

# 研究報告

2010

第17号

平成22年10月



Journal of  
Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute

2010 October Vol.17

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。



### 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)

目 次

◆ 材料・電子・機械系

- 1 次世代動画像圧縮再生方式H. 264/AVCの開発ツールの研究開発  
～C言語とHDLを併用したデブロッキング・フィルタの開発～  
(研究事業名：盛岡市産学共同研究事業)  
菊池 貴、長谷川 辰雄、菊池 清文、中村 幸男、  
三ヶ田 信也、吉田 正雄 . . . . . 1
- 2 カメラ画像による3次元計測ソフトウェアの開発  
(研究事業名：共同研究事業)  
長谷川 辰雄、谷尻 豊寿 . . . . . 6
- 3 ボールディメンジョンゲージの持ち回りによる座標測定機の性能検査  
(研究事業名：地域イノベーション創出共同体形成事業)  
和合 健、堀田 昌宏、飯村 崇 . . . . . 10
- 4 T法(1)による細穴放電加工のパラメータ設計  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業 (IMY連携))  
和合 健、飯村 崇、黒澤 裕也、触沢 晃 . . . . . 15
- 5 非接触CMM用検査用標準器の光学特性に関する研究  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
和合 健、井山 俊郎 . . . . . 20
- 6 マンガン除去した球状黒鉛鋳鉄の疲労特性  
(研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
高川 貫仁、池 浩之、岩清水 康二、高橋 直之 . . . . . 23
- 7 ドライアイスブラストによる自動車バンパーの塗装剥離  
(研究事業名：北東北三県自動車技術研究会)  
飯村 崇、穴沢 靖 . . . . . 27

◆ 環境・デザイン系

- 8 県境不法投棄物溶融スラグの市場化 (最終報)  
(研究事業名：産業廃棄物再資源化技術開発事業)  
菅原 龍江、佐藤 佳之 . . . . . 32

- 9 下水道汚泥焼却灰等のリン肥料化技術調査  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 菅原 龍江、佐々木 昭仁、佐藤 佳之 . . . . . 38
- 10 リチウム二次電池用正極材料の基礎調査  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 佐々木 昭仁 . . . . . 43

◆ 食品加工・醸造系

- 11 3-DGを指標とした清酒の熟度測定 (Ⅱ)  
 (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 第二報)  
 山口 佑子、中山 繁喜、菊地 潔 . . . . . 46
- 12 カリン (*Chaenomeles sinensis*) を用いた機能性リキュールの開発  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 山口 佑子、小浜 恵子 . . . . . 49
- 13 育苗機を使った製麴  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 畑山 誠 . . . . . 53
- 14 糖化力の高い蕎麦麴の製麴  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 畑山 誠 . . . . . 56
- 15 麴のグルコアミラーゼ価簡易測定  
 (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 . . . . . 58
- 16 赤ワイン用ぶどうの醸造試験 (Ⅱ)  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 平野 高広、米倉 裕一、山口 佑子、遠山 良、大野 浩、田村 博明 . . . 61
- 17 赤ワイン用ぶどうの醸造試験 (Ⅲ)  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 平野 高広、米倉 裕一、山口 佑子、遠山 良、大野 浩、田村 博明 . . . 66
- 18 白ワインの小規模醸造試験  
 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業)  
 平野 高広、米倉 裕一、山口 佑子、遠山 良 . . . . . 71

19	発酵種によるパンの風味向上効果の検討 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業) 島津 裕子	74
20	北東北各県の魚醤に含まれる遊離アミノ酸 (研究事業名：基盤的・先導的技術研究開発事業) 及川 和志、小澤 英樹、遠山 良	85
21	ラスクの酸化的劣化に保存温度が及ぼす影響 (研究事業名：技術者受入型研修制度) 及川 和志、菊池 徳子、遠山 良	88
22	エゴマ葉パウダーの栄養成分およびミネラル (研究事業名：技術相談・依頼分析対応) 及川 和志、野中 勲、遠山 良	91

## 次世代動画画像圧縮再生方式 H. 264/AVC の開発支援ツールの研究開発 -C 言語と HDL を併用したデブロッキング・フィルタの開発\*-

菊池 貴\*\*、長谷川 辰雄\*\*、菊池 清文\*\*、  
中村 幸男\*\*\*、三ヶ田 伸也\*\*\*、吉田 正雄\*\*\*\*

H. 264/AVC 形式の映像再生は複雑で大量の計算を行うため高速化が求められているが、開発コストの増加が問題となっている。そこで本研究では、複雑な設計が容易に記述できる C 言語を用いた FPGA 回路設計に取り組み、C 言語設計ツールである CoDeveloper (Impulse C) を用いて計算時間が長いデブロッキング・フィルタの専用回路を開発し検証を行った。

**キーワード** : H. 264/AVC、Impulse C、FPGA、デブロッキング・フィルタ

### Research and Development of Support Tool for H.264/AVC Development of Deblocking Filter use of C and HDL

KIKUCHI Takashi, HASEGAWA Tatsuo, KIKUCHI Kiyofumi,  
NAKAMURA Yukio, MIKATA Shinya and YOSHIDA Masao

Decoding of H.264/AVC video has high throughput but improvement of processing speed need high development cost. This report describes the development of processing circuits of Deblocking Filter with CoDeveloper which is C-based techniques for building FPGA-accelerated software application circuit.

**key words** : H.264/AVC, Impulse C, FPGA, Deblocking Filter

#### 1 緒 言

デジタル映像機器の普及に伴い最新の動画画像圧縮規格である H. 264/AVC に対応した組込み機器の開発が進んでいる。H. 264/AVC 規格は従来規格の MPEG2 と比較して 2 倍の圧縮性能を持つが、処理の複雑化・計算量の増加により開発コストの増加が問題となっている。岩手県工業技術センターでは有限会社エボテックと株式会社イーアールアイと共同で FPGA (Field Programmable Gate Array) 開発支援ボード (図 1) と H. 264 デコード解析用ソフトウェア (図 2) の 2 つから構成される H. 264/AVC 開発支援ツールを開発した。このツールは、処理内容の解析・評価を容易に行うことが可能であるが、デコード処理の計算量が多く高速化が課題となっていた。

開発支援ツールでは処理の解析・評価を重視しているため内容が理解しやすく変更・拡張が容易なソフトウェア処理を FPGA 内のソフト CPU (NIOS) を用いて行っている。これらの処理を専用回路化 (ハード化) することで高速化が図れるが、H. 264/AVC の処理は規模が大きいいため全ての機能をハード化するためには莫大な開発コスト

がかかる。そのため、H. 264/AVC の IP (Intellectual Property : CPU コア) は符号・復号処理の一部についてのみ切り出したものの販売も行われている。当センターでは現在は用途の異なる 2 つのシステムを開発している。1 つは機能を限定した上で全体を HDL (Hardware Description Language : 回路記述言語) で開発する Verilog 版である。これは、デコーダ IP の商品化を意識したシステムであり可読性や拡張性に乏しいがデコーダ単体として必要十分な機能を有している。もう 1 つは可読性と拡張性を確保しつつ高速化を図っている Impulse C 版である。これは図 2 の H. 264 解析用ソフトウェアの構造を維持したまま各機能を段階的にハード化していくものである。実装に際しては C 言語設計ツールである Impulse 社の CoDeveloper (Impulse C) を用いており、C 言語のソースを HDL に変換してハード化したものと、NIOS 上のソフトウェアと連携して処理を行う。Impulse C を用いた場合開発効率が高いため HDL で開発するよりも開発コストを抑えることができるが、自動変換の性能が高くないため性能が得難いという問題もある。

\* 盛岡市産学共同研究事業  
\*\* 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

本報告では復号処理の中でも計算時間が長いデブロッキング・フィルタ<sup>1)</sup>について Impulse C を用いてハード化し、その処理のボトルネック部分についてHDLを併用することで解決する手法について述べる。また試作したシステムについてのユーザー評価についても示す。



図1 FPGA 開発支援ボード

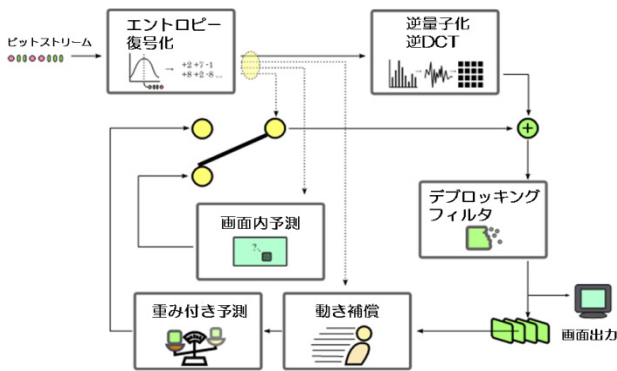


図2 H.264 解析用ソフトウェアの構造図

## 2 デブロッキング・フィルタ

### 2-1 概要

デジタル映像圧縮では、各画像を小領域 (16×16 画素のマクロブロック) に分割して個別に圧縮を行うため、その境界付近でブロックノイズと呼ばれるブロック間の歪みが発生する。映像の場合は復号済みの画像を使って次の画像を復号するフレーム間予測が用いられているため、このブロックノイズが以降の画像に伝播してしまう。そのため、一般にデジタル映像圧縮では圧縮率を高めると画質が劣化するという問題がある。これに対して H.264/AVC では、ブロックノイズの発生度合いに応じて適応的に平滑化を行うデブロッキング・フィルタが採用されている。しかし、この処理量は膨大となり復号処理全体の 20～40% を占める (表 1)。そのため、アルゴリズムの改善<sup>2)</sup> やデータ転送の効率化<sup>3)</sup>、専用処理回路の開発<sup>4) 5)</sup> など高速化に関する研究がなされている。

### 2-2 フィルタリング On/Off の決定

デブロッキング・フィルタは水平と垂直の 2 方向に対して行われ、図 3 に示す p, q により構成される 8 画素の

表 1 復号処理における各計算時間の比率

	テスト1	テスト2
入力 (%)	11.5	6.7
エントロピー復号 (%)	15.9	25.5
動き補償 (%)	22.4	31.1
デブロッキング・フィルタ (%)	30.7	25.0
出力 (%)	5.9	4.3
その他 (%)	13.6	7.4

ブロックを 1 つの処理単位として扱う。処理に先立ち対象の領域が画面内符号化であるかどうか、直行変換係数があるかどうか等の条件に応じてブロック境界強度 ( $B_s$ ) が決定され、この値に応じてフィルタ処理を行う。フィルタリング処理は以下の条件が成立する場合のみ適用される。

- ①  $B_s > 0$
- ②  $|p_0 - q_0| < \alpha \wedge |p_1 - p_0| < \beta \wedge |q_1 - q_0| < \beta$   
 $\alpha, \beta$  は量子化パラメータにより予め設定されている。

### 2-3 フィルタリング処理

$0 < B_s < 4$  の場合、以下の 4 タップの FIR (Finite Impulse Response Filter) フィルタを用いる。

$$\Delta = \text{Clip3}[-tc, tc, \{(q_0 - p_0) \times (2 + (p_1 - q_1) + 4) / 8\}]$$

$$p'_0 = p_0 + \Delta$$

$$q'_0 = q_0 - \Delta$$

ここで  $\text{Clip3}(a, b, c)$  は  $c$  の範囲が  $a \leq c \leq b$  となる

ようにクリップ処理を行う関数である。

$B_s=4$  の場合、 $p$  の領域についてのフィルタリングは

$$|p_2 - p_0| < \beta \wedge |p_0 - q_0| < \alpha/4 + 2 \text{ が満たされる時}$$

$$p'_0 = (p_2 + 2 * p_1 + 2 * p_0 + 2 * q_0 + q_1) / 8$$

$$p'_1 = (p_2 + p_1 + p_0 + q_0) / 4$$

$$p'_2 = (2 * p_3 + 3 * p_2 + p_1 + p_0 + q_0) / 8$$

となり、満たさない場合は

$$p'_0 = (2 * p_1 + p_0 + q_0) / 4$$

となる。同様に  $q$  の領域に対しては

$$|q_2 - q_0| < \beta \wedge |p_0 - q_0| < \alpha/4 + 2 \text{ が満たされる時}$$

$$q'_0 = (q_2 + 2 * q_1 + 2 * q_0 + 2 * p_0 + p_1) / 8$$

$$q'_1 = (q_2 + q_1 + q_0 + p_0) / 4$$

$$q'_2 = (2 * q_3 + 3 * q_2 + q_1 + q_0 + p_0) / 8$$

となり、満たさない場合は

$$q'_0 = (2 * q_1 + q_0 + p_1) / 4$$

となる。

このようにブロックノイズの発生度合いに応じてフィルタ強度を変えることで解像度を損ねることなくブロックノイズを除去している。フィルタリングの On/Off による画質の違いを図 4 に示す。

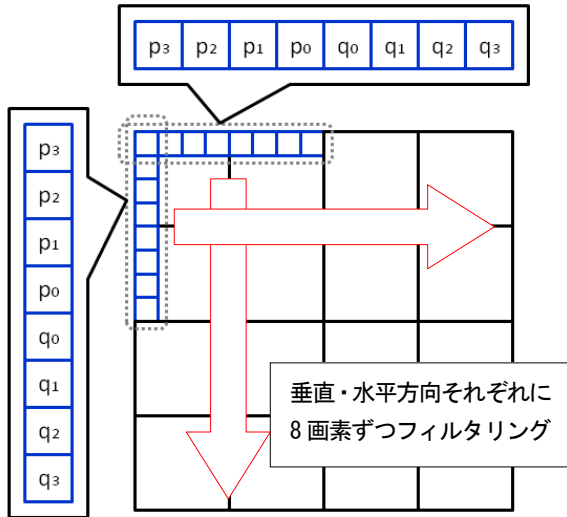


図 3 デブロッキング・フィルタの処理対象画素



図 4 デブロッキング・フィルタの有無による画質の違い

### 3 専用処理回路開発

#### 3-1 Impulse C によるデブロッキング・フィルタの開発

Impulse C を用いて復号処理のデブロッキング・フィルタ処理の部分ハード化。Impulse C は ANSI-C に準拠したプログラミング言語でありハードウェア開発用の専用ライブラリが準備されている。特に注目すべきは

メモリアクセス用の関数が用意されており、これを用いることで Avalon Bus ブリッジが自動で生成されメモリアクセスが可能となる。これにより NIOS II 上で動作している C 言語プログラムと専用処理回路は外部メモリのデータを共有することができハードとソフトの協調動作を行うことが可能である。システムの構成を図 5 に示す。しかし、Impulse C はポインタや構造体の記述については制限があり、多重ループの展開や配列を用いた処理の記述については自動変換により意図しない処理が行われるなどの問題がある。また配列で宣言したデータ領域は外部メモリに自動的に配置されるため、非常に大きなデータを扱えるが、処理のたびに外部メモリアクセスが発生し時間がかかってしまう。このように、Impulse C による開発は ANSI-C のソースコードをそのまま自動変換するのではなく、ハード用の記述を行う必要がある。

そこで、ソフトウェア用のデブロッキング・フィルタのアルゴリズムとデータフローを以下の条件を満たすように改良した。

- ▽ 必要なデータを外部メモリから一括で読み込む
- ▽ 画素データを外部メモリに配置せずにレジスタで保持する
- ▽ フィルタリングを行うモジュールを分離し、データをストリームで転送することで DSP を節約する
- ▽ 計算結果のデータを一括で外部メモリに書き込む

このシステムでは従来の配列を利用したプログラムと比較して外部メモリに対するランダムアクセスを大幅に低減しており、かつ回路規模も小さく抑えている。しかし、ModelSim を用いたシミュレーションの結果ではソフトウェアで処理した場合と比較して速度にほとんど変化がなくテストケースによっては速度が低下した。解析の結果、DDR2 メモリとの通信を行う際に 1 回のリードリクエストに毎回 20 クロック必要なため通信速度が低く全体の処理のボトルネックとなっていることが明らかに

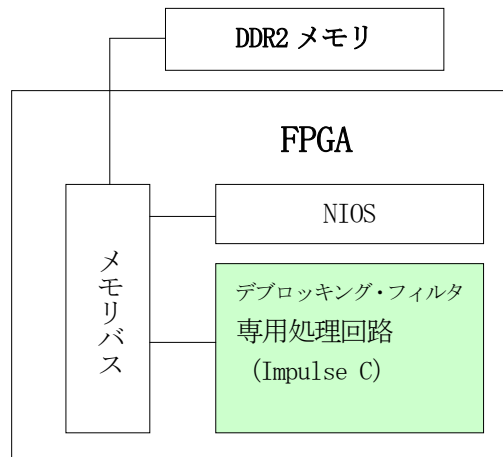


図 5 Impulse C を用いてデブロッキング・フィルタのハード化を行ったシステムの構成



なった。Impulse C で準備されているメモリアクセス関数を用いると Avalon Bus ブリッジが自動的に生成されメモリアクセスが可能になるが、このバスブリッジの性能不足が原因で Impulse C のみで開発した回路では十分な性能が得られないことがわかった。

### 3-2 Impulse C と Verilog HDL を併用したデブロッキング・フィルタの開発

自動生成した Avalon Bus ブリッジの性能不足により処理速度が得られないことが明らかになった。これを解決するために、メモリアクセス部分を Verilog HDL で開発し、それを Impulse C で開発した専用処理回路に接続する手法を開発した。

専用処理回路は Avalon Bus からは切り離されるためバスブリッジの自動生成は不要となる。その代わりに Avalon Bus に接続されメモリアクセスと専用処理回路の起動と終了の制御を行う CDC (CoDeveloper Device Controller) モジュールを開発した。CDC は Verilog HDL で開発を行い、それを Impulse C から変換された Verilog HDL ソースコードと HDL レベルで接続する。図6にシステムの構成を示す。これにより Impulse C で開発された専用回路モジュールを隠蔽することが可能であり、ボトルネックとなっていた自動生成されるバスブリッジの存在を解消できる。

ModelSim を用いて1マクロブロック分のデブロッキング・フィルタ処理をそれぞれソフトウェアと専用処理

表2 マクロブロック1個をフィルタリングする際に必要な処理時間の比較

	試作版	改良版
処理時間 (clock)	213, 576	8, 183

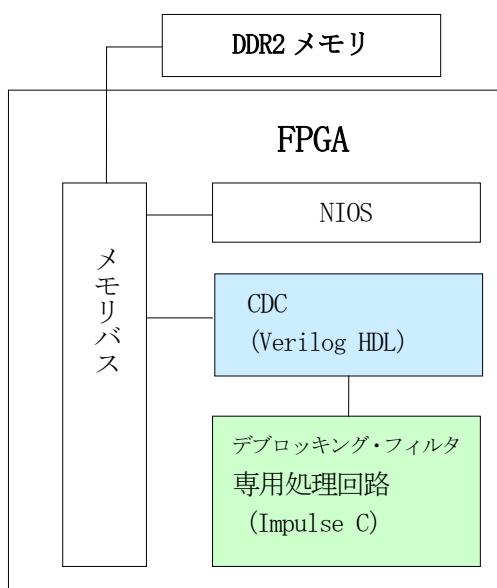


図6 Impulse C と Verilog HDL を用いたシステム構成

回路で行った場合に要するクロック数の比較について表2に示す。CDC を利用した改良版では処理に要するクロック数が約 1/26 と大幅に減少している。これにより、Impulse C による開発でボトルネックとなっていたメモリアクセスの部分が解決できた。

## 4 ユーザー評価

本研究で開発したシステムについて Embedded Technology 2009 (パシフィコ横浜, 11/18~20) にて展示を行い、来場者から質問、要望、意見を頂いた。

主なものについて以下に示す。

- C 言語から HDL への自動変換技術が近年注目されているが実際にきちんと変換できるのか疑問である。
- 近年のデジタル回路は開発規模が大幅に増加しており HDL での開発が追いつかなくなっている。そのため、C 言語で開発ができると助かる。
- H. 264/AVC のような大規模なシステムを開発する上では C 言語設計は有効だと思うが、現場レベルではなかなか移行できない。
- C 言語ベース LSI 設計についてのプレゼンテーションも展示会中 3 回行ったが、いずれも 20 人以上の聴講者がおり、関係者の関心が高いことが伺えた。

また、HDL のみで設計した Verilog 版についての展示も同時に行った。システムの仕様は以下のとおりである。

- ▽ 動作クロック : 9.5MHz
- ▽ 画像サイズ : 352x288
- ▽ フレームレート : 30fps
- ▽ プロファイル : ベースライン

これについての質問、要望、意見も次に示す。

- 10MHz で再生できているのは驚きだ。
- IP コアを購入せずに独自に開発しているのは凄い。
- 既に販売されている IP コアとはどこが違うのか。
- 画像サイズがもっと大きければ購入を検討する。
- 今の仕様でも機能としては十分である。
- 価格はいくらなのか。
- エンコーダとセットでほしい。
- ドライブレコーダとしては価格の制限が厳しいため、H. 264/AVC の製品は出せない。

Impulse C 版と Verilog 版では、Verilog 版の方がより製品に近い具体的な質問や要望が多かった。一方で、Impulse C 版は発展途上の技術であるが、将来性が高い技術であると認識されていた。そのため、自動変換の精度や生成される回路性能、開発効率などに関する質問が多く、開発に携わる技術者が関心を示していた。

## 5 結 言

H. 264/AVC デコーダの高速化を図るために計算時間の長いデブロッキング・フィルタのハード化を行った。ハード化の際には開発効率の高い C 言語設計ツールである Impulse C を用いて実装を行ったが、Impulse C のみでハード化を行った場合には、自動生成されるバスブリッジの性能不足から通信速度が低くなり良好な性能が得られないことが明らかになった。そこで、メモリアクセス部分を担う CDC モジュールを Verilog HDL で開発し Impulse C で開発した計算処理回路と接続する手法について提案した。この手法を用いることでデブロッキング・フィルタの処理について従来の約 26 倍の高速化を実現した。この手法はデブロッキング・フィルタ以外の処理にも適用が可能な技術であるため、他の処理についても同様に適用することで高速化が期待でき、デコーダ全体の高速化を図ることが可能であるため、今後、開発する予定である。

また、ユーザー評価において、Impulse C 版については、技術力や将来性が評価されており、今後開発事例を増やしていくことで受託開発などの事業化へつなげる予定である。Verilog 版については、スペックの向上に関する要望が多かったため、今後画面サイズの拡大を行い製品化していく予定である。

## 文 献

- 1) Peter List, Anthony Joch, Jani Lainema, Gisle Bjontegaard and Marta Karczewicz, Adaptive Deblocking Filter, IEEE Transaction on Circuits and System for video Technology, VOL. 13, NO. 7, pp. 614-619 (2003)
- 2) Tsu-Ming Liu, Wen-Ping Lee and Chen-Yi Lee, An In/Post-Loop Deblocking Filter With Hybrid Filtering Schedule, IEEE Transaction on Circuits and System for video Technology, vol. 17, No. 7, pp. 937-943 (2007)
- 3) Tsu-Ming Liu, Wen-Ping Lee, Ting-An Lin and Chen-Yi Lee, A Memory-Efficient Deblocking Filter for H. 264/AVC Video Coding, IEEE Int. Symp. Circuits Syst. vol. 3, pp. 2140-2143 (2005)
- 4) Yu-Wen Huang, To-Wei Chen, Bing-Yu Hsieh, TuChih Wang, Te-Hao Chang and Liang-Gee Chen, Architecture Design for Deblocking Filter in H. 264/JVT/AVC, Proc. IEEE Intl. Conf. On Multimedia and Expo, vol. 1, pp. 693-696 (2003)
- 5) Chung-Ming Chen and Chung-Ho Chen, An Efficient Architecture for Deblocking Filter in H. 264/AVC Video Coding, IASTED Int. Conf. on Computer Graphics and Imaging, pp. 177-181 (2005)

# カメラ画像による 3 次元計測ソフトウェアの開発\*

長谷川 辰雄\*\*、谷尻 豊寿\*\*\*

3次元測定器による人物顔の計測は、医療や福祉、眼鏡製作、個人認証など、多くの用途に使われている。しかし、現状の3次元計測器（モーションキャプチャ）は1千万円以上と高価であるため普及し難い現状がある。そこで本研究では2台のデジタルカメラとステレオ画像処理を行うPC用のソフトウェアを(株)メディックエンジニアリングと共同開発し、同社は低価格の3次元測定システムを製品化した。このシステムは静止画計測の他に動画計測も可能な特徴がある。

**キーワード：3次元計測、ステレオ、画像処理**

## Development of 3-D measurement software using Cameras

HASEGAWA Tatsuo, TANIJIRI Toyohisa

The three-dimensional measurement of the human face is used for medical treatment, welfare, eyeglass production and personal certification. But, the present three-dimensional measurement system (motion capture system) cannot come into wide use for high price which costs more than 10 million yen. Therefore, this joint research developed PC software of stereophonic image processing using two digital still cameras and, the Medic Engineering Inc. produced the three-dimensional measurement system in low price. It is characteristics with this system that not only still picture measurement but also motion picture measurement is possible.

**key words : three-dimensional measurement, stereo, image processing**

### 1 緒 言

(株)メディックエンジニアリング社では、これまで、市販の3次元計測装置のデータを入力とし、人体の寸法計測や、体型の解析を行うソフトウェア（製品名：3D-Rugle）を販売している。しかし、市販の3次元計測装置はレーザ光とCCDの複雑な組み合わせ制御や、剛性を保つための設計や部品等により1千万以上と高額となっている。そこで、レーザ光などの投光を必要とせず2台のデジタルカメラとPC用ソフトウェアで構成が可能なステレオ法を用いて、約130万円程度の3次元計測システム(図1)を岩手県工業技術センターと共同開発し、(株)メディックエンジニアリングが製品化した（製品名：Stereo-Rugle）。

密な領域計測と、エッジ等の特徴箇所を計測する特徴ベースマッチング法があるが、測定箇所を制限することで計算量を減らし、秒間60フレームで撮影し、オフラインでの動画計測処理を行うため、計測箇所にマーカを貼付する特徴ベースマッチング法により本開発を行った。このマーカの貼付による特徴箇所の明示化は、対応点探索が領域ベースマッチングに比べて容易であるため、誤対応に対してロバスト性（堅牢性）が高い特徴がある。また、一般的に人体の形状計測に必要な精度は1mm以下とされているが、開発したシステムは、OpenCV Ver.2の機能を利用して、キャリブレーションの計測精度で1mm以下を達成した。本研究の成果は大学歯学部で導入が検討されている。



図1 ステレオ計測システム（製品名：Stereo-Rugle）

ステレオ計測法には、領域ベースマッチング法による

### 2 実験方法

#### 2-1 ステレオ計測法

カメラ画像を使った3次元計測には様々な方法が提案されているが、装置構成のシンプル化と画像処理の負荷軽減をすることで製品の低価格を実現するため、特徴マーカを予め対象物に付与したマッチング手法と、ステレオ計測に必要な射影行列を求めるために平面パターンによるキャリブレーションを用いて開発を行った。ステレ

\* 共同研究事業  
\*\* 電子情報技術部  
\*\*\* 株式会社メディックエンジニアリング

オ計測の原理は、3次元座標にある対象物とそのカメラ画像(2次元座標)との間の幾何的な関係を数値モデル化する必要があり、一般的に同次座標を用いて次式(1)のように表わされる。

3次元空間の点  $\tilde{M} = [X, Y, Z, 1]^T$  とその投影である画像

上の点  $\tilde{m} = [u, v, 1]^T$  との関係は式(1)で表わされる。

$$s\tilde{m} = A[R \ t] \tilde{M} \dots \text{式(1)}$$

ここで、 $S$ はスケール、 $A$ は3次元物理座標空間を2次元画像空間へ変換する  $3 \times 3$  行列(内部パラメータ)であり、 $[R \ t]$ は物理座標系とカメラ座標系の関係を表す行列(外部パラメータ)で、 $R: 3 \times 3$  回転行列、 $t: 3 \times 1$  並行移動行列である。この内部パラメータと外部パラメータを求めることをキャリブレーションと呼び、ステレオ計測の精度に影響する重要な工程である。

平面によるキャリブレーションはZhangにより提案され、ワールド座標系の  $Z=0$  として式(1)を整理すると、式(2)及び(3)で表わされる。ここで、外部パラメータの  $[R \ t]$ の  $X$ 軸周りの回転行列を  $r1$ 、 $Y$ 軸周りの回転行列を  $r2$ 、 $Z$ 軸周りの回転行列を  $r3$  とする。ホモグラフィ行列を  $H=[h1 \ h2 \ h3]$  とすると3次元座標点と平面上の点の変換行列は式(4)で表わすことができる。

$$s \begin{bmatrix} u \\ v \\ 1 \end{bmatrix} = A \begin{bmatrix} r1 & r2 & r3 & t \\ & & & \end{bmatrix} \begin{bmatrix} X \\ Y \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix} = A \begin{bmatrix} r1 & r2 & t \\ & & \end{bmatrix} \begin{bmatrix} X \\ Y \\ 1 \end{bmatrix} \dots \text{式(2)}$$

$$s\tilde{m} = A[r1 \ r2 \ t] \tilde{M} \dots \text{式(3)}$$

$$[h1 \ h2 \ h3] = A[r1 \ r2 \ t] \dots \text{式(4)}$$

詳細な計算方法は省略するが、平面上の座標値を式(3)に代入して線形方程式を解くと、内部パラメータ  $A$  が求められ、外部パラメータは次の式(5)のように計算できる。

$$\begin{aligned} r1 &= \lambda A^{-1} h1, \quad r2 = \lambda A^{-1} h2, \\ r3 &= r1 \times r2, \quad t = \lambda A^{-1} h3 \end{aligned} \dots \text{式(5)}$$

### 2-2 動画解析のマーカ追跡

秒間60コマでマーカの時間的な変位を把握するためには、画像フレーム間で同一マーカを一致させる必要がある。マーカの貼り方を正方形格子状に整列配置すれば画像処理等で容易に特定できるが、顔面上へのマーカの正

方格子配置は手間がかかり、また、不必要なマーカも発生するため使い勝手が良くない。そこで、計測したいマーカだけをフレーム間で一致させるために、小画像ブロックの類似度を計算する正規化相関法(式(6))を用いた。

$$R_{ZVCC} = \frac{\sum_{j=0}^{N-1} \sum_{i=0}^{M-1} ((I(i,j) - \bar{I})(T(i,j) - \bar{T}))}{\sqrt{\sum_{j=0}^{N-1} \sum_{i=0}^{M-1} (I(i,j) - \bar{I})^2 \times \sum_{j=0}^{N-1} \sum_{i=0}^{M-1} (T(i,j) - \bar{T})^2}}$$

ただし、

$$\bar{T} = \frac{\sum_{j=0}^{N-1} \sum_{i=0}^{M-1} T(i,j)}{MN}, \quad \bar{I} = \frac{\sum_{j=0}^{N-1} \sum_{i=0}^{M-1} I(i,j)}{MN} \dots \text{式(6)}$$

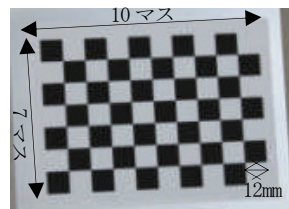
## 3 実験結果

### 3-1 キャリブレーション

キャリブレーションは、図2(a)に示すように1辺が12mmの正方形のチェス模様を印刷して平板に貼り付け、2台のカメラで撮影を行った。式(3)の線形方程式を解くためには少なくとも、この図2(a)が3つの異なる方向の画像のチェス模様のコーナー座標が必要であるが、撮影枚数が多いほどコーナー座標数が多くなるため計測精度が高くなる。今回は過去の実験から経験的に5枚の画像を用いて実験を行った。実験の仕様を表1に示す。

表1 実験の仕様

	仕様	数量等
カメラ	Canon EOS KissX4	2台
画像サイズ	640×480 画素	5枚
チェス模様マス・サイズ	12×12(mm)	縦7×横10マス
動画撮影速度	60 fps	5回



(a) パターン

(b) カメラ配置

図2 キャリブレーションパターンとカメラ配置

OpenCV Ver.2のキャリブレーション関数である `cvCalibrateCamera2` 等は、Matlabのキャリブレーション



を移植したものとなったが、原理はZhangの手法を使ったものとなっている。キャリブレーションに必要なチェス模様のコナー座標点はcvFindChessboardCorners関数によって求めた(図3(a)(b))。この関数はチェスのマスの数が奇数×偶数を前提として座標検出を行っているため、7×10マスのパターンで実験を行った。

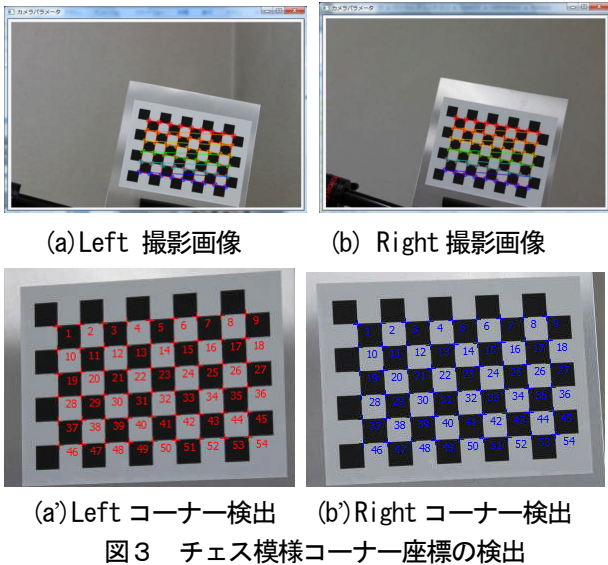


図3 チェス模様コナー座標の検出

### 3-2 計測結果

図3(a)及び(b)の左右の撮影画像を入力とし、チェス模様のコナーを検出した結果が図3(a')及び(b')である。左上のコナーから右方向に順番に検出を行い、番号付けを行った。式(3)の連立方程式を解くために、同一平面上にない異なるコナー座標が必要であるので、今回はチェス板をカメラに対して5つの異なった方向に向けて撮影し、内部パラメータ、外部パラメータ、射影行列を計算した。左右2台の射影行列からコナー座標の計測を行い、12mm角のマス目の真値との誤差を計算した。表2の計測結果は、前述の実験手順を5回行った平均値を示したもので、平均誤差は0.079mmとなった。

表2 計測結果

	計測値	誤差
平均	11.921	-0.079
最小値	11.759	-0.241
最大値	12.084	0.084

### 3-3 動画計測実験

前述の実験で得たキャリブレーション値を利用して動画画像による3次元計測の実験を行った。この実験では、マーカー貼付した顔を一眼レフカメラの動画撮影機能を用いて、1フレームが640×480画素を秒間60フレームで撮影して行った。顔表面のマーカーはランダムに16ヶ所に

貼り付け、マーカー中心座標を画像処理で求めて3次元計測を行った。このとき、左右画像の16ヶ所のマーカーは図4に示すように番号付けされ、左右の点が同一であることがわかる。各マーカーの時間的な変位を1/60秒間隔でグラフ化することで変位の解析を可能とした。このためには同一マーカーを動画のフレーム間で一致させる必要があり、前述の相関閾値法や探索範囲を限定する等の画像処理によって自動的にフレーム間でのマーカーを一致させた。これにより、マーカーの時間的に連続した3次元座標の変位をグラフ化することができた。図5は9~14番の計測の時間的な変化をグラフにしたもので、縦軸は各マーカーの基準位置からの相対的な変位を表している。このグラフの変位が滑らかでない理由は、対応点のマッチング誤差の影響によるものと考えられる。また、グラフ上の3か所において入力画像と計測座標を示しており、左から平常時の顔→笑顔→平常時の顔と表情に変化を持たせた。

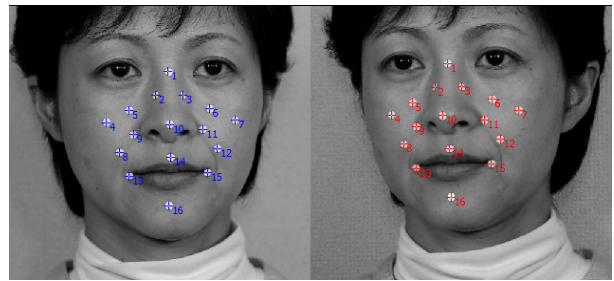


図4 顔上のマーカーを自動検出した結果

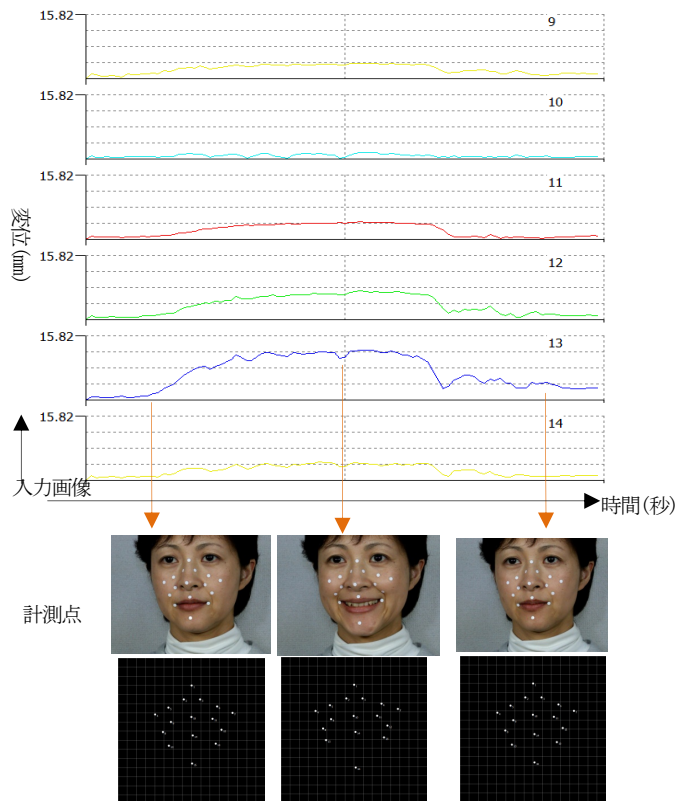


図5 動画計測によるマーカーの変位グラフ

#### 4 結 言

キャリブレーション用のチェス模様板で誤差平均が 0.079mm を達成したが、顔にマーカ貼付した計測誤差の実験は、比較対象となるモーションキャプチャ装置の実験準備や正確な比較の方法に課題があるため行っておらず、今後、検討しながら比較実験を行っていく予定である。製品化にあたっては、OpenCV や特徴ベースマッチング法により約 130 万円と低価格化を実現した。また、使用するカメラはメーカーを問わず、目的に合わせて選択することができる。例えば、高速な動きを捉える場合はフォトロン社製のハイスピードカメラ、中速な動きを捉える場合にはテクノスコープ社製や東芝テリー社製、低速な動きの場合はキャノン製 EOS KISS X4 を推奨している。ソフトウェアは動画解析、静止画解析、グラフ表示の 3 部構成になっており、動画解析は 640×640 画素までの画面サイズに対応している。動画解析のために必要なフレーム間での同一マーカ追跡は、相関閾値法など、幾つかの画像処理機能を組み合わせて自動的にを行っている。追跡に失敗した場合でも、マーカ位置をマニュアルで修正し、そのフレームから自動追跡を開始できる便利な機能を備えている。カメラの撮影方向によっては自動追跡が上手くいかない場合があるが、個々のマーカにパラメータ設定を行うことで自動追跡を可能としている。また、開始フレームとフレーム数を指定し、動画から連続した 3 次元計測の静止画を切り出す利便性の高い機能も備えている (図 6)。

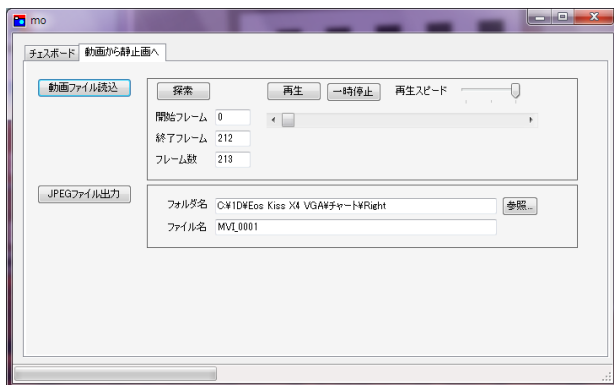


図 6 動画から静止画の切り出し機能

2 台のカメラ撮影の同期を合わせる方法は、2 台同時撮影が可能なりモコンスイッチを用いる方法と、図 7 に

示すように、カメラのフラッシュ画像の位置を画像処理で探索する方法がある。



図 7 フラッシュ位置による同期合わせ

グラフ表示では、計測したマーカを使って新たな座標系に変換することが可能であり、市販の 3 次元計測装置で計測した対象物の座標系に変換することも可能である。

今後、3 次元計測は精度向上と低価格化がさらに進み、医療や福祉だけでなく、モノづくり産業や部品検査への普及が期待されており市場規模が拡大されると予想されるため、精度向上とともに使い易さを意識した製品開発に取り組んでいく予定である。

#### 文 献

- 1) Zhang, "A flexible new technique for camera calibration". IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, 22(11):1330-1334, 2000.
- 2) 佐藤 淳：コンピュータビジョン、pp. 81-96、コロナ社(1999)
- 2) 田村 秀行：コンピュータ画像処理、pp. 138-140、オーム社(2002)
- 3) R.Hartley: In defense of the eight-point algorithm、IEEE Trans. PAMI、pp. 580-593 (1997)

# ボールディメンジョンゲージの持ち回りによる 座標測定機の性能検査\*

和合 健\*\*、堀田 昌宏\*\*、飯村 崇\*\*

東北6県公設試の共同実験としてボールディメンジョンゲージ(BDG)の持ち回りによる座標測定機の性能検査を行った。その実験方法は、ISO/TS 15530-3:2004(校正されたワークまたは標準の使用)に従い、座標測定の不確かさを算出する方法である。その結果、岩手県工業技術センターの場合では、誤差限界とバジェット表による不確かさはメーカーが提示する指示誤差とほぼ同等な結果が算出された。

**キーワード：不確かさ、座標測定機、ボールディメンジョンゲージ、性能検査**

## Evaluation of Performance of CMM on Round Robin Test using BDG

WAGO Takeshi, HOTTA Masahiro and IIMURA Takashi

Round robin test on an evaluation of performance of Coordinate Measuring Machine(CMM) were experimented using a Ball Dimension Gauge(BDG) by Tohoku 6 prefectures public research institute as joint experiment. The uncertainty of the coordinate measuring was calculated according to ISO/TS 15530-3:2004 (Use of calibrated workpieces or standards). As a result, both uncertainties of limit of error and budget table to calculate by Iwate Industrial Research Institute(IIRI) experiment were almost equal to indicated error of manufacturing company of CMM pointed.

