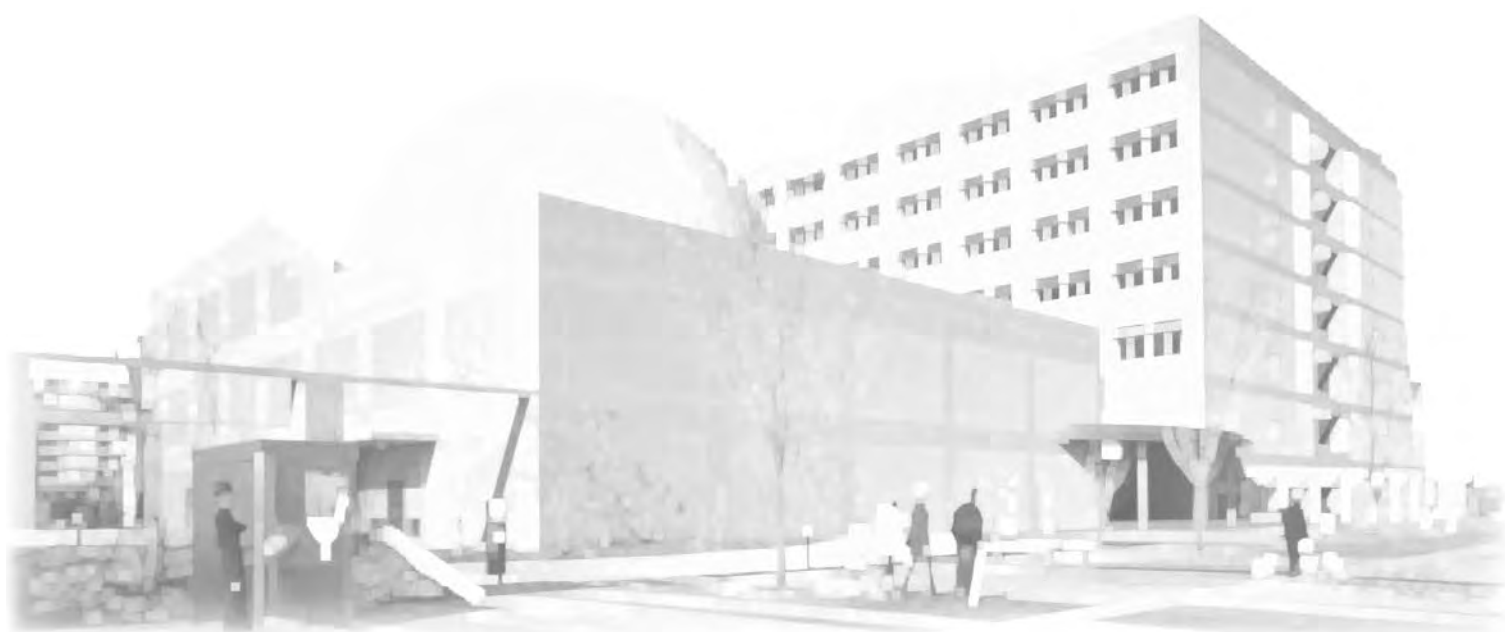


埼玉県産業技術総合センター

研究報告

第11巻 平成24年度

REPORTS
OF
SAITAMA
INDUSTRIAL
TECHNOLOGY
CENTER
Vol. 11 / 2012



平成25年(2013)発行

平成24年度埼玉県産業技術総合センター研究報告

第11巻

目 次

CONTENTS

ページ

産業支援研究

県産小麦の新規ブレンド粉の開発ーパン用ブレンド粉	1
県産小麦の新規ブレンド粉の開発ー麺用ブレンド粉	5
安全安心な食品製造工程の管理技術の確立ー食中毒菌の迅速検出技術の開発 新規減塩漬物の製造技術の開発	8 13
ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発 ー 電極移動によるステンレス鋼板の電解研磨	17
高アスペクト比微細深穴加工に関する研究(第2報)	22
ピエゾ素子を用いた高推力リニアモータの開発	27
熱可塑性FRPの高性能化と高度利用技術に関する研究 ー リサイクル性、補修性を有する軽量高強度複合材料に関する研究	31
熱可塑性FRPの高性能化と高度利用技術に関する研究 ー 高周波誘導加熱によるポリプロピレンの接合	36

新技術創出研究

BEMS/HEMS 技術の開発ーエネルギー管理システム実証実験について	41
県産ねぎを使った新規加工食品の開発ーねぎを使った酢の製造	45
発酵による食品副産物の有効利用	49

技術支援高度化研究

精密測定機同士の連携に関する研究	52
高温もろみ対応清酒酵母の開発(第2報)ー小仕込み試験方法の検討	56
固相マイクロ抽出法を用いたメッキ液中サッカリン濃度評価	59
試験装置等監視システムの構築	64

外部資金導入研究

[戦略的基盤技術高度化支援事業]

成形サイクルの短縮に関わる型技術の開発	68
アルミ鍛造の生産工程削減を可能とする潤滑油の開発	69

[NEDO 次世代自動車用高性能蓄電システム技術開発]

カーボンフェルト電極マイクロ波放電を利用したマグネシウム二次電池正極 活物質の研究開発	71
--	----

県産小麦の新規ブレンド粉の開発 ーパン用ブレンド粉ー

海野まりえ* 成澤朋之* 鶴藪大* 小島登貴子*

Development of Flour Blending from Wheat Cultivated in Saitama - Flour blending for Bread -

UMINO Marie*, NARISAWA Tomoyuki*, TSURUZONO Masaru*, KOJIMA Tokiko*

抄録

埼玉県産のパン用小麦品種「ハナマンテン」に対して、めん用小麦品種である「あやひかり」を加えたブレンド粉について、業務用ミキサーを使用した現場レベルでの製パン適性を確認した。あやひかりのブレンドにより、生地形成に必要なミキシング時間が大幅に短縮された。また、ブレンド粉の総タンパク量が低下しているにもかかわらず、ハナマンテンや市販パン用粉と同等の容積を有するパンの焼成が可能であった。

キーワード：小麦，製パン，タンパク質

1 はじめに

埼玉県では、麵用小麦品種である「農林61号」や「あやひかり」に加えて、パン用小麦品種である「ハナマンテン」が県北部を中心に栽培されている。ハナマンテンは、一般的なパン用小麦品種と比較して強靱なグルテンの性質を有しており、製パン時には生地のミキシング時間を長くとる必要がある。そのため、従来のパン用強力粉と同様のミキシング条件では製パンが困難である。

本研究においては、ハナマンテンの製パン時の諸問題を改善するため、これまで当所で培ってきた県産小麦品種のブレンド技術を活用した、新たなパン用ブレンド粉の開発を行ってきた。昨年度は、めん用小麦品種であるあやひかりのブレンドによるハナマンテンの製パン性の改善効果について、実験室レベルでの製パン試験により検討した。その結果、あやひかりのブレンドにより、ミキシング時間の短縮がみられたほか、パンのやわらかさが向上するなど、製パン適性が改善されること

が確認された¹⁾。

今年度は、リテールベーカリー等での利用を想定し、業務用ミキサーなどの現場レベルでの製パン機器を用いて、このブレンド粉の製パン性について検討を行った。

2 研究方法

2.1 小麦粉試料

県産小麦品種であるハナマンテン及びあやひかりについては、前田食品(株)より市販されている小麦粉を試験に供した。また、比較として、日清製粉(株)より市販されているパン用強力粉を用いた。

2.2 成分分析

小麦粉のタンパク質含量はセミマイクロケルダール法により測定した。グルテンの特性は、フェアノグラフを用いて常法により測定した。小麦タンパク質を構成するグリアジン及びグルテニン量については、サイズ排除高速液体クロマトグラフィー(SE-HPLC)^{2)~5)}により測定した。グルテニンについては、ドデシル硫酸ナトリウム(SDS)可溶性

*北部研究所 食品・バイオ技術担当

成分と不溶性成分に分けてその量を算出した。

2.3 製パン試験及び物性試験

ハナマンテンに対してあやひかりを40%、50%、60%置換した3種類のブレンド粉、単品のハナマンテン、コントロールとして市販パン用粉の合計5種類の試料を用いて製パン試験を実施した。標準的な食パンの配合(表1)及び工程(表2)を基本として、山形食パンを作成した。生地のみキシングについては、生地のグルテン膜などの状態を見ながら、ミキサーの速度と時間を調整した。加水量については前報¹⁾の結果を鑑み、ブレンド粉とハナマンテンについては65%及び67.5%で、市販パン用強力粉については70%で試験を実施した。ミキサーは関東混合機工業(株)製(10クオート)を、発酵器は大正電気(株)製電子発酵器SK-10を使用し、(有)関東電機製作所製の業務用オーブンを使用して、3つ山の2斤型山型食パンを焼成した。

表1 試験パンの配合

原材料	重量(g)	対粉比
小麦粉	1100	100
砂糖	55	5
塩	22	2
スキムミルク	22	2
インスタントドライイースト	8.8	0.8
ショートニング	66	6
水	715~770	65~70

表2 製パン試験工程

工程	時間
ミキシング	表4記載
1次発酵	120分(80分パンチ)(27°C、75%以上)
分割	300g 分割・丸め
ベンチタイム	30分
成形	
2次発酵	70分(38°C、75%以上)
焼成	30分(上火200°C、下火210°C)

焼成後のパンは常温で60分間放冷し、ビニール袋に密封して一晩置いた後、容積、重量、及び物性を測定した。パン容積は菜種置換法で測定した。パンの物性については、不動工業(株)製レオメーターを

用いて前報⁵⁾と同様に行った。すなわち、厚さ20mmにスライスしたパン断面に対し、15mm径の円柱状プランジャーを使用して、速度5cm/minで圧縮率70%まで、1分間隔で2回の圧縮行程を行い、1回目の圧縮時における50%圧縮時の応力である50%応力、及び1回目と2回目のピーク応力の比として算出される凝集性を、パン物性の指標として評価した。

3 結果と考察

3.1 成分分析結果

試験に用いた小麦粉試料について、タンパク質含量、ファリノグラフによるグルテン成分特性、及びSE-HPLCによるグルテン構成タンパク質の成分量を表3に示す。

タンパク質含量は、市販パン用粉が11.9%と最も高く、次いでハナマンテンが10.9%、麵用粉であるあやひかりでは7.6%であった。また、ファリノグラフ吸水率は、市販パン用粉が64.0%であったのに対して、ハナマンテンは59.8%であり、製パン時には加水量を減少させる必要があることを示していた。

表3 小麦粉試料の成分及びグルテン特性値

	ハナマンテン	あやひかり	市販パン用粉
タンパク質(%)	10.9	7.6	11.9
ファリノグラフ	吸水率(%)	59.8	64.0
	生地形成時間(min)	1.8	1.3
	生地安定度(min)	3.2	0.7
	V.V.値	58	38
グルテニン(%)	SDS可溶性	2.55	2.46
	SDS不溶性	2.72	1.57
	計	5.27	4.03
グリアジン(%)	4.73	3.15	5.54
unext/glu	0.52	0.39	0.50

タンパク質含量は、水分13.5%換算値。
unext/gluはSDS不溶性グルテニン量/グルテニン量を表す。

グルテン構成タンパク質については、前報¹⁾と同様、ハナマンテンにおいて、グルテニン中の

SDS 不溶性グルテニンの割合(unext/glu)が、市販パン用粉の値と比較して高かった。一方、あやひかりは、ハナマンテンや市販パン用粉と比較して、この割合が小さいことが確認された。

3.2 ブレンド粉の製パン試験

前報¹⁾で報告した試験用のピンミキサーを使用した製パン試験では、ハナマンテン及びブレンド粉の加水量の上限は65%であったが、今回の業務用ミキサーを用いた試験においては、加水量を67.5%に増やしても、問題なく生地形成ができることが確認できた。業務用ミキサーでは、①ミキシング中の生地の状態に応じて速度を変える、②生地形成を阻害する油脂投入は、生地がある程度形成されてから行うなど、試験用のミキサーよりも生地形成に適した条件でミキシングを行うことができることから、加水量を増やしても良好な生地形成が可能であったと考えられた。ただし、67.5%加水では、生地形成後の分割・成型の作業時において、生地に若干のべたつきが感じられたため、加水量の上限をこの67.5%と決定した。また、ハナマンテン単品についても同様に、67.5%まで加水量を増やしても、問題なく製パンが可能であることがわかった。

表4に生地形成に要したミキシング時間を示す。ハナマンテン単品では、油脂投入前、投入後のいずれにおいても、最終段階での高速ミキシングの時間が市販パン用粉と比較して長くなっており、全体としては、市販パン用粉の2倍近い20分前後のミキシング時間が必要であった。これは、ハナマンテンのグルテン構成タンパク質のうち、生地の弾性を強くする、分子量の大きなSDS不溶性グルテニンの割合が大きいことに起因していると考えられた。

ブレンド粉では、全試験区において、ハナマンテン単品と比較してミキシング時間は大幅に短縮されていた。特に65%加水では、ミキシング時間がハナマンテン単品の場合の約半分となっており、市販パン用粉と比較してもミキシングに必要な時間は短くなっていた。

一方、67.5%まで加水量を増やすと、50%以上のあやひかり置換で、油脂投入後の高速ミキシング時間が長くなり、生地形成まで時間がかかるようにな

った。前述のとおり、67.5%加水では生地の分割・成形時に生地にべたつきが生じていたことも合わせて考慮すると、製パン作業性の点からは、65%加水のほうが好ましいと考えられた。

以上の条件で試作したパンの容積を表5に、物性試験結果を図1にそれぞれ示す。

表4 製パン試験のミキシング時間

試料粉	加水量 (%)	ミキシング時間(分:秒)						合計
		油脂投入前			油脂投入後			
		L	M	H	L	M	H	
40%置換	65.0	2:00	2:00	3:00	1:00	1:20	2:40	12:00
50%置換		2:00	2:00	3:30	1:00	1:20	2:00	11:50
60%置換		2:00	2:00	3:00	1:00	1:20	2:40	12:00
40%置換	67.5	2:00	2:00	3:30	1:00	1:30	2:30	12:30
50%置換		3:00	2:30	3:10	1:00	1:30	5:00	16:10
60%置換		3:00	2:30	2:00	0:30	1:40	6:00	15:40
ハナマンテン	65.0	2:00	2:00	7:00	1:00	1:30	9:00	22:30
	67.5	2:00	2:00	7:00	1:00	1:30	6:00	19:30
市販パン用粉	70.0	2:00	2:00	3:00	1:00	1:30	4:00	13:30

Lは低速、Mは中速、Hは高速を示す

表5 製パン試験結果

試料粉	加水量 (%)	重量(g)	容積(ml)	比容積
40%置換	65.0	809.5	3800	4.7
50%置換		801.3	3760	4.7
60%置換		794.6	4100	5.2
40%置換	67.5	785.8	4010	5.1
50%置換		781.7	3740	4.8
60%置換		776.7	3650	4.7
ハナマンテン	65.0	802.1	4200	5.2
	67.5	790.4	4320	5.5
市販パン用粉	70.0	794.1	3970	5.0

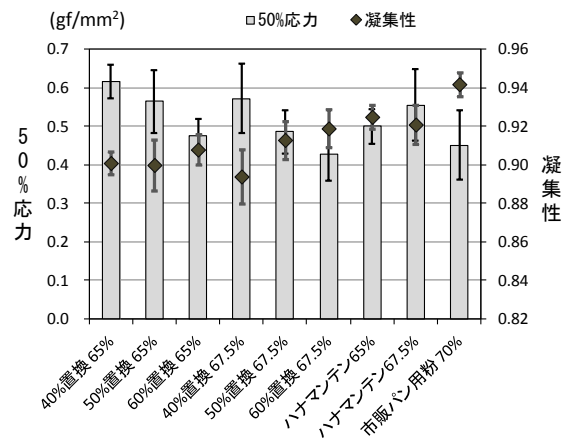


図1 パン断面の物性試験結果
誤差線は標準偏差を表す (n=14)

ハナマンテン単品では、市販パン用粉よりも比容積が大きくなっていった。ハナマンテンでは、ミキシング時間が長く、生地形成までに時間がかかるが、適切な強度と時間をかけることで良好な生地を得ることができ、焼成されたパンについても、市販パン用粉と比較して遜色ない膨らみが得られることがわかった。

このハナマンテンに対して、あやひかりをブレンドすることにより、粉全体のタンパク質含量は低下するものの、焼き上がったパンの容積の低下は小さく、またその値は市販パン用粉と同等のものであった。また、50%応力については、いずれの加水量においても、あやひかりによる置換割合の増加とともに低下しており、パンのやわらかさが向上していることを示していた。とりわけ、60%置換では、市販パン用粉と同程度のやわらかさとなっていた。また、パンの復元力の指標である凝集性についても、あやひかりの置換割合の増加とともに高くなる傾向が見られた。

以上より、パンの作業性、容積、物性等を総合的に鑑み、ハナマンテンへのあやひかり50%~60%置換により、リテールベーカリー等の現場で使いやすく、良好な膨らみや食感が得られるパン用ブレンド粉が得られると考えられた。

4 まとめ

前報の試験用のミキサーを使用した小規模製パン試験で良好な結果が得られた、パン用小麦品種ハナマンテンとめん用小麦品種あやひかりによるブレンド粉について、規模をスケールアップし、業務用機器を用いた製パン試験を実施し、その製パン適性について検討した。

ハナマンテンへのあやひかりのブレンドにより、ハナマンテン単独での製パン時と比較して、生地形成に必要なミキシング時間を大幅に短縮することができ、製パン作業性を改善することができた。また、ブレンド粉のタンパク量が低下しているにもかかわらず、ハナマンテンを単独で使用した際のパンの膨らみを損なわず、さらにパンのやわらかさも向上させることができた。

以上のことより、パン用小麦品種ハナマンテンへの、めん用小麦であるあやひかりのブレンドが、現場レベルでの製パン性の改善に有効であることがわかった。これらの品種のブレンドにより、リテールベーカリー等の現場レベルで使いやすく、また、食感のよいパンの焼成が可能な、埼玉県産小麦によるパン用ブレンド粉の開発が可能であることが確認された。

謝 辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました東京農業大学の野口智弘准教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 海野まりえ, 成澤朋之, 鶴菌大, 小島登貴子: 県産小麦新規ブレンド粉の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **10**, (2012)6
- 2) 海野まりえ, 仲島日出男: 埼玉県産小麦の製パン利用技術の確立, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**, (2011)123
- 3) N. K. Singh, G. R. Donovan and F. MacRitchie: Use of sonication and size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins. I. Dissolution of total proteins in the absence of reducing agents, *Cereal Chem.*, **67**(1990) 150
- 4) I. L. Batey, R. B. Gupta and F. MacRitchie: Use of size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins: an improved chromatographic procedure, *Cereal Chem.*, **68** (1991) 207
- 5) R. B. Gupta, K. Khan and F. MacRitchie: Biochemical basis of flour properties in bread wheats. I. Effects of variation in the quantity and size distribution of polymeric protein, *J. Cereal Sci.*, **18** (1993) 23

県産小麦の新規ブレンド粉の開発

－麺用ブレンド粉－

成澤朋之* 海野まりえ* 鶴菌大* 小島登貴子*

Development of Flour Blending from Wheat Cultivated in Saitama

－ Flour blending for Japanese noodles －

UMINO Marie*, NARISAWA Tomoyuki*, TSURUZONO Masaru*, KOJIMA Tokiko*

抄録

「さとのそら」を基調とする麺用ブレンド粉について、「ハナマンテン」の添加量が少ないと操作性・製麺性が低下するとともに、その添加割合が生麺の伸びや茹で麺の「こし」、麺のくすみに影響することが分かった。

キーワード：小麦，製麺，タンパク質，SDS不溶性グルテニン量

1 はじめに

埼玉県産の小麦は、麺用の「農林61号」、「あやひかり」や、パン用の新品種「ハナマンテン」「ユメシホウ」等が県北部を中心に栽培されている。主要品種である農林61号については、新たな品種「さとのそら」への大規模な転換が図られているところである。本研究においては、これまで当所で培ってきたブレンド技術を活用し、新品種小麦を用いた新たな県産麺用及びパン用ブレンド粉の開発製品化を目指し、検討を行ってきた。

そして、昨年度の検討の結果、SDS不溶性グルテニン量を指標としたブレンドにより製麺性の向上が図れることが分かった。¹⁾

そこで、本年度は、新規ブレンド粉の商品化を目指し、スケールアップした麺の試作試験を実施して評価を行った。

2 研究方法

2.1 小麦粉試料

麺用粉試験に用いた農林61号、あやひかり、さとのそら、ハナマンテンは前田食品(株)より市販されている商用粉を用いた。

2.2 成分分析

小麦粉の各種成分分析は日本食品標準成分分析マニュアルそって測定を行った。小麦タンパク質の各種成分量はSE-HPLC法^{2)~5)}により測定を行った。

2.3 製麺試験及び物性試験

製麺試験は県内製麺業者において10kgスケールで行った。生麺の引張試験は不動工業(株)製レオメーターを用いて1mm/sec の速度で麺線を引っ張り、引張応力(gf)及び伸長度(cm)を測定した。引張応力は、物性測定前にレーザー計測器により測定した断面積で除し、単位面積あたりの単位応力(gf/mm²)とした。

茹で麺の調製は以下のように行った。トールビーカー中で300mlの蒸留水を沸騰後、生麺を20g投入し8分間茹でた。茹で麺の圧縮試験は(株)山電製レオナー(RE-33005)を用いて行った。茹で麺の幅はデジタルノギスで測定した。先端の幅1mm のV字型プランジャーで速度0.1mm/sec で麺線の変形率90%まで麺に対して垂直に圧縮し、応力変位曲線および単位応力を算出した。

2.4 官能試験

当センターの職員15名に対し、茹で麺の官能試験をアンケート形式により行った。アンケート項目としては、色(20)、外観(15)、食感：かたさ(10)、食

*北部研究所 食品・バイオ技術担当

感：粘弾性(25)、食感：なめらかさ(15)、食味(15)の6項目とした。()内は各項目の配点である。農林61号を標準としてブレンド粉の麺を不良(かなり、すこし、わずかに)、普通、良(わずかに、すこし、かなり)の7段階で評価してもらった。

3 結果と考察

3.1 成分分析結果

各種麺用粉について、成分分析値を表1にタンパク質分析結果を図1に示す。

表1 各種成分分析値(%)

	水分	タンパク質	灰分
農林61号	12.6	8.5	0.3
あやひかり	12.8	7.7	0.3
さとのそら	12.9	8.6	0.4
ハナマンテン	11.9	10.5	0.5

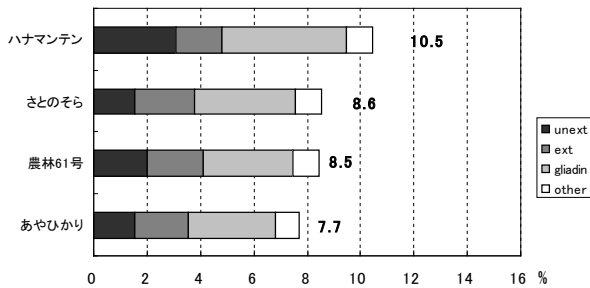


図1 タンパク質分析結果

SDS不溶性グルテニン量は、ハナマンテン>農林61号>さとのそら≒あやひかりの順で多く、前報と同様であった。この結果を受け、前報と同様にブレンド比を算出すると、さとのそら：あやひかり：ハナマンテン=4：3：3で農林61号と同等のSDS不溶性グルテニン量となることが分かった。比率が前報と異なるのは、小麦の栽培条件でタンパク質総量が変化したためである。

3.2 麺の試作と物性測定

麺の試作には3.1で算出したブレンド比のもの以外に、さとのそら：あやひかり：ハナマンテン=6：3：1のもの、対照として農林61号を用いた。それぞれの引張試験及び圧縮試験について図2及び図3に示す。図中において、ブレンド比4：3：3と6：3：1の小麦粉はハナマンテンの割合である3割と1割で表示した。

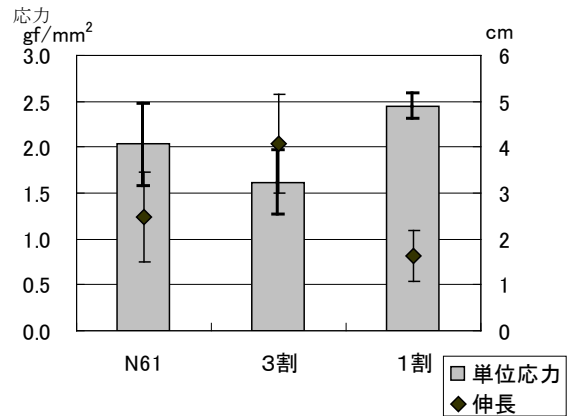


図2 試作麺の引張試験

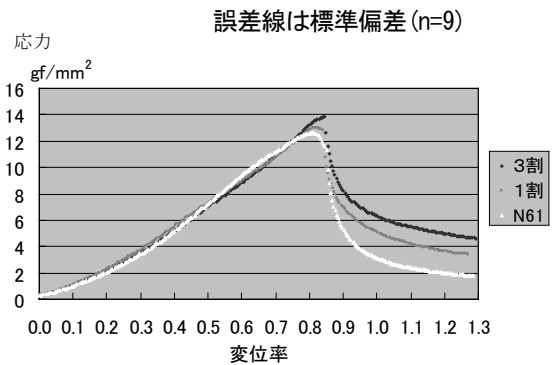


図3 試作麺の圧縮試験 (n=5)

変異率0.9以降はプランジャー停止

製麺時、ハナマンテンが3割のものは農林61号と同様の操作性、製麺性であったのに対し、1割のものでは麺帯に穴があいたり千切れたりといった現象が見られた。それぞれのタンパク質総量は農林61号で8.5%、1割で8.5%、3割で8.9%と大きな差がないことから、製麺性へのSDS不溶性グルテニン量の影響が大きいことが分かった。

生麺の引張試験では、3割では麺が柔らかく、よく伸び、1割では麺が硬く切れやすかった。ハナマンテンの添加による伸張度の上昇は前報でも見られ、SDS不溶性グルテニンの効果と推測される。ハナマンテンは前報よりSDS-SVが高く、SDS不溶性グルテニン量が多いということが分かっている。また、PSS-SVも高く、SDS不溶性グルテニンの重合度も高いことから、他品種と比較して「つなぎ」としての効果が推測される。

茹で麺の圧縮試験では、最大応力は農林61号や3割、1割のどれも大きな差はなかったが、破断した

後の挙動に差が見られた。農林61号では破断後、応力が大きく落ち込んだが、ハナマンテン添加していると応力の落ち込みが少なく、また、添加量が多いほど破断後も硬さが保たれていた。この破断後の応力は、いわゆる「こし」と言われているテクスチャーに関連し、茹で麺の組織構造に起因すると考えられる。グルテンが繋がらず、小さいユニットが点在していると「こし」がなく、逆にグルテンの繋がりがよく、全体的に大きなネットワークを構築していると「こし」があると言われる。ハナマンテンの割合が高いとグルテンネットワークが構築されやすく、このような結果になったと思われる。

3.3 官能評価

図4に官能評価の結果を示す。

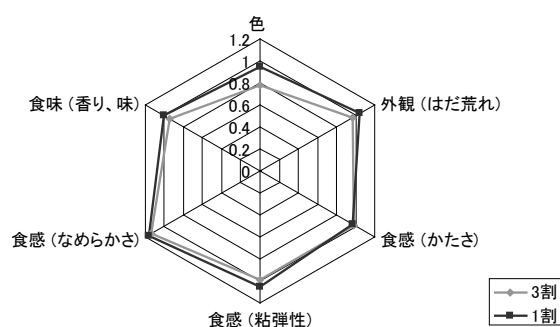


図4 農林61号を1とした官能評価試験 (n=15)

ハナマンテンの添加量が1割の場合と比較して、3割の場合では特に色の項目において評価が低い。これはハナマンテンの灰分が高く、ふすま成分が多く入り込んでしまっているため、PPO活性が発現し、くすみが出たものと考えられる。色に関し改善する必要があると思われる。

4 まとめ

前報の結果を受け、工場レベルでの試作を行った。その結果、ハナマンテンの添加により操作性・製麺性が向上することが分かった。また、ハナマンテンの添加は生麺の伸びや茹で麺の「こし」を向上させることが分かった。一方、ハナマンテンの添加により、麺のくすみが出ることも分かったことから、さらなる検討が望まれる。

謝辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました工学院大学の山田昌治教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 海野まりえ, 成澤朋之, 鶴菌大, 小島登貴子: 県産小麦新規ブレンド粉の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **10**, (2012)6
- 2) 海野まりえ, 仲島日出男: 埼玉県産小麦の製パン利用技術の確立, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **9**, (2011)123
- 3) N. K. Singh, G. R. Donovan and F. MacRitchie: Use of sonication and size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins. I. Dissolution of total proteins in the absence of reducing agents, *Cereal Chem.*, **67**, (1990) 150
- 4) I. L. Batey, R. B. Gupta and F. MacRitchie: Use of size-exclusion high-performance liquid chromatography in the study of wheat flour proteins: an improved chromatographic procedure, *Cereal Chem.*, **68**, (1991) 207
- 5) R. B. Gupta, K. Khan and F. MacRitchie: Biochemical basis of flour properties in bread wheats. I. Effects of variation in the quantity and size distribution of polymeric protein, *J. Cereal Sci.*, **18**, (1993) 23

安全・安心な食品製造工程の管理技術の確立

－食中毒菌の迅速検出技術の開発－

富永達矢*¹ 常見崇史*¹ 関根正裕*²

Establishment of management techniques of a safe and secure food manufacturing process

－Development of rapid detection method of food-borne pathogen－

TOMINAGA Tatsuya*¹, TSUNEMI Takashi*¹, SEKINE Masahiro*²

抄録

腸管出血性大腸菌O157の迅速検出のため、高感度イムノクロマト試験紙の開発を目指した。試作品の評価系を設定した後、感度に影響を与える要因を調べた。スキムミルクを用いた非特異的吸着の抑制、標識や固定に用いるポリクローナル抗体とモノクローナル抗体の組み合わせ、より大きなコロイド径を有する金属コロイドを用いた抗体修飾を検討することにより、感度が約100倍に向上した。パラジウムコロイドを用いたクロマト試験紙により、 10^3 cfuのO157を検出できた。

キーワード：食品衛生，O157，イムノクロマト法，抗体

1 はじめに

昨年8月、北海道にて、腸管出血性大腸菌O157(以下、O157)による食中毒事件が発生した。白菜の浅漬けが原因とみられる本事件では、150名以上が発症する事態となった¹⁾。1996年、大阪でO157による集団食中毒事件が発生した際には、患者数は8,000名近くにのぼった^{2), 3)}。このような大規模な事件のみならず、O157による食中毒事件は毎年起きており、2009年～2012年の間でも検出報告数は1年あたり1,000件に及ぶ⁴⁾。このような事件の発生を未然に防止するため、食品からのO157の検査法が確立されている⁵⁾。その手法は、食品検体を増菌培養後、選択分離培地を用いてO157を分離培養し、生理・生化学試験に供するものや、PCR法を用いて毒素遺伝子を検出するものである。前者は検出までに長時間を要し、後

