

## チタン合金の鏡面加工への試み\*

堀田 昌宏\*\*，飯村 崇\*\*\*，田中 慎造\*\*

新素材として最近注目されているチタン合金を取り上げ，加工面の鏡面加工を実現するための基礎的な評価実験を実施した。その結果，今回設定した切削条件において，表面粗さは切削速度に依存しないこと，加工面の評価としてスキューネスが利用できる可能性があることがわかった。

キーワード：超精密切削，チタン合金，鏡面加工，スキューネス

## Trial of the mirror-cutting of Ti alloy

HOTTA Masahiro, IIMURA Takashi and TANAKA Shinzo

We took up Ti alloy that was noticed lately as new material, and we performed basic evaluation experiment in order to practice mirror-cutting of the work face. As a result, we knew that surface roughness didn't depend on the cutting speed, and the skewness could be possibility of using an evaluation of the work face, of the late produced cutting conditions.

**key words : ultra-precision cutting, Ti alloy, mirror-cutting, skewness**

### 1 緒 言

アルミニウム合金や無酸素銅等の軟質金属を鏡面加工するのみであった超精密切削加工は，無電解NiやGe等の鏡面加工にも適用されており，従来鏡面加工が困難とされてきた各種鉄鋼材料や各種硬脆材料にも加工ニーズが高まってきている。県内企業でも新たに光学部品（液晶導光板等）製造や新素材への加工取り組みを実施し，加工ニーズがどんどん拡大しつつある。そこで当センターでは超精密加工の一分野である超精密切削加工に関する基礎技術を確立し，データの蓄積を行うことで，県内企業に広く超精密加工技術を普及していくことにした。そこで，今年度は，新素材として最近注目されているチタン合金を取り上げ，鏡面加工を実現するための切削条件について検討を行ったので，その結果を報告する。

### 2 実験方法

予備実験と本実験の2種類を実施した。予備実験として，汎用旋盤（昌運製作所製 ST-5）を用いて，表1に示した切削条件において，外周切削を行った。工具は材種として超硬K種を，刃先形状はノーズ半径0.8mmでそれぞれ切刃傾き角が負（ $-6^\circ$ ），正（ $10^\circ$ ）の市販スローアウェイチップを使用した。切削速度，送り速度はチタン加工企業に聞き取り調査を行い，その際の仕上げ

加工条件を基に決定した。切削液として，製造メーカー推奨の非水溶性切削油，水溶性切削油（エマルジョン20倍希釈）を使用し，工具刃先に噴霧供給することとした。純Tiは熱伝導率が小さいために切り屑に切削熱が流出する割合が低く，その結果切削熱が加工表面にこもりやすい。そのため，潤滑効果が大きい非水溶性切削油だけではなく，冷却効果が優れている水溶性切削油の使用も選択した。<sup>1)</sup>

本実験として，CNC超精密鏡面加工機（Precitech社製 Nanoform350）を用いて，表2に示した切削条件において，端面切削を行った。工具は材種として超硬，単結晶ダイヤモンド（以下，単結晶ダイヤ）を使用した。切削速度は予備実験で得た数値から，送り速度は1回転当たりの送りが一定となるように決定した。切削液として，製造メーカー推奨の非水溶性切削油を使用し，工具刃先に噴霧供給することとした。

被削材は，予備実験，本実験とも純チタンを用いた。また，切削抵抗を測定するため，予備実験では切削動力計として水晶式圧電式3分力センサー（日本キスラー製9257B）を，本実験では水晶式圧電式3分力センサー（日本キスラー製9256A2）を用いた。切り込みの設定は，予備実験でのみレーザー変位計で確認した。表面粗さは，予備実験において，表面粗さ測定器（ミツ

\* 超精密加工技術の開発（第3報）（産業集積活性化事業）

\*\* 電子機械部

\*\*\* 電子機械部（現 企画情報部）

トヨ製 サーフテスト301)を用い、本実験では、非接触の光学式表面粗さ測定機(Zygo社, New View 100)を用いた。また、評価に使用した粗さパラメータは、JIS B 0601(1994)基準に基づいて算出したものである。なお、本文中に用いる記号は下記のとおりである。

- V: 切削速度(m/min)
- N: 回転数(rpm)
- f: 送り(mm/rev)
- a: 切り込み(μm)
- Ry: 縦方向の最大高さ(μm)
- A1, A2, A3: 被削材中心からそれぞれ1, 5, 9mm離れた測定点

表1 切削条件

被削材	純Ti
切削速度	80m/min
送り	50μm/rev
切り込み量	10, 20, 50μm
工具材種	超硬K種
加工油	メーカー推奨油 エマルジョン20倍希釈

表2 切削条件

被削材	純Ti
回転数	400, 800rpm
(切削速度)	0~50.26m/min
送り	3.75, 7.50mm/min (9.375μm/rev)
切り込み量	0.6, 1.0, 2.0μm
工具材種	超硬, 単結晶ダイヤモンド
加工油	メーカー推奨油

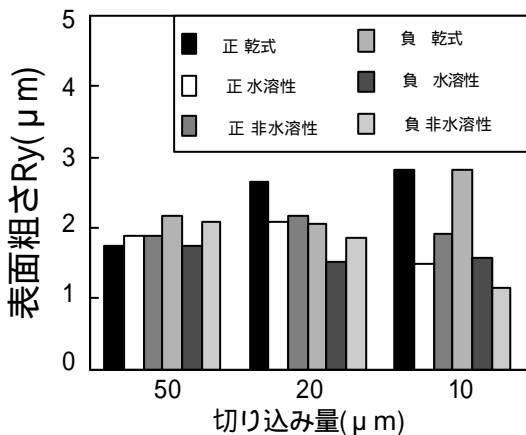
3 実験結果及び考察

3-1 予備実験

工具切削傾き角と切削液の影響を調査するため、予備実験を実施した。超硬を用いて切削した際、切り込みを変化させた場合の被削材の表面粗さ及び切削抵抗(背分力)をそれぞれ図1, 図2に示す。図1において、切り込みが小さくなるにつれてRyはわずかではあるが小さくなっているが、その変化量はあまり大きいものではない。また、切り込みが小さくなるにつれて、切削傾き角が正の工具よりも負の工具の方が表面粗さは小さい結果となっている。切削液に関しては、非水溶性切削液を用いた方が乾式及び水溶性切削液を用いた場合よりも粗さが小さい結果となっている。これは、切削液の冷却効果よりも潤滑効果の方が影響しているのではないかと考えられる。

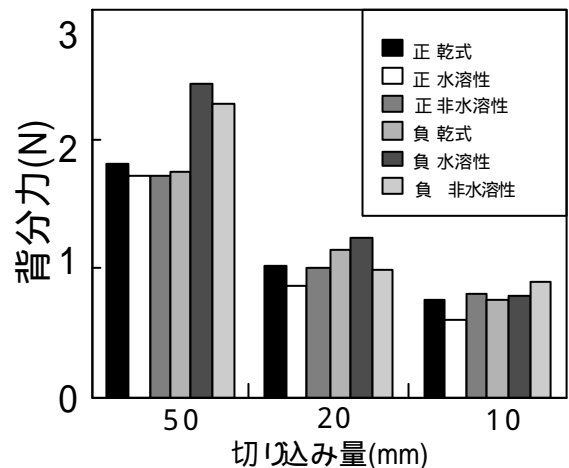
図2において、a = 50μmの場合、切削傾き角が正である工具の方が負の工具と比べて切削力は小さい結果となっているが、切り込みが小さくなるにつれて、切削力はほとんど差がない状態となっていることがわかる。このことから、切り込みが小さい場合のみ、切削力において、切削傾き角はあまり影響しないことを示していると考えられる。しかし、Ti合金等といった粘りけがある難削材は、切り屑が連続して排出されるため後処理で困るという状態が見られる。そのため、切り屑をきれいにカールさせ後処理が簡単になるように切削傾き角を大きく正にとった工具を使用することが多い。故に、今回の仕上げ加工を想定した場合のように、切り込みが微小で切り屑があまり排出されない加工では切り屑がスムーズに排出する仕掛けを工具に施せば、切削傾き角は負の工具でも良いのではないかとと思われる。

また、今回の予備実験でわかったことであるが、切り込み量が小さくなるにつれて、切り屑がうまく排出されず、加工面をこすっている状態がしばしば見られた。



切削条件: v=80m/min, f=50μm/rev  
工具: 超硬, 純Ti

図1 切り込みを変化させた場合の表面粗さ



切削条件: v=80m/min, f=50μm/rev  
工具: 超硬, 純Ti

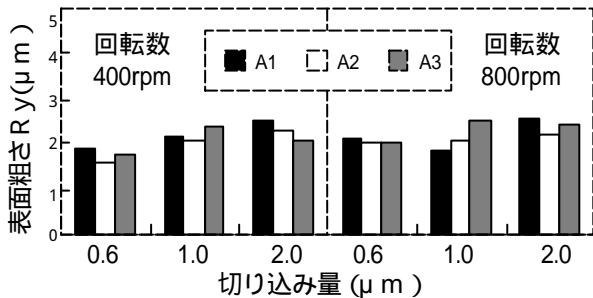
図2 切り込みを変化させた場合の切削抵抗

## チタン合金の鏡面加工への試み

以上のことから、工具切刃傾き角を変更してもあまり表面粗さに影響がないこと、切削液としては潤滑効果が高い非水溶性切削液を用いた方が表面粗さは向上することがわかった。

### 3-2 本実験

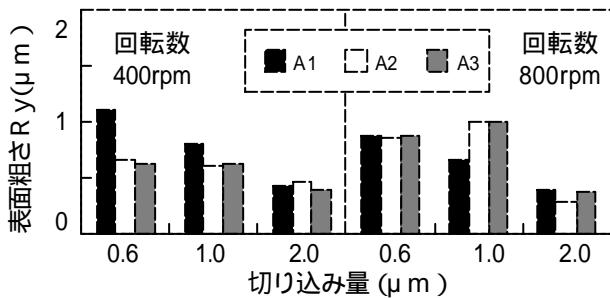
図3に、工具材種として超硬を用いて切削した際、切り込みを変化させた場合の被削材の表面粗さを示す。図3において、切削速度や切り込み量を変化させてもRyにあまり変化は見られない。このことから、超硬を用いて切削した場合、切削速度の影響をうけないと考えられる。この原因として、市販の超硬チップにはチップング防止のホーニング処理が切刃稜に通常施されておるため、前処理をせずそのまま使用すると、切り込みがうまくいかず、また被削材の刃物への溶着現象が発生し、結果的に表面粗さが向上しないと思われる。



切削条件：f=9.375 μm/rev 工具：超硬，純Ti

図3 切り込みを変化させた場合の表面粗さ

図4に、工具材種として単結晶ダイヤモンドを用いて切削した際、切り込みを変化させた場合の被削材の表面粗さを示す。図4において、中心部に近いA1部よりも外周部に近くて切削速度が大きいA3部の方が、Ryは小さくなっていることがわかる。また、その傾向は切り込み量が大きくなっても見られる。これは、切削速度が小さいために切り込むことができず、工具刃先が加工表面をこすり上げていることが原因であると考えられるが、超精密切削加工材料として使用される無酸素銅やアルミ合金、及び無電解ニッケルを切削した場合には見られない現象



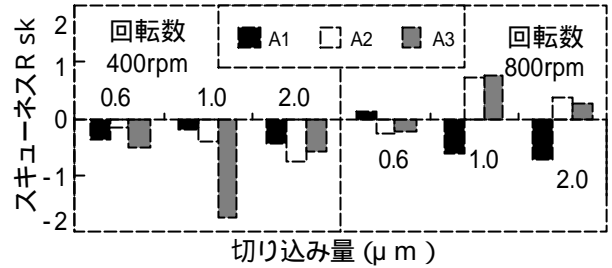
切削条件：f=9.375 μm/rev

工具：単結晶ダイヤモンド，純Ti

図4 切り込みを変化させた場合の表面粗さ

である。

今回、設定した切削条件ではRyが0.1 μmを下回ることができず、目視で確認しても加工面は鏡面には至らなかった。しかし、(a=2.0 μm, N=400, 800 rpm)の切削条件で加工した際、Ryは0.5 μm以下となり、目視するとぼんやりではあるが物の形状が写る程度の加工面が得られた。このように切削速度が異なるにも係わらず、表面粗さが同等の面を得られたので、Ry以外の粗さパラメータを用いることにより、加工面を比較検討することとした。



切削条件：f=9.375 μm/rev

工具：単結晶ダイヤモンド，純Ti

図5 切り込みを変化させた場合のスキューネス

図5に、切り込みを変化させた場合のスキューネスを示す。

スキューネス<sup>2)</sup>とは、

$$Rsk = \frac{1}{Rq^3} \int \frac{1}{lr} Z^3 dx$$

Rq：二乗平均平方根粗さ

Z(x)：縦座標値

により計算される量で、図6に示すように振幅分布曲線の上下相対性を定量的に表すものである。

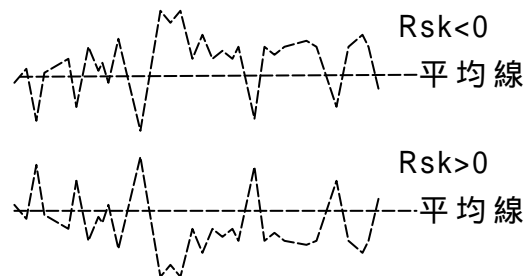
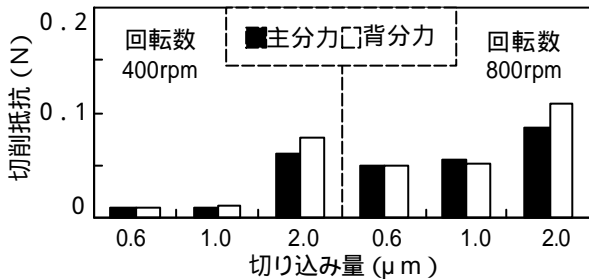


図6 スキューネス

図5において、切削条件が(N=800 rpm, a=1.0 μm, 2.0 μm)の場合のみ、スキューネスは正の値となっていることがわかる。工具のノーズRがきれいに転写された面では山頂が尖った形状となるのでスキューネスは正の値となる。よって、上記切削条件の場合にのみ正常な切削が行われたと思われる。

また、(N = 800 rpm, a = 2.0 μm) の切削条件の場合、A3 A1部へと切削速度が小さくなるにつれて、表面粗さRyが大きくなるとともに、スキューネスが負の方向へ向かっている。このことから、加工面に刃先形状が正常に転写されていないことや切り込み深さが安定していないことが考えられるため、加工は正常に実施されていないと思われる。なお、比較対照として、鏡面切削加工を施した無酸素銅表面のRy、及びスキューネスを測定すると、それぞれ0.04 μm、0.13 となっており、今回の切削条件で得られた数値と比較すると、遠く鏡面に及ばないことがわかる。よって、加工面を評価する場合、Ryだけでは無く、スキューネスの値を用いることにより、鏡面の定量評価が可能であることがわかった。

また、工具材種として単結晶ダイヤモンドを用いて切削した際、切り込みを変化させた場合の切削抵抗を図7に示す。図7において、a = 0.6 μm、1.0 μmではほぼ同等の切削力を示しており、切り込まれていないことがわかる。このことから、今回設定したa = 0.6 μmでは、加工が正常に実施されていないことがわかった。



切削条件：f=9.375 μm/rev

工具：単結晶ダイヤモンド、純Ti

図7 切り込みを変化させた場合の切削抵抗

以上のことから、今回設定した切削条件では加工面を鏡面化させるまでは至らなかった。しかし、今回は切削速度及び切り込み量をパラメータとして検討したため、それ以外のパラメータ（送り速度等）を元に再度検討する余地が残されている。そして、そのことを実施することにより、更に表面粗さが向上するという可能性が期待できると考える。

#### 4 結 言

新素材として最近注目されているチタン合金を取り上げ、加工面の鏡面加工を実現するための基礎的な評価実験を実施したところ、以下のことがわかった。

- ・切り込みが小さいと加工面をこすり上げる結果となり、表面粗さが向上しない
- ・表面粗さは切削速度に依存しない
- ・鏡面の定量的評価として、スキューネスが利用できる可能性があると考えられる。

今回、加工面を鏡面化させるまでは至らなかった。し

かし、切削条件については更に検討する余地が残されていると思われる。今後は、こういったことを踏まえて更なる研究を進めていきたいと考える。

#### 文 献

- 1) 例えば若代彰路：チタン合金加工における切削油剤の使い方，機械と工具4月号別冊,92(2000)
- 2) JISB0601, 6,29(2001)

## チタン合金の鏡面加工への試み

## ゲージの持ち回りによる三次元測定機評価結果\*

和合 健\*\*、田中 慎造\*\*

独自のCMM誤差評価ゲージ<sup>1)</sup>を使用して、企業6社と花巻市と北上市の支援センター及び工業技術センターの全9機関の参加により、持ち回り測定による三次元測定機の誤差評価実験を行った。ここでは、過去3年間に行った共同実験の総括として、実験の要点について纏めると共に、総合的な実験結果及び考察について述べる。

キーワード：持ち回り測定、誤差評価、三次元測定機、品質工学、測定のSN比

## Experiment Result for Evaluation of Uncertainty of CMM by Round Robin Test

WAGO Takeshi and TANAKA Shinzo

Round robin test on an evaluation of uncertainty of CMM(Coordinate Measuring Machine) were experimented using a original gauge of CMM's evaluation of uncertainty by nine institutions ,such as six enterprises and Municipal Support Centers of HANAMAKI city and KITAKAMI city and IIRI(Iwate Industrial Research Institute). This report pieced important point of experiment and showed experiment result and considering for it ,as to generalize a joint experiment for the last three years.

**key words : round robin test, evaluation of uncertainty ,CMM ,quality engineering ,SN ratio of measurement**

### 1 緒 言

近年、自動車部品や精密機器部品など高い幾何形状精度（直角度、同軸度等）を要求される製品、及び携帯電話カバーやドアノブなど自由曲面形状を有する製品が多く見られる。三次元測定機（以下、CMM）は空間座標における高精度形状測定や自由曲面の評価においては有効な測定機となり、県内企業で多く活用されている。しかし、CMMは測定の自由度が大きい反面、高精度測定を行うためのアッペの原理に従っていない構造や、各メーカーの設計思想、方式に起因する誤差傾向が文献等<sup>1)</sup>で指摘されている。

そこで、我々は平成10～12年度の3年間で特定産業集積活性化関連機関支援強化事業「持ち回りによる三次元測定機の誤差評価」として、独自に製作したCMM誤差評価ゲージを使用してCMMの構造やメーカーの異なる機種を対象として現状の性能を調査するため、岩手県工業技術センター、花巻市起業化支援センター、北上市基盤技術支援センター、県内企業6社の共同実験を行った。なお、表1に参加機関のCMMの主な仕様を示す。第1報<sup>2)</sup>では、「三次元測定機評価用ゲージの要素設計

と試作」とし、ISO10360-2に規定されている基準物体を球とした標準器の設計製作について述べた。また、第2報<sup>3)</sup>では、「三次元測定機評価の実験計画」とし、品質工学に基づいたCMMの誤差評価のための実験計画について述べた。本報では、過去3年間に行った共同実験の総括として、実験の要点について纏めると共に、総合的に実験結果を考察する。

### 2 実験方法

#### 2-1 基本機能

CMMの基本機能は、ゲージ寸法と測定値が一致していることが良い機能と定義し、ゲージ寸法とCMM測定値とを転写性<sup>4)</sup>としてとらえ、動特性のSN比により評価した。

#### 2-2 誤差因子及び標示因子の設定<sup>5)</sup>

表2に誤差因子の水準、表3に標示因子の水準を示す。誤差因子はプロービング点数及び方向とし、標示因子はA)～E)の5因子とした。

\* 持ち回り測定による三次元測定機の誤差評価（第3報）（特定産業集積活性化関連機関支援強化事業）

\*\* 電子機械部

表1 参加機関のCMMの主な仕様

測定機関	A社	B社	C社	D社	E社	F社	G社	H社	I社
CNC/手動別	CNC	CNC	CNC	CNC	手動	CNC	CNC	手動	ジョイスティック手動
プローブヘッド方式	差動トランス平行バネ	差動トランス平行バネ	3点支持ツチリガ	差動トランス平行バネ	3点支持ツチリガ	3点支持ツチリガ	3点支持ツチリガ	3点支持ツチリガ	3点支持ツチリガ
構造	フリック、門移動形	固定フリック形	フリック、門移動形	フリック、門移動形	フリック、門移動形	フリック、門移動形	フリック、門移動形	フリック、門移動形	フリック、門移動形
測定範囲(X×Y×Zmm)	850×1200×600	1200×1000×600	700×600×600	550×500×450	700×1000×600	700×900×500	500×400×400	600×500×300	770×550×370
測定精度U <sub>3</sub> (μm)	0.7+L/600	0.8+L/400	5+5.5L/1000	0.8+L/600	5.4+5.5L/1000	2.2+L/350	3+4L/1000	5.4+5.5L/1000	3+4L/1000

表2 誤差因子の水準

因子	水準		
	1	2	3
プロービング点数及び方向	極2点及び軸方向4点	極2点及び45°方向4点	極1点及び均等3点

表3 標示因子の水準

因子	水準		
	1	2	3
ア) 延長スタイラス	なし	100mm	-
イ) スタイラスの向き	下	右45°	左45°
ウ) チップの径	3mm	5mm	8mm
エ) ゲージを置く位置X軸	左	中	右
オ) ゲージを置く位置Y軸	前	中	奥

2-3 信号因子及びワーク座標設定

図1にワーク座標設定の定義を示す。球ゼロ点、球f、球hの3個により平面を作り空間軸とし、球ゼロ点、球fの2個で回転軸とする。XYZのゼロ点は球ゼロ点の中心座標とし、ワーク座標設定での球測定はすべて極3点赤道軸方向4点×2回の計11点とした。

信号因子の特性値は球間距離、球径、真球度の3種類とした。各特性値毎のSN比算出では、球間距離は球ゼロ点と球a~球hの球体直線距離8水準についてゼロ点比例式、球径はS=0.5(インチ)である球a、球c、球e、球gの4個の総和とS=1(インチ)である球b、球d、球f、球hの4個の総和の2水準でゼロ点比例式、真球度は球a~球hのすべての球において真球度が0.08μm以下でありゼロ望目特性としてSN比を算出した。

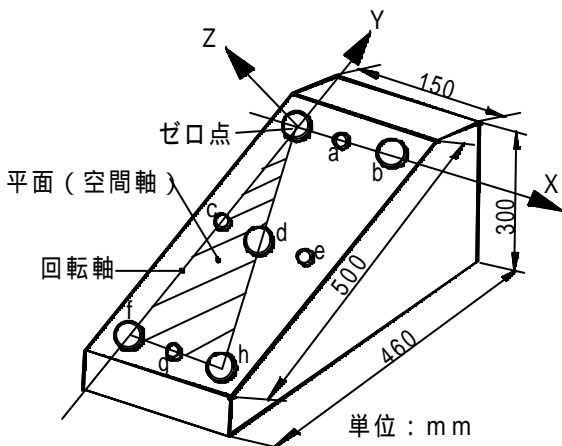


図1 ワーク座標設定の定義

2-4 直交表への割付け

表4に直交表への割付けを示す。直交表L<sub>18</sub>を用いて、標示因子を直交表の内側に割り付けた。誤差因子は直交表の外側へ割り付け、表4に示す番号1~18の因子の組み合わせにおいて表2に示す誤差因子3水準のプロービング方法によりそれぞれ18列×3水準=計54通りの測定を行った。直交表L<sub>18</sub>では交互作用は列の犠牲なしになる。また、測定の繰り返しはR<sub>1</sub>~R<sub>3</sub>の3回とした。

表4 直交表L<sub>18</sub>への割付け

番号	標示因子				
	A延長ス	B向き	Cチップ	DX軸	EY軸
1	なし	下	3mm	左	前
2	なし	右45°	5mm	中	中
3	なし	左45°	8mm	右	奥
4	なし	下	3mm	中	中
5	なし	右45°	5mm	右	奥
6	なし	左45°	8mm	左	前
7	なし	下	5mm	左	奥
8	なし	右45°	8mm	中	前
9	なし	左45°	3mm	右	中
10	100mm	下	8mm	右	中
11	100mm	右45°	3mm	左	奥
12	100mm	左45°	5mm	中	前
13	100mm	下	5mm	右	前
14	100mm	右45°	8mm	左	中
15	100mm	左45°	3mm	中	奥
16	100mm	下	8mm	中	奥
17	100mm	右45°	3mm	右	前
18	100mm	左45°	5mm	左	中

2-5 SN比の算出

以下にSN比の算出式を示す。

$$= 1 / (3 \times r) \times (S - V_e) / V_e \quad (\text{mm}^{-1})$$

$$= 10 \times \log (1 / (3 \times r) \times (S - V_e) / V_e) \quad (\text{dB})$$

ここで、: SN比、r: 有効除数、S: 比例項の変動、V<sub>e</sub>: 誤差分散とした。

誤差限界(これはほぼ95%信頼限界に相当する。)

$$\pm 3 / \quad (\text{mm})$$

3 実験結果及び考察

3-1 実験での温度環境

図2に実験での温度環境を示す。温度測定方法は、CMM測定テーブル上に置かれた測定精度±1のデジタ

ル温湿度計を使用し、1 時間毎に測定者がデジタル表示を記録した。JISB7506 ブロックゲージの規格では「ブロックゲージの寸法は、温度 20、気圧 1013.25hPa におけるものとする。」と規定されている。ここで、固体の線膨張率は、式(1)で示され、

$$\Delta L = (1 / l_0) \times (d l / d t) \cdot \dots \cdot (1)$$

：固体の線膨張率、 $l_0$  : 0 における長さ (m)、 $l$  は  $t$  における長さ (m) となる。鋼の線膨張率は 20 で  $11.8 \times 10^{-6}$  であり鋼の温度が 1 上がる時鋼は 1m あたり 11.8  $\mu\text{m}$  伸びる。本実験に用いたゲージでは 1 の差は筒体部で 500mm あたり 2 ~ 5  $\mu\text{m}$  になる。

図 2 より 20 からの偏りは平均値で A 社、D 社、I 社が小さく、H 社が最も大きい。実際、工場広さが制限される場合は、事務室と測定室を兼用している場合があり、その場合は作業者が作業し易い 20 を超える温度設定の場合も見られるがこの場合ワークの膨張による測定誤差が生じる。

温度のばらつきは、標準偏差で示され A 社、B 社、C 社、D 社、I 社で小さく、G 社と H 社で大きい。当然のこととして G 社と H 社では寸法として 5 ~ 13 ( $\mu\text{m}$ ) の範囲の変動が予想される。

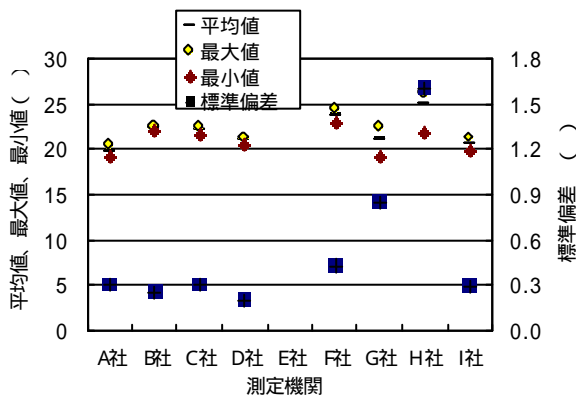


図 2 測定での温度環境

### 3 - 2 測定誤差の評価

#### (1) 特性値毎の誤差限界

図 3 に SN 比による測定誤差の比較、表 4 に誤差限界を示す。ここで、SN 比は信号 / 誤差の比であり大きいほど誤差が小さいことを意味する。実験では特性値として測定項目が距離による評価、球径による評価、真球度による評価の 3 つの場合により評価し、値は各特性値の平均値である。3 つの特性値について SN 比を比較すると、(球径、真球度) > 距離の関係となり、距離の SN 比が最も小さい。距離の SN 比が小さいのは、球径測定では S 1 (インチ)、S 0.5 (インチ) の測定長さに対し、距離測定では最大で約 400 (mm) の測定長さとなるため測定長さに起因する累積誤差及び温度変動の影響が考えられる。

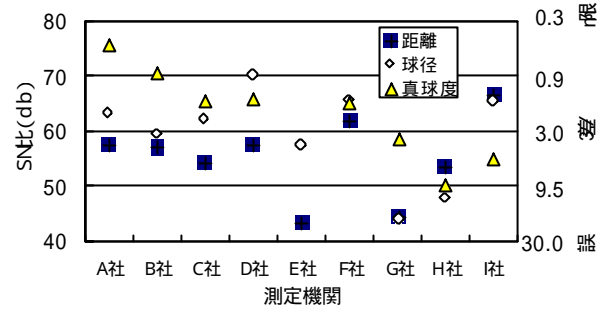


図 3 SN 比による測定誤差の比較

表 5 実験での誤差限界

特性値	A社	B社	C社	D社	E社	F社	G社	H社	I社
距離	4.1	4.3	5.7	4.2	26.4	2.6	18.4	6.8	1.5
球径	3.4	5.1	2.3	1.5	5.2	2.4	19.9	17.3	1.9
真球度	0.6	1.1	1.6	2.0	-	1.9	3.8	9.9	5.4

#### (2) メーカー保証精度と誤差限界の比較

図 4 にメーカー保証精度(空間精度  $U_3$ )と誤差限界(±3 / )の比較を示す。誤差限界は平均値であり、誤差限界に示されている誤差範囲は標準偏差 2 (片側) である。実験ではほとんどの測定機関で実験での測定誤差を表す誤差限界とメーカー保証測定精度である空間精度  $U_3$  がほぼ同等の値になった。しかし、測定機関 E 社と G 社で誤差限界がメーカー保証精度に対して誤差が大きい結果となった。原因は、測定方法の違い、ワーク保持不足、温度等環境の影響の他に測定機自体の校正のずれなどが考えられるが明確な原因はわからない。今後、再実験を行い測定誤差が生じた原因を追及する必要がある。

ここで、空間精度  $U_3$  とはメーカーが示す保証測定精度であり、誤差限界とは、実験結果であり 95% 信頼限界に相当する。

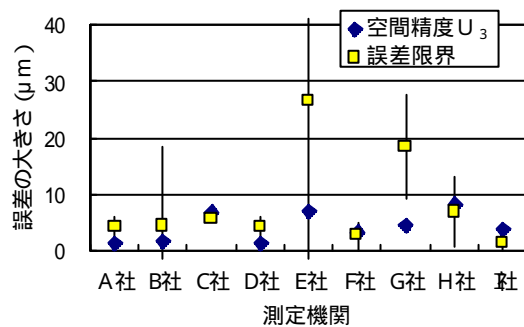


図 4 メーカー保証精度と誤差限界の比較

#### (3) 温度のばらつきの誤差限界への影響

図 5 に温度のばらつき(標準偏差)と誤差限界(±3 / )の比較を示す。図から温度のばらつきが小さい測定機関では誤差限界も小さくなっており、温度の影響と測定誤差に関連性があることが認められる。



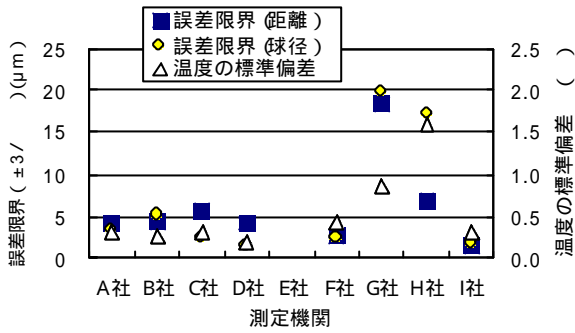


図5 誤差限界と温度の関連性

3-3 因子が及ぼす効果の分析

直交表への標示因子の割付けで列にア)：延長スタイラス、イ)：スタイラスの向き、ロ)：チップの径、I)：ゲージを置く位置(X軸)、オ)：ゲージを置く位置(Y軸)の5因子の設定が可能な7つの測定機関において、水準間で効果が大きかった因子を3つの特性値毎に抽出した。抽出数は7(測定機関)×3(特性値)の合計で21個とした採点表を表6に示す。表6よりスタイラスの向きが実験で取り上げた中で最も水準間の効果が大きい、つまり直交表L<sub>18</sub>の各行において誤差が大きい(S/N比が小さい)行と誤差が小さい(S/N比が大きい)行にスタイラスの向きの関与が大きいと推測された。経験的にCMM測定ではプロービング(測定子をワークに接触させる)時にチップ(プローブ先端球)をワーク表面に垂直に当てるのが、誤差が小さい測定法と経験的及びメーカ指摘によりわかっている。スタイラスの向きで水準間の効果が大きい理由は、実験計画によりスタイラスをXY平面上に水平にしY軸に対して左右に45°傾ける指示、さらにワークをCMMのX軸に対して45°または50°に傾けて置く指示により、手動または自動測定においてワーク表面に対して垂直にプロービングすることが難しかったため誤差が生じたものと推測される。プロービング圧により生じるスタイラスシャフトの機械的たわみ誤差の影響を考慮して設定した延長スタイラスとチップの径(チップ径が小さくなるとシャフトも細くなる)の影響はあまり大きくない結果となった。

表6 水準間の効果の大きい因子

No.	因子	特性値	A社	B社	C社	D社	E社	F社	G社	H社	I社	合計
ア)	延長スタイラス	距離 球径 真球度										0
イ)	スタイラスの向き	距離 球径 真球度		*	*	*			*	*	*	16
ロ)	チップの径	距離 球径 真球度				*						3
I)	置く位置(X軸)	距離 球径 真球度		*							*	1
オ)	置く位置(Y軸)	距離 球径 真球度	*									1
			3	3	3	3	-	-	3	3	3	21

4 結 言

独自のCMM誤差評価ゲージを考案・試作して県下の9機関の参加により、持ち回りによるCMMの誤差評価実験を行い、以下の結果が得られた。

- 1) 3種類の特性値のうち、測定項目で距離測定が内径測定、真球度測定に比較して誤差限界±3/ (95%信頼限界に相当)が大きく悪い値となっているが、これは測定長さが大きいことによる累積誤差の影響と推測される。
- 2) 実験により算出した誤差限界とメーカ保証精度(空間精度U<sub>3</sub>)ではほぼ同等の値になったが、2社で実験による誤差限界が大きく悪い値となっており、今後の検証実験が必要である。
- 3) 測定温度のばらつきが大きい機関では、誤差限界も大きく両者の関連が推測されることから、温度管理の再検討が課題である。
- 4) 因子による測定誤差への影響として、スタイラスの向きで水準間の効果の大きい機関が多いことから、スタイラスをXY平面と水平の向きにした測定では誤差のメカニズムが異なることを理解しておくべきである。

本研究は、(株)阿部製作所、横河電子機器(株)、エスアイアイ・ダイ・エンジニアリング(株)(有)小林精機、美和ロック(株)、アルプス電気(株)、北上市基盤技術支援センター、花巻市起業化支援センター、岩手県工業技術センター(順不同)全9機関の共同研究として行った。また、実験を進めるにあたり工技院機械金属連合部会計測分科会幾何形状評価研究会で議論して頂き、当研究会代表幹事の独立法人産業技術総合研究所計測標準研究部門 松田次郎主任研究官にはご指導頂き深く感謝いたします。

文 献

- 1) 丸山六男：三次元検出器の動作特性, 機械の研究 .39 .3 (1987)
- 2) 和合 健ほか：三次元測定機評価用ゲージの要素設計と試作, 岩手工技セ報告 P121 - P124 (1999)
- 3) 和合 健ほか：三次元測定機評価の実験計画, 岩手工技セ報告 P137 - P140 (2000)
- 4) 田口玄一ほか：転写性の技術開発, 日本規格協会 (1992)
- 5) 松田次郎ほか：リングプレートメソッドによる三次元測定機の誤差評価, 精密工学会秋季大会論文集 (1994)

## 工具摩耗自動補正機能を持つオープン CNC システムの開発\*

若槻 正明\*\*、堀田 昌宏\*\*、飯村 崇\*\*  
園田 哲也\*\*、細田 俊英\*\*\*

レーザー変位計を用いて工具摩耗の測定をし、そのときの工具刃先の後退量と仕上がり寸法誤差の関係について調べた。また、その結果を用いて加工切り込み量を補正し、補正無しの場合と比較した結果 10  $\mu$  m 内の加工誤差にすることができた。

キーワード：工具摩耗、自動補正、オープン CNC システム

## Development of Open CNC System with an automatic adjustability to tool-wear

WAKATUKI Masaaki, HOTTA Masahiro, IIMURA Takashi  
SONODA Tetsuya and HOSODA Toshihide

This paper describes the result of measurement of tool-waer used by lazer senser. And examination of tool-wear and dimensional error of cuted work. Then, we used that results to adjust infeed as decreaseing by tool-wear. Therefore, we culd control the dimensional error of work in 10  $\mu$  m.

**key words: Tool-wear, Automatic Adjustability, Open CNC System**

### 1 緒 言

加工機械を 24 時間連続で無人稼働させることは、生産品の品質を安定化させ、低生産コストによる高効率生産を可能とするものである。しかし、摩耗による切刃先端の後退により加工仕上がり寸法に狂いが生じ、寸法不良となる問題がある。このため、自動機においては、一定のサイクルで推定値に基づく切り込み量補正を行いながら加工を継続する。このような自動機で扱う量産品であれば、同一品の繰り返しの推定値から仕上がり寸法に影響を及ぼす工具寿命管理は容易であるが、多種少量品を対象とした加工では、摩耗の仕方が様ではなく、推定値による寿命管理が難しい。また、例えば工具摩耗量の推定可能な量産品であってもチップング等不慮の出来事により、推定値を上回る摩耗が生じ、製品不良となる恐れもある。このことから、従来より工具摩耗量を把握し、その摩耗量に応じた切り込み補正をかけ、一定の仕上がり寸法を保つことができるシステムの開発を目指し、レーザーセンサを用いて工具摩耗量を計測する研究<sup>1),2),3)</sup>を行ってきた。また、前報<sup>4)</sup>において、摩耗した工具の刃先後退量を定量化し、工具摩耗による加工誤差(仕上がり寸法誤差)との関係について調べた。

この結果、レーザー変位センサを用いて工具摩耗形状や、構成刃先の検出が可能であり、切削条件の異なる材種でも、これを用いた切り込み補正が可能であることを示唆した。

しかし、一部ではバラツキの多い結果も得られ、工具切刃の後退による仕上がり寸法誤差、刃先後退の度合いにより、どのように変化するか、その相関関係を明確にする必要がある。これらを併せて今回、刃先後退量と加工誤差の相関を求め、これを用いて切り込み補正かけた加工実験を行った。このことから、後退量の算出方法に問題があることが判り、これを変更し、実験を行った結果、良い相関が得られるとともに、また、これを用いた切り込み補正の実験により、10  $\mu$  m 以内での仕上げ誤差に収めることができた。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 実験装置

本実験は前報と同様に CNC 旋盤(株)森精機、SL-153MC)を用い加工を行い、工具形状の測定はオフラインにて行った。測定装置の構成を図 1 に示す。測定装置はレーザー変位センサ(株)キーエンス、LK-010)、XY ステージ(中央精

\* 公設試共同研究(生産機械システムのオープン化)

\*\* 電子機械部

\*\*\* (株)小林精機

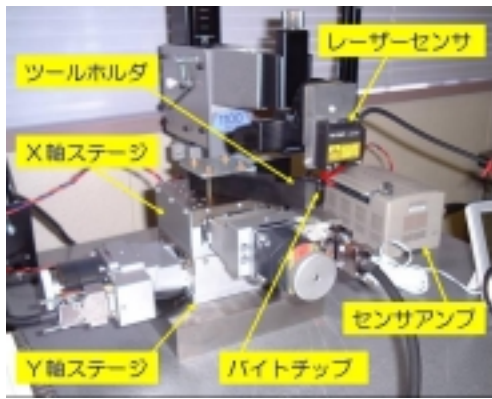


図1 測定装置構成図

機枠、ALD-904-H1P)、パソコンで構成され、XYステージ上に固定された工具ホルダに取り付けられたチップ形状を、レーザ変位計によりXYに走査し、変位計のアンプからのアナログデータをA/D変換ボードを介して工具形状データをパソコンへ取り込んだ。XYステージはマイクロステップドライバ、二軸パルスコントローラを介してRS-232Cでパソコンと接続した。これらデータの取り込みや制御のプログラムはLabVIEW ver.6 (National Instruments)で作成した。

また、摩耗計測実験は、規定切削回数毎に被削材の加工寸法を測定し、摩耗計測実験装置により工具形状の走査を行った。形状走査ピッチ 2μm、計測範囲 1.5mm×1.0mm (750×500点)とした。また、200倍のデジタルマイクロスコープ(櫛キーエンス、VH-7000)で工具形状の実像観察を行った。

### 2-2 使用工具、及び被削材

使用工具はスローアウェイチップで、材種はサーメット(京セラ N、タンガロイ NS520)、PVDコーティング(タンガロイ GH110)、超硬合金(京セラ KW-10、タンガロイ TH03)、セラミック(タンガロイ LX21)の4材種のものを用いた。切削条件は適当な摩耗が得られるように材種毎に決定し、周速一定で加工を行った。これら、工具材種と切削条件の組み合わせを表1に示す。また、被削材は外径 98、内径 12、材種 SKD11 とした。

### 2-3 加工寸法誤差の測定

加工は外径から中心へ無潤滑にて端面切削を行った。初めに基準面を加工し、この基準面を残したまま一定の切込

表1 工具材種および切削条件

材種(品名)	メーカー	色	切削速度	切込み	送り
-	-	-	m/min	mm	mm/rev.
サーメットA(N)	京セラ	輝灰	300	0.2	0.06
サーメットB(NS520)	タンガロイ	輝灰	300	↑	↑
超硬合金(KW-10)	京セラ	輝灰	100	↑	↑
セラミック(LX21)	タンガロイ	黒	500	↑	↑

工具はすべてブレードカーなし、コーナーR0.4を使用

みで切削を繰り返し、試験面(測定面)を創成した。基準面から試験面までの高さを加工寸法とし、切込み量に切削回数を掛けた理論寸法との差を加工寸法誤差とした。

$$\text{加工寸法誤差} = \text{理論寸法} - \text{加工寸法}$$

なお、

$$\text{理論寸法} = \text{切込み量} \times \text{切削回数}$$

$$\text{加工寸法} = \text{試験面高さ} - \text{基準面高さ}$$

被削材の取外しによる寸法測定誤差をなくするため、一連の試験はワンチャックとし、基準面の周りにチップング防止のための逃げ溝加工を施した。加工寸法誤差の測定は旋盤ターレットに取付けたダイヤルゲージにより、NCのジョグモードで動かし測定した。

### 2-4 工具刃先後退量の算出

前報において、工具ホルダの取り付け角度から、未使用切刃先端と被削材の接触点を初期工具先端位置とし、その点を通り切削方向に対し垂直方向に刃先後退基準線を設置し、加工後のこの線上(工具刃先後退線)の刃先位置からの変化量を工具刃先後退量として算出した。(図2)

しかし、実際の刃先先端位置の変化は、切刃の摩耗進行に伴い、必ずしも初期工具との接触点を通過する刃先後退基準線上には存在するとは限らず、摩耗の進行とともに、図3に示すように動的に変化する。これは、工具摩耗が大別して切込み方向と送り方向の2方向から進行し、切削条件、工具材種などによって、摩耗進行方向のバランスが異なるためと考えられる。そのため、刃先後退基準線を使用した前報の算出方法では、刃先最先端を捕らえることができず、正確な刃先後退量を算出することができなかった。

また、熱膨張等による若干の影響はあるものの、基本的に切削面は工具刃先形状が転写されることで創成されるため、刃先後退量と加工寸法誤差は一致するはずであり、被削材と接する刃先の最先端が、加工寸法に影響を与えると考えられる。

このことから、図4に示すように初期工具の接点位置を

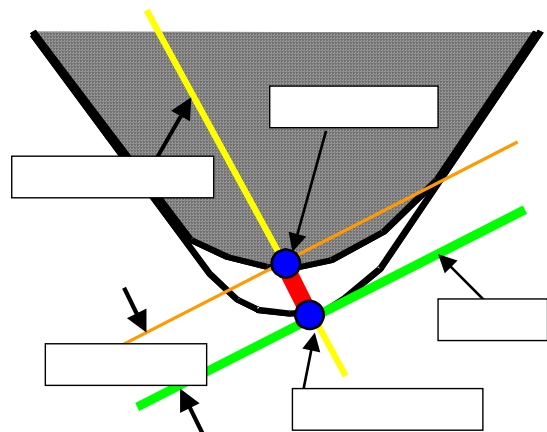


図2 刃先後退基準線による後退量算出

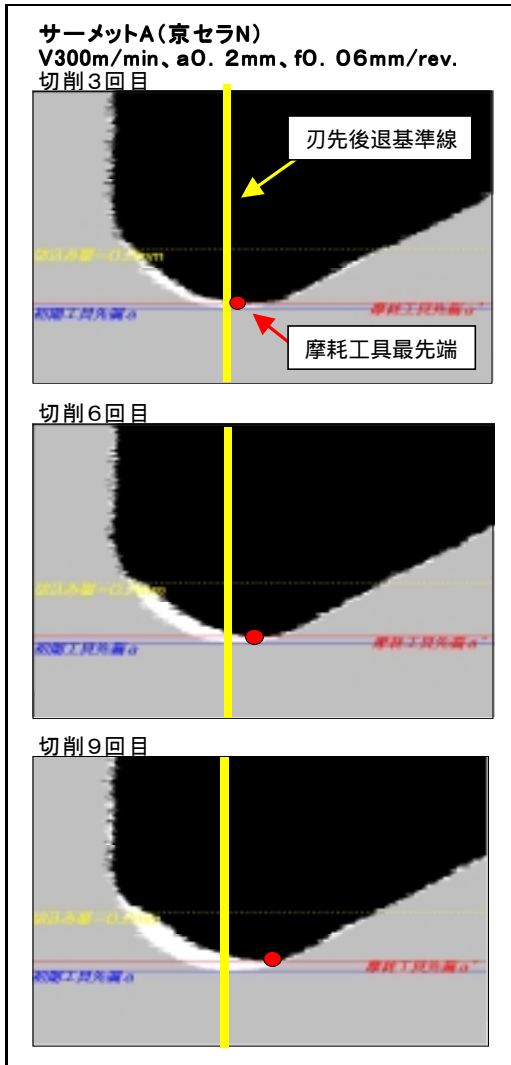


図3 摩耗工具刃先最先端の位置の変化

基準とし、摩耗工具先端と水平に接する接線を求め、未使用工具とこの水平線の刃先後退基準線上の幅を求め、刃先後退量とした。このとき、刃先最先端の決定を容易にするため、走査画像のX軸と加工面が平行になるように工具とレーザー変位センサの配置を変更した。

また、刃先後退量算出はLabVIEWにより取り込んだデータをMicrosoft Visual Basic ver.6で作成したプログラムで行い、このとき、最先端点を定める際には、データを平均化、ノイズ除去等による測定誤差の低減を行った。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 刃先後退量と加工寸法誤差

刃先後退量と加工寸法誤差との関係を図5に示す。サーメットAを除くすべての工具において、工具刃先後退量と加工寸法誤差が一致し、良い相関関係を示した。

良い相関関係が得られなかったサーメットAは、工具刃先にチャンファが付いており、これが原因と思われる。使用したレーザー変位センサはレーザー光の反射を検出す

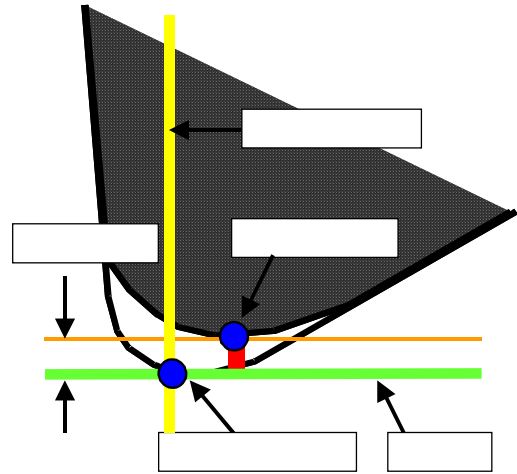


図4 刃先最先端点検出による後退量算出

るもので、レーザースポット径 $20\mu\text{m}$ 内において、CCDセンサへの受光が最も強いピークを検出し、信号を出力する。チャンファ付きの工具の場合は、チャンファなしのものに比べて、刃先部分のレーザー反射角が大きくなるため、CCDセンサへの受光量が減少する。このため、センサへの受光量が検出レベル以下になり、エッジが検出されない可能性が考えられる。したがって、工具刃先後退量は実際のものよりも大きく算出され、加工寸法誤差を上回ることになる。また、逆に摩耗などによって刃先の面状態が変化し、反射率が高くなることで、CCD受光量が増加することも考えられる。この場合、それまで検出不能とされていた部分が検出可能になり、工具刃先後退量は小さく算出される。超硬合金以外の材種では、切削回数後半で工具刃先に切削熱によるダレが生じ、工具刃先後退量が急激に増加し、加工寸法誤差を上回る結果になった。これはチャンファと同様に、工具刃先のダレによって反射角が大きくなり、正しいエッジが検出されなくなったことが原因と考えられる。なお、被削材加工面が綺麗に転写され、摩耗部分のエッジが比較的シャープである超硬合金は、最もデータのばらつきが少ない。

#### 3-2 工具切り込み補正

上述の相関関係を用いて、工具切り込みを補正し加工を行い、加工誤差を調べた結果を図6に示す。

サーメットAでは、工具刃先後退量が加工寸法誤差を上回り、相関係数が約 $0.7$ であったが、切削4回目で加工寸法誤差が $-8\mu\text{m}$ で最大になり、その後プラス方向へ推移し、補正がされている。今回の切削条件において、サーメットAの加工寸法誤差変化は下向きに凸の曲線になっており、切削後半に摩耗進行が速くなることで、補正が摩耗進行に追従できず、切削5回目以降で加工寸法誤差がプラス方向へ推移したと考えられる。

サーメットBは、切削4回まで加工寸法誤差が $1\mu\text{m}$ 以

下で補正されている。切削5回目以降では工具刃先にダレが生じ、急激に補正効果が低下した。切削後半における補正効果の低下については、サーメットNと同様に、摩耗進行度合いと補正量関係から説明出来、工具寿命を越えた状態と考えられる。工具寿命内においては、目標である10μm以内の補正が達成された。

超硬合金は、切削2回目で加工寸法誤差が7μmと最大になり、切削4回目以降は2μm以下で補正がされており、目標である10μm以内の補正が達成された。今回の切削条件において、超硬合金の加工寸法誤差変化は上向きに凸の曲線になっており、サーメットA、Bとは逆に、切削初期段階での摩耗進行が大きいことがわかる。よって、切削初期に補正遅れが顕著で、補正効果が低下した。

セラミックは、切削3、4回目で補正なしのものよりも加工寸法誤差が大きくなっている。しかし、加工寸法誤差8μm以下で補正がされており、目標である10μm以内の補正が達成された。サーメットB、超硬合金に比べて補正効果が低い原因としては、前述したチャンファー等の影響で、算出した後退量データのばらつきが大きいためと考えられる。

#### 4 結 言

本研究により、以下の結果が得られた。

- ・後退量算出方法の変更により、良好な結果が得られた。
- ・工具刃先後退量と仕上がり寸法誤差(加工誤差)との関係は、良好な相関結果が得られた。
- ・この結果を用いて、工具切り込みを補正し加工を行った結果、工具材種の如何によらず、10μm以内の仕上がり寸法に抑えることができた。

なお、本研究は平成13年度公設試共同研究事業「生産機械システムのオープン化制御技術の研究開発」として実施したものである。

#### 文 献

- 1) 若槻正明,野川健:レーザー変位計による工具摩耗の測定,岩手工技セ研究報告, No.4, 1997
- 2) 若槻正明,野川健:レーザー変位計による工具摩耗の測定(第2報),岩手工技セ研究報告, No.5, 1998
- 3) 若槻正明,野川健:レーザー変位計による工具摩耗の測定,岩手技術バイオニア報告書, 1998
- 4) 若槻正明,細田俊英:工具自動補正機能を持つオープンCNCシステムの開発,岩工技セ研報, No.8, 2001
- 5) 内館道正:レーザー変位計によるバイト損耗計測システム,共同研究報告書,岩手大学, 1999
- 6) 清水友治他:バイト損耗モニタリングシステムの研究開発,共同研究報告書,岩手大学, 2000

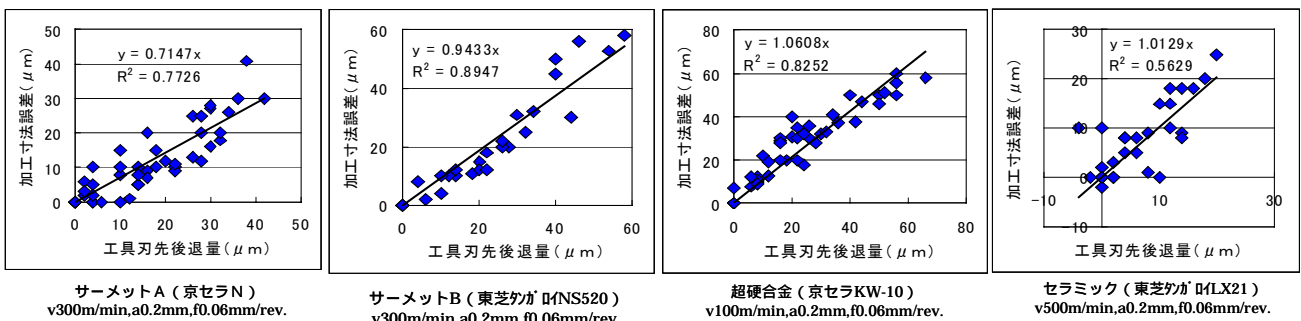


図5 工具刃先後退量と加工寸法誤差

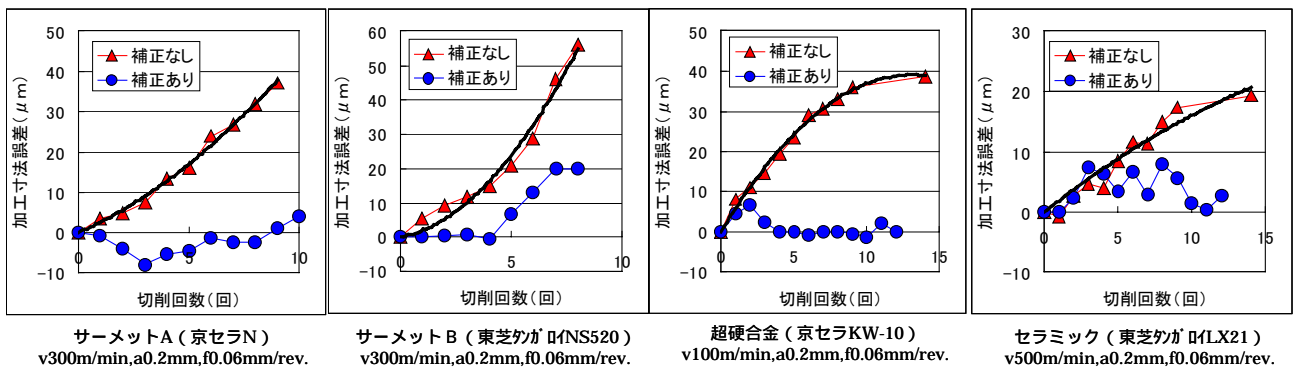


図6 切り込み補正前と後の加工寸法誤差比較

## マイクロ波を用いた非破壊検査システムの開発\*

泉田 福典\*\*、大坊 真洋\*\*\*、川又 憲\*\*\*\*、田中 秀樹\*\*\*\*\*、田中 慎造\*\*

タイムドメイン法よりも簡単な計測システムとして、一定周波数のマイクロ波を用いる方法について検討し、タイムドメイン法よりは誤差が大きいが、玄米の水分とマイクロ波の反射波強度との間に理論的予測に近い結果を得ることができた。

また、水を多く含むフレッシュコンクリートについて透過によるタイムドメイン計測を行い、低い周波数のマイクロ波を用いることで相関が得られることが確認できた。

キーワード：マイクロ波、水分量、タイムドメイン計測、フレッシュコンクリート

## Development of Non-Destructive Measurement System Using Microwave\*

IZUMIDA Fukunori\*\*, DAIBO Masahiro\*\*\*, KAWAMATA Ken\*\*\*\*,

TANAKA Hideki\*\*\*\*\* and TANAKA Shinzo\*\*

We considered the method using the microwave of a fixed frequency as easier measurement system than the time-domain method, and although the measurement errors were larger than the time-domain method, the results near theoretical prediction were obtained to relationship between the water content of brown rice and the reflective intensity of microwave.

Moreover, according to the penetrative time-domain measurement about the fresh concrete containing many water, the correlation has been obtained using the low frequency microwave.

**key words** : microwave, water content, time-domain measurement, fresh concrete

### 1 緒 言

対象物を非破壊で検査する方法では、測定対象物に応じてX線、紫外線、可視光、赤外線、超音波、マイクロ波、ミリ波などが用いられる。紫外線、可視光、赤外線は光学的に不透明な対象物については表面情報しか得られない。一方、X線やマイクロ波、ミリ波、超音波では対象物の内部情報を得ることが可能である。このうちのマイクロ波は、周波数 3GHz~30GHz の電波であるが、広義には 1GHz~3000GHz 程度の電磁波を指し、UHF (極超短波) SHF(センチメートル波) EHF(ミリ波) サブミリ波などを総称することもある。波長が短く高い指向性を持つため、主に通信の分野での利用が進んでいる。一方、マイクロ波帯域では水の誘電緩和に伴う吸収が大きいため、対象物内部における水分の計測への利用にも適していると考えられる。

そこで、マイクロ波を用いて非破壊かつ非接触で検査

するシステムを開発することを目的に研究を実施し、昨年度はマイクロ波を用いたタイムドメイン計測によって玄米の水分量を高精度で同定できることを報告した<sup>1)</sup>。今年度は、より安価なシステムで計測するために単一周波数での測定方法について検討を行うとともに、水分を多く含む対象物でありその水分量が品質を大きく左右するフレッシュコンクリートの水分評価について実験を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 単一周波数での米の水分測定

タイムドメイン計測法では、約 1GHz~10GHz の帯域で周波数を掃引し、得られたスペクトルをネットワークアナライザのタイムドメイン機能によりガウシアンパルス波形に変換して測定を行う。この方法では、タイムドメイン機能を有したネットワークアナライザと広帯域ア

\* アクティブセンシングによる非破壊検査システムの開発 (第3報)

\*\* 電子機械部

\*\*\* 電子機械部 (現在 岩手大学工学部電気電子工学科)

\*\*\*\* 八戸工業大学電気電子工学科

\*\*\*\*\* 広島市工業技術センター

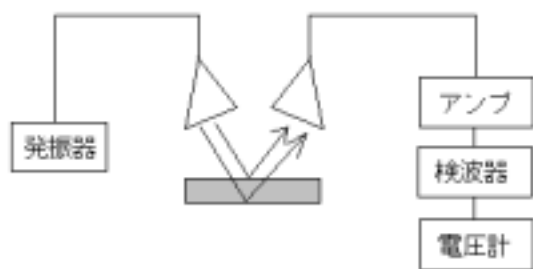


図1 単一周波数による測定方法

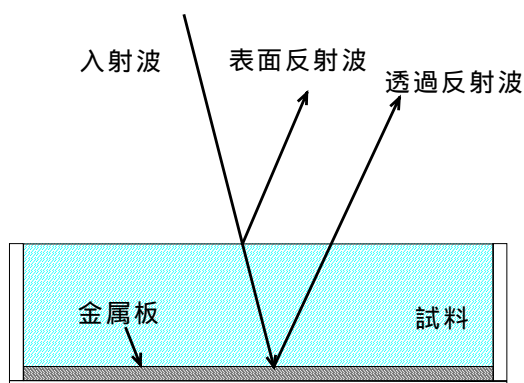


図2 試料からのマイクロ波の反射

ンテナを使用する必要があり、高価なシステムになる。そこで、ある単一の周波数のマイクロ波によって計測することでより安価なシステムで計測が可能であるかについて検討を行った。

図1にそのシステムの構成を示す。測定試料上部に2台のダブルリッジド・ガイド・ホーンアンテナ(EMCO 3115)を設置し、一方の送信アンテナはマイクロ波発振器に接続されている。試料からの反射波は他方のアンテナで受信され、増幅器を通して検波器に送られる。検波器は信号の大きさに応じた直流電圧を出力する。この検波出力を電圧計で測定することで反射波強度を測定することができる。

図2に試料からのマイクロ波の反射の様子を示す。タイムドメイン法による測定と同様に、試料は底にステンレス板を貼り付けた直径30cmのアクリル製容器に入れている。試料からの反射波には主に試料表面からの反射波(表面反射)と試料内部を透過して容器底のステンレス板から反射する反射波(透過反射波)とがある。タイムドメイン計測の結果から、試料内の水分が多くなると試料の屈折率が増大し、試料内でのマイクロ波の伝搬速度が低下することが分かっている。すなわち、水分が変化することで、受信アンテナに到達した表面反射波と透過反射波との間で位相差が変化するとともに水分による吸収のため透過反射波の振幅も変化する。従って、表面反射波と透過反射波とが合成されると、アンテナで受信される反射波強度は試料の水分によって大きく変化

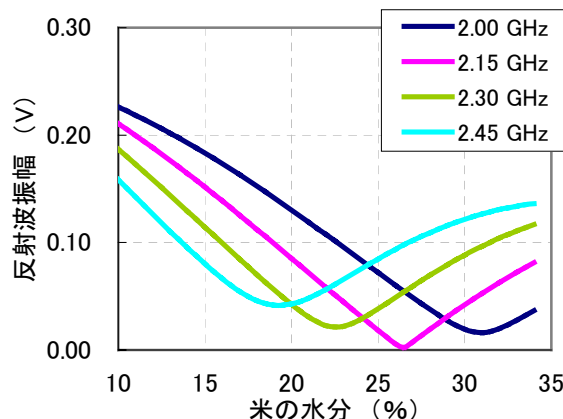


図3 米の水分と反射波振幅の関係の計算結果

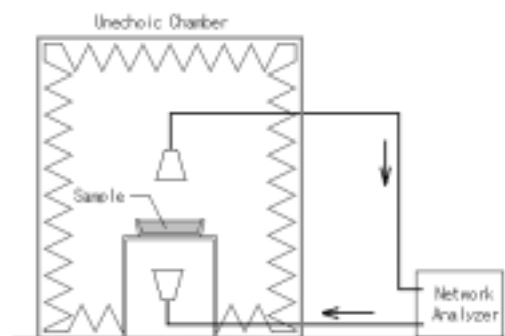


図4 コンクリートの水分測定

すると考えられる。

タイムドメイン計測により測定した結果から玄米の複素屈折率を求め、図2の反射波振幅の計算をした結果を図3に示す。いずれの周波数でも水分20%~30%に極小を持つV字形の特性を示す。これは、水分が増すにつれて透過反射波の位相が変化して、反射波振幅が互いに打ち消しあうことで減少し、互いの位相差が180°程度で振幅が最小になるためと考えられる。この計算から、2.15GHzの周波数では10%~25%程度で水分と反射波振幅とが直線的な関係になっていることが分かる。

## 2-2 フレッシュコンクリートの水分測定

フレッシュコンクリートにおける水分量が設計と異なると、コンクリート強度が不足したり、コンクリートを型枠に流し込む際にコンクリートが型枠や鉄筋へ十分に回り込まないなどの問題が生じる。コンクリートの軟度に関する試験としてスランプ試験が一般的であるが、打設現場で配合設計どおりのコンクリート水分量であるかどうかを定量的に評価できる方法はまだない。

マイクロ波は水により吸収される。また、中性子線も水の水素原子により減速・散乱を起こすことが知られている。そこで今回フレッシュコンクリート自体の水分量を定量的に評価する方法として、マイクロ波の吸収を測定する方法と、中性子線の後方散乱を測定する方法とを検討・比較することとした。なお、中性子線による方法は、共同研究機関の広島市工業技術センターで実施され、

岩手県ではマイクロ波を用いた方法について検討した。本稿では主にマイクロ波による方法について説明する。

### 2-2-1 測定システム

フレッシュコンクリートは水を多量に含みマイクロ波の吸収量が大きいいため、できるだけ低い周波数帯域を使い、なおかつ透過型の測定としてマイクロ波が試料内を通過する距離をできるだけ小さくした。

図4に本実験の構成図を示す。フレッシュコンクリートをポリプロピレン製容器(374×274×62mm)に入れて発泡スチロール製試料台の上に設置した。フレッシュコンクリートの上部と下部にそれぞれホーンアンテナを設置し、ネットワークアナライザによりマイクロ波の吸収量の測定を行った。

マイクロ波は試料下部のアンテナより送信され、試料上部のアンテナで受信される。測定では、ネットワークアナライザにより0.5GHz~3GHzの周波数帯域で周波数掃引して周波数スペクトルを測定し、これをタイムドメインパルス波形に変換した。このパルス強度によりコンクリートによる吸収量を評価した。

図4のような透過型での測定の際は、試料を回り込む信号も受信されるため、レスポンスのスルー校正及びアイソレーション校正の組み合わせでネットワークアナライザの校正を実施した。レスポンスのスルー校正は空の容器を設置して実施した。また、12%のフレッシュコンクリートを入れた容器を設置してアイソレーション校正を実施することで、アンテナ間のクロストークを補正した。

### 2-2-2 コンクリート試料の準備

コンクリートの材料は、水、普通ポルトランドセメント、細骨材(川砂)、粗骨材(砂利、25mm以下)のみで混和剤は使用しなかった。コンクリートの配合は、スランプの範囲12cm、空気量の範囲5%、細骨材30%を目標値とし、これから水と粗骨材を調整して水分量5%~12%になるよう表1により配合した。

表1 コンクリートの配合

水分量 (%)	水セメント比 (%)	配合量			
		水(mL)	セメント(kg)	細骨材(kg)	粗骨材(kg)
5	35	545	1.56	2.83	5.96
6	40	623			5.37
7	45	701			4.92
8	50	778			4.56
9	55	856			4.27
10	60	934			4.02
11	65	1012			3.80
12	70	1090			3.60

## 3 実験結果および考察

### 3-1 単一周波数での米の水分測定

2.00GHz、2.15GHz、2.30GHz、2.45GHzで測定した結果を図5に示す。米の水分と検波器からの出力電圧と

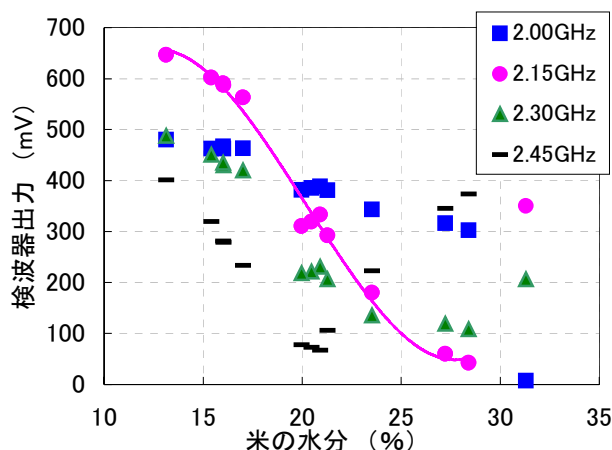


図5 単一周波数による反射波強度の測定結果

表2 単一周波数による米の水分推定

水分測定値 (%)	検波器電圧 (mV)	水分推定値 (%)	差異 (%)
27.23	60.47	26.43	-0.80
23.52	179.65	23.2	-0.32
21.28	292.65	21.19	-0.09
20.90	333.26	20.52	-0.38
20.48	319.59	20.75	0.27
19.96	310.94	20.89	0.93
17.00	562.79	16.44	-0.56
16.02	587.23	15.87	-0.15
16.00	590.98	15.78	-0.22
15.40	602.37	15.48	0.08

の関係は、ほぼ図3の計算と同様にV字形の振る舞いを示している。図中に、2.15GHzの測定データを3次多項式で近似した曲線を示す。2.15GHzの周波数では、ほぼ15%~25%の水分で直線的な関係になっていると考えられる。約15%~27%の米について、検波器出力電圧から近似曲線により推定した水分の推定値、及び実測した水分値との差異を表2に示す。実測値と推定値とは±1%以内で一致しており、標準偏差は0.48%である。このことから、タイムドメイン法に比較すると測定精度は劣るが、あまり精度を必要としない場合には比較的簡単に構成できる方法として有効であることが分かった。

しかし今回の測定では、測定データが不十分であるため、更に多くのデータを取得し校正曲線との関係及びばらつきを正確に求めることが必要である。また、温度など測定環境による測定への影響も考えられるため、正確な校正曲線及びその補正方法などについて検討するには更にデータを蓄積する必要がある。

### 3-2 フレッシュコンクリートの水分計測

図6に5%~12%のフレッシュコンクリートについて、マイクロ波の透過を測定したタイムドメイン波形を示す。水分が少なくなるにつれ、水分によるマイクロ波の吸収量が減少して透過量が多くなるために、タイムドメイン



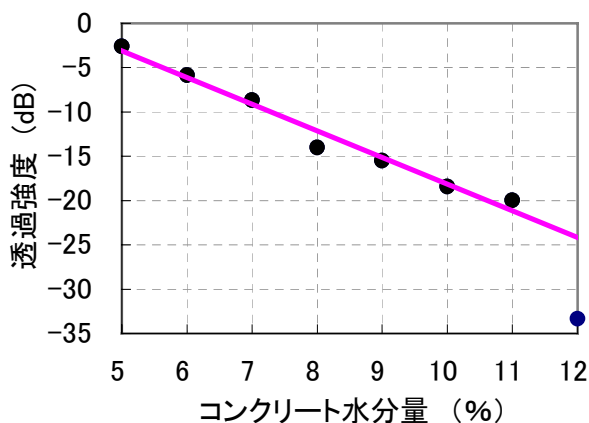


図6 コンクリートのタイムドメイン波形

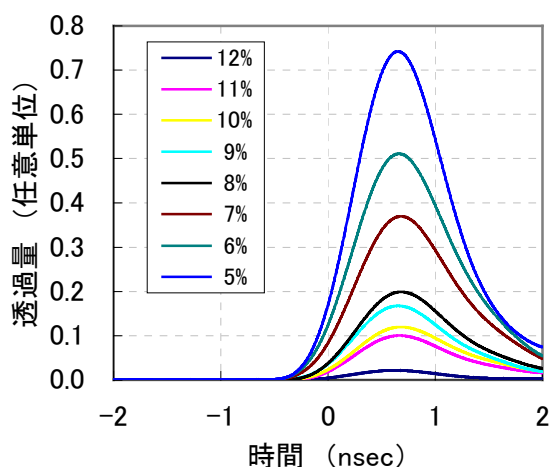


図7 コンクリート水分量と透過波強度

表2 マイクロ波による水分の推定

水分量 (%)	$\mu$ 強度 (dB)	水分推定値 (%)	差異 (%)
5	-2.589	4.8	0.2
6	-5.833	5.9	0.1
7	-8.651	6.8	0.2
8	-14.015	8.6	-0.6
9	-15.510	9.1	-0.1
10	-18.431	10.1	-0.1
11	-19.962	10.6	0.4
12	-33.326	15.0	-3.0

パルスの強度が増大する。

パルスの強度とコンクリート配合上の水分量との関係を図7に示す。5%~11%の水分量では、水分とパルス強度との関係はほぼ直線的である。5%~11%の実験結果から計算した回帰直線を用いてパルス強度からコンクリートの水分量を推定した結果、配合設計上の水分量との差異は、水分量12%のフレッシュコンクリート以外では1%以下であることが示された。このことから、水分の多いフレッシュコンクリートの場合でも、水分計測が可能であることが分かった。

広島市工業技術センターにおいて実施された、フレッ

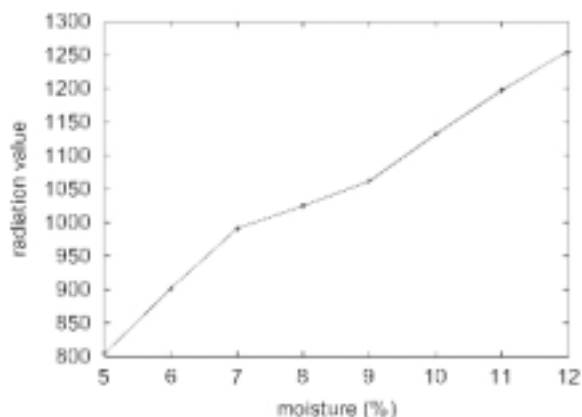


図8 フレッシュコンクリートの中性子線の後方散乱 (実施: 広島市工業技術センター)

表3 中性子線による水分の推定

水分量 (%)	散乱強度	水分推定値 (%)	差異 (%)
5	804.4	4.5	0.5
6	901.4	6.1	-0.1
7	991.2	7.6	-0.6
8	1025.0	8.1	-0.1
9	1062.2	8.8	0.2
10	1132.6	9.9	0.1
11	1198.0	11.0	0.0
12	1256.8	12.0	0.0

フレッシュコンクリートの水分による中性子の後方散乱を計測した結果を図8に示す。中性子の後方散乱は、ほぼ水分量に比例して増加する結果が得られた。また、この結果を回帰直線を求め水分を推定したところ、配合設計上の水分量との差異は1%以内で一致した(表3)。

マイクロ波による方法と中性子線による方法とは、ともに配合設計上の水分量と1%以内で計測できることが示された。特に、中性子線の方法は8%~12%の高い水分量で非常に良い直線性が得られており、水分の多い対象物での計測に向いていると考えられる。

#### 4 結 言

単一周波数を使った簡単な測定システムでも1%以内で米の水分を測定可能なことが分かった。しかしタイムドメイン計測に比べ精度は劣ると思われる。また、フレッシュコンクリートの水分計測では、マイクロ波による方法および中性子線による方法とも1%以内で推定可能であることが分かった。

本研究は平成13年度中小企業技術開発産学官連携促進事業により実施されたものである。

#### 文 献

- 1) 泉田福典, 大坊真洋, 川又憲: 岩手県工業技術センター研究報告第8号, 89(2001)

## ネットワーク対応型 3次元計測・加工装置の開発\*

長谷川 辰雄\*\*、中村 吉信\*\*\*、  
大崎 満弘\*\*\*\*、土井 章男\*\*\*\*\*

機械部品や電子機器の製造では、複雑形状の加工、高品質・低コスト化が求められている。本研究では、計測・加工・分析の各装置をネットワークで接続し、各種情報の共有化で、効率的な「ものづくりシステム」の構築を目標とする。本システムの主な装置は、3次元形状スキャナー装置と3次元切削加工装置である。3次元形状スキャナー装置は、オーダーメイド靴製造のための足形状専用計測装置として、メッシュ・ネットを用いたステレオ計測により、足全体の計測が可能である。3次元切削加工装置は、PCからの動作命令が、加工ロボットと同期するように設計され、ネットワークによる遠隔加工が特徴となっている。

キーワード：ネットワーク、3次元計測、3次元加工

## Development of 3D measurement and Processing device with adaptive network

HASEGAWA Tatsuo, NAKAMURA Yoshinobu,  
OOSAKI Mitsuhiro and DOI Akio

Manufacturing industries of electronic or machine parts demand processing complex shape, quality products and cost-reduction. Our goal is the efficient manufacturing system that consisted of measurement, processing device and analysis. The devices can be able to communicate each other by the Network. This paper presents the 3D measurement and 3D processing device. The 3D measurement was developed for Tailor-made shoes and is able to measure the whole of foot with stereophonic measurement using mesh net. The 3D processing device can be controlled with synchronous from PC.

**key words: Distributed Network, 3D measurement, 3D processing**

### 1 緒 言

本報告では、効果的な「ものづくり」を実現するために、IT(Information Technology)を活用した「次世代のものづくり」の基礎技術について述べる。本研究の全体構成を図1に示す。「ものづくり」の基本である「設計技術」、「加工技術」、「計測技術」を、分散ネットワークで必要情報を共有し、効果的な「ものづくり」を目標とする。設計工程では、CAE(Computer Aided Engineering)を中心とした要素分割の検討・開発、加工工程では、円筒座標系ロボットを利用した加工装置の開発、計測工程では、メッシュ・ネットを利用した簡易型3次元形状スキャナー装置の開発を行った。本報告では、主に開発した2つの装置について述べる。3次元形状スキャナー装置は、ステレオ画像計測により、デジタルカメラの2次元画像から3次元座標を計算する。鏡を効果的に使って足全体の計測を可能としている。3次元切削加工装置は、インテリジェント・サーバを介して、PCからの同期制御が可能である。

加工データをファイル転送することで、遠隔からの加工が可能となっている。インテリジェント・サーバは、外部からのアクセスを制限するセキュリティ機能を備えている。

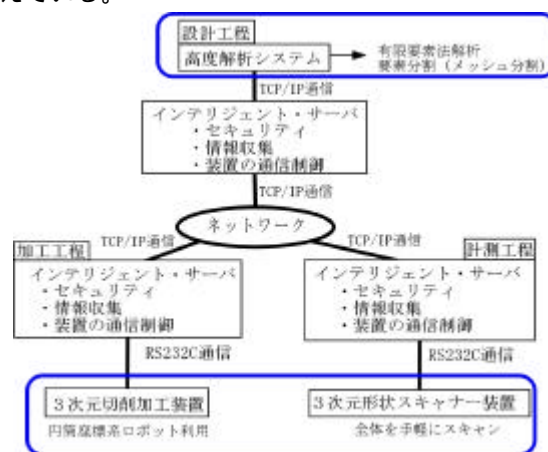


図1 全体構成図

\* 次世代クリエイティブソリューションシステムの開発 (中小企業技術開発産学官連携促進事業)  
\*\* 電子機械部  
\*\*\* (株)でん  
\*\*\*\* (有)ヒロ  
\*\*\*\*\* 岩手県立大

2 実験方法

2-1 メッシュ交差点抽出

現状の人体計測用の3次元形状スキャナー装置は、高価なレーザ装置と高速画像処理装置で構成され、一般ユーザは、全体の形状を手軽に求めることが困難である。そこで、我々は、オーダーメイド靴の製作のために、足全体を効率的に計測可能な簡易型の3次元形状スキャナー装置を開発した。この装置は、メッシュ・ネットで覆った足を8台のデジタルカメラで撮影し、ステレオ計測によって3次元座標を計算する。メッシュ・ネットには配列計算に必要なマーカが付与されており、ステレオ計測の計算基準点となっている。全体の処理の流れを図2画像処理フローに示す。デジタルカメラで撮影した8方向の画像に対し、2値化、細線化、メッシュフィルタの順番に処理を行う。

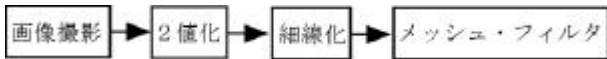


図2 画像処理フロー

2値化処理は、画像の前処理として、ノイズ除去や領域抽出の手法として用いられる。ここでは、RGBの閾値により2値化を行った。閾値の決定は式(1)により行われる。

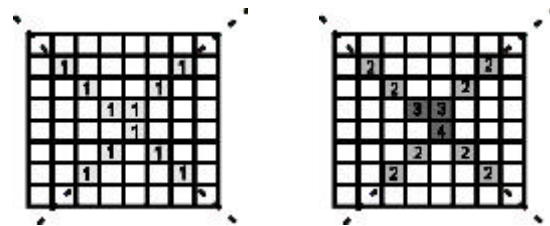
$$f(i, j) = \begin{cases} 1 & f(i, j) \geq t \\ 2 & a \leq f(i, j) \leq b \\ 0 & \text{otherwise} \end{cases} \quad (1)$$

ここで t はメッシュの画素値を意味するRGB値を示し、範囲[a,b]はマーカを抽出するためのRGB値を示す。

細線化<sup>1)</sup>は、2値化により抽出されたメッシュ・ネット部分の画像に対し、線幅が1画素で連結された線画情報を計算する。この線画情報は、メッシュ・ネットの骨格画像を意味しており、特定領域を追跡するための貴重な情報源となる。ステレオ計測は、線画情報で表されたメッシュ・ネット交差点を、左右画像のマッチング点として計算する。この左右画像のマッチング点を、自動的に対応させるために、2次元配列に格納する。この画像処理では、格子構造のメッシュ・ネットを前提としているため、2次元の配列化は容易である。このとき、メッシュ・ネットの交差点を順番に追跡し、その座標点を特定する必要がある。そのために、式(2)で示されるメッシュ・フィルタを設計した。

$$g(x, y) = \begin{matrix} 1 & 1 \\ ? & ? \\ m & n \end{matrix} \cdot f(x, y) \quad (2)$$

関数  $g(x, y)$  は、8近傍に存在する画素数を出力する。このフィルタ処理によって、細線化画像に重み付けを行ったことになる。つまり、フィルタ処理された画像は、この重み情報によってメッシュ交差点を特定することが可能となる。図3にフィルタ処理の結果を示す。図3(a)の細線化画像に対して、フィルタ処理を行うと図3(b)のような画像となる。この画像によって、表1に示すように、メッシュ・ネットの種別の特定が可能となる。



(a)細線化画像 (b)フィルタ画像

図3 フィルタ処理

表1 メッシュネットの種別

種別	フィルタ値
終点	$g(x, y) = 1$
線分	$g(x, y) = 2$
交差点	$g(x, y) = 2$

2-2 2次元配列作成

ステレオ計測では、左右の対応点を自動的に一致させる必要がある。このために、交差点座標を構造化した2次元配列としてデータ設計を行った。交差点のデータは、上下左右のリンク情報、幹線・支線情報、メッシュ種別などの構造データとして構築した。設計した2次元配列を有向グラフで記述したものが図4である。

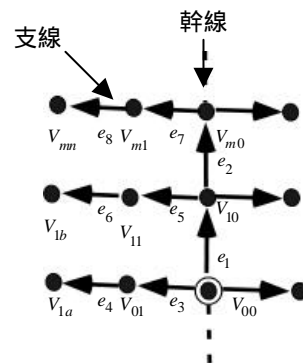


図4 2次元配列の有向グラフ

有向グラフは、左右の交差点を順番に一致させるために使用し、Vが頂点、eが辺(エッジ)を意味しており、矢印は方向の情報を示している。図4の二重丸はマーカを意味しており、この点を基準に、最初に幹線上の交差点の追跡を行い、次に支線上の交差点の追跡を行う。この追跡には、8連結のチェーン・コード追

跡法を用い、追跡と同時に、交差点の判別を行い、2次元配列へ格納する。

2 - 3 射影行列による 3次元座標計算

3次元座標計算に必要なカメラの数値モデルをピンホールカメラで定義<sup>2)</sup>した。このモデルはデジタルカメラに使用されているCCDを正確に記述している。3次元空間の点 $\tilde{M} = [X, Y, Z, 1]^T$ が、射影行列Pによって、ピンホールカメラの投影面上の点 $\tilde{m} = [u, v, 1]^T$ へ投影された場合、式(3)で記述できる。

$$\tilde{m} = P\tilde{M} \quad \dots \text{式(3)}$$

射影行列Pは、ランク3の3×4行列で式(4)で表される。

$$P = \begin{bmatrix} p_{11} & p_{12} & p_{13} & p_{14} \\ p_{21} & p_{22} & p_{23} & p_{24} \\ p_{31} & p_{32} & p_{33} & p_{34} \end{bmatrix} \quad \dots \text{式(4)}$$

ここで、 $p_{34}$ は物体の拡大・縮小を示すスケールファクターであり、ここでは等倍の1で計算を行った。射影行列は左右2つの画像で存在するため、式(5)で記述できる。

$$\begin{bmatrix} p_{11}^T M_i + u_i p_{31}^T M_i + p_{14} + u_i p_{34} = 0 \\ p_{21}^T M_i + v_i p_{31}^T M_i + p_{24} + v_i p_{34} = 0 \end{bmatrix} \quad \dots \text{式(5)}$$

射影行列Pの自由度は11であるから、6箇所の位置関係が既知であれば、式(5)は次式で表される。

$$Bp = 0 \quad \dots \text{式(6)}$$

したがって、射影行列PはB<sup>T</sup>Bの最小の固有値に対応する固有値ベクトルとして求めることができる。射影行列Pが求まると、式(3)は式(7)で記述できる。

$$\begin{bmatrix} p_{31}u + p_{11} & p_{32}u + p_{12} & p_{33}u + p_{13} & p_{14} + p_{34}u \\ p_{31}v + p_{21} & p_{32}v + p_{22} & p_{33}v + p_{23} & p_{24} + p_{34}v \\ p_{31}u + p_{11} & p_{32}u + p_{12} & p_{33}u + p_{13} & p_{14} + p_{34}u \\ p_{31}v + p_{21} & p_{32}v + p_{22} & p_{33}v + p_{23} & p_{24} + p_{34}v \end{bmatrix} \quad \dots \text{式(7)}$$

$b = [p_{14} + up_{34} \quad p_{24} + vp_{34} \quad p_{14} + up_{34} \quad p_{24} + vp_{34}]^T$ とおくと、3次元空間点は式(8)のように求めることができる。

$$\tilde{M} = B^+b \quad \dots \text{式(8)}$$

ここでB<sup>+</sup>は一般化逆行列を意味する。

2 - 4 3次元切削加工装置

3次元切削加工装置は、円筒座標系ロボットをベースにして開発し、(有)ヒコが開発した1軸で2つのアームを制御し、直線運動を可能とする技術が特徴である。従来のアームロボットは、2つのアームのそれぞれに駆動軸が必要であり、それぞれがリンク機構で接続されているため、位置決めには、複雑な計算式が必要であった。従来のスカラーロボットの複雑さを図5、式(9)及び式(10)で示す。

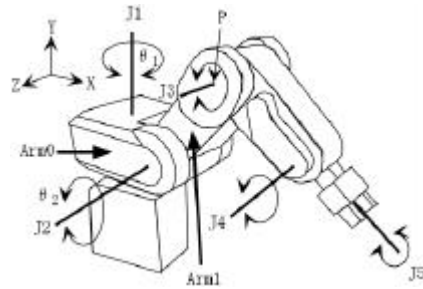


図5 スカラーロボットモデル

$$A_1 = f(\theta_1) \quad A_2 = g(A_1, \theta_2) \quad \dots \text{式(9)}$$

$$T_0 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & a \\ 0 & 1 & 0 & b \\ 0 & 0 & 1 & c \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad R_{J2} = \begin{bmatrix} \cos\theta_2 & \sin\theta_2 & 0 & 0 \\ \sin\theta_2 & \cos\theta_2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad T_1 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & a \\ 0 & 1 & 0 & b \\ 0 & 0 & 1 & c \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$

(a)原点移動 (b)回転行列 (c)新位置移動  
式(10) 先端位置決め行列

2 - 5 円筒座標系ロボットモデル

一方、開発した3次元切削加工装置は、アームの軸が個々に独立して回転する機構で、ハーモニックドライブと呼ばれる減速機で、それぞれの回転数を調整して位置決めを行っている。2つのアームはパンタグラフ機構によって円筒座標系で構成され、アームの回転速度は1:2となっている。直線運動(R軸)の場合、図6の概略図をもとに、その制御計算式は式(11)で示される。

$$R = 2L \cos \alpha \quad \dots \text{式(11)}$$

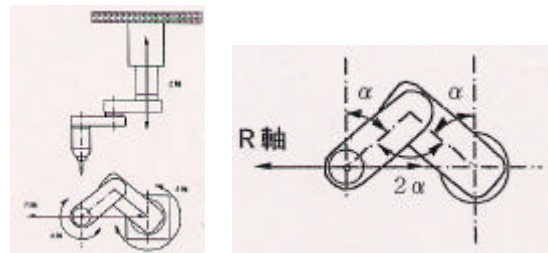


図6 3次元切削加工装置概略図

3 実験結果及び考察

3 - 1 3次元形状スキャナー装置の実験結果

本装置のデジタルカメラは、低価格性、高解像度、コンパクト性、PCプログラム制御などを検討し、Cannon社製のIXY 200を採用した。本装置の外観図を図7に示す。8台のデジタルカメラは、パン・チルトが可能なアタッチメント台により、任意に配置できるように工夫されている。また、足裏の撮影は、鏡を利用して撮影できるような台を試作した。デジタルカメラは、USB HUBを経由してPCに接続され、PCからのプログラム命令で撮影を行う。足の撮影時の考慮点は、できる

だけすばやく撮影しなければならない点である。人は、数秒間でさえも静止することが難しく、その撮影には高速化が要求される。しかし、PCプログラムによる8台のカメラシャッター制御は、同時シャッターが不可能な仕様であった。そのため、カメラを切り替えながらシャッター制御する必要があった。1台あたり1~2秒程度を要するため、8台すべての撮影には約16秒程度と長時間となっている。



(a)全体像 (b)足裏撮影用台

図7 3次元形状スキャナー装置外観図

本装置によって撮影された8枚の画像は、開発した3次元計測ソフトウェアによって計測が行われる。図8に実験結果を示す。図8(a)は撮影画像の背景を除去し、必要領域のみを抽出した画像である。図8(a)の画像に、2値化処理を行った画像が図8(b)である。図8(c)は、細線化、メッシュフィルタ及び、交差点抽出アルゴリズムを適用して、交差点を抽出した結果である。図8(d)は、原画像と抽出した交差点を重ね合わせて表示した図である。

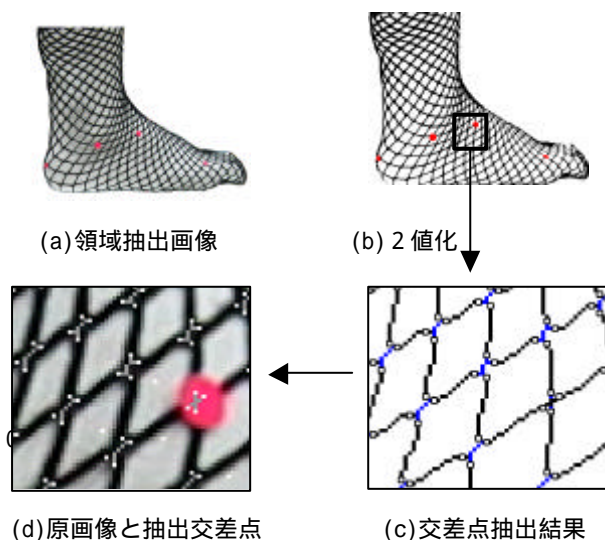
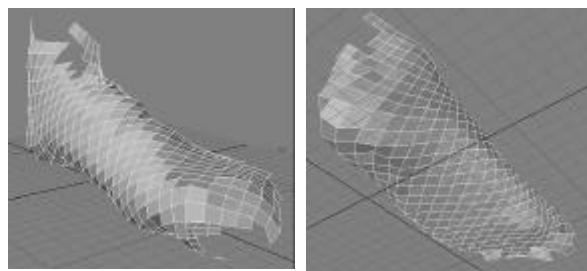


図8 3次元計測ソフトウェア実験結果

8枚の画像に対して交差点を抽出し、3次元座標計算を行った後、CGによるシェーディング表示した結果を図9に示す。開発した3次元計測ソフトウェアはOpenGLでの3次元表示の他に、デザイン用CADであるLightWave3D用のデータを出力することが可能である。3次元計測の精度は、ノギスや市販の3次元計測器を使いその比較で誤差を求めた。10箇所計測地点で



(a)側面 (b)足裏

図9 3次元表示(LightWave3D)

空間距離を実測し、計算でもとめた値との比較を行った。その結果、最小:0.02mm、最大:1.7mm、平均:0.76mmとなった。目標値である2.0mm以下を達成した。

### 3-2 3次元切削加工装置の実験結果

本装置は、円筒座標系ロボット部と動作制御を行うPCで構成されている。ロボットの先端にエンドミルが装着され、対象物を切削する。本装置の外観図を図10に示す。動作実験では、繰り返し実験によって、位置決め精度:±40μmとなり、目標値の±100μmを達成した。切削実験では、直線・曲線の単純な形状切削を行い、良好な結果を得た。この結果、ロボットの同期制御、ネットワーク制御プログラムの基礎的動作確認ができた。



図10 3次元切削加工装置外観図

## 4 結 言

3次元形状スキャナー装置及び3次元切削加工装置の開発では、それぞれの仕様を満たし、目標値を達成できた。しかし、これらは基礎的な目標値であり、実用化にはまだ不十分である。今回の開発・実験結果から、改良すべき問題点が明確化になった。スキャナー装置では、高速撮影、メッシュ無し計測が改良点であるが、既に対応・検討を行っている。加工装置では、DXFなどの一般的なCADデータ形式の取り扱いなど、ソフトウェア面の充実が問題である。今後は、これらの問題点を整理し、企業が開発した装置を実施化できるように対応する予定である。

## 文 献

- 1) 鈴木 智: 細線化アルゴリズムの高速化に関する考察, 情報処理学会論文誌, Vol. 29, No. 10, pp.925-932 (1988).
- 2) 徐 剛, 辻 三郎: 3次元ビジョン, 共立出版, 1999.

## 多波長レーザースクイド顕微鏡による半導体の評価\*

大坊 真洋\*\*、泉田 福典\*\*\*、志子田 有光\*\*\*\*

半導体にレーザー光を照射すると光電流が流れ、磁場が発生する。この光励起磁場をSQUIDで計測する原理のレーザースクイド顕微鏡を開発した。一定光束量の波長の異なる励起光を照射し、その時の発生磁場を計測した。光励起磁場の波長依存性を利用することによって、少数キャリア拡散長を計測する方法を導出した。レーザースクイド顕微鏡は、非侵襲、非接触で半導体の計測ができるので、新しい評価装置となる可能性がある。

キーワード：SQUID、顕微鏡、レーザー

## Evaluation of Semiconductors using Multi-wavelength Laser SQUID Microscope\*

DAIBO Masahiro\*\*, IZUMIDA Fukunori\*\*\* and SHIKODA Arimitsu\*\*\*\*

Photocurrents flow, when the semiconductors are irradiated with a laser beam, and then magnetic fields arise. Photo-induced magnetic fields are measured under the constant photon flux condition in each wavelength. New method for measuring the minority carrier diffusion length is derived by using the wavelength dependence of photo-induced magnetic fields. The laser SQUID microscope has the possibility of becoming a new tool for semiconductors evaluation, because it has features of noninvasive and non-contact.