**key words : uncertainty, Coordinate Measuring Machine, Ball Dimension Gauge, evaluation of performance**

### 1 緒 言

東北地域においては自動車製造メーカーの工場立地が進み、自動車産業の集積化が促進されている。また、秋田県をはじめとして航空機に関する産業集積化の可能性も検討されている。自動車製造では品質管理の重要性が非常に高く、そこでは高度な測定技術が要求されている。このような背景において我々は、地域イノベーション創出共同体形成事業において(地独)岩手県工業技術センターをパイロットラボとして、(地独)青森県産業技術センター八戸地域研究所、秋田県工業技術センター、宮城県産業技術総合センター、山形県工業技術センター、福島県ハイテクプラザの東北6県の共同実験として標記テーマに取り組んだ。この目的は、第一がISO規格では座標測定機(以下、CMMという)の性能検査の概要しか示されていないことから、実用的な検査用標準器を含めた検査方法を提案すること。第二が各県のCMM測定における測定技能の一致度を評価し、東北各県公設試のCMM測定技能の向上を図ることである。ここでは、岩手県で行った分の実験内容及び結果について述べる。

### 2 実験方法

#### 2-1 装置の説明

実験に使用したCMMはCarl Zeiss製で型式はUPMC550-CARAT、ソフトウェアはUMESS-LX Ver1.0である。導入年は平成6年3月でありH18年3月に制御PCをWindowsにレトロフィットした。最終校正日は平成20年3月14日である。CMMは門移動型の構造でプローブはパラレルツイン式の3Dプロービングが行えるプローブである。CMMの指示誤差は $MPE_E=0.8+L/600\mu\text{m}$ (Lは測定長さmm)である。

#### 2-2 Traceability pathの説明

CMMのトレーサビリティは2年に1回の周期で(株)東精エンジニアリングがメーカー校正を行っている。そのため、機械単体では(株)東精エンジニアリングが持つトレーサビリティにより国家標準まで繋がる。ユーザで行うトレーサビリティへの取り組みは、誤差の小さい測定が要求された場合に年1回の周期で校正しているブロックゲージを標準器に使用して目盛誤差を補正している。校正されたブロックゲージを標準値として使用すること

\* 地域イノベーション創出共同体形成事業

\*\* 材料技術部

でユーザ校正による国家標準へトレーサビリティが繋がっていると解釈している。

2-3 プロトコル

プロトコルはパイロットラボから示され、ISO/TS 15530-3:2004 (校正されたワークまたは標準の使用) に従い、式(1)により測定の不確かさを算出するものである。

$$U = k \times \sqrt{u_{cal}^2 + u_p^2 + u_w^2} + |b| \quad (1)$$

ここで、 $U_{cal}$ は標準器の校正での不確かさ、 $U_p$ は測定手順における不確かさ、 $U_w$ は測定物の線膨張係数等の物性値及び製造過程で与えられた形状や表面粗さ等に関する不確かさ、 $b$ は系統誤差となる。

(1) 入出力関係

図2に示したボールディメンジョンゲージ (以下、BDG という) の標準値を入力とし、CMM の測定値を出力とした時に図1に示す誤差因子とした外乱による変動  $L_1 \sim L_3$  の差が小さく、一次比例の線形式のばらつきが小さくかつ感度が大きい関係が良い測定が行われていると判定する。基本機能の入出力の関係を表すゼロ点比例式を式(2)、測定の悪さ程度を評価する測定の SN 比を式(3)に示す。

$$y = \beta M \quad (2)$$

$$\eta = \beta^2 / \sigma^2 \quad (3)$$

ここで、 $y$  は CMM の測定値(mm)、 $M$  は BDG の標準値 (mm)、 $\beta$  は感度、 $\eta$  は測定の SN 比(db)、 $\beta^2$  は信号の効果、 $\sigma^2$  は誤差分散である。

(2) 因子及び水準

標示因子は使用条件や試験条件の測定誤差への影響の程度を調べるために設定する因子である。本実験では標示因子として誤差を発生させる原因となり得る諸条件を意図的に取り上げる。誤差因子は、校正により修正不可能な誤差として設定する因子を指す。信号因子は式(4)における  $M$  を指し、CMM による測定値  $y$  を変化させる原因系を指す。

(3) 標示因子

標示因子は CMM の測定で不確かさの発生が経験的に指摘されている因子を内側と外側の割付により設定した。表1に内側の標示因子を示す。因子 A のプロービング方向はタッチトリガ式プローブ及びパラレルツイン式プローブの 2 軸固定 1 軸自由モードにおいて 45°方向のプロービング時にプロービング誤差の発生が指摘されている。因子 B のスタイラスの向きは W.A.ゲージ (以下、WAG という) による CMM の性能検査や計測分科会等で誤差が指摘されている。因子 C の BDG の位置は CMM テーブル上の測定位置に関する誤差を検査する。表2に外側の標示因子を示す。因子 E のプロービングの領域は、狭い範囲で球全体を推測できる測定ができれば能率向上や部分球測定に対応できる。

(4) 誤差因子

誤差因子はばらつき要因となる測定の繰り返しを表3のとおり 3 水準を設定した。

(5) 信号因子

信号因子は図2に示すゼロ球と各球の球間距離として 5 水準を設定した。

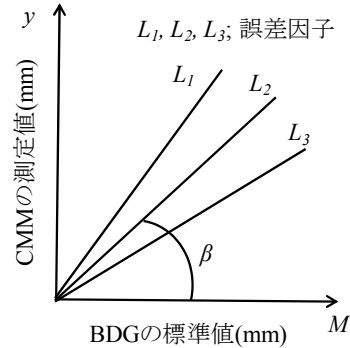


図1 入出力関係の定義

表1 内側の標示因子

因子	水準	水準	
		1	2
A	プロービング方向	軸方向、ただし極に1点以上あること	第1水準以外、ただし測定点数は同等のこと
B	スタイラスの向き	鉛直下向き	第1水準以外
C	BDGの位置	X <sub>CMM</sub> 軸またはY <sub>CMM</sub> 軸に平行であること	第1水準以外、ただしCMMの軸に平行でないこと

表2 外側の標示因子

因子	水準	水準	
		1	2
E	プロービングの領域	半径の領域	半径/3の領域

表3 誤差因子

因子	水準	水準		
		1	2	3
N	測定の繰り返し	1回目	2回目	3回目

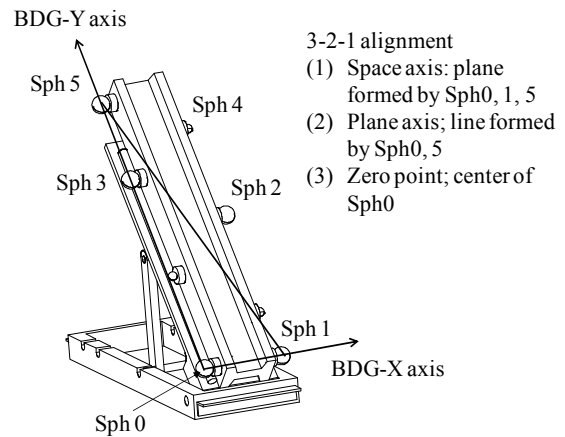


図2 BDG における測定物座標系と球番号



表4 割付表

No.	内側の標示因子			E) 外側の標示因子							
				E <sub>1</sub> : 半径の領域				E <sub>2</sub> : 半径/3の領域			
	A)	B)	C)	N) 測定の繰り返し		S/N	N) 測定の繰り返し		S/N		
			N <sub>1</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>3</sub>	η(db)	N <sub>1</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>3</sub>	η(db)	
1	軸方向	下	軸平行								
2	軸方向	以外	以外								
3	以外	下	以外								
4	以外	以外	軸平行								

A) プロービング方向  
 B) スタイルスの向き  
 C) BDGの位置  
 E) プロービングの領域

(6) 直交表への割付け

因子の割付けは、直交表 L<sub>4</sub> を使用し表4のとおり各因子を割り付けた。

2-4 測定技法の説明

実験ではプロトコルに従い行い、CMM の構造やソフトウェアの制限からプロトコルを外れる測定方法は無かった。球測定点数は、極2点赤道3点の合計5点とした。赤道3点とした理由は BDG の姿勢とスタイルスの向きにより 90°ずらした時に赤道4点を取得出来ない組み合わせがあったため最小点数に合わせたためである。内側の標示因子の設定は、次の A)、B)のとおりとした。A) プロービング方向はプロトコルの指示どおりで水準1がCMM 軸に平行な方向、水準2が基本的にはCMM 軸に45°方向とし45°が実現できない場合はできるだけ45°に近くなる角度でプロービングした。プロービングはSTEP コマンドを使用せずすべて手動で行った。B)スタイルスの向きを図3に示す。水準1は鉛直下向きとして

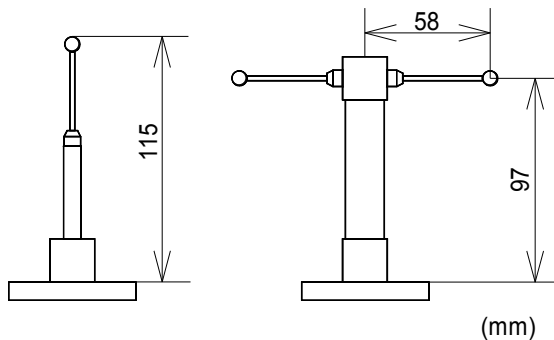


図3 スタイルスの構成

φ5mm のチップでスタイルス長さ 35mm、延長シャフトの直径φ11で長さ40mmと接続して合計したスタイルス長さは皿の表面からチップ中心まで115mmである。水準2はCMM 軸のX軸上に平行になるようにしてX+方向とX-方向の2本のスタイルスを鉛直軸に90°の向きに取り付けた。スタイルスはφ5mmのチップで長さは35mmである。延長シャフトは外径φ20mmで長さ60mmを使用しており、スタイルスの鉛直下向き方向の皿の表面からチップ中心までの長さは97mmである。水準1と2とも延長シャフトの材質はアルミニウム製とした。C)BDGの位置は水準1がCMM 軸に平行な姿勢として

いるが、実験No.1がX軸に平行、実験No.4がY軸に平行とした。水準2は横向きのスタイルスの向きがBDG 筐体に干渉しないことに注意してCMM 軸と平行ではない姿勢を見つけて設定した。外側の標示因子の水準2は目分量で半径/3の領域と判断して測定した。誤差因子の測定の繰り返しはCNC プログラムをティーチングブレイバックで作成してティーチング後の自動測定により繰り返し1回目～3回目の測定を行った。JISで規定する20°Cからのかたよりによる熱膨張長さは測定後にオフラインで補正した。ブロックゲージ測定によるCMMの目盛誤差補正は行わなかった。

2-5 測定中の温度測定の方法

測定中の温度変動を表5及び図4に示す。温度の測定方法は、CMM 定盤上に置いた目量が0.1°Cのデジタル温度計を使用してCNC 測定をスタートする時点で目視で確認してノートに書き込む方式で温度を測定した。1回の自動測定時間は実験番号No.4が最長で10分であり、その時間内での大きな温度変動は無かった。

表5 温度の変動

項目	平均値	変動幅
温度(°C)	20.0	0.3
湿度(%RH)	49.7	15.0

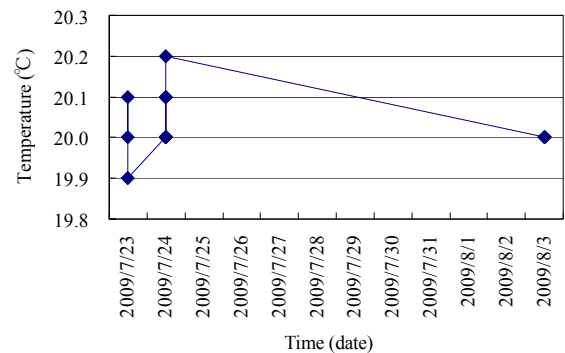


図4 温度の変動

3 実験結果及び考察

3-1 測定のSN比による評価

測定のSN比及び誤差限界を表6、測定のSN比の要因効果図を図5に示す。外側の標示因子としたプロービングの領域は半径/3が半径領域よりもSN比が高くなった。これは真球度が良好な球の場合は、半径/3の領域の測定のみで十分に球全体を推測できる測定が行えることを示している。因子毎にSN比の大きな水準はA)プロービング方向で軸方向、B)スタイルスの向きでここでは90°横向き、C)BDGの位置でCMM 軸と平行でない位置となった。因子内の水準間のSN比の差は因子Cの水準1で3.2db、水準2で4.3dbとなり他の因子は3db未満であった。測定のSN比は3dbで有意と判定するため因子C)BDGの位置は有意と判定され、測定物の姿勢によ

り測定の不確かさが変わることが明らかとなった。誤差限界の全実験番号での平均値は 1.62 $\mu\text{m}$  となった。指示誤差は  $0.8+L/600\mu\text{m}$  ( $L$  は測定長さ mm)であり信号因子 M5 の 441mm を代入すると  $E=1.54\mu\text{m}$  となり BDG を使用して CMM の指示誤差を検査した結果ほぼ同等の値が算出された。

表6 測定のSN比及び誤差限界

No.	Internal indicative factor			E) External indicative factor			
	A)	B)	C)	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>	E <sub>1</sub>	E <sub>2</sub>
				$\eta(\text{db})$	$\eta(\text{db})$	$3/\sqrt{\eta}(\mu\text{m})$	$3/\sqrt{\eta}(\mu\text{m})$
1	1	1	1	63.4	64.5	2.0	1.8
2	1	2	2	69.2	70.1	1.0	0.9
3	2	1	2	64.5	66.4	1.8	1.4
4	2	2	1	64.0	63.3	1.9	2.1

- A) プロービング方向
- B) スタイルスの向き
- C) BDGの位置
- E) プロービングの領域

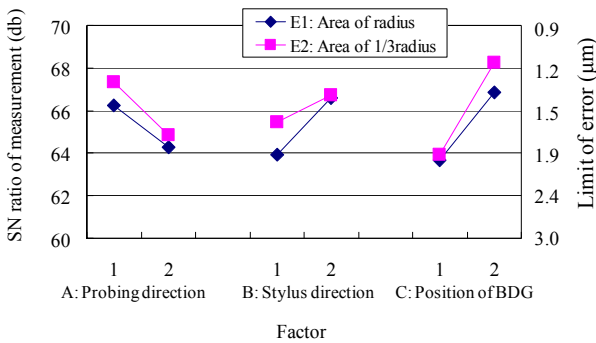


図5 測定のSN比の要因効果図

### 3-2 分散分析によるCMM測定の不確かさの算出

分散分析により算出した因子毎の分散を表7に示す。因子毎の分散から各因子の不確かさ $\sigma$ を求め、表8に示すバジェット表に配列した。長さに依存しない項は5種類の因子とした。長さに依存する項は不確かさまたは感度係数で長さを示す $L$ の項がある因子として3種類の因子とした。特にBDGの位置はCMMの測定範囲内でBDGの位置を変えて行った因子であることから測定長さに依存する誤差が抽出されていると判断して長さに依存する項とした。長さに依存する項の感度係数 $b$ は式(4)で算出した。座標測定の不確かさは式(5)から求めた。

$$b = u_{leh} / L_{max} \tag{4}$$

$$U(k=2) = \sqrt{a^2 + b^2 \cdot L^2} \times 2 \tag{5}$$

ここで、 $b$  は長さに依存する項の不確かさの感度係数、 $u_{leh}$ は長さに依存する項の不確かさ(mm)、 $L_{max}$ は信号因子の最大値(mm)でありここではM5の441mm、 $U$ は座標測定での拡張不確かさ(mm)、 $a$ は長さに依存しない項の不確かさ(mm)、 $L$ は測定長さ(mm)である。バジェット表によりCMM測定の不確かさを算出した結果、不確かさはE1で $L=441\text{mm}$ の時に $U(k=2)=0.00151\text{mm}$ 、E2で $L=441\text{mm}$ の時に $U(k=2)=0.00155\text{mm}$ となった。 $L=441\text{mm}$ 時の指示誤差は $E=1.54\mu\text{m}$ であり、バジェット表で算出した不確かさと指示誤差 $E$ がほぼ同等に算出された。

表7 分散分析表

Factor	$f$	$S$	$V$	$F$	$E(V)$
A	1	1.86E-08	1.86E-08	0.1	$\sigma_e^2 + 60\sigma_A^2$
B	1	2.35E-05	2.35E-05	85.4	$\sigma_e^2 + 60\sigma_B^2$
C	1	1.29E-06	1.29E-06	4.7	$\sigma_e^2 + 60\sigma_C^2$
N	2	3.35E-06	1.67E-06	6.1	$\sigma_e^2 + 40\sigma_N^2$
E	1	2.17E-06	2.17E-06	7.9	$\sigma_e^2 + 60\sigma_E^2$
M	4	1.53E+06	3.83E+05	1.39.E+12	$\sigma_e^2 + 24\sigma_M^2$
e	109	3.00E-05	2.75E-07	-	$\sigma_e^2$
T	119	1531952	-	-	

表8 バジェット表

長さに依存しない項

記号	不確かさ要因	値	確率分布	序数	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ (長さの単位)
$u_A$	プロービングの方向	0.000000	-	1	0.000000	1	0.000000
$u_B$	スタイラスの向き	0.000626	-	1	0.000626	1	0.00063
$u_E$	プロービングの領域	0.000190	-	1	0.000190	1	0.00019
$u_N$	測定の繰り返し	0.000204	-	1	0.000204	1	0.00020
$u_M$	標準値の値付け	0.00061	正規	2	0.000305	1	0.00031
							0.000750

長さに依存する項

記号	不確かさ要因	値	確率分布	序数	標準不確かさ	感度係数	標準不確かさ (長さの単位)
$u_C$	BDGの位置	0.000147	-	1	0.000147	1	0.00015
$u_a$	GBとBDGの線膨張係数の差	0.000001	矩形	$\sqrt{3}$	0.0000003	$L \cdot \Delta t$	0.00000
$u_t$	温度計の量子化誤差	0.05	矩形	$\sqrt{3}$	0.0288675	$L \cdot \alpha$	0.00014
							0.000200

(1) E1 の時

$$\text{拡張不確かさ } U(k=2) = (a^2 + b^2 \cdot L^2)^{0.5} \times 2 = \{0.000725^2 + (4.537E-07)^2 \cdot L^2\}^{0.5} \times 2$$

$L=441\text{mm}$  の時、 $U(k=2)=1.51\mu\text{m}$

(2) E2 の時

$$\text{拡張不確かさ } U(k=2) = (a^2 + b^2 \cdot L^2)^{0.5} \times 2 = \{0.000750^2 + (4.537E-07)^2 \cdot L^2\}^{0.5} \times 2$$

$L=441\text{mm}$  の時、 $U(k=2)=1.55\mu\text{m}$

#### 4 結 言

ボールディメンジョンゲージの持ち回りによる座標測定機の性能検査を行った結果、以下の事項が明らかになった。

- (1) 測定の SN 比から誤差限界を求めた結果、全実験番号での平均値は  $1.62\mu\text{m}$  となった。製造者が示す指示誤差は信号因子 M5 の  $441\text{mm}$  では  $E=1.54\mu\text{m}$  でありその差は  $0.08\mu\text{m}$  となりほぼ同等の値となった。
- (2) バジェット表により CMM 測定の不確かさを算出した結果、不確かさは E1 の  $L=441\text{mm}$  の時に  $U(k=2)=1.51\mu\text{m}$ 、E2 の  $L=441\text{mm}$  の時に  $U(k=2)=1.55\mu\text{m}$  となった。製造者が示す指示誤差は信号因子 M5 の  $441\text{mm}$  では  $E=1.54\mu\text{m}$  でありその差は  $0.03\mu\text{m}$  となりほぼ同等の値となった。
- (3) 測定の SN 比の要因効果図から因子 C)BDG の位置で因子内の水準間の SN 比の差が E1 及び E2 とともに 3db を超え有意と判定された。

- (4) 分散分析表では因子 B)スタイラスの向きが  $V_B=2.35 \times 10^{-5} \text{mm}^2$  となり分散が最も大きく、分散比も 85.4 となり次に大きい分散比が因子 E)プロービングの領域の 7.9 であり、特出していた。
- (5) プロービングの領域では半径/3 の領域でプロービングした場合でも半径領域の場合と比較して測定の SN 比は変わらない。本 CMM は球測定で狭い測定領域でも測定の SN 比が高い測定が行える。

#### 謝 辞

本研究は H20～H21 年度地域イノベーション創出共同体形成事業で東北 6 県の共同実験として行いました。共同研究者の (地独) 青森県産業技術センター八戸地域研究所の中居久明氏、秋田県工業技術センターの加藤勝氏、宮城県産業技術総合センターの久田哲弥氏及び和嶋直氏、山形県工業技術センターの長岡立行氏、福島県ハイテクプラザの吉田智氏に感謝を申し上げます。

## T法(1)による細穴放電加工のパラメータ設計

和合 健\*\*、飯村 崇\*\*、黒澤 裕也\*\*\*、触沢 晃\*\*\*

細穴放電加工のパラメータ設計をT法(1)の放電エネルギー評価で行った。それは、電圧を特性値としてT法(1)による最適電圧波形のパターンマッチングによるパラメータ設計である。その結果、高い相関係数が得られず正確な最適条件が求められなかった。今後の課題は、短時間かつ動特性評価に有利な放電エネルギー評価の基本機能の確立である。

**キーワード**：細穴放電加工、放電エネルギー、パラメータ設計、T法(1)

## Parameter Design of Electrical Discharge Machining of Minute Hole by T method (1)

WAGO Takeshi, IIMURA Takashi, KUROSAWA Yuya and FURESAWA Akira

Parameter design on electrical discharge machining of minute hole was experimented to estimate for the electrical discharge energy by T method (1). The parameter design was determined combination of the optimum conditions to calculate using pattern matching of good condition voltage wave on working by T method(1). As a result, it was not possible to determine the accurate combination of the optimum conditions, because of high correlation coefficient was not obtained. Next task was establishment of the basic function on electrical discharge energy evaluation that has advantage for high efficient experiment and dynamic characteristics evaluation.

**key words** : electrical discharge machining of minute hole, electrical discharge energy, parameter design, T method(1)

### 1 緒言

放電加工の高精度加工法は作業者の固有技術となっており、端的に言えば異常放電を回避するために高純度加工液を維持する掃除技術が最大の固有技術とも言われている。最適な電気条件は、Eパック(製造者推奨値)で示されるが、加工状況に応じたより最適な電気条件を使用者独自で設定できれば高精度化や高能率化が獲得できる。しかし、その設定方法は作業者の勘と経験に頼られている。先の報告書<sup>1)</sup>では、放電加工にT法(1)を適用した場合のメンバー配置と除去量予測精度の関係を考察した。

ここでは、パラメータ設計により細穴放電加工の最適条件の構築を試みた。特にT法(1)を使用してエネルギー<sup>2)</sup>を入出力関係とした場合に取り組んだ。

### 2 実験方法

#### 2-1 細穴放電加工の入出力関係

切削加工の場合は、入力したエネルギーが直接的に作用して機械的強さが上位の刃物が下位の加工物を物理的に除去するため、加えたエネルギーが切削抵抗や電動機負荷となり直接的に表れる。

一方、放電加工の場合は、入力したエネルギーにより電極と加工物の間隙で放電現象により双方を溶解するため入力エネルギーが加工物の除去のみに使用されず、あるいは電極消耗の促進のみに働く場合もある。さらに、適正なアーク柱の生成にはその加工状況に応じた適量の入力エネルギーが必要であるため、入力エネルギーの大小だけで議論できない。その結果、ここでの入出力関係は「除去体積×時間」として良好な細穴放電加工が行われているエネルギー波形のパターンマッチングが唯一の最適条件の判定手段であり、T法(1)による評価が適する。

#### 2-2 放電エネルギーの測定

放電エネルギーで細穴放電加工を評価する場合の特性値は、極間電圧(以下、電圧という)が予測精度が高いことが分かっている<sup>1)</sup>。電圧測定は、微細放電加工時のモニタリングのために既設されていた極間電圧出力端子を使用した。高周波の極間電圧を記録するために100MS/sのA/D変換器(NATIONAL INSTRUMENTS、NI USB-5133)を使用し、サンプリング周期は10nsとした。

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業(IMY連携)

\*\* 材料技術部

\*\*\* 岩手大学工学部

### 3 T法(1)によるパラメータ設計

#### 3-1 T法(1)の配列

細穴放電加工に影響の大きい有意因子を抽出することを目的にT法(1)により項目診断を行った。T法(1)の項目配置を表1に示す。T法(1)の単位空間と信号データは直交表L18により18通りの細穴放電加工を行い、図1に示す電圧波形を得た。この電圧波形から平均的な除去体積の実験番号6個を単位空間、それ以外の12個を信号データとした。特性値は電圧として項目1~25に電圧、項目26~30に制御因子A~Eを配置し、真値は除去体積 $\text{mm}^2$ とした。未知データの項目はあらたに直交表L9による9通りの細穴放電加工を行い設定した。ただし、項目診断では未知データは計算には使用されず、未知データは予測真値( $\text{mm}^3$ )と実測値( $\text{mm}^3$ )の比較による予測精度の検証で使用されるものである。

#### 3-2 因子と水準

単位空間と信号データに用いた直交表L18の制御因子と水準を表2に示す。信号因子は加工時間を30分の1信号とした。誤差因子は設定しなかった。直交表L18実験の加工材はSKH51(竹内型材研究所、THF51)を使用した。電極は $\phi 0.1\text{mm}$ の銅パイプ電極、スラッジ除去はパイプ穴からの加工液噴出、振れ抑制案内の高さは加工物表面から $50\mu\text{m}$ とした。未知データに用いた直交表L9の制御因子と水準を表3に示す。因子Hは表4のとおり調合して設定し、その他の加工条件は直交表L18実験と同等である。放電加工機は三菱電機製EDSCAN8Eを用いた。

#### 3-3 T法(1)による解析

本研究で用いたT法(1)の解析手順<sup>3)</sup>の概要を以下に示す。本解析には(株)オーケン製T法for Windows (T-006a)を利用した。手順1は、単位空

表1 T法(1)のデータの配置

単位空間											
項目	項目1	項目2	...	項目n	...	項目n+5	真値				
特性値	電圧1	電圧2	...	電圧n	M111	M113	M115	回転速度	電気条件	除去体積	
-	$Y_{0E1}$	$Y_{0E2}$	...	$Y_{0En}$	$Y_{0A}$	$Y_{0B}$	$Y_{0C}$	$Y_{0D}$	$Y_{0E}$	$M_0$	
信号データ											
項目	項目1	項目2	...	項目n	...	項目n+5	真値				
特性値	電圧1	電圧2	...	電圧n	M111	M113	M115	回転速度	電気条件	除去体積	
1	$Y_{E11}$	$Y_{E21}$	...	$Y_{En1}$	$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$	$M_1$	
2	$Y_{E12}$	$Y_{E22}$	...	$Y_{En2}$	$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$	$M_2$	
3	$Y_{E13}$	$Y_{E23}$	...	$Y_{En3}$	$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$	$M_3$	
...	...	...	...	...	$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$	...	
k	$Y_{E1k}$	$Y_{E2k}$	...	$Y_{Enk}$	$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$	$M_k$	
未知データ											
項目	項目1	項目2	...	項目n	...	項目n+5	真値				
特性値	電圧1	電圧2	...	電圧n	M111	M113	M115	回転速度	電気条件	除去体積	
-	$Y_{E1}$	$Y_{E2}$	...	$Y_{En}$	$Y_A$	$Y_B$	$Y_C$	$Y_D$	$Y_E$	$M$	

表2 直交表L18の制御因子

因子	水準		
	1	2	3
A $\mu\text{SF}$ 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バック)	E855	E1951	E1952
F 揺動半径 ( $\mu\text{m}$ )	50	55	60

表3 直交表L9の制御因子

因子	水準		
	1	2	3
H 調合した微細放電回路	H1	H2	H3
I 回転速度 (r/min)	100	200	400
J 電気条件 (Eバック)	E855	E1951	E1952
K 揺動半径 ( $\mu\text{m}$ )	50	55	60

表4 直交表L9の因子Hの調合

水準	微細放電回路		
	M111	M113	M115
H1	OFF	ON	OFF
H2	OFF	OFF	OFF
H3	ON	OFF	ON

間と信号データを定義し基準化する。ここで表1のnの行が項目でkの列がメンバーである。手順2は、単位空間と信号データを使用して信号値に対する比例式の比例定数 $\beta$ とSN比 $\eta$ を項目毎に算出する。以下に例として電圧の項目1についての計算方法を式(1)~(7)に示す。ここで、 $r$ は有効除数、 $M_i$ は基準化した信号データの出力値(真値)、 $X_{E1i}$ は基準化した信号データ、 $S_{T1}$ は全変動、 $S_{\beta 1}$ は比例項の変動、 $S_{e1}$ は誤差変動、 $V_{e1}$ は誤差分散である。

$$r = M_1^2 + M_2^2 + \dots + M_i^2 \quad (1)$$

$$S_{T1} = Y_{E11}^2 + Y_{E21}^2 + \dots + Y_{E11}^2 \quad (f=1) \quad (2)$$

$$S_{\beta 1} = \frac{(M_1 Y_{E11} + M_2 Y_{E21} + \dots + M_i Y_{E11})^2}{r} \quad (f=1) \quad (3)$$

$$S_{e1} = S_{T1} - S_{\beta 1} \quad (f=l-1) \quad (4)$$

$$V_{e1} = \frac{S_{e1}}{l-1} \quad (5)$$

$$\beta_1 = \frac{M_1 Y_{E11} + M_2 Y_{E21} + \dots + M_i Y_{E11}}{r} \quad (6)$$

$$\eta_1 = \begin{cases} \frac{1}{r} (S_{\beta 1} - V_{e1}) & (S_{\beta 1} > V_{e1}) \\ 0 & (S_{\beta 1} \leq V_{e1}) \end{cases} \quad (7)$$

手順3は、信号の項目毎のメンバーから算出したSN比(db) $\eta_k$ 、と比例定数 $\beta_k$ を利用して未知データの出力の総合推定値 $\hat{M}_i$ を式(8)により算出する。

$$\hat{M}_i = \frac{\eta_1 \times \frac{y_{1i}}{\beta_1} + \eta_2 \times \frac{y_{2i}}{\beta_2} + \eta_3 \times \frac{y_{3i}}{\beta_3} + \dots + \eta_k \times \frac{y_{ki}}{\beta_k}}{\eta_1 + \eta_2 + \dots + \eta_k} \quad (8)$$

ここで、 $\hat{M}_i$ は予測真値( $\text{mm}^3$ )、 $\eta_k$ はSN比(db)、 $\beta_k$ は比例定数、 $k$ は項目数、 $i$ は未知データ数、 $y_{ki}$ は未知データ(V、A、VA)である。手順4では、項目の重要度を診断する。2水準系の直交表を用いてその項目のSN比を使用した場合、使用しない場合により総合推定のSN比を算出しその項目の有意性を判定する。

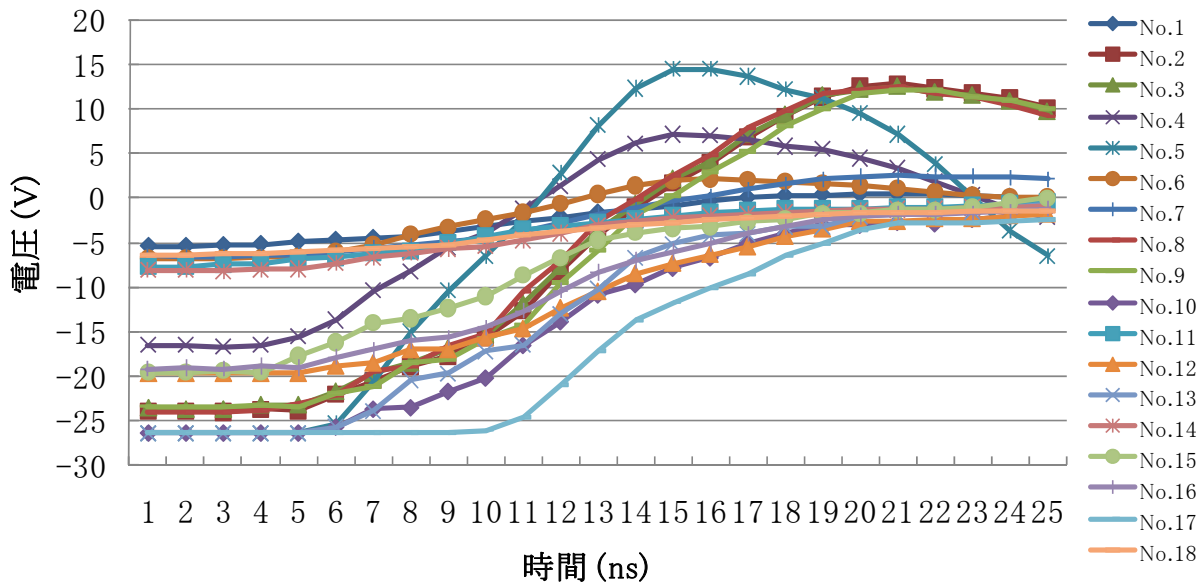


図1 直交表 L18 の放電加工中の電圧波形

#### 4 実験結果及び考察

##### 4-1 項目診断

特性値を電圧として項目診断を行った結果を図2に示す。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ので、左上がりである項目を有意と判定し、その差が利得となり、利得が大きいほどその項目効果が大きいと判定する。その結果、5種類の全ての制御因子で左上がりとなり有意と判定された。利得の大きい因子の順位は、①回転速度(利得 5.64db)、②M113(利得 5.47db)、③電気条件(利得 5.33db)、④M115(利得 0.18db)、⑤M111(利得 0.08db)となった。

##### 4-2 除去体積による評価

除去体積を特性値として因子毎の工程平均(感度 $\beta$ )を算出し図3に示した。その結果、因子内の水準間の差が大きい順位は、①電気条件(水準差 0.0186mm<sup>3</sup>)、②M113(水準差 0.0022mm<sup>3</sup>)、③M111(水準差 0.0020mm<sup>3</sup>)、④M115(水準差 0.0013mm<sup>3</sup>)、⑤回転速度(水準差 0.0007mm<sup>3</sup>)となった。T法(1)の項目診断と除去体積による因子毎の工程平均(感度 $\beta$ )を比較したところ、全く異なる結果が算出された。

##### 4-3 T法(1)の予測精度の検証

直交表 L9 により取得した電圧値を未知データに配置して式(8)により算出した予測真値(mm<sup>3</sup>)と実測値(mm<sup>3</sup>)から相関係数を算出し図5に示した。相関係数は 0.61 となり予測精度は低い結果となった。

##### 4-4 実測した電極消耗率による評価

図4は直交表 L9 での実験結果から加工深さと電極消耗率を同時にプロットした図である。良く観察すると実験番号3、5、7で電極消耗率が小さい場合に加工深さが大きくなっており、ここで共通する因子は表5から因子H:調合した微細放電

回路の H3 だった。H3 の組み合わせは M111 ( $\mu$ SF 回路): ON、M113 (コンデンサ回路): OFF、M115 (電圧 LOW 設定): ON であり加工エネルギーを弱く作用させる組み合わせであった。つまり、高効率の細穴放電加工を実現するためには大きな放電パワーと低電極消耗率の両立が必要である。

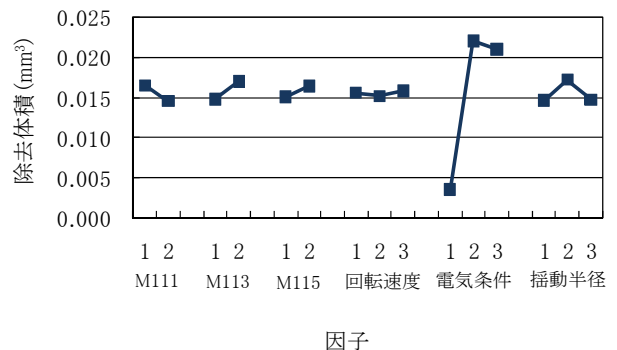


図3 除去体積による因子毎の工程平均(感度 $\beta$ )

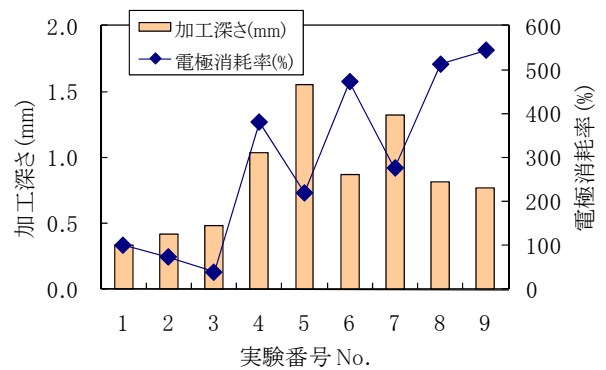


図4 加工深さと電極消耗率



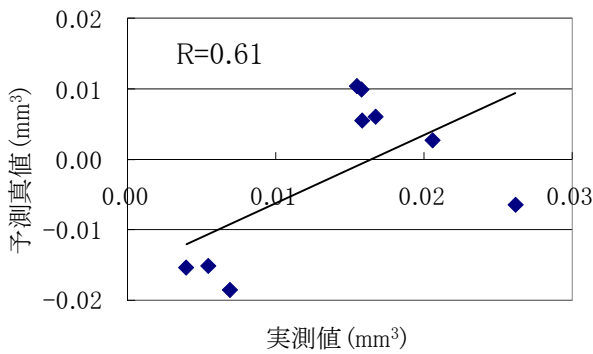


図5 予測真値と実測値の相関係数

表5 直交表 L9 の組み合わせ

No.	微細放電 ノッチ	回転速度 (r/min)	電気条件	揺動半径 ( $\mu$ m)
1	H1	100	E855	50
2	H2	200	E855	55
3	<b>H3</b>	400	E855	60
4	H2	400	E1951	50
5	<b>H3</b>	100	E1951	55
6	H1	200	E1951	60
7	<b>H3</b>	200	E1952	50
8	H1	400	E1952	55
9	H2	100	E1952	60

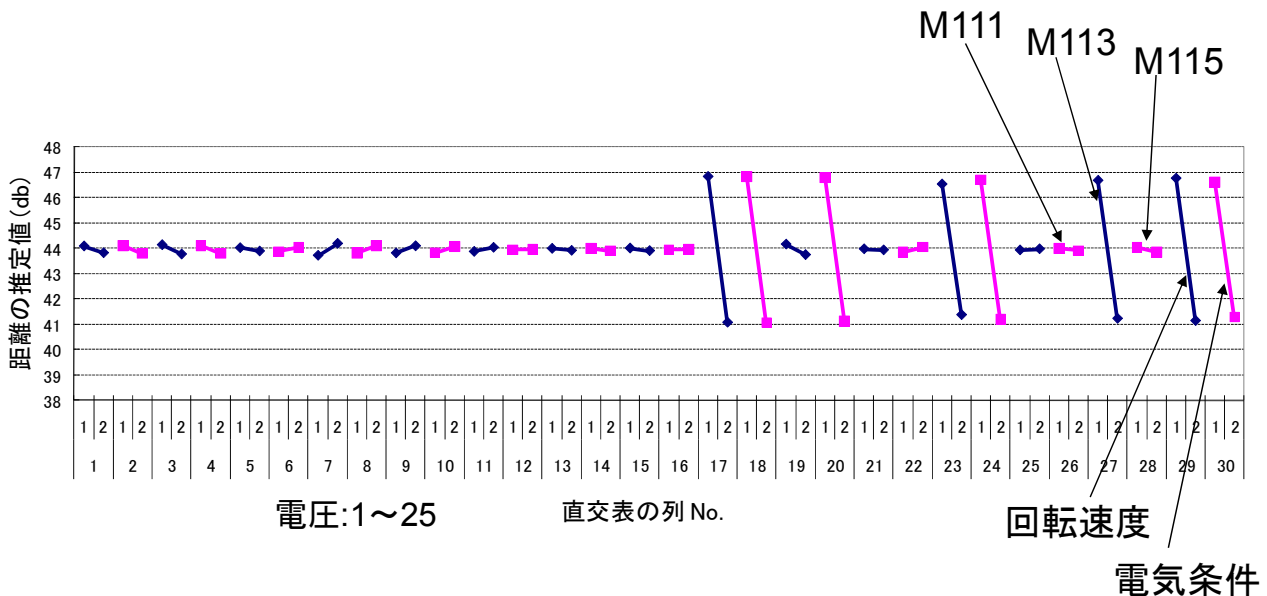


図2 項目診断の結果

#### 4-5 総合判定

電圧波形による項目診断、除去体積による因子毎の工程平均 (感度  $\beta$ )、加工深さと電極消耗率のプロットの3つの方法を用いて有意因子の判定と最適条件決定を行った。これらの結果を総合的に判定すると  $\phi$ 0.1mm 細穴加工時の最適条件は、電気条件(Eパック)の初期設定値 E1951 を使用し、4-4 で示した微細放電回路 M111:ON、M113:OFF、M115:ON の組み合わせでありこれは低電極消耗に働く水準であった。図2の項目診断では M113 で有意差が大きく判定されており M113 のコンデンサ回路を ON にすると電極消耗が促進される結果を適切に表していた。対して図2では回転速度の有意差は大きく判定されているが、図3から回転速度の効果は小さいことが示され、この結果回転速度の効果は小さく図2の項目診断で間違った判定が為されていると判断した。T法(1)の電圧波形のパターンマッチングでは正確な項目診断が行えなかった理由は、相関係数が0.61と低く算出され高精度での予測が出来ていないためである。高信頼性の項目診断を行うために

は放電加工のエネルギー評価での基本機能をしっかり固めることが今後の課題と思われる。

除去体積を評価指標とした因子毎の工程平均 (感度  $\beta$ ) や電極消耗率等の物理量を直接観察した場合の最適条件決定では、適切に有意因子の判定が行えているが、これらの評価は静特的なものであり単一条件の場合にのみ有効であると考えられる。細穴放電加工における最適条件決定では、実験時間が少なくかつ動特的な評価が必要であり、放電エネルギー評価はこれらの問題解決に役立つと期待される。

#### 5 結 言

細穴放電加工のパラメータ設計を T 法(1)の放電エネルギー評価で行った結果、以下の結論が得られた。

- (1) 電圧を特性値として T 法(1)による最適電圧波形のパターンマッチングで項目診断を行った結果、予測真値と実測値の相関係数が 0.61 と低いため、信頼性の高い項目診断が行えなかった。
- (2) 除去体積を評価指標とした因子毎の工程平均

(感度 $\beta$ )や電極消耗率等の物理量を直接観察した方法により得られた最適条件は、大きな放電パワーと低電極消耗率を両立する水準であった。しかし、これらの方法は静特的な評価であり単一条件の場合のみ有効である。

今後の課題は、動特的な評価のための放電加工のエネルギー評価での基本機能の確立である。

#### 謝 辞

本研究の遂行にあたり、岩手大学工学部金型技術研究センター主催の品質工学ものづくり研究会のメンバーの方々から多大なアドバイスを頂いたことに深謝する。

#### 文 献

- 1) 和合健、飯村崇、黒澤裕也：T法(1)による細穴放電加工の除去量の予測、(地独)岩手県工業センター研究報告書、第16号、番号4(2009)
- 2) 市川和愛、嘉指伸一、藤土盛嗣、住田典夫：ON時とOFF時のエネルギー評価による旋削加工技術の開発と生産性向上、品質工学、Vol.7、No.4、p31-40(1999)
- 3) 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)



# 非接触 CMM 用検査用標準器の光学特性に関する研究\*

和合 健\*\*、井山 俊郎\*\*\*

非接触座標測定は高速で面情報が取得できる反面、試料表面の性状や光学特性の影響により測定誤差が増大する可能性がある。ここでは、測定物表面の光学特性に起因する測定誤差の定量化を図るために複数の測定物表面の光学特性と表面粗さの関係を求めた。その結果、粗さの平均値を表す指標 Rz(JIS)、R3z や粗さの傾斜の指標 Rdq 及び負荷長さ率に関する指標 Rdc が散乱光を発生する面の評価に適することがわかった。

**キーワード：非接触 CMM、光学特性、表面粗さ、曲げ角度**

## Study of Optical Surface Characteristics of Artifact for Performance Evaluation Applied to Non-Contact type Coordinate Measuring Machine

WAGO Takeshi and IYAMA Toshiro

Non-contact coordinate measuring had been performed high efficiency measurement by wide area scanning, but the measurement error was increased by the influence of surface properties and optical characteristics. Here, Relation between optical characteristics and surface roughness were studied in order to determinate measurement error based on optical characteristics of workpiece surface. As a result, it is suitable for index of evaluation that Rz(JIS), R3z as roughness average present and Rdc as bearing ratio curve present was represented for scattering of surface.

