

ISSN 1345-5974
2024 - No. 69

令和6年度・第69号

研 究 報 告

Report of
Miyazaki Prefectural Industrial Technology Center &
Miyazaki Prefectural Food Research and Development Center
FY 2024



宮崎県工業技術センター

宮崎県食品開発センター

目 次

宮崎県工業技術センター

【報告】

バイオマス燃焼灰の成分組成が焼結温度におよぼす影響に関する考察	大迫 貴太・猪崎 翔 赤崎 いずみ	1
太陽光パネルの材料リサイクル技術開発	渡邊 利奈・猪崎 翔 原田 秀樹・田頭 宗幸 赤崎 いずみ	7
固体脂を連続相とする油中ナノ粒子分散体の調製	松浦 靖・那須 成裕 山本 建次	11
工業用造影剤としての油中ナノ粒子分散体の応用に関する検討	那須 成裕・松浦 靖 山本 建次	13
デジタルデータを用いたものづくり技術の高度化に関する研究	児玉 尊・下西 裕貴 河野 孝平・布施 泰史	17
シミュレーション技術を用いた品質評価・解析の検討	陰山 翼・下西 裕貴 児玉 尊・布施 泰史	23

宮崎県食品開発センター

【報告】

真空フライ法によるフルーツチップスの特性について……………	高橋 克嘉・加藤 あゆみ 永山 志穂・鳥居 真由美 松井 愛・赤嶺 そのみ……………	27
中低温発酵酵母の選抜と酒類への応用……………	富山 裕規・福良 奈津子 三枝 奈央・越智 洋……………	31
静置発酵法における甕酢の発酵経過について……………	阿萬 尚弥・福良 奈津子 大山 憲一郎・大山 綾夏 久保 誠……………	37

Contents

Miyazaki Prefectural Industrial Technology Center

【Paper】

Discussion on the Influence of the Component Composition of Biomass Ash on the Sintering Temperature

Takahiro OSAKO, Kakeru IZAKI and Izumi AKAZAKI 1

Innovative Material Recycling Technologies for Solar Panels

Rina WATANABE, Kakeru IZAKI, Hideki HARADA, Toshiyuki TAGASHIRA and Izumi AKAZAKI ... 7

Preparation of Nanoparticle-in-Oil Dispersion Using Solid Fat as a Continuous Phase

Yasushi MATSUURA, Shigehiro NASU and Kenji YAMAMOTO 11

Study on Application of Nanoparticle-in-Oil Dispersion as Industrial Contrast Agents

Shigehiro NASU, Yasushi MATSUURA and Kenji YAMAMOTO 13

Study on the Advancement of Manufacturing Technology Using Digital Data

Takeru KODAMA, Yuki SHIMONISHI, Kohei KAWANO and Yasufumi FUSE 17

Examination for Quality Evaluation and Analysis Using Simulation Technology

Tsubasa KAGEYAMA, Yuki SHIMONISHI, Takeru KODAMA and Yasufumi FUSE 23

Miyazaki Prefectural Food Research and Development Center

【Paper】

Characteristics of Fruit Chips by Vacuum Frying Method

Katsuyoshi TAKAHASHI, Ayumi KATO, Shiho NAGAYAMA, Mayumi TORII, Ai MATSUI
and Sonomi AKAMINE 27

Selection of Yeasts for Fermentation at Moderate to Low Temperatures and their Application to Alcoholic Beverages

Yuki TOMIYAMA, Natsuko FUKURA, Nao MIEDA and Hiroshi OCHI 31

Fermentation Process of Vinegar in a Jar Using the Static Fermentation Method

Naoya AMAN, Natsuko FUKURA, Kenichiro OHYAMA, Ayaka OHYAMA and Makoto KUBO 37

バイオマス燃焼灰の成分組成が焼結温度におよぼす影響に関する考察

大迫 貴太^{*1}・猪崎 翔^{*2}・赤崎 いずみ^{*3}

Discussion on the Influence of the Component Composition of Biomass Ash on the Sintering Temperature

Takahiro OSAKO, Kakeru IZAKI and Izumi AKAZAKI

バイオマスの燃料利用における課題であるクリンカの発生に関して、バイオマスの成分組成からその発生温度を評価する指標が望まれている。本研究では木質および、草本バイオマス5種を対象に、それらの燃焼灰を用いて、クリンカ発生温度（焼結温度）を測定し、焼結温度と成分組成とを比較し、その結果から、使用した5種のバイオマスにおける、成分組成による焼結温度の評価指標（定義式）についての考察を行ったので報告する。また、水洗浄により、特定成分を低減したバイオマスを用いて、同指標の有用性を確認したので併せて報告する。

1 はじめに

近年、温室効果ガスの排出量削減の実現に向けて、発電や熱利用といった分野において、化石燃料から、再生可能エネルギーであるバイオマスへの転換が進んでおり、バイオマス発電の市場規模は2022年度に40,000 GWhを超え、今後も増加すると推計されている¹⁾。

現在の発電用途の再生可能エネルギーの80%以上が木質バイオマスであり²⁾、その調達については、発電事業者へのアンケートで、全国平均で約4割が「調達が難しくなる見込み」と回答する³⁾など、安定的な調達が難しくなることが見込まれる。このことから、今後は、現在利用の進んでいないバイオマスも需要が高まることが予想される。

当センターではこれまでバイオマスにおける、クリンカと呼ばれる、燃焼灰塊状物の発生防止に関する研究を実施し、複数のバイオマスにおいて、クリンカの防止手法を開発している⁴⁾⁵⁾。バイオマスの性状は多様であり、これまでの研究で、バイオマスにより燃焼灰の焼結温度が異なることがわかっている。多様なバイオマスの燃料利用に向けては、燃焼

装置の安定操業の観点から、バイオマス燃焼灰の焼結温度の事前評価が重要となる。

一方、石炭の分野では燃焼時の灰付着（スラッシングやファウリング）について、その成分組成から評価する指標がいくつか考案されている⁶⁾。スラッシング（＝火炎からのふく射を受ける電熱面に生じる灰粒子の付着⁶⁾）に関する指標の一例である

「Base-acid 比」を下式(1)（酸化物表記，wt%）に、適用条件・評価指標を表1に示す。

$$\frac{\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{CaO} + \text{MgO} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}}{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2} \quad \dots (1)$$

表1 Base-acid 比の適用条件および評価指標

適用条件 褐炭：CaO + MgO > Fe₂O₃

評価基準

少	中	大	シビア
< 0.5	0.5 ~ 1.0	1.0 ~ 1.75	> 1.75

しかし、バイオマスにおいては、成分組成からクリンカの発生を評価する指標は得られていない。

そこで、本研究では、バイオマス燃焼灰の成分組成から焼結温度を評価・予想する指標（定義式）の構築を目的として、木質・草本バイオマス5種を用いて、燃焼灰の焼結温度の測定および、成分組成

*1 資源環境部（現 宮崎県環境森林部環境管理課）

*2 資源環境部

*3 資源環境部（現 宮崎県衛生環境研究所）

と焼結温度の比較を行い、指標に関する考察を行った。また、バイオマス燃焼灰中の水溶性成分低減を目的として水洗浄を施したバイオマス燃焼灰を調製し、導出した指標の有用性を確認したので併せて報告する。

2 実験方法

2-1 バイオマス燃焼灰の成分分析

本報で使用したバイオマスは表2のような略称で示すこととした。

表2 使用したバイオマスとその略称

バイオマス	本報中の略称
木質バイオマス①	A
木質バイオマス②	B
木質草本混合バイオマス	C
草本バイオマス①	D
草本バイオマス②	E

バイオマスCは、バイオマスDと木質バイオマスを混合したものである。

これらのバイオマスを電気炉にて550℃で加熱して燃焼灰を調製し、蛍光X線分析装置（Rigaku, ZSX Primus IV）により成分分析を行った。

2-2 バイオマス燃焼灰の焼結温度の測定

バイオマス燃焼灰の焼結温度は、燃焼灰の示差熱・熱重量測定による「熱挙動」と、焼結試験による「所定の加熱温度における焼結程度」を比較することにより決定する手法を考案し、検討を行った。

2-2-1 示差熱・熱重量測定

バイオマス燃焼灰の熱挙動を測定するため、示差熱・熱重量測定（TG-DTA）（示差熱・熱重量同時測定装置（Rigaku, TG8120）に供した。測定は大気雰囲気にて行った。

2-2-2 焼結試験

焼結試験は燃焼灰をアルミナボート上で、電気炉にて、所定の温度で2時間加熱し、燃焼灰の焼結程度を手触りで確認することにより行った。

2-3 焼結温度評価指標の検討

成分分析の結果から、バイオマス燃焼灰中に多く含まれる、ケイ素（Si）と金属元素6種（ナトリウ

ム（Na）、マグネシウム（Mg）、アルミニウム（Al）、カリウム（K）、カルシウム（Ca）、鉄（Fe））に着目し、検討を行った。

これらの元素のうち、桑尾らの報告⁷⁾によると、一般的にKやSiが多く含まれるとクリンカが発生しやすい、つまり焼結温度が低下することが知られている。一方で、既往の研究⁴⁵⁾において、バイオマスのクリンカ発生防止に酸化マグネシウムや酸化アルミニウムが有効であると確認されているなど、バイオマスの主要成分中には、焼結温度の低下に、正の影響、負の影響を持つものが混在していると言える。

そこで指標（定義式）は、これらの元素の組成（wt%）を、Base-acid比のような比の値として表現することとし、各燃焼灰における計算結果と焼結温度を比較し、その相関の強さから指標を決定することとした。

2-4 バイオマス燃焼灰の水洗浄

木質バイオマスB燃焼灰および、草本バイオマスE燃焼灰について、水洗浄をそれぞれ行った。水洗浄は、燃焼灰を超純水中でかくはんすることにより行った。かくはん時間は1時間とした。

かくはん後、乾燥した燃焼灰を水洗浄燃焼灰とし、蛍光X線分析により成分組成および、焼結温度の測定を行い、指標との比較を行った。

3 結果および考察

3-1 バイオマス燃焼灰の成分分析

表3にバイオマス燃焼灰成分分析結果を示す。

表3 バイオマス燃焼灰の成分組成（金属表記，wt%）

成分	A	B	C	D	E
Na	0.90	0.15	0.91	0.13	0.38
Mg	4.34	15.99	4.16	4.16	6.17
Al	8.38	0.09	8.77	0.41	0.06
Si	17.51	33.24	31.28	31.28	21.74
K	7.83	34.21	21.31	41.54	52.14
Ca	49.62	4.82	22.93	5.79	6.01
Fe	6.23	2.05	4.82	0.46	0.23
Other	5.20	9.45	5.82	16.24	13.26

いずれのバイオマスもSi、K、Caなどの元素が多く含まれることがわかった。

3-2 バイオマス燃焼灰の焼結温度の測定

バイオマス A 燃焼灰における TG-DTA の結果を図 1 に、焼結試験の結果を表 4 に示す。

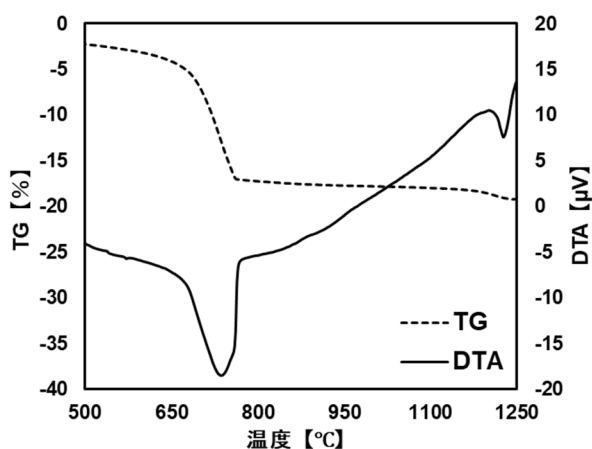


図 1 バイオマス A 燃焼灰の TG-DTA

表 4 バイオマス A 燃焼灰の焼結試験結果

加熱温度 【℃】	1000	1100	1150	1200
焼結程度 (手触り)	○	○	△	×

○：手で簡単に崩すことができる

焼結程度 △：手で崩すことができる程度の焼結

×：手で崩すことができない焼結

TG-DTA の結果では、740℃付近、1230℃付近に DTA の吸熱ピークが見られたものの、いずれも質量減少を伴っており、燃焼灰の溶融を判定することはできなかった。しかし、燃焼灰の焼結試験結果と比較すると、A 燃焼灰は、加熱温度 1200℃で強く焼結しており、吸熱ピークが生じた温度と概ね一致した。また、複数回の実施でも、吸熱ピークの温度再現性は良好だったことから、本吸熱ピークは溶融反応に起因して生じたものと断定し、焼結温度を測定した。

そのほか、4 つの燃焼灰についても TG-DTA の結果と、焼結試験の結果を比較したところ、DTA の吸熱ピークと、焼結試験における強い焼結が生じる温度が概ね一致することを確認した。表 5 に各バイオマス燃焼灰の焼結温度測定結果を示す。なお、焼結温度は、TG-DTA を 3 回実施した平均値とした。

表 5 各バイオマス燃焼灰の焼結温度 (℃)

A	B	C	D	E
1204.4	949.9	1176.6	780.0	901.0

焼結温度は木質系バイオマスの方が、草本系バイオマスに比べ、比較的高いことがわかった。また、木質系と草本系を混合すると、焼結温度は上昇した。

3-3 焼結温度評価指標の検討

燃焼灰中の上述の 7 成分の組成からなる指標 (定義式) を構築し、その計算結果と焼結温度を比較し、相関を確認したところ、以下の式(2) (金属表記, wt%) において、図 2 のような強い相関を得ることを確認した。

$$\frac{\text{Si} + \text{K} + \text{Fe}}{\text{Na} + \text{Mg} + \text{Al} + \text{Ca}} \quad \dots (2)$$

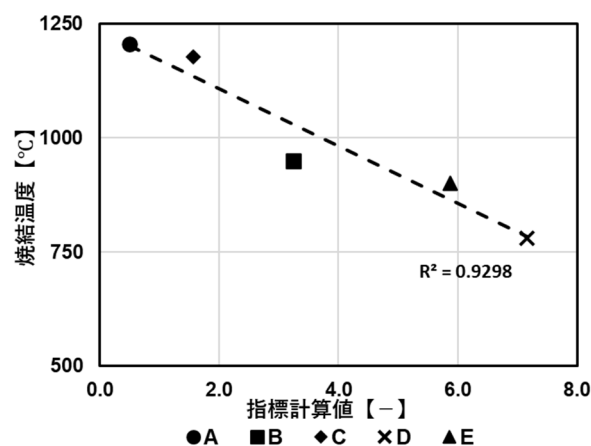


図 2 各燃焼灰における指標計算値と焼結温度の関係

本指標では、カリウム・ケイ素を含む 3 種の元素が増加すると、燃焼灰焼結温度は減少するという相関が得られ、同 2 種の元素が、バイオマス燃焼灰の焼結温度低下に影響するという報告⁷⁾と矛盾しない結果となった。

3-4 洗浄燃焼灰における指標の有用性

水洗浄を行ったバイオマス B 燃焼灰およびバイオマス E 燃焼灰の成分分析結果および、焼結温度を表 6 に示す。

表 6 水洗浄を施した B 燃焼灰および E 燃焼灰の成分組成（金属表記，wt%）・焼結温度（℃）

成分	未洗浄 B	水洗浄 B	未洗浄 E	水洗浄 E
Na	0.15	0.11	0.38	0.26
Mg	15.99	16.61	6.17	9.92
Al	0.09	0.11	0.06	0.11
Si	33.24	44.09	21.74	39.08
K	34.21	23.18	52.14	30.24
Ca	4.82	5.49	6.01	10.59
Fe	2.05	2.15	0.23	0.40
Other	9.45	8.26	13.26	9.40
焼結温度	949.9	743.1	901.0	774.2

バイオマス B 燃焼灰，E 燃焼灰のいずれにおいても，水洗浄によりカリウムの含有率が大きく減少したが，そのほかの元素は大きな変化は確認されなかった。また，洗浄した燃焼灰において，その焼結温度は洗浄前と比べて，低下していることが確認された。燃焼灰中のカリウムが低減するため，焼結温度は上昇するかと考えたが，逆の結果となった。

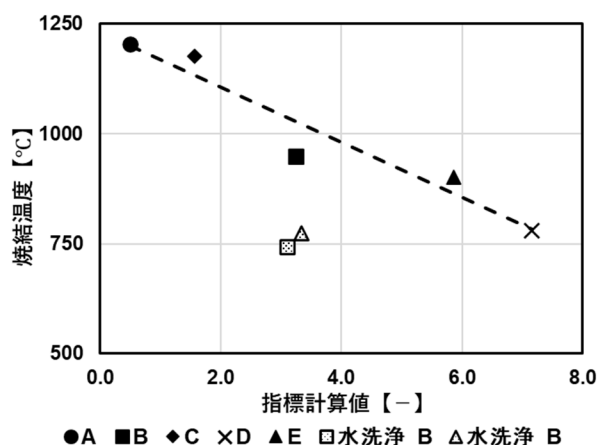


図 3 水洗浄燃焼灰の指標計算値と焼結温度の関係

次に図 3 に，水洗浄燃焼灰における指標計算値と焼結温度の関係を示す。水洗浄燃焼灰の焼結温度は，指標から評価される焼結温度よりも低く，同指標では，少なくとも水洗浄のように，特定の成分を低減した場合には，評価精度が落ちることが考えられた。この原因として，バイオマス燃焼灰においては，本指標に用いたカリウム以外にも焼結温度低下

に寄与する成分が存在することや，本指標を適用可能な，成分組成に関する条件が存在すること，などが考えられた。

今後は，より多くのバイオマスについて，高い精度で燃焼灰の焼結温度を評価できる指標の構築に向けて，より多様なバイオマスについて調査を行うとともに，今回，指標に取り入れなかった非金属元素についても検討を行う。

4 まとめ

バイオマス燃焼灰の成分組成から，焼結温度を評価する指標の構築に向けて，燃焼灰における焼結温度の測定を行い，成分組成から構築した指標と比較することで次の知見が得られた。

- (1) 木質系・草本系バイオマス 5 種における検討の結果，燃焼灰中の 7 種の元素に着目したところ，焼結温度評価指標として「 $(\text{Si}+\text{K}+\text{Fe}) / (\text{Na}+\text{Mg}+\text{Al}+\text{Ca})$ 」が導出された。
- (2) バイオマス燃焼灰の水洗浄により，燃焼灰の焼結温度は低下した。
- (3) 水洗浄により特定の成分を低減した燃焼灰 2 種においては，評価指標の精度は低く，その理由として以下の点が考えられた。
 - ① バイオマス燃焼灰の焼結温度低下には，今回検討を行った 7 種以外の元素も寄与する。
 - ② バイオマス燃焼灰の成分組成について，指標の適用条件が存在する。

