

リハビリテーション用荷重コントロール装置の開発*

布施 泰史^{*1}・平尾 景造^{*2}・鳥浦 哲也^{*3}・中城 寿隆^{*4}

Development of the Load Control Device for Rehabilitation

Yasufumi FUSE, Keizo HIRAO, Tetsuya TORIURA and Toshitaka NAKAJYO

骨折や脳卒中患者の歩行訓練の初期段階では、患足側への負担を軽減させるため全体重の1/3や1/2といった部分荷重を患足側にかけるよう医師の指導がある。しかしながら、現状では体重計に患足を載せ、負荷をかける荷重を感覚的に患者自身が覚え込む必要があり、高齢により感覚機能が低下した患者にとってこのような訓練方法は難しい。そこで、短下肢装具に装着可能な荷重センサを製作し、足底の荷重があらかじめ指定した荷重に到達したときに警告音で患者に知らせる訓練装置を試作した。荷重センサの実耐久性試験を被験者3名で行った結果、約20,000～30,000歩の歩数で使用限界の可能性が示唆された。本報では、研究で試作した短下肢装具型荷重センサの構造や電気抵抗値特性等について紹介し、臨床評価による検証を報告する。

キーワード：荷重センサ、部分荷重、骨折患者、脳卒中患者、短下肢装具

1 はじめに

転倒や交通事故等の接触事故において下肢を骨折した患者や脳卒中などにより歩行訓練を必要とする患者のリハビリテーションは、平行棒や杖を用いた歩行訓練からスタートするケースが多い。

訓練を始める際には、患足側（骨折あるいは、まひ側）への負担を軽減させるため全体重の1/3、あるいは1/2といった部分荷重を患足側にかけるよう医師から荷重コントロールの指示がある。そこで患者は、体重計に患足を載せ、負荷をかける荷重を感覚的に覚え込む訓練を行う必要がある。特に、高齢により感覚機能が低下した患者にとっては、このような部分荷重を体得する訓練方法が難しく、指定した荷重にコントロールできないことなどから新たな訓練機器のニーズ¹⁾が高まっていた。このような背景から骨折や脳卒中患者などの早期リハビリテーションを目的とし、高齢者にも使いやすい短下肢装具を

用いた荷重コントロール装置の試作を行ったので報告する。

2 実験方法

2-1 試作装置の特徴

図1に試作した短下肢装具型荷重コントロール装置の構成を示す。装置は、荷重センサ（Load Sensor）を足底に装着した装具と荷重量を演算し数値を表示する荷重コントロールで構成される。

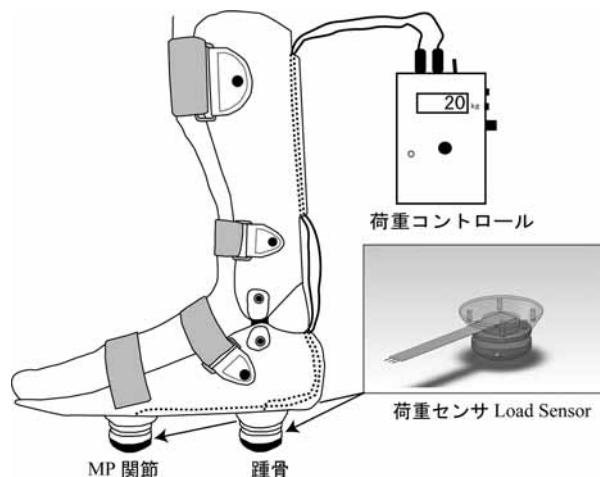


図1 短下肢装具型荷重コントロール装置の構成

* 本報は、LIFE2013日本機械学会 (GS1-4-9-1～9-3) にて発表
平成23～24年度産学官連携推進事業
(宮崎県産業振興機構)

*1 機械電子部

*2 有限会社マキタ義肢製作所

*3 潤和リハビリテーション振興財団 潤和会記念病院

*4 株式会社マイクロ電子サービス

荷重センサ内部には、フィルム製の直径9.5mmφ感圧素子（ニッタ製, FlexForce）が組み込まれ、感圧部に力を加えるとその力に反比例して抵抗値が減少する。その抵抗値変化量を荷重コントロール内のマイコンで荷重値として変換し、表示する仕組みである。患者は、歩行を行う際あらかじめ医師から指示のあった部分荷重（1/3、あるいは1/2の荷重）をコントロール部で設定し歩行訓練を開始する。部分荷重に到達すると警告音が鳴り、患足を床面から離すタイミングを習得する。このような手順で歩行訓練を進めることができる。

次に、短下肢装具の構造、床接地レベルとの高さや荷重センサの配置について説明する。対象者が骨折や脳卒中患者であることから足の変形などを考慮し短下肢装具は、つま先から膝下までを固定するポリプロピレン製にした。また、足関節部の構造は、足首の上下のみ可動（背屈・底屈フリー）し、横方向の動きに制限を加えることで足の変形した患者への装着を可能とした。

また、立位姿勢における健足と患足の高さ調整および足底の荷重センサ配置について図2に示す。患足側装具の足底には高さ33mmの荷重センサが装着されていることから、健足側の高さ調整が必要となる。そこで健足と患足が同じ高さになるように健足側足底に補高（アジャスター）を取り付けた。また、踵骨やMP関節の分節ごとの荷重量を検出する目的から、2個の荷重センサは140～170mm間に配置できる構造とした。

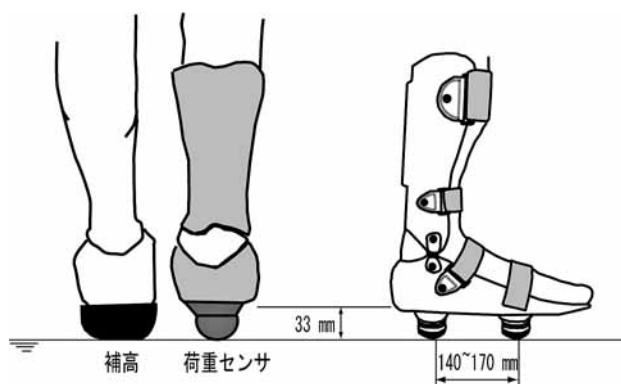


図2 床接地レベルと荷重センサ配置

2-2 荷重センサの特性

荷重センサの電気抵抗値特性を図3に示す。荷重値に関してはニュートン表記ではなく、医療・患者側

に馴染みのあるキログラム表記とした。5kgから45kgまで5kgごと順方向に加重した結果を曲線a（加重）、その逆方向に抜重した結果を曲線b（抜重）で示した。荷重センサは0～最大45kgまで計測できる。同じ力を加えたときに加重方向と抜重方向で出力差（ヒステリシス）が生じることから、2曲線間の近似値を求め可変抵抗等を用いて傾きを補正する回路を検討した。

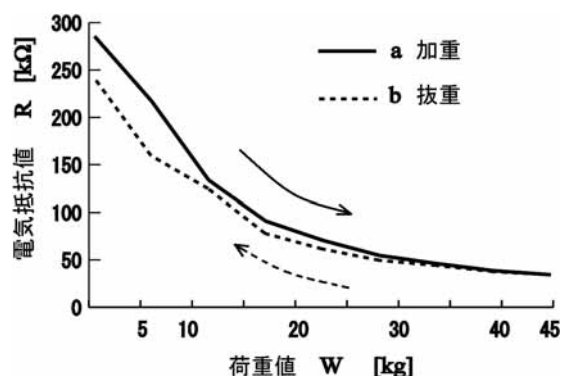


図3 荷重センサの電気抵抗値特性

2-3 歩行接地パターンについて

実際の歩行イメージは図4のような動きをする。歩行中の短下肢装具の動きは山本ら²⁾によって踵から着地しMP関節接地で蹴り出す装具歩行が理想的であると報告されている。図中の左から立脚初期で踵接地となり、踵部の荷重センサが感知し、次の立脚中期で踵部とMP関節部両方の荷重センサが感知する。立脚後期では、MP関節部の荷重センサで踏込み、つま先が離れ遊脚期へと移行する。

本試作装置の接地パターンは、前述の理想的な装具歩行形態に近く踵部とMP関節部の荷重を検出できることから適正な荷重評価と患者の歩容にあわせた訓練がスムーズに実施できると考えられる。



図4 歩行1周期の接地パターン

2-4 臨床評価方法

部分荷重制約を受けている骨折患者3名（病院内倫理委員会承認，患者の同意書取得済）の協力を得て，立位，歩行訓練など通常実施されている運動療法の範囲内で図5（患者A）のような実験を開始した．患者の年齢，性別，体重，制限荷重は表1のとおりで図6，7はそれぞれ患者B，Cである．実験に用いた短下肢装具は2種類で装具Ⅰは患者A，装具Ⅱは患者B，Cが共通で使用した．

評価に際して，歩行訓練ごとの歩数，試験期間を記録し，校正用体重計との誤差が±2kg以内に調整できなくなった時点で本装置の実耐久性試験終了とした．

表1 実験条件

患 者	A	B	C
年齢・性別	37・男性	79・女性	62・女性
体重 [kg]	61	38	46
制限荷重 [kg]	20～30	12～19	15～23



図5 臨床評価の様子（患者A）



図6 患者B



図7 患者C

3 結果

3-1 実耐久性試験

今回の実耐久性試験は，足底に取り付けた荷重センサの荷重精度の限界値，例えば歩数にして何歩程度で不具合を生じるかを確かめる試験の一つとして行った．表2に臨床評価の管理データを示す．

表2 臨床評価管理データ

項 目	試験期間 [日]	限界歩数 [歩]	距離換算 [km]
装具Ⅰ	120	39,000	23.4
装具Ⅱ	60	21,000	12.6

装具Ⅰでは120日間で約39,000歩，距離に換算して約23.4km（60cm/歩とした場合）まで訓練が実施できた．一方，装具Ⅱについては，60日間で約21,000歩，距離に換算して約12.6kmまでとなった．装具2種類の実験であったが，約20,000～30,000歩の歩数で試作装置の使用限界の可能性が示唆された．

3-2 使用感の聴き取り調査

臨床評価後に使用感の聴き取り調査を行ったところ，試作装置について以下のような回答を得た．

- 1) 見かけよりも履き心地は安定していた．
- 2) 歩幅や歩隔を気にしないで歩ける．
- 3) 音で確認できるので，前屈みの姿勢を取らなくてすみ，正しい姿勢での立位歩行訓練ができるようになった．
- 4) スロープや階段昇降等の応用歩行にも荷重コントロール下で使用できる

4 まとめ

本報では，骨折や脳卒中患者の歩行訓練を支援する短下肢装具型荷重コントロール装置を試作し，患者3名での臨床評価を実験した．その結果，荷重センサの実耐久性試験から通常の部分荷重（12～30kg）の場合，約20,000～30,000歩で使用限界値に達することが推測された．現時点では，サンプル数が少ないため臨床数をさらに増やすなど追加実験を今後予定している．

試作装置については，荷重センサの応答性や荷重量の演算精度，また，患者からの使用感の聴き取り調査などから概ね良好な結果が得られたと考えてい

る。聴覚をとおして制限荷重値を捉えることができる本装置は、特に高齢患者などの歩行訓練として利用が期待できるのではないかと考えられる。

今後、医療機関や企業等と連携し早期リハビリに寄与できるよう研究の実用化を図る予定である。

謝辞

本研究は、平成23年～24年にわたって公益財団法人 宮崎県産業振興機構（産学官連携推進事業，R&D）の支援を得て実施したものである。
記してここに謝意を表する。

5 参考文献

- 1) 鳥浦哲也, 布施泰史ら：聴覚的なフィードバックを利用したリハビリテーション用荷重コントロール装置の開発，第35回宮崎リハビリテーション研究会，宮崎大学医学部附属病院リハビリテーション部報告，3（2013）
- 2) 山本澄子，江原義弘ら：片麻痺者の歩行と短下肢装具，医歯薬出版，114-115（2005）

切削面磨きの研究

長友 良行^{*1}・戸島 勇市^{*1}・竹山 隆仁^{*2}

Study of Cutting Surface Polishing

Yoshiyuki NAGATOMO, Yuuichi TOJIMA and Takahito TAKEYAMA

半導体関連装置製造企業や航空機関連部品製造企業をはじめ機械加工分野では、切削加工後に残るスジ状のカッターマークが見えなくなるように、あるいは一定方向の筋跡が残るような磨き作業を必要とする場合がある。加工現場では、紙ヤスリ等により手作業で磨き作業を行っている。この作業は、目詰まりや削り取る量の問題から、時間がかかる作業となっている。そこで、市販されている紙ヤスリ等による磨き作業を少しでも能率良く行える技術を見いだすことを目標に本研究に取り組んだ。この報告では、切り屑処理の容易な波目ヤスリによる加工が効果のあることについて報告する。

キーワード：ヤスリ、波目、カッターマーク除去

1 はじめに

半導体、食品機器、航空機関連の機械加工の現場では、仕上げ加工の段階で、エンドミル加工後のカッターマーク除去に紙ヤスリを用いた手作業で磨き作業が行われることが多い。カッターマークは硬く、紙ヤスリで除去するには手間がかかる。磨く作業を軽減するための電動工具は多々市販されている。しかし、現場での作業には、筋目等の外観や加工形状の点から、電動工具では対処できず、紙ヤスリによる手作業が行われることが多い。本研究では、この紙ヤスリによる磨き作業にかかる時間を少なくすることを目的に、エンドミル加工後のカッターマーク除去の方法について検討した。その方法として、身近な切削工具として市販され、金属加工の基本的な道具として利用されているヤスリの応用を試みた。ヤスリの目の形状には様々なものがある。その中で、目詰まりしにくく、適正な切削面粗さが得られ、切り屑除去できるものを選定し、また、手作業による加工力のバラツキを除去して加工するため、直動アクチュエータによる加工装置を試作し、加工を試みた。その結果を報告する。

2 実験方法

2-1 被加工物

磨きの対象として現場で多く使用されているステンレス鋼SUS304を被削材とした。加工形状としては、幅15mm、厚さ30mm、長さ60mmのブロックを基本とし、幅15mm、長さ60mmの面を実験面とした。実験面は、エンドミルで加工し、一般的に企業の現場で加工されている1.6 μ mRa程度の面とした。

2-2 切り屑除去を考慮したヤスリの選定

市販されている鉄工ヤスリの目は図1に示す複目が基本だが¹⁾、その他には図2の単目、図3の波目など様々な種類がある²⁾。

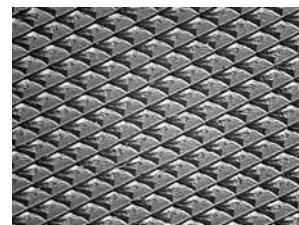


図1 複目

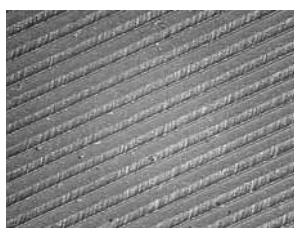


図2 単目

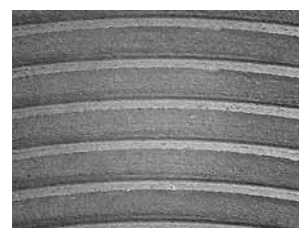


図3 波目

*1 機械電子部

*2 機械電子部 (現 宮崎県機械技術センター)

その中でも、加工後の面の粗さがエンドミル切削面の粗さを向上させ、目詰まりのしにくい目の形状が求められる。そのため、図4に示すような切削動力計の上に被削材を固定し、ヤスリの側面から圧縮空気を加えて目詰まりの状況も調べられるようにした。比較した目の形状は、目のピッチが1mmの複目と、目のピッチが2mmの波目である。目のピッチ1mmの複目は、一般にピッチの広い荒目に分類されるものである。加工後にヤスリ面の切り屑の有無を確認し、加工面の粗さの状態と総合して本研究に適したヤスリの目を選定した。

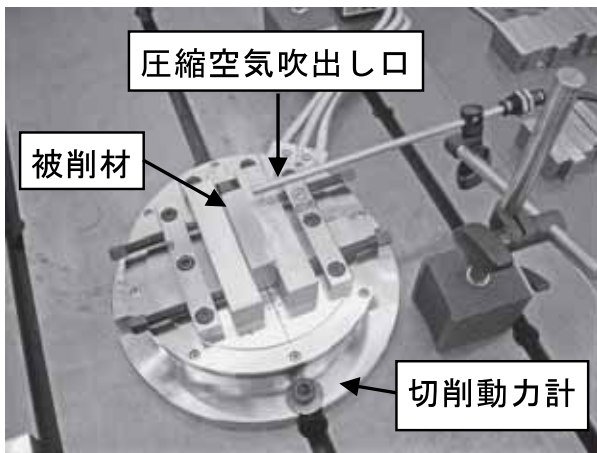


図4 切削実験装置

2-3 加工力測定

加工に必要な力として、文献では、被削材の材質、形状にもよるが、およそ軟鋼で15kgf前後とある³⁾。本研究で人の手作業によるバラツキを排除して、機械送りによる加工の可能性を調べるため、加工時に発生する力を計測した。図4の装置に示すように、被削材を切削動力計に設置し、加工面に直角方向と平行方向に発生する加工力を調べた。切削動力計は、佐藤マシナリー(株)製AST-ML型フライス工具動力計を使用した。

2-4 ヤスリを使用した加工装置の試作

人の手作業による加工力のバラツキを除去し、一定荷重下でヤスリ加工を行える装置を試作した(図5)。この装置では、直動アクチュエータを用いており、ヤスリと被削材との相対移動速度を変化でき、人による作業時の速度に近い10mm/secを基準とした。また同一面の繰り返し加工が行える。ヤスリは、□20mm程度に切断して取り付けられるようにしてある。加工のため

の荷重は重錘で加えるため、加工力は調整できる。

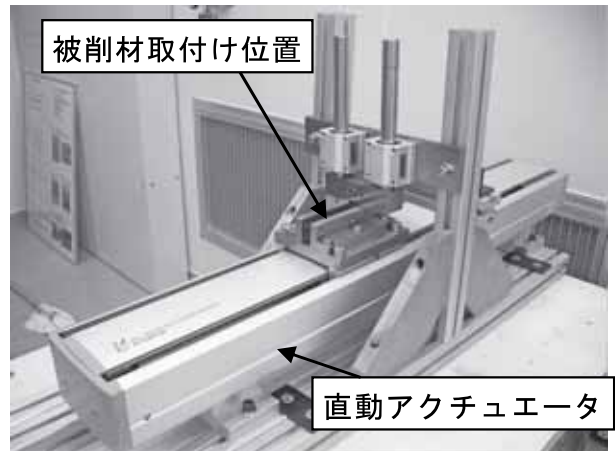


図5 直動アクチュエータを用いた加工装置

3 結果および考察

3-1 ヤスリの目の影響

エンドミル切削面の断面形状を図6に示す。その面を、ヤスリで加工した場合の面の断面形状を図7、8に示す。エンドミル切削面に比較して、複目より波目で加工した方が切削面粗さを改善していることがわかる。数値では、複目の場合 $2.4\mu\text{mRa}$ 程度であるのに比べ、波目の場合 $0.6\mu\text{mRa}$ 程度で、エンドミル切削面を改善することがわかる。

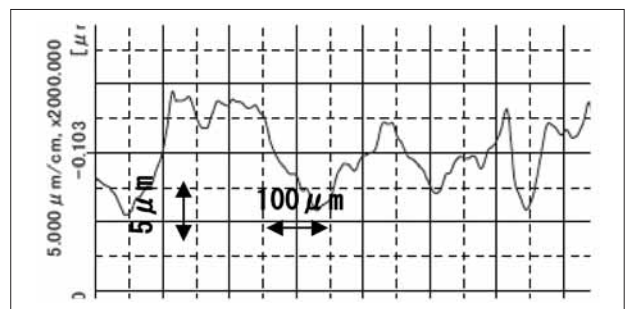


図6 エンドミル切削面の断面形状

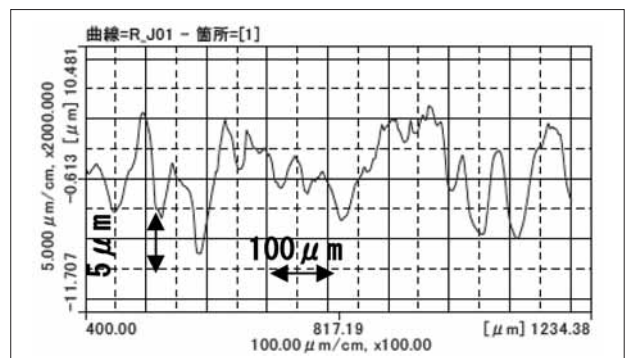


図7 複目ヤスリによる加工面の切断

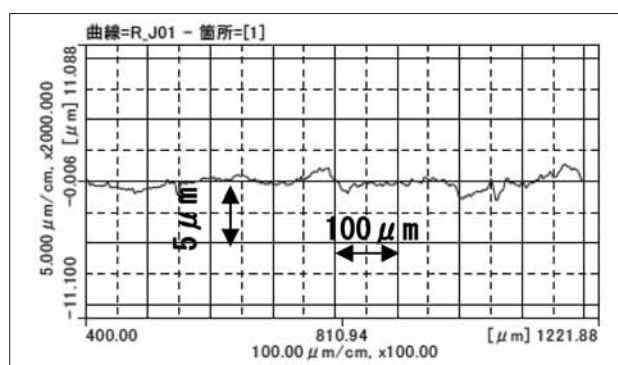


図8 波目ヤスリによる加工面の断面

3-2 切り屑の除去

側面から圧縮空気を加えながら加工したヤスリ面を工具顕微鏡で観察した。(図9, 10) 複目ヤスリの場合, 切り屑が残っている。波目ヤスリでは切り屑が排除される空間が複目ヤスリより単純で大きい。ほとんどの切り屑が圧縮空気で飛ばされている。前項の結果も考慮すると, 波目ヤスリがエンドミル加工後のカッターマーク除去に向いていると考えられる。

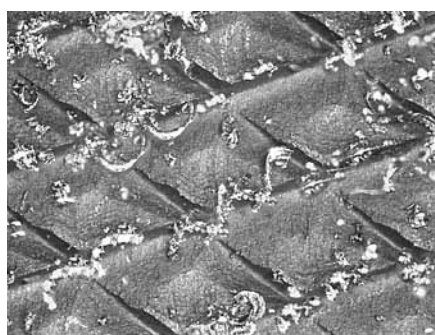


図9 加工後の複目ヤスリ面

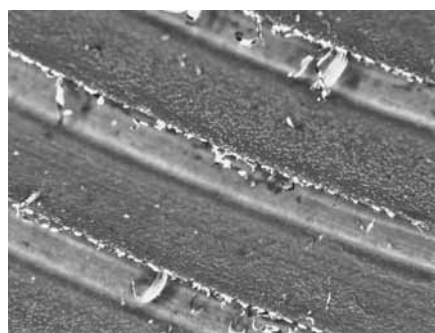


図10 加工後の波目ヤスリ面

3-3 加工力測定結果

複数名の作業でヤスリ加工時に発生する力を切削動力計で測定した。その結果の1例として, 波目

ヤスリで加工した場合の加工力の変化を図11に示す。文献3)で使用されていた軟鋼よりステンレス鋼は硬度が低いため, 数値的には, ヤスリを前に押し出す力が約12kgf, 下に押し付ける力が約10kgf程度で加工が行われていた。

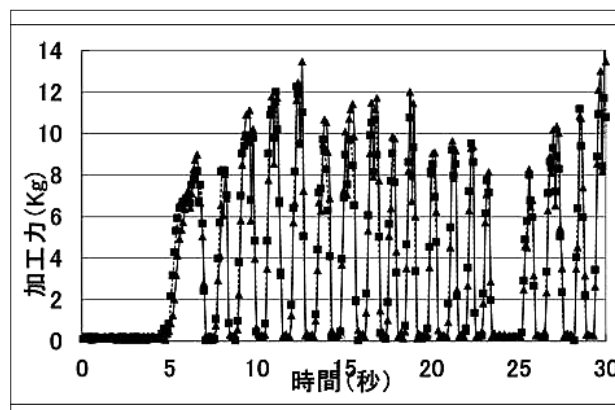


図11 波目ヤスリ加工時に発生する力

3-4 試作した加工装置での結果

乾式切削の場合, 工具が振動を起こすビビリ振動が生じるため, 加工面に切削油を塗布する湿式加工を行った。乾式切削に比較するとビビリ振動の状態は小さくなったが, 加工面に波状痕が残る。この波状痕は紙ヤスリで除去しやすい。荷重として12.5kgfの重錘を乗せ, 波目ヤスリの刃と被削材の加工面がうまく平行に設置できた場合の良好な加工面を図12に示す。加工筋が均一にできていることがわかる。平行に設置できなかった場合, 図13のように加工筋にムラができる。波目ヤスリの刃と被削材の加工面の平行設定の問題は手作業にも起こる。この平行をどのように設定するかは, 今後の課題と考える。

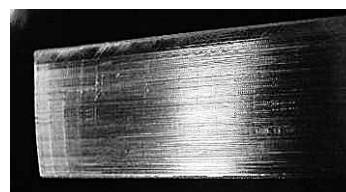


図12 加工良好面



図13 加工不良面

4 まとめ

本研究で，エンドミル加工のカッターマーク除去にヤスリの応用を試みた．その結果，次のことがわかった．

- (1) ヤスリの目の形状として，加工面及び切り屑除去の点から，波目ヤスリが適していると考えられる．
- (2) 切削油を加工面に塗布しても発生するビビリ振動により残る波状痕は，紙ヤスリで除去しやすいが，この振動をどのように抑制するかも今後の課題と考えられる．
- (3) 加工の際に波目ヤスリの刃と被削材の加工面を平行にできれば良好な加工面が得られることがわ

かった．この波目ヤスリの刃と被削材の加工面の平行を確実に設定する手法を見いだすことが今後の課題と考えられる．

5 参考文献

- 1) JIS B 4703
- 2) 技能士の友編集部 編著：手仕上げのベテラン，大河出版，(1981)
- 3) 關口八重吉，海老原敬吉，長谷川一郎：機械学会誌，34-176，1664-1677 (1931)
- 4) 中村滝雄，横田勝，今淵純子：高岡短期大学紀要，16，171-184 (2001)

ウォータージェット加工技術高度化研究 —製品保護方法の検討—*

竹山 隆仁^{*1}・長友 良行^{*2}・戸島 勇市^{*2}・外山真也^{*3}

Study on Water-jet Machining Technology Advancement
—Examination of the Product Protection Method—

Takahito TAKEYAMA, Yoshiyuki NAGATOMO, Yuuichi TOJIMA and Masaya TOYAMA

本研究は、ウォータージェット加工機を保有する企業が共通して持つ課題を解決し、ウォータージェット加工技術の向上を図る目的で実施した。課題の一つとして、比較的小さな形状の製品が切断後水槽に落下し損傷・紛失することがあげられる。本研究では、その防止策として、ジェット噴流とは別の水流を加え、切削後落下した加工物を損傷の発生しない位置まで移動させる方法と、発泡体で加工物を指示し、水槽に落下させない方法で、加工物の保護を検討したので報告する。

キーワード：ウォータージェット，製品保護

1 はじめに

ウォータージェット加工（以下WJ加工）は、高圧水を加工対象材料に噴射し切断する加工法である。比較的小さな素材（ゴム、スポンジなど）に対しては高圧水のみでも十分切断可能であるが、金属等の硬質材料に対しては砥粒を加えた高圧水を噴射することで切断する。そのため、WJ加工は硬質・軟質あらゆる素材を加工可能であることと、加工時の熱歪みが極めて小さいことに特長を持つ。

そういった特長を活かした加工が行われる際に、いくつかの課題が県内企業から寄せられた。その一つに、小さな形状の被加工物に対する切断後の保護がある。加工対象材料を所期の形状に切り取ると支えがなくなるため、切断後の被加工物は下方へ落下する。工作テーブルには棧を設置できるが、棧の設置間隔よりも小さな被加工物はすり抜けてしまう。被加工物が落下したのを確認したとしても供給系統に残留した砥粒を排出する必要性から即座に噴射を停止できない。そのため、切り落ちた被加工物を噴

流で損傷させてしまう。あるいは水槽に落下し、回収が困難になってしまうケースが発生する。

落下防止策として、一般的には切り落ちないようにわずかな切り残しを付けて加工される。しかし、加工後の取り外し作業に手間がかかることがある。また、支持材を製品形状に応じて用意するのも手間とコストがかかり、支持材の強度が不足すると加工面性状や寸法精度が悪化する。

そこで、切断後の製品を傷つけることなく、多数個加工でも作業を中断させずに、なおかつ加工形状ごとの専用品とならないような製品保護方法について検討したので報告する。

2 実験方法

2-1 実験装置

WJ加工機（㈱フロッジャパン，Mach4 1313b Dynamic Waterjet）の外観および仕様を図1と表1に示す。WJ加工機では、増圧機で圧縮された高圧水は噴射ノズルへと送られ、バルクトランスファに蓄積された砥粒が合流し、加工対象へ噴射される。噴射後、高圧噴流は水槽に到達し、水槽中に拡散した使用済み砥粒と切り屑は回収され、排水する構造になっている。

* ウォータージェット加工技術高度化研究（第1報）

*1 機械電子部（現 宮崎県機械技術センター）

*2 機械電子部

*3 材料開発部



図1 装置外観

表1 装置仕様

最高圧力	414MPa
X Y ストローク	1300×1300mm
Z ストローク	150mm
軸旋回	B 軸±60 ° C 軸±540 °

2-2 水槽内での噴流の影響観察

噴流が水槽内においてどの範囲まで影響を及ぼすのかを調査した。方法として、まずは目安を得るため、表面を塗装した厚さ3mm、50mm角のアルミ板を任意の水深に水槽底部から支持する形で設置し、その板に対して垂直にジェットを噴射した。アルミ板表面の損傷具合から影響を及ぼす水深を調査した。ノズルは水面から50mmと2mm程度上げた位置で行った。

さらに、厚さ10mmで大きさ120mm×120mmの亚克力板を、水面から任意の深さに調整できる治具を作製して、噴流の影響を確認した。通常の加工においてスタンドオフ距離（加工面とノズルとの距離）は3mm以下といわれていることから、ノズルを水面から2mm程度上（適正位置）と水面から2mm程度下（水中位置）での2通りの実験を行った。噴流の圧力は300MPaで固定し、水みのジェット噴流（Pure Water Jet：PWJ）と砥粒を加えたアブレイシブジェット噴流（Abrasive Water Jet：AWJ）でどのような違いがあるのかを確認した。AWJの場合、砥粒は#80のガーネットを使用した。加工条件を表2に示す。

表2 加工条件

圧力	300MPa
研磨材	#80 ガーネット
被削材	亚克力 10t
スタンドオフ距離	2mm, -2mm
ジェット噴流時間	15s

2-3 加工後の加工品の動きの観察

切断された物体がどのように落下するのかを、高速カメラ（㈱ディテクト製）を使用し、板厚3mmと10mmのアルミ材を被削材として観察した。

2-4 切断後の製品保護方法

切断後の製品をジェット噴流から保護する案として、次の2案について検討した。

- ① 切り落ちた後、水槽に達する前に横から加工の噴流とは別の水流を加えて、加工噴流の影響のない位置で加工物を回収する方法。
- ② 発泡スチロールの粒を使い、加工素材の下に充填させた状態で加工し、素材を落下させることなく支持する方法。

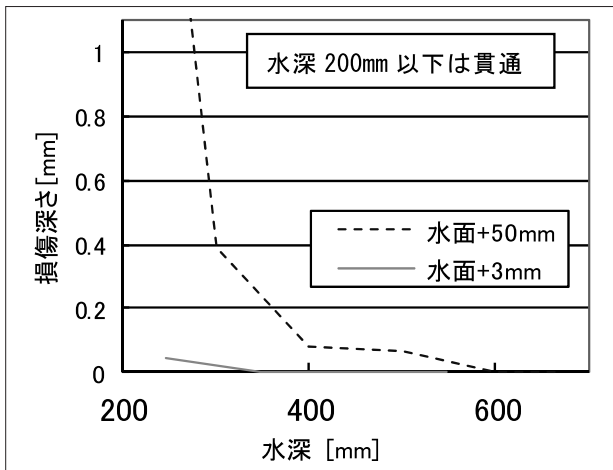
3 結果および考察

3-1 水槽内での噴流の影響観察結果

アルミ板の壊食具合から見た噴流の影響調査結果を図2に示す。

水面の上方、ノズルと水面との間隔を50mmとした状態では、水面直下200mmまでは、設置したアルミ板は貫通状態となった。水面直下500mmではアルミ板表面に損傷が確認でき、その水深まで噴流が到達していることが示された。

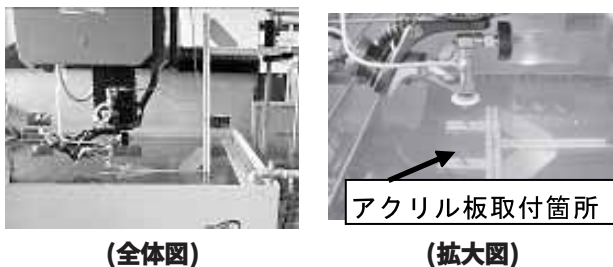
一方、ノズルの適正位置での噴射では、水面下300mmでも損傷は微小であった。以上の現象の理由として、噴流の速度はノズルから離れた位置でピークを迎えることが知られており、ノズルを水面に近づけることは加速距離が短くなることと考えられるため、噴流速度が低く抑えられ、その結果、水槽内の影響範囲が浅くなるものと推測される。


図2 噴流影響範囲

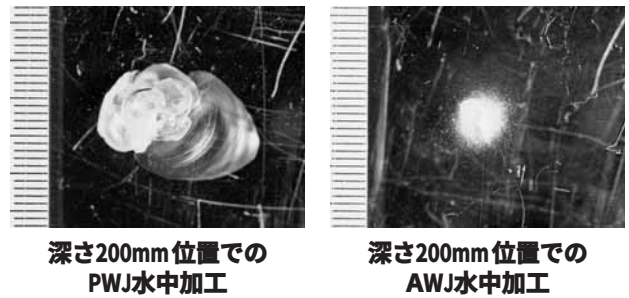
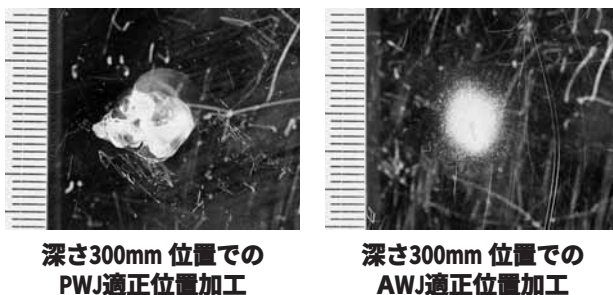
アクリル板に及ぼす噴流の影響については、結果を表3に、実験状況を図3に示す。

表3 実験結果

	水面からの距離[mm]	損傷確認深さ
①	PWJ 2 mm (適正位置)	300
②	AWJ 2 mm (適正位置)	300
③	PWJ - 2 mm (水中加工)	200
④	AWJ - 2 mm (水中加工)	200


図3 実験状況

以上の結果から、噴流の影響範囲は、適正位置での加工においては、水面から300mm、水中加工においては200mmの深さであることが分かった。また、確認作業は二人以上の外観検査で行い、PWJとAWJで加工影響深さに違いがないことも確認した。観察した被削材の状況を図4に示す。


図4 被削材の状況

3-2 加工後の加工品の動きの観察結果

高速度カメラを使用して、切断された物体がどのように落下するのか観察した。その結果、切断された物は板厚3mmまでのアルミ材であれば形状が多少複雑でも真下に自由落下に近い速度で移動することがわかった。10mm厚では落下途中で傾斜することにより噴流が当たることがわかった。また、噴流によって水槽の水が連続的に高く噴き上げられ、このことも被削材に噴流が当たって、損傷を発生させる原因になる可能性が高いことが確認できた。

3-3 切断後の製品保護方法

3-3-1 噴流と別の水流を利用する方法

今回の加工対象被削材として、厚さ2mm以下の薄物を念頭に置いていた。そのため、水槽から噴き上がる水をおさえ、切り落ちた加工物を移動させるスペースを確保すればよいという考えのもと、次のような方法をとった。

- ① 加工テーブルの真下に金属板を敷き、スペースを確保する。金属板には水抜き用の穴(φ2mm程度)を設ける。
- ② 加工テーブル周囲にも金属板を敷き、噴きあがりを抑える。
- ③ ポンプにより、加工テーブルとその下の金属板との間に送水を行い、水槽の端に設置した網に切断した製品を流し込むようにした。

①と②の体制で、アルミ板を□10mmおよび□20mmに切断したところ、被加工物は水槽へ落下することなく、金属板上で回収できた。③の方法を加え、多数個連続加工にも対応できることを確認した。実験状況を図5に示す。この方法の欠点として、加工テーブルの真下に敷いた金属板も同時に加工されることである。

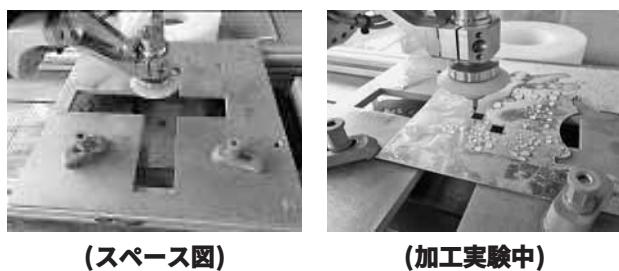


図5 実験状況

3-3-2 発泡スチロール粒を利用する方法

水槽内に直径3mm程度の発泡スチロール粒を充填できるような槽状の被削材固定治具を取り付けて固定した。治具のサイズは360mm×147mmで、噴流の影響を考慮し、深さは400mmとした。加工手順は次のとおり。

- ① 治具内に、水面より50mmの位置まで発泡スチロール粒を充填する。
- ② 治具に厚み3mmの亚克力板を被削材として固定する。
- ③ 加工条件は圧力設定値300MPa、研磨材は#80ガーネットとし、スタンドオフ距離2mmで□10mmに被削材を加工する。実験状況を図6に示す。

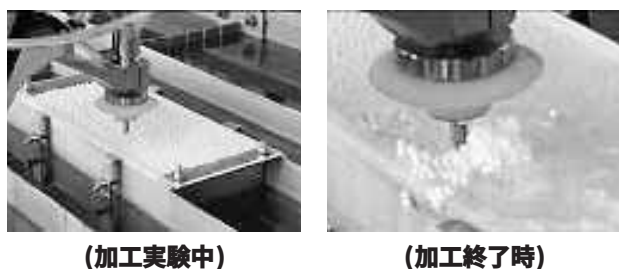


図6 実験状況

この発泡スチロール粒の浮力を使った被削材固定治具では、加工完了と同時に発泡スチロール粒の浮力とジェットの反力により加工物が加工面に押し出され、水中に沈むことなく支持されることが確認できた。

4 まとめ

WJ加工について切断後の製品保護方法の検討を行い、次の結果を得た。

- (1) 噴流圧力が300Mpaにおける加工影響範囲深さは、ノズルの位置が水面上2mmの場合、水深300mm、ノズルの位置が水面下2mmの場合、水深200mmであることが分かった。
- (2) PWJとAWJにおける加工影響範囲深さに違いが無いことが確認できた。
- (3) 被加工物の保護方法として、加工テーブル直下にスペースを確保し、周辺の吹き上げりを押さえ、ポンプによる別水流を用いることで、被加工物の多数個連続回収が可能となった。
- (4) 発泡スチロール粒を満たした治具で被削材を支持する方法では、被加工物が水中に落下することなく、発泡スチロール粒に支持されることが確認できた。

5 参考文献

- 1) 日本ウォータージェット学会：ウォータージェット技術辞典，丸善(株)，1993

農業用ビニールハウス内の水蒸気循環と熱収支に関する研究*

平 栄蔵*¹・位田 晴久*²

Study on Water Vapor Circulation and Heat Balance for Green-House

Eizo HIRA and Haruhisa INDEN

本県では冬季の温暖な気候を利用した野菜等の温室栽培が盛んであり、全国有数の産地となっている。一方、冬季の夜間の農業用ビニールハウス内は多湿環境となり、①植物病害の多発、②ハウス内面への結露による放熱量の増加などが解決すべき課題として指摘されている。そこで本研究では、ビニールハウス用の除湿機を製作して、除湿した空気をビニールハウス内のカーテンフィルム下面へ供給・循環する実験を行った。その結果、①加温用重油消費量は約10%削減され、②キュウリの収穫量は約20%増加した。このことを考察する目的で、ハウス内の水蒸気蒸散と熱収支に関する簡易な計算モデルを導入して、カーテンフィルム下面への結露水量、外気への放熱量等の計算を行った。そして、除湿空気をカーテンフィルム下面へ供給・循環することによる放熱量削減および病害発生抑制効果の可能性を示唆した。

キーワード：農業用ビニールハウス、除湿空気の送風・循環法、ハウス内水蒸気循環・熱収支

1 はじめに

冬季夜間の農業用ビニールハウス内は多湿になりやすく、①植物病害が多発すること、②ビニールフィルム内面への過度の結露等により放熱量が増大することなどが指摘されている。

そこでこれらの弊害を改善するため、湿度調節作用を有する吸湿液を利用した除湿機を開発し、ビニールハウス内へ設置して、キュウリの除湿栽培実験を行った。その際、除湿した空気をビニールハウス内のカーテンフィルム下面へ供給・循環して、カーテンフィルム下面を低湿度の空気で覆い、植物群から浮上してくる高湿度空気との接触を抑制する実験を行った。その結果、外気への熱放散量および植物病害発生が激減し、加温のための燃油は約10%減少し、キュウリの収穫量は約20%の増収となった。

本報告では、キュウリ除湿栽培実験の概要を説明するとともに、特に夜間のビニールハウス内植物群からの水蒸気蒸散とカーテンフィルム下面への結露

等をモデル化した水蒸気循環と熱収支に関する簡易計算を行い、カーテンフィルム下面へ除湿した空気を供給・循環した場合の①熱放散および②病害発生の抑制効果等について考察する。

2 実験装置および方法

1重1層の塩化ビニールフィルム被覆温室2棟を用いて栽培実験を実施した。

図1に流下液膜方式の除湿ユニットを示す。ハウス内の高湿度空気を吸い込み、吸湿液と接触させて水分を除去する。濃度が低下した吸湿液はハウス外に設置した吸湿液加熱再生ユニット（図2）へポンプ輸送する。

図2の吸湿液加熱再生ユニットでは使用済みの低濃度吸湿液を加熱再生して、再びハウス内の除湿ユニット（図1）へ返送する。

図3に実験ハウスの配置図を示す。ハウスの寸法は27.6m×47.0mで、図3の左側を除湿区（床面積1200m²）とし、右側を対照区（床面積1300m²）とした。図4および図5は1重1層ビニールハウスの断面図で、図4は除湿なしの場合を示す。冬季夜間の温室では、植物群から発生した水蒸気はハウス内で最も

* 経済産業省「地域イノベーション創出研究開発事業」
および宮崎県企業局「試験研究機関連携推進事業」

*1 機械電子部

*2 宮崎大学農学部

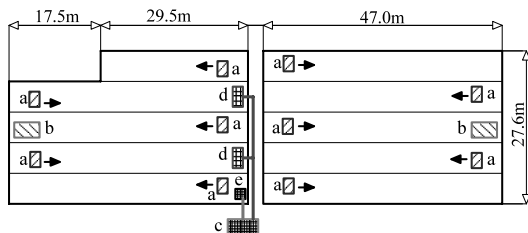
低温となっているカーテンフィルム下面へ結露する．カーテンフィルム下面へ結露した水滴は、一部が下方の植物群へ落下して植物の葉に付着する．付着した結露水が蒸発せず3～5時間経過すると、葉に病害が発生するとの報告がある．



図1 開発した農業ビニールハウス用除湿機
(除湿空気はビニールダクト上方へ送風)



図2 開発した農業ビニールハウス用除湿機
(ハウス外に設置した吸湿液再生ユニット)

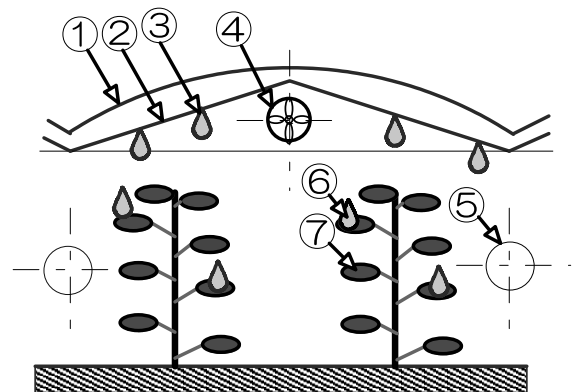


a：循環扇，b：温風暖房機，c：吸湿液再生ユニット，
d：除湿ユニット，e：水蒸気放熱器

図3 実験ハウスの概要

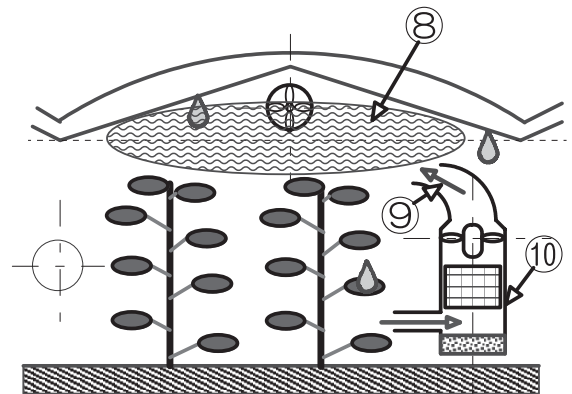
図5は、除湿機により、ハウス内の湿り空気を減湿操作した後、カーテンフィルム下面へ送風した場合の説明図である．吸湿液を用いた除湿では、処理

する湿り空気中の水蒸気が除去される際、吸収熱が発生し減湿後の空気は、気温が1～2℃程度上昇する．この温度上昇により減湿操作後の空気は浮上しカーテンフィルム下面で保持される．植物群周囲の高湿度空気とカーテンフィルムの間に除湿空気を保持することにより、高湿度空気とカーテンフィルム下面とが直接的に接触し、冷却・結露されることを阻止するものと考えられる．