**key words : Non-contact CMM, optical characteristic, surface roughness, bend angle**

### 1 緒 言

ステレオ画像式やレーザ変位プローブ式などによる非接触座標測定は高速に面情報が取得できる反面、試料表面の性状や光学特性の影響により測定誤差が増大する<sup>1)</sup>。ここでは、測定物表面の光学特性に起因する測定誤差の定量化を図るために複数の測定物表面の光学特性と表面粗さの関係を求めた。表面粗さと光学特性の相関が分かれば、表面粗さを調べることでその測定物の光学特性、更には非接触 CMM での測定誤差にたどり着けると考えられる。

### 2 実験方法

#### 2-1 光学特性測定装置

実験装置は図 1 に示すとおりレーザ波長が 635nm の赤色半導体レーザを 135°方向から入射させ、測定物からの反射光をシリコン系のフォトダイオードの受光器で受光する構造である。レーザを受光器に直射した時に受光器は 3.6V の最大出力を示し、レーザを照射しない無負荷状態では受光器は 0.0003V を出力した。この受光器の解像度は 12000 分割であり微弱な光を受光できる性能を

持つ。レーザによる照射部を固定して、対する受光器は 5 相ステップモータ駆動の回転ステージにより 0~180°の範囲で回転させる。この回転ステージの位置決め精度は 0.033°で繰り返し精度は±0.005°である。測定物の保持方法は自在治具の測定物保持部に強力マグネット 2 個を接着剤で取り付け、磁力で測定物を空中に保持する方法とした。本測定装置の制御は、プログラミング言語 Labview8.6 によりパソコンから行い、回転ステージと電圧を入力する A/D 変換器の二つの外部機器を制御した。制御アルゴリズムは回転ステージを 0°から開始し、1°毎の移動指令を回転ステージに与える。パソコンから移動指令を回転ステージに与えた直後から継続して回転ステージの動作中/停止中の状態監視を行い、停止と判断した時に光量の電圧を測定する。

#### 2-2 反射光分布の測定方法

反射光分布の測定方法は、レーザを測定物表面に照射して反射光の反射強度を受光器で受光する。回転ステージを 0°~180°の範囲で 1°毎に回転させ、その都度反射強度を測定する。測定物表面は上方向を Z 軸、測定物表面の法線ベクトル方向を Y 軸

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 材料技術部

\*\*\* 岩手大学工学部

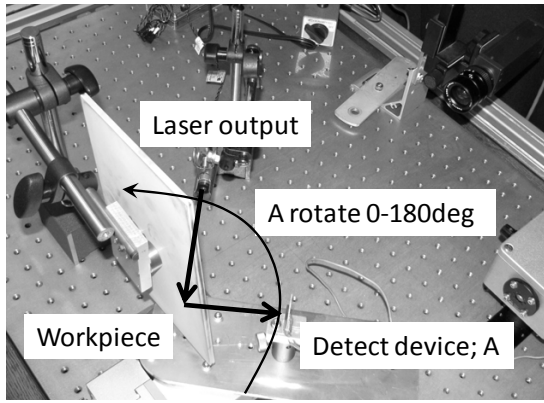


Fig.1 Measuring equipment of optical characteristics

とした時の ZY 平面において Y 軸方向に対し法線ベクトルが 0°とした FA=0 の二次元反射光分布と上向き 2°とした FA=2 の三次元反射光分布の二つの場合を設定した。FA=0 と FA=2 の設定は、手動式 CMM (ミットヨ製 A121) を使用した。この CMM の指示誤差は  $E=4+8L/1000\mu\text{m}$  (L は測定長さ mm) である。測定物の角度は、手作業で調整後に CMM でその角度を測定し  $\pm 20$  分以内を公差とした。

2-3 測定物表面の改質方法

光学特性が異なる複数の表面を測定するために 8 種類を設定した。以下にその表面の種類と呼び名を示す。(1)無電解ニッケルメッキ ; Ni、(2)炭化窒化チタン ; Ti-C-N、(3)硬質クロムメッキ ; Cr、(4)鏡面 ; Sp、(5)白色粉体塗布 (素地は鏡面) ; Wp(Sp)、(6)白色粉体塗布 (素地は研削面) ; Wp(Grd)、(7)研削 ; Grd、(8)フライス ; Mil である。

2-4 表面粗さ測定

測定物の表面粗さは接触式粗さ測定機 (テラーホブソン製 PGI1240) で測定した。接触式では測定出来ない Wp(Sp)と Wp(Grd)はレーザ変位式形状測定機 (三鷹光器製 NH-3SP) で測定した。その結果を図 2 に示す。白色粉体塗布の Wp(Sp)と Wp(Grd)で Ra、Rz が大きい傾向があり、Grd と Mil で RSm が大きい。

3 実験結果及び考察

反射光分布は曲げ角度  $\alpha_{agl}$  を指標として評価し、式(1)で示される。

$$\alpha_{agl} = a/2 \quad (1)$$

ただし、a は各平板の尖頭利得  $G_0$  をすべて 100% に校正した時の尖頭利得の 50%値 ( $G_0/2$ ) の分布の全幅である。図 3 は FA=0 での曲げ角度  $\alpha_{agl}$ 、図 4 は FA=2 での曲げ角度  $\alpha_{agl}$  である。鋼色の光沢面の Sp と Mil の二つが FA=0 と FA=2 の両方で反射光分布が狭いことを示しており、この二つの

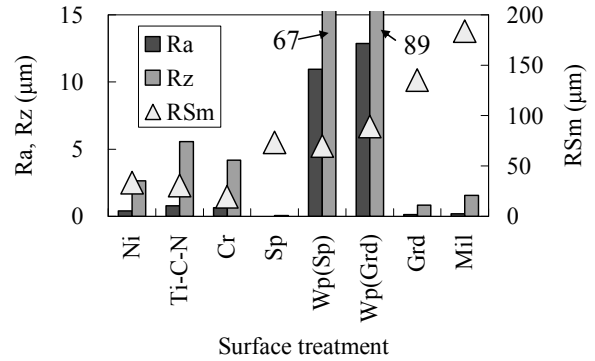


Fig.2 Surface roughness

Table 1 Coefficient of correlation between surface roughness and bend angle  $\alpha_{agl}$  (deg), BRDF

Roughness parameter	Unit	$\alpha_{agl}$ (deg)		BRDF	
		FA=0	FA=2	FA=0	FA=2
Ra	μm	0.12	0.22	0.44	0.06
Rz	μm	0.10	0.24	0.46	0.06
RSm	μm	0.38	0.31	0.44	0.14
Rsk	—	0.48	0.57	0.66	0.46
Rdq	deg	<b>0.78</b>	0.52	<b>0.92</b>	0.04
Rz(JIS)	μm	<b>0.83</b>	<b>0.59</b>	<b>0.90</b>	0.02
R3z	μm	<b>0.82</b>	<b>0.59</b>	<b>0.89</b>	0.01
RVo	Vol	<b>0.71</b>	0.50	<b>0.94</b>	0.17
Rmr(c)	%	0.48	0.44	0.30	<b>0.88</b>
Rdc	μm	0.49	0.22	<b>0.94</b>	0.28
RPC	pks/cm	0.34	0.01	0.78	0.21

表面は非接触 CMM に適する散乱光が発生しにくい。特徴的な反射光分布は、FA=0 の Wp(Sp)と FA=2 の Grd の二つである。FA=0 の Wp(Sp)は白色粉体塗布を施して散乱光が生じやすい表面に改質したにもかかわらず反射光分布が Sp と同等の分布を示している。それに対して FA=2 の Wp(Sp)では広い反射光分布となり非接触 CMM に適する散乱光を発生している。これは、FA=2 では測定物を 2°傾けた効果からレーザが白色粉体に遮られ素地の Sp まで届いていないことが理由と考えられる。つまり、白色粉体を塗布したとしても正対照射では素地の特性に大きく影響を受ける。FA=2 の Grd は図 2 に示すとおり表面粗さ Rz0.84μm の光沢面にもかかわらず散乱光を発生する非接触 CMM での測定に良好な面となっている。このことは、単に表面粗さの大きさのみで反射光分布が決定されるのではないことがわかる。

曲げ角度と反射特性を表す BRDF が非接触 CMM に適する表面が有する散乱光を表現する指標として有効であることが分かっている<sup>1)</sup>。そこで、表面粗さと曲げ角度  $\alpha_{agl}$  及び BRDF の関係を求めるためにそれぞれの相関係数を算出して表 1 に示した。その結果、曲げ角度  $\alpha_{agl}$  では Rz(JIS)

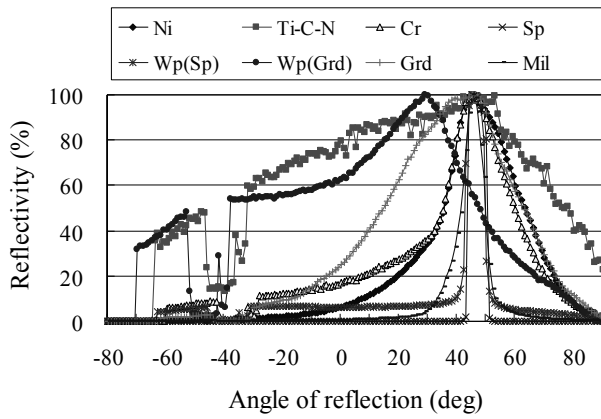


Fig.3 Surface scattering in case of FA=0 deg

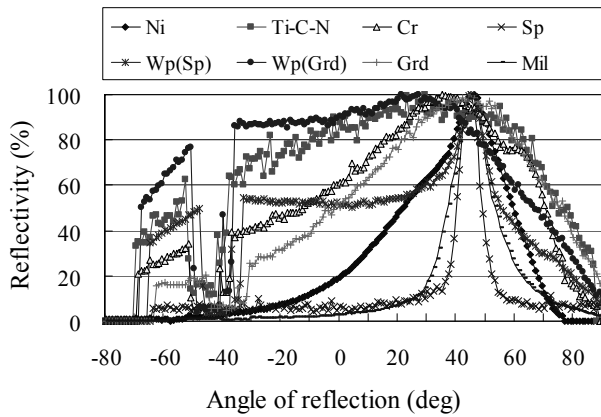


Fig.4 Surface scattering in case of FA=2 deg

と R3z で相関係数が高く、BRDF では FA=0 で Rdq と Rdc、FA=2 では Rmr(c)で相関係数が高かった。これは粗さの平均値を表す指標 Rz(JIS)、R3z や粗さの傾斜を表す Rdq 及び負荷長さ率に関する Rdc 等の指標が散乱光を発する面の評価に適することを表している。

#### 4 結 言

本研究で得られた結論を以下に示す。

- (1) 反射光分布を曲げ角度  $\alpha_{agl}^\circ$  で評価した結果、表面粗さが非常に小さい研削面(Grd)で曲げ角度  $\alpha_{agl}^\circ$  が大きい。これは、特徴的な散乱光の発生を示しておりその仕組み解明が今後の課題である。
- (2) 表面粗さと曲げ角度  $\alpha_{agl}^\circ$  及び BRDF の関係を求めるためにそれぞれの相関係数を算出した結果、粗さの平均値を表す指標 Rz(JIS)、R3z や粗さの傾斜を表す Rdq 及び負荷長さ率に関する Rdc 等の指標が散乱光を発する面の評価に適する。

#### 文 献

- 1) 和合健、井山俊郎：非接触式座標測定機の検査用標準器に関する研究、設計工学、43、12(2008)、pp673-679.

## マンガン除去した球状黒鉛鑄鉄の疲労特性\*

高川 貫仁\*\*、池 浩之\*\*、岩清水 康二\*\*、高橋 直之\*\*\*

「酸化鉄添加によるマンガン除去技術」の実用化を目的に、除去技術により得られた球状黒鉛鑄鉄の疲労特性を調べた。また、マンガン無害化処理やマンガン含有量を変化させた球状黒鉛鑄鉄の疲労特性も調べた。マンガン量を変化させた鑄鉄において、引張強さと疲労限度は正の相関を示し、疲労限度比(疲労限度/引張強さ)は0.54であった。マンガン除去をした鑄鉄と無害化した鑄鉄の疲労限度比はそれぞれ0.52、0.60であり、マンガン除去をした鑄鉄の疲労限度比が他の鑄鉄よりも低かった。破壊の起点を観察した結果、マンガン除去をした鑄鉄の場合、試料表面近傍に存在する引け巣及び異常黒鉛であり、その他の鑄鉄は、全て引け巣であった。

**キーワード：球状黒鉛鑄鉄、疲労特性、マンガン除去**

## Fatigue Properties of Spheroidal Cast Iron treated by Manganese Removal Technology

TAKAGAWA Takahito, IKE Hiroyuki, IWASHIMIZU Kouji and TAKAHASHI Naoyuki

For the purpose of the practical use of "the manganese removal technology by the addition of iron oxide", the fatigue properties of the spheroidal cast iron treated by the removal technology were examined. And the fatigue properties of the spheroidal cast iron which changed manganese content and the spheroidal cast iron by the neutralization treatment were examined, too. In the cast iron which changed manganese content, the tensile strength and the fatigue limit showed positive correlation, and the fatigue limit ratio (fatigue limit / tensile strength) was 0.54. The fatigue limit ratio of the cast iron by the removal treatment and the neutralization treatment, were 0.52, 0.60 each, and the fatigue limit ratio of the cast iron by the removal treatment was lower than other cast iron. As a result of observation of the fracture origin, origins were shrinkage cavity and abnormal graphite of the specimen's surface in the case of the cast iron by the removal treatment. In the case of all other cast iron, the origin was shrinkage cavity.

**key words : spheroidal cast iron, Fatigue property, manganese removal**

### 1 緒 言

現在、自動車産業をはじめ、造船、建設産業等において、省エネルギーを目的とした部材の軽量化を図るため、高張力鋼の採用割合が増えている。そして、高張力鋼は、マンガンが添加されており、その添加量は最大で2.7%と高くなっている。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、上述の理由により鉄スクラップ中の高張力鋼の割合が増加している。そのため、マンガンによる鑄鉄の脆化が大きな問題となっている。

鑄鉄のマンガンを脆化を解決するために、著者らは、酸化鉄(FeO)添加による鑄鉄溶湯のマンガン除去技術に取り組み<sup>1),2)</sup>、300kg工業炉による実証試験において、

本技術によりJIS G 5502 FCD450を満足する材質が得られることが分かった<sup>3)</sup>。

ただし、球状黒鉛鑄鉄は、構造部材として広く利用されているため、繰り返し荷重下での安全性が要求される。

そこで本調査では、「酸化鉄添加によるマンガン除去技術」の実用化を図るために、除去技術により得られた球状黒鉛鑄鉄の疲労試験を行い、疲れ特性に及ぼす除去処理の影響を調べた。併せて、黒鉛微細化によりマンガン含有量が高いままで鑄鉄の脆化を解決しようとする「ピスマス添加によるマンガン無害化処理<sup>4)</sup>」やMn含有量が疲労特性に及ぼす影響等についても調べた。

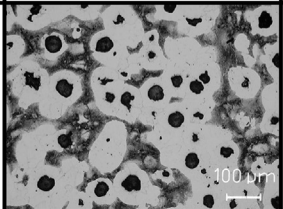
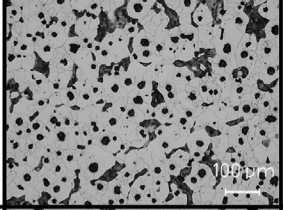
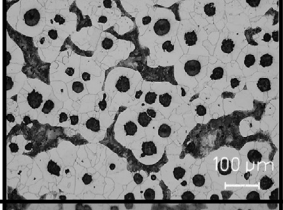
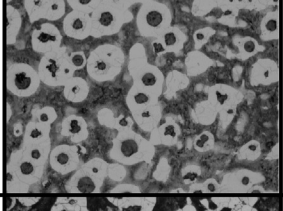

### 2 実験方法

\* 基盤先導事業  
\*\* 材料技術部  
\*\*\* 福島製鋼株式会社

表1 供試材の化学組成および機械的性質

試料名	化学組成 (質量%)						機械的性質		
	C	Si	Mn	P	S	Mg	引張強さ (N/mm <sup>2</sup> )	伸び (%)	ブリネル硬さ (HBW)
酸化鉄添加による除去処理	3.43	2.55	0.44	0.034	0.004	0.036	575	13	183
ビスマス添加による無害化処理	3.60	3.25	0.77	0.037	0.013	0.035	515	16	174
0.4%Mn	3.76	2.73	0.44	0.036	0.009	0.039	496	21	165
0.6%Mn	3.71	2.54	0.58	0.022	0.004	0.054	574	16	186
0.8%Mn	3.61	2.65	0.77	0.037	0.009	0.038	584	15	197

表2 供試材の組織観察結果

	光学顕微鏡組織	黒鉛および基地組織
酸化鉄添加による除去処理		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 フィット面積率：55%
ビスマス添加による無害化処理		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 フィット面積率：76%
0.4%Mn		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 フィット面積率：73%
0.6%Mn		黒鉛球状化率：94% 黒鉛粒数：172個/mm <sup>2</sup> 黒鉛平均粒径：18 μm フィット面積率：51%
0.8%Mn		黒鉛球状化率：96% 黒鉛粒数：151個/mm <sup>2</sup> 黒鉛平均粒径：30 μm フィット面積率：53%

2-1 供試材

供試材の化学組成、機械的性質および顕微鏡組織を表1及び表2に示す。

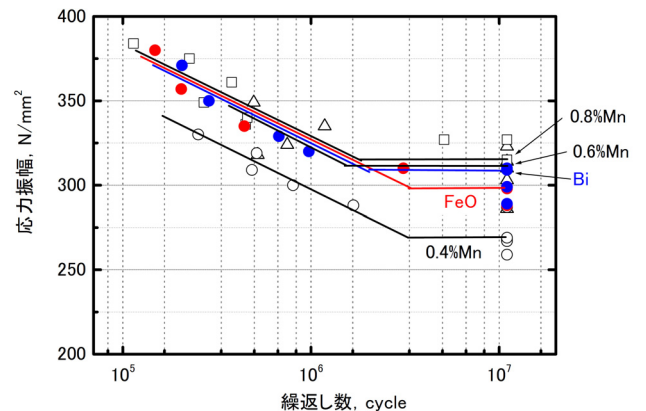


図1 各試料のS-N曲線

酸化鉄添加による除去処理を施した鋳鉄は、酸化鉄添加によりマンガン含有量を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。ビスマス添加による無害化処理を施した鋳鉄は、鋳鉄組成をマンガン含有量0.8%に調整し、球状化処理ならびに1次接種した後、鋳型注湯時にビスマス系接種剤を注湯流接種した。

「0.4%Mn」、「0.6%Mn」及び「0.8%Mn」の鋳鉄は、マンガン含有量を溶解炉内で0.4%、0.6%、0.8%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。

鋳込みは、JIS G 5502 Y型供試材B号(肉厚25mm)に行い、その後、1つのY型供試材から4本の疲労試験片(JIS Z 2274 1号試験片 平行部直径8mm)を採取し、試験に供した。

2-2 試験方法

疲労試験は、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、周波数20Hz、応力比R=0の片振り引張疲労試験を行った。繰返し数は1×10<sup>7</sup>回まで行った。

疲労試験後、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて破面観察を行い、破壊起点の特定を行った。

3 実験結果および考察



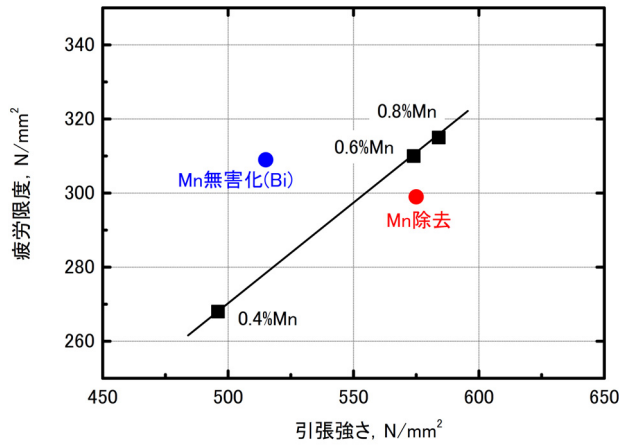


図2 疲労限度と引張強さの関係

図1に、各試料のS-N曲線を示す。各試料ともばらつきが小さく、困難なく疲労限度を求めることが出来た。図2に疲労限度と引張強さの関係を示す。マンガン含有量を変化させた試料について、引張強さと疲労限度は正の相関を示し、疲労限度比(疲労限度/引張強さ)は0.54であった。これに対してマンガン除去処理した鑄鉄の場合、0.6%Mnと同じ引張強さであっても疲労限度が低い結果となり、疲労限度比は0.52であった。マンガン無害化処理した鑄鉄の場合、引張強さが515N/mm<sup>2</sup>と低いにもかかわらず、疲労限度は0.6%Mnと同等であり、疲労限度比は0.6と高かった。

次に、疲労破壊した各試験片の、破壊起点近傍の2次電子線像を図3に示す。疲労破壊の起点は、全て試料表面近傍に存在する引け巣か球状化が崩れた粗大な異常黒鉛であった。そしてマンガン除去した試料以外は、全て引け巣が起点となっていた。マンガン除去した試料の破壊起点は、引け巣と粗大黒鉛が半々の割合であった。球状黒鉛鑄鉄は黒鉛自体の強度が低いため、鑄鉄の機械的性質を考慮する上で、黒鉛は一種の欠陥と見なすことが出来るが、今回破壊の起点となった鑄造欠陥サイズは、いずれも黒鉛平均粒径よりも大きいサイズであった。

また、マンガン無害化処理した試料の破壊起点となった引け巣は、他の試料の引け巣と比較すると細く小さかった。これは、引け巣は主に共晶セルに発生するため、ビスマス添加による黒鉛の微細化により、共晶セルも微細化されたためと考えられる。

これより、マンガン除去処理した鑄鉄の疲労限度比が低かったのは、試料表面に球状化が崩れ且つ粗大な黒鉛が存在したためと考えられる。0.6%Mnの鑄鉄は、マンガン除去処理した鑄鉄と同様に黒鉛球状化率が低かったが、黒鉛が粗大でなかったために、き裂の起点とならなかったと考えられる。

また、無害化処理した鑄鉄においては、疲労限度比が0.6と高かったが、これは、黒鉛の微細化により引け巣サイズが小さくなり、応力集中が緩和されたためと考え

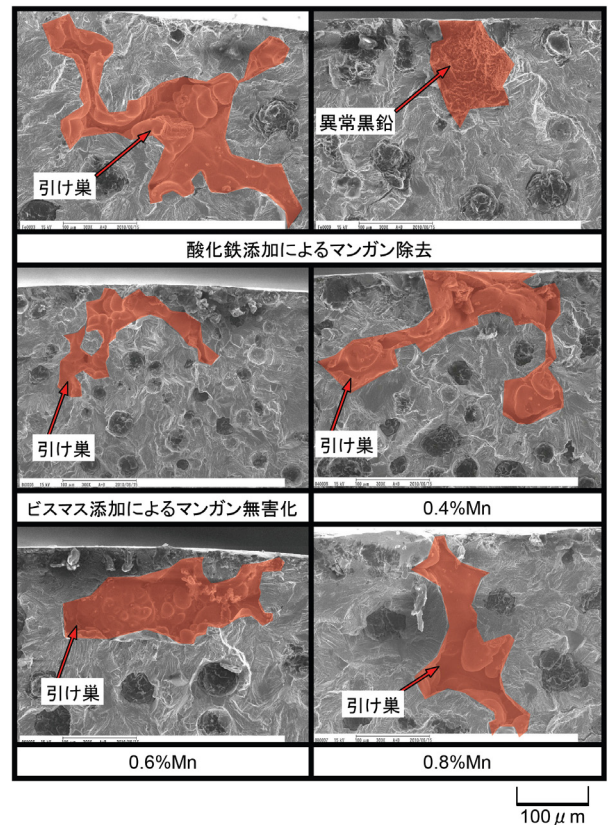


図3 疲労破壊した各試験片の、破壊起点近傍の2次電子線像

られる<sup>5)</sup>。

これらの結果より、酸化鉄添加によるマンガン除去技術は、黒鉛の球状化に良好な結果が得られれば、従来の鉄鉄でマンガン希釈する方法と同等の疲労限度が得られると予想される。また、黒鉛を微細化させてフェライト面積率を増やしマンガンのパーライト化の影響を無害化する無害化技術は、鑄鉄の脆化を抑制するのみならず、疲労特性を向上させる上でも有効であることが分かった。

#### 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、除去技術により得られた球状黒鉛鑄鉄の疲労特性を調べた。併せて、ビスマス添加によるマンガン無害化処理やマンガン含有量を変化させた球状黒鉛鑄鉄の疲労特性も比較のために調べた。得られた結果は以下のとおりである。

- 1) マンガン量を変化させた鑄鉄の疲労限度比は0.54、マンガン除去をした鑄鉄の疲労限度比は0.52、ビスマス添加により無害化した鑄鉄の疲労限度比は0.60であった。
- 2) 破壊の起点は、マンガン除去をした鑄鉄の場合、試料表面近傍に存在する引け巣及び異常黒鉛であり、その他の試料は、全て引け巣であった。

**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) 高川貫仁, 池浩之, 岩清水康二, 小綿利憲, 高橋直之 : 岩手県工業技術センター研究報告, 15 (2008)
- 4) 齋藤弘典 : 日本鑄造工学会東北支部大会講演概要集, 2006
- 5) 田村宏, 杉山好弘, 木村太郎 : 鑄造工学, 69 (1997) 835

# ドライアイスブラストによる自動車バンパーの塗膜剥離\*

飯村 崇\*\*、穴沢 靖\*\*\*

本研究では、自動車バンパーの塗膜をドライアイスブラストで剥離する技術の開発を行った。その結果、以下の点が明らかになった。1)一部のメーカーでは、ドライアイスブラストでの塗膜剥離が十分に可能であること。2)少量の溶剤を併用することで、ドライアイスブラストによる塗膜剥離が可能になること。

**キーワード：自動車、バンパー、リサイクル、塗膜剥離、ドライアイスブラスト**

## Peeling off the Paint Film from Bumper with Dry Ice Blast

IIMURA Takashi and ANAZAWA Yasushi

In this research, the technology that peeled off the paint film with the dry ice blast was developed. As a result of the research, the following points were clarified. 1) For some makers, it is possible to peel off the paint film by the dry ice blast. 2) For all makers, it is possible to peel off the paint by simultaneous using a small amount of solvent with the dry ice blast.

**key words: car, bumper, recycle, peel off the paint, dry ice blast**

### 1 緒 言

自動車のリサイクルは、従来から市場原理の中で自動車解体業者等により進められてきた。この中で処理できない物（シュレッダーダスト、フロン、エアバッグなど）についても、自動車リサイクル法により利用者から処理費用を集め確実にリサイクルを行うシステムが作られている。さらに、自動車メーカーにはリサイクル率の目標値が設定され、2015年には自動車全体のリサイクル率 95%の達成を求められている。一方、自動車は運用時の燃料消費率向上を図るため、従来容易にリサイクルが可能な金属で作られていたボディ等の部品についても、リサイクルの難しい FRP 等の強化樹脂を使用することで軽量化を図る必要にも迫られている。この様に複雑な状況の解決には、従来シュレッダーダストとして処理されていた樹脂部品のリサイクル方法の確立が必要不可欠である。

北東北三県自動車会議（青森・秋田・岩手の大学及び試験研究機関で組織されている）では、その第一歩として、現在でも既に広く一般的に樹脂化されているバンパーのリサイクル技術の開発に着目した。バンパーのリサイクル技術開発を進める上で先ず初めに障害となるのが、表面の塗膜である。塗膜はバンパー本体とは異なる材質であり、リサイクルする場合、可能な限り除去することが望ましい。し

かし、本来バンパーを保護する目的で施されていることから、強固に付着しており、剥離は非常に困難で、現状ではほとんど剥離作業が行われていない。そこで本研究では、樹脂バンパーの塗膜を、ドライアイスブラストで剥離する技術を開発することとした。ドライアイスブラストは、従来、機械表面の洗浄等に使用されてきた技術であるが、岩手県工業技術センターでは過去に金属の塗膜や道路のトラフィックペイントなどの剥離に応用する研究を行ってきた経緯があり、その時のノウハウを利用していくこととした。<sup>1),2)</sup>本年度は先ず、①メーカーによる剥離性の違い、②ドライアイス粒径の影響、③あらかじめ塗膜にいくつかの方法でダメージを与えた場合の剥離性の変化について調査を行った。

### 2 実験方法

塗膜の剥離試験には、表 1 及び図 1 に示す装置を使用した。

表 1 使用した装置

装置名	メーカ	型式
ドライアイス ブラスト装置	サングリーン システムズ	SD-001
コンプレッサ	アネスト岩田	ZWT-220 (2.2kW)

\* 北東北三県自動車技術研究会

\*\* 材料技術部

\*\*\* 環境技術部



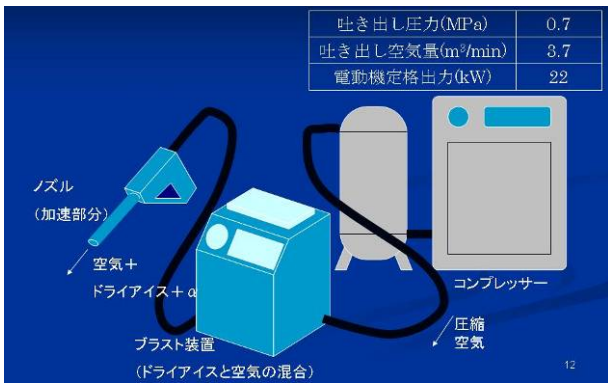


図1 ドライアイスブラスト装置概要

使用するドライアイスは太陽日酸仙台工場のドライアイスペレットφ1, φ3, φ6の3種類とした。(他にφ9以上のドライアイスペレットもあるが、φ9はノズル内径と近い大きさで、ノズル内壁との干渉から損失が大きくなり能力が上がらないことが容易に予想される。よって、φ9より小さい3種類を選定した。)

剥離試験を行うバンパーには最も流通量が多いと考えられる国内自動車メーカ3社の大衆車のもを使用した。色はいずれもパールホワイト。(便宜上A社・B社・C社と区別することにする。)あらかじめ塗膜にダメージを与える方法としては表2に示す方法を用いた。

表2 塗膜への事前ダメージ

種類	付与方法	条件
熱	熱衝撃(ヒートガン)	常温から、表面温度が120, 150, 180, 200℃まで加熱
	高温保持(炉)	120℃で2時間加熱
溶剤	溶剤湿布(シンナーを含ませたウェスを貼付(図2))	シンナー: 日本ペイント社 1500k 貼付時間: 4時間(乾燥防止のため、上からビニールでカバー)



図2 溶剤湿布

剥離試験は、ブラスト装置の設定を固定して行い、結果の比較は、容積1Lのドライアイス(図3)を投入して剥がれた面積で行う事とした。また、評価は◎(能力過剰)、○(実用レベル)、△(剥離可能)、×(剥離不可能)の4段階を目視で判断することとした。



図3 1Lのドライアイスペレット(φ3)

### 3 実験結果及び考察

3-1 ドライアイス径の違いによる剥離能力の比較  
ドライアイス径を変えて剥離能力の比較を行った結果を図4に示す。バンパーはA社のものを使用した。

粒径	結果写真	評価
φ1		△
φ3		△
φ6		△

図4 ドライアイス径による剥離能力の違い



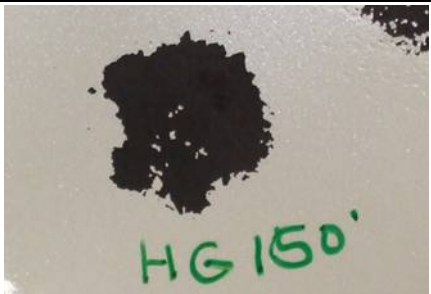

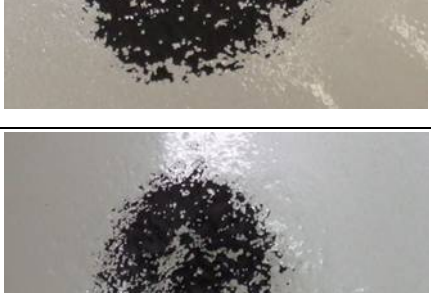
加熱温度		評価
加熱無し		△
120℃		△
150℃		△
180℃		△
200℃		△

図5 熱衝撃による剥離性の違い



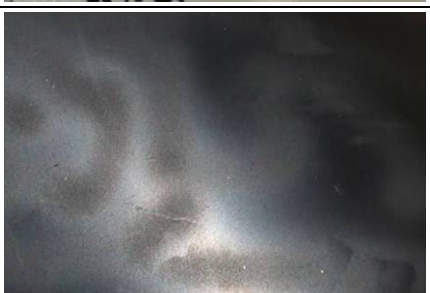
種類		評価
A社		△
B社		△
C社		○

図6 メーカーによる剥離性の違い

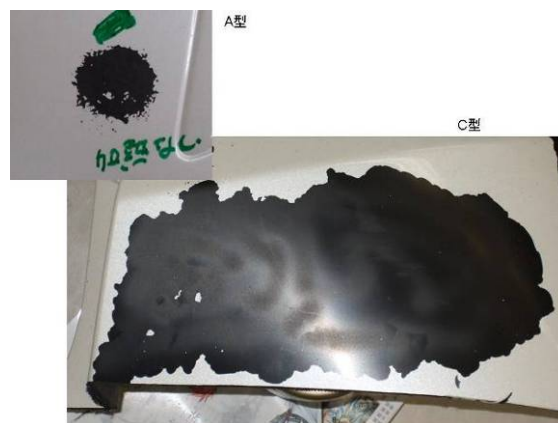


図7 C社の剥離結果（左上のA社と同縮尺）

実験の結果、ドライアイス径の違いによる剥離能力の差はほとんど見られなかった。剥離の様子としては、φ1の場合、樹脂表面の微細な凹凸部から優先的に剥離されている様子が見られる。これは、径が小さい為、一粒当たりの剥離量が小さく、表面から徐々に塗膜が削り取られていくためと考えられる。一方、φ3やφ6の場合は、そのような様子が見られないことから、一粒で一定範囲の塗膜を剥離する能力を持っていることが考えられる。このことから、



バンパーの塗膜に対してφ6以上のドライアイスペレットは一粒当たりの剥離能力がスペックオーバーであると考えられる。また、粒径が大きくなると粒の数が減る＝塗膜に作用する回数が減るため、またさらに塗膜が残ると言う不利な条件が考えられる。以上の2点から、以後の試験にはφ3のドライアイスペレットを使用することとした。



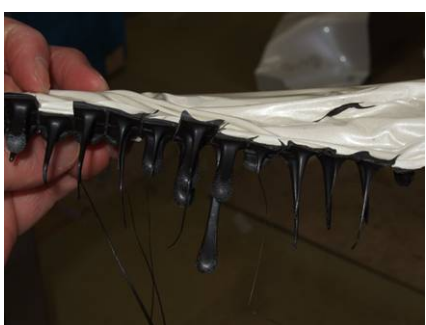
種類		評価
A社		△
B社		△
C社		×

図8 長時間加熱による剥離性の違い

### 3-2 ヒートガンを用いた熱衝撃による剥離性の比較

ヒートガンを用いて、熱衝撃を加えた場合の剥離性の比較を行った結果を図5に示す。バンパーはA社、ドライアイス粒径はφ3を使用した。

実験の結果、剥離性の差はほとんど見られなかった。逆に、150℃以上の加熱は、バンパーの素材自体が熱により軟化し、圧縮空気による大きな変形やドライアイスの衝突による塗膜のめり込みが起こることから、リサイクルを前提とした塗膜剥離には使用できない事がわかった。

### 3-3 メーカーの違いによる剥離性の比較

異なるメーカーのバンパーを用いて、剥離性の比較を行った結果を図6及び図7に示す。ドライアイス

径はφ3を使用した。

実験の結果、C社のみ剥離性が非常に高いことが解った。C社に関しては、もう少し剥離性を良くする工夫を加えれば、ドライアイスによる剥離で十分に実用化が可能であると考えられる。剥離しやすい原因として焼き付け温度が低いこと等が考えられるが、塗膜強度について特に問題になっていないことを考えると、あらかじめリサイクルを考えた塗膜である可能性もある。




種類		評価
A社		◎
B社		◎
C社		◎

図9 溶剤湿布による剥離能力の違い

### 3-4 長時間加熱による剥離性の比較

異なるメーカーのバンパーを加熱炉に入れ 120℃ 2時間の加熱を行い、剥離性の比較を行った結果を図8に示す。ドライアイスはφ3を使用した。いず

れの場合も、バンパーの母材が大きく変形しリサイクルの点から見ると問題がある。剥離の面から見ても、常温の場合と比べ、剥離性の違いはほとんど見られないことから、樹脂バンパーの加熱は塗膜剥離に関しては有効ではない。

### 3-5 溶剤湿布による剥離性の比較



図 10 溶剤湿布後の塗膜

溶剤湿布(溶剤に浸したウェスを塗膜に貼り付け、乾燥を防止するために、表面をラップで覆った)を4時間施した後、剥離性の比較を行った結果を図10に示す。ドライアイスはφ3を使用した。

実験の結果、溶剤湿布4時間は図9のようにそれだけで塗膜を剥離する能力があるが、広い面積の塗膜を剥離するには多くの溶剤を使用するため有効であるとは言いがたい。ただし、バンパー全体を溶剤に浸す方法と比べ、溶剤の使用量や溶剤の処理の面で問題が少ない。今回の試験で比較的少ない量

でも溶剤の有効性が確認されたので、さらに少量の溶剤とドライアイスブラストの併用で、効率の良い剥離が可能な方法を見いだすことが今後の大きな目標になると考えられる。

## 4 結 言

今回の研究から、以下のことが明らかとなった。

- 1) ドライアイスブラスト単体では、全ての種類のバンパーの塗膜を剥離するのに十分な能力があるとは言えない。
- 2) 高温の熱衝撃、長時間加熱ともバンパー塗膜の剥離性を高める効果は無い。(樹脂がダメージを受ける。)
- 3) メーカーによる剥離性の差は大きい。メーカーによってはドライアイスブラスト単体でもほぼ実用レベルで剥離が可能である。
- 4) 溶剤の影響は大きい。少量の溶剤とドライアイスブラストの併用で、環境に優しいリサイクルが可能になる可能性がある。

以上のことから、平成22年度においては、少量の溶剤とドライアイスブラストを併用した効率の良い塗膜剥離方法の開発に向けて研究を行う予定である。

## 文 献

- 1) 飯村、穴沢:岩手県工業技術センター研究報告、12(2005)
- 2) 飯村、穴沢:岩手県工業技術センター研究報告、13(2006)

# 県境不法投棄物溶融スラグの市場化（最終報）\*

菅原 龍江\*\*、佐藤 佳之\*\*\*

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コンクリート基礎試験、及びコンクリート二次製品の商品化試験を行った。その結果、2種類のスラグとも、市場化する上で問題ない十分なデータを得ることができた。

**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(The final report)

SUGAWARA Ryukou and SATO Yoshiyuki

In order to assure the market conversion of the prefectural boundary illegal waste molten slug, fundamental test of concrete and commercializing test of concrete secondary products 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324,320トンに及ぶ不法投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、確認すべき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、その際の溶融対象物は、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、県境不法投棄物溶融スラグの市場化を促進するため、現在の処理プロセスにより溶融して得られるスラグを用いた試験を行った結果、市場化のための実践的なデータを得ることができたので報告する。

### 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は3溶融施設で行ったが、その際の溶融対象の不法投棄物は、ボーリング調査のコア等の試料分析結果から、平均

的な特性を示す地点を選定し、その地点の投棄物を溶融試験試料としていた<sup>4)</sup>。

その後、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、セメント原料に使用できない投棄物だけが溶融処理に回るため、溶融対象となる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<sup>5)</sup>。

#### 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1,700～1,800℃、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メタルを分離して砂状の水砕スラグを得ている（表1）。

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（スラグA）、及びB事業所（スラグB）から入手し、コンクリート基礎試験及びコン

\* 産業廃棄物再資源化技術開発事業

\*\* 環境技術部（現企画デザイン部）

\*\*\* 環境技術部

クリート二次製品の商品化試験を実施した。

表1 使用溶融スラグ

溶融スラグ	混合割合	出滓方法	磨砕
A事業所 (スラグA)	不法投棄物 5~6% 一般廃棄物 94~95%	バッチ式 出滓	なし
B事業所 (スラグB)	不法投棄物 7~8% 一般廃棄物 92~93%	連続出滓	あり

### 3 研究結果

#### 3-1 コンクリート基礎試験

##### 3-1-1 コンクリートの配合

溶融スラグは、細骨材の容積に対し置換率を0%、10%、30%、50%として配合した。コンクリートの配合を表2に示す。この配合は岩手県内のコンクリート二次製品会社で使用されているものを基本とし、配合強度は37.5N/mm<sup>2</sup>とした。

また、目標スランプは5.0±1.0cm、目標空気量は5.0±1.0%とした。ただしスラグAでは粒径が大きく角張りがあり、同一の配合とすることが困難だったため単位水量と混和剤量を調整し目標スランプに収めた。

##### 3-1-2 フレッシュコンクリート試験

スラグ置換率を0%、10%、30%、50%とした各コンクリート試料を作成し、練り混ぜ直後の状態を調べるため、凝結試験及びブリーディング試験を行った。

その結果、凝結試験ではスラグAではスラグ置換率が増加するほど凝結遅延が発生する傾向にあるのに対し、スラグBでは置換率が増加しても、凝結遅延はほとんど発生しなかった(図1、図2)。

次に、ブリーディング試験では、両スラグともスラグ置換率が増加するほどブリーディング量が増

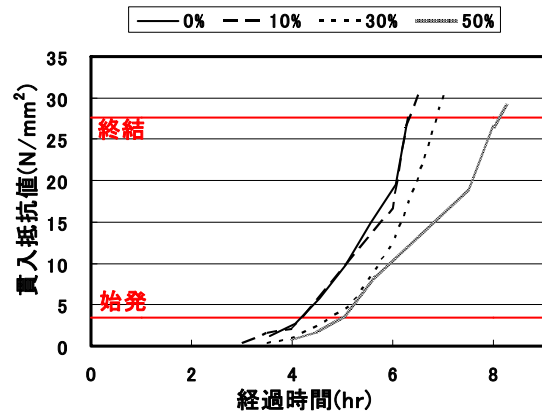


図1 スラグAの凝結試験結果

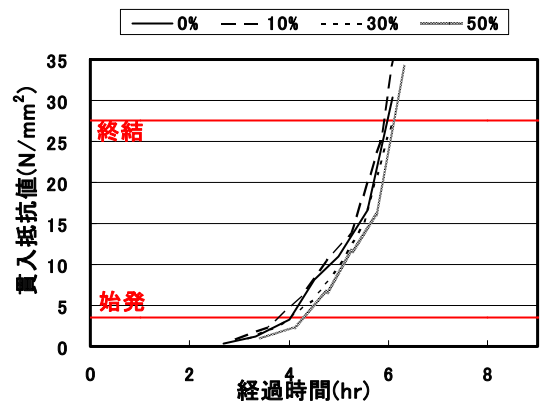


図2 スラグBの凝結試験結果

加する傾向が認められ、特にスラグAではスラグBの2倍程度のブリーディングが発生することが分かった(図3)。

表2 コンクリート基礎試験におけるコンクリートの配合

スラグ置換率(%)	W/C (%)	s/a (%)	単位容積質量(kg/m <sup>3</sup> )				CX(%)		
			W	C	細骨材		粗骨材	減水剤	AE剤
					砕砂	スラグ			
スラグA	0	44	165	375	869	0	1044	0.47	0.32
	10				782	86			
	30				608	259			
	50				440	437			
スラグB	0	44	150	340	877	0	1137	0.70	0.30
	10				789	82			
	30				625	247			
	50				439	407			

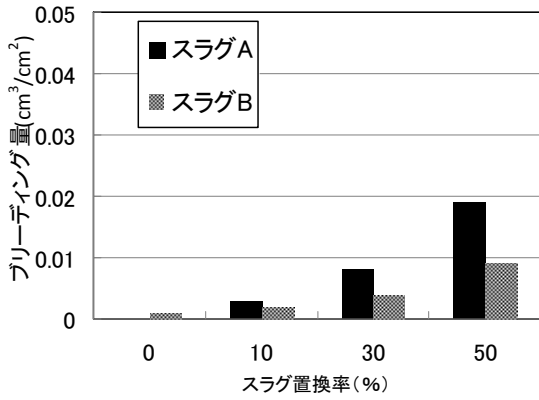


図3 ブリーディング試験結果

### 3-1-3 硬化コンクリート試験

スラグ置換率を0%、10%、30%、50%とした各コンクリート試料を作成し、硬化時の強度等を調べるため、圧縮試験、引張試験、曲げ試験、静弾性係数試験、凍結融解試験を行った。