者は専門装置を要する点が食品製造現場に導入するための課題となっている。

近年、イムノクロマト法が検出法として注目を浴びている^{6), 7)}。本手法は、滴下されたサンプル溶液中のO157が、金コロイド標識抗体と結合した後、試験紙上を毛細管現象により移動し、あらかじめ試験紙上に固定化されていた抗体に捕捉され、金コロイド由来の赤色ラインが生じることによりO157を検出する手法である。この試験に要する時間は15分程度で済み、特殊な装置も必要としない。しかし、この方法で検出を確認するには 10^5 cfu以上の菌数が必要なため18～24時間の前培養が前提となる。本研究では、前培養時間の短縮、あるいは省略が可能になる高感度イムノクロマト技術の開発を目標とした。

2 実験方法

2.1 細菌、紙、抗体

被検菌として用いたO157は、加熱殺菌検体を

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 戦略プロジェクト推進担当

使用した(フナコシ社)。ポリクローナル抗体(ヤギ)、モノクローナル抗体(マウス)は市販品を用いた(フナコシ社)。クロマト展開部は 0.5cm 幅・3cm 長に切断したハイフロープラス、溶液滴下部は 0.5cm 幅・1cm 長に切断したグラスファイバーコンジュゲートパッド、展開後の溶液吸収部は 2cm 幅・1cm 長に切断したセルロースファイバーサンプルパッドを用いた(全てミリポア社)。

2.2 試作

イムノクロマトの試作は市販品および文献記載の手法を参考にした^{7),8)}。金標識に用いた抗体量は 0.25 μ g、固定化に用いた抗体量は 0.5 μ g または 5 μ g である。モノクローナル抗体は固定の際、2 μ g 用いた。展開部上端より約 1.3cm の位置に抗体を固定した。O157 菌体を添加した溶媒 0.2mL を滴下し、クロマト紙上に添加した。必要な場合は、5%濃度の市販スキムミルクを混合した。溶媒展開後、乾いた試験紙の画像をスキャナー(キヤノン社 MX893)にて 600dpi の解像度で取得し、解析に用いた。

3 結果及び考察

3.1 感度評価法の確立

O157を 10^5 cfu添加した溶液(以下、 10^5 cfu添加サンプル)を市販品に0.2 mL滴下したところ、テストライン(図1 A、左矢印)およびコントロールライン(同、右矢印)に赤紫色のラインを確認した。O157を加えない溶液(非添加サンプル)を滴下したときには、コントロールラインのみ1本のラインを検出した(図1 B、矢印)。溶液展開済み試験紙の画像をスキャナーで取り込み、紙上の濃淡を調べたところ、ラインに相当する位置にピークを検出した(図1 C、D)。視覚的に濃く見えるラインのピークは、薄く見えるラインのピークよりも大きかった。以上より、ラインの有無を客観的に評価できる手順を確立した。

市販の抗体、試験紙を用いてイムノクロマトの試作品を構築した。試験を簡略化するため、コントロールラインには抗体を塗布せず、テストライ

ンにのみ抗体を固定化した。本試作品の 10^5 cfu添加サンプルでは、テストラインに相当する位置にピークを検出した(図2 A、矢印)。 10^4 cfu添加サンプルでも、 10^5 cfu添加時よりも小さいもののピークを検出した(図2 B、矢印)。O157を加えない非添加サンプルでは、ピークは検出されなかった(図2 C)。 10^5 cfu添加サンプル、 10^4 cfu添加サンプルのピーク面積を計算したところ、前者は後者の6.7倍であった(図2 D)。検量線を作成して相関関係を確認していないため、厳密な測定法ではないが、ピーク面積の計算により、テストラインの濃淡を数値化できることが分かった。以降、ピーク面積をもってイムノクロマトの感度を評価することとした。

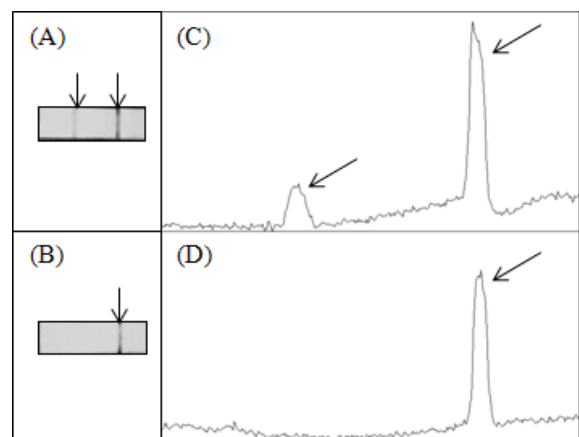


図1 市販品の評価

(A)O157 陽性、(B)O157 陰性、(C)(A)の濃淡評価、(D) (B)の濃淡評価。

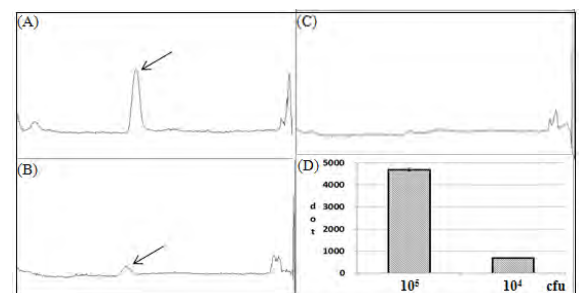


図2 試作品の評価

(A) 10^5 cfu 添加、(B) 10^4 cfu 添加、(C)非添加、(D)(A)(B)の矢印部ピーク面積。横軸は O157 の菌数(cfu)。以下の図も同様。

3.2 非特異的吸着の抑制

イムノクロマトの感度が低下する要因として、金コロイド-抗体-O157 複合体がクロマト試験紙上のテストライン以外の部位に吸着する可能性が挙げられる。タンパク質の解析法として、ウェスタンブロッティング法が知られる。本手法は、電気泳動で分離したタンパク質をメンブレンに転写し、目的タンパク質を抗体で検出する。抗体とメンブレンとの非特異的な吸着を抑制するため、抗原抗体反応の前に BSA やスキムミルクなどでメンブレンを前処理する。そこで、サンプル溶液にスキムミルクを混合し、非特異的な吸着を抑制することにより、感度が向上するか試した。感度は劇的に向上し、スキムミルク非添加時の 10^5 cfu 添加サンプルと添加時 10^4 cfu 添加サンプルのピーク面積がほぼ同値であった(図3)。さらに、スキムミルク添加時は、 10^3 cfu であってもピークが検出され、ピーク面積を算出することができた。以上より、非特異的な吸着防止がクロマト感度の向上に有効であった。

クロマトの構築に使用した試験紙はニトロセルロース製で、タンパク質を結合する性質を有する。抗体の固定には都合がいいが、毛細管現象により展開された金標識抗体がテストラインに到達する前に試験紙に吸着してしまう恐れがある。スキムミルクは、牛乳から脂肪分を除いた脱脂乳を粉末状に乾燥させたもので、タンパク質を豊富に含む⁹⁾。展開溶液中でスキムミルク中のタンパク質

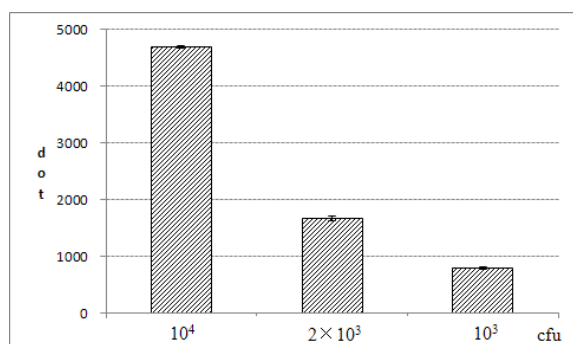


図3 非特異吸着抑制の効果

縦軸はピーク面積のドット値(dot)。同一試験紙について、3回エリア面積を算出した平均値。以下の図も同様。

がニトロセルロースと反応し、マスクすることにより、金標識抗体と試験紙の非特異的な吸着が抑制されると推察される。

なお、以降の試験では、 10^3 cfu 添加サンプルのピーク面積(dot 値)に注視し、クロマト感度について評価することにする。

3.3 抗体の種類の変化

抗体は作製法によって大別すると、ポリクローナル抗体(p)とモノクローナル抗体(m)が知られる。ポリクローナル抗体はO157抗原決定基に結合する抗体の混合であるのに対し、モノクローナル抗体は特異性が単一である。これらは、特異性や反応安定性において、一長一短であるとされる¹⁰⁾。これまでの試験では、標識抗体、固定化抗体ともにポリクローナル抗体を用いた。ポリクローナル抗体とモノクローナル抗体とを標識・固定において組み合わせて使用することによる感度向上の可能性を調べた。図4(A)は、ポリクローナル抗体を金標識し、固定化抗体の種類や量を変えた。従

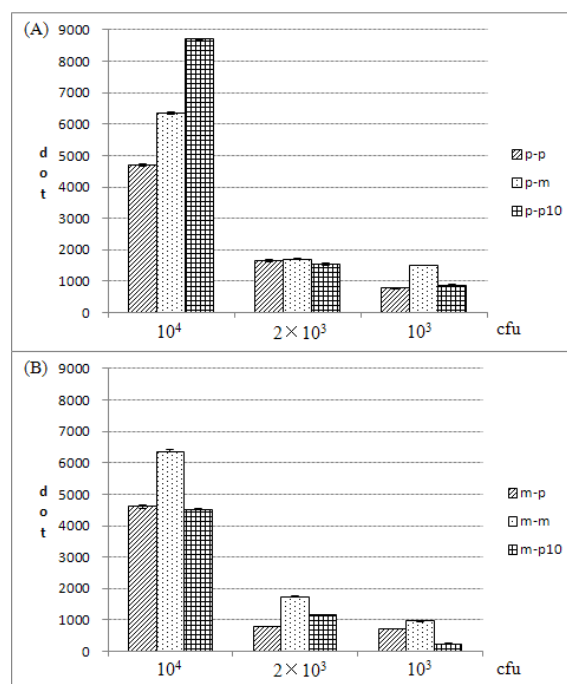


図4 抗体の種類の変化

(A)ポリクローナル抗体(p)を標識、(B)モノクローナル抗体(m)を標識。p-m は、標識 p・固定化 m の組み合わせを表す。p10 は、ポリクローナル抗体の濃度を 10 倍にしたものの。

来試験の結果(p-p)と比べ、固定化抗体にモノクローナル抗体を用いた際、約2倍の感度向上がみられた(10^3 cfu添加サンプル)。固定化抗体の濃度を高めたサンプル(p-p10)では、 10^4 cfu添加時にはdot値が大きく向上したが、 2×10^3 cfu添加サンプルおよび 10^3 cfu添加サンプルでは従来試作品(p-p)と比して変化がみられなかった。以上より、ポリクローナル抗体の固定化濃度を高めても感度は向上しないが、モノクローナル抗体を固定化に用いると感度が向上することが分かった。図4(B)は、モノクローナル抗体を金標識し、固定化抗体の種類や量を変えた。いずれの試験結果も図4(A)と比して、dot値は同等かそれよりも低い値だった。

標識・固定ともにポリクローナル抗体を用いた場合やモノクローナル抗体を用いた場合には、抗原結合部位を標識抗体で占有してしまい、固定化抗体が抗原を捕捉できず感度が低下すると思われた。予想通り、今回の試験では、ポリクローナル抗体を標識し、モノクローナル抗体で固定したときに最高感度が得られた。逆に、モノクローナル抗体を標識し、ポリクローナル抗体で固定した時には期待したほどの感度が得られなかった。金標識抗体がO157と接触する時間に比して、固定化抗体がO157と接触する時間は短時間である。本試験で使用したモノクローナル抗体は、ポリクローナル抗体よりも抗原との結合力が強く、そのため短時間でも捕捉できたと推測される。

以上の試験結果から、標識にはポリクローナル抗体、固定化にはモノクローナル抗体を用いることとした。

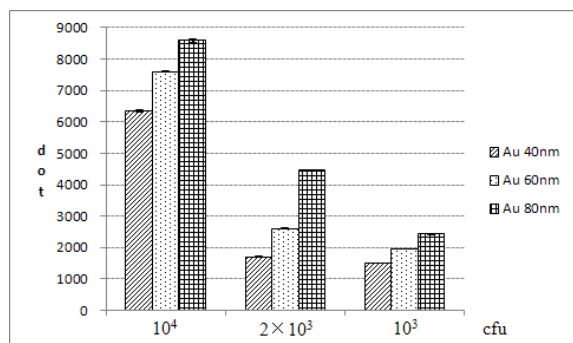


図5 コロイド径の変化

3.4 コロイド径の変化

これまでの試験で用いた金のコロイド径は40nmである。このサイズのコロイド径では、視認するのに小さすぎて感度が低下した可能性が考えられた。そこで、抗体を40nm、60nmおよび80nmの金コロイドで標識し、感度を評価した(図5)。全ての添加サンプルにおいて、コロイド径が大きくなる程、高いdot値を示した。80nmコロイドにおける 10^3 cfu添加サンプルのdot値は40nmコロイドの 2×10^3 cfu添加サンプルより高い値を示したことから、これまでの2倍以上に感度が向上した。以上より、コロイド径が大きいほど、感度が向上することが分かった。

3.5 標識金属の種類の変化

抗体標識用のコロイドとして、金以外に白金、パラジウム等が知られる。これらで抗体を標識してクロマト感度を評価した(図6)。白金を用いた試作品は金試作品以下の感度であった。使用した白金のコロイド径(20nm)が金(40nm)よりも小さいことが要因の1つであろう。また、白金コロイドは試験紙に非特異的に吸着しており、これも感度低下の要因とみられる。一方、パラジウム(120nm)を用いた試作品は非常に高い感度を示し、 10^3 cfu添加区分のdot値は金標識時の2倍以上の数値を示した。コロイド径の大きさが感度向上に寄与したものと推測される。

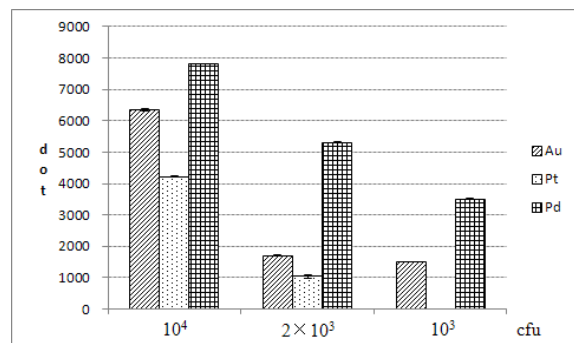


図6 金属の種類の変化

4 まとめ

本研究では、イムノクロマトの感度向上を目指し、試作品の評価系を設定した後、以下(1)~(4)の項目について検討した結果、従来の100倍以上の高感度化を実現し、 10^3 cfu の O157 を検出可能なイムノクロマトを作製できた。

(1) 非特異的吸着の抑制

サンプル溶液にスキムミルクを混合し、非特異的な吸着を抑制した。非添加時と比して10倍程度感度が向上し、 10^4 cfu の O157 を十分に検出できた。

(2) 抗体の種類と量の変化

標識抗体、固定化抗体の種類や量を変え、最大感度を示す条件を検討した。標識にポリクローナル抗体、固定化にモノクローナル抗体を用いた際に、最も高い感度が得られた。

(3) コロイド径の変化

抗体の標識に用いる金コロイドの径を変え、感度に与える影響を調べた。コロイド径が大きいほど、感度が高まる傾向がみられた。

(4) 標識金属の種類の変化

抗体の標識に用いる金属コロイドとして白金とパラジウムを用いて試験した。パラジウムで高い感度を得られ、 10^3 cfu の O157 を十分に検出できた。

謝辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました東京大学大学院の空閑重則教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 厚生労働省薬事・食品衛生審議会配布資料, <http://www.mhlw.go.jp/stf/shingi/2r9852000002kxlb.html>, 2013.3.14
- 2) 厚生労働省 : Verocytotoxin-producing *Escherichia coli* (enterohemorrhagic *E. coli*) infections, Japan, 1996-June 1997, Infectious Agents Surveillance Report, **18**, (1997) 153

- 3) 厚生労働省 : Enterohemorrhagic *Escherichia coli* (verocytotoxin-producing *E. coli*) infection, 1996-April 1998, Infectious Agents Surveillance Report, **19**, (1998) 122
- 4) 国立感染症研究所, <http://idsc.nih.gov/jp/iasr/prompt/graph-lj.html>, 2013.3.14
- 5) (社)日本食品衛生協会: 食品衛生検査指針 微生物編, (2004) 168
- 6) Fratamico, P. M. and Bagi, L. K. : Comparison of an immunochromatographic method and the TaqMan[®] *E. coli* O157:H7 assay for detection of *Escherichia coli* O157:H7 in alfalfa sprout spent irrigation water and in sprouts after blanching, J. Indust. Microbiol. Biotechnol., **27**, (2001) 129
- 7) Jung, B. Y., Jung, S. C. and Kweon, C. H. : Development of a rapid immunochromatographic strip for detection of *Escherichia coli* O157, J. Food Prot., **68**, 10 (2005) 2140
- 8) 渡部正利, 古川成明, 赤松優, 織田哲弥 : 金ナノ粒子を用いた簡易診断技術開発, **10**, 22(2005) 60
- 9) (社)日本乳業協会, <http://www.nyukyoku.jp/dairy/powdered/powdered03.html>, 2013.3.14
- 10) 高津聖志, 三宅健介, 山元弘, 瀧伸介 : 抗体実験マニュアル, 羊土社, (2008) 25

新規減塩漬物の製造技術の開発

鶴菌 大* 細井永次* 富永達矢* 常見崇史*

Development of the technique for producing reduced-salt pickles

TSURUZONO Masaru*, HOSOI Eiji*, TOMINAGA Tatsuya*, TSUNEMI Takashi*

抄録

新風味を有する減塩漬物の開発に向けて、米麴と乳酸菌を組み合わせて発酵させることで、新たな調味資材となる乳酸発酵麴を製造する方法を検討した。埼玉県産としての個性を出すため、県内の漬物製造業者から収集した漬物から新たに乳酸菌を分離・選抜し、耐塩性乳酸菌1株、耐酸性乳酸菌3株を得ることができた。新たに分離した乳酸菌と当所保有の乳酸菌を添加して乳酸発酵させた麴を用いて、適宜塩分を調整したうえで野菜を用いた試作漬を行ったところ、良好な結果が得られた。

キーワード：漬物，麴，乳酸菌

1 はじめに

少子高齢化による食需要の全体的な縮小が懸念される中で、漬物においても生産量の減少が続いている¹⁾。漬物業界では、従来からある商品について品質改善、生産コスト削減を進めるとともに、高付加価値な新商品を投入することが、この状況を改善するために求められている。

一方、消費者の食生活の改善意識として、野菜の摂取機会を増大し、塩分の摂取量を減少させたいとの声は多い²⁾。塩分の使用を抑えた条件で製造された野菜漬物は、この嗜好に対応することになるから、潜在的な需要は高いと考えられる。

本研究では、新風味を有する減塩漬物の開発につなげるために、米麴と乳酸菌を組み合わせた新たな埼玉県産調味資材の製造方法を検討した。麴にはアミラーゼやプロテアーゼ等の酵素が含まれ、甘みと旨味を伴う特有の風味を醸し出す能力がある。麴を活用した漬物として、すでに、べったら

漬等が存在するものの、生産量は全体の2%未満という状況であり、さらに拡大させるには、麴以外の新たな風味を工夫する余地がある。乳酸菌は乳酸をはじめとする酸を生成し、食品にさわやかな酸味を付与することから、機能性乳酸菌を選抜してスターターとして漬物に添加することが行われている^{3),4)}。調味資材の糖化麴は水分活性が低くそのままでは発酵しにくいいため、適切な乳酸菌を選択し、発酵条件を検討する必要がある。県産の発酵麴としての特色を出すため、新たに県内の漬物事業者から入手した漬物から乳酸菌の分離を試みた。

2 実験方法

2.1 乳酸菌の入手

2.1.1 県産漬物からの乳酸菌の分離

県内漬物製造業9者から漬物漬け汁23種を採取した。それらをMRS寒天培地で37℃、5日間嫌気培養した後、出現したコロニーを大きさや色形の違うものから、それぞれ20個づつ、計460個採取

* 北部研究所 食品・バイオ技術担当

した。引き続き、MRS液体培地で37℃、5日間静置培養し、pH試験紙によりpHを測定した結果、pH3.6以下に下がった184個を得た。それらが全てグラム染色に陽性であり、乳酸を生成することを確認した。なお乳酸の定量は(株)アタゴ製酸度計PAL-ACID3を用い、ヘテロ型乳酸菌である*Lactobacillus brevis* NBRC3345を対照として、同程度以上の乳酸生成量を示したものを選別した。

2.1.2 乳酸菌の選抜

米麴エキスに10⁶CFU/ml添加し、37℃、2日間培養して10⁷CFU/mlに増殖する菌の中から、塩分8%の麴エキス中で増殖可能なものを耐塩性乳酸菌とした。

また、酸性下でも長期間生残することのできる乳酸菌を以下の方法で選抜した。MRS液体培地で37℃、5日間培養した菌体を、室温で30、60、90日間放置後、再びMRS寒天培地で37℃、5日間の条件で嫌気培養し、最終的に90日後の1mL当たりの残存数が多い乳酸菌を耐酸性乳酸菌として選抜した。

2.1.3 菌種の簡易同定

本研究で選抜した乳酸菌について、アピ50CH+アピ50CHL培地（ピオメリュー）により、糖の資化性を確認し、ApiWeb（ピオメリュー）により菌種を簡易同定した。

2.2 乳酸発酵麴の小規模試作

新たに分離した乳酸菌のうち、低水分活性条件での増殖が見込まれる耐塩性のH1株、当所で保有していた乳酸菌B5株⁵⁾、E37株⁹⁾を用いて、乳酸発酵麴を100gスケールで試作した。県内業者で製造された乾燥米麴に対して水を重量比1：1.5になるように加え、適宜攪拌しながら60℃で8時間加熱し、在来菌の抑制を図りつつ、麴を糖化した。乳酸菌はそれぞれMRS液体培地にて30℃で2日間培養した後、5000rpmで10分間遠心分離し、沈殿として菌体を回収した。沈殿を水で懸濁し、同様に遠心分離し、菌体を2回洗浄した後、適宜水を加えて菌液を調製した。糖化した麴100gに対して、菌液の添加量を変化させて30℃で3日間発酵させた。発酵経過のpHをIONメーター IM-40S（TOA）、屈折糖度(Brix)をデジタル屈折計

DBX-55（アタゴ）、水分活性(Aw)をAQUA LAB CX-2（Decagbn Devices）、乳酸菌数をアジ化ナトリウム10ppm、シクロヘキシミド100ppm添加したMRS寒天培地で30℃、2日間の嫌気培養、酵母菌数をプロピオン酸ナトリウム0.2%、クロラムフェニコールを100ppm添加したポテトデキストロース寒天培地で30℃、2日間の好気培養でそれぞれ確認した。

2.3 乳酸発酵麴の中規模試作

実用条件に近づけた試作として、攪拌装置を装着した10Lタンクを使用して、乳酸発酵麴を10kgスケールで試作した。タンク内部に設置した蛇管への温水供給ならびにタンク外側のジャケットからの加温で温度制御をした。麴中での乳酸発酵は、種発酵と本発酵の2段階で実施した。種発酵で使う麴は、乾燥米麴250gに水500gを加え、上記と同様に糖化した。冷却後、小規模試作と同様に調製した菌液を加えて、30℃で2日間発酵させ、種発酵麴とした。本発酵で使う麴は、乾燥米麴3.75kgに温水5.625kgを加え、45℃から60℃にまで加温し糖化した。冷却後、種発酵麴625gを加え、30℃で3日間発酵させ、経過については小規模試作と同様に確認した。包装後、85℃の熱水浴中に30分間入れることで殺菌し、漬物製造業者による試作漬に供した。

2.4 乳酸発酵麴の酵素活性評価

発酵麴の酵素活性は、糖化力、酸性カルボキシンペプチダーゼ活性について、それぞれ対応する醸造分析キット（キッコーマンバイオケミファ）で測定した。

3 結果及び考察

3.1 乳酸菌の選抜および菌種の簡易同定

塩分8%の麴エキス中で増殖可能な耐塩性乳酸菌として1株（H1）、MRS液体培地中で発酵して生成した酸中で90日間生存した耐酸性乳酸菌として3株（H2、H3、H4）が得られた。糖の資化性から、表1のように菌種を確認した。H3とH4株については、典型的なプロファイルとの一致率が低く、この試験では同定に至らなかった。

表 1 糖資化性による菌種の簡易同定

菌名	分類群	一致率
H1	<i>Pediococcus damnosus</i> 2	98.0%
H2	<i>Lactobacillus brevis</i> 3	99.8%
H3	<i>Leuconostoc mesenteroides ssp cremoris</i>	53.7%
H4	<i>Lactobacillus plantarum</i> 1	69.6%

3.2 乳酸発酵麴の小規模試作

麴を加熱して得られた pH5.9、Brix37.6、Aw0.950の糖化麴に対して、安定的に発酵させて風味付けを行うため、乳酸菌H1株、B5株、E37株の3株を同時に植えて発酵させた。必要な菌数を確認するために、総菌数を 3.8×10^7 CFU/gから 2.8×10^8 CFU/gまで変化させて植菌し、経過を確認した。全系列のpHと 2.8×10^8 CFU/g植菌したときの菌数変化を図1に示す。乳酸菌を 7×10^7 CFU/g以上添加すると、乳酸菌を添加せずに発酵させたブランクと比較して、pHの低下が進むことを確認した。また、酵母数の増加が確認されることから、エタノールの過剰生成を防ぐためには、3日程度の発酵にとどめる必要があることも確認された。

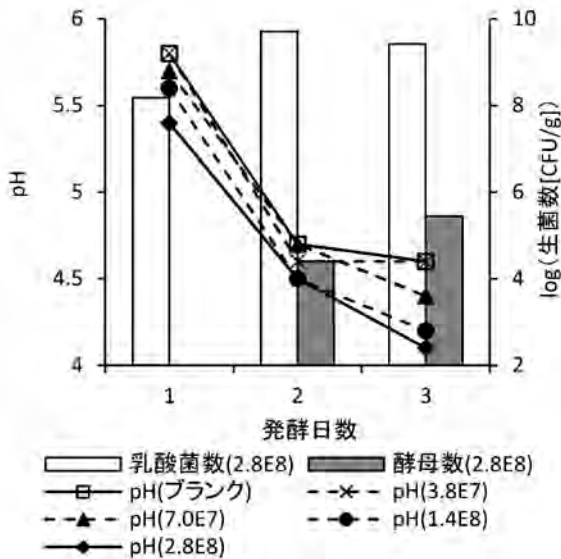


図 1 小規模試作の発酵経過

3.3 乳酸発酵麴の中規模試作

小規模試作の結果を受けて、糖化した麴に対して、乳酸菌を 10^8 CFU/g以上添加することを目標

に、種発酵と本発酵をさせ、経過を確認した(図2)。種発酵では発酵を促進させるため、水分量を増やして水分活性を上げた糖化麴(pH6.2、Brix31.1、Aw0.969)に対して、 1.3×10^8 CFU/gの乳酸菌を添加した。2日間の発酵でのpHは4.0まで低下して小規模試作よりも乳酸発酵は進み、乳酸菌数は 2.8×10^9 CFU/gまで増加した。

本発酵は糖化した麴9.375kgに、種発酵させた麴625gを加えることで、 1.8×10^8 CFU/gの乳酸菌を植菌して進めた。3日間の発酵でpHは3.9まで低下し、酸味を感じる乳酸発酵麴を得ることができた。殺菌後の発酵麴は漬物業者に提供され、業者側で最終製品に合わせて適宜塩分を添加した上で、きゅうり、かぶ、大根の漬物の試作に使用され、良好な試作品を製造することができた。

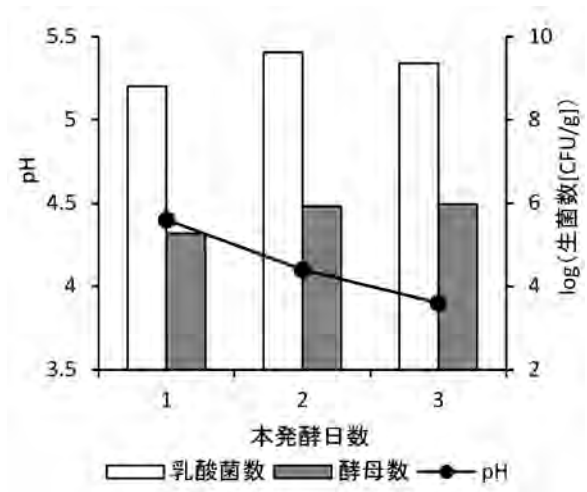


図 2 中規模試作の発酵経過

3.4 乳酸発酵麴の酵素活性評価

麴由来の風味の生成には、アミラーゼによるデンプンの分解やプロテアーゼによるタンパクの分解が影響を与えていると言われていた。中規模試作の本発酵過程におけるこの活性の変化を確認した(図3)。麴の糖化力(グルコアミラーゼと α グルコシダーゼ活性を合わせたもの)は仕込み段階での0.91U/gから糖化後にかけて0.42U/gへと半減したが、その後の乳酸発酵工程では大きな活性の低下はみられなかった。酸性カルボキシペプチダーゼは仕込み時の1.15U/gから糖化後にかけて0.42U/gへと40%減少し、最終的には仕込み時の

30%程度となる0.32U/gが残存した。本研究では、試作漬は加熱殺菌したものを使用したため、これらの残存していた酵素活性は失活している。しかし、加熱以外の方法で制菌できれば、ある程度酵素活性を残した調味資材となり、麴自身の分解で生じる風味にとどまらず、漬込んだ食材の分解で生じる風味も得られる可能性があることが示唆された。

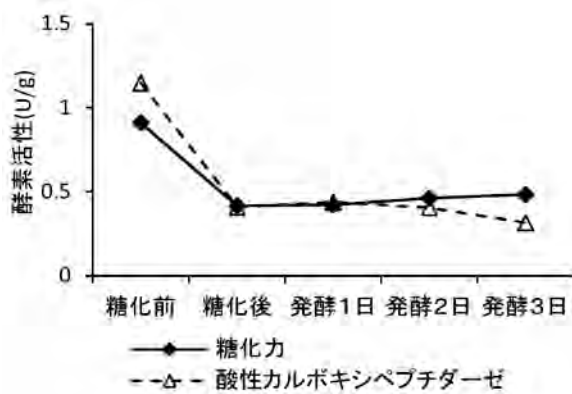


図3 中規模試作の本発酵過程での乳酸発酵麴の酵素活性変化

4 まとめ

(1) 県産の漬物から新たに耐塩性乳酸菌を1株、耐酸性乳酸菌を3株分離することができた。

(2) 糖化させた麴と乳酸菌を組み合わせることで、新たな県産調味資材を得ることができた。漬物製造業者により適宜塩分を加えることで、良好な野菜漬物の試作品を作れることが確認された。

