

熊本県工業技術センター

研 究 報 告

第39号 平成12年度

REPORTS OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE
No.39 2001

平成13年10月

熊本県工業技術センター

〒862-0901 熊本市東町3-11-38

Published by

Kumamoto Industrial Research Institute

3-11-38, Higashi-machi, Kumamoto-shi 862-0901 Japan

熊本県工業技術センター研究報告

第39号 (平成12年度) 平成13年10月

目 次

【報文】

- 酵母による発酵食品の香気及び機能性の強化に関する研究 林田安生 1
西村賢了
- 焼酎製造の低コスト化と品質向上に関する研究 中川 優 8
西村賢了
- 塗布熱分解プロセスシミュレーション 宮川隆二14
石松賢治
- バリ処理技術の開発 源島民雄18
—機械部品の高品質化技術—
坂本博宣
村田 勝
富重定三
- 有機及び無機系高分子を含有する工場排水処理法の改良 永山賛平23

【技術資料】

- 高周波計測に関する調査 石松賢治25
宮川隆二
- 消費者の製品に対する印象の変化による製品評価の提案 佐藤達哉30
—製品評価情報構築に関する研究(1)—
原口隆一
小木 元

REPORT OF
KUMAMOTO INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE

Vol. 39 (2000.4–2001.3) Oct. 2001

CONTENTS

【Original Papers】

- Production of Flavour-active and Physical-effective Compound in Fermentation Food by Yeast
Yasuo HAYASHIDA and Kenryo NISHIMURA 1
- Improvement of *Shochu* making process with low-cost and *Shochu* making with high quality
Masaru NAKAGAWA and Kenryo NISHIMURA 8
- Simulation of Dipping Pyrolysis process
Ryuji MIYAGAWA and Kenji ISHIMATSU 14
- Development of Deburring Technology
-Technology for High Quality of Mechanical Parts-
Tamio GENJIMA, Hironobu SAKAMOTO, Masaru MURATA and Sadami TOMISHIGE 18
- Improvement for Treatment of Waste Water containing Organic and Inorganic
High-Molecular Compounds
Sanpei NAGAYAMA 23
- 【Data】**
- Research on High Frequency Instrumentation
Kenji ISHIMATSU and Ryuji MIYAGAWA 25
- Proposal for Product Evaluation Based on Shifts in Consumers' Impressions of Products
-Study on Accumulating Information of Product Evaluation-
Tatsuya SATO, Ryuichi HARAGUCHI and Hajime OGI 30

酵母による発酵食品の香気及び機能性の強化に関する研究

林田 安生*・西村 賢了*

Production of Flavour-active and Physical-effective Compound in Fermentation Food by Yeast

Yasuo HAYASHIDA* and Kenryo NISHIMURA*

発酵食品の重要な香気成分であり抗酸化性等の機能性を持つとされるフランノン化合物4-hydroxy-2(or5)-ethyl-5(or2)-methyl-3(2H)-furanone (HEMF)について、メイラード反応中間体である前駆体が酵母によって変換されて生成する生成機構を解明した。

そして、この生成機構に基づいて麦味噌及び醤油でのHEMFの生成について検討したところ、前駆体の蓄積と酵母の活性化により、これらの発酵食品中でこの化合物を増強・コントロールできることが分かった。

1. はじめに

フランノン化合物4-Hydroxy-2(or5)-ethyl-5(or2)-methyl-3(2H)-furanone (HEMF) は、強いカラメル様の甘い香りを持つ化合物であり、その官能閾値は0.02mg/L¹⁾と非常に低い。この化合物は、主に醤油²⁾、味噌³⁾、ビール⁴⁾、チーズ⁵⁾といった発酵食品から分離されているが、その官能閾値の低さ故に、それらの食品において重要な香気成分となっている。また、近年の研究によって、HEMFの優れた抗酸化性⁶⁾や抗腫瘍性⁷⁾などの機能性が見出され、香気成分としてだけではなく機能性成分としても注目されるようになった。

これらのことから、HEMFの濃度を食品中で増強・コントロールすることは、発酵食品の品質を決定する重要な因子の一つである香りを改良し、消費者の関心が高い抗酸化性等の機能性を付与することにつながり、この分野の重要な工業技術になると思われる。しかし、HEMFの生成機構はこれまでの研究によって明らかにされておらず、この技術開発の障害となっていた。

そこで、本研究では、HEMFの生成機構を解明し、解明した生成機構に基づいて熊本県の重要な県産発酵食品である麦味噌及び醤油でのHEMF増強・コントロール技術を開発することを目的とした。

2. 方 法

2.1 微生物

耐塩性酵母*Zygosaccharomyces rouxii* MH-1 (熊本県工業技術センター所有) をすべての発酵試験に使用した。

2.2 単純培地の調製と発酵試験

糖・アミノ酸液1mL (調製法は後述) とYPD培地 (酵母エキス20g、ペプトン40g、グルコース40gを1Lの蒸留水

に溶解、121℃で15分間滅菌) 1mLを12mLスクリーキャップ付ガラス試験管中で混合し、これに 1×10^7 cells/mLになるよう酵母を植菌した。試験管は、キャップを堅く締めて30℃で9日間放置した。1日に一回程度、よく振とうしキャップを緩めて、発酵によって生じた炭酸ガスを放出させた。

2.3 麦味噌の調製

常法に従い、麴歩合10または20、塩分10w/w%、水分45w/w%で調製した。1仕込み当たりの重量は、熟成麦味噌の酵母発酵によるHEMFの生成試験については1kg、麦味噌の中間プラント製造試験については40kgとした。

2.4 醤油もろみの調製

醤油もろみは、醤油麴2Lを22w/v%食塩水2.4Lと混合して調製した。調整した醤油もろみは6Lのふた付ガラス瓶に入れて熟成・発酵させた。

2.5 単純培地の分析方法

2.5.1 エタノール

清澄化した試料を1w/v%アセトン水溶液同容量と混合し、これをガスクロマトグラフ(GC)で分析した。試料の清澄化は遠心分離(3000rpm, 10min)で行った。GC分析条件は次のとおり。

使用機器名: ガスクロマトグラフGC-7A(島津製作所); カラム: 1.1m×3.2mm ガラスカラム; 充填剤: Porapak type QS 50~80mesh; カラム温度: 140℃; キャリアガス: 窒素ガス40mL/min; 検出器: FID.

2.5.2 HEMF

清澄化した試料1mLを食塩で飽和させ、これに酢酸メチル1.5mLを加えて10min激しく振とうし、続いて遠心分離(3000rpm, 15min)を行って、このとき生じた有機溶媒相(上層)1mLを採取した。そして、酢酸メチル1mLを加えて、同様の抽出操作を計6回行い、得られた有機溶媒相約6mLを減圧下で1mLまで濃縮した。この濃縮液をガス質量分析計で分析した。定量は内部標準法で行い、n-decanol 0.1w/v%エタノール溶液0.1mL(内部標準物質)は清澄化した試料に加えた。試料の清澄化は遠心分離(3000rpm, 15min)で行った。ガス質量分析計の分析条件

* 微生物応用部

は次のとおり。

使用機器名: ガス質量分析計GCMS QP-5000 (島津製作所); カラム: DB-WAX 30m (J&W); カラム温度: 120°C (3°C/min)200°C; キャリアガス: ヘリウムガス 0.2MPa; 検出器: 質量分析計; イオン化方法: EI (70eV); 測定方法: Single Ion Measurement (SIM); ターゲットイオン; m/e=83(for Internal Standard), 142 (HEMF).

2.6 味噌の分析方法

2.6.1 エタノール

味噌10gを蒸留水40mLと混合し、均一になるまでかくはんした。これを、No.2ろ紙でろ過して清澄液とした。この清澄液を1w/v%アセトン水溶液同容量と混合し、これをGCで分析した。GC分析条件は2.5.1のとおり。

2.6.2 HEMF

味噌と蒸留水を重量比2:3で混合し均一になるまでかくはんした。このけん濁液5gをNaClで飽和させ、これに酢酸メチル3mLを加えて10min激しく振とうし、続いて遠心分離(3000rpm, 15min)を行って、このとき生じた有機溶媒相(上層)1mLを採取した。そして、酢酸メチル1mLを加えて、同様の抽出操作を計6回行い、得られた有機溶媒相約6mLを減圧下で1mLまで濃縮した。この濃縮液をガス質量分析計で分析した。定量は内部標準法で行い、n-decanol 0.1w/v%エタノール溶液0.1mL(内部標準物質)は味噌けん濁液5gに加えた。ガス質量分析計の分析条件は2.5.2のとおり。

2.7 醤油もろみの分析法

2.7.1 エタノール

清澄化した醤油もろみを1w/v%アセトン水溶液同容量で混合し、この混合液5μLをGCで分析した。試料の清澄化は遠心分離(3000rpm, 10min)で行った。GC分析条件は2.5.1のとおり。

2.7.2 HEMF

清澄化した醤油もろみ1mLを食塩で飽和させ、これに酢酸メチル1.5mLを加え10min激しく振とうし、続いて遠心分離(3000rpm, 10min)を行って、この時生じた有機溶媒相(上層)1mLを採取した。そして、酢酸メチル1mLを加えて、同様の抽出操作を計6回行い、得られた有機溶媒相約6mLを減圧下で1mLまで濃縮した。この濃縮液をガス質量分析計で分析した。定量は内部標準法で行い、1-decanol 0.1w/v%エタノール溶液0.1mL(内部標準物質)を清澄化した試料に加えた。試料の清澄化は遠心分離(3000rpm, 10min)で行った。ガス質量分析計の分析条件は2.5.2のとおり。

3. 結果

3.1 単純培地の酵母発酵によるHEMF生成試験

3.1.1 糖及びアミノ酸の種類によるHEMF生成

糖としてリボースまたはガラクトース、アミノ酸としてアラニン、グルタミン酸ナトリウム、グリシン、ヒス

チジン、リジン、オルニチン、プロリン、セリン、スレオニン、そして、バリンを用い、糖・アミノ酸のすべての組み合わせでそれぞれの濃度が200mMの溶液を調製し121°Cで15分間滅菌した。これら複数種類の糖・アミノ酸液を用いて発酵試験を行った。比較のため、糖またはアミノ酸のみの試験区、酵母を添加しない試験区も同様に調製し試験を行った。

エタノールは発酵させたすべての試験区で検出され、その濃度は平均0.63w/v%(0.59~0.68w/v%)であった。酵母を添加しなかった試験区からエタノールは検出されなかった。

HEMFは、リボース及びアミノ酸を含み、酵母で発酵させた試験区からのみ検出された(表1)。また、グルタミン酸ナトリウムを添加した試料が、最も高い濃度(20.8mg/L)でHEMFを含んでいた。ガラクトースを用いたすべての試験区からHEMFは検出されなかった。

なお、200mMリボース・グルタミン酸ナトリウム液を0.22μmフィルターで除菌したものを用いて同様の試験を行ったところ、酵母で発酵させた試験区からは、0.72w/v%の濃度でエタノールが検出されたが、HEMFは検出されなかった。

表1 加熱した糖・アミノ酸液を加えたYPD培地でのHEMFの生成

| アミノ酸 | HEMF 濃度 mg/L |
|------|-----------------|
| | リボース+酵母 |
| Ala | 5.40 |
| Glu | 20.81 |
| Gly | 4.77 |
| His | 3.16 |
| Lys | 6.84 |
| Orn | 2.06 |
| Pro | 2.44 |
| Ser | 3.29 |
| Thr | 2.70 |
| Val | 6.19 |
| None | nd |

加熱した糖・アミノ酸液を用いて調製した単純培地に酵母を1×10⁷Cells/mLの濃度で植菌し30°Cで9日間放置した。

nd:不検出

3.1.2 糖・アミノ酸濃度及び加熱時間のHEMF生成への影響

リボース・グルタミン酸ナトリウム液を20、50、100、150、そして、200mMの濃度で調製し、121°Cで15分間滅菌したのものを用いて発酵試験を行った。結果を表2に示す。濃度の上昇によって、加熱後の糖・アミノ酸液の色

は無色から赤色に変化した。HEMFは糖・アミノ酸液の濃度が100mM以上で生成した。そして、糖・アミノ酸液の濃度が100mMから200mMに上昇すると、HEMFの濃度は約8倍の値を示した。

1 mL の200mMリボース・グルタミン酸ナトリウム液を12mLスクリーキャップ付試験管に入れ、ヘッドガスを炭酸ガスを吹きつけることにより置換した。そして、キャップをかたく締め、ヒートブロック (DTU-2C, TITEC Co. Ltd.)により120℃で0~4時間加熱し、流水中で急冷した後、発酵試験に供した。

エタノール及びHDMFは、それぞれ、0.65~0.70w/v%、1.3~1.9mg/Lの濃度ですべての試料で検出された。HEMFは無加熱の試料からは検出できなかったが、加熱したすべての試料から検出された。また、加熱時間30分で約20mg/Lまで増加したが、2時間以上の加熱で減少した。加熱時間4時間で、その濃度は最大値の約3分の1になった (図1)。

表2 HEMF生成へのリボース・グルタミン酸ナトリウム濃度の影響

| 基質濃度 mM | 色 | HEMF 濃度 mg/L |
|------------|--------------|-----------------|
| 0 | None | nd |
| 20 | None | nd |
| 50 | Light Yellow | nd |
| 100 | Yellow | 2.62 |
| 150 | Amber | 6.87 |
| 200 | Red | 20.81 |

糖及びアミノ酸液の濃度を0~200mMの濃度に調製した。この糖・アミノ酸液を加熱し、これをも用いて調製した単純培地に酵母を 1×10^7 Cells/mLの濃度で植菌し30℃で9日間放置した。
nd:不検出

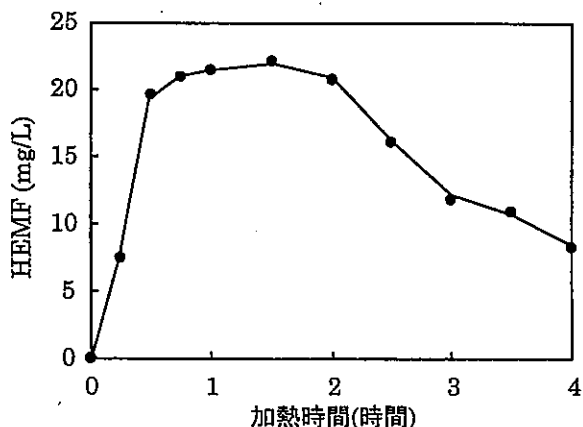


図1 HEMF生成への糖・アミノ酸液加熱時間の影響

0~4時間加熱した糖・アミノ酸液を用いて調製した単純培地に酵母を 1×10^7 Cells/mLの濃度で植菌し30℃で9日間放置した。
nd:不検出

3.2 麦味噌の酵母発酵によるHEMF生成試験

3.2.1 熟成麦味噌の酵母発酵によるHEMF生成

麴歩合10及び20で調製し15℃、20℃、30℃、37℃で熟成させた麦味噌 (1仕込み当たり1kg) に、酵母 *Zygosaccharomyces rouxii* MH-1を 1×10^6 cells/gになるように加えて、30℃で2週間発酵させた。熟成期間は、0 (Initial)、1、2、3、4週間とした。

HEMFは、酵母で発酵させたすべての麦味噌から検出された。図2に、味噌の熟成期間と、熟成・発酵によって生成したHEMFの濃度を示す。

発酵させた麦味噌において、15℃、20℃で熟成させた麦味噌と30℃、37℃で熟成させたものとは生成挙動が大きく異なった。

麴歩合10の味噌では、30、37℃で熟成させた場合、熟成1週間目の味噌が発酵後最も高い濃度のHEMFを生成し、その後は熟成が長くなるにつれて、生成量は減少した。また、麴歩合20の味噌では、30℃で熟成させた場合熟成3~4週間目の味噌が、37℃で熟成させた場合熟成2週間目の味噌が、最も高い濃度のHEMFを生成した。その増減は、熟成温度が高い程顕著であった。

15℃及び20℃で熟成させた場合、発酵後のHEMF濃度は熟成期間を通してほぼ一定の値を示した。

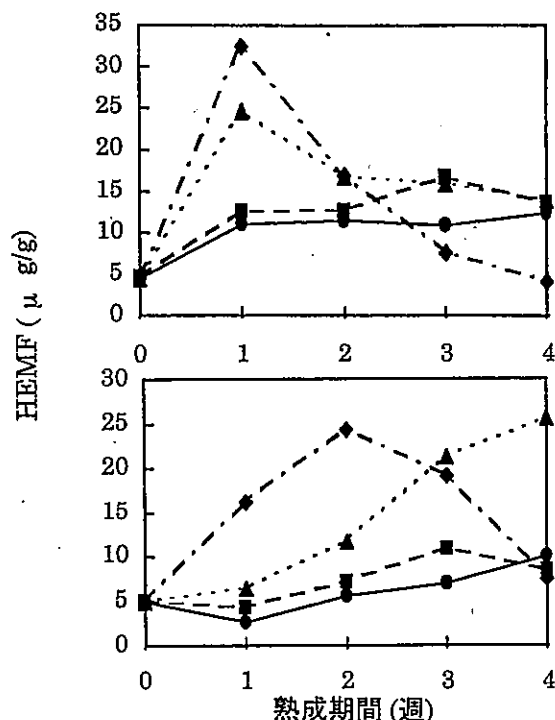


図2 熟成麦味噌の酵母発酵によるHEMF生成

麴歩合10 (A)及び20(B)で調製した麦味噌を15 (●), 20 (■), 30 (▲)そして、37℃ (◆)で0~4週間熟成させた後、発酵を促すために酵母を添加して30℃で2週間放置した。

3.2.2 麦味噌の中間プラント仕込み試験

麴歩合10及び20で調製した麦味噌 (1仕込み当たり40kg) に、 1×10^5 cells/gになるように酵母を添加し、

30℃で5週間熟成発酵を行わせた。天地返しは、それぞれの麹歩合でHEMF生成量が多くなる熟成期間に合わせて、仕込み1週間目(麹歩合10)及び3週間目(麹歩合20)に行った。比較のため、天地返しを行わなかった麦味噌、酵母を添加せず天地返しも行わなかった麦味噌も調製した。

これらの麦味噌に含まれるHEMF量を表3に示す。試料は仕込み麦味噌の中央部から採取した。

酵母を添加しなかった麦味噌からは、エタノール及びHEMFは検出できなかった。

酵母を添加した麦味噌では、エタノールが1%w/w以上生成していた。また、天地返しを行った麦味噌では、行わなかったものの2.0倍(麹歩合10)及び1.4倍(麹歩合20)のエタノールを含んでおり、天地返しによって酵母の活性化が行われたことを示していた。

HEMFについては、天地返しを行った麦味噌に21~36mg/kg含まれていた。その量は天地返ししていない麦味噌のそれぞれ2.2倍(麹歩合10)及び1.7倍(麹歩合20)であり、いずれも酵母の活性化によるエタノールの増加率より高い値を示した。

表3 天地返しによる味噌のHEMF増強試験(中間プラントスケール)

| 麹歩合 | 仕込み条件 | エタノール w/w% | HEMF mg/kg |
|-----|--------------|---------------|---------------|
| 10 | 酵母無添加 | nd | nd |
| | 酵母添加 | 1.21 | 9.57 |
| | 酵母添加、及び、天地返し | 2.39 | 21.36 |
| 20 | 酵母無添加 | nd | nd |
| | 酵母添加 | 1.12 | 21.47 |
| | 酵母添加、及び、天地返し | 1.56 | 36.16 |

麦味噌を麹歩合10及び20で調製し、これに酵母を 1×10^6 cells/mLの濃度で接種した。仕込み後2週間後(麹歩合10)及び3週間後(麹歩合20)に天地返しを行い、更に2週間放置した。対象として、酵母無添加区及び酵母添加のみを行った試験区も同様に試験した。
nd:不検出

3.3 醤油もろみの酵母発酵によるHEMF生成試験

3.3.1 熟成した醤油もろみから調整した清澄液の酵母発酵によるHEMFの生成

醤油もろみを20、30そして37℃で35日間熟成させた。そして、これを定期的に採取し、そのろ過液のエタノール、及び、HEMFを分析した。結果を表4に示す。

エタノールは熟成14日目まではすべての試験区で検出されなかったが、その後、生成していた。これは醤油もろみに混入した耐塩性酵母のアルコール発酵によるものと思われる。生成濃度は熟成温度によって異なり、30℃で35日間熟成させた醤油もろみではもっとも高い濃度(7.8g/L)で検出された。

HEMFは混入した酵母のアルコール発酵によりエタノールが生成した試料から検出された。その発酵が強く生じた30℃で35日間熟成させた試験区では20mg/L以上の濃度で生成していたがその他の試験区では2mg/L以下の濃度でしか生成しなかった。

これらの醤油もろみから、遠心分離(3000rpm, 15min)

及び0.22μフィルター処理により、除菌した清澄液を得た。この清澄液1mLに耐塩性酵母Zygosaccharomyces rouxii MH-1を 1×10^7 cells/mLになるように植菌し、30℃で14日間発酵させた。そして、エタノール及びHEMFを分析した。対照として、酵母を植菌しない試験区も調製し同様の試験を行った。

