

石油系軽油代替燃料の  
製造・普及に関する調査研究

共同研究報告書

一般社団法人日本海事検定協会

(理化学分析センター)

国立大学法人秋田大学大学院工学資源学研究科

(中田研究室)

平成 25 年 2 月 28 日

## 要 旨

バイオディーゼル燃料（BDF）は、環境への負荷低減やエネルギー源の分散化などの観点から利用の拡大が期待されるが、廃食油を原料とすることや小規模スケールで製造されることが多いことなどから製品の燃料としての品質が必ずしも安定していないのが実状である。そこで、秋田県内の BDF 製造事業所での製造プロセスおよび製品品質の実態を調査することによって課題を明らかにした。また、秋田県以外の地域でも課題となり得る事象の解決に焦点をあて、本モデル事業が先行事例となるように、得られた結果・知見を広汎に応用されることを目指し幾つかの検討を行った。その結果、秋田県内の BDF の品質は製造法により差異は認められるものの、2 年間の継続調査の中では同等での推移あるいは向上の傾向が見られた。また、BDF に含まれる成分の分解・気化による空気中 120～320 の熱重量減少率が EN 14103 による分析値と比較的一致していることがわかった。さらに、触媒量およびメタノール量の調整により BDF の収量が向上させることが出来た。

本調査研究により得られた知見や注意点を踏まえることで、BDF の安定な製造に繋げることができると考える。また、産・官・学連携の基に委員会の開催、情報共有を図ることができた。実態調査を通して新たな課題も見出されており「地産地消型エネルギー」の益々の普及が期待される。

## 目 次

1. 本事業について	1
1-1 報告書の適用範囲等	1
1-2 事業目的	1
2. 研究背景と目的	2
2-1 研究背景	2
2-2 研究目的	3
2-3 検討項目	4
3. BDF 製造・消費状況調査内容および分析項目・結果	5
3-1 分析項目	5
3-2 事業所 A	11
3-3 事業所 B	17
3-4 事業所 C	26
3-5 事業所 D	33
3-6 分析結果のまとめ	39
4. 簡便な FAME 含有量測定の実験法の検討	42
4-1 研究背景	42
4-2 実験方法	45
4-3 結果と考察	47
5. BDF 収量向上実験	54
5-1 目的と BDF 製造条件変更項目	54
5-2 結果と考察	57
6. 総 括	63
6-1 本研究により得られた知見・成果	63
6-2 今後の方針	65
7. 文 献	70
補遺	71

## 1. 本事業について

### 1-1 報告書の適用範囲等

本報告書は、一般社団法人日本海事検定協会（以下、日本海事検定協会）と国立大学法人秋田大学（以下、秋田大学）の共同研究である「石油系軽油代替燃料の製造・普及に関する調査研究」（以下、本事業）の適用範囲に基づく研究成果を取りまとめたものである。本事業の実施場所は日本海事検定協会理化学分析センターおよび秋田大学大学院工学資源学部研究科環境応用化学専攻中田研究室である。

### 1-2 事業目的

本事業は、石油系軽油代替燃料としてのバイオディーゼル燃料（Bio Diesel Fuel: BDF）を定められた基準に適合する安定した品質で製造する方法を確立するための方策に関し、秋田県内での BDF 製造および使用のシステム構築をモデル事業とし、現場での課題や要望を緻密に把握しながらその解決策を探索することにより遂行する。また、秋田県以外の地域でも課題となり得る事象の解決に焦点をあて、本モデル事業が先行事例となるように、得られた結果・知見を広汎に応用されることを目指す。

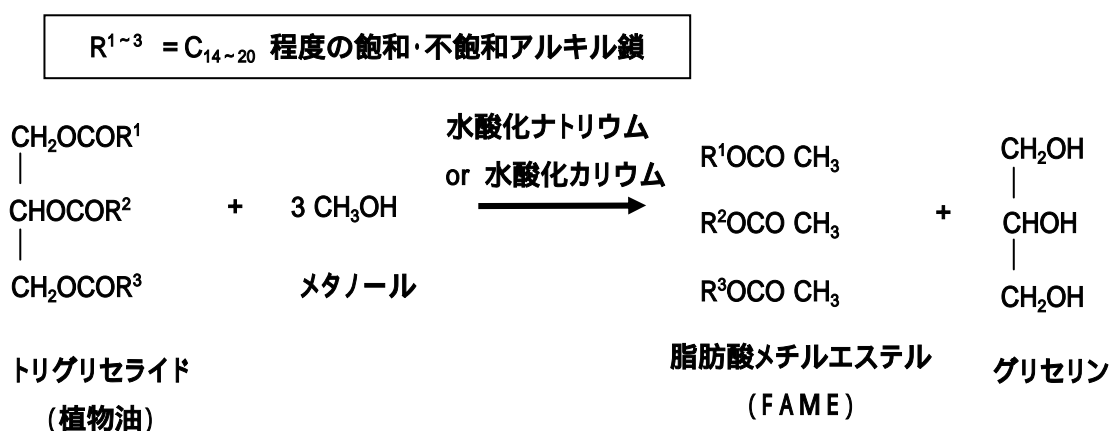
とりわけ平成 24 年度の調査研究では、平成 23 年度までに明らかになった具体的な課題解決のための検討を、秋田大学における実験室規模での基礎的研究と、BDF 製造現場での実機スケールにて実証試験を行った。また、複数の事業所で製造された BDF の成分・物性分析および製造条件や使用状況のヒアリングを行い、基礎データの蓄積や実態調査を行った。

## 2. 研究背景と目的

### 2-1 研究背景

近年、「エネルギーの地産地消」の観点からバイオ燃料の使用が推進されている。そのなかで、廃食油(使用済み植物油)を原料として製造されるバイオディーゼル燃料(Bio Diesel Fuel: BDF)は、原料が食料と競合しないことや廃棄物の低減にもなることから多方面で注目されている。また、大規模な製造プラントを必要とせず、100~200 L スケールの小規模での製造・消費が出来るため、安定した品質の BDF を製造している事業所では、BDF を長期間保存する必要が無いだけでなく、必要時に必要量製造し消費する「オンデマンド」型のシステム運用が可能である。このことは、石油系燃料の価格高騰時や一時的に供給量が減少した場合でも、原料と装置稼働条件さえ整っていれば、緊急的に生産量を増やせることを示している。

BDF の代表的な製造方法は、脂肪酸トリグリセライドを塩基触媒下でアルコールを用いてエステル交換反応させるものであり (Scheme 1-1)<sup>1)</sup>、脂肪酸メチルエステル (Fatty Acid Methyl Ester ; FAME) が主要構成成分となるが<sup>2)</sup>、このときの炭素数や不飽和度は、原料として用いた植物油に由来するため一定ではない。また、廃食油を回収し BDF 原料としている状況では、家庭系廃棄物が多いか事業系廃棄物が多いかによっても廃食油の成分や状態が異なる場合がある。このことは BDF 製造条件に少なからず影響を与える。すなわち、一定の品質の BDF を製造するためには廃食油回収および BDF 製造地域の状況を把握し、触媒量や加熱条件などの製造方法を調整することが望ましい。



Scheme 1-1 エステル交換反応による FAME 生成反応

## 2-2 研究目的

秋田県内では廃食油をアルカリ触媒法により FAME として使用する方法が普及している。本研究では、秋田県内各地域においてそれぞれの地域に根ざした BDF 製造技術の構築と普及を目指し、その前提として規格に類する品質を有しかつ環境に配慮した方式での BDF の安定的製造法の確立を目的とする。

さらにその波及効果として、BDF 製造事業所を核とした地域内資源循環を進め、BDF の地域内での利活用を促進することを視野に入れている。以上のことから、本業務を円滑に進めることを目的として、秋田県生活環境部、秋田県大館市産業部、秋田県北秋田市市民生活部、秋田県横手市産業経済部、秋田県湯沢市市民生活部、秋田大学、日本海事検定協会の担当者から構成される委員会を設置し、情報の共有化を図った。また、日本海事検定協会と秋田大学により作業部会を組織し調査研究指針の策定と得られた結果の専門的考察を行った。

## 2-3 検討項目

### 1) BDF 製造・消費状況調査および分析

秋田県内で BDF を製造している 4 事業所から、廃食油を原料として製造された BDF の提供を受け公定分析を行った。サンプリングは 2012 年 8 月 29 日および 11 月 22 日、12 月 6 日に行った。また、この他に郵送による提供を受けた。さらに、廃食油回収状況や BDF 製造状況をヒアリングし、分析結果との関連性を考察した。

### 2) 簡便な FAME 含有量測定の実験法の検討

BDF の品質を判断する指標として、石油系軽油に対して質量分率 5% を超えない範囲で混合して用いる FAME の要求品質を規定した JIS K 2390 があげられる。他方、定められた全ての項目を分析するにはある一定の機器操作の熟練度が求められる。中でも重要な項目であると考えられるのは、エステル分 (EN 14103) であるが、簡便な分析方法によりエステル分が判断できれば、新たな品質チェックの指標となることが期待される。そこで、熱重量分析に着目し EN 14103 による分析値との相関性を検討した。

### 3) BDF 収量向上実験

1 回の運転あたりに得られる BDF 量が多いほど、運転コストの低減が可能であり、BDF 普及促進に繋がるものと期待される。そこで、BDF 製造実機による BDF 収量向上実験を行った。

### 3. BDF 製造・消費状況調査内容および分析結果

本報告書では、県内の4事業所から供試されたBDFおよび廃食油について事業所A~Dに対応させて、Sample A~Dおよび廃食油A~Dと記す。また、2012年8~9月に製造・採取された試料には“-1”、“-2”を付し、2012年11~12月に製造・採取された試料には“-3”を付す。さらに、廃食油回収状況やBDF製造状況をヒアリングし、分析結果との関連性を考察した。

#### 3-1 分析項目

品質確認のための分析は、JIS K2390-2008 自動車燃料-混合用脂肪酸メチルエステル(FAME)に規定される項目から選択して行った。酸化安定性及び低温性能については「受渡当事者間の合意による」とされているため、酸化安定度(EN14112)、流動点(JIS K2269)および目詰まり点(JIS K2288)で評価することとした。また、外観を数値化して判断するためセーボルト色(JIS K2580)およびASTM色(JIS K2580)の2項目を試験した。

なお、この規格は軽油に対して質量分率5%を超えない範囲で混合して用いるFAMEについての要求品質であり、FAME100%で使用する際の規格ではない。

##### (1) エステル分

品質要求値： 質量分率 96.5%以上

分析方法： EN14103 ガスクロマトグラフィー

試験の意義： FAME 燃料の純度そのものを示している。この値が十分に高ければ、他のほとんどの性状も良好である可能性が高い。

##### (2) 密度@15

品質要求値： 0.860 ~ 0.900 g/cm<sup>3</sup>

分析方法： JIS K2249-1 振動法

試験の意義： FAME は十数種類の物質の混合物であり、ある程度の FAME 純度であれば規格値内に入ることが予想される。また、質量と容量の変換に用いられるため、取引上必要とされる場合もある。



(3) 動粘度@40

品質要求値： 3.50 ~ 5.00 g/cm<sup>3</sup>

分析方法： JIS K2283 キャノン・フェンスケ不透明液用粘度計

試験の意義： 燃料の流動性を示す。値が高いと燃料の噴射に異常をきたす恐れがあり，低すぎてもポンプの磨耗を引き起こす。

(4) 引火点

品質要求値： 120 以上

分析方法： JIS K2265-3 ペンスキーマルテンス密閉法

試験の意義： 危険性を評価する項目である。基準値を満たしていれば，性能自体には影響しない。消防法によって，貯蔵等の規制を受ける。

(5) 硫黄分

品質要求値： 質量分率 0.0010% 以下

分析方法： JIS K2541-6 紫外蛍光法

試験の意義： 硫黄は環境汚染の原因物質である。燃焼により亜硫酸ガスとなり，酸性雨の原因となる。

(6) 10% 残油の残留炭素分

品質要求値： 質量分率 0.3% 以下

分析方法： JIS K2270 ミクロ法

試験の意義： 燃料室内のカーボン生成量を評価する項目である。BDF においては，グリセリン類や金属分などの不揮発性成分量との相関性が高い。

(7) 硫酸灰分

品質要求値： 質量分率 0.02% 以下

分析方法： JIS K2272

試験の意義： 燃焼後に残留する灰残渣の量を測定する。大部分は硫酸塩の形になっている。

(8) 水分

品質要求値： 500 mg/kg

分析方法： JIS K2275 カールフィッシャー電量法

試験の意義： 燃料にとって水は基本的には不純物となる。加水分解などの劣化や金属タンクの腐食などを引き起こす。

(9) 銅版腐食@50℃, 3時間

品質要求値： 1 以下

分析方法： JIS K2513 試験管法

試験の意義： 硫黄化合物による金属腐食の程度を評価する。

(10) 酸化安定度

品質要求値： 6時間以上 (EN14214)

分析方法： EN14112 ランシマット法

試験の意義： 酸化劣化のし易さを確認する。値が低いほど劣化し易い。物質本来の性質であり不飽和成分が多いほど劣化しやすい。

(11) 酸価

品質要求値： 0.50 mgKOH/g

分析方法： JIS K2501 電位差滴定法

試験の意義： 燃料に含まれる酸性物質の量を評価する。FAME では主に遊離脂肪酸量を推定できる。

(12) よう素価

品質要求値： 120 以下

分析方法： JIS K0070 指示薬滴定法

試験の意義： 2重結合に対してよう素を付加反応させる試験であり、燃料に含まれる不飽和成分の量を評価している。この数字が高いほど不飽和成分を多く含んでおり、酸化劣化しやすい成分が多いことを意味する。

(13) リノレン酸メチル

品質要求値：質量分率 12.0%以下

分析方法：EN14103 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：リノレン酸メチルは FAME 成分の中で二重結合を 3 箇所有している物質であり、特に酸化劣化しやすい物質である。含有量が少ないほど望ましい。

(14) メタノール

品質要求値：質量分率 0.20%以下

分析方法：EN14110 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：燃料タンクの金属腐食や引火点低下の原因となる。エステル交換反応に使用される物質であるが、反応後は十分に除去されることが要求される。

(15) モノグリセライド

品質要求値：質量分率 0.80%以下

分析方法：EN14105 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：融点が高い物質であり、燃料全体の流動性とは別にフィルター目詰まりの原因となりうる。