(3) 実用化を進めるには、容易に大量製造できる方法を確立し、製造コストを下げるのが求められる。また、あらかじめ低塩濃度になるよう塩を加えたいうえで、発酵できる条件が決定できれば、より安全に発酵が進められると期待できる。

謝辞

本研究を進めるに当たり、漬物の提供や乳酸発酵麴での試作漬をしていただきました漬物製造業者の皆様に、感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 農林水産省大臣官房食料安全保障課：平成 23 年度食品産業動態調査, (2012)201
- 2) 財団法人農政調査委員会：平成 19 年度食と農への理解を基礎とする新たなライフスタイルのあり方の確立に関する調査委託事業報告書, (2008)6
- 3) 橋本俊郎：漬物用乳酸菌スターターの開発, 茨城県工業技術センター研究報告, **30**, (2002)
- 4) 木村貴一, 高橋慶太郎, 大野剛, 新野葉子：乳酸菌ラクトバシラス・サケイ株、飲料製造方法、食品製造方法、漬け床製造方法、製パン改質原料製造方法, 特許 5044769
- 5) 本庄隆成, 北村英三：微生物利用による食品の品質保持に関する研究, 埼玉県工業技術センター研究報告, **3**, (2001)212
- 6) 北村英三, 本庄隆成：乳酸発酵の制御に関する研究微生物利用による食品の品質保持に関する研究, 埼玉県工業技術センター研究報告, **2**, (2000)230

ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発

－電極移動によるステンレス鋼板の電解研磨－

出口貴久* 河西敏雄**¹ 三木虎連**²

Development of Sixivalent Chromate-Free Electrolytic Polishing Method of Stainless Steel

－Electrolytic Polishing of Stainless Steel Plate by Electrode Moving－

DEGUCHI Takahisa*, KASAI Toshio**¹, MIKI Koren**²

抄録

ステンレス鋼板のエチレングリコール系電解液を用いた浸漬式の電解研磨において、陽極であるステンレス鋼板上を陰極内蔵の可動電極ヘッドを移動させることで鏡面加工していくシステムを提案し、研磨実験を行った。可動電極ヘッドは箱型であり、電解液が入った箱内の陰極と箱底の開口部を通してステンレス鋼板の電解研磨を行う方式で、電極ヘッドの移動によって研磨面積を拡大させていくものである。実験では、開口部のエッジ通過部分に白濁やピット発生などが観察されたが、電極ヘッドの移動速度を上げることによって問題解決が可能になり、大型ステンレス鋼板の鏡面研磨に活用できる可能性がでてきた。

キーワード：エチレングリコール，塩化ナトリウム，可動電極ヘッド，エッジ

1 はじめに

金属の鏡面研磨に電解研磨を利用する理由には、表面の清浄性に優れる、加工変質層を除去できる、材料除去能率が優れる、耐食性に優れる、線材や箔などに適用できる等¹⁾がある。電解研磨は、工業的な素材のオーステナイト系ステンレス鋼に、特に食品、医療、半導体産業等で用いられるタンクや配管などをクリーンな内面に仕上げるうえで重要な技術になっている。

ステンレス鋼の電解研磨では、従来からリン酸－硫酸系電解液¹⁾²⁾を使用することが一般的であった。この系の電解液に含まれる硫酸は劇物であり、作業安全性において問題になる。またステンレス鋼の場合、未使用液が安全な液組成であって

も、ステンレス鋼に含まれるクロムに起因して電解研磨により六価クロムの生成が懸念³⁾され、この点は近年特に考慮が望まれている。

著者らは、これまでに安全面で優れるエチレングリコール系電解液を用いたステンレス鋼(SUS304)の電解研磨技術の開発を進めてきた^{4) 5)}。この電解液は毒劇物を含んでいない。

前報^{4) 5)}では、液組成や電解条件（電圧、極間距離、電極配置等）の検討を、ステンレス鋼板（陽極）と電極（陰極）を電解槽内に固定した単純浸漬方式で進め、鏡面研磨を実現した。

最近では、大型ステンレス鋼板に対する電解研磨の要望がでてきた。しかし、この単純浸漬方式の場合には大型電解槽、大量電解液、大容量・大型電源（大電流）が必要になり、作業に危険を伴う可能性も指摘される。

本研究で提案する電解研磨は、浸漬方式であると言っても、小型化の可能性を持つ電解研磨シス

* 技術支援室 機械技術担当

**¹ (株)河西研磨技術特別研究室

**² (有)中村金属工業

テムである。以下、装置試作と研磨特性の検討結果を述べる。

2 実験方法

2.1 電極移動方式の電解研磨

前報⁵⁾の単純浸漬電解研磨では、研磨面積が50mm×15mmのステンレス鋼板（SUS304，2B仕上げ）を電解槽の底部に研磨面を上面にして配置し、陰極を対向させた研磨条件であった。その陽極と陰極の関係を図1に示す。なお、両極は固定されている。前報⁵⁾ではこの単純浸漬電解研磨方式で表1に示す電解条件で電解研磨し、電解時間3分間で鏡面光沢度381に上げることができた。鏡面光沢度の測定については後述する。

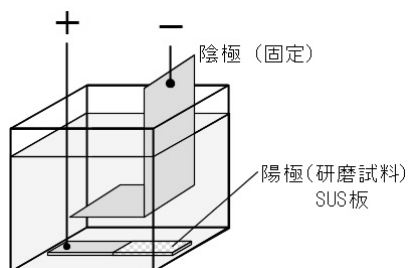


図1 単純浸漬方式の電解研磨の構成

表1 電解条件（浸漬方式）

電圧	10V	
陽極と陰極の面積比	1:5	
陽極と陰極の間隙	10mm	
電解液	水	1L
	エチレングリコール	1L
	塩化ナトリウム	200g
	クエン酸一水和物	132g
液温度	20°C	

一方、図2は本報提案の可動電極ヘッドをもつ新浸漬電解研磨システムである。従来よりも電解研磨液量を減らすことができ、上部陰極を電解液の中で移動させることを特徴とする。陽極のステンレス鋼板の表面を上向きに電解液中にセットし、陰極を納めた移動可能な箱型電極ヘッドにも電解液があり、箱底の開口部分を通して部分的な電解研磨を行う。ここで箱型電極ヘッドを移動させれば、広い面積を研磨していく電極移動方式の電解研磨になるものと考えた。

陰極は、陽極のステンレス鋼板面から10mmの位置にあり、研磨中に発生する気泡を液面へ容

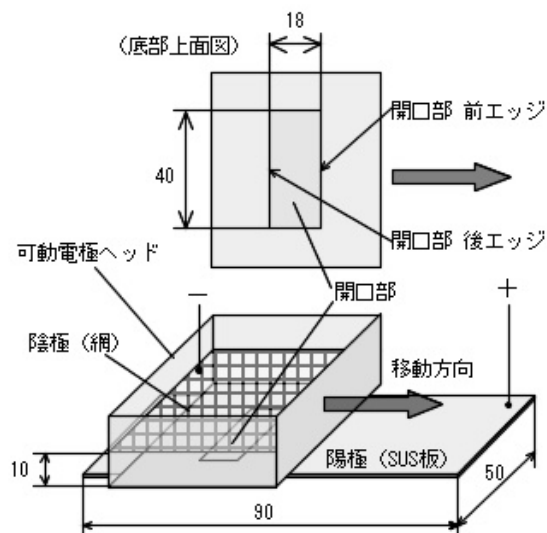


図2 新浸漬電解研磨システムの構成

易に排出できるようにステンレス金網（SUS304線径：0.25mm、メッシュ数：#30）を用いた。その大きさは開口面積の5倍以上（6.6倍）とした。なお、開口部をもつ箱型電極ヘッド底面は研磨試料に軽微に接触することになる。

可動電極ヘッドを移動させたとき、ステンレス鋼板上面の一点に注目すると、電解研磨は、開口部前エッジのところから始まり、開口部で続行し、後エッジで隠れたところで終了する。陽極全面の研磨時間を見積もる場合、従来の単純浸漬電解研磨の陽極全面加工に対して開口部だけの部分加工になるので、（陽極面積）／（陰極ヘッド開口部面積）の比だけ研磨時間の延長が必要になる。今回は、開口部の前後エッジの幅（移動方向の長さ）を18mmとした。これは、電極ヘッド移動速度を0.1mm/secとしたとき、開口部の露出時間（電解時間）が単純浸漬電解研磨の3分に相当する長さである。従来の単純浸漬電解研磨と同様の結果が得られるという見込みから単純計算で設定したものであった。なお、可動電極ヘッドの移動長さ（距離）は60mmとした。

2.2 実験装置

工作物である陽極のステンレス鋼板を設置する電解槽は、アクリル製角形容器であり、内寸法が120mm×230mm×55mm（深さ）である。さらに電極ヘッドを槽内のステンレス鋼板上に設置

し、その移動のための機構を設けた。電源は直流電源（Metronix, Model MSV120A-5, 最大電流 5A）であり、定電圧で用いた。

2.3 工作物

工作物は、厚さ 1mm のステンレス鋼 SUS304 板（2B 仕上げ）を 50mm×90mm に切り出したものを用いた。なお、最初にエタノール中で超音波洗浄し、油脂汚れなどを除去してから電解槽内に設置した。

2.4 電解液

電解液組成を表 2 に示す。これは、表 1 の電解液^{4) 5)}と組成比は同様である。液量はステンレス鋼板面から高さ約 20mm、可動ヘッドの箱内の陰極も十分に浸る量である。なお、液温度は 20℃ とした。

表 2 電解液組成

電解液	水 300mL, イソプロパノール 300mL 塩化ナトリウム 60g, ケン酸一水和物 40g
-----	---

2.5 研磨面の評価

研磨面は前報と同様に鏡面光沢度（以下「光沢度」）により評価した。光沢度は光沢計（日本電色, VGS-300A）、鏡面光沢度測定方法（JIS Z 8741）に基づき測定角度 60° で研磨面の中央を 4 回測定し、平均値を算出した。

なお、今回の電極移動方式により電解研磨した場合、図 3 に示すように、電解時間や開口部のエッジ通過の条件が異なる部分が 3 通りできる。光沢度評価の対象としたのは、図 3 の B 部、すなわち開口部の前エッジと後エッジ共に通過した一定の電解時間の部分である。

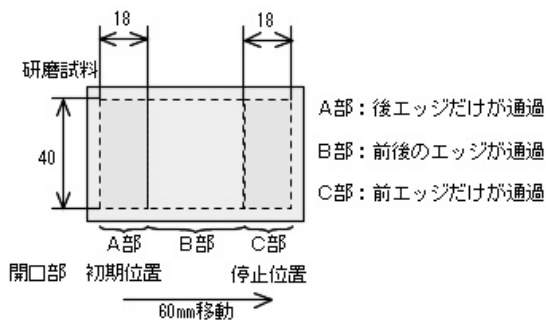


図 3 電極移動方式による電解研磨面

2.6 可動電極ヘッドによる電解研磨実験

2.6.1 電極ヘッドの確認

電極移動を狙って設計・製作した電極ヘッドではあるが、まずは電極ヘッドを移動させずに停止状態で電圧 10V、3 分間の電解研磨を行ってみた。前報の単純浸漬電解研磨の結果と比較を行った。

2.6.2 可動電極ヘッド移動による電解研磨

次に電極ヘッド設計の基となった条件である電圧 10V、可動電極ヘッド速度 0.1mm/sec で移動させて電解研磨を行った。前項の電極ヘッドを移動させない場合の研磨面との関連性の有無を確認した。

2.6.3 可動電極ヘッド移動速度

電極ヘッドは速度 0.1mm/sec で移動することを前提に開口部の大きさを設定したが、速度が研磨面へ及ぼす影響を調べる必要もあり、移動速度を変えた電解研磨を行った。電圧 10V で、移動速度を 0.5 mm/sec と 1 mm/sec についても検討した。

2.6.4 電極ヘッド移動の繰り返し電解研磨

2.6.2、2.6.3 項では電極ヘッドを初期位置から停止位置まで 60mm 移動させて電解研磨を終了させる条件である。その場合、速度を速くすると電解時間が短くなり、電解量（除去量）が減少する。そこで電解量を増やす目的で、電極ヘッドを停止位置から初期位置まで戻し、再度移動させながら電解研磨する繰り返し操作を行った。なお、停止位置から初期位置へ戻す移動時には電圧は印加しない。

移動速度 0.5 mm/sec の研磨は、0.1mm/sec と比べて 5分の1 電解量（電解時間）に相当する。そこで、移動速度 0.5 mm/sec では研磨を 0.1mm/sec の電解量と同等とするため、上記の繰り返しの操作を 5 回繰り返すことになる。

3 結果及び考察

3.1 電極ヘッドの確認結果

可動電極ヘッドを移動させることなく 3 分間の単純浸漬電解研磨したところ、光沢度 492 と好結

果を得た。これは前報⁵⁾の実験結果の光沢度 381 を大幅に上回っている。前報⁵⁾の実験条件の違いとして、陰極がステンレス平板であったのに対して、可動電極ヘッド内の陰極にステンレス網を採用している点である。網にすることにより気泡の排出が円滑になり、陰極面上に滞留する気泡が減少し、研磨性能が向上したものと考えている。

一方、開口部のエッジが当たっていた近辺は、鏡面に仕上がることなく粗い面を呈する問題も生じた。また、ピット発生も見られた。研磨面を図4に示す。



図4 研磨面（電極ヘッド移動無し）

3.2 電極ヘッド移動による電解研磨結果

可動電極ヘッドを速度 0.1mm/sec で移動して電解研磨を行った後の研磨面を図5に示す。研磨面は、光沢度 356 と劣り、白濁、ピットなどの痕跡が多く観察された。

前項で得られた鏡面を電極移動によりそのまま達成することは不可能なように思われた。前項でみられたエッジ周辺部の粗面化、ピット発生などは、電極ヘッドの移動速度が 0.1mm/sec と遅いので、ゆっくり面上に拡がっていくようであった。

一方、電極ヘッドの移動速度が早まると、電解液の入れ替えや気泡除去も円滑になるので鏡面化に結び付くのではないかという疑問も生じた。

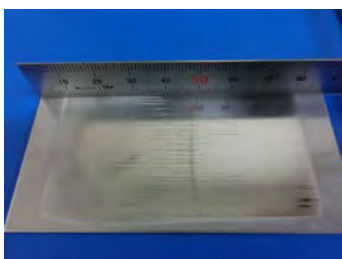


図5 研磨面（電極ヘッド移動：0.1mm/sec）

3.3 電極ヘッド移動速度の検討結果

前項より可動電極ヘッド速度を速くした。速度 0.5 mm/sec では光沢度 31、1 mm/sec では光沢度 16 と大幅に低下した。しかし、ピット発生や筋状の模様はみられず、均一性という点では優れることが判明した。

この光沢度低下の原因は、可動電極ヘッドの移動速度を上げたので、電解時間が短くなって電解量（除去量）が減少し、十分な研磨が行われなかったことに起因するものと判断した。

3.4 繰り返し電解研磨の検討結果

電解量を増やすことを狙い、電圧 10V、移動速度 0.5 mm/sec 下で研磨ヘッドの移動を5回繰り返した。その結果、光沢度は 314 となり、3.3 項の1回研磨の光沢度 31 と比較して大幅な向上が見られた。また、一部に粗面部、筋状の模様が観察されるものの、移動速度 0.1 mm/sec と比べて欠陥部は大幅に減少した。研磨面を図6に示す。

可動電極ヘッドの移動速度の高速化とそれによる電解量の減少を電極ヘッドの移動の繰り返しの補うならば、電解量および鏡面化の向上が期待でき、開口部をもつ可動電極を移動させる電解研磨が鏡面仕上げで有望なものになってきた。

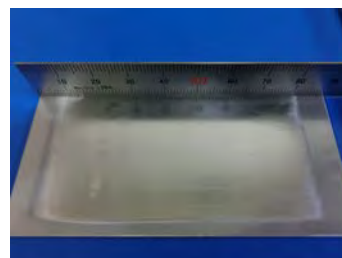


図6 研磨面（電極ヘッド移動：0.5mm/sec）

4 まとめ

エチレングリコール系電解液を用いるステンレス鋼板の新しい浸漬型研磨法を提案し、簡易研磨システムを構築し、研磨実験を行った。以下、それらをまとめると、

(1) 新提案の電解研磨システムは、電解液中に浸した陽極のステンレス鋼板に陰極の箱型可動電極ヘッドを載せて使用する。電極ヘッド底部の開口部を通してヘッド内部に設置した陰極との間

で、開口部分面積だけの電解研磨を行うものである。その電極ヘッドを移動することによって研磨面積を拡大していくことができた。

(2) 可動電極ヘッドの開口部分のエッジ部が研磨品質に多大の悪影響（粗面化、白濁化、ピット発生）を及ぼすことを示した。

(3) 電極ヘッドの移動速度を上げるとエッジ通過の悪影響が低減し、表面の均一性向上に効果を得た。

(4) 電極ヘッドの移動速度を上げると電解量が減り、光沢度が低下する。電極ヘッドの通過回数を増やすと電解量を稼ぐことが可能になり、それにより光沢度向上が図れることが明らかになった。

謝 辞

本研究を進めるに当たり、客員研究員として御指導いただきました近森邦夫氏に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 間宮，山口，渡辺：化学研磨と電解研磨，槇書店，(1997)102
- 2) 有村，奥田，山田：ステンレス鋼の鏡面電解研磨，山口県工業技術センター研究報告，**8**，(1996) 12
- 3) 出口，鈴木，河西：金属材料研磨とそのときの廃液組成について，2009 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集，419
- 4) 出口，河西：ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発－毒劇物を用いないステンレス鋼の電解研磨，埼玉県産業技術総合センター研究報告，**9**，(2011) 65
- 5) 出口，河西：ステンレス鋼の六価クロムフリー電解研磨技術の開発，埼玉県産業技術総合センター研究報告，**10**，(2012) 40
- 6) 出口，戸枝，高橋，許：チタン合金の電解研磨システムに関する研究，埼玉県工業技術センター研究報告，**3**，(2001) 1

高アスペクト比微細深穴加工に関する研究(第2報)

南部洋平* 落合一裕* 江原和樹**

Study on High-Aspect-Ratio Microdrilling (2nd Report)

NANBU Youhei*, OCHIAI Kazuhiro*, EHARA Kazuki**

抄録

工具軸方向に低周波振動を付加する微細深穴加工において、穴加工に適した振動波形の選択、及び振動加工に適した刃先形状について検討を行った。主切れ刃逃げ角を最適化したドリルを用い、最適な振動波形の低周波振動を付加して加工を行ったところ、ステンレスSUS316Lに対して、直径0.3mm、深さ9mm(アスペクト比L/D=30)の微細深穴を工具寿命800穴以上で加工することができた。

キーワード：微細深穴ドリル、低周波振動、振動波形、逃げ角、微細加工

1 はじめに

化学プラントの中の造粒装置には、多数の穴が加工された造粒プレートが用いられている。現在穴径は約0.5mmであるが、今後さらなる微細化が求められている。プレート材料のステンレスSUS316Lに対し、直径0.3mm、深さ9mm(アスペクト比L/D=30)の微細深穴を加工時間2分/穴以内で工具寿命200穴以上の加工することを目標に検討を行った。

本研究では超音波領域より低い周波数である500Hz以下の振動を工具軸方向に付加することを検討した。前年度は、正弦波振動を付加するとき、切りくず排出性向上、刃先冷却、及び切削抵抗低減を同時に実現する最適な振動条件を選択するため、切削時間比率 R_c 、及び正速度時間比率 R_p を評価指標として提案した¹⁾。 R_c は振動1周期中の実切削時間の比であり、 R_p は実切削時間に対する振動速度が正となる時間の比である。

さらに指標のマッピングを行い、適切な周波数

比と振幅比の組み合わせを選択することで、工具の長寿命化を実現した²⁾。ここで周波数比とは振動周波数 f_v とドリル回転周波数 f_d との比 f_v/f_d であり、振幅比とは軸方向の振動振幅 A と1刃当りの送り F_z との比 A/F_z である。

本年度は、振動条件(周波数比・振幅比)だけではなく、微細深穴加工に適した振動波形や刃先形状について検討を行った。

2 振動波形の検討

2.1 振動波形

微細深穴加工に適した振動波形として、図1に示す波形について検討した。正弦波(a)の他に、正弦波とは異なる振動波形として(b)~(e)の波形を提案した。

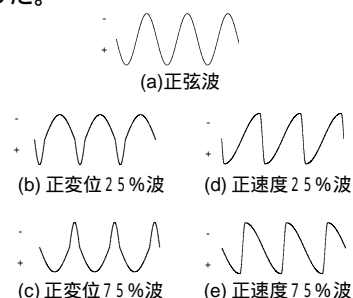


図1 振動波形

* 技術支援室 機械技術担当

** 日本ノズル精機(株)

図1(b)の正変位25%波では、変位が正となる時間が振動周期の25%となり、図1(c)の正変位75%波では、変位が正となる時間が振動周期の75%となる。図1(d)の正速度25%波では、速度が正となる時間が振動周期の25%となり、図1(e)の正速度75%波では、速度が正となる時間が振動周期の75%となる。

正弦波振動を付加したとき、ドリル刃先外周と材料の相対的な軸方向変位 Z と工具回転角 θ との関係は式(1)のように表すことができる。なお、 Z は工具と材料が近づく方向を正とし、 n は刃数となる。

$$Z(\theta) = \frac{A}{2} \sin\left(\frac{f_v}{f_d} \cdot \theta\right) + \frac{F_z \cdot n}{2\pi} \theta \quad (1)$$

非正弦波振動の場合、例えば正変位25%波の振動1周期中の Z は式(2)のように表すことができる。

$$\begin{cases} Z(\theta) = \frac{A}{2} \sin\left(2 \cdot \frac{f_v}{f_d} \cdot \theta\right) + \frac{F_z \cdot n}{2\pi} \theta & \left(0 \leq \frac{f_v}{f_d} \cdot \theta < \frac{\pi}{2}\right) \\ Z(\theta) = \frac{A}{2} \sin\left(\frac{2}{3} \cdot \frac{f_v}{f_d} \cdot \theta + \frac{2}{3} \pi\right) + \frac{F_z \cdot n}{2\pi} \theta & \left(\frac{\pi}{2} \leq \frac{f_v}{f_d} \cdot \theta < 2\pi\right) \end{cases} \quad (2)$$

一例として、2枚刃のドリルを用いて工具回転数5000min⁻¹、1刃当たりの送り1μm、周波数比1.5、振幅比8で加工を行った時の工具回転角と刃先の軸方向変位の関係を図2に示す。横軸は工具回転角、縦軸は刃先の軸方向変位を示している。塗りつぶされている部分で切削が行われる。正弦波振動ではRc=0.367、Rp = 0.417となり、正変位25%波振動ではRc=0.312、Rp=0.448となる。このように、振動波形を変化させることによって切削の状態が変わることが分かる。

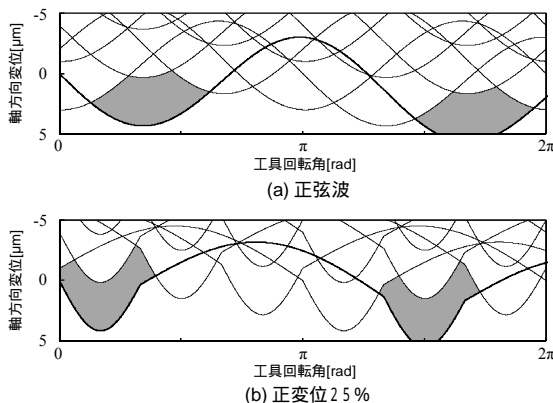


図2 ドリル刃先の軸方向変位

2.2 振動波形の評価

切削時間比率Rc、正速度時間比率Rpは周波数比と振幅比の組み合わせに対して1つの値に定まる。縦軸を振幅比、横軸を周波数比としたときの切削時間比率Rcを図3に、正速度時間比率Rpを図4に示す。周波数比は0~2までのパターンが繰り返されるため、0~2の範囲とした。また、振幅比は0~10の範囲とした。振幅比を0.1間隔、周波数比を0.01間隔で変化させ、それぞれの組み合わせにおいてRc及びRpを計算した。周波数比0は振動を付加しない慣用加工を示す。値は濃淡で表し、Rcの色は薄い方が小さい値となり刃先冷却効果が期待できる。Rpの色は薄い方が大きな値となり、切削抵抗低減効果が期待できる。

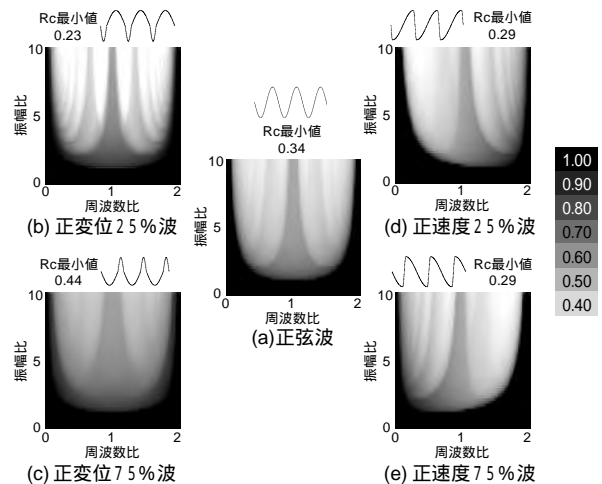


図3 切削時間比率 Rc マップ

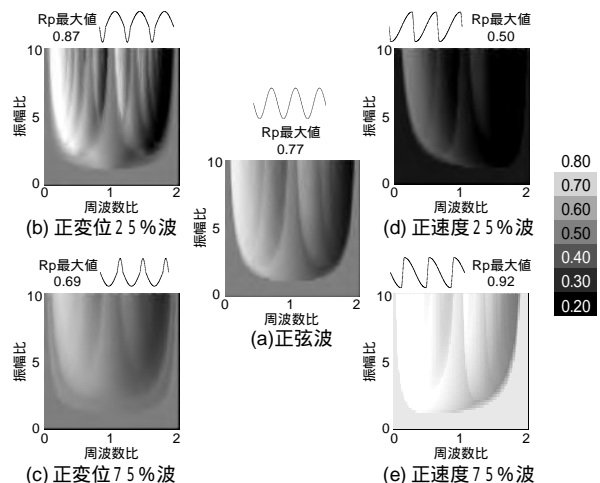


図4 正速度時間比率 Rp マップ

図3より、マップ内におけるRcの最小値が最も小さくなる正変位25%波は刃先冷却効果が最も高いと考えられる。図4より、マップ内におけるRpの最大値が最も大きくなる正速度75%波は切削抵抗低減効果が最も高いと考えられる。これらの結果から、正速度75%波、及び正変位25%波は振動付加による穴加工に適していると予想される。

2.3 振動波形評価の検証

振動波形を評価するため、ステンレスSUS316Lに対して直径0.3mm、深さ6mmの微細深穴加工を行った。目標加工時間は75秒/穴とした。図5に実

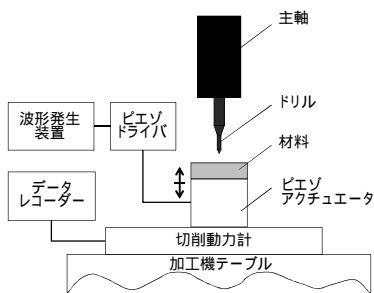


図5 実験装置

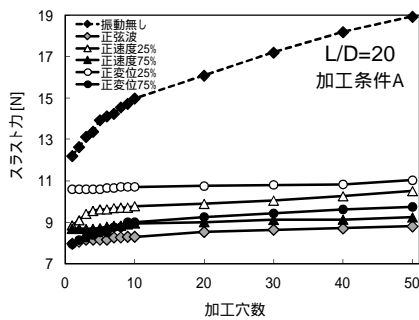


図6 スラスト力の推移

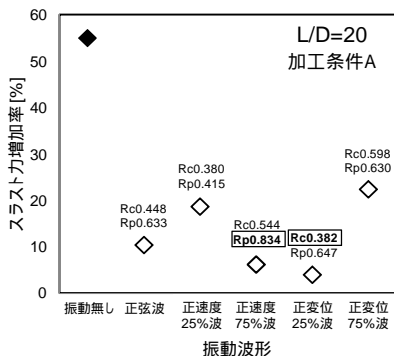


図7 スラスト増加率(50穴加工後)

表1 加工条件A

被削材	ステンレス(SUS316L)
穴径	0.3mm
回転数	2000 min ⁻¹
ステップ量	0.15mm
1刃あたり送り量	2.0μm

験装置の概略を示す。工作機械には高速加工機(ASV400、東芝機械(株)製)、及び加工機主軸ボックスに取り付けたスピンドル(R2、(株)industria製)を使用し、加工機テーブル上に取り付けたピエゾアクチュエータ(株)メステック製)によって振動を付加した。工具には逃げ角18°の超硬ノンコートドリルを使用した。

アクチュエータの加振能力内で、全波形の加振が可能な表1の加工条件Aで加工を行った。正弦波振動付加で実績¹⁾のある振動周波数82Hz、振動振幅10μmの振動を付加した。

切削抵抗(スラスト力)を図6に示す。振動加工では慣用加工に対し、全ての振動波形でスラスト力が大幅に低減した。また、1穴目に対する50穴目のスラスト力増加率を図7に示す。増加率は刃先摩耗と相関が強いと考えられる。Rcが小さい正変位25%波とRpが大きい正速度75%波では増加率が正弦波より小さくなった。これらのことから、RcとRpの値は振動波形の評価に対しても有効であることが分かった。しかし、加工条件Aでは加工時間が86秒/穴となってしまった。

そこで、目標加工時間75秒/穴で加工可能となる表2の加工条件Bで加工を行った。振動条件は振動周波数133Hz、振動振幅9μmとした。この振動条件では加振能力の制約から正変位25%波、正変位75%波は加振できなかった。

スラスト力増加率を図8に示す。図7と同様に増加率は正速度75%波が一番小さくなった。

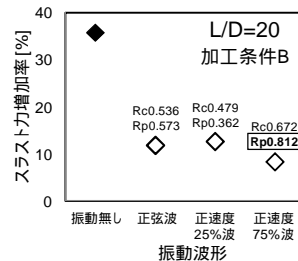


図8 スラスト増加率(50穴加工後)

表2 加工条件B

被削材	ステンレス(SUS316L)
穴径	0.3mm
回転数	3000 min ⁻¹
ステップ量	0.075mm
1刃あたり送り量	3.0μm

3 工具刃先形状の検討

3.1 主切れ刃逃げ角

振動付加による加工では工具と材料が接触と非接触を短時間に繰り返すため、ドリルの主切れ刃にチッピングが起こる可能性がある。そこで、角度の変更が容易であり、刃先強度に影響する主切れ刃逃げ角³⁾について着目した。

主切れ刃の断面を図9に示す。振動を付加すると刃先の進行角度は常に変化するため、最小実逃げ角は、主切れ刃逃げ角よりも小さくなり、逃げ面が材料と接触しやすくなる。逃げ角を小さくすると刃先強度は増すが、逃げ面摩耗の進行も早くなることが予想される。そこで、振動付加に適した主切れ刃逃げ角について検討を行った。