5 参考文献

- 1) 株式会社矢野経済研究所 HP:
https://www.yano.co.jp/press-release/show/press_id/3376
- 2) NPO 法人バイオマス産業社会ネットワーク:バイオマス白書 2024(2024)
- 3) 一般社団法人日本木質バイオマスエネルギー協会:木質バイオマス発電 現状と課題(2024)
- 4) 溝口進一，竹田智和，落合克紀，嶋貫祐次，久木崎雅人:宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告，60，5-8(2015)

- 5) 大迫貴太, 溝口進一, 赤崎いずみ: 宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, **65**, 1-4(2020)
- 6) 辻博文, 日恵井佳子, 若林信行, 白井裕三: 日本エネルギー学会誌, **89**, 893-902(2010)
- 7) 桑尾房子, 十川紘一, 山村貞雄: 高知県環境研究センター所報, **27**, 61-67(2010)

太陽光パネルのマテリアルリサイクル技術開発

渡邊 利奈^{*1}・猪崎 翔^{*1}・原田 秀樹^{*2}・田頭 宗幸^{*3}・赤崎 いずみ^{*4}

Innovative Material Recycling Technologies for Solar Panels

Rina WATANABE, Kakeru IZAKI, Hideki HARADA
Toshiyuki TAGASHIRA and Izumi AKAZAKI

結晶シリコン太陽電池モジュールを用いて、マテリアルの分離方法および用途の開発を行った。セルシートの破碎分離工程では、風力選別機と二段式薄流型湿式選別装置を組み合わせることにより、清浄度の高いマテリアル分離を実現した。また、有価金属の回収方法としては、酸を用いたエッチング法を検討した。濃硝酸にフッ化水素酸を添加した混合溶液を用いて試験を行ったところ、液比 100 : 1 程度でも銀の溶出速度が飛躍的に上昇することが明らかとなった。さらに、樹脂のリサイクル用途開発では油化技術の適応可能性について検討した。実験により、熱分解による炭化水素の生成が確認され、化成品原料としての利用可能性が示唆された。

1 はじめに

近年、太陽光発電は再生可能エネルギーの中で特に注目を集めており、2012年に固定価格買取制度（FIT）が導入されて以降、大幅に増加してきた。太陽光パネルの製品寿命は約 25～30 年とされており、2030 年頃からはパネルの廃棄量が急激に増加すると予測されている。また、令和 7 年 2 月に閣議決定された第 7 次エネルギー基本計画において、2040 年度の太陽光発電の電源構成割合は 23～29%への引上げ（2022 年実績値は 9.2%）が示されており¹⁾、太陽光発電の更なる増加が予測される。このような状況の中、使用済み太陽光パネルの廃棄量は年間で最大約 45 万トンに達する見込みであり、管理型最終処分場の圧迫が懸念されている²⁾。

今回我々は、パネルの各構成部材に対し、経済合理性および少量排出期から大量排出期までシームレスに繋がる用途の開発と、そのために必要なパネルの分解技術の開発および回収物の用途開発を行っ

た。太陽光パネルは製造会社や製造日からの経過年数等により、成分組成やマテリアルの分離性が異なる。今回は、様々な性状のパネルに適応可能な技術の開発研究を行い、実験の結果から一定の成果を得たので報告する。

2 実験方法

2-1 マテリアル分離方法の検討

結晶シリコン太陽電池モジュールの構造を図 1 に示す。外装のアルミフレーム、厚さ約 3mm のカバーガラスおよびセルシート（発電セル）から構成されている。今回検討した方法では、アルミフレームを外し、ガラスをセパレーターで剥離選別したのち、セルシートを破碎して風力選別機と二段式薄流型湿式選別装置（図 2）により分離した。水中にお

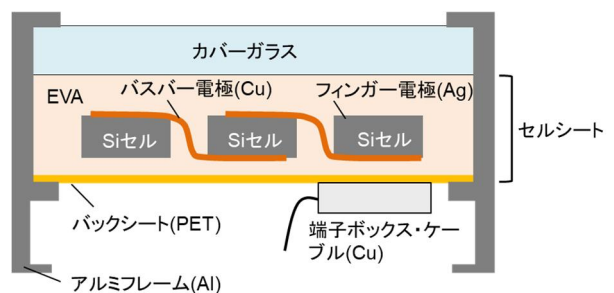


図 1 結晶シリコン太陽電池モジュールの構造

*1 資源環境部
*2 ソーラーフロンティア株式会社 PV リサイクル事業室（現 技術品質安全本部）
*3 資源環境部（現 宮崎県環境森林部環境森林課）
*4 資源環境部（現 宮崎県衛生環境研究所）

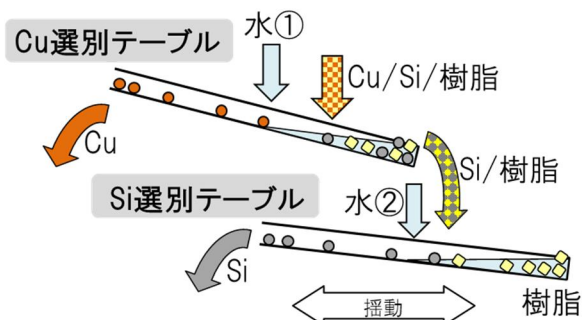


図2 二段式薄流型湿式選別装置の構造および分離のイメージ

ける粒子の運動方向や搬送距離は粒子の比重と粒径によって決定づけられる³⁾。セルシート破砕物をまず風力選別機に投入し小粒子を選別したのち、ある程度粒径の揃った残りのサンプルを二段式薄流型湿式選別装置で比重別に分離した。

各サンプルの有機物量は強熱減量試験により評価した。サンプルを電気炉（ADVANTEC, KM-280）で600℃、3時間加熱し、加熱前後の変化重量を有機物量として算出した。なお、事前の予備試験において、3時間以上の加熱で重量変化が生じないことを確認している。その後、加熱後サンプルの元素組成を蛍光X線分析装置（XRF, Rigaku, ZSX PrimusIV）を用いて分析した。XRFはRh端窓X線管を用いて、30-50 kV、48-80 mAで測定した。

2-2 有価金属のエッチング抽出試験

セルシートから有価金属を抽出する方法として、濃硝酸（HNO₃）およびフッ化水素酸（HF）によるエッチングを検討した。①HNO₃のみ、②HNO₃：HF=9：1、③HNO₃：HF=99：1の溶液をそれぞれテフロンビーカーに50 mLずつ秤取り、セルシート破砕物10gを加えて静置した。1、2、4、8分および1日後にサンプルを採取し、0.3M硝酸溶液で希釈してICP発光分析装置（Shimadzu, ICPS-7510）でAgを定量分析した。測光方式はラジアルとし、分析波長は328.068 nmとした。なお、②および③は前処理として、分取した溶液をヒーターを用いて105℃で蒸発乾固させたのち、0.3M硝酸溶液で定容したものを測定に供した。

2-3 樹脂の油化試験

セルシート破砕物の分離によって得た樹脂は主に

表1 GCMS 測定条件

(上層サンプル)	
装置	条件
GC	7890B GC, Agilent
MSD	5977AMSD, Agilent
メソッド	
気化室温度	230℃
カラム	DB-WAX(φ0.25 mm×60 m, 膜圧0.25 μm)
キャリアガス	He, 1 mL/min
オープン温度	40℃(2 min)→230℃ (2℃/min)
注入量	1 μL
イオン源温度	230℃
四重極温度	150℃
m/z 範囲	20—450
(下層サンプル)	
装置	条件
GC	GC-2010, Shimadzu
MSD	GCMS-QP 2010, Shimadzu
メソッド	
気化室温度	230℃
カラム	DB-WAX(φ0.25 mm×30 m, 膜圧0.25 μm)
キャリアガス	1.3 mL/min
オープン温度	50℃(5 min)→230℃ (4℃/min)
注入量	1 μL
イオン源温度	200℃
四重極温度	230℃
m/z 範囲	30—400

EVAとPETで構成されているが、これらの樹脂を油化リサイクルできるか検討を行った。PEやPP等のプラスチック油化技術については、様々な研究がされ、実用化されている。しかし、EVAについてはあまり知見がなかったほか、PETについては配管閉塞による油化阻害が報告されている⁴⁾⁶⁾。試験は、不活性ガスを流通させながら揮発物を反応器外部で冷却して回収する開放系により行った。樹脂破砕物を窒素雰囲気中で外部電気炉により420～450℃まで加熱し、気化した物質を冷却して液体サンプルを得た。

得られた液体サンプルをガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）で測定し、成分分析を行った。上層サンプルはヘキサンに溶解希釈後、0.2 μm フィルターでろ過したのち、GC-MSに注入測定した。下層サンプルは、超純水で100倍希釈したのち、揮発成分をSPMEファイバー（CW/PEG）に吸着させてGC-MSに導入測定した。GC-MS条件は表1のとおり。

3 結果および考察

3-1 マテリアル分離方法の検討

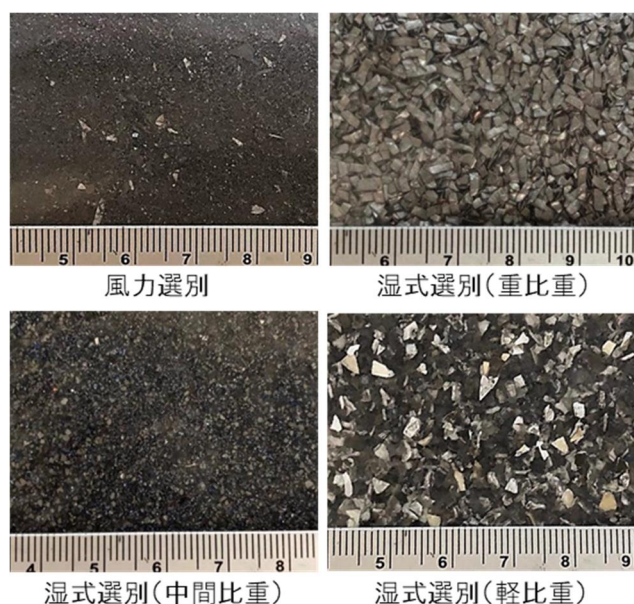


図3 パネルの破碎分離後サンプル写真

表2 パネルの破碎分離後サンプル組成

	Si	Cu	Ag	(単位: %)	
				有機物	その他
風力選別	57.49	0.15	2.50	30.60	9.26
湿式選別(重比重)	0.94	66.17	0.50	<0.1	32.29
湿式選別(中間比重)	89.96	0.98	1.50	0.71	6.85
湿式選別(軽比重)	12.07	0.01	0.15	84.84	2.95

風力選別および湿式選別したサンプルの写真を図3に示す。風力選別により得たサンプルでは、数百 μm 程度までの微小な灰色粒子と少量の白片が見られた。白片は電気炉で加熱すると消失したことから樹脂と判断した。また、XRFの結果(表2)から、灰色微粒子はSi(Ag含む)であると判断された。また、湿式選別で得られたサンプルの結果から、重比重側にバスバー電極(Cu)、中間比重側に粒状Si(Ag含む)、軽比重側に樹脂が主に選別されることが明らかとなった。各材料の比重はCu: 8.96, Si: 2.33, EVA: 0.92~0.95, PET: 1.34~1.39 g/cm^3 であり、これらの数値から予測される結果と一致することから、セルシート破碎物の分離において、比重効果の実効性が確認できた。

3-2 有価金属のエッチング抽出試験

太陽電池モジュールに含まれるAgは塩化水素(HCl)と反応してAgCl沈殿を起こすため、エッチング溶液に用いる酸には HNO_3 を採用した。ま

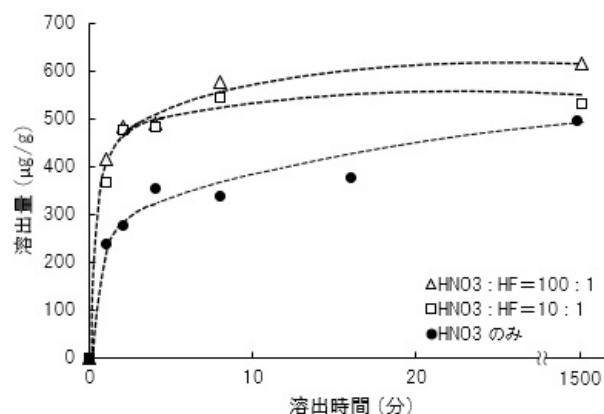


図4 エッチング時間に対するセルシート破碎物1gあたりのAg溶出量のプロット

た、太陽光パネルの製造に用いられるAg電極ペーストには、Ag粒子の他に、基板との接着強度を得るためのガラス粒子が含まれている。製造工程において導電性を得るための焼成が行われるが、その際、ガラス粒子は熔融固化してAg粒子と接着する。そのため、単に HNO_3 を用いるだけでは効率的な金属抽出ができないことが考えられた。そこで、本実験では HNO_3 に加えてHFとの混合溶液を用いた抽出方法の検討を行った。セルシート破碎物1gあたりのAg溶出量をエッチング時間とともにプロットしたグラフを図4に示す。エッチング開始と共にAgは急速に溶出し、飽和値に近づくにつれてなだらかな上昇を示した。24時間以上経過すると、 HNO_3 のみを用いたものも、飽和値に近いAgの溶出がみられた。一方、HFを用いた場合、反応開始初期から急激な溶出が確認された。 HNO_3 :HF=100:1, 10:1いずれも8分時点でAg溶出量は飽和値の90%以上に達しており(28時間後の溶出量を飽和値として算出)、 HNO_3 のみの場合よりもHFとの混合溶液を用いた方が、より早くAgを溶出できることが明らかとなった。また、HF濃度は液比100倍程度の少量を添加するだけでも十分な効果が得られることが分かった。

3-3 樹脂の油化試験

樹脂から得た油化物は上下2層に分かれていた。GC-MS分析の結果を表3に示す。上層は主成分として炭素数8~21の炭化水素のほか、芳香族化合物等が確認された。下層はEVA由来と考えられる酢酸と芳香族化合物等が検出された。これらのこと

表3 樹脂油化サンプルの GCMS 成分分析

検出物質	
上層	アルカン (C9~C21) , アルケン (C8~C19) , トルエン, キシレン, ナフタレン等
下層	アセトフェノン, ナフタレン, 酢酸, トルエン, スチレン, アセトン, ベンゼン等

から、EVA を熱分解可能であること、また、EVA 分解時に発生した酢酸は簡単に分離可能であり、化成品原料として利用可能な油化物が得られることが明らかとなった。

さて、セルシートを破砕して得られる樹脂は、EVA に次いで PET を多く含んでいる。過去の報告により、PET は油化が難しい成分として知られている。PET を熱分解すると、昇華性のテレフタル酸が生成され 300℃以下では固体となるほか^{4),5)}、テレフタル酸のカルボキシル基が再度反応してエステルを生成し、油化装置の配管閉塞を引き起こすためである⁶⁾。しかし、本実験では閉塞が起こることなく油化物を得ることができた。理由として、サンプル中に共存する成分による閉塞物質の生成抑制が考えられた。TiO₂は水素を豊富に有するプラスチックからヒドリドイオンを引き抜き、カルボキシル基の脱炭酸を促進させることにより配管閉塞物質の生成を抑制することが報告されている⁶⁾。樹脂サンプルの熱分解後の残渣を蛍光 X 線分析したところ、約 1.24~7.02 wt% の Ti を含有しており、バックシートに含まれる Ti が閉塞物質の生成抑制に寄与した可能性が示唆された。

4 まとめ

本報告では、太陽電池モジュールのリサイクル研究における開発技術の一部を紹介した。破砕分離工程における有用な分離方式や、有価金属を効率的にエッチング回収する技術、さらに樹脂の熱分解を用いた油化プロセスについて検討を行い、材料リサイクルの実用化に向けた技術の開発を行うことができた。これらの技術は廃棄物の削減だけに留まらず、資源の再利用を促進し、環境負荷を軽減するための重要な手段となる可能性を有している。今後もさらなる技術開発を行っていくことにより、持続可能な社会の実現に寄与したいと考える。

5 参考文献

- 1) エネルギー基本計画, 令和 7 年 2 月, 経済産業省資源エネルギー庁
- 2) 太陽光発電設備リサイクル制度小委員会令和7年3月 21 日 中央環境審議会循環型社会部会太陽光発電設備リサイクル制度小委員会・産業構造審議会イノベーション・環境分科会資源循環経済小委員会太陽光発電設備リサイクルワーキンググループ 合同会議(第9回)
- 3) 大木達也, 大和田秀, 四元弘毅, 小林幹男, 松浦太樹, 資源と素材, **121**, 275-283(2005)
- 4) F. Villain, J.Coudane, M. Vert: Polym. Deg. Stab. , **43**, 431-440(1994)
- 5) G. Montaudo, C. Puglisi, F. Samperi: Polym. Deg. Stab. , **42**, 13-28(1993)
- 6) 角田雄亮, 佐藤貴宗, 菅野元行, 平野勝巳, 廃棄物資源循環学会論文誌, **23**, 217-223(2012)

固体脂を連続相とする油中ナノ粒子分散体の調製*

松浦 靖^{*1}・那須 成裕^{*2}・山本 建次^{*1}

Preparation of Nanoparticle-in-Oil Dispersion Using Solid Fat as a Continuous Phase

Yasushi MATSUURA, Shigehiro NASU and Kenji YAMAMOTO

本研究は、見える化を付与した計測・観察の高度化に関する研究の一つとして、当県が保有する油中ナノ粒子分散体の製造技術に係る特許を活用し、連続相に固体脂を用いた油中ナノ粒子分散体の調製および電子顕微鏡観察によるナノ粒子の見える化について検討した。その結果、特許に記載の製法により、固体脂を用いた油中ナノ粒子分散体調製が可能であり、かつ、ナノ粒子観察像取得による見える化ができたことで、本技術のさらなる実用化の推進につながる技術データの蓄積に至った。

1 はじめに

当県の特許技術である「油中ナノ粒子分散体の製造方法」（特許第 6582283 号）は、油に不溶の水溶性物質をナノオーダーで油の中に分散・配合する技術である。本技術は、希望する水溶性物質を溶解した水溶液と界面活性剤を溶解した油剤を混合して得られる W/O エマルションを前駆体とし、気泡発生を伴う沸騰脱水工程を経ることにより、平均粒径 195 nm 以下の分散粒子を得ることができる。本技術は既にスキンケア化粧品など一部の分野で実用化に至っているが、そのほぼ全てがオリーブ油などの液状油を連続相にしたものとなっている。

そこで、本研究では、特許技術を活用した製品や用途の幅を広げるため、固体脂の一種である Cupuacu butter を連続相とした油中ナノ粒子分散体の調製を試みた。また、固体脂分散体中のナノ粒子を電子顕微鏡で観察し、観察像取得による見える化について検討したので報告する。