(16) ジグリセライド

品質要求値：質量分率 0.20%以下

分析方法：EN14105 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：トリグリセライドから脂肪酸が一つ欠損した物質であり、反応が未完であることを示している。

(17) トリグリセライド

品質要求値：質量分率 0.20%以下

分析方法：EN14105 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：植物油や動物油といった油脂そのもの、すなわち原料である。この値が高いことは、反応が不十分であることを示している。

(18) 遊離グリセリン

品質要求値：質量分率 0.02% 以下

分析方法：EN14105 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：エステル交換反応の副生成物。高沸点，高粘度の親水性物質であり，目詰まり等の悪影響を及ぼすため，反応後に十分に分離・除去することが重要である。

(19) 全グリセリン

品質要求値：質量分率 0.25% 以下

分析方法：EN14105 ガスクロマトグラフィー

試験の意義：モノ，ジ，トリグリセライドと遊離グリセリンの総量を示す。モノ，ジ，トリグリセライドはそれぞれ係数をかけて加算されている。

(20) 金属 (Na + K)

品質要求値：5.0 mg/kg 以下

分析方法：EN14538 ICP 発光分析法

試験の意義：触媒として使用される水酸化ナトリウム又は水酸化カリウムの残留を確認する。酸洗浄で中和された後でも 塩として残留している場合がある。燃焼後に灰分として燃料室内に堆積し，シリンダの磨耗の原因となる。

(21) 金属 (Ca + Mg)

品質要求値：5.0 mg/kg 以下

分析方法：EN14538 ICP 発光分析法

試験の意義：製造過程の洗浄に使用される水が硬水である場合などに混入が懸念される。また，Ca は触媒として用いられる場合もある。

(22) りん

品質要求値：10.0 mg/kg 以下

分析方法：EN14538 ICP 発光分析法

試験の意義：植物自体に元来多く含まれる物質であるが，油脂の段階ではほとんど含まれない。原料が廃食油であれば問題ない可能性が高い。

(23) 流動点

品質要求値： - 20 以下 (JIS K2204 軽油 3 号 - 東北地域 1-3 月)

分析方法： JIS K2269 傾斜法

試験の意義： 燃料が流動する最低温度を示す。完全に流動しなくなる温度よりも，2.5 高い温度としている。燃料成分そのものに影響されるため，改善には添加剤の投与が必要である。

(24) 目詰まり点

品質要求値： - 12 以下 (JIS K2204 軽油 3 号 - 東北地域 1-3 月)

分析方法： JIS K2288

試験の意義： 燃料が冷やされた時にできる結晶の塊が，フィルターを目詰まりさせる程度に成長する温度である。

(25) セーボルト色

品質要求値： -

分析方法： JIS K2580

試験の意義： 灯油などの透明な液体の色を，最も明るい色の + 30 から最も暗い色の - 16 に分類したもの。

(26) ASTM 色

品質要求値： -

分析方法： JIS K2580

試験の意義： 軽油などの石油製品の色を，淡い色の 0.5 から濃い色の 8.0 に分類したもの。

### 3-2 事業所 A

事業所 A では M 社製 BDF 製造装置を使用している。BDF 製造フローチャートを Fig. 3-1 に示す。また装置写真を Fig. 3-2, 3-3 に示す。本装置は、BDF を水洗しないことに特徴がある。副生グリセリン類をエステル交換反応後に攪拌タンク下部 (Fig. 3-3 左側の排出口) から除去した後、ロータリーポンプによる減圧下で加熱攪拌し、水やメタノールを除去する。次に、温度を 200 以上とし、減圧下で FAME を気化し隣のタンクに捕集する。このため、BDF は Fig. 3-3 右側の排出口から得られる。

BDF の原料に用いる廃食油は、主に給食センターから排出されたものであるが、弁当仕出し屋などの事業系廃食油も増えているとのことだった。冬期間は、流動点降下剤を添加して製造しているとのことだったが、製造施設の都合などから 12 月中旬から 4 月中旬まではほとんど製造を行わないとのことだった。

Table 3-1 に、BDF 分析結果を示す。JIS K 2390 を全ての項目で満たし、特にエステル分は 98.9, 99.5% となり、FAME 純度が極めて高いことがわかった。これは蒸留により決められた沸点成分のみを回収しているためと考えられる。A-1 と A-3 を比較すると、水分の値が A-1 の方が多くなった。この製造法では、メタノールや水は減圧下で取り除かれるため、水分が多くなった理由としては保管時に空気中から取り込まれたことが示唆される。

Table 3-2 に BDF 外観に関する試験結果を示す。いずれも ASTM 色：L0.5、セーボルト色：+22 となり、着色が少ない明るい色であった。

Table 3-3 に FAME の成分を示す。A-1 と A-3 で傾向が同じため、回収されている廃食油 (トリグリセライド) の成分はほぼ安定していると思われる。特徴的な成分としてはオレイン酸メチルとリノール酸メチルが挙げられ、これらで 75% 以上を占めている。また、パルミチン酸メチルも約 12% 程度含まれるが、これらの結果から、廃食油の主成分は大豆油、菜種油、米油であると考えられる<sup>3)</sup>。Table 3-4 に廃食油の分析結果を示す。密度、動粘度、外観に関して秋田県内で回収されている廃食油の一般的な値を示した。

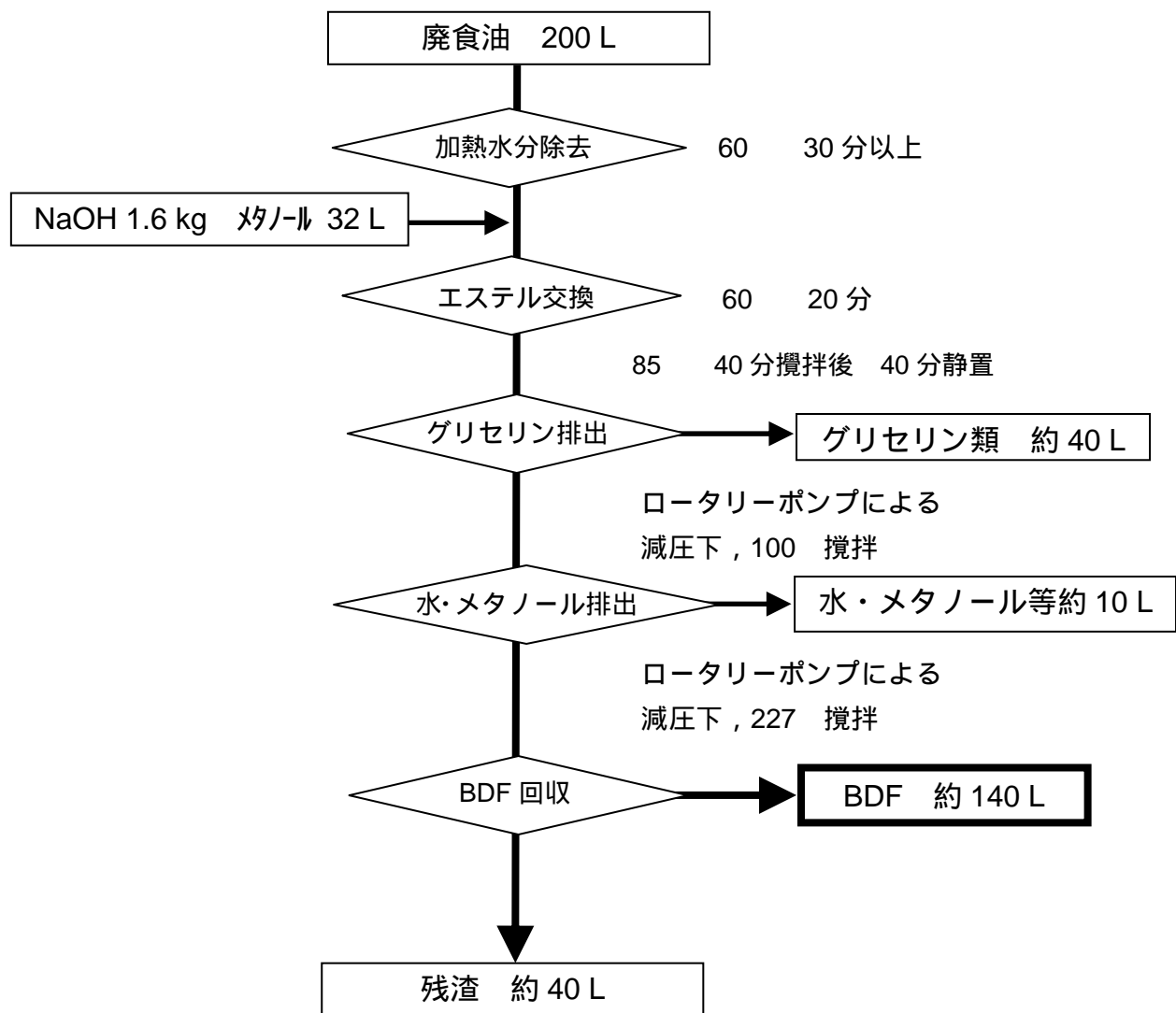


Fig. 3-1 BDF 製造のフローチャート  
(事業所 A)



Fig. 3-2 BDF 製造装置外観  
(於 事業所 A, 2012 年 8 月 29 日撮影)



Fig. 3-3 BDF 製造装置の BDF や副生グリセリン類の排出口付近  
(於 事業所 A, 2012 年 8 月 29 日撮影)



Table 3-1 BDF 分析結果 (製造所 A)

分析項目	単位	試験方法	品質*	Sample A-1	Sample A-3
エステル分	質量分率%	EN 14103	96.5 以上	98.9	99.5
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249	0.86-0.900	0.8823	0.8824
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	3.50-5.00	4.134	4.120
硫黄分	質量分率%	JIS K 2541-6	0.0010 以下	0.0003 未満	0.0001 未満
10%残油の 残留炭素分	質量分率%	JIS K 2270	0.3 以下	0.05	0.05
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.02 以下	0.001	0.000
水分	mg/kg	JIS K 2275	500 以下	334	69
酸化安定性	時間	EN14112	-	0.6	0.9
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.50 以下	0.12	0.06
よう素価	-	JIS K 0070	120 以下	113	113
リノレン酸メチル	質量分率%	EN 14103	12.0 以下	6.2	6.0
メタノール	質量分率%	EN 14110	0.20 以下	0.01 未満	0.03
モノグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.80 以下	0.01 未満	0.01 未満
ジグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	0.01 未満	0.01 未満
トリグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	0.01 未満	0.01 未満
遊離グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.02 以下	0.02	0.02
全グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.25 以下	0.02	0.02
金属 (Na+K)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	4	1
金属 (Ca + Mg)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	1 未満	1 未満
りん	mg/kg	EN 14107	10.0 以下	1 未満	1 未満
流動点		JIS K 2269	-	-2.5	-2.5
目詰まり点		JIS K 2288	-	-2	-6

\*JIS K2390 の品質要求値は、軽油に対して質量分率 5%を超えない範囲で混合して用いる FAME についてのものであり、FAME100%で使用する際の品質要求値ではない。

Table 3-2 BDF 外観に関する試験結果（製造所 A）



	SampleA-1	SampleA-3
ASTM 色	L0.5	L0.5
セーボルト色	+22	+22
写真		

Table 3-3 FAME の成分 (製造所 A)

単位：質量分率%

		SampleA-1	SampleA-3
C14:0	ミリスチン酸メチル	0.2	0.18
C16:0	パルミチン酸メチル	13.0	11.91
C16:1	パルミトレイン酸メチル	0.5	0.38
C18:0	ステアリン酸メチル	2.6	2.63
C18:1	オレイン酸メチル	41.7	42.35
C18:2	リノール酸メチル	35.2	35.78
C18:3	リノレン酸メチル	6.2	5.95
C20:0	アラキジン酸メチル	0.2	0.25
C20:1	ガドレイン酸メチル	0.3	0.37
C22:0	ベヘン酸メチル	0.1	0.08
C22:1	エルカ酸メチル	0.0	0.02
C24:0	リグノセリン酸メチル	0.0	0.02
C24:1	ネルボン酸メチル	0.0	0.01
合計	飽和分	16.1	15.1
	不飽和分	83.9	84.9

Table 3-4 廃食油の分析結果 (製造所 A)

分析項目	単位	試験方法	廃食油 A-1	廃食油 A-3
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249-1	0.9244	0.9244
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	37.26	37.01
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.001	0.001
水分	mg/kg	JIS K 2275	1136	1119
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	2.45	1.37
ASTM 色	-	JIS K 2580	L3.5	L3.5
セーボルト色	-	JIS K 2580	-16 以下	-16 以下

### 3-3 事業所 B

事業所 B では M 社製の BDF 製造装置 ( Fig. 3-4 ) を使用していたが , 11 月に D 社製の新装置 ( Fig. 3-5 ) が導入された。BDF 製造フローチャートをそれぞれ Fig. 3-6 , 3-7 に示す。いずれも , エステル交換反応後に副生グリセリン類を静置分離・除去し , 水洗を行うプロセスである。新装置 ( D 社製 ) では , 一度に 200 L の BDF 製造が可能で , これは今後の生産・消費量増加に対応するためとのことだった。また , 新装置システムにはクーリングタワー ( Fig. 3-8 ) が組み込まれており , 冷却時間を短縮できる工夫がされていた。

廃食油は , 主に近隣自治体内から回収されたものであり , 家庭系も一部含まれるが , 給食センターなどの事業系から安定供給されているとのことである。また , 廃食油の性状が製造運転毎に大きく変化することを防ぐため , 収集した廃食油を大型容器で混合してから用いるタンク併設されていた。( Fig. 3-9 ) 製造された BDF は Fig. 3-10 の給油ポンプを利用して自動車に給油しているとのことである。

Table 3-1 に , BDF 分析結果を示す。また , Table 3-2 に BDF 外観に関する試験結果を示す。SampleB-1 は , M 社製装置により , SampleB-3 は D 社製装置により製造された試料である。今後は D 社製装置を使用する予定とのことだったので , SampleB-3 の分析結果について詳しく見ると , エステル分が 93.4% であり改善が望まれる。また , 10% 残油の残留炭素分 , 水分 , 酸価についてもわずかに規格値を上回った。これらの値はエステル分の増加により低下すると予想されるが , 稼働開始間もない状況であるため経過観察が必要であると考えられる。

