム合金については、耐腐食性が不十分であり、製品として市販するには問題がある。

これに対して、東北大学や釜石市を中心として生体適合性を高めた Co-Cr-Mo 合金（以下 CCM 合金）の開発と応用製品の開発を行っている。この中で薬事法の認証等に時間のかかる高度な医療機器以外への製品用途を検討し、理学療法用 CCM 合金製プローブを提案試作した。この製品は、長時間の肌への接触においてもアレルギーなどの問題を生じない安全性の高い高付加価値プローブであり、他社プローブとの差別化を図ることができると考えられる。

本報では、CCM 合金製プローブを試作し、その加熱能力について評価を行ったので報告する。

### 2 CCM 合金製プローブの試作

CCM 合金を用い、次の 3 種類のプローブを試作した（図 1， 2）。なお、被覆のない②，③のプローブについては、肌との接触性が良好なように、表面に磨き加

工を施している。

- ①高周波治療器用被覆有りプローブ
- ②高周波治療器用被覆無しプローブ
- ③超音波治療器用プローブ

高周波治療器や超音波治療器用プローブには、機械的性質（引っ張り強度、曲げ強度、硬度など）に対する要求が特にないことから、材料には鋳造した CCM 合金を使用した。

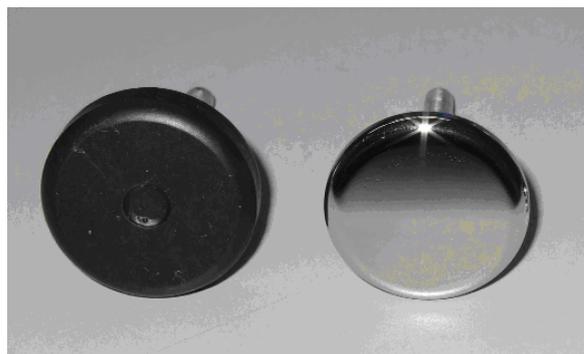


図 1 試作したプローブ  
（左から高周波治療用被覆有り、被覆無し）

\* 都市エリア産学官連携促進事業（発展型）平成 20 年度可能性試験  
\*\* 材料技術部  
\*\*\* 株式会社 東京マイクロデバイス



図2 試作したプローブ(超音波治療用)

### 2-1 加工方法

CCM 鋳造材の旋削加工条件は以下の通りとした。

回転数：230rpm

切り込み：0.1mm

1回転当たりの送り：0.1mm

また、ネジ穴については、タップ加工を試行したが、数山加工したところで、折損のおそれが出てきたため、中止した。代わりに、金型の追加ネジ切り等に使用される疑似ネジ電極を使用した放電加工を適用した。加工手順は次の通りである。

- ① 3mm の丸棒電極を用い、揺動をかけて 5mm の下穴を加工
- ② M6 用の疑似ネジ電極を用い、揺動をかけて M6 のネジを加工

### 2-2 被覆の種類

市販品のプローブには樹脂の被覆が着いている。被覆の種類を FTIR で分析したところ、11-ナイロンであることが解った。CCM 合金製のプローブについても、念のため被覆有りの状態における加熱性能を比較する事を考え、簡易的に塗料による被覆を行った。(被覆の素材が、直接加熱に影響を与えないと判断したことから、容易に施工可能な塗料を用いた。)塗料にはドライバなどの工具の持ち手部分に、簡易コーティング剤として使用される「PlastiDip」(Performix 社製)を使用した。塗布方法はワークを塗料の中に浸けて付着させた後、取り出し、電動ドライバにセットして回転させ、乾燥時に塗膜が不均一にならないようにした。

### 2-3 磨き加工(株)東光舎)

被覆をしないプローブに関しては、はさみの仕上げ加工などに実績のある(株)東光舎に依頼し、磨き加工を施した。手順は、先ず工業技術センターにおいて平面研削盤で#230 のダイヤモンド砥石を用いて研削を行い、その後東光舎にてペーパー3工程・バフ2工程を実施し、鏡面に仕上げた。

ペーパー #180、#320、#400

バフ 酸化アルミナ(通称「白棒」)  
酸化クロム(通称「青棒」)

### 3 CCM 合金プローブの加熱特性の評価

試作した CCM 合金プローブを使用し、加熱試験を行い、材質や被覆の有無による加熱能力の違いについて調査を行った。

○実験方法

加熱対象：水分を含ませたウェス

測定：K 種熱電対による温度測定

試験プローブ：

プローブ径 φ25

材質及び被覆有無：

- ①A1 プローブ被覆有り(市販品)
- ②CCM 合金製プローブ被覆有り
- ③CCM 合金製プローブ被覆無し

実験装置：Diathermy M3(丸央産業株式会社)

発信周波数：205kHz

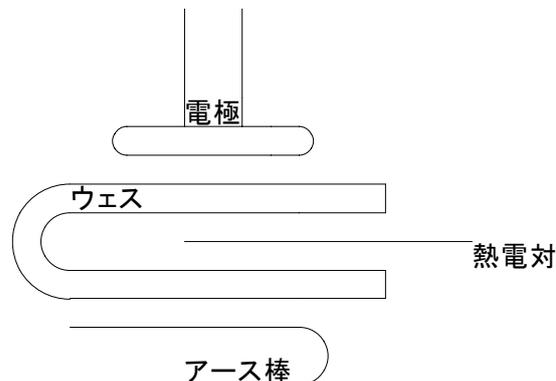


図3 実験方法

水分を含ませたウェスをアース棒の上に置き、K 種熱電対をウェスの間に挟んで、最後にウェスの上から加熱用プローブを当てる。その状態で加熱時間に対する温度変化の様子を測定し、プローブの素材による加熱能力の違いについて調査を行った。

図4は、出力を機械のメモリで12(最大)に調整して加熱を行った結果であるが、市販のアルミニウム合金プローブ被覆有り(以下市販プローブ)は300secで40℃程度までしか上がらなかったのに対し、CCM合金製プローブ被覆有りでは80℃、CCM合金製プローブ被覆無しでは90℃近くまで温度が上昇することから、CCM合金製プローブの加熱能力がかなり高いことが解った。高周波治療器の加熱原理は、プローブとアースの間に高周波の電流を流すことで、体内の水分から熱を発生させるものであることから、高周波の電流が通りやすいほど温度を上昇させる能力が高いと考えられる。金属の自己インダクタンスLと磁化率χの間および、インピーダンスと自己インダクタンスの間には、それぞれ次の関係が成り立つことから、

$$L \propto 1 + \chi \quad (1)$$

$$Z_L \propto L \quad (2)$$

プローブの素材に磁化率の低い CCM 合金を用いたことにより、高周波電流を流す際のインピーダンスが減少し、加熱を行う治療器の効率が大幅に高まったものではないかと考えられる。これについては、アルミニウム合金の磁化率と CCM 合金の磁化率の比較や、CAE 解析等を用いて今後調査を行う予定である。

加熱能力が高いことが解ったが、90℃の金属を肌に当てることは不可能なので、出力を変えることで温度のコントロールが可能か調査を行った。出力を 6 (半分) に落として実験を行った結果が図 5 のグラフである。この場合は温度が 40℃程度であり、肌に当てても問題ない温度であった。このことから、出力の調整で、温度のコントロールも可能であることが解った。

以上のことから、今回の CCM 合金を使用したプローブは、加熱能力が高く、かつ出力調整で温度のコントロールも可能であり、市販のプローブよりも優れた性能を持つことが解った。

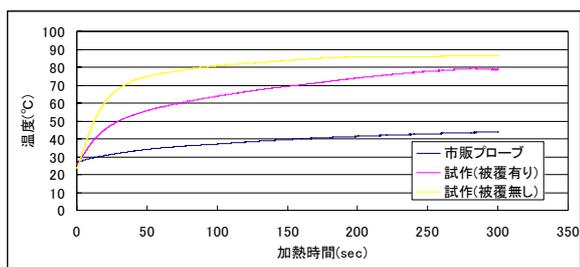


図 4 加熱試験結果 (出力 12 (最大))

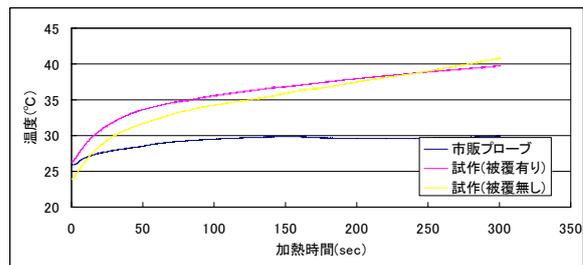


図 5 加熱試験結果 (出力 6)

## 5 結 論

今回の試作により、以下のことが明らかとなった。

- 1) 都市エリア事業にて開発中の CCM 合金はステンレス鋼やアルミニウム合金と比べ硬い材料だが、切削加工によりプローブの外形加工が可能である。また、めねじ加工等、切削が難しい部分については、放電加工を用いることで、加工が可能である。
- 2) 試作した CCM 合金プローブについて、加熱試験を行ったところ、アルミニウム合金製のプローブと比べ 2 倍程度の加熱能力を持つ。

以上のことから、安全性と加熱性能において非常に優れたプローブが作成可能であることがわかった。今後は、(株)東京マイクロデバイスの事業展開に合わせ、量産加工を依頼する企業の選定や、PR に必要なデータの収集等を継続して行っていく予定である。

## オーステナイト鋳鉄の磁気特性に及ぼす各元素含有量の影響\*

池 浩之\*\*、高川 貫仁\*\*、岩清水 康二\*\*  
橋本 修一\*\*\*

オーステナイト鋳鉄 (JIS FCANiCr202) は、ニッケル、クロム、銅、シリコンなどの元素を含んでおり、耐食性に優れ、非磁性である。しかしこれらの元素の含有量を変化させると、耐食性や磁気特性も同時に変化する。本研究では、オーステナイト鋳鉄の各元素含有量の変化が合金組織と透磁率へ及ぼす影響について調べた。その結果、ニッケルやコバルトは含有量を増加させると、耐食性と透磁率が向上した。しかし、シリコン量を増加させると、耐食性や透磁率を下げる働きをすることが分かった。

キーワード：オーステナイト鋳鉄、合金組織、透磁率、耐食性、ニッケル

## Effect of content of the each element on the magnetic characteristic of the austenitic cast iron

IKE Hiroyuki, TAKAGAWA Takahito, IWASHIMIZU Kouji  
and HASHIMOTO Shuichi

The austenitic cast iron (JIS FCANiCr202) contains elements such as the nickel, chrome, copper, silicon, is non-magnetism and is excellent in corrosion resistance. However, the corrosion resistance and the magnetic characteristic of the austenitic cast iron are changed in agreement with changing the contents of the elements. In this study, effect of change of the content of each element on the microstructure, on the corrosion resistance and on the magnetic permeability of the austenitic cast iron was examined. As a result, corrosion resistance and magnetic permeability have improved when the nickel and cobalt increased. However, it has been understood that when the amount of silicon has been increased, corrosion resistance and magnetic permeability have been lowered.

**key words: austenitic cast iron, microstructure, magnetic permeability, corrosion resistance, nickel**

### 1 緒言

一般に鉄系材料は錆びやすい金属であることがよく知られている。しかし、鉄、クロムそしてニッケルを主成分とするステンレス鋼製の鍋や食器は錆にくい。その理由は、ステンレス鋼は、自己保護性が非常に強い含水酸化物超薄膜（不動態皮膜（厚み 5nm 以下））を形成するためである<sup>1)</sup>。このステンレス鋼の不動態皮膜は、きわめて広範囲の環境条件下で安定であり、その修復能力も優れる。そしてステンレス鋼に含まれるクロムが、不動態皮膜形成に必要な元素(12mass%以上)であり、クロム量が多いほど不動態皮膜を形成し易くなる。そしてこれにニッケルを加えることで不動態皮膜形成はさらに促進する<sup>1)</sup>。

ところで、鋼より炭素が多い鋳鉄の場合、クロムを多く含有する高クロム鋳鉄 (Cr : 12~35mass%) の耐食性はステンレス鋼に匹敵する。しかしクロムを多く含む高クロム鋳鉄は、炭素とクロムが炭化物を形成し、組織中に黒鉛が晶出せず白鉄となる。この高クロム鋳鉄は、非常に硬く延性が低いため、特に耐摩耗材料として利用されている<sup>2)</sup>。

一方、黒鉛が晶出した耐食用の鋳鉄としては、ニッケルを 12~36%含むオーステナイト鋳鉄がある。このオーステナイト鋳鉄は、ニッケルのほか少量のクロム、銅などを添加することにより、室温でのオーステナイト存在領域が拡大し、耐食性が向上する<sup>3)</sup>。しかし組織中に黒鉛が晶出するため、黒鉛と基地との隙間から

\* 事業名「共同研究事業」  
\*\* 材料技術部  
\*\*\* (株)トシ・コラボレーション

腐食が発生しやすく、一般的にステンレス鋼より耐食性が劣る。また、オーステナイト 鋳鉄はクロムを多く添加すると黒鉛が晶出せず白鉄化し脆くなる。そのため、炭化物促進元素であるクロムやマンガンなどは白鉄化しない程度に制限するのが普通である<sup>3)</sup>。このオーステナイト 鋳鉄は JIS G 5510 で規格化され、耐食用、耐熱用、非磁性、低膨張用など用途によって組成や黒鉛形状が異なる。そのほかのオーステナイト 鋳鉄の特徴として、ニッケル含有量が多いため、オーステナイト領域が室温で安定化し非磁性となる組成がある。そのためこの非磁性組成のオーステナイト 鋳鉄で鍋などを作製した場合、渦電流が発生せず電磁調理器による加熱が出来ない場合がある。そこで、オーステナイト 鋳鉄製鍋を電磁調理器などの加熱用途で用いる場合、透磁率を高くする必要が生じる。

そこで本研究ではオーステナイト 鋳鉄の主要元素であるニッケル、クロム、銅、シリコンそしてコバルトを加えた各元素の含有量が、オーステナイト 鋳鉄の合金組織や磁性などへ及ぼす影響について調べた。

## 2 実験方法

溶解原料は、高純度鉄鉄、電解鉄、電解マンガン、電解ニッケル、電解クロム、高純度シリコン、高純度銅、高純度アルミニウムそして電解コバルトを用いた。そして JIS G 5510 で最も多く利用されている片状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄 (FCANiCr 202) と球状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄 (FCDANiCr 202) の試験片を作製し、組織観察と透磁率の測定を行った。片状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄 (以下: FCA) の試験片は、約 8kg の原料を #10 黒鉛レツポに入れ、高周波誘導炉にて最高温度 1550℃ で溶解後、フェロシリコン (Fe-75%Si) 0.3% 添加による接種を行い、約 1450℃ の温度で試験片鋳型に注湯して作製した。この時同時に分析用試験片も採取した。球状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄 (以下: FCAD) は、同様に溶解した後 Ni-16%Mg 合金による球状化处理 (合金に全体対する Mg 添加量 0.13%) を行った後、フェロシリコンによる接種を行い、約 1450℃ の温度で鋳型に注湯して作製した。また FCAD では、ニッケル量を 30, 35, 40% と変化させた時の合金組織と透磁率の変化を調べた。そしてクロム、銅、シリコン、アル

表1 原料調整した各試験片の成分と各元素の影響を調べるために変化させた元素の量

	C	Si	Mn	Ni	Co	Cu	Al	Cr
片状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄(FCANiCr 202)	2.8	2.0	1.0	20	—	0.2	—	2.0
球状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄(FCADNiCr 202)	2.8	2.0	1.0	20	—	0.2	—	2.0
ニッケル量の影響	2.3	1.5	1.0	30,35,40	—	0.2	—	2.0
クロム量の影響	2.3	1.5	1.0	30	—	0.2	—	5,10,15
銅量の影響	2.3	1.5	1.0	30	—	0,1,5,10	—	—
シリコン量の影響	1.6	2,3,4	0.5	30	—	0.2	—	1.0
コバルト量の影響	1.2	4.0	0.5	30	2,5,10	0.2	0.1	1.0

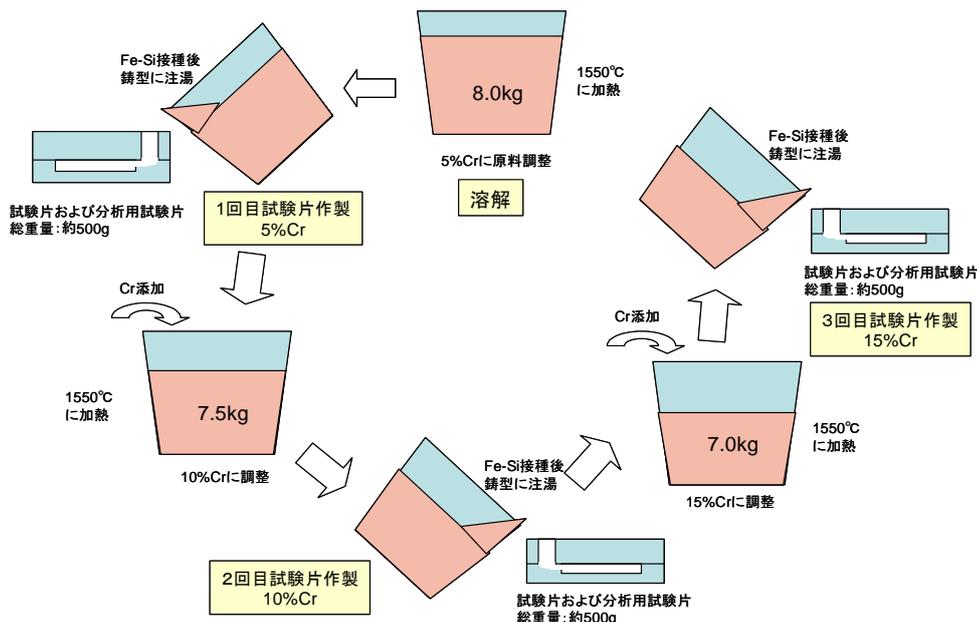


図1 クロム量を変化させた片状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄試験片の作製方法

ミそしてコバルトなどの含有量の 影響は FCA で 調べた。  
**表 1** に FCA 各試験片の 原料調整した 成分をまとめて 示した。また **図 1** には、FCA 試験片の 作製方法を、クロム 量を変化させた 例で示した。まず 5%Cr 組成に 調整した FCA を 8kg 溶解した 後、試験片および 分析試験片 鋳

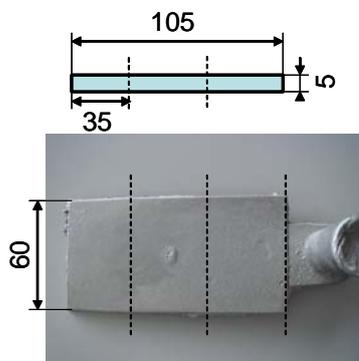


図2 作製した試験片の外観と寸法

型に注湯して 5%Cr の 組成の 試験片を 作製した。その後 再度加熱して 電解クロムを 添加し、10%Cr 組成に 調整し、再度 鋳型に注湯して 10%Cr 組成の 試験片および 分析用試験片を 作製した。その後 15%Cr 組成の 試験片も 同様な方法で 作製した。このような 方法で作製した 試験片 (**図 2**) を用いて、光学顕微鏡による 組織観察と 透磁率測定装置 (愛知製鋼製) による 透磁率測定を 行った。

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 片状黒鉛系および球状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄の光学顕微鏡組織

**図 3** には、FCANiCr202 および FCADNiCr202 の 光学顕

微鏡組織を 示した。組織観察試験片は 5%ナイトル (5% 硝酸アルコール) で 約 30s 腐食した 時の組織を 示した (組織観察時の 腐食条件は 以下同様)。いずれの 組織中にも 黒鉛とオーステナイト ( $\gamma$ ) 相 相して 共晶炭化物が 確認された。共晶炭化物は デンドライトの 間隙に 晶出しており、FCA の 場合は 比較的大きく 成長し、黒鉛 と黒鉛を 結ぶように 晶出した。FCAD の 場合は、細かい 共晶炭化物が 集合して デンドライトの 間隙を 埋め尽く しており、炭化物の 晶出量も FCA より 多かった。各 鋳鉄の 蛍光 X 線分析結果を **表 2** に 示したが、FCA と FCAD では 球状化処理に 伴う マグネシウム の 有無による 成分の 相違のみで、ほかの 成分は ほぼ 同じである。しかし 炭化物 晶出量や 形状が 異なる 理由は、黒鉛の 晶出方法 や 冷却速度の 影響と 考えられた。すなわち、FCAD の 冷却速度が 速いため、共晶炭化物の 寸法も 小さく なる と 考えられた。

#### 3-2 球状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄の合金組織と 透磁率に及ぼすニッケル量の 影響

次に FCAD の Ni 含有量 を 変化させた ときの 合金組織 を **図 4** に 示した。この 時、溶解原料は ニッケルが 黒鉛化 促進元素である ことと、JIS FCDANiCr303 を 参考にして、炭素量を 2.3%、シリコン 量を 1.5% とし、ニッケル 量を 30%、35%、40% と 変化させた。明らかに **図 3** の 20%Ni 合金に 比較して、30%Ni 合金の 炭化物 晶出量は 減少し、ニッケル 含有量が増加する ほど炭化物は 減少する 傾向にある ことが 確認された。従って ニッケル 量が増加する ほどナイトルによる 腐食は 進行しにく かった。また、合金中に 晶出する 黒鉛量は ニッケル 含有量が増える ほど 増加した。これらの 現象は、オーステ

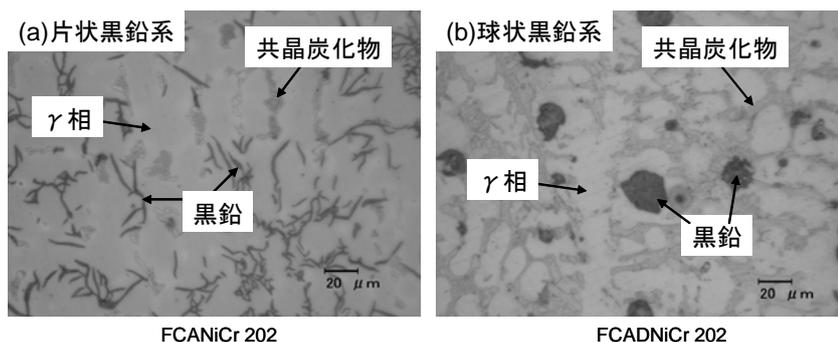


図3 オーステナイト 鋳鉄の 光学顕微鏡組織 (C:2.8, Si:2.0, Mn:1.0, Ni:20.0, Cu:0.2, Cr:2.0)

表2 片状系および球状系オーステナイト 鋳鉄の 蛍光 X 線分析結果

	C	Si	Mn	Ni	Cu	Cr	Mg
片状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄(FCANiCr 202)	—	2.38	1.00	19.3	0.196	2.13	—
球状黒鉛系オーステナイト 鋳鉄(FCADNiCr 202)	—	2.14	1.02	20.25	0.230	2.15	0.017

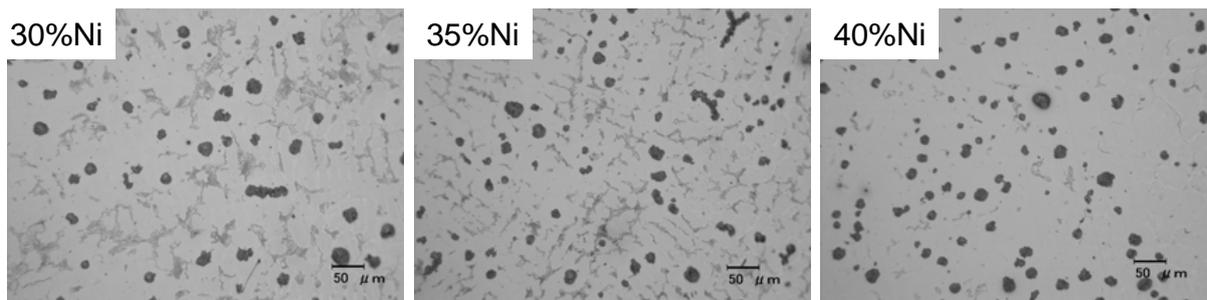


図4 球状黒鉛系オーステナイト鑄鉄の光学顕微鏡組織に及ぼすニッケル含有量の影響 (C:2.3, Si:1.5, Mn:1.0, Cu:0.2, Cr:2.0)

表3 ニッケル量を変化させた球状黒鉛系オーステナイト鑄鉄の蛍光X線分析結果

ニッケル量	C	Si	Mn	Ni	Cu	Cr	Mg
30%Ni	—	1.47	1.03	30.82	0.218	2.21	0.122
35%Ni	—	1.46	1.03	35.57	0.217	2.21	0.158
40%Ni	—	2.07	1.04	39.71	0.215	2.10	0.406

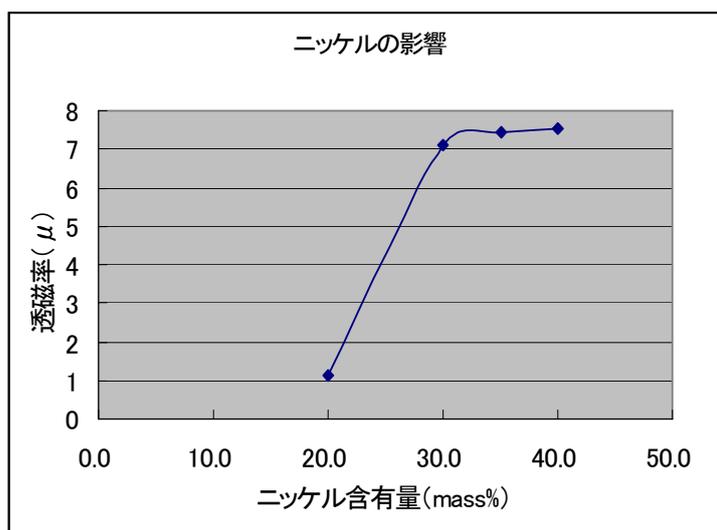


図5 球状黒鉛系オーステナイト鑄鉄の透磁率に及ぼすニッケル含有量の影響

ナイト鑄鉄中のニッケルが増加するほど Cr, Cu, Mn などの元素のオーステナイト中への固溶量が増加したため、金属間化合物や炭化物が減少すると考えられた。またニッケルは黒鉛化促進元素であるため、黒鉛のオーステナイト中への固溶量はほとんど変化しない。しかし Cr, Mn などの炭化物生成元素がオーステナイト中に固溶して減少するため、黒鉛は炭化物として晶出できず、黒鉛のまま晶出する。そのため、ニッケル含有量が増加するほど組織中の黒鉛量も増加したと考えられた。

表3には、ニッケル量を変化させた試験片の蛍光 X 線分析結果をそれぞれ示した。ニッケル量は目標としたニッケル量に対し 0.5%未満で成分調整が出来た。しかしシリコン量は 40%Ni で目標値に対して 0.5%以上も誤差が生じた。またマグネシウム量も 40%Ni でのみ大

きく外れた。これは蛍光 X 線の測定精度も影響していると考えられた。また黒鉛量は蛍光 X 線では測定できないため空欄としたが、他の元素に関してはほぼ原料調整した数値が分析結果として得られた。

図5には、FCDAの透磁率へ及ぼすニッケル量の影響を示した。20%Niの結果は JIS の FCADNiCr202 の値である。この合金の透磁率 1.11 でほとんど磁性がないが、30%Niになると透磁率は 7.10 となり、強磁性体となることが分かった。また 35%、40%とニッケル量を増加させると若干透磁率は上昇するが、顕著な変化は無いことが分かった。

以上のことより、ニッケル量が増加するほど炭化物の固溶量が増加するため腐食しにくくなることが分かった。またニッケル含有量が増加すると透磁率は大きく変化し、30%Ni では強磁性体となることが分かった。

オーステナイト 鋳鉄の 磁気特性に 及ぼす各元素含有量の 影響

従ってニッケル量は 30%に固定して、以下 FCA で他の元素の 影響を 調べた。

クロムは炭化物促進元素である。そのため 5%含有するだけで白鈍化が 強くなり、黒鉛の 晶出は 顕著に 少な

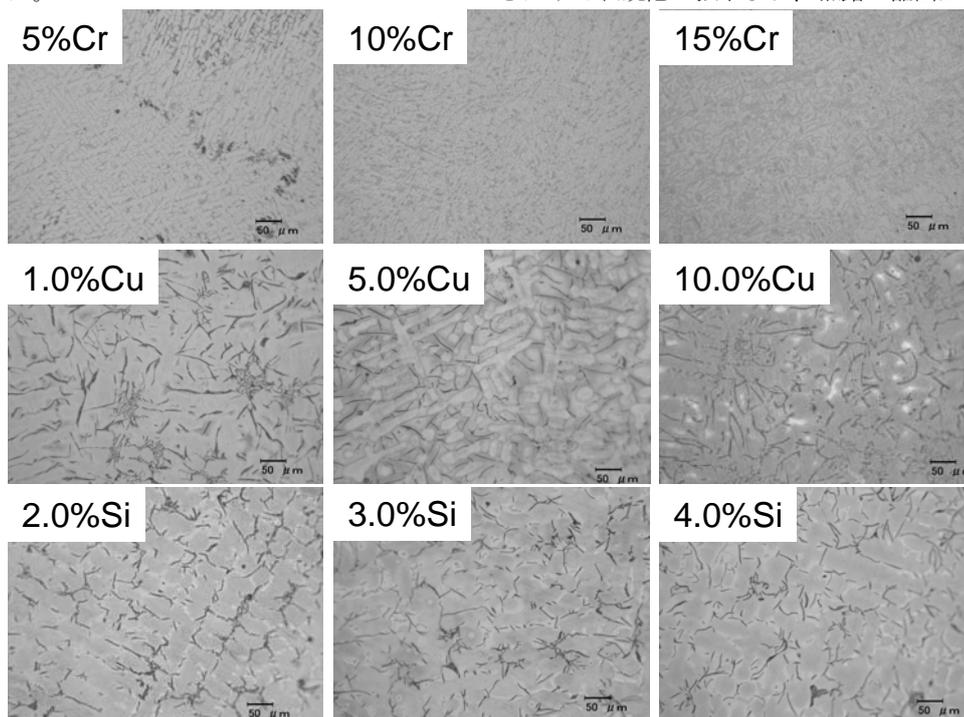


図6 片状黒鉛系オーステナイト鋳鉄の組織に及ぼすクロム、銅、シリコン含有量の影響

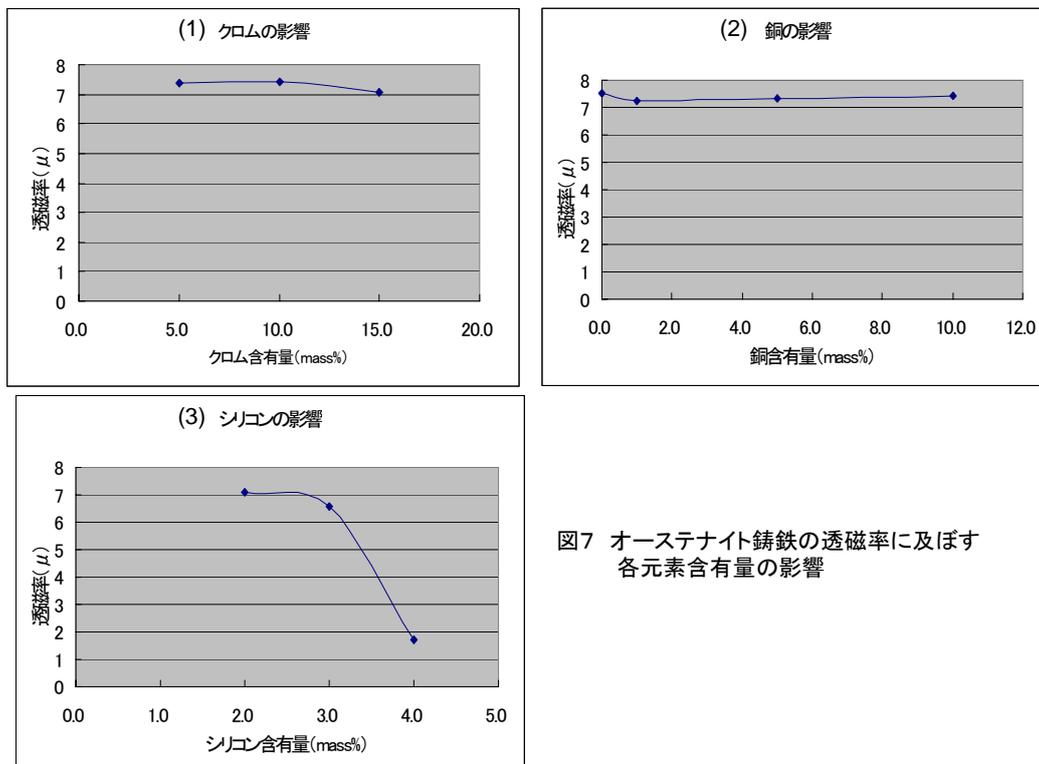


図7 オーステナイト鋳鉄の透磁率に及ぼす各元素含有量の影響

3-3 片状黒鉛系オーステナイト鋳鉄の合金組織と透磁率に及ぼす各元素量の影響

FCA でクロム、銅、シリコン量を変化させたときの光学顕微鏡組織を 図6に、透磁率の測定結果を 図7に、そして各試験片の分析結果を 表4にそれぞれまとめて示した。

なくなった。そして 10%Cr では黒鉛は全く 晶出せず、炭化物が増加した。しかし、5%Cr より 10%Cr では、炭化物の 粒度が 細くなるが、15%Cr になるとまた炭化物 粒度は 若干大きくなる ことが 分かった。これは、10%Cr の方が、5%Cr よりデンドライト寸法が 小さくなるため、10%Cr では 共晶炭化物が 細かく 晶出し、15%Cr では 初晶

表4 クロム、銅、シリコン量を変化させたオーステナイト鋳鉄の蛍光X線分析結果

クロム量	C	Si	Mn	Ni	Cu	Cr
5%Cr	—	1.40	1.01	30.46	0.213	5.32
10%Cr	—	2.22	0.93	27.75	0.186	9.88
15%Cr	—	2.38	0.852	26.42	0.190	14.04

銅量	C	Si	Mn	Ni	Cu	Cr
1%Cu	—	2.65	1.00	29.19	1.00	0.02
5%Cu	—	1.90	0.947	28.69	4.76	0.016
10%Cu	—	1.89	0.91	27.22	9.36	0.015

シリコン量	C	Si	Mn	Ni	Cu	Cr
2%Cr	—	2.82	0.492	29.33	0.218	1.08
3%Cr	—	2.78	0.506	29.97	0.223	1.07
4%Cr	—	5.43	0.508	28.05	0.219	1.06

の炭化物も多く晶出するため、炭化物粒度が大きくなったと考えられた。またクロムは炭化物促進元素であるが、オーステナイト促進元素でもある。そのため多く含有すると非磁性体に近づくと考えられたが、図7(1)の結果より透磁率はほとんど変化しないことが分かった。さらに表4の結果より、クロム含有量は、目標値に対し、5%Cr→5.32%、10%Cr→9.88%、15%Cr→14.04%と1%以内の誤差範囲に収まっていることが分かった。しかし、クロム量が増加するほど、ニッケル量は30.46%Ni、27.75%Ni、26.42%Niと減少する傾向にあることも分かった。この現象は、銅やシリコンの場合もほぼ同じであった。

クロムを多く含むと白鈍化が著しいため、クロム量を0.02%に抑えて、次に銅の影響を調べた。これより銅は黒鉛化促進元素であるため、約10%まで含有しても黒鉛が組織中に多く晶出することが分かった。しかし銅の含有量が増加するほど、片状黒鉛は細くなる傾向にあることも分かった。そしてナイトルで腐食すると、この細くなった黒鉛の周囲に腐食され易い相が観察され、5%Cuではデンドライド間隙に、この腐食され易い相が多く観察された。そして10%Cuになると、ほとんどのマトリクス相がナイトルで腐食され、部分的に白く腐食されない相が観察された。通常銅を含むと鋳鉄は、保護層の形成により、希硫酸などに対する耐食性が向上すると云われている<sup>3)</sup>。しかし今回の結果では、銅を多く含むとマトリクスでは5%ナイトル(5%硝酸アルコール溶液)でも容易に腐食される傾向にあった。従って本研究の範囲では、銅の量を多くすると、耐食性は悪くなる傾向にあると考えられた。また図7(2)の透磁率測定結果より、銅を多く含んでも、磁性にはほとんど影響を及ぼさないことが分かった。

次にシリコン量の影響について調べた。この時クロムは白鈍化をなるべく抑えるために1.0%とし、上記の結果で銅量が増加すると、耐食性が劣化すると考えられたことから、銅の量は、FCNiCr202と同じ0.2%とした。またマンガンも白鈍化を促進し、耐食性を劣化させる傾向にあるため、ここでは0.5%とした。オーステナイト鋳鉄のシリコン量を4~5%と多くしたニクロシラル鋳鉄は、耐熱性と延性の高い合金で知られている<sup>3)</sup>。またシリコンを過剰に添加するとケイ化物が晶出して脆くなるため、ここでは2%~4%と変化させた。図6の組織観察の結果では、銅の場合と同様に、シリコン量が増加すると晶出する黒鉛の寸法が細くなる傾向にあり、マトリクス部は、ナイトルで容易に腐食されやすくなった。また、図7(3)の結果で、シリコン量が増加すると透磁率は顕著に低下することが分かった。これらの結果よりシリコン量の増加は、耐食性を劣化させ、透磁率も低下させるため、過剰な添加は避けた方が良いことが分かった。

### 3-4 片状黒鉛系オーステナイト鋳鉄の合金組織と透磁率に及ぼすコバルトの影響

これまでオーステナイト鋳鉄の主要元素であるニッケル、クロム、銅、シリコンなどの含有量が、合金組織や透磁率に及ぼす影響について調べてきた。その結果、ニッケルは増加するほど耐食性と磁気特性を向上させ、逆にシリコンは劣化させることが分かった。またクロムは、白鈍化を促進させ、銅は耐食性を低下させると考えられた。そこで、ニッケルと同じ鉄属元素で耐食性や透磁率を向上させると考えられるコバルト添加の影響について調べた。組織観察結果を図8に、そして透磁率の測定結果を図9に示した。尚ここではシリコン量は4%としてコバルト添加量が透磁率に及

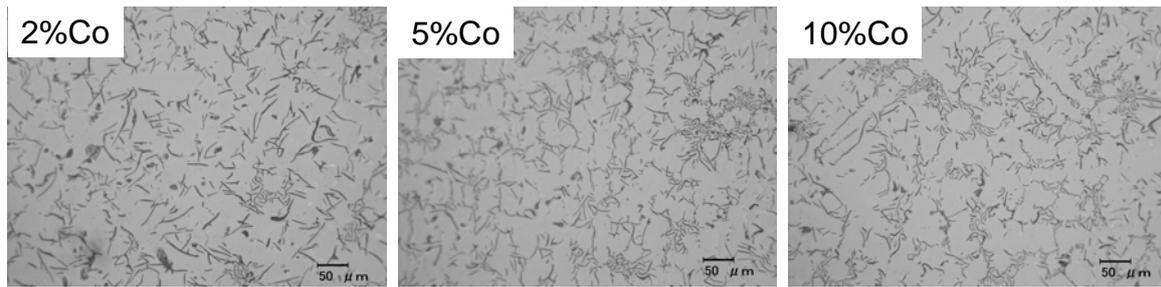


図8 片状黒鉛系オーステナイト鋳鉄の組織に及ぼすコバルト含有量の影響  
(C:1.2, Si:4.0, Mn:0.5, Ni:30.0, Cu:0.2, Cr:1.0, Al:1.0)

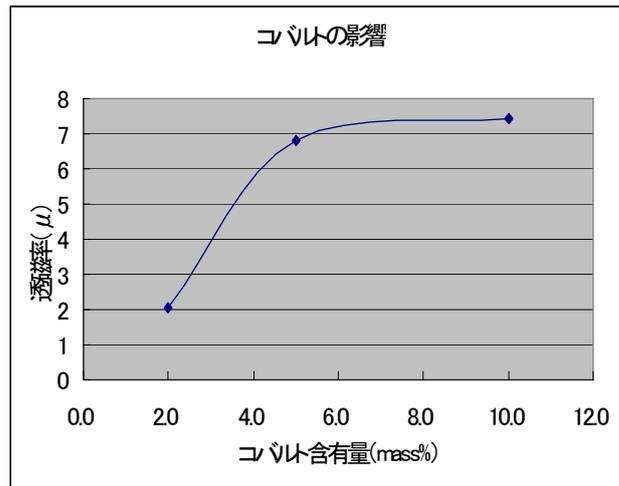


図9 片状黒鉛系オーステナイト鋳鉄の透磁率に及ぼすコバルト添加の影響  
(C:1.2, Si:4.0, Mn:0.5, Ni:30.0, Cu:0.2, Cr:1.0, Al:1.0)

ぼす影響を調べた。その他ここで炭素量はさらに下げて1.2%としたほか、耐食性を向上させるアルミニウムも1.0%添加した。

図8の結果より、コバルトを添加した合金組織では、炭化物や金属間化合物は、いずれの組織中にもほとんど観察されず、基地部と黒鉛のみが観察された。また黒鉛の晶出量は1.2%Cにも拘わらず比較的多く観察された。そしてコバルト添加量が増加するほど、黒鉛は細くなる傾向にあった。またマトリクス部は、ナイトルではほとんど腐食されなかった。これらは、ニッケルとコバルトの併せた量が32%~40%と多く、クロム、シリコン、銅などの元素の固溶量も増加したこと、そしてアルミニウムを1.0%添加したことなどから、耐食性がさらに向上したと考えられた。図9の透磁率の測定結果では、シリコンを多く含むため2%Coでは2.06と低かった透磁率も、コバルト量が増加するほど高くなり、10%Coでは7.43にも上昇することが分かった。これらよりコバルトはニッケル同様に磁気特性を向上させ、耐食性も向上させる元素であることが分かった。今後は、以上の結果を基に、コストとの兼ね合いなども考慮しながら、耐食性が良く、透磁率も高く、機械的性質が優れ、湯流れ性や鋳造性にも優れる材質の検討を進め行く予定である。

#### 4 結 言

オーステナイト 鋳鉄の 主要元素であるニッケル、クロム、銅、シリコンそしてコバルトを加えた各元素の含有量が、オーステナイト 鋳鉄の 合金組織や磁性などへ及ぼす影響について調べた結果以下の結論が得られた。

- オーステナイト 鋳鉄の 主要元素であるニッケルは、20%では非磁性体に近くなるが、30%以上に増加させると透磁率が上昇し、耐食性も向上した。
- クロムは炭化物促進元素であるため、5%以上添加すると白銹化が激しく脆くなる。また透磁率にはほとんど影響を及ぼさなかった。
- 銅は、5%以上添加するとマトリクスの耐食性を低下させ、また含有量が増加しても透磁率へはほとんど影響を及ぼさなかった。
- シリコンを増加させると透磁率を著しく低下させた。また組織中のマトリクスが腐食されやすくなった。
- コバルトの増加は、ニッケル同様に透磁率と耐食性を向上させることが分かった。

#### 文 献

- 1) ステンレス鋼の選び方・使い方：日本規格協会、P

2) 特殊鋳鉄鋳物：鋳造技術講座編集委員会編,P186

3) 同上,P22

# 高速スピンドルを用いた切削加工における 幾何形状誤差と工具摩耗 \*

堀田 昌宏\*\*、飯村 崇\*\*、池 浩之\*\*

外付けの高速スピンドル装置を用いた小径工具による3万回転以上の高速切削加工での幾何形状誤差と工具摩耗について検討を行った。その結果、工具摩耗はコーティング皮膜剥離を起因として進行すること、スピンドル剛性が小さいため、仕上げ加工条件については切り込み低減等の検討が必要であることがわかった。

キーワード：高速スピンドル

## Geometry error margin and tool wear-out in milling by use of the High-speed spindle

HOTTA Masahiro, IIMURA Takashi, IKE hiroyuki

We executed the geometry error margin and tool wear-out in high-speed milling of 30,000 pm or more with the small diameter tool by use of the external high-speed spindle device. As a result, it was understood that tool wear proceeded from flaking of coating film, and that the study such as reducing of cut depth was necessary because the spindle rigidity is low for finishing process.

key words: high-speed spindle

### 1 結 言

現在、輸送機械部品（自動車、航空機等）や金型パーツを加工する企業の多くは仕上げ加工を研削に依存しているが加工能率に問題がある。そのため、加工能率向上を目指して、研削加工からエンドミル加工へと切り替えが進められており、その加工方法は被削材への切込みを浅くして高速回転（3万rpmから4万rpm）させる高送り加工法（直彫り加工法）が主流となっている。しかし、岩手県内中小企業の多くは設備の切り替えが必要であり、その設備も高価なものであるため、現状では設備切り替えができず、その恩恵にあずかれない。また、昨今安価に高速加工が可能な設備として、外付け高速スピンドル装置が市販されているが、この高速スピンドルを用いた加工方法に関するノウハウ情報（加工上の注意点、加工条件等）は一般に知られておらず、導入判断に苦慮している企業も多い。そこで、この高速スピンドルに関する情報を提供することにより判断材料が増え、置き換えが可能ならば安価でかつ高効率な加工が期待できる。

本報では、2種類の高速スピンドル装置を使用して、高速切削加工における幾何形状誤差と工具摩耗について検討を行ったので、その結果について報告する。

### 2 実験方法

2種類の高速スピンドル装置をマシニングセンター（三井精機製、VS-3A、BT#40）主軸に取り付け、被削材（大同特殊鋼、NAK55、HV400）を図1に示す形状に加工し、加工後の孔形状を画像処理測定顕微鏡（ミツトヨ製、HyperQV404-PRO、以下画像顕微鏡）を用いて測定した。また、工具摩耗については電子顕微鏡（エリオニクス製、ERA-8800、以下電顕）を用いて観察した。使用した高速スピンドル装置の装置諸元を表1に示す。装置の特徴は、駆動方式としてそれぞれ電動モータ及びエアタービンを用いており、前者が最大60,000min<sup>-1</sup>、後者が最大150,000min<sup>-1</sup>を実現するものである。加工条件については工具メーカ

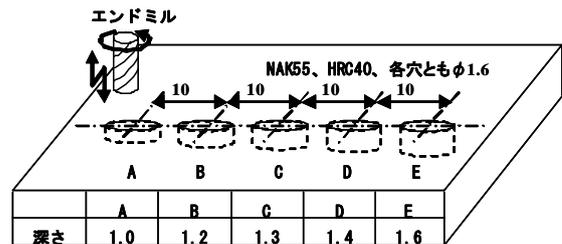


図1 加工イメージ

一推奨条件を元に決定し、その条件を表2に示す。また、表2の加工条件でそれぞれ30穴ずつ加工した(総切削距離約19mに相当)。

なお、本文中に用いる記号は下記の通りである。

V: 切削速度(mm/min)

f<sub>d</sub>: 工具軸方向のテーブル送り速度 (mm/min)

f<sub>c</sub>: 工具半径方向のテーブル送り速度 (mm/min)

Ad: 工具軸方向の切り込み (mm)

Rd: 工具半径方向の切り込み (mm)

表1 高速スピンドル装置諸元

	高速スピンドル装置	高トルク型 高速スピンドル装置
型式	HTS1500	SF3060-BT40
メーカー名	ミナター株式会社	株式会社ナカニシ
駆動方式	エアタービン	電動式
最大回転数	15万min <sup>-1</sup> (0.5MPa供給時)	6万min <sup>-1</sup>
備考	駆動用として、空気 90NL/min(0.3~0.5MPa)	冷却用として、空気 30NL/min(0.2~0.4MPa)

表2 加工条件

	固定条件			送り(軸方向) f <sub>d</sub> [mm/min]	送り(半径方向) f <sub>c</sub> [mm/min]	スピンドル回転数 S [min <sup>-1</sup> ]	切削速度 V [m/min]	使用スピンドル
	軸方向の切込み Ad [mm]	半径方向の切込み Rd [mm]	一刃当たりの送り fz [mm]					
条件①	0.05	0.02	0.003	60	120	20,000	62.83	SF3060-BT40
条件②	0.05	0.02	0.003	100	360	60,000	188.49	SF3060-BT40
条件③	0.05	0.02	0.003	100	900	150,000	471.23	HTS1500

### 3 結果と考察

幾何形状誤差(直径、真円度等)について検討するため、加工後の孔形状を画像顕微鏡で測定した結果を表3に示す。実際に加工した孔の位置中心と指定中心とのずれ量(距離換算)は条件③が一番良い結果となったが、直径誤差及び真円度については逆に条件③が一番悪い結果となった。条件①よりも条件②の方がずれ量が小さいのは、駆動モータの特定回転数における共振からくる振れの影響の差ではないかと思われる。

表3 測定結果(単位: μm)

	中心からの ずれ量	直径誤差	真円度
条件①	6.113	15.281	7.950
条件②	3.378	29.779	10.190
条件③	2.476	117.515	28.317

各条件で加工した際の形状を図2に示すが、どの形状も一部が正円となっていない部分がある。その原因として、今回の加工条件(切込み及び送り速度等)があっていないため、形状に誤差が生じているのではないかと考えられる。また、上述に述べた共振による振れ及び工具取り付け時の振れ精度も影響していること

が考えられるので、実際どの位振れているか検討する必要がある。

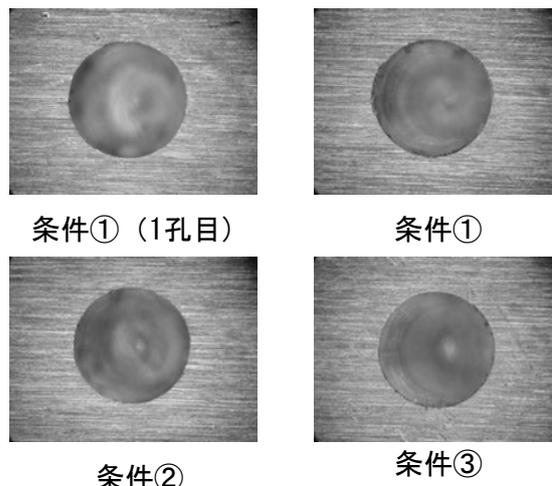


図2 加工後形状(30孔加工終了時)

加工パスは、CAM(三菱電機製、CAM-Magic)を用いて作成し、f<sub>d</sub>及びf<sub>c</sub>のみを変更しているため、経路的には問題ないと考えていたが、一部に想定した形状と違う部分があるので、工作機械の微小な動きが加工パスに追従できなかったのではないかと考えられる。今回の加工パスは(荒引き一仕上:底面一仕上げ:輪郭)の3工程に分け、Rd, Adとも全て同一条件で指定しているため、(仕上:底面一仕上げ:輪郭)工程においては、加工負荷が低減されるようにRd及びAdを変更すると形状誤差が小さくなるのではないかと考える。その点については、再度、仕上げ行程での切り込み設定を変更して追加実験が必要である。また、微小切削の場合における工作機械の追従性についても、別途検討する必要がある。

次に、表2の加工条件で使用した工具刃先を電顕で

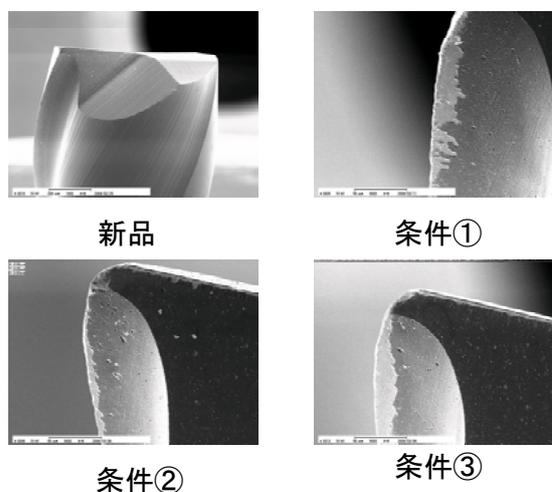


図3 エンドミル工具摩耗(外周刃、×500)

観察した状態を図3に示す。どの条件でも外周刃及び底刃の一部に摩耗が観察された。左側面の外周刃に着

目すると、条件③>条件①>条件②の順に摩耗幅が小さくなっており、条件③における最大摩耗幅は約 20  $\mu\text{m}$  であることがわかった。また、その摩耗部分を拡大して見ると、コーティング膜が剥離しており、EDS による定性分析でも被削材の成分 (Ni,Cu 等) は検出されなかったため、摩耗部分は剥離がほとんどであることが判明した。コーティング膜の剥離は底刃でも観察され、工具刃先の丸み部分についてはコーティング膜が剥離し、かつ所々に素地の超硬粒子が露出しており、この傾向は条件②>条件①>条件③の順に大きく見られた。

これらのことから、高速切削加工において、工具摩耗は切り屑除去に伴うこすれ摩耗より衝撃によるコーティング膜剥離を起因とするアグレッシブ摩耗の方が影響が大きいと考える。そのため、一般的には切削条件 (送り速度、切削速度、切り込み量) 緩和が摩耗を低減させる方法のひとつであると考えられるが、工具メーカー推奨値である条件①よりも厳しい条件に設定している条件②で加工した場合に、同等あるいは条件①よりも摩耗が小さい現象が見られたので、加工能率が低すぎても良好な加工ができないと考えられる。従って、今回の設定条件では、 $V=180\text{m/min}$  程度とした場合が工具摩耗の小さい切削加工であると考えられる。また、超高速切削加工が可能なスピンドルを用いた場合、コーティングエンドミルでは皮膜剥離を起因とするアグレッシブ摩耗の方が激しく、工具寿命が短いことが判明したので、過切削速度による加工では工具材種選択が重要なポイントとなる。

#### 4 結 言

2 種類の高速スピンドル装置を使用して、高速切削加工における幾何形状誤差と工具摩耗について検討を行った。その結果、高速切削加工における工具は、コーティング皮膜剥離を起因とする摩耗が進行すること、スピンドル剛性が小さいため、仕上げ加工条件については切り込み低減等の検討が必要であることがわかった。

今後は、工具のコーティング皮膜剥離がどのように進行していくのか、加工条件について検討を加え、更なる実験を実施する。

本事業は、東北地域イノベーション創出共同体形成事業の一環である研究開発環境支援事業において、実施されたものである。

## 地場産品の販路開拓における新たな取り組み ～木製食器の事業開発を目的とした「出前教室」の検証\*～

八重樫 幾世子\*\*、小林 正信\*\*、阿部 博\*\*

木製保育食器の首都圏展開を目指す大野木工生産グループへの支援において、幼児期を対象とした「出前教室」事業を提案した。「木の実が器になる」一連のプログラムは、身近な樹木やものづくりへの関心を引き出すことが確認された。また、保育士や保護者に対しても、木製食器への理解から購買意欲に繋がるということが確認された。

**キーワード：木製食器、販売促進、デザイン、教育**

### New Trial of Expanding the Market for Local Products — Verification of "The Delivery Classroom" for New Business of the Wooden Tableware. —

YAEGASHI Kiyoko, ABE Hiroshi, KOBAYASHI Masanobu

In the case of supporting for “Ohno Wooden Craftsman Group” aims to make their way into Tokyo market, “The Delivery Classroom” for children was proposed. The effect that the program of “The nut becomes the wooden tableware” leads the concerns for the familiar trees and making goods was found. And, the effect that the program leads the concerns and purchase for the wooden tableware and to the nursery and kindergarten teachers and parents was found.