**key words: SQUID, Microscope, Laser**

### 1 緒 言

SQUID (Superconducting QUantum Interference Device: 超伝導量子干渉素子) は、現存する磁気センサーの中で最も高い磁気感度を有する。この優れた特徴から、SQUIDは脳磁場や心臓磁場の検出などの先端医療への応用が研究されている。医療以外の分野では、近年になって、微小領域の非常に微弱な磁場分布を画像化するSQUID顕微鏡が注目されている。超伝導材料中の磁束の観察やプリント基板の電流分布の計測に応用されている。しかしながら、感度が高いという長所をもってしても、室温の対象物に対する空間分解能は、数百マイクロン~数ミリ程度であり、この短所が、適用できる対象の範囲を著しく制限している。一般に空間分解能は、SQUIDの受感部のサイズか、SQUIDと対象物間の距離の、いずれか大きい方で決まる。低い空間分解能の原因は、断熱に要する距離に主要因がある。超伝導状態を維持するためには、外界と断熱する必要がある。検査対象物が例えば超伝導体のように低温であればSQUIDと対象物を近接して配置できるので問題がない。しかし産業応用

上、最も一般的な対象物は室温状態にあるので、SQUIDを対象物に接近させることができない。典型的な断熱容器の場合には、SQUIDと対象物との距離は数ミリ程度ある。サファイヤ窓と伝導冷却を使った最新型の断熱容器の場合でも500 $\mu$ mが限度である。従来のSQUID顕微鏡では、半導体の検査に使えるようなミクロンレベル分解能は望めない。

そこで、我々はレーザー光で微小領域に磁場の変化を誘発させ、その磁場をSQUIDで計測する原理のレーザースクイド顕微鏡を提案し、開発を進めてきた<sup>1-6)</sup>。ほぼ同時期にPTB<sup>7,8)</sup>とNEC<sup>9,10)</sup>から全く独立に類似の研究が報告され、現在でも研究が進められている。レーザーとSQUIDの組み合わせによって、半導体が、SQUIDの産業的応用の良いターゲットになったといえる。レーザースクイド顕微鏡では、磁気信号の発生・変調領域が、最小の場合、レーザースポットサイズ+拡散長程度に限定できるため、位置情報はレーザースポットの位置でマッピングすればよく、SQUIDの低空間分解能を補うことがで

\* 産業用SQUID応用機器の開発(地域結集型共同研究事業)

\*\* 電子機械部(現在岩手大学工学部電気電子工学科)

\*\*\* 電子機械部、

\*\*\*\* 岩手医科大学教養部(現在東北学院大学工学部物理情報工学科)

きる。レーザー光で励起して、SQUIDで磁場を計測するので、非接触計測であり、対象物の破壊や汚染が一切ないという長所がある。さらに、アクティブ型の計測なので、ノイズ除去が容易となり、簡易な磁気シールドでも計測可能となる。

本論文では、特に対象物としてp-n接合を有する単結晶シリコンウェハを用い、低濃度側の不純物濃度を定量的に計測する方法について述べる。

## 2 実験方法

### 2-1 光照射と磁場のモデリング

p-n接合に光を照射した時の電流 $J_s$ は式(1)で表される。

$$J_s \approx q(1-R)\Phi \left( \frac{L_n}{L_n+1/\alpha} + \frac{L_p}{L_p+1/\alpha} \right) \quad (1)$$

ここで、p型またはn型の方の不純物濃度の方がより十分に高い時は、高濃度側での少数キャリアの寿命は短いので、全体への寄与から省略して近似することができる。ここではp型の濃度が高いp<sup>+</sup>/n接合とする。

$$J_s \approx q(1-R)\Phi \left( \frac{L_p}{L_p+1/\alpha} \right) \quad (2)$$

ここで $q$ :素電荷、 $R$ :反射率、 $\Phi$ :光子フラックス、 $L_p$ :少数キャリア(正孔)の拡散長、 $\alpha$ :光吸収係数である。

式(2)で発生する電流がSQUIDの存在する空間に発

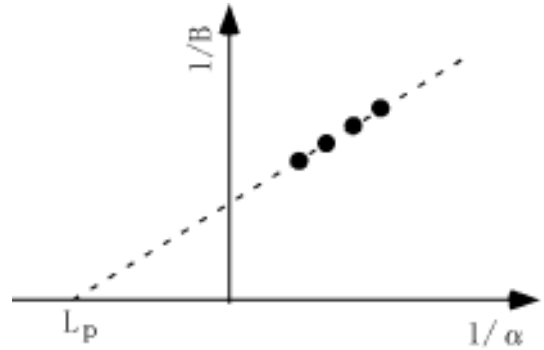


図1 外挿による少数キャリア拡散長 $L_p$ の抽出  
: 光吸収係数、 $B$ : 磁束密度 ただし光子フラックス $\Phi$ が一定の場合

生させる磁束密度 $B$ は、 $C$ を比例定数とし、右辺、左辺のそれぞれ逆数にして式(3)で表すことができる。

$$\frac{1}{B} = \frac{1}{Cq(1-R)\Phi L_p} (L_p + 1/\alpha) \quad (3)$$

反射率 $R$ は波長によって若干の依存性があるが、これは十分に小さいので一定として扱う。よって、光子フラックス $\Phi$ を一定とすると、Y軸を $1/B$ 、X軸を $1/\alpha$ としたグラフは直線になり(図1) X軸の切片が $L_p$ となるのがわかる。シリコンの光吸収係数 $\alpha$ は、波長依存性が高いので、波長を変えることによりX軸の値を変化させてプロットが得られる。

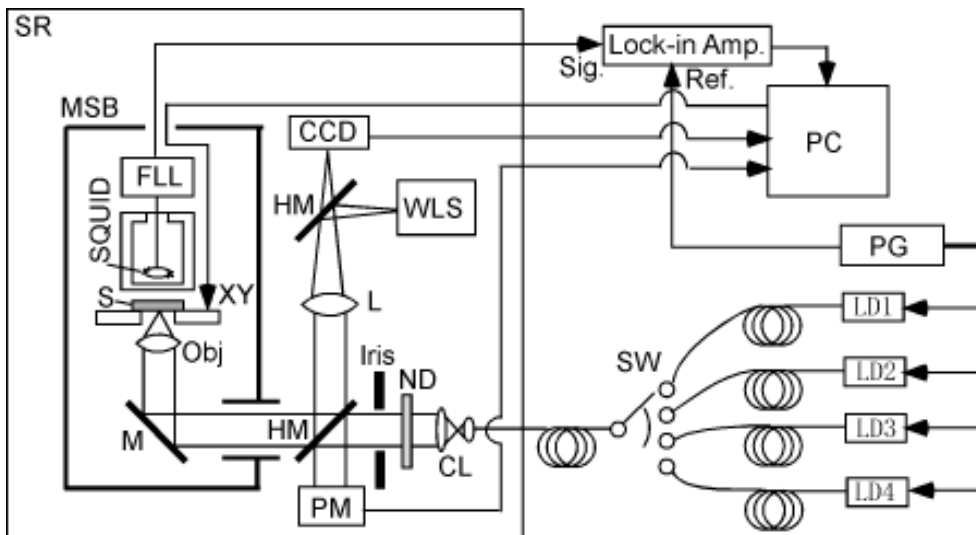


図2 システムブロック図

SR: 電磁シールドルーム、MSB: 磁気シールドボックス、FLL: 磁束ロック回路、S: 半導体試料、SQUID: 超伝導量子干渉素子、XY: セラミックス非磁性ステージ、Obj: 対物レンズ、M: ミラー、HM: 半透明ミラー、PM: 光パワーメータ、L: 凸レンズ、CCD: モノクロ CCD カメラ、WLS: 白色光源、Iris: 絞り、CL: コリメータレンズ、SW: 光路切替、LD1 ~ LD4: 半導体レーザー(波長 684, 783, 809, 851nm)、PG: パルス発生器、Lock-in Amp.: 位相検波器、PC: パーソナルコンピュータ

なお、筆者らによるこれまでの報告<sup>6)</sup>では、発生する磁場が一定となる時の光子フラックスを計測していた。しかし、半導体から発生する磁場よりも、励起エネルギーを供給する光子フラックスを制御する方が安定性が良いことがわかり、光子フラックスを一定とする方法を開発した。

2 - 2 実験装置

次に、製作した装置について図2のシステムブロック図を用いて説明する。SQUID (Tristan Technology 社製) は、高温超伝導体であり液体窒素に浸して冷却するタイプである。SQUIDのノイズレベルは、測定周波数域 (3kHz) で 50 fT / Hz 以下である。レーザーは半導体レーザーであり、波長が 684, 783, 809, 851nm の 4 種類を用いた。半導体レーザーは、TEクーラーで一定温度に制御されており、出力および波長変動の影響が最小になるようにしている。半導体レーザーは、磁気シールドボックス及び、電磁シールドルームの外に配置し、レーザー光を光ファイバーで試料近傍まで導光することによって、半導体レーザーからのノイズ混入が最小になるようにしている。半導体レーザーは 3 kHz のパルスで直接変調した。変調する理由は、ロックインアンプによって低ノイズ狭帯域検出をするためである。

レーザー照射位置の走査は、試料を移動させて行った。地磁気が存在するので SQUID は移動させることはできない。レーザー焦点と SQUID の相対位置も走査歪を無くするために一定とした方がよい。そのため、試料が非磁性体である場合は、試料を動かして走査した方がよいと考えた。試料を移動させるステージの主構成材料はセラミクスであり、 piezoアクチュエータで駆動して、磁気ノイズが最小になるようにしている。フルストローク (20mm) 量を移動させても、FLL (磁束ロックループ) のロックが外れることが無いことを確認している。データの収集は、ステージの移動が停止してから行うのでステージの駆動系からノイズが混入することはない。

磁気シールド環境<sup>4)</sup> は、厚さ  $t=0.8\text{mm}$  のパーマロイ 2 層と  $t=5\text{mm}$  のアルミニウムから構成される磁気シールドボックスと、 $t=20\text{mm}$  のアルミニウムからなる電磁シールドルームの 2 重構成となっている。

3 実験結果

図3に光子フラックス一定の時の各波長での磁場分布を示す。プレーナー型のダイオード構造 ( $p^+/n$ ) を横方向にスキャンした。縦軸の磁束密度  $B$  は、SQUID の出力をロックインアンプで位相検波した振幅に対応している。 $B$  が最大となる場所  $X=200\mu\text{m}$  付近が  $p$ - $n$  接合の境界であり、その右側が  $p^+$  型アイランドの内部である。左側は基板側である。照射位置によって、電流経路が異なるので磁場の絶対値は異なるが、各波長の相対的な強度にほぼ一定の関係が保たれている。グラフ両端の磁場強度が最小に向かっている場所は、ダイオードの構造が左右対称になる部分である。この場所では、光電流の経路が等方的に対象となるために、磁場がキャンセルされている。

図4は、図3のデータをもとにして、各照射位置での

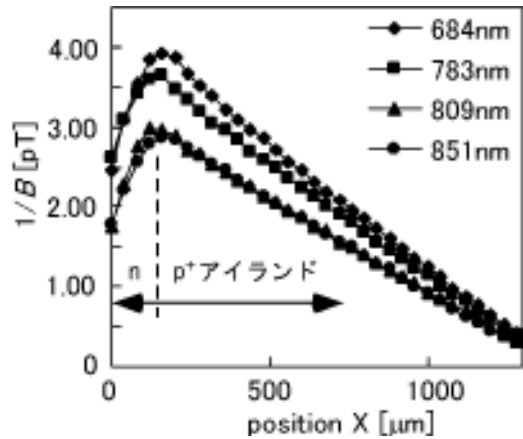


図3 フォトンフラックスを一定とした時の各波長での発生磁場分布

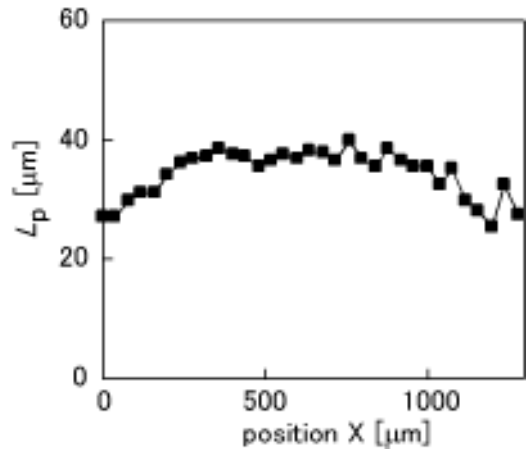


図4 各地点にレーザー照射した時の発生磁場から得られた少数キャリア拡散長

少数キャリア拡散長  $L_p$  を算出した結果である。各波長 (4 波長) の時の  $1/B$  と  $1/\alpha$  を求め、4 点を最小自乗で直線近似して、外挿した  $X$  切片から  $L_p$  を得ている。磁場強度が小さい場所 ( $X$  軸の右側) でのデータのバラツキは、信号強度の低下による  $S/N$  比の悪化によるものである。アイランドの内側で広い区間で一定の値 ( $L_p=37\mu\text{m}$ ) が得られている。これは  $p$ - $n$  接合の深さが  $4\mu\text{m}$  と少数キャリア拡散長や光進入長よりも浅いので、少数キャリアがどこでも空乏層に到達しているからである。本方法で計測した値は、接触式で得られた結果  $20\mu\text{m}$  よりも大きい。前回報告した、照射場所による磁気信号の減衰から求める方法 ( $170\mu\text{m}$ ) よりも妥当な値が得られている。空間的なスキャンよりも、多波長にして計測する方が定量的検査には適していることがわかる。

しかしながら、現状の本システムのチャンネル数は 1 ch であり、試料に対して垂直方向の磁場しか検出できない。電流で計測する場合のように、すべてのキャリアの移動の総和による結果を観察しているとはいえ、検出漏れが発生している。磁場は本来ベクトルデータであるので、今後、チャンネル数を 3 チャンネルに増やし、ベクトル計測ができるように改良していくことが必要と思



われる。

#### 4 結 言

多波長励起ができるレーザー SQUID 顕微鏡を開発した。光励起磁場の波長依存性を利用することによって、少数キャリア拡散長を計測する方法を導出した。p-n 接合を有するシリコン単結晶試料において、波長の異なる励起光を一定のフォトンフラックス量照射して、その時の発生磁場を SQUID で計測した。測定結果は従来の照射場所による発生磁場の減衰を計測する方法よりも改善され、接触式の場合に近づいた。さらに精度を上げるには、今後のベクトル化への改良が必要となるが、本システムは、非接触、無汚染といった長所を有するので、半導体の製造プロセス途中で検査を可能とする。

#### 謝 辞

研究を進めるにあたり有意義なディスカッションをしていただいた岩手大学工学部 吉澤正人 教授に感謝申し上げます。本研究は科学技術振興事業団 岩手県地域結集型共同研究事業「生活・地域への磁気活用技術の開発」の援助を得て行われたことを記して、関係者への謝辞とします。

#### 文 献

- 1) 大坊真洋, 小高正, 志子田有光, 2000 年秋季第 6 1 回応用物理学会学術講演会講演予稿集, **3p-ZM-14**, 210 (2000)
- 2) 大坊真洋, 小高正, 志子田有光, 計測自動制御学会第 17 回センシングフォーラム資料, 227 (2000)
- 3) 大坊真洋, 小高正, 志子田有光, 電気学会センサ・マイクロマシン準部門平成 12 年度総合研究会, **PHS-00-28**, 65 (2000)
- 4) 大坊真洋, 泉田福典, 小高正, 志子田有光, 岩手県工業技術センター研究報告, **8**, 13 (2001)
- 5) M. Daibo, T. Kotaka and A. Shikoda, Physica C, **357-360**, pp.1483-1487, 2001.
- 6) M. Daibo, A. Shikoda and M. Yoshizawa, Physica C (in press)
- 7) J. Beyer, H. Mats, D. Drung and Th. Schurig, Applied Physics Letters **74-19**, 2863 (1999)
- 8) T. Schurig, J. Beyer, D. Drung, F. Ludwig, A. Ludge and H. Riemann, IEICE Trans. Electron. **E85-C**, 665 (2002)
- 9) K. Nikawa and S. Inoue, Technical Report of IEICE, Osaka, **ICD2000-174**, 1 (2000)
- 10) K. Nikawa, IEICE Trans. Electron. **E85-C**, 746 (2002)

## SiC によるカーボンナノチューブ薄膜の作製と評価

泉田 福典\*、馬場 守\*\*、田中 慎造\*

SiC を真空中 ( $1 \times 10^{-2}$ Torr) で熱処理することにより、SiC 基板上へのカーボンナノチューブの配向化薄膜の作製を試みた。さらに熱処理後の SiC 基板表面の AFM 観察、ESCA 表面分析、ラマン散乱スペクトル測定を行った。その結果、表面は炭素リッチの状態であるが、SiC の分解し残りの粒状結晶が存在することが分かった。さらに、ラマン散乱スペクトルにはカーボンナノチューブによる特徴的なピークが観測され、SiC ウエハー表面にカーボンナノチューブが成長していることが示された。

キーワード：カーボンナノチューブ、SiC、薄膜、ラマン散乱

## Fabrication and Evaluation of Carbon Nanotube Film on SiC

IZUMIDA Fukunori\*, BABA Mamoru\*\* and TANAKA Shinzou\*

By heat treating SiC in a vacuum ( $1 \times 10^{-2}$ Torr), we tried to fabricate the oriented carbon nanotube thin film on SiC wafer and carried out AFM observation, ESCA surface analysis and measured Raman scattering spectrum of the SiC wafer after heat treatment. Consequently, although the SiC surface was carbon-rich, it turned out that the granular crystal remained to decompose SiC exists. Moreover, the characteristic peak originating on the carbon nanotube was observed at the Raman scattering spectrum, so it was suggested that the carbon nanotubes grew on SiC wafer surface.

**key words** : Carbon Nanotube, SiC, Thin Film, Raman Scattering, ESCA

### 1 緒 言

炭素材料物質には、アモルファスカーボン、グラファイト(黒鉛)、ダイヤモンド、フラーレンなど様々な形態の物質がある。カーボンナノチューブはこれらと同じ炭素材料の1つであり、グラファイトの1層(グラフェンシート)が円筒形に丸まった細長いチューブである。その直径は1nm~数十nmと非常に細く、グラファイトと同様に電気伝導性を示し、場合によっては半導体として振舞うことが知られている。また、炭素間の結合力が強いこと、柔軟性と機械的強度に優れている。

これらユニークな特徴を有することから、下記のような分野への応用が期待され、一部実用化され始めている。

ディスプレイの電子放出エミッタ材料

プローブ型顕微鏡の探針

燃料電池・リチウム電池の電極材料

構造材料のための補強剤

ガス吸蔵材料

この他、電子デバイスの集積化、各種センサへの応用、カーボンナノチューブの装飾による新しい材料の開発など、応用分野はますます広がっている。

カーボンナノチューブの主な製造方法としては、アーク放電法、レーザー蒸発法、CVD法などが挙げられる。

これらの方法で作られたカーボンナノチューブには、触媒の金属微粒子やアモルファスカーボンが含まれるため、純度の高いカーボンナノチューブを取り出すには精製が必要である。また、カーボンナノチューブが互いに絡み合った状態で回収されるため、個々のチューブを任意の向きに配向させたり、複雑な形状を作ることは困難である。近年、M.KusunokiらはSiC単結晶ウエハーを真空中で加熱すると、ウエハー表面にカーボンナノチューブの配向化薄膜が成長することを報告した<sup>1)</sup>。この方法は比較的簡単に良質のカーボンナノチューブを作製できる方法と考えられる。

そこで本研究では、カーボンナノチューブの応用の可能性を探るため、上記方法によりカーボンナノチューブの配向化薄膜を作製し、その評価を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 SiCによるカーボンナノチューブ薄膜の成長

(0001)SiC単結晶ウエハーを真空中で1500以上で加熱すると、ウエハー表面にカーボンナノチューブの配向化薄膜が成長することが報告された。また、ウエハーの表面をカーボン原子で終端されたウエハーの場合にはウエハーに垂直に配向したカーボンナノチューブ膜が

\* 電子機械部

\*\* 岩手大学工学部電気電子工学科



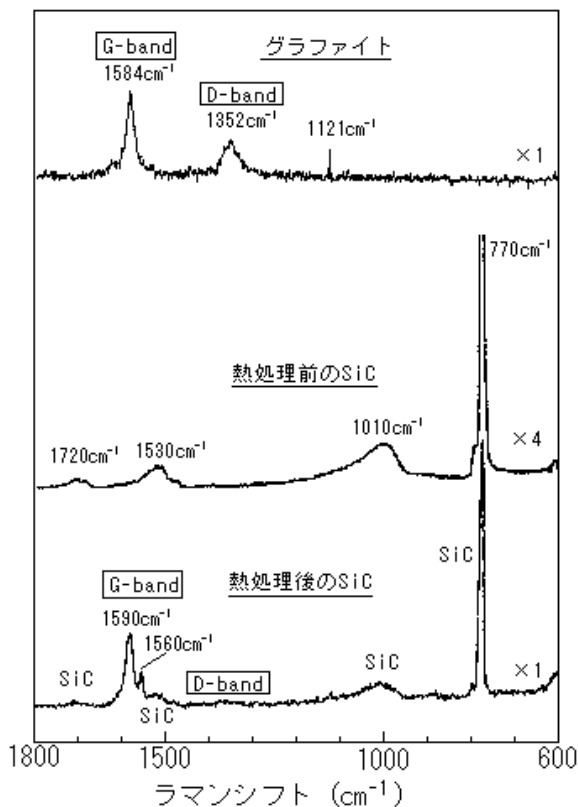


図3 SiCのラマン散乱スペクトラム

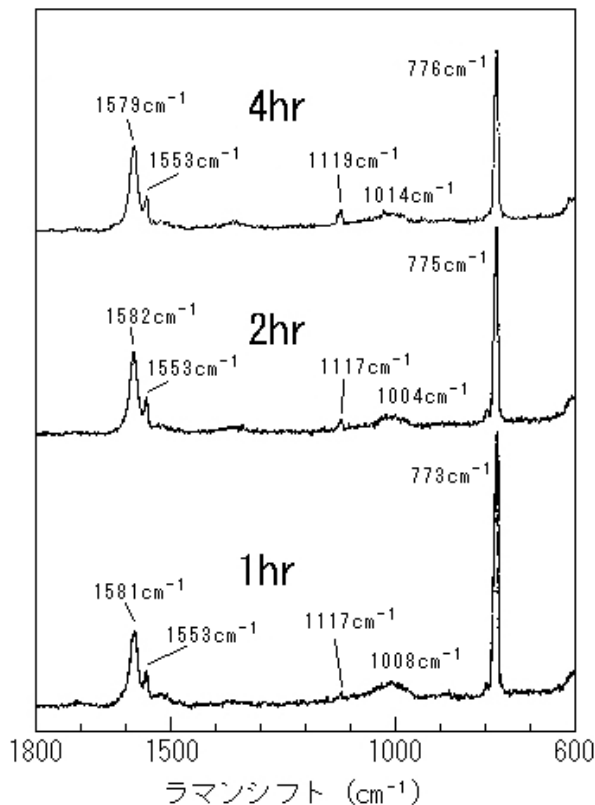


図4 熱処理時間依存性

10min 以上スパッタリングすると組成比はほぼ C:Si=50:50 となり、母体の SiC の組成比に一致する。このことから上面にカーボンの薄膜が形成されていることが示された。なお、表面にも Si が存在することから、AFM で観察された粒状結晶は分解し残った SiC であると考えられる。

### 3 - 3 ラマン散乱スペクトル測定

熱処理前の SiC と 1 時間熱処理後の SiC に対して、レーザーラマン分光測定装置(日本分光工業社製 NR-1000)により、励起光の波長 514.5nm、レーザー出力 400mW でラマン散乱スペクトルの測定を行った。その結果を図 3 に示す。また、同図中にグラファイトのラマン散乱スペクトルも示す。

熱処理前の SiC では、770cm<sup>-1</sup>の強いピークと、1010cm<sup>-1</sup>、1530cm<sup>-1</sup>、1720cm<sup>-1</sup>の弱いピークが見られる。この SiC を熱処理すると各ピークは減退し、1560cm<sup>-1</sup>と 1590cm<sup>-1</sup>に新しいピークが観測された。また、1350cm<sup>-1</sup>付近にわずかな散乱が観測されている。

1590cm<sup>-1</sup> 付近のピークは、グラファイトにおける炭素の伸縮運動 (E<sub>2g</sub> モード) による G バンド (1584cm<sup>-1</sup>) に対応する。今回の測定では 1560cm<sup>-1</sup>と 1590cm<sup>-1</sup>の2つのピークが観測されているが、この結果は A.M.Rao ら<sup>5)</sup>の単層ナノチューブによる実験結果と一致する。A.M.Rao らによる計算結果から、1590cm<sup>-1</sup>のピークは A<sub>1g</sub>、E<sub>1g</sub>、E<sub>2g</sub>の混合モードによるもの、1560cm<sup>-1</sup>のピークはカーボンナノチューブの円筒形状に伴う E<sub>2g</sub> モードの折り返し (ゾーンフォールディング) によって生じるものと考えられる。

グラファイトにおける 1352cm<sup>-1</sup>のピークは D バンド (Disorder band) と呼ばれ、結晶格子の乱れに由来するラマン散乱と考えられている<sup>6)</sup>。熱処理後の SiC における D バンドの散乱強度はきわめて弱いため、表面のカーボンナノチューブ薄膜は非常に高い結晶性を持つと考えられる。

表 1 熱処理時間とラマン散乱強度

ラマンシフト (cm <sup>-1</sup> )	ラマン散乱強度		
	1 時間	2 時間	4 時間
773	112	84	72
1008	7	6.5	4
1117	4	5	7
1553	15	16	14
1581	32	35	36

### 3 - 4 熱処理時間依存性

1×10<sup>-4</sup>Torr、1500 の条件で、熱処理の時間を 1 時間、2 時間、4 時間と変えた場合のラマン散乱スペクトルを図 4 に示す。熱処理時間を長くするほど SiC 固有の 773cm<sup>-1</sup>のラマン散乱ピーク強度がわずかに減少した。しかし G バンドのピーク強度および半値幅はあまり変化を示さないことから、熱処理時間の増加による薄膜生成への効果

は少ないと考えられる。

一方、熱処理時間が長くなるにつれ  $1120\text{cm}^{-1}$  付近のピークが大きくなる傾向が見られる。このピークは図3のグラファイトのラマンスペクトルでも観測されているが、その由来については特定できていない。

#### 4 結 言

SiC ウエハーを真空中で  $1500^\circ\text{C}$  で熱処理することにより、SiC 表面上にカーボンナノチューブの配向化薄膜の作製と評価を行った。その結果、表面が炭素リッチの状態であることが確認され、ラマン散乱スペクトル測定によりグラファイトのGバンドにカーボンナノチューブ特有の散乱ピークが観測されたことから、表面にカーボンナノチューブ薄膜が成長していることが示された。しかし、表面にはSiCの分解し残りの粒状結晶が至る所に観測され、一様な膜ではないことも分かった。

一方、ラマン散乱スペクトル測定では、熱処理時間による大きな違いが見られなかった。

#### 文 献

- 1) M.Kusunoki, T.Suzuki, K.Kaneko and M.Ito: *Philos. Mag. Lett.*, 79, 153(1999)
- 2) M.Kusunoki, T.Suzuki, T.Hirayama, N.Shibata and K.Kaneko: *Appl. Phys. Lett.*, 77, 531(2000)
- 3) 日本学術振興会高温セラミックス材料第124委員会編: *SiCセラミックス新材料*, 内田老鶴圃, 7(2001)
- 4) 田中一義編: *カーボンナノチューブ*, 化学同人, 89(2001)
- 5) A.M.Rao, E.Richter, Shunji Bandow, Bruce Chase, P.C.Eklund, K.A.Williams, S.Fang, K.R.Subbaswamy, M.Menon, A.Thess, R.E.Smalley, G.Dresselhaus, M.S.Dresselhaus: *Science*, 275, 187(1997)
- 6) 齋藤弥八, 坂東俊治: *カーボンナノチューブの基礎*, コロナ社, 125(1998)

## 一般砥石の摩耗評価法確立\*

飯村 崇\*\*、堀田 昌宏\*\*\*、園田 哲也\*\*\*、

田中慎造\*\*\*

研削加工は金属の仕上げ加工や、硬度の高い物の加工に欠かせない加工法である。研削加工には、砥粒という小さな刃物をボンドで焼き固めた砥石と呼ばれる物を使用する。この砥粒が非常に小さく、摩耗度合いを判断するのは困難である。そこで、この摩耗度合いを判断する方法として、レーザを砥石に当て、その反射光で判定をする方法について検討を行っている。昨年までの研究で、超砥粒砥石（cBN・ダイヤモンド）に関しては、磨耗の判断が可能であることがわかった。本研究では、一般的に多く使われているA砥粒・C砥粒について研究を行った。結果、本評価法が超砥粒砥石のみでなくあらゆる砥石に対して適用可能であることを確認できた。

キーワード：研削砥石、レーザ、反射光

## Establishment of Evaluation Method for Grinding Wheel Wear

IIMURA Takashi, HOTTA Masahiro, SONODA Tetsuya  
and TANAKA Shinzou,

Grinding is indispensable for a precision machining and machining of hard material. In grinding, we use grinding wheel which is made of abrasive and bond. Abrasive is edge of grinding wheel. And abrasive is too small to evaluate ware. So we study the way how to evaluate the wear of abrasives with reflected LASER beam from grinding wheel surface. From the past study, we can evaluate the wear of super abrasive grinding wheels (cBN and diamond). So, in this study we consider about alumina abrasive grinding wheel and silicon carbide abrasive grinding wheel. And we confirm that the method can applies to all kind of grinding wheels

**Key words: grinding wheel, LASER beam, reflected LASER beam**

### 1 緒 言

研削加工は、硬い材料の粒（砥粒）をボンドで焼き固めた砥石を工具として使用するため、焼き入れ後の金属の様に硬度が高い物も加工可能である。そのため、金型等焼き入れ鋼を加工することが多い業種での加工には、無くてはならない加工法である。しかしながら、砥石表面にある砥粒は非常に小さく、減り具合を目視で観察することは不可能であり、顕微鏡等を使用しても、形状が不規則であるため、摩耗をとらえるのは困難である。そ

のため、作業者の長年の経験から、加工音や加工物の削り上がりの微妙な変化を元に、目立ての時期を判断している場合が多い。また、すり減った砥石の使用は、研削焼け・研削割れと言った悪影響を材料に及ぼすため、そうなる前に砥石切れ味の劣化を判断する必要がある。

このように、非常に一般的な加工法でありながら、経験がないと良好な加工を行うことが出来ないと言う特徴を持っている。そこで、様々な砥石に対して、砥石の摩耗を判別可能な方法について検討を行っている。昨年度

---

\* 研削砥石表面状態の定量的評価法の確立（基盤的・先導的研究事業）

\*\* 電子機械部（現在、企画情報部）

\*\*\* 電子機械部

までの結果から、超砥粒砥石に関しては、粒度に関係なく摩耗の判別が可能であることを確認した。それに対し、一般砥石は溶融アルミナや炭化ケイ素を砥粒として使用した砥石で、昨年まで研究を行っていたcBNやダイヤモンドなどと比べると柔らかく脆い材料である。しかし、価格が安いことと、様々な形状に加工しやすいことから、利用されている量は遙かに多い。また超砥粒砥石と比べ、柔らかく脆いことからドレスの頻度も多く、加工NGを減少させるためにも、摩耗評価の必要性が高いという特徴を持っている。そこで今年度は、一般砥石の摩耗について検討を行った。

## 2 実験方法

### 2-1 測定原理

砥石表面には、砥粒(0.1mm以下)ポンド、気孔の3つの部分が存在する。レーザー光が反射されるのは、主にこのうちの砥粒部分で、砥粒の平坦部分の大きさ及び角度に応じて異なった出力が得られる。そして、砥石状況によって次のように変化することが確認されている。

1),2),3)

目つぶれ：加工が進展すると砥粒が摩耗して砥粒表面が次第に平らになり、レーザーの正反射成分が増えることから測定値が上昇する。

目こぼれ：砥粒の摩耗が進行し、砥粒にかかる研削抵抗がポンドの把持力を越えると脱粒が発生、レーザーを反射する砥粒が減少するため測定値も減少する。

目詰まり：砥石表面に被削材が付着すると、砥粒の他に付着した被削材でもレーザーが反射されるため測定値が上昇する。

### 2-2 測定方法

砥石表面にレーザー光を照射、反射された光をPSD素子で受け取り、その明るさ(実際は明るさに比例した電圧値)をデータレコーダに取り込む。砥石全周面をスポット状のレーザーでスキャンする。その後、得られたデータを時間で積分し、その値を用いて評価を行う。測定時間は40secで、測定条件は以下のとおりである。

レーザー：半導体レーザー(670nm)

レーザースポット径(楕円)：30×20(μm)

スキャン間隔：0.16×0.13(mm)

測定を行った砥石はWA砥石の#120(WA120H)及び、GC砥粒の#600(GC600C13V)で、ポンドはいずれも一般的なビトリファイドポンドを使用した物である。今回の砥石と、これまで研究を行ってきた超砥粒砥石(レジソポンド)との相違点として、次の2点が上げられる。

砥粒が柔らかく、加工やドレスによって割れや欠けにより形状が容易に変化する。

ビトリファイドポンドはSiなどを多く含む粘土が原料でポンド自体での反射が考えられる。

この特徴が、測定に悪影響を及ぼすかどうかの確認が、

今回の課題である。被削材には砥石の目つぶれ状態を発生させるためにSKH51を、目こぼれ状態を発生させるためにSUS304を、目詰まり状態を発生させるためにAlを使用した。測定手順は以下のとおりである。

ドレス作業：砥石の初期状態を得るためにドレス作業を行う。ドレスは複数回行い、測定値が変化しなくなったところを初期状態とする。

加工：用意した被削材を、砥石の種類及び被削材の種類から選定した加工条件で加工し、砥石状況を変化させる。

測定：砥石表面の水切りを行ったのち、測定装置を加工機(研削盤)上に固定し表面状況の測定を行う。

を繰り返し、振動の発生などにより加工不能になるか、工具状況が安定するまで実験を行う。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 WA砥石(#120)

#### 3-1-1 目つぶれ状態

SKH51を加工し、WA砥石に目つぶれ状態を発生させた。図1は、横軸に総切込量、縦軸に測定値を示したものである。超砥粒と同様目つぶれにおいては切り込み量の増加に伴い測定値が増加していく。ただし、70μm程度切り込む毎に一時的に値が減少するという状況が繰り返されている。砥粒は目つぶれが進行すると、切れなくなり、その結果砥石を切り込んだ場合でも、あまり加工が行われず、すり減った砥粒表面が表面をこすだけとなってしまう。しかし、さらに切り込みを入れていくと、砥粒にかかる負荷が大きくなり、砥粒の劈開や脱落が一度に起こるものと考えられる。

最後の値は再度ドレスを行った際の測定値である。この値から、ドレスを行うことで、安定して砥石を初期状態に戻すことが可能であることを確認した。

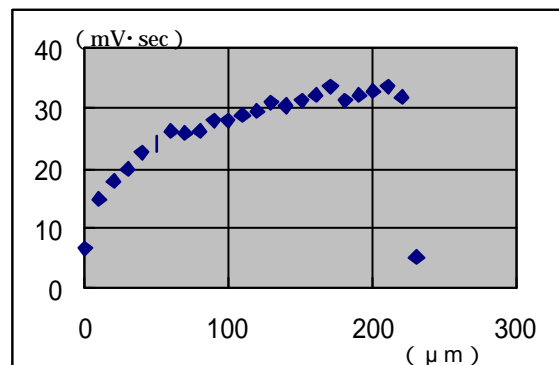


図1 WA#120砥石の目つぶれ状態

#### 3-1-2 目こぼれ状態

SUS304を加工することで、目こぼれ状態を発生させた。SUS304は材料の粘性が高く砥粒が切り込んだ場合に変形することで、砥粒との接触面積が増えて抵抗を増す、ポンドを削るという2つの作用から、脱粒を促進させる材料で、超砥粒砥石等の場合、これを削るこ

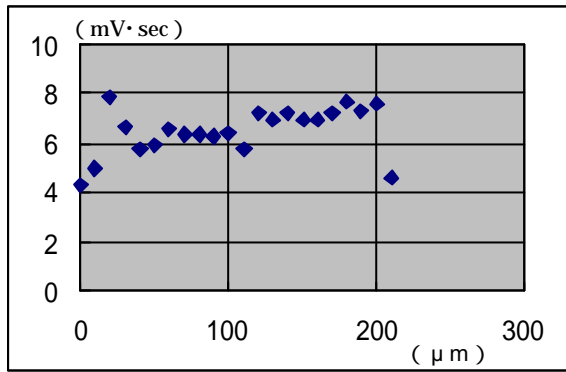


図2 WA #120 砥石の目こぼれ状態

とでドレスする様な材料である。

WA 砥石で加工を行った結果としては、初めの数回の切り込みで測定値が上昇するものの、その後減少して初期値より少し高いところで安定した値となった。初めの測定値の増加は砥石表面の突き出た砥粒が、加工によって若干摩耗したために、光の反射量が増えたのではないかと考えられる。その後、摩耗によって抵抗が増えた砥粒が脱落、代わりに先端の尖ったとりゅうが表面に現れ測定値が減少、それ以降は摩耗と脱落のバランスにより測定値が安定しているものと考えられる。

### 3 - 1 - 3 目詰まり状態

アルミを加工する事で、目詰まり状態を発生させた。アルミは非常に柔らかい材料であり、砥粒の摩耗は発生しづらい。代わりに、加工の熱等により柔らかくなったアルミは容易に砥粒に張り付き、目詰まり状態を発生させることが知られている。測定結果を見ると、始め測定値が上昇し、その後緩やかに下降している。これは、初めのうち砥石表面の砥粒にアルミが付着して行くことで測定値が上昇するが、砥粒の突き出し量によっては、付着の許容量に達し、アルミ付着物が脱落を始める。その時点で、測定値が減少する。やがて、付着と脱落が安定し測定値が横這いになると考えられる。超砥粒砥石の場合、値が長期に渡り安定していたが、WA#120 に関しては時折急激な下降が見られる。これは熔融アルミナの粒が cBN やダイヤと比べて摩耗しやすく、アルミのような

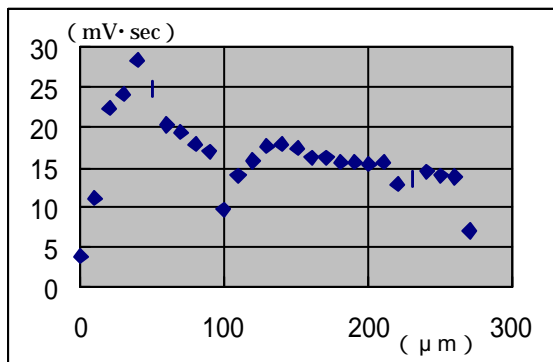


図3 WA #120 砥石の目詰まり状態

柔らかいものを加工する際にも摩耗し、加工抵抗に耐えられなくなった砥粒から脱落したものと考えられる。

### 3 - 2 GC 砥石 (# 6 0 0 )

#### 3 - 2 - 1 目つぶれ状態

GC 砥石についても SKH51 を加工して実験を行った。測定値の上昇はWAの場合と比べてかなり高いところまで続いている。砥石の番手の違いによる影響も大きいと考えられるが、それ以上に、砥粒の特性によるところが大きいと考えられる。GCはWAと比べると脆くて崩れやすい。その為、工具を選ぶ基準として、WAは柔らかく粘りの強い材料、GCは硬く粘りの弱い材料というように使い分けられている。この特性のため、加工中に砥粒が次々に小さく劈開して、その結果比較的平らな面が大きくなっていく。しかも、砥粒表面は劈開により小さな凹凸がありそれらが切れ刃として働くため、脱粒があまり起きない。その結果、WA 砥石の場合よりも測定値が高くなっていったものと考えられる。測定値が横這いになったのは加工量が 400 μm を越えてからで、このころから、劈開のみでなく脱粒が発生するようになったものと考えられる。

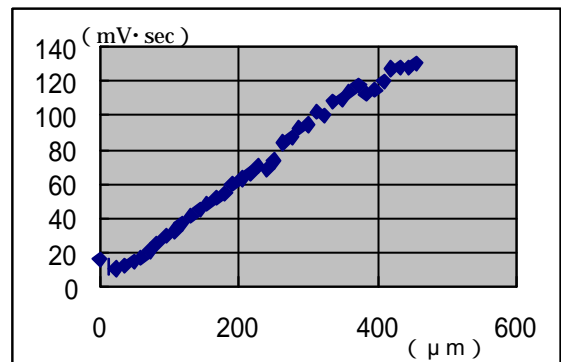


図4 GC #600 砥石の目つぶれ状態

#### 3 - 2 - 2 目こぼれ状態

SUS304 を加工した場合、ドレス時の値よりさらに小さな値に測定値が減少した。一般砥石のドレスは、先端の尖ったダイヤモンドの粒で砥石表面を削り取るという作業だが、ドレスの際に劈開して表面積の大きくなった

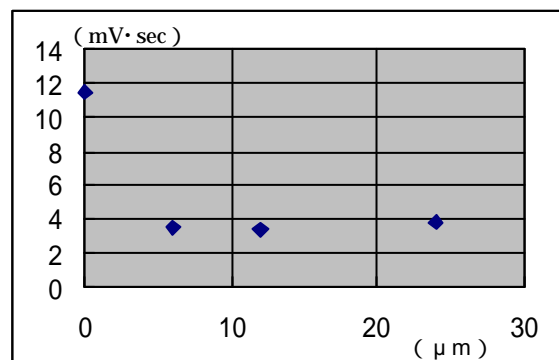


図5 GC #600 砥石の目こぼれ状態



砥粒が一斉に脱落し、かわりに光を正反射しにくい砥粒が表面に現れたためではないかと考えられる。その後も、値はほとんど上昇しないことから、継続して脱粒が続いているものと考えられる。

### 3-2-3 目詰まり状態

AIを加工した目詰まりの実験でも、目こぼれの場合と同様にドレスしたときの値より低いところで値が安定している。値が一度上昇し、そのあと減少していくのはやはり、ドレスによる劈開が原因ではないかと考えられる。SUSの場合と比べて、安定するまでの切り込み量が多いが、これは、AIがSUSに比べ柔らかく、SUSよりも脱粒が発生しにくい為であると考えられる。また、安定したときの測定値が大きいのは、目詰まりを起こしたAIと脱粒しないで残っている砥粒という、2つの原因による考えられる。どちらの影響がどの位かまでは今回確認できなかったが、今後の研究で明確にしていきたいと考えている。

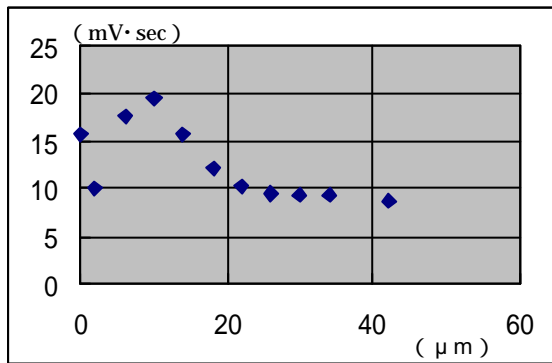


図6 G C #600 砥石の目詰まり状態

## 4 結 言

一般砥石と呼ばれるWA砥粒・GC砥粒について検討を行った。一般に用いられるドレス方法の違いなどから超砥粒砥石の場合と比べて測定値の変化の過程にも異なる点が見受けられたが、最終的に測定値が安定する際の状況は、ほぼ同様であった。以下に各状態における測定値の様子を示す。

### 4-1 目つぶれ状態

材質に関わらず目つぶれが進行すると測定値が上昇する。ただし、劈開より摩耗が支配的と考えられるWA砥石の場合には測定値の変化から推測して、砥粒の切れ味が落ちてから、しばらくしてまとまった脱粒が発生するという変化が起こっていると考えられる。

### 4-2 目こぼれ状態

WA、GCいずれの場合でも、加工により脱粒が進行する場合には、超砥粒の場合と同様、測定値が安定することがわかった。ただしそれぞれにおいて以下にあげるような違いが見られた。ドレス時に砥粒に起こる現象として、脱粒が支配的と考えられるWA砥石では、ドレス時の測定値とほぼ同じところで安定することがわかった。

それに対し劈開が支配的と考えられるGC砥粒では加工により、すぐに砥粒の脱落が発生し、ドレスしたときの測定値より低いところで値が安定する事がわかった。

### 4-3 目詰まり状態

AIを加工することで、目詰まりを発生させた。超砥粒と違い、AIを加工した場合にも摩耗・脱粒が発生していることが測定値の変化から推測される。これは、一般砥石が超砥粒と比べかなり柔らかいことに起因するが、このような特殊な状況を除けば、測定値から目詰まりを判断するのは十分に可能であることが確認できた。

今後は実用化に向けた装置開発を中心に検討を進めていく予定である。

## 文 献

- 1) 飯村 崇：研削砥石摩耗のインライン計測，岩手県工業技術センター研究報告 第7号(2000)13
- 2) 飯村 崇：研削砥石表面状態の定量評価，岩手県工業技術センター研究報告 第8号(2001)17
- 3) 後藤英一，峠 睦：砥粒摩耗のインプロセス測定（第1報），精密工学会誌，60,8(1994)1149
- 4) 小林輝夫：研削作業の実技，理工学社

## 鉄器厨房用品へのユニバーサルデザインの導入\*

町田 俊一\*\*、有賀 康弘\*\*、東矢 恭明\*\*、長嶋 宏之\*\*

平成 13 年度から、岩手県で生産されている各種日用品を対象に、ユニバーサルデザインの導入を目的として、ユニバーサルデザイン推進事業を実施している。平成 13 年度は鉄器厨房用品をテーマに、事例開発を行い、ハンドブックを作成した。

キーワード：ユニバーサルデザイン， 南部鉄器

### Introduction of a Universal Design to an Ironware

MACHIDA Toshikazu, ARUGA Yasuhiro, TOYA Yasuaki  
and NAGASHIMA Hiroyuki

"Universal design promotion enterprise" is carried out since 2001, which contains the example development and making handbooks for the universal design, In order to introduce the universal design into various daily necessities produced in Iwate. In 2001, 24 examples of ironware galley articles were developed, and the handbook of introducing universal design was made.

key words : universal design, iron-casting ware.

#### 1 緒 言

岩手県で製造されている生活用品の多くは地場産品、工芸品としての位置づけをされている。しかし、最近実施された、「伝統的工芸品」製造業に関する調査では、昭和 54 年をピークに 15 年間で企業数、生産額、従事者、それぞれ約半分に減少している。これは、景気の低迷だけでなく、工芸品が嗜好性の強い情緒的なモノとして使用者に受け取られるようになり、一般的な生活用品の範疇からはみ出ってしまったことに大きな原因があると考えられる。

昨今、ユニバーサルデザインという考えがものづくりやまちづくりに取り入れられつつある。ユニバーサルデザインとは、「すべての人のためのデザイン」であり、年齢、性別、身体、国籍など、人々が持つ様々な特性や違いを越えて、できるだけすべての人が利用しやすい、すべての人に配慮した、環境、建物・施設、製品等のデザインをしていこうとする考え方で、このユニバーサルデザインの考えは、工芸品を生活の中に引き戻す上で必要不可欠なものであり、大きな効果が期待されている。また、全国的に見ても生活用品にユニバーサルデザインを導入する傾向が顕著になってきており、近い将来、製品の品質を保証する規格として位置づけられることが予想され、本県においても、ユニバーサルデザイン概念を製品に導入する事が緊急の課題になっている。

そこで、県産品へのユニバーサルデザインの導入を目的として、規範デザインの開発と導入のためのハンドブックの製作を主たる内容とする「ユニバーサルデザイン推進事業」を 3 カ年計画で実施している。各年のテーマは、初年度が鉄器厨房用品であり、2 年度、3 年度はそれ

ぞれ、家具・インテリア用品、自助・介護用品である。平成 13 年度は、岩手県の代表的な工芸品である、鉄器業界に焦点を当て、誰にでも使いやすい製品を作るためのユニバーサルデザインの導入を試みた。

#### 2 研究方法

平成 13 年度は次の項目について事業を実施した。

- ・市場動向、需要動向等の検討結果による開発品種の決定
- ・開発予定品種に関する必要なデータの収集、( 製造技術、素材等 )
- ・従来製品の問題点の抽出と分析
- ・ユニバーサルデザイン的配慮の具体的アイデアの創出
- ・デザイン案の作成
- ・指導者の招聘によるユニバーサルデザイン技術の受講
- ・試作製品の決定と試作
- ・ユニバーサルデザインハンドブックの作成

#### 3 結果及び考察

##### 3 - 1 開発テーマと製品、コンセプトの設定

南部鉄器は厨房用品からインテリア、エクステリア用品まで多種多様なものが作られているが、今回の事業を行うにあたり、開発製品として、使用上の機能強化の観点から厨房用品の代表的な、鍋（浅鍋、深鍋）、フライパンを、また現代生活への適合性向上の観点から、伝統性の高いデザインが多い鉄瓶（ケトル）を選定した。

コンセプトに関しては形状と機能を改善することで、つまりデザインによって、鉄器の良さを損なうことなく、現在の住環境の中でいかに使い易くするかを基本理念と

\* 平成 13 年度ユニバーサルデザイン推進事業

\*\* 特産開発デザイン部

した。また、すべての人に使いやすいという点において、鉄器の大きな欠点のひとつは重さである。今回の開発では、形状による重量の軽減も考慮したが、技術や材料面での改良が今後の課題と言える。また、電磁調理器対応は条件の一つとした。

### 3-2 デザインのプロセス

ユニバーサルデザインの考えを取り入れた製品をデザインするにあたり、ユーザーの視点で不都合な点を整理し、それを改善することでユーザーの要求を満たす製品に近づけようと考えた。

#### 3-2-1 従来製品の問題点の抽出と分析

まず、ケトル、フライパン、鍋の各品種ごとにそれらの製品の使われ方を手順に応じて検証し、動作中の不都合や注意点を洗い出した。フライパンの例を図1に示す。

#### 3-2-2 ユニバーサルデザインの配慮の具体的アイデアの創出

次に、不都合や注意点を整理し、使用上の問題点を導き出した。フライパンの例を図2に示す。

#### 3-2-3 デザイン案の作成

問題点を改善するためのアイデアを検討した。フライパンの例を図3に示す。次に、その結果を元にデザインスケッチを作成し、デザイン原案24点を作成した。フライパンのデザイン開発例を図4、5に、他の製品事例を図6、7、8に示す。

#### 3-2-4 指導者の招聘によるユニバーサルデザイン技術の受講

平成13年11月26日から30日までの5日間、フィンランドより、デザイナー、ヘイッキ・オルボラ氏を招聘し、開発製品のデザインについて理念、改善方法等の指導を受講した。指導は表1に示す日程と内容で実施された。

#### 3-2-5 試作製品の決定と試作

南部鉄器協同組合と共同で、鉄瓶を10点試作した。

### 3-3 ユニバーサルデザインハンドブックの作成

企業が自社の製品にユニバーサルデザインを活用する際の参考に資することを目的として、下記の内容によるハンドブックを作成した。(図9参照)

- ・文献、資料等によるユニバーサルデザイン情報の収集
- ・他の参考事例の収集と紹介
- ・事例デザイン開発におけるプロセス、デザイン技術の紹介・提案

## 4 結 言

ユニバーサルデザイン推進事業は平成13年度から3年間にわたって継続する予定である。平成14年度は家具・インテリア用品を、平成15年度は自助・介護用品をテーマにし、事例開発とその中で得られたノウハウを記載したハンドブックを作成する。

また、ユニバーサルデザイン推進事業の中で開発される製品やデザインは、多くの企業の皆様に参考にしていただきたいと考えている。

本事業の中で、製品開発の一部を意匠開発事業と共同で行った南部鉄器協同組合ならびに組合員事業所の皆様、今回開発した製品の完成度の向上と、道具の普遍性を高めるためのデザイン上の理念、具体化の方法についてご指導をいただきましたヘイッキ・オルボラ氏、基本的な理念、事業の進め方について貴重なご助言をいただくとともに、ヘイッキ・オルボラ氏をご紹介いただきました元デザインフォーラム・フィンランド事務局長のタピオ・ペリアイネン氏に謹んで感謝申し上げます。

## 文 献

- 1)「日経バリアフリーガイドブック2001年版」  
誰もが快適に暮らすための情報誌 日経事業出版社/2001年3月発行
- 2)「バリアフリーが街を変える」 市民がつくる快適まちづくり バリアフリーデザイン研究会編/学芸出版社/2001年4月発行
- 3)「ユニバーサル・デザイン」 バリアフリーへの問いかけ 川内美彦著/学芸出版社/2001年4月発行/
- 4)「図解 ITバリアフリーのすべて」 新谷文夫・高村茂編著/東洋経済新報社/2001年4月発行
- 5)「建築とユニバーサルデザイン」 古瀬敏著/オーム社/2001年6月発行
- 6)「お年寄りに役立つ道具案内」 銀ちゃん便利堂編/学陽書房/2000年9月発行
- 7)「バリアフリーの商品開発」 ヒトに優しいモノ作り E&Cプロジェクト編/日本経済新聞社/1994年11月発行
- 8)「バリアフリーの商品開発2」 超高齢社会を支えるモノ作り E&Cプロジェクト編/日本経済新聞社/1996年10月発行
- 9)「ユニバーサル・デザイン」 超高齢社会に向けたモノづくり ユニバーサルデザイン研究会編/日本工業出版株式会社
- 10)「中小企業経営ハンドブック ユニバーサル・デザイン・ソリューション」 すべての一人のための商品づくりをめざして 中川聰著/京都府中小企業総合センター/2000年3月
- 11)「すべての人にやさしいまちづくり事例集」 財団法人 地域活性化センター/2000年10月
- 12)「季刊 ユニバーサルデザイン」 21世紀の福祉文化をデザインする vol.0~7 梶本久夫編/株式会社ジー・パイ・ケイ/1997年~
- 13)「UDF NEWS(ユニバーサルデザインフォーラムニュース) Vol.1~10 ユニバーサルデザインフォーラム事務局/1999年~
- 14)「日経デザイン」第140,151,152,154,156,158,160,172,174号 日経BP社/毎月1回24日発行

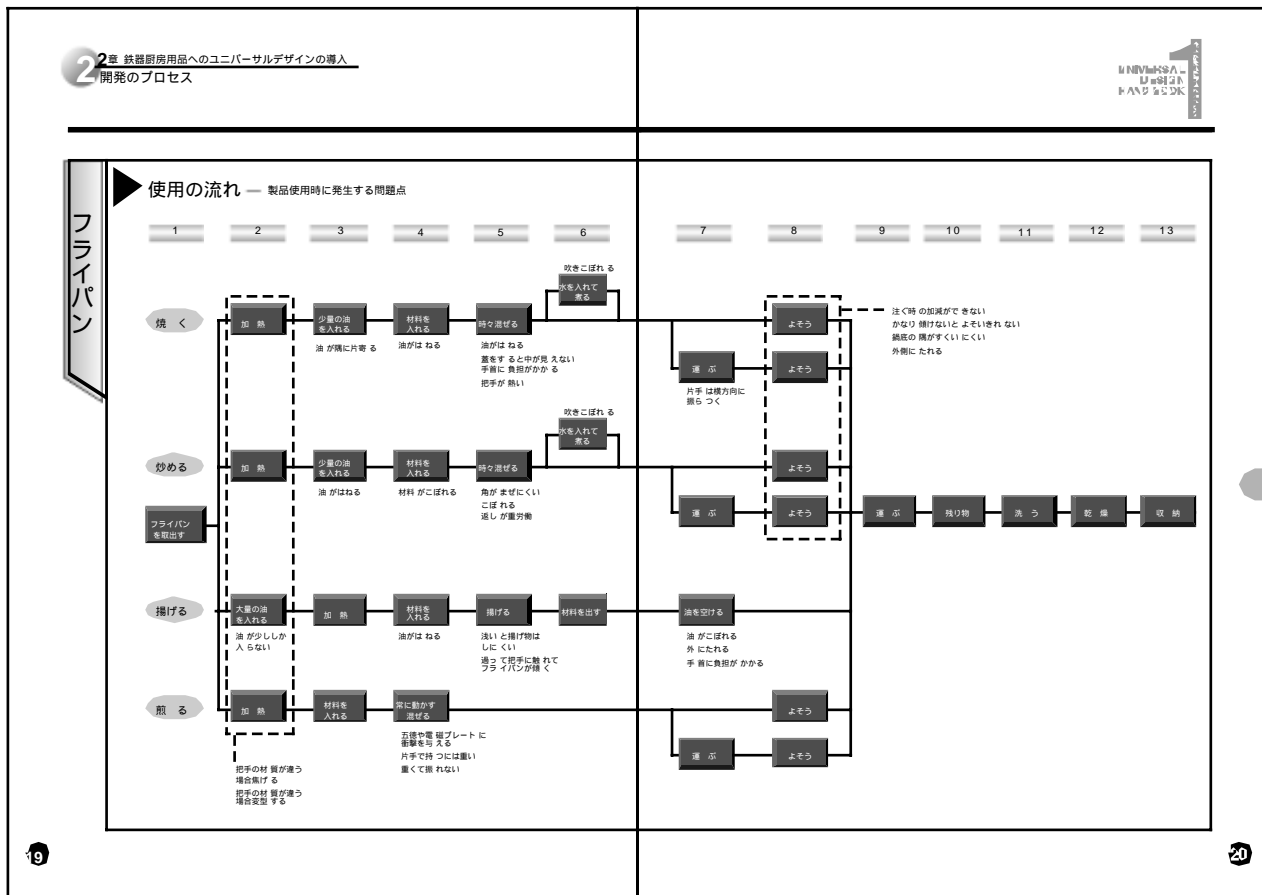


図1 使用時の問題解析 (ユニバーサルデザインハンドブック掲載)

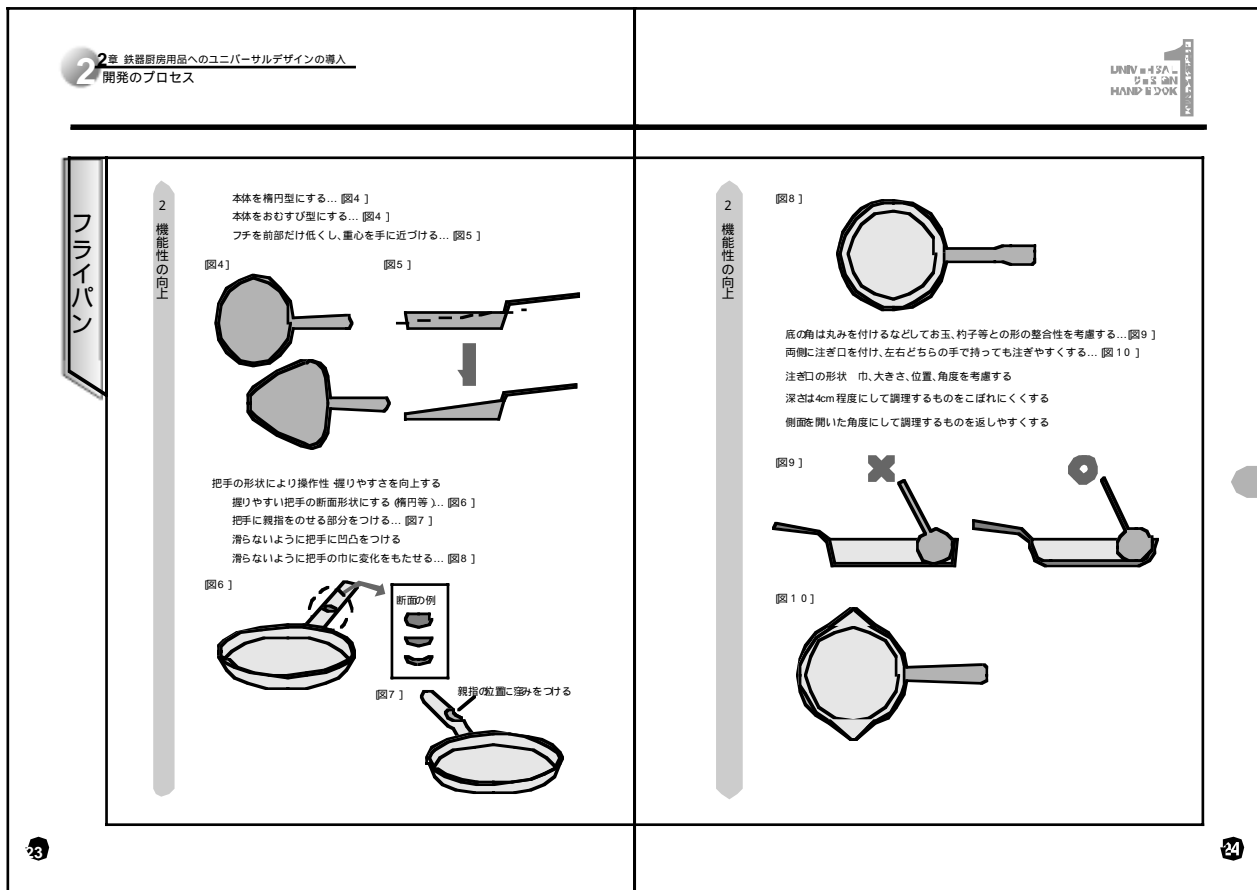


図2 問題解決のアイデア (ユニバーサルデザインハンドブック掲載)



図4 開発したフライパンのデザイン例1



図5 開発したフライパンのデザイン例2



図6 開発したケトルのデザイン例1



図7 開発したケトルのデザイン例2



図8 開発したケトルのデザイン例3

表1 指導日程・内容

日	項目	備考
11月26日(月)	・進捗状況説明 ・鉄器製造技術説明 ・業界視察(鉄器製造業者3社訪問) ・デザイン案の説明 ・デザイン案に対する改善作業	工業技術センター担当者
27日(火)	・デザイン案に対する改善作業	工業技術センター担当者
28日(水)	・デザイン案に対する改善作業 ・改善に対する技術上の課題点に関する製造業者との意見交換	工業技術センター担当者、製造業者
29日(木)	・ユニバーサルデザイン講習会 ・県内企業との交流会	県内製造業者全般対象 会場プラザおでって 時間13:30~16:00 受講者128名
30日(金)	・デザイン案に対する改善作業 ・全体的なデザインの統一性の指導 ・鉄器へのユニバーサルデザイン活用 の基本的方向性に対する指導	工業技術センター担当者



図9 作成したハンドブック(表紙)



## 漆液及び塗膜評価技術の確立 \*

町田 俊一 \*\*、小林 正信 \*\*\*、泉 憲裕 \*\*\*\*

漆樹にホルモン剤を投与することにより、漆液の分泌を促進させる技術の検討、および漆液の諸特性値の相互相関関係を調べることにより、漆液、ならびに、塗膜の性能評価を簡便に行うための技術の検討、さらには、短時間で硬化する漆液を製造するための装置開発を行った。

キーワード： 漆液、性能評価技術、薬剤処理

### Establishment of lacquer sap and coating evaluation technique

MACHIDA Toshikazu, KOBAYASHI Masanobu and IZUMI Kenyuu

The technique that lacquered wood made secretion of lacquer sap increasing by administering a hormone drug to lacquer tree wood was examined. And the technique to make evaluation for the performance of lacquer sap and coating simple and easy by checking a mutual correlation of many characteristics value of lacquer sap was examined. And a device to produce the lacquer sap which stiffened by a short time was developed.

**key words : lacquer sap, performance evaluation technique, medicine processing**

#### 1 緒 言

本県の浄法寺町を中心とする県北地区は、漆液の産地として、年間約 1.6 t の生産量（平成 13 年度）を誇り、国内シェアの約 70% を占める全国最大の産地である。

漆液の採取は 6 月初旬から 10 月一杯までの 5 ヶ月間にわたって、漆樹の表面に傷を付け、滲出する樹液を篋で掻き取って行いが、8 年から 10 年かけて育成した漆樹から、年間で約 200 g 程度の量しか採取できず、その作業効率は極めて低く、結果として、その価格も 1 kg あたり 4 万円程度と、非常に高価なものになっている。

また、浄法寺地区の漆採取業者は現在 40 名ほどの漆掻き職人が採取を行っているが、職人の平均年齢が 60 歳以上と高齢化しており、作業効率の低さ、労働環境の悪さ、限定された採取期間による年収の低さ等の条件により、何らかの対策を講じないと将来的に衰退することが懸念されている。そこで、漆液の採取効率の向上を図るために、漆樹にホルモン剤を投与して、漆液の分泌量を増加させる技術の開発、並びに簡便に漆液の品質評価を行う技術の開発、漆の活用を促進するための、速乾性漆液の加工装置の開発を当センターと林業技術センターの共同研究として平成 12 年度から 13 年度の 2 カ年間にわたり実施した。

#### 2 実験方法

##### 2 - 1 薬剤施与による漆液分泌量増加の検討

漆液は樹皮が損傷を受けると、それが刺激となって漆液がその傷害部分を中心に分泌され、傷口をふさぎ、傷口が硬化すると分泌は止まる。そこで、薬剤の施与によ

り、継続的に樹木に損傷時と同等の刺激を与え続け、漆液の分泌を長期にわたり継続させることが考えられる。

この手法は既に、他の樹木に対して傷害刺激を与えることで成長を促進させる技法として用いられており、今回は漆液の分泌に対する応用として検討することになった。試験採取する漆液は、浄法寺吉田地区の日本文化財漆協会の植林地で植栽されている漆樹から採取することにし、植栽林の同一斜面上に植栽されている樹齢 13 年の漆樹を 45 本抽出し、それらを薬剤を施与、薬剤施与と同等の前加工を樹に施すが、薬剤を施与しないもの、通常の方法で漆を採取するものの 3 種類のグループに分け、各グループから上記の方法で漆を採取し、1 本あたりの分泌量、採取開始から終了までの分泌量の変化、期間ごとの採取量の変化、総合的な分泌量を比較解析する事により、薬剤の効果を検証することにした。

##### 2 - 2 漆液の基本的特性の計測と分析

薬剤施与により、漆液の採取が増加しても、得られた漆液の品質が従来の手法で採取されている漆液と同等以上でなければ、その効果は有効とは言えない。そこで、得られた漆液の品質について検証し、通常の漆液との比較を行うことが必要になる。

また、漆液の品質評価については従来から、液体については成分分析と粘度、硬化した塗膜については、硬化時間、硬度、密着力、表面状態、硬化塗膜の色及び透明度等の事項により判定を行っている。しかし、これらの事項については特定の装置・環境が必要になったり、特定の技術が必要とされる項目が多く、簡便に総合的な品質評価を行うことは困難である。また、当センター等で

\* 研究機関共同研究推進事業

\*\* 特産開発デザイン部

\*\*\* 県立産業技術短期大学

\*\*\*\* 林業技術センター

これまで行ってきた漆液の品質評価に関する研究から、漆液、塗膜の物理的諸特性の間には強く関係し合っている特性が多く存在し、諸特性間の相関を明確にすることで、特定項目の分析だけで、総合的な品質の推定が高い精度で行える可能性が示唆されている。

採取直後の漆液の計測で、漆液の品質評価や精製加工後の漆液の特性が予測できるようになれば、採取業者による品質評価を行うことができ、製品の品質安定化に大きく寄与できる。

上記の可能性を検証するために、今回の漆分泌量増加技術の検討と併せて、漆の成分分析及び各種物理量測定の結果をもとに、各評価項目の測定値を変数として、各変数間の相関を抽出し、他の評価項目の値を代表できる評価項目が存在するかを検討することにより、手法の有効性を検証することにした。分析の対象は、成分、硬化時間などの品質的に見た薬剤施用の効果の検証と、成分、硬化時間などの品質的に見た時期別漆液の傾向の2項目である。

分析では、まず、相関分析により、おのおの2変数間の相関を見た。次に薬剤施用方法や採取時期のグループ間の差があるかどうかを一元配置の分散分析により、検定した。分析結果に差が見られた場合は、どのグループ間に差があるのかを多重比較により調べた。

分析に変数として用いた、測定項目を表1に示す。

### 2-3 速乾性漆液加工装置の開発

一般的に漆液は非常に強度が高く、合成樹脂塗料、天然樹脂塗料を通じて、最も優れた性能を持っていると言われているが、硬化時間が6時間から8時間と、極めて長い時間を必要とする。このため、漆製品の塗装には、夜中に漆を硬化させる等の配慮が作業の合理化の観点で必要になり、なかなか他の分野に活用されないでいる。

当センターでは平成11年度に、大野村商工会からの受託研究として漆液の硬化時間の短縮化に関する研究を実施し、速乾性漆を用いた漆液のスプレー塗装技術を開発した。このスプレー塗装で用いる「いっかけ漆」と呼ばれる漆液は約40分と極めて短時間で硬化するので、大量に加工できれば様々な分野での利用が可能になる。

伝統的な漆芸技法においては、急速な硬化が必要な場合や、金属箔等の接着に用いる場合に「いっかけ漆」と呼ばれる漆液を造ってこれらの用途に使用する。

漆液はその硬化に温度と湿度を必要とし、通常は温度が20～28、湿度が70%RH～80%RHの範囲で硬化する。漆液を上記の雰囲気中に放置しておくことで酸化重合反応が起こり、分子の結合が促進され液体から硬化して、固体へと変位する。

「いっかけ漆」とは漆液を上記雰囲気中に放置し、硬化が始まった時点で漆液を攪拌して液状を保たせて再度放置し、硬化直前に攪拌する作業を漆液の固体化に要する時間以上繰り返して製作する。

そのために、通常であれば固体化しているが、攪拌作

表-1 分析に使用した変数

	変数	項目の説明
01	【HEN】	各辺 [3~22] (採取の順番)
02	【SYRU】	採取時期による分類 初辺 [1] 盛辺 [2] 遅辺 [3] 末辺 [4] 裏目 [5]
03	【HOHO】	採取方法による分類 薬剤施用 [1]、無処理 [2]、通常 [3]
04	【URU%】	採取した各サンプルに含まれるウルシオール割合 (%)
05	【GOM%】	採取した各サンプルに含まれるゴム質割合 (%)
06	【GAN%】	採取した各サンプルに含まれる含窒素物の割合 (%)
07	【SUI%】	採取した各サンプルに含まれる水分割合 (%)
08	【OMSA】	採取した各サンプルの重量 (g)
09	【NENDO】	採取した各サンプルの粘度 (cPs)
10	【URUG】	採取した各サンプルに含まれるウルシオールの重量 (g)
11	【GOMG】	採取した各サンプルに含まれるゴム質の重量 (g)
12	【GANG】	採取した各サンプルに含まれる含窒素物の重量 (g)
13	【SUIG】	採取した各サンプルに含まれる水分の重量 (g)
14	【KOKA1】	硬化時間1 (針の軌跡のつき始めまでの長さ) (cm)
15	【KOKA2】	硬化時間2 (針が塗膜状に乗るまでの長さ) (cm)
16	【KOKA3】	硬化時間3 (針の軌跡が消えるまでの長さ) (cm)
17	【HIPPA】	引張試験の剥離強度 (N/mm)
18	【MASU】	碁盤目試験の剥離数 (剥離した升目の数量)

業によって固体化が妨げられ、固体化の条件を整えば、極めて急速に硬化する。研究ではこのいっかけ漆を通常の塗装に用いる材料として使用するための加工条件、硬化時間、塗膜強度等について検討を行い、通常の生漆に比べて10倍早い速度で硬化し、通常の漆塗膜と同等の強度を持っていることが確認できた。本研究では、このいっかけ漆を一度に大量に加工するための、加工装置について、これまでの研究で明らかになった条件を作業機構に組み込む方法を検討し、装置の開発を行った。

## 3 実験結果

### 3-1 薬剤施与による漆液分泌量増加の検討

漆液の薬剤施与試験については合計1080のサンプルについて採取量の計測を行った。採取量の総量については若干薬剤施与の漆樹の方が採取量が多かった。採取量の比較を図1に示す。また、これら個々のサンプルをもとに、林業技術センターにおいて、薬剤の施与、薬剤の施与と同等の加工を樹に施すが、薬剤を施さないもの、通常の方法で漆を採取したものの3種類の収量について重回帰分析と検定を行い、薬剤施与による増加の効果の検証を行った。結果の詳細は林業技術センターから報告されるので、本報告では割愛する。

### 3-2 漆液の基本的特性の計測と分析

#### 3-2-1 相関分析の結果

各要素の相関マトリックスを表-2に示すが、相関分析からは下記の関係が見られた。

採取時期でみられる特徴については、採取時期が進む



漆液及び塗膜評価技術の確立

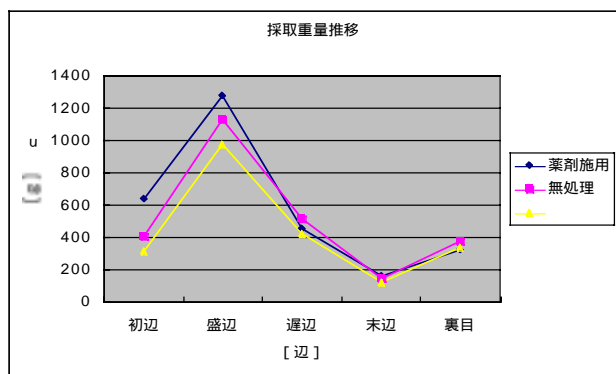


図1 各方法による採取量の比較

と、ゴム質の割合は減少し、含窒素物は増加する。

成分構成については、全体的に、ゴム質が多い漆は含窒素物・水分も多く、ウルシオールは割合が少ない。

漆液の粘度については、ゴム質が増加すると粘度が上がる。また、採取重量が多い時期は、漆の粘度は低い。一般的に、粘度は漆の硬化時間、塗膜強度と大きく関係していると言われているが、今回の分析では関係は見ら

れなかった。

硬化時間については、漆の成分は、初期の硬化時間 (KOKA1) よりも、最終的な硬化時 (KOKA3) と深く関わる。水分の割合が多いと硬化が早く、ウルシオールの割合が多いと硬化は遅い。

物理的強度 (引張強さ・密着力) については、他の変数との相関がほとんどなく、今回の測定項目から物理的強度を予測することはできず、JISの成分分析法では、品質評価にそれほど寄与しないことが分かった。

通常の方法で採取された漆だけに見られた傾向としては、ゴム質と含窒素物に正の相関が見られ、ゴム質の割合が多い場合、粘度が高く密着力が低い。

無処理漆だけに見られた傾向として、水分と硬化時間の相関は見られなかった。

薬剤施用漆の特徴としては、成分中の水分が顕著に増加する。成分割合は薬剤と無処理に同じ傾向が見られ、これは、薬剤や薬剤施与のために樹にあけた穴が成分バランスを崩すことを示唆している。また、硬化時間は早

表 - 2 漆液相関分析による相関係数のマトリックス

		HEN	SYRU	HOHO	URU%	GOM%	GAN%	SUI%	OMSA	NEND	URUG	GOMG	GANG	SUIG	KOKA1	KOKA2	KOKA3	HIPPA	MASU
HEN	相関係数	1	.940**	0	0.244	-.361**	.374**	-0.208	0.197	-0.22	.263*	0.032	.353**	-0.004	0.189	-0.07	-0.026	0.076	-0.044
	有意確	.	0	1	0.068	0.006	0.004	0.121	0.142	0.1	0.048	0.812	0.007	0.979	0.16	0.604	0.848	0.573	0.743
SYRU	相関係数	.940**	1	0	0.217	-.346**	.427**	-0.185	.324*	-.276*	.384**	0.157	.489**	0.105	.335*	0.119	0.091	0.125	-0.079
	有意確	0	.	1	0.104	0.008	0.001	0.169	0.014	0.038	0.003	0.245	0	0.437	0.011	0.379	0.5	0.356	0.557
HOHO	相関係数	0	0	1	.469**	0.008	0.052	-.512**	-0.189	0.092	-0.075	-0.213	-0.094	-.440**	0.034	0.258	.543**	.299*	-.428**
	有意確	1	1	.	0	0.952	0.698	0	0.16	0.498	0.579	0.111	0.487	0.001	0.801	0.052	0	0.024	0.001
URU%	相関係数	0.244	0.217	.469**	1	-.488**	-0.063	-.979**	0.012	0.066	0.228	-0.209	0.025	-.514**	0.165	.296*	.543**	0.076	-0.23
	有意確	0.068	0.104	0	.	0	0.644	0	0.93	0.623	0.088	0.118	0.855	0	0.22	0.026	0	0.577	0.086
GOM%	相関係数	-.361**	-.346**	0.008	-.488**	1	.344**	.304*	-0.129	.418**	-0.221	.272*	0.022	0.047	-0.064	-0.027	-0.115	-0.054	0.139
	有意確	0.006	0.008	0.952	0	.	0.009	0.021	0.34	0.001	0.099	0.04	0.873	0.726	0.634	0.841	0.396	0.689	0.304
GAN%	相関係数	.374**	.427**	0.052	-0.063	.344**	1	-0.053	0.046	0.255	0.05	0.162	.460**	-0.03	0.112	0.072	0.108	0.089	0.068
	有意確	0.004	0.001	0.698	0.644	0.009	.	0.695	0.735	0.055	0.71	0.229	0	0.822	0.405	0.595	0.425	0.511	0.614
SUI%	相関係数	-0.208	-0.185	-.512**	-.979**	.304*	-0.053	1	0.011	-0.171	-0.203	0.162	-0.054	.548**	-0.171	-.318*	-.570**	-0.075	0.217
	有意確	0.121	0.169	0	0	0.021	0.695	.	0.933	0.203	0.129	0.227	0.69	0	0.204	0.016	0	0.578	0.105
OMSA	相関係数	0.197	.324*	-0.189	0.012	-0.129	0.046	0.011	1	-.382**	.974**	.910**	.890**	.828**	.767**	.619**	.275*	-.012	0.082
	有意確	0.142	0.014	0.16	0.93	0.34	0.735	0.933	.	0.003	0	0	0	0	0	0	0.038	0.374	0.542
NEND	相関係数	-0.22	-.276*	0.092	0.066	.418**	0.255	-0.171	-.382**	1	-.358**	-0.211	-0.202	-.396**	-0.194	-0.108	0.061	-0.194	0.094
	有意確	0.1	0.038	0.498	0.623	0.001	0.055	0.203	0.003	.	0.006	0.114	0.131	0.002	0.148	0.423	0.652	0.148	0.484
URUG	相関係数	.263*	.384**	-0.075	0.228	-0.221	0.05	-0.203	.974**	-.358**	1	.839**	.881**	.683**	.801**	.678**	.397**	-0.091	0.023
	有意確	0.048	0.003	0.579	0.088	0.099	0.71	0.129	0	0.006	.	0	0	0	0	0	0.002	0.502	0.863
GOMG	相関係数	0.032	0.157	-0.213	-0.209	.272*	0.162	0.162	.910**	-0.211	.839**	1	.861**	.836**	.677**	.556**	0.182	-0.156	0.138
	有意確	0.812	0.245	0.111	0.118	0.04	0.229	0.227	0	0.114	0	.	0	0	0	0	0.174	0.247	0.307
GANG	相関係数	.353**	.489**	-0.094	0.025	0.022	.460**	-0.054	.890**	-0.202	.881**	.861**	1	.676**	.756**	.617**	.326*	-0.066	0.062
	有意確	0.007	0	0.487	0.855	0.873	0	0.69	0	0.131	0	0	.	0	0	0	0.013	0.628	0.647
SUIG	相関係数	-0.004	0.105	-.440**	-.514**	0.047	-0.03	.548**	.828**	-.396**	.683**	.836**	.676**	1	.493**	.311*	-0.101	-0.16	0.205
	有意確	0.979	0.437	0.001	0	0.726	0.822	0	0	0.002	0	0	0	.	0	0.019	0.453	0.234	0.125
KOKA1	相関係数	0.189	.335*	0.034	0.165	-0.064	0.112	-0.171	.767**	-0.194	.801**	.677**	.756**	.493**	1	.841**	.585**	0.045	-0.076
	有意確	0.16	0.011	0.801	0.22	0.634	0.405	0.204	0	0.148	0	0	0	0	.	0	0	0.737	0.575
KOKA2	相関係数	-0.07	0.119	0.258	.296*	-0.027	0.072	-.318*	.619**	-0.108	.678**	.556**	.617**	.311*	.841**	1	.803**	0.061	-0.177
	有意確	0.604	0.379	0.052	0.026	0.841	0.595	0.016	0	0.423	0	0	0	0.019	0	.	0	0.651	0.187
KOKA3	相関係数	-0.026	0.091	.543**	.543**	-0.115	0.108	-.570**	.275*	0.061	-.397**	0.182	.326*	-0.101	.585**	.803**	1	0.14	-0.247
	有意確	0.848	0.5	0	0	0.396	0.425	0	0.038	0.652	0.002	0.174	0.013	0.453	0	0	.	0.298	0.064
HIPPA	相関係数	0.076	0.125	.299*	0.076	-0.054	0.089	-0.075	-0.12	-0.194	-0.091	-0.156	-0.066	-0.16	0.045	0.061	0.14	1	-.356**
	有意確	0.573	0.356	0.024	0.577	0.689	0.511	0.578	0.374	0.148	0.502	0.247	0.628	0.234	0.737	0.651	0.298	.	0.007
MASU	相関係数	-0.044	-0.079	-.428**	-0.23	0.139	0.068	0.217	0.082	0.094	0.023	0.138	0.062	0.205	-0.076	-0.177	-0.247	-.356**	1
	有意確	0.743	0.557	0.001	0.086	0.304	0.614	0.105	0.542	0.484	0.863	0.307	0.647	0.125	0.575	0.187	0.064	0.007	.

\*\* 相関係数は 1% 水準で有意 両側。 \* 相関係数は 5% 水準で有意 両側。 N=57

くなるが、塗膜の引張強度や密着性は低下する。

### 3-2-2 分散分析・多重比較結果

薬剤施用のグループ差について、分散分析・多重比較を行ったが、通常の採取法による漆液はウルシオールが多く、水分が少ない。また、乾燥時間が遅いという結果がでた。薬剤施与で得られた漆液は、塗膜強度が若干下がる結果であった。

次に、採取時期による違いについての結果は、初辺(はつへん：最初の1ヶ月間に採取した漆液)はゴム質の割合が多い。盛辺(さかりへん：8月中に採取した漆液)、末辺(すえへん：10月中の漆液)のウルシオールの割合が高い傾向がある。また、(KOKA2)が初辺と盛辺(硬化遅い)、遅辺(おそへん：9月中の漆液)と末辺(硬化早い)にグループ化することができた。強度などその他の点での明確な違いは見られなかった。

### 3-3-3 速乾性漆液加工装置の開発

昨年度までの研究で、速乾性漆液の加工については、特定温湿度環境下で、一定間隔で攪拌と放置が必要なことが分かり、さらにそれら攪拌、放置時間を時間の経過に従って短くする必要があることが分かったため、生漆の平均的な硬化時間である400分を総合加工時間としてその総合加工時間を3つの段階に分け、それらの各段階ごとに攪拌、放置時間を設定でき、3つの段階を追って加工を行う制御系について、有限会社マベチエンジニアリングと協議し、時間設定系の設計を行った。また、この制御系で駆動する攪拌機構については、従前の試験から、漆液の粘度が非常に高くなり、通常の漆液の精製加工のような回転はねの使用が不可能であることが分かっていたため、ローラーの回転による攪拌機構を考え、具体的な装置の基本設計を行い、有限会社マベチエンジニアリングにより、装置の試作を行った。試作した装置の写真を図2に示す。

## 4 結 言

今回の検討により、薬剤施与により採取した漆液は、成分構成については水分量が他の漆に比べて多いことが判明した。漆液の収量については、林業技術センターの解析により有意差を持った増加が認められているが、漆液の増加分が水分である可能性も示唆された。しかし、薬剤施与により得られた漆液は硬化時間が他のものに比べて短く、硬化に時間がかかることが欠点とされている浄法寺産の漆液にとっては、品質改善につながる可能性も示唆された。

一般的に、漆液の性質は採取時期により大きく異なることが分かっているが、今回行った分析により、採取時期ごとの漆液の相違点、共通点が漆液の特性によって表現できることが分かった。例えば、初辺と遅辺の漆液は見た目の状態や成分構成は似かよっているが、性質的には異なるグループに位置づけられ、混合等により相互の欠点を補うことが可能である。混合等により品質が向上



図2 試作した速乾性漆液加工装置

し、従来は活用方法も少なかった漆液の用途を拡大する可能性が見いだされた。今回の試験により、漆液の粘度や水分の含有量が漆塗膜の特性と強い相関を持つことが確認された。今後、各種特性の計測データを蓄積することにより、漆液の状態で計測できる特性値から、その漆液が精製加工され、塗膜になった状態での性能評価ができることが判明した。

速乾性漆の加工装置では一度に5kg程度の漆液を加工でき、漆器製造業、家具製造業等にとって作業の効率を劇的に向上させる可能性を見いだした。特に、家具製造業にとっては硬化時間の短縮による作業効率の向上に加えて、高温、高湿の状況下に長時間家具を放置する必要がなくなり、湿度による製品の変形等を押さえられることで、製品の歩留まりの向上が期待できる。

本事業において、漆液の性能評価を新しい観点から行うことの有効性が見いだされたが、薬剤施与については施与するの薬剤の量、施与の時期、回数など具体的な方法の検討を行うことで、漆液の増収の他、品質の改善も行を行うことが期待できる。また、漆液の様々な特性を総合的に分析することにより、従来常識では見いだせなかった漆液の性質を特定できることが予想され、変数の量を増やしてこの分析手法の確立を向上させることが望まれる。

## 文 献

- 1)「岩手県工業技術センター研究報告」第7号  
町田、小林 / 2000年8月
- 2)「地域技術創造事業報告書」大野村商工会 /  
2000年3月

## 光造形機を用いた製品設計への活用のための 3次元CADデータ作成技術\*

田中 光好\*\*、千葉 征治\*\*、長嶋 宏之\*\*\*、町田 俊一\*\*\*

ラピッドプロトタイピング (RP) 技術による試作モデル作製は、作製は、デザイン検討、CADデータの確認、寸法・動作確認等、製品開発に欠かせない技術の一つとなった。そこで今回は、迅速かつ高品位なモデルを得るための、効率的なデータの作成法を検討し実際に光造形機による造形を行った。

その結果、モデリング時にモデルの重要要素 (意匠、機能等) の把握、光造形用のデータ作成時によるエラーの減少、CADによるファイル交換時のトラブル回避等、いくつかの点について考慮する必要があることがわかった。よって、光造形による試作モデル作製は、モデルの要件や光造形の条件を理解し、CADによる各工程でのエラーを少なくし、後の修正作業を減らすことが効率的であることがわかった。

キーワード：光造形、CAD、モデリング

### Making of CAD Data for Product Design with Stereo Lithography

TANAKA Mitsuko, CHIBA Masaharu, NAGASHIMA Hiroyuki  
and MACHIDA Toshikazu

The prototype models are technology to be necessary for product development, design study, and CAD data check. In this study, examination did making of CAD data in order to get a model of swiftness and high precision., and printing by stereo lithography system was done. As a result, in making a models, consideration is necessary about important elements (design, function) of the model, errors in STL data, and trouble in file exchange. Therefore, it is effective that understanding of matters of the model, reduce errors by CAD, and depends on reduces revision work in making of prototype models by stereo lithography.

key words : Stereo Lithography, CAD, Modeling

#### 1 緒 言

ラピッドプロトタイピング (RP) 技術による試作モデル作製は、デザイン検討、CADデータの確認、寸法・動作確認等、製品開発に欠かせない技術の一つとなった。

ただし、RPによる試作モデルの精度や意匠の再現性、後加工の作業性等は、3次元CAD上のデータ、造形用3次元データによって左右される。そこで、今回は迅速かつ高品位なモデルを得るため、効率的な3次元データの作成法を検討した。

#### 2 実験方法

##### 2-1 データ作成の流れ

RPの代表的なシステムに光造形システムがある。通常、光造形システムによる試作モデル製作には、CAD等のモデリングソフトによる3次元データの作成が必要不可欠である。

ここでの3次元データの作成とは2次元図面、形状スケッチに基づくか、または直接的にCADソフトウェア等を使用して、形状、寸法等を入力し、コンピュータ上で物

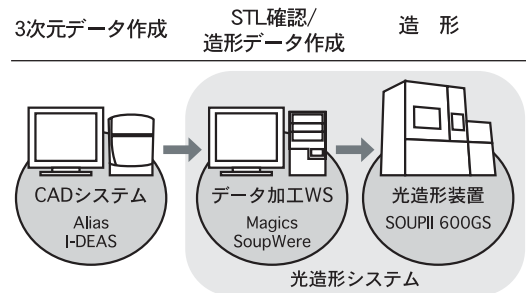


図1 データ作成の流れ

体を設計していく作業のことをいう。

この作業によって作成された3次元形状データは、一般的なデータ形式 (RPの場合、主にSTL形式) への変換、データ加工用ワークステーションによって、STLの確認・修正、造形用のツールパスの作成や各種条件の設定などが行われ、装置に送られる (図1)。

よって、この工程の中での各作業方法・対処が、迅速かつ高品位なモデル製作に対し影響を与えるのではと考えた。

\* 平成13年度アドバンストORT研修事業

\*\* 株式会社モディー

\*\*\* 特産開発デザイン部



図2 光造形装置

そこで、このデータ作成の流れを踏まえ、今回は当センターにおいて平成13年11月に導入された光造形システム SOUPII 600GS (シーメット株式会社製) 使用し(図2) 効率的なデータ作成の検討を行うことにした。

### 2-2 CAD上でのデータ作成から STLの作成

光造形の場合、データの受け渡しには主に STL形式が使用される。STLデータは頂点を共有する三角パッチの集合からなるデータ形式で、フォーマットが単純でありながらソリッドオブジェクトを記述することができる。しかし、CAD上で作成した3次元データによっては、すき間やパッチの欠けといったエラーを含有する場合がある。これは元になるCADデータの素性が非常に大きな影響を与えていると考えられる。

そこで、実際の製品に求められる寸法精度や3次元曲面を再現できると考え、「スタンドライト」と「電話器」のデザインスタディを例に、サーフェスマデラーとして Alias社製「Alias Auto Studio Ver.9.0(以下Alias)」と、ソリッドモデラーとしてSDRC社製「I-DEAS MASTER Series 7.0(以下I-DEAS)」と、代表的な2つの異なるタイプのCADソフトウェアを使用し、同一のデータを作成、複数の条件によるSTLデータを作成してその相違を検討することとした。

### 2-3 STLの修正・編集から造形機による造形

また、今回工業技術センターでは、STLに含まれるエラー修正、作業テーブル上の配置、サポート付加が視覚的に行えるソフトウェア Materialise社製「Magics 6.7(以下Magics)」(図3)を新規に導入した。そこで、CADソ

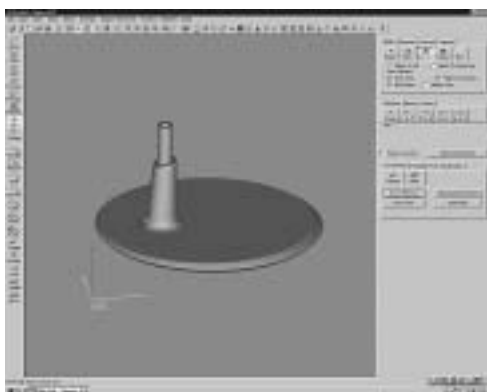


図3 STL確認修正ソフトウェア「Magics」

フトウェアによるSTLデータのエラー種類、量の傾向、修正による作業時間の増減やモデルの形状変化、データ容量等、SOUPII 600G用データ加工ソフトウェア SoupWere との相性等を考慮に入れ、修正方法を検討し、実際に光造形機による造形を行った。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 CAD上でのデータ作成から STLの作成

#### 3-1-1 CAD上でのデータ作成

今回、各モデルを「Alias」、「I-DEAS」を使ってモデリングを行った(図4)。

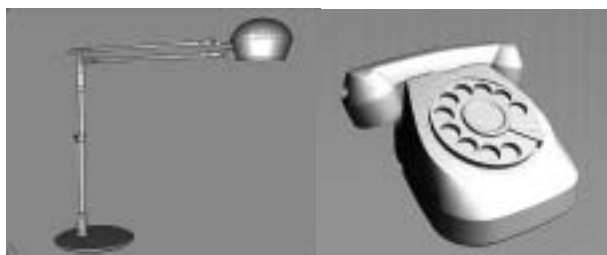


図4 モデリングした「スタンドライト」と「電話器」

モデリングに関しては、作成前にモデルの要点(意匠面、裏面、機構の部分)を明確にすることで、不慣れなモデリングソフトでも作業時間が短縮を図ることができる。と考える。

また、モデリングした各CADデータは、使用ツール(例: AliasのRotate、Round等)によっては、他の、CADソフトウェアとデータ交換を行ったり、STLデータに変換した場合に、サーフェスが抜け落ちたり、トリムの解除されるなどの問題が生じることがあった。これはそれぞれのCADやツールの特長や傾向を押さえておく必要性を示している。

#### 3-1-2 STLファイルの出力

表1 STLデータの比較

パッチの設定	Alias AutoStudio		I-DEAS MASTER Series 7.0		
	Ver9.0	Ver9.6(Spider)	ファセット 0.01mm	ファセット 0.05mm	ファセット 0.25mm
「Render stats」による	「Render stats」による	(パッチの減少のオプションは使用しない)	(最小値)		
サイズ	16,545 KB	53,120 KB	3,670 KB	1,326 KB	766 KB
STL出力の特徴	・サーフェスに沿ってパッチが貼られる ・面の再現度が比較的細かい		・境界線に沿ってパッチが貼られる。 ・パッチの細かさを任意に指定できる。		

今回はSTLファイルを表1に示す条件で出力した。この二つを比較すると、「Alias」から出力したものは、サーフェスの曲率に合わせてタイル状に細分化してパッチを作成する傾向があり、データの容量は大きくなる。「I-DEAS」では、面の境界線やエッジに合わせて細分化しパッチを作成する傾向があり、データの容量は軽く、「ファセット」によりパッチの細かさを任意に指定できる(図5)。

また、「Alias」からのSTLは、サーフェスの境界線がSTLデータの中は隙間として現れる確率が高く、後の修正作業がかなり必要なデータも存在した。この差はサーフェスマデラーとソリッドモデラーによる違いと考えられ、

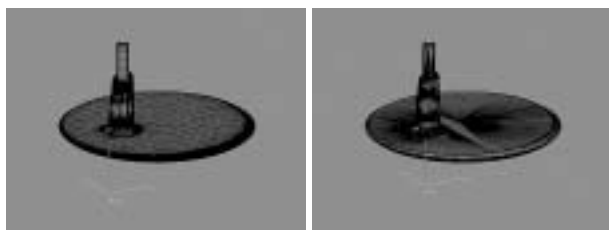


図5 「Auto Studio(左)と「I-DEAS」の出力した STL データ

STLデータの作成という面ではソリッドモデラの方が優位であった。ただし、最終的な造形物を目視確認すると「Alias」より出力されたSTLの方が三角パッチが目立たない。

### 3-2 STLファイルの修正・編集

「Magics」によるSTLファイルの修正は、かなりの部分で自動的に進められ、エラーのない完全なデータが作成できる。しかし、極小な隙間や面の重なりが大量に現れてくると、極わずかではあるが形状の変形が現れたり、全てを修正するまでに時間が非常に必要になった(図6)。

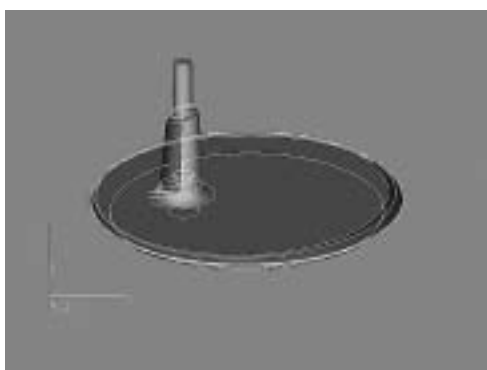


図6 面の境界線が大量の隙間となった例(白線部)

ただし、今まで、CADから直接作成したSTLデータは、造形用データ加工の段階でパッチのかけや隙間が原因でエラーを起こすことが多かったが、「Magics」修正後のSTLデータについては、データ加工や光造形モデルにほとんど問題は見られなかった(図7)。



図7 完成した光造形モデル

## 4 結 言

モデリングにおいて、モデルのどこが大事なのか(意匠面、裏面、機構の部分)を押さえ、機構が入る場合、他の部品との位置関係や、組み合わせたときの誤差、製品にする際の製造方法までを頭に入れておくことが非常に大切であることがわかった。

光造形用のSTLデータを作成するには、CAD上でモデルを検証し、エラーを少なくすることが大切である。これにはモデルのエラーを確認できる機能を持っているCADソフトを使用することである程度解決できそうである(例:I-DEAS MASTER Seriesまた、CADのツールによってはファイル交換時に問題がおこるものがあり、それぞれのCADやツールの特長を押さえておく必要があることがわかった。さらに、データの読みこみや出力などの時にかかる時間を考慮すると、効率的に作業を行うためにはSTLデータの容量は軽いほうが良い。

よって、光造形でモデルをつくる場合に、モデルの要件や光造形の条件を理解して、CAD上でエラーがおこらないようなデータを作成するよう進めていき、STLの修正作業を少なくすることが効率的なデータ作成方法だと考える。

今回の研究では、CADデータ作成から実際に光造形でモデルを作製することができた。今後は機会があれば他のCADソフトを使用してSTLデータの確認をしたり、他のCADソフトウェア等の機能を使用してSTLデータの効率的な変換ができるかどうか検証していきたいと思う。

本研究を実施するにあたり、助言、資料等を提供していただいた株式会社モディーの皆様に深謝いたします。

この研究は平成13年度アドバンスTO RT研修事業で実施したものである。

## 文 献

- 1) 丸谷洋二, 大川和夫, 早野誠治, 斉藤直一郎, 中井孝: 光造形法 レーザーによる3次元プロッタ, 日刊工業新聞社(1990)
- 2) Alias! wavefront: ALIAS OVERVIEW日本語版, (1997)
- 3) Alias! wavefront: DATA TRANSFER FOR CAD AND SOLID IMAGING IN ALIAS 9.0, (1998)
- 4) マテリアライズ日本支社: Magicis RP Reference Manual, (1999)

## 銀添加 Gd-Ba-Cu-O を用いた Sm-Ba-Cu-O 超電導体の接合

齋藤 貴\*、小野 元\*、鎌田 公一\*\*、  
飯田 和昌\*\*\*、吉岡 順子\*\*\*、坂井 直道\*\*\*、村上 雅人\*\*\*

半溶融凝固法を用いて、Sm-Ba-Cu-O シングルドメインバルク超電導体同士の接合を試み、その接合界面付近の微構造と超電導特性を検討した。接合界面へのインサート材料として銀添加Gd-Ba-Cu-O焼結体を用い、接合温度・雰囲気を変化させた結果、部分的に良好な接合が得られた。接合開始温度及び半溶融凝固保持時間などの温度条件を精密に制御することが有効であった。また、接合時の炉内雰囲気は、大気条件で良い結果が得られた。最適条件で接合が行われたサンプルは、比較的良好的な超電導特性を有し、組織観察などの結果から、部分的に良好な接合相が得られた事が判った。

キーワード (RE,RE')-Ba-Cu-O、超電導体、溶融法、熱分解温度

## Joining of Sm-Ba-Cu-O Superconductor using Silver-Doped Gd-Ba-Cu-O as Matelial Inserted into the Bonded Interface

SAITOH Takashi, ONO Tsukasa, KAMADA Koichi,  
IIDA Kazumasa, YOSHIOKA Junko, SAKAI Naomichi and MURAKAMI Masato

We examined microstructure and superconductivity around a bonded interface by connecting a pair of Sm123 single-domain bulk superconductors using melt texture growth. A partially good connection was obtained using silver-doped Gd123 sintered compact as material inserted into the bonded interface to change the temperature and atmosphere of connection. It was effective in closely controlling temperature conditions, including the temperature at the start of connection, the duration of melt texture growth. Also, furnace atmosphere during connection gave a good result under air condition. The sample which was bonded under the optimum condition had relatively good conductivity; structural and other observations showed that it produced a partially good bonded aspect.

**Key words:** (RE,RE')-Ba-Cu-O, Superconductor, Melt-processing, Decomposition tempetature

### 1 緒 言

液体窒素温度で使用可能な超電導バルク体は、熱容量が小さく値段の高い液体ヘリウム (4.2K) 冷却超電導体に比べ、熱的安定性やコストが大幅に改善されることが期待され、超電導リニアモーターカーや電力貯蔵用フライホイールなどの輸送関係およびエネルギー関係の応用面からその実用化が期待されている。なかでも、磁気浮上や磁気分離などの用途では、今までの永久磁石・電磁石で実現可能な性能を遙かに超える強力な磁石材料が必要とされている。その性能を実現可能な超電導バルク体はスーパーマグネットと呼ばれ、その実用化が期待されている。

具体的にスーパーマグネット材料として要求される性能は、温度 77K・磁界 3T 中で  $J_c$  が  $10^9$  A / cm<sup>2</sup> 以上、または 3T

以上の磁界を捕捉することとされている。永久磁石材料として最高性能を有する Nd-Fe-B 磁石の大型で良質なものでも表面の磁束密度が 0.5T 程度、重量 2t を超える常電導電磁石でもギャップ間で 1.5 ~ 2.0T しか発生し得ないなど、その要求性能は高レベルであり、小型軽量の超電導バルク体で実現可能となれば応用装置の飛躍的な性能向上や、全く新たなアプリケーションの開発が期待される。

現在特性が明らかになっている軽希土類系超電導バルク体を用いれば 3~4T のスーパーマグネットが理論的に実現可能であるが、その実用化のためには良好な特性を持つ超電導結晶を合成し、さらに結晶軸のそろった大型のバルク体を作製することが必要である。しかしながら溶融凝固法によるバルク体の大型化は、物理的な結晶成長速度の遅さによる限界

\* 金属材料部

\*\* 化学部 (現企画情報部)

\*\*\* 超電導工学研究所第 3 研究部

や、結晶成長に要する多大な時間・装置及び材料コスト等、数々の課題を抱えている。

そこで、筆者らは小型で良質なバルク体を接合することによって良質の大型バルクを得ることを目標に、RE-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub> (RE123)超電導バルク体の接手法について基礎的な研究を行ってきた。RE123バルクを接合するためにはRE123と同等の超電導特性を持ちながら、より低い熱分解温度を有する接合用超電導材料 (RE'123)が必要であり、さらにその接合用材料が、RE123との接合界面で反応部分の特性を劣化させないことが必要である。過去の報告で筆者らは、酸素分圧制御半溶融結晶成長 (OCMG) 法<sup>1,2</sup>によるNd-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub> (Nd123)バルク超電導体のNdサイトを、他の複数の希土類元素(Nd,Sm,Eu,Gd)に置き換えた混合希土類系超電導体 (RE-RE')-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub>が良好な超電導特性を示すこと、これら希土類元素の選択によって (RE-RE')-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub>超電導体の熱分解温度(融点)を制御可能であることを報告した<sup>3</sup>。また、RE123に対するAgの添加は、熱分解温度(結晶成長開始温度)を下げるのに有効であることを報告した<sup>4</sup>。そこで、本実験では接合用材料として、良好な超電導特性を有しNd123やSm-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub>(Sm123)などと比較して熱分解温度が低いGd-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub>(Gd123)超電導体<sup>5</sup>を選択し、熱分解温度の制御(低下)のためにAg添加をした。合成したAg添加Gd123超電導体を用い、シングルドメインSm123バルクとの接合面で部分溶融凝固させることによって接合し、反応界面の組織観察と超電導特性の評価を行った。

## 2 実験方法

### 2-1 接合用Gd系超電導体の合成

原材料としてGd123微粉末(平均粒径3ミクロン以下:同和鉱業(株)製)・Ag<sub>2</sub>O粉末(平均粒径1ミクロン:添川理化学(株)製)を用いた。Gd123粉末は示差熱分析装置(パーキンエルマー社製 DTA-7型)を用いて熱分解温度を測定し、BaCuOなどの未反応相から生ずるピークが無くなるまで仮焼(温度890℃・24時間)・粉碎(自動乳鉢2時間)を繰り返した。出来上がったGd123粉末にAg量が10wt%となるようAg<sub>2</sub>Oを混合し、原料粉末とした。原料粉末に金型成形とCIP(冷間等方圧)成形を施し緻密な圧粉体とした後、910℃で24時間焼結を行い、接合用焼結体を得た。接合用焼結体は、接合条件が一定となるよう、厚さ0.5mmで切り出し、両面に鏡面研磨仕上げを行った。

### 2-2 半溶融凝固熱処理による接合

被接合用材料として銀添加Sm123 (Sm123:Sm211=3:1)バルク超電導体(同和鉱業(株)製)を選択し、図1の方法で接合用試料を切り出した。切り出したバルクを鏡面研磨した後、二つの接合用試料の間に、2-1で作成した焼結体を挟み、置き台との反応による試料の汚染を防ぐために精研磨(エピ研磨)MgO基板上で半溶融凝固熱処理を行った。温度条件は図2に示すとおりである。

### 2-3 組織観察・定性分析・面分析

接合後の試験片は端部を切り取り、組織観察用試験片とした。表面を鏡面研磨後、光学顕微鏡を用いて組織観察を行った。またEPMA(電子線プローブマイクロアナライザ)を

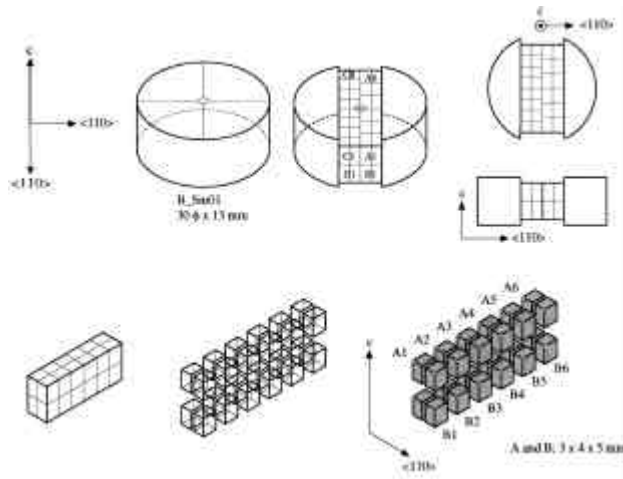


図1 接合用試料の切り出し方法

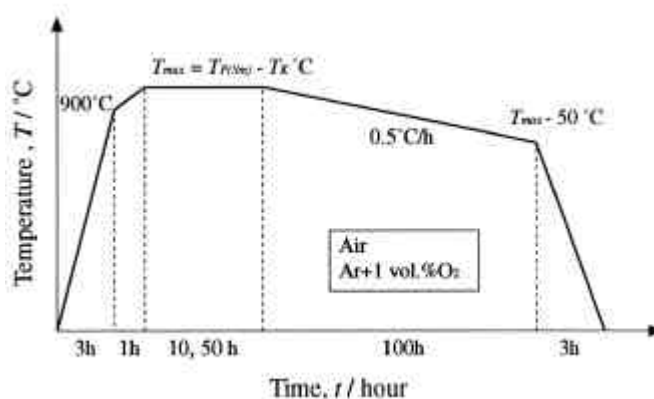


図2 接合熱処理条件

用いて反射電子線像観察、定性分析、面分析を行い、各相の同定及び構成元素について分析した。また、面分析ではマトリクス相・第2相中の組成分析結果を2次元マップで表示し、構成元素の分布を明らかにした。

### 2-4 磁気特性測定

接合後の試料に酸素アニール処理を施して超電導特性を付与した後、磁気光学効果観察装置(英Oxford Instruments製)による磁束進入観察と、超電導量子干渉素子磁力計(SQUID:米Quantum Design社製)によるT<sub>c</sub>(超電導転移温度)・J<sub>c</sub>-B(臨界電流密度の磁場依存性)測定を行った。T<sub>c</sub>測定は試料のゼロ磁場冷却・微小磁場中冷却を行い、磁化率の温度依存性として求め、J<sub>c</sub>-B測定は磁化率の磁場依存性を求めた後、Beanモデルを用いて算出した。

## 3 実験結果と考察

### 3-1 接合用Gd123の熱分解特性と接合条件設定

表1に接合用に合成したGd123の熱分解特性を示す。Ag添加Gd123接合用材料の、大気中・低酸素雰囲気中での熱分解温度T<sub>m</sub>は、被接合材のSm123バルクに比較して、それぞれの条件で約20℃低い事がわかった。理想的には接合材と被接合材の融点差は大きければ大きいほど、接合温

銀添加 Gd-Ba-Cu-O を用いた Sm-Ba-Cu-O 超電導体の接合

表 1 Sm123 と Gd123 の熱分解温度

(Temp. °C)		
Atmosphere	Sm123	Gd123
Ar+21%O <sub>2</sub>	1028	1010
Ar+1%O <sub>2</sub>	1002	981

表 2 接合温度・雰囲気条件

No.	Atmosphere	Max.Temp.	T <sub>max</sub>	GrowthTime (Hour)
A1	Ar+1%O	990	T <sub>F</sub> -10	10
A2	Air	1020	T <sub>F</sub> -7.5	10
A3	Air	1025	T <sub>F</sub> -2.5	10
A4	Ar+1%O	990	T <sub>F</sub> -10	50
A5	Air	1020	T <sub>F</sub> -7.5	50
A6	Air	1023	T <sub>F</sub> -5	10
A7	Ar+1%O	995	T <sub>F</sub> -5	10

度プロファイルの設定が容易になり、接合用材料の融点そのものが低ければプロセス全体の温度を引き下げること可能になることから、1でも低い方が好ましい。しかし過去の実験から、銀添加量をこれ以上増やすなどの操作を行っても、Gd123の融点低下はほとんど起こらず、逆にバルクそのものの結晶成長条件が複雑になる事から、接合温度パラメータは表2に示す通りの条件とした。

3 - 2 接合超電導体の接合界面評価

表2の条件中、比較的良好な接合が得られた条件A3の試料と、逆にあまり良好な接合が得られなかった条件A2の試料の光学顕微鏡組織を図3に示す。試料A2では接合相の溶解が全体に広がっていないため、接合が不十分である。また、接合相が脆く、孔があり、機械的接合も充分でない。一方、試料A3では、この写真からは接合相が充分溶解したと推察される。しかし試料の一部分で、接合前とは別方向の結晶成長が見られる。これは被接合材であるSmバルクが一部再溶解してしまったために起こったものであり、接合開始温度が高すぎたか、あるいは半溶解保持時間が長すぎたかのどちらかに原因があると考えられる。接合のための条件として、接合相であるGd123が充分溶解する条件を選べば機械的接合は満足されるが、再凝固の時に結晶成長方向が不定に

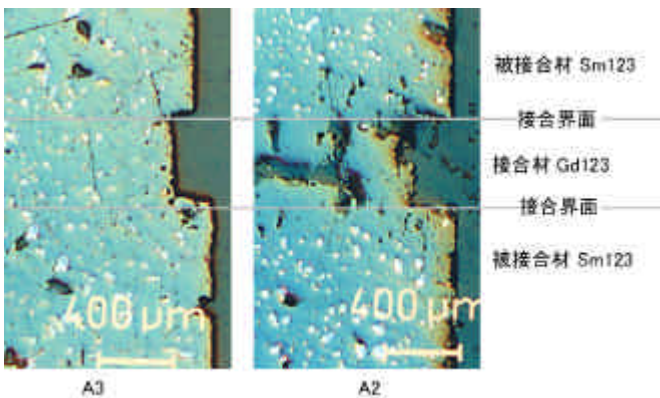


図3 接合試料の光学顕微鏡組織写真

なってしまうため、電氣的・磁氣的特性は大幅に劣化するものと考えられる。

図4に比較的良好な接合が部分的に得られた試料A3の2次元元素マップを示す。接合界面での元素拡散が進み、混合超電導相 (Sm-Gd)-Ba<sub>2</sub>-Cu<sub>3</sub>-O<sub>x</sub>が生成している。しかし部分的に組織のムラがあり、第2相が粗大化している部分や添加した銀が凝集しているらしい空孔部分も見受けられる。従って、この2次元元素マップからも、接合条件をより一層最適化する必要がある事がわかる。

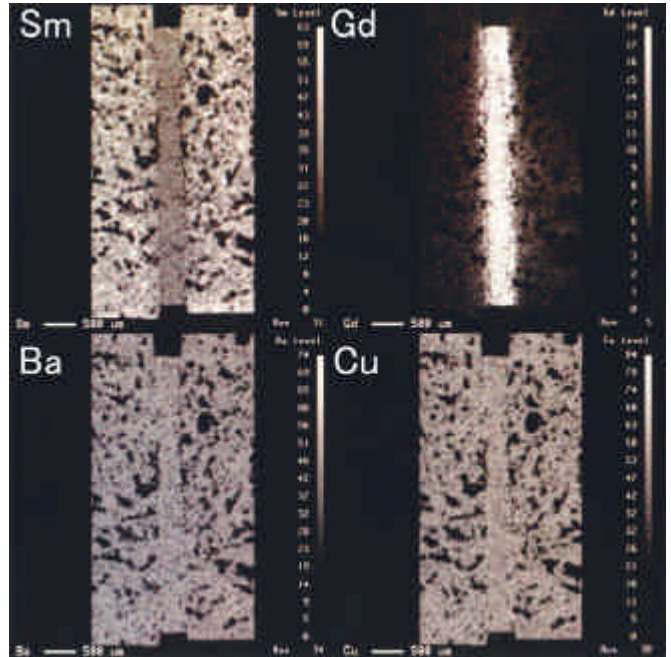


図4 接合試料の2次元元素マップ

3 - 3 接合超電導体の超電導特性評価

3 - 3 - 1 磁気光学効果観察装置を用いた磁束進入と補足磁場観察

図5に磁気光学効果観察の結果を示す。試料が超電導状態となるよう温度を一定に保持し、印可磁界を大きくしていくと、超電導状態の弱い部分から磁束がバルク内部に進入していく。この状態を可視化するのがこの測定である。四角いバ

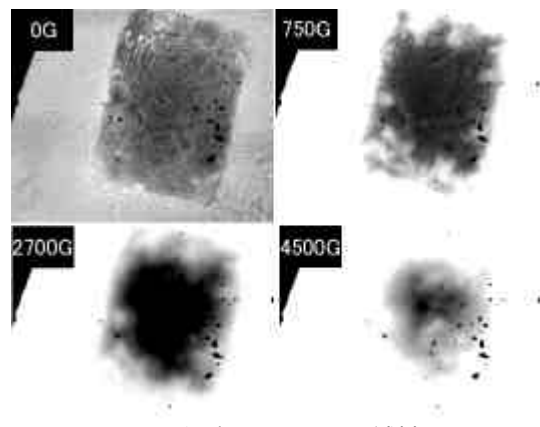


図5 温度50Kにおける試料A3の磁気光学効果測定結果



ルクの影に、明るい筋が進入しているが、この明るい部分が磁束の進入した部分である。試料A3は、組織的に比較的良好な接合が行われていたが、磁気的な接合も比較的良好であった。しかし、部分的には低磁界での磁束進入が見られる。これは、先に述べたSm123母材の再溶解によって結晶方位が乱れたことや、ピン留め点として有効な第2相の凝集、粗大化などが原因であると考えられる。

### 3-3-2 直流磁化率測定結果

図6に磁化率の温度依存性のグラフを示す。超電導転移の曲線は90Kから91.5Kの範囲で急峻な変化をしている。これは熱処理前のSm123バルクの特性と良く一致しており、接合雰囲気が大気条件であることによる低 $T_c$ 相の出現は少ないと考えられる。軽希土類系123超電導体は、結晶成長時に雰囲気中の酸素分圧が高いと、REサイトとBaサイトの置換が起こり、その特性が大幅に劣化することから、大気中での接合熱処理は、その熱処理温度では溶解していないSm123に対しても悪影響を及ぼす可能性もあると予想していた

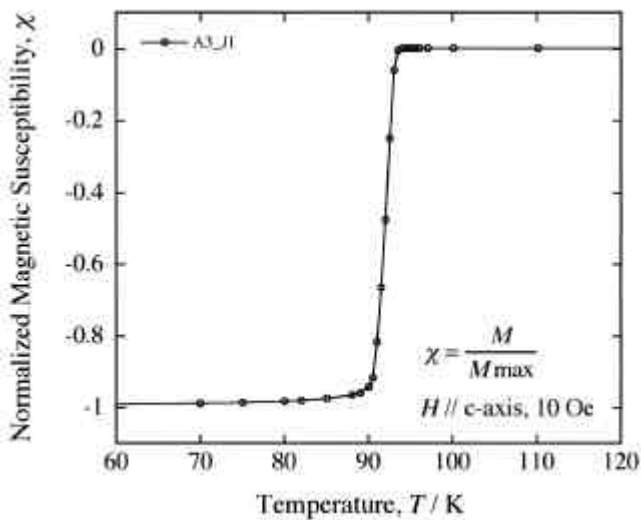


図6 磁化率の温度依存性

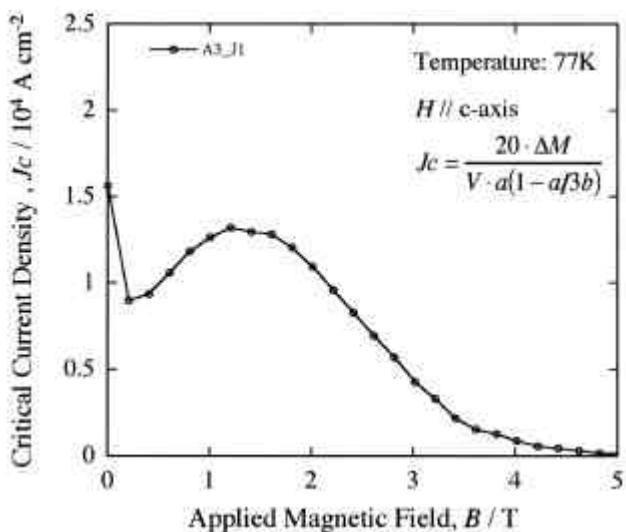


図7 臨界電流密度の磁場依存性

が、本実験の結果からは、大気中接合で良好な接合を出来る可能性が見いだされた。

図7に試料A3における臨界電流密度の磁場依存性 ( $J_c$ -B)を示す。外部磁場1.5T付近にピークが現れており、接合熱処理後も高い超電導特性を維持出来る可能性があることがわかった。しかし、 $J_c$ の値そのものは理想的なSm123バルク超電導体よりも低い値となった。 $T_c$ 測定の結果からは低 $T_c$ 相の発生は少ない事が考えられ、この特性劣化は他の要因であると推察される。光学顕微鏡観察の結果から、ランダムな方位の結晶成長が部分的に確認されており、その影響で $J_c$ 値が低下したと考えられる。接合材として用いたGd123の組成をGd211リッチ側に調整するなど、今後さらなる特性改善を検討することが必要である。

## 4 結 言

半熔融凝固法を用いてSm123 シングルドメインバルクを接合した。接合部分のインサート相はGd123 超電導体の焼結体を用い、それぞれの熱分解温度の差を利用して、インサート相だけを熔融させることにより接合を試みた。作成した試料の組織観察を行った結果、接合時の半熔融処理温度が高いもので比較的良好な接合組織が得られた。しかし、部分的に被接合材の再溶解が見られ、その部分から乱れた方向に結晶成長が行われ、臨界電流密度を下げる原因となった。

接合時の炉内雰囲気については、大気条件でもSm123バルクの特性劣化はなく、良好であった。特性劣化をしない範囲で酸素分圧が高い条件を選択した方が、RE123の結晶成長速度が速くなることを期待出来るため、接合には適していると考えられる。

なお、本研究の一部は (財)国際超電導産業技術研究センターが新エネルギー 産業総合開発機構 (NEDO)と締結した委託契約に基づく研究の一部について岩手県と締結した共同研究契約に基づき実施したものである。

## 文 献

- 1) S.I. Yoo, N. Sakai, H. Takaichi, T. Higuchi and M. Murakami, Appl. Phys. Lett 65 (1994) 633.
- 2) M. Murakami, S.I. Yoo, T. Higuchi, N. Sakai, J. Weltz, N. Koshizuka and S. Tanaka, Jpn. J. Appl. Phys. 33 (1994) L715
- 3) T. Saitoh, K. Segawa, K. Kamada, N. Sakai, T. Segawa, S.I. Yoo and M. Murakami, Physica C 288 (1997) 141-147
- 4) T. Saitoh, K. Kamada, K. Iida, N. Sakai and M. Murakami, Advances in Superconductivity XII, (1999) 461
- 5) Murakami M, Sakai N, Higuchi T and Yoo S.I., Supercond. Sci. Tec. 9(1996) 1015-1032

OCMG法作製(RE,RE')-Ba-Cu-O高温超電導バルク材料の磁気特性と微構造

# レーザを用いた高エネルギー密度加工技術の研究 - レーザクラッド法による炭素鋼の表面処理 -

高橋 幾久雄\*、桑嶋 孝幸\*

炭素鋼を基材にステンレス鋼(SUS316)とFe-Cr-C合金を2種類の溶媒を用いて塗布し、YAGレーザ装置でクラディングを行い、クラッド部の性状を調べた。

シングルビードを形成した結果、SUS316は内部欠陥の発生は認められないが、Fe-Cr-C合金はコロジオンを溶媒に用いるとブローホールが発生する。SUS316の硬さは基材への溶け込みが深くなると高くなり、Fe-Cr-C合金はガン移動速度を速くすると基材との希釈が小さく、ビード表面の硬さはH<sub>MV</sub>800以上になる。

溶け込みの浅い条件で走査ビードを形成して、摩耗試験と塩水浸せき試験を行った結果、硬さに相関してFe-Cr-C合金の摩耗量が少なく、両者共耐食性が高いことが判明した。

キーワード：YAGレーザ、クラディング、ステンレス鋼、Fe-Cr-C合金

## Study on High energy density process using YAG laser -Surface treatment of the mild steel by Laser cladding method-

TAKAHASHI Ikuo and KUWASHIMA Takayuki

Preplaced powder method was used as for the layer cladding using YAG laser. A mild steel plate was used as a substrate and mixed powders were bedded with two organic binders on the substrate. SUS316 steel powder and Fe-Cr-C alloy powders were used as a cladding materials.