Table 3-7 に FAME の成分を示す。SampleB-1 , SampleB-3 いずれもオレイン酸メチルトリノール酸メチルが主成分であり , パルミチン酸メチル量がこれに続くことから , 廃食油の主成分は菜種油やこめ油であると考えられる。

Table 3-8 に廃食油の分析結果を示す。廃食油 B-1 , 廃食油 B-3 を比較すると , 動粘度に違いが見られた。このような違いの影響を軽減することを目的として導入されたのが , Fig. 3-9 の廃食油タンクであると見受けられる。



Fig. 3-4 BDF 製造装置外觀  
(於 事業所 B , 2012 年 8 月 29 日撮影)



Fig. 3-5 BDF 製造装置外觀  
(於 事業所 B , 2012 年 12 月 6 日撮影)

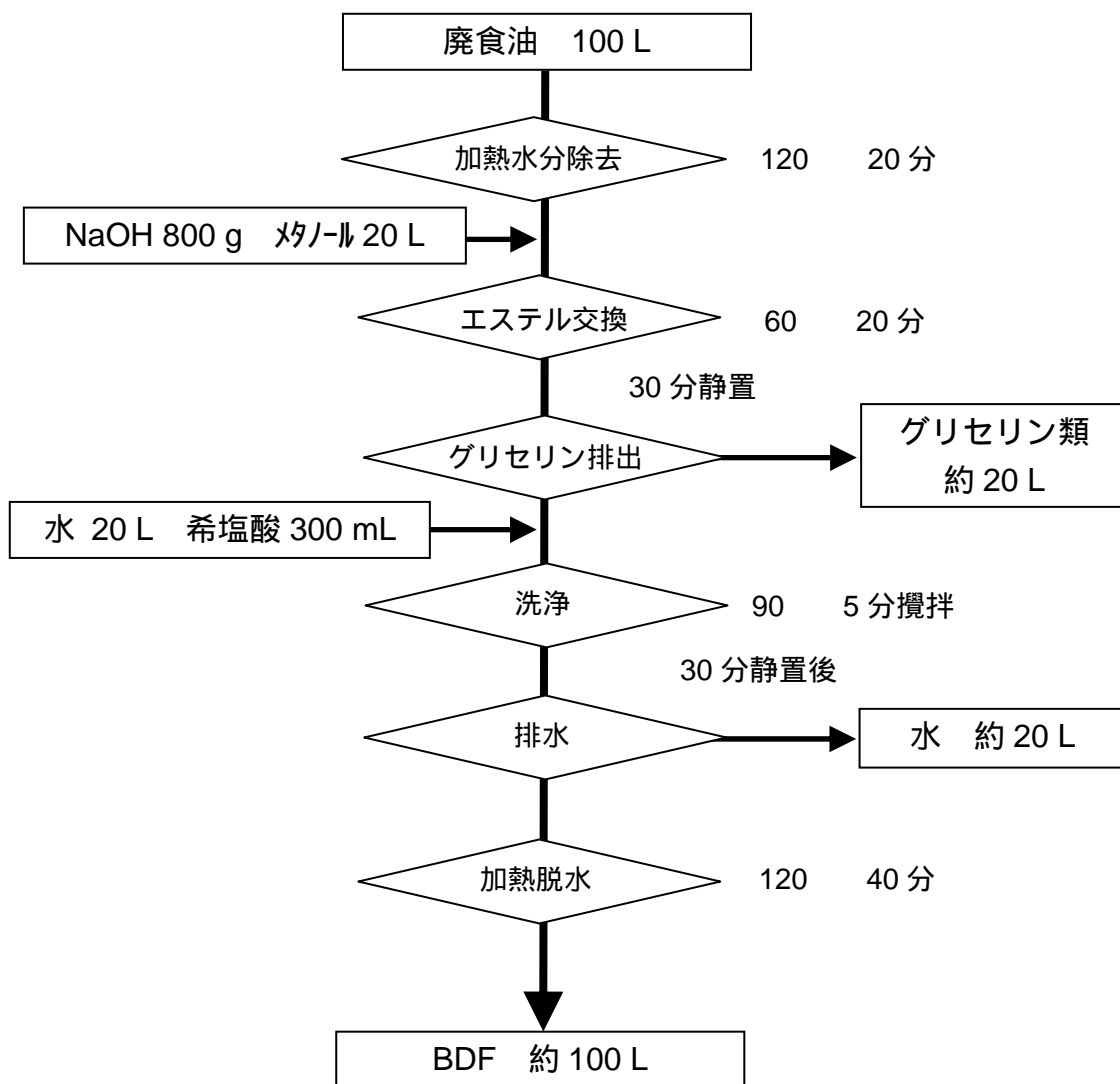


Fig. 3-6 BDF 製造のフローチャート  
(事業所 B, M 社製装置)

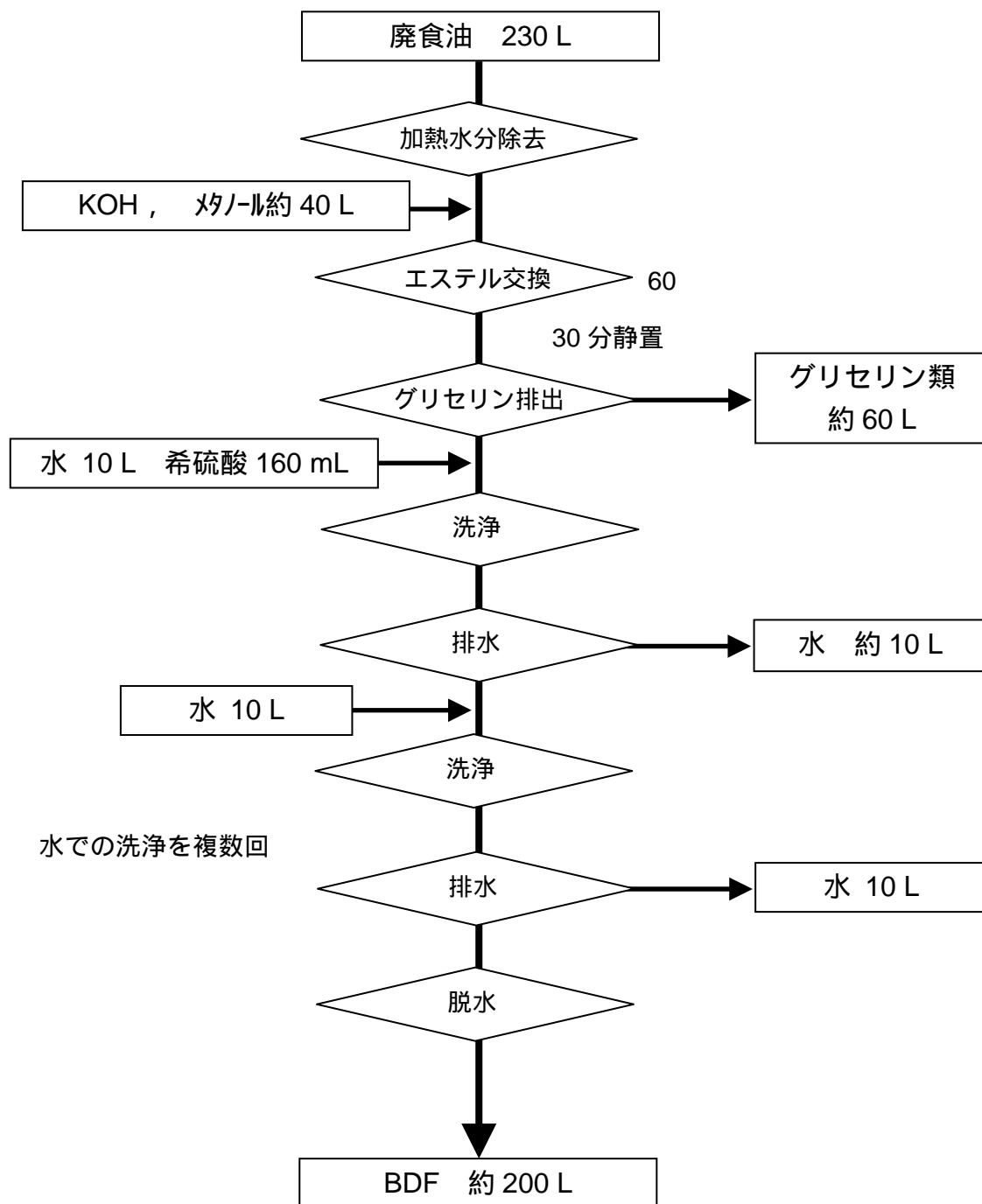


Fig. 3-7 BDF 製造のフローチャート  
(事業所 B, D 社製装置)



Fig. 3-8 BDF 製造装置付属のクーリングタワー  
(於 事業所 B, 2012 年 12 月 6 日撮影)



Fig. 3-9 廃食油タンク  
(於 事業所 B, 2012 年 12 月 6 日撮影)





Fig. 3-10 BDF 給油ポンプ  
(於 事業所 B , 2012 年 8 月 29 日撮影)

Table 3-5 BDF 分析結果 (製造所 B)

分析項目	単位	試験方法	品質*	Sample B-1	Sample B-3
エステル分	質量分率%	EN 14103	96.5 以上	89.9	93.4
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249	0.86-0.900	0.8868	0.8853
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	3.50-5.00	5.029	4.684
硫黄分	質量分率%	JIS K 2541-6	0.0010 以下	0.0005	0.0002
10%残油の 残留炭素分	質量分率%	JIS K 2270	0.3 以下	1.09	0.46
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.02 以下	0.002	0.000
水分	mg/kg	JIS K 2275	500 以下	1069	509
酸化安定性	時間	EN14112	-	0.4	0.7
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.50 以下	0.69	0.61
よう素価		JIS K 0070	120 以下	106	111
リノレン酸メチル	質量分率%	EN 14103	12.0 以下	4.4	6.0
メタノール	質量分率%	EN 14110	0.20 以下	0.01 未満	0.01 未満
モノグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.80 以下	0.73	0.60
ジグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	0.67	0.20
トリグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	2.54	0.01 未満
遊離グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.02 以下	0.01 未満	0.01 未満
全グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.25 以下	0.55	0.19
金属 (Na+K)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	3	1
金属 (Ca + Mg)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	1 未満	1 未満
りん	mg/kg	EN 14107	10.0 以下	1 未満	1 未満
流動点		JIS K 2269	-	0.0	-22.5
目詰まり点		JIS K 2288	-	-7	-5

\*JIS K2390 の品質要求値は、軽油に対して質量分率 5% を超えない範囲で混合して用いる FAME についてのものであり、FAME100% で使用する際の品質要求値ではない。

Table 3-6 BDF 外観に関する試験結果（製造所 B）



	SampleB-1	SampleB-3
ASTM 色	L2.5	L2.0
セーボルト色	-16 以下(-33.0)	-16 以下(-40)
		

Table 3-7 FAME の成分 (製造所 B)

単位：質量分率%

		SampleB-1	SampleB-3
C14:0	ミリスチン酸メチル	0.2	0.16
C16:0	パルミチン酸メチル	12.8	10.17
C16:1	パルミトレイン酸メチル	0.5	0.34
C18:0	ステアリン酸メチル	3.0	2.65
C18:1	オレイン酸メチル	46.8	49.17
C18:2	リノール酸メチル	30.3	29.74
C18:3	リノレン酸メチル	4.9	6.02
C20:0	アラキジン酸メチル	0.4	0.44
C20:1	ガドレイン酸メチル	0.6	0.69
C22:0	ベヘン酸メチル	0.3	0.28
C22:1	エルカ酸メチル	0.1	0.05
C24:0	リグノセリン酸メチル	0.1	0.12
C24:1	ネルボン酸メチル	0.1	0.08
合計	飽和分	16.8	13.8
	不飽和分	83.2	86.1

Table 3-8 廃食油の分析結果 (製造所 B)

分析項目	単位	試験方法	廃食油 B-1	廃食油 B-3
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249-1	0.9227	0.9224
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	39.88	33.56
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.003	0.001
水分	mg/kg	JIS K 2275	824	413
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.20	0.60
ASTM 色	-	JIS K 2580	L2.0	1.0
セーボルト色	-	JIS K 2580	-16 以下	-16 以下

### 3-4 事業所 C

事業所 C では S 社製 ,BDF 製造装置を使用している。BDF 製造フローチャートを Fig. 3-11 に示す。アルカリ触媒は水酸化カリウム (KOH) を用いている。また , Fig. 3-12 ~ 3-14 に視察時の写真を示す。廃食油は , 近隣自治体などの給食センター , 公民館 , 介護施設などから回収しているとのことだった。

Table 3-9 に , BDF 分析結果を示す。また , Table 3-10 に BDF 外観に関する試験結果を示す。最も特徴的な点として , C-1 のエステル分が 45.7% と極めて低いが , これは試験的に “再生メタノール” を用いて得られた BDF の分析値である。後日 , この “再生メタノール” について水分量を分析したところ 23wt% だったことから , 水の影響によりエステル交換反応が阻害されたことが考えられる。C-2 , C-3 では , エステル分と水分以外は規格値を満たしたことから , 脱水工程を工夫すれば製造法を大きく変える必要はないものと考えられる。

Table 3-12 に FAME の成分を示す。C-1 ~ C-3 で傾向が同じため , 回収されている廃食油 (トリグリセライド) の成分はほぼ安定していると思われる。また , オレイン酸メチルとリノール酸メチルが主成分であることから , 廃食油の主成分は大豆油と菜種油であると考えられる。

Table 3-4 に廃食油の分析結果を示す。密度 , 動粘度 , 外観に関して秋田県内で回収されている廃食油の一般的な値を示した。廃食油の分析値も C-1 と C-3 でほぼ一致しており , 回収されている廃食油の品質が安定していることを示す結果であった。