①：外側フィルム，②：内カーテン，③：水滴
④：循環扇，⑤：温風ダクト，⑥：植物に付着した水滴，
⑦：植物

図4 1重1層ビニールハウスの断面構造（除湿なし）



⑧：除湿空気シールド層，⑨：除湿空気，⑩：除湿機

図5 1重1層ビニールハウスの断面構造（除湿あり）

3 実験結果と検討

平成21年度と22年度の、2シーズンの12月1日～2月22日の84日間の同時刻の平均データについて検討した．なお、データは除湿区の放熱面積に換算している．

図6は、0時～24時の温風暖房機と除湿ユニットの稼働状況を示す．除湿ユニットの稼働率（□印）

は16時～18時にピークがあること、昼間でも稼働していること、暖房用燃料消費量はほとんどの時間帯で対照区(●印)が除湿区(▲印)より高値で、対照区の燃料消費量が多いことがわかる。

図7は、12月1日～2月22日の除湿ユニットの稼働時間および暖房用燃料消費量の差の平均累積値を示す。計測開始から84日後の暖房用燃料消費量の差は426L、灯油消費量は149L、除湿量は1160L、除湿ユニットの稼働時間は345時間で電力消費量は約450 kWhであった。

一方、データは示していないが、キュウリの床面積当たりの収穫量は、2シーズンとも除湿区の方が約20%増加した。これは植物病害が激減したことによるものと考えられる。

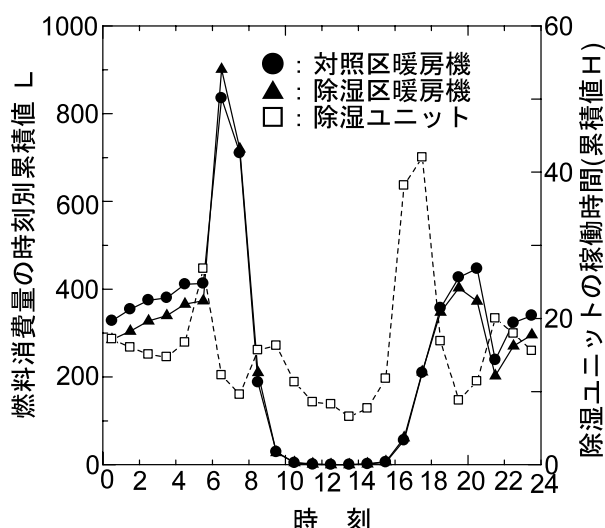


図6 時刻別稼働時間,燃料消費量

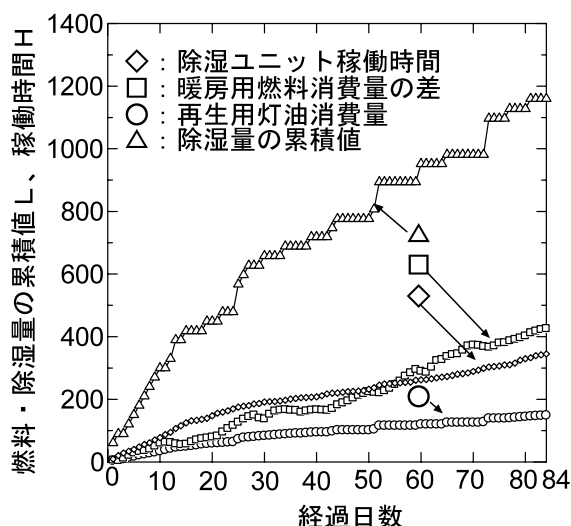


図7 燃料・除湿量,除湿ユニットの稼働時間

4 ハウス内の水蒸気循環と熱収支の簡易モデル

4-1 計算の仮定および方法

農業用ビニールハウス内カーテンフィルム下面へ除湿した空気を送風することにより、暖房用燃料が削減され、病害発生が防止され、キュウリの収穫量が増加した。このことを考察するために、ビニールハウス内の水蒸気循環および熱収支に関する簡易モデルの提示と計算を行う。

図8は、図4および図5を簡易モデル化したものである。植物群からの水蒸気蒸散を模擬して、ここでは床面は薄い水面とし、また水面下の地中への熱移動はないと仮定した。図8左は、外側ビニールフィルム、内カーテンフィルム、水面という部材間の対流伝熱と、水面(植物群)からの水蒸気蒸散およびカーテンフィルム下面での結露の状況を示す。ハウス内水蒸気循環量の計算はカーテンフィルム下面への結露水量を求め、この結露水量と水面(植物群)からの水蒸気蒸散量が等しいとした。

図8右は放射伝熱の状況で、各部材および天空との間の放射伝熱を示す。カーテンフィルム下面へ水蒸気が結露するとカーテンフィルムの温度が上昇するとともにカーテンフィルム下面の光特性、特に赤外線透過率等が変化する。本計算では、結露水は薄い水膜となってカーテンフィルム下面へ均一に付着するとし、この時、カーテンフィルム下面の光特性値は水の光特性値となるとした。カーテンフィルム上面では光透過が阻止されるので、その透過光の光量はカーテンフィルムへ吸収されるとした。

赤外線透過性の外側ビニールフィルムとカーテンフィルムに関する多重反射に関する計算式、対流熱伝達率および光特性値は岡田の論文(1)および(2)を、カーテンフィルム下面への結露熱伝達量は青木の論文(3)の計算式を導入した。

計算は部材間の対流熱伝達式と赤外線透過を考慮した相互熱放射式等をWindows-N88Basicで記述し実行した。計算にはニュートン・ラプソン法を用い、収束条件は、計算数値の前後の差が 0.0001°C 以下の時とした。計算の有効桁は16桁である。

4-2 計算例と検討

図9は床面(水面)温度 $T_w=18^{\circ}\text{C}$ 、外気温 $T_{ao}=5^{\circ}\text{C}$ 、天空温度 $T_s=0^{\circ}\text{C}$ とし、ハウス内相対湿度を変化させた場合の床面積 1000m^2 ハウスからの放熱

量と結露量の計算例を示す．この計算条件では，ハウス内相対湿度が82%までの低い湿度領域では，カーテンフィルム下面は乾燥し，外気への放熱量は42.9 kWhとなっている．ハウス内相対湿度が83%の時，結露が発生して，放熱量は38.2kWhと激減する．これは，カーテンフィルム下面に薄い水膜が付着し，床面から天空への放射熱量が激減することによる．ハウス内相対湿度が83～100%の高い湿度領域では，結露量に対応して放熱量が増加する．この計算条件では，相対湿度100%の時の放熱量はカーテン下面が乾燥している時よりやや小さく，42.2kWhとなる．

除湿機を用いてカーテンフィルム下面の相対湿度を90%とした場合の放熱量は，39.7kWhと計算される．この際の放熱率は $100 \times 39.7 / 42.2 = 94\%$ で，6%の省エネルギーとなる．

図10は結露量の計算例である．農業用ビニールハウス内の相対湿度が高くなるとともに，ほぼ比例して，カーテンフィルム下面へ結露の発生量が増加する．ハウス内の相対湿度が100%の時，カーテンフィルム面積1000 m^2 ，1時間当たり15 Lが結露すると計算される．カーテンフィルム下面の相対湿度を90%とした場合の結露水量は，6 L程度と計算される．除湿しない場合の，相対湿度100%の時の結露量15 Lと比較して，9 Lを削減したことになる．カーテンフィルム下面へ結露した水滴は，カーテンフィルムの材質や傾きにより変動するものの，その一部が下方へ落下し，植物群の葉に付着して病害の発生を助長するとの報告があることから，除湿による結露水の削減は病害発生を削減し，そして，その結果として収穫量の増加に寄与するものと考えられる．

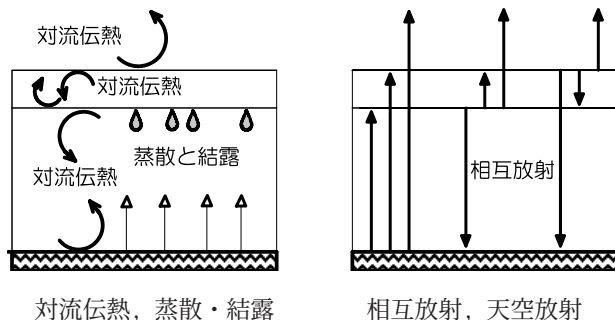


図8 ビニールハウスに関する簡易計算モデル

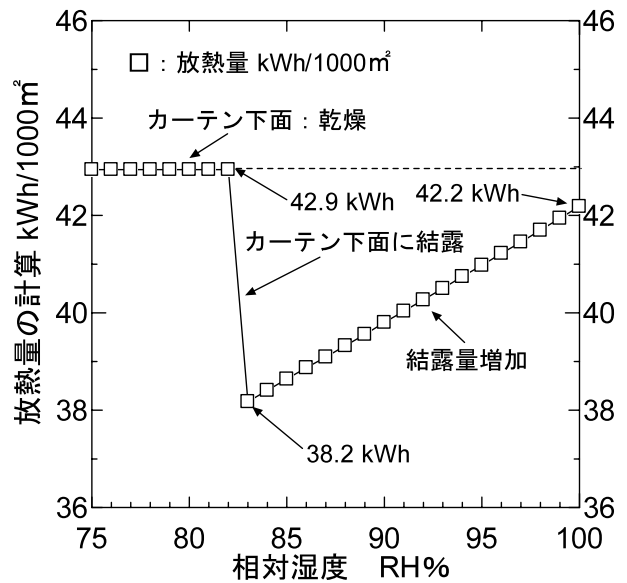


図9 簡易計算モデルの計算結果
(ハウス内相対湿度と放熱量)

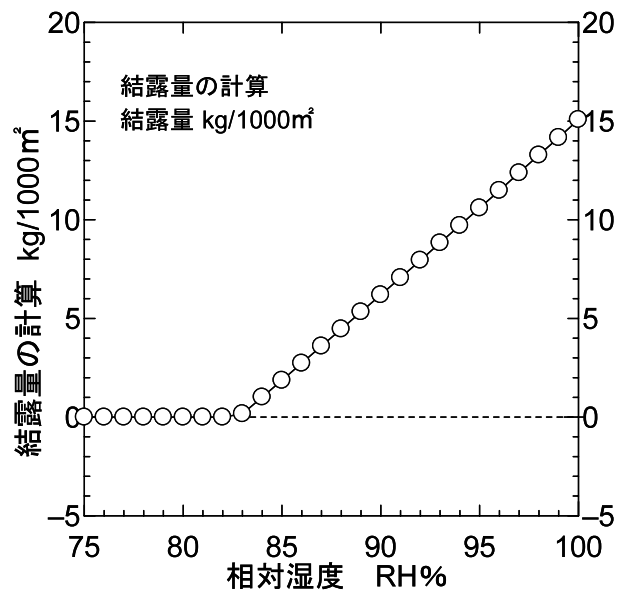


図10 簡易計算モデルの計算結果
(ハウス内相対湿度と結露量)

5 商品化モデルの製作と実証実験

これらの成果を基にして，平成23年度～25年度宮崎県企業局の「試験研究機関連携推進事業」の研究資金を受けて「農業温室用吸収式除湿機の商品化研究」に着手した．

商品化モデル装置は，除湿等の基本性能は維持して，機器の小型化，低価格化を達成することとした．

図11～12に製作した商品化モデル装置を示す．

図11はスリム型除湿ユニットで、寸法は横幅1600mm、奥行き550mm、高さ1650mmであり、従前の経産省事業で試作した2台の除湿ユニット1台に削減した。

図12は温室外設置型の吸湿液加熱再生ユニットで横幅1520mm、奥行き520mm、高さ1650mmである。

この機器も奥行きを薄くすることにより作業通路を確保した。

図13は壁掛け方式とした制御ユニットで、作業通路を確保した。これらのいずれも、従前のものと比較すると約半分の体積とすることができた。

販売価格については、小型コンパクト化などにより、本除湿機を導入して、2年間使用する場合の収入増、すなわち2シーズンの使用で原価償却できる価格帯とすることが可能となった。

本除湿機を用いて、暖房用重油削減効果に関する実証実験が実施された。平成24年12月1日～平成25年2月28日（90日間）の概要は、

- ① 温室暖房用A重油の消費量は、対照区が7,007L、除湿区は6,081Lで、その差は926L。暖房用A重油消費量の削減率は、 $926/7007=13.2\%$ 。ただし、A重油消費量の数値は除湿区の床面積1,200m²に換算した値。
- ② 温室から除去した水分量は763L、吸湿液の再生に用いた灯油は117L、であった。

平成24年度は、温室内設置の除湿ユニットを従前の2台から1台へ削減したにもかかわらず、暖房用A重油消費量の削減率は13.2%と向上した。これは、除湿空気をカーテンフィルム下面へ供給する際の方法等を改善したことによるものと考えられる。

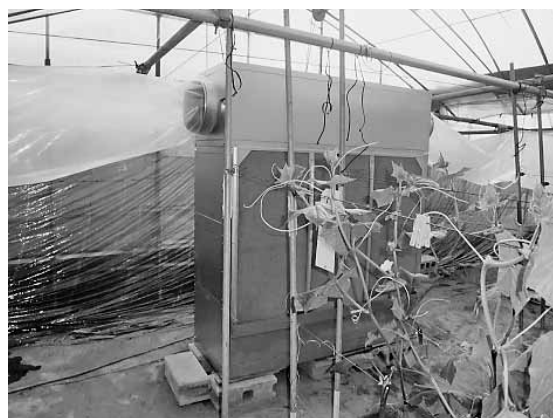


図11 スリム型除湿ユニット



図12 吸湿液加熱再生ユニット

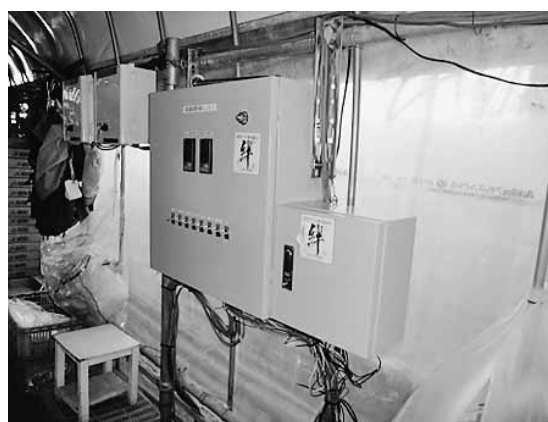


図13 壁掛け式制御ユニット

6 まとめ

除湿した空気をカーテン下面へ送風・循環して、カーテン下面と植物群周囲の高湿度空気との接触を阻止する実験を行い、①暖房用燃料消費量の削減、②植物病害の予防およびキュウリ収穫量の増量効果を確認した。このことを考察する目的で、ビニールハウス内の水蒸気循環と熱収支に関する簡易モデルを提示するとともに試算した。計算値の傾向とハウス実験との傾向はほぼ一致することがわかった。

これらの成果を基に、宮崎県企業局の「試験研究機関連携推進事業」の研究資金援助を受けて、商品化モデル機器を製作し、除湿栽培実験を行った。そして重油削減効果等を確認した。

参考文献

- 1) 岡田，農業気象，37，221-230（1981）
- 2) 岡田，農業気象，40，159-162（1984）
- 3) 青木，機論，20-96（2），558-563（1954）

1GHz超EMI測定のための電波暗室特性評価*

小田 誠^{*1}・肥後 一彦^{*2}・鳥原 亮^{*1}

Fingerprinting of the Anechoic Chamber for EMI Measurement of more than 1GHz

Makoto ODA, Kazuhiko HIGO and Ryou TORIHARA

情報技術装置を対象にした1GHz以上の放射妨害波の許容値と、測定のための測定サイト評価方法であるSVSWR法が国際規格に規定され、適用が開始された。当県工業技術センターでも規格に対応した測定を行えるようにするため、保有するVCCI登録サイト（1GHz以下）である3m法電波暗室に1GHz以上での電波吸収特性に優れた電波吸収体を設置することにより、またアンテナ等を開発するためのマイクロ波電波暗室の電波吸収体配置方法を変更することにより、SVSWRが規格に適合した環境を構築できるか検討を行った。その結果、両サイトとも規格に適合させることができた。さらに、両サイトにレシーバ、アンプ、アンテナ、測定ソフトを設置し、EMI測定を行える環境を整備した。

キーワード：EMC，SVSWR法，電波暗室，CISPR，1GHz超

1 はじめに

電子機器の高速デジタル化に伴い、動作周波数がMHz帯域から数GHzに至る製品が市場に出始めた。このような電子機器の電磁ノイズが、携帯電話や無線LAN、GPSなど、GHz帯を利用する通信などへ妨害を与えることが懸念されるようになったため、電子機器に対するEMI規格が改定され、2010年10月に、最大6GHzまでの放射電磁雑音の規制の運用が欧州と日本で開始された。1GHz超放射妨害波の国際規格はCISPR（International Special Committee on Radio Interference：国際無線障害特別委員会）が発行した文書により規定されている¹⁾。この文書は日本国内においては、情報通信審議会から総務省に答申され、この内容を基にVCCIが規定を制定している²⁾。当センターの3m法電波暗室は、VCCIの登録サイト（1GHz以下）になっており、県内外の企業から利用されている。今後は、1GHz以上の放射電磁雑音測定の要望が増えると考えられるので、6GHzの周波数にまで対応する必要がある。

このためには、電波暗室の特性を改善する必要がある。そこで本研究では、当センターの3m法電波暗室の特性改善を行い、特性を規定に適合させるための検討を行った。また、アンテナ等を開発するために整備したマイクロ波電波暗室をEMI測定にも利用できるようにするための検討を行った。

2 実験方法

2-1 電波吸収体配置

1GHz以下の放射電磁雑音測定は、床面が金属反射板で、他の5面には電波吸収体のある電波半無響室で行う。この電波半無響室の特性評価はNSA（Normalized Site Attenuation：正規化サイトアッテネーション）法で行うことになっている³⁾。一方、1GHz以上の測定では、1GHz以上での吸収特性に優れた電波吸収体を6面全てに配置し、自由空間に近い環境で測定を行う必要がある。特性評価は、SVSWR（Site Voltage Standing Wave Ratio：サイト電圧定在波）法で行うことになっている。しかし、電波吸収体を貼り付けるには、高額な改造費用が必要となる。また、小型暗室の場合、室内の有効寸法が短くなり、NSA特性が規定を満たさなくなることがある。そこで移動可能な衝立式電波吸収体

* マイクロ波EMCノイズ測定・EMC対策技術に関する研究
（第1報）

*1 機械電子部

*2 機械電子部（現 宮崎県県土整備部営繕課）

と床置き式電波吸収体を配置し、1GHz超への対応が可能か検討した。また、マイクロ波電波暗室は、1GHz以上での電波吸収特性に優れた電波吸収体を使用しているため、Quiet Zoneの直径寸法0.3m、パスレングス送受信間の距離3.0mの条件で、1.0GHz -20dB以下、10GHz -40dB以下、20GHz -40dB以下、30GHz -40dB以下、40GHz -40dB以下と、自由空間（無限空間）に近い特性を持っているが、1GHz超放射電磁雑音測定用電波暗室の規定には適合していないため、EMI測定には使用できない。そこで、測定距離3mと十分な大きさのテストボリュームを確保できるように吸収体とターンテーブルの配置を検討した。図1に3m法電波暗室内、図2にマイクロ波電波暗室内の電波吸収体配置位置を示す。

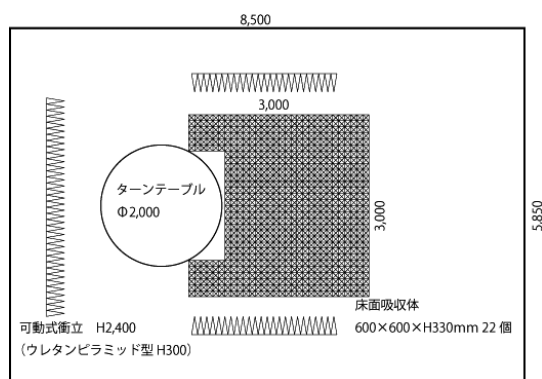


図1 3m法電波暗室

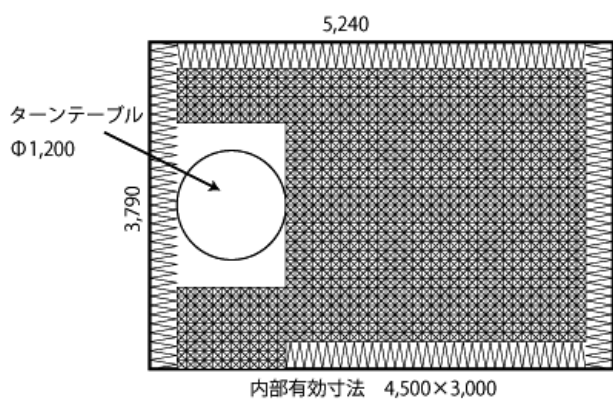


図2 マイクロ波電波暗室

2-2 SVSWR測定法

SVSWR法による電波暗室の評価のためには、まず図3に示すようにテストボリュームを定め、テストボリュームの外周から3m離れた位置に受信アンテナを置く。次に図4に示す5箇所

をおき、直線上の6箇所を移動させる。各位置における受信レベルを測定し、測定値に距離補正を行った後に、偏差を求める。各位置において偏差が6dB以下であれば、測定サイトは規格に適合していることになる⁴⁾。

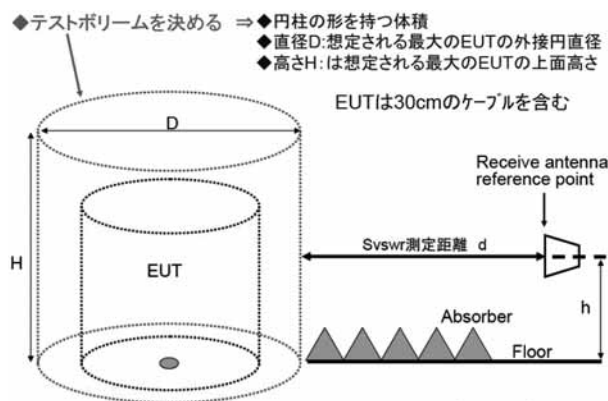


図3 テストボリューム

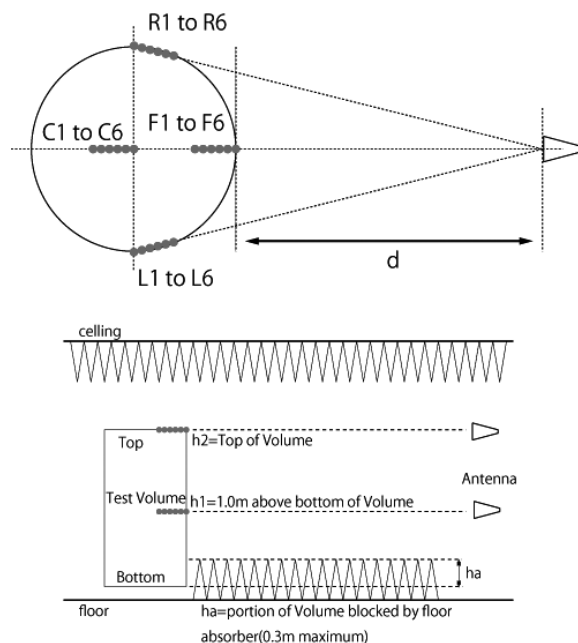


図4 適合性を確認する位置

2-3 測定システム

測定に使用した機器を表1に示す。送信アンテナと実際の測定で使用するアンテナをネットワークアナライザに接続して、自由空間伝搬減衰量を測定する。また、送信アンテナを駆動させるポジションをパソコンで制御する。周波数ステップは50MHz、測定周波数は1～6GHzとした。テストボリュームの高さは2mとした。

表1 測定機器

機器名	メーカー	型式
VNA	Agilent Technology	E8361A
送信アンテナ	Schwarzbeck	SBA9119
受信アンテナ	Schwarzbeck	9120B
電波吸収体 (マイクロ波)	NEC-TOKIN	TUP
電波吸収体 (3m法)	日清紡ケミカル	DFA-12H
ケーブル	SUNNER	SUCOFLEX 104+106

3 結果および考察

3-1 3m法電波暗室のSVSWR

3m法電波暗室のターンテーブルの直径は2.0mであるので、テストボリュームも2.0mとして、始めにテストボリューム中央でのSVSWR測定を行ったが、規格に適合していなかった。そこで、次にテストボリュームを1.5mとして、中央での測定を行った。結果を図5に示す。

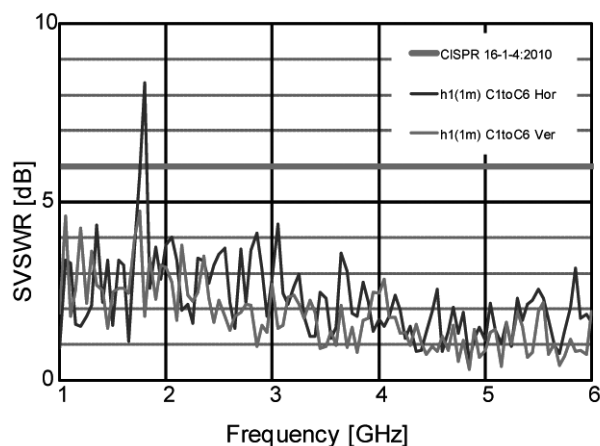
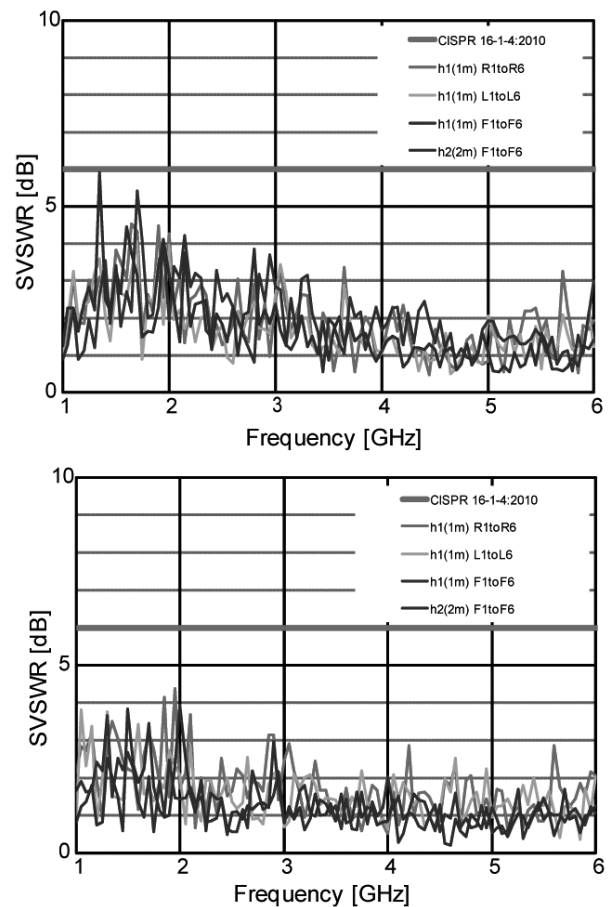


図5 中央での測定結果

測定の結果、テストボリュームが1.5mでも1.8GHz付近で限度値の6 dBを超えているため規格に不適合となった。原因は、電波吸収体が設置されていない、ターンテーブルの金属反射による影響が主体であると考えられる。しかし、テストボリュームが1.5m以下の場合には、テストボリュームの中央でのSVSWR測定が不要であるので⁴⁾、テストボリューム1.5mでの測定を継続し、テストボリュームの前

(F)、右(R)、左(L)およびフロント高さ2mでSVSWRを測定した。結果を図6に示す。

図6 3m法電波暗室評価結果
水平(上) 垂直(下)

評価の結果、3m法電波暗室はテストボリュームが1.5mであれば、規格に適合していることがわかった。アンテナの偏波面が垂直の場合は、SVSWRのワースト値が4.74であるが、水平の場合は5.91であり、実際の測定結果への影響が懸念される。さらに特性を改善するには、受信アンテナ背面、天井面への電波吸収体設置が必要であるが、実使用上困難である。送受信アンテナを電波暗室の対角線上に配置する、衝立型電波吸収体の位置を見直す、などの検討を今後行っていく必要がある。

3-2 マイクロ波電波暗室のSVSWR

マイクロ波電波暗室は、内部有効寸法が4.5mであるため受信アンテナの大きさを考慮すると、1.5mのテストボリュームを確保することはできない。しかし、大きなテストボリュームを必要とする場合もあるので、1.2mのテストボリュームを確保でき

るように、受信アンテナとターンテーブルの配置を検討した。また、ターンテーブルは(株)デバイス製のDM3323AV1/O-ACであり、天板の径が0.4mである。そこで、直径が1.2mの亚克力製天板を作製し、アジマステーブルに取り付けた。SVSWRを測定した結果を図7に示す。検討の結果、マイクロ波電波暗室も規格に適合させることができた。SVSWRのワースト値がアンテナの偏波面が水平の場合は2.69、垂直の場合は4.13であり、3m法電波暗室に比べ優れていた。そこで、電波吸収体の移動が容易なマイクロ波電波暗室にも測定環境を整備した。

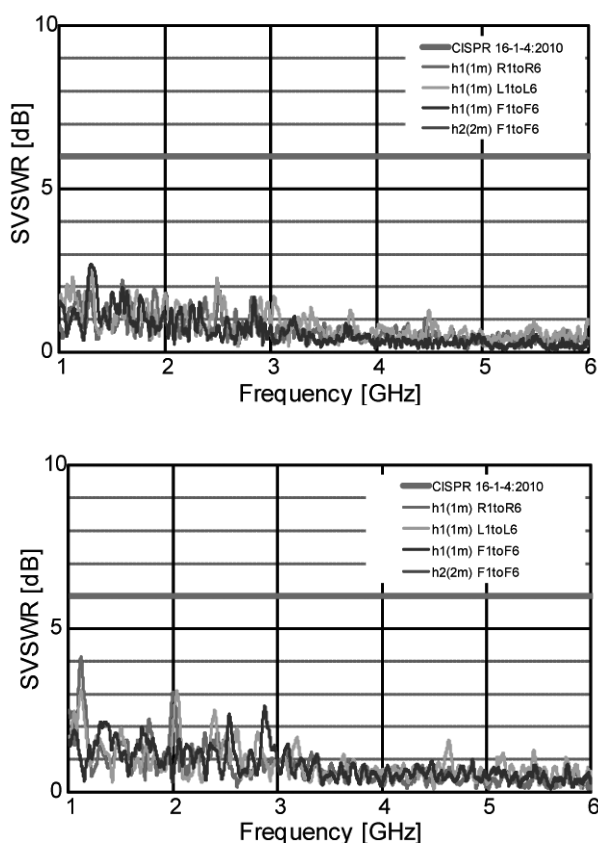


図7 マイクロ波電波暗室評価結果
水平 (上) 垂直 (下)

4 まとめ

既存の電波暗室をGHz帯域に対応させることができた。これにより、当県工業技術センターで、新しいEMI規格に対応した測定を行うことが可能になった。しかし、電波暗室は、その大きさや形状の違いにより、性能が大きく異なることがわかった。今後は、この特性の違いが、実際の測定においてどのような影響を与えるのか、2つのサイトの相関性を確認していく。

5 参考文献

- 1) CISPR16-1-4Ed.2, Specification for radio disturbance and immunity measuring apparatus and method (2007)
- 2) VCCI協会：VCCI規定集 (2012年4月改訂版), VCCI協会
- 3) 関西電子工業振興センター電磁波障害分科会編：C.I.S.P.R.公報集, 関西電子工業振興センター, (1988)
- 4) VCCI協会：1GHz超放射妨害波測定コース, VCCI協会

LEDの一次産業等への応用技術に関する研究* —スイートピー落蕾防止実験のための予備調査—

肥後 一彦*¹・鳥原 亮*²・竹山 隆仁*³・長友 良行*²

Study on Applied Technology of the LED Light for the Primary Industry
—Preliminary Investigation for Experiments of the Inhibition of
Flower Bud Abscission of the Sweet Pea—

Kazuhiko HIGO, Ryo TORIHARA, Takahito TAKEYAMA and Yoshiyuki NAGATOMO

本研究では、一次産業やその他の分野で利用できるLED応用技術の開発・研究を行っており、特に花き栽培への応用を目指したLED照射装置の開発について検討を進めている。本報では、スイートピーの品質向上、特に日照不足による落蕾の抑制を目的としたLEDによる補光実験を行うための予備調査として実施した小型LED照射器具から得られるPPFD量の測定結果、また、その結果を踏まえた照射方法の検討について報告する。

キーワード：LED、スイートピー、落蕾、補光、PPFD

1 はじめに

昨今の省エネ意識の向上により、LED照明などの省エネ照明機器の開発に係る要望が高まってきている。特に原子力発電所の運転停止などの電力事情の影響により、家庭や企業の活動においても大幅な節電が求められていることもあり、節電機器の代表格でもあるLED照明機器については今後益々需要が伸びるものと考えられる。また、LEDの持つ様々な特徴から照明のほか幅広い用途にLEDを利用する事例が多数報告されてきている。このような状況から、本研究では、農林水産業等で利用できるLED応用技術の開発に取り組んでいる。

当県は、温暖多照という恵まれた自然条件を生かした花きの生産が非常に盛んであり、中でもスイートピーは全国一位の出荷量（平成23年実績、宮崎県農産園芸課調べ）を誇る県を代表する花である。スイートピーはマメ科の一年草で、ハウスでの切り花の促成栽培においては、秋に播種を行い、11月から

翌年3月の期間、収穫ができる。また、非常に日照を好む性質を持つ種で、栽培期間中に曇雨天が数日間続き日照量が不足すると自ら花の蕾を落とす落蕾という現象を起こす。この落蕾を生じたものは切り花としての品質が著しく低下するため、落蕾の有無が生産量に大きく影響を及ぼす。このため、安定しない気象条件下で、品質を低下させず安定的に生産することがスイートピー生産における長年の課題となっている。

この課題を解決するため、LED照明を利用し曇雨天時の太陽光の光量不足を補う、いわゆる補光という処理を行うことにより落蕾を防止することのできる補光装置の開発を目指し、ハウス栽培での補光の効果を検証する実験および専用の照射器具についての検討を行った。なお、この補光効果の検証実験は、以前からスイートピー等の花きの栽培用照明について研究開発を行っている宮崎県総合農業試験場と共同で実施することとする。

* LED照明の一次産業等への応用技術に関する研究
(第1報)

*1 機械電子部 (現 宮崎県県土整備部営繕課)

*2 機械電子部

*3 機械電子部 (現 宮崎県機械技術センター)

2 実験方法

2-1 照射器具の検討

スイートピーの落蕾防止対策については、日照量の不足を補う効果を期待した屋外照明等で用いられるような高出力の照明器具を用いた試験が報告¹⁾されている。しかしながら、当県のスイートピー生産農家の多くは小規模なハウス栽培の形態をとっており、大がかりな設備の導入は、イニシャルコストや電気代などのランニングコストを考慮した費用対効果の点から、このような生産農家への普及を狙う手法としては現実的ではないと思われる。このため、既存の栽培環境にあまり改造を加えることなく、かつ低コストで費用対効果の高い照射器具の開発を目指す必要がある。そこで、今回取り組むハウスでの補光実験では、小型で設置が容易な器具であることを要件として選定することとした。

また、照射器具の設置については、栽培するハウス内で地面から上方に草丈の長くなる株の茎葉に対して、どのような照射方法および取付方法が効果的であるのかを検証する必要がある。これらの要件を踏まえ、電球型器具（図1）と直管型器具およびフレキチューブ型の器具の3種の器具を実験で用いることとした。照射する光の成分については、3種とも、LEDを用いた植物育成実験の分野で一般的に利用されている赤色LEDをベースとして、主波長660 nm付近の光を中心に他の色と合成したものを選定した。各器具の仕様を表1に示す。

表1 照射器具の仕様

	電球型	直管型	フレキチューブ型
消費電力	9 W	20 W	9.6 W
全光束	—	170 lm	240 - 360 lm
規格・大きさ	E26	120 cm	100 cm

電球型器具は、主に赤色系のLED素子を組み込んだ9Wのものをカスタマイズ製作し、準備した。同様に、直管型およびフレキチューブ型の器具についても、必要とする発光色のLED素子を組み込んだものを準備した。

2-2 照射器具のPPFD測定

植物が光合成に利用できる光の領域は、ほぼ可視光域に一致した400～700 nmの波長域であるとされる。植物の分野では、これを光合成有効放射と呼び、光合成に有効な光量の指標としては、400～700 nmの光合成有効光子束（PPF：Photosynthetic photon flux）、また、その単位面積あたりの密度（PPFD：Photosynthetic photon flux density）が用いられる^{2), 3)}。そこで、各照射器具の特性を把握し、装置開発の検討を進める上での基礎とするため、PPFDの測定を行った。

測定には、高感度分光放射輝度計（大塚電子㈱、HS-1000AK）を用い、照射器具を測定器に正対させ、照射器具と測定器との距離を鉛直方向に変えながらPPFDの変化を測定した（図2）。



図1 電球型器具（カスタマイズ品）



図2 PPFD測定状況（電球型器具）

3 結果および考察

3-1 照射器具のPPFD測定結果

各照射器具が放出するPPFDの測定結果について、図3～図5のグラフに示す。グラフ中の横軸は光源からの距離、縦軸はPPFD値を示したものである。

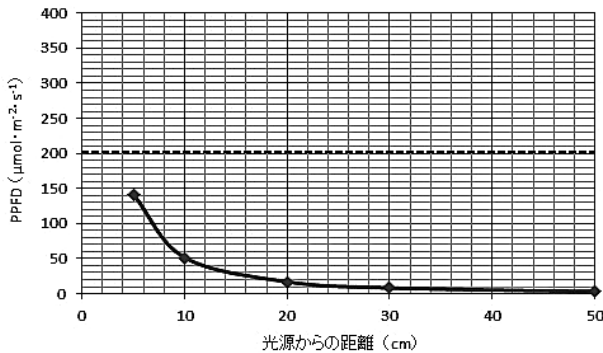


図3 PPFD測定結果 (電球型器具)

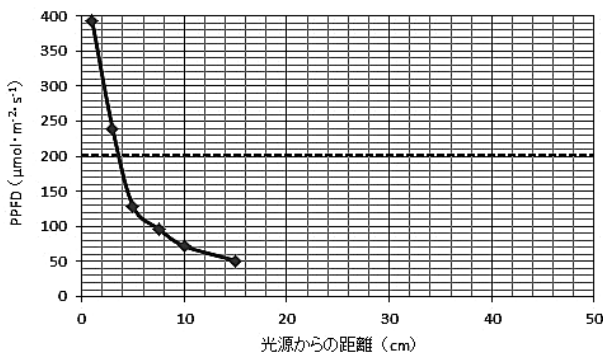


図4 PPFD測定結果 (直管型器具)

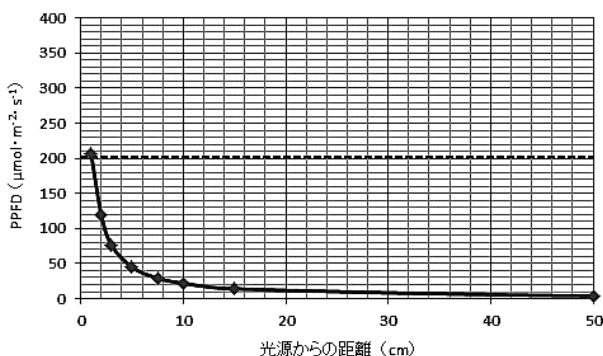


図5 PPFD測定結果 (フレキチューブ型器具)

図3～5のグラフから分かるとおり、各器具とも光源から離れるに従いPPFDが急激に減少する。

人工光型植物工場などでは、一般的に植物育成に数百 $\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度のPPFDが必要とされるこ

とから、補光実験において必要なPPFDの目標値として、莖葉面で受ける量を $200\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 以上と設定することとする。しかし、今回の測定結果から見ると、器具から5 cm離隔した時点で、電球型器具の場合が $141.9\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 、直管型器具の場合が $128.7\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ 、フレキチューブ型器具の場合が $44.9\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ といずれの器具も期待値を下回ってしまうことが分かった。さらに離隔を大きくした場合、 $100\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ のPPFDを確保するためには、電球型器具、直管型器具とも約7 cmまでの距離が限界であり、 $50\mu\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ の量を確保するためには、電球型器具で約10 cm、直管型器具で約15 cmまでの距離が限界であることが読みとれる。このことから、いずれの器具も小型で出力が低いため、器具1個あたりでは十分な量のPPFDを確保することは困難であることが分かる結果となった。

また、一定離隔における各器具のPPFDの量は、概ね、直管型、電球型、フレキチューブ型の順で大きかった。器具の消費電力等の公称出力の大きさと同じ順序とはなっていないが、これは、器具内部のLED素子の仕様の違いによるほか、器具の形状や器具内部のLED素子の配置および密度等の違いによる放射光の分布に差異があるためと推察される。

3-2 補光実験における照射方法の検討

今回選定した照射器具のPPFDを測定した結果により、各器具とも1個あたりでは十分な量のPPFDを確保することは困難であることから、落蕾防止に有効な量のPPFDを莖葉にあてるためには、器具に合った照射方法について検討する必要がある。

電球型器具の場合は、電球ソケットを用いて対象の上方から照射するので、株の並びにあわせ複数個の器具を一行に並べて配置し、かつ近接距離にて照射する方法が現実的な方法であると考えられる。なお、この場合、上方から近接して照射することから、生長による莖の伸長にあわせ設置位置を上昇させることも考慮する必要がある。例えば、電球ソケットの位置を地面からの高さ20 cmから200 cm程度の範囲で可動調節できるような点灯器具との組み合わせが有効であろう。

直管型器具の場合は、その細長い形状を生かして、株の並びにあわせて平行に照射ができる。このため、上方からでも側面方向からでも照射でき、いろいろ

な取付方法が考えられる。例えば、側面照射の場合、草丈の長い株に対して、両側から挟み、さらに、上下に高さを変えて何段かで照射するなど効果的な方法が考えられる。そのための取付器具についても検討が必要である。

フレキチューブ型器具については、自由に屈曲させることができ、照射方法の選択肢が広がるという大きな利点はあるものの、PPFDの測定結果から見ると、電球型器具や直管型器具に比べてもPPFDの量が少ないため補光用器具としてはあまり有効とはいえないであろう。

以上の考察を踏まえて、各照射器具の照射方法および取付方法を決定し、今後、ハウスでの補光実験において、これらの3種の器具の落蕾防止効果の有効性について検証することとする。また同時に、今回主波長として用いた赤色系の光のほか、他の光色との合成等、さらに落蕾防止効果の高い発光スペクトルの探求についても明らかにしていく。

4 まとめ

今回、スイートピーの落蕾防止を目的とした補光装置の開発に向け、ハウスでの補光実験に用いる照

射器具の検討およびPPFDの測定ならびに照射方法についての考察を行った。この結果、開発の目標とする小型の器具では、出力が低く放射するPPFD量が少ないため、単体では十分な量が確保できないことがわかった。

しかしながら、スイートピーのような園芸作物の生産現場への普及を目指す場合、導入コストや運用コストの低減化、また、設置のための改造手間の簡略化は必須の条件であり、このためにも、照射方法もあわせて検討し、適応する取付器具を含めた落蕾防止効果の高い小型の照射器具の開発に取り組むこととする。

5 参考文献

- 1) 古藤澄久, 平本廣幸, 桐生進, 吉田光晴, 雨木若慶: 園芸学研究別冊, 9-2, 540 (2010)
- 2) 後藤英司, “第3章 LEDと植物育成”: LEDの農林水産分野への応用, 農業電化協会, 38 (2006)
- 3) 村上克介, “第1章 生物と光環境 1. 植物”, 後藤英二編: 人工光源の農林水産分野への応用, 農業電化協会, 1-3 (2010)

太陽光発電の特性評価に関する研究*

鳥原 亮^{*1}・平 栄蔵^{*1}・長友 良行^{*1}・肥後 一彦^{*2}・竹山 隆仁^{*3}

Study on Characteristic Evaluation of the Photovoltaic Power Generation

Ryo TORIHARA, Eizo HIRA, Yoshiyuki NAGATOMO,
Kazuhiko HIGO and Takahito TAKEYAMA

本研究では、太陽光発電システムの長期運用における特性の変化を評価する手法の一つとして、多結晶シリコン太陽電池セルに過剰な外的ストレスを与えた時の出力特性の変化について検証した。本報では、要因として考えられる①水分による影響、②純アンモニアによる影響についての実験結果を報告する。実験は継続中であるが、途中結果として、出力の劣化に寄与する影響は見られなかった。

キーワード：多結晶シリコン太陽電池，ソーラーシミュレータ，特性評価

1 はじめに

世界的にエネルギーと環境への関心が高まるなか、当県においては、その恵まれた日照条件から、太陽光発電システムの導入が盛んになっている。太陽光発電システムは、導入後、数十年の長期にわたって運用されるものであるため、その長期にわたる安定した発電性能が要求される。このため、運用時に周辺環境から受ける温度変化や湿度変化などの環境ストレスを予測し、運用中における劣化や不具合の状況を把握することが重要である。また、太陽光発電システムの設置場所については、現在は一般住宅や遊休地などが主であるが、将来的には農業や水産業などへの展開、普及も十分考えられる。

このような背景から、本研究では、環境ストレスに起因する太陽電池劣化の評価項目についての探究のため、多結晶シリコン太陽電池セル（以下、「セル」という）が水や腐食系ガスに長期間接触した場合の出力特性の変化を調査した。

2 実験方法

2-1 太陽電池セルの評価環境の調整

セルを評価するための装置として、ソーラーシミュレータ（英弘精機㈱，SS-156XIL）（図1）を用いた。この装置では、キセノンランプを用いた疑似太陽光によりセルの最大出力などを測定できる。セルの測定条件は、JIS C 8960の標準測定条件（Standard Test cell Conditions：STC）である、標準温度25℃、分光分布 AM-1.5G、日射強度1000W/m²に設定し、この条件を常に再現できるようにするため、装置の調整を行った¹⁾。



図1 ソーラーシミュレータ

最初に、疑似太陽光の光量安定を得るため、日射計（英弘精機㈱，ML-020VM）を用い、光源点灯後の光量変化を調べた。時間的な光量の変化を図2

* 太陽光発電の性能評価に関する研究（第1報）
*1 機械電子部
*2 機械電子部（現 宮崎県土整備部営繕課）
*3 機械電子部（現 宮崎県機械技術センター）

のグラフに示す。グラフ中の横軸は光源点灯からの経過時間、縦軸は点灯直後の光量を100としたときの光量の変化の割合を示したものである。この結果から、点灯後60分以上経過するとキセノンランプの光量が概ね安定することがわかる。これにより、実際の測定の際には、光源点灯から60分以上のエイジング時間をとり、安定した光量を得ることとした。