エタノールは4日以上熟成させた試験区を発酵するとほぼ10~20g/Lの範囲でほぼ一定の値をとった。調整直後の醤油もろみから調整した清澄液を発酵させたときは、低い濃度でしか生成しなかったが、これは、麹酵素による分解が進んでおらず、酵母の生育に必要な糖などの栄養源が少なかったためと思われる。酵母の植菌なしに放置した試験区からは、エタノールは7.4g/L以下の低い濃度で検出され、これらの濃度は、発酵前の濃度とほぼ同じであった。(図3)

表4 熟成させた醤油もろみのエタノール及びHEMF濃度

| 熟成期間 (日) | エタノール g/L | | | HEMF mg/L | | |
|-------------|--------------|-----|-----|--------------|-------|------|
| | 20℃ | 30℃ | 37℃ | 20℃ | 30℃ | 37℃ |
| 0 | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| 4 | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| 7 | nd | nd | nd | nd | nd | nd |
| 14 | nd | 1.6 | nd | nd | 0.19 | nd |
| 21 | 0.4 | 4.0 | nd | nd | 1.61 | nd |
| 28 | 1.6 | 6.2 | nd | nd | 21.51 | nd |
| 35 | 3.8 | 7.8 | 0.1 | 1.79 | 28.96 | 0.62 |

醤油もろみを常法にて調製し、20,30,そして、37℃で35日間熟成させた。

nd:不検出

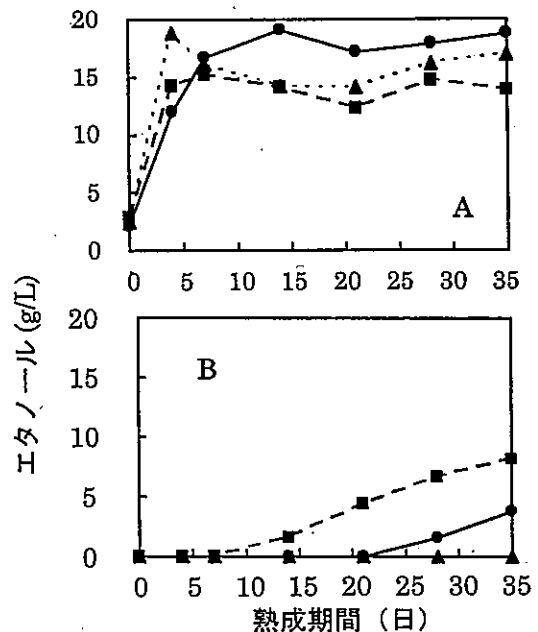


図3 熟成した醤油もろみ清澄液の酵母発酵によるエタノール生成

20(●)、30(■)、そして、37℃(▲)で熟成させた醤油もろみから調製した清澄液に酵母を加え、30℃で14日間放置した(A)。対照として、酵母を添加しない試験区も調製し同様の試験を行った(B)。

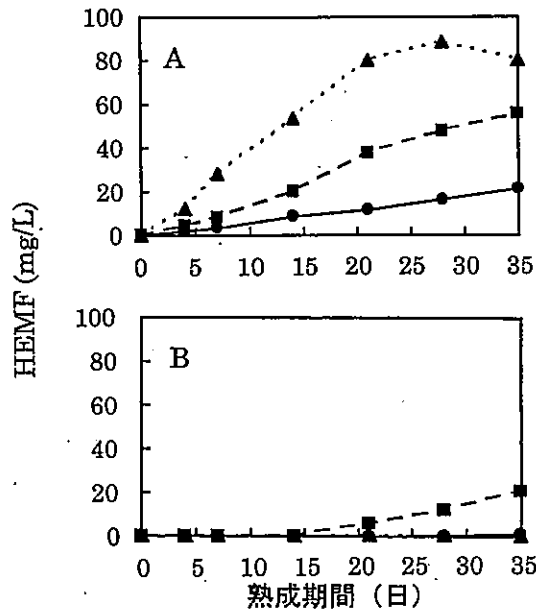


図4 熟成した醤油もろみ清澄液の酵母発酵によるHEMFの生成

●: 20°C、■: 30°C、▲: 37°C
試験区は図3脚注のとおり

HEMFは、酵母発酵を行った試料では、熟成温度が高くその期間が長くなるほど高い濃度で検出された。37°Cで熟成させた試験区では、28日以上熟成で、HEMFの生成量が安定する傾向が見られた。酵母の植菌なしに放置した試料では、発酵させた試料及び発酵前の試料に比べて低い濃度でしか検出されなかった。(図4)

3.3.2 熟成させた醤油もろみの発酵試験

調整した醤油もろみを30°Cで2週間熟成させた後、酵母を 1×10^6 cells/mLになるように添加して3週間発酵させた(総熟成発酵期間35日間)。対照として、醤油もろみの調整直後に同様の条件で酵母を添加し、3週間発酵させた試料も作製した。これらの試料の発酵前及び終了後のエタノール、及び、HEMF濃度を表5に示す。

発酵によってエタノール及びHEMFの濃度は増加した。発酵後の試料について、エタノールは、熟成の有無に関

表5 酵母発酵によるHEMF生成への醤油もろみの熟成の影響

| 熟成期間 | 発酵期間 | エタノール (g/L) | HEMF (mg/L) |
|------|------|-------------|-------------|
| 0週間 | 0週間 | nd | nd |
| | 3週間 | 18.7 | 18.5 |
| 2週間 | 0週間 | nd | nd |
| | 3週間 | 15.5 | 63.2 |

30°Cで0、2週間熟成させた醤油もろみに酵母を 1×10^6 cells/mLの濃度で植菌し0、3週間発酵させた。
nd:不検出

わらず、ほぼ同様の濃度で生成していたが、HEMFの濃度はこれによって大きく異なった。熟成させた醤油もろみを酵母発酵させたとき、HEMFは、熟成しなかった醤油もろみの3.4倍の濃度で生成していた。

4. 考 察

4.1 HEMFの生成機構

筆者らは、熟成して着色した味噌や醤油もろみ、そして、濃色の麦汁を酵母で発酵させたときにHEMFが高い濃度で生成することを見出し、HEMFの前駆体の存在とその生成に味噌や醤油、麦汁の着色反応であるメイラード反応が関与していることを示唆する結果を得ていた^{3, 8, 9)}。そこで、メイラード反応のHEMF生成への関与とアミノ酸の種類による同化合物の生成についての知見を得るために、10種類のアミノ酸とリボース(ペントース)、ガラクトース(ヘキソース)を組み合わせて複数種類の糖・アミノ酸液を調製し、加熱滅菌・冷却の後、YPD培地を加えて酵母で発酵させた(3.1.1)。

ペントース・アミノ酸の加熱によりメイラード反応を生じた試料からHEMFがそれぞれ顕著に生成していたが、メイラード反応を生じなかった試料からはいずれの化合物も顕著には生成しなかった。酵母発酵はHEMFの生成に不可欠であった。HEMFの生成挙動から、メイラード反応生成物が酵母によってこの化合物に変換されるHEMFの生成経路が明らかになった。Sasakiら¹⁰⁾は、複数のペントース・リン酸エステル及び炭素数7のヘドヘブチロース7リン酸を醤油麹汁培地に加えて酵母で発酵させるとHEMFが高い濃度で生成することを報告している。糖リン酸エステルは反応性に富み、常温でもHEMFの前駆体となるメイラード反応中間体を容易に生成するのかもしれない。

また、試験に供したアミノ酸の中でグルタミン酸ナトリウムを加えた発酵試料から、最も高い濃度でHEMFが検出された。これは、当アミノ酸と糖とのメイラード反応によって高い濃度の前駆体が生成したからと思われる。

次に、リボース・グルタミン酸ナトリウム液を用いてHEMF生成への糖・アミノ酸濃度及び加熱時間の影響を調べた(3.1.2)。加熱時間の検討においては、他の実験で使用したオートクレーブでの加熱滅菌では昇降温時間の影響が考えられるので、ヒートブロックを用いて炭酸ガス置換した密閉容器内で加熱し、流水により急速に冷却してから試験に供した。

リボース・グルタミン酸ナトリウム液の加熱着色は、100mMを越えると濃度の増加に伴い急激に進行したが、発酵後のHEMFも、強い着色が見られた糖・アミノ酸濃度100mM以上の試料で検出され、その生成量は糖・アミノ酸液の濃度に対して指数的に増加した。このことはメイラード反応生成物からのHEMFの生成経路の存在を支持している。また、加熱時間が長くなると着色が進行し、

それに伴ってHEMFの発酵生成も増加したが、2時間以上の加熱でその生成量は急激に減少したことから、前駆体はメイラード反応初期の中間体と考えられる。

Blankら¹³⁾は、メイラード反応の初期に生成する炭素数5の1-deoxydiketoseがストレッカー反応によって生じたアセトアルデヒドと結合し、環化・還元されてHEMFが生じる生成機構を提案している。1-deoxydiketoseは糖と構造が似ており、糖と同じ経路で酵母細胞内に取り込まれると思われる。酵母細胞内ではアセトアルデヒドやアセチルCoAが存在しており、酵母はその結合反応や環化還元反応を触媒しているのではないだろうか。これらのことから、酵母によるHEMFの生合成経路を図5のように提案した。ペントースから生じる炭素数5の同化合物はアマドリ化合物のケト型から生成する2,3-エンジオールの脱窒反応によって生成する。加藤ら¹⁴⁾は、火入醤油中で、アマドリ化合物のエノール型から同様の反応で生成する3-deoxydiketoseが空気との接触なしに増加し、その後、減少することを報告している。これは、メイラード反応の進行によるものであるが、生成及び化学構造の類似性から1-deoxydiketoseも同様に経時変化するのはのではないかとと思われる。

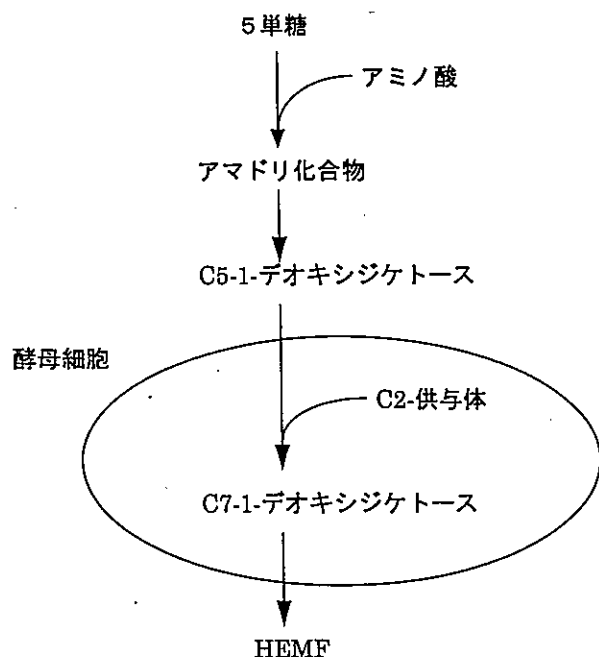


図5 酵母発酵によるHEMFの生成機構

4.2 麦味噌でのHEMF生成機構とその増強・コントロール技術

麦味噌に発酵に十分な量の酵母を添加し、これを好条件で速やかに発酵させたとき、HEMFの生成量は、熟成温度や期間によって大きく影響を受けた(3.2.1)。ほとんど色の変わらなかった低温で熟成させた味噌からはHEMFは低い濃度でしか検出されなかったのに対し、30℃以上で熟成させ着色した味噌からは発酵後高い濃度のHEMFが検出された。そして、その濃度は、着色の進行と

共に高くなり、その後、減少した。これは、熟成中に酵素分解によって生成する糖やアミノ酸がメイラード反応を進行させ、そのとき生成したHEMF前駆体の量が、酵母発酵によるHEMF生成量を律しているからと考えられる。すなわち、単純培地の酵母発酵試験で明らかにしたHEMFの生成機構によって、味噌中でHEMFが生成することを示している。

また、麹歩合10の麦味噌では、30℃及び37℃のいずれの熟成温度でも、前駆体の量が最も多くなるのは、熟成1週間目であった。麹歩合20では、熟成温度30℃で3週間目以降、37℃で2週間目に、前駆体の量が最大になった。これらのことは、麹歩合20と麹歩合10では、糖・アミノ酸の基質となる澱粉やたん白質の含量やそれを分解する酵素量が異なり、糖・アミノ酸の生成挙動とメイラード反応の進行が影響をうけ、よって前駆体の生成挙動が変化するためと思われる。

天地返しは、味噌の熟成を均一に行うために成される伝統的な製造工程である。また、この工程により、酵母や乳酸菌に酸素及び栄養成分が供給され、微弱になっていたそれらの微生物による発酵が熟成発酵工程の途中で再活性化される。本研究の結果(3.2.2)は、この活性化をHEMF前駆体の濃度が高くなる時期に行うことによって、麦味噌のHEMFを増強することが可能であることを示していた。

4.3 醤油もろみでのHEMF生成機構

メイラード反応は時間と共に進行し、反応温度が高い程その進行は早い。本研究(3.3.1)において、醤油もろみの熟成温度が高い程、熟成期間が長い程、発酵後のフランノン化合物の濃度が高くなったのは、醤油のフランノン化合物の生成についても、提案している生成機構が適応されることを示している。佐々木ら¹⁵⁾は、HEMFの前駆体として醤油もろみからキシロース-5-リン酸を見いだしているが、この化合物も糖と同様にメイラード反応を生じる。醤油もろみでは、糖や糖リン酸が遊離アミノ酸またはアミノ酸残基とメイラード反応を生じ、HEMFの前駆体が生成され、これを酵母がHEMFに変換していると考えられる。

この醤油もろみでのHEMFの生成機構に基づいて、熟成期間の異なる醤油もろみを酵母で発酵させることにより、HEMF濃度の異なるもろみを調製することができた(3.3.2)。また、その結果は、予想通りに、熟成した醤油もろみを酵母で発酵させるとフランノン化合物の濃度が高い醤油もろみを得ることができるというものであった。

実際の醤油醸造においても、耐塩性酵母の添加は醤油乳酸菌の働きにより、もろみのpHが5.1~5.2に降下したときに行われる。従来は添加時のpHがこれから外れると微生物の働きのバランスが崩れ、風味の劣化が生じるとされていた。

本研究の結果は、フランノン化合物の生成という点か

らも、最適の酵母添加時期があることを示すと共に、熟成・発酵時の温度経過や酵母の添加時期を変えることによって、醤油もろみのフランノン化合物濃度を制御することができる可能性を示している。

5. まとめ

本研究によって、メイラード反応中間体である前駆体が酵母によって変換されるフランノン化合物HEMFの生合成機構が明らかになった。また、麦味噌、並びに醤油でのHEMF生成に解明した生成機構が適用でき、熟成による前駆体の蓄積と酵母の活性化によってこれらの化合物を増強・コントロールすることが可能であることを示した。

謝 辞

この研究を行うにあたり、多大な御指導をいただきました生命工学工業技術研究所 栗山 博 企画室長、崇城大学応用微生物工学科 大庭理一郎 教授、九州東海大学バイオサイエンス学科 小林弘昌 教授、熊本企業化支援センター 門松弘志 専務理事、共同研究者として中核技術開発事業の推進に御協力をいただきました北海道立食品加工研究所及び国際醸造蒸留酒研究センター (Edinburgh, UK) の研究員の皆さん、応用技術開発事業で御協力いただきました(株)山内本店、フンドーダイ(株)の皆さんに御礼申し上げます。

本研究は、国際技術創造研究事業(中小企業庁)、並びに、中小企業技術開発産学官連携促進事業(中小企業庁)による国庫補助を受けて実施しました。

文 献

- 1) U A Huber. "Homofuraneol, a powerful tool to prepare and improve sophisticated high quality flavors". *Perfume and flavor*. Vol.17, p.15-19, 1992
- 2) N Nunomura, M Sasaki, Y Aso, and Y Yokotsuka. "Isolation and identification of HEMF as a flavour component in Shoyu". *Agri. Biol. Chem.* Vol.40, p.491-495, 1976
- 3) Y Hayashida, K Nishimura and J C Slaughter. "The importance of the furanones HDMF and HEMF in flavour profile of Japanese barley miso and their production during fermentation". *J. Sci. Food Agric.* Vol.78, p.88-94, 1998
- 4) S Sakuma, K Kobayashi, T Tayama and H Yokoyama. "Formation of sweet flavor compounds during fermentation". *J. Am. Soc. Brew. Chem.*, Vol.54, p.37-40, 1996
- 5) M Preininger and W Grosch. "Evaluation of key odorants of the neutral volatiles of emmentaler cheese by the calculation of odour activity values". *Levensm. Wiss. Technol.* Vol.27, p.237-244, 1994
- 6) T Koga, K Mori and T Matsudo. "Antioxidant behaviours of HDMF and HEMF against lipid peroxidation". *J. Agric. Food Chem.* Vol.46, p.946, 1998
- 7) A Nagahara, H Benjamin, J Storkson, J Krewson, K Sseng. W Liu and M W Pariza, "Inhibition of benzopyrene-induced mouse forestomach neoplasia by a principal flavor component of Japanese-style fermented soy sauce". *CANCER RESEARCH*. Vol.52, p.1754-1956, 1992
- 8) Y Hayashida, K Nishimura and J C Slaughter. "The influence of mash pre-aging on the development of the flavour-active compound, HEMF, during soy sauce fermentation". *In. J. Food Sci. Tech.* Vol.32, p.11-14, 1997
- 9) Y Hayashida and J C Slaughter. "Biosynthesis of flavour-active furanones by *Saccharomyces cerevisiae* during fermentation depends on the malt type used in medium preparation". *Biotechnology Letters*. Vol.19, p.429-431, 1997
- 10) M Sasaki, N Nunomura and T Matsudo, "Biosynthesis of HEMF by yeast". *J. Agric. Food Chem.* Vol.39, p.934-938, 1991
- 11) I Blank and L B Fay. "Formation of HDMF and HEMF through Maillard reaction based on pentose sugars". *J. Agric. Food Chem.* Vol.44, p.531-536, 1996
- 12) 加藤博通, 桜井芳人. "大豆製品の褐変機構に関する研究". *農化*, Vol.36, p.131-137, 1962
- 13) M Sasaki. "Isolation and identification of the precursor of HEMF from isolated soy bean protein and Shoyu". *J. Agric. Food Chem.*, Vol.44, p.230-235, 1996

焼酎製造の低コスト化と品質向上に関する研究

中川 優*・西村 賢了*

Improvement of *Shochu* making process with low-cost and *Shochu* making with high quality.