**Key words : wooden dishes, sales promotion, design, education**

#### 1 緒言

岩手県工業技術センターでは、当所が開発に関与した製品や技術の市場化を支援する「市場化促進事業（H18～）」を実施している。平成20年度には大野木工の木製保育食器<sup>1)</sup>を支援対象の一つに選定し、地場産品における新たな取り組みとして、以下の2つを実施した。

- ① 新規顧客開拓における販売戦略の検討
- ② 事業開発を目的とした「出前教室」の検証

本報告では②について報告する。

大野木工生産グループ（以下、「生産グループ」という。）では平成19年度より保育食器導入施設の見学と意見交換に取り組んできた。その結果、木製保育食器の教育的効果<sup>2)</sup>が評価された。そこで、センターは生産グループに「大野木工の給食器」をものづくり教育ツールと位置づけた出前教室事業を提案した。さらに、教育研究を専門とする東京学芸大学子ども未来プロジェクトモノづくり部会（以下、「東京学芸大学」という。）の協力も得られ、出前教室に必要なプログラム構築と実践を進めることとなった。

プログラム構築の基礎としたのは、生産グループで過去に実施した制作実演<sup>3)</sup>である。内容は木工ロクロによる器の制作実演と器の素材にまつわる展示であった。こ

の結果を元に生産グループが対応できる実演内容を精査し、幼稚園、保育園等の園児に適した出前教室プログラムを構築した。

本報告では、構築した出前教室の首都圏での実践状況から教育ツールや事業化の可能性を検証した。



図1「大野木工の給食器」手前から、保育汁椀・保育飯椀(左)・保育大皿(右)・保育小皿・はと小鉢

#### 2 研究方法

##### 2-1 出前教室のプログラム内容

出前教室のプログラム（表1）は、保育園や幼稚園に出向き制作実演を行う内容を体系化したものである。出前教室の骨格となる基本プログラム（必須）と選択プログラムおよび展示物から構成される。選択プログラムは

\* 市場化促進事業

\*\* 企画デザイン部

実演時間や園児の年齢、給食器の導入状況などの現状に応じて各園で自由に選択できる。

展示物は園児の興味を喚起し、理解を深めるために重要である。今回は、大野木工で使われている数種類の樹種の器を木の実や苗木と併せて展示した。また、器の作り方を理解してもらうため、木取りの丸太模型や木地見本を工程順に陳列した。

表1 出前教室プログラム<sup>4)</sup>

タイトル	『どんぐりから器になるまで』	
目的	ものづくりを素材、作り手、地域などの背景から深く理解してもらう。	
基本プログラム	1	給食器と職人の紹介
	2	樹木の成長の話（展示物の紹介）
	3	木が器になる話（職人の製作実演）
選択プログラム	4	樹木の成長（紙芝居）
	5	園庭の木の紹介（樹種や年齢など）
	6	保育士の木工ロクロ体験
	7	器の職人マーク紹介（器導入済の園）
	8	給食器の試用（器未導入の園）
展示物（図2）	a	木の実・苗木・木の器（約8樹種）
	b	実物丸太模型（木取りの説明）
	c	工程見本（粗彫り・中彫り等）
実施者	職人2名程度	
実演時間	プログラム実演（約20分） 展示物自由見学（実演前後に各15分程度）	

## 2-2 出前教室の実践

表2に示すように、首都圏の保育園と幼稚園、計3箇所で行った。プログラム内容や実演時間、対象園児等は、各園と協議し決定した。

実施場所は各園とも園庭で、ロクロは安全対策を考慮しネットを張ったテント内に設置し、展示物はその付近に展示することになった。実演に必要なロクロや展示物は、大野村より輸送し、出前教室前日に設置して動作確認を行った。前日さらに可能な場合は、職人との相互の親近感を醸成するため、園児と昼食を一緒に取った。

出前教室終了後は、搬出の準備を進めながら、保育士との意見交換の場を設けた。また、子どもたちのその後

表2 実践した出前教室プログラム

	第1回	第2回	第3回
場所	こぶし保育園 ／東京都小平市	東京学芸大学付属幼稚園 ／東京都小金井市	鳩の森愛の歌保育園 ／神奈川県横浜市
日時	平成20年11月6日(木) 10:00-11:30	平成20年11月7日(金) 10:00-13:00	平成21年1月16日(金) 10:00-11:00
対象園児と実演回数	2~5歳児 約80名 保護者数名 3回 年齢別(2~3、4、5歳)	5歳児 約60名とその保護者 4回 15人/回	4、5歳児 約100人 2回 年齢別50人/回
プログラム	1 2 3 4 6	1 2 3 8 幼稚園の提案で、展示物は出前教室の2週間前から設置。	(1) 2 3 5 7 冬季のため苗木は一部省略。
園の状況	20年以上大野の給食器を使用。生産グループの関わりは少ない。	幼稚園で育てた野菜を食べる、親子参加型祭事「収穫祭」の一環で実施。	大野木工立上げから使用。保育士らによる大野視察経験有り。
器導入状況	導入済	未導入	導入済

の様子や保育士・保護者の感想を、後日訪問や電話、アンケート等で確認した。

## 2-3 評価方法

### 2-3-1 教育ツールとしての有効性の検証

参加者にとってどのような効果があったか、園児、保育士、保護者の当日の様子や感想より考察した。

### 2-3-2 事業化に期待できる効果

実施者である生産グループにとって、出前教室を事業化することで得られる効果について、実践結果と生産グループの感想より考察した。

## 3 実践結果

### 3-1 こぶし保育園

プログラム全体の進行は全て実施者が行った。当保育園は出前教室以前には関係がなかったが、前日の搬入の際に昼食を一緒に取っていたことで、園児たちは職人をあだ名で呼ぶほど、親しみをもって集中して見学していた。保育士や居合わせた保護者は、園児たちと一緒に見学し、職人の技に一喜一憂しながら全体を盛り上げていた。こぶし保育園では、長年器を使っていたものの作り手と出会うのは今回が初めてで、実演の前後では互いに意見を交わし理解を深めていた。実践した出前教室の様子を、図2に示す。



図2 紙芝居の上演(左上) 製作途中の器の手触り体験(右上) 展示コーナー(下)

### 3-2 学芸大学附属幼稚園

前日に園児たちと交流する時間は取れなかったが、展示を事前に行っていたため、当日は「職人さん」の来園を心待ちにしていた様子だった。また、出前教室で新しく増えた展示物への関心も高く、先生方の工夫でスムーズに出前教室を実践できた。プログラムの進行は幼稚園の先生が行い、製作実演や詳しい説明は職人が担当した。器を導入していない幼稚園だったこともあり、製作実演は園児も保護者も珍しそうに比較的静かに見ている。しかし、その後の器の使用を兼ねた昼食では、樹種の違いも楽しみながら食べていた。実践した出前教室の様子を、図3に示す。



図3 園オリジナル展示(左上) 当日の職人紹介(右上)  
昼食時の器の試用(下)

### 3-3 鳩の森愛の歌保育園

プログラムの進行は実施者で行ったが、園長先生も飛び入りで、「出来たての器でごはんを食べる」実演や「給食器以外の園にある大野木工の器の紹介」をした。園長先生が「大野木工の給食器は、保育園の財産」と言うほど、子どもたちも器に愛着があるようで、プログラム中は驚きの声や質問が飛び交っていた。冬で葉が少なく樹木の印象がどうしても薄くなってしまったが、子どもたちも保育士も、普段大切に使っている器の作り手と会えたこと、その製作現場を見られたことが嬉しい様子だった。実践した出前教室の様子を、図4に示す。



図4 製作実演(左上) 園長先生の「食べる」実演(右上)  
製作途中で木屑をまわす(左下) 記念撮影(右下)

### 3-4 参加者及び実施者の感想

3回の実践を経て得られた、園児たちの様子(保育士・保護者の感想より)、保育士・保護者・生産グループの感想は表3のとおりである。

表3 出前教室 園児の様子参加者及び実施者の感想

園児	<ul style="list-style-type: none"> <li>・木の実や苗木、器以外にも、年輪、木屑、道具など、子どもたちの興味は様々だった</li> <li>・樹種によりお椀の色が違うことに驚き、色の違いを楽しんでいた</li> <li>・材木屋で樹種に興味を持っていた</li> <li>・普段使っている食器が何でできているか気にするようになった</li> <li>・子どもたちは、身近な素材を発見する喜びを得ていた</li> <li>・園庭の木に興味を持つようになった</li> <li>・職人ごっこをしている</li> <li>・毎日給食で裏のマークを見ている</li> </ul>
保育士	<ul style="list-style-type: none"> <li>・実演を見るのは初めて 職人がロクロで作っているとは知らなかった</li> <li>・修理のこと、木のことを職人に直接聞けるのは嬉しい</li> <li>・日本の食文化をどのように子どもたちに伝えるかを考えるきっかけになった</li> <li>・出前教室をきっかけに、器導入当時の保育士・栄養士と交流できた</li> <li>・木工食器が父兄の間にも再認識され、園の評価にも繋がった</li> <li>・新聞記事などの影響で、栄養士の間でも園の自慢ができた</li> </ul>
保護者	<ul style="list-style-type: none"> <li>・親の方が楽しんでしまった</li> <li>・木をねかせることを知り、勉強になった</li> <li>・森林の大切さを改めて感じた</li> <li>・修理が出来ることを知らなかった</li> <li>・他の製品も知りたい</li> <li>・器を購入したくなった</li> <li>・手間の多さに値段を納得したが、すぐに購入するのは難しい</li> </ul>
生産グループ	<ul style="list-style-type: none"> <li>・現場で直に伝えられるのは嬉しい</li> <li>・器の感想や現在の保育関係の情報は、製品作りの参考になる</li> <li>・各園の器の使用状況がわかる</li> <li>・作り手のことが、使い手に思った以上に伝わっていないことがわかった</li> <li>・今回は大学のサポートがあったが、今後全てを自分たちで行うのは難しい、実施先のサポートがあった方がやりやすい</li> <li>・出前教室をきっかけに、注文が入った</li> <li>・出前教室のために止めた分の生産量を取り戻すのが大変</li> </ul>

## 4 考察

### 4-1 教育ツールとしての有効性

器利用の有無やプログラム内容により、園によって関心を得た内容に違いが出たが、出前教室の教育的効果として次のことが確認できた。

- ・ 身近な樹木への関心の向上
- ・ 物の素材への興味

- ・ ものをつくること、つくる人(職人)への興味
- ・ 普段使っている木製食器への愛着心の向上

特に首都圏では、木工食器の製作や樹木の成長過程を、容易に見ることができない。園児のみならず保育士や保護者にとっても、職人が自ら出向いて製作実演をする「出張教室」は好評だった。また、出前教室前後の職人との交流の場が、木製食器の理解にも繋がっていた。

#### 4-2 事業化に期待できる効果

出前教室は、他の製品や事業を周知する機会にもなった。こぶし保育園では、現在の保育椀よりひとまわり小さな乳児用のお椀を、新規に50個あつらえることになった。出前教室用のロクロでその場で試作できたのが、発注の決め手となったようである(図6)。園オリジナルのお椀として「こぶし椀」と命名された。



図6 左の茶碗をモデルにサイズを検討した「こぶし椀」の試作

保護者からも購入希望があった。出前教室では販売はしなかったため、後日発注してもらうことになった。当日に商品カタログ等あれば、より発注があったと考えられる。また、修理についても職人に直接聞ける安心感から、導入済みの2つの保育園からその場で発注があった。

また、出前教室をきっかけとして「木製食器に期待できる教育効果」を、保育園・保護者・生産グループ共に再認識することができた。このことは、各園の食器への取り組みの評価のみならず、作り手の職人だけでは認知・提案することのできない木製食器の付加価値である。

以上のことから、出前教室を事業化することで次の効果が期待できると考えられる。

- ・ 他の製品や事業の周知による販売促進効果
- ・ 保育関係者の口コミによる販売促進効果
- ・ 各園の「木製食器による教育」の再評価による教育ツールとしての「大野木工の給食器」の確立

#### 4-3 事業化の実現に向けて

大野木工の給食器は、全国130箇所の施設に導入されているが、定期的に修理等の連絡があるのはほんの一部である。保育士や栄養士の交代により、園内で導入元が伝わっていない施設も多い。当初出前教室の事業化の目的は、他の木製食器にはない付加価値をつくり新規顧客を獲得することだったが、本研究で得られた結果から考

察すると、従来の導入先を対象とした方がその有効性を発揮できる。一方で出張教室の実施には、開催経費以上に負担がかかることもわかった。現在、生産者が自らで準備・実施を行っているため、その間の生産を止めるコストも考えなければならない。現在生産グループでは、職人の負担を減らすために、職人以外の人材を増やすことにも取り組み始めている。

出前教室は、3つの実践先からの評価は高く、他の園からも早速依頼があった。事業化は有効であると判断するが、従来の事業との相乗的な効果とコストを考慮したうえで、

- ・ 「出前教室」の価格設定
  - ・ 食器導入の有無による価格設定の違い
- を検討する必要がある。そして、より効果的に実施するために、

- ① 出前教室事業のPR資料
  - ② 出前教室セットの簡略化
  - ③ 生産グループの従来の製品及び事業のPR資料
  - ④ 「大野木工の給食器」のネットワークづくり
- の準備が必要である。

#### 5. 結語

県内には、生産グループのように一般消費者を対象とした手仕事の製造者が多いが、「手仕事＝高価な工芸品」という印象が先立ち、使い手に製品の特性が十分に届いていないことが多い。製造者自身も、それらの特性を十分に発信できているとは限らない。本研究では、既存の製品や技術でも、「伝え方」を工夫することで新たな事業となり得ることがわかった。使い手にとって何が価値となるのか、地場産品を伝えていくうえで、作り手も支援者も今一度現場の声を捉えることが重要である。

#### 謝辞

本研究にご助力いただいた、木工生産グループ・国立大学法人東京学芸大学こども未来プロジェクト・同大学鉄矢悦朗研究室、ならびに、こぶし保育園(東京都小平市)・東京学芸大学附属幼稚園(東京都小金井市)、鳩の森愛の歌・あすなろ保育園(神奈川県横浜市)の皆様に、謹んでお礼申し上げます。

#### 注

- 1) 阿部 博、八重樫 幾世子、小林 正信  
：岩手県工業技術センター研究報告、●(2009)
- 2) クレヨンハウス：月刊クーヨ、2008-3、P6-11 (2008)
- 3) 平成20年2月26日(木)洋野町大野保育園、平成20年10月19日(日)盛岡市わかば保育園
- 4) 出前教室プログラムの実践は、職人への見本として、職人の一人を東京学芸大学の研究員が演じた。

## 地場産品の販路開拓における新たな取り組み ～AMTULモデルを用いた木製食器の販売戦略の検討～\*

阿部 博\*\*、小林 正信\*\*、八重樫 幾世子\*\*

地場産品の販路開拓における新たな取り組みとして、木製食器の首都圏展開を目指す大野木工生産グループへの支援において、消費者の購買決定モデルの一つである AMTUL (認知～記憶～試用～通常使用～愛用使用) モデルを用いて、新規顧客開拓における販売戦略の検討を行った。その結果、食器を Trial=試用する機会を設定することが、販売戦略上、有効な手法であることがわかった。

キーワード：AMTUL モデル、木製食器、販売戦略

## New trial of expanding the market for local products ～ Sales strategy of wooden dishes using “AMTUL model” ~

ABE Hiroshi, KOBAYASHI Masanobu, YAEGASHI Kiyoko

In the case of supporting for “Ohno wooden craftsman group” aims to make their way into Tokyo market, sales strategy of wooden dishes using “AMTUL(Awareness,Memory,Trial,Usage,Loyalty) model” was examined. The results show provision of trial use wooden dishes is effective from sales strategy standpoint.

Key words : AMTUL model, wooden dishes, sales strategy

### 1 緒言

岩手県工業技術センターは、平成 18 年 4 月、全国で初めて地方独立行政法人化された。法人化を契機として、技術相談や機器貸出といった従来の支援内容に加え、当センターが開発に関与した県内事業者の製品について、販路開拓やプロモーションなどを支援する「市場化促進事業」を実施している。この事業では、重点的に取り組むべき課題を毎年度 8 テーマ設定し、テーマ毎に市場化の熟度に応じた支援を行っており、平成 20 年度は、重点課題の一つとして、木製食器にユニバーサルデザイン(以下「UD」という。)を導入した「UD大野木工」<sup>1)</sup>を選定した。

大野木工は「一人一芸の里」を掲げる洋野町大野(旧大野村)において、地域の森林資源を活用して昭和 55 年から作られている木製品である。子ども用の椀や皿などについては、給食器として全国約 150 個所の保育園や幼稚園等への導入実績を有している。導入先では、子どもが食器をきちんと手に持ち正しい姿勢で食事をしたり、食器を大切に扱う心が育まれるなどの教育的効果が見られ、高い評価を得ている。

大野地域では、地域の地場産業として、木工職人がそれぞれ工房を構えて木製品の生産を行っているが、近年、給食器の普及を目的として、職人による「大野木工生産

グループ(以下「生産グループ」という。))が組織され、様々な活動を展開している。生産グループでは、給食器の首都圏展開を目指しており、平成 20 年度、財団法人さんりく基金の助成事業「調査研究成果等活用促進事業(以下「基金事業」という。))の採択を受け、UD 木工保育給食器の事業化可能性の実証に取り組んだ。当センターは、基金事業に共同事業者として参画し、UD 木工保育給食器に対する保育士の意見聴取など事業実施の支援を行った。

大野木工のような地場産品の販路開拓の取り組みとして、従来、展示会の開催や物産展への出品などが行われてきた。しかし、これらの手法では、モノや情報が溢れている近年、消費者に対して、商品が持つ価値を十分伝えることができず、その有効性が低下していると考えられる。

そこで、当センターでは、基金事業の実施を通じ、地場産品の販路開拓における新たな取り組みについて、以下に示す 2 つの視点から検討を行った。

- ① UD 大野木工普及の前提となる大野木工の木製食器の新規顧客開拓における販売戦略の検討
- ② 木製食器の新たな事業開発を目的とした「出前教室」の検証

本研究報告では、①について、消費者の購買決定プロセスを説明するモデルの一つである「AMTUL モデル」を

\* 市場化促進事業

\*\* 企画デザイン部

用いて、木製食器の新規顧客開拓における販売戦略を検討した結果を報告する。

## 2 方法

### 2-1 AMTUL モデル

マーケティングの分野では、消費者の購買決定プロセスをモデル化し、戦略立案に用いている<sup>2)</sup>。モデルの一つである「AIDAモデル」では、消費者は、製品の存在を知り (Attention)、興味を持ち (Interest)、欲しいと思うようになり (Desire)、最終的に購買行動に至る (Action) という購買決定プロセスを経る。これは、消費者に購買してもらうためには、その人の状態にあった働きかけをする必要があることを示している。すなわち、消費者がその製品に気がついていない場合は、注意を喚起する必要があり、製品を購入するか迷っている場合は、購買を促すためのコミュニケーションが必要になる。このほか、注意 (Attention)、興味 (Interest)、欲求 (Desire)、動機 (Motive)、行動 (Action) の5段階に分けた「AIDMAモデル」などがある。本研究報告で用いたAMTULモデルの内容は、表1のとおりである。

表1 AMTUL モデル

AMTUL の段階
Awareness (認知させる)
Memory (記憶させる)
Trial (試験的に使う)
Usage (頻繁に使う)
Loyalty (ブランドを決める)

このモデルは、購買後の段階分けをしていることが特徴であり、試用 (Trial) を経て購買を行い、通常使用 (Usage) から愛用使用 (Loyalty) に至るとしている。報告者は、「試用」段階に着目して、AMTUL モデルを用いることとしたものである。

このモデルを木製食器の新規顧客開拓に当てはめた場合、認知 (Awareness)、記憶 (Memory) の初期段階においては、まず「大野木工」という木製食器の存在を消費者に知らせ、全国での導入実績や教育的効果といった特徴を伝えていくことが必要である。次の段階は、通常使用につなげる、すなわち食器の購買意欲を喚起するための「試用」であるが、消費財の試用スタイルについて整理したものが表2である。

表2 消費財の試用スタイル

消費財	試用スタイル
食品	試食
飲料品	試飲
衣服	試着
自動車・バイク等	試乗
音楽CD等	試聴
化粧品等	試供(品)
食器	—

上記のとおり、一般的に消費財を購入する前には、試用することが可能になっており、試用した結果、当該商品が消費者を満足するものであれば購入に至る。

一方、食器を購入前に試用する場として、海外ブランド食器の販売店に併設したティールームなどが挙げられるが、食器の試用を表す熟語が見当たらないように、通常、消費者は食器を試用することなく購入しているといえる。

生産グループでは、これまで新規顧客開拓において、食器の試用を行ったことがなかったことから、大野木工の給食器を使用したことがない首都圏の保育園及び幼稚園において食器の試用を実施し、販売戦略上の有効性を検証した。

### 2-2 食器の試用

#### (1) 私立ゆたか保育園 (東京都小平市)

従前より大野木工の食器を使用しているこぶし保育園 (小平市) をゆたか保育園の園長先生が見学したことをきっかけとして、平成20年12月に同園を訪問した。

同園は地元で採れた野菜を給食に用いるなど「食育」に力を入れており、給食用食器についても現在使用している磁器に替えて木製食器の導入を検討していた。業者から資料を収集していたが、満足するものにたどり着かなかったとのことであり、AMTUL モデルでは「Awareness = 木製食器を認知」の段階にあった。訪問時点においては、こぶし保育園での使用事例の把握を通じ、「Memory = 大野木工の給食器を記憶」の段階にあったといえる。食器の試用を提案したところ協力が得られ、次のとおり試用を実施した。

- ・試用期間 平成21年1月～2月
- ・対象 5歳児クラス26名
- ・試用した器 子ども用食器「保育椀」
- ・使用形式 園内で調理される給食の食器として使用

#### (2) 東京学芸大学附属幼稚園 (東京都小金井市)

生産グループ及び当センターでは、従前から東京学芸大学と交流があったことから、同大学附属幼稚園からも協力が得られ、食器の試用、2回のアンケート調査、保護者との懇談などを行った。

同園では、普段給食の提供はないが、収穫祭などの行事の際、園内の調理施設で作られた料理を園児に提供している。

平成20年11月に開催された収穫祭において、園児と保護者を対象に食器の試用を行った。試用に供した食器は次頁図1のとおり。



図1 試用に供した食器

前述のとおり、大野木工の給食器を導入している保育園等からは、木製食器の教育的効果について高い評価が得られている。

生産グループではこれら保育園等での使用実績をベースとして一般家庭への木製食器の普及も目指している。

収穫祭後実施した保護者アンケート（回答数26名）の結果、給食用食器として木製食器が使用されていることを知っていた（Awareness＝木製食器を認知）のは3名であった。AMTULモデルは、各段階を数値化して把握することも特徴の一つであり、同園保護者の木製給食用食器の認知率は11.5%であった。

このことは、木製給食器の認知率が高いとは言えない状況を示していることから、同園では、園行事における食器の試用に加えて、冬休み期間中、各家庭における試用の機会を設けた。

- ・試用期間 平成20年11月～平成21年1月  
うち冬休み期間：平成20年12月10日  
～平成21年1月8日
- ・対象 5歳児クラス52名及びその保護者
- ・試用した器 子ども用食器「保育椀」
- ・使用形式 園内行事（月1回）で提供される料理の食器及び冬休み期間中各家庭で食器として使用

### 3 結果および考察

#### 3-1 私立ゆたか保育園

平成21年2月末に同園を訪問し、食器の使い勝手などについてヒアリングを行った。木製食器に対する評価は高く、導入を検討したいとの回答を得られた。

同園では、園児が食事の配膳を行っているが、木製食器は軽く、熱い料理を盛り付けても熱が伝わりにくいため園児が持ち運びしやすく、配膳が良くなったとのことである。また、磁器と比較して汚れが落ちやすく、食器洗浄機から出した直後も熱くなく、冷ます必要がないことから、厨房での作業性が向上したという利点も栄養士から報告された。

食器の形状について、4～5歳児用には容量が少ないことから、直径をそのままに（食器洗浄機のカゴに納めるため）、高さを5～10mm高くして欲しいという要望があり、図2に示す試作品を製作した。



図2 左：試用に供した食器、右：試作品（仕上前）

木製食器の導入を検討している保育園等にとって、購入前に実際に食器を使用し、園児のみならず厨房での使い勝手を把握できるメリットは大きく、食器を「試用」する機会を設定することが販売戦略上有効な手法であることが確認できた。

さらに、大野木工は、職人が一つ一つ手作りで製作していることから、上述のような形状に対する要望について柔軟に対応することができ、いわゆる「あつらえ」による商品開発が可能である。これまで、大野木工の給食器を長らく使用している保育園からの要望で、オリジナルの給食器をあつらえているほか、前述のこぶし保育園からもお椀の形状について要望があり、栄養士や保育士と職人が共同で形状を決定した。

このような「あつらえ」は、既に大野木工を導入（AMTULモデルにおける通常使用＝Usage）している保育園等において、愛用使用（Loyalty）へつなげていくための有効な手法であるとともに、ゆたか保育園のように新規導入を検討しているところでは、購入を決定する際の重要な要素になると言える。従って、生産グループでは、新規顧客開拓において、「試用」と「あつらえ」の双方が可能であることをPRしていくことが、販売戦略上必要である。

#### 3-2 東京学芸大学附属幼稚園

平成21年1月に同園を訪問し、園行事における食器の試用結果等についてヒアリングを行った。これまでの行事では、食器を落とす子どもが必ずいたが、3回の行事では一人もいなかったとのことであり、「食器をきちんと手に持って食事をする」という効果が確認できたと言える。また、食器の形状について要望があり、高さを5～10mm高くした試作品を製作することとした。

家庭での試用結果については、冬休み終了後に実施した保護者アンケート（回答数48名）及び平成21年2月に実施した保護者懇談会（参加者9名）で把握した。木製食器に対する評価は総じて高く、「子ども達が食事を残さず食べた」「手で器を持ち上げて食べる場面が多かった」「食器洗いなどのお手伝いを率先して行った」などの報告があり、教育的効果も確認された。

アンケートでは、子ども用食器を購入する際のポイントを質問しており、回答は次頁図3のとおりであった。

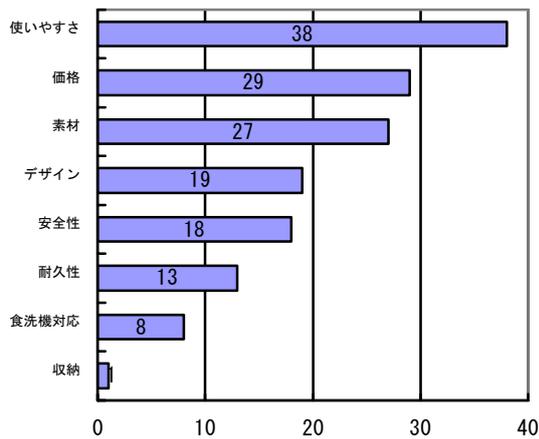


図3 子ども用食器を購入する際のポイント (複数回答)

「使いやすさ」(79.1%)が圧倒的に多いが、2-1で指摘したとおり、通常、食器を購入する前に試用する機会はない。アンケートの自由記述に「少し軽すぎたり、すべりやすいかなと思ったが、本人は大丈夫でした。」「熱いご飯を入れても手に熱さが伝わらず、持ちやすかったです。」「思っていたより取り扱いが楽なので、びっくりした。」という記載があり、これらは実際に食器を使用して初めて実感できる「使いやすさ」である。

試用終了後、複数の保護者から食器の注文があり、一般家庭向けの展開においても食器の「試用」は有効であることが確認できた。

ただし、アンケートで、試用に供した食器について販売価格(税込3,150円)を提示した上で、購入意思を質問したところ、表3のとおり、「購入したい」と回答した比率が低かった。

表3 試用に供した食器の購入意思

購入意思	回答数	構成比
購入したい	15名	31.3%
購入したくない	11名	22.9%
わからない	22名	45.8%
合計	48名	100.0%

「購入したくない」「わからない」と回答した保護者のほとんどが、「価格の高さ」を理由に挙げており、一般家庭向けに展開する場合、価格面が課題になると考えられる。この点について、保護者懇談会で話題にしたところ、「幼児期のみ使用期間であれば高いと感じるが、子どもが大きくなったら小鉢として使用するなど、長く使用することができるのであれば購入しやすくなる」との意見が多く聞かれた。大野木工の食器は、破損してもほぼ修理が可能であり、塗装を塗り直すことにより、長期間使用することができることから、これらの特徴を商品が持つ価値として消費者に伝えていくことが、販売戦略上重要

である。

#### 4 結 言

木製食器の新規顧客開拓において、食器を「試用」する機会を設定することは、保育園等の施設向け及び一般家庭向けのいずれにおいても販売戦略上、有効な手法であることが明らかになった。この手法は、木製食器のみならず南部鉄器や浄法寺漆器、磁器など本県地場産品に応用することが可能である。

また、大野木工の木製食器は、「あつらえ」「修理」が可能であること消費者に伝えていくことが重要であることが分かった。

ただし、これらを戦略的かつ広域的に実施していくためには、時間と労力を要し、生産グループだけでは対応が難しいと思われることから、外部との折衝や調整等を行う人的サポート体制の構築が急務である。

一方、物質的な充足やライフスタイルの変化で近年、「モノを買わない」消費者が増加している<sup>3)</sup>。1台の自動車を複数の会員が共有するカーシェアリングサービスの会員数が年々増加しているように「所有から利用へ」の流れが明確になってきている状況の中、木製食器の新規顧客開拓においても、「食器の利用」をサービスとして提供するビジネスモデルを検討する必要があると考えられる。

東京学芸大学附属幼稚園の保護者アンケートでは、木製食器の良さを評価するものの、家族全員分の食器を揃えた場合の金銭的負担感から、購入を躊躇するという意見が多く見られた。また、保育園等の施設においても予算の制約から、木製食器の購入を断念するケースも見受けられている。

このような消費者に対して、「食器の利用サービス」を提供することによって、新たな販路の開拓が期待されることから、当センターとしても今後、新しいビジネスモデルの可能性を検討していくものとする。

#### 謝 辞

本研究の実施にあたり、多大なご協力をいただいた、ゆたか保育園、東京学芸大学附属幼稚園の皆様、謹んで御礼申し上げます。

#### 文 献

- 1) 岩手県工業技術センター：ユニバーサルデザインハンドブック3,7, (2004)
- 2) グロービス・マネジメント・インスティテュート：[新版]MBAマーケティング(ダイヤモンド社), 123, (2005)
- 3) 日経ビジネス(日経BP社), 22-36, (2009.5.25)

# 漆塗膜の抗菌性の検証\*

小林 正信\*\*、町田 俊一\*\*\*

精製方法や塗装方法などが異なる 11 種類の漆塗膜について抗菌性試験を行った。その結果、以下の事項が明らかになった。

- (1) すべての試験片において、大腸菌と黄色ブドウ球菌に対する高い抗菌性が確認された。
- (2) 添加物を含む漆は、大腸菌に対する抗菌性が若干低下した。

キーワード：漆、抗菌性、JIS Z 2801

## Verification of Antimicrobial Activities of Japanese Lacquers\*

KOBAYASHI Masanobu\*\* and MACHIDA Toshikazu\*\*\*

Antimicrobial activities of Japanese lacquers with 11 kinds of refinement processes and painting methods were examined. The results are as follows:

- (1) All test pieces has high antimicrobial activities for *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*.
- (2) Antimicrobial activity for *Escherichia coli* were decreased by additive for lacquer.

key words : Japanese lacquer, antimicrobial activity, JIS Z 2801

### 1 緒言

近年、漆塗膜の抗菌性が注目されている。渡邊ら<sup>1)~3)</sup>は、黄色ブドウ球菌に対する抗菌性を確認し、ウルシオールに起因するものと推測している。また、小川ら<sup>4)</sup>は、大腸菌群に対する抗菌性を確認し、フェノール性水酸基を持つ分子構造が関与している可能性を指摘している。

一方で、国内では主に中国産または日本産の漆が使われているが、その種類や塗装法は多様である。そこで今回、漆の種類や塗装条件で抗菌力に差異が生じるのかを検証した。

### 2 実験方法

#### 2-1 試験用漆の調整

試験用漆は当センターで調整した。日本産漆は、岩手県浄法寺産漆の初辺、盛辺および遅辺（平成 20 年度浄法寺生漆共進会会場でサンプリング）で、中国産漆は城口産生漆（平成 18 年度産）である。

中国産生漆から精製漆および速乾性漆<sup>5)</sup>を加工し、さらに速乾性漆から色漆と黒漆を調整した。色漆はパーマネントカラーNo. 12（日華化成有限会社製）を 50mass%添加し、黒漆は水酸化鉄（硫酸第一鉄と炭酸ナトリウムを反応させて生成）を 0.6mass%添加した。以上の生漆 4 種、精製漆 1 種、速乾性漆 3 種の計 8 種類を試験用漆とした。

#### 2-2 試験片の作成

試験用漆を用いて 11 種類の試験片を作成した（表 1）。塗装過程で基材の耐熱性が必要な試験片にはアルミ基材を用いた。塗装はゴムローラーで行い、恒温恒湿機（温

度 25℃、湿度 75%RH、24 時間）または電気炉（150℃、1 時間）で硬化させた。抗菌性試験は塗膜表面を評価するものであるため、塗装回数は規定されていないが、基材の露出を避けるため各試験片とも 3 回塗装した。なお、耐候性試験条件を表 2 に示す。

表 1 作成した試験片

No.	試験用漆	基材 (50mm 角)	硬化 方法	備考
1	中国産生漆	アクリル (2mm 厚)	恒温 恒温 恒湿 機	
2	国産生漆（初）			
3	国産生漆（盛）			
4	国産生漆（遅）			
5	中国産精製漆			
6	中国産速乾性漆			
7	レーキ顔料			
8	水酸化鉄黒			
9	中国産速乾性漆			
10	中国産速乾性漆	アルミ	電気炉	呂色磨き 耐候性試験
11	中国産速乾性漆	(1mm 厚)	電気炉	熱硬化

表 2 耐候性試験条件

項目	処理条件等
試験装置	スーパーキセノンウェザーメータ SX2D-75（スガ試験機株式会社）
試験時間	120H
試験サイクル	照射+水噴霧（120 分中 18 分間）
試料面放射照度	180W/m <sup>2</sup> （300~400nm）
ブラックパネル温度	63±3℃
相対湿度	50±3%RH
積算放射照度	77.59MJ/m <sup>2</sup>

\* 主要研究「速乾性ウルシの量産化と抗菌性の実証」

\*\* 企画デザイン部

\*\*\* 企画統括部長兼連携研究推進監

2-3 抗菌性試験方法

抗菌性試験は財団法人日本食品分析センターに依頼して実施した。試験方法について表3に示す。

表3 抗菌性試験の概要

項目	条件
試験方法	JIS Z 2801 : 2000「抗菌加工製品—抗菌性試験方法・抗菌効果」5.2 プラスチック製品などの試験方法
試験菌	大腸菌 <i>Escherichia coli</i> NBRC 3972 黄色ブドウ球菌 <i>Staphylococcus aureus</i> subsp. <i>aureus</i> NBRC 12732
試験片 無加工品	11種類 (表1のとおり) ポリエチレンフィルムによる被覆試験片 フィルム寸法 40×40×0.09mm
菌接種量および菌液生菌数	大腸菌 0.4ml、 $5.5 \times 10^5$ /ml 黄色ブドウ球菌 0.4ml、 $7.5 \times 10^5$ /ml

3 実験結果及び考察

3-1 抗菌性試験結果

抗菌性試験の結果、すべての試験片において抗菌効果が認められた (表4、5)。なお、JIS Z 2801 では、試験後の生菌数が無加工品と比べて1%以下の場合 (抗菌活性値2.0以上) に抗菌効果があると定義されている。

表4 抗菌性試験結果

試験片	試験片1個当たりの生菌数 (個) (3回測定の平均値)	
	大腸菌	黄色ブドウ球菌
接種直後の無加工品	$1.5 \times 10^5$	$3.1 \times 10^5$
No.1 中国産生漆	< 10	< 10
No.2 国産生漆 (初)		
No.3 国産生漆 (盛)		
No.4 国産生漆 (遅)		
No.5 中国産精製漆		
No.6 中国産速乾性漆		
No.7 レーキ顔料	90	
No.8 水酸化鉄黒	$3.1 \times 10^3$	
No.9 呂色磨き	< 10	
No.10 耐候性試験		
No.11 熱硬化	$3.0 \times 10^2$	
無加工品	$2.1 \times 10^7$	$9.2 \times 10^5$

※ <10 : 検出せず

表5 抗菌活性値

試験片	大腸菌	黄色ブドウ球菌
No.1 中国産生漆	> 6.3	> 4.9
No.2 国産生漆 (初)		
No.3 国産生漆 (盛)		
No.4 国産生漆 (遅)		
No.5 中国産精製漆		
No.6 中国産速乾性漆		
No.7 レーキ顔料	5.3	
No.8 水酸化鉄黒	3.8	
No.9 呂色磨き	> 6.3	
No.10 耐候性試験		
No.11 熱硬化	4.8	

※ 抗菌効果 : 2.0以上

3-2 塗料種類による抗菌性の差

試験用漆はいずれも高い抗菌性を有していた。日本産と中国産の漆の差はなく、日本産については採取時期による変化もなかった。

精製や速乾化処理による大きな変化も見られなかったが、試験片No.7、8に大腸菌の生菌が確認された。これらの試験用漆にのみ顔料等を添加している点がひとつの原因と考えられる。特にNo.8の黒漆は水酸化鉄とウルシオールを化学反応させてウルシオール鉄塩を生成する方法であるため、ウルシオールの化学変化が抗菌性低下の要因である可能性があるが、詳細は不明である。

3-3 塗装方法による抗菌性の差

試験片No.1~8およびNo.10は塗り立てまたは花塗り、No.9は呂色磨き、No.11は焼付け技法と区分できる。結果から塗装方法は抗菌性へ影響しないといえる。No.11に大腸菌の生菌が確認されたが、生菌数<10の結果を示した測定も含まれており、熱硬化により抗菌性が低下するとは結論付けられない。

3-4 塗膜劣化による抗菌性の変化

No.10の結果が示すとおり、塗膜が劣化した状態でも抗菌性は低下しなかった。ただし、耐候性試験では紫外線で塗装表面が劣化消失し、常に深部の塗装面が出ている状態であり、暗所に数年放置したような経年変化については別途検討が必要であると考えられる。

4 結 言

今回の試験により、改めて漆の高い抗菌性が確認でき、漆の種類や塗装方法によっても大きな変化がないことが明らかになった。添加物や経年変化が抗菌性に及ぼす影響については次の機会に検討したい。漆の抗菌性は非常に高いため、この機能性に着目した用途開発も進めたい。なお、本研究に記載した抗菌性試験に関する図表は、試験結果に基づき我々が独自に作表したものである。

文 献

- 1) 渡邊 暢子、宮崎 孝司：福井県工業技術センター研究報告書、14, 59 (1997)
- 2) 渡邊 暢子、宮下 節男、崎 孝司：福井県工業技術センター研究報告書、15, 66 (1998)
- 3) 渡邊 暢子、清水 竜朗：福井県工業技術センター研究報告書、16, 60 (1999)
- 4) 小川 俊夫、大出 直高：日本接着学会誌、43, 225 (2007)
- 5) 小林 正信、町田 俊一：岩手県工業技術センター研究報告、7, 34 (2000)

# 小動物手術用マイクロピンセットの開発\*

長嶋宏之\*\*、飯村崇\*\*\*、井上研司\*\*\*\*、片山泰章\*\*\*\*\*、首藤文榮\*\*\*\*\*

犬猫に代表される小動物用の医療機器は非常に少なく、臨床獣医師たちはヒト用医療機器を使用し非常にストレスを感じている。そこで本事業では獣医師のニーズに対応するため、形状を見直し、使いやすく生体を確実に把持できる手術用精密ピンセットを開発した。その最終試作品は獣医師から非常に高い評価を得ることが出来た。

キーワード：マイクロピンセット、伴侶動物、医療機器

## Development of Forceps for Microsurgery

NAGASHIMA Hiroyuki, IIMURA Takashi, INOUE Kenji,  
KATAYAMA Masaaki, SHUTO Bunei

Medical equipment for small animals (dogs and cats, etc.) is very few. Clinical veterinary surgeons feel stress very much with medical equipments for the human. Therefore, this study developed a micro forceps for veterinary surgeons. This forceps can be used easily, and held surely. As a result, the final prototype received high evaluation from veterinary surgeons.

key word: micro forceps, companion animal, medical equipment

### 1 はじめに

近年、犬猫に代表されるコンパニオンアニマル（伴侶動物）の飼育件数は増加傾向にあり<sup>1)</sup>、それに伴う小動物の傷病件数、治療件数の増加が予想されている。また、小動物臨床獣医師数、ならびに動物病院の件数も増加傾向にある<sup>2)</sup>。しかしながら小動物専用の医療機器は少なく、臨床獣医師たちはヒト用医療機器を使用し治療を行っているのが現状である。特に外科医は小さな生体に対しヒトサイズの大きな器具を用いて外科手術することに非常にストレスを感じている。

そこで本事業では獣医師のニーズに対応するため、顕微鏡下手術で使用されるピンセットを事例に、使いやすく生体を確実に把持できる、小動物に対応した手術用マイクロピンセットを開発した。

### 2 方法

#### 2-1 開発体制

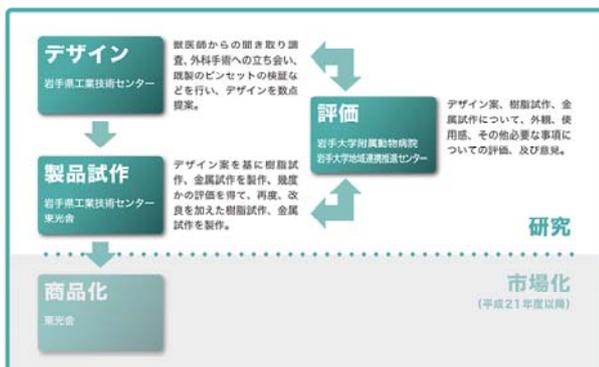


図1 開発体制

本事業では開発プロセスをデザイン、製品試作、評価の3プロセスに分け、担当者に分担、随時連携しながら実施した。(図1)

デザインは岩手県工業技術センターが担当し、獣医師からの聞き取り調査、外科手術への立ち会い、既製ピンセットのユーザビリティ検証などを行い、デザインを数点提案した。

製品試作は岩手県工業技術センターと東光舎が担当し、デザイン案を基に樹脂や金属で試作、獣医師による意見・評価と改良を重ねた。

評価は岩手大学附属動物病院、岩手大学地域連携推進センターが担当し、デザイン案・試作について外観、使用感、その他、獣医用医療機器に必要な事項についての評価および提案を行った。

#### 2-2 獣医師へのヒアリング調査

岩手大学附属動物病院において犬（ダックスフント）の椎間板ヘルニア手術を見学した。ピンセットの持ち方、固定の仕方、その他鋼製小物や器械の使用について重点的に観察した。術後、執刀医から鋼製小物の使用感について意見をもらった。さらに、ピンセットの希望点や不満点など抽出するため臨床獣医師らへのヒアリングを行った。

#### 2-3 1次試作

ヒアリング調査の結果から、スケッチによるラフデザイン案を製作した。最終提案は3案に絞り、同時にアクリル樹脂モデルを製作し、実際に獣医師に手にとって評価してもらった。

#### 2-4 2次試作

1次試作（金属）評価結果を基に改良案を作成した。設計はデザインCAD（Autodesk製Alias Studio）を使用

\*都市エリア産学官連携促進事業（発展型）平成20年度可能性試験

\*\*企画デザイン部、\*\*\*材料技術部、\*\*\*\*株式会社東光舎、\*\*\*\*\*岩手大学附属動物病院、\*\*\*\*\*岩手大学地域連携推進センター

し、光造形装置（シーメット製 SOUPII600GS）により樹脂モデル化した。この樹脂モデルについて獣医師へのヒアリングを行った。

### 2-5 最終製品試作

これまでの試作への提案・意見から最終仕様を決定し、金属製最終製品試作を製作した。

### 2-6 評価

最終製品案についての獣医師の評価ヒアリングを行った。また、実際に試作品に触れた第一印象と使用感について、岩手大学農学部獣医学課程の教員（獣医師）、および学生など、9名にアンケート調査を行った。「デザイン」、「持ちやすさ」など10項目について、「大変良い」、「良い」、「どちらでもない」、「悪い」、「大変悪い」の5段階評価を付けてもらった。

## 3 結果

### 3-1 獣医師へのヒアリング調査



図2 手術の様子

手術は執刀医、助手、麻酔医、器械出しの4名での行われ、主に執刀医と助手が施術を行う（図2）。ピンセットは切開時の皮膚の剥離、患部の摘出、縫合時の皮膚の固定など、それぞれに形状の違うピンセットを使い分けていた。

医師からは使用するピンセットは一般的にヒト用器械を使用しているため、寸法や患部に接する部分のサイズが大きすぎることが一番の問題点であるとの意見を得た。また、ピンセット単体に対する主な指摘点は付着する脂肪（油脂分）による滑りの抑制、重量・重心、バネの強弱、先端の形状などであった。

### 3-2 1次試作

ヒアリングの結果を踏まえ、ラフデザインスケッチを行い、断面が六角形の（1）「えんぴつ型」、保持部に指で挟む「ハネ」の付いた（2）「ハネ付型」、後端に握り込むことの出来るグリップを付けた（3）「グリップ型」の3案を提案した（図3）。

その結果、「えんぴつ型」は六角形の断面形状が文字通り鉛筆を持つように保持可能で、持ち方の幅が広がり自由に保持できるとのことが高く評価された。「ハネ付型」は臨機応変な使用法が要求される手術ではハネ部分が邪

魔になるが、手の中で固定しやすいため繰り返し動作を要求される実験や検査などの用途で使いやすいであろうと評価された。「（3）グリップ型」は「ハネ付型」と同様にグリップ部分が邪魔になり、しかしながら保持性はそれほど良くなかったため却下された。

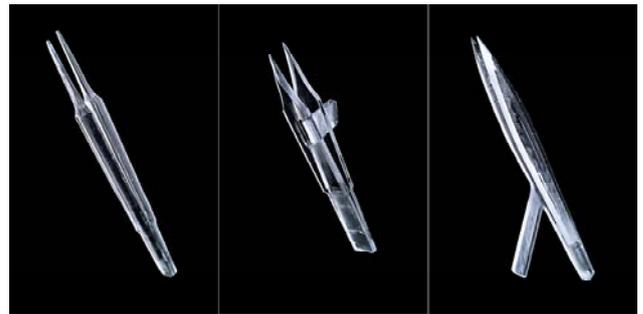
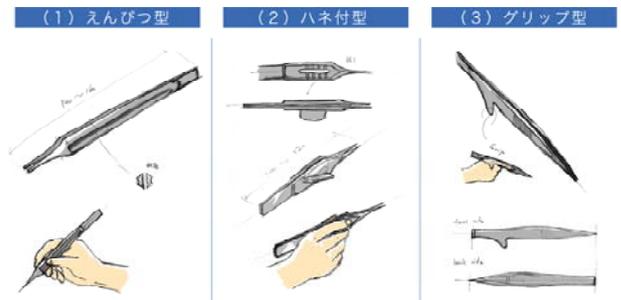


図3 ラフデザイン案  
（上：スケッチ、下：樹脂モデル）



図4 1次試作（金属）

次にラフモデル案「えんぴつ型」を実際のイメージをつかむため金属で試作した。製作工程はSUS404 板材から放電ワイヤー加工機により外形を切り抜き、その後、東光舎の職人が研削加工を行ってラフデザイン案と同様のデザインを完成させた。また、組織把持用、縫合糸把持用と先端の「調子（具合）」の違いをつけた2種類を用意した（図4）。

獣医師らからは形状や取り回しのし易さなどに概ね高い評価をもらった。しかしながら、「バネが弱すぎる」、「重量が重い（30g）」、「先端のエッジが鋭利なので把持した場合に縫合糸が切断される」などの意見がでた。これについて担当者で意見交換を行い、形状の再検討による重量軽減、また、機能とは別に付加価値（色、高級感など）を付与する要素の検討なども行うこととなった。

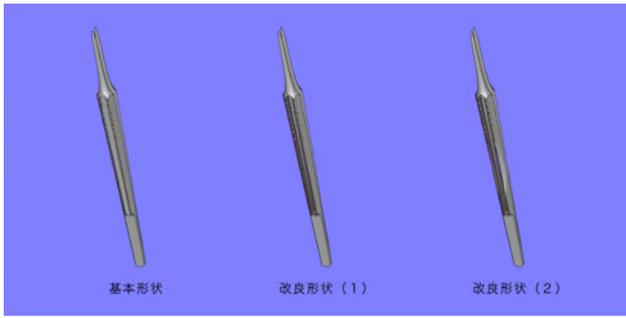


図5 2次試作  
(上：3D データ、下：光造形モデル)

### 3-4 2次試作

金属試作（1次）を基に、評価結果から軽量化（30g→15g）を大きな目標に、基本形状とそれから肉を削った改良形状（1）、および（2）の3案を樹脂によって製作した（図5）。

獣医師らからは「基本的な形状は問題なし」、課題の軽量化については「軽量化の効果は感じるが実材料でないので何ともいえない」とのことであった。細部については「把持する部分に重さを感じる」、「滑り止めの溝はもう少し深くても良い」、「後部は六角形でなくても」、などの意見が出た。また使用感には悪くないので見た目の工夫が欲しいとの意見が出た。

### 3-5 最終製品試作

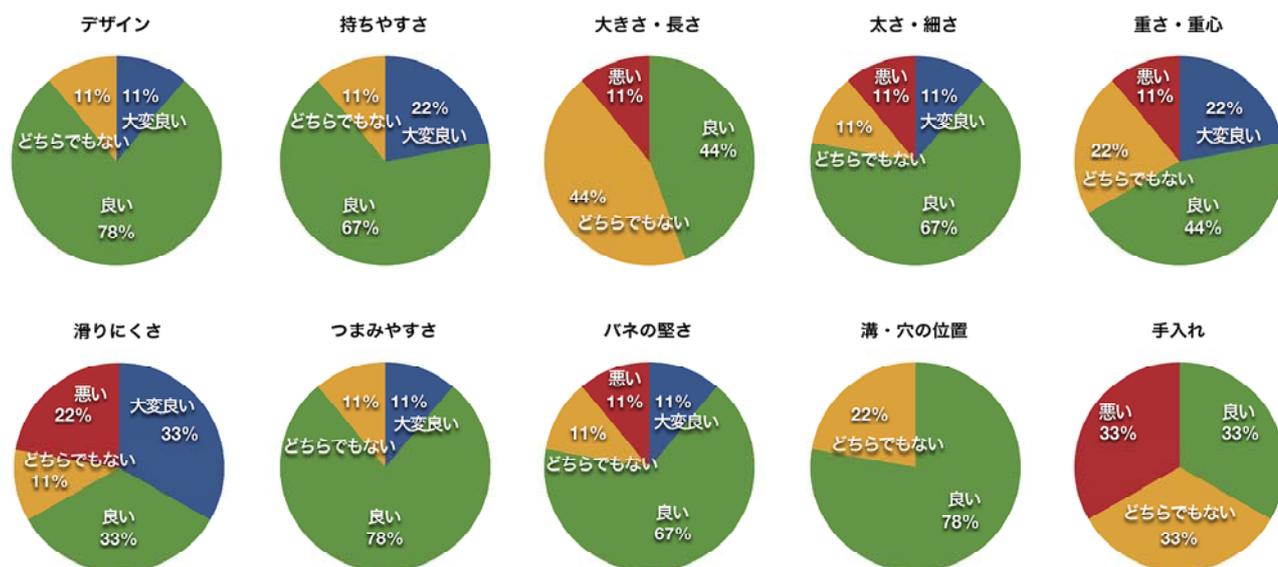
2次試作3案の中から改良形状（2）を選定し、細部を調整して最終製品試作を完成した（図6）。デザインコンセプトを下記に上げる。

- (1) 手にちょうど良い長さ 150mm
- (2) 自然な持ち方が可能な流線形状
- (3) ボリュームのある形状ながらも既製品と変わらない重量（約 16g）と重心バランス
- (4) 「鉛筆」のように立体的にどのような角度でも握



図6 最終製品案

表1 アンケート結果



- ることのできる六角形状グリップ
- (5) 滑りにくい凹形滑り止め
- (6) 余計な凹凸がないため洗浄時にも汚れが残りにくい
- (7) 顕微鏡下での作業に適した長さで鋭利な先端
- (8) 職人による精緻な「合い」と適度なバネ性
- (9) 縫合糸を誤って切断しにくいかまぼこ形と、組織をしっかり保持する平形の2種の断面を用意

### 3-6 評価

#### 3-6-1 獣医師のヒアリング結果

獣医師からは「鉛筆のような形状が持ちやすい」、課題の軽量化 (16g) についても「重量バランスも良さそう違和感なし」、「バネの堅さは (獣医師が高評価を付けていた) フランス製ピンセットメーカーのものよりも良い」など概ね高い評価を頂いた。しかしながら軽量化による剛性不足からか力を入れた場合に先端が多少ずれる場合があることや、臨床は未実施であり、まだ改良が必要であろうという意見が残った。

#### 3-6-2 アンケートによる評価

特に「デザイン」、「持ちやすさ」、「つまみやすさ」などは約9割近くが「良い」以上の回答、その他の項目についても概ね高い評価を得られた (表1)。

## 4 おわりに

本事業で得られた最終製品案の課題としては、以下の内容が上げられる

- (1) ある方向の力に対し生ずる、先端の「合い」のずれの解消
- (2) ピンセット全体の剛性の強化
- (3) 縫合糸用、組織用など先端の形状および「調子」の再検討

- (4) 溶接接合法の検討
- (5) 製造コストの削減
- (6) 剪刀、持針器など、その他鋼製小物への応用
- (7) 付加価値 (色、高級感など) の付与

上記 (1) ~ (4) については今後形状の微調整などを行い、獣医師に手術・実験などで使用してもらいながら、臨床での問題点を抽出、改良を施す必要がある。

さらに今後の市場化についても大きなハードルが多い。例えば本事業で示した製造工程では価格が通常商品の数倍にも跳ね上がるため、(5) 製造コストの削減は必須である。また商品の付加価値が機能だけでは弱いので、(6)、(7) の取り組みも必要であろう。販路も現在は未知であるので、臨床での使用例などがあれば学会など獣医系の主たる会議への出展し、市場化の弾みにしたいと考えている。

いずれにしても日本の医療機器は医科・歯科系、獣医系ともほとんどを海外製品に依存しており、このような製品開発が国産医療機器メーカーの振興・発展の一助になればと思う。

## 謝辞

本事業においてご協力いただいた、(財) いわて産業振興センター科学技術コーディネーター阿部四朗様、(株) 東光舎岩手工場様、その他、関係各位に謹んで御礼申し上げます。

## 注

- 1) 第15回 (平成20年度) 犬猫飼育率全国調査, 一般社団法人ペットフード協会
- 2) 平成16年度サービス業基本調査, 総務省統計局

# 鑄鉄製厨房用品における有機塗料の代替塗装法開発\*、\*\*

長嶋 宏之\*\*\*、中村義隆\*\*\*\*、箱崎利一\*\*\*\*\*

鑄鉄製厨房用品において、従来から使用されている有機塗料からより安全な無機塗料への転換を目標とし、塗装法の検討を行った。その結果、完全無機型塗料では防錆力があがらなかった。一方、シンナーを使うハイブリッド型の無機塗料は従来塗装法で特に問題なく塗装できることがわかった。

**キーワード：**南部鉄器、無機塗料、厨房用品

## Painting of Inorganic Paints for Iron Casting Kitchenware

NAGASHIMA Hiroyuki, NAKAMURA Yoshitaka, and HAKOZAKI Toshikazu

The painting method of iron casting kitchenware was examined that aims to the change to safer inorganic paints from organic paints. As a result, inorganic paints of organic free rust went on the surface. On the other hand, hybrid inorganic paints (in thinner) were able to be painted without trouble.

**key word:** Nanbu ironware, inorganic paints, kitchenware

### 1 緒言

岩手県の工芸品を代表する南部鉄器は400年あまりの歴史があり、その重厚な魅力から現在も根強い人気を持つ県の重要な特産品である。この南部鉄器の素材は文字通り鑄鉄であるが、素地のままでは錆が発生するため通常は表面に防錆力を付加する塗装を施している。この塗装には、茶釜や鉄瓶などの伝統的工芸品には天然塗料の漆が、厨房用品や卓上小物などの生活用具にはウレタン塗料やシリコン塗料などの有機塗料が使用されている。

ところが近年において有機塗料は、化学物質・有機化合物への消費者不安、揮発性有機化合物（VOC）による環境影響、REACH 規則に代表される世界的な化学物質規制、有機溶媒の毒性からくる作業者の健康被害など、懸念される点が多い。

そこで、本研究では代替の塗料としてコンクリートの中性化予防で注目された無機塗料に着目した。無機塗料とは土木・建材用途に開発され、主剤・溶媒に有機物を含まず、硬化後はガラス質（Si-O）の塗膜になり、耐熱性・耐候性の高い塗料である。

本研究は有機塗料からこの無機塗料への転換を目指し、現場の負担をかけずにより安全な塗料・塗装法の検討を目標に行った。

### 2 方法

#### 2-1 塗料

今回の試験では鑄造品（非鉄）への塗装実績のある無機塗料として、有機化合物を一切使用しない完全無機型塗料と有機溶媒を希釈剤とするハイブリッド型無機塗料の2種類を用意した（表1）。

表1 使用した無機塗料

	完全無機型	ハイブリッド型
主成分	水性金属塩系コーティング剤、無機顔料	無機質ワニス（Si-O）、無機顔料
形体	2液混合型	1液型
耐熱性	500°C	600°C
標準膜厚	20~40µm	20~30µm
希釈剤	水	シンナー
硬化条件	200°C×30分	180°C×20分

#### 2-2 試料の作成

試料は工芸鑄物の実製品を想定し、板状試料（縦150mm×横70mm、厚さ4mm）と製品形状試料（幅268mm×奥200mm×高さ58mm）の2種類を準備した（図1）。それぞれの試料は、材質がネズミ鑄鉄、表面仕上げを鑄肌仕上げ、表面処理に機械式ショット・ブラスト処理を行っている。



図1 板状試料（左）と製品形状試料（右）

塗装方法は製造工程を考慮し、スプレーガンによる吹付け塗装を設定した。使用機器は小型エアコンプレッサ（アネスト岩田製TFP02B-10C、制御圧力：0.8~1.0MPa、空気タンク容量：20L）、エアラインフィルタ、低圧スプレーガン（アネスト岩田製LPH-101、塗料供給：重力式、吹付空気圧力：0.1MPa（エアバルブによる調整）口径：1.2mm、1.4mmを用意）の構成である

\*平成20年度JSTシーズ発掘試験（発掘型）、\*\*平成20年度共同研究事業  
\*\*\*企画デザイン部、\*\*\*\*株式会社岩鑄（現、壱鑄堂）、\*\*\*\*\*株式会社岩鑄

表2 試料の塗装条件

No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
試料	板状	板状	板状	板状	板状	板状	板状	製品形状	製品形状
使用塗料	完全無機	完全無機	完全無機	完全無機	完全無機	完全無機	ハイブリッド	完全無機	ハイブリッド
前処理	脱脂のみ	脱脂のみ	脱脂のみ	サンドブラスト	脱脂のみ	サンドブラスト	サンドブラスト	サンドブラスト	サンドブラスト
ガン口径	1.2mm	1.2mm	1.2mm	1.2mm	1.4mm	1.4mm	1.2mm	1.2mm	1.2mm
吹き付け回数	3回×両面	4回×両面	5回×両面	5回×両面	5回×両面	5回×両面	4回×両面	5回×両面	4回×両面
乾燥時間	200°C×30分	200°C×30分	200°C×30分	200°C×30分	250°C×30分	250°C×30分	180°C×20分	250°C×30分	180°C×20分
平均膜厚	測定不能	20µm	20µm	20µm	50µm	50µm	50µm	30µm	30µm

板状試料への塗装は表2に示す7条件について行い、1条件10～20枚の試料を製作している。各条件については使用塗料、塗装前処理、スプレーガン口径、吹き付け回数、乾燥時間の各項目を設定し塗装を行った。

乾燥は自然対流式熱乾燥器（アドバンテック製DRD620DA）にて、表2に示す乾燥温で所定の時間放置した。

### 2-2 密着性試験

完全無機塗料とハイブリッド塗料の鋳鉄における密着性を調べるため、板状試料（条件2、7）についてJISK5600-5-6 準拠（1mm 間隔、25 マス）、および1mm 間隔 100 マスの基盤目試験を行った。

### 2-3 耐食性試験

塗装後、目視にて異常が見られなかった板状試料（条件2、3、4、6、7）に対し、塗膜の防錆力を調べるため24時間の塩水噴霧試験（JISZ2371 準拠）を行った。

### 2-4 不良塗膜の観察

耐食性試験において不良が見られた板状試料（条件4）について塗膜の状態を観察するため、膜厚計測と光学顕微鏡による塗膜断面の観察を行った。

膜厚計測は、耐食性試験で錆の発生した条件4の3試料について、1試料について9点の計測点を設定し、その計測点につき膜厚計（ケツト科学研究所製LZ-990）にて10回計測し平均値を比較した。

断面の観察は上記3試料のうち1試料を抜き出し、試料破片を作成、エポキシ樹脂に埋没後、観察表面を研磨、Leica製DMR/DC120にて、200倍、1000倍の倍率による目視観察を行った。

### 2-5 製品形状試料への塗装

製品形状試料については板状試料の結果から完全無機型、ハイブリッド型の塗料について、それぞれの条件（表2）につき2個の試料を製作した。

## 3 結果

### 3-1 板状試料への塗装

条件1（完全無機型）については、塗装直後、部分的にブルーグレイ色の変化（白化）が見られた（図2）。乾燥後も白化の状態は残り、白化した塗膜は簡単に剥離した。そこで吹き付け回数を増やしの一回の塗膜を薄くした条件2にて塗装したところ、乾燥後、目視での異常は見られなくなった。しかしながら後述する耐食性試験の

結果が芳しくないため、さらに塗装の前処理、並びに焼き付け温度を変更した条件3、4、5、6を設定し塗装した。こちらも目視にては異常は見られなかった。

条件7（ハイブリッド型）については、初回から特に異常なく塗装することができた。



図2 白化した塗膜

### 3-2 密着性試験

塗料2種（条件2、7）について板状試料による基盤目試験を行った。JISK5600-5-6 準拠法、1mm 間隔 100 マスの基盤目試験とも剥離は見られず、密着性が悪いものは見られなかった（表3）。

表3 密着性試験結果

		完全無機型		ハイブリッド型	
		剥離数	分類	剥離数	分類
JISK5600-5-6 準拠 (1mm 間隔, 25マス)	1 回目	0/25	1	0/25	2
	2 回目	0/25	1	0/25	2
	3 回目	0/25	1	0/25	2
1mm 間隔, 100マス		0/100		0/100	

### 3-3 耐食性試験

乾燥後、目視で異常のない板状試料5種についてJISZ2371 準拠の塩水噴霧試験を24時間行った。完全無機型塗料においては条件2の試料では4時間後に赤錆で覆われた（図3）。

さらに吹き付け回数を増やした条件3、4のサンプルでは、4時間後に一部金属光沢のような表面が現れ、24時間後には赤錆に覆われた。しかし異常の見られない試料も混在した（図4）。

乾燥温度を上げた条件6のサンプルに関しては4時間後では特に問題がなかったが、やはり24時間後に赤錆に覆われた（図5）。

一方、ハイブリッド型（条件7）においては4時間後、24時間後ともに赤錆は発生せず、目視による異常は現れなかった（図6）。

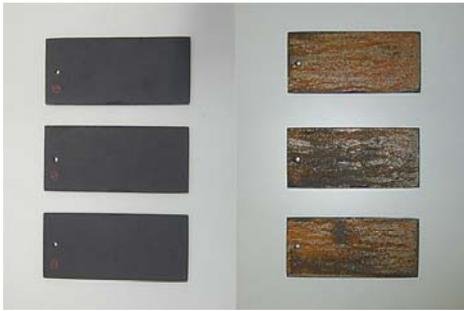


図3 条件2 耐食性試験結果  
(左：試験前、右：4時間後)

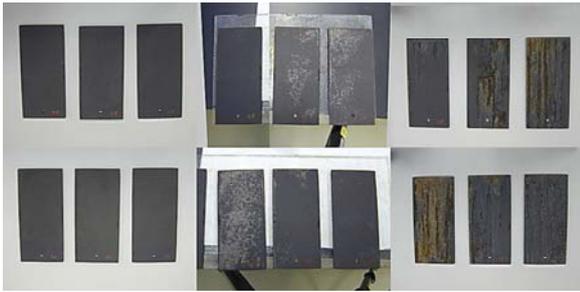


図4 条件3、4 耐食性試験結果  
(上：条件3、下：条件4、左：試験前、中：4時間後、右：24時間後)



図5 条件6 耐食性試験の結果  
(左：試験前、中：4時間後、右：24時間後)



図6 条件7 耐食性試験の結果  
(左：試験前、中：4時間後、右：24時間後)

### 3-4 不良塗膜の観察

耐食性試験において錆の発生した条件4の3試料について膜厚を測定した。1試料について9点の計測点を設定し、その計測点につき10回計測し平均値を比較した。その結果、膜厚に大きなばらつきは見られず剥離や極端な膜厚の差はなかった(表4)。

さらに光学顕微鏡(ライカ製 DMR/DC120)による塗膜断面の観察を行った結果でも塗膜は剥離しておらず、錆は塗膜に発生した隙間からにじみ出ている。また金属

光沢のように見えていた部分は塗膜の上に何らかの物質が載っている状態と見受けられた(図9)。

表4 塗膜厚測定結果(一部)

		測定点								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
測定回数	1	40.2	16.1	40.1	24.5	35.5	39.3	14.0	33.1	24.6
	2	32.5	14.1	26.8	12.1	27.4	27.9	25.6	36.5	29.8
	3	35.1	18.0	28.1	23.3	21.5	39.1	11.1	19.7	19.8
	4	22.5	23.5	22.2	19.8	20.6	30.0	20.6	28.1	24.1
	5	15.8	19.9	25.5	33.1	20.2	24.9	16.7	39.3	21.7
	6	44.6	17.0	25.9	23.9	27.4	23.7	15.6	30.3	19.1
	7	34.0	18.9	26.6	19.4	26.2	30.3	24.7	39.0	17.7
	8	25.5	29.5	23.5	22.7	18.7	21.1	12.3	37.2	15.7
	9	24.0	13.7	22.5	28.9	22.2	19.4	19.1	25.8	17.1
	10	31.3	10.2	32.8	13.4	31.0	39.4	25.9	21.3	20.4
平均		30.6	18.1	27.4	22.1	25.1	29.5	18.6	31.0	21.0
全点平均		24.8								

単位：μm

計測位置



図9 塗膜断面の一例

### 3-5 製品形状試料への塗装

完全無機型塗料を塗布したものは、塗装中はだれることもなく塗膜を形成させることができた。ただし乾燥後、底部溝に白化した部分が見られた(図7)。

ハイブリッド型塗料を塗布したのも、塗装中はだれることもなく塗膜を形成することができ、さらに目視による異常も見られなかった(図8)。



図7 塗装済製品形状試料(完全無機型塗料)



図8 塗装済製品形状試料（ハイブリッド型塗料）

## 4 考 察

### 4-1 完全無機型塗料

一度に塗料を多く付けた部分は白化する。これは塗料に含まれるリン酸分が鋳鉄と反応していると推測される。この白化を防ぐには、塗料を生地にできるだけ薄く塗布して十分自然乾燥させることを繰り返すことで、膜厚を厚くすることである。特に塗料が生地に直接接する最初の吹き付けでは注意が必要である。また厚く塗布した塗膜を十分に自然乾燥できないと、塗膜に含まれる水分が抜けずに焼付乾燥時に塗膜が破裂し剥離する。つまり乾燥器に入れる前、一次乾燥のコントロールが非常に困難である。

乾燥後の密着性については特に問題なく、脱脂処理のみとサンドブラスト処理でも大きな差は見られなかった。

耐食性はあまり芳しくなく、塩水噴霧試験では塗膜剥離はないが、基材から塗膜を通して錆などが析出するようであった。

以上のことから、このタイプの完全無機型塗料については現状では鋳鉄への使用は難しいと言わざるを得ない。

### 4-2 ハイブリッド型塗料

現在、工芸鋳物に一般的に使われている有機系塗料（シリコン形塗料）と比べても、特別な設備、前処理を必要としないため現場への転換は容易である。

また、乾燥温度が $180^{\circ}\text{C}\times 20$ 分と比較的低温・短時間なため、エネルギー使用量、およびコスト削減につながる可能性がある。すなわち、鋳鉄製厨房用品への応用の可能性は非常に高い。

ただし、有機塗料に比べ使用する有機溶媒は少ないと

はいえ有機化合物を使用することによって変わりなく、製品中に有機物を含む可能性がある。また製造工程による環境負荷や作業者の健康被害に対する対策という点でも完全ではない。

## 5 結 語

今回行った実験では、完全無機型塗料は防錆力が低いという結論を得た。ただし今回使用した塗料も鉄鋼板、その他の合金鋳物などでは防錆力を保っており、特に鋳鉄との相性が悪いように思える。ゆえに基材の成分や表面状態、無機質塗料の性質・成分などの項目について検討する必要があると考えられる。

一方、ハイブリッド型塗料は作業性、成果品とも問題なく製品応用が可能である。しかし有機溶媒を使用している点では目標を達成していない。また、厨房用品に求められる項目（耐酸、耐アルカリ、非粘着性、耐摩耗性）などについてもさらに追加評価を要する。

商品への応用を考えれば、当面はハイブリッド型を使用することで有機溶媒の使用量を減らしながら、鋳鉄用の完全無機型塗料の検討を行うことになるだろう。

本実験により、酸化しやすく表面がポーラス状である鋳鉄に無機質塗料の安定した塗膜形成を行うことは、他の材質に比べ非常に難しいことが判明した。

いずれにしても、昨今、世論の化学物質への反応、および環境負荷への関心を見れば、無機塗料の需要が多くなる可能性は高い。鋳鉄との相性の良い無機塗料の選抜について検討を続ける必要がある。

## 謝 辞

本研究においてご協力いただいた、(株)日板研究所技術部長鈴木清治様、同開発部瀬名波進様、その他、関係各位に謹んで御礼申し上げます。

## 文 献

- 1) 米倉勇雄: 鉄製厨房用品へのカラー珪瑯施工技術, 岩手県工業技術センター研究報告 第10号, p67-70 (2003)
- 2) 米倉勇雄: カラー珪瑯皮膜の健全性に及ぼす基地鋳物の材質と表面処理の影響, 岩手県工業技術センター研究報告 第11号, p118-121 (2004)

## 景観に配慮した防護柵の塗り替え塗装仕様の開発Ⅱ\*

三上 義徳\*\*、穴沢 靖\*\*、飯村 崇\*\*\*

景観に配慮した色に塗り替えた防護柵に、寒冷地特有の視認効果を付与させ、冬期間における路面凍結状況の情報提供を図ることを目的に、可逆性示温材の利用について検討を行った。

その結果、水系アクリルウレタン樹脂塗料(クリアー)に示温材を85Wt%以上混合することで、温度2~0℃以下で鮮明に発色する結果が得られた。しかし、耐湿試験、寒熱サイクル試験及び促進耐候性試験を行った結果、安定した付着性は示すものの、温度の低下に伴う発色は起こらず、屋外での利用は難しいことがわかった。

キーワード：可逆性示温材、水系塗料、防護柵

## Development of the recoat specifications of the guardrail for natural scenery

MIKAMI Yoshinori, ANAZAWA Yasushi and IIMURA Takashi

Peculiar effect of the visual check to the cold district was given to the repainted guardrail for natural scenery, and to attempt the dissemination of the road frozen situation for winter, the use of irreversible temperature indicating material was examined. As a result, 85wt% or more mixed the irreversible temperature indicating material with the water-based acrylic urethane resin coating (clear), and the color appeared result was obtained clearly at temperature 2~0℃ or less. However, as a result of examining the humidity resistance test, the cool-heat cycle test, and the accelerated weathering test was shown, it has been understood that the color doesn't appear according to the decrease in the temperature though adhesiveness steady and the use in outdoor is difficult.