When using SUS316 powder in the single bead test. There were not blow-hole in the cladding layer. On the other hand, Fe-Cr-C alloy powders mixed with corogion binder, there are many blow-hole in the cladding layer.

The microvickers hardness of the SUS316 steel cladding layer was increased with increase depth of penetration and the microvickers hardness of the Fe-Cr-C cladding layer was increased with increase traverse speed due to less dilution and the maximum microvickers hardness was over 800. The wear of Fe-Cr-C cladding layer was small than SUS316 steel cladding layer in the wear test. The corrosion property of the both layer was equivalence in the corrosin test in salt water.

**key words** : YAG laser, cladding, stainless steel, Fe-Cr-C alloy

### 1 緒 言

高エネルギー密度熱源であるレーザを用いる加工技術の普及はめざましいものがある。県内では鋼材の切断加工にCO<sub>2</sub>レーザを用いる企業が多いが、近年レーザ装置の高出力化及びレーザビームの搬送に光ファイバが使用でき、非常に柔軟な加工システムを構築できる利点があるため、YAGレーザによる加工に期待が寄せられている。

レーザクラディングは金属基材に基材とは異なった成分の材料を添加し、レーザビームを照射して、基材と

異なった成分からなる組織を形成させる方法である。この技術は自動車部品の一部に実用化されている<sup>1)</sup>が、産業用プラント、燃焼機器、原子力機器などに応用する開発研究は盛んに行われつつある。

本研究は炭素鋼を基材に、2種類のクラッド材を塗布し、YAGレーザ装置を用いて、クラディングを行い、クラッド部の基礎的性状を調べることを目的に行った。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 基材及びクラッド材

\* 金属材料部

基材は厚さ 6mm、幅 75mm、長さ 100mm の炭素鋼 (SS400)で、アセトンで脱脂した後、#20 のグリットでブラスト処理して用いた。供試クラッド材は粉末状のステンレス鋼 (SUS316) と Fe-Cr-C 合金の 2 種類で、その組成を表 1 に示す。粒径は 10 ~ 44 $\mu$ m である。

表 1 クラッド材の組成

クラッド材	組成 (wt%)
SUS316	17Cr-12Ni-2.5Mo-1Si-0.1C-Fe
Fe-Cr-C合金	64Cr-7C-Fe

基材の周囲を厚さ 0.4mm のテープでマスキングし、コロジオンまたはコロジオン - 酢酸メチルを溶媒としたクラッド材を刷毛塗りで塗布した。自然乾燥の後、マスキングテープ厚さに研磨紙で削り、電気炉を用いて 353K で 8 時間加熱乾燥し、レーザー照射に供した。

### 2 - 2 レーザ照射

用いたレーザー装置は最大出力 2.5kW の YAG レーザ加工機で、カライドスコープをレーザーヘッド先端に取り付けて、ヘッド移動速度を変化させる表 2 の条件で照射し、長さ約 50mm のシングルビードを形成した。レーザー照射はロボットを用いて自動で行った。次にシングルビードの溶け込み深さを観察して、最適なレーザー照射条件を選定し、シングルビードを平行に複数並べるレーザー走査クラディングを行った。

表 2 レーザ照射条件

因子	水準
出力	1.6 kW
カライドスコープ	照射形状：、対辺距離：4mm
アシストガス流量	Ar 20 l/min
照射角度	垂直
ヘッド移動速度	20、30、40、50、60 cm/min

### 2 - 3 クラディング部の評価法

クラディング部の評価方法はシングルビード外観を観察し、X線透過試験による内部欠陥検査、断面マクロ組織によるクラッド層及び溶け込み状態の観察、クラッド層断面の硬さなどを調べた。

走査ビードについては外観観察、X線透過試験による内部欠陥検査、マクロ組織によるクラッド層の断面観察、スガ式摩耗試験機によるクラッド面の耐摩耗性及び塩水浸せき試験による耐食性を調べて評価した。

スガ式摩耗試験機の概略図を図 1 に示すが、荷重は 500g、研磨紙は#320 で、試験材は往復運動し、400 往復で摩耗輪が 1 回転する。摩耗輪が 1 回転する毎に試験材の重量を測定しつつ、研磨紙を新しくして、計 4000 往復し、摩耗減量で評価した。

塩水浸せき試験は試験材の周囲と端部及び裏面をエボ

キシ系防錆塗料でマスキングして、クラッド部分約 15 × 25mm 範囲を評価対象とした。塩水の濃度は 3.5wt% で、「メッキの耐食性試験方法」(JIS H8502)で定められているレイティングナンバ標準図表による判定法で、クラディング部表面に基材からの錆が肉眼で確認できる(レイティングナンバ 9.8 程度)までの時間で評価した。比較のために、黒皮状態と研磨した基材を同じ条件で試験した。

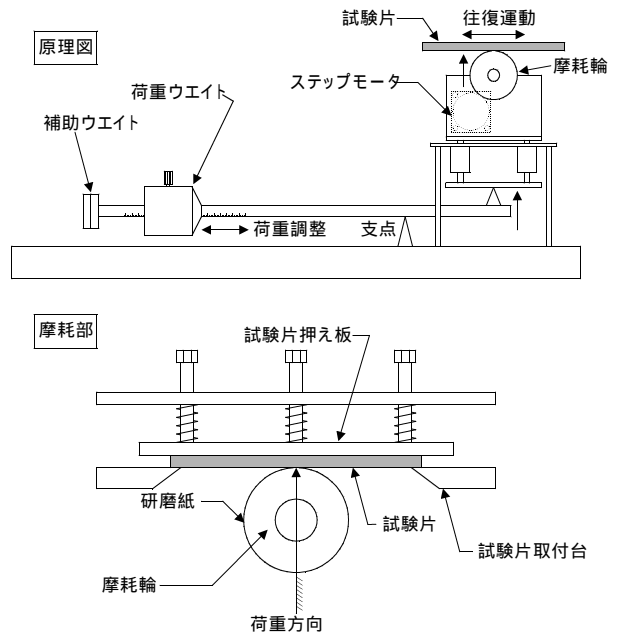


図 1 スガ式摩耗試験機の概略図

## 3 実験結果及び考察

### 3 - 1 シングルビード

シングルビードの外観はいずれも良好で、隣接した塗膜の剥離も認められなかった。

X線透過法でビードの内部欠陥検査した結果を表 3 に示すが、クラッド材が SUS316 は内部欠陥の発生は認められなかった。Fe-Cr-C 合金は溶媒にコロジオンを用いると径 1mm 未満のブローホール(B.H.)が発生する

表 3 クラディング部の X線透過試験結果

溶媒	移動速度 (cm/min)	SUS316	Fe-Cr-C合金
コロジオン	2 0	欠陥無し	欠陥無し
	3 0		スタート部にB.H.5個
	4 0		スタート部にB.H.6個
	5 0		全長にB.H.
	6 0		全長にB.H.
コロジオン - 酢酸メチル	2 0	欠陥無し	欠陥無し
	3 0		欠陥無し
	4 0		無し
	5 0		B.H. 1 個
	6 0		欠陥無し

が、コロジオン - 酢酸メチルの場合は欠陥の発生は殆ど認められない。コロジオンはエーテル - エタノール混液にニトロセルローズ（ピロキシリン）が溶解しているので、このセルローズの燃焼でガスを放出するためと思われるが、クラッド材が SUS316 に欠陥が発生しない理由はオーステナイト組織のガス固溶度が高いことと、固相温度が Fe-Cr-C 合金に比べて低い<sup>2)</sup>ためと思われる。

図 2 は断面マクロ組織を示しているが、ビード両側のクラッド材塗布面は試料の切断時に冷却液吹き掛けで剥離した。またビード両端の突起は塗布面が半溶融状態で固化して形成された部分である。ヘッド移動速度が速くなるほど溶け込みは浅くなるが、SUS316 に比べて Fe-Cr-C 合金の溶け込みが深くなっている。

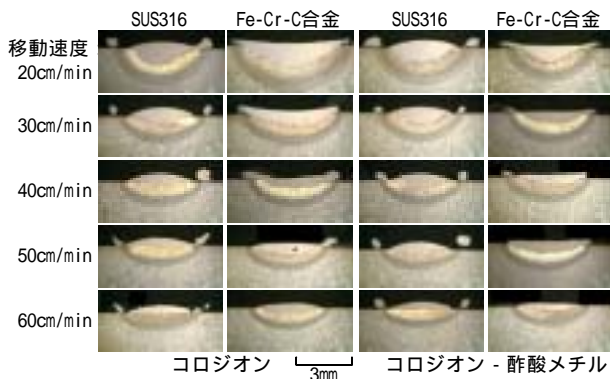


図 2 クラッド部断面のマクロ組織

クラディング部をジグザグに移動し、基材との境界から直線で 0.05mm 間隔にマイクロピッカース硬さを測定した結果を図 3 と図 4 に示す。図 3 は溶媒がコロジオン、図 4 はコロジオン - 酢酸メチルの場合で、測定距離が異なるのはビードのど厚が違うためである。両図共 SUS316 はヘッド移動速度が速いと硬さは低くなっているが、移動速度が遅いと溶け込みが深く、SUS316 の Cr と Ni の含有量が減少して、硬くなる。Fe-Cr-C 合金はヘッド移動速度が遅いと希釈されて硬さは低いが、

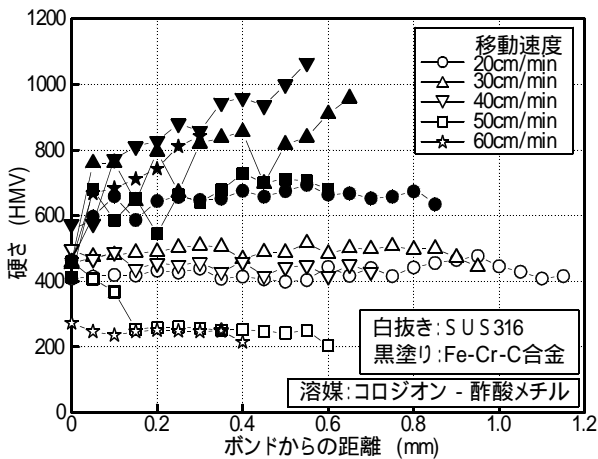


図 3 クラッド部の硬さ

ヘッド移動速度が速くなると一部は HMV800 以上と非常に高い硬さになる。溶媒の相違による硬さの明確な差は認められない。

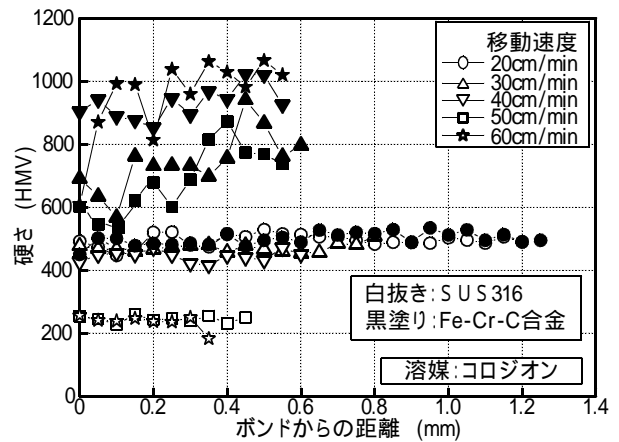


図 4 クラッド部の硬さ

### 3 - 2 走査ビード

図 1 及び図 2、図 3 から溶け込みが浅く、しかもラップしていないレーザ照射条件、すなわち SUS316 はヘッド移動速度 50cm/min、Fe-Cr-C 合金は 60cm/min を選定し、ピッチ 3mm と 4mm の走査ビードを長さ約 5cm、幅約 2.5cm 範囲に形成した。その外観を図 5 に示す。ビード形成による表面の凹凸はあるものの、良好な外観が得られ、ビードの剥離や割れの発生は認められなかった。ただピッチ 4mm はビード間にクラディングされずに残った基材が確認された。

X線透過試験による内部欠陥検査した結果を表 4 に示す。クラッド材 SUS316 は溶媒の種類に関係なく、内部欠陥の発生は認められない。Fe-Cr-C 合金は溶媒にコロジオン - 酢酸メチルを用いると欠陥は発生しないが、

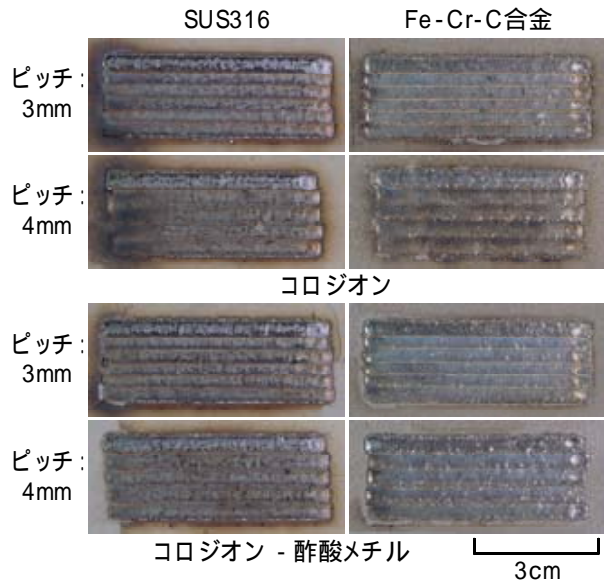


図 5 走査ビードの外観

溶媒がコロジオンの場合はブローホールが多く発生することが明らかになった。

表4 クラディング部のX線透過試験結果

溶媒	ピッチ (mm)	SUS316	Fe-Cr-C合金
コロジオン	3	欠陥	B.H.多数
	4	無し	B.H.11個
コロジオン - 酢酸メチル	3	欠陥	欠陥無し
	4	無し	

走査ビードの断面マクロ組織を図6に示しているが、対辺距離4mmのカリドスコープを用いてもビード幅は4mmに満たず、4mmピッチではビード間に隙間が生じ、基材が露出している。X線透過試験で明らかになったようにFe-Cr-C合金でコロジオンを溶媒に用いたクラッド材の断面にはブローホールが発生している。

走査ビード表面を軽く研磨して、スガ式摩耗試験機で耐摩耗性を相対比較した結果を図7に示す。ビードが凹凸のため摩耗面は摩耗輪全面でなく、また試験材によって摩耗面積が異なるために、データのバラツキを想定していたが、意外に摩耗の傾向を確認することができた。SUS316に比べ、Fe-Cr-C合金の摩耗量が少なく、図3及び図4に示したクラッド部の硬さに相関している。

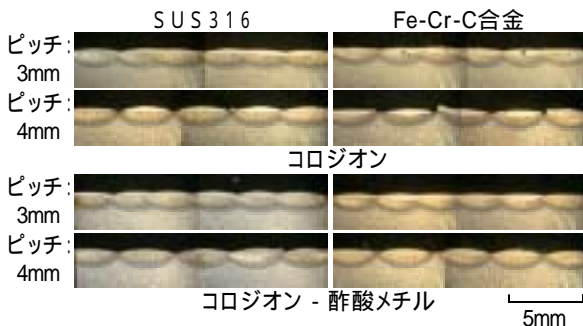


図6 走査ビードの断面マクロ組織

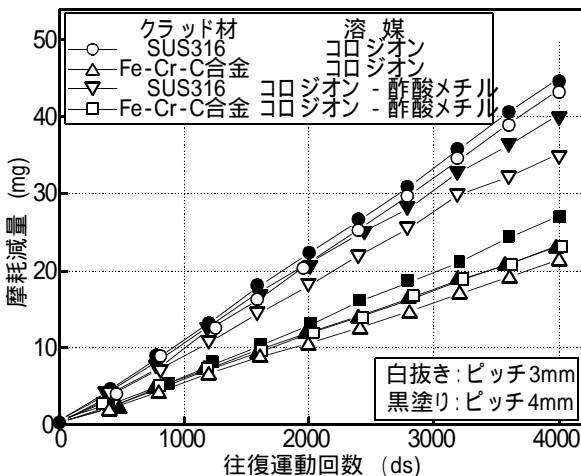


図7 スガ式摩耗試験結果

溶媒の影響は認められないが、走査のピッチは3mmに比べて4mmの摩耗量がわずかであるが多くなっている。これはピッチ4mmは摩耗輪との接触面積が小さいため、単位面積に加わる荷重が大きいのが原因と思われる。

塩水浸せき試験結果を図8に示す。横軸は自然対数で、矢印は錆の発生が確認できないことを示している。比較材の研磨した基材は8時間、黒皮状態の基材は30時間で発錆が確認できた。グラidding材はFe-Cr-C合金+コロジオンが120時間でブローホール(ピット)部2箇所から発錆したが、他は600時間経過後も錆の発生は認められなく、耐食性が高いことが判明した。

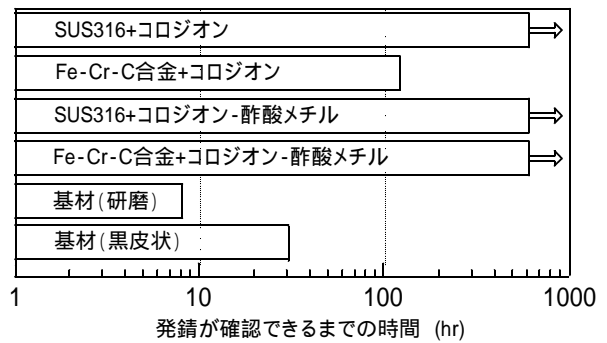


図8 塩水浸せき試験結果

#### 4 結 言

YAGレーザを用いて、炭素鋼にSUS316とFe-Cr-C合金をクラディングして、その性状を調べた結果、以下の結論を得た。

- (1) SUS316は内部欠陥の発生は認められないが、Fe-Cr-C合金はコロジオンを溶媒に用いると、小さいブローホールが発生する。
- (2) SUS316の硬さは基材への溶け込みが深くなると高くなる。Fe-Cr-C合金はガン移動速度を速くすると、基材との希釈が小さく、硬さはHMV800以上になる。
- (3) 溶け込みの浅い条件で走査ビードを形成した皮膜のスガ式摩耗試験結果、硬さに相関してFe-Cr-C合金の摩耗量が少ない。
- (4) 塩水浸せき試験結果、SUS316とFe-Cr-C合金共に高い耐食性を示す。

#### 文 献

- 1) レーザ表面改質の現状と展開,30,(2001)
- 2) 高橋幾久雄,米倉勇雄,桑嶋孝幸:岩手工技セ研報,5,45,(1998)



## TiO<sub>2</sub> 溶射皮膜の抗菌性に及ぼす溶射条件の影響

桑嶋 孝幸\* 高橋 幾久雄\* 小浜 恵子\*\* 平野 高広\*\* 太田 利夫\*\* 木村 貞則\*\*\*

アナターゼ型 TiO<sub>2</sub> を高速フレイム溶射装置を使って溶射を行い、溶射条件の皮膜性状に及ぼす影響を調べた。燃料ガスとしてプロピレン-酸素及びプロパン-酸素を使用し、溶射距離を変化させ、皮膜の抗菌性能に与える影響を調査した。皮膜表面は SEM による観察を行った。アナターゼ型 TiO<sub>2</sub> からルチル型 TiO<sub>2</sub> への転移は X 線回折装置により測定を行った。また、大腸菌を使って、抗菌性の評価を行った。その結果、(1)プロピレン-酸素を燃料ガスとして使用して製膜した皮膜の抗菌性能が高く、2 時間後の大腸菌の生存率は、1% 以下であった。(2)皮膜中のアナターゼ残存率は、溶射距離が長くなるに従って、低くなった。(3) 抗菌性能に与える溶射距離の影響はあまり大きくなかった。

キーワード:チタニア、光触媒、高速フレイム溶射、溶射条件、抗菌試験

## The Affect of the Thermal Spray Conditions on the Antimicrobial properties of TiO<sub>2</sub> Coatings

KUWASHIMA Takayuki\*, TAKAHASHI Ikuo\*, KOHAMA Keiko\*\*,  
HIRANO Takahiro\*\*, OHTA Toshio\*\*\* and KIMURA Sadanori\*\*\*

The TiO<sub>2</sub> powder (anatase type) are sprayed by high velocity oxygen fuel equipment and the affect of the thermal spray conditions on the antimicrobial properties of TiO<sub>2</sub> coatings are studied. The form of the coating surface are observed by SEM and the ratio of transformation from anatase to rutile are measured by XRD. Antimicrobial test were carried out using escherichia coli.

The results are as follows.

(1)The antimicrobial properties of sprayed coatings using propylene-oxygen as fuel gas is higher than sprayed coatings using propane-oxygen as fuel gas, and the livability of the escherichia coli was less than 1% after 2 hours.

(2)The amount of the anatase in the coating tend to decrease as the spray distance is long.

(3)Antimicrobial test were not affected by the spray distance.

**key words: titanium oxide, photo catalyst, HVOF spraying, thermal spray conditions, antimicrobial test**

### 1 緒 言

近年、環境に対する問題意識の高まりから、循環型社会への転換が叫ばれ、産業界においてもリサイクルに対する意識が高まっている。廃棄物の排出量を減らすためには、Reduce、Reuse、Recycle のいわゆる環境の 3R が重要であり、部品、部材の耐久性の向上、産業廃棄物の再利用技術や、大気汚染物質など有害物質の除去、分解技術が求められている。

有害物質を分解、除去する材料として注目されているものとして TiO<sub>2</sub> がある。この物質は光を照射することにより、抗菌、消臭等の効果があるもので、様々な分野で応用研究や商品化が進められている<sup>1)2)3)</sup>。TiO<sub>2</sub> の加工方法として

は、塗布法、ゾルゲル法、CVD 法、溶射法などがある。

溶射は表面改質技術の中でも加工速度が速く、金属はもちろんサーメット、セラミックスなどほとんどの材料をコーティングすることができるため、自動車産業をはじめ様々な産業分野で広く用いられている<sup>4)</sup>。TiO<sub>2</sub> の加工においては、加工速度が速く、大面積でも対応出来ること、現地施工が出来ることなどから、有望な加工方法と考えられている。しかし、TiO<sub>2</sub> の溶射の研究例は少なく、最適な加工条件も明らかになっていない。

そこで本研究では、溶射法を用いて TiO<sub>2</sub> 皮膜を形成し、その製膜条件がチタニアの抗菌性に及ぼす影響を明らかにすることを目的に行った。

\* 金属材料部

\*\* 応用生物部

\*\*\* (株) 釜石電機製作所



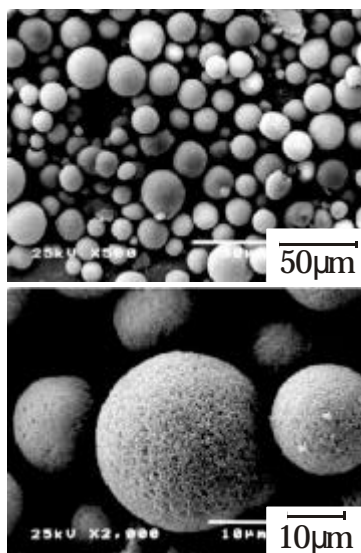


図1 溶射材料外観のSEM写真

## 2 実験方法

### 2-1 供試材及び溶射方法

TiO<sub>2</sub>は、種々の結晶構造を有しているが、その中でも光触媒効果が高いとされるのは、アナターゼ型のTiO<sub>2</sub>である。そのため、本研究では、アナターゼ型のTiO<sub>2</sub>粉末を使用した。この溶射材料外観のSEM写真を図1に示す。この粉末は、1次粒径0.2µmの粉末を粒径10~45µmに造粒した粉末である。

アナターゼ型のTiO<sub>2</sub>は、熱影響によりルチル型のTiO<sub>2</sub>に転移する。そのため、溶射皮膜を製膜するためには、できるだけ入熱を抑える必要がある。しかし、入熱量が不十分だと、製膜ができない。TiO<sub>2</sub>粉末の溶射は、これらの相反する条件を克服する必要がある。

一方、溶射装置は、セラミックスなど主に高融点材料の溶射に適しているとされるプラズマ溶射装置やサーメットのような複合材料に適しているとされる高速フレーム溶射装置などがある。プラズマ溶射装置は、高温状態のプラズマを熱源とする溶射方法で、その温度は高いところで15,000~20,000に達するといわれている。一方、高速フレーム溶射は、溶射材料を高速に加速して、その運動エネルギーを利用した溶射方法であるといえる。前報では、これらの溶射プロセスの比較を行い、高速フレーム溶射による皮膜の方が、アナターゼ残存率が高かった。そこで、溶射装置として高速フレーム溶射装置を使用し、さらに最適な製膜条件を明らかにするため、溶射条件を変化させ、溶射加工を行った。

高速フレーム溶射装置はスルーザメテコ社製のダイヤモンドジェット溶射装置(以下、DJ溶射装置と記す。)を使用した。溶射条件を表1に示す。溶射では、フレーム中に投入された溶射材料が、フレーム中を飛行中に、フレームの熱により溶融または半溶融状態になり、基材に衝突・凝固して皮膜が形成されるプロセスである。そのため、溶射材料への入熱量を変化させるために、燃料ガスと溶射距離を変化させた。燃料ガスとしては、プロピレン-酸素及びプロパン-酸素を、溶射距離は、プロピレン-酸素では250mm、300mm、350mm、400mm(以下、HVOFと略

表1 溶射条件

溶射方法		LVOF		HVOF	
溶射距離(mm)		150.200.250.300	250.300.350.400		
燃料ガス	圧力(×10 <sup>-3</sup> MPa)	プロパン	0.4	(プロピレン)	0.7
	流量(l/min)		60		50
酸素	圧力(×10 <sup>-3</sup> MPa)	0.4	1.0		
	流量(l/min)	113	223		
エア	圧力(×10 <sup>-3</sup> MPa)	0.6	0.5		
	流量(l/min)	280	347		

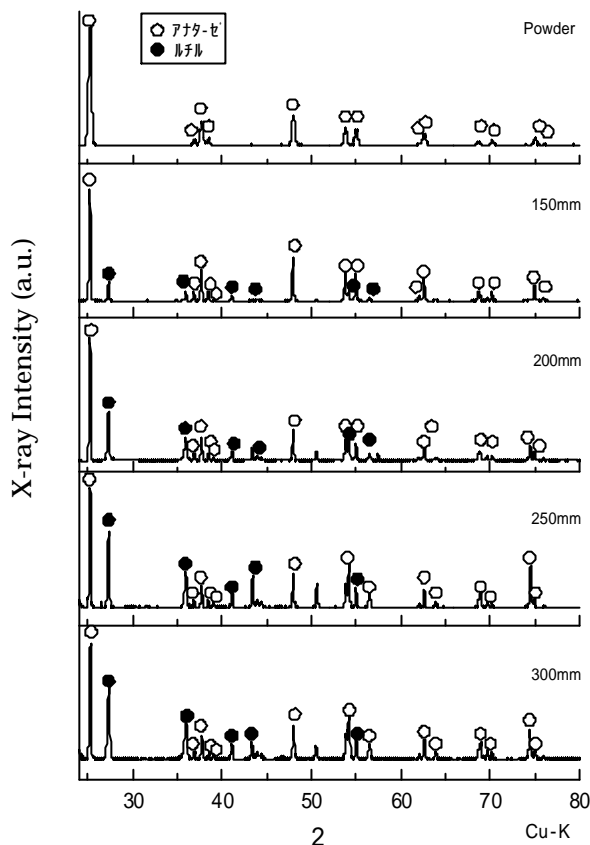


図2 溶射皮膜のX線回折結果

す。)、プロパン-酸素では、150mm、200mm、250mm、300mm(以下LVOFと略す。)と変化させ、その影響を調べた。溶射に際しては、プラスト処理を施し、基材表面を清浄化、粗面化して溶射に供した。

作成した試験片は、EPMA(株)日本電子製JXA-8900M)による表面形態の観察やX線回折(株)リガク製RINT-2500)による構造解析を行い、皮膜の性状を調べた。

### 2-2 抗菌性試験方法

大腸菌の標準株(Escherichia coli JCM1649)を、14ml プラチューブに入れたLB broth 5mlに1白金耳接種し、37度で1晩往復振動培養(60rpm)した。それを滅菌生理食塩水で108cells/mlになるよう希釈した。シャーレ内の乾燥を防ぐため、6穴シャーレの底面に、滅菌水0.2mlを滴下した。

次にあらかじめ70%EtOHとUVランプで滅菌した溶射試

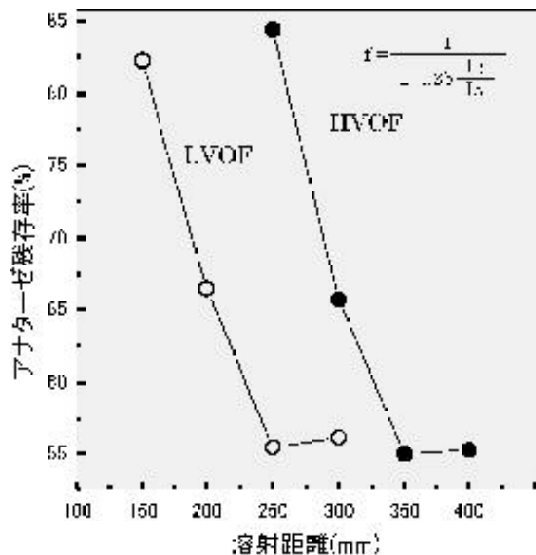


図3 皮膜中のアナターゼ残存率と溶射距離の関係

験片に滅菌蒸留水をサンプル表面に薄く塗って菌液が付きやすくした後、サンプル表面に均一に菌液 25  $\mu$ l を滴下し、滅菌済みフィルムをかぶせ、これを6穴シャーレの中央に置き、シャーレの蓋をした。そして、ブラックライト照射装置でブラックライトを2時間照射した。

照射後のサンプルとフィルムを50ml 容プラチューブに入れ、10mlの滅菌生理食塩水で洗浄した後、菌を回収した。これを回収菌液 (10倍希釈済み) とし、さらに希釈して、100倍および1000倍希釈液を調製した。それらの菌液100  $\mu$ l を各2枚ずつ標準寒天培地にまき、37  $^{\circ}$ C で24時間培養後、コロニーを計数し、生存率を算出した。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 結晶構造及び表面形態

溶射皮膜の結晶構造を調べるために、X線回折装置により構造解析を行った。その結果を図2に示す。溶射材料は、アナターゼのみからなっている。これに対して、溶射皮膜は、溶射時の熱影響により一部がルチル型に転移している。しかし、 $2\theta = 27^{\circ}$ 付近に現れているルチル型TiO<sub>2</sub>の最強線に注目するとその強度は、溶射条件により大きく異なっている。ROBERT A SPURRらは、X線回折法によりアナターゼ型TiO<sub>2</sub>とルチル型TiO<sub>2</sub>の定量分析について検討を行い、図3に示している式によりアナターゼ型TiO<sub>2</sub>とルチル型TiO<sub>2</sub>の存在比率を算出している<sup>4)</sup>。

本研究でもこの式により、皮膜中のアナターゼ型TiO<sub>2</sub>とルチル型TiO<sub>2</sub>の存在比を計算した。その結果を図3に示す。溶射距離が長くなるに従って、アナターゼ残存率が低下する傾向が認められる。これは、溶射距離が長くなると溶射材料がフレーム中を飛行する時間が長くなり、溶射材料に対する入熱が大きくなるためである。

溶射皮膜表面のSEM写真を図4、図5に示す。LVOF皮膜は、球形の未溶融粒子が認められ、不均一な表面形態となっている。これに対して、HVOF皮膜では、球形の未溶融粒子はほとんど認められず、LVOF皮膜より均一な表面形態となっている。酸素-プロピレンの燃焼温度と酸素-プロピレンの燃焼温度に大きな差が無いことを考えれ

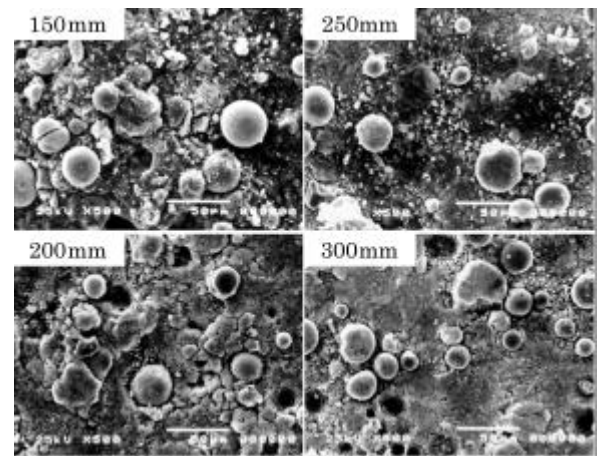


図4 溶射皮膜表面の捜査電子顕微鏡写真 (LVOF)

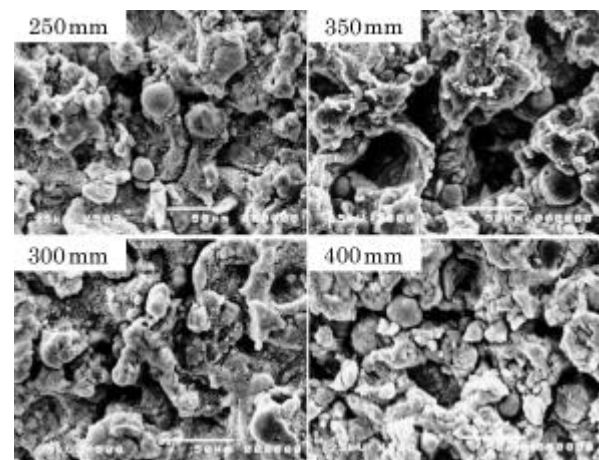


図5 溶射皮膜表面の捜査電子顕微鏡写真 (HVOF)

ば、溶射材料が基材に衝突するときの速度の差、言い換えれば溶射材料の運動エネルギー差が影響していると考えられる。すなわち燃焼炎の速度が非常に速いHVOF皮膜において、溶射材料の運動エネルギーが高く、基材に衝突した後、変形して積層される。これに対して、LVOF皮膜は、基材に衝突した溶射材料が、ほとんど変形せず、跳ね返ったため、このような表面形態の差に現れていると考えられる。

#### 3-2 抗菌試験結果

予備試験として、あらかじめ蛍光灯照射及びブラックライトを遮光して抗菌試験を行ったが、両者とも生菌数の大幅な変化はみられなかった。次にブラックライトを照射して、同様に抗菌試験を行った結果を図6に示す。図中Y軸は対数になっている。

2時間後の大腸菌の生存率は、LVOF皮膜は約10%程度、HVOF皮膜では、0.5%程度であった。LVOF皮膜よりHVOF皮膜の方が、大腸菌の生存率が低くなっており、最低で0.01%と非常に低い値になっている。また、LVOF及びHVOFそれぞれにおいて溶射距離の影響は、あまり顕著に現れていない。HVOF皮膜はSEM写真から、付着効率が高くLVOF皮膜よりも均一なTiO<sub>2</sub>皮膜となっているためであると考えられる。

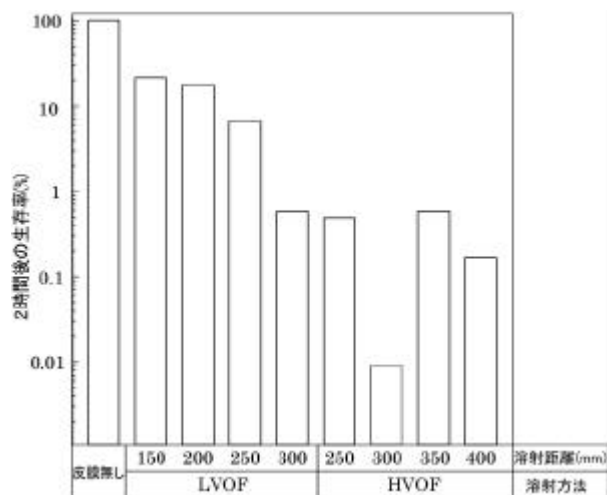


図6 溶射皮膜の抗菌試験結果

#### 4 結 言

溶射材料として、アナターゼ型TiO<sub>2</sub>を使用して、皮膜性に及ぼす溶射条件の影響を検討した結果、以下のような知見が得られた。

(1)燃料ガスとしてプロピレン酸素を使った HVOF 皮膜の方がプロパン酸素を使った LVOF 皮膜よりも抗菌性能が高く、2時間後の大腸菌の生存率は、1%以下となった。

(2)溶射距離はTiO<sub>2</sub>皮膜の抗菌性能に大きな影響は、及ばなかった。

本報告は平成13年度技術パイオニアORT事業で実施した成果です。

溶射材料は、大阪大学接合科学研究所 大森 明 教授からご提供頂いた。また、光触媒の評価方法や応用分野について北海道立工業試験場 赤沼正信 氏の協力を得た。ここに記して感謝の意を表します。

#### 文 献

- 1) 福本昌宏:溶射法による光触媒チタニア皮膜創製の可能性, 高温学会誌,26(Supplement),240-247(2000)
- 2) 橋本和仁:光触媒実用化の課題, 工業材料誌, 48(6)22-25(2000)
- 3) 藤嶋 昭:光触媒開発の最前線,工業材料誌,48(6)17-21 (2000)
- 4) ROBERT A.SPURR ,HOWARDMYERS :Quantitative Analysis of Anatase-Rutile Mixtures with an X-ray Diffractometer,ANALYTICAL CHEMISTRY,29(5),760-762 (1957)

## パーフルオロトリアジンチオール蒸着膜の重合方法\*

鈴木 一孝\*\*、森 邦夫\*\*\*

パーフルオロアルキル誘導体トリアジンチオール(FRTD)による真空蒸着薄膜の重合処理方法について検討した。鉄基板に蒸着したFRTD被膜を熱重合すると、熱脱離によって膜厚が薄くなり被膜の歩留まりが悪くなることがわかった。蒸着膜を効率的に重合する方法として紫外光を照射する光重合が最適であることがわかった。光重合した被膜は、撥水性能にも優れ、超撥水性(接触角が150°以上)を示すことがわかった。

キーワード: トリアジンチオール, 真空蒸着法, 重合

## Polymerization of Perfluoroalkyl Triazine-thiol Derivative Thin Film by the Conventional Vacuum Deposition

SUZUKI Kazunori and MORI Kunio

The thin films of perfluoroalkyl-triazine-dithiol derivatives(FRTD) were formed on Fe substrates by the conventional vacuum deposition method. This report is discussed about polymerization method of the films. The results have shown the thickness of FRTD films that are polymerized by heating in air is remarkable decreased as compared with the film of alkyl-triazine-dithiol. It has been clarified that the FRTD polymeric film irradiating by the UV light was obtained in high yield, and gave excellent water repellency.

**key words : triazine thiol , vapor deposition , polymerization**

### 1 緒 言

本研究は、多くの工業材料表面を改質する有機超薄膜(異物が付着し難く(防汚)、基材が腐食しない(防食)有機物質を使った数十nm(100万分の1mm)の薄膜)の作製技術開発を目指すものである。薄膜作製原料は岩手大学に端を発するトリアジンチオール化合物である。成膜手法は真空蒸着法を採用した。真空蒸着法による薄膜は、膜成分の純度が高いこと、膜の架橋構造を強化し防食性を高めやすいこと、量産に向いていること、多くの基材に成膜できることなどの優れた特徴があり、工業界での広範な応用が期待できる。有機物質による防汚・防食膜の設計として膜の機能性、耐久性および異種材料である金属との接着技術が要望される。これらの技術確立を目指すべく平成9

年度はトリアジンチオール(ジブチルアミノトリアジンチオール(DB))の成膜条件による薄膜作製について検討し、成膜に関する基礎的な知見を得た<sup>1)</sup>。平成10年度は膜の耐久性を得るために、成膜したDBの処理条件について検討し、工業的に容易な熱処理により重合が進み耐久性が向上することを明らかにした<sup>2)</sup>。平成11年度は、蒸着原料として、表面エネルギーを小さくするフッ素(パーフルオロアルキル基)官能基を有するトリアジンチオール(FRTD)の真空蒸着成膜について検討した<sup>3)</sup>。平成12年度は基板との吸着・接着性能向上のために検討し、Cr表面での特異な挙動について報告を行った<sup>4)</sup>。本年度はFRTD被膜の重合処理方法とその特性評価をおこなったのでその結果を報告する。

\* 有機超薄膜による金属の防食技術開発(第5報)

\*\* 化学部

\*\*\* 岩手大学 工学部

## 2 実験方法

### 2-1 成膜材料と基板

FRTD (不飽和基を有するパーフルオロアルキル誘導体トリアジンチオール、融点; 206) をエタノールで再結晶し、減圧下で十分乾燥して使用した。成膜基板は市販の熱間圧延鋼板 (S45C: JIS G 4051 および JIS G 3193 に規定) を用い、これを 1 μm のダイヤモンド粉でパフ研磨した鉄基板 (20mm × 20mm × 1mm) をアセトン脱脂洗浄したものをそのまま使用した。

### 2-2 薄膜作製法

蒸発源温度と成膜速度の関係を解明するために、蒸発原料温度は、蒸発原料を入れる石英製クヌーセンセル内に直接接触し、K熱電対 (JISC 1602 に規定) によりモニターした (以後つづ温度とする)、成膜前の到達真空度は  $4 \times 10^{-4}$  Pa であったが、蒸発源温度 115 に設定した時の真空度は  $2 \times 10^{-3}$  Pa、成膜速度は 0.03nm/sec であった。成膜速度は、基板温度 20 で得られた被膜の膜厚をエリプソメータ (満辰光学工業所 (株) 製 DVA-36L) により屈折率を 1.47 として算出した。

### 2-3 重合処理

真空蒸着被膜の重合処理として、熱処理、加圧雰囲気下での加熱による熱重合、UV 照射による光重合について検討した。熱重合は大気雰囲気下で所定の温度に設定し、表示温度が一定となってから 60 分間加熱処理し、その後大気中に取り出して冷却して得た。加圧雰囲気下での熱重合は加熱加圧容器に試験片を入れ酸素ガスを圧力 25kg/cm<sup>2</sup> とし、圧力容器をそのまま所定の温度にて 90 分間熱処理を行なった。このときの容器内は所定温度で、約 60 分間処理されたことに対応する。大気温度まで、冷却後熱重合被膜を取出した。光重合被膜は出力 15W の低圧水銀ランプで得られる UV 光を 30 分間照射して得た。

### 2-4 測定及び評価

鉄基板に成膜した FRTD 被膜の化学構造は X線光電子分光分析 (XPS: アルバックファイ (株) 製 PHI-5600) および FT-IR (日本分光 (株) 製 JASCO-8900) により解析した。XPS の測定面積は 800 μm とし、光電子取り出し角度を 70° とした。XPS スペクトルのケミカルシフトは表面汚染炭素 (C-C 結合) の束縛エネルギーを基準 (285.0eV) として求めた。FT-IR は分解能を 4cm<sup>-1</sup> とし、100 回のスキャンを積算してスペクトルを得た。また、撥水性確認のための接触角測定にはゴニオメータ式接触角測定装置を用いて行った。膜表面の形状は表面形状は市販の AFM (セイコーインスツルメント (株) 製 SPM-500) のタッピングモードにより観察した。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 熱重合

鉄基板に約 200nm 成膜した FRTD 被膜を大気中で 120 から 180 まで 10 間隔で熱処理した FTIR-RAS チャート図 1 に示す。加熱温度が 160 までは 1601cm<sup>-1</sup> の単分子構造を示すトリアジン環のピークがみられるが、170 以上では単分子構造を示す 1601cm<sup>-1</sup> のトリアジン環ピークは消え高分子構造を示す 1550cm<sup>-1</sup> にシフトしていることがわかる。FRTD は加熱により重合し、その重合開始温度は 170 付近であることがわかった。しかしながら吸光度は徐々に小さくなっていることから被膜の熱脱離が熱重合と同時に起こっていることが考えられる。そこで加熱による被膜の膜厚変化を調べた。図 2 に FRTD と従来のアルキル鎖を有するトリアジンチオール DB の加熱による膜厚変化を示す。DB は約 110 から熱脱離が始まり、DB では約 140 から膜厚減少が見られない。FTIR により DB は 130 から重合していることから、重合に伴い熱脱離は抑制されていることがわかった。一方、FRTD では約 110 から熱脱離が始まるものの、約 140 での膜厚は、数 nm と、ほとんどの蒸着分子は脱離し、ほぼ単分子程度の残留であることがわかった。FRTD は熱重合反応より、熱脱離反応が優先することを示唆している。このことは従来のトリアジンチオールでは可能な熱重合は、FRTD では困難な処理技術であることを示唆する。

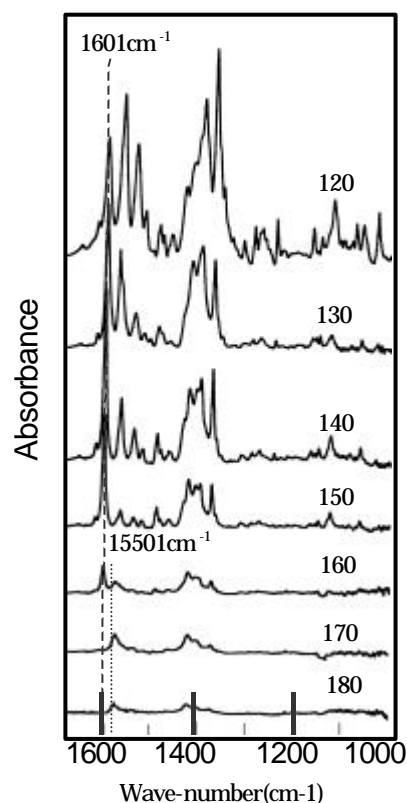


図 1 熱処理温度による FRTD 被膜の FTIR-RAS チャート

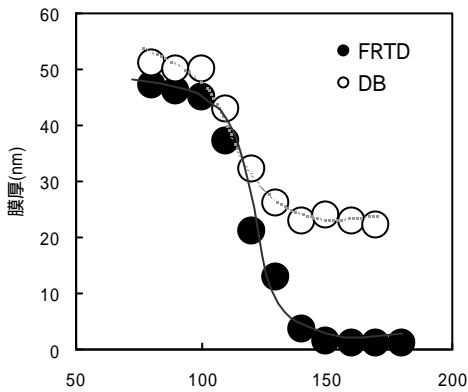


図2 FRTDとDB被膜加熱温度による膜厚変化

### 3 - 2 加圧熱重合

次に、加熱による熱脱離を抑制し、より効率的な熱重合反応が起こることを期待し、雰囲気を加圧することとした。加圧する雰囲気ガスは酸化反応を促進させると考えられる酸素を用いた。図3には酸素にて25kg/cm<sup>2</sup>に加圧雰囲気下で加熱したFRTD被膜の膜厚変化を示す。大気および加圧雰囲気共に、約110から膜厚減少し始め、約140における膜厚変化に差が見られ、大気条件に比べ、加圧雰囲気条件での膜厚残存量が大きいことがわかる。加圧によって雰囲気に多く存在する酸素ガスに活発化する熱運動FRTD分子が衝突することによって、熱脱離を抑制していると考えられる。加圧された酸素ガスでは熱重合効率は思わしくないことがわかった。しかしながら、FRTD被膜の熱脱離を抑制する物質を被覆等することによって熱脱離をおさえ、効率的な熱重合を引き起こす処理方法があることを示唆する有用な結果であると考えられる。

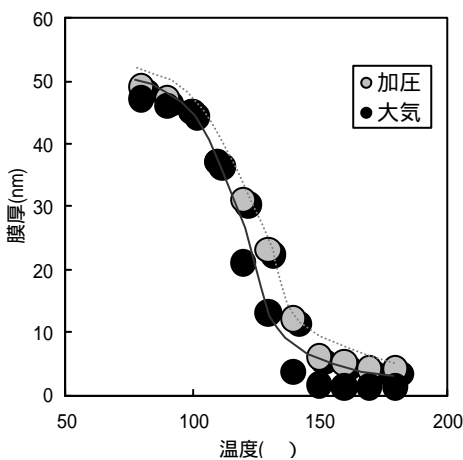


図3 雰囲気によるFRTD被膜の加熱温度による膜厚変化

### 3 - 3 光重合

熱以外の重合手法として、光照射も有効である。ここでは15W出力の低圧水銀ランプによって得られるUV光を照射した。図4に照射時間による膜厚変化を示す。UV照射による膜厚減少は確認されることがわかった。この被膜をFTIRにて解析すると照射10分程度で重合構造を示すことが確認される。さらに、15分間UV照射した被膜をTHFに浸漬すると、被膜の溶解は見られなかった。トリアジンチオール化合物は3次元架橋するとTHF(テトラヒドロフラン)に不溶となることが知られており、UV照射15分程度で高度に重合反応した被膜が得られることがわかった。

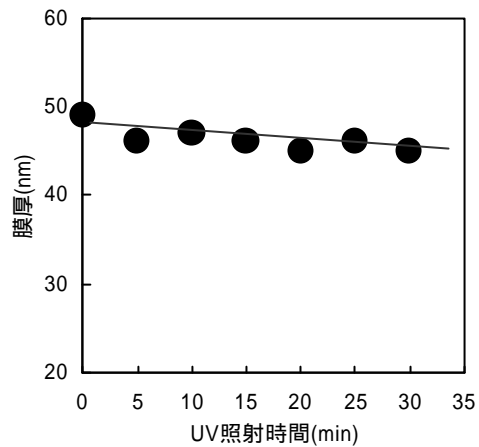


図4 UV照射時間によるFRTD被膜の膜厚

### 3 - 4 各種重合処理による被膜特性

FRTD被膜の重合処理として光照射が最も有用であることが確認できた。ここでは光照射被膜の特性評価として水に対する接触角測定結果を示す。接触角が大きいと、表面エネルギーが小さく水に濡れにくいことを示し、腐食の1要因としての水との接触を防止できることを示す。図5にFRTD被膜の接触角測定結果を示し、比較として各種重合被膜の測定結果も併記する。ここで未処理は基材鉄表面を示す。鉄表面の接触角より全ての被膜の接触角が大きく、大気加熱、加圧加熱、UV照射の順で大きくなることがわかった。UV照射被膜においては154°と超撥水性を示すこともわかった。



図5 各種重合処理したFRTD被膜の接触角

超撥水性を示す原因を追求することは更なる性能向上の考察として役立つと考えられる。そこで、化学的評価として表面の化学構造を XPS により調査し、物理的評価として表面形態を AFM により調査した。図 6 には、各種重合処理を行なった FRTD 被膜の C1s ピークを示す XPS スペクトルを示す。接触角が大きくなるに従い、表面エネルギーの小さな第3級フッ素官能基のピーク強度が相対的に増加していることがわかった。

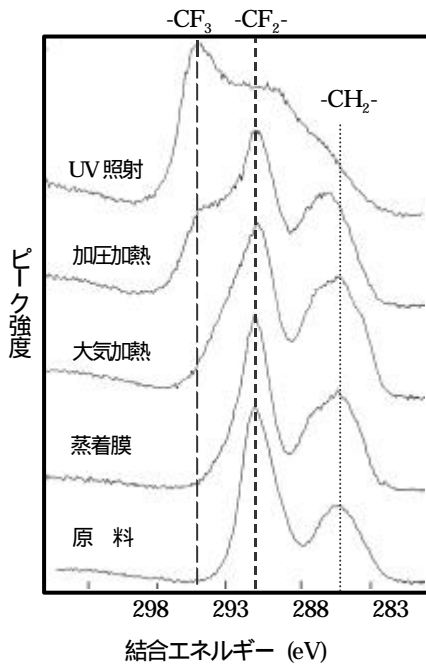


図6 FRTD 被膜の C1s ピークを示す XPS スペクトル

接触角が大きくなると撥水性が発揮される原因の一つとして、表面の化学効果が発揮されていることを示唆している。

#### 4 結 言

FRTD 真空蒸着法により被膜を作製し、その重合処理方法について検討した。重合処理としては熱重合、加圧熱重合および光重合方法について検討した。その結果、真空蒸着被膜の重合処理の中で、UV 照射による重合処理方法が最も被膜の歩留まりがよく、超撥水表面形成する手法であることがわかった。また、この被膜が超撥水機能を発現する原因も解明された。

本研究は平成 13 年度特定産業集積活性化支援強化事業により実施した。

#### 文 献

- 1) 鈴木一孝, 橘 秀一, 根守 章, 小向隆志, 佐々木英幸, 穴沢 靖, 佐々木秀幸, 吉田敏裕, 酒井晃二: 岩手県工業技術センター研究報告, 5, 71 (1998)
- 2) 鈴木一孝, 川村 智: 岩手県工業技術センター研究報告, 6, 61(1999)
- 3) 鈴木一孝, 川村 智: 岩手県工業技術センター研究報告, 7, (2000)
- 4) 鈴木一孝, 川村 智: 岩手県工業技術センター研究報告, 8, (2001)

## トリアジンチオール蒸着膜の重合に及ぼす磁場効果\*

鈴木 一孝\*\*、森 邦夫\*\*\*、叶 榮彬\*\*\*\*

ネオジウム合金磁石を使って機械構造用炭素鋼材を磁化した基板にジブチルアミノトリアジンチオール化合物(DB)とジオクチルアミノトリアジンチオール化合物(DO)を蒸着し、その熱重合性、光重合性について検討した。その結果、DBはDOに比べ熱重合と光重合方法とで磁場効果は見られなかった。DOは熱重合しにくくなるが、光重合により顕著な磁場効果が確認された。成膜原料の化学構造により磁場効果の影響があることがわかった。

キーワード：トリアジンチオール，真空蒸着法，重合，磁場

## Effect of Magnetic Field on Polymerization of Vapor-Deposited Thin Films of the Triazine-dithiol Derivatives

SUZUKI Kazunori, MORI Kunio and Ye Ronbin

Films of Triazine-dithiol derivatives were formed on the metal Fe substrate by the conventional vacuum deposition method in the magnetic field. The films were heated and irradiated with UV light in air. Polymerization yield of the films were investigated using Thickness measurement. The results showed that the DO was easily photo-polymerized as far as the magnetic field was strong.

key words : triazine thiol , vacuum deposition , polymerization , magnetic field

### 1 緒 言

多くの工業材料の表面改質として、ナノオーダーの超薄膜技術が必要とされている<sup>1)</sup>。特に有機薄膜による超薄膜化技術が注目されている<sup>2)</sup>。有機超薄膜の機能化として、膜を構成する有機分子の配向・配列制御する技術確立が重要なキーテクノロジーである。著者らは真空蒸着法により、有機分子を配向・配列制御した被膜成膜する技術確立に努めてきたが、従来の方法では有機分子の配向・配列制御する技術には限界があることがわかってきた<sup>3)</sup>。そこで本研究では、ここ数年岩手県内の研究者が進めている磁場に関する研究を活用し、磁場によって有機薄膜を構成する有機分子の膜制御技術の確立をねらいと

し、磁場によるトリアジンチオール誘導体の成膜性について検討した。ここでは昨今の超伝導ブームを引き起こした数~数十テスラ(T)程度の磁場ではなく、成膜現場で取り扱いが容易な、永久磁石として最も強度が得られるネオジウム合金磁石(0.45T)を使った。磁気処理した鉄基板に成膜したトリアジンチオール蒸着膜を、重合処理方法を変えて処理した場合の重合に及ぼす磁場効果の有無を調べたので、その結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 成膜材料と基板

寸法を2mm×20mm×20mmとする機械構造用炭素鋼材

\* 地域共同研究型結集事業

\*\* 化学部

\*\*\* 岩手大学 工学部

\*\*\*\* 財団法人 いわて産業振興センター



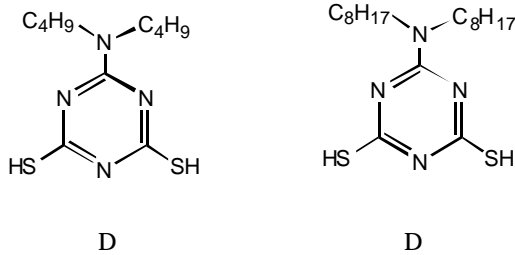


図1 トリアジンチオール誘導体の化学構造

(S45C: JIS G 4051およびJIS G 3193に規定)を、1 μmのダイヤモンド粉を分散したパフで研磨した成膜基板を使用した。成膜原料はジオクチルアミノトリアジンチオール(DO)とジブチルアミノトリアジンチオール(DB)である。その化学構造式を図1に示す。

### 2-2 成膜方法と重合方法

成膜は、到達真空度を $5 \times 10^{-4}$  Paとし、基板温度は所定の温度に設定した後約30分間放置し、成膜速度を水晶振動子でモニターし約0.02nm/secとし、所定の膜厚とした。市販のネオジウム磁石(30×5mm, 表面磁束密度: 0.45T)を使用した成膜の概要は図2に示すとおりである。磁場強度は磁石の直列重ね合わせ数により調整し、得られた基板の表面磁束密度は磁束計(島津理化器械株式会社 磁束計TM-501)により計測したところ、磁石1, 2, および3個で基板表面の磁束密度はそれぞれ0.18, 0.23, および0.28Tであった。磁石を取り外した後、得られた被膜の熱重合は、所定の温度に設定した大気雰囲気電気炉に60分間放置した後、大気にて放置冷却して得た。また光重合は、

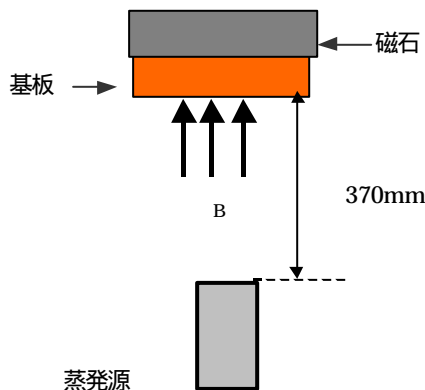


図2 成膜の概要

照射距離を60mmとし、市販の波長切り替え型ハンディUVランプ(井内盛栄堂株製: SLUV-8 高圧水銀ランプ)によって得られる紫外光を照射し重合被膜とした。

### 2-3 有機蒸着薄膜の評価・分析

膜厚測定はエリプソメーターを使い、DO被膜の屈折率を1.59、DBのそれを1.64とし、5回の計測の算術平均値から求めた。被膜形態は、原子間力顕微鏡のタッピングモードにより観察を行った。被膜の重合率はメタノール溶媒に24時間浸漬した前後の膜厚をエリプソメーターにより計測して残存率から算出して求めた。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 膜厚

真空蒸着時の被膜形成過程に磁場効果が見られるとすると、膜厚にも何らかの影響があると考えられる。図3はDOとDBとを磁場強度を変えたFe基板に水晶振動子でモニターし約20nm成膜した被膜を作製してその膜厚をエリプソメーターで計測した結果を示した。DB被膜では磁場強度に関係なく膜厚変化が見られない。一方DOでは、基板の磁場強度と共に膜厚が薄くなる傾向にあることがわかる。この結果は、分子鎖の長い置換基が存在するDO分子において何らかの磁場効果があることを示している。磁場により分子配向・配列して成膜し、分子密度が高くなっているために膜厚が小さく計測されたと考えられる。この分子鎖の長いDO分子において、磁気処理した基板を使うことにより分子配向・配列したとするならば、分子間力により見かけの平衡蒸気圧は低くなり、基板からの熱脱離も起こりにくくなると推測される。そこで磁場の有無による熱脱離性を調べることとした。

### 3-2 熱脱離性

鉄基板表面の磁場強度を0.23Tとした場合と無磁場の場合で蒸着成膜時に基板加熱して得られた被膜の熱脱離性を調べた結果を図4に示す。DB被膜の場合、基板加熱温度が40前後から熱脱離が起こり、膜厚が減少することがわかる。80前後からは熱脱離も起こりにくいと考えられ、膜厚減少もほぼ平衡状態となることがわかる。磁場によるDB被膜の膜厚変化に違いはなく、磁場の影響はないと考えられる。一方、磁場強度による膜厚変化で違いがみられたDOの場合、基板温度が60前後から膜厚の減少が見られる。磁場の影響により膜厚減少の挙動が異なり、磁場雰囲気成膜した場合の方が無磁場の場合に比べて、膜厚減少が小さいことがわかる。また、図5にはDO被膜の基板加熱によって変化する被膜形態をAFMにて観察した結果を示す。基板温度が60の場合、無磁場で成膜した被膜では基板上での熱脱離あるいは拡散運動により分子凝集したドメインが見られるが、磁場中で成膜した場合では大きな被膜形態の乱れがないことがわかる。

トリアジンチオール蒸着膜の重合に及ぼす磁場効果

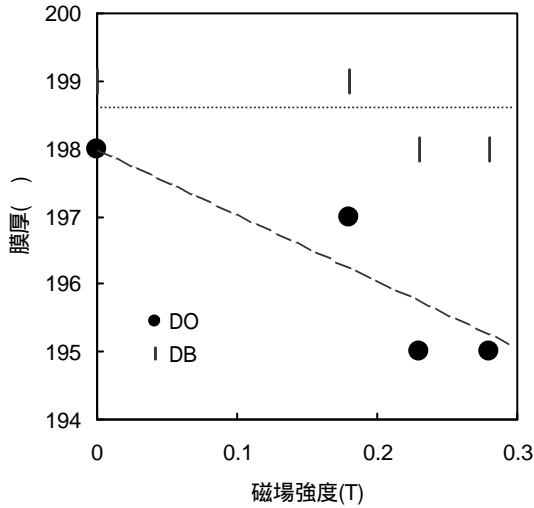


図3 有機蒸着膜厚に及ぼす磁場効果

これらの結果は、磁場雰囲気中で成膜した場合、被膜を構成する分子の熱運動が起こりにくいこと、あるいは熱脱離が起こりにくいことを示唆している。この分子運動性や熱脱離性の違いは、有機分子の配向性と関係があり、配向・配列、結晶性がよいため、分子運動、熱脱離に要するエネルギーが高いことに起因すると考えられる。

真空蒸着法により得られた被膜が磁場効果により分子の配向・配列、あるいは結晶性が向上したならば、分子間反応する官能基間も近接し、被膜の重合率にも影響すると考えられる。そこで次に磁場中で成膜した被膜を重合反応させ、その重合率を調べることとした。ここでは重合処理方法として熱重合と光重合の反応率について調べることにした。

3-3 熱重合

鉄基板表面の磁場強度を0.23Tとした場合と無磁場の場合で蒸着成膜した後、温度設定した大気雰囲気中の電気炉で熱重合した被膜の重合率を調べた結果を図6に示す。DBとDOとで共に加熱温度が80以上で、温度上昇と共に重合率が高くなっていることがわかる。DBとDOとで重合率の変化に違いが見られる。加熱温度の上昇に起因して重合率の上昇はDB被膜の方が大きいことがわかる。またDBは磁場中で成膜した被膜の方が重合率の上昇が早く、120前後でほぼ100%の重合率を示す。一方、DOでは無磁場の方が磁場中で成膜した被膜に比べて、重合率の上昇が大きくなっていることがわかる。磁場中で得られたDO被膜は100前後では無磁場で得られた被膜より重合率が高いものの、その後温度上昇と共に、重合率は逆転し、無磁場で得られた被膜の方が重合率が高いことがわかった。

この結果は、磁場で得られた被膜では分子の配向・配列が起こっており、分子鎖の短いDBでは反応までの熱拡散距離が小さく

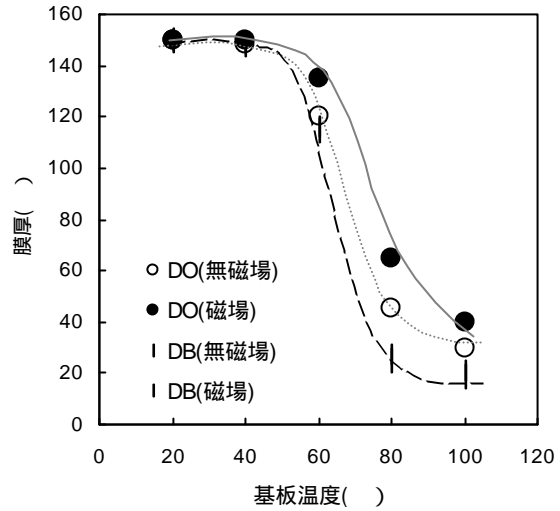


図4 DBとDOの基板温度の膜厚変化に及ぼす磁場効果

でも、反応することが可能であったためと説明される。DOの場合も磁場で得られた被膜が比較的低温で重合しやすいことから、配向・配列した領域での重合反応が起こっていることを示唆していると考えられる。しかしながら分子間力による凝集分子を形成しやすい分子鎖の長いDOでは、反応基(ここではチオール基)間が近接するまでの熱拡散にエネルギーを要するため、無磁場の被膜に比べて、加熱温度により、重合が起こり難くなったと説明される。

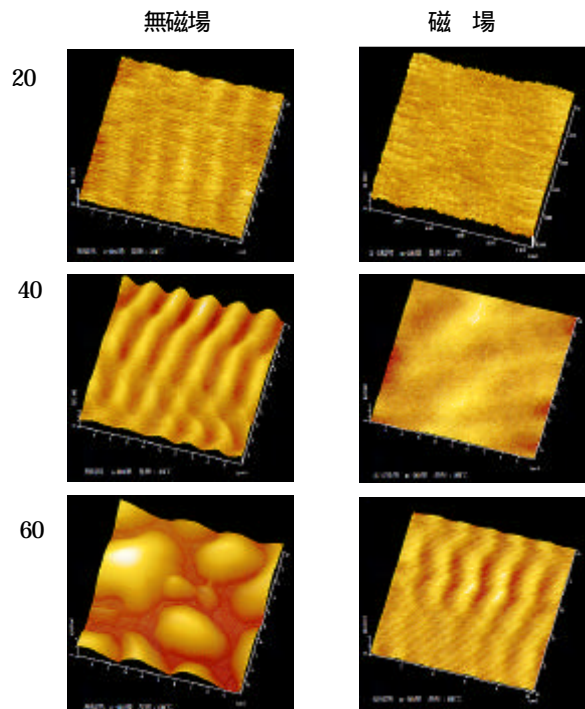


図5 真空蒸着中の基板加熱における磁場効果を示すDO被膜のAFM像

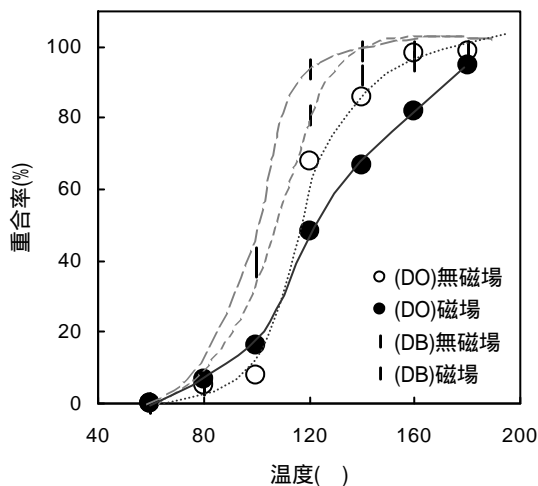


図6 DBとDOの熱重合に及ぼす磁場効果

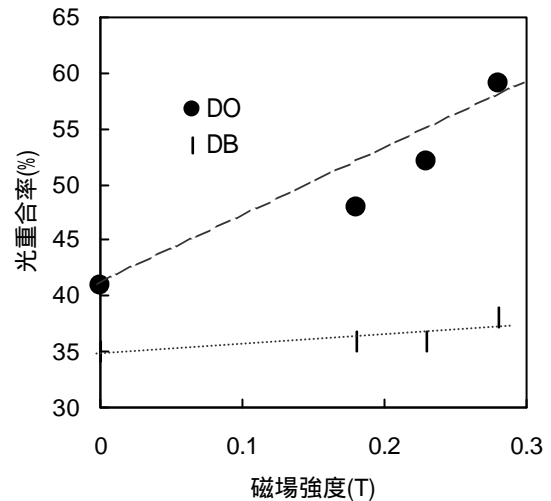


図7 磁場強度による光重合率

### 3-4 光重合

熱重合の場合、熱脱離と重合反応が競争的であり、被膜の歩留まりが悪く、実用的な手法ではないと結論される。そこで次に光重合について検討することとした。図7は磁場強度を変えて得られたDBとDO被膜に高圧水銀ランプで得られる紫外(UV)光を照射して得られる光重合膜の重合率を調べた結果である。光重合率は磁場強度が強くなるに伴い、DBでは大きな変化は見られないが、DOでは無磁場で41%であったのが、磁場強度に伴い46、52、62%と重合しやすくなっていることがわかった。重合効率の向上は、熱重合とは異なり、分子の拡散が考えられないことから、磁場による分子配向・配列性に起因すると考えられる。DO被膜においてUV照射による重合被膜に、磁場効果が確認された。

### 4 結 言

トリアジンチオール化合物としてDOとDBを使い、磁場中で得られた蒸着被膜と無磁場で得られた蒸着被膜とを作製し、その被膜の膜厚、熱脱離性、熱重合および光重合について調べた。DBは熱重合では、磁場効果が見られるものの、磁場の有無にかかわらず膜厚、熱脱離および光重合に影響されることがわかった。DO被膜では、磁場強度により膜厚が小さくなること、熱脱離しにくくなること、熱重合しにくくなること、光重合しやすくなることなど、磁場により被膜特性が変わることがわかった。これらの結果から、成膜原料の化学構造により

真空蒸着法による有機薄膜の特性に磁場の影響があることがわかった。磁場活用は、真空蒸着法による有機薄膜の実用化への新たな手法としての期待がもてることが示された。

本研究は平成13年度岩手県地域結集型共同研究事業により実施した。

### 文 献

- 1) 有機超薄膜作製技術調査専門委員会編, 電気学会技術報告, 2, 420, (1992)
- 2) 矢部明, 谷口 雄, 増原 宏, 松田宏雄, 培風館, 有機超薄膜入門, (1995)
- 3) 鈴木一孝, 橘 秀一, 根守 章, 小向隆志, 佐々木英幸, 穴沢 靖, 佐々木秀幸, 吉田敏裕, 酒井晃二: 岩手県工業技術センター研究報告, 5, 71 (1998)
- 4) 鈴木一孝, 川村 智: 岩手県工業技術センター研究報告, 6, 61 (1999)
- 5) 鈴木一孝, 川村 智: 岩手県工業技術センター研究報告, 7, (2000)
- 6) 鈴木一孝, 川村 智: 岩手県工業技術センター研究報告, 8, (2001)

# 低温環境下における水系塗料の塗膜性能に関する研究\*

穴沢 靖\*\*

塗料に含まれる有機溶剤量の低減化を図りながら、冬期間の低温環境下でも塗膜欠陥がなく、下地（コンクリート等）との安定した付着性が得られる水系下塗り塗料（シーラー）の開発を目的に、各種水系塗料用材料を用いて、耐久性試験等を行いながらその施工適正や塗膜性能の検討を行った。その結果、有機・無機複合タイプ（O）のシーラーが、溶剤型シーラの代替材料としての可能性が高いと考えられた。

キーワード：水系塗料、低温、付着強度

## Waterborne Coating Film Properties at a Low- Temperature

ANAZAWA Yasushi

For the development of the waterborne undercoating (sealer) with a lowpercentage of organic solvent content that creates no defects with the coating properties at a low temperature during a winter and provides stableadhesion properties against a ground such as concrete. Resistance tests were conducted for various materials of waterborne coating to evaluate application suitability and coating properties. The tests revealed that a water-soluble resin sealer (type W) and a sealer containing both organic and inorganic substances (type O) provided the same level of coating properties such as film formation and adhesive strength as a solvent type sealer even at a low temperature. Although type W, a water-soluble resin sealer, demonstrates a good properties, it contains a high percentage of organic solvent as water coating. Therefore, it is not desirable for an actual use. It is concluded that Type O sealer that is a mixture of organic and inorganic substances has a great potential to be used as a substitute of solvent-type sealer.

key words : waterborne coating, low-temperature, adhesive strength

### 1 緒 言

地球規模での環境が問題となっている中で、建築塗装業界でも溶剤系塗料から水系塗料への転換が迫られている。建築構造物等に用いられる水系塗料は溶剤系塗料と比べ、耐久性が低い。乾燥性の問題から、施工効率が悪い。低温での作業性や造膜性が悪い。等の短所があり、溶剤系塗料が使用されるケースは依然として多い。特に、岩手県は冬期間の寒さが厳しく、水系塗料による施工が基本的に難しい気象条件であることから、公共工事等が集中する年度末（1、2、3月）は、溶剤系塗料による施工で対応しているのが現状である。しかし、有機溶剤の低減化は急務であることから、冬期間の低温環境下でも安定した施工や乾燥のできる水系塗料の開発が望まれている。昨年度、県内で最も多く使用されている汎用水系塗料の付着性や耐久性等の塗膜性能に及ぼす温度の影響について、溶剤系塗料と比較を行いながら検討し

た。その結果、汎用水系塗料では、特に0 以下で、塗膜の割れや剥がれ、付着強度が著しく低下する等の塗膜欠陥が発生し、0 以下の低温環境下における施工工事では、溶剤系塗料に頼らざるを得ない状況であることが把握できた。<sup>1)</sup> そこで今年度は、塗料に含まれる有機溶剤量の低減化を図りながら、冬期間の低温環境下でも塗膜欠陥がなく、下地（コンクリート等）との安定した付着性が得られる水系下塗り塗料（シーラー）の開発を目的に、各種水系塗料用材料を用いて、耐久性試験等<sup>2)</sup>を行いながらその施工適正や塗膜性能の検討を行ったので以下に報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 供試材料

試験片はJIS-A-6909に規定されている 150×50×4mm の石綿スレート板を用いた。下塗り塗料（シーラー）と

\* 低温環境下における水系塗料の塗膜性能に関する研究（第二報）

\*\* 化学部

しては、0 以下の低温環境における造膜性や付着性において、安定した施工や乾燥が期待できる水系材料<sup>3-4)</sup>の中から性状の異なった5種類の材料を用いた。また、比較のため、汎用溶剤型下塗り塗料（アクリル樹脂シーラー）を用いた。表1にシーラーの種類および記号を示す。さらに、上塗り塗料としては、水系アクリル樹脂単層弾性塗材を用いた。（以下、下塗り塗料については記号で記す。）

### 2-2 試験片の作成

環境試験室の温度設定は、20、5、0、-5の4条件、湿度設定はすべて65%で行った。図1に実験のフローチャートを示す。なお、試験片、塗料等は環境試験室の設定雰囲気中に24時間保管した後、それぞれ下塗りを行い24時間放置した。またその後仕上げ塗りをを行い、同じ雰囲気中で48時間乾燥し試験片とした。

### 2-3 表面観察

常温時（20）、低温時（-5）における5種類のシーラーの造膜性を比較するため、電子顕微鏡による表面観察を行った。

### 2-4 塗膜性能試験

環境試験室において各温度条件下で作成した試験片に一次試験として、促進耐候性試験、耐湿試験、寒熱サイクル試験の3種類の環境試験を行った。また、二次試験としてアドヒロプルゲージ（最大荷重：200kgf）による付着強度の測定<sup>5)</sup>を行い、それぞれのシーラーによる効果について検討を行った。なお、付着強度の比較に用いた値は、同一条件における3枚の試験片から得られた付着強度の平均値である。表2に環境試験に用いた試験機及び試験条件を示す。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 表面の観察結果

図2に20及び-5の温度条件で、5種類のシーラーを

スレート板に塗布し、その表面状態を観察した結果を示す。なお、比較のために、汎用溶剤型アクリル樹脂シーラー（S）の観察も行った。まず、Sにおいては、20、-5のどちらの温度条件でも正常に造膜しており、低温でも問題なく使用できることがわかる。Cにおいては、20で正常に造膜しているが、-5ではわずかにアワ又はハジキによるピンホールが発生しており、低温の影響が若干出ているものと考えられる。Tにおいては、20、-5のどちらでも全面にマイクロクラックが発生しており、上塗り塗料との付着性には効果的であるが、長期耐久性の点からは各種障害の原因になると考えられる。

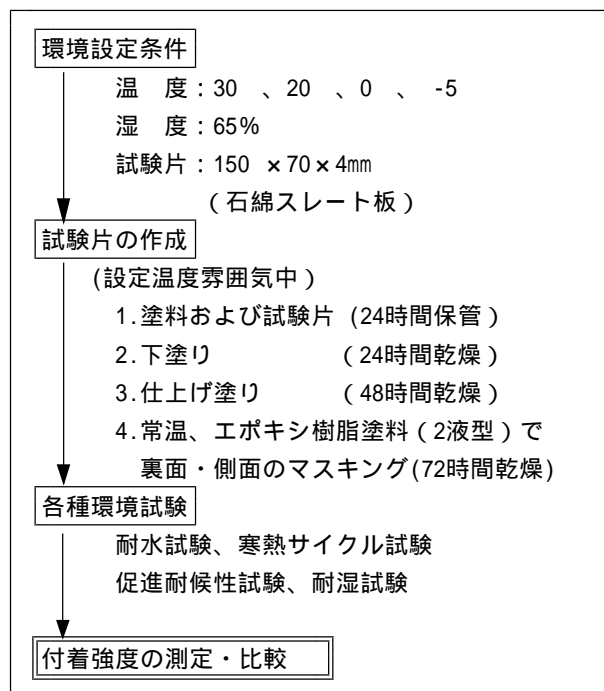


図1 環境試験室における実験のフローチャート

表1 シーラーの種類と記号

記号	シーラーの種類	主成分樹脂
C	カチオン型マイクロエマルジョンタイプ	アクリル樹脂
T	エマルジョンタイプ	アクリル樹脂
W	水溶性樹脂タイプ	アクリル樹脂
I	無機質タイプ	コロイダルシリカ
O	有機・無機複合タイプ	コロイダルシリカ、アクリル樹脂
S	溶剤タイプ	アクリル樹脂

表2 環境試験における使用機器名と使用条件

試験名	使用機器名	使用条件等
寒熱サイクル試験	温度差劣化試験機	1サイクル：-20 × 3H ~ 50 × 95%RH × 3H
耐湿試験	恒温恒湿試験機	温度：50、湿度：95%RH
促進耐候性試験	促進耐候性試験機	温度：60、湿度：60%RH、7 kwキセノンランプ

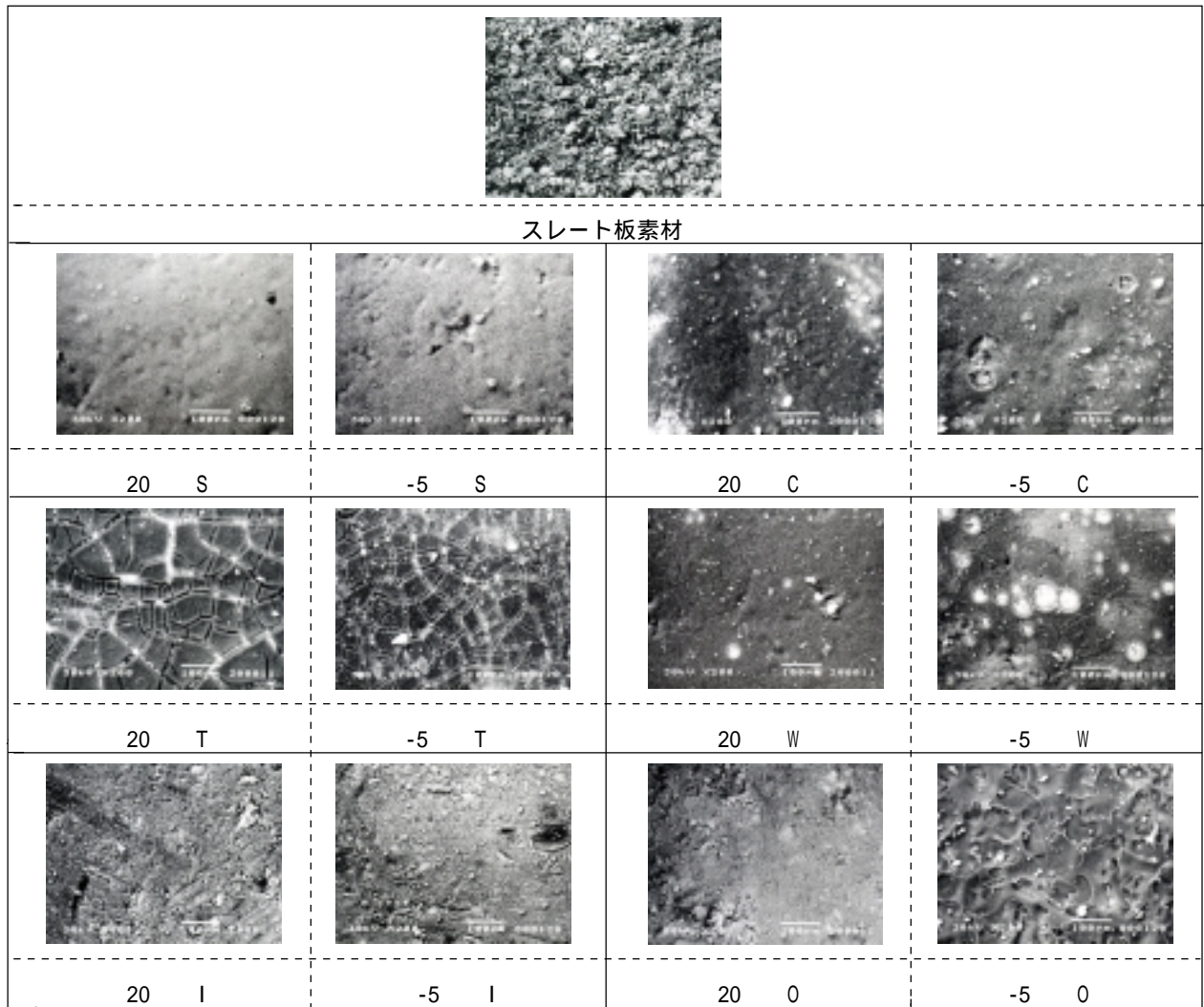


図2 20、-5における各種シーラーの表面観察結果

Wにおいては、20 で正常に造膜しているが、-5 ではアワ又はハジキによるピンホールが発生しており、低温の影響がでているものと考えられる。Iにおいては、20、-5 でもあまり造膜せず、緻密で強固な膜となっており、浸透性が良いシーラーであることが確認できる。Oにおいては、20 で正常に造膜しているが、-5 では塗装用具であるローラーの模様が残っており、低温の影響でシーラーの粘性が増加したことによるものと考えられる。

### 3-2 付着強度の測定結果

#### 3-2-1 付着初期値

図3に、20、0、-5の温度条件で作成した試験片の付着強度（初期値）測定結果を示す。上塗り塗料（水系アクリル樹脂単層弾性塗料）だけの付着強度は、温度の低下に伴い著しく低下する結果となり、0以下の低温では安定した付着強度が得られない。C以外のシーラーでも温度の低下に伴い付着強度が低下する結果となっているが、それほど大きな低下は見られない。Cは通常のエマルジョン粒子に比べ粒子径が小さく、下地面に対する浸透力が大きく、低温でも安定した付着強度を示すた

めと考えられる。また、0以下の温度では、すべてのシーラーで上塗り塗料単独の付着強度よりも大きい値を示していることから、明らかにシーラーの塗布効果によるものであることがわかる。特に、W、Oのシーラーにおいては、すべての温度で安定した大きな付着強度を示し、-5では上塗り塗料単独の付着強度の2倍以上の値を示した。Wは、樹脂をアルコールやグリコールエーテル類のような親水性溶剤に溶解した形で、水系とは言い

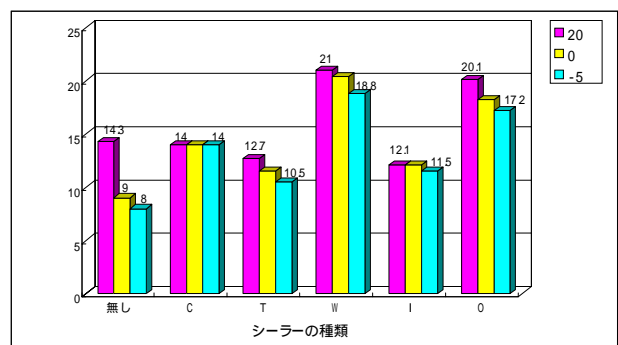


図3 各温度条件における付着強度の測定結果

ながらも、有機溶剤を多量に含むため、下地への浸透力が優れていることから、また、0は、コロイダルシリカの特性である下地への浸透性とアクリル樹脂の特性である柔軟性や造膜性を備えており、TやIのシーラーのようにそれぞれ単独に使用するよりも、相乗効果により付着性能が増すものと考えられる。

### 3-2-2 促進耐候性試験における付着強度

図4に、20、0、-5の温度条件で作成した試験片の促進耐候性試験における500時間、1000時間後の付着強度測定結果を示す。いずれのシーラーにおいても試験時間の増加に伴い付着強度は低下した。-5における1000時間後の付着強度が高い値を示したのは、Wと0のシーラーであったが、低下率はいずれのシーラーでもほぼ同じであることから、初期値が大きいほど有利であることがわかる。しかし、Iでは500時間後の付着強度の低下率が、また、Wでは1000後の低下率が大きく、それぞれ異なった劣化形態を示した。下地への浸透力の差によるものと考えられる。

### 3-2-3 耐湿試験における付着強度

図5に、20、0、-5の温度条件で作成した試験片の耐湿試験における200時間、500時間後の付着強度測定結果を示す。試験時間の増加とともに付着強度も低下する傾向を示しているが、その低下率は他の試験に比べ少ない。-5における500時間後の付着強度が高い値を示したのは、Wと0のシーラーで、初期の付着強度の値が大きいほど有利であることがわかる。C以外の他のシーラーにおいては、200時間以降の付着強度の低下はほとんどなく、上塗り塗料の耐水性がかなり影響することによるものと考えられる。

### 3-2-4 寒熱サイクル試験における付着強度

図6に、20、0、-5の温度条件で作成した試験片の寒熱サイクル試験における50サイクル、100サイクル後の付着強度測定結果を示す。いずれのシーラーにおいてもサイクル数の増加に伴い付着強度は低下する傾向を示すが、特に、Cでは、-5で作成した試験片の100サイクル後の付着強度が大きく低下し、低温における造膜性に問題があると考えられる。また、Wではその低下率が最も少なく、安定した付着強度を示した。安定した造膜性と大きな浸透性によるものと考えられる。

## 4 結 言

塗料に含まれる有機溶剤量の低減化を図りながら、冬期間の低温環境下でも塗膜欠陥がなく、下地（コンクリート等）との安定した付着性が得られる水系下塗り塗料（シーラー）の開発を目的に、各種水系塗料用材料を用いて、耐久性試験等を行いながらその施工適正や塗膜性能の検討を行った。その結果、水溶性樹脂タイプ(W)及び有機・無機複合タイプ(0)のシーラーが、低温環境下においても、汎用溶剤型シーラーと同様の塗膜性能（造膜性や付着強度）が得られた。しかし、水溶性樹脂タイ

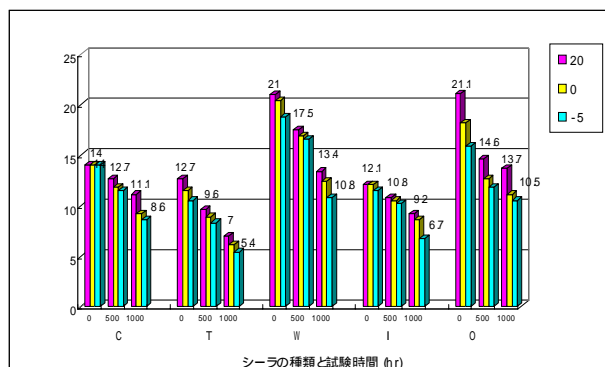


図4 促進耐候性試験における付着強度の測定結果

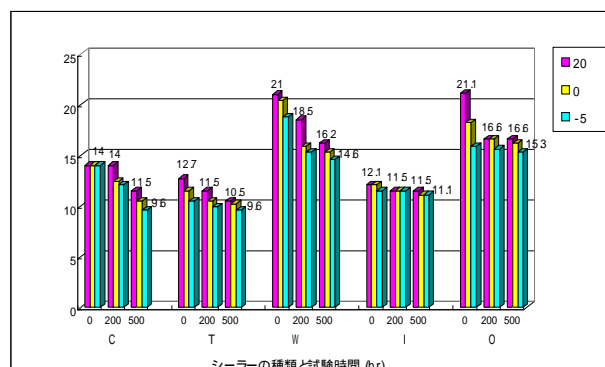


図5 耐水試験における付着強度の測定結果

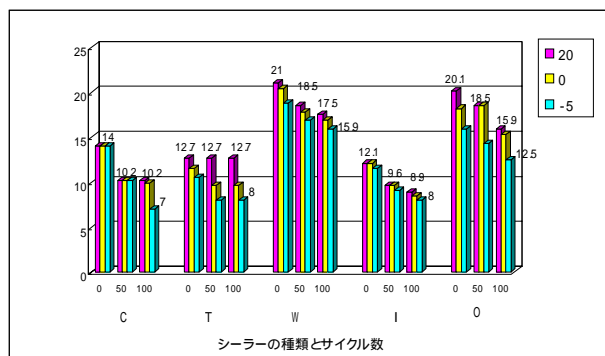


図6 寒熱サイクル試験における付着強度の測定結果

プ(W)のシーラーは、水系塗料の中でも有機溶剤を多く含むことから性能面で満足できたとしても利用するには問題があり、有機・無機複合タイプ(0)のシーラーが、溶剤型シーラーの代替材料としての可能性が高いと考えられる。

## 文 献

- 1) 穴沢 靖：岩手県工業技術センター研究報告, 8, 53 (2001)
- 2) 野村ただ慈：塗装技術, Vol.23, p.142 (1984)
- 3) 大西 清：塗装工学, Vol.28, No.9, p.355 (1993)
- 4) 曾我元昭：塗装工学, Vol.35, No.6, p.211 (2000)
- 5) 田中文之：塗装工学, Vol16, No.5, p.262 (1981)

## 代替フロン分解処理

今井 潤\*、小向隆志\*\*

代替フロンは、オゾン層を破壊しないが、地球温暖化係数が非常に高いため、使用量の削減が求められている。フロン回収破壊法が施行されたが、回収は十分に進んでいるとは言えない。簡便なフロン分解装置の開発の基礎研究として、摩擦化学反応による代替フロン分解の実験を行った。アルミナについて条件依存性を測定したが、十分に反応が早い条件を見つけることができなかった。他の金属および金属酸化物を用いて摩擦反応を行った結果、アルミニウムが高い反応性を示すことがわかった。  
キーワード：代替フロン、摩擦反応、アルミナ、アルミニウム

## The decomposition of hydrofluorocarbon by tribochemical reaction

IMAI Jun and KOMUKAI Takashi

Hydrofluorocarbons (HFC) have no Ozone Depletion Potential (ODP) but very high Global Warming Potential (GWP). The reduction of the amount of use of HFC is suggested by the Kyoto Protocol. Furon-kaisyuu-hakai-hou was carried into effect, but the amount of recover was not sufficient. The fundamental experiment of the tribochemical reaction between HFC's and metals and metal oxides were carried out for the development of simple HFC decomposition machine. The reaction of HFC-134a and alumina was analysed under various experimental conditions, but the reactivity was not sufficiently high. Aluminum showed relatively high activity for the decomposition of HFC-134a.