3.2 最適な主切れ刃逃げ角の検証

主切れ刃逃げ角6°から30°まで6°間隔のドリルを準備し、それぞれのドリルを用いて正弦波振動付加による加工を行った。ステップ量は0.15mmとし、他は加工条件Bと同じとした。

50穴加工後の刃先SEM写真を図10に示す。逃げ角が30°と大きくなると刃先にチッピングが起きており、刃先強度が不足していると考えられる。

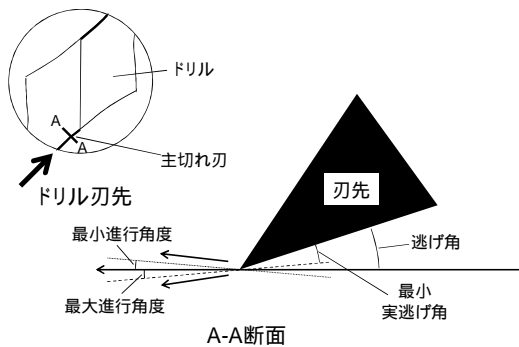


図9 主切れ刃逃げ角

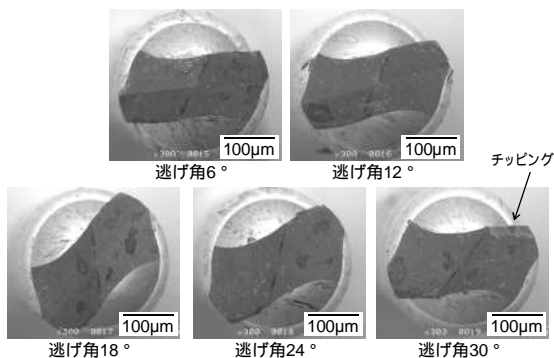


図10 刃先観察(50穴加工後)

スラスト力を図11に示す。慣用加工ではスラスト力が大きく、加工穴数の増加に伴い急激に増加し、50穴以下で折損してしまう。振動加工ではスラスト力は小さく、50穴以上の加工を行うことができる。逃げ角を小さくするに従い、1穴目加工時のスラスト力は大きくなる傾向がみられた。逃げ角が小さくなるほど逃げ面の摩擦が大きくなっていると思われる。1穴目に対する50穴目のスラスト力増加率を図12に示す。逃げ角が12°のときに増加率が最小となった。

工具寿命を図13に示す。スラスト力増加率と強い相関を示し、逃げ角12°のときに工具寿命が最長となった。これらのことから、逃げ角が小さいと逃げ面摩耗の進行が早く、逃げ角が大きいと刃先強度が不足して工具寿命に影響を及ぼすと考えられる。

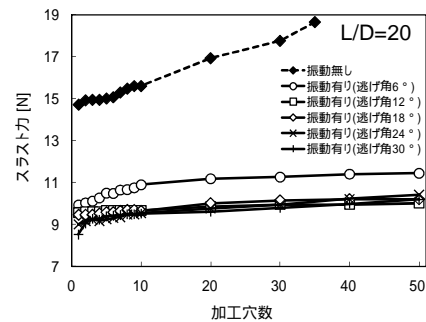


図11 スラスト力の推移

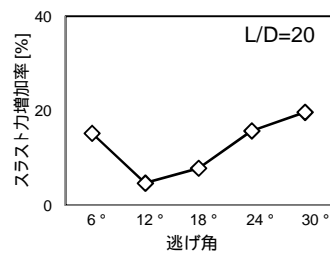


図12 スラスト力増加率(50穴加工後)

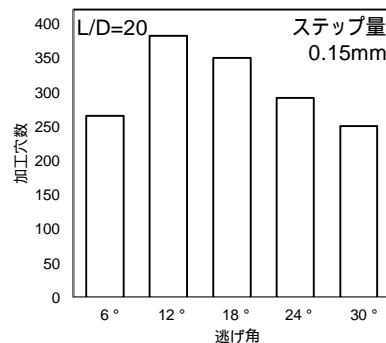


図13 工具寿命と逃げ角の関係

4 アスペクト比 L/D=30 微細深穴加工

目標としている直径0.3mm、深さ9mmの微細深穴加工を行った。主切れ刃逃げ角12°のドリルを用い、2分以内に加工が可能な加工条件Bで、振動周波数133Hz、振動振幅9μmの正速度75%波振動を付加して加工を行った。

切りくず形状を図14、10穴加工後の刃先SEM写真を図15、及びスラスト力を図16に示す。振動を付加することで切りくずが細分化され、刃先外周部の摩耗が約80%低減し、スラスト力も大幅に低減した。複数回加工した平均工具寿命を図17に示す。振動を付加することで寿命が約25倍となり、工具寿命900穴以上を実現することができた。

5 まとめ

工具軸方向に低周波振動を付加する微細深穴加工において、穴加工に適した振動波形の選択、及び振動加工に適した刃先形状について検討した。

振動波形について検討したところ、正速度時間比率 R_p が大きくなる正速度75%波、又は切削時間比率 R_c が小さくなる正変位25%波の振動を付加すると、正弦波振動に比べて加工穴数の増加によるスラスト力増加を抑制する効果があり、穴加工に適していることが分かった。刃先形状について検討したところ、主切れ刃逃げ角12°のドリルに最も長寿命化の効果がみられた。

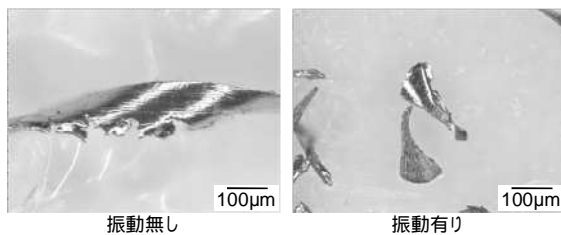


図14 切りくず形状

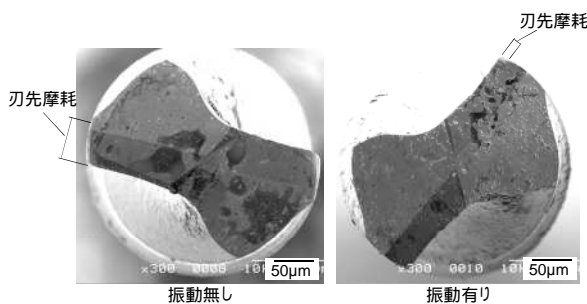


図15 刃先観察(10穴加工後)

振動条件、振動波形、刃先形状を微細深穴加工に最適化させることで、目標である造粒プレート材のステンレスSUS316Lに対し、直径0.3mm、深さ9mm(アスペクト比L/D=30)の微細深穴を加工時間2分/穴以内、平均工具寿命900穴以上で加工することができた。また、切りくず処理が問題となるアルミや樹脂、微細深穴加工の要望の大きいマシンナブルセラミックスへの適用も進めている。

謝辞

本研究を進めるにあたり、客員研究員として御指導いただきました松田技術経営研究所の松田信一氏、埼玉大学の堀尾健一郎教授に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 南部洋平, 落合一裕, 堀尾健一郎, 金子順一, 渡辺武, 松田信一: 微細深穴加工に対する低周波振動付加に関する研究, 精密工学会誌, **78**, 2(2012)155
- 2) 南部洋平, 落合一裕, 渡辺武: 高アスペクト比微細深穴加工に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **10**, (2012)
- 3) 小川誠: ドリル加工の勘どころ, 日刊工業新聞社, (2011)4

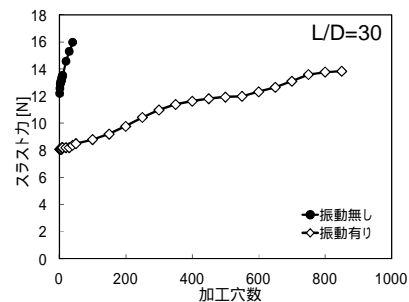


図16 スラスト力の推移

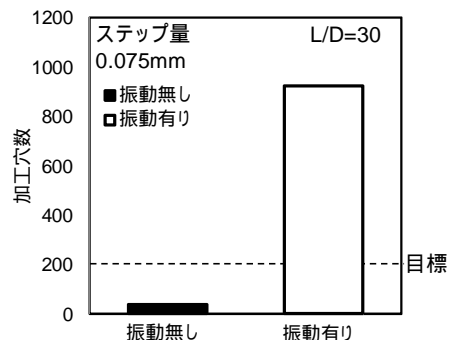


図17 工具寿命

ピエゾ素子を用いた高推力リニアモータの開発

荻野重人* 浅海暁**

Development of a hi-driving-force Linear Motor by Piezoelectric device

OGINO Shigeto*, ASAUMI Akira**

抄録

超精密位置決め用途に用いるリニアモータを試作した。昨年度までの試作機¹⁾により、基本原理・前進後進動作は確認している。そこで、さらなる性能向上をはかるため、新たな試作機を製作し動作確認と性能試験を行った。昨年度までの試作機と大きく動作機構を変えたので、前進・後進共に安定動作をすることができた。推進力20N・保持力50Nとなり、本研究最大の懸案であった推進速度は、2.00mm/sを達成した。

キーワード：リニアモータ，アクチュエータ，高推力，ピエゾ

1 はじめに

精密位置決め技術は、工作機械・測定機・半導体製造装置等になくはないものであり、我が国のものづくりを根底から支えている技術である。その中でも、我が国の超精密位置決め技術は世界をリードしており、「技術立国日本」の牽引役となっている。

その中で、近年のハイテク機器用部品の生産技術やナノテクノロジー研究開発の進展にともない、ナノメータ位置制御の必要性はますます高まっている。また、これまでは高精度を得るために剛性を高めた大型装置を用いていたが、装置を小型にして装置変形の絶対量を減少させる手法が認識されつつある。これらのことから、高分解能かつ小型化に有利なピエゾ素子がますます重要となっており、高付加価値製品を生み出す製造・検査・分析機器には欠かせない存在となっている²⁾。

ピエゾ素子に利用されているチタン酸バリウムやチタン酸ジルコン酸鉛は、圧力を加えると電圧

を発生する圧電機能をもっており、点火器やマイクロホンなどに使われている³⁾。反対にピエゾ素子は、電界を印加して圧電体を変形させる逆圧電効果を利用しており、高分解能を生かした微小駆動用アクチュエータとして利用されている。しかし、ストロークが数十 μm と小さく、そのままでは使用用途は限られていた。

ピエゾ素子を使った、ストロークを大きくする技術として、インパクトドライブモータがある^{4),5)}。これは、微小ステップずつの自走機構であり、ピエゾ素子の急速変形に伴う慣性力の反作用と摩擦との差異を利用することによって、微小距離の移動を得るものである。これは、簡単な機構で微小ステップ駆動することが可能なため、近年、多くの企業で研究開発が行われ、実用化したものも出てきている⁶⁾。

しかし、このタイプのモータは、一般的に推力が不足している。ピエゾ素子は発生応力が大きく、800N⁷⁾にも及ぶが、インパクトドライブモータに使われているピエゾ素子は、多くは1mm以下の厚さで、なおかつ、摩擦ホールドしている軸をスライドしながら動作するもので、仕組み上、大きな推力を

* 技術支援室 電気・電子技術担当

** (株)メステック

得ることができない。このことが、利用用途を限定する要因となっていて、普及の足かせとなっている。

そこで、 piezo素子の大きな発生力をダイレクトに推力とする、新しい機構のリニアモータを開発する。昨年度までの試作機をさらに高性能化し、高分解能かつ高推力により実用的な超精密位置決め用リニアモータとする。

2 実験方法

2.1 動作確認

本リニアモータの前進・後進動作の確認を行った。6 サイクル前進させ、その後、6 サイクル後退させ推進状態を確認した。

試作機に 5Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力し、その時の変位量を静電容量型変位計により計測した。

2.2 推進速度の計測

試作機に 200Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力し、静電容量型変位計により読み取った変位量を「変位量-時間」グラフにプロットした。このグラフを用い、速度算出を行った。

2.3 推力・保持力の測定

試作機に 200Hz の矩形波電圧 (0V→150V) を入力した。その時の推力を、スプリングゲージにより計測した。また、保持力は無通電状態時にスプリングゲージで引張り、モータが保持できなくなった時にスプリングゲージが示している値を読み取った。

2.4 分解能の測定

試作機を微小駆動動作させ、分解能計測を行った。piezo素子に 0.01V、周波数 2Hz の階段状の電圧を入力し、その時の試作機の変位量を静電容量型変位計により計測した。

3 結果および考察

3.1 動作確認

結果を図1に示す。前進・後進共に 10 μ m の階段状となった。前進・後進共に、1 サイクルあたりの推進量が全く同じ結果となった。これは、動作機構部の見直しを行ったために、剛性面の向上をはかることができたためと考えられる。このことにより、長期間にわたる動作安定性も向上すると考えられる。

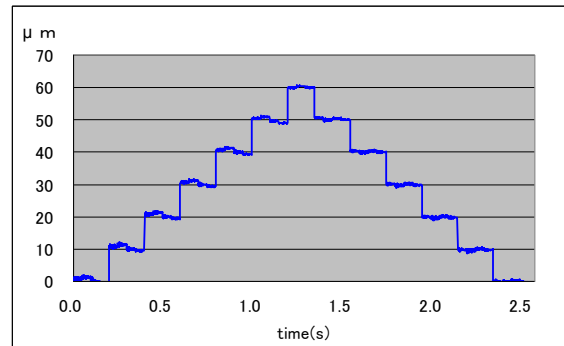


図1 動作確認

3.2 推進速度の計測

「変位量-時間」グラフを図2に示す。0.02秒の間に 40.12 μ m 進んでおり、1秒あたりに換算すると、 $40.12/0.02 = 2006\mu\text{m}$ (2.00 mm/s) となる。

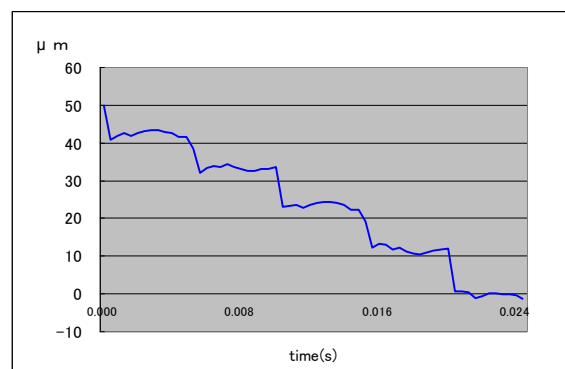


図2 変位量-時間

3.3 推力・保持力の測定

試作機の推進力は 20N、保持力は 50N となった。

推進力・保持力は本リニアモータとレールとの摩擦力に依存する。本リニアモータの仕組み上、進行中は2箇所のホールドを交互にホールドするため1箇所のためのホールドとなる。一方で、保持

状態では2箇所ではールドしているため

推進力<保持力
 となったと考えられる。

3.4 分解能の測定

ピエゾ素子には2Hzの階段状電圧を入力している。本来であればピエゾ素子の変位も階段状に増えていくはずである。しかし、静電容量型変位計が振動を拾ってしまい、階段状の変位波形を読み取ることはできなかった。

2Hzの階段状電圧の入力なので、5秒間で10ステップとなる。図3を見ると10ステップで0.2μm変位しているの、1ステップあたり0.02μm変位していることになる。

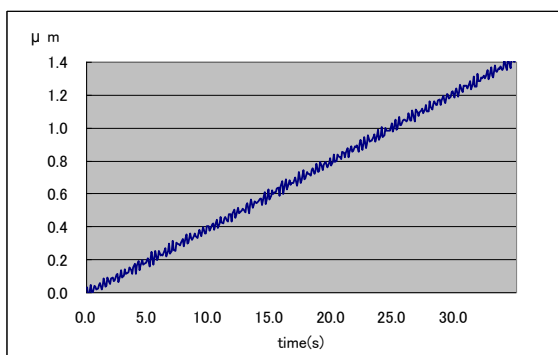


図3 分解能計測

4 まとめ

(1) 試作したリニアモータの性能結果

目標および結果を表1に示す。

表1 性能実測値

	目標値	実測値
推進速度	1.00mm/s	2.00mm/s
推進力	20N	20N
保持力	40N	50N

(2) 今後の展開

試作したリニアモータは、機構上、ピエゾ素子の分解能と同等とすることができる。しかし、今回の静電容量型変位計による計測では、確認をすることができなかった。静電容量型変位計を高剛性に固定するなどを行う必要がある。

また、「分解能=位置決め精度」ではないの

で、用途によっては、「位置決め精度」を追求していく必要がある。位置決め精度を上げるためには、位置センサによるフィードバック制御が必須であり、その代表的なものは、リニアエンコーダである。リニアエンコーダは、分解能0.1mm以上の粗領域から1nm以下の超微細領域までの位置決め・測定に応用されている⁸⁾。今後は、リニアエンコーダを搭載しフィードバック制御を行い、位置決め精度の向上を検討していきたい。

試作機の駆動機構部について、従来型の構造を見直したことにより、大幅に安定性が向上した。従来型では、長時間動作により、不安定動作になることがあったが、今回の試作機は、10時間駆動させても全く変わらず安定動作させることができた。また、この安定動作の影響で、推進速度も目標である1mm/sを大きくクリアした。

性能面においては、目標値を全てクリアできたので、今後は、実用化に向けて商品化試作機を製作していきたい。

参考文献

- 1) 荻野重人, 浅海暁: ピエゾ素子を用いた高推力リニアモータの開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **10**, (2012)37
- 2) 実用 精密位置決め技術事典 編集委員会: 実用精密位置決め技術事典, 株式会社産業技術サービスセンター, (2008)211
- 3) 通産資料調査会: 実用新素材技術便覧, 株式会社マイガイア, (1996)21
- 4) マイクロアクチュエータ研究会: ミクロをめざすニューアクチュエータ, 株式会社工業調査会, (1994)49
- 5) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員会: 実用 精密位置決め技術事典, 株式会社フジテクノシステム, (2000)393
- 6) テクノハンズ株式会社, <http://www.technohands.co.jp/>, 2011.3.22
- 7) 荻野重人, 浅海暁: 高分解能アクチュエータ用高剛性変位拡大機構の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **7**, (2009)96

- 8) (社)精密工学会 超精密位置決め専門委員
会：実用 精密位置決め技術事典，株式会社フ
ジテクノシステム，(2000)413

熱可塑性FRPの高性能化と高度利用に関する研究

ーリサイクル性、補修性を有する軽量高強度複合材料に関する研究

小熊広之*¹ 熊谷知哉*² 佐野 勝*² 関根正裕*³

Study on the use of high-performance and advanced thermoplastic FRP

ー Study of high-strength lightweight composite materials with recycle and maintenance efficiency ー

OGUMA Hiroyuki*¹, KUMAGAI Tomoya*², SANO Masaru*², SEKINE Masahiro*³

抄録

ポリプロピレン(PP)等の熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維強化樹脂(CFRP)は、リサイクルや補修が可能等の優れた特徴があるが、従来用いられているエポキシ樹脂等の熱硬化性樹脂を使用した場合と比較して、流動性が悪いために繊維束に浸透しにくく、樹脂と繊維との親和性が劣り、強度がでない等の問題がある。そこで、PPと炭素繊維(CF)にオゾン酸化処理による表面改質を行った結果、強度が大幅に向上した。これは、オゾン酸化処理の効果によりPPとCF表面上に酸素含有官能基が生成され、PPとCF界面での親和性が向上したためであると考えられる。

キーワード：炭素繊維強化複合材料、熱可塑性樹脂、曲げ強度、オゾン酸化処理、界面

1 はじめに

ポリプロピレン(PP)等の熱可塑性樹脂を用いた炭素繊維強化樹脂(CFRP)は、リサイクル性、補修性、成形時間の短縮化の可能性、耐衝撃性等に優れるという特徴があることから、次世代の新材料としてその利用の拡大が予想されている。しかしPPは表面が極めて低活性であり¹⁾、炭素繊維(CF)は化学的に非常に安定²⁾なため、PPとCFの界面での親和性が低く、従来熱硬化性樹脂を使用した場合と比較して強度がでない等の問題がある。そこで、PPとCFにオゾン酸化処理等の表面改質を行い、曲げ強度、層間せん断強さを測定することにより、表面改質によるCFRPの強度向上に関する効果を検証した。

*¹ 技術支援室 機械技術担当

*² 技術支援室 化学技術担当

*³ 技術支援室 戦略プロジェクト推進担当

2 実験方法

2.1 CFRPの作製

CF織物(平織、3K)にシート状に成形したPPを含浸させたプリプレグを6層積層し、熱プレス機で220℃、無圧で10分間保持して樹脂を溶融させた後、2MPaで6分間加圧してCFRPを作製した。

2.2 曲げ試験と空洞率の測定

曲げ試験はJIS-K7074に準じて行い、曲げ強さ、曲げ弾性率を測定した。試料中の空洞率はJIS-K7075に規定されている燃焼法により測定した。

2.3 積層面の空洞(ボイド)の観察

CFRPの積層面をエミリーペーパーで研磨した後、研磨剤にアルミナを用いてバフ研磨を行った。研磨面を光学顕微鏡により観察した。

2.4 炭素繊維表面の改質

2.4.1 アセトン洗浄

CF 表面に塗布されているエポキシ系のサイジング剤を除去するため、CF 織物をアセトンに浸漬させて 10 分間、超音波洗浄を行った。

2.4.2 電解酸化処理

CF 織物を 0.1mol/L の水酸化ナトリウム水溶液中に浸し、CF 織物(250mm×230mm)を陽極、真鍮板(315mm×315mm)を陰極とし、0.5A の直流電流を 2 時間通電して CF 織物の電解酸化処理を行った³⁾。電解酸化終了後に蒸留水で洗浄した後、150℃に設定されたオーブン内で 10 分間乾燥させた。

2.4.3 オゾン酸化処理

容積 5L のデシケータ中に CF 織物を設置し、デシケータ内を攪拌しながら、オゾン-酸素混合ガスを通気した。オゾンは酸素ガスを原料として無声放電式オゾン発生器により発生させ、本試験系で安定的に得られる高濃度の条件として、流量 20 L/h、濃度 60mg/L で供給した。6 時間通気後、供給を止め、デシケータ内の残存ガスで CF 織物のオゾン酸化処理を 18 時間継続した。

2.5 PPシートのオゾン酸化処理

2.4.3 と同様の方法で PP シートのオゾン酸化処理を行い、蒸留水に対する接触角を測定した。

2.6 曲げ強さと層間せん断強さの測定

表面改質を施した CF 織物と PP を用いて CFRP を作製し、曲げ強さ、層間せん断強さ(JIS-K7092)を測定することにより、表面改質の効果を検証した。

3 結果及び考察

3.1 曲げ試験結果と空洞率

図 1 のとおりの曲げ試験を行い、曲げ試験結果と空洞率との関係を図 2 に示した。繊維体積含有率(Vf)が 40%を超えると曲げ強さ、曲げ弾性率が低下し、空洞率は上昇することがわかった。これは、熱可塑性樹脂の流動性の悪さ、CF と PP との界面接着性の悪さの影響により、樹脂量が減った結果、強度の低下と空洞率の上昇をもたらしたと考えられる。

3.2 積層面観察

図 3 に空洞率が 2.1%と 5.6%の積層面の顕微鏡

鏡写真を示した。ポイドは積層間の樹脂の部分と繊維束内に観察された。ポイドの発生原因としては、成形中のエアの巻き込み、樹脂が硬化する際の樹脂の収縮、流動性が悪く繊維束への樹脂の含浸が不十分であった等が考えられる。ポイドは破壊の起点となる可能性が高いことから、空洞率を低減させる必要がある。

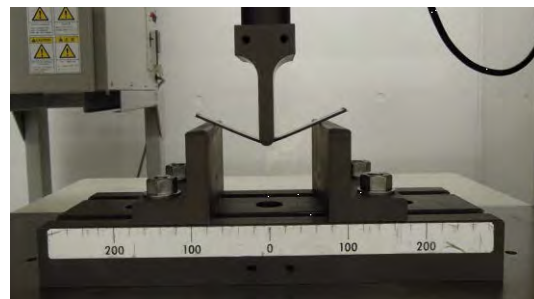


図 1 曲げ試験 (JIS-K7074)

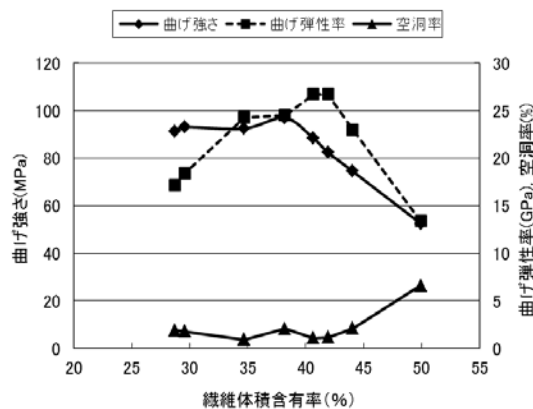


図 2 曲げ試験結果と空洞率との関係

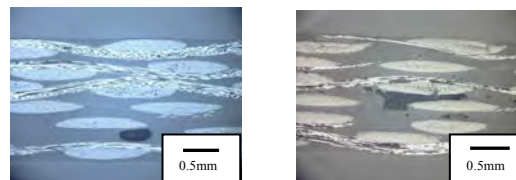


図 3 積層面の顕微鏡写真

3.3 CF 表面の表面官能基分析

未処理、アセトン洗浄後、電解酸化処理後、オゾン酸化処理後の CF について、X 線光電子分光分析装置(XPS)〔島津製作所 AXIS ULTRA〕による表面官能基分析を行った。分析対象面積は 300

×700μmであった。C1s スペクトルの波形分離を行い、化学結合の種類と量を求めた。図4にオゾン酸化処理後の波形分離の結果を示す。また、それぞれの酸素含有官能基の構成割合、炭素に対する酸素の割合である(O/C値)を図5に示した。図5より未処理のCF表面上にはC-Oの割合が多いことがわかる。これはサイジング剤の影響と思われる。一方、オゾン酸化処理を行うと、C=O、O-C=Oが多く生成されることがわかった。CF表面の酸化の度合いを示すO/C値はオゾン酸化処理したときが最も高くなった。これはオゾンの優れた酸化力によるものと考えられる。

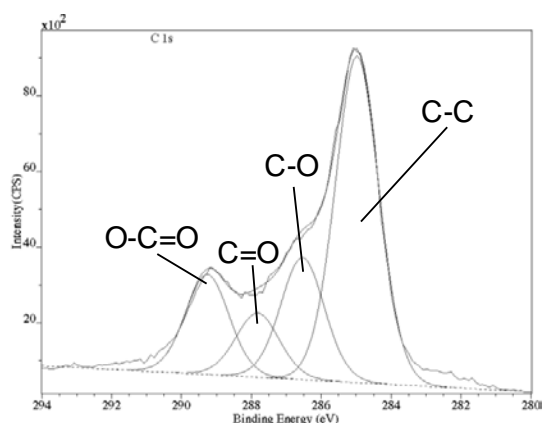


図4 オゾン酸化処理後CFの波形分離結果

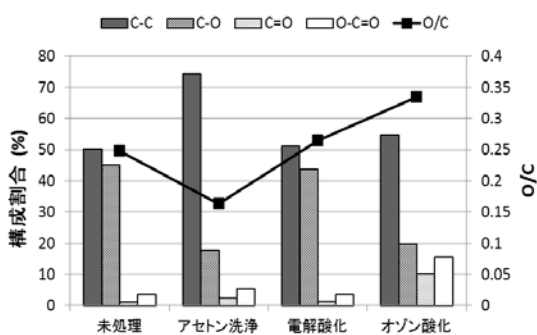


図5 表面処理と酸素含有官能基の構成割合

3.4 PPシートのオゾン酸化処理

図6にオゾン酸化処理前後の接触角の測定結果を示した。この結果から接触角は106.5°から62.6°となり、オゾン酸化処理により親水性が大幅に向上したことがわかる。また、図7のフーリエ変換赤外分光分析装置(FT-IR)の結果から、オゾン酸

化処理によりカルボニル基(>C=O)、ヒドロキシ基(-OH)が生成されていることがわかった。これら官能基の影響によりPPシートの親水性が向上したと考えられる。

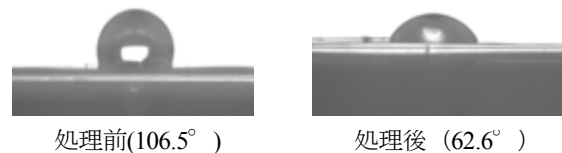


図6 オゾン酸化処理前後の接触角

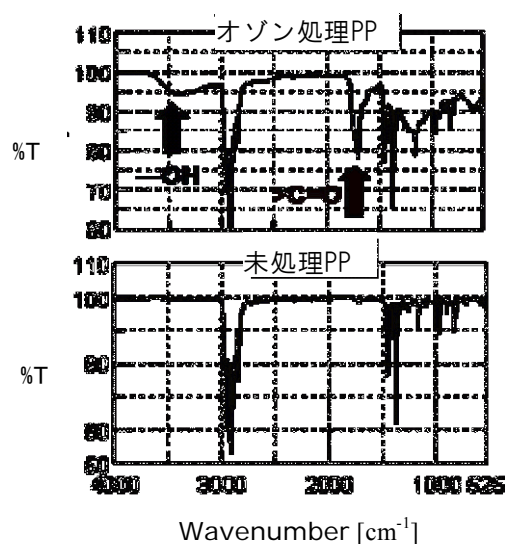


図7 FT-IRの測定結果

3.5 曲げ試験結果

表面改質処理したCF織物とPPを用いてCFRPを作製し、図1のとおり曲げ試験を行った。この際、図2の結果から、曲げ強さの値が高く、空洞率が低く抑えられるようにVf=38%となるよう樹脂の量を調整してCFRPを作成した。図8に曲げ強さの結果を示した。図8より、オゾン酸化PPとオゾン酸化CFの組み合わせが最も高強度となり、未処理のものと比較して99%曲げ強さが向上した。これは、オゾン酸化処理の効果によりCFとPP表面に酸素含有官能基が生成され、界面での親和性が向上したためと考えられる。

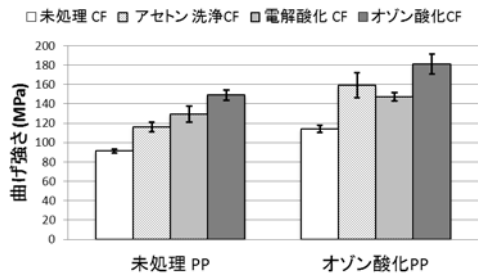


図 8 曲げ強さと表面改質との関係

3.6 層間せん断強さ試験結果

図 9 に示す「目違い切欠き試験片」を作成し、図 10 のとおりの層間せん断強さ試験を行った結果を図 11 に示す。3.5 の結果と同様にオゾン酸化 PP とオゾン酸化 CF の組み合わせが最も高強度となり、未処理のものと比較して、68%層間せん断強さが向上した。CFRP のような積層プラスチックは繊維方向には強いが、積層方向は繊維が通っていないため弱く、層間せん断強さの向上が求められている。この結果より、オゾン酸化処理は層間せん断強さを向上させることにも有効であることがわかった。

(単位 mm)