**Key words:** irreversible temperature indicating materials, water-based coating, guardrail

### 1 緒 言

昨年度、国土交通省の「歩車道防護柵（以下、防護柵）の設置基準の改定」及び「景観ガイドライン」に従って、岩手県内に設置されている防護柵の塗り替え仕様を確立することを目的に、溶剤型塗料や水系塗料の塗膜物性試験及び環境試験等から検討を行った。その結果、水系アクリルウレタン樹脂塗料を用いることで、付着性及び耐候性に優れた塗り替え塗装が行えることについて報告した<sup>1)</sup>。

しかし、景観に配慮した色彩へ塗り替えることにより、防護柵の最大の役割である視線誘導効果が減少することが懸念される。現在、これらの安全策として、反射シートや光反射率の高い視線誘導標の設置、蛍光塗料の塗布等が施され、夜間でも防護柵が視認できる対策が講じられている。

一方、岩手県は、全域が寒冷地であり、国道、県道、市町村道合わせて約 32,300 kmの道路網<sup>2)</sup>が東西南北に渡り形成され、豪雪地帯や山間部に連続する急カーブや橋梁が多く存在している。冬期間中の路面凍結による車両事故防止も道路行政の重要課題となっており、路面凍結の状況変化を運転者へ情報提供できる寒冷地特有の視線誘導効果を考慮することも重要となっている。

そこで、本研究では、冬期間の路面凍結温度付近で変色し、運転者へ路面凍結の情報提供を行うことを目的に、一定の温度を境に変色と復色を繰り返す性質を持つ可逆性示温材<sup>3~9)</sup>の利用について検討を行ったので、以下に報告する。

### 2 実 験

#### 2-1 供試材料

県南広域振興局土木部が、道路工事、事故等で撤去し、

---

\* 基盤的先導的研究推進事業  
\*\* 環境技術部  
\*\*\* 材料技術部

保管していた防護柵を縦150×横70mmに切断し試験片とした。切断機は、メカニカルシャーリングマシンMGS-4512(㈱ニコテック)を用いた。

2-2 供試示温材及び塗料

示温材は、常温で透明、-5~5℃で赤色に変色するサーマルカラースラリータイプ(㈱記録素材総合研究所製)を用いた。また、示温材の定着用塗料として、水系アクリルウレタン樹脂塗料(クリヤー)及び防護柵の塗り替え上塗り用塗料として水系アクリルウレタン樹脂塗料(グレー)(㈱斎藤製)を用いた。

2-3 試験片の作成

防護柵試験片の塗膜表面を耐水研磨紙#400で10μm程度研磨し汚れを除去した後、水系アクリルウレタン樹脂塗料(グレー)をスプレーガンで1回塗布し、室温で7日間乾燥を行った。次に、水系アクリルウレタン樹脂塗料(クリヤー)に対し、示温材の混合比が80~100Wt%となるよう調整し、5種類の塗料を作成した後、それぞれ刷毛で1回塗布し、室温で4日間乾燥を行い試験に供した。表1に試作した示温材混合塗料の混合比及び記号を示す。(以下、試作塗料名については、記号で記す。)

2-4 変色試験

5種類の試作塗料C-80、C-85、C-90、C-95、C-100の変色状態について、3℃から-2℃の間で1℃毎に温度を低下させ観察した。試験機は、温度差劣化試験機BP-FM-1(スガ試験機㈱)を用い、試験槽内に試験片を設置し、試験槽扉の外窓から観察を行った。

2-5 塗膜厚測定

JIS-K-5400(1990)塗料一般試験法、3.5(2)電磁式膜厚計により行った。なお、測定値は、試験片の上面部、中面部、下面部においてそれぞれ5カ所の測定を行い、その平均値を用いた。また、測定に用いた膜厚計は、エグザクトFNタイプ(ニッペトレディング株式会社製)である。

2-6 付着力試験

JIS-K-5400(1990)塗料一般試験法、8.5.2 goban目テープ法により行い、評価は、8.5.1 の表18 goban目試験の評価点数により行った。

2-7 耐湿試験

JIS-K-5400(1990)塗料一般試験法、9.2耐湿性に準じ、耐湿試験を120時間行った。なお、評価は目視による外観検査で行った。表2に試験条件を示す。また、試験機は温度差劣化試験機を用いた。

2-8 寒熱サイクル試験

JIS-K-5400(1990)塗料一般試験法、9.3耐冷熱繰り返し性に準じ、低温及び高温のサイクル試験を15サイクル行った。なお、評価は目視による外観検査により行った。表3に試験条件を示す。試験時間はそれぞれの試験条件への移行時間を含まないものとする。また、試験機は、温度差劣化試験機を用いた。

2-9 促進耐候性試験

JIS-K-5600(1999)塗料一般試験法、第7分塗膜の長期

耐久性、第7節促進耐候性(キセノンランプ法)に準じ、120時間行った。試験機はスーパーキセノンウェザーメーターSX2D-75(スガ試験機㈱)を用いた。表3に試験条件を示す。なお、評価は目視による外観検査で行った。

表1 試作塗料の混合比

記号	混合比(Wt%)	
	クリヤー	示温材
C-100	100	100
C-95	100	95
C-90	100	90
C-85	100	85
C-80	100	80

表2 耐湿試験の試験条件

試験条件	温度	相対湿度
高温	50±2℃	95%

表3 寒熱サイクル試験の試験条件

試験条件	温度	相対湿度	試験時間
低温	-20±2℃	—	3時間
高温	50±2℃	95%	3時間

表4 促進耐候性の試験条件

項目	条件
試験サイクル	照射+水噴霧 (120分中18分間)
試料面放射照度	180W/m <sup>2</sup> (300~400nm)
ブラックパネル温度	63±3℃
相対湿度	50±3%R.H.
積算放射照度	323.50MJ/m <sup>2</sup>

3 結果及び考察

3-1 変色試験

示温材単独であれば5℃以下で発色するが、単独では付着性能がない。塗り替えに用いた水系アクリルウレタン樹脂(グレー)との良好な付着性を考えると、同じ樹脂のクリヤーに混合する方が長期の付着性が期待できる。しかし、示温材をクリヤーに混合することにより、発色に影響が出ることが予想される。

図1に示温材を混合した5種類の試作塗料の温度変化による変色結果を示す。全ての試作塗料が温度3℃で、塗り替え塗料色のグレー色がわずかに赤味を帯びていることが確認できる。2℃ではグレー色が少なくなり赤味が多くなっていくが、はっきりと赤色を確認できる状態ではない。1℃以下ではC-80以外でグレー色から赤色に変化していることが確認できる。C-80では-2℃にならないとはっきり赤色を確認することができない。道路路面の凍結は、風の影響等によって差はあるが、気温が概ね2℃から氷点

下の温度帯で路面上の水分が凍りつくことから、路面凍結の状況変化を運転者へ視認させるには、温度 2~0℃で鮮明に変色することが必須条件と思われる。従って、クリアーに混合して使用するには最低でも示温材 85Wt%以上混合しなければならないことがわかった。

### 3-2 塗膜厚測定

図 2 に 5 種類の試作塗料の膜厚測定結果を示す。それぞれの平均膜厚は、C-100 が 31 μm、C-95 が 26 μm、C-90 が 30 μm、C-85 が 30 μm、C-80 が 28 μm であった。刷毛塗り 1 回で仕上げていることから、膜厚に差はあるが、変色に影響を及ぼす程の差となっていないものと思われる。

### 3-3 付着力試験

図 3 に水系アクリルウレタン樹脂塗料（グレー）に 5 種類の試作塗料を塗布した試験片に付着力試験を行い、テープ剥離したマス目の写真を示す。いずれの試作塗料でも、塗膜の剥がれは生じず、評価点数は 10 点で、下地の水系アクリルウレタン樹脂塗料（グレー）と良好な付着性を示した。

### 3-4 耐湿性試験

図 4 に試験前及び 120 時間経過後の塗膜外観写真を示す。目視による外観検査を行った結果、いずれの試験片においても、塗膜の割れ、剥がれ、膨れの発生は認められなかった。しかし、全面の光沢が低下し、全体的に薄褐色に変色する傾向が見られ、C-85、C-100 では部分的な変色が顕著に発生した。刷毛塗りにより、示温材が均一に塗布されてない影響もあるが、長時間の高湿度により示温材が劣化したものと思われる。

### 3-5 寒熱サイクル試験

図 5 に試験前及び 15 サイクル経過後の塗膜外観写真を示す。目視による外観検査を行った結果、いずれの試験片においても、塗膜の割れ、剥がれ、膨れの発生は認められなかった。しかし、全面の光沢が低下し、薄白色に変色した。高温高湿、低温の繰り返しにより示温材が劣化したものと思われる。

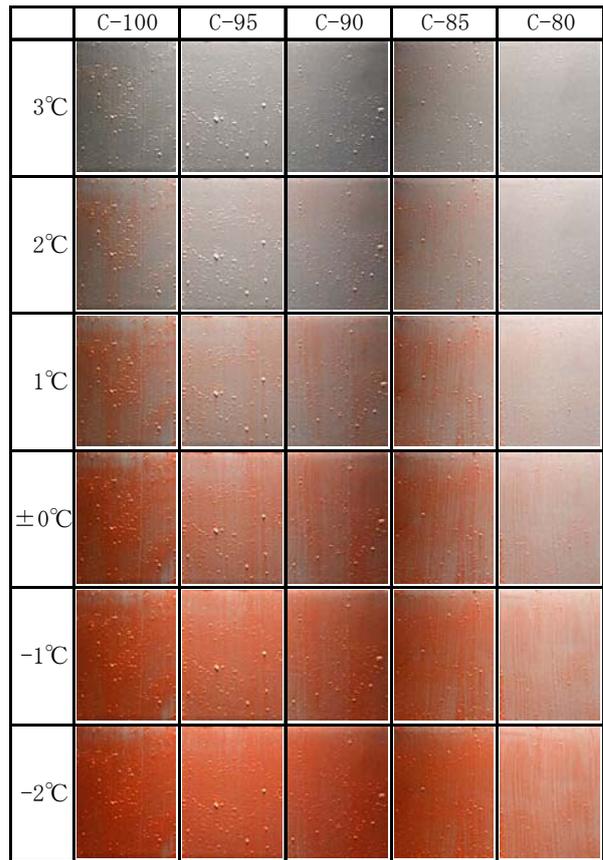


図 1 温度変化による変色結果

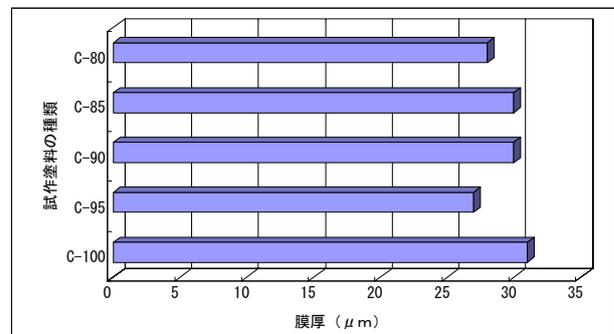


図 2 塗膜厚測定結果

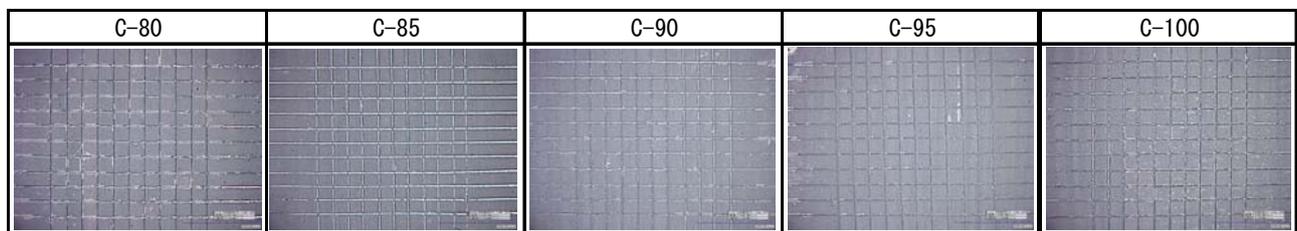


図 3 ごぼん目テープ剥離試験結果(×25)

### 3-6 促進耐候性試験

図 6 に試験前及び 120 時間経過後の塗膜外観写真を示す。目視による外観検査を行った結果、全ての試験片において、塗膜の割れ、剥がれ、膨れの発生は認められなかった。し

かし、耐湿試験と同様に薄褐色に変色した。紫外線及び降雨により示温材が劣化したものと思われる。

### 3-7 環境試験における変色試験結果

図 7~図 9 に耐湿試験、寒熱サイクル試験及び促進耐候

性試験後に変色試験を行った結果を示す。環境試験を行った全ての試験片において、温度を低下させても赤色に変色せず、示温材の効果が低下する結果となった。本実験に用いた示温材は可逆性示温材で、変色する際、示温材の結晶が一定温度で構造変化し変色する。また、温度が戻るとそれに伴い結晶構造も元に戻ることで復色するという化学的变化を起こしている。耐湿試験、寒熱サイクル試験及び促進耐候性試験に共通する試験条件は高温高湿度条件であることから、50℃以上の温度及び95%以上の湿度の影響（促進耐光性試験では降雨）で、示温材の結晶構造が破壊されてしまい色変化が起こらなくなるものと考えられる。

	C-100	C-95	C-90	C-85	C-80
0H					
120H					

図4 耐湿試験結果

	C-100	C-95	C-90	C-85	C-80
0 サイクル					
15 サイクル					

図5 寒熱サイクル試験結果

	C-100	C-95	C-90	C-85	C-80
0H					
120H					

図6 促進耐候性試験結果

状況の情報提供を図ることを目的に、可逆性示温材の利用について検討を行った。

その結果、水系アクリルウレタン樹脂塗料（クリアー）に示温材を85Wt%以上混合することで、温度2~0℃以下で鮮明に発色する結果が得られ、路面凍結状況の注意情報提供の手段として利用可能であることがわかった。また、塗り替えに使用した水系アクリルウレタン樹脂塗料（グレー）と安定した付着性を示すこともわかった。

しかし、耐湿試験、寒熱サイクル試験及び促進耐候性試験を行った結果、安定した付着性は示すものの、温度の低下に伴う発色は起こらなかった。環境試験に共通する高温高湿度条件の影響により、示温材の結晶構造が破壊されてしまうことが原因と考えられることから、屋内環境等での利用は可能であるが、屋外での利用は難しいことがわかった。

今後、屋外環境下でも耐久性に優れた示温材の開発、また、バインダーの選択等が検討課題になると思われる。

#### 5 参考文献

- 1) 三上義徳,穴沢靖,飯村崇:岩手県工業技術センター研究報告 15,p49~54 (2008)
- 2) 岩手県県土整備部道路建設課:いわての道路資料集(平成19年版)
- 3) 東田寛:示温材について(「製品と安全」第42号,平成3年7月)
- 4) 舟山勉,堀口義一:示温塗料の研究(第1報)(色材協会誌第34巻,第9号,昭和36年9月)
- 5) 舟山勉,堀口義一:示温塗料の研究(第2報)(色材協会誌第34巻,第11号,昭和36年11月)
- 6) 舟山勉,橋本正敏:示温材による測温と温度管理,vol.20 No.6(1983)
- 7) 岡本莞司:示温材による温度の測定(化学技術誌MOL,昭和56年6月号)
- 8) 菱刈功:温度の検出とその応用例(電気評論 1982.7)
- 9) 橋本正敏:表面温度測定に威力を発揮 示温材のすべて(センサ技術 1982年9月号,Vol.2.No.10)

#### 4 結 言

景観に配慮した色に塗り替えた防護柵に、寒冷地特有の視認効果を付与させ、冬期間における運転者への路面凍結

景観に配慮した防護柵の塗り替え塗装仕様の開発

	C-100	C-95	C-90	C-85	C-80
3°C					
2°C					
1°C					
±0°C					
-1°C					
-2°C					

図7 促進耐候性試験後の変色試験結果

	C-100	C-95	C-90	C-85	C-80
3°C					
2°C					
1°C					
±0°C					
-1°C					
-2°C					

図9 耐湿試験後の変色試験結果

	C-100	C-95	C-90	C-85	C-80
3°C					
2°C					
1°C					
±0°C					
-1°C					
-2°C					

図8 寒熱サイクル試験後の変色試験結果

# カラマツ樹皮の消臭剤への利用\*

白藤 裕久\*\*、浪崎 安治\*\*\*

樹皮抽出物にはアンモニアなどの塩基性ガスやアルデヒド類に対する消臭能力があることが知られている。本研究では抽出によらない樹皮の利用方法として、副資材と混合して成型したカラマツ樹皮の消臭剤としての能力を評価した。対象とした臭気はアンモニアと硫化水素である。その結果、カラマツ樹皮と活性炭（酸性ガス用）を3:1の割合で混合して圧縮造粒したものは、アンモニアと硫化水素に対して十分な消臭能力があることが分かった。

キーワード：樹皮、消臭、成型

## Utilization of the bark of Japanese larch for deodorant

SHIRAFUJI Yasuhisa, NAMIZAKI Yasuji

It is known that bark extracts have a deodorizing effect on basic gas, such as ammonia or aldehydes. In this study, the effectiveness of the bark of Japanese larch as a deodorant was assessed when the bark itself, not the extract, was mixed with subsidiary materials and molded. The target odors were ammonia and hydrogen sulfide. As a result, it was found that the compressed and granulated mixture of the bark and activated carbon (for acid gas) at a ratio of 3 to 1 exerted a strong enough deodorizing effect on ammonia and hydrogen sulfide.

Key words : bark, deodorize, tablet

### 1 緒 言

樹皮の含有成分には芳香成分が多様に含まれており、それらは抽出され、芳香剤として広く応用されている。例えば、家庭用芳香剤へ“森の香り”などと称して利用される。

また樹皮抽出物の中には、アンモニアやアルデヒド類に対する消臭能力を持つものがあることが知られている<sup>1)</sup>。さらに、アンモニア水処理した樹皮抽出物はホルムアルデヒドに対する消臭能力が向上すること<sup>1)</sup>や、ホルムアルデヒドで処理した樹皮抽出物はメチルメルカプタンに対する消臭能力を持つようになることが報告されている<sup>2)</sup>。

しかし、樹皮を消臭剤として利用する場合、含有成分を抽出して利用する例が圧倒的多数で、樹皮そのものを消臭剤として利用する例は見受けられない。わずかに、針葉樹の樹皮をボード化して建材として利用する製品において、副次的効果として消臭機能をアピールしている例がある。

一方近年、高齢化により在宅介護者数が増加しており、2005年度で351万人だったものが2025年には593万人になるとの予想もある<sup>3)</sup>。それに伴い、介護臭の問題も顕著になってきている。介護臭は主に排泄臭とされ、主成分はアンモニアと硫化水素である<sup>4)</sup>。よって、樹皮に硫化水素消臭能力を付加すれば有用な消臭剤となる可能性がある。

樹皮のアンモニアに対する消臭能力には含有成分であるタンニンのフェノール性水酸基がアンモニアを中和するためと言われている<sup>5)</sup>。硫化水素は酸性ガスであるので、

アンモニアと同様には脱臭できない。

エアゾールなど噴霧して使われる液体消臭剤では、有機酸を使った消臭剤に酸性ガス脱臭能力を付与するため金属塩の添加が行われることがある。特に、安全性と経済性に優れた硫酸鉄(II)が用いられることが多い。

また、消臭剤としては活性炭も一般的であり、消臭用に特化した活性炭の場合、酸性ガスを消臭するために塩基性物質が、塩基性ガスを脱臭するために酸性物質が添着されている。

そこで、本研究では岩手県での産出量が多いカラマツ樹皮に硫酸鉄(II)または活性炭をそれぞれ副資材として組合せ、樹皮を成分抽出によらずに消臭剤として利用する可能性について検討した。

組合せの方法としては、本県には全国でも数少ない樹皮ペレット専門の製造工場があることから、ペレット化を想定することにした。樹皮をペレットとすることで定型、定容量で扱いやすくなる。また、樹皮ペレットを室内用消臭剤として利用できれば、木材の質感が感じられる外見であることから従来品より使用者への印象が良い、樹皮を需要の季節変動がある燃料としてだけではなく、通年販売が見込める商品として利用できる等の利点がある。

### 2 実験方法

#### 2-1 消臭剤効力試験方法

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 環境技術部（現 釜石地方振興局）

\*\*\* 環境技術部

試験は芳香消臭脱臭協議会の効力試験方法のうち、(II)-2 消臭剤効力試験方法(化学的消臭)を適用して行った。後述 2-3 により調整した試験片を51テドラバック中に封入し、そこへ20mg/lに調整したアンモニアガスまたは硫化水素ガスを流入させた。濃度が2mg/l以下になるまで一定時間ごとに検知管で測定し、経過時間と濃度のプロットから臭気ガスが90%除去される時間を算出した。この試験方法で90%除去時間が10時間以内であれば実使用において効果が期待できるとされている。

2-2 対象臭気ガス

消臭試験の対象ガスはアンモニアと硫化水素とした。

2-3 試験片調整

2-3-1 アンモニア用試験片の調整

アンモニア消臭能力の確認のため、カラマツ樹皮、活性炭粉末(塩基性ガス用)(クラレケミカル社製 4T-B)を試験片とした。標準的日本住宅6畳間(容量約25000ℓ)で実使用した際の効果について評価するため試験片重量を0.15gとした。各試験片は粒径1.18mm未満のものを成型せずに使用した。

2-3-2 硫化水素用試験片の調整

硫化水素消臭能力の確認のため、カラマツ樹皮、活性炭粉末(酸性ガス用)(クラレケミカル社製 4G-H)、硫酸鉄(II)粉末(関東化学 特級)を試験片とした。試験片重量、粒径は2-3-1と同様とした。

2-3-3 造粒試験片の調整

カラマツ樹皮と硫酸鉄(II)または活性炭を混合し、圧縮造粒したもの(図2)をペレットに見立てて試験に供した。試験片重量は2-3-1と同様とし、アンモニアと硫化水素の消臭能力を評価した。

圧縮造粒する場合、樹皮の割合が多いほど造粒しやすくなる。作業性を考慮し、カラマツ樹皮と副資材の混合割合は3:1とした。



図1 カラマツ樹皮 (1.18mm 未満)



3 結果と考察

3-1 アンモニア用と硫化水素用試験片の消臭能力

表1にカラマツ樹皮、活性炭(塩基性ガス用)によるアンモニアの90%除去時間を、表2にカラマツ樹皮、活性炭(酸性ガス用)、硫酸鉄(II)による硫化水素の90%除去時間を示す。

表1および表2のなかで、90%除去時間が「<5」となっているものは、5分経過時点で臭気ガス濃度が測定下限値以下となっていた試験片で、「-」となっているものは、10時間経過後も臭気ガス濃度の減少が見られなかった試験片である。

試験片名	90%除去時間(分)
カラマツ樹皮	44.8
活性炭(塩基性ガス用)	<5

試験片名	90%除去時間(分)
カラマツ樹皮	-
活性炭(酸性ガス用)	<5
硫酸鉄(II)	-

アンモニアガスに対しては、活性炭(塩基性ガス用)による90%除去時間が5分以下という結果に対し、カラマツ樹皮では44.8分となった。活性炭(塩基性ガス用)には劣るもののカラマツ樹皮を消臭剤として実使用した場合に効果が期待できることが確認された。

硫化水素ガスに対しては、カラマツ樹皮および硫酸鉄(II)では消臭効果が見られず、活性炭(酸性ガス用)では5分以下であった。硫酸鉄(II)に効果がなかったのは固体-気体の反応であったためと思われる。

3-2 造粒試験片の消臭能力

3-1の結果から造粒物に対する性能評価は、副資材として活性炭(酸性ガス用)を用いた試験片でのみ行った。表3にカラマツ樹皮、活性炭(酸性ガス用)造粒物による臭気ガスの90%除去時間(分)を示す。

臭気ガス	90%除去時間(分)
アンモニア	85.7
硫化水素	12.9

試験の結果、カラマツ樹皮-活性炭(酸性ガス用)造粒物のアンモニアに対する90%除去時間は85.7分、硫化水素に対する90%除去時間は12.9分となった。

カラマツ樹皮のみに比べアンモニア消臭能力が、活性炭(酸性ガス用)のみに比べ硫化水素消臭能力がそれぞれ低

下しているが、どちらも90%除去時間が10時間(600分)以内となっており、実使用での効果が期待できる。

消臭能力が低下した理由としては、造粒による表面積の低下、カラマツ樹皮のフェノール性水酸基と活性炭に添着してある塩基性物質との中和などが考えられる。カラマツ樹皮との混合割合や、性能の安定性および持続性などについてさらなる検討が必要である。

今回の実験結果から、カラマツ樹皮と活性炭(酸性ガス用)を混合し造粒したものは、アンモニアと硫化水素に対して実使用で消臭効果が期待できることが分かった。

#### 4 製品としての利用形態の提案と試作

これまでの実験と平行して、樹皮が消臭剤としてどのような形態で利用できるかを検討した。

一般的には固形の消臭剤は容器に入れて据え置き型、成型してフィルター型などの形態で利用される。

当センターでは流体処理用のフィルター作成方法に関する特許出願がある<sup>6)</sup>。この方法で作成するフィルターは、図3に示すような構造をしており、ハニカムコアの両面から通気性のある布やネットを貼りつけることでセル内に消臭剤などを充填できる。この技術を利用してカラマツ樹皮を消臭剤としたエアフィルターを試作した。試作にはカラマツ樹皮ペレットを5mm程度に破砕したもの(図4)を使用した。今回は使用したハニカムコアのセルの大きさからペレットを破砕して利用したが、セルサイズを大きくすることで通常サイズのペレットについても適用可能である。

さらに、住宅での利用を考えて県内の建具メーカーの協力を得て、フィルターを組み込んだ室内用ドアを試作した。試作品を図5に示す。図5の拡大写真中、逆三角形のパンチングメタルになっている部分にフィルターが組み込まれている。

この試作品を「一関市住まい・まちづくりフェア2008」に出品し、来場者の意見を聞いた。その結果、消臭能力に長期持続性があること、フィルターの交換が容易であることの2点に意見が集約された。性能面の向上はもちろんだが、建具組み込みの場合はデザイン面も含めた検討が必要とされることがわかった。

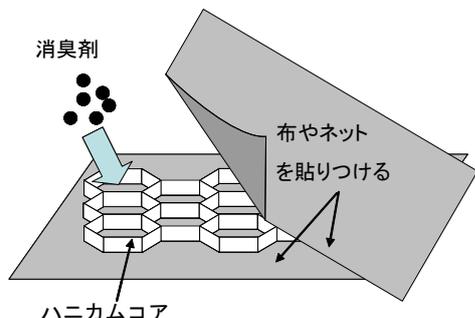


図3 当センター出願特許によるフィルター



図4 試作に用いた樹皮成型物

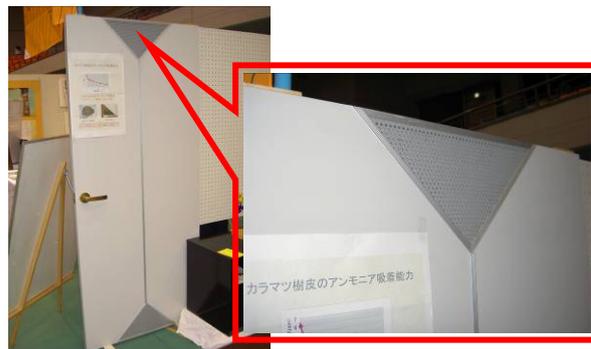


図5 樹皮を用いた消臭機能付室内ドアの試作品

#### 5 まとめ

今回得られた知見をまとめると、以下のようになる。

- 1) カラマツ樹皮のアンモニア90%除去時間は44.8分で、実使用で効果が期待できる。
- 2) カラマツ樹皮と活性炭(酸性ガス用)を混合造粒したものは、アンモニアの90%除去時間が85.7分、硫化水素の90%除去時間が12.9分で、実使用で効果が期待できる。
- 3) 上記の造粒物に関して、カラマツ樹皮との混合割合や性能の安定性、持続性について検討する必要がある。
- 4) 当センターが考案した方法を用いてカラマツ樹皮充填エアフィルターを作り、それを組み込んだ室内用ドアを試作した。
- 5) 建具へ消臭フィルターを組み込む場合には交換容易さが必要で、デザイン面も含めた検討が必要である。

今後は、性能の安定性や持続性について評価するとともに、今回とは別の副資材の検討や、今回提案した利用形態以外への応用展開について検討していく必要がある。

#### 参考文献

- 1) 大原誠資著: 樹皮タンニンの多彩な機能と有効利用,

八十一出版 (2005)

- 2) 安孫子創太, 光永徹: 樹皮抽出物およびそのアルデヒド変性物の消臭活性, 第51回日本木材学会大会研究発表要旨集, 295 (2001)
- 3) 川越雅弘: 我が国における医療と介護の役割分担と連携, 海外社会保障研究, 4-18, 国立社会保障・人口問題研究所 (2006)
- 4) 石黒辰吉監修: 普及版防脱臭技術集成, 株式会社エヌ・ティー・エス (2002)
- 5) 大坪信弘, 光永徹, 阿部勲: 樹皮およびポリフェノールの消臭効果, 第47回日本木材学会大会研究発表要旨集, 410 (1997)
- 6) 特願 2007-187740 流体処理用エレメントおよびその製造方法

# 溶融スラグの凍結路面用防滑材利用のための基礎的研究\*

佐藤 佳之\*\* 菅原 龍江\*\* 小野 元\*\* 小向 隆志\*\*

積雪寒冷地域である岩手県においては、道路管理者が凍結路面の滑り止めを目的として砂等の防滑材を散布している。本研究では、溶融スラグを防滑材として利用するため実験的な検討を行った。その結果、溶融スラグが砂と同等の滑り止め性能を有し、重金属類の溶出可能性は低く、防滑材としての利用可能性が十分あることがわかった。

**キーワード：溶融スラグ、滑り抵抗性、冬季路面管理、重金属、溶出**

## Utilization of molten slug as an antiskid material on icy roads

SATO Yoshiyuki, SUGAWARA Ryukou, ONO Tsukasa and KOMUKAI Takashi

In Iwate prefecture, a cold and snow-covered region, road administrators sprinkle antiskid materials, such as sand, to prevent skidding on icy roads. An experimental study was conducted under which molten slug was used as an antiskid material. As a result, it was found that the antiskid effect of molten slug is equivalent to that of sand, with a low possibility of elution of heavy metals, thus presenting a high enough potential to be utilized as an antiskid material.

**Key words: molten slug, skid resistance, winter road maintenance, heavy metals, elution**

### 1 はじめに

岩手県のような積雪寒冷地域においては、積雪や気温の低下により雪氷路面が出現する。交通車両のスタッドレスタイヤ化に伴って除雪による幅員確保だけではなく、路面状態の管理が重要となっており、その対策として道路管理者は凍結抑制剤（塩化ナトリウム、塩化カルシウム等）の散布や、防滑材として主に洗い砂、または砕砂（以降「砂」と記載。）の散布を行っている。防滑材としての砂は、凍結抑制剤と異なり気温に左右されず即効性を持つため岩手県内でも特に寒冷な地域で使用されているが、砂は近年良質の原石が枯渇しつつあることから実勢単価が上昇傾向にあり、地域の需給バランスによっては一時的に入手困難となる場合もある。

一方、県内の廃棄物処理施設においては廃棄物の溶融処理が行われており、それに伴って発生する溶融スラグの有効利用が課題となっている。現在のところ利用用途が限定されていて引き取り手が少ない。岩手県における溶融スラグの実勢単価は 200 円/t 前後と、砂の 2,000 円/t 前後と比較し安価な価格で取引されており、かつ安定的に生産されているため、溶融スラグを砂の代替材として利用できれば供給側、需要側ともにメリットは大きい。

溶融スラグの利用用途は、一般的にはコンクリートやアスファルト用の骨材や路盤材として利用されることが多く、これまで我々もこれらの適用性について検討<sup>1)</sup>を行ってきたところである。本報では、

上記で述べたような天然砂資源の枯渇、溶融スラグの有効利用という課題を踏まえ、新たな用途として防滑材としての利用検討を実験室規模で行ったので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

試料として用いた溶融スラグは、県内にある 2 箇所の一般廃棄物処理施設（A 事業所、B 事業所）で現に発生しているものを用いた。表 1 にそれぞれの事業所における溶融処理を示す。どちらも溶融炉は同じ形式であり、溶融後は水で満たされたピットへ出滓され熱衝撃で水砕される。水砕に伴って粗い粒子や針状の不定形粒子が発生するが、これらの形状を整える磨砕処理の有無が両事業所間の主な違いである。

防滑性能の評価は、実際に防滑材として使用される天然砂を比較材として使用して行った。なお、防滑材としての品質に標準規格はなく、各道路管理者が任意に規格を指定し購入している。岩手県の場合、

表 1 溶融スラグ 2 種の溶融処理

スラグの種類	溶融形式	出滓方法	磨砕処理
スラグA (A事業所)	シャフト炉式ガス化溶融 (1700℃～1800℃)	バッチ式出滓 (水砕)	なし
スラグB (B事業所)	シャフト炉式ガス化溶融 (1700℃～1800℃)	連続出滓 (水砕)	あり

\* 基礎的・先導的研究事業

\*\* 環境技術部

コンクリート用骨材としての JIS 規格(洗い砂(JIS A5308)、砕砂(JIS A5005))への適合を発注時品質指定している。

今回用いた試料3種の粒度曲線を図1に示した。

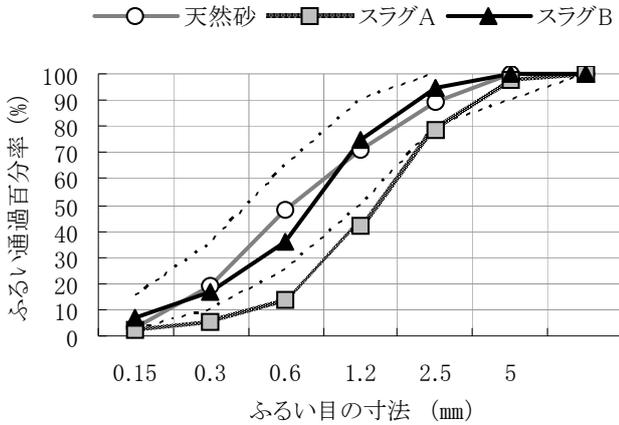


図1 試料の粒度曲線

図中に点線でコンクリート用骨材の規格粒度範囲を示した。スラグAがコンクリート用骨材としての砂の規格を外れている。しかし本来防滑材として求められる粒度としては、粉塵問題を起こす0.1mm以下の粒子が少ないもので、最大粒径は通行車両や除雪車への影響を考慮し5~8mm以下であるものが望ましい、とされている<sup>2)</sup>。したがってスラグAも十分に防滑材として利用できる可能性があるため試料として検討に加えた。試料の外観を図2に示す。



図2 試料写真(左からスラグA・スラグB・天然砂)

## 2-2 安全性の確認(溶出試験)

溶融スラグの安全性評価として、一般的には JIS K0058 (スラグ類の化学物質試験方法) によって確認が行われている。しかしながら JIS は品質保証の為に当事者間で利用されるため、法律上の規制や試験法は定められていない。したがって利用当事者が適切にリスクを確認しておく必要がある。

土壌や地下水への影響を評価する溶出試験 JIS K0058-1 に着目すると、「溶融スラグを用いた路盤材、アスファルト製品、コンクリート製品等の製品」を適用範囲としている。防滑材として利用される場合は路面に散布した防滑材が周辺の土壌と区別できない状態で残存し、超長期的には物理的破壊で粒子が微細化され、降雨に含まれる酸との直接接触が

考えられる。そこで通常の JIS K0058-1 による試験(以降「試験(1)」とする)を一部改変し、試料の微細化と降雨中の酸との接触条件を追加設定した試験(以降「試験(2)」とする)を行い、安全性の評価を試みた。試験(1)、試験(2)で定量分析した重金属類は、カドミウム、鉛、六価クロム、砒素、総水銀、セレン、フッ素、ホウ素である。

試験(2)では、岩手県の10年分の降雨に含まれる酸とスラグとの接触を想定し、次のようにして酸性溶出溶媒を作成した。

- 1) 岩手県の降水中のイオン成分 ( $\text{Na}^+$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{NO}_3^-$ ) 測定結果<sup>3)</sup>から、過去10年分(平成9年~平成19年)の土壌沈着量 ( $\text{meq}/\text{m}^2$ ) を算出した。
- 2) 土壌  $1\text{m}^3$  あたり乾土  $1,300\text{kg}$  とし、土壌  $1\text{kg}$  当たりに接触した過去10年間のイオン分量を硫酸、硝酸の重量に換算して求めた。
- 3) 溶出試験の液固比 ( $10\text{L}/\text{kg}$ ) に応じて溶出溶媒に求めた重量の硫酸、硝酸を添加し、酸性溶出溶媒を作成した。

以上の手順で作成した試験(2)の酸性溶出溶媒の初期 pH は 4.2 であった。

さらに、環境中で溶出し得る重金属類の最大量を把握するため、アベイラビリティ試験<sup>4)</sup>(以降「試験(3)」とする)を実施した。これは環境中で考えられる範囲で物理的、化学的に最も厳しい条件を想定し、その範囲で溶出を抑制することのないよう粒径、pH、液固比を設定し、試料  $1\text{kg}$  当たりの溶出最大量 ( $\text{mg}/\text{kg}$ ) を確認する試験方法である。(オランダ公定試験法: NEN 7371)

この試験では、試料を微粉碎し、無限量の酸との接触を想定し硝酸で滴定しながら pH7 に維持した状態で3時間(ステップ1)、その後 pH4 に維持した

表2 溶出条件一覧

試験NO.	(1)	(2)	(3)
試験名称	JISK0058-1 (粗砕試料)	JISK0058-1 (改)	NEN 7371
試料粒径	<2mm	<125 $\mu\text{m}$	<125 $\mu\text{m}$
溶媒	塩酸溶液	硫酸+硝酸溶液	硝酸溶液
pH	6.0(初期)	4.2(初期)	7.0/4.0維持
試料量(g)	50		16
溶媒量(ml)	500		800+800
液固比	10		50+50
溶出時間(h)	6		3×2回
溶出容器	1Lポリエチレンボトル		1Lビーカー
溶出方法	平行振とう 200回/min		スターラー攪拌 200rpm
ろ紙	0.45 $\mu\text{m}$ メンブレンフィルター		

状態で 3 時間 (ステップ 2)、溶出と抽出操作をそれぞれ行い、溶出液の重金属類の濃度と液固比から最大溶出可能量(mg/kg)を、pH の維持に必要な硝酸の量から、試料の酸緩衝容量(mol/kg)を求めた。試験 (3) では、カドミウム、鉛、総クロム、砒素、総水銀、セレン、ホウ素の定量分析を行った。なお、カドミウム、鉛、総クロム、砒素、セレン、ホウ素の定量は高周波プラズマ質量分析装置 (パーキンエルマー (株) 製 ELAN6100DRC)、総クロムの定量はフレイム原子吸光光度計 (株島津製作所製 AA-6300) を用いて行った。今回実施した試験の一覧を表 2 に示す。

### 2-3 滑り抵抗試験

防滑性能の評価には、英国で開発された振り子式スキッドレジスタンステストを利用した。これはエネルギー保存の法則を利用した滑り抵抗の測定器で、ゴムのスライダを取り付けた振り子を所定の高さから振り下ろし、振り子が路面を擦った後に振りあがった高さを読み取る。得られた値は BPN (British Pendulum Number) という値で表され、この値を 100 で割った値が 40km/h でのタイヤと路面のすべり摩擦係数になるとされる。

まず平滑な氷上に乾燥させた試料を均一に散布し、振り子式スキッドレジスタンステストで滑り抵抗値を測定した。砂の散布量は 100g/m<sup>2</sup> で十分効果があるとされており<sup>2)</sup>、持続性を考慮した散布量も想定して実験での散布量を 100g/m<sup>2</sup>, 200g/m<sup>2</sup> とし、各試料の滑り抵抗値を比較した。

測定時の氷温は -1±1℃、気温は 0±2℃ の条件で試験を実施し、試験は各条件とも 3 回実施し、結果を平均値で評価した。



図 3 滑り抵抗試験状況

## 3 実験結果

### 3-1 溶出試験

試験 (1)、試験 (2) の結果を表 3 に、試験 (3) の結果を表 4 に示す。

表 3 試験 (1)、試験 (2) 結果

測定項目	基準値 (mg/L)	試験結果(mg/L)			
		スラグA		スラグB	
		試験(A) JIS K0058-1	試験(B) JIS変法	試験(A) JIS K0058-1	試験(B) JIS変法
ホウ素	1.00	0.02	0.06	0.02	0.06
ヒ素	0.01	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
セレン	0.01	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
カドミウム	0.01	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
鉛	0.01	<0.001	<0.001	0.005	<0.001
六価クロム	0.05	<0.01	<0.01	<0.01	<0.022
総水銀	0.0005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005
フッ素	1.00	0.25	0.34	<0.2	<0.2
初期pH		6.0	4.2	6.0	4.2
最終pH		10.3	11.2	10.6	11.0

表 4 試験 (3) 結果

測定項目	最大溶出可能量(mg/kg)			
	スラグA		スラグB	
	Step1 pH7.0	Step2 pH4.0	Step1 pH7.0	Step2 pH4.0
硝酸滴下量 (mol/kg)	0.052	1.188	0.056	0.500
ホウ素	1.57	31.69	1.21	6.25
ヒ素	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
セレン	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
カドミウム	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
鉛	<0.05	1.33	<0.05	0.22
総クロム	<0.05	17.22	<0.05	3.48
総水銀	<0.0025	<0.0025	<0.0025	<0.0025

促進曝露条件を想定した試験 (2) では試験 (1) よりフッ素、ホウ素の溶出量がわずかに高くなったものの、有害物質の溶出量に顕著な増加は見られなかった。

試験 (3) では、ホウ素、鉛、総クロムの溶出可能性があることがわかった。なお、試験 (3) は有害性リスク判定の一助とするために最大溶出量を把握する試験であり、特に基準値等は定められていない。この試験 (3) の結果から考察した溶融スラグの有害性リスクについては後述する。

### 3-2 滑り抵抗試験

滑り抵抗試験の結果を図 4 に示す。

スラグ A、スラグ B とともに天然砂とほぼ同等の滑り抵抗値が得られた。

## 4 考察

### 4-1 溶融スラグの溶出特性

溶融スラグ 2 種において、通常行われる溶出試験 (1)、促進曝露条件を設定した試験 (2) を行ったところ、問題となる量の重金属類の溶出は認められなかった。一方、超長期的な無限量の酸との接触を模擬した試験 (3) の結果から、スラグ A、スラグ B とともに

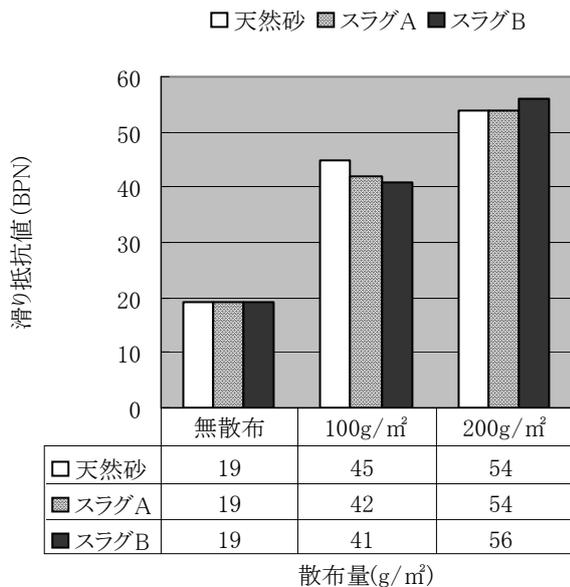


図4 滑り抵抗試験結果

スラグの酸緩衝容量を超えた酸と接触し溶出液のpHが低下した場合、ホウ素、クロム、鉛が溶出する可能性があることがわかった。この結果から、スラグの微砕化による溶媒との接触面積の増加は溶出量にさほど影響はなく、むしろ溶出液のpHの影響が大きいことがわかる。試験(1)、試験(2)では、早川<sup>5)</sup>が指摘しているように、スラグ自身の持つアルカリ度が高いため、溶出液のpHが高く、金属類の溶解度が低くなり、溶出が抑制された<sup>4)</sup>と考えられる。

ここで岩手県の降雨中イオン成分測定結果<sup>1)</sup>から、1年間の降雨によって土壌が接する酸の量を模擬的に算出すると、硫酸イオン：0.000019mol/kg、硝酸イオン：0.000021mol/kgであり、スラグA、スラグBの持つ酸緩衝容量(表4中に記載)と比較し非常に小さい。したがって、現実的なタイムスケールでは降雨中の酸との接触でスラグの酸緩衝能が失われ、溶出液のpHが低下することで有害物質の溶出が起こることは判断できない。

今回は、肴倉<sup>6)</sup>が提案しているような乾湿繰り返しや、凍結融解等他の曝露条件については未検討である。また溶融対象のばらつき等も考慮すると、継続的な試験を行って最終的な安全性を判定することが必要であり、この点は今後の課題である。

#### 4-2 溶融スラグの滑り抵抗

スラグA、スラグBともに砂とほぼ同等の防滑性能が得られることが明らかとなった。

今回の試験で用いた振子式スキッドレジスタンススタは路面に接するゴム切片が76mm、接地長は124~127mmという小さな摩擦面積で測定することから、氷面のわずかな凹凸や散布ムラで測定値の

ばらつきが発生する。また、大きめの粒子がゴムと氷面に咬みこまれずに弾き飛ばされ、滑り抵抗値に寄与しないことが認められたため、実車を用いた実用試験でも滑り抵抗性能を確かめておく必要があり、実車でのブレーキテストも実施した。

しかし速度やブレーキング等の運転条件の変動、制動の繰り返しによる路面の変化、外気温、日射の有無の影響を受け、測定値は振子式スキッドレジスタンススタでの測定以上にばらつきが見られ、評価は困難であった。実車による性能の測定と評価は、実験条件を再度吟味して行う必要がある。

#### 5 まとめ

溶融スラグの新たな用途として防滑材としての利用を提案するため、滑り抵抗、環境安全性の二つの面から検討を行った。

溶融スラグを氷面に散布して得られる滑り抵抗値は、現在防滑材として使用されている天然砂と同等の値を示した。また、防滑材として利用した際の環境条件を加味した溶出試験を行った結果、今回の試験の範囲では問題となる重金属類の溶出はなかった。環境安全性は一系統の試料だけで判断することはできず継続的な評価が必要であるものの、溶融スラグの防滑材としての利用可能性は十分あることが分かった。

#### 文 献

- 1) 平野高広, 菅原龍江, 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溶融スラグのコンクリート及びアスファルト混合物への利用, 第16回廃棄物学会研究発表会講演論文集, p642-644 (2005)
- 2) 宮本修司, 高木秀貴, 美馬大樹: 凍結路面对策としての滑り止め材の利用について, 開発土木研究所月報 No. 496, p38-42 (1994)
- 3) 岩手県環境生活部環境保全課: 平成19年度酸性雨測定結果の概要
- 4) Netherlands Normalization Institute Standard NEN 7371:2004 'The Maximum Availability Leaching Test'
- 5) 早川亮太: 溶出試験法と問題点, 水質汚濁研究, Vol. 13 No3, p155-159 (1990)
- 6) 肴倉宏史, 大迫政浩: 建設系再生製品を対象とした環境安全性評価試験システムの廃棄物学会規格化への取り組み, 廃棄物学会誌, Vol. 18, No6, p321-329 (2007)

# 県境不法投棄物溶融スラグの市場化\*

菅原 龍江\*\*、八重樫 貴宗\*\*\*

県境不法投棄物溶融スラグの市場化を図るため、不法投棄物の溶融処理で得られた 2 種類の溶融スラグについて有害性評価等の基礎試験等を行った。その結果、2 種類のスラグとも、十分なデータを得ることができ、市場化する上で問題ないことが分かった。

キーワード：不法投棄物、溶融スラグ、市場化

## Making to Market of Molten Slag made from Prefectural Boundary Illegal Waste

SUGAWARA Ryukou and YAEGASHI Takamune

In order to assure the market conversion of the prefectural boundary illegal waste molten slug, fundamental test such as harmful characteristic appraisal it did concerning the melted slug of 2 types which are obtained with melting processing of illegal waste. As a result, also the slug of 2 types, it could obtain the sufficient data, it understood that it is not any problem when becoming a market.

key words : illegal waste, molten slag, market

### 1 緒言

平成 11 年、岩手・青森県境において、国内最大級の産業廃棄物不法投棄事件が発覚した。岩手県では不法投棄現場の原状回復を行うこととしており、平成 16 年 8 月から岩手県側の推定総量 256,800 トンに及ぶ廃棄物の撤去作業が進められている。

これらの廃棄物処理の一環として、平成 18 年 8 月から溶融処理が行われているが、産業廃棄物や不法投棄物の溶融例はほとんどないため、発生する溶融スラグを土木工事用骨材の代替材として再利用するためには、確認しておくべき物性及び技術上の課題が多い。

そこで、溶融処理開始前に実施した不法投棄物の試験溶融により得られたスラグを用いて骨材試験等の各種試験を行ってきた<sup>1,2,3)</sup>。しかし、試験溶融時の溶融対象物は、現在溶融処理されている溶融対象物とは性質が異なることから(詳細は次項において報告)、現行の溶融処理プロセスによって実際に得られるスラグを用いた試験を行い、当該溶融スラグ利用のためのより実践的なデータを得ることによって、県境不法投棄物溶融スラグの市場化を促進することとしたいので、その結果について報告する。

### 2 研究方法

#### 2-1 溶融対象の不法投棄物

平成 15～16 年度に実施した試験溶融時の溶融対象の不法投棄物は、ボーリング調査のコア等を用い、62 地点における廃棄物試料の諸特性を調べ、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ていた<sup>4)</sup>。

その後、県境不法投棄物の撤去が本格化すると、投棄物の処理はセメント原料への利用が主となり、セメント原料に使えない投棄物だけが溶融処理に回るため、溶融対象の不法投棄物の性質は異なってきた。

今回、溶融処理の対象となった不法投棄物は、塩分の高い汚泥、フィルム状の廃プラスチック、廃プラスチックの小塊、金属くず、堆肥様汚泥の混合物である。

#### 2-2 溶融処理

岩手県側の県境不法投棄物の溶融処理は、岩手県内にある一般廃棄物処理施設の A 事業所及び B 事業所で行われている。

両施設の溶融炉は、メーカーは異なるがいずれもシャフト式ガス化溶融方式で、溶融温度は 1700～1800℃、副資材としてコークス及び石灰石を使用している。これらの施設では、通常処理している一般廃棄物と不法投棄物とを混合して溶融処理を行い、溶融炉からの出滓後に水中投入して固形化し、磁選機によりスラグと金属を分離して砂状の水砕スラグを得ている(表 1)。

表 1 使用溶融スラグ

溶融スラグ	混合割合	出滓方法	磨砕処理
A 事業所 スラグ	不法投棄物 6% 一般廃棄物 94%	バッチ式 出滓	なし
B 事業所 スラグ	不法投棄物 7% 一般廃棄物 93%	連続出滓	あり

\* 産業廃棄物再資源化技術開発事業

\*\* 環境技術部

\*\*\* 環境技術部(現宮古地方振興局岩泉土木事務所)

今回、県境不法投棄物を溶融処理して得られたスラグをA事業所及びB事業所から入手し(図1)、有害性評価のための試験及びコンクリート骨材としての適否を調べる骨材試験を実施した。



図1 A事業所でのスラグ積み込み

### 3 研究結果

#### 3-1 有害性評価

県境不法投棄物を溶融処理して得られたA事業所スラグ及びB事業所スラグについて、有害性評価のための溶出試験(JIS K0058-1の5利用有姿による試験)及び含有試験(JIS K0058-2)を行った。

その結果、両スラグともに、試験を実施した全ての項目で基準を満たしており、有害性については問題なく、安全に利用できることを確認した(表2、表3)。

#### 3-2 骨材試験

県境不法投棄物を溶融処理して得られたA事業所スラグ及びB事業所スラグについて、骨材試験を行った。

その結果、ふるい分け試験において、A事業所スラグでは粒度の高い成分が多く、実際の骨材利用時には粒度調整が必要なことが分かった。なお、B事業所スラグの粒度は適正で

あった。

その他の骨材試験項目については、問題ないことを確認できた(表4)。

### 4 考察

平成15~16年度に試験溶融を実施した3箇所の溶融施設のうち1つは、今回試験を行ったA事業所である(B事業所では試験溶融を実施しなかった)。

そこで、A事業所スラグ、B事業所スラグ及び試験溶融時のA事業所スラグのデータ<sup>4)</sup>を比較検討した。

#### 4-1 有害性評価

まず、溶出試験において各スラグで大きな差が出たのは、Fのみであり、A事業所スラグは試験溶融時のA事業所スラグの1/2であった(表2)。

試験溶融時の溶出試験は、JIS K0058-1が制定される前であったことから、当時の公定分析法である環境庁告示第46号に基づいて行ったものである。これは、粗砕材料による試験のため、JIS K0058-1の5に規定される利用有姿による試験より試験条件が厳しく、その試験法の違いが影響した可能性がある。

しかし、いずれも基準値からは大きく下回っており、本研究の目的である不法投棄物の性質の違いが有害性評価にどのように影響するかに関しては、特に問題となる結果は出なかった。

次に、含有試験については、Pb、As、F、Bについて各スラグで若干の差異が認められたが、いずれも基準値からは大きく下回っており、不法投棄物の性質の違いが問題となる結果は出なかった(表3)。

なお、試験溶融時のA事業所スラグの含有試験は、JIS K0058-2が制定される前であったことから、当時の公定分析法である環境庁告示第19号に基づいて行ったものであるが、分析方法自体の違いはないので、そのまま比較することとした。

表2 溶出試験結果(μg/l)

	Cd	Pb	Cr <sup>6+</sup>	As	T-Hg	Se	F	B
A事業所スラグ	5未満	5未満	20未満	5未満	0.5未満	2未満	75	100未満
B事業所スラグ	5未満	5未満	20未満	5未満	0.5未満	2未満	65未満	100未満
(参考)試験溶融時のA事業所スラグ	5未満	5未満	20未満	5未満	0.5未満	2未満	150	100未満
土壤環境基準	10	10	50	10	0.5	10	800	1000

表3 含有試験結果(mg/kg)

	Cd	Pb	Cr <sup>6+</sup>	As	T-Hg	Se	F	B
A事業所スラグ	1未満	13	20未満	3	10未満	1未満	560	110
B事業所スラグ	1未満	17	20未満	1未満	10	1未満	10未満	63
(参考)試験溶融時のA事業所スラグ	1未満	5未満	20未満	1未満	10未満	1未満	430	350
土壤含有基準	150	150	250	150	15	150	4000	4000

表4 骨材試験結果

試験項目	単位	A事業所 スラグ	B事業所 スラグ	(参考)試験溶 融時のA事業 所スラグ	規定値	
ふるい分け試験 (F. M.)	—	3.83	2.54	—	—	
微粒分量試験	%	0.3	3.2	1.1	7.0以下	
密度試験 (表乾密度)	g/cm <sup>3</sup>	2.84	2.72	2.77	—	
密度試験 (絶乾密度)	g/cm <sup>3</sup>	2.81	2.69	2.70	2.5以上	
吸水率試験	%	0.93	0.95	2.47	3.0以下	
硫酸ナトリウムによる骨材の安定性試験	%	2.0	2.8	1.4	—	
塩化物量試験	%	0.001	0.001	検出せず	0.04以下	
粒形判定実績率試験	%	54.4	54.6	56	53以上	
密度 1.95 g/cm <sup>3</sup> の液体に浮く粒子の試験	%	0.2	0.5	1.8	—	
CaO	%	33	24	30.92	45.0以下	
Total-S	%	0.29	0.11	0.20	2.0以下	
SO <sub>3</sub>	%	0.3未満	0.3未満	検出せず	0.5以下	
Me-Fe	%	0.18	0.26	0.32	1.0以下	
モルタル膨張率	%	0.20	0.50	-1.6	2以下	
アルカリシリカ反応性 (化学法)	Rc	mmol	18	14	54	※
	Sc	mmol	4	3	3	

※ not (and (Sc>10, Rc<700, Sc>Rc))

#### 4-2 骨材試験

骨材試験の結果を表4に示す。試験溶融時のA事業所スラグの場合、微粒分量、吸水率、密度 1.95 g/cm<sup>3</sup> の液体に浮く粒子の試験で特に高い値となっている。

この原因としては、試験溶融時の不法投棄物の混合割合が10%であり<sup>4)</sup>、混合割合が高めであったことが考えられる。

また、不法投棄物の試験溶融は、それを実施した施設としては経験がない中での1回限りの溶融であり、最適な運転条件による溶融とはならなかったのではないかと考えられる。

一方、今回のA事業所スラグ及びB事業所スラグは、廃棄物処理の通常の工程で得られたものである。したがって、施設として不法投棄物の溶融経験も豊富であり、最適な運転条件で溶融できたと考えられる。また、不法投棄物の混合割合が6~7%と低めだったことから、これらの試験結果が良好であったと考えられる。また、他の試験項目についても十分に規定値を満たしていた。

したがって、A事業所スラグ及びB事業所スラグの骨材としての性能は、試験溶融時のA事業所スラグに比べてむしろ向上しており、不法投棄物の性質の違いが問題となる結果は出なかった。

#### 5 結 言

県境不法投棄物を溶融処理して得られたA事業所スラグ及びB事業所スラグについて、有害性評価のための溶出試験及び含有試験を行った結果、試験を実施した全ての項目で基準を満たしており、有害性については問題な

く、安全に利用できることを確認した。

また、同スラグを用いて骨材試験を行った結果、ふるい分け試験において、A事業所スラグは粒度の高い成分が多く、実際の骨材利用時には粒度調整が必要なが分かった。なお、B事業所スラグの粒度は適正であった。

その他の試験項目についても問題はなく、県境不法投棄物溶融スラグがコンクリート骨材として十分利用可能であり、有害性評価及び骨材試験に関しては同スラグを市場化する上で問題ないことが分かった。

#### 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) 白藤裕久、平野高広、佐々木秀幸、藤原忠司、小山田哲也：不法投棄物溶融スラグの安全性評価とコンクリート用骨材への適用性、第17回廃棄物学会研究発表会講演論文集, 626-628 (2006)
- 4) 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：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、地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告 Vol. 14, 100-105 (2007)

# ヤマブドウ濃縮果汁および果実ペーストの開発と 濃縮果汁ワイン発酵条件の検討\*

小浜 恵子\*\*、平野 高広\*\*、米倉 裕一\*\*

ヤマブドウ果実を利用しやすい加工素材とするため、従来の果汁を3～5倍に濃縮した果汁と、果肉味を生かすために果実ごと裏ごしをしたペーストの製造法開発を行った。濃縮果汁は、「冷蔵貯蔵-ろ過-ペクチナーゼ処理-減圧濃縮-酒石結晶遠心分離」の工程を経ることで、ゲル化を抑制、酒石酸は元の果汁の1/2以下とし、製品の結晶析出を抑えることが可能であった。ペーストは「加熱-冷蔵・冷凍-セルラーゼ・プロトペクチナーゼ処理-裏ごし」工程で色素とペクチンを溶出させ、歩留まりを向上させ、実製造工程を確立した。また、濃縮果汁を活用した無補糖ヤマブドウワイン製造に適した酵母として、耐糖性高く酸の多い条件下でも発酵能が高く、かつ、硫化臭を生じないEC1118を試験醸造により選択した。マロラクティック発酵は本研究の条件下では困難であり、炭酸カルシウムによる除酸が適当と思われた。

キーワード：ヤマブドウ、加工用素材、ワイン

## Development of Concentrated Juice and Fruit Paste from YAMABUDO; Brewing Wine from Concentrated Juice

KOHAMA Keiko, HIRANO Takahiro and YONEKURA Yuichi

Processing method of concentrated juice and whole fruits paste of YAMABUDO was examined. Concentrated juice was obtained as follows: refrigeration, filtration, pectinase treatment, concentration *in vacuo* and centrifugation. In this process the concentrated juice did not make a gel. The tartaric acid concentration in the juice was 1/2 or less than that of the original juices. Whole fruit paste was obtained as follows: heating, refrigeration, cellulase protopectinase treatment and pureeing. Heating process increased anthocyanin concentration and pectin elution. Enzyme treatment improved the paste yield. Moreover, yeast E1118 was suitable for brewing wine from the concentrated juice because of resistance of high-sugar concentration and the wine had not sulfuretted smell. The malolactic fermentation seemed to be difficult in this study, it was suitable using calcium carbonate.