2 実験方法

2-1 油中ナノ粒子分散体調製

油相は、油剤としてテオブロマグランジフロム種子脂である Cupuacu butter（山桂産業㈱、クパスバター）、界面活性剤としてヘキサグリセ

リン縮合リシノレイン酸エステル（日光ケミカルズ㈱、NIKKOL Hexaglyn PR-15）を用いて調製した。水相は、グリチルリチン酸二カリウム（富士フイルム和光純薬㈱、G2K）の水溶液とした。

本特許技術の基本条件を参考に、水相の G2K 濃度を 1 wt%，油相の界面活性剤濃度を 5 wt% とした。乳化は、50℃に保持した水相および油相をホモジナイザー（IKA, T25 digital ULTRA-TURRAX, シャフトジェネレーターS25N-25F）を用いて、表 1 の条件で行った。

次に、乳化で得られた W/O 前駆体を PTFE 製沸騰石（Saint-Gobain）とともにナスフラスコに移し、ロータリーエバポレーター（IKA, RV10）を用いて表 2 の条件で脱水した。

表 1 乳化条件

水相：油相	1：1（重量比）
乳化	ホモジナイザーによる処理 15 krpm, 1 min → 24 krpm, 0.5 min

表 2 脱水条件

回転数	150 rpm
水浴温度	50℃
減圧脱水	①常圧→5 kPa, 段階的に減圧 ②5 kPa 維持, 気泡発生終了まで

* 油中ナノ粒子分散体の調製技術に関する研究（第4報）
*1 材料開発部
*2 材料開発部（現 宮崎県総務部危機管理局消防保安課）

2-2 ナノ粒子の回収および電子顕微鏡観察

調製した分散体を容量 1.5 mL のマイクロチューブに 0.5 g サプリングし、0.5 mL のヘキサンを加えて希釈・混合した後、遠心分離器（アズワン株式会社, MF-12000）で遠心分離（6900 G, 3 分間）を行い、分散粒子を沈降させた。沈殿をヘキサン 1 mL に再分散させ、遠心分離を行う操作を 3 回繰り返した後、沈殿をヘキサン 0.2 mL で再分散させた。この数滴をカバーガラスに展開した後、速やかにイオンスパッタによる白金-パラジウムコート処理を行い、電界放出形走査電子顕微鏡（株式会社日立ハイテクノロジーズ, S-4800）観察に供した。さらに、回収した粒子が G2K であることを確認するため、当該粒子および調製実験に使用した G2K 試薬について、FT-IR（サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社, Nicolet 6700）による赤外吸収分析（ATR 測定）をそれぞれ実施し、両者の赤外吸収スペクトルを比較した。

3 結果および考察

固体脂である Cupuacu butter を連続相とし、特許技術の基本条件を参考に調製した G2K の分散体の外観を図 1 に示す。固体脂であっても融点以上に温度を保持しながら乳化，沸騰脱水処理を実施することで，連続相を液状油としたときと同様に分散体を調製することができた。

次に，調製した分散体をヘキサンで洗浄後，遠心分離により回収した粒子の電子顕微鏡観察結果を図 2 に示す。当該粒子は，粒径が数十～数百 nm の球状のナノ粒子であることが分かった。

また，回収した粒子の赤外吸収分析結果を図 3

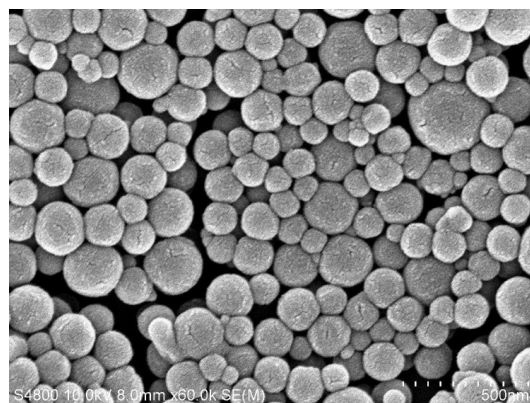


図 2 回収したナノ粒子の電子顕微鏡観察像

に示す。当該粒子の赤外吸収スペクトルは，G2K 試薬の赤外吸収スペクトルとほぼ一致していることから，Cupuacu butter 中に分散しているナノ粒子が G2K であることを確認できた。

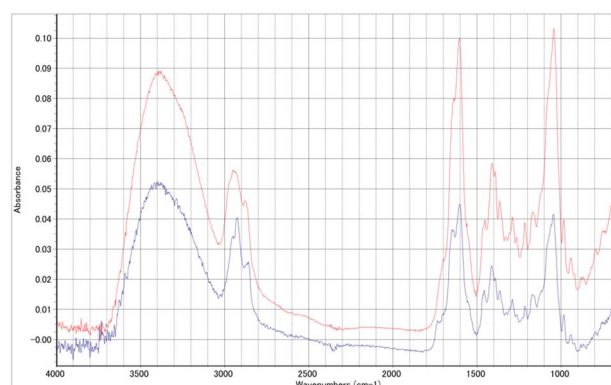


図 3 回収した粒子と G2K 試薬の赤外吸収スペクトル
(上：G2K 試薬，下：回収した粒子)

4 まとめ

固体脂である Cupuacu butter を連続相に用い，特許技術の基本条件を参考に，G2K の分散体調製を試みた結果，固体脂であっても調製時に固相から液相に転換することで，油中ナノ粒子分散体の調製が可能であった。

今後，固体脂の種類や有効成分を変えながら，調製事例数を増やすことで，特許技術を活用した製品と用途の幅を広げていく予定である。

また，動的光散乱光度計等による粒径測定にも並行して取り組むことにより，ナノ粒子の観察画像と粒径測定値を組み合わせた標準データ集（技術や素材の見える化）を拡充する計画である。

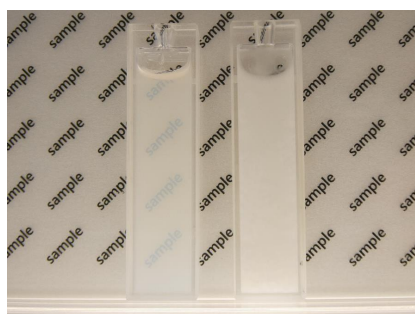


図 1 固体脂を連続相とした油中ナノ粒子分散体の外観
(左：調製直後，右：冷却固化後)

工業用造影剤としての油中ナノ粒子分散体の応用に関する検討*

那須 成裕*¹・松浦 靖*²・山本 建次*²

Study on Application of Nanoparticle-in-Oil Dispersion as Industrial Contrast Agents

Shigehiro NASU, Yasushi MATSUURA and Kenji YAMAMOTO

当県オリジナルの特許技術により調製される油中ナノ粒子分散体について、これまでに調製条件の検討などについて報告を行った。前報では、モデルとして用いた水溶性物質の濃度を基本条件の10倍以上とした場合でも分散体の調製が可能であることや、高濃度の調製条件が分散体の性状に与える影響について報告した。本報告では、油中ナノ粒子分散体のさらなる活用に資するため、透過X線像の撮影に使用される工業用造影剤としての応用に関する検討を行った。X線の性質を元に選定した5種類のセシウム塩について分散体調製を試行し、粒径測定および外観観察により、安定な分散体の調製可能性を明らかにした。また、透過像撮影において分散体が造影剤として機能する様子を簡易的なモデルにより確認することができた。

1 はじめに

当県が独自に開発した「油中ナノ粒子分散体の製造方法」（特許第6582283号）は、油に不溶の水溶性物質を油の中にナノメートルオーダーで分散させる特許技術である。本技術は、界面活性剤を混合した油剤に、所望の水溶性物質が溶解した水溶液を分散させたW/Oエマルション型前駆体を調製する乳化工程と、水が沸騰する温度・圧力条件下で前駆体から水を除去する脱水工程の2工程から成る。

前報¹⁾では水溶性物質の高濃度化に関する検討の中で、水相中のコラーゲンペプチドの濃度を基本条件から10倍以上となる10 wt%超としても分散粒子の平均粒径が195 nm（上記特許技術の上限値）以下の分散体の調製が可能であること、また、油相の界面活性剤の濃度の低下あるいは水溶性物質濃度の上昇に伴って、平均粒径が増大する傾向を示すことを報告した。

本技術は、既に化粧品分野での実用化に成功しており、今後も様々な産業分野での活用が期待される。本検討では、新たな活用先として分析機器による計測・観察に着目し、主に工業製品の不良解析を目的とした透過X線像撮影への応用の可能性を見

いだすこととした。

透過X線像撮影は、検体の内部を非破壊で観察する手法として知られている。X線は物質を透過する性質を有するが、透過する際にX線の一部は物質に吸収される。吸収の割合は物質の厚さおよび密度（原子番号）と正の相関関係にあり、検体を透過したX線の強弱を検出することで、内部構造をコントラストとして反映した像が取得できる。透過像の撮影において課題となるのが、観察する検体の主部と検体に生じたクラックのような異なる構造の間で、十分な濃淡差が得られないケースである。この場合、造影剤が必要となり、検体の腐食を避けるために好ましくは油性のものが求められるが、上市されている油性造影剤のほとんどは医療用途のもので、高額かつ一般的に入手が困難との問題がある。そこで工業用の油性造影剤の提供手段として、原子番号が大きい元素を含む油中ナノ粒子分散体の製造技術の開発に着手した。

これまでに、セシウムを含む水溶性物質について、安定な分散体の調製可能性を明らかにし、また簡易的なモデルではあるが、分散体により透過X線像上で濃淡が生じる様子を、撮影装置を用いた観察によって捉えることに成功したので、その結果を報告する。

* 油中ナノ粒子分散体の調製技術に関する研究（第5報）

*¹ 材料開発部（現 宮崎県総務部危機管理局消防保安課）

*² 材料開発部

2 実験方法

2-1 水溶性物質の検討

本検討では、造影に有効と思われる元素としてセシウム（Cs，原子番号 55）を採用し、表 1 に示す 5 種類の水溶性セシウム塩（全て、富士フイルム和光純薬㈱）を選定した。これらのセシウム塩は、一般試薬として入手が容易であり、かつ、十分に水に対する溶解度を有することを選定理由とした。

表 1 選定したセシウム塩と水に対する溶解度*

(i)	炭酸セシウム	Cs ₂ CO ₃	72.3 wt% ²⁾
(ii)	酢酸セシウム	CH ₃ COOCs	91 wt% ³⁾
(iii)	硫酸セシウム	Cs ₂ SO ₄	64.1 wt% ⁴⁾
(iv)	塩化セシウム	CsCl	65.1 wt% ⁴⁾
(v)	よう化セシウム	CsI	44.0 wt% ⁴⁾

※ 飽和水溶液 100 g (20℃)に含まれる溶質の質量
ただし炭酸セシウムは文献値(260.7 g/100 g)の換算値

油剤として大豆油（富士フイルム和光純薬㈱），界面活性剤としてヘキサグリセリン縮合リシノレイン酸エステル（日光ケミカルズ㈱，NIKKOL Hexaglyn PR-15）を用いた。

本技術の基本条件を参考に、水相の水溶性物質濃度を 1 wt%，油相の界面活性剤濃度を 5 wt% とした。乳化はホモジナイザー（IKA，T25 digital ULTRA-TURRAX，シャフトジェネレーター S25N-25F）を用い、表 2 の条件で行った。

次に、乳化で得られた前駆体を PTFE 製沸騰石（Saint-Gobain）とともにナスフラスコに移し、ロータリーエバポレーター（IKA，RV10）を用いて表 3 の条件で脱水した。

得られた分散体の粒径は動的光散乱光度計（大塚電子㈱，ELSZ-2）により測定した。測定は 25℃においてポリスチレン製ディスポーザブルセルを用い、1 測定 700 回積算を 3 回繰り返して解析用のデータを得た。測定により得られた散乱強度分布の 50%径を平均粒径とし、その値が 195 nm 以下であることを良好な粒径の評価基準とした。

また、造影剤として応用を図る上で、分散粒子が短期間で沈降しない安定な分散体であることが要求されることから、時間の経過による外観変化の観察により、分散体の安定性を評価した。調製直後および 10 日後の分散体をデジタルカメラで撮影して画

表 2 乳化条件

水相：油相	1：1（重量比）
乳化	ホモジナイザーによる処理 15 krpm, 1 min → 24 krpm, 0.5min

表 3 脱水条件

回転数	120 rpm
水浴温度	60℃
減圧脱水	① 常圧→8 kPa，段階的に減圧 ② 8 kPa 維持，分散体透明化まで ③ 8 kPa→5 kPa，気泡発生終了まで

像上で比較を行い、両者に差異が見られないことを良好な安定性の評価基準とした。なお、実用化の際に重要となる長期的な安定性の評価については、今後の研究に委ねることとする。

2-2 高濃度分散体調製の検討

2-1 において水溶性物質濃度 1 wt%で安定な分散体の調製が可能であったセシウム塩を用い、水溶性物質濃度を 10 wt%として分散体の調製を行った。また、水溶性物質濃度の上昇に伴う分散粒子の粗大化を考慮し、界面活性剤濃度を 50 wt%とした。乳化および脱水は表 2，3 の条件で行い、調製した分散体を粒径測定と観察に供した。

2-3 透過 X 線像撮影

毛細管現象によりポリプロピレン製ピペットチップの先端部に分散体を導入したモデル検体を作製し、透過 X 線像を撮影した。撮影は X 線 CT 装置（㈱島津製作所，inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus）を使用し、管電圧 200 kV—管電流 70 μA の条件で行った。

3 結果および考察

3-1 水溶性物質の検討

分散体の粒径を測定した結果（3 測定の平均値）を表 4 に示す。測定は調製工程を完了した分散体をガラス製バイアル瓶に移し替えた後、室温 25℃で 2 時間程度静置したものに対して行った。

水溶性物質ごとに差はあるが、基本条件においてナノオーダーの分散体を得られる結果となった。特に酢酸セシウムおよび硫酸セシウムは平均粒径 150 nm 前後と良好な結果を示した。

表 4 平均粒径測定結果 (3-1)

(i)	炭酸セシウム	(測定不可*)
(ii)	酢酸セシウム	154.3 nm
(iii)	硫酸セシウム	148.3 nm
(iv)	塩化セシウム	283.9 nm
(v)	よう化セシウム	242.2 nm

※ 動的光散乱光度計による積算の過程で複数回にわたり 0 nm を記録した。散乱光の強度不足により正常な測定ができていないと考えられる。

各分散体の調製直後および 10 日後の外観の変化を表 5 ならびに図 1 に示す。

調製直後の時点では、色合いや透明感に差異はあるものの全ての分散体がそれぞれ均一な外観を示していた。10 日後も炭酸セシウム、酢酸セシウムおよび硫酸セシウムは透明感にやや変化が見られたもののそれぞれ均一な外観を示していた。一方で、塩

表 5 外観の変化 (性状, 3-1)

物質名	調製直後	調製 10 日後
(i) 炭酸セシウム	薄黄色, 透明感	薄黄色, 透明感
(ii) 酢酸セシウム	白色, 透明感	白色, 透明感
(iii) 硫酸セシウム	白色, 透明感	白色, 透明感
(iv) 塩化セシウム	白濁	上澄みと白濁, 白沈
(v) よう化セシウム	薄い黄濁	薄い黄濁, 白沈

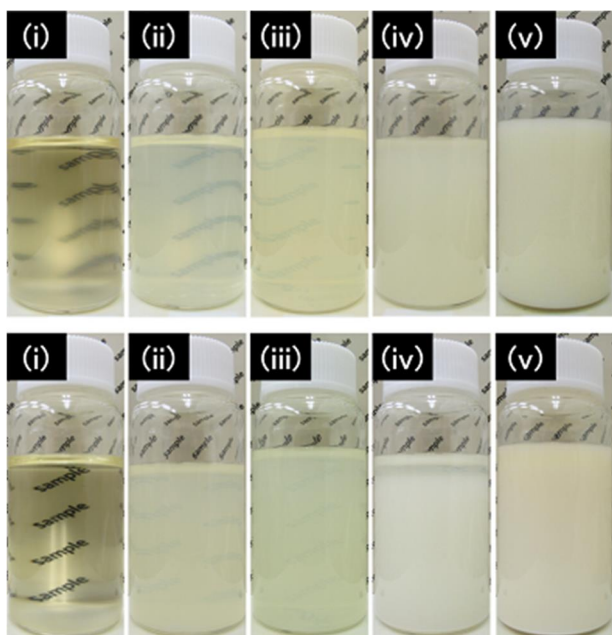


図 1 外観の変化 (画像, 3-1)

(上段: 調製直後, 下段: 調製 10 日後,
(i)~(v)の物質名は表 5 のとおり)

化セシウムおよびよう化セシウムは一昼夜経過した時点から容器底面に白色の沈殿物が生じ始め, 10 日後には生じていた沈殿物が見目に顕著なものとなっていた。すなわち, 調製した分散体が良好な安定性を示したのは, 炭酸セシウム, 酢酸セシウムおよび硫酸セシウムの 3 物質であった。

以上の結果から, 当 3 物質を次の試験に供することとした。

3-2 高濃度分散体調製の検討

水溶性物質および界面活性剤の濃度を 3-1 の 10 倍とし, 水溶性物質に炭酸セシウム, 酢酸セシウムおよび硫酸セシウムを用いて調製した分散体の粒径を表 6 に示す。

平均粒径は 195 nm を優に下回っており, 当 3 物質においても前報の高濃度化に資する調製条件を用いてナノオーダーに微細化された分散体を得られることを確認した。

表 6 平均粒径測定結果 (3-2)

(i)	炭酸セシウム	117.6 nm
(ii)	酢酸セシウム	123.3 nm
(iii)	硫酸セシウム	108.0 nm

調製直後および 10 日後の外観変化を表 7 ならびに図 2 に示す。

炭酸塩は調製直後の透明感は損なわれたが, 10 日後においても一様に褐色の外観を維持しており, 沈殿物は視認されなかった。ただし, 調製直後と比較して流動性が低下している様子が確認された。酢酸塩は調製直後には一様に白濁していたが, 経過とともに振とうによる再分散は困難な白色沈殿が生じた。硫酸塩は調製直後から 10 日後に一様に白濁した外観を維持しており, 沈殿物や流動性の低下は確認されなかった。

表 7 外観の変化 (性状, 3-2)

物質名	調製直後	調製 10 日後
(i) 炭酸セシウム	褐色 透明感	褐濁 流動性低下
(ii) 酢酸セシウム	白濁	黄濁, 白沈
(iii) 硫酸セシウム	白濁	白濁