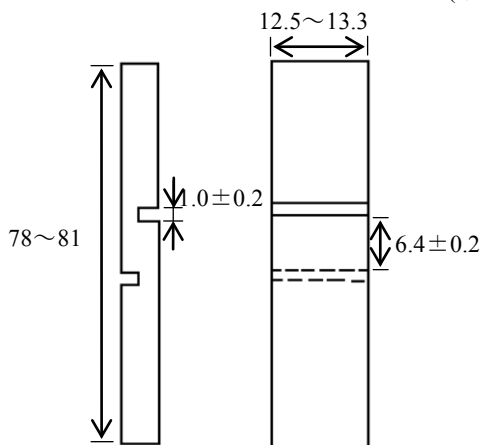


図 9 目違い切欠き試験片

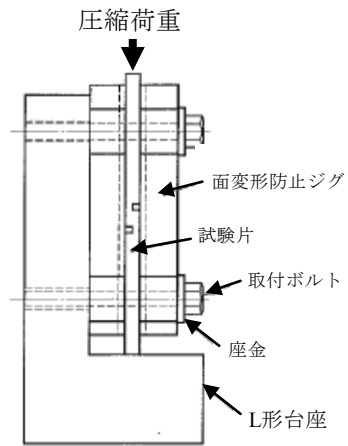


図 10 層間せん断強さ試験 (JIS- K7092)

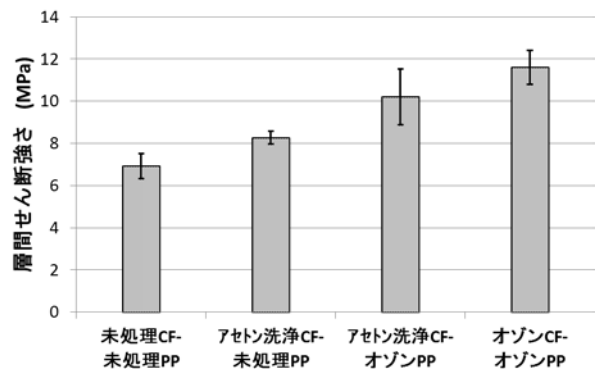


図 11 層間せん断強さ試験結果

4 まとめ

(1) 曲げ試験結果と空洞率

Vf が 40% を超えると曲げ強さ、曲げ弾性率が低下し、空洞率は上昇したが、これは PP の流動性が悪く、CF と PP との界面での接着性が悪いことが原因と考えられる。

(2) 積層面観察結果

ポイドは積層間と繊維束内に観察されたが、ポイド生成の原因としては、成形中にエアが抜けなかった、樹脂が固化により収縮した、PP の流動性が悪く繊維束への樹脂の含浸が不十分であった等が考えられる。

(3) CF 表面の表面官能基分析結果

未処理の CF 表面上には C-O の割合が多いことがわかる。これはサイジング剤の影響と思われる。オゾン酸化処理を行うと、C=O、O-C=O が多く生成されることがわかった。O/C 値はオゾン

酸化処理したときが最も高くなった。これはオゾンの優れた酸化力によるものと考えられる。

(4) PPシートのオゾン酸化処理結果

PPシートをオゾン酸化処理すると親水性が向上した。これは、オゾン酸化処理によりPPシート上に生成したカルボニル基、ヒドロキシ基の影響であると考えられる。

(5) 強度試験結果

曲げ強さ、層間せん断強さについて、オゾン酸化PPとオゾン酸化CFとの組み合わせが最も高強度となり、未処理のものと比較して、曲げ強さが99%、層間せん断強さが68%向上した。これは、オゾン酸化処理の効果によりCFとPP表面に酸素含有官能基が生成され、界面での親和性が向上したためと考えられる。

今後は、PPシートとCF織物の表面改質方法に加え、空洞率の低減方法を検討し、更なる強度の向上を目指す予定である。

参考文献

- 1) 于建, 白石振作: オゾン酸化処理によるポリプロピレンの塗装性の改良, 表面技術, **41**, 3(1990)273
- 2) 田中一義, 東原秀和, 篠原久典編: 炭素学, 化学同人, (2011)148
- 3) 田村学, 高橋淳, 大澤勇, 金井誠, 鶴沢潔, 田原正夫: 炭素繊維強化ポリプロピレンにおける界面改質効果, 第48回FRP CON-EX2003講演要旨集, (2003-10)111

熱可塑性FRPの高性能化と高度利用に関する研究

－高周波誘電加熱によるポリプロピレンの接合－

佐野 勝*¹ 小熊 広之*² 関根 正裕*³

Study on the use of high-performance and advanced thermoplastic FRP

－High-frequency welding of polypropylene－

SANO Masaru*¹, OGUMA Hiroyuki*², SEKINE Masahiro*³

抄録

誘電セラミックスを添加した接着層組成物を40MHzの高周波印加により熔融させてポリプロピレンを接合する方法を検討した。ポリプロピレンに対し種々の誘電セラミックスを一定体積比にて添加混練した接着層組成物の誘電特性を測定した結果、SiCを40vol%添加した時の損失係数が最も大きかった。各接着層組成物を2枚のポリプロピレンに挟み高周波を印加した結果、20vol%のアナターゼ型TiO₂、20、40vol%のZnO及びSiCを添加した場合に40～70秒で接着層組成物が熔融して被着材のポリプロピレン板と強固に接合し、引張せん断試験において母材破壊を起こした。また、本接着試験における高周波による接着層組成物の加熱のされやすさはtanδ/ε'と相関が認められた。

キーワード：高周波誘電加熱、ポリプロピレン、誘電セラミックス、接着層組成物

1 はじめに

昨今の地球温暖化問題や石油燃料価格の高騰を背景に、航空機や自動車分野において構造部材の軽量化による燃費向上が求められている^{1)~3)}。その軽量化技術の1つに繊維強化プラスチック(FRP)の適用が挙げられ、中でも熱可塑性繊維強化プラスチック(FRTP)の産業利用へ向けた期待が大きくなってきている。

FRTPのマトリックス樹脂として、現在ポリプロピレンが多く使用されている^{4),5)}。その部材同士の接合には従来の機械的締結や接着剤による方法があるが、重量軽減や加工時間短縮、接合強度の観点で優れる接合方法が望まれており、融着による方法も注目されている^{6),7)}。融着は加熱

により熔融する特徴を利用した接合法であり、誘電加熱による接合も融着法の一つである。この方法は塩化ビニルの接合には広く実用化されているが、ポリプロピレン自身は高周波による発熱を起こさないため、そのままでは誘電加熱を接合に利用できない⁸⁾。

そこで本研究では、誘電セラミックスを添加し誘電特性を改良したポリプロピレンを接着層組成物として用い、高周波誘電加熱を用いて接着層組成物を熔融させることによりポリプロピレンを接合する方法について検討した。

2 実験方法

2.1 供試材料

被着材にはポリプロピレン板(PP-8000、積水成型工業)を用いた。接着層組成物の基材は、

*¹技術支援室 化学技術担当

*²技術支援室 機械技術担当

*³技術支援室 戦略プロジェクト推進担当

被着材との親和性を考慮してポリプロピレン（ノバテックMH4、日本ポリプロ）を用いた。誘電セラミックスには比誘電率が比較的大きく、入手しやすいBaTiO₃(関東化学)、アナターゼ型TiO₂(関東化学)、ルチル型TiO₂(関東化学)、ZrO₂（関東化学）、ZnO（和光純薬工業）、SiC（大平洋ランダム）を用いた。また、各誘電セラミックスの粒度分布はレーザー回折式粒度分布測定装置（SALD-3100、島津製作所）を用いて測定した。各誘電セラミックスの比誘電率の文献値及びメジアン径を表1に示す。

表1 各誘電セラミックスの比誘電率(文献値)及びメジアン径

	比誘電率	メジアン径(μm)
BaTiO ₃	1700 ⁹⁾	1.4
ZrO ₂	12.5 ¹⁰⁾	14
TiO ₂ (rutile)	85.8 ¹⁰⁾	0.55
TiO ₂ (anatase)	48 ¹¹⁾	0.64
ZnO	10~36 ¹¹⁾	0.96
SiC	10~20 ⁹⁾	0.54

2.2 接着層組成物の作成

基材のポリプロピレンに対し、各誘電セラミックスを20及び40vol%の割合で配合し、ラボプラストミル（10C100 R60、東洋精機製作所）を用いて200℃で6分間混練した。その後、この混練物を200℃にて熱プレスし、厚さ1mm及び2mmのシート状の接着層組成物を作成した。

2.3 誘電特性の測定

30℃に保持した恒温槽（ST-120、タバイエスペック）内に設置した誘電材料テストフィクスチャ（16453A、横河HP）に20×20×2mmの接着層組成物を設置し、インピーダンス/マテリアルアナライザー（HP4291A RF、横河HP）を用いて、10～

300MHzの範囲での比誘電率(ϵ')、誘電正接($\tan\delta$)から損失係数($\epsilon'\tan\delta$)を測定した。損失係数は熱となって消費される損失電力の尺度であり¹²⁾、高周波による接着層組成物の加熱されやすさと考えられたため、誘電特性の評価は損失係数を用いて行った。

2.4 高周波印加による接合試験

図1に示したように、23×11×1mmの接着層組成物を2枚のポリプロピレン板(25×100×1.5mm)の間に挟み0.13MPaの圧力で高周波誘電加熱装置(FDA-102PJ-01、富士電波工機)の電極間に固定した状態で40MHz、3.5KVの高周波を印加し、シングルラップ接合試験片を作成した。

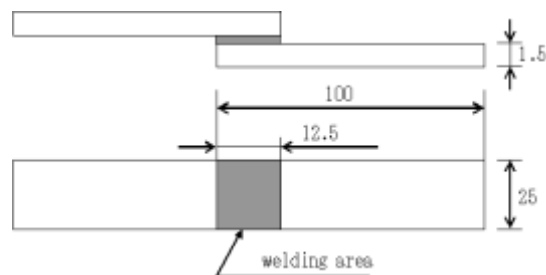


図1 シングルラップ接合試験片

2.5 接合試験片の評価

シングルラップ接合試験片の接着強さは万能材料試験器（島津製作所、AG-100KNI）を用い、JIS K6850に準じた引張せん断試験（つかみ具間距離112.5mm、試験速度100mm/min.）により評価した。

3 結果及び考察

3.1 接着層組成物の誘電特性

誘電セラミックスを20vol%添加した接着層組成物の損失係数を図2に示す

20vol%添加した接着層組成物の損失係数はアナターゼ型TiO₂を添加したときに最も増大し、ZnO、SiCの添加によりそれに次ぐ変化がみられた。またアナターゼ型TiO₂添加の場合、低周波数域で損失係数が顕著に大きくなった。

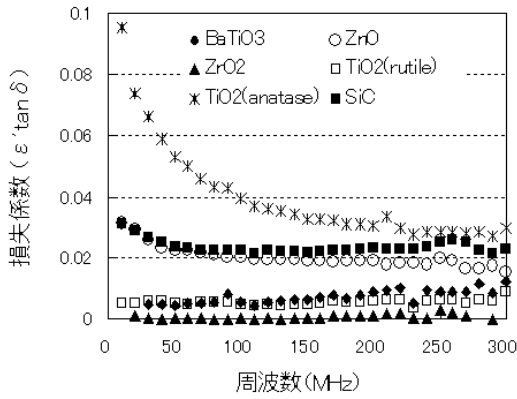


図2 誘電セラミックスを20vol%添加した接着層組成物の損失係数

次に誘電セラミックスを40vol%添加した接着層組成物の損失係数を図3に示す。

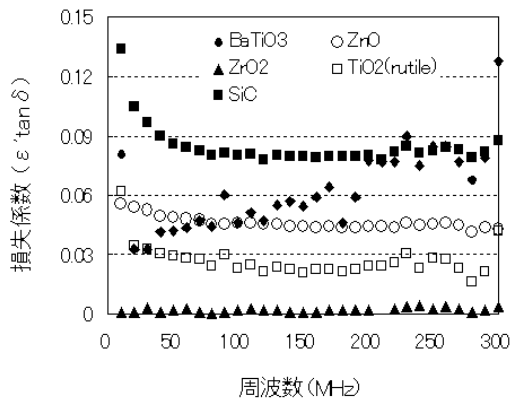


図3 誘電セラミックスを40vol%添加した接着層組成物の損失係数

アナターゼ型TiO₂を40vol%添加した場合、混練中に混合物が粒塊状となりシート状に成形できなかったため、以後の試験は実施しなかった。

誘電セラミックスを40vol%添加した場合は、損失係数はSiCが最も大きく、ZnO、BaTiO₃がそれに次いだ。これらの結果について、今回の接合試験に用いる高周波誘電加熱装置の高周波発振周波数である40MHzにおける損失係数を添加量に対してプロットした。結果を図4に示す。

損失係数はSiCを40vol%添加したときに最も大きく、20vol%のアナターゼ型TiO₂、

40vol%のZnO、BaTiO₃、ルチル型TiO₂を添加した場合がそれに次いだ。

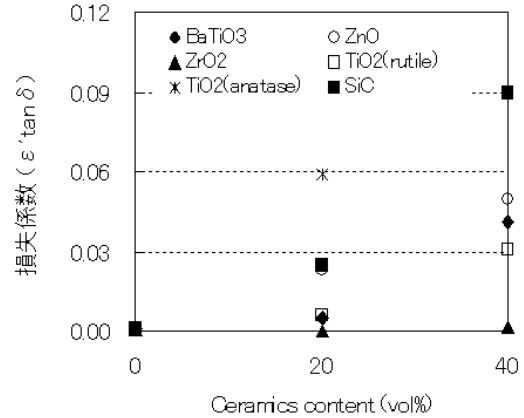


図4 40MHzにおける各接着層組成物の損失係数

また、BaTiO₃、ZnO、ルチル型TiO₂、SiCは添加量が増加すると損失係数も増大する傾向であったが、ZrO₂は40vol%添加してもポリプロピレンの値（セラミックス配合率0%）とほとんど変わらなかった。

3.2 高周波印加による接合試験および引張せん断試験

各接着層組成物を用いてポリプロピレン板の接合試験を行った結果を表2に示す。

20vol%のアナターゼ型TiO₂、20、40vol%のZnO及びSiCを添加した接着層組成物を用いた場合に40~70secで高周波により接着層組成物が熔融し、被着材のポリプロピレン板と強固に接合し、引張せん断試験において母材破壊を起こした。

一方、被着材破壊した20vol%のアナターゼ型TiO₂やZnOより大きい損失係数を有する40vol%のBaTiO₃やルチル型TiO₂を添加した接着層組成物では、高周波誘電加熱による熔融は起こらず、被着材と接合しなかった。このことから、損失係数が大きい接着層組成物が必ずしも高周波により熔融されやすい訳ではないことが示唆されたため、次のように考えた。

図5に今回行った高周波誘電加熱による接合試験の系を簡略化して示した。

表2 接着層組成物を用いた高周波接合試験及び引張せん断試験

セラミックス	添加量 (vol%)	高周波接合及び引張せん断試験			
		印加電流 (mA)	印加時間 (sec)	引張せん断強度 (MPa)	破壊形態
BaTiO ₃	20	150	120	0	-
BaTiO ₃	40	150	120	0	-
TiO ₂ (anatase)	20	130	60	3.9	母材破壊
TiO ₂ (rutile)	20	150	120	0	-
TiO ₂ (rutile)	40	150	120	0	-
ZrO ₂	20	150	120	0	-
ZrO ₂	40	150	120	0	-
ZnO	20	130	40	3.8	母材破壊
ZnO	40	125	40	3.8	母材破壊
SiC	20	140	70	3.9	母材破壊
SiC	40	130	60	3.8	母材破壊

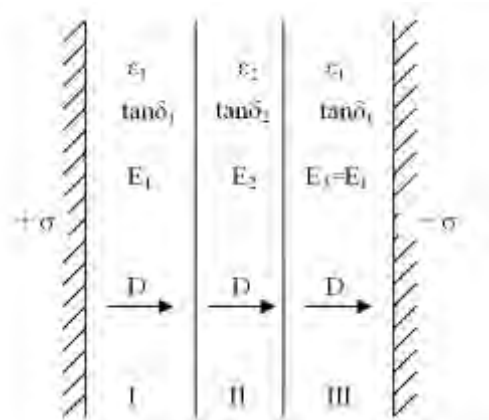


図5 接合試験系の概略図

このような積層誘電体の系においては電極に存在する電荷密度σは均一で、各誘電体層を通過する電束密度Dは一定となる¹³⁾。ここで、 $D = \epsilon E$ の関係から、各誘電体層の電界の強さ E_1 、 E_2 、 $E_3(=E_1)$ は

$$E_1 = E_3 = D / \epsilon_1 \quad E_2 = D / \epsilon_2$$

となり、これを誘電体の単位体積あたりの電力損失の関係式

$$p = 2\pi f \cdot E^2 \cdot \epsilon \cdot \tan\delta \quad (\epsilon: \text{誘電率})$$

に代入すると、被接着層における電力損失、 p_1 、 p_3 、接着層における電力損失、 p_2 は

$$p_1 = p_3 = k \cdot D^2 \cdot \tan\delta_1 / \epsilon_1'$$

$$p_2 = k \cdot D^2 \cdot \tan\delta_2 / \epsilon_2' \quad (k \text{は定数})$$

で表される。本実験系では接着層組成物の違いによるDの変化は少なかったことから、積層誘電体として考えられる本実験系における接着層の誘電加熱のされやすさは、接着層組成物の $\tan\delta/\epsilon'$ を指標として評価する事ができると考えた。

そこで、各種誘電セラミックスを加えた接着層組成物の40MHzにおける $\tan\delta/\epsilon'$ を図6に示した。

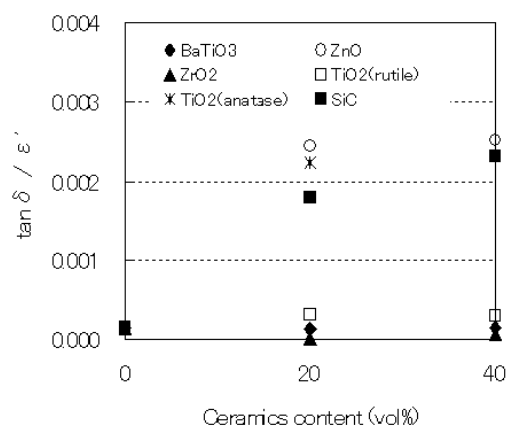


図6 40MHzにおける各接着層組成物の $\tan\delta/\epsilon'$

20vol%のアナターゼ型TiO₂、ZnO、SiCおよび40vol%のZnO、SiCを添加した接着層組成物ではtanδ/ε'が大きく、40vol%添加のルチル型TiO₂及びBaTiO₃ではtanδ/ε'が小さい結果となった。表2の結果と比較すると、tanδ/ε'の値が大きい場合に高周波による接着層組成物の溶融が起こり、ポリプロピレンが接合する結果となっている。このことからtanδ/ε'を指標として接着層組成物の配合調整をすることにより、誘電加熱による接合が可能になるものと考えられた。

4. まとめ

誘電セラミックスを添加して誘電特性を改良した接着層組成物を用い、高周波誘電加熱によるポリプロピレンの接合技術について検討した。

種々の誘電セラミックスを検討したところ、接着層組成物の損失係数の改善にはSiCを40vol%添加した場合で最も高い効果が認められた。

また、SiC、ZnO、アナターゼ型TiO₂を20vol%以上添加した接着層組成物を用いることにより、高周波誘電加熱によるポリプロピレンの接合が可能となった。得られた接合試験片の引張せん断試験では母材破壊を起こした。

接着層組成物の高周波による加熱のされやすさは、tanδ/ε'の値と良好な相関があった。

謝辞

本研究を進めるに当たりご指導いただきました東京工業大学精密工学研究所の佐藤千明准教授に感謝の意を表します。

5. 参考文献

- 1) 中島正憲：精密工学会誌, **75**, 8 (2009)941
- 2) 和田原英輔, 北野彰彦：繊維と工業, **64**, 9 (2008) 21
- 3) 北野彰彦：工業材料, **59**, 11 (2011) 37

- 4) 社団法人日本機械工業連合会, 財団法人次世代金属・複合材料研究開発協会, 平成19年度熱可塑性樹脂複合材料の機械工業分野への適用に関する調査報告書, (2008) 49
- 5) 岩田輝彦, 入口剛典, 渡辺健二, 鈴木繁生：日立化成テクニカルレポート, 44(2005) 21
- 6) 社団法人日本機械工業連合会, 財団法人次世代金属・複合材料研究開発協会, 平成19年度熱可塑性樹脂複合材料の機械工業分野への適用に関する調査報告書, (2008) 42
- 7) 社団法人日本機械工業連合会, 財団法人次世代金属・複合材料研究開発協会, 平成20年度熱可塑性樹脂複合材料の航空機分野への適用に関する調査報告書, (2009) 42
- 8) Michael J. Troughton : Handbook of Plastics Joining (Second Edition), (2009) 59
- 9) 日本化学会編：化学便覧 基礎編 I, 丸善, (1984) 553
- 10) 日本化学会編：化学便覧 基礎編 II, 丸善, (1984) 505
- 11) ファインセラミックス事典編集委員会編：ファインセラミックス事典, 技報堂出版, (1987) 70,317
- 12) 井上祥平, 宮田清蔵：高分子材料の化学, 丸善, (1993) 81
- 13) 高橋勘次郎, 深町成一, 渡辺哲哉, 久保田喜郎：高周波の工業への応用, 東京電機大学出版局, (1977) 164

BEMS/HEMS技術の開発

－エネルギー管理システム 実証実験について－

岩崎正太*¹ 森田寛之*² 半田隆志*³

Development of the BEMS/HEMS technology

－Energy management system proof experiment－

IWAZAKI Shota*¹, MORITA Hiroyuki*², HANDA Takashi*³,

抄録

すべてのエネルギーを効率的に利用するため、建物やエリアのエネルギー管理システムが注目されており、国内外で精力的に実証実験が行われている。SAITECはエネルギー管理システムSAITEC EMSを開発した。リアルタイムで各棟の電力使用量を見える化するため、SAITEC EMSを北部研究所に導入し、実証試験を行った。

キーワード：BEMS, HEMS, エネルギー管理システム

1 はじめに

近年、地球温暖化問題や原発問題等を背景として、エネルギー問題に関する研究が盛んに行われており、その一つとして太陽光発電等といった再生可能エネルギーが挙げられる。しかし、太陽光発電はエネルギー供給が不安定であることから、効果的なエネルギー運用に関する研究が進められている。

その研究の一つとして、建物や地域で生産、消費するエネルギーを効率的に利用するシステムである xEMS (x Energy Management System, x=H(Home), B(Building), F(Factory), C(Community)) が注目されており、国内外で精力的に実証実験が行われている。加えて日本では、平成23年7月12日に通信会社、電力会社、電機メーカー等が「HEMSアライアンス」を立ち上げ、HEMSやスマート家電の普及を目指している。

さらに、埼玉県では、「埼玉エコタウンプロジェクト」を立ち上げ、坂戸市、秩父市、東松山市、本庄市、寄居町を事業調査推進対象市町に指定し、エネルギーの地産地消を具体的に進めるモデル地域として取り組んでいる。

こうした状況の中、xEMSに関する技術ニーズの増加が想定されることから、エネルギー管理システム（以下、「SAITEC EMS」とする）を開発し、SAITEC北部研究所（埼玉県熊谷市）にて実証実験を行った。

2 SAITEC EMS

2.1 SAITEC EMS の概要

SAITEC EMSの構成を図1に示す。

SAITEC EMSは、(1)使用電力の見える化と(2)使用電力の予測に基づいた系統制御（電力遮断・復電）の機能があり、EMSコントローラ、電流測定器、系統切替回路、無線中継器で構成され、各機器間の通信は無線で行われる。

*¹ 管財課

*² 電気・電子技術担当

*³ 戦略プロジェクト推進担当

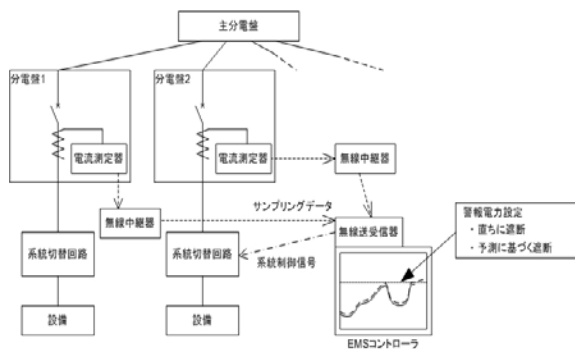


図1 SAITEC EMSモデル

EMSコントローラ、電流測定器、系統切替回路および無線中継器は、無線通信規格ZigBeeに対応した無線モジュールを内蔵している。無線モジュールの通信距離は室内で最大40mであり、アナログ入力のサンプリングやデジタル入出力も可能である。さらに、すべての無線モジュールは固有のアドレスを持っており、通信データが混同することはない。

その他、開発したSAITEC EMSは次の特徴をもつ。

- 技術基準適合証明（電波法第38条の6）を取得した無線モジュールを利用しているため、システム構築に無線の許認可が不要
- 有線通信のシステムに比べて既存の建物へのシステム導入・レイアウト変更が容易
- 無線中継器を増設することで無線利用範囲の拡大が容易
- わずかな隙間があれば無線信号が漏れ出るため、電流測定器を分電盤内に設置し、分電盤の扉を閉めることも可能

2.2 EMSコントローラ

EMSコントローラは、使用電力量の算出、グラフ化を行うSAITEC EMSのホストコンピュータである。EMSコントローラは、無線モジュールを接続したパソコンであり、プログラムはJavaで作成した。EMSコントローラのビューア画面を図2に示す。

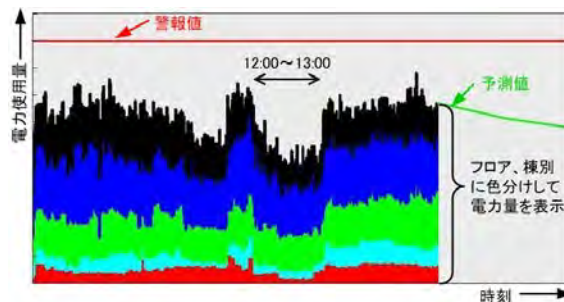


図2 SAITEC EMSコントローラ画面

グラフは、分電盤に設置した電流測定器から出力されたサンプリングデータと、あらかじめ測定した電圧と力率から算出した電力使用量を示す。なお、三相交流は平衡であると仮定している。

また、本研究では、電力使用量の予測からの系統制御はエネルギー管理にとって重要であると考え、SAITEC EMSにはその日の使用電力の予測を行う機能を実装した。使用電力の予測値は(1)過去1年間全ての使用電力量を30分毎に区切ったデータ、(2)天候、(3)営業日か否か、(4)季節、の4要素から計算している。予測方法は次の通りである。まず、(1)のデータを(2)、(3)、(4)の条件により分類し、同じ分類になった使用電力データを時間毎に平均化する。これにより、(2)、(3)、(4)の条件の平均使用電力の時間ごとの値が算出される。直前の使用電力の実績値が平均的な使用電力のx倍だった場合、それ以後の時刻の使用電力も平均的な使用電力のx倍であると予測する。なお、使用電力の実績値が得られるごとに予測値を計算し補正する。

さらに、一定時間後の使用電力の予測値が警報値以上を示した場合、EMSコントローラから系統切替回路に停止信号を送る警報値も設定できる。(2-4で詳述)

2.3 電流測定器

主にCT(電流センサ)と無線モジュールで構成される電流測定器は、建物の分電盤に設置する。電流測定器のCT部分を図3に示す。無線モジュールは、CTのアナログ出力をサンプリングし、

EMSコントローラに送信する。1つの電流測定器に最大で4つのCTが接続できるように設計した。なお、無線モジュールは1分に1度だけサンプリングと送信を行い、それ以外の時はスリープする設定とし電池の消耗を抑えている。

また、電流測定器はボタン電池を内蔵し、1年間、電池交換不要となるよう設計した。



図3 電流測定器（CT設置）

2.4 系統切替回路

系統切替回路は電力供給を制御したい設備とACコンセントの間に設置する。系統切替回路を図4に示す。EMSコントローラから停止信号を受信した場合、内部のスイッチング素子がOFFとなり、コンセントから制御対象設備への電力供給が遮断される。EMSコントローラから動作信号を受信した場合、内部のスイッチング素子がONになり、AC電源から制御対象設備へ電力を供給する。以上のように、無線信号によりスイッチング素子を制御し、電力の供給・遮断を行っている。この系統切替回路は、電気工事をすることなくコンセントと電気設備の間に設置することで、電気を入り切りできることが特長である。



図4 系統切替回路

2.5 無線中継器

無線中継器は、各機器間が無線の届かない距離であったり、障害物があるため無線通信の電波が届きにくい場合、無線通信の経路上に設置する機器である。中継としての無線モジュールの仕様上、無線中継器は常に受信待ち状態になっていなければならないので、AC電源から通信に必要な電力を供給している。

3 SAITEC 北部研究所での実証実験

3.1 実証実験の概要

SAITEC EMSの実証実験を行うため、SAITEC 北部研究所に設置した。北部研究所は、本館（3階 1,688m²）、新館（2階 603m²）、新試験棟（494m²）、旧試験棟（313m²）の4つの建物から構成されている。

北部研究所の各棟や各フロアには少なくとも1つの分電盤があり、それぞれの分電盤に電流測定器を設置し、北部研究所全館の使用電力の見える化を行った。北部研究所に設置したSAITEC EMSの概略図を図5に示す。電流測定器は10個、無線中継器は9個設置、EMSコントローラは本館1階の事務室に設置し、系統切替回路の制御対象は、正面玄関の予備照明とした。

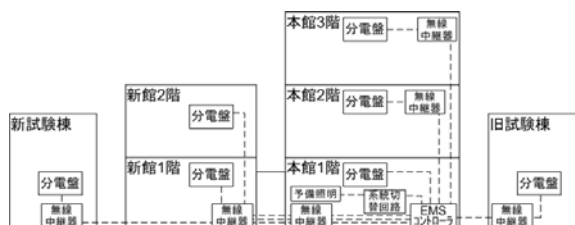


図5 北部研究所へのSAITEC EMS設置概要図

3.2 実証実験の結果

SAITEC EMSを設置し、北部研究所の電力使用量をグラフ化することでリアルタイムかつ系統別に見える化することができた。加えて、警報値の設定により自動的に電力遮断を確認できたことから、ピークカットに効果的であると考えられる。また、グラフから各フロア、各棟の電力使用量を表示できたため、不必要な照明を消したり空調の温度設定を変えるようなきめ細やかな省エネ対策に利用でき、総電力使用量削減にも効果があることがわかった。

しかし、電流測定器の設置において、CTを無停電で設置することができたが、隣接する電力線の間隔が短いと、CTを設置するスペースが確保できなかった。そのため、CTの設置箇所が、ブレーカの2次側ではなく、1次側にしなければならなかった分電盤があり、安全性を確保できるよう電流測定器の取付方法を検証する必要がある。

分電盤に設置した電流測定器の無線信号は、RC構造である本館では電流測定器からの無線到達範囲が非常に狭くなり、各階の分電盤から数m以内に無線中継器を設置せざるをえなかった。