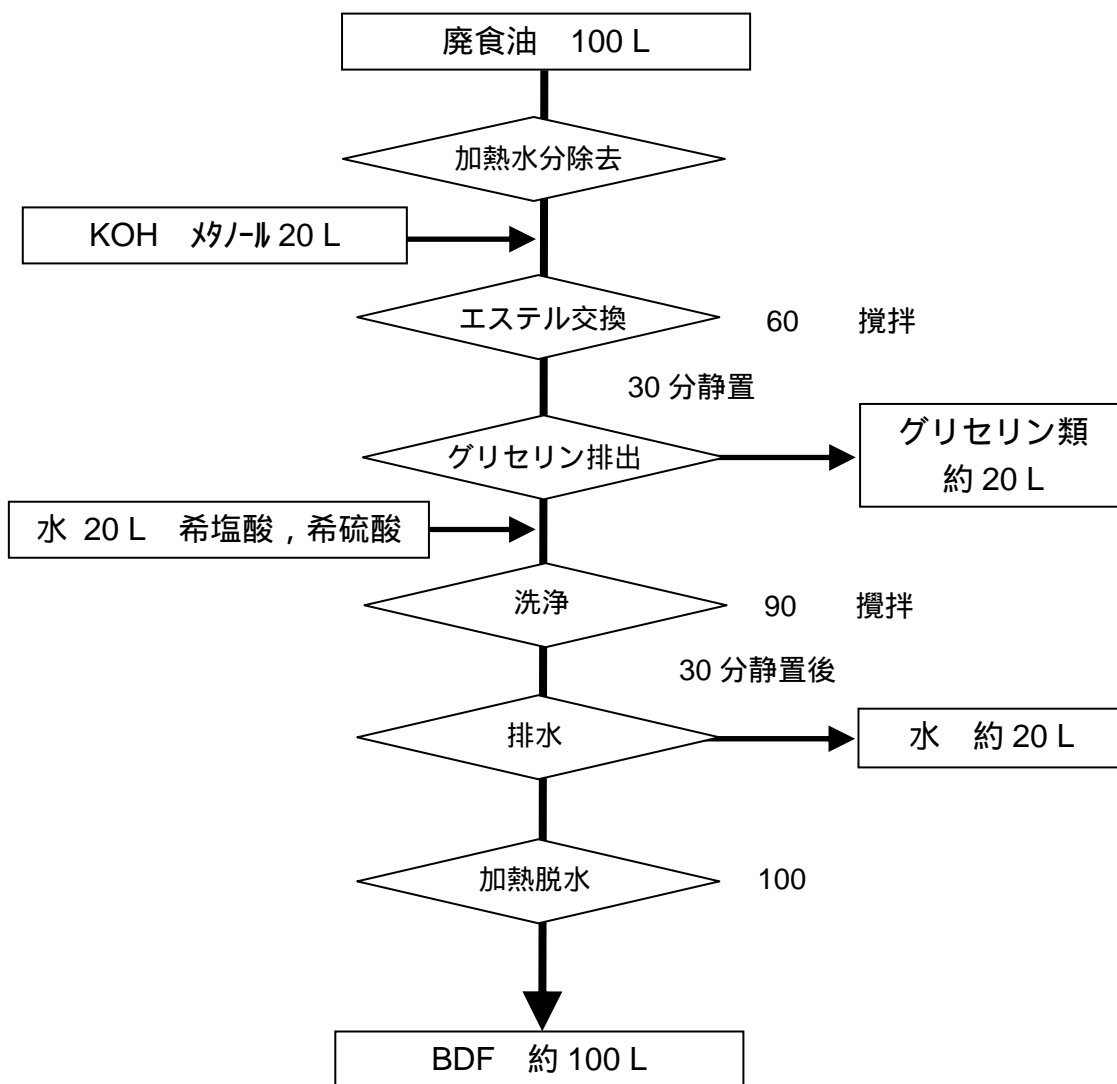


Fig. 3-1 BDF 製造のフローチャート  
(事業所 C)



Fig. 3-2 BDF 取り出し口  
(於 事業所 C, 2012 年 8 月 29 日撮影)



Fig. 3-3 BDF 給油設備  
(於 事業所 C, 2012 年 8 月 29 日撮影)



Fig. 3-14 BDF 製造装置外觀  
(於 事業所 C , 2012 年 11 月 22 日撮影)



Table 3-9 BDF 分析結果 (製造所 C)

分析項目	単位	試験方法	規格値	Sample C-1	Sample C-2	Sample C-3
エステル分	質量分率%	EN 14103	96.5 以上	45.7	96.2	94.8
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249	0.86-0.900	0.9040	0.8852	0.8848
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	3.50-5.00	12.44	4.457	4.630
硫黄分	質量分率%	JIS K 2541-6	0.0010 以下	0.0003 未満	0.0003 未満	0.0001 未満
10%残油の 残留炭素分	質量分率%	JIS K 2270	0.3 以下	測定 不可	0.40	0.42
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.02 以下	0.001	0.001	0.001
水分	mg/kg	JIS K 2275	500 以下	630	975	591
酸化安定性	時間	EN14112	-	1.4	0.6	1.1
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.50 以下	0.14	0.13	0.11
よう素価	-	JIS K 0070	120 以下	114	117	112
リノレン酸メチル	質量分率%	EN 14103	12.0 以下	3.8	6.9	8.7
メタノール	質量分率%	EN 14110	0.20 以下	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
モノグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.80 以下	0.19	0.57	0.56
ジグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	3.14	0.20	0.26
トリグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	61.2	0.01 未満	0.34
遊離グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.02 以下	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
全グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.25 以下	6.80	0.18	0.22
金属 (Na+K)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	1	1 未満	1
金属 (Ca + Mg)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	1 未満	1 未満	1 未満
りん	mg/kg	EN 14107	10.0 以下	1 未満	1 未満	1 未満
流動点		JIS K 2269	-	-7.5	-2.5	-10.0
目詰まり点		JIS K 2288	-	-8	-10	-12

\*JIS K2390 の品質要求値は、軽油に対して質量分率 5%を超えない範囲で混合して用いる FAME についてのものであり、FAME100%で使用する際の品質要求値ではない。

Table 3-10 BDF 外観に関する分析結果（製造所 C）



	SampleC-1	SampleC-2	SampleC-3
ASTM 色	L1.5	L1.5	1.0
セーボルト色	-16 以下(-38.4)	-16 以下(-34.8)	-16 以下(-29.9)
			

Table 3-11 FAME の成分 ( 製造所 C )

単位：質量分率%

		SampleC-1	SampleC-2	SampleC-3
C14:0	ミリスチン酸メチル	0.1	0.1	0.08
C16:0	パルミチン酸メチル	6.4	8.8	4.89
C16:1	パルミトレイン酸メチル	0.3	0.3	0.31
C18:0	ステアリン酸メチル	2.3	2.8	1.91
C18:1	オレイン酸メチル	55.0	44.3	61.73
C18:2	リノール酸メチル	25.6	35.1	20.01
C18:3	リノレン酸メチル	8.2	6.9	8.70
C20:0	アラキジン酸メチル	0.7	0.4	0.55
C20:1	ガドレイン酸メチル	0.9	0.7	1.13
C22:0	ベヘン酸メチル	0.3	0.3	0.31
C22:1	エルカ酸メチル	0.1	0.1	0.04
C24:0	リグノセリン酸メチル	0.1	0.1	0.12
C24:1	ネルボン酸メチル	0.1	0.1	0.17
合計	飽和分	9.9	12.5	7.9
	不飽和分	90.1	87.5	92.1

Table 3-12 廃食油の分析結果 ( 製造所 C )

分析項目	単位	試験方法	廃食油 C-1	廃食油 C-3
密度 ( 15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249-1	0.9219	0.9210
動粘度 ( 40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	34.53	35.38
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.003	0.001
水分	mg/kg	JIS K 2275	754	744
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.24	0.11
ASTM 色	-	JIS K 2580	L2.0	L1.5
セーボルト色	-	JIS K 2580	'-16 以下	'-16 以下

### 3-5 事業所 D

事業所 D では D 社製の BDF 製造装置を使用している。BDF 製造フローチャートを Fig. 3-15 に示す。この方法は BDF を洗浄しないことが特徴であり、メタノールは減圧除去し、アルカリ触媒の除去は、硫酸を加えて半固形物質を沈殿させて回収している。

Fig. 3-16 に BDF 製造装置外観を示す。写真中央は副生グリセリン類が集められるタンクである。本装置では、グリセリン相と FAME 相との分離の判別するために色センサーを設けているとのことだった。また、Fig. 3-17 は BDF 製造設備近隣に設置された廃食油回収ステーションであり、この形式で集められた家庭系廃食油は全体の約 1 割弱となるとのことだった。他方、9 割を占めるのは、BDF 製造事業所周辺自治体の給食センターからの排出された事業系廃食油であり、この地域の給食センターではこめ油よく使われているとのことである。また、農業用機器での BDF 使用拡大を検討中とのことだった。さらに、副生グリセリン類は堆肥センターにて発酵促進剤としての試験に使用しているとのことである

Table 3-13 に BDF 分析結果を示す。また、Table 3-14 に BDF 外観に関する試験結果を示す。D-1 のエステル分は 82.1% であり、トリグリセライド量が多いことからエステル交換が十分に進んでいなかったことが推定される。他方 D-2 では、品質向上の傾向が見られた。D-2 を詳しく見ると、10% 残油の残留炭素分、酸価、メタノール、ジグリセライド、トリグリセライド、遊離グリセリン、Na+K 量が多く、以下の検討が望まれる。エステル分向上とグリセライド量の低減のため、エステル交換反応の時間を延ばすことや、触媒量やメタノール量の最適化の検討が必要であると考えられる。アルカリ触媒の除去を確実にするため、希硫酸による中和工程を複数回行うことや、処理時間を延ばすことが考えられる

Table 3-15 に FAME の成分を示す。この製造所で用いられる廃食油には米油由来が多いとのことだったが、パルミチン酸メチルの含有量が 13% 程度であり、オレイン酸メチルがリノール酸メチルよりも多いことから、菜種油や紅花油もある程度含まれていると推定される。

Table 3-16 に廃食油の分析結果を示す。いずれも酸価が 0.25 以下となり BDF の原料として好ましいことがわかった。

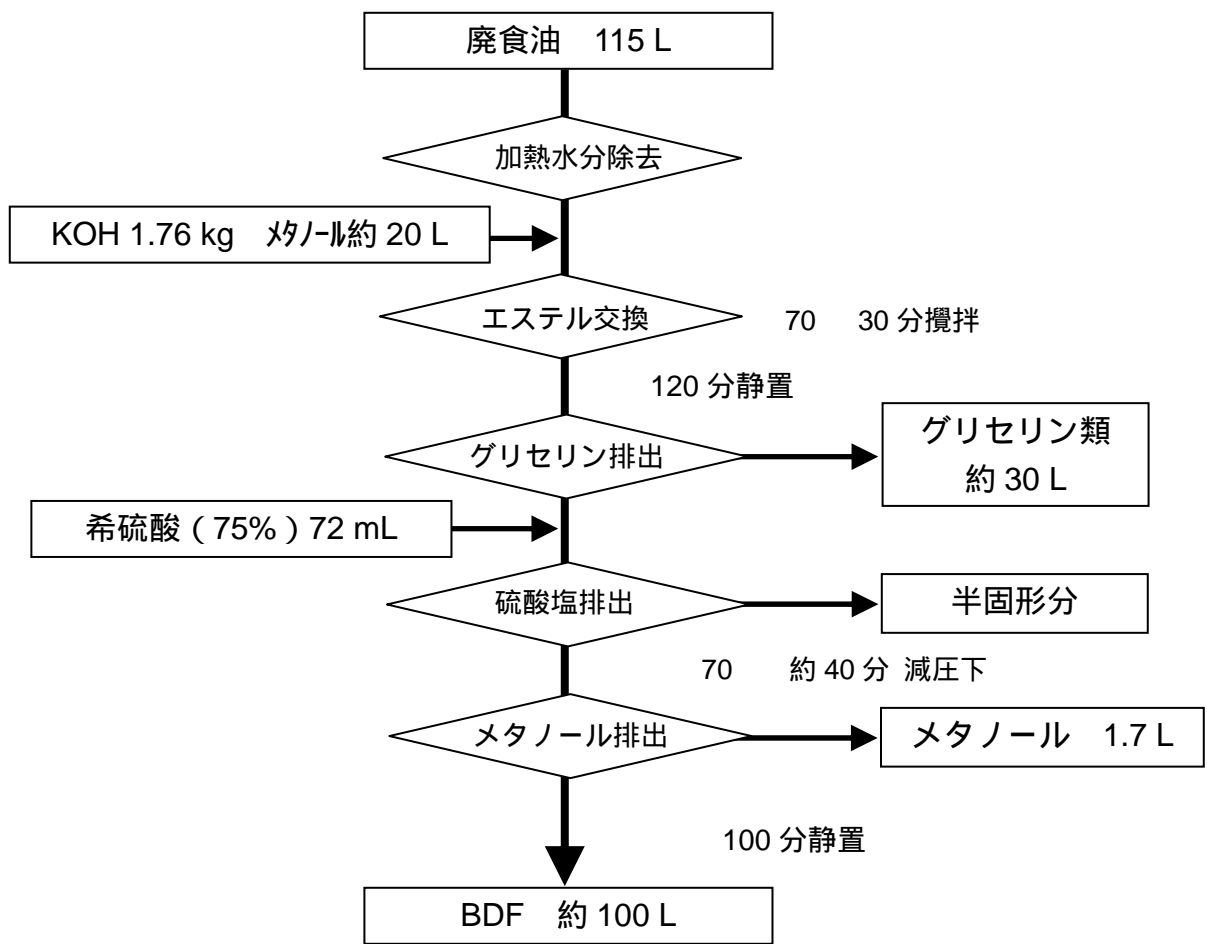


Fig. 3-15 BDF 製造のフローチャート  
(事業所 D)



Fig. 3-16 BDF 製造装置外観  
(於 事業所 D , 2012 年 8 月 29 日撮影)



Fig. 3-17 廃食油回収サイト  
(於 事業所 D 近隣施設 , 2012 年 8 月 29 日撮影)

Table 3-13 BDF 分析結果 (製造所 D)