Key words: *Vitis coignetiae*, concentrated juice, fruits paste, wine

### 1 緒 言

ヤマブドウ(*vitis coignetiae*)は、欧米種ブドウのヴィニフェラ種などと異なり、日本に自生する種で、アントシアニン色素をはじめとするポリフェノールや有機酸の含量が非常に高く滋養強壮飲料として利用されてきた歴史がある。岩手県は全国生産量の7割を占め、新品種導入でさらに生産量がのびており、従来の果汁やワイン商品を越える製品の創出が期待されている。しかし、ヤマブドウは食品加工素材としては製造販売されておらず、多様な商品に展開が困難であった。本研究では、利用しやすい加工素材として、従来の果汁を3～5倍に濃縮した果汁と、果肉味を生かすために果実ごと裏ごしをしたペーストの製造法の開発を行った。また、濃縮果汁を利用したワイン醸造についても併せて検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 濃縮果汁の製造方法の検討

ヤマブドウ果実を除梗、破碎後加熱し圧搾した果汁(約Brix 15°)を熱殺菌後冷蔵保存し、ペクチナーゼ処理、濾過により結晶化した酒石を取り除き果汁を清澄した。この果汁を約3倍(約Brix 45°)まで濃縮し、冷蔵保存し、さらに糖度の高い濃縮果汁を製造するため、ペクチン残存によるゲル化の防止と酒石酸除去を検討した。図1のススキムに従い、ペクチナーゼ(MFC製 スクララーゼN)を10、30、100ppm添加し、室温で2時間静置した。その後、遠心分離、または行わずにBrix60°から70°に減圧濃縮した。このときの酒石酸残量をキャピラリー電気泳動により解析した。またポリフェノール含量は、フオリナーチオカルト法<sup>1)</sup>により測定した。

#### 2-2 果実ペーストの製造方法の検討

原料を除梗・破碎後、次の5つの方法により処理し、ペースト製造の条件を小スケール(果実1kg、卓上型

\* 地域資源活用型研究開発事業(第II報)

\*\* 食品醸造技術部

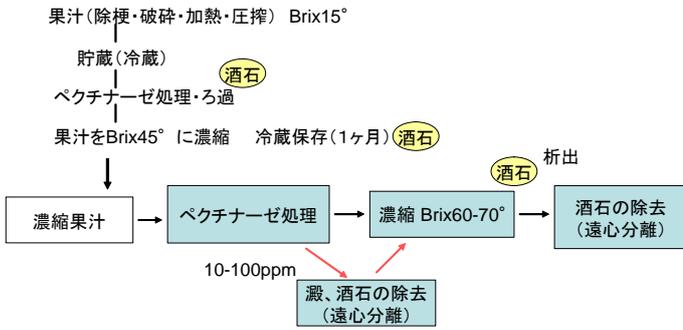


図1 濃縮果汁製造条件の検討

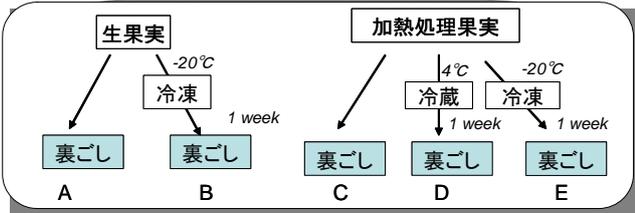


図2 果実ペースト製造条件の検討

パルパーで裏ごし)において検討した(図2)。A. 生果実をそのまま裏ごし B. 生果実を一週間冷凍後、裏ごしC. 果実を加熱処理後裏ごしD. 加熱処理した果実を一週間冷蔵した後、裏ごしE. 加熱処理した果実を一週間冷凍した後、裏ごしした。裏ごししたペーストの有機酸含量は2-1と同様に測定した。またペースト中のペクチン含量測定は次のように行った。ペーストに3倍容のエタノール(v/v)を加えて遠心分離により沈殿させ、70%エタノールで沈殿を洗浄後(洗浄液がフェノール硫酸液での着色が変化なくなるまで)さらに80~90%エタノールで洗浄、ジエチルエーテルで乾燥させてペクチン画分を調製した。調製したペクチン画分0.1gに適量の水を加えて溶解し100ml定容、ガラスフィルターで濾過したものを試料として水溶性ペクチン含量をジメチルフェノール法<sup>2)</sup>で定量した。また、さらに皮部分を利用するため、加熱果実をセルラーゼ(ヤクルト薬品工業製セルラーゼ3S)およびプロトペクチナーゼ(同マセロチームA)で処理して(0.5%添加、15°C、15hr)ペースト製造試験を行った。

2-3 濃縮果汁を利用したワインの醸造試験

試験区の概要を図3に示した。濃縮果汁の糖度はBrix30°とし、一試験区3~6Lの規模で試験を実施し、無補糖でのワインを目標とした。アルコール発酵に使用する酵母は、Lalemand社製の①EC1118、②L2226、③W15、④K1-V1116とした。乾燥酵母0.5g/Lを添加して醗酵を温度15°Cで開始し発酵が停滞してきたときに17°Cまで上げた。アルコール発酵後、亜硫酸としてメタ亜硫酸カリウム60mg/Lを添加し、遊離型亜硫酸濃度とpHから分子状亜硫酸を求め、これが抗菌性を示す0.5mg/L以上になるよう不足分を追添加した<sup>3)</sup>。マロラクティック醗酵(MLF)は、ワインのpHが3.25以上になるよう炭酸カ

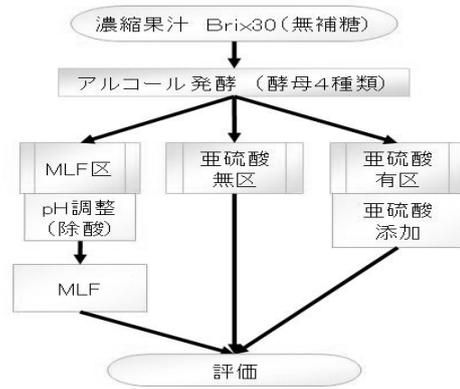


図3 濃縮果汁ワイン試験区分

ルシウムにてpH調整した後<sup>3)</sup>、MLF用スターターカルチャー(Lalemand社製MBR31)10mg/Lを添加して行った。発酵後のワインは4°Cで1週間ほど静置した後、澱引き、瓶詰し、70°C達温にて加熱殺菌した。

3 結果および考察

3-1 濃縮果汁製造方法の検討

ヤマブドウ果汁は酒石酸濃度が高く製品保存中に酒石結晶が析出してくることが問題である。濃縮することにより製造工程中で十分に除くことが必要である。図4に示したようにいずれの試験条件においても酒石酸含量は元の果汁の半分以下となり、結晶として析出除去できた。また、濃縮前に遠心分離工程を経なくても、酒石酸の残量に影響は無く、減酸と保存中の結晶析出をこの工程で解決できた。また、いずれの条件でも残存ペクチンが濃縮によるゲル化はおこさず、10ppm以上の酵素処理で十分であった。ポリフェノール含量はいずれも1.2~1.3g/100mlの高濃度果汁が得られた。

3-2 果実ペーストの製造方法の検討

A~Eの各処理条件において得られたペーストの歩留まりや糖度にはあまり差はみられなかった(表1)。しかし、色あい(濃厚感)の違いが大きく、加熱処理が有効であった(図5)。また、図5にみられる通り、ジャムとしての利用に必要なペクチンを溶出させるためにも加熱処理が必要であることがわかった。また、酒石酸濃度は冷蔵・冷凍処理を加えることで低下し、結晶として析出

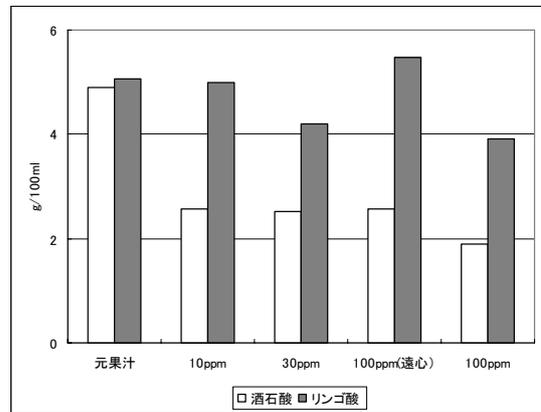


図4 濃縮果汁中の有機酸含量(Brix60°換算)

表 1 試作ペーストの歩留まり

	取得ペースト (%)	粕 (%)	Brix°
A	51	37	20.6
B	56	37	19.6
C	61	37	21.6
D	58	35	20.4
E	53	41	22.0

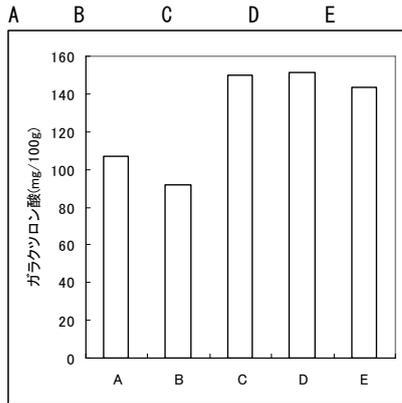
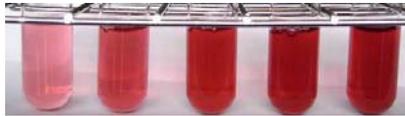


図 5 ペーストの色素とペクチン溶出

(A~E: 本文 2-2 に記載)

させ、除去することができた (図 6)。図 7 には酵素処理による歩留まりの相違を示した。セルラーゼのみの処理では歩留まりや物性に変化はなかったが (ペースト回収率 60%)、プロトペクチナーゼ処理により得られるペーストは 70~75% にアップした。プロトペクチナーゼは果皮と果肉の間に存在する不溶性ペクチンを溶解させ、濃厚なペーストが得られた。

### 3-3 濃縮果汁を利用したワインの醸造試験

濃縮果汁の糖度はアイスワイン用果汁よりは低い一般的なワイン用果汁よりは高い。また、総酸が一般的な果汁の 4 倍以上高く酵母の増殖やアルコール発酵を阻害する可能性が高い。そこで、今回はアイスワイン用の酵母で糖耐性が高く、アルコール発酵能の強い酵母を使用した。図 8 に発酵経過を示す。アルコール発酵は発酵が停止した 34~49 日で完了した。発酵期間は比較的長かったが、乾燥酵母を果汁で馴養する方法で早く出来ると考えられた<sup>4)</sup>。酵母①は発酵が比較的速く発酵により穏やかな香りが発生した。酵母②③は発酵がやや速く、フルーツや花のような香りが発生した。酵母④は発酵が停滞気味でカカオの香りが発生した。また酵母②④は発酵中に硫化臭が発生した。硫化臭は、メルカプタンなどの除去しにくいオフフレーバーの前駆体であるため、硫化臭を発生しない酵母を選択するのが好ましい<sup>3)</sup>。

アルコール発酵後のワインの成分を表 2 に示す。アルコールは発酵が順調であった酵母①が一番多く、発酵がやや速い酵母②③が約 14%、発酵が停滞気味であった酵母④は約 12% と少なかった。これに伴い直糖は酵母①が

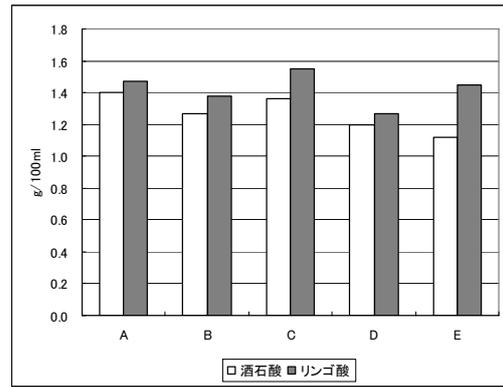
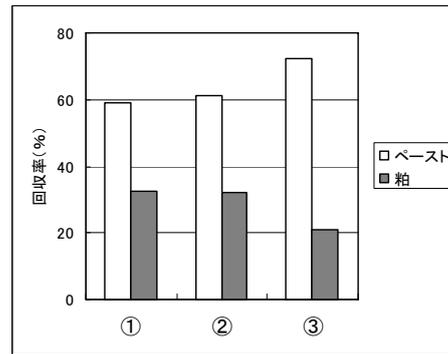


図 6 ペースト中有機酸含量



- ① 無処理 (Brix21°)
- ② セルラーゼ (Brix22°)
- ③ セルラーゼ + プロトペクチナーゼ (Brix23°)



図 7 ペースト製造への酵素処理の効果

最も低く酵母④は 5% 以上とかなり高い値になった。アルコール発酵経過及びワイン成分から、発酵が速くアルコール生成量が多く、発酵中に硫化臭を発生しない酵母①EC1118 が濃縮果汁の発酵に適していると思われた。アルコール発酵後の亜硫酸添加の有無について、今回の試験では亜硫酸無添加の場合でもワインの酸化による劣化は起きなかった。MLF について、アルコール発酵後に炭酸カルシウムにて pH3.25 以上に除酸後、MLF スターターカルチャーを添加して MLF を促したが、MLF は進まなか

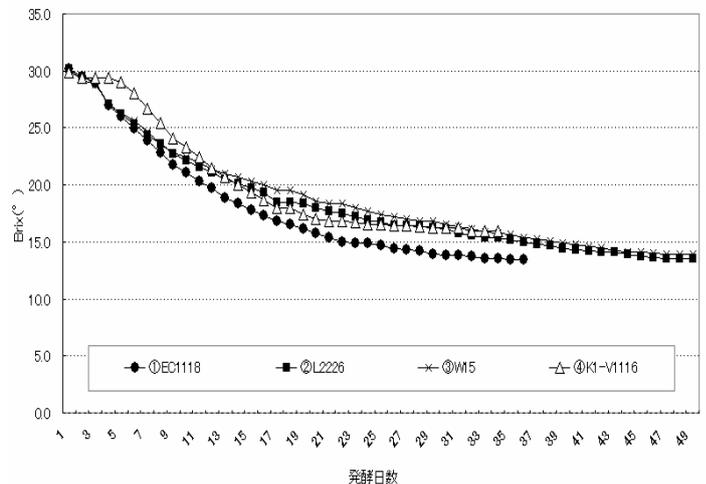


図 8 アルコール発酵経過

った。原因を調べた結果、酸が多量に存在するため一度 pH を調整しても緩衝されて再度 pH が低下するためであった。ワイン中に存在する酒石酸は約 1%、リンゴ酸は約 2%であり、酒石酸を完全に除酸しても、リンゴ酸により pH が低下し、MLF が起きなかったと思われる。この結果から、濃縮果汁ワインには炭酸カルシウムを使用した計画的な除酸が望ましいと思われた。

濃縮果汁および果実ペーストについては葛巻高原食品(株)で製造・販売を開始し、ジェラート、ゼリー、プリンなどの菓子やパンのフィリングなどに使用した商品が販売されている。また、濃縮果汁ワインは同じく葛巻高原食品加工(株)で工場レベルで甘口(濃縮果汁 Brix30 使用、アルコール濃度 13.5%)辛口(濃縮果汁 Brix25 使用、アルコール濃度 13%)の 2 種類を試験醸造をし、製品化を目指している。

#### 4 結 言

ヤマブドウ果実を利用しやすい加工素材とするため、従来の果汁を 3～5 倍に濃縮した果汁と、果肉味を生かすために果実ごと裏ごしをしたペーストの製造法の開発を行った。濃縮果汁は、「冷蔵貯蔵—ろ過—ペクチナーゼ処理—減圧濃縮—酒石結晶遠心分離」の工程を経ることで、ゲル化を抑制、酒石酸は元の果汁の 1/2 以下として製品の結晶析出を抑えることが可能であった。ペーストは「加熱—冷蔵・冷凍—セルラーゼ・プロトペクチナーゼ処理—裏ごし」工程で色素とペクチンを溶出させ、歩留まりを向上させ、実製造工程を確立した。また、濃

表 2 ワインの成分<sup>5)</sup>

酵母菌株	アルコール (%)	Brix (°)	総酸 (酒石酸換算%)	pH	直糖 (%)	アミノ/糖窒素 (mg/L)	色調(×20)	
							A420	A530
①EC1118	15.2	13.4	3.5	3.1	1.4	52	1.5	2.0
②L2226	14.3	13.5	3.3	3.1	1.9	52	1.3	1.8
③W15	14.2	13.9	3.5	3.1	2.2	50	1.3	1.7
④KI-V1116	12.1	16.0	3.3	3.1	5.6	53	1.2	1.7
(参考)濃縮果汁	-	30.0	3.3	3.0	23.2	154	1.2	1.7
(参考)ヤマブドウワイン2002	9~10	8	1.0~1.4	3.0	0.3	-	0.2	0.3

縮果汁からワインを製造する酵母として耐糖性高く酸の多い条件下でも醗酵能が高く、かつ、硫化臭を生じない EC1118 を試験醸造により選択した。MLF は本研究の条件下では困難であり、炭酸カルシウムによる除酸が適当と思われた。

#### 文 献

- 1) 金谷健一郎, ポリフェノール, 「新・食品分析法(Ⅱ)」(社)食品科学工学会編, (光琳, 東京), 68-72(2006)
- 2) 金子憲太郎, ペクチン, 「新・食品分析法」(社)食品科学工学会編, (光琳, 東京), 575-587(1996)
- 3) Y. Margalit, Concepts in Wine Technology, (2004)
- 4) D. Kontkanen, D. L. Inglis, G. J. Pickering, A. Reynolds, Am. J. Enol. Vitic., 55 (4), 363-370 (2004)
- 5) 米倉裕一、泉憲裕、平野高広、山口佑子、作山健、櫻井廣、岩手県工業技術センター研究報告、9、207-210 (2002)

## 「地あぶら」搾油残渣からのバイオ燃料製造に関する基礎検討\*

及川 和志\*\*、遠山 良\*\*

「地あぶら」造りで生じる残渣には20%程度のオイル分が残されている。その残渣の活用は「地あぶら」製造のコスト低減と環境負荷の低減に有功である。そこで、超臨界CO<sub>2</sub>抽出の特性に着目し、残渣中のオイルを脂肪酸エステルとして抽出する方法について予備的な検討を行った。

キーワード：搾油残渣、脂質、エステル、バイオ燃料、超臨界抽出

### Research for the Extraction of Fatty Acid Methyl-Ester from Pressed Oil Meal

OIKAWA Kazushi, TOYAMA Ryo

The oil meal from manufacturing of the local edible oil are including lipid over 20%. For a purpose of reducing the manufacturing cost and the negative environmental impact, we tried to develop the new BDF manufacturing system by SFE.

**Key words: Pressed oil meal, Lipid, Ester, Bio-fuel, Supercritical Fluid Extraction (SFE)**

#### 1 緒 言

現在、地域に密着した食品・エネルギー生産システムとして「地あぶら」造りが各地で注目されている。

中でも、滋賀県を発祥地とする「菜の花プロジェクト」は、遊休耕地を活用した菜種栽培とその菜種を原料とする食用油の製造販売、さらに、その廃油を活用したバイオディーゼル油（BDF: Bio-Diesel fuel）の製造まで一体的に取り組む資源循環型エコシステムの先駆けとして広く認知されており、現在では、本県を含む全国46都道府県の計124団体によって活動が展開されている。

地球温暖化の進行と石油資源の枯渇が全世界的な課題となった現在、化石燃料に依存した産業構造を、バイオエタノールやバイオディーゼル燃料などのカーボンニュートラルな生物資源系エネルギー（バイオ燃料）、また、風力や太陽光、あるいは、原子力をも含めたカーボンフリーなエネルギー利用に転換してゆくことの重要性については疑う余地は無く、規模の大小や官民を問わず、連携した取り組みを進めることが重要であると考えられる。

一方、国家規模で進むバイオ燃料の使用推進については、環境負荷の低減を標榜する取り組みでありながらも、取り組み自体が結果的に自然環境や社会経済に対する負荷を引き起こすことへの危惧も指摘されている。

すなわち、主要な穀物生産国においてバイオ燃料の原料となるサトウキビやコーンへの栽培シフトが進んだ結果、穀物不足と食糧価格高騰の一因となっていること、また、原料需要の増加に応じた新規農場の開発によって

熱帯雨林の破壊が加速しているとの懸念、さらには、個々の製造レベルにおいても、製造プロセスから放出される排水によって水質汚染が危惧されるなど、様々な問題点が指摘されている<sup>1-3)</sup>。

本研究が着目する、地域規模で進められている菜種やその搾油を用いたバイオディーゼル燃料の製造においても、製造過程で生じる排水や副産物の処理が適切であるか、あるいは、油糧種子の生産は他の穀物生産と競合しうる農地の活用によるものであるかなど、グローバルな規模で進められている取り組みとは本質的に同じ課題が内包されている。

したがって、取り組みの規模に関わらず、カーボンニュートラルや地域内循環、遊休農地活用といった視点のみならず、環境全般に対する負荷の低減、食糧生産と可能な限り競合しない作物や原材料の利用、あるいは、原料のカスケード的利用による副産物の二次利用など、今後は、何れの課題に対しても高次元かつバランス良く対応できる新たな製造技術の導入や複合的な循環システムの構築が必要になるものと考えられる。

本研究は、上記の課題と視点に基づき、「地あぶら」の製造で副生する搾油残渣を、金属酸化物を用いた脂肪酸のエステル化反応<sup>4)</sup>、および、超臨界CO<sub>2</sub>流体による脂質抽出法<sup>5)</sup>の優位性に着目し、その組合せによるバイオ燃料製造の可能性について予備的な検討を行ったものである。

\* H19年度 基盤的先導的研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

## 2 方 法

### 2-1 原 料

研究に当たり、原料とする搾油残渣は、一関市大東町で菜種の栽培と搾油に取り組む「花菜油の会」および一関市大東農業技術センターのご協力により、菜種あぶらの製造過程で生じた残渣をご提供頂いた。

試験に先立って分析を行ったところ、残渣の脂質含有量は22%であった。(元の種子は40%程度の脂質含有量を示す)

菜種「地あぶら」の搾油残渣を写真1に示す。



写真1 菜種からの「地あぶら」搾油残渣

### 2-2 超臨界CO<sub>2</sub>抽出

図1に示すように、二酸化炭素は比較的低い温度 (T<sub>c</sub>. 31.0°C) と圧力 (P<sub>c</sub>. 73.8bar) で臨界に達し、臨界を超えた領域では拡散性と溶解力を併せ持った超臨界流体 (Supercritical Fluid) となる。

食品製造の分野では、超臨界CO<sub>2</sub>がヘキサンなどの有機溶媒に近い性質を示し、温度条件が比較的低いこと (T<sub>c</sub>. 以上であれば可)、CO<sub>2</sub>自体が無害で残留物からの除去も容易などの特性が着目され、既にコーヒー豆からのカフェイン抽出や魚油からのDHA抽出などへの応用が進む<sup>5)</sup>。

本研究では、脂質の抽出に超臨界CO<sub>2</sub>抽出が適し、また、脂質のエステル化に必須となる加熱を、抽出装置の加熱機構により代用できる点に着目し、検討を行った。

すなわち、搾油残渣に含まれる脂質 (中性脂肪) を超臨界CO<sub>2</sub>抽出装置内でエステル変換し、生じた脂肪酸エステルおよびグリセリンを超臨界CO<sub>2</sub>流体の溶出力により抽出・分離することで、従来は別々であった「中性脂肪の抽出」と「脂肪酸エステルへの変換」、「生成物の洗浄・分離」等のプロセスを統合し、単一の製造プロセスとして構築することを目指すものである。

研究に用いた試験機を写真2、その概要を図2に示す。

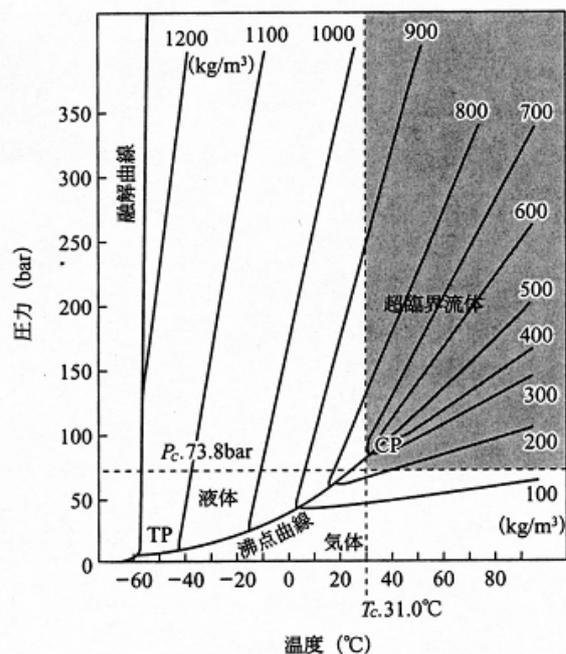


図1 CO<sub>2</sub>の圧力(P)-温度(T)-密度(ρ)関係式  
出典:食品への超臨界流体応用ハンドブック<sup>5)</sup>



写真2 ISCO社製 超臨界CO<sub>2</sub>試験機 SFE2100

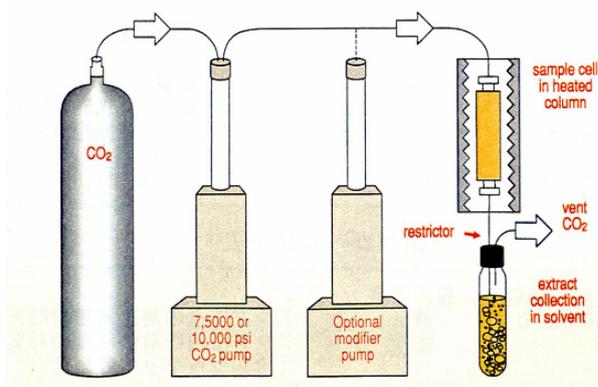


図2 試験機における超臨界CO<sub>2</sub>抽出のフロー

### 2-3 エステル化触媒

一般に、食用油などからのバイオ燃料の製造では、アルカリ溶液を触媒として用いたエステル化法が採用されているが、廃液の処理など問題も多い。

本研究では、副生物（廃棄物や排水など）による環境負荷を低減することを前提に挙げており、この点で強アルカリの廃液を生じる製法は採用しない。

そこで、既に高津らにより取り組まれていた酸化カルシウムを固体触媒としたエステル化法<sup>4)</sup>が環境負荷低減の点で有利であることに着目し、これを超臨界CO<sub>2</sub>による脂質の抽出プロセスに導入することで、一体的な変換・抽出プロセスの構築が可能であるか検討した。

酸化カルシウムは生石灰として安価に入手できる他、可能性としてはカキやホタテの貝殻を焼成することでも得る事ができるため、将来的には、農水産物由来の未利用資源を活用したエネルギー開発として提案することも可能になるものと考ええる。

なお、検討にあたり、酸化カルシウムは試薬品（和光純薬工業）を購入して用いた。

酸化カルシウムは、粉碎した搾油残渣に対して 1:1 となるように混合し、その 4g を専用容器に入れて超臨界抽出装置にセットし、メタノールの添加有無や加熱温度、処理時間等を変えて脂肪酸メチルエステルの生成有無を検討した。

### 2-4 脂肪酸メチルエステルの分析

搾油残渣を原料に、超臨界CO<sub>2</sub>装置で処理・抽出された脂質は、メチルエステルへの変換率を把握するため、キャピラリーカラムおよび水素炎イオン化検出器 (FID) を用いたガスクロマトグラフィー (GC) による分析<sup>6)</sup>を行った。

抽出された脂質は、減圧乾燥により水分を除去した後、その一定量を精秤の上、ヘキサンに溶解し、これを GC 分析に供した。

また、搾油残渣を原料としてエステル化処理を行わずに抽出した菜種油については、三フッ化ホウ素メタノールにより完全にメチルエステル化し、これを製造プロセスでの変換効率を把握する際の対象として、GC 分析に供した。GC 分析条件を図 3 に示す。

GC: HP (Agilent) 7890A  
 カラム: HP INNOWax (Cross-linked PEG)  
 60m × 250um × 0.25um  
 キャリアー: He, 40psi, 1.5ml/min  
 導入部: Split (55:1), Inlet Temp. 220°C, 0.5ul  
 検出: FID (260°C)  
 オープン:  
 150°C (1min) → 15°C/min → 200°C (10min) → 2°C/min → 250°C (5min)

図 3 キャピラリーGC での分析条件

### 3 結果

#### 3-1 搾油残渣からの脂肪酸エステル

菜種の搾油残渣を原料に、超臨界 CO<sub>2</sub> 抽出装置を用いて変換・抽出した脂肪酸メチルエステルの GC チャートを図 4 に示す。

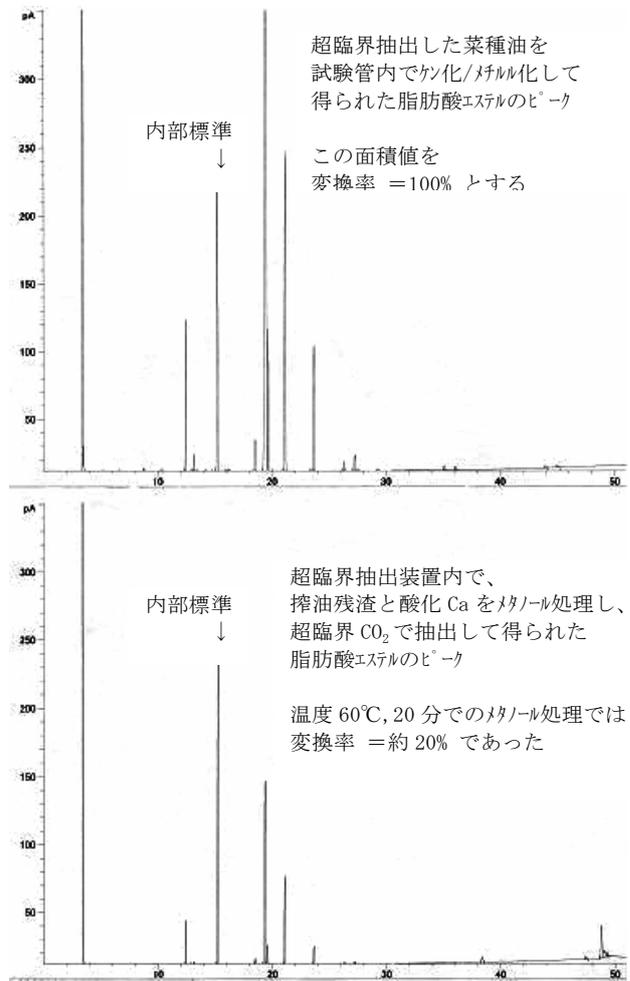


図 4 抽出した脂肪酸メチルエステル  
 上/対照、下/検討により得られた脂肪酸

超臨界CO<sub>2</sub>抽出装置内での脂肪酸メチルエステル生成、および、その抽出について検討を行った。

その結果、菜種の搾油残渣を酸化カルシウムと混合の上で装置にセットし、装置内で試料にメタノールを添加して 60°C に加温、20 分の保持の後、超臨界CO<sub>2</sub>により抽出 (60°C, 7000psi) して得られた抽出油は、その約 20% が脂肪酸メチルエステルに変換されていた (図 4 の下に示すチャート)。

検討では、メタノール添加の有無や、超臨界CO<sub>2</sub>抽出との同時処理などについても実施したが、脂肪酸メチルエステルの生成・抽出には、①試料に酸化カルシウムが添加されていること、②その試料にメタノールのみを添加して 60°C 程度の温度で一定時間加温すること、③超臨界CO<sub>2</sub>抽出は②の工程後に行い、補助溶媒を加えないCO<sub>2</sub>

100%で抽出できる、との基礎条件が見出された。

#### 4 結 言

##### 4-1 考 察

一般に、バイオ燃料（脂肪酸メチルエステル）は植物由来の食用油や廃食用油を原料に製造される。

しかし、本研究では、「地あぶら」などの圧搾法を用いた食用油生産によって廃棄されている搾油残渣を原料としてバイオ燃料を製造することを目指している。

その理由は、「地あぶら」の搾油残渣には20~30%程度の脂質が含まれているため、その活用は廃棄物の有効利用につながると同時に、農業の本来の目的である食糧（食品）生産と競合せずにバイオ燃料の製造を行うことが可能になるとの考えからである。

また、製造により副生する残渣は有機溶媒を含まず蛋白質などの素材として活用できると考えられるほか、同じく副生するグリセリンについてもアルカリをほとんど含まないため精製が容易であり、廃棄物利用の観点からもメリットがあると思われる。

今回の検討では、搾油残渣を原料に脂肪酸エステル（バイオ燃料）を超臨界CO<sub>2</sub>抽出装置内で変換・抽出することが可能であるとの知見が得られたが、あくまでも基本的な装置条件・構成について検討した程度である。

今後は、経済性や再現性、あるいは、地域にある未利用資源の活用によるプロセスの構築なども視野に検討を加え、新たなバイオ燃料の製造法として提案したい。

##### 4-2 謝 辞

本研究の実施にあたっては、一関市大東町の菜の花プロジェクト「花菜油の会」（搾油工房「地あぶら」）より菜種油製造で生じた搾油残渣のご提供を頂きました。深く感謝申し上げます。

#### 文 献

- 1) 環境保全型農業レポート No.91, 農文協, ルーラル電子図書館 (2007)
- 2) バイオマス白書 2008, NPO 法人バイオマス産業社会ネットワーク, Web 版 (2008)
- 3) Brenda Goodman, Pollution Is Called a Byproduct of a 'Clean' Fuel, The New York Times, March 11, (2008)
- 4) 高津淑人, 日本エネルギー学会誌, 85(2), 135-141 (2006)
- 5) 食品への超臨界流体応用ハンドブック, サイエンスフォーラム, (2002)
- 6) 日本油化学会編, 基準油脂分析試験法 2003 年版

## 地場産エゴマ油に含まれるリン脂質の低減に関する検討\*

及川 和志\*\*、遠山 良\*\*

新たな特産品化が期待される地場産エゴマ油の品質向上を目的に、製品に含まれるリン脂質の定量およびその低減方法について検討を行った。種子を焙煎処理することで製品に移行するリン脂質が増すため、脱ガム工程を持たない地場産エゴマ油では製品の保存中にリン脂質が凝集して“滓”が発生することが明らかとなった。滓の発生を防ぐため濾過工程の改良を行い、簡便かつ低環境負荷にエゴマ油のリン脂質を低減できる製造法として提案する。

キーワード：エゴマ、エゴマ油、リン脂質、除滓法、炭酸カルシウム

## Development of the Removal Method of the Phospholipids Contained in Perilla Oil

OIKAWA Kazushi, TOYAMA Ryo

In a few products of the perilla oil made in Iwate, there was the precipitate. To improve the quality of perilla oil, easy filtration methods were required. Then, we developed the easy method of removing the phospholipids from perilla seed oil with calcium carbonate.

Key words: Egoma, Perilla seed oil, Phospholipids, Filtration, Calcium carbonate

### 1 緒 言

東北各地の中山間地域では、地場で収穫された油糧種子を原料に、昔ながらの压榨製法によって食用油を製造する、いわゆる「地あぶら」造りが取り組まれている。

中でも、エゴマ (*Perilla frutescens* Britton var. *Japonica* Hara) の種子を原料とするエゴマ油は  $\omega$ 3 系必須脂肪酸 ( $\alpha$ -リノレン酸) を高濃度を含むため、健康志向の高まりを背景に、田舎ならではの素朴さと健康的な魅力を併せ持つ食用油として一般の消費者にも注目されている<sup>1)</sup>。

岩手県工業技術センターでは、エゴマの持つ栄養素と機能性成分を活用した新規食品開発の可能性、また、農家ベースで取り組みが進む「地あぶら」造りの発展性に着目し、平成 17 年度よりエゴマ油を中心とした「地あぶら」の品質に関する調査やその品質向上を実現する製法などの検討を行い、さらにエゴマ種子から派生する各種加工品の開発支援にも取り組んでいる。

本報告では、焙煎エゴマ油などに生じる見た目の悪い滓(オリ)の発生原因について調査した平成 18 年度の研究結果を示すとともに、簡便に滓の発生を防ぐ新たな地場産エゴマ油の製法について提案する。

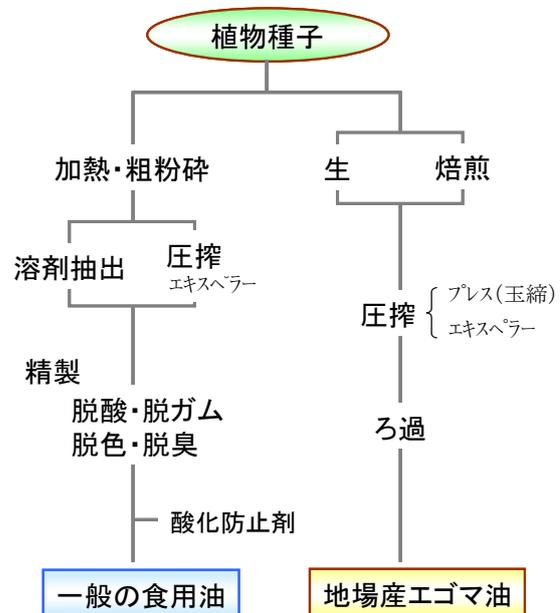


図 1 一般的な食用油と地場産エゴマ油の製造工程

\* H18 年度 (独) 科学技術振興機構 JST シーズ発掘試験

\*\* 食品技術部 (現 食品醸造技術部)

## 2 方法

### 2-1 試料の入手

焙煎エゴマ油など、一部の地場産エゴマ油には著しい滓（製品の底部に溜まった褐色の沈殿物）が認められるが、その生成に関与する成分は不明であった。

そこで、成分の調査を行うため、2006年4月から9月にかけてエゴマ油の収集を行った。岩手県内のエゴマ油は購入した。また、日本エゴマの会（福島県田村市船引町）、花菜油の会（岩手県一関市大東町）ほか、複数の地あぶら生産者よりエゴマ油を提供頂き、製造者や生産地の異なる計11点の地場産エゴマ油を入手した。この他、食用油メーカーが販売するエゴマ油についても比較するため、量販店や通信販売で計8点を購入した。

その際、収集した製品の製造条件を把握するため、地場産のエゴマ油については製造者へ聞き取りと、焙煎香や滓の有無、油の色調から種子への加熱処理の有無を判断し、また、使用されている搾油機についても調査した。メーカー製のエゴマ油については詳細な製造条件が不明であるので、分類は行わずにメーカー品として分析結果を取りまとめた。

開封して外観と風味を確認した試料は、酸化による品質劣化を防ぐため窒素置換し、10℃の暗所で保存した。

### 2-2 成分の分析

#### 2-2-1 リン脂質の定量

研究に先立ち、入手したエゴマ油について酸化関連指標（POV, COV, AnV, CDM）の測定のほか、脂肪酸組成比およびトコフェロール含有量の分析を行ったが、滓の生成に直接的な関連性が示唆される結果は得られなかった。

そこで、一般的な食用油製造では大部分が精製工程で除かれるものの、地場産のエゴマ油では除去されないと考えられるリン脂質（ガム質）に着目し、入手した製品に含まれているリン脂質の定量を行った。

リン脂質の定量は、Bartlett法による全リンの定量<sup>2)</sup>に準じて行い、一般的なレシチンのリン含有率4%を基として、

$$\text{リン脂質 (\%)} = \text{全リン (\%)} \times 25$$

の計算式から求めた。

#### 2-2-2 水分の定量

エゴマ種子の水分 (%) は、粉碎した種子を75℃、180分の条件で減圧乾燥（真空度70mmHg以上）して求めた。

また、エゴマ油にも微量の水分が含まれていると考えられたが、加熱乾燥法では油の酸化に伴う重量増加の影響が大きいため、カールフィッシャー水分計（平沼産業製、自動水分測定装置 AQV-2100型）を用いて定量した。

### 2-3 試験搾油による検討

#### 2-3-1 小型試験機を用いた製造モデル

地場産エゴマ油の製造条件と製品中のリン脂質濃度との関係を明らかにするため、種子への「搾油前処理（加熱処理の有無）-圧搾-フィルター濾過」で構成される製造工程を小型搾油機による試験搾油系で再現し、得られた圧搾油をモデルとして検討を行った。

種子は平成17年度に栽培、収穫された非加熱のエゴマ種子（一関市大東町産、田村系統黒種）を用いた。搾油前の加熱処理として、吸水処理を行わない状態での種子の空蒸し（品温95℃以上-60分）、もしくは、家庭用のホットプレートを用いた種子の焙煎処理（品温100℃-60分と140℃-15分）を行い、また、搾油機による影響も検討するため、小型プレス式搾油機（K-10t、(有)サン精機）とエキスペラー式搾油機（S100-200B、同上）を用いた。

圧搾で得られたエゴマ油は、濾紙（東洋濾紙、No.2）で吸引濾過を施し、製品のモデル油とした。



写真1 焙煎エゴマ油の滓（中央ボトルの底部）



左) プレス式搾油機（処理量：100g エゴマ/バッチ）

右) エキスペラー式搾油機（処理量：4kg エゴマ/hr）

写真2 小型搾油試験装置

### 2-3-2 種子への加熱温度

収穫後の乾燥時や搾油機からの摩擦熱など、エゴマの種子には搾油前の焙煎処理以外にも熱が加わる場合があり、100℃以下と比較的低い温度帯での加熱がエゴマ油の品質に影響していることも考えられる。

そこで、加熱の影響を詳細に把握するため、室温から100℃まで 20℃間隔で加熱処理した種子を圧搾し、得られた種子油のリン脂質および水分を定量した。

この際、乾燥による影響を除くため種子を真空包装し、包装のまま恒温オーブン内で 60 分間の加熱処理を行った後、処理後は直ちに4℃の冷蔵庫内で冷却した。さらに、種子の水分をできるだけ均一にするため、一晚室温で保持した後に種子を包材から取り出して搾油した。

また、搾油は、搾油機から加わる熱の影響を除くため、搾油時に摩擦熱を生じないプレス式搾油機を用いた。

### 2-4 除滓法の検討

製品中の保存中に生じる滓は、種子を焙煎処理したエゴマ油に生じ、搾油前に種子を焙煎しない生搾り製法によるエゴマ油ではほとんど問題にならない。

しかし、搾油機がエキスペラー式の場合には、種子を焙煎処理しなくとも製品の白濁や滓状の浮遊物が生じる場合があり、製品の品質を安定に保つためには、濾過工程で濁りや滓そのもの、あるいは、生成の原因になる成分を取り除くことは重要である。

そこで、簡便で低コストかつ安全な処理方法として、食品素材や天然物等を用いる固液分離により、設備や製造工程を大きく変えずに不要成分であるリン脂質の効率的な除去が可能であるか検討を行った。

検討では、搾油直後の滓がまだ生じていない焙煎エゴマ油に通常のフィルター濾過を行って検討用のエゴマ油を調製し、これに対して、粉末状の炭酸カルシウム、酸化カルシウム、水酸化カルシウム、珪藻土、活性炭、小麦粉を一定量添加して攪拌の後、一定時間静置した際の分離状態や濾過適性、さらには、処理によるリン脂質の除去について評価を行った。

## 3 結果 および 考察

### 3-1 エゴマ油の製品に含まれるリン脂質の定量

製品化されているエゴマ油を種子への焙煎処理および搾油機の違いにより分類し、そのリン脂質含有量を定量した結果を表1にまとめた。

その結果、種子を生そのまま搾油する生搾りのエゴマ油では製品中のリン脂質は少ないのに対し、種子を焙煎処理した後に搾油する焙煎エゴマ油では製品中のリン脂質は高濃度であった。

搾油機をプレス式に限定して考えると、生搾りエゴマ油は種子の焙煎処理を行わない点のみが焙煎エゴマ油と異なり、圧搾から濾過、製品化までの工程は共通である。

したがって、滓が認められない生搾りエゴマ油にはリン脂質が少なく、著しい滓の生成が認められる焙煎エゴマ油にはリン脂質が多いとの結果は、滓の生成とリン脂質の濃度には密接な関係があることが示唆される。

また、製造に用いられる搾油機の違いによっても製品に含まれるリン脂質の濃度に差が認められたが、これは、プレス式搾油機では搾油時に熱は生じず、種子は穏やかに圧縮されるのに対して、エキスペラー式搾油機は捻軸による連続押し出しを原理とするため摩擦により熱が生じ(捻軸周辺の温度は70~90℃にまで上昇する)、また、種子の組織が摩砕により破壊されるなど、搾油機の構造に起因する熱や摩砕などの条件が異なるためであると考えられる。

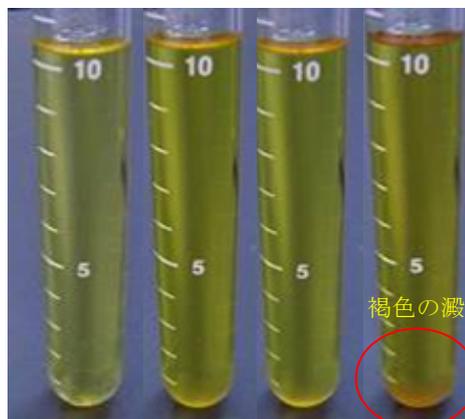
ただし、エキスペラー式搾油機を使用するエゴマ油の製造では、搾油率の向上を目的に 100℃前後の温度で種子を弱く焙煎してから搾油している場合があり、搾油前の加熱処理もしくは装置特性のいずれに因るものかについては表1に示した分析結果(弱焙煎-エキスペラーの区分)のみでは判断できない。

なお、油脂メーカーが製造販売するエゴマ油の製造条件は不明であるが、地場産エゴマ油の焙煎油に対して半分以上のリン脂質含有量を示す物がほとんどであった。

表1 エゴマ油製品のリン脂質

製造者	地場産(地あぶら)			油脂メーカー
	非加熱 プレス	弱焙煎 エキスペラー	焙煎 プレス	
加熱処理 圧搾装置				不明 不明
リン脂質 (μg Oil)	98.6	1837.8	5074.7	5832.1
	66.5	796.8	7140.0	3128.8
	42.0		8617.0	2428.1
			7786.3	16.1
			2685.7	2299.5
		5944.4	52.7	
			1737.8	
			50.5	

注) 数値は個々の製品の測定値を示す



試験区の配置は左から、「非加熱」、「空蒸し 95℃、-60 分」、「焙煎 100℃-60 分」、「焙煎 140℃-15 分」

写真3 種子への加熱処理条件が異なるエゴマ油

### 3-2 試験室レベルでの検証

#### 3-2-1 製造条件の再現による検討

エゴマ油の製品を対象とした成分調査から、種子への焙煎処理が製品中に移行するリン脂質を増すことが示唆されたが、あくまでも製品の分析を基にした推定に過ぎないため、製造装置や条件をより明確にしたモデル油を調製し、検討を行った。

写真3にエゴマ種子を異なる加熱条件で処理した後にプレス式搾油機で搾油し、室温下で2週間静置した後のエゴマ油の状態を示す。

その結果、種子を加熱せずに搾油したエゴマ油(写真3の左端)では色調は淡黄色で滓状の沈殿も見当たらないが、種子を加熱処理したエゴマ油は黄色から橙黄色となり、特に「焙煎 140℃-15分」の条件で種子を加熱したエゴマ油(写真3の右端)では保存期間中に褐色の沈殿、すなわち、滓の生成が認められた。

これら試料を上層50%(滓が含まれない画分)と下層50%(滓が含まれる画分)に分け、それぞれのリン脂質および水分を測定したところ(図2)、滓の生成を認める「焙煎 140℃-15分」の試験区ではリン脂質と油中水分が他の試験区よりも多く、また、滓が含まれる下層50%に

リン脂質と水分が偏在していた。

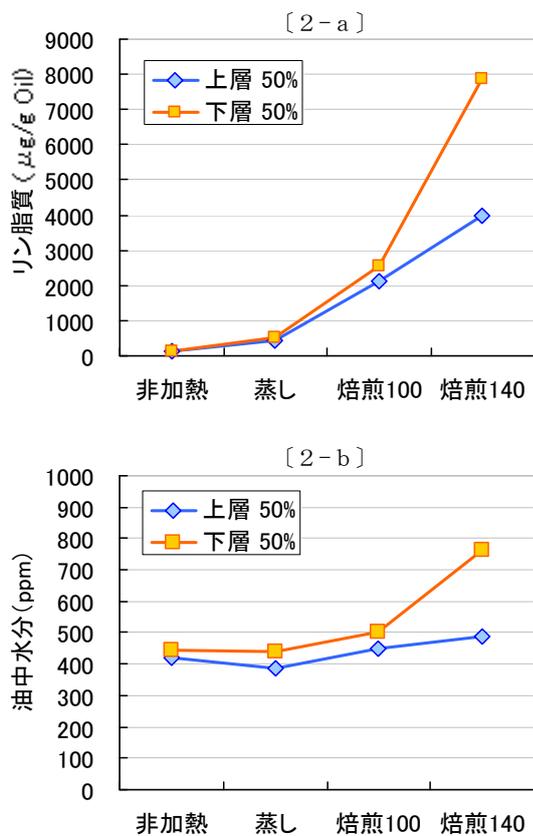
検討に用いたプレス式搾油機では摩擦熱が生じないため、種子への加熱は搾油前の処理に限定される。

したがって、「非加熱」試験区のリン脂質が低濃度であるのに対して、「焙煎 140℃-15分」「焙煎 100℃-60分」の試験区ではリン脂質が高濃度であることを考えると、搾油で得られるエゴマ油のリン脂質濃度には種子への加熱条件が強く影響していると判断できる。

また、油中水分の分布がリン脂質の分布と一致していることは注目すべき点であり、滓の生成にはリン脂質に加えて水分も関与していると考えられる。

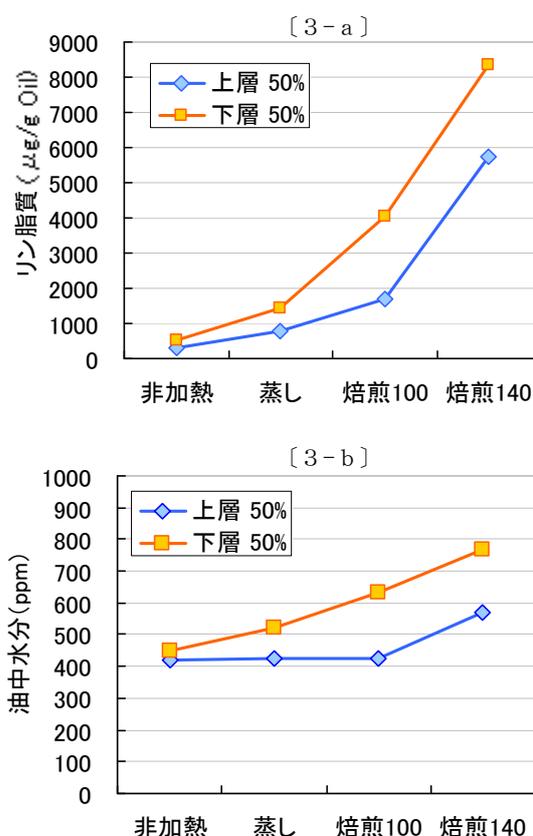
図3には搾油機がエキスペラー式の場合の試験結果を示しているが、滓を認める「焙煎 140℃-15分」試験区の下層50%画分にはリン脂質と油中水分が多いため、搾油機の種類に因らず、エゴマ油における滓の生成にはリン脂質と水分が深く関係していることが明らかである。

なお、エキスペラーによる搾油では(地場でのエゴマ油の製造にはエキスペラー式搾油機を用いる例は少ないが)、高温での焙煎処理を施さない製造条件であっても製品が白濁する、あるいは、保存中に白色の滓が生成するといった現象が認められている。



試験区の配置は、左から、「非加熱」、「空蒸し 95℃、-60分」、「焙煎 100℃-60分」、「焙煎 140℃-15分」

図2 プレス式搾油機で搾油したエゴマ油のリン脂質 [2-a] および油中水分 [2-b]



試験区の配置は、左から、「非加熱」、「空蒸し 95℃、-60分」、「焙煎 100℃-60分」、「焙煎 140℃-15分」

図3 エキスペラー式搾油機で搾油したエゴマ油のリン脂質 [3-a] および油中水分 [3-b]

この点については、プレス式搾油機での試験結果（図2-a）に対し、エキスペラー式搾油機での試験結果では種子への加熱が比較的穏やかな「空蒸し」や「焙煎 100℃-60分」の試験区においても下層50%画分のリン脂質濃度が高くなっている（図3-a）ことから、搾油前処理（加熱処理）に加えて搾油機の摩擦熱が種子に加わったことで、リン脂質が油に溶出し易くなったためと考えられる。

### 3-2-2 種子への加熱によるリン脂質の溶出

3-2-1の検討により、エゴマ油に認められる滓や濁りは種子に含まれるリン脂質や水分が油中に溶出、もしくは、流出することで生成すると考えられた。

しかし、実際にどの程度の加熱をエゴマ種子に加えるとリン脂質が搾油中に溶出するかは不明であったため、さらにエゴマ種子への加熱条件を変えて検討を行った。

その結果を図4に示すが、100℃以下の温度で種子を加熱処理し、その搾油に含まれるリン脂質を定量したところ、エゴマの種子には60℃を超える熱が加わることでリン脂質が溶出しやすくなることが明らかとなり、加熱温度が高く、加熱時間が長いほど油中のリン脂質濃度も増していた。

理由については、本検討の結果のみでは推測に過ぎないが、油脂成分の保持に関与する種子組織の蛋白質が60~70℃付近の温度帯で加熱を受けることで変性し、細胞膜等を構成するリン脂質も搾油により容易に分離、抽出されるようになったためと思われる。

リン脂質は、乳化や分散などの目的で食品用途にも広く用いられる成分であり、親水性と疎水性（親油性）を合わせ持つ両親媒性物質いわゆる界面活性剤である<sup>3)</sup>。一般的な食用油工業における製造では、搾油後の脱ガム工程において油脂への加水処理により膨潤（ガム形成）させ、遠心分離や高圧濾過により分離除去されるため<sup>4)</sup>、流通過程で滓が生成するような製品は生じない。

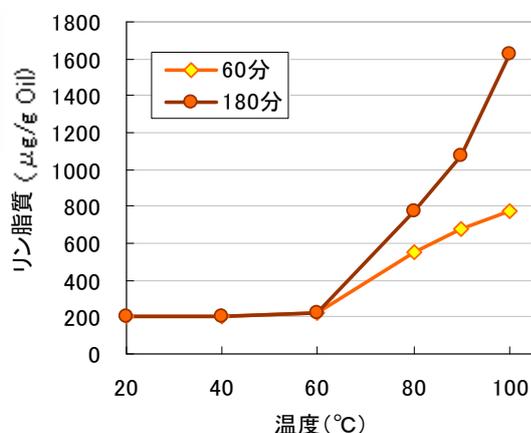


図4 100℃以下の加熱を施した種子から搾油したエゴマ油に含まれるリン脂質の濃度

しかしながら、“昔ながら”のシンプルな製法を売りとする地場産の食用油造りではリン脂質の除去を目的とする精製工程を組み込む事例は非常に少ないため、焙煎エゴマ油など種子に熱が加えられた搾油では製品にリン脂質が高濃度に含まれることとなり、その結果として、リン脂質が油中に溶け込んだ水分や空気中の湿気と共に凝集、沈殿することで滓が生成されると考えられた。

稀に、種子を全く加熱せず、搾油もプレス機で行われたエゴマ油の中にも薄い滓が生じているものが認められるが、収穫後の調製作業で乾燥機を使用する場合など、60℃を超える温度に種子が晒された場合などでは、製品にリン脂質が溶出して滓を生じると推測される。

また、エキスペラーによる搾油では摩擦熱で種子が80℃程度まで加熱されながら搾油されて行くため、種子への焙煎処理の有無に関わらず製品中にリン脂質が移行し、白濁や滓が生じるものと考えられる。

種子に由来するリン脂質は、摂取することで健康を害するなどの危険性はないと考えられるが、消費者の食品に対する意識が高まる中、安心な（品質の良い）商品として地場産の食用油を流通させるためには、見た目に悪い印象を与える“滓”はなるべく除く、もしくは、防止するための工夫が必要になる。

### 3-3 簡便な除滓（リン脂質除去）技術の検討

前段までの検討の結果、焙煎エゴマ油などに認められる滓はリン脂質を主体とした凝集物であると考えられた。

そのため、滓の生成を防ぐには、リン脂質を製品に溶出させない、あるいは、製造工程でリン脂質を除去するかの、いずれかの対策が必要となる。

滓が生じない透明なエゴマ油を製造するためには、種子を加熱せず、生搾りによって種子油を製造するのが確実と言えるが、種子の焙煎を特徴とする焙煎エゴマ油には独特の風味もあり、また、種子を加熱処理することによる衛生面への安心感も無視できない。