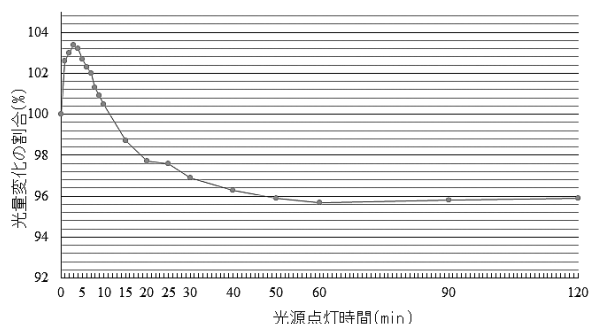


図2 疑似太陽光の光量変化

次に、標準温度環境を実現するため、測定ステージの温度調整を行った。ステージの温度調整には、循環恒温槽を用いており、0.1℃単位での温度調整が可能である。試験室内の温度は空調にて25℃に設定されているが、周囲の室温の影響を受け、実際のステージ表面温度と設定温度に差が生じないかを確認するため、ステージを9つのブロックに分け、温度計（アズワン株式会社、TM-300）を用いて各ブロックの表面温度を測定した。結果は図3のようになり、セル測定時のステージ表面温度が設定温度のとおり概ね25℃に保たれていることが確認できた。

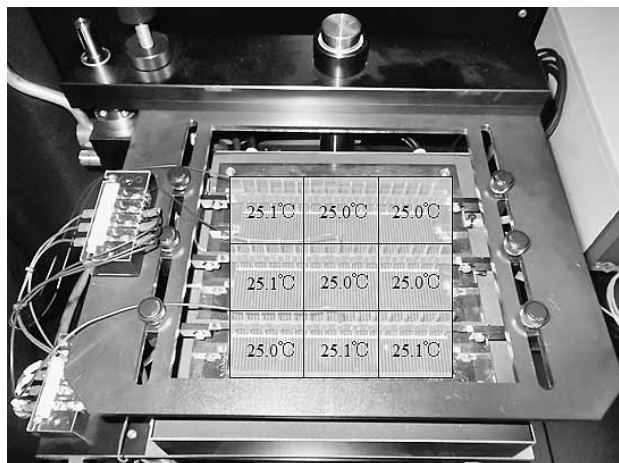


図3 測定ステージの温度分布

最後に、疑似太陽光の日射量校正を行うための環境を整えた。校正は、基準太陽電池セルを組み込んだパッケージ（コニカミノルタ株式会社、AK-200）を用いて行う。パッケージを測定ステージに設置する場合、パッケージ内部のセルから光源までの距離と、ステージから光源までの距離に8.3mm差が生じる。そのため、測定面の高さを合わせる必要がある。そこで、ステージの高さを鉛直方向に調整できる治具を製作し、ステージの下に取り付け、精密に高さを調整できるようにした。治具の一部には、Z軸フラットステージ（シグマ光機株式会社、TDS-1003）を組み込み製作し、鉛直可動域を±10mmの範囲で調整できるようにした。

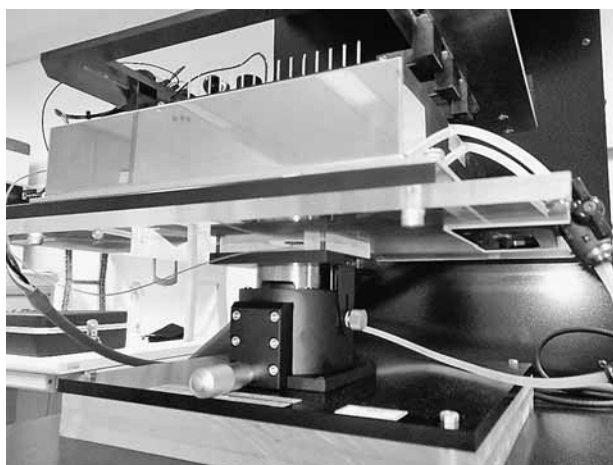


図4 測定ステージ下部改造状況

また、測定ステージに基準セルパッケージを設置した場合、パッケージ周辺の残りの受光面からの反射が影響し、日射量の調整に影響を与えることが考えられるため、あらかじめ、測定ステージの受光面に遮光用のシートを敷いたうえで、基準セルパッケージを設置することとした。

2-2 水によるセル出力値の影響評価（実験1）

太陽電池の劣化を招く環境ストレスの一つの要因であると考えられる水がセルに与える影響について検証するための実験を行った。実験用のセルは、水に浸した後、室内で10日間放置したもの（図5）とし、ソーラーシミュレータで測定し、これを1年間繰り返した。

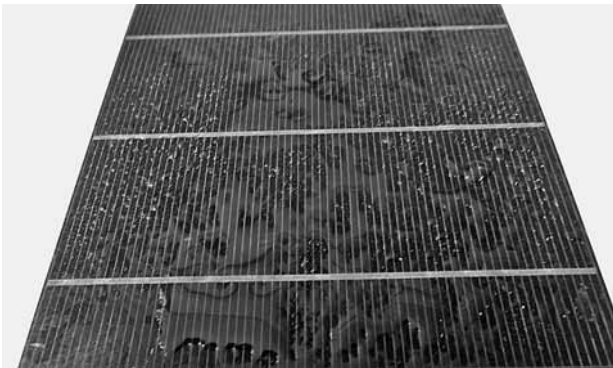


図5 水に浸したセル
(実験開始から1年経過したもの)

2-3 アンモニアによるセル出力値の影響評価 (実験2)

また、設置環境として想定される、農畜産業の現場環境を模擬し、アンモニアガス環境下での影響の検証実験を行った。実験は、純アンモニアを満たしたデシケータ内に、セルを入れ（図6）、一定期間おきに取り出し、ソーラーシミュレータで最大出力を測定した。測定間隔はIEC61215のDH試験（高温高湿試験）の時間を参考に1000時間おきとし、4000時間まで測定した。保管中の光による影響を除外するため、デシケータは暗所に設置した。

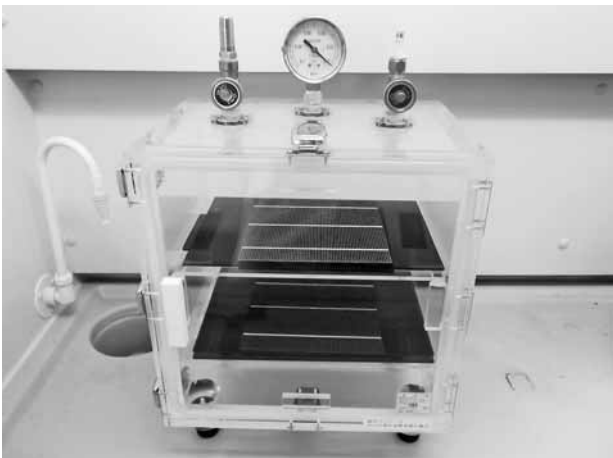


図6 純アンモニア雰囲気下での保管状況

3 結果および考察

実験1の測定結果を図7のグラフに示す。グラフ中の横軸は試験開始からの経過日数、縦軸はセルの出力の割合を示したものである。なお、出力の基準として、比較対象用にデシケータ内で一定湿度で保管した同一規格のセルの出力値を100とした。

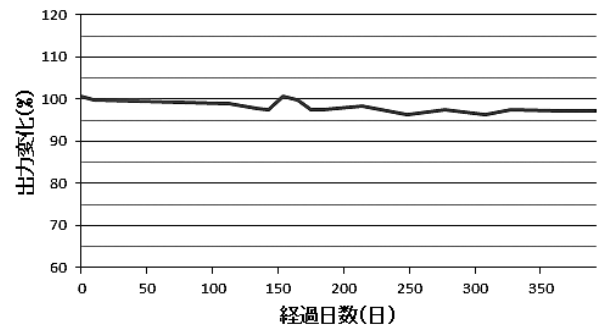


図7 水の影響による出力変化

水の影響による出力変化の測定においては、開始3ヶ月ほど経過してから徐々にバスバー電極部に発錆が見られたが、最大出力の変化としては、最大で3.8%の低下にとどまり、1年の実験期間では、著しい出力値の低下は認められなかった。

次に、実験2の測定結果を図8のグラフに示す。グラフ中の横軸は経過時間、縦軸はセルの出力割合を示したものである。なお、出力の基準は実験1と同様である。

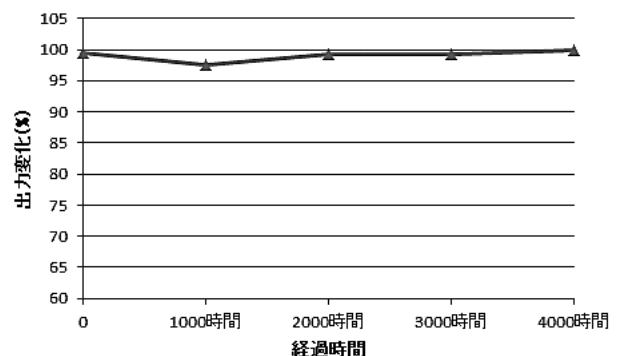


図8 アンモニアの影響による出力変化

アンモニアの影響による出力変化の測定においても、4000時間の実験の中では、最大出力に著しい低下は認められなかった。

このことから、セル単体に水やアンモニアが触れる環境において、1年程度の期間では、セルの出力に大きな影響は及ぼさないことがわかった。しかしながら、太陽光発電システムは長期運用が求められるため、より長期的な実験を行うことで、劣化の状況を把握し、加速試験の条件等の手がかりを探究していくこととする。

4 まとめ

太陽光発電の分野では、設備の信頼性・品質の維持に関して、運用中の劣化状況の把握およびその擬似的な試験方法の確立が求められている²⁾。このため、今回、多結晶シリコン太陽電池セルを対象とし、水やアンモニアガスが接触した状況を模擬した実験を行った。実環境よりも過酷な条件での実験を行ったが、結果として約1年の実験では出力低下の兆候は認められなかった。長期的な出力変化を確認すべく、今後も継続して観察していくこととする。また、評価対象についても、セル単体のみならず、部材や配線など太陽光発電システムを構成する周辺部品を含めた、より実際の設置環境に近い複合的な試験手法などを検討していく。

加えて、将来的に太陽光発電を導入する先として、例えば、畜舎などを考えると、腐食・悪臭の原因となる物質として、本実験で取り扱ったアンモニアの

ほか、硫化水素、トリメチルアミン、プロピオン酸、ノルマル吉草酸、イソ吉草酸などがある³⁾と言われており、このような物質が与える影響についても、調査を行う。

5 参考文献

- 1) 下斗米光博, “太陽電池製造用検査装置の動向”: 太陽電池の耐久性向上と材料評価, シーエムシー出版, 230-243 (2011)
- 2) 河合信次, 福元豊, 玉井富士夫: 太陽光発電における信頼性・品質試験方法に関する国際標準化, 佐賀県工業技術センター研究報告書, 20, 13-16 (2011)
- 3) 小玉義和, 祝園秀樹, 中村雅和, 黒木俊幸: 焼酎廃液活用型悪臭防止対策研究, 宮崎県衛生環境研究所年報, 18, 73-77 (2007)

冷間鍛造成形工程の省力化に関する研究*

外山 真也^{*1}・竹山 隆仁^{*2}・河野 通成^{*3}・山田 若雄^{*3}

Study on Laborsaving in the Cold Forging Process

Masaya TOYAMA, Takahito TAKEYAMA, Michinari KAWANO and Wakao YAMADA

県内において、冷間鍛造成形により溶接ナットをはじめ、カラー（筒状の部品）や複合ギアなどの各種自動車部品を製造している企業がある。今回、筒型形状の部品を鍛造成形する工程において破断を生じ、鍛造工程の変更、金型の修正などを余儀なくされた。

今後、このような事態を回避すべく、工程設計段階において、破断を予知できないか、また破断原因の究明と、解析段階における破断の評価を検討した。

キーワード：冷間鍛造，CAD/CAM，CAE，有限要素法，塑性変形

1 はじめに

県内において、冷間鍛造成形により溶接ナットをはじめ、複合ギアなどの各種自動車部品を製造している企業がある。これらの製造工程では、円筒形状の金属塊を5～6回の鍛造工程を経て製品形状としており、その各工程での部品形状を求めなくてはならない。従来、各種部品の冷間鍛造における工程設計は、電卓や表計算ソフトを利用して実施していた。市販の表計算ソフトを利用した場合でも、金型へ部品を挿入するためのクリアランス（金型へ部品の挿入を容易にするための工程間寸法差）などを考慮する必要がある、複雑な計算式を多用するため、工程設計には数時間を要する状況となっていた。

そこで、比較的頻繁にレイアウト設計を行っている形状について、体積計算等を省力化することを検討した。今回取り組んだのは、フランジのある製品形状である。この製品製造に際しては、これまでの経験から5回の鍛造工程を実施して製品を製造している。それらの各工程の部品形状をパターン化して、各工程の寸法形状を求め、設計工程の省力化を目指

した。

また、密閉型金型における鍛造工程において、潤滑剤として使用されるオイルが、内部にとどまらないようにリーク溝を付加しているにもかかわらずオイルがリークされずに成形不良を生じた事例があった。この状況を解析時にあらかじめ認知できないか検討した。

2 開発方法

今回選定したフランジを有する形状の鍛造工程は5工程で実施されるので、各工程での部品形状パターンごとに関数（クラス）を作成し、形状のDXFデータを出力する機能などを作成した。

各工程について、体積計算、クリアランスを考慮した寸法計算、断面比などの評価式の計算に必要な関数を作成した。また、操作の手順は以下の通りである。1)工程間クリアランスの設定、2)材質の選定、3)製品寸法の入力、4)二次元図面化、5)APIを利用したモデル作成。

各項目の詳細について以下に述べる。

2-1 工程間クリアランスの設定

作成した簡易工程レイアウト設計プログラムを図1に示す。また、冷間鍛造の工程レイアウトにおける工程間クリアランスは、図1の「クリアランス」で示す領域部分において設定できる。このクリアラ

* 共同研究「冷間鍛造成形工程における材料破断に関する研究」

*1 機械電子部（現 材料開発部）

*2 機械電子部（現 宮崎県機械技術センター）

*3 株式会社 ニチワ

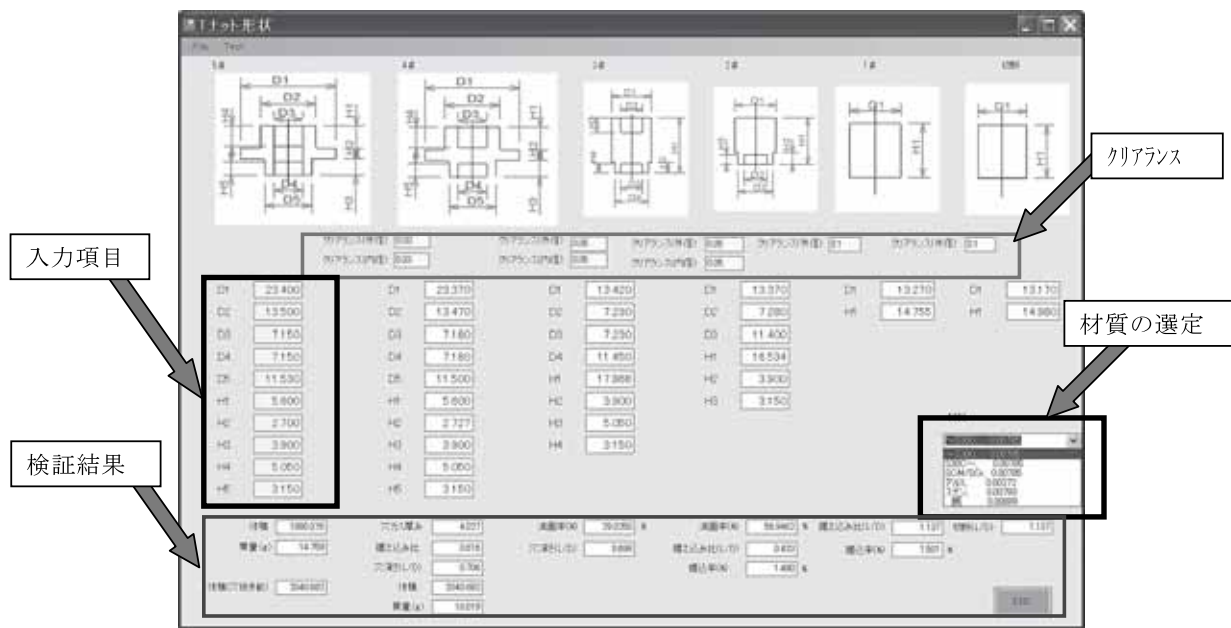


図1 工程レイアウト設計プログラム

ンスは、鍛造成形された部品を、次の工程の金型へ挿入する場合に容易になるように考慮された形状寸法差である。

2-2 材質の選定

冷間鍛造にて成形する材質を（例えば、S10C、銅、アルミ、ステンレスなど）図1の「材質の選定」部分に示すように、コンボボックスで表示し、選択できるようにした。デフォルトでは、一般的に多用される材料（S10C）を設定した。これらを選定することにより、体積から製品の質量が自動的に計算される。

2-3 製品寸法の入力

材質の選定後、製品寸法を入力する。次に、入力が必要な最低限の項目の入力ボックスを黄色で表示させ、それらの項目に数値を入力するようにした。図1において、「入力項目」部分で表示されている項目を入力すると、他の項目が自動的に計算され結果が表示される。

今回作成したプログラムは、中央部にフランジ形状をもつ製品に適用しているが、フランジの厚みだけでなく、フランジの位置も、上寄りや下寄りに対応できるように、汎用性を重視して、入力するデータ項目を設定した。入力後、切断工程から前工程のブランクまでの寸法が自動的に計算され表示される。また、この際に加工限界の基準である断面減少率、

据え込み比、据え込み率なども求められ、工程レイアウトの検証が可能となる。このようにして求められた検証結果は、図1の「検証結果」部分に示す。

2-4 二次元図面化

さらに、求められた寸法データから、CAD用の図形データ（DXFデータ）を出力する機能を追加した。そのデータをCADで読み込み、寸法値まで記入された二次元図面の完成図を図2に示す。

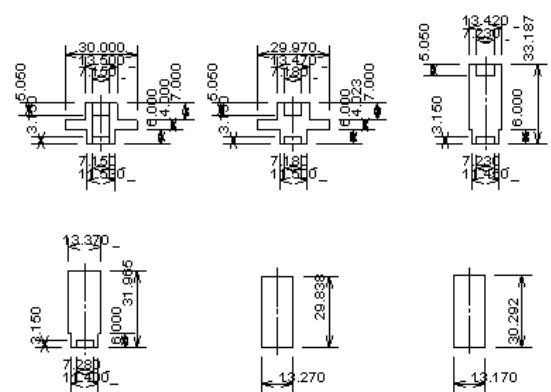


図2 二次元図面化

2-5 SolidWorksのAPIを利用したモデル作成

今回のソフト開発により、各工程における部品形状が求められるようになった。二次元CAD用のデータとしてはDXFデータが出力可能になった。さらに三次元CADにおいても設計工程を省力化するた

め、API (Application Programming Interface) を利用したコマンドを開発した。その一例を図3及び4に示す。図3は新たに開発した機能の一つで、三次元CAD (SolidWorks) のメニューから選択して起動できる。このダイアログにおいて、各寸法を入力すると、図4に示すモデルが作成される。

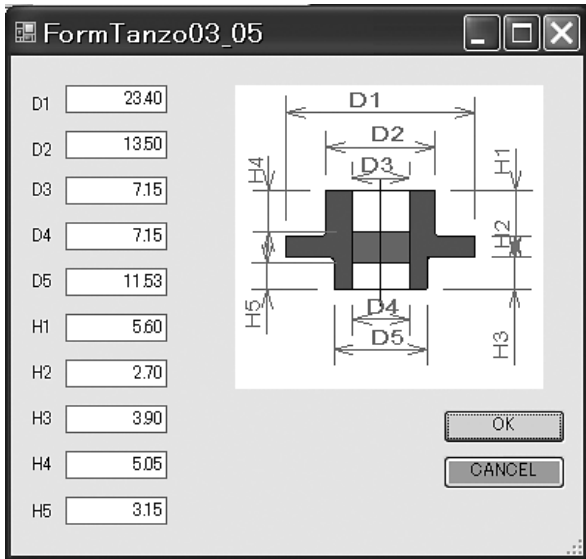


図3 開発したコマンドの一例

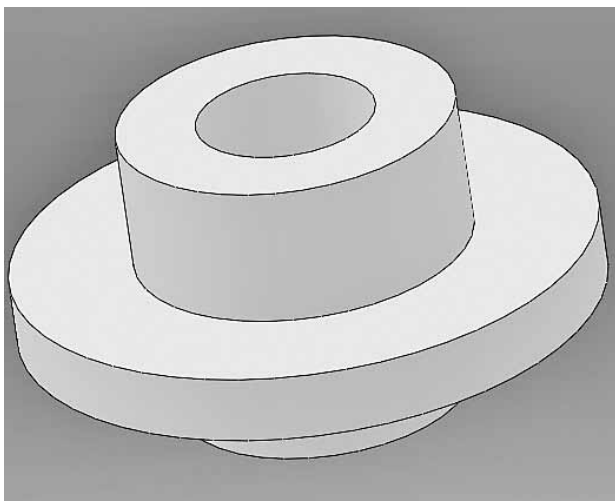


図4 作成されたモデル

3 オイルトラップ解析

密閉型の金型において成形すると内部に潤滑油が溜まり成形不良を生じる場合がある。そのため、オイルリーク用の溝を付加する。今回の事例では長さ0.4mm、幅0.01mmの溝を回転対称に3箇所設けて成形しようとしたところ、オイルトラップを生じ、成形不良となった。

解析ソフト (Deform-3D Version6.1) においてはオイルトラップに関する機能があり、解析を実施した。解析モデルを図5に示す。解析モデルは1/3モデルとして解析を実施した。

解析条件としては、成形ストローク4.5mmにおいて90ステップの分割で塑性変形解析を行った。

さらに、リーク溝の寸法を縦0.4mmで一定とし、幅を0.01, 0.02, 0.04, 0.07mmとした場合の解析を行った。

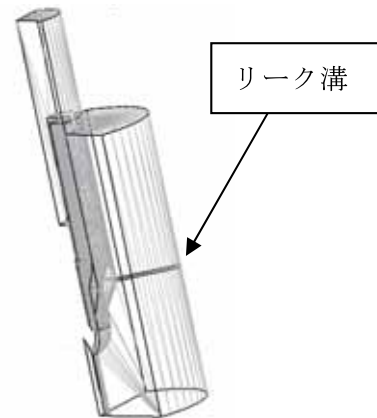


図5 解析モデル

4 結果および考察

今回の設計システムの開発においては、Microsoft Visual C# Express 2010 を利用した。各工程においてオブジェクト指向によるクラス化を行った。各クラスにおいて、体積計算やDXF出力に関する関数を作成したので、デバックが容易になった。さらに、フランジ付の形状だけでなく、スレーブ形状やかさ付スレーブ形状のレイアウト設計についても同様の手法で開発した。

これらの製品に関しては、製品形状の寸法を入力することで、鍛造工程レイアウトが短時間に作成できるようになった。しかも、DXFデータを出力し、CADによる図面化が可能となるので、従来の電卓や表計算ソフトを用いた作業 (約5~6時間) の場合より、大幅な省力化 (約5分程度に省力化) を実現し、かつ品質及び精度を向上させることができた。

このような手法でレイアウト設計が可能な製品は、約20種類程度あるので、今後も開発を進め、設計工程の省力化を実現したいと考えている。

オイルトラップに関しては、リーク溝の幅を0, 0.01,

0.02, 0.04, 0.07mmとした場合の解析結果を表1に示す。ここで「1回目」は1回目の解析を実行して解析が停止した時点のステップ位置を示す。そのステップが90（最終位置）に満たない場合は、解析の継続を実行した。「2回目」は、1回目の解析において途中で解析が停止して解析を継続した場合に到達したステップ数を示す。ここで「×」としているのは、解析の継続を実行しても実行できなかった場合である。

このとき、リーク溝の幅を0mm及び0.01mmとした場合は、成形ストローク最終位置である90ステップまで到達せず途中の位置で解析が中断され、その後継続させようとしても解析できなかった。また、リーク溝の幅が0.02mm及び0.04mmの場合は最終位置（ステップ90の位置）をオーバーしている。

さらに、リーク溝の幅が0.07mmの場合は途中のステップ68の位置で中断しているが、継続することができた。

表1 オイルトラップ解析結果

No	リーク溝深さ (mm)	1回目	2回目
1	0 (溝なし)	81	×
2	0.01	68	×
3	0.02	160	
4	0.04	94	
5	0.07	68	204

実際には、リーク溝の幅が0.01mmにおいてはオイルトラップの状態では成形不良が生じており、0.07mmの場合は成形不良が生じていないことがわかっている。

これらのことから、まだ断定はできないが、最終

位置まで到達せず、中断されて継続ができない場合は、オイルトラップの影響が生じる可能性があることを評価できるのではないかと考える。

5 まとめ

今回示した塑性変形解析は、事例の一つであるため、すべての破断の解析に対して適用できるというものではないが、判断材料の基準を明確にするための技術データを蓄積することが望ましい。

この破断事例は、設計段階では破断が生じることを予測できず、鍛造試験段階で生じたため、金型の修正などを余儀なくされた。この研究は、その対策として塑性変形解析において破断を予測できるかどうかを検証するために実施した。

今回の塑性変形有限要素解析において、冷間鍛造成形時に生じた破断の状況を推測することができた。解析においては破断の状態を示すことは容易ではないが、ダメージの数値を詳細に調べることにより予知することが可能であると考えられる。

6 参考文献

- 1) 佐藤征臣, 木之下広幸, 外山真也ほか: 前方後方押し出しによる複合ギア成形, 日本機械学会論文 (C編), 76-770, (2010-10)
- 2) Masaya TOYAMA, Hiroyuki KINOSHITA etc: Influence of Slug Shape on Metal Flow in Simultaneous Forward-Backward Extrusion of Compounds Gear, 602-603, The9-th International Conference on Technology of Plasticity (ICTP2008)
- 3) 社団法人日本塑性加工学会: 鍛造, 株式会社コロナ

Open CVを利用した画像処理ソフトの開発*

外山 真也^{*1}・竹山 隆仁^{*2}・比良 貴浩^{*3}

Development of Image-Processing Software for Position Check using Open CV

Masaya TOYAMA, Takahito TAKEYAMA and Takahiro HIRA

県内において、主に自動車用途のドアミラーやキーレスエントリーシステム等を生産している企業がある。現在生産されている自動車にはドアミラーにカメラを搭載している車種があり、カメラ取り付け時の位置ズレ検査工程において、良否判定の省力化を検討した。今回の開発は、昨年OpenCVを利用して開発したWindows版の画像処理システムをLinuxへ移植することが主体となった。

キーワード：画像処理、位置検査、OpenCV、C#、C++、ソフトウェア

1 はじめに

県内において、主に自動車用途のドアミラーやキーレスエントリーシステム等を生産している企業がある。現在生産されている自動車には、車庫入れ等の視覚支援を目的としたカメラをドアミラーにも搭載している車種がある。そのため生産ラインでは、カメラ取り付け時の位置ズレ検査工程がある。そこでは、液晶モニターにドアミラーカメラを接続して、検査対象物を撮影し、それが合格範囲から逸脱していないかの良否判定を画像処理にて行っている。

現行の検査装置概要を図1に、取込み画像を図2に示す。本検査工程における問題点を以下に示す。

- 1) 高額
- 2) 開発メーカー廃業などによる検査機の改善や複製機の製作が容易ではない
- 3) 開発ソフトのブラックボックス化

上記問題点の対策として市販画像処理機器への代替が考えられるが、市販されているOMRON社やCOGNEX社等の画像処理製品には、車載カメラから画像を取込み画像処理検査できるものは見当たらなかった。

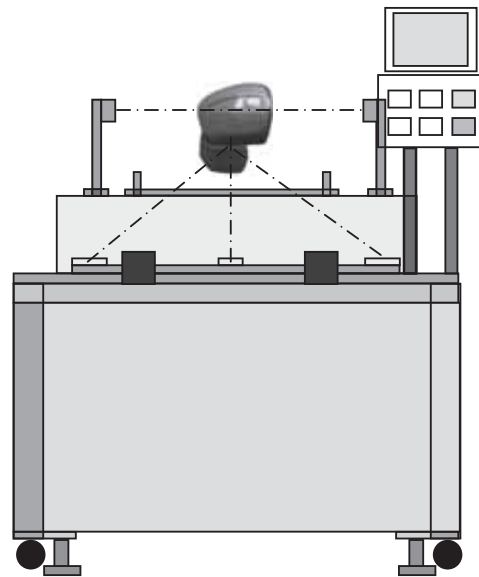


図1 現行の検査装置概要

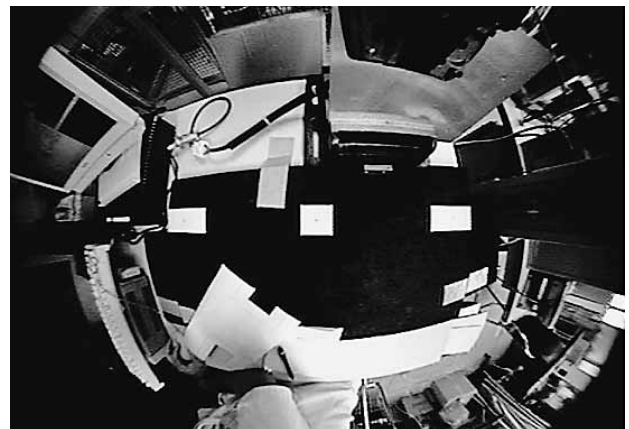


図2 車載カメラ取込み画像

* 共同研究「ドアミラーカメラ検査画像処理システムの開発」

*1 機械電子部（現 材料開発部）

*2 機械電子部（現 宮崎県機械技術センター）

*3 株式会社 ホンダロック

そこで、オープンソースの画像処理ライブラリであるOpenCVを利用し、ドアミラーカメラ位置ズレ検査用画像処理ソフトの開発を行うことにした。

2 開発方法

昨年開発したWindows版の画像処理ソフトをLinux版に移植するにおいて、関数の名称や機能に異なる点があり、それらの対応付けと機能の相違を把握することが重要な作業となった。

また、Windows版においては、C#で開発した多くの関数を利用していたので、Linux版においてはそれらの関数をC++言語で移植する作業が発生し、かなりの作業を要した。

ドアミラーカメラ検査装置として必要な機能は、1) 車種による合否判定領域の設定機能、2) 領域内にターゲットが存在するかどうか判定する機能の二つであり、これらが大きな開発課題であった。

2-1 判定領域の設定機能

ドアミラーに取り付けられるカメラは魚眼レンズとなる。そのカメラを通して得られる画像において、ターゲットとなる白い四角形状は中央と左右の三か所にあり、それらの形状は魚眼歪みにより台形となる。その形状が指定領域内に存在するかどうかを判定する。

それらの判定領域を示す座標データは、例えば「車種+Left」のように車種を示すコードと位置を示す記号(“Left”, “Center”, “Right”)を組み合わせたファイルに登録保存するようにした。

図3に判定領域の種類を選択するダイアログの事例を示す。

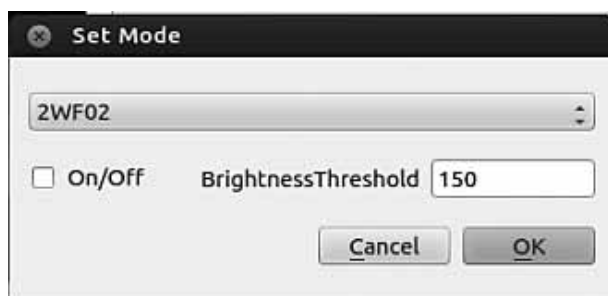


図3 判定領域の種類の設定ダイアログ

また、判定領域の座標データを設定するダイアログの例を図4に示す。この図は左側のターゲットの

データを設定する場合の例であり、中央や右側の場合も同じダイアログを利用して設定できる。

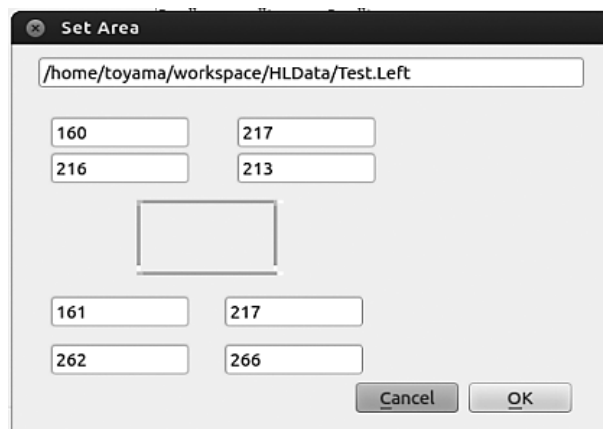


図4 判定領域座標の設定ダイアログ

2-2 領域内に存在するかどうかの判定

左右と中央のターゲットが、それぞれ指定された領域内に存在しているかどうかの判定は、次のようにした。まず、1) ターゲット形状の4隅の位置を求める。次に、2) それらの4隅の位置が指定された領域内に存在するかどうかを判定する。いずれか一つでも領域内になれば「NG」とし、すべて領域内に存在すれば「OK」とした。

3 結果および考察

今回の開発において、ドアミラーカメラ検査画像処理プログラムを作成できた。開発したプログラムの画像を図5に示す。この図において、領域判定を行い、合格したことを示す「OK」が表示されている。

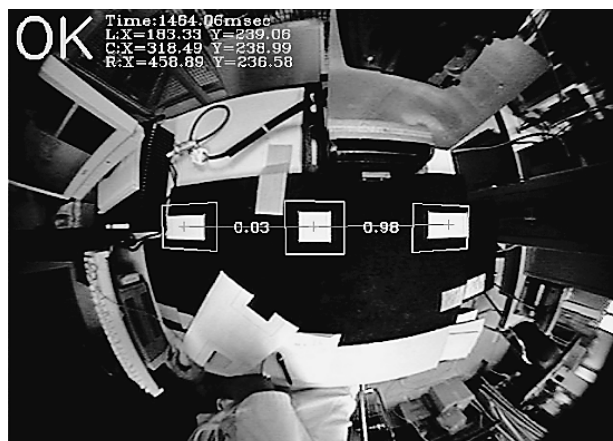


図5 開発した検査ソフトの動作状況

4 まとめ

今回、初めてLinuxでの本格的なソフト開発を実施した。C++言語での開発であったため、Windowsとの相違が少なくなく、動作もかなり異なる点が多いと感じた。特に、ダイアログの起動については、イベント発生時にダイアログに設定されているデータが初期化される場合とそうでない場合があり、注意が必要である。

Linux環境でOpenCVを利用した画像処理ソフトを開発できた。今後、検査装置として開発したソフトが利用されることを期待する。

5 謝辞

この研究開発は、宮崎大学においてOpenCVを利用した開発を進められている椎屋和久氏、森圭史朗氏らの助言及び協力を得て完成させることができた。ここに謝意を記す。

6 参考文献

- 1) 北山洋幸：OpenCVで始める簡単動画プログラミング, 株式会社カットシステム
- 2) 北山洋幸：技術者のためのVisualC++実践プログラミング技法, 技術評論社
- 3) DonisMarshal株式会社トップスタジオ訳：プログラミングVisual C#2005, 日経BPソフトプレス

起泡力および泡安定度に優れた水系界面活性剤の探索

田中 智博^{*1}・大津 美沙^{*2}・清水 正高^{*3}・黒木 泰至^{*4}

Search for Excellent Hydrophilic Surfactant at Foaming Power and Bubble Stability

Tomohiro TANAKA, Misa OHTSU, Masataka SHIMIZU and Hiroyuki KUROIKI

シラス多孔質ガラスSPG膜を分散素子にして単分散のナノ・マイクロバブルを生成する技術が知られている。ここでバブルを包含したまま連続液相を固化できるならば、均一な空隙を持つ多孔材料を製造できると容易に想像できる。さらに最も重要な界面化学的なファクターは、界面活性剤の起泡力と泡安定度であることが推察される。そこで著者らは、骨格が水系の多孔材料を開発するため、これに使用可能な起泡力および泡安定度に優れた水系界面活性剤を探索した。探索に当たって起泡力および泡安定度試験方法を改良し、優劣の評価基準を一般的なJIS記載方法から本研究目的に沿った形に変更した。その結果、起泡力および泡安定度に優れた数種類の水系界面活性剤を見出し、それら界面活性剤の水溶液は表面張力が極めて低い共通の性質を有することを明らかにした。

キーワード：界面活性剤，起泡力，泡安定度，SPG膜

1 はじめに

SPG膜を分散素子にして単分散のナノ・マイクロバブルを生成する技術¹⁾が開発されている。SPG膜は均一な細孔を有するため、均一な大きさのバブルを形成することができ、膜細孔に応じてバブル径も変えることが可能である。

その特長を生かした応用例には、微生物培養や細胞培養など²⁾に関わるバイオテクノロジー分野、排水処理など³⁾の環境浄化分野がある。いずれもバブルの微細化による浮上遅滞と気液界面積増加、それに起因する見かけガス溶解速度の向上を利用している。

一方、SPG膜によって生み出した均一なナノあるいはマイクロバブルを包含したまま連続液相を固化した場合、空隙径や空隙率が制御された多孔材料を製造できると想像される。これを可能にするためには、少なくともバブル生成能力（起泡力）とバブルを安定化する能力（泡安定度）の両方に優れた界

面活性剤を探索しなければならない。

既報⁴⁾では、骨格が疎水性樹脂である多孔材料の開発を目指し、その前駆体である疎水性溶媒中に豊富なバブルを包含した状態を形成できる油系界面活性剤の探索を行った。しかしながら、起泡力と泡安定度に優れた油系界面活性剤を見出すには至らなかった。

そこで本報では、多孔材料の骨格として親水性樹脂、高分子物質あるいはゲル化材料などを想定し、前駆体である水溶液に豊富なバブルを包含できる水系界面活性剤の探索を行った。ただし、本研究は予備試験的な位置づけであることから、水系界面活性剤のみを溶解した水溶液に対して起泡力および泡安定度を評価した。その結果、表面張力を著しく低下させる水系界面活性剤の採用は、親水性多孔材料製造の最低条件であることが明らかになったので報告する。

2 実験方法

2-1 水系界面活性剤

一般に、水系で使用される界面活性剤は数百から数千種類存在すると言われている。そこで候補を絞

*1 材料開発部（現 宮崎県商工観光労働部産業振興課）

*2 元 財団法人宮崎県産業支援財団

*3 企画・デザイン部

*4 材料開発部（現 宮崎県衛生環境研究所）

るため、界面活性剤メーカー5社から起泡力と泡安定度に優れたベストスリーをそれぞれ推薦してもらった。選ばれたショ糖脂肪酸系、ポリグリセリン系、ポリオキシエチレン系および陰イオン系の界面活性剤を表1に示す。比較剤には、汎用的な陰イオン系界面活性剤のラウリル硫酸ナトリウムSDS（シグマアルドリッチ，HLB40）および非イオン系のデカグリセリンステアリン酸エステルSWA-10D（三菱化学フーズ㈱，HLB14）とSWA-15D（三菱化学フーズ㈱，HLB13）を使用した。以下、略称で表示する。

溶媒である蒸留水に対する添加濃度はSDSのみ0.5 wt%，それ以外は1 wt%とした。

表1 水系界面活性剤の探索候補一覧

略 称	名 称
L-1695	ショ糖ラウリン酸エステル
LWA-1570	
O-1570	ショ糖オレイン酸エステル
S-1670	ショ糖ステアリン酸エステル
L-4	ポリグリセリル-4 ラウリルエーテル
M-12J	モノラウリン酸ポリグリセリル
Q-12Y	
LA-875	ポリオキシエチレンアルキルエーテル，1-ドデカノール
LA-1275	ポリオキシエチレンアルキルエーテル
SO-160	
PS-440E	ポリオキシエチレンアルキルエーテル フォスフェート
LK-120	ラウリン酸カリウム
OS-14	テトラデセンスルホン酸ナトリウム
OTP-75	スルホコハク酸ジオクチルナトリウム
ML-310	テトラグリセリンモノラウレート
ML-500	ヘキサグリセリンモノラウレート
ML-750	デカグリセリンモノラウレート

2-2 起泡力および泡安定度試験

起泡力および泡安定度試験は，JIS K2518（潤滑油—泡立ち試験方法）を準用し，既報⁴⁾と同じ図1の装置により実施した。

容量1000 cm³のメスシリンダーを利用する場合は，界面活性剤水溶液を300 cm³入れ，先端に細孔径20

μm，直径10 mm，有効長さ20 mmのSPG膜を装着したガス導入管を挿入した。SPG膜を介してバブルが親水性液体中に分散するようにエアポンプで100 cm³/minの空気を2分間（計200 cm³）バブリングした。一方，2000 cm³のメスシリンダーでは，界面活性剤水溶液を400 cm³入れ，7分間（計700 cm³）バブリングした。

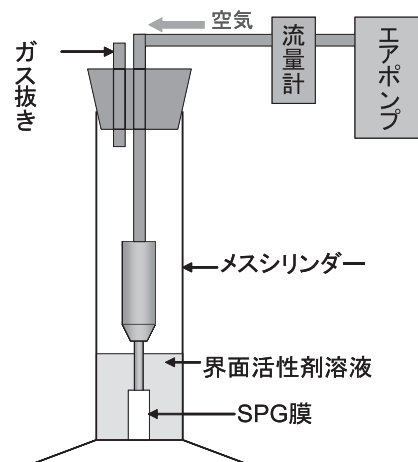


図1 起泡力および泡安定度試験装置

JIS K2518は，ガス導入管先端に結晶アルミナ粒子を溶融して作った球形ディフューザ，または焼結多孔質ステンレス鋼製の円筒形ディフューザを使用するように規定している。しかし，生成したバブル径バラツキが大きく，条件の変化に敏感に反応するため，起泡力を正しく評価できるか疑問が残る。そこで細孔径20 μmのSPG膜を装着した。SPG膜を介したバブリングでは細孔径の10倍程度のバブルを再現よく生成¹⁾することが可能であり，本研究の起泡力と泡安定度試験に適していると判断した。

ガス導入直後，液体中に分散したバブルおよび泡沫部分を含む全体積から液体部分の体積を引いた値を10 cm³単位で読み取り，その高さを起泡力とした。すなわち，持ち上がった連続液相の重力に抗してどれだけ起泡できるかを評価した。ここで水溶液の液面降下およびSPG膜やガス導入部体積の影響は無視した。

また，バブリング終了後にバブルおよび泡沫部分の高さがどう変化するか，その経時変化（10分後，30分後および60分後）から泡安定度を評価した。

2-3 バブル径分布の測定

起泡力と泡安定度に優れた水系界面活性剤に対してSPG膜を分散素子に純空気をバブリングした。細孔径 $5.0\ \mu\text{m}$ 、直径 $5\ \text{mm}$ のSPG膜を装着した有効膜面積 $15.7\ \text{cm}^2$ の膜モジュールを用い、図2のマイクロバブル生成装置を使用した。膜透過圧力は $34.3\ \text{kPa}$ から $49\ \text{kPa}$ の範囲で変化させ、圧力の影響も調べた。

バブルが分散した試料水溶液はレーザー回折／散乱式粒度分布測定装置（株式会社島津製作所、SALD-2100）のサンプラーに投入して直ちにバブル径分布測定に供した。ここでサンプラーは、実験と同じ濃度の界面活性剤水溶液で満たしておいた。測定ファクターの屈折率は $3.0-0.2i$ に固定し、体積基準メディアン径を平均径と見なした。

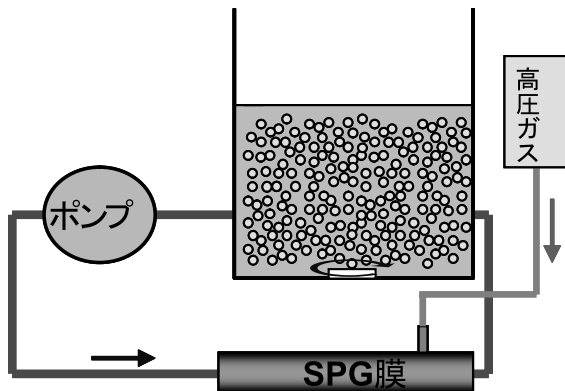


図2 マイクロバブル生成装置

2-4 ガス種の影響

水系界面活性剤は、その疎水基が疎水性媒体側へ、親水基が親水性媒体側へ優先的に配向する。バブル気液界面では、一般に、ガス側へ疎水基が、水側へ親水基が配向する。しかし、界面積当たりの配向密度（吸着密度）や界面活性剤分子の配列コンフォメーションは、ガスの種類によって変化することも予想される。例えば、酸素のように極性の強いガスに対してメタンガスのように疎水性の強いガスでは、配向状態が異なるためにバブル径に差異が生まれると考えられる。

そこで本研究では、図2のマイクロバブル生成装置を使用し、SDS0.5%水溶液へのバブリングを行った。ガスは、純空気、ヘリウム、窒素およびメタンを用い、それらのバブル径分布を測定して比較した。

2-5 界面活性剤水溶液の表面張力測定

起泡力と泡安定度を調べる試験およびSPG膜で調製したバブル径を測定する実験結果を考察するため、界面活性剤の重要評価項目である表面張力を測定した。ここでは、全自動接触角計（協和界面科学株式会社、Drop Master DM500）を使用し、懸滴／Young-Laplace法により解析した。

3 結果および考察

3-1 水系界面活性剤の絞り込み

図1の試験装置（導入空気量 $200\ \text{cm}^3$ 、メスシリンダー容量 $1000\ \text{cm}^3$ ）を用いて起泡力および泡安定度を調べ、表1の水系界面活性剤に対する絞り込みを行った。比較剤のSDSも加え、得られた結果を全て図3に示す。起泡力はバブリング直後のバブル・泡沫部分高さであり、泡安定度は経時的な高さの低下から評価できる。

この結果から、メーカー5社より推薦された水系界面活性剤は、S-1670を除き、いずれも比較的大きな起泡力があった。一方、S-1670、LA-1275、SO-160、LK-120、OTP-75は泡安定度に欠けることが明らかになった。比較剤SDSは両特性とも平均以上であった。