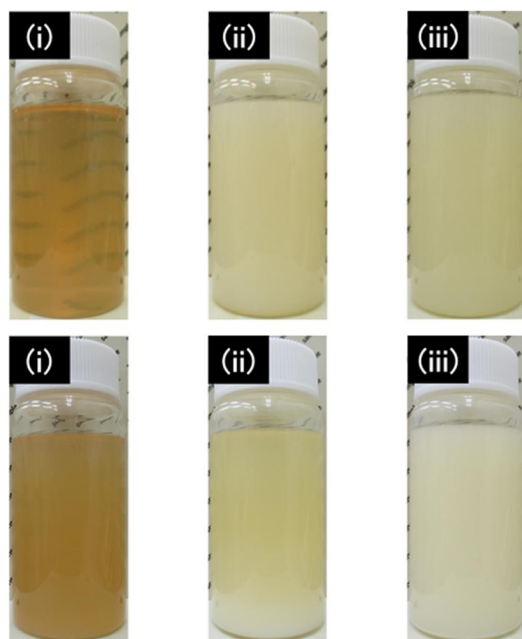


図 2 外観の変化（画像，3-2）
（上段：調製直後，下段：調製 10 日後，
（i）～（iii）の物質名は表 7 のとおり）

以上から，水溶性物質濃度 10 wt%，界面活性剤濃度 50 wt% の条件において調製した分散体の安定性は硫酸塩が最も優れており，次いで炭酸塩，酢酸塩の順に優れているとの結果が得られた。

3-3 透過 X 線像撮影

作製した検体モデルを透過像撮影に供した結果を図 3 に示す。ただし，酢酸セシウムについては，沈殿物を除く上層のみを使用した。

今回のモデルではチップ壁部を実際の検体の主部，空洞部をクラックと見立てて，分散体の造影剤

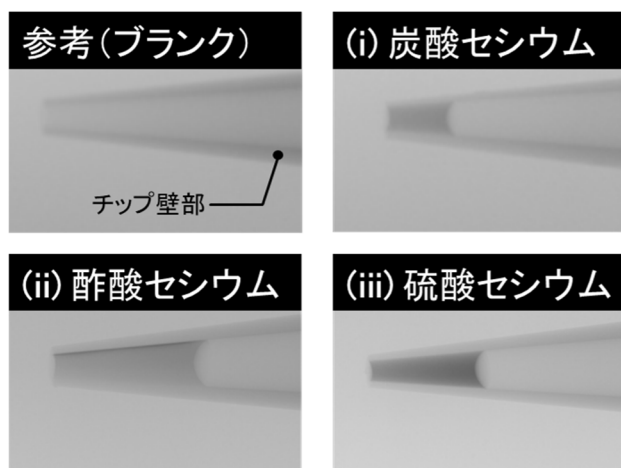


図 3 透過 X 線像（倍率は任意）

としての機能を検討した。全ての検体において分散体導入部は造影されていたが，その濃淡には違いが見られた。比較すると酢酸塩は壁部と導入部の濃淡差がほとんどなかった。一方で，炭酸塩および硫酸塩は差が生じていた。特に硫酸塩は一際強く造影される様子が見て取れた。実際の撮影に置き換えると，クラック形状の識別に有利であると言える。

以上の結果から，硫酸セシウム分散体がより高い造影能を有するものと判断した。

4 まとめ

油中ナノ粒子分散体の工業用造影剤としての応用可能性を検討するため，5 種類のセシウム塩の分散体調製を試行し，粒径，安定性，造影能の評価を行った。その結果，一部の塩においては 195 nm 以下の安定な分散体を得られた。また，濃度条件により，分散体が造影剤として機能する様子を透過 X 線像撮影で確認した。特に硫酸セシウム分散体は先に挙げた評価項目全てにおいて良好な結果を示した。本検討は，油相および水相の濃度設定などに検討の余地を残すものではあるが，油中ナノ粒子分散体の工業用造影剤としての高い応用可能性が示唆される結果を得た。

そのほか，本検討では水溶性物質のカチオンをセシウムに限定して分散体の調製を行ったが，アニオンの種類によって分散体の性状や造影能に違いが見られたことから，アニオンが分散体の性状等に影響を及ぼすことが示唆された。さらなる探索については今後の研究に期待するものである。

5 参考文献

- 1) 下池正彦，赤木剛，山本建次，清水正高，高木哲哉：宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告，**67**，9-14(2022)
- 2) 南條正男：化学大辞典 5，共立出版(株)，728 (1963)
- 3) (社)日本化学会：化学便覧基礎編 II，丸善(株)，816(1975)
- 4) (社)日本化学会：化学便覧基礎編 II，丸善(株)，780(1975)

デジタルデータを用いたものづくり技術の高度化に関する研究

児玉 尊^{*1}・下西 裕貴^{*1}・河野 孝平^{*2}・布施 泰史^{*3}

Study on the Advancement of Manufacturing Technology Using Digital Data

Takeru KODAMA, Yuki SHIMONISHI, Kohei KAWANO and Yasufumi FUSE

ものづくり分野において、人材不足対策としての省力化や生産効率化、少量多品種生産への対応、さらにはサプライチェーンの国内回帰への適応というように製造プロセスの最適化に向けた課題が山積している。このような課題を解決する手段の一つとして、デジタルデータの活用が推進されている。当センターでは平成31年度にコンポジット（複合材料）3Dプリンタ、令和2年度にはX線CTモデリングシステム（以下、X線CT装置）を導入して、デジタルデータを活用した技術支援に取り組んでいる。近年では各装置のより高度な活用として、X線CT装置では、より高品質な撮影方法、コンポジット3Dプリンタでは汎用工具に直接代用できるモデルの造形などの課題がある。

本研究では、上記2課題における最適条件導出のための実験方法および検証結果について報告する。

1 はじめに

X線CT装置は、測定対象物（以下、ワーク）を装置内のステージに設置し、360°回転させながらX線を照射し、角度毎の投影画像を再構成処理することで3次元画像を取得する。主な用途として、金属部品や樹脂部品等の内部欠陥観察や内部形状の測定に用いられる。当センターが保有するX線CT装置（株式会社島津製作所、SMX-225CT FPD HR Plus）におけるワーク撮影の概要は図1に示すとおりであり、CTステージに設置するワークの設置角度が撮影品質に影響を及ぼすことが知られており¹⁾、設置姿勢と撮影品質との関係を追究することが必要である。もう一つの課題として、例えば、電子基板を撮影する際、はんだ部などの透過率の低い物質周辺にメタルアーチファクト²⁾と呼ばれる散乱ノイズが発生し、内部欠陥観察や内部形状の寸法測定精度に悪影響を及ぼすことがある。このノイズ対策として、一般的にはX線発生装置前面部に厚さ0.5～2mm程度の金属フィルタ（銅製）を挿入する方法がとられているが、撮影するワークの材質や厚みによってノイズの発生具合が異なるため、選定する金属フィルタの材質や厚さには、より柔軟性が必要であると考えられる。

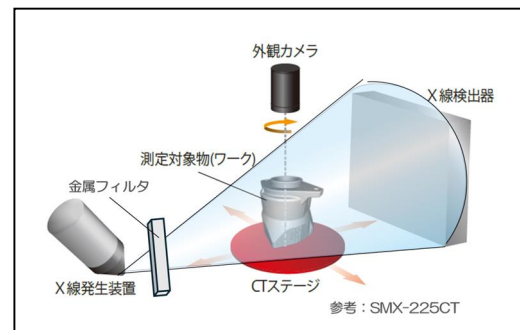


図1 X線CT装置のシステム構成

また、コンポジット3Dプリンタにおいては、マイクロ炭素繊維充填ナイロン（以下、オニキス）での造形が可能であり、金属と同等の強度を有するとされていることから、県内企業からは、この造形物を金属部品や汎用工具の代替として直接使用することにより、軽量化を図りたいというニーズがあるものの、採用するには部材に求められる具体的な機械的強度を検証するプロセスを確立させなければならない。

そこで本研究では、X線CT装置におけるワーク設置角度が与える撮影品質への影響、材質や厚さが異なる金属フィルタによるノイズ低減効果への影響、コンポジット3Dプリンタにおいては、汎用工具モデルの造形条件が機械的強度に与える影響について、複数の条件を設定し、比較検証した。

*1 機械電子部

*2 機械電子部（現 宮崎県商工観光労働部企業振興課）

*3 機械電子部（現 企画・デザイン部）

2 実験方法

2-1 X線CT装置による最適なワーク設置角度の検証

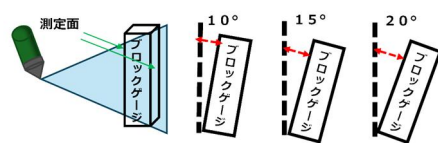
CT ステージにワークを仰角方向に 0° から 5° 間隔で傾け、最大 20° までの5段階の設置姿勢で撮影し、画像から得られる寸法の違いを評価した。X線CT装置の撮影条件を表1に示す。角度は、図2に示すようにCTステージとワークの間に汎用的な角度調整治具を設置することで調整し、ワークの姿勢保持にはX線透過率が高く、撮影画像にほとんど影響を及ぼさない発泡スチロールを利用した。実験で使用したワークは図3に示すセラミックス製および鉄製のブロックゲージである。評価基準となるワークの寸法は、CNC 三次元測定機（株ミットヨ、Crysta-Apex C9166）による測定値とした。

表1 本実験におけるX線CT装置の撮影条件

管電圧／管電流	200 kV / 70 μ A
画像サイズ	1,024 × 1,024 pxl



実験装置



角度調整のイメージ

図2 実験装置とワークの角度調整の概要



図3 実験に使用したブロックゲージ（ワーク）

X線CT画像の寸法測定は、専用の解析ソフトウェア（ポリウムグラフィックス(株)、VGSTUDIO MAX）にて行った。

2-2 メタルアーチファクトを低減する適切な金属フィルタの検討

樹脂と金属が複合されたワークは、それぞれの材質でX線透過率が異なるため、透過率が低い物質周辺に図4に示すようなメタルアーチファクトが生じる。

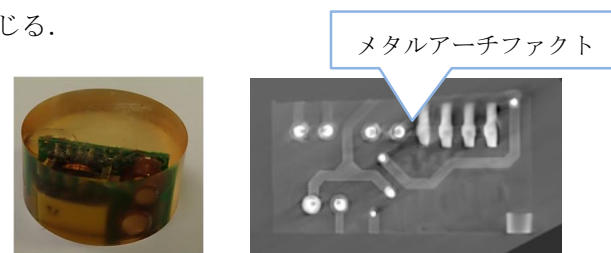


図4 メタルアーチファクトの例

（左：電子基板を埋め込んだワーク，右：CT画像）

本研究では、樹脂と金属の複合材料のワークを4パターン作成し、CT画像上におけるメタルアーチファクトの発生状況を比較した。各ワークの概要を図5に示す。ワークを構成する各部材の寸法は表2のように設計した。

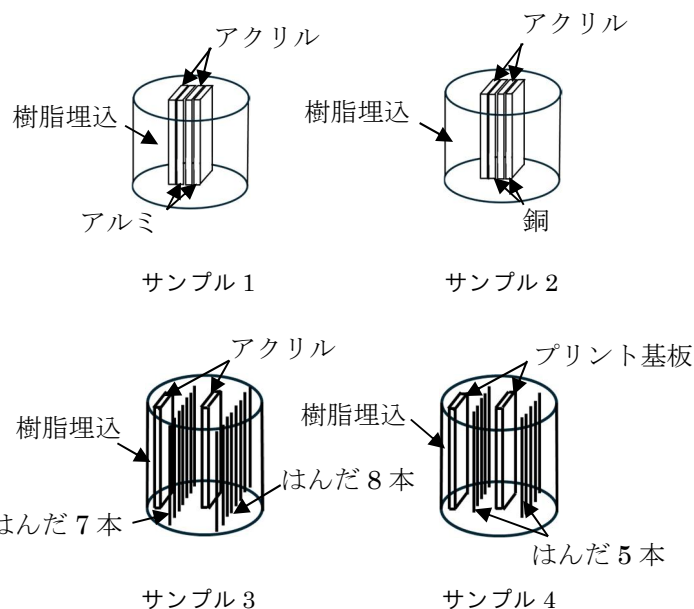


図5 各ワークの概要

表2 各ワークに使用した材料および寸法

No.	樹脂	金属
1	アクリル板 (2.0 t) 15.0×15.0 mm	アルミ板(1.0 t) 15.0×15.0 mm
2		銅板(0.6 t) 15.0×15.0 mm
3		はんだ線(0.4 φ) 7本と8本
4	プリント基板(1.2 t) 15.0×15.0 mm	はんだ線(0.4 φ) 5本と5本

撮影には、表3に示す3種類の材質および4種類の厚さを組み合わせた12種類の金属フィルタを使用し、メタルアーチファクトの低減の度合いを観察した。

表3 撮影に使用した金属フィルタの種類

材質	アルミニウム, ステンレス, 銅 (計3種)
厚さ	1.0, 3.0, 5.0, 7.0 mm (計4種)

2-3 コンボジット 3D プリンタにおける積層条件ごとの強度検証および汎用工具代替の可能性調査

試験片の造形には、当センターが保有する3Dプリンタ (Markforged 製, Mark Two) を用いた。試験片の形状は、JIS K7161-1 タイプ A1 に準拠した引張試験片と、JIS K7171 に準拠した曲げ試験片とし、それぞれ5本造形した。フィラメントは高耐熱性(145℃)で強靱性を併せ持つオニキスと、軽量で高強度のカーボンを組み合わせて使用した。

オニキスの積層条件は、図6に示す三角形構造の「Triangle」、六角形構造の「Hexagon」、密に敷き詰める「Solid」の3種類、カーボンの積層条件は、図7に示す「Carbon なし」、壁側のみカーボンを入れる「Wall」、全てカーボンを入れる「All」の3種類を組み合わせた計9種で造形した。

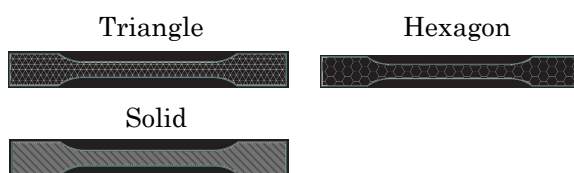


図6 オニキスの積層条件

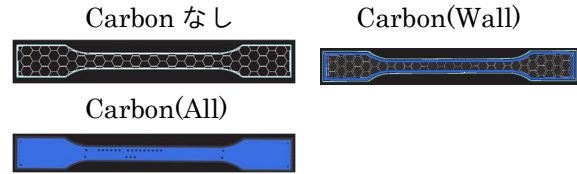


図7 カーボンの積層条件

試験片の強度の評価は、精密万能試験機 (島津製作所株, オートグラフ AG-10TD) にて破壊試験を行い、積層条件の違いによる機械的強度を比較し、最も強度を有する条件 (以下、最適条件) を導出した。次に、最適条件にて汎用工具のモデルを造形し、工具としての機械的強度を調査した。モデルは図8に示す「片口めがねレンチ」とし、図9に示す方法により、造形したモデルが M12 ボルトを締め付ける最大締め付けトルクを測定した。



図8 造形した汎用工具のモデル(片口めがねレンチ)



図9 最大締め付けトルク計測状況

3 実験結果および考察

3-1 X線 CT 装置による最適なワーク設置角度の検証

表4に銅製の金属フィルタを使用し、ワークの設置角度毎に撮影したX線CT画像によるワーク寸法の誤差率を示す。いずれの結果でも誤差率1%未満であるが、セラミックス製のワークでは20°、鉄製のワークでは15°が最も誤差率が小さい結果が得られたことから、ワークの材質や形状によって、CTステージに設置する角度を考慮することが必要であることがわかった。

表4 ワーク角度による測定誤差率 [%]

材質	0°	5°	10°	15°	20°
セラミックス	0.890	0.929	0.831	0.752	0.615
鉄	0.556	0.437	0.378	0.318	0.338

3-2 メタルアーチファクトを低減する適切な金属フィルタの検討

2-2 で示したサンプル1~4に表3で示したフィルタを用いた場合のメタルアーチファクトの発生状況を目視にて評価した。各サンプルにおいて、最適なフィルタの組み合わせを表5に示す。表5からはサンプルを構成する金属と、撮影に使用するフィルタの材質は同じものが適する傾向となり、さらにフィルタの厚みが増すほどメタルアーチファクトの発生を低減できることがわかった。

表5 サンプルワークとフィルタの最適な組み合わせ

サンプル番号	最適フィルタの条件
サンプル1 (アクリル - アルミ)	アルミ (5 mm)
サンプル2 (アクリル - 銅)	銅 (7 mm)
サンプル3 (アクリル - はんだ)	銅 (7 mm)
サンプル4 (基板 - はんだ)	銅 (7 mm)

また、金属フィルタなしで撮影した画像と、表5に示した組み合わせで撮影した画像を図10から図13に示す。

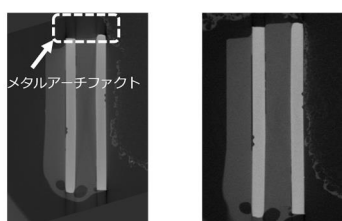


図10 サンプル1(左：フィルタなし，右：アルミ5mm)

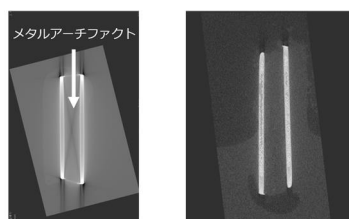


図11 サンプル2(左：フィルタなし，右：銅7mm)

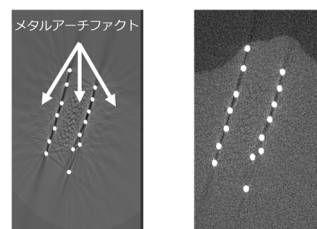


図12 サンプル3(左：フィルタなし，右：銅7mm)

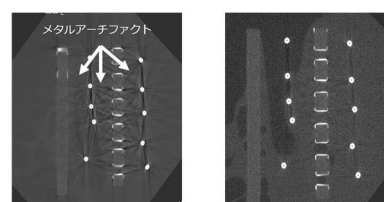


図13 サンプル4(左：フィルタなし，右：銅7mm)

3-3 コンポジット3Dプリンタにおける積層条件ごとの強度検証および汎用工具代替の可能性調査

造形した試験片に対して、引張試験および曲げ試験を実施した結果を表6に示す。表6からは全体にカーボンを入れる条件「All」が強い機械的強度を有することがわかった。また、条件「All」でも三角形構造の「Triangle-All」であればカーボンの使用量が少ないため、比較的低コストのモデル造形が可能となると考えられる。

表6 積層条件別の引張り試験・曲げ試験の結果

積層条件	引張り試験 最大試験力 [N]	曲げ試験 最大試験力 [N]
Triangle	698.75	58.44
Triangle-Wall	4,063.13	230.62
Triangle-All	8,310.63	326.06
Hexagon	683.13	35.29
Hexagon-Wall	3,187.50	204.34
Hexagon-All	8,823.75	250.61
Solid	1,412.50	73.51
Solid-Wall	5,115.00	263.61
Solid-All	8,232.50	345.28