**key words : hydrofluorocarbon, tribochemical reaction, alumina, aluminum**

### 1 緒 言

代替フロンとは、オゾン層を破壊する塩素を含む(HCFC類)と塩素を含まない(HFC類)の2種類のフロンの総称である。塩素を含み、特にオゾン層破壊係数の高い特定フロンについては、すでに使用が禁止されており、塩素を含む代替フロンについては、2020年までには、先進国では全廃が予定されている。近年フロンガスによる地球温暖化への影響が懸念され始めている。オゾン層を破壊しないHFC類も、1997年の地球温暖化防止会議京都議定書において、排出削減対象物質にあげられている。昨年、家電リサイクル法の施行および2004年に予定されている自動車リサイクル法の施行により、エアコンなどの冷媒に使用されている代替フロンが大気中に放出されるのを防ぐため、昨年6月フロン回収破壊法が制定された。これによりフロン類を大気中に放出する事が禁じられ、回収が進められる。しかし回収されたものは、不純物が含まれる場合が多いため、分解されることになる。フロンは、非常に安定な物質であるため、燃焼するためには、非常に高温の焼却炉が必要であり、また排ガス中に腐食性の高い、フッ化水素や塩化水素が発生することが問題となってきた。フロンの分解の研究は、NEDOをはじめ様々な機関で、廃棄物混焼法、セメントキルン法、高温水蒸気法、プラズマ分解法、触媒分解法、紫外線分解法、リアクタークラッキング法などの研究が進められている。<sup>1,2)</sup>いずれの場合にも問題点があり最善の方法とはいえない。また設備が大規模になり、分解施設の数に限られるため、実際に運び込まれるフロンの量はまだまだ多くはない。フロン類の大気開放を防ぐには、貯蔵回収による

のではなく、フロンを抜き取ったその場で分解するのが最善の方法であると考えられる。

本研究では、既往の研究とは異なる摩擦化学反応を利用して、代替フロンの分解の実験を行い、小型フロン分解装置の開発の可能性について検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

代替フロンとしては、自動車エアコンの冷媒として主に使われているHFC-134a(1,1,1,2-テトラフルオロエタン,  $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{F}$ )を用いた。摩擦材としては、Al,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ (ルチル、アナターゼ),  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ , ZnO,  $\text{ZrO}_2$ , Sn, Wの粉末を用いた。110℃乾燥機中で1時間加熱前処理後、デシケータ中で放冷し、実験に使用した。

#### 2-2 実験装置

図1に示すガラス製真空ラインを作成した。摩擦材を1g導入した後、ロータリーポンプで真空排気した。その後HFC-134aを導入し、室温でガラスコート攪拌子とスターラーで攪拌し(荷重約10g)摩擦実験を行った。摩擦実験後の試料の表面をXPS(ULVAC-PHI ESCA5600)、気相成分の変化を赤外分光光度計(JASCO, FT/IR8900)で分析した。

#### 2-3 分析

試料は、インジウムに埋め込み、XPSスペクトルを測定した。帯電を防ぎ、分解能の良いスペクトルを得るために単色光化AlK $\alpha$ 線源を使用した。得られたスペクトルより元素の組成比を

\* 化学部(現在 岩手大学地域共同研究センター)

\*\* 化学部



計算し、摩擦材の金属元素に対するフッ素の割合を計算し、フロン分解の指標とした。

一方、実験終了後の気体を赤外分光光度計で測定したが、分解生成物に由来すると思われるスペクトルは得られなかった。

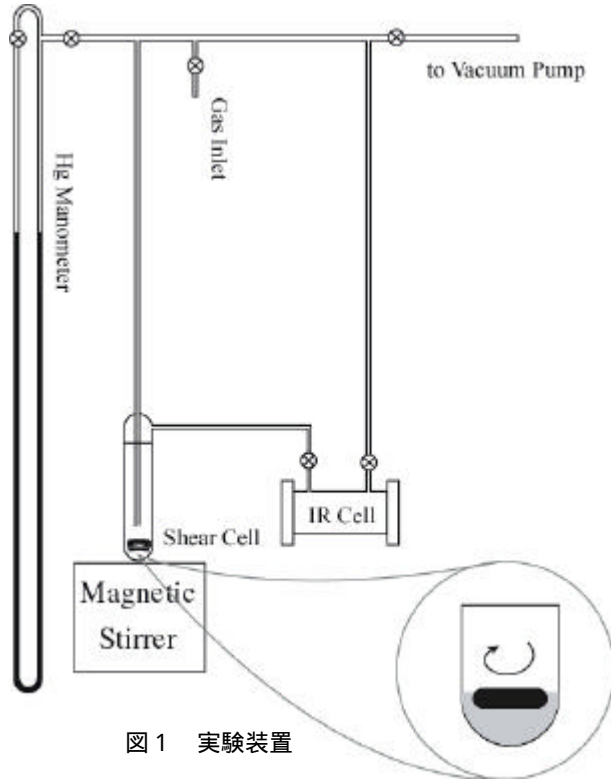


図1 実験装置

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 アルミナ上での摩擦反応

既往の研究により<sup>3-5)</sup>、摩擦条件下でHFC-134aと反応性が高いアルミナで最初に実験をおこなった。

真空ライン中に前処理したアルミナを入れ、HFC-134a 90kPa、攪拌子回転数 400rpm で60分間摩擦をおこなった。図2に摩擦前後のアルミナのXPSワイドスキャンスペクトルを示した。

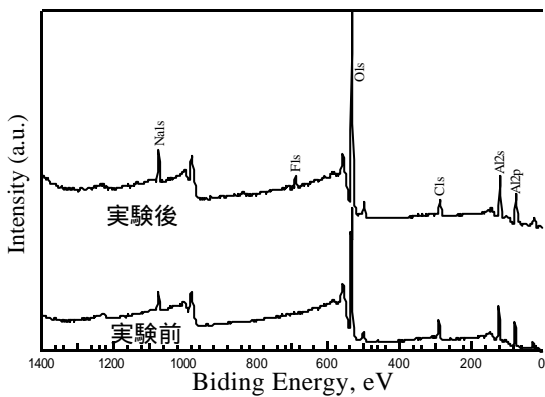


図2 XPSワイドスキャンスペクトル

HFC-134a 90kPa, 回転数 400rpm, 摩擦時間 60分

摩擦前には、炭素、酸素、アルミおよび不純物のナトリウムの

ピークのみ確認できるが、摩擦後にはこれらのピークに加えて、フッ素のピークが確認できる。摩擦をせずに、HFC-134aを導入のみの場合の試料からは、フッ素のピークは確認できないことから、このフッ素は、摩擦によりアルミナとHFC-134aが反応し導入されたものであることが確認された。図3, 4に摩擦前後のフッ素および炭素のXPSナロースペクトルを示した。摩擦後

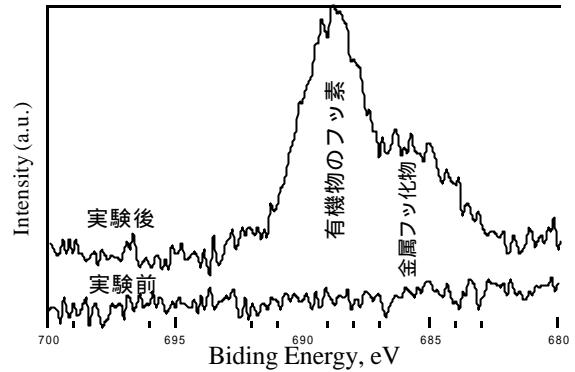


図3 F1s XPS スペクトル

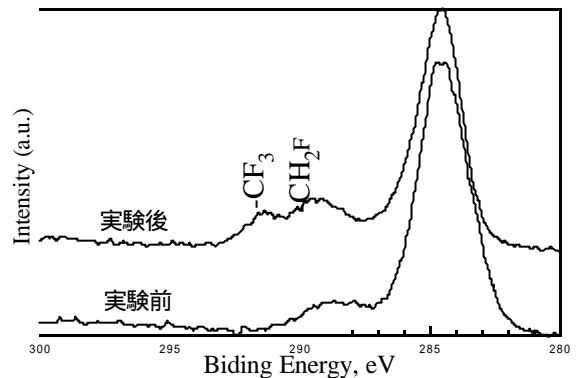


図4 C1s XPS スペクトル

のフッ素のピークは、1つではなく2つのピークが重なっていることがわかった。ピーク分離した結果、有機物のフッ素に由来するピーク(689eV)と金属フッ化物に由来するピーク(686eV)に帰属することができた。図4の摩擦後の炭素のXPSピークには292eV付近にピークがみられる。これは、CF<sub>3</sub>の炭素に由来するピークである。フッ素を含む有機物が表面に存在することが確認された。また金属フッ化物の金属はアルミニウムであり、表面にフッ化アルミニウムが生成していることが、アルミニウム(Al2p)のXPSスペクトルからも確認された。

#### 3-2 フロン分解反応の条件依存性

##### 3-2-1 摩擦時間依存性

図5にHFC-134aとアルミナの反応の摩擦時間依存性の結果を示した。有機物由来のフッ素も、金属フッ化物のフッ素も摩擦時間の増加とともに直線的に増加しており、60分の摩擦では、アルミナが十分にあるために、直線的に反応が進行していることがわかった。

##### 3-2-2 摩擦回転数依存性

図6に摩擦回転数（摩擦速度）を変化させたときのフッ素量の変化を示した。有機物由来のフッ素および金属フッ化物のフッ素ともに回転数の増加につれ、増加する結果となった。しかし400rpm程度までの回転数の上昇は効果が大きいのが、それ以上、回転数を増加させても、あまり大きな反応性の向上はみられなかった。

### 3-2-3 導入圧力依存性

図7にフッ素量の圧力依存性を示した。圧力増加に伴い、有機物由来のフッ素および金属フッ化物のフッ素も増加する結果となった。圧力を増加させても、著しく反応性を向上させることはできなかった。また有機系のフッ素と金属フッ化物の生成割合もどの様な条件でもあまり変化がなかった。

以上の結果、いずれの場合においても、実用化するには反応性が低すぎる。このため、アルミナ以外の摩擦材について検討した。

### 3-3 摩擦材の種類による摩擦反応の変化

摩擦材を変えた場合の表面のフッ素量を図8に示した。試みた試料のなかでは、アルミニウム粉末のみがHFC-134aと反応した。アルミナを摩擦した場合よりも反応性が高くなった。また反応生成物も、アルミナを摩擦した場合には、有機物のフッ素の割合が多かったが、アルミニウムを摩擦した場合には、フッ化アルミニウムの方が多く生成した。

## 4 結 言

新しい代替フロンの分解方法について検討するために、アルミナを初めとして、10種類の金属及び金属酸化物を用いて、摩擦化学反応実験をおこなった。アルミナとの反応について、摩擦反応条件を詳しく検討したが、反応性は高くないことがわかった。他の摩擦材を検討した結果、アルミニウムが比較的高い反応性を示すことが分かった。今後は、アルミニウムの摩擦反応によるフロンの分解について、摩擦条件や温度条件を変えて検討する予定である。

## 文 献

- 1) 新エネルギー・産業技術総合開発機構 HP (<http://www.nedo.go.jp/>)
- 2) 特許庁 HP 代替フロン・フロン無害化技術 (<http://www.jpo.go.jp>)
- 3) P-H. Cong, N. Kashihara, J. Imai, and S. Mori, Wear Vol. 247, No. 2, pp. 202-207, 2001
- 4) P. Cong, J. Imai and S. Mori, Wear, Vol. 249, pp. 143-149, 2001
- 5) J. Imai, W. Shimamoto and S. Mori, Wear, to be submitted.

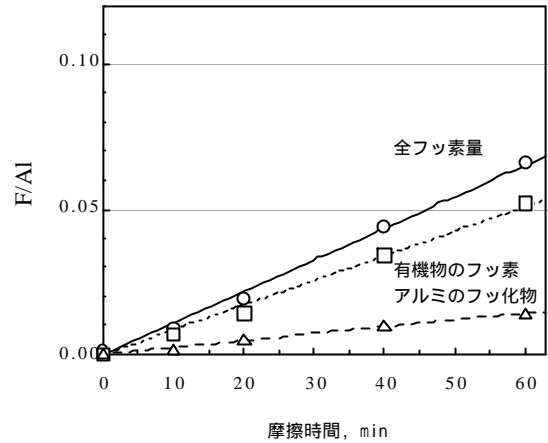


図5 摩擦時間依存性  
HFC-134a 90kPa, 回転数 400rpm

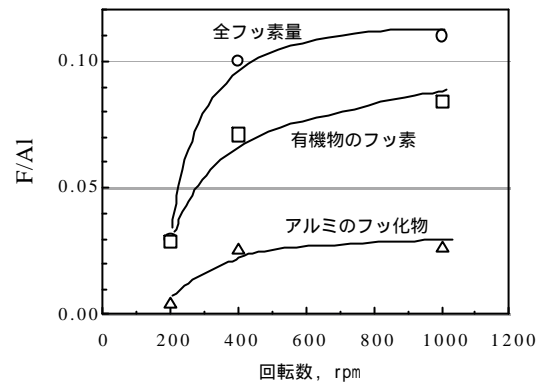


図6 回転数依存  
HFC-134a 90kPa, 摩擦時間 60分

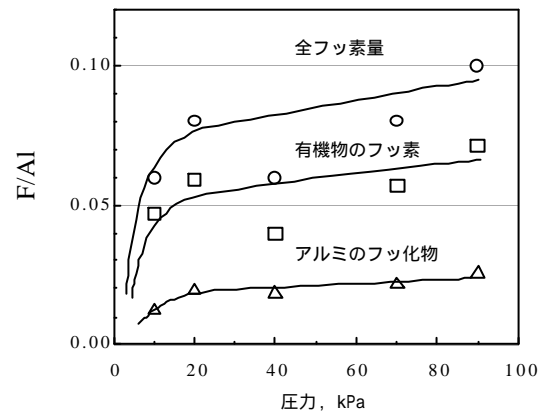


図7 圧力依存性  
回転数 400rpm, 摩擦時間 60分

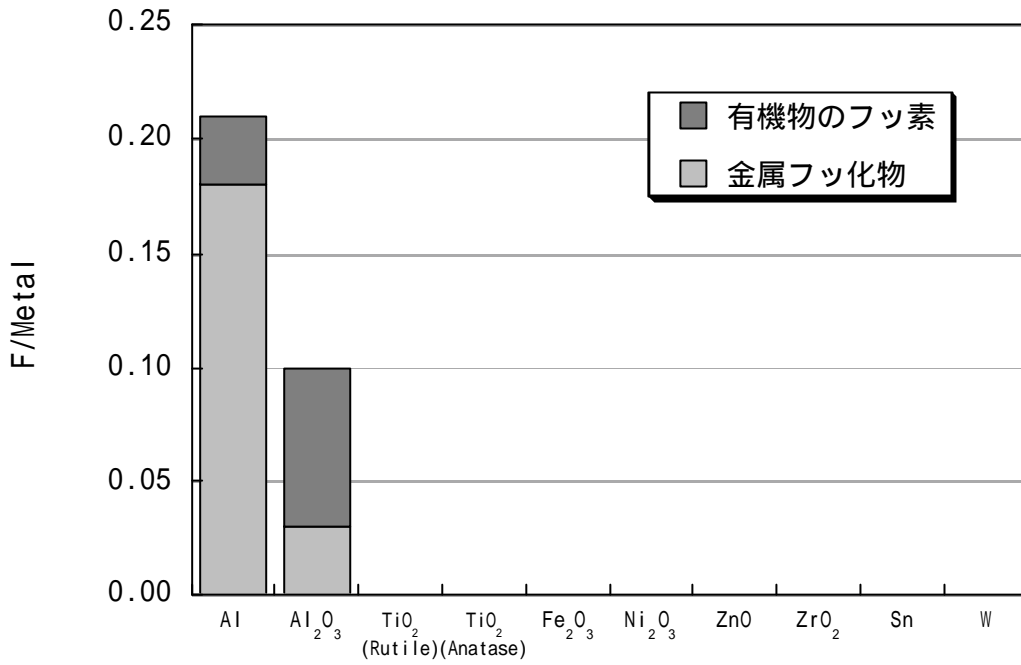


図8 各種金属および金属酸化物上での反応性  
HFC-134a 90kPa, 回転数 400rpm, 摩擦時間 60分

## 木質バイオマスストーブの開発\*

園田 哲也\*\*、田中 慎造\*\*、堀田 昌宏\*\*  
飯村 崇\*\*\*

木質バイオマスエネルギーは地球温暖化防止の観点から、化石燃料に代わる再生可能エネルギーとして注目をあびている。しかし国内での燃焼器開発が進んでおらず、輸入に頼っているのが現状である。本研究では木質バイオマスストーブ開発の基礎研究として、バークペレットを対象とした燃焼部及び燃料供給部の試作開発を行った。

キーワード：木質バイオマスエネルギー、ペレットストーブ、バークペレット

## Development of Wood Biomass Stove

SONODA tetsuya, TANAKA shinzou, HOTTA masahiro  
and IIMURA Takashi

The wood biomass energy is paid to attention as alternative energy resources of the fossil fuel. It is examined from the global warming prevention in the world. However, the development of the combustion appliance, which uses this, is very late in Japan. Most is the imports in this combustion appliance in Japan. We have developed the combustion appliance by which the Bark pellet is assumed to be energy. We did experimental development in the combustion part and the fuel supply part at current year.

**key words : wood biomass energy, pellet stove, bark pellet**

### 1 緒 言

バイオマス (biomass) とは元来生態学用語で有機物の物質的な量を表す言葉として使われていたが、1970 年代の石油危機の時代に石油代替エネルギーとして注目を浴び、単に物質としてでなく、生物起源の再生可能エネルギー資源の意として使われるようになった<sup>1)2)</sup>。その後石油価格の安定化に伴い価格的なメリットが失われると共に、バイオマスエネルギーに関する関心が薄れ日本におけるバイオマス産業は衰退へと向かって行く結果となる。しかし環境問題が重要視され、循環型社会の形成に対する認識や、二酸化炭素削減という世界的な課題を抱える今日、化石燃料に代わる有望なエネルギー源として再度注目を浴びている。

このような背景の中、国内でも有数の森林県である岩手では、特に木質バイオマス利用についての取り組みが活発化しており、自治体を中心にチップボイラーやペレットストーブを導入する動きが見られている。しかし国内における燃焼器開発が進んでおらず輸入品に頼っているのが現状である。そこで本研究では岩手の特色を活かす為、南部鉄器を用い且つ海外製のストーブでは対応することができないバーク(樹皮)100%のペレット状木質燃料を使用可能とするペレットストーブの開発を目的としている。平成 15 年度の商品化を目指し取り組んでおり、今年度は基礎実験として燃料供給機構と燃焼部の試作及び評価を行うと共に開発ストーブの仕様検討を行った。

### 2 実験装置及び実験方法

#### 2 - 1 木質状ペレット燃料

(株)葛巻林業社製の広葉樹皮 100%の木質状ペレット燃料(以下「バークペレット」)を使用した。化学成分を表 1 に燃料性状を表 2 に示す。

表 1 バークペレット化学成分 (%)

灰分	C	H	O	N	S
3.56	43.0	5.5	37.0	0.37	0.07

表 2 バークペレット性状

低位発熱量	4.88kW/kg
嵩比重	$1.6 \times 10^{-3} (\text{m}^3/\text{kg})$
形状	6mm × (10mm ~ 30mm)



図 1 バークペレット

\* 木質バイオマス燃焼装置試作開発事業

\*\* 電子機械部

\*\*\* 電子機械部 (現在 企画情報部)

## 2-2 実験装置

今回試作した実験装置外観を図2に示す。本装置はペレットホッパー、搬送用モーター（VH315A-GVJ/GV3G75：オリエンタルモーター）スクリーフィーダー（スクリー外形 42mm、スクリーピッチ 40mm）、燃焼器、燃焼用空気送風ファン（MB10V-B：オリエンタルモーター）、制御装置から構成される。ペレットタンクに供給されたペレットはスクリーフィーダーにより水平搬送される。その後スクリーフィーダー出口に取り付けたエルボを通り垂直方向に押し上げられ、燃焼部へと供給される(下込め方式)。モーターはシーケンス制御により間欠動作を行い、動作間隔を変化させることにより燃料供給量を調整する。スクリーフィーダーの回転は減速機とかさ歯車により駆動用モーターに対し 1/112 まで減速される。搬送速度の目安はモーター1秒間動作時送り約 10mmである。燃焼用空気の調整はファン付属の可変抵抗により行う。



図2 実験装置正面図

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 燃料供給部

ペレットストープに於ける燃料供給部の役割は、ペレットを燃焼部に定量安定供給する事である。実現の為の重点項目として下記3項目について試作機での検証を行った。

- ペレットホッパー出口でブリッジを起こさない事
- スクリーフィーダー内でペレットが詰まらない事
- ペレットを粉砕しない事

試作機のペレットホッパーは出口 60mm×40mm、出口への誘い込み角度 25度で製作した。実際に燃料供給動作を行った所、ホッパー内にペレットを多量に供給した際、ブリッジが顕著に確認された。これは出口に十分な広さが無いため、ペレットの自重により底部(出口付近)が圧密状態となりブリッジが発生すると思われる。またペレットが少量の場合では、誘い込みの傾斜面上にペレットが残る現象も見られた。以上の結果から、ペレットホッパー出口は可能な限り広く(100mm×60mm程度)取り、出口への誘い込み角度も 35度以上必要であることが分かった。

次にスクリーフィーダーの検証結果について述べる。スクリーフィーダー内で詰りが発生した場合、スクリー外径と供給パイプ間のクリアランス過小、あるいは搬送モーターのトルク不足等が考えられるが、詰りの発生は見られず良好な結果であった。しかし最終的に燃焼プレートに供給されたペレットを観察すると、粉砕されている物が数多く見られた。原因はスクリーフィーダー出口から先に取り付けたエルボ内での詰りによるものであった。今回使用したエルボは非常に滑らかな R の物を採用しているため、形状よりも内面の面粗さ(Ry=21μm)に問題があると考え、同形状で面粗さの良い(Ry=0.4μm)エルボに変更した。その結果ペレットの粉砕はなくなりスムーズに燃焼部へ燃料を供給することが出来た。

### 3-2 燃焼部

パークペレット対応を考慮した場合、燃焼部で問題となるのは、クリンカーの生成と多量に発生する灰の除去である。クリンカーは灰に含まれるケイ酸(SiO<sub>2</sub>)が熱せられることによりガラス化し生じる燃焼生成物で、空気供給口を塞ぐ等燃焼器にとって致命的な障害を引き起こす可能性がある。クリンカーの生成を防ぐには、燃焼後の灰を火床から除去すればよいが、パークペレットの灰は粉状にならず、ペレット形状のまま灰となるため除去が非常に困難である。

燃焼部の写真を図3に示す。今回製作した燃焼部は半円型を採用し、燃焼プレートとして SUS304 のパンチングメタルプレート(4mm、穴ピッチ 6mm)を使用した。扇型の中心部から供給されたペレットは、燃焼プレートの傾斜に沿って扇型外周に向かい落下し、放射状に燃料が供給される機構となっている。詳しくは後述するが燃焼プレートの角度による灰の粉砕及び灰の押し出し量を調査する為、傾斜角 20度、30度、40度の3種類の燃焼プレートを用意した。外周のストッパーは、二重構造になっており内側には上下2段の長穴加工が施している。この長穴からは燃焼用の2次空気が供給されるが、同時に灰の排出口としての役割を持つ。



図3 燃焼部外観

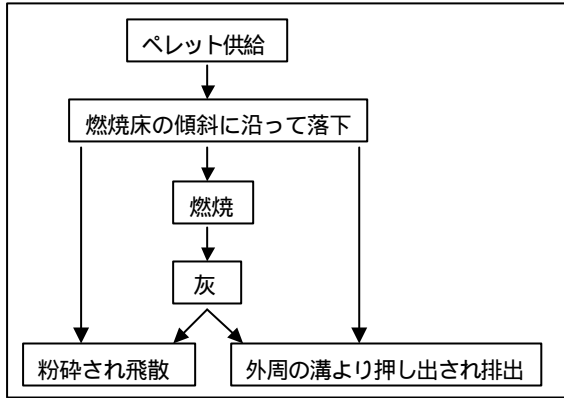


図4 灰排出フロー

図4は今回試みた灰排出のフローである。パークペレットの灰を除去する手段として2種類の方法が考えられる。一つはペレット形状のまま残っている灰を粉碎し燃焼用エアで吹き飛ばす方法。もう一つは燃料供給時に灰を強制的に押し出す方法である。今回は上記フローに示す通り、その両方を利用した灰の除去手段について検証を行った。

今回の手法で最も重要なのは燃焼プレートの傾斜角である。角度が浅い場合には灰を粉碎するほどの衝撃を伝えることができず、当然灰も押し出すことができない。そこで今回は先に述べたように3種類の傾斜角の物を用意しそれぞれのプレートで燃焼実験を行った。それぞれの結果を表3に、燃焼実験の様子を図5に示す。

表3 燃焼実験結果

傾斜角度	ペレットの転がり	灰の粉碎	灰排出
20度		×	×
30度		×	
40度		×	



図5 燃焼実験

結論としては何れのプレートも完全に灰を除去することができなかった。20度の場合は殆ど灰の排出がされなかった。加えて角度が浅い為供給されたペレットが重ならず単層で広がるため火力も弱く、すすが発生し連続燃焼が困難であった。30度、40度の場合は図5のように炎も大きく安定し多少の灰排出は見られるものの、連続的な灰の排出には至らず次第にプレート上に灰が堆積する結果となった。

次に燃焼用の空気を利用して灰を除去する方法を試みた。パークペレットの場合灰重量は未燃ペレットの4~5%程度で、粉状であれば通常燃焼の為に供給する空気量(風速)で問題なく飛散させることができる。しかしペレット形状のまま存在する灰は通常の空気量では飛ばすことができない。そこで燃焼中にある周期で通常の燃焼空気よりも強い風をパルス風として供給した。その結果良好に灰と未燃ペレットを分離することができた。パルス風の間隔及び最適風量等、今後充分な検討が必要であるが灰の除去方法としてパルス風の利用が有効である事がわかった。

#### 4 結 言

パークペレットを燃料とした木質バイオマスストーブ開発の基礎研究として燃料供給部及び燃焼部を試作し燃焼実験を行い以下の結果を得た。

- ・ ペレットホッパー内でブリッジ及び溜まりを防ぐ為には、出口への誘い込み角度35度以上、出口寸法100mm×60mm程度必要である
- ・ 燃料供給方式をエルボによる下込め方式とした場合、エルボ内面の面粗さにより詰りを生じる可能性がある。
- ・ 燃焼プレートの傾斜を利用した方法では、十分に灰を除去する事ができなかった。
- ・ 燃焼部からの灰の除去方法として、パルス風の供給が有効である。

#### 文 献

- 1) 横山伸也：バイオマスエネルギー最前線、森北出版(2001)
- 2) 坂志郎：バイオマス・エネルギー・環境、(株)化研(2001)



## 立ち上がり補助椅子の人間工学的評価\*

藤澤 充\*\*、長嶋 宏之\*\*\*、菊地 利雄\*\*

人間工学的手法による福祉機器の客観的な評価方法の確立を目的に、平成 10 年度ものづくり試作開発支援センター整備事業により導入した解析装置類を活用して、一例として既製品の立ち上がり補助椅子について筋電図計測と三次元動作解析を実施した。その結果、福祉機器の有無による筋力負担の比較を行うことにより、立ち上がり補助椅子の客観的な評価を行うことができた。

キーワード：立ち上がり補助椅子、人間工学、三次元動作解析、筋電図

## The Ergonomics Evaluation of A Rising Aided Chair

FUJISAWA Mitsuru, NAGASHIMA Hiroyuki and KIKUCHI Toshio

In order to establish the method which evaluate auxiliary instruments objectively by ergonomics method, we analyzed rising motion from a rising aided chair and showed electromyograms and joint moments by using some analysis system introduced in 1999. As a result we could evaluate a rising aided chair objectively by comparing the difference of muscular load between using and not using auxiliary instruments.

**key words** : rising aided chair, ergonomics, 3D motion analysis, electromyogram

### 1 緒 言

少子高齢社会に伴い、優れた福祉用具や機器の開発が期待され、毎年様々な製品が世の中に出回っているが、ユーザに受け入れられる製品はまだ少ないのが現状である。また、評価試験の状況としては、工業製品単体としての強度・耐久性・安全性などを保証するために JIS 規格や SG 制度はあるが、ユーザとのインターフェースを評価するまでには至っていない。

そこで、既成または開発中の福祉機器をユーザの主観的な評価にだけ頼るのではなく客観的に評価する方法を確立することを目的に、一例として、市販の立ち上がり補助椅子の効果を評価するために、「平成 10 年度ものづくり試作開発支援センター整備事業」により導入した解析設備(動作解析<sup>1)2)</sup>、生体解析)を活用して、(財)いわてリハビリテーションセンターと岩手大学との連携により、三次元動作解析と筋電図計測によるユーザ(健常者)の筋力負担<sup>3)4)</sup>を算出し、福祉機器を使った場合と使わない場合を比較したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 筋電図計測による筋力負担

立ち上がり補助椅子の側面図外観を図 1 に示す。この補助椅子はユーザが立ち上がろうとして前方に体重移動する際に肘掛けに取り付けたスイッチが自然に押されることにより座面がバネの力で前方に約 40 度斜めに傾く単純なタイプである。

実験は、健常者に対して腕と腿など数カ所に電極を付けて、心電図波形がノイズとして載らずに、立ち上がりに寄与する筋肉を試行錯誤で見分けながら実施し、立ち上がり補助機能の有

無による筋電図波形の違いを各々 5 回ずつ計測し、その結果を平均して比較した。

実験に際しての注意点としては、筋電図計測は筋繊維の活動によって生じた微弱な電圧を皮膚の表面に貼られた電極で検出・増幅して行うため、僅かなノイズ(アーチファクト)も計測の邪魔になる。そこで、皮膚表面の清浄処理や電極にペーストを付けてしっかり貼り付けることにより接触抵抗を減らすこと、電極からアンプ(送信機)までの配線がブラブラ動かないようにしっかり固定してデータの変動を防ぐことなどが大切である。また、エンジニアが筋肉の部位を正確に見極めることはかなり難しいので、専門家の指導を仰ぐことも必要である。

#### [ 使用機器 ]

生体計測システム(日本光電工業製 WEB-5000 16<sup>CH</sup>)

処理ソフト：VIMUTAS (多用途生体情報解析)

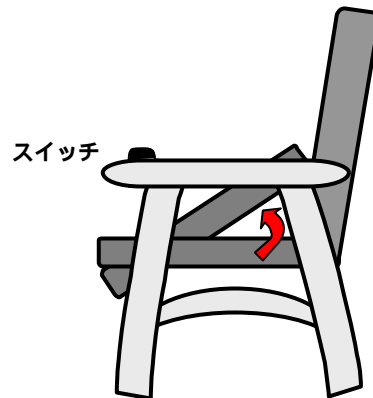


図 1 立ち上がり補助椅子の側面図外観

\* 人に優しい福祉機器の開発(福祉機器開発事業):福祉機器開発プロジェクト

\*\* 電子機械部

\*\*\* 特産開発デザイン部



2 - 2 三次元動作解析による膝関節モーメント

昨年度は膝の関節角度をパラメータとする基本的な「椅子からの立ち上がり動作解析<sup>5)</sup>」を臨床歩行分析研究会が提唱する関節モーメント法(DIFF)<sup>1)</sup>を用いて実施した。

今年度は、そのノウハウを基に福祉機器としての立ち上がり補助椅子の効果を検証するために、椅子からの立ち上がり動作を立ち上がり補助機能の有無により計測し、股関節・膝関節・足関節モーメントを求めて、立ち上がり補助機能の有無による違いを比較した。

具体的な実験としては、被験者の肩峰、股関節、膝関節、足関節、第5趾MP外側の左右1ヶずつと前後判定用に背中に1ヶの合計11ヶのマーカを付け、三次元動作解析装置で関節位置を計測し、1枚の床反力計上には離臀のタイミングを見るために椅子の足を乗せ、もう1枚の床反力計上には片足(右足)を乗せて床反力を計測した。

動作解析では、被験者に付けたマーカが福祉機器の陰になって、最低2台のカメラの視野から隠れてしまわないような注意が必要である。どうしても隠れるような場合には、マーカが隠れない仮の位置にマーカを着けて計算で求める方法を使うこともできる。

【使用機器】

- 三次元動作解析装置(Oxford Metrix 製 Vicon512) :
- カメラ(60Hz) 5台によるマーカ座標計測
- 床反力計(Kistler 製) 2枚 : 床反力測定
- 処理ソフト : ワークステーションソフト(3次元座標化)、DIFF(モーメント・パワー計算)、Excel(グラフ表示)

3 実験結果及び考察

3 - 1 筋電図計測による筋力負担

生体情報解析ソフト VIMUTAS で計測・記録した筋電図生波形の一例を図1に示す。左が補助機能なしで、右が補助機能ありの波形である。また、最上段から順に、心電図、大胸筋、上腕二頭筋、上腕三頭筋、長ヒ骨筋、大腿直筋、外側広筋、内側広筋の波形である。なお、大胸筋には心電図波形が載っているため、解析対象から除外した。

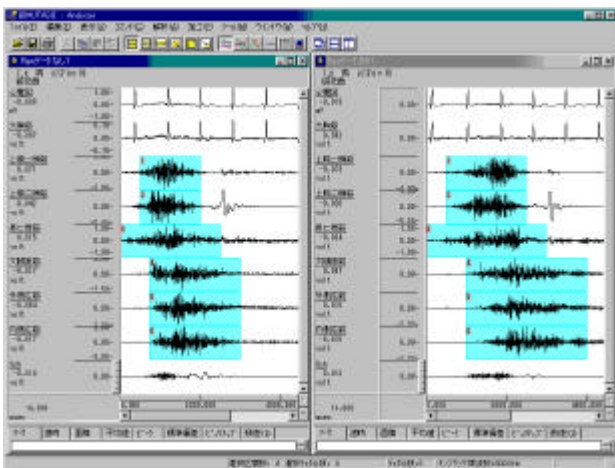


図1 立ち上がり動作の筋電図生波形

これらの生波形に対して、範囲を指定して絶対値積分し、各々5回分の平均をとって、立ち上がり補助機能の有無による筋電図の比較を行った結果を図2に示す。棒グラフの値(上方に数値を付記)が平均値で、記号によるプロットが5回測定したばらつきデータである。

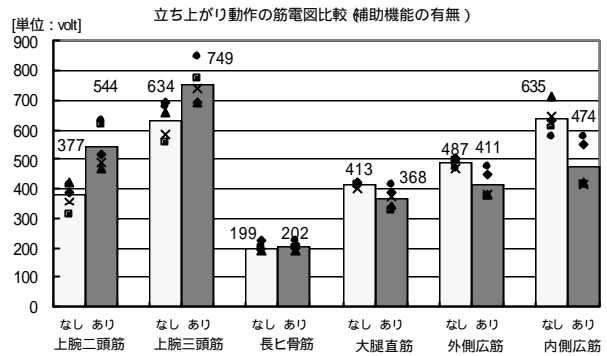


図2 補助機能の有無による筋電図比較

立ち上がり補助機能ありの場合には、肘掛けのスイッチを押すために上腕二頭筋と上腕三頭筋による腕力は若干増えているが、大腿直筋、外側広筋、内側広筋による腿の力は部位によって10~25%減少しているのがわかる。今回ダミーとして計測した膝下の長ヒ骨筋の筋電図は立ち上がり補助機能の有無による差が認められなかったことで、上腕と腿の筋電図の値が立ち上がり補助機能の有無による差として明らかに現れたことを保証していると言える。

3 - 2 三次元動作解析による膝関節モーメント

三次元動作解析装置(マーカ貼付)と床反力計により計測したデータをDIFF変換し、Excelでグラフ表示した膝関節モーメントを図3に示す。横軸は60フレームで1秒である。

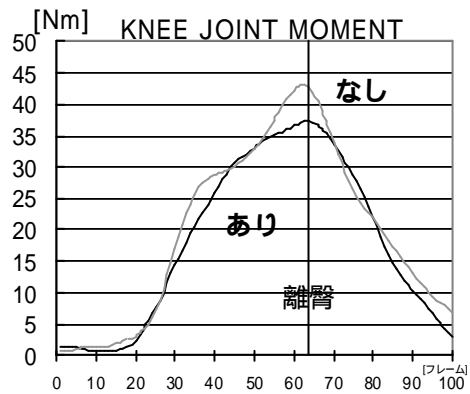


図3 補助機能の有無による膝関節モーメント比較

膝関節モーメントはお尻が座面から離れるあたりで最大になるが、立ち上がり補助機能ありの場合には、膝にかかる負担が約15%程度減少している。股関節モーメントと足関節モーメントもグラフ表示してみたが、補助機能の有無による違いは殆ど見られなかった。

#### 4 結 言

今回の実験から、筋電図と膝関節モーメントともに、立ち上がり補助機能が有効であることがわかった。立ち上がり補助椅子は実際には高齢者や障害者など立ち上がりが困難なユーザが利用する訳であるが、前に押し出す力がユーザの運動機能よりも大き過ぎると前方に転倒する危険性もあるので注意が必要である。今回試した立ち上がり補助椅子は座面がバネの力で斜めに前傾する単純なタイプのものであったが、人間工学的には若干の持ち上げ動作の後に優しく前に押し出してくれるようなタイプが理想的である。

今後の追加実験として、筋電図計測では、今回計測しなかった脹ら脛や背筋など他の筋肉についても計測してみると違いが出るかもしれない。また、動作解析では、座面角度も一緒に計測したり、座面高さを数段階にして同様な計測をしてみることが挙げられる。また、着座動作の方がユーザにとっては、座面が上がっている関係でドスンと座ることを回避できることから、安心であると考えられるので、着座動作についても同様に計測してみたい。更に、筋電図とマーカーデータを同時に計測することにより、筋電図波形と関節モーメントの時間的な関係をより密接に把握することもできる。

今回の実験では、安全のため健常者を被験者としたが、実際に福祉機器を必要としてお使いになる高齢者や障害者の方々を被験者として実験・評価することがより現実的である。そのためには安全性確保が第一なので、倫理規定を定めて、リハビリテーションセンターや医療機関のスタッフが見守る中で実験を実施しなければいけない。わざわざ実験場所に来ていただく場合は謝礼金や交通費の支払いも必要となる。また、被験者は電極とマーカーを付けるために短パンとTシャツの服装になるのに対して、実験者は通常の服装というように服装が異なるので、室温の調整には十分に配慮し、更にプライバシーの保護にも努めなければいけない。

これからも、多種多様な福祉用具や機器について、試行錯誤により用具に応じた基礎的なデータ計測や解析・評価の経験を積み重ねながら、その適合性や効果等を評価する手法を確立し、「人に優しい福祉用具づくりと適切な評価」に挑戦して行きたいと考えている。それと同時に、当センターが共同開発した木製車椅子や転倒防止歩行者などに関しては、本報と同様な筋電図や関節モーメントによる筋力負担比較では単純に評価できるものではないが、満足感や安心感などの感性を脳波計測により喜怒哀楽の度合いとして提示する方法も試していく予定である。

#### 謝 辞

生体計測についてご指導をいただいた岩手大学工学部福祉システム工学科の一ノ瀬充行教授と、動作解析についてご指導をいただいた国際医療福祉大学大学院の山本澄子教授をはじめ、実験に加わっていただいた(財)いわてリハビリテーションセンターの諸橋主任理学療法士と南昌病院の山田理学療法士に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 詳しくは、臨床歩行分析研究会 編：関節モーメントによる歩行分析、医歯薬出版、1997
- 2) 江原義弘、山本澄子 著：立ち上がり動作の分析、医歯薬出版、2001
- 3) 加藤象二郎、大久保堯夫 編：初学者のための生体機能の測り方、日本出版サービス、1999
- 4) くらしと JIS センター研究報告集-標準情報-Vol.2、1999
- 5) 藤澤 充、長嶋宏之 著：福祉機器の人間工学的評価、岩手工技セ研究報告、No.8、2001

## コンプレッドウッドの製品への応用試作\*

浪崎 安治\*\*、有賀 康弘\*\*、高橋 民雄\*\*\*

岩手県工業技術センターはデンマークから木材を曲げる新しい技術を導入した。この技術は木を加熱して可塑化し、その後元の長さのおよそ80%へ繊維方向に木材を縦圧縮するものである。我々はこの装置で県産広葉樹材の縦圧縮処理を試みた。その結果はぶな材、ナラ材がよい結果を得た。木製品製造業の技術支援を目的とする提案のひとつとして、この圧縮処理した木材を活用した木製車いすを作成し、日本工業規格 ( JIS T-9201 ) の試験に供した。その結果、この木製車いすは室内限定であれば使用できる可能性を見出した。

キーワード：縦圧縮処理、木製車いす

## Application with using of Compressed Wood to product for Trial Purposes.

NAMIZAKI Yasuji, ARUGA Yasuhiro and TAKAHASHI Tamio

We introduced the new technology system (compwood system<sup>1)</sup>) for wood bending from Danish. This technique consists of heating and plasticizing wood, and thereafter compressing them in the direction of the fibers to about 80% of the original length. We examined the hardwood of Iwate prefecture production with this system. Beech and Oak obtained good result. Manually propelled Wooden Wheelchair which used this processing material was made to support the enterprise, and Japanese Industrial Standard (JIS T-9201) was examined. As a result, this Wooden Wheelchair found the possibility to be used indoors.

key words : compwood system, wooden wheelchair

### 1 緒 言

岩手県工業技術センターはものづくり試作開発支援センター事業の一環として中小企業ニーズに基づく「高度な試作・研究開発用設備」であるコンブウッドシステム（デンマーク製）<sup>1)</sup>を導入した。同システムは木材をコールドベンディング（常温での曲げ処理）できるように処理をするためのシステムである。つまり、このシステムは曲げ木加工するための素材をつくるのもので、従来のスチーム曲げ木加工法とは異なる全く新しい加工処理法である。この素材は一般にコンブウッドといい、コンプレッドウッドを略した名称で圧縮木材のことである。

我々は、同システムの技術習得と平行して中小企業の支援を目的に、福祉機器開発事業の一環として曲げ木を取り入れた木製車椅子の試作及び同車椅子のJIS規格試験への適合について検討を行ったので報告する。

### 2 コンブウッドシステムとは

コンブウッドシステムはぶな材やナラ材などの広葉樹材をコールドベンディングできるように処理するもので、構成はオートクレーブとコンブウッドプレスからなっている。このシステムは、オートクレーブで木材を蒸気によって加熱・可塑化し、その材をコンブウッドプレスで繊維の長手方向に圧縮することからなっている。圧縮を解圧後、軸方向の繊維は壁面が蛇腹状に変わっていることで、材が曲がりやすい状態になっているといわれている。図1はこのシステムの製造メーカーが示しているぶな材 ( beech ) 及びたも材 ( ash ) のコンブウッドとして良い結果が得られた材質条件である<sup>2)</sup>。これからわかるようにコンブウッドには材質条件の良い木材が要求される。処理される木材は天然乾燥が望ましいが、生木でも可能である。しかし、次工程の成形加工における乾燥で時間が長くかかったり、やせ等を考えると木材の繊維

\* 福祉機器開発事業

\*\* 特産開発デザイン部

\*\*\* 岩手県立産業技術短期大学校

飽和点の含水率20~30%程度が良いといわれている<sup>1)</sup>。

材質項目	材質条件
節	不可(直径10mm以下の生き節なら可能性あり)
繊維斜行角	1cm/10cm以下
偽心材	不可
材料断面	矩形
樹皮	不可
湾曲	不可
割れ・裂け	不可
肥大生長	不可
腐れ	不可
あて	不可
髓	不可
含水率	生材または天然乾燥(20~30%以上)

図1 ぶな材及びたも材の材質条件<sup>2)</sup>

導入したコンブウッドプレスの加工能力は80mmH×120mmWの断面の長さ3mである。このようなサイズのフリッチ(木材)で材質が図1の示すものは、入手が容易ではない。その場合は、小角材を組み合わせる80mmH×120mmWの断面になるように(図2)バンドリングして圧縮処理をすることも可能である。

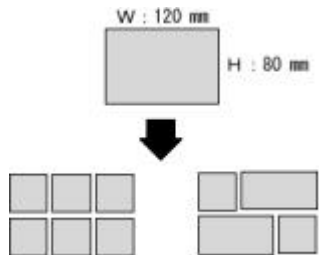


図2 小角材の組み合わせ例

### 3 木材のコンブウッド処理

コンブウッド処理された木材の顕微鏡図3から細胞壁等に蛇腹のような折り重ねられた状態が確認できる。

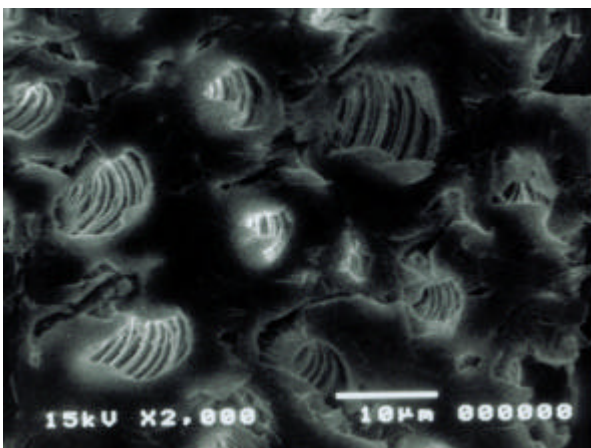


図3 コンブウッド処理(なら材)の木口面

このような状態が軸方向繊維細胞壁全体に作られていると考えると、この状態が木材を自由に曲げることを可能にしていると考えられる。これは、このシステムが木材を縦圧縮して曲げる可能性を持たせることを、木材の細胞構造に依存していると考えられる。よって、木材は樹種によって針葉樹材、広葉樹材に代表されるように細胞構成が著しく異なっているため、このシステムに適しない樹種もあることが推測される。

ものづくり試作開発支援センター事業でコンブウッドシステムの導入を積極的に要望した(協)岩手木工センターと共同で行った樹種別コンブウッド処理試験の結果<sup>3)</sup>から、ぶな材・なら材・にれ材の国産広葉樹材はコンブウッド処理はできたものの、とどまつ材・ひば材・すぎ材等の国産針葉樹材やアユス材・アガチス材・ベイマツ材・スプリース材・ベルポップ材・ベイヒ材等の外材は圧縮処理ができず座屈状態になった(図4)。この試験で使用した樹種の外材は広葉樹材に比べ針葉樹材の細

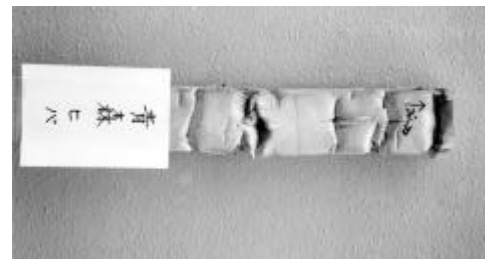


図4 圧縮処理による失敗例

胞構成に類似している。このことから、広葉樹材と針葉樹材の細胞構成を比較すると、針葉樹材は仮道管が圧倒的な比率(95%程度)を占め、広葉樹材に比べ細胞構成が非常に単純で細胞の配列が整然としている。広葉樹材は細胞構成が針葉樹材より複雑で、それぞれの機能も専門化している。詳細については専門家<sup>4-5)</sup>に任せるとして、樹種の細胞構成が広葉樹材と針葉樹材では大きく違うことから圧縮処理に影響がでたものと推測される。よって、コンブウッドシステムに供する木材はぶな材・なら材・にれ材等の広葉樹材が適材であることを実地確認した。他の材の処理の可能性については圧縮処理条件を変えるなどして、今後の課題としたい。

### 4 木製車いすの試作

県内中小企業の新分野進出を支援するために整備したコンブウッドシステムを活用し、木製介護用品の開発を模索してきた建具業界を支援するために、木製車いすの試作提案を行った。車いすの躯体は木製とし、アームレストとハンドリムにコンブウッド処理した木材を取り入れた室内用木製車いすを試作(図5)した。木製の躯体の継ぎ手は両胴付きほぞ組みで行った。タイヤ、キャスト及びブレーキは市販品を使用した。試作車いすのサイズは：全長80cm×全幅70cm×全高90cmで材質はぶな材と

した。



図5 試作室内用車いす

### 5 手動車いすJIS規格試験<sup>1)</sup>

試作した木製車いすのJIS規格試験への適合について検討を行った。規格試験については、車いすの試験設備を備えている(財)自転車産業振興協会技術研究所に委託して行った。なお、同規格試験は屋外使用を基準としたものであるため、試験は高耐久性が求められ、かなり厳しい内容になっている。

手動車いすJIS規格試験は大きく1 JIS規格の機能試験、2 JIS規格の強度・耐久性試験試験にわかれていて、行うにあたって適応使用者体重を決める必要がある。これは25kg刻みの4段階で決められており、今回の試験にはダミー質量100kgの条件で各試験に供した。

各試験項目と試験内容の概略次に示した。

#### 5-1 JIS規格の機能試験

機能試験は次の5試験項目で、すべての試験に供した。

- ・静止力試験：7°の傾斜台上でブレーキをかけた状態での静止を調べる。(ブレーキ制動)
- ・静的安定性試験：10°の傾斜台で車輪のいずれかが傾斜台と接地面から離れるか調べる。
- ・直進走行性試験：4°の傾斜台から自然に前進させ1800mm走ったところで進行方向に対する偏位量を測定する。
- ・駆動輪・主輪の振れ試験：JISD 9301により試験を行い、横振れ、縦振れを測定する。
- ・ハンドリムの振れ試験：駆動輪のハブ軸を固定し、駆動輪を回転させ振れ(縦・横)をダイヤルゲージで測定する。

#### 5-2 JIS規格の強度・耐久性試験

強度・耐久性試験は次の10試験項目ある。なお、供試車いすの形状等により試験可能な6項目の試験に供した。

- ・シート耐荷重試験：座の中央に質量20kgの砂袋をおき2400Nの荷重を加え、左右のバックパイプとアームパ

イブ交点の左右間の偏位、リムの内面とアームパイプの外表面との距離の偏位及び荷重を取り除いた時の永久変形量を測定し、さらに目視、触感により確認する。

- ・アームレスト下方耐荷重試験：両アームレストに同時に上方15°から760Nの荷重を加え10sec.後の目視、触感により確認する。供試体は当該部が曲線のため荷重負荷パットを当てる位置が確定できないので試験は行わなかった。
- ・アームレスト上方耐荷重試験：ダミーを載せた車いすを試験中動かないように固定し、アームレストの片方ずつ上面方向に10°の角度で895Nの荷重で引っ張り、目視、触感により確認する。
- ・ティッピングレバー耐荷重試験：ダミーを載せた車いすを試験中動かないように固定し、ティッピングレバー端部から $25 \pm 5$ mmの位置に鉛直方向から1000Nの荷重を5~10秒間加えた後に目視、触感により確認する。他方も同様に行う。供試体は当該部がないため、試験は行わなかった。
- ・グリップ部上方耐荷重試験：ダミーを載せた車いすを試験中動かないように固定し、両グリップ部へ同時に上方に向け880N(片方)の荷重を5~10秒間加えた後に目視、触感により確認する。
- ・グリップ対離脱性試験：握りカバーを250Nの力で10秒間引っ張り抜けないことを確認する。供試体は握りカバーがついていないので試験は行わなかった。
- ・バックレスト斜め耐衝撃性試験：ダミーを載せた車いすのバックレスト上端部から下方 $30 \pm 10$ mmの中心線に、質量25kgのおもりの重心が $30 \pm 2$ °の衝突角度で衝突するように100回衝突させた後、目視、触感により確認する。
- ・耐衝撃性試験：ダミーをしっかりと固定した車いすを、段差の伴った傾斜台の上部から自然に前進させ衝突させる。衝突後、偏位量を測定し、さらに目視、触感により確認する。キャストの変形を確認する。
- ・キャスト耐荷重試験：キャスト軸を固定して2000Nの荷重を荷重負荷速度15mm/minで5~10秒間加えた後に目視、触感により確認。この試験はキャストのみの試験であるので試験は行わなかった。
- ・走行耐久性試験：ダミーを載せた車いすを横方向の動きは50mm以内、垂直方向の動きは制限しないで、各々の車輪がドラム一回転中に一段差を乗り越えるように位置決めする。20万回回転させた後、目視、触感により確認する。

### 6 手動車いすJIS規格試験結果及び考察

11試験中規格に適合した試験は8項目で不適合は3項目であった。不適合の試験項目は静的安定性試験、ハンドリムの振れ試験、走行性耐久試験であった。

不適合の理由は、試験済み木製車いすを観察し、次の

ように考えられた。

静的安定性試験：上向き、下向き、左向き、右向きの4条件で上向きのみが10°以内で車輪が接地面から離れた。これは、室内専用使用を想定し、ホイールベースを短くすることにより車いすはスムーズに向きを変えやすく、操作が楽なことから車軸位置が-8cm(寸法基準点からの距離)に決めたことが、結果的に上向き設置で不安定感が生じたと考えられる。このことから、ホイールベースを短くするならば転倒防止を付与することが必ず必要である。

ハンドリムの振れ試験：縦振れ、横振れの左右で4条件の測定結果、縦振れの右のみが性能規格値に達しなかった。試験に供する前にハンドリムの木材成形時での乾燥不十分による変形が影響を与えたものと思われる。

走行耐久性試験：ダミー質量100kgで試験に供したら数十回でキャストシステムが傾いたが、他に支障がないので試験は継続、但しダミー質量を75kgに代えて行った。49,595回からキャストタイヤ部摩耗が見られた。115,857回ではキャストシステム受部の変形が大きくキャストタイヤ表面摩耗が著しい、また右のキャストタイヤが摩耗をとり超して破損(図6)した。その他ハンドリムと車輪



図6 キャスタ破損

と  
のジョイントビスが一部はずれたなどの現象が見られたので試験中止とした。両ハンドリムともドラムに接触するようになった。なお、木製の躯体にはほとんど支障は見られなかった。また、キャストシステムが傾いたことにより躯体にねじれが生じたことで胴付き(図7)が切れたと考えられる。その他、ドラムについている段差



図7 胴付き切れ

(高さ12mm)がキャストに与える影響が大きいのでキャストシステムの躯体への固定方法が重要になる。ポイントとしてはキャストシステムベアリングは上下とも躯体に嵌め込み、上下ベアリング間の躯体は金属製のスリーブを嵌め込んでステム保持することが強度保持につながると考えられる。

## 7 結 言

コンプウッド材を使用して曲げ木を取り入れた木製車いすの試作を行い、JISの規格試験に供した結果、次の結果を得た。

- (1)コンプウッドシステムによって国産広葉樹材のぶな材、なら材、にれ材はコンプウッド処理が可能であることを実地確認できた。
- (2)車いすの小回りを利かせるためにホイールベースを小さくするならば必ず転倒防止を付与することが必要である。
- (3)キャストの取り付けには工夫が必要であるが、室内使用を限定していれば木製の躯体でも車いすとして、強度的に可能であると考えられる。

次年度では、本年度の結果をもとに考案した木製車いすの製作を共同研究を行ってきた企業グループに新分野への取り組みとして支援する計画である。

## 文 献

- 1) <http://www.compwood.dk/>
- 2) Wood quality: Instructions for use of Compwood system
- 3) デザイン高度化事業報告書：(協)岩手木工センター P27-34(2000)
- 4) 木材の組織：島地 謙 他
- 5) 木の構造：佐伯 浩
- 6) 手動車いす JIS T 9201:1998

## 自力行動支援福祉機器の試作\*

米倉 勇雄\*\*、堀田 昌宏\*\*\*、藤澤 充\*\*\*  
高橋 幾久雄\*\*、浪崎 安治\*\*\*\*、

足が不自由になったお年寄りや障害者の自力行動支援を目的として、室内用の歩行器と外出用の車椅子を試作した。歩行器には、転倒事故防止のために工夫したブレーキ機構を、車椅子には、段差乗り越え機構とスロープを小さな力で安全に登るための減速および逆転防止機構を付加した。  
キーワード：福祉機器、新機能付加歩行器、新機能付加車椅子

## Development of the Auxiliary Instruments for Support of Action by Oneself

YONEKURA Isao, HOTTA Masahiro, HUIJISAWA Mitsuru  
TAKAHASHI Ikuo and NAMIZAKI Yasuji

We made walker and wheel-chair to assist for the elderly who has lost use of legs and the people who has handicap against going out by oneself. We added brake mechanism to walker for the prevention of falling down. We added the mechanism of reduction gear and backstop to wheel-chair for going up slope by small force and safely.

**key words : auxiliary instruments, walker with new function, wheel-chair with new function**

### 1 緒 言

国連の高齢化に関する世界会議では、65歳以上の人口が全人口の7%を超えた状態を高齢化社会と定義している。日本は、高齢化に関する限り世界一の先進国であり、既にその年齢を迎えた人が全人口の1割に達しているばかりか、少子化によって更に高齢化が加速している。高齢者イコール身体不自由者とは限らないが、加齢によって身体のどこかが故障したり動きが鈍くなることは紛れもない事実であり、万人共通の悩みでもある。

このような時代を迎えて、高齢者が生きる張り合いを失わずに生活するためには、自分の意志による社会参加が重要であり、そのための行動環境の整備が必要である。

このことから、国では国土交通省が高齢者・障害者の社会参加を促進するための努力目標であったハートビル法を2002年度に義務化改正することとしており、本県においても「ひとにやさしいまちづくり条例」が既に施行されている。しかし、公共施設やデパートなど、ある

部分は整備されても、それら点と点をつなぐ線の部分の整備は遅れており、車椅子などの使用者が自由に行動できる状況とはほど遠いものがある。

本研究は、足が不自由な高齢者や障害者が行きたい時に行きたい所に行くという、健常者から見ればごく当たり前の行動支援を目的として、屋内用の歩行器と外出用の車椅子を試作した。

### 2 実験方法

真の福祉機器は、身体の一部が思うように動かない高齢者や障害者が自分の意志でなんらかの動作をしたいと望んだ際に、その動きを助けるものであると考えられる。

体が不自由になった人達にとって、自分のことが自分でできるという喜びは、何にも代え難いものであり、逆に寝たままで何でもやってもらえる介護環境は、残っている身体機能までを退化させてしまう恐れがある。このことから我々が目指した歩行器および車椅子は、電力な

---

\* 人に優しい福祉機器の開発（福祉機器開発事業）：福祉機器開発プロジェクト

\*\* 金属材料部

\*\*\* 電子機械部

\*\*\*\* 特産開発デザイン部

どの外部動力を一切用いず、あくまで自力のみでの行動支援を基本条件とし、歩行器については、使用中の転倒事故が多いことから、これを防止する機構を、外出時に使用する車椅子に関しては、10cm程度の段差を自力で乗り越えられる機構と、スロープを小さな力で安全に登るための倍力機構および車輪持ち替えの際の滑落事故防止のための逆転停止機構の付加を目標とした。

### 3 実験結果および考察

#### 3-1 転倒防止機能付き歩行器の試作

##### 3-1-1 ブレーキ機構

歩行器使用中の事故で最も多い事例は、足がもつれるなどの原因で身体が歩行器から離れ、歩行器を前方に押し出してしまう形での倒れ込み骨折である。この種の事故を防止するためには、歩行器使用者の身体と歩行器の移動速度が常に同一であることが肝要である。このことから、我々が試作した歩行器は、常時ブレーキがかかった状態になっており、使用者がどちらかの方向へ移動したいという意志を持ってその方向に足を踏み出し、身体の一部がブレーキ解除センサーに触れている場合にのみブレーキが解除されて前進できる方式とした。図1に2個の後方車輪に取り付けたブレーキ機構を示す。

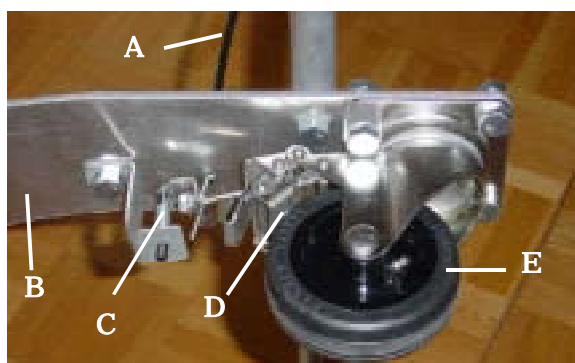


図1 転倒防止機能付き歩行器のブレーキ機構

- A : ブレーキワイヤー      B : 底板
- C : スプリング              D : ブレーキパッド
- E : ゴム車輪

通常状態では、ゴム車輪 E にブレーキパッド D がスプリング C によって押しつけられているため回転しにくくなっている。しかし、使用者がブレーキ解除センサーに触れ、ワイヤー A に張力が加えられるとスプリングが伸びてブレーキパッドが車輪から離れ、回転すなわち前進が可能になる。もし、足の運びが遅れるなどの理由で使用者の身体がセンサーから少しでも離れると、スプリングが縮んで瞬間的にブレーキが作動し、押し出し転倒を防止することができる。センサーの取り付け位置および形状は、使用者の体型に合わせて自由に変更が可能である。

#### 3-2-2 グリップ付き大型天板

歩行器を使用することが多い高齢者の手は、若者と比較して滑りやすいと言われている。その理由は、永年の労働などで手のひらの皮膚が摩滅していることに加えて、汗腺の閉塞や数の減少で、物を掴む際に滑り止めの働きをする汗の分泌が少なくなるためである。従って天板に手を乗せるだけ、あるいは縁を掴むだけの歩行器では、手を滑らせてそのまま倒れ込む事故が多い。このことから今回試作した歩行器には、図2に示すように、手だけではなく肘まで乗せられる大型天板を採用し、さらに立った姿勢で自然に握れる縦型のグリップを取り付けた。

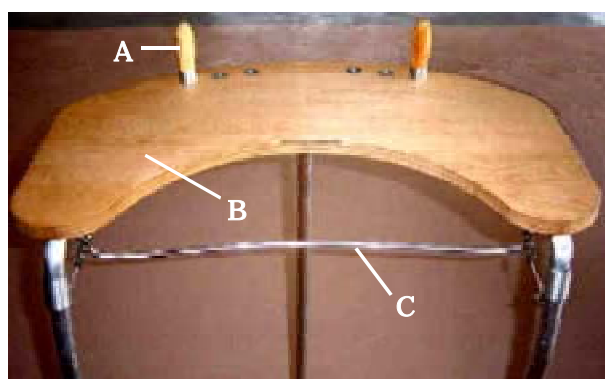


図2 グリップを取り付けた大型天板

- A : グリップ      B : 天板
- C : ブレーキ解除センサー

ブレーキ機構およびグリップ付き大型天板を取り付けた歩行器は、図3に示す形状になった。天板に両肘を乗せ、両手でグリップを握った姿勢をとることによって、歩行器と使用者の身体が一体に近くなり、ブレーキ解除センサーを安定して押し続けることができ、進みたい方



図3 転倒防止機能付き歩行器全容



向へ安全に移動することができる。天板の高さやグリップの幅および前後方向の位置は、使用者の体型に合わせて自由に変更が可能である。

### 3 - 2 自力外出支援型車椅子の試作

#### 3 - 2 - 1 昨年度までの経緯

車椅子の段差乗り越え用具または乗り越え機構としては、例えば静岡県沼津市（有）エヌティエルの「ダンアップ」や北九州市小倉北区 林商会の「自力バリアフリー車椅子」を始め、多くの製品が市販されている。

しかし、これらの製品の機能は、ほとんどがテコの原理などを活用して、主車輪の前に付属している直径の小さな水平姿勢保持補助輪を段差の上にせり上げるものであり、その後の主車輪のせり上げは、補助輪と比較して主車輪の直径が大きいことを活用して、手漕ぎ輪を強く回し、力任せに登ってしまう方法である。これらの製品の一部を購入して実際の段差乗り越えをやってみると、まず最初の水平姿勢保持補助輪のせり上げでは、力を加えるタイミングが難しく、健常者でもかなりの熟達を必要とする。また、補助輪が段差の上にある状態での主車輪のせり上げについても、力のある健常者で 4 ~ 5cm の段差乗り越えがやっとであることが解った。このことから、我々が昨年度試作した車椅子<sup>1)</sup>には、多少時間がかかっても小さな力で確実に水平姿勢保持補助輪が持ち上げられるように、補助輪と主車輪との間にオスメスの角ネジを活用した補助輪昇降装置を取り付けた。また、補助輪に続く主車輪のせり上げを容易にするために倍力機構（減速機構）を、さらに補助輪が段差の上にある状態が極めて不安定であり、車椅子が後退してしまう危険性があることから、逆転防止のラチェットストップ機構を組み込んだ。これらの機構の一部を図 4 に示す。

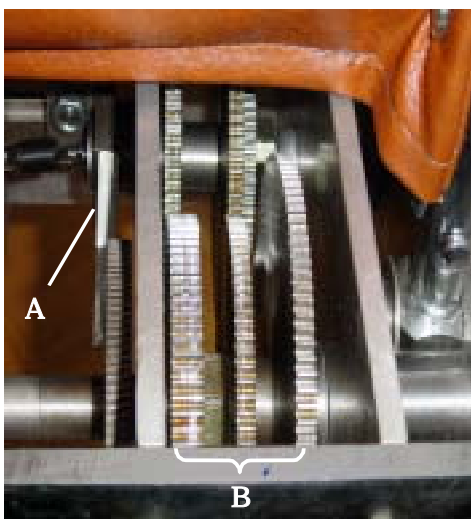


図 4 減速とラチェットストップ機構  
A : ラチェット機構 B : 減速機構

都合の良いことに、この減速およびラチェットストップ

機構は、スロープを小さな力で登ることおよび滑落防止機構としてもそのまま有効である。しかし、実際にこれらの機構を取り付けた試作機で段差乗り越えをやってみると、補助輪のせり上げについては問題ないが、その後の減速機構を活用した主車輪のせり上げは、なかなか難しく、市販の車椅子同様の 4 ~ 5cm の乗り越え能力しかないことが解った。この原因としては、いろいろな機構を組み込んだことによる車椅子の重量増と、減速機構のバックラッシュが予想よりも大きくてタイミング良く力をかけることが難しいことなどが考えられた。このことから、車椅子で安全確実に段差乗り越えをするためには、水平姿勢保持補助輪に加えて主車輪のせり上げ機構の追加が必要であり、それが自力外出支援型車椅子の新たな改良目標となった。

#### 3 - 2 - 2 主車輪せり上げ機構の試作

水平姿勢保持補助輪と同様の角ネジ機構を、車椅子のフレーム後方に取り付けることによって、主車輪のせり上げは比較的容易に可能である。しかし、主車輪が地面から離れてしまうと、手漕ぎ輪をどのように回転させても車椅子を動かすことが不可能になる。この問題を解決するため、図 5 に示すように主車輪せり上げ用の角ネジ先端にウォームを取り付け、同じ角ネジにボールベアリングを介して取り付けられている 2 連の押し上げ輪をウォームホイールと同軸で回転させることで、主車輪を上昇させると同時に車いす全体を微速前進させる機構を考案した。

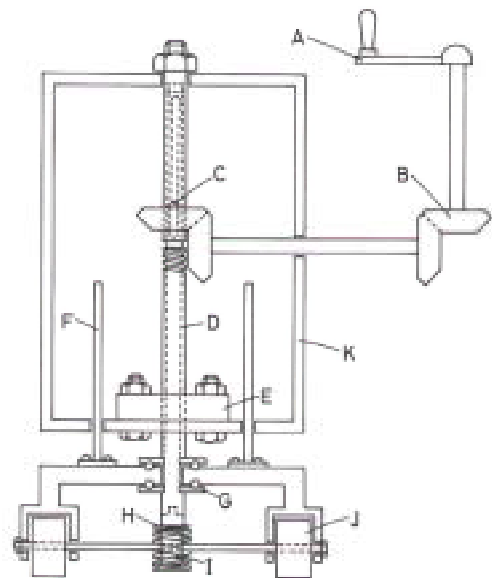


図 5 主車輪せり上げおよび微速前進機構

- A : 昇降ハンドル B : 傘歯車 C : 滑りキー  
D : 角ネジ (オス) E : 角ネジ (メス)  
F : 回転止めバー G : ベアリング  
H : ウォーム I : ウォームホイール  
J : ゴム車輪 K : ギヤボックス

車椅子前部に取り付けた昇降ハンドル A を右方向に回転させると、回転軸および4個の傘歯車 B によってオスの角ネジ D が右回転し、車椅子の主フレームに取り付けたギヤボックス K に固定されているメスの角ネジ E 内を旋回して下方方向に伸び出る。オス角ネジの下部には、2連の接地輪 J とウォーム H およびウォームホイール I が取り付けられており、ウォームホイールと接地輪は同軸で回転するようになっている。この時、接地輪の軸受けシャシーが角ネジに固定されていると、角ネジと同時に接地輪までが旋回することになるので、シャシーの上下を2個のベアリング G で挟み込む形で角ネジ軸を貫通させることとし、シャシーに取り付けた2本の回転止めバー F によって接地輪が常に前進方向に向くようにした。接地輪を2連にした目的は、主車輪が浮いた状態になった時の車椅子姿勢の安定化と後方転倒防止機能の安定化である。この微速前進機構で肝心なことは、ハンドル1回転あたりの接地輪の回転数つまり車椅子の進行距離が、オス角ネジが下方方向に伸び出す距離すなわち主車輪が接地輪の下降によって押し上げられる距離よりもやや大きくなるように、ウォームのピッチとウォームホイールの歯数および接地輪の直径を選定した点である。このことによって、主車輪の下部が常に段差の角に接触した状態で車椅子を上昇させることが可能となる。段差を越える際には、主車輪の最低位置と段差高さの差が2～3cmになる位置まで主車輪を上昇させ、その状態から手漕ぎ輪を回すことによって、容易に車椅子全体を段差上にせり上げることができる。この機構を駆動させるためのハンドルは、折りたたみ方式とし、既に水平姿勢保持補助輪昇降用のハンドルが使用者から見て車椅子右側に取り付けてあるため、必然的に左側に取り付けることになり、前方から見た車椅子の外観は、図6に示す形になった。

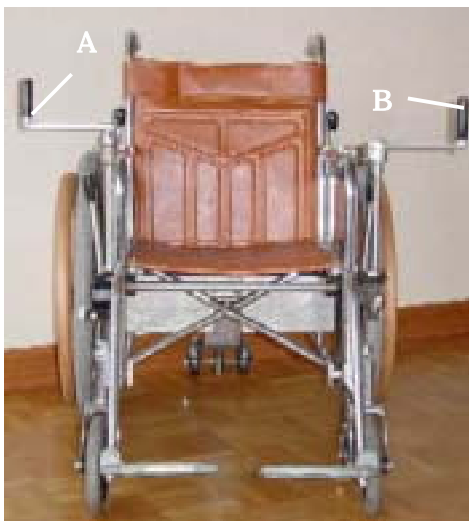


図6 主車輪せり上げ機構付加車椅子の外観  
A：水平姿勢保持補助輪昇降用ハンドル  
B：主車輪昇降用ハンドル

## 4 結 言

足が不自由な高齢者や障害者の自力行動支援を目的とした福祉機器の例として、転倒防止機能付き歩行器および自力外出支援型車椅子を試作した。1個または2個づつの手作り部品が多く、予想よりも長時間を要したが、ほぼ当初の目標機能を満足する試作機を完成させることができた。この2種の試作機器について、試運転をしながら(財)岩手リハビリテーションセンター職員を始めいろいろな人達に意見を求めた結果、次に掲げるような指摘があった。

### 4-1 歩行器への意見

- 1) 歩行器の使い方として、ベットや椅子から移乗する際、あるいは歩行器から便座に体を移動させる際には、歩行器を少しだけ後退させる必要がある。従って歩行器が体から離れていても、何らかの方法でブレーキが解除できる機能が必要である。
- 2) 天板の形状による転倒防止の考え方やブレーキ機能の発動と解除の方法はこれまでにないものでもおもしろいと思う。

### 4-2 車椅子への意見

- 1) 倍力機構(変速機構)は、理論としては理解できるが歯車などの組み込みで車椅子重量が大きくなって操作性を悪くしており、平地走行時の負担を考えればかえってマイナスではないのか。
- 2) 逆転停止機構は良いと思う。手の動作が鈍くなった人でも、この機構があれば介護者無しでもスロープが登れる人がけっこうたくさんいると思う。
- 3) 木製の手漕ぎ輪は、見た感じは良いがツルツルして滑りやすく力が入らない。機能的には凹凸のあるプラスチックリングの方がはるかに優れている。
- 4) 必ずしも自力のみでの駆動にこだわる必要はないのではないかと。ハンドルを回して補助輪と主車輪を別々に上下させる方法は、体力も要し時間もかかるから、充電式のバッテリーモーターをつけた方が実用的だと思う。
- 5) このような車椅子の開発も必要かも知れないが、もっと根本的には、あらゆる道路や公園のバリアフリー化を早期に進めるべきである。

以上のような意見が出されており、中には健常者の感覚では思いつかない切実かつ厳しいものがある。これらの意見を慎重に検討し、実用化あるいは商品化のための最終的な試作品を完成させることが今後の課題である。

## 文 献

- 1) 米倉ほか：岩手工技セ研究報告，8，115(2001)

## CGキャラクター生成システムの開発\*

長谷川 辰雄\*\*、中村 吉信\*\*\*

多品種・適量生産の現状において、個人ごとの要求に合った製品が求められている。本研究では人体形状を扱う製品の設計基盤技術として、ある一定の性質を表す特徴点を計測し、その結果を反映したCGキャラクターを生成する。この特徴点は計測によって求められるもので、人体の部位ごとに決定されている。特徴点を利用して、人体形状をCGでモデル化し、個人体型にフィットする製品を生み出すためのソフトウェアシステムを開発した。

キーワード：特徴点、CG、人体形状

## Development of Generating system of 3D CG Data

HASEGAWA Tatsuo and NAKAMURA Yoshinobu

The product which was suitable for every individual's requirement should be necessary in the miscellaneous production and the right amount of production. This research developed the system that CG data was generated as a design base technology for the human body. The system is designed based on measuring a certain fixed characteristics point. This characteristics point is decided as every part of the human body by the measurement. We developed a software system to make the product that is suitable for the individual shape.

**key words: Characteristics, CG, human body shape**

### 1 緒 言

大量生産による低コストの製品が主流となっている現状において、人が身につける、靴、衣服、医療用具などは、個人体型にフィットすることが望まれている。特に装具などの医療福祉器具などは、自身の形状に合った製品が望まれている。このような現状から、人体の形状計測から製品製造までの工程を効率よく進める技術が重要である。現状の人体の形状計測は人手による計測が一般的であるが、非接触の自動計測も行われている。しかし、自動計測は一般的に普及されていない。この理由は、高額な装置の他に、計測データからCADデータを完成するまでに長時間を必要とすることにある。このことから、本研究では、計測からCGデータを生成する過程の中で、CADの操作に注目し、より簡単に目的とする形状を描くことができないかを検討した。本研究では、計測データから特徴的な部分を抽出してCGデータを生成する手法を開発した。人が身につける物は、自由曲面でフィット性を向上させている場合が多く、CGデータにおいても、自由曲面<sup>1)</sup>を簡単に生成することが問題となっている。

### 2 開発方法

開発したソフトウェアシステムは、絵画的投影法による物体位置の把握と、それを視線方向から見たときの3次元表示が基礎的機能である。

#### 2-1 絵画的投影法による計測と3D表示

製品デザイナーは、物体、視点、消失点の関係を考慮し、取り扱えることが大切である。このような絵画的投影法に基づいて、CADの3D表示アルゴリズムを開発し、計測及び3D表示を行った。図1に絵画的投影法を示す。図1(a)は、視線方向から見た3次元物体の投影面の幾何的位置関係を示している。これによって、遠近法の正確な表示が可能となる。図1(b)は消失点の求め方を示している。投影法では、平行線は無限遠において1点で交わるという定義に基づいて計算している。消失点は、その物体が存在する空間の絶対水平線と絶対垂直線を表すことができる。

---

\* 技術バイオニア養成事業

\*\* 電子機械部

\*\*\* (株)でん

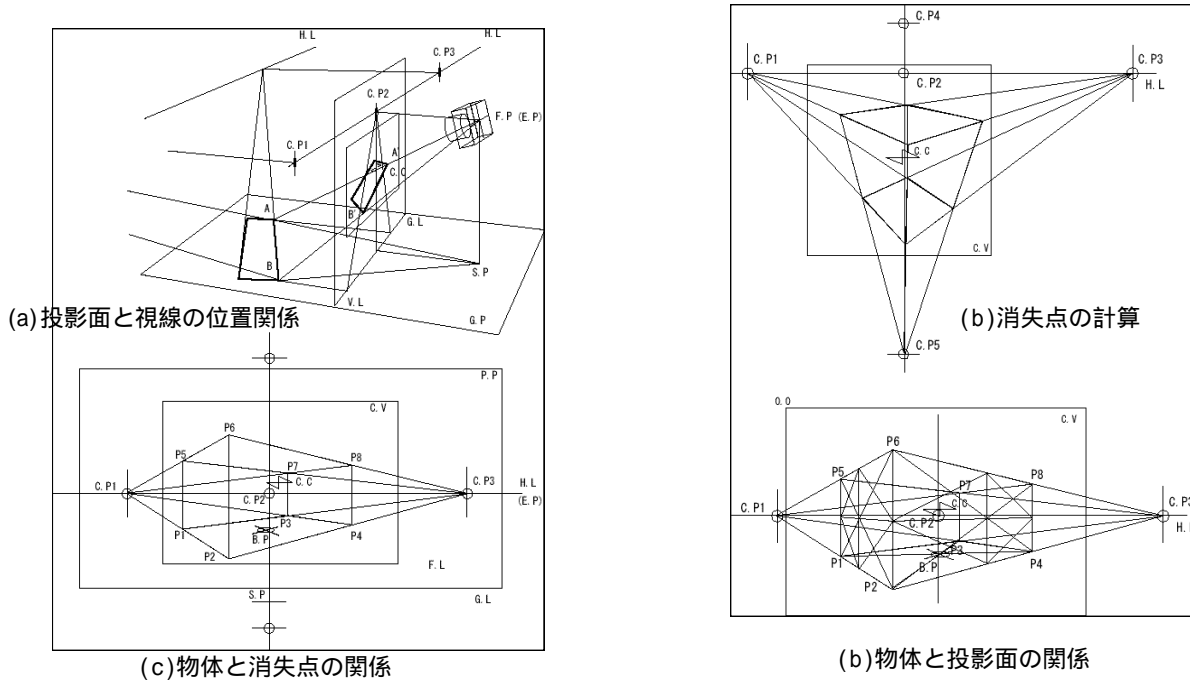


図1 絵画的投影法

2-2 プリミティブ及びユーザー定義型オブジェクト

2次元、3次元モデルの基本オブジェクト形状を、定義し易いプリミティブ(原形)な形で生成する機能と、他のCADで作られた形状を取り込んで、基本のオブジェクトを生成する機能を開発した。プリミティブ形状とは、物体を構成する最小単位の幾何形状を示し、立方体や球、四面体などである。図2はユーザー定義型オブジェクトの例を示している。ガイドと呼ばれる基準線と物体の幾何的な位置関係を定義することで、物体の変形を容易にしている。

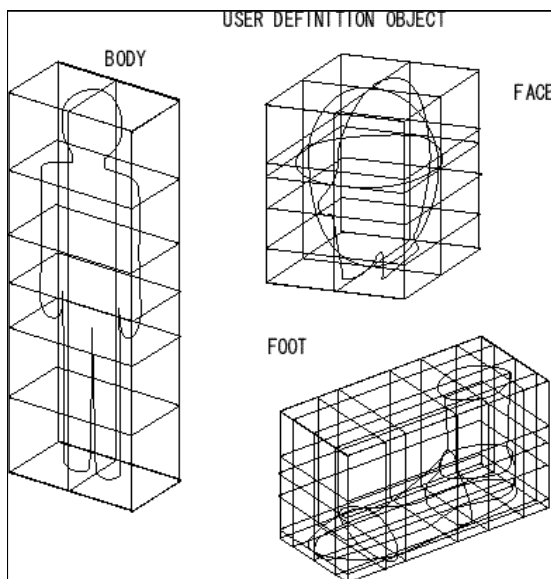


図2 ユーザ定義型オブジェクト

2-3 人体形状を扱う曲線と曲面

3次元ベジエ曲線を生成する手法を開発し、ユーザがパラメトリックに複雑な曲面を生成出来るように、インターフェースを開発した。さらに、パッチ処理を様々生み出し、ペーパークラフト、アパレルのスローパーに相当する曲面が生成できる手法を確立した。図3に曲面のパッチ処理を示す。

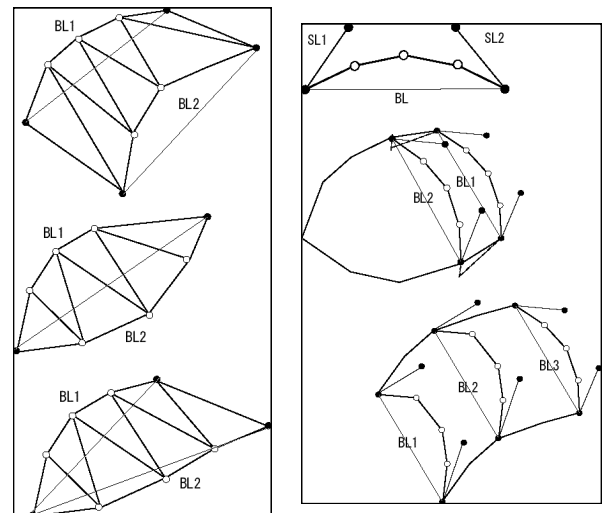


図3 曲面パッチ処理

2-4 リレーショナルオブジェクト

人体において筋肉と骨、関節の関係、足と胴体など各部分の一つのオブジェクト内の関係として定義し、足と靴、靴と革の展開形状、底型は人体形状に関わる一群のオブジェクトをアセンブル(統合化)して扱うことができるシステムとした。図4は複数オブジェクトの位置関係を示している。この位置関係は、リレーショナル・データと

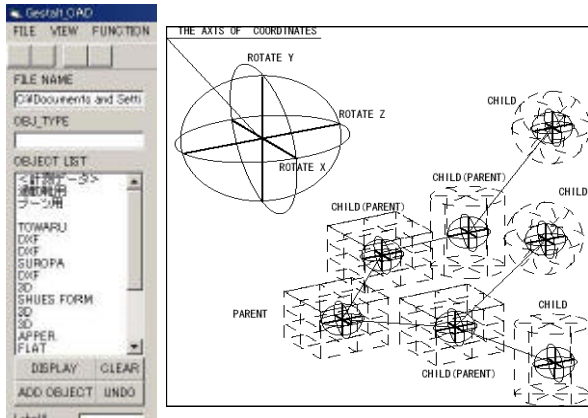


図4 物体の位置関係

して構築され、物体の相互関係を把握できるようになっている。

#### 2-5 中間形状

計測形状をより実物に近く再現しても、人体形状に関する製品の設計には利用価値が少ない。アパレルの人体形状を扱ってきた長い歴史で、培われたデザインの手法を基礎とし、フラットパターンから立体裁断の流れのなかで生み出されたトワールと、スローパーという製品と人体形状をつなぐ中間形状を応用し、CADに取り入れることが出来た。図5は中間形状のイメージ図である。人体形状の特徴点を用いて中間形状を作成する。

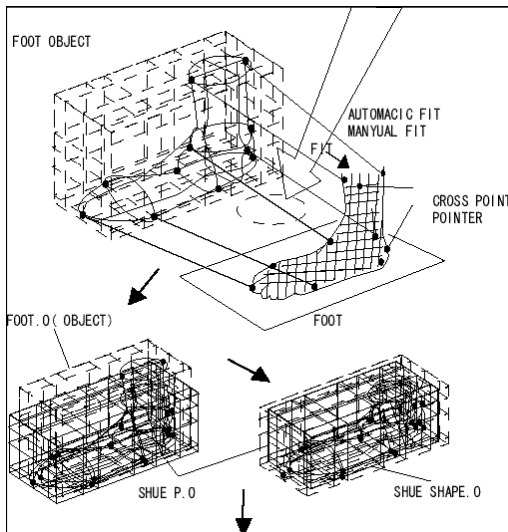


図5 中間形状

#### 2-6 CAM出力

CGキャラクターを生成する技術は、直接CAMで製品を加工するためにポリゴン化する必要がある。NCデータで、ある部分を選んで切削加工する技術について検討を行った。また、型抜きした材料を重ねて、どのような形状を作るのか、この形を平面展開したらどうなるのかを検討できるように設計した。

#### 2-7 NC切削機による加工

実際にNC切削機で加工して多くの問題に突き当たり、サポーターの位置、形状の分割などのデータの作り方や、安価で、型として強度に耐えうる素材を探し、試験を行った。図6はCGデータのNC加工試験を示している。



図6 NC加工試験

### 3 実験結果

図7に開発したCG生成システムを示す。人体の特徴点から人体上半身の中間形状を生成した結果である。3面図と、任意の視線方向からの3次元表示が可能となっている。ガイドによるパラメトリックな形状の変形で、容易にCGデータを生成することが可能となった。

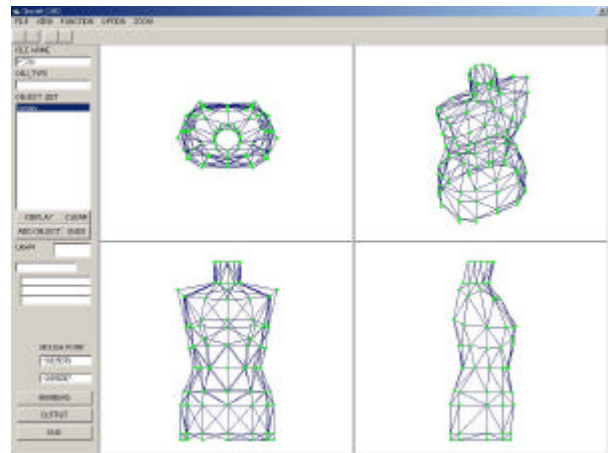


図7 CG生成システム

### 4 結 言

開発したCG生成システムは、人体形状を扱う製品の設計支援として有効である。本システムは(株)でんが開発し、実際の業務に活用している。ソフトウェア製品としての販売も検討しており、今後、機能の充実、信頼性の向上を目標として開発を継続する予定である。開発中に判明した問題点、その対策方法など、市場価値を考慮しながら製品化を目指して研究開発を実施する。

#### 文 献

- 1) 川合 慧: コンピュータ グラフィックス, 日刊工業新聞社, 1997
- 2) 安東武男: カuttingシステム, モードエモード社, 1978

# 簡易型高周波送受信回路の開発\*

菊地 利雄\*\*、三浦 信\*\*\*

低価格で取付けも容易なキーレスエントリー電子錠用の簡易型高周波送受信回路の開発を行った。キーレスエントリー電子錠は、小さなリモコンで錠の開け閉めを行う補助鍵である。リモコン側には電波の送信回路、錠側には受信回路が内蔵されていて、ワンタッチで錠の開け閉めができる仕組みになっている。初期設計/試作の結果、製品化に向けては低価格化、小型化、長寿命化が課題であることが明らかとなった。そこで、設計の見直しにより使用部品点数の削減を図るとともに、受信側の動作モードを再検討することによりほぼ目標を達成し製品化することができた。

キーワード：キーレスエントリー電子錠、高周波送受信回路、セキュリティ

## Development of Simple TX and RX for the Electric Key

KIKUCHI Toshio and MIURA Shin

We developed a simple transmitter and a receiver for the electric key. The small remote control unit controls the electric key. The small remote control has the simple transmitter. On the other hand the key unit has the simple receiver to receive the signal from the small remote control unit. We achieved low cost, small-size, and allowable life time by means of redesigning and reconsidering the operational mode.

key words : electric key, TX, RX, security

### 1 緒 言

犯罪白書によれば、年間の窃盗犯の侵入件数は20万件を超え、そのうち半数以上が鍵を破られて侵入されたものである。この背景としては、核家族化により近隣との付き合いが減少し地域における不審者の監視が弱くなっていること、また、女性の社会進出により一人暮らしが増加していることなどが考えられる。こうした犯罪に対抗するためのセキュリティ関連商品も数多く市販されているが、取り付け工事が必要であったり、高価であったりと課題も多く、思ったように普及していないのが現状である。

そこで、これまでのセキュリティ商品の課題を克服し、低価格で取付けも簡単な補助鍵としてのキーレスエントリー電子錠の商品化を目指すこととした。本稿では、キーレスエントリー電子錠の機能性能の要となる簡易型高周波送受信回路の開発について報告する。

### 2 キーレスエントリー電子錠の機能概要

これまでの補助鍵はドアに取付け用の穴を開けたり、専門業者による工事が必要であった。しかし、今回開発したキーレスエントリー電子錠では、本体（施錠ユニット）をドアに接着するだけで取付けられるようにし、特別な工事が不要となるよう考慮した。この方式では、ビスなどによって取付けた場合と比較して機械的な強度が劣るが、約100kgの強度は確保できるた

め、実的には問題にならないと判断している。なお、強度に不安を持つ購入者のために、ビスによる取付けも可能なようにしてある。

また、故障が生じた場合、従来の錠では取扱店が開錠してくれることが多いが別途保守契約が必要であったり、最終的にはドアを壊すしか方法がないケースも出てくる。しかし、今回開発したキーレスエントリー電子錠では、手動で開錠できる機能を付加し、保守契約も不要で、故障によってドアを壊すケースもないよう工夫した。

表1 キーレスエントリー電子錠の構成要素

No	名 称	設置場所	高周波送受信
1	施錠ユニット	室内側	受信
2	テンキー	室外側	送信
3	リモコン	携帯用	送信

キーレスエントリー電子錠は施錠ユニット、テンキー及びリモコンから構成される（表1参照）。施錠ユニットはドアの内側（室内側）に取付けられ、テンキーまたはリモコンからの電波を受信して施錠したり、開錠したりする部分である。テンキーはドアの外側（室外側）に取付けて、暗証番号を入力することにより施錠ユニットの操作を行うものである。リモコンは親指大の大きさで持ち運びができ、ボタン操作により施錠ユニットの操作を行うものである。施錠ユニットには高周波の受信回路

\* 技術バイオニア養成事業\*

\*\* 電子機械部

\*\*\* (有)岩本電機製作所

が、テンキーとリモコンには高周波の送信回路が組み込まれている。テンキーは必要がなければ取付けなくてもよく、テンキーを取付けなければ、室外側からは補助鍵を設置しているかどうかは部外者からはわからなくなる。

図1に施錠ユニットの外観を示す。施錠ユニットの横側にはカンヌキが付いており、これが図1のように出ている状態ではドアが開かないようになっている。リモコンあるいは手動などによりドアを開けるときの、カンヌキが施錠ユニット本体の中に収納されるようになっている。施錠ユニットには、また、施錠、開錠を手動で行うためのボタンも付いており、外出先から帰ってきて室内に入った際などに手動で施錠、開錠の操作を行うことができる。この施錠ユニットは電池で駆動する仕組みとなっているが、電池の消耗具合を知らせるためのランプも取付けてあり、電池交換の時期を知ることができる。

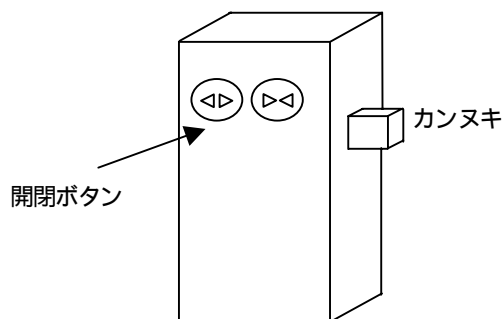


図1 施錠ユニット外観図

リモコンは大人の親指より少し太めの大きさで、非常に軽く持ち運びが便利になっている。リモコンには「Open (開く)」と「Close (閉まる)」の2つのボタンが付いており、ワンタッチで錠の開け閉めができる仕組みとなっている。

以上に挙げたキーレスエントリー電子錠の機能をまとめると以下ようになる。表2には動作補償範囲を、表3には基本仕様を示す。また、図2、図3にはそれぞれ施錠操作、開錠操作を示す。

- (1) ドアに取付け工事を必要としない完全後付けタイプ。  
特殊両面テープによる接着方式。
- (2) 施錠ユニットへの送信は、微弱電波方式。  
テンキー、リモコンとも無線方式を採用。
- (3) 全てのドアに取付け可能なカンヌキ高さ調整機能付き。  
2 ~ 50 mmの範囲で高さ調整可能。
- (4) リモコンコード及び暗証コードはティーチング方式採用。
- (5) 複数のリモコンコード及び暗証コードの登録が可能。
- (6) 非常時開錠機能付き。  
電池消耗時、破損時等に外部から非常開錠可能。
- (7) 電池交換アラーム機能付き。

表2 動作保証範囲

項目	施錠ユニット	テンキー	リモコン
動作電圧	4.0 ~ 5.0V	2.5 ~ 3.5V	2.5 ~ 3.5V
動作温度	- 10 ~ + 40		
電池寿命	最低 6 ヶ月	最低 12 ヶ月	最低 12 ヶ月
モータ寿命	1000 時間	-	-

表3 基本仕様

項目	施錠ユニット	テンキー	リモコン
表示機能	書き込みモード	コード設定	発信認識
	電池アラーム	電池アラーム	
音声機能	有り	無し	無し
スイッチ機能	施錠スイッチ	テンキースイッチ	施錠スイッチ
	開錠スイッチ	エンタースイッチ	開錠スイッチ
	コード登録スイッチ		
送信方式 周波数		微弱電波方式	微弱電波方式
		315MHz	315MHz
駆動電圧	4.5V	3V	3V
電池アラーム	3.6V 以下	2.7V 以下	
接着強度	300kg	100kg	

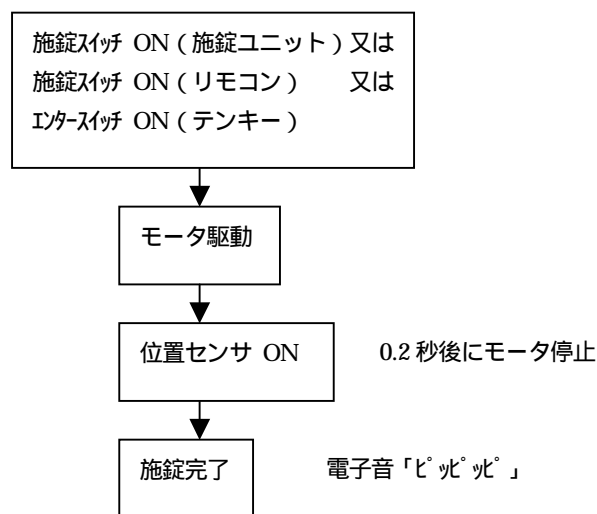


図2 施錠操作

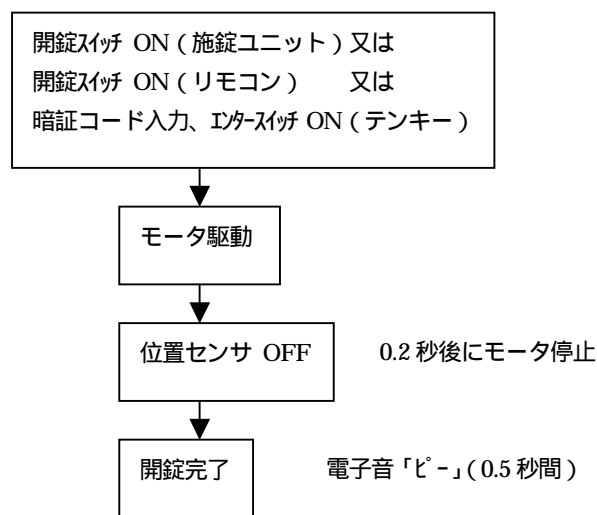


図3 開錠操作

### 3 試作試験

#### 3-1 設計/試作試験

初期設計による試作の結果、製品化に向けては低価格化、小型化、長寿命化が課題であることが明らかとなった。そのため、

設計の見直しを行うとともに、何度か試作を繰り返し改善を図っていった。

低価格化、小型化については、送受信回路の見直しによって使用部品点数の削減を図った。表4に初期設計時の部品点数と改善後の部品点数の比較を、発信部、受信部それぞれについて示す。

表4 使用部品点数

部品点数	初期設計	改善後
発信部	32	5
受信部	52	8

この表からもわかるように、送受信回路の見直しによって、使用部品点数は最終的に80%以上低減されている。これにより、コストを約半分に抑えることができるとともに、小型化が可能となった。使用している基板も当初は両面実装を行っていたが、片面実装が可能となった。

送受信回路の見直しに伴う使用部品点数の削減によっても、消費電力の低下によって製品の寿命は長くなる。しかし、目標とする単三電池で約1年の寿命を達成するには、さらに踏み込んだ検討が必要になった。初期設計による試作品では、錠となる受信部は常に信号を待ち受けている状態であった。このケースでの電流値は2.7mAであり、約1ヶ月で電池電力を使い切ってしまうことが明らかとなった。そこで、普段はほとんど電力を消費しないスリープ状態で、リモコンなどから信号が入力されると通常動作モードに移行する機能を取り入れることにした。また、使用部品の選定にあたっては極力消費電力の少ないものを選定することとした。しかし、最初は部品点数を削減するために採用した汎用ICのシャットダウン(スリープ状態にする)

ウェイクアップ(通常動作モードにする)がうまくいかず、再度回路の変更で対処した。最終的には電流値を400μA程度に抑えることに成功し、寿命を約250日に延ばすことができた。この値ではまだ目標の1年(365日)には達していないが、実用に供してもそれほど遜色ないレベルではないかと考えている。また、寿命算出に使用している条件として1日に10回の開閉を行った場合を想定しているが、購入者の使用条件によって(電池の)寿命は多少短くなったり、長くなったりする。

### 3-2 評価試験

試作品に対し評価試験として、漏洩電界強度、受信感度、放射電界の方向などを測定すると共に、熱衝撃試験、恒温恒湿試験などを実施して製品としての信頼性確保を図った。

図4に放射電界測定結果を示す。図4(a)は測定用のアンテナ、リモコンともに垂直にしてリモコンを360度回転させた場合の測定結果である。図4(b)は測定用のアンテナを垂直、リモコンは水平にしてリモコンを360度回転させた場合の測定結果である。両者では放射電界に約4.5dBの差があることがわかる。これは、施錠ユニットに対してリモコンを向けたときの向きにより電波の到達具合が相当異なることを意味している。このことはキーレスエントリー電子錠の購入者の使い勝手にも影響してくる要素であるため、注意が必要であると考えている。図4(a)(b)には測定用のアンテナを1mの高さから4mの高さまで変化させた場合の放射電界強度も示しているが、今回の開発品では送信側(テンキー又はリモコン)と受信側(施錠ユニット)はほぼ同じ高さで使用されるため、データにはあまり影響されないと考えられる。

図4 放射電界測定結果(a)

図4 放射電界測定結果(b)



図5には漏洩電界強度の測定結果を示す。図5(a)は30MHz~300MHzでの漏洩電界強度、(b)は300MHz~1GHzの周波数範囲での漏洩電界強度を示している。漏洩電界の強度が大きいとテレビなど他の電気製品にノイズを混入させる原因にもなるが、測定結果からは特に問題は見られなかった。

図5 漏洩電界強度(a)

図5 漏洩電界強度(b)

#### 4 結 果

試作試験の結果、低価格化、小型化、長寿命化の課題をほぼ解決することができ、製品化のめどが得られた。図6に製品化されたキーレスエントリー電子錠を示す。また、図7には開発したキーレスエントリー電子錠の施錠ユニットをドアに取付けた様子を示す。



図6 製品化されたキーレスエントリー電子錠



図7 施錠ユニットをドアに取付けた様子

#### 5 結 言

低価格で取付けも簡単なキーレスエントリー電子錠用の簡易型高周波送受信回路の開発を行った。初期設計時には使用部品も多く、低価格化、小型化、(電池の)長寿命化が課題であったが、試作試験を重ねてこれらの問題を解決し、キーレスエントリー電子錠の製品化を達成することができた。

# CADデータ交換に関する指導事業\*

長嶋 宏之\*\*、町田 俊一\*\*、東矢 恭明\*\*

昨今、製造業においてCAD/CAMシステムの導入は必要不可欠になっている。データ交換時にトラブルが起きて頭を悩ますことが多い。そこでデータ交換時に発生する問題を抽出し、それに対する解決策を検討。さらにそれをノウハウとして収集し、一般に公開することで、県内企業のデータ受け渡し時のトラブル解決に資するものである。

今年度は県立産業デザインセンターのシステムを例に、一般的なデータ交換における問題点を抽出し、まとめることができた。また、データ作製時における条件の設定も体系化でき、交換時の不具合の発生を防ぐことに有効なことが分かった。

キーワード：データ交換、CAD

## Study of CAD Data Exchange

NAGASHIMA Hiroyuki, MACHIDA Toshikazu and TOYA Yasuaki

Recently, introduction of a CAD/CAM system in manufacturing industry became necessary. However, there is many trouble that happens in CAD data exchange. In this year, turn a system of a prefectural industry design center into an example, problems to occur in CAD data exchange was extracted and solutions for this problems was examined. More, the know-how is collected in it, and, in what is shown, problems CAD of data exchange of manufacturing industry will be solved.

key words : data exchange, CAD

### 1 緒 言

昨今、製造業においてCAD/CAMシステムの導入は必要不可欠になっている。しかし、下請けの多い県内企業では顧客とのデータ交換や設計用のCADデータを加工機で使用する際に機器間でデータの受け渡しができない、データが破損するなどの問題で頭を悩ますことが多く、工業技術センターの技術相談においても同様の問題がかなりある。

そこで作業中に発生する問題を抽出し、それに対する解決策を検討、さらにそれをノウハウとして収集し、一般に公開することで、県内企業のデータ受け渡し時のトラブル解決に資するものである。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 事業の流れ

異なるCADシステム間でデータの授受を行うときや、特に当センターにおいてはCADデータを光造形装置に送信して加工を行う時など、加工機にデータを送信する際に発生する問題の多くは、作業の過程でトラブルが発生

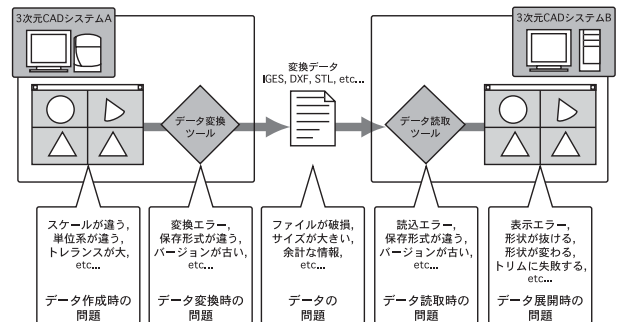


図1 データ交換の流れと起こりうる問題

し、受け取ったデータが利用できないことや、CADデータに記述されているオブジェクト情報の他に、特定のCADが使用する余分な情報が記述され、他のCADが理解できずにデータ全体が判読不可能になることである。

また、データの記述の条件(数値精度、曲線の次数、単位等)が誤っていることでオブジェクトが正確に認識できない等の問題が起こる可能性もある。

そこで県立産業デザインセンターのCADシステムにお

\* 平成13年度特定地域産業集積活性化機関支援強化事業

\*\* 特産開発デザイン部

いて参考データを作成し、他のCADでの利用や加工機への使用を行い、実際の作業過程の中から一般的経験的に問題の起こり得る(得た)状況を抽出し、それに対する解決法を検討する。

次に同様の実験を共同参加企業のシステムや加工において実施し、抽出された問題点を整理し、データの汎用性を高めるための方法を検討し、具体的な改善方法を企業に提案するものである(図2)。

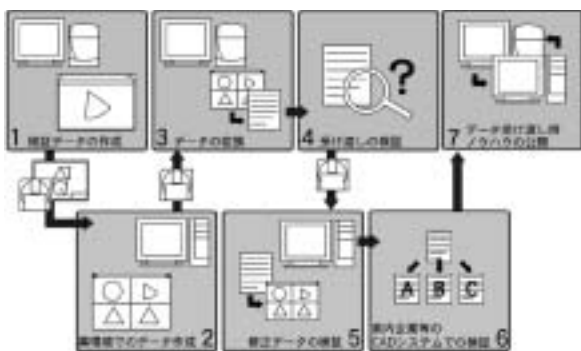


図2 事業の流れ

この事業は2カ年計画で行われる。

2 - 2 データ交換時の問題点の抽出

平成13年度実施された事業内容は以下の通りである。

受け渡し検証用の基本的CADデータを当センターのCADシステムによって作成する。

次にこのデータと同じ内容のデータを当センターにおいて、いくつかの異なる環境で作成し、異環境間でデータの交換を行い、不具合発生の有無を検証するとともに、異環境で作成したデータを、当センターの加工機用のデータに変換し、受け渡しを検証する。

このとき、不具合のあるデータは原因を調べ、解決策を検討し、受け渡し可能なデータに修正し、基本的な改善方法の検討を行う。

以下に示すのは県立産業デザインセンターにおける主要なCADシステムの一覧である(表1)。

表1 県立産業デザインセンター主要CADシステム

ソフトウェア名	用途	OS	メーカー
Alias AutoStudio 9.0	デザイン設計	IRIX	Alias/Wavefront
Euclid Styler/Machinist	CAD/CAM	Windows NT	Matra
AutoCAD14/MDT3	CAD	Windows NT	AutoDesk
Metris Base 5.0	点群処理	Windows NT	Metris
Metris Surface 4.0	点群処理	Windows NT	Metris
ModelMaker 4	点群入力	Windows NT	3D Scanner
Magics 6.3	STL編集	Windows NT	Materialise
SoupWere 5.0	光造形	Windows NT	シーメット

3 実験結果及び考察

3 - 1 データ交換時の問題点の抽出

データ交換時の問題点の一例として以下に示す。

当センターCADシステムの一つであるAlias AutoStudioで図3のデータを作成したものを、

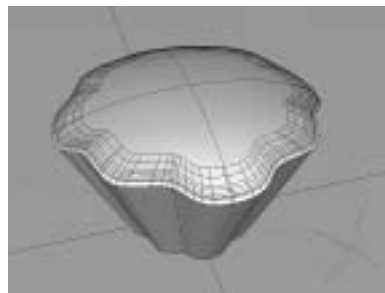


図3 Alias AutoStudioで作成したデータ



図4 AutoCADで展開した場合

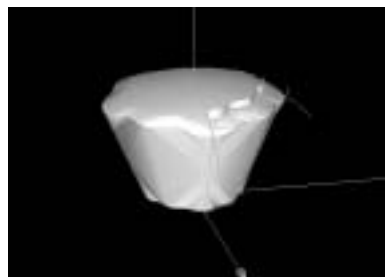


図5 Euclid Machinistで展開した場合

AutoCAD、Euclid Machinistでデータ展開を行った。図4、図5)

各CADシステムのモデルを評価したところ、要素の定義法(ソリッド/サーフェイス)カーブの取り扱い(スプライン/ポリライン)、トレランスの設定、トリミング等の形状作成方法に違いがあり、相手のシステムが対応せず、正常に読み込まれないことがあった。図3の基本データは図4のAutoCADでは正常に認識されているが、図5で示すようにEuclidでは余分な要素が現れている。この原因はEuclidが「非表示(invisible)」の属性を与えられた面を、非表示要素として認識できなかった結果である。

このように同じデータフォーマットで同じ要素を保存しても、CADシステムによってはデータが正常に読み込まれない不具合の発生を確認した。

また、他のファイル形式に変換した場合、面の欠落や不可解な要素が現れる等の不具合を確認した。

図6の場合、Alias AutoStudioによりデータを作成したが、内側垂直面と水平面との境界部分においてRoundツール(角R面を作成するツール)を使用して面を作成した。しかし、STL形式にデータ変換を行ったところ、Roundツールによる面が欠落し、また、その内側垂直面の上にも余計な三角パッチが生成された。これは、デー

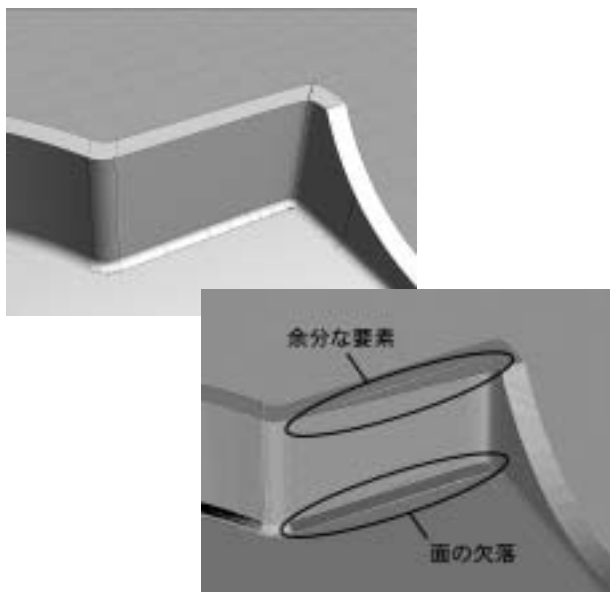


図6 データ変換後、面が正常に変換できなかった例  
(上:元データ (Alias Wire形式)下:変換データ (STL形式))

データ変換ツールがCADシステムの要素の定義に対応しきれていないためと思われる。

例にあげたような、これらの不具合を解決するには、データを読み込む側のCADシステムの特長やモデリングの精度、対応するモデリングツールの種類や、面やカーブの制御点・次数の数等をあらかじめ知っておく必要がある。また、データ作成時にそのCADシステム独特のモデリングツールの使用を避け、精度や次数の値を適正に設定し、できるだけ単純なデータの作成を心掛ける等、データ変換を前提としたモデリングの注意点が判明した。その結果、データ容量も小さくなり、データ交換時のトラブルも減ることで、データを正常に読み込めることが分かった。

次に、属性を設定できるデータ変換ツール(他のファイル形式変換に関するツール)を使用して、その属性設定を誤った場合、データが正常に読み込まれないケースを確

表2 抽出したトラブル(一部)

	トラブルの症例	トラブルの原因
設定に関するトラブル	サイズが異なる。	単位系が正しくない。 スケールの設定が正しくない。
	形状が見えない。	非表示の属性が与えられている。 原点から遠い場所に物体がある。
	モデルが読み込めない。	精度の値が小さすぎる。
	反応が遅くなる。	精度の値が小さすぎる。
	面に隙間ができる。	精度の値が大きすぎる。
ファイル変換時のトラブル	形状を正しく表現しない。	精度の値が大きすぎる。
	うまくファイル変換されない。	変換対象を選択していない。 バージョンが古い。 変換データが不完全である。
	ファイル変換ツールが読み込めない。	拡張子が違う。 読み込み側に機能制限がある。 ファイルが壊れている。 ASCII/バイナリモードが正しくない。 変換側で独自拡張機能を書き込む。
		曲面の表現が異なる。
カーブや面のトラブル	カーブや面が無くなる/形状が変わる。	制御点が多い。 次数が高い。 面にシワや折れがある。 精度が悪く近似や補正をされる。
トリミングのトラブル	トリムが解除される。	複数の境界線がある。 縮退している面がある。 境界線が交差している。 精度の値が大きすぎる。

認した。

つまり、データの単位系、ファイルフォーマット、保存要素の選択等、モデル要素に係わる部分からデータの形式に至る細かな設定の違いが交換時に大きなトラブルになることが判明した。この場合はデータを基本形状に戻し、他のCADで再構築するか、CADデータとしての特性は失われるものの、単純なポリゴン(小さな3角面の集合体で物体を表現したもの)データに変換し、ポリゴン編集ソフトで修正を行うことも有効であることが分かった。

また、ファイル転送時等、何らかのトラブルでファイルが破損してしまう、OSの異なるシステムでの問題(文字コードや改行コード)により、ファイルそのものを読み込めなくなるトラブルが高い頻度で発生した。この場合のOSが基本的に使用する、各種設定システム(文字コードや改行コード)に起因するトラブルの原因のいくつかは、設定条件等を見直すことや、単純なテキストエディターを用いて改行コードを削除するなどで解決できることが分かった。また、テキストエディターによるCADデータの修正は、異なるCAD間のフォーマットの違いによる不具合に対しても、データ文頭のヘッダー情報を削除することによる互換性向上にも使用できることが分かった。

しかし、要素の定義法や形状の作成方法はそれぞれのCADシステムに依存する部分であり、データ作成時にその機能の使用または条件について吟味する必要がある。

#### 4 結 言

今年度は県立産業デザインセンターのシステムを例に、一般的なデータ交換における問題点を抽出し、まとめることができた。問題点の抽出だけでもトラブル回避の指標にすることができるように思う。また、問題点の体系化により、データ作製時における条件の設定も体系でき、交換時の不具合の発生を防ぐことに有効なことが分かった。

今後は、引き続き問題の解決法を検討することとする。さらに、それを踏まえ、県内企業に協力を依頼し、各企業の現場で使用しているシステムと県立産業デザインセンターとでデータ交換の問題を抽出、その解決方法を検討し、ノウハウとして蓄積、情報として公開する予定である。

これによって各企業が光造形機などの当センター設備を活用していただけるよう切に願うものである。

この研究は平成13年度特定地域産業集積活性化機関支援強化事業において実施したものである。

#### 文 献

- 1) 鈴木浩司, 荻野目智明 : 基礎から学ぶ - データ交換 かけこみ寺, 日経デジタルエンジニアリング 2000.5 ~ 2001.3 連載, 日経BP社
- 2) Alias!wavefront:DATA TRANSFER FOR CAD AND SOLID IMAGING IN ALIAS 9.0, (1998)

# 清涼感を付与したハイブリットホームスピンの開発\*

大和 進\*\*、久慈 省一郎\*\*、浪崎 安治\*\*

岩手県の特産品であるホームスパンは秋・冬物の衣服素材であるが、近年生産高が減少しそれに伴い出荷額も減少している。これには様々な要因が考えられるが、本報告では販路の拡大に焦点をあて、寒冷地には初夏・初秋用として、また温暖地には秋・冬物として着用可能なホームスピンの開発を試みた。第1回目の試作として麻織物の感じを表現するため、ウール100%による強撚糸によるホームスパン服地を試作した。この生地を用いてブレザーを作り着用したところ、外気温度26までは十分着用可能であった。しかし表面の毛羽が暑苦しさを感じさせることから、温暖期用の服地としては適さないことがわかった。服地表面の毛羽を無くするために、麻を原料とする紙布で糸を作り縦糸の一部に使用すると共にウール糸と細い麻糸による双糸を作り製織した。その結果、毛羽が無く麻織物に近いホームスパンを開発できた。

キーワード：ホームスパン、清涼感、ハイブリット

## Study on Hybrid Homespun that gave a Refreshing Impression

YAMATO Susumu, KUJI Shoichiro and NAMIZAKI Yasuji

The Homespun that is the specialty product of Iwate Pre. is clothes material for Autumn and Winter season. In recent years, that shipment amount is a decrease because the amount of production is a decrease. There is various reasons for this. In this research, the expansion of the homespun cloth market is a purpose. We study the development of the homespun that we are able to wear in all season. We experimentally produced homespun cloth with the high twist yarn of wool 100%, to show the feel impression like the flax textile. We made the blazer by this cloth. As for this blazer the wearing was possible to air temperature (26 ). However, the nap felt sultriness on this surface. Therefore, this cloth has understood there is not suitable for summer season. We examined losing the nap on the surface of the cloth. We weave the homespun by the combination of the paper yarn and two-ply yarn. The material of the paper yarn is flax. The two-ply yarn were made from the wool yarn and thin flax yarn. As a result, we were able to develop the homespun that feel resembles in flax.

keywords: homespun, refreshing, hybrid.