その結果、圧縮試験、引張試験、曲げ試験では、両スラグともに、スラグ置換率が増加するほど強度低下が進むことが判明した（図4、図5、図6）。

また、静弾性係数試験では、スラグ置換率が増加するほど、係数率が低下する傾向が見られたが、減少率は僅かであった（図7）。

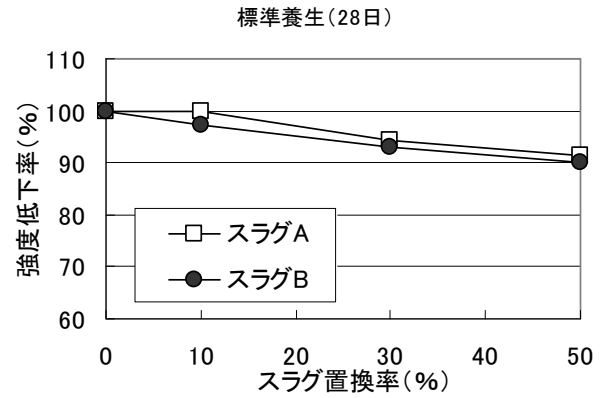


図6 曲げ試験における強度低下率（標準養生28日）

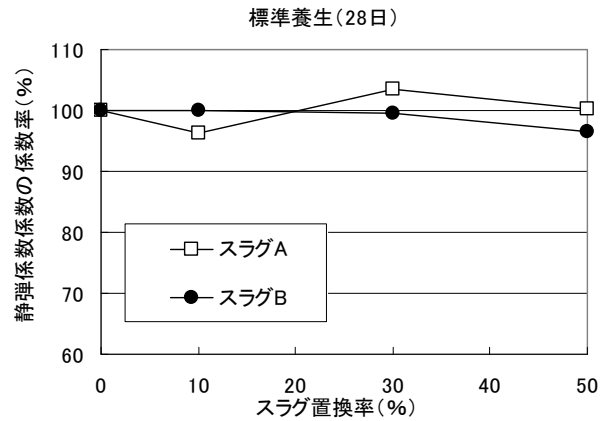


図7 静弾性係数の係数率（標準養生28日）

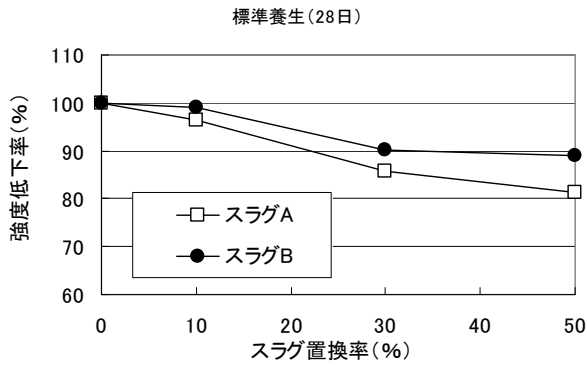


図4 圧縮試験における強度低下率（標準養生28日）

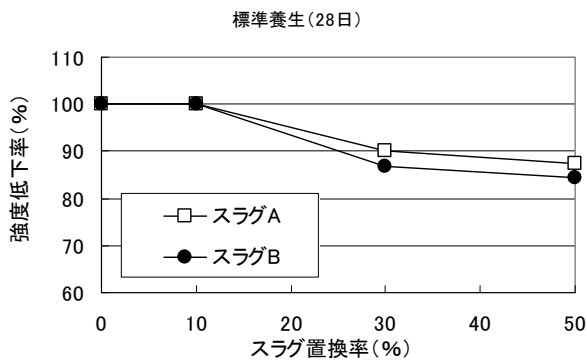


図5 引張試験における強度低下率（標準養生28日）

次に、凍結融解試験では、スラグ置換率を0%、10%、30%、50%とした各コンクリート試料を作成し、28日後の凍結融解0サイクルから凍結融解300サイクルまでの相対動弾性係数及び質量減少率を30サイクル毎に試験を行った（図8）。

その結果、スラグA及びスラグBとも、スラグ置換率やコンクリートの養生方法（標準、蒸気）にかかわらず、300サイクルの終了時まで相対動弾性係数が基準値85%を割ることはなく、十分な耐凍害



図8 凍結融解試験装置



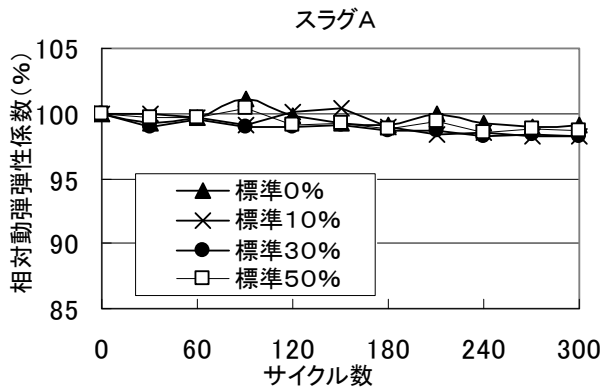


図9 凍結融解試験結果 (係数 85 以上で合格)

性を有していることが分かった。

スラグAの標準養生における凍結融解試験結果 (相対動弾性係数) を図9に示す。

### 3-2 コンクリート二次製品の商品化試験

#### 3-2-1 材料試験

コンクリート二次製品試作時の共通データとなる材料試験として、スラグA及びスラグBについて細骨材物理試験 (絶乾密度、吸水率、単位容積質量、実績率、微粉分量) 及び骨材のふるい分け試験 (粗粒率) を実施した (表3)。

その結果、スラグAは粗粒率が高めであったが、粒度調整すれば骨材として利用できることが分かった (スラグBの粗粒率は適正)。

その他の材料試験項目については問題なかった。

#### 3-2-2 U形側溝の商品化試験

コンクリート材料中の細骨材の一部をスラグに置換した配合を用い、実機にて落ちふた式U形側溝3種300A (以下、「U形側溝」という。) を試作し、商品としての性能を確認する試験を行った。

熔融スラグは、細骨材の容積に対し、スラグ置換率を0%、30%、50%として配合した。このU形側溝のコンクリート配合を表4に示す。この配合は試験を実施した工場の通常の配合を基本とし、スラグ置換率を考慮して設定した。

表3 熔融スラグの材料試験結果

	単位	スラグA	スラグB	規格値
絶乾密度	g/cm <sup>3</sup>	2.95	2.69	2.5 以上
吸水率	%	1.08	0.77	3 以下
単位容積質量	kg/L	1.72	1.78	1.50 以上
実績率	%	58.4	66.3	53 以上
微粉分量	%	0.23	3.88	5 以下
粗粒率	—	3.60	2.70	—

表4 U形側溝のコンクリート配合 (kg)

	スラグ置換率	C	W	砕砂	5号砕石	6号砕石	スラグ	AE
スラグA	0%	350	160	802	652	434	0	3.85
	30%	350	160	561	652	434	247	3.85
	50%	350	160	401	652	434	413	3.85
スラグB	0%	350	160	802	652	434	0	3.85
	30%	350	160	561	652	434	243	3.85
	50%	350	160	401	652	434	406	3.85

試験対象のU形側溝は、スラグA及びスラグBについて細骨材のスラグ置換率を0, 30, 50%として各々試作し、28日後に標準養生及び蒸気養生による圧縮強度試験 (JIS A5372 プレキャスト鉄筋コンクリート製品)、並びに蒸気養生による製品曲げ強度試験 (JIS A5372) を行った (図10)。

この結果をグラフ化して回帰直線を引き、各強度試験の規格値 (圧縮試験については、JIS では 27 N/mm<sup>2</sup> であるが、余裕を持たせた試験工場社内規格 30 N/mm<sup>2</sup> を採用) が得られるスラグの上限置換率を強度試験結果と合わせて表5に示す。



図10 U形側溝の製品曲げ強度試験

表5 U形側溝の強度試験結果とスラグ上限置換率

	スラグ置換率	圧縮強度試験 (N/mm <sup>2</sup> )		曲げ強度試験 (kN/2m)
		標準養生	蒸気養生	
スラグA	0%	46.7	31.6	93.5
	30%	40.9	29.1	75.0
	50%	37.9	29.1	68.5
上限置換率		50%	25%	40%
スラグB	0%	46.7	31.6	93.5
	30%	44.0	30.0	92.5
	50%	43.5	29.5	90.0
上限置換率		50%	30%	50%
規格値		30.0	30.0	72.0



これらの結果から、U形側溝において各強度試験を全て満足できるスラグの上限置換率として、スラグAについては25%、スラグBについては30%の値を得ることができた。

### 3-2-3 インターロッキングブロックの商品化試験

コンクリート材料中の細骨材の一部または全部をスラグに置換した配合を用い、実機にてインターロッキングブロック（以下、「ILB」という。）を試作し、商品としての性能を確認する試験を行った。

溶融スラグは、細骨材の容積に対し、スラグ置換率を0%、30%、50%、100%として配合した。このILBのコンクリート配合を表6に示す。この配合は試験を実施した工場の通常の配合を基本とし、スラグ置換率を考慮して設定した。

試験対象のILBは、スラグA及びスラグBについて細骨材のスラグ置換率を0、30、50、100%として各々試作し、14日後に蒸気養生による製品曲げ強度試験（JIS A5371 プレキャスト無筋コンクリート製品）を行った。

この結果をグラフ化して回帰直線を引き、強度試験の規格値が得られるスラグの上限置換率を強度試験結果と合わせて表7に示す。

表6 ILBのコンクリート配合 (kg)

	スラグ置換率	C	W	砕砂	5号碎石	6号碎石	スラグ
スラグA	0%	400	115	1150	473	316	0
	30%	400	115	805	473	316	355
	50%	400	115	575	473	316	593
	100%	400	115	0	473	316	1184
スラグB	0%	400	115	1150	473	316	0
	30%	400	115	805	473	316	349
	50%	400	115	575	473	316	582
	100%	400	115	0	473	316	1163

表7 ILBの強度試験結果とスラグ上限置換率

	スラグ置換率	曲げ強度試験(N/mm <sup>2</sup> )
スラグA	0%	6.19
	30%	5.87
	50%	5.31
	100%	4.33
	上限置換率	60%
スラグB	0%	6.19
	30%	5.75
	50%	5.64
	100%	5.54
	上限置換率	100%
規格値		5.0

これらの結果から、ILBにおいて規定の強度試験を満足できるスラグの上限置換率として、スラグAについては60%、スラグBについては100%の値を得ることができた。

## 4 考 察

### 4-1 コンクリート基礎試験

#### 4-1-1 フレッシュコンクリート試験

スラグA及びスラグBとも、スラグ置換率を高くするとブリーディング量の増加が見られた。溶融スラグの表面はガラス質であり、表面積が小さく、さらに疎水性であることが原因であると考えられる。

次に、凝結試験における各スラグの凝結時間を見ると、遅延を起こすスラグと起こさないスラグとがあることが分かる。凝結遅延を起こすスラグについては、遅延を起こす可能性のあるイオンが溶融スラグからコンクリート中へ溶出しているか、あるいは砕砂に対しては吸着する混和剤が、溶融スラグへは吸着し難く、この余剰混和剤が凝結を阻害させる等が考えられるが、原因を明確にすることはできなかった。

#### 4-1-2 硬化コンクリート強度試験

スラグ置換率が高まるにつれ、圧縮試験等の硬化コンクリート強度は低下する傾向がある。その原因を調べるため、骨材の平均表面粗さと圧縮試験相対強度を比較した（図11）。

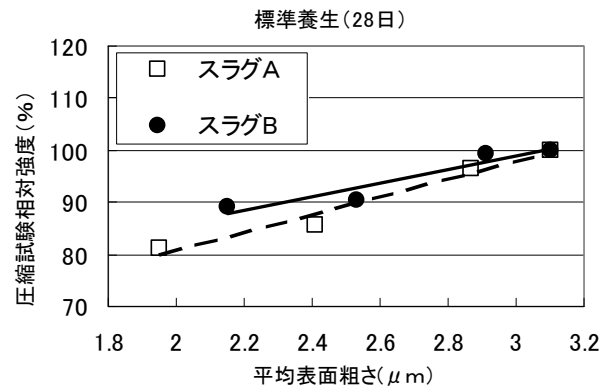


図11 平均表面粗さと圧縮試験相対強度

その結果、平均表面粗さが高くなるにつれ、圧縮試験相対強度も高くなることが分かった。溶融スラグは一般の骨材より表面粗さは低く、スラグ置換率が低いほど平均表面粗さは高くなることから、溶融スラグの表面粗さが圧縮強度に影響していると考えられる。

この傾向は、引張強度、及び曲げ強度でもほぼ同様であり、これらの強度も溶融スラグの表面粗さが影響しているものと考えられる。

溶融スラグの表面粗さを左右するのは、本試験の

範囲で、磨砕処理の有無による可能性が高い。すなわち、磨砕処理を施すことで、熔融スラグの鋭利な部分を除去するのみでなく、熔融スラグ特有の平滑な表面を粗くすることが可能となる。したがって、熔融スラグをコンクリート用骨材として使用する際には、磨砕処理が重要であると考えられる。

#### 4-2 コンクリート二次製品の商品化試験

U形側溝の圧縮強度試験で、標準養生の場合と蒸気養生の場合とで試験結果に大きな差が出た。

標準養生では、強度試験実施時まで 20℃の水中で養生されるのに対し、蒸気養生では練り込み翌日の脱型後は気中養生となり、基本的に屋外での養生となる。

今回の試験は、12月から1月にかけてという厳冬期に実施されたため、蒸気養生の供試体は寒冷地特有の厳しい環境に置かれたと考えられる。

その結果、20℃で養生される標準養生の供試体と比べてコンクリート硬化や強度発現に大きな差が生まれ、このような結果になったのではないかと考えられる。

したがって、寒冷地において冬期間に屋外養生するスラグ入りコンクリート二次製品を製造する際は、このことを念頭に置いて適切に対応することが重要になると考えられる。

## 5 結 言

県境不法投棄物を熔融処理して得られたスラグ A 及びスラグ B について、コンクリート基礎試験を行ったところ、それぞれの留意すべき事項を考慮すれば、コンクリート用細骨材として適用性があることを確認できた。

また、コンクリート二次製品の商品化試験では、一定のスラグ置換率までの範囲では、各々の製品基準を満たしており、同スラグを市場化する上で問題ないことが分かった。

## 謝 辞

本研究を進めるにあたり、岩手大学工学部建設環境工学科(現 社会環境工学科)建設材料学研究室、岩手県生コンクリート工業組合及び岩手県コンクリート製品協会の皆様には大変お世話になりました。

本研究は、岩手県の循環型地域社会形成推進事業の産廃再資源化技術開発事業により行われたものです。

この場をお借りして、お礼申し上げます。

## 文 献

- 1) 佐々木秀幸、平野高広、藤原智徳、藤原忠司、小山田哲也、安部隆司、中南真理子：岩手・青森県境不法投棄物の焼却及び熔融特性、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熔融処理、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：不法投棄物熔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熔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)
- 5) 菅原龍江、白藤裕久、八重樫貴宗、藤原忠司、小山田哲也：不法投棄物処理スラグの安全性と骨材特性、第 19 回廃棄物学会研究発表会講演論文集, 648-650 (2008)

## 下水道汚泥焼却灰等のリン肥料化技術調査\*

菅原 龍江\*\*、佐々木 昭仁\*\*\*、佐藤 佳之\*\*\*

廃棄物の中には高濃度のリンが含まれているものがあるが、あまり有効活用されていない。そこで、廃棄物からリンを回収して肥料化するための技術調査を行うとともに、肥料化して市場に流通させるための課題調査を行った。その結果、下水道汚泥焼却灰や金属塗装前処理スラッジについては、リン回収の有用性があることが分かった。

**キーワード：下水道汚泥焼却灰、リン肥料化、スラッジ、技術調査**

## Phosphorus fertilizer making technology investigation that uses drainage dirt incineration ashes\*

SUGAWARA Ryukou \*\*, SASAKI Teruhito \*\*\* and SATO Yoshiyuki \*\*\*

It is not effectively used so much though there is the one including high density phosphorus in waste. Then, the problem to investigate the technology because of collecting phosphorus from waste and making it to the fertilizer, to make to the fertilizer, and to circulate it to the market was investigated. As a result, it has been understood that there is utility of the phosphorus collection about the drainage dirt incineration ash and the metallic painting preprocessing sludge.

**key words : drainage dirt incineration ash, Phosphorus fertilizer making, sludge, technology investigation**

### 1 緒 言

リンは窒素やカリウムとともに肥料の三要素の一つであり、農業が基幹産業の岩手県にとっては重要な元素であるが、その原料となるリン鉱石は日本国内では産出されないため、全量を輸入に頼っている。

ところが、近年、リン鉱石の価格高騰や産出国の資源困い込みの影響で、リン鉱石の入手が年々困難になってきている。

一方、国内に目を向けると、下水道の普及により下水処理場からの余剰汚泥が大量に発生している。その汚泥焼却灰には高濃度のリンが含まれているが、リン資源としての有効活用は進んでいない。また、これ以外にもリン成分を大量に含む産業廃棄物等が有効利用されないまま最終処理されているケースがある。

したがって、これらの廃棄物等からリン肥料を得る技術の確立は、安定した農産物生産のための重要な課題となっている。

そこで、今回、下水道汚泥焼却灰等からのリン肥料化について、その可能性の調査を行ったので、その内容について報告する。

### 2 調査研究方法

#### 2-1 技術動向等の調査

下水道汚泥焼却灰等の廃棄物のリン資源化に関する文献調査や関連分野の講演会（例えば、リン資源リサイクルシンポジウム）等への参加により、リン肥料化の研究開発動向及び実用化状況の調査を行った。

#### 2-2 下水道汚泥焼却灰の化学分析試験

岩手県内の2箇所の下水処理場（A浄化センター及びB浄化センター）で発生する下水道汚泥焼却灰を各々から入手し、全成分分析、リン含有量（全リン及びク溶性リン、水溶性リン）及び有害物質の溶出試験を行った。

#### 2-3 下水道汚泥焼却灰からのリン回収試験

上記の2種類の下水道汚泥焼却灰に含まれるリンを実際に回収する試験を外部に委託して行った。回収方法は、下水道汚泥焼却灰に水酸化ナトリウム水溶液を加え、リン成分を抽出して不溶物（脱リン灰）をろ過し、そのろ液に消石灰を加えてリン酸塩を析出させ、それをろ過してリンを回収したものである。

#### 2-4 金属塗装の前処理スラッジの試験

金属塗装の耐食性と密着性を向上させるため、前処理として金属表面にリン酸亜鉛の被膜を形成さ

\* 基盤的・先導的研究開発推進事業

\*\* 環境技術部（現企画デザイン部）

\*\*\* 環境技術部

せる工程があるが、その工程でリン酸鉄を主成分とするスラッジが排出される。このスラッジについて蛍光X線分析による簡易な元素含有比率の分析を行うと共に、リン回収方法の検討を行うための基礎的な試験を行った。

### 2-5 肥料化して市場に流通させるための課題調査

回収したリンを肥料化して市場に流通させるためには、既存の肥料製造・流通ルートに乗せる必要がある。その際の課題について、肥料登録等の制度面の調査や県内の肥料製造事業者への聞き取り調査を行った。

## 3 結果および考察

### 3-1 技術動向の調査

下水道におけるリン回収技術について、これまで検討されてきた主な方法を表1に示す<sup>1)</sup>。

これらのうち、下水道汚泥等については、化学的にリン化合物を結晶化させて得る晶析法のMAP法やHAP法、酸・アルカリ抽出法、還元雰囲気中で高熱で溶融処理して得る還元溶融法が試みられており、一部の自治体ではリン回収事業が進められている(表2)<sup>2), 3)</sup>。

しかし、リン回収のプラントを設置し運用すると維持費が必要となるが、採算が取れるリン回収方法

についてはまだ見出されていない。表3は岐阜市におけるプラント維持費の試算結果であるが、焼却灰1t当たりの処理経費は3.5万円になる<sup>4)</sup>。通常の焼却灰の処理経費は2.4万円/t(岩手県内のB産廃処理施設における単価)であり、下水道汚泥焼却灰からリンを回収するより、焼却灰を産廃処理に頼んだ方が安いという結果になる。

したがって、現行では下水道汚泥等からリン回収事業は採算が取れない状況にあるが、それでも一部の自治体ではリン回収事業が行われている。その理由として考えられるのは、以下のとおりである。

#### (1) 水質改善が主目的

湖沼や湾等の閉鎖性水域にリンを多く含む排水が流入すると、その水域の富栄養化が進み、藻の大量発生や貧酸素化など水質環境が悪化する。それらを防止して水質改善を図るため、排水中のリン分を除去する排水処理が以前から行われてきたが<sup>2)</sup>、リン回収にはその技術が応用できることから、その事業を行っている下水処理場は、下流に閉鎖性水域を抱えている地域が多い。

これらの施設は下流水域の水質改善が主目的であり、リン回収の採算性への優先度は低いように思われる。

表1 下水道におけるリン回収技術

回収技術		技術の概要
晶析法	MAP法、HAP法	リン化合物から成る種結晶表面にリンを吸着(晶析)させる方法
	流動床式晶析脱リン	処理水などのpHを上げることにより、リンを析出させる方法
	フォストリップ法	返送汚泥の一部を膜分離槽に導き、嫌気的条件下で、汚泥からリンを放出させ放出したリンを結晶化させて回収する方法
	ヒートフォス法	余剰汚泥に熱を加えて可溶化し、可溶化した液からリンを析出させる方法
	酸・アルカリ抽出	焼却灰から酸・アルカリで溶出させ、溶出液からリンを析出させる方法
吸着法		リン吸着能力を持つ吸着剤を用いて、リンを回収(吸着脱離反応の利用)する方法
還元溶融法	完全還元溶融法	リンを黄リンとして揮発させ回収する方法
	部分還元溶融法	焼却灰を部分的に還元して、リン化合物を回収する方法
炭化法		脱水汚泥を炭化してそのまま利用する方法

表2 自治体における下水道汚泥(し尿処理汚泥等を含む)からのリン回収事業

		事業の概要
MAP法	福岡市	H8~9にかけて市内の3下水処理場で施設設置。MAP出荷量95トン(H20実績)
	島根県	H10に宍道湖東部浄化センターに施設設置。MAP出荷量112.5トン(H19実績)
	大阪市	H21に大野下水処理場に施設設置。MAP出荷は未定
HAP法	福島県北塩原村	H18に裏磐梯浄化センターに施設設置。HAP出荷は未定
	秋田県仙北市	H20に汚泥再生処理センター(し尿および浄化槽、農集排汚泥を対象)を設置し、年間3.7トンのリン回収(HAPで53.5kg/日)を予定
	奈良県十津川村	H22に汚泥再生処理センター(し尿および浄化槽、農集排汚泥を対象)を設置し、年間1トンのリン回収を予定。
アルカリ抽出法	岐阜市	H22に岐阜市北部プラントに施設設置し、1日あたり2.27トンのリン酸塩を回収する予定。
炭化法	群馬県	H22から炭化施設の建設を計画。生成炭化物は4トン/日を予定

表3 岐阜市におけるプラント維持費試算

項目		金額
支出	動力費	0.6万円
	燃料費	1.2万円
	薬品・材料費	2.0万円
	人件費（点検・修繕）	2.2万円
	計	6.0万円
収入	リン肥料売却	2.5万円
	計	2.5万円
差引の維持費（支出－収入）		3.5万円

(2) エコ推進によるイメージアップ

自治体にとって、エコ推進の姿勢は観光客や優良企業の誘致において重要な要素になっているが、廃棄物からのリン回収は、取り組んでいる自治体がまだ少ないこともあり、その自治体にとってエコ推進の姿勢を強くアピールできる象徴的な事柄と考えられる。

以上のことから、下水道汚泥からのリン回収についての基本的な技術は、ほぼ確立されてきているが、採算面においては解決すべき課題があり、さらなる技術改良が必要なことが分かった。

3-2 下水道汚泥焼却灰の化学分析試験

岩手県内の2箇所の下水処理場（A浄化センター及びB浄化センター）で発生する下水道汚泥焼却灰について、全成分分析、リン含有量（全リン及びク溶性リン、水溶性リン）及び有害物質の溶出試験を行った。

はじめに、両浄化センターの汚泥焼却灰中のリン成分含有量を表4に示す。

両焼却灰とも水溶性リンの含有量はわずかであったが、全リン及びク溶性リンの含有割合は高く、リンの回収対象として有望であることが分かった。

次に、下水道汚泥焼却灰の有害物質溶出試験の結果を表5に示す。

A浄化センターの焼却灰からは基準を超える有害物質は検出されなかったのに対し、B浄化センターの焼却灰からは、ヒ素、セレン、ホウ素について基準を超える有害物質が検出された。

これは、A浄化センターの焼却灰には消石灰が1%添加されているのに対し、B浄化センターの焼却灰には消石灰を添加されておらず、消石灰が有害

表4 焼却灰中のリン成分含有量(%)

	A浄化センター	B浄化センター
全リン	25.1	28.8
ク溶性リン	13.7	15.9
水溶性リン	<0.01	0.09

(注) ク溶性：クエン酸に対する溶解性。肥料の緩効性（ゆっくり効くかどうか）を見る指標

表5 焼却灰の有害物質溶出試験結果(mg/L)

	土壌溶出量基準(mg/L)	A浄化センター	B浄化センター
As	0.01	<0.002	0.38
Se	0.01	0.003	0.06
Cd	0.01	0.002	0.004
CN	不検出	不検出	不検出
Pb	0.01	<0.001	0.001
Cr(VI)	0.05	<0.02	<0.02
Hg	0.0005	<0.0002	<0.0002
F	0.8	<0.25	<0.25
B	1.0	0.05	1.12

物質の溶出抑制に寄与したためと考えられる。

3-3 下水道汚泥焼却灰からのリン回収試験

岩手県内の2箇所の下水処理場（A浄化センター及びB浄化センター）で発生する下水道汚泥焼却灰についてアルカリ抽出法によりリン回収試験を行った。

まず、両浄化センターの汚泥焼却灰からのリン回収試験の収率を表6に示す。

A浄化センターとB浄化センターとでは、リン抽出率以外はかなり差が出たが、これば消石灰の添加が影響していると考えられる。

今回は、2種類の焼却灰とも同じ方法で回収試験を行ったが、A浄化センターの焼却灰については消石灰添加に適したリン回収方法を採用すれば、収率は向上すると思われる。

表6 リン回収試験の収率(%)

	A浄化センター	B浄化センター
リン抽出率	41.1	41.5
リン析出率	69.0	88.7
リン回収率	28.4	36.8
リン生成率	24	33
無害化灰生成率	33	78

(注) リン抽出率＝溶解したリン／灰中のリン  
 リン析出率＝析出したリン／溶解したリン  
 リン回収率＝抽出率×析出率  
 リン生成率＝生成リン酸Ca塩／元灰  
 無害化灰生成率＝生成無害化灰／元灰

次に、回収リンの主要成分含有量を表7に示す。比較検討のため、天然リン鉱石（モロッコ産）のデータを参考記載した。

全リンについては、いずれも天然リン鉱石より含有量は少なめであったが、ク溶性リンについては遜色なかった。ク溶性リンは、施肥した場合に土壤中ですぐに溶けていく成分であることから、植物の成長にとっては重要とされており、回収リンを肥料原料として使用するには有望であることが分かった。

表7 回収リンの主要成分含有量

	A 浄化センター	B 浄化センター	参考：天然リン鉱石(モロッコ)
全リン (%)	25.4	30.2	35.2
ク溶性リン (%)	24.0	28.3	26.5
水溶性リン (%)	<0.01	<0.01	—
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	3.22	2.82	0.57
SiO <sub>2</sub> (%)	3.67	3.62	1.61
CaO (%)	48.2	48.3	53.6
Cd(mg/kg)	<1	1	23
As(mg/kg)	2.9	3.8	14.9

また、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> や SiO<sub>2</sub> についても天然リン鉱石より含有量が高めであることが分かった。

一方、有害物質であるカドミウムやヒ素については天然リン鉱石より含有量が低く、回収リンの利用は環境保全のためには有効なことが分かった。

### 3-4 金属塗装の前処理スラッジの試験

金属塗装において、その耐食性と密着性を向上させるため、前処理として金属表面にリン酸亜鉛の被膜を形成させる工程があるが、その工程でリン酸鉄を主成分とするスラッジが排出される(5~10トン/年)。

このスラッジについて、蛍光X線分析による簡易な元素含有比率の分析を行うと共に、リン回収方法の検討を行うための基礎的な試験を行った。

このスラッジの蛍光X線分析による主な元素含有比率(酸化物表示)を表8に示す。

このように、スラッジ中には高濃度のリンが含有されていることが分かった。

次に、このスラッジからリン酸塩を得られるか確認するため、スラッジに硝酸と硫酸を加えて試料を溶解させ、残渣をろ過した後にアルカリ中和しろ過した後、マグネシウム塩(塩化マグネシウム)を投入したところ、リン酸塩(リン酸マグネシウム)の形でリンを回収することができ、本スラッジがリン資源として有望であることが分かった。

表8 スラッジの元素含有比率 (%)

元素表示	含有比率	元素表示	含有比率
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	51.24	NiO	0.389
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	33.53	SO <sub>3</sub>	0.252
ZnO	8.73	CaO	0.250
NaO	3.73	BaO	0.158
MnO	1.18	K <sub>2</sub> O	0.106

## 3-5 肥料化して市場に流通させるための課題調査

### 3-5-1 回収リンの肥料登録状況

回収リンを肥料として利用し、市場に流通させるためには、肥料取締法による肥料登録を行う必要がある。

下水道の終末処理場その他の排水の脱りん処理に伴

い副産された肥料の種類は、「副産りん酸肥料」となるが、これにより登録されている肥料は、平成22年3月19日現在で36件ある。しかし、この中には食品工業や化学工業において副産されたものが多く、下水道汚泥からの回収リンにかかる肥料登録は、ごく一部であった。

### 3-5-2 岩手県内の肥料化可能性状況

岩手県内にある肥料製造事業者3社について、廃棄物からリンを回収した場合に、既存の肥料製造・流通ルートに乗せられるか聞き取り調査を行った。

まず、C社では転炉スラグを原料として肥料を製造しており、製造した肥料は自社で肥料登録し農協を通じて販売している。それ以外の廃棄物は肥料原料として使用しておらず、今後も受け入れの予定はないとのことであった。

D社では、既存の肥料をブレンドし、独自ブランドで販売している。しかし、自社でリン鉱石等の原料から肥料を製造することはなく、廃棄物を原料として受け入れて肥料を製造する予定もないとのことであった。

E社では、リン鉱石等の原料からリン肥料を製造している。現在は肥料原料として廃棄物は使っていないが、肥料取締法の規格を満たせば受け入れはできる。

ただし、現時点では産廃の中間処理の許可は取っていないので、受け入れる場合には別途許可が必要になる。

また、受け入れの際には、保管設備や製造計画等の関係から、最小限100トン~200トン/年の廃棄物をコンスタントに納入して頂く必要があるとのことであった。

岩手県内の下水道汚泥焼却灰の発生量は、年間1,000トン程度あり、リン含有量も高いので、規格を満たせば肥料化の可能性は十分あることが分かった。

### 3-5-3 環境技術セミナーにおける情報収集

平成22年2月2日に、「下水汚泥焼却灰からのリン回収/肥料化技術」のテーマ名で岩手県工業技術センター主催による環境技術セミナーを開催した。

F社の講師はアルカリ抽出法によるリン回収を中心に説明したが、その方法は技術的にはほぼ完成されており、他の方法に比べるとコスト的には有利であるが、基本的にリン回収事業は赤字であり、商業ベースでのリン回収事業化は難しい、とのことであった。

したがって、リンの回収事業を円滑に推進するためには、抜本的なコストダウン技術が必要なことが分かった。

## 4 結 言

今回の調査研究の結果、以下の結果が得られた。

- (1) 下水道汚泥焼却灰からのリン回収には様々な方法があるが、技術的にはほぼ完成されている。



- (2) リン回収事業は、現状では基本的に赤字である。
- (3) 岩手県内で発生する下水道汚泥焼却灰はリン含有量が高く、リンの回収対象として有望である。
- (4) 焼却灰からは溶出基準を超える有害物質が検出されることもあるが、消石灰の添加等により、基準をクリアできそうである。
- (5) 焼却灰からはアルカリ抽出法によりリンを回収することができ、回収リンのリン含有量の高さや有害物質の少なさは肥料原料として有望である。
- (6) 金属塗装前処理スラッジには高濃度のリンが含有されており、リン資源として有望であるが、スラッジ発生量が少ないことから、量が必要なリン肥料より、他の用途への利用が望ましい。

以上の結果から、岩手県内の下水道汚泥焼却灰からのリン回収については、リン資源としては有望であるが、事業化すると赤字に陥る懸念があることが分かった。

したがって、下水道汚泥焼却灰等のリン肥料化においてクリアすべき技術的課題としては、コストダウンのための抜本的な手法の検討と技術的検証であり、

そのための手法検討等を進めることが、リン肥料化を図る上での重要なポイントになると思われる。

## 謝 辞

本研究の実施にあたり、調査にご協力頂いた岩手県北上川上流流域下水道事務所の工藤浩総括主査をはじめ、リン肥料の現状やリン回収技術についてご教示頂いた各方面の皆様には感謝申し上げます。

## 文 献

- 1) 国土交通省都市・地域整備局下水道部：下水道事業における資源エネルギー循環の形成について、第1回リン資源リサイクルシンポジウム総合討論資料（2009）
- 2) 間瀬弘幸：自治体におけるリン回収事業、リン資源の回収と有効利用、343-364（2009）
- 3) 加藤弘樹：“リン回収・循環利用”ビジネスの市場動向と展望、メガセミナー「“リン回収・循環利用”の事業化と市場展望」資料、48-55（2009）
- 4) 岐阜市：焼却灰からのリン回収と販売について、第1回リン資源リサイクルシンポジウム事例発表資料（2009）

# リチウムイオン二次電池用正極材料の基礎調査\*

佐々木 昭仁\*\*

リチウムイオン二次電池用の正極材料についての基礎調査を行なった。その結果、岩手県内企業が排出する産業廃棄物を有効利用し、リチウムイオン二次電池用正極材料が作製出来ることが分かった。また、県内企業がバッテリー分野への新規参入が果たせるかどうかの調査も行なった。

**キーワード：電池、リチウムイオン二次電池、正極材料、産業廃棄物**

## Basic Investigation of Cathode Materials for Lithium Ion Secondary Batteries

SASAKI Teruhito

A baseline investigation on positive electrode materials for lithium ion secondary batteries was conducted. Results indicated that industrial waste materials discharged by enterprises in Iwate Prefecture can be effectively used to produce positive electrode materials for lithium ion secondary batteries. In addition, it was investigated whether enterprises in Iwate Prefecture can make a new entry in the field of batteries.

**Keywords : Battery, Lithium ion secondary batteries, Cathode materials, Industrial waste**

### 1 緒言

リチウムイオン二次電池は、二次電池（充電および放電が可能な電池）の中でも優れた容量（長持ち）、高電位（3～4V級）、良好なサイクル特性（充電・放電を繰り返しても劣化しにくい特性）を有し、様々な分野において数多く利用されている。特に、携帯電話、パソコンなどの小型携帯機器に多用され、我々の生活の中において欠かせないものとなっている。しかしながら、電気自動車や太陽光・風力発電などの大型電力貯蔵用大型バッテリーとしては研究段階にあり、実用化に向けて電池会社は凌ぎを削っている。世界のECO化に向けた取組みを成功させるためには、大型電力貯蔵用電池の早期の実用化が鍵を握っている。

また世界の電池産業においては、一次電池（放電のみ可能な電池）1兆円産業、二次電池2兆円産業とも言われ、数年後には倍に膨れ上がる可能性があるとも言われている。図1および図2に示す通り、年々二次電池の需要が増加している。このことから、電池産業の一部に地域企業が関わることが出来れば、地域の活性化に繋がる可能性がある。

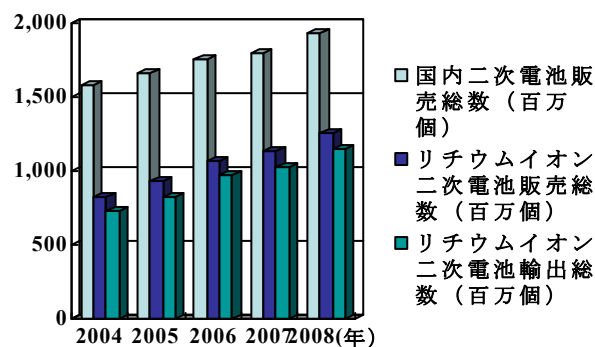


図1 日本国の二次電池生産実績

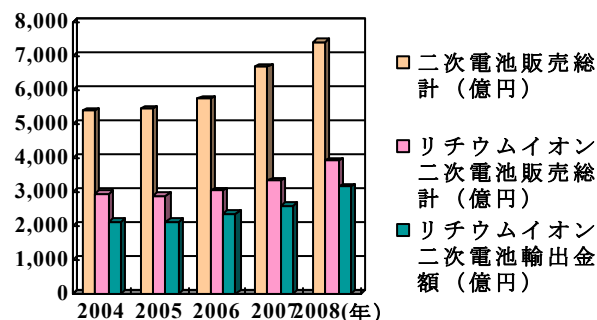


図2 日本国の二次電池販売実績

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業  
\*\* 環境技術部

そこで本調査において、電池材料として岩手県内企業が排出する産業廃棄物の一部が利用できるかどうかを検討し、大型電力貯蔵用電池材料として利用できるかどうか検討を行った。さらに岩手県内企業の電池に対する取組みについて一部調査を行なった。

## 2 調査方法

基礎調査として、電池関連学会における研究動向調査、最近の報告（論文）、その他学術刊行物等を参考に、電池に関わる情報を入手した。また近い将来、リチウムイオン二次電池用正極材料として実用化の可能性が高い材料を調査した。

さらに、岩手県内にある産業廃棄物や材料が電池材料として利用できる元素を含むかどうかを調査し、また経済産業省等の統計調査結果を基に、電池に関わる貿易収支等を調べ、電池産業の市場規模についても調査した。当センターへの技術相談などにより、岩手県内企業の電池産業への関心についても一部調査を行なった。

## 3 調査結果と考察

### 3-1 電池特性

電池はそもそもエネルギーを蓄える装置であり、エネルギーの貯蔵量に応じて危険性が増加する。また高電位、高容量になるほど、構造劣化あるいは物理的衝撃により、発熱あるいは発火などの危険性が増加する。こういった危険性を低減させるためには、充電および放電を繰り返すことによる電池材料の構造劣化の抑制が必要となる。

電池の発熱および発火等のリスク低減においては、電池材料の充填率、外装梱包、電池内部圧調整など様々な工夫がなされているが、充電および放電時の電気化学的反応の可逆性を保持することが、根本的な問題解決になりうる。

電池の特性は、正極材料の特性に依存する割合が高い。また、正極材料を構成する元素や構造により、3V級、4V級あるいは電位安定性、電池容量など、特徴が顕著に現れる。

### 3-2 正極材料ニーズ

電池関連企業に二次電池用正極材料のニーズ調査を行なったところ、電池材料として全てが高電位、高容量化を求められているわけでは無かった。用途にあった電池材料設計が必要であり、民生に用いられる電池材料は、むしろある程度電位が抑えられ、安全性に優れた電池が求められる傾向にある。また汎用品になればなる程、環境負荷の小さい電池が求められる。また電池材料の純度は、ある一定以上の電池性能を保持できれば、高純度を求める必要はない。ただし、高電位を有す

る電池材料の場合は、材料劣化に起因する発熱等の危険性が増加するため、純度が高い方が望ましい。

### 3-3 開発動向

最近の二次電池用正極材料の開発動向として、これまで主流を成してきたコバルト酸リチウム ( $\text{LiCoO}_2$ ) に替わる新たな正極材料として、マンガン (Mn) 系および (Fe) 鉄系材料が注目されている。コバルトは希少元素により価格が安定しないため、資源量が豊富で安価なマンガン系および鉄材料が求められている。

マンガン系材料としては、スピネル型構造を有するリチウムマンガンスピネル正極材料 ( $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ )、鉄系材料としては、オリビン型構造を有するオリビン型リン酸鉄リチウム正極材料 ( $\text{LiFePO}_4$ ) が注目され、実用化へ向けた取組みがされている。ここ最近、一部実用化がされている。

### 3-4 企業取組み

現在、新規電池材料の実用化および製品化へ向けた企業取組みにおいて、高電位および高容量を示すスピネル型リチウムマンガン材料が一部実用化されている。しかしながら、充放電に伴う（正極材料中へリチウムイオンが脱挿入する際に生じる）ヤーンテラー歪みや不均化反応などにより、正極材料の構造劣化が生じ、ショートなどのリスクが発生しやすく、本格的な実用化を成し遂げていない状況にある。また、リスク回避のための安全対策を採ることで電池材料の高密度充填が難しく、単位体積あたりの電池容量を稼ぐことが出来ない。

一方、オリビン型リン酸鉄リチウム正極材料は、電位および体積あたりの電池容量はマンガンスピネルに比べ劣るが、発火等の危険性が非常に低く、大型電力貯蔵用電池材料として注目されている。昨年あたりに一部実用化がなされ、大手電池メーカーは量産体制構築に向けて莫大な資金を投資している。

また、オリビン型リン酸鉄リチウム正極材料は、リチウムの他、リンおよび鉄といった環境負荷の小さい元素で構成されており、ECOの観点より非常に魅力的な正極材料である。

### 3-5 オリビン型リン酸鉄リチウム正極材料

オリビン型リン酸鉄リチウム正極材料は、3.4V付近に一定の平坦な放電電位（プラトー）域を有し、さらに発熱等の危険性が非常に少ない特徴があり、世界中で注目された正極材料の一つである。また廃棄物は回収後、再び電池材料として利用できる他、本センターの要素技術である再資源化技術を駆使することで、リン肥料化が出来る可能性

を有する。世界中でリン鉱石の枯渇問題が騒がれている中、将来的に戦略物資と成りうるリンを民生用電池の中に蓄えることも可能であろう。

### 3-6 岩手県内企業と電池

近年、二次電池に関わるリコール問題等が発生し、それに係わる企業負担もはかり知れない。最近では100～200億円近い回収負担を強いられた企業もある。こういった実情を踏まえ、電池作製できる企業ポテンシャルは資本金数百億規模の大企業に限られており、岩手県内企業においてはなかなか参入が難しい。しかしながら、電池を構成する材料開発に注力すれば、電池市場に係わることが可能となり、大きな収益を上げることが期待される。さらに、近年のリコール問題は発熱および発火等の危険性に関係するものであり、発熱および発火等の危険性が抑えられた材料で市場に挑めば、持続的な発展および展開が期待される。

### 3-7 岩手の産業廃棄物

岩手県の風土として、第一次産業割合が全国に比べ高く、養豚業やブロイラー業といった企業も多数存在する。こういった鶏糞、豚糞中には大量のリンが含まれている。また工業系産業廃棄物として、塗装スラッジやめっきスラッジ中に、リン含有物が存在することが分かっている。その他、下水道汚泥中にも大量のリンが含まれており、農業系、工業系、商業系（民生）のリンを回収することで、リチウムイオン二次電池用正極材料（オリビン型リン酸鉄リチウム）への応用が期待される。

### 3-8 地域のゼロ・エミッション

現在、岩手県工業技術センターにおいて、下水道汚泥など産業廃棄物からリンを回収し、肥料化を行なう研究が行なわれている。これにより地域内でのゼロ・エミッションが可能である。さらに肥料の他、電池材料として産業廃棄物の有効利用を行なうことが考えられる。産業廃棄物の一部が、新たなエネルギー材料として生まれ変わることで、さらなるゼロ・エミッションの展開が加速的に行なわれ、自然エネルギーの有効活用も同時に果たすことができる。この研究により、いわ

てが全国に先駆け、クリーンな環境構築の展開を行なうことになる。

### 3-9 岩手県内企業の電池への関心

岩手県内企業において、電池に期待を寄せている企業が数社存在する。中でも、自社から排出された産業廃棄物をリチウムイオン二次電池用正極材料へ活かす研究を行なっている企業がある。その他、新規に一次電池の研究を行なっている企業も存在する。こういった企業への早期の技術支援展開は県内産業の振興において重要であり、設備導入も含め、当センターの技術支援強化が求められている。

## 4 結 言

本調査により得られた結果は次の通りである。

- 1) 二次電池の国内需要ならびに国外輸出量が年々増加している。
- 2) 本県で排出される産業廃棄物の中には、電池材料として有効活用できる材料が存在する。
- 3) 本センターが培ってきたこれまでの再資源化技術を用いて、県内産出材料（産業廃棄物を含む）によるオリビン型リン酸鉄リチウムイオン二次電池用正極材料作製の可能性がある。