Masaru NAKAGAWA* and Kenryo NISHIMURA*

焼酎業界が抱える製造コスト問題を解決するため、一次仕込みに使用する水量を増加させた仕込み（低濃度仕込み）と原料米の7割～8割を使用する二次仕込みに低価格米を使用した液化仕込みによる小仕込み試験及び実用化を考慮した中間規模仕込み試験を行った。液化仕込みに低価格米を使用した場合でも、アルコールの収得、香気成分の生成量の増加が認められ、酒質も向上した。特に液化仕込みに現在焼酎製造に使用されている原料米（加工利用米）の4割程度の価格の低価格米（特上白糠）を使用した場合が最も効果的で市販に値する酒質を得ることができた。

これらの結果から、一次仕込みに低濃度仕込みと二次仕込みに低価格米を使用した液化仕込みを行うことにより、酒質を維持しながらも製造コストを削減できる可能性が示唆された。

1. はじめに

焼酎業界では、海洋投棄禁止によって新たにかかる蒸留粕陸上処理の経費や、焼酎以外の蒸留酒との税率格差の是正による酒税のアップに伴い、製品価格にこれらの経費を加算せざるをえない状況に直面している。一方、低価格大量販売店の出現により低価格販売にも対応していかなければならず、製造コスト削減のための技術的な支援が工業技術センターに要望されていた。この支援策として、一次仕込みに使用する水の量を増加させた仕込み（低濃度仕込み）と原料米の7割～8割を使用する二次仕込みに低価格米を使用した液化仕込みを組み合わせることにより、原料コストを抑え、かつ品質を維持あるいは向上できる新規製造工程の開発を目標に研究を行った。

2. 実験材料及び方法

2.1 使用菌株

種麴には、焼酎用白麴菌 (*Aspergillus kawachii*, 河内源一郎商店) を使用し、焼酎の発酵には球磨地方で最も多く焼酎製造に使用されている焼酎用酵母であるKF3 (*Saccharomyces sereviciae*)¹⁾ を使用した。

2.2 原料米

麴用原料米には一般的に焼酎製造に使用されている加工利用米（破碎精米）を使用した。液化仕込みを行う二次仕込みの主原料米は、加工利用米（150円/kg）

と低価格米として未熟米を約50%含んだ特定米穀（100円/kg）を使用した。白糠については一般成分の分析を行い、その結果から特上白糠（60円/kg）を使用した。

2.3 酵素剤

二次仕込みでは液化仕込み用として市販されている酵素で、至適pHが5.0～9.0、至適温度60～65℃の粗精製 α -アミラーゼであるスミチームBA-8（新日本化学工業(株)製、協和化成(株)取扱）を使用した。

また、液化処理中の処理液の高粘性や二次仕込み発酵初期のもろみの高泡を防止するための試験では、清酒製造で補助酵素として利用され、至適pH及び温度がともにスミチームBA-8と同領域である市販のセルラーゼ系酵素であるスミチームAC（新日本化学工業(株)製、協和化成(株)取扱）を使用した。

2.4 製麴

製麴には、小型自動製麴機（藤原醸機産業(株)）を使用した。麴は製麴開始から44～46時間で出麴とし、仕込みに使用するまで-20℃で凍結保存を行った。

2.5 酒母

仕込みに使用する酵母の培養には、Brix10に調整した麴汁液体培地²⁾を使用し、酵母を一白金植菌後、25℃で静置培養したものを酒母とした。

2.6 仕込み試験

2.6.1 小仕込み試験

焼酎は一次仕込み及び二次仕込みと2段階の発酵を経て製造される。一次仕込みには前報³⁾で報告した低濃度仕込み（通常の汲み水量が原料米に対して120%であるのに対し、使用する汲み水量を160、200%と増加させた仕込み）を行い、二次仕込みには原料米に α -

* 微生物応用部

アミラーゼを作用させた液化原料を使用し、表1に示した仕込み配合で発酵試験を行った。

表1 小仕込み試験の仕込み配合

| 一次汲水歩合 | 一次仕込み | | 二次仕込み | | 合計 | |
|--------|---------|----------|---------|----------|---------|----------|
| | 原料米 (g) | 汲み水 (ml) | 原料米 (g) | 汲み水 (ml) | 原料米 (g) | 汲み水 (ml) |
| 120% | 102.0 | 122.4 | 255.1 | 466.8 | 357.1 | 589.2 |
| 160% | 102.0 | 163.2 | 255.1 | 426.0 | 357.1 | 589.2 |
| 200% | 102.0 | 204.0 | 255.1 | 385.2 | 357.1 | 589.2 |

使用原料米：加工利用米、特定米穀、特上白糠
 総汲水歩合：165%
 麹歩合：40%

また、一次仕込みにおける酵母の添加菌数は、汲み水歩合120%の場合、一次仕込みの汲み水に対して 5×10^5 個/ml（製造場の平均値）となるように酒母を添加し、汲み水歩合が160%及び200%の場合は初発総菌数を同数にするため、汲み水歩合120%と同量の酒母を添加した。

二次仕込みでは、原料米を酵素処理する液化仕込みにより発酵を行った。原料米の液化処理は、40℃に調整した恒温水槽内に二次仕込みに必要な汲み水を張り込んだガラスビーカーを置き、液化酵素を0.045g/原料米100gとなるよう添加し、よくかくはんを行った。次に、酵素液をよくかくはんしながら二次掛用原料米を徐々に原料米を投入し全体が40℃で安定するまで（約15分程度）かくはんした。その後、品温を液化温度である60℃に昇温し、1時間かくはんしながら液化を行った。液化終了後は殺菌のため85℃まで急速に昇温し、30分かくはん後急冷し二次仕込みに使用した。

二次仕込みは、発酵容器（三角フラスコ）に一次もろみと液化原料米を投入し、25℃で発酵を行った。

発酵の指標として一次仕込み、二次仕込みともにもろみの重量減少量を経時的に測定し、発酵が終了した二次もろみは、直ちに前報²⁾で使用した1L規模のガラス製の減圧蒸留装置により蒸留を行い、もろみ量の40%の留出液（焼酎原酒）を得た。

2.6.2 中間規模仕込み試験

実用化を考慮した中間規模での仕込みにより、スケールアップした場合の発酵状態の確認、問題点の把握、実規模製造に向けて焼酎の品質を評価するため、小仕込み試験の結果に基づき、表2の仕込み配合に従ってもろみ総量約70L規模の仕込みを行った。酵母の添加量及び二次仕込みの原料米の液化処理についての手順は小仕込み試験と同様に行ったが、液化処理にはKS型穀類酵素分解装置（KMS-100ST、(株)今野商会）を使用した。

また、発酵中は、最高温度が30℃を超えないように温水及び冷水によりもろみ温度を制御した。発酵が終

了した二次もろみは、直ちに、もろみ張り込み量60~100L規模の蒸留機（V-100U、ケーアイ(株)）で減圧蒸留を行った。

表2 中間規模仕込み試験の仕込み配合

| 一次汲水歩合 | 一次仕込み | | 二次仕込み | | 合計 | |
|--------|----------|---------|----------|---------|----------|---------|
| | 原料米 (kg) | 汲み水 (L) | 原料米 (kg) | 汲み水 (L) | 原料米 (kg) | 汲み水 (L) |
| 120% | 7.1 | 8.5 | 17.9 | 32.8 | 25.0 | 41.3 |
| 160% | 7.1 | 11.4 | 17.9 | 29.9 | 25.0 | 41.3 |
| 200% | 7.1 | 14.2 | 17.9 | 27.1 | 25.0 | 41.3 |

使用原料米：加工利用米、特定米穀、特上白糠
 総汲水歩合：165%
 麹歩合：40%

2.6.3 セルラーゼを併用した液化仕込み試験

特上白糠を使用した液化仕込みにおいて、処理中の原料粘性が高まり液化処理（かくはん及び液化酵素反応）に支障を来す現象や二次仕込み発酵初期に高泡となりもろみが吹き上がる現象が認められたので、原料処理中の高粘性ともろみの物性を改善するためセルラーゼ系酵素を添加した仕込み試験を行った。酵素の添加量は0.01g/原料米100gを1単位とし、1、2、3単位を添加した小仕込み試験を行った。また、続いて中間規模で、酵素量1単位を添加した仕込みを行い、補助酵素を添加したことによる酒質への影響の有無も含めて、原料処理中の高粘性と

二次発酵初期の高泡防止について検証をおこなった。

2.7 分析方法

2.7.1 原料米の分析

原料米は公定法^{3,4)}に従い、高速振動試料粉碎器（TI-100、アドバンテック）を使用し粉碎したものを分析に使用し、特上白糠及び上白糠はそのまま分析に使用した。原料米一般成分及びアンプン価の分析は、国税庁所定分析法⁵⁾に従って行った。但し、タンパク質の分析は、国税庁所定分析法と同様の原理（ケルダール法）に基づいた全窒素分析装置（1035、(株)ケルテック）で行った。

2.7.2 エタノール濃度の測定

もろみを遠心分離（1,000rpm、10min）し、その上澄をメンブレンフィルター（0.45μm）でろ過した。得られたろ液を10倍希釈し、10%v/vイソプロピルアルコール溶液（内部標準溶液）を希釈液1mlに対し0.1mlの割合で加え、よく混和し検体とした。分析カラムはTC-WAX(df=1.0μm、0.53mmI.D.×15m、GL Sciences)を使用し、カラム温度50℃、注入口温度210℃、検出器（FID）温度220℃の条件でガスクロマトグラフ（GC14A、島津製作所）で測定を行った。

2.7.3 低沸点香気成分の分析

低沸点香気成分の分析は、n-アミルアルコールを内

部標準物質として、ヘッドスペースガスクロマトグラフ (HSS-2B-GC14A, 島津製作所) により分析を行った。分析カラムは、DB-WAX (df=0.5 μ m, 0.25mm I.D. \times 30m, J&W SCIENTIFIC) を使用し、50 $^{\circ}$ Cから200 $^{\circ}$ Cまで5 $^{\circ}$ C/minで昇温した。

2.8 経済性の評価

経済性の評価では、実際に人吉地方の製造場を調査し、平均的製造規模である年間生産量100kl (1.8L瓶100,000本) 規模の製造場を設定し、原材料費、光熱費、人件費、製造設備一式の減価償却費 (償却年数10年) を算出し、その積算から焼酎の製造コストを算出した。

なお、製造コスト算出及び評価は中川の経済性評価法⁹⁾を参考に行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 原料米の分析

二次仕込みの液化に使用する目的で加工利用米、低価格米の特定米穀及び比較的安価である白糠3種、合計5種を分析した結果を表3に示す。特上白糠 (a) のデンプン価は加工利用米、特定米穀と比較すると1%程度低い値を示したが、焼酎製造用原料米のデンプン価の一般値である75%をそれぞれ上回った。一方、特上白糠 (b) は一般値に近い値を示したが、上白糠は10%以上も低い値を示した。これら分析結果の脂質、タンパク質の含量と価格から、仕込みには加工利用米、特定米穀、特上白糠 (a) (以降、特上白糠と表現する。) を使用することとした。

表3 原料米の一般成分とデンプン価 (単位: %)

| | (単位: %) | | | | |
|----------|---------|------|---------|---------|------|
| | 加工利用米 | 特定米穀 | 特上白糠(a) | 特上白糠(b) | 上白糠 |
| 水分 | 14.6 | 13.6 | 12.7 | 12.1 | 12.2 |
| 蛋白質 | 5.9 | 7.5 | 9.0 | 10.4 | 12.4 |
| 脂質 | 1.2 | 1.1 | 1.1 | 1.4 | 4.5 |
| 灰分 | 0.5 | 0.5 | 0.6 | 0.7 | 2.3 |
| 炭水化物 | 77.8 | 77.3 | 76.6 | 75.4 | 68.6 |
| デンプン価 | 77.4 | 76.8 | 76.2 | 74.8 | 66.0 |
| 単価(円/kg) | 150 | 100 | 60 | 85 | 65 |

3.2 小仕込み試験

一次仕込みでは、前報⁹⁾の発酵条件に従い汲み水歩合が120、160%の場合は5日後に、200%では発酵が速く4日後に二次仕込みへと移行した。二次仕込みでは、その発酵経過はそれぞれの汲み水歩合で、加工利用米を蒸煮して使用した対照に比べ、液化仕込みの加工利用米、特定米穀、特上白糠ともに開始直後から旺盛に発酵した。一次仕込みの汲み水歩合が120、160、200%ともに同様の傾向を示したので一次仕込みの汲み水歩合160%のときの結果を図1に示す。液化仕込みでは6日後にはもろみ重量減少が緩慢となり8日間

ではほぼ重量の減少は認められなくなったことから発酵期間は8~9日と判断された。

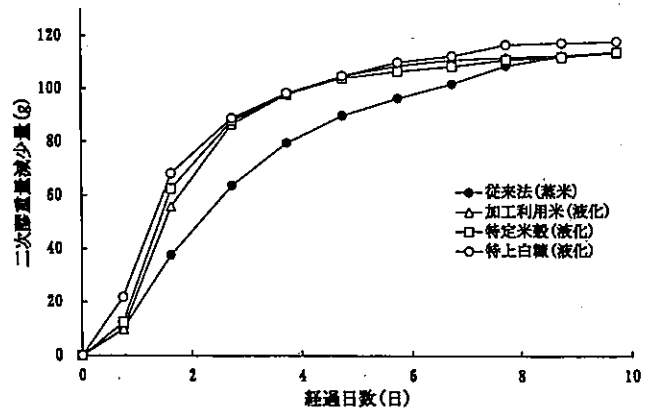


図1 一次汲み水歩合160%の二次仕込み(液化仕込み)の発酵経過

また、8日後のエタノール濃度は加工利用米で18.2%v/v、特定米穀で18.0%v/v、特上白糠で18.8%v/vとなり、これらのことから発酵状態及びエタノール濃度を考慮すると、特上白糠が原料の中では最も液化仕込みに適していると考えられた。

表4 小仕込み試験における製品 (25%v/v) の低沸点香気成分

| 一次汲み水歩合 | 単位(mg/L) | | | |
|-------------|----------|-------|-------|-------|
| | 蒸米(対照) | 液 化 | | |
| | 加工利用米 | 加工利用米 | 特定米穀 | 特上白糠 |
| 120% | | | | |
| n-プロピルアルコール | 142.2 | 148.7 | 138.5 | 158.2 |
| イソブチルアルコール | 131.5 | 133.4 | 135.9 | 137.6 |
| 酢酸イソブチル | 0.5 | 0.4 | 0.6 | 0.6 |
| イソアミルアルコール | 238.6 | 240.9 | 238.7 | 262.1 |
| 酢酸イソアミル | 2.9 | 3.6 | 3.2 | 4.3 |
| カブロン酸エチル | - | - | - | 0.6 |
| 160% | | | | |
| n-プロピルアルコール | 158.4 | 160.1 | 136.9 | 162.5 |
| イソブチルアルコール | 135.1 | 136.6 | 142.3 | 136.3 |
| 酢酸イソブチル | 0.3 | 0.5 | 0.7 | 0.6 |
| イソアミルアルコール | 238.6 | 237.1 | 242.6 | 262.7 |
| 酢酸イソアミル | 3.5 | 3.6 | 4.1 | 4.8 |
| カブロン酸エチル | - | 0.2 | - | 0.6 |
| 200% | | | | |
| n-プロピルアルコール | 160.2 | 162.5 | 155.7 | 178.3 |
| イソブチルアルコール | 128.8 | 129.6 | 133.5 | 124.6 |
| 酢酸イソブチル | 0.5 | 0.5 | 0.6 | 0.7 |
| イソアミルアルコール | 248.2 | 260.2 | 249.7 | 268.6 |
| 酢酸イソアミル | 4.2 | 4.5 | 3.9 | 6.3 |
| カブロン酸エチル | - | 0.4 | - | 0.7 |

-: 不検出

また、上述した終了時点のそれぞれのもろみを蒸留し、エタノール濃度を25%v/vに調整した製品の低沸点香気成分の分析結果を表4に示す。それぞれの汲み水歩合の対照を比較すると汲み水歩合が高くなるにつれて香気成分の生成量が増加している。また、それぞ

れの汲み水歩合において、液化仕込みと対照を比較すると、液化仕込みを行うことにより香氣成分生成量が増加する傾向が認められた。中でも一次汲み水歩合が200%で特上白糠を使用した場合が最も高い値を示し、一次汲み水歩合120%の対照と比べて、香氣成分として特に重要な酢酸イソアミルを約2.2倍生成していた。さらに、特上白糠をした場合は清酒の吟醸香として重要なカブロン酸エチルの生成も認められた。これらの結果から、生成香氣成分量の点でも特上白糠の使用は液化仕込みに有効であると判断された。

3.3 中間規模仕込み試験

小仕込み試験の結果から特上白糠を使用することにより品質を向上できる可能性が示唆されたが、スケールアップした試験で確認するため、小仕込み試験と同じ3種の原料米を使用し70L規模での仕込み試験を行った。発酵は小仕込みとほぼ同様の経過を示し、汲み水歩合120%及び160%の場合は5日間で、汲み水歩合200%の場合は4日間で、それぞれ二次仕込みに移行した。液化原料を使用した二次仕込みでは特に原料による発酵の差異は認められず、発酵はほぼ8日間で終了した。発酵終了後直ちに減圧蒸留を行い、得られた原酒のエタノール濃度を測定し、原料米1kg当たりの純アルコール取得量 (ml, 以降アルコール取得量) を算出した結果を表5に示す。アルコール取得量は一次の汲み水歩合が160%の場合で加工利用米が459.6ml/原料米1kg、特定米穀が458.6ml/原料米1kg、特上白糠が467.8ml/原料米1kgであり、対照の455.1ml/原料米1kgと比較して若干増加していた。特に、特上白糠の試験区は従来の仕込 (一次仕込みの汲み水歩合120%の対照) の取得量452.6ml/原料米1kgと比較すると約3%増加していた。この傾向は一次汲み水歩合200%で液化仕込みを行った場合も同様の傾向が認められた。一次の汲み水を増やすだけでもアルコール取得量は増加するが、二次仕込みに液化仕込みを導入することによりさらに取得量が増加する傾向が確認された。液化仕込みによる取得量の増加は、一次仕込みで使用した麴由来の数種の酵素と液化仕込みで使用した酵素とにより効率的にデンプンが利用されたためと考える。

また、蒸留後の製品の低沸点香氣成分は、小仕込み試験の傾向と同様で、各汲み水歩合の対照を比較すると汲み水歩合が高くなるに連れて香氣生成量が増加し、それぞれの汲み水歩合において液化仕込みと対照を比較すると、液化仕込みにより得られた製品では香氣成分の生成量が増加する傾向が認められた (表5)。また、中間規模でも特上白糠を使用した場合、カブロン酸エチルの生成が認められた。官能的には特定米穀を使用した場合、多少の雑味は感じたが、香氣の balan

スもよくスッキリした製品で市販に耐えうる酒質を有していると判断した。さらに、特上白糠を使用した場合は、香氣も適度に豊かで、スッキリしたまろやかな酒質を得ることができた。

表5 中間規模仕込み試験における製品 (25%v/v) の低沸点香氣成分及びアルコール取得量 単位 (mg/L)

| 一次汲み水歩合120% | 蒸米(対照) | | 液 化 | |
|-----------------|--------|-------|-------|-------|
| | 加工利用米 | 加工利用米 | 特定米穀 | 特上白糠 |
| n-プロピルアルコール | 138.8 | 146.9 | 141.5 | 155.6 |
| イソブチルアルコール | 135.7 | 140.4 | 142.2 | 138.7 |
| 酢酸イソブチル | 0.4 | 0.6 | 0.6 | 0.7 |
| イソアミルアルコール | 239.7 | 248.4 | 242.5 | 258.6 |
| 酢酸イソアミル | 3.2 | 3.9 | 3.5 | 4.6 |
| カブロン酸エチル | — | 0.1 | — | 0.5 |
| 取得量 (ml/原料米1kg) | 452.6 | 455.4 | 453.8 | 459.2 |

| 一次汲み水歩合160% | 蒸米(対照) | | 液 化 | |
|-----------------|--------|-------|-------|-------|
| | 加工利用米 | 加工利用米 | 特定米穀 | 特上白糠 |
| n-プロピルアルコール | 156.8 | 162.3 | 144.9 | 168.3 |
| イソブチルアルコール | 134.0 | 139.8 | 142.3 | 142.6 |
| 酢酸イソブチル | 0.4 | 0.8 | 0.7 | 0.7 |
| イソアミルアルコール | 243.6 | 246.7 | 242.6 | 262.9 |
| 酢酸イソアミル | 3.8 | 5.3 | 4.0 | 5.8 |
| カブロン酸エチル | — | — | — | 0.8 |
| 取得量 (ml/原料米1kg) | 455.1 | 459.6 | 458.6 | 467.8 |

| 一次汲み水歩合200% | 蒸米(対照) | | 液 化 | |
|-----------------|--------|-------|-------|-------|
| | 加工利用米 | 加工利用米 | 特定米穀 | 特上白糠 |
| n-プロピルアルコール | 159.6 | 166.4 | 158.0 | 172.2 |
| イソブチルアルコール | 133.8 | 134.6 | 140.6 | 138.2 |
| 酢酸イソブチル | 0.6 | 0.7 | 0.9 | 0.8 |
| イソアミルアルコール | 252.3 | 268.3 | 248.6 | 272.8 |
| 酢酸イソアミル | 4.4 | 6.1 | 3.9 | 7.6 |
| カブロン酸エチル | — | 0.1 | — | 0.6 |
| 取得量 (ml/原料米1kg) | 458.4 | 461.2 | 459.8 | 468.7 |

—: 不検出

3.4 セルラーゼ系酵素を併用した仕込み試験

液化仕込みに特上白糠を使用した場合、液化処理工程で原料の急速な吸水による液化処理装置内表面 (かくは軸及び処理槽) への高粘性原料の付着により、かくはんが困難になる現象が確認された。また、発酵初期にもろみが高泡となり発酵槽から吹き上がる現象も併せて認められた。これらの防止対策として、セルラーゼ系酵素を液化処理中に補助的に使用した試みを行った。小仕込試験でセルラーゼを0.01g/原料米100gを1単位とし、1、2、3単位の添加試験を行ったところ、液化処理でのかくはんも容易となり、発酵初期の高泡による吹き上がりも防止することができた。また、使用酵素量による大きな差異は認められなかったため、酵素量1単位による中間規模での仕込み試験を行った。得られた製品の低沸点香氣成分 (表6) を比較したところ、セルラーゼ系酵素の使用による香氣の生成には影響がないと判断された。また、官能的にも香氣豊かでスッキリとした酒質は、同酵素を使用していない場合と比べても差異は感じなかった。

表 6 セルラーゼを併用した中間規模液化仕込みでの低沸点香気成分

| 一次汲み水歩合 二次仕込み原料 セルラーゼ添加 | 120 | | 160 | |
|-------------------------------|--------|--------|-------|-------|
| | 蒸米(対照) | 蒸米(対照) | 液 化 | 液 化 |
| | N | N | N | 1 単位 |
| n-プロピルアルコール | 138.8 | 156.8 | 168.3 | 172.9 |
| イソブチルアルコール | 135.7 | 134.0 | 142.6 | 138.7 |
| 酢酸イソブチル | 0.4 | 0.4 | 0.7 | 0.6 |
| イソアミルアルコール | 239.7 | 243.6 | 262.9 | 258.6 |
| 酢酸イソアミル | 3.2 | 3.8 | 5.8 | 6.7 |
| カブロン酸エチル | - | - | 0.8 | 0.6 |