分析項目	単位	試験方法	規格値	Sample D-1	Sample D-3
エステル分	質量分率%	EN 14103	96.5 以上	82.1	93.3
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249	0.86-0.900	0.8924	0.8856
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	3.50-5.00	6.071	4.757
硫黄分	質量分率%	JIS K 2541-6	0.0010 以下	0.0026	0.0004
10%残油の残留炭素分	質量分率%	JIS K 2270	0.3 以下	4.79	0.52
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.02 以下	0.130	0.000
水分	mg/kg	JIS K 2275	500 以下	1359	254
酸化安定性	時間	EN14112	( 6.0 以下 )	0.8	3.7
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.50 以下	0.77	0.86
よう素価		JIS K 0070	120 以下	105	108
リノレン酸メチル	質量分率%	EN 14103	12.0 以下	2.4	3.7
メタノール	質量分率%	EN 14110	0.20 以下	0.24	0.24
モノグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.80 以下	0.94	0.63
ジグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	3.06	0.25
トリグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.20 以下	5.09	0.28
遊離グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.02 以下	1.80	0.03
全グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.25 以下	0.59	0.25
金属 (Na+K)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	470	8
金属 (Ca + Mg)	mg/kg	EN 14538	5.0 以下	3	1 未満
りん	mg/kg	EN 14107	10.0 以下	1 未満	1 未満
流動点		JIS K 2269	-	-5	-2.5
目詰まり点		JIS K 2288	-	-2	-7

\* JIS K2390 の品質要求値は、軽油に対して質量分率 5% を超えない範囲で混合して用いる FAME についてのものであり、FAME100% で使用する際の品質要求値ではない。

Table 3-14 BDF 外観に関する分析結果（製造所 D）



	SampleD-1	SampleD-3
ASTM 色	L2.5	L1.5
セーボルト色	-16 以下(-35.0)	-16 以下(-32.4)
		



Table 3-15 FAME の成分 (製造所 D)

単位：質量分率%

		SampleD-1	SampleD-2
C14:0	ミリスチン酸メチル	0.3	0.21
C16:0	パルミチン酸メチル	13.7	12.81
C16:1	パルミトレイン酸メチル	0.3	0.27
C18:0	ステアリン酸メチル	2.3	2.37
C18:1	オレイン酸メチル	45.8	45.41
C18:2	リノール酸メチル	32.9	33.37
C18:3	リノレン酸メチル	2.9	3.71
C20:0	アラキジン酸メチル	0.6	0.56
C20:1	ガドレイン酸メチル	0.6	0.65
C22:0	ベヘン酸メチル	0.3	0.26
C22:1	エルカ酸メチル	0.1	0.05
C24:0	リグノセリン酸メチル	0.3	0.23
C24:1	ネルボン酸メチル	0.0	0.05
合計	飽和分	17.3	16.4
	不飽和分	82.7	83.5

Table 3-16 廃食油の分析結果 (製造所 D)

分析項目	単位	試験方法	廃食油 D-1	廃食油 D-3
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249-1	0.9231	0.9226
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	JIS K 2283	40.78	36.42
硫酸灰分	質量分率%	JIS K 2272	0.001	0.000
水分	mg/kg	JIS K 2275	815	862
酸価	mgKOH/g	JIS K 2501	0.14	0.25
ASTM 色	-	JIS K 2580	L2.0	L2.0
セーボルト色	-	JIS K 2580	-16 以下	-16 以下

### 3-6 分析結果のまとめ

Table 3-17 ~ 3-20 に、昨年度の結果も含めた各製造所の BDF の成分分析値を、Fig. 3-18 にエステル分、Fig. 3-19 に水分量の変化を示す。エステル分に注目すると、事業所 D の 2012 年度 1 回目の試料では低い値となり、事業所 C では 2012 年度 2 回目の試料で低下が見られたが、いずれの事業所でもエステル量向上の傾向が見られる。また、その他の項目に関してもエステル量の向上に伴い改善している傾向が見られる。他方、水分量についてはバラツキが大きく、今後の検討課題のひとつとしてあげられる。水分量を低下させるには、脱水工程の最適化および保管状況の調査・改善が必要であると考えられる。

Table 3-17 BDF の分析結果（製造所 A）

分析項目	単位	サンプリング時期			
		2011 年 10 月	2012 年 1 月	2012 年 8~9 月	2012 年 11~12 月
		2011 1st	2011 2nd	2012 1st	2012 2nd
エステル分	質量分率%	99.2	97.8	98.9	99.5
水分	mg/kg	326	510	334	69
メタノール	質量分率%	0.01	0.01 未満	0.01 未満	0.03
モノグリセライド	質量分率%	0.01 未満	0.01	0.01 未満	0.01 未満
ジグリセライド	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
トリグリセライド	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
遊離グリセリン	質量分率%	0.01	0.01 未満	0.02	0.02
全グリセリン	質量分率%	0.01	0.01	0.02	0.02

Table 3-18 BDF の分析結果（製造所 B）

分析項目	単位	2011 1st	2011 2nd	2012 1st	2012 2nd
エステル分	質量分率%	90.2	88.4	89.9	93.4
水分	mg/kg	461	857	1069	509
メタノール	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
モノグリセライド	質量分率%	0.67	0.70	0.73	0.60
ジグリセライド	質量分率%	0.64	0.71	0.67	0.20
トリグリセライド	質量分率%	2.68	2.86	2.54	0.01 未満
遊離グリセリン	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
全グリセリン	質量分率%	0.55	0.58	0.55	0.19

Table 3-19 BDF の分析結果（製造所 C）

分析項目	単位	2011 1st	2011 2nd	2012 1st	2012 2nd
エステル分	質量分率%	60.6	95.0	96.2	94.8
水分	mg/kg	2234	190	975	591
メタノール	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
モノグリセライド	質量分率%	0.32	0.50	0.57	0.56
ジグリセライド	質量分率%	3.65	0.20	0.20	0.26
トリグリセライド	質量分率%	37.9	0.55	0.01 未満	0.34
遊離グリセリン	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
全グリセリン	質量分率%	4.52	0.21	0.18	0.22

Table 3-20 BDF の分析結果（製造所 D）

分析項目	単位	2011 1st	2011 2nd	2012 1st	2012 2nd
エステル分	質量分率%	92.5	92.3	82.1	93.3
水分	mg/kg	283	621	1359	254
メタノール	質量分率%	0.40	0.39	0.24	0.24
モノグリセライド	質量分率%	0.54	0.70	0.94	0.63
ジグリセライド	質量分率%	0.26	0.24	3.06	0.25
トリグリセライド	質量分率%	0.29	0.16	5.09	0.28
遊離グリセリン	質量分率%	0.05	0.11	1.80	0.03
全グリセリン	質量分率%	0.26	0.34	0.59	0.25

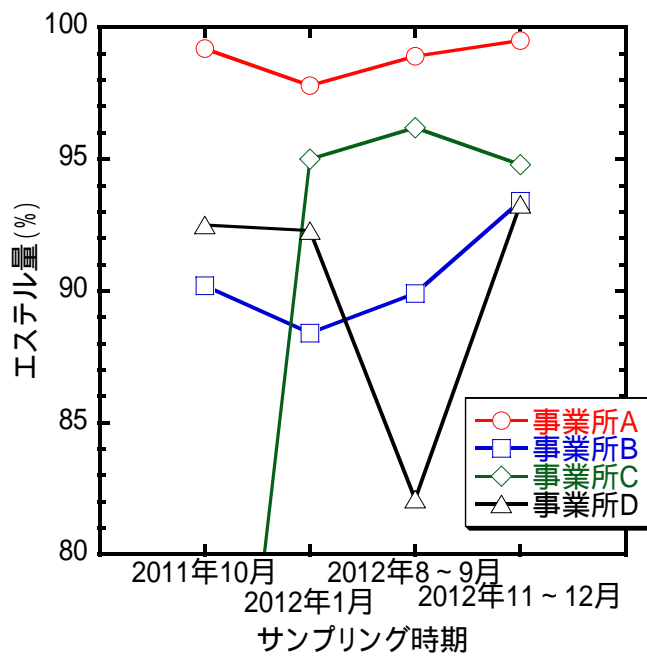


Fig. 3-18 エステル分の変化

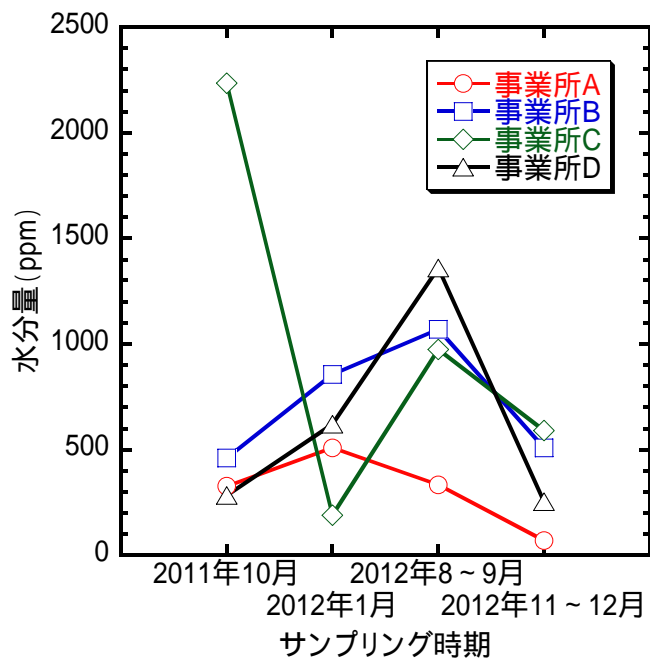


Fig. 3-19 水分の変化

## 4. 簡便な FAME 含有量測定の実験法の検討

### 4-1 研究背景

軽油に対して質量分率 5%を超えない範囲で混合して用いる FAME についての要求品質である JIS K2390 自動車燃料-混合用脂肪酸メチルエステル(FAME)では、メチルエステル含有量は、EN 14103 に従い分析することが指定されている。ガスクロマトグラフィー (Gas Chromatography: GC) による EN 14103 の分析では、FAME の種類の情報も得られる一方で、GC 測定条件で気化しない成分は同定できない。また、クロマトグラムからの定量には、標準物質の測定などある一定の工程と経験が必要である。他方、FAME 含有量の簡便な分析方法が確立されることにより BDF の品質確認作業が捗り、石油系軽油代替燃料の製造・普及の促進にも繋がるものと期待される。そこで本研究では、秋田県内で製造された BDF および未使用植物油を原料として実験室でフラスコによりに製造した BDF について熱重量分析を行い、EN 14103 に準拠した GC 分析値との比較を行った。

Table 4-1 に平成 20 年における日本国内向け植物油品目別需要を示す<sup>4)</sup>。国内で可食油として流通している品目のうち 51%が菜種油であり、これに次ぐ大豆油 34%と合わせると 85%を占めている。また、その他植物油としてパーム油、ヤシ油が多い割合を示しているが、洗剤などの原料に用いられているためと推定される。これらのことから、BDF の原料となる廃食油には菜種油、大豆油由来が多く含まれると考えられる。

Table 4-2 に各種油脂の脂肪酸組成を示す<sup>3)</sup>。国内流通量が最も多い菜種油に注目すると、オレイン酸成分が最も多くその他 C18 脂肪酸の合計が 92.9%である。また、大豆油の組成を見ても 88.7%が C18 脂肪酸であり、パーム油、ココナツ(ヤシ)油を除くとその他の油脂でも C18 脂肪酸成分が多いことが読み取れる。これらのことから、熱重量分析に用いる植物油の代表として市販の“キャノーラ油・原材料食用菜種油”を選定した。また、脂肪酸メチルエステルの代表として“オレイン酸メチル”を用いた。

Table 4-1 平成 20 年における日本国内向け植物油品目別需要

(単位:原油 1,000t)

可食油		その他植物油	
大豆油	605	パーム油	580
菜種油	914	ヤシ油	71
とうもろこし油	98	あまに油	28
こめ油	94	パーム核油	67
綿実油	11	オリーブ油	31
ごま油	37	ひまし油	19
ひまわり油	24	桐油	2
サフラワー油	13		
その他可食油	1	その他植物油	6
計	1,797	計	804

出展：農林水産省食品産業振興課，我が国の油脂事情，p.97 (2009).

Table 4-2 各種油脂の脂肪酸組成

油脂	脂肪酸組成[重量%]							
	炭素数： 2重結合数	12:0 ラウリン 酸	14:0 ミリスチ ン酸	16:0 パルミチ ン酸	18:0 ステアリ ン酸	18:1 オレイン 酸	18:2 リノール 酸	18:3 リノレイ ン酸
菜種			4.0	1.7	58.6	21.8	10.8	
大豆			10.3	3.8	24.3	52.7	7.9	
ひまわり			6.7	3.7	19.0	69.9	0.7	
とうもろこし			11.2	2.1	34.7	50.5	1.5	
オリーブ			9.9	3.2	75.0	10.4	0.8	
パーム			44.2	4.5	39.3	9.6	0.3	
ココナッツ	47.0	18.0	9.0	3.0	7.0	2.0		
ジェットロファ			14.0	8.0	34.0	43.0		
ピーナッツ			11.4	4.0	41.5	34.9	0.2	
牛脂		3.0	25.6	17.6	45.0	3.3	0.3	
豚脂		2.0	26.5	12.1	42.5	9.8	0.7	

出展：松村 正利 他編，“図解バイオディーゼル最前線”，工業調査会，p.196  
(2006).