### 1 緒 言

ホームスパンは繊維製品としては本県特産品の代表的な製品であり、手織り手織の毛織物である。産業としてこのような製品が生産されていることは全国的にも珍しいといえる。現在の毛織物は梳毛織物と紡毛織物に大別されるが、ホームスパンはフリースを細分化せず使用するため、その性状は梳毛織物と紡毛織物の中間にあり、織物仕上げについても、工程や処理時間は梳毛及び紡毛仕上げ法に属さず独自の方法によっている。このようにホームスパンは毛織物の中でも特殊な分野となっている。

ホームスパン業界は企業数も少なく生産高も小さな業界であり、小回りがしやすい業界でもある。しかし10

年ほど前より徐々に生産高が前年を下回ってきており、それに伴って売上高も減少している。

この原因としては、

手作りのため価格設定が高額になり若い需要層に受け入れられない。

流行に乗り切れない。

秋・冬物主体のため、販売期間が限られている。

などが考えられる。

本試作研究では、販売期間及び販売地域の拡大を図ることによりホームスピンの販路の新規開拓に寄与することを目的に夏物ホームスピンの開発を行った。

\* 基盤的先導的研究事業

\*\* 特産開発デザイン部

## 2 開発目標

温暖期用ホームスピンの開発にあたって以下の特徴を有するホームスパンを目標に開発を行った。

清涼感を付与するため麻のもつ「シャリ感」をもたせる。

従来のホームスパンと比較し通気性を向上させる。厚さを薄くし軽量化を図る。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 第1回試作

温暖期用ホームスピンの開発は今回初めて試みることから付与すべき性能をイメージし、イメージに沿うような織物にするための条件(撚り数、糸番手、組織等)を選択した。またホームスパンはウール100%の織物であることから、素材をウール100%とし、試作を試みた。

基本設計としては目標を達成するため強撚にすることとし、(株)みちのくあかね会の協力により、糸の太さは共通式10番手とし、手織者の能力の限界まで撚りを掛け、ついで撚糸機を用いてさらに2回にわたって追撚した。その結果、細く堅い麻に似た糸を開発できた。織り組織は平織りとした。

また、仕上げの条件はシャリ感を損なわないため、通常のホームスパン仕上げ条件よりも短時間で行った。また織り上がったホームスパンを(株)日本ホームスピンの協力により紳士ブレザーに仕立て、著者が着用したところ、軽く、通気性があり、外気温25~26では十分着用可能であることが判明した。しかし着用したブレザーの表面に毛羽が見え、これが心理的に暑苦しさを感じさせることから、毛羽を極力少なくしたホームスピンの開発が重要であることが判明した。

試作したブレザーと組織拡大写真を図1に示す。



図1 試作ブレザー及び組織拡大写真

### 3-2 第2回試作

1回目の試作において着用時の毛羽が心理的に暑苦しさを感じさせるため、毛羽を極力出さない工夫が必要で

あることがわかったが、手織であるホームスパンは梳毛糸と異なりウール100%の糸では毛羽を無くすることは困難である。また、毛焼きなどの処理も考えられるが、当センターには設備がないことからこれに変わる方法が必要となった。また、通気性の向上とウールの大きな特徴である保温性をいかに減ずるかも大きな課題となった。これらの課題を解決するため、紙糸を交織することとし、当初は和紙を使用することを検討したが、調査においてマニラ麻100%を原料とした(株)ユニカ製商品名「紙衣」が販売されていることを知り、この素材を試作ホームスパンに使用できるか検討した。

#### 3-2-1 紙衣を用いた試作(1)

(株)ユニカ製「紙衣」を9mmスリット、10mmスリット、15mmスリットの3種類購入し、それぞれの糸について織り組織上での使用個所について検討した。

15mmスリットは柄用とし、生地中のストライプに使用することとした。また9mmスリットはホームスパン糸と撚糸することにより毛羽の発生防止に使用することとして検討を行った。試作前段階で9mmスリットの「紙衣」とホームスパン糸を同一の染浴で染色した時点では、ホームスパン糸と比較し「紙衣」が濃色に染まったことから、いずれの「紙衣」も同様の染色性を示すものとして考えたが、15mmスリットの「紙衣」とホームスパン糸を同一の染浴で染色した場合、ウールと比較し「紙衣」の染色性が悪く、わずかに色が付いた状態であった。これにより「紙衣」の染色性はスリット幅によって異なることがわかったが、今回は試作が目的であることから織物設計時の参考にするることとし、本研究ではこの原因についての究明は行わなかった。

染色したホームスパン糸と「紙衣」を撚糸機により撚糸し双糸を製造し、組織を「杉綾織り」とした。また緯糸は6番手ウール100%糸と経糸と同じ糸の2種類とした。この結果、織り上がりの状態では、撚糸によって糸が太くなったこともあり、全体に厚く、硬い織物になった。このことから、衣料素材としては全く適さない織物と判断した。また、毛羽の発生も十分に防止できなかったことから、この方法による衣服素材開発を断念した。

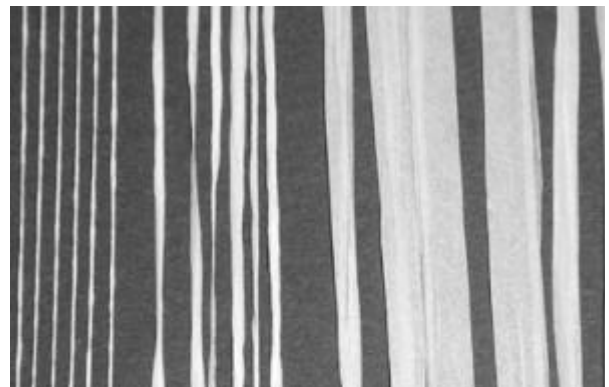


図2 紙衣(左から9mm、10mm、15mmスリット)

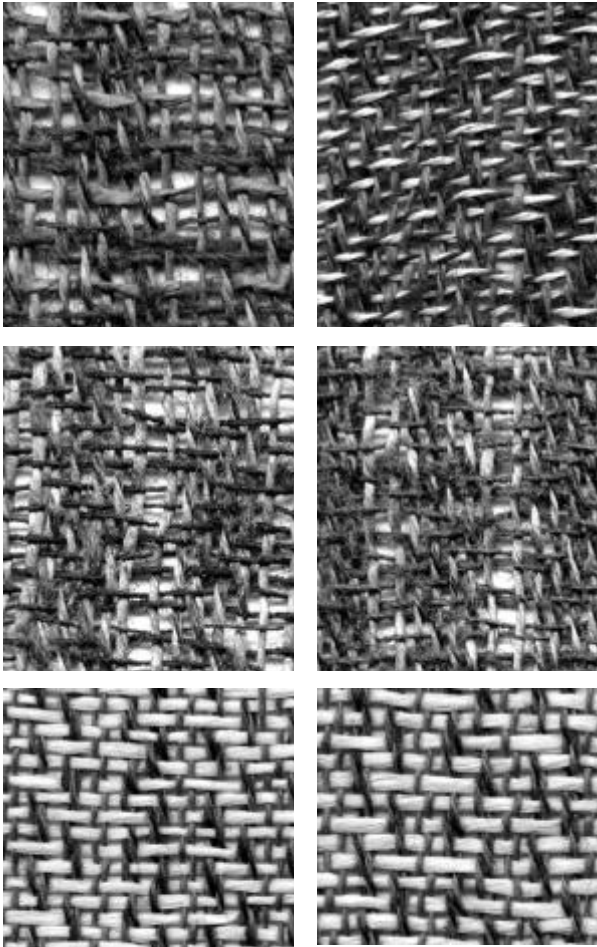


図3 紙衣を用いた試作(1)織物

この試作における製品展開としては、コースターやテーブルセンターあるいは財布、眼鏡ケースなど衣服素材以外の用途に適していると判断した。

### 3-2-2 紙衣を用いた試作(2)

前回の失敗から6番手のホームスパン糸に10'S麻糸を撚糸し、双糸とした糸を製作し、これを縦糸と緯糸として用いたものと、通気性を考慮し、この縦糸に「紙衣」の最も細い9mmスリット糸を部分的に使用し縦方向にスリットが生じるようにした織物2種類を試作した。緯糸はどちらも6番手ホームスパン糸に麻糸を撚糸した糸を使用した。また立体的な空隙を多くするため、組織は「杉綾織り」とし、緯糸の密度を変え拵見本を試作した。この試作織物を図4に示す。この結果、6番手のホームスパン糸に麻糸を交撚する事により糸の太さと重量が増し、また織り組織を浮きの多い「綾織り」としたことから、厚みがあり着用時に暑く感じる織物となった。着用したところ絹織物のような感触があった。しかしこの織物は本研究のテーマである温暖期用のホームスパンに適した織物としては不適合であり、衣服よりはマフラーやショールに適していると判断した。これを図4および図5に示す。

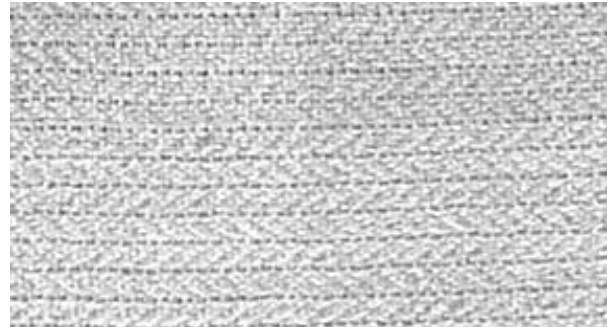


図4 「紙衣」を用いた試作(2)全体

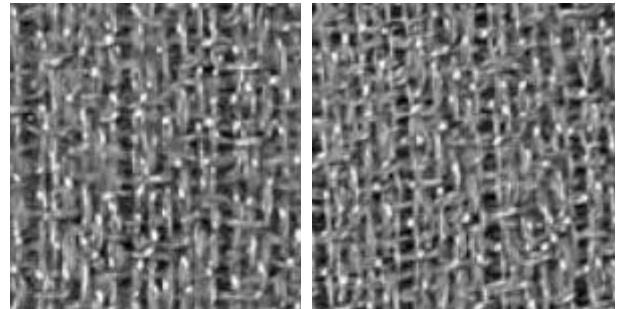


図5 「紙衣」を用いた試作(2)部分

### 3-2-3 紙布を用いた試作(3)

これまでの経験から、ホームスパン糸は第1回目に試作に使用したウール100%、10番手の糸を使用することとし、地糸には10番手ホームスパン糸に10'S麻糸を交撚し毛羽を押さえることにした。また9mmスリットの「紙布」を一定間隔で集中的に用いストライプを形成させると共に織物全体に「シャリ感」を持たせることとした。織り組織は「平織り」とし紳士服地仕様で設計した。

### 3-3 織物仕上げ

織り上がった生地は硬くゴワゴワしており、そのままでは着用できないことから仕上げ工程により織物風合いを決定する。3-2-3で試作したホームスパンは非常に硬い状態であり着用可能な柔らかさを付与する必要があるが、一方では麻風合いの「シャリ感」を残す必要から従来のホームスパン仕上げ条件を根本から見直した。表1に本試験で実施した仕上げ条件を示す。

表1 仕上げ工程及び条件の比較

仕上げ工程名	従来の工程時間	新工程時間
水 洗	20分	-
脱 水	3分	-
縮 絨	20分	15分
洗絨・水洗	20分	10分
脱 水	3分	1分
幅だし乾燥	3分	3分
蒸 絨	1分	-

新工程表での縮絨は洗剤を使用せずに行い生地を硬さを幾分除去することを目的に行った。また、その他の工程も処理時間を減じて行った。

この結果、当初の目標とした風合いに近いホームスパンを製作できた。この織物を図6に示す。また第1回目の試作品との比較を図7に示す。



図6 最終試作(3回目)の紳士用ホームスパン服地

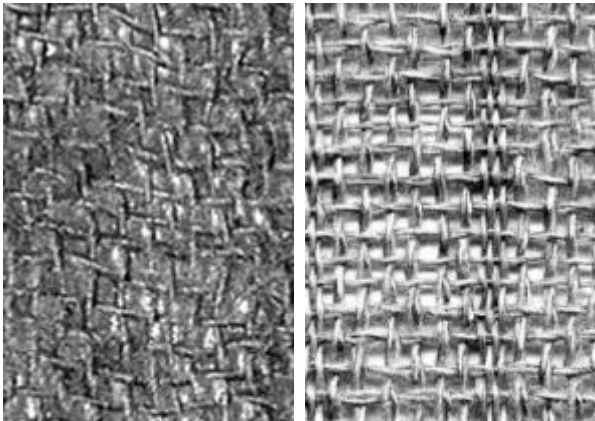


図7 1回目試作と3回目試作の比較

1回目試作のホームスパン服地(左)はウール100%

素材で作られたホームスパンであるが、「紙衣」使用の3回目試作のホームスパン服地(右)と比較し縦糸、緯糸で構成される間に毛羽が被さっているのがわかる。一方「紙衣」を併用して作られた3回目試作のホームスパン服地は、毛羽の発生も少なく縦糸、緯糸で構成される間隙がクリアな状態であり、明らかに通気性が良く思われると同時に、毛羽がないことから1回目試作のホームスパン服地と比べ毛羽から感じる暑苦しさがない。

#### 4 結 言

ホームスパンは家畜である綿羊の毛を刈り取り手で紡ぎ、その糸を用いて自家製の織物にしたことから始まる。手で糸を紡ぐことから糸も太くまた斑があるが、織物とした場合この斑が独特の風味を織物に与えることから珍重されてきた。一時期、世界の三大ファッションショーであるパリコレクションの素材として採用されたこともあるが、全国的な知名度は低い。岩手県立大学短期部の調査によると、同校の女子学生における「ホームスパン」の知名度は半数以下と少ない。また、長期にわたる経済の低迷でホームスパン製造業者の体力も大きく低下している現状にある。加えて手作り製品のため価格も高く、ホームスパン業界の伸展の阻害要因となっている。

本研究は、ホームスパン業界がこれらの現状から脱却する一助になるのではとの観点から実施したものである。今回の試作では、第1回目の試作でマイナス要因となった毛羽の問題も解消でき充分満足できるものができた。

また、寒冷地にあっては「温暖期用」であっても、南方の暖かい地方では秋冬物として着用できることから、販路や着用期間の拡大に寄与できるものと確信している。

本研究による試作品を参考に業界サイドでさらに工夫を凝らし、消費者の購買意欲を増すようなホームスパンを開発していただくことを期待する。

最後に、本研究にご協力いただいた(株)みちのくあかね会並びに日本ホームスパン(株)に深く感謝の意を表すものである。



## 学校用家具の開発

有賀 康弘\*、浪崎 安治\*

机やいすなどの学校用家具は教育環境の重要な要素であり、ぬくもりを感じさせることのできるような木製家具に対する期待は大きいと考えられる。また、県産木材の需要開拓は急務であることから、県産針葉樹材を活用できる新しい木製学校用家具の開発を行った。平成 12 年度は、アカマツ材を使って、つぎのような特徴を持つ岩手オリジナル学校用家具を試作した。

(1)新JIS規格に即した設計、デザイン。(2)机・いすの高さ調整が可能。(2)いすのスタッキング機能(4)低コスト

平成 13 年度は、さらに使用材積を低減し、製作しやすい木製学校用いすの提案を行ったので報告する。

キーワード：学校、家具

## Product design to original wooden school furniture of Iwate

ARUGA Yasuhiro, NAMIZAKI Yasuji

Last year We designed Iwate original wooden school furniture made with Japanese red pine. The furniture had the following characteristic.

(1) The design corresponding to new Japanese Industry Standard (JIS). (2) The desk and the chair which has height adjustment function. (3) The chair can be stacking for safekeeping. (4) Low cost

Follow in the last year We were suggested the improved wooden school chair that the volume of materials was reduced more, and easy to make.

**key words : school, furniture**

### 1 緒 言

県産木材の利用促進は急務となっている。公共的な場所で使われる学校用家具に木材を活用することは木材需要の増加が期待でき、また県内木製品製造業にとって新しい製品となりうるが、教育現場では、木製学校用家具の良さに理解は示しているものの、導入コストについてはスチール製よりも高いことから、木製家具の導入に踏み切れない場合が多い。一方、日本工業規格(JIS)が改正され教育環境の観点から木製の机やいすの製作の自由度が増したため、学校での木製学校用家具の導入は以前よりしやすくなったといえるので、ニーズは今後、増加すると予想される。

また、岩手県では県産木材の需要拡大を図る目的で、平成 11 年度から「木の香る学校づくりモデル事業」によって木製学校用いす、机の購入に対して購入価格の 1/2 補助(上限 10,000 円)を行ってきた。これまでに県内 24 校の小中学校で 2,100 組を越える木製いす、机が導入されている(表 1)。これらの木製いす、机は各学校の地域にある製材所、家具メーカー、建具メーカー等で作られ、すべて岩手

県工業技術センターが設計や強度試験などの技術支援を行ってきた。このことから、県内の木材を使い、地元で作られた木製学校家具への関心は高く、児童、生徒数の少ない学校では比較的スムーズに導入が進むことがわかる。

そこで、平成 12 年度は、教育現場の声を取り入れつつ、県産木材を活用した新しい岩手オリジナル学校用家具の開発を行い、つぎの特徴を持つ製品を試作した(写真 1)。

1. 新JIS規格に即した設計、デザインとした。特に机の甲板の面積を旧来製品に比べて拡大(面積比約 120%)し、教材の大型化や少人数学級等に対応した。
2. 机・いすに高さ調整機能を付加し、さらに椅子の積み重ね収納を可能とした。
3. 十分な強度を持つ(机・いすとも繰り返し耐衝撃性試験を行った結果、以上のないことを確認)。
4. 複雑なデザインを避け、部品寸法の共通化と部品加工工程を単純化できる製品設計によって、低コスト化を可能とした。

ただし、木製学校用いすは、背もたれと座に成型合板を取り入れて県内で作られている木製家具との差別化を

\* 特産開発デザイン部

表1 木製学校用家具導入実績

導入年度	市町村名	学校名	学級数	児童生徒数	種類	導入数
平成11年度	千厩町	千厩中学校	14	447	いす	130脚
		世田米小学校	7	204	机・いす	235組
	住田町 (全ての小中学校)	大股小学校	3	19	机・いす	28組
		下有住小学校	4	51	机・いす	54組
		上有住小学校	6	86	机・いす	118組
		五葉小学校	3	11	机・いす	14組
		世田米中学校	6	128	机・いす	143組
	久慈市	有住中学校	3	102	机・いす	108組
平成12年度	宮守村	夏井小学校	4	45	机・いす	43組
		宮守小学校	7	148	机・いす	110組
		鱒沢小学校	6	55	机・いす	35組
	北上市	達曽部小学校	6	64	机・いす	41組
平成13年度	大槌町	和賀東小学校	13	359	机・いす	400組
		大槌小学校	13	308	机・いす	143組
		安渡小学校	7	128	机・いす	44組
		吉里吉里小学校	8	214	机・いす	111組
		小槌小学校	4	31	机・いす	12組
		赤浜小学校	6	68	机・いす	35組
		金沢小学校	5	48	机・いす	10組
	遠野市	大槌北小学校	13	282	机・いす	145組
	宮守村	青笹小学校	8	133	机・いす	180組
		達曽部小学校	6	64	机・いす	33組
		鱒沢小学校	6	55	机・いす	24組
合計		宮守小学校	7	148	机・いす	48組
		中学校 3校 小学校 21校			机 いす	2,114脚 2,244脚

学級数、児童生徒数は平成13年5月現在



写真1 木製学校用家具(いす)平成12年度試作

試みたが、成型のための設備整備あるいは外部への製作委託が必要となりコスト上昇の要因となりうる。このため、県内の家具、建具等の木製品製造業が現有する技術で、より製作しやすい製品となるように、木製学校用いすについて平成13年度も引き続いて検討を加えた。

## 2 木製学校用家具(いす)の試作目標

昨年度に掲げた開発目標に加えて、つぎの項目について検討し、再設計と試作を行った。

1. 昨年度試作した製品の性能はそのまま維持する。

## 2. 製品寸法の最適化を図る。

児童生徒の体型を検討し、需要の多いと思われる製品寸法に改める。

3. 部品寸法を見直し、使用材積の低減をめざす。  
昨年度試作品よりもさらに部品材積を削減する。
4. 成型合板部品を使用しない。
5. 低コスト化  
加工工程を簡素化しコスト低減する。

## 3 結果および考察

目標に基づいて、木製学校用家具(いす)の設計および試作を行った。

### 3-1 製品寸法の最適化

日本工業規格(JIS)に示されるいすの種類は0号から6号までの7種類あり、昨年度試作したいす(写真1)は高さ調整機能によって、4号、5号、6号まで対応できるよう設計し、日本工業規格での最大寸法にあわせた。この種類はそれぞれ標準身長(参考)では150cm、165cm、180cmに対応するものとなっている。

岩手県内の児童生徒の平均身長(表2)によると、小学校1年生の平均身長は117.1cmであり、中学校3年生の平均身長は165.6cmであることから、いすの種類は1号から

## 学校用家具の開発

表2 1年齢別身体計測平均値(平成11年度学校保健統計調査結果)

学年 (年齢)	小学校						中学校			高等学校		
	1年生 (6歳)	2年生 (7歳)	3年生 (8歳)	4年生 (9歳)	5年生 (10歳)	6年生 (11歳)	1年生 (12歳)	2年生 (13歳)	3年生 (14歳)	1年生 (15歳)	2年生 (16歳)	3年生 (17歳)
男子平均値(cm)	117.1	123.1	129.5	134.3	139.8	146.3	153.7	160.6	165.6	168.5	170.9	170.7
女子平均値(cm)	116.8	122.3	127.9	134.2	140.5	147.8	152.1	155.4	156.9	157.3	157.3	158.1
平均値(cm)	117.0	122.7	128.7	134.3	140.2	147.1	152.9	158.0	161.3	162.9	164.1	164.4

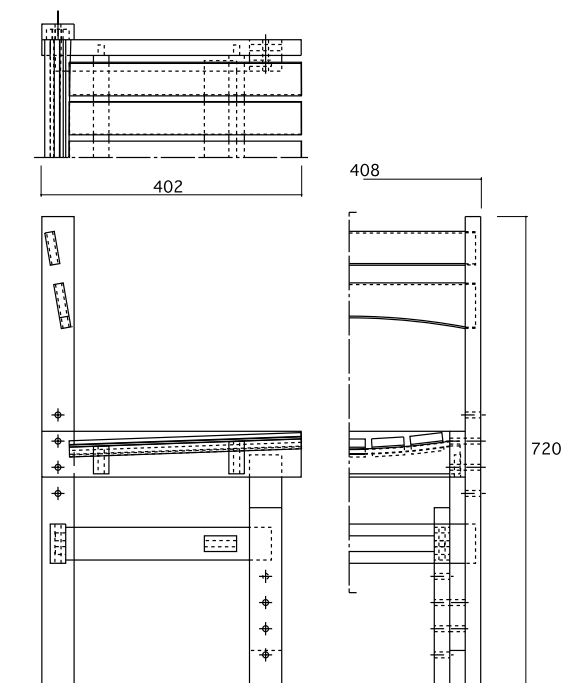


図1 木製学校用家具(いす)平成13年度試作外観

5号であれば児童生徒の体型にあわせることができると思われる。そこで、製品の最大寸法を5号相当とし、座面の高さ調整機能によって3号から5号まで対応できるものとした。

### 3-2 木製学校用家具(いす)の設計および試作

試作したいすの外観を、図1、写真2、3に示した。

木材は針葉樹で岩手県を代表するアカマツを使用した。前年度試作品と同様に、前脚と後脚が固定された構造に上下移動可能な座板を家具用ジョイント金具で取り付ける方法によって、座面の高さを調整できる機能を付加した。試作品では、高さを40mm間隔で3段階に調整でき、340、380、420mmの各座面高さを選択できる。これは、それぞれ日本工業規格の、3、4、5号の座面の高さに相当する。また、スタッキングを可能として、保管時の省スペース化を図ったことも同様である。

### 3-3 部品

昨年度試作品での部品の断面寸法は25×50mm、30mm×50mmを基本寸法としたことに対し、主要部品で24×50mmと背板および材板で15×50mmの2種類を基本寸法とした。各部品の接合方法は前年度と同様である。

加工のしやすさから形状をできるだけ単純化したが、座は曲面に近似するように幅50mmの板材を並べて座面を



写真2 木製学校用家具(いす)平成13年度試作



写真3 木製学校用家具(いす)平成13年度試作



写真3 いす部品 平成13年度試作

構成した。背板についても下端を曲線で切り取ることで背中の触感をやわらげるようにした。

大きな面積の部品を自由に製作できる成型合板を使用していないため、部品数はジョイント金具を除く木部のみで22個(写真3)と昨年度試作品に比べ8個増加した。

表3 木製学校用家具(いす)材積表 平成13年度

部品名	材種	寸法(×1.15)mm			数量	材積 m <sup>3</sup>
		厚さ	幅	長さ		
前脚	アカマツ	24.0(27.6)	50.0(57.5)	275.0(316.3)	2	0.001
可変前脚	アカマツ	24.0(27.6)	50.0(57.5)	299.0(344.0)	2	0.00109
後脚	アカマツ	24.0(27.6)	50.0(57.5)	720.0(828.0)	2	0.00262
座板	アカマツ	15.0(15.8)	50.0(57.5)	360.0(414.0)	6	0.00226
背板(上)	アカマツ	15.0(15.8)	50.0(57.5)	392.0(450.0)	1	0.00041
背板(下)	アカマツ	15.0(15.8)	65.0(74.8)	392.0(450.0)	1	0.00053
貫(前)	アカマツ	24.0(27.6)	50.0(57.5)	296.0(340.0)	1	0.00054
貫(前後)	アカマツ	24.0(27.6)	50.0(57.5)	335.0(385.3)	2	0.00122
貫(後)	アカマツ	24.0(27.6)	60.0(69.0)	392.0(450.0)	1	0.00086
台輪(側)	アカマツ	24.0(27.6)	70.0(80.5)	402.2(462.5)	2	0.00206
台輪(前)	アカマツ	24.0(27.6)	50.0(57.5)	344.0(395.6)	1	0.00063
台輪(後)	アカマツ	24.0(27.6)	42.5(49.0)	344.0(395.6)	1	0.00054
合計					22	0.01376

表4 木製学校用家具(いす)材積表 平成12年度

部品名	材種	寸法(×1.15) mm			数量	材積 m <sup>3</sup>
		厚さ	幅	長さ		
前脚	アカマツ	30.0(34.5)	50.0(57.5)	330.0(380.0)	2	0.00151
可変前脚	アカマツ	25.0(28.8)	50.0(57.5)	330.0(380.0)	2	0.00126
後脚	アカマツ	30.0(34.5)	50.0(57.5)	720.0(828.0)	2	0.00329
貫(前と前)	アカマツ	25.0(28.8)	50.0(57.5)	330.0(380.0)	1	0.00063
貫(前と後)	アカマツ	25.0(28.8)	60.0(69.0)	332.0(382.0)	2	0.00152
貫(後と後)	アカマツ	30.0(34.5)	70.0(80.5)	410.0(472.0)	1	0.00131
妻台輪(前)	アカマツ	25.0(28.8)	80.0(92.0)	272.0(313.0)	1	0.00083
妻台輪(後)	アカマツ	25.0(28.8)	85.0(98.0)	370.0(425.5)	1	0.00120
座	アカマツ (成型合板)	9.0	350(367.5)	395.0(454.0) 円弧長494.0	1	0.00163
背	アカマツ (成型合板)	9.0	160(184.0)	440.0(506.0) 円弧長565.5	1	0.00084
合計					14	0.02554

3-3 いすの繰り返し耐衝撃性試験

いすの座面の高さを最高位置に調整後、繰り返し耐衝撃性試験を行った。試験後、各部品、各接合部等にゆりみ、破損などの異常は見られず、十分な強度があることがわかった。

3-4 材積

いすの材積を、表3に示す。昨年度試作品の材積(表4)と比較すると約46%少ない。

4 結語

2で示した試作目標を満たす木製学校用いすを再設計、試作した。製作には専用加工機を必要とせず、一般的に家具、建具製作に使われる汎用木工機械で製作が可能であるので、広く岩手県内各地域で生産できる。さらに、成型合板部品を採用しないことはコスト的なメリットも大きい。流通経費をできるだけかけず、工場渡しを前提とした場合、材積と、県内家具製造者1人当たり製品出荷額/min、県内家具製造者1人当たり給与/minに基づいてコストを試算すると、表1に示した県内で導入されている木

製家具に比べ昨年度試作品でも低い価格設定が可能と思われるが、今回の木製学校用いすはさらに低い価格設定が可能と思われる。これらの成果は今後、学校用家具、その他木製家具等の技術支援に活用していく。

文 献

- (社)文教施設協会：学校家具の現状に関する調査研究報告書(1998)
- 岩手県：文集木製の机といす(1987)
- 文部省監修：教育と施設68(2000)
- (財)日本規格協会：学校用家具 - 教室用机・いす JIS S1021(1999)
- 岩手県教育委員会：平成11年度学校保健統計調査結果(1999)
- 浪崎、ほか：岩手県工業試験場研究報告28(1987)
- 有賀、ほか：岩手県工業試験場研究報告30(1989)
- (社)雇用問題研究会編：木工製品設計
- 岩手県企画振興部：平成10年工業統計調査報告書(2000)

## 高硬度オーステンパ球状黒鉛鑄鉄の開発\*

茨島 明\*\*、勝負澤 善行\*\*、高川 貫仁\*\*、池 浩之\*\*\*

高硬度オーステンパ球状黒鉛鑄鉄の開発を目的とし、Sn浴オーステンパ熱処理と水冷処理を組み合わせた複合熱処理について検討を行った。その結果、ベイナイト変態温度573Kに保持する時間が短いほど高い硬さが得られ、0.3ksec保持した際の平均硬さは54HRCであった。また、この硬さの原因は針状ベイナイト組織の析出によるものと考えられる。

キーワード：オーステンパ球状黒鉛鑄鉄、Sn浴、ベイナイト

## Development of High Hardness Austempered Ductile Iron

BARAJIMA Akira, SHOUBUZAWA Yoshiyuki,  
IKE Hiroyuki and TAKAGAWA Takahito

For developing austempered ductile iron with high hardness we examined the combining heat treatment that has been combined austemper heat treatment using Sn-bath and water cooling. Consequently, the shorter we kept the test piece at 573K was bainitic temperature, the harder became the test piece. When we kept the test piece at 573K while 0.3ksec, a hardness of the test piece was 54HRC, and we could obtain it stably. And, we consider the cause of the hardness is acicular bainite.

key words :austempered ductile iron, Sn-bath, bainite

### 1 緒言

特定産業集積地域の基盤産業である銑鉄鑄物製造業の活性化を図るため、当センターは県内企業と共同でSn浴オーステンパ熱処理装置<sup>1)</sup>を開発し、オーステンパ球状黒鉛鑄鉄(ADI)の農耕爪、ナイフおよび木工刃物等への応用を支援<sup>2),3),4)</sup>してきた。ADIは高い強度と硬さを有することが知られており、様々な分野への応用が期待されている。通常のSn浴オーステンパ熱処理にて得られる硬さはHRC45程度である。昨年度まではこの材料で木工刃物を作っていた。ところが、さらに高い硬さが木工刃物に要求されるようになってきている。

そこで、従来のSn浴オーステンパ熱処理と水冷処理を組み合わせた複合熱処理方法で今まで使用してきた木工刃物材料(ADI)の硬さ向上を試みた。

### 2 実験方法

供試材は表1および表2に示すような化学成分と機械的性質の球状黒鉛鑄鉄(FCD500相当)を用いた。供試材を160×15×3の試験片に加工し、図1に示す複合熱処理

表1 供試材(FCD500相当)の化学成分 (mass%)

C	Si	Mn	P	Mg	S	Fe
3.71	2.81	0.27	0.019	0.047	0.005	Bal.

理をほどこした。複合熱処理した試験片を硬さ試験および組織写真により評価した。

表2 供試材(FCD500相当)の機械的性質

引張り強さ	耐力	伸び	硬さ
531 (N/mm <sup>2</sup> )	355 (N/mm <sup>2</sup> )	15.9 (%)	187 (HB)

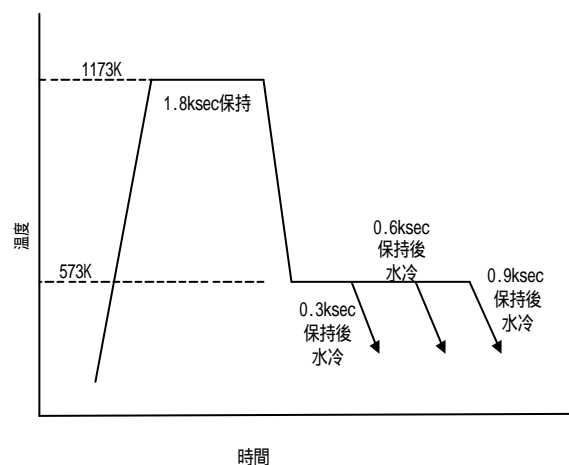


図1 複合熱処理

\* オーステンパ球状黒鉛鑄鉄の高度化  
 \*\* 金属材料部  
 \*\*\* 企画情報部 (現在 金属材料部)

### 3 実験結果及び考察

硬さ試験結果を図2に示す。また、保持時間0.3～0.9ksecによる電子顕微鏡組織写真を図3に示す。

図2において、試験片の硬さは573Kに保持する時間が短いほど硬さが向上する。これは図3に示すように573Kに保持する時間が0.3ksecと短いと細長い針状ベイナイト組織が多く析出するためであると考えられる。573Kに保持する時間が0.6ksecと少し長くなると針状ベイナイト組織が少なくなり、より短い下部ベイナイト組織が増えてくる事が確認できる。さらにその保持時間を0.9ksecにすると、図3に示すようにほとんど均一な下部ベイナイト組織となり、図4に示す通常のSn浴オーステンパ熱処理をほどこした組織とほとんど同じものになっていることがわかる。また、複合熱処理にて573Kに0.9ksec保持したものと図4に示す組織の硬さはともに45HRC程度である。

図2において、本研究における硬さの最大値が58HRCであることを示したが、この値は常に計測されなかった。また、573K保持時間が0.6ksecおよび0.9ksecにおいてはこのような特異な値は観測されなかった。この58HRCという値は針状ベイナイト組織が特に多く析出した場所もしくは炭化物が析出した場所にて計測されるものと考えられる。安定して計測される硬さの最大値は54HRC程度であったが、58HRCという値が計測されたことを考えれば、化学成分等を調整することで、さらに高い硬さを安定的に実現できる可能性があると考えられる。

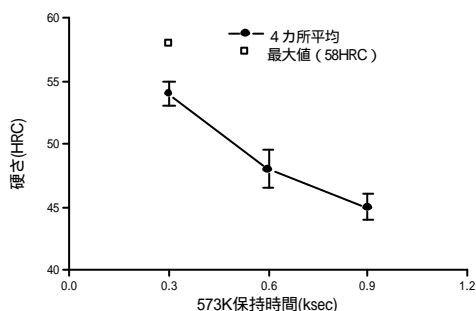


図2 硬さ試験結果

### 4 結 言

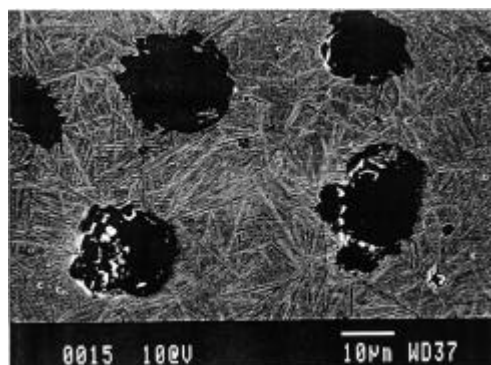
Sn浴オーステンパ熱処理と水冷処理を組み合わせた熱処理方法でADI製木工刀物の硬さ向上を試みた。その結果次のことが明らかになった。

(1) ベイナイト変態温度573Kに0.3ksec保持した試験片には針状ベイナイト組織が多く析出しており、54HRCの硬さが得られた。

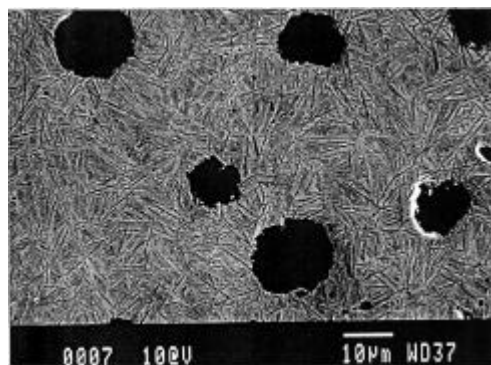
(2) ベイナイト変態温度573Kに0.6ksecおよび0.9ksecと保持する時間を長くするにつれて針状ベイナイトの析出が少なくなり、硬さも低下し0.9ksec保持で通常のSn浴オーステンパ熱処理と同じ程度の硬さ45HRCとなった。

### 文 献

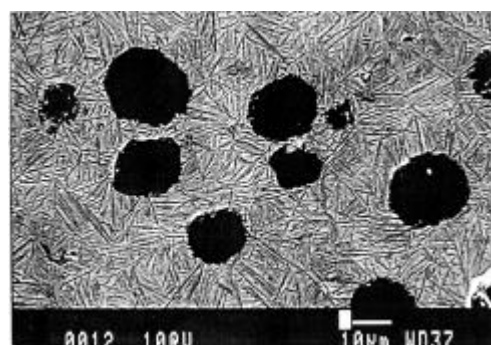
1) 勝負澤、加藤：鑄造工学、7、484(1999)



573K保持時間:0.3ksec、倍率:×1000

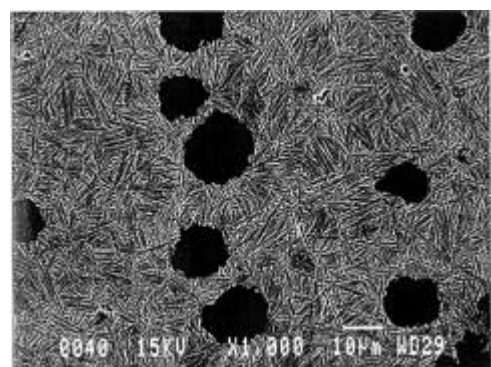


573K保持時間:0.6ksec、倍率:×1000



573K保持時間:0.9ksec、倍率:×1000

図3 電子顕微鏡組織写真 (SEM像、複合熱処理)



573Kに1.8ksec保持後空冷、倍率:×1000

図4 電子顕微鏡組織写真 (SEM像、通常Sn浴オーステンパ熱処理)

2) 町田、中村：岩手工技セ研報、2、37(1995)

3) 勝負澤ほか：岩手工技セ研報、4、43(1997)

4) 茨島ほか：岩手工技セ研報、8、25(2001)

## 誘導加熱による偏オーステンパ球状黒鉛鑄鉄

勝負澤 善行\*、 茨島 明\*、 池 浩之\*、 高川 貫仁\*、 伊藤 光元\*\*

部分的に硬い、または肉厚的に硬さの勾配がある機能的なオーステンパ球状黒鉛鑄鉄(偏オーステンパ球状黒鉛鑄鉄)の開発ニーズが高い。これに対して、高周波誘導加熱により部分的にオーステナイト化を行い溶融金属錫浴でベイナイト化して、偏オーステンパ球状黒鉛鑄鉄の製造を試みた。その結果、次のことが明らかになった。

- (1)100秒程度の短時間誘導加熱により偏オーステンパ球状黒鉛鑄鉄が得られる。
- (2)120秒以上の誘導加熱では、加熱コイル内の試料全体が均一なベイナイトである偏オーステンパ球状黒鉛鑄鉄が得られる。
- (3)誘導加熱により得られたオーステンパ球状黒鉛鑄鉄は、引張強さが1650MPa、伸びが5%と優れた機械的性質を示す。

キーワード:オーステンパ球状黒鉛鑄鉄、部分硬さ、誘導加熱、金属錫浴

## Mechanical Properties of Partial Austempered Ductile Cast Iron on Quick Austempering by Induction Heating

SHOUBUZAWAYoshiyuki , BARAJIMA Akira , IKE Hiroyuki ,  
TAKAGAWATakahito and Itoh Mitumoto

*Partial Austempered Ductile Cast Iron is the cast iron with Functionally Graded Hardness for many needs. Partial Austempered Ductile Cast Iron has been examined by Induction Heating on quick Austempering heat treatment.*

*Mechanical Properties of Partial Austempered Ductile Cast Iron are summarized as follows:*

- (1) Partial Austempered Ductile Cast Iron is made under short heating by Induction.*
- (2) Under over 120sec heating, Austempered Ductile Cast Iron is made in induction heating region.*
- (3) Austempered Ductile Cast Iron by Induction Heating is excellent mechanical property, that high tensile strength of 1650MPa with 5% elongation.*

**key words : Austempered Ductile Cast Iron, Partial hardness, Induction Heating, Tin-Bath**

### 1 緒 言

オーステンパ熱処理は、被熱処理材をオーステナイト化(約1200K)後、580K ~ 700K に急冷しその温度で等温保持することにより行われる。この処理で基地組織をベ

イナイトとしたオーステンパ球状黒鉛鑄鉄(ADI)は、900 ~ 1500MPaの高い引張強さ、1 ~ 10%の伸び、30 ~ 48HRCの高い硬さが特徴である。また、ADI鑄物は鑄造加工により製造するので自由形状に対応できること、機械的性質

\* 金属材料部

\*\* 岩手鑄機工業株

の制御が容易であること及びリサイクル性が優れていることなどにより、特殊鋼や鍛造鋼に代わり今後の用途拡大が期待されている。現在の応用製品例は、歯車、カムシャフト、ブルドーザ用保護板など<sup>1)</sup>産業機械の耐摩耗部材であり、国内で約1万t/年<sup>2)</sup>生産されている。(米国約3万t/年、独国約1万t/年)

著者らは、オーステンパ処理のベイナイト化工程に、従来一般に使用されてきた溶融塩浴に代わり、溶融金属錫浴を用いた新しい熱処理技術を開発<sup>3)</sup>して、ADIの生産をより容易なものとした。この技術の優位点は、溶融金属錫浴の冷却能が良いので、溶融塩浴法に比べ良好な機械的性質のADIが得られること、無公害作業が可能なこと及び設備が安価なこと等である。

従来は均一な材質のADIが求められていたが、最近では必要部だけ硬く、他は一般の球状黒鉛鑄鉄と同様の硬さで切削加工が可能なこと等、機能性のあるADI { 偏オーステンパ球状黒鉛鑄鉄(P-ADI) } が必要とされている。例えばコンクリート破砕歯は、先端のみ硬く元部は機械接続部と同等の軟らかい硬さでよいとされている。

これに対して、被熱処理材のオーステナイト化加熱工程及びベイナイト化等温処理工程で、次の2つの試みが報告されている。

被熱処理材の一部分に高電流を直接通電して加熱してオーステナイト化し、その後等温処理してベイナイトとする方法<sup>4)</sup>である。この方法では、ベイナイト化したい箇所をある程度特定できること及び加熱時間が短いことが優位点であるが、温度コントロールが難しい。

被熱処理材をオーステナイト化後、ベイナイト化工程で一部分のみを溶融金属錫浴に浸せき<sup>5)</sup>する方法である。この方法では、ベイナイト化部の特定が難しく、被熱処理材の形状を定めるのが難しいが、装置が単純であり、作業も容易であること等が優位点である。

また、被熱処理材のオーステナイト化加熱の他の方法として、鋼表面の熱処理に高周波誘導加熱が一般的に使用されている。これは誘導電流により被熱処理材表面にジュール熱を発生させるもので、表面から加熱できる。その他の優位点として、短時間の急速加熱が可能であり、表面の脱炭も防止できる等があげられる。

本報告では、高周波誘導加熱と溶融金属錫浴の両者の特徴を組み合わせた方法を用いて、部分的に表面が硬いP-ADIの製造を試みたので報告する。

## 2. 実験方法

### 2-1 試料の溶製

ADI用球状黒鉛鑄鉄は、岩手鑄機工業(株)で500Hz-600KW

-500Kgの高周波溶解炉を用いてFCD450相当品を溶製した。使用した溶解材料は、球状黒鉛鑄鉄用銑鉄(4.21%C,1.81%Si,0.18%Mn,0.068%P,0.016%S)やFe-Si(75%Si)、自社戻り材等である。これらの溶解材料を配合して、溶解量300kgを最高溶解温度1780Kとし1730Kでサンドイッチ法によりFe-Si-Mg合金(45%Si,6.6%Mg,残Fe)1.2%を用いて球状化処理を行い、除滓後接種しノックオフタイプの熱硬化鑄型に注湯して30 × 150mmの引張試験用試片を得た。各試験用試料はこの試験片から切り出し加工した。

表1、表2に溶製した球状黒鉛鑄鉄の化学組成と機械的性質を示す。

表1 化学組成(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Mg
3.65	2.79	0.26	0.022	0.008	0.043

表2 機械的性質

引張強さ MPa	伸び %	硬さ HRB
528	16	81.6

### 2-2 オーステンパ熱処理

溶製した球状黒鉛鑄鉄は、22 × 145mmに加工して熱処理試料とした。オーステンパ熱処理のオーステナイト化は高周波電源を用いて、図1に示した実験装置で加熱し、図2のパターンで熱処理を行った。

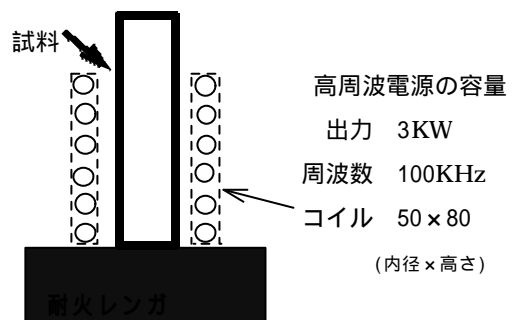


図1 高周波誘導加熱

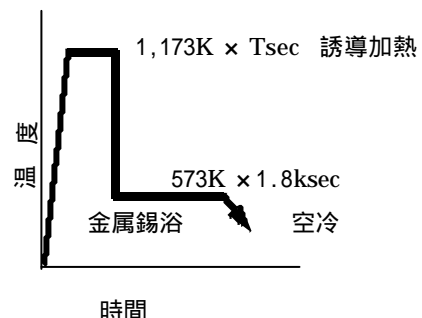


図2 オーステンパ熱処理の過程



2 - 3 誘導加熱の検討

本装置による誘導加熱で、試料がオーステナイト化する条件を定めるために、試料底面から11, 25, 46mm の位置に K 熱電対を設置(1.3 × 深さ2mm)して、1173K までの昇温状況を調べた。その結果を図3に示すが、最大容量による加熱でコイル中心付近と端部とでは80sec 程度の差が生じることが分かった。この結果、オーステンパ熱処理や制御等の誤差を含め加熱開始後750sec の時点をオーステナイト化開始点と定めて検討を行うこととした。これを基準にオーステナイト化加熱は、開始点から30sec、60sec、120sec として行った。

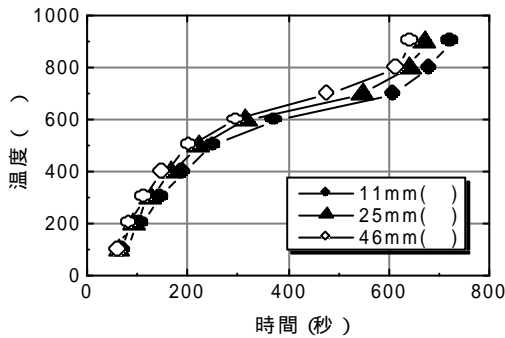


図3 試料各部の昇温状況

2 - 4 評価

誘導加熱によりオーステンパ処理した試料は、表面と中心部(11mm 面)で硬さの測定及び顕微鏡観察を行い評価した。また、コイルの長さに合わせて JIS 4号試験片の35サイズの引張試験片を作成し、オーステンパ処理して全体を ADI として引張試験を行い値を求めた。

3 実験結果

3 - 1 硬さの分布

オーステナイト化開始後30sec 誘導加熱し、1.8ksec 間ベイナイト化処理を行った試料(A-1)の各点の硬さを図4に示す。コイル中央部に位置する部分の試料表面はベイナイト化され30HRC 以上の硬さが得られた。試料中心面ではコイル中央約30mm 間で硬さが20HRC 程度の値となり、試料の長さ方向と深さ方向で硬さに勾配が生じる。

この試料表面部と中心部の顕微鏡組織を図5に示す。表面部と中心部ともオーステナイト化時間が短いいため、ベイナイト化が不十分でパーライトの析出が認められる。

次に、オーステナイト化開始後60sec 誘導加熱を行いその後1.8ksec 間ベイナイト化処理を行った試料(A-2)各点の硬さを図6に示す。オーステナイト化時間をわずが30sec 長くしただけで、表面部では硬さの高いベイナ

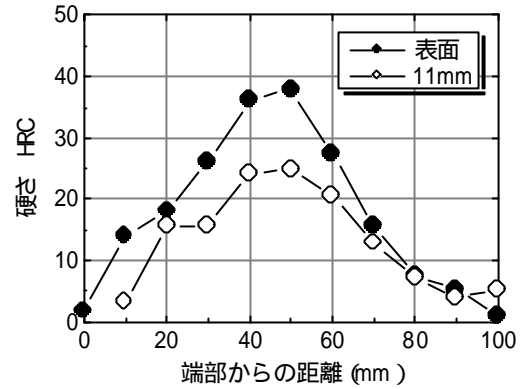


図4 試料A-1の各部の硬さ分布

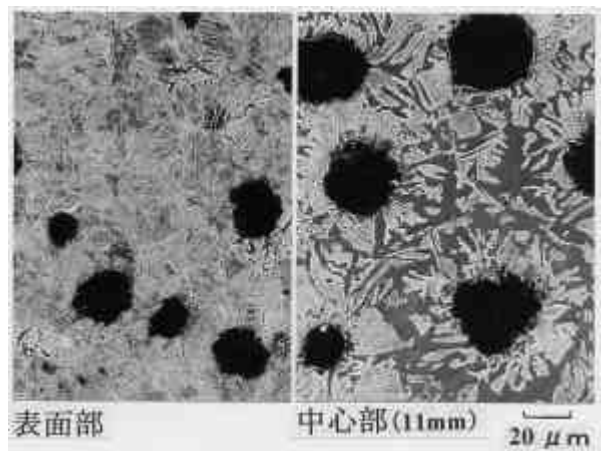


図5 試料A-1の顕微鏡組織

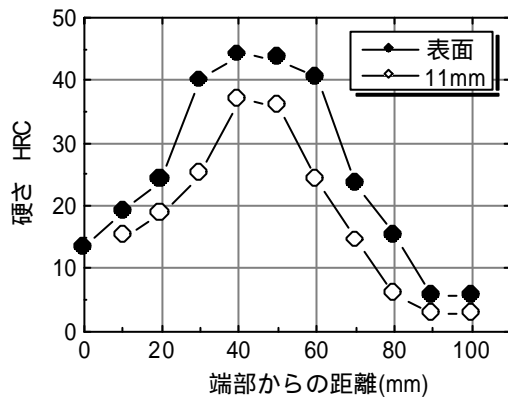


図6 試料A-2の各部の硬さ分布

イト域が40mm と広くなり、硬さも41~45HRC と573K 処理の一般的な硬さと同じレベルとなる。中心面では25~38HRC の硬さとなっている。この条件下でも長さ方向と深さ方向に硬さの勾配が生じる。

この顕微鏡組織を図7に示すが、表面部は均一なベイナイト組織が得られ、中心部はパーライトが観察されべ

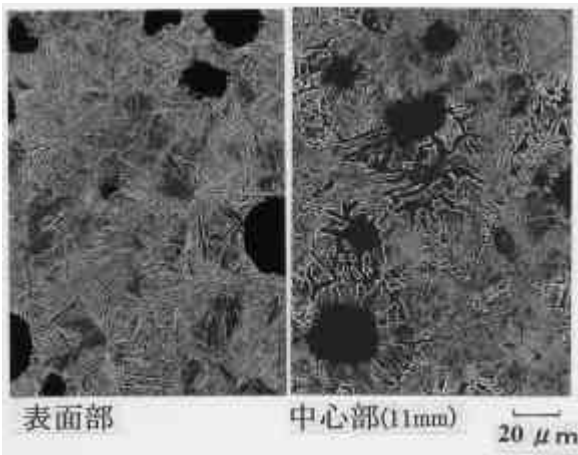


図7 試料A-2の顕微鏡組織

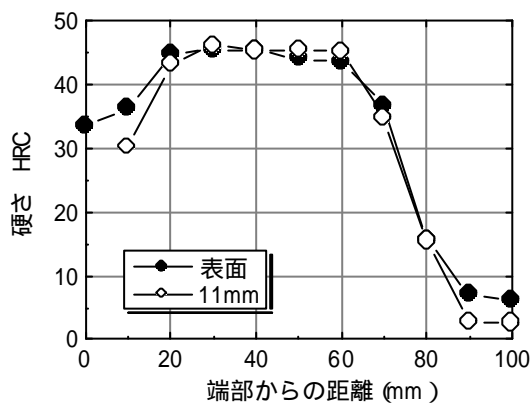


図8 試料A-3の各部の硬さ分布

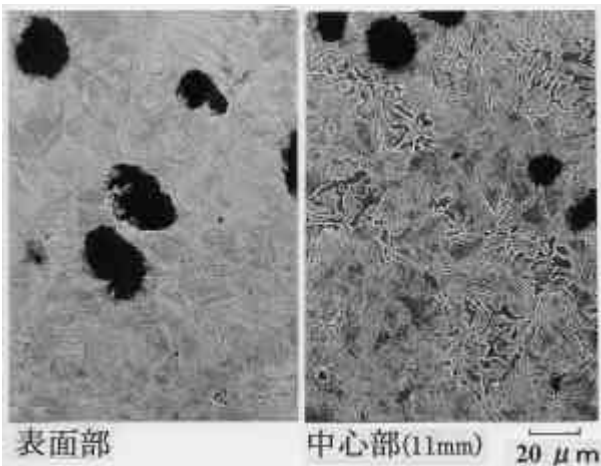


図9 試料A-3の顕微鏡組織

イナイト化が不十分であり、このことにより硬さに勾配が生じたことが分かる。

更にオーステナイト化開始後120sec と誘導加熱時間を長くした試料(A-3)各点の硬さを図8に示す。コイル内試料中央部約50mm は表面部・中心部とも45HRC 程度の同一硬さとなっている。この場合は、深さ方向の硬さ勾配は無く、コイル中央部付近では中心部まで十分な

オーステナイト化が行われたものと思われる。

同様にその顕微鏡組織を図9に示す。中心部でもほぼ均一なベイナイト組織が得られており、オーステナイト化開始より120sec の短時間で、炭素の拡散が急速に行われればほぼ均一なオーステナイトとなったと推察される。

### 3 - 2 誘導加熱によるADIの引張さ

短時間の誘導加熱により均一なベイナイト組織が得られたので、この方法による ADI の引張試験を行った結果を表3に示す。従来、電気炉や重油炉でオーステナイト化を施した(1,173K ×1.8~3.6ksec)ADI は、引張強さ1,400~1,500MPa、伸び1~2%の値であるが、誘導加熱による ADI では1650~1780MP、伸び5%と良好な機械的性質となる。このような現象は直接通電加熱法<sup>4)</sup>においても報告されており、メリットが大きいので今後更に検討を重ねたい。

なお、誘導加熱を使用してオーステンパ処理を施したADI では、短時間のオーステナイト化加熱により試料表面の酸化や脱炭は非常に少なかった。

表3 高周波誘導加熱によるADIの機械的性質

項目 No	引張強さ MPa	伸び %	硬さ HRC
1	1650	5	45
2	1785	標点外破断	46

## 4 結 言

高周波誘導加熱と熔融金属錫浴とを用いてオーステンパ処理を行い、部分的に硬いIP-ADIの製造を試み、次の結果を得た。

- (1) オーステナイト化開始後短時間の高周波誘導加熱により、長さ方向と深さ方向で硬さに勾配のあるP-ADIが得られる。
- (2) オーステナイト化開始後120sec 以上ではコイル部の試料全体がほぼ均質な ADI となる。
- (3) 高周波誘導加熱により、短時間のオーステナイト化加熱により得られるADIは、約1700MPa - 5%の高い引張強さと伸びが得られる。

## 文 献

- 1) 第3回 ADI 国際会議報告
- 2) 勝負澤ほか：鑄造工学 Vol.71 (1999) 7484
- 3) 多田ほか：鑄造工学 Vol.69(1997)9725
- 4) 勝負澤ほか：平成12年度集積事業報告

# 鑄造シミュレーションの評価に関する研究

茨島 明\*、池 浩之\*\*、勝負澤 善行\*、高川 貫仁\*、  
高橋 範雅\*\*\*、吉田 賜早人\*\*\*

鑄造解析システムを用いてCADデータの転送実験と凝固解析シミュレーションを行い、その結果を鑄造実験により検証した。その結果、STL形式のCADデータが精度および効率に関して本研究にて使用した鑄造解析システムに最も適していることがわかった。また、凝固解析シミュレーションで予測された引け巣の一部が鑄造実験では発生せず、原因としては解析モデルと鑄造実験との鑄造条件の違いが考えられる。

キーワード：鑄造、シミュレーション、凝固解析

## Estimation of Casting Analysis Simulation

BARAJIMA Akira, IKE Hiroyuki, SHOUBUZAWA Yoshiyuki,  
TAKAGAWA Takahito, TAKAHASHI Norimasa and YOSHIDA Shisato

We investigated the transferring CAD data to the casting analysis system and coagulation analysis simulation. And then, we compared the simulation results with experiment results. Consequently, a file of STL form is the best form as a CAD data file in order to transfer CAD data to the casting analysis system. And, we could not confirm some shrinkage cavities in this experiment, that predicted by coagulation analysis simulation.

key words : castig, simulation, coagulation analysis

### 1 緒言

近年、シミュレーション技術の信頼性が高まり、鑄造方案設計においてもシミュレーションは積極的に利用されている。しかし、鑄造シミュレーションソフトウェアへのCADデータの受け渡しがスムーズに行かない場合がしばしば見受けられ、鑄造シミュレーションが必ずしも効率的に利用されているとは言えない。

本研究では、当センターの鑄造解析システムを用い、このシステムで読み込み可能なCADデータの形式を調査するとともに、凝固解析シミュレーションを行った。また、凝固解析シミュレーション結果を鑄造実験により検証した。

### 2 実験方法

鑄造解析システムJSCAST(コマツソフト(株)製)で利用可能なCADデータのファイル形式をLAN回線による転送実験により調査した。調査対象のファイル形式はDXF、IGESおよびSTLの3種類とした。

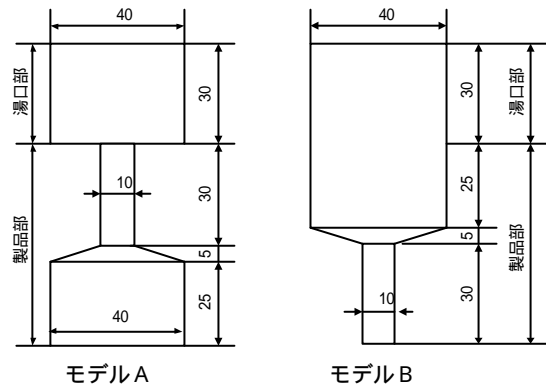


図1 解析モデル形状の詳細

また、図1に示す解析モデルの凝固解析をJSCASTにより行い、その結果を鑄造実験と比較した。凝固解析および鑄造実験に用いた鑄造材料はAC4Cアルミニウム合金で鑄型は砂型を用いた。凝固解析に用いた材料定数を表1~3に示す。

表1 主な材料定数

	質量密度 (g/cm <sup>3</sup> )	熱伝導率 (cal/cms <sup>-1</sup> )	比熱 (cal/g)	初期温度 ( )	潜熱 (cal/g)	液相温度 ( )	固相温度 ( )
AC4C	2.68	0.37	0.23	700	93	613	557
砂型	1.50	0.0020	0.2	20			
空気	0.0012	0.0001	0.24	20			

\* 金属材料部  
\*\* 企画情報部(現在 金属材料部)  
\*\*\* (有)アンス

表2 AC4Cの固相率

温度 ( )	固相率
613	0
609	0.035
608	0.048
574	0.452
563	0.678
560	0.765
559	0.835
558	0.9
557	1

表3 熱伝達係数

-----	砂 型	空 気
鑄 物	0.01	0.0005
空 気	0.0005	-----

### 3 実験結果

#### 3-1 JSCASTで利用可能なファイル形式

市場に多数存在するCADデータのファイル形式の中で、JSCASTで利用できるとされているDXF、IGESおよびSTLの3つの形式について読み込み試験を行った。その結果を表4に示す。三次元形状を取り扱うSTL形式のCADデータがシミュレーションモデルを作成する上で最も効率が良かったことが明らかとなった。IGES形式では二次元データとして読み込まれるため、さらに三次元データを作成しなければならず、効率が落ちる。DXF形式では図形情報そのものが表示されないため、読み込まれたのかどうかを確認することができなかった。

#### 3-2 凝固解析結果

図1に示したモデルの解析要素を図2に示す。図2の解析要素を表1~3の条件で解析した結果を図3~6に示す。

図3は等凝固曲線を表している。この等凝固曲線から溶湯が凝固する方向、最終凝固位置およびタイミングを把握して、引け巣の発生位置を予測することができる。この予測方法は最も一般的に用いられている方法で、マクロな予測精度が高いことが知られている。等凝固曲線による方法では任意の溶湯補給限界固相率( $f_s$ )における引け巣発生位置を予測できるが、今回はシステムのデフォルト値( $f_s=0.7$ )にて計算を行なった。図3において、モデルAでは製品部および湯口中心部に、モデルBでは製品部と湯口部の境界付近に、それぞれ引け巣発生を予測する閉ループが確認できる。

図4に温度勾配コンタを示す。鑄物要素が凝固するとき隣接する要素からの溶湯補給が行えるかどうかを温度勾配( /cm)の大小で判断するための線図が温度勾配コンタである。図4において、等凝固曲線の閉ループ部に引け巣発生を予測する低温度勾配領域(色の濃い部分)が確認できる。

図5は温度勾配(G: /cm)を冷却速度(R: /s)の

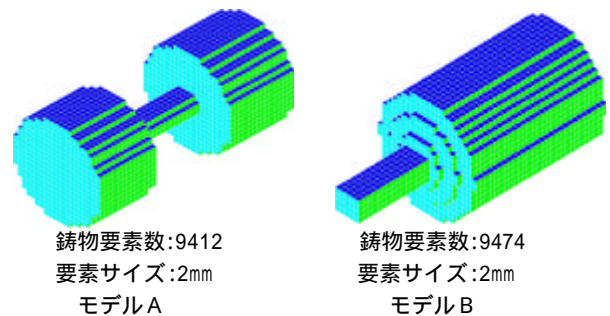


図2 解析要素

表4 CADデータ読み込み試験結果

ファイル形式	JSCASTにおける読み込み結果
DXF	図形情報が表示されず、図形情報が読み込まれたどうかを確認できない。
IGES	二次元データとして読み込まれ、そのまま解析モデルとして利用することはできない。
STL	図形情報が三次元データで正確に読み込まれ、JSCASTのモデルデータとして問題なく利用できる。

平方根で除した値で引け巣発生を予測するものである。この方法においても、等凝固曲線の閉ループ部に引け巣発生を予測する低温度勾配領域(色の濃い部分)が確認できる。

図6は引け巣発生位置を予測するJSCAST独自の評価機能による引け巣危険域を示したものである。等凝固曲線の閉ループ部に引け巣危険域を示す色の濃い部分が現れているのが確認できる。

4つの方法で引け巣発生を予測したところ、発生位置は全ての方法で一致しており、CADデータの読み込みによる凝固解析への影響がないと考えられる。

#### 3-3 鑄造実験結果および計算との比較

表5の鑄造条件による鑄造試験結果を図7および8に示す。それぞれの図にはモデルAとBの切断面とモデルAにおける引け巣発生部位のX線透過写真が示されている。なお、0BBサンドは生型と同じような性質を持ち、生砂よりも型作りが容易な鑄型材料である。

図7および図8において、引け巣発生はモデルAの製品部のみが発生しており、鑄型の違いによる影響は見られなかった。凝固解析結果ではモデルAの製品部、モデルAの湯口中心部およびモデルBの製品部と湯口部の境界付近に引け巣発生を予測したが、鑄造実験ではモデルAの製品部のみで引け巣が発生した。

### 4 考 察

凝固解析で予測された引け巣発生位置は3カ所であったが、鑄造実験では1カ所にしか発生しなかった。また、実験で発生した欠陥は細長いもので、鑄型内部にて溶湯に巻き込まれた空気による鑄巣と引け巣が合体して現れたものと考えられる。

鑄造実験で凝固解析の予測部位に引け巣が発生しなかった原因としては次のことが考えられる。

解析モデルの精度(要素のサイズ等が適当であったか)は十分だったのか。

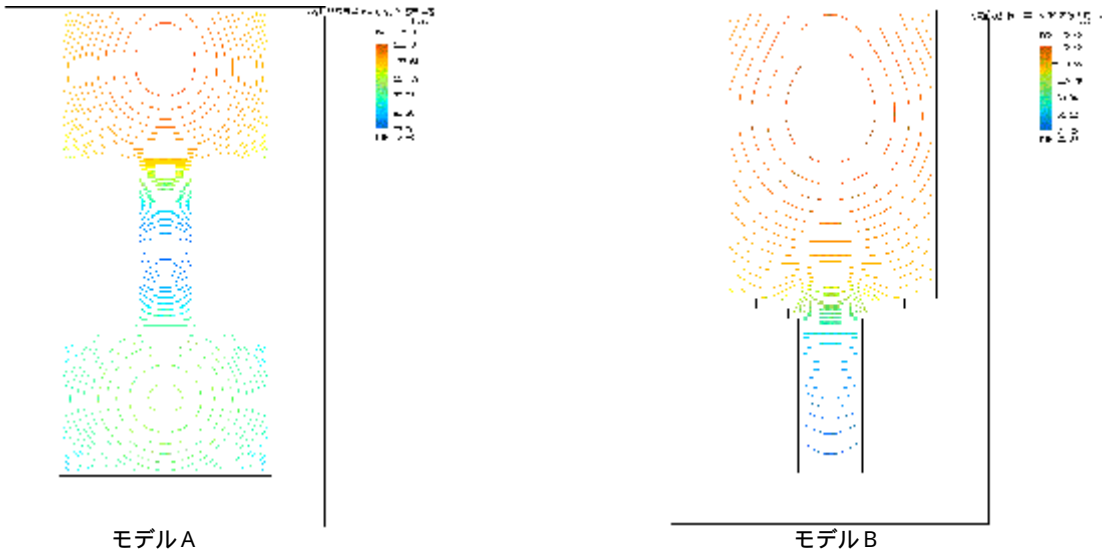


図3 等凝固曲線 ( $f_s=0.7$ )

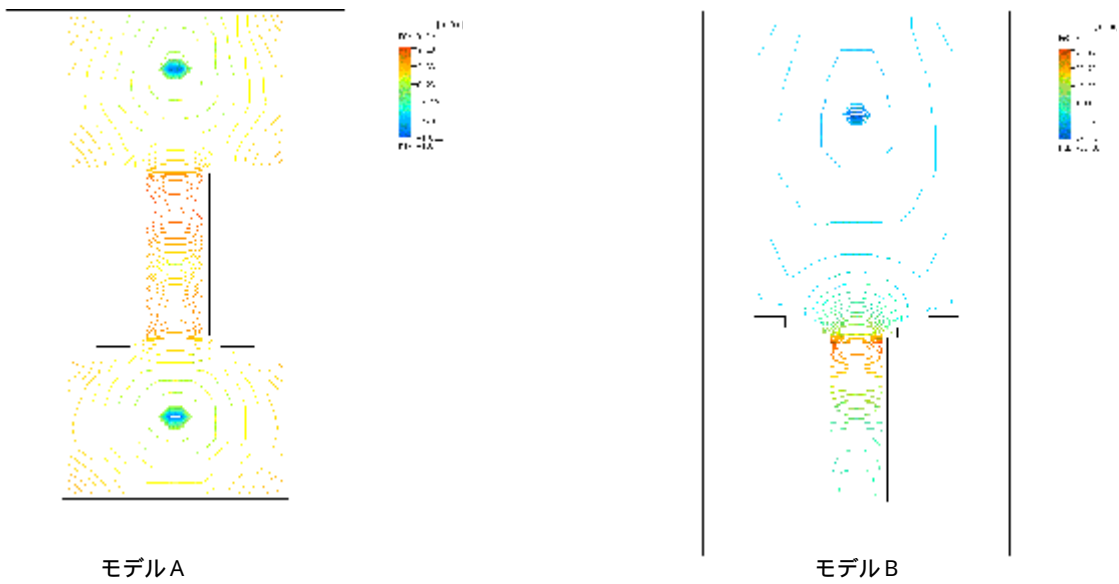


図4 温度勾配コンタ

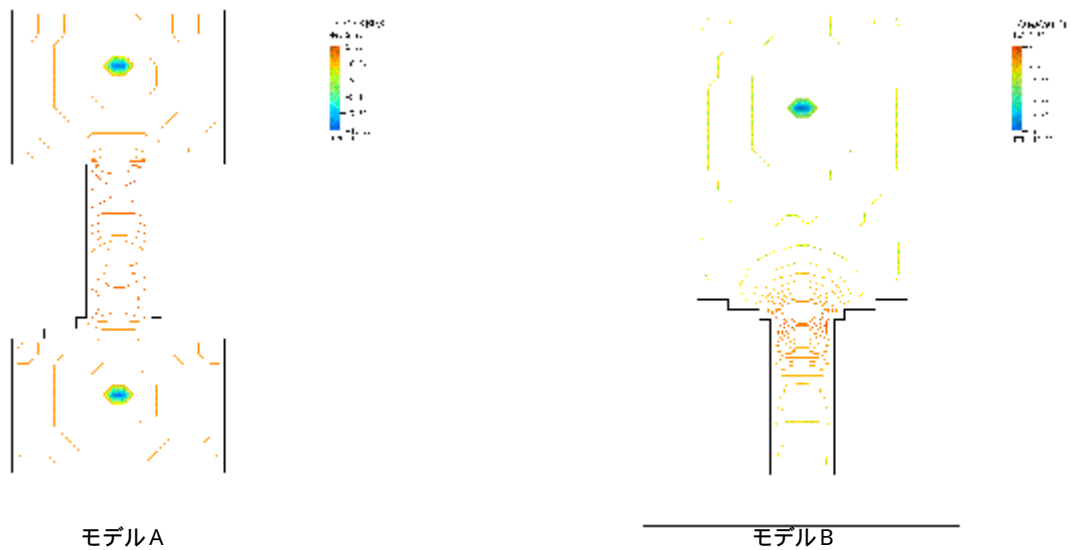


図5 G/ Rによる引け巣予測 (色の濃い部分)

評価する固相率(今回は $f_s=0.7$ のみ評価)は適当だったのか。

解析モデルの溶湯面は図9(b)のように鑄型の外形面までとなっているが、実際には図9(a)のように外形面よりも上に盛り上がるように注湯されている。そのため、凝固解析と実験の条件が違うものとなったのではないか。

表5 鑄造条件

鑄造方法	手汲みによる重力鑄造
溶湯の材質	AC4C
溶湯温度	700
鑄型の材質	生砂、 OBBサンド

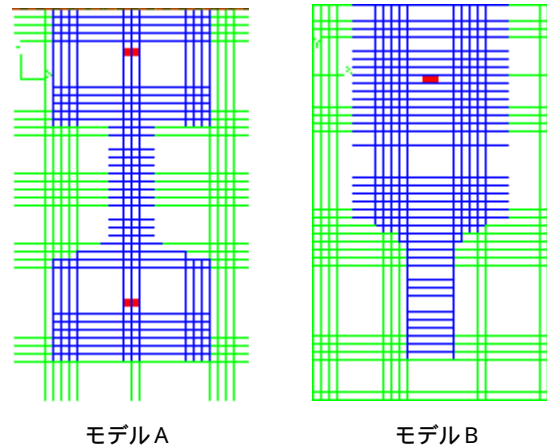
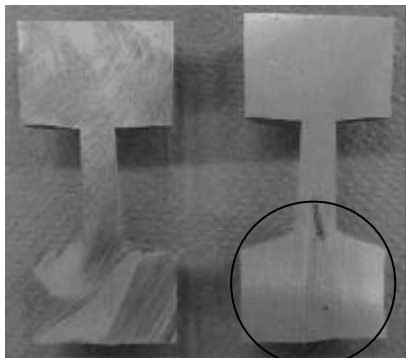
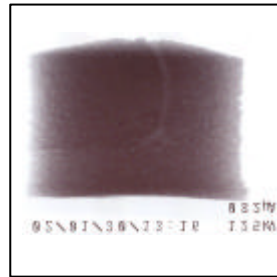


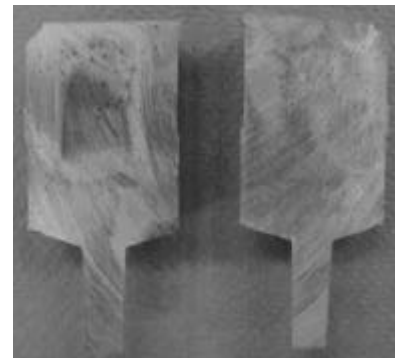
図6 引け巣危険域(色の濃い部分)



モデルA

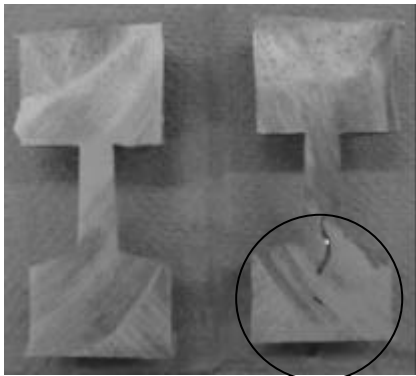


モデルAの で囲んだ部分のX線写真

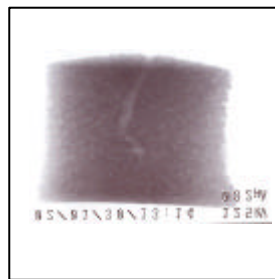


モデルB

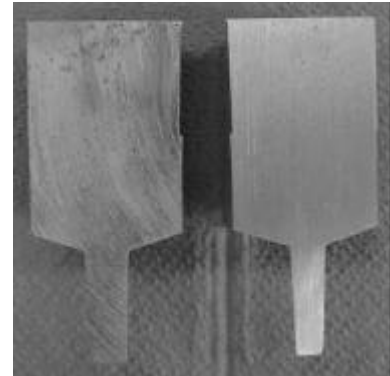
図7 生砂型による鑄造試験結果



モデルA



モデルAの で囲んだ部分のX線写真



モデルB

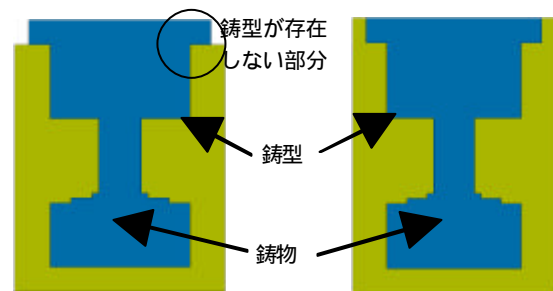
図8 OBB サンド型による鑄造試験結果

## 5 結 言

鑄造解析システムJSCASTを用いてCADデータの読み込み試験と凝固解析シミュレーションを行い、そのシミュレーション結果を鑄造実験により検証したところ、次のことが明らかとなった。

(1) STL形式のCADデータが精度および効率の面でJSCASTに最も適しているファイル形式である。

(2) 凝固解析により予測された引け巣の一部が鑄造実験では発生せず、解析モデルと鑄造実験との鑄造条件の違いが原因と考えられる。



(a)実験に忠実なモデル

(b)解析モデル

図9 実験に忠実なモデルと解析モデル

[ 技術報告 ]

## 焼結条件がダイヤモンドセグメントの機械的性質に与える影響\*

茨島 明\*\*、池 浩之\*\*\*、勝負澤 善行\*\*、高川 貫仁\*\*、  
赤石 晃\*\*\*\*、沼田 真吾\*\*\*\*

ダイヤモンドコアドリルの穿孔性能向上を目的とし、焼結温度、焼結保持時間およびプレス圧力がダイヤモンドセグメントの機械的性質に与える影響を調べた。その結果、ボンド部の硬さはプレス圧力の影響を若干受けるものの、焼結温度や保持時間には依存せず、ほぼ一定であった。また、抗折荷重は焼結条件により変化し、焼結温度810、焼結保持時間30minおよびプレス圧力15MPaの時に550kgfとなり最大であった。

キーワード:ダイヤモンドコアドリル、ダイヤモンドセグメント

## The Effect of Sintering Conditions on the Mechanical Properties of the Segment

BARAJIMA Akira, IKE Hiroyuki, SHOUBUZAWA Yoshiyuki,  
TAKAGAWA Takahito, AKAISHI Akira and NUMATA Shingo

For the purpose of punch performance improvement of the diamond core-drill, we investigate the influence what hot press sintering temperature, keeping time and press pressure give to mechanical properties of segments. Consequently, hardness of the bond is almost constant. And, the segment which are sintered on hot press sintering temperature;937K, keeping time;30min and press pressure;15MPa have maximum bending strength;550kgf.

key words : diamond core-drill, diamond segment

### 1 緒 言

図1に示すダイヤモンドコアドリルはコンクリート建造物への穴あけ工具として広く使用されている。これらコアドリルの多くは手持ちハンドドリルにて穿孔を行うものであり、積み重なった数種類の被削材を同時に穿孔することが多い。このことから、工作機械で使用する研削工具とは研削条件が大きく異なり、限られた回転動力と押しつけ力にて様々な硬度を有する材料の穿孔をしなければならない。このような条件下で穿孔する際、ドリルセグメント表面の自作用を向上させるため、含有するダイヤモンドのコンセントレーション（集中度）を高くすることが有効である。そこで、低密度、高抗折荷重および低硬度をダイヤモンドセグメントの評価基準として設定し、平成12年度にCu-Ni-Co-Sn系のボンド材が適していることがわかった<sup>1)</sup>。しかし、その後穿孔試験を行ったところ、Cu-Ni-Co-Sn系のボンド材によるコアドリルは自作用が悪く、穿孔性能が悪いことがわかった。

そこで、穿孔性能を向上させるために220HV程度の硬さと400kgf以上の抗折強度を得ることを目的とし、これまで詳しく調べていなかったCu-W-Co-Sn系ボンド材について焼結温度、焼結時間およびプレス圧力がダイヤモンドセグメントの硬度と抗折強度に与える影響を調べた。



図1 ダイヤモンドコアドリル

\* 乾式ダイヤモンドセグメントの研究開発  
\*\* 金属材料部  
\*\*\* 企画情報部（現在 金属材料部）  
\*\*\*\* ユニカ(株)岩手工場

### 2 実験方法

ダイヤモンドセグメントの製造工程を図2に示す。粉末状のボンド材とダイヤモンド粒子を均一に混合し、樹脂系バインダーにより造粒の後ホットプレス焼結を行った。メタルボンド材として粉末状のCu-W-Co-Sn系のものを用いた。ダイヤモンド結晶粒子は35/45メッシュを用い、コンセントレーションは45とした。ホットプレス焼結条件は、焼結温度を790および810、焼結保持時間を20、30および40min、プレス圧力を5、10および15MPaとした。

製作したセグメントは6×8×3.5mm-R32の円弧形状品で、図3に示す方法によりセグメントの破断荷重を測定し、抗折荷重とした。また、ボンド部の硬さをブリネル硬度計により測定し、ピッカース硬さに換算して評価した。

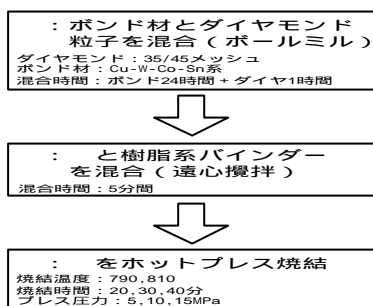


図2 ダイヤモンドセグメントの製造工程

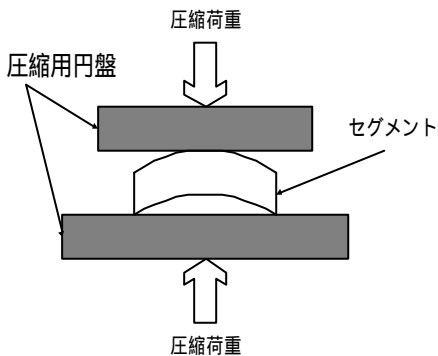


図3 圧縮試験の概略

### 3 実験結果及び考察

焼結温度の違いによるセグメントのマトリックス硬さと抗折荷重の変化を図4に示す。なお、他の焼結条件は焼結保持時間30min、プレス圧力15MPaである。また、抗折破断面の電子顕微鏡写真( SEM写真 )を図5に示す。図4より、硬さは焼結温度の影響をほとんど受けていないが、抗折荷重は焼結温度とともに増加することがわかる。図5において、破断面にあるカップ状セルの大きさが810の方がやや小さいことがわかる。この大きさの違いが抗折荷重と関係があるものと推察される。他のプレス圧力(5および10MPa)でも定性的に図4と同様の結果となり、保持時間が30minの場合、最大抗折荷重は焼結温度810、プレス圧力15MPaの条件の時であったので、以降では焼結温度810のみについて結果を記述し考察する。

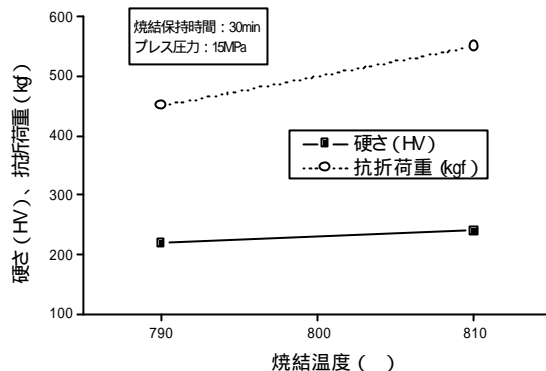
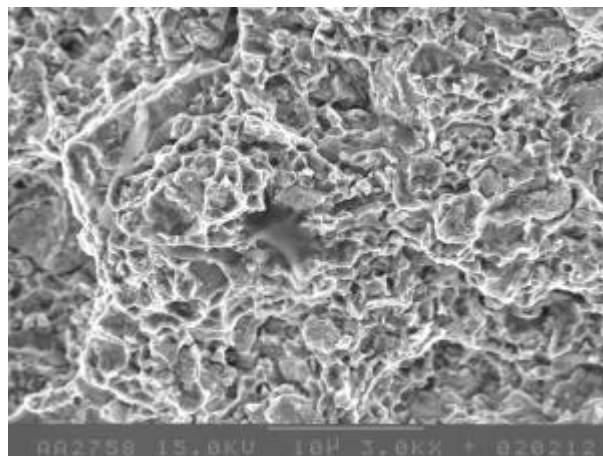
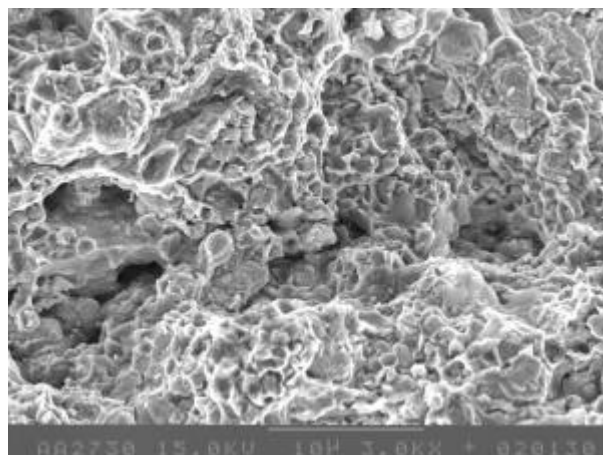


図4 セグメントの性質に与える焼結温度の影響



焼結温度:790、保持時間:30min、  
プレス圧力:15MPa、倍率:×3000



焼結温度:810、保持時間:30min、  
プレス圧力:15MPa、倍率:×3000

図5 焼結温度を変えた時のセグメント破断面の様子

焼結保持時間の違いによるセグメントのマトリックス硬さと抗折荷重の変化を図6に示す。なお、他の焼結条件は焼結温度810、プレス圧力15MPaである。また、抗折破断面のSEM写真を図7に示す。図6において、硬さは焼結温度と同様に保持時間にも影響を受けないことがわかる。このことは我々の研究結果<sup>1)</sup>と一致している。また、焼結保持時間が30minの時抗折荷重は極大値となり、



焼結条件がダイヤモンドセグメントの機械的性質に与える影響

550MPaであった。このことは図7に示すように破断面のカップ状セルの大きさにも関連しているものと考えられ、カップ状セルの大きさは二次粒子の状態と密接な関係があるものと推察される。

プレス圧力の違いによるセグメントのマトリックス硬さと抗折荷重の変化を図8に示す。なお、他の焼結条件は焼結温度810、焼結保持時間40minである。また、抗折破断面のSEM写真を図9に示す。図8において、硬さと抗折荷重はプレス圧力と共に増加することわかる。このことは、プレス圧力の増加に伴い金属粉末粒子間距離が小さくなると同時に合金化が促進されることが原因と考えられる。破断面の様子にもプレス圧力の影響があることがわかる。

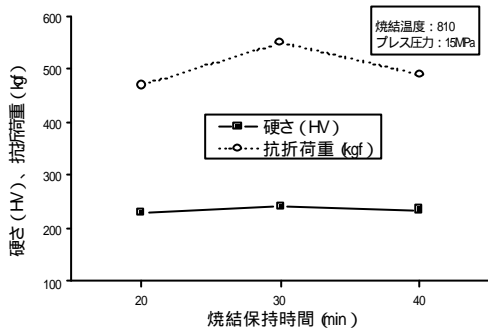
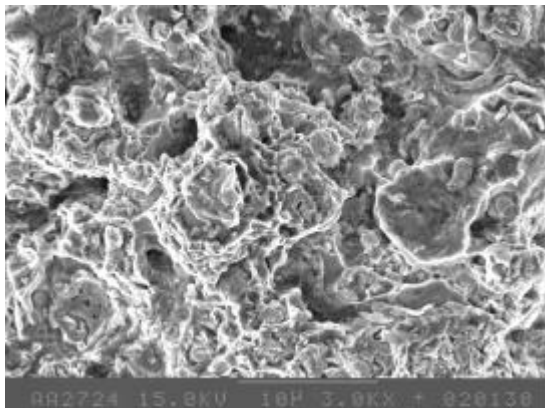
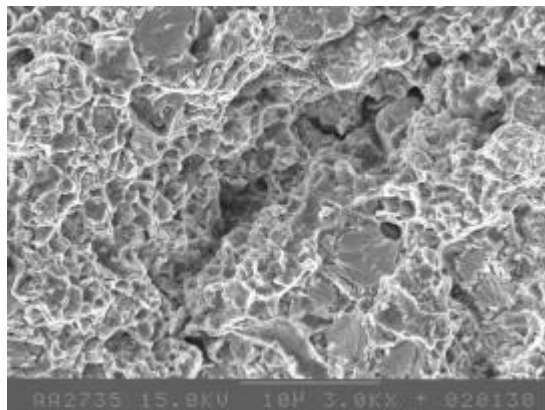


図6 セグメントの性質に与える保持時間の影響



焼結温度:810、保持時間:20min、  
プレス圧力:15MPa、倍率:×3000



焼結温度:810、保持時間:40min、  
プレス圧力:15MPa、倍率:×3000

図7 保持時間を変えた時のセグメント破断面の様子

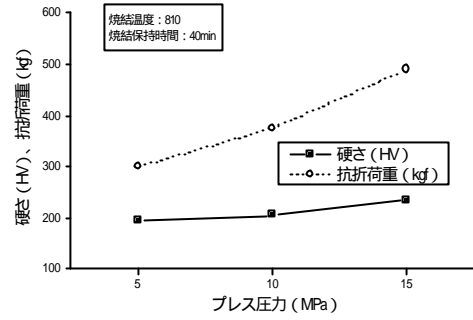
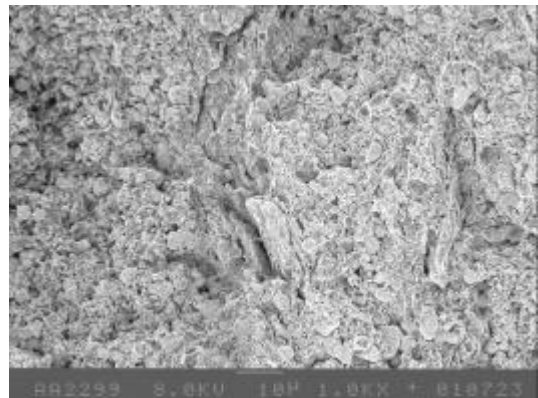
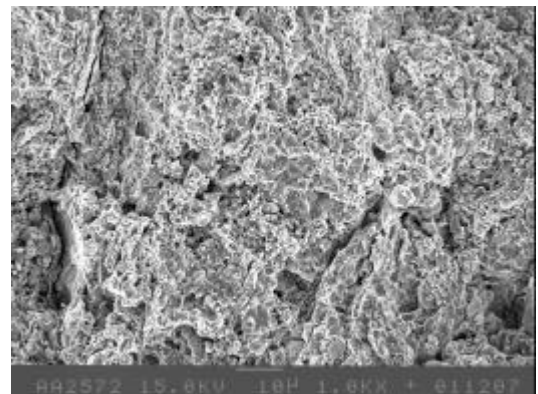


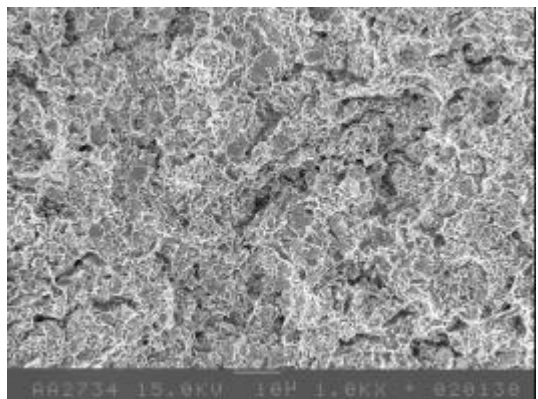
図8 セグメントの性質に与えるプレス圧力の影響



焼結温度:810、保持時間:40min、  
プレス圧力:5MPa、倍率:×1000



焼結温度:810、保持時間:40min、  
プレス圧力:10MPa、倍率:×1000



焼結温度:810、保持時間:40min、  
プレス圧力:15MPa、倍率:×1000

図9 プレス圧力を変えた時のセグメント破断面の様子

#### 4 結 言

ボンド材としてCu-W-Co-Sn系金属粉末を用い、加熱焼結したダイヤモンドセグメントの機械的性質を検討した結果、目的としていた硬さ220HVおよび抗折強度400kgfを達成することができ、次のことが明かとなった。

(1)ボンド部の硬さはプレス圧力の影響を若干受けるが焼結温度や保持時間には依存せず、ほぼ一定であった。

(2)抗折荷重は焼結条件により変化し、焼結保持時間30min、焼結温度810 およびプレス圧力15MPaの時に最

大値550kgfとなった。

本研究は平成13年度技術パイオニア養成事業の一環として実施したものである。今後は、事業実施企業において、研究成果を応用したコアドリルを製作し、穿孔試験を行う予定である。

#### 文 献

- 1)茨島ほか：岩手工技セ研報、8、139(2001)

## 低品位粘土の還元窒化による改質

瀬川 晃児\*

鉄分の多い低品位耐火粘土である赤盤粘土にカーボンブラックを添加して、窒素気流中で加熱することで  $\gamma$ -サイアロンへの改質を試みた。熱処理後に得られた生成物を分析した結果、1500 2hrの条件で結晶相からみるとほぼ定量的  $\gamma$ -サイアロンが得られること、アルミナを添加すると低温領域での  $\gamma$ -サイアロンの生成が促進されること、赤盤粘土に起因する鉄分は熱処理後に粒状のヘマタイトとして偏析することなどがわかった。

キーワード：耐火粘土 還元 窒化 改質

## Modification of a Low Quality Fire Clay by Carbothermal Reduction and Nitridation

SEGAWA Koji

Modification of a fire clay with a high content of iron, which is commonly called 'AKABAN clay, by heat treatment with carbon black in flowing nitrogen for  $\gamma$ -sialon was investigated. Treatment at 1500 for 2 hours gave  $\gamma$ -sialon. Addition of aluminapowder emphasize production of  $\gamma$ -sialon in lower treatment temperature. Iron impurity origin AKABAN clay deviated to hematite particles.