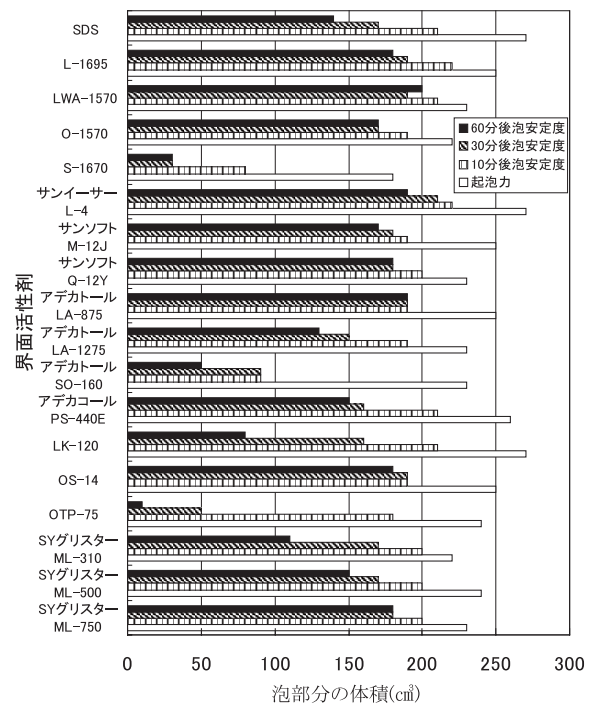


図3 推薦界面活性剤の起泡力および泡安定度（導入空気量 $200\ \text{cm}^3$ ）

図3の結果から起泡力および泡安定度に優れていると判明したL-1695, LWA-1570, L-4, LA-875, OS-14, ML-750ならびに比較剤のSDS, SWA-10D, SWA-15Dに対して、大量にバブルを生成した場合の能力変化を明らかにする実験を行った。導入空気量700cm³、メスシリンダー容量2000cm³の条件で図1の試験装置を使用した。

その結果を図4に示す。比較剤を含めていずれの水系界面活性剤も起泡力および泡安定度が良好であった。そこで以下の実験はL-1695, LWA-1570, L-4, LA-875, OS-14およびML-750を用いて実施した。

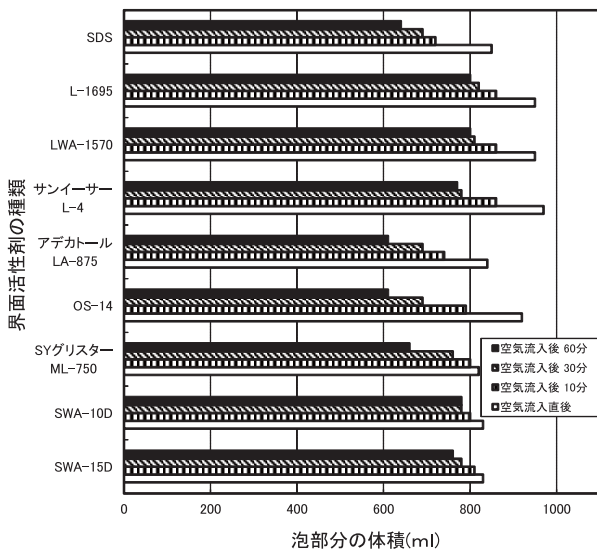


図4 大量のバブルを生成した場合の起泡力および泡安定度 (導入空気量700cm³)

3-2 SPG膜によって生成したマイクロバブルのバブル径分布

L-1695, LWA-1570, L-4, LA-875, PS-440E, OS-14ならびにSDSを選択し、図2のマイクロバブル生成装置を用いてSPG膜を分散素子に純空気をバブリングした。生成したバブルのメディアン径を、膜透過圧力をファクターにして図5に示す。

最低圧力の35 kPaでは、いずれの水系界面活性剤を使用してもほぼ40 μmのバブル径となり、SPG膜細孔径5 μmの約8倍となった。SPG膜バブリング法では、水系界面活性剤の種類によらず一定比のバブルが生成することが示唆された。同様のことは後述する表面張力の効果にも言え、泡安定度が確保されていれば、表面張力の影響を受けずに一定比のバブルを生成できることが明らかになった。

膜透過圧力はバブルの単分散性に影響を及ぼした。L-1695, LWA-1570, LA-875, OS-14およびSDSは、圧力が高くなるに従って大きなバブルが混在する割合が増え、バブル径分布の裾が大きい方へ広がった。このためメディアン径も少しずつ大きくなった。しかしながら、L-4とPS-440Eについては圧力に関わらずほぼ40 μmのバブル径が得られた。L-4のポリグリセリン-4ラウリルエーテル分子およびPS-440Eのポリオキシエチレンアルキルエーテルフォスフェート分子は水中を拡散してバブル界面に高い密度で吸着・配向しやすいと予想される。

一方、図3、図4および図5の結果から、図1の改良型試験装置による絞り込み実験は、起泡力と泡安定度のいずれも非常に粗い実験結果を提示したに過ぎないと考えられる。極端に機能が乏しい界面活性剤をピックアップする一次スクリーニングにのみ利用でき、最適なものを探索する精緻な実験では図2のSPG膜バブリング装置を使用する実験が望ましいと考えられる。

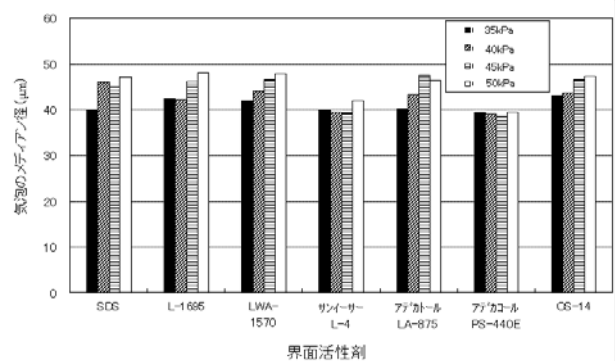


図5 SPG膜で生成したマイクロバブルのメディアン径比較

3-3 バブル径分布に及ぼすガス種の効果

図2のマイクロバブル生成装置を用い、ガスの種類と膜透過圧力を変えて生成したマイクロバブルのメディアン径を図6に示す。水系界面活性剤はSDSのみとした。

その結果、空気Air、ヘリウムHe、窒素N₂、メタンCH₄の間では、少なくともガスの種類を変えてもメディアン径や分布の変化に大きな差異がないことが明確となった。すなわち、バブルのガス種は水系界面活性剤の配向にほとんど影響しないことが示

唆された。

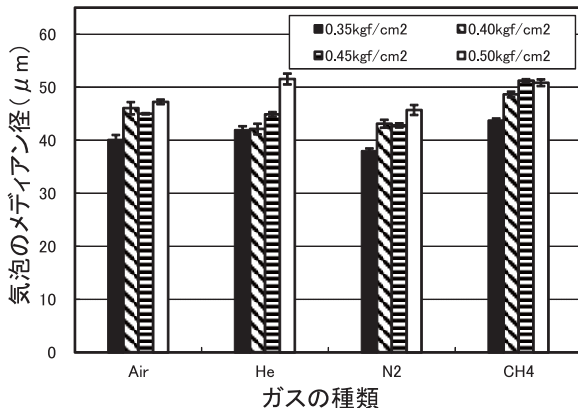


図6 ガス種を変えたときのバブル径比較

3-4 表面張力の測定結果

本研究で絞り込んだ水系界面活性剤水溶液の表面張力を図7に示す。L-4、LA-875およびPS-440Eを除いて35～38 mN/mの表面張力であった。一方、L-4とPS-440Eは30 mN/m程度の低い値が測定され、図5で議論したバブル界面に高い密度で吸着・配向しやすい界面活性剤分子であるという推論と符合した。

以上の結果から、起泡力および泡安定性に優れ、SPG膜バブリングに適した水系界面活性剤はL-4とPS-440Eであることが提案できた。

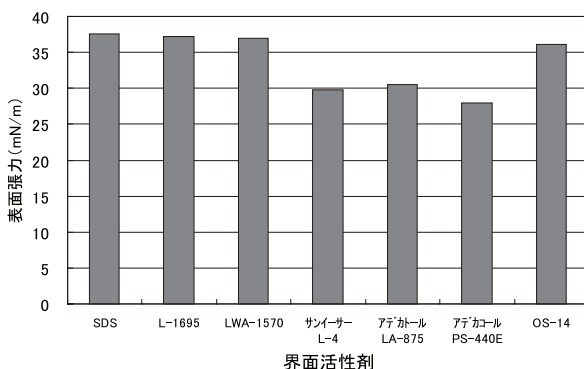


図7 界面活性剤水溶液の表面張力測定結果

4 まとめ

今回、SPG膜を用いたナノ／マイクロバブル生成技術を応用して骨格が水系の多孔材料を開発することを目標に、これに使用可能な起泡力および泡安定度に優れた水系界面活性剤を探索した。その結果をまとめると以下のとおり。

- 1) JIS K2518を改良したSPG膜をディフューザとする起泡力および泡安定度試験は、極端に機能が乏しい界面活性剤を削除する一次スクリーニングにのみ利用できる。
- 2) 最適な界面活性剤を探索する精緻な実験には、SPG膜を分散素子とするバブリング装置が適していた。
- 3) 空気、ヘリウム、窒素およびメタンの間では、ガス種によってメディア径や分布が変化せず、ガス種は水系界面活性剤の配向にほとんど影響しないことが示唆された。
- 4) ポリグリセリン-4ラウリルエーテルL-4およびポリオキシエチレンアルキルエーテルフォスフェートPS-440Eは、表面張力などの考察から、バブル界面に高い密度で吸着・配向しやすいことが推測された。また、起泡力および泡安定性に優れ、SPG膜バブリングに適した水系界面活性剤であることが提案できた。

5 参考文献

- 1) 久木崎雅人, 中島忠夫: 宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, 48, 13-16 (2003)
- 2) 奥村大成, 小島秀蔵, 田原直樹: 日揮ジャーナル, 1-1, 1-6 (2011)
- 3) 久木崎雅人, 鳥越清, 和田翼, 大榮薫, 大島達也, 馬場由成: 宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, 52, 17-19 (2007)
- 4) 田中智博, 大津美沙, 清水正高, 黒木泰至: 宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, 56, 47-50 (2011)

謝 辞

本研究を実施するにあたり貴重な情報とサンプルの提供にご協力いただいた三菱化学フーズ(株)様, 太陽化学(株)様, (株)ADEKA様, 日本ケミカルズ(株)様および阪本薬品工業(株)様に感謝申し上げます。

アワビ飼育用人工餌料の素材の探索*

平山 国浩^{*1}・濱山 真吾^{*2}・黒木 泰至^{*3}・荒殿 剛^{*4}

Search of Artificial Bait Materials for Cultivating Abalones

Kunihiro HIRAYAMA , Shingo HAMAYAMA , Hiroyuki KUROKI and Go ARADONO

アワビなど海産動物の種苗生産及び養殖に使用されている配合飼料等は海水中で崩壊しやすく、生産コスト高や水質悪化をまねいている。そこで、海水中安定性が高い新しい人工餌料を開発する目的で、各種食品素材等から試作した同餌料の崩壊試験を溶出試験機を用いて実施し、海水中安定性を評価することにより、餌料素材をつなぐバインダーの役割を果たす食品素材を探索した。その結果、バインダーとしてはグルテンが適していることが分かった。

キーワード：アワビ，餌料，バインダー，海水中安定性，崩壊試験

1 はじめに

アワビなどの海産動物は、全国各地で種苗生産および養殖がなされており、餌として現地周辺で採取した海藻を与える場合もあるが、冬場など海藻が確保し難い時期は、配合飼料や乾燥した海藻を併用して飼育されている。しかし、これらの配合飼料等は乾燥固形状で保存性は良いものの、海上飼育の場合は波の影響で、また、図1に示す陸上飼育の場合は海水中に入れると時間の経過とともに膨潤して崩壊することが最大の課題である。飼料が崩壊し海水中に逸散すると、給餌効率が悪化し生産コスト高となるほか、閉鎖的な陸上飼育の場合は水質悪化につながり、飼育アワビなどの成長や生残に影響を及ぼす場合がある。

そこで、本事業では海水中安定性が高い新しいアワビ飼育用の人工餌料の開発を目的とした。その中で、当センターでは同餌料の海水中安定性を評価す

るための餌料崩壊試験を実施し、各種食品素材等の中から餌料素材をつなぐバインダーの役割を果たすもの（以下「バインダー」）とその配合割合について探索した。

まず、食品素材の中から30種類のバインダー候補を選び、予備崩壊試験を行うことにより、バインダー候補を10種類スクリーニングした。

さらに、この10種類のバインダー候補で崩壊試験を実施することにより、人工餌料に適したバインダー、その配合割合の下限値および栄養素の混合率を検討した。

2 実験方法

2-1 試験装置

試験装置は図2に示す溶出試験機（富山産業(株) NTR-6100）を、サンプルを入れる容器はサビキカ



図1 陸上飼育用水槽

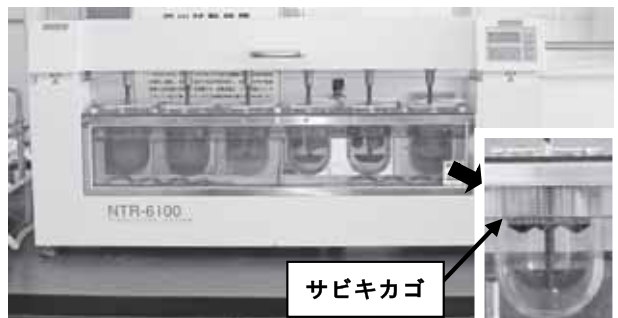


図2 溶出試験機

* 産学官共同研究推進事業（受託研究）
*1 材料開発部
*2 材料開発部（現 公益財団法人宮崎県産業振興機構）
*3 材料開発部（現 宮崎県衛生環境研究所）
*4 安井株式会社

ゴ（目開き 2 mm～2.5mm×3.5mm～5 mm）を用いた。

2-2 サンプル

2-2-1 予備崩壊試験

表 1 に示す 30 種類のバインダー候補を用い、小麦デンプン、バインダーおよび水を原材料として安井株式会社が試作した板状の餌料を約 1.5cm×1.5cm に切断したものをサンプルとし、N 数は 3 とした。

ここで、表 1 の No. 1 は小麦デンプンと水で調製したものであり、バインダーを添加しなかった場合の状態を確認するための比較サンプルとした。

また、餌料試作の初期段階で、バインダーの配合割合の上限が概ね 10% であることが確認されたことから、予備試験におけるバインダーの配合割合を 10% に統一した。

表 1 予備崩壊試験のサンプル種別

No.	バインダー	配合割合 (%)	備考
1	小麦デンプンのみ（丸食NS印） [比較サンプル]	—	
2	HPMC（メトロースSFE-4000ヒドロキシプロピルメチルセルロース）	10	
3	CMC（2280）	10	
4	PVA（RS-4104）	10	
5	PVA（PVA-505）	10	
6	生分解性プラスチック（生分解性樹脂エステル化澱粉）	10	
7	タンニン（食品添加物タンニン酸AL）	10	
8	グルテン（小麦たんぱくPRO-グル65）	10	
9	グルテン/タンニン	10	※ 1
10	カゼイン（ラクタリス社製）	10	
11	カゼイン/タンニン	10	※ 1
12	カゼイン/クエン酸（クエン酸・無水）	10	※ 2
13	LMペクチン（ペクチンG-84L）	10	
14	LMペクチン/塩化カルシウム（カルメート）	10	
15	キトサン（コーヨーキトサンFM-80）	10	
16	キトサン/クエン酸	10	※ 3
17	グルコマンナン（グルコマンナンTS）	10	
18	グルコマンナン/水酸化カルシウム	10	
19	カラギーナン（カップーカラギーナンC-20）	10	
20	カラギーナン/塩化カルシウム	10	
21	アルギン酸ナトリウム（ニューテックスF-M）	10	
22	アルギン酸ナトリウム/塩化カルシウム	10	
23	タラガム（離水防止剤）	10	
24	グアーガム（グアーガムTG）	10	
25	グルコマンナン/水酸化カルシウム+カラギーナン	5+5	組合せ（18+19）
26	グルテン/タンニン+カゼイン/タンニン	5+5	組合せ（9+11）
27	CMC+グアーガム	5+5	組合せ（3+24）
28	CMC+アルギン酸ナトリウム/塩化カルシウム	5+5	組合せ（3+22）
29	CMC+グルコマンナン/水酸化カルシウム	5+5	組合せ（3+18）
30	グルテン/タンニン+アルギン酸ナトリウム/塩化カルシウム	5+5	組合せ（9+22）

※ 1 タンパク質と強く結合して難溶性の塩を形成するタンニンを硬化剤として使用した。

※ 2 酸によりカゼインが凝固する性質を利用しクエン酸を硬化剤として使用した。

※ 3 予備実験でキトサンとクエン酸の組み合わせで僅かながらゲル化する現象が確認されたためクエン酸を硬化剤として使用した。

2-2-2 崩壊試験

スクリーニングした10種類のバインダー候補を用い、その配合割合および添加物を変えた表2に示すバインダーに、デンプン樹脂並びに昆布、魚粉、大豆粕および貝殻カルシウムから成る栄養素（以下「栄養素」）を含有した組成で安井株式会社が試作した板状の餌料を、約1.5cm×1.5cmに切断したものをサンプルとし、N数は3とした。

ここで、デンプン樹脂とは安井株式会社が開発した餌料素材であり、デンプン（樹脂原料）、グリセ

リン（可塑剤）および炭酸水（溶媒）を混合し、反応押出機を用いて成形した樹脂化デンプンを指す。

また、No.101はバインダーを含有しないデンプン樹脂と栄養素で調製したものであり、比較サンプルとした。

さらに、No.102は栄養素を含む全餌料素材を混合し押出成形した混練品であり、海水中安定性が高いものの、成形時に125℃を超える高温となるため栄養素の破壊が危惧されることと、作業効率が悪いため餌料の大量生産を図るには新たな技術開発が必要

表2 崩壊試験のサンプル種別

No.	バインダー	配合割合 (%)	備考
101	なし [比較サンプル]	0.0	
102	なし [基準サンプル]	0.0	混練品、栄養素 30.0%
103	PVA (RS-4104 14%水)	28.6	
104	PVA (RS-4104 8%水)	28.6	
105	アルギン酸ナトリウム (3%水)	76.2	
106	グアーガム (2.0%水)	80.0	
107	グアーガム (0.5%水)	80.0	
108	小麦デンプン/水	11.4/17.1	
109	小麦デンプン/塩化カルシウム/水	10.8/10.8/10.8	
110	アルギン酸混合物/水	11.4/17.1	※
111	CMC/水	5.7/22.9	
112	グルテン/水	5.7/22.9	
113	カゼイン/水	5.7/22.9	
114	ペクチン/水	5.7/22.9	
115	キトサン/水	5.7/22.9	
116	グルコマンナン/水酸化カルシウム/水	4.3/1.4/22.9	
117	アルギン酸ナトリウム (3%水)/水	5.7/22.9	
118	グルテン/水	2.9/25.7	栄養素 14.3%
119	グルテン/水	2.9/25.7	No.118の再試験
120	グルテン/水	2.3/26.3	栄養素 14.3%
121	グルテン/水	1.4/27.1	栄養素 14.3%
122	グルテン/水	0.9/27.7	栄養素 14.3%
123	グルテン/水	0.3/28.3	栄養素 14.3%
124	水	28.6	栄養素 14.3%
125	なし	0.0	栄養素 30.0%
126	グルテン/水	6.0/4.0	栄養素 30.0%
127	グルテン/水	6.0/14.0	栄養素 30.0%
128	グルテン/水	3.0/17.0	栄養素 30.0%
129	グルテン/水	2.0/18.0	栄養素 30.0%
130	グルテン/水	1.0/19.0	栄養素 30.0%

※ アルギン酸ナトリウム (44.4%)、グルコノデルタラクトン (40.5%)、第二リン酸ナトリウム (13.3%)、ピロリン酸ナトリウム (1.8%) を混合したもの。

要であることから、今回は海水中安定性評価の基準として用いた。

なお、他のサンプルは100℃の温度でプレス成形したものである。

2-3 試験条件および方法

サビキカゴに入れたサンプルを海水と同じ3.5wt%塩化ナトリウム水溶液1,000ml中に浸漬し、20℃、100rpmの条件で、アワビが餌料を摂食すると想定している96時間攪拌した。試験終了後、サンプルを50℃で一晩真空乾燥した。

なお、崩壊試験では試験開始前後にサンプルを50℃で24時間真空乾燥した。

2-4 評価方法

試験後のサンプルの形状を目視観察し、形状が崩れていない保形性の高いサンプルほど海水中安定性が高いと評価した。

また、高い保形性を示したサンプルにおいては、試験前のサンプル重量と試験後の同重量を測定し、算出した重量保持率（試験後の重量/試験前の重量）が高いサンプルほど海水中安定性が高いと評価した。

なお、重量は真空乾燥後に秤量した。

3 実験結果および考察

3-1 予備崩壊試験

3-1-1 試験結果

予備崩壊試験の結果を表3に示す。

目視観察の結果、サンプル間で試験後の保形性に明らかな違いが確認された。一方、保形性が高いサンプルの重量保持率の結果では、いずれも60%を超える高い保持率を示していた。

3-1-2 考察

No.1の結果は、小麦デンプンのみでも海水中安定性が高いことを示しており、小麦デンプン単独でもバインダーとなり得ることが示唆された。

また、No.11, No.12およびNo.16はバインダーに硬化剤として期待される素材（タンニン、クエン酸）を添加した場合の効果を確認したものであるが、バインダー単体の結果と比較すると、いずれも海水中安定性が劇的に改善されるものではなかった。

さらに、海水中安定性が高いNo.3とNo.24を組み合わせたNo.27も高い海水中安定性を示したが、同安定性が劇的に向上するものではなかった。

これらの状況を加味し、バインダー候補を小麦デンプン、CMC、PVA（RS-4104）、グルテン、カゼ

表3 予備崩壊試験結果

№	バインダー	目視観察	重量保持率 (%)	№	バインダー	目視観察	重量保持率 (%)
1	小麦デンプンのみ	良	74.36	16	キトサン/クエン酸	良	80.04
2	HPMC	良	66.38	17	グルコマンナン	完全崩壊	—
3	CMC	良	81.21	18	グルコマンナン/水酸化カルシウム	良	74.98
4	PVA（RS-4104）	良	79.46	19	カラギーナン	良	69.27
5	PVA（PVA-505）	良	63.78	20	カラギーナン/塩化カルシウム	良	68.52
6	生分解性プラスチック	一部崩壊	—	21	アルギン酸ナトリウム	良	69.65
7	タンニン	一部崩壊	—	22	アルギン酸ナトリウム/塩化カルシウム	完全崩壊	—
8	グルテン	良	85.95	23	タラガム	一部崩壊	—
9	グルテン/タンニン	一部崩壊	—	24	グアーガム	良	70.50
10	カゼイン	良	82.23	25	グルコマンナン/水酸化カルシウム+カラギーナン	一部崩壊	—
11	カゼイン/タンニン	良	83.27	26	グルテン/タンニン+カゼイン/タンニン	一部崩壊	—
12	カゼイン/クエン酸	良	78.18	27	CMC+グアーガム	良	74.51
13	LMペクチン	良	75.48	28	CMC+アルギン酸ナトリウム/塩化カルシウム	完全崩壊	—
14	LMペクチン/塩化カルシウム	一部崩壊	—	29	CMC+グルコマンナン/水酸化カルシウム	完全崩壊	—
15	キトサン	良	82.33	30	グルテン/タンニン+アルギン酸ナトリウム/塩化カルシウム	一部崩壊	—

イン，LMペクチン，キトサン，グルコマンナン・水酸化カルシウム，アルギン酸ナトリウムおよびグアーガムの10種類に絞った。

3-2 崩壊試験

3-2-1 試験結果

崩壊試験の結果を表4に示す。また，調製前から試験後までのサンプル形状の抜粋を表5に示す。

表4 崩壊試験結果

№	バインダー	目視観察	重量保持率 (%)	№	バインダー	目視観察	重量保持率 (%)
101	なし [比較サンプル]	完全崩壊	—	116	グルコマンナン/水酸化カルシウム/水	完全崩壊	—
102	なし [基準サンプル]	良	74.10	117	アルギン酸ナトリウム (3%水)/水	完全崩壊	—
103	PVA (RS-4104 14%水)	完全崩壊	—	118	グルテン/水 (2.9/25.7)	良	80.62
104	PVA (RS-4104 8%水)	一部崩壊	—	119	グルテン/水 (2.9/25.7)	良	76.26
105	アルギン酸ナトリウム (3%水)	完全崩壊	—	120	グルテン/水 (2.3/26.3)	良	77.78
106	グアーガム (2.0%水)	完全崩壊	—	121	グルテン/水 (1.4/27.1)	一部崩壊	—
107	グアーガム (0.5%水)	完全崩壊	—	122	グルテン/水 (0.9/27.7)	一部崩壊	—
108	小麦デンプン/水	完全崩壊	—	123	グルテン/水 (0.3/28.3)	一部崩壊	—
109	小麦デンプン/塩化カルシウム/水	完全崩壊	—	124	水	一部崩壊	—
110	アルギン酸混合物/水	完全崩壊	—	125	なし	完全崩壊	—
111	CMC/水	完全崩壊	—	126	グルテン/水 (6.0/ 4.0)	完全崩壊	—
112	グルテン/水	良	75.83	127	グルテン/水 (6.0/14.0)	完全崩壊	—
113	カゼイン/水	完全崩壊	—	128	グルテン/水 (3.0/17.0)	完全崩壊	—
114	LMペクチン/水	完全崩壊	—	129	グルテン/水 (2.0/18.0)	完全崩壊	—
115	キトサン/水	完全崩壊	—	130	グルテン/水 (1.0/19.0)	完全崩壊	—

表5 餌料及びサンプル形状

サンプル	海水中安定性の基準	保形性が高いサンプルの例	サンプル崩壊例
	№102 混練品(バインダーなし)	№118 グルテン (2.9%)/水 (25.7%)	№107 グアーガム (0.5%水)
調整前			
試験前			
試験後			

No.101～No.118はバインダーの種類と配合割合を変えて試作した18サンプルの結果を示している。このことから、いずれもグルテンをバインダーとするNo.112およびNo.118のみ保形性が高く、基準サンプルであるNo.102と比べても遜色がないほど高い重量保持率を有することが分かる。

また、No.119～No.124は前出の結果が良好であったグルテンをバインダーに用い、その配合割合を変えて試作した6サンプルの結果を示している。このことから、No.119およびNo.120が高い保形性と70%を超える高い重量保持率を示す一方、No.121～No.124の保形性が低いことが分かる。

さらに、No.125～No.130は栄養素の混合率を基準サンプルと同じ30.0%に増量して試作した6サンプルの結果を示しているが、いずれのサンプルも完全崩壊する結果となった。

3-2-2 考察

スクリーニングした10種類のバインダーの中ではグルテンがバインダーに最も適しており、その配合割合の下限値は1.4%～2.3%の範囲にあることが示された。また、グルテンの配合割合を2.3%から2.9%に増量しても海水中安定性に影響を与えないことが示された。

さらに、No.125～No.130（栄養素の混合率30.0%）の結果とNo.119～No.124（栄養素の混合率14.3%）の結果を比較すると、栄養素の混合率は30.0%より

も14.3%の方が保形性が高く、この傾向はバインダーであるグルテンの配合割合を高くしても改善されないことから、栄養素の混合率は比較的低い方が海水中安定性が高いことが示唆された。

4 まとめ

溶出試験機を用いた餌料の崩壊試験を実施し、アワビ飼育用の人工餌料の素材をつなぐバインダーの役割を果たす食品素材としては、グルテンが適していることを把握した。また、その配合割合の下限値は2.3%程度であることが示唆された。

さらに、栄養素の混合率は14.3%程度と比較的低い方が、海水中安定性が高いことが把握できた。

今後は、この人工餌料を用いてアワビの成長評価試験を行うとともに、人工餌料に含有する栄養素の増量方法について検討する必要がある。

5 参考文献

- 1) 今堀和友, 山川民夫監修: 生化学辞典 (第3版), 東京化学同人 (1998)
- 2) 吉川春寿, 芦田淳共編: ポシェット総合栄養学事典, 同文書院 (1993)
- 3) 日高徹, 湯川宗昭共編: 食品添加物事典, 食品化学新聞社 (1997)
- 4) 並木満夫, 松下雪郎共編: 食品成分の相互作用, 講談社 (1981)

薄膜型太陽電池パネルに含まれるレアメタルの回収技術の開発 —沈殿分離法によるインジウムとガリウムの選択分離—

竹田 智和^{*1}・小玉 誠^{*2}・落合 克紀^{*1}・久木崎 雅人^{*1}

Recovery of Rare Metals from Thin-film-type Solar Cells
—Selective Separation of Indium and Gallium by Precipitation Method—

Tomokazu TAKEDA, Makoto KODAMA, Katsunori OCHIAI and Masato KUKIZAKI

CIS系薄膜型太陽電池パネルのリサイクルを目的として、In、GaおよびCuを含む3元素系モデル溶液を用いた硫化物沈殿法によるInとGaの選択分離条件の検討を行った。その結果、pHを0.5に調整した溶液にNaHS溶液を添加し、脱銅処理したろ液のpHを2.0に調整することにより、InとGaの比率が99：1の高純度で分離できることを明らかにした。

キーワード：レアメタル、インジウム、沈殿分離、硫化物、薄膜型太陽電池

1 はじめに

レアメタルやレアアースは「産業のビタミン」と称され、少量ではあるが携帯電話、パソコン等の電子機器や電池等の部品に広く利用されており、日本の産業に必要不可欠な元素である。しかし、日本国内ではほとんど産出されず外国からの輸入に頼っており、資源の枯渇や産出国による資源の囲い込み等が大きな課題となっている。

当県には、インジウム (In)、ガリウム (Ga) およびセレン (Se) 等のレアメタル及び銅 (Cu) を含む光吸収層 (CIS膜) を有するCIS系薄膜型太陽電池パネルの生産工場が立地している。CIS系薄膜型太陽電池パネルの一般的な構造は、図1に示す通り、基板ガラス上に、厚さ数 μm の薄膜層が形成された構造となっている。携帯電話等の小型家電に限らず、このような太陽電池パネルからのレアメタルのリサイクル技術も求められているが、CIS系薄膜型太陽電池パネルに含まれるInとGaはいずれも第13族の典型金属元素であることから、両者の性質が類似しているため、分離回収が難しいという課題がある。

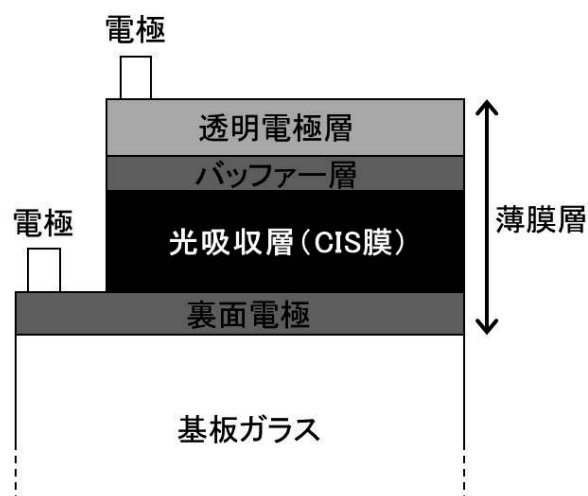


図1 CIS系薄膜型太陽電池パネルの構造

本報では、操作が簡便でコストが低い硫化物沈殿法によるInとGaの分離について検討した。沈殿分離法のひとつである硫化物沈殿法は金属硫化物沈殿の生成するpH域が金属イオンの種類により異なる性質を利用し、異種金属を選択的に分離する手法であり¹⁾、めっき廃液に含まれるニッケル等の分離回収技術に関する研究²⁾などが行われている。しかし、CIS系薄膜型太陽電池パネルに含まれるInやGaの分離回収を目的として硫化物沈殿法を利用した例は見あたらないことから、本報において検討した結果を報告する。

*1 資源環境部

*2 資源環境部 (現 宮崎県環境森林部環境管理課)

2 実験方法

2-1 硫化剤の種類の検討

pHを1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0に調整したHCl溶液にInCl₃ (Alfa Aesar社)を溶解させ、Inイオン濃度が1000 mg/lのモデル溶液 (100 ml) を調製した。硫化剤はNa₂S (和光純薬工業㈱) とNaHS・nH₂O (和光純薬工業㈱) の2種類を用いて、モデル溶液にNa₂Sは0.14 g, NaHS・nH₂Oは0.16 gをそれぞれ添加した。生成した沈殿物を孔径0.2 μmのPTFE製メンブレンフィルターでろ過し、ろ液のpHを測定後、ろ液中に含まれるInイオン濃度を高周波誘導結合プラズマ発光分光分析装置 (ICP) (㈱島津製作所, ICPS-7510) により定量した。沈殿生成率 (R) は次式により評価した。

$$R = \frac{C_{\text{ini}} - C}{C_{\text{ini}}} \times 100 \quad (1)$$

ここで、 C_{ini} および C は、それぞれ初期および硫化剤添加後のInイオン濃度 (mg/l) である。

2-2 単一金属イオン溶液からの沈殿分離

pHを0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 に調整したHCl溶液にInCl₃, GaCl₃ (和光純薬工業㈱), CuCl₂・2H₂O (和光純薬工業㈱) をそれぞれ溶解させ、濃度が1000 mg/lの単一金属イオン溶液を調製した。溶液にNaHS・nH₂Oを0.16 g添加し、生成した沈殿物を0.2 μmのPTFE製メンブレンフィルターでろ過し、ろ液のpHを測定後、ろ液中に含まれる金属イオン濃度をICPにより定量し、沈殿生成率 (R) を求めた。

2-3 三成分系金属イオン溶液 (In/Ga/Cu) からのInとGaの選択分離

各金属イオン濃度が1000 mg/lのInCl₃, GaCl₃およびCuCl₂の三成分系金属イオン溶液を調製し、こ

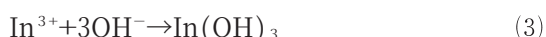
れらの金属イオンの相互分離を行った。図2に分離のフローを示す。まず、溶液のpHを0.5に調整した後、NaHS・nH₂O溶液 (200 g/l) を添加して硫化銅 (CuS) を沈殿させ、これを0.2 μmのPTFE製メンブレンフィルターでろ過し、ろ液中に含まれる金属イオン濃度をICPにより定量分析を行った。次に、ろ液のpHを2.0に調整して、再度NaHS・nH₂O溶液 (200g/l) を添加し、硫化インジウム (In₂S₃) を沈殿させ、0.2 μmのPTFE製メンブレンフィルターでろ過し、ろ液中に含まれる金属イオン濃度をICPにより定量分析を行った。ろ別したIn₂S₃は、110℃で乾燥させ、100 mgを王水50 mlで溶解させ、溶液中の金属イオン濃度をICPで定量することによりInの純度を求めた。

3 結果および考察

3-1 硫化剤の種類の検討

図3に硫化剤添加後の溶液のpHとInの沈殿生成率の関係を示す。

pHが2前後の酸性域では、InはIn₂S₃として沈殿し、pHが中性から弱アルカリ性域になるとIn₂S₃とIn(OH)₃の双方が沈殿した。このとき、次式により沈殿物が生成すると考えられる。



次に、沈殿物生成前後の溶液pH変化を調べた結果、Na₂Sは加水分解の作用により、溶液がアルカリ性側にシフトした。このことからNa₂Sを添加した場合、溶液のpH変動が大きく制御が難しいと判断された。これに対して、NaHSを添加した場合は、わずかに酸性側にシフトした。このため、以後の実験では、硫化剤としてNaHSを使用することにした。

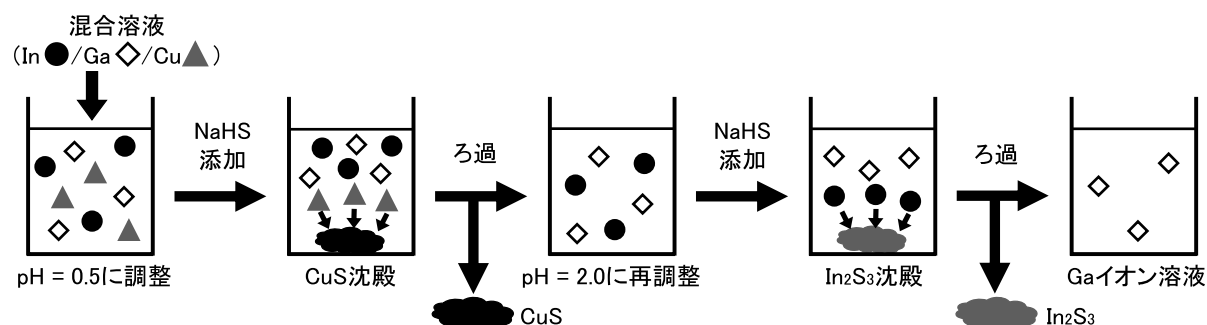


図2 三成分系金属イオン溶液からの異種金属の分離フロー

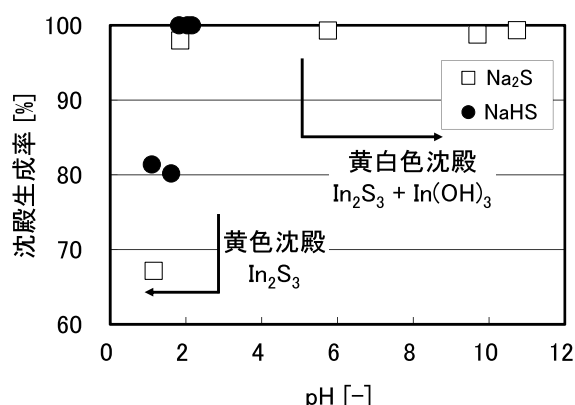


図3 In溶液のpHと沈殿生成率の関係

3-2 単一金属イオン溶液からの沈殿分離

図4に単一金属イオン溶液におけるNaHS添加後の溶液のpHと各金属イオンの沈殿生成率の関係を示す。InはpHが0.5を越えると、沈殿が生成し始め、pHが約1.7以上ではほぼ完全に沈殿した。Gaについては、pHが約2.5より高いときに沈殿が生成し始めた。この実験条件では硫化ガリウム (Ga_2S_3) は生成しないため、沈殿物は水酸化物と考えられる。一方、Cuは本実験のpH域においてCuSとしてほぼ完全に沈殿した。以上の結果から、pH0.5でCuのみを、pH約2.0でInとGaを相互分離できる可能性が示された。

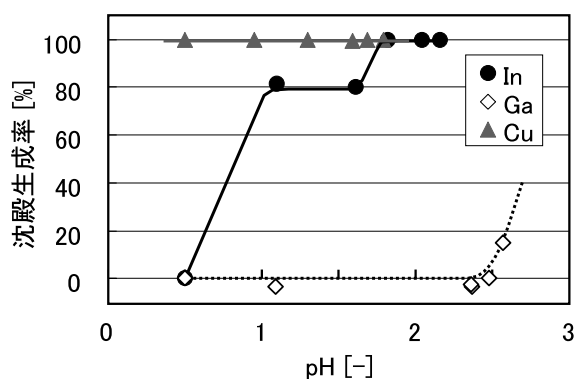


図4 単一金属溶液のpHと沈殿生成率の関係

3-3 三成分系金属イオン溶液 (In/Ga/Cu) からのInとGaの選択分離

溶液のpHを0.5に調整しNaHS・ nH_2O 溶液を添加することにより、CuがCuSとしてほぼ完全に沈殿し、InとGaは沈殿していないことを確認した。

また、CuSを分離後のろ液 (InとGaの二成分溶液) のpHを2.0に調整し、再度NaHS・ nH_2O 溶液を添加するとInが In_2S_3 として沈殿し、Gaは沈殿していないことを確認した。ろ液中のInイオン濃度からInの回収率を求めたところ約97%であり、回収した In_2S_3 の王水による湿式分析での結果、回収物中のIn純度は99%であり、高純度のInを回収できることが分かった。

4 まとめ

CIS系薄膜型太陽電池パネルのリサイクルを目的として、硫化物沈殿法を用いたInとGaの分離回収の検討を行った。その結果、溶液のpHを調整後、硫化剤 (NaHS) を添加することにより、In、Ga、Cuをそれぞれ単独で分離できることを明らかにした。今後、実際のCIS系薄膜型太陽電池パネルからIn回収について検討する予定である。

5 参考文献

- 1) 吉田隆：貴金属・レアメタルのリサイクル技術集成，エヌ・ティー・エス，202 (2007)
- 2) 福田正，松田仁樹，小島義弘，瀬戸富士雄，柳下幸一：表面技術，56-10，607-611 (2005)

オゾンマイクロバブルによる排水脱色とその機構に関する検討

小玉 誠^{*1}・竹田 智和^{*2}・落合 克紀^{*2}・久木崎 雅人^{*2}

Study on the Reaction Mechanism for Wastewater Decoloration
Using Microbubbles Generated from SPG Membranes

Makoto KODAMA, Tomokazu TAKEDA, Katsunori OCHIAI and Masato KUKIZAKI

シラス多孔質ガラス (SPG) 膜から生成したオゾンマイクロバブルをメタン発酵消化液に吹き込み、脱色処理の条件を調べるとともに、脱色反応機構を考察した。その結果、膜の孔径を小さくするほど脱色率が増大した。また、オゾン脱色前後において、消化液中のTOCや溶存成分の分子量分布に変化がなかったことから、色素成分に対するオゾン脱色反応は他の成分との反応に比べて優先的に進行することが示唆された。さらに、脱色速度が液温の変化にも影響を受けないことが観察されたほか、消化液の色素成分であるフミン酸が界面活性性能を有することから、色素成分とオゾンとの酸化反応は、バブルの表面近傍で起こっていることが示唆された。

キーワード：オゾン、脱色、マイクロバブル、SPG

1 はじめに

排水の「色」については水質関連法令の規制はないが、微生物を用いて色素成分を容易に分解できないため、排水の効率的な脱色技術が求められている¹⁻³⁾。排水に含まれる有色物質の多くは、活性汚泥法などの生物的排水処理では分解できず、物理化学的処理を必要とする場合が多い。代表的な脱色処理技術としてオゾン処理が知られている。オゾンは強力な酸化力を持ち、殺菌や有害有機物の酸化分解などに用いられている。一方、排水中の有色物質とオゾンを反応させるには、オゾンガスを水に溶解させる必要があるが、オゾンは水に溶けにくく、従来の溶解法ではオゾンの利用効率は低い。このような課題が、処理コストの上昇を招き、オゾンによる排水脱色技術の普及を妨げている。

著者らは、これまでにシラス多孔質ガラス (SPG) 膜を用いたマイクロバブル生成技術⁴⁻⁵⁾を開発してきた。このマイクロバブルにオゾンを内包することにより気/液界面積が増大するため、水へのオゾン溶解速度の向上が期待できる。

本研究では、オゾンマイクロバブルを用いて、食品工場から排出される有色排水を効率的に脱色する技術を見出した。また、オゾンマイクロバブルを用いた排水脱色の機構を解明するために、オゾンと色素成分の酸化反応を詳細に調べたので報告する。

2 実験方法

2-1 試験排水

有色排水は、高濃度有機系排水をメタン発酵した後、膜分離活性汚泥法により処理したメタン発酵消化液（以下、消化液）を用いた。

2-2 オゾンマイクロバブルによる消化液の脱色試験

オゾン脱色試験は、図1の連続式実験装置を用いて行った。消化液は、ポンプにより50 ml/minの速度で膜モジュールを介して反応槽（容積：120 ml）に送液した。オゾンガスは、酸素ガスを原料としてオゾンガス発生器（エコデザイン㈱製、ED-0G-R4）により生成し、散気管としてのSPG膜（エス・ピー・ジーテクノ㈱製、孔径：3.1, 5.1, 10.0 μm ）を組み込んだ膜モジュール（図2）を用いた。オゾンガスは膜の外側から内側の消化液に対して 50 ml/minの流速で供給し、マイクロバブルを生成した。反応

*1 環境森林部環境管理課

*2 資源環境部

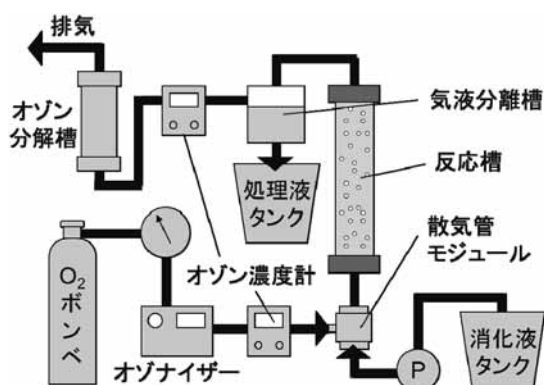


図1 回分式実験装置の概念図

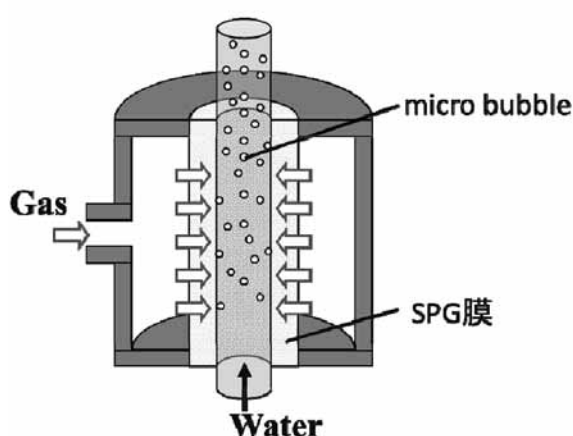


図2 SPG散気管モジュール (断面図)

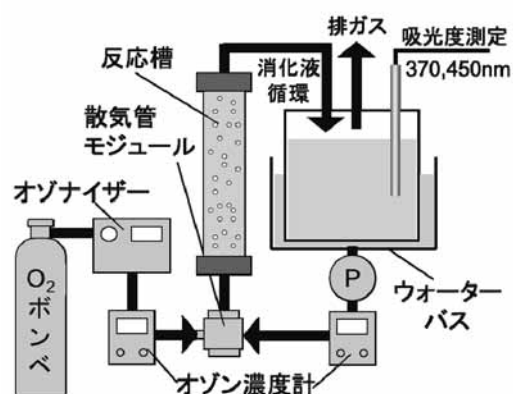


図3 半回分式実験装置の概念図

後は気液分離槽により分離した。実験では、オゾンガス流量および濃度、排水の流量を変化させて排水の脱色を行った。オゾン濃度は、オゾンガス濃度計（荏原実業㈱製，EG-600）およびオゾン水濃度計（荏原実業㈱製，EL-600）により測定した。

脱色率は、処理前後の消化液の着色度を濁度・色度計（日本電色工業㈱製，NDR-2000）を用いて測

定し、初期吸光度に対する処理液の吸光度減少値の百分率として、下式により求めた。

$$\text{脱色率} [\%] = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100$$

C_0 ：初期着色度

C ：処理後着色度

2-3 消化液脱色時の溶存オゾン濃度の経時変化測定

消化液脱色の経時変化測定には消化液を循環させながらオゾンガスを連続供給する半回分式実験装置（図3）を用いた。消化液はウォーターバスにより30℃に調整し、1 Lを300 ml/minの速度で循環させた。オゾンガスは、濃度を107g/m³一定とし、ガス流速が30 ml/minの速度で、オゾンガスを膜モジュール（孔径 3.1 μm）に供給し、消化液にマイクロバブルを供給した。