1単位：0.01g/原料米100g, N：蒸米加, -：不検出

3.5 新規製造工程を導入した場合の経済性

焼酎製造に係る経費を試算するため、人吉地方の製造場の調査を行い、その結果に基づき、平均的製造規模である年間生産量（100kl, 25%v/v）規模の製造場を想定した。この製造場の年間の原酒製造量は60kl（41.6%v/v）となり、総原料米は56.6tが必要となる。ここで麴歩合（掛米に対する麴米の割合）を実際の焼酎製造において一般的な40%と設定すると総原料米の内訳はほぼ、麴用原料米16.2t、掛用原料米40.4tと算出される。この40.4tの掛用原料米に一般米である加工利用米（150円/kg）を使用するとその購入価格は6,060,000円となる。本報で述べた低濃度仕込みと液化仕込みを組み合わせた製造方法で特上白糠（60円/kg）を使用するだけでこの原料米費用は2,424,000円となり、掛用原料経費を6割も削減できる。但し、本製造方法を採用した場合、若干ではあるが、液化のための酵素剤（9,900円/年）など新たな経費も必要となる。

想定した製造場での焼酎の製造コストは、原材料費、人件費、製造設備の減価償却費、光熱費をそれぞれ算出し、その積算から年間の焼酎製造コストを算出した。なお、製造経費の積算は中川の経済性評価法⁹⁾を参考とした。算出にあたって原材料費は、原料米、原料処理用（原料米の洗米、浸漬）、仕込水、種麴、容器、キャップ、ラベル等を考慮した。液化仕込みでは、原料米の洗米や浸漬を行わないことから、これらにかかる経費は削除するとともに、液化酵素の費用を追加した。人件費は作業員2名、事務員1名でその賃金単価は250,000円/月・作業員1名、200,000円/月・事務員1名とした。液化仕込みを導入した場合の人件費は、製造期間が従来の18日から最大で12日と2/3に短縮できることを考慮し算出した。製造設備の減価償却費は、蒸煮機、製麴機、発酵槽（一次仕込み用、二次仕込み用）、冷却器、蒸留機、貯蔵槽、ろ過器、瓶詰打栓機、ラベラー、洗瓶機を考慮し、償却期間は10年、年利

3%とした。液化仕込みでは、液化処理装置を新規に導入した場合の減価償却費を算出した。

また、液化仕込みを導入した場合、従来の製造工程で製造を行った場合に比べて製品の取得量が3.3%（一次汲み水歩合120%の蒸米を使用した仕込みと一次汲み水歩合200%の液化仕込みを行った場合の比較）増加するため、液化仕込みを導入した場合はこの取得量を考慮し、原材料費、人件費、光熱費に関しては先述の方法で算出した額に0.967を乗じて算出した。

さらに、想定した製造場での製造期間は6ヶ月で、1ヶ月10回仕込みの総仕込み回数60回と設定し、製造コストを年間生産回数の60回で除することにより仕込み1回分（もろみ量約2,500L規模）の製造コストを算出し比較を行った。

その結果、年間生産量100kl規模の焼酎製造1仕込み当たりの製造コストは530,663円の製造経費が必要となり、これを1.8L瓶の経費に換算すると573円となる（表7）。

表 7 焼酎製造1仕込み（もろみ量2,500L 規模）の製造コストの比較と削減率

| | 原材料費 | 人件費 | 減価償却費 | 光熱費 | 合計 | 1.8L当たり |
|-------------|-----------------------|-----------------------|----------------------|----------------------|---------|---------|
| 従来の製造コスト(円) | 230,717 | 140,000 | 68,513 | 91,433 | 530,663 | 581 |
| 新規製造コスト(円) | 171,600 ^{*)} | 112,817 ^{*)} | 76,133 ^{*)} | 88,416 ^{*)} | 448,966 | 468 |
| コスト削減率(%) | 25.6 | 19.4 | ▲11.1 | 3.3 | 15.4 | 15.4 |

*1：原材料費、人件費、光熱費において製品の取得量の増加（3.3%）を考慮し算出した。

*2：人件費において製造期間（2/3）の短縮を考慮し算出した。

*3：減価償却費においては液化処理装置を新規導入することを考慮し算出した。

一方、本報で述べた低価格米を使用した新規製造工程を導入すると新たに液化処理装置の設備投資と酵素剤とが必要となるが、掛用原料米の経費が6割削減できること、製品の取得歩合が最大で3.3%向上すること、発酵期間の短縮により生産効率が向上することにより、従来の製造方法で製造した場合と同量（100kl）の数量を製造するための経費は448,966円、1.8L当たり485円となり、製造コストを約15%削減できる（表7）。

従って、本報で述べた低価格米を使用した新規製造工程を導入することにより、品質を維持しながら製造経費を約15%削減することが可能である。

4. おわりに

焼酎製造コストの低減化を図るため、一次仕込みに使用する水の量を増加させた仕込み（低濃度仕込み）と原料米の7割～8割を使用する二次仕込みに低価格

米を使用した液化仕込みを組み合わせた小仕込み試験と実用化を考慮した中間規模仕込み試験を行った。

小仕込み試験では、二次仕込みでは原料米を液化処理することによりアルコールの生産性、香気成分の生成量の増加が認められ、酒質も向上し、その分析値から特に特上白糠を使用した場合が最も効果的であった。

実用化を考慮した中間規模仕込み試験では、低価格原料米を使用したにもかかわらず、取得も向上し、香気生成量も十分に官能的にみても市販に値する酒質を得ることができ、小仕込み試験での再現性が得られた。

小仕込み試験、中間規模仕込み試験をとおして、発酵期間も従来の18日から最短で12日と6日間短縮することができた。

特上白糠の液化処理過程で認められた原料液の高粘性や発酵初期の高泡による吹き上がりはセルラーゼ系酵素を併用することにより、その酒質に影響することなく防止することができた。

また、年間生産量100kl規模の焼酎製造1仕込み当たりの製造コストを算出した結果、新規製造方法では、従来の製造コストを約15%削減することができた。

これらの結果から、一次仕込みにおいて低濃度仕込みと二次仕込みにおいて低価格米を使用した液化仕込みを導入することにより、酒質を維持しながらも製造コストを削減できる可能性が示唆された。

謝辞

この研究を行うにあたり、御指導及び御助言を賜りました国税庁醸造研究所（現独立行政法人酒類総合研究所）の荒巻功氏に深謝します。

文献

- 1) 土谷紀美, 中川優, 西村賢了, 木田建次, 園田頼和, 吟醸香気生成能の高い焼酎酵母の育種, 熊本県工業技術センター研究報告, No.31, p37-42, 1993
- 2) 中川優, 西村賢了, 発酵環境の改良による米焼酎香気の改善, 熊本県工業技術センター研究報告, No.36, p.62-65, 1998
- 3) 酒造用原料米全国統一分析法, 酒米研究会, p11, 1996
- 4) 西谷尚道(監修), 第4回改正国税庁所定試験法注解, 東京, (財)日本醸造協会, p307, 1993
- 5) M.SAMI, M.IKEDA, S.YABUUCHI, Evaluation of the Alkaline Methylene Blue Staining Method for Yeast Activity Determination, J.Ferment.Bioeng., Vol.78, p.212-216, 1994.
- 6) 中川優, 第6章返し仕込みによる米焼酎製造プロセスの経済性評価, 蒸留残液を半減させる米焼酎製造プロセスの実用化に関する研究, p63-68, 1998

塗布熱分解プロセスシミュレーション

宮川 隆二*・石松 賢治*

Simulation of Dipping Pyrolysis process

Ryuji MIYAGAWA* and Kenji ISHIMATSU*

センサ等の形成で利用される塗布熱分解法のプロセスシミュレータ開発を目的に、塗布プロセスと仮焼プロセスのシミュレーションを行った。塗布については、基板表面が不均一な場合の膜厚分布、仮焼については、熱分解による膜厚の減少と膜内での分解物質移動を対象に計算した結果、実験と定性的な一致が得られた。揮発が激しい場合の塗布については、塗布過程における大きな粘度増加により、実験と計算結果とのずれが大きくなった。

1. はじめに

塗布熱分解法やゾルーゲル法は、湿式の薄膜形成技術である。金属と有機物の化合物を溶かした溶液をセラミック基板に塗布し、熱分解することで所望の酸化物薄膜を得ることができる^{1,2)}。これらは、半導体の層間絶縁膜SOGの形成や、透明電極膜の形成、強誘電体膜の形成など多方面で利用されている。図1は、塗布熱分解法による酸化物薄膜形成プロセスを示しており、塗布、仮焼、焼成の3つのプロセスから成り立っている。1回の塗布と仮焼で、30nmから100nm程度の薄膜が形成可能で、それ以上の厚さの膜は、塗布と仮焼を繰り返して形成する。ゾルーゲル法では、水蒸気雰囲気中で仮焼を行う必要があるが、塗布熱分解法は空気中で行えるといった特徴がある。反面、塗布熱分解法の仮焼温度は、ゾルーゲル法のそれより高い。近年、利用が拡大している真空成膜プロセスと比較すると、

- (1) 金属成分比を制御しやすい。
 - (2) 大面積、長尺テープ、ワイヤーなど任意形状に成膜できる。
 - (3) 製造設備が安い。
- などの長所がある。逆に短所としては、
- (1) 膜厚制御が難しい。
 - (2) 厚膜形成が難しい。
 - (3) 焼成において500℃以上の高温を必要とする。

などが上げられる。

これまで、塗布熱分解法で作製した薄膜の品質は、真空成膜装置でのそれに劣ると考えられてきた。しかし、 $YBa_2Cu_3O_{7-y}$ 酸化物高温超伝導体薄膜について、真空製膜装置で作製した膜と同等の $10^6 A/cm^2$ 台の電流密度を持つ高品質膜が再現性良く形成されている。また、オール塗布熱分解プロセスにより超伝導体と絶縁体の多層膜を形成した例も報告されている³⁻⁵⁾。これらの報告によって、有機酸塩材料自体の開発と作製プロセスの最適化により、高

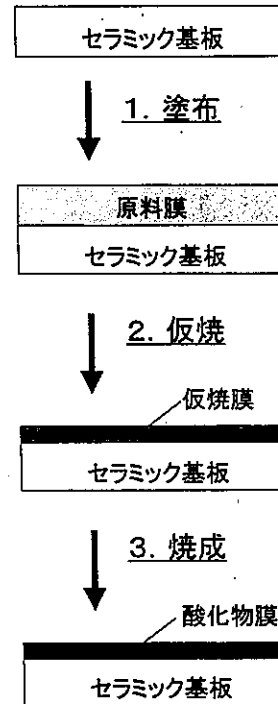


図1 塗布熱分解法成膜プロセス

品質酸化物薄膜が形成可能なプロセスであるとの認識ができてつある。

半導体技術の発展により、フォトリソグラフィ技術に基づく微細加工技術が確立し、比較的簡易な設備でも、薄膜の微細加工が可能になっている。塗布熱分解法による薄膜形成と組み合わせることで、機能性セラミックを利用した付加価値の高いセンサやマイクロアクチュエータが、今後、小規模な企業においても生産可能になるものと考えられる。しかし、近年、ユーザーニーズの多様化と競争のグローバル化により、製造業には少量多品種化、短納期化、低コスト化への対応が求められている。そのため、プロセスシミュレーションによる製造プロセス効率化が不可欠になっているが、塗布熱分解法を対象としたシミュレータは開発されていないのが現状である。

本研究では、塗布熱分解法のプロセスシミュレータ開発を目的に、塗布プロセスの膜厚分布シミュレーション、

* 電子部

仮焼プロセスの膜厚減少および偏析のシミュレーションを実施した。本報では、塗布プロセスのシミュレーションについて詳しく説明する。

2 塗布熱分解プロセス

2.1 塗布プロセス

塗布熱分解法における原料溶液の基板への塗布については、通常は数10Pa・s程度の粘度を持った原料溶液が、ディップ法、スピニング法等で塗布される。塗布状態の評価項目は、塗膜の厚さと膜厚分布である。平坦な基板へのスピニング塗布については、半導体製造におけるレジスト塗布プロセスの報告が多数されており、膜厚決定の主要因は、溶液の粘性、溶剤の揮発速度、回転角速度である⁶⁻⁹⁾。しかし、半導体のようにウェハ全面で1%以下の均一性が要求される場合には、回転角加速度、回転によって生じる気流などの影響が無視できなくなる。さらに、初め1mm程度の膜厚が最終的に1 μ m程度に薄くなり、液体がちぎれて飛び散るなどの大変形を伴うなどの点も無視できない。また、基板端部では液の盛り上がりが生じるため、たとえ平坦な基板であっても、端部の影響が中央に及ぶ程度に小さい基板、角型基板の角部における膜厚分布は非常に複雑である。

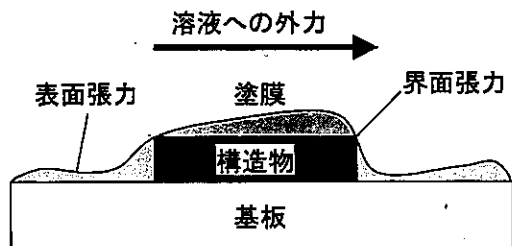


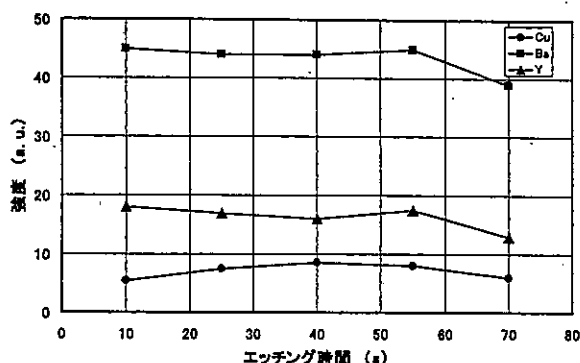
図2 膜厚分布決定要因

センサなどを形成する場合は、塗布する基板にすでに構造物が形成されている場合が少なくないが、この場合の膜厚分布も様々な要因によって決定される¹⁰⁾。図2に構造物がある基板表面における塗膜の様子を模式的に示すように、構造物の形状、構造物や基板との濡れ性、表面張力、更には基板に平行方向の液体に加わる力の向きも膜厚分布に影響する¹¹⁻¹³⁾。構造物の角部などに局部的に膜厚が薄くなる部分ができるため、リーク電流の増大や絶縁破壊電圧の低下をもたらすため、これらを考慮した膜厚分布予測は極めて重要である。

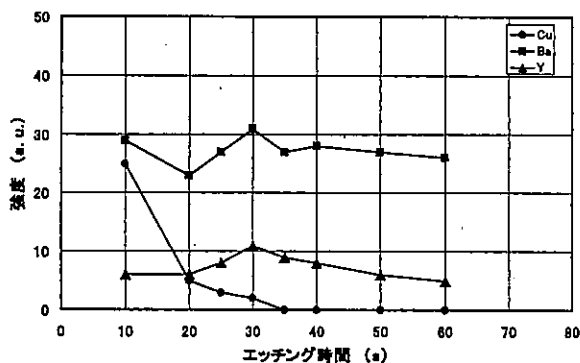
2.2 仮焼プロセス

塗布熱分解法における仮焼工程では、塗布された有機酸塩材料が加熱によって分解し、アモルファス状の酸化膜へ変化する。ミクロに見れば、有機酸塩の熱分解と分解物質の散逸といった非常に複雑な化学反応と物質移動であるが、マクロに見れば単純な膜厚減少過程と見なすことができる。先に塗布プロセスでも述べたように、センサ等の形成においては、膜厚分布が興味ある事柄で

あるので、マクロな膜厚減少がシミュレーションの対象と考えられる。



(a)



(b)

図3 仮焼における偏析例

センサ等の形成では、ひとつの金属元素からなる酸化膜よりも、強誘電体膜のように2つ以上の金属元素からなる酸化膜も多用される。しかし、一般に有機金属酸塩が異なれば、熱分解温度も異なるため、低い温度で最初に分解して酸化膜になった金属元素は、膜内で移動して偏析する場合は生じる。図3は、実際に偏析が生じた例を示している。原料はナフテン酸Y、ナフテン酸Ba、ナフテン酸Cuを1:2:3のモル比で混合した溶液である。仮焼は全て乾燥空気中で行っており、図3の(a)は250°Cで30分間加熱したもの、(b)は250°Cで30分間加熱した後、再度450°Cで30分間加熱したものである。熱分解温度は、ナフテン酸Cuが約200°C、ナフテン酸Yとナフテン酸Baが約350°Cである¹⁴⁾。したがって、加熱温度が250°Cの(a)では、ナフテン酸Cuのみが分解し、分解していないナフテン酸Yとナフテン酸Ba中に一様に分散している状態である。一方、450°Cの加熱を経ている(b)では、すべてのナフテン酸塩が分解している状態で、Cu成分が膜表面に偏析している。つまり、250°Cの加熱でナフテン酸Cuが分解した際にはCuの偏析はまだ起きておらず一様に分散しているが、450°Cの加熱によりナフテン酸Yとナフテン酸Baが分解する際にCuが移動して偏析したことがわかる。Cu移動の駆動力は、膜内応力と考えられる。言うまでもなく、偏析はセンサ等の性能を左右する重要な項目である

ので、膜内応力の観点からの偏析も考慮すべき点である。

2.3 本焼プロセス

本焼においては、アモルファス状の仮焼膜が、化学反応を伴いながら多結晶や単結晶に変化する。現象としては、固相の相転移または反応拡散であるため非常に複雑である。しかし、マクロに見れば、わずかな体積変化があるものの、大きな形状変化は生じないため、センサ等の形成を行う上で、本焼において考慮すべき項目はない。

2.4 シミュレーションの実施

塗布熱分解法の仮想プロセス構築においては、センサ等の形成を念頭におくと、塗布プロセスにおける膜厚分布、仮焼プロセスにおける膜厚減少と偏析を予測できれば実用上問題ないと考えられる。

3.1 モデリング

塗布プロセスでは、粘性流体の運動を考えることになるが、考えるスケールが1mm程度かそれ以下の寸法を扱うため、重力の効果に比べて、表面張力、界面張力、粘性力が支配的になる。また、寸法が小さいため、流体内部での温度こう配は無視することができる。

以上の点を考慮すると以下の3項目を取り入れる必要がある。

- 1) 自由表面を持つ。
- 2) 大変形が生じる。
- 3) 表面張力、界面張力、粘性力が無視できない。

3.2 数値計算

流体シミュレーションを実行するための数値計算法は多数の方法が考えられているが、本テーマでは塗布溶液の大変形も取り扱えるようにすることを考慮して、計算に格子を用いず、質量も保存される粒子法を採用することとする。粒子法は、分子力学のようなマイクロモデルとは若干異なり、流体を連続体として取り扱うマクロモデルに基づく計算法である。粒子法における粒子は、あくまでも計算点であるが、本研究では、計算点としての仮想粒子をより現実に近い粒子として取り扱う。仮想粒子に働く粘性力は、流体中を運動する球状粒子に加わる力として計算され、周囲の仮想粒子の平均速度に対する粒子の相対速度、粒子の半径、粘度に比例する力として与えられる。

3.3 境界条件

本計算における境界は、液体表面及び液体と固体との界面である。液体の表面には表面張力、液体と固体との界面には界面張力と固体壁から応力が働く。通常の数値計算においては、界面の追跡が必要となるが、本計算では、全ての粒子間に張力に相当する引力を与えることで界面追跡を行わないようにする。表面張力に起因する粒子間引力は、粒子の表面エネルギーを、引力の有効距離で除算することで与えられる。なお、固体界面から液体が受ける応力は、固体壁を固定された粒子として取り扱

うことで、粘性力を拡張した力として自動的に取り込まれる。

3.4 計算例

3.4.1 平面への塗布

図4は、平らな面に塗布した場合の解析例を示している。初期状態 (a) から出発し、時間と共に変形していく。(b) は、平らな面と液体のぬれが良い場合で、薄く広がっている。(c) は、ぬれが悪い場合で、初期状態からほとんど広がっていないことがわかる。実際の塗布と比較すると、オクチル酸系の原料溶液の場合、塗布後に空气中に放置した場合と、解析結果との差は小さかった。これは、オクチル酸系溶液は、1日放置しても塗布膜がぬれたような状態が続くことから、塗布後も粘性が変化しないためと考えられる。一方、ナフテン酸系溶液の場合は、計算と実験が大きく異なる結果となった。ナフテン酸系の主溶剤としては、トルエンが使われている。したがって、塗布直後から溶剤が激しく揮発し、液膜が平衡状態になる前に乾燥すると考えられる。