一方で、プレハブ構造である新館では、電流測定器からの無線到達範囲が広く、新館の2階には無線中継器を置く必要がなかった。このことから、無線信号が充分届くと想定される木造の個別住宅やプレハブ構造の建築物に対して、SAITEC EMSが非常に有効なツールであると考えられる。

また、予測ソフトについては、SAITEC の所有する設備の稼働が非連続的なものも多いことにより、使用電力の予測値と測定値の差が出やすいことがわかった。

4 おわりに

SAITEC EMSを北部研究所に導入することで、リアルタイムで各棟の電力使用量が見える化することができた。

今後は、設備稼働の有無をパラメータとして加え、予測ソフトの精度向上を行う。また、効果的なエネルギー管理を行うため、各設備に利用に対する優先度を設定し、系統切替回路の段階的な電力投入・遮断により、きめ細かいピークカット、電力使用量の削減を目指す。

以上の事項を実施し、データを収集、ノウハウを蓄積することにより、より広く、そして効果的な企業支援に努める予定である。

県産ねぎを使った新規加工食品の開発

—ねぎを使った酢の製造—

樋口 誠一*

Development of processed food using Japanese Bunching onion

— Production of vinegar from Japanese Bunching Onion —

HIGUCHI Seiichi*

抄録

埼玉県産ネギを材料として、アルコール添加法により酢を製造することを検討した。酢酸発酵の方法として静置培養及び振とう培養を行ったところ、静置培養によってのみ酸度が4%程度まで上昇した。得られたネギ酢の風味は、穀物酢とは異なり、野菜特有のさわやかな風味が感じられ、良好なものであった。また、原料ネギ由来の機能性成分である含硫アミノ酸類は、酢酸発酵によって一部減少する可能性があるものの、得られたネギ酢中に残存しているものと考えられた。

キーワード：ネギ，酢，含硫アミノ酸

1 はじめに

埼玉県は消費地に近いという利点から野菜生産が盛んである。新鮮で品質もよく、多くの品目が栽培されている。一方でそれを使った加工品開発はあまり活発には行われていない面もある。近年、6次産業化、農商工連携などの機運が高まっており、原料生産、加工、販売が一体となった取組が全国各地で見られる。埼玉県でも多くの取組がなされているが、農産物だけでなく、加工品、外食、観光産業などそれを取り巻く地域全体のブランディングが重要なポイントとなっている。さらに、地域ブランド化に向けた商品化戦略の中では、その商品が他と差別される高付加価値化されたものであること、あるいは消費者ニーズも取り込んだものなどが求められている。

ところで、埼玉県のネギ収穫量は全国第2位、産出額では全国第1位であり、埼玉を代表する農

産物である。深谷ネギ、妻沼ネギ、吉川ネギ、越谷ネギ、岩槻ネギ、潮止晩ネギなどのブランドが知られている。各産地における地域ブランド化戦略の一つとして加工食品が求められているが、加工のバリエーションは限られたものになっているのが現状である。そこで本研究では、ネギの独特の風味や機能性成分を有効利用した新規加工法を検討する。今回はネギではあまり検討例が少ない酢の原材料としての利用を検討した。なお今回、素材として用いた岩槻ネギは、分けつ性の葉ネギで、青身、白身とも使うことができ、軟らかくて甘いのが特徴である。さいたま市岩槻区では、この地域特産ネギのブランド化が推進されている。

2 実験方法

2.1 供試試料

ネギは、平成24及び25年冬季にさいたま市岩槻区で収穫したものをを用いた。

酢酸菌は（独）製品評価技術基盤機構バイオテ

* 北部研究所 食品・バイオ技術担当

テクノロジー本部、生物資源遺伝部門から入手した *Acetobacter pasteurianus* NBRC3283 を使用した。菌の前培養には、ポリペプトン (0.5%)、酵母エキス (0.5%)、グルコース (0.5%)、硫酸マグネシウム七水和物 (0.1%) からなる培地を用いた。培地の殺菌はオートクレーブにより 121℃、15 分の条件で行った。

2.2 ネギ酢の試作

ネギを洗浄後、全体を半分にカットし、蒸し処理を 15 分間行った。これに等量の水を加えた後、ホモゲナイズした。さらに 70℃、30 分間加熱処理し、原料とした。

この原料 90mL にエタノールを濃度 5% となるよう添加し、さらに酢酸菌前培養液を 5mL 添加した。よく混和後、30℃で静置培養、あるいは 30℃、回転数 110rpm で振とう培養を行った。コントロールには原料の代わりに前培養培地を添加し、同様の培養を行った。評価は滴定酸度¹⁾により行った。なお、静置培養のみ、原料を水で 2、3 及び 6 倍希釈したものに変えて同様の試験を行った。

2.3 含硫アミノ酸類の測定

含硫アミノ酸類の測定は、イソチオシアン酸フェニルを用いた誘導体化法により行った^{2,3)}。試料溶液を遠心分離後、上清 25μL をとり減圧乾燥した。洗浄液 (エタノール/水/トリエチルアミン (2/2/1, v/v/v)) 10μL を加え、再度減圧乾燥した。これに誘導体化試薬 (エタノール/水/トリエチルアミン/イソチオシアン酸フェニル (7/1/1/1, v/v/v/v)) 20μL を加え、20 分間放置し、誘導体化した。その後、減圧乾燥して誘導体化試薬を除去し、下記移動相 (A) を 100μL を加えて溶解し、10μL を高速液体クロマトグラフに供した。カラムは(株)資生堂製 CAPCELL PAK C18 UG120 (φ4.6×250mm, 5μm)、移動相は (A) 0.1M 酢酸アンモニウム/アセトニトリル (95/5, v/v) 及び (B) 0.1M 酢酸アンモニウム/アセトニトリル(40/60, v/v)を用い、A に対して B を最初は 0%、6 分で 15%、9 分で 30%、12 分で 60%、15 分で 100%とし 7 分間保つりニ

アグラジエント溶出とした。カラム温度は 40℃、流速は 1.0mL/min、検出波長は 254nm により測定を行った。なお、標準としてメチイン及びアリン (いずれも LKT Laboratories 社製) を用い、試料と同様に誘導体化して分析を行った。

3 結果及び考察

3.1 ネギ酢の試作

通常、酢の製造にはアルコールが必要であるが、そのアルコールを、原料に含まれる糖質のアルコール発酵により得る方法と、別途添加する方法とがある。今回は、ネギを材料として酢酸発酵が可能かどうかを確かめるため、アルコールを添加する方法により試験を行った。

最初に静置培養の結果を図 1 に示す。コントロールは 2 週間程度で酸度 5% まで上昇したのに対し、ネギを材料に使ったものは約 4% という結果になった。ネギ酢はコントロールには及ばないものの、十分な酸度が得られた。また、同図に示すとおり、原料を希釈し、ネギ添加量を変えたものを同時に培養したところ、ネギ添加量を減らすと酸度も減少するという結果となり、ネギに含まれる糖などの量によって、最終酸度が変わってくるものと考えられた。ネギの添加量としては素材の粘性による制約から、50% (w/v) 程度が限度であると考えられた。供試材料を変えて発酵を行ったとき、酸度は変動する傾向が見られ、この酸度を一

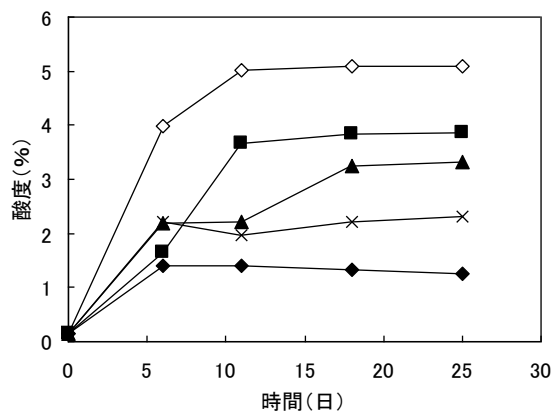


図1 静置培養による酢酸発酵と原料濃度の影響

◇—コントロール
 ▲—ネギ(2倍希釈)
 ●—ネギ(6倍希釈)
 ■—ネギ
 ×—ネギ(3倍希釈)

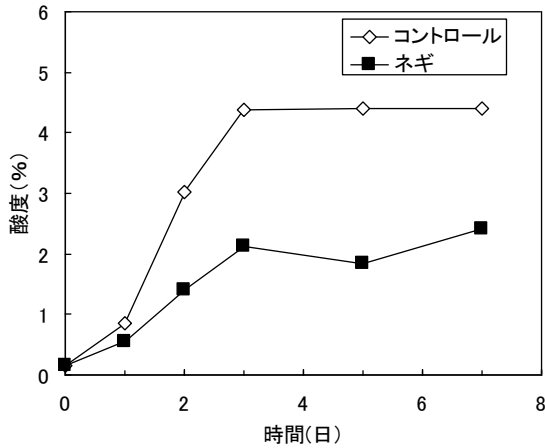


図2 振とう培養による酢酸発酵

定に保つには別の副素材を添加するなどの操作が必要であると考えられた。また、得られたネギ酢の風味は、ネギ独特のにおいや辛味はあまりないが、穀物酢とは異なる、野菜特有のさわやかな風味が感じられ、良好なものであった。

次に振とう培養の結果を図2に示す。コントロールでは酸度が3日程度で約4.5%まで上昇したのに対し、ネギではその半分程度であった。振とう培養では通気量が多くなり、通常、静置培養よりも発酵が早まるが、酸度が低かったのはネギ添加培養液の粘度が高く、振とうによる通気が不十分であったためと考えられた。

原料の香りをより活かす製法は、今回検討したアルコール添加法、そして発酵槽を用いた通気培養などと組み合わせて、早く発酵を終了することが多い。今回検討できなかったが、これらの方法により、ネギの香りをより活かすことも可能であると推測される。

3.2 ネギ酢に含まれる含硫アミノ酸

ネギ属の機能性成分には硫黄化合物がよく知られている⁴⁾。植物体内では含硫アミノ酸(アルキルまたはアルケニルシステインスルホキシド)の形で存在しており、切り刻んだりするとアリイナーゼなどの酵素が働いてチオスルフィネートが生成し、さらに自己分解してスルフィド類が生成し独特の香りを呈する。また、油で炒めたりして加熱するとビニルジチンやアホエンなどが生成する。これらは様々な機能性があることが報告されている⁴⁾。スルフィド類などは揮発性であ

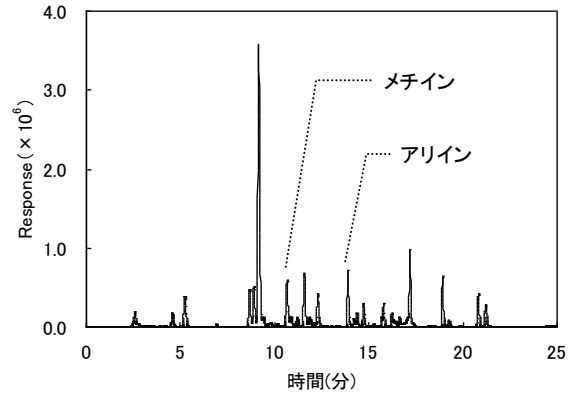


図3 ネギ由来含硫アミノ酸類のクロマトグラム(例)

り、加工中に失われやすいため、今回の試料処理では材料を切り刻む前に加熱処理を行って酵素を失活させ、不揮発性の含硫アミノ酸として利用することを試みた。含硫アミノ酸には糖尿病改善効果⁵⁾や血中脂質低下効果⁶⁾などが報告されている。

図3に、静置培養により得られたネギ酢に含まれるネギ由来含硫アミノ酸類の測定結果の一例を示す。ネギの含硫アミノ酸はメチニン(S-メチル-L-システイン-S-オキシド)、アリイン(S-アリル-L-システイン-S-オキシド)、イソアリイン(S-1-プロペニル-L-システイン-S-オキシド)及びプロピニン(S-プロピル-L-システイン-S-オキシド)が報告されている⁷⁾。メチニン及びアリインは、その標準品と同じ保持時間に溶出されたピークにより比較すると、図4に示すとおり、減少は見られなかった。一方、今回イソアリイン及びプロピニンは同定できず、未同定のピークには

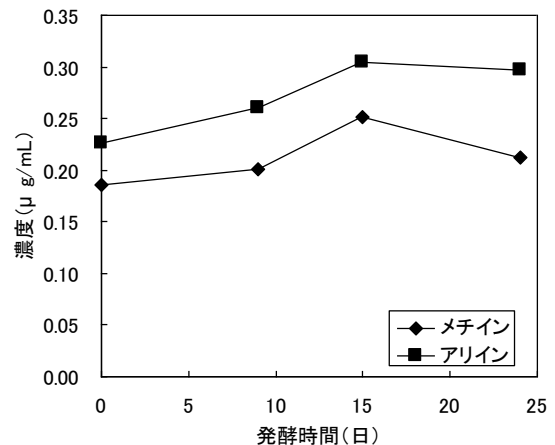


図4 含硫アミノ酸の発酵過程における含量変化

減少しているものも認められた。以上のことより、含硫アミノ酸類は酢酸発酵によって一部減少する可能性があるものの、ネギ酢中に残存するものと考えられた。

4 まとめ

埼玉県産ネギを材料として、アルコール添加法により酢を製造することを検討した。酢酸発酵の方法として静置培養及び振とう培養を行ったところ、静置培養によってのみ酸度が4%程度まで上昇した。得られたネギ酢の風味は、穀物酢とは異なる、野菜特有のさわやかな風味が感じられ、良好なものであった。また、原料ネギ由来の機能性成分である含硫アミノ酸類は、酢酸発酵によって一部減少する可能性があるものの、得られたネギ酢中に残存しているものと考えられた。

この酢の利用法としては、そのまま利用するほかに、合わせ酢、たれ、ドレッシング、酢ドリンクなどの展開も考えられる。また、原料のネギは商品価値の低い規格外のもの、あるいは廃棄部位などを利用することも考えられる。今後、スケールアップの検討や製法の最適化と合わせて、利用法も検討していく予定である。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、試料を提供していただいた有限会社長谷川廣商店、代表取締役社長、長谷川芳雄様に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 醸造酢の日本農林規格, 昭和五十四年六月八日 農林水産省告第八百一号
- 2) Auger, J., Mellouki, F., Vannereau, A., Boscher, J., Cosson, L. and Mandon, N. : Analysis of *Allium* Sulfur Amino acids by HPLC after Derivatization, *Chromatographia*, **36**, (1993) 347
- 3) Bidlingmeyer, B. A., Cohen, S. A. and Tarvin, T. L. : Rapid Analysis of Amino Acids Using Pre-Column Derivatization, *J. of Chromatogr.*, **336**, (1984) 93

- 4) 齋藤 洋 : ニンニクの科学, 朝倉書店, (2008) 93
- 5) Augusti, K. T. and Sheela, C. G. : Antiperoxide Effect of *S*-allyl Cysteine Sulfoxide, an Insulin Secretagogue, in Diabetic Rats, *Experientia*, **52**, (1996) 115
- 6) Kumari, K. and Augusti, K. T. : Lipid Lowering Effect of *S*-methyl Cysteine Sulfoxide from *Allium cepa* Linn in High Cholesterol Diet Fed Rats, *J. Ethnopharmacol.*, **109**, (2007) 367
- 7) Kubec, R., Svobodova, M. and Velisek, J. : Distribution of *S*-Alk(en)ylcysteine Sulfoxides in Some *Allium* Species. Identification of a New Flavor Precursor : *S*-ethylcysteine Sulfoxide (Ethiin), *J. Agric. Food Chem.*, **48**, (2000) 428

発酵による食品副産物の有効利用

南澤賢*¹ 横堀正敏*² 鈴木康修*²

Effective use of food industry by-product by fermentation technology

MINAMISAWA Ken*¹, YOKOBORI Masatoshi*², SUZUKI Yasunori*²

抄録

食品リサイクル法の実施により、食品廃棄物などの発生抑制、廃棄物の減量、資源としての有効利用を行うことが望まれている。現在、食品廃棄物として問題となっている、おからの有効利用について発酵技術を用いた検討を行った。発酵に利用した酵母は清酒製造に利用される埼玉県産の8種類で、総量155gで小仕込み試験を実施し、得られた発酵液についてエタノール、香気成分（カプロン酸エチル、酢酸イソアミル）分析を行った。

キーワード：食品廃棄物，おから，エタノール，カプロン酸エチル，酢酸イソアミル

1 はじめに

食品廃棄物は食品の売れ残り、食べ残し、又は食品の製造過程において大量に発生している。食品廃棄物の発生抑制と減量化により最終的に処分される量を減少させること、飼料等の原材料として再利用させること、食品関連事業者に食品循環資源の再生利用を促進させることを目的に平成13年「食品循環資源の再生利用等の促進に関する法律」（食品リサイクル法）が施行された。農林水産省の統計によると、平成21年度には約2272万トンの食品廃棄物が発生したと推計されている。食品廃棄物の中でも、おからは全国で年間80～100万トンともいわれ、処理費用だけで年間数百億円に達していると試算されている。

おからは豆腐の副産物として大量に発生し、食物繊維を多く含み、その他たんぱく質などの栄養も豊富である。しかし、水分が豊富に含まれているため腐りやすいことから大量に廃棄されている。一部食用あるいは家畜用の乾燥飼料として利用さ

*¹ 化学保安課

*² 北部研究所 食品・バイオ技術担当

れているが、ほとんど有効利用されていないのが現状である。おからを有効利用できれば廃棄物の低減につながる。本研究では、発酵技術を用いておからを原料としてエタノール、カプロン酸エチル、酢酸イソアミルを含む発酵調味液の取得を検討した。

2 実験方法

2.1 供試試料

ヤマキ醸造株式会社より供与された、おからを用いた。

2.2 供試酵母

埼玉県産の清酒用酵母8種類(A01、BK2、C、D、E、F、MR、YY)を使用した。

2.3 酵母培養方法

試験管に麴エキス 1mL を入れて、121℃、15分オートクレーブで滅菌した。滅菌後、8種類の酵母をそれぞれ1白金耳接種した後、28℃で72時間培養を行った。

2.4 小仕込み試験¹⁾

2.4.1 乳酸添加量の検討

おから 45g、清酒用乾燥麴（M-70 徳島製麴株

式会社製)0 または 10g、水 100mL、酵母 (埼玉 C) 培養液 1mL、乳酸 0.04~2mL を添加した後、20℃で 2 週間発酵させた。発酵後、高速冷却遠心機 (GRX-220 株式会社トミー精工製) を用い 3000rpm で 10 分間遠心分離を行った。分離後上清を取り出した後、ろ紙でろ過し発酵液を得た。

2.4.2 乳酸最適化条件下での検討

乾燥麴を添加しないときには乳酸 2mL を添加し、乾燥麴を添加するときには乳酸 0.04mL を添加した。その他は 2.4.1 乳酸添加量の検討と同様な条件下で検討を行った。

2.5 エタノール分析

発酵液のエタノール含量をアルコール分析器アルコメイト (理研計器 AL-2 型) で分析を行った。

2.6 香氣成分分析

酒類総合研究所標準分析法²⁾に準じた。ガスクロマトグラフを用いたヘッドスペース法で、香氣成分としてカプロン酸エチル、酢酸イソアミルを分析した。一般的にカプロン酸エチルはリンゴ様の匂い、酢酸イソアミルはバナナ様の匂いがする物質である。

カラム : DB-WAX 30m×0.53mm×1μm
(J&W SCIENTIFIC)

試料導入部温度 : 250℃

カラム槽温度 : 85℃

検出器温度 : 250℃

キャリアーガス : ヘリウム、流量 5mL/分、カラム入口圧 21kpa

スプリット比 : 1:5

3 結果と考察

3.1 小仕込み試験

3.1.1 乳酸添加量の検討結果

結果の評価方法として、健全な発酵の確認を目的に官能評価で行った。官能評価は視覚、嗅覚で腐敗していないことを確認した。官能評価の際、腐敗したものは表面が赤くなったり白い薄膜を形成し、異臭を放つことが特徴であった。乾燥麴を添加しない条件下の結果を表 1 に示す。乳酸添加

量 40~800μL のものは腐敗した。乳酸添加量 2mL のものだけが腐敗しなかったので乳酸添加の最適と決定した。乾燥麴を添加した条件下の結果を表 2 に示す。乳酸添加量 200~2000μL のものは腐敗した。乳酸添加量 40、100μL のものは腐敗しなかった。乳酸添加量 40、100μL 間に特別な差は見られなかったため、当所の清酒小仕込み試験と同条件である乳酸量 40μL を最適と決定した。

表 1 乳酸添加量の検討結果~乾燥麴無~

乳酸 (μL)	官能評価
40	-
100	-
200	-
400	-
800	-
2000	+

官能評価 : 腐敗したもの -
腐敗しないもの +

表 2 乳酸添加量の検討結果~乾燥麴有~

乳酸 (μL)	官能評価
40	+
100	+
200	-
400	-
800	-
2000	-

官能評価 : 腐敗したもの -
腐敗しないもの +

3.1.2 乳酸最適化条件下での検討結果

乾燥麴を添加しない条件下の結果を表 3 に示す。カプロン酸エチルは使用した 8 種類の酵母全てが弁別閾値を超える量を生成した。酢酸イソアミル、エタノールは使用した 8 種類の酵母全てが生成しなかった。乾燥麴を添加した条件下の結果を表 4 に示す。カプロン酸エチルは使用した 8 種類の酵母全てで弁別閾値を超える量を生成した。特に A01 酵母は他の酵母より優位に生成した。酢酸イソアミルは使用した 8 種類の酵母全てで弁別閾値を超える量を生成した。特に A01、BK2、F、

MR 酵母は他の酵母より優位に生成した。エタノールは使用した 8 種類の酵母全てが 0.7~2.5%生成した。

味液となることが期待できる。

表 3 乳酸最適化条件での検討結果～乾燥麹無～

酵母	カプロン酸 エチル(ppm)	酢酸イソア ミル(ppm)	エタノール (%)
A01	0.3	0	0
BK2	0.3	0	0
C	0.3	0	0
D	0.3	0	0
E	0.3	0	0
F	0.2	0	0
MR	0.3	0	0
YY	0.3	0	0

カプロン酸エチル弁別閾値：0.12ppm

酢酸イソアミル弁別閾値：0.25ppm

参考文献

- 1) 横堀正敏, 鶴菌大, 渡辺泰成, 増田こずえ : 微生物利用技術に関する研究－新規酵母の分離と食品への応用－, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **5**, (2007)58
- 2) 酒類総合研究所標準分析法 3 清酒, <http://www.nrib.go.jp/bun/bunpdf/nb03.pdf>, 2013.5.17

表 4 乳酸最適化条件での検討結果～乾燥麹有～

酵母	カプロン酸 エチル(ppm)	酢酸イソア ミル(ppm)	エタノール (%)
A01	2.2	4.5	1.1
BK2	0.4	2.6	1.5
C	0.3	1.0	1.6
D	0.3	0.6	0.7
E	0.3	0.3	1.1
F	0.3	2.1	1.4
MR	0.3	2.0	2.4
YY	0.4	0.2	2.5

カプロン酸エチル弁別閾値：0.12ppm

酢酸イソアミル弁別閾値：0.25ppm

4 まとめ

乾燥麹を添加しない条件下では、乳酸添加量が多く発酵が鈍いためか、アルコールの生成は認められなかった。

乾燥麹を添加する条件下では、40μL の乳酸添加により順調に発酵した。この条件で、カプロン酸エチル・酢酸イソアミル・アルコールを優位に生成することができた。これにより、香りに特徴を持たせた発酵液としての利用が考えられる。今後は、呈味成分や発酵条件の検討により、発酵調

精密測定機同士の連携に関する研究

島崎景正*

Study on cooperation between the precision measurement machines

SIMAZAKI Kagemasa*

抄録

精密測定のための連携治具を製作し、依頼試験に利用することを目的とする。連携治具とはそれぞれの測定機で測定が可能で、それぞれ独立した測定機同士を共通の座標軸で連携させるものである。本研究では測定機の定盤上を基準面(XY平面)とし、XY平面内での座標軸の共通化を目指した。本研究で対象にしたのは三次元測定機、画像測定機及び輪郭形状測定機である。また、座標軸をどの程度正確に共通化できたかを評価できるように検証方法を検討した。

キーワード：精密測定、座標系、三次元測定機、輪郭形状測定機、画像測定機

1 はじめに

三次元CADが普及するにつれ、測定機で三次元データを取得し、三次元CADにフィードバックしたいという要望が増加している。三次元CADは一つの座標系で複雑な形状や寸法を表現できるため、出来上がった製品の三次元データが取得できたならば三次元CADデータと照合をすることも可能である。しかし、三次元測定機は幾何寸法と大きな形状、画像測定機は平面上の幾何寸法、輪郭形状測定機は小さな形状というように得意な分野が限られる。これら得意な分野の融合を行い、合成した結果の信頼性を確保して、依頼試験に利用することが本研究の目的である。

なお、本研究では連携治具とそれを検証するための実験装置を一号機から三号機まで製作した。

2 研究方法

2.1 研究目標

機器間の座標軸のずれ量を測定可能な範囲にわたって最大 0.01mm 以下にすることを目標とした。

2.2 検証方法

目標の機器間のずれ量について図1に示す。図1は図4の三号機を上から見た模式図で、二重線部分が連携治具であり、点線部分が検証治具を示す。

まず、輪郭形状測定機で連携治具から作った座標軸の延長線上に検証治具が配置されるように実験装置を位置合わせする。次に、位置合わせされた実験装置の連携治具を三次元測定機または画像測定機で測定し座標軸を作る。最後に検証治具の位置を測定し、測定機の違いで現れた、検証治具の座標軸からの位置ずれをずれ量と定義する。なお、一号機は別の方法で検証した。

* 技術支援室機械技術担当

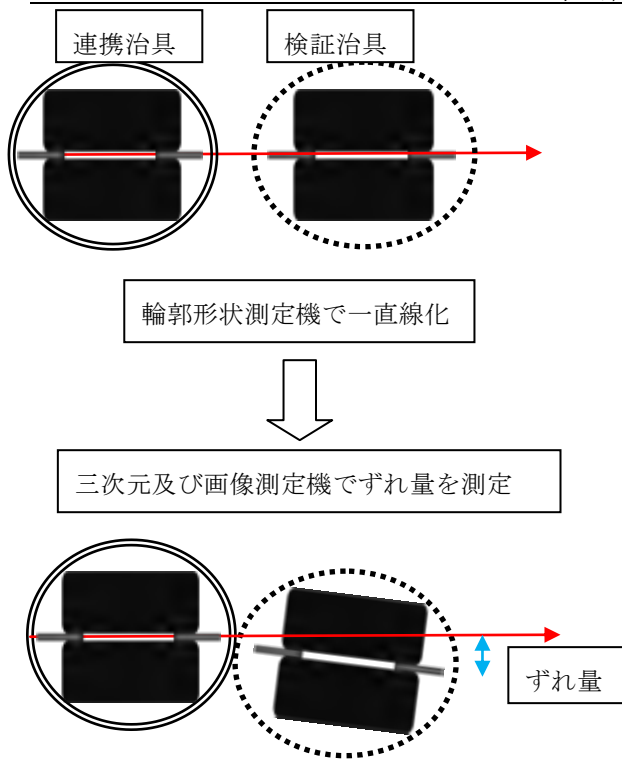


図1 検証方法

2.3 連携治具と実験装置

連携治具は、座標軸をそれぞれの測定機上で共通のものにするためのものである。実験装置は、連携治具の検証をするための装置であり、連携治

具と検証治具を搭載している。

一号機の連携治具は配置された二つの球を測定し、その中心座標同士を結ぶ線を座標軸とするものである。検証治具としてナイフエッジを使用した。検証方法は2つの球を結ぶ座標軸からのナイフエッジの支点の位置ずれを測長して検証した。

二号機は三次元測定機と輪郭形状測定機の連携のみを考慮した。連携治具は二つの平面で作ったV溝である。三次元測定機では面と面の交線、輪郭形状測定機では測定機の軸方向にV溝を合わせた。検証治具は連携治具と同様なものとし、図1と同様の検証を行った。

三号機の連携治具は二つの平行なピンゲージとピンゲージに挟み込まれたブロックゲージで構成される。三次元測定機及び画像測定機ではブロックゲージの中心線を座標軸とし、輪郭形状測定機では測定機の軸方向にピンゲージの隙間を合わせた。検証治具は連携治具と同様なもので詳細は2.2 検証方法のとおりである。