脱色の評価は、液流路内に設置した分光光度計により、消化液の有色成分の吸収波長であるλ=370 nmおよび450 nmにおける吸光度を経時的に測定することにより行った。消化液の溶存オゾン濃度はオゾンの吸収波長であるλ=254 nmの吸光度を測定し、消化液由来の吸光度を除去して算出した。

3 結果および考察

3-1 オゾンマイクロバブルによる消化液の脱色処理

連続式実験装置を用いて、SPG膜の孔径やオゾン供給量を変化させることにより、消化液の脱色処理の試験を行った。消化液の脱色率とオゾン供給量および散気管孔径の関係を図4に示す。オゾン供給量を多くするほど、また、SPG膜の孔径を小さくするほど、脱色率が増大した。膜の孔径はバブルサイズと関連し、バブルサイズが小さいほどオゾンの溶解効率が高まる。このことから、オゾンによる消化液の脱色が可能であり、オゾンガス濃度を高めることにより脱色率を向上できることがわかった。オゾン供給量と脱色率の関係については、オゾンガスとして供給したオゾンが水に溶解し、水中の色素成分と反応して脱色するのであれば、比例関係になると考えられる。しかしながら、後述するように、脱色反応は気/液界面で起こっていることが示唆されることから、単純な比例関係にはならないと推察さ

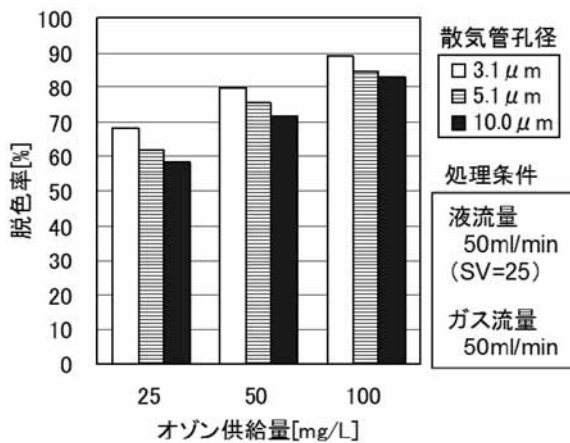


図4 消化液の脱色率とオゾン供給量および散気管孔径の関係

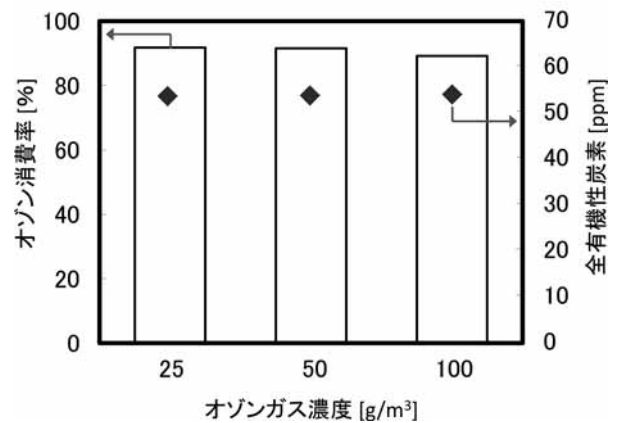


図5 オゾンガス濃度がオゾン消費率とTOCに及ぼす影響

れる．次に，オゾン消費率と全有機性炭素（TOC）を図5に示す．排ガスのオゾン濃度は，導入したオゾンガスの7.7～13%と非常に低く，約90%が消費されていた．TOCは処理前に53 mg/Lであり，処理後もほとんど変化がなかった．さらに，処理前後の消化液について，溶存成分の分子量分布をゲルろ過クロマトグラフィーにより分析したところ，消化液中に含まれる高分子の分解（低分子化）などの変化は確認できなかった．また，空間処理速度を 10 h^{-1} 以上として高速処理を行った場合においても，オゾン供給量を一定とすれば，安定した脱色処理が可能であった．これらのことから，消化液が含有する様々な成分のうち，オゾンとの反応速度は，色素成分の脱色反応が他成分の酸化反応に比べて優先的に行われ，

結果として脱色反応が効率的に進むと推測された．

3-2 消化液脱色時の溶存オゾン濃度の経時変化

消化液をオゾンマイクロバブルで脱色処理した時の吸光度と溶存オゾン濃度および，同条件での蒸留水の溶存オゾン濃度の経時変化を図6に示す．消化液の吸光度は，オゾンバブリング開始後速やかに減少し脱色が進行した．また，比較のために測定した蒸留水の溶存オゾン濃度が増加を開始する時間は，消化液の脱色開始時間と一致していたのに対し，消化液の溶存オゾン濃度は，吸光度が減少している脱色期間は増加せず，吸光度の減少がほぼ収まった時点から増加が開始した．このことから，液中に供給したオゾンは色素成分との脱色反応に速やかに消費されることがわかった．

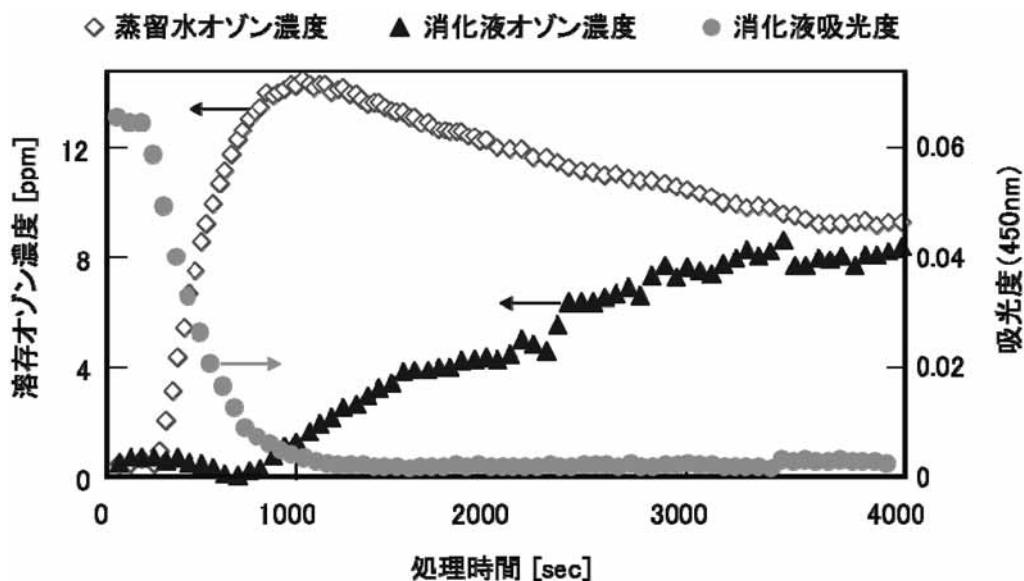


図6 溶存オゾン濃度と脱色の経時変化

3-3 脱色速度の温度依存性

蒸留水へのオゾン溶解速度を測定したところ、液温の上昇に伴い溶解速度は減少した。一方、消化液の温度を13, 20, 30, 35℃と変化させ、オゾンマイクロバブル処理を行ったところ、脱色速度に変化はなかった。もし、消化液の色素成分が液中に溶解した溶存オゾンと反応して脱色するのであれば、液温の上昇に伴い脱色速度は変化すると考えられる。しかしながら、液温に関わらず脱色速度が一定であったことから、消化液のオゾンバブリングによる脱色はバブルの気/液界面近傍で起こっていることが示唆された。

以上の結果を基に、予想される脱色反応の概念図を図7に示す。消化液中の色素成分であるフミン酸は、界面活性能を有することが知られているため⁶⁻⁷⁾、気泡表面に吸着しやすい。したがって、膜の細孔から生成した気泡の表面にフミン酸分子が吸着し、オゾン分子とフミン酸が気泡表面で直ちに酸化反応し、脱色すると考えられる。すなわち、フミン酸のような界面活性能を有する色素成分を含む有色排水を脱色する場合、気泡サイズを小さくし、気泡表面積を増大させることで、脱色速度を高めることができると考えられる。

一方、気/液界面近傍での脱色反応が律速であれば、気泡表面吸着量と脱色率は比例関係になると予想されるが、図4の結果に示すとおり、単純な比例関係ではなかった。この要因として、脱色の過程でフミン酸が分解し、これの界面活性能が低下してバブルの粗大化や合一化が考えられるが、今後、反応機構を解明するための詳細な検討が必要である。

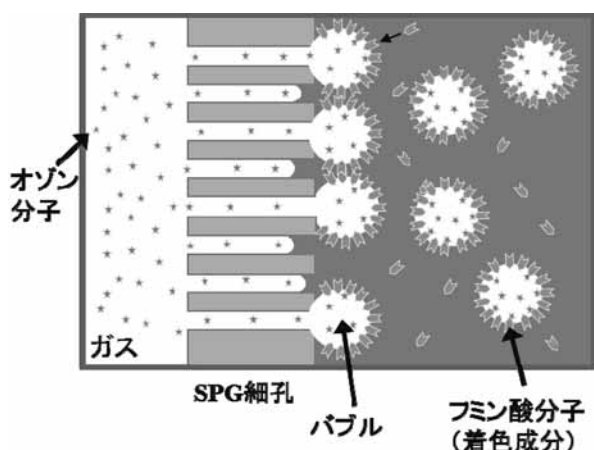


図7 脱色反応の概念図

4 まとめ

- 1) オゾンガスのバブリングに用いるSPG膜の孔径を小さくするほど、オゾンの溶解効率が高まり、消化液の脱色率を向上させることができた。また、このときのオゾン消費率は約90%と高かった。
- 2) オゾンマイクロバブル処理における色素成分とオゾンとの酸化反応は、バブルの気/液界面近傍で起こっていることが示唆された。このことから、バブル径を小さくし、気/液界面を増大させることで、オゾン脱色反応が促進されることが期待できる。

5 参考文献

- 1) 松田照夫, 加工技術, 29, 217-221 (1994)
- 2) 堂本伸一, 荻野良好忠, 造水技術, 12-4, 20-24 (1986)
- 3) 高橋信行, 佐藤芳夫, 水環境学会誌, 19-4, 306-314 (1996)
- 4) M. Kukizaki et al., *Colloids and Surf. A* 296, 174-181 (2007)
- 5) M. Kukizaki, *Colloids and Surf. A* 340, 20-32 (2009)
- 6) K. Hayase, H. Tsubota, *Geochim. Cosmochim. Acta* 47, 947-952 (1983)
- 7) K. Yonebayashi, T. Hattori, *Sci. Total Environ.* 62, 55-64 (1987)

アワビ飼育用人工餌料の素材の探索*

平山 国浩^{*1}・濱山 真吾^{*2}・黒木 泰至^{*3}・荒殿 剛^{*4}

Search of Artificial Bait Materials for Cultivating Abalones

Kunihiro HIRAYAMA , Shingo HAMAYAMA , Hiroyuki KUROKI and Go ARADONO

アワビなど海産動物の種苗生産及び養殖に使用されている配合飼料等は海水中で崩壊しやすく、生産コスト高や水質悪化をまねいている。そこで、海水中安定性が高い新しい人工餌料を開発する目的で、各種食品素材等から試作した同餌料の崩壊試験を溶出試験機を用いて実施し、海水中安定性を評価することにより、餌料素材をつなぐバインダーの役割を果たす食品素材を探索した。その結果、バインダーとしてはグルテンが適していることが分かった。

キーワード：アワビ，餌料，バインダー，海水中安定性，崩壊試験

1 はじめに

アワビなどの海産動物は、全国各地で種苗生産および養殖がなされており、餌として現地周辺で採取した海藻を与える場合もあるが、冬場など海藻が確保し難い時期は、配合飼料や乾燥した海藻を併用して飼育されている。しかし、これらの配合飼料等は乾燥固形状で保存性は良いものの、海上飼育の場合は波の影響で、また、図1に示す陸上飼育の場合は



図1 陸上飼育用水槽

海水中に入れると時間の経過とともに膨潤して崩壊することが最大の課題である。飼料が崩壊し海水中に逸散すると、給餌効率が悪化し生産コスト高となるほか、閉鎖的な陸上飼育の場合は水質悪化につながり、飼育アワビなどの成長や生残に影響を及ぼす場合がある。

そこで、本事業では海水中安定性が高い新しいアワビ飼育用の人工餌料の開発を目的とした。その中で、当センターでは同餌料の海水中安定性を評価す

るための餌料崩壊試験を実施し、各種食品素材等の中から餌料素材をつなぐバインダーの役割を果たすもの（以下「バインダー」）とその配合割合について探索した。

まず、食品素材の中から30種類のバインダー候補を選び、予備崩壊試験を行うことにより、バインダー候補を10種類スクリーニングした。

さらに、この10種類のバインダー候補で崩壊試験を実施することにより、人工餌料に適したバインダー、その配合割合の下限值および栄養素の混合率を検討した。

2 実験方法

2-1 試験装置

試験装置は図2に示す溶出試験機（富山産業(株) NTR-6100）を、サンプルを入れる容器はサビキカ

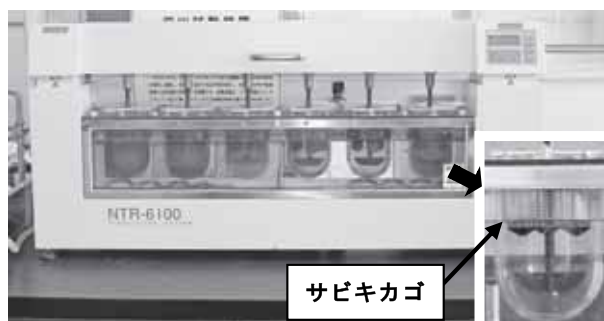


図2 溶出試験機

* 産学官共同研究推進事業（受託研究）
*1 材料開発部
*2 材料開発部（現 公益財団法人宮崎県産業振興機構）
*3 材料開発部（現 宮崎県衛生環境研究所）
*4 安井株式会社

薄膜型太陽電池パネルに含まれるレア金属の回収技術の開発 —沈殿分離法によるインジウムとガリウムの選択分離—

竹田 智和^{*1}・小玉 誠^{*2}・落合 克紀^{*1}・久木崎 雅人^{*1}

Recovery of Rare Metals from Thin-film-type Solar Cells
—Selective Separation of Indium and Gallium by Precipitation Method—

Tomokazu TAKEDA, Makoto KODAMA, Katsunori OCHIAI and Masato KUKIZAKI

CIS系薄膜型太陽電池パネルのリサイクルを目的として、In、GaおよびCuを含む3元素系モデル溶液を用いた硫化物沈殿法によるInとGaの選択分離条件の検討を行った。その結果、pHを0.5に調整した溶液にNaHS溶液を添加し、脱銅処理したろ液のpHを2.0に調整することにより、InとGaの比率が99：1の高純度で分離できることを明らかにした。

キーワード：レア金属、インジウム、沈殿分離、硫化物、薄膜型太陽電池

1 はじめに

レア金属やレアアースは「産業のビタミン」と称され、少量ではあるが携帯電話、パソコン等の電子機器や電池等の部品に広く利用されており、日本の産業に必要不可欠な元素である。しかし、日本国内ではほとんど産出されず外国からの輸入に頼っており、資源の枯渇や産出国による資源の囲い込み等が大きな課題となっている。

当県には、インジウム (In)、ガリウム (Ga) およびセレン (Se) 等のレア金属及び銅 (Cu) を含む光吸収層 (CIS膜) を有するCIS系薄膜型太陽電池パネルの生産工場が立地している。CIS系薄膜型太陽電池パネルの一般的な構造は、図1に示すとおり、基板ガラス上に、厚さ数 μm の薄膜層が形成された構造となっている。携帯電話等の小型家電に限らず、このような太陽電池パネルからのレア金属のリサイクル技術も求められているが、CIS系薄膜型太陽電池パネルに含まれるInとGaはいずれも第13族の典型金属元素であることから、両者の性質が類似しているため、分離回収が難しいという課題がある。

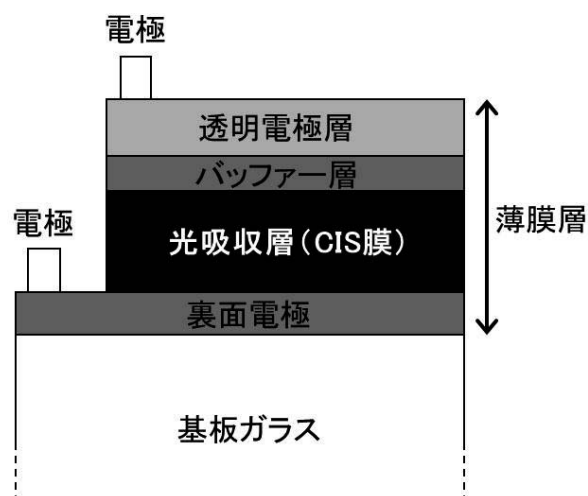


図1 CIS系薄膜型太陽電池パネルの構造

本報では、操作が簡便でコストが低い硫化物沈殿法によるInとGaの分離について検討した。沈殿分離法のひとつである硫化物沈殿法は金属硫化物沈殿の生成するpH域が金属イオンの種類により異なる性質を利用し、異種金属を選択的に分離する手法であり¹⁾、めっき廃液に含まれるニッケル等の分離回収技術に関する研究²⁾などが行われている。しかし、CIS系薄膜型太陽電池パネルに含まれるInやGaの分離回収を目的として硫化物沈殿法を利用した例は見あたらないことから、本報において検討した結果を報告する。

*1 資源環境部

*2 資源環境部 (現 宮崎県環境森林部環境管理課)

オゾンマイクロバブルによる排水脱色とその機構に関する検討

小玉 誠^{*1}・竹田 智和^{*2}・落合 克紀^{*2}・久木崎 雅人^{*2}

Study on the Reaction Mechanism for Wastewater Decoloration
Using Microbubbles Generated from SPG Membranes

Makoto KODAMA, Tomokazu TAKEDA, Katsunori OCHIAI and Masato KUKIZAKI

シラス多孔質ガラス (SPG) 膜から生成したオゾンマイクロバブルをメタン発酵消化液に吹き込み、脱色処理の条件を調べるとともに、脱色反応機構を考察した。その結果、膜の孔径を小さくするほど脱色率が増大した。また、オゾン脱色前後において、消化液中のTOCや溶存成分の分子量分布に変化がなかったことから、色素成分に対するオゾン脱色反応は他の成分との反応に比べて優先的に進行することが示唆された。さらに、脱色速度が液温の変化にも影響を受けないことが観察されたほか、消化液の色素成分であるフミン酸が界面活性性能を有することから、色素成分とオゾンとの酸化反応は、バブルの表面近傍で起こっていることが示唆された。

キーワード：オゾン、脱色、マイクロバブル、SPG

1 はじめに

排水の「色」については水質関連法令の規制はないが、微生物を用いて色素成分を容易に分解できないため、排水の効率的な脱色技術が求められている¹⁻³⁾。排水に含まれる有色物質の多くは、活性汚泥法などの生物的排水処理では分解できず、物理化学的処理を必要とする場合が多い。代表的な脱色処理技術としてオゾン処理が知られている。オゾンは強力な酸化力を持ち、殺菌や有害有機物の酸化分解などに用いられている。一方、排水中の有色物質とオゾンを反応させるには、オゾンガスを水に溶解させる必要があるが、オゾンは水に溶けにくく、従来の溶解法ではオゾンの利用効率率は低い。このような課題が、処理コストの上昇を招き、オゾンによる排水脱色技術の普及を妨げている。

著者らは、これまでにシラス多孔質ガラス (SPG) 膜を用いたマイクロバブル生成技術⁴⁻⁵⁾を開発してきた。このマイクロバブルにオゾンを内包することにより気/液界面積が増大するため、水へのオゾン溶解速度の向上が期待できる。

本研究では、オゾンマイクロバブルを用いて、食品工場から排出される有色排水を効率的に脱色する技術を見出した。また、オゾンマイクロバブルを用いた排水脱色の機構を解明するために、オゾンと色素成分の酸化反応を詳細に調べたので報告する。

2 実験方法

2-1 試験排水

有色排水は、高濃度有機系排水をメタン発酵した後、膜分離活性汚泥法により処理したメタン発酵消化液（以下、消化液）を用いた。

2-2 オゾンマイクロバブルによる消化液の脱色試験

オゾン脱色試験は、図1の連続式実験装置を用いて行った。消化液は、ポンプにより50 ml/minの速度で膜モジュールを介して反応槽（容積：120 ml）に送液した。オゾンガスは、酸素ガスを原料としてオゾンガス発生器（エコデザイン㈱製、ED-0G-R4）により生成し、散気管としてのSPG膜（エス・ピー・ジーテクノ㈱製、孔径：3.1, 5.1, 10.0 μm ）を組み込んだ膜モジュール（図2）を用いた。オゾンガスは膜の外側から内側の消化液に対して 50 ml/minの流速で供給し、マイクロバブルを生成した。反応

*1 環境森林部環境管理課

*2 資源環境部

オゾンマイクロバブルによる界面活性物質の 分解における多孔膜の性能比較*

久木崎 雅人^{*1}・星野 義郎^{*2}

Comparison of the Membrane Performance in Degradation of Surfactants in Aqueous Solutions
by Ozone Microbubbles Generated from Bubble Spargers

Masato KUKIZAKI and Yoshiro HOSHINO

シラス多孔質ガラス (SPG) 膜と多孔質セラミック膜の双方を用いてオゾンバブルを生成させ、水中のアニオン性界面活性剤の分解特性を比較評価した。その結果、SPG膜はセラミック膜よりも分解速度が最大で約5倍高い値となった。また、SPG膜の孔径が小さいほど、これより生成する気泡径も小さくなり、界面活性剤の分解速度が上昇した。SPG膜をオゾン散気管に用いることにより、界面活性剤含有廃水の処理設備におけるイニシャルとランニングコストの低減が期待できる。

キーワード：オゾン，マイクロバブル，シラス多孔質ガラス (SPG) 膜，多孔質セラミック膜，
界面活性剤

1 はじめに

有機塩素化合物，色素化合物および界面活性剤等の難分解性物質を含有する工場廃水については，物理化学的処理や微生物処理等を経て，さまざま手法により高度処理されている。その代表的な処理法の1つにオゾンバブルを用いた酸化分解法が知られている。この手法では廃水にオゾンバブルを吹き込み，難分解性物質を酸化分解する。オゾン分子は水への溶解度が著しく低いために，廃液にオゾンバブルを吹き込んでもオゾン分子のほとんどは水に溶解することなく直ちにバブルが浮上し，結果として多量の廃オゾンガスが発生する。このようにオゾンの利用効率が低いことから，大規模な処理設備に基づくイニシャルコストや，オゾンガス発生に必要なランニングコストの増大が課題となっている。

著者らは，均一な微細孔を有するシラス多孔質ガラス (SPG)¹⁾を散気管として用いることで，サイズの揃ったマイクロバブルを生成する技術を開発した¹⁾。この手法では，膜の細孔を介してガスを液相

に圧入することにより細孔径に対応したサイズのマイクロバブルを生成することができる。

本研究は，廃水の高度処理に用いられるオゾン酸化法の改善を図り，効率的な難分解性物質の水処理プロセスを開発することを目的に，SPG膜から生成されるオゾンマイクロバブルを用いて水中の界面活性剤の分解試験を行った。また，この結果を，市販されている多孔質セラミック膜の結果と比較評価したので報告する。

2 実験方法

2-1 界面活性剤の分解試験

図1に実験装置の概念図を示す。難分解性物質として試薬グレードのドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (SDBS) を用いた。モデル廃水として500 mg/Lの濃度のSDBS水溶液300 mLをガラスカラムに入れ，カラムの底部に膜モジュールを配置した。酸素ガスを放電法により生成したオゾンガスを膜の細孔に圧入し，水溶液中にオゾンバブルを生成させた。オゾンガス濃度とガス流速は，それぞれ110 g/m³および20 mL/min一定に設定した。膜は，平均孔径が5, 10, 20 μmのSPG膜 (エス・ピー・ジーテク

*1 資源環境部

*2 株式会社キヨモトテックイテ

宮崎における商品開発とブランドデザイン支援

鳥田 和彦^{*1}・川添 康正^{*1}・関屋 千草^{*1}

Design Support in Product Development and Brand Design in Miyazaki

Kazuhiko TORITA, Yasumasa KAWASOE and Chigusa SEKIYA

宮崎における商品開発とデザイン支援に取り組む基盤として、宮崎県新産業創出デザイン研究会事業を過去14年間で計68回（25年度7回開催）実施した。宮崎県内の地域資源等を活用した地場産業育成、木工家具・工芸産業・食品関連産業など多様な産業分野のデザイン導入に役立つこと。あわせて、新商品開発のためのデザインコンサルティングやデザインプロモーションの可能性を高めるデザイン開発手法の確立と宮崎における成功するためのデザイン支援に貢献することを目標とした。

キーワード：商品開発，ブランド，デザイン，感性マーケティング，デザインコンサルティング

1 はじめに

国内外の生活者の意識や消費者ニーズが多様化する現代において、多種多様なマーケットニーズに柔軟に対応するために、ものづくりや新商品開発におけるマーケティングやデザインコンサルティングの重要性が認識されている。

このような背景を受け、公設試におけるデザイン支援がより重要な時代となっている。

宮崎県工業技術センターで実施した商品開発とデザイン支援（商標・ブランド・デザインコンサルティング）を紹介し、宮崎におけるデザイン活用やデザイン開発プロジェクトにおける成果事例について報告する。あわせて、宮崎県新産業創出デザイン研究会活動及び研究会講師と連携したデザイン支援を紹介する。これらの支援を通して、宮崎における成功するために必要なデザイン開発要素について分析考察する。

2 デザイン支援方法

2-1 新産業創出デザイン研究会活動

デザイン研究会は平成12年度新設以来、宮崎県内企業への産業デザイン振興とデザイン支援を目的に、

グッドデザイン審査委員はじめ著名なデザイナーなど、多くのデザイン関連講師を招き、デザイン講演会やデザイン相談会・企業訪問指導などの支援活動を過去14年間で計68回（25年度7回開催）実施した。

その活動では、グッドデザイン賞受賞を意図した企業指導や宮崎県内企業のデザイン開発力向上のための実践的な研究テーマ選定、デザインコンペ審査会支援、成功するための商品開発・デザインマインド向上のためのデザインセミナーなど、宮崎に必要とされるデザイン要素や先進的なデザイン実践事例を考察し、本県のデザイン関連企業等に役立つデザイン研究会の企画運営を試みた。

2-2 県内企業等へのデザイン支援方法

支援方法の1つとして、デザインテーマを設定したプロジェクトに取り組んだ。エコデザイン・ユニバーサルデザイン・ブランドデザイン・グッドデザインなど宮崎における産業デザイン振興に必要な不可欠なデザインテーマを設定し、デザインネットワーク構築や公設試デザイン分科会メンバーとの情報交流・連携協力を基に、商品開発デザインプロジェクト事業等のデザイン活動支援に取り組んだ。

また、第2の手法として、地域性を活かしたブランディングにも取り組んだ。地域資源等を活用した地場産業育成を目指し、木工家具・工芸産業・食品

*1 企画・デザイン部

関連産業などの新商品開発のためのデザインコンサルティングに取り組んだ。また、宮崎におけるデザインプロモーションの可能性を高めるデザイン支援手法の確立を目指した。その一環として、農林水産地域資源を活用した「食の六次化」事業支援をモデルに商標活用とブランドデザイン戦略創出を意図したデザイン支援を試みた。

本報では、商品開発とブランディングのためのデザイン支援とその成果事例について紹介する。

なお、これらの支援においては論理的で科学的な感性マーケティングの活用を試みた。これは、色や形の合理性や機能性を重視する従来のマーケティング手法を脱し、美しさや情緒といった消費者の「感性」や「イメージ」を分析評価し、マーケティングを行うものである。本質的な質の向上や豊かなセンスとデザインの向上を目指した。特に、感性マーケティングにおけるデザインの役割を明確にするために、宮内¹⁾らの指導を受け「9イメージ分類45言語」分析手法を用いた。

3 結果および考察

3-1 デザイン支援活動の評価

デザイン研究会活動において目標としたグッドデザインの取り組みにより、「Ecoレンガ」の2001グッドデザイン賞受賞や、「obisugi design」の2010グッドデザインアワード日本商工会議所会頭賞受賞など、グッドデザインの普及推進に貢献できた。

宮崎県物産貿易振興センター「み」ブランドマーク選定運営はじめ行政機関のシンボルマーク審査選定、「宮崎杉を用いた学校家具のデザイン」「飫肥杉の木のオルゴール記念デザイン(図1)」・「食品加工グループの商品ブランドデザイン」など、実践的なブランディングとデザイン研究の成果を新たな商品開発に役立てることができた。「つのつのまんまる」「ポレポレ」「キャビアン」「日南星/ヒナスター」「元気倍々梅」「obisugi design」等、新たな商標登録やブランド開発などオリジナルな商品開発ブランドデザインの創出に貢献することができた。次項にてその事例を紹介する。



図1 飫肥杉の木のオルゴール記念デザイン

3-2 デザイン支援の成果事例

3-2-1 キャビアン化粧品の商品デザイン開発支援 (商標登録番号 第5410526号)

宮崎産チョウザメのキャビアエキスをを使用した化粧品開発のための市場分析・商品計画・素材のデザイン評価を行い、商品コンセプトを構想した。

「CAV i ENキャビアン」ブランド商標登録・県内デザイナー参加型のキャビアンデザインプロジェクトにより総合的なデザイン開発を行った。

商品開発デザインセミナー講師(宮内氏)から感性マーケティングを活用したイメージ分析評価と商品開発デザイン指導を受けたことで、完成度の高いブランドやロゴタイプのデザインに取り組むことができた。上品な商品パッケージ(図2)や統一感のあるカタログ・パンフ、ホームページなどのデザインが誕生した。宮崎産キャビアを活用した新たなブランドづくりと新商品開発(図3)のためにデザインを役立てることができた。



図2 キャビアン化粧品の商品デザイン



図3 キャビエン化粧品のデザイン開発

3-2-2 ポレポレ商品開発とブランディング支援 (商標登録番号 第5601404号)

新商品ブランド「Pore Poreポレポレ」は宮崎県産の食材を用いたスイーツ分野の経営革新事業（夢の実現がコンセプト）にデザインを活用した事例である。ここでも感性マーケティングの考え方を活かしたブランドカラー選定（オレンジ系）やブランドマークロゴタイプのデザイン及び商標登録（図4）、販売促進グッズやDMパンフのデザイン、新店舗デザイン（図5）や移動販売車（図6）の企画開発などのデザイン支援に取り組んだ。

Pore Poreという文字をモチーフに図案化することでデザインの独創性と商標ブランドの認知性を高めることができ、商標登録が可能となった。

ブランドマーク（商標）の活用はユニホームや商品販促グッズ、カタログ・パンフなど、幅広い商品企画開発とデザイン展開に寄与した。



図5 「ポレポレ」新店舗（宮崎駅）のデザイン



図6 「ポレポレ」移動販売車のデザイン

3-2-3 つのつのまんまる：商品開発ブランド支援 (商標登録番号 第5614466号)

「つのつのまんまる」では、JA尾鈴都農女性部会有志による地域産農産資源を用いた商品開発のためのブランド創出とデザイン支援を試みた。

口蹄疫などの苦難を乗り越える笑顔「まんまる」が、グループの願望されたコンセプトであった。

商標ブランドの事前検索等を行い、オリジナルな商標登録の可能性が高いブランド名称と図案を創作（図7）、商品ラベルやパッケージ（図8）ユニホーム（図9）などの新たなブランド育成に活用した。

図7 「つのつのまんまる」ブランドマーク
(商標登録番号 第5614466号)



図8 「つものまんまる」商品ラベルデザイン



図9 「つものまんまる」ユニホームデザイン

素直な都農の風土特性（自然のおおらかさ・幸の美味しさ）、商品開発に取り組む人々の徳（素朴な明るさ温かさ）等の地域素材を活かし、笑顔を創る喜びをデザインコンセプトに設定したことで多くの消費者や地域の人々に愛される好感度の高いデザインが誕生した。

3-3 デザイン開発要素の評価

地域産業や県内企業のデザイン導入のために近年取り組んだ事例から次のことが考察された。色や形・デザイン技術（スキル）重視からの脱却、エコデザインやユニバーサルデザイン・グッドデザインの活用、社会環境問題解決や地域資源の有効活用・地域ブランド育成推進など、新たなデザイン価値の創出を意識したデザイン発想型の開発要素（図10）の必要性和時代的変化が認められた。（新たな価値の創造）（人材・知恵の集合）（デザインプロデュース）（デザインマインド）（ブランド）（感性マーケティング：イメージの統一）など、地域産業が成功するための商品開発とデザイン支援の考え方やデザインプロジェクト育成等のデザイン手法の有効性について確認できた。

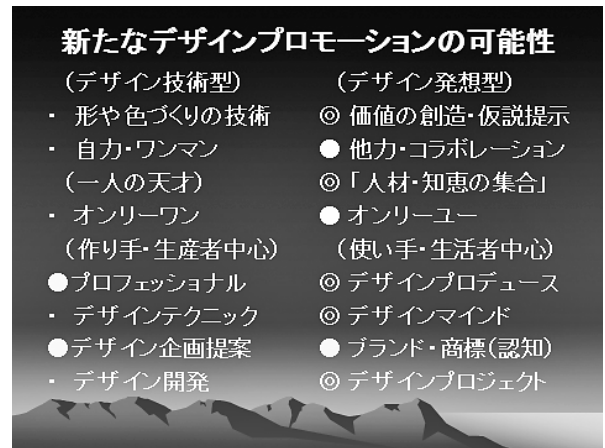


図10 デザインプロモーション要素の変化

4 まとめ

- 1) デザイン研究会活動はグッドデザイン賞受賞企業数の倍増はじめ、宮崎の産業デザイン振興とデザイン支援体制強化に貢献した。
- 2) デザイン開発プロジェクト事業育成が宮崎における成功するための商品開発デザイン手法として有効性の高いことが確認できた。
- 3) デザイン開発要素（社会環境等）の変化への対応、新たなデザイン発想による商品企画開発とブランディングが地域企業のデザイン支援に必要不可欠であると考えられた。
- 4) 地域産業デザイン振興のための商標制度活用とブランド創出には他機関とも連携可能な公設試デザイン部門の役割（図11）とデザイン支援の貢献度が大きいことが確認できた。
- 5) 良いデザイン発想と総合的なデザイン支援を行うことにより宮崎から発信する新たな成功事例や魅力的な新商品ブランド誕生が期待される。



図11 公設試デザイン支援の役割

5 謝辞

静岡文化芸術大学副学長教授：宮内博実氏には感性マーケティングを活用した宮崎における商品開発デザイン支援に長年御尽力いただいた。また、デザイン研究会活動において全国から多くの講師の方々に御指導御支援をいただいた。ここに感謝の意を表します。

6 参考文献

- 1) 宮内博実：毎日が楽しくなる色の取り扱い説明書，かんき書房，2006
- 2) 宮内博実：商品開発デザインセミナー講演資料，感性マーケティングの活用とイメージ分析手法
- 3) 宮内博実：三遠南信景観色調査研究報告書等，静岡文化芸術大学研究紀要 9, 99-117, 2008

冷凍ホウレンソウの加工条件に伴う成分変化の確認

石井 明子^{*1}・福山 明子^{*2}・寺崎 三季^{*2}・柚木崎 千鶴子^{*2}

Confirmation of the Ingredient Change with the Processing Condition of the Frozen Spinach

Akiko ISHII, Akiko FUKUYAMA, Miki TERASAKI, Chizuko YUKIZAKI

本県で加工される冷凍ホウレンソウの製造条件の違いによる成分変化の確認を行った。その結果、原料段階から加工され凍結されるまでの間、加工工程が進むに従いシュウ酸含有量は減少する傾向が見られた。なかでも、加工工程中の水冷回数や加工形態の違いによってシュウ酸の残存率に違いが見られた。

キーワード：ホウレンソウ，一次加工，シュウ酸

1 はじめに

本県では、加工・業務用向け野菜の出荷量が全国的に多い品目があり、なかでもホウレンソウは、平成23年産に加工向けとして生産出荷されたものの7割が本県産¹⁾、平成15年産と比較すると1.5倍と出荷量が増加傾向にある。宮崎県食品関連企業実態調査結果²⁾によると、野菜部門において一次加工品を利用する際、冷凍形態のニーズは高く、衛生面や残渣の処理が必要ない等の理由から今後も利用は増加すると考えられている。このようななか、冷凍ホウレンソウの加工に取り組む現場から、最終製品として出荷したもののなかにえぐ味が生じるという事例が発生した。県内の冷凍加工施設における加工工程においては各企業により異なる現状があるなか、えぐ味のもとと考えられるシュウ酸含有量について、工程の違いなどにより変化が見られるのか、宮崎県冷凍野菜加工事業者連携推進協議会の協力のもと実態調査を行ったので報告する。

2 実験方法

2-1 供試材料

試験には、平成24年3月から4月の間に、県内で冷凍ホウレンソウの加工を行う企業5社の加工施設

で採取したものを供した。その際、可能な限り同じ製造ロットから採取出来るよう、工程の流れを追い、原料、ブランチング、水冷、脱水、凍結後の5つの工程から試料1kgずつを採取し分析に供した。

2-2 試料の調整および分析方法

採取した原料をフードプロセッサーで磨砕し、均一にしたものを試料とした。シュウ酸含量については、乾燥1g当たりの平均値として算出し、相対比値として示した。分析は、以下の方法で行った。

1) 水分

水分は、精製ケイ砂を乾燥助剤に用いて、減圧乾燥法(70℃)により恒量を求めた。

2) シュウ酸の定量

水溶性シュウ酸の定量は、株全体をフードプロセッサーで磨砕した試料5gに蒸留水を加え摩砕後、60分間超音波で抽出した。総シュウ酸の定量は、磨砕した試料5gに10%塩酸10ml加え磨砕後、60分間超音波で抽出し、10%水酸化ナトリウム溶液でpHを2～4に調整した。いずれも蒸留水で100mlに定容し、0.45μmフィルターでろ過した。抽出液は蒸留水で適宜希釈を行い、イオンクロマトグラフ(株)DIONEX ICS-5000)を用いて、水溶性シュウ酸、総シュウ酸を測定した。また、総シュウ酸含有量と水溶性シュウ酸含有量との差を算出し、不溶性シュウ酸含有量とした。分析条件は次のとおりである。カ

*1 食品開発部(現 県立農業大学校)

*2 食品開発部

ラム：IonPacAS20（4.0 mm×250 mm），移動相：KOHグラジエント（溶離液ジェネレーター使用），流量：1 mL/min，カラム温度：30℃，検出器：電気伝導度検出器．

3 結果および考察

3-1 加工工程に伴うシュウ酸含有量の変化

加工施設毎に採取した試料の各工程におけるシュウ酸含有量の変化を図1に示した．原料搬入から製品までの工程のなかで，原料段階，ブランチング処理後，水冷後，脱水後，凍結後と加工工程が進むに従いシュウ酸含有量は減少する傾向が見られた．なかでも，原料から水冷にかけての工程中に低下する傾向が見られた．

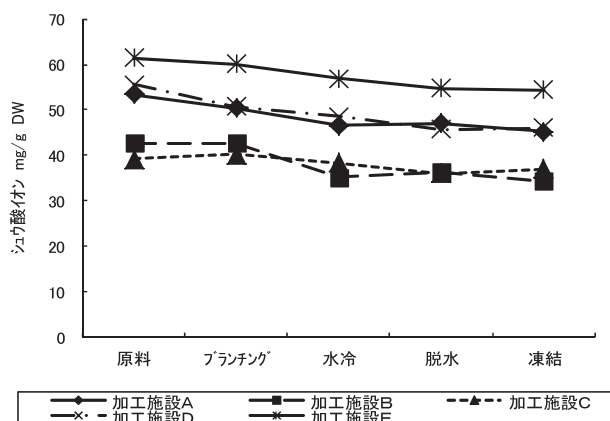


図1 加工工程に伴うシュウ酸含有量の変化

3-2 加工方法の違いによるシュウ酸含有量の変化

搬入された原料は，工程中にカットされ加工処理されるバラ凍結のものと，原料の形状を維持した状態で加工処理されるホール凍結したものの2つの加工形態に分かれた．ここで，バラ凍結されたもののうち，ブランチング処理後の水冷回数が異なる2社の試料におけるシュウ酸含有量の変化を図2に示した（図2）．同じバラ凍結の形態でも，水冷処理の回数が2回実施されたものと3回実施されたものでは，水冷回数が多い方が残存率が低くなる傾向が見られた．

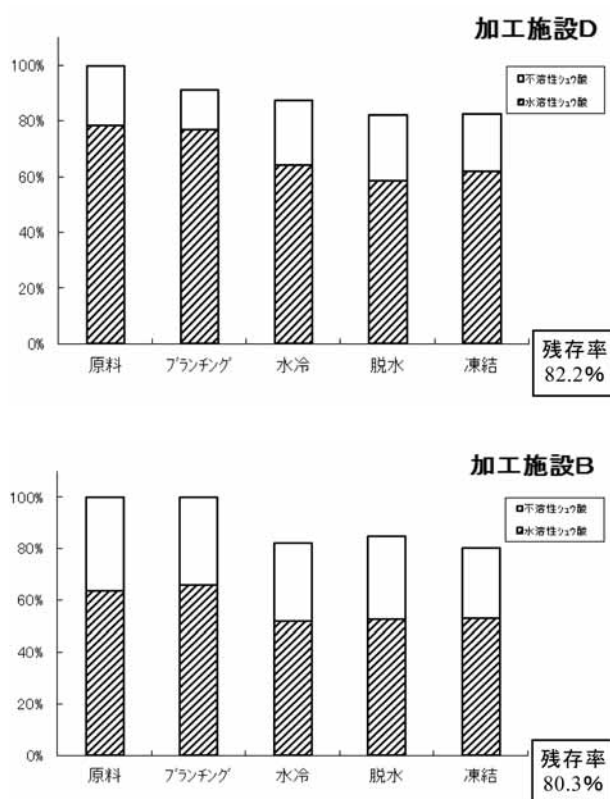


図2 加工方法の違いによるシュウ酸含有量の変化
(上図：水冷回数2回、下図：水冷回数3回)

3-3 加工形態の違いによるシュウ酸含有量の変化

工程中，ブランチング処理後は冷却のため水冷処理が行われるが，その処理回数はそれぞれの加工施設で異なる．この水冷処理が同じ場合で，加工形態がバラ凍結とホール凍結と異なる2社の試料におけるシュウ酸含有量の変化を図3に示した（図3）．工程が同様に行われる場合でも，加工形態が異なると残存率に違いが見られ，ホール凍結の方が残存率が高い傾向が見られた．

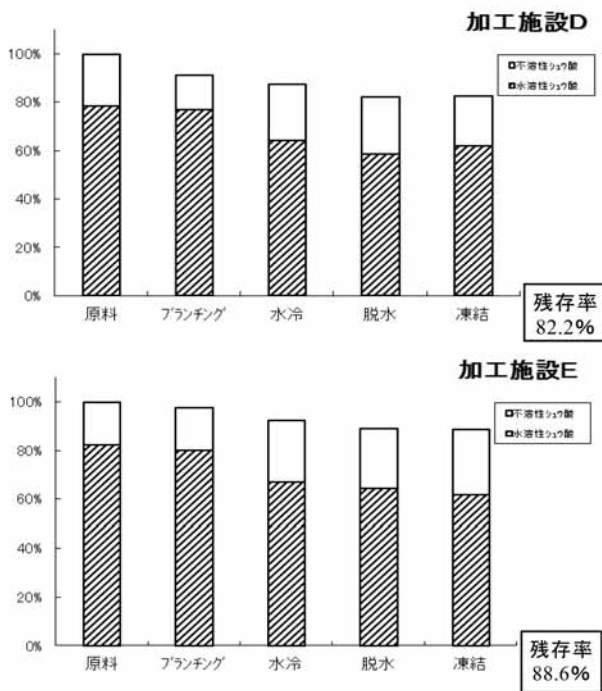
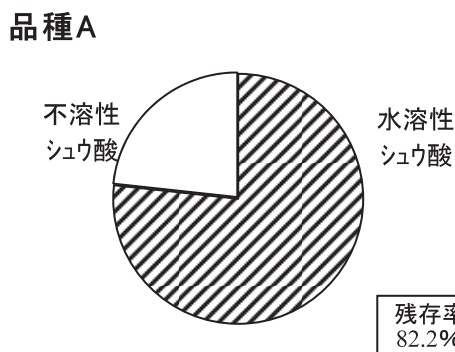


図3 加工形態の違いによるシュウ酸含有量の変化
(上図：バラ凍結、下図：ホール凍結)

3-4 加工原料特性によるシュウ酸含有量の変化

今回採取した原料は、加工用の品種が利用されていた。バラ凍結のものでブランチングや水冷処理等の加工処理が同様に行われた場合、品種Aと品種Bでは品種Bの方がシュウ酸の残存率が高い傾向が見られた。この場合、加工用原料の特性として、不溶性シュウ酸の割合が高い傾向が見られた（図4）。



品種B

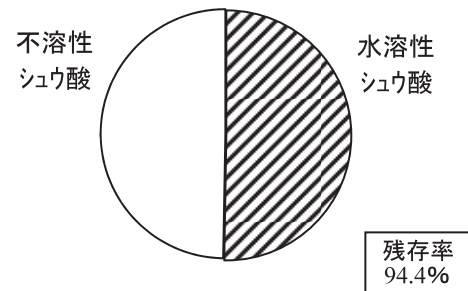


図4 加工原料特性によるシュウ酸含有量の変化

4 まとめ

冷凍ホウレンソウの加工施設において実態調査を行った結果、シュウ酸含有量の変化に次の傾向が見られることがわかった。

- 1) 原料段階から製品までの工程の間、加工工程が進むに従い減少する傾向が見られた。この原因としては、水洗により水溶性シュウ酸が溶出し減少するのではないかと推察された。
- 2) 水冷回数の増加に伴い、残存率が低くなる傾向が見られた。このことから水冷回数が多い方がシュウ酸含有量が低減され、えぐ味の低減に寄与するのではないかと推察された。
- 3) 加工形態がバラ凍結の場合、残存率が低くなる傾向が見られた。バラ凍結では細かくカットされることで、シュウ酸を溶出しやすくするのではないかと推察された。
- 4) 原料特性として不溶性シュウ酸の割合が高い場合、残存率が高くなる傾向が見られた。