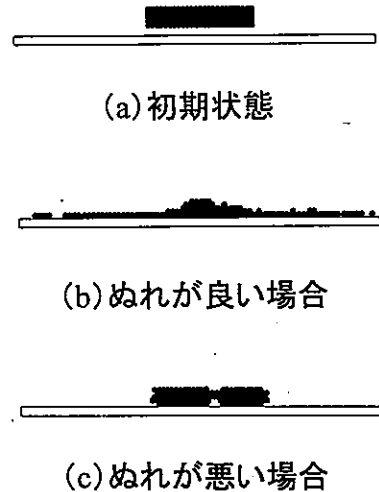


図4 平面への塗布

ディッピングによる塗布においては、液から引き上げた後に、基板は溶剤の飽和蒸気圧下に長時間放置されるので、粘度の時間的増加はほとんどなく、計算と実験の差は小さくなると考えられる。しかし、回転塗布の場合、塗布は大気中で実施され、回転中に数 μm 程度に薄くなることから、揮発による粘度増加の影響が非常に大きく、計算結果と大きな差が生じる。

3.4.2 凹凸のある基板への塗布

図5は、凹凸のある基板に溶液を塗布した場合の解析結果を示している。初期状態としては、表面全体に液膜

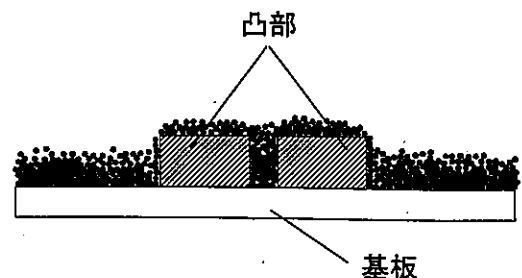


図5 凹凸のある基板への塗布

を一様に落下させるように選んでいる。凸部Aは、液体とのぬれが良いように選択している。凸部の角で塗布膜が非常に薄くなっていることがわかる。

4. まとめ

塗布熱分解プロセスシミュレータの開発を目的に、塗布プロセスと仮焼プロセスのシミュレーションを行った。塗布については、基板表面が不均一な場合の膜厚分布、仮焼については、熱分解による膜厚の減少と膜内での分解物質移動を対象にした。結果として、実験と定性的な一致が得られた。

電子回路の組み立てにおいては、プリント基板への部品はり付けでは、はんだの広がり方などが信頼性に大きな影響を与える¹⁵⁾。溶融したはんだの銅パターン上での形状予測にも本シミュレーションは適用可能である。また、くし型電極を有する雨センサ面では、雨滴の大きさ、雨滴の速度などによって飛散状況が大きく異なる。このような場合にも、本シミュレーションが利用可能である。

半導体分野で完成されたフォトリソグラフィ技術に基づく微細化技術は、マイクロマシンに応用され、医療、化学、生命工学へも利用が拡大しつつある。これらの分野では、粘性や界面張力が支配的になる領域で液体や気体などの流体を制御することが必要である。今回開発した流体シミュレータは、このような目的への利用も可能である。

謝辞

薄膜作製方法や薄膜分析の指導をしていただいた材料開発部末永知子氏、実験と分析の実施において協力をいただいた、熊本大学寺本勝成氏、吉永陵馬氏に深く感謝いたします。

文献

- 1) 中山智弘, 佐藤智司, 袖沢利昭, 野崎文男, 有機酸を用いた金属酸化物の調整, 化学工学論文集, Vol. 21, No. 6, p. 1054-1059, 1995
- 2) 幸塚広光, 作花清夫, ゼルゲル法によるY-Ba-Cu-O系超伝導体の作製, 日本金属学会会報, Vol. 27, No. 10, p. 784-788, 1988
- 3) T. Manabe, W. Kondo, S. Mizuta and T. Kumagai. "Preparation of [110] oriented Ba₂YCu₃O_{7-y}-Ag films on SrTiO₃ (110) by the dipping-pyrolysis process". Physica C. Vol. 201, p. 103-108 (1992)
- 4) T. Kumagai, T. Manabe, W. Kondo, and S. Mizuta. "Applied Physics Letters". Appl. Phys. Lett. Vol. 61, No. 8, p. 988-990 (1992)
- 5) A. P. Malozemoff, S. Annavarapu, L. Fritzeimer, Q. Li, V. Prunier, M. Rupich, C. Thieme, W. Zhang, A. Goyal, M. Paranthaman and D. F. Lee. "Low-cost YBCO coated conductor technology". Supercond. Sci. Technol. Vol. 13, p. 473-476 (2000)
- 6) B. D. Washo. "Rheology and Modeling of the Spin Coating Process". IBM J. RES. DEVELOP. Vol. 21, (2), p. 190-198 (1977)
- 7) 松葉育雄, 松本邦顕, 門田和也, 回転塗布方式によるレジスト塗布膜厚特性解析, 電子通信学会論文誌, Vol. J67-C, No. 1, p. 120-125, 1984
- 8) W. W. Flack, D. S. Soong, A. T. Bell, and D. W. Hess. "A mathematical model for spin coating of polymer resists". J. Appl. Phys. Vol. 56, No. 4, p. 1199-1206 (1984)
- 9) FRANCISCO A. LEON. "Numerical Modeling of Glass Flow and Spin-on Planarization". IEEE TRANSACTIONS ON COMPUTER-AIDED DESIGN. Vol. 7, No. 2, p. 168-173 (1988)
- 10) Loni M. Peurrung David B. Graves. "Spin Coating Over Topography". IEEE TRANSACTIONS ON SEMICONDUCTOR MANUFACTURING, Vol. 6, No. 1, p. 72-76 (1993)
- 11) A. R. Yavari. "A New Method for Determination of Liquid Metals and Alloys". Surface Tension of Liquid Metals and Alloys. Vol. 79, p. 591-594 (1988).
- 12) 李, 高橋勇, 宮田寛, 液滴の形状予測とそれに基づくぬれ張力評価法, 日本機械学会論文集 (B編), Vol. 61, No. 592, p. 4386-4393, 1995
- 13) E. Ethridge, B. Anter and D. Maxwell. "Viscosity Measurement of Highly Viscous Liquids Using Drop Coalescence in Low Gravity". Proc. of 37th AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit. p. 1-9 (1999).
- 14) 熊谷俊弥, 近藤和吉, 横田洋, 南上英博, 水田進, 金属ナフテン酸塩及びアセチルアセトナートの塗布熱分解によるBa₂YCu₃O_{7-δ}超伝導薄膜の合成, Vol. 97, No. 4, p. 454-460, 1989
- 15) R. J. Klein Wassink. "Notes on the Shape of Fused solder Coatings of Metallised holes in Printed Boards". Brazing & Soldering. No. 8, p. 5-7 (1985)

バリ処理技術の開発 —機械部品の高品質化技術—

源島 民雄*・坂本 博宣*・村田 勝*・富重 定三*

Development of Deburring Technology

—Technology for High Quality of Mechanical Parts—

Tamio GENJIMA*, Hironobu SAKAMOTO*, Masaru MURATA* and Sadami TOMISHIGE*

近年、資材や部品の調達グローバル化し、しかもいかに安く高精度のものをタイムリーに求めるかが企業にとっての生き残り戦略のカギにもなってきた。一方、モノづくりの世界では、工作機械や研削・切削工具の高能率化、高精度化、無人化が進められてきたが、これらは加工コストに重点を置いたもので、バリの除去やエッジ品質の向上が重要視されることは少なかった。しかしながら、世界的規模での低価格化が進む中にあるのは、それらに要する費用は決して無視はできない。

そこで、今回の実験では、半導体製造装置の部品に多用されるアルミニウム材の切削加工によって生成されるバリの除去とエッジ（日本語でいう角（かど）であり、「二面の交わる稜線」）品質を改善する研磨法の提案を目的に、4種類のメディア（砥石のペレット）を用いてバレル研磨による検討を行った。

その結果、研磨量は各メディアとも研磨時間に比例して増加し、面粗さは研磨時間60分が最もよいことが分かった。また、供試体のすべてのエッジ部の面取り作業を加工工程から除くことができた。

1. はじめに

最近のモノづくりでは、多種多様な材料を用いて、さまざまな加工工程を経ていろいろな部品が製造されているが、この過程には必ずといってよいほどバリ取りやエッジ部のR付けなどの工程が存在する。バリ取りは手動工具を用いた労働集約的な作業であり、この工程の合理化、自動化、省力化の要求が極めて高い。

本報では切削加工したアルミニウム材(A5052)の表面仕上げとバリ取りを同時に、しかも安価に行うことを目的に振動バレル研磨法による検討を行った。その結果について述べる。

2. 実験方法

2.1 加工条件の選定

振動バレル研磨法によるバリ取りとエッジ部へのR付けを量産品に適用するためには、メディアの種類、水の使用量、コンパウンドの種類と量、ワークとメディアの装入比率、機械の運転速度及び振幅、研磨時間、などの最適の組み合わせによる加工条件を探し出さなければならない。

したがって、生産工程におけるバリ処理にバレル

研磨法を導入するには、加工条件の標準化が必要であるが、その条件設定の前に予備の研磨実験（以下、予験と略す）を行った。

予験では、2種類のメディアで研磨時間30分、60分と1種類のメディアで30分、60分、90分の実験を行った。

予験の条件は以下のとおり。

- 1) 加工目的：エッジ部のバリ除去
- 2) 供試体（以下、ワークと称す）：エッジ部に0.3Cの面取り加工を行ったアルミニウム材(A5052)。ワークの外観を図1に示す。

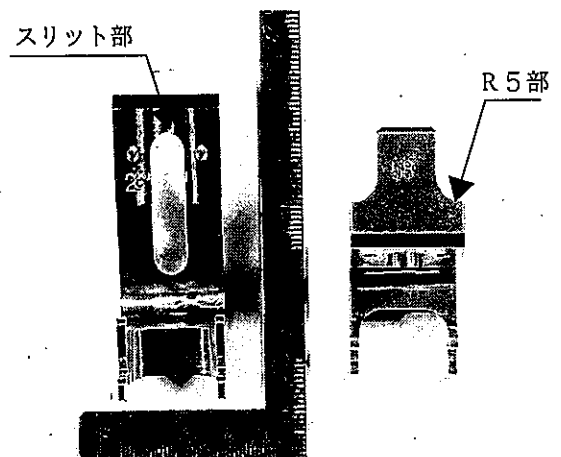


図1 ワーク (A5052) の外観

* 生産技術部

- 3) メディアの種類：プラスチック系ZC20、FC20及びアルミナ系WT7
- 4) 水の使用量：6L
- 5) コンパウンドの種類と量：HBC、60g
- 6) ワークの装入量：ZC20に2個、FC20に3個、WT7に5個
- 7) メディアの装入量：80L
- 8) 研磨時間：ZC20とFC20は30分、60分、WT7は30分、60分、90分
- 9) 機械の運転速度及び振幅：1,800rpm、振幅3mm

予験の結果、ワーク数10個のうち2個のR5部と全数のスリット部に残存のバリが認められた。図2にスリット部の残留バリを示す。メディアの種類及び研磨時間に対するバリの除去率と研磨量、面粗さをそれぞれ表1、図3に示す。

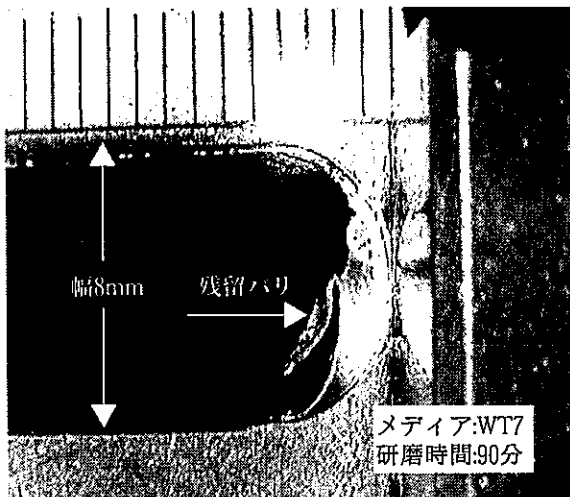


図2 スリット部の残留バリ

表1 メディアの種類及び研磨時間に対するバリの除去率と研磨量

| 研磨時間 (分) | メディア の種類 | バリの除去率(%) | | 研磨量 (mg) |
|-------------|-------------|-----------|-------|-------------|
| | | R5部 | スリット部 | |
| 30 | ZC20 | 100.0 | 67.4 | 21.7 |
| | FC20 | 100.0 | 75.2 | 14.0 |
| | WT 7 | 81.8 | 55.5 | 14.0 |
| | WT 7 | 100.0 | 50.5 | 14.0 |
| 60 | ZC20 | 100.0 | 61.7 | 14.0 |
| | FC20 | 100.0 | 98.6 | 14.0 |
| | FC20 | 100.0 | 82.2 | 14.0 |
| | WT 7 | 81.8 | 96.6 | 14.0 |
| 90 | WT 7 | 100.0 | 96.5 | 14.0 |
| | WT 7 | 100.0 | 68.5 | 14.0 |

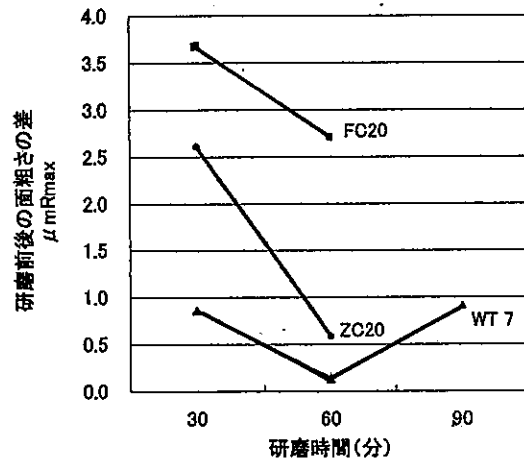


図3 メディアの種類及び研磨時間と面粗さ

量産に適用するための研磨（以下、本験と略す）として、スリット部のバリを除去するために、その幅8mmより小さい寸法のメディア(FORP 4.5×9)と面粗さに有利なメディア(WT7)を混合してバリの除去率（(研磨後のバリの高さ/研磨前のバリの高さ)×100）100%を目標に、9)以外の条件を次のとおり変更した。

- 1) 加工目的：エッジ部のバリ除去とR付け
- 2) ワークの材質：エッジ部の面取り加工を行わないアルミニウム材(A5052)
- 3) メディアの種類：アルミナ系WT7+セラミック系FORP φ4×9の1/2混合
- 4) 水の使用量：30L
- 5) コンパウンドの種類と量：HBC、300g
- 6) ワークの装入量：58個
- 7) メディアの装入量：86L
- 8) 研磨時間：30分、60分、90分、120分

2.2 研磨後のワークの計測

実験には、振動バレル研磨機（チップトン製、CL-100型）を使用した。

研磨条件は、予験と本験での機械の運転条件のみを一定とし、バレル容器へ装入するメディアの種類及びワークの投入量を変え、所定の研磨時間毎のワークのバリの高さを測定顕微鏡（オリンパス光学工業製STM5-UM）と、マイクロスコープ（ウイルソン製MIP-6000型）で、仕上げ面粗さを表面粗さ形状測定機（東京精密製サーフコム570A）で、研磨量を電子天秤（メトラー製AB204）で計測した。

更に、バレル研磨後のワークエッジ部の直径をマイクロスコープで測定し、その半径を求めた。

2.3ワークとメディア

実験に用いたワークの数は58個で、図4に示す外形寸法46.6(w)×25(d)×52.1(h)のブロックから切り出したアルミニウム材(A5052)である。生成バリは、全個数のR5部とスリット部に認められた。また、本実験に使用したメディアの仕様を表2に、外観を図5に示す。

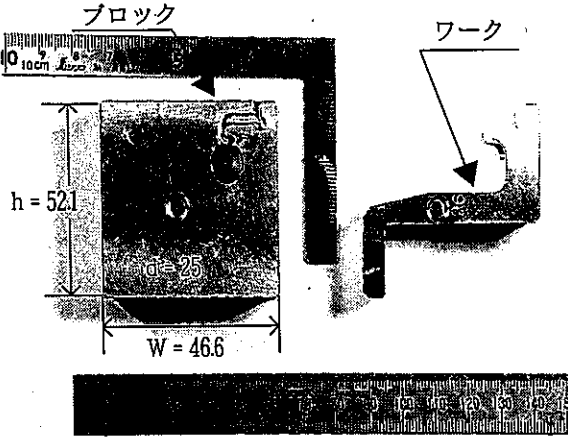


図4 アルミニウム材 (A5042) のブロック

表2 メディアの仕様

| 記号 | 種類 | 形状、寸法 | かさ比重 |
|-------------|---------|----------|---------|
| ZC20 | プラスチック系 | 円錐φ20×20 | 1.3kg/L |
| FC20 | プラスチック系 | 円錐φ20×20 | 1.0kg/L |
| WT7 | アルミナ系 | 三角 7×7 | 2.2kg/L |
| FORP φ4.5×9 | セラミック系 | 円筒φ4.5×9 | 1.3kg/L |

本験に用いた2種類のメディア

FORP φ4.5×9

WT7



予験に用いた3種類のメディア

図5 研磨に使用したメディア

3. 実験結果及び考察

3.1 研磨時間とバリの高さ

図6～図7は、R5部とスリット部の研磨前のバリの平均高さとして研磨時間との関係を示したものである。研磨時間毎のサンプル数は、30～60分が各5個、90分が20個、120分が28個であった。R5部、スリット部ともに全個数のバリが除去できた。

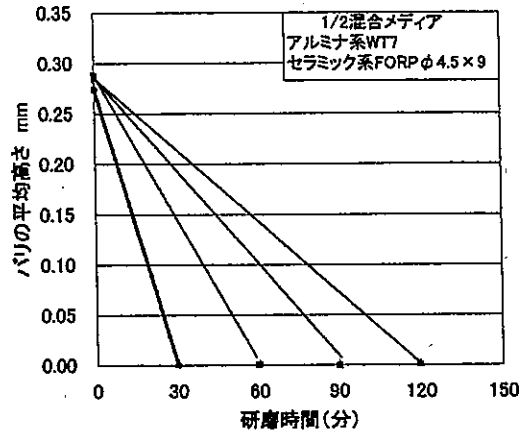


図6 R5部研磨時間とバリの平均高さ

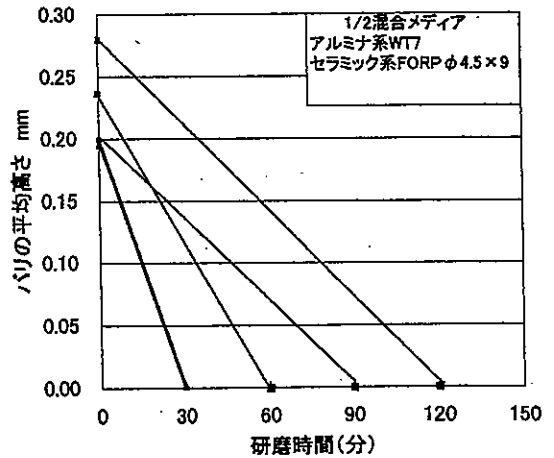


図7 スリット部研磨時間とバリの平均高さ

3.2 研磨時間と仕上げ面粗さ

図8は、研磨時間と面粗さの関係を示したものである。面粗さは研磨時間の長さにもなつて良くなるが、60分を境にバラツキも次第に大きくなる。

本品の表面は無電解ニッケルメッキを行うため、面粗さはできるだけ低い方がよく、表面品質は研磨前よりよくなることが望まれる。

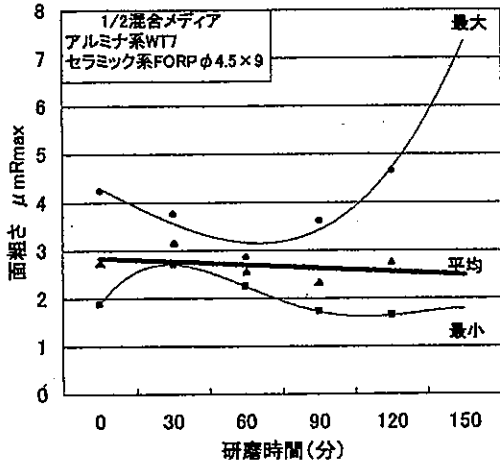


図8 研磨時間と面粗さ

3.3 研磨時間と研磨量

図9は、研磨量（研磨前のワークの質量－研磨後のワークの質量）の時間的推移を示したものである。研磨量は研磨時間に比例して増加する。

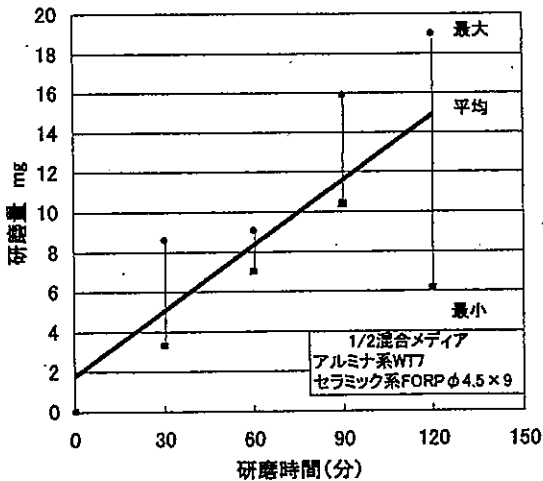


図9 研磨時間と研磨量

3.4 研磨時間とエッジ部のR付け量

図10は、エッジ部のR付け量（切削加工でいう糸面取り）を求めたものである。同図から、エッジ部のR付け量は研磨時間30分で0.14mmとなり、120分まで大きく変化することはなかった。