**key words : fire clay, carbothermal reduction, nitridization, reform activation**

### 1 緒 言

岩手県岩泉町で産出する耐火粘土は、豊富な埋蔵量で知られている<sup>1)</sup>ものの、現在は一部が陶磁器用などに利用されているのみで、新たな用途開拓による有効利用が求められている。さらに赤盤粘土は露天掘りが可能であるものの比較的鉄分が多いことから従来からほとんど利用されていない。

低価格な天然原料であるカオリナイト系粘土鉱物等から炭素還元及び窒化によって耐火物の一種である  $\gamma$ -サイアロン ( $\text{Si}_{1-z}\text{Al}_z\text{O}_2\text{N}_{0.5-z}$ 系  $z=0\sim 4$ ) (以下を合成する研究は、従来から行われてきた<sup>2)</sup>)。また、高純度カオリナイトに酸化第二鉄を触媒として添加することで  $\gamma$ -サイアロンの生成が促進されることも報告されている。<sup>3)</sup>

これらのことから、赤盤粘土を還元窒化処理すれば比較的容易に  $\gamma$ -サイアロンが合成できると考えられる。そこで本研究では、耐火物材料や耐熱性多孔材料の原料としてのサイアロン系材料への赤盤粘土の改質の可能性について検討した。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 原料の調製

赤盤粘土は、アルミナ製ポットミルで水とともに12時間粉砕し、脱水後風乾した(平均粒径 $2.6\mu\text{m}$ )。炭素源としてはカーボンブラック(片山化学工業製、C P グレード、平均粒径 $10\mu\text{m}$ )、化学組成調整用の酸化アルミニウムは易焼結アルナ(昭和電工製、AL - 160 S G - 3 平均粒径 $0.6\mu\text{m}$ )を用いた。これらの材料を所定の割合で配合し、アルミナ製振動ミル(平工製作所製、T I - 100)で5分間粉砕混合したのちエチルアルコールを加えて転動造粒により $3\sim 4\text{mm}$ の粒状試料とし、乾燥後に熱処理に供した。

#### 2 - 2 熱処理

熱処理はムライト製炉心管付きのシリコニット管状炉で行った。約40gの粒状試料を通気口付きの磁製ケースに入れて炉内中央に配置し、ダイヤフラム式ポンプで排気後に工業用窒素ガスを $200\text{Nml/min}$ の割合で流しながら昇温速度 $400\text{ }^\circ\text{C/hr}$ で所定の温度に到達後2hr保持した後

に炉冷した。さらに過剰の炭素を除去するため200Nml/minの空気気流中650 で8hr酸化処理した。

### 2-3 試料の評価

原料粘土は化学分析を行い、 $\alpha$ -サイアロン合成に適した化学組成であるか否かを確認した。還元室化処理後の試料は、結晶相の同定をX線回折装置(リガク製、RINT2200V)を用いて行った。熱処理温度や配合組成の生成結晶相への影響については、同一条件で測定したX線回折パターンのそれぞれの結晶相について他と干渉の少ない特定のピークの強度を求め、ピークの増減から結晶相の増減を推定した。一部の試料については、X線マイクロアナライザー(日本電子製、JXA8900)を用いて二次電子線像による形態観察とX線像による各元素の分布状態の確認を行った。

## 3 結果と考察

### 3-1 原料の配合

赤盤粘土の化学組成を表1に、X線回折パターンを図1に示す。図1から結晶相のほとんどをカオリナイトが占めていることがわかる。カオリナイトから $\alpha$ -サイアロン( $\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2$ )を合成する合成反応は総括的には $3(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) + 15\text{C} + 5\text{N}_2 \rightarrow 2\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2 + 15\text{CO} + 6\text{H}_2\text{O}$ で示されることから、赤盤粘土では化学量論的にはアルミナ成分が若干不足していることがわかる。そこで原料配合は、アルミナ無添加の場合と不足するアルミナ分を添加した場合の2種類についてやや過剰のカーボンブラックを添加した表2に示す2種類とした。

### 3-2 還元室化処理および生成物の評価

配合1の1300 熱処理後のX線回折パターンを図2に、同じく1500 のパターンを図3に示す。これらから、1300 ではムライト( $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ )とクリストバライト( $\text{SiO}_2$ )が主要な結晶相となっているものの $\alpha$ -サイアロン( $\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2$ )が一部生成していること、1500 ではムライトとクリストバライトが消失して $\alpha$ -Sialonがほぼ定量的に生成しておりこれにコランダム( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )と炭化珪素( $\text{SiC}$ )もわずかに見いだされること、いずれの試料でもヘマタイト( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )が存在することがわかる。また1300 では $\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2$ に起因するピークが認められる。これはカオリナイトから $\alpha$ -サイアロンが生成する際の中間物質と考えられるX-Phase Sialonの一種である<sup>4)</sup>。

配合1および2について、1300~1500 の熱処理試料のX線回折パターンにおける $\alpha$ -サイアロンの6.68、 $\text{Si}_2\text{Al}_3\text{O}_7\text{N}$ の4.46、ムライトの5.39、クリストバライトの4.11、コランダムの1.74、炭化珪素の1.54、ヘマタイトの368 のピークのX線強度を熱処理温度に

対してプロットし、図4と図5に示す。これらの図からそれぞれの結晶相生成量の変化を見ると、熱処理温度の上昇につれてムライトとクリストバライトが減少して $\alpha$ -サイアロンが増加していること、1350~1400 付近で $\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2$ が多く生成していることがわかる。これは、本反応系では $\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2$ がX-Phase Sialonであることを示している。また、粘土のみの配合1に比べアルミナを添加した配合2の方が1400 での $\alpha$ -サイアロンおよび1350 での $\text{Si}_3\text{Al}_2\text{O}_5\text{N}_2$ のピーク強度が増加していることから、アルミナの添加によって $\alpha$ -サイアロンの生成反応が低温側で促進されることがわかる。

写真1に配合1の各温度の熱処理試料の二次電子線像を示す。これをみると、1400 までは結晶構造は不明瞭であるが1500 では大きな針状結晶やシダ状の結晶の発達が見られる。1500 試料について加速電圧を上げて得られた反射電子像および各構成元素のX線像を写真2に示す。反射電子像をみると比較的原子量の大きな元素で構成されている粒子が散在していると考えられ、X線像の観察からこれらには鉄が多く含まれることから、X線回折の結果と併せるとこれられの粒子の主成分はヘマタイトであることがわかる。

## 4 結 言

赤盤粘土にカーボンブラックを加えて熱処理後に得られた生成物を分析することで以下の点が明らかとなった。1500 2hrの条件で結晶相からみるとほぼ定量的に $\alpha$ -サイアロンが得られる。アルミナを添加すると低温領域で $\alpha$ -サイアロンの生成が促進される。赤盤粘土に起因する鉄分は熱処理後にヘマタイトとして偏析する。これらの結果から、赤盤粘土を還元室化処理することで $\alpha$ -サイアロン主体の材料とすることで耐熱性の高い材料が得られるほか、鉄分の除去も比較的容易になると考えられることから、この材料の耐火物材料や耐熱性の高い多孔質材料への展開が期待される。

## 文 献

- 1) 「岩手県岩泉町 赤盤粘土の利用に関する基礎研究(東北の非金属鉱物資源調査報告)」仙台通商産業局、非金属鉱物調査委員会編(1989)
- 2) LEE, J.G. and CULTER, I.B., Am. Cer. Soc. Bull. 58, 869, (1979) など
- 3) MUKERJI, J. and BANDYOPADHYAY, S., Adv. Cer. Mat. 3, (4), 369 (1988)
- 4) ANYA, C.C. and HENDRY, A., J. Eu. Cer. Soc., 10, 65 (1992)

表1 赤盤粘土の化学分析値(%)

SiO <sub>2</sub>	TiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	FeO <sub>3</sub>	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ig. Loss
44.20	0.80	33.09	5.53	0.12	0.11	0.40	0.06	0.16	0.12	15.66

表2 原料の配合割合

	配合1	配合2
赤盤粘土	100	100
アルミナ	0	4.4
カーボンブラック	25	26.1

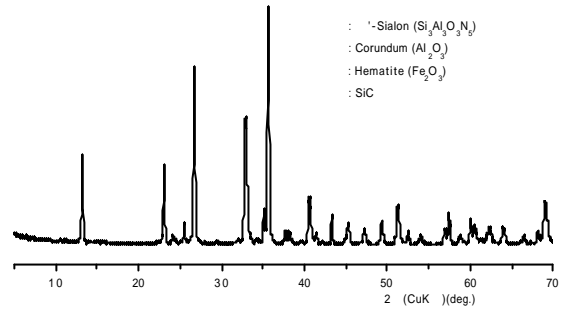


図3 配合1の熱処理後のX線回折パターン(1500)

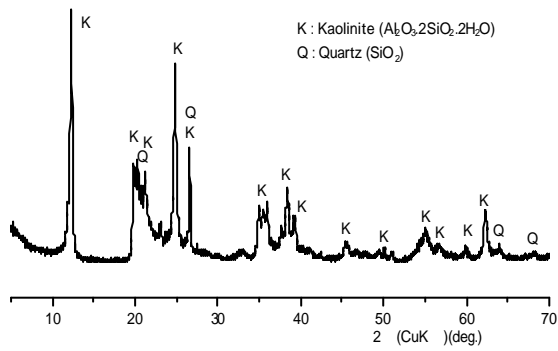


図1 赤盤粘土のX線回折パターン

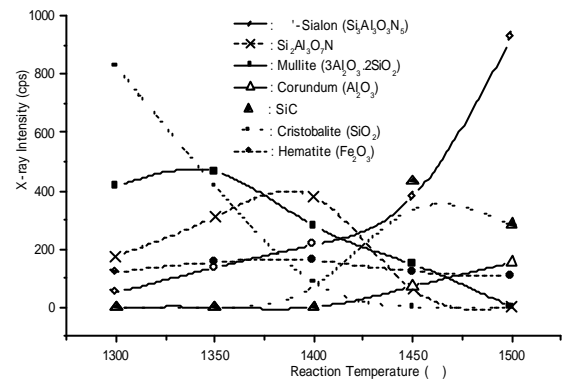


図4 配合1の生成結晶相に及ぼす熱処理温度の影響

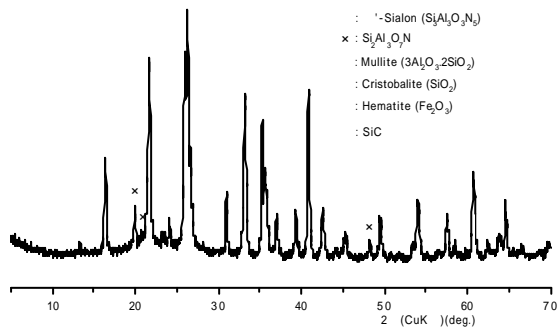


図2 配合1の熱処理後のX線回折パターン(1300)

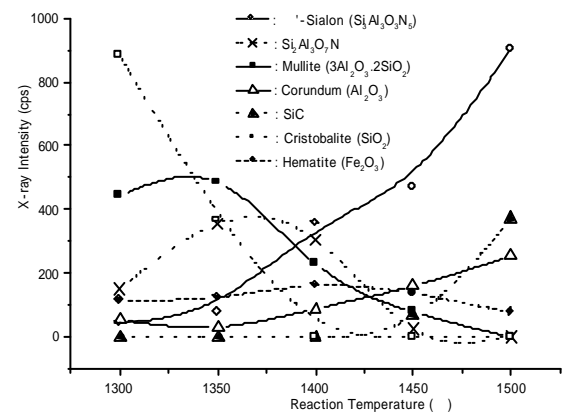
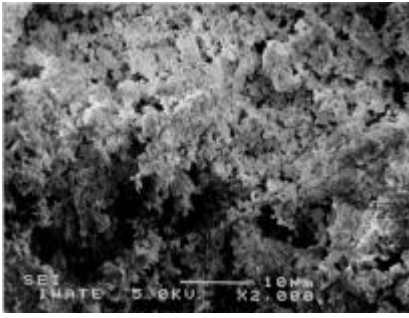
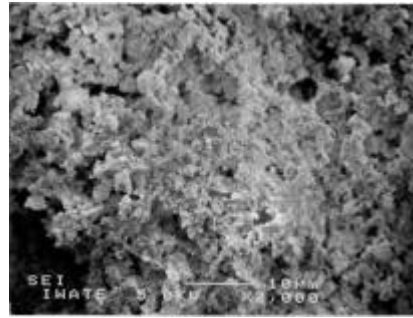


図5 配合2の生成結晶相に及ぼす熱処理温度の影響

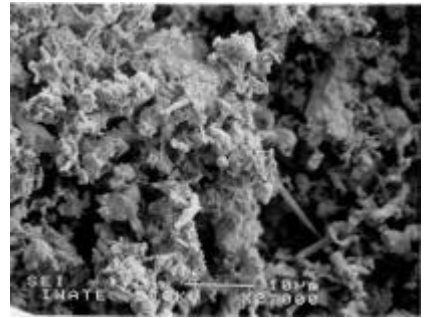
低品位粘土の還元窒化による改質



1300 熱処理後

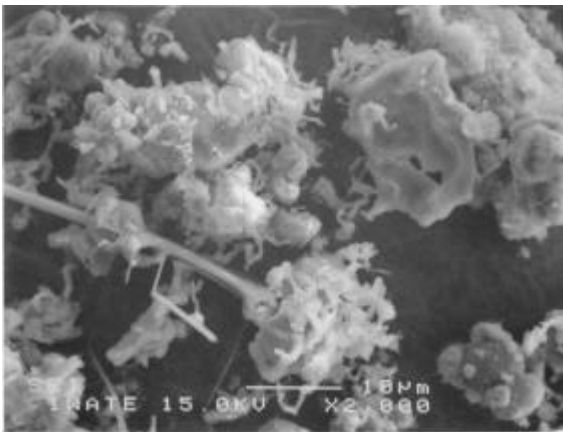


1400 熱処理後

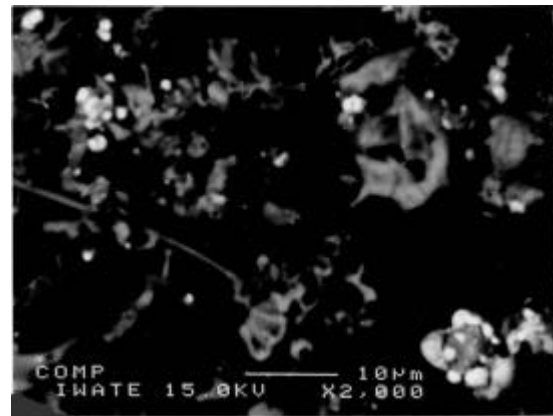


1500 熱処理後

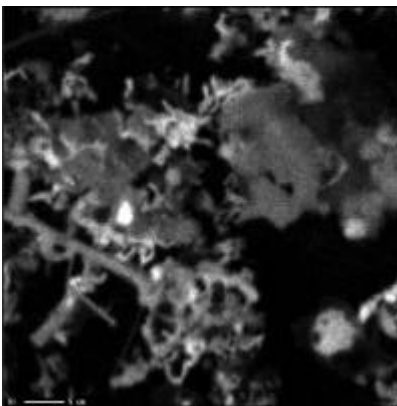
写真1 熱処理試料の二次電子線像 (5 kV、2000倍)



二次電子線像



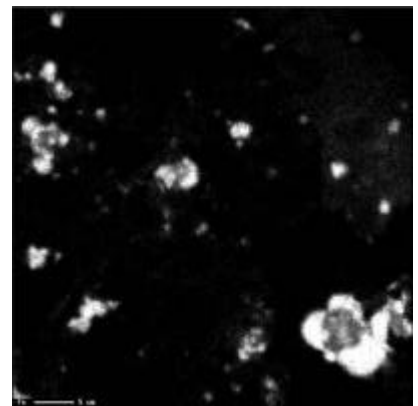
反射電子像



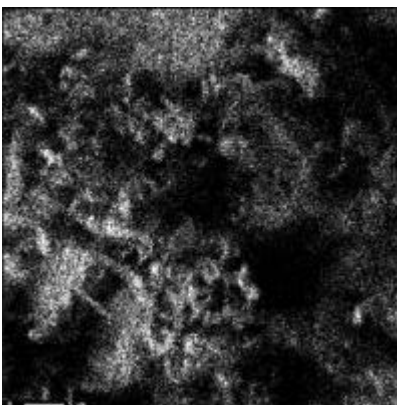
Si X線像



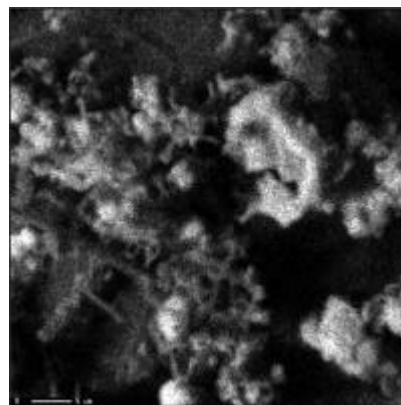
Al X線像



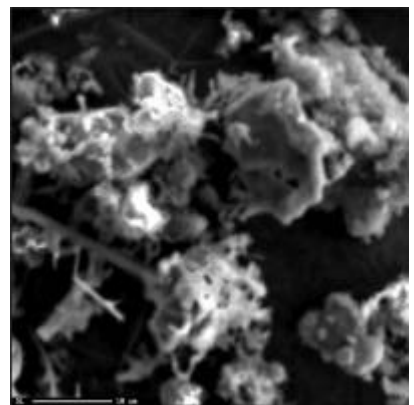
Fe X線像



N X線像



O X線像



X線像に対応する二次電子線像

写真2 配合1の1500 熱処理試料の反射電子像およびX線像 (15 kV、2,000倍)

## 高せん断レオメータを用いた溶融樹脂の粘度測定\*

佐々木 英幸\*\*、大道 渉\*\*\*

射出成形機を改良した高せん断レオメータを用いて、低密度ポリエチレン(LDPE)、ポリアセタール(POM)、ポリカーボネート(PC)の $10^0 \sim 10^5$ に渡る広範なせん断速度における粘度測定を行った。LDPEは全てのせん断速度領域において擬塑性非ニュートン流動の粘度曲線を示した。POMは同様に擬塑性非ニュートン流動曲線を示すものの $10^4$ 以上の高せん断速度領域ではせん断応力が再び増加し粘度一定となる傾向を示した。PCは低せん断速度領域で極小値を持つ粘度曲線を示した。

キーワード：溶融粘度、射出成形、高せん断速度、レオメータ

## Viscosity Measurement of Polymer Melts by High-shear Rheometer

SASAKI Hideyuki and DAIDO Wataru

Viscosity of low-density polyethylene (LDPE), polyacetal (POM) and polycarbonate (PC) were measured by high-shear capillary rheometer made by assembling an injection molding machine. LDPE had characteristics of hemiplasticity non-Newtonian flow in the range of shear rate  $10^0 \sim 10^5$ . POM had characteristics of hemiplasticity non-Newtonian flow in the range of shear rate  $10^0 \sim 10^5$  and exhibited constancy of viscosity in the shear rate of  $10^4$  or more. PC showed the viscosity curves with a minimum value in the low shear rate region.

keywords: viscosity, injection molding, high-shear rate, rheometer

### 1 緒言

コンピュータを応用した金型内樹脂流動解析(CAE)は、プラスチック製品や金型の高精度化、短納期化、低コスト化をはかる上で必要不可欠な手段となってきた。CAEで樹脂流動をシミュレーションすることにより成形品の良否を予測し金型の最適化が図られる。この解析で最も重要なのはシミュレーションのための近似式とその計算に使われる粘度パラメータである。特に近年の高速射出成形においては、高せん断速度領域の正確な樹脂粘度データが必要である。しかし、実際の射出成形時に到達すると考えられる $10^4$ 以上の高せん断速度領域における粘度データは皆無である。そこで本研究では、射出成形機を改良した細管流動式レオメータを用いて $10^0 \sim 10^5$ に渡る広範なせん断速度における溶融樹脂の粘度測定について検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 装置

射出成形機を改良した細管流動式レオメータは東洋精機製作所(株)製のハイシェアカピログラフを用いた。本装置は電動式射出成形機の型締機構を無くし、シリンダーヘッドにキャピラリーと圧力センサーを取り付けたもの

である。その構造を図1に示す。通常の射出成形と同様にホッパーから投入された樹脂ペレットはシリンダー中のスクリュの回転により前方(キャピラリー側)に送られ、同時にシリンダーに巻かれたヒーターにより加熱溶融される。スクリュは回転と同時に後退しシリンダー先端部に溶融樹脂が一定量溜まったところで前進し樹脂を押し出す(射出する)。溶融樹脂はキャピラリーを通して流出し、圧力がセンサーにより測定される。

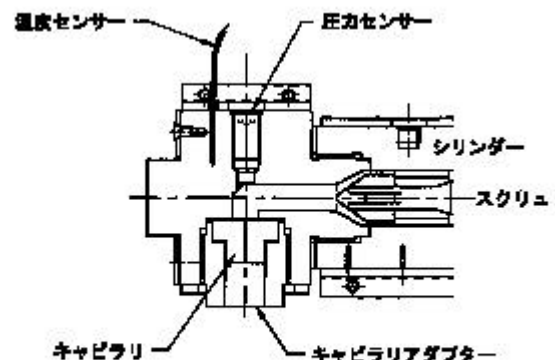


図1 ハイシェアカピログラフのシリンダーヘッド部分の構造

\* 射出成形技術の高度化に関する研究(第1報)

\*\* 化学部

\*\*\* (株)トーノ精密

このとき、見かけの粘度  $a$ 、見かけのせん断応力  $a$ 、見かけのせん断速度  $a$ は以下のように算出される。

$$a = a / a \text{ (Pa}\cdot\text{s)}$$

$$a = 4Q / r^3$$

$$a = Pr / 2L$$

$$Q = dS$$

P:樹脂圧力 (Pa)

r:キャピラリー半径 (m)

L:キャピラリー長さ (m)

S:射出速度 (シリンダー押出速度) (m/s)

d:シリンダー半径 (m)

シリンダ半径は12.5mm、スクリュストロークは80mmである。(スクリュがシリンダー先端に達した位置(熔融樹脂を出し切った位置)が0mm、スクリュが最も後退した位置(シリンダー先端に熔融樹脂を最も溜め込んだ位置)が80mmとなる。)

### 2 - 2 材料

低密度ポリエチレン樹脂(LDPE)は三井化学(株)製ミラソン12を、ポリアセタール樹脂(POM)はポリプラスチック製ジュラコンM90-02を、ポリカーボネート樹脂(PC)は帝人化成(株)製パンライトL-1250Yをそれぞれ所定の温度で12時間以上乾燥して用いた。

### 2 - 3 測定

LDPEは230、POMは200及び220、PCは300及び330で測定した。射出速度は0.01~150mm/sに設定した。粘度測定のためのキャピラリーは、長さ(L)と径(D)の比(L/D)が40/2、20/1、10/0.5、15/1、10/1、5/1の6種類を用いた。これらのキャピラリーと射出速度を組み合わせることにより、見かけのせん断速度で $6.25 \times 10 \sim 6 \times 10$ の領域の測定が可能となる。

### 2 - 4 樹脂温度の均一性とスクリュ回転数

天野はスクリュ回転数がシリンダリザーバー内の樹脂温度の均一性に影響を及ぼすことを述べている<sup>1)</sup>。熔融樹脂の温度が均一であれば射出速度が一定のとき測定される樹脂圧力は一定となるはずである。そこで、樹脂温度の均一性を、樹脂圧力を測定することにより検討した。樹脂圧力はスクリュが70mm、55mm、40mm、25mm、10mmに到達したときの5ポイントで測定した。

図2~図4にスクリュ位置と樹脂圧力の関係を示す。LDPEとPOMはスクリュ及び回転数に関係なく圧力が一定である。このことは、熔融樹脂の温度が回転数に影響されずかつ均一であることを示す。一方、PCは回転数により圧力が大きく変化し70rpm以上の回転数でほぼ安定する。以上のことから回転数を70rpm一定として粘度測定を行った。

なお、このような回転数による樹脂温度あるいは圧力への影響は、実際の射出成形でもあることを留意すべきである。

## 3 実験結果及び考察

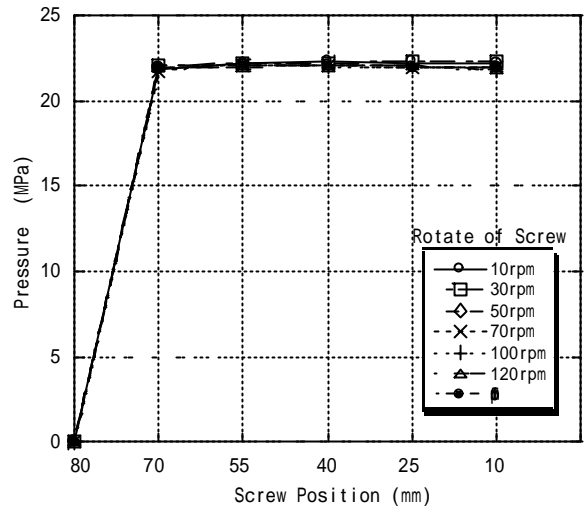


図2 スクリュ回転数及びスクリュ位置によるLDPEの圧力変化

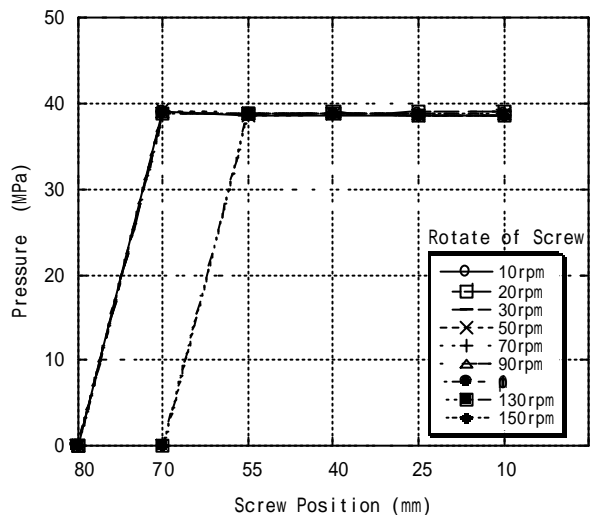


図3 スクリュ回転数及びスクリュ位置によるPOMの圧力変化

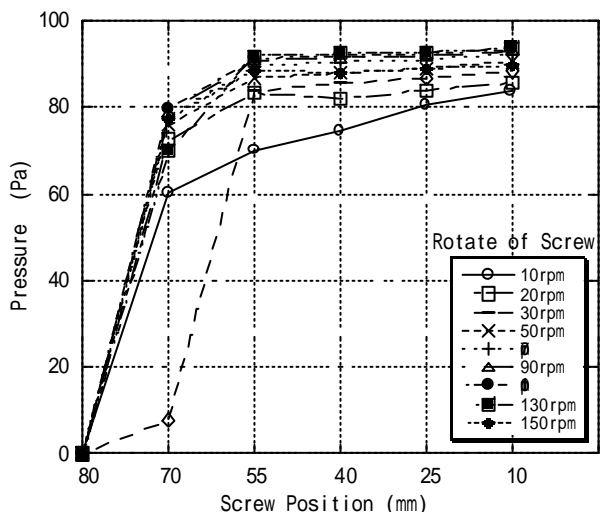


図4 スクリュ回転数及びスクリュ位置によるPCの圧力変化

### 3 - 1 見かけの粘度

図5~図7は、L/D=40/2、20/1、10/0.5の3種類のキャピラリーを用いて測定したLDPE、POM、PCの見かけせん断応力と見かけ粘度を示す。長さ(L)と径(D)の比が同じ



で径が異なるキャピラリーを用いることにより、樹脂の溶融粘度を安定的に測定可能か調べることができる。LDPE及びPOMは、3種類のキャピラリーで測定した値が一つの曲線上に乗ってよく一致しており、滑り流動などの異常流動がないことを示している。また、POMでは粘度の温度依存性が小さい。これはPOMの粘性流動活性化エネルギーが6~8kcal/molと小さいため<sup>2)</sup>と考えられる。

一方、PCはせん断速度の低い領域において3種類のキャピラリーで測定した値が一致しないところがある。また、最初に粘度が低下した後いったん増加し再び低下する変化を示す。これらはいずれも射出速度0.01~0.05mm/sでの結果であり、この領域で滑りなどの異常流動が発生する可能性があるが、あるいは樹脂の圧縮性にも起因する可能性もあり今後検討を要する。

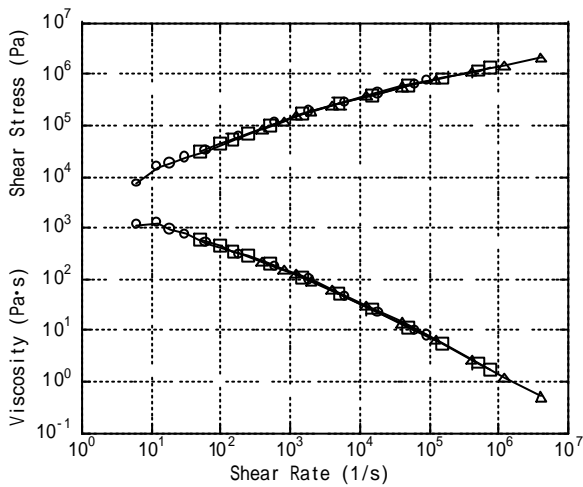


図5 LDPEの230 における見かけ粘度と見かけせん断応力  
○ ; L/D = 40/2、 ; L/D = 20/1、 ; L/D = 10/0.5 (mm)

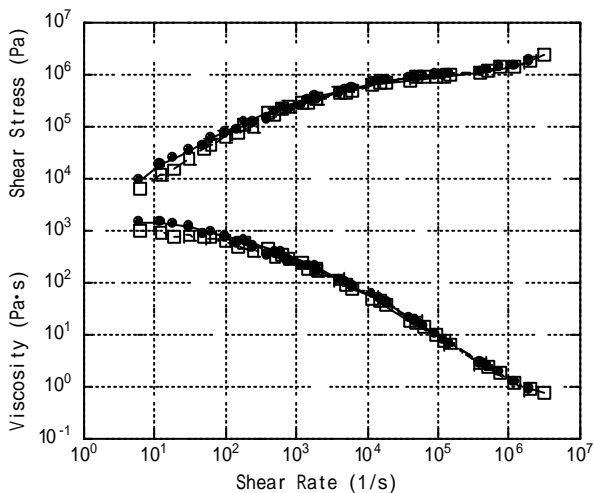


図6 200 及び220 におけるPOMの見かけ粘度及び見かけせん断応力  
(L/D = 40/2、20/1、10/0.5で測定した値を重ね書き)  
; 200、 ; 220

### 3 - 2 Bagley補正

キャピラリーレオメータではシリンダーからキャピラリーへの流動においてキャピラリー入り口部で流路の縮小部があり、出口部で大気開放される流路の形状変化がある。

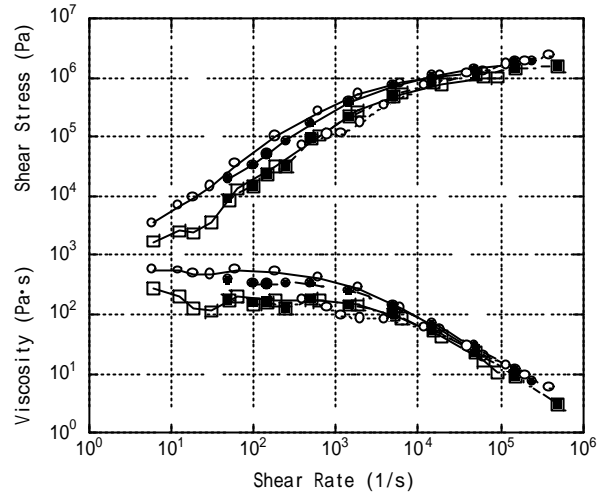


図7 300 及び330 におけるPCの見かけ粘度および見かけせん断応力  
(L/D = 40/2、20/1、10/0.5で測定した値を重ね書き)  
、 ; 300、 ; ; 330

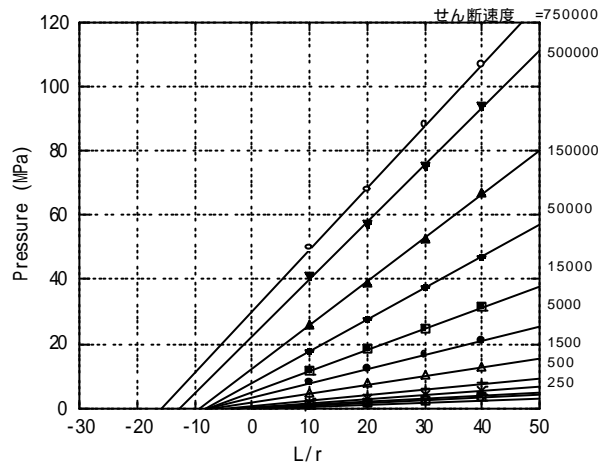


図8 230 におけるLDPEのBagleyプロット

これらの部分では圧力損失があるので、粘度測定時には補正が必要となる。

Bagleyによると同一せん断速度において次式が成立する<sup>3)</sup>。

$$c = P/2 \{L/r + \} = P_c/2(L/r)$$

$$P = P_c + P_e$$

c 補正せん断応力

末端補正係数

$P_c$  ; キャピラリー内圧力損失

$P_e$  ; 流入端圧力損失

ここで、rが同じでL/rの異なるキャピラリー数種類を用いてせん断速度を変えて樹脂圧力を測定し、横軸にL/rを縦軸に樹脂圧力をプロットすると、L/rが異なるキャピラリーに対して直線関係が得られる(Bagleyプロット)。このとき、縦軸の切片が $P_e$ を、横軸の切片が末端補正係数を示す。

図8~10には、LDPE、POM、PCのBagleyプロットを示す。LDPEとPOMでは高せん断速度においても直線関係が得られるが、PCでは高せん断速度で直線関係が崩れ、以

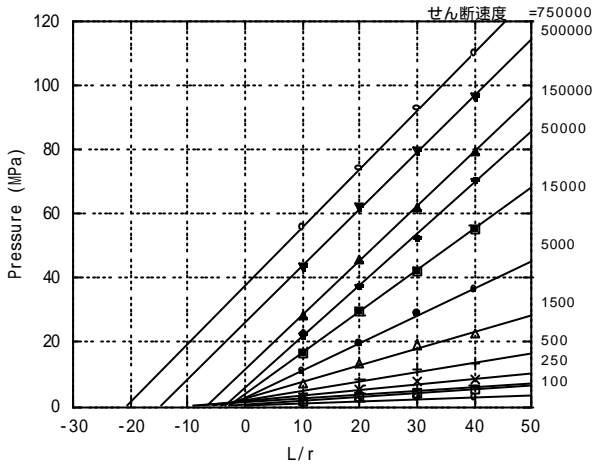


図9 220 におけるPOMのBagleyプロット

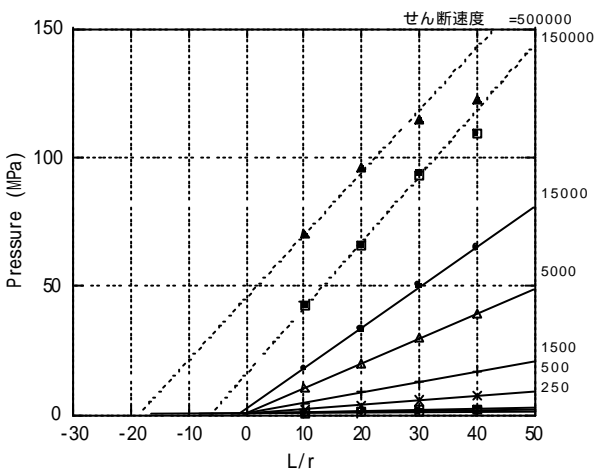


図10 330 におけるPCのBagleyプロット

降の補正に注意が必要である。

### 3 - 3 Rabinowitsch補正後の粘度

溶融樹脂の流動は一般に指数則あるいはべき法則に従う。このため、ニュートン流動と異なりせん断速度の補正が必要となる。これがRabinowitsch補正で、次式により補正せん断速度が導かれる<sup>4)</sup>。

$$c = a \{0.75 + 0.25(d \log a) / (d \log c)\}$$

ここで、 $(d \log a) / (d \log c)$ は $\log c$ を縦軸、 $\log a$ を横軸にプロットしたときのある限られた範囲での傾き $(d \log c / d \log a)$ の逆数である。

図10~12にはBagley補正によって得られた補正せん断応力を基にせん断速度を補正してプロットした粘度曲線を示す。どの樹脂でも見掛け粘度に比べ低粘度側に補正されている。

LDPEはせん断速度の全領域に渡って擬塑性非ニュートン流動の粘度曲線を示す。POMは同様に擬塑性非ニュートン流動曲線を示すものの $10^4$ 以上の高せん断速度領域で再びせん断応力が上昇し粘度が一定となる。PCは低せん断速度領域で極小値を持つ粘度曲線を示した。

これらの流動挙動の違いは樹脂の分子構造に由来すると考えられるが、詳細は不明であり今後さらに検討を要する。

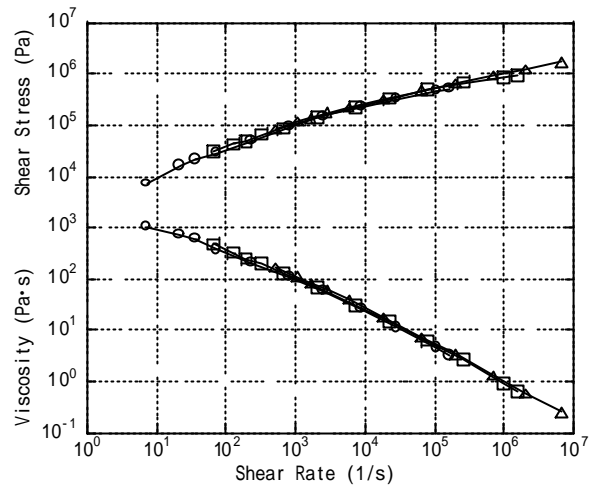


図11 230 におけるLDPEの補正せん断応力と補正粘度  
○; L/D = 40/2、□; L/D = 20/1、△; L/D = 10/0.5 (mm)

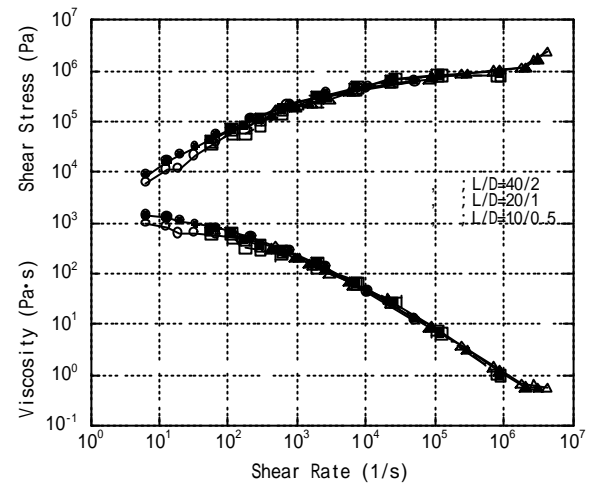


図12 200 及び220 におけるPOMの補正せん断応力及び補正粘度  
(L/D = 40/2、20/1、10/0.5で測定した値を重ね書き)  
○、□、△; 200、●、■、▲; 330

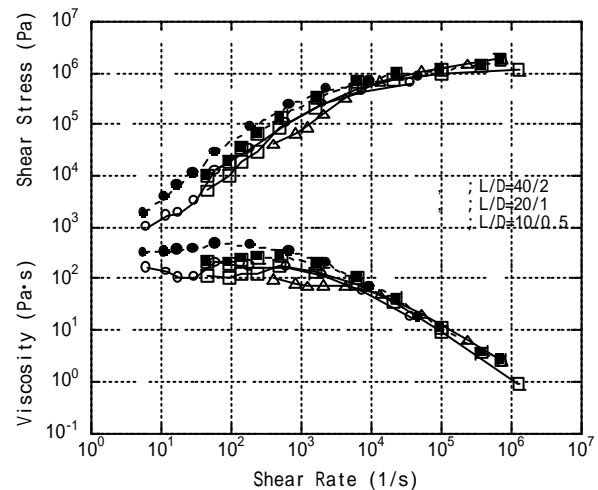


図13 300 及び330 におけるPCの補正せん断応力及び補正粘度  
(L/D = 40/2、20/1、10/0.5で測定した値を重ね書き)  
○、□、△; 300、●、■、▲; 330

### 文 献

- 1) 天野修, 第1回射出成形討論会講演要旨集, 28(1992).
- 2) 佐々木, 瀬川, 坂下, 山崎, 田村, 岩手県工業試験場報告, 30, 39 (1989).
- 3) 高分子学会編, 'プラスチック加工の基礎', 工業調査会(1982)p.60
- 4) 高分子学会編, 'プラスチック加工の基礎', 工業調査会(1982)p.50

# 金属と樹脂の直接成形接着に及ぼす金型内樹脂流動挙動の影響\*

佐々木 英幸\*\*、齋 聖一\*\*\*、菊池 重顕\*\*\*

金型内に温度及び圧力センサーを取り付け、トリアジンチオール処理した銅板とPPS樹脂の直接成形接着に及ぼす樹脂温度や圧力変化の影響を検討した。金型内に流入する樹脂の温度は、射出速度の増加とともにシリンダ設定温度よりも20~70 高くなった。樹脂圧力は、射出速度を速く、保持圧力を低く設定すると短時間で急激に乱高下した。接着強度は、流入樹脂の温度、圧力、熔融時間の増加とともに高くなる傾向を示すが、急激な圧力変化により低下した。

キーワード：トリアジンチオール、射出成形、接着、樹脂流動

## Influence of Resin Flow Behavior in Mold on Direct Adhesion of Metal and Resin during Injection Molding

SASAKI Hideyuki, SAI Seiichi and KIKUCHI Shigeaki

Influence of resin flow behavior in mold on direct adhesion of copper plate treated with triazine thiols and PPS resin during injection molding was investigated. For this investigation, resin temperature and pressure were measured by sensor attached inside of mold. The temperature of the resin which flows in mold cavity became higher 20-70 than cylinder setting temperature with the increase in injection speed. When injection speed was set up quick and hold pressure was set up low, resin pressure fluctuated erratically abruptly for a short time. Although bonding strength showed the tendency which becomes high with the increase in the temperature of inflow resin, pressure, and melting time, it fell by rapid pressure change.

keywords: triazine thiol, injection molding, adhesion, resin flow

### 1 緒 言

金属と樹脂の射出成形による直接接着技術は電解コンデンサなどの封止部品の製造方法として実用化が進められている。しかし、製品個々の形状が異なることから成形条件により接着強度にばらつきが生じる問題が残っている。すなわち、多様な製品形状に対する直接接着のための適正な成形条件やゲートバランスなどの金型条件が明らかになっていない。これは接着強度に影響を及ぼす金型内の樹脂流動挙動が明らかになっていないためである。

そこで、本研究では金型内の熔融樹脂の温度、圧力、充填時間などが接着強度に及ぼす影響について検討した。

### 2 実験方法

実験に供した金属板はトリアジンチオール処理したハルセル試験用銅板(67×10×0.3mm)を用いた。トリアジンチオール処理は濃度0.5mmol/l、浸せき時間60秒で行い、その他条件は前報<sup>1)</sup>に従った。樹脂は東ソー(株)製ポリフェニレンサルファイド(PPS; サスティールP-42)

を用いた。接着強度測定用の引張せん断試験片は、銅板を金型内に挿入しシリンダ設定温度330、その他所定の条件でPPSを射出成形して作成した。成形PPSは54×10×4mm、接着面積は1.1cm<sup>2</sup>とした。金型内の樹脂温度、圧力の測定は、(株)ニレコ製のモバック220を用い、赤外線温度センサー及び圧力センサーをそれぞれゲートより35mmの固定側及び可動側キャピティ壁面に設置した。測定は射出開始から10秒間行った。なお、赤外線温度センサーの測定範囲は約200~400 である。

### 3 実験結果及び考察

図1~3は、金型温度を130とした場合の金型内に流入する熔融樹脂の温度及び圧力プロファイルを示す。射出速度を12~60cm<sup>3</sup>/sまで変化させたとき、熔融樹脂の最高温度は、シリンダ温度を330に設定したにも関わらず、約350 から400 まで変化した。金型温度90 では同様に約330 から390 まで変化した。この原因はせん断発熱によると考えられる。金型内の樹脂圧力は射出速度と保持圧力の設定により多様なプロファイルを示した。射出速度が60cm<sup>3</sup>/sの時は、射出開始か

\* 射出成形技術に関する研究(金属とプラスチックの一体成形技術に関する研究(第10報))

\*\* 化学部

\*\*\* (株)東亜電化

ら0.4秒で160~170MPaに達し、続く保圧過程で圧力設定を20MPaとした場合14MPaまで低下し、続いて波打ち現象が見られた。樹脂の金型内への充填は樹脂圧力が立ち始めたところでほぼ完了すると考えられる。射出速度12cm<sup>3</sup>/sの場合充填時間は射出開始から約7.5秒要し、この間に樹脂温度は290 まで低下した。

接着強度は金型内の樹脂温度、圧力に影響されると考えられる。すなわち、トリアジンチオール処理した金属表面と樹脂との結合反応を考えた場合、反応速度、反応密度、反応時間の点から、樹脂温度及び圧力が高く、熔融時間が長いほど有利であると考えられる。図4は金型内樹脂最高圧力と接着強度の関係を示す。接着強度は樹脂圧力とともに高くなる傾向を示すが、150MPa付近でも低い値を示すものがある。図5は金型内樹脂最高温度と接着強度の関係を示す。最高温度が高くなるに従い接着強度も高くなる傾向を示すが、380 付近でも強度が得られないものもある。

図6は金型内充填完了時の樹脂温度が流動停止温度の260 まで低下する時間すなわち樹脂が熔融状態にある時間と接着強度の関係を示す。強度は時間が長くなるほど高くなる傾向を示す。しかし、温度低下時間が最も長い2.8秒においては1.35Mpaの強度しか得られなかった。この時、金型内の圧力プロファイルは0.1秒以内に165MPaから14MPaまで変化した。接着強度の低下は急激な圧力変化により、熔融樹脂の逆流で接着界面にズリ破壊が起こるためと考えられる。

以上のことから、接着強度は樹脂温度、圧力、時間の関数として捉える必要があり、今後検討を行う。

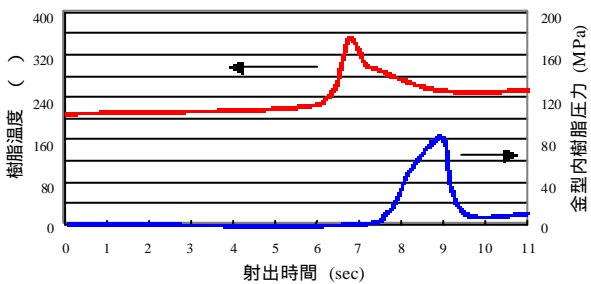


図1 130 の金型内における樹脂温度、圧力のプロファイル  
射出速度 12 cm<sup>3</sup>/sec、保持圧力 20MPa

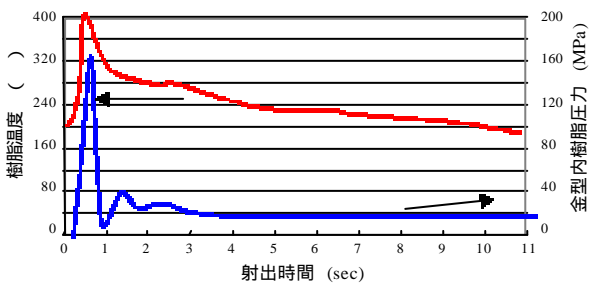


図2 130 の金型内における樹脂温度、圧力のプロファイル  
射出速度 60 cm<sup>3</sup>/sec、保持圧力 20MPa

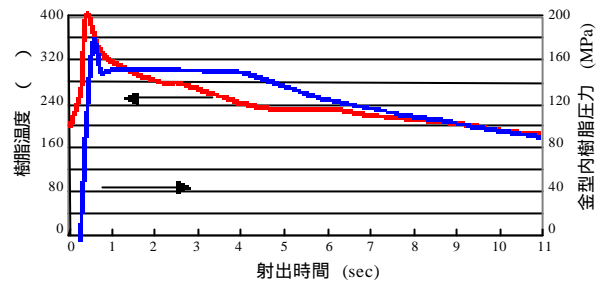


図3 130 の金型内における樹脂温度、圧力のプロファイル  
射出速度 60 cm<sup>3</sup>/sec、保持圧力 160MPa

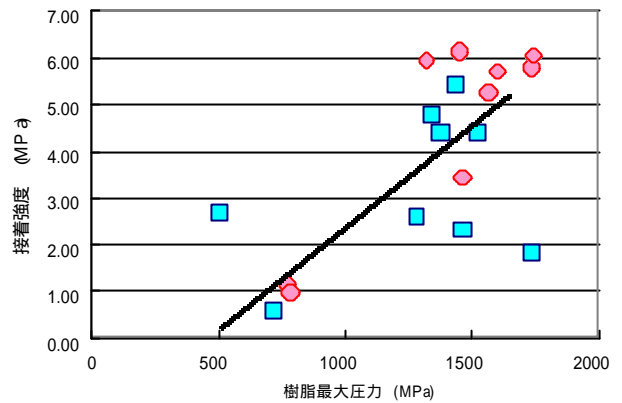


図4 金型内樹脂最大圧力と接着強度  
金型温度、■ ;90 ● ;130

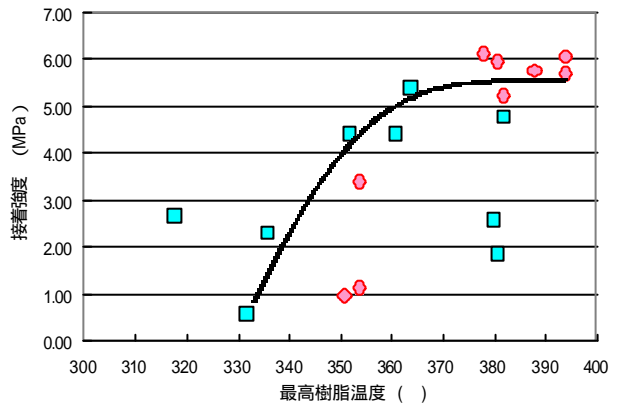


図5 金型内樹脂最高温度と接着強度  
金型温度、■ ;90 ● ;130

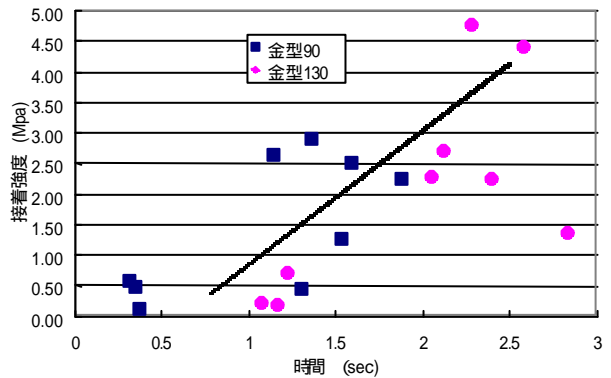


図6 樹脂充填が260 に下がるまでの時間と接着強さ

文 献

- 1) 佐々木, 瀬川, 小向, 河野, 小林, 岩手県工業試験場報告, 33, 29(1991).

## 金属と樹脂の直接成形接着に及ぼす金型内樹脂流動挙動の影響

- 2) 佐々木, 河野, 小向, 瀬川, 小林, 成形加工, 5, 875 (1993).
- 3) 佐々木英幸, 河野隆年, 小林伊智郎, 成形加工'93, 149 (1993).
- 4) 佐々木英幸, 河野隆年, 小林伊智郎, 成形加工'94, 375 (1994).
- 5) 佐々木英幸, 小林伊智郎, 成形加工'95, 201 (1995).
- 6) 佐々木, 小林, 於本, 岩手県工業技術センター報告, 5, 77 (1998).
- 7) 森邦夫, 斉藤実, 中村儀郎, 日本化学会誌, (4), 725 (1987).

# 高分子材料リサイクルのための分子特性解析

藤原 智徳\*、吉田 昌充\*\*、衣笠 晋一\*\*\*

高分子工業において、材料の分子量・分子量分布の測定は重要である。材料の物性がこれらに依存しているためである。これらの測定において、サイズ排除クロマトグラフィー（Size Exclusion Chromatography、以下 SEC と略記）が汎用機器として普及している。また SEC の欠点を補う装置として、多角度光散乱光度計（Multi-Angle laser light scattering photometer、以下 MALLS と略記）やマトリックス支援レーザー脱離イオン化質量分析法（Matrix Assisted Laser Desorption / Ionization- Time of Flight Mass Spectrometry、以下 MALDI - TOFMS と略記）がある。近年ポリエチレンテレフタレート（以下、PET と略記）製ボトル容器の生産量が増大しつつあり、これに伴って排出される廃 PET のリサイクルが検討されている。そこで SEC-MALLS による PET の分子量測定について検討した。

キーワード：SEC，SEC-MALLS，MALDI-TOFMS，PET

## Measurement of Molecular Weight in Polymer for Recycling

FUJIWARA Tomonori, YOSHIDA Masamitsu, KINUGASA Shinichi

Molecular weight and its distribution have influence on properties of material, therefore, measurement of them are important for polymer industry. Size Exclusion Chromatography (SEC) is one of the most significant equipment for these measurement. Moreover, SEC-Multi Angle laser light scattering photometer (SEC-MALLS) and Matrix Assisted Laser Desorption / Ionization Time of Flight Mass Spectrometry (MALDI-TOFMS) are applied, which make up for the fault of SEC. Recently, amount of production of bottle made from Poly-ethylene Terephthalate (PET) is increasing in recent years, and, therefore, the recycling of exhausted abolition PET is examined of PET increases so that recycling of its waste is examined. Then, the molecular weight measurement in PET by SEC-MALLS was practiced.

key words: SEC, SEC-MALLS, MALDI-TOFMS, PET

### 1 緒 言

高分子材料、特に合成高分子は分子の大きさ（鎖長、分子量、重合度）が異なる同族体の集合である。その物性は、分子量や分子量分布に依存している。特にガラス転移温度に影響を及ぼし、以下の関係がある。

$$T_g = T_{g0} - K/M_n$$

$T_g$  : 分子量無限大におけるガラス転移温度

$K$  : 定数  $M_n$  : 数平均分子量

したがって高分子材料のプロセスにおいては、分子量分布を可能な限り正確に知ることが重要である。これは新規に製造される材料だけでなく、リサイクルの対象となる廃プラスチックでも同様である。

高分子材料の分子量の平均値には、以下のような表記がある<sup>1)~3)</sup>。

$$\text{数平均分子量} : M_n = \sum M_i / i$$

$M_i$  : 分子量  $i$  : 分子数

$$\text{重量平均分子量} : M_w = \sum M_i W_i / \sum W_i = \sum M_i^2 i / \sum M_i i$$

$W_i$  : 重さ  $W_i = M_i i$

$$z \text{ 平均分子量} : M_z = \sum M_i^3 i / \sum M_i^2 i$$

$M_w/M_n$  を平均分子量分布といい、値が大きいほど分子量分布が広いこと、すなわち分子の大きさのばらつきが大きいことを意味する。ばらつきが小さいこと、すなわち

すべて同じ大きさの分子からできているものを単分散といい、

$M_n$   $M_w$   $M_z$  となる。一般にイオン付加重合より

得られる高分子や天然高分子は単分散で、ラジカル重合や重縮合より得られる高分子は多分散である。

本報では SEC と SEC-MALLS、MALDI-TOFMS による高分子材料の分子量測定方法について検討した内容を報告する。SEC と SEC-MALLS の装置概略図を図 1 に示す。

### 2 実験内容

#### 2-1 SEC による分子量測定

高分子の分子量を測定する最も一般的な機器として、SEC が普及している<sup>4)</sup>。ゲル浸透クロマトグラフィー（Gel Permeation Chromatography、GPC）とも呼ばれている。分離の機構は、固定相と試料溶液の間に相互作用がないことを前提とし、固定相として用いる充填材の細孔を利用して、試料分子を分子サイズの大きいものから分離する。同じ分子サイズのもの

\* 岩手県工業技術センター 化学部

\*\* 北海道立工業試験場 材料技術部 高分子材料科

\*\*\* 産業技術総合研究所 計測標準研究部門 有機分析科 高分子標準研究室

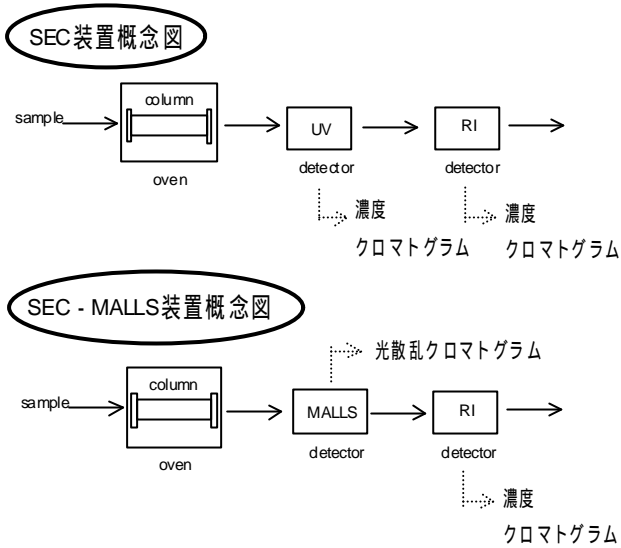


図1 SEC, SEC-MALLS 装置概念

は、種類にかかわらず同じ位置に溶出する。分離された分子は、示差屈折計 (RI) や紫外吸収検出器 (UV) などにより検出される。

従来行われてきた粘度や浸透圧、沈降速度による方法と比較して簡易に短時間で測定できる。

SEC で求められる分子量は、標準試料に換算した相対分子量である。予め標準試料を測定し、分子量と溶出ピーク時間の関係から校正曲線を作成する。これより未知試料の分子量を計算する。

標準試料には、リビングアニオン重合により分子量分布の狭いポリスチレン (以下、PS と略記) とポリメチルメタクリレート (以下、PMMA と略記) がよく用いられている。本実験では測定試料に National Institute of Standards and Technology, USA (以下、NIST と略記) から市販されている分子量既知の SRM705a PS と SRM706 PS を用いた。公証値を表1に示す。分子量分布は SRM705a が単分散、SRM706 は多分散である。

表1 供試試料公証値

	NIST SRM	
	705a	706
$M_w$	1.79E+05	2.58E+05
$M_n$	1.71E+05	1.37E+05
$M_w/M_n$	1.05	1.88

標準試料には、TOSOH 製 TSK standard POLY-STYRENE を用いた。これは分子量が異なる 12 点の PS 試料セットで、各溶出ピーク時間から三次式の回帰曲線を作成し、これを校正曲線とした。測定時間は 30min とした。

日を変えて校正曲線を 2 回作成し比較したところ、異なった回帰式が得られた。これはピーク時間の違い(ずれ)に起因するものと思われる。したがって、校正曲線の作成は測定の直前

が望ましい。標準 PS 試料のうち F-4 の溶出ピークを図 2 に示す。

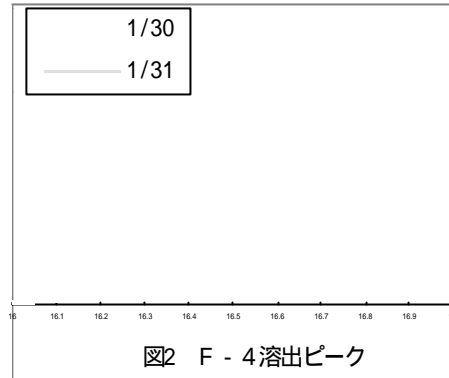


図2 F - 4 溶出ピーク

表2 標準試料の違いによる結果の比較

	RI		UV
	PS	PMMA	PS
$M_w$	2.45E+05	4.12E+05	2.45E+05
$M_n$	8.76E+04	1.20E+05	9.77E+04
$M_w/M_n$	2.80	3.42	2.51

表3 解析結果の比較

	RI		UV	
	Program	MS-Excel	Program	MS-Excel
$M_w$	2.45E+05	2.43E+05	2.45E+05	2.44E+05
$M_n$	8.76E+04	8.75E+04	9.77E+04	9.76E+04
$M_w/M_n$	2.80	2.78	2.51	2.50

< 測定条件 >

溶離液：THF

カラム：TSKgel GMHHR-H

カラム温度：40

流量：1.0ml/min 試料注入量：50 $\mu$ l

また、標準試料として Polymer Laboratories 製 PL PMMA を用いた。これは分子量が異なる 10 点の PMMA 試料セットで、PS と同様に校正曲線を作成し、SRM706 を測定・解析した。

測定装置は、GPC-8020 (TOSOH) を用いた。溶離液にはテトラヒドロフラン (以下、THF と略記) を用いた。1mg-sample/ml-THF 溶液を調製し、測定に供した。測定時間は 30min である。

各標準試料を用いて NIST SRM706 の分子量、分子量分布を測定した結果を表 2 に示す。PMMA は紫外部の吸収を持たないので、UV 検出器では測定できない。RI 検出器を用いた測定結果を比較すると、用いた標準試料により測定値が異なることがわかった。

溶出曲線のクロマトグラムを MS-EXCEL 上で処理することにより分子量ならびに分子量分布を計算し、装置の解析結果と比較した。結果を表 3 に示す。両計算値間での大きな値の違いは見られなかった。しかし  $M_n$  は公証値と異なり、検出器間でも異なった値となった。

## 2-2 SEC-MALLS による分子量測定

SEC を用いて未知試料の分子量を測定する場合、同一の組成、形状をもつ標準試料が入手できない場合がある。

SEC-MALLS では分離した分子を、RI と MALLS で検出することにより、絶対分子量が求められる。

MALLS は検出器のひとつで、試料セルの周囲にフォトダイオードアレイが配置されており、レーザー光を当て異なる 18 角度における散乱光強度を同時測定できる。

本実習では、DAWN DSP LASER PHOTOMETER (Wyatt Technology) を用いた。

未知試料の測定に先立ち、分子量既知の試料を用いて検出器を補正する必要がある。本実習では TSK standard POLYSTYRENE の F-4 を用いた。測定試料には、NIST SRM 705a を用いた。溶離液には THF とクロロホルムを用いて各々測定し、結果を比較した。

試料は 1mg/sample/ml solvent となるように調製した。測定時間は 30min とした。結果を表 4 に示す。溶離液間で顕著な差はみられなかった。材料により、溶媒に対する溶解度が異なる。測定には適切な溶離液を選択する必要がある。

表4 SEC-MALLSによるSRM 705aの測定結果

solvent	THF	CHCl <sub>3</sub>	(公称値)
M <sub>w</sub>	1.78E+05	1.80E+05	1.79E+05
M <sub>n</sub>	1.77E+05	1.72E+05	1.71E+05
M <sub>w</sub> /M <sub>n</sub>	1.00	1.04	1.05

<測定条件>

MALLS温度：25

カラム：TSKgel GMHHR-H

カラム温度：40

流量：1.0ml/min 試料注入量：50 $\mu$ l

## 2-3 MALDI-TOFMS による分子量測定

MALDI-TOFMS は、試料マトリックスにレーザー光を照射することにより、イオン化し (MALDI)、その質量電荷比  $m/z$  の違いにより、イオンの飛行する時間が異なることを利用して質量分析する (TOFMS) ものである。SEC や SEC-MALLS の測定時間は、一試料当たり 30~60min を要す。一方 MALDI-TOFMS による分子量の測定時間は、一試料当たり 3~5min である。絶対分子量が求められるが、分子量分布は狭くなる。生体高分子や合成途中の高分子の簡易的な分子量の測定に適当である。装置の概略を図 3 に示す。

測定装置は、KOMPACTMALDI (SHIMADZU)を用いた。測定試料には、TSK standard PS A-2500 を用いた。文献を参考にし Ag-TFA : Retinoic Acid:sample = 1:10:1 の割合で混合し<sup>5)</sup>、測定に供した。表 5 に結果を示す。一部を除いて、M<sub>w</sub> は概ね一致した。しかし M<sub>n</sub> は低値となり、その結果 M<sub>w</sub>/M<sub>n</sub> は高値と

なった。このことについて検討し、リフレクションパワーを上げれば良かったのではないかと思われる。

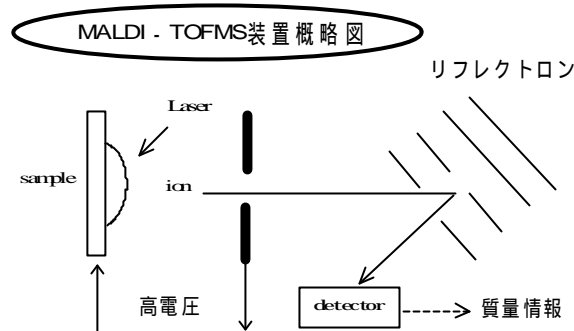


図3 MALDI-TOFMS装置概念の収集

表5 MALDI-TOFMSによる分子量測定結果

	パワー	M <sub>n</sub>	M <sub>w</sub>	M <sub>w</sub> /M <sub>n</sub>
1	80	2.32E+03	2.62E+03	1.13
2	70	2.29E+03	2.62E+03	1.14
3	80	1.95E+03	2.41E+03	1.23
4	70	2.22E+03	2.60E+03	1.17
5	70	2.20E+03	2.53E+03	1.15
6	80	1.99E+03	2.42E+03	1.22
7	80	2.18E+03	2.53E+03	1.16
8	80	2.23E+03	2.56E+03	1.15
9	80	2.14E+03	2.50E+03	1.17
10	80	2.27E+03	2.55E+03	1.12
表示値			2.50E+03	1.05

## 2-4 SEC-MALLS によるPET樹脂の分子量測定

容器包装に係る分別収集および再商品化の促進等に関する法律が平成 7 年 6 月に制定された。近年 PET 製ボトルの生産量が増大し、それに伴って排出される廃 PET のリサイクルが課題となっており、フレークやペレットなど成型原料や、エステル原料化が検討されている<sup>9)</sup>。

そこで SEC-MALLS による PET の分子量測定方法について、試料溶液の調製法や結果の解析法を検討した。

PET は表 6 に示す試料を用意し、測定に供した。IV とは、フェノールテトラクロロエタン (6:4) 混合溶液中で測定した極限粘度に相当する値である。

溶離液には、ヘキサフルオロイソプロパノール（以下、HFIP と略記）を用いた。PET が、通常 SEC に溶離液としてよく用いられる THF やクロロホルムに溶解しないためである。また HFIP がカラムのゲルに吸着されるため、吸着防止剤として、Na-TFA を 5mM となるように添加した。約 4mg-sample/ml-solvent となるように試料溶液を調製した。24 時間振とう後、0.2  $\mu$ m テフロン製フィルターでろ過し、測定に供した。一方、HFIP は PET や PMMA を溶解するが、PS は溶解しない。PET 試料の測定に先立って、shodex PMMA M4.86 を用いて溶出遅れ容量と検出器の感度補正を行った。また HFIP



表6 供試試料

試料名		性状等
1	LR	IV = 1.0 白色 ペレット状
2	IV1.2	IV = 1.2 白色 ペレット状
3	IV1.4	IV = 1.4 緑色透明 バンド状
4	Y社バー ジン材	白色 ペレット状
5	280 加 熱成形品	試料4を板状に加工 無色透明
6	市販PET ボトル粉 砕片	白色 フレーク状

表7 PET分子量測定結果

試料	Mw	Mn	Mw/ Mn
1	9.06E+04	4.94E+04	1.83
2	9.90E+04	6.05E+04	1.64
3	1.70E+05	1.91E+04	8.90
4	8.43E+04	4.92E+04	1.71
5	6.34E+04	3.49E+04	1.82
6	4.59E+04	2.60E+04	1.77

< 測定条件 >

溶離液：HFIP

カラム：TSKgel GMHHR-H

カラム温度：40

流量：0.5ml/min 試料注入量：100 $\mu$ l

MALLS温度：40

の粘度が THF やクロロホルムに比べて高く、沸点が低いことから表中の測定条件を設定した。流量の減少に伴い、測定時間は60minとなった。PETの分子量測定結果を表7に示す。

試料1~3については、IV値が高くなるほど、 $M_w$ が高くなる傾向がみられた。また、バージン材である試料4に比べて、加工品である試料5の $M_w$ は低値であった。これは成型時に受ける熱履歴によるものと思われる。分子量の低下により機械的特性が低下する<sup>7)</sup>。

PETのクロマトグラムは低分子側にすそを引いていた。これは多分散なためである。解析時ベースラインと積分する領域により、 $M_w$ が異なった値を示した。

またクロマトグラムには、主なピークの他に小さなピークが確認された。これは環状オリゴマーの特徴的なピークである。こ

の理由として、PET中に環状オリゴマーが一定程度存在していることが挙げられる。これは成型段階で必然的に発生する(熱平衡)成分であるといわれ、特に環状3量体が多く存在する。

良溶媒中の屈曲性高分子の場合、回転半径(RMS Radius)の分子量依存性は、

$$R_g \propto M^{0.6-0.58}$$

の関係が成立すると予想されている。この関係が見られると測定が正常であるという傍証になる。

このようにPETの分子量測定は、適切な解析条件を検討する必要がある。

### 3 結 言

高分子材料の分子量測定方法はいくつかあり、試料や装置の特徴を考慮して選択する必要がある。本実習において使用した装置については、以下の三点が挙げられる。

- (1) SECは、標準試料換算の相対分子量が求められる。
- (2) SEC-MALLSは、絶対分子量が求められる。
- (3) MALDI-TOFMSは、絶対分子量が求められる。生体高分子や簡易的な分子量測定に適当である。

本実験の実施にあたり御指導頂いた、(独)産業技術総合研究所計測標準研究部門有機分析科高分子標準研究室の衣笠晋一室長、松山重倫氏、板倉正尚氏、島田かより氏に深く感謝いたします。

なお、本報告は平成13年度中小企業支援担当者研修課程1ヵ月コース「資源リサイクル技術」の実習として実施したものである。

### 文 献

- 1) 片山将道:高分子概論, 日刊工業新聞社(1971)
- 2) GPCおよびGPC-MALLS 読本, 東ソー
- 3) 芝哲夫監修:機器分析のてびき(2), 化学同人(1996)
- 4) 森定雄:サイズ排除クロマトグラフィー, 共立出版(1991)
- 5) Charles M. Guttman et al.: Anal. Chem. **73**, 1252-1262 (2001)
- 6) 土居敬和:廃棄物学会誌 **13**(2), 81-90(2002)
- 7) 日下石進ら:高分子論文集 **59**(1), 29-34(2002)

## 複合パネルの試作開発

浪崎 安治\*、有賀 康弘\*、田鎖 昇\*\*

企業の要請を受け複合パネルの試作開発を支援した。その結果、面材を合板でなく地元産材を使用し、断熱材と面材を接着しない4種類の複合パネル構造の試作を行うことができた。このことをベースとして、次年度当該企業が地元工務店と実用化の検討を行うことになった。

キーワード：複合パネル、試作、技術支援

### 1 支援の背景

研修生の企業は、戦後の拡大造林時代に、当地域で植林され伐期を迎えた唐松を主体に製材し、集成材のラミナ・バレット等を生産している工場である。

しかし、昨今のグローバル化による荒波の中で、輸入製品との価格競争の激化により、もはや生産コスト圧縮の限界に達し、その上、原木の値下げにより、山元への資金還元もままならない状況になりつつある。これを解決するには、既存の土俵での規格大量生産型の生産方式を再考し、付加価値を高めた新しい製品開発が急務とされてきている。そのような環境下で、研修生の企業が新しい取り組みとして地元材を使用した複合パネルの試作開発をテーマに取りあげ、岩手県技術パイオニア養成事業に取り組んできた。

### 2 支援の要点

複合パネルの用途として建築資材が最も一般的である。これは平板状の有機系発泡材の両面に構造用合板、その他これに類するものを接着した材料で木質断熱複合パネルと呼ばれている。複合パネルの試作開発を行うにあたり建築資材としてのパネルの現状は厳しい状況に置かれてきている。それは、昭和40年代の高度成長期に大量に建築された建築物が、約30年を経過し建て替えの時期にある中、今後、建築解体廃棄物が大量に発生することが予想され、通称「建設リサイクル法」が平成12年に制定された。一般に建設資材の資源の有効利用を考える上では、建設廃棄物において建設発生木材は他に比べリサイクル率が低く、現在行われているミンチ解体では再資源化をより困難にしている。そのような中、一定規模以上の建築解体工事で特定建設資材が分別解体及び再資源化等の義務付けが平成14年の今春から施行される<sup>1)</sup>。その特定建設資材には木材が指定されている。このような背景から木質複合パネル等の資材は廃棄になった時を見据えた構造が必然的

に要求されることを考慮しなければならなくなってきた。

建材向けパネルとしての断熱材はポリウレタンフォームが一般的であるが、近年フェノールウレタンフォーム用樹脂が開発された。メーカー資料によるとコーンカロリーメーターによる測定ではポリウレタン発泡の場合30秒程度で比減光面積が最大となり4,600m<sup>2</sup>/kgになるが、フェノールウレタン発泡の場合は最大でも800m<sup>2</sup>/kg程度に押さえられている<sup>2)</sup>。このことから、フェノールウレタン発泡を用いれば、ポリウレタン発泡体に比べ、光が遮られないため、火災の際に、煙の発生が少ない発泡体と思われ、さらに燃焼性（JISA-1321）では難燃2級の特性を有していることから、メーカーの協力を得て、フェノールウレタン発泡体を使用することにした。

以上の調査検討から、環境・リサイクルを考慮に入れ合板ではなく木材と発泡材を接着しない複合パネルの試作開発を支援することにした。

### 3 パネル構造の試作

試作にあたっては

- 1) 木材加工での従来の組み手を利用したもの
- 2) ジョイントコネクター金具を利用したもの

上記2種類を基本とし、複合パネルの試作開発にあたった。次に試作したパネル構造を示す。

図1は木材の従来からの組み手で片胴付追入接を使用した接合方法を使用した断面図である。一枚の桹板の側面に溝を付け、他方の面材に片胴付きを施して嵌め込む接合方法であり、この桹板同士のみには接着を施してある。この方法は接合時に桹板方向からの圧縮を要し、一括で組上げる必要があるが容易ではない。

図2は図1とは逆に面材のほうに溝を付け、他方の桹材に片胴付きを施して嵌め込む接合方法であり、これも同様にこの接合部のみで接着を施してある。この方法は、図1に比べ面材と桹材の接合が容易である。

\* 特産開発デザイン部

\*\* トーア木材株式会社

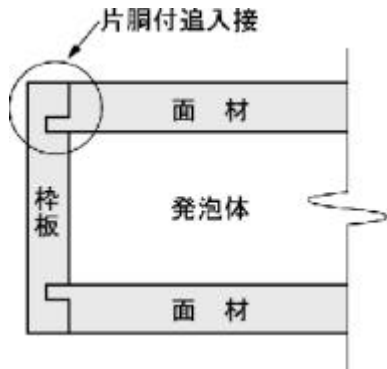


図1 組み手利用のパネル構造 1

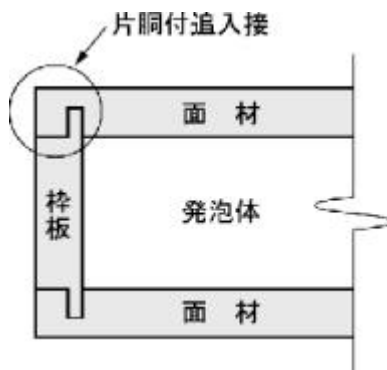


図2 組み手利用のパネル構造 2

図3は発泡体をコアにして、面材と面材をジョイントコネクターボルトと飾りナットを使用して組み上げた状態の断面図である。この方法は加工工程は容易であるが、断熱材等のコアの厚みムラが組み上げたときのパネルの厚さの均一性に影響を及ぼす可能性が考えられる。また、金具の頭は面材の化粧性を出す可能性もある。

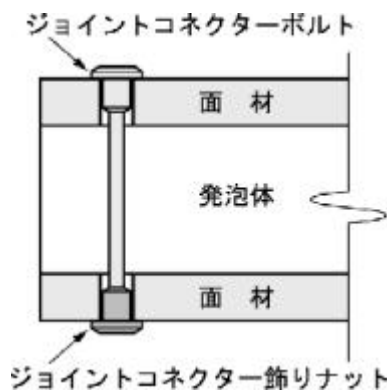


図3 金具利用のパネル構造 1

図4は面材と面材の間に支柱を組み込んで、鬼目ナットを支柱に埋め込んで、片面からジョイントコネクターボルトで組み上げた状態の断面図である。この方法は、加工工程が他の3種類に比べ複雑であるが、支柱の効果により精度の高いパネルの厚さの均一性が保たれる。この複合パネルは面材の片面には金具の頭が見えるものの、他方の面材は木部のみであるため、面を使い分けができるメリットがある。

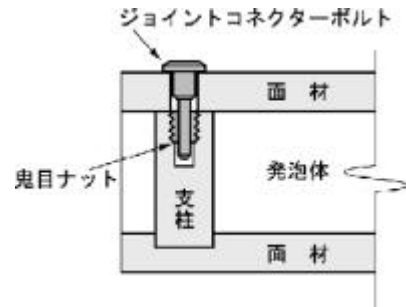


図4 金具利用のパネル構造 2

#### 4 試作

組み手を利用した3尺×6尺サイズの複合パネルの試作板を作成した(図5)。面材には桧の羽目板を幅短ぎしたものを使用した。



図5 実物大の試作複合パネル

試作複合パネルを使用して、キットタイプの犬小屋(図6)を試作した。屋根(試作複合パネル)は着脱式、柱はけたと蟻組で、屋根は蝶番で、壁(試作複合パネル)と柱は落とし込みになっている。



図6 犬小屋(試作)

#### 5 結言

今後は、当該企業において実用化に向け建築内装材をはじめとした活用方法の検討やコア材を発泡体に限定せずに検討していく計画があり、さらなる技術支援をしていく計画である。

#### 文献

- 1)資源循環型社会と木質ボードの役割：第10回木質ボード部会講習会テキストp3-17(2001)
- 2)プラスチックフォームの発生ガス分析：フェノール樹脂発泡技術資料(PHU-9704)

# 自然エネルギー利用技術に関する調査\*

菊地 利雄\*\*、田中 慎造\*\*

自然エネルギー利用技術に関する調査として、太陽電池、燃料電池及びバイオディーゼル燃料に関して調査を行った。太陽電池は単結晶/多結晶シリコンが実用化されているが、今回、次世代太陽電池と位置づけられている CIGS (CuInGaSe<sub>2</sub>) 薄膜太陽電池を中心とした技術調査を行った。また、電気以外の生成物は水と熱であるためクリーンなエネルギー源として注目されている燃料電池、廃食油から精製するバイオディーゼル燃料の調査を行った。

キーワード：自然エネルギー、太陽電池、燃料電池、バイオディーゼル燃料

## Investigation of Clean Energy Utilizing Technologies

KIKUCHI Toshio and TANAKA Shinzou

We investigated clean energy utilizing technologies; the solar cell, the fuel cell and bio-diesel fuels. As the solar cell, the CIGS thin film photovoltaic device was investigated its features, structures as well as the manufacturing process. Fuel cells convert chemical energy into electrical energy with no pollutants. Its structure and the water management system were investigated. Bio-diesel fuels were also investigated its manufacturing process and the concerning project.

**key words : clean energy, solar cell, fuel cell, bio-diesel fuels**

### 1 緒 言

化石燃料の大量消費に依存してきたこれまでのエネルギー体制は地球温暖化、大気汚染などの環境問題を引き起こしてきた。こうした地球規模の環境問題と化石燃料の枯渇に対処するため、今後は、太陽光、風力、水力、バイオマスなど自然エネルギーの利用を積極的に拡大していくことが必要になってくる。

自然エネルギーは、これまで主流であった火力発電所など大規模集中型システムに比べ広く薄く分布し、また、晴れ/曇り、風の吹いているとき、吹いていないときなど時間変動を伴うことが多い。そのため、安定したエネルギーの供給は難しいと考えられてきた。しかし、近年の環境意識の高まりとともに、クリーンであること、再生可能であることがより重要視され、関連した設備、機器などが出回り始めている。しかし、コスト的にはまだ高価で、改良の余地が大きなものも見受けられる。こうした状況の中、今回、自然エネルギー利用技術に関する調査として太陽電池（薄膜太陽電池）、燃料電池及びバイオディーゼル燃料の調査を行ったので報告する。

### 2 調査機関

#### 2 - 1 C I G S ( CuInGaSe<sub>2</sub> ) 薄膜太陽電池

C I G S ( CuInGaSe<sub>2</sub> ) 薄膜太陽電池の調査では以下の機関で調査を行った。

- ・産業技術総合研究所 電力エネルギー研究部門  
薄膜太陽電池グループ（茨城県つくば市）
- ・松下電器産業(株) ぐらし環境開発センター

エコデバイス開発グループ（京都府相楽郡精華町）

#### 2 - 2 燃料電池

燃料電池の調査では以下の機関で調査を行った。

- ・産業技術総合研究所 電力エネルギー研究部門  
燃料電池グループ（茨城県つくば市）
- ・東北大学大学院工学研究科（宮城県仙台市）
- ・宇宙開発事業団 技術研究本部  
搭載電源技術グループ（茨城県つくば市）

#### 2 - 3 バイオディーゼル燃料

バイオディーゼル燃料の調査では以下の機関で調査を行った。

- ・滋賀県庁 政策調整課（滋賀県大津市）
- ・社会就労センター アイリス（滋賀県高島郡新旭町）

### 3 調査結果

#### 3 - 1 C I G S ( CuInGaSe<sub>2</sub> ) 薄膜太陽電池

太陽電池の課題は低コスト化と高効率化であるが、C I G S 薄膜太陽電池はこれらを同時に解決する可能性を持った太陽電池として期待されている。現在、太陽電池で市販されているものは主にシリコン系のものであるが、太陽電池の製造に必要なシリコンの量が多いことや、製造工程/条件が厳しいことなどの理由により高価なものとなっている。一方、C I G S 薄膜太陽電池はシリコン系の太陽電池に比べ、高価な製造装置を必要としないことから、製造技術が確立されれば中小企業でも取り組むことが可能と考えられている。

図1にC I G S 薄膜太陽電池の構造を示す。基板はごく一般

\* 平成13年度夢県土いわて創造研究推進事業（可能性調査研究）

\*\* 電子機械部

的なソーダ石灰ガラスを使用することができる。その基板に Mo (モリブデン) の裏面電極、CIGS層が形成され、さらにCdSバッファ層、ZnO透明電極が形成される構造となっている。CIGS層の厚さは約1 μm、全体の厚さも数 μmであり、市販されているシリコン太陽電池の厚さ(数百 μm)と比べると50分の1程度の厚さである。これは、CIGS層が既存の太陽電池に比べ、効率よく太陽エネルギーを吸収できる(約100倍)ためである。

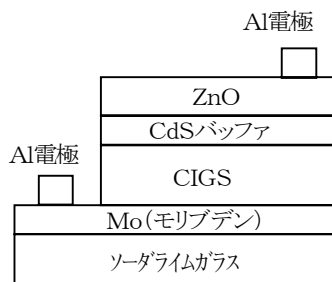


図1 CIGS薄膜太陽電池の構造

以下に産業技術総合研究所で行われているCIGS薄膜太陽電池の製造プロセスを紹介する。



図2 スパッタ装置

CIGSでは基板としてソーダ石灰ガラスが使用される。他の材料でもよいが、ソーダ石灰ガラスはCIGSと熱膨張係数の値が近いので、薄膜の剥離を抑制することができる。最初のプロセスとして、まず、ソーダ石灰ガラスへMo(モリブデン)裏面電極を約1 μm蒸着させる。装置は図2のようなスパッタ装置(一般的なもの)を使用することができる。

次に、図3のようなハイブリッドスパッタ装置を使ってCIGSの薄膜を形成する。真空度は $1.0 \times 10^{-6} \sim 10^{-7}$  Torr。Cu(銅)、In(インジウム)、Ga(ガリウム)、Se(セレン)をそれぞれつばに入れて加熱し、CIGSの薄膜を蒸着させる。この装置では1時間で約1 μm蒸着させることができる。図3でアルミ箔に覆われている部分がハイブリッドスパッタ装置である。アルミ箔で覆っているのは装置を真空にする際、不純物をとばすために装置の周囲にヒーターを巻いて加熱しているが、不純物が逆に温度の低いところに付着しないよう、温度を均一にするためである。また、真空ポンプからの油がスパッタ装置に逆流しないよう、

液体窒素のトラップを設けている(蒸気が吹いているように見える部分)。

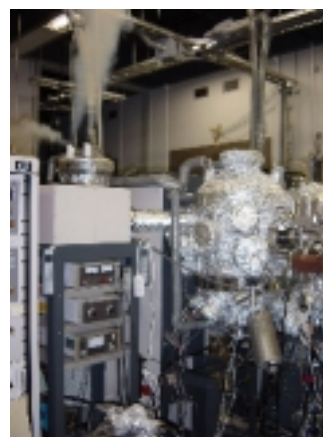


図3 ハイブリッドスパッタ装置

CdS バッファ層はp型のCIGSとn型のZnO(透明電極)をつなぐもので、ゾル-ゲル法によって形成している(この部分は東京理科大学で行ってもらっているとのこと)。ZnOはスパッタ装置を使っても形成できるが、産業技術総合研究所ではパルスレーザーを使ったPLD(Pulse Laser Deposition)により形成している。図4にPLD装置を示す。アルミ電極は小型の蒸着装置を使って形成している。マスクングにはステンレスをレーザー加工したものを用いている。



図4 PLD装置

CIGS薄膜太陽電池は、現在、数cm角の小面積セルで約20%の効率を得られているが、産業技術研究所ではさらに高効率化を目指した研究が推進される予定となっている。一方、松下電器産業(株)では大量生産を視野に入れた大面積化の研究が行われ、数年後の市場投入を目指している。

### 3-2 燃料電池

燃料電池は水の電気分解とは逆に水素と酸素から電気を発生させる装置である。電気以外の生成物は水(及び熱)であるため、クリーンなエネルギー源として注目されている。燃料電池には以下の5つの種類があり、それぞれ使用する電解質の種類が異なっている。

- (1) アルカリ水溶液形\*
- (2) リン酸水溶液形
- (3) 溶融炭酸塩形
- (4) 固体酸化物形

(5) 固体高分子形

\* ) 燃料電池の型を表す漢字は「型」と「形」が混在してきたが、最近「形」に統一された。

この中で、今最も盛んに開発競争が展開されているのは固体高分子形燃料電池である。これは 水素イオンを通過させる固体高分子膜の改良が進み、高出力密度、すなわち、小型化が実現されたことによるものである。このため、自動車メーカーが燃料電池自動車の開発に取り組んでいるほか、メタノールを燃料とした小型携帯機器用の燃料電池の開発も盛んになってきている。燃料電池の燃料は水素であるが、その水素はメタノール、都市ガス、ガソリンなど様々な物質から取り出すことができる。こうした燃料から水素を抽出することを改質と呼んでいる。また、効率は落ちるが、メタノールを直接燃料とする燃料電池も現れ、ダイレクトメタノール方式と呼ばれている。

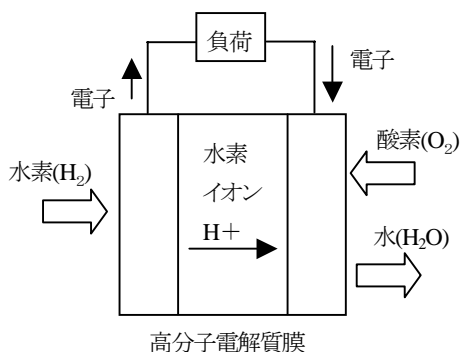


図5 固体高分子形燃料電池の概略構造

図5に固体高分子形燃料電池の概略構造を示す。水素を燃料とした場合、原理的には約1.2Vの電圧が取り出せるが、水素分極、酸素分極、電解質抵抗などにより0.6~0.7Vに低下してしまう。燃料の水素は触媒（白金など）界面で、水素イオンと電子に乖離する。水素イオンは電解質を通り、一方、電子は導線の中を通り酸素極へと流れていく。触媒界面はppmオーダーのCO（一酸化炭素）で活性が低下してしまう。

水の中をイオンが移動すると一緒に水が移動する（電氣的浸透圧）水素イオン（H<sup>+</sup>）の場合は1個~3個の水分子が一緒に移動する。燃料電池では電解質の中を水素イオン（H<sup>+</sup>）が移動するので、電氣的浸透圧により同時に水分子（H<sub>2</sub>O）を引っ張って行ってしまふ。すると水素極側の電解質が乾いてしまい水素イオンが移動できなくなってしまう。一方、酸素極では水が生成されるが、その水がいつまでも触媒上にあると反応継続の支障となるため、速やかに除去する必要がある。しかし、水素極同様、電解質が乾かないようにする必要がある。固体高分子形燃料電池ではこのように水の管理が重要になってくる。

水素、酸素両極の触媒に接するセパレータの表面には、それぞれのガスが流れるための流路が刻まれる。この流路のデザインは燃料電池の効率を考えると非常に重要なものである。

燃料電池の寿命は現在のところ、自動車用の固体高分子形燃料電池では5000時間、家庭用のものでは40000時間（4~5年）

程度である。自動車用の燃料電池では、走りはじめには大出力が要求され、定常状態になるにつれ低出力となってくる。その繰り返しを頻繁に行うため寿命が短くなってしまう。熱効率を上げると電力が落ち、電力を上げると熱効率が落ちるといったジレンマもある。寿命を評価するために、電流（密度）を上げて評価する加速試験も行われている。ただし、加速係数などは諸説があり定まっていないのが実情である。

燃料電池の直接の燃料となる水素は様々な物質から取り出すことができるが、自然エネルギー利用を促進し、燃料電池単体だけでなく、水素の生成も含めて環境に負荷の少ないエネルギーシステムとすることが大切である。そのためには、自然エネルギーによって発電した電力を利用して「水」を電気分解し、水素の形で貯蔵するシステムが有効である。こうした分散型エネルギーシステムの概略を図6に示す。

太陽光、地熱、風力、水力、波力、バイオマスなどの自然エネルギーは熱としての利用と、発電による電気利用が可能である。電気利用の余剰分は水を電気分解することにより、水素の形で蓄積することができる。水素の貯蔵には、水素をそのまま気体が液体の形で貯蔵する方法、水素吸蔵合金に貯蔵する方法、ベンゼンなど化学物質に水素を付加する化学的な方法（ケミカルハイドライド）などがある。貯蔵しておいた水素は必要に応じて燃料電池により、電力と熱として取り出して利用することが可能である。こうしたシステムにより、化石燃料に頼らないエネルギーの自立が可能になる。特に、燃料電池は電気とともに発生する熱を有効に利用することで高効率化を図ることができるが、これは冬季の暖房用の熱として利用可能な北国での使用に向いていると言われている。

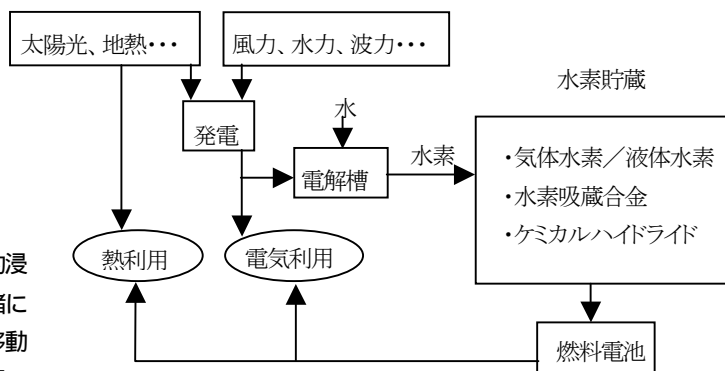


図6 分散型エネルギーシステムの概略図

3-3 バイオディーゼル燃料

滋賀県では、菜の花から搾った菜種油を食用とし、その廃食油をバイオディーゼル燃料として精製して、軽油に代わる自動車や船舶の燃料として利用している。バイオディーゼル燃料を利用したディーゼル機関からは硫黄酸化物がほとんど排出されず、また、ディーゼル機関特有の黒煙も低減される。

軽油では硫黄分が0.2%であるのに対して、バイオディーゼル燃料では0.0001%と非常に少ない。これに伴いディーゼルエンジンの排気ガス中のSOx濃度も極端に低い値となる。また、

黒煙濃度も約 67%削減される。一方、CO、NOx などは軽油とほぼ同等な値となる。ホルムアルデヒドは軽油が 6.9ppm であるのに対して、バイオディーゼル燃料では 8.8ppm と若干高い。この点はフィルターなどを工夫していく予定とのこと。

バイオディーゼル燃料をディーゼル機関に使用する場合、特にディーゼル機関の改修等は必要なく、そのまま使用することができる。滋賀県では環境学習船「うみのこ」に 10%のバイオディーゼル燃料を混合して使用している。また、バス、公用車、トラックなどでも運用実験を行っている。「うみのこ」では 500 時間運航した後、エンジンの点検を行ったが特に問題はなかったとのこと。

滋賀全県で年間 8 万リットルの廃食油が回収されている。廃食油の回収はもともと琵琶湖の水質浄化を目的として、食用油の使い切りの運動と共に開始され 20 年以上の実績がある。廃食油の回収は各市町村で行っており、回収形態は様々である。

以下に社会就労センター「アイリス」に設置されているバイオディーゼル燃料の精製プラントを紹介する。

#### (1) 精製プラント

精製プラントは滋賀県にある(有)エルフ製のものを使用している。価格は約 480 万円。大きさは幅 1.7m、奥行き 1m、高さ 2.3m ぐらいで、それほど大きなものではない。精製にメチルアルコールを使う関係上、消防法などの適用を受け、設備が大がかりになる傾向はある。プラントは広さ 10 畳程度の小屋の中に設置しているが、薬品等がこぼれても外に流れないように、入り口のところもコンクリートでかさ上げしてある(オイルフェンス)。また、容器を洗浄する水道/流しが設置されているが、その直上部分にも排気用のダクトが設けられている(防爆換気扇)。

アイリスで使用しているプラントは古いタイプのもので、多少不備もあるし、使い勝手の悪いところもあるが、運用をして気づいた点は製造メーカーに知らせたり、専門の人に見てもらった点なども合わせ、現在は改良された製品(プラント)が発売されている。

プラントは上部に反応用の容器が設置され、その下に液を貯蔵するための槽が 3 つ設けられている。反応用の容器は真空にするため肉厚構造となっている。真空にするのは下に置かれた容器から液を吸い上げるためだけであり、必然性はない。また、上部反応容器の底は平らになっているが、これでは液が完全に抜けきれないなどの欠点がある。これらの点は新しいプラントでは改善され、バルブ操作なども簡素になっている。

#### (2) 精製工程

最初に、大きなポリタンクに回収してきた廃食油は静置沈殿させる。上のほうは透明になってくるが、下にはどうしても沈殿物がたまる。静置沈殿は夏だと 1 日で済むが、冬は廃食油の粘度が上がり(どろっとしている)ので時間がかかる。このときにはヒーターで暖めてやると時間短縮ができる。

精製過程は以外にシンプルで、まず、廃食油とメタノール、

KOH(水酸化カリウム)を攪拌し、その上澄み液を吸い上げ、水溶性のものを溶かすために水洗いする。さらにその上澄み液から水を飛ばすとバイオディーゼル燃料ができあがる。

廃食油とメタノール、KOH(水酸化カリウム)を攪拌したものは 1 次液として、槽の一つに移される。しばらく放置すると下にはグリセリンがたまる。グリセリンは大量にたまったところで、滋賀県環境生協などに引き取ってもらっている(引き取りのために費用必要)。

グリセリンが下に沈殿したら、上澄み液を反応用の容器に吸い上げる。そこで、水溶性の不純物を溶かすために水洗いする。この液は、2 次液として 1 次液とは別な槽に移される。しばらく放置すると下部が白濁する。この白濁したものは液体石鹸であり、酢酸で中和してオイルフェンスを通して廃棄している。この 2 次液の上澄み液を吸い上げ、水を飛ばし、フィルターを通して 3 番目の槽に移す。これがバイオディーゼル燃料となる。

#### (3) バイオディーゼル燃料の使用

新旭町ではバイオディーゼル燃料を幼稚園の送迎バスなどに使用している。幼稚園の送迎バスの横と後ろには「ねんりょうはてんぷらあぶらからつくられてます」とひらがなで表示がしてある。車の使い勝手は悪くないとのこと、半クラッチのスタートは非常にやわらかく、排気ガスも黒煙が出ない。実際にその場(アイリス)でワンボックスカーのエンジンをかけてもらったが、黒煙は出ず、青白い排気ガスであった。

#### (4) バイオディーゼル燃料の製造コスト

ランニングコストとしては、水道、電気、メタノール、水酸化カリウムなどの薬品、オイルフィルター、ポンプ油などの消耗品が必要である。また、攪拌機、貯蔵タンクなどの付帯設備、廃食油とメタノール、水酸化カリウムを攪拌したときに生成するグリセリンの引き取り費用などが必要で人件費を除けば、バイオディーゼル燃料を 30 円/リットルで製造していることになるとのこと。現在は、自治体などに軽油と同じ価格でバイオディーゼル燃料を引き取ってもらっている。

## 4 結 言

自然エネルギー利用技術に関する調査として、太陽電池(薄膜太陽電池)、燃料電池及びバイオディーゼル燃料の調査を行った。

CIGS 薄膜太陽電池は製造技術が確立されれば、中小企業でも十分取り組むことが可能であると考えられていることから、岩手で実用化を目指していくには最も適しているのではないかと考えられる。燃料電池については、今後のエネルギーシステムの中で重要な役割を担っていくと考えられることから、岩手においても技術蓄積を行っていくことが必要である。バイオディーゼル燃料の精製と使用は岩手でも十分実用化が可能であると考えられる。バイオディーゼル燃料精製の低価格化と廃食油の回収システムをうまく構築できるかどうかを鍵を握っている。

## 寒冷地生物資源の利用に関する研究 ( ) \*

岸 敦\*\*、大澤 純也\*\*

本報では、経験的に健康に良いとされている雑穀、海藻などの県産食品の消費拡大と加工原料としての新規利用法の開発を目的に先端技術である超臨界抽出法を利用し、従来の抽出法では取り出せなかった有効成分の抽出について試験を行った。

水を溶媒として常温常圧から超臨界状態までの様々な温度・圧力の条件による成分の抽出と抽出物の生理的機能性について検討した。また、併せて高温高圧処理技術の食品加工への応用についても検討した。

キーワード：雑穀、海藻、超臨界抽出法、生理的機能性

## Searchig for Physiological Functional Components in Various Foods Made in Iwate Prefecture ( )

KISHI Atsushi and OHSAWA Junya

IwatePrefecturehasseveralspecialproductssuchas millets andseaweeds. But almost allof them areeatensimplybypeoplewhoaretakingcareofhelth. Tomakethemmorepopularandmore use, wehavebeensearchingforusefullmaterialswithphysiologicalfunctons. In this study, extracts of millets andseaweeds under variousconditionsoftemperatureandpressurehadbeenaccomplishedand thebotheffectsofantiallergicand antioxidant ofextracts wereexamined. Additionally, theextraction methodwithhigh-temperatureandhigh-pressurewaterhavebeen used, andcausedgoodresultsinfood processing.