## 4-2 実験方法

### 1) 試料

Table 4-3 に用いた試薬と BDF 製造の原料とした植物油を示す。また、秋田県内の BDF 製造事業所で排出された BDF (A~G) と、その製造過程で排出された生成物 (中間 A~C) についても、GC 測定および熱重量減少測定を行った。

廃食油を原料とした BDF は、各事業所で製造された実サンプルであり、製造法は Fig. 3-1, 3-6, 3-7, 3-11, 3-15 に従ったものである。廃食油以外の植物油を原料とした BDF は以下の手順により調製した。植物油 500 mL に、水酸化カリウム 4.5 g をメタノール 100 mL に溶かした溶液を加えて攪拌しながら、1 時間、65 ℃ に加温した。反応液を分液漏斗に移し、一昼夜放置して BDF 層と副生グリセリン層に分離した。BDF 層を 100 mL の水で 3 回洗浄し 80 ℃ で 2 時間減圧脱水した。

### 2) GC および TG-DTA 分析

EN14103:2011 分析フローチャートを Fig. 4-1 に示す。また、熱重量測定は、(株)リガク製 Thermo Plus 2 シリーズ差動型示差熱天秤 TG8120 を用いて行った。雰囲気は空気中とし昇温速度は 10 ℃/min とした。

Table 4-3 試薬・植物油一覧

試薬・植物油名	摘要
キャノーラ油	昭和産業(株)・原材料食用菜種油
オレイン酸メチル	ナカライテスク(株), 99%
トリラウリン	東京化成工業(株), 98.0%
大豆油	宮澤薬品(株), BDF 原料として使用
オリーブ油	宮澤薬品(株), BDF 原料として使用
ゴマ油	(有)林ケミカル, BDF 原料として使用
ヤシ油	(有)林ケミカル, BDF 原料として使用
菜種油	(株)J-オイルミルズ, BDF 原料として使用



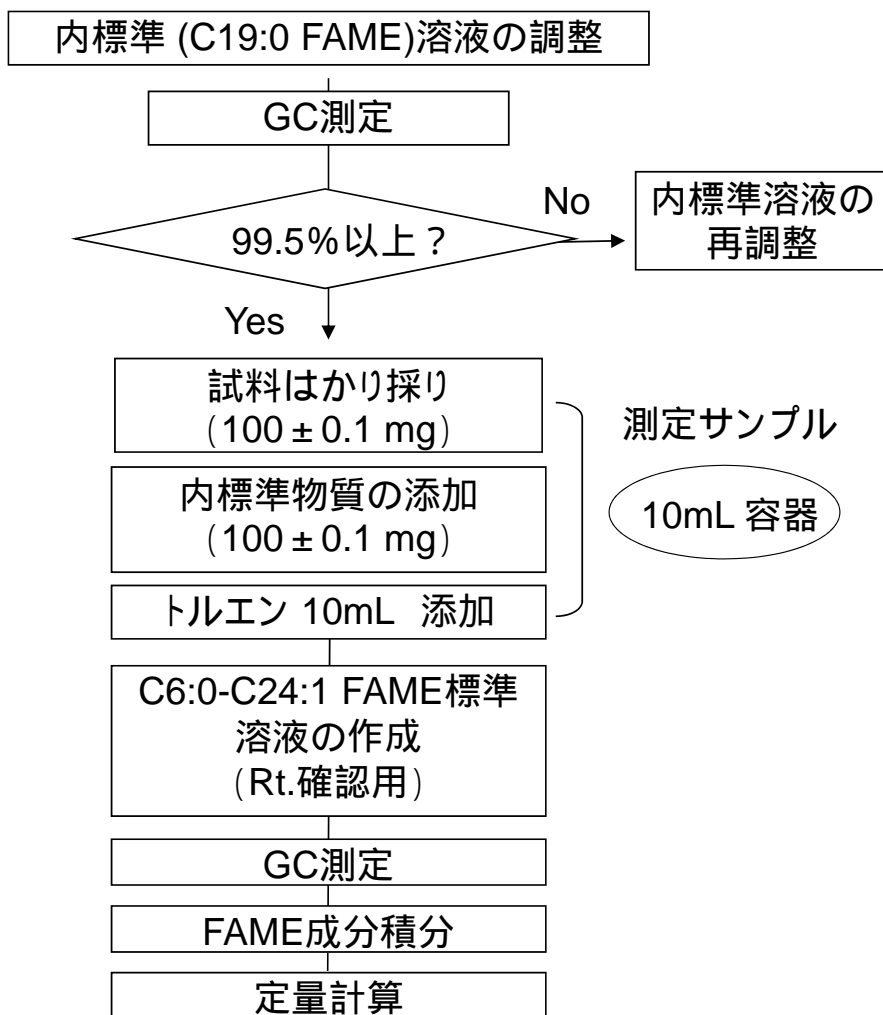


Fig. 4-1 EN 14103:2011 分析フローチャート

### 4-3 結果と考察

キャノーラ油とオレイン酸メチルの TG-DTA 曲線を Fig. 4-2 に示す。オレイン酸メチルは熱分解することが知られており、標準沸点を沸点ノモグラフから見積もると 350 程度であるが、これより低い温度で発熱を伴う大きな重量減少することが TG-DTA 曲線よりわかった。また、キャノーラ油についても 600 までに発熱を伴う重量減少と吸熱を伴う重量減少が見られた。発熱は燃焼反応、吸熱はトリグリセライドの分解反応に因ると考えられる。TG 曲線を比較すると、オレイン酸メチルは 120~400 で 98%が減少した。一方菜種油は 250~600 で顕著な重量減少が見られた。いずれも 120 まではほとんど重量減少が見られなかったことから、水やメタノールの混入は 120 までの重量減少率から判断できると見られる。また、熱重量分析により BDF 中の FAME 量を求めるには、FAME と植物油の重量減少温度の違いを見極める必要があると考えられる。そこで、菜種油とオレイン酸メチルを重量比 1:1.01 で混合し TG-DTA 測定した結果を Fig.4-3 に示す。その結果 120~320 と 320~800 の重量減少の比が 1:1.00 となった。そこで、120~320 の重量減少率から FAME 概量を見積もれると仮定し GC による分析値と比較検討した。

GC 分析によるエステル量と TG における 120~320 での重量減少率を Table 4-3, Fig. 4-4 に示す。ヤシ油 BDF を除くと、両分析値の差は、エステル分の公定分析法である EN14103 に規定される室間再現誤差 (4.16%) の範囲内となり比較的一致した。一方ヤシ油 BDF では 7.5%の差が見られた。このような大きな差となった理由は、ヤシ油の脂肪酸構成に由来すると推定される。Table 4-2 に示すとおりヤシ油 (ココナッツ) は 50%弱のラウリン酸が含まれ<sup>3)</sup>、日本国内で可食用として普及している菜種油、大豆油、オリーブ油などと脂肪酸組成が大きく異なる。そのため、トリグリセライドや得られる FAME の分解温度や沸点が低く、その他の油とは異なる熱変化が起きたものと考えられる。

検証のため、トリラウリンの TG-DTA 測定を行った結果を Fig. 4-5 に示す。49 付近の吸熱は、融点近くであるため溶解によるものと考えられる。また、315 付近で発熱を伴う重量減少が起こり、120~320 の重量減少率は 52% だった。このことから、やし油を多く含む BDF の分析には新たな条件探索が必要であると考えられる。しかしながら、Table 4-2 を例として、脂肪酸組成が特異的な油脂は植物油ではやし油ぐらいであり、動物油まで範囲を拡げると魚油

等も炭素数が多く特異性があるが、いずれも流通量は少ない。そのため、一般的な廃食油から製造される BDF の分析に於いては空气中 120~320 の重量減少から見積もるのが妥当であると判断される。さらに実効性を高めるためには、比較サンプル数を増やして検討を続けることが望ましい。

以上より、空气中 120~320 の重量減少率は EN 14103 に準じた分析値と近い値を示すことがわかった。ただし、公定分析として信頼できる値が得られるわけではなく、夾雑物の存在に因り誤差を生じやすいことも懸念される。信頼性を高めるには、測定・比較対象を増やす必要があると考えられるが、簡便な FAME 概量を見積もり、反応の進み具合の程度を判断するには有効な手段であると考えられる。特に重要なメリットとして、この方法に因れば標準物質を用いなくても測定で得られる重量減少率がそのまま重量分率 (wt%) として扱えることや、測定操作が比較的単純なため人為的誤差は少ないことが挙げられる。また、TG-DTA 装置を用いなくても、安全に加熱し重量を量る環境を整えることが出来れば、測定場所を選ばない手法へ応用展開できるものと期待される。

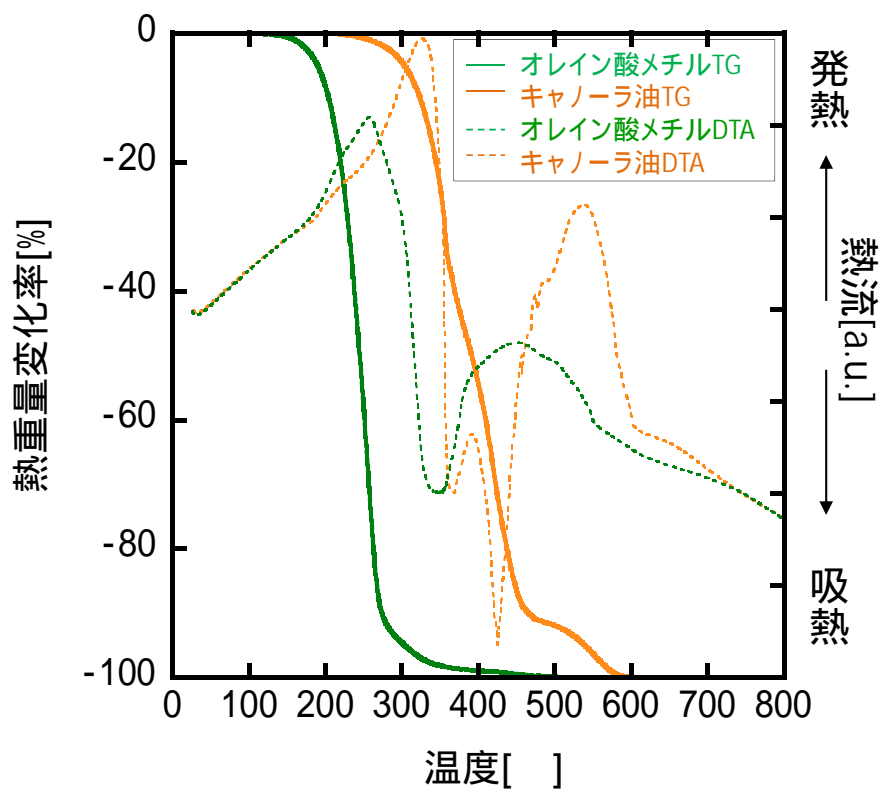


Fig. 4-2 キャノーラ油とオレイン酸メチルの TG-DTA 曲線

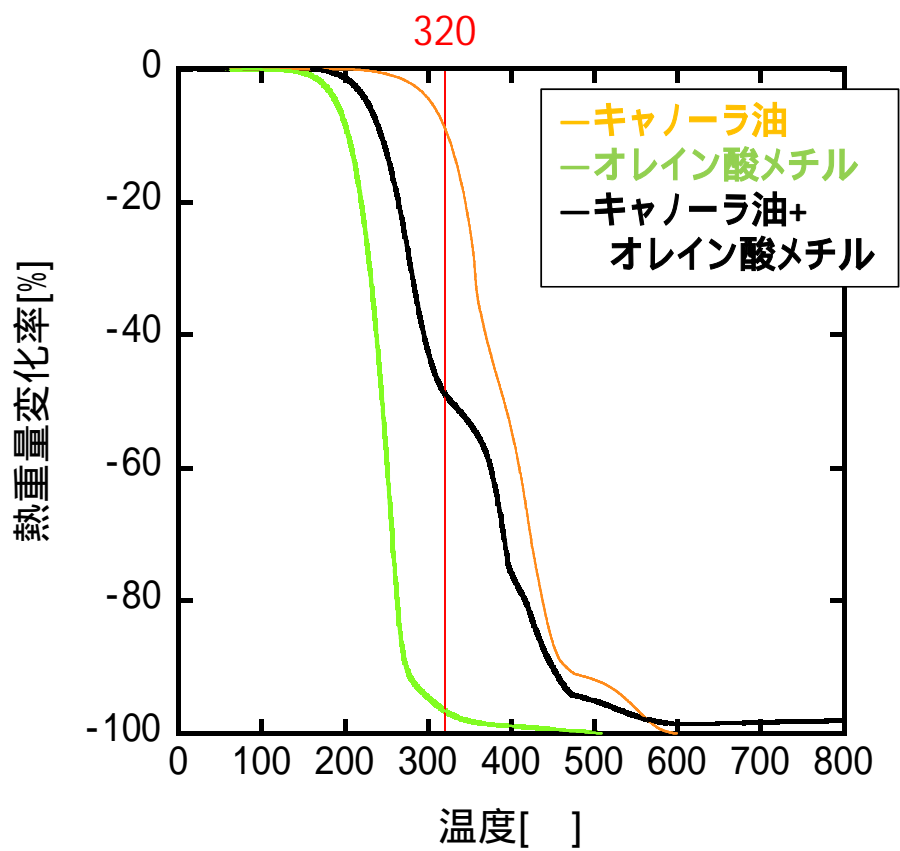


Fig. 4-3 キャノーラ油とオレイン酸メチルのTG 曲線

Table 4-3 GC 分析によるエステル量と TG における 120 ~ 320 での  
重量減少率

サンプル名	エステル 量 [%]	重量減少 率 [%]	差 (エステル量 - 重量減少率)
大豆油 BDF	96.6	98.0	-1.4
オリーブ油 BDF	99.2	98.5	0.7
ごま油 BDF	97.5	98.2	-0.7
ヤシ油 BDF	76.2	83.7	-7.5
菜種油 BDF	95.2	97.3	-2.1
廃食油 A BDF	98.9	98.0	0.9
廃食油 B BDF	89.9	93.6	-3.7
廃食油 C BDF	45.7	48.7	-3.0
廃食油 D BDF	82.1	84.8	-2.7
廃食油 E BDF	93.4	97.5	-4.1
廃食油 F BDF	94.8	97.3	-2.5
廃食油 G BDF	93.3	96.7	-3.4
中間生成物 A	89.3	92.8	-3.5
中間生成物 B	60.2	63.7	-3.5
中間生成物 C	59.4	61.9	-2.5