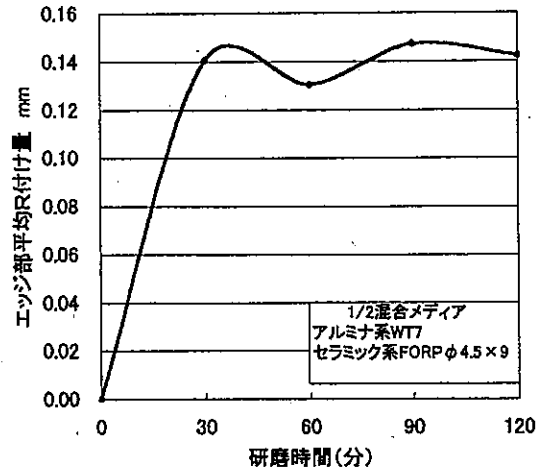


図10 研磨時間とエッジ部の平均R付け量

なお、表面品質（バリ除去後の面粗さ、面取り形状、面取り量、エッジ形状）・エッジ品質の評価については、ワークを御提供いただいた企業にお願いした。

その結果、①研磨時間60分で②エッジ部のR付け量が0.13mmあれば、0.3Cの面取り工程が不要となる。③以上の工程によって得られた表面粗さは2.5μmであることから、本研磨法による量産への適用が十分に可能なこと、更には、コストダウンの有効な手法であるとの評価を得た。

3.5 研磨時間と打こんの性状

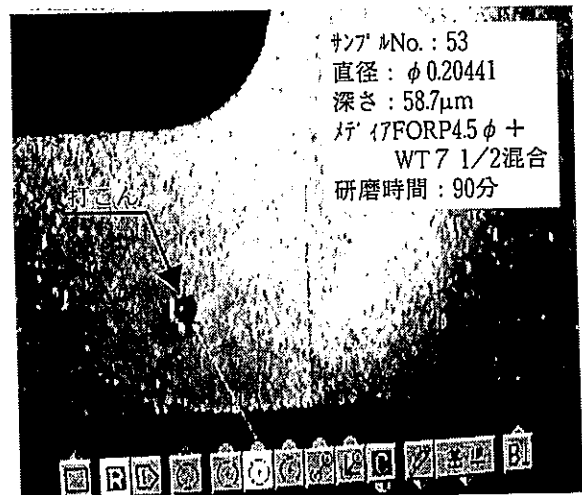


図11 打こんの性状

表3 研磨時間と打こんの性状

| 研磨時間 (分) | No. | 深さ | 面積 | 打こん数 |
|-------------|-----|-------------------|-------------------|------|
| | | (μm) | (mm^2) | |
| 30 | 20 | 29.0 | 0.12494 | 1 |
| | 30 | 56.2 | 0.23951 | 2 |
| | 38 | 12.8 | 0.22969 | 1 |
| | 54 | 20.4 | 0.12603 | 1 |
| 60 | 43 | 44.7 | 0.19968 | 1 |
| 90 | 35 | 6.1 | 0.21278 | 1 |
| | 49 | 77.1 | 0.14785 | 2 |
| | 53 | 58.7 | 0.40918 | 1 |
| | 59 | 12.2 | 0.23296 | 1 |
| 120 | 27 | 51.1 | 0.18768 | 1 |
| | 31 | 8.6 | 0.26133 | 1 |
| | 41 | 66.3 | 0.45010 | 1 |
| | 42 | 9.4 | 0.18659 | 6 |
| | 47 | 70.2 | 0.09984 | 1 |
| | 55 | 55.2 | 0.29843 | 1 |

図11に打こんの一例を、表3に研磨後の打こんの性状を示す。予験では認められなかった打こんが、本験では投入ワーク数の25.8%の15個に認められた。また、研磨時間の長短に関わらず発生している。これらは、予験と本験とでワークとメディアの装入比率を変えたことに大きく起因しているものと思われる。

この対策には、ワークとメディアの装入比率の再検討と打こんを発生させない最適の回転数(1800~1500rpm)を見出さなければならない。

4. おわりに

本報では、きわめて広範な産業分野の各種使用目的に利用されるバレル研磨法を用いて、切削加工されたアルミニウム材(A5052)の生成バリの除去とエッジ部のR付けについて検討した結果、以下のことが明らかとなった。

- 1) バリの除去や面粗さは、メディアの種類と研磨時間に左右されることが分かった。
- 2) アルミニウム材(A5052)の生成バリは、研磨時間30分で除去が可能であることが判明した。
- 3) 面粗さにとっては、研磨時間60分が最もよい結果となった。

4) 研磨量は、研磨時間の長短により増減し、エッジ部のR付け量は研磨時間の長短に関係なく、30分でほぼ一定になることが確認できた。

5) 打こん発生の主因は、ワークの装入量が多すぎたことによるものと思われる。この場合は、投入ワーク量を減らすか、機械の回転数を下げる等の措置が必要ではなかったかと思われる。

最後に、本研究を実施するにあたり、ワークの製作並びに御提供をいただいた(有)創剛精機代表取締役川上信夫氏に深甚な謝意を表す。

文献

- 1) 高沢孝哉, バリテクノロジー, 東京, 朝倉書店, 1980
- 2) (社)精密工学会PS専門委員会, PS全書4, 東京, 日経技術図書(株), 1992
- 3) (株)チップトン, 振動式バレル研磨機取扱説明書, 名古屋, 発行年不詳

有機及び無機系高分子を含有する工場排水処理法の改良

永山 賛平*

Improvement for Treatment of Waste Water containing Organic and Inorganic

High-Molecular Compounds

Sanpei NAGAYAMA*

有機及び無機系高分子の両方を含有する工場排水を一元的に処理することは、既知の水処理技術では困難なものがある。そこで当該排水の水質にあわせた水処理法の検討をラボスケールで行った。

凝集沈殿法と吸着法との組み合わせにより、当該排水の水質をCOD値で20mg/L、BOD値で10mg/Lまで処理できることが明らかとなった。

1. はじめに

本県における排水規制は他県より厳しく、最近では排水の総量規制の動きから、事業所への規制も強められつつある。今回、水処理技術の改善の相談を受けた企業は、ゴム製品を製造しており、その際使用している離型剤中に有機及び無機系の高分子が含まれている。この企業で、現在行われている濃縮分離法はランニングコストがかなり高いため、より効果が大きく、よりランニングコストの安い水処理技術の早急な確立が望まれている。しかし当該排水は有機系及び無機系高分子の両方を含有しているため、一元的に処理することは困難であった。そこで当該排水に合致した水処理技術の組み合わせ、実情にあった水処理法の改良を目指し、凝集剤、吸着剤の検討を行った。

その結果、ラボスケールにおいては凝集沈殿法と吸着法との組み合わせにより、当該工場のある地域の排水基準値をクリアできることが明らかとなったので、ここに報告する。

2. 改良実験の背景

当該工場排水（原水）には、ポリオキシエチレン系及びポリオキシプロピレン系界面活性剤、アルキルリン酸

表1 原水の分析結果及び排水基準値

| | 原 水 | 排水基準値 |
|------------|-----------|-------------|
| pH | 7.2~8.0 | 5.8~8.6 |
| BOD (mg/L) | 180~200 | 120 (160) * |
| COD (mg/L) | 2000~3000 | 120 (160) |
| SS (mg/L) | 250~350 | 150 (200) |

* : 基準値は日間平均値、() 内は日間最大値

* 材料開発部

エステル塩、シリコン誘導体、多価アルコール等が含まれている。表1に原水の水質分析結果及び当該地域の排水基準値を示す。表から明らかのように、微生物の分解を受けるBOD成分より、化学的にしか分解できないCOD成分が排水の大部分を占めている。そこで水処理法としては微生物の助けを借りる活性汚泥法より物理化学的手法の凝集沈殿法1)と吸着法が有利に働く判断した。

3. 実験方法

3.1 使用凝集剤及び吸着剤

凝集剤として無機系（企業から提供）、ポリ塩化アルミニウム(PAC)、硫酸バンド、ポリアクリルアミド、けいそう土などを、吸着剤として木炭（粉碎品）、竹炭（粉碎品）、けい砂、活性炭（10メッシュ～粒状）、シリカゲル（クロマト用）を使用した。

3.2 ジャーテスト

凝集沈殿法では、各凝集剤を30mg/Lの注入率になるように、凝集助剤として用いたポリアクリルアミドとけいそう土は5mg/Lとなるように加え、60rpmで5分間かくはんし、1時間静置後、上澄み液の水質を分析した。

吸着法はバッチ式と連続式で行った。バッチ法は50g/100mLとなるように吸着剤を加え、60rpmで5分間かくはんし、120分静置後上澄み液の水質を測定した。連続法は径24mm、長さ250mmのカラムを使用し、240mmの深さまで吸着剤を充てんし、供試水100mlを通し、流出した処理水の水質を分析した。

4. 実験結果

4.1 凝集沈殿法

供試水は原水（pH 8.0, BOD 183 mg/L, COD 2020 mg/L, SS 275 mg/L）を使用した。

凝集剤として、無機系、無機系+ポリアクリルアミド、PAC、硫酸バンド、硫酸バンド+けいそう土の5種類を使用して処理性の比較をジャーテストで行った。その結

果を表2に示す。

表2 凝集沈殿後の上澄み液の水質

| | BOD (mg/L) | COD (mg/L) |
|---------------|------------|------------|
| 無機系 | 81 | 1880 |
| 無機系+ポリアクリルアミド | 42 | 1890 |
| PAC | 54 | 1440 |
| 硫酸バンド | 70 | 1930 |
| 硫酸バンド+珪藻土 | 65 | 1550 |

表2から明らかなように、各凝集剤間に有意差はみられなかった。BOD成分の除去率は77~55%であり、実測値も42~81 mg/Lと各凝集剤とも排水基準値内におさまっている。一方COD成分は除去率28~4%、実測値1440~1930 mg/Lであり、基準値をはるかに超えている。また、フロックの沈降時間は表3に示すとおり、無機系+アクリルアミドが一番短く、PACでは24時間を要した。

以上の結果から、凝集沈殿法のみではCOD成分の除去が不十分であることが明らかである。

表3 フロックの沈降時間

| | |
|---------------|------|
| 無機系+ポリアクリルアミド | 30分 |
| 無機系 | 50分 |
| 硫酸バンド+けいそう土 | 6時間 |
| 硫酸バンド | 12時間 |
| PAC | 24時間 |

*：全量の1/10まで沈降した時間

4.2 吸着法

COD成分を更に除去するため次のとおり吸着実験を行った。供試水は凝集沈殿後の上澄み水 (BOD 100mg/L, COD 2860 mg/L) を用いた。吸着剤としてけい砂、竹炭、木炭、活性炭 (10メッシュから粒状)、シリカゲル (クロマト用) を使い、バッチ式と連続式で行った。その結果を表4に示す。表4から明らかなように、バッチ式では活性炭とシリカゲル (クロマト用) に効果がみられるが、活性炭はCOD成分の除去が不十分である。これは供試水中のCOD成分の内、界面活性剤の吸着能が活性炭では不十分であるためと考えられる。シリカゲルではBOD、COD値とも排水基準値を満足する結果が得られた。

連続式ではシリカゲルに効果がみられ、木炭、活性炭では効果がみられなかった。これは吸着能が劣るとともに、自然滴下方式で行ったため、供試水と吸着剤の接触時間が十分ではないためと考えられる。シリカゲルの場合は、十分に満足できる結果が得られたが、処理時間がかなり長くなる傾向がみられた。

表4 吸着試験後の処理水の水質

| バッチ式 | | |
|---------------|------------|------------|
| | COD (mg/L) | BOD (mg/L) |
| 珪砂 | 2660 | 98 |
| 竹炭 | 2640 | 90 |
| 木炭 | 2590 | 85 |
| 活性炭 (10メッシュ) | 720 | 40 |
| (粉碎品) | 1740 | 60 |
| (粒状品) | 1830 | 100 |
| シリカゲル (クロマト用) | 87 | 20 |
| 連続式 | | |
| | COD (mg/L) | BOD (mg/L) |
| 木炭 | 2750 | 100 |
| 活性炭 (10メッシュ) | 2500 | 80 |
| (粒状品) | 2760 | 105 |
| シリカゲル (クロマト用) | 20 | 10 |

5. まとめ

以上のように、有機及び無機系高分子を含む原水に対して、現状の濃縮分離法に代わる方法を検討した。その結果、凝集沈殿法と吸着法との組み合わせにより、ラボスケールでは、当該水域の排水基準値を満足する結果が得られた。しかし、使用する吸着剤の価格が高いこと、凝集沈殿後の汚泥の処理費用、吸着剤の耐用期間及び繰り返し使用回数等更に解決しなければならない問題が山積しており、今後検討していく予定である。

文献

- 1) 日本工業用水協会, 工業用水, 東京, 日本工業用水協会, No.494, 1999

高周波計測に関する調査

石松 賢治*石松・宮川 隆二*

Research on High Frequency Instrumentation

Kenji ISHIMATSU* and Ryuji MIYAGAWA*

半導体製品は日進月歩の進歩を続けている。今後は、インターネットなどの普及により、通信速度の高速化や大容量のデータ転送に対応するために、半導体チップ間の伝送速度は数Gbits/sになる。県内には半導体関連の下請け企業が多数あり、半導体チップの組み立てとパッケージ・テストを行う後工程企業と、パッケージ・テストのためのロード・ボードやポゴピンを設計・製造している企業は10社近くもある。パッケージ・テストでは、ウェーハ・テストに比べて数百MHzの非常に高い周波数で動作テストしてきた。しかし、高速化に伴って、パッケージ・テストで使用するポゴピンを、周波数がGHzを越える高速テストに対応させるために、その高周波特性を高精度に評価することが県内企業の緊急課題であることが本調査によって明らかになった。

1. はじめに

半導体製品は日進月歩の進歩を続けている。ここ10年で、マイクロプロセッサの動作周波数は50MHzから1.5GHzに、約30倍に増加している。また、Ethernetのデータ伝送速度は1Gbits/sを越え、実に100倍以上の高速化を遂げた¹⁾。今後は、インターネットなどの普及により、通信速度の高速化や大容量のデータ転送に対応するために、半導体チップ間の伝送速度は数Gbits/sになる。そこで、これに対応する高速の半導体テスト装置が求められている。

県内には、大手半導体製造工場が2つあり、半導体の検査装置や部品を製造する企業が多数ある。その中に、パッケージ・テストに必要なロード・ボードやICソケットのポゴピンを設計・製造している中小企業がある。パッケージ・テストは、半導体の実時間テストをするため、テスト装置の高周波に対する要望が非常に高い。実際に、テスターメーカーは高精度の特性インピーダンス性能を持つロード・ボードや低インダクタンスのポゴピンを要求している。そのため、県内の企業はこれらの部品の高周波計測に関して早急に対応する必要がある。

本報告では、半導体テストの概要を示し、パッケージ・テストで各部品に求められる高周波特性と高周波試験方法及び課題について述べる。

2. 半導体テストの概要

2.1 半導体テスト

表1に、半導体テストの項目を示す。このテストはDC

テストとACテストに大別される。DCテストでは、チップの静的特性と入出力バッファの電圧・電流特性が保証されるものである。ACテストでは、チップの動的特性とチップに組み込まれた機能（ファンクション）が保証されるものである²⁾。

表1 LSIのテスト項目

| | テスト項目 | テストの内容 |
|-----------------------|---------------------------|------------------------------|
| D C テ ス ト | オープン、ショートテスト | 信号端子、電源端子のオープン不良、ショート不良のチェック |
| | IOL, IOHテスト | 出力バッファ電流チェック |
| | VOL, VOHテスト | 出力電圧チェック |
| | IM, IILテスト | 入力バッファ・リーク電流チェック |
| | Vih, Vilテスト | 入力電圧マージン・チェック |
| | 静的IDDテスト | 電源電流チェック (LSIの静止時) |
| A C テ ス ト | LFT (loose function test) | 機能テスト (低周波数) |
| | アット・スピード・テスト | 機能テスト (実動作周波数) |
| | スキャン・テスト | DFT対応ストラクチャル・テスト |
| | BIST | DFT対応機能テスト |
| | コア分離テスト | DFT対応機能テスト |
| | IDDQテスト | DFT対応故障電流チェック |
| | 電源電圧マージン・テスト | LSIの電源電圧変動耐性チェック |
| 動的IDDテスト | 電源電流チェック (LSIの動作時) | |

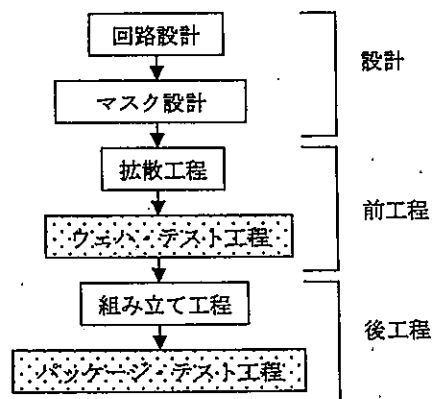


図1 半導体設計・製造工程フロー

半導体設計・製造工程のフローを図1に示す。拡散工程とウェーハ・テストは前工程と呼ばれ、大手の半導体製

* 電子部

造工場で行われている。組み立て工程とパッケージ・テストは、大手の半導体工場だけでなく関連の下請け企業でも実施されている。半導体のテストは、一般的にウェハとパッケージの2段階で実施する。ウェハ・テストでは、拡散工程で製造されたウェハ上のチップに対して、DCテストや低周波での機能テストを実施され、正しく動作するチップと動作不良のチップが識別される。

2.2 ウェハ・テスト

図2にウェハ・テスト・システムの概略図を示す。ウェハ・テストに必要な試験装置は、LSIテスト、プローバ装置とプローブカードである。LSIテストは、テスト工程で主役の装置であり、テスト対象となるチップに入出力信号を印加し、出力信号を検知する。その結果をあらかじめ設定された仕様と比較することで、良品/不良品の判定を行うものである。プローバは、テスト対象と

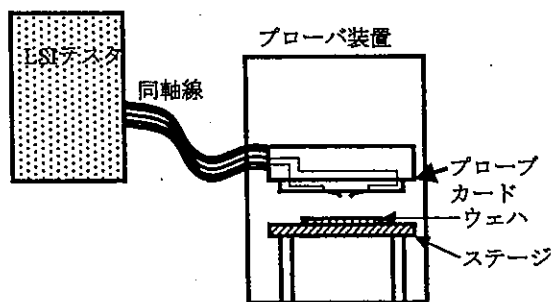


図2 ウェハ・テスト・システム概略図

なるウェハを移動させ、チップ上のパッド（電極）をプローブカードに接触させ、LSIテストと同期して個々のチップのテストを実行する装置である。プローブカードは、ウェハ上のチップとLSIテストを接続するための治具である。

2.3 パッケージ・テスト

パッケージ・テストは、組み立て工程でパッケージされたLSIに対してテストを実施し、製品として出荷するLSIを選別する工程である。図3にパッケージ・テスト・システム（ファイナル・テストとも呼ぶ）の概略図を示す。パッケージ・テストでは、LSIテスト、ハンドラとロード・ボードが必要である。LSIテストは、ウェハ・テストの場合と同様に、チップの良品/不良品を判定する。ハンドラは、LSIを搬送し、ロード・ボード上のICソケットにLSIを接触させる装置である。ロード・ボードは、LSIテストのテストヘッドとICソケットを接続する基板である。

パッケージ・テストでは、実速度での機能テスト（アット・タイム・テスト）を行うため、動作周波数が高くなるとテスト装置の開発が難しくなる。

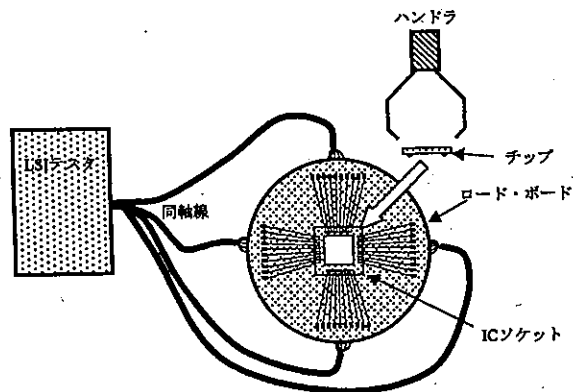


図3 ファイナル・テスト・システム概略

3. 半導体テストの課題

現在、半導体テスト工程におけるウェハ・テストでは、100MHz以下の動作周波数で機能試験を行っており、高周波化の要望は比較的少ない。しかし、パッケージ・テストは、チップの実速度の機能試験であるため、半導体チップ間の伝送速度に対応し高速化しなければならない。