すなわち、エゴマ油には生搾り、焙煎搾りのどちらにおいても長短があり、それぞれ、品質向上のための工夫を施しながら地場産品としての活用を図るのが望ましい。

そこで、エゴマ油からリン脂質を除く方法について引き続き検討を行った。

#### 3-3-1 油中のリン脂質を低減する濾過素材の選別

エゴマ油を含む「地あぶら」造りの特徴は、搾油と濾過による“昔ながら”の製法を採用している点にある。

食用油製造の観点では効率的にも品質的にも好ましいとは言いがたいが、ほぼ全てを海外からの輸入に頼っている油糧種子の栽培を行い、また、高齢化や過疎化で疲弊する中山間地域の活性化も視野に入れた加工品造りを行う取り組みとしては、十分に注目する価値がある。

したがって、品質向上を目的とした製法の開発に際しても、「地あぶら」としての特徴を維持するという制約があり、なるべく製法の基本形を保ったまま、安全な素材

を用いて、簡便かつ低環境負荷な製造工程を構築する必要があると考える。

そのためには、圧搾と濾過の基本工程と製造設備に大きな変更を加えないことが前提となるが、油中のリン脂質を除去するために用いる素材は地場から供給できる天然物や食品に由来するものが望ましく、また、焙煎香が残されているなど、精製処理された焙煎エゴマ油には素朴な風合いが保たれていることが望ましい。

以上を考慮し、焙煎エゴマ油に添加することで、濾過後の油中リン脂質を効果的に低減できる素材を検討した。

写真4-bに、エゴマ油に各種素材を添加し、攪拌後に1時間の静置を行った状態を示したが、炭酸Caのみ、および、炭酸Caと水を添加した試験区(③, ④)の分離が良好であった。

一方、試料を濾過した後に油中リン脂質を定量した結果を図5に示すが、何も添加しない①に対して、水を10%添加した②、活性炭を10%添加した⑩の試験区でリン脂質が良好に低減されている。

しかしながら、水をエゴマ油に10%添加する条件では濾過性が悪く、濾過の際に濾過された油に水が混入する問題が認められ、また、油から分離された水の排水処理についても対策が必要となる。

活性炭を10%添加する条件では、エゴマ油からのリン脂質の除去は良好である一方、その他の色素成分やビタミンなども除かれ、「地あぶら」らしさが損なわれる。

以上より、分離性に優れ、リン脂質を効果的に低減でき、素朴な風合いも保たれている条件として、炭酸Ca 10%+水 1% (写真4-bの④, 図5の④)の組み合わせが最も実用的であると判断した。

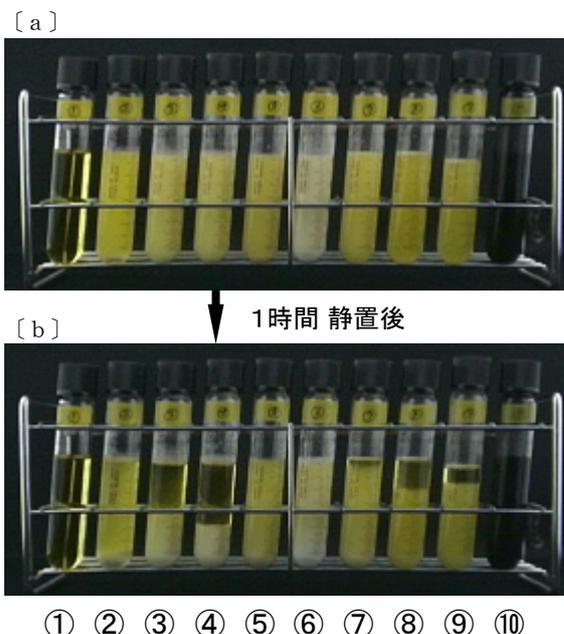
### 3-3-2 炭酸Caを用いたリン脂質除去方法の確立

次に、炭酸Caと水の添加量を最適化するため、検討を行った。図6に、その結果の一部を示すが、炭酸Caによるリン脂質の除去は1.0%程度の水分が油中に存在することで達成される。エゴマ油への水の添加量は、多すぎると炭酸Caを主体とする凝集物に保持されず水分が分離するため、多くとも1~2%程度とし、また、炭酸Caの添加量は歩留まりと製造コストに影響するため5~10%程度が好適と考えられる。

リン脂質は、炭酸Caと水と共に凝集物を形成し、濾過により容易に分離可能になるので(写真5-右)、従来の濾過工程を改良するだけで対応できる。リン脂質が除去されたエゴマ油は保存中に滓が生じず(写真5-左(b))、透明度も高いため、商品価値の向上を期待できる。

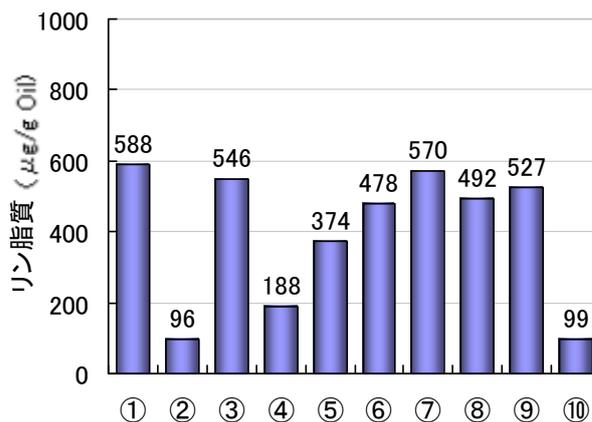
また、リン脂質の除去工程から排水の発生は全くないため環境への負荷も低く、さらに、取り除いた凝集物はカルシウムとリンが含まれるため土壌改良剤や家畜等の栄養供給源などとしての活用も見込まれる。

以上より、製法の利用価値と応用性は広いと考えられるため、引き続き、地場のエゴマ油製造者への導入を進め、エゴマ油の高品質化と普及支援に活用したい。



試験区の配置は左から、  
①添加せず、②水 10%、③炭酸Ca 10%、④炭酸Ca 10%+水 1%、  
⑤水酸化Ca 10%、⑥酸化Ca 10%、⑦デキストリン 10%、  
⑧小麦粉 10%、⑨珪藻土 10%、⑩活性炭 10%

写真4 焙煎エゴマ油に各種素材を添加混合の後攪拌直後 [a]、静置1時間後 [b] の外観



試験区の配置 NO.は、写真4の説明に対応する

図5 焙煎エゴマ油に各種素材を添加攪拌の後手漉き和紙で濾過した油に含まれるリン脂質

## 4 結 言

### 4-1 成 果 要 約

地場産食用油として注目されるエゴマ油、特に焙煎エゴマ油において問題となっている“滓”について検討を行い、種子の加熱処理による油中リン脂質濃度の増加が原因であることを明らかにした。

エゴマ油の高品質化、差別化を図るため、滓の防止方法について検討を行い、炭酸 Ca を用いた簡便かつ環境負荷の低いリン脂質除去方法を確立した。

エゴマを原料とする「地あぶら」の高品質化を実現する技術として広く普及することを期待する。

なお、本研究で得られた加工法については、特許を出願済みである。

### 4-2 謝 辞

本研究は、(独) 科学技術振興機構 シーズ発掘試験採択課題 (平成 18 年度: 新世代「地あぶら」の開発) の一部として実施したものである。

事業の推進に当たり、多大なる御支援を頂きました「地あぶら」生産者ほか、関係各位に深く感謝致します。

## 文 献

- 1) 現代農業 2004 年 9 月号, 農村漁村文化協会, p50-117
- 2) 宮澤陽夫, 藤野康郎 編著: 生化学実験法 9 脂質・酸化脂質分析法入門, 学会出版センター, p137-138
- 3) 佐藤清隆ほか, 機能性脂質の開発, シーエムシー
- 4) 油脂・脂質の基礎と応用 - 栄養・健康から工業まで -, 日本油化学会編

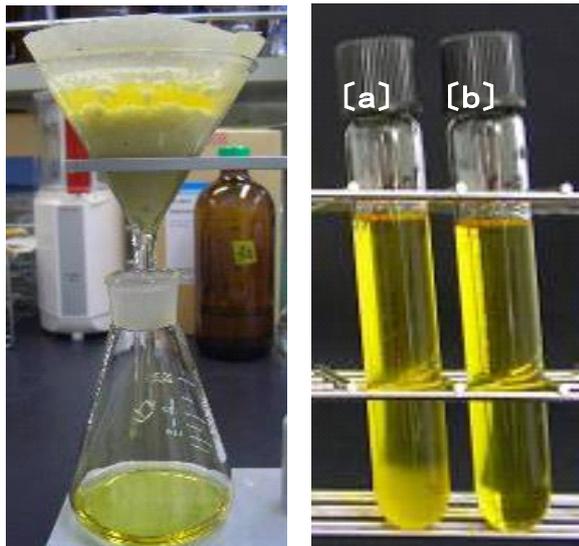


写真5-左の[a]は従来の焙煎エゴマ油、[b]は本研究で開発した除去技術でリン脂質を低減した焙煎エゴマ油  
いずれも、搾油から室温で2週間静置後

写真 5 炭酸 Ca の添加で生じた凝集物 (左) と  
エゴマ油の保存経過 (右)

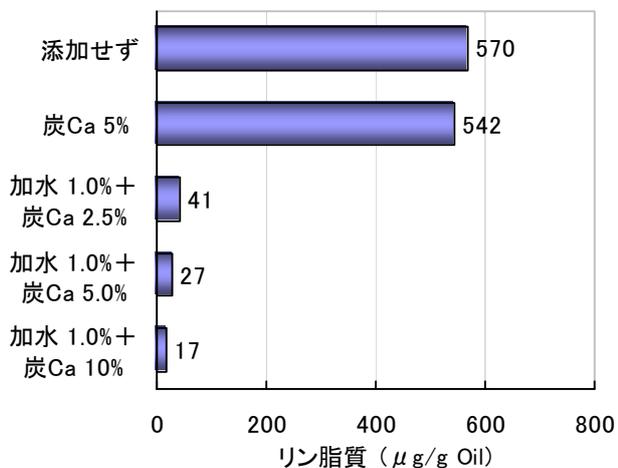


図 6 炭酸 Ca によるリン脂質除去技術の効果

## エゴマ種子の食物繊維と活性酸素消去能に関する検討\*

及川 和志\*\*、高橋 一男\*\*\*、遠山 良\*\*

前報<sup>1)</sup>に引き続き、岩手県内を中心に収集したエゴマの種子について食物繊維を中心とする定量分析を行い、また、種子油加工の際に副生する搾油残渣についても成分の分析を行って、加工利用の基礎となる成分的特性を把握した。さらに、種子に含まれる機能性成分の活用についても開発を進めるため、種子に含まれるポリフェノール成分と活性酸素消去能との関係について調査を行い、種子および種子成分が活性酸素消去能を有することを明らかにした。

キーワード：エゴマ、搾油残渣、食物繊維、ポリフェノール、活性酸素消去能

## The Dietary Fiber and Superoxide-radical Scavenging Acitivity of Perilla Seeds

OIKAWA Kazushi, TAKAHASHI Kazuo, TOYAMA Ryo

The perilla seeds and pressed seed meals were collected. And they were analyzed of ash, dietary fiber and other nutrient, quantitatively. In addition, the poly-phenols and extract of the perilla seeds were measured of Superoxide-radical scavenging activity (SOSA) .

**Key words:** Perilla seed, Pressed seed meal, Dietary fiber, Poly-phenol, SOSA

### 1 緒 言

岩手県内の中山間に位置する小規模山村では、雑穀同様、現在でもエゴマ (*Perilla frutescens* Britton var. *Japonica* Hara) を栽培する伝統が残されており、郷土食には欠かせない地域農産物の一つとして認識される。

また、近年では、「地あぶら」と称される種子油の原料としても栽培が拡がりつつあり、その種子に含まれる脂肪酸の栄養や機能性<sup>2, 3)</sup>を背景に、生活習慣病の予防に期待が持てる健康的な食材としても認知が進む。

これまでに、岩手県工業技術センターでは、エゴマ

の栽培・加工による中山間振興および地域食産業への波及可能性に着目し、県内のエゴマ生産者や搾油企業らの協力の下、エゴマに関する調査研究や加工法、用途の開発に取り組んできた<sup>1, 4~6)</sup>。

本研究では、前報<sup>1)</sup>に引き続き、新たな加工用途やより効率的な製造プロセスの確立に向けた研究開発の一環として、県内を中心に収集したエゴマ種子の食物繊維の定量を進めた。また、種子油の製造で副生している残渣の成分も定量し、さらに、エゴマ種子の抗酸化性（活性酸素の消去能）の一端についても検討を加えたので報告する。

### 2 方 法

#### 2-1 成分の分析

##### 2-1-1 試料

試料としたエゴマ種子は、前報<sup>1)</sup>と同一であり、真空包装の上、4℃の冷蔵下で保存したものをを用いた。

加えて、エゴマ種子油の製造（圧搾法による小規模な食用種子油製造）過程で副生する搾油残渣の利用価値を把握するため、製造者である有限会社アルバ（岩手県北上市）および軽米エゴマの会（岩手県軽米町）より提供された搾油残渣についても成分を分析した。



写真1 収集したエゴマ種子

\* H20年度 基盤的先導的研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 有限会社アルバ 代表取締役

### 2-1-2 水分

水分 (%) は、粉碎した試料を 75°C、3hr の条件で減圧乾燥を行い、試料重量の減少量から求めた。

### 2-1-3 蛋白質

粗蛋白質 (%) は、粉碎した試料を濃硫酸で湿式分解の後、パルナス式蒸留装置を用いたセミマイクロケルダール法により試料の窒素含有率 (%) を測定し、エゴマの窒素-蛋白質換算係数「5.30」を乗じて求めた。

### 2-1-4 脂質

粗脂肪 (%) は、試料を円筒濾紙に入れて減圧乾燥の後、ジエチルエーテルを用いたソックスレー法により脂肪分を抽出し、抽出に供した試料の重量と抽出された脂肪の重量から求めた。

### 2-1-5 灰分

灰分 (%) は、試料の約 5g をアルミナ製磁性ルツボに採取、ホットプレート上で予備灰化の後、550°C、8hr の条件で灰化を行い、灰化に供した試料の重量とルツボに残留した灰化物の重量から求めた。

### 2-1-6 炭水化物

種子の炭水化物 (%) は、前報<sup>1)</sup> で報告済みである水分、粗蛋白質、粗脂肪の含有率 (%) および本報告で新たに求めた灰分の含有率 (%) を基にして、差し引き法によって算出した。

同様に、搾油残渣の炭水化物 (%) は、本研究で分析を行った水分、粗蛋白質、粗脂肪および灰分の含有率 (%) を基に、差し引き法によって算出した。

### 2-1-7 食物繊維

試料に含有される食物繊維 (%) は、酵素-プロフスキー変法に基づく定量キット (食物繊維測定キット、和光純薬工業 (株)) を用い、添付マニュアルに従って分析操作を行って求めた。

この際、試料であるエゴマ種子および搾油残渣には相当量の油分が含まれており、酵素による可消化性糖質の分解除去を阻害する恐れがあったため、前処理としてヘキサンによる脱脂を行った上で試料とした。

なお、エゴマ種子については、水溶性食物繊維と不溶性食物繊維を分別定量せず、両者を区別しない総食物繊維として定量を進めたが、他方、搾油残渣については、水溶性食物繊維と不溶性食物繊維をそれぞれ分別して定量を進め、その合計を総食物繊維とした。

### 2-1-8 可消化性糖質

種子に含有される可消化性糖質 (%) は、炭水化物の含有率 (%) から、総食物繊維の含有率 (%) を除いた差分として算出した。

### 2-1-9 ミネラルおよび微量元素

搾油残渣が含有するミネラル (Na, K, Ca, Mg, P) と微量元素 (Fe, Zn, Cu) の定量を原子吸光度およびバナドモリブデン酸吸光度法 (P のみ) で行った。

測定条件は、(財)日本食品分析センター編・日本食品標準成分表分析マニュアルの解説<sup>7)</sup> に準じ、装置は、原子吸光度計 (AA-6300、島津製作所 (株)) および分光光度計 (U-3000、日立製作所 (株)) を用いた。

なお、前処理として、測定対象の元素が Na, K においては 1% HCL による希酸抽出法を、その他ミネラルおよび微量元素においては乾式灰化法を適用し、それぞれを 1% HCL で 250ml に定容して測定用の原液とした。

### 2-2 色彩値

種子の色調を数値化するため、種子表面 (種皮) の色彩値を分光式色彩色差計 (SD-5000 型、日本電色工業 (株)) を用いて測定した。測定は、3 cm 径のガラス製円形セルに種子を満たした後、正反射光およびハンター L\*a\*b\* 表色系による測定を計 3 回行って、その平均値を色彩値として採用した。

### 2-3 エゴマ種子および成分の活性酸素消去能

エゴマ種子の持つ新たな機能性を明らかにするため、種子からのエタノール抽出液および種子が含有しているポリフェノール成分を対象に、スーパーオキシドラジカル ( $O_2^{\cdot-}$ ) に対する消去能 (SOSA) を測定した。

前処理として、予めヘキサンで脱脂処理した種子を約 20 倍量の 80% エタノールに浸漬し、ホモジナイズの後に 80°C で 1hr の加熱抽出を行い、3500rpm、15min の遠心分離で得られた上清を定容し、蒸留水で 8 倍希釈して SOSA 測定用の種子エタノール抽出液とした。

一方、種子には抗酸化活性が期待されるポリフェノール成分としてロズマリン酸、ルテオリン、アピゲニンなどが含まれており、前報<sup>1)</sup> ではこれら成分の定量結果を報告している。そこで、ポリフェノール成分自体の SOSA 活性も評価、比較するため、定量分析用の各種ポリフェノール系試薬 (没食子酸、クロロゲン酸、(+)) カテキン、和光純薬工業 (株)) (ルテオリン、アピゲニン、(株) 関東化学)) (ロズマリン酸、ルテオリン-7-O-グルコシド、アピゲニン-7-O-グルコシド、キロソエリオール、フナコシ (株)) をエタノールに溶解し (一部、溶解に DMSO を使用)、蒸留水で希釈して SOSA 測定用の試薬溶液を調製した。

種子エタノール抽出液および試薬溶液の SOSA は、キサンチン/ヒポキサンチンオキシダーゼをスーパーオキシドの生成系とする SOD Assay Kit-WST ((株) 同仁化学研究所) を用いて評価した。すなわち、試料溶液のエタノール濃度は 20% で一定とし、5 倍ずつの段階希釈を行って測定に供し、スーパーオキシドの消去率 50% に相当する試料濃度 ( $IC_{50}$ ) を求めた。同様に、

エゴマ種子の食物繊維と活性酸素消去能に関する検討

活性が既知のスーパーオキシド消去酵素 (SOD, from Bovine Erythrocyte, 和光純薬工業 (株)) 溶液を用いて、測定系のIC<sub>50</sub>におけるSOD活性 (U/ml) を求めた。これらにより、種子 1gあたりのSOD様活性 (U/g) および試葉 1mgあたりのSOD様活性 (U/mg) を算出した。

3 結果

3-1 エゴマ種子の成分 (灰分と炭水化物)

収集したエゴマ種子の一般成分と食物繊維の定量結果および種子表面の色彩分析結果を表1に示す。

一般成分の内、水分、粗蛋白質、粗脂肪の含有率は

前報<sup>1)</sup>で既に示しているため、新たに検討を加えた灰分と炭水化物 (差し引きによる計算値) の結果のみを示すが、炭水化物の含有率を算出したところ、種子の炭水化物は平均して 27.4%であった。しかし、その内訳は7割が食物繊維 (総食物繊維として) であり、澱粉質など可消化性の糖質は、一部の種子を除いて、種子全体の10%にも満たない低い含有率であった。

炭水化物の大半を占める食物繊維は、セルロース系の不溶性繊維が主体であると推定されるが、エゴマ種子を種子油以外の用途に活用する場合、種子の食物繊維や可消化性糖質の含有量は製造歩留りの改善や品質

表1. 収集したエゴマ種子の灰分、炭水化物および色彩分析値

種子の収集履歴			一般成分 (%)		炭水化物詳細 (%)		色彩分析値		
収集 No.	種子色調	栽培地もしくは販売地 / 種子由来 (系統) / 栽培年度	灰分	炭水化物	総食物繊維	可消化性糖質	L*	a*	b*
1	黒	[種子] / 岩手・二戸系統	2.5	30.7	18.3	12.3	40.93	4.24	17.24
2	黒	[種子] / 福島・田村系統	1.9	25.0	18.0	7.0	39.13	3.57	16.36
3	黒	[種子] / 岐阜・白川系統	2.0	27.1	17.7	9.3	36.46	5.08	16.28
4	黒	東和町/在来 a	1.7	26.2	18.4	7.8	42.06	2.81	16.60
5	黒	東和町/在来 b	2.0	26.7	19.0	7.7	43.02	3.05	16.96
6	黒	大迫町/在来	1.9	28.2	20.2	8.0	40.55	3.55	17.40
7	黒	西和賀町/a	2.1	30.4	22.1	8.3	44.31	2.65	16.71
8	黒	西和賀町/b	1.8	24.4	16.8	7.6	41.47	3.22	17.58
9	黒	遠野市/在来	2.0	26.6	18.0	8.6	41.88	4.64	18.87
10	黒	岩手町/在来	2.1	27.1	18.6	8.4	40.58	3.73	16.54
11	黒	葛巻町/在来	2.2	30.0	19.6	10.3	41.22	3.23	16.75
12	黒	衣川村/田村種	1.7	25.3	17.4	7.9	39.00	3.50	17.03
13	黒	北上市/田村種/2005年	2.6	28.0	20.5	7.4	40.44	3.52	17.06
14	黒	"/2006年	1.8	25.5	19.4	6.1	38.66	6.42	18.92
15	黒	大東町/田村種/2004年	1.9	28.7	18.5	10.2	35.01	5.27	17.47
16	黒	"/2005年	1.9	25.1	17.2	7.9	38.91	3.02	15.41
17	黒	"/2006年	1.7	25.3	16.7	8.5	40.10	3.49	17.15
18	白	[種子] / 福島・田村系統	2.0	27.4	24.3	3.0	62.31	0.51	16.80
19	白	東和町/在来	2.3	27.7	19.8	7.9	59.23	0.88	18.03
20	白	花巻市/履歴不明	1.9	27.8	19.7	8.2	62.68	0.52	17.38
21	白	北上市/田村種	1.8	29.4	22.2	7.2	60.38	0.57	15.43
22	白	西和賀町/在来	2.1	28.8	22.9	5.9	59.56	0.95	17.50
23	白	北上市/西和賀在来/2006年	1.9	27.8	22.4	5.5	60.67	0.84	18.75
24	白	"/2007年	2.0	28.8	22.2	6.6	59.96	0.96	16.82
黒種 (n=17) 平均值			2.0	27.1	18.6	8.5	40.22	3.82	17.08
±SD			0.3	2.0	1.4	1.4	2.3	1.0	0.9
白種 (n=7) 平均值			2.0	28.2	21.9	6.3	60.68	0.75	17.24
±SD			0.2	0.7	1.7	1.8	1.3	0.2	1.1
全体 (n=24) 平均值			2.0	27.4	19.6	7.8	46.19	2.93	17.13
±SD			0.2	1.8	2.1	1.8	9.7	1.7	0.9

改良の鍵になると考えられるため、より高付加価値な製品や食品素材を開発する上での重要な知見が得られた。

また、種皮色の違いで成分を比較すると、黒種に対して白種の炭水化物が多いとの傾向を認めるが、炭水化物は食物繊維が主体であるとの分析結果(表1)、また、白種は種子径が大きい傾向にあるという前報<sup>1)</sup>の知見を併せると、種子に占める種皮の割合が炭水化物(食物繊維)の含有率に影響していると推測される。この点については引き続き検討を加え、詳細を把握したい。

一方、種皮の色調と含有成分あるいは加工適性との関係についても興味を持たれるところであるが、これまで、種皮の色調については目視で判断を行うのみであり、区分して扱うための明確な根拠を持ち合わせていなかった。

本研究で取得したエゴマ種子の色彩値は、黒種と白種とに明確な差異が認められたため、種子やその加工残渣を対象とする新用途の開発時など、種皮色による差異を判断する際の基準的な知見としての活用が期待される。

### 3-2 エゴマ搾油残渣の成分

続いて、実際の種子油(圧搾法によるエゴマ種子油)の製造に用いられた種子の一般成分を表2に、その際、副生した搾油残渣の一般成分と炭水化物の詳細を表3に、また、搾油残渣のミネラルおよび微量元素を表4に示す。

本研究の共同研究者である(有)アルバは、岩手県内でエゴマ種子油の製造販売に取り組む小規模搾油業者であるが、表2に示した種子(No.1~3)は2008年に県内の農家に(有)アルバが栽培を委託し、実際に種子油の製造に用いたものである。種子の収穫時期や系統が異なるため、脂質の含有率にはバラつきが認められるものの、圧搾法による搾油を充分に行える程度の脂質(粗脂肪)が含まれていた。(圧搾製法では、原料に少なくとも30%の油分が含まれないと、歩留り悪く、事業が成立しない。)

一方、その製造過程で副生する搾油残渣の成分(表3)は、圧搾抽出されたことで脂質が半減しているのに対し、蛋白質などの他成分は種子の1.5倍程度にまで高濃縮されており、現状、食品の製造廃棄物として処理されている残渣には、さらに他の食品用途への活用が期待できる

表2 種子油の製造に用いたエゴマ種子の成分

原料種子の履歴			一般成分 (%)				
種子 No.	種子色	種子油製造者	水分	蛋白質	脂質	灰分	炭水化物
1	白	(有)アルバ	8.9	22.9	41.7	3.4	23.1
2	白	〃	5.5	20.8	46.6	4.6	22.4
3	黒	〃	7.6	20.2	50.0	3.7	18.6
4	白	軽米エゴマの会	-	-	-	-	-
全体 (n=3)		平均値	7.3	21.3	46.1	3.9	21.4
		±SD	1.7	1.4	4.2	0.6	2.4

表3 種子油の製造で副生した搾油残渣の成分

搾油残渣の履歴			一般成分 (%)					炭水化物の詳細 (%)			
残渣 No.	種子色	種子油製造者	水分	蛋白質	脂質	灰分	炭水化物	総食物繊維	不溶性繊維		可消化性糖質
									不溶性繊維	水溶性繊維	
1	白	(有)アルバ	9.6	31.4	18.4	4.8	35.8	30.5	28.8	1.7	5.4
2	白	〃	9.3	30.5	21.6	5.1	33.6	26.9	25.6	1.3	6.7
3	黒	〃	6.2	31.3	18.5	5.7	38.3	28.4	27.1	1.4	9.8
4	白	軽米エゴマの会	3.2	28.9	29.6	3.2	35.0	25.5	23.9	1.6	9.5
全体 (n=4)		平均値	7.1	30.5	22.0	4.7	35.7	27.8	26.3	1.5	7.9
		±SD	3.0	1.2	5.3	1.1	2.0	2.1	2.1	0.2	2.2

注) 搾油残渣のNo. は表2の種子No.に対応している

表4 搾油残渣に含まれるミネラルおよび微量元素

搾油残渣の履歴			ミネラル (mg/100g)					微量元素 (mg/100g)		
残渣 No.	種子色	種子油製造者	Na	K	Ca	Mg	P	Fe	Zn	Cu
1	白	(有)アルバ	2.82	766.0	483.8	357.4	898.6	8.8	5.3	2.5
2	白	〃	1.37	820.2	507.3	401.0	893.8	7.7	6.7	2.6
3	黒	〃	1.70	932.3	596.3	422.4	992.9	9.7	7.6	2.7
4	白	軽米エゴマの会	-	-	-	-	-	-	-	-
全体 (n=3)			平均値							
			2.0	839.5	529.1	393.6	928.5	8.8	6.5	2.6
			±SD							
			0.8	84.8	59.4	33.1	55.9	1.0	1.2	0.1

成分的特徴を認める。ただし、圧搾製法による搾油残渣に残っている脂質は、種子油と同様、酸化変敗を引き起し易い多価不飽和脂肪酸 ( $\alpha$ -リノレン酸) を構成脂肪酸とする中性脂肪やリン脂質が主であり、搾油残渣の新用途や加工技術の開発を進める際には、食品もしくは食品素材としての安全性と品質を十分に保つ酸化劣化防止技術を併せて確立する必要がある。

なお、搾油残渣の成分分析では、(有)アルバから提供された残渣に加え、岩手県軽米町周辺でエゴマの栽培と搾油加工に取り組んでいる生産者グループ(軽米エゴマの会)から提供された残渣についても分析対象として取りまとめたが、概ね(有)アルバの搾油残渣と同等の成分含有率を示している。したがって、本知見は全国各地で同様の取り組みを進める多くのエゴマ生産者に対しても有益な、共通性のある情報として活用されることを期待する。

さらに、搾油残渣については炭水化物の詳細を把握するために食物繊維を分別定量しているが、その結果、炭水化物の大半は不溶性の食物繊維で占められており、水溶性の食物繊維や可消化性の糖質は非常に少なかった。圧搾法による搾油加工の過程で水溶性の繊維質や澱粉などの可消化性糖質が大幅に取り除かれるとは考え難いため、表1に示した種子の総食物繊維についても、その大部分が不溶性の食物繊維で占められていると推定される。

このほか、種子および搾油残渣には2~4%程度の灰分が含まれており、その栄養学的な価値についても興味を持たれるため、特に、搾油残渣についてミネラルおよび微量元素の定量を行ったところ、CaとMgが529.1mg/100gおよび393.6mg/100g(いずれも、(有)アルバより提供された3試料の平均)と豊富に含まれていた。また、その構成比も1.3:1(Ca:Mg)とバランスが良く、Caと共に、生体内での代謝調節に不可欠とされるMg<sup>8)</sup>の量的にも質的にも優れた供給源として活用が可能であるとの知見を見出すことができた。

CaやMgの他にも、搾油残渣には食事からの持続的な摂

取が必要とされるKやFe、Zn、Cuなど<sup>9)</sup>が適度に含まれている。既に栄養学的な有用性が注目されている脂肪酸やポリフェノール、食物繊維といった成分に加え、ミネラルと微量元素についても着目することは食品素材としての用途拡大や付加価値形成の一助になると考える。

### 3-3 エゴマ種子および成分の活性酸素消去能

近年、健康的な素材としての認知が進むエゴマであるが、加工利用の対象となる成分は主として種子油であり、その他の成分の有用性や加工法についての新たな研究開発はほとんど行われていないのが現状である。

一方、地方の中山間地域を中心に取り組まれているエゴマからの種子油製造では、設備環境面の制約等から効率性に劣るバッチ式プレス搾油を製法として採用する例がほとんどであるため、栽培から種子油加工までの一連のプロセスで得られる収益は必ずしも多いとは言えない。

このため、必要に応じて、種子や搾油残渣を効率良く付加価値性に優れた健康食品素材に転換できるなど、新たな加工プロセスの構築が求められており、その基礎となる知見の蓄積が重要になっている。

そこで、種子に含まれる各種ポリフェノール成分に着目し、それらの機能性の一つとして活性酸素(O<sub>2</sub><sup>•-</sup>)に対する消去能(SOSA)を評価するとともに、種子自体の活性酸素消去能についても併せて評価を行い、エゴマ種子の新たな機能性開発について、その可能性を検討した。

図1に、エゴマや紫蘇に含まれるポリフェノール成分や一般に抗酸化性を示すと期待される天然化合物系試薬について、SOSAを評価した結果を示す。

また、表5に、図1に示したポリフェノール試薬のSOD様活性(U/mg)および前報<sup>1)</sup>で示した種子中のポリフェノール成分の含有量から、種子1gあたりのSOD様活性(U/g種子)を算出した結果を、また、収集したエゴマの種子からエタノールを用いて成分を抽出し、これにより実際に種子のSOD様活性(U/g種子)を測定した結果を示す。

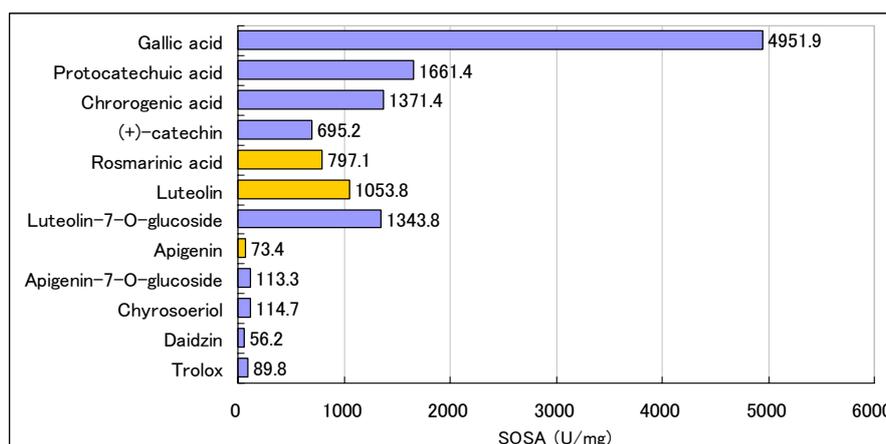


図1 抗酸化性が期待される各種試薬の活性酸素消去能 (SOSA)

表5 収集したエゴマ種子の活性酸素消去能 (SOSA)

種子の収集履歴			SOD 様活性 (U/g 種子)	
収集 No.	種子色調	栽培地もしくは販売地 / 種子由来 (系統) / 栽培年度	ポリフェノール成分量 <sup>1)</sup> からの計算値	エタノール抽出による種子の実測値
1	黒	[種子] / 岩手・二戸系統	3509.9	1538.8
2	黒	[種子] / 福島・田村系統	3365.6	1450.1
3	黒	[種子] / 岐阜・白川系統	2597.9	1444.4
4	黒	東和町/在来 a	3117.0	1414.6
5	黒	東和町/在来 b	3323.2	1393.4
6	黒	大迫町/在来	3007.9	1082.1
7	黒	西和賀町/a	3174.3	1609.2
8	黒	西和賀町/b	2909.9	1351.7
9	黒	遠野市/在来	3042.6	1640.6
10	黒	岩手町/在来	2834.9	1417.8
11	黒	葛巻町/在来	2752.5	1361.4
12	黒	衣川村/田村種	3041.4	1472.8
13	黒	北上市/田村種/2005年	2667.4	1172.9
14	黒	"/2006年	2383.5	1373.0
15	黒	大東町/田村種/2004年	2032.5	760.8
16	黒	"/2005年	3338.3	1513.8
17	黒	"/2006年	3536.0	1558.0
18	白	[種子] / 福島・田村系統	2987.9	1386.2
19	白	東和町/在来	2721.0	1082.3
20	白	花巻市/履歴不明	2982.8	1489.2
21	白	北上市/田村種	3393.5	1590.3
22	白	西和賀町/在来	2432.7	869.9
23	白	北上市/西和賀在来/2006年	3214.0	1614.6
24	白	"/2007年	2412.4	1211.3
黒種 (n=17) 平均值			2978.5	1385.6
±SD			405.0	213.8
白種 (n=7) 平均值			2877.7	1320.6
±SD			374.5	278.0
全体 (n=24) 平均值			2949.1	1366.6
±SD			391.0	229.9

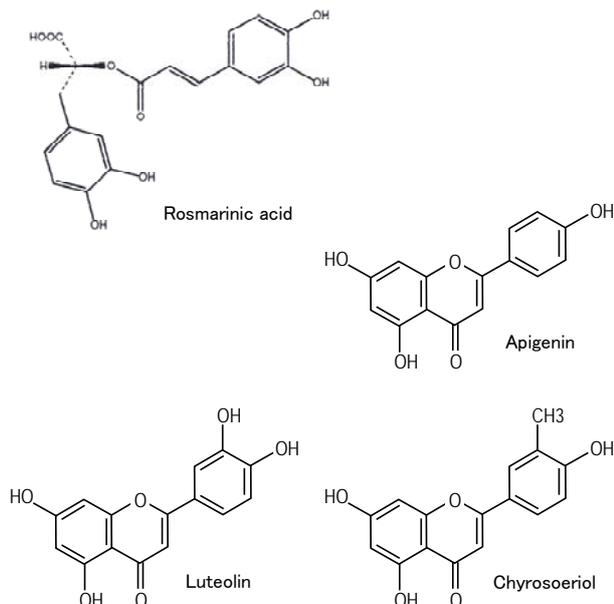


図2 種子に含まれるポリフェノール成分

図1に示したように、スーパーオキシド ( $O_2^{\cdot-}$ ) に対する消去能 (SOSA) は没食子酸 (Gallic acid) やクロロゲン酸 (Chrorogenic acid) が高く、対して、 $\alpha$ -トコフェロールの水溶性変換体であるトロロックス (Trolox) や、大豆に含まれるイソフラボンアグリコンの一種であるダイジン (Daidzin) の消去能はそれほど高くはなかった。

一方、エゴマ種子に含まれているロズマリン酸 (Rosmarinic acid) やルテオリン (Leuteolin) は、カテキン ((+)-Catechin) やクロロゲン酸と同等レベルの消去能を示し、エゴマ種子における SOSA の主体としての位置付けが期待できる高い活性 (800~1000U/mg) を示す。

しかし、同じく種子に含まれるアピゲニン (Apigenin) とキロソエリオール (Chrysoeriol) については消去能が低く、種子中の含有量も少ないことから、種子の活性酸素消去能への寄与度は小さいと考えられる。

なお、ルテオリンとアピゲニン、キロソエリオールは共通の骨格を有するフラボノイドであり、C環3'位における水酸基の有無もしくはメチル化のみが構造上の差異 (図2) であるため、このC環3'位における水酸基の有無が SOSA の活性値に影響していると推測される。

以上の結果より、エゴマ種子に含まれる主要なポリフェノール成分 (ロズマリン酸、ルテオリン、アピゲニン) の SOSA (SOD様活性 (U/mg)) を明らかにできたため、続いて、前報<sup>1)</sup>で示したポリフェノール成分の含有量 (mg/g 種子) から種子の SOSA を算出すると共に、実際に種子のエタノール抽出液についても SOSA を測定して比較した。

その結果を表5に示すが、種子に含まれるポリフェノール成分の含有量から算出した種子の SOSA (SOD 様活性 (U/g 種子)) は、24 試料の平均で 2949.1 であり、黒種

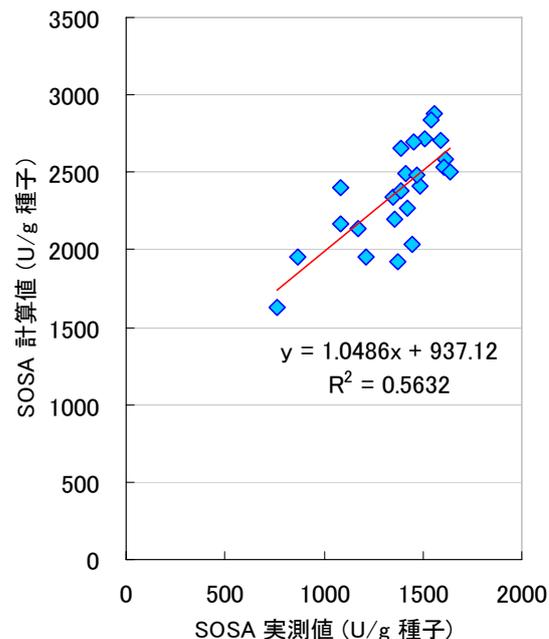


図3 エゴマ種子の SOSA 計算値と実測値の相関性

と白種の比較では、黒種が若干高い傾向を示した。

一方、実際に種子の SOSA を測定した結果では、24 試料の平均が 1366.6 であり、白種よりも黒種の活性値が若干高いとの傾向も同様であったが、いずれも、成分含有量から算出された SOSA に対して 1/2 程度の活性値となった。図3には、種子の SOSA 計算値と実測値の相関を示したが、両者には一定の相関性があるものの、SOSA の実測値は計算値に対して約 1000 (U/g 種子) ほど低く、この点に関する解釈を必要としている。

理由としては、①前報<sup>1)</sup>でのポリフェノール成分の定量では最適な抽出条件として 80%メタノールを抽出溶媒として用いていたが、本研究の SOSA 測定に用いたキットでは使用できる溶媒がエタノールであったため、種子からのエキス抽出をエタノールで行ったこと、また、②種子に含まれる油分がエタノールによる抽出を妨げる可能性が高いため、前処理としてヘキサンによる脱脂処理を行ったこと、の2点により、エタノール抽出では種子のポリフェノール成分を十分に抽出しきれていない、あるいは、脱脂処理により抽出前の種子からポリフェノール成分が損なわれた、などが可能性として考えられるが、これらの問題点については改めて検証を加えたい。

このように、成分含有量を基に算出された SOSA 計算値と実際に抽出を行って測定した SOSA 実測値には開きがあったものの、計算値を実測値が下回っている点を考慮すると、種子に含まれているポリフェノール成分が発揮しうる最大限の SOSA が計算値で示され、他方、実際の測定条件における成分抽出効率や阻害成分の影響等が含まれた最小の SOSA が実測値で示されていると解釈できる。

エゴマ種子の SOSA として示された活性値 1300~3000

(U/g種子)は、SOSAに関する参考文献<sup>10)</sup>(抽出等の条件が異なるため一概には比較できない点に注意)を引用すると、野菜類ではナスやゴボウ、あるいは、ローズマリーなどの各種ハーブ類と同等であり、農産物としては十分に高いレベルである。

したがって、今回取得されたSOSAに関する成果は、抗酸化性を有する農産物の一つとしてエゴマ種子を再認識させ、その用途開発では、抗酸化機能の活用によっても有用性を確立できるとの方向性を支持するものであった。

## 4 結 言

### 4-1 成 果 要 約

本研究では、前報<sup>1)</sup>に引き続き、岩手県内を中心に収集したエゴマ種子の計24試料について、灰分および食物繊維の定量を行った。その結果、エゴマ種子の炭水化物は食物繊維が大半を占め、可消化性の糖質は種子に対して10%以下と少ないことが明らかになった。

また、エゴマ種子油の製造で生じている搾油残渣についても、一般成分、食物繊維、ミネラル・微量元素の定量を行い、蛋白質などの有用成分が種子に対して1.5倍程度まで濃縮されているとの成分的特性を見出した。

この際、食物繊維を不溶性と水溶性に分けて定量を行ったが、水溶性の食物繊維は数%に過ぎなかったため、エゴマ種子に含まれる炭水化物は不溶性の繊維が主体であると考えられた。

さらに、種子の機能性として抗酸化性に着目し、種子に含有されるポリフェノール成分、また種子からのエタノール抽出液について活性酸素( $O_2^-$ )の消去能(SOSA)を測定したところ、いずれも高い活性値を示し、エゴマ種子を抗酸化素材として活用できるとの期待が持たれた。

### 4-2 謝 辞

本研究の実施にあたっては、(有)アルバの高橋 代表には試料の提供他、多大なるご支援を頂きました。また、「軽米エゴマの会(軽米町)」、「花菜油の会(工房「地あぶら」)、衣川エゴマの会、日本エゴマの会(福島県)ほか、エゴマの栽培や加工に取り組んでいる生産者や搾油企業、行政機関など、多方面より分析試料の提供やご相談、ご助言を頂きました。深く感謝致します。

## 文 献

- 1) 及川和志ら, 岩手県工業技術センター 研究報告, 15, 107-113 (2008)
- 2) 奥山治美ら, 脂質栄養学, 11, 17-24 (2002)
- 3) 浜田智仁ら, 脂質栄養学, 12, 7-34 (2003)
- 4) 及川和志, 日本食品科学工学会第 53 大会講演集, 2Ep15 (2006)
- 5) 及川和志, 日本食品科学工学会第 54 大会講演要旨集, 3Ja11 (2007)
- 6) 及川和志, 食品の試験と研究, 42, 105 (2007)
- 7) 日本食品分析センター 編, 分析実務者が書いた五訂 日本食品標準成分表分析マニュアルの解説, 中央法規出版
- 8) 木村美恵子, Clin Calcium, 12 (7), 1004-1009 (2002)
- 9) 鈴木継美ら, ミネラル・微量元素の栄養学, 第一出版
- 10) 柚木崎ら, 宮崎県食品開発センター 研究報告, 48, 91-98, (2003)

## 岩手県産醤油の旨み成分と物性に関する基礎調査\*

及川 和志\*\*、畑山 誠\*\*、吉田 隆一\*\*\*、遠山 良\*\*

岩手県内で製造されている醤油の成分的な特徴を把握し、品質向上や製品開発に資することを目的に、旨み成分である遊離アミノ酸の濃度を、また、使用時の印象や味の熟れに影響する粘度について JAS 製品を対象に測定した。その結果、約半年後に製造された製品との比較によって、一部の製品では $\gamma$ -アミノ酪酸 (GABA) の蓄積や粘度の変化が認められた。

キーワード：醤油、アミノ酸、 $\gamma$ -アミノ酪酸、粘度

## Evaluation for Amino Acids Concentration and Viscosity of Soy Sauce in Iwate

OIKAWA Kazushi, HATAKEYAMA Makoto  
YOSHIDA Ryuichi, TOYAMA Ryo

For characterization and development of Soy sauce in Iwate, amino acids concentration and viscosity of the JAS products were measured. Interestingly, gamma-aminobutyric acid concentration and viscosity were varied by the manufacturing days of these products.

**Key words:** Soy sauce, Amino acids, Gamma-aminobutyric acid (GABA), Viscosity

### 1 緒 言

岩手県内では、大豆や米、小麦などの原材料の共同仕入れや、日本農林規格 (JAS) に規定される醤油規格への対応などを目的に、2008 年 4 月の時点で 20 社が岩手県味噌醤油工業協同組合に加盟しており、その内の 10 社 (年度途中より 9 社に減少) が濃口醤油を中心とした JAS 認証製品の製造販売を行っている。

各社とも、それぞれの伝統や拘りに基づいた製法や原材料、商品設計の下で、地域の食文化とも密接な関わりを保ちながら各種の醤油製品を提供しており、地方ならではの素朴で味わい深い商品として岩手県産醤油への評価が高まっている。

その一方で、長年製造に携わってきた醸造職人の高齢化や退職、あるいは、流通の広域化や消費者の低価格志向などを背景に、品質の良い製品をいかに安定に、また、低コストかつ高付加価値に提供できるかが県内の醤油業界に共通する課題となっている。

そこで、県内で製造される醤油の特徴を改めて把握し、製品の品質向上や新製品開発に資する基礎知を得るため、アミノ酸と粘度を調査したので報告する。

### 2 方 法

#### 2-1 試料の入手

2008 年に岩手県内で製造された醤油の内、岩手県味噌醤油工業協同組合が受託実施する JAS 規格審査に提出された製品を研究試料として分譲頂き、遊離アミノ酸の濃度および粘度の測定に供した。

その際、遊離アミノ酸の測定には 2008 年 4 月および 12 月の審査に提出された製品を、また、粘度の測定には 2008 年 3 月および 11 月の審査に提出された製品を用いた。また、粘度測定の比較対照とするため、近隣の量販店で大手メーカー・K 社の製品を購入した。購入月は 2008 年の 6 月である。

なお、入手した醤油はガラス製の蓋付き試料瓶に移し、分析時まで室温 15°C の恒温室で遮光保存した。

#### 2-2 遊離アミノ酸の濃度

醤油製品に含まれる遊離アミノ酸は、高速アミノ酸分析装置 (L-8900F、(株)日立ハイテクノロジー) を用いて定量した。分離モードは、アミノ酸ほか計 40 成分を対象とする生体試料モードで行い、標準品はアミノ酸分析用混合標準液 (アミノ酸標準液 A-NII, B、和光

\* H20 年度 基盤的先導的研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 岩手県味噌醤油工業協同組合

純薬工業 (株) および純品試薬 (L-Asparagine, L-Glutamine, L-Tryptophan、和光純薬工業 (株)) を装置マニュアルに指定された濃度に希釈、混合して用いた。また、前処理として、醤油を 0.02N HCL で 150 倍希釈した後、0.45 μm のシリンジフィルターで濾過し、これを試料としてアミノ酸分析に供した。

なお、データの取りまとめは、蛋白質の構成アミノ酸にオルニチン、γ-アミノ酪酸を加えた計 22 成分を対象とした。

### 2-3 粘度

醤油の粘度は、清涼飲料水と同程度の低粘度であるため、一般に汎用される B 型回転式粘度計ではその正確な差異を検出することは困難である。そこで、極微

小粘度域での測定感度に優れる音叉型振動式静粘度計 (SV-10 型、(株) エー・アンド・ディ) を用いて粘度 (mPa・s) を測定し、製品区分および製造時期の違いによる比較を行った。

なお、今回は、県内醤油の粘度に関する傾向を把握することが目的であるため、機器校正は純水による簡易モードで行い、また、測定値は試料の密度を 1 と仮定した「見かけ粘度」である。

ただし、粘度は測定時の品温に大きく影響を受けるため、測定に先立って醤油の入った試料容器を 20℃ に設定した恒温水槽で保温し、さらに、SV 粘度計には専用循環水ジャケット (AX-SV-37) および恒温水循環装置 (Model TP-255P、COHERENT 社) を設置し、品温が 20℃ ± 0.5℃ の範囲に調節しながら測定を行った。

表 1. 岩手県産醤油の遊離アミノ酸濃度 (2008 年 4 月)

日本農林規格による醤油分類		濃口				淡口	さいしこみ
		特級 (8)	上級 (11)	標準 (6)	うす塩 (3)	区分せず (10)	区分せず (2)
規格区分および製品数 (n)							
【アミノ酸】		製品区分ごとの遊離アミノ酸濃度 平均 (mM)					
グリシン	(Gly)	29.03	39.34	29.86	35.25	31.78	41.15
アラニン	(Ala)	46.91	46.00	39.19	42.89	41.39	56.22
セリン	(Ser)	38.01	40.64	31.09	34.98	31.62	44.25
トレオニン	(Thr)	23.85	23.26	19.88	22.14	19.77	28.27
システイン	(Cys)	0.00	0.15	0.00	0.00	0.03	0.00
バリン	(Val)	35.67	31.28	26.58	28.33	25.32	37.71
メチオニン	(Met)	6.63	4.57	3.61	3.47	3.41	5.07
ロイシン	(Leu)	45.47	32.39	28.98	28.41	26.20	41.16
イソロイシン	(Ile)	28.72	20.90	18.74	18.59	16.75	27.21
フェニルアラニン	(Phe)	20.41	17.42	15.24	16.72	14.86	22.68
トリプトファン	(Trp)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.07	0.01
グルタミン酸	(Glu)	80.82	87.91	78.29	100.31	78.43	117.31
アスパラギン酸	(Asp)	44.25	53.24	48.17	63.28	40.14	73.00
グルタミン	(Gln)	0.18	1.29	1.62	2.54	1.72	2.24
アスパラギン	(Asn)	2.33	0.46	0.50	0.44	1.06	0.95
リジン	(Lys)	27.18	27.45	25.42	29.77	25.74	35.52
ヒスチジン	(His)	5.39	5.71	4.92	6.50	5.63	7.56
アルギニン	(Arg)	15.79	17.27	13.52	18.64	16.20	25.30
プロリン	(Pro)	32.42	35.45	28.59	32.91	29.12	41.66
チロシン	(Tyr)	3.00	2.52	2.07	2.13	1.71	3.80
オルニチン	(Orn)	2.96	5.91	3.71	1.38	1.26	4.15
γ-アミノ酪酸	(GABA)	7.55	2.15	5.49	4.69	3.68	5.24
22 成分の合計		496.54	495.31	425.47	493.35	415.90	620.47
備 考		分析対象は 2008 年 4 月の JAS 規格審査に提出された計 10 社 40 製品					

### 3 結果 および 考察

#### 3-1 醤油製品のアミノ酸濃度

岩手県内で製造された醤油製品（JAS 認定品）を対象としたアミノ酸分析の結果を表1および表2に示す。

表1は2008年4月の製品、表2は2008年12月の製品を対象に行った分析の結果である。

なお、アミノ酸分析の結果は、各社の商品設計や製造ノウハウに関わる情報であるため、本報告では個別の企業や製品を特に明示せず、日本農林規格による醤油分類と等級規格を基に製品を区分し、その製品区分で遊離アミノ酸の濃度を平均してまとめた。

岩手県内の醤油製品は関東から東北の特色とされる濃口醤油が構成の中心であるが、淡口醤油とさいしこみ醤油も3割を占めている。JAS 規格に基づいた製品区分で

は、特級から標準、うす塩まで広く構成されており、醸造方式についても本醸造に限らず、混合醸造方式や混合方式を採用する製品も多い。

醤油の大産地ではない一地方でありながらも、このように多彩な製品バリエーションが維持されているのは、地場の醤油が依然として地域の食文化や食卓に欠かせない馴染みの調味料として捉えられ、また、ユーザーとの関係も深く良好に保たれているためと推察される。

また、流通の広域化とそれに伴う競争激化の中でも、過剰に競合せずに住み分けができる商品構成を各社が有していることも理由の一つであると思われる。

したがって、製品区分ごとの特徴をアミノ酸の濃度や組成によって一言で特徴付けるのは困難であるが、あくまでも分析結果を基にして比較すると、代表的な旨み成分

表2. 岩手県産醤油の遊離アミノ酸濃度（2008年12月）

日本農林規格による醤油分類		濃口				淡口	さいしこみ
		特級 (8)	上級 (11)	標準 (6)	うす塩 (3)	区分せず (10)	区分せず (2)
【アミノ酸】		製品区分ごとの遊離アミノ酸濃度 平均 (mM)					
グリシン	(Gly)	31.03	41.42	32.39	36.20	31.43	41.71
アラニン	(Ala)	55.63	52.35	49.29	45.88	43.81	60.90
セリン	(Ser)	39.94	42.29	33.85	39.65	31.82	45.87
トレオニン	(Thr)	25.49	24.61	21.62	24.97	20.42	29.09
システイン	(Cys)	0.02	0.25	0.12	0.04	0.29	0.00
バリン	(Val)	37.43	31.32	28.71	33.46	26.42	39.98
メチオニン	(Met)	7.27	4.44	4.39	4.94	4.20	5.86
ロイシン	(Leu)	48.22	31.31	30.37	36.36	26.77	42.22
イソロイシン	(Ile)	30.58	20.65	20.00	23.93	17.35	28.61
フェニルアラニン	(Phe)	21.09	16.13	14.73	15.44	10.10	24.45
トリプトファン	(Trp)	0.18	0.07	0.01	0.19	0.20	0.09
グルタミン酸	(Glu)	75.45	93.42	84.99	103.84	84.21	102.06
アスパラギン酸	(Asp)	39.60	50.76	42.49	58.71	42.07	65.17
グルタミン	(Gln)	0.47	1.38	2.11	1.99	2.15	2.79
アスパラギン	(Asn)	2.83	1.10	1.44	2.53	1.16	0.67
リジン	(Lys)	29.53	29.90	27.78	31.59	27.49	34.58
ヒスチジン	(His)	6.38	6.39	5.36	7.24	5.41	7.78
アルギニン	(Arg)	15.54	17.87	15.10	25.08	15.60	24.97
プロリン	(Pro)	33.51	36.61	30.23	35.52	28.37	43.71
チロシン	(Tyr)	2.88	2.41	2.02	2.57	1.53	4.96
オルニチン	(Orn)	8.35	6.84	5.60	2.56	4.70	4.39
γ-アミノ酪酸	(GABA)	8.13	3.07	4.21	2.58	4.88	7.17
22成分の合計		519.56	514.55	456.80	535.27	430.37	617.04
備考		分析対象は2008年12月のJAS規格審査に提出された計9社40製品					

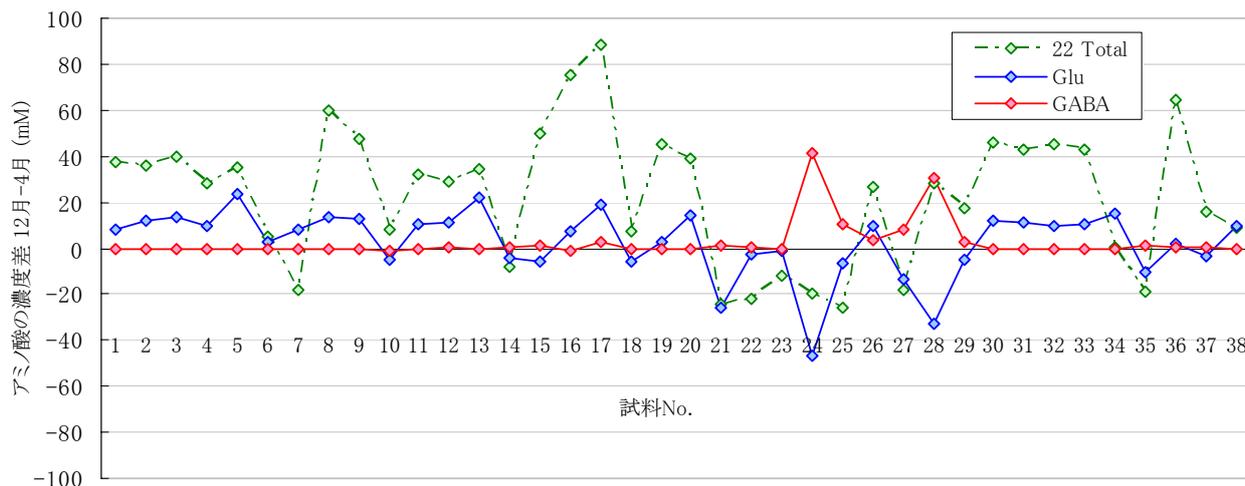


図1. 製造時期の異なる4月製品と12月製品のアミノ酸濃度の差 (38製品を対象)

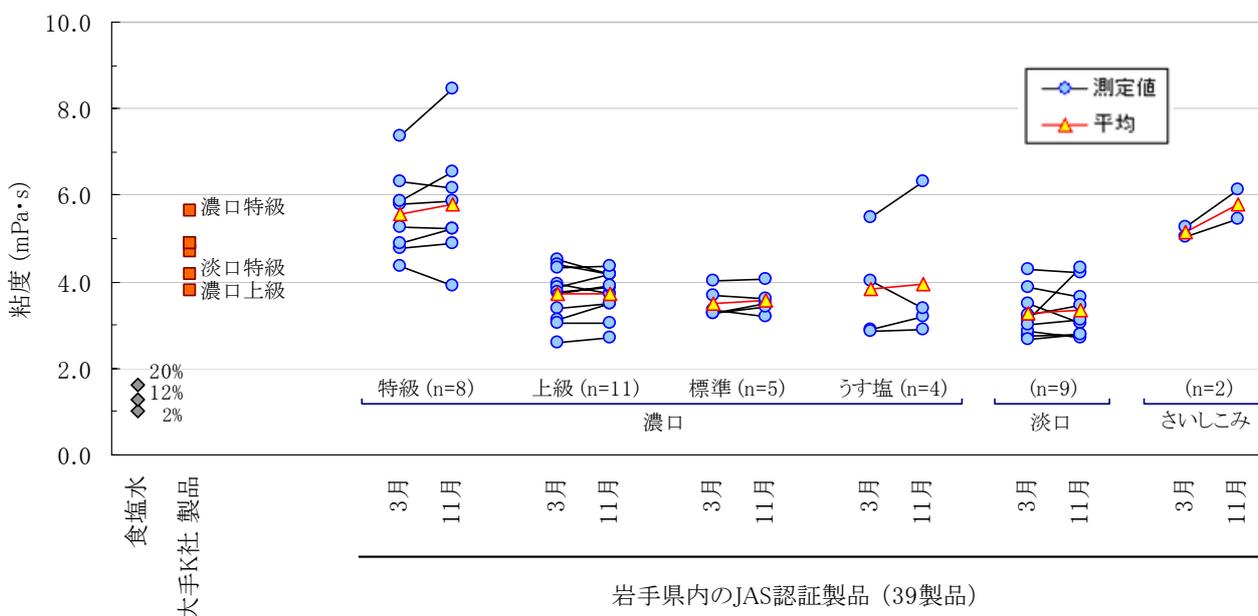


図2. 製造時期の異なる岩手県産醤油における粘度の比較

であるグルタミン酸は、特級よりも上級やうす塩、さいしこみに多く、対して、特級は他区分よりもバリンやロイシン、イソロイシンといった分岐鎖アミノ酸が多いという興味深い知見が得られた。

醤油のJASでは、特級以外では、アミノ酸液や酵素分解調味液および発酵分解調味液を原料に使用することが認められているため（製法として本醸造を表記するものを除く）、グルタミン酸を含むアミノ酸液や分解調味液を用いることで製品の旨みは増す方向に仕上がる。

岩手県内のJAS製品の内、濃口上級で本醸造による製品は2~3製品と少ないため、上級などのグルタミン酸が特級よりも多いとの結果は、混合醸造もしくは混合方式

による醤油製造の特徴が現れたためと考えられる。

一方、特級製品は本醸造方式による製造と定められているため、アミノ酸液や分解調味液は使用できない。そのため、特級の全窒素分規格（濃口で1.50%以上）を満たすためには一般に醤油麴の歩合を上げて濃く仕込み、また、主要な蛋白源である大豆の配合比を高める、あるいは、蛋白質が多い脱脂大豆の使用によって対応される。