電池は、今後益々需要が見込まれ、岩手県の産業振興に貢献する可能を秘めている。本センターにおいても、電池を含めた電気化学分野の技術支援強化が求められている。

## 文 献

- 1) 内海和明：電気化学会 2009 年電気化学秋季大会講演要旨集,p72 (2009)
- 2) 林 成和:第50回電池討論会講演要旨集 , p2 (2009)
- 3) 社団法人電池工業会 ホームページ, <http://www.bai.or.jp/>, 他

## 3-DG を指標とした清酒の熟度測定 (Ⅱ) \*

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、呑み切り時の 3-DG 濃度測定、火入れ条件別の 3-DG 濃度変化、同一商品の経時的な 3-DG 濃度変化について検討した。その結果、火入れ時の急冷の有無や、貯蔵条件が 3-DG 濃度の増加に影響することを確認した。

**キーワード : 3-DG、酒質劣化**

## The Use of 3-Deoxyglucosone in the Measurement of Sake Staling(Ⅱ).

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, so we used 3-DG as an index of the staling of sake. In this study, we measured 3-DG concentrations in matured sake which were collected in *Hatunomikiri*. Moreover, we confirmed that the 3-DG concentrations in sake have a correlation with condition of pasteurization. And we measured 3-DG concentrations in same commodity of 6/18-12/20. As a result, 3-DG concentrations in sake that of pasteurized with rapid cooling haven't increased at 15°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。その一方で清酒は品質の変化しやすい酒類であるため、温度や保存期間などの条件によって過度に熟成が進み、味のダレや老香味に変わる等酒質劣化を起こした商品を消費者が手にする可能性を持っている。清酒のイメージを低下させないためにも、そのような事を何らかの方法で防ぐ必要がある。

清酒の熟成の指標としては、着色度<sup>1)</sup>やメイラード反応の中間生成物である 3-デオキシグルコソン(3-DG)<sup>2)</sup>が知られている。貯蔵着色物質の主成分であると言われているメラノイジンやカラメルは活性炭でほとんど除去できるが、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。一方、清酒中の 3-DG 量と官能評価による熟度の間には高い相

関があることが報告されている<sup>3)</sup>。清酒中の 3-DG 量は微量であるため、官能的には直接影響を与えず<sup>4)</sup>、活性炭処理での除去は不可能であるため<sup>5)</sup>熟成の指標として適している。酒中の 3-DG 濃度測定には 2,4-ジニトロフェニルヒドラジンで誘導体化し HPLC で測定する方法<sup>3)</sup>が知られているが、我々は更に感度の良い方法として 2,3-diaminonaphthalene と 3-DG の反応により生じた誘導体を検出する方法<sup>5)</sup>の酒への応用を検討してきた。前報<sup>6)</sup>では、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。今回は、製造場内での清酒の熟成傾向を確認するため、初呑み切り時の 3-DG 濃度、火入れ条件別の 3-DG 濃度変化、同一商品の出荷時における 3-DG 濃度の変化について検討したので報告する。

\* 県産清酒の品質向上に関する基礎技術の実証 第二報  
\*\* 食品醸造技術部  
\*\*\* 岩手県酒造協同組合

## 2 実験方法

### 2-1 呑み切り時の3-DG濃度測定

H20年の初呑み切り時に、熟成が進み気味と評価された酒9社15点の3-DG濃度を測定した。すべてH19BY醸造酒である。

### 2-2 火入れ条件別の3-DG濃度変化

当センター試験醸造酒(H21BY醸造、吟醸酒)を300ml瓶にて65℃で火入れし、①急冷、②1日かけて常温まで冷却、③2日かけて常温まで冷却した。これらの酒サンプルを、-30℃、4℃、15℃にて2ヶ月保存し、各時点での3-DG濃度を測定した。

### 2-3 3-デオキシグルコソソ (3-DG) の測定

3-DGは、楠らの方法<sup>7)</sup>およびUsuiらの方法<sup>8)</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200μlに6%過塩素酸200μlを加えて遠心後、上清に飽和炭酸水素ナトリウム400μlを加えて中和した後、0.25%2,3-diaminonaphthalene (DAN) 20μlを加え、4℃で一晩反応させる。酢酸エチル800μl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100μlで再溶解し、HPLC解析に供した。

HPLCの分析条件

カラム: GLサイエンス社製 Inertsil ODS-3 4.6×250mm

移動相: 純水-アセトニトリル

グラジエント条件: 0min (アセトニトリル=14.5%) →

70min (アセトニトリル=31.5%)

流速: 1.0ml/min

検出波長: UV268nm

カラム温度: 40℃

試料: 10μl

装置はAlliance 2690、検出器はWaters 486 (全てWaters社)を用いた。

### 2-4 同一商品の3-DG濃度変化

県内A社の協力を得て、同一商品の瓶詰め時にサンプリングを行い、H19BY製造酒からH20BY製造酒に切り替わるまでの約5ヶ月間の3-DG濃度を測定した。商品は精米歩合70%の純米酒で、瓶詰め時に炭素ろ過処理を行っている。また、瓶詰め前の容器番号は混合のため同一ではない。

## 3 結果および考察

### 3-1 呑み切り時の3-DG濃度測定

H20年初呑み切り時に熟成が進み気味と評価された酒の3-DG濃度を表1に示した。比較として「若い」と判断された酒も数点分析しているが、それらの3-DG濃度が1.5~7μM程度であったのに対して(データ非表示)、10μMを超えているものがほとんどであった。特に精米歩合の高い酒は3-DG濃度が高い傾向が見られた。

### 3-2 火入れ条件別の3-DG濃度変化

各火入れ条件における3-DG濃度を表2に示した。火入れ後急冷したサンプルと、1日または2日かけて冷却したサンプルでは3-DG濃度が大幅に異なり、一方、保存温度による3-DG濃度差は見られなかった。

これらの結果より、火入れ後の冷却までの期間で3-DG濃度(熟度)に大きく影響が出ること、15度以下の保存条件では3-DG濃度(熟度)への影響が少ないことが確認できた。

また、火入れ後の3-DG濃度(初発の濃度)がある程度高いと、保存中の3-DG濃度増加が早くなる傾向が見られた。これは、前報での結果に一致している。

表1 H20年初呑み切り時の3-DG濃度

	種類等	精米歩合	醸造年度	3-DG (μM)
A社	純米酒	70	19	13.91
A社	普通酒	70	19	12.03
A社	純米酒	60	19	13.15
B社	普通酒	90	19	13.40
C社	純米酒	60	19	6.59
D社	純米酒	60	19	15.23
E社	純米酒	60	19	8.56
F社	普通酒	70	19	10.85
F社	特別純米酒	60	19	3.04
G社	純米吟醸酒	50	19	13.45
G社	純米大吟醸酒	45	19	3.52
G社	本醸造酒	70	19	16.49
H社	普通酒	70	19	7.51
H社	純米吟醸酒	45	19	6.73
I社	普通酒	70	19	16.59

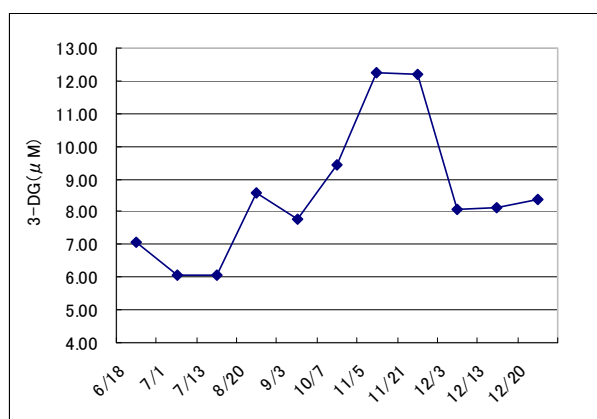


表2 火入れ条件別の3-DG 濃度変化

冷却条件	火入れ直後(μM)	2ヶ月後(μM)	
		4℃保存	15℃保存
急冷	2.66	2.78	2.96
1日	6.06	6.89	7.46
2日	7.86	8.34	8.56

## 3-3 同一商品の3-DG 濃度変化

3-1にて呑み切り時3-DG濃度が高い傾向にあったA社に協力いただき、蔵内での貯蔵期間中の3-DG濃度変化を調べた。6月18日から12月20日にかけて11回、同一製品の瓶詰め時にサンプリングした酒の3-DG濃度変化を図1に示した。戻入酒などの関係から、一部は19BYと20BYのブレンド出荷であるが、12月3日詰め以降は19BYの比率が低く、ほぼ20BY酒に切り替わっていると考えて良い。19BY酒が中心であった11月21日詰めまでは、経時的に3-DG濃度が増加している。特に、9月以降は一部20BYブレンドであることを考慮すると、濃度上昇が著しいといえる。製造場での保存中の温度は平均3~12℃(夏季最高で15℃、冬季最低で2℃)と冷涼な条件であり、保存状況は良好であるが、夏季の高温時に一時的に温度が上昇している可能性もある。また、火入れ温度が約70℃と高くタンク容量も大きいと、保存条件よりも火入れ後から冷却までの時間の影響が大きいと考えられる。3-2で考察したとおり、火入れ後の3-DG濃度(初発濃度)が保存中



瓶詰め日	製造年度
6/18~10/7	19BY
11/5~12/3	19BY、20BY
12/3~12/20	20BY

図1 同一商品の3-DG 濃度変化

の増加速度に影響することが、この試験からも推察される。また、この製品は精米歩合70%の純米酒であることからアミノ酸などの含有成分が多く、3-DG濃度の増加にはその点も影響していると考えている。

## 4 結 言

前報で報告した流通試験で流通開始時より3-DG濃度の高いものが認められたこと、また、呑み切り時に3-DG濃度が高い酒が見られたことから、蔵内での保存状態を確認する試験を行った。今回の試験結果より、蔵内での保存温度が15℃以下であっても、火入れ後の3-DG濃度が高い場合には熟度の変化に注意が必要であると言える。また、各蔵が感じている「熟しやすい商品」はそれぞれ異なり、火入れの影響、保存温度の影響、酒質の影響など原因は様々であるといえる。今後はどこに問題があるのか、各蔵に個別対応で解決していく必要がある。

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。

## 文 献

- 岡智、大津正記：日本農芸化学会誌，**39**，457-461(1965)
- 岩野君夫ら：日本醸造協会誌，**65**，59-62(1970)
- 野村ら：日本醸造協会誌，**100**，141-145(2005)
- 岩野君夫ら：日本醸造協会誌，**65**，63-65(1970)
- 岩野君夫ら：日本醸造協会誌，**66**，500-503(1971)
- 山口佑子、中山繁樹、菊池潔：岩手県工業技術センター研究報告，**16**，137-140(2009)
- 楠ら：DOJIN News，**98**，(2001)
- Usui, T. *et al*：Biosci. Biotechnol. Biochem. **71**，2465-2472(2007)

## カリン(*Chaenomeles sinensis*)を用いた機能性リキュールの開発\*

山口 佑子\*\*、小浜 恵子\*\*

既報にて機能性に優れた岩手県産食材として選抜されたカリン (*Chaenomeles sinensis*) の活用を目的に、カリンの前処理方法について検討し、純米酒および貴醸酒をベースにした4種類のリキュールを試作した。その結果、カリンのポリフェノールは前処理方法にかかわらず2週間程度で完全に抽出されることが分かった。また、官能評価では貴醸酒を用いたものの評価が高かった。

**キーワード：抗酸化活性、カリン、リキュール**

## Developing a Liqueur with Chinese quince (*Chaenomeles sinensis*).

YAMAGUCHI Yuko 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 total polyphenols and DPPH radical scavenging activities of dried and fresh chinese quince. And we made 4 kinds of liqueur from *junmaisyu* or *kijosyu*. As a result, chinese quince's polyphenols were completely extracted in two weeks. And *kijosyu* was suitable for chinese quince liqueur.

**Key words: Chinese quince, liqueur**

### 1 緒 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) 3)</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。また、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プロアントシアニジンであることが推察された。前報<sup>4)</sup>ではカリンの部位ごとの機能性について検討し、果心に最も多くポリフェノールが含まれていることが分かった。

カリンは天日乾燥果実にすることで、保存性の向上だけでなく個性的な風味を得ることが出来る。本研究ではカリンの乾燥処理による機能性への影響と、処理方法別のカリンを用いたリキュールの試験醸造を行ったので報告する。

\* 基盤的・先導的技術開発事業

\*\* 食品醸造技術部

## 2 実験方法

### 2-1 測定試料

今回測定に用いたカリンは、H20年および21年盛岡産のものである。

### 2-2 試料の前処理

機能性分析用のカリンは、輪切りにして種を除き、凍結乾燥あるいはブランチング処理後1ヶ月程度天日乾燥し、ブレンダーで粉砕した。カリンリキュール用の生果実は、輪切りにして種を除いた後、ブランチング処理を行った。乾燥果実は、ブランチング処理後1ヶ月程度天日乾燥を行った。

### 2-3 試料抽出液の調製

機能性分析用の試料は、各乾燥粉末に10倍量(w/v)の熱水あるいは80%メタノールを添加し1時間抽出した。これを濾過し、各測定の試料とした。

### 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>5)</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>5)</sup>に従って測定し、没食子酸相当量として算出した。

### 2-6 カリンリキュール仕込み試験

カリンリキュール4種類の仕込み配合は下表の通り。ベース酒にカリンを浸漬後、8℃、15日間抽出し、上槽した。製成酒のアルコール分および比重は密度比重計を用いた。各有機酸はキャピラリー電気泳動装置を用いた。

表1 カリンリキュールの仕込み配合

	純米酒 (ml)	貴醸酒 (ml)	カリン(生) (g)	カリン(乾燥) (g)
1	500	—	100	—
2	500	—	—	50
3	—	500	100	—
4	—	500	—	50

### 2-7 官能評価

カリン酒の官能評価は、センター職員6名で行った。評価は味と香りについて5点法(1:良い、5:悪い)で行い、指摘の多いコメントを抽出した。

## 3 結果

### 3-1 カリンの処理方法別総ポリフェノール量

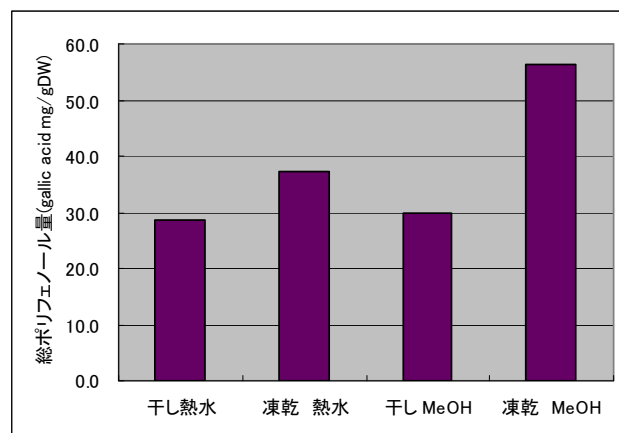


図1 カリンの処理方法別総ポリフェノール量

図1にカリンの処理方法別総ポリフェノール量を示した。

凍結乾燥物を80%メタノール抽出したものが最も高いポリフェノール含量を示した。他のサンプルは同程度であった。

### 3-2 カリンの処理方法別ラジカル消去活性

図2にカリンの処理方法別のDPPHラジカル消去活性を示した。3-1同様、凍結乾燥物を80%メタノール抽出したものが最も高い活性を示した。他のサンプルは同程度の活性であった。

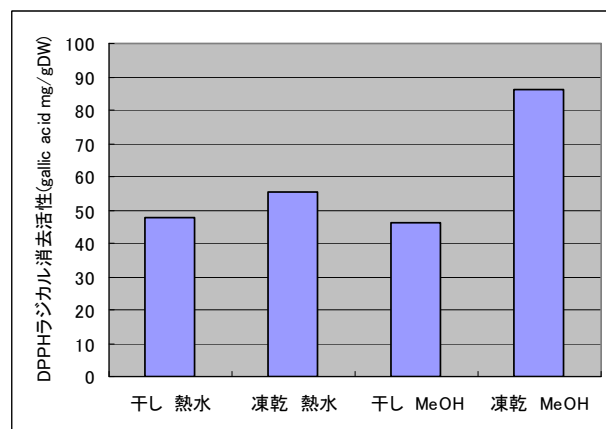


図2 カリンの処理方法別DPPHラジカル消去活性

### 3-3 カリン酒仕込み試験および官能評価結果

カリンリキュール仕込み期間中の総ポリフェノール量の推移を図3に示した。また、製成したカリンリキュールの成分を表2に、官能評価結果を表3に示した。

カリンリキュールの総ポリフェノール量は、生カリン区(1, 3)では10日目以降ほとんど変化がみられず、乾燥カリン区(2, 4)でも15日目ではほぼ最大となった。また、生カリン区では貴醸酒ベース(3)に比較して純米酒ベース(1)は、最終のポリフェノール量が約半分となっていた。一方、乾燥カリン区ではベース酒の違いによる差はほとんど見られなかった。

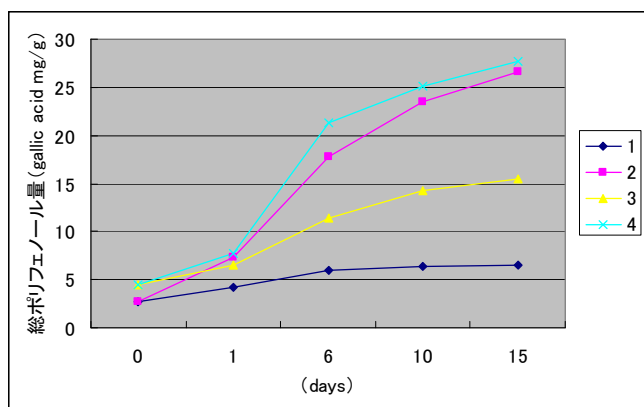


図3 カリンリキュールの総ポリフェノール量推移

表2 カリンリキュールの成分分析結果

	アルコール分 (%)	比重	リンゴ酸 (%)	乳酸 (%)
1	15.1	1.005	0.32	0.04
2	17	1.011	0.41	0.03
3	14.8	1.029	0.32	0.19
4	16.8	1.039	0.34	0.19

表3 カリンリキュールの官能評価結果

	香り	味	コメント
1	3.8	3.3	香りのクセ強い、渋い
2	3.2	4	渋味強い
3	3	2.8	個性的な香り、まろやか
4	3.1	3.3	香りのクセ強い、濃すぎる

#### 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おり、我々も既報<sup>1) 4)</sup>で同様の結果を報告している。今回の結果でも、同様の傾向が見られた。凍結乾燥処理と天日干ししたカリンでは、80%メタノール抽出区でポリフェノール含量およびDPPH ラジカル消去活性に大きく差が出たが、これは天

日干しのカリンは凍結乾燥したものに比較して固く、組織が密になっているため、ポリフェノールを完全には抽出出来なかったことによるものと考えている。

ただしカリンリキュールの仕込み試験では、生果実区よりも乾燥果実区の方がポリフェノールの抽出速度が早い傾向にあり、短期間で高濃度のポリフェノールを含んだリキュールを製造するには天日干しカリンが適するといえる。

今回、健康機能性という特徴を持ったリキュールの開発を目標に試験を行ったため、総ポリフェノール量がピークに達した時点でカリンリキュールを上槽した。1と3はベース酒が異なるだけで同じ仕込み配合であるが、ポリフェノール含量は約2倍の差が出た。これは貴醸酒のエキス分が高いため、浸透圧の影響でポリフェノールの抽出効率が上がったものと推察している。なお、純米酒区に比較して貴醸酒区の乳酸濃度が高いのは、ベース酒に由来するものと考えられる(純米酒の酸度: 1.5、貴醸酒の酸度: 2.6)。

官能評価の結果、全体的に渋味が強すぎるという意見が多かった。これはポリフェノール含量が高いためであると考えられ、官能面を重視する場合は、仕込み期間の短縮、製成後の加水などの工夫が必要となる。また、純米酒ベースのものよりも貴醸酒ベースのものの評価が高い傾向にあった。特に生果実区では、純米酒ベース(1)は貴醸酒ベース(3)に比較してポリフェノール含量が低いにもかかわらず、渋いという評価を受けた。生果実区と乾燥果実区では、生果実の方が平均点としては評価が上だが、パネルの意見はほぼ半分に分かれていた。果実の処理方法は、商品化する企業の求める方向性に合わせて選択する必要があると言える。

#### 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、カリン果実の処理方法について検討し、4種類のカリンリキュールを試作した。その結果、仕込み後約2週間でポリフェノールはほとんど抽出され、貴醸酒を用いたリキュールが比較的高い評価を受けた。今後はこの結果を活用し、官能的にも評価の高いカリンリキュールの商品化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) 山口佑子、伊藤良仁、小浜恵子：岩手県工業技術センター研究報告, **16**, 141-143 (2009)
- 5) 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)

## 育苗機を使った製麹\*

畑山 誠\*\*

育苗機を製麹機として利用した試験を行った。その結果、装置内の湿度制御が可能であること、少量製麹の場合は低室温の影響を受けないことが判った。出来た麹は味噌用として十分な酵素力価を持っていた。

**キーワード：麹、育苗機**

### *Koji Making using Raising Seedling Implement*

HATAKEYAMA Makoto

*Koji making test using the raising seedling implement was studied. In the result, this study found that we could do humidity control in the implement, and that koji making in small-scale was not affected by low temperature in the room. The koji had sufficient enzyme power for miso making.*

**key words : Koji making, raising seedling implement**

#### 1 緒言

近年全国の農村に産地直売所が設置され、大きな賑わいを見せている。ここでは近隣の農家が生産する新鮮な野菜や漬物などの加工食品が売られており、岩手県では農家が造る味噌も販売されている。味噌造りには必ず米麹が必要だが、麹を造る装置として専用の製麹機ではなく、育苗機を利用するケースがある。

育苗機は水稻の苗を育てる装置である。そのため加温と加湿が出来る。しかし、温度は制御出来るが、湿度はコントロール出来ない。それは加熱水蒸気を装置内に充填させて温度を保つ構造のためである。

本研究では、育苗機内の湿度コントロールが可能か、また味噌造りに十分な酵素力価を持った麹の製造が可能か試験を行った。

#### 2 実験方法

##### 2-1 原材料

米として、国産加工用米変形加工品（うるち）（以下破碎米と記す）を使用した。雑穀として、精白されたモチキビとモチアワを使用した。

##### 2-2 微生物

種麹は(株)秋田今野商店の「味噌用(No.2071202)」を指定量の2倍量使用した。

##### 2-3 育苗機の槽内湿度制御

製麹用育苗機として(株)タイショー製のスチーム発芽器NT-120(図1左)を用いた。その設定温度を25℃あるいは30℃として、保温カバーを完全に閉めた状態で運転

を開始した。内部の温湿度が安定したら、両サイドのチャック(図1右)を下側から数十センチ開け、内部の温湿度変化を調べた。温湿度はT&D社のサーモレコーダーTR-72Uで記録した。この測定は11月下旬に行った。

なお設定25℃の測定は、前日に運転後カバーを閉め一晚電源を切った状態からの運転であり、設定30℃の測定は25℃運転状態から設定値を変更して行った。



図1 育苗機(左)とサイドチャック(右)

##### 2-4 原料処理・製麹

1試験区1500gの米あるいは雑穀を洗穀し、吸水を行った。雑穀の吸水では、限定吸水を行った。(株)品川工業所のサンキュウボイラ2型を甑として使用し、60分間蒸きょうし、40℃まで放冷後種麹を付けた。育苗機を使用し、3日麹として製麹した。米の製麹は1月上旬、雑穀の製麹は3月上旬に行った。育苗機の電源は製麹開始の5時間前に入れた。

製麹作業は、引込みから盛までは麹物料を団子状に丸めて枯らし布、ネル布の順で包み保温保湿を行った。盛

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部



以降は枯らし布を敷いた装置トレーに物料を広げて製麴を行った。引き込み温度目標を米 32℃と、雑穀 28℃とした。最高温度目標は米、雑穀とも 42℃とした。手入れは適宜行った。品温経過は味噌麴に倣った。

2-5 分析

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。水分分析は、減圧下で 75℃ 1時間乾燥する乾燥法で測定した。

3 実験結果

3-1 育苗機の槽内湿度制御

図2 (設定温度 25℃) および 3 (設定温度 30℃) に育苗機の槽内温湿度グラフを示した。この測定中の室温は 10~12℃であった。

図2および3から、槽内温度設定が 25 あるいは 30℃の場合、育苗機のサイドチャックを両側 30cm 開けると槽内湿度が 90±5%RH の範囲になった。設定温度が 25℃の場合、育苗機のサイドチャックを両側 20cm 開けると槽内湿度が 97±3%RH の範囲になった。槽内温度設定 30℃の場合、育苗機のサイドチャックを両側 20cm 開けると槽内湿度が 95±5%RH の範囲になった。

図2より育苗機の電源を入れてから槽内の温湿度が安定するまでには、2時間半必要であった。

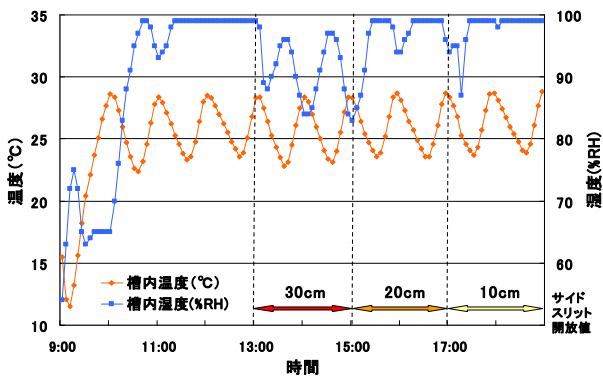


図2 育苗機の槽内温湿度 (設定 25℃)

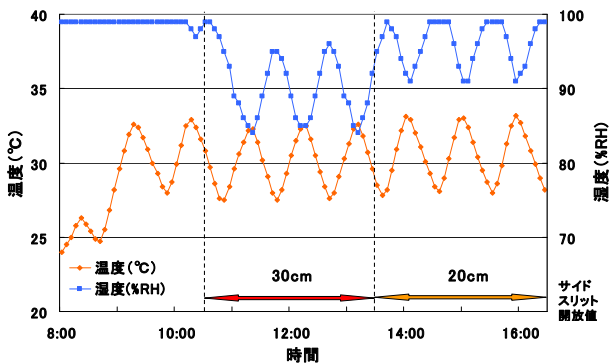


図3 育苗機の槽内温湿度 (設定 30℃)

3-2 破碎米の原料処理、製麴と酵素力価

洗穀・吸水後の吸水率は 34.2%、甑後吸水率は 43.5% となった。

製麴の品温経過を図4に、麴の酵素力価を表1に示した。引き込み温度が 33.2℃と目標値より約 1℃高く、盛りまでの品温上昇が想定より 1~2時間早くなった。そのため盛り作業 (2日目 10:00) が遅くなり、最高温度目標 42℃を越える時間帯が 40分程あった。盛りのあと最高温度帯 (40~42℃) を 4時間ほど維持し、徐々に品温を 37~38℃まで下げた。製麴中の室温は 6.0~7.4℃であった。

酵素力価は、糖化力がやや高く、αアミラーゼと酸性カルボキシペプチダーゼが低かった。αアミラーゼ力価は通常の半分以下であったが、味噌造りに使用して大きな問題は出ないレベルである。

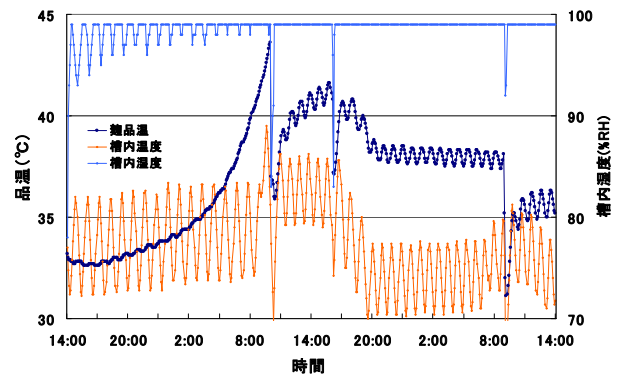


図4 製麴品温経過 (破碎米)

表1 破碎米麴の酵素力価 (U/g麴)

項目	破碎米
出麴水分(%)	27.5
αアミラーゼ	551
糖化力	303
酸性CAP	7,738

3-3 雑穀の原料処理、製麴と酵素力価

洗穀・吸水後の吸水率はキビが 35.2%、アワが 29.5%、甑後吸水率はキビが 42.7%、アワが 38.7% となった。

製麴の品温経過を図5に、酵素力価を表2に示した。引き込み温度が 29.5~30℃と目標値より約 1~2℃高かったため品温上昇が早かった。そのため最高温度目標 42℃を越える時間帯が 1時間半~2時間半程あり、盛りの前に一度手入れして品温を下げた。特にキビよりアワの品温上昇は早かった。盛りのあと最高温度帯 (40~42℃) を 4時間ほど維持し、徐々に品温を下げたが、アワは最高温度帯のまま 12時間ほど経過した。製麴中の室温は 5.6~8.7℃であった。

酵素力価は、すべて高い傾向を示した。味噌造りに使用するのに十分な力価であった。

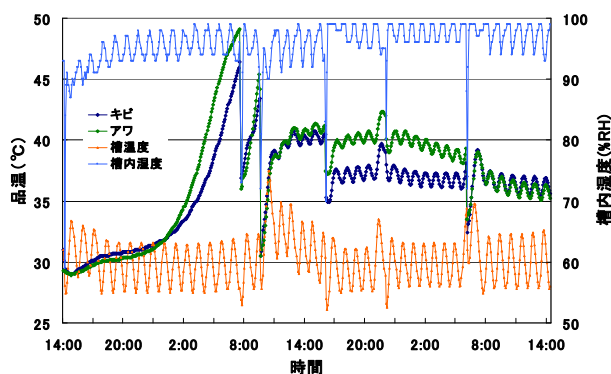


図5 製麴品温経過 (雑穀)

表2 雑穀麴の酵素力価 (U/g 麴)

項目	キビ	アワ
出麴水分(%)	21.8	19.5
αアミラーゼ	2,656	3,054
糖化力	413	360
酸性CAP	18,365	14,895

#### 4 考 察

育苗機は槽内下部にある水槽から水蒸気を発生させることで槽内を加温加湿する。設定温度に達すると加温が切れ、下回ると再度加温が始まる。そのため設定温度を中心に±2.5℃ほど槽内温度が上下する。盛以降の麴品温が1～2℃の幅で上下するのは、その影響を受けるためである。この程度の品温変動であれば製麴に大きな影響はない。

槽内湿度は、温度の上下動（実際には加温に伴う加湿の入り切り）の影響を受け、±3%RHほど変動する。麴菌孢子の発芽好適条件は品温30～35℃、湿度97%以上とされている<sup>1)</sup>。麴品温が上昇すると、麴の水分は潜熱を奪い抜ける。槽内湿度が下がると麴水分は抜けやすくなるため、孢子の発芽が起こる製麴の前半で槽内湿度が大きく上下動すると発芽に影響が出ると考えられる。そのため育苗機製麴では、盛までに麴物料の周辺湿度が下がらないようしっかりと保湿に努める必要がある。

図2では電源投入後2時間半で槽内湿度は安定したが、図4および5の製麴時には、湿度安定にはほぼ1日掛かった。図1の温湿度測定は、前日に育苗機の運転を行ったため槽内湿度55%RHからのスタートであった。また11月に測定を行ったため、空気中の含有水分が高かったことにより安定に要する時間が短かったと考えられる。逆に、製麴は1～3月という空気中の水分が低い時期に行

ったため湿度の安定に長い時間を要したと思われる。これらのことから、冬期に行う育苗機製麴では作業の前日には電源を入れ、槽内温湿度を安定させておく必要があると考えられる。

製麴操作は普通の製麴方法と変わらない。しかし、育苗機の設置場所が室温10℃以下の部屋であり、製麴前半の大きな品温降下を避けるため切り返しは廃止した。手入れの操作を麴蓋代わりとなる育苗トレイ上ではなく、育苗機の中に入れ暖めておいたボールに麴物料を移し行うことで作業の迅速化を図った。この素早い作業で室温10℃以下の場所でも適正な作業を行うことが可能となった。

農家などが製麴を行う場合、恒温を保つことが可能な部屋に育苗機を設置することはほとんどないと思われる。そのため製麴が低い室温の影響を受けるだろうと予測した。しかし、表1および2の酵素力価から本試験程度の室温（5～9℃）であれば大きな影響は受けないことが分かった。しかし、製麴の規模を数十kgと大きくすれば手入れ作業に時間が掛かり、さらに育苗機カバーを開けている時間が長くなるため、低い室温の影響は必ず受けると考えられる。これを避けるには、手入れ時には作業場所の室温を30℃くらいまで上げる必要がある。出来るなら作業場所に製麴期間中連続使用が可能なパネルヒーターの設置が望ましい。

#### 5 結 言

本研究では、育苗機で湿度の制御が可能か、また育苗機を使って味噌造りに十分な酵素力価を持った麴の製造が可能か試験を行った。

その結果、ある程度の湿度制御は可能であること、手入れを手早く行えば設置場所の低室温の影響は受けないことが分かった。また味噌麴として使える力価の米麴および雑穀麴を造ることが出来た。

今後は、仕込み規模（数十kg）で製麴を行い、作業環境の影響を把握し、育苗機製麴法を確立し、農家への普及を目指したい。

#### 文 献

- 1) 村上英也編著 日本醸造協会「麴学」, p219 (1986)

# 糖化力の高い蕎麦麴の製麴\*

畑山 誠\*\*

抜き蕎麦の製麴試験を行った。秋田今野商店の AOK139 という種麴を使うことにより従来の麴に比べて約 5 倍の糖化力を持った麴を造ることが可能となった。

**キーワード：そば、麴、高力価**

## Making of Buckwheat *Koji* having high diastatic power

HATAKEYAMA Makoto

*Koji* making test using buckwheat was operated. By using seed of AOK139 *koji* that was developed by Akita-konno-syoten, diastatic power was 5 times as much as ordinary miso *koji*.

**key words : buckwheat, *Koji*, High diastatic power**

### 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り、昔から蕎麦の生産も行われてきた。

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。

本試験では蕎麦麴を糖化したペーストを調製するために糖化力の高い麴の製造を目指した。

### 2 実験方法

#### 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。

#### 2-2 微生物

種麴は(株)秋田今野商店の「味噌用(No.2071202)」と「AOK139(No.0680423)」を指定量の 2 倍量使用した。

#### 2-3 蕎麦の原料処理・製麴

1 試験区 300 g の抜き蕎麦を水温 10℃で洗穀・吸水を 10 分間行った。(株)品川工業所のサンキュウボイラ 2 型を甑として使用し、60 分間蒸きょうした。放冷後種麴を付けて、TABAI 製の恒温恒湿機 PR-2G 内で 3 日麴として

製麴した。

製麴作業はやり直しを廃止とし、引込みから盛までは麴物料を団子状に丸めて枯らし布、ネル布、新聞紙の順で包み保温保湿を行った。盛以降は枯らし布を敷いたピシヤットに物料を広げて製麴を行った。但し、槽内の風が直接物料に当たることを避けるためネル布を掛け、ピシヤットごと新聞紙に包んで製麴を行った。麴物料が槽内サイズ (50×75×60cm<sup>3</sup>) に対して少ないため引き込み温度を 32℃とした。最高温度を 42℃とした。手入れは 1 度だけ行った。

#### 2-4 蕎麦麴の糖化

麴または松下電器産業(株)の MX-X103 型ミキサーで粉碎した麴に等量の温水を加え 60℃で一晩糖化を行った。

#### 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。水分分析は基準みそ分析法<sup>4)</sup>に従った。

### 3 実験結果

#### 3-1 原料処理

洗穀・吸水後の吸水率は 37.3%となった。やや高めの吸水率であったため一晩被いなしの枯らしを行った。その結果、甑前吸水率は 35.3%と 2%下がった。甑後の吸水率は 46.9%となり、甑での吸水は 11.6%であった。

#### 3-2 製麴と酵素力価

製麴の品温経過を図 1 に示した。引き込みから盛までの品温上昇は AOK139 の方が早く、盛時 (23hr 目) の品温は AOK139 が 41.6℃、みそ用が 39.8℃であった。この時点での菌糸の廻りはみそ用が AOK139 の半分程度であった。出麴時点ではどちらも総ハゼに菌糸が廻っていた。

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

両方とも出麴水分が20%を切り乾き気味であったが、AOK139 麴は柔らかかった。

蕎麦麴の酵素力価を表1に示した。酵素力価については、酸性カルボキシペプチダーゼはほぼ同等であり、種麴間で差はなかった。AOK139 麴のαアミラーゼはみそ用麴よりやや高く、糖化力は5倍の1000U/g 麴を越える高力価なものとなった。

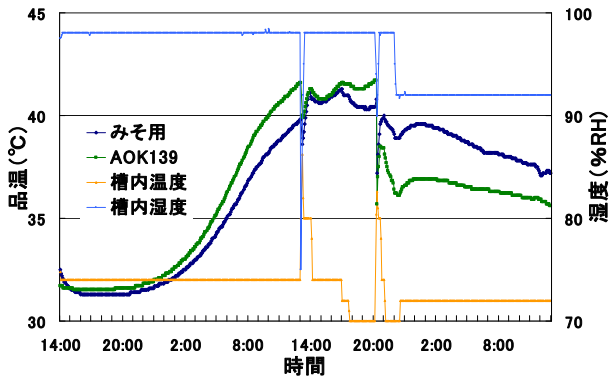


図1 抜き蕎麦の製麴品温経過

表1 蕎麦麴の酵素力価 (U/g麴)

項目	みそ用	AOK139
出麴水分(%)	19.6	18.8
αアミラーゼ	1,885	2,571
糖化力	191	1,096
酸性CAP	12,646	13,045

### 3-3 糖化

蕎麦麴または粉碎麴の糖化物の糖度を表2に示した。

みそ用と AOK139 で糖化力の差程の糖度の違いは出なかった。粉碎麴を原料としても糖度が 2.5° 上がる程度で大きな違いはなかった。

表2 蕎麦麴糖化物の糖度

試料	糖度(°)	官能評価
みそ用粒麴	34.0	甘味低い
粉碎麴	37.5	甘味少々、旨味とエグ味
AOK139粒麴	35.5	甘味少々、エグ味、苦味
粉碎麴	38.0	甘味少々、旨味、エグ味

## 4 考察

抜き蕎麦は玄蕎麦から殻を除いたものであり、玄米と同じ状態で、製麴しても穀粒表面全体に麴菌の菌糸が廻ることはなく、穀粒内部への菌糸のハゼ込みも浅い。そのため酵素力価の高い麴を造ることは難しい<sup>5)</sup>。そこで本試験には糖化力が高く、高セルラーゼ力価を示すといわれる種麴である AOK139<sup>6)</sup>を用いた。

表1に示すとおり、AOK139 を用いた麴のデンプン分解酵素の力価は高く、特に糖化力は大変高かった。しかし、表2に示すとおり、糖化物の糖度は低く、糖化物の官能的な甘さは数字以上に低く感じられた。さらに麴を粉碎してから糖化してもさほど糖度は上がらない。この原因は現時点では不明である。

## 5 結言

本研究では、蕎麦麴のペーストを調製するために高糖化力の麴の製麴を目指した。種麴 AOK139 を使うことによって糖化力は十分に高い麴を造ることが可能となった。しかし、糖化物の糖度は上がらず、官能的にも甘味の少ないものとなった。

今後は、この原因を突き止め甘味の強い糖化物の製造方法確立を目指したい。

## 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, p713 (1993)
- 2) 特開 2005-87148
- 3) 特開 2005-295919
- 4) 基準みそ分析法 全国味噌技術会(1995)
- 5) 畑山誠, 及川和志, 遠山良:「蕎麦の製麴と味噌の試作」岩手県工業技術センター研究報告第15号(2009)
- 6) 渡辺隆幸, 尾張かおる, 堀一之, 高橋光一 日本食品科学工学会誌, 51, 698-702(2004)

## 麴のグルコアミラーゼ力価簡易測定\*

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。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、グルコアミラーゼの活性測定において 44.7~265.2Units/g の範囲で直線的相関関係を示した。

**キーワード：麴、酵素活性、電気化学測定**

## Electrochemical Biosensor for Glucoamylase Activity 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 activity. A linear relationship between steady-state current and concentration was found over a range of 44.7~265.2Units/g. Good comparative results were observed between glucoamylase 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

『一麴二酏三造り』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(株)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、我々は<sup>2)</sup>昨年度、電気化学測定法を利用した酵素力価測定法を提案した。本年度は酒造現場においていち早く把握しておきたいグルコアミラーゼ活性に着目し、より高感度化、試料調整の短時間化を行うため検討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は東洋紡績(株)のものを用いた。米麴は県内酒造メーカー9社から分析依頼のあった35試料をそのまま用いた。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

金電極(φ2mm)の表面を、0.2M 硫酸を用いてサイクリックボルタンメトリーを行って研磨し、システアミン、

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部



1%グルタルアルデヒドにより電極表面上にグルコースオキシダーゼを共有結合法により固定化したものを作用極として用いた。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(pH5.0)に0.5%NaClを溶解したものをを用い、電気化学測定はすべてビー・イー・エス(株)製 ALS703B でクロノアンペロメトリーにより測定した。米麴サンプルは国税庁所定分析法の手順で調整したものを対照として、1g 麴をフードプロセッサで2分間粉碎し、酢酸緩衝液で5分間振とう抽出したものを電気化学測定用サンプルとした。市販キットの対照はキッコーマン(株)製糖化力分別定量キットを用いた。

### 3 結果および考察

#### 3-1 ファラデー電流域の計測

クロノアンペロメトリーは図1に示されるように、外部電圧を電極に印加して電解によって流れる電流を測定する方法である。電極表面上での電子移動反応が十分に速い場合、電極表面での化学反応は拡散律速とみなし、電流  $I(t)$  の時間変化は下式のようなコッレル式に従うことになる。

$$I(t) = \frac{nFACo}{\pi D o t}$$

ここで  $n$ 、 $F$ 、 $A$ 、 $Co^*$ 、 $Do$  はそれぞれ、反応電子数、ファラデー定数、電極面積、反応対象物のバルク濃度およびその拡散係数である。つまり、拡散律速に達した測定の場合、電流値の逆数は時間の平方根に比例するようになる。しかし、反応初期には電極表面上の電気二重層形成までの間、バックグラウンドとして非ファラデー電流が計測される。通常、充電電流は数秒で消失するが、本検討では電極表面上に巨大タンパクを固定化していることから、バックグラウンドノイズとして計測されることが予測された。そこで、非ファラデー電流の消失時間をコッレルプロットから計測した。その結果を図2に示す。その結果、測定後20sで充電電流は消失し、概ね25s後には律速となった。このため、以下の電流値の計測は25sの値を用いた。