デジタル信号の高速伝送を行う際、パッケージ・テストのロード・ボードやポゴピンで問題となる点は、

- (1) 信号伝送の遅れ
- (2) ノイズ
- (3) 信号エネルギーの減少

が上げられる。

これらの問題を解決するためには、LSIテストだけでなく、ロード・ボード、ICソケットやポゴピンに至るまで、伝送に関わっている部品すべてに対して高周波計測を行う必要がある。

3.1 伝送信号の遅れ

デジタル半導体チップの伝送は、例えば32bitのデータバスでは、32本の信号を32本の伝送ラインで同時かつ平行して送る。図4に示すように、テストから送られた

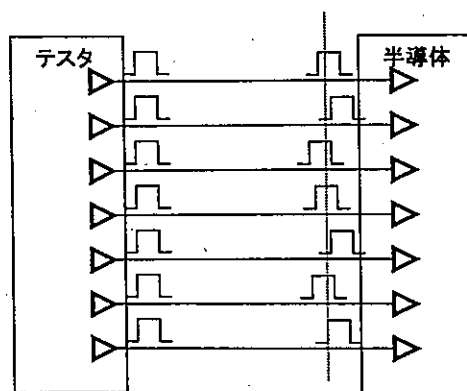


図4 クロックスキュー

信号は半導体チップの電極に到達する時間に差がでることが、クロックスキューである。テストから半導体のゲートまでの伝送の遅れは、ほぼ等しくならなければならない。つまり、パッケージ・テストでは、クロックスキューが小さいことが望まれる。

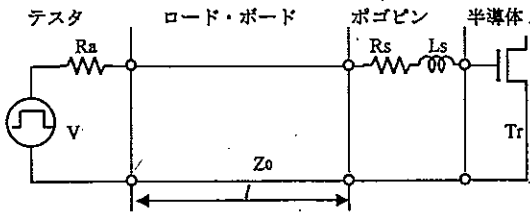


図5 パッケージ・テストの高周波モデル

パッケージ・テストにおける最も単純な回路モデルを図5に示す。VとRaはテストの信号電圧源と内部抵抗である。lで示された間隔はロード・ボードによる伝送ラインの長さであり、ロード・ボードの特性インピーダンスはZoである。ポゴピンの直列抵抗と自己インダクタンスがRsとLsである。パッケージ・テストでの信号の遅れは、信号電圧源の内部抵抗Raによる遅れ、ロード・ボードなどの伝送ラインlによる遅れ、ポゴピンによる遅れ、半導体のCMOSゲートの反射による遅れが加算されたものである。

一般に、信号の反射がある部分では、信号の立ち上がりが遅れ、信号が見かけ上遅れる。内部抵抗Rsを伝送路のインピーダンスZoと等しくすることで、内部抵抗Rsによる遅延がほとんどなくなる。また、半導体のCMOSゲートを伝送路のインピーダンスZoと等しい50Ω終端にすることで、信号の遅延がなくなる。ポゴピンは伝送ラインより高いインピーダンスを有するので、大きな信号反射を起し、信号の遅延を発生させる。そのため、ポゴピンはLs、Rsを小さくすることが要求されている。

信号の遅れに関しては、伝送路の長さlによる遅れとが最も影響を与える。伝送による遅れが少なくなるように、伝送路はできるだけ短くすることが要求されている。

3.2 同時切替ノイズとロストークノイズ

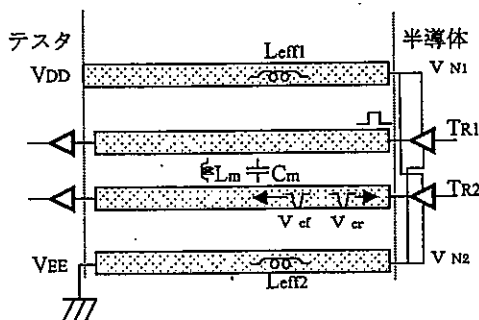


図6 パッケージ・テストのノイズ

図6に、パッケージ・テストにおけるクロストークノイズと同時切替ノイズの影響の模式図を示す。

半導体チップのバッファTr1をオンにすると、電源VDDからバッファTr1に瞬間的に大電流が電源ラインに流れる。電源ラインのインダクタンスLeff1により、バッファの電源電圧の電圧降下が発生する。この電源電圧降下VNIは同時に切り替える信号線の本数Nに比例し、これを同時切替ノイズ³⁾と呼ばれている。また、配線間の相互容量Cmと相互インダクタンスLmの電磁誘導により、隣接するラインに近端クロストークノイズVcrと遠端クロストークノイズVcfが発生する。近端クロストークは、半導体チップのバッファTr2で反射する。受信端のノイズは、クロストークノイズと切替ノイズが重なったVcf+Vcr+VNIである。このノイズが受信バッファのノイズマージンを越えると誤動作する。

信号をオフにしたとき、グラウンドに電流が逃げるためグラウンドラインのインダクタンスLeff2により、グラウンド電圧VEEを押し上げるVNI2が生じる。切替ノイズVNIとクロストークが重なり、受信バッファのノイズマージンを越えると誤動作する。大規模なLSIでは、100本以上の信号を同時に切替えるため、100個以上のクロストークが重なり、大きな問題となる。

パッケージ・テストでは、ロード・ボードの信号線が放射状に配線されているためクロストークの影響は少ない。しかし、ポゴピンは0.6~0.3mm間隔に面上に配置されるため、ポゴピンによるクロストークは無視できない。

3.3 信号エネルギーの減衰

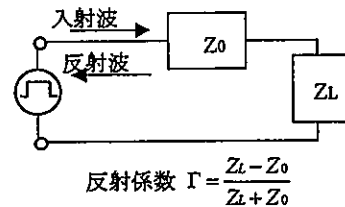


図7 インピーダンス不整合と反射

図7に、特性インピーダンスZoの伝送路とインピーダンスZLの負荷を接続した場合の信号の反射を示す。特性インピーダンスZoとZLが等しい場合、インピーダンスが整合して反射係数Gammaが0になり、信号の反射がなくなる。

一方、インピーダンスが整合していない部分では、信号の反射が起こり、信号エネルギーが減衰する。デジタル信号が高周波になればなるほど、インピーダンスの変化点や不連続点を減少しなければならない。

ポゴピンは、図5に示すようにインダクタンスLsと直列抵抗Rsと見なすことができる。一般に、ポゴピンは伝送ラインより高いインピーダンスを有するので、大きな

信号反射が起こり、信号エネルギーは減衰する。したがって、信号周波数が高くなればなるほど、インダクタンスの小さい、つまり短いポゴピンが求められる。一般的に、ポゴピンの長さは、1GHzデジタル信号では2mm、2GHzデジタル信号では1mm以下と言われている。

ロード・ボードの伝送路は、ストリップラインやマイクロストリップラインが使用されている。製造技術の精度のバラツキから生じる伝送線路の特性インピーダンスの誤差は±10%程度あり、信号反射が発生する。また信号線が角度を付けて曲がる部分で、信号の反射が発生する。そのため、信号エネルギーが減少する。信号減衰のその他の原因として、ロード・ボードの導体損失と誘電損失がある。特に信号が1GHzを越えると、信号減衰は誘電損失が支配的になる。したがって、高周波で測定する場合、高周波での誘電損失の少ない絶縁材料でロード・ボードを製作する必要がある。

4. 実際の高周波測定

4.1 ロード・ボード

ロード・ボードの伝送ラインの評価では、信号伝送の遅れ（電気長）と信号の減衰を測定している。伝送ラインの電気長は、ステップ信号を加え、その到達時間で評価する。1GHz以上のデジタル信号の伝送測定では、サンプリング時間が20GHz以上の高速のサンプリングオシロスコープを用いた測定が必要である。

デジタル信号の減衰評価は、ベクトルネットワークアナライザを用いてSパラメータを測定することで行われる。しかし、デジタル信号は高次の高調波成分を含むため、1GHzのデジタル信号の評価を行う場合、10GHzまでの高い周波数での測定が必要となる。

以上の測定では、測定器から同軸ケーブルでプローバを介して、ロード・ボードの伝送ラインの終端と接続させる。プローバの先端部分に50Ωの特性インピーダンスを持たせたコープレナ構造などを有するプローバを使用する。実際の測定では、プローバの針先が正しくロード・ボードの終端にコンタクトさせることが難しく、プローバの針先で信号反射がないことを確認する必要がある。

4.2 ポゴピンの測定

ポゴピンの測定の概念図を図8に示す。図5に示すポゴピンの自己インダクタンス L_s と直列抵抗 R_s から校正される等価回路を図8(a)に示す。一本のポゴピンの両端をインピーダンスアナライザの治具に取り付けて測定する。図6に示すクロストークノイズの原因である相互インダクタンス L_m と相互容量 C_m の測定方法を図8(b)及び(c)に示す。相互インダクタンス L_m は、まず2本のポゴピンの自己インダクタンス $L_s(A)$ と $L_s(B)$ を測定し、次に2本のポゴピンを直列接続し、そのインダクタンス $L_s(A+B)$ を測定

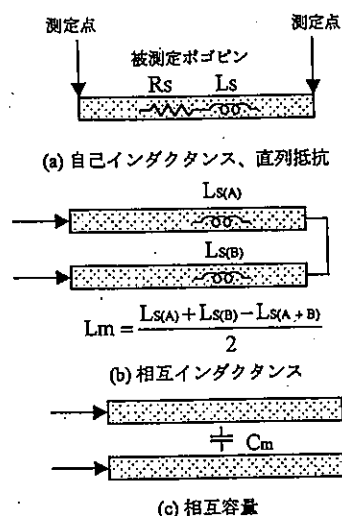


図8 ポゴピンの測定

し、図に示す式により相互インダクタンスを求める。相互容量 C_m は、2つのピンを平行に置いて容量を測定する。相互インダクタンス、相互容量の測定では、2つのポゴピンを等距離に配置する必要があり、その距離は一般には実際のICソケットのピン間と同じにしてある。

以上の測定で注意すべき点は、

- (1) ポゴピンを実際に使う針の長さにする。
 - (2) ポゴピンに当てる治具の接触抵抗を考慮する。
- が上げられる。

ポゴピンの伝送損失、群遅延などの高周波特性は、寄生容量や寄生インダクタンスの影響により大きく値が変わる。つまり、ICソケット、グラウンドの形状、グラウンドや電源ピン配置により値が変わる。したがって、測定結果をどのように設計にいかすことができるかを今後検討する必要がある。

今後の課題としては以下のことが上げられる。GHz帯の高周波になってくると、ポゴピンの長さは2mm以下が要求される。そのため、短いポゴピンの測定では、ポゴピンに測定プローブを直接当てるか、寄生容量や寄生インダクタンスの影響の少ない治具を開発する必要がある。また、インピーダンスアナライザは3GHz以下しか測定ができないので、1GHz以上のデジタル信号の伝送を評価するためには、ネットワークアナライザを使った測定方法を検討する必要がある。

5. おわりに

県内には半導体の後工程の一つである半導体チップのパッケージ・テストを行っている下請け企業がある。また、パッケージ・テストのためのロード・ボードやポゴピンを設計・製造している企業が多数ある。半導体チッ

ブ間のデジタル信号の伝送周波数が1GHzを超える時代が、近づいてきた。テスターメーカーは、高周波におけるテストングを安定させるために、ロード・ボードやポゴピンのメーカーに、各部品の高周波パラメータを要求してきている。その企業にとって、部品の高周波計測は必要不可欠であり、自社の部品がどの程度の高周波性能を持つかを把握することは死活問題である。

前工程のウエハ・テストは、パッケージ・テストに比べて高周波化への対応が遅れているが、チップの高速化に伴い、テストシステムの高周波化への対応を検討しなければならない。プローブカードメーカーにとっても、高周波計測は重要な課題である。しかし、企業では高周波の専門家がない、高周波での測定装置がないなどの理由により、部品の高周波パラメータの測定・評価ができず、高周波化への取り組みが遅れているのが現状である。

当センターでは、今後、県内企業の高周波計測のニーズに対応していくため、最高周波数20GHzのベクトルネットワークアナライザ、1.8GHzまでのインピーダンス測定装置を導入し、高周波計測に取り組んでいく。

文献

- 1) 枝洋樹, バスよりシリアルGHz伝送への決断, 日経エレクトロニクス, No.798, p101-127, 2001
- 2) 枝洋樹, あなたの設計では出荷テストができません, Design Wave Magazine, No.798, p27-87, 2001
- 3) 大塚寛治, 半導体パッケージ工学, 東京, 日経BP, 393p, 1997

消費者の製品に対する印象の変化による製品評価の提案

—製品評価情報構築に関する研究(1)—

佐藤 達哉*・原口 隆一*・小木 元**

Proposal for Product Evaluation Based on Shifts in Consumers' Impressions of Products

Study on Accumulating Information of Product Evaluation

Tatsuya SATO*, Ryuichi HARAGUCHI* and Hajime OGI**

近年、県内の中小企業において自社製品開発を行う企業が増加する傾向にある。製品開発を成功させるには、消費者視点のモノづくりであるデザイン開発とそれが実現できたかを評価する製品評価を行うことが重要になってくる。本研究では、消費者が製品を購入するときに検討したことと製品の使用後に持つ感想が変化することに着目し、この消費者の製品に対する印象の変化による製品評価の可能性について検討した。その結果、この評価方法が、製品そのものだけでなく、購入時のカタログ等情報提供やアフターサービスなど製品提供に関わるサービス全般にわたっての評価に有効であることが分かった。また、この様な一連のサービスをトータルプロセスとしてとらえた製品開発のあり方について提案を行った。

1. はじめに

現在、県内の中小企業では、下請けから脱却し自社による製品開発を行おうとする動きが見られるようになってきた。当センターでは、平成10年度、このような製造業の製品開発について実態調査¹⁾を行った。調査からは、多くの企業が、消費者ニーズや自社製品、又は開発中の製品を評価し、その結果を開発に取り入れていくことの重要性を認識しているが、そのための手段を持っていないという結果が得られた。企業は、モノがあふれている時代において、消費者視点によるモノづくりが製品開発の成否を左右することを認識しているのである。そこで本稿では、消費者中心の時代における製品開発と製品評価のあり方について検討を行った。

2. 製品への印象の変化による製品評価の提案

2.1 製品評価の背景と定義

2.1.1 製品と消費者ニーズの変化

戦後初期までの工業製品は、機能が少なく、単純なものが多かったため、所有すれば容易にすべての機能を使用することができた。また、製品の種類も比較的少なく、購入前に製品の機能を把握することも容易であった。しかし、その後の経済成長における飛躍的な技術の進歩は、製品の持つ機能や品質を大きく変化させた。消費者のニーズは高度化、多様化し、企業は、多機能、高品質など様々な製品を登場させた。

しかし、様々な製品の登場は、消費者にとって選択の幅が広がる一方、自らの生活を把握し、適切な製品を選ぶという過程を強いることとなった。消費者にとっては、自分のライフスタイルにあった製品を選択、使用することが理想であるが、次々と登場する新しい機能や類似製品の差異を把握することは非常に困難な作業になってきている。また、購入後も操作が分かりにくい、すべての機能を使いこなせないなど様々な問題が生じている。

本来、製品は、ライフスタイルごとに消費者を細分化し、その中のあるグループを対象に特化させてデザインされている。そして、これらの製品は、対象となる消費者のもとで適切に機能すると判断されて販売されている。

しかし、製品が対象内の消費者に渡らなければ、適切に機能しないという問題も考えられる。そこで、販売にあたって、製品や使用対象についての分かりやすい表示が求められているが、イメージ先行の広告・宣伝や情報が適切に伝わらないなど様々な問題が残されている。また、対象外だった消費者が、製品に熟練することで適切に機能することも考えられる。だが、この場合は、熟練するまでの製品の使用が消費者の負担になることや、事故などを引き起こすことがあってはならない。

このような背景から、製品や使用者そのものを評価するというのではなく、製品が消費者に与える影響全体を評価する方法が必要と考えられる。

2.1.2 製品評価の定義

平成7年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」の報告書²⁾によると、「製品評価とは、①生活者の視点から、②製品を試験し、③その結果を生

* 情報デザイン部

** 産業技術総合研究所

活者に情報提供するシステムである。」と定義されている。その概念について引用³⁾すると、生活者の視点は、年齢、性別、居住地、職業、身体的特性、生活習慣、価値観などによって変化し、それぞれが固有の要求を持っている。製品評価とは、これらの要求が製品に適切に反映されているかを判断することである。従って、試験方法や評価項目は、機能性や安全性のように材料や構造が強く影響するもの、快適性や操作性のように使用者や使用環境などが強く影響するものなど、様々な形で試験結果を得ることとなる。最終的には、生活者にとってどのように影響するのかという判定基準を設定し、これに基づいた評価が重要であると考えられる。

情報提供については、その製品がどのような要求に対して提案した製品であるかを生活者に提供することである。生活者は、購入時の製品選択において、製品が固有の要求に適合しているかを判断している。また、それぞれの生活にあわせて製品を活用（使用、維持、保管）していく。製品評価の結果は、このときの指標となるものであり、従って、使ってみなければ分からないような表示や分かりづらい取扱説明書は、製品評価の効果をなくしてしまうことになる。

2.2 消費者の製品に対する印象の変化

消費者は、購入時に自分の要求に適した製品を考慮し、気に入ったもの、自分に適切だと判断したものを購入している。しかし、実際には、製品を使用していくにあたって不満やトラブル、予想外の効果など、製品に対する印象の変化や新たな印象が生じたりする。

使用後の製品に対する評価は、予想通り満足する、期待以上の、または予想外の効果を得られるなど良くなる場合もある。このように評価が良くなる場合は、消費者にとって特に問題とならないが、製品の評価が悪くなる場合もある。故障や期待はずれの効果、使いづらいなどその理由は様々である。

評価が悪くなる原因としては、消費者側と企業側の両方が予想される。消費者の場合、自分の生活環境や

求めるべき機能をうまく理解しておらず、間違った製品を選択することや、誤使用といったことが考えられる。これらは、消費者が技術の進歩に合わせた製品知識を得られていない、機能が複雑である、類似しているなど製品の違いが分かりにくい、イメージ先行の広告や分かりにくい表示など適切な製品情報が得られないといった状況が、消費者を混乱させていることにも起因すると考えられる。また、企業の場合は、機能性や耐久性の問題といった製品そのものに改良の余地がある場合や販売戦略や取扱説明書などによる製品情報の提供が適切でない、アフターサービスが悪いといった製品に伴うプロセスに問題がある場合が考えられる。

従って、消費者の製品評価の変化を把握することで、製品の選択から購入、使用、廃棄までの過程において、何が問題で製品に不満を持ったかを分析することができると考えられる。

3. 調査

消費者の製品に対する印象の変化を調査することの有効性について、平成7年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」で行われた「生活関連製品に関する消費者アンケート調査」（90品目について

表1 評価項目の詳細

| 評価項目 | 意 味 |
|-------------------|--|
| 基本機能性 | 製品の果たすべき本来の機能に関する性能で、その機能を一つでも欠くとその製品として価値がなくなるもの |
| 信頼性 | 製品を使用していくうちに、事故や故障によってその本来の性能を発揮できない状態に陥る危険性に関するもの |
| 耐久性 | 製品の時間関係に伴う部品の摩耗や材質の劣化などの老朽化により、その機能が発揮されなくなったり、性能が低下するもの |
| 安全性 | 製品を使用する際に、その製品がユーザーや周辺者の心身に対して及ぼす危害に関するもの |
| 操作性 | 製品を使用する際の操作、作業のしやすさに関するもの |
| 経済性 | 製品の取得や使用さらに廃棄に際しての経費に関するもの |
| 保守性 | 製品の性能を正常に維持・発揮させるための使用者が行う手入れのしやすさ |
| 弊害軽減性 (社会的適合性) | 製品の本来の機能を発揮させる際に、副次的に生じてしまう使用者又は周辺者にとって望ましくない現象を極力抑止するための機能に関するもの |
| 空間的有効利用性 | 製品を実際の生活空間の場に設置・収納し、生活空間の中で使用し移動させるのに有効な性能に関するもの |
| 時間的有効利用性 | 製品を使う時刻や時間の制約を極力低減し、生活時間の利用を効率化することに関するもの |
| 労作有効利用性 | 製品の利用に伴う使用者の投入労作を減らし、生活における労作時間の全体的効率化を図ることに関するもの |
| 利用条件変更への柔軟性 | 製品の使用目的や使用状況・環境の変更に伴って当該製品を適用させていくことへの柔軟性に関するもの |
| 使い心地 | 製品の使用に伴って使用者にもたらされる感覚適合性や生理的・心理的快適性に関するもの |
| デザイン性 | 積極的に生活の中に持ち込まれる聴視覚的造形の嗜好や美的な感受性に対する心理的・精神的効果に関する品質 |
| 基本事項(表示) | 使用目的、使用が想定される生活者、状況/範囲、基本的な性能、安全/適正な使用条件、性質/特性、使用可能な状態、保全/補修、環境やエネルギーへの負荷、廃棄方法 |
| 注意事項(表示) | 危険の可能性、操作ミス/トラブル対処、生活者(特に子供や高齢者)を保護するための安全方策、より高度・専門的な使用に際しての注意事項 |
| プレサービス | メーカーやブランドに対する信頼性や店員、広告、販売方法といった購入前のサービス全般 |
| アフターサービス | 購入後、製品を使用、維持、管理していくにあたってのサービス全般 |