図2から図4の二重線の部分が連携治具であり、点線の部分が検証治具を示す。

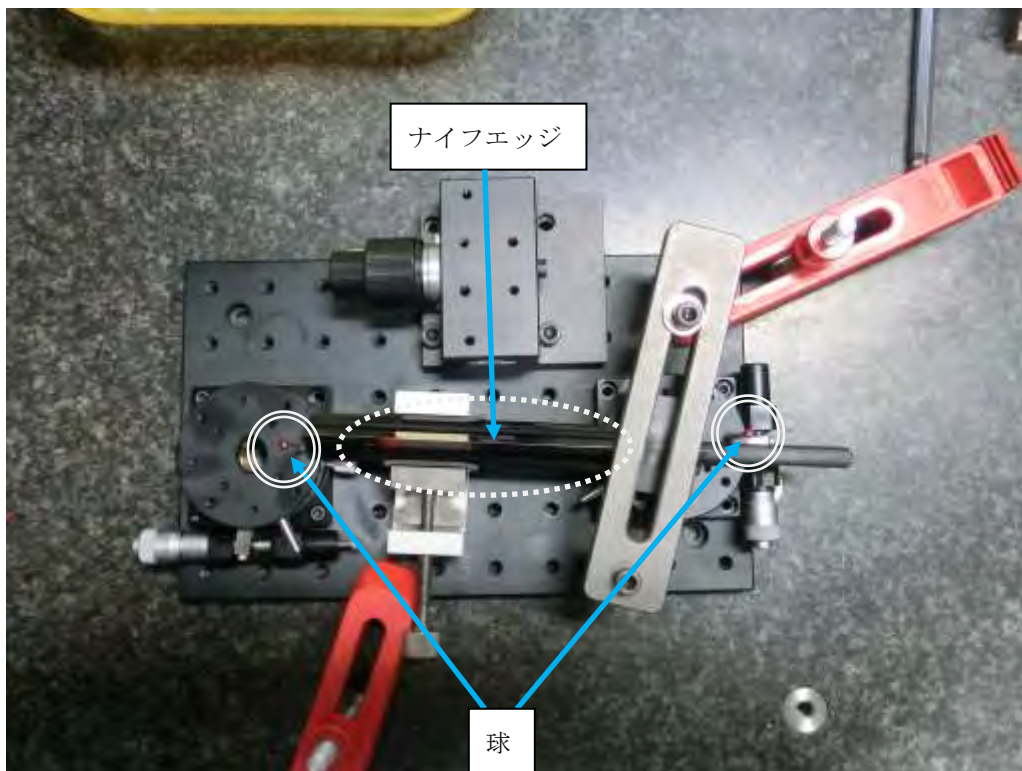


図2 一号機

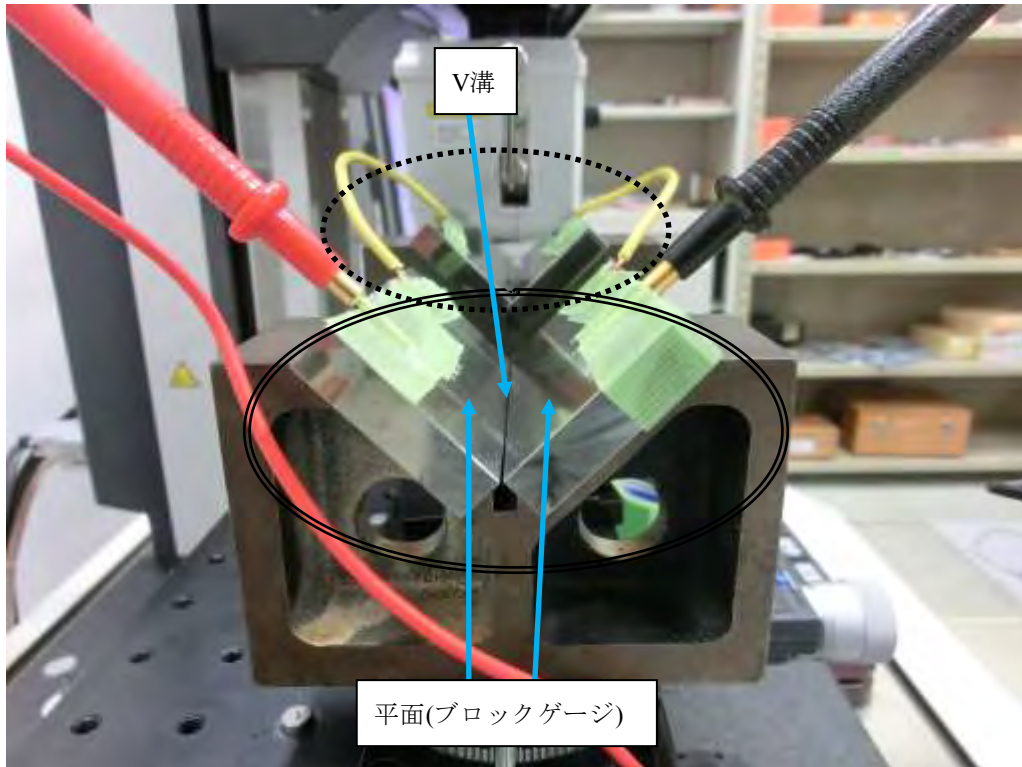


図3 二号機

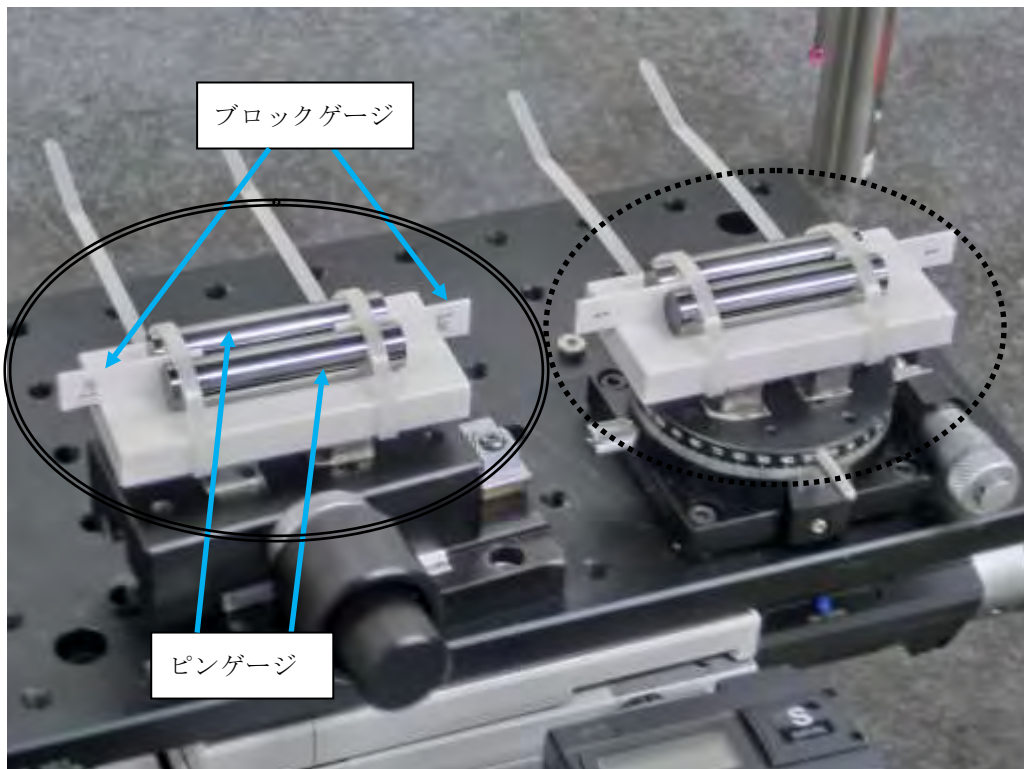


図4 三号機

3 結果及び考察

3.1 一号機

一号機は輪郭形状測定機で問題があることが判

明した。輪郭形状測定機では球の頂点を見つけるため、頂点付近で位置決めをするが、この頂点付近の感度が一番小さい部分に相当する。熟練した

測定者であれば、勘により位置決めが可能であるが、本研究は、熟練や勘といった数値化できないものは排除しなければならないため、新たな連携治具を検討することにした。

なお、φ4mm の球で 0.05mm のずれ量が生じていた。

3.2 二号機

二号機は画像測定機を省き、三次元測定機と輪郭形状測定機が連携できるかを検証した。輪郭形状測定機によって V 溝の最下点を探るときの再現性は 2μm 以下であったため、一号機のような問題は解決した。

また、二号機からは電気抵抗式の位置決め補助装置を付加した。この補助装置の再現性も 2μm 以下であったが、平面同士が通電せず、かつ測定子が平面の端に当たらないような隙間を空けるのが難しいため、更に新たな連携治具を検討することにした。

3.3 三号機

三号機は二号機の V 溝をピンゲージの隙間で実現したものであり、さらにピンゲージに挟み込まれたブロックゲージによって、画像測定機とも連携が可能となった。

それぞれの機器間のずれ量は表 1 のとおりである。輪郭形状測定機はピンゲージの隙間で位置合わせ、三次元測定機と画像測定機はブロックゲージの中心線を測定により算出している。ずれ量を評価した長さはピンゲージにおいては約 40mm、ブロックゲージにおいては約 60mm である。連携治具と検証治具の中心間距離は約 100mm である。

輪郭形状測定機を含む組合せの場合、ずれ量が目標とした 0.01mm に到達しなかった。これらの組合せにおいては、それぞれの測定機がピンゲージ又はブロックゲージという別の物を利用していることから、ピンゲージとブロックゲージ間の精度や固定方法が不十分であったものと考えられる。

表 1 機器間のずれ量

測定機の組み合わせ	ずれ量(mm)
輪郭形状測定機 三次元測定機	0.03
輪郭形状測定機 画像測定機	0.03
三次元測定機 画像測定機	0.002

4 まとめ

本研究で製作した連携治具により、複数の機械を跨いで共通の座標軸で測定することができた。

今後の研究の展開については次のとおりである。

(1) 連携治具

固定方法を検討し、垂直な部分はより垂直に、平行な部分はより平行な、精度の高い治具を製作する。また、二号機から付加した電気抵抗式の位置決め補助装置を連携治具内に組み込む。

(2) 信頼性確保

よりよい検証方法を研究する。

(3) その他

本研究は測定機の定盤上を基準面(XY 平面)とし、XY 平面内での座標軸の共通化を目指したが、基準面自体も装置を測定することで得られるようにする。

高温もろみ対応清酒酵母の開発 (第2報)

—小仕込み試験方法の検討—

横堀正敏*¹ 南澤賢*² 鈴木康修*¹

Development of Sake Yeast Adaptable to High Temperature of Mash (Part 2)

—Examination of small-scale sake making—

YOKOBORI Masatoshi*¹, MINAMISAWA Ken*², SUZUKI Yasunori*¹

抄録

前報において28℃でアルコール耐性を示す株を選抜したが、28℃での小仕込み試験では雑菌による汚染の危険性や並行複発酵のバランスが崩れていることが示唆された。雑菌汚染対策としては乳酸使用量を、並行複発酵のバランスに関しては仕込配合、原料処理、酵素剤の使用を検討した。その結果、28℃の小仕込みに適した乳酸と酵素剤の使用量を得た。

キーワード：清酒酵母，高温もろみ，乳酸，酵素剤

1 はじめに

前報¹⁾において28℃でアルコール耐性を示す株を選抜し、小仕込み試験を実施したが、高温では雑菌による汚染や、急速な酵母の増殖による並行複発酵バランスの崩れなどへの対策が必要と思われた。

本研究ではこれらの解決に向けて、乳酸使用量などの仕込み方法について検討した。

2 実験方法

2.1 供試株

前報¹⁾において得られた3株 (DA5株、DA10株、YA12株)、それらの親株 (埼玉D酵母、埼玉YY酵母²⁾)、および対照として埼玉E酵母³⁾を用いた。

2.2 小仕込み試験

総米55gの小仕込み試験を、前報¹⁾を改変して実施した。すなわち、乾燥麴10g、α米45g、水

100mL、乳酸0.04mLの仕込みを対照とし、試験区では乳酸使用量、仕込配合、原料処理、酵素剤使用を変化させた。もろみ温度は28℃、1週間で上槽とし、酵母は埼玉E酵母を使用した。酵素剤にはグルコアミラーゼ「アマノ」(天野エンザイム)を使用した。

3 結果及び考察

3.1 仕込配合、原料処理等

糖化促進や発酵抑制、また雑菌汚染防止のため、仕込配合や原料処理等について検討し、埼玉E酵母で以下の小仕込み試験を実施した。

- (1) 汲水少 (85mL)
- (2) 汲水多 (120mL)
- (3) 麴多 (乾燥麴20g、α米35g)
- (4) α米粉砕 (通常は粒で仕込)
- (5) 酵素剤使用 (30mg)
- (6) 乳酸多 (0.7mL)
- (7) 対照 (乾燥麴10g、α米45g、水100mL、乳酸0.04mL、酵素剤不使用)

各々の狙いは、(1)は濃厚なもろみでの発酵抑

*¹ 北部研究所 食品・バイオ技術担当

*² 化学保安課

制、(2)は希薄なもろみでの糖化促進、(3)は大量の麴による糖化促進、(4)は掛米の表面積増大による溶解促進、(5)は酵素剤による糖化促進、(6)は大量の乳酸による汚染防止である。

結果を表1に示す。高温もろみ特有のクセは(6)において改善され、もろみでの増加酸度も抑えられたが、酸が強いため発酵が弱かった。

(1)は発酵は抑えられたが、麴臭等のクセが目立った。

(2)ではやはり発酵が優勢で、薄辛くなった。

(3)では糖化は促進されたが、麴臭等のクセが強かった。

(4)ではもろみ初期の発酵が鈍かったが、最終的には対照と大差なかった。

(5)は溶けすぎてしまったが、特にクセなどは目立たなかった。

以上より、雑菌汚染対策としては乳酸使用量の増大、糖化促進には酵素剤の使用が適当と思われたので、以下では各々の使用量について検討する。

3.2 乳酸使用量の検討

通常の仕込配合で乳酸使用量を 0~0.4mL に変え、小仕込み試験を行った。結果を表2に示す。

乳酸 0.1mL 以上の使用で高温もろみのクセは抑えられたが、0.2mL 以上ではアルコールの生成も減り、酸度も大きくなるので、乳酸使用量は 0.1mL が適当と思われた。

3.3 酵素剤使用量の検討

通常の仕込配合で乳酸使用量を 0.1mL とし、酵素剤使用量を変え、小仕込み試験を行った。結果を表3に示す。

酵素剤使用量が増すほど粕歩合と日本酒度は小さくなった。酸度やアミノ酸度は大差ないが、あまり酵素剤が多くなるとアルコールの生成も悪くなる傾向が見られ、また甘くなりすぎるので、酵素剤使用量は 0.2mg が適当と思われた。

3.4 高温時アルコール耐性株による試験

以前取得した3株とその親株、及び対照として埼玉E酵母を使用し、小仕込み試験を行った。乳酸を 0.1mL、酵素剤を 0.2mg 使用した以外は通常の仕込配合。結果を表4に示す。

野生酵母である YY は特に増殖や発酵が鈍かった。他はどれも対照より日本酒度がよく切れ、アルコールの生成も多く、酸度は大きいがアミノ酸度は小さかった。

新たな株 (DA5 株、DA10 株、YA12 株) は親株 (埼玉D酵母、埼玉 YY 酵母) や対照と比較して、酸は多いが酒質としても改善されたように思われた。しかしながら酒質等については、更にスケールアップして検討する必要があると思われる。

4 まとめ

乳酸 0.1mL、酵素剤 0.2mg の使用が、28°C1 週間の小仕込み試験に適当だった。

以前得られた高温アルコール耐性株で上の小仕込みを行ったところ、対照よりアルコールの生成や切れが良く、酸度は大きいですがアミノ酸度は小さくなり、酒質は改善された。

参考文献

- 1) 横堀正敏, 南澤賢, 鈴木康修, 増田こずえ: 高温もろみ対応清酒酵母の開発, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **10**, (2012)44, http://www.saitec.pref.saitama.lg.jp/research/h23/SHINGI/2011_Sake_Yeast.pdf, 2013.2.22
- 2) 横堀正敏, 高橋友哉, 増田こずえ: 新規清酒酵母の実用化, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **7**, (2009)51
- 3) 横堀正敏, 鶴菌大, 高橋友哉, 増田こずえ: 微生物利用技術に関する研究—新規酵母の分離と食品への応用(3)—, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **6**, (2008)55

表1 仕込配合、原料処理等の検討

	(1) 汲水少	(2) 汲水多	(3) 麴多	(4) α米粉碎	(5) 酵素剤使用	(6) 乳酸多	(7) 対照
減少重量(g)	16.5	19.6	18.6	19.0	19.1	14.4	18.8
アルコール分	16.1	15.1	16.4	16.6	16.05	13.45	16.4
日本酒度	-27.5	+11	+5.5	+1	-27.5	+6.5	+2.5
酸度	4.5	3.4	3.75	3.5	4.1	7.45	3.45
添加乳酸による酸度	0.4	0.3	0.3	0.3	0.3	6.1	0.3
もろみでの増加酸度	4.1	3.1	3.4	3.2	3.8	1.4	3.1
アミノ酸度	3.4	2.6	4.4	3.3	2.95	2.7	3.15
粕歩合(%)	118.2	113.7	109.2	118.4	44.3	155.4	114.0
取得(純アル/L/白米 t)	145.7	229.0	196.2	188.3	295.0	114.9	193.8
高温もろみのクセ等	有、麴臭等濃く甘	有、薄辛	有、麴臭強	若干少	やや少、極甘	少、酸多	有

添加乳酸による酸度は、総米 1kg=1L と仮定して、もろみ 100L あたり乳酸 10mL で酸度 0.1 増加として算出した。もろみでの増加酸度は酸度からそれを引いた値。表2も同じ。

表2 乳酸使用量の検討

乳酸使用量(mL)	0	0.04 (対照)	0.06	0.1	0.2	0.4
減少重量(g)	17.9	18.2	18.0	18.2	17.5	17.1
アルコール分	15.7	15.45	15.6	15.65	15.45	14.75
日本酒度	-1	±0	-0.5	+4	+2	+3.5
酸度	3.4	3.4	3.4	3.55	4.2	5.5
添加乳酸による酸度	0.0	0.3	0.5	0.9	1.7	3.5
もろみでの増加酸度	3.4	3.1	2.9	2.7	2.5	2.0
アミノ酸度	2.95	3.1	3.1	2.95	2.8	2.55
粕歩合(%)	119.4	117.7	117.8	115.4	121.4	133.4
純アル取得(L/白米 t)	179.0	178.2	180.6	184.9	174.5	149.9
高温もろみのクセ等	異臭、酢酸エチル臭、苦渋	異臭、酢酸エチル臭、苦渋	異臭少、酢酸エチル臭	酸スッキリ、渋	酸、苦	酸強、やや渋

表3 酵素剤使用量の検討

酵素剤使用量(mg)	0	0.1	0.2	0.5	1	2
減少重量(g)	17.9	18.4	18.3	18.4	18.5	19.1
アルコール分	16.0	15.8	16.15	15.75	16.1	15.9
日本酒度	+1.5	-1	-4	-12.5	-12.5	-15.5
酸度	3.3	3.4	3.3	3.5	3.5	3.45
アミノ酸度	3.15	3.1	3.05	3.0	3.0	3.05
粕歩合(%)	116.3	110.8	106.4	99.7	90.6	84.4
純アル取得(L/白米 t)	169.9	184.9	187.8	216.0	224.4	223.3

乳酸 0.1mL 使用。

表4 高温時アルコール耐性株による試験

株	DA5	DA10	D	YA12	YY	E
減少重量(g)	18.5	19.2	18.8	19.0	16.2	18.6
アルコール分	16.55	16.4	16.45	16.2	13.25	15.7
日本酒度	+4	+5.5	+5.5	+3.5	-24	-1
酸度	4.35	4.35	4.1	4.3	4.9	3.65
アミノ酸度	2.55	2.65	2.5	2.65	2.4	3.1
粕歩合(%)	111.6	110.5	109.4	106.5	112.7	107.6
純アル取得(L/白米 t)	197.8	195.3	199.9	199.8	158.4	193.4
死滅率(%)	45.8	31.7	35.0	67.9	57.0	29.4
酵母密度 (×10 ⁸ /mL)	1.7	3.0	2.1	3.0	0.9	3.3
官能評価	酸うき極辛	やや丸・芳香	やや丸・苦	酸渋、高級アルコール	甘、香汚い(泥)	苦ザラ雑

乳酸 0.1mL、酵素剤 0.2mg 使用。

固相マイクロ抽出法を用いたメッキ液中サッカリンの濃度評価

熊谷知哉*

Determination of Saccharin in Plating solution using Solid-Phase Microextraction

KUMAGAI Tomoya*

抄録

固相マイクロ抽出法と液体クロマトグラフを用い、メッキ液中に含まれる光沢剤の濃度を評価する方法について検討した。純水で希釈した後、リン酸酸性とした試料より、ポリアクリレート製の抽出ファイバーを用いてサッカリン酸を抽出し、アセトニトリル中に脱離させた検液を液体クロマトグラフで分析した。その結果、サッカリン酸のみを含む水溶液及びニッケルメッキのモデル液どちらも同様にサッカリン酸濃度の評価が可能となった。

キーワード：固相マイクロ抽出、液体クロマトグラフ、メッキ液、サッカリン濃度

1 はじめに

メッキ業において、製品の品質を維持しながらメッキ液を無駄なく使い続けるうえで、メッキ液の組成管理は重要である。

メッキ液組成には、主成分である金属イオン源、緩衝剤、界面活性剤の他、例えばサッカリン酸等の光沢剤がメッキの種類に応じ含まれるが、金属イオン源と比べ著しく濃度の低い光沢剤を正確に定量するには、検出感度の高い測定器を、装置を傷めない方法で活用することが求められる。

サッカリン酸等の特定の光沢剤について特有の吸収波長が認められれば、試料を適宜希釈するのみで吸光度測定する方法が考えられるが、複数種の光沢剤を含む等により他成分の吸収波長と重なった場合には適用が難しい。

ガスクロマトグラフにより測定しようとする場合には、トリメチルシリルジアゾメタンによる誘導体化等の作業を要し操作が煩雑となる¹⁾。

適切なカラムと紫外吸光度検出器を備えた液体クロマトグラフ（以下、LC）であれば、成分ごとに分離すると同時に、紫外線に対し吸光度を有

する成分を直接検出できる²⁾。

しかしその場合であっても、金属塩類が高濃度に含まれたままの試料を直接LC装置に打ち込むことは、正確な測定を妨害するばかりでなく装置の破損にもつながる恐れがあり、目的成分のみを分離抽出する前処理が求められる。

一方、煩雑な操作や消耗資材を比較的に必要なとしない分離抽出の方法として、固相マイクロ抽出法（以下、SPME）が知られており、水中の農薬やカビ臭の分析など広範囲に適用された事例が数多く報告されている^{3), 4)}。

そこで、安価で容易にメッキ液中のサッカリン酸を分離抽出し濃度評価する手段として、SPMEとLCの組み合わせによる分析方法を検討した。

2 実験方法

2.1 試薬の調整

分析対象試薬として、サッカリン酸のみを含む水溶液（以下、サッカリン水溶液）、及び表1の組成でのワット浴ニッケルメッキモデル液（以下、モデル液）を調整した⁵⁾。

所定のサッカリン酸濃度に調整した分析対象試薬を必要に応じて pH 調整や希釈などの前処理操

*技術支援室 化学技術担当

作を行い SPME-LC 分析に供した。

表 1 調整したモデル液の組成

成分	濃度
硫酸ニッケル 6 水和物	240g/L
塩化ニッケル 6 水和物	45g/L
ホウ酸	35g/L
サッカリン酸	本文中に記載
界面活性剤	なし

2.2 固相抽出操作

図 1 に SPME を用いた試験装置を示す。

SPME ファイバーは、細い針芯を覆うように抽出剤の膜の施された形態をし、SUPELCO 社製のアッセンブリーとして市販されている⁶⁾。マニュアルホルダーに取り付けた SPME ファイバーをバイアル瓶内の検体に浸漬し、SPME ファイバーにサッカリンを抽出した。抽出時間、液量、SPME ファイバーの種類を試験内容に応じ適宜調整した。温度は室温とした。抽出操作中は、バイアル瓶内をスターラにより攪拌した。

2.3 脱離操作

抽出操作を終えた SPME ファイバーをバイアル瓶内の溶媒に浸漬することにより脱離操作を行った。脱離操作中は、バイアル瓶の底部をホットプレートにより加温した。液量は 1mL、脱離時間は 30min とした。一回目の脱離操作を行った後のファイバーについて二回目の脱離操作を同様に行い、一回目の脱離操作でサッカリン酸が全量回収されていることを確認した。

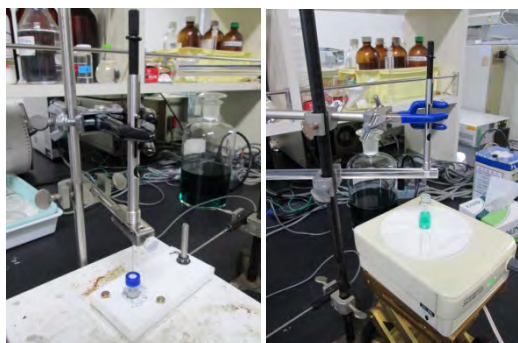


図 1 試験装置（左：固相抽出、右：脱離）

2.4 LC 分析

表 2 に LC 装置の設定条件を示す。SPME ファイ

バーより溶媒中に回収したサッカリン酸が測定対象であることから、ODS カラムを固定相に用いた逆相モードとし、移動相はリン酸水溶液とアセトニトリルの混合液とした。検出器における測定波長は、サッカリン酸水溶液の吸光度スペクトルを測定し、最も大きな極大吸収の認められた 202nm とした。

サッカリン酸アセトニトリル溶液を別途に調整し、LC 分析することにより、保持時間 10min 付近でサッカリン酸のピークの得られることを確認した。

脱離操作で得られたサッカリン酸含有溶媒を LC 分析し、サッカリン酸由来ピークの面積値を比較することにより、SPME 操作に関する最適条件の検討を行った。

表 2 LC 設定条件

移動相	溶離液組成：A 液:B 液 (9:1) 流量：0.8L/min A 液：2mM リン酸水溶液 B 液：アセトニトリル：水 (4:1)
固定相	カラム：信和化工(株)製 STR ODS-II 150L×4.0mmI.D カラムオープン温度：40℃、
検出器	紫外-可視検出器 波長：202nm
注入量	サンプルループにより 20μL

3 結果及び考察

3.1 LC 分析の適用

モデル液に対する SPME-LC 分析により得られたクロマトグラムを図 2 に示す。

保持時間 2.7min、4.6min、6.6min における各ピークは、打ち込み試料のアセトニトリル又はアセトニトリルに含まれる不純物に由来する。保持時間 10.4min におけるピークがサッカリン酸に由来するピークである。サッカリン酸由来のピークが明瞭に現れたことから、SPME と LC の組み合わせにより、モデル液に含まれたサッカリン酸を分離分析することが可能と認められた。

3.2 SPME ファイバーの選定

分析対象に応じ種々の素材や膜厚のアッセンブリーが市販される中で、サッカリン酸に対し親和性が高いと予想された表 3 の 3 種類について比較

検討を行った。

1g/L サッカリン水溶液に対して、使用した SPME ファイバー種類による LC 分析でのピーク面積値の違いを比較した結果を図 3 に示す。

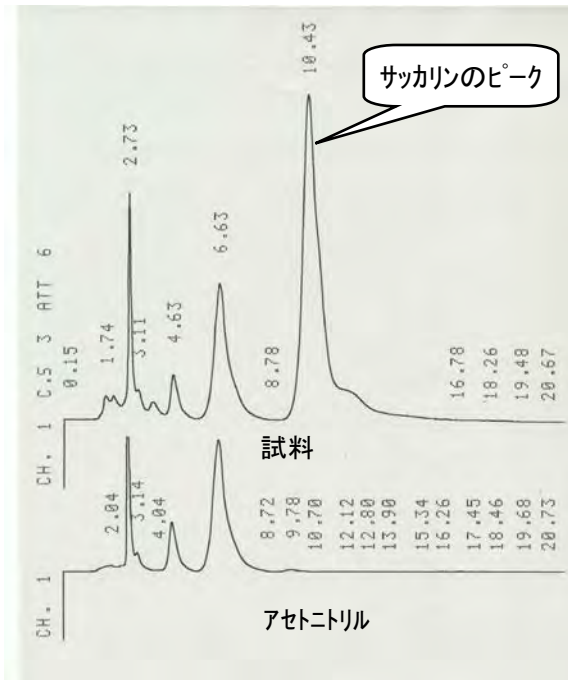


図 2 クロマトグラム

表 3 検討した SPME ファイバーの種類

識別色	素材	膜圧
白	ポリアクリレート	80 μ m
黄	ポリジメチルシロキサン	30 μ m
青	ジビニルベンゼン分散ポリジメチルシロキサン	65 μ m

識別色はメーカーによる指定

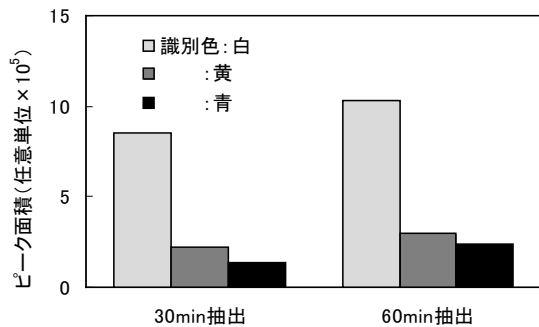


図 3 ファイバー種類によるピーク面積値の違い

試薬 希釈なし、3.5Mリン酸添加 (10:1)
 抽出 液量: 11mL 抽出時間: 30min、60min
 脱離 溶媒: アセトニトリル:水 (1:1)
 底面: 60°C加温

図 3 より、ポリアクリレート製の SPME ファイバー (識別色: 白) を用いた場合にピーク面積値が最も大きく得られ、サッカリン酸の抽出に適すると考えられた。

3.3 試料 pH の調整

弱酸性であるサッカリン酸は、水溶液中において一部が解離しイオン化することにより、ポリアクリレート製の SPME ファイバーに対する親和性が損なわれると予想された。そこで、試料に酸を加えイオン化の抑制を検討した。サッカリン酸濃度 1g/L のモデル液または水溶液について、表 4 に従い pH 調整した結果を図 4 に示す。

表 4 pH 調整条件

pH 調整剤	添加割合	pH	
		モデル液	水溶液
3.5Mリン酸水溶液	容量比 10:1	1.2	1.4
純水		2.3	2.5
0.05M水酸化ナトリウム水溶液		2.5	3.5

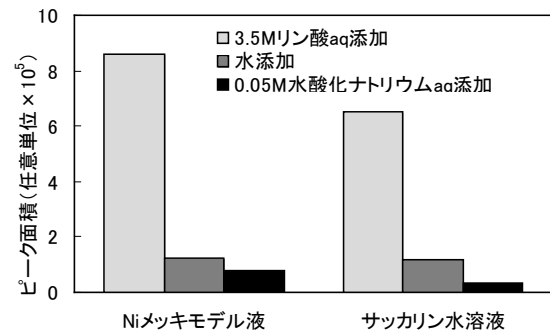


図 4 試料 pH によるピーク面積値の違い

試薬 希釈なし
 抽出 SPMEファイバー: 白
 液量: 2.2mL 抽出時間: 60min
 脱離 溶媒: アセトニトリル 底面: 50°C加温

図 4 より、リン酸を添加した場合にピーク面積値が最も大きく得られ、サッカリン抽出量を増やすため酸を添加することの有効性が認められた。

3.4 抽出時間

SPME 操作を再現性よく効果的に行うためには、抽出量が横ばいとなるまで十分な抽出時間を設定することが望ましい。そこで、サッカリン酸濃度 1g/L のモデル液について、抽出時間とピーク面積値の関係を検討した。結果を図 5 に示す。

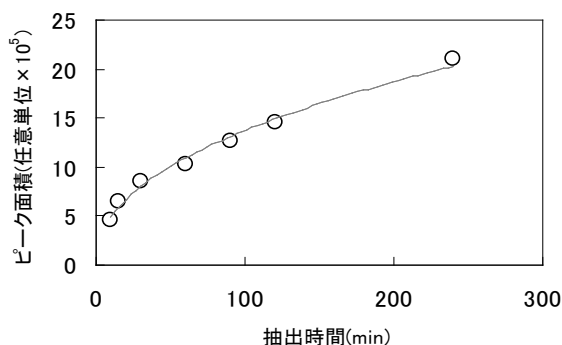


図5 抽出時間とピーク面積値の関係

試薬 希釈なし 3.5Mリン酸添加 (10:1)
抽出 SPMEファイバー：白 液量：2.2mL
脱離 溶媒：アセトニトリル 底面：50℃加温

図5より、抽出時間の長いほど得られるピーク面積値は大きくなり、抽出時間 240min でもなおその傾向が認められた。本研究においてさらに抽出時間を長くしようとしたところ、ニッケル塩の析出が肉眼で認められ、組成の変化等の障害が生じたため、抽出時間 240min までとして以後の検討を行った。

3.5 サッカリン水溶液とモデル液との違い

試料中に共存するサッカリン酸以外の成分により、サッカリン酸濃度の定量値が影響されることのない配慮が必要である。そこで、サッカリン酸濃度 1g/L のサッカリン水溶液とモデル液について比較し、更にそれらの液を純水で2倍に希釈した液同士についても比較を行った。図6および図7に結果を示す。

図6の結果では、抽出時間 240min でのモデル液についてのピーク面積値 1995866(-)に対し、水溶液については 1431926(-)となり、モデル液のほうが約4割程度大きな値となった。一方、図7の結果では、抽出時間 240min でモデル液に対して 801140(-)、水溶液に対して 796581(-)となり概ね同等の値が得られた。