大豆の蛋白質を構成するアミノ酸は小麦等に比してグルタミン酸の組成比が低く、対して分岐鎖アミノ酸など、その他アミノ酸の組成比が高めであるため<sup>1)</sup>、本報告で示した特級製品のアミノ酸濃度には大豆原料のアミノ酸組成が強く反映されていると考えられる。

他にも、製品区分ごとのアミノ酸濃度には違いが認められるため、本報告の成果を基に、個別製品についての比較検討を行うことで、岩手県内の醤油製品の特徴付けや差別化に展開を進めることができると期待する。

### 3-2 製造時期が異なる製品の比較（アミノ酸）

本醸造や天然蔵による醤油製造では諸味を十分に分解させて窒素分を溶出させる必要があり、発酵熟成には比較的長い期間を要するが、その際、季節変化に伴う諸味品温の推移により遊離アミノ酸（窒素分）の溶出が影響を受けることは良く知られている。加えて、醤油の遊離アミノ酸の中には酵母や乳酸菌などの微生物により資化され易いものも有るため、製品品質の安定化には諸味の熟成期間と品温を適切に管理することが重要となる。

岩手県内の醤油蔵では温醸設備による加速醸造と昔ながらの天然醸造が混在しているが、特級など付加価値性の高い製品の多くは天然醸造で製造されているため、同一製品であっても製造時期によってアミノ酸濃度や組成に差が生じる可能性がある。

図1は、表1および表2のアミノ酸分析で対象とした県内のJAS製品の内、同一の製品と認められる38製品について4月製品と12月製品の遊離アミノ酸濃度を比較し、その差を示したものであるが、対象とする遊離アミノ酸22成分の合計値(22 Total)は全般に増加している。

製造に関する管理情報は把握していないため、4月の製品と12月の製品に認められた濃度差にどのような条件の違いが影響しているのかは特定できないが、冬から春にかけての寒冷な時期に管理された4月製品と、夏から秋にかけての高温期に管理された12月製品の比較という点では、諸味管理の重要性を示唆する結果である。

さらに、図1には、4月製品と12月製品におけるグルタミン酸(Glu)濃度の差と、 $\gamma$ -アミノ酪酸(GABA)の濃度差についても示しているが、特定の製品群(試料No.23~29)においてグルタミン酸の減少と $\gamma$ -アミノ酪酸の増加が同時に認められており、大変興味深い。

$\gamma$ -アミノ酪酸は、グルタミン酸を基質に、微生物などが産生するグルタミン酸脱炭酸酵素(EC4.1.1.15)によって生成されるアミノ酸であり、近年では血圧上昇抑制や精神安定作用<sup>2)</sup>など様々な生理活性も指摘される。

醤油の美味しさという点では、製造過程で旨み成分であるグルタミン酸が減少し、苦味を呈する $\gamma$ -アミノ酪酸が増加することは必ずしも望まれる変化ではないが、他の製品には無い複雑な呈味を良とし、健康志向にマッチした付加価値を付する目的では、その機序の解明と製法確立に展開を進めることは地場の醤油造りの優位性を引き出す良い契機になるものと期待される。

### 3-3 製造時期が異なる製品の比較（粘度）

醤油は液体調味料であり、通常、直接飲用する様な使われ方をされないため、その粘度について関心が持たれ

ることは少ない。

しかしながら、購入を目的に商品を手にとって吟味する場合、あるいは、実際に調理に用いるために容器から注ぎ出す場合など、醤油の品質や価値の適正さを外観から判断するための数少ない情報の一つとして、消費者は「さらさら」「どろどろ」などの粘度に関わる感覚表現を頭の中で(潜在的に)行っていると思われる。

また、刺身などの付け醤油として使用する場合など、別の食材や食品の調味に用いられる際には、醤油の伸びや粘り、付着性といった物性が“おいしさ”を大きく左右しうることも想像に難くない。

図2は、岩手県内のJAS製品の内、3月と11月の製品について、同一製品と認められる39製品を対象に粘度を測定した結果であるが、JAS規格上の製品区分で認められる粘度の違いは勿論、その製造時期による比較において粘度が大きく異なる製品を複数認めた。

醤油には、食塩は基より、アミノ酸やペプチド、有機酸、還元糖、オリゴ糖など、低分子の水溶性成分が高濃度に溶解しており、その何れもが粘度に影響していると考えられるが、製品本来の特徴や“おいしさ”をJAS規格での管理対象である食塩と窒素分のみで担保できるとは考え難いため、粘度の測定には製品の状態を大まかに把握しうる簡便な指標としての可能性があると考えられる。

近年では、味覚の受容に対する粘度の影響についても研究が進んでおり、スープの渋味や苦味はとろみをつけることで感じにくくなるとの報告<sup>3)</sup>などもあり、食品の“おいしさ”に対する粘度の重要性は、ゲル状食品のみならず、比較的低粘度な醤油などの調味液においても同様である。

今後は、年間を通じた製品粘度の推移や製品中の溶質成分との関連性についても調査を行い、醤油の粘度を指標とした製造管理手法の提案や、醤油の粘度調整による新用途の開発などに応用を進めたい。

## 4 結 言

### 4-1 成 果 要 約

岩手県内で製造される醤油製品の内、JAS製品を対象にアミノ酸濃度および粘度の測定を行った。製品の規格区分や製造時期でアミノ酸濃度や組成が異なり、一部製品には $\gamma$ -アミノ酪酸の蓄積を認めた。

### 4-2 謝 辞

本研究の実施にあたって、分析試料の提供やご助言を頂きました岩手県味噌醤油工業協同組合に加盟する醤油製造業各社に深く感謝致します。

## 文 献

- 1) 五訂増補日本食品標準成分表 2009
- 2) 渡辺敏郎, New Food Ind.,46(9), 8-12 (2005)
- 3) 池崎秀和, バイイングストリー, 26 (3), 16-20 (2009)

# 精米後の枯らし条件と浸漬割れ\*

中山 繁喜\*\*、菊池 潔\*\*\*

酒造米は精米工程で米水分が減少し、仕込みに用いるまでの枯らし期間中に水分上昇が起こる。枯らし期間中に白米が膨張し微少な割れが生じて、浸漬割れが起こりやすい形質に変わることが懸念されたので、浸漬割れが増えない枯らし条件を検討した。その結果、湿度 60%以上で枯らすと浸漬割れが起こりやすくなり、湿度 50%以下で枯らすと水分の戻りが遅延することが判った。したがって、湿度 55%付近で枯らすのが適当と考えられる。

キーワード：浸漬割れ、枯らし、酒造用白米

## Rice Cracking During Soaking and the Rice Storage Condition.

NAKAYAMA Shigeki and KIKUCHI Kiyoshi

Moisture of rice for sake-making decrease during rice-polishing process, and it increase during storage period until sake brewing. It was concerned about changing of rice character to crack easily because moisture changing. Then we examined conditions not to crack in water. As a result, it was turned out that polished rice cracked easily in water when the rice was stored at 60%h.d. or more humidity, and recovery time of moisture of the rice delayed when the rice was stored at 50%h.d. or lower humidity. Therefore, it was thought the appropriate condition to store the rice around 55%h.d. after rice-polishing.

key words : rice cracking during soaking, rice storage, polished rice for sake

### 1 緒 言

精米歩合 50%の酒造用白米は、精米直後の米水分が9%以下に減少していることが多い。その後、枯らし期間に空気中の水分を吸収し、酒造場で使用する頃は米水分12%付近まで回復する。枯らし期間中は吸湿によって白米の体積が増えるため、白米に微細な割れが生じること考えられる。そこで、加湿条件を変えて米水分を増加させ、浸漬割率の変化を調べ、浸漬割れが起こり難い条件を検討した。なお、本研究は H19 年度に実施したものである。

### 2 実験方法

米サンプルは、精米歩合 55%、米水分 10.3%の平成 18 年産「ぎんおとめ」とした。白米の加湿は、ヤマト科学(株)製恒温恒湿機 IW221A 型使い、温度 10℃、湿度 50~70%に設定し、米サンプルを蓋無し角形シャーレに入れて行った。この条件は調湿した空気が直接白米に当たり、紙袋に入って流通している酒米より、外気の影響を受けやすくなっている。

浸漬割れの測定は、飯米用浸漬割れ測定機 KHS-1000 (榊山本製作所製)を用い、付属する画像解析ソフトは酒米用にカスタマイズして用いた。米の水分は(株)ケツト科学研究所製酒米分析計ライスタ m4 で測定した。

### 3 実験結果

#### 3-1 加湿条件と浸漬割れ

白米を加湿した際の浸漬割率の変化を図 1 に示す。湿度 70%では、3 時間後に浸漬割率がほぼ 100%に達した。湿度 60%でも 5 時間後には浸漬割率 80%以上になり許容範囲を超えていた。湿度 50、55%では 8 時間後でも浸漬割率 70%付近であった。

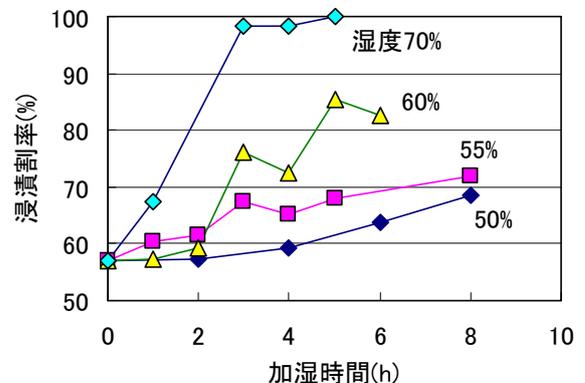


図 1 加湿条件と浸漬割れ

次に、湿度 50%と 55%に絞り加湿時間を 2 日間に延ば

\* 「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

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 岩手県酒造組合

し、その間の浸漬割率を測定した結果を図2に示す。浸漬割率が上昇するのは加湿時間が8時間後までで、その後は加湿時間を延ばしても浸漬割率の変化は少なく、2日間の加湿で浸漬割率は70%付近で許容値であった。

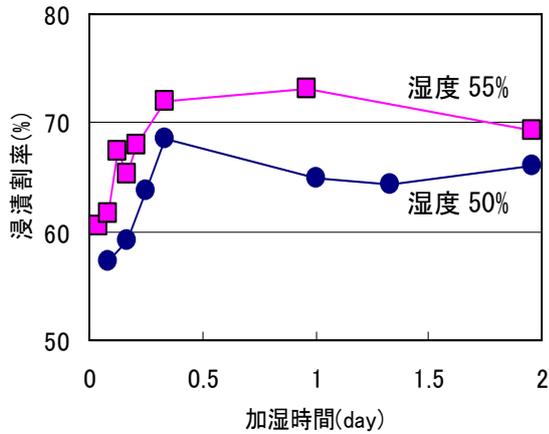


図2 加湿条件と浸漬割れ

### 3-2 米水分の変化

米水分の戻り具合を図3に示す。湿度55%では1日で米水分12%に達し、2日で12.5%近くになったが、湿度50%では、1日で約11.5%となり、それ以上の変化はなかった。

### 4 考察

湿度60%以上で白米を加湿すると浸漬割れが増加し、湿度50%以下では米水分の回復が遅れることが分かり、精米後の枯らし期間は湿度55%程度が適当であると考えられた。

盛岡の気象データを見ると吟醸米の精米が行われたH19年度10月から1月の月平均湿度は70~76%と高く、浸漬割れが起こりやすい湿度であった。特に12月は湿度80%以上が12日、90%以上が3日あり注意を要する日が多かった。盛岡の冬は乾いていると思っている人が多く認識を新たにすべきである。

なお、流通している酒造米は紙袋で保管されているの

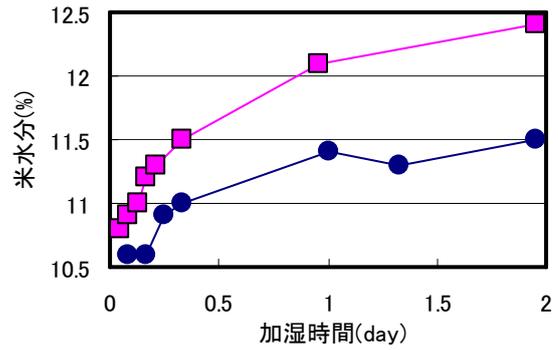


図3 加湿時間と米水分

で、気象データよりは穏和な条件になっていると考えられるが、詳しく調査する必要があると考えている。

### 5 結言

酒造用白米は、精米から酒造場での使用されるまでに米水分の変化があり、これが原因で浸漬割れが増えることが懸念される。そこで、恒温恒湿器中で白米を加湿し、湿度と浸漬割率や白米水分の関係を調べた。その結果、湿度60%以上で加湿すると浸漬割率は、時間経過と共に高まるが、湿度55%以下では、許容値の浸漬割率70%付近より上がらないことが分かった。また、湿度50%以下では米水分の戻りが遅れる傾向があった。このことから、湿度55%付近で枯らしを行うのが適当と考えられる。

本研究は、盛岡市産学官共同研究事業補助金を受けた岩手県酒造協同組合との共同研究である。

### 文献

- 1) 中山 繁喜, 高橋 亨: 岩手県工業技術センター研究報告, 13, 45 (2006)

# 精米条件と浸漬割れ\*

中山 繁喜\*\*、菊池 潔\*\*\*

浸漬割れの発生メカニズムを探るため、試験精米機を調整して、精米歩合 50% 白米の碎米率と浸漬割率の変化を調べた。その結果、ロール回転数を下げ、じゃま板枚数を少なくするほど碎米率が下がることを確認した。浸漬割率もロール回転数を下げるほど小さかったが、じゃま板数との関係は不明確であった。この結果から、碎米と浸漬割れは同じ原因すなわち米に掛かる衝撃である事が示唆された。対策としては、精米時間の短縮に効果があるじゃま板を、金属からゴムや繊維に替え衝撃を和らげることが挙げられる。

キーワード：浸漬割れ、精米、酒造用白米

## Rice Cracking during Soaking and the Polishing Condition.

NAKAYAMA Shigeki and KIKUCHI Kiyoshi

In order to explore the generating mechanism of a rice immersion crack, we experimented on polishing machine to 50% rice-polishing rate. It was identified the lower revolution rate and the fewer obstructive it became, the cracking ratio of polished rice it became. The lower revolution rate of roll it became, the lower the immersion cracking it became too. From this result, it was suggested that crushed rice and immersion cracked rice had the same cause. We suggest changing metal to rubber or fibers in order soften a shock.

Key words: rice crack via soaking, rice polishing, polished rice for sake

### 1 緒言

平成 18By に、酒造協同組合共同精米工場の精米機を調査したところ、碎米が多く発生した精米機ほど浸漬割れが少ない傾向が見られた。浸漬割れが発生し難い精米方法を探るため、ある程度碎米を発生させると浸漬割れが少なくなるのか、逆に碎米を少なくした方が浸漬割れも少なくなるのか明らかにするため、ロール回転数とじゃま板の枚数を調整した試験精米機で精米歩合 50% まで精米し、碎米と浸漬割れの発生率を検討したので報告する。なお、本研究は H19 年度に実施したものである。

### 2 実験方法

精米は、(株)チヨダエンジニアリング製酒造用精米機 HS-4 を用い、回転数 700~1500rpm、じゃま板 0~4 枚取り付け精米歩合 50% まで精米した。使用した玄米は H19 年産「ぎんおとめ」で 50g ずつ精米した。

浸漬割れの測定は、飯米用浸漬割れ測定機 KHS-1000 (榊山本製作所製) を用い、付属する画像解析ソフトは酒米用にカスタマイズして用いた。米の水分は(株)ケツト科学研究所製酒米分析計ライスタ m4 で測定した。

精米機のロール回転数と碎米率の関係を図 1 に示す。ロール室に取り付けたじゃま板の枚数が少ない程、また、ロール回転数を下げ時間を延ばして精米するほど碎米率が低かった。米がロールやじゃま板に当たる際に、碎米が発生すると思われるので、実用規模の精米機でも、精米機内で米が受ける物理的な衝撃を少なくすることが肝要と考えられた。

なお、ロール回転数を 600 rpm 以下にすると、棒状精米になり現実的でない。

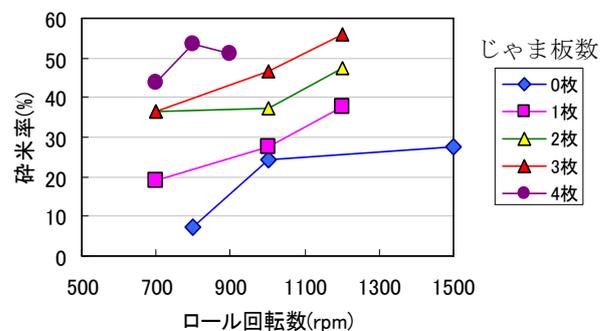


図 1 ロール回転数と碎米率

### 3 実験結果

#### 3-1 碎米率

#### 3-2 浸漬割率

つぎに、ロール回転数と浸漬割率の関係を図 2 に示す。

\* 「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

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 岩手県酒造組合

砕米率と同様に、ロール回転数が低いほど浸漬割率が低い傾向があった。なお、じゃま板枚数との関係は不明確であった。

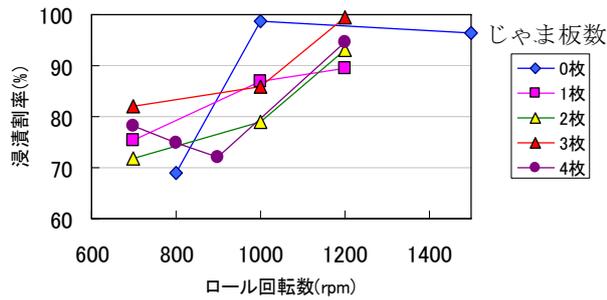


図2 加湿条件と浸漬割れ

### 3-2 製米時間

ロール回転数を 700rpm とし、じゃま板数を変えて精米歩合 50%に達する時間を図 3 に示す。じゃま板 2~4 枚では精米時間の差は少なく、1 枚にすると精米時間が大幅に伸びた。また、じゃま板を全て取り外すと 30 時間以上要した。砕米率と精米時間を考慮すれば、じゃま板 1 枚ないし 2 枚取り付けるのが適当と考えられた。

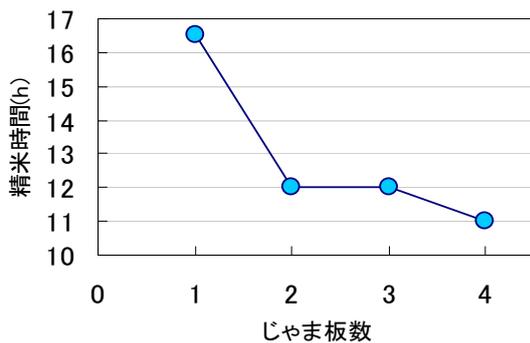


図3 じゃま板数と精米時間

## 4 考 察

ロール回転数とじゃま板数を変えた精米試験から、砕米と浸漬割れの発生は、ほぼ同じ原因で起こり米への物理的な衝撃によると考えられた。米をロールに向かわせ

るじゃま板は、精米時間の短縮に有効であるが、砕米が発生するというリスクもある。そこでじゃま板素材を硬い金属からゴム等軟らかい素材に変更すれば、砕米率の低下が期待できると考えられる。

また、精米時間が伸びることより、ロールによる衝撃力を和らげた方が割れにくいことが判った。

共同精米工場で砕米率と浸漬割率の発生傾向が異なつたのは、精米機自体の特性ではなく、気温等外的要因が大きいと思われたので、それを加味したデータ収集を行う必要があると考えられた。

## 4 結 言

浸漬割れが少ない白米を供給するため、試験精米機を使って発生メカニズムの解明に取り組んだ。白米が分割する砕米は、ロール回転数を低くしたり米をロールに向かわせるじゃま板を少なくして、物理的な衝撃を少なくした方が発生しにくかった。一方、水に漬けて分割が見える浸漬割れは、ある程度砕米を出し割れ難い白米だけ残すと発生が少ないという見方もあった。しかし、ロール回転数が少ないほど浸漬割れは発生し難く、砕米と同様の原因で浸漬割れも発生し、浸漬割れから砕米に進行すると考えるのが妥当と思われた。

また、じゃま板は精米の迅速化に有効であるが、米への衝撃が増すというジレンマが生じる。そこで、じゃま板の材質を金属からゴムに替え、米への衝撃を弱める方法が考えられる。

本研究は、盛岡市産学官共同研究事業補助金を受けた岩手県酒造協同組合との共同研究である。

## 文 献

- 1) 中山 繁喜, 高橋 亨 : 岩手県工業技術センター研究報告, 13, 45 (2006)

## 酒米育種系統・岩酒 904 の酒造適性\*

中山 繁喜\*\*、米倉 裕一\*\*、平野 高広\*\*、  
山口 佑子\*\*、遠山 良\*\*

山田錦の遺伝子を多く引き継ぐ「岩酒 904」の試験醸造を行った。精米後に枯らし期間を設けると原料処理中の米の割れが少なく、発酵も順調で使いやすい米であった。製成酒は山田錦に似た味のふくらみを感じ、岩手県新酒鑑評会で入賞するなど山田錦に劣らない酒質であった。軽快で綺麗な酒質になりやすく十分な酒造適正を持つ米だと考えられる。

キーワード：酒米育種、試験醸造、岩酒 904

## Brewing Aptitude of *Iwasake 904* as New Rice Bred

NAKAYAMA Shigeki, YONEKURA Yuichi,  
HIRANO Takahiro, YAMAGUCHI Yuko and TOYAMA Ryo

Sake brewing from *iwasaki 904* succeeded the genes of *Yamadanishiki* was examined. This rice taken period of *karashi* was said easy to use because it was not easy to crack while process to rinse rice. It was evaluated on exhibitions of sake that the quality of the sake was as good as sake of *Yamadanishiki*. It was thought this rice bred was good to brew *ginjou-shu* in Iwate Prefecture.

key words: Breeding of sake brewing rice, test brewing, *Iwasake 904*

### 1 緒 言

岩手県工業技術センターと岩手県農業研究センターは、共同で県オリジナル酒造好適米の育種開発に取り組んでおり、H14に「吟ぎんが」<sup>1)~3)</sup>、H15に「ぎんおとめ」<sup>4)</sup>の品種登録を行った。次期県オリジナル酒造好適米は現在の最高級米「山田錦」に替わり得る米を目指しており、県農業研究センターは山田錦の遺伝子を多く引き継ぎ、岩手の気候で収穫できる岩酒 904 を育種した。当センターではH17~19年度にかけて理化学分析、米糖化液の官能評価、精米試験、総米 30kg の小仕込試験醸造を行い岩酒 904 の有効性を確認した<sup>5)</sup>。H20 年秋に 1.2 トンの玄米を収穫し、県内酒造メーカー 2 社と当センターで試験醸造を行い、岩酒 904 の酒造適性を評価した。

### 2 方 法

#### 2-1 原料米

岩酒 904 の栽培は、北上市の岩手県農業研究センター内の試験田で行った。同センターで水分 15% まで自然乾燥し、厚み 2.1mm 以上の玄米 1 トンを酒造メーカー 2 社に、厚み 2.0~2.1mm の玄米 0.2 トンを当センターに分配した。酒造メーカー分は岩手県酒造協同組合共同精米工場で精米歩合 40% に精米した。当センター分は

当センター 30kg 張り試験精米機（新中野工業(株)製 RP-5）で同様に精米した。

#### 2-2 試験醸造

酒造メーカー 2 社は、各社の吟醸造りに準じて総米 200kg の試験醸造を行った。

当センターでは、MJP 式洗米機（白垣産業(株)製）で 2 分間洗米し、蒸きょうは 0H 式二重蒸気槽式甑（増田商事(株)製）を用い 50 分蒸しを行い、終了前 10 分間は乾燥蒸気を通じた。製麴は種麴に(株)樋口松之助商店の「ハイ・G」を使い、床麴法で添、仲、留麴をまとめて造った。酵母は当センターで育種した吟醸 2-1 酵母を麴糖化液で 3 日間培養して添仕込みに加えた。仕込配合は表 1 のとおりとした。

仕込み温度は添仕込み 16℃、仲仕込み 9℃、留仕込

表 1 仕込み配合

	酒母	初添	仲添	留添	計
総米	1.6	10	20	28.4	60
蒸米		6.8	16.4	24.8	48
麴米	1.6	3.2	3.6	3.6	12
汲水	6	12	24	42	84
30%アルコール					22

単位は kg

\* 県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証

\*\* 食品醸造技術部

み 7°Cを目標にした。吟醸酒タイプのもろみ経過をたどり、上槽は綿搾袋で行った。

### 2-3 分析および酒質評価

もろみ、製成酒の一般成分は国税庁所定分析法<sup>6)</sup>に準じた。酒米の分析は酒米統一分析法<sup>7)</sup>に準じた。また、製成酒の官能評価は当センター職員で行った他、平成20年度岩手県新酒鑑評会の吟醸酒の部に出品し山田錦で造られた酒に混じって評価を受けた。鑑評会の審査は仙台国税局鑑定官室、東北各県の公設試験場職員、酒造組合技術委員、当センター職員の15名で行った。総合評価は1が良好、4が難点ありとする4点法で各審査員が評価した点数の平均値とした。

## 3 結果と考察

### 3-1 酒造用白米の分析

酒造用原料米全国統一分析法による白米の分析値を表2に示す。厚み2.0~2.1mmの玄米を当センターで精米した白米は、水分が高いことから米品温が上昇することなく精米され砕米率が低かったと思われる。また、吸水率が低いのは、米水分が高く調湿米に相当する状態になり吸水し難くなったと思われる。消化性や粗蛋白は、粒圧による明確な差はなかった。

### 3-2 試験醸造

精米後直ぐに仕込みを行ったB社では、原料処理中に米が割れたという報告であったが、1ヶ月の枯らし期間を設けたA社では割れが少なく使いやすいという報告であった。当センターでは、心白が中心部に存在する米粒が多く割れは少なかった。

酒造メーカー2社と当センターのもろみ経過を図1~3に示す。A社は順当な品温経過をとり、アルコール生成やボーメの切れもスムーズであった。B社は仕込み後の品温が高くアルコール生成が早かったため、もろみ後半に追水を総米の15%加え調整した。当センターはボーメの切れが早くもろみ日数19日と短かった。

### 3-2 製成酒

製成酒の成分等を表3に示す。A社の酒はアルコールがやや高めだが、酸度とアミノ酸度が少なく端麗な酒質であった。B社の酒はアミノ酸度の割には酸度が高かった。当センターの酒は、もろみ日数が短くアルコールを高められなかった。米の溶解が不十分だったと思われる。

官能評価では、山田錦に似た味のふくらみが感じら

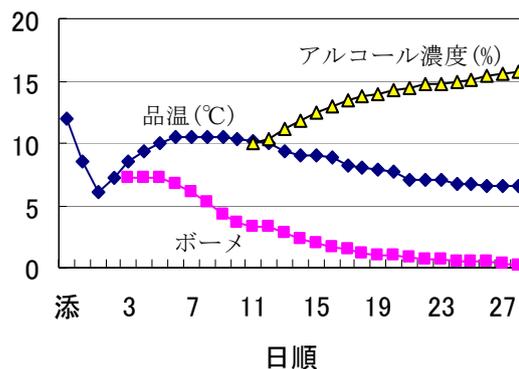


図1 A社もろみ経過

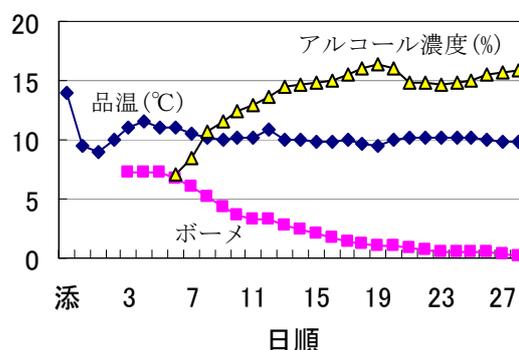


図2 B社もろみ経過

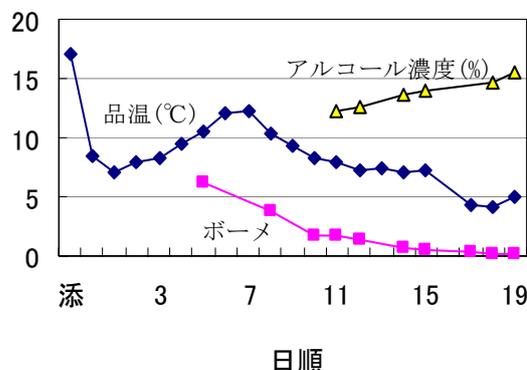


図3 工技センターもろみ経過

れ、期待した酒質に近づいたと思われた。3点の酒を平成20酒造年度新酒鑑評会の吟醸酒の部に出品し、その結果を表4に示す。3点の中ではA社の酒が最も評

表2 白米の分析値

岩酒904 玄米厚み	千粒重 (g)	砕米率 (%)	水分 (%)	10分吸水 (%)	20分吸水 (%)	120分吸水 (%)	消化性 Brix	同アミノ酸 (ml)	粗蛋白 (%)
2.1mm以上	13.5	2.8	10.6	26.3	36.1	37.8	10.1	0.6	3.7
2.0~2.1mm	12.2	2.1	12.3	21.5	31.3	33.3	10.0	0.6	3.8
山田錦40%	12.9	17.1	11.7	28.2	35.3	35.7	10.6	0.7	3.7

[研究報告]

表3 製成酒成分等

	A社	B社	工技センター
アルコール分 (%)	18.9	17.6	16.3
日本酒度	+4	+4	+5
酸度 (ml)	1.1	1.5	1.3
アミノ酸度 (ml)	0.8	0.8	0.6
純アルコール収得量(l)	85	108	37
総米 (kg)	200	200	60
もろみ日数	28	28	19

表4 製成酒の鑑評会評価

製造者	A社	B社	工技センター
評点	2.20	3.13	3.27
賞	銀賞	—	—
コメント	苦味 7	渋味 4	酸うく 4
	渋味 4	後味悪 3	あらい 3
	軽快 2	味薄 3	渋味 3
	きれい 2	軽快 2	きれい 3
	雑味 2	過熟 2	後味悪 2
	後味悪 2		味薄 2

(評点 1:良, 4:難点あり、コメント欄の数値は指摘人数)

価が良く、ほとんどが山田錦で占められる出品酒にあって、銀賞入賞を果たした。酒に対するコメントでは、苦味や渋味が指摘され、軽快、きれいのコメントがあることから、端麗型の味になりやすいと思われた。B社や当センターの酒でも同様のコメントであった

通常の鑑評会出品酒は管理が容易な総米 600~750kg程度で仕込むが、今回の仕込みは総米 60kg もしくは総米 200kg とかなり少量で不利な条件であった。さらに、岩酒 904 の取り扱いが始めてであり、その中でA社の酒が銀賞入賞したことは、岩酒 904 が山田錦並みもしくはそれ以上の酒米になる可能性があると考えられる。

#### 4 結 言

岩手県農業研究センターが育種した岩酒 904 の試験醸造を行った。この系統は山田錦の遺伝子を多く引き継ぎ、岩手の気候で収穫可能である。精米後十分な枯らし期間を設けた製造場では、白米の割れが少なく使いやすい米という評価を得た。製成酒を鑑評会に出品したところ、山田錦主体の出品酒に混じって銀賞入賞を果たした。岩酒 904 は軽快で綺麗な酒質になりやすく、山田錦に劣らない酒造適性を持っていると考えられる。

米質の年較差を考慮し次年度も酒造適性を確認する予定である。また、栽培方法や玄米の篩い分け方法等についても検討を加える。新品種誕生に備え契約栽培の導入、栽培地等についても準備を整える必要がある。

#### 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: 1999. 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
- 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. 水稲新品種「吟ぎんが」の特性, 東北農業研究, 52: 7-8
- 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: 2000. 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
- 5) 米倉裕一, 平野高広, 山口佑子, 中山繁喜: 岩手県工業技術センター研究報告, 15, 78 (2008)
- 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) 酒米研究会: 酒造用原料米全国統一分析法 (1996)

# 酵素力価の電気化学的測定の検討\*

佐藤稔英\*\*、中山繁喜\*\*、米倉裕一\*\*、平野高広\*\*、山口佑子\*\*

酒造工程において重要な指標となる米麴の酵素力価について電気化学的測定を試みた。その結果、 $\alpha$ -グルコシダーゼおよびグルコアミラーゼの活性測定においてそれぞれ0.0016~0.021、0.045~0.41Units/mLの範囲で直線的相関関係を示した。そこで、県内酒造メーカーで作製された米麴をサンプルとして活性測定を行ったところ、市販のキットでの測定結果と比較的良好な相関関係が得られた。

キーワード：麴、酵素活性、電気化学測定

## Determination of Glucoamylase and $\alpha$ -Glucosidase Activity by Using Amperometric Detection

SATO Naruhide, NAKAYAMA Shigeki, YONEKURA Yuichi, HIRANO Takahiro, YAMAGUCHI Yuko

A biosensor system with amperometric detection was developed for the determination of glucoamylase and  $\alpha$ -glucosidase activity. A linear relationship between steady-state current and concentration was found over a range of 0.0016~0.021 ( $\alpha$ -glucosidase) and 0.045~0.41Units/mL (glucoamylase), respectively. Good comparative results were observed between glucoamylase and  $\alpha$ -glucosidase activity contents in *koji* determined by the proposed system and by the commercially available kit.

key words : *koji*, enzyme activity, electrochemical measurement

### 1 緒 言

『一麴二酛三造り』と言われるように、酒造りの鍵を握るのが麴であり、その出来次第で酒質が左右するほど影響が大きい。そのため、酒造メーカーでは多くの場合、麴師に熟練の技術者を配置し酒質向上に努めている。しかし、酒造製造業会では早くから後継者育成の対策が強く叫ばれ続けながら、改善しないまま深刻な事態にある。これは麴造りにも同様であり、如何にして名杜氏、名麴師のノウハウを伝承していくか、が大きな課題となっている。特に酒造現場では米の硬さや蒸しの具合、麴の甘さなどを感覚で表すことが多く、具体的な数値で示すことが甚だ困難である。

一方、麴においては国税庁所定分析法<sup>1)</sup>により「固体こうじの分析法」としてグルコアミラーゼの分析法を掲載している。また、「糖化力測定キット」もキッコーマン<sup>2)</sup>から販売されており、比較的数値化が可能である部分も多い。しかしながら、これらの分析方法は比色法であり、測定サンプルの濁りや着色の影響を除くための前処理が必要である。また、吸光光度計を持ち合わせていない酒造メーカーがほとんどで、分析は外注に頼っている。このため、麴力価を基に製麴工程を改善するには現場で容易に分析が可能な分析システムを構築することが不可欠である。

以上のことから、本研究では比較的低価格で装置を開発・販売できる電気化学的測定法に着目し、麴の酵素力価測定について検討した。さらに、最近発表された $\alpha$ -グルコシダーゼ活性測定<sup>2)</sup>についても同様に測定し、岩手県内で作られた麴を用いて市販のキット法との比較を行った結果について報告する。

### 2 方 法

#### 2-1 酵素および試薬

グルコースオキシダーゼおよび $\alpha$ -グルコシダーゼは東洋紡績<sup>3)</sup>のものを用いた。ヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドは江崎グリコ<sup>4)</sup>から供与いただいたものをそのまま用いた。米麴は県内酒造メーカー6社から分析依頼のあったものをそのまま用いた。その他の試薬は市販の特級試薬をそのまま用いた。

#### 2-2 電気化学測定

グラッシーカーボン電極( $\phi$  2mm)の表面をアルミナ研磨し、透析膜で覆ってO-リングで固定したものを作用電極とした。測定は白金線を対極、銀/塩化銀電極を参照極とした三電極構成で測定を行った。測定液は0.01M酢酸緩衝液

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

(pH5.0)に0.5%NaClを溶解したものをうい、電気化学測定はすべてビー・イー・エス(株)製 ALS703B でサイクリックボルタンメトリー以外の測定はマグネチックスターラーを用いて攪拌して行った。米麴サンプルは国税庁所定分析法の手順で調整し、キッコーマン(株)製糖化力分別定量キットおよび電気化学測定に用いた。

### 3 結果および考察

#### 3-1 ヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドを用いた $\alpha$ -グルコシダーゼ活性の測定

$\alpha$ -グルコシダーゼによるヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドの分解反応をサイクリックボルタンメトリーにより検討した。2mM のヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドが緩衝液中に存在した場合、約0.8Vvs.Ag/AgClの位置に酸化ピーク電流が見られる。この溶液に  $\alpha$ -グルコシダーゼを40Units 加え、5min 攪拌後に行ったサイクリックボルタモグラムは図1中(B)のようになった。ヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドの酸化ピーク電流が消失し、p-ヒドロキノンの酸化ピーク電流および

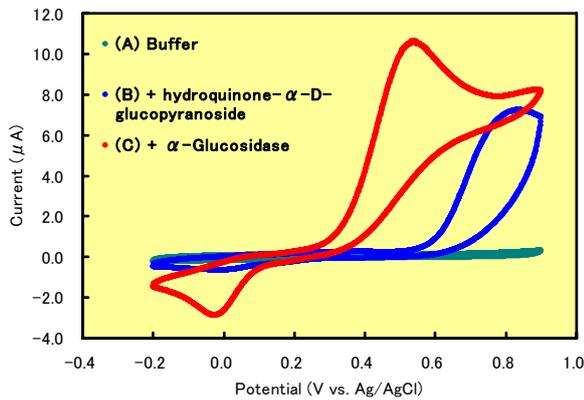


図1.  $\alpha$ -Glucosidase の応答

その還元電流が得られた。これら結果は林ら<sup>2)</sup>が行った結果と同様であり、ヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドが  $\alpha$ -グルコシダーゼの活性によりD-グルコースとp-ヒドロキノンに加水分解され、生成したp-ヒドロキノンが電極上で酸化されていることを示している。

次に電極電位を一定にして、生成される p-ヒドロキノンの測定電位を検討した。その結果、0.5Vvs.Ag/AgCl 以上の場合ヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドの酸化電流が測定に影響を及ぼすことがわかった。また、0.3Vvs.Ag/AgCl 以下の場合、p-ヒドロキノンの酸化電流値が低く、測定が困難になることが判明した。このため、以下の  $\alpha$ -グルコシダーゼ活性測定では0.4Vvs.Ag/AgClの電位で行うこととした。

2mM のヒドロキノン- $\alpha$ -D-グルコピラノシドを緩衝液中に溶解し定電位において既知濃度の  $\alpha$ -グルコシダーゼを作用させ、そのときに得られた1minの電流値変化量と  $\alpha$ -グルコシダーゼ濃度との相関を示したのが図2(A)である。 $\alpha$ -グルコシダーゼは0.0016~0.021Units/mLの範囲で直線的相関関係を示し、決定係数は0.9781だった。

#### 3-2 グルコアミラーゼの活性測定

グルコアミラーゼはデンプンの非還元末端をグルコース単位で切断する。よって、緩衝液中に可溶性デンプンと電子メディエータとしてフェリシアン化カリウムを溶解してグルコアミラーゼを反応させてD-グルコースを生成させ、グルコースオキシダーゼによってその生成量を測定することで活性測定を行った。グルコアミラーゼを反応系内に注入後、約1minで酸化電流値は増加し、添加後の時間と比例した。この電流増加の時間変化と既知濃度のグルコアミラーゼの濃度との相関を示したのが図2(B)である。この結果から、グルコアミラーゼは0.045~0.41Units/mLの範囲で直線的相関関係を

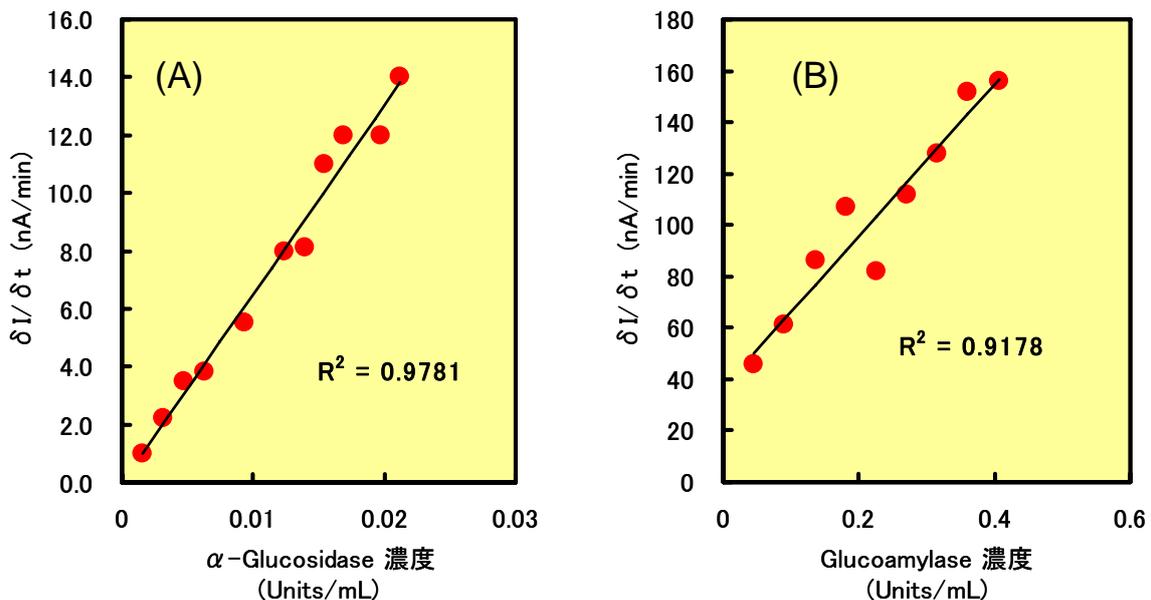


図2.  $\alpha$ -Glucosidase および Glucoamylase の検量線

示し、その決定係数は 0.9181 だった。

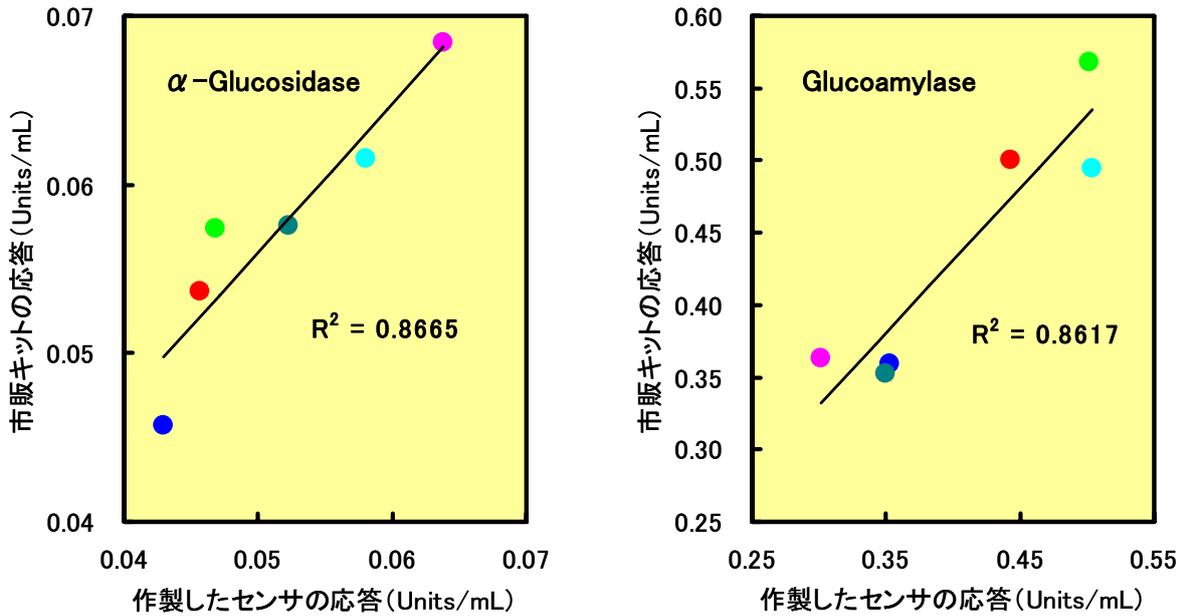


図 3. 米麴中の α-Glucosidase および Glucoamylase の活性測定

### 3-3 米麴をサンプルとした活性測定

上述した方法を用いて県内酒造メーカー7社で作製された米麴中のグルコアミラーゼおよびα-グルコシダーゼの活性測定を試みた。図3は市販キットとの相関図である。その結果、グルコアミラーゼ活性で決定係数 0.8617、α-グルコシダーゼで決定係数 0.8665 と比較的良好な相関関係が得られた。この結果から、米麴の酵素力価測定において電気化学的測定法は有効であることが示された。しかし、これら結果はある程度、温度の制御された環境下で行われた結果であり、冬場の酒蔵のような低温環境では測定誤差が大きくなるものと推定される。さらに、α-グルコースが存在する場合、見かけ上の活性が阻害されることがすでに報告<sup>3)</sup>されており、これらの影響も含めて、今後検討していく予定である。

#### 参考文献

- 1) 注解編集委員会:「第4回改正国税庁所定分析法注解」, 財団法人日本醸造協会(1993)
- 2) 林 達郎、加藤 睦美、三木 功次郎、木下 英明, 分析化学 55(12), 925 (2006)
- 3) Yuzuru Suzuki, Mari Shinji, Nobuyuki Eto, *Biochim. Biophys. Acta*, 787(3), 281 (1984)

# 醸造用白米の『浸漬割れ』防止処理\*

佐藤稔英\*\*、中山繁喜\*\*、米倉裕一\*\*、平野高広\*\*、山口佑子\*\*

酒造好適米において発生しやすい『浸漬割れ』について、発生防止処理方法を検討した。その結果、白米水分と浸漬割れの発生は強い相関関係があることが判明した。そこで、白米水分の調整を行い『浸漬割れ』の発生を抑えた酒造好適米を用いて醸造試験を行った結果、もろみ中での溶けを抑えることができた。

キーワード：醸造用白米、浸漬割れ、白米水分

## The Effect of Humidity Preconditioning Treatment on Splitting Brewer's Rice

SATO Naruhide, NAKAYAMA Shigeki, YONEKURA Yuichi, HIRANO Takahiro, YAMAGUCHI Yuko

The prevention method was investigated for splitting brewer's rice. As a result, splitting rice was dramatically-decreased by treatment with humidity preconditioning. This method can prevent dissolving the rice in sake mash.

key words : brewer's rice, splitting in sake mash, amount of water in rice

### 1 緒 言

吟醸酒用に精米された酒造用白米は、精米直後の白米水分が 9%以下に減少していることが多い。その後、枯らし期間中に外気の湿度により白米水分が上昇する。昨年までの検討でこの枯らし期間中の白米水分の上昇が浸漬割れの減少を示唆する傾向が示された。そこで、酒造用白米の水分に着目し、岩手県のオリジナル酒造好適米である「吟ぎんが」をモデルとして『浸漬割れ』を防止する前処理方法の検討と、処理した酒米を用いた清酒醸造試験を行ったので報告する。

なお、H19 年度までは浸漬時の割れや亀裂を防止することを検討したが、小さな亀裂は蒸きょうによって修復することが確認されたため、H20 年度から蒸米にした際の碎米率減少を目指すこととした。

### 2 方 法

#### 2-1 白米の水分調整

白米サンプルは、岩手県酒造協同組合共同精米工場から入手した精米歩合 40%「吟ぎんが」を用いた。白米の調湿は、湿度 95%温度 4℃に調節したヤマト科学(株)製恒温恒湿機 IW221A 型内で行った。なお、試験醸造用の白米は同条件の冷蔵室内で調湿した。白米水分は(株)ケツ化学研究所製酒米分析計ライスタ m4 で測定し、浸漬割れの測定は、飯米用浸漬割れ測定機 KHS-1000 (株)山本製作所製)を用い、付属する画像解析ソフトは酒米用に

カスタマイズして用いた。

#### 2-2 清酒醸造試験

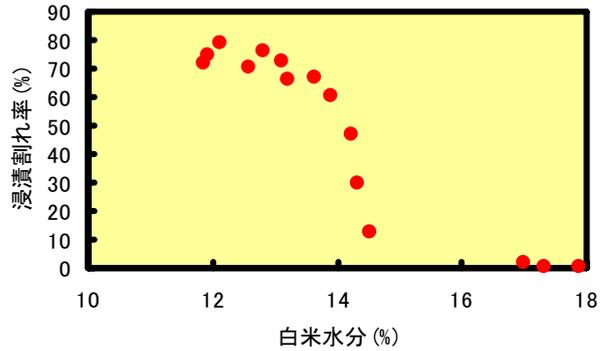
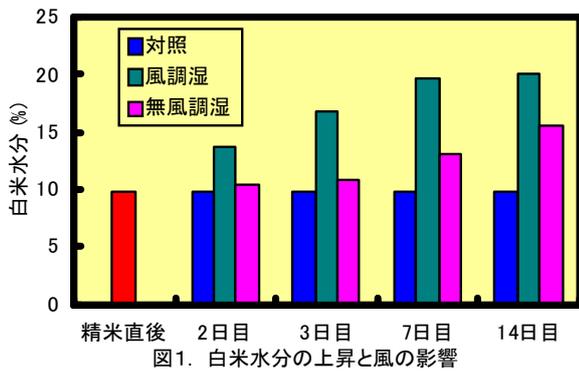
調湿米・未調湿米それぞれ総米 30kg で清酒醸造試験を行った。吟ぎんがは、すべて岩手県酒造協同組合から購入した精米歩合 40%の「吟ぎんが」を使用した。洗米は MJP 式洗米機 (白垣産業(株)製)を用い 2 分間洗米し、蒸きょうは、せいろ付サンキュウボイラー (株)品川工業所製)を用い 60 分蒸しを行った。種麴は(株)秋田今野商店の「特別吟醸用 No.5 菌」を白米 100kg 当たり 30g 用い、薄盛三段式製麴機 (ハクヨウ(株)製)により添、仲、留麴をまとめて製麴した。酵母は「岩手吟醸 2 号-①」を用い、仕込み配合は表 1 のとおりとした。

表 1. 清酒醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計(kg)
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

\* 県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証

\*\* 食品醸造技術部



### 3 結果および考察

#### 3-1 白米水分の増加と風の影響

白米水分の増加と通風の関係について検討した。試験区はチャック付きビニール袋に入れた対照、常時通風にさらされた風調湿、防風した無風調湿とし、その結果を図1に示す。白米水分の増加は通風環境下で顕著であった。また、白米水分14%に達した際の通風および無風調湿白米の状態を図2に示す。白米水分の増加に伴い白米表面に亀裂が入り、また通風調湿を行った白米ではその亀裂が大きく深いことが判明した。これは、通風調湿による乾燥と加湿によって精白米表面が脆弱化したものと考えられた。通風状態で調湿を行う場合、白米水分の増加は早いものの、得られる調湿米はもろく砕米が発生しやすくなる。このため、以下の検討はすべて無風調湿により行った。

#### 3-2 白米水分と浸漬割れ率の関係

水分を調整した白米とその浸漬割れ率について検討した。その結果を図3に示す。浸漬割れ率は白米水分が14%以下まで増加とともに緩やかに減少し、白米水分13.9%の場合、浸漬割れ率は60.5%であった。さらに白米水分を増加させると浸漬割れ率は急激に減少し、白米水分14.5%のとき浸漬割れ率は13.2%であった。一般的に、白米水分が増加した場合、最大吸水率が減少し、吸水速度が低下することが知られている。白米は吸水することで内部組織に水分を保持し、組織全体としては膨張する。このことか

ら、調湿米では吸水による米内部組織の膨張が小さくなり、物理的な負荷が少なくなることで浸漬割れが減少したものと考えられる。

また、これまでに白米水分の増加に伴って吸水後の白米組織が強固になることを示唆する報告<sup>1)</sup>があることから、白米の物理的強度の増加に伴って浸漬割れ率が減少したものととも考えられる。いずれにせよ、白米水分が浸漬割れに与える影響が大きいことは明らかであり、白米の物理特性と浸漬割れの関係については今後、検討する予定である。

#### 3-3 調湿米による醸造試験

白米水分14.2%に調整したH20BY吟ぎんがを用いて醸造試験を試みた。対照は未調湿の吟ぎんがである。14日目のもろみの状ぼうを図4に示す。未調湿米で仕込んだ場合、高泡から玉泡、さらにはちりめん泡へと移行し、上槽までもろみ表面から泡が消えることはなかった。一方、調湿米での仕込みでは、玉泡を形成した直後に地の状態へと移行した。これは、未調湿米仕込みにおいて浸漬割れの影響により米が溶け、もろみの粘性が増加したために泡が消えにくい状態になったと推察される。また、もろみ中での成分も、未調湿米仕込みにおいて残糖が多く、ポーメの切れが悪いことから、上記推察を裏付ける結果となった。

また、酒質を当センター醸造担当者が評価した結果、未調湿米仕込みでは「甘」「クドさ」「後味の悪さ」が

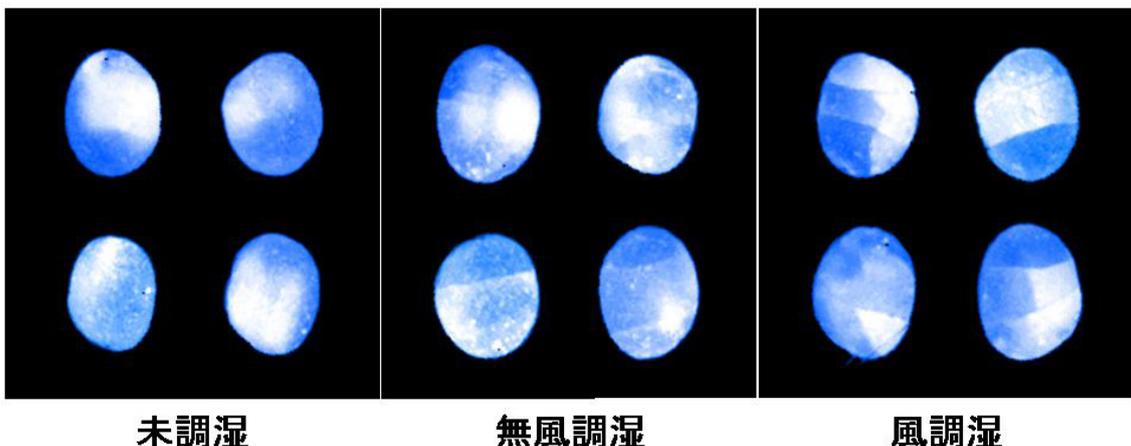


図2. 調湿条件の違いによる白米表面の状態

未調湿米もろみ



調湿米もろみ



図 4. もろみの状ぼう

指摘されたのに対し、調湿米仕込みでは「きれいさ」「調和」「後味きれい」と評価された。これは、調湿により浸漬割れが減少して米が過剰に溶け難くなり、雑味が減少したためと推察される。

4 結 言

浸漬割れの発生は白米水分を 14%程度まで増加させることにより約 50%防止できることが判明した。これは調湿により白米の物理的強度が増加すること、さらに白米水分の増加に伴って吸水速度が抑えられることが要因と思われる。盛岡のH20BY11月～2月の平均湿度は 76.6%であることから、枯らし期間を長めに設定することで白米水分の増加は期待できる。しかし、枯らし期間中の白米水分変化量は各社毎に異なることがすでに報告されており<sup>2)</sup>枯らし効果を期待するためには米置き場の状態を検討することが必要である。

上述したとおり、浸漬割れが起こる原因は白米の物理強度が低く、吸水速度が速いことと思われる。これは心白を持つ白米に共通した特性であるものの、吟ぎんがは山田錦よりも 20 分吸水量が大きいことから、推論が正しいとするならば吟ぎんがは割れやすい特性を持つものと考えられる。このような浸漬割れを起こしやすいと推察される白米を醸造に供する際には白米水分を調整することが望ましい。

しかし、白米水分の増加に伴い吸水率が減少することがすでに知られていることから、過度に調湿を行うことで後工程での弊害を生む原因ともなりえる。このため、後工程で必要な水分を吸水工程で保持しつつ、浸漬割れの起こりにくい白米水分に調整する必要がある。この検表

討において調整できないのが年度毎における白米の物理的強度である。11月～2月の平均湿度は表2に示したとおり H18BY～H20BY で大きな変動はないことから、各酒蔵において枯らし期間に変動がなければ、浸漬割れの発生は年度毎の白米の物理的強度に依存していたものと考えられる。白米の物理的強度は概ね遺伝的特性であるものの、栽培条件による心白発現率や心白発現量の変化、および精米における白米の心白残存率が大きく影響するものと思われる。これらの現象を考慮の上、白米の物理的強度と浸漬割れの関係を検討し、最適な白米水分を算出する必要があると考えられる。

本研究で得られた知見・成果は特許出願中であり、今後は県内企業との共同研究など積極的に技術移転を図っていく予定である。

本研究に用いた浸漬割れ測定機 KHS-1000 を使用させていただいた(株)山本製作所・後藤恒義氏、画像ソフトのカスタマイズを行っていただいた同社大泉隆弘氏に深謝します。

参考文献

- 1) 熊谷知栄子：清酒醸造における原料処理に関する研究，(1983)
- 2) 月岡本、諏訪為治、嶋悌司、広井忠夫、鈴木恒夫，日本醸造協会雑誌 76(3)，191-194 (1981)
- 3) 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 2. 盛岡の月別平均湿度

	11月	12月	1月	2月
18BY	75	74	68	66
19BY	72	76	70	66
20BY	78	80	77	71

単位：Rh%

# ヤマブドウ果汁しぼり粕からの ポリフェノール製造試験\*

小浜 恵子\*\*、山口 祐子\*\*

ヤマブドウ果汁・ワイン製造副産物であるしぼり粕から、ポリフェノールを工業的に製造するため、原料果実の収穫期別総ポリフェノール量と組成、しぼり粕からのポリフェノール抽出への影響を検討した。ヤマブドウ果実は糖度上昇に従って総ポリフェノール含量が減少し、収穫期である Brix 15 を越えたところでほぼ一定量となった。また、モノマーのフェノール化合物とプロシアニジンの占める割合は種子の成熟につれプロシアニジンが増加する傾向がみられたが、収穫期にはほぼ一定であった。従って収穫期の果実はすべて同質なポリフェノール原料となると考えられた。果汁しぼり粕から得られるポリフェノール抽出物の収量は収穫時期よりも品種差の影響を受け、収率変動はおよそ2割を見込めば良いことがわかった。また、ボルドー試験区の果実を使用しても果汁およびポリフェノール製造に特に影響は認められなかった。

キーワード：ヤマブドウ、ポリフェノール

## Polyphenol Productivity Evaluation from YAMABUDO (*Vitis coignetiae*) Pomace

KOHAMA Keiko and YAMAGUCHI Yuko

Polyphenol was extracted from by-product after YAMABUDO was squeezed, and the productivity of the polyphenol was evaluated. Total polyphenol content in the fruit has decreased according to the sugar concentration rise. The constitution of polyphenol changed in ripening period, but the ratio (monomer:procyanidin) was stable in the harvest time. These results showed that same polyphenol extract was obtained from fruit during harvest time. Polyphenol yield from the pomace was expected to change by about 20 percent. Moreover, there were no difference in the fruit juice and the extracted polyphenol that was made of fruits cultivated with or without Bordeaux mixture to prevent disease.

key words : *Vitis coignetiae*, polyphenol

### 1 緒 言

機能性食品素材としてのポリフェノールは緑茶カテキンをはじめとして多くの種類が販売され、一般食品あるいは健康食品の飲料や錠剤などにも利用される。その多くは輸入された海外産の原料を用いており、近年の安心・安全志向から国産原料を利用した素材も望まれている。そこで私たちは岩手県が日本一の生産量を有するヤマブドウ(*Vitis coignetiae*)からポリフェノール素材を製造することを考えた。ヤマブドウは粒が小さく種子が大きく、果汁をしぼって生じる粕が果実重量の30~40%をしめる。また、しぼり粕から得られるポリフェノール抽出物の機能として、糖尿病合併症の原因とされるグリケーション後期段階生成物(Advanced glycation end products: AGEs)が組織へ蓄積するのを抑制することを既に報告している<sup>1)</sup>。ヤマブドウ果汁・ワイン製造副産物であるしぼり粕から、ポリフェノールを工業的に製造するためには、製品の成分にロット差が無いことが重要

である。したがって本研究では、原料果実の収穫期別総ポリフェノールと組成、及びしぼり粕からのポリフェノール抽出への影響を調べ、実製造への影響を明らかにしたので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料ヤマブドウ果実

平成19年に岩手県葛巻町で栽培されたヤマブドウ(品種:葛巻系)を通常の果実収穫期前後を含む(2007/9/5~2007/10/12)約1ヶ月半にわたって2本の個体からサンプリングした。平成20年は、岩手県八幡平市(品種:野村系及び北口系)において10a規模で栽培されたヤマブドウ果実を通常の収穫時期の2週間前から1ヶ月間試験収穫した。なお、平成20年は、農薬散布回数を減らし、栽培コストを削減するためボルドー液を使用した試験区の果実についても採取した。

#### 2-2 全果実ポリフェノールと組成

果実糖度および水分を測定した後、試料は凍結乾燥し、

\* 地域資源活用型研究開発事業(第I報)