1944回答) ④を用いて、検証を行った。まず、回答のうち、記述式であった「製品購入時に考慮した点」と「製品使用後の不満点」に対して、18の評価項目について特徴付けを行った。具体的には、回答に各評価項目に該当する記述があった場合、評価項目への反応としてカウントした。また、評価項目は、平成6年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」⑤で設定された16の項目に、プレサービスとアフターサービスの二つの項目を追加したものを使用した。評価項目の詳細は表1に示す。この特徴付けについては、次の点に注意している。例えば、ビデオカメラにおける使用後の不満点で、「バッテリーのもちが悪い」という記述があり、購入時に考慮した点では、バッテリーに関する記述がなかったとする。これだけであれば、予想していなかった時間的な機能の制限の問題が表面化したと考えられる。しかし、前後の記述に、「バッテリーを頻繁に交換しなければならない」、「充電回数が多くなる」と書かれていた場合、作業の煩わしさの問題ともメンテナンスの問題とも受け取ることができる。また、その内容が購入時に考慮した点にあった場合は、予想していた機能を得られなかったものとしてとらえることができる。この様な場合は、考えられるすべての評価項目について特徴付けを行った。

4. 結果及び考察

製品全体について各評価項目への反応数を表2に示す。また、回答数に対する反応数の割合を、購入時と使用後で比較したものを図1に示す。図1から、製品購入時にもっともよく検討されるものは、製品の本来の機能などに関する「基本機能性」70.5%で、次いで価格などの「経済性」37.0%であることが分かる。次に、使用後の不満点を見ると、もっとも多いのは「基本機能性」28.5%で、次いで製品の故障等に関する「信頼性」11.0%、使いやすさに関する「操作性」10.0%となっている。まず、購入時と使用後の反応を比較すると、全体的に使用後の不満点の方が反応数が少なくなっている。これは、使用後、必ずしも不満が発生するわけではなく、満足した場合もあるためと考えられる。また、購入時に製品本来の機能や価格について検討することは一般的なことであり、基本機能性や経済性の値が高くなっていると考えられる。

次に、評価項目ごとの購入時と使用後での反応の変化について注目してみる。使用後に不満の多かった信頼性と操作性で比較すると、信頼性の場合、購入時に1.5%程度しか検討されていないが、使用後の不満は11.0%と大きく増加している。一方、操作性の場合、購入時に

表2 購入時と使用後における各評価項目の反応数

| | 基本機能性 | 信頼性 | 耐久性 | 安全性 | 操作性 | 経済性 | 保守性 | 弊害軽減性 | 空間的有効利用性 | 時間的有効利用性 | 労作有効利用性 | 条件変更への柔軟性 | 使い心地 | デザイン性 | 基本事項 (表示) | 注意事項 (表示) | プレサービス | アフターサービス | 合計 |
|-----|-------|-------|------|------|-------|------|------|-------|----------|----------|---------|-----------|------|-------|-----------|-----------|--------|----------|--------|
| 購入前 | 1371 | 29 | 52 | 92 | 191 | 719 | 49 | 70 | 282 | 16 | 82 | 18 | 244 | 380 | 13 | 0 | 194 | 19 | 1944 |
| 使用後 | 554 | 213 | 100 | 69 | 194 | 61 | 133 | 137 | 82 | 71 | 155 | 43 | 183 | 23 | 128 | 5 | 11 | 52 | 1944 |
| | 28.5% | 11.0% | 5.1% | 3.5% | 10.0% | 3.1% | 6.8% | 7.0% | 4.2% | 3.7% | 8.0% | 2.2% | 9.4% | 1.2% | 6.6% | 0.3% | 0.6% | 2.7% | 100.0% |

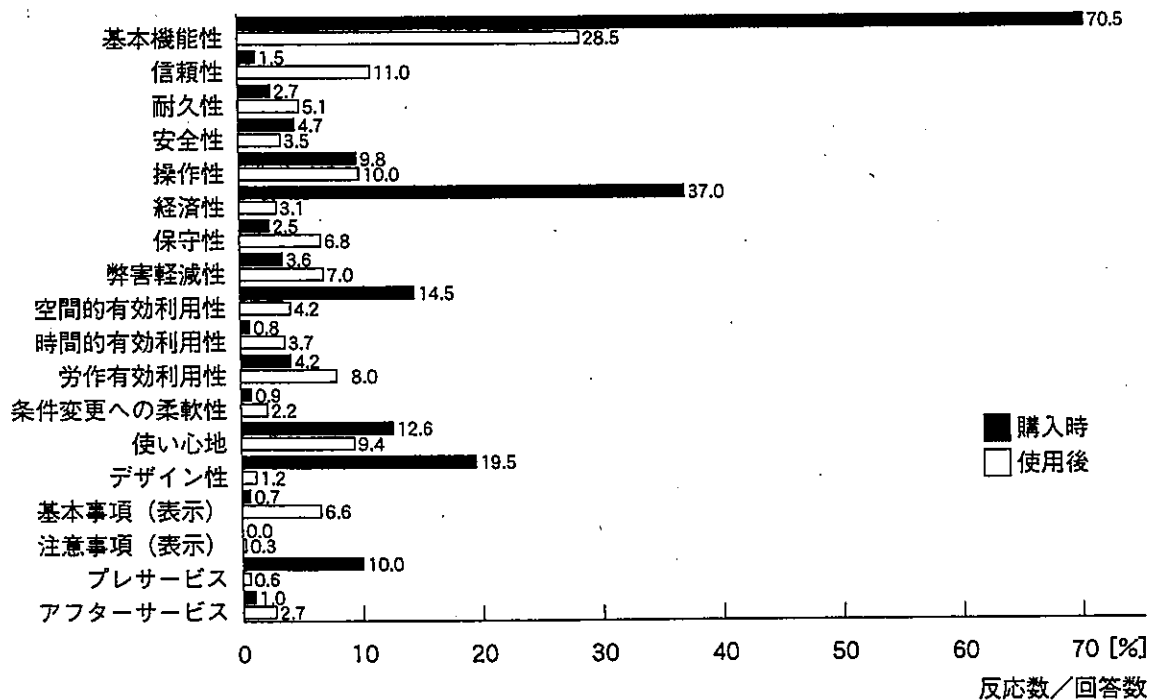


図1 購入時と使用後における各評価項目への反応の比較

9.8%、使用後に10.0%と両者の割合はあまり変化していない。また、経済性やデザイン性などは、購入時に検討される割合は高いものの、使用後の不満点の割合は低くなっている。このような変化の違いの原因は次のように考えられる。まず、購入時に反応が高く、使用後に反応が低くなったものについては、購入前によく検討される項目であり、検討されることによって不満の発生を押さえることができる。次に、購入時に反応が低く、使用後の反応が高くなったものについては、購入時に見落としがちな項目であり、使用していくうちに不満が発生している。そして、購入時も使用後も反応が高かったものについては、購入時に検討しているものの満足いく機能が

得られない、すなわち理解しにくい項目である。

このような製品への印象の変化が起こる要因について分類を行った。その具体例について表3に示す。製品への印象の変化の要因は、消費者側と企業側の両方にあると考えられる。まず、消費者側の要因として、消費者が、自分の生活行動や必要な機能を理解していない場合があげられる。製品を見たときは便利だと思ったが、実際には使わない機能だったり、別の機能が必要だったりする場合である。次に、消費者の製品知識の不足によるものが考えられる。これには、生活行動のイメージで製品を検討したが、選んだ製品が思うように機能しない場合と、機能中心で製品を検討したが、生活に貢献しなかった場合がある。具体的には、便利そうだと思っていたイメージや機能が間違いで、生活行動の向上に貢献しなかった場合である。この様な要因は、飛躍的に技術が進歩しているにも関わらず、消費者が製品知識を得る機会が少ないためと考えられる。もう一つは、今まで使っていた製品との差異を受け入れられない場合である。本来、消費者は自らの生活と経験に基づいた視点や価値観で製品知識を蓄積している。その結果、新たに購入した製品の機能や操作性を受け付けられない場合がある。また、企業にとって、製品の機能や操作性の進歩は連続性のあるものかもしれないが、消費者にとっては、それまで所有していた製品からの買い換えや買い足しなど、製品を使用していた年数によるギャップが生じるのが普通である。

企業側の原因としては、製品そのものに改良の余地がある場合がある。故障や不良品など生産上の問題、操作性やメンテナンス、基本機能の不足など製品としての完成度の問題、説明書など製品を使いこなすための情報の問題など様々な要素で改良の余地を見つける

表3. 製品に対する印象の変化が起こる要因

| 分類 | 印象の変化の要因 | 品目 | 具体例 | |
|----------------------------------|--------------------------------------|---------------------------|---|--------------------------------------|
| | | | 購入前の製品への要求 | 使用後の製品の印象 |
| 消費者の生活環境や製品への知識不足 | 自分の生活行動や必要とする機能を理解していなかった。 | 電話機 | 留守番電話。 | 留守番電話は使わなかった。 |
| | | オーブン | 色々な調理方法に合わせた機能が付いている。 | 買ったとき便利だと思ったが、使わない機能がある。 |
| | 生活行動のイメージで製品を検討したが、製品への理解や知識が不足していた。 | 電気掃除機 | 縦型でスマートで使い良いと思った。 | キャスターがついてないので、移動する場合、重すぎる。 |
| | | ファクシミリ | ハンドコピー機能が便利と思った。 | ハンドコピーは相当のスペースと熟練を要するので、ほとんど使っていない。 |
| | 機能中心で製品を検討したが、思ったほど生活に貢献しなかった。 | 電気冷蔵庫 | 大きくて回るのが便利だと思った。 | 回すと中身がばらける。本当はあまり入らない。 |
| | | 電気暖房便座 | 機能の充実しているもの | 機能の多いものを選んだが、単機能で安いのが買えば良かったと思う。 |
| | | ホットプレート | フッ素仕上げ。鉄板の大きさ。 | フッ素仕上げで、傷が付きにくいと思ったが、簡単についてしまった。 |
| | 今まで使用していた製品と異なり、その差異を受け入れられなかった。 | 電気洗濯機 | 値段。機能がが多い。 | 機能が充分使いこなせていない。 |
| | | ヘアドライヤー | 音が静かなのに、パワーがある。 | 今まで使っていたドライヤーと強さの表示が別であるため、取り扱いに戸惑う。 |
| | 製品そのものに改良の余地がある。 | ワープロ | 従前使用機種とのフロッピーの互換性。 | 図・表・グラフ等の作図が従前機種に比べて使用しにくい。 |
| ビデオカメラ | | 機能、価格、メーカー。 | バッテリーの残量が分からず、突然バッテリー切れになる。 | |
| アイロン | | 使用中もアイロン台に立てずに専用台に置くこと。 | 専用ケースが開閉しにくく、壊れやすい。 | |
| 電気食器乾燥機 | | 清潔。洗っぱなしでも良い点。 | 水垢が付きやすく、乾燥機自体を年中掃除しなくてはならない点。 | |
| ビデオカメラ | | 手ぶれの少ないもの。 | 使用4~5回で壊れた。 | |
| 購入時に与えられる製品や生活環境に関する情報・表示が適切でない。 | CDラジカセ | 音の良さ、機能の多さ、デザインの良さ、値段。 | 説明書が読みずらく、全機能を使いこなせない。 | |
| | 紙おむつ | 肌にやさしい。軽い点。 | TVのコマーシャルとは違い、肌にやさしくなく、かぶれた。 | |
| | スーツケース | 大きさ、デザイン、運搬のしやすさ、丈夫さ。 | 購入時には空で引いてみたので、こんなに運搬に苦労するとは思わなかった。 | |
| | 修理、アフターサービスなど製品に関わるサービスに問題がある。 | 電話機 | 価格。デザイン。子機がついている。 | 買った値段よりも、修理代の方が高い。 |
| オプションや周辺機器など拡張性に関わる問題がある。 | テレビ | 大型で安い。 | 取替部品がないとこのことで買い換えた。部品はもっと長く使えるようにしておいて欲しい。 | |
| | 自動車 | 価格、メーカー、燃費、安全性、室内の広さ、デザイン | エアバッグ、ABSなどの安全性を高めるものがオプションで割高になっている。 | |
| 新製品の登場やラインナップの変更により問題が生じる。 | その他(PDA) | 値段が安い。希望する機能が揃っている。 | 種々の付属品の値段が高すぎる。機能をフルに発揮するためには、オプションが必要となることが多い。 | |
| | ステレオコンポ | デザイン。メーカー名。機能。使いやすさ。色。 | すぐに新デザイン、新機能の製品が出る。 | |
| | パソコン | 性能(32ビット) | パソコンの世界は進歩が早く、すぐに古くなってしまう。 | |

ことができる。また、製品そのもの以外においても原因は考えられる。まず、購入時、すなわち製品を選択する時に与えられる情報が適切でない場合である。イメージやキャッチコピーによる製品の印象が使用感と異なる場合や、お店で試してみたものの実際使ってみると使用感が異なる場合などがある。次に、製品に付帯するサービスに関わるものが考えられる。これは、部品交換や修理、アフターサービスといった保守上の問題や付属品、オプション、周辺機器などの拡張性に関わる問題が含まれる。最後に、直接所有している製品の問題ではないが、新製品の登場による問題も見受けられた。例えば、パソコンなど次々と新製品が登場するもので、何が変わったのか分からない、いつ購入してよいか分からない、自分の製品が見劣りするなどの不満が生じる傾向がある。

5. トータルプロセスとシステムの評価の提案

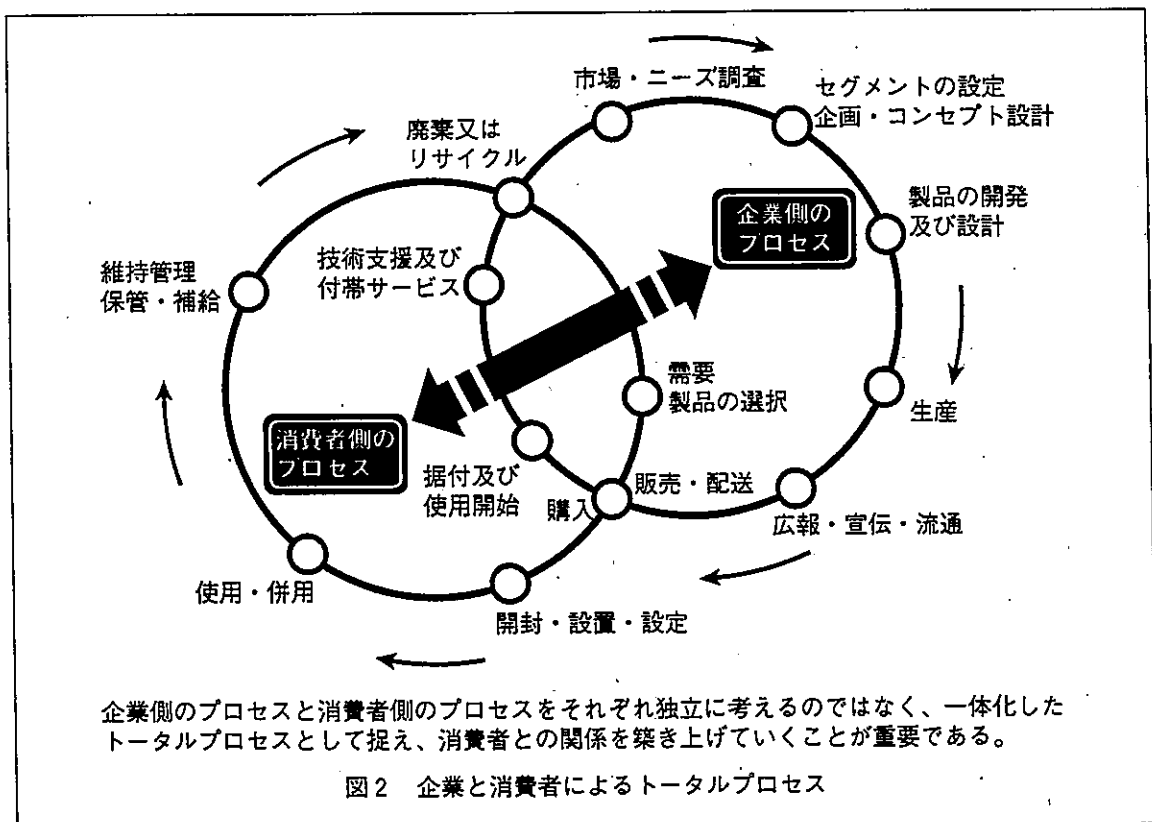
以上のことから、消費者の製品に対する印象の変化を分析することで、製品に関わる消費者と企業の問題点を見いだすことができた。また、消費者が製品に不満を持つ原因が製品そのものに限らないことが分かった。そこで、企業が製品を提供する行為を、図2の様なトータルプロセス⁹⁾として考えることを提案する。従来、企業は、消費者に製品を購入してもらうことを中心に製品を開発してきた。しかし、消費者にとっては、製品を購入することですべてが完結するのではなく、選択から廃棄のすべてのプロセスにおいて影響を受けている。そして、消

費者の不満を解消する方法は、必ずしも製品そのものを改良することではなく、販売方法や広告・宣伝、アフターサービスなどすべてのプロセスからアプローチできると考えられる。そこで、企業が提供するサービスを、製品そのものだけでなく、消費者側のプロセス全般にあると考える。そして、企業側と消費者側で独立していたプロセスを、一体化したトータルプロセスとしてとらえ、プロセス全体の向上を目指していくことで、より良い消費者との関係を築くことができると考えられる。そして、このためには、従来の製品や使用者そのものの評価だけでなく、今回用いたような消費者の製品に関わるプロセス全体を評価する手法が重要であると考えられる。

6. おわりに

今回の調査により、消費者の製品に対する印象の変化を分析することで、製品とそれに関わるサービスのデザイン的課題を抽出できることが分かった。今後は、製品開発に有効な情報を得る手法として応用していくために、様々な品目ごとの特徴を比較する方法について考察していく予定である。

また、今回、購入時と使用後の比較を行ったとき、両者で最も値が大きかった基本機能性において開きが見られた。使用後に必ずしも不満を持つとは限らないことに起因するが、両者を単純に比較することには検討の余地が残る。同様に、今後、品目間の比較を行う場合も客観性を持たせるための手法の検討が必要である。



最後に、トータルプロセスを考えたときの消費者の製品知識の問題が残されている。現在の技術の進歩を考えると、すべての製品知識を消費者に提供することは非常に困難なことであると言える。しかし、カタログ等でメーカーにとらわれない客観的な評価指標を用いることや生活様式に合わせた段階的表現を用いるなど企業側の努力で改善される面もある。また、公的機関や第三者機関などが適切な製品情報を提供するなど様々な解決手段も考えられる。今後は、このような側面も含めて、公設研究機関の役割を検討していく必要があると考えられる。

文献

- 1) 佐藤達哉, 原口隆一, 県内の中小企業における工業製品のデザイン開発に関する調査研究, 熊本県工業技術センター研究報告, 第37号, p50-56, 1999
- 2) 製品評価技術調査委員会, 第I編 第1章1.2 製品評価の定義, 平成7年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」第1分冊(製品評価), 東京都, 財団法人産業創造研究所, p1-3, 1996
- 3) 製品評価技術調査委員会, 第II編 第1章1.1 生活者アンケートによるニーズ実態調査の概要と解析方針, 平成7年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」第1分冊(製品評価), 東京都, 財団法人産業創造研究所, p29-31, 1996
- 4) 製品評価技術調査委員会, 参考資料 資料-3, 平成7年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」第1分冊(製品評価), 東京都, 財団法人産業創造研究所, p178-183, 1996
- 5) 製品評価技術調査委員会, 3.2.3 製品評価のためのガイドラインにおいて考慮されるべき項目, 平成6年度先導研究「製品評価・高度計測分析技術に関する調査研究」第1分冊(製品評価), 東京都, 財団法人産業創造研究所, p19-22, 1995
- 6) 小木元, 横井孝志, 氏家弘裕, 倉片憲治, 高齢社会におけるユニバーサルデザイン, 日本デザイン学会誌特集号, 第7巻1号, p10-15, 1999

編集委員会

| | | |
|------|------|------|
| 委員長 | 木村幹男 | |
| 副委員長 | 富重定三 | 村田 勝 |
| 委員 | 中村哲男 | 井戸泰男 |
| | 宮川隆二 | 土谷紀美 |
| | 坪田敏樹 | |

熊本県工業技術センター研究報告 第39号, 2001

編集・発行 熊本県工業技術センター
熊本県工業技術振興会
〒862-0901 熊本市東町3丁目11-38
TEL096-368-2101 (代表)
FAX096-369-1938

印刷所 (有)米田印刷
TEL093-345-0150 (代表)
FAX096-345-2628