表6の結果を基に、Triangle-Allの条件で汎用工具（片口めがねレンチ）を造形し、それぞれの

M12 ボルトの最大締め付けトルクを計測した。結果を表 7 に示す。例えば東日トルクハンドブック Vol.8³⁾に示される M12 ボルトの標準締め付けトルク 42 [N・m] に対し、造形した片口めがねレンチは、それぞれの最大締め付けトルクにバラツキがあるものの、全て規格値を満たすことがわかった。このことから、積層条件によるものの、コンポジット 3D プリンタによる造形物は汎用工具に置き換えが可能であることがわかった。また、モデルの重量は 19 g であり、金属製の工具重量 181 g に対して軽量であることが確認できた。ただし、汎用工具に必要な繰り返し荷重に対する耐久性については未検証であるため、今後は実験項目を追加し、より現実性の高い評価を行う必要がある。

表 7 造形したメガネレンチの最大締め付けトルク

試験片 No.	1	2	3	4
最大締め付けトルク[N・m]	85.84	89.62	96.14	99.53

4 まとめ

本研究では、X 線 CT 装置による最適な撮影角度の導出、および複合材撮影時のメタルアーチファクト低減の検証を行った。また、コンポジット 3D プリンタでは、造形したモデルが汎用工具の代替が可能かということについて、積層条件による機械的強度の違いに着目して比較検証した。これらの検証により次の結論を得た。

- (1) X 線 CT 装置での撮影において、ワークの設置姿勢が撮影画像の寸法精度に影響を及ぼすことを確認した。
- (2) 金属を含む複合材を撮影する場合、ワークの金属と同系統の金属フィルタを使用し、金属フィルタの厚みを大きくすることでメタルアーチファクトを効果的に低減できることがわかった。
- (3) コンポジット 3D プリンタにおける汎用工具への代替を検証した結果、複数の積層条件のうち、Triangle-All がカーボン使用量や機械的強度の観点から最適であることがわかった。
- (4) 造形した工具の最大締め付けトルクは、M12 ボルトの標準締め付けトルクの約 2 倍有しており、汎用工具を軽量の造形モデルで代替できる可能性があることがわかった。

本研究の成果は、特に製造業における品質管理や生産性向上に有用であると考えられる。本成果を展開しながら、さらなる技術支援への取り組みを強化していく。

5 参考文献

- 1) 大竹豊:はじめての X 線 CT 形状スキャン, 精密工学会誌, Vol.86, No.5, 328-333(2020)
- 2) 木村仁, 小関道彦, 伊能教夫:X 線 CT の精度向上のためのアーチファクト低減手法, 精密工学会誌 Vol.82 No.6, 523-528(2016)
- 3) (株)東日製作所, 東日トルクハンドブック Vol8, 35

シミュレーション技術を用いた品質評価・解析の検討

陰山 翼^{*1}・下西 裕貴^{*1}・児玉 尊^{*1}・布施 泰史^{*2}

Examination for Quality Evaluation and Analysis Using Simulation Technology

Tsubasa KAGEYAMA, Yuki SHIMONISHI, Takeru KODAMA and Yasufumi FUSE

県内製造業では、多様化する顧客ニーズに対応するため、設計・製造におけるものづくり技術の高度化が求められており、製品設計段階での検証や製品開発サイクルの短縮化などが課題となっている。このような状況の中、当センターでは、設計段階での検証の効率化を図るため、コンピュータ上でシミュレーションを用いて解析する技術（CAE：Computer Aided Engineering）の蓄積に取り組んでいる。

本研究では、県内で製造された銅合金製品の伝熱特性を事例とし、シミュレーション技術を用いた解析と実製品での実証実験を比較検証した結果を報告する。

1 はじめに

CAEは、製品開発過程において、設計した製品をコンピュータ上で事前検証する技術・システムである。CAEのシミュレーション技術を活用することでこれまで実測では予測不可能な温度等の物理量の変化予測が可能であり、開発における試作回数の低減を期待できることなどから、様々な業界の製品開発に活用されている。近年、原材料やエネルギー価格の高騰に加え、環境負荷に考慮した製品開発が求められており、コスト削減のための材料や形状の再検討を余儀なくされている。しかしながら、県内企業のものづくり現場では、新たな製品開発や製品改良の際、何度も試作を重ねて製品化へ結びつけることがほとんどであり、シミュレーション技術を活用した確認や比較検証等は結果の信頼性やシミュレーション技術者の育成などがハードルとなり、ほとんど行われていない。

当センターでは、令和元年度にCAE解析ソフトウェアを更新し、企業からの技術相談への対応や技術支援を行っている。また、九州・沖縄各県及び山口県等の公設試験研究機関で構成されている九州連携CAE研究会（九州地方知事会）に参加し、シミュレーション技術に関する情報交換を行い、スキルアップを図っている。

今後、県内企業のものづくりにおける省力化を実現させるためには、設計や試作段階でのプロセスの短縮は重要であり、実現するためにはシミュレーション技術を活用する必要がある。そのためにも、当センターにシミュレーション技術に関するさらなるノウハウの蓄積や技術支援等が求められている中で、事例をまとめることは急務となる。

本研究では、県内製造業から寄せられた課題で最も多かった伝熱に関する事例をもとに実製品をモデルとしてシミュレーション技術による解析と実証実験の比較を行った。

2 シミュレーション技術による解析

今回は県内で銅合金製品を製造している企業からの「既存製品の性能確認を行う上で、銅合金製品に熱を与えた時の温度変化を確認したい」とのニーズに対して、シミュレーションと実証実験を行った。

2-1 解析ソフトウェア

今回の伝熱解析のシミュレーション技術として使用したCAE解析ソフトウェアは当センター所有のAnsys Discovery AIM 2019(ANSYS社製)である。

本ソフトウェアは、解析初任者にも使いやすく、簡易的な解析を行うことに適しているソフトウェアであり、伝熱だけでなく、流体や構造解析等を単一ソフトウェアで解析することができるため、応力

*1 機械電子部

*2 機械電子部（現 企画・デザイン部）

流体や伝熱－流体などの連成解析など幅広い解析を行うことができる。

2-2 解析モデル

実験に用いた実製品の解析モデルの仕様を表1に、解析モデル外観を図1に示す。

表1 解析モデル仕様

モデル名称	銅合金製品（卵焼き器）
材質	銅合金
サイズ[mm]	170.0 (D)×145.0 (W)×30.0 (H)
厚み[mm]	底面：3.0 / 側面：3.0

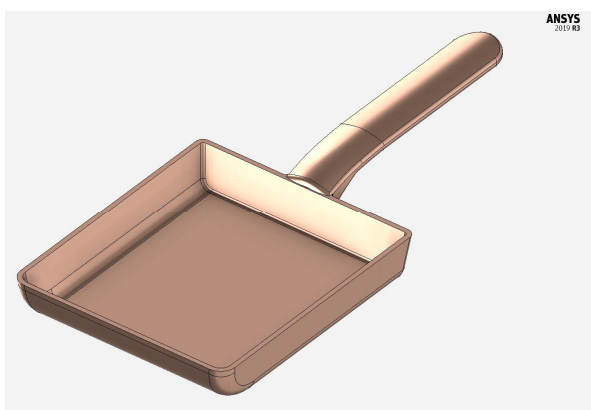


図1 解析モデル外観

2-3 解析手順および条件

本解析は、熱をかけ始めてから180秒間の製品表面中央の温度変化を確認するために、定常解析ではなく、非定常解析（過渡解析）で行った。

CAE解析ソフトで解析を行うためには、材料の物性や初期条件、境界条件など解析条件の設定が重要である。この解析条件をより実環境に近い値にすることで解析の精度を上げることが可能となる。本解析における銅合金の物性値は、表2に示すソフトウェアのマテリアルデータの条件を使用した。また、空気の物性値については、資料¹⁾より引用した。初期温度およびその他条件については、表3に示す実測値等を設定した。

伝熱解析においては、固体と流体間の熱伝達が解析結果に影響を与えることから表3に示している熱伝達率 h は、以下の式から求めた。

$$h = \frac{Nu\lambda}{L_c} \quad \dots (1)$$

ここで、 Nu はヌセルト数、 λ は空気の熱伝導率(W/m/K)、 L_c は材料の代表長さ(m)である。式(1)の熱伝達は底面に一定で熱が与えていると仮定し、自然対流で以下の式²⁾からヌセルト数を求めた。

$$Nu = 0.54Ra_L^{1/4} \quad \dots (2)$$

$$Ra_L = Gr_L \cdot Pr \quad \dots (3)$$

$$Gr_L = \frac{g\beta(T_s - T_\infty)L_c^3}{\nu^2} \quad \dots (4)$$

ここで、 Ra_L はレイリー数、 Gr_L はグラスホフ数、 Pr はプラントル数、 g は重力加速(9.81m/s²)、 β は空気の体膨張係数(K⁻¹)、 ν は空気の動粘度(m²/s)、 T_s は壁温度（火炎温度）(K)、 T_∞ は空気の初期温度（環境温度）(K)である。

また、今回の実証実験においては、加熱装置にカセットコンロを使用した。カセットコンロの火炎温度を簡易的に模擬するために、製品の底面に表3に示す熱流束 q を定義することとした。熱流束 q は以下の式³⁾から求めた。

$$q = h(T_s - T_\infty) \quad \dots (5)$$

表2 材料の物性値（銅合金）

密度	8,300 kg/m ³
比熱	385 J/kgK
ヤング率	110 GPa
ポアソン比	0.34
熱膨張係数	1.8×10 ⁻⁵ /K

表3 対象モデルの解析条件

初期温度（実測値）	293 K (20℃)
環境温度 T_∞ （空気）	293 K (20℃)
火炎温度 T_s （推定値）	1,873 K (1,600℃)
熱流束 q	30,949 W/m ²
熱伝達率 h	23.7 W/m ² K

3 実証実験

3-1 実験装置

カセットコンロに銅合金製品を設置し、当センター所有のサーモグラフィ（日本アビオニクス製、InfRec Thermo FLEX F50）を用いて、加熱中の温度変化を放射率0.95で観察した。同機器の測定

した値の信頼性を確認するために、解析モデル中央部に放射率 0.95 の K 型熱電対を設置した。

実験状況を図 2 に示す。



図 2 実験状況

3-2 実験方法

カセットコンロに銅合金製品をのせ、加熱しながら、サーモグラフィで表面温度を 10 秒間隔で 180 秒間測定した。

4 結果および考察

シミュレーション技術を用いて解析した結果のうち 30 秒、90 秒、150 秒、180 秒経過後の温度を図 3 に、実証実験にて得られた測定結果を同じ時系列変化で図 4 に示す。

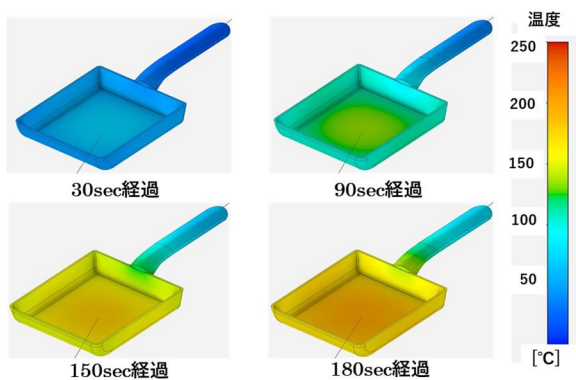


図 3 解析結果の時系列変化

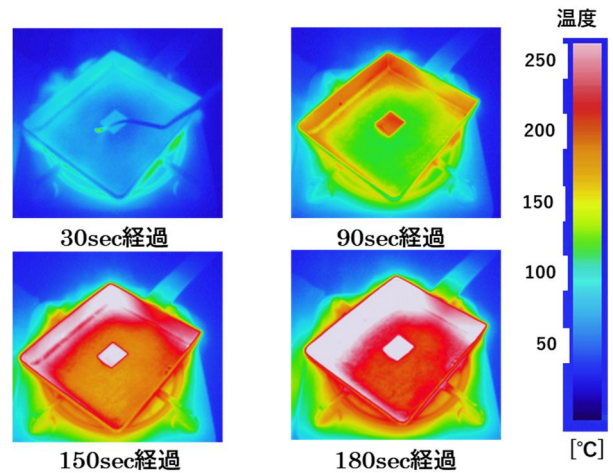


図 4 実証実験結果の時系列変化

図 3, 4 から、解析結果と実証実験結果の温度変化の移り変わる様子が視覚的に確認できた。なお、解析モデル中央部が高温度に表示されているのは、製品側面の輻射による反射のためである。

解析結果と実証実験結果における各部の温度変化傾向においても、全体的に極端な違いは見受けられず、シミュレーション技術を用いて解析した結果の妥当性が確認できた。

次に、製品表面中央部における実験値と解析値の温度変化を図 5 に示す。

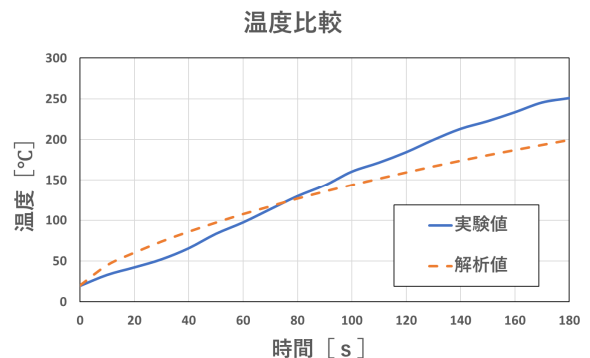


図 5 実験値と解析値の温度変化の比較

温度は、いずれも、時間経過とともに直線的な温度上昇が見られるが、実験値では 40 秒付近で温度勾配に変化が見られ、75 秒付近を境に温度が逆転した。それ以前は、実験値に対する解析値の誤差が最大 40%程度と低い温度となり、以後は誤差が 20%程度高い温度に到達していることがわかる。

これは、解析条件を設定する際に、底面の条件を基に設定した熱伝達率を側面など全体に適用したこ

と、それぞれの面に対して適応した熱伝達率を設定していなかったことが原因と推察される。

さらに、実際の火炎状況を想定し、強制対流による熱伝達の設定も必要であった可能性も考えられる。

また、今回は初期条件のみを解析条件に入れて解析を行ったが、時間経過に伴う周辺や実験機器の温度変化など環境の変化に対応するため、温度依存性に考慮した条件入力を行う必要があると考えられる。

5 まとめ

本研究では、県内企業からのシミュレーション技術に関する相談内容の中で、銅合金製品に熱を与えたときの温度変化について、具体的なモデルを設定し、実製品に対するシミュレーション技術を用いた解析結果と実験結果を比較検討して、次の成果を得た。

- (1) 解析結果と実験結果の温度変化の推移を視覚的に確認するとともに、その状況変化の傾向も同様であり、妥当性は確認できた。
- (2) 解析と実証実験の温度変化を比較検討した結果、ともに直線的な温度上昇が見られるが、75

秒付近を境に温度が逆転して最大 40%程度の誤差が生じた。

- (3) 解析モデルの側面における熱伝達率の設定や時間経過に伴う周辺環境の変化が反映されていないことなどが誤差の要因として推察されたため、これらを再検討し条件設定することで、さらに精度を上げることが可能と考えられる。

本解析においては、設定する熱伝達率の再検討および、時間経過に伴う周辺環境に対応するための温度依存性に考慮した条件設定に関する再検討を行い、条件設定することで、より実験値に近い解析を導き出せるように引き続き再解析を行う。

今後は、本研究で得られたノウハウを活用するとともに、別事例にも積極的に取り組み、継続した事例蓄積を行うことで県内企業の課題解決に貢献していく。

6 参考文献

- 1) 日本機械学会：伝熱工学資料，丸善出版，295,296(2009)
- 2) 小山 敏行：例題で学ぶ伝熱工学，森北出版(2015)
- 3) 佐野 正利，齊藤 弘順：基礎からの伝熱工学，日新出版(2018)

真空フライ法によるフルーツチップスの特性について

高橋 克嘉^{*1}・加藤 あゆみ^{*2}・永山 志穂^{*2}・鳥居 真由美^{*2}・松井 愛^{*3}・赤嶺 そのみ^{*2}

Characteristics of Fruit Chips by Vacuum Frying Method

Katsuyoshi TAKAHASHI, Ayumi KATO, Shiho NAGAYAMA, Mayumi TORII, Ai MATSUI
and Sonomi AKAMINE

宮崎県産果実を用いたフルーツチップスの開発を目的に、真空フライヤーでの製造条件を検討した。3種の果実（スイカ、キウイ、モモ）を用い、70、80、90℃の各温度で加熱することにより9試験区を設定し、その物性、香気成分を比較した。70℃では60～70分、90℃では40～45分で乾燥が完了し、歩留りは、スイカとモモが12～18%程度、キウイが26%程度と、キウイが最も高かった。香気成分は、加熱温度とともにLimoneneなどのフルーティーな香気が減少し、Acetic acid, Furfuralといった酸臭、焦げ臭などが増加する傾向が見られた。フルーツらしい香気や色を保持した状態で真空フライチップスにするには、80℃以下での製造が望ましいと考えられた。

1 はじめに

近年、消費者の嗜好の多様化により、県内企業からも様々な製品開発に関する相談が寄せられている。それらの要望に対応するために、当センターでは、テストマーケティングのための製品を試作する施設である「フード・オープンラボ」の中に、新たに真空フライヤーを導入した。真空フライは、通常の常圧フライと違い、高真空条件下で水が100℃以下で沸騰する原理を利用して、野菜や果物等の裁断した小片を1～10kPa程度の圧力下で行うフライ処理である¹⁾。このため、常圧フライと比べ、素材にかかる温度が著しく低く、野菜チップスを製造した場合、色が明るく、鮮やかで、香りが良く、油臭さが少ないチップスとなることが知られている²⁾。しかしながら、より加熱の影響を受けやすいと考えられる果物を用いたチップスに関しては報告が少ない。

本研究では、宮崎県産の果実（スイカ、キウイ、モモ）を対象として、真空フライの加熱温度がフルーツチップスの性状に及ぼす影響について検討を行ったので報告する。

2 実験方法

2-1 試験サンプル

原料果実は、宮崎県産の果実（スイカ、キウイ、モモ）をスーパーより購入し使用した。洗浄、殺菌後、スイカは1/8に、モモは1/4にカットした。カット後、スイカとモモは剥皮し、約5mmの厚さにスライスした。スライスしたものは、トレイに並べ、-20℃の冷凍庫で緩慢冷凍したものをフライ原料とした。

真空フライには、小型真空フライヤー（(株)アトラステクノサービス、AVF-1K/340-70）を用いた。装置の概要を図1に示す。油はパーム油（日清オリオグループ(株)、日清デリカプレミアムP）を使用し、装置内に20L投入した。フライ原料は、凍結した状態でバスケットに投入し、装置内部を減圧後、一定温度に調整された油中にバスケットを降下させることでフライ処理を開始した。フライ中は、15秒間隔でバスケットを上下させ、原料を油中、気相を繰り返させることで処理を行った。油槽の温度は、70、80および90℃とし、加熱時間は、油の泡立ちがほとんどなくなり、原料中の水分がほとんどなくなるまでとした。加熱処理後、バスケットを上昇させ、真空下で遠心分離（120秒）を行うことで脱油した。脱油後、装置から取り出し、直ちに1枚ずつ