\*\* 食品醸造技術部

分析まで-80℃で保存した。試料を粉碎し1gを10mlのアセトン/水/酢酸 (70:29.5:0.5) で抽出した。抽出物のアセトン除去した後、水で5mlに定容してSephadex LH20 カラム(1.0×4.0cm)に吸着させ、30%メタノール、70%アセトンで溶出し、それぞれの総ポリフェノール含量についてフォリンーチオカルト法<sup>2)</sup>にて測定した。

2-3 しぼり粕からのポリフェノール製造試験

平成20年度産の果実2~20kgを圧搾して果汁を得、生じたしぼり粕の水分含量を測定し、乾物重量として22gの粕にエタノールを加え、その後、50℃、1時間攪拌して抽出した。抽出液からエタノールをエバポレータにより除去した後、2日間冷蔵(4℃)保存して沈殿と上清に分けた。沈殿部は遠心分離してエタノールに再溶解後に乾固、粉末とした(RP画分)。上清部は合成樹脂SP207を詰めたカラムにかけ、水洗浄後、エタノールで溶出し、乾固させて粉末化した(PP画分)。

2-4 元素分析

ボルドー液による防除を行った試験区および通常の防除区の果実を搾汁し、しぼり粕88gから2-3と同様にポリフェノール粉末を調製して、Ca, Cuについてフレイム原子吸光法により測定した。

3 結果および考察

3-1 果実ポリフェノール量の推移

図1に示したように19年度産の果実(葛巻系)は糖度上昇に従って総ポリフェノール含量が減少しBrix15を超えるるとほぼ一定になった。30%メタノールで溶出される画分はモノマーのフェノール化合物が主で、70%アセトン溶出によりプロシアニジン画分が溶出されてくる。サンプリング開始直後のヤマブドウ果実は、モノマーのフェノール化合物とプロシアニジン画分の占める割合はほぼ半半ずつであるが、種子が成熟するにつれプロシアニジンの割合増大する傾向が見られBrix15を越える収穫期には一定割合となった。20年度産の果実もBrix15前後から1ヶ月サンプリングした結果、図2に見られるように総ポリフェノール量と得られる割合はほぼ一定であった。20年度産果実の野村系は酸度が低くポリフェノール

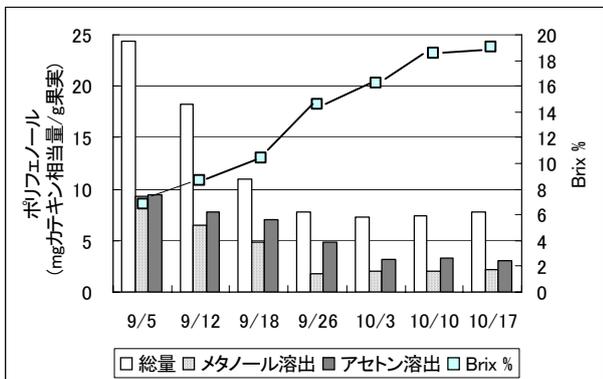


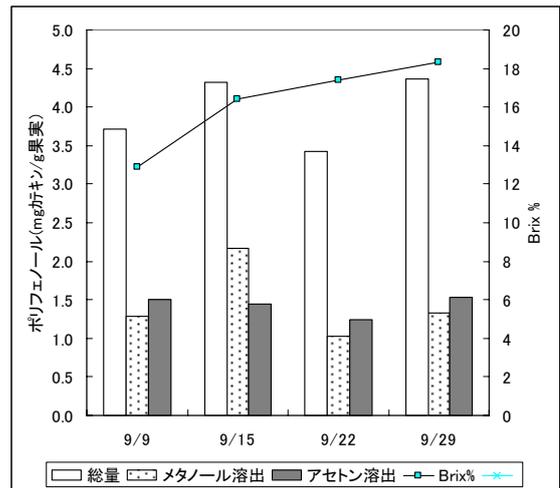
図1 H19 葛巻系果実のポリフェノール量・組成・糖度

含量が低めで、北口系は酸度が高めでポリフェノール含量の高い系統として知られており、本研究においてもその差がみられた。岩手県内では、数種類の品種系統が栽培されており、果実糖度がBrix15を超えたところをおよその基準として出荷している。従ってこの期間の収穫であれば、品種系統によるポリフェノール含量の差はあるものの、プロシアニジン等の組成がほぼ同様な原料となりうると考えられた。

3-2 しぼり粕から得られるポリフェノール量

しぼり粕乾物重量22gから得られたポリフェノール量を図3に示した。野村系で0.2~0.28g北口系で0.25~0.31gのポリフェノールが製造回収できた。どちらの系統とも収穫期ごく初期の回収率がやや高かったが、Brix15を越える通常の収穫期においてほぼ一定であり、時期よりも品種差の影響を受けた。したがって製造にあたっての収率変動は最大で3割、通常は1~2割程度と推測された。また、得られる製品は粉末中の総ポリフェノールの濃度はPPが65%、RPが32%であった。

a) 野村系



b) 北口系

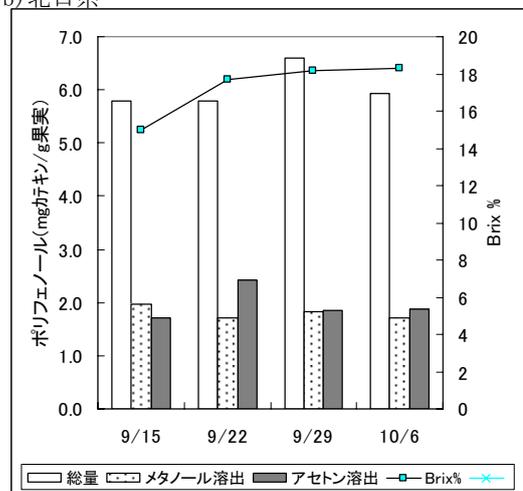


図2 H20 果実のポリフェノール量・組成・糖度

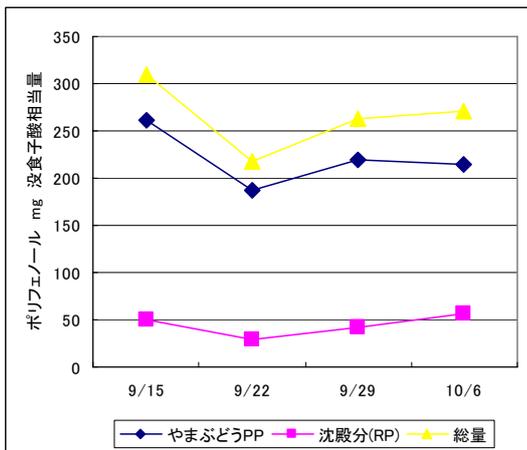
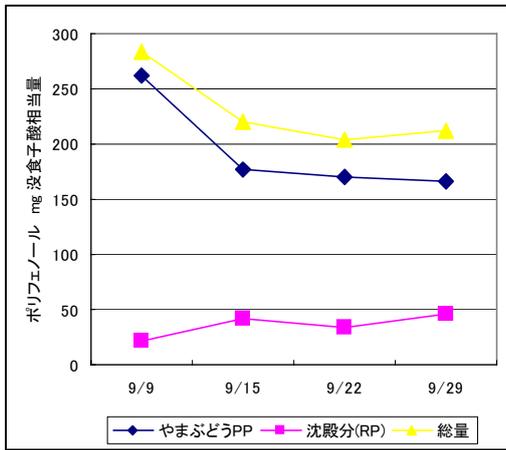


図 3

果汁しぼり粕からのポリフェノール取得量  
(上段：野村系、下段：北口系)

### 3-3 果汁及びポリフェノール粉末の元素分析

ボルドー液（硫酸銅溶液）はブドウ栽培で広く使用される薬剤であるが、岩手県内ではヤマブドウ栽培においてほとんど使用されていなかった。そこで、特にポリフェノール製造に対する影響をみるため、銅、カルシウム（ボルドー液調製に炭酸カルシウム使用のため）濃度を測定した。図4にみられるように、果汁における銅濃度はボルドー液使用の有無でなく、品種系統に依存するようであった。また、表1にしぼり粕から抽出・濃縮されるポリフェノール粉末中に含まれるCu、Ca濃度を示したが、ボルドー区と対照区で差はみられなかった。ボルドー試験区との病害発生状況、果実収穫量に大きな差はみられず、今後の栽培コストを低減する手段として有効と思われた。

ヤマブドウポリフェノールは、さらにトン(t)レベルの製造試験と安全性試験を経て、PPとRPを混合した商品「エヴィノール」として、ヤエガキ醗酵技研(株)で製造・販売を開始した。

## 4 結 言

ヤマブドウ果実は糖度上昇に従って総ポリフェノール含量が減少し、収穫期であるBrix 15を越えたところ

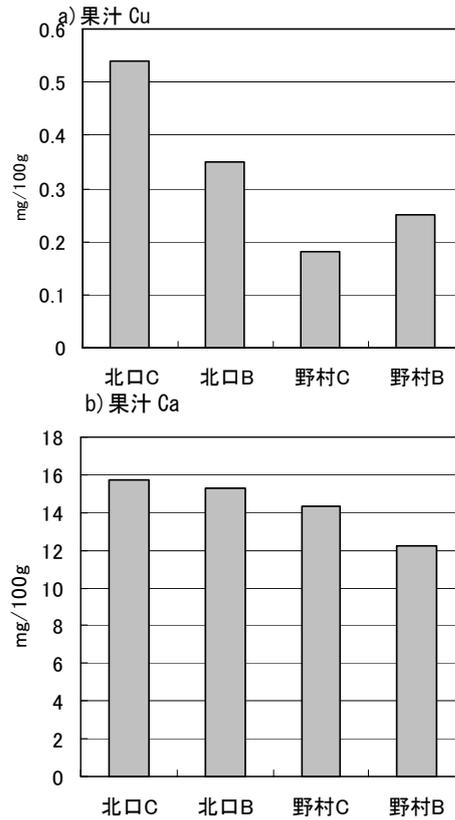


図 4 果汁中の元素分析 (C:対照区 B:ボルドー区)

表 1 しぼり粕ポリフェノールの元素分析

	Cu	Ca
	mg/kg	g/100g
北口C	22.7	0.01
北口B	26.6	0.02

ろでほぼ一定量となった。また、ポリフェノール中にプロシアニジンが占める割合は種子の成熟につれ増加するが、収穫期にほぼ一定量となった。従って収穫期の果実はすべて同質なポリフェノール原料となると考えられた。

実際の果汁しぼり粕から得られるポリフェノール抽出量や組成もほぼ一定であり、収穫時期よりも品種差の影響を受けた。したがって製造にあたっての収率変動はおよそ2割を見込めば良いことがわかった。また、ボルドー試験区の果汁およびポリフェノール製造に特に影響は認められなかった。

ヤマブドウ果実を収穫し、試料としてご提供いただきました八幡平農業改良普及センターに感謝いたします。

## 文 献

- 1)長澤 孝志,小浜 恵子ほか,「グリケーション抑制能を有する植物抽出物及びその製造方法」,特開2007-131599
- 2)金谷健一郎,ポリフェノール,「新・食品分析法(II)」(社)食品科学工学会編,(光琳,東京),68-72(2006)

# ゆきちから湯種パンの製パン性\*

島津 裕子\*\*

県産小麦を使用したパンは外麦のパンと比較し、食感がパサついたり、硬くなりやすく、老化が早い傾向にある。一日でも老化を抑制できれば、商品価値が高まる。一部の小麦粉をアルファ化した湯種パンは、しっとり・もちもち食感がある。そこで、この湯種を使用することにより、県産小麦ゆきちからパンの老化を抑制できるか、製パン性への影響とともに検討した。

その結果、湯種の使用量が増すにつれ、パンの総加水量は増え、翌日でもパサつかず、しっとり感が保たれ、老化抑制効果が認められた。一方、湯種量が増すほど、パンの比容積は減少し、すだちは荒くなる傾向にあった。

キーワード：ゆきちから、湯種

## Baking Quality of Yukichikara Bread Made of Gelatinized Wheat

SHIMAZU Hiroko

Compared with breads of foreign wheat, breads of Iwate wheat are prone to get dried, hard and aged. If aging is restrained even by one day, its market value can be appreciated. Breads made of gelatinized wheat, part of the wheat is alfa-ed, have a moist and chewy texture. Then, whether using gelatinized wheat can cause breads of Iwate *Yukichikara* wheat to restrain aging or not, and its effect on baking quality are examined.

As a result, the more gelatinized wheat is used, the more water the bread has, which causes the bread not to get dried but to keep moist even on the day after baking. This shows an effect of gelatinized wheat on restraining aging. On the other hand, such tendency is found that the more gelatinized wheat is used, the less specific volume the bread has and the rougher the crumb becomes.

key words : *Yukichikara*, gelatinized wheat

### 1 緒言

平成 14 年度から岩手県産小麦の需要拡大を目的にパン、菓子への加工利用<sup>1) ~5)</sup>について検討してきた。岩手県の主力品種であるナンブコムギは中力粉にもかかわらず、比較的蛋白質含量が高いことから、パンへも利用されるが、パンは堅くなりやすい。平成 15 年には東北農業研究センターで育種されたパン用小麦のゆきちからが県の奨励品種となった。ゆきちからの製パン性は、栽培年度や栽培地域によって変動があるが、平均的には、ナンブコムギと外麦強力粉との間位である。ゆきちからの栽培面積は徐々に増え、平成 20 年産では、県産小麦の 15% を占めるまでになった。ゆきちからのパンへの利用は今後増えていくと思われるが、パンの商品価値を高めるため、老化抑制が求められている。

湯種の使用でふわふわもちりパンができるといわれている。湯種は小麦粉を熱湯で捏ね、そして冷蔵して

作る。その間に失活を免れたβ-アミラーゼが麦芽糖を産生することにより、小麦粉本来の甘みとうまみを呈する湯種になるという。そこで、この湯種の使用が、ゆきちからパンの老化抑制や製パン性にどのような影響を及ぼすか検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 湯種の製法

湯種用小麦粉 100 に対し熱湯 110 を加え、ミキシング、60℃程度に捏ねあげる。これを一晚冷蔵し湯種が完成。この間、ミキシングや冷蔵中に湯気となって、水分が飛散し、出来上がり湯種量はほぼ 200 となる。よって、本湯種は小麦粉と水が 1 : 1 の湯種とみなすことができる。

なお、本研究で「粉 20%湯種」とは、次のとおりである。

例) 小麦粉 1 kg 仕込みの場合

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

湯種用小麦粉 200 g → 出来上がり湯種量 400 g  
 本捏ね：小麦粉 800 g + 湯種 400 g + 副原料 + 水

## 2-2 製パン試験実施項目

次の7項目について、製パン試験を実施し、湯種の製パン性について検討した。

- ① 湯種の有無と製パン性
- ② 湯種の量と製パン性
- ③ 湯種捏ね上げ温度
- ④ 湯種ヘトレハコース配合
- ⑤ もち姫湯種
- ⑥ 湯種の冷凍
- ⑦ テーブルロールの湯種パン

なお、①～⑥は食パン・ワンローフで製パン試験を実施した。

## 2-3 食パン・ワンローフの製パン条件

〔原料配合〕小麦粉 100%、ドライイースト 1.2%、塩 2%、砂糖 5%、脱脂粉乳 3%、ショートニング 5%、水は小麦粉（ゆきちから）や湯種量により適宜加減した。

なお、湯種試験区は小麦粉の 5～20%を用いて湯種を調製、それに対応し本捏ねの小麦粉は 95～80%となる。

〔製造工程〕ミキシングは低速 2分30秒、中速 2分30秒、中高速 30秒、ショートニングを投入し低速 2分30秒、中速 2分30秒、中高速 1分～1分40秒とした。ミキシング後の製造工程は1次発酵 28℃60分、パンチ、28度 30分、分割はワンローフ 360g、食パン 220g × 4、ベンチ 15分、ホイロ 38度 45分、焼成は上火 180度、下火 220度でワンローフ 20分、食パン 30分とした。

## 2-4 テーブルロールの製パン条件

〔原料配合〕小麦粉 100%、ドライイースト 1.6%、塩 1.8%、砂糖 8%、脱脂粉乳 3%、卵 6%、バター 10%、水は湯種量により適宜加減した。

〔製造工程〕ミキシングは低速 2分30秒、中速 2分30秒、中高速 30秒、バターを投入し低速 2分30秒、中速 2分30秒、中高速 30秒とした。

ミキシング後の製造工程は発酵 28℃70分、分割は 40g、ベンチ 10分、ホイロ 38度 45分、焼成は上火 190度、下火 180度で 11分とした。

## 2-5 パンの評価

パンの体積・比容積は菜種置換法によった。パンの官能評価は外観、味、香り、食感、総合について、1：劣る、2：やや劣る、3：普通、4：やや良い、5：良いの五段階評価で実施し、各パネラーの平均値を示した。

また、食感のパサパサ感、しっとり感、もちり感については、その感じる強さを 0、1、2、3 で評価してもらい、各パネラーの合計点で示した。

## 3 結果および考察

### 3-1 湯種の有無と製パン性

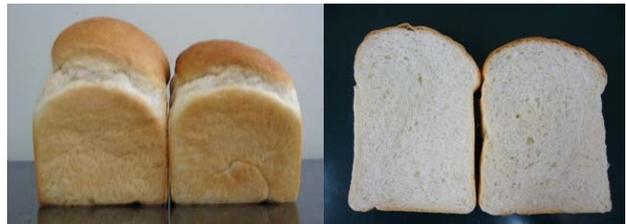
仕込みの小麦粉の 20%で湯種を作り、角型食パンおよびワンローフの製パン試験を実施し、湯種の製パンへの

影響を調べてみた。焼き上がったパンの外観および内相を写真 1、2 に示した。

湯種を使用しない対照区と比較し、粉 20%湯種区はボリュームが出にくかった。そして、パンのすだちは荒くなった。比容積は、対照区 4.9 に対し、粉 20%湯種区 4.4 であった。



対照 粉20%湯種  
写真1 角型食パン



対照 粉20%湯種 対照 粉20%湯種  
写真2 ワンローフ外観と内相

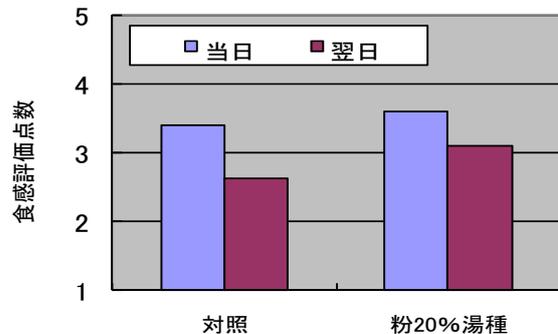


図1 食感官能評価

一方、官能試験では、粉 20%湯種区は、しっとり感やもちもち感があり、湯種区の方を好む人が多かった。

パンを焼いた当日と翌日に官能試験を実施し、図 1 に食感の評価を示した。

当日は、どちらの評価も 3 以上であったが、翌日には対照区のパンはパサつき、食感評価が 2.61 と、普通評価 3 レベル以下になってしまった。一方、湯種区のパンは 3.11 と普通評価レベルを維持した。

以上のことから、湯種パンは外観や膨らみではやや劣るものの、しっとり感、もちもち食感があり好まれる傾向にあった。また、翌日でも、パサツキが少なく老化抑制効果が認められた。

### 3-2 湯種の量と製パン性

湯種の使用量が製パン性にどのような影響を及ぼすか調べるため、仕込み小麦粉の 5～20%で湯種を作り、製パン試験を実施した。

各試験区の湯種量は表 1 の通りとした。加水量はミキシング時の加水量の他、湯種中の水と合わせた総加水量も括弧内に示した。

総加水量は湯種量が多くなるにつれ増加した。使用小麦粉 10%を湯種にすると総加水量は 2%、20%を湯種にす

表 1 湯種の使用量とミキシング条件

試験区	1. 対照	2. 粉 5%湯種	3. 粉 10%湯種	4. 粉 20%湯種
小麦粉	1000g	950g	900g	800g
湯種	—	100g	200g	400g
		50g	100g	200g
加水量 (総加水量)	62% (62%)	58% (63%)	54% (64%)	46% (66%)
ミキシング	L2' 30" M2' 30" MH30" ↓ L2' 30" M2' 30" MH1'	同 L2' 30" M2' 30" MH1' 10"	同 L2' 30" M2' 30" MH1' 20"	同 L2' 30" M2' 30" MH1' 40"
生地の状態	均一に伸びる	均一に伸びる	均一に伸びる	ややムラ有り

ると総加水量は4%増加した。これは湯種を作る際、小麦澱粉のアルファ化に寄与した水の一部が結合等によりミキシング時に作用しないためと思われる。

また、ミキシングは湯種の使用量増加にともない、中高速を若干増やした。捏ね上げ生地の状態は「粉 10%湯種」までは、均一に伸びたが、「粉 20%湯種」ではややムラのある生地となった。県産小麦の場合は、グルテンが外麦強力粉ほどは強くないので、湯種のムラがなくなるまで十分にミキシングをかけるには、生地のブレイクダウンの懸念もあり、容易ではない。

次に焼き上がった食パンは、湯種の使用量が多いものほど、窯伸びが減少し、パンの膨らみは減少した(写真3)。そして、パンのすだちは荒くなる傾向にあった。

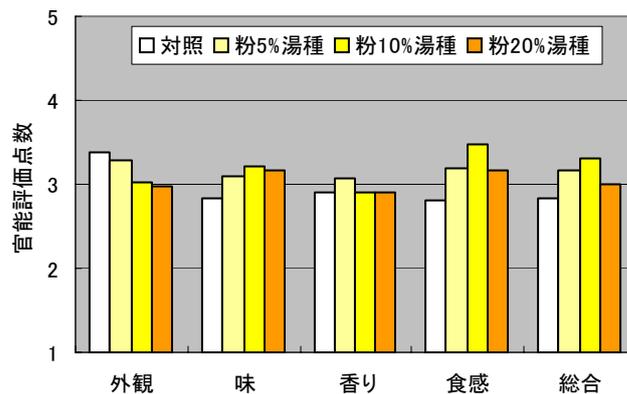


図 2 翌日官能試験結果 (パネラー16名)



対照 粉5%湯種 粉10%湯種 粉20%湯種

写真3 食パンの外観及び内相

これらパンについて、翌日に官能試験を実施した(図2)。

湯種の使用量が増すにつれ、パンの外観評価は下がる傾向にあった。これは、湯種量が多いものほど、パンのボリュームが減少し、すだちが荒くなってしまったためと思われる。

一方、味、食感、総合評価は、対照区よりも湯種使用区の方が高く、特に「粉 10%湯種区」の評価が最も良かった。なお、「湯種 20%区」はパンがより柔らかくなってしまい、へたっている感じや、口の中で団子状になりや

表 2 湯種使用量と翌日のパン食感

	対照	粉 5% 湯種	粉 10% 湯種	粉 20% 湯種
パサパサ感	22	15	15	14
しっとり感	14	19	26	27
もっちり感	14	20	25	24

すい等のコメントが寄せられ、「粉 10%湯種区」より評価が下がった。

パンの食感では、湯種を使用しない対照区はパサパサ感が最も高かった(表2)。一方、湯種区の方はしっとり感の方が高く、湯種使用量が多くなるにつれ、しっとり感も増した。また、もっちり感も湯種区の方が高かった。

以上のことから湯種を使用することにより、翌日でもパンのパサパサ感を抑制し、しっとり感、もっちり感を高められることが確認できた。また、「粉 10%湯種区」が味、食感、総合評価が高かった。

### 3-3 湯種の捏ね上げ温度

湯種を調製する際、捏ね上げ温度の違いにより製パン性にどのような影響があるか検討した。湯種捏ね上げ温度を50℃未満、55℃、65℃の3段階を想定した。実際の湯種捏ね上げ温度は48℃、58℃、66℃であった。

捏ね上げ温度別の湯種の写真を示した(写真4)。



48℃ 58℃ 66℃  
写真4 湯種の捏ね上げ温度と外観

捏ね上げ温度が48℃では生地は白っぽく柔らかな、ペースト状。58℃では柔らかな固形状で付着性がある。66℃では生地が固めになり、べとつかない。

これら湯種を使用し、粉20%湯種の配合で、製パン試験を実施した。

その結果、湯種試験区は対照と比較し、総加水量は増した(表3)。しかも、湯種捏ね上げ温度が糊化温度に近いものほど、パンの総加水量は多くなった。これは、糊化に使用された水の分だけ、加水量が増えたものと思われる。一方、パンの比容積は湯種捏ね上げ温度が58~66℃と糊化温度に近いと、減少する傾向にあった。

表3 湯種の捏ね上げ温度がパンの総加水量と比容積に及ぼす影響

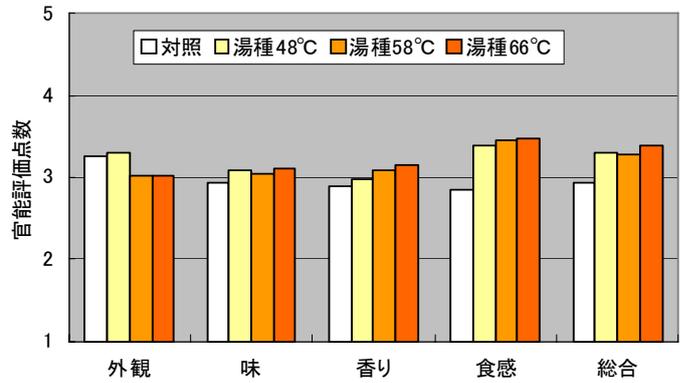
湯種捏ね上げ温度	対照湯種無	湯種48℃	湯種58℃	湯種66℃
湯種量	—	400 g	400 g	400 g
小麦粉(本捏ね)	1000 g	800 g	800 g	800 g
ミシッパ時加水量(総加水量)	620 g(620 g)	440 g(640 g)	460 g(660 g)	500 g(700 g)
パン比容積	4.9	4.8	4.5	4.5



対照 48℃ 58℃ 66℃  
写真5 湯種の捏ね上げ温度とパンの外観・内相

パンの外観・内相を写真5に示した。

これらパンについて、翌日の官能試験の結果を図3、表4に示した。



パネラー20名

図3 翌日官能試験結果

表4 湯種パンの翌日食感

	対照湯種無	湯種48℃	湯種58℃	湯種66℃
パサパサ感	26	20	15	12
しっとり感	20	27	27	32
もっちり感	17	26	26	26

翌日の官能評価で湯種試験区はすべて、対照よりも総合評価高く、3以上であった。湯種捏ね上げ温度が48℃と低くければ、外観への影響はないものの、パサパサ感を感じやすい。老化抑制や風味のためには、湯種捏ね上げ温度は、これより高めめの60℃前後が適当と思われる。

### 3-4 湯種へトレハロース配合

湯種パンはしっとり、もっちり感があるものの、すだちが荒くなる等外観が劣る傾向にある。湯種を作る際の熱湯で、グルテンの一部が熱変性を受け、脆くなるといわれているが、その影響が出たものと思われる。

そこで、蛋白質変性抑制効果があるとされるトレハロースの存在下で、湯種を作ることにより、パンの外観への影響を抑制できないか検討した。

湯種に使用する小麦粉に対し、5%のトレハロースを熱湯に溶解し、湯種を調製した。

粉10%、粉20%の湯種配合で、製パン試験をした結果、写真6のような結果となった。湯種の使用量が増すにつれ、パンのボリュームは出にくくなり、すだちも荒くなった。

つまり、5%のトレハロース存在下で、調整した湯種でも、湯種パンの外観を向上させることはできなかった。



対照、粉10% 粉20% 対照 粉10% 粉20%  
湯種 湯種 湯種 湯種

写真6 トレハロース配合湯種パンの外観・内相

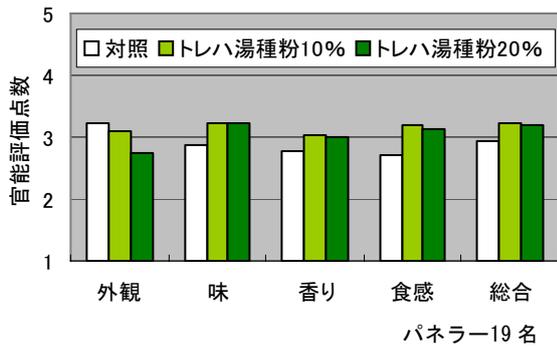


図4 翌日官能試験結果

翌日の官能試験の結果を図4に示した。

トレハロース存在下で調整した湯種を使用しても、これまでの湯種パンとほぼ同様な評価であった。

### 3-5 もち姫湯種

湯種部分に使用する小麦粉の違いによっても、湯種パンの製パン性は違ってくる<sup>9)</sup>という。そこで、東北農業研究センターで育種されたもち性小麦のもち姫を湯種部分に使用した場合、ゆきちからパンの製パン性はどうか検討した。

仕込みの粉5%、粉10%相当のもち姫湯種を使用し、食パンで製パン性を調べてみた。



対照、粉5%湯種 粉10%湯種

写真7 もち姫湯種使用パンの外観・内相

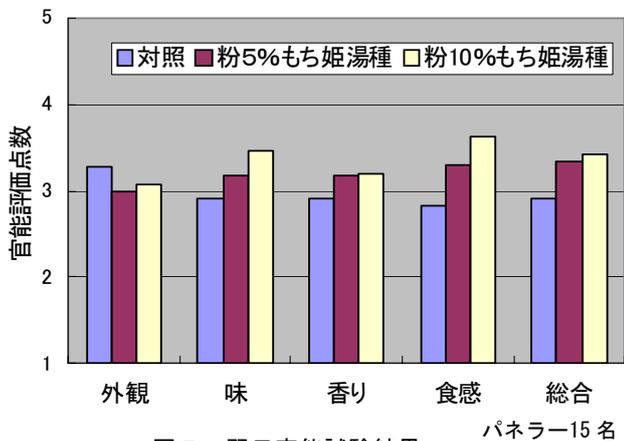


図5 翌日官能試験結果

表5 湯種パンの翌日食感

	対照	粉5%湯種	粉10%湯種
パサパサ感	25	14	12
しっとり感	12	24	35
もっちり感	11	20	27

その結果を、写真7、図5、表5に示した。

外観は、もち姫を湯種に使用した場合も、湯種パンは対照よりやや劣った。しかし、食感では湯種パンは焼いた翌日もしっとり感やもっちり感があり評価が良かった。対照はパサパサ感が出てきて、味、香り、食感、総合評価が普通評価の3に達しなくなるのに対し、湯種パンはこれら項目の評価が3以上あり、もち姫を湯種に使用した場合も、ゆきちから湯種と同レベルの老化抑制効果が認められた。ただ、もち姫湯種パンは粉10%の湯種にもち姫を使用しただけでも、口の中でやや団子状になる点が気になるところであった。

### 3-6 湯種の冷凍

湯種は製造後、低温熟成させることにより、小麦粉中のβ-アミラーゼを働かせせるのが一般的である。そのため、湯種パンの製造では前日に湯種の準備が必要となる。湯種をまとめて製造し冷凍保存が可能であれば、いつでも手軽に湯種パンを製造できる。そこで、湯種を冷凍した場合、製パン性に影響が出るか調べてみた。

湯種は低温熟成させたものを二分し、対照湯種はさらに24時間冷蔵、冷凍湯種は24時間冷凍後解凍した。それぞれ粉10%湯種の角型食パン、ワンローフの製パン試験を実施した。

その結果、パン製造の各工程で、両湯種の違いは全く感じられなかった。そして、焼き上がったパンの外観、内相を写真8に示した。

ワンローフの比容積は共に4.5であった。そして、食味にも差は認められなかった。



対照湯種 冷凍湯種、対照湯種 冷凍湯種

写真8 冷凍湯種使用パンの外観・内相

湯種は熱湯処理の段階で、蛋白質の一部に熱変性が起きている。その後、冷凍しても、製パン性に影響を与えるような蛋白質変性はないようである。

以上の結果から、低温熟成後の湯種は冷凍保存が可能であることがわかった。

### 3-7 テーブルロールの湯種パン

テーブルロールに湯種を使用した場合の製パン性について検討した。粉20%湯種の配合で製パン試験を実施した。その結果、湯種区は翌日にはパンが収縮し、表面に皺が生じた(写真9)。

パンの官能試験を当日13名、翌日4名のパネラーで実施し、その平均点を図6に示した。対照と比較し、湯種区は外観評価がやや劣ったものの、食感や味、総合評価が勝っており、菓子パンへの使用は有望と思われた。



対照 粉20%湯種  
写真9 テーブルロール外観

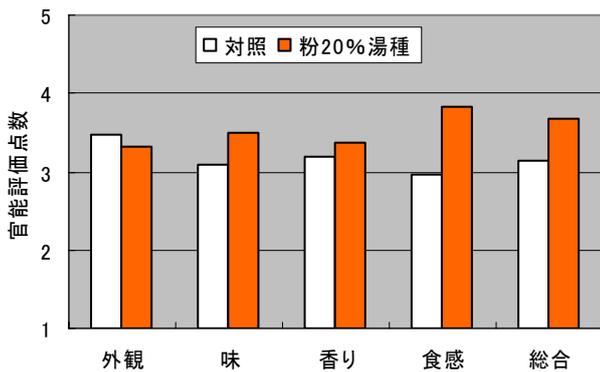


図6 官能試験結果 パネラー17名

## 4 結 言

県産小麦のゆきちからパンの品質向上を目的に、湯種の使用を試みた。湯種を使用すると、パンは翌日でもパサツキが少なく、しっとり感があり、湯種には老化抑制効果が認められた。湯種の使用量が増すにつれ、パンの食感はしっとり感やもちり感が強くなり、いわゆる湯種食感を楽しむことができる。また、湯種使用により、パンの風味も良くなり、総合評価も良くなった。

一方、パンのボリュームや比容積は、湯種使用量が増すにつれ減少し、すだちも荒くなっていく傾向にあった。

このように、湯種の使用はパンの食感や風味へはプラスに、容積やすだち等外観へはマイナスに作用した。

従って、湯種量としては、粉10%湯種配合が適当と思われる。パンの外観への影響も少なく、食感や風味の向上も期待できる。

## 文 献

- 1) 島津裕子他、関村照吉、大沢純也：岩工技報, 11, 27 (2004)
- 2) 島津 裕子他、菊池淑子、遠山良：岩工技報, 12, 15 (2005)
- 3) 島津 裕子他、菊池淑子、遠山良：岩工技報, 13, (2006)
- 4) 島津 裕子他、遠山良：岩工技報, 14, (2007)
- 5) 島津 裕子他、佐藤美佳子：岩工技報, 15, (2008)
- 6) Pain 4, Vol, 55(2008)
- 7) 島津睦子：手作りパン工房

## 雑穀麴ペーストを利用した洋菓子の試作\*

畑山 誠\*\*、遠山 良\*\*

イナキビを製麴・糖化した雑穀麴ペーストを使って、洋菓子（マフィン、プリン、シュークリーム、ロールケーキ）の試作を行った。これらの試食の結果、ペーストの濃厚な味わいが菓子に付与されたと評価された。

キーワード：イナキビ、麴、マフィン、プリン、シュークリーム、ロールケーキ

## Development of Confectioneries Using Millet-*Koji* Paste

HATAKEYAMA Makoto, TOYAMA Ryo

Development of confectioneries (muffin, pudding, cream puff and *Roll cake*) using Millet-*koji* paste of a variety of millet '*Inakibi*' was operated. As the result, those confectioneries were evaluated as including the rich taste of the paste.

key words: *Inakibi*, *Koji*, muffin, pudding, cream puff, *Roll cake*

### 1 緒 言

岩手県は全国第1位の生産量を誇る雑穀の産地であり、近年雑穀を原料とする様々な加工食品の開発が進んでいる。これらの食品のほとんどは、雑穀を粒のまま（雑穀粥、雑穀カレー、菓子など）あるいは粉にして混ぜ込む（パン、菓子など）利用方法が取られている。

これに対し新たな雑穀の利用方法を開発することを目的として、雑穀麴を糖化した粘調性の液を製パンの糖質原料として利用する試験を行った<sup>1)</sup>。また、この糖化液を加工食品原料として市場に供給するため、麴屋もとみや（八幡平市）と共同で工業化試験を行い、これを「雑穀麴ペースト」として商品化した。雑穀麴ペーストは、デンプンやタンパク質が麴菌の酵素により分解されているため甘味と旨味に富み、色々な食品の原料として利用が進むことが期待されている。

本試験では雑穀麴ペーストを使った洋菓子を試作し、その試食評価を行った。

### 2 方 法

#### 2-1 原材料

雑穀麴ペーストは、イナキビを原料とするものを麴屋もとみやから購入した。

その他の原料は菓子作りに普通に用いられるものを使い、菓子それぞれのレシピの中に記載した。特徴的なものとして、水に浸漬しただけのイナキビをマフィンの原料とした。またシュークリームに吟醸酒の粕を使用し、ロールケーキ生地に白糖の代わりにきび砂糖を使った。

#### 2-2 マフィンの作り方

1. 卵を卵黄と卵白に分ける。
2. 練ったバターに白糖の半分を混ぜる。
3. これに卵黄、ペースト、牛乳を加え混ぜる。
4. 卵白には残りの白糖を加え溶かし、泡立ててメレンゲを作る。
5. 3と4を混ぜる。
6. これに予めベーキングパウダーを混ぜておいた薄力粉を切るように混ぜる。
7. カップに盛って170℃で25分焼く。

\* 粒入りは5の混合物を1：4に分け、洗穀・浸漬したキビを1の方に混合する。これに1：4に分けた薄力粉をそれぞれ混ぜて、粒の入った方の生地をカップの上部に盛って焼成する。

表1 マフィンのレシピ(8個分)

材 料	プレーン	ペースト入り	粒入り
薄力粉	150g	150g	150g
白 糖	60g	60g	60g
無塩バター	60g	60g	60g
卵(L)	1個	1個	1個
雑穀麴ペースト	-----	60g	60g
牛 乳	20g	20g	20g
キ ビ	-----	-----	20g

#### 2-3 プリンの作り方

1. カaramelソースを作る。
2. 内側に無塩バターを塗ったプリン型に適量流し入れ、生地が出来るまで冷蔵庫で冷やす。

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 岩手県工業技術センター食品醸造技術部

3. 牛乳を中火で暖め、砂糖を加えて溶かす。
  4. これに雑穀麴ペースト、バニラオイルを加える。
  5. 卵を泡立てないようにほぐす。
  6. 5に4を加え、静かに混ぜ合わせる。
  7. これを裏漉しして、プリン型に流し入れる。
  8. 天板に型を並べて、湯を注ぐ。
  9. 140℃で30分蒸し焼きにする。
- \*プリンに用いた雑穀麴ペーストは、ミキサーで粉碎した後、裏漉ししたものを使用した。

5. 2と4をさっくり混ぜる。
  6. これに薄力粉を粉気がなくなるまで混ぜる。
  7. バターと牛乳を混ぜ、クッキングシートを敷いた天板に流し込む。
  8. 180℃で11分焼いた後、熱を冷ます。
  9. 白糖を溶かして、生クリームを硬く泡立てる。
  10. これに雑穀麴ペーストとハチミツを混ぜる。
  11. 生地にクリームを塗って巻き、冷蔵庫で1時間以上冷やし固める。
- \*クリームにはミキサーで粉碎・裏漉しした雑穀麴ペーストを使用した。

表2 プリンのレシピ(18個分)

材 料	ペースト入り
卵(L)	9個
白 糖	180g
牛 乳	840g
雑穀麴ペースト	240g
バニラオイル	少々
カラメルソース	適量

2-4 シュークリームの作り方

1. 鍋に水とバターを入れ火に掛け、沸騰させる。
2. 薄力粉を入れ、鍋底に白膜が出来るまで混ぜる。
3. 火から下ろし、溶いた卵を3回に分け混ぜる。
4. 生地がリボン状にゆっくり落ちる硬さとする。
5. 生地を搾り袋で天板にこんもりと丸く絞る。
6. 200℃で10分焼く。
7. 雑穀麴ペーストと吟醸粕を混ぜる。
8. これをミキサーで粉碎・裏漉しし、適宜作ったカスタードと生クリームを混ぜる。
9. 6のシュー皮に9のクリームを詰める。

表4 ロールケーキのレシピ(25cm×30cm天板)

材 料	クリームタイプ	生地タイプ
<生地>		
卵(LL)	3個	3個
きび砂糖	60g	60g
薄力粉	50g	50g
雑穀麴ペースト	----	30g
水 飴	10g	----
無塩バター	5g	5g
牛 乳	5g	5g
<クリーム>		
生クリーム	50g	50g
白 糖	3g	20g
雑穀麴ペースト	8g	----
ハチミツ	3g	----

2-6 試食と採点

菓子類の試食は、男女の比率が同じ程度になるように、また年齢構成も偏らないようパネラーを選択し行った。採点は5点法で行い、1点悪い、2点やや悪い、3点普通、4点やや良い、5点良いで行った。

表3 シュークリームのレシピ(20個分)

材 料	ペースト入り
<生 地>	
薄力粉	140g
無塩バター	120g
水	180g
卵(L)	7個
<クリーム>	
カスタード	800g
生クリーム	200g
雑穀麴ペースト	270g
吟醸酒粕	30g

2-5 ロールケーキ

1. 卵を卵黄と卵白に分ける。
2. 卵白にきび砂糖と水飴を溶かし、メレンゲを作る。
3. 卵黄をレモン色になるまで泡立てる。
4. これに雑穀麴ペーストを混ぜる。



写真1. 雑穀麴ペーストを使った洋菓子類

### 3 結果

#### 3-1 マフィンの評価

雑穀麴ペーストの味は、麴の甘味・旨味が主であり、これに雑穀由来の苦味などが混じる。この味が上手く洋菓みに馴染むか否かがポイントとなる。従ってこの味を好む人とそうでない人で評価は分かれる。本試験のマフィンは生地にベーキングパウダーを混ぜて膨らませながら焼く、アメリカンタイプのものである。

表5にマフィン試食の採点平均値を示した。味の面を中心に捉えると麴ペーストを入れたものはやや良い評価となった。この評価は「味が複雑で良い(砂糖の単純な甘味ではない)」と言うコメントに代表されると思われる。さらに本試験に使用した雑穀麴ペーストはイナキビを原料としたものである。そのためもち種の雑穀であるイナキビの特性、粘りがマフィンに持ち込まれ、ややモチモチとした食感になった。この点も好まれたようである。反対にペースト入りマフィンを低く評価した人のコメントとしては、「麴臭が気になる」、「口の中でべとつく」というものがあつた。

イナキビの粒をマフィンに配合したものは評価がやや低くなった。粒がマフィン上部に集まるように作ったため、見た目でも雑穀入りであることが直ぐに判り、「粒が見えるため差別化できて良い」、「噛んだときの粒々が口の中でカリッと砕ける食感が良い」とのコメントがあつた反面、「粒が硬い」、「見た目は良いが、食べると硬い」というコメントが多くあつた。雑穀そのものを配合するには、硬さをコントロールする必要があることが示唆された。

表5 マフィンの試食採点表 (n=15)

項目	プレーン	ペースト入り	粒入り
香り	3.9	3.3	3.1
味	3.3	3.8	3.1
食感	3.2	3.8	2.7
総合	3.5	3.6	2.9

#### 3-2 プリンの評価

プリンはいギリスのプディングを祖として誕生し、その後フランスで製法が確立された。滑らかな舌触りと甘い卵味に特徴がある蒸し焼き菓子である。そこでプリン滑らかなさを損なわないように粒の残るペーストを裏漉しして使つた。配合割合は1割強である。この試食では比較対象を用意しなかつた。それは、単品の商品として食した時のコメントを聞いたかつたためである。

表6にプリン試食の採点平均値を示した。男女で評価が大きく異なり、女性が高かつた。男性は「普通に美味しい」、「雑穀の味は判別できない」といったコメントが多く、また「もっちり感がある」、「個性が欲しい」といったコメントもあつた。女性は「柔らかい味で美味しい」

というコメントが多い反面、「少し粉っぽい」、「もう少し滑らかな食感が欲しい」といった評価も多かつた。協同乳業(株)製(商標メイトー)に代表される、やわらかく滑らかな食感のプリンが市場における定番商品となっているが、この滑らかさは卵・牛乳・砂糖の3原料だけでは出せない。この食感に慣れ親しんだ消費者も多くなつてきたものと推察される。

ペースト入りプリンを端的に表すコメントとして「普通のプリンにない香りと喉越しのコクがあり、濃厚な味」というものがあつた。パネラーにより評価は分かれるもののペーストを入れることで濃厚な味が付与されるのが特徴と言える。

表6 プリンの試食採点表 (n=32)

項目	総合	男(17)	女(15)
香り	3.6	3.5	3.8
味	3.9	3.7	4.2
食感	3.6	3.2	4.0
総合	3.7	3.5	4.0

#### 3-3 シュークリームの評価

16世紀イタリア、メディチ家のカトリーヌ王女がフランスのアンリ二世に嫁いだ時、共に渡つた製菓職人によってシュー生地が持ち込まれた。その後この生地に詰め物をした料理が生まれ、それがシュークリームの始まりとされている。このクリームも滑らかであることが求められる。そこで粒の残るペーストを裏漉しして使つた。配合割合は3割である。

はじめ単にカスタードクリームに雑穀麴ペーストを混ぜたが、どうにも味が馴染まなかつた。そこでクリームとペーストの味を結びつける材料として香りの高い吟醸酒粕を配合した。清酒の製造には米麴が使われているため馴染みが良いだろうと考えた。

表7にシュークリーム試食の採点平均値を示した。シュークリームの男女別評価点ではプリンとは逆に男性の評価が高かつた。甘いクリームに甘いペーストを加えるので、味がくどくなるのを防ぐ役目を酒粕に求めた。男性の評価がやや高いのは酒好きが多いためと思われるが、「甘ったるさが無く良い」、「酒粕風味がちょうど良く、立て続けに2~3個はいける」という肯定的評価と「酒粕の味に従来のシューとのギャップを感じる」、「酒粕嫌い」という否定的意見が相半ばであつた。女性は「香りは良いも、苦味が出る」、「酒粕風味に違和感がある」、「酒粕風味苦手」と否定的意見の方が多かつた。酒粕はペーストの1割(クリームに対して3分)しか配合していない。これを入れることによってクリームとペーストの馴染みの悪さは解消されるものの、酒粕の香味が評価の分かれ目になつた。さらに配合量の検討が必要である。

表7 シュークリームの試食採点表 (n=37)

項目	総合	男(25)	女(12)
香り	3.4	3.4	3.4
味	3.3	3.4	3.2
食感	3.8	3.9	3.5
総合	3.5	3.6	3.3

### 3-4 ロールケーキの評価

ロールケーキは、昭和30年代に山崎製パンが「スイスロール」の名で販売を始め、全国的に広がった。ロールケーキは生地とクリームを別々に作り、併せて完成する。本試験では雑穀麴ペーストを生地に配合したものとクリームに配合したものを作り、試食に供した。生地には粒が残るペーストを1割弱、クリームには裏漉ししたものを1割強配合した。

はじめ普通に白糖とペーストを配合した生地を焼いたところ、ペーストの味が浮いた。そこで白糖をきび砂糖に代えたところ馴染みが良くなった。次に生クリームにペーストを混ぜたが、これも味が馴染まなかった。そこでクリームとペーストの味を結びつける材料としてハチミツを少量配合し、馴染ませることに成功した。

表8にロールケーキ試食の採点平均値を示した。男性はクリームにペーストを混ぜた味を好み、女性はペーストが配合された生地の香りを嫌うという結果になった。ロールケーキはクリームと生地の分量比が1:4以上で圧倒的に生地の方が多い。従ってペーストの使用量も生地タイプの方が4倍多い。しかし「クリームタイプはペーストの特徴出る」、「差別化するならクリームタイプ」とのコメントがあり、少量の雑穀麴ペーストを使って商品の特徴を出すにはクリームにペーストを混ぜる方が得策という評価になった。逆に「クリームに混ぜると味がくどい」という評価もあり、ハチミツの添加量も併せ配合量には検討の余地がある。

表8-1 ロールケーキ(クリーム)の試食採点表 (n=25)

項目	総合	男(14)	女(11)
香り	3.6	3.6	3.6
味	3.9	4.1	3.6
食感	3.4	3.5	3.4
総合	3.6	3.7	3.5

表8-2 ロールケーキ(生地)の試食採点表 (n=25)

項目	総合	男(14)	女(11)
香り	3.2	3.4	3.0
味	3.6	3.6	3.6
食感	3.6	3.6	3.6
総合	3.5	3.5	3.4

生地混合タイプでは男女ともに「味がよい」、「麴の味を感じない」、「食べやすい」という評価が多く、クリームにペーストを混合するより普通のロールケーキに近いものとし受け取られている。ただしコメントには出てこなかったが、生地にペーストを配合したロールケーキの香りは、麴臭が出るため女性にはあまり好まれないようであった。

## 4 結 言

本試験では、新たな雑穀の利用方法を開発することを目的として、雑穀麴を糖化した雑穀麴ペーストを使って洋菓子を試作し、その評価を行った。

マフィンでは、雑穀麴ペーストを入れたものは味がやや良いという評価であった。イナキビの特性である粘りがマフィンにモチモチとした食感を与え、この点も好まれた。イナキビの粒をマフィンに配合したものは、見た目は良いが粒が硬いという指摘があった。雑穀そのものを混ぜ込むときは硬さをコントロールする必要があることが示唆された。

プリンでは、男女で評価が大きく異なり、女性の評価が高かった。ペースト入りプリンを端的に表すコメントとして「普通のプリンにない香りと喉越しのコクがあり、濃厚な味」というものがあつた。プリンにペーストを入れることで濃厚な味が付与されるのが特徴であった。

シュークリームでは、プリンとは逆に男性の評価が高かった。これはカスタードクリームにペーストを馴染ませるために吟醸酒粕を配合したことが一因と思われた。男性は肯定的評価と否定的意見が相半ばであり、女性是否定的意見の方が多かった。酒粕を入れたことによってクリームとペーストの馴染みの悪さは解消されるものの、その香味が評価の分かれ目となった。

ロールケーキでは、男性はクリームにペーストを混ぜた味を好み、女性はペーストが配合された生地の香りを嫌うという結果になった。少量のペーストを使って味の特徴を出すにはクリームにペーストを混ぜる方が良い。生地に混合するタイプでは、クリームにペーストを混合するより普通のロールケーキに近いものと評価された。但し、その香りは女性にはあまり好まれない。

雑穀はその機能性が高く評価されている農産物であり、雑穀麴ペーストは雑穀のデンプンやタンパク質が分解されているため甘味と旨味に富んだ調味食品である。このペーストを使った色々な食品の開発が進むことが期待される。なお本試験には、小川さくら臨時職員から多大なる助言と助力を戴いた。ここに深く感謝したい。

## 文 献

- 1) 畑山誠, 秋山美展, 高橋慶太郎, 秋田県総合食品研究所報告, 9, 10 (2007)

## 蕎麦の製麴と味噌の試作\*

畑山 誠\*\*、 及川 和志\*\*、 遠山 良\*\*

市販の抜き蕎麦を製麴し、これを麴とした味噌の製造試験を行った。この味噌の風味は、香りが低く、味は旨味、酸味と蕎麦由来の渋みを感じられ、米味噌と異なるものであった。

キーワード：そば、麴、味噌、

## Development of *Koji* and Soybean Paste Using Buckwheat

HATAKEYAMA Makoto, OIKAWA Kazushi, TOYAMA Ryo

Soybean paste making using buckwheat-*koji* was operated. Those were evaluated as different from soybean paste using rice-*koji*. The flavor was low. The taste was *umami*, acidity and astringent from buckwheat.

key words: buckwheat, *Koji*, soybean paste

### 1 緒 言

岩手県では冷涼な気候の山間部や痩せ地でも栽培可能な雑穀の生産が盛んである。また昔から蕎麦の生産も行われてきた。最近では八幡平市や雫石町などで蕎麦を核とした町興しなども行われている。

蕎麦を原料として作られる食品として、一般的な乾燥蕎麦や街のそば屋が提供する手打ち蕎麦の他に、長野県などの蕎麦味噌や宮崎県などの蕎麦焼酎がある。これらの製造に必要とされるのが蕎麦の製麴技術である。外山らは蕎麦グリッツを原料として味噌製造に十分な力価の麴が得られたと報告している<sup>1)</sup>。また境らも抜き蕎麦を使って蕎麦麴を安定供給でき、蕎麦 100%の焼酎を造る特許<sup>2)</sup>を出願している。しかし中島は抜き蕎麦では一定品質の蕎麦麴の製造は困難であるとして、蕎麦粉を造粒成形したものを製麴し、酒類製造に用いる特許<sup>3)</sup>を出願している。

本試験では蕎麦の利用法を創出することを目的として、抜き蕎麦の製麴が可能かを試し、蕎麦味噌の試作と分析・官能評価を行った。

### 2 方 法

#### 2-1 原材料

抜き蕎麦は、山加製粉(株)の「雪ぼたん」を使用した。製麴には、そのままの抜き蕎麦とロール間隔を2.5mmとした研究用麴機 OHTAKE NOODLE MACHINE を通して割砕した抜き蕎麦の2種類を使用した。大豆は平成18年産のナンブシロメを、食塩は並塩を使用した。

#### 2-2 微生物

種麴は(株)秋田今野商店の「味噌用」を指定量の2倍

量使用した。耐塩性酵母は当所保存株 *Z. rouxii* RM-3 を味噌 1 g 当たり初発菌量  $3.0 \times 10^6$  cfu で使用した。

#### 2-2 蕎麦の吸水試験

一定水温とした恒温槽に、茶漉しに入れた15℃の抜き蕎麦 30 g を漬け、経時的に吸水率を調べた。

#### 2-3 蕎麦の原料処理・製麴

そのままの抜き蕎麦で33%、割砕した蕎麦で36%の吸水を行った。これを甌で70分間蒸きょうし、放冷後種麴を付けて、恒温恒湿機内で4日麴として製麴した。

#### 2-4 蕎麦味噌の仕込み

一晚浸漬した大豆を設定温度 121℃のオートクレープで45分間蒸煮した。この蒸煮大豆、蕎麦麴、食塩と耐塩性酵母を入れた種水を原料とし、定法に従ってみそを仕込んだ。麴を蒸煮大豆とともにチョッパーを通して粉碎する方法を基本とした。麴を潰さない試験区は(粒)と、抜き蕎麦を浸漬前に割砕した試験区を(割)と表記した。また麴歩合は6割を基本とし、10割麴の仕込みも行った。蕎麦味噌の原料配合を表1に示した。同じ6割麴仕込みで割砕試験区と他の2試験区の種水量が異なるのは出麴時の水分含量が異なったためである。

表1 蕎麦味噌の配合 (g)

原 料	6割	6割(粒)	6割(割)	10割
大 豆	1000	1000	1000	800
抜き蕎麦	600	600	600	800
食 塩	380	380	370	370
種 水	280	280	190	470

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 岩手県工業技術センター食品醸造技術部

2-5 発酵熟成

味噌は30℃の恒温機内で発酵熟成を進めた。市販の赤味噌は、XYZ表色系でY値(明度)が10~12の色の製品が多い。そこでY値が12以下まで下がった時点を熟成の終点とした。

2-4 分析

蕎麦麴の酵素力価測定にはキッコーマンの醸造分析キットを用いた。蕎麦味噌の水分、食塩分、pH、滴定酸度、アルコール、ホルモール窒素分析は基準みそ分析法<sup>4)</sup>に従った。色はミノルタ社の色彩色差計CR-200で、全窒素はtecater社のKJELTEC AUTO SAMPLER SYSTEM 1035 Analyzerで、アミノ酸は日立ハイテクノロジーズ社のL-8900形高速アミノ酸分析計で測定した。味噌からのアミノ酸の抽出はみそ浸出液を調製<sup>4)</sup>し測定試料とした。

2-5 官能検査

味噌の官能検査はパネラー4名で行った。採点は5点法で行い、点数が低い方を評価が良いとした。

3 結果

3-1 蕎麦の吸水

図1に水温を変えたときの抜き蕎麦の吸水率を示した。製麴には30%位の吸水が適当とされているが、水温5~25℃の範囲であれば5~10分で程良い吸水が得られた。麴菌の旺盛な繁殖を意図して割砕した抜き蕎麦を調整し、吸水率を調べた。結果、吸水時間1分で吸水率が40%を越え、この方法は吸水が早すぎて実製造には適さないことが示唆された。

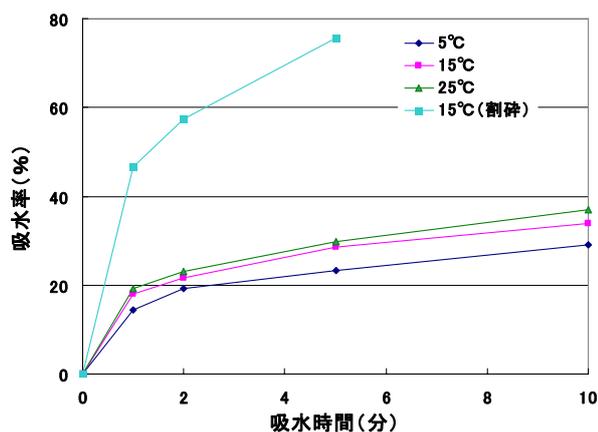


図1. 抜き蕎麦の吸水率

3-2 蕎麦麴の酵素力価

表2にそのまま割砕した抜き蕎麦麴の酵素力価を示した。割砕抜き蕎麦の方が酵素力価は高い。しかし外山らの報告<sup>1)</sup>では、蕎麦グリッツ麴がαアミラーゼ 2200 U/g、グルコアミラーゼ 200 U/g、酸性プロテアーゼ 14400 U/gの高力価を示したとあり、比較すると半分程の力価である。さらに製麴方法の検討が必要である。

表2 抜き蕎麦麴の酵素力価 (U/g、乾物換算値)

	水分(%)	AA	GA	ACAP
抜き蕎麦	9.9	1331	85	7839
割砕蕎麦	17.8	1753	126	8731

\* AA: αアミラーゼ、GA: グルコアミラーゼ、ACAP: 酸性カルボキシペプチダーゼ

3-3 蕎麦味噌の熟成

表3に蕎麦味噌熟成終了時の色と熟成日数を示した。10割麴味噌はY値が早く低下した。麴歩合が高くグルコース供給量が多いためアミノカルボニル反応が早く進んだと考えられる。逆に蕎麦を割砕したものはY値の低下が少し遅かった。熟成期間は3~4ヶ月であり、色の進みは早かった。

表3 蕎麦味噌の色

明度・色度	6割	6割(粒)	6割(割)	10割
Y	11.96	11.92	11.87	10.75
x	.4326	.4271	.4318	.4252
y	.3684	.3640	.3692	.3629
熟成日数	99	99	112	99

3-4 分析値

表4に蕎麦味噌の分析値を示した。10割麴味噌はグルコース含量が高く、逆に全窒素が低い。ホルモール窒素は味噌熟成の指標とされるが、酵素力価が高かった割砕麴の味噌が高く、麴が粉碎されないため酵素の溶出が遅い粒麴味噌は低かった。10割麴味噌のホルモール窒素も低い、これは相対的に大豆含量が少ないためである。たんぱく分解率は粒麴味噌で低い。これも酵素の溶出が遅いためと思われる。米味噌のたんぱく分解率は20~25%と云われる<sup>5)</sup>。これと比較すれば色の進みだけが早いのであり、成分の熟成は普通と考えられる。

酵母の活動により増えるのはアルコールであり、減るのがグルコースである。6割麴味噌のアルコール濃度は

表4 蕎麦味噌の分析値

項目	6割	6割(粒)	6割(割)	10割
水分(%)	47.4	46.7	47.0	46.3
食塩(%)	11.4	11.5	11.7	11.4
Glu(%)	3.8	4.5	3.2	6.4
Alc(%)	1.1	1.1	1.0	1.0
pH	4.9	4.9	5.0	5.1
滴定酸度	24.8	22.6	25.6	24.4
FN(%)	0.49	0.46	0.52	0.46
TN(%)	2.13	2.15	2.18	2.00
P分解率(%)	23.2	21.3	23.7	23.0

\* Glu: グルコース、Alc: アルコール、FN: ホルモール窒素、TN: 全窒素、P分解率: たんぱく分解率

ほとんど同じであるが、グルコース量に違いがあった。酵母添加量が  $10^6$ cfu/g と多いので発酵は仕込み期間の前半に活発であった。酵素力価の高い味噌は早めにグルコースが供給され、これを酵母に消費されたものと推測される。これに対しアルコールが蓄積されないのは仕込み規模が小さく酸素供給があるため酵母が呼吸した割合が高い、あるいはアルコールが揮散したためと考えられる。

### 3-5 アミノ酸

表5に蕎麦味噌中のアミノ酸を示した。10割麺味噌のアミノ酸含量は総じて6割麺味噌に比べて低かった。例外はアスパラギン酸、シスチン、チロシンであった。麺歩合が同じ味噌の比較では、酵素力価が高い割碎麺味噌のアミノ酸含量が高く、酵素の溶出が遅い粒麺味噌で低い傾向であった。このアミノ酸含量は味噌熟成の指標とされるホルモール窒素に比例する。

表5 蕎麦味噌のアミノ酸 (%)

アミノ酸	6割	6割(粒)	6割(割)	10割
Asp	0.74	0.70	0.78	0.76
Thr	0.31	0.29	0.33	0.27
Ser	0.45	0.42	0.47	0.41
Glu	1.08	1.03	1.17	1.02
Gly	0.24	0.23	0.25	0.22
Ala	0.45	0.43	0.47	0.41
Val	0.45	0.41	0.47	0.39
Cys	0.02	0.02	0.02	0.02
Met	0.15	0.14	0.16	0.13
Ile	0.39	0.36	0.41	0.33
Leu	0.71	0.65	0.73	0.60
Tyr	0.30	0.24	0.29	0.29
Phe	0.47	0.42	0.48	0.38
Trp	0.02	0.02	0.02	0.01
Lys	0.58	0.53	0.60	0.47
His	0.11	0.10	0.12	0.08
Arg	0.74	0.68	0.76	0.62
Pro	0.41	0.39	0.43	0.38
Total	7.62	7.06	7.96	6.79

### 3-6 官能検査

表6に蕎麦味噌の官能評価点を示した。色は普通、香りが低く、味は旨味、酸味と蕎麦由来の渋みを感じられ、米味噌と異なる風味であった。組成は全体的にやや硬い傾向であった。試験区間の香味は微妙に異なるが、大きな違いは感じられないというのが官能パネラーの意見であった。

香りが低目なのは、酵素力価が低かったためグルコースの供給が潤沢ではなくアルコール発酵が旺盛ではなかったこと、仕込み規模が小さいため発酵をせず呼吸した

酵母も多かったことによると思われる。また組成が硬いのは大豆が古かったこと、抜き蕎麦が精白米に比べて繊維分が7倍多い穀物である<sup>6)</sup>こと、酵素力価が低く分解速度も遅かったことが原因と考えられる。蕎麦が米より硬く溶けにくいことは予想されたので仕込み水分を米味噌より3%位高めの47.5%に設定した。しかし、水分はもう少し高く設定した方が良いかもしれない。

表6 蕎麦味噌の官能評価点 (n=4)

アミノ酸	6割	6割(粒)	6割(割)	10割
色	3.0	3.0	3.0	3.3
香り	3.4	3.1	3.4	3.1
味	2.5	2.3	2.6	2.9
組成	2.8	2.9	3.5	3.5
総合	2.91	2.81	3.13	3.19

## 4 結 言

本試験では蕎麦の新たな利用法創出を目的として、抜き蕎麦の製麺が可能かを試し、蕎麦味噌の試作と成分分析、官能評価を行った。

抜き蕎麦の吸水は、水温5~25℃の範囲であれば5~10分で程良い吸水が得られた。割碎した抜き蕎麦は吸水1分で吸水率が40%を越え、実製造には適さないことが示唆された。抜き蕎麦を製麺して得られた麺の酵素力価は、外山らの報告<sup>1)</sup>の半分程の力価だった。この麺で仕込んだ10割麺味噌は6割麺味噌と比較してグルコースが高く、全窒素が低かった。ホルモール窒素とアミノ酸量は酵素力価が高かった割碎麺味噌が高く、粒麺味噌では低かった。たんぱく分解率は21~23%で熟成速度は普通であり、色の進みだけが早かった。

蕎麦味噌の風味は、香りが低く、味は旨味、酸味と蕎麦由来の渋みを感じられ、米味噌と異なるものであった。組成は全体的にやや硬かった。試験区間の香味は微妙に異なるが、大きな違いはないと評価された。

蕎麦は岩手県でも栽培が盛んな穀物である。これを麺とする製造技術確立して、新たな蕎麦の活用方法を生み出していきたい。

## 文 献

- 1) 外山大介, 川原一仁, 山下實, 西山和夫, 水光正仁, 三浦道雄 日本食品工学会誌, **40**, 713 (1993)
- 2) 特許出願公開番号 特開 2005-87148
- 3) 特許出願公開番号 特開 2005-295919
- 4) 基準みそ分析法 全国味噌技術会(1995)
- 5) みそ技術ハンドブック 全国味噌技術会 63(1995)
- 6) 香川芳子監修 五訂増補食品成分表 2007 (2006)

### 3-DGを指標とした清酒の熟度測定\*

山口 佑子\*\*、中山 繁喜\*\*、菊地 潔\*\*\*

3-デオキシグルコソン(3-DG)を指標とした酒質劣化の判別方法を検討している。今回、温度条件を変えて清酒の保存試験を行い、その間の3-DG量の変化を測定した。また、市販酒と同じ条件で流通試験を行い、3-DG量の変化と流通期間の温度履歴について調査した。その結果、20°C以下の温度帯では3-DG量は増加しにくいことが確認できた。

キーワード：3-DG、酒質劣化

## The Use of 3-Deoxyglucosone in the Measurement of Sake Staling.

YAMAGUCHI Yuko, NAKAYAMA Shigeki and KIKUCHI Kiyoshi

3-Deoxyglucosone (3-DG) concentrations in sake has a correlation with the degree of seasoning from sensory tests. In this study, we used 3-DG as an index of the staling of sake, and measured 3-DG concentrations in sake which were preserved for 170 days at -20°C, 4°C, 10°C, 15°C, 20°C, 25°C, 30°C and 40°C. Moreover, we examined temperature history and increase of 3-DG concentrations of commercial sake which were preserved for 3 months in the shop. As a result, 3-DG concentrations in sake haven't increased at 20°C or less.