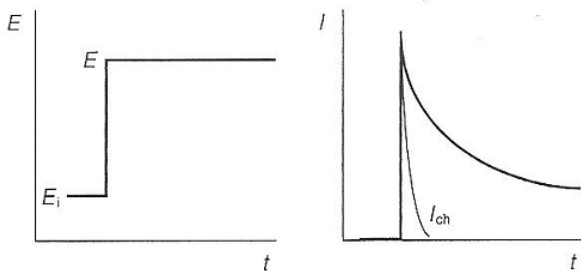


図1 クロノアンペロメトリーの原理

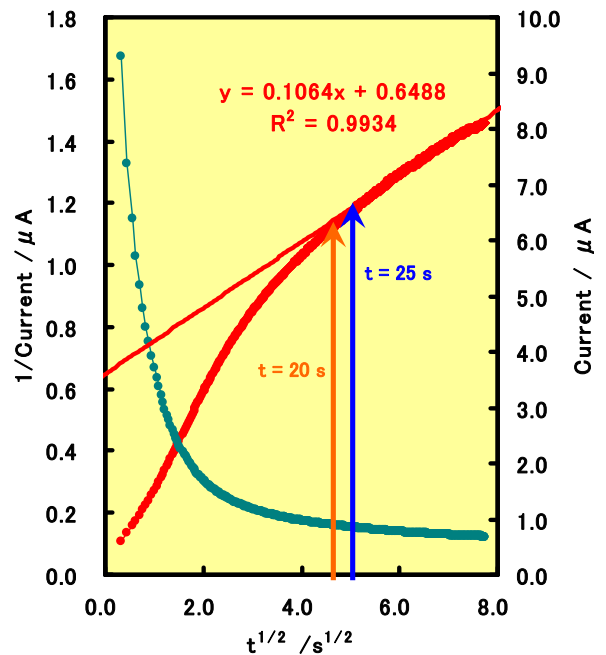


図2 コッレルプロット

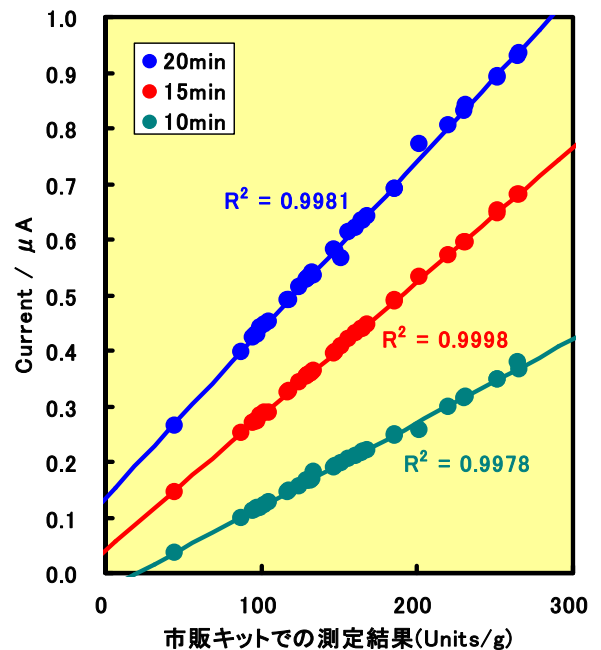


図3 応答値と市販キット結果との関係

#### 3-2 米麴をサンプルとした活性測定

グルコアミラーゼは前報<sup>2)</sup>の通り、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した。県内酒造メーカー9社で作製さ



れた米麴中のグルコアミラーゼの活性を電気化学測定法と市販キットでの結果の関係を表したのが図 3 である。反応時間を 10 分～20 分とすると、応答電流値に差はあるものの、いずれの時間においてもグルコアミラーゼ活性 44.7～265.2Units/g の範囲で良好な相関関係を示した。

### 3-3 市販バイオセンサを用いた測定

一般に販売されているバイオセンサで最も需要が高いのが血糖値測定用バイオセンサである。各社様々な測定方法があるが、基本的にはグルコースオキシダーゼと血中グルコースとの反応を利用したものである。このことから、麴のグルコアミラーゼ活性測定に応用が可能であるかを検討した。用いたサンプルは市販キットにより 97.6、167.8、185.5Units/g と求められた麴である。市販のバイオセンサとして(株)タニタ製の尿糖計(UG-201)を用いた。また、グルコースの測定は(株)アイアンドティー製全自動糖分析装置(GA05)を用いた。

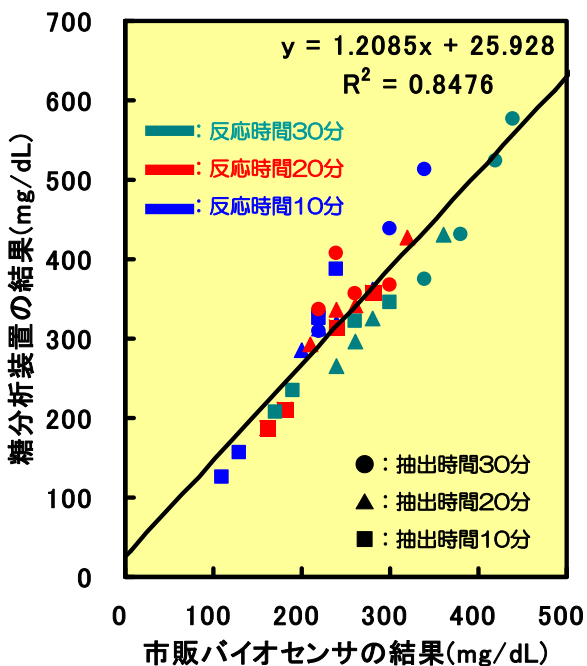


図 4 市販バイオセンサと糖分析装置の  
応答値の関係

2%可溶性デンプン溶液 2mL に麴抽出液を 0.1mL 添加し、反応時間 10 分ごとの応答値を測定した結果を図 4 に示す。その結果、市販のバイオセンサの場合、糖分析装置と比較して応答値が低く検出されるものの、抽出時間に関わらず比較的高い相関が得られた。このことから所定分析法に記載の下式から概ねのグルコアミラーゼ活性を求めることが出来る。

酵素活性(Units/g)

$$= (\text{反応前グルコース量}(\text{mg/dL}) - \text{反応後グルコース量}(\text{mg/dL})) \times 60 / \text{反応時間}(\text{分}) \times 2 / 0.1 \times 5 / 100$$

$$= \text{生成グルコース量}(\text{mg/dL}) \times 60 / \text{反応時間}(\text{分})$$

市販のバイオセンサは試料中のグルコース量に応じて分解能が変化する。米麴のグルコース量は概ね 2～4%であるため、本方法で抽出すると、初期グルコース量は 100～200mg/dL 程度となる。本研究で用いたバイオセンサは 200～500mg/dL の範囲で分解能が 20mg/dL となることから反応時間は概ね 30 分程度は必要であると思われる。

## 4 結 言

電気化学測定法を利用したグルコアミラーゼの簡便・迅速な測定法を検討した。

その結果、作製した酵素電極および市販バイオセンサを用いたいずれの方法でも、市販キットとの相関が確認された。所定分析法での測定の場合、吸光光度計を用いた光学的検出を行うため、試料に着色や濁りなどがあるときには測定値に大きく影響を及ぼす。そのため、試料調整は米麴から酵素を抽出した後、透析やろ過、遠心分離などの作業が求められる。

一方で電気化学測定の場合、酵素反応物を電極上で酸化、還元反応させ、そのときの電子移動量を計測するため試料の濁り、着色の影響がない。このことから、麴から酵素を抽出する際に高速抽出を可能とし、その後の操作もないまま測定が可能である。吸光光度計が無い場合や緊急的な分析などには有効であると思われる。

## 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) 佐藤稔英、中山繁喜、米倉裕一、平野高広、山口佑子：酵素力価の電気化学的測定の検討, 岩手県工業技術センター研究報告, 16, 113 (2009)

## 赤ワイン用ぶどうの醸造試験（Ⅱ）\*

平野 高広\*\*、米倉 裕一\*\*、山口 佑子\*\*

遠山 良\*\*、大野 浩\*\*\*、田村 博明\*\*\*

岩手県の冷涼な気候に適した新しい赤ワイン用ぶどう 2 品種（ビジュノワール、アルモノワール）の醸造試験を行った。官能評価の結果、2 品種とも果実の未熟さを連想させる「青ピーマン」の香りや「若い」などの指摘があったが、香味の複雑さから将来に期待するとの評価もあった。

キーワード：2008 年、醸造試験、醸造専用ぶどう品種

## Brewing Test of Red Wines from Grape Cultivars (II)

HIRANO Takahiro, YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko

TOYAMA Ryo, OHNO Hiroshi and TAMURA Hiroaki

Wines were made from two red grape cultivars, *Bijou Noir* and *Harmo Noir*, suited for cold climates in Iwate prefecture. Sensory test showed that these wines were young and had flavor of green bell pepper *etc.* These characters may mean unripe grapes. It is not good description. But these two cultivars are expected to produce good wine grapes because wines made from them have a complex flavor.

key words: 2008 year, brewing test, wine grape cultivar, *Bijou Noir*, *Harmo Noir*

### 1 緒 言

現在、岩手県の推奨品種に登録されている醸造専用ぶどうは、白ワイン用ではリースリング・リオンと S-9110 の 2 品種であり、リースリング・リオンは岩手の主要な白ワイン品種となっている<sup>1)</sup>。赤ワイン用ではメルローとカベルネ・フランの 2 品種が奨励されているが、岩手のような寒冷地では酸味が強く、着色不良が起きるなどの品質低下がしばしば見られることから、岩手に合った品種の選抜が必要とされている。

平成 16～18 年度（2004 年～2006 年）の研究に於いて<sup>2～4)</sup>、山梨県で育種選抜した赤ワイン用ぶどう品種のうち、岩手の冷涼な気候風土にあった系統として山梨 38 号と同 44 号を選抜した。これらの系統は山梨県がビジュノワール、アルモノワールとして品種登録した。

本報では、これら 2 品種の県内への普及を目的に、2007 年<sup>5)</sup>に引き続き 2008 年における醸造適性について検討した。なお、県内ワイナリーに直接品種の特性を把握して頂くため、醸造試験は株

式会社エーデルワイン様にて実施して頂いた。

### 2 方 法

#### 2-1 試験樹について

前報<sup>5)</sup>同様、山梨県果樹試験場で醸造用として育成され、岩手県農業研究センター（北上市）に植栽されているビジュノワール及びアルモノワールを用いた。これらの試験樹は、平成 12 年に植栽され、植栽時樹齢は 1 年生である。

表 1 交配組み合わせ

試験品種	交 配
ビジュノワール	山梨 27 号(甲州三尺×メルロー)×マルベック
アルモノワール	カベルネ・ソービニオン×ツヴァイゲルト・レーベ

#### 2-2 果汁、ワインの一般分析

前報<sup>5)</sup>に従った。なお資化性窒素量はホルモール滴定により分析した。

#### 2-3 ワインの醸造

株式会社エーデルワイン様にて以下の方法に

\* 優良赤ワイン用ぶどう品種の醸造適性

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 岩手県農業研究センター

て実施して頂いた。アルコール発酵は、乾燥ワイン酵母 L-2323(ラルバン社製) を 0.4g/L 添加して、かもし発酵させた。補糖は、結晶ブドウ糖をアルコール分が 13%(v/v)になるように行った。発酵中は1日1回攪拌を行った。アルコール発酵後、0.9 $\mu$ mのフィルターでろ過し瓶詰めした。

### 2-4 官能試験

平成21年2月12日の岩手県果実酒研究会第2回岩手ワイン試飲求評会にて行った。方法は、色、香り、味、総合評価、将来性についてコメントを書いてもらい、特に香りの特徴をマークする評価方法とした。なお香りの特徴は、文献<sup>6)</sup>を参考に図6のとおり設定した。評価者はワインメーカー11名、日本ソムリエ協会有資格者20名、試験研究機関等13名の計44名で、香りの特徴の評価には14名に協力して頂いた。なお、山梨県果樹試験場から提供頂いた山梨県山梨市産のビジュノワール(2007年産、樹齢10~15年、樽熟成)及びアルモノワール(2008年産、樹齢5~15年)のワインも同様に試飲し比較した。

## 3 結果と考察

### 3-1 気象と生育状況

2008年の有効積算温度、日照時間、降水量の平年値比較を図1に示した<sup>7)</sup>。平年に比べて有効積算温度は高く、日照時間は長く、降水量は少なかった。

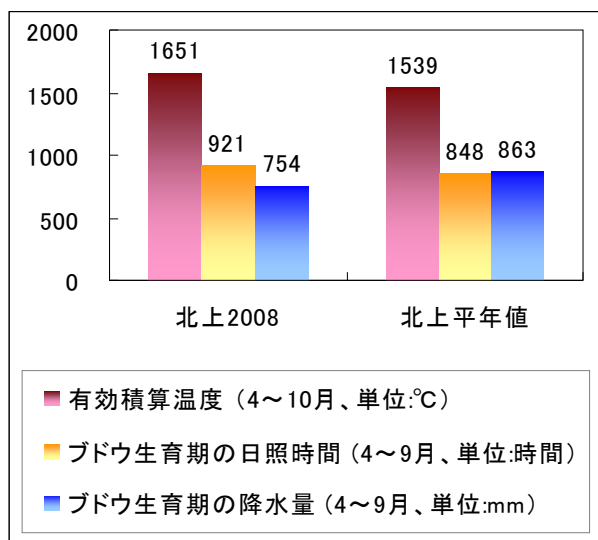


図1 有効積算温度、日照時間、降水量 (2008年 岩手県北上市)

図2に平均気温と降水量の経過を示す。春の霜害、8月下旬の降雨による気温の低下などで生食用品種では収量が減少したものがあつたが、2品種とも大きな影響は受けず順調に生育し平年並

みの収量となつた。

生育状況を表2に示す。発芽期と開花期は過去4年間とほぼ同じであつた<sup>2~5)</sup>。収穫期は、2007年<sup>5)</sup>と同様に過熟しないよう9月中~下旬とした。

表2 生育状況

試験品種	発芽期	開花盛期	収穫日
ビジュノワール	5/1	6/20	9/17
アルモノワール	5/5	6/19	9/25

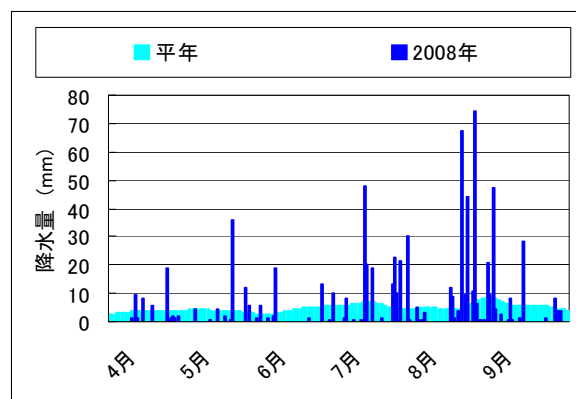
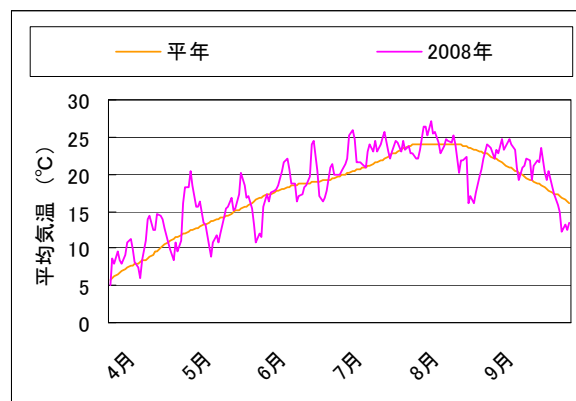


図2 平均気温(上)と降水量(下)の経過 (2008年 岩手県北上市)

### 3-2 原料果汁

原料果汁の成分を表3に示す。糖度は、ビジュ

表3 原料果汁

試験品種	糖度 (Brix°)	資化性		pH
		蜜素 (mg N/L)	総酸 (%)	
ビジュノワール	17.0	117.6	1.10	3.2
アルモノワール	20.0	173.6	0.84	3.4



図3 果実の写真

(左：ビジュノワール、右：アルモノワール)



図4 ワインの写真

(左：ビジュノワール、右：アルモノワール)

ノワールがやや低かったものの、2品種とも過去4年間と同等であった<sup>2~5)</sup>。総酸は、2品種とも過去4年間と比べて最も高かった<sup>2~5)</sup>。

図3は果実の写真である。着色の良い果実であった。

### 3-3 醸造試験

醸造試験は(株)エーデルワイン様にて実施して頂いた。両品種とも収穫日の翌日に酵母添加しアルコール発酵を開始した。ビジュノワールは37kgの果実を用い、発酵期間は8日間、発酵温度は発酵開始時21℃で最高31.5℃、圧搾後に30Lのワインを得た。アルモノワールは33kgの果実を用い、発酵期間は12日間、発酵温度は発酵開始時17℃で最高32℃、圧搾後に24Lのワインを得た。

### 3-4 ワイン

ワインの写真を図4示す。またワインの一般成分を表4に示す。2品種ともアルコール度数13%強、総酸0.7%前後の色の濃いワインであった。

総フェノールはワインの色、収斂味や苦味、他の味の一部を構成する成分であるが<sup>8)</sup>、例年の1.5倍ほど高かった。2品種の醸造試験を開始した2004年から2008年までの総フェノール濃度と最高発酵温度の関係を調べたところ、2品種とも高い相関関係にあった(図5)。気象や栽培・醸造方法の異なる5年間において、単純に最高発酵温度だけが総フェノールの抽出効率に左右するとは考えにくい、最高発酵温度が高い造り手ほ

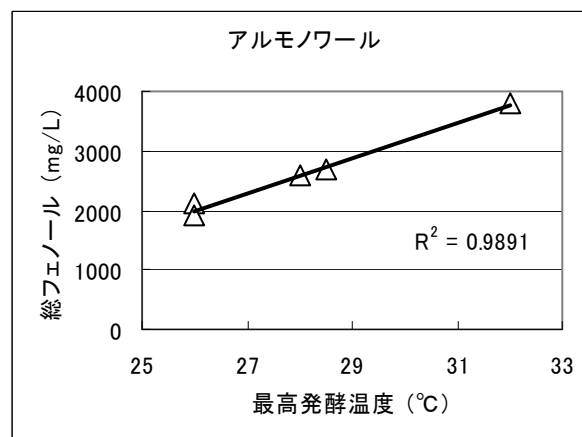
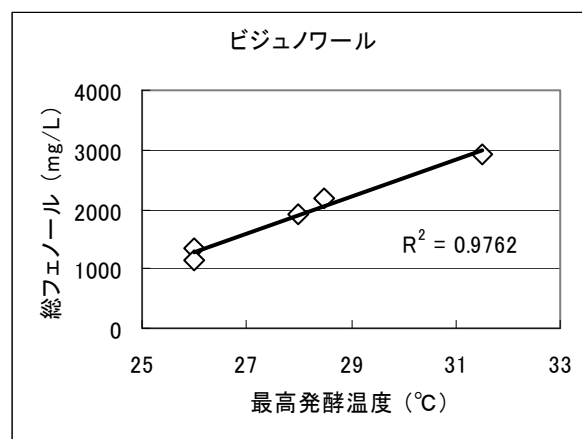


図5 総フェノール濃度と最高発酵温度の関係  
(上：ビジュノワール、下：アルモノワール)  
(2004年～2008年)

表4 ワインの成分

試験品種	アルコ ール (%)	比重	総酸 (%)	エキス (%)	残糖分 (g/l)	pH	色調		資化性 窒素 (mg N/l)	酒石酸 (%)	リンコ <sup>+</sup> 酸 (%)	コハク酸 (%)	総フェノ ール (mg/l)
							430nm ×10	530nm ×10					
ビジュ ノワール	13.2	0.992	0.77	2.0	1.7	3.43	0.369	0.704	44.8	0.18	0.33	0.12	2909
アルモ ノワール	13.3	0.994	0.67	2.5	4.3	3.86	0.436	0.693	57.1	0.13	0.35	0.14	3801

どかもし期間が長くなる傾向もあり、これも要因の一つと思われる。なお、アルコール度、色調とも最高発酵温度との相関は低かった。

### 3-5 官能試験

官能試験のコメントの概要を表5に示す。また官能評価による香りの特徴を図6に示す。北上産ビジュノワールは、「酸味」や「タンニン」、「若い」のコメントとともに、香りの特徴では「チェリー」、「ラズベリー」、「ブルーベリー」「ブラックチェリー」、「すみれ」、「コショウ」、「腐葉土」の指摘がやや多く、「青ピーマン」と「青草」の指摘が特に多かった。「青ピーマン」の原因物質はメトキシピラジン、「青草」はヘキサノールなどであり、これらは積算温度が低い収穫年や地域の特徴（欠点）と言われており<sup>6,9,10)</sup>、山梨産では少ないことから北上の冷涼な気候によると思われる。これらの香りは果実の未熟さを連想させることから「若い」とのコメントにも繋がっている。これらの物質は、ぶどうの房数の制限やベレゾン後の除葉作業、除房作業、醸造条件で軽減・消失できると言われており<sup>6,9,10)</sup>、栽培・醸造条件の改善が望まれる。

北上産アルモノワールは、「しっかりしたタンニン」、「平坦」、「若い」とのコメントとともに、香りでは「ラズベリー」、「ブルーベリー」、「ブラックチェリー」、「青ピーマン」、「甘草」の指摘が多かった。「若い」、「青ピーマン」との特徴を減らすために北上産ビジュノワールと同様に栽培・醸造条件の改善が必要と思われる。

2品種とも北上産は山梨産に比べて指摘された香りの特徴が多く「要素が多い」とコメントした評価者もいた。これは香味がより複雑であることを示しており、これが「将来に期待」とのコメントに繋がっている。なお、山梨産は2品種ともバランスの良さなど、完成度の高さを指摘するコメントが多かった。

表5 官能試験結果

試験品種	産地	コメント概要
ビジュノワール	北上	酸味、タンニン、若い、将来に期待
	山梨	タンニン、なめらか、バランス良い
アルモノワール	北上	しっかりしたタンニン、平坦、若い、将来に期待
	山梨	タンニン、バランス良い

## 4 結 言

平成16～18年度の研究成果<sup>2~4)</sup>から有望と評価したビジュノワールとアルモノワールについて、株式会社エーデルワイン様にてワインを醸造して頂き、岩手県果実酒研究会にて官能試験をおこなった。2008年は春の霜、8月下旬の降雨による気温低下が起きたが、2品種とも順調に生育した。ワインはアルコール度数13%強、総酸0.7%前後で、総フェノール濃度は例

年の1.5倍ほど高かった。官能評価では、2品種とも冷涼な気候によると思われる「青ピーマン」の香りや「若い」とのコメントなどが指摘され栽培・醸造条件の改善が望まれるが、香味の複雑さから将来に期待する意見もあった。今後も岩手県の奨励品種化及び県内ワイナリーへの普及を目指し醸造試験を継続する予定である。

## 謝 辞

本研究の遂行にあたり醸造試験を実施して頂いた株式会社エーデルワイン様、山梨産ワインを提供頂いた山梨県果樹試験場の皆様、貴重なアドバイスを頂いた岩手大学教育学部教授菅原悦子様、社団法人日本ソムリエ協会北東北支部長 ワインコーディネーター 福井富士子様、官能試験にご協力頂いた岩手県果実酒研究会参加者の皆様に心から感謝いたします。

## 文 献

- 1) 大澤 純也ら, 岩醸食試, 10 (1976) ~17 (1983)
- 2) 米倉 裕一ら, 岩手県工技センター研報, 12, 58-60 (2005)
- 3) 山口 佑子ら, 岩手県工技センター研報, 13, 73-75 (2006)
- 4) 山口 佑子ら, 岩手県工技センター研報, 14, 40-43 (2007)
- 5) 平野 高広ら, 岩手県工技センター研報, 15, 92-95 (2008)
- 6) 富永 敬俊, アロマパレットで遊ぶーワインの香りの七原色, ワイン王国, 2006
- 7) 気象庁気象統計情報
- 8) Yair Margalit, Concepts in wine technology, The wine appreciation guild, 2004
- 9) 富永 敬俊, きいろの香り, フレグランスジャーナル社, 2006
- 10) 橋爪 克己, 日本醸造協会誌, 94(12), 966-973 (1999)

赤ワイン用ぶどうの醸造試験（Ⅱ）

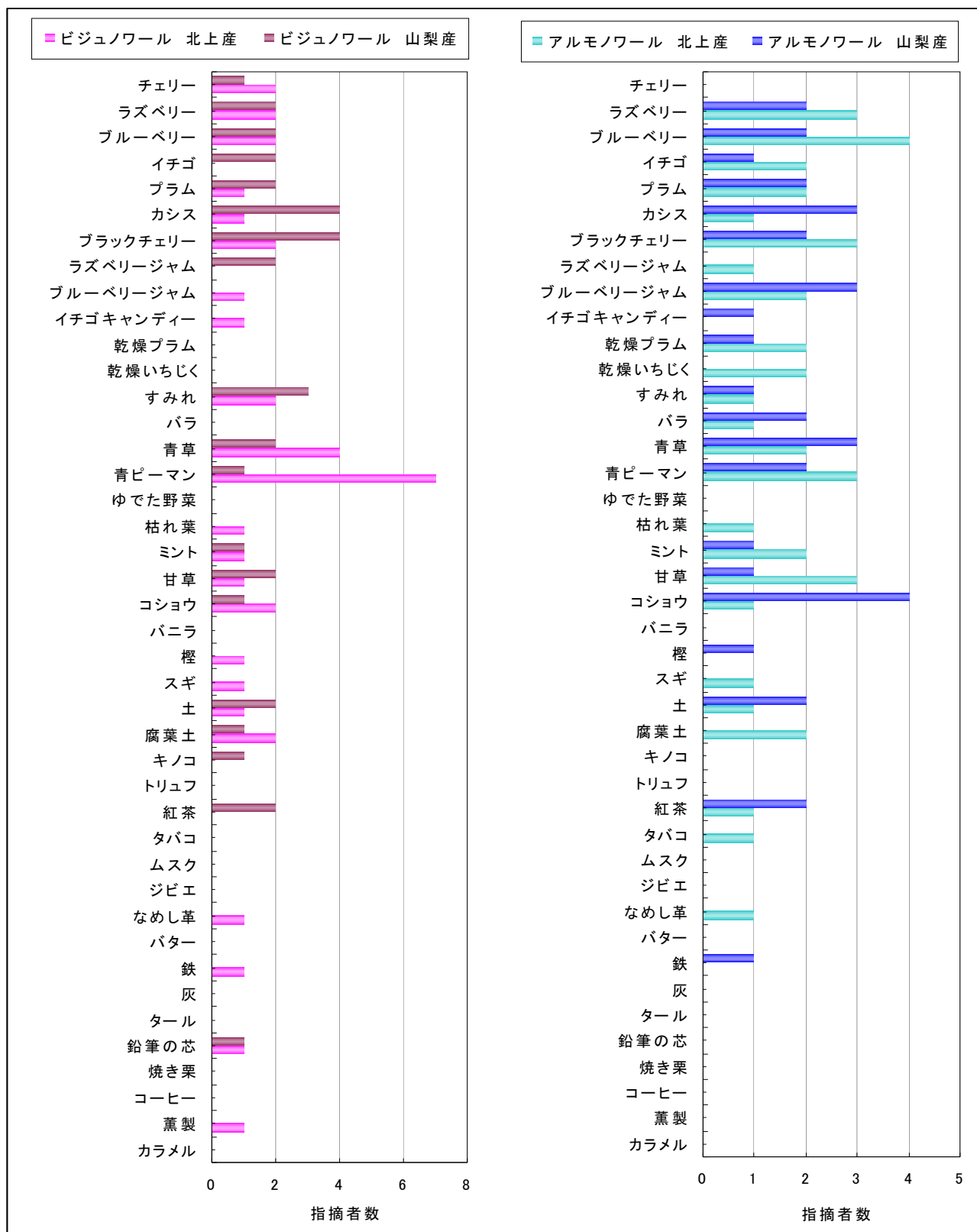


図6 官能評価による香りの特徴  
(左：ビジュノワール、右：アルモノワール)



## 赤ワイン用ぶどうの醸造試験（Ⅲ）\*

平野 高広\*\*、米倉 裕一\*\*、山口 佑子\*\*

遠山 良\*\*、大野 浩\*\*\*、田村 博明\*\*\*

岩手県の冷涼な気候に適した新しい赤ワイン用ぶどう 2 品種（ビジュノワール、アルモノワール）の醸造試験を行った。官能評価の結果、2 品種とも果実の未熟さを連想させる「青ピーマン」や「青草」の香りが指摘されたが、ビジュノワールには熟成後や将来に期待するとの評価があった。

**キーワード：2009 年、醸造試験、醸造専用ぶどう品種**

## Brewing Test of Red Wines from Grape Cultivars (III)

HIRANO Takahiro, YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko

TOYAMA Ryo, OHNO Hiroshi and TAMURA Hiroaki

Wines were made from two red grape cultivars, *Bijou Noir* and *Harmo Noir*, suited for cold climates in Iwate prefecture. Sensory test showed that these wines had flavor of green bell pepper and green glass etc. These characters may mean unripe grapes. But *Bijou Noir* wine seems that improves after aging. And, it is expected that *Bijou Noir* produce good wine in the future.

**key words: 2009 year, brewing test, wine grape cultivar, *Bijou Noir*, *Harmo Noir***

### 1 緒 言

現在、岩手県の推奨品種に登録されている醸造専用ぶどうは、白ワイン用ではリースリング・リオンと S-9110 の 2 品種であり、リースリング・リオンは岩手の主要な白ワイン品種となっている<sup>1)</sup>。赤ワイン用ではメルローとカベルネ・フランの 2 品種が奨励されているが、岩手のような寒冷地では酸味が強く、着色不良が起きるなどの品質低下がしばしば見られることから、岩手に合った品種の選抜が必要とされている。

平成 16～18 年度（2004 年～2006 年）の研究に於いて<sup>2～4)</sup>、山梨県で育種選抜した赤ワイン用ぶどう品種のうち、岩手の冷涼な気候風土にあった系統として山梨 38 号と同 44 号を選抜した。これらの系統は山梨県がビジュノワール、アルモノワールとして品種登録した。

本報では、これら 2 品種の県内への普及を目的に、2007 年<sup>5)</sup>、2008 年<sup>6)</sup> に引き続き 2009 年にお

ける醸造適性について検討した。なお、県内ワイナリーに品種の特性を把握して頂くため、醸造試験は株式会社紫波フルーツパーク様に実施して頂いた。

### 2 方 法

#### 2-1 試験樹

前報<sup>6)</sup>同様、山梨県果樹試験場で醸造用として育成され、岩手県農業研究センター（北上市）に植栽されているビジュノワール及びアルモノワールを用いた。これらの試験樹は、平成 12 年に植栽され、植栽時樹齢は 1 年生である。

表 1 交配組み合わせ

試験品種	交 配
ビジュノワール	山梨 27 号(甲州三尺×メルロー)×マルベック
アルモノワール	カベルネ・ソービニオン×ツヴァイゲルト・レーベ

\* 優良赤ワイン用ぶどう品種の醸造適性

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 岩手県農業研究センター

## 2-2 果汁、ワインの一般分析

前報<sup>6)</sup>に従った。

## 2-3 ワインの醸造

株式会社紫波フルーツパーク様にて以下の方法にて実施して頂いた。アルコール発酵は、乾燥ワイン酵母 Primeur (maurivin 社製) を添加して、最高品温約 25℃ でかもし発酵させた。補糖は、目標糖度 21 度として行った。

## 2-4 官能試験

平成 22 年 3 月 17 日の岩手県果実酒研究会にて行った。方法は、色、香り、味、総合評価、将来性についてコメントを書いてもらい、特に香りの特徴をマークする評価方法とした。香りの特徴は、文献<sup>7)</sup>を参考に図 7 のとおり設定した。評価者は県内ワイナリー 9 名、日本ソムリエ協会有資格者等 15 名、試験研究機関等 11 名の計 35 名で、香りの特徴の評価には 14 名に協力して頂いた。また、一年間熟成させた 2008 年産ワインも同時に評価した。

## 3 結果と考察

### 3-1 気象、生育状況、果実品質

2009 年は平年に比べて有効積算温度は高く、日照時間は長く、降水量は少なく、ワイン用ぶどうの生育に適した年となった(図 1)<sup>8)</sup>。発芽から開花の時期は平年並みであった(表 2)。新梢伸長は、生育期前半は平年を上回ったが、7 月下旬から 8 月は低温の影響により停滞気味となった(図 2)。着色は平年よりも早かった。8 月下旬の多雨と 9 月の記録的な少雨から、他の品種では成熟の度合いに差が出たが、2 品種とも順調に成熟し(図 3 果実の写真)、糖度は過去 5 年間の平均値とほぼ同等で総酸はわずかに高い値であった(図 4)。収量は、予想以上に増えてビジュノワールは 2008 年の約 2 倍、アルモノワールは約 3 倍の収量となった。これは、開花期が好天であったため結実率が良かったこと、樹冠が毎年拡大していること、さらに 9 月の記録的な少雨のためと思われる。

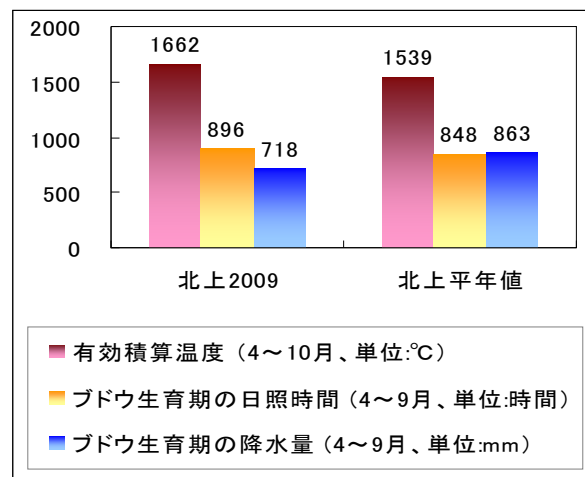


図 1 有効積算温度、日照時間、降水量<sup>8)</sup>  
(2009年 岩手県北上市)

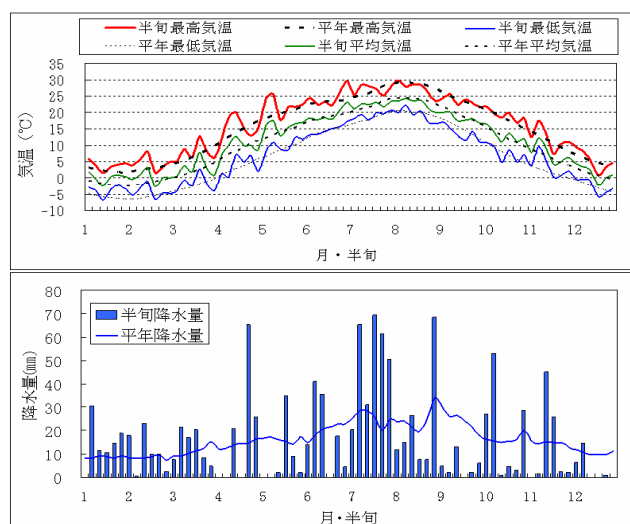


図 2 気温(上)と降水量(下)の経過<sup>8)</sup>  
(2009年 岩手県北上市)

表 2 生育状況

試験品種	発芽期	開花盛期	収穫期
ビジュ	2009 5/4	6/21	9/25
ノワール	平年 5/6	6/23	9/26
アルモ	2009 5/7	6/23	9/25
ノワール	平年 5/7	6/23	9/29

表 3 原料果汁

試験品種	糖度 (Brix°)	資化性		pH
		窒素 (mg N/L)	総酸 (%)	
ビジュノワール	18.5	128	0.84	3.1
アルモノワール	20.0	177	0.78	3.2



図3 果実の写真  
(左：ビジュノワール、右：アルモノワール)

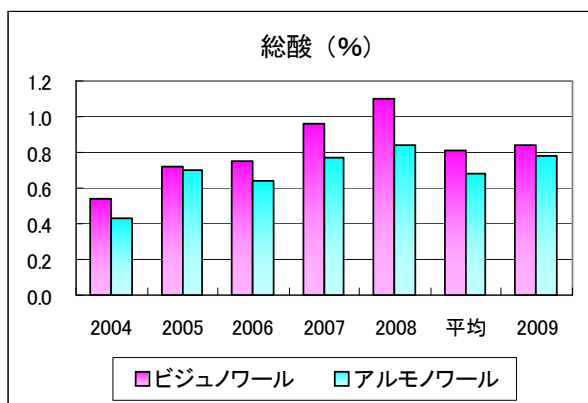
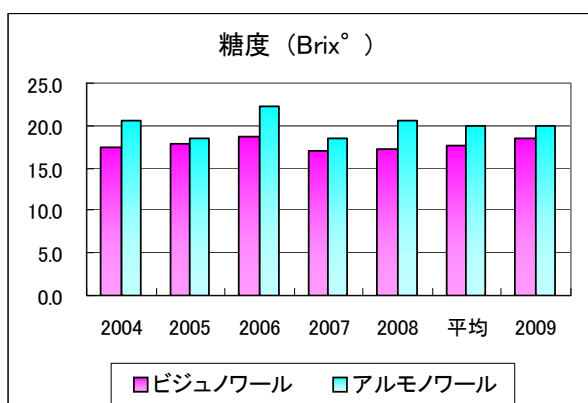


図4 果汁の糖度及び総酸の推移  
(平均は過去5年間の平均値)

### 3-2 醸造試験

醸造試験は(株)紫波フルーツパーク様にて実施して頂いた(図5)。2品種とも収穫日9/25に除

梗、破碎、酵母添加しアルコール発酵を開始した。アルコール発酵は10/5に終わり、圧搾は10/25に行った。



図5 試験醸造の様子

### 3-3 ワイン

ワインの写真を図6示す。またワインの一般成分を表4に示す。2品種ともワインの色は良好で、アルコール度数10%未満のやや軽い仕上がりと



図6 ワインの写真  
(左：ビジュノワール、右：アルモノワール)

表4 ワインの成分

試験品種	アルコ ール (%)	比重	総酸 (%)	エキス (%)	残糖分 (g/l)	pH	色調		資化性 窒素 (mg N/l)	酒石酸 (%)	リンゴ酸 (%)	コハク酸 (%)	総フェノ ール (mg/l)
							430nm ×10	530nm ×10					
ビジュ ノワール	8.6	0.9965	0.62	2.3	0.6	3.6	0.54	0.77	35	0.17	0.25	0.18	1449
アルモ ノワール	7.9	0.9991	0.65	2.8	1.4	3.8	0.77	0.99	53	0.15	0.34	0.19	2404

### 3-4 官能試験

官能試験のコメントの概要を表5に示す。また官能評価による香りの特徴を図7に示す。

2009年産は、2品種とも、「青ピーマン」と「青草」、「土」、「軽い」とのコメントが目立った。「青ピーマン」と「青草」の香りの原因物質は、それぞれメトキシピラジン、ヘキサノールなどで、これらは積算温度が低い年や地域の特徴(欠点)であり、ぶどうの房数の制限やベロン後の除葉作業、除房作業、醸造条件で軽減・消失すると報告されている<sup>7,9,10)</sup>。今年度は昨年度よりも摘房を強めに行ったが、気候の影響で予想以上に収量が増えたこともあり、昨年度<sup>6)</sup>に引き続き指摘された。今後はさらに栽培・醸造上の改善を試みてこれらの低減させ、品種由来の香気を増やしたい。また、「軽い」という指摘については収量が多く、かつアルコールが少ないためと思われた。今後は房数の制限などにより凝縮感を高めて評価をしたい。

2008年産は一年熟成したこともあり、2009年産よりもバランスの良さやまとまりがあるとのコメントがあった。とくにビジュノワールでは「熟成後に期待」や「将来性あり」とのコメントがあった。

表5 官能試験結果

試験品種	収穫年	コメント概要
ビジュノワール	2009	野菜や青臭い香りが強い。土臭い。果実の香り。軽い。
	2008	2009よりバランス良く飲みやすい。野菜の香り。熟成後に期待。将来性あり。
アルモノワール	2009	野菜や青臭い香りが強い。平坦。軽い。
	2008	2009よりまとまりあり。タンニン。青臭い。

### 4 結 言

平成16~18年度の研究成果<sup>2~4)</sup>から有望と評価したビジュノワールとアルモノワールについて、株式会社紫波フルーツパーク様にて醸造試験をして頂き、岩手県果実酒研究会にて官能試験をおこなった。2009年は収量が予想以上に増えたこともあり、やや軽いワインとなった。官能評価では、2品種とも冷涼な気候によると思われる「青ピーマン」や「青草」の香りが指摘されたが、ビジュノワールには熟成後や将来性に期待するコメントがあった。今後は、栽培・醸造条件を改善し、岩手県内への普及を視野に試験を継続したい。

### 謝 辞

本研究の遂行にあたり醸造試験を実施して頂いた株式会社紫波フルーツパーク様、貴重なアドバイスを頂いた岩手大学教育学部教授菅原悦子様、官能試験にご協力頂いた岩手県果実酒研究会参加者の皆様から感謝いたします。

### 文 献

- 1) 大澤 純也ら, 岩醸食試, 10 (1976) ~17 (1983)
- 2) 米倉 裕一ら, 岩手県工技センター研報, 12, 58-60 (2005)
- 3) 山口 佑子ら, 岩手県工技センター研報, 13, 73-75 (2006)
- 4) 山口 佑子ら, 岩手県工技センター研報, 14, 40-43 (2007)
- 5) 平野 高広ら, 岩手県工技センター研報, 15, 92-95 (2008)
- 6) 平野 高広ら, 本誌
- 7) 富永 敬俊, アロマパレットで遊ぶーワインの香りの七原色, ワイン王国, 2006
- 8) 気象庁気象統計情報
- 9) Yair Margalit, Concepts in wine technology, The wine appreciation guild, 2004
- 10) 富永 敬俊, きいろの香り, フレグランスジャーナル社, 2006
- 11) 橋爪 克己, 日本醸造協会誌, 94(12), 966-973 (1999)

赤ワイン用ぶどうの醸造試験（Ⅲ）

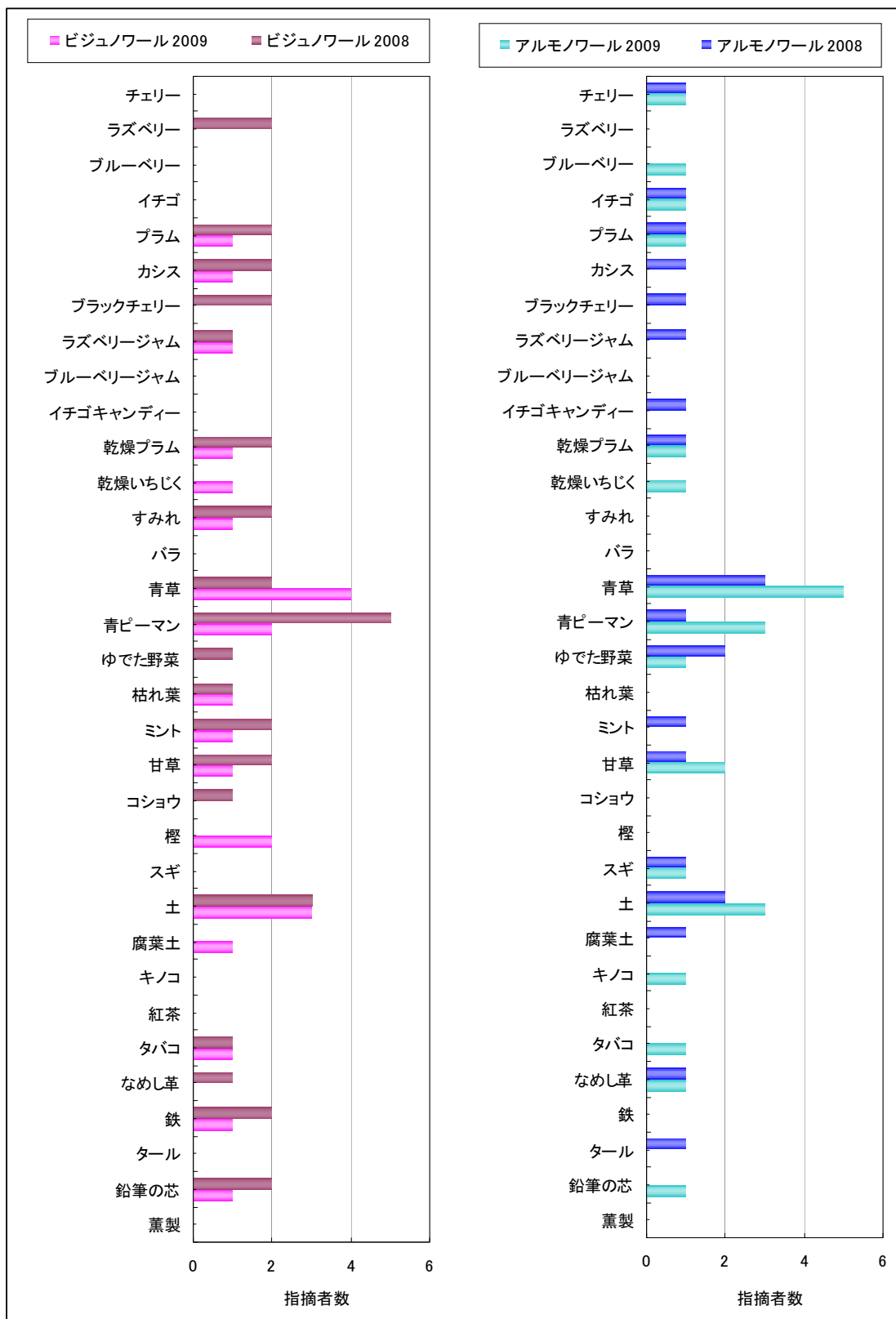


図7 官能評価による香りの特徴  
(左：ビジュノワール、右：アルモノワール)

# 白ワインの小規模醸造試験\*

平野 高広\*\*、米倉 裕一\*\*、山口 佑子\*\*、遠山 良\*\*

白ワインの小規模醸造試験を一升瓶、3L 容ステンレス容器、2L 容ペットボトル、10L 容フラスコ（対照）を発酵容器として行った。一升瓶に発酵栓をつけて空気の接触を防いだ場合、対照よりも評価の高いワインを作ることができ、小規模でも高品質な白ワインを製造できることが明らかとなった。

**キーワード：**白ワイン、小規模醸造

## White Wine Making on a Small Scale

HIRANO Takahiro, YONEKURA Yuichi, YAMAGUCHI Yuko and TOYAMA Ryo

We tested white wines making on a small scale in a 1.8 liter glass bottle, in a 3 liter stainless vessel, and in a 2 liter plastic bottle. Wine made in a 1.8 liter glass bottle with a fermentation lock was evaluated higher in the sensory test than that in a 10 liter glass flask as a reference.