5 参考文献

- 1) 農林水産省，平成23年産野菜生産出荷統計（2013）
- 2) 福山明子，柚木崎千鶴子，後藤一寿：宮崎県工業技術センター・宮崎県食品開発センター研究報告，56，95-100（2011）

6 謝辞

本調査の実施にあたりましては、分析試料の提供および情報提供等多大なご協力を頂きました宮崎県冷凍野菜加工事業者連携推進協議会会員企業の皆様に対しまして深く感謝いたします。

ヒュウガナツの部位ごとにおける収穫時期別成分変化*

福山 明子^{*1}・寺崎 三季^{*1}・高橋 克嘉^{*1}・松浦 靖^{*1}・柚木崎 千鶴子^{*1}

Ingredient Change for Every Harvest Time of Citrus Tamurana Hort

Akiko FUKUYAMA, Miki TERASAKI, Katsuyoshi TAKAHASHI,
Yasushi MATSUURA and Chizuko YUKIZAKI

当県の特産カンキツであるヒュウガナツについて、フラベド（外果皮）、アルベド（中果皮）、果汁に分けて収穫時期ごとの成分変化について調査した。その結果、総ビタミンC含量（V.C）はフラベドに最も多く含まれていた。有機酸はフラベドにはリンゴ酸が多く、アルベドと果汁にはクエン酸が多く含まれており、いずれの部位でも収穫後期は減少傾向であった。主要なフラボノイドはアルベドに最も多く含まれており、ヘスペリジン、ナリルチンが多く含まれていた。カンキツ類では一般に食用としないアルベドもヒュウガナツでは食するため、効率的にそれらの成分を摂取できることが示唆された。

キーワード：ヒュウガナツ、収穫時期、フラボノイド

1 はじめに

ヒュウガナツは当県の代表的な特産カンキツであり、加工用としても近年、用途開発が要望されている。これまでの研究において、ヒュウガナツ果皮を冷凍保存するには、70℃でブランチング処理後、急速冷凍して凍結保存することでビタミンCやヘスペリジンを保持できることを確認した。本研究では新たな利用可能性を探るため、部位ごとの成分変化を収穫時期ごとに調査した。

2 実験方法

2-1 使用原料および前処理

1月から4月まで1ヶ月ごとに、亜熱帯作物支場で露地栽培された果実10個を供試試料とした。果実を剥皮後にフラベド、アルベド（図1）に分けて急速冷凍し、一部は凍結乾燥粉末にした。

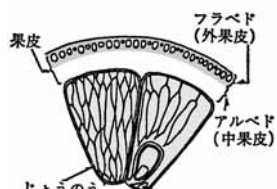


図1 柑橘類の構造

果肉はジューサーで絞り、得られた果汁は急速冷凍し、一部は凍結乾燥粉末とした。

2-2 収穫時期別成分分析

1) 総V.C含量測定

総V.C含量の測定は池ヶ谷¹⁾らの方法を用いた。凍結した試料を粉碎し、秤量後、直ちに5%メタリン酸を加え粉碎した。定容後0.45μm フィルターでろ過し、高速液体クロマトグラフィ（HPLC）分析に供し、還元型V.C（AsA アスコルビン酸）の特異吸収波長242 nmで検出測定した。別に抽出液中の酸化型V.C（DAsA デヒドロアスコルビン酸）をチオスレイトール（DTT）溶液で還元してAsAとして測定し総V.Cとした。表1にHPLCの条件を示した。

表1 V.Cの分析条件

装置	日本分光高速液体クロマトグラフ
検出器	MD-980 紫外 (242 nm)
カラム	Inertsil ODS-3 (4.6 mm×250 mm)
カラム温度	30℃
移動相	1%メタリン酸
流量	1.0 mL/min

* 日向夏果皮におけるブランチング処理に伴う品質変化
(第1報)

*1 食品開発部

2) 糖および有機酸含量測定

凍結した試料を粉碎し、適量の蒸留水を加え摩擦後定容した。0.45 μ m フィルターでろ過し、HPLC分析に供した。表2、表3にHPLCの条件を示した。

表2 糖の分析条件

装置	日本分光高速液体クロマトグラフ
検出器	示差屈折率
カラム	Asahi-pak NH2P-50 (4.6 mm×250 mm)
カラム温度	30°C
移動相	75%アセトニトリル溶液
流量	1.0 mL/min

表3 有機酸の分析条件

装置	日本分光高速液体クロマトグラフ
検出器	電気伝導度
カラム	Shim-pack SCR-10 (8 mm×350 mm)
カラム温度	40°C
移動相	p-トルエンスルホン酸
流量	0.8 mL/min

3) フラボノイド含量測定

フラボノイド含量の測定は野方²⁾の方法を用いた。凍結乾燥粉末試料100 mgを蓋付き試験管に取り、5 mLの抽出溶媒（メタノール：DMSO＝1：1）を加え往復振とうさせながら室温で一晩抽出した。その後遠心分離（3,000 rpm, 10 min）し、上清を回収した。沈殿に1 mLの抽出溶媒を加え、上記条件で遠心分離し、上清を回収する操作を2回繰り返した。抽出液を合わせて水で10倍に希釈し、5 mLのメタノールおよび5 mLの10%メタノールでプレコンディショニングしたSep Pak C18カートリッジに添加した。カートリッジを10 mLの10%メタノールで洗浄後、4.5 mLの溶出液（メタノール：DMSO＝1：1）を通し、フラボノイド画分を得た。抽出液は5.0 mLに定容し、HPLCの分析サンプルとした。サンプルはHPLCで分析する前に、0.45 μ m フィルターでろ過した。

表4 フラボノイドの分析条件

装置	島津高速液体クロマトグラフ LC20AD
検出器	フォトダイオードアレイ
カラム	LiChrospher100RP-18 (4.0mm×250mm)
カラム温度	40°C
移動相	A液：0.01Mリン酸溶液，B液：メタノール
流量	0.6 mL/min
グラジェント	A液70% (0-55 min)→55% (95 min)→0% (100 min)→0%

3 結果および考察

3-1 収穫時期別の成分変化

部位ごとの収穫時期別の総V.C含量を測定した。その結果、総V.C含量は収穫期間を通じてフラベドに多く含まれており、3月をピークに減少傾向であった（図2）。

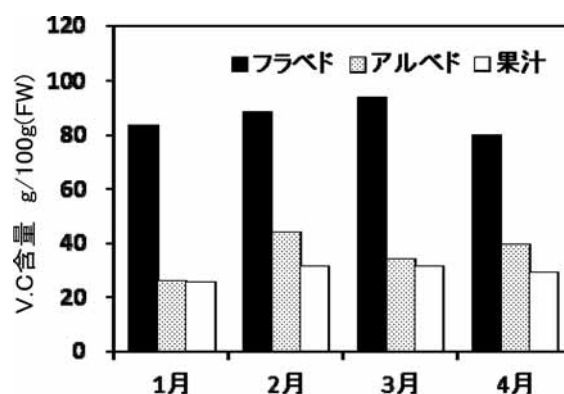


図2 総V.C含量

糖含量を測定した結果、いずれの部位にもショ糖、ブドウ糖、果糖が含まれていた。フラベド、アルベドでは果糖、ブドウ糖の割合が高く、果汁ではショ糖の割合が高かった。その総量は収穫後期において、フラベドでは減少傾向で、果汁では増加傾向だった（図3）。

有機酸含量は果汁が最も多かった。その組成はフラベドではリンゴ酸が多く、アルベドと果汁にはクエン酸が多く含まれており、いずれの部位でも収穫後期はクエン酸が減少傾向であった（図4）。この結果は果汁の糖含量は、果実の成熟とともに増加し、酸含量は減少する報告と一致した³⁾。

フラボノイド含量を測定した結果、フラベドにはヘスペリジン、ナリルチン、ノビレチン、タンゲレチン、ネオポンシリン、ナリンギンが含まれており、アルベドおよび果汁にはヘスペリジン、ナリルチン、ネオポンシリンが含まれていた。いずれの部位もヘスペリジン、ナリルチンの割合が高かった。アルベドには最も多くのフラボノイドが含まれており、収穫後期にフラボノイド含量が高くなる傾向があった（図5）。

ヘスペリジンは様々な健康機能が報告されており、血圧上昇抑制作用、抗がん作用、抗アレルギー作用、抗炎症作用、神経保護作用などが認められている⁴⁾。

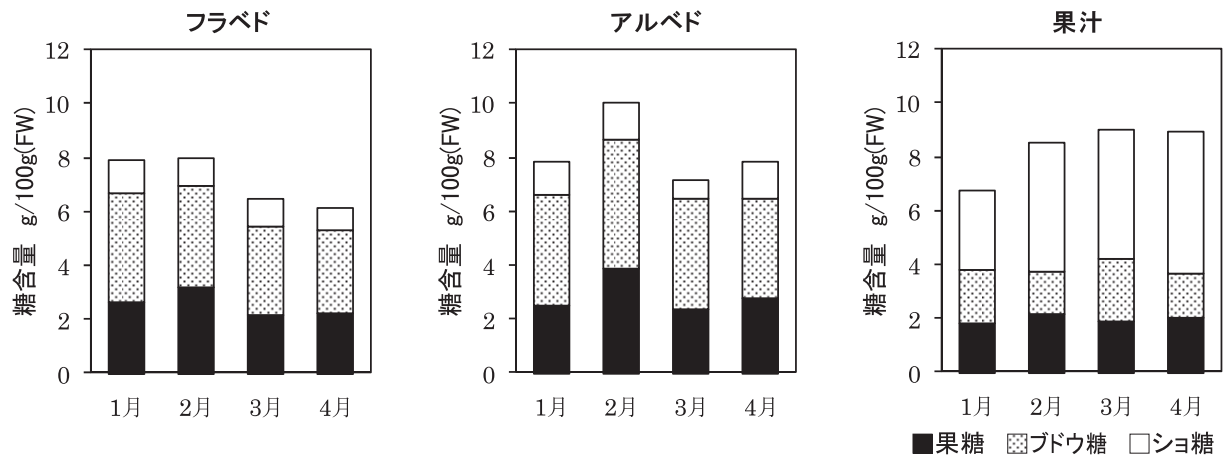


図3 ヒュウガナツの収穫月・部位別糖含量

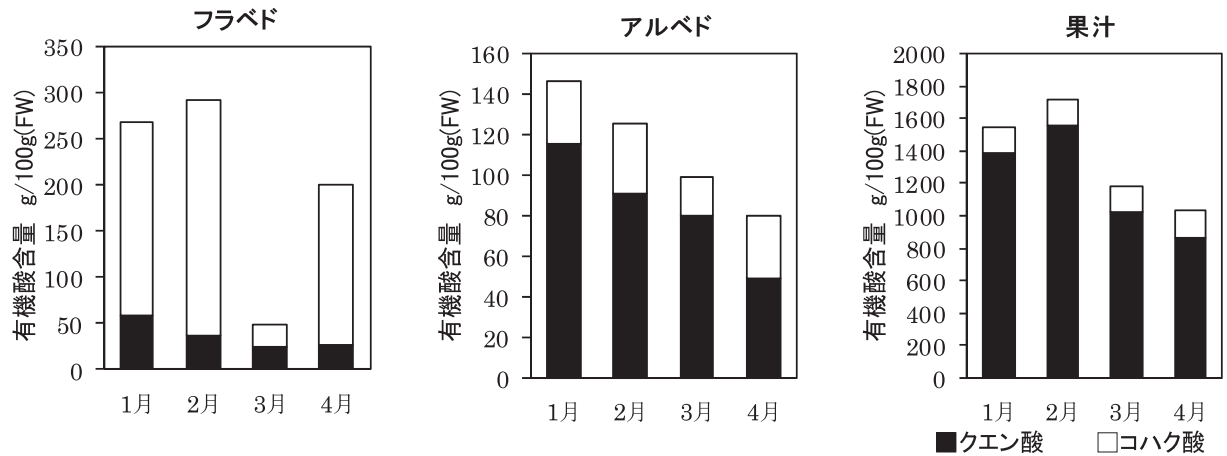


図4 ヒュウガナツの収穫月・部位別有機酸含量

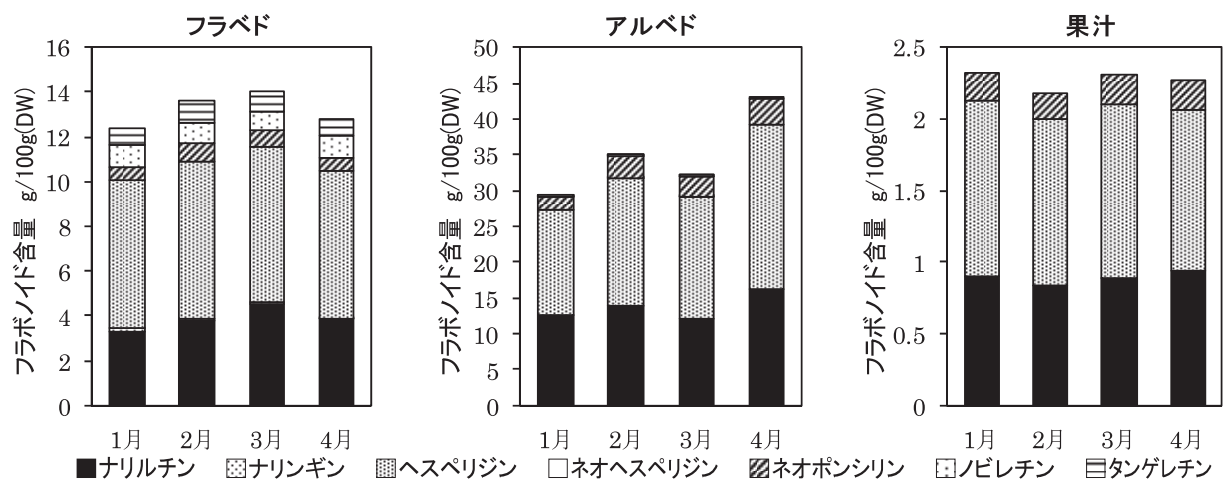


図5 ヒュウガナツの収穫月・部位別フラボノイド含量

ヒュウガナツはカンキツ類では一般に食用としないアルベドも食するため、効率的にヘスペリジンのような機能性成分も摂取できることが示唆された。

また、フラベドにも多くの機能性成分があるため、機能性食品素材として有効活用することも可能である。

4 まとめ

ヒュウガナツの部位ごとにおける穫時期別の成分変化について調査した結果、以下のとおりであった。

- 1) フラベドにはV.Cが他の部位より多く含まれており、3月をピークに減少する傾向であった。糖および有機酸量は収穫後半に減少した。
- 2) アルベドにはヘスペリジン、ナリルチン等のフラボノイドが他の部位より多く含まれており、収

穫後半に高くなる傾向があった。カンキツ類では一般に食用としないアルベドもヒュウガナツでは食するため、効率的に摂取ができることが示唆された。また、有機酸含量は収穫後半に減少した。

- 3) 果汁には有機酸が他の部位より多く含まれており、収穫後半に減少し、糖は増加した。
- 4) 果汁だけでなく果皮にもV.Cやフラボノイドの機能性成分が含まれており、素材としての有効利用が期待できた。

5 参考文献

- 1) 池ヶ谷賢次郎, 高柳博次, 阿南豊正, 茶業報71
- 2) 野方洋一, 近中四農研報 5, 19-84 (2005)
- 3) 工藤康文, 荒木誠士, 上野華子, 熊本県産業技術センター研究報告№46 (2008)
- 4) 田中一成, 食品と容器, vol. 54. №11.660-665

細胞壁溶解酵素を利用した食品廃棄物のリサイクルに関する研究*

山田 和史^{*1}・高山 清子^{*1}・山本 英樹^{*1}・祝園 秀樹^{*1}・水谷 政美^{*1}

Research on Recycling of Food Waste Treated with Digestive Enzymes of Cell Walls

Kazufumi YAMADA, Kiyoko TAKAYAMA, Hideki YAMAMOTO,
Hideki IWIZONO and Masami MIZUTANI

焼酎粕に含まれている酵母菌体等を破壊して菌体内に含まれる栄養成分を利用することを目的として細胞壁溶解酵素の利用を試みた。その結果、細胞壁溶解酵素による菌体の破壊は確認できたが、栄養成分の一つである遊離アミノ酸の溶液中への著しい溶出は認められなかった。

一方、熱処理した酵母菌体の溶解試験の結果から、常圧蒸留焼酎よりも減圧蒸留焼酎の製造工程から排出される焼酎粕の方が細胞壁溶解酵素による酵母菌体等の破壊効果が期待できることがわかった。

キーワード：焼酎粕，細胞壁溶解酵素，酵母菌体，栄養成分

1 はじめに

これまでに焼酎粕やおから等の腐敗しやすい食品廃棄物を乳酸発酵により保存性を高め、飼料化する方法について検討してきた^{1,2)}。

県内から多量に排出される焼酎粕には、酵母菌体等が含まれているが、菌体内にあるアミノ酸などが十分利用されていないと考えられ、これらの栄養成分を利用することで、飼料としての価値がさらに高められる可能性がある。

今回、焼酎粕の有効利用を目的として、細胞壁溶解酵素を用いて焼酎粕中の酵母菌体を破壊し、菌体内の栄養成分を溶出させる試験を行ったので、その結果について報告する。

2 実験方法

2-1 供試材料

酵母は、当センターで分譲している宮崎酵母を用いた。また、焼酎粕は、当センターで芋焼酎を試作した際、発生したものを-20℃で保存し、使用した。

細胞壁溶解酵素としては、タカラバイオ(株)製 Yatalase (糸状菌細胞壁溶解酵素) 及び Westase

(酵母細胞壁溶解酵素) の2種類を使用し、比較のため、代表的なプロトプラスト調製剤として使用される細胞壁溶解酵素であるキリン協和フーズ(株)製 Zymolyase-100Tも使用した。

2-2 緩衝液中での細胞壁溶解試験

それぞれの酵素剤に適したpHでの細胞壁溶解作用を確認するため、通常プロトプラスト調製用として使用される酵素剤濃度で緩衝液を用いて酵母菌体の破壊試験を行った。すなわち、YPD培地(酵母エキス1%，ペプトン2%，グルコース2%)で2日間培養(28℃)した酵母培養液1.5 mlに100 mg/ml Yatalase溶液(0.25 Mマレイン酸緩衝液pH 5.5) 0.5 ml及び3 M硫酸マグネシウム溶液0.5 ml又は25 mg/ml Westase溶液(McIlvain緩衝液pH6.0) 0.5 ml及び1 M酒石酸ナトリウム0.5 mlを加え、2, 4, 6時間後に0.2 mlを採取し、生菌数を測定した。生菌数の測定は、適宜希釈したものを0.1 mlずつYPD寒天培地(酵母エキス1%，ペプトン2%，グルコース2%，寒天1.5%)に塗抹し、3日間培養(28℃)後、生育したコロニーを計数した。

なお、比較のため使用したZymolyase-100Tは、酵母培養液2 mlに1 mg/mlに調整したものを0.1 ml加えた。

また、3種類の酵素の濃度を50 mg/mlに調製し、

* 食品廃棄物のリサイクルに関する研究(第3報)

*1 応用微生物部

溶液中濃度が10 mg/mlとなるように添加し、同様の試験を行った。

2-3 芋焼酎粕中でのYatalaseによる溶解試験

実際の芋焼酎粕にYatalaseを作用させて、菌体等から溶出する遊離アミノ酸の濃度を測定した。すなわち、芋焼酎粕1 mlに滅菌水又は酵母培養液0.5mlを加え、ついで50 mg/ml Yatalase溶液 (0.25 Mマレイン酸緩衝液pH5.5) 0.5 ml, 3 M硫酸マグネシウム溶液0.5 mlを加え、2, 4, 6 時間後に0.2 mlを採取し、生菌数を測定した。酵母培養液は、Yatalaseの溶解作用を確認するため、YPD培地で3日間培養 (28℃) したものを添加した。

また、溶液中の遊離アミノ酸濃度の測定も行った。

アミノ酸の測定は、溶液を0.02 N HClで20倍希釈し0.45 μ mのメンブランフィルターでろ過後、高速アミノ酸分析計 (L-8900, 日立製作所製) を用いてニンヒドリン発色法により測定した。

2-4 熱処理を行った酵母菌体への細胞壁溶解酵素の効果

熱処理 (沸騰水中で10分間処理) を行った酵母菌体への細胞壁溶解酵素の効果を調べるため、熱処理を行った酵母菌体に細胞壁溶解酵素を作用させ、2, 4, 6 時間後の酵母菌体数を測定した。すなわち、YPD培地で3日間 (28℃) 培養した酵母培養液7.5 mlを沸騰水中で10分間処理し、遠心分離 (3000 rpm, 5分間) 後、上清6 mlを除去し、1.5 mlとした。沈殿した酵母菌体を溶液中に分散し、50 mg/ml Yatalase溶液 (0.25 Mマレイン酸緩衝液pH 5.5) 0.5 ml及び3 M硫酸マグネシウム溶液0.5 mlを加え、2, 4, 6 時間後に0.2 mlを採取し、希釈水中で破裂せず残った酵母の数を測定した。

対照として熱処理を行わなかった酵母培養液にも同様の操作を行った。細胞数の測定は、細胞壁顕微鏡下で酵母を計数した。

また、溶液中の遊離アミノ酸濃度も測定した。

3 結果および考察

3-1 緩衝液中での細胞壁溶解試験

酵素剤を通常プロトプラスト調製用に使用する濃度で作用させた場合の生菌数の割合を図1に、溶液中で同濃度 (10 mg/ml) となるように調整して作用させた場合の生菌数の割合を図2に示した。

6 時間後の生菌数の開始時菌数に対する割合は、プロトプラスト調製用濃度の場合では、Yatalaseが3.0%, Westaseが59%で、同濃度で作用させた場合でYatalaseが2.3%, Westaseが35%となった。Yatalaseは、プロトプラスト調製用濃度の1/2の濃度でも効果は変わらず、Westaseは、プロトプラスト調製用濃度の2倍の濃度で作用させても生菌数の割合は半分以下にはならなかった。

Yatalaseは、糸状菌細胞壁溶解酵素とされているが、酵母細胞壁の溶解にも有効であることがわかった。

また、比較のため使用したZymolyase-100Tの生菌数の割合は、プロトプラスト調製用濃度の場合20%, 10 mg/mlの場合12%となり、Yatalaseの方が酵母菌体の破壊効果は高いと考えられた。

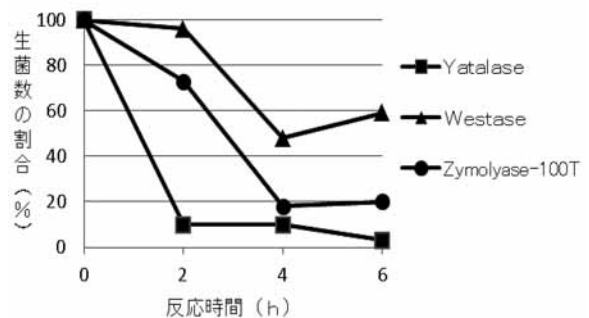


図1 プロトプラスト調製用濃度で酵素剤を作用させた場合の生菌数の割合

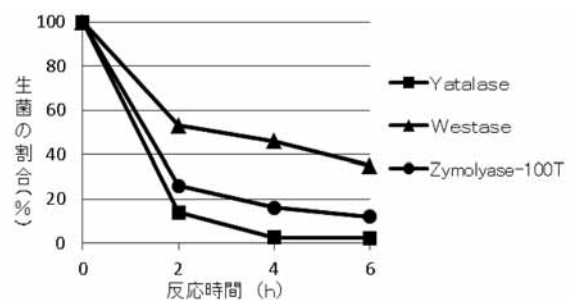


図2 同濃度 (10 mg/ml) で酵素剤を作用させた場合の生菌数の割合

3-2 芋焼酎粕中でのYatalaseによる溶解試験

芋焼酎粕にYatalaseを作用させた場合の溶液中の遊離アミノ酸濃度変化を図3に示した。

アスパラギン酸やグルタミン酸など2時間後に減少して4時間後6時間後に増加しているものとロイシンやチロシンなどのように時間とともに減少している遊離アミノ酸が見られたが、顕著に増加する遊離アミノ酸はなかった。

焼酎粕のpHは低く、マレイン酸緩衝液でpHが保持できずにYatalaseがうまく作用していない可能性が考えられたが、対照として酵母培養液を添加したものの6時間後の生菌率は37%だったことから、Yatalaseは十分作用していたと推定された。

この結果から、焼酎粕に酵素剤を作用させて破壊した酵母菌体から溶出する遊離アミノ酸は微量であると考えられる。

3-3 熱処理を行った酵母菌体への細胞壁溶解酵素の効果

沸騰水中で10分間加熱処理した酵母菌体にYatalaseを作用させ、2、4、6時間後に希釈水中で破裂せず、残った酵母菌体数の割合を表1に示す。熱処理の有無にかかわらず50%程度の酵母菌体が残っているが、酵母を集菌し濃縮した状態で酵素剤を作用させているため、6時間後の菌体数の割合は高くなっていると考えられる。

溶液中の遊離アミノ酸濃度を図4と5に示した。

熱処理しなかった場合は、遊離アミノ酸の濃度が上昇しているのに対して、熱処理した場合は、遊離アミノ酸濃度が変化していないものが多い。これは、熱処理した細胞内のプロテアーゼが失活し、Yatalase（プロテアーゼは含まれていない）により破裂し溶出した細胞内蛋白質がアミノ酸に分解されず、溶液中の遊離アミノ酸濃度の上昇が見られなかったためではないかと推察される。

焼酎粕中に含まれる酵母は、常圧蒸留焼酎の場合、沸騰水中で処理された酵母と同じ状態にあると考えられ、酵素剤による遊離アミノ酸の溶出は難しいと思われる。しかし、比較的低い温度で蒸留が行われる減圧蒸留焼酎の場合は、焼酎粕中の酵母が熱による影響を受けていない状態で残り、麹菌由来のプロテアーゼも失活していないため、細胞壁溶解酵素により溶出した蛋白が分解され、遊離アミノ酸の増加が期待できると考えられる。

表1 熱処理した酵母と熱処理していない酵母にYatalaseを作用させた場合に残った細胞数の割合(%)

時間 (h)	熱処理	熱処理なし
0	100	100
2	92	63
4	64	56
6	54	49

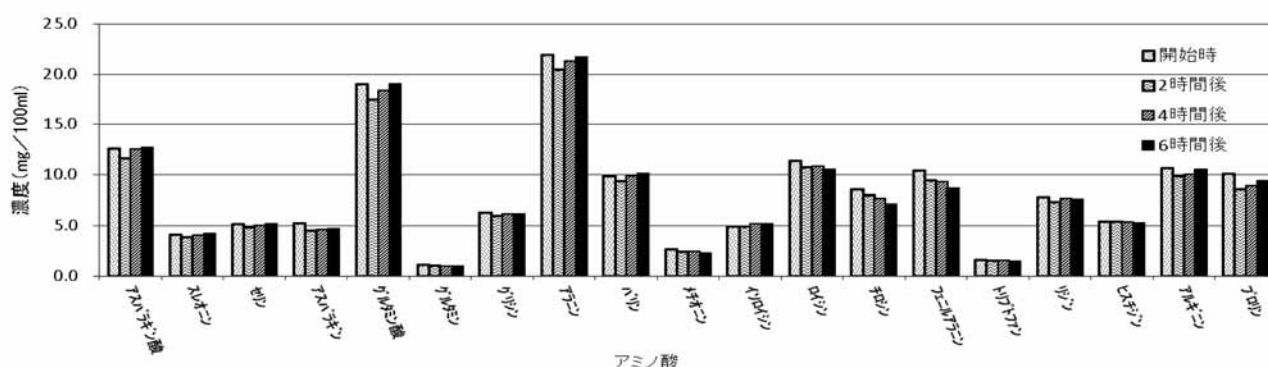


図3 焼酎粕にYatalaseを作用させた場合の溶液中の遊離アミノ酸濃度 (mg/100 ml)

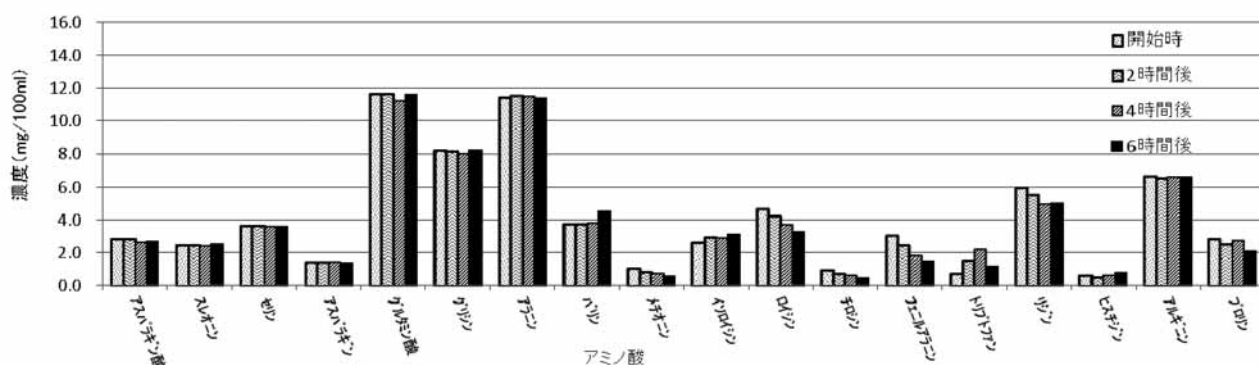


図4 熱処理した酵母菌体にYatalaseを作用させた場合の溶液中の遊離アミノ酸濃度 (mg/100 ml)

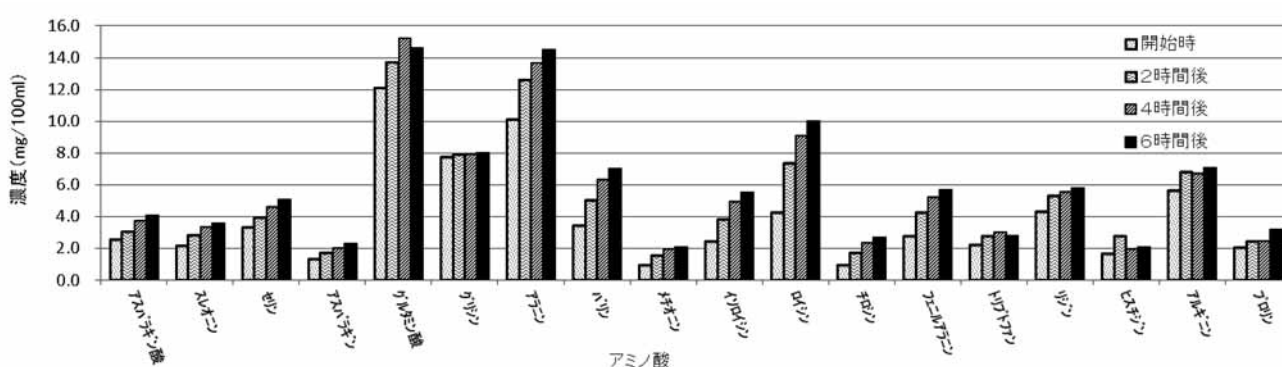


図5 熱処理をしない酵母菌体にYatalaseを作用させた場合の溶液中の遊離アミノ酸濃度 (mg/100 ml)

4 まとめ

- (1) 酵素剤を用いた緩衝液中での酵母菌体溶解試験の結果、糸状菌細胞壁溶解酵素Yatalaseが有効であることがわかった。
- (2) 芋焼酎粕にYatalaseを作用させて溶出する遊離アミノ酸は、微量であると考えられた。
- (3) 沸騰水中で熱処理した酵母菌体の溶解試験の結果から、Yatalaseを使用して焼酎粕の栄養成分の一つである遊離アミノ酸を溶出させるには、常圧蒸留よりも減圧蒸留で排出される焼酎粕を利用した方が有効であることが示唆された。

5 参考文献

- 1) 森永樹, 水谷政美, 高山清子, 山本英樹, 越智洋, 工藤哲三: 宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, 55, 95 (2010)
- 2) 森永樹, 山田和史, 高山清子, 山本英樹, 越智洋, 水谷政美: 宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, 56, 91 (2011)
- 3) 第四回改訂国税庁所定分析法注解, p233, 酵母密度

液体大麦麹のクエン酸及び酵素生産性の制御に関する研究

祝園 秀樹^{*1}・越智 洋^{*2}・山本 英樹^{*1}・高山 清子^{*1}・水谷 政美^{*1}

Study on Control of Citric Acid and Enzyme Productivity of Liquid Barley *Koji*

Hideki IWAIZONO, Hiroshi OCHI, Hideki YAMAMOTO, Kiyoko TAKAYAMA
and Masami MIZUTANI

液体大麦麹のクエン酸生成及び酵素生産性について培養条件を変えて検討を行った。培養に用いる原料大麦量、培養温度、培養時間等がクエン酸生成及び酵素生産性に及ぼす影響を調べ、最適な培養条件を見出した。さらに、米、麦及び甘藷の小仕込み試験を行い、液体培養麹においても固体麹と変わることなく順調に発酵することを確認した。米による小仕込み試験では、液体培養大麦麹の培養条件の違いにより、酒質の異なる焼酎が製造可能であることが示唆された。

キーワード：大麦、液体麹、クエン酸、酵素

1 はじめに

焼酎麹の固体培養は、醸造に必要な多種類の酵素やクエン酸を大量に生成できる培養法である。一方、液体培養は、培養制御や品質管理が容易で、効率的な生産に適した培養方法であるが、麹に用いる原料によっては、酵素やクエン酸の生産性の低下が課題となっている。この課題を解決し、固体培養と同様の酵素やクエン酸の生産性を有する液体培養が確立できれば、様々な産業分野での応用が可能となる。

本研究では、麹酸度が高くなる傾向がある粒子状原麦を用いた液体大麦麹¹⁾のクエン酸及び酵素生産性の向上条件について検討した。さらに、液体麹用いた小仕込み試験により特長ある焼酎製造の可能性を見出したので報告する。

2 実験方法

2-1 供試験種麹と原料

種麹は市販されている焼酎用白麹菌を用いた。大麦は粒子のままの原麦を試験に用いた。

2-2 大麦麹の液体培養方法

使用前に正確に計り取った原麦と水一定量を500

mL三角フラスコに入れた。オートクレーブにより滅菌 (121℃, 15 min) を行い、冷却後、種麹菌の分生子を 1.7×10^5 個/mLになるように接種した。その後、定温振とう培養器に入れ、旋回方式で培養液を攪拌しながら一定時間培養を行った。

2-3 大麦麹液体培養液のクエン酸濃度及び酵素活性測定

原麦4～12 g, 水200 mLで原麦と水の割合を変えて液体培養を行った。培養時間は、100時間までとし、経時的にサンプリングを行った。

クエン酸の測定は、培養液を適宜希釈し、0.45 μ m フィルターでろ過後、有機酸分析システム (LC-20AD: 島津製作所) を用いて測定した。分析条件は次のとおりである。カラム: Shim-packSCR-102H (ϕ 8 mm $\times$ 300 mm, 2本直列) 移動相: 5 mM p-トルエンスルホン酸, 緩衝液: 5 mM p-トルエンスルホン酸, 20 mM Bis-tris, 100 μ M EDTA, 流速0.8 mL/min, カラム温度: 40℃, 検出器: 電気伝導度検出器。

酵素活性の測定は、次のとおり行った。 α -アミラーゼ及びグルコアミラーゼは、キッコーマン(株)製の測定キットを使用し、国税庁所定分析法に準じた活性を算出した。酸性プロテアーゼは、国税庁所定分析法に準じて測定した²⁾。得られた液体麹の酵素

*1 応用微生物部

*2 応用微生物部 (現 衛生環境研究所)

活性は、液体培養開始時の原麦量を固体麹量として算出した。

2-4 液体培養大麦麹を用いた小仕込み試験

原麦 4 g または 8 g, 水 200 mL, 培養温度 35°C, 培養時間 50 h で培養した液体大麦麹を用いて小仕込み試験を行った。一次仕込みにおいて、宮崎酵母 1 mL (5×10^7 cells/mL) を加え、5 日間培養を行い、二次仕込みにおいて、米、麦は 100 g, 甘藷は 230 g (蒸煮時間 50 min) を仕込み、発酵させた。液体大麦麹の代わりに対照として、固体大麦麹 (精麦度 65) を 4 g 又は 8 g 使用し、同様に一次、二次仕込みを行った。

発酵後試留を行い、得られた試留液を振動式密度計 (DA-155: 京都電子工業(株)製) によりアルコール分を測定した。酸度は、試留液 10 mL を 0.01 N 水酸化ナトリウムで滴定し、滴下量 (mL) を試留酸度とした。香気成分濃度については、試留液 5 mL および内部標準液 (1-ペンタノール 250 mg/L) 0.1 mL を 20 mL 容ガラス製バイアルに入れて密栓したものを試料とし、ヘッドスペースーガスクロマトグラフ分析システム (パーキンエルマー社製 TurboMatrix HS-島津製作所製 GC2010Plus: J&W DB-WAX; I.D. 0.53 mm $\times$ 30 m, Film 1 μ m, 50 $\rightarrow$ 225°C (4°C/min), FID 検出器) を用いて測定した。

3 結果および考察

3-1 原麦量の違いによるクエン酸濃度及び酵素活性

原麦 4 g ~ 12 g, 水 200 mL, 培養温度 35°C で液体麹を調製した。培養中の各三角フラスコから一定時間毎にサンプリングを行い、クエン酸濃度 (図 1), α -アミラーゼ活性 (図 2), グルコアミラーゼ活性 (図 3) 及び酸性プロテアーゼ活性 (図 4) を測定した。

原麦量 4 g 及び 8 g, 培養時間 40 h ~ 90 h において、クエン酸濃度は、1,500 mg/L 以上の高濃度を維持しており、雑菌等の汚染を防ぐことができると考えられた。 α -アミラーゼ活性は、培養初期に活性が高く時間の経過とともに減少することがわかった。一方、グルコアミラーゼ活性は、培養後期に活性が高くなる傾向であった。酸性プロテアーゼ活性は、原麦量 4 g 及び 8 g では、培養時間 40 ~ 50 h のとき最

も活性が最も高かった。以上のことから、原麦量 8 g で培養時間が約 50 h のとき、クエン酸濃度が高く、各酵素活性も高いことがわかった。

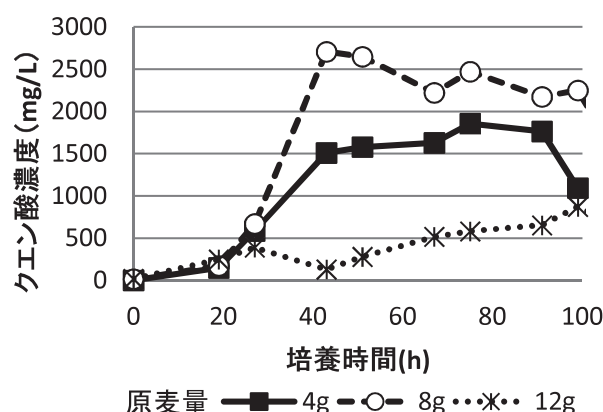


図1 原麦量とクエン酸濃度

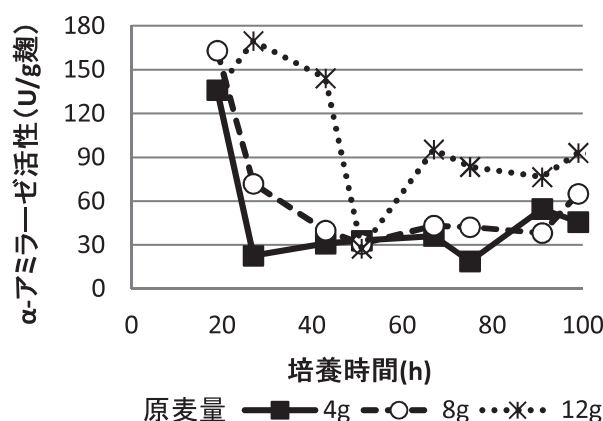


図2 原麦量と α -アミラーゼ活性

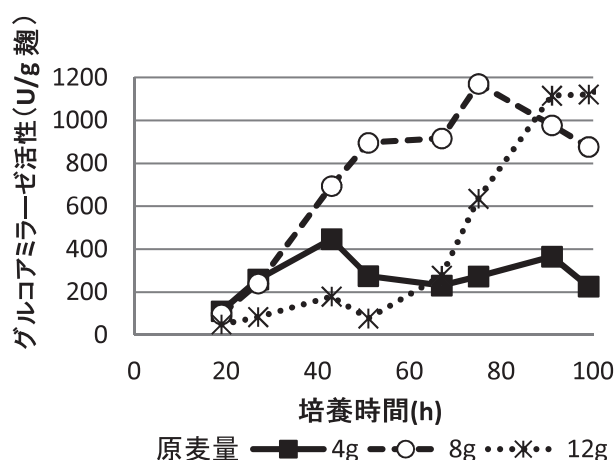


図3 原麦量とグルコアミラーゼ活性

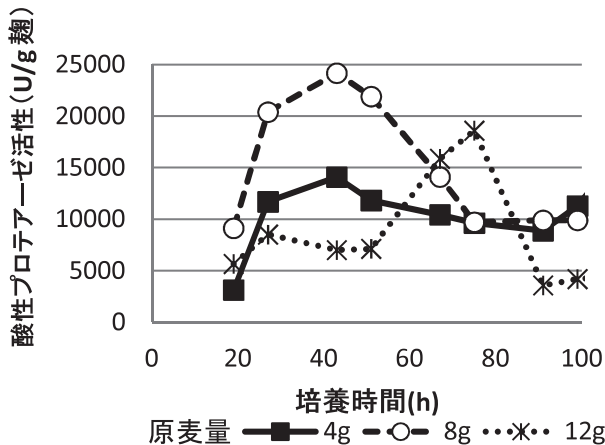


図4 原麦量と酸性プロテアーゼ活性

3-2 液体培養大麦麹による小仕込み試験

原麦量 8g で50時間培養した液体大麦麹を用いて、米、麦及び甘藷の小仕込み試験を行った。発酵経過は、発生した炭酸ガス量により観察し、順調な発酵を確認した（図5）。

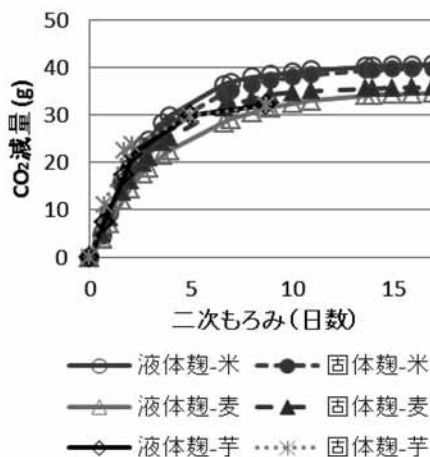


図5 二次もろみの発酵過程

熟成もろみを試留して得られた、酸度、アルコール濃度及び取得歩合を表1に示す。液体麹による小仕込み試験は、固体麹によるものとほとんど差が無く、液体麹においても固体麹と変わりなく良好な発酵が行われたと考えられた。

小仕込み試験により得た試留液のn-プロピルアルコール（P）、i-ブチルアルコール（B）、i-アミルアルコール（A）の含量（表2）を測定し検討した。麦、甘藷による小仕込み試験の主要香氣成分含量は、液体麹と固体麹で違いはあまり見られなかった。一方、

表1 液体及び固体麹による小仕込み試験結果

		酸度	アルコール(%)	取得歩合(%)
米	液体	2.2	15.6	72.7
	固体	2.7	15.8	75.9
麦	液体	4.3	13.4	67.0
	固体	3.1	13.8	69.8
甘藷	液体	1.4	10.8	79.4
	固体	2.0	10.5	81.1

表2 試留液の主要香氣成分の含量
(mg/L at 25% alcohol)

		n-プロピル アルコール	i-ブチル アルコール	i-アミル アルコール	β-フェネチル アルコール
米	液体	443	182	479	252
	固体	223	176	475	215
麦	液体	213	220	512	281
	固体	178	213	553	202
甘藷	液体	92	360	930	223
	固体	100	386	1008	290

米による小仕込み試験では、液体麹のn-プロピルアルコール濃度は、固体麹の約2倍の含量であった。

原麦量 4, 8g で50時間培養した液体大麦麹を用いて、再度、米による小仕込み試験を行ったところ、熟成もろみ試留液の香氣成分の濃度に違いが見られた（図6）。すなわち、8gの原麦を用いた液体麹のみn-プロピルアルコール濃度が高くなっており、A/P比が通常の米製焼酎（1.9-4.6）³⁾に比べ著しく低くなっていた（表3）。

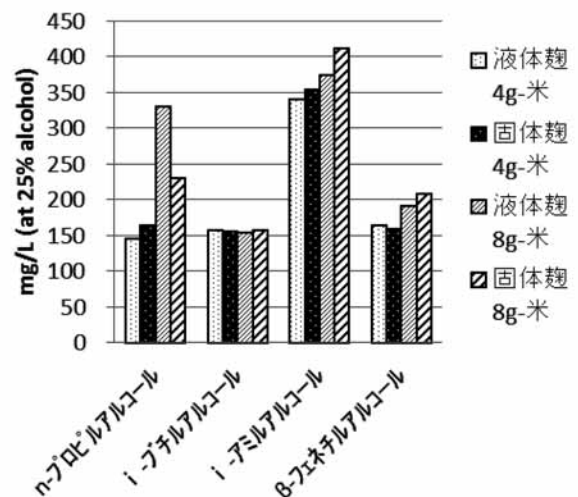


図6 もろみ試留液の主な香氣成分

表3 小仕込み試験の主要香気成分の比率

	液体麹 4g-米	固体麹 4g-米	液体麹 8g-米	固体麹 8g-米
A/P	2.3	2.2	1.1	1.8
A/B	2.2	2.3	2.4	2.6
B/P	1.1	0.9	0.5	0.7

4 まとめ

液体大麦麹の培養及び小仕込み試験を行い、検討したところ以下の結果を得た。

- ① 液体大麦麹の培養で、クエン酸及び各種酵素の生産性制御が可能であることが示唆された。
- ② 液体大麦麹による米、麦及び甘藷の小仕込み試験において、固体麹と同等の順調な発酵が確かめられた。
- ③ 麦及び甘藷による小仕込み試験では、液体麹及

び固体麹の発酵過程、試留後の測定結果に違いは見られなかった。

- ④ 米による小仕込み試験では、香気成分が固体麹と比べてn-プロピルアルコール濃度が高くなることがわかり、酒質の異なる焼酎製造が可能であると推定された。

5 参考文献

- 1) 越智洋, 山本英樹, 高山清子, 水谷政美: 宮崎県工業技術センター・宮崎県食品開発センター研究報告, 56, 87-89 (2011)
- 2) 注解編集委員会 編: 第四回改正国税庁所定分析法注解, 223-224 (2003)
- 3) 石川雄章 編: 醸造物の成分, 公益財団法人日本醸造協会, 116 (2003)

高血圧自然発症ラットにおけるブルーベリー葉の
血圧上昇抑制作用松浦 靖^{1,2}, 金子真緒³, 平原秀秋⁴, 日高史絵⁴, 境田博至⁴,
甲斐孝憲⁴, 柚木崎千鶴子², 窄野昌信^{2,3*}¹ 宮崎大学大学院農学工学総合研究科² 宮崎県食品開発センター³ 国立大学法人宮崎大学農学部⁴ 雲海酒造株式会社

Antihypertensive Effect of Blueberry Leaves on Spontaneously Hypertensive Rats

Yasushi Matsuura^{1,2}, Mao Kaneko³, Hideaki Hirabaru⁴, Fumie Hidaka⁴, Hiroshi Sakaida⁴,
Takanori Kai⁴, Chizuko Yukizaki² and Masanobu Sakono^{2,3*}¹ Interdisciplinary Graduate School of Agriculture and Engineering, University of Miyazaki,
1-1 Gakuenkibanadai-nishi, Miyazaki, Miyazaki 889-2192² Miyazaki Prefectural Food R & D Center, 16500-2 Higashikaminaka, Sadowara-cho, Miyazaki, Miyazaki 880-0303³ University of Miyazaki, 1-1 Gakuenkibanadai-nishi, Miyazaki, Miyazaki 889-2192⁴ Research Institute, Unkai Shuzo Co., Ltd., 1800-5, Minamimata, Aya, Miyazaki 880-1303

We evaluated the effects of dried blueberry leaves (BL) and its hot-water extract (BLEx) on blood pressure of spontaneously hypertensive rats (SHR). A continuous 3-week administration of BL (3%) and BLEx (1.5%) reduced systolic blood pressure compared to the control group from the 2-week feeding point. Additionally, we fractionated BLEx and investigated the compound responsible for the enhanced blood pressure-lowering effect. BLEx were fractionated into 5-fractions using Sephadex LH-20 and Diaion HP20SS chromatography, and assayed for angiotensin-I-converting enzyme (ACE) inhibitory activity *in vitro*. The fraction composed of proanthocyanidins showed the most potent inhibitory activity (IC₅₀, 0.004 mg/mL) and reduced systolic blood pressure of SHR. These results suggest that BL and BLEx have anti-hypertensive effects and one of the active components has been identified as a proanthocyanidin.