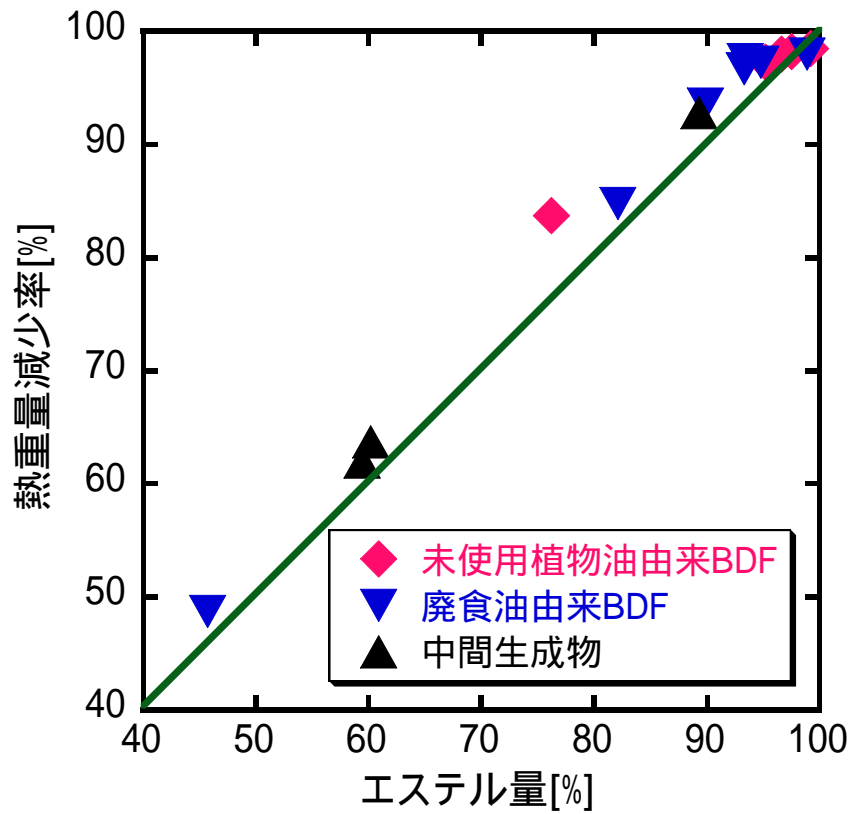


Fig. 4-4 GC分析によるエステル量とTGにおける120~320 での重量減少率

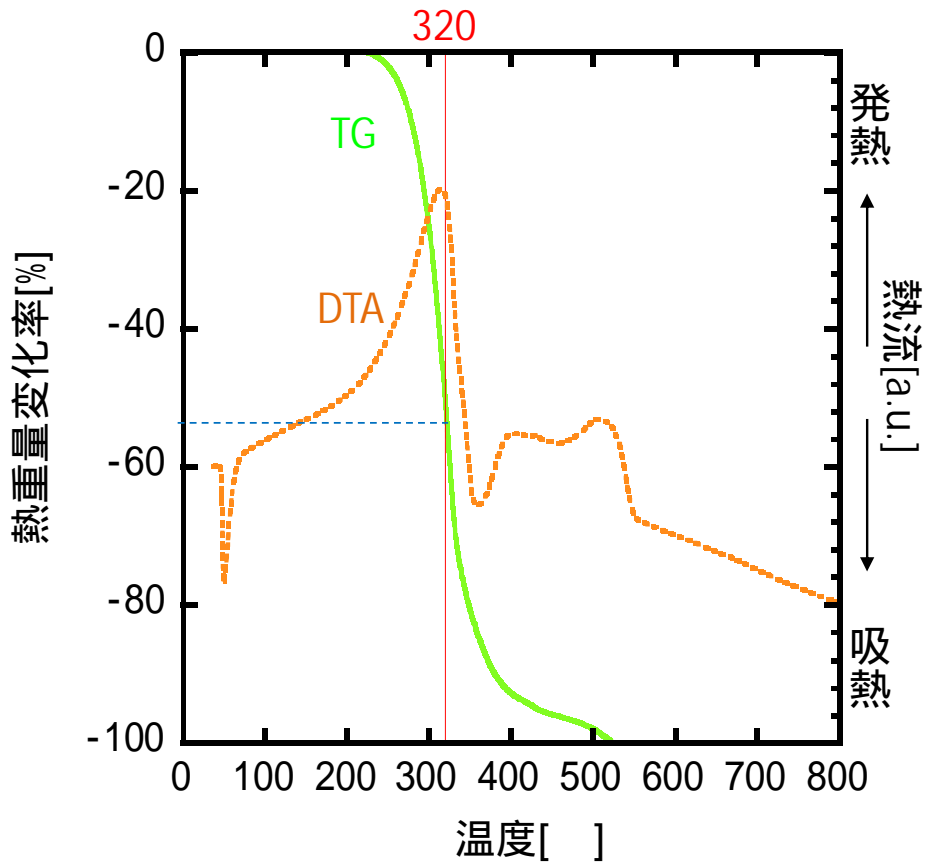


Fig. 4-5 トリラウリンのTG 曲線



## 5. BDF 収量向上実験

### 5-1 目的と BDF 製造条件変更項目

BDF の主成分は FAME であることから，品質向上のためには FAME 含有率を高めることが重要であり，これには，如何にトリグリセライドとメタノールのエステル交換反応を完結させることが焦点となる。エステル交換反応は，酸触媒法<sup>5)</sup>，超臨界法<sup>6,7)</sup>でも促進されることが知られているが，秋田県内で普及しているのはアルカリ触媒法<sup>2,8)</sup>であり，全国的な状況とも一致している。アルカリ触媒法におけるエステル交換反応では，主に，廃食油：メタノール：触媒の量比，反応温度，水洗工程の検討により反応条件の最適化が図られる。既にこれらの条件に関しては報告があり<sup>1)</sup>，また，各種 BDF 製造装置メーカーでの運転条件指定にも反映されているものと推測される。一方で，BDF の品質が確保されていることを前提として，BDF 製造コストの低下や，BDF 製造による廃棄物排出量削減の観点から 1 回の運転あたりに得られる BDF 収量の向上が求められている。そこで本研究では，BDF 製造事業所 A の実機において運転条件を変更することで得られる BDF の収量の向上を図った。

まず，予備検討として BDF 製造装置実機で得られた中間生成物の分析を行った。これは中間生成物の段階でエステル分が少なく，トリグリセライド量が多ければ，エステル交換反応を進める条件設定が必要であると考えたからである。Table 5-1 に，エステル交換反応後にグリセリンを除去した直後の生成物の分析結果を示す。トリグリセライドやジグリセライドについてはほとんど検出されなかった。この結果から，エステル交換反応は十分進んでいると判断した。一方，これらの値に対してエステル分は 89.3% となり予想よりは少なかった。このことから，エステル交換反応以外の望ましくない反応が起きていることが示唆された。例えばけん化の進行が進むことによって，最終的な残渣量が増え BDF 収量は減少すると予想される。

以上より，BDF 収量の増加を目的とした製造条件の変更項目として，触媒量とメタノール量に注目した。エステル交換反応においては，触媒量が多い方が反応促進には有利であると推測される。また，厳しい加熱条件で用いられ遊離脂肪酸が多く生成した廃食油を原料とする場合は，中和が起こることから触媒は過剰量用いるのが一般的ではあるが，触媒量を減らすことで不必要な「けん化」の抑制が出来ないかと考えた。また，メタノール量を増やすことでエステ

ル交換の促進および「けん化」の抑制を期待した。

これらの考察に基づき設定した，BDF 製造条件を Table 5-1 に示す。これらの量比で BDF 製造装置を運転し BDF 収量の増減について検討した。また，実験毎に廃食用油成分のバラツキが生じたり，特異的に不純物が混入したりすると，BDF 収量の変化が条件変更に因るものか，原料由来に因るものかの判断が難しいと予想された。廃棄物として回収されている植物油を原料にすると，その均一性を保証することは難しいため実験条件 2～5 では昭和産業(株)キャノーラ油を原料に用いた。得られた BDF は JIS K 2390 に準じて分析し品質の確認を行った。

Table 5-1 BDF 製造における中間生成物の分析結果

分析項目	単位	試験方法	中間生成物
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	JIS K 2249-1	0.8871
水分	mg/kg	JIS K 2275	940
エステル分	質量分率%	EN 14103	89.3
リノレン酸メチル	質量分率%	EN 14103	6.2
メタノール	質量分率%	EN 14110	0.91
モノグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.74
ジグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.01 未満
トリグリセライド	質量分率%	EN 14105	0.01 未満
遊離グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.27
全グリセリン	質量分率%	EN 14105	0.08
金属 (Na+K)	mg/kg	EN 14538	400

Table 5-2 BDF 収量向上実験で設定した製造条件

実験条件	BDF 原料 (植物油)	植物油量 (L)	メタノール量 (L)	触媒量 (g)
1	廃食油	108	17.28	864
2	キャノーラ油	108	17.28	864
3	キャノーラ油	108	17.28	756
4	キャノーラ油	108	17.28	648
5	キャノーラ油	108	21.6	864

## 5-2 結果と考察

実験用いた廃食油およびキャノーラ油の分析結果を Table 5-3 に、各条件で得られた BDF 分析結果を Table 5-4 に示す。また、BDF の写真を Fig. 5-1 に示す。Table 5-4 の条件 1, 2 を比べるといずれの項目もほぼ一致したことから、キャノーラ油を用いて得られた製造条件に関する知見を、廃食油を用いた BDF 製造に応用できることが示唆された。また、条件 2~5 を比較するといずれもエステル分が 100% となり、BDF 製造条件を変更しても BDF 品質は確保されていることがわかった。

さらに、Table 5-5 に各条件で得られた FAME の成分を示す。条件 1 と 2 では原料が異なるためパルミチン酸メチル、オレイン酸メチルに違いが認められた。また、条件 2~5 を比較すると、条件 2 と 3 ではパルミチン酸メチル、オレイン酸メチル、ステアリン酸メチルを代表として 1% 程の違いが見られたが、ほぼ一致していると言える。この結果から、条件 1 で使用した廃食油が BDF 製造装置に極僅か残存し、条件 2 での運転に混入したと見られるが、その影響は小さいと推定される。

各実験条件で得られた各成分の収量を Fig. 5-2 に示す。実験条件 1 では蒸留後残渣の収量が多かった。これは、廃食油に含まれる夾雑物が残存するためと考えられる。また、出発原料として用いた廃食油とメタノール量に比べて圧倒的に多いことから、元々装置に残存していたものが排出されたことも疑われる。条件 1, 2 の BDF 収量は比較的一致した。一方で、条件 3~5 ではいずれも条件 2 よりも BDF 収量が増加した。はじめに触媒量の検討結果から比較すると、条件 2 に対して触媒量を 12.5% 減らした条件 3 では、BDF 収量が 8% 増加した。さらに触媒量を 12.5% 減らし、条件 2 に対して 3/4 の触媒量で運転した条件 4 では、BDF 収量の増加が 5% に留まった。また、このとき蒸留後残渣も増えたが、これは未反応のトリグリセライドが残存したことが考えられる。また、前述の通り酸価の高い廃食油では、触媒量を過剰に用いるべきであることから、実験条件 3 の触媒量が最適ではないと判断される。次に、メタノール量を条件 2 に対して 25% 増量した条件 5 では、BDF 収量が条件 2 に対して 18% 増加した。このとき、蒸留後残渣量も減少していることから、エステル交換反応が理想的に進行したと推定される。

以上より、触媒量を減らすことで最大 8% の BDF 収量増加が認められた。こ

の条件変更は、BDF 製造コスト増加に繋がる部分がないため、コストや環境負荷削減に直接繋がる知見であると言える。一方で、メタノールを増やした条件において、BDF 収量が 18% 増加したが、メタノールは BDF 製造において大きなコストを占める原料であることから、メタノール量の最適値も詳細に検討することが望まれる。また、今回明らかになった条件の最適値を組み合わせ、触媒量とメタノール量を同時に変更することで、さらに BDF 収量を高めることが出来ると期待される。

Table 5-3 廃食油およびキャノーラ油の分析結果（収量向上実験）

分析項目	単位	廃食油（条件 1 で使用）	キャノーラ油（条件 2-5 で使用）
密度（15 ）	g/cm <sup>3</sup>	0.9244	0.9209
動粘度（40 ）	mm <sup>2</sup> /s	37.01	35.05
硫酸灰分	質量分率 %	0.001	0.001
水分	mg/kg	1119	182
酸価	mgKOH/g	1.37	0.02
ASTM 色	-	L3.5	-
セーボルト色	-	-16 以下	-

Table 5-4 各条件で得られた BDF 分析結果 (収量向上実験)

分析項目	単位	条件 1	条件 2	条件 3	条件 4	条件 5
エステル分	質量分率%	99.5	100	100	100	100
密度 (15 )	g/cm <sup>3</sup>	0.8824	0.8818	0.8817	0.8817	0.8817
動粘度 (40 )	mm <sup>2</sup> /s	4.120	4.199	4.208	4.188	4.228
硫黄分	質量分率%	0.0001 未満	0.0001 未満	0.0001 未満	0.0001 未満	0.0001 未満
水分	mg/kg	69	42	53	33	39
酸価	mgKOH/g	0.06	0.03	0.03	0.02	0.03
よう素価		113	106	92	105	107
リノレン酸メチル	質量分率%	6.0(5.9)	9.3(9.3)	9.4	9.4	9.4
メタノール	質量分率%	0.03	0.02	0.05	0.02	0.02
モノグリセライド	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
ジグリセライド	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
トリグリセライド	質量分率%	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満	0.01 未満
遊離グリセリン	質量分率%	0.02	0.01	0.01	0.02	0.01 未満
全グリセリン	質量分率%	0.02	0.01	0.01	0.02	0.01 未満
金属 (Na+K)	mg/kg	1	1	1	1	1
金属 (Ca + Mg)	mg/kg	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満
りん	mg/kg	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満	1 未満

Table 5-5 FAME の成分 (収量向上実験)

単位：質量分率%

		条件 1	条件 2	条件 3	条件 4	条件 5
C14:0	ミリスチン酸メチル	0.18	0.05	0.04	0.04	0.04
C16:0	パルミチン酸メチル	11.91	4.80	4.40	4.41	4.17
C16:1	パルミトレイン酸メチル	0.38	0.24	0.22	0.22	0.21
C18:0	ステアリン酸メチル	2.63	1.56	1.46	1.46	1.47
C18:1	オレイン酸メチル	42.35	62.66	63.68	63.70	63.83
C18:2	リノール酸メチル	35.78	20.28	19.72	19.70	19.68
C18:3	リノレン酸メチル	5.95	9.35	9.40	9.39	9.42
C20:0	アラキジン酸メチル	0.25	0.29	0.29	0.29	0.32
C20:1	ガドレイン酸メチル	0.37	0.64	0.68	0.68	0.74
C22:0	ベヘン酸メチル	0.08	0.08	0.07	0.07	0.08
C22:1	エルカ酸メチル	0.02	0.01	0.00	0.00	0.00
C24:0	リグノセリン酸メチル	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01
C24:1	ネルボン酸メチル	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02
合計	飽和分	15.1	6.8	6.3	6.3	6.1
	不飽和分	84.9	93.2	93.7	93.7	93.9