**key words** : 3-DG, sake staling

### 1 緒 言

清酒は、搾りたての新酒を一定期間貯蔵することにより香味の調和が取れ、いわゆる飲み頃となることが知られている。しかし、過度に熟成が進み、味のダレや、老香の発生等の酒質劣化を起こした商品が消費者に渡ってしまうと、その商品全体のイメージが低下する。一方、新品との交換時期を適切に判断し、酒造メーカーが意図した酒質のまま消費者に届けられれば、その商品だけでなく清酒全体のイメージが高まる事が予想される。そこで我々は、岩手県の酒造好適米「吟ぎんが」のブランド化のために、市販酒の熟成を化学分析などで判断し、酒質劣化が認められた酒が店頭に並ばないよう商品を管理する方法について検討している。

酒質劣化の指標としては、着色度<sup>1)</sup>や3-デオキシグルコソン(3-DG)<sup>2)</sup>が知られている。しかし、貯蔵着色物質は活性炭でほとんど除去されるが3-DGは除去不可能であると言われており<sup>3)</sup>、実際に着色が無い酒でも熟成感が強く残り、過

熟と判断される酒が散見される。また、清酒中の3-DG量と官能評価による熟度の間には相関があることが報告されている<sup>4)</sup>。そこで我々は熟成の客観的な評価には3-DG量を測定することが重要と考え、従来の酒中3-DG測定方法よりも簡便な方法として、糖尿病の研究で用いられている血液中の3-DGの測定方法の応用を検討してきた。今回はその方法を用いて、保存温度による3-DG増加量の違いと、実際の流通経路を辿った商品の3-DG量の変化について検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 温度条件別保存試験

温度が3-DG量の増加に及ぼす影響を調べるため、吟ぎんがの市販吟醸酒を15mlずつチューブに分注し、8区別の温度条件(-20°C、4°C、10°C、15°C、20°C、25°C、30°C、40°C)で170日間遮光保存し、10~20日おきに3-DGを測定した。

#### 2-2 流通過程の温度履歴調査試験

流通試験では、県内酒造メーカー5社から720mlと1800ml

\* 県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 岩手県酒造共同組合

の市販酒を1種類ずつ合計10点提供していただいた。1800mlの市販酒は普通酒、720mlの市販酒は特定名称酒である(蔵ごとに種類は異なる)。これらに小型温度記録計(サーモクロンGタイプ温度ロガー:KNラボラトリーズ社製)を取り付け、メーカーごと5つの小売店に通常商品同様の状態で約3ヶ月店頭に陳列していただいた。流通試験は、H19年冬期(H19年10月10日~12月29日)とH20年夏期(H20年7月22日~10月22日)の2回行った。また、2回の流通試験に用いたサンプルは、それぞれ異なるロットの酒である。

回収後、出荷から3ヶ月間の温度履歴の計測および出荷時点の酒と出荷後の酒の3-DG量を測定した。また、H20年夏期は、工業技術センター職員7名による官能熟度評価を行った。この試験には岩手酒類卸(株)にご協力いただいた。

### 2-3 3-デオキシグルコソシ(3-DG)の測定

3-DGは、楠らの方法<sup>5)</sup>およびUsuiらの方法<sup>6)</sup>をもとに、酒中の3-DGに適した測定条件で測定した。すなわち、酒サンプル200 $\mu$ lに6%過塩素酸200 $\mu$ lを加えて遠心後、上清に飽和炭酸水素ナトリウム400 $\mu$ lを加えて中和した後、0.25%2,3-diaminonaphthalene(DAN)20 $\mu$ lを加え、4 $^{\circ}$ Cで一晩反応させる。酢酸エチル800 $\mu$ lを加えて反応生成物を抽出し、蒸発乾固した後メタノール100 $\mu$ lで再溶解し、HPLC解析に供した。

HPLCカラムはGLサイエンス社製Inertsil ODS-3 4.6 $\times$ 250mmを使用した。移動相としてアセトニトリルを使用し、分析開始から70分にかけて14.5%から31.0%まで増量させるgradient法を用いた。流速は1.0ml/分、検出波長はUV268nmで測定した。

## 3 結果および考察

### 3-1 温度条件別の3-DG濃度の変化

温度条件別の測定結果を図1に示した。20 $^{\circ}$ C以下の試験区では170日間の3-DG濃度にはほとんど変化は見られず、25 $^{\circ}$ Cで若干の増加、30 $^{\circ}$ Cと40 $^{\circ}$ Cでは著しい増加が見られた。岩野ら<sup>3)</sup>の報告では、3-DG濃度の低い範囲では直線的に増加するとされている。測定対象及び方法が異なるため単純な比較は出来ないが、30 $^{\circ}$ Cと40 $^{\circ}$ Cでは同様の結果が得られ、今回用いた測定方法が利用可能であることが確認できた。

### 3-2 流通過程での温度履歴および3-DG量の変化(冬期)

流通試験を行ったH19年10月10日~12月29日までの温

度履歴を図2に示した。結果の通りどのサンプルも20 $^{\circ}$ Cを超えた日はほとんど無く、良好な保存状態であったことが示された。試験期間が冬期であったことも影響したと思われる。

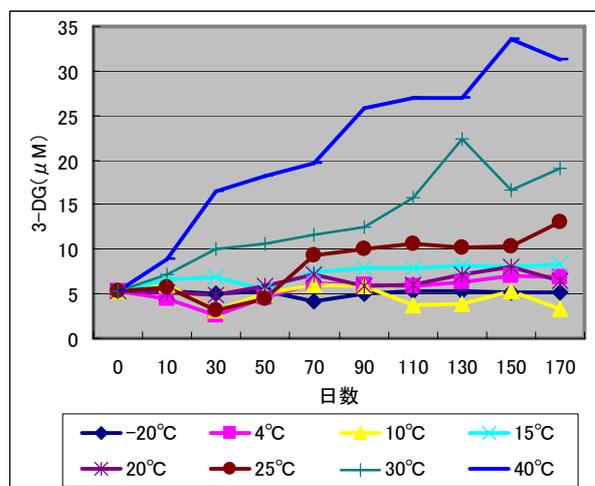


図1 温度条件別の3-DG濃度変化

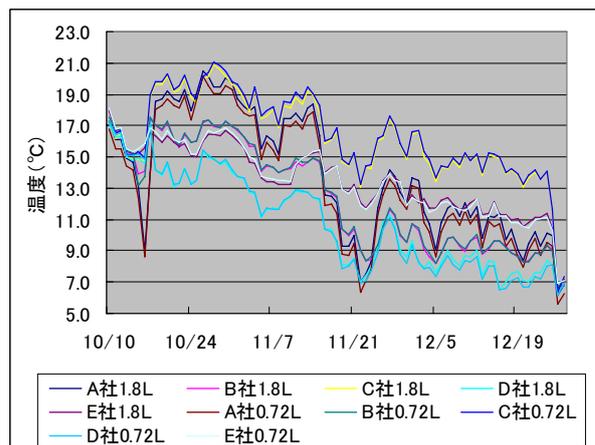


図2 H19年10月10日~12月29日までの温度履歴

表1 H19年10月10日~12月29日までの3-DG濃度変化

サンプル名	3-DG ( $\mu$ M)	
	10月10日	12月29日
A社・720ml	4.8	3.2
A社・1800ml	10.2	6.2
B社・720ml	11.6	9.5
B社・1800ml	10.1	9.7
C社・720ml	8.9	6.8
C社・1800ml	9.2	6.5
D社・720ml	0.3	0.8
D社・1800ml	6.3	8.9
E社・720ml	8.6	7.1
E社・1800ml	13	11.9

また、各サンプルの3-DG濃度変化について表1に示した。

### 3-DG を指標とした清酒の熟度変化

流通前と流通後のサンプルでD社以外では3-DG増加が見られず、温度履歴だけでなく3-DG濃度からも保存が良好であったことが示された。また、出荷時のサンプルの方が3-DG濃度が高いものがほとんどであったが、これは出荷時サンプルを受け取るまでの条件や容器（2.0ml容チューブを使用）などが影響したことも考えられる。

#### 3-3 流通過程での温度履歴および3-DG濃度の変化(夏期)

流通試験を行ったH20年7月22日～10月22日までの温度履歴を図3に示した。流通期間3ヶ月のうち、60日以上で20℃を超えていたサンプルは10点中8点であり、30日以上で25℃を超えていたサンプルは10点中4点であった。D社の720mlのみ低温を保っているが、これは冷蔵ケースにて販売されていたためである。

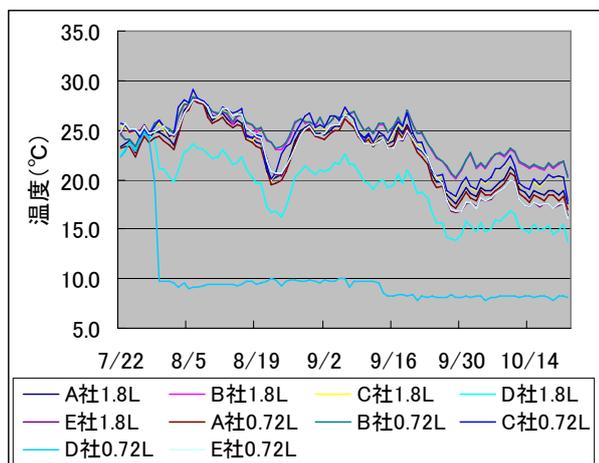


図3 H20年7月22日～10月22日までの温度履歴

表2 H20年7月22日～10月22日までの3-DG濃度変化

サンプル名	3-DG (μM)	
	7月22日	10月22日
A社・720ml	9.2	14.4
A社・1800ml	4.2	5.8
B社・720ml	11.3	16.3
B社・1800ml	5.4	7.6
C社・720ml	11.3	17.1
C社・1800ml	7.7	13.3
D社・720ml	9.8	12.4
D社・1800ml	2.7	4.2
E社・720ml	12.6	19.2
E社・1800ml	7.9	12.2

また各サンプルの3-DG濃度変化について表2に、官能熟度の変化を表3に示した。結果、増加量に差はあるが、全ての

サンプルで3-DG濃度も官能熟度も増加していた。また、初発の3-DG濃度が高いと3-DG増加量が大きく、初発の3-DG濃度が低いと3-DG増加量が少ない傾向が見られた。

表3 H20年流通試験での官能熟度変化

サンプル名	熟度 (1:若い←→過熟:5)	
	7月22日	10月22日
A社・720ml	2.6	3.4
A社・1800ml	2.8	3.1
B社・720ml	3.3	4.0
B社・1800ml	2.9	3.3
C社・720ml	2.9	3.5
C社・1800ml	4.1	4.6
D社・720ml	2.8	3.0
D社・1800ml	2.4	3.3
E社・720ml	3.6	4.0
E社・1800ml	2.8	2.9

#### 3-4 積算温度と3-DG濃度の関係

温度条件別保存試験の結果から10℃以下の温度では3-DG濃度は変化しないものとして、3-DG濃度増加に影響する有効積算温度を『(1日の平均温度-10℃)×日数』と仮定し、温度条件別試験と流通試験から得られた有効積算温度と3-DG濃度の分布図を図3に示した。その結果、有効積算温度と3-DG濃度の相関関係が確認できた。

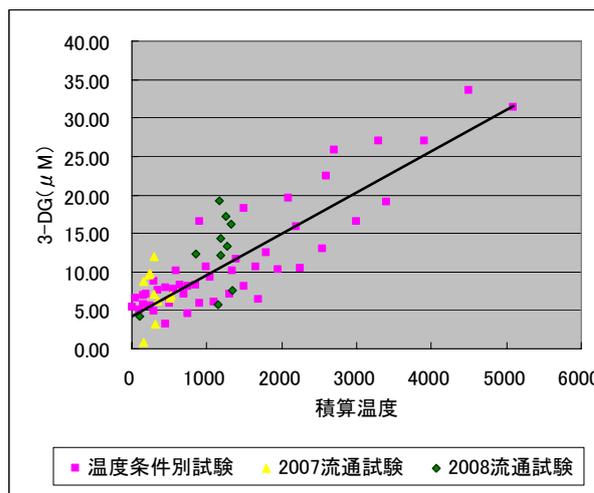


図3 有効積算温度と3-DG濃度

## 4 結 言

3-DGを指標とした酒質劣化の判定を検討するため、温度条件別保存試験と流通試験を行い、清酒中の3-DG濃度の変化を

測定し温度履歴や官能熟度について調査した。今回の結果から、20℃以下の温度帯では3-DG濃度は増加しにくいことが示され、3-DG濃度の増加には積算温度が大きく影響していることが確認できた。しかし、H20年夏期の流通試験酒の中には流通開始の時点で3-DG濃度も熟度も高いものがあり、3-DGの増加量と官能熟度増加量の相関は低い結果となった。ただし野村ら<sup>4)</sup>の報告では、清酒の種類によって3-DG濃度が異なることが報告されている。今回の試験酒は、普通酒、純米酒、本醸造酒など様々な種類のものを用いているため同一種類の比較を行っていないが、今後同一種類の比較についても検討したい。また、流通中の温度管理はもちろんであるが、流通前の3-DG濃度が高い蔵については、蔵内での管理についても検討する必要がある。

今後は不足しているデータを補い、積算温度シールなどを活用して実際の流通に利用できるように熟度予測方法を構築していくことを考えている。

本研究は盛岡市産学共同研究事業補助金を受け、岩手県酒造協同組合との共同で行ったものである。

本研究を行うにあたり、流通試験に協力して頂いた、岩手酒類卸株式会社佐藤仁様、岩手県酒造組合様、スズキ酒店様、藤駒商店様、藤久商店様、中善商店様、亀田屋商店様に感謝いたします。

## 文 献

- 1) 岡智、大津正記：日本農芸化学会誌, **39**, 457-461 (1965)
- 2) 岩野君夫ら：日本醸造協会誌, **65**, 59-62 (1970)
- 3) 岩野君夫ら：日本醸造協会誌, **66**, 500-503 (1971)
- 4) 野村ら：日本醸造協会誌, **100**, 141-145 (2005)
- 5) 楠ら：DOJIN News, **98**, (2001)
- 6) Usui, T. *et al* : Biosci. Biotechnol. Biochem. **71**, 2465-2472 (2007)

## カリン (*Chaenomeles sinensis*) の部位別食品機能性

山口 佑子\*、伊藤 良仁\*、小浜 恵子\*

既報にて糖尿病合併症予防に有効な岩手県産食材として選抜されたカリン (*Chaenomeles sinensis*) の部位別 (皮、果肉、果心、種) の機能性について検討した。その結果、乾物重量当たりでは果心に最も多くポリフェノールが含まれており、DPPH ラジカル消去活性や糖化タンパク質 (AGE) 生成抑制能についても高い活性を示した。

キーワード: 抗酸化活性、カリン、糖尿病

## Food Functionality of Chinese quince (*Chaenomeles sinensis*).

YAMAGUCHI Yuko, ITO Yoshihito and KOHAMA Keiko

Chinese quince is one of the agricultural products that shows strong inhibitory activity of advanced glycation end products (AGEs) generation in previous report. In this study, we measured the functionality of the peel, flesh, core, and seed of the fruit. As a result, the most amount of total polyphenol was included in the core. And the core showed the highest activity of inhibits AGEs generation and radical scavenging (DPPH radical scavenging activities). Radical scavenging activity of these parts was related to the amount of total polyphenol.

**Key words:** radical scavenging activity, Chinese quince, diabetes

### 1 結 言

カリン (*Chaenomeles sinensis*) は中国原産のバラ科の落葉高木である。カリンの果実は特有の芳香を持ち、主に果実酒やジャム、蜂蜜漬けなどに利用される。また、カリンは生薬としても用いられ、鎮咳、鎮痛に効果があるといわれている。

我々はこれまでに県産食品素材の機能性面での高付加価値化を目的として、生活習慣病の中でも国民病と言われるほど発症率の高い糖尿病に着目した機能性評価に取り組んできた。既報<sup>1) 2)</sup>では、約 250 種類の県産農林水産物の糖化タンパク質 (AGEs: Advanced Glycation End Products) の生成抑制能および抗酸化活性を *in vitro* で評価し、活性の高い食品素材についてアルドースレダクターゼ阻害活性についても検討した。その結果、カリン、カシス、アロニア、ヤマブドウなどで全ての活性が高いことが明らかとなった。前報<sup>3)</sup>では、これら 4 つの素材の活性の本体について検討を行い、その中でカリンの活性の主体は、ポリマーのプロアントシアニンで

あることが推察された。

今後、カリンの機能性を活かした加工品開発を行うに当たり、カリンのどの部分が高い活性を持つのかを把握する必要がある。そこで、本研究ではカリンの部位ごとの機能性について検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 測定試料

今回測定に用いたカリンは、H19 年盛岡産のものである。

#### 2-2 試料の前処理および水分測定

カリンは果肉、果皮、果心 (種の周り)、種に分けた。各部位を図 1 に示した。前処理として凍結乾燥を行い、ブレンダーで粉末化した。水分は乾燥前と乾燥後の重量から算出した。

#### 2-3 試料抽出液の調製

試料は既報<sup>1)</sup> 同様に、乾燥粉末に 10 倍量 (w/v) の 100% メタノールを添加し 1 時間抽出した。これを濾過し、各測定



図1 カリンの部位

#### 2-4 総ポリフェノール含量の測定

各試料の総ポリフェノール量は既報<sup>4)</sup>に従って測定し、没食子酸相当量として算出した。

#### 2-5 ラジカル消去活性の測定

有色ラジカルであるDPPHの消去活性は、既報<sup>4)</sup>に従って測定し、没食子酸相当量として算出した。

#### 2-6 糖化タンパク質 (AGE) 生成抑制能の測定

糖化タンパク質 (AGE) 生成抑制能は、既報<sup>1)</sup>を参考に測定し、対照として(-)エピカテキン (濃度 50mM) を用いた。

### 3 結果

#### 3-1 カリンの部位別水分

図2にカリンの部位別の水分を示した。部位別では種が最も水分が少なく、果肉、果皮、果心は同程度の水分であった。

#### 3-2 カリンの部位別総ポリフェノール量

図3にカリンの部位別総ポリフェノール量を示した。部位別では果心に最も多く、種に最も少ない量のポリフェノールが含まれていた。

#### 3-3 カリンの部位別ラジカル消去活性

図4にカリンの部位別のDPPHラジカル消去活性を示した。部位別では果心が最も高いラジカル消去活性を示し、果皮、果肉は同程度の活性で、種が最も低い活性を示した

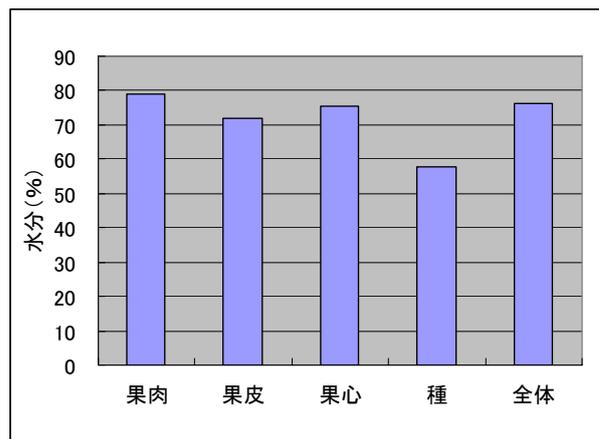


図2 カリンの部位別水分

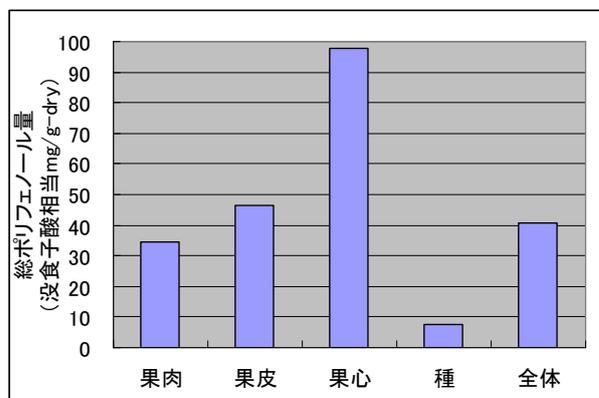


図3 カリンの部位別総ポリフェノール量

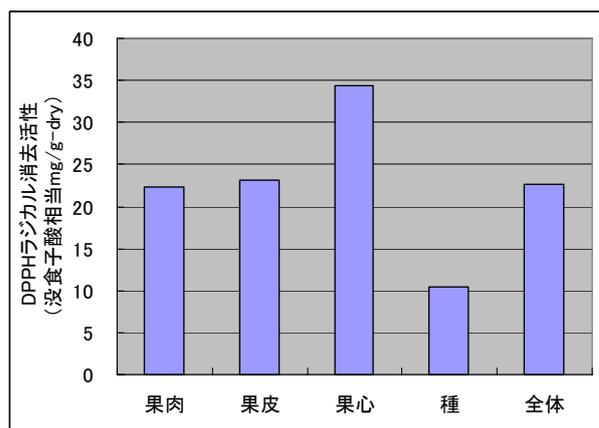


図4 カリンの部位別ラジカル消去活性 (没食子酸相当)

#### 3-4 カリンの部位別糖化タンパク質 (AGE) 抑制能

図5にカリンの部位別のAGE抑制能を示した。果心、果皮は対照であるカテキンよりも高い抑制率を示し、果肉はカテキンと同程度、種はそれよりも低い活性を示した。

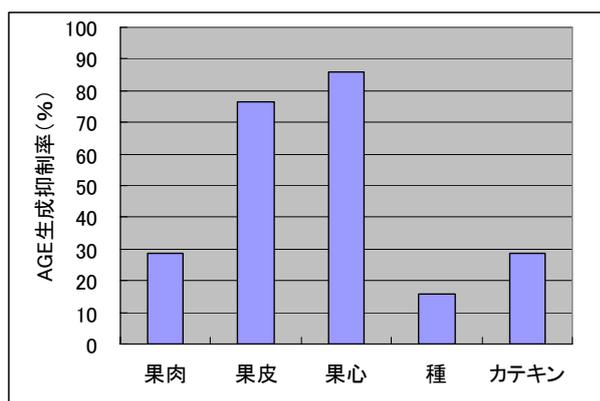


図5 カリンの部位別糖化タンパク質 (AGE) 生成抑制能

#### 4 考察

DPPH ラジカル消去活性はポリフェノール含量と相関関係にあることが知られている。これについては我々も既報<sup>1)</sup>で同様の結果を報告しているが、今回の部位別のラジカル消去活性と部位別のポリフェノール量でも同様に相関関係が確認できた ( $r=0.97^*$ )。

AGE生成抑制能については、果心と果皮が高い効果を示したが、果皮と同程度のポリフェノールを含んでいた果肉では、果皮の半分以下の活性しか示さなかった。既報<sup>1)</sup>でも、総ポリフェノール量とAGE生成抑制能に相関が見られないことは報告しているが、今回の結果もそれに一致している。また、前報<sup>3)</sup>では、カリン抽出物を分画した場合、ポリフェノール含量およびDPPHラジカル消去活性の大小とAGE生成抑制能の高さがほぼ一致することを報告しているが、これは前回の測定には全可食部を用いたためであると考えられ、今回の結果からカリンの部位別のポリフェノール組成が異なっているということが推察される。

また、ブドウのポリフェノールは皮や種に多く含まれていることが知られており、我々もヤマブドウについて同様の報告<sup>4)</sup>をしているが、カリンの場合は果心に最も多くポリフェノールが含まれており、種にはそれほど含まれてはなかった。カリンの果実全体に対する部位別の重量比は、果肉：果皮：果心：種=68：18：9：5 (生重量) となっており、これをもとに、生果実あたりの総ポリフェノール量含有比を換算すると、果肉：果皮：果心：種=52：25：23：0.1 となり、種のポリフェノールの割合は極めて少ない。この比率はDPPHラジカル消去活性とAGE生成抑制能についても同様であり、機能性を重視したカリンの加工品を開発する際は、この比率を留意して使用部位を選ぶ必要がある。

また糖尿病ラットを用いた実験で、カリン抽出物の摂取により、酸化ストレスの低減や組織タンパク質のAGE化を抑制する傾向が認められた<sup>5)</sup>。この結果は、カリンの抽出物が生体内に吸収され、抗酸化やAGE生成抑制の働きをするということを示唆している。これらの結果を活用し、今後は日常的に摂取できるようなカリン加工品の開発に取り組む予定である。

#### 5 結 言

カリンの機能性を活用した加工品の開発に役立てるため、カリン果実の部位別の機能性を評価した。その結果、乾物重量当たりでは果心が最も高い機能性を示し、種は比較的活性が低かった。今後はこの結果を活用し、機能性に優れたカリン加工品の開発に取り組む予定である。

#### 文 献

- 1) 山口佑子、岸敦、小浜恵子：岩手県工業技術センター研究報告, **11**, 15-18(2004)
- 2) 山口佑子、岸敦、小浜恵子：岩手県工業技術センター研究報告, **12**, 13-15(2005)
- 3) 小浜恵子、山口佑子、前田穰、米倉裕一、長澤孝志：岩手県工業技術センター研究報告, **13**, 13-16(2006)
- 4) 小浜恵子、岸敦、米倉裕一、大澤純也、澤井秀幸、長澤孝志：岩手県工業技術センター研究報告, **10**, 77-80 (2003)
- 5) 武藤美由紀 岩手大学大学院農学研究科修士論文 (2008)

## 介護予防のための煮魚製品開発（Ⅲ）\*

武山 進一<sup>\*\*</sup>、三浦 誠<sup>\*\*\*</sup>、小野 昭男<sup>\*\*\*</sup>、遠山 良<sup>\*\*</sup>

魚を用いた高齢者向け食品開発として、軽度の嚥下障害者向けの鮭ムース開発と、その物性調整におけるクリープ解析試験の検討を目的とした。ムースには、ゼラチンよりも温度耐性のある増粘多糖類を、また解凍時の離水を防止するための卵白粉を配合し、最終的には嚥下食レベル3に相当する物性に調整した。増粘剤、卵白粉、油脂を添加した効果は、かたさの他に弾性率、粘性率の結果に表れ、これらの解析結果は配合による物性調整に役立った。

キーワード：ムース、嚥下障害、クリープ解析試験、増粘剤、弾性率、粘性率

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

TAKEYAMA Shinichi, Miura Makoto, ONO Akio and TOYAMA Ryo

In the development of the foods for senior citizen which used fish materials, we aimed to develop the mousse products of salmon for light dysphasia persons and to investigate creep analysis for the adjustment of these physical properties. For the ingredients of mousse of salmon, the thickening agents of polysaccharides which had characteristic of heat-resistant in comparison with the gelatin, and the albumen powder which prevent leaving the water at the thawing, were combined. And this was adjusted for the physical properties which were the level 3 on the standard of the foods for people with swallowing difficulties. The effect of addition of the thickening agents, the albumen powder, and the salad oil appeared in the results of the hardness, the coefficient of elasticity and the coefficient of viscosity, and these analytical results were useful for the physical properties adjustment on mixing.

**key words : mousse, dysphasia, creep analysis, thickening agents, the coefficient of elasticity , the coefficient of viscosity**

### 1 結 言

我々は産学官連携事業で地場産水産物を原料とする、かたさを調整した高齢者向け食品開発に取り組み、ユニバーサルデザインフード<sup>1-3)</sup> (以下、UDFと省略)区分1相当のかたさの煮魚製品、同区分2相当のつみれ製品を開発し報告<sup>4,5)</sup>している。しかし、嚥下機能の低下した高齢者には、さらにやわらかな物性が必要とされることになる。しかし、既存の市販製品の多くはレトルト商品の形態であり、素材そのものの美味しさを低下させている場合が多い。現状では繰り返し食べてもらえる様な美味しい製品は少ない状況にある。そこで、今回は軽度の

嚥下障害者向けのムースを本来の風味を損なわないように冷凍食品を想定して開発することを目的とした。

一方、介護食品や嚥下食品の物性評価においては、近年テクスチャー解析試験<sup>6)</sup>による嚥下食品の物性評価が積極的に進められている<sup>7-9)</sup>。我々はこれに加えクリープ解析試験<sup>10)</sup>での弾性率、粘性率も重要な測定項目と考えている。これらは、物理量に基づく微小変形領域の物性を示すものであり、ゲル化剤等によって固形化された物性評価に適した測定方法といえる。今回は、市販の介護用食品を対象としてクリープ解析試験を実施し、それらの物性を調査すると共に、前記したムース製品開発にお

\*平成20年度産学官連携研究プロジェクト事業（新夢県土）

\*\*食品醸造技術部

\*\*\*小野食品株式会社（釜石市両石町4-24-7）

ける配合と物性の関連を調査したので併せて報告する。

## 2 実験方法

### 2-1 試料

#### 2-1-1 市販介護食品試料

市販品の物性調査としてレトルトタイプの介護食品を中心に8社22製品を測定用試料とした。約半数は魚素材のムースや煮ごりタイプのものだが、残り半分は鶏素材のムース、豆腐寄せ、デザート系ゼリー等とし、物性範囲を広くした。

#### 2-1-2 増粘多糖類<sup>11-12)</sup>

キサンタンガムはビストップD-3000、ローカストビーンガムはビストップD-6(純度90%)、カラギーナンはカラギニンCSK-1(F)、そしてジェランガムはゲルアップK-S(F)(純度42%)と、いずれも三栄源FFI製を用いた。グアーガムはMEYPRO-GUAR CSA 200/50(三晶製)を用いた。一部純度が低いものがあったが、使用時の使い勝手を想定しての設定と考え純度を揃えずそのまま用いた。

#### 2-1-3 乾燥卵白粉(卵白粉)

乾燥卵白粉末(以下「卵白粉」と省略)として、キューテックス RH-450F(キューピー製、乾燥卵白99%)を用いた。この卵白粉は、生の卵白(水分約88%)の約8倍濃縮品に相当する。

#### 2-1-4 油脂

油脂は、食用大豆油と食用なたね油を調合したサラダ油(日清サラダ油、日清オイリオグループ製)を用いた。

## 2-2 試料の調整および処理条件

### 2-2-1 1%ゲル

増粘多糖類の種類毎にゲルの形成状態を見るために、1%液を調整し、80~90℃加熱後に放冷してゲルをセットさせた。また、一部の増粘多糖類の組合せとして、カラギーナンとローカストビーンガムは4:1、3:2、2:3の割合、キサンタンガムとローカストビーンガムは4:1、3:2、2:3、1:4の割合で、混合した1%液を調整し同様の方法でゲルをセットさせた。

### 2-2-2 乾燥卵白粉の添加

鮭ムースの離水防止のため、鮭40%、増粘剤(キサンタンガム:ローカストビーンガム=1:4)1%配合の鮭ムースに、卵白粉を0.5%、1%添加して試作した。卵白粉を添加しないものを対照品とした。

### 2-2-3 油脂の添加

高齢者向けに柔らかくする工夫として食材に油脂を添加する方法<sup>13)</sup>があり、前報<sup>5)</sup>のつみれ製品の試作においてもサラダ油の添加を試み、やわらかくする効果の他に美味しさが向上することを報告している。鮭ムースへの油脂添加の効果を確認するために、鮭40%、増粘剤(キサンタンガム:ローカストビーンガム=1:4)1%、卵白粉0.5%配合の鮭ムースに、サラダ油を5%、10%添加して鮭ムースを試作した。なお、サラダ油を添加しないものを対照品とした。

### 2-2-4 鮭ムース

原料の鮭は、冷凍すり身の状態のものを小野食品(株)より入手した。以下、鮭配合割合30%の鮭ムース1kgの製法を記す。解凍した鮭すり身300gにサラダ油50gを加え、フードプロセッサー(現パナソニック社製、MK-K48)で均一にしておく。別途用意した水523gの約2/3容を1000ml容ビーカーに入れ、これに乾燥卵白粉末(キューピー製、キューテックス RH-450F)5gを、ハンディタイプのブレンダー(BRAUN製、MR 5550 MCA)で攪拌しながら溶解し、さらに増粘剤としてキサンタンガム(ビストップD-3000)2gとローカストビーンガム(ビストップD-6)8gの混合物(10g)を少量ずつ混ぜ、ブレンダーで十分に攪拌後、調味液(薄口醤油5g、みりん30g、料理酒30g、粉末かつおダシ2.5g)を加え、さらに攪拌し均一化。これを残りの水(約1/3容)を用いながら、さきのフードプロセッサー内のものと合わせた。

フードプロセッサーでの混合攪拌は、容器内側に付着したものを除きながら計8分間行なった。処理後の内容は、厚さが約15mmになる様に量を調整しながらステンレス製バットに移した。この時点で、多量の気泡を含んでいるのでバット毎テーブルに打ちつける様にして軽い衝撃を与え、気泡を浮き上がらせてつぶす様にした。これをスチームコンベクションオープン(マルゼン社製、スーパースチームSSC-04SC)に入れ90℃30分スチームによる殺菌を兼ねた加熱調理を行った。終了後は取り出して放冷し、室温に達したところでラップで覆い、冷凍庫(-30℃)に入れて凍結した。

上記を基本配合、基本製法として試作を行った。

### 2-2-5 クリープ解析試験用試料の調整

クリープ解析試験用の試料は製菓用の金属製型抜き(17.6mm×外径20.1mm、内径19.4mm)を用いて、径19mm円柱状に成型した。円柱の高さは、試料容器の深さに左右されるものの概ね10~15mmの範囲に収めた。円柱状の測定用試料の底面と上面は平面でなければならず、また高さが15mm以上となる様な場合には、はじめに10~15mmの厚さの板状にカットしてから、これを円柱状に型抜きした。

## 2-3 物性測定条件

### 2-3-1 テクスチャー解析試験

テクスチャー解析試験による、かたさ、凝集性、付着性の測定は、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>14)</sup>に準じ、試料を容器(シャーレ)に入れて、榊山電クリープメーターRE-33005を用いて測定した。この場合の圧縮速度は10mm/secであるが、嚥下食ピラミッド<sup>8-9,15)</sup>(金谷ら)の物性評価では圧縮速度は1mm/secとされている(栢下ら)。そこで、嚥下食ピラミッドのレベル判定に供する場合には、圧縮速度1mm/secでの測定も行った。なお、測定時の品温はすべて20℃±2℃に設定した。測定条件を、表1に示す。

表1 テクスチャー解析試験法による測定

ロードセル	2kgf	圧縮速度 <sup>1)</sup>	10mm/sec, 1mm/sec
アンプ倍率	1倍	プランジャーNO.	56
格納ピッチ	0.01sec	接触面直径	20mm
方法	ステンレス製シャーレ(直径40mmφ、高さ15mm)に詰め、プランジャーで10mm押し込む。(測定歪率=実質66.7%)		

1) 嚥下食ピラミッドのレベル判定の場合: 1mm/sec

### 2-3-2 クリープ解析試験

あらかじめ測定試料毎に破断試験(5mm/sec、圧縮率50%)を行い応力の線形領域(歪率10%付近)での荷重を求めておき、これを測定荷重(gf)とした。

クリープ解析試験法による弾性率と粘性率の測定は、型抜きした試料に治具を接触させ、厚さを記録した後に、測定を始めた。なお、試料と治具の接触時には隙間が生じないぬよう、測定前のゼロ合わせの段階で水平調整用テーブルの傾きを調整した。主な測定条件を表2に示す。

表2 クリープ解析試験法による測定条件

ロードセル	200gf	圧縮速度	5mm/sec
測定時間	120sec	プランジャーNO.	2
STEP	0.01mm	接触面直径	19mm
サンプル厚さ	(実測値)	最大解析要素数	4要素以内

解析結果のうち $E_0$ (フック弾性率)、 $\eta N$ (ニュートン粘性率)をそれぞれ、弾性率、粘性率として用いた。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 市販嚥下(介護)食品の物性調査

#### 3-1-1 テクスチャー、クリープ両解析試験の関係

介護食品や嚥下食品の物性評価として用いられるテクスチャー解析試験では、かたさ、付着性、凝集性が得られ、これらはテクスチャー感覚に対応する重要な情報とされている。しかし、大変形領域での測定であることから、みかけの物性値になる。これに対しクリープ解析試験項目(弾性率、粘性率)は、微小変形領域での物理的な性質を表現するもの(基礎的試験<sup>6,16)</sup>)であるが、それだけではテクスチャー感覚とはあまり合わないことが多い<sup>6)</sup>とされている。我々はテクスチャー解析試験による物性評価を基本としながら、その測定項目では捉えられないわずかな物性の違いをクリープ解析試験(弾性率、粘性率)で評価出来ないか検討することにした。

介護食品、嚥下食品として販売されている市販製品(8社22品)を対象に、テクスチャー解析試験(かたさ、付着性、凝集性)とクリープ解析試験(弾性率、粘性率)による物性調査を実施した。その結果の一部として、弾性率と粘性率の結果を図1に、弾性率とかたさの結果を図2に示す。

測定した市販品のかたさは、 $3 \times 10^3 \sim 3 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ の範囲で、その時の弾性率 $E_0$ は $9 \times 10^2 \sim 4 \times 10^4 \text{ N/m}^2$ 、粘性率 $\eta N$ は $3 \times 10^5 \sim 3 \times 10^7 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ の範囲にあった。試料の多くは弾性率と粘性率は比例する傾向にあった(決定係数

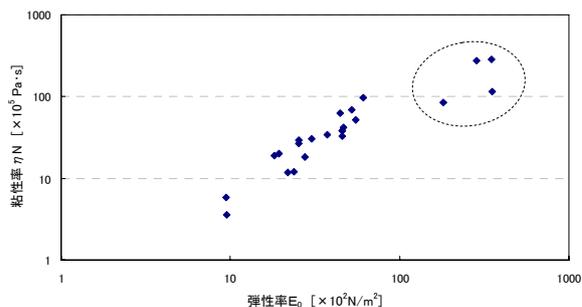


図1 弾性率と粘性率の測定結果(市販品)

注) 破線内: 弾性率と粘性率が高値な4試料

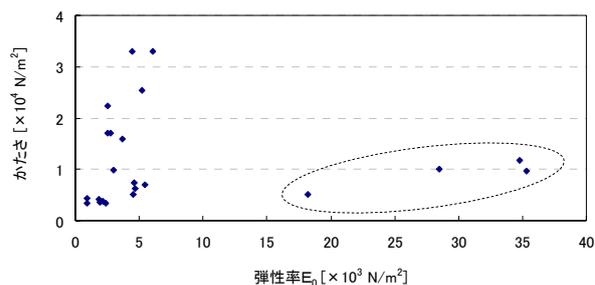


図2 弾性率とかたさの結果(市販品)

注) 破線内: 弾性率と粘性率が高値な4試料

$R^2 \approx 0.75$ )が、一部の試料については、弾性率、粘性率ともに他に比べて非常に高かった。また、他の試料に比べてかたさが低いにも関わらず弾性率が非常に高い傾向を示した(図1~2の破線で囲った部分)。これらの試料は、特定メーカー(1社)のシリーズ品4点であり、他社品と比較すると、ややボクボクした、粘り感の少ない独特な食感であった。

このように、テクスチャー解析試験とクリープ解析試験の結果をあわせてみることで、より微妙な食感の違いを表現出来るものと考えられた。

### 3-2 ムース製品の開発

#### 3-2-1 増粘剤の検討

医療機関や高齢者施設の給食では(配膳庫内で)食事を加温<sup>17)</sup>することが多いことから、温めた場合でも物性が変わらないことと、冷凍~解凍による状態の変化がなく(冷凍耐性)、また食事の際の再加熱に耐えられる(40~50°Cの加温で溶けない)熱安定性があるムース開発を目的とした。ムースの配合には、ゼラチンを用いる料理レシピ<sup>13)</sup>が多いが、ゼリー状にしたゼラチンは体温域で溶ける<sup>18)</sup>ほど融点が低く、前述した様な加温には耐えられない。そこで、ゼラチンの代替として増粘多糖類の利用を検討することにした。

増粘多糖類<sup>11-12)</sup>の選定にあたっては、キサンタンガム、カラギーナン、ローカストビーンガム、グアーガム、ジェランガムを対象に1%溶液での状態を確認したところ、ゲル化したのはカラギーナンのみで寒天に似たゲルを形成したが、他の4種類は(それぞれ粘度の異なる)粘性を有する液体であった。増粘多糖類の中には他の増粘

多糖類と反応性が高いものや、相乗効果を示すものが知られている。カラギーナンとキサンタンガムはそれぞれローカストビーンガムと反応し、ゲルを形成することが知られていることから、その組合せとして、カラギーナンとローカストビーンガムを4:1、3:2、2:3の割合で、キサンタンガムとローカストビーンガムを4:1、3:2、2:3、1:4の割合で、それぞれ1%液を調整しゲルのかたさを調べた。その2種類の組合せによるゲル(濃度1%)のかたさの測定結果を図3に示す。

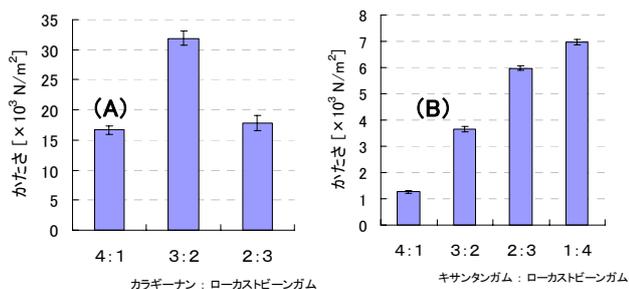


図3 増粘多糖類の組合せ<sup>1)</sup>とのかたさ<sup>2)</sup>の関係

(A)カラギーナンとローカストビーンガム  
(B)キサンタンガムとローカストビーンガム

- 1) 増粘多糖類を所定の割合で2種類混合し、濃度1%のゲルを調整
- 2) 圧縮速度 10mm/sec による測定

カラギーナンとローカストビーンガムの組合せでは3:2、キサンタンガムとローカストビーンガムの組合せでは1:4の場合にゲルのかたさが最大となった。そして、それらのかたさの比較では、前者は後者に比べかたさは4倍以上かたいゲルを形成していた。

これらのゲルを一旦凍結処理しその解凍時の離水の程度を調べたところ、カラギーナンによるゲルは解凍時に極端な離水が起きてしまうことを確認した。一方のキサンタンガムによるゲルの場合、解凍時の離水程度はそれほど大きくなかった。このことから、ムースのゲル化には、キサンタンガム：ローカストビーンガム=1:4の組合せを用いることにした。

### 3-2-2 離水防止のための卵白粉の配合

鮭の配合割合を40%、増粘多糖類(キサンタンガム：ローカストビーンガム=1:4) 1%で鮭ムースを作り、冷

凍したのち解凍すると、僅かずつながら離水が進むことを確認した。この防止対策として、乾燥卵白粉末(以下、卵白粉)の配合を検討した。卵白粉を0.5、1%添加し試作を行ったところ、解凍後の離水防止に十分な効果が認められ、ムースの美味しさも向上した。鮭ムースの卵白粉添加品のテクスチャー解析試験とクリープ解析試験の結果を表3に示す。

卵白粉の添加で、かたさ、付着性が上昇し、粘弾性に関しては、弾性率と粘性率がともに上昇していた。実際に食べたときの食感も、卵白のゲル形成による、かたさや弾力の違いとして感じられ、物性値の傾向とよく一致した。

### 3-2-3 油脂の配合と物性

鮭ムースへの油脂添加の効果を確認するため、油脂としてサラダ油を5%、10%添加して鮭ムースを試作した。テクスチャー解析試験とクリープ解析試験の測定結果を表4に示す。結果より、油脂を添加することでかたさ、付着性、弾性率、粘性率のいずれの値も低下し、特に付着性については、油脂を5%添加することで約1/2に低下した。また、弾性率と粘性率については、油脂の添加量(5%、10%)による違いは見られず、油脂添加による物性変化は5%添加で十分に得られることが判った。

### 3-2-4 物性の調整

嚥下障害者を対象とする嚥下食品の段階的な基準のひとつに、金谷らが提唱する「嚥下食ピラミッド」があり、近年医療機関や高齢者施設関係者に普及しつつある。栢下らとその物性範囲(表5)を示したことで客観性が高まり、嚥下食ピラミッドは今後更に普及することが期待される。今回取り組んでいる鮭ムースは軽度の嚥下障害者向けであり、嚥下食ピラミッドのレベル3を目標としている。

試作は、主原料である鮭(すり身)の配合割合毎に増粘剤、卵白粉の添加量を変化させ、その物性を測定しながら、配合の調整を行うことにした。鮭(すり身)25、30、35%、増粘多糖類0.5、1%、卵白粉0.5、1%、サラダ油5%の配合による試作品の、テクスチャー解析試験とクリープ解析試験の測定結果を表6に示す。

表3 卵白粉を添加した鮭ムースのテクスチャー解析試験<sup>1)</sup>と、クリープ解析試験結果

	テクスチャー解析試験			クリープ解析試験	
	かたさ [ $\times 10^4 \text{ N/m}^2$ ]	凝集性	付着性 [ $\times 10^2 \text{ J/m}^3$ ]	弾性率 $E_0$ [ $\times 10^3 \text{ N/m}^2$ ]	粘性率 $\eta$ [ $\times 10^6 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ]
対照	1.64	0.51	6.65	10.1	4.0
卵白粉0.5%	1.85	0.53	9.82	12.9	5.1
卵白粉1%	2.14	0.56	11.01	16.9	6.7

1)圧縮速度 10mm/sec による測定

表4 油脂を添加した鮭ムースのテクスチャー解析試験<sup>1)</sup>と、クリープ解析試験結果

	テクスチャー解析試験			クリープ解析試験	
	かたさ [ $\times 10^4 \text{ N/m}^2$ ]	凝集性	付着性 [ $\times 10^2 \text{ J/m}^3$ ]	弾性率 $E_0$ [ $\times 10^3 \text{ N/m}^2$ ]	粘性率 $\eta$ [ $\times 10^6 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ]
対照	1.92	0.52	11.50	13.0	5.6
油脂5%	1.70	0.52	5.94	10.4	4.8
油脂10%	1.59	0.55	6.90	10.2	4.9

1)圧縮速度 10mm/sec による測定

表5 嚥下食ピラミッドの食品物性<sup>1)</sup>

	かたさ <sup>2)</sup> [N/m <sup>2</sup> ]	凝集性 <sup>2)</sup>	付着性 <sup>2)</sup> [J/m <sup>3</sup> ]
レベル0	2,000～7,000	0.2～0.5	200以下
レベル1	1,000～10,000	0.2～0.7	200以下 凝集性0.4前後の場合、500まで可
レベル2	12,000以下	0.2～0.7	300以下 凝集性0.4前後の場合、800まで可
レベル3	15,000以下	0.2～0.9	1,000以下
レベル4	40,000以下	0～1.0	1,000以下

1) 栢下淳編著, 金谷節子, 神野典子, 山縣蒼志江著: 嚥下食ピラミッドによるレベル別市販食品250, p.24-34, 医師薬出版株式会社 (2008) より  
2) 圧縮速度 1mm/sec によるテクスチャー測定

表6 鮭量、増粘剤量、卵白粉量別の鮭ムース試作品のテクスチャー解析試験<sup>1)</sup>とクリープ解析試験結果

	テクスチャー解析試験			クリープ解析試験	
	かたさ [ $\times 10^4$ N/m <sup>2</sup> ]	凝集性	付着性 [ $\times 10^2$ J/m <sup>3</sup> ]	弾性率E <sub>0</sub> [ $\times 10^3$ N/m <sup>2</sup> ]	粘性率 $\eta$ N [ $\times 10^6$ Pa·s]
増粘剤0.5%、卵白粉0.5%	0.52	0.39	2.49	6.0	1.9
鮭25% 増粘剤1.0%、卵白粉0.5%	1.01	0.35	2.51	5.1	3.3
増粘剤0.5%、卵白粉1.0%	0.71	0.37	2.13	8.6	3.4
増粘剤0.5%、卵白粉0.5%	0.65	0.36	1.74	8.9	2.5
鮭30% 増粘剤1.0%、卵白粉0.5%	1.26	0.39	3.69	10.3	4.7
増粘剤0.5%、卵白粉1.0%	0.95	0.40	4.65	12.2	4.7
増粘剤0.5%、卵白粉0.5%	0.83	0.38	2.39	11.9	3.5
鮭35% 増粘剤1.0%、卵白粉0.5%	1.46	0.41	6.08	13.4	5.6
増粘剤0.5%、卵白粉1.0%	1.22	0.42	5.32	16.0	5.8

1) 圧縮速度 1mm/sec による測定

結果より、鮭30%・増粘剤1%・卵白粉0.5%、鮭35%・増粘剤1%・卵白粉0.5%、鮭35%・増粘剤0.5%・卵白粉1%、の3試験区は、かたさが $1.2 \times 10^4 \sim 1.5 \times 10^4$  N/m<sup>2</sup>の範囲に入り嚥下食レベル3の物性に該当した。今回のムース（9試験区）の付着性は174～602J/m<sup>3</sup>、凝集性は0.35～0.42と大きく変動するものではなく、概ねかたさの結果でレベルの判定が行えた。上記した3試験区以外のムースは、鮭25%・増粘剤1%・卵白粉0.5%が嚥下食レベル2で、それ以外（5試験区）は嚥下食レベル1に該当するものであったが、中には離水し易いものや、美味しさが伴わないものもみうけられた。このことは、嚥下食レベル1～2の物性範囲を目指す場合の課題と考えた。

今回の試作では、配合による細かな物性調整を目的として、クリープ解析試験を加えた物性調査を実施している。主原料の鮭、ゲル化のための増粘剤、離水防止のために添加している卵白粉について、それぞれの割合を変えた場合の、粘弾性に関する結果（表6）からは、主原料の鮭、増粘多糖類、卵白の配合を増やすと、いずれの場合でも、弾性率、粘性率がともに増加したが、増粘剤の場合、粘性率が弾性率よりも増加傾向が高くなっているのが特徴的であった。弾性率・粘性率を測定することで、配合を変化させた場合の微妙な物性変化を捉えることが出来た。

今回の鮭ムース試作品については、前記した嚥下食レベル3の物性に該当する3試験区の中から、弾性率と粘性率の値が低く市販介護食品の食感に近い「鮭30%・増粘

剤1%・卵白粉0.5%」を最終的な配合と決め、これを完成品とした（写真1）。この鮭ムースは、リハビリ医療機関の摂食嚥下の専門スタッフにも試食してもらい、高齢者を含む軽度の嚥下障害者に対して特に問題がない、という意見をもらっている。



写真1 鮭ムース試作品（完成品）

備考) 鮭すり身30%、増粘剤(キサンタンガム1:ローカストビーンガム4)1%、卵白粉0.5%を基本配合とし、物性は嚥下食ピラミッドのレベル3に相当。

### 3-2-5 かたさと弾性率による物性評価

本報告の冒頭では、市販嚥下（介護）食品の物性調査を実施し、かたさと弾性率の測定値を組み合わせることで、物性の微妙な違いを評価できることを示している。今回の配合を変えた鮭ムース試作品についても、そのかたさと弾性率の測定値を関連付けすることで、配合による物性変化を明らかにするとともに、市販品との物性比較を行うことにした。

鮭ムース試作品の粘弾性とかたさの関係を図4に示

す。なお、先の物性調査結果(図2)との比較のため、かたさは圧縮速度10mm/secで測定した結果を用いている。グラフ(図4)からは、増粘剤の配合を多くするとかたさが上昇し、卵白粉の配合を多くすると弾性率が上昇していることがわかる。増粘剤によるかたさの上昇は弾性率の上昇を伴わないことが特徴と言える。

また、先の市販品との比較では、今回の鮭ムース試作品(9試験区)は、かたさ、弾性率ともに市販品の物性範囲に収まった。但し、市販品の一部(22製品中の4製品)に弾性率が特に高値なものがあるが(図2の破線内)、これらを除いた場合には、鮭ムース試作品の弾性率は高目に位置していることがわかった。

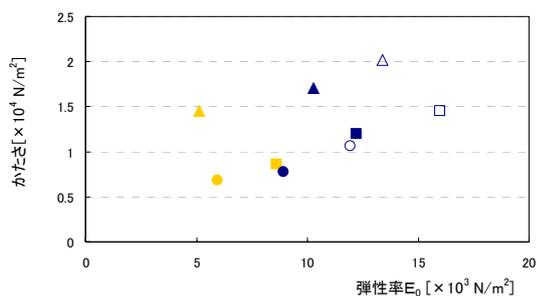


図4 鮭ムース配合別の粘弾性とかたさ<sup>1)</sup>の関係

- 鮭25%、増0.5%、卵白0.5%
  - ▲ 鮭25%、増1%、卵白0.5%
  - 鮭25%、増0.5%、卵白1%
  - 鮭30%、増0.5%、卵白0.5%
  - ▲ 鮭30%、増1%、卵白0.5%
  - 鮭30%、増0.5%、卵白1%
  - 鮭35%、増0.5%、卵白0.5%
  - △ 鮭35%、増1%、卵白0.5%
  - 鮭35%、増0.5%、卵白1%
- 1) 圧縮速度 10mm/sec による測定

このように、テクスチャー解析試験項目であるかたさにクリープ解析試験項目である弾性率を組み合わせることで、より詳細な物性評価が可能となり、その有効性を確認したことになる。

#### 4 結 言

高齢者向けの魚製品開発の一環で、軽度の嚥下障害者向け食品の開発を目的に、増粘剤、油脂、卵白粉の配合を検討し、美味しさを重視した冷凍食品の形態でありながら食べる際の再加熱にも対応した「鮭ムース」を試作した。開発にあたっては、市販品を対象とする物性調査、クリープ解析試験法(弾性率、粘性率)による物性評価を検討し、以下の結果を得た。

- (1) 市販品はテクスチャー解析試験によるかたさとクリープ試験の弾性率により、その物性をより詳細に示すことが出来ると考えた。
- (2) 鮭の割合を多くしたり、増粘剤や卵白粉を添加した場合には、ムースのかたさが増し、弾性率、粘性率が上昇したが、油脂添加時にはその逆の傾向であった。
- (3) 鮭ムースは、嚥下食レベル3(嚥下食ピラミッド)に相当する物性に調整し、最終的な配合を、鮭30%、増粘剤1%、卵白粉0.5%、油脂5%とした。
- (4) かたさと弾性率による物性評価では、鮭ムースの配合で、増粘剤の配合を多くするとかたさが上昇

し、卵白粉の配合を多くすると弾性率が上昇する傾向にあることを確認した。

- (5) テクスチャー解析試験を基本とした、クリープ解析試験による物性評価の有効性を確認した。

本研究は、平成20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) 武山進一, 遠山良, 小野昭男: 岩手工技セ研報, 14, 28(2007)
- 5) 武山進一, 遠山良, 小野昭男: 岩手工技セ研報, 15, 81(2008)
- 6) 上記2)のp.185
- 7) 高橋智子, 増田邦子, 佐々木真希, 濱千代善規, 大越ひろ, 手嶋登志子: 栄養学雑誌, 62, 83(2004)
- 8) 江頭文江, 栢下淳編: 嚥下食ピラミッドによる嚥下食レシピ125, p25, 医師薬出版株式会社(2007)
- 9) 栢下淳編著, 金谷節子, 神野典子, 山縣誉志江著: 嚥下食ピラミッドによるレベル別市販食品250, p.24-34, 医師薬出版株式会社(2008)
- 10) 川端晶子著: 食品物性学<レオロジーとテクスチャー>, p.166, 建帛社(1989)
- 11) 乳化・安定剤総覧(別冊フードケミカル-8), p58, 食品科学新聞社(1996)
- 12) 上記2)のp.315
- 13) 藤谷順子, 金谷節子, 林静子著: 嚥下障害食のつくりかた(改訂新版), p.103, 日本医療企画(2002)
- 14) 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)
- 15) 上記13)のp.43
- 16) 日本咀嚼学会監修: サイコロロジーと咀嚼 食べ物のおいしさ-その文化と科学, p.170, 建帛社(1995)
- 17) 上記9)のp.26-32
- 18) 上記11)のp155

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 21 年 10 月 第 16 号

Journal of Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute  
2009 October Vol.16

発行 平成 21 年 10 月 16 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)



ISSN 1348-7779