**keywords: millets, seaweeds, supercriticalHOfluid, physiologicalfunctions.**

### 1 緒 言

雑穀は小麦などに対しアレルギー反応を示す体質の人々が食べても食物アレルギーを引き起こさないことが、また、海藻も健康に良いことは古来より経験的に知られているが、現在は両者共に健康食嗜好の人々に消費が限られている。このような県特産品の食品としてのさらなる消費拡大と加工原料としての新規利用法開発には、生理的機能性を検索し周知することが非常に有効である。超臨界流体を用いた抽出法は従来法と比較して抽出効率が良いことから、いままでは抽出されなかったり、抽出量が少なすぎて活性を見落としていた成分も効率的に抽出できると考えられる。さらに、超臨界流体中で成分の変化が起こり活性が上昇し、結果的に生理活性が高い物質の抽出が期待される。今回は前回までの機能性検索の結

果から酵素反応レベルでの抗アレルギー効果が高く再現性があった試料について、培養細胞を用いて抗アレルギー効果を検討した結果と、本事業の企業サイドへの応用として高温高圧処理技術の食品加工への利用について検討した結果について報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 原材料

実験サンプルとして、ヒエ、アワ、キビ、アマランサス、アラメ、マツカワ、ヒラメ、キビプロラミン、メカブ、ウニカラ、ホヤ、イネモミ、アマランサス葉（ラルシャーグ赤、ヤナギバ緑）、ヤマブドウ8系統（ワイン用搾り滓）、ツリニンジン、ドングリ、漆木粉、ヤーコン葉を使用した。

\* 生物資源の高度利用化技術に関する研究（地域ものづくり対策事業費補助金事業）

\*\* 応用生物部



2-2 成分抽出

図1のようなバッチ式超臨水界抽出用反応槽を用いて、乾燥、粉末化したサンプルを反応容器に水と共に密封し加熱抽出を行った。



図1 バッチ式超臨水界抽出反応槽及び反応容器

表1に抽出条件を示す。抽出試料量は全て100mgとした。Aは15mlプラスチックチューブを用いローターで抽出。B～Eは内容量10.5mlのステンレスパイプに密封しBとCはシリコンオイルパスで、DとEはソルトパスで抽出した。B～Eにおける抽出時間は設定温度に達してからの時間である。

表1 バッチ式超臨水界抽出反応条件

抽出条件	抽出温度 ( )	抽出圧力 (bar)	抽出水量 (ml)	抽出時間
A	4	1	3.5	一晚
B	130	150	9.8	1min
C	180	122	9.3	1min
D (亜臨界)	300	86	5.0	1min
E (超臨界)	400	300	3.5	1min

2-3 抽出成分の機能性の検討

2-2の方法に従って抽出した成分について培養細胞を用いた測定系での抗アレルギー効果、アポトーシス誘導効果および抗菌効果を検討した<sup>1-4)</sup>。

3 実験結果及び考察

3-1 培養細胞を用いた抗アレルギー効果の検討

酵素ヒアルロニダーゼを用いた測定系で高い抗アレルギー効果を示した試料(アラメ、メカブ、ホヤカラ、ヤーコン葉)に関して、培養細胞(RBL-2H3)を用いて生体レベルに近い状態での抗アレルギー効果を検討した(図2)。型アレルギー反応では肥満細胞や好塩基球の細胞表面のFcレセプターにIgE抗体が幾つも結合し、さらに、IgE抗体に抗原が結合することによりIgE同士が互いに架橋される。それが刺激となってヒスタミンなどの化学伝達物質が細胞から放出され、鼻炎等のアレルギー反応が引き起こされる。このアレルギー反応の一部である化学伝達物質の放出を阻害する物質は、アレルギー反応の流れを妨げることになることから抗アレルギー効果を持つ物質となる。ラット好塩基球白血病細胞(RBL-2H3)は、以上のような型アレルギー反応のモデルと成り得る一連の機能を持つため、本細胞を用

いて抗原-抗体複合体の刺激による化学伝達物質放出の阻害効果を測定することで、抗アレルギー効果の指標とすることができる。以上のことから、図2の阻害率(%)の値が高いほど抗アレルギー効果を示すこととなる。その結果、酵素レベルで高い抗アレルギー効果を示した試料は、培養細胞を用いた測定系においても全て対応の抗アレルギー効果を示した。その効果の高さは全ての試料において抽出条件Aで最高であり、B、Cと抽出条件が高温高压になるに従い効果が落ちてゆき、且つ酵素を用いた測定系に比べ値が低いという傾向を示した。

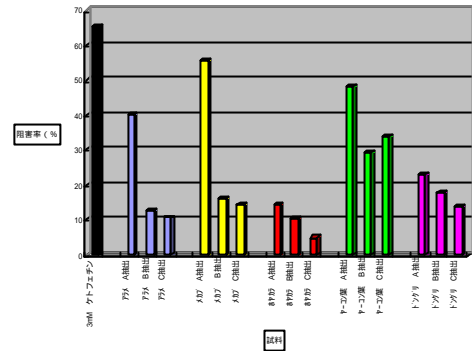


図2 培養細胞を用いた抗アレルギー効果の測定結果

3-2 アポトーシス誘導についての検討

3-1の結果から、ヤーコン葉は酵素および培養細胞の両測定系で高い抗アレルギー効果を示した。ヤーコン葉抽出物を用いて培養細胞での抗アレルギー効果を検討していると、その過程において、細胞が丸くなるという形態変化が観察された。本手法で使用しているRBL-2H3の様な附着細胞の場合、細胞が丸くなるという形態変化は細胞が生育に不都合な状態におかれたときに見られ、やがて死滅するということがしばしば観察される。また、別の細胞を用いてヤーコン葉抽出物が細胞増殖に与える影響を検討したところ、細胞が死滅するという結果を得ている。従って、ヤーコン葉抽出物には細胞死を誘導する効果(アポトーシス誘導効果)がある可能性が示唆された。この可能性について、アポトーシス誘導を蛍光発色により検定する方法を用いて検討したところ、コントロールである水と比較すると若干アポトーシスを誘導しているようであるが不明瞭なものであった。(表2、図3)。

表2 アポトーシス誘導実験結果

試料	FITC蛍光強度
水	-
スタロソ <sup>®</sup> リン	+++
ヤーコン葉 A抽出	+
ヤーコン葉 B抽出	+
ヤーコン葉 C抽出	+
ホヤカラ A抽出	+
ホヤカラ B抽出	+
ホヤカラ C抽出	+

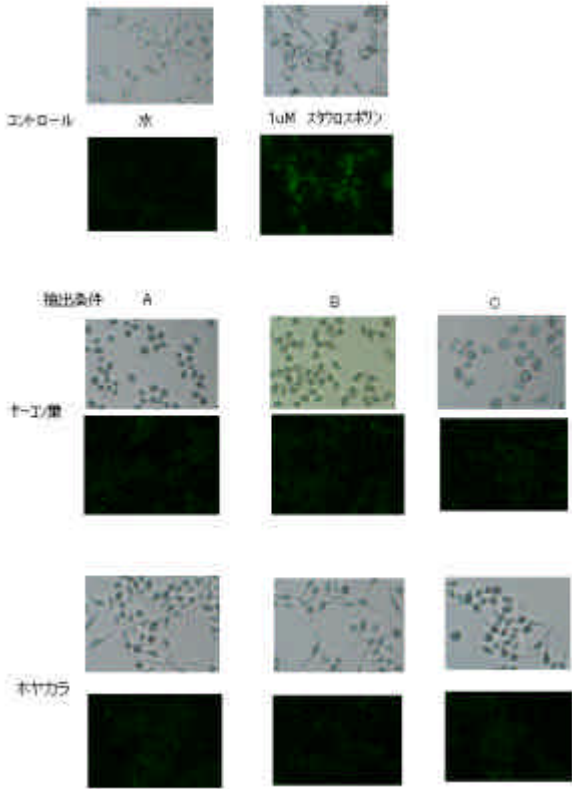


図3 ヤーコン葉のアポトーシス誘導

3-3 ヤーコン葉の抗菌効果の検討

32の結果からはヤーコン葉にアポトーシス誘導効果があるか否かは明確とならなかったが、細胞に形態変化を引き起こす以上、生体組織に対して何らかの作用を示す成分があると考えられる。

ヤーコン葉にはそれを食するような害虫がつかない、さらに野積みにしても腐敗しにくいという特徴がある。このことから、何らかの生物毒性のある成分が含まれている可能性がある。生物毒性の活用法としては抗菌または静菌効果が考えられるため、この点について検討したところ、図4および、表3の様な結果を得た。ヤーコン葉抽出物の抗菌効果はB抽出物で最も高く、代表的な抗生物質であるアンピシリン(Amp)10ug/mlの半分程度であった。C抽出物ではその約半分となり、A抽出物では抗菌効果は認められなかった。

コントロール



ヤーコン葉



A抽出 B抽出 C抽出

図4 ヤーコン葉抽出物ハロー試験

表3 ヤーコン葉抽出物ハロー試験

試料	阻止円(mm)
水	-
Amp 100ug/ml	10
ヤーコン葉 A抽出	-
ヤーコン葉 B抽出	4.4
ヤーコン葉 C抽出	2.3

\*阻止円の大きさは試験紙片の外端から阻止円の円周までの距離の平均

この結果は、図2の培養細胞を用いた抗アレルギー効果の測定結果と一致しない。よって、ヤーコン葉抽出物における抗アレルギー効果を示す物質と抗菌作用を示す物質は異なるものである可能性が示唆された。以上の結果から、ヤーコン葉は抽出条件の違いにより抗アレルギー効果や抗菌効果を別個に示すことが明らかとなった。

3-4 高温高圧処理の食品加工への利用

機能性成分抽出に用いた高温高圧~超臨界抽出法は溶媒が少量であり処理時間が短いため、味を薄くすることなく短時間で加熱処理が可能である。この特徴を食品加工に利用するために梅肉及び牡蠣を複数の条件で高温高圧処理し、処理後のサンプルについて味、色、臭いの諸点を検討した。結果として穏和な処理条件によって諸点を改善できることが明らかとなった(図5)

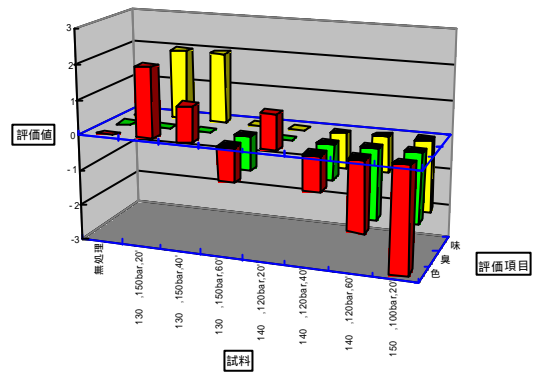


図5 高温高圧処理梅肉の官能検査

それらの中で最も好ましいと思われる処理サンプルを用いて調味液を試作し既製品と比較した。梅肉については高温高圧処理により色彩的にプラスの効果があること(図6)、牡蠣については高温高圧処理したエキスは海鮮調味



図6 梅肉の高温高圧処理

液調製の際に一般的に使用する昆布エキスと類似の効果があるという結果が得られた(表4)。

表4 試作調味液組成

	海鮮調味液(-)	海鮮調味液(+)	梅酢調味液(-)	梅酢調味液(+)
昆布だし	50	50		
昆布エキス	18	0	3	3
塩	10	10		
梅酢			70	55
ビートグラニュー糖	7	7	10	10
加塩炭酸	9	9	7	7
本みりん	5	5	6	6
牡蠣抽出エキス	0	10		
水ヤギ抽出エキス	0	8		
梅肉抽出エキス			0	15
酵母エキス	1	1	1	1
種なし唐辛子	0.3	0.3		
水			3	3
合計	100	100	100	100

結論として、市販梅酢の代わりに高温高圧処理梅肉、市販昆布エキスの代わりに高温高圧処理牡蠣と高温高圧処理ホヤカラといったように、高温高圧処理物を使用することにより市販の原料を使用した場合と遜色のない試作品を調製することができた。

#### 4 結 言

前年度に続き、県特産食品を試料として、超臨界流体を利用する水抽出成分中の生理的機能性について検討し、良好な結果を得た。今後は本研究で得られたいくつかの有効抽出物について、さらに詳細な性質の検討と有効成分の精製を進める予定である。また、本研究で確立された抽出法と機能性評価系を用いてさらに他の試料について研究を行う予定である。

本研究は中小企業庁地域ものづくり対策事業費補助金事業の一環により実施した。調味液の試作等は共同研究者である(株)八木澤商店に委託したものである。

#### 文 献

- 1) 中込和哉,高木しのぶ,畑田清隆,岡修一:花粉症研究会会報 10,8-15(1998)
- 2) Asada,M.,Sugie,M.,Inoue,M.,Hongo,S.,Murata,K.,Irie,S.,Takeuchi,T.,Tomizuka,N.and Oka:S.Biosci. Biotech. Biochem.1030-1032(1997)
- 3) 津志田藤二郎ら:日食工誌 41(9),611-618(1994)
- 4) 片岡正博ら:生薬学会誌46(1),25-29,1992
- 5) 岸 敦,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告 6.8386(2000)
- 6) 岸 敦,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告 7.6164(2001)

寒冷地生物資源の利用に関する研究 ( )

## 畜産未利用資源からの有用成分の抽出\*

岸 敦\*\*、大澤 純也\*\*

特有の臭気を持つ内臓を試料とした場合の調味液調製を検討している。現在までに消臭のために醤油麹菌による肉麩の調製を行い、それをさらに酵素分解し調味液とする2段階の調製方法を開発し良好な結果を得ている。今回は、調製した調味液を実際に製品に使用し販売した結果について報告する。

キーワード：臭気、肉麩、製品、販売

## Extraction of Available Components from Meat Processing Waste

KISHI Atsushi and OHSAWA Junya

Smell of intestines is a big problem for using the meat seasoning materials. To remove the stench, we used shoyu koji (*Aspergillus sojae*) and prepared nikukoji, similar to shoyu koji and afterward made liquid seasonings, the final products, from it with enzymes. This pre-treatment with koji made a great effect of removing the smell. After them, we found that combinations of kidney and the others are better than kidney only for making a seasoning of good taste, and developed a process of making this seasoning on a large scale of twenty liters. In this report, we finally used these seasonings for meat processing products that sold on market. Additionally, we report a result of application of these seasonings as a medium for *Lactobacillus*.

**keywords: intestines, shoyu koji, nikukoji, seasoning.**

### 1 緒言

畜肉加工の際に生じる骨、血液、一部の内臓等はほとんど利用されず廃棄物扱いされているが、組成的にはタンパク質を多く含むことからアミノ酸へと変換することにより調味液として利用することができる。しかし内臓を原料とした場合はその特有の臭気が問題となり調味液原料とはなりにくい。魚を原料とした魚醤は魚自身の持つ酵素による分解であるが、微生物による発酵で消臭とタンパク質の分解の同時進行が可能である。

昨年度までに、醤油麹菌の作用により内臓臭を軽減するような発酵調味料である肉麩の調製について検討し、消臭について有効な結果を得た<sup>1,2)</sup>。肉麩調製の際に醤油醸造用小麦(麹麦)を使用するため、肉麩を酵素分解し熱殺菌すると褐変するという新たな問題が生じたが、肉麩調製の際の糖質を麹麦から他のものへ変えることにより褐変しない調味液を調製する方法を開発した<sup>3)</sup>。さら

に、この肉麩調製を経た2段階の調味液調製法について原料となる内臓肉の種類と組み合わせによる肉麩調製の特性や調味液の生産コストなどの諸点から検討を行い<sup>4)</sup>、企業レベルでの実用化に向けたセミプラントレベル(20Lバッチで調味液を調製)での調味液の拡大調製を行った<sup>5)</sup>。今回は本事業の総まとめとして開発した調味液を製品に使用し販売した結果と、開発エキスの用途拡大の一環として乳酸菌の培地への利用を検討した結果について報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 原材料

原料はグルコース(G)、マルトース(M)、トレハロース(T)及び豚筋・骨肉(骨にへばり付いた肉片や筋引きで取り除かれた肉片:共同研究者である(株)岩手畜産流通センターからの供与物)である。

\* 畜産未利用資源有効利用に関する研究(第6報)(地域先端技術共同研究開発促進事業)

\*\* 応用生物部

2-2 ポークエキスの調製と製品への使用

上記材料を用いて、セミプラントレベルで酵素分解ポークエキス(肉麩工程無し)を調製し、表1に示したような割合で製品に使用した。

表1 開発ポークエキスの使用量

製品名	エキス添加量(%)	エキス使用量(Kg)
ショルダーBCR43NL	2.0	320
JA無塩漬ショルダーBC150	2.0	150
JA無塩漬ボンレス130g	2.0	100
無塩漬ポロニア(ハーブ)380g	0.5	1
無塩漬ウインナー140g	0.5	3
合計		574

2-3 開発エキスの乳酸菌生育特性の検討

肉麩エキス(肉麩工程を経た後に酵素分解)と肉エキス(肉麩工程無しに酵素分解)について、乳酸菌の生育特性を検討した。それぞれのエキスに乳酸菌を様々な量で植菌後37で培養し、波長660nmでの吸光度を測定することにより菌の増殖を観測した。

3 実験結果及び考察

3-1 酵素分解ポークエキスの調製

原料400kgを用いたところ、603.8kgの酵素分解ポークエキスを調製することができた。(株)岩手畜産流通センターでのポークエキスの年間使用量は約2400kgと推定され、上記の原料-エキス比率に従えば、1600kgの原料が必要であることが明らかとなった。

3-2 開発エキス利用製品の販売

平成13年10月から12月にかけて、574kgの開発エキスを用いて5種類、約21tの製品を製造し販売した(表2、図1)。これは(株)岩手畜産流通センターの全加工品中の3.65%に当たり、生産量、販売金額共に些少であるが、平成13年10月から12月までの3ヶ月間という短い期間での実績ということであり、今後他の製品への開発エキスの置き換えや加工製品全体の売り上げの変化により開発エキスのもたらすメリットが増加することが期待される。

表2 開発エキス利用製品製造販売実績

品名	生産量(Kg)	販売金額(円)
ショルダーBCR43NL	12,533	10,106,836
JA無塩漬ショルダーBC150	5,138	7,322,325
JA無塩漬ボンレス130g	2,979	5,276,940
無塩漬ポロニア(ハーブ)380g	116	141,440
無塩漬ウインナー140g	364	340,090
合計	21,130	23,187,631

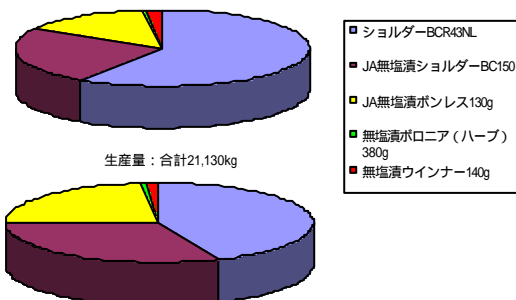


図1 開発エキス利用製品製造販売実績

3-3 開発エキス置き換えによるコストメリット

セミプラントレベルでの開発エキス価格を試算した。原料価格50円/kgからスタートし最終的に容器代まで含む価格は89円/kgであった。平成13年10月から12月までの販売実績を4倍して、この開発エキスを市販ビーフエキスと置き換えた場合の年間コストメリットを試算したところ現時点で推定986,400円であった(表3、図2)。

表3 開発エキス置き換えによるコストメリット

商品名	添加量(%)	使用量(Kg)	単価(円/Kg)	金額(円)
市販ビーフエキス	1.0	1,200	1,000	1,200,000
酵素分解ポークエキス	2.0	2,400	89	213,600
差額				986,400

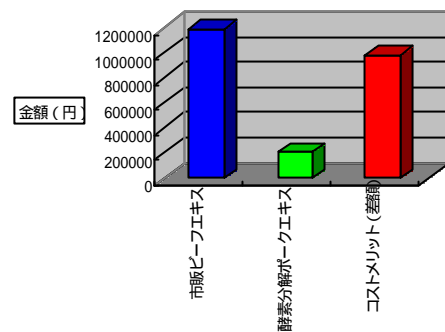


図2 開発エキス置き換えによるコストメリット

近年、食品の安全性に対する消費者の関心は高く、グルタミン酸ソーダの様な化学調味料や塩酸分解法によるタンパク質加水分解物等(アミノ酸系調味料)は忌避される傾向にあり、代わりに天然系調味料と言われる魚介、動物、植物などのエキス類の消費が増加している(図3)。本事業において開発した調味液はこのような市場の傾向にも適応した製品であるということがいえる。

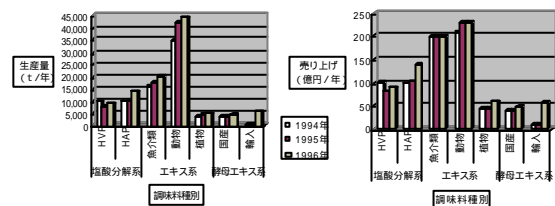


図3 調味料の市場規模

3-4 開発エキスの乳酸菌生育特性の検討

以前に、(株)岩手畜産流通センターは当センターとの共同研究で乳酸菌発酵ソーセージを開発し販売している。この製品に使用する乳酸菌を開発エキスで培養した場合は、市販の培地を用いるのとは異なり菌体洗浄の工程無しに食品に添加することができる。この工程の省略化は実際の製造作業においては大きなメリットをもたらすこととなる。このような観点から開発エキスの用途拡

大の一環として、乳酸菌の培地への利用を検討した。表4並び図4に示したように肉麩エキスは乳酸菌生育には不適であり(図4、A1~A4)、肉エキスを用いて乳酸菌用培地であるMRS-培地と同程度の菌増殖をさせるためには初期菌数が100倍ほど必要である(図4、B1~B4)。この傾向はpH調整及び糖、塩の添加によっても改善されなかった。

表4 乳酸菌生育実験条件表

サンプル名	培地	pH	乳酸菌 cell/ml
C	MRS	~6.5	$2 \times 10^5$
A1	肉麩エキス	7.5~8.0	$2 \times 10^5$
A2	肉麩エキス		$2 \times 10^6$
A3	肉麩エキス		$1 \times 10^7$
A4	肉麩エキス		$2 \times 10^7$
B1	肉エキス	5.5~6.0	$2 \times 10^5$
B2	肉エキス		$2 \times 10^6$
B3	肉エキス		$1 \times 10^7$
B4	肉エキス		$2 \times 10^7$

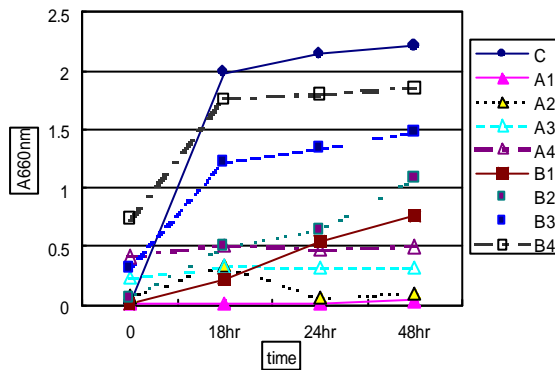


図4 乳酸菌増殖測定結果

本事項について今後培養条件をさらに検討し実用化することは有意義であると考えられる。しかしながら、肉エキスを乳酸菌培地として利用することに関しては、乳酸菌発酵製品の製造量から割り出される乳酸菌の必要量(特に乳酸菌の初期量及びコスト)と、菌洗浄工程を省略できるという作業上のメリットを天秤に掛け判断することが第一に必要であると考えられる。

#### 4 結 言

本事業は平成8年から10年までの前期3ヶ年と平成11年から13年までの後期3ヶ年の計6ヶ年で行われたものであり、その間に以下の様な課題を解決してきた。

- ・使用酵素及び分解条件の検討
- ・内臓臭軽減法の検討 = 肉麩法の開発
- ・褐変改善法の検討 = 使用糖類の決定

- ・販売品への使用
- ・原材料の加工特性及び生産コストの検討
- ・セミプラントレベルへの生産拡大

最終的には、製品に使用しても従来の市販調味料と遜色ないかそれ以上の調味液を開発することができ、実際に製品に使用し販売するに至っており事業としては十分な結果を示すことができたものと考えられる。

現在、共同研究者である(株)岩手畜産流通センターで使用している調味液は、本事業第一の開発成果である内臓を原料とした肉麩タイプではなく一般的な可食部分に近い肉を原料とした酵素分解タイプである。

これは、製品ユーザーへの配慮と、内臓ではなく一般的な可食部分に近い原料肉を使用すればより美味しい調味液が作れるはずであるという企業としての方針によるものである。しかしながら、本事業において開発された技術の最大の長所と言える点は、原料の変更に応じてそれ相当の調味液を調製することが可能であるということである。廉価ではあるが臭気が問題となる内臓を原料としても内臓臭がほとんど無い調味液を調製することができ、臭気がない原料を使用した場合には更に旨味、香り共に上等な調味液とすることができる。即ち、コストが味の何れを重視するかに合わせてそれぞれにおいて満足のゆくレベルの調味液が調製可能ということである。実際、昨年度はBSEの問題により牛を原料とする製品が非常に敬遠されるという事態に陥ったが、本事業で開発した調味液調製法では原料を牛から豚に換えるということは何の支障もなく行うことができた。今後はこの融通が利くという長所を生かして、海産物原料への応用などが期待される。

本研究を実施するに当たり、原料を提供して下さいました共同研究者(株)岩手畜産流通センター、種麩、麩麦を提供して下さいました(株)八木澤商店に感謝します。

また、本研究は農林水産省地域先端技術共同研究促進事業の一環により実施したものである。

#### 文 献

- 1)岸 敦,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告 4.97100(1997)
- 2)岸 敦,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告 5.99102(1998)
- 3)岸 敦,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告 6.7376(1999)
- 4)岸 敦,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告 7.8790(2000)
- 5)伊藤良仁,岸 敦,小浜恵子,平野高広,大澤純也岩手県工業技術センター研究報告8.6568(2001)

## 籾殻粉末の混合による生分解性プラスチックの機能改変 ( ) \*

平野 高広\*\*、佐々木 英幸\*\*\*、山本 忠\*\*  
大澤 純也\*\*

籾殻の有効活用および生分解性プラスチックの機能改変を目的として、籾殻粉末を 10～40%まで混合したポリブチレンサクシネートフィルムを試作した。フィルムの強度は、籾殻含量の増加に従い低下した。フィルムの生分解性評価は、簡便・迅速な酵素（リパーゼ）分解法及び物理的崩壊を極力受けない無攪拌のコンポスト分解法で行なった。籾殻を 40%添加した場合、酵素分解試験及びコンポスト分解試験による重量減少量は、無添加と比べてそれぞれ 2 倍及び 3 倍増加した。

キーワード：生分解性プラスチック、ポリブチレンサクシネート、籾殻粉末

## Modification of Biodegradable Plastics by mixing powdered chaff (II)

HIRANO Takahiro, SASAKI Hideyuki, YAMAMOTO Tadashi  
and OHSAWA Junya

To making good use of the chaff discarded and easy modification of the characters of biodegradable plastic, we put 10-40% of powdered chaff into the biodegradable plastic (polybutylene succinate). The strength of those plastic films decreased with the increase in the content of the chaff powder. We examined the biodegradability of those biodegradable films by enzyme (lipase) and by compost method without physical destruction of agitation. Forty-percent addition of the chaff powder to the plastic raised the degradation rates about 2- and 3-fold by enzyme and by compost test, respectively, compared with the film without powder chaff.

key words: biodegradable plastics, polybutylene succinate, powdered chaff.

### 1 緒 言

近年、環境負荷の低減を目的として、土壌中や水中で自然分解可能な生分解性プラスチックの開発が進んでおり、実用品も普及しつつある。しかし、多くの生分解性プラスチックが環境によってはほとんど分解しないとの報告<sup>1)</sup>もあり、生分解性プラスチックの分解性を使用目的に合わせて改善する方法が求められている。

一方、生分解性プラスチックの生分解性評価法のほとんどは、特殊な設備が必要であったり、数ヶ月も時間がかかることから、生分解性プラスチック素材を開

発する上での律速条件となっている。そのため、簡便で迅速な生分解性評価が望まれる。

我々は、生分解性プラスチックの分解性を容易に高める手段として、籾殻粉末との混合を試みてきた。これは廃棄焼却処分されることが多い籾殻の再資源化も視野に入れている。前報<sup>2)</sup>では、ポリカプロラクトンに籾殻粉末を混合してフィルム成形し、その強度試験及び生分解性試験を行った。本報では、同様の試験をポリブチレンサクシネートで行なった。なお生分解性は、酵素分解法に加えてコンポスト分解法でも評価した。両分解法とも安価な設備で短期間に試験するため、

\* 天然物を利用した生分解性素材の開発（第 2 報）

\*\* 応用生物部

\*\*\* 化学部



分解性の指標を重量減少とした。コンポスト分解法では、物理的崩壊による重量減少を極力防ぐために、コンポスト中に埋設する非攪拌試験とした。さらに、電子顕微鏡による表面解析で両分解法の分解メカニズムの違いを調べた。

## 2 実験方法

### 2.1 初穀入り生分解性フィルムの作成

初穀は収穫後に脱穀し、自然乾燥したものをを用いた。初穀粉末の調製法は前報<sup>2)</sup>のとおりである。生分解性プラスチックには、ピオノーレ(昭和高分子株式会社、#1020 グレード、主成分 ポリブチレンサクシネート)を使用した。生分解性プラスチックのペレットを所定量の初穀粉末と混合後、数十時間常温で真空乾燥した。これを2軸押出機(TECHNOVEL、KZW25-50MG)にて混練押し出しし、生分解性プラスチックフィルムを試作した。成形条件は、溶解温度 125~160、スクリュー回転数約 30rpm、巻き取り速度 12~16rpm、初穀粉末の混合割合は 0、10、20、40 重量%とした。

### 2.2 強度試験

初穀粉末入り生分解性プラスチックフィルムをダンベル型(2号ダンベル、JIS K 7127)に打ち抜き、厚さを Thickness meter で測定した。引張強度試験は、引張試験機(島津製作所、AGS-10KNB)を使用して、試験速度 50mm/min で行なった。測定項目は、強度およびクロスヘッドの変位とした。なお、クロスヘッドの変位は、試験開始から破断までのクロスヘッドの移動距離とし、伸びとほぼ相関関係にあると考えた。強度試験は、試験区あたり 5 回以上行った。

### 2.3 酵素分解試験

初穀含有率 0、20、40%で厚さ 0.3~0.4mm の生分解性プラスチックフィルムを縦横約 3×30mm 角、重量 25±1mg に切断し酵素分解用試験片とした。試験片を 2ml 容スクリューキャップバイアルに入れ、0.1M HEPES buffer (pH7.5) を 2.0ml 加え、酵素としてリパーゼ(Fluka、lipase from *Pseudomonas fluorescense*) を 1000 Unit/ml 添加して温度 37、60rpm の往復振盪で攪拌し反応させた。対照は酵素無添加区とした。反応 72 時間後の試験片の重量減少量から生分解性を評価した。

### 2.4 コンポスト分解試験

初穀含有率 0%、40%で厚さ 0.3~0.4mm の生分解性プラスチックフィルムを縦横約 3×4cm 角、重量約 0.5g に切断しコンポスト分解試験用試験片とした。

コンポスト混合物として、コンポスト(盛岡・紫波地区環境施設組合、田園有機、原料:生ごみ及び樹皮、成分:窒素全量 3.1%、リン酸全量 0.7%、カリ全量 1.1%、炭素窒素比 14) 1.5kg、木材チップ(三洋電機株式会社、生ごみ処理機用ホールチップ SNM-HK13) 360g の混合物を使用した。コンポスト混合物の pH は

6.5 であった。コンポスト混合物は、家庭用生ごみ処理機(スターエンジニアリング株式会社、キッチン革命 SK-02 型)に入れ、次の条件で試験中常時培養した。培養条件:温度 45±10、水分含有率約 50%、30 分中に 8 分間攪拌(攪拌速度約 2 回転/分で右回転 2 分、左回転 2 分を 2 セット)。

培養中のコンポスト混合物約 800g を、底部にガーゼを敷いたプラスチック容器(高さ 10cm、縦横とも 15cm、底部に直径 1cm の穴が 100 個有る)に入れ、試験片を各濃度 10 枚ずつ容器内のコンポスト混合物中に埋めた。プラスチック容器はコンポスト混合物を培養している家庭用生ごみ処理機内に紐で吊し、内部を温度 28±5、水分含有率約 50%とした。コンポスト混合物は、約 24 時間毎に培養中のものと混合後、交換した。

コンポスト混合物およびプラスチック容器内の温度はサーモレコーダー(株式会社ティアンドディ、おんどとり Jr. TR-52)で測定した。水分含量は、試験混合物約 1g を 100 のアルミブロックヒーター上で 2 時間乾燥させ、乾燥前後の重量差から算出した。

試験 20 日後に試験片を採取し、表面についたコンポスト混合物を、超音波洗浄器にて数秒間洗浄した後、温度 80 で 2 時間乾燥させて重量を測定した。重量減少量を分解量とした。なお、亀裂や穴が生じた試験片は測定の対象外とした。

### 2.5 電子顕微鏡観察

酵素分解試験前後およびコンポスト分解試験前後の試験片表面をイオンコーター(株式会社エリオニクス、ESC-101)にて金コーティングし、電界放射型電子顕微鏡(株式会社エリオニクス、ERA-8800FE)で観察した。

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 フィルムの性状及び強度

作成したフィルムの外観は、初穀がほぼ均一に分散し、初穀の凝集や偏りはほとんど確認されなかった。初穀含有率が 40%近くになると成形時にちぎれやすくなるため、フィルムを厚くして対処した。

表 1 にフィルムの厚さ、強度およびクロスヘッドの変位の平均値を示す。強度は、初穀含有率の増加とともに初穀含有率 10%では 0%の約半分ほどまで低下したが、それ以上ではほぼ横ばいとなった。クロスヘッドの変位は初穀を添加すると急激に低下した。

表 1 フィルムの厚さ及び強度の平均値

初穀含有率 (重量%)	厚さ (mm)	強度 (N/mm <sup>2</sup> )	クロスヘッドの 変位(mm)
0	0.154	29.32	58.7
10	0.173	14.46	8.0
20	0.182	10.10	4.8
40	0.347	11.84	1.6

### 3 2 酵素分解試験

酵素分解試験後の試験片の重量減少量を図1に示す。酵素無添加区でも若干の重量減少が確認された。酵素添加区では、初穀含有率 40%試験片の重量減少量は、0%の約2倍であり、初穀の混合による生分解性の向上が確認された。

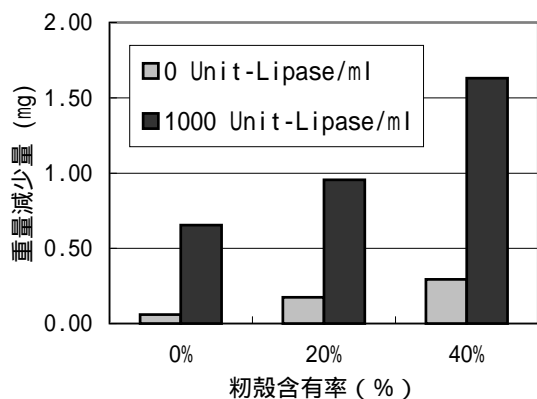


図1 酵素分解による重量減少

### 3 3 コンポスト分解試験

表2に試験20日後の重量減少量を示す。初穀含有率40%の試験片では、0%よりも約3倍の重量減少があり、コンポスト中での生分解性が高いことが明らかとなった。

表2 コンポスト分解試験結果

初穀含有率 (重量%)	重量減少量 (mg)
0	2.54
40	7.49

### 3 - 4 電子顕微鏡観察

試験片表面の電子顕微鏡写真を図2, 3, 4に示した。

初穀含有率0%試験片(図2)の、酵素分解後の形状は蜂の巣状であった(B,D)。コンポスト分解後は、なめらかな粒状の表面(C)となり、さらに拡大すると多孔質であった(E)。

初穀含有率40%試験片の倍率25倍(図3)では、試験前後とも表面が凸凹しており類似していたが、分解前は若干表面に光沢があるのに対し、分解後は表面が粗くなり、特に酵素分解後は細かい無数の穴が見られた。倍率を上げると(図4)分解前の表面は非常になめらかであり、酵素分解後は角張った形状の細かい凸凹が、コンポスト分解後は浸食されたような跡と亀裂や穴が確認された。

酵素分解は、酵素が試験表面を覆い、ポリブチレン

サクシネートの分子構造の比較的分解されやすい部分から比較的効率的に分解しているため、規則性のある表面形状になったと考えられる。一方、コンポスト中

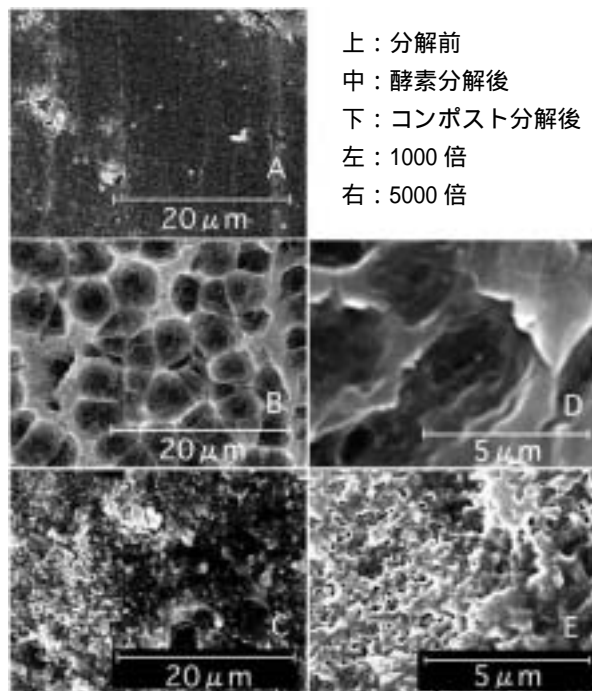


図2 試験片表面(初穀含有率0%)

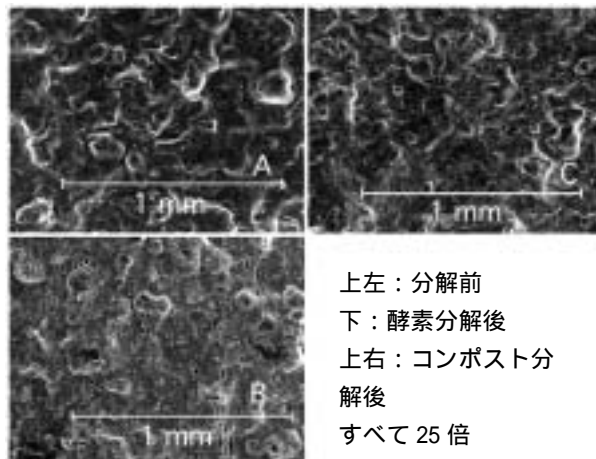
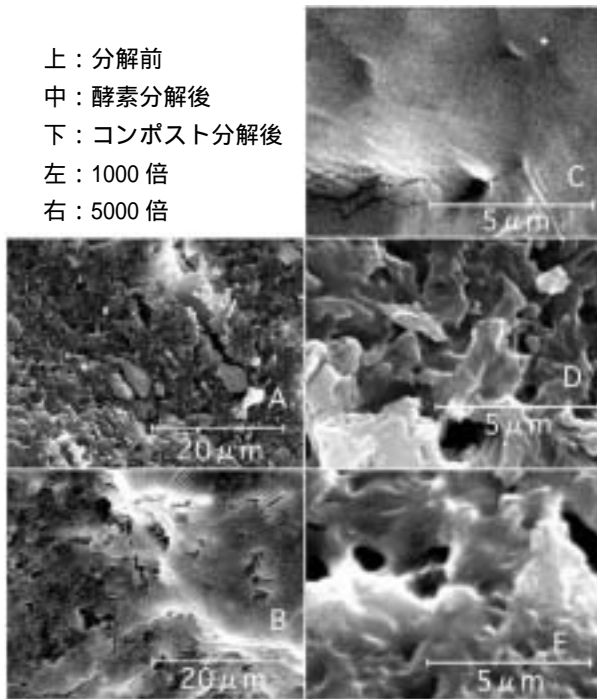


図3 試験片表面(初穀含有率40%、×25)

の分解は微生物が分泌した酵素が分解に関与することから、微生物が付着や吸着した場所を中心に分解が進んで浸食されたような表面形状になったと考えられる。



上：分解前  
中：酵素分解後  
下：コンポスト分解後  
左：1000倍  
右：5000倍

図4 試験片表面( 籾殻含有率 40%、×1000、×5000 )

#### 4 結 言

籾殻の有効活用および生分解性の改善を前提に、籾殻粉末入り生分解性プラスチックフィルムを作成し、

その強度及び生分解性を試験した。

強度試験の結果、籾殻粉末を添加するとクロスヘッドの変位が急激に減少した。引張強度は、籾殻含有率10%では0%の約半分ほどまで低下したが、20%及び40%ではほぼ横ばいとなった。

酵素分解による重量減少は、籾殻粉末の添加により約2倍に増加した。物理的崩壊を極力抑えたコンポスト分解試験でも、籾殻粉末を添加すると重量減少が約3倍増加した。

以上の結果、本試験で作成した籾殻粉末入り生分解性フィルムは、伸びや強度がそれほど必要なく、高い生分解性が求められる用途への利用が望ましい。

また、本試験で採用した酵素分解法及びコンポスト分解法で、簡便かつ迅速な生分解性評価を行うことができた。

#### 文 献

- 1) 高分子分科会、「生分解性プラスチックのフィールドテスト」中間報告、平成13年度第39回高分子分科会会議資料
- 2) 平野高広、酒井晃二、佐々木英幸、山本忠、大澤純也：岩手県工業技術センター研究報告，8，151-153 (2001)

# 「吟ぎんが」吟醸酒の酒質測定

中山 繁喜\*、櫻井 廣\*

県産酒造好適米「吟ぎんが」を原料にした清酒に共通する特徴や、メーカーごとの違いを味覚センサを使って表す方法を検討した。その結果、「吟ぎんが」使用酒は、味が濃いという特徴があったこと、メーカー間の違いは「甘味」「旨味」「軽快さ」に対応する3種類の味覚センサで表すことが可能で、酒質をグラフ上で比較できることが分った。

キーワード：味覚センサ、吟ぎんが、酒質評価

## Evaluation of *Ginjou-syu* from *Ginginga*

NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi

We examined how to express the characteristics of sake brewed from *ginginga* and the difference in the *ginginga* brands using the taste sensor. As a result, it showed clearly that there is the common characteristics of the sake from *ginginga*, and it is a density of taste. Moreover, it was shown clearly that the difference in *ginginga* brands appears in three kinds of taste sensor agreed with "Sweetness", "Flavor enhancer", and "Lightness", and can be compared on graph.

**keywords** : taste sensor, *Ginginga*, evaluation of sake

### 1 緒言

我々は、酒質を数値として捉えグラフ化して表す方法を確立するため、味覚センサを使って酒質を測定するシステムの開発を行っている。既に、複数のセンサ測定値を組み合わせて酒質を予測する方法<sup>1)</sup>や、単独のセンサで「甘味」「旨味」「ドライ感」「柔らかさ」「味の調和」を捉えていること<sup>2)</sup>を報告した。本報では、本県のオリジナル酒造好適米「吟ぎんが」を原料に使った清酒が、全国の主要な清酒に比べてどんな酒質の特徴があるのか、また、同じ「吟ぎんが」を原料にした酒でもメーカー間の酒質の違いをセンサが捉えることができるのか検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 センサ測定および官能評価に用いた清酒

精米歩合 50 % の県産「吟ぎんが」を原料米に使い、県内で製造されたアルコール添加吟醸酒（以後アル添吟醸酒と略す。）6点と純米吟醸酒 14 点を検体とした。これらの酒をグループ 1 とした。また、グループ 1 と比

較する酒として、表 1 に示した 7 点を収集した。これら酒は精米歩合 50 % 付近で全国各地の酒造好適米を原料にしている。これらの酒をグループ 2 とした。

表 1 サンプル清酒（グループ 2）

記号	原料米	精米歩合	製造場所在地	区分
A	美山錦	49 %	長野	純米吟醸
B	雄町	45	京都	"
C	蔵の華	55	宮城	"
D	八反	50	広島	"
E	玉栄	60	滋賀	"
F	五百万石	50	新潟	吟醸
G	吟の精	40	秋田	純米吟醸

#### 2-2 味覚センサによる清酒の測定

味覚センサの測定は前報<sup>1)2)</sup>と同様、アンリツ(株)製味認識装置 S A 401 を用いた。この装置は人工脂質膜を利用したセンサが装着されており、清酒の成分に応じた出力を発生する<sup>3)</sup>。使用したセンサは前報<sup>1)2)</sup>と同様で、

表2 センサに使用した人工脂質膜

センサ番号	使用した脂質	センサ番号	使用した脂質
1*	Diocetylphenyl-phosphonate	8	Tetradodecylammoniumbromide,
2*	Diocetylphenyl-phosphonate		Diocetylphenyl-phosphonate
3	PhosphoricAcidDi-n-decylEster, n-TetradecylAlcohol	9	Oleylamine, Diocetylphenyl-phosphonate
4	PhosphoricAcidDi-n-decylEster, Diocetylphenyl-phosphonate	10	2-Nitrophenylocylether
5	PhosphoricAcidDi-n-decylEster 2-Nitrophenylocyl ether	11**	Phosphoric Acid Di-n-decylEster, Tetradodecylammoniumbromide, Diocetylphenyl-phosphonate
6	HexadecanoicAcid, Diocetylphenyl-phosphonate	12**	Phosphoric Acid Di-n-decylEster, Tetradodecylammoniumbromide, Diocetylphenyl-phosphonate
7	Tetradodecylammoniumbromide, n-TetradecylAlcohol		

\*, \*\*: 組成が同じでも濃度、配合比が異なる。

酒質判定用に開発された 12 本のセンサである(表2)。測定は次のように行った。始めに、センサ膜表面の吸着物を 100mM 塩酸または 100mM 塩化カリウムと 10mM 水酸化カリウムを 30 %エチルアルコール溶液に溶かした洗浄液で洗い流し、つぎに 15 %エチルアルコール、30mM コハク酸、30mM 塩化カリウムからなる基準液に浸し、センサ出力値が安定していることを確認し、この出力値をゼロとした。その後、専用ガラス容器に入れた約 150 mlの検体に浸し、各センサ(S1 ~ S12)の測定値を得た。7 サンプルずつ測定した後、全測定を通じて同一の清酒(アルコール 15%の市販酒)を測定し、サンプルの測定値を補正した。また、測定は品温 20で行った。

### 2-3 官能評価

グループ1については、平成 13 年度岩手県清酒鑑評会の審査員 14 名で官能評価を行った。いずれも清酒製造の技術者である。

グループ2については、一般の人に理解されやすい酒質表現を用いることを考慮し「日本酒サービス研究会酒匠研究会連合会」から公認を受けた「きき酒師」と、当所職員を加えた 6 名で行った。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 味覚センサによる酒質表示

グループ2の酒を判別できるセンサを選抜するため、これらの酒をセンサで測定し、その測定値を主成分分析した(表3)。その結果、第1主成分で最も高い因子負荷量を示したのがセンサS9、同様に第2主成分ではセンサS1であった。第1、第2主成分の寄与率の和が 90 %を越えていたので、この2つのセンサを選択した。

センサS1の測定値を横軸に、S9の測定値を縦軸にとり、グループ1、グループ2のサンプル測定値をプロットした結果を図1に示した。グループ2の酒はグラフの広域に散在したのに対し、グループ1の酒はセンサS9の測定値が高い部分に集中した。またその内でも、アル添吟醸酒はS1の測定値が低く、純米吟醸酒はS1の測定値が高い傾向が認められた。

つぎに、表4に示したグループ2の官能評価と図1のグラフを照合した。横軸S1の値が低い酒Fは、清涼感、アルコール感という官能評価で、味の軽快さがあると考えられる。また、S1の値が高い酒E、Fは、ふくよか、濃醇、複雑という官能評価であり、味が濃い、または重いと言い換え、味が重厚であると考えられる。このことから、センサS1は「軽快さ」と「重厚さ」に反応していると考えられた。一方、縦軸S9の値が高い酒AとEは味が多く、低い酒CとGは味薄と総括できると思われ、センサS9は「味の濃さ」に反応していると考えられた。

以上のことから、「味の軽快さ」を表すセンサS1と「味の濃さ」を表すセンサS9の測定値を使って、全国の様々な酒をグラフ上に表すことができた。また、このグラフ上に「吟ぎんが」使用酒の測定値をプロットすることにより、全国の吟醸酒に比べて味が濃いという特徴があること、アル添吟醸酒は純米吟醸酒より味の軽快さがあることを示すことができた。

前報<sup>2)</sup>では、センサS1は「ドライ感」に反応すると報告しているが、「軽快さ」の方が一般の人に理解されやすく、表現しようとしている酒質も同様と思われた。

### 3-2 グループ1の酒質マップ

グループ1の酒を判別できるセンサを選択するため、グループ1の測定値を主成分分析し、その結果を表5に

表3 センサ測定値の主成分分析(グループ2)

センサ	因子負荷量	
	第1主成分	第2主成分
S 1	-0.116	<u>0.975</u>
S 3	-0.887	0.149
S 4	-0.968	0.090
S 7	-0.891	0.209
S 9	<u>0.984</u>	0.214
S 1 2	-0.855	-0.367
寄与率	0.705	0.201

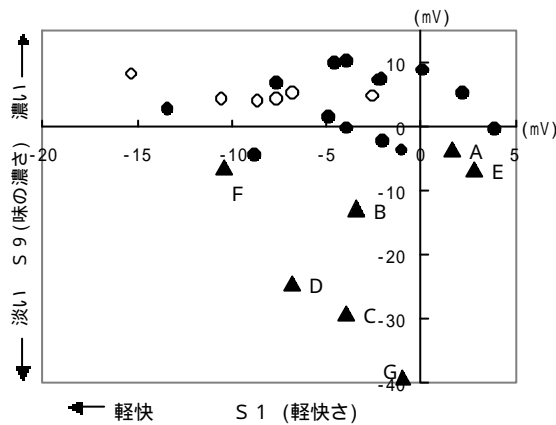


図1 味覚センサによる酒質の分類

○: 全国各地の吟醸酒、●: 「吟ぎんが」アル添吟醸酒  
 ▲: 「吟ぎんが」純米吟醸酒

表4 グループ2の酒に対するコメント

酒	きき酒師	当所職員
A	力強い、複雑、	苦味が残る、濃醇
B	さらさらとした口当り、甘味、酸味、調和しない	
C	滑らか、	平坦、硬い
D	柔らかい、	雑味
E	ふくよか、	不調和、しまらない
F	清涼感、	酸味がある、アルコール感
G	優しい(味が乗らない)、ふくらみ欠く	

示した。第3主成分の寄与率が14.3%であり、第3主成分まで酒質判別に有効であった。第1主成分はセンサS11とS5、第2主成分でS6とS12、第3主成分はS1の因子負荷量が高かった。その中から、S11、S6、S1を選んだ。

前報<sup>2)</sup>で「旨さ」に反応するとしてセンサS11を横軸に、「甘さ」に反応するとしてセンサS12を縦軸にし、グループ1の酒をグラフ上に表した(図2)。また、縦軸を「軽快さ」に反応するS1に替え同様にグラフ化した(図3)。この2つのグラフで酒質を比較表示する

ことができた。

また、図2、3でセンサS11の測定値が高い酒の官能評価を表6に示した。センサS11は「旨さ」に反応すると報告<sup>2)</sup>したが、過熟気味と評された酒1、2も含

表5 「吟ぎんが」使用酒測定値の主成分分析

センサ	因子負荷量		
	第1主成分	第2主成分	第3主成分
S 1	-0.020	0.530	<u>-0.817</u>
S 5	0.744	0.516	0.312
S 6	0.590	0.695	0.273
S 1 1	<u>0.752</u>	-0.229	-0.347
S 1 2	-0.691	<u>0.653</u>	0.009
寄与率	0.375	0.285	0.143

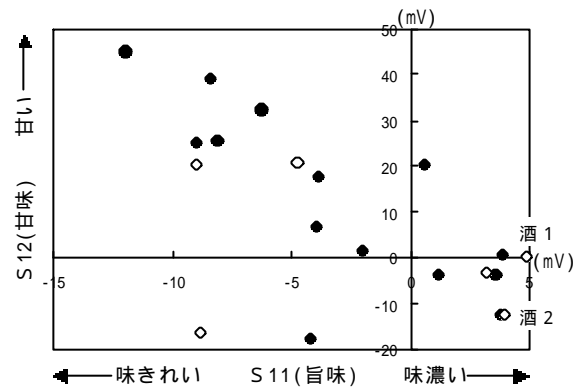


図2 センサS11、S12による「吟ぎんが」酒の分類

○: 「吟ぎんが」アル添吟醸酒、●: 「吟ぎんが」純米吟醸酒

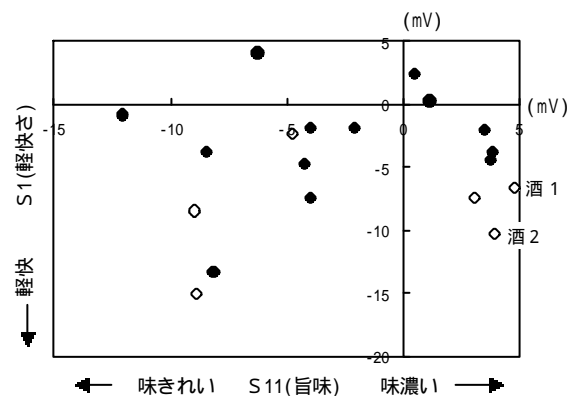


図3 センサS11、S1による「吟ぎんが」酒の分類

○: 「吟ぎんが」アル添吟醸酒、●: 「吟ぎんが」純米吟醸酒

表6 グループ1の酒に対するコメント

酒	センサ反応	コメント
1	S11-高*	味がだれている。
2	S11-高*	酸化したような老香味

高\*はセンサS11で1番または2番目に高い値を示した。

まれており、これらがセンサ S11 測定値の最も高い酒になった。このことから、センサ S 11 は「旨さ」の延長線上として「過熟さ」にも反応していると思われた。

## 5 結 言

「吟ぎんが」を原料に使った清酒は、全国の清酒に比べて味が濃いという共通した特徴があること、アル添吟醸酒は、純米吟醸酒より味が軽快であることを味覚センサで表すことができた。また、「吟ぎんが」使用酒の酒質の差は、旨さ、甘さ、軽快さに対応する3つのセンサを用いることによりグラフ上に表すことができた。

今回、有効性が確認された「軽快さ」、「味の濃さ」、「旨さ」、「甘さ」に反応するセンサを使って、「吟ぎんが」を原料とする清酒の特徴を消費者に示し、商品のピーアールに役立てたい。

本研究の遂行するにあたり、酒の官能評価を行っていただいた大松澤正子氏、および人工脂質膜センサを開発、提供していただいたアンリツ株式会社に深謝します。

## 文 献

- 1) 中山繁喜, 櫻井 廣: 本誌、7、95 (2000)
- 2) 中山繁喜, 櫻井 廣: 本誌、8、77 (2001)
- 3) 池崎秀和, 駒井寛, 内藤悦伸, 東久保理恵子, 佐藤勝史, 前田紀寛: アンリツテクニカル 71159-166 (1996)

#### 4 考 察

全国の様々な酒質の吟醸酒に比較して、「吟ぎんが」を原料とする岩手独自の酒がどのような特徴を持っているか味覚センサで明らかにすることを試みた。

全国の酒の測定値を主成分分析すると、センサS9を主体とする第1主成分とS1を主体とする第2主成分とで寄与率が90%を越えており、センサが捉えている酒質の違いは、この2つに集約されることが分かった。

全国の酒等をグラフ上に現した図1の横軸S1の値が低い酒Fは、清涼感、アルコール感というコメントがあり、前報<sup>2)</sup>の「ドライ感」と同じ傾向を示した。しかし、S1の値が高い酒E、Aのコメントを、ドライに対するマイルドに結びつけるのは難しかった。これも前報<sup>2)</sup>と同様であった。

一方、縦軸S9の測定値が高い酒AとEは味が多く、低い酒CとGは味薄と総括できると思われ、S9が「味の濃淡」に対応していることが示唆された。前報<sup>2)</sup>で、センサS9が「味の濃淡」を現わしていることは確認されなかったが、「味の濃淡」は一般的によく使われているので、S9の測定事例を増やし「味の濃淡」に対応することを実証すれば、味覚センサの有用性はより高まると思われる。

以上のことから、「ドライ感」を現すS1と「味の濃淡」現すS9の測定値を使って、全国の様々な酒をグラフ上に現すことが可能であった。また、このグラフ上で「吟ぎんが」使用酒は全国の吟醸酒に比べて味が濃いという特徴があること、アル添吟醸酒は純米吟醸酒よりドライ傾向にあることを示すことができた。

さらに、「吟ぎんが」使用酒のメーカーごとの違いを明らかにするため、これらの測定値を主成分分析すると第3主成分でも寄与率が14.3%と高く、味覚センサは3系統の酒質の違いを捉えていると思われる。それらは「旨味」に反応するS11、「甘味」に反応するS12、「ドライ感」に反応するS1<sup>2)</sup>に代表され、図2のような二次元グラフ2つで酒質を比較表示することができた。S11は「旨味」に反応すると報告されている<sup>2)</sup>が、今回の官能評価によるとS11の測定値が高いと「旨味」を通り越して、過熟な味にまで反応していると思われた。また、S12の測定値と品質の高さとは無関係で、甘さは酒の特徴を現す指標として有効であった。

旨味や甘味という表現は一般の人に理解されやすいと思われるが、アル添吟醸酒と純米吟醸酒を分けることはできない。それに対し、ドライ感は一般的な表現ではないが、アル添吟醸酒と純米吟醸酒の判別がほぼ可能で説得力があると思われる。今後、一般の人が納得できる酒質マップを作成ための工夫が必要がある。



## 岩手県産酒米育種系統の醸造適性評価 ( ) \*

高橋 亨\*\*、櫻井 廣\*\*

「吟ぎんが」の酒造適性を上回る酒造好適米選抜のため、県農業研究センターで育種されている5系統について酒造用原料米全国統一分析法に基づく原料米分析、見掛精米歩合50%精米試験、総米30kgの清酒醸造試験を行った。供試原料米の理化学分析において、「岩手54号」、「岩酒605号」、「江さけ430号」は「吟ぎんが」に比べ特に精米特性で劣ることがわかった。また、分析結果において最も優れていた「江さけ432号」は、原料米不足のため醸造試験を行うことはできなかった。「江さけ431号」は醸造試験の結果、対照の「吟ぎんが」より酒質が劣った。

キーワード：岩手県産酒米、岩手54号、岩酒605号、江さけ430号、江さけ431号、江さけ432号、醸造適性

## Evaluation of New Rice Bred in Iwate Prefecture for Sake Brewing

TAKAHASHI Tohru and SAKURAI Hiroshi

We evaluated the brewing aptitude of the five kinds of rice which were newly bred in Iwateprefecture. As a result of rawmaterialriceanalysis, it was clarified that the polishing property were inferior in *Iwate 54*, *Iwasake 605*, *Kousake 430*. *Kousake 432* could't make into the sake for lack of rice. *Kousake 431* was inferior to the control *Ginginga*, because the result of the tasting of sake.

key words : brewer's rice, *Iwate54*, *Iwasake605*, *Kousake430*, *431*, *432*, brewing aptitude

### 1 緒 言

岩手県には現在、「吟ぎんが」<sup>1), 2), 3)</sup>と「ぎんおとめ」<sup>4)</sup>の2種類のオリジナル酒造好適米がある。県内酒造会社において「吟ぎんが」は主に精米歩合 50%以下で、吟醸酒、純米吟醸酒の原料米として、「ぎんおとめ」は主に精米歩合 55 ~ 60%くらいの特別純米酒、特別本醸造酒に使用されている。しかしながら、精米歩合 40%以下の大吟醸酒のほとんどは県外産の「山田錦」が使用されている。

県農業研究センターでは現在、「山田錦」並の醸造適性を有する酒造好適米の育種を行っている。今回、我々は5系統について、清酒醸造試験を含む醸造適性評価を行ったので、ここに報告する。

### 2 実 験 方 法

#### 2 - 1 供試原料米

県農業研究センター水稻育種研究室で育成された5系統の系統名と交配組み合わせを表1に示す。また、対照として平成13年岩手県産「吟ぎんが」を用いた。

#### 2 - 2 原料米分析

原料米は酒造用原料米全国統一分析法<sup>5)</sup>に準じて分析

した。

表1 供試原料米の系統名及び組み合わせ

系統名	交配組み合わせ
岩手54号	かけはし / こころまち
岩酒605号	信交酒480号 / ぶ系173号
江さけ430号	東北154号 / 岩南6号
江さけ431号	東北154号 / 岩南6号
江さけ432号	東北154号 / 信交酒480号

#### 2 - 3 50%精米試験

新中野工業(株)製のミニ精米機を用い、玄米張り込み量30kg、ロールメッシュ# 60、ロール回転数 1,800 ~ 2,200rpmの条件で見掛精米歩合50%まで精米した。

#### 2 - 4 清酒醸造試験

清酒醸造試験は総米30kg(精米歩合50%)、仕込温度8、最高温度12を目標とし、吟醸造りを行った。麴米は「吟ぎんが」とし、掛米に各試験米を使用した(表2)。製成酒は国税庁所定分析法<sup>6)</sup>に基づいて分析し、酒質は平成13酒造年度岩手県新酒鑑評会審査員8名により評価を得た。

\* 岩手県産酒米育種系統の酒造適性評価

\*\* 醸造技術部

表2 清酒醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米	4.8	9.6	15.6	30.0
蒸米	3.1	7.7	13.2	24.0
麴米	1.7	1.9	2.4	6.0
汲水	6.0	12.0	24.0	42.0
30%アルコール(l)				9.0

- ・単位は kg
- ・酵母仕込(協会901号)による3段仕込

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 原料米分析及び50%精米試験

少数検体の酒造用米の適性評価法として、斉藤らは過去17年間(1976~1993年)の酒造用原料米全国統一分析法に基づく分析データを解析し、原料米の酒造適性は玄米千粒重、20分吸水値、蒸米吸水値、直接還元糖(消化性)、粗タンパク質量の5項目で評価できること、そしてこれら5項目に基準値を設定し、その範囲内であれば酒造に適すると評価できるとしている<sup>7)~9)</sup>。当時と測定法が異なる項目もあるが、今回試験した5系統の原料米について、おおよそこの基準に基づいて酒造適性を評価した。また、精米特性は特にこれといった基準がないが、対照である「吟ぎんが」との比較により評価した。今回試験した5系統及び対照品種「吟ぎんが」の原料米分析結果を表3、50%精米試験結果は表4に示す。

「岩手54号」は酒造好適米として育種されたわけではないため、玄米千粒重、20分吸水値が小さいといった酒造適性基準値からはずれる項目が見られ(表4)、また、見掛精米歩合50%精米試験でも無効精米歩合、砕米混入率が高く(表5)、酒造適性は劣ると考えられた。「岩酒605号」は酒造用原料米全国統一分析法の見掛精米歩合(表4)50%精米試験における無効精米歩

合、砕米混入率が高く(表5)、対照より精米特性が劣ると考えられた。「江さけ430号」は玄米千粒重が小さく精米性が劣り(表4)、これも対照より劣ると評価した。「江さけ432号」は酒造用原料米全国統一分析において砕米混入率がやや高いものの酒造適性基準値をはずれる項目はなかった(表4)。見掛精米歩合50%精米でも対照より優れていたが(表5)、供試された玄米が30kgと醸造試験を行うには不足していたため、今回醸造試験を行うことはできなかった。「江さけ431号」は酒造用原料米全国統一分析結果では精米特性が劣るが(表4)、見掛精米歩合50%精米では対照並の精米特性を示したため、これを醸造試験に供することとした。「江さけ431号」は20分吸水値や糖度が低めであり、やや溶けにくい硬めの米であることが予想された。

#### 3-2 清酒醸造試験

「江さけ431号」は供試玄米量が約40kg(50%精白米として約20kg)であったことから仕込み配合を表3のとおりに変更して醸造試験を行った。原料処理において「江さけ431号」は対照よりも吸水時間がかかった(表6)。吸水時の砕粒発生は対照と同程度に感じられた。また、蒸し上がりは対照より硬めの印象を受けた。

表3 江さけ431号清酒醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米	3.6	7.1	11.8	22.5
蒸米	2.3	5.7	10.0	18.0
麴米	1.3	1.4	1.8	4.5
汲水	4.5	9.0	18.0	31.5
30%アルコール(l)				6.0

- ・単位は kg
- ・酵母仕込(協会901号)による3段仕込

表4 原料米分析結果

系統名	玄米千粒重(g)	20分吸水(%)	120分吸水(%)	蒸米吸水率(%)	糖度 Brix	アミ/酸度	粗蛋白質(%)	無効精米歩合(%)	砕米混入率(%)
吟ぎんが(対照)	26.2	28.3	30.9	36.6	10.7	0.6	4.7	2.7	6.2
岩手54号	<b>23.2</b>	<b>22.2</b>	28.9	35.4	9.0	0.6	4.2	<b>3.2</b>	<b>7.9</b>
岩酒605号	27.0	26.8	29.3	36.0	10.7	0.6	4.5	<b>5.4</b>	<b>10.6</b>
江さけ430号	<b>23.3</b>	25.7	31.0	38.2	9.4	0.6	4.5	<b>5.0</b>	<b>10.2</b>
江さけ431号	24.7	25.6	31.0	36.4	9.2	0.7	5.3	<b>5.4</b>	<b>15.9</b>
江さけ432号	24.8	27.9	31.1	37.2	10.4	0.7	5.3	2.8	<b>9.3</b>

表5 50%精米試験結果

系統名	見掛精米歩合(%)	真精米歩合(%)	無効精米歩合(%)	碎米混入率(%)	精米時間(時間)
吟ぎんが(対照)	49.7	56.4	6.7	3.8	25.0
岩手54号	49.5	59.4	9.9	9.7	22.0
岩酒605号	49.4	58.2	8.8	8.0	21.0
江さけ430号	50.1	57.0	6.9	4.5	19.0
江さけ431号	50.2	55.0	4.8	5.9	18.0
江さけ432号	49.5	55.2	5.7	2.2	25.5

表6 原料処理結果

	用途	品温( )	水温( )	吸水時間(分)	吸水率(%)	こしき前(%)	こしき吸水(%)
吟ぎんが	添掛	4.7	7-10	17.0	30.6	27.1	39.7
	仲掛	7.0	7.0	17.0	26.4	26.1	34.5
	留掛	8.0	7.0	18.0	27.3	26.7	39.6
江さけ431号	添掛	4.7	7-10	24.0	27.4	25.2	36.5
	仲掛	7.0	7.0	25.5	26.7	26.0	34.6
	留掛	8.0	7.0	26.0	26.3	26.1	38.7

表7 清酒製造事績及び製成酒成分

	もろみ 日数(日)	アルコール濃度 (%)	日本酒度	滴定酸度 (ml)	アミノ酸度 (ml)	アルコール収得量 (l/t)	粕歩合 (%)
吟ぎんが(対照)	35	16.8	-1	2.2	1.6	269	34.0
江さけ431号	32	16.5	+1	2.0	1.4	232	35.1

表8 審査員による酒質の評価

系統名	評価	コメント
吟ぎんが(対照)	3.00	ブナン
江さけ431号	3.25	香味不調和

5点法で採点、数字の低い方が良好

製造事績及び製成酒の分析結果を表7、審査員による酒質の評価を表8に示す。対照のもろみ経過は最高ボーム6.8(6日目)であった。その後も米の溶解が続き、BMD値は65(13日目)までなった。平成13年産米はもろみ中で米が溶解しやすい傾向があり、もろみ管理が難しかった。また、もろみ末期では温度管理の不適切からキレが停滞した。一方「江さけ431号」は最高ボーム6.2(6日目)、BMD値は11日目で55であり、その後は順調にキレていった。これはもろみを管理しやすいということより、酒造用原料米全国統一分析結果で推察されたように「江さけ431号」が溶けにくい米質であり、もろみ中で米の溶解が進みにくかったためと考えられる。また、対照同様もろみ末期はキレが停滞した。これももろみ末期の温度管理に不適切があった。酒質は香味の不調和が指摘され、評価は対照より低いものであ

た。

#### 4 結 言

県農業研究センター水稲育種研究室で育種されている5系統について醸造適性を評価した。

酒造用原料米全国統一分析と見掛精米歩合50%精米試験結果において「岩手54号」、「岩酒605号」、「江さけ430号」は精米時の碎米発生率や無効精米歩合が高いなどの点から「吟ぎんが」より劣った。分析結果からは「江さけ432号」がもっとも酒造適性があると思われたが、醸造試験を行うのに必要な玄米量が確保できなかったため、その次に酒造適性のあると思われる「江さけ431号」について醸造試験を行った。酒造用原料米全国統一分析結果からもろみ中で米が溶解しないことが予想されたが、醸造試験でも米は溶けにくいことが判明した。また、酒質の点からも対照である「吟ぎんが」より劣ると評価され、「江さけ431号」は対照より劣ると評価した。

なお、今回醸造試験を行うことのできなかった江さけ432号は今年度も継続して試験を行う予定である。

文 献

- 1) 高橋 亨, 櫻井 廣: 岩手工技セ研報, **6**, 81 (1999)
- 2) 荻内謙吾、尾形茂、神山芳典. 1999. 酒造好適米新品種「吟ぎんが」の玄米品質特性. 東北農業研究 52: 9-10
- 3) 小田中浩哉、扇良明、高橋亨、中野央子、佐藤喬、高橋正樹、照井儀明、神山芳典、櫻井廣. 1999. 水稻新品種「吟ぎんが」の特性. 東北農業研究 52: 7-8
- 4) 畠山均、菅原浩視、佐々木力、高橋亨、漆原昌二、小綿寿志、中西商量、仲條真介、櫻井廣. 2000. 酒造好適米新品種「ぎんおとめ」の育成経緯及び特性. 東北農業研究 53: 3-4
- 5) 酒米研究会: 酒造用原料米全国統一分析法(1996)
- 6) 注解編集委員会編: 第4回改正 国税庁所定分析法 注解, 日本醸造協会(1993)
- 7) 齊藤博之, 谷口 肇: 醸協, **90**, 387 (1995)
- 8) 齊藤博之, 西澤直行: 醸協, **91**, 123 (1996)
- 9) 齊藤博之, 西澤直行: 醸協, **91**, 737 (1996)

## [ 研究報告 ]

# 交雑育種酵母によるぶどう酒製造試験\*

米倉 裕一\*\*、平野 高広\*\*\*、山口 佑子\*\*\*\*、櫻井 廣\*\*

交雑育種したワイン酵母を使用してワイン醸造試験を行い、醸造適性の評価を行った。使用酵母は、県内で広く使用されているワイン酵母 *Saccharomyces cerevisiae* EC-1118 と L-2226 を親株として育成した交雑育種株4株とし、対照に親株2株と W3 を使用した。ワイン醸造試験の原料にはツバイゲルトレーベ種ブドウを使用した。その結果、KO-10 と KO-12 が酒質の面で親株より高く評価された。

キーワード：交雑育種、ワイン酵母、*Saccharomyces cerevisiae*

## Enological Characteristics of Wine Yeasts Constructed by Hybridization between *Saccharomyces cerevisiae* EC-1118 and L-2226

YONEKURA Yuichi, HIRANO Takahiro ,

YAMAGUCHI Yuko and SAKURAI Hiroshi

Four hybrids were constructed from two wine yeast strains, *Saccharomyces cerevisiae* EC-1118 and L-2226, generally used for wine making in Iwate prefecture. Enological characteristics of the hybrids were investigated by 8.0 Kg-scale brewing with *Zweigeltrebe* grape must. The result was that the red wines brewing with KO-10 and KO-12 hybrid strain were better than both parent strains.

**key words: hybridization breeding, wine yeast, *Saccharomyces cerevisiae***

### 1 緒 言

ワインの酒質は原料となるブドウの品種・品質に大きく左右され、酒質向上の研究もブドウの品種、栽培技術、果汁の前処理などの製造プロセスの改良がほとんどで、主発酵を担うワイン酵母のワイン品質への影響は過小評価されてきた。しかし、近年、ワインの品質や性質を左右する味や香りの成分は、原料ブドウ由来だけではなく、酵母の代謝により変化すると報告が相次ぎ<sup>1-4)</sup>、ワイン醸造での酵母の重要性が見直されている。

岩手県内では白ワイン用として EC-1118、赤ワイン用として L-2226 などの酵母を使用しているが、ワインの高品质化、個性化の両面から、オリジナルワイン酵母の出

現が見込まれている。本報告では、前報<sup>5-7)</sup>に引き続き(財)生物工学研究センター開発の交雑育種株によるワイン醸造試験を行い、その醸造適性の解明を試みた。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 供試菌株

EC-1118 と L-2226 を親株として薬剤耐性法により交雑育種した KO-10、KO-11、KO-12、KO-13 を使用した。

<sup>5)</sup> 対照には、親株である L-2226、EC-1118 および代表的なワイン酵母である W3 を使用した。

#### 2 - 2 ワインの醸造試験

---

\* 交雑育種酵母によるぶどう酒製造試験 第4報

\*\* 醸造技術部

\*\*\* 応用生物部

\*\*\*\* 応用生物部(現:食品開発部)

前培養菌株は、121 で15分間殺菌したぶどう果汁に供試菌株を接種し、25 で3日間静置培養して調製した。亜硫酸50ppmを含む破砕した黒ブドウ(ツバイゲルトレーベ) 8.0 Kgを10L容ステンレス製発酵容器に入れ、各供試酵母菌株の前培養液5 v/v%を接種し、20 で発酵させた。補糖は結晶ブドウ糖を使用し、補糖後の糖度(Brix°)が22になるよう発酵3日目に行った。発酵期間中、品温と果醪の糖度(Brix°)を毎日測定した。完全発酵を目標とし、糖度(Brix°)が7程度になったところで発酵を終了した。発酵終了後圧搾を行い、亜硫酸濃度が50ppmになるようメタ重亜硫酸カリウムを添加し、数日後におり引きした。

2-3 果汁、ワインの一般分析

糖度、比重、エキス分、アルコール、pH、直接還元糖、総酸、色度分析は前報<sup>7)</sup>に従った方法で分析した。

2-4 官能試験

官能評価は、山梨県果樹試験場の官能検査法<sup>8)</sup>に従った。すなわち、色調1点、清澄度1点、香り6点、味10点の計18点満点で採点し、10点満点に換算し評価した。パネラーは岩手県ワイン研究会出席者の20人で2001年11月28日に行った。

3 実験結果

3-1 ワインの発酵経過

2001年の発酵中の糖度(Brix°)の日変化を図-1に示す。2001年は、発酵が末期まで旺盛でその期間は7~8日と短かく、酵母による発酵の差は出にくかった。7日で発酵が終了したのは、KO-12、KO-13、EC-1118、W-3の4株で、その他のKO-10、KO-11、L-2226の3株は8日であった。2000年のリースリング・リヨンの試験(図-2)では、KO-11、KO-12は発酵が早くEC-1118と似た発酵経過をとって、KO-10、KO-13は遅くL-2226に似た発酵経過をとった。この傾向は1999年のリースリング・リヨンでも同じ傾向であった。<sup>5~6)</sup>さらに、1998年のナイアガラでの試験(図-3)では、KO-10、EC-1118の発酵が早く10日目、その他のKO-10、KO-11、KO-12、L2226は12~13日と遅かった。<sup>7)</sup>これら3種類の果汁の試作をおし、発酵速度に類似性があったのはEC-1118及びL-2226の両親株のみであった。

3-2 ワインの分析および官能評価

2001年の果汁およびワインの一般成分を表1に、官能試験結果を表2に示す。ツバイゲルトレーベは、直接還元糖が18.2 g/100ml、総酸が0.46 g-酒石酸/100mlと甘みが強く酸が穏やかな果汁であった。醸造した赤ワインはアルコール生成量10.6~13.5 vol.%であった。また、残糖は0.25~0.35%とほぼ完全発酵していた。

官能評価の総合得点は、KO-12、KO-10、L-2226、

KO-13、KO-11、EC-1118の順に評価が高かった。2000年までの白ワインでは親株EC-1118より評価が高い株は無かったが、赤ワインでは親株よりも評価の高い株が2株あった。また、2000年までの白ワインではEC-1118の評価が高く、L-2226が低かったのに対し、2001年の赤ワインではL-2226の評価が高く、EC-1118の評価が低い結果となった。個々の株については、短評の結果を分析するとKO-10とKO-11、KO-12とKO-13は似た傾向の物質であるという評価であった。さらに、KO-11は酸味が少なく、KO-13は香りが不調和であるという評価であった。

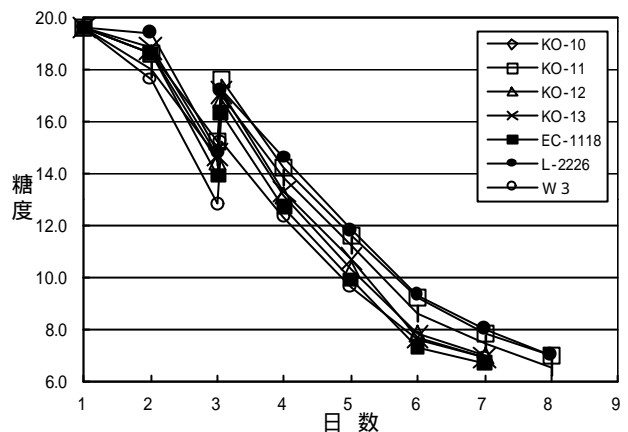


図1 発酵経過(2001年ツバイゲルトレーベ)

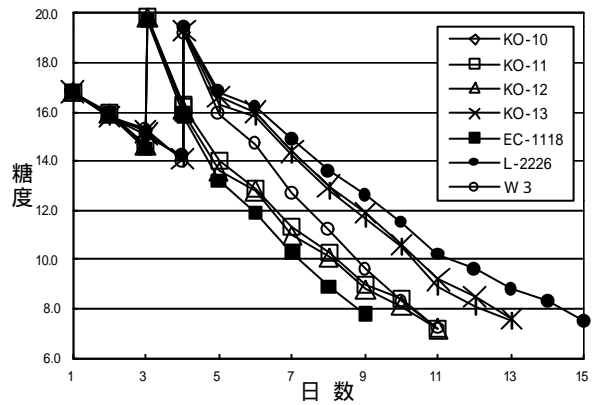


図2 発酵経過(2000年リースリング・リヨン)

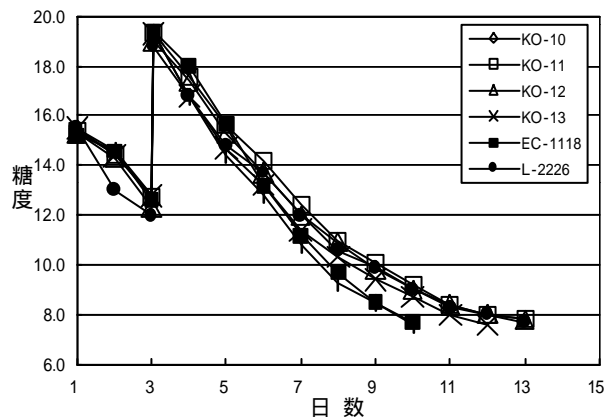


図3 発酵経過(1998年ナイアガラ)

交雑育種酵母によるぶどう酒製造試験

表1 2001年ワインの一般成分

	アルコール (%)	比重	エキス分	直接還元糖 (g/100ml)	pH	総酸 (g-酒石酸/100ml)	A <sub>420</sub>	A <sub>530</sub>
果汁		1.084		18.2	3.44	0.46	0.313	0.219
KO-10	12.76	0.998	3.96	0.25	3.66	0.68	0.496	1.021
KO-11	10.85	0.994	2.37	0.28	3.66	0.64	0.576	1.216
KO-12	11.26	0.993	2.23	0.25	3.70	0.63	0.562	1.143
KO-13	10.81	0.994	2.36	0.26	3.67	0.64	0.568	1.214
EC-1118	10.66	0.993	2.05	0.25	3.67	0.66	0.449	0.931
L-2226	13.51	0.995	3.40	0.35	3.65	0.68	0.613	1.315
W3	11.23	0.994	2.49	0.30	3.76	0.62	0.444	0.867

表2 官能結果

菌株	総合得点	短評
KO-10	5.78	程良い渋味。香低い。味良好。酸味良好。
KO-11	5.65	程良い渋味。香低い。味薄い。酸少ない。
KO-12	5.85	酸味が強い。飲み易い。ボディあり。香り酸良好。
KO-13	5.69	香り不調和。香りに消される。柔らかい口当たり。味にまとまり。
EC-1118	5.49	香り低い。味薄い。やや酸残る。苦み残る。若い。
L-2226	5.72	香り弱い。バランス良。ボディあり。柔らかく落ち着いた口当たり。
W3	5.62	香り薄い。バランス良。ボディ少。やや酸強い。あっさり。

4 考 察

2001年までに、低温域(15℃)と中温域(20℃)発酵、及び、ナイアガラ(白)、リースリング・リヨン(白)、ツバイゲルトレーベ(赤)の3種類のブドウによる発酵試験を行った。これら一連の試験では、親株L-2226、EC-1118の発酵力は、一貫してEC-1118が早く、L-2226が遅かった。しかし、交雑株であるKO-10~13は、この両親株の間の発酵力をとるものの、その発酵力には一貫性が無く、温度域、果汁の違いにより異なっていた。この一連の試験では、果汁、温度域どちらか一方を一定にすることなく行っているため、はっきりしたことは言えないが、酵母の発酵速度を決定する因子が多くの遺伝子により支配されて、それぞれが入り組み発現しているた

め、一定の性質を示さなかったものと思われる。また、両親株の遺伝子により両親株の中間の性質を持つ株となってしまうため、親株の選抜が重要と思われた。

官能評価については、白ワインでは親株より高い評価の株は無かった。しかし、今回の赤ワインでは、KO-12、KO-10がより高い評価であった。これら酵母が白ワインより赤ワインに向いているの可能性が示唆された。また、評価の良かったKO-10、KO-11、L2226株によるワインの一般成分は、他に比べアルコール濃度が高く、そのことがワインに締まりが出たためと思われる。

5 結 言

EC-1118とL-2226を親株として得た4種の交雑育種株KO-10、11、12、13の赤ワイン醸造試験を行った。交雑育種株で醸造したワインは、両親株の間の性質を持つ。本法で有望株を効率的に育種するためには個性のある親株を選択することが重要であることが示唆された。

文 献

- 1) 大塚謙一：醸協, 70 (11), 800(1975)
- 2) 篠原隆：農化, 52, 309(1978)
- 3) 乙黒親男：醸協, 78 (3), 214(1983)
- 4) 宇井定春：醸協, 72 (6), 449(1977)
- 5) 平野高広、中沢伸重、畑山誠、大川久美子、佐藤利次、江井仁、櫻井廣：岩手工技セ研報, 6, 93 (1999)
- 6) 平野高広、櫻井廣：岩手工技セ研報, 7, 103 (2000)
- 7) 米倉裕一、平野高広、櫻井廣：岩手工技セ研報, 8, 187 (2001)
- 8) 山梨県食工試編：葡萄醸造法, p.23(1974)

## おからを使用した食品の製造

遠山 良\*、武山 進一\*、笹島 正彦\*、関村 照吉\*、山口 佑子\*\*

おからを凍結乾燥器や攪拌加熱式乾燥機（オカドラサイクロン）を使用して乾燥し、その乾燥粉末を食品加工副原料として使用して様々な食品を試作した。その結果、おから乾燥粉末はひやむぎなどのつるつる感を要求される麺類などに用いるとあまり好ましくないが、そば類には使用可能と考えられた。ハンバーグやコロッケなどの惣菜類にも比較的容易に使用可能であった。また、南部煎餅、ドーナツ、スコーン、クッキーなどの焼き菓子類やパンなどには適合性があり、特にパフマシンを使用した膨化菓子は新たな用途として可能性があると考えられた。

キーワード：おから、攪拌加熱式乾燥、パン、麺、菓子、惣菜、膨化

## Production of Foods Using Tofu-refuse

TOYAMA Ryo, TAKEYAMA Shinichi, SASAJIMA Masahiko, SEKIMURA Teruyoshi  
and YAMAGUCHIYuhko

Many food samples were manufactured, using the powder which was prepared with freeze-drier or mixing-heat-drier (okadoracyclone) from *tofu-refuse*. Consequently, the powder was not suitable for the ingredient of noodles like *hiyamugi* that was needed smoothness on the surface, but was suitable for *soba*. Everyday-dishes like hamburger steak or croquette were also good items of foods which were adapted for the use of the powder. Moreover, the confectioneries through baking process, like *nanbusenbei* (Japanese cookie), scone, donuts, cookie were adapted for the powder use. Especially, puffed cereals snacks made with grain puff machine were thought promising as new use of powder of *tofu-refuse*.

**key words : *tofu-refuse, mixing-heat-drying, bread, noodle, everyday-dish, puffing***

### 1 緒 言

前報ではおからの乾燥方法と粉末化の方法を検討し、製造した乾燥おから粉末化方法やセルラーゼやペクチン溶解用薬剤を使用した可溶化方法について検討した。また、製造したおから粉末を使用してパン、麺、ゼリー、グミの試作を行った。おからについては現在まで食品素材化、食品への利用法、機能成分の抽出などについてかなり長期に渡り研究されてきており、特許も多数出願されている。しかし、おからを使用した食品は話題性があるものの、多くはコスト的に見合わなかったり、実用的でなかったり、小規模生産にのみ可能な方法であったりと様々な要因により本格的な工業的利用については依然として不十分な状態である。本研究ではおからを使用した食品への実用化を妨げている大きな要因は第1に生おからの取り扱いの悪さにあること、第2に乾燥おからを食品副原料として使用した各種食品への適合性についての検討が不十分であることの2点にあると考え、乾燥粉

末を使用して様々な食品を試作しその際に浮かび上がる問題点を検討するとともに、どのような食品にどのように使用すべきかを調べることを目的として各種食品の試作試験を行った。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 乾燥及び粉砕

おからの乾燥は凍結乾燥器（RLE103、(株)共和真空）と攪拌加熱式乾燥機（オカドラサイクロン、(株)オカドラ）を使用した。粉砕には高速粉砕機（HS-10、(株)名農）を使用した。高速粉砕機で用いた篩は、凍結乾燥おからでは100 μm、攪拌加熱式乾燥機を使用して乾燥したおからでは200 μmを用いた。

#### 2 - 2 各種食品の試作

##### 2 - 2 - 1 菓子類

菓子類では南部煎餅、クッキー、スコーン、ドーナツ、膨化菓子の5種類を試作した。

\* 食品開発部

\*\* 応用生物部（現在食品開発部）



南部煎餅は攪拌加熱式乾燥機を使用して乾燥したおから(以下加熱乾燥おからという)を0、10、20、30%配合した試料を用いおからの添加効果を調べた。また、同時に凍結乾燥おからや加水量の影響、粉碎の影響についても調べた。煎餅焼き機は2連で計24組の焼き型のある小型の南部煎餅焼き機を使用した。

クッキー、スコーン、ドーナツについては、市販の料理に関する書籍類を参考にして配合を決定し、加熱乾燥おから、加熱乾燥微粉碎おから(以下加熱乾燥微粉碎おからという)、無添加の3種類についておからの添加効果を比較した。おからの添加量はクッキーについては、小麦粉の25%、スコーンとドーナツについては小麦粉の10%としたが、小麦粉以外の原料が多いために総量での割合はそれぞれ11.9%、6.09%、5.4%となった。

膨化菓子については膨化菓子はコーングリッツ(ホーネン M2)をベースとして乾燥おから(水分11.5%)を0、5、10、20、30%の割合で混合したものを試料として用いた。

膨化装置にはグレンパフマシン(有齊藤精工製作所)を使用した。また、その結果を踏まえ、おからを添加した試料に対するカルシウムの添加効果を見るために、カルホープ(キューピー株)の添加試験を実施した。この場合、コーングリッツのみ、同左にカルホープ1%添加、コーングリッツにおから10%配合、同左の試料にカルホープを1%添加した試料の4種類を試料として膨化した。

#### 2-2-2 パン

製パン試験は直捏法により行った。製パンについては前報で、おから添加量と加水量との関係を比較したが、今回はその結果を踏まえて、10%加熱微粉碎おからを添加した場合の加水量と比容積との関係を調べた。また、加熱乾燥おからと加熱乾燥微粉碎おからを使用してパンへの添加効果を調べた。

#### 2-2-3 麺類

ひやむぎとそばを試作した。ひやむぎについては凍結乾燥したのち微粉碎したおから(凍結乾燥微粉碎おから)を小麦粉(金鈴蘭、(株)日清製粉)の5%添加した場合の効果を探るとともに、豆乳(太子食品(株)製)を捏ね水の約60%置き換えた場合の効果も併せて検討した。試験方法は小麦の品質評価法に準じた。そばは加熱乾燥おからと加熱乾燥微粉碎おからおよび凍結乾燥微粉碎おからを使用し、それぞれ原料粉に対して10%配合してその効果を比較した。原料粉は小麦粉(ペリカン、東日本産業(株)7)に対しそば粉(中国産)を3の割合で混合したものを対照として使用し、おからを使用する場合にはおからの添加量分だけ小麦粉を減じた。

冷麦も、そばも麺帯の厚さが1.4mmになるように圧延したのち、20番の切り刃で麺線とし、直ちに掛竿に吊し、室温で(10~20)で実験室内で1昼夜乾燥し

た。

#### 2-2-4 総菜類

総菜類では、ハンバーグとコロッケを試作した。

ハンバーグは加熱乾燥おからを挽肉に相当する分の9.3%添加、18.3%添加したものと、生おからを同左相当分それぞれ9.3%、44.1%添加した試料を試作した。それぞれ全重量に占める割合は3.5%、12.7%、5.6%、21.1%となる。

コロッケは通常のコロッケの構成成分であるジャガイモ、挽肉、ジャガイモと挽肉のそれぞれの配合割合に相当する分だけ加熱乾燥おからで置き換えたものを試作した。具材中に占める加熱乾燥おからの割合はそれぞれ18%、5%、23%であり、生おからに換算するとそれぞれ65%、17%、82%である。

#### 2-3 官能検査

試作した食品についてはすべて官能検査を実施した。パネラーは食品開発部員を中心とする工業技術センター職員により行った。採点は3から3までの7段階評価として総合評価を好みにより採点した。

#### 2-4 膨化菓子の比容積

膨化させた試料30gを1lのメスシリンダーに入れて体積を測定し、その重量と体積から比容積( $l/kg$ )を算出した。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 菓子類

##### 3-1-1 南部煎餅

南部煎餅の原料配合及び製造作業性を表1に示した。

また、官能検査の結果を表2に示した。

乾燥おからを添加して煎餅生地を作るとおからが吸水するために生地が通常よりもかなり硬くなった、これは作業性にも影響すると考えて予備的にほぼ同一の硬さになるように乾燥おからを添加した試料には通常よりも加水量を多くして試験を実施した所、加水量を多くした試料は生焼け状態のものが多くなり、あまり好ましくなかった。そこで、本試験では加水量をあまり変化させずに焼き上げたが、おからの添加量を30%まで上げると、通常の加水では生地が硬すぎるため、通常よりも加水を多くする必要があった。逆におからの添加量が10%程度の場合には生地がやや硬めとなるために取り扱いが容易であった。官能試験の結果では10%添加では対照と差がないが、20%ではやや評価が低くなり、30%では煎餅の外観も悪くなり、かなり硬い煎餅となり、評価は更に低くなった。また、粉碎による効果や、凍結乾燥おからと加熱乾燥おからともあまり大きな違いはなく、南部煎餅におからを添加する場合、10%程度の添加であれば、加熱乾燥おからで十分であり特に微粉化する必要も無いと考えられた。

おからを使用した食品の製造

表 1 南部煎餅の原料配合

原料	対照	加熱乾燥微粉砕おから	加熱乾燥微粉砕おから	加熱乾燥微粉砕おから	凍結乾燥微粉砕おから	加熱乾燥微粉砕おから	加熱乾燥おから
小麦粉	1000	900	800	700	900	900	900
おから	0	100	200	300	100	100	10
食塩	16	16	16	16	16	16	16
重曹	2	2	2	2	2	2	2
加水	680	680	680	830	680	830	680
作業性	生地がべたつく。気温と湿度が高いのが原因。	生地の取り扱いが容易。麺生地程度。	生地がかなり硬い。麺生地より硬い	表面は焦げる。中は白い。	生地の取り扱いが容易。麺生地程度。	生地がべたつく	生地の取り扱いが容易。麺生地程度。

表 2 南部煎餅の官能検査結果

試験区番号	試験区名	平均	標準偏差
1	対照	0.1	0.2
2	加熱乾燥微粉砕おから10%	0.1	0.9
3	加熱乾燥微粉砕おから20%	-1.5	1.1
4	加熱乾燥微粉砕おから30%	-2.1	0.9
5	凍結乾燥微粉砕おから10%	-0.4	1.3
6	加熱乾燥微粉砕おから10%多加水	0.1	1.5
7	加熱乾燥おから10%	-0.1	1.0

3-1-2 クッキー、スコーン、ドーナツ

官能検査の結果、クッキーは小麦粉の25%、全体量の11.9%をおからで置き換えたにもかかわらず、対照と変わらない評価であった。しかし、硬さの質には明らかに差が感じられ、おからを添加することによりサクサク感が強くなった。スコーン、ドーナツについては小麦粉の10%、全体量ではそれぞれ6.09%、5.4%であるが、この程度の添加量では対照と比べてほとんど差が感じられなかった。また、微粉砕による効果も大きくはなく、むしろ粉砕しないおからの方が僅かながら高い評価を受けた。

表3 クッキー、スコーン、ドーナツの官能検査結果

	クッキー		スコーン		ドーナツ	
	平均	標準偏差	平均	標準偏差	平均	標準偏差
加熱乾燥微粉砕おから	0.1	1.4	-0.4	1.7	-0.4	1.4
加熱乾燥おから	0.2	0.8	0.3	1.3	0.4	1.1
対照	0.1	0.8	-0.2	0.9	0.0	0.9
対小麦粉おから添加量	25		10		10	
対全体量おから添加量	11.9		6.1		5.4	

3-1-3 膨化菓子

おからの添加量と比容積との関係を図1に示した。

おからの添加量が5%では比容積は対照とあまり変わらないが、10%になると比容積は半減した。更に20%添加すると膨化度は極端に減少した。20%以上の添加では非常に硬く、膨化菓子としては不適當であった。

官能検査結果を表4に示した。

官能検査の結果、対照と比べておから5%添加ではあまり対照とテクスチャーに差は認められなかったが、10%添加すると、カリカリとした食感となり、無添加のものとの異質の食感となった。パフマシンを通過することにより、未粉砕のおからでもほぼ完全に分解され、おからの形態は判別困難となった。20%、30%添加したものは膨化菓子としては非常に硬く、やや生っぽさも感じられた。

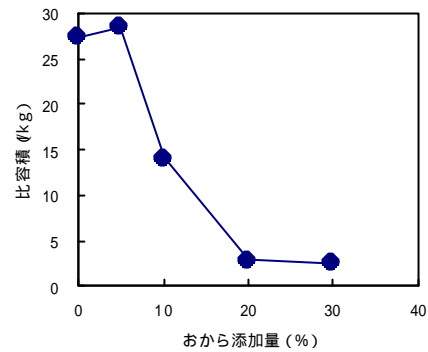


図1 おから添加量と比容積の関係

表4 膨化菓子の官能検査結果 (対照を0とする)

試験区	平均	標準偏差
加熱乾燥おから5%	0.4	0.9
" 10%	0.3	1.0
" 20%	-1.4	1.4
" 30%	-1.8	1.5

おから添加品の膨化度向上と栄養強化を目的として、おからを10%配合した試料についてカルシウム添加効果を検討した結果を図2に示した。

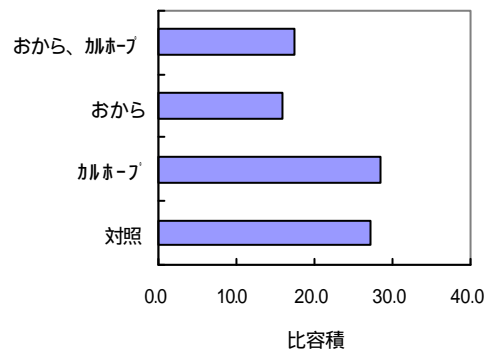


図2 膨化菓子に対するカルホ-Pの添加効果

カルホ-Pの添加により対照、おからを添加した場合のいずれも僅かながら比容積が増加した。しかし、試食した結果カルホ-Pを添加した試料にはややえぐみが感じられた。

3-2 パン

図3に加熱乾燥微粉砕おから10%配合したパンの比

容積に及ぼす加水量の影響を調べた結果を示した。

また、表4にパンの官能検査結果を示した。

図に示したように、おからを10%配合するとパンの比容積は標準の加水が66%で比容積が4.88だったのに比べてかなり低下した。加水量との関係で見ると、標準的な加水では生地が硬すぎてうまく製パンできなかった。

そこで、加水量を増加させたところ製パン可能となり、80%から88%までは比容積が増加する傾向であった。比容積は加水量88%で4.03が最高値であった。

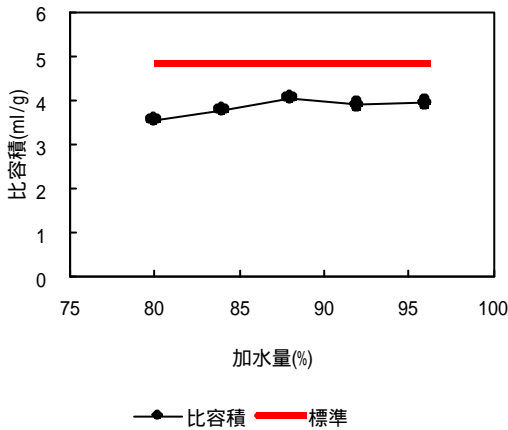


図3 乾燥おからを10%配合したパンの比容積に及ぼす加水量の影響

表4 パンの官能検査結果

試料	平均	標準偏差
加熱乾燥微粉碎おから	-0.1	0.9
加熱乾燥おから	0.1	1.4
対照	0.6	1.1

この条件で製造したパンを官能検査により比較した結果、評価は対照よりやや低いものの、加熱乾燥おからを使用した場合、加熱乾燥微粉碎おからを使用した場合のいずれもそれほど評価は低くはなかった。

### 3-3 麺類

#### 3-3-1 ひやむぎ

表5 ひやむぎの官能検査結果

試料	平均	標準偏差
対照	1.0	0.9
おから入り	-0.2	0.4
豆乳添加	0.6	0.8
おから、豆乳入り	-1.0	0.9

ひやむぎの官能検査の結果、それほど大きな差ではないが、おからが入るとなめらかさが失われ、ぼそぼそした感じになるのが欠点である。豆乳の添加は麺線を対照よりも硬めにする効果があった。

#### 3-3-2 そば(乾麺)

そばの官能検査の結果おから添加によりざらつきが感じられるが、人によっては好ましく感じる場合もあった。

表6 そば(乾麺)の官能検査結果(対照:0)

試験区	平均	標準偏差
凍結乾燥微粉碎おから	-0.4	1.0
加熱乾燥おから	-0.4	1.0
加熱乾燥微粉碎おから	-0.1	0.8

対照よりも全般に評価は落ちるが、そばには適性があると感じられた。

### 3-4 総菜類

#### 3-4-1 ハンバーグ

ハンバーグの場合、加熱乾燥おから3.5%程度の添加であれば対照と比べそれほど遜色なかった。しかし、5.6%添加では味やテクスチャーにかなりの影響が出て、いわゆるハンバーグらしさが失われた。生おからと乾燥おからとは大差なかった。

表7 ハンバーグの官能検査結果(対照:0)

試験区	平均	標準偏差
3.5%加熱乾燥おから	-0.1	0.8
12.7%生おから(乾燥おから3.5%相当)	-0.3	1.3
5.6%加熱乾燥おから	-1.4	0.5
21.1%生おから(乾燥おから5.6%相当)	-1.4	0.5

#### 3-4-2 コロッケ

コロッケの場合、極端な配合をしたために評価があまり良くなかったが、添加量を加減し、味に工夫を加えればかなり有望であると考えられた。

表8 コロッケの官能検査結果(対照:0)

試験区	平均	標準偏差
挽肉置き換え	-0.3	1.2
ジャガイモ置き換え	-1.1	1.5
挽肉、ジャガイモ置き換え	-1.4	1.6

## 4 結 言

乾燥おからを使用して各種食品への適合性を調べ、以下の結果を得た。

- (1) 南部煎餅、クッキー、スコーン、ドーナツなどの高温処理工程のある菓子類には適合性があり、主原料の10%程度であれば問題なく使用できる。その場合必ずしも微粉末にする必要は無い。
- (2) パンに乾燥おからを添加する場合、加水量を多くすることで比容積を改善できる。
- (3) パフマシンを使用して製造した膨化菓子は新たな食感を付与できて有望であると考えられた。
- (4) 麺類では着色やなめらかさに及ぼす影響があまり問題とならないそばが有望である。
- (5) ハンバーグ、コロッケなど総菜類へは簡便な素材として使用可能であると考えられた。

本研究は平成13年度農林水産省フードシステム連携強化・循環推進対策事業、地域産学官連携技術開発事業により取得した研究テーマ：「豆腐製造工程残渣の食品素材化技術及び利用食品の開発」により実施したものである。関係各位に心より感謝申し上げます。

## 水稻奨励品種 ‘いわてっこ’ の炊飯特性

関村 照吉\*、遠山 良\*、手塚 敏幸\*\*

岩手県では平成13年に多収で耐寒、耐病性があり、食味も良い水稻の奨励品種を ‘いわてっこ’ と命名した。この ‘いわてっこ’ を、家庭用と業務用炊飯器で炊き、食味値や食感物性値を既存の4品種と比較した。その結果、家庭用炊飯の炊き増えは、‘コシヒカリ’ に次ぎ ‘ひとめぼれ’ 並みに多かった。食味値は、炊飯当日と翌日ともに ‘あきたこまち’ より優れていた。業務用炊飯の炊き増えは、‘コシヒカリ’ 並みであった。また、物性値は炊飯当日と翌日も ‘コシヒカリ’ に似ていた。

キーワード： ‘いわてっこ’、炊飯特性、食味値、物性値

## The boiling characteristics of the 'Iwatteko'

SEKIMURA Teruyoshi , TOYAMA Ryo and TEZUKA Toshiyuki

The recommended variety of rice was named the 'Iwatteko' in Iwate Prefecture 2001. That has cold and disease resistance, high-yielding ability and better tastes. 'Iwatteko' was cooked with home-use and business-use rice cooker, and was compared of the taste value and physical property with previously developed species 'Koshihikari', 'Hitomebore', 'Akitakomachi' and 'Kakehashi'. As a result, the increase volume of cooking by home-use occurred like 'Hitomebore' following after 'Koshihikari'. The taste value of the cooking day and the next day was better than 'Akitakomachi'. The increase volume of cooking by business-use was good like 'Koshihikari'. Also, as for the physical property, the cooking day and next day were similar of 'Koshihikari'.