実験条件 1



実験条件 2



実験条件 3



実験条件 4



実験条件 5

Fig. 5-1 各実験条件で得られた BDF の写真



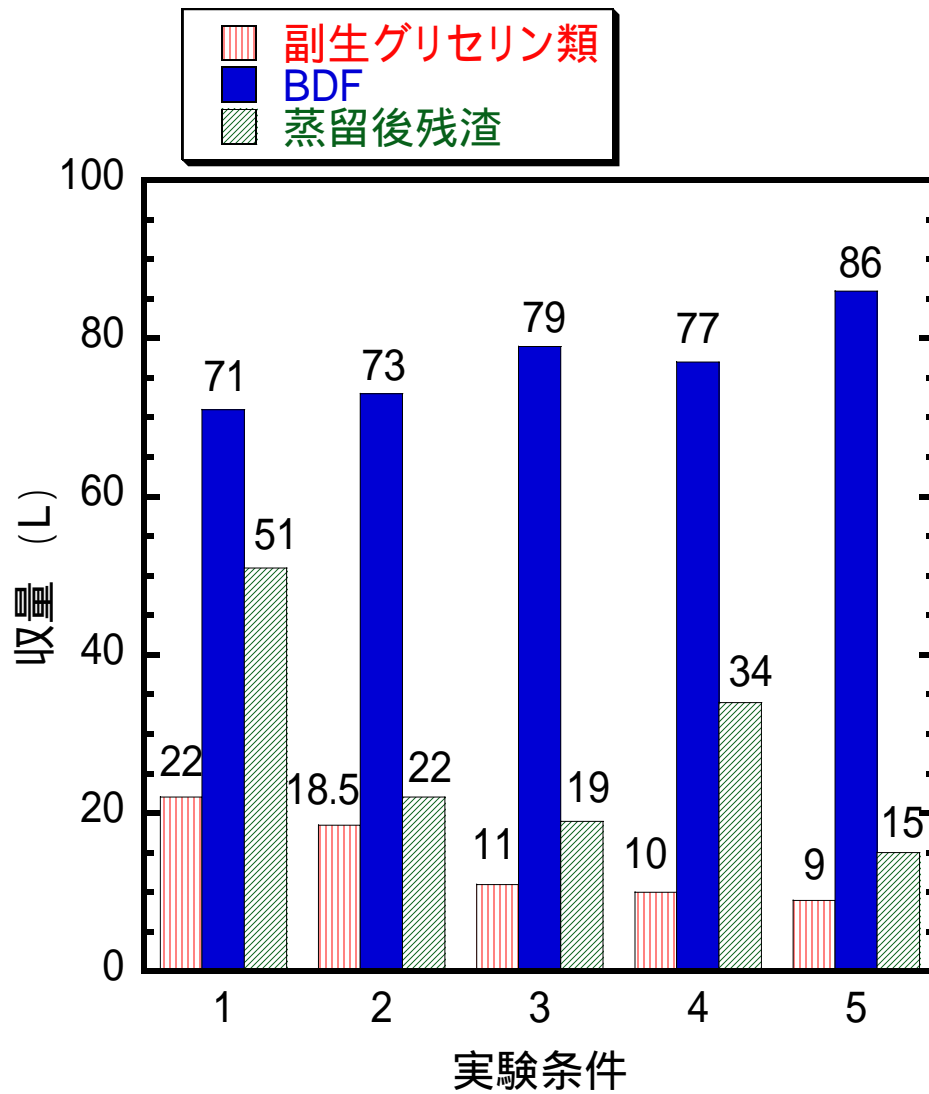


Fig. 5-2 各実験条件で得られた各成分の収量

## 6. 総 括

### 6-1 本研究により得られた知見

本研究では、秋田県内各地域においてそれぞれの地域に根ざした BDF 製造技術の構築と普及を目指し、その前提として規格に適合した品質を有しかつ環境に配慮した方式での BDF の安定的製造法の確立を目的として検討を行い幾つかの知見が得られた。

#### ・ BDF 製造・消費状況調査および分析

- 1) 秋田県内の 5 つの自治体および日本海事検定協会、秋田大学の担当部署のメンバーにより委員会を組織し情報共有を行った。
- 2) エステル分についてはほぼ同等での推移あるいは向上の傾向が見られるが、水分量にバラツキが大きく見られる。

#### ・ 簡便な FAME 含有量測定の実験法の検討

- 3) 日本国内の可食油の需要について実態調査した結果、菜種油、大豆油が多く占められていることから、菜種油、オレイン酸メチルをモデル化合物として熱重量分析条件を検討した。その結果、空气中 120~320 の重量減少率は EN 14103 に準じた分析値と近い値を示すことがわかった。
- 4) ヤシ油を原料とした BDF の分析では、他の未使用植物油や廃食油を原料とした BDF に比べて EN 14103 に準じた GC 分析値と 120~320 の重量減少率の差が大きくなった。これは、ヤシ油の成分にラウリン酸組成が多く分子量が少ないためと推測される。そのため、ヤシ油が多く使われている途推定される BDF の分析には注意が必要であることがわかった。また、同様に動物油を多く用いている場合も分析値が異なる可能性があり、検証が必要である。

・BDF 収量向上実験

- 5) 蒸留式システムであることに起因すると推測されるが、BDF 製造条件を多少変えても同等の品質の BDF が得られた。他方、BDF 収量は大きく変化し、特にメタノール量を増やすことで BDF 収量が大きく向上した。また、このとき蒸留後残渣も少なかったことが大きな特徴であり、BDF 収量向上のためには重要なポイントであると考えられる。
- 6) 触媒量を減らす検討を行った結果、最大で 8% の BDF 収量増加が見られたが、触媒量を減らしすぎると BDF 収量が低下した。触媒量を減らすことで BDF 収量が向上することは、コスト面、環境負荷面で負の効果がないため有用な条件変更であると言える。

## 6-2 今後の方針

Table 6-1～6-8 に、BDF 製造工程において各項目が及ぼす諸影響について示す。これらに示されるように、BDF 製造の品質・性状は複雑な要因によって決定づけられると考えられる。今後の検討課題を以下に示す。

エステル分についてはほぼ同等か向上の傾向が見られるが、BDF の分析による基礎データの蓄積は今後も継続する必要があると考えられる。

水分についてはバラツキが大きく、年間を通した検討が必要であると見られる。

熱重量分析による BDF 中の FAME 概量の見積については、一定の目処がついたもののサンプル数を増やして検討を続け、信頼性を高める必要があると考えられる。

触媒量の最適化により、BDF 収量の向上が見込めることがわかった。また、メタノール量を増やした運転条件によっても BDF 収量が向上したが、コストや環境影響の観点からの判断にはさらに詳細な検討が必要である。

以上より、BDF 製造における実情に合せた評価・検討を重ねることで「地産地消型エネルギー」の製造・消費支援を推進し、低環境負荷型かつ非常時にも対応出来得る技術の普及と確立に向けた基礎的知見を蓄積していく。

Table 6-1 BDF 製造において反応収率に影響を与えると考えられる原料の諸特性

水分量	水分を含むと，加水分解によって遊離脂肪酸を生成する（酸価の上昇）。また，水分を含んだ状態で加熱を繰り返すと反応が進行する。
酸 価	酸価のおおよそ 1/2 が遊離脂肪酸の含有量（wt%）になるといわれている。遊離脂肪酸とアルカリ触媒の反応によってセッケンが生成され，特に酸価 5 mgKOH/g 以上でセッケンの生成が起こり易くなるといわれている。
純度（トリグリセライド以外の不純物）	廃食油原料には，天カスや調理成分等の混入によって，油脂以外の成分が含まれる可能性がある。単純にろ過・静置で除去できない物質が含まれると，エステル交換反応が十分であっても，最終的なエステル分は低くなる。
原料の種類（その 1：植物油と廃食油）	JIS K 2390 は EN14214 を参考にして作成されている。ヨーロッパでは主に植物油を原料として用いているが，日本ではほとんどの事業者が廃食油を原料としている。異なる原料に対して同じ規格値が設定されているため，国内では製造条件に不備がなくとも，いくつかの項目で規格値を満たせていない。
原料の種類（その 2：植物油と動物油 - 脂肪酸の種類）	廃食油の原料には，植物油，動物油，魚油など様々な種類がある。植物油が圧倒的に多いことが予想されるが，油脂の種類による反応性については明らかになっていない。

Table 6-2 BDF 製造において反応収率に影響を与えられとされる前処理工程

脱水	静置，ろ過，加熱などによって脱水が行われている。加熱時に加水分解によって遊離脂肪酸が増加していないか注意する必要がある。
夾雑物除去	夾雑物とはゴミやカスなど固形の不純物を言う。できるだけメッシュの細かい金網などでとり除くべきである。
酸価調整	大きめの原料タンクに貯蔵するなどで，原料油が一定の品質になるようにすることが望ましい。酸価が高い場合，遊離脂肪酸を除去することが望ましい。

Table 6-3 BDF 製造において反応収率に影響を与えられとされる反応条件

メタノール量	原料 100 に対して，理論的に必要なメタノール量は約 11 であるが，エステル交換反応は平衡反応であり，過剰に投与することで反応が有利に進行する。
触媒種類	一般的に水酸化ナトリウム (NaOH) 又は水酸化カリウム (KOH) が使用される。
触媒量	理論的反應必要量に対して，過剰投与することの効果は明らかでない。
反応回数	通常 1 回であるが，時間ではなく回数を増やすことによって，等比級数的に改善される可能性がある。
反応時間	時間が長いほど反応が進むと考えられるが，反応の進行度と時間の関係性を明らかにすることによって，効果的な反応時間が導き出すことができる。
反応温度	一般的に温度が高いほど反応が進むが，ある程度の温度で頭打ちになる可能性がある。

Table 6-4 BDF 製造において分離精度に影響を与えると考えられる静置条件

時 間	静置時間は長いほど良いが、対効果で有効な時間を設定する必要がある。
温 度	低いほど分離しやすいが、流動性は保たなければならないため、ある程度の温度にする必要はある。

Table 6-5 BDF 製造において分離精度に影響を与えると考えられる分離方法

コック排出	人の目で判断するため、過剰な排出は易いが、回収率を考慮した最適の排出は困難である。
色識別	黒色のグリセリン層と薄茶色のFAME層をセンサーで識別する。
比重コック	比重で識別する。

Table 6-6 BDF 製造において分離精度に影響を与えると考えられる分離条件

メタノール量	メタノールをエステル交換反応の必要量より過剰に投与することにより、分離工程を有利にすることができる。コストや残留の問題は別に考慮する必要がある。
水添加の有無	水の添加は分層効果に大きく影響し、メタノールや酸・アルカリの除去に有利である。
セッケンの生成	反応後のメチルエステルが加水分解されて脂肪酸を生成し、アルカリ触媒と反応してセッケンを生成する。セッケンの生成により分離度がきわめて悪化する。
酸洗浄	アルカリ触媒を中和し、セッケンの生成を抑制する。

Table 6-7 BDF 製造において分離精度に影響を与えると考えられる分離方法

---

洗浄時間	洗浄時間が長いほど良いが、対効果で有効な時間を設定する必要がある。
洗浄回数	洗浄回数は、洗浄時間よりも等比級数的な改善が期待できる。洗浄に要する所要時間や排水量などの工程のコストと、それによる改善程度をバランスよく考える必要がある。
洗浄温度	洗浄温度が高いほど溶解度が高いが、乳化作用が高まるため、最適な温度にする必要がある。

---

Table 6-8 BDF 製造において反応収率に影響を与えると考えられる回収方法

---

蒸留回収	製造におけるエステル化率又はノ及び分離率が如何に悪くとも、蒸留回収により FAME 分のみを取り出すことにより、高純度の FAME を得ることができる。一方で、収支率やエネルギー効率は低下することから、プラスの作用だけではない。
------	--

---



## 7. 文 献

- 1) 池上 詢 編纂, “改訂版 バイオディーゼル・ハンドブック ~地球温暖化の防止と循環型社会の形成に向けて”, 日報出版(株) (2006).
- 2) 鮫島正浩 他, “バイオ液体燃料”, (株) エヌ・ティー・エス (2007).
- 3) 松村 正利 他編, “図解バイオディーゼル最前線” 工業調査会 p.196 (2006).
- 4) 農林水産省食品産業振興課, 我が国の油脂事情, p.97 (2009).
- 5) M.W. Formo, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, Vol.31, pp.548-559 (1954).
- 6) S. Saka, D. Kusdiana, *Fuel*, Vol.80, pp.225-231 (2001).
- 7) G. Madras, C. Kolluru, R. Kumar, *Fuel*, Vol.83, pp.2029-2033 (2004).
- 8) 山根浩二, 東京図書出版会, pp.38-41 (2006).

バイオディーゼル燃料油の製造・普及に関する調査研究委員会  
委員一覧（敬称略）

（職名は平成25年2月現在）

	氏名	所属
委員長	中田 真一	国立大学法人秋田大学大学院工学資源学研究科 教授
	高砂 武司	一般社団法人日本海事検定協会 次長
	藤井 健二	一般社団法人日本海事検定協会 課員
	近藤 一之	秋田県生活環境部環境整備課 主査
	黒田 一志	大館市産業部地域振興課資源政策係 係長
	津谷 尚志	北秋田市市民生活部生活課環境班 主査
	藤原 巧	横手市産業経済部農業政策課 主査
	越後谷 聖	湯沢市市民生活部くらしの相談課 主事
	加藤 純雄	国立大学法人秋田大学大学院工学資源学研究科 准教授
	野村 正幸	国立大学法人秋田大学工学資源学部 非常勤講師
	小笠原正剛	国立大学法人秋田大学大学院工学資源学研究科 助教

委員会開催日： 第1回 平成24年8月9日（持ち回り）  
第2回 平成25年2月28日

## 報道掲載

本事業の取り組みについて、以下に掲載された。

- 1) おおだて新報 2012年12月7日(金)2面  
「日本海事検定協会と秋田大 BDF 品質向上へデータ収集」
- 2) 秋田魁新報 2013年1月26日(土)23面  
「BDF の品質向上へ」