(Received Jul. 8, 2013; Accepted Aug. 23, 2013)

Keywords : blueberry leaves, proanthocyanidin, lifestyle disease, anti-hypertensive**キーワード** : ブルーベリー葉, プロアントシアニン, 生活習慣病, 血圧上昇抑制

血圧が高い状態が続くと、脳卒中、心筋梗塞、腎障害などの合併症の発症が促進される¹⁾ことが知られており、高血圧は心血管疾患等の最も重要な危険因子である^{2,3)}。平成22年国民健康・栄養調査⁴⁾によると、わが国の30歳以上男性の37.2%、また女性の31.3%が医療機関で高血圧と診断され、このうち男性66.2%、女性74.4%が治療を受けている。平成22年度国民医療費の概況⁵⁾では、一般診療医療費を主傷病による傷病分類別にみると、循環器系の疾患が5兆6601億円と最も高い。中でも高血圧性疾患の割合は最も高く、高血圧の治療および予防は重要な課題である。

¹ 〒889-2192 宮崎県宮崎市学園木花台西 1-1² 〒880-0303 宮崎県宮崎市佐土原町東上那珂 16500-2³ 〒889-2192 宮崎県宮崎市学園木花台西 1-1⁴ 〒880-1303 宮崎県東諸県郡綾町大字南俣 1800-5

* 連絡先 (Corresponding author), sakono@cc.miyazaki-u.ac.jp

高血圧は遺伝的な要因に加え、食生活や運動、喫煙、飲酒、ストレスなどが深く関わっており、生活習慣を改善することで進展を予防することができる。これまでに、血圧調節メカニズムの一つであるレニン-アンジオテンシン系⁶⁾において、アンジオテンシン I 変換酵素 (Angiotensin Converting Enzyme : ACE) 阻害により血圧上昇抑制効果を期待した食品が開発されている。Sakaida らは、新たな食品素材としてブルーベリー葉に高血圧予防の可能性を見出した⁷⁾。すなわち、凍結乾燥したブルーベリー葉の高血圧自然発症ラット (Spontaneously Hypertensive Rat : SHR) における血圧上昇への影響について検討した結果、試験開始から2週目以降、対照群に比べて収縮期血圧が有意に低値を示したことを報告している。

本研究では、ブルーベリー葉を原料に用いた健康茶やサ

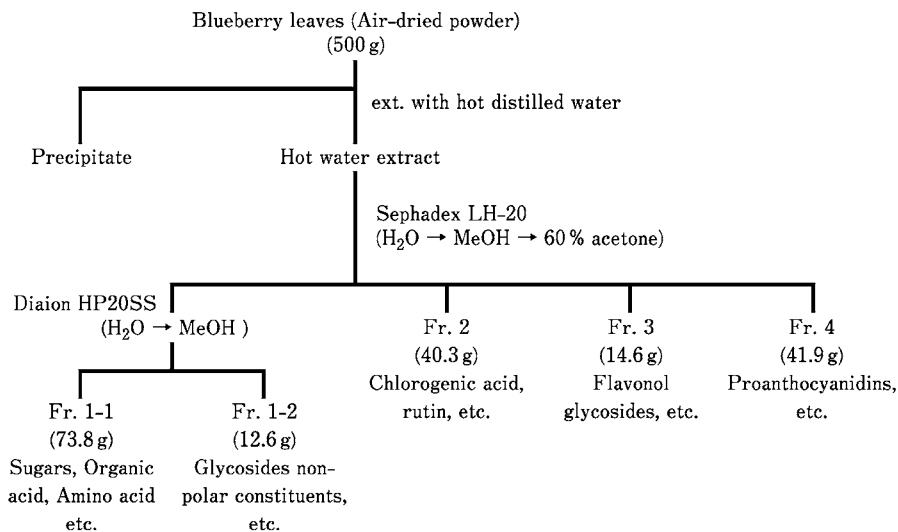


Fig. 1 Separation of the polyphenols from blueberry leaves

プリメントの利用を想定して、ブルーベリー乾燥葉 (Blueberry Leaves: BL) から熱水抽出物 (Blueberry Leaves Extracts: BLEx) を調製し、BLEx の SHR における血圧上昇への影響を検討した。さらに、BLEx を分画し、血圧上昇抑制に関与する成分の検討を実施した。

実験方法

1. 実験材料

2005年9月に(有)雲海農園でラビットアイ系ブルーベリー葉を収穫し、生葉を凍結後、真空凍結乾燥した。次に粉砕器を用いてこれを粉砕し、乾燥葉を得た。本試料を BL および BLEx の連続投与試験に使用した。

2008年11月に(有)雲海農園でラビットアイ系ブルーベリー葉を収穫し、2分間スチームブランチング後、80℃で5時間通風乾燥した。次に粉砕器を用いてこれを粉砕し、乾燥葉を得た。本試料を BLEx 分画物の連続投与試験に使用した。

BL は収穫時期、年および調製法によりポリフェノール含量が異なることが考えられる。そこで、BL 粉末に0.5%濃度となるよう熱水を加え、95℃で15分間抽出し、ろ液の総ポリフェノール含量を Folin-Ciocalteu 法⁶⁾を用いて測定した。実験に用いた2005年9月の凍結乾燥葉には15.6%、2008年11月の熱風乾燥葉には20.8%のポリフェノール(没食子酸相当量)を含んでいた。

2. BLEx の調製

BLEx の調製は、BL 粉末300gを95℃熱水30Lにてかくはんしながら15分間抽出した。抽出後は5分間静置させた後、100メッシュのろ布にて葉を除き、ろ液を得た。ろ液は、遠心式薄膜真空蒸発装置 (CEP-lab, (株)大川原製作所) を用いて、加熱温度80℃、蒸発温度40℃の条件で濃縮し、その後、真空凍結乾燥機 (Dura-Top MP & Dura Dry

MP, FTS SYSTEM) による乾燥を行い、BLExを得た。

3. BLEx 分画物の調製

(1) BLEx 分画

BLEx の分画は、Inoue らの方法⁷⁾に従い行った (Fig. 1)。すなわち、BL 粉末500gを熱水10Lにて10分間煮沸後、ろ紙 (NO. 101, 120mm i.d., ADVANTEC) およびセラライト (545, キシダ化学(株)) にて減圧ろ過し、ろ液を得た。これを Sephadex LH-20 カラム (10cm i.d.×45cm, GE Healthcare UK Ltd.) に供し、蒸留水3Lで洗浄後、20%、40%、60%、80%、100% メタノールおよび60% アセトンそれぞれ3Lずつ用いて順に溶出させ、300mLずつ分取した。次に Sephadex LH-20 カラム非吸着画分を Diaion HP20SS カラム (3.0cm i.d.×40cm, 日本錬水(株)) に供し、蒸留水2Lで洗浄後、30%、60%、100% メタノールをそれぞれ2Lずつ用いて順に溶出させ、1Lずつ分取した。各フラクションは減圧濃縮し、凍結乾燥した。

(2) TLC による定性分析

TLC アルミニウムシート (60F₂₅₄, Merck) を使用し、フェノール類の検出は、各フラクションをトルエン/ギ酸エチル/ギ酸 (1:7:1, v/v) で展開し、エタノールに溶かした2% 塩化鉄(III) 溶液を噴霧し、暗所にて紫外波長254nmを照射して行った。一方、糖類の検出は、各フラクションをクロロホルム/メタノール/水 (7:3:0.5, v/v) で展開し、10% 硫酸溶液を噴霧し、ホットプレート上で加熱しながら発色させて行った。

(3) HPLC による定性分析

有機酸分析は、HPLC (LC-2010A, 島津製作所(株)) を使用し、Shim-pack SPR-H カラム (7.8mm i.d.×250mmL, Shimadzu, Co., Ltd.)×2本直列、移動相: 4mM p-トルエンスルホン酸水溶液、緩衝液: 4mM p-トルエンスルホン酸+100μM EDTA, 16mM Bis-tris 水溶液、流速: 0.8mL/

min, カラム温度: 40℃, 検出器: 電気伝導度検出器の条件で行った. 一方, ポリフェノール分析は HPLC (Prominence UFLC, 島津製作所(株)) を使用し, Shim-pack XR-ODS II (3.0 mm i.d. × 75 mm L, Shimadzu, Co., Ltd.), 移動相: (A): 50 mM リン酸緩衝液, (B): 100% アセトニトリル, (B) 4-30% (0-5 min), 30-75% (5-6.9 min), 75-100% (6.9-8.8 min), 100-4% (8.8-10.7 min), 流速: 0.8 mL/min, カラム温度: 40℃, 検出器: フォトダイオードアレイ (SPD-M20A) の条件で行った.

4. 実験動物および飼育条件

4 週齢の雄性 SHR (日本エスエルシー(株)) を粉末飼料 (CE-2, 日本クレア(株)) にて 1 週間予備飼育した後, 試験に用いた. 飼育室内の環境は温度 23 ± 1℃, 12 時間の明暗サイクル (明期 7:00~19:00) を保った.

全ての動物実験は, 宮崎大学動物実験規則に基づき, 「実験動物の飼養および保管並びに苦痛の軽減に関する基準 (平成 18 年環境省告示第 88 号)」を遵守して行った.

5. 血圧測定

本飼育開始後 0, 1, 2 および 3 週目の収縮期血圧を, 無加温型非観血式血圧計 (MK-2000ST, 室町機械(株)) を用いて 13:00~18:00 の時間帯に測定した. 測定は 1 頭につき 9 回行い, 最大値と最小値を除いた 7 回分の平均値を 1 個体分の収縮期血圧値とした.

6. BL および BLEx の連続投与試験

4 週齢の雄性 SHR を対照群, BL 群および BLEx 群に分け, 3 週間本飼育した. 本飼育に用いた飼料は AIN-76 組成に準じて調製した. 飼料中の BL の添加濃度は Sakaida ら⁵⁾ の報告と同様に 3% とし, BLEx の添加濃度は収率が約 50% であったため 1.5% とした.

7. ACE 阻害活性試験

ACE 阻害活性測定は, 食品の機能性評価マニュアル集⁸⁾ に準じて行った.

すなわち, 600 mM 塩化ナトリウムを含む 400 mM リン酸緩衝液 (pH 8.5) に溶解した Hippryl-L-histidyl-L-leucine ((株)ペプチド研究所製) 4.7 mM 溶液 100 μL と試料溶液 50 μL を試験管に取り, 0.025 U/mL ACE (ウシ肺由来, 和光純薬工業(株)) 酵素液 100 μL を添加し, 37℃で 30 分間酵素反応させた. 反応後は, 0.3 M の NaOH 水溶液を 1.5 mL 加えて反応を停止させた. その後, メタノールに溶解させた 2% o-フタルアルデヒド溶液 100 μL を添加し, 10 分間室温で反応させ, 3 M HCl 溶液 200 μL を加えて中和させた. 中和後は, 励起波長 360 nm, 蛍光波長 480 nm の条件で蛍光強度を測定し, 試料溶液の代わりに蒸留水を加えたときの値を a, 試料溶液を加えたときの値を b, 酵素液の代わりに蒸留水を加えたときの値を c とし, 次式により ACE 阻害率 (%) を算出した.

$$\text{ACE 阻害率}(\%) = (1 - (b - c)/a) \times 100$$

なお, 試料溶液を適宜希釈し, 各試料濃度の ACE 阻害

率を求め, 阻害率と試料濃度より 50% 阻害を示すときの試料濃度を IC₅₀ とした.

8. BLEx 分画物の連続投与試験

4 週齢の雄性 SHR を対照群, Fr. 3 群および Fr. 4 群に分け, 3 週間本飼育した. 本飼育に用いた飼料は AIN-76 組成に準じて調製した. BLEx 分画物収率を考慮して Fr. 3 および Fr. 4 の添加濃度を算出すると 0.1%, 0.3% に相当する. 今回の実験では, 飼料中の添加濃度を Fr. 3 で 0.3%, Fr. 4 で 1% とした.

9. 統計解析

実験結果は平均値 ± 標準誤差で示し, 群間の有意差検定は Tukey-Kramer による多重比較検定を行い, $p < 0.05$ をもって有意差ありと判定した.

実験結果

1. BL の熱水抽出と分画

BL 300 g を熱水抽出した結果, BLEx の回収量は 144.5 g であり収率は 48.2% であった. また一方で, BLEx を Sephadex LH-20 および Diaion HP20 SS カラムクロマトグラフィーにより分画した. 得られた各フラクションは TLC および HPLC を用いて, 化合物の特性に応じて分類した. 糖, 有機酸, アミノ酸, 無機塩等からなる画分 (Fr. 1-1), 配糖体等からなる画分 (Fr. 1-2), クロロゲン酸, フラボノール配糖体等からなる画分 (Fr. 2), カテキン類, フラボノール配糖体等からなる画分 (Fr. 3) およびプロアントシアニジンからなる画分 (Fr. 4) の 5 つに分離した. 回収量はそれぞれ 73.8 g, 12.6 g, 40.3 g, 14.6 g および 41.9 g であった.

Fr. 1-1 以外のポリフェノール画分重量は, 全画分重量の約 60% であり, 中でも Fr. 2 および Fr. 4 の比率が高かった.

2. BL および BLEx の連続投与試験

4 週間の試験期間中, 体重, 摂食量ともに各群間で有意差は認められなかった. 試験終了時の体重は, 対照群 225 ± 6 g, BL 群 220 ± 7 g, BLEx 群 217 ± 6 g であった. なお, 平均摂食量は対照群 17.4 ± 0.3 g, BL 群 18.2 ± 0.3 g, BLEx 群 17.3 ± 0.3 g であった (Table 1).

BL, BLEx の連続投与による血圧変化を Fig. 2 に示した. 各群ともラットの週齢増加に伴い収縮期血圧が上昇したが, 飼育開始後 2 週目および 3 週目で対照群に対し BL 添加群および BLEx 添加群で有意に低値を示した.

3. BLEx 分画物の ACE 阻害活性

BLEx 分画物の ACE 阻害活性を測定した結果を Table 2 に示した. Sephadex LH-20 非吸着画分の Fr. 1-1, Fr. 1-2 では ACE 阻害活性は低く, 吸着画分の Fr. 2, Fr. 3 および Fr. 4 に ACE 阻害活性が認められた. 各分画物の IC₅₀ 値は, Fr. 1-1 で活性なし, Fr. 1-2 で 0.687 mg/mL, Fr. 2 で 0.477 mg/mL, Fr. 3 で 0.126 mg/mL, Fr. 4 で 0.004

Table 1 Effect of BL and BLEx feeding on growth parameters and organs weight in SHR

	Control	BL	BLEx
Initial B.W. (g)	114±3	114±3	113±2
Final B.W. (g)	225±6	220±7	217±6
B.W. gain (g/day)	5.57±0.14	5.35±0.19	5.31±0.16
Food intake (g/day)	17.4±0.3	18.2±0.3	17.3±0.3
Food efficiency (g gain/g intake)	0.318±0.003 a	0.294±0.008 b	0.305±0.005 ab
Liver weight (g/100 g B.W.)	4.44±0.10	4.46±0.10	4.32±0.10
White adipose tissue (g/100 g B.W.)			
Epididymal	1.25±0.03 ab	1.38±0.06 a	1.16±0.04 b
Perirenal	1.45±0.09	1.73±0.11	1.48±0.08

Mean±SE. for 6 rats.

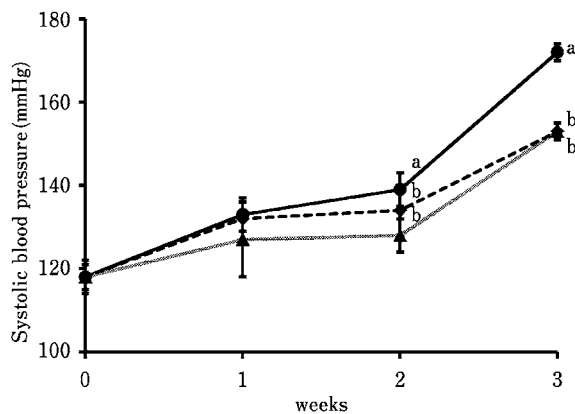
Means in the same row not sharing a common letter are significantly different ($p<0.05$) between groups.

Fig. 2 Effect of the blueberry leaf products on systolic blood pressure level in SHR

●, Control ; ◆, Blueberry leaf powder ; ▲, Blueberry leaf extract.

Vertical bars represent the mean±SE. for 6 rats.

Means in the same time not sharing a common letter are significantly different ($p<0.05$) between groups.

Table 2 Inhibition of ACE activity by each fraction

Fraction	IC ₅₀ (mg/mL)
Fr. 1-1	—
Fr. 1-2	0.687
Fr. 2	0.477
Fr. 3	0.126
Fr. 4	0.004

考 察

BL および BLEx の SHR における血圧上昇への影響について検討した。

BL を 3%, BLEx を 1.5% 添加した食餌を摂食させた結果、試験開始から 2 週間目以降、対照群に比べて収縮期血圧は有意に低値を示した。本実験では、BLEx でも血圧上昇抑制作用が認められた。これより、血圧上昇抑制活性の活性本体は熱水に溶出し易く、熱安定性が高いことが推察された。この結果より、ブルーベリー葉は健康茶やサプリメントなどの機能性食品において血圧上昇抑制効果が期待できるものと考えられた。

さらに、BLEx に含まれる活性本体を探索するため、Sephadex LH-20 および Diaion HP20SS カラムクロマトグラフィーにより分画し、その分画物の ACE 阻害活性を *in vitro* で評価した。Sephadex LH-20 非吸着画分に ACE 阻害活性は認められなかった。一方、Sephadex LH-20 に吸着したポリフェノール画分では ACE 阻害活性が認められた。中でもプロアントシアニジンからなる Fr. 4 の IC₅₀ 値は 0.004 mg/mL であり、ACE を非常に強く阻害した。これより、プロアントシアニジンが血圧上昇抑制に関与していることが推察された。

次に、この Fr. 4 およびその次に ACE を強く阻害したカテキン類、フラボノール配糖体等からなる Fr. 3 について SHR における血圧上昇への影響を検討した。その結果、

mg/mL であった (Table 2)。

4. BLEx 分画物の連続投与試験

3 週間の試験期間中、体重増加は対照群に対し、Fr. 4 群で有意に抑制されたが、摂食量は各群間で有意差は認められなかった。試験終了時の体重は、対照群 229±5 g, Fr. 3 群 225±5 g, Fr. 4 群 217±4 g であった。なお、平均摂食量は、対照群 17.7±0.3 g, Fr. 3 群 17.5±0.5 g, Fr. 4 群 17.2±0.3 g であった (Table 3)。

Fr. 3, Fr. 4 の連続投与による血圧変化を Fig. 3 に示した。各群ともラットの成長に伴い収縮期血圧が上昇したが、飼育開始後 2 週目および 3 週目の収縮期血圧は、対照群に対し Fr. 4 添加群で有意に低値を示した。また、Fr. 3 群の収縮期血圧は、飼育開始後 2 週目で対照群に対し有意に低下したものの、飼育開始後 3 週目には、対照群に対し明確な差異は観察されなかった。

Table 3 Effect of Fr. 3 and Fr. 4 feeding on growth parameters and organs weight in SHR

	Control	Fr. 3	Fr. 4
Initial B.W. (g)	121±3	120±3	119±2
Final B.W. (g)	229±5	225±5	217±4
B.W. gain (g/day)	5.61±0.11 a	5.41±0.12 ab	5.15±0.11 b
Food intake (g/day)	17.7±0.3	17.5±0.5	17.2±0.3
Food efficiency (g gain/g intake)	0.313±0.004	0.305±0.007	0.297±0.003
Liver weight (g/100 g B.W.)	3.93±0.12	3.96±0.12	3.91±0.12
White adipose tissue (g/100 g B.W.)			
Epididymal	1.31±0.05	1.24±0.03	1.16±0.07
Perirenal	1.41±0.13	1.27±0.07	1.19±0.12

Mean±SE. for 6 rats.

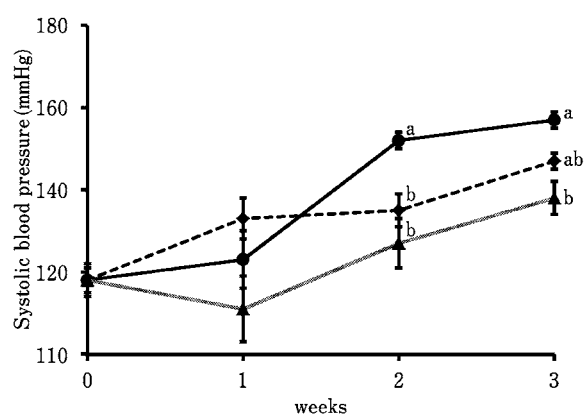
Means in the same row not sharing a common letter are significantly different ($p<0.05$) between groups.

Fig. 3 Effect of the blueberry leaf extracts on systolic blood pressure level in SHR

●, Control; ◆, Fr. 3; ▲, Fr. 4

Vertical bars represent the mean±SE. for 6 rats.

Means in the same time not sharing a common letter are significantly different ($p<0.05$) between groups.

Fr. 3 群では試験開始 2 週目で収縮期血圧は対照群に対し有意に低値を示したが、その後 3 週目では対照群に対し低値を示したものの、明確な差異は認められなかった。一方、Fr. 4 群では試験開始 2 週目以降、収縮期血圧は対照群に対し有意に低く、BLEx の連続投与試験と同じ挙動を示した。このように、Fr. 4 は *in vivo* においても血圧上昇抑制効果が認められたことから、プロアントシアニジンが血圧上昇抑制に大きく寄与しているものと推察された。

Lucas らは、フラバン-3-オールおよびプロシアニジンは ACE 阻害活性を示し、その効果はプロシアニジンを形成するエピカテキン単位数に依存する⁹⁾と報告している。今回用いた Fr. 4 にも様々なプロアントシアニジン重合体が含まれている可能性がある。Matsuo らは、ブルーベリー葉に含まれるプロアントシアニジンは、シンコナイン、カンデリン、ムルリンなどのフェニルプロパノイドを構成ユニットとして持ち、少なくとも 12 量体のポリマーを持

つ¹⁰⁾と報告している。プロアントシアニジンは ACE との親和性が非常に高く¹¹⁾¹²⁾、ACE を阻害することによりアンジオテンシン II の生成が抑制され、その結果、血圧上昇を抑制していると考えられる。しかしながら一方で、カカオ¹³⁾、リンゴ¹⁴⁾、カキ葉¹⁵⁾、松樹皮¹⁶⁾などの植物由来プロアントシアニジンの血圧上昇抑制メカニズムはレニン-アンジオテンシン系の調節によるものではなく、内皮依存的 NO/cGMP 経路を刺激することにより血管弛緩を誘導することが報告されている。今回の実験でブルーベリー葉熱水抽出物には血圧上昇抑制効果が期待できることが示された。今後、ブルーベリー葉由来プロアントシアニジンについて、詳細な作用メカニズムの解明が必要である。

要 約

本実験では、BL およびその熱水抽出物である BLEx の SHR における血圧上昇への影響を検討した。

BL および BLEx をそれぞれ 3%, 15% 飼料に添加し、3 週間摂食させた結果、2 週目以降、収縮期血圧は対照群に対し有意に低値を示し、BL および BLEx による血圧上昇抑制作用が認められた。

次に Sephadex LH-20 および Diaion HP20SS カラムクロマトグラフィーにより BLEx を 5 つの画分に分離し、ACE 阻害成分を *in vitro* で評価した結果、プロアントシアニジン画分の IC₅₀値は 0.004 mg/mL であり、画分の中で最も強く ACE を阻害した。

なお、BLEx から分離したプロアントシアニジン画分の SHR における血圧上昇への影響を検討した結果、2 週目以降、収縮期血圧は対照群に対し有意に低値を示した。

これらの結果より、BL および BLEx は血圧上昇抑制作用を有し、その活性成分の一つとしてプロアントシアニジンの関与が示唆された。

今後、ブルーベリー葉は血圧上昇抑制作用を有する新たな機能性食品として期待できる。

本研究は平成20～21年度地域イノベーション創出研究開発事業（経済産業省）の補助を受けて行ったものである。ここに謝意を表する。

文 献

- 1) Perera, G.A., Hypertensive vascular disease : description and natural history. *J. Chronic. Dis.*, **1**, 33-42 (1995).
- 2) McKee, P.A., Castelli, W.P., McNamara, P.M. and Kannel, W. B., The natural history of congestive heart failure : the Framingham study. *N. Engl. J. Med.*, **285**, 1441-1446 (1971).
- 3) NIPPON DATA80 Research Group., Impact of elevated blood pressure on mortality from all causes, cardiovascular diseases, heart disease and stroke among Japanese : 14 year follow-up of randomly selected population from Japanese - Nippon data 80. *J. Hum. Hypertens.*, **17**, 851-857 (2003).
- 4) Persson, P.B., Renin : origin, secretion and synthesis. *J. Physiol.*, **552**, 667-671 (2003).
- 5) Sakaida, H., Nagao, K., Higa, K., Shirouchi, B., Inoue, N., Hidaka, F., Kai, T. and Yanagita, T., Effect of *Vaccinium ashei* leaves on angiotensin converting enzyme activity *in vitro* and on systolic blood pressure of spontaneously hypertensive rats *in vivo*. *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **71**, 2335-2337 (2007).
- 6) 社団法人日本食品科学工学会食品分析研究会編, 1 機能性成分 1-4 ポリフェノール類 1-4-1 ポリフェノール類・総量 ●フォーリン・チオカルト法, (株)光琳, 新・食品分析法 [II], 68-72 (2006).
- 7) Inoue, N., Nagao, K., Nomura, S., Shirouchi, B., Inafuku, M., Hirabaru, H., Nakahara, N., Nishizono, S., Tanaka, T. and Yanagita, T., Effect of *Vaccinium ashei* leaf extracts on lipid metabolism in obese OLETF rats. *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **75**, 2304-2308 (2011).
- 8) 堀江秀樹, 3 機能性研究 3-3 生体調節機能 (三次機能) 3-3-5 ①血圧降下機能 a) アンギオテンシン変換酵素阻害, (株)光琳, 食品機能研究法, 117-121 (1999).
- 9) Lucas, A.G., Ottaviani, J.L., Keen, C.L. and Fraga, C.G., Inhibition of angiotensin converting enzyme (ACE) activity by flavan-3-ols and procyanidins. *FEBS. Lett.*, **555**, 597-600 (2003).
- 10) Matsuo, Y., Fujita, Y., Ohnishi, S., Tanaka, T., Hirabaru, H., Kai, T., Sakaida, H., Nishizono, S. and Kouno, I., Chemical Constituents of the leaves of rabbiteye blueberry (*Vaccinium ashei*) and characterization of polymeric proanthocyanidins containing phenylpropanoid units and A-type linkages. *Food Chemistry*, **121**, 1073-1079 (2010).
- 11) Inokuchi, J., Okabe, H., Yamauchi, T. and Nagamatsu, A., Inhibitors of angiotensin converting enzyme in crude drugs. I. *Chem. Pharm. Bull.*, **32**, 3615-3619 (1984).
- 12) Inokuchi, J., Okabe, H., Yamauchi, T., Nagamatsu, A., Nonaka, G. and Nishioka, I., Inhibitors of angiotensin-converting enzyme in crude drugs. II. *Chem. Pharm. Bull.*, **33**, 264-269 (1985).
- 13) DalBó, S., Moreira, E.G., Brandão, F.C., Horst, H., Pizzolatti, M.G., Micke, G.A. and Ribeiro-do-Valle R.M., Mechanisms underlying the vasorelaxant effect induced by proanthocyanidin-rich fraction from *Croton celtidifolius* in rat small resistance arteries. *J. Pharmacol. Sci.*, **106**, 234-241 (2008).
- 14) Matsui, T., Korematsu, S., Byun, E.B., Nishizuka, T., Ohshima, S. and Kanda, T., Apple procyanidins induced vascular relaxation in isolated rat aorta through NO/cGMP pathway in combination with hyperpolarization by multiple K⁺ channel activations. *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **73**, 2246-2251 (2009).
- 15) Kawakami, K., Aketa, S., Sakai, H., Watanabe, Y., Nishida, H. and Hirayama, M., Antihypertensive and vasorelaxant effects of water-soluble proanthocyanidins from persimmon Leaf tea in spontaneously hypertensive rats. *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **75**, 1435-1439 (2011).
- 16) Ohkita, M., Matsumura, Y. and Kiso, Y., Pharmacology in Health Foods : Improvement of vascular endothelial function by French maritime pine bark extract (Flavangenol). *J. Pharmacol. Sci.*, **115**, 461-465 (2011).

引用 URL

- i) <http://www.mhlw.go.jp/stf/houdou/2r98520000020qbb.html> (2013.5.20).
 - ii) <http://www.mhlw.go.jp/toukei/saikin/hw/k-iryohi/10/index.html> (2013.5.20).
- (平成25年7月8日受付, 平成25年8月23日受理)

焼酎もろみから分離した酵母 (MF062) の工場規模での実用性 評価と特性把握

山本英樹^{1,2}・森村 茂²・水谷政美¹・山田和史¹・越智 洋¹・高山清子¹・工藤哲三¹・
太田広人²・木田建次²

(¹宮崎県食品開発センター・²熊本大学大学院自然科学研究科)

平成 24 年 4 月 16 日受理

The utility evaluation and characterization of yeast (MF062) isolated from *shochu* mash in commercial scale
brewing tests

Hideki YAMAMOTO^{1,2}, Shigeru MORIMURA², Masami MIZUTANI¹, Kazufumi YAMADA¹, Hiroshi OCHI¹,
Kiyoko TAKAYAMA¹, Tetsuzo KUDO¹, Hiroto OHTA² and Kenji KIDA²

(¹Miyazaki Prefectural Food Research and Development Center, 16500-2 Higashikaminaka, Sadowaracho, Miyazaki City,
Miyazaki 880-0303, Japan)

²Graduate School of Science and Technology, Kumamoto University, 2-39-1 Kurokami, Kumamoto City, Kumamoto 860-
8555, Japan)

A commercial scale for *shochu* production tests was carried out using *Saccharomyces cerevisiae* “Heisei Miyazaki Yeast” (MF062), which was selected for its superior ability in terms of alcohol fermentation and aromatic ingredient generation among 272 wild yeasts isolated from the *shochu* mash of *shochu* breweries. Alcohol yield and general components in *shochu* production using MF062 were the same as those in industrial yeasts like “Miyazaki Yeast” (MK021) in seven *shochu* breweries, namely, 3 sweet potato *shochu* and 4 barley *shochu* breweries. Five series of *sashimoto* were also performed with constant high alcohol yield. *Shochu* produced using MF062 was awarded high scores in the sensory tests. Investigation of the relations between sensory tests and higher alcohol (n-propyl alcohol (P), i-butyl alcohol (B), and i-amyl alcohol (A)) in *shochu* showed that *shochu* with smaller A/P and A/(P + B) received better evaluations. *Shochu* made using MF062 received high evaluations because MF062 could produce a suitable ratio of higher alcohol. From the above results, it was confirmed that MF062 could be used for commercial production of *shochu* just the same as with commercial strains which have excellent brewing properties.

Key words : 実規模焼酎製造試験, 平成宮崎酵母 (MF062), 高級アルコール比

緒 言

本格焼酎は、近年出荷量の増加および消費者嗜好の多様化に伴い、より高度な品質管理が要求されている。焼酎の香味に関係するアルコール類、エステル類、有

機酸等は酵母の代謝に由来するものが多く、生成する成分が微妙に調和することにより優れた香味を有する焼酎となる。焼酎の製造に使用されている醸造用酵母には宮崎酵母、鹿児島酵母、熊本酵母、泡盛酵母、協会酵母等があり、それぞれ公設試、酒造組合、日本醸

連絡先 (Corresponding author), hideyama@iri.pref.miyazaki.jp

山本・森村・水谷・山田・越智・高山・工藤・太田・木田：焼酎もろみから分離した酵母（MF062）の工場規模での実用性評価と特性把握

造協会等から酒造業者に分譲されている。しかし、多様化する消費者の嗜好性に応えながら原料の特徴を活かした焼酎を製造するためには、酵母の選択の幅を広げることが重要である。そこで著者らは、宮崎県内の焼酎もろみから分離収集した 272 株の野生酵母について増殖試験、発酵試験、焼酎の小仕込試験を行い、醸造適性および高温耐性に優れた新規焼酎酵母平成宮崎酵母（MF062）を選抜することに成功した¹⁾。MF062 は生理学的試験および遺伝子解析の結果から *Saccharomyces cerevisiae* に属していると判断された。また、MF062 は焼酎もろみから分離したもので変異処理等を伴わないことから、優良形質の欠損の可能性が低い安定した酵母であると考えられた。

本研究では、MF062 を使用して工場規模での焼酎試験醸造を行い、発酵性や酒質等を確認することで MF062 の実用性について検討を行った。

実験方法

1. 焼酎の試験醸造

MF062 および対照として宮崎酵母（MK021）等の実用酵母を使用し、7 酒造場（芋焼酎 3 ヶ所および麦焼酎 4 ヶ所で異なる酒造場の製品に *Shochu* 1～7 の番号を付した。）において、実用規模での試験醸造を行った。製麹、発酵、蒸留等の方法は Table 1 に示す条件で酒造場毎に通常どおり行った。得られた原酒を和水してアルコール分を 25% (v/v) とした後に、No.27 ろ紙（ADVANTEC 製）を用い自然落下にてろ過を行い焼酎を得た。またイオン交換処理は行わなかった。なお、MF062 および対照の実用酵母の仕込み条件は同一とした。

2. 分析方法

芋焼酎および麦焼酎の pH、酸度、紫外吸収、チオバルビツール酸価（TBA 価）およびアルコール分

の分析は、国税庁所定分析法²⁾に従った。また、焼酎の一般香気成分の分析はガスクロマトグラフ（GC：HEWLETT PACKARD 製 6890 SERIES II）を用いて、モノテルペンアルコール³⁻⁷⁾についてはガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS：島津製作所製 GC-MS-QP2010 Plus）を用いて、Table 2 の測定条件で行った。焼酎のモノテルペンアルコール測定試料の調製は、ヘッドスペース固相マイクロ抽出（Solid Phase Micro Extraction：SPME）法⁸⁻¹¹⁾で行った。アルコール分 25% (v/v) の焼酎 5 mL および内部標準溶液（1-ペンタノール 250 mg/L）0.1 mL を 20 mL 容ガラスバイアルに入れて密栓し、島津製作所製 AOC-5000 オートインジェクターを用いて 40℃、500 rpm で攪拌しながら 5 分加温した後、SPME ファイバー（SUPELCO 85 μm ポリアクリレート）を露出して 30 分間攪拌しながら抽出を行った。脱離は SPME ファイバーを GC-MS 装置の注入口内で 5 分間露出して行った。

3. 差しもとを伴う焼酎の試験醸造

Table 1 に示す *Shochu* 5 の条件の焼酎工場において、総原料 1.5 ton の麦焼酎試験醸造を差しもとで行った。差しもとは 5 回行った。製麹、発酵、蒸留等の方法については通常どおり行った。なお、差しもとは 1 次 3 日目のもろみ 6L を純粋酵母の代わりに 1 次仕込み時に加えた。

4. 官能検査

酒造場で製造した芋焼酎 50 本の官能検査を行った。50 本の内訳は 5 本が MF062 を使用した焼酎であり、残りの 45 本は MK021 等の実用酵母を使用した焼酎であった。全ての焼酎はアルコール分を 25% (v/v) に調整した。焼酎鑑評会の審査員および焼酎ブレンド熟練技術者 13 名をパネリストとして 3 点法（1：優，2：良，3：可）で官能検査を行い、酒質を評価した。

Table 1 Conditions for the commercial scale of *shochu* brewing tests using MF062 and industrial yeasts.

Main material	Sample name	Amount of material (kg)	Ratio of koji (%)	Ratio of water (%)	Days of seed mash	Days of main mash	Distillation method	Ionic exchange
Sweet potato	<i>Shochu</i> 1	6,000	20	60	6	9	Atmospheric pressure	No
	<i>Shochu</i> 2	4,800	20	65	5	10	Atmospheric pressure	No
	<i>Shochu</i> 3	360	20	58	6	10	Atmospheric pressure	No
Barley	<i>Shochu</i> 4	2,700	50	160	5	11	Reduced pressure	No
	<i>Shochu</i> 5	1,500	50	150	6	15	Reduced pressure	No
	<i>Shochu</i> 6	880	47	146	6	13	Atmospheric pressure	No
	<i>Shochu</i> 7	450	50	133	6	14	Atmospheric pressure	No

山本・森村・水谷・山田・越智・高山・工藤・太田・木田：焼酎もろみから分離した酵母（MF062）の工場規模での実用性評価と特性把握

Table 2 Conditions for GC and GC-MS analysis

Gas Chromatography	
Analysis equipment	HEWLETT PACKARD 6890 SERIES II
Column	J&W DB-WAX I.D.0.53 mm × 30 m, Film 1 μm
Oven temperature	50°C (5min) to 225°C at 4°C /min (hold 5 min)
Carrier gas	Helium, 3.6 mL/min
Injection	(Oven temperature+3) °C, on column
Detector	300°C, FID
Gas Chromatography-Mass Spectrometry	
Analysis equipment	Shimadzu Corporation GCMS-QP2010 Plus
Column	J&W DB-WAX I.D.0.25 mm × 30 m, Film 0.25 μm
Column temperature	50°C (5 min) to 230°C at 4°C /min (hold 5 min)
Carrier gas	Helium, 1.30 mL/min
Injection	230°C, SPME method
Total flow	30.0 mL/min
Ion source temperature	200°C
Ionization method	Electron Ionization
Detection	Selected Ion Monitor
Ions measured for identification	
1-Pentanol : 55 (41, 70), Linalool : 71 (55, 93), α-Terpineol : 59 (93, 121), Citoronellol : 69 (67, 81), Nerol : 69 (68, 93), Geraniol : 69 (67, 68)	
Mass numbers in the parentheses are ions used for confirmation.	

結果および考察

1. 製造した焼酎の一般成分

MF062 および実用酵母を使用した芋焼酎および麦焼酎の試験醸造により得られた焼酎の一般成分 (pH, 酸度, 紫外外部吸収, TBA 価) を Table 3 に示した。pH および酸度については MF062 および実用酵母の焼酎において大差は見られなかったことから, 全てのもろみにおいて発酵は雑菌汚染なく順調に進んだと考えられた。このことは前報¹⁾での米麹および麦麹の小規模発酵試験, 芋焼酎の小仕込試験の結果と一致した。

さらに紫外外部吸収および TBA 価についても, MF062 を用いて製造した焼酎は実用酵母を用いたものとほぼ同程度であり, 蒸留および精製ろ過も同程度に適切に行われたと推察された。

2. 純アルコール収得量

MF062 および実用酵母を使用した芋焼酎および麦焼酎の試験醸造における純アルコール収得量を Table 4 に示した。酵母の違いによる大差は見られず, 芋焼酎では約 200 L/ton であり, 麦焼酎では約 420 L/ton であった。このことから工場規模の焼酎製造において, MF062 は実用酵母と同様に, 芋および麦のいずれに

Table 3 General components of *shochu* in the commercial scale brewing tests using MF062 and industrial yeasts.

Main material	Sample name	Strains	pH	Acidity	Absorption of ultraviolet portion	TBA value
Sweet potato	Shochu 1	MF062	4.6	1.2	601	126
		Industrial Yeast	4.6	1.1	647	129
	Shochu 2	MF062	4.6	1.4	985	204
		Industrial Yeast	4.7	1.2	965	234
	Shochu 3	MF062	4.5	1.0	248	23
		Industrial Yeast	4.5	1.0	231	28
Barley	Shochu 4	MF062	5.2	0.5	20	2
		Industrial Yeast	5.2	0.5	36	5
	Shochu 5	MF062	4.2	2.1	40	10
		Industrial Yeast	4.2	1.6	28	24
	Shochu 6	MF062	4.4	1.5	2061	692
		Industrial Yeast	4.4	1.3	1861	477
	Shochu 7	MF062	5.0	0.5	770	185
		Industrial Yeast	5.0	0.6	1060	286

山本・森村・水谷・山田・越智・高山・工藤・太田・木田：焼酎もろみから分離した酵母（MF062）の工場規模での実用性評価と特性把握

Table 4 Results of the commercial scale *shochu* brewing tests using MF062 and industrial yeasts.

Main material	Sample name	Strains	Maximum temperature of main mash (°C)	Alcohol content of matured main mash (%)	Maturing rate of mash (%)	Distillation rate of mash (%)	Alcohol content of unblended <i>shochu</i> (%)	Alcohol yield (L/ton (raw material))
Sweet potato	<i>Shochu</i> 1	MF062	35	13.2	98.4	96.9	37.0	193
		Industrial Yeast	35	13.0	101.2	97.0	36.6	201
	<i>Shochu</i> 2	MF062	34	14.0	82.1	97.3	38.2	207
		Industrial Yeast	34	14.7	81.9	97.0	37.9	207
	<i>Shochu</i> 3	MF062	35	13.5	93.1	95.3	36.7	199
		Industrial Yeast	35	13.6	92.8	96.8	37.2	199
Barley	<i>Shochu</i> 4	MF062	32	17.3	102.1	97.0	44.4	437
		Industrial Yeast	32	17.1	100.9	95.2	43.5	431
	<i>Shochu</i> 5	MF062	31	17.8	90.5	98.0	42.8	420
		Industrial Yeast	33	17.8	95.9	97.6	43.2	427
	<i>Shochu</i> 6	MF062	33	17.5	102.4	96.7	36.3	417
		Industrial Yeast	32	17.4	93.7	97.1	38.9	412
	<i>Shochu</i> 7	MF062	36	19.2	100.0	95.4	45.0	438
		Industrial Yeast	35	17.9	100.0	95.4	44.0	410

においても順調なアルコール生産が可能であることが分かった。このことは前報¹⁾における芋焼酎の小仕込試験等の結果と一致した。MF062は高温領域において、実用酵母と比較してアルコール生産性が高いことが分かっている¹⁾。しかし、今回の焼酎製造では発酵時のもろみ温度管理が30℃程度であり、酵母にとって高温ストレスがさほどかからなかったために純アルコール収得量においてMF062の優位性が明確に認められなかったと考えられた。

3. 焼酎の香気成分

MF062および実用酵母を使用して製造した芋および麦の試験醸造焼酎の香気成分濃度をTable 5に示した。香気成分の総量はMF062製の焼酎が実用酵母製の焼酎と比べてやや多いことから、MF062製の焼酎は十分な香気成分を含有することが分かった。また、i-ブチルアルコールはMF062製の焼酎が実用酵母製の焼酎と比べて多く含まれていることが分かった。この傾向は、前報¹⁾の芋焼酎および米焼酎の小仕込試験の結果と一致した。また、芋焼酎よりも麦焼酎について

Table 5 Volatile components of sweet potato and barley *shochu* brewed in the commercial scale tests.