*1 食品開発部（現 宮崎県中央保健所）

*2 食品開発部

*3 食品開発部（現 宮崎県中部農林振興局）

剥がしてバットに並べ放冷した。原料および加熱温度の違いにより、9 試験区のサンプルを試作し、水分量、水分活性、表面色、破断強度、香氣成分の比較を行った。

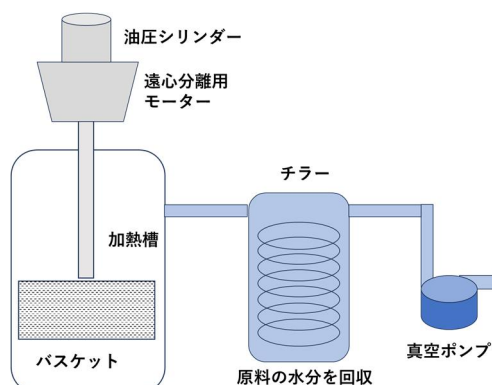


図1 真空フライヤーの概略図

2-2 水分量および水分活性の測定

水分量は赤外線水分計（株）A&D, ML-50）を用いて、細かく砕いたサンプル 3g を、100℃、60 分間加熱することで測定した。水分活性は、水分活性計（デカゴン社, Pawkit）を用い、3 回測定した結果の平均値を求めた。

2-3 表面色測定

色差計（日本電飾工業(株), SD6000）を用い、直径 1cm の円形の観察窓全体が隠れるようにサンプルをセットし、L 値、a 値、b 値を測定した。試験区ごとに 10 サンプル測定を行い、その平均値を求めた。

2-4 破断強度

レオメーター（（株）山電, RE2-3305B）を用いて測定した。直径 3mm の円柱型プランジャーを用い、圧縮速度 1.0mm/sec にて、試料の厚みの 90%まで圧縮を行った。試験区ごとに 10 サンプル測定を行い、その平均値を求めた。

2-5 香氣成分測定

ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）（島津製作所(株), QP2010）を用いて測定を行った。サンプルは細かく砕いてサンプル瓶に 1g 入れ、40℃で 10 分間インキュベート後、ヘッドスペースガスを 30 分間 SPME に吸着させ、GC-MS に挿入した。測定条件を表 1 に示す。

表 1 GC-MS の測定条件

装置	島津製作所(株) GC-2010
カラム	DB-WAX(0.25 μ m $\times$ 0.25mm $\times$ 30m)
SPME	DVB/CAR/PDMS Stablrx/ss
注入口温度	230℃
カラム温度	50℃(5min)~230℃(4℃/min)~230℃(5min)
キャリアガス	He
流量	1.0ml/min

3 結果および考察

3-1 加熱条件による水分量および水分活性

各サンプルの加熱時間、歩留り、水分量、水分活性の結果を表 2 に示す。水分量はキウイとモモが 1~2%台、スイカが 2~3%台と若干スイカの水分量が多かったが、水分活性はいずれも 0.3 台と低く、乾燥が十分進んでいると判断された。加熱時間を見ると、70℃では 60~70 分、90℃では 40~45 分と、加熱温度を 70℃から 90℃へ上げることで乾燥時間が約 2/3 に短縮された。歩留りは、スイカとモモが 12~18%程度、キウイが 26%程度と、キウイが最も高かった。加工のしやすさや歩留りから考えると、キウイが最も生産効率が良いと考えられた。

表 2 加熱条件による水分量、水分活性

	温度 (℃)	時間 (分)	歩留り (%)	水分量 (%)	水分活性
スイカ	70	70	12	3.4	0.33
	80	65	18	3.3	0.35
	90	45	10	2.5	0.33
キウイ	70	60	27	2.0	0.30
	80	50	26	1.5	0.34
	90	40	27	1.7	0.32
モモ	70	70	17	2.1	0.35
	80	65	12	1.7	0.32
	90	45	14	1.3	0.31

3-2 表面色の変化

各サンプルの加熱条件による表面色の変化を表 3 に示す。表面色は加熱温度とともに明度 (L*) が減少し、彩度 (a*, b*) が増加する傾向が見られた。スイカは 70℃と 80℃の間で、キウイとモモは 80℃と 90℃の間で大きな変化が見られた。より生の色に近いフルーツチップスにするには、スイカは 70℃、キウイとモモは 80℃以下での製造が望ましいと考えられた。

表3 加熱条件による表面色の変化

	温度 (℃)	L*	a*	b*	疑似色
スイカ	70	56.52	23.36	25.97	
	80	52.73	25.15	30.77	
	90	52.16	23.63	34.14	
キウイ	70	58.01	0.23	29.46	
	80	59.19	1.36	33.16	
	90	51.75	5.31	34.69	
モモ	70	75.7	-0.4	23.1	
	80	79.1	-0.2	25.5	
	90	73.9	2.6	33.3	

3-3 破断強度

破断強度を測定した結果を図2に示す。スイカの破断強度は、加熱温度とともに上昇し、90℃では70℃の約2倍にまで上昇した。一方、モモの破断強度は、加熱温度が80℃に上昇すると大きく低下した。キウイは、加熱温度とともに破断強度が低下する傾向が見られたが、その変化は小さかった。

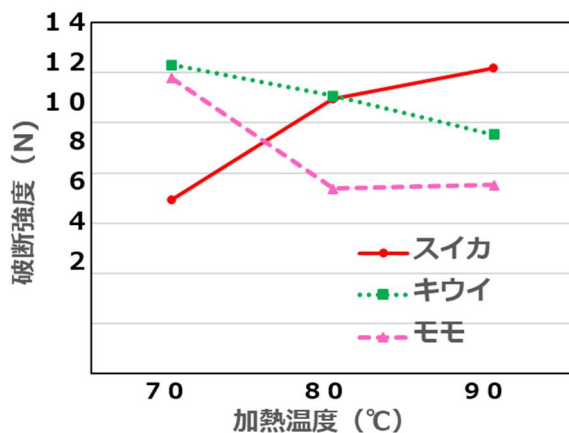


図2 各試料の破断強度

3-4 香気成分測定

各サンプルの揮発成分を分析した結果のうち、主な香気成分の面積値を表4に示す。各サンプルの表の上段が加熱温度の上昇とともに減少傾向にある成分、下段が増加傾向にある成分を記載している。

スイカは、加熱温度の上昇とともに、Limonene や Octanal, Geranial などの柑橘様、果実様の香気が

減少し、Acetic acid や Hydroxyacetone といった酸臭、キャラメル臭が増加した。キウイは、Isoamyl Butyrate や Acetoin などが減少したが、大きく減少したものはあまりなかった。一方、Furfural や Dimethyl sulfoxide などの成分が大きく増加した。モモは、70℃から80℃に上昇した段階で、1-Penten-3-ol や Benzaldehyde などが大きく減少した。また、スイカやキウイと同じく、Acetic acid や Furfural が大きく増加した。総じて、加熱温度の上昇とともに、原料の柑橘様・果実様のフレッシュな香気が減少し、酸臭、キャラメル臭、焦げ臭といった、加熱により変質した香気成分が増加することが確認された。また、変質した香気成分は、90℃の段階で著しく増加している成分が多く観察された。このことから、フルーツらしい香気を残したチップスとするには、少なくとも80℃以下での製造が望ましいと考えられた。

4 まとめ

本研究の結果より次の知見を得た。

- 1) キウイ、スイカ、モモの真空フライチップスは、70℃では60～70分、90℃では40～45分で乾燥し、水分量4%以下、水分活性0.3程度となった。
- 2) 表面色や香気成分は加熱温度により大きな差が見られ、フルーツらしい香気や色を保持した状態で真空フライチップスにするには、少なくとも80℃以下で、できれば70℃の製造が望ましいと考えられた。

5 参考文献

- 1) 太田静行, 湯木悦二 改訂フライ食品の理論と実際, 幸書房, 178-190(1989)
- 2) M. Yoshimura, M. Hara, H. Sawamura, M. Yuasa, Y. Kato, S. Eguchi and K. Tai *J. Cookery Sci. Jpn.*50-1, 6-12(2017)

表 4 加熱条件により変化した主な香気成分

スイカ

70℃	80℃	90℃	CAS.No.	化合物	香気
407982	117071	76302	138-86-3	Limonene	レモン臭
108253	35835	54203	6728-26-3	trans-2-Hexenal	シトラス、グリーン
952210	397859	429697	593-45-3	Octadecane	
351424	264367	224553	124-13-0	Octanal	柑橘 甘い
4258424	4795439	3332631	110-93-0	6-Methyl-5-hepten-2-one	バナナ、スイート
202454	177714	114443	3913-81-3	2-Decenal	ワックス
334195	275690	185116	141-27-5	Geranial	レモン臭
196567	587348	2339638	116-09-6	Hydroxyacetone	バター、キャラメル
1702935	5839987	18515081	64-19-7	Acetic acid	酸臭
61030	96063	631270	1072-83-9	2-Acetylpyrrole	ブレッド、ナッツ、ココア
	122942	578248	3658-77-3	2,5-Dimethyl-4-hydroxy-3(2H)-furanone	キャラメル、シュガー
	275873	862928	37830-90-3	1,3-Dioxol-2-one,4,5-dimethyl-	
405862	2722785	12731425	28564-83-2	4H-Pyran-4-one,	

キウイ

70℃	80℃	90℃	CAS.No.	化合物	香気
275055	190337	119677	106-27-4	Isoamyl Butyrate	バナナ、フルーティー
150288	101665	75321	513-86-0	Acetoin	バター、ミルク
183437	157635	129485	124-13-0	Octanal	柑橘 甘い
108785	75989		18829-56-6	2-Nonenal	青臭い
63591	110229	540670	616-25-1	1-Penten-3-ol	グリーン、ゆでたジャガイモ
97707	102472	261678	1576-95-0	cis-2-Penten-1-ol	バナナ、化学臭
333717	556744	921307	13831-30-6	Acetyloxy acetic acid	
1583284	1512671	2429153	64-19-7	Acetic acid	酸臭
1225582	2255971	3913481	98-01-1	Furfural	キャラメル、焦げ臭
187595	328084	645515	67-68-5	Dimethyl sulfoxide	ニンニク臭
315980	285159	673614	67-47-0	5-(Hydroxymethyl)furfural	スパイシー、スイート

モモ

70℃	80℃	90℃	CAS.No.	化合物	香気
620257	76370	71921	616-25-1	1-Penten-3-ol	グリーン、ゆでたジャガイモ
361922	115792	95831	1576-95-0	cis-2-Penten-1-ol	バナナ、化学臭
236338	136746	87231	100-52-7	Benzaldehyde	アーモンド、杏仁
66648	174103	997391	116-09-6	Hydroxyacetone	バター、キャラメル
1093991	1628369	5385709	64-19-7	Acetic acid	酸臭
205390	955305	1633374	98-01-1	Furfural	キャラメル、焦げ臭
	107792	3963863	37830-90-3	1,3-Dioxol-2-one,4,5-dimethyl-	
74155	186816	295699	112-05-0	Nonanoic acid	チーズ、脂肪臭

中低温発酵酵母の選抜と酒類への応用

富山 裕規^{*1}・福良 奈津子^{*2}・三枝 奈央^{*1}・越智 洋^{*1}

Selection of Yeasts for Fermentation at Moderate to Low Temperatures and their Application to Alcoholic Beverages

Yuki TOMIYAMA, Natsuko FUKURA, Nao MIEDA and Hiroshi OCHI

アルコール飲料における消費者嗜好の多様化に対応した酒質のビールおよびワインの開発技術支援を行うため、中低温発酵酵母における研究に取り組んだ。当センターが保有する宮崎県微生物データベースにある約1,500株の *S.cerevisiae* において、試験管による発酵特性評価、ブドウ栽培時の残留農薬に対する銅耐性試験およびワイン製造環境下における酵母のアルコールや亜硫酸耐性試験、キラー活性評価等を実施し、選抜条件を複数設定することで、ビール用酵母48株、ワイン用酵母46株までスクリーニングを行った。さらに、香气成分分析や試験醸造および官能評価を行うことで最終的にビール用酵母7株、ワイン用酵母6株まで選抜した。選抜株の中には市販株と比較して、カブロン酸エチルやフェネチルアルコールが多い特徴も確認され、官能評価試験では香りおよび味ともに良好な結果であった。

1 はじめに

近年、クラフトビール市場は拡大しており、全国のクラフトビール醸造所数は2012年には215ヶ所だったものが、10年後の2022年には677ヶ所と3倍以上まで広がりを見せている¹⁾。また、ワイン市場も同様の傾向にあり、2020年度の全国の出荷量は10年前と比較すると約3割増加している²⁾。これらは、アルコール飲料に対する消費者嗜好の多様化と新型コロナウイルスの影響による家飲み需要の増加等によるものと考えられる。当センターでは、これまで焼酎用酵母の開発を中心に行ってきたが、今回、本県のブルワリーやワイナリーの増加に伴い、消費者ニーズに対応した酒質のビールやワインの商品化技術の支援を行うため、中低温発酵酵母における研究開発に取り組んでいる。本発表では、当センターが保有する宮崎県微生物データベースの中から酒類醸造に利用される属種 *S.cerevisiae* の酵母約1,500株に対し、発酵特性評価やブドウ栽培時の残留農薬に対する銅耐性試験およびワイン製造環境下における酵母のアルコールや亜硫酸耐性試験、

キラー活性評価等を実施し、ビール・ワイン醸造に適した特性を有する株の選抜と選抜株を用いた試験醸造を行ったので報告する。

2 実験方法

2-1 試験培地

①YPD 培地（酵母エキス 10 g, ペプトン 20 g, グルコース 20 g, 蒸留水 1 L）, ②PDA 培地（ポテトエキス 4 g, グルコース 20 g, 蒸留水 1 L）, ③キラー活性検定用寒天培地（酵母エキス 10 g, ペプトン 20 g, グルコース 20 g, グリセロール 100 g, クエン酸 0.5 g, クエン酸三ナトリウム 0.2 g, 寒天 20 g, 蒸留水 1 L）, ④YM 培地（酵母エキス 3 g, 麦芽エキス 3 g, ペプトン 5 g, グルコース 10 g, 蒸留水 1 L）を使用した。

2-2 発酵特性評価

ビール用酵母の培養には、YPD 培地を使用した。YPD 培地 2 mL で3日間静置培養した酵母培養液 200 μ L を、Brix13.3~13.4に調整した麦汁培地 10 mL に接種し、15℃で3週間発酵し、特性評価を行った。

ワイン用酵母の培養にも同様に YPD 培地を使用した。YPD 培地 2 mL で3日間静置培養した酵母

*1 応用微生物部

*2 応用微生物部（現 宮崎県総合農業試験場）

培養液 200 μ L を、Brix14.5 のコンコード種ブドウストレート果汁（株）井筒ワイン）10 mL に接種し、20℃で3週間発酵し、同様に評価した。

また、ビールおよびワインそれぞれの香り評価は5点法（1：秀、2：優、3：良、4：可、5：不可）により行った。

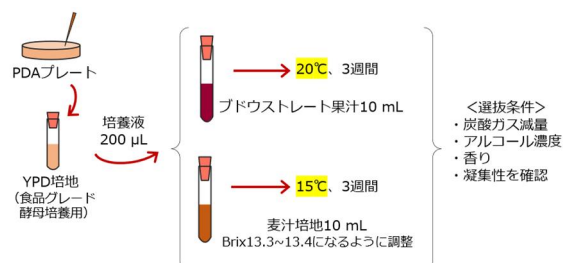


図1 発酵特性評価

2-3 耐性試験（ワイン用酵母のみ）

エタノール耐性 EtOH 濃度が 15%(v/v) の PDA 培地を調製した。このエタノール耐性試験培地 200 μ L に、YPD 培地 2 mL で3日間静置培養した酵母培養液 10 μ L を接種し、25℃で3日間静置培養後に、生育状態を観察した。

銅耐性 柳田ら³⁾の方法により試験を行った。CuSO₄ 濃度が 100 ppm の YM 寒天培地を調製した。この YM 寒天培地で前培養した菌体 1 白金耳を滅菌水 3 mL に懸濁した。この懸濁液を銅耐性試験培地に画線接種し、25℃で3日間培養後に、生育状態を観察した。



図2 銅耐性試験

亜硫酸耐性 メタ重亜硫酸カリウム濃度が 128 ppm の YPD 培地を調製した。この亜硫酸耐性試験培地 200 μ L に、YPD 培地 2 mL で3日間静置培養した酵母培養液 10 μ L を接種し、25℃で3日間静置培養後に、生育状態を観察した。

2-4 キラー活性評価

①キラー活性検定用培地に、YPD 培地 200 μ L で3日間静置培養した酵母培養液 4 μ L を接種して、30℃で24時間静置培養した。

②産業株を YM 培地で 30℃、24 時間振とう培養した。

③キラー活性検定用培地と②の YM 培地 1%を混合し、①の培地上に重層して、30℃で24時間培養後に、阻止円の有無を確認した。

2-5 発酵試験

ビール用酵母の培養には、YPD 培地を使用した。YPD 培地 5 mL で3日間静置培養した酵母培養液 0.5 mL を、ホップを加え Brix13 に調整した麦汁培地 100 mL に接種し、18℃で2週間発酵試験を行い、終アルコール濃度などの評価を行った。

ワイン用酵母の培養にも同様に YPD 培地を使用した。YPD 培地 5 mL で3日間静置培養した酵母培養液 0.5 mL を、Brix14 のブドウストレート果汁 100 mL に接種し、20℃で10日間発酵試験を行い、同様に評価を実施した。

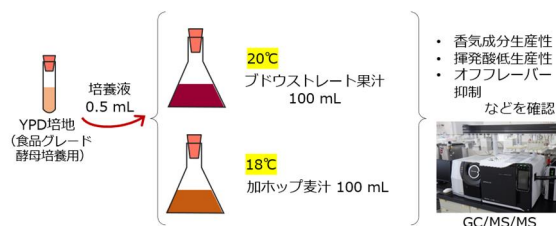


図3 発酵試験

2-6 硫化水素産生比較試験

柳田ら³⁾の方法により試験を行った。Difco 社製 BiGGY 培地を使用した。BiGGY agar 粉末 4.9 g に脱イオン水 100 mL を加えて、湯せんであgar 粉末を溶かしたのち、オートクレーブせずにプレートを調製した。YM 寒天培地で前培養した菌体 1 白金耳を、滅菌水 3 mL に懸濁した。この懸濁液を硫化水素試験培地に画線接種し、25℃で3日間培養後に、コロニーの着色状態を観察した。

2-7 香気成分分析

ビールの香気成分分析 SPME ヘッドスペース法にて、以下の条件により分析を行った。

装置：GCMS-QP2010 Plus（株）島津製作所

ファイバー：SPME Fiber Assembly(purple hub, Carbonwax, PEG, 60 μ m)