図6でのモデル液と水溶液でのピーク面積値の違いは、モデル液中に高濃度に含まれるニッケル塩による塩析効果が働いたためと予想され、図7において同等の値であったことは、純水で希釈したことにより塩析効果が軽減されたためと考えられた。

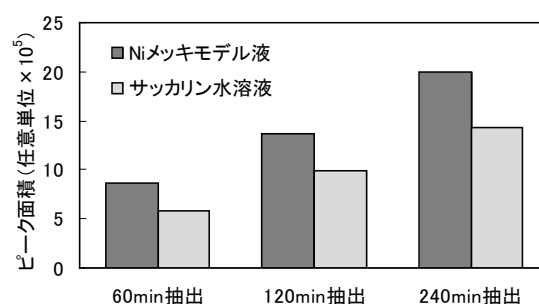


図6 モデル液と水溶液でのピーク面積値の違い (希釈なし)

試薬 希釈なし 3.5Mリン酸添加 (10:1)
抽出 SPMEファイバー：白 液量：2.2mL
抽出時間：60min、120min、240min
脱離 溶媒：アセトニトリル 底面：50℃加温

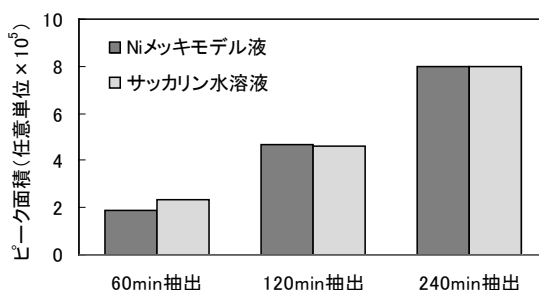


図7 モデル液と水溶液でのピーク面積値の違い (純水で2倍に希釈)

試薬 純水で2倍に希釈の後、3.5Mリン酸添加 (10:1)
抽出 SPMEファイバー：白 液量：2.2mL
抽出時間：60min、120min、240min
脱離 溶媒：アセトニトリル 底面：50℃加温

3.6 分析フローモデル

以上の結果から、ニッケルメッキ液中のサッカリン酸の濃度評価について、分析フローモデルを図8のように検討した。図8に従い、サッカリン酸濃度 0、0.25、0.50、0.75、1.00g/L の各モデル液により作成した検量線を図9に示す。

それぞれのサッカリン酸濃度について3回測定を行ったところ、濃度 0.25 g/L において±7%、濃度 1.00g/L において±2%程度のばらつきに収まる検量線を描くことができた。また、サッカリン酸濃度 1.00g/L の水溶液についても、図8に従いモデル液と同等の値を得た。

今回描かれた検量線は直線ではなく上向きの曲線であった。ファイバーへの抽出に伴う液中のサッカリン酸濃度の減少が微小となるよう、固相抽

出に供する液量を 2mL よりも多くすることや、抽出が飽和に達するまで固相抽出時間を十分に長くできる条件を検討することにより、検量線の直線性の向上が図れると考えられた。

また脱離時の溶媒液量 1mL は、手作業で脱離操作の可能な最小の値として決めたが、より少量とできれば高感度化が図れる。それには専用のインターフェースを LC 装置に取り付け、ファイバーから移動相へサッカリン酸を直接取り込む方法も有効と考えられた。

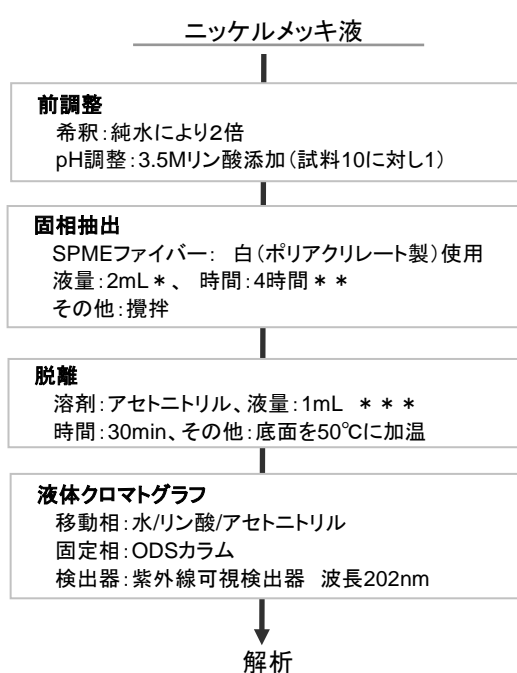


図 8 分析フローモデル

- * より多量が望ましい。
- ** より長時間にできることが望ましい。
- ***少量とできれば、より高感度に分析可。

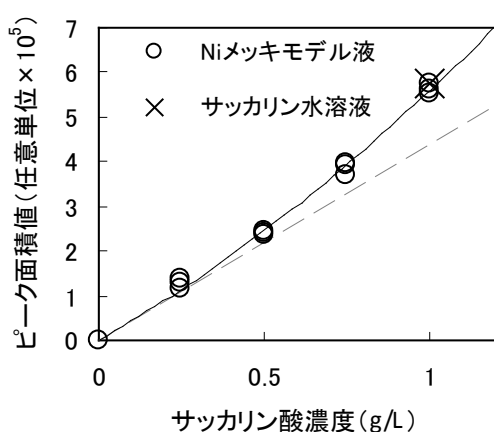


図 9 上記分析フローによる検量線

4 まとめ

4.1 分析フロー

SPME と LC の組み合わせによるニッケルメッキ液中サッカリン酸濃度評価の分析フローを提案し、検量線を描くことが出来た。

一方、当該検量線には直線性が無く、モデル液中のサッカリン酸濃度以外に LC ピーク面積値を大きく支配する要因があると推察された。提案の分析フローによりニッケルメッキ液中のサッカリン酸の濃度評価が可能であるが、精度や再現性を高めるため更なる最適条件の探索が必要である。

4.2 産業支援業務への活用

未知の試料についての分析の相談に対し、LC 装置を損傷せずに大まかなスクリーニングを行う手段として、SPME は有効である。

参考文献

- 1) 桃園裕子, 衛藤修一, 一色堅司: トリメチルシリルジアゾメタンを用いた食品中のサッカリンのガスクロマトグラフィー, 衛生化学, **36**, 1(1990)56
- 2) 矢野元章, 柴早苗, 横山庸子, 田川優子, 増井武, 小沢知之, 蕨由美, 佐賀順子, 兵頭直子, 松本朝子, 東尚子: 高速液体クロマトグラフィーによる食品中のサッカリンの分析, 衛生化学, **38**, 2(1992)196
- 3) 高垣敬司, 大和田千香子, 新田祐子, 青野眞, 武智拓郎, 井上博雄: SPME-GC/MS による水中のジチオカーバメート系農薬の分析, 愛媛衛生環境研究所年報, **11**, (2008)9
- 4) 林貴寛, 岩本安未, 石村勝之, 末田義博: 固相マイクロ抽出 (SPME) 法を用いた異臭物質のスクリーニング法の検討, 広島市衛生研究所年報, **29**, (2010)91
- 5) 電気鍍金研究会: めっき教本, 日刊工業新聞社, (1986)275
- 6) http://www.sigma-aldrich.co.jp/up_catalog/SAJ1179.pdf (2009.12)

試験装置等監視システムの構築

関根俊彰*¹ 宮原進*²

Construction of monitoring system for testing equipment, etc.

SEKINE Toshiaki*¹, MIYAHARA Susumu*²

抄録

試験装置等監視システムは、既存の試験装置に後付けで独立設置した機器を自動制御するとともに、運転状況などを遠方にて「見える化」するためのものである。本システムは、既存技術を応用し、センサによる情報取得、マイコンボードによる情報処理、リレーによる動作制御、サーバ及び電子メールを利用した情報配信などの機能で構成されている。システムの運用にあたっては、広く普及しているAndroid情報端末を利用し、機器の制御等にはオープンソースのプロトタイピングツールであるArduinoを用いた。これにより、比較的短期間でシステムの開発が行え、これまで手動で対応していた作業の自動化が実現した。

キーワード：マイコン，Android，見える化，制御

1 はじめに

当センター北部研究所が保有している一部の環境試験装置（以下、「装置」とする）は、試験棟に設置されているが、夏の期間、棟内が高温となる場合があり、冷却補助のための独立した機器（以下、「外部機器」とする）を稼働させる必要がある。現状では、担当者が装置周辺の室温などを考慮して、随時、外部機器を稼働させている。

しかし、試験が昼夜連続の長期間に渡る場合には、常に室温等を監視し、外部機器を稼働させる必要が生じ、業務の負担増の原因となっている。また、夜間の不必要な稼働も生じ、電力の無駄にもなっている。

本研究では、これらの解決手段として、既存のマイコン及びセンサ技術を応用して、装置の動作状況、室温等の監視、外部機器の自動運転、並び

にこれらの遠方における「見える化」を可能とするローコストなシステムを構築した。

本システムは、運転状況表示や操作・管理を行うためのツールとして、広く普及しているAndroid情報端末を利用することとした。また、外部機器制御には、Arduinoマイコンボードを用い、これらのシステム開発を行った。

構築したシステムは、研究所内に導入し、実地テスト運用を行い、その有効性を確認した。

2 方法

2.1 システムの概要設計

本システムは、取得すべきデータを計測する「センサ部」、センサ情報の処理、外部機器の制御、通信処理等を行う「マイコンボード部」、情報配信を行う「サーバ部」、システムの運転状況表示や操作・管理を可能とする「情報端末部」から構成される設計とした。設計したシステム概要を図1に示す。

*¹ 北部研究所 材料・機械技術担当

*² 北部研究所 生活関連技術担当

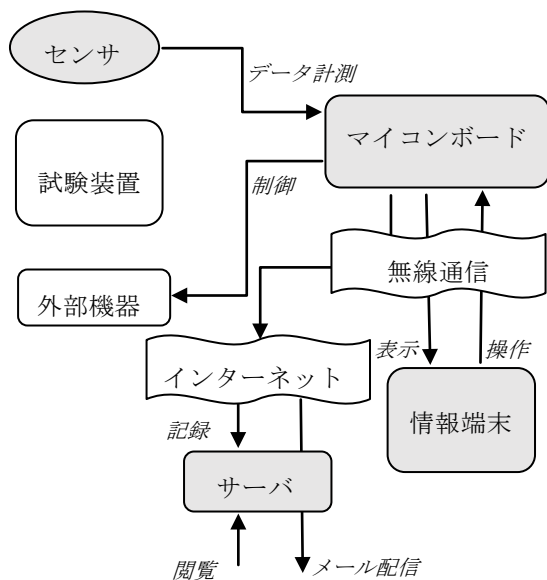


図1 設計システム概要

2.2 センサ部

本システムでは、温度、湿度、電流値を取得する必要があり、精度、入手容易性及びシステムの構築容易性等を考慮し、表1に示すセンサを採用した。

表1 センサ

測定対象	種別	銘柄
温度	サーミスタ	SEMITEC 社製 103AT, 103JT
湿度	電子式 湿度センサ	Honeywell 社製 HIH-4030
電流	交流 電流センサ	ユース・アル・ティ社製 CTL-12L

2.2 マイコンボード部

マイコンボード部には、ATMEL 社製 ATmega1280 を搭載する「Arduino MEGA」を採用した。ボードには、標準でアナログ及びデジタル I/O を搭載しており、さらにイーサネット機能、microSD スロット、LCD 表示機能を追加した。特徴として、オープンハードウェアとオープンソースであり、C、C++言語風の Arduino 言語による統合開発環境によって効率的にプログラミングを行える¹⁾。

また、外部機器をマイコンボードから直接制御するためにソリッドステート・リレーを使用することとし、オムロン社製「G3NE-210T」を採用した。

2.3 情報端末部

システムの運転状況表示や操作・管理を行う情報端末として、Android OS を搭載したタブレットを使用することとし、Google 社製「Nexus7」を採用した。このタブレット上で動作する Android アプリケーションを統合開発環境 Eclipse により開発した²⁾。

2.4 サーバ部

計測データの保存、インターネットを介した当センター外からのシステム運転状況の閲覧を可能とするため、サーバ部を設けた。本研究では、無料で利用が可能なウェブサービス³⁾を利用することとした⁴⁾。また、外部機器の起動などのイベント発生時における電子メールの自動配信には、研究所内のメールサーバを利用することとした。

3 結果及び考察

3.1 システム構築

「2.1 システムの概要設計」で示したシステムを具体的に構築した。その一部を図2、3に示す。

マイコンボードとセンサ信号の入出力部分を図2に示す。信号線の先には、装置周辺環境測定用の温度及び湿度センサ、リレー放熱板測定用の温度センサ、装置及び外部機器測定用の電流センサが接続されている。各センサの計測値は正しく校正された機器類と比較し、5%以内の指示誤差に収まるよう調整した。外部機器(右奥)を制御するためのリレー(手前)部を図3に示す。なお、マイコンボードのイーサネット端子からは無線通信機器への配線がされている。

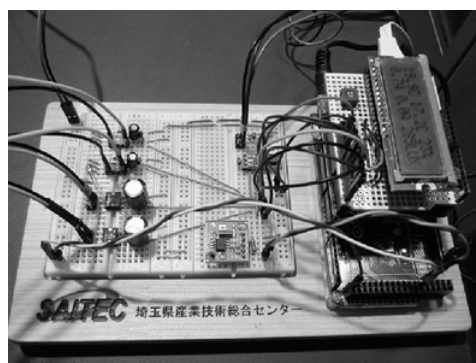


図2 マイコンボード及び I/O 部

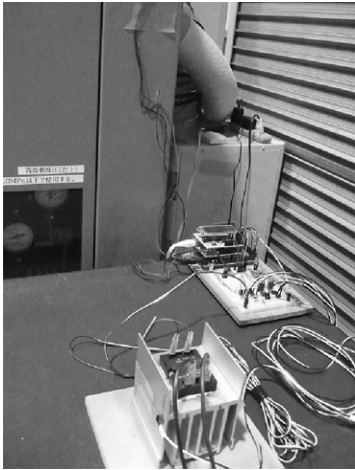


図3 外部機器とリレー部

開発したアプリケーションをインストールした Android タブレットを図 4 に示す。マイコンボードとは標準搭載の無線通信 (IEEE802.11g) でデータ送受信を行う。アプリケーション画面の例を図 5~7 に示す。



図4 開発アプリを導入した情報端末



図5 通信設定画面

IP アドレスやポート番号、電子メールアドレスなどを設定する通信設定画面を図 5 に示す。

システム情報が表示され、装置及び外部機器の周辺環境や運転状況などを確認するメイン画面を図 6 に示す。画面表示変更や、外部機器制御の有無、タイマー制御設定などが行う動作設定画面を図 7 に示す。また、所外から計測データの確認が行えるウェブサービスの画面を図 8 に示す。

3.2 実施テスト結果

構築したシステムは、実地テスト運用を実施するため、研究所内に導入したところ、設計通りの正常動作が確認された。また、メール配信やウェブサービスも遅延なく、正常に動作した。これにより、担当者が手動で対応していた業務が自動化され、装置及び外部機器の状況も遠方の情報端末で確認可能となった。本システムの導入により、省力化や省エネ化に繋がる結果が得られた。



図6 メイン画面



図7 動作設定画面



図8 ウェブサービス画面

4 まとめ

試験装置等監視システムとして、既存の試験装置等に後付けで独立設置した機器を自動制御し、運転状況などを「見える化」するためのシステムを開発した。既存技術を応用し、センサによる情報取得、マイコンボードによる情報処理、リレーによる動作制御、サーバ及び電子メールを利用した情報配信などの機能で構成されている。システムの運用にあたっては、広く普及しているAndroid 情報端末を利用し、機器の制御等にはオープンソースのプロトタイピングツールであるArduino を用いた。これにより、比較的短期間でシステムの開発を行うことができ、これまで手動で対応していた作業の自動化が実現した。

今後の課題としては、

- (1) マイコンのプログラミング、Android アプリケーションの最適・高度化
- (2) 所内 EMS(Energy management system)と連携した外部機器の制御
- (3) 他の試験装置へも導入し、複数システムでの運用

などがあるので、さらに開発を進める。

参考文献

- 1) 神崎康宏：Arduino で計る, 測る, 量る, CQ 出版社, (2012)9
- 2) 中本伸一：サクサク動くスマホアプリ作成, トランジスタ技術 2012年4月号, (2012)117

- 3) COSM ウェブサービス <https://cosm.com/>
- 4) 小林茂：Prototyping Lab, オライリージャパン, (2010)383

成形サイクルの短縮に係わる型技術の開発

技術支援室 機械技術担当：小熊広之，信本康男（現 産業支援課）
共同研究機関：池上金型工業(株)，(株)サン精密化工研究所

<受託事業名> 平成22～23年度戦略的基盤技術高度化支援事業
<委託元> 経済産業省関東経済産業局
<研究期間> 平成22～23年
<研究概要>

1 はじめに

プラスチック射出成形において、成形品にボスやリブ等のある製品では、肉厚部の冷却に時間を要するため、冷却時間が成形サイクルの約70%を占めることも多い。この課題の解決には、局部冷却回路を設けることが有効であるが、型構造・製品形状によっては難しい場合があり、成形作業工程の冷却時間短縮が出来ない大きな要因の一つとなっている。そこで、冷却時間を約20%以上短縮することを目標として、局部冷却に細径ピンを利用した新しい型技術の開発を行った。

2 研究概要

以下のテーマについて研究開発を行った。

(1) 細径深穴加工の技術開発

高硬度材質の金型構成部品に冷却用細径深穴加工を付加するための技術開発を行った。

(2) 局部冷却装置の技術開発

今まで製品構成上冷却回路の設置や配置が難しかった箇所へ、水・エア・ミストの冷却媒体を供給する局部冷却装置の開発を行った。

(3) 成形サイクル時間短縮の検証

局部冷却試作金型の製作及び既存生産金型の冷却回路付加を行い、製品サンプルを成形し、外觀・形状、寸法公差、成形サイクル時間などについて、総合的に比較検証を行った。

3 センターの役割

研究概要(1)では、加工された細径深穴加工部分の曲がり精度の検証を、X線透過装置を用い

て確認し、また、研究概要(3)では、検証成形作業による製品サンプルの形状測定を、三次元測定機を用いて行った。

4 研究結果

(1) 細径深穴加工の精度検証

細径深穴加工（内径2mm、深さ200mm）された高硬度材質ピン（外径4mm）の穴曲がり精度及び加工先端部の形状を確認した。目標精度は、加工同心度0.2mm以下であるが、測定結果は0.1mm以下を達成した。



図1 細径長尺深穴加工後のX線透過写真

(2) 製品サンプルの形状測定

成形の冷却時間が長い程、形状誤差が少ないが、局部冷却装置を用いた金型では、冷却時間を20%短縮しても寸法公差内に収まることが判った。

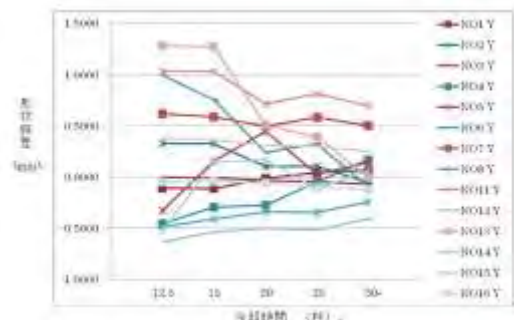


図2 形状測定結果

アルミ鍛造の生産工程削減を可能とする潤滑油の開発

技術支援室材料技術担当：永野正明

共同研究機関：(株)株式会社青木科学研究所，静岡大学，小山工業高等専門学校

- <受託事業名> 平成22年度戦略的基盤技術高度化支援事業
- <委託元> 経済産業省関東経済産業局
- <研究期間> 平成23年1月27日～平成23年9月30日
- <研究概要>

1 はじめに

自動車業界においては、燃費規制・CO₂削減等の対応が急務であり、鉄鋼部品からアルミ部品へと軽量化が進められている。アルミホイールに代表される鍛造部品は、小型のものであればアルミ素材の加温・軟化後冷える前の一段階圧縮・変形で作られているが、大型部品は一段目でアルミ素材が冷え硬化するので、二段目の再加熱と圧縮が必要となっている。(図1，2参照)

従来技術では、水溶性潤滑剤を使うため、金型温度を170℃に設定している。また、金型を水で冷却するのでアルミ素材の冷却が起り、高い圧縮圧力を必要とする。従って、水溶性潤滑剤によるハイサイクル化・ダウンサイジング化は困難であった。

そこで、本研究では高温で金型に潤滑成分が附着し易く、かつ冷却の少ない鍛造用「油性」潤滑剤の開発を行い金型の温度を高く保つことによって図3に示すような生産工程の短縮(目標20%)及び生産機械のダウンサイジング(目標30%)を目的とした。

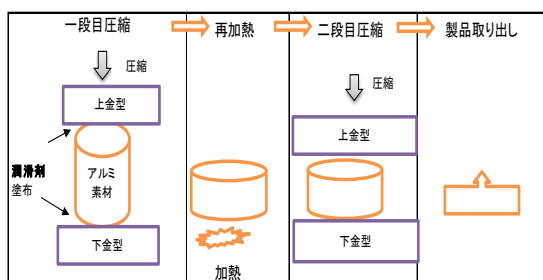


図1 従来の生産工程

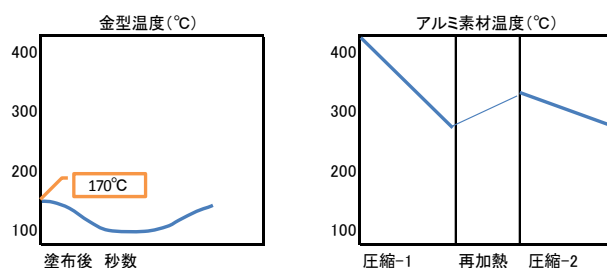


図2 従来技術による生産工程の温度変化

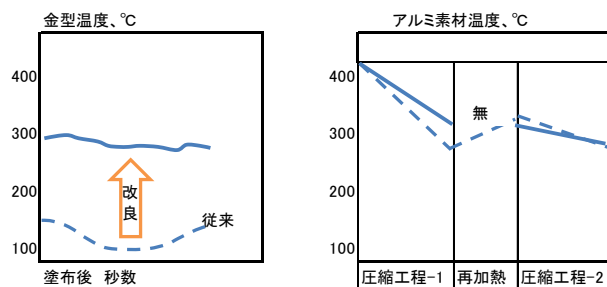


図3 新技術による生産工程の温度変化

2 研究概要

鍛造工程のサイクルタイム短縮、ダウンサイジングを目標に、従来の水溶性潤滑剤に代えて、鍛造工程中のアルミ素材の温度低下を最小限に抑えることが可能な潤滑剤を開発するため、以下のテーマについて研究した。

(1) 潤滑膜形成技術の研究

目的：アルミ素材が接触する金型を現行の170℃から約300℃へ高めても、潤滑膜を形成できる潤滑剤及び塗布条件・塗布方法による付着効率の向上を検討する。

(2) 冷却性低減技術の研究

目的：潤滑剤による金型冷却を低減する手法の検討。

(3) 焼付き防止技術の研究

目的：上記(1)、(2)項の成果である少量塗布に向かうため、単位容量当たりの潤滑性の向上を研究する。

(4) 潤滑剤の配合の選択

目的：試験機を使った上記(3)項の成果である試作用添加剤が実機にも適応できることを確認する。

3 センターの役割

上記(4)項で様々な配合の潤滑剤を用いて製作した試料(図4参照)の機械的性質及び試料内部(図5参照)のファイバーフロー(図6参照)の評価を行い、その結果をふまえて潤滑剤の選択を行った。

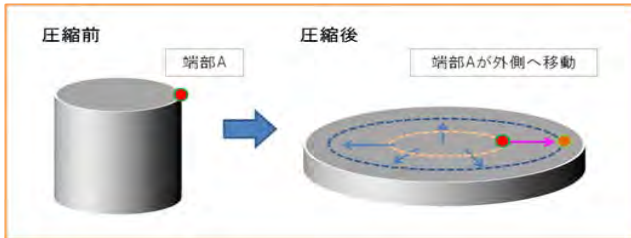


図4 研究に用いた試験片

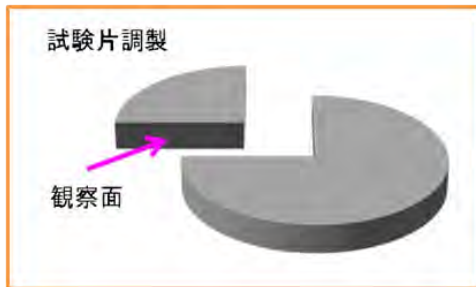


図5 ファイバーフロー観察位置



図6 ファイバーフロー観察位置

4 研究結果

従来は、水溶性潤滑剤の突沸を抑えるため金型温度は170℃に制限されていたが、新たに開発した油性潤滑剤は300℃の金型でも使用可能でありアルミ素材を高温で加工できる。(水溶性潤滑剤は300℃で焼付きを発生し使用できないことを確認した。)加えて、①潤滑剤の油性化と②静電塗布による少量塗布が相まって、金型冷却が低減され、最終的にはアルミ素材を従来よりも高温で加工できる。その結果、二段圧縮生産中のアルミ素材の再加熱工程が削減でき、最終的には本研究の目標である次の二点を達成できると判断した。

(1) 一段目圧縮工程で金型温度を170℃から300℃へ高めても潤滑膜を形成できるため、金型によるアルミ素材の温度低下を抑えることができる。その結果、二段目圧縮前のアルミの再加熱工程が不要となるので、21%のハイサイクル化が可能となる。

(2) 二段目圧縮時の金型温度が高いので、アルミ素材の冷却が少なくなる上、二段目圧縮終了後もアルミ素材が313℃と高温のため柔らかく、必要な圧縮圧力が低くすることができ、装置の39%ダウンサイジングが可能となる。

本研究における潤滑剤の開発は、主に次の4種類の技術で達成できた。

- ① 油性化することで高温の金型上でのLF現象(突沸)を抑え、金型温度を170℃から300℃へ高温化できた。その結果、アルミ素材の温度低下を抑えられた。
- ② 静電塗布を可能とする潤滑剤配合とし、付着効率を高め、その分少量塗布とした。
- ③ 油性化による気化潜熱の低減と少量塗布による冷却性の低減により、金型及びアルミ素材の温度低下を抑えた。
- ④ 油性化により潤滑添加剤の選択肢が増え、優れた潤滑性の添加剤が選択でき、1/10の少量塗布でも潤滑が可能となった。

カーボンフェルト電極マイクロ波放電を利用した マグネシウム二次電池正極活物質の研究開発

戦略プロジェクト推進担当：栗原英紀、稲本将史

再委託機関：埼玉工業大学

<受託事業名>次世代自動車用高性能蓄電システム技術開発/次世代技術開発

<委託元> NEDO

<研究期間>平成20年度～23年度

<研究概要>

1 はじめに

マグネシウム蓄電池正極活物質は、酸化物系ではマグネシウムイオンがトラップされ、硫化物系では結晶構造が不安定で吸蔵放出に伴い構造が変化するという課題がある。そこで、我々は、結晶構造が安定な酸化物に硫黄をドーピングするハイブリッド型の材料により課題解決を目指した。

2 方法

硫黄ドーピング金属酸化物はカーボンフェルト(CF)の間で発生するマイクロ波水プラズマを用いて合成した。合成は以下のように行った。金属酸化物と硫黄を混合し、CF間に挟んだ。これらをガラス容器に入れ真空にした状態でマイクロ波を照射してプラズマを発生させた。得られた物質を乾燥して活物質とした。プラズマの発光スペクトルは、OHとHに起因した(すなわち水プラズマ)。硫黄ドーピング金属酸化物

(S-V₂O₅その他)の構造は、XRD、EPMA、TEM、ラマン分光、DRS-FTIR.によって分析した。充放電試験は、3電極セルを使って行った。正極は、合成された活物質、アセチレンブラックおよびポリフッ化ビニリデンから作製した。負極はあらかじめ放電してMgを挿入した正極を、参照電極はMg金属を用いた。電解液は0.4MのMg(ClO₄)₂ + 0.1 MのNaClO₄/プロピレンカーボネート+1.8 MのH₂Oを用いた。

3 結果及び考察

XRDパターンからバルクはV₂O₅結晶構造であることが判明した。これは金属酸化物の還元が抑制されたことを示唆している。TEM等の分析

結果から、表面は、硫黄が分散したアモルファス構造であることが判明した。S-V₂O₅の構成比は、V : S : H₂O = 100 : 8 : 19であり、水を含んでいた。このことから、表面のアモルファス構造は硫黄と水を含むキセロゲルライクな構造であると推察された。

硫黄ドーピングV₂O₅の初期放電容量は350 mAh/gであり、50サイクル後の維持率は約70%であった。XPS分析の結果、V₂O₅は充電時にマグネシウムの脱離が困難となるが、S-V₂O₅はマグネシウムとの結合エネルギーがV₂O₅より低く

(S-V₂O₅=50.2 eV < V₂O₅=50.8 eV)、充電によりマグネシウムが脱離できることが判明した。硫黄のドーピング量を増やすと放電容量が増大し、この容量はV₂O₅および硫黄の理論容量から算出される値に合致することが分かった。ただし、アモルファス化が不十分であるとサイクルと共に硫黄が脱離して容量が低下した。B₂O₃等の共晶物質を添加すると、サイクル特性が向上した。これは二次粒子化が進行して粒子の脱落を抑制されたためと考えられる。共晶物質としてMnO₂を添加すると初期放電容量が増大した(420 mAh/g)。硫黄はMnO₂層に含まれやすく、ドーピング硫黄量が増大することが判明した。容量増大はこのためと推察される。したがって、アモルファス構造の酸化物はマグネシウムイオンを挿入脱離でき、アモルファス部分にドーピングされる硫黄の量を増やすことにより容量が増大すると結論付けられる。また、単セルを構成して評価するには、正負極とも充放電できる電解液の開発が必要であることが判明した。

【問い合わせ先】



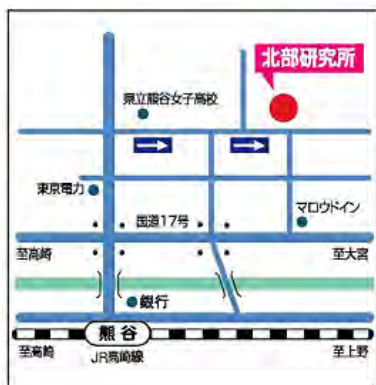
埼玉県産業技術総合センター

〒333-0844

埼玉県川口市上青木 3-12-18

TEL 048-265-1311

FAX 048-265-1334



埼玉県産業技術総合センター

北部研究所

〒360-0031

埼玉県熊谷市末広 2-133

TEL 048-521-0614

FAX 048-525-6052

平成24度 埼玉県産業技術総合センター研究報告 Vol. 11

平成25年10月発行

発行：埼玉県産業技術総合センター

〒333-0844 埼玉県川口市上青木 3-12-18

TEL 048-265-1311 (金・繰越 金) FAX 048-265-1334

URL <http://www.saitec.pref.saitama.lg.jp/>

無断複写・転載を禁じます