Main material	Sample name	Strains	mg/L									A/P Ratio	A/(P + B) Ratio
			Ethyl acetate	n-Propyl alcohol	i-Butyl alcohol	i-Amyl alcohol	β -Phenyl ethyl alcohol	Iso-amyl acetate	Ethyl caprylate	β -Phenyl ethyl acetate	Total		
Sweet potato	Shochu 1	MF062	91	98	209	450	55	7.1	1.6	1.3	914	4.6	1.5
		Industrial Yeast	91	93	207	444	54	7.6	1.6	1.3	900	4.8	1.5
	Shochu 2	MF062	91	86	234	353	62	5.5	1.4	1.3	834	4.1	1.1
		Industrial Yeast	77	80	184	372	72	5.1	1.1	1.7	793	4.6	1.4
	Shochu 3	MF062	79	116	214	385	47	6.7	1.1	1.3	850	3.3	1.2
		Industrial Yeast	64	104	194	378	50	6.3	1.0	1.6	800	3.6	1.3
Barley	Shochu 4	MF062	93	147	193	511	64	9.6	0.9	1.8	1019	3.5	1.5
		Industrial Yeast	80	127	155	511	65	10.0	1.6	3.1	952	4.0	1.8
	Shochu 5	MF062	81	118	176	438	46	5.8	1.1	0.6	866	3.7	1.5
		Industrial Yeast	84	103	140	459	47	7.3	1.0	2.3	844	4.5	1.9
	Shochu 6	MF062	57	96	195	363	67	3.4	0.6	1.0	782	3.8	1.2
		Industrial Yeast	58	107	151	350	57	3.5	0.5	0.9	727	3.3	1.4
	Shochu 7	MF062	77	167	187	410	56	7.3	1.2	1.9	907	2.5	1.2
		Industrial Yeast	60	136	146	384	49	5.9	—	2.1	782	2.8	1.4

山本・森村・水谷・山田・越智・高山・工藤・太田・木田：焼酎もろみから分離した酵母（MF062）の工場規模での実用性評価と特性把握

この傾向が大きかった。酵母におけるi-ブチルアルコールの生成には、アミノ酸生合成経路とエールリッヒ経路の2つの経路が知られている¹²⁻¹⁴⁾。前者の経路では、アミノ酸生合成経路の中間生産物である α -ケトイソバレリアン酸から分岐経路によってi-プロピルアルコールデヒドになりアルコールデヒドロゲナーゼによってi-ブチルアルコールが生成される。後者ではエールリッヒ経路により、もろみ中のL-バリン代謝系の中間体である α -ケトイソバレリアン酸からi-ブチルアルコールが生成される。酵母はアミノ酸を積極的に菌体内に取り込むが、タンパク質合成に利用される必要以上のアミノ酸の一部は分岐経路で高級アルコールとして菌体外に排出される。もろみ中にバリン等のアミノ酸が不足すると、酵母は必要とするアミノ酸をアミノ酸生合成経路から生産し、前駆アミノ酸およびアンモニウム塩等の共存する窒素源の種類と量によってi-ブチルアルコール等の高級アルコール生成が制御される。一方、もろみ中にアミノ酸が必要以上に存在すると、フィードバック阻害を受けてアミノ酸生合成の反応が停止し、高級アルコールも生成されなくなる。この場合は、エールリッヒ経路により高級アルコールが生成され、もろみ中のアミノ酸含量と酵母のアミノ酸取り込みの程度により生成量は大きく影響される。MF062はいずれかの代謝系によりi-ブチルアルコール生産性が高くなると推測されるが、詳細については今後の検討課題であると考えている。また、i-アミルアルコールはムレ香主成分のイソバレリルアルコールの前駆体であるため焼酎に多く含まれる場合、官能的に酒質が低下する傾向があるが¹⁵⁾、今回製造した焼酎のi-アミルアルコール含量は、使用酵母の違いによる差は見られなかった。高級アルコール類は酒類の香味成分として重要な役割を果たしているが、これらの成分の組成比も香味に大きく影響する¹²⁾。MF062製および実用酵母製の焼酎についてi-アミルアルコー

ル/n-プロピルアルコールの比（A/P比）を比較すると、Shochu 6以外ではMF062製の焼酎が実用酵母製の焼酎と比べ低い値の傾向を示した。ソバ焼酎とワインはi-アミルアルコールが多くn-プロピルアルコールが少ないことが苦味の原因のひとつである^{16,17)}。一方、MF062製の焼酎はA/P比が比較的小さいことが分かったが、苦味低減への寄与については今後詳細に検討したい。

Table 6に芋焼酎の特徴香であるモノテルペンアルコールについて示した。生のサツマイモに含まれるモノテルペン配糖体はもろみ中で麹由来の β -グルコシダーゼにより加水分解されてゲラニオールおよびネロールが遊離し、その一部が酵母によりシトロネロールに変換され、また、蒸留工程の熱と酸によりリナロールおよび α -テルピネオールに変換される^{3,18)}。MF062製の芋焼酎のシトロネロール含量は実用酵母製の芋焼酎に比べてShochu 1, 3ではやや多く、Shochu 2では同等であった。

4. 差しもとと試験

MF062の差しもとによる麦焼酎の仕込みを行った結果をTable 7に示した。純粋酵母を使用した場合と1回目から5回目まで差しもとを行った場合を比較すると、熟成二次もろみのアルコール分および蒸留後の純アルコール収得量の値に変動は見られなかった。したがって、MF062は実用酵母と同様に差しもとによる焼酎製造が可能であると考えられた。

5. 芋焼酎の官能検査

芋焼酎50本の官能検査を行った結果、Fig. 1に示すように平均点が1番目と2番目に低い値の芋焼酎はMF062製であった。寸評は「調和」、「きれい」、「芋の香り」、「甘味」、「丸味」等の良好なコメントが得られ、高い評価であった。その他3本のMF062製焼酎についてもそれぞれ平均点が2以下であり高い評価であった。この結果から、MF062を用いて製造した焼

Table 6 Concentrations of mono-terpene alcohol in sweet potato shochu brewed in the commercial scale tests. ($\mu\text{g/L}$)

Main material	Sample name	Strains	Linalool	α -Terpineol	Citronellol	Nerol	Geraniol
Sweet potato	Shochu 1	MF062	67	120	46	32	34
		Industrial Yeast	57	105	30	21	25
	Shochu 2	MF062	69	92	60	40	39
		Industrial Yeast	65	92	60	44	47
	Shochu 3	MF062	53	78	117	55	42
		Industrial Yeast	69	87	107	52	59

山本・森村・水谷・山田・越智・高山・工藤・太田・木田：焼酎もろみから分離した酵母（MF062）の工場規模での実用性評価と特性把握

Table 7 Alcohol content of matured main mash and alcohol yield in the commercial scale barley *shochu* brewing tests using MF062, in which 1.5 tons of raw materials were added and reused mash (so-called “*sashimoto*”) was used as a seed for fermentations.

Seed for fermentation	Alcohol content of matured main mash (% (v/v))	Alcohol yield (L/ton (raw material))
Pure yeast	17.8	420
1st reused mash	17.8	419
2nd reused mash	17.9	424
3rd reused mash	17.6	428
4th reused mash	17.9	423
5th reused mash	17.9	423

酎の酒質は良好であると判断された。官能評価が上位および下位であった芋焼酎各5本ずつ計10本のn-プロピルアルコール、i-ブチルアルコールおよびi-アミルアルコールについて分析し、官能評価との関係を相関係数でTable 8に示した¹⁹⁾。A/Pは官能検査の評価と危険率1%未満で統計的に有意な正の相関関係があり、A/Pの小さい方が評価の高い傾向にあることが分かった。さらにA/(P+B)についても官能検査の評価と危険率1%未満で統計的に有意な正の相関があり、i-アミルアルコール含量に対して、n-プロピ

ルアルコールとi-ブチルアルコールの含量の和が多いことも酒質の高い評価に寄与していることが分かった。前述のようにMF062製焼酎に含まれるi-アミルアルコール含量が実用酵母製と差がなく、A/Pが小さく、さらにi-ブチルアルコール含量が多いことが特徴であった。このことは、芋焼酎の官能評価および高級アルコールの関係から導かれた酒質の高評価の要因と一致していた。したがって、MF062は高級アルコール等をバランス良く生成することにより焼酎の酒質の調和に寄与し、高い官能評価につながるものと考え

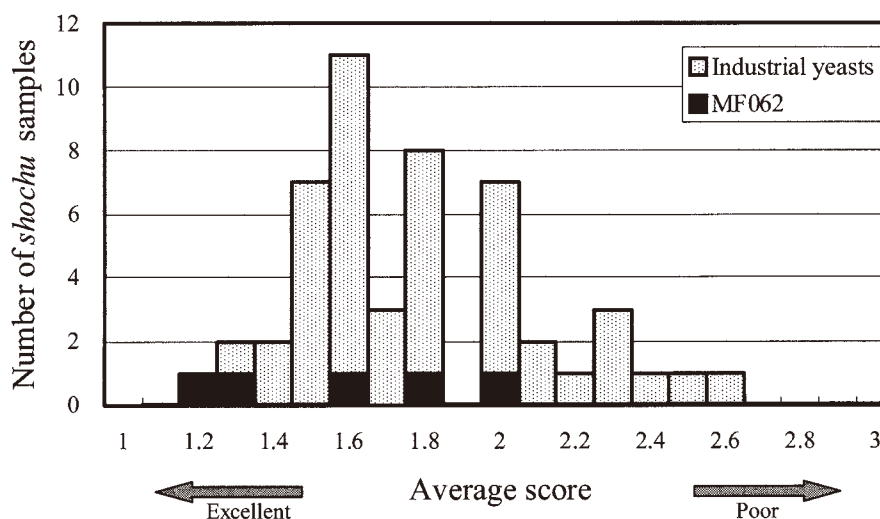


Fig. 1 Results of sensory tests of sweet potato *shochu* made using MF062 and industrial yeasts. Score: 1, Excellent; 2, Good; 3, Poor.

Table 8 Coefficient correlations with average scores of sensory tests and higher alcohol of sweet potato *shochu* brewed in the commercial scale tests.

	n-Propyl alcohol	i-Butyl alcohol	i-Amyl alcohol	A/P	A/B	B/P	A/(P + B)
Average score of sensory tests	- 0.50	- 0.57	0.48	0.80 **	0.65 *	0.18	0.83 **

P: n-Propyl alcohol, B: i-Butyl alcohol, A: i-Amyl alcohol

Sample numbers: 10, Symbols: ** 1% intentional, $r(10, 0.01) = 0.765$, * 5% intentional, $r(10, 0.05) = 0.632$

山本・森村・水谷・山田・越智・高山・工藤・太田・木田：焼酎もろみから分離した酵母（MF062）の工場規模での実用性評価と特性把握

られた。

前報¹⁾で MF062 は生理学的試験および遺伝子解析の結果から酒類製造に多く用いられている *Saccharomyces cerevisiae* に属していると判断された。またパルスフィールドゲル電気泳動法による染色体バンドパターン、TTC 染色性、酸性フォスファターゼ活性、孢子形成能、高温耐性、小仕込試験における代謝成分量および構成比等について調べたところ明確な違いが確認され、MF062 は宮崎酵母等の実用酵母と異なる新規酵母であると推察された。また、前報¹⁾の米麹および麦麹を用いた小規模発酵試験、芋焼酎の小仕込試験、官能評価等の結果は、今回の工場規模試験醸造の結果に一致した。

以上の結果から、MF062 は優れた焼酎の醸造適性を有しており、実用化が可能であると考えられた。

要 約

宮崎県内酒造場の焼酎もろみから分離した 272 株の野生酵母の中から選抜した優良酵母平成宮崎酵母 (MF062) を用いて、実用規模での焼酎試験醸造を行った。7 酒造場 (芋焼酎 3 ヶ所および麦焼酎 4 ヶ所) で試験醸造を行った結果、一般成分および純アルコール収得量において、MF062 は宮崎酵母 (MK021) 等の実用酵母を用いた場合と同等であり、十分な香味成分を生成することが分かった。また、MF062 を用いて実用規模で 5 回の差しもとを行った場合でも安定した発酵を行うことができ、MF062 は実用酵母と同様に差しもとを伴う焼酎製造が可能であることを確認した。さらに、MF062 を用いて製造した焼酎の官能検査を行った結果、高い評価を得ることができた。官能評価と高級アルコールとの関係を調べたところ、A/P および A/(P+B) が小さい方が、官能評価が良好であることが分かった。このことは MF062 製焼酎の成分組成の特徴と一致していた。したがって、MF062 は高級アルコール等をバランス良く生成することにより焼酎の酒質の調和に寄与し、高い官能評価につながるものと考えられた。

以上の結果から、MF062 は優れた焼酎の醸造適性を有しており、実用化が可能であると考えられた。

謝 辞

本試験の実施にあたり、宮崎県内の酒造メーカーお

よび宮崎県酒造組合をはじめとする多くの皆様方に、多大なる御協力をいただきました。ここに深く感謝いたします。

文 献

- 1) H.Yamamoto, S.Morimura, M.Mizutani, K.Yamada, H.Ochi, K.Takayama, T.Kudo, H.Ohta and K.Kida: *J. Inst. Brew.*, **117**, (4), 627-633, (2011).
- 2) 注解編集委員会編：第四回改正国税庁所定分析法注解（公益財団法人日本醸造協会，東京），34-49（2000）
- 3) 太田剛雄：醸協，**86**，(4)，250-254（1991）
- 4) 神渡 巧，瀬戸口眞治，緒方新一郎，間世田春作：醸協，**98**，(10)，729-736（2003）
- 5) 神渡 巧，瀬戸口眞治，高峯和則，緒方新一郎：醸協，**100**，(7)，520-526（2005）
- 6) 神渡 巧，瀬戸口眞治，上田次郎，瀬戸口智子，緒方新一郎：醸協，**101**，(6)，437-445（2006）
- 7) 神渡 巧，瀬戸口智子，上田次郎，吉永 優，緒方新一郎，瀬戸口眞治，高峯和則，鮫島吉廣：醸協，**104**，(1)，49-56（2009）
- 8) 宇都宮仁：醸協，**94**，(3)，252-257（1999）
- 9) 宇都宮仁，木田 信，牧 則光，磯谷敦子，岩田 博，西谷尚道：醸協，**101**，(6)，446-457（2006）
- 10) 福田 央，小林 健，坂本和俊，水谷 治，金井宗良，平松順一：酒類総合研究所報告，**183**，16-25（2011）
- 11) 下田満哉：日本分析化学会，**No.2**，75-79（2002）
- 12) 福重智行：醸協，**93**，(1)，37-41（1998）
- 13) 秋田 修：醸協，**87**，(9)，621-625（1992）
- 14) 吉沢 淑：醸協，**75**，(6)，451-457（1980）
- 15) 吉田 清：醸協，**101**，(12)，910-922（2006）
- 16) 飯野修一，渡辺正平：醸協，**89**，(12)，996-998（1994）
- 17) 水谷政美，日高照利，工藤哲三，岡崎益己，柏田雅徳：醸協，**97**，(6)，461-467（2002）
- 18) 高峯和則，吉崎由美子，島田翔吾，高屋総一郎，玉置尚徳，伊藤 清，鮫島吉廣：醸協，**106**，(1)，50-57（2011）
- 19) 岩田 博，中嶋則行，水野昭博，高原康生，黒須猛行，里見弘司，石井 徹，伊藤 康，菅間誠之助：醸協，**79**，(1)，51-55（1984）

異常発酵焼酎もろみから分離した *Lactobacillus fermentum*
LT23 の特性

高山清子・水谷政美・山田和史・山本英樹・越智 洋・工藤哲三

(宮崎県食品開発センター)

平成 24 年 3 月 23 日受理

Characteristics of *Lactobacillus fermentum* LT23 isolated from putrefactive *shochu* mash

Kiyoko TAKAYAMA, Masami MIZUTANI, Kazufumi YAMADA, Hideki YAMAMOTO, Hiroshi OCHI, and Tetuzo KUDO

(Miyazaki Prefecture Food Research and Development Center, 16500-2 Higashikaminaka, Sadowaracho, Miyazaki city,
Miyazaki 880-0303)

Lactic acid bacteria (LAB) were isolated from putrefactive *shochu* mash their characteristics were investigated. In putrefactive *shochu* mash, the citrate concentration was too low. On the other hand, lactate and acetate concentrations were greatly higher than for normal fermented *shochu* mash. We carried out a 16S rDNA analysis of LAB isolated from putrefactive *shochu* mash, and *Lactobacillus fermentum* (*Lb. fermentum*) was identified from a large portion. Results of the investigation of physiological characteristics showed that *Lb. fermentum* LT23 isolated from putrefactive *shochu* mash exhibited lower ethanol tolerability than *Lb. paracasei* DG1 isolated from normal fermented main *shochu* mash. We also confirmed that *Lb. fermentum* LT23 was able to grow in the conditions such as in acid media (pH 3.2) and at high temperatures (45 °C). With respect to citrate metabolism, glucose and citrate were co-metabolised by *Lb. fermentum* LT23. Acetate concentration produced by *Lb. fermentum* LT23 was proportional to the citrate concentration assimilated. Compared with glucose fermentation, cell growth was faster by the co-metabolism of glucose and citrate.

Key words : 焼酎もろみ, 異常発酵, *Lactobacillus fermentum*, クエン酸, 酢酸

緒 言

焼酎もろみは白麹および黒麹菌の生成するクエン酸によって高酸度に保たれるため、温暖な気候の下でも安定なアルコールの発酵が可能である。しかし、夏期の高温時期や出麹酸度が低い条件下では異常発酵がしばしば起こることが知られており、その原因は一般的に乳酸菌の増殖によるものと考えられ、補酸等による汚染防止対策が提唱されている¹⁾。玉城ら²⁻⁵⁾、百瀬ら⁶⁾、Watanabe ら⁷⁾は泡盛製造時に混在する乳酸菌について、高宮⁸⁾、田邊ら⁹⁻¹³⁾、岩田ら¹⁴⁾は焼酎製造時に混在する乳酸菌の分布調査とその特性について報

告している。その中で、玉城らは泡盛の腐造へのホモ型乳酸菌の関与²⁾、異常発酵もろみの成分特性³⁾について報告している。前報¹⁵⁾では、焼酎二次もろみに広く分布していた *Lb. paracasei* のクエン酸資化による酢酸、ジアセチル生成、焼酎への影響について確認した。本稿では、異常発酵もろみ中の乳酸菌について調べたところ、ヘテロ型乳酸菌 *Lb. fermentum* が増殖していたこと、前報の *Lb. paracasei* DG1 と異なるクエン酸資化性を示したこと、焼酎もろみのクエン酸酸性という過酷な環境に高度に適応した特性を有することを確認したので報告する。

実験方法

1. 試料

異常発酵焼酎もろみ 2 点はいずれも 7 月から 9 月の高温時期に製造したものであり、もろみは酸臭が強く、顕微鏡観察において酵母以外のバクテリアの増殖が観察された。異常発酵した焼酎もろみは、一次もろみ 7 日目（米麹）、二次もろみ 10 日目（芋）であった。

2. 異常発酵焼酎もろみの分析及び乳酸菌の分離、同定

異常発酵したもろみの酸度¹⁶⁾及びアルコール分¹⁷⁾は国税庁所定分析法に従い測定した。有機酸はもろみを 20 倍に希釈し固液分離後、0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し、高速液体クロマトグラフ LC-10A（島津製作所製、有機酸分析システム）により測定した。乳酸菌数の計測及び分離には、炭酸カルシウムを 0.5%、シクロヘキシミドとアジ化ナトリウムを 10 ppm となるように添加した MRS 培地（Difco 製）を使用した。分離した菌株についてグラム反応試験、カタラーゼ試験を実施し、16S rDNA 解析による分類を試みた。InstaGene Matrix（Bio-Rad 製）を用いて DNA を抽出した。MicroSeq 500 16S rDNA PCR Kit（Applied Biosystems 製）を用いて 16S rDNA の 5'-末端側の約 500 bp を増幅し、精製した PCR 産物は MicroSeq 500 16S rDNA Sequencing Kit（Applied Biosystems 製）を用いてサイクルシーケンシングを行った。PCR、サイクルシーケンシングには GeneAmp PCR System 9700（Applied Biosystems, U.S.）を用いた。塩基配列の決定には Applied Biosystems 3130 Genetic Analyzer（Applied Biosystems, U.S.）を、相溶性検索には、MicroSEQ 微生物同定ソフトウェア v3.0（Applied Biosystems, U.S.）を用いた。

3. 供試菌株

生化学試験は、異常発酵焼酎もろみから分離し、*Lb. fermentum* と分類された 7 株のうちの 1 株 *Lb. fermentum* LT23 及び前報¹⁵⁾で正常な焼酎もろみから分離した乳酸菌 8 株（*Lb. plantarum* DM1, *Lb. brevis* DM3, *Lb. paracasei* DG1, *Lb. buchneri* BM1, *Lb. parabuchneri* BM2, *Lb. hilgardii* IM2, *Pediococcus acidilactici* L' M2, *Pd. Parvulus* LM2）の計 9 株でおこなった。クエン酸資化性、増殖性試験は、*Lb. fermentum* LT23 について行った。

4. 生化学試験

① 生育温度試験¹⁸⁾、② 耐アルコール試験¹⁹⁾、③ 耐酸性試験²⁰⁾は、定法に従い試験した。

① 生育温度試験

MRS 培地にて前培養した培養液を同培地 2 ml に接種後、5, 10, 15, 30, 40, 45℃ の 6 区で静置培養した。72 時間後に乳酸菌の増殖を確認した。

② 耐アルコール性試験

滅菌した GYP 培地（グルコース 2%, 酵母エキス 1%, ペプトン 1%, 酢酸ナトリウム 1%, salts solution 0.5% ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 20 mg, $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 1 mg, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 1 mg, NaCl 1 mg), Tween 80 0.05%) にアルコール濃度が 0, 5, 7.5, 10, 12.5, 15% となるようにエタノールを添加した。前培養液を上記培地 5 ml に接種し、30℃ で 48 時間静置培養後、乳酸菌の増殖を確認した。

③ 耐酸性試験

GYP 培地に塩酸を添加し、滅菌後の pH が 3.9, 3.6, 3.2, 3.0 となる培地を調製した。同様に、GYP 培地にクエン酸を添加し、クエン酸濃度が 20 g/l (pH 3.6), 25 g/l (pH 3.4), 30 g/l (pH 3.2), 35 g/l (pH 3.1) となる培地を調製した。前培養液を上記培地 5 ml に接種し、30℃ で 48 時間静置培養後乳酸菌の増殖を確認した。

各試験の増殖性の評価は、吸光度 (660 nm) が 0.7 以上を増殖性有りと判断した。

5. *Lb. fermentum* LT23 のグルコースとクエン酸の資化性試験

Gobbetti ら²¹⁾は、*Lb. brevis* subsp. *lindneri* CB1 のクエン酸とマルトースの同時代謝について検討し、マルトースの単独発酵に比べ、同時代謝では菌の成長が速く、酢酸が増加したことを報告している。そこで、異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 のグルコースとクエン酸資化性について経時的に調べた。クエン酸 1% を含む GYP 培地を 10% 水酸化ナトリウム水溶液で pH を 5.6 に調製した。前培養液を接種後、37℃ で静置培養し、2 時間毎に有機酸とグルコース濃度（グルコース CII-テスト、和光純薬工業製）を測定した。

次に、*Lb. fermentum* LT23 について、資化したクエン酸と生成した酢酸濃度の相関性について検討した。クエン酸濃度 11, 23, 46, 91 mmol/l とした GYP 培地に前培養液を接種し、30℃ で 48 時間静置培養後の

高山・水谷・山田・山本・越智・工藤：異常発酵焼酎もろみから分離した *Lactobacillus fermentum* LT23 の特性

有機酸濃度を測定した。

6. クエン酸存在下における *Lb. fermentum* LT23

の増殖曲線

異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 は、グルコースとクエン酸を同時に資化したことから、クエン酸による乳酸菌の増殖への影響について確認した。GYP 培地の炭素源を以下に置換し、10%水酸化ナトリウム水溶液で pH を 5.5 に調製した培地を使用した。

- ①グルコース 20 g/l
- ②グルコース 20 g/l, クエン酸 5g/l
- ③グルコース 20 g/l, クエン酸 10g/l
- ④クエン酸 10g/l
- ⑤グルコース及びクエン酸を含まない

各培地に前培養液を接種後、30℃で静置培養し、1 時間毎に培養液の吸光度 (660 nm) を測定した (BIO-PHOTORECORDER TN-2612, ADVANTEC 製)。

実験結果

1. 異常発酵焼酎もろみの分析及び乳酸菌の同定

異常発酵焼酎もろみの乳酸菌数は 10^7 CFU/ml 以上であり、クエン酸濃度は正常発酵焼酎もろみに比べ低く、対照的に乳酸及び酢酸濃度が高かった (Table 1)。

異常発酵焼酎もろみから 8 株の乳酸菌を分離した。分離した全ての菌株は、グラム陽性、カタラーゼ陰性であった。16S rDNA 解析の結果 99%以上の相同性で 7 株が *Lactobacillus fermentum*, 1 株が *Lactobacillus parabuchneri* と分類された。

2. 生化学特性

各乳酸菌の生育温度、耐アルコール性、耐酸性について Table 2 に示した。異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 は 45℃の高温領域において高い増殖を示した。このことは、BERGEY'S MANUAL の *Lb. fermentum* の特性と一致した²²⁾。

Table 1 Components of putrefactive and normal *shochu* mash

<i>Shochu</i> mash	Acidity (mL 0.1N NaOH)	Alcohol (% v/v)	Citrate (mg/l)	Lactate (mg/l)	Acetate (mg/l)	LAB (CFU/ml)	Isolated LAB (number of strain)
Putrefactive seed mash (rice <i>koji</i> , 7 days)	21.0	7	1700	8300	5100	1.6×10^7	<i>Lb. fermentum</i> (3)
Putrefactive main mash (sweet potato, 10 days)	7.8	14	2200	3800	1400	8.9×10^7	<i>Lb. fermentum</i> (4), <i>Lb. parabuchneri</i> (1)
Normal seed mash (rice <i>koji</i> , 6 days)	30.0	16	11000	180	680	ND	
Normal main mash (sweet potato, 9 days)	7.0	14	1900	180	120	1.3×10^3	<i>Lb. paracasei</i> was mainly detected.

LAB, Lactic acid bacteria
ND, not detected.

Table 2 Characteristics of LAB isolated from *shochu* mash

Strain	Growth temperature (°C)	Ethanol tolerability (%)	pH tolerability	Citrate tolerability (g/l)
<i>Lb. fermentum</i> LT23	30 - 45	7.5	3.2	30
<i>Lb. plantarum</i> DM1	15 - 40	7.5	3.6	25
<i>Lb. brevis</i> DM3	15 - 40	7.5	3.9	15
<i>Lb. paracasei</i> DG1	15 - 40	12.5	3.6	20
<i>Lb. buchneri</i> BM1	30	10.0	3.9	10
<i>Lb. parabuchneri</i> BM2	30 - 40	10.0	3.9	15
<i>Lb. hilgardii</i> IM2	30	7.5	3.9	10
<i>Pd. acidilactici</i> L' M2	15 - 40	7.5	3.9	15
<i>Pd. parvulus</i> LM2	30 - 45	10.0	3.9	18

Growth was determined as $OD_{660} \geq 0.7$.

Initial pH for citrate tolerability test: 10 g/l (pH 4.2), 15 g/l (pH 3.9), 18 g/l (pH 3.8), 20 g/l (pH 3.6), 25 g/l (pH 3.4), 30 g/l (pH 3.2), 35 g/l (pH 3.1)

高山・水谷・山田・山本・越智・工藤：異常発酵焼酎もろみから分離した *Lactobacillus fermentum* LT23 の特性

Lb. fermentum LT23 の耐アルコール性は低く、アルコール濃度 7.5% までの増殖にとどまった。一方、正常発酵二次もろみに多く分布していた *Lb. paracasei* DG1 はアルコール濃度 12.5% まで増殖し、高い耐アルコール性を示した。*Lb. fermentum* LT23 は pH3.2 及びクエン酸濃度 30 g/l (pH 3.2) の培地において増殖性が高く、他の乳酸菌に比べ高い耐酸性を示した。なお、*Lb. fermentum* LT23 は、pH3.0 及びクエン酸濃

度 35 g/l (pH 3.1) の培地では増殖しなかった。

3. *Lb. fermentum* LT23 のグルコースとクエン酸の同時代謝

クエン酸はグルコースとともに急速に資化され、6 時間後には全てのクエン酸が資化された。一方、乳酸と酢酸は経時的に増加し、酢酸濃度は 6 時間後にはほぼ一定になった (Fig. 1)。

クエン酸資化濃度と酢酸生成濃度を比較したところ、

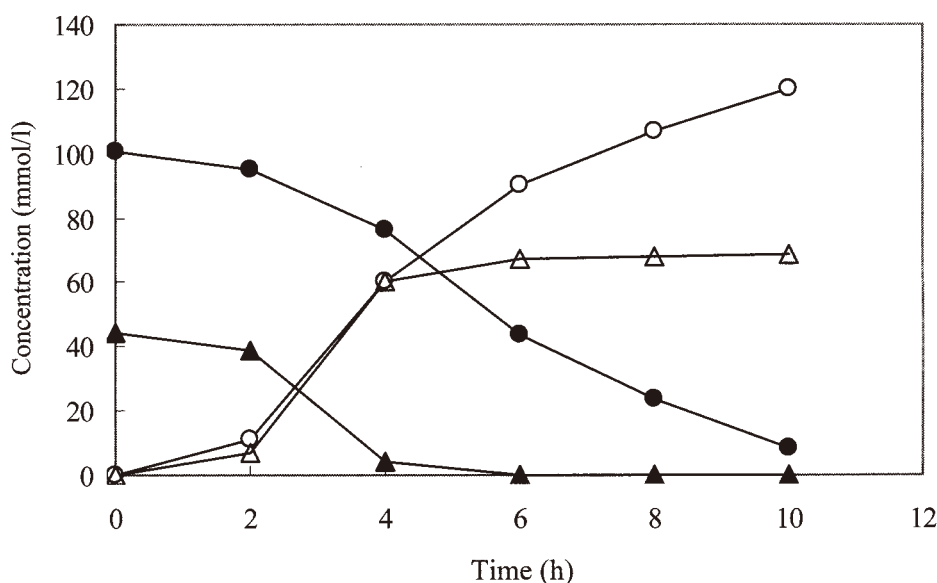


Fig. 1 Consumption rate of glucose (●) and citrate (▲), production rate of lactate (○) and acetate (△) by *Lb. fermentum* LT23.

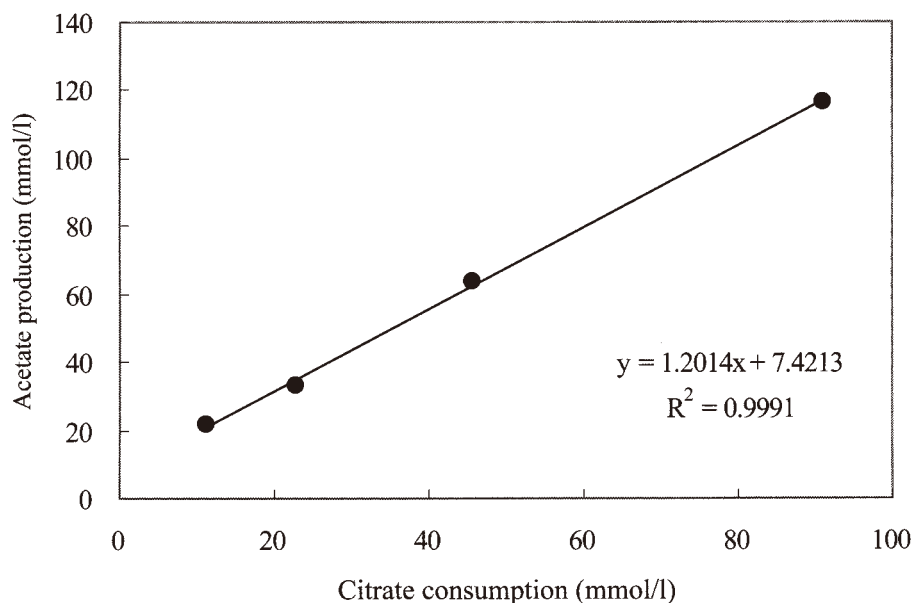


Fig. 2 Citrate consumption and acetate production by *Lb. fermentum* LT23.

高山・水谷・山田・山本・越智・工藤：異常発酵焼酎もろみから分離した *Lactobacillus fermentum* LT23 の特性

資化されたクエン酸濃度と生成した酢酸濃度は直線的な相関関係があった (Fig. 2)。

4. クエン酸存在下における *Lb. fermentum* LT23 の増殖曲線

グルコースのみを炭素源とした GYP 培地に比べ、グルコースとクエン酸を添加した培地で *Lb. fermentum* LT23 菌体の成長が促進された (Fig. 3)。また、クエン酸濃度は 10 g/l に比べ 5 g/l の培地で増殖速度が高かった。

考 察

前報¹⁵⁾において、焼酎二次もろみには *Lb. paracasei* が多く分布することを報告し、玉城ら²⁾は、泡盛の腐造にはホモ型乳酸菌が関与していると考察しているが、今回、乳酸菌が増殖した異常発酵焼酎もろみを調査した結果、正常発酵もろみには少なかったヘテロ型乳酸菌 *Lb. fermentum* が増殖していた。百瀬らにより、清酒酵母と乳酸菌の凝集現象について詳細に研究され²³⁾、腐造清酒もろみより分離した *Lb. plantarum* と清酒酵母が凝集すること²⁴⁾、凝集には細胞表面の静電的な力が関与していること²⁵⁾について報告されている。本県の多くの焼酎製造場で使用されている

宮崎酵母 (MK021) と異常発酵焼酎もろみより分離した *Lb. fermentum* LT23 及び前報にて正常発酵焼酎もろみより分離した *Lb. paracasei* DG1 の凝集性について試験を行ったが、凝集性は確認されなかった。

一般的に、正常発酵焼酎もろみでは白麹菌、黒麹菌によりクエン酸が十分に生成されているため、焼酎もろみのクエン酸濃度は高いが、異常発酵した焼酎もろみのクエン酸濃度は、正常発酵した焼酎もろみに比べ低く、対照的に乳酸及び酢酸濃度が高かった。これらの傾向は玉城ら⁴⁾の報告と一致した。実際に、異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 は、クエン酸を資化して酢酸を生成したことから、異常発酵もろみにおける有機酸組成の変化は、乳酸菌のクエン酸資化が原因であると考えられた。

クエン酸資化性については前報で、正常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. paracasei* DG1 は、炭素源がクエン酸のみの培地において 60 時間以降にクエン酸を資化し、ジアセチルを高生産したことを報告した¹⁵⁾。クエン酸資化性乳酸菌におけるクエン酸代謝経路を Fig. 4 に示した^{26,27)}。*Lb. paracasei* DG1 はホモ型乳酸菌 *Lb. casei* のクエン酸代謝系²⁷⁾に類似し、酸性条件下ではピルビン酸からアセト乳酸の生成が進行し、ジ

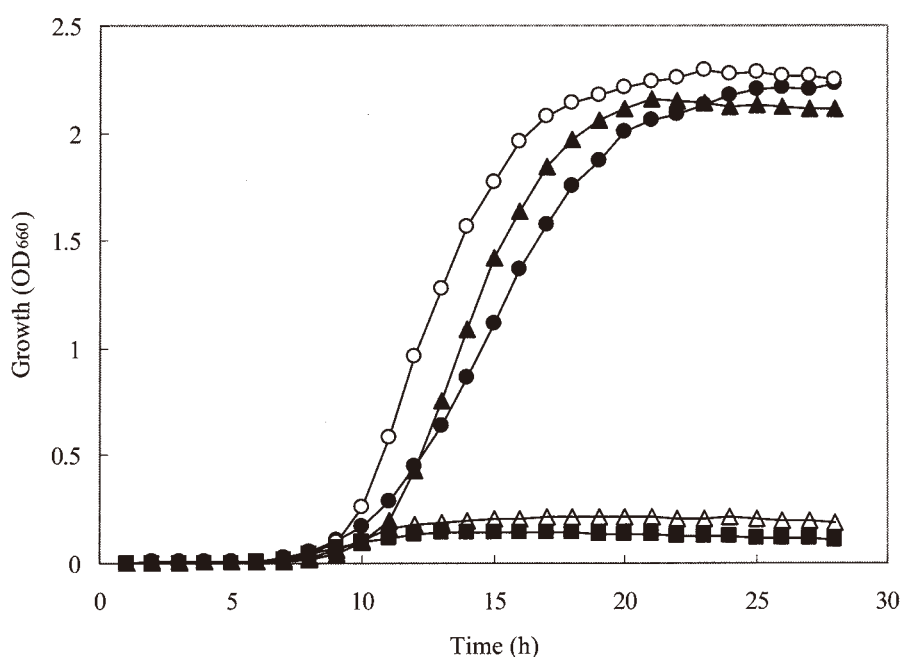


Fig. 3 Growth of *Lb. fermentum* LT23 in the presence of glucose at 20 g/l (●), glucose at 20 g/l plus citrate at 5 g/l (○), glucose at 20 g/l plus citrate at 10 g/l (▲), citrate at 10 g/l (△), and absence of glucose and citrate (■) in the medium.

高山・水谷・山田・山本・越智・工藤：異常発酵焼酎もろみから分離した *Lactobacillus fermentum* LT23 の特性

アセチルリダクターゼ活性が低いため、ジアセチルからアセトインへは還元されず、ジアセチルが蓄積したと考えられた。

一方、異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 はクエン酸とグルコースを約 10 時間以内に同時に資化した。Marty-Teyssset らが提唱する *Leuconostoc* spp. におけるグルコースとクエン酸の同時代謝では、2 モルのクエン酸と 1 モルのグルコースから 3 モルの乳酸と酢酸が生成し、2 モルの ATP を生成する²⁸⁾ (Fig. 5)。 *Lb. fermentum* LT23 では、菌を接種後 4 時間までに、クエン酸 40 mmol/l、グルコース 25 mmol/l が資化され、酢酸 60 mmol/l、乳酸 60 mmol/l が生成した (Fig. 1) ことから、 *Leuconostoc* spp. と類似の代謝であると考えられた。また、 *Lb. fermentum* LT23 のジアセチル生産性については、クエン酸とグルコースを炭素源とした培地で 24 時間

培養後の培養液を、ガスクロマトグラフ質量分析計にて測定したが、ジアセチル、アセトイン、2,3-ブタンジオールは検出されなかった。

グルコースとクエン酸の同時代謝ではクエン酸のみの代謝に比べ、生成した乳酸によりクエン酸トランスポーター (CitP) が活性化されるとともに、膜電位差、プロトン濃度勾配が生じ、エネルギー的に効率よくクエン酸を代謝していると考えられている²⁹⁾。したがって、 *Lb. fermentum* LT23 は、ピルビン酸からジアセチルを生成するアセト乳酸への代謝ではなく、ピルビン酸から乳酸への代謝が進行すると推察された。

生化学試験の結果、異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 の耐アルコール性は低かったが、耐酸性を示すとともに高温領域において高い増殖性を示した。このことから、出麴酸度が十分な焼酎もろみにおいては、高酸度、高アルコール濃度により

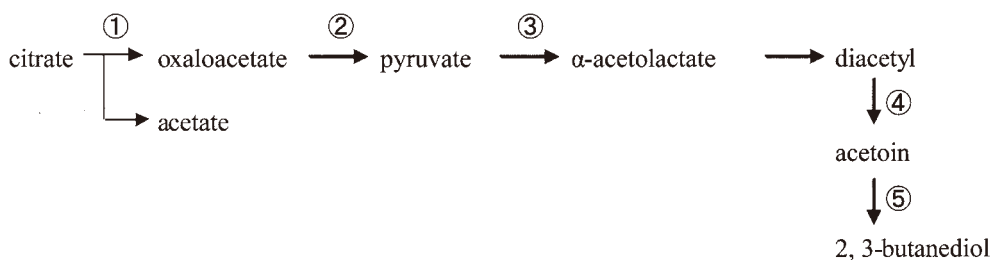


Fig. 4 Scheme of the citrate metabolism pathway in citrate fermentation LAB^{26, 27)}.

① ; citrate lyase, ② ; oxaloacetate decarboxylase, ③ ; acetohydroxy acid synthetase, ④ ; diacetyl reductase, ⑤ ; acetoin reductase

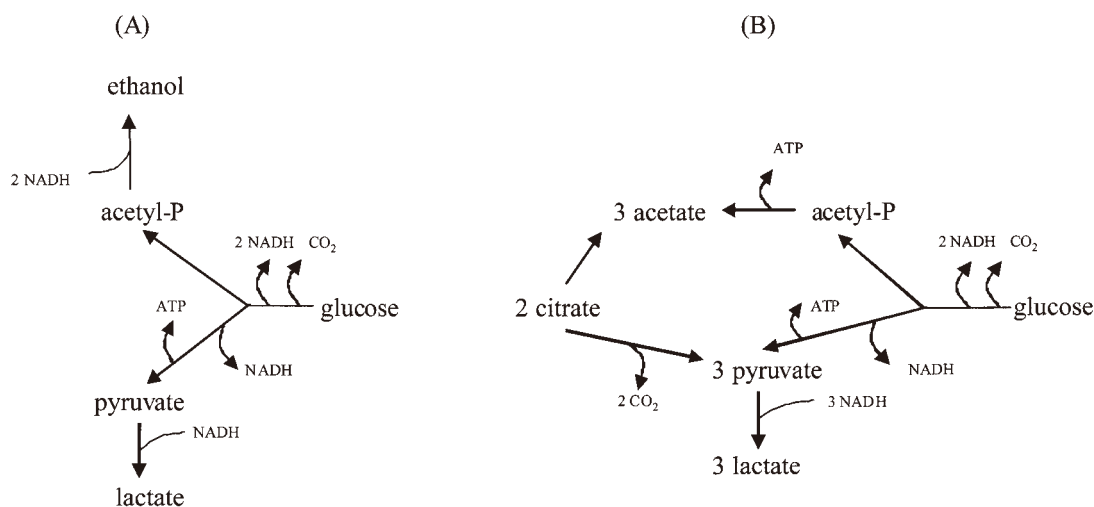


Fig. 5 Scheme of glucose metabolism (A) and glucose/citrate cometabolism (B) in *Leuconostoc* spp. This was obtained by modifying a part of the quoted figure²⁸⁾.

高山・水谷・山田・山本・越智・工藤：異常発酵焼酎もろみから分離した *Lactobacillus fermentum* LT23 の特性

Lb. fermentum LT23 のような特性を有する乳酸菌の増殖は抑制されているが、出麹酸度不足、もろみ温度上昇時に増殖しやすい環境となり、焼酎もろみの異常発酵が引き起こされると考えられた。さらに、*Lb. fermentum* LT23 は、焼酎もろみ中のクエン酸をグルコースとともに急速に代謝し、酢酸を生成した。酢酸は蒸留によって製品の焼酎に移行するため、酸臭の強い製品になると考えられた。

要 約

1. 異常発酵焼酎もろみは *Lb. fermentum* が増殖しており、もろみのクエン酸濃度は、正常発酵焼酎もろみに比べ低く、対照的に乳酸及び酢酸濃度が高かった。
2. 異常発酵焼酎もろみから分離した *Lb. fermentum* LT23 の耐アルコール性は低かった。一方、耐酸性は高く、高温領域で高い増殖を示した。
3. *Lb. fermentum* LT23 はクエン酸をグルコースとともに急速に資化した。資化したクエン酸濃度と生成した酢酸濃度は直線的な相関関係があった。
4. グルコースとクエン酸の同時資化により *Lb. fermentum* LT23 菌体の成長が促進した。

参考文献

- 1) 本格焼酎製造技術 (公益財団法人日本醸造協会, 東京), 229-235 (2001)
- 2) 玉城 武, 高宮義治, 高江州朝清, 下地睦子: 醸協, **81**, 130-132 (1986)
- 3) 玉城 武, 佐無田隆, 西谷尚道: 日本農芸化学会誌, **60**, 997-1001 (1986)
- 4) 玉城 武, 佐無田隆, 西谷尚道: 日本農芸化学会誌, **60**, 1003-1008 (1986)
- 5) 玉城 武, 佐無田隆, 下地睦子, 照喜名重智: 醗酵工学, **65**, 9-17 (1987)
- 6) 百瀬洋夫, 内山奈々, 藤倉寛子: 醸協, **92**, 452-457 (1997)
- 7) Watanabe, S., Kanauchi, M., Kakuta, T., Koizumi, T.: *J. Am. Soc. Brew. Chem.*, **65**, 197-201 (2007)
- 8) 高宮義治: 醸協, **77**, 907-910 (1982)
- 9) 田邊幾之助, 坂田太吉, 迫間敬子: 鹿大農学術報告, **31**, 47-52 (1981)
- 10) 田邊幾之助, 音地龍夫, 二石真智子, 迫間敬子, 志々目義紀: 鹿大農学術報告, **32**, 69-77 (1982)
- 11) 田邊幾之助, 二石真智子, 迫間敬子, 有川順子: 鹿大農学術報告, **33**, 47-52 (1983)
- 12) 田邊幾之助, 二石大介, 金丸芳: 鹿大農学術報告, **34**, 45-57 (1984)
- 13) 田邊幾之助, 金丸芳: 鹿大農学術報告, **36**, 99-109 (1986)
- 14) 岩田 博, 中嶋則行, 水野昭博, 高原康生, 黒須猛行, 里見弘司, 石井徹, 伊藤康, 菅間誠之助: 醸協, **79**, 51-55 (1984)
- 15) 高山清子, 竹下淳子, 水谷政美, 山本英樹, 越智 洋, 工藤哲三: 醸協, **103**, 393-400 (2008)
- 16) 注解編集委員会編, 第四回改正国税庁所定分析法注解 (公益財団法人日本醸造協会, 東京), 20-23 (2003)
- 17) 注解編集委員会編, 第四回改正国税庁所定分析法注解 (公益財団法人日本醸造協会, 東京), 230 (2003)
- 18) 小崎道雄: 乳酸菌実験マニュアル (朝倉書店, 東京), 56-57 (1992)
- 19) 小崎道雄: 乳酸菌実験マニュアル (朝倉書店, 東京), 104-105 (1992)
- 20) 小崎道雄: 乳酸菌実験マニュアル (朝倉書店, 東京), 52-55 (1992)
- 21) M. Gobbetti, A. Corsetti: *Z Lebensm Unters Forsch*, **203**, 82-87 (1996)
- 22) Peter H. A. Sneath: *Bergey's manual of Systematic Bacteriology Volume 2* (Williams & Wilkins Co., U. S. A.), 1232 (1986)
- 23) 微生物生態研究会編: 微生物の生態 (2) (東京大学出版会, 東京), 21-34 (1977)
- 24) 百瀬洋夫, 岡崎直人, 外池良三: 醸協, **63**, 686-688 (1968)
- 25) 百瀬洋夫, 三宅正太郎, 外池良三: 醸協, **64**, 749-750 (1969)
- 26) 乳酸菌研究集談会編: 乳酸菌の科学と技術 (学会出版センター, 東京), 200-205 (2003)
- 27) 井上 喬: ジアセチル (幸書房, 東京), 39-48 (2001)
- 28) Marty-Teyssset, C., Posthuma, C., Lolkema, J., Schmitt, P., Davies, C., Konongs, W.: *J. Bacteriol.*, **178**, 2178-2185 (1996)
- 29) 日本乳酸菌学会編: 乳酸菌とビフィズス菌のサイエンス (京都大学学術出版会, 京都), 158-160 (2010)