カラム：DB-WAX ϕ 0.25 mm $\times$ 30 m, 0.25 μ m

カラム温度：50℃(5 min) to 230℃(5 min) at

4°C/min

キャリアーガス：He, 3.0 mL/min

全流量：30.0 mL/min

イオン源温度：200°C

イオン化法：EI

検出法：Scan

ワインの香気成分分析 SPME ヘッドスペース法にて、以下の条件により分析を行った。

装置：GCMS-TQ8040NX ((株)島津製作所)

ファイバー：Smart SPME Arrow (DVB/Carbon WR/PDMS, 外径:1.1 mm, 膜厚:120μm)

カラム：SH-I-5Sil MS φ0.25 mm×30 m, 0.25 μm

カラム温度：40°C(5 min) to 230°C(5 min) at 4°C/min

キャリアーガス：He, 3.0 mL/min

全流量：30.0 mL/min

イオン源温度：200°C

イオン化法：EI

検出法：Q3 Scan

2-8 試験醸造

ビールでは、全容量 5 L の円筒タンクガラスを使用し、常法により試験醸造を行った。ワインでは、全容量 10 L の円筒タンクステンレスを使用し、常法により試験醸造を行った。

2-9 官能評価

食品開発センター職員が 4 点法（1：秀、2：優、3：良、4：可）で行った。評点が小さい程、評価が高いことを示している。なお、ビールでは審査員が 6 名、ワインでは審査員が 7 名で評価を行った。

3 結果および考察

3-1 ビール用酵母のスクリーニング

発酵特性評価およびキラー活性評価において、①炭酸ガス減量が 7 日目で 0.40 g 以上、18 日目で 0.56 g 以上、②香り評価 5（不可）を除く、③焦げ様臭を生じたものを除く、④終アルコール濃度 4.8%(v/v)以上、⑤キラー活性なし、⑥遺伝的に同一クローンと思われる重複を除くなど選抜条件を複数

設定し、48 株まで選抜株のスクリーニングを行った。

3-2 ワイン用酵母のスクリーニング

発酵特性評価および耐性・キラー活性評価において、①炭酸ガス減量が 7 日目で 0.68 g 以上、18 日目で 0.89 g 以上、②香り評価 5（不可）を除く、③終アルコール濃度 6.8%(v/v)以上、④15%エタノール耐性あり、⑤亜硫酸耐性あり、⑥Cu 耐性あり、⑦キラー活性なし、⑧遺伝的に同一クローンと思われる重複を除くなど選抜条件を複数設定し、46 株まで選抜株のスクリーニングを行った。

3-3 ビール用酵母の選抜

48 株によるビール用酵母の発酵試験では、①終アルコール濃度が対照の産業株の 4.5%と同等以上、②香り評価 1 または 2、③凝集性、④酢酸濃度、⑤カプリル酸エチルやフェネチルアルコール等の香気成分濃度、⑥硫化水素濃度などの条件を設定し、選抜を行った結果、表 1 に示す 7 株まで選抜を行った。選抜酵母の 95Y1 では麦汁中のフェルラ酸が脱炭酸されて生成された 4-ビニルアイヤコール（4-VG）が対照の市販株と比較して約 24 倍も香気成分濃度が高く、香り評価でもフェノール臭と呼ばれる特有の香りが感じられ、ドイツのバイツェンビールを製造する際に用いられるバイツェン用酵母としての醸造適性があると示唆された⁴⁾。また、選抜酵母の 181Y8 はカプロン酸エチルの香気成分濃度が選抜株の中で最も高く、対照の市販株と比較す

表 1 ビール用選抜酵母

酵母名	特徴
95Y1	4-VG が多い
97Y5	カプリル酸エチルが多い
181Y2	カプリル酸エチル、酢酸フェネチル、フェネチルアルコールが多い
181Y8	カプリル酸エチル、カプロン酸エチルが多い
185Y9	酢酸フェネチル、フェネチルアルコールが多い
189Y10	イソアミルアルコール、カプロン酸エチル、フェネチルアルコールが多い
202Y6	カプリル酸エチル、フェネチルアルコールが多い

ると約 1.2 倍多かった。

3-4 ワイン用酵母の選抜

46 株によるワイン用酵母の発酵試験では、①終アルコール濃度が対照の産業株の 7.5%と同等以上、②香り評価 1 または 2、③酢酸濃度、④カプリル酸エチルやデカン酸エチル等の香気成分濃度、⑤硫化水素濃度などの条件を設定し、選抜を行った結果、表 2 に示す 6 株まで選抜できた。選抜酵母の 172Y7 はフェネチルアルコールの香気成分濃度が選抜株の中で最も高く、対照の市販株と比較すると約 1.5 倍多かった。

表 2 ワイン用選抜酵母

酵母名	特徴
129Y2	カプロン酸エチルが最も多い
129Y3	カプリル酸エチル、 デカン酸エチルが最も多い
172Y7	フェネチルアルコールが最も多い
172Y8	香気成分が全体的に多い
208Y10	終アルコール濃度が高い、 酢酸が少ない
GF1	香りが高評価、 CO ₂ 減量が市販株より多い

3-5 ワイン用酵母の硫化水素産生

硫化水素産生の確認試験について、表 3 に示す。硫化水素非産生株と選抜酵母の変色度合いを比較することで硫化水素産生を確認するもので、褐色に変色するものほど硫化水素産生がある。この結果から、172Y8 が最も硫化水素産生がある一方で、129Y3 が硫化水素非産生株に最も近いことがわかった。

表 3 硫化水素産生確認試験

酵母名	着色度合い
172Y8	+++++
172Y7	++++
129Y2	+++
PDM (市販株)	+++
208Y10	++
GF1	++
129Y3	+
硫化水素非産生株	—

3-6 試験醸造ビールの官能評価

選抜株 7 株および市販株 2 株を使用した計 9 試験区により試験醸造を行い、官能評価を行った結果を表 4 に示す。選抜株で最も評価がよかった 95Y1 では、ホップ由来の香りが際立っており、トロピカルで華やかな酒質であった。南国宮崎を感じさせる香りの一方で、旨味があり、きれいといった味の特性も併せて評価されており、評点平均も市販株と比較して遜色なく、ビールへの醸造適性の高さが示唆された。

3-7 試験醸造ワインの官能評価

選抜株 6 株および市販株 1 株を使用した計 7 試験区により試験醸造し、官能評価を行った結果を表 5 に示す。選抜株で最も評価のよかった 129Y3 ではジアセチル臭や酸味過多、渋味・収斂味といった香りおよび味の指摘事項はあったものの、ブドウ由来の原料特性が際立っており、果実様であるエステルも感じられた。これは香気成分分析の結果と一致しており、129Y3 は対照の市販株と比較して香気成分濃度がカプリル酸エチルでは 2.7 倍、デカン酸エチルでは 3.4 倍あり、選抜株の中で最も多かった。

4 まとめ

発酵特性評価、耐性・キラー活性等評価を実施し、その結果に基づくスクリーニングを行うことで、約 1,500 株からビール用酵母 48 株、ワイン用酵母 46 株を選抜することができた。さらに、フラスコスケールでの発酵試験を行い、香気成分による特性や終アルコール濃度を比較することでビール用酵母 7 株、ワイン用酵母 6 株まで選抜することができた。また、試験醸造および官能評価の結果から、これらの選抜株においてビールおよびワインへの醸造適性の高さが示唆された。

今後は、これらの選抜株に対し、遺伝子解析や糖類資化性による生化学特性評価を行うとともに、さらに複数回試験醸造を行い、各選抜株の醸造特性を把握していく。

5 参考文献

1) きた産業株式会社: 酒うつわ研究, 2, 15(2023)

2) キリンホールディング株式会社:メルシャンワイン参考資料, 5(2021)

4) 向井伸彦, 岡田明彦, 鈴木昭紀, 高橋利郎:*J. Brew. Soc. Japan*, **93**-12, 967-975(1998)

3) 柳田藤寿, 小玉健太郎, 篠原隆:*J. Brew. Soc. Japan*, **97**-2, 150-161(2002)

表 4 試験醸造ビールの官能評価結果（香りおよび味特性の数値は指摘した審査員の数を示す）

サンプル	評点 平均	香り特性											味特性									
		原料 特性	華 やか	香 ばしい	柑 橘香	ホ ップ 用	麦 汁様	麦 芽様	酵 母様	粉 っぽい	硫 化物 様	草 様	ト ロピ カル	甘 味	酸 味	旨 味	さ れい	濃 い	の どごし	キ レ	渋 味	苦 味
95Y1	2.2	3	3	1		3			1				2		1	3	4			2		1
97Y5	2.3	3	1			2			2		1	1		1	1	2	1			1		
181Y2	2.8	2	1		1							2			1		2				1	
181Y8	2.3	2	3		1	2		1	1			1	1	1	1	1	3			2		
185Y9	2.7	2	3			1		1				1		1	3	1				2		
189Y10	3.2	2	3	1		1	1	2			1	1	1	1	1	2		1				
202Y6	2.3	2	1		1	3						2	1	2	1	2	1			3		
市販株 1	2.5	3	2	1	1		1	1	2				1	1	3					4	1	
市販株 2	1.8	2	1		1	2		1					2	2		3	2			4		1

※ 評点平均は審査員 6 名の評点（1：秀、2：優、3：良、4：可）を平均したもの

表 5 試験醸造ワインの官能評価結果（アロマ、特性、指摘および味の数値は指摘した審査員の数を示す）

サンプル	評点 平均	アロマ (全体の香り)				香り特性						香り指摘						味					
		弱 い	大 人し い・ 穏や か	華 やか	強 い	原 料特 性 (品 種特 性)	マ スカ ット	グ レ ー プ フ ル ー ツ ・ 柑 橘 様	エ ス テ ル (果 実様)	花 様	ス パ イ ス 様	亜 硫 酸 臭 (刺 激臭)	く き 臭	ジ ア セ チ ル	酸 臭	ア ル デ ヒ ド	還 元 臭 (硫 黄臭)	バ ラ ン ス ・ ハ ー モ ニ ー	甘 味	薄 い	酸 味過 多	苦 味	渋 味・ 収斂 味
129Y2	2.6		1	4	1	4	3	1	4	2				3			1	1	2	1	3	1	3
129Y3	2.3		3	2	1	3	3	1	2	2				2			1	1	1	1	4	1	4
172Y7	3.0	3	3	1	1	3	2		3	1				2	1	1	1		1		4	2	6
172Y8	3.3		3	2	1	1			1	1		1		4	1	2	2			2	4	2	5
208Y10	3.0	3	2	2	1	2	2		3	1				2	1	1	1		2	1	4	1	5
GF1	3.0	1	2	4	1	3	4	1	3	2								3	2		1		3
市販株	2.1	1	2	4	1	1			1	1		1		4	1	2	2			2	4	2	5

※ 評点平均は審査員 7 名の評点（1：秀、2：優、3：良、4：可）を平均したもの

静置発酵法における麴の発酵経過について

阿萬 尚弥^{*1}・福良 奈津子^{*2}・大山 憲一郎^{*3}・大山 綾夏^{*3}・久保 誠^{*3}

Fermentation Process of Vinegar in a Jar Using the Static Fermentation Method

Naoya AMAN, Natsuko FUKURA, Kenichiro OHYAMA, Ayaka OHYAMA and Makoto KUBO

大山食品株式会社では、種麴、玄米麴、玄米、水のみを用いて、屋外で三石和麴による酢の醸造を行っている。仕込みを行った酢のサンプリングを定期的に行い、微生物の数や種類のモニタリングを行うことで、発酵過程での微生物の増殖挙動を確認し、酢の醸造に関わる微生物の特定を進めた。また、仕込みの際に酵母をスターターとして添加することによって、アルコール発酵に関わる酵母 *S. cerevisiae* が速やかに増殖するようになり、エタノールの生成が発酵の早い段階で行われることが確認できた。さらに、発酵中のもろみから分離した酢酸菌を用いて醸造酢の小仕込み試験を行い、酢酸を十分に生成し風味の良い醸造酢を製造することができる酢酸菌を選抜した。

1 はじめに

大山食品株式会社では、種麴、玄米麴、玄米、水のみを用いて、九州南部の温暖な気候を利用した、屋外での三石和麴による酢の醸造を行っている。醸造酢が製造される過程では、多くの微生物が発酵に関わっていることが分かっており¹⁾、麴、酵母、乳酸菌および酢酸菌が発酵過程で増殖することによって、デンプンの分解、アルコールの生成、酢酸の生成が行われている。

本研究では、醸造酢の製造過程で発酵に関わる微生物の菌叢を確認するために、発酵中のもろみのサンプリングを定期的に行い、もろみに含まれる乳酸菌、酵母および酢酸菌を分離・同定し、有用な微生物については保存を行い、スターターとしての利用を検討することとした。

2 実験方法

2-1 麴の微生物菌叢の確認

2-1-1 麴の仕込み配合

麴の仕込みは、自社で保有する屋外の三石和麴約250甕のうち、過去の仕込みで比較的に発酵経過が良かった甕を4甕選び、仕込みを行うこととした。

種麴、玄米麴、玄米、水のみを用いて、仕込みを行った時の微生物の菌叢を確認する試験としてNo.41の甕を用い、仕込みの段階で酵母を微生物スターターとして添加することで、発酵経過がどのように変化するかを確認する試験として、No.36、37および79の甕を用いた。仕込みの原料配合量を表1に示す。

表1 麴製造の原料配合量

	No.36	No.37	No.41	No.79
種麴 (kg)	20	21	15	20
玄米+玄米麴 (kg)	202	209.7	135.4	197.3
水 (kg)	303	314.5	203	197.3
宮崎酵母 (kg)	1.2	1.2	—	1.2

なお、本実験で使用した宮崎酵母は、乾燥麴1-70A（徳島製麴(株)）と蒸留水を重量比1:4で混合し、60℃のインキュベーターで1晩糖化させ、8,000rpmで5分間遠心分離を行い、液化していない麴の残さを除去した上清を回収し、121℃で15分間滅菌することで作製した麴汁培地（Brix18程度）で培養を行った。

また、種麴については、自社で前年にタンクによる仕込みで製造した醸造酢のもろみを、製品として殺菌処理する前の状態で用いた。

*1 応用微生物部（現 宮崎県小林保健所）

*2 応用微生物部（現 宮崎県総合農業試験場）

*3 大山食品株式会社

2-1-2 発酵過程での微生物モニタリング

仕込みを行った甕酢について、もろみが表層に上がってきたら、櫛入れを行うことでもろみの発酵を促進させるようにした。なお、発酵の初期は2〜3日に1回程度の櫛入れを行い、同じタイミングでもろみのサンプリングを行った。サンプリングは、発酵開始から2週間までは週2回程度行い、それ以降は2週間に1〜2回とし、甕酢の表面に酢酸菌の膜が生成された1か月後までサンプリングを行った。また、発酵が完了し、甕酢の汲み上げを行う前のサンプルも採取した。採取したサンプルについては、生理食塩水（0.1%Tween 添加）で段階希釈を行い、微生物の培養を行った。微生物の培養条件を表2に示す。

表2 もろみ中の微生物の培養条件

	培養条件	使用培地
乳酸菌	35℃	BCP 加プレートカウント寒天
	3日間	培地 24.6 g, 蒸留水 1 L
	嫌気培養	(10ppm アジ化ナトリウム, 10ppm シクロヘキシミド添加)
酵母	25℃	ポテトデキストロース寒天培地
	2日間	39.0 g, 蒸留水 1 L (10ppm
	好気培養	クロラムフェニコール, 5%エタノール添加)
酢酸菌	35℃	ペプトン 5 g, 酵母エキス 5
	3日間	g, グルコース 5 g, MgSO ₄ ・
	好気培養	7H ₂ O 1 g, 蒸留水 1 L, 寒天末 15 g (10ppm シクロヘキシミド, 5%エタノール添加)

培養後は、生育したコロニーの数をカウントし、生理食塩水での希釈倍率を元に、サンプル中の乳酸菌、酵母および酢酸菌の数を算出した。また、生育したコロニーについては、ランダムで12〜24コロニーほどを選び、MALDI-TOF-MS（ブルカー・ジャパン株式会社, MALDI-Biotyper microflex）を用いて、菌種の同定を行い、それぞれの培地にどの菌種が生育したかを確認した。

2-1-3 発酵過程での成分変化の確認

サンプリングを行ったもろみについて、発酵によ

る成分の変化を確認するために、pH、Brix 値、アルコール分、酸度の分析を行った。

pH の測定は pH メーター（東亜ディーケーケー（株）、HM-41X）で行った。Brix 値の測定はポケット糖度計（（株）アタゴ、PAL-J）で行った。アルコール分の測定は簡易アルコール分析器（理研計器（株）、アルコメイト AL-2）で行った。酸度の測定は醸造酢の日本農林規格で定められている次の方法で実施した。試料 3〜10 mL をホールピペットで量とり、蒸留水 100 mL を加えて試料溶液としたものを、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液（ $f=1.01$ ）で滴定し、その滴定値により酸度を算出した。

2-2 酢酸菌スターターの検討

発酵に関わる微生物として、酵母と合わせて酢酸菌を添加することによる、発酵経過や風味の変化を確認する試験を実施するために、甕酢の仕込み時にスターターとして添加する酢酸菌の選抜を行った。

選抜方法は、フラスコスケールでの小仕込み試験を実施し、発酵後のサンプルの酸度、有機酸濃度および官能評価を行うことで、酢酸菌のスクリーニングを行った。小仕込み試験の原料配合量を表3に示す。発酵は30℃のインキュベーター内で3か月間行い、発酵後のサンプルを分析した。

表3 小仕込み試験の原料配合量

原材料	配合量
蒸留水 (g)	120
乾燥麹 1-70A (g)	60
宮崎酵母 (mL)	0.5
乳酸 (g)	0.06
種酢 (mL)	2.0

なお、使用した宮崎酵母は、YPD 培地（5%グルコース, 0.2%酵母エキス, 0.4%蛋白加水分解物）で25℃3日間の培養を行ったものを、3,000 rpm で3分間の遠心分離を行うことで培地を除去し、生理食塩水に菌体を分散させたものを使用した。

また、種酢については、自社の甕酢のもろみから分離した酢酸菌 *A.pasteurianus* 7 株 (OA1~7) を、前述の酢酸菌用培地で培養したコロニーを、生理食塩水に分散させたものを用いた。

酸度の測定方法は、前述のとおりである。有機酸の測定は、サンプルを 10 倍希釈後、0.45 μm メンブランフィルターでろ過し、有機酸分析システム（株）島津製作所、LC-10A）を用いて測定した。分析条件を表 4 に示す。

表 4 有機酸分析条件

使用カラム	Shim-packSCR-102H (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 μM EDTA
流速 (mL/min)	0.8
カラム温度 ($^{\circ}\text{C}$)	40
検出方法	電気伝導度検出

また、スターターとして使用するにあたり、製造した酢の香りや味も重要となるため、サンプル全 7 個について、自社の従業員 3 名による官能評価を行い、スターターとして使用する株の絞り込みを行った。