**key words:** white wine, small scale making

### 1 緒 言

ワインの製造において栽培・醸造条件等を検討する場合、小規模で再現性の良い試験醸造が可能であれば、限られた数量の原料ぶどうで多くの試験区を設けることができる。

本研究では、様々な小規模容器を用いて、酸化等による劣化が起こりやすい白ワインの醸造試験を行った。

### 2 方 法

#### 2-1 原料ぶどう

紫波町産リースリング・リオンを用いた。なお果汁圧搾時にピロ亜硫酸カリウムを 100mg/L 添加した。

#### 2-2 果汁、ワインの一般分析

文献<sup>1)</sup>に従った。

#### 2-3 ワインの醸造

表 1 に使用した発酵容器、もろみ数量等の醸造条件を示す。発酵後期から瓶詰めまでの貯蔵中に実施した空気接触の防止方法も記載した。これにより酸化による劣化を防いだ。なお 10L 容フラスコは近年試験醸造に使用している発酵容器で、酸化が起こりにくくワインの評価が比較的高かったため対照として用いた。アルコール発酵は、果汁にワイン用乾燥酵母 EC1118(ラルバン社製)を

添加した後、室温 15℃下で行った。補糖は結晶ブドウ糖にて潜在アルコール分が 13%(v/v)になるよう行った。発酵は残糖分が 1%前後となった時点で冷蔵して停止した。その後、澱引きし 0.8 ミクロンのメンブレンフィルターで濾過して瓶詰めした。なお澱下げは行わなかった。

表 1 醸造条件

発酵容器	もろみ数量(L)	空気接触の防止方法
一升瓶	1.5	水を入れた発酵栓
3L 容ステンレス容器 180×160mm φ	2.8	液面をフィルムで覆う
2L 容角形ペットボトル 107×87×306mm	1.7	蓋を炭酸ガスが抜ける程度に閉める
10L 容丸底フラスコ (対照)	6.5	水を入れた発酵栓

#### 2-4 官能試験

官能試験は弊所 醸造担当職員 6 名にて、外観 2 点、香り 5 点、味 5 点、酸化による劣化などの問題となる香り 5 点、総合評価 10 点として評価をした。

また、一升瓶にて製造したワインの評価を平成 22 年 3 月 17 日の岩手県果実酒研究会にて、県

\* 小規模白ワイン醸造法の開発  
\*\* 食品醸造技術部



内ワイナリー6名、日本ソムリエ協会有資格者等11名、県内試験研究機関等3名の計20名からコメントを頂いた。

品温が高く維持されたためと思われる。

### 3 結果と考察

#### 3-1 原料果汁

原料果汁の成分を表2に示す。糖度と総酸がやや高めであった。

表2 原料果汁

糖度 (Brix°)	資化性窒素 (mg N/L)	総酸 (%)	pH
19.5	96	1.1	2.9

#### 3-2 醸造試験

発酵経過を図2に示す。発酵は概ね順調に進み発酵日数25~38日で発酵が終了した。対照以外のもろみ数量の近い容器で比較すると、ペットボトルが一番発酵が早く、次に一升瓶、最後にステンレス容器の順となった。この原因として、容器の熱伝導率が低いほど室温の影響を受けずに発酵熱で品温が上がり、発酵速度が早くなった可能性がある。また、同じガラス製の容器である一升瓶とフラスコでは後者が発酵速度が早かった。これはもろみ数量が多いほど発酵熱が逃げにくく

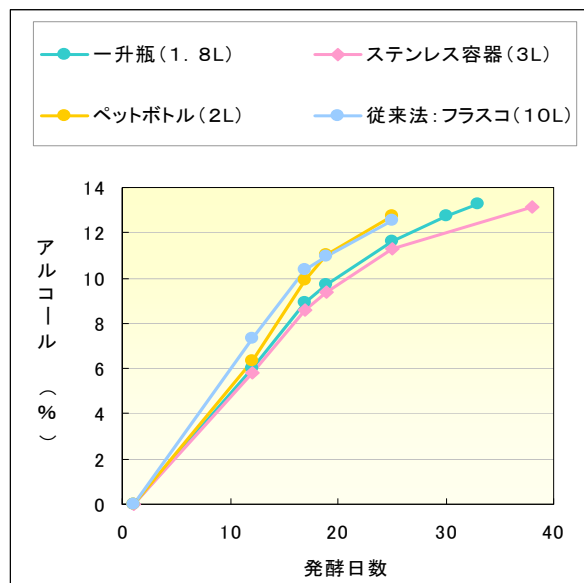


図2 発酵経過

#### 3-3 ワイン

ワインの一般成分を表4に示す。直糖に若干の差が出たが、それ以外の成分に大きな差は生じなかった。

表3 ワインの成分

発酵容器	アルコール (%)	比重	エキス (%)	資化性窒素 (mg N/L)	総酸 (%)	pH	直糖 (%)
一升瓶	13.3	0.9922	2.5	17	1.0	2.9	0.3
3L容ステンレス製容器	13.2	0.9928	2.8	20	1.0	2.9	0.7
2L容ペットボトル	13.4	0.9949	3.4	18	1.1	3.0	1.2
10L容フラスコ	13.1	0.9955	3.4	17	1.2	3.0	1.2

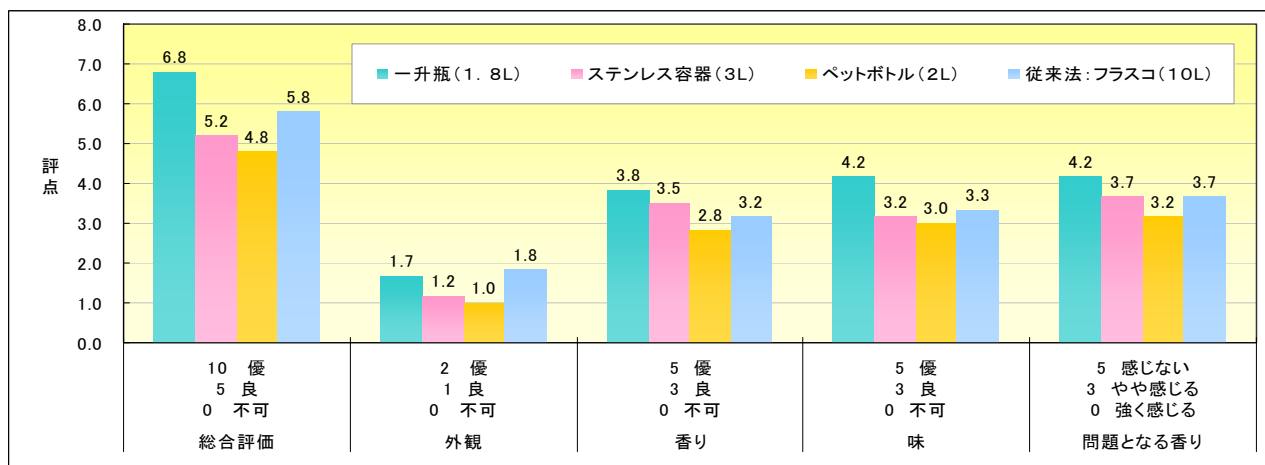


図3 官能試験結果

### 3-4 官能試験

官能試験結果を図3に示す。総合評価では一升瓶を使った場合が一番評価が高く、次いでフラスコ（対照）であった。一升瓶、フラスコとも発酵栓で空気接触を防いでおり、この結果から発酵栓の酸化防止効果が高いことが示唆された。ステンレス容器、ペットボトルを用いた場合、外観をはじめ全ての評価が低かった。これは澱下げや発酵後の亜硫酸添加をしていないためにワインにわずかに混濁が生じたことも影響したと思われる。これらの容器に濾過後もわずかな混濁が生じた原因は不明であるが、澱下げや発酵後の亜硫酸添加をすれば混濁が減り酒質が向上する可能性がある。『問題となる香り』については、全ての容器で『感じない』から『やや感じる』の範囲であり、ある程度の酸化防止ができたと思われる。

なお、官能試験で高評価であった一升瓶で試作したワインを岩手県果実酒研究会でテイastingした結果、3名からは『苦味』や『香りが弱い』との指摘があったが、17名からは『きれい』や『バランスが良い』など比較的高いコメントを頂いた。

これらの結果から、小規模でも品質の高い白

ワインが製造出来ることが示された。ただし、他の試験において、一升瓶を使用しても酸化による劣化が指摘されたことがあり、本試験で高評価が得られた容器であっても酸化防止を徹底することは重要である。

### 4 結 言

白ワインの小規模醸造試験の結果、一升瓶を発酵容器に使用した場合、対照の10L容フラスコよりも官能試験の評価が高かった。またこのワインは岩手県果実酒研究会での評価も比較的高く、小規模においても品質の高い白ワインが製造出来ることが明らかとなった。また、もろみの品温は、小規模かつ熱伝導率が高いほど、室温の影響を受け易い傾向にあった。

### 文 献

- 1) 平野 高広ら, 岩手県工業技術センター研究報告, 15, 92-95 (2008)

## 発酵種によるパンの風味向上効果の検討\*

島津 裕子\*\*

近年、パンの風味向上を目的に発酵種への関心が高まり、発酵種を使用したパンも出回ってきている。なお、自家製で発酵種を製造するには熟練と労力を要するが、専門メーカーが製造、販売するようになり、利用しやすい状況になっている。そこで、これら発酵種の使用が、パンの風味向上にどの程度寄与するのか、官能試験を中心に調査を試みた。ただし、発酵種のみでは、パンの膨らみに長時間要することから、パン酵母併用とした。

その結果、発酵種には一般的に好まれるタイプのもの、風味が個性的で一部の人に好まれるタイプのもの等あった。発酵種を使用したパンの風味は、発酵種の種類による違いの他、その使用量によっても違いがあった。このことから、発酵種の風味を活かしたパンを製造するためには、発酵種の種類と適切な使用量が要となる。

**キーワード：発酵種、風味向上効果**

## Effect of the Starters on Flavor Improvement of Breads

SHIMAZU Hiroko

Concern in using starter, in order to improve the flavor of breads, has been increased recently and such type of breads, using starter, are appearing on the market. Because it needs much efforts and skills to make a starter at home, makers has begun to supply various starters. We examined mainly by sensory evaluation to what degree, using of starters contributes to improvement of breads' flavor. Using only the starters, long time was need to rise dough, so baker yeast is added.

In the results, one is popular generally, the others having unique flavor is popular among restricted customers. The flavor of breads was affected by characteristic and quantity of the starters. Thus, for baking breads having rich flavor, it depends on the choice and quantity of the starters.

**key words :starter, flavor improvement**

### 1 緒 言

近年、パンの原材料表示をみるとパン酵母を使用しながら、発酵種も使用しているパンが出まわってきている。現在は、純粋培養された優良なパン酵母を使用することにより、パンを安定的に製造することができる。種類も豊富に各種のパンが製造、販売されている。こうした中、さらなるパンの風味向上のため、発酵種の風味が利用されるようになってきたものである。

伝統的なパン種としては、イタリアのパネトーネサワー、ドイツのライサワー、フランスのルヴァン、アメリカのサンフランシスコサワー、そして日本の酒種等がある。しかし、いずれも伝統的パン種製法でその品質を安定的に保つには、かなりの熟練と労力を要する。発酵種の製造に5日程度、そして発酵

種のみでパンを発酵させるには長時間を要する。このような、伝統的製法では、商売としては厳しいものがある。

そこで、パン種の品質の安定と作業の合理化のため、専門メーカーの発酵種を利用するのも選択枝の一つである。そして、順調にパンを発酵させるためには、パン酵母の使用も必要と思われる。したがって、パン酵母と発酵種を併用することによって、それぞれのよさを活かした製パン方法が実用的と思われる。

今、種々の発酵種や風味種が市販されている。発酵種の使用効果については、メーカーの情報がほとんどであり、ユーザー情報は乏しい。これら発酵種を使用することによって、パンの風味はどの程度向上するか。4社8銘柄の発酵種、風味料について、

\* 基盤的・先導的技術研究開発事業

\*\* 食品醸造技術部

使用したパンの官能試験を実施し、その使用量や効果について検討したので、その結果を報告する。

## 2 実験方法

### 2-1 供試発酵種・風味量

市販発酵種・風味種の中から、表1の4社8銘柄を試験に供した。

表1 供試発酵種・風味量

試料	用途	使用目安 : 対粉
1 PC	食パン、菓子パン クロワッサン、デニッシュ	5~10%
2 PO	サワー種パン、バゲット ライ麦パン、雑穀パン	5~10%(バゲット) 20~30%(ライ麦パン)
3 KP	食パン、菓子パン、 硬焼きパン	5~15% 20~30%
4 KG	ソフナー効果の発酵風味料	4~8%
5 OL	フランスパン、クロワッサン	5~10%
6 OA	食感改善発酵液	3~6%
7 UF	ライ麦サワー	10~20%
8 UV	小麦サワー	1~5%

表2 食パン(ワンローフ)

配合		製造工程	
小麦粉	100	ミキシング	適宜
ドライイースト	1.5	捏ね上げ温度	28°C
塩	1.8	発酵温度	28°C
砂糖	10	時間	70分
卵	10	分割	50g
脱脂粉乳	3	ベンチタイム	15分
バター	10	ホイロ温度	38°C
水	適宜	ホイロ時間	45分
		焼成温度上	180°C
		焼成温度下	180°C
		焼成時間	14分

表3 テーブルロール

配合		製造工程	
小麦粉	100	ミキシング	適宜
ドライイースト	1.5	捏ね上げ温度	28°C
塩	1.8	発酵温度	28°C
砂糖	10	時間	70分
卵	10	分割	50g
脱脂粉乳	3	ベンチタイム	15分
バター	10	ホイロ温度	38°C
水	適宜	ホイロ時間	45分
		焼成温度上	180°C
		焼成温度下	180°C
		焼成時間	14分

### 2-2 供試小麦

製パン試験には県産小麦ゆきちから及び外麦強

力粉を用いた。なお、これらの蛋白質含量はゆきちから①9.4%、②9.5%、③11.1%、④10.6%、⑤9.6%、外麦強力粉 11.8%である。

### 2-3 製パン試験製造条件

発酵種の使用効果を検討するための製パン試験のレシピは表2~6によった。

### 2-4 官能評価

パンの官能評価は外観、色、味、香り、総合の各項目について良い5、やや良い4、普通3、やや劣る2、劣る1の5段階評価で、センター職員をパネラーとして実施した。その評価の平均値を棒グラフで示した。

表4 フランスパン

配合		製造工程	
小麦粉	100	ミキシング	適宜
ドライイースト	0.6	捏ね上げ温度	26°C
塩	2	発酵温度	28°C
モルト	0.3	時間	90分P40分
水	適宜	分割	300g
		ベンチタイム	30分
		ホイロ温度	32°C
		ホイロ時間	45分
		焼成温度上	220°C
		焼成温度下	220°C
		焼成時間	17分

表5 ライ麦パン①

配合		製造工程	
小麦粉	100-3S	ミキシング	適宜
ライ麦	2S	捏ね上げ温度	28°C
サワー種	S	フロア	28°C
ドライイースト	1	時間	30分
塩	2	分割	400g
水	適宜	ベンチタイム	30分
		ホイロ温度	33°C
くるみ	20	ホイロ時間	40分
		焼成温度上	240→200°C
		焼成温度下	230°C
		焼成時間	17分

表6 ライ麦パン②

配合		製造工程	
小麦粉	100-3S	ミキシング	適宜
ライ麦	2S	捏ね上げ温度	28°C
サワー種	S	発酵温度	30°C
ドライイースト	1	時間	60分
塩	2	分割	300g、400g
水	適宜	ベンチタイム	30分
		ホイロ温度	30°C
		ホイロ時間	35分
		焼成温度上	210°C
		焼成温度下	210°C
		焼成時間	30分

### 2-5 パンの硬さ測定

パンの硬さはタケトモ電機製テンシプレッサーを用い測定した。パンを厚さ 2.5 cm にスライスし、面積 7.605 cm<sup>2</sup> のプランジャーでクリアランス 5mm まで圧縮するのに要する力を測定した。

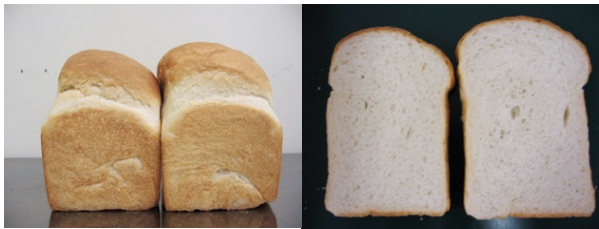
## 3 結果および考察

### 3-1 PC（液状の活性小麦サワー種）の配合

#### 3-1-1 食パン（ワンローフ）への使用効果

PC はパネトーネのマザードウからパンに最適なサワー種菌を採取し培養したもので、デキストランを含む製品である。対粉 5%~10% が使用の目安となっている。

そこで、食パン（ワンローフ）に 5% 使用し、その効果を調べてみた。〈使用小麦：ゆきちから①〉その結果を写真 1、表 7、図 1 に示した。



対照 PC5%使用 対照、PC5%使用  
写真 1 PC 使用食パンの外観・内相

表 7 パンの硬さ [g w/cm<sup>2</sup>、厚さ 25mm]

	対照	PC 5% 使用
1 日後	174	147
2 日後	186	172

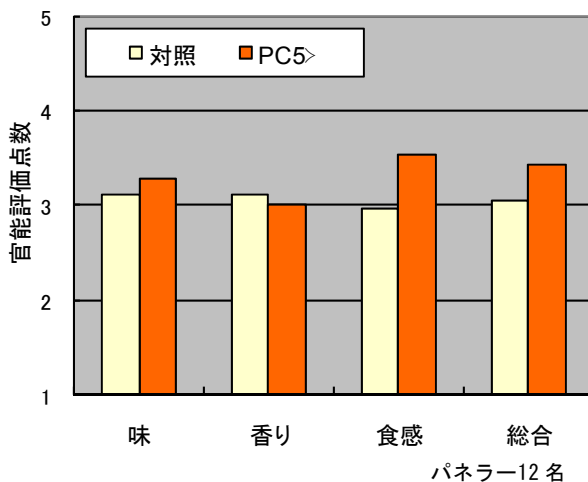


図 1 PC 使用食パン官能試験結果

対照と比較し、PC を 5% 使用した方は、パンのボリュームが増した（写真 1）。比容積は対照 4.7 に対し PC を使用した方は 4.9 であった。PC 使用

のパンの硬さは 2 日後でも対照の 1 日後程度であり、PC の老化抑制効果が認められた（表 7）。さらに官能評価においても、パンのソフト感が増し食感や総合評価等が向上した（図 1）。

次にパンを焼いた当日と翌日に官能試験を実施し、PC 5% の使用とパンの老化との関係を調べた。

〈使用小麦：ゆきちから①〉

その結果を図 2、図 3 に示した。

PC 使用の有無にかかわらず、パンの味、香りは、翌日には評価が下がった。しかし、食感是对照の評価は下がったが、PC を使用した方はソフト感を維持して、官能評価も低下しなかった。以上官能試験結果からも、PC の使用による老化抑制効果が認められた。

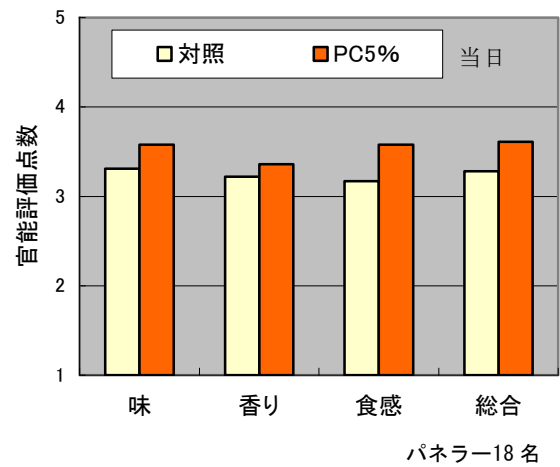


図 2 PC 使用食パン当日官能試験結果

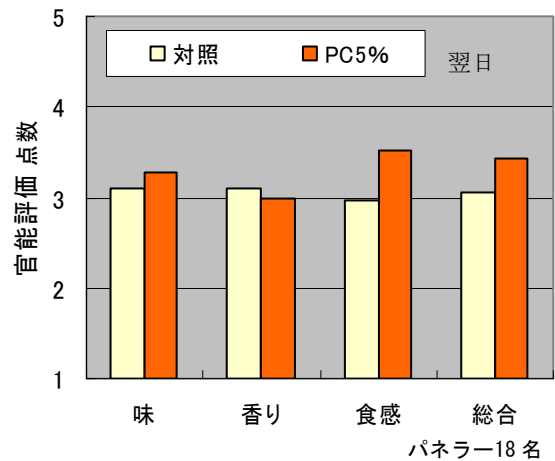


図 3 PC 使用食パン翌日官能試験結果

#### 3-1-2 テーブルロールへの使用効果

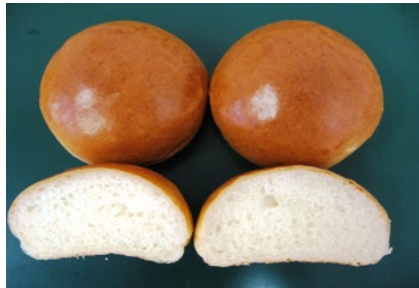
テーブルロールに PC を 5% 使用し効果を調べた。〈使用小麦：ゆきちから①〉

その結果を写真 2、図 4 に示した。

テーブルロールでも、PC を使用した方がパンのボリュームが増した。

また、官能評価も PC を使用したパンの方が外観、

味、香り、食感、総合評価が高かった。P Cを使用したパンはふんわりしている、ふわふわ感がある、口溶けが良い等評価される、一方、つぶれてから元に戻らないとのコメントもあった。P Cを使用することにより、パンのソフト感はずが、パンの復元力は弱まるようである。



対照、 P C 5%使用  
写真2 P C使用テーブルロール外観・内相

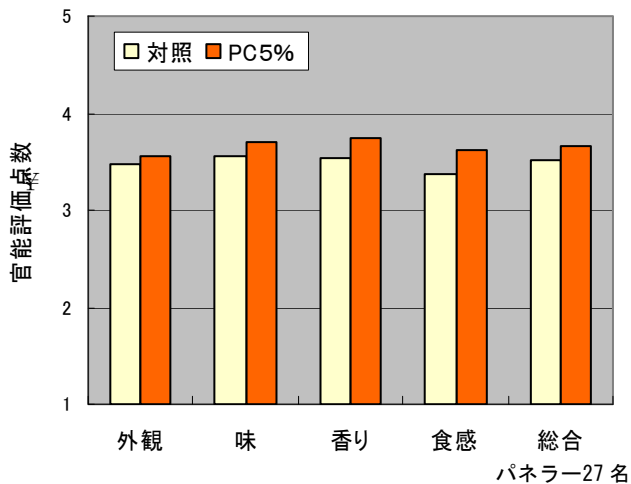


図4 P C使用テーブルロールの官能試験結果

### 3-2 P O（液状活性ライ麦サワー種）の配合

#### 3-2-1 フランスパンへの使用効果

フランスパンへのP Oの使用目安は対粉 5～10%である。5%使用し、その使用効果を調べた。

＜使用小麦：ゆきちから②＞

その結果を写真3、図5に示した。

パンの外観にはほとんど差がない。内相はP Oを



上：対照 下：P O 5%使用  
写真3 P O使用フランスパンの外観・内相

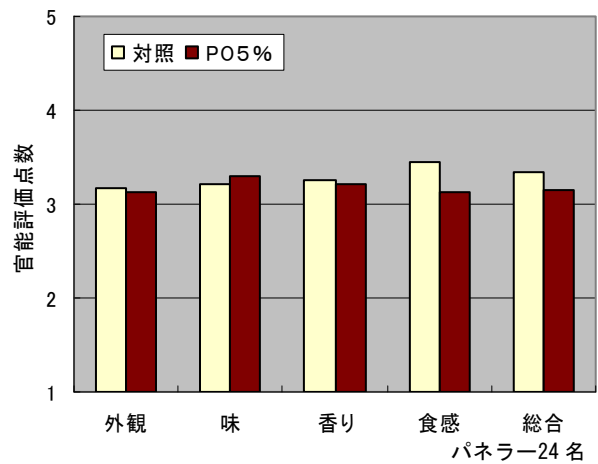


図5 P O使用フランスパンの官能試験結果

使用した方がくすんだ色になる。これはP O自体がライ麦サワー種で茶色いため、その影響によるものである。

官能試験ではP Oを使用した方の総合評価が低い。24名のパネラーの好みの内訳をみるとP O無しの対照を好む人が9名、P Oを使用した方を好む人が6名であった。

前者は対照のパンは味がきれい、香ばしいと評価、P Oを使用した方を雑多な味、酸味有り等コメントしている。一方、後者は対照は香りが足りない、味が薄いと、P Oを使用した方を、風味が良い、フランスパンの香ばしさがある等コメントしている。

人により発酵種によって付与された風味に対する好みが多分かれた。

#### 3-2-2 ライ麦パンへの使用効果

P Oのライ麦パンへの使用の目安は対粉 20～30%である。しかし、フランスパンに5%使用しても風味に敏感に反応する人がいることから、控えめな配合を試みた。10%のライ麦パンにP Oを3%使用し、その効果を調べた。

＜使用小麦：ゆきちから③＞

その結果を写真4、図6に示した。



対照 P O 3%使用 上：対照 下：P O 3%使用  
写真4 P O使用ライ麦パン外観・内相

ライ麦パンでは、発酵種P Oを配合した方が好まれる傾向にあった。15名中対照の方を好む人5名、P O配合を好む人9名であった。P Oはフランスパンよりもライ麦パンに使用した方の評価が良かった。



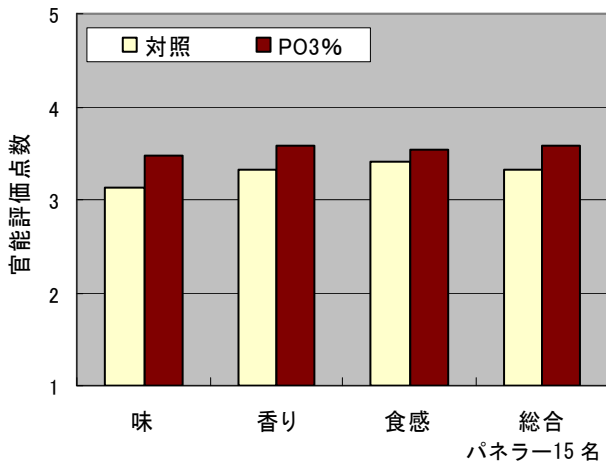


図6 PO使用ライ麦パン官能試験結果

な味、ちょっと酸っぱい、食パンが酸っぱいのはいや等の感想が寄せられた。

このことから、発酵種の使用はその効果が発揮される適正量の使用が望まれる。

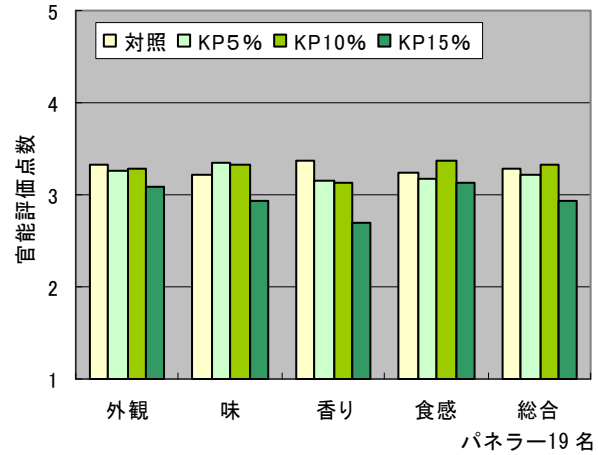


図7 KP使用食パン官能試験結果

### 3-3 KP（液状の小麦サワー種）の配合

KPは種お越しをして使用するタイプである。小麦粉100%にKP20%、水50%を加え、ミキシングし、26℃に捏ね上げ、28℃で15~20時間培養してから使用する。この種は冷蔵庫で1週間保存可能である。

#### 3-3-1 食パン（ワンローフ）への使用効果

種お越ししたKPの使用の目安は食パン、菓子パンで対粉5~10%である。そこで、食パン（ワンローフ）にKPを5~15%配合して、適正使用量を検討してみた。

その結果を写真5、図7に示した。



写真5 KP使用食パンの外観・内相

その結果、パンのボリュームについてはほとんど差が認められなかった（写真5）。パンの食感はKPを使用することにより、しっとり感やもちり感が増した。KPの5~10%の使用は対照と評価が近かった。しかし、15%の使用は官能評価すべての項目で点数が低下した（図7）。もちりしすぎ、妙



上：対照 中：KP20% 下：KP30%

写真6 KP使用フランスパンの外観

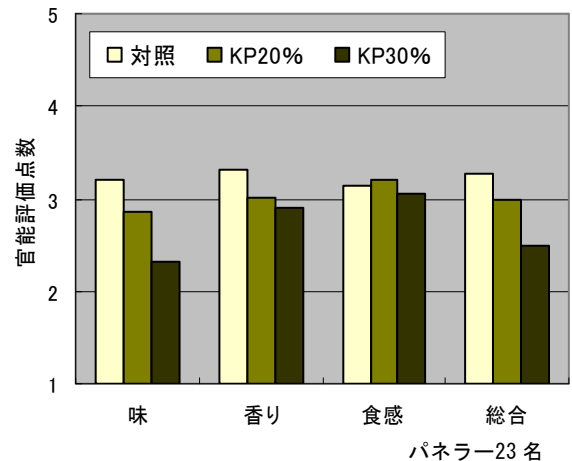


図8 KP使用フランスパン官能試験結果

#### 3-3-2 フランスパンへの使用効果

メーカーによるKPの使用目安は、硬焼きパンで20~30%となっている。この配合でフランスパンへの使用効果を調べた。

<使用小麦：ゆきちから④>

その結果を写真6、図8に示した。

K Pを20~30%使用したパンは対照と比較し、味、香り、総合評価が劣る傾向にあった(図8)。特に30%使用すると総合評価は2.5と普通以下となった。20%使用したパンは、やや酸味があり、これが好きと言う人もいた。しかし、30%使用したパンでは酸っぱい、とても酸っぱい、行き過ぎ等とコメントされた。

パネラー23名のうち、対照を好む人10名、K P 20%使用を好む人4名、K P 30%使用を好む人1名であった。

なお、焼成前の生地 pH は対照が 5.11 に対し、K P 20%使用が 4.45、K P 30%使用が 4.11 であった。

次に K P の最適使用量を検討するため、使用量を 10%、15% と減らして、製パン試験を実施した。

<使用小麦：ゆきちから④>

その結果を図9に示した。

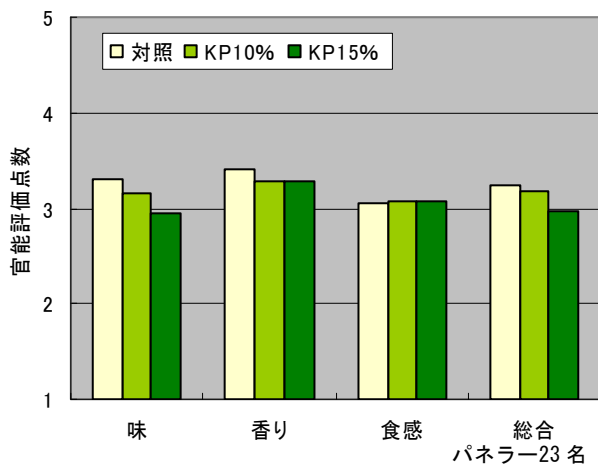


図9 KP使用フランスパン官能試験結果

K P 10%使用でも人によってはやや酸っぱさを感じ、15%使用すると酸臭を感じる人が多くなる。K Pを使用したパンは対照よりも評価が低い傾向にあった(図9)。

なお、K Pを使用した方が味わい深いと評価した人もあった。23名のパネラーのうち、対照のフランスパンを好む人4名、K P 10%使用したものを好む人4名、K P 15%使用したものを好む人2名であった。一般的に酸臭のないフランスパンを好む人が多いようである。

### 3-4 K G (液状の発酵風味料) の配合

#### 食パン(ワンローフ)への使用効果

K Gはソフトナー効果の特徴とする発酵風味料で、使用目安は対粉4~8%である。

K Gを食パンに4%、8%使用し、その効果を検討した。ソフトナー効果があると謳われていることから、官能試験を焼成翌日に実施した。

<使用小麦：ゆきちから①>

その結果を写真7、表8、9、図10に示した。

焼いた翌日のパンなので一般的に評価が低い(図

10)。対照は若干パサつきを感じた。K Gを4%使用したものはパサつきを感じず、K Gを8%使用したものはソフト感があった。しかし、柔らかいと評価される一方で、もろい、内相がくずれやすいとの感想も寄せられた。

従って、K Gの使用は4%程度が適当と思われた。

パンの硬さは、K Gの配合が増すにつれ、柔らかくなり、ソフト効果が認められた(表9)。



対照 KG 4%使用 KG 8%使用

写真7 KG使用食パンの外観・内相

表8 生地pHとパンの比容積

	対照	K G 4%	K G 8%
焼成前生地 pH	5.1	4.9	4.3
比容積	4.7	4.7	4.9

表9 パンの硬さ [g w/cm<sup>2</sup>、厚さ 25mm]

	対照	K G 4%	K G 8%
1日後	152	140	132
2日後	184	182	160
3日後	206	201	179

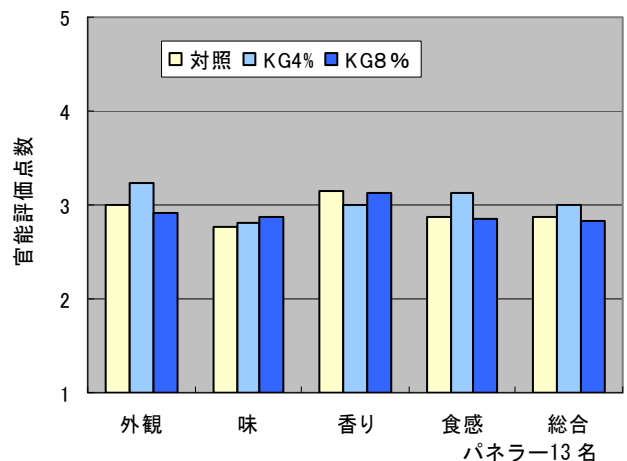


図10 KG使用食パン翌日官能試験結果

3-5 OL（液状活性パン種）の配合

OLは酵母、乳酸菌の複合種の高活性タイプで、液状発酵種である。フランスのルヴァン種由来の *L. brevis*, *S. cerevisiae ssp. chevalieri* を含むものである。

3-5-1 フランスパンへの使用効果

OLのフランスパンへの使用目安は対粉 5～10%である。10%配合し、その効果を検討した。

＜使用小麦：ゆきちから①＞

その結果を写真8、図11に示した。

パンの外観はOLの使用の有無で差はなかった(写真8)。しかし、OL10%使用したものは酸臭が気になる人がいる一方、その風味を好む人もいる



上：対照 下：OL10% 上：対照 下：OL10%  
写真8 OLを使用したフランスパンの外観・内相

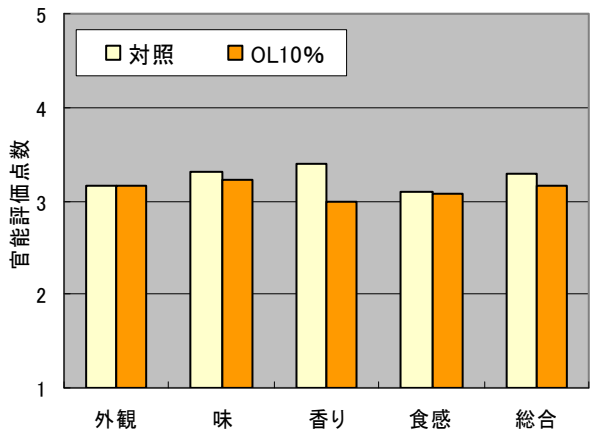


図11 OL10%使用フランスパン  
官能試験結果

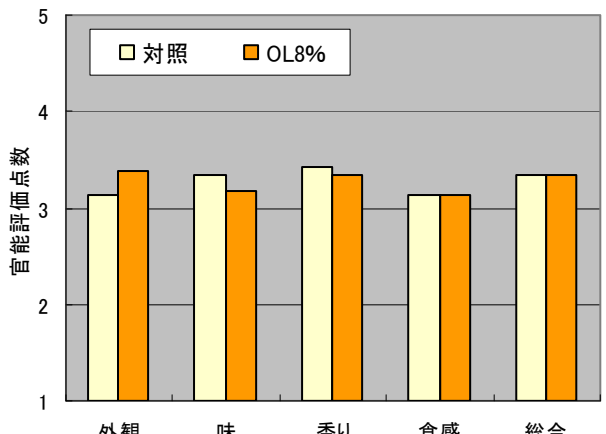


図12 OL8%使用フランスパン  
官能試験結果

(図11)。総合評価で対照の方を好む人が10名、OL10%配合の方を好む人が7名であった。

次にOLを8%使用したものについても、同様に検討してみた。その結果を図14に示した。

OL8%使用したものは、対照との差があまりない(図9)。わずかに風味の違いということで、総合評価平均値は同じ、20名中、対照の方を好む人5名、OL8%使用の方を好む人5名であった。



対照 OL8% 対照 OL8%  
写真9 OLを使用した食パンの外観・内相

表10 OL使用食パン生地pHとパンの比容積

	対照	OL5%配合
焼成前生地 pH	5.24	5.19
パンの比容積	4.8	5.1

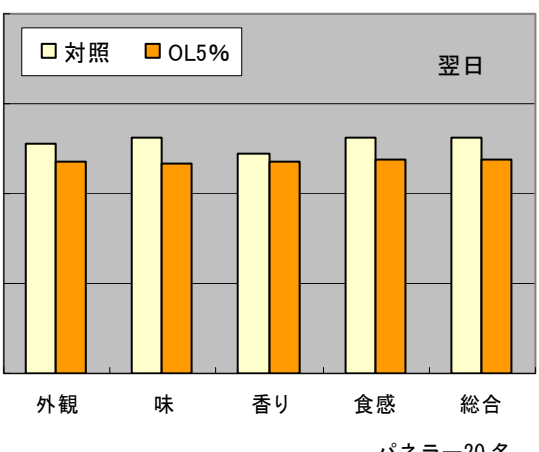
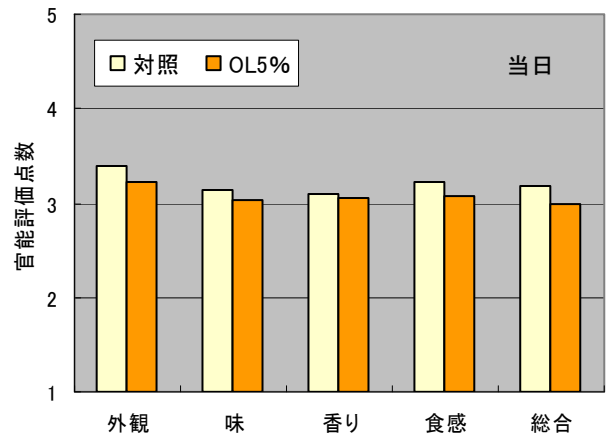


図13, 14 OL使用食パンの官能試験結果

### 3-5-2 食パンへの使用効果

OLを食パンに5%配合し、その効果を検討した。

＜使用小麦：ゆきちから①＞

その結果を写真9、表10、図13、14に示した。

OLを使用することによりパンの膨らみは良くなった(写真9)。比容積は対照4.8に対しOLを5%使用したパンは5.1となった(表10)。

一方、官能評価の平均値は、すべての項目でOLを5%使用したものは対照より評価が低かった(図15)。翌日のパンは、対照とOLを5%使用したものの、いずれも評価が下がった(図16)。しかし、当日よりは両者の差は縮小し、OL5%使用したパンは翌日の方がおいしいとの感想もあった。僅かながら老化抑制効果があるようである。

### 3-6 OA(食感改善発酵液)の配合

OAはデキストランを多く含む。使用することにより、パンはさっくり、ソフトでダマにならず、口溶け良好となると謳われている。対粉3~6%が使用の目安である。



対照 OA5% 対照 OA5%

写真9 OA使用食パンの外観・内相

表11 OA使用した食パン生地pHとパンの比容積

	対照	OA5%使用
焼成前pH	5.27	5.20
比容積	4.9	4.9

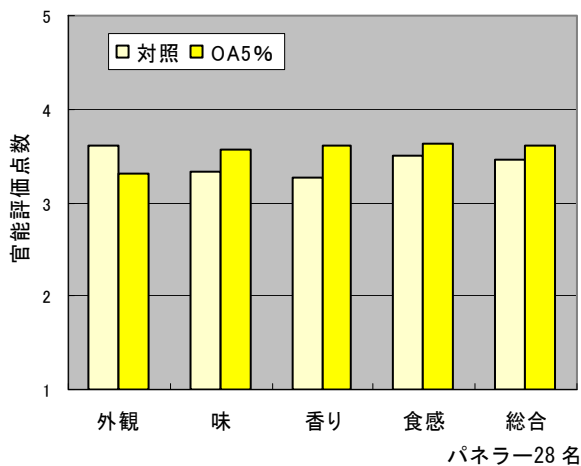


図15 OA使用食パン官能試験結果

### 3-6-1 食パンへの使用効果

OAを食パンへ5%配合し、その効果について、検討した。＜使用小麦：ゆきちから①＞

その結果を写真10、表11、図15に示した。

OA5%使用では、生地pHやパンの比容積は対照とほぼ同じであった(表11)。

官能試験の結果、味、香り、食感、総合の4項目でOAを5%使用した方が、パンの評価が高かった(図17)。

OAにはパンの風味、食感向上効果が認められた。食感評価で、対照はしっかりした食感、OA5%使用はソフト、軽い食感と評価されたが、弾力が足りないとの感想もあった。

### 3-6-2 テーブルロールへの使用効果

OAをテーブルロールに5%配合した場合の効果調べ。＜使用小麦：ゆきちから④＞

その結果を写真11、図16に示した。



対照 OA5% 対照 OA5%

写真11 OA使用テーブルロールの外観・内相

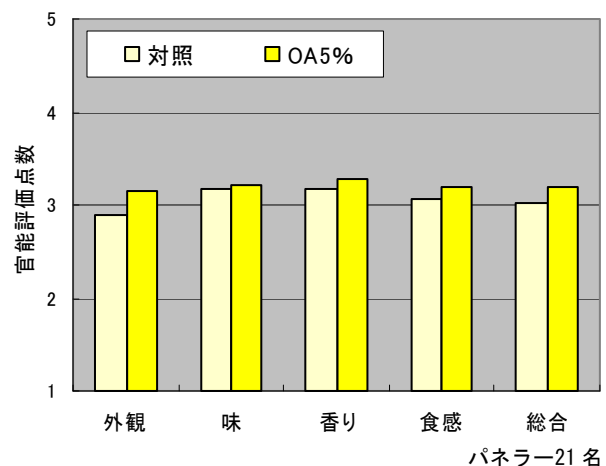


図16 OA使用テーブルロール能試験結果

官能評価で両者の点数はかなり近似している(図18)。両者の違いが分からないという人もいた。しかし、すべての項目において、OAを使用したパンの方が、僅かながら評価が高い傾向にあった。