3 結果および考察

3-1-1 発酵過程での微生物モニタリング

麴酢の発酵過程でサンプリングを行ったもろみについて、寒天培地で生育したコロニー数をカウントした結果を図 1 から図 4 に示す。

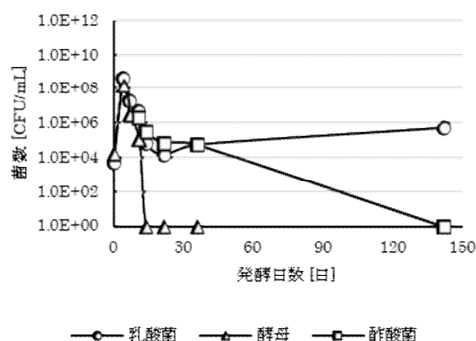


図 1 麴 No.36 の微生物コロニー数の推移

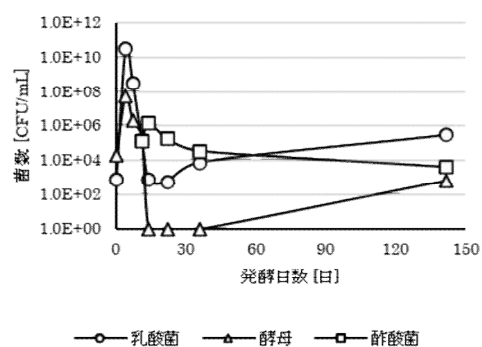


図 2 麴 No.37 の微生物コロニー数の推移

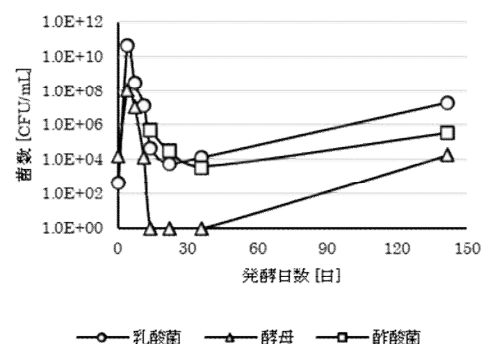


図 3 麴 No.41 の微生物コロニー数の推移

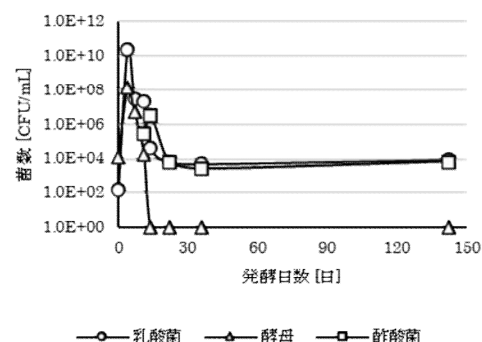


図 4 麴 No.79 の微生物コロニー数の推移

乳酸菌用、酵母用および酢酸菌用の寒天培地で生育した微生物について、菌数のピークは発酵開始から 1 週間後であることが確認できた。また、発酵開始から 2 週間後には、酵母用寒天培地に生育していた微生物種は全て死滅したものの、汲み上げ前のもろみを培養した寒天培地では、麴 No.37 および 41 で再び生育したことが確認でき、乳酸菌用および酢酸菌用寒天培地に生育していた微生物種は、No.36 の酢酸菌用寒天培地を除き、発酵終期まで生育し続けていることが確認できた。これについて、乳酸菌用、酵母用および酢酸菌用の寒天培地に生育したコロニーがどのような菌種かを確認するために、MALDI-TOF-MS による同定を行った結果を表 5 か

ら表 7 に示す。なお、結果は（同一菌種のコロニー数）／（同定を行ったコロニーの全数）を割合で算出して記載している。

表 5 乳酸菌用寒天培地のコロニー同定結果

	属種	No.36	No.37	No.41	No.79
0 日	<i>L. citreum</i>	100%	100%	100%	100%
4 日	<i>P. acidilactici</i>	66.7%	83.3%	75.0%	33.3%
	<i>L. brevis</i>	25.0%		25.0%	
	<i>L. reuteri</i>	8.3%			
	<i>L. fermentum</i>		16.7%		41.7%
	<i>L. plantarum</i>				8.3%
	同定不可				16.7%
11 日	<i>L. paracasei</i>	75.0%	100%	66.7%	
	<i>L. brevis</i>	25.0%			
	<i>L. reuteri</i>			33.3%	
	<i>L. oris</i>				8.3%
	<i>L. antri</i>				41.7%
	同定不可				50.0%
22 日	<i>L. paracasei</i>	66.7%	100%	100%	100%
	<i>L. buchneri</i>	25.0%			
	<i>L. sunkii</i>	8.3%			
36 日	<i>A. pasteurianus</i>	100%	100%	100%	100%
142 日	<i>L. aerotolerans</i>	16.7%	66.7%	8.3%	91.7%
	<i>L. hilgardii</i>	58.3%			
	<i>L. panis</i>			83.3%	
	<i>H. xylanolytica</i>			8.3%	
	同定不可	25.0%	33.3%		8.3%

表 6 酵母用寒天培地のコロニー同定結果

	属種	No.36	No.37	No.41	No.79
0 日	<i>S. cerevisiae</i>	91.7%	83.3%		100%
	同定不可	8.3%	16.7%	100%	
4 日	<i>S. cerevisiae</i>	100%	91.7%	91.7%	100%
	<i>H. uvarum</i>			8.3%	
	同定不可		8.3%		
11 日	<i>S. cerevisiae</i>	100%	100%	100%	100%
142 日	<i>T. asahii</i>			83.3%	
	<i>W. pararugosa</i>		100%		
	同定不可			16.7%	

表 7 酢酸菌用寒天培地のコロニー同定結果

	属種	No.36	No.37	No.41	No.79
0, 4 日	酢酸菌は検出されず				
11 日	<i>A. pasteurianus</i>	50.0%	75.0%		58.3%
	<i>L. brevis</i>	33.3%	16.7%	91.7%	25.0%
	<i>L. paracasei</i>		8.3%		16.7%
	<i>L. plantarum</i>			8.3%	0
	同定不可	16.7%			0
22 日	<i>A. pasteurianus</i>	90.0%	100%	100%	100%
	<i>L. paracasei</i>	10.0%			
36 日	<i>A. pasteurianus</i>	25.0%	100%	100%	100%
	<i>S. salivarius</i>	75.0%			
142 日	<i>A. pasteurianus</i>		75.0%	41.7%	100%
	<i>P. azoreducens</i>	8.3%	25.0%		
	<i>L. pakistanensis</i>			33.3%	
	<i>T. asahii</i>			8.3%	
	<i>L. hilgardii</i>	16.7%			
	<i>L. xylanilyticus</i>	8.3%			
	<i>L. fusiformis</i>	8.3%			
	<i>L. boronitolerans</i>	8.3%			
	同定不可	50.0%		16.7%	

まず、乳酸菌用培地については、発酵初期から乳酸菌が生育していることが確認できた。また、発酵後期は、酢酸菌の *A.pasteurianus* が生育していることが確認できた。このことについて、発酵が進むにつれて、耐酸性の低い *P. acidilactici* から、耐酸性の高い *L.brevis*, *L.buchneri*, *L.paracasei* など²⁾に置き換わっていき、発酵後期はもろみ中の酢酸濃度が高くなっていると考えられるため、酢酸の抗菌作用³⁾により乳酸菌は死滅し酢酸菌が優占種になったと考えられる。

次に、酵母用培地については、発酵初期から酵母が生育していることが確認できた。甕 No.36, 37 および 79 のもろみについては、発酵初日時点で *S.cerevisiae* が生育していた。また、甕 No.37 および 41 の汲み上げ前のもろみを培養した寒天培地で生育した微生物については、*S.cerevisiae* ではなく、No.37 では *W. pararugosa*, No.41 では *T. asahii* が主であることが確認できた。このことについて、発酵

初期は玄米などのデンプンから生成された糖からアルコールを生成するために *S.cerevisiae* が増殖するが、基質がなくなるにつれて死滅していったと考えられる。さらに、くみ上げ前に確認された *T. asahii* については、麴の液面付近で酢酸菌の膜が生成され、その上層で環境由来の微生物が生育したことで、酢酸などの抗菌作用が働かずに混入したのではないかと考えた。

さらに、酢酸菌用培地については、発酵初期は酢酸菌が生育しておらず、発酵開始から2週間程度で *A.pasteurianus* が生育しており、発酵後期まで生育していることが確認できた。このことについて、発酵初期に *A.pasteurianus* が生育していなかったことから、仕込み時に添加している種酢には十分な数の酢酸菌の生菌が含まれておらず、発酵開始から2週間程度で増殖するような傾向となるのではないかと考えた。そのため、種酢として酢酸菌のスターター液を添加することで、発酵が速やかに進行し、発酵期間を短縮できる可能性があると考えた。また、麴 No.36 では、汲み上げ前には酢酸菌が死滅していたが、発酵開始から36日目時点で *A.pasteurianus* の割合が低下しているため、もろみのかくはんなどの影響で、酢酸菌の膜形成が正常に行われずに、酢酸菌の増殖がうまくいかなかったのではないかと考えた。

3-1-2 発酵過程での成分変化の確認

サンプルングを行ったもろみの成分の経時変化について、pH、Brix 値、アルコール分および酸度の測定結果を図5から図8に示す。

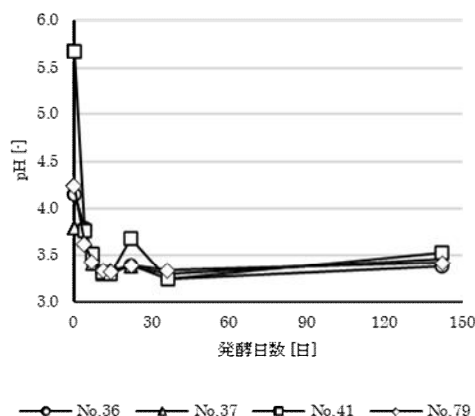


図5 麴酢もろみ中の pH 推移

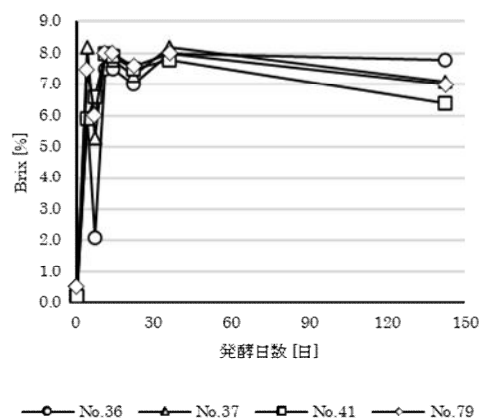


図6 麴酢もろみ中の Brix 値推移

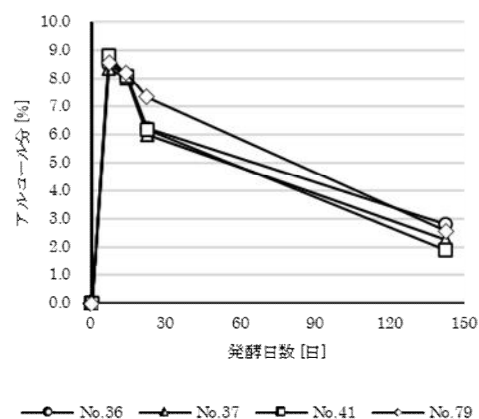


図7 麴酢もろみ中のアルコール分推移

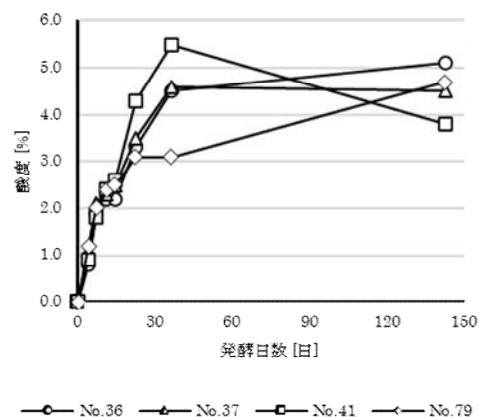


図8 麴酢もろみ中の酸度推移

もろみの pH は発酵から4日目時点で4.0を下回っており、そこからは3.5以下で推移していた。Brix 値は発酵から4日目時点で大きく上昇しており、一度下がった後に7~8の間で推移していた。アルコール分は発酵から7日目時点で大きく上昇しており、そこからは下がっていき、最終的には2%前後となっていた。酸度は、発酵初期より徐々に上昇し、発

酵から 11 日目以降に大きく上昇し、最終的には 4~5%となっていた。

これらの推移について、発酵初期は、乳酸発酵による乳酸の生成により pH が低下し、玄米麴の酵素により、玄米中のデンプンが糖に分解されたことで Brix 値が大きく上昇し、発酵 1~2 週間時点では、生成された糖を酵母がアルコールに変換したことで、アルコール分が大きく上昇、Brix 値が低下し、発酵 1 か月時点では、生成されたアルコールを酢酸発酵によって酢酸に変換したことで、pH がさらに低下、Brix 値が再び上昇、酸度が上昇したと考えられた。

3-2 酢酸菌スターターの検討

もろみから分離した酢酸菌 *A.pasteurianus* 7 株 (OA1~7) を用いて行った小仕込み試験のサンプルについて、酸度および有機酸の分析を行った結果を図 9 および 10 に示す。

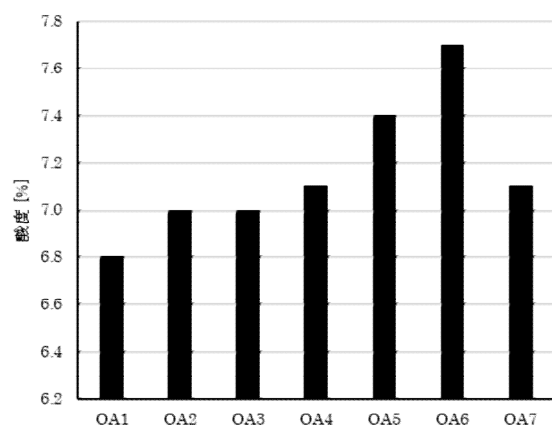


図 9 小仕込み試験サンプルの酸度

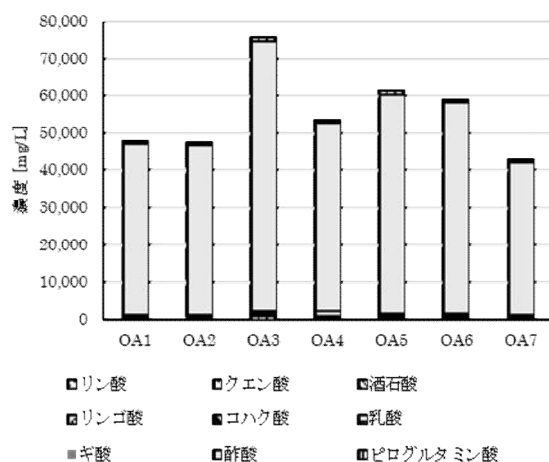


図 10 小仕込み試験サンプルの有機酸濃度

小仕込みを行ったサンプルのうち、最も酸度が高くなったのは OA6 で 7.7%となっていた。また、酸度が低い OA1 でも 6.8%となっていたので、醸造酢の日本農林規格 (JAS) の規格である酸度 4.0%以上を満たしていることが確認できた。

次に有機酸の濃度について、どのサンプルでも最も割合の高い有機酸は酢酸であることが確認できた。有機酸の総量は、OA3 を用いたサンプルが最も高く 75,000 mg/L 程度で、OA7 を用いたサンプルが最も低く 42,000 mg/L 程度であった。これらの結果について、使用する酢酸菌によって分析値に若干の差は見られたものの、どの株も発酵性は良好でスターターとして利用できる可能性が示唆された。

このことより、酢酸菌スターターとして利用するための株を絞るために、サンプルの風味を確認したところ、エステル香があり酸味のバランスも良い OA4 を候補株とすることにした。

4 まとめ

- ① 麴酢のもろみに生育する微生物の菌数のピークは発酵開始から 1 週間後であることが確認できた。また、2 週間後には、*S.cerevisiae* は死滅したものの、乳酸菌は耐酸性の高い *L.brevis*, *L.buchneri* および *L.paracasei* などが増殖し、3 週間後までは生育していることが分かった。酢酸菌は *A.pasteurianus* が優占種であり、発酵開始から 2 週間後くらいから生育し始め、発酵終了時点まで生育していることが確認できた。このような微生物の推移について、乳酸、アルコール、酢酸の生成による生育環境の変化によって生じているものと考えた。
- ② もろみの pH は発酵開始から速やかに低下し 3.5 以下で推移していた。Brix 値は発酵から 4 日目時点で大きく上昇しており、一度下がった後に 7~8 の間で推移していた。アルコール分は発酵から 1 週間で大きく上昇し、そこからは下がっていき、最終的には 2%前後となっていた。酸度は、発酵初期より徐々に上昇し、最終的には 4~5%となっていた。これらの推移について、発酵初期は、乳酸の生成により pH が低下し、玄米麴の酵素により、

玄米中のデンプンが糖に分解されたことで Brix 値が大きく上昇したと考え、発酵 1~2 週間時点では、糖がアルコールに変換されたことで、アルコール分が大きく上昇、Brix 値が低下したと考えられ、発酵 1 か月時点では、アルコールが酢酸に変換されたことで、pH が低下し、Brix 値が再び上昇し、酸度が上昇したと考えられた。

- ③ もろみから分離した酢酸菌 *A.pasteurianus* の 7 株を用いて小仕込み試験を行ったが、酸度に若干の差は生じたものの、醸造酢の日本農林規格 (JAS) の規格である酸度 4.0%以上を満たす醸造酢が製造できることが確認できた。また、有機酸の濃度についても、全ての

サンプルで酢酸が最も高い割合で生成されることが確認でき、使用する酢酸菌によって分析値に若干の差は見られたものの、どの株も発酵性は良好でスターターとして利用できる可能性が示唆された。なお、風味については OA4 が良い評価であった。

5 参考文献

- 1) 多山賢二：モダンメディア, **62-3**, 84-86(2016)
- 2) 高山清子, 工藤哲三, 水谷政美, 山本英樹, 柏田雅徳：宮崎県工業技術センター・食品開発センター研究報告, **50**, 118-119(2005)
- 3) 松田敏生, 矢野俊博, 丸山晶弘, 熊谷英彦：日本食品工業学会誌, **41-10**, 690(1994)



令和6年度・第69号

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

令和7年7月発行

宮崎県工業技術センター／〒880-0303
宮崎県宮崎市佐土原町東上那珂16500-2
TEL 0985-74-4311
FAX 0985-74-4488

宮崎県食品開発センター／〒880-0303
宮崎県宮崎市佐土原町東上那珂16500-2
TEL 0985-74-2060
FAX 0985-74-4488