OAを使用したパンは甘い香り、サクサクした食感、噛みやすい等の感想があった。21名中、対照の方を好む人5名、OAを5%使用したパンの方を好む人9名であった。

### 3-7 UF(粉末ライ麦サワー)の配合

UFの特長として①天然サワーの味、香りをそのままパック、②ライブレッドに最適な乳酸と酢酸の



バランス、③短時間ストレートで本物のサワー生地ができる、④高品質のライブレッドが安定してできる等謳われている。

UFの使用の目安は、対粉 10~20%またはライ麦の使用量のうちライ麦 2 : UF 1 の割合である。例えばライ麦 30%のライ麦パンではライ麦 20% + UF10%使用するだけで簡単にライサワー風味ができるものである。

### 3-7-1 くるみライ麦パンへの使用効果

No. 1 (ライ麦 10% + UF 5%) と No. 2 (ライ麦 20% + UF 10%) にくるみを 20%配合し、くるみライ麦パンを試作し、UFの使用効果を検討した。製法はメーカー推奨の短時間ストレート法(ライ麦パン②)によった。 <使用小麦：ゆきちから⑤> その結果を写真 12、図 17 に示した。



UF 5% UF 10% 上1: UF 5% 下2: UF 10%  
写真 12 くるみライ麦パンの外観・内相

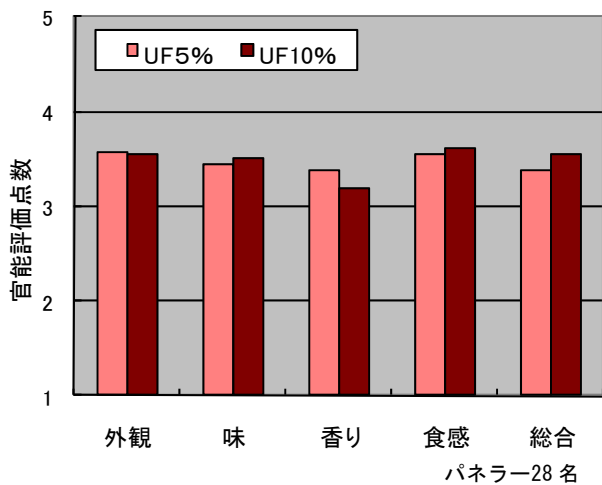


図 17 UF使用くるみライ麦パン官能試験結果

No. 1、No. 2 ともに評価が良かった (図 17)。

No. 2 (ライ麦 20% + UF 10%) は、ライ麦のもちもち食感もUFのライサワー風味も十分味わえた。酸味を感じながらも、おいしいと評価された。また No. 1 はあっさりした風味であった。28 名中 No. 1 の方を好む人 8 名、No. 2 の方を好む人 12 名であった。

発酵が短時間のため、生地の乳酸、酢酸の生成がほど良かったこと、そしてまた、くるみとライ麦サワーの風味がマッチしたためと思われる。UVを使用することにより、フロア 30 分のストレート法で

簡単にライ麦サワー種パンを作れることが確認できた。

### 3-7-2 ライ麦パンへの使用効果

No. 1 (ライ麦 10% + UF 5%) と No. 2 (ライ麦 20% + UF 10%) の配合で、ライ麦パン①の発行時間 60 分の製法により、ライ麦パンを試作してみた。

<使用小麦：ゆきちから⑤>

その結果を写真 13、図 18 に示した。

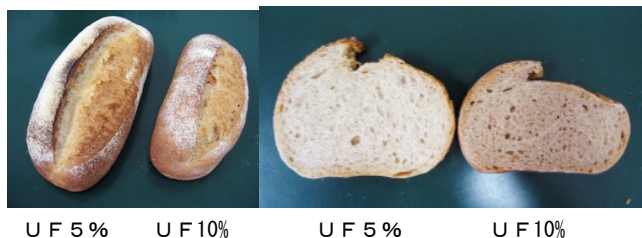


写真 13 UF使用ライ麦パンの外観・内相

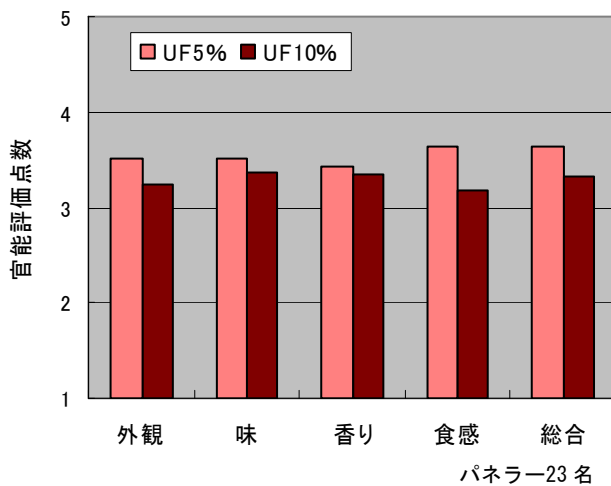


図 18 UF使用ライ麦パン官能試験結果

ライ麦とUFの使用が少ない No. 1 はボリュームが出やすい。食べやすい、酸味マイルドと評価された。一方、No. 2 は平均評価が No. 1 より低い傾向にあったが、酸味、香りが良い、好みの味、複雑な味がよい、歯ごたえがあっておいしいという人もあった (図 18)。23 名のパネラーのうち No. 1 の方を好むもの 11 名、No. 2 の方を好むもの 4 名であった。発酵時間が長くなるとUF10%使用では、サワー種の風味がさらに強くなり、より個性的になった。

### 3-8 UV (粉末小麦サワー) の配合

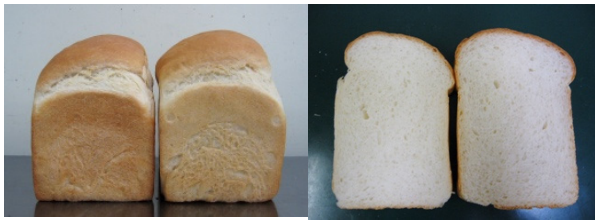
UVは小麦サワー種で小麦粉をベースとした幅広いパンに使用できる。食感の軽い風香りの良いパンができるとされている。対粉 1~5%が使用の目安である。

#### 3-8-1 食パンへの使用効果

食パンへUVを 3%使用しその効果を調べた。

<使用小麦：ゆきちから①>

その結果を写真 14、表 12、図 19 に示した。



対照 UV3% 対照 UV3%  
写真14 UV使用食パンの外観・内相

表12 UV使用食パン生地pHとパンの比容積

	対照	UV3%
焼成前生地	5.18	4.88
pH		
比容積	4.4	4.5

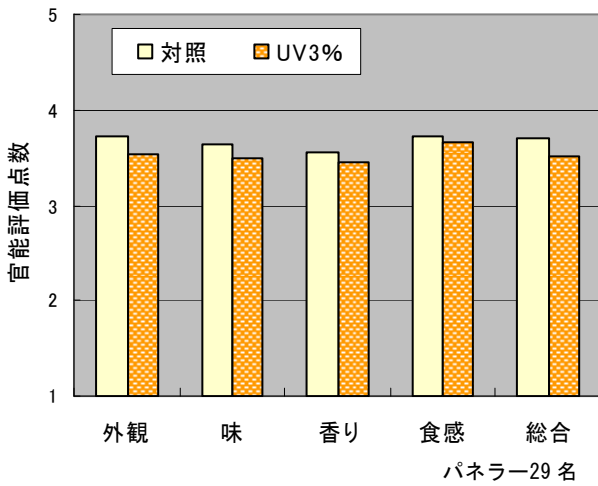


図19 UV使用食パン官能試験結果

UVを3%使用することにより、パンの容積は若干増えた(写真14、表12)。

UVは食感改善効果があるとされているが、官能試験でも程良くほぐれる食感、ふわふわと評価された。

3-8-2 バターロールへの使用効果

バターロールにUVを3%使用した場合の効果について検討した。

<使用小麦：外麦強力粉>

その結果を写真15、図20に示した。



対照 UV3%  
写真15 UVを使用バターロール

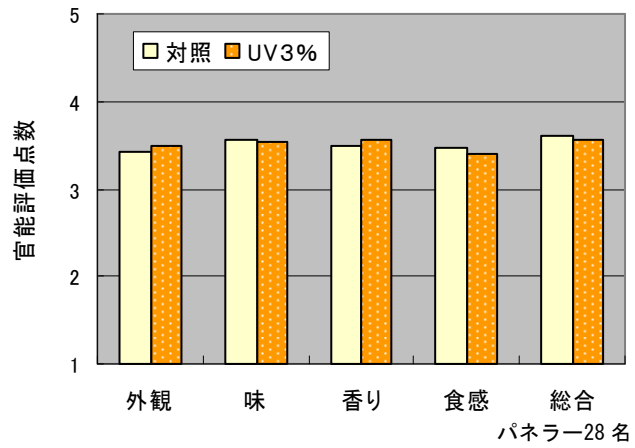


図20 UVを使用したテーブルロール官能試験結果

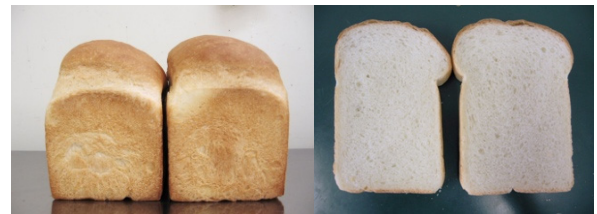
外観も官能評価の点数もほとんど差がなかった。総合評価で対照点数が高い人9名、UV配合の方が高い人8名、両方同じ点数の人9名であった。なお、UV使用のコメントに甘味を感じる、さっくりした食感、パンがつぶれたままになるという感想もあった。いずれにしてもわずかな違いであった(図20)。

3-9 PCとOAの比較

発酵種の中で、配合することにより対照よりも官能評価を高めることができたもの、つまり、一般に好まれる傾向にあったPCとOAについて、直接両者の比較を試みた。

各々5%配合で食パンを製パンし、その結果を写真16、図21に示した。

<使用小麦：ゆきちから③>



PC5% OA3% PC5% OA3%  
写真16 PU・OAの比較(外観・内相)

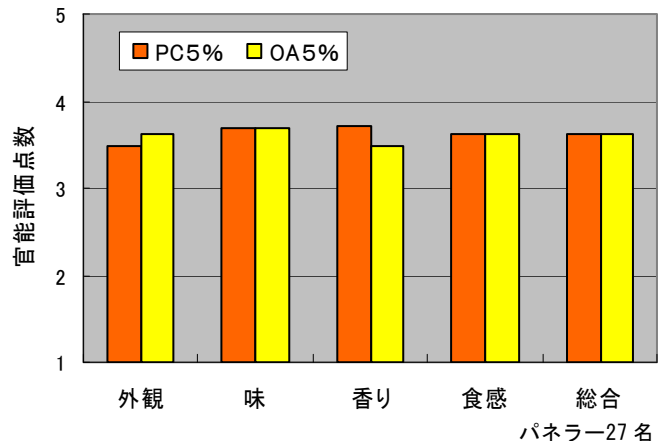


図21 PC、OA使用食パンの比較



外観、香りの評価が若干違ったが、味、食感、総合の官能評価平均値は全く同じ点数であった（写真 16、図 21）。これより、いずれも同程度の風味向上効果を有する事が認められた。

#### 4 結 言

市販されている発酵種、発酵風味料を用いて、これらの使用がパンの風味に与える影響について検討した。

その結果、発酵種を使用したパンの風味は、各々の発酵種によって異なった。発酵種を使用した方が、パンの官能評価平均値が上がる、いわゆる一般的に好まれるタイプの発酵種、一方、発酵種を使用した方のパンの官能評価平均値は下がるが、一部の人にはその複雑な風味が好まれる、いわゆる個性的なタイプの発酵種、さらに中庸で発酵種使用の有無でパンの風味にあまり差を感じないタイプと様々であった。

食パン、菓子パンについては、デキストランを多く含む発酵種が、パンの食感が柔らかさを増し、老化も抑制され、パンの官能評価を高めることができた。また、フランスパンでは、酸味を感じるレベルの発酵種の使用は好まれなかった。フランスパンの

風味が増し、酸味が気にならない程度の使用が望まれる。ライ麦パンではライサワーの風味が程良いものは好まれたが、酸味が強すぎるものは苦手とする人が多かった。

そこで、ライサワー使用量が多いものは、短時間発酵、ライサワーの使用量が少なくても、その風味を期待したい場合は発酵時間を長めにする等、発酵種使用量とパンの発酵時間の調整が必要となる。また、ドライフルーツやくるみ等の配合も、サワー風味との相性が良く官能評価を高めることができた。

以上のことから、発酵種の風味を活かしたパンの製造には、パンの種類や商品コンセプト等により、発酵種を適宜選択するとともに、適当な使用量と発酵管理により、発酵種の風味の良さを活かすことが重要である。

最後に官能試験にご協力くださいました当センター職員の皆様に心から感謝申し上げます。

#### 文 献

- 1) Pain 9, Vol, 55 (2008)
- 2) Pain 10, Vol, 55 (2008)
- 3) Pain 11, Vol, 55 (2008)
- 4) 島津睦子: 手作りパン工房

## 北東北各県の魚醬に含まれる遊離アミノ酸\*

及川 和志\*\*、小澤 英樹\*\*\*、遠山 良\*\*

北東北の各県で製造販売されている魚醬について遊離アミノ酸の含有量を比較した。その結果、鮭を原料とする魚醬にはタウリンや分岐鎖アミノ酸、リジンなどのアミノ酸が多く、機能が注目されるアンセリンが含有されていた。

**キーワード：遊離アミノ酸、魚醬、鮭**

## Free Amino-acid Contents on the Fish Sauces at North Tohoku

OIKAWA Kazushi, OZAWA Hideki and TOYAMA Ryo

Contents of the free amino acid of the fish sauces manufactured in each prefecture in Aomori, Akita, and Iwate were compared. As a result, the taurine, the branched chain amino acid, the lysine, and the anserine were contained in the fish sauce that used the salmon.

**key words : free amino-acid, fish sauce, salmon**

### 1 緒言

北東北地方における魚醬系調味料としてはハタハタを原料とした秋田県の「しょつつる」が代表的であるが、近年では、青森、岩手の両県下においてもホタテや鮭、イサダなどの特産物を原料とする新規魚醬の開発が進められ、新たな特産品としての定着が進んでいる。

その一方、原材料や製法を異にすることでの特徴付けや、旨み成分や機能性成分に基づいた優位性の確保などは必ずしも十分とは言えず、検討が望まれている。

そこで、本研究では成分含有量による優位性の把握を目的に、北東北の各県下で製造販売される魚醬製品の遊離アミノ酸含有量を分析し、取りまとめを行った。

### 2 調査方法

#### 2-1 試料の入手

2008年4月～2009年12月にかけて岩手県内のスーパー等の小売店、また、青森県内、秋田県内の地場産品売り場で販売されていた市販の魚醬および醤油を購入し、分析まで10℃の冷暗所にて保存した。

醤油は、魚醬との比較を行うために分析対象とし、大手醤油メーカーが製造販売する本醸造特級こいくち（日本農林規格・JAS）の計4製品を分析した。

魚醬は、北東北の各県下で製造販売されていた製品について可能な限り入手することとし、青森県1品、秋田県6品、岩手県4品の計11製品を入手、分析した。

なお、岩手県下で製造販売されている魚醬の一部は研究用サンプルとして地場企業より提供を受けた。

#### 2-2 アミノ酸分析

製品に含まれる遊離アミノ酸は、全自動高速アミノ酸分析装置（L-8900F、(株)日立ハイテクノロジー）で定量を行った。装置の分離分析モードは、アミノ酸およびペプチドの計40成分を対象とした生体試料モード（試料あたりの分析時間が約120min）で行い、アミノ酸分析用混合標準液（アミノ酸混合標準液A-NII, B、和光純薬工業（株））および個別添加用の試薬（L-アスパラギン、L-グルタミン、L-トリプトファン、和光純薬工業（株））を装置マニュアルで指定された濃度に希釈、混合して定量用標準試料とした。試料は、前処理として0.02Nの希塩酸で200倍程度に希釈した後、0.45μmのシリンジフィルターで濾過し、その20μlをアミノ酸分析計に注入して分析を行った。

なお、分析結果の取りまとめは、蛋白質の構成アミノ



写真1 岩手県内で製造される魚醬

\* 基盤的先導的試験研究事業

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* マリンテック釜石 品質検査室

酸20成分にタウリン、オルニチン、 $\gamma$ -アミノ酪酸、アンセリンを加えた、計24成分について行った。

### 3 調査結果

#### 3-1 醤油製品の遊離アミノ酸

表1に大手メーカーが製造販売する本醸造・JAS 特級こいくち醤油に含まれる遊離アミノ酸の濃度を示す。

#### 3-2 魚醤製品の遊離アミノ酸

表2に岩手・青森県下で製造販売されている魚醤の遊離アミノ酸濃度を、表3に秋田県下で製造販売されている魚醤の遊離アミノ酸濃度を示す。

### 4 考察

本研究は、北東北の3県下で製造されている各種の魚醤に含まれる遊離アミノ酸に着目し、地場品としての成分的特徴を見出すことを目的として実施したものである。

また、発酵調味料として馴染み深い醤油についても分析を行い、魚醤と穀醤(醤油)を遊離アミノ酸の面から比較することで、「醤」としての特徴の明確化も目指した。

表1 特級こいくち醤油に含まれるアミノ酸

アミノ酸	(mM)			
	一般的な醤油製品(SY)			
	SY-1	SY-2	SY-3	SY-4
Gly	36.53	33.68	38.32	31.38
Ala	98.35	75.63	55.61	47.12
Ser	44.31	41.01	47.21	37.68
Thr	28.95	26.37	31.22	24.74
Cys	0.00	0.00	0.00	0.00
Val	41.29	38.30	44.69	35.90
Met	7.45	6.74	8.67	6.54
Leu	52.80	48.85	58.74	45.58
Ile	33.92	31.61	37.67	29.46
Phe	24.07	22.08	26.99	20.90
Trp	0.00	0.04	0.00	0.00
Glu	83.65	85.86	115.15	86.66
Asp	14.57	27.84	61.02	40.64
Gln	0.14	0.09	0.00	0.24
Asn	0.95	0.27	0.96	3.54
Lys	33.02	28.60	35.24	27.42
His	10.55	8.81	11.38	8.29
Arg	31.26	27.68	24.63	18.27
Pro	34.17	33.65	40.40	32.84
Tyr	4.24	4.43	4.46	4.22
Tau	1.04	1.83	2.66	1.87
Orn	0.00	0.00	8.35	1.59
g-ABA	3.81	2.87	2.47	2.60
Ans	0.00	0.00	0.00	0.00

主原材料(食塩を除く): SY-1~4(大豆, 小麦)

その結果、こいくち醤油についてのアミノ酸組成は、旨みに大きく影響するグルタミン酸が豊富である点が特徴として認められ、既報<sup>1)</sup>の岩手県産こいくち醤油製品と

同様のアミノ酸組成であることが確認された。

本醸造のJAS特級こいくち醤油では醸造工程で原材料以外のアミノ酸添加を行うことはないため、醤油製品のアミノ酸組成には主原料である大豆、小麦の原料配合率および蛋白質含有量が大きく影響していると考えられる。

一方、秋田県下で製造されている魚醤はハタハタを原料としたものが代表的であるが、その他、ホッケやタラ、岩魚、昆布などを用いる製品もあり、魚醤の一大産地としての幅の広さが認識される。アミノ酸組成(表3)については、こいくち醤油(表1)や他県下の魚醤製品(表2)との比較において、アミノ酸組成から差別化できるほどの優位性は見出し難かったが、ハタハタを原材料に用い、独特の風味を有する点で他にはない地場製品としての特徴が感じられる。

青森県下で販売されるホタテを原料とした魚醤(表2、試料名: AO-1)は、甘さを呈するグリシンや健康機能性が広く知られるタウリン<sup>2)</sup>が豊富など、他の魚醤とは大きく異なる成分的特徴が認められた。

表2 岩手・青森県下の魚醤に含まれるアミノ酸

アミノ酸	(mM)				
	岩手県下(IW)・青森県下(AO)の魚醤製品				
	IW-1	IW-2	IW-3	IW-4	AO-1
Gly	37.92	45.20	40.94	50.90	118.84
Ala	61.74	77.49	78.32	51.26	50.09
Ser	20.03	1.24	29.66	40.16	33.55
Thr	27.70	12.96	41.17	24.54	24.44
Cys	1.39	3.35	2.77	0.73	0.00
Val	40.57	52.65	55.16	32.42	30.53
Met	17.62	18.60	18.12	10.31	10.69
Leu	51.72	43.97	42.91	40.15	41.06
Ile	28.13	32.37	32.77	22.25	24.30
Phe	21.19	25.90	27.10	18.81	16.17
Trp	0.40	4.83	2.76	0.05	0.00
Glu	50.93	60.09	62.39	131.29	50.86
Asp	26.28	34.73	34.53	44.73	39.49
Gln	0.90	0.00	0.06	0.67	0.00
Asn	16.15	24.53	30.27	1.47	3.97
Lys	48.63	70.10	73.27	29.39	34.95
His	8.93	4.58	33.30	7.05	6.26
Arg	5.73	0.00	4.18	24.34	30.07
Pro	23.08	18.08	21.15	71.42	23.74
Tyr	9.16	6.85	6.52	4.22	8.69
Tau	6.31	15.88	16.85	11.21	25.37
Orn	25.30	41.89	36.65	2.48	0.00
g-ABA	1.59	0.22	0.32	1.20	2.99
Ans	14.02	0.00	0.00	0.00	0.00

主原材料(食塩を除く): IW-1(鮭, 大豆, 小麦)、IW-2(イワシ)、IW-3(イワシ)、IW-4(イサダ)、AO-1(ホタテ, りんご果汁, 大豆, 小麦)

また、風味の点においてもホタテに由来する良好な香気や甘味が感じられるため、ホタテ魚醤は新たな魚醤系

発酵調味料としての定着が進むと思われる。

岩手県下の魚醬については、地場企業では麹菌等による微生物分解や膜分離技術を導入した魚醬の製造が行われており、平成3年より鮭や雑穀等を原料とする高品質魚醬の開発が進められ、現在では岩手県を代表する魚醬に成長している。醤油等の醸造技術を取り入れた発酵の管理、高度な塩分工程など、独自製法と成分調整技術に基づいた魚醬油製造は国内他地域に先行するものであり、鮭やイサダなどを用いた魚醬油は呈味や利便性、機能性に優れた魚醬としての普及が期待される。

分析の結果、岩手県下の鮭を主原料とした製品(表2、試料名 IW-1)では、鮭の筋肉に多い<sup>3)</sup> 機能性ペプチドのアンセリン (Ans) が豊富に含まれているほか、穀物の制限アミノ酸(栄養上の必須アミノ酸)であるリジン (Lys) やメチオニン (Met) が醤油に比較して多く、また、機能性アミノ酸として認知されているオルニチン (Orn) やタウリン (Tau) も含まれるなど、製品の差別化に活用しうる複数の成分的特徴が見出せた。

表3 秋田県下の魚醬に含まれるアミノ酸

アミノ酸	秋田県下(AK)の魚醬製品 (mM)				
	AK-1	AK-1	AK-3	AK-4	AK-5
Gly	36.13	17.29	39.13	27.40	14.22
Ala	58.76	23.12	51.19	36.19	18.53
Ser	37.23	11.09	35.81	29.58	8.96
Thr	30.44	10.81	29.68	17.89	9.01
Cys	2.58	0.87	1.70	0.00	1.03
Val	35.43	15.45	34.11	28.71	12.63
Met	15.60	5.19	13.74	8.70	5.17
Leu	37.21	17.34	36.22	36.90	13.65
Ile	22.79	10.83	24.26	20.96	8.53
Phe	16.50	5.09	14.49	16.19	4.89
Trp	1.13	1.21	0.39	0.00	0.92
Glu	56.96	34.96	49.50	88.06	15.74
Asp	41.61	20.65	40.42	30.03	14.47
Gln	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Asn	3.76	0.00	0.00	7.70	0.87
Lys	49.93	18.71	41.02	18.85	15.22
His	5.85	6.66	3.79	4.60	8.00
Arg	25.01	5.66	26.93	15.60	4.34
Pro	13.04	7.54	13.10	36.65	7.01
Tyr	3.84	1.75	6.94	3.66	4.20
Tau	6.46	4.42	8.57	4.24	5.52
Orn	2.11	1.12	0.82	0.10	2.07
g-ABA	0.13	0.04	0.14	2.84	0.03
Ans	0.00	0.20	0.00	0.00	0.00

主原材料(食塩を除く): AK-1(ハタハタ)、AK-2(魚、昆布)、AK-3(ハタハタ、ホッケ、スケソウダラ、アジ)、AK-4(ハタハタ)、AK-5(岩魚、米麴、小麦)

さらに、近年では、三陸産イサダ(ツノナシオキアミ)を原料とする魚醬系調味料(表2、試料名: IW-4)も新

たに開発されているが、グルタミン酸などの旨み成分や、タウリンなどの魚貝系アミノ酸をそれぞれ含み、従来の醤油、魚醬それぞれの成分的特長を併せ持った製品であることが分析結果から見て取れる。

## 5 結 言

北東北3県で製造販売されている魚醬を収集し、遊離アミノ酸を定量した。一般的な醤油製品に比較し、魚貝類を主原料とする魚醬にはリジンやメチオニンなど穀物の制限アミノ酸や、タウリンや分岐鎖アミノ酸などの機能性アミノ酸が多い特徴がある他、一部、鮭を原料とする魚醬ではアンセリンが特異的に含まれることが明らかになった。魚醬は、旨み調味料、風味原料としての利用のみならず、機能性アミノ酸の供給源の一つとしても活用が期待されるため、その用途等を引き続き検討したい。

## 文 献

- 1) 及川和志ら: 岩手県工業技術センター研究報告, 16, 101-106 (2009)
- 2) 薩 秀夫: 化学と生物, 45(4), p273-281 (2007)
- 3) S. Konosu, K. Yamaguchi, S. Fuke and T. Shirai: *Nippon Suisan Gakkaishi*, 49(2), p301-304 (1983)

## 参考資料

表4 各種アミノ酸の簡略記号および分子量

アミノ酸 成分名	記号	分子量
グリシン	Gly	75.07
アラニン	Ala	89.09
セリン	Ser	105.1
トレオニン	Thr	119.1
システイン	Cys	240.3
バリン	Val	117.1
メチオニン	Met	149.2
ロイシン	Leu	131.2
イソロイシン	Ile	131.2
フェニルアラニン	Phe	165.2
トリプトファン	Trp	204.2
グルタミン酸	Glu	147.1
アスパラギン酸	Asp	133.1
グルタミン	Gln	146.1
アスパラギン	Asn	132.1
リジン	Lys	146.2
ヒスチジン	His	155.2
アルギニン	Arg	226.2
プロリン	Pro	115.1
チロシン	Tyr	181.2
タウリン	Tau	125.2
オルニチン	Orn	132.2
γ-アミノ酪酸	g-ABA	103.1
アンセリン	Ans	174.2

# ラスクの酸化的劣化に保存温度が及ぼす影響

及川 和志\*、菊池 徳子\*\*、遠山 良\*

ラスクは油脂分を多く含むため酸化による劣化対策が重要である。賞味期限内の流通を前提に、数段階の温度条件で保存試験を行い、酸化指標である過酸化物価と酸価の分析および官能評価によってラスク製品の劣化特性を検証した。

**キーワード：ラスク、油脂、酸価、過酸化物価**

## Evaluation to Oxidation of the Rusk by Temperature

OIKAWA Kazushi, KIKUCHI Tokuko and TOYAMA Ryo

In this study, we measured the acid-value, peroxide-value and taste of aged rusk by temperature, and clarified the characteristic concerning the oxidation.

**key words : rusk, lipids, acid value, peroxide value**

### 1 緒 言

ラスクは、堅焼のフランスパンなどをスライスし、バターを塗布して焼き上げた後、ガーリックパウダーやグラニュー糖などで調味した焼き菓子の一種である。

家庭的な菓子として広く知られており、近年ではラスクに合う素材や食感がメーカーにより吟味された結果、幅広い購買層に合う新ジャンルの商品として好調な売れ行きを示し、首都圏では土産品としての定着も進む。

一般に、ラスク製品は、製造時に焼成工程が含まれ、製品の水分活性も低いいため微生物による劣化は進み難く、微生物制御面からはある程度長期間の賞味期限が設定可能であると考えられる。

その一方、長期の流通や保存では製造直後の良好な風味の維持が難しく、官能面での劣化を考慮し、製品では概ね2ヶ月程度の賞味期限が設定されている。

製品の流通過程（消費者が口にするまで）に生じる官能的な変化は、ラスクが植物油やバターなどの油脂類を多く含むため、温度などの条件次第では酸化的な劣化が促進されることに起因すると考えられる。異味異臭が著しい場合にはクレームにつながるケースもあるため、製品の劣化対策としての温度管理は重要である。

本検討では、ラスクの酸化劣化に及ぼす温度の影響を明確にすることを目的に、数段階の温度条件での保存試験を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

企業より提供を受けた製品（プレーンタイプ、個包装：10g×2枚入、外包装：個包装×5袋／トレー、包装材は

いずれも透明であるが、一部にデザインプリントが行われている）を用い、実際の流通条件に合わせるため、外包装を開けない状態で温度条件が一定の恒温器内に配置した。



写真1. ラスク（プレーンタイプ）

#### 2-2 保存条件

保存試験は、温度を20℃、30℃、40℃、50℃の4段階に設定し、遮光した恒温器内にて試料を90日まで温度一定に保持した。保存期間中の経時的変化を追跡するため、保存開始から30日、60日、90日に試料を回収し、酸化指標についての化学分析を行うと共に官能評価を実施した。

#### 2-3 化学分析

油脂成分の酸化劣化を評価するため、ラスクが含有する油脂の過酸化物価(POV)および酸価(AV)を測定した。

\* 食品醸造技術部

\*\* 技術者受入型研修制度 研修生



ラスクに含まれる油脂の抽出は、粗粉碎したラスク 20g に対して 5 倍量のジエチルエーテルを加えて、一定時間攪拌の後、No. 131 濾紙で自然ろ過した抽出液を、窒素気流下に減圧濃縮して抽出油（分析用試料）とした。

抽出油の過酸化価（POV）の測定<sup>2)</sup>は、自動滴定装置（AUT-501, 東亜 DKK）および電位差電極（PUT-5010, 東亜 DKK）を用いた電位差滴定法によって行い、抽出油 3g を有機溶媒（イソオクタン：酢酸=2：3）に溶解し、飽和ヨウ化カリウム溶液 100μl を添加して 1 分間穏やかに攪拌の後、純水 50ml を加え、0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液にて滴定を行って求めた。

**過酸化価の算出式**

$$\text{過酸化価 (meq/kg)} = [\text{滴定量 (ml)} \times F \times 10] / \text{試料 (g)}$$

F はチオ硫酸ナトリウム標準液のファクター

抽出油の酸価（AV）の測定<sup>2)</sup>は、抽出油 1~5g を酸価測定用中性溶媒（ジエチルエーテル：99.5%エタノール=1：1）30ml に溶解し、0.1%フェノールフタレイン指示薬を数滴加えた後、0.1mol/L 水酸化カリウム標準液にて微赤色を示す終点まで滴定を行って求めた。

**酸価の算出式**

$$\text{酸価} = [5.611 \times \text{滴定量 (ml)} \times F] / \text{試料 (g)}$$

F は水酸化カリウム標準液のファクター

**2-4 官能評価**

官能評価は、本研究に協力頂いたラスクの製造企業で日常的に製作用業や品質管理に従事する従業員 9 名に工業技術センター職員を加えた計 10 名のパネラーにより実施した。評価方法は、製造直後の通常製品（保存期間 0 日）を基準とした 6 段階採点で行い、美味しく食べられる（製造直後に相当）= 1、普通に食べられる = 2、どちらとも言えない = 3、美味しくない（出荷停止レベル）= 4、異味異臭があり食べたくない（クレーム想定）= 5、口に出来ない（食用不可）= 6、と定義して保存期間毎に官能評価を実施した。なお、評価結果は各パネラーの採点を平均して取りまとめを行った。

**3 実験結果**

**3-1 過酸化価（POV）**

試験に用いたラスク製品（包装済みの製品）の過酸化価は 0.1meq/kg であったが、90 日までラスクを遮光保存した場合、抽出油の過酸化価は 20℃および 30℃の条件下では保存 90 日でも 0.5meq/kg 以下と製造直後と同等レベルに低く維持されていた。

一方、40℃では保存 90 日での過酸化価が 1.9meq/kg、50℃では保存 60 日で 2.7、保存 90 日で 15.0meq/kg と、一般的な室温よりも高い温度条件下で酸化劣化が促進されることが確認され、特に 50℃では保存 60 日以降での上昇が大きかった（図 1）。

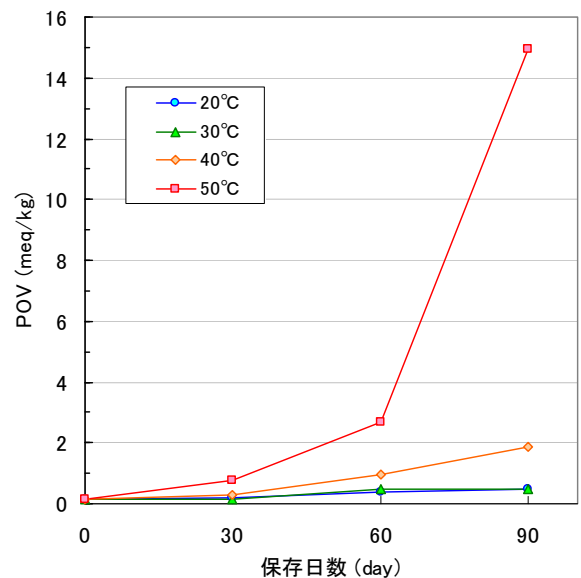


図 1 ラスクの保存温度と過酸化価の変化

**3-2 酸価（AV）**

ラスクの保存期間による抽出油の酸価（表 1）は、試験前の製品が 1.0 であったが、温度条件が 20℃~40℃（遮光下）ではほとんど変化が見られず、一方、温度 50℃（遮光下）では保存 90 日で酸価が 1.7 と、上昇の傾向が認められる。

表 1 ラスクの保存条件と酸価

	0 日	30 日	60 日	90 日
20℃ 遮光	1.0	1.1	1.1	1.1
30℃ 遮光	1.0	1.1	1.0	1.1
40℃ 遮光	1.0	1.1	1.1	1.1
50℃ 遮光	1.0	1.2	1.1	1.7

**3-3 官能評価**

官能評価は日常的にラスクに接している製造企業の従業員を主なパネラーとして実施しており、異味異臭に対する感度は高いものと推測、過酸化価などの化学的な酸化劣化指標に変化が認められる厳しい保存条件下では、官能評価点数も悪く、相関が認められる（表 2）。

40℃以上の高温下での保存では、官能評価点数も 4~5 と非常に悪く、商品として流通させるのは厳しい条件であると判断できる。

表 2 ラスクの保存条件と官能評価

	60 日	90 日	90 日のコメント
20℃ 遮光	2.7	2.1	美味しい
30℃ 遮光	2.7	2.9	食べられる
40℃ 遮光	3.6	4.1	風味の抜けあり
50℃ 遮光	4.3	5.0	酸化臭がある

点数はパネラー 10 名での評価の平均



#### 4 考 察

ラスクは水分が少なく、水分活性も  $A_w=0.2$  程度と極めて低いため微生物による劣化や腐敗は起こりにくいと考えられるが、菓子類の中でも比較的油脂成分が多い部類に入るため（トッピングがないプレーンタイプで粗脂肪が約 30%）、実際の品質管理ではラスクの酸化劣化に伴う風味劣化が制御対象として重要になる。

また、「小麦等を原料とする油分 10%以上の菓子」は厚生労働省「菓子の製造・取り扱いに関する衛生上の指導」<sup>2)</sup> が適用される油菓子に位置づけられるため、ラスクについても流通期間中に酸価および過酸化値を低く保つための技術的対策および管理は不可欠である。

本研究は、製造以降の流通や保存条件を単純化し、温度条件を一定としたモデルな検討を行うものであったが、データを実際の流通過程に置き換えて解釈することは十分に可能である。

一般に、夏期など、気温が高く推移する時期においても、ラスクが保存される室内が長期間に渡って 30℃を超えることは稀であり、本研究の結果からも保存温度が 20℃～30℃（遮光下）であれば 60 日程度に設定されている賞味期限内は美味しく食用できることが明らかである。

また、90 日でも菓子として問題なく食用できる風味を有していることから、ラスク製品を販売する上での 2 ヶ月程度の賞味期限設定は妥当であると判断できる。

一方で、高温での保存条件下では製品の風味劣化が起こり易いことが経験的に知られるが、40℃～50℃の温度条件では食用が困難なレベルまでの風味劣化（酸化臭）と化学変化が進むとの知見が本研究でも得られた。

以上、本研究で蓄積したラスク製品の酸化劣化特性に関する成果は、製造企業におけるクレーム原因の把握や対策、高品質製品の提供に資する知見として、今後、広く活用されるものと期待される。

#### 5 結 言

本研究は、ラスクの酸化的な劣化特性を明確にし、品質管理上の重要点として高温保存に対する対策の重要性を明らかにした。

#### 文 献

- 1) 日本油化学会編：基準油脂分析試験法（2003）
- 2) 環食第 248 号厚生省環境衛生局長通知

## エゴマ葉パウダーの栄養成分およびミネラル\*

及川 和志\*\*、野中 勲\*\*\*、遠山 良\*\*

エゴマ葉の食用可能性を把握するため、一般栄養成分と食物繊維、ミネラル・微量元素類の含有量を調査した。エゴマ葉パウダーにはカルシウムやマグネシウムなどが豊富に含まれ、健康素材としての活用が期待される。

**キーワード：エゴマ葉，栄養成分，食物繊維，ミネラル**

### Nutrient facts of Perilla Leaf Powder

OIKAWA Kazushi, NONAKA Isamu and TOYAMA Ryo

To understand the possibility of the Perilla leaf, contents of the nutrients, the dietary fiber, and the mineral were investigated. Calcium and magnesium are abundantly contained in the Perilla leaf powder, and use as a healthy material is expected.

**key words : egoma, perilla leaf, nutrient facts, dietary fiber, mineral**

#### 1 緒 言

岩手県軽米町などの県北部地域では雑穀同様にエゴマ (*Perilla frutescens* Britton var. *Japonica* Hara) を栽培し、食用と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である。

これまでに、我々は、エゴマの栽培加工による地場食産業への波及や健康素材としての可能性に着目し、県内のエゴマ生産者や企業らの協力の下、成分調査や加工用途の研究開発に取り組んできた<sup>1~2)</sup>。

本研究では、引き続き、エゴマ総体での加工利用の可能性を探るべく、エゴマ葉を粉碎加工したパウダーの栄養成分特性について調査を進めたので報告する。



写真1 エゴマ葉パウダー(左)とサブリース試作品(右)

#### 2 実験方法

##### 2-1 試料

試料は(株)軽米町産業開発が試作したエゴマ葉パウダーであり、生葉を乾燥・粉末化したものである。

##### 2-2 成分分析

##### 2-2-1 水分

水分は、試料を75°C、3hrの条件で減圧乾燥し、試料重量の減少から100gあたりの含有量(g/100g)を求めた。

##### 2-2-2 粗蛋白質

粗蛋白質は、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、窒素-蛋白質換算係数「6.25」を乗じて100gあたりの含有量(g/100g)を求めた。

##### 2-2-3 粗脂肪

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可溶成分を抽出し、抽出に供した試料の重量とソックスレー受器に抽出された成分の重量から100gあたりの含有(g/100g)を求めた。

##### 2-2-4 灰分

灰分は、試料の約5gをアルミナ製磁性ルツボに採取し、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100gあたりの含有量(g/100g)を求めた。

##### 2-2-5 炭水化物

炭水化物は、水分、粗蛋白質、粗脂肪の含有量および灰分の含有量を基にして、差し引きによって100gあたりの含有量(g/100g)を算出した。

##### 2-2-5 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、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

\* 技術相談・依頼分析対応

\*\* 食品醸造技術部

\*\*\* 軽米町

維とした。また、可消化性糖質は、試料100gあたりの炭水化物の含有量(g/100g)から、総食物繊維の含有量(g/100g)を除いた差分として算出した。

### 2-2-6 ミネラルおよび微量元素

試料に含有されるミネラル (Na, K, Ca, Mg) と微量元素 (Fe, Zn, Cu) の定量を原子吸光法で、また、リン (P) はバナドモリブデン酸吸光光度法で定量、試料100gあたりの含有量 (mg/100g) を求めた。

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>3)</sup>に準じ、装置は原子吸光光度計 (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、測定対象がNa, Kにおいては1%塩酸溶液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%塩酸溶液で200mlに定容して測定用原液とした。

## 3 実験結果

### 3-1 一般成分

表1 エゴマ葉パウダーの一般成分

成分	(g/100g)
水分	1.2
たんぱく質	24.4
脂質	4.9
炭水化物	58.8
灰分	10.7

### 3-2 食物繊維

表2 エゴマ葉パウダーの食物繊維

成分	(g/100g)
総食物繊維	33.8
不溶性繊維	29.6
水溶性繊維	4.2
可消化性糖質	25.0

### 3-3 ミネラル・微量元素

表3 エゴマ葉パウダーのミネラル・微量元素

成分	(mg/100g)
ナトリウム(Na)	13.7
カリウム(K)	3343.3
カルシウム(Ca)	2103.0
マグネシウム(Mg)	375.4
リン(P)	516.1
鉄(Fe)	44.9
銅(Cu)	1.7
亜鉛(Zn)	3.8

## 4 考察

エゴマは近縁の紫蘇(シソ)とは香味が異なることもあり、種子の食用に比べ、国内では葉の食用利用はほとんど行われていないのが現状である。

しかし、エゴマ栽培が盛んな韓国ではエゴマ葉を焼肉の副菜として食用とする習慣があるほか、キムチ原料として利用されるなど、一般食材として認知されており、国内で栽培されているエゴマの葉においても、食用利用へ向けた用途開発には一定の期待が持てる。

また、国内各地で栽培されるエゴマの大半が、種子の搾油利用や家畜飼料化を目的としたものであるが、農家等の栽培・加工コスト低減、分散の観点からは、未利用部位であるエゴマ葉の活用が重要であると考えられる。

本研究は、岩手県北部のエゴマ産地である軽米町が取り組む加工品開発に関連し、エゴマ葉(の加工品であるパウダー)の栄養学的な成分特性を明らかにすることを目的としたが、検討により、エゴマ葉パウダーはナトリウムが少ない一方、日常生活では摂取が不足気味と指摘されるカルシウム、マグネシウム、鉄などのミネラル・微量元素を豊富に含むなど、健康素材としての可能性についても示唆に富む結果が得られたと考える。

既報<sup>2,4)</sup>でも一部示した通り、エゴマやシソには抗アレルギー活性や抗酸化活性などが期待される各種のフラボノイドやポリフェノール類が豊富に含まれているため、パウダー化したエゴマ葉の利用用途の一つとして、健康食品原料としての活用にも期待が持たれる。

## 5 謝辞

試料および分析経費の一部負担にご協力頂いた、軽米町および(株)軽米町産業開発に深く感謝致します。

## 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) 及川和志ら, 岩手県工業技術センター 研究報告, 16, 93-100 (2009)
- 3) 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
- 4) 及川和志ら, 岩手県工業技術センター 研究報告, 15, 101-106 (2008)

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 22 年 10 月 第 17 号

Journal of Local Independent Administrative Agency  
Iwate Industrial Research Institute  
2010 October Vol.17

発行 平成 22 年 10 月 28 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