**Key words:** 'Iwatteko', boiling characteristics of rice, taste value, physical property

### 1 緒言

岩手県は平成13年に岩手県農業研究センターで育種した水稻の奨励品種 ‘岩南16号’ を ‘いわてっこ’ と命名<sup>1)</sup>した。この水稻の特性は、 ‘あきたこまち’ よりも多収で葉・穂もち病に強く、食味も ‘あきたこまち’ に匹敵するとされ、県中部の標高240mから350m及び県北部の240m以下の約4,000haでの栽培に適し、将来は既存品種の ‘たかねみのり’ に置き換える品種<sup>2)</sup>としている。この ‘いわてっこ’ の販売に関連し、より細部にわたる炊飯特性の評価が欲しいとの集荷業者からの要望がある<sup>3)</sup>ことから、 ‘いわてっこ’ を含め既存品種の ‘あきたこまち’、 ‘ひとめぼれ’、 ‘かけはし’、 ‘コシヒカリ’ の5品種について、家庭用炊飯器と業務用炊飯器で炊いた場合の食味値や物性値を比較評価したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 試料

‘いわてっこ’、 ‘あきたこまち’、 ‘ひとめぼれ’、

‘かけはし’ は岩手県農業研究センターで平成12年に収穫したものを、 ‘コシヒカリ’ はJA岩手県経済連で準備した北関東の平成12年産米を使用した。精米は5品種とも岩手県農業研究センターの水稻育種研究室で縦型式試験用精米機（佐竹製作所ハイワンパスNBS30）を用いて搗精歩合を90から91%として行った。

#### 2 - 2 炊飯方法

##### 2 - 2 - 1 家庭用炊飯

炊飯器は（東芝RCK-7HMT）を用い、加水量は（株）サントクの方法<sup>3)</sup>で調整炊飯し、家庭用米飯測定用試料とした。その方法は、約450gの米の重量を測定する。水道水で3分間以内に研ぎ、水道水に2時間浸漬し、5分間ザル上げて水切り後重量を測定する。最初の米重量と2時間浸漬後の重量の差つまり吸水した水の量を求め、その量の水を加えて炊飯したものを100%加水炊飯とした。

##### 2 - 2 - 2 業務用炊飯

業務用炊飯は、全自動炊飯ラインで炊飯して評価する方法もある<sup>4)</sup>が、温かいお弁当用のご飯として提供され

\* 食品開発部

\*\* 副所長

る場合を想定し、ガス炊飯器(リンナイRR-30S1)を用い、サントクの方法で100%加水炊飯し、3Kgの米を炊いて、業務用米飯測定試料とした。

2-3 水分・千粒重の測定

米水分は、ケットの米麦水分計付属の粉碎器で粉碎後、135の通風乾燥器で2時間乾燥し測定した。米飯水分はアルミホイルに挟み薄く圧延した後、135の通風乾燥器で2時間乾燥し測定した。千粒重はマルチオートカウンター(藤原製作所DS-10)で測定した。

2-4 食味値測定

J A岩手県経済連純情米検査センターに依頼し、ご飯専用の炊飯食味計(佐竹製作所STA-1A)を用い、既定値にて、各試料10点を測定しその平均値を求めた。

2-5 食感物性測定

テンシプレス(タケトモ電機My Boy)を用いて集団粒測定法の既定値にて、各試料10点を測定しその平均値を求めた。炊飯当日は炊飯後1時間以内に翌日は炊飯後20時間以内に測定を終わった。

3 実験結果及び考察

3-1 原料米の特性値

原料米の分析値を表1に示す。供試した‘いわてっこ’の水分は12.6%で5品種の中では最も少なかった。千粒重は‘かけはし’、‘ひとめぼれ’に次いで多かった。

表1 原料米の分析値

	水分(%)	千粒重(g)
いわてっこ	12.6	20.2
あきたこまち	13.1	19.7
ひとめぼれ	13.2	20.6
かけはし	13.2	21.3
コシヒカリ	13.4	18.2

3-2 家庭用炊飯特性

表2に家庭用炊飯器を用い100%加水で炊いた場合の特性値を示す。米飯含水率は、米飯の水分を表し、‘いわてっこ’は5品種の中では一番多かった。炊き上がり重量が炊く前の米重量の何倍になったかを示す炊き増えは、‘いわてっこ’は‘コシヒカリ’よりも少ないが‘ひとめぼれ’とほぼ同等であった。

食味値の変化を図1に示す。‘いわてっこ’の食味値は‘コシヒカリ’よりも小さいが‘ひとめぼれ’とほぼ同等であり、翌日の低下も同程度であった。

表2 家庭用炊飯器で炊いた飯の特性値

	米飯含水率(%)	炊き増え(倍)
いわてっこ	62.5	2.35
あきたこまち	62.0	2.30
ひとめぼれ	60.9	2.36
かけはし	62.1	2.32
コシヒカリ	61.9	2.39

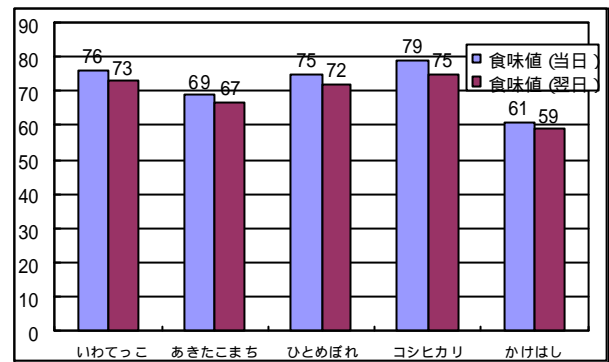


図1 家庭用炊飯器で炊いた飯の食味値の変化

家庭用炊飯器で炊いた飯の食感物性を測定した結果を図2に示す。グラフのパターンは‘かけはし’を除いた4品種はほぼ同様であった。炊飯直後と翌日の物性値の平均値は、‘かけはし’は硬さとこしが、‘いわてっこ’は付着が、‘コシヒカリ’は粘りが5品種の中では最大であった。

3-3 業務用炊飯特性

表3に業務用炊飯器を用い100%加水で炊いた場合の特性値を示す。米飯含水率は、家庭用炊飯とは異なり‘いわてっこ’は‘かけはし’に次いで少なく、‘あきたこまち’と比較すると2.7%の差があった。業務用としての炊き増えは、2.35から2.40が最良とされる<sup>5)</sup>が、家庭用炊飯と同様に‘いわてっこ’は‘コシヒカリ’よりは少ないが‘ひとめぼれ’とほぼ同等であった。

表3 業務用炊飯器で炊いた飯の特性値

	米飯含水率(%)	炊き増え(倍)
いわてっこ	62.7	2.40
あきたこまち	65.4	2.34
ひとめぼれ	63.5	2.38
かけはし	62.5	2.33
コシヒカリ	64.5	2.43

水稻奨励品種‘いわてっこ’の炊飯特性

業務用炊飯器で炊いた飯の食感物性を測定した結果を図3に示す。グラフのパターンは、‘かけはし’と‘あきたこまち’の2品種が、‘いわてっこ’と‘ひとめぼれ’及び‘コシヒカリ’の3品種がそれぞれほぼ同様なパ

ターンであった。また、炊飯直後と翌日の物性値の平均値は、‘いわてっこ’は硬さとこしが、‘ひとめぼれ’は付着が、‘コシヒカリ’は粘りが5品種の中では最大であった。

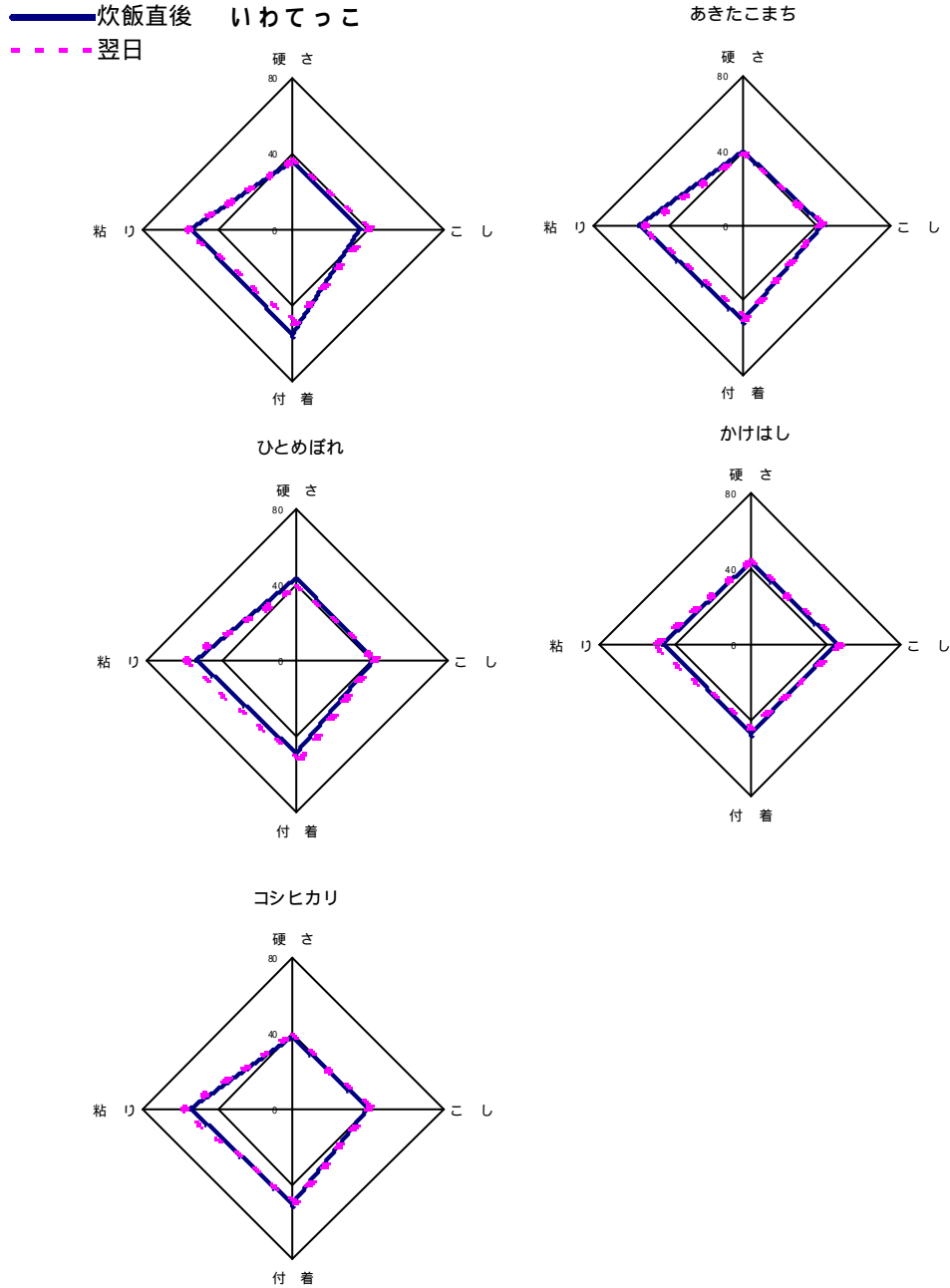


図2 家庭用炊飯器で炊いた飯の食感物性値の変化

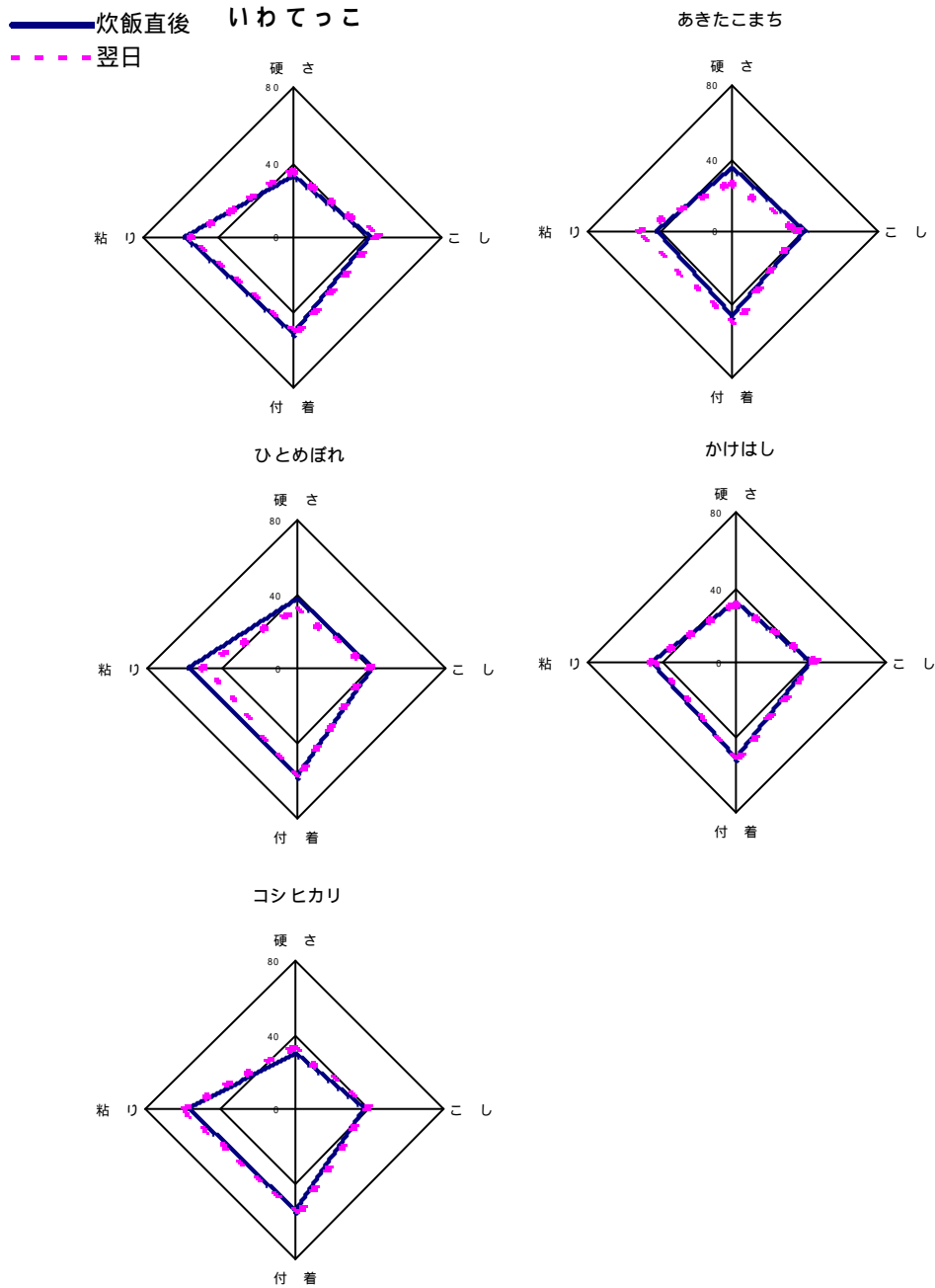


図3 業務用炊飯器で炊いた飯の食感物性値の変化

#### 4 結 言

岩手県は平成13年に食味が良い水稻の奨励品種として‘いわてっこ’を命名した。この‘いわてっこ’の食味値や物性値を、既存品種の‘あきたこまち’、‘ひとめぼれ’、‘かけはし’、‘コシヒカリ’と、家庭用炊飯器と業務用炊飯器で炊いて比較した。

その結果、

- 1 家庭用電気炊飯器を用いて米450gを炊飯した場合
  - 1) 炊き増えは、‘コシヒカリ’に次ぎ‘ひとめぼれ’並みに多かった。
  - 2) 食味値は、炊飯当日と翌日ともに‘あきたこまち’より優れていた。

- 2 業務用ガス炊飯器を用いて米3Kgを炊飯した場合
  - 1) 炊き増えは、‘コシヒカリ’並みであった。
  - 2) 物性値は、‘コシヒカリ’に似ていた。

#### 文 献

- 1) 岩手県オリジナル水稻品種‘岩南16号’名称発表会資料：岩手県，JA岩手県経済連(2001)
- 2) 岩南16号’の生産・販売について：岩手県
- 3) 業務用炊飯業者及び加工適性分析業者の調査結果：岩手県
- 4) いわて純情米炊飯データ，JA岩手県経済連
- 5) ごはんビジネス：グレインSP

## 冷麺の茹で伸び防止の検討

武山 進一\*、笹島 正彦\*、関村 照吉\*、遠山 良\*

原料配合が冷麺の物性に及ぼす影響を調査するとともに、茹で伸びを抑制する為の検討を行った。冷麺のかたさや噛み応えに影響する因子はデンプン含量で、食塩やアルカリ剤の影響は少ないことがわかった。冷麺の茹で伸びを抑える効果は、レシチン、卵殻カルシウム剤に認められた。

キーワード：冷麺、レシチン、卵殻カルシウム

### Studies on the Methods for Prevention of Texture Reducing Phenomenon of “Reimen” (Korean noodle) After Boiling Process

TAKEYAMA Shinichi, SASAJIMA Masahiko, SEKIMURA Teruyoshi  
and TOYAMA Ryo

We investigated the influence of ingredients on the physical properties of “Reimen” (Korean noodle), and examined the method for prevention of texture reducing phenomenon of “Reimen” after boiling process. The most important factor, influence on the hardness and breaking energy, was starch content, whereas salts and alkali additive had less effect on these physical properties. The effect of suppressing texture reducing phenomenon of “Reimen” after boiling process was detected on lecithin and on the egg shell calcium.

key words : Reimen (Korean noodles), Lecithin, calcium of the eggshell

#### 1 緒 言

冷麺はデンプン割合が多いことから茹で伸びしやしいという欠点がある。各種ガム類やペクチン等の増粘多糖類には、各種麺類の物性を向上させる効果があると言われている。冷麺の経時的な物性変化を抑止する為に、各種増粘多糖類、ペクチン類、レシチン、卵殻カルシウム等の品質改良剤の添加効果を検討した。また、冷麺（油圧押し出し方式）の基本配合による物性面での基本特性を押さえておく必要も生じ、併せて試験した。

#### 2 実験方法

##### 2 - 1 試料

冷麺の原料粉については、小麦粉（㈱府金製粉製、オリンピック1号）、バレイショデンプン（南十勝農工連澱粉工場製、南十勝）、重炭酸ナトリウム（㈱旭硝子製）および食塩を用いた。

増粘多糖類として、カラギーナン（三晶㈱）GENU GEL

type CJ）、キサンタンガム（三晶㈱）KELTROL エコーガム）、グアーガム（三晶㈱）MEYPRO-GUAR CSA200/50）、ペクチン三種類（三晶㈱）GENU pectin LM-102AS、同 JMJ、同 DD SLOWSET）を用いた。

レシチンは、SLPホワイト（ツールレシチン工業㈱製、高純度リン脂質）、サンレシチンA-1（太陽化学㈱製、酵素分解レシチン製剤）を、卵殻カルシウムは、カルホープ（キューピー㈱製）を用いた。

##### 2 - 2 試作試験

麺の基本的な製法は下記のとおり。この製法を基本とし、主・副原料配合の割合を変化させ試作。さらに、増粘多糖類を添加（1%前後）した麺を試作した。

##### 2 - 2 - 1 冷麺の基本的な製法

デンプン60%、小麦粉40%、加水50%（対粉）、重曹1%（対粉）、食塩2%（対粉）を配合とし、既報<sup>1)</sup>での対照品の製法に準じて、油圧押し出し方式により製麺。これに増粘多糖類を適宜加えた。

\* 食品開発部



2-2-2 主原料配合検討試験

デンプン：小麦粉の比率を、30:70、40:60、50:50、60:40、70:30、80:20として試作。

2-2-3 食塩添加量検討試験

デンプン：小麦粉の比率を60:40として、食塩添加量を変えて試作。無添加(0%)、1%、2%、3%の試験区とした。

2-2-4 重曹添加量検討試験

デンプン：小麦粉の比率を60:40及び40:60として、重曹の添加量を変えて試作。無添加、0.5%、1%、2%添加の試験区とした。

2-2-5 アルカリ剤の種類検討試験

デンプン：小麦粉の比率を60:40、食塩添加量を2%に設定し、重曹、炭酸カルシウム、炭酸ナトリウム、かんすい(炭酸カリウム：炭酸ナトリウム=6:4)をそれぞれ1%添加して試作。

2-2-6 ガム類添加試験

冷麺の基本的配合をベースに、ガム類(キサンタンガム、カラギーナン、グアーガム)を対粉1%添加して試作。

2-2-7 ペクチン類添加試験

冷麺の基本的配合をベースに、ペクチン3種を対粉1%添加して試作。

2-2-8 レシチン、卵殻カルシウム剤添加試験

冷麺の基本的配合をベースに、SLPホワイト(高純度リン脂質)は対粉0.5%、サンレシチンA-1(酵素分解レシチン製剤)は対粉0.2%、カルホープ(卵殻カルシウム)は対粉1%添加して試作。

2-3 官能試験

官能試験は、評価項目を色、外観、かたさの強弱、粘弾性の強弱、かたさについての好き嫌い、粘弾性についての好き嫌い、総合評価の7項目とし、7段階(0~6点)評価で実施した。なお、パネラーはセンター職員及び関係者とした。

2-4 物性測定

(有)タケトモ電機製テンシプレス My Boy Systemを用いて、麺のかたさ(Hardness)および噛み応え(work)を1バイト法で測定した。測定はプレート型プランジャー(刃巾1mm×長さ20mm)を用いて実施した。テンシプレスでの測定条件を表1に示す。

表1 1バイト法での測定条件

Distance	15mm	Bite speed(mm/sec)	2
Clearance	0.05mm	Loadcell	10 kg
Thickness1	4mm	Plunger area (cm <sup>2</sup> )	1.000
Thickness2	7mm	Selector	99
Repeat time	1	Mode check	2
Static time	0 sec	Deformation	95%

測定用の冷麺試料の調整については、遠山ら<sup>2)</sup>の方法に従った。測定は、茹で伸びによる経時的な物性変化をみるため、乾燥しないように袋に入れ23の室温に60

分間放置したものについても測定した。

3 結果と考察

3-1 配合と麺の物性との関連

冷麺の主原料はデンプンと小麦粉であり、これにかんすいと食塩が加えられ、冷麺独特の食感を形成している。冷麺の物性的な品質向上を検討する場合、これら主・副原料が麺の物性に及ぼす影響は大きい。しかしこのことは明確に報告されておらず、配合が麺の物性に及ぼす基本特性を調査した。

3-1-1 主原料配合

デンプン、小麦粉の割合を変えた場合のかたさ(Hardness)と噛み応え(Work)測定結果を図1に示す。デンプンの割合が多くなる程、かたさが増加した。

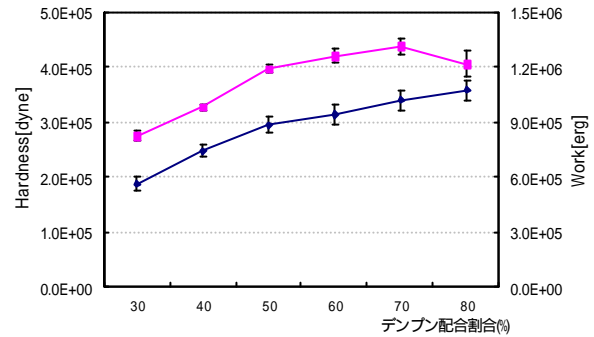


図1 デンプン配合割合別の物性測定結果

Legend: Hardness (blue line with circles), Work (pink line with squares)

3-1-2 食塩添加量

食塩添加量を変えた場合のかたさ(Hardness)、噛み応え(Work)の測定結果を図2に示す。

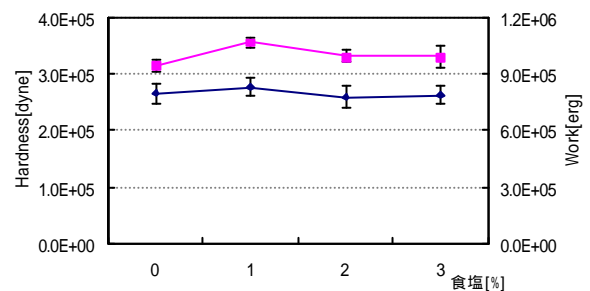


図2 食塩添加量別の物性測定結果

Legend: かたさ (blue line with circles), 噛み応え (pink line with squares)

食塩の添加量を変えた場合には、冷麺の物性にあまり変化はなかった。添加量に応じて麺に塩味を感じることはあっても、食感が変化する傾向はなかった。

3-1-3 重曹添加量とアルカリ剤の種類

重曹添加量を変えた場合のかたさ(Hardness)、噛み応え(Work)の測定結果を図3に示す。また、アルカリ剤の種類を変えた場合の官能試験の結果を図4に示す。

## 冷麺の茹で伸び防止の検討

重曹添加量を変えた試験では、デンプン配合40%の場合で重曹無添加品と0.5%添加品が、デンプン配合60%の場合で重曹無添加品が、ミキシング～製麺（押し出し）の際に軟らかすぎる状態となった。重曹添加量が少ない場合には、加水量（対粉50%）が多過ぎになると考えられた。

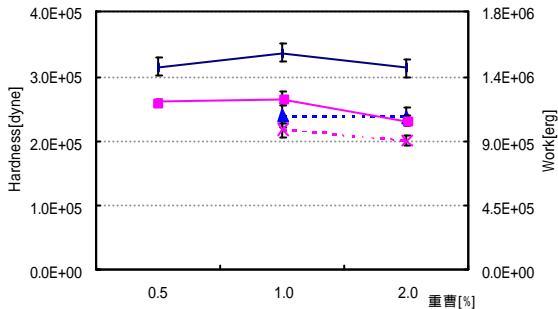
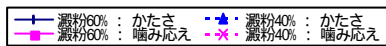


図3 重曹添加量別の物性測定結果



重曹の添加量を変えた場合、かたさ(Hardness)の変化は少ないが、噛み応え(Work)がわずかに減少する傾向があった。重曹を加えることにより、独特の風味と食感が得られるが、かたさや噛み応えに及ぼす影響は少なかった。

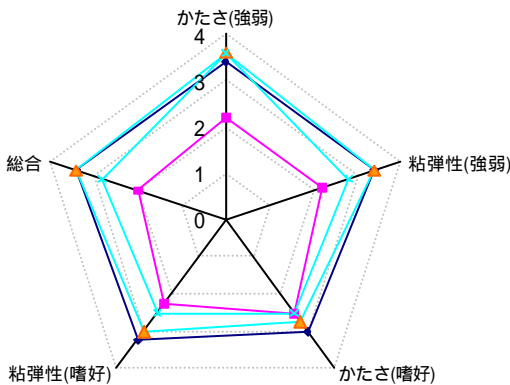


図4 アルカリ剤の種類を変えた場合の官能試験結果



アルカリ剤の種類を変えた場合には、炭酸カリウムを添加品で、かたさと粘弾性についての強弱の評価が低下した。炭酸カリウムは炭酸ナトリウムより強アルカリ性であり、麺に対するアルカリ剤の効果が強く出すぎていた。重曹と炭酸ナトリウムはほぼ同程度の評価で、かんすい(6割が炭酸カリウム)は粘弾性が中程度であった。

### 3 - 2 物性を向上するための検討

前報<sup>3)</sup>では県産麺類の品質向上の検討の一環として、冷麺の物性を向上するために3種の増粘多糖類について茹で伸び防止効果を検討した。今回の試験では、麺類に用いられることのある麺品質改良剤(増粘多糖類、レシチ

ン、卵カルシウム剤)を広範に試験することとした。

### 3 - 2 - 1 ガム類

ガム類3種類を添加した冷麺の物性測定結果を図5に示す。

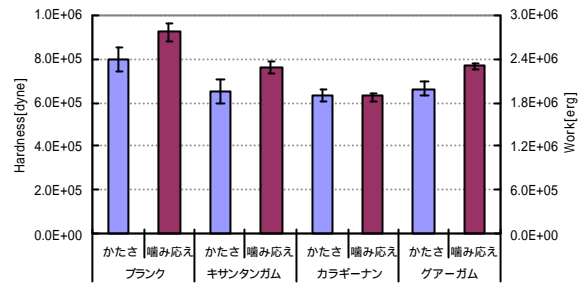
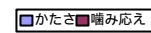


図5 ガム類添加品の物性測定結果



ガム類を添加した場合には、傾向としてかたさ(Hardness)と噛み応え(work)は、対照品よりも低くなる傾向があった。食感の変化は感じられたものの微妙な差と言えた。他の麺類での使用実績があるものの、小麦粉含量が少ない冷麺の場合には効果が発揮されにくいと考えられた。

### 3 - 2 - 2 ペクチン類

ペクチンを添加した場合の物性測定結果を図6に、官能試験結果を図7に示す。

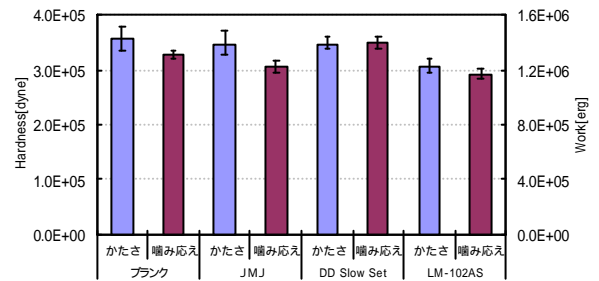


図6 ペクチン添加品の物性測定結果

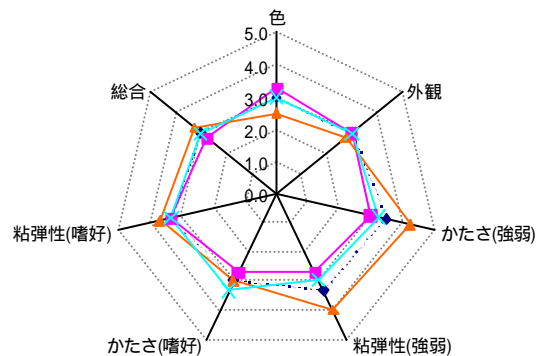


図7 ペクチン添加品の官能試験結果



7点評価法で調査。「普通」(3点)を基準とし、高い値ほど「強い」もしくは「好き」側評価。

ペクチンを添加した場合には、ペクチンがもつ“ツルツル”、“シコシコ”といった食感が増した。この独特の食感は中華麺類に向いており実際に使用されているが、冷麺に向くかどうかは評価が分かれるところであった。

### 3-2-3 レシチン、卵殻カルシウム

レシチン2種と卵殻カルシウムを添加した場合の物性測定結果を図8に、官能試験結果を図9に示す。

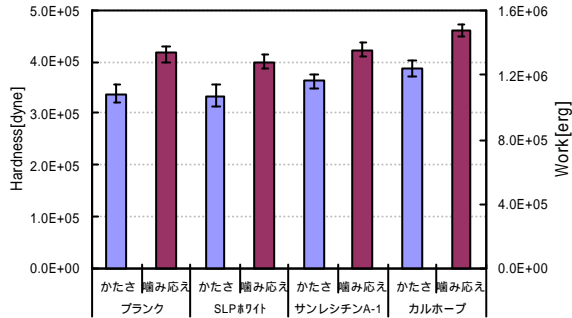


図8 レシチン、Ca 剤添加品の物性測定値

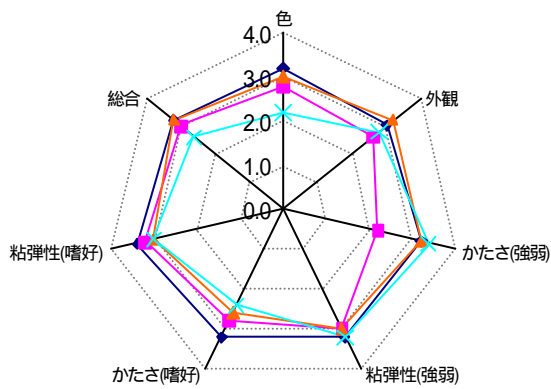


図9 レシチン、Ca 剤添加品の官能試験結果



7点評価法で調査。「普通」(3点)を基準とし、高いほど「強い」もしくは「好き」側評価。

レシチンと卵殻カルシウムを添加した場合には、ゆで直後の食感では、その効果はあまり感じられなかった。

茹で伸び防止効果を確認するために、茹で後良く水を切った麺を室温1時間放置し水戻し後、試食及び物性測定を行った。この結果を図10に示す。

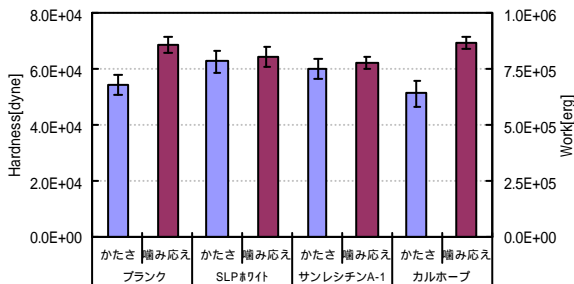


図10 レシチン、Ca 剤添加品の60分後の物性測定値

この結果より、レシチンや卵殻カルシウムを添加した冷麺は、茹で直後と比較すると確実に茹で伸びが進行している状態であったものの、対照品よりも茹で伸びの進行が遅く、茹で伸びを防止効果があることが確認された。冷麺が茹で伸びした状態では、麺線の表面から中心部に水分が移動することで水分分布が均一化<sup>4)</sup>することと、茹で時に糊化した澱粉が老化することで、脆く、ボクボクした食感になり易くなる。対照品の場合には、咀嚼時にすぐ麺がブツ切れし、口中に切れた麺が溢れた。これに対しレシチンを添加した冷麺では、この様な状態にはならなかった。レシチンが持つ様々な機能<sup>5)</sup>の中で乳化作用やデンプンの老化防止作用等が効果していると考えられた。卵殻カルシウムを添加した冷麺の場合にも茹で伸び防止効果が認められたものの、その効果はレシチンよりも弱かった。卵殻カルシウムの麺類に対する作用効果が小麦蛋白質に対するもので、冷麺の場合は小麦粉の割合が少ないので効果が発揮されにくいと考えられた。

## 4 結 言

冷麺はデンプンの割合が多いことから茹で伸びし易い。冷麺の原料配合が物性に及ぼす基本的な特性を調査するとともに、茹で伸びを抑制する為の検討を行った。その結果、以下のことが判明した。

- (1) 冷麺の物性(かたさ、噛み応え)には、デンプン含量が大きく影響し、デンプンの割合が多くなると麺はかたく、噛み応えが強くなった。
- (2) 重曹は冷麺に独特の食感と風味を付与しているが、かたさや噛み応えへの影響は少なかった。
- (3) ガム類やペクチン類の中には、それぞれ特徴的な食感を付与するものもあったが、その差は僅かなものであった。
- (4) レシチンと卵殻カルシウムの場合には、茹で後1時間経過した麺を試験したところ、茹で伸びが少なく、茹で伸びを抑制する効果があると判断された。

## 文 献

- 1) 武山進一, 笹島正彦, 関村照吉, 遠山良, 荒川善行: 岩手工技セ研報, 7, 123(2000)
- 2) 遠山良, 種谷真一: 食科工, 46, 155(1999)
- 3) 武山進一, 笹島正彦, 遠山良, 荒川善行: 岩手工技セ研報, 8, 171(2001)
- 4) 小田聞多著: 新めんの本, p88, 食品産業新聞社(1994)
- 5) 関谷啓治: 乳化・安定剤総覧(別冊フードケミカル-8), 46(1996)
- 6) 黒田南海雄, 久能昌朗: フードケミカル, No.8, 101(1999)

## 電子レンジ調理用冷麺の検討

武山 進一<sup>\*</sup>、笹島 正彦<sup>\*</sup>、関村 照吉<sup>\*</sup>、遠山 良<sup>\*</sup>

冷麺の調理法を簡便にするために電子レンジ調理用冷麺（レンジアップ冷麺）を検討した。茹で時間を1分にして調整した冷麺を、7℃で保存した場合、加熱時間は600Wの電子レンジで80秒であった。電子レンジ調理によりかたさ・噛み応えともに減少し、ゴムの様な弾力性が強くなくなったが、レシチンを添加することで弾力性の質の変化を少なくすることが出来た。

キーワード：冷麺、電子レンジ

## Investigation of “Reimen” (Korean noodle) for the Microwave oven Cooking

TAKEYAMA Shinichi, SASAJIMA Masahiko, SEKIMURA Teruyoshi  
and TOYAMA Ryo

The procedure of microwave oven cooking for “Reimen” (Korean noodle) was investigated to make the cooking method easy. When the boiling time was adjusted to one minute, and preserved at 7℃, heating time was 80 seconds on 600W. Hardness and breaking energy of “Reimen” were reduced by the microwave cooking, and the quality of elasticity became like rubber. The change of elasticity could be prevented by addition of lecithin to “Reimen”.

**key words : Reimen (Korean noodles), microwave oven**

### 1 緒 言

冷麺は澱粉の含量が高い為に茹で伸びし易く、そのままでは茹で麺の店頭での販売には向かない。一方、コンビニエンスストアやスーパーでは、調理済みのうどん、ソバ、中華麺類がパック詰で販売され、簡便に食したいという消費者のニーズに対応している。冷麺においてもこのような形態での商品化が期待されていたことから、電子レンジでの加熱調理を前提とした冷麺（レンジアップ冷麺）を検討した。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 試料

冷麺の原料粉については、小麦粉（㈱府金製粉製、オリンピック1号）、バレイショデンプン（南十勝農工連澱粉工場製、南十勝）、重炭酸ナトリウム（㈱旭硝子製）および食塩を用いた。

茹で麺の包装は、発泡スチロール製トレイ（中央化学㈱製 CS19-9、194×93×25mm、容量約230ml）に麺を載せ、ポリエチレン製袋（サーモ㈱製 ハイポリ NO.9、0.03×150×250mm）に入れシールを行った。

更に、茹で伸び防止効果の期待される品質改良剤として、レシチンを試験した。レシチンは、SLPホワイト（ツルレーシチン工業㈱製、高純度リン脂質）、サンレシチンA-1（太陽化学㈱製、酵素分解レシチン製剤）を用いた。

#### 2 - 2 試作試験

麺の基本的な製法は下記のように行った。この製法を基本とし、主・副原料配合の割合を変化させ試作した。

##### 2 - 2 - 1 冷麺の製麺

冷麺の基本的な製麺条件は、デンプン60%、小麦粉40%、加水50%（対粉）、重曹1%（対粉）、食塩2%（対粉）を配合とし、既報<sup>1)</sup>での対照品の製法に準じて、油圧押し出し方式により製麺した。

\* 食品開発部

ミキシングは、(株)愛工舎製作所製マイティ25を用い118rpmで行った。

2-2-2 レンジアップ冷麺の調整

電子レンジ調理用冷麺(以下、レンジアップ冷麺)の調整は、製麺した冷麺を熱湯で1分間茹で上げ、流水中で1分間冷やし、水切りした麺を100gずつ発泡スチロールトレイに載せ、ポリエチレン袋に入れてシールした。これを7の恒温器で約24時間保存した。保存温度は、コンビニエンスストアでの棚温度(5~10)を想定した。

2-2-3 レシチン添加品の調整

レシチンを添加したレンジアップ冷麺の調整は、デンプン含量60%とする基本的な配合の冷麺に、粉に対してSLPホワイト添加品は0.5%、サンレシチンA-1添加品は0.2%添加して製麺し、これをレンジアップ冷麺に調整した。

2-3 官能試験

官能試験は、評価項目を色、外観、かたさの強弱、粘弾性の強弱、かたさについての好き嫌い、粘弾性についての好き嫌い、総合評価の7項目とし、7段階(0~6点)評価で実施した。なお、パネラーはセンター職員及び関係者とした。

2-4 物性測定

(有)タケトモ電機製テンシプレス My Boy Systemを用いて、麺のかたさ(Hardness)および噛み応え(work)を1バイト法で、麺のしなやかさ(Pliability)、脆さ(Brittleness)を積算微小変位測定法で測定した。測定はプレート型プランジャー(刃巾1mm×長さ20mm)を用いて実施した。テンシプレスでの測定条件を表1・2に示す。

表1 1バイト法での測定条件

Distance	15mm	Bite speed(mm/sec)	2
Clearance	0.05mm	Loadcell	10 kg
Thickness1	4mm	Plunger area (cm <sup>2</sup> )	1.000
Thickness2	7mm	Selector	99
Repeat time	1	Mode check	2
Static time	0 sec	Deformation	95%

表2 積算微小変位測定法での設定条件

Distance	15mm	2nd Thickness1	7mm
Clearance	0.05mm	2nd Thickness2	7mm
Thickness 1	7mm	Multi Repeat time	1
Thickness 2	7mm	2nd Speed	2.0mm/s
Repeat time	45	Add value	0.1mm
Bite speed	2mm/sec	Selector	99
2nd Distance	0.3mm	Mode check	7

測定用の冷麺試料の調整については、遠山ら<sup>2)</sup>の方法に従った。

3 結果と考察

3-1 製造条件の検討

3-1-1 レンジ加熱条件の検討

通常の茹で条件(2.5分)で茹で上げた冷麺を用いて調整したレンジアップ冷麺を用いて、電子レンジでの加熱調理条件の検討をおこなった。麺(100g)はポリエチレン袋から取り出し、発泡スチロールトレイに載った状態で、電子レンジ(600W)で時間を変えて加熱した。加熱後、流水中で1分間冷却後水切りし、これを試食して評価した。

その結果、加熱時間を80秒とした。麺が再加熱により茹で上がり、局部的な過加熱(オーバークッキング)がなるべく起こらない加熱時間であった。

3-1-2 茹で時間の検討

麺を1、1.5、2、2.5分間茹で上げ、7 24時間保存したものを、600W80秒の電子レンジ加熱を行い、官能試験及び物性測定を行った。かたさ(Hardness)、噛み応え(work)の測定結果を図1に示す。

茹で時間が少ないほど、かたさ、噛み応えの値が高くなった。レンジアップ冷麺では麺の加熱は、調整時の茹で上げと、電子レンジでの加熱調理の2段階になる為、調整時の茹で上げを出来るだけ短時間で済ませなければならなかった。

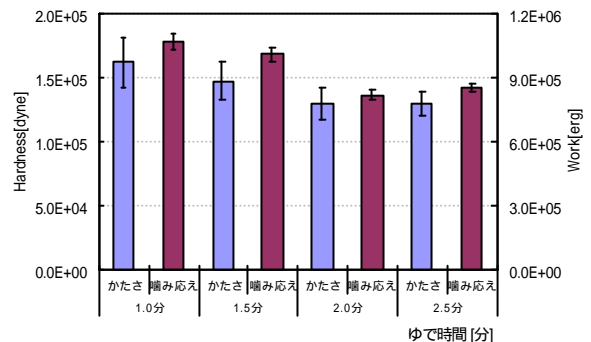


図1 茹で時間別かたさ、噛み応え測定結果

3-1-3 主原料配合の検討

デンプン含量40%、50%、60%、70%で製麺し、前述の条件で調整~レンジ加熱を行った。物性測定結果を図2に示す。

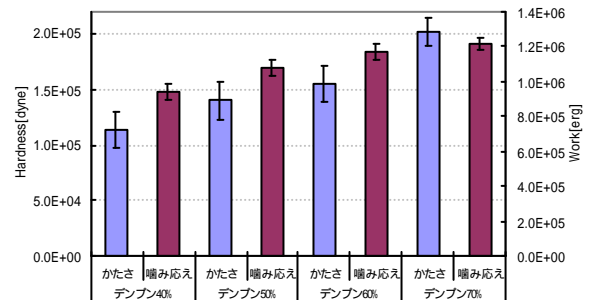


図2 主原料配合別のかたさ測定結果

## 電子レンジ調理用冷麺の検討

かたさ、噛み応えともに、デンプン含量が高くなるにつれて増加し、通常に茹でた冷麺と同様の傾向であった。

食感は、デンプン含量が少ない程、ボソボソした食感となり外観は肌荒れが顕著になった。デンプン含量が60%と70%の麺の場合には、弾力が感じられるものであったが、デンプン含量70%の場合には局部的に茹で不足となる傾向があった。このことから、デンプン含量60%をとした。

### 3-2 レンジ加熱による麺の変化

冷麺を熱湯で茹でた場合と、電子レンジで加熱した場合の違いを調べた。

茹で時間2.5分の冷麺と、茹で時間1分でレンジ加熱600W・80秒のレンジ加熱冷麺の1バイト法による物性測定結果を図3に、積算微小変位測定法によるPliabilityと、Brittlenessの結果を図4に示す。

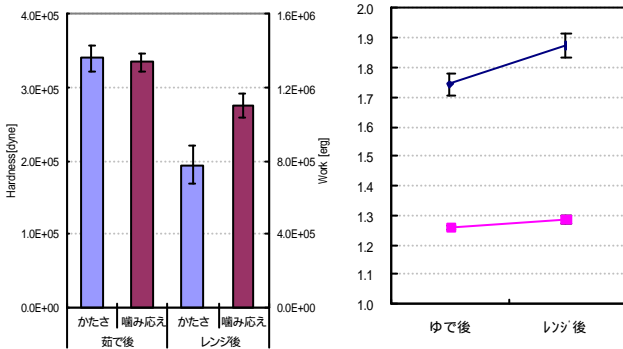


図3 レンジ加熱による物性変化 (1バイト法)

図4 レンジ加熱による変化 (積算微小変位測定法)

— Pliability — Brittleness

冷麺を電子レンジで加熱すると、その食感はゴムの様な弾力性が増した。通常の冷麺に比べると、1バイト法による物性測定結果では、かたさ(Hardness)は約40%減少、噛み応え(Work)は約20%減少した。積算微小変位測定法による測定結果では、Pliability(しなやかさ、柔軟性)値は1.74から1.87に上昇し、Brittleness(脆さ)値については、1.258から1.287と僅かに上昇した。Pliabilityは降伏点迄の、バネ応力面積値÷変形応力面積値とする指標<sup>3)</sup>で、1に近づくほどバネの弾性に近くなる。以上の結果から、レンジ加熱することにより、(1)麺のかたさや噛み応えが低下、(2)食感にゴムの様な弾力性が増すことでPliability値が増加した、と考えられた。

### 3-3 レンジアップ冷麺の食感向上

レンジアップ冷麺は、今回の製法では一旦短時間(1分)の茹で処理を行い、これを密封包装し7 保存(1日間)後、電子レンジで調理することとした。このため、保存期間内での麺の茹で伸びによる品質低下は避けられない。デンプンの老化については、電子レンジでの再加熱により再アルファ化することが可能であるが、麺線の表面付近から中心部への水分移行する現象<sup>4)</sup>は避けられ

ない。この対策としてレジチンの添加を検討することにした。

レジチン2種を添加したレンジアップ冷麺の物性測定結果を図5から6に、官能試験結果を図7に示す。

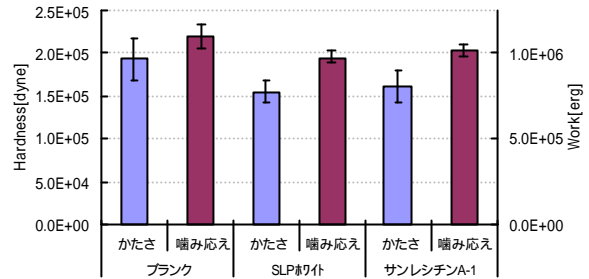


図5 レジチン添加品の物性測定結果 (1バイト法)

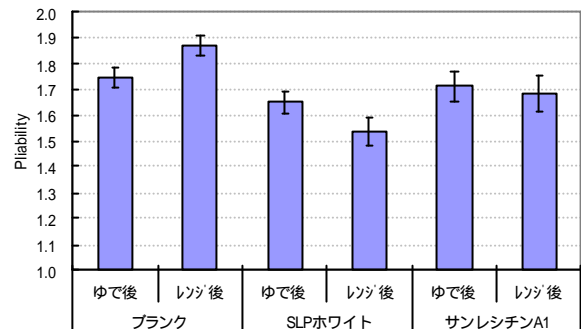


図6 レジチン添加品の物性測定結果 (積算微小変位測定法 Pliability)

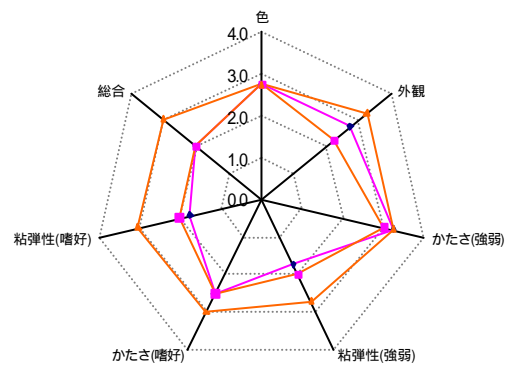


図7 レジチン添加レンジアップ冷麺の官能試験結果

— ブランク — SLPホワイト — サンレジチンA-1

7点評価法で調査。「普通」(3点)を基準とし、高い値ほど「強い」もしくは「好き」側評価。

レジチンを添加することにより、かたさ(Hardness)と噛み応え(Work)は低下した。積算微小変位測定法でのPliability値(しなやかさ、柔軟性)については、同様に低下傾向となったが、レンジ加熱による変化では、対照品のPliabilityが上昇したのに対し、レジチン添加品

ではPliabilityは低下した。冷麺はレンジ加熱によりゴムの様な弾力性が強くなるが、レシチンを添加することでこの傾向は抑制された。

官能試験結果からは、対照品(レシチン無添加)は粘弾性に関する2項目(強弱、嗜好)と、かたさ(嗜好)が低値であった。これに対し、レシチン「サンレシチンA-1」(酵素分解レシチン、リゾレシチン)添加品では、これらの項目は高値となり、この差が総合評価での差と現れた。対照品では、前述したようにレンジ加熱時の麺の弾力の質が変化した為に評価を低くしたのに対し、添加品は本来の冷麺に近い弾力でこの点が評価されたものと考えられる。もう1種のレシチン「SLPホワイト」(高純度レシチン)添加品では、前述した物性測定結果(1バイト法)に現れているように、「やわらかすぎ」の食感であったことから全体的に低い評価であった。レシチンの種類、添加量についてより詳細な検討をする必要があると思われた。

今回の試験で使用したレシチンは大豆レシチンであり、多種類ある中から、高純度タイプと酵素分解処理されたタイプの2種を検討した。麺類に対する効果として前者は品質改良、澱粉の糊化促進の効果<sup>5)</sup>、後者については食感(コシ)の向上、茹で伸び抑制、老化抑制、茹で時間短縮の効果<sup>6)</sup>があるとのこと。特に、後者の酵素分解レシチン(リゾレシチン)は、アミロースとの強い複合体形成能やデンプンの糊化温度低下能<sup>7-9)</sup>があるとされている。今回検討したレンジアップ冷麺への添加ではそれらの特徴が総合的に効果を発揮したものと思われた。

#### 4 結 言

冷麺を簡便に食したいという消費者ニーズに対応するため、電子レンジ調理用冷麺(レンジアップ冷麺)を検討した。その結果以下のことが判明した。

- (1) 電子レンジでの加熱調理を考慮すると製麺後の茹で時間を短時間にする必要があり、茹で時間を1分間とした。
- (2) 7 で保存したレンジアップ冷麺100gのレンジ加熱時間は80秒(600W)であった。
- (3) レンジ加熱により冷麺はかたさが40%減少し、噛み応えは20%減少したが、ゴム様の弾力性が強くなった。
- (4) レシチン添加によりレンジ加熱による麺の弾力性の質の変化は少なくなり、官能的な評価は向上した。

#### 文 献

- 1) 武山進一, 笹島正彦, 関村照吉, 遠山良, 荒川善行: 岩手工技セ研報, 7, 123(2000)
- 2) 遠山良, 種谷真一: 食科工, 46, 155(1999)
- 3) (有)タケトモ電機 「積算微小変位測定」資料
- 4) 小田聞多著: 新めんの本, p88, 食品産業新聞社(1994)
- 5) ツルーレシチン工業(株) 製品試料
- 6) 太陽化学(株) 製品資料
- 7) 高行植: ジャパンフードサイエンス, 31(12), 50(1992)
- 8) 松岡一裕: フードケミカル, No. 4, 54(1988)
- 9) 青井暢之: フードケミカル, No. 12, 48(1989)

## 小麦品種 ‘東北214号’ 粉の製パン性

関村 照吉\*、遠山 良\*

製パン性が高い品種として育種された‘東北214号’粉と既存品種の小麦粉を用い、自動ホームベーカリーでパンを焼き、製パン性について比較した。その結果、平成13年度岩手県産の‘東北214号’粉のタンパク質は11.2%であり、ブラベンダーテストでは中力粉の値を示した。食パンの比容積は、市販パン用粉には及ばないが県内産小麦粉の中では最大であり、市販パン用粉と同程度の白さであった。フランスパンの比容積は市販パン用粉と同程度であったが色は黒かった。  
キーワード：国内産小麦粉、‘東北214号’、製パン性

## The Baking Quality of the 'Tohoku 214' flour

SEKIMURA Teruyoshi and TOYAMARyo

The 'Tohoku 214' flour bred anticipating the high baking quality was evaluated of the baking quality compared with ordinary types by using automatic home bakery. As a result, the 'Tohoku 214' flour harvested in Iwate Prefecture 2001 has 11.2% of the protein content, and the Brabender analytical test showed the value of medium type flour. The specific volume of the 'Tohoku 214' bread did not reach for the marketing bread but showed the maximum value among the other bread in Iwate Prefecture, also, its color was as white as the marketing bread. The specific volume of the 'Tohoku 214' of French bread was close to the marketing French bread, but the color was darker.

**Key words** domestic flour, 'Tohoku 214' flour, baking quality

### 1 緒言

一般的に国内産小麦はタンパク含量が低く、これまで製パン性が高いと評価された品種は少なかった。独立行政法人農業研究機構東北農業研究センターで育種した小麦新品種‘東北214号’は製パン性が高い品種<sup>1)</sup>として有望視されている。この小麦粉と既存品種の‘ナンブコムギ’粉と‘コユキコムギ’粉及び市販パン用粉を用い、製パン技術に差ができないように、自動ホームベーカリーでパンを焼いて、製パン性について比較した。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

‘東北214号’粉は平成13年度岩手県玉山村産で、菅原製粉製麺工場マーケットミルにより製粉したものを使用した。‘ナンブコムギ’粉は平成13年度岩手県産を東日本産業(株)で、‘コユキコムギ’粉は平成13年度岩手県産を府金製粉(株)で、それぞれマーケットミルにより製粉したものを使用した。また、市販パン用粉は日本製粉(株)の‘イーグル’を用いた。

#### 2-2 製造方法

自動ホームベーカリー(象印マホービン(株)BBC-S1

5)を用い、食パンコースとフランスパン風コースの既定値<sup>2)</sup>でパンを焼いた。パンは機種差が出ないように、4品種を4台のホームベーカリーにランダムに割り振り、それを5回繰り返しその平均値を求めた。

原料配合は、食パンは1.5斤分とし、小麦粉375g、ドライイースト4.5g、食塩3.8g、砂糖12g、スキムミルク9g、無塩バター22.5g、水280ccとした。また、フランスパンは1斤分とし、小麦粉290g、ドライイースト3g、食塩3g、レモン汁3cc、水190ccとした。

#### 2-3 原料小麦粉分析

水分はアルミ秤量管に直接採取し、135の通風乾燥器で2時間乾燥し測定した。灰分は550のマッフル炉で灰化して測定した。タンパク質はセミマイクロケルダール法で分析し、タンパク質係数5.7を乗じた。

ビスコグラフとファリノグラフは共にブラベンダー社製を用いて測定した。

#### 2-4 パンの分析

水分はアルミ秤量管に直接採取し、135の通風乾燥器で2時間乾燥し測定した。パンの容積はナタネ粒を用いて計測し、パンの容積を重量で割った比容積を求めた。パン白度は色彩色差計(ミノルタ(株)CR-200)を用い、

\* 食品開発部



明度L\*値を白度として各10回測定後平均値を求めた。

3 実験結果及び考察

3-1 原料小麦粉の特性値

原料小麦粉の分析値を表1に示す。

表1 原料小麦粉の特性値

	水分(%)	灰分(%)	タンパク質(%)
東北214号粉	16.3	0.41	11.2
ココキコムギ粉	14.1	0.46	9.2
ナンブコムギ粉	12.7	0.49	10.3
市販パン用粉	14.1	0.37	11.7

東北214号'粉の水分は他に比較して高く、最小の'ナンブコムギ'粉との差は3.6%もあった。灰分は'ナンブコムギ'粉が最大であった。タンパク質は'東北214号'粉は市販パン用粉に次いで多く11.2%であった。

3-2 ブラベンダー特性値

4種類の小麦粉のアミログラムとファリノグラムの特性値を表2に示す。どの小麦粉も低アミロ小麦ではなかった。ファリノグラムの吸水率、生地安定度、パロリー

表2 小麦粉のブラベンダー特性値

	アミログラム		ファリノグラム		
	糊化開始温度(°C)	最高粘度(BU)	吸水率(%)	生地安定度(分)	パロリーメーターパリュー
東北214号粉	62.5	572	63.7	3.6	51
ココキコムギ粉	61.2	964	63.7	3.4	40
ナンブコムギ粉	71.0	902	62.0	1.3	36
市販パン用粉	62.0	774	66.6	11.8	75

メター・パリューは市販パン用粉は強力粉、他の品種は中力粉の値を示した。

3-3 食パンの特性値

食パンの分析値を表3に示す。

表3 食パンの特性値

	水分(%)	比容積	白度
東北214号粉	47.9	4.91	73.44
ココキコムギ粉	45.7	4.81	74.76
ナンブコムギ粉	45.6	4.37	71.44
市販パン用粉	46.2	5.24	73.70

食パンの水分は'東北214号'粉のパンが最大であった。比容積は'東北214号'粉のパンが県内産小麦粉の中では最大で、'ナンブコムギ'粉のパンはボリュームが小さかった。図1に4種類の小麦粉で焼いたパンの写真を、図2に内層の写真を示す。



ナンブコムギ粉

市販パン用粉

ココキコムギ粉

東北214号粉

図1 食パン



図2 食パンの内層

図2のパンの内層の比較では、‘ナンプコムギ’粉のパンのキメが荒く、他は同程度であった。パンの白度は、‘コクキコムギ’粉のパンが白く、‘ナンプコムギ’粉のパンが黒かったが、‘東北214号’粉のパンは市販パン用粉と同程度であった。

### 3-4 フランスパンの特性値

油脂や砂糖の入ったrich typeの食パンよりも、それらに入らないlean typeのフランスパンに県産小麦の香りなどの特徴が現れる<sup>3)</sup>ため製造した。

表4にフランスパンの特性値を示す。フランスパンの水分も‘東北214号’粉のパンが最大であった。比容積は市販パン用粉と‘東北214号’粉のパンは同程度であった。‘ナンプコムギ’粉のフランスパンは食パン同様にボリームが無かった。図3にフランスパンの写真を、図4に内層の写真を示す。図4のパンの内層の比較でも食パン

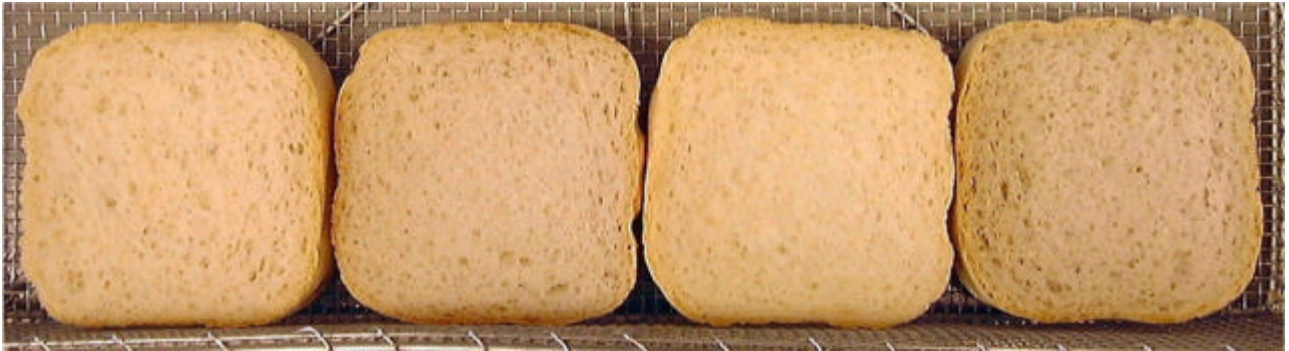
同様に‘ナンプコムギ’粉のパンのキメが荒く、他は同程度であった。パンの白度は、食パンの場合とは異なり、市販パン用粉のフランスパンが最大で白く、県内産の3品種のフランスパンは黒く、‘東北214号’粉のパンも市販パン用粉との色の差は明確であった。

表4 フランスパンの特性値

	水分(%)	比容積	白度
東北214号粉	48.0	3.87	69.59
コクキコムギ粉	46.6	3.57	72.66
ナンプコムギ粉	45.9	3.26	66.47
市販パン用粉	46.8	3.84	74.18



図3 フランスパン



ココキコムギ粉

東北214号粉

市販パン用粉

ナンブコムギ粉

図4 フランスパンの内層

#### 4 結 言

これまで国内産小麦には、一般的にタンパク含量が低く製パン性が高いと評価された品種は少なかった。小麦新品種‘東北214号’は製パン性が高い品種として有望視されていることから、この小麦粉と既存品種の‘ナンブコムギ’粉と‘ココキコムギ’粉及び市販パン用粉を用い、自動ホームベーカリーでパンを焼き、製パン性について比較した。その結果、

- 1) 平成13年度岩手県産の‘東北214号’粉のタンパク質は、市販パン用粉に次いで多く11.2%であり、ファリノグラムの吸水率、生地安定度、バロリーメーター・バリュウは中力粉の値を示した。
- 2) 食パンの比容積は‘東北214号’粉のパンは、県内

産小麦粉の中では最大であった。白度は、市販パン用粉と‘東北214号’粉のパンは同程度であった。

- 3) フランスパンの比容積は市販パン用粉と‘東北214号’粉のパンは同程度であった。白度は、市販パン用粉のフランスパンは白く、県内産の3品種は黒かった。食パンとは異なり市販パン用粉との色の差は明確であった。

#### 文 献

- 1) パン用小麦‘東北214号’：独立行政法人農業研究機構東北農業研究センター資料
- 2) 自動ホームベーカリーご愛用の手引き：象印マホービン(株)
- 3) 荒川善行, 吉田和美, 高橋正一：本誌, 4, 183 (1997)

## 小麦品種 ‘ネバリゴシ’ 粉を使用した加工品の比較評価

関村 照吉\*、笹島 正彦\*、武山 進一\*、遠山 良\*

低アミロース小麦の ‘ネバリゴシ’ は、従来の製めんより加水量を減らす、ゆで時間が短いなどの特徴があることを報告した。さらに、めん以外の加工適性も評価するため、県内の製造業者に各社のアイデアで加工品を作ることを依頼し、官能試験により適性を評価した。その結果、 ‘ネバリゴシ’ 粉のタンパク質は8.97%であり、中力粉の特性を示した。製粉は ‘ナンブコムギ’ と同等であった。各社のコメントの中で、将来性について前向きなのは、ゆでひつまみ(100%)他7種類あった。また、試料を評点分布で4つのグループに分け、現時点で適性があると考えられるものは、ピーナッツ南部せんべい(100%)他16種類であった。

キーワード： ‘ネバリゴシ’、加工適性、官能試験

## The evaluation of the 'Nebarigoshi' flour products

SEKIMURA Teruyoshi , SASAJIMA Masahiko , TAKEYAMA Shinichi  
and TOYAMA Ryo

The our former reports of the 'Nebarigoshi', the low amylose contents wheat, showed the characteristic of short boiling time and less water quantity in manufacturing noodle. More, to evaluate processing suitability by sensory tests in products, each Food Industry was requested to manufacture originals. As a result, the 'Nebarigoshi' flour contents 8.97% protein and showed the medium type flour characteristic. The comments of flour milling was similar to the 'Nanbukomugi' flour. Possibility of the 'Nebarigoshi' products were positively commented on the 'Hittsumi'(100%) and other 7 kinds of products. Also, the peanut 'Nanbu-senbei'(100%) and 16 kinds of products were thought adequate in presently dividing all products in 4 segments by sensory test evaluation.

**Key words: 'Nebarigoshi' flour, processing suitability, sensory test**

### 1 緒 言

岩手県は平成12年度に小麦の品種 ‘ネバリゴシ’ を奨励品種とした。この小麦は、低アミロース小麦で製めん適性が優れている<sup>1)</sup>とされ、当センターでも特徴のあるめんができること、従来の製めん試験法より加水量を減らすこと、めんのゆで時間を短くする必要があることを報告<sup>2)</sup>した。さらに、中華まんじゅうを製造し粘弾性に特徴があると評価されたこと、奨励品種となったことにより収穫量が増えると予想されることから、めん以外の加工適性も評価する必要があった。このため、関連組合を通じ、県内の食品製造業に各社のアイデアで加工品を作ることを依頼し、関係者による官能試験を実施し加工適性を評価したので報告する。

なお、この事業は東北製粉協同組合岩手事務所(事務所長 大森信)が平成13年度に実施した小麦新品種定着促進業務委託事業により実施したものである。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 試料

ネバリゴシ粉は平成13年度岩手県産で、菅原製粉製麺工場でマーケットミルにより製粉したものを使用した。

#### 2 - 2 ネバリゴシ粉の分析

東北製粉協同組合本部(仙台市)で行った。

#### 2 - 3 ネバリゴシ粉使用試作品とコメントの記入

表1にネバリゴシ粉を使用した試作品を依頼した工場と試作品の一覧を示す。合計で5組合、22社、26種類、84点の試作品について下記の内容を依頼した。

1) 試食会の試料として提出しない場合でも、ネバリゴシ粉を試作品の小麦粉使用量の全量置き換えたものは必ず試作しコメントを記入する。

2) ネバリゴシ粉の割合をできるだけ多く使用したものを試作し提出する。

3) 従来の小麦粉との比較のため、試食会には従来の小麦粉で作ったものも自社製品として提出する。

4) ネバリゴシ粉の特性を生かした新製品が試作された場合は、必ずしも従来品と比較する必要がないことから、これ単独の提出でよいが、この場合にもネバリゴシ粉の使用割合を記入する。

5) コメント欄の機械作業性、扱いやすさ、味、食感、将来性を記入する。

#### 2-4 試作品の試食

食味試験は平成13年11月7日に生めん類、パン類、ピザを23名で、また平成13年11月21日に乾麺類、せんべい類、お菓子類、ナンを25名で試食評価した。官能試験用紙により7段階で、既存の自社製品があるものはそれを参考に、ないものは単独で評価した。調理が必要なものは、調理方法の提示を受け、それに従い調理し試験者に提供した。集計は、かなり悪いを40点、やや悪いを50点、わずかに悪いを60点、普通を70点、わずかに良いを80点、やや良いを90点、かなり良いを100点として、各項目の得票で総得点を算出し、平均や95%信頼区間などを求めた。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 ネバリゴシ粉の分析値と製粉の感想

ネバリゴシ粉の分析値を表2に示す。タンパク質は8.97%であり、ファリノグラムの値などから中力粉の特性を示した。菅原製粉製麺工場による製粉の感想は、「原料小麦の外観はキタカミコムギより色が濃く、ナンブコムギに似た色合いでやや太り気味であった。皮離れもまた粉碎されたものの篩い分けもナンブコムギと同等であった。」とのことであった。

#### 3-2 試作品のコメント及び官能試験結果

各社から戴いた試作品のコメントの内、将来性について前向きなのは、ゆでひつつみ(100%：以下小麦使用量の何%をネバリゴシ粉に置き換えたものか)、バターロール(100%)、バターロール(40%)、食パン(30%)、がんづき(100%)、冷凍ピザ(100%)、ごま南部せんべい(100%)、蒸しまんじゅう(100%)であった。また、コメントと官能試験結果は紙面の都合で全部を記載できないので報告書<sup>3)</sup>を参照されたい。

#### 3-3 官能試験結果の評点分布

官能試験評点のグラフから、供試された試料は、評価が平均的に大きいもの、逆に平均的に小さいもの、あるいは評価項目の一部だけが大きいものや小さいものなど、いろいろなパターンがあることが解った。縦軸に評点の合計を取り、横軸に評価項目間の標準偏差を取った図1を示した。横軸の標準偏差は項目間のバラツキを表し、大きいほど項目間の評価に差があることを示し、図の右上ほど評点の合計点も大きく、各項目の評価とバラツキが少なく、他の試作品に対して加工に適性と評価されたものが分布する。また、例えば中華めんは評価項目の内、色の評価が極端に低く、それが良くなれば、全体として

の評価も高くなる可能性があるなどの改善策も知ることができた。

#### 3-4 試食資料の分類

図1の縦軸と横軸の平均値で試食試料を4つのグループに分類した結果を表3に示した。ただし、限られた期間内に提供戴いた試作品について、限定された試験者により評価されたものにすぎず、今後各社の研究により、さらに‘ネバリゴシ’粉の加工に適する製品が生まれる可能性が十分にあることから、ここに記載したものに限定されるものではないことをお断りする。

### 4 結 言

製めん性が高いと言われている低アミロース小麦の‘ネバリゴシ’粉を使用し、めん以外の加工適性も評価するため、県内の食品製造業に加工を依頼し、官能試験を実施し加工適性を評価した。

その結果

- 1) ネバリゴシ粉のタンパク質は8.97%であり、ファリノグラムの値から中力粉の特性を示した。
- 2) 製粉性はナンブコムギと同等であった。
- 3) 各社から戴いた試作品のコメントの中で、将来性について前向きにとらえているものは、ゆでひつつみ(100%)、バターロール(100%)、バターロール(40%)、食パン(30%)、がんづき(100%)、冷凍ピザ(100%)、ごま南部せんべい(100%)、蒸しまんじゅう(100%)であった。
- 4) 試作品を官能試験結果の評点分布で4つのグループに分け、現時点で適性と考えられるものは、ピーナッツ南部せんべい(100%)、醤油ごま南部せんべい(100%)、ごま南部せんべい(50%)、ごま南部せんべい(100%)、どら焼き(50%)、どら焼き(100%)、オレンジケーキ(50%)、オレンジケーキ(100%)、干しそば(80%)、干しそば(100%)、冷凍ピザ(100%)、ナン(100%)、ゆでひつつみ(100%)、バターロール(100%)、蒸しパン(100%)、食パン(60%)、かぼちゃクッキーせんべい(50%)であった。

### 文 献

- 1) 有望系統‘東北206号’について、育成地(東北農試)による特性評価：岩手県農業研究センター、平成12年2月18日資料
- 2) 関村照吉、笹島正彦：本誌、8、69(2001)
- 3) 平成13年度小麦新品種定着促進業務委託事業報告書：東北製粉協同組合岩手事務所(2002)

小麦品種‘ネバリゴシ’粉を使用した加工品の比較評価

表1 ネバリゴシ粉を用いた試作品と官能評価項目

岩手県乾麺工業協同組合		
株式会社 小山製麺	そうめん	
株式会社 戸田久	干しうどん	
株式会社 暮石商店	ひやむぎ	
有限会社 吉田製麺	乾卵めん	
株式会社 北館製麺	干しそば	
岩手県生めん協同組合		
株式会社 みたけ製麺	生冷めん	ゆでうどん
有限会社 さいと製麺	ゆでそば	
有限会社 藤根食品	ゆでひつつみ	
有限会社 吉田製麺	生卵めん	
株式会社 中野製麺	生中華めん	
岩手県菓子工業組合		
有限会社 かぎや菓子舗	蒸しまんじゅう	
有限会社 中松屋	どら焼き	蒸しまんじゅう
	焼きまんじゅう	食パン
津志田菓子舗	オレンジケーキ	
岩手県パン工業組合		
糧玄食品 株式会社	ロールパン	
一野辺製パン 株式会社	食パン	玄米蒸しパン
	あんドーナツ	
株式会社 オリオンペーカリー	バターロール	食パン
白石食品工業 株式会社	食パン	がんづき
	バターロール	
グリーンベル	バターロール	
岩手県南部煎餅連合会		
老舗白沢せんべい店 株式会社	かぼちゃクッキーせんべい	ごま南部せんべい
町屋煎餅 有限会社	醤油ごま南部せんべい	ピーナツ南部せんべい
有限会社 盛岡せんべい店	ごま南部せんべい	ピーナツクッキーせんべい
その他		
ライオンフーズ 株式会社	冷凍ピザ	パン粉
岩手県工業技術センター	ナン	

表2 ネバリゴシ粉の分析値

品種	一般成分		アミログラム		ファリノグラム		エキステンソグラム			
	水分(%)	灰分(%)	タンパク含量(%)	糊化開始温度(°C)	アミログラム最高粘度(BU)	吸水率(%)	生地安定度(分)	パロリーメター・パリュール	面積(cm <sup>2</sup> )	伸長抵抗/伸長度
ネバリゴシ	12.9	0.44	8.97	56.0	990	55.7	1.4	36	72	1.94

表3 試食試料の分類

評点合計が大きく、項目にも差がないもの、現時点で適と考えられるもの	ピーナツ南部せんべい(100%)	醤油ごま南部せんべい(100%)	ごま南部せんべい(50%)	ごま南部せんべい(100%)
	どら焼き(50%)	どら焼き(100%)	オレンジケーキ(50%)	オレンジケーキ(100%)
	干しそば(80%)	干しそば(100%)	冷凍ピザ(100%)	ナン(100%)
	ゆでひつつみ(100%)	バターロール(100%)	蒸しパン(100%)	食パン(60%)
	かぼちゃクッキーせんべい(50%)			
評価に差があり、差がなくなれば適になる可能性がある。	乾卵めん(70%)	乾卵めん(100%)	干しうどん(80%)	干しうどん(100%)
	ひやむぎ(75%)	ひやむぎ(100%)	ピーナツクッキーせんべい(100%)	
評点の合計が少なく、項目にも差がある、差がなくなれば適になる可能性を秘める。	生冷めん(100%)	ゆでそば(35%)	ゆでうどん(100%)	生卵めん(100%)
	生中華めん(50%)	生中華めん(100%)	そうめん(80%)	そうめん(100%)
	蒸しまんじゅう(100%)			
評価項目には差がないが、評点合計が少ないもの	食パン(30%)	食パン(40%)	食パン(100%)	ロールパン(50%)
	焼きまんじゅう(50%)	焼きまんじゅう(100%)	蒸しまんじゅう(50%)	かぼちゃクッキーせんべい(100%)
	ゆでうどん(50%)			

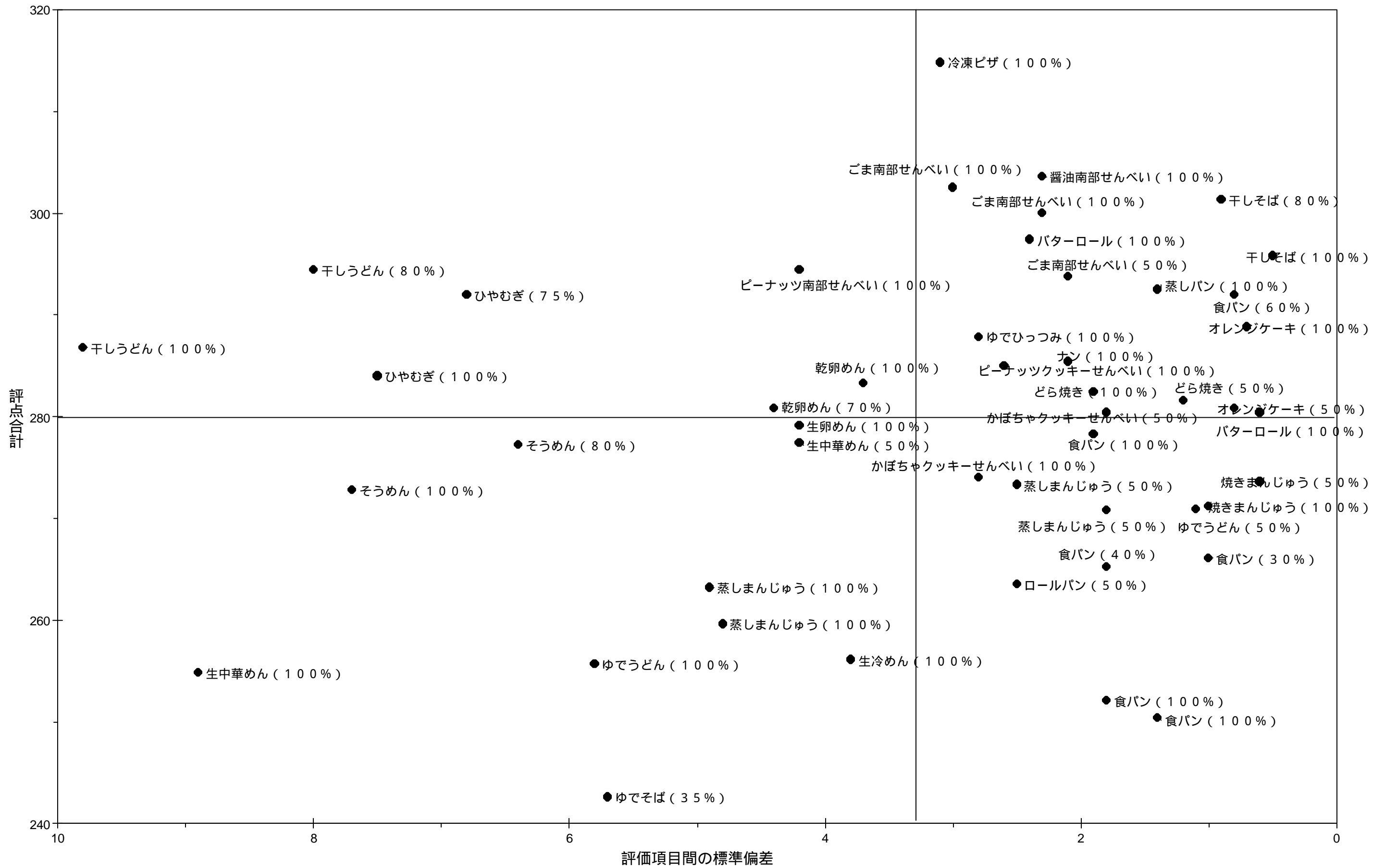


図1 試食試料の評点分布

## 「ホヤ」加工廃棄物の利用に関する研究

小浜 恵子\*、山口 佑子\*\*、大澤 純也\*、正木 征史\*\*\*、  
澤井 秀幸\*\*\*\*、長澤 孝志\*\*\*\*\*

ホヤ加工時において廃棄される肝膵臓 (hepatopancreas) 部分に着目し、機能性食材として活用するため、その成分とアルコール代謝への影響や抗酸化性などについて試験を行った。得られた凍結乾燥粉末はタンパク質含量が約50%を占めており、滋養強壮効果を有するタウリンを約2%含んでいた。10%ホヤ粉末食をラットに投与した結果、血清アルコール、アセトアルデヒド濃度に差異はみられなかったが、ラット肝臓タンパク質のカルボニル基量が有意に減少しており、生体内で抗酸化性を有する可能性が示唆された。

キーワード：ホヤ、廃棄物、エタノール代謝、抗酸化性

## Utilization of 'Hoya' hepatopancreas: Effect to alcohol metabolism and antioxidative activity as functional food

KOHAMA Keiko, YAMAGUCHI Yuko, OHSAWA Junya, MASAKI Masashi,  
SAWAI Hideyuki and NAGASAWA Takashi

We studied to utilize hepatopancreas of *Halocynthia roretzi* (hoya) as functional food. The freeze dried hepatopancreas reduced to powder easily. Hoya Powder had high protein contents and it included 2.0% taurine that was suggested physiological function. The effect of Hoya Powder on alcohol metabolism and antioxidative activity by feeding 10% Hoya Powder diet was examined. Rats were feeding 5% ethanol for a month freely, another group were injected ethanol into abdominal cavity were used. Both groups had no change the concentration of ethanol, acetaldehyde and several activity of enzymes in serum, whereas they prevented oxidative damage of proteins *in vivo*.

**key words** : *Halocynthia roretzi*, hepatopancreas, antioxidative activity

### 1 緒言

ホヤ類は、無脊椎動物でありながら、限りなく脊椎動物に近い原索動物に属する生物学上興味深い対象であり、神経系の研究に汎用される。日本の沿岸には270種以上が生息しているといわれている<sup>1)</sup>。このうち食用に供されているのはマボヤ (*Halocynthia roretzi*)であり、津軽海峡沿岸及び三陸海岸での養殖が盛んである。養殖・天然ものを合わせ水揚げ量が最も多いのは宮城県であり、次に岩手県が続く、2県で全国の9割以上を占める。ホ

ヤは外側の固い被のうを除いた全体が可食部(被のう部分の食習慣のある地域も存在する)であるが、すぐ内側にある筋膜体とよばれる部分が主な可食部である。ホヤは殻つきのまま、さしみ用として主に出荷されるが、加工する場合には、筋膜体部分のみをとり、塩蔵、乾燥品などを製造する。われわれは、ホヤ加工時において廃棄される肝膵臓 (hepatopancreas) 部分に着目した。漁師のあいだではこの部分は「ホヤ肝臓」とよばれ2日酔いによいと民間療法的に生食されている。しかし、この部

\* 応用生物部

\*\* 食品開発部

\*\*\* (株)大和化成研究所・釜石工場

\*\*\*\* 岩手大学農学部



位は時間の経過とともに独特の臭気を放つため加工時には除去される。われわれは廃棄されている「ホヤ肝臓」を食材として活用するため、その成分とアルコール代謝への影響などについて検討した。

## 2 実験方法

### 2-1 「ホヤ肝臓」粉末の作成

「ホヤ肝臓」部分は県内水産会社より入手し、調製時まで -30℃ に冷凍保存した。乾燥は、1) 解凍してエタノール脱水により乾燥、2) そのまま凍結乾燥、3) 解凍して軽く水洗いして凍結乾燥、の3種類の方法をとった。乾燥後はミキサーで粉末化した。

### 2-2 「ホヤ肝臓」の成分分析

成分分析は「新食品分析法」に従い実施した<sup>2)</sup>。水分は常圧加熱法、灰分は直接灰化法、粗脂肪はジエチルエーテルによるソックスレー抽出法、タンパク質はケルダール法にて全窒素を定量し6.25を乗じて算出した。また、タウリンの測定は次のように行った。試料5gを秤量し75%(V/V)エタノール50mLを加えて室温で1時間振とう抽出を行った。4,000rpm、10分、遠心分離によって上清をとり、残渣に75%エタノール20mLを加えて洗浄し再び遠心分離によって上清をとり、100mLに定容した。減圧乾固後、20mM塩酸に溶解した。溶解した試料に2%スルフォサリチル酸を等容加え、混合して除タンパクした上清を分析試料として、アミノ酸アナライザー(JL C300 日本電子)により定量した。

### 2-3 「ホヤ肝臓」のラット摂食試験と生理機能性の測定

摂食試験は、岩手大学に委託して行い、血漿中のアルコール代謝産物については一部共同で測定した。飼料としては10%ホヤ肝臓粉末食、およびそれに含まれるタウリンと同等のタウリン食、20%カゼイン食を用いた。モデルラットは、5%エタノールを1ヶ月間飲ませる慢性アルコール中毒モデル、100g体重あたり、0.2gエタノールを腹腔内に注射した急性中毒モデルでホヤ肝臓食の効果を検討した。アルコール代謝に関わる項目として血漿中アルコール濃度、GOT活性、GPT活性(以上はワコーキットを使用)およびアセトアルデヒド濃度を測定した。アセトアルデヒド濃度は、Stahovecの方法<sup>3)</sup>に従って測定した。HPLCはaliance2690(Waters)を用いてカラム: Symetry C18 (3.9 × 150mm)、移動相: アセトニトリル/水(30:70)、検出: Ex380nm, Em450nmで測定した。また、肝臓にかかる酸化ストレスを測定するため、肝臓タンパク質のカルボニル基量をLevinらの方法により<sup>4)</sup>測定した。タウリンの一定量以上の摂取はコ

表1 「ホヤ肝臓」の成分分析

乾燥試料	成分含量 (g/100g)				
	水分	灰分	粗タンパク質	粗脂肪	タウリン
1	8.4	16.9	45.7	-	3.7
2	4.5	18.9	45.5	13.6	2.2
3	5.9	10.7	50.8	-	1.2

1: エタノール脱水乾燥

2: 凍結乾燥

3: 解凍、水洗後に凍結乾燥



↓ 凍結・乾燥



図1 「ホヤ肝臓」の乾燥粉末

レステロール低下効果を有することからトリグリセリド濃度、総コレステロール濃度についても検討した。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 「ホヤ肝臓」の成分組成

表1に3種類の乾燥方法によって得られた「ホヤ肝臓粉末」の成分組成を示す。

企業における実用化を考慮し、2倍量(V/V)エタノールによる乾燥を試みたが、水分含量8%程度が限界であり、加熱乾燥が必要であった。8%の状態に室温保存すると1ヶ月ほどで褐変(酸化臭あり)した。タンパク質含量が非常に高く、ほぼ半分をしめている。タウリン含量は非常に高く健康食材として魅力的である。ホヤ臭の低減を目的とし、一度解凍して水洗しても匂いに官能的变化はみられず、タウリンはほぼ半量が失われた。凍結乾燥による乾燥状態を図1に示す。粗脂肪含量も13%程度であるが問題なく乾燥可能であり、乾燥後の吸湿によるべたつきもみられなかった。ただし、実用化におけ

る粉末化を考慮した場合、エタノール乾燥では容量的に無理があり、凍結乾燥はコストがかかる。今後、最初に適量の水とともにホモジナイズ後、噴霧乾燥する方法などを実用化のために試みた方がよいと思われる。

### 3-2 「ホヤ肝臓」の生理機能性

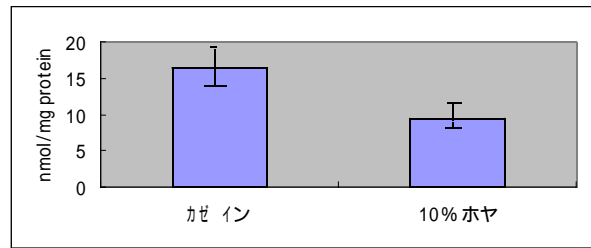
岩手大学によるラット摂食試験の結果<sup>5)</sup>、「ホヤ肝臓粉末」を10%含む飼料まではコントロール群と摂食量に差が無く、体重増加量にも差はみられなかった。急性アルコール中毒モデル、慢性アルコール中毒モデルのいずれにおいても、血清中のアルコール濃度、アセトアルデヒド濃度に有意差はみられなかった。また、血清GOT、GPT活性にも差がみられなかったが、エタノール負荷をかけない群とも差がみられなかった。また、血清中の総コレステロール、トリグリセリド量にも効果はみられなかった。タウリンは飼料に0.2%含まれることになるが、同量のタウリンを添加した飼料群でも血清コレステロール濃度等に変化はなかった。タウリンは血清中のコレステロール濃度の低下効果があるといわれているが<sup>6)</sup>、ラットでのモデル実験を行う場合は、約1%添加での効果が報告されており、今回の摂取量、期間では有意差を得るのは困難かもしれない。今回、注目すべき結果として「ホヤ肝臓」の摂取により、肝臓タンパク質のカルボニル基量を減少させる効果がみられた(図2)。これは、「ホヤ肝臓」の摂取がラット肝臓タンパク質の酸化を抑制する効果があることを示している。慢性アルコール中毒モデルでも、急性モデルでも有意差がみられた。同量のタウリンを摂取しても有意差がなかったことから、タウリン以外の成分の関与も考慮される。今後、粉末の作成方法を検討するとともに再現性をさらに検証する予定である。

ホヤは、その独特の匂いから好き嫌いの分かれる食品である。主な匂い成分はシンチアオールと命名されている10成分以上のC<sub>8</sub>、C<sub>10</sub>、飽和及び不飽和直鎖一級アルコールであり、元は無臭のアルキル硫酸塩の形で存在し、内臓に含まれるアルキルスルホヒドロラーゼによって加水分解されて匂いを放つ<sup>7,8)</sup>。水揚げ直後の匂いがきわめて弱い理由であり、今回は直後に凍結乾燥を行うことから、匂いとしては予測よりは弱かった。今後の課題である、実用化に向けた粉末作成のためホモジナイズ等を行うには、臭気の増加を抑制するために、前処理加熱等の操作の必要性も予想される。

## 4 結 言

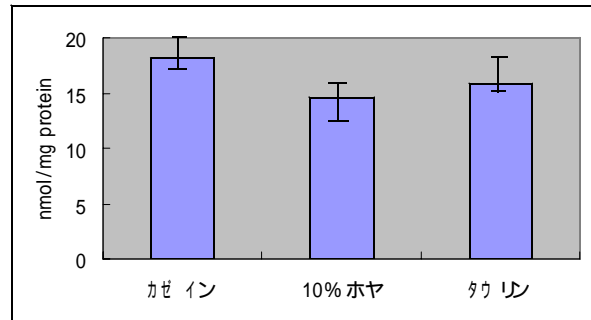
マボヤ (*Halocynthia roretzi*)の加工廃棄物である肝臓

### 1) 慢性アルコール中毒モデル



\*P<0.01で有意差

### 2) 急性アルコール中毒モデル



\*P<0.05で10%ホヤ区はカゼイン区に有意差有

図2 ラット肝臓タンパク質のカルボニル基量

臓部位の食材化と生理機能性について検討した。凍結乾燥による粉末化は容易であった。粉末はタンパク質が多くタウリンも2%前後含まれていた。ラットによる摂食試験の結果、今回の条件においてはアルコール代謝やコレステロール代謝への影響はみられなかったが、肝臓にかかる酸化ストレスを低減する可能性が示唆された。

## 文 献

- 1) 佐藤矩行：ホヤの生物学、東京大学出版会(1998)
- 2) 日本食品科学工学会編：新食品分析法、光琳(1996)
- 3) Stahovec, W. L. and K. Mopper: J.Chromatogr. 298, 399(1984)
- 4) Levine, R. L. et al.: Methods Enzymol. 186, 4464 (1990)
- 5) 澤井秀幸：岩手大学農学部卒業論文(2002)
- 6) Yokogoshi H., Mochizuki H., Nanami K., Hida Y., Miyachi F. and Oda H.: J. Nutr. 129, 1705 (1999)
- 7) Fujimoto K., Miyayama Y. and Kaneda T.: Nippon Suisan Gakkaishi, 48,1323(1982)
- 8) Fujimoto K., Ohtomo H., Kanazawa A., Kikuchi Y. and Kaneda T.: Nippon Suisan Gakkaishi, 48,1327 (1982)

## 環境負荷物質のバイオアッセイによる検出法

小浜 恵子\*、大澤 純也\*

環境ホルモン様活性を有する化学物質、ダイオキシンなどをバイオアッセイにより簡便に評価する方法について調査検討を行った。実用化が進んでいる抗原抗体反応を利用したイムノアッセイ（ELISA法）を用いて県内の河川水などを評価した結果、17-エストラジオールが1~3ng/lで検出された。標準液の環境試料への添加を行ったところ、反応への妨害物質は認められず簡単な固層抽出で測定可能であった。ダイオキシンに関しては河川水試料の測定妨害となる脂質を簡便に除去し、有機溶媒の抽出濃縮で測定が可能と思われた。動物細胞を利用した総合的な評価方法として、熱ショックタンパク質（HSP）プロモーターの活性による環境負荷物質測定についても検討を行った。

キーワード：環境ホルモン、ダイオキシン、バイオアッセイ

## Studies on Environmental Endocrine Disrupters Using Bioassay

KOHAMA Keiko, and OHSAWA Junya

The influence of endocrine disrupters and environmental chemicals on the ecological system is already a public concerned. In this study, we tested bioassay method to evaluate environmental water. We detected 1 ~ 3ng/l of 17-estradiol from water environments using ELISA. Extraction from water samples did not disturb the reaction. When we determined dioxins using ELISA, samples extracted by organic solvent needed to remove lipids with glass filter. We also tested some chemicals using reporter gene assay with animal cell line that had promoter activity of response to heat shock.

key words : environmental endocrine disrupter, dioxins, bioassay

### 1 緒言

現在、日本では約6万種類の化学物質が日常的に製造使用され、環境への影響が懸念されている。環境汚染問題が社会問題となっており、国においても早期に化学物質を同定、評価する試みが行われている<sup>1)</sup>。環境ホルモン疑い物質は優先度の高いものの順で65種類あげられている。また環境ホルモン作用も有するダイオキシンは毒性の高さから問題視され、ダイオキシン類対策特別措置法により、平成12年1月より環境中の定期的測定が義務付けられている。今後ますます企業などの自主管理が求められる状況にあるものの、これらの環境負荷物質を機器により同定・定量するには、1)コストがかかる、2)作業が煩雑で長時間を要する、3)熟練技能者の養成が必要、などの問題があげられる。バイオアッセイは、

機器分析測定に比べ、精度や検出限界などで劣るものの、簡便で迅速な方法として着目されている。抗原抗体反応を利用した測定キットは広く実用化されており、米国環境保護庁（EPA）公認の測定法もある。また、動物細胞や微生物を利用した「生物応答」に関する研究開発が広く実施されており、ベンチャー企業の参入もみられる。本研究においては、特に環境ホルモン作用を有する物質とダイオキシンに着目し、機器分析前のスクリーニングや自主管理ツールとして有効なバイオアッセイの現状と今後の可能性について検討を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 分析試料の調製

環境試料としては県内の河川水（2ヶ所）およびゴ

\* 応用生物部

ルフ場内の池水(2ヶ所)を用いた。試料瓶は、ホウケイ酸褐色ガラス製ビンを用い、採取後は分析時まで4に保管した。17 $\beta$ -エストラジオールの測定試料は次のように調製した。試料水450mlをガラス繊維フィルター(アドバンテック社製)によりろ過して浮遊物等を除去した。ろ液を1M酢酸緩衝液によりpHを5に合わせ、ろ紙を10%メタノール溶液(酢酸緩衝液で希釈)で洗浄してろ液に合わせた。次にメタノールおよび水で前処理した固相カートリッジ(ポンドエリートC18 ジーエルサイエンス社製)を通過させ、吸着させた。蒸留水とヘキサンでカラムを洗浄した後、酢酸エチル:メタノール(5:1)5mlで溶出し、溶媒を窒素ガスにより除去した後10%(V/V)メタノール5mlに溶解して試料とした。ダイオキシン測定用試料はEPAメソッド(8020)を参考とし、試料水500mlにジクロロメタン30mlを加えて振とう抽出を行い、ジクロロメタン層を分離した後、再度抽出を行った。さらにヘキサンを加え溶媒を除去した後、DMSO30 $\mu$ lに溶解して試料とした。

## 2-2 イムノアッセイ(ELISA)による測定

使用したキットは競合法による測定を基本原理としている。17 $\beta$ -エストラジオールの測定にはチューブに抗体が固定化されたキット(武田薬品製)を用いた。分析方法はキットのプロトコールに従い、環境試料中の測定妨害物質の影響をみるために、17 $\beta$ -エストラジオール標品を0.2 $\mu$ g/l添加した。ダイオキシンの測定にはRISC(Strategic Diagnostics社製)ダイオキシン検査キットを用いた。このキットは2,3,7-TriCDDを標準品としており、抗体がTriCDDに対して20%の交差反応をもつことを利用し、2,3,7,8-TCDDに換算した値を算出する。環境への影響と安全性上、2,3,7,8-TCDDの添加試験は困難であることから、標準品2,3,7-TriCDDを、環境試料へTCDD2.5ppb相当量を添加したときの影響をみた。

## 2-3 細胞を利用した測定方法

化学物質の内分泌攪乱性、(環境ホルモン活性)の有無を調べるためにEPAでは「内分泌攪乱物質のスクリーニングとテストに関する諮問委員会」(EDSTAC)の報告を受けて、スクリーニングテストプログラムを公表した<sup>2)</sup>。これらの試験の中で、環境試料の内分泌攪乱性評価に利用できるのは、ハイスループット予備スクリーニング及び第一段階予備スクリーニング *in vitro* (試験管)試験で使用される評価方法である。例えば、ホルモン転写活性試験では各ホルモン受容体、その受容体の応答する転写機構などを培養細胞を用いて評価する。今回は、より広範囲の化学物質の負荷を総合的に簡便に評価する方

法として熱ショックプロモーター(hsp)の転写活性で評価するための予備検討を行った。細胞は鐘淵化学工業(株)が作成したマウスHSP47プロモーターの下流にガラクトシダーゼ遺伝子(lacZ)を結合したプラスミドをチャイニーズハムスター卵巣(CHO)細胞に導入した2F1813と、コントロールとしてSV40 early promoterを含むプラスミドをCHO細胞に導入した5K95を用いた。培養はMD培地(MDCB302:5.5g/l, D MEM:4.75g/l, L-Gln:0.3g/l, NaHCO<sub>3</sub>:1.27g/l pH 7.1)に最終濃度5%FBS、200 $\mu$ g/mlのG418を添加したものを<sup>37</sup>、5%CO<sub>2</sub>の条件下で培養した。環境負荷物質に対する転写活性の測定は次のように行った。培養した細胞を、試験を実施する2日前に96穴プレートに1ウエルあたり、 $1 \times 10^4$  cells/100 $\mu$ lとなるように播種した。17 $\beta$ -エストラジオールは10%エタノール溶液として添加した。試料として2-1で固相抽出した10%メタノール溶液はウエルあたり5 $\mu$ l添加した。また、トリクロロエチレン、1,2-ジクロロエタンをメタノールに溶解しMD培地で1000倍以上に希釈し最終濃度 $10^{-6}$ M添加した。試料添加後、<sup>37</sup>、5%CO<sub>2</sub>条件下で3時間インキュベートした後、培地を除去し、PBS緩衝液で2回洗浄して細胞溶解液(プロメガ製)を50 $\mu$ l/ウエル添加して30分放置した後、ガラクトシダーゼ活性測定キット(プロメガ製)を用いてマニュアルに従いONPG法により反応を行い、マイクロプレートリーダー(バイオラッド)を用いて405nmの吸光度を測定した。コントロールとして2F1813細胞を42<sup>o</sup>で90分間インキュベートした場合の活性も測定した。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 エストラジオールのELISAによる測定

標準液を用いた検量線を図2に示す。濃度ゼロのブランク値(B0)に対する測定した吸光度(B)の割合を百分率で表示し測定値としている(B/B0)。競合酵素免疫測定法を原理とする方法では対数目盛の抗原濃度(この場合はエストラジオール)をとった場合、検量線はシグモイド曲線を描き、ある濃度範囲では直線となり、この範囲で定量が可能である。環境試料の測定結果は表1であり、測定限界以下(今回の濃縮からは0.1ng/l以下)のものから3.3ng/lまで検出された。環境省で平成10年に「環境ホルモン緊急全国一斉調査」<sup>3)</sup>で河川を初めとする公共用水域、および地下水からELISAによって測定した結果では、全体の61%から検出され、濃度範囲は最大で35ng/l濃度で検出されている。また今回測定に用いた環境試料に標準物質を0.2 $\mu$ g/l添加したところ、今回

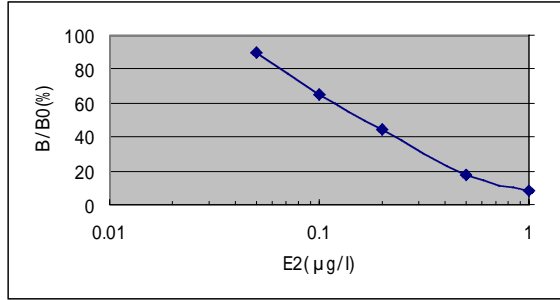


図 2 17-estradiol (E2) の検量線

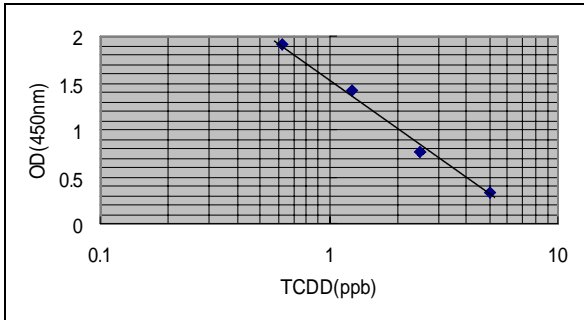


図 3 TCDD 検量線

表 1 環境試料中の E2 測定結果

試料	17-estradiol (ng/l)
ゴルフ場池水A	未検出
ゴルフ場池水B	3.3
河川水A	1.2
河川水B	3.0

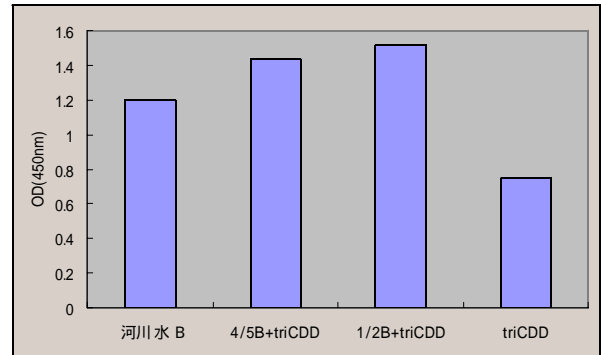


図 4 試料による測定妨害

使用した試料による測定妨害はみられなかった。

### 3-2 ダイオキシンの ELISA による測定

2,3,7-TriCDD を用いて作成した検量線を図 3 に示す。濃度は 2,3,7,8-TCDD 換算で表示している。

今回使用したキットでは、抗体が 2,3,7-TriCDD に 20% の交差反応を持つことを利用してこれを標準液として、検量線を作成して定量する。坂井ら<sup>4)</sup>の検討によれば、実際に 2,3,7,8-TCDD を用いて、この換算の妥当性を評価した結果、ほぼ一致しており、2,3,7,8-TCDD 濃度換算で 0.625 ~ 5ppb で直線性がみられ、定量が可能であるとしている。今回作成した検量線はこの範囲を用いた。

河川水 A 及び B の試料を用いて測定した結果、A は検出限界以下であったが、B からは陽性の反応が出た。B 試料の結果が、試料精製の不足による測定妨害であることを検証するため、試料添加量を 4/5、および 1/2 とし、2,3,7,8-TCDD 濃度として 2.5ppb 相当および 1.0ppb 相当の Tri2,3,7-TriCDD 標準液を添加して測定した結果を試料 B のみかけの測定値とともに図 4 に示した。明らかな環境試料による妨害であり、その主原因は試料の抽出方法から脂質成分と思われた。試料をガラスフィルターに 1ml/min で通水させてから同様の抽出を行った結果（ダイオキシンはガラスフィルターには吸着されない）、検出限界以下となった。該キットは粗抽出試料を用いて簡便に測定可能と思われるが、濃縮率を高くする場合にはサンプリング試料による妨害物質を考慮した処理が必

要と思われる。焼却灰の干渉効果を検討した結果では、特に妨害がみられなかったとされている<sup>4)</sup>。

ダイオキシン類の分析方法は公定法として、高分解能ガスクロマトグラフ質量分析法 (HRGCMS) が採用されている。この方法は 2,3,7,8-TCDD に対する毒性等価値 (TEQ) を算出するためにダイオキシン類のうち毒性のある 29 種類の異性体を定量して、係数を乗じて総合計量するものである。極微量の定量に適しているが、コストと時間がかかり、ダイオキシン類に規定される化学物質も増加傾向にある。抗体を用いた方法は、コストを公定法の 1/10 に抑えることができるとともに、簡便である。しかし、やはり検出感度は劣ること、主に 2,3,7,8-TCDD ダイオキシンのみを定量することには変わらない。そこで、ダイオキシン受容体 arylhydrocarbon receptor (AhR) が注目されている。AhR はベンゾピレンなどもリガンドとし、AhR を介した毒性発現機構も解明されつつある<sup>5)</sup>。AhR に Arnt と呼ばれるタンパク質およびダイオキシンが結合した複合体に対する抗体を用いる測定方法、細胞中で複合体が特定の塩基配列 (XRE 配列) に結合して転写が開始することから、その下流にレポーター遺伝子を組み込んだ細胞を用いた測定方法<sup>6)</sup>が考案され、ともに国内での受託サービスを開始している。受容体を介した毒性発現機構が更に明らかになれば、高感度で安価な測定法が開発可能と思われる。

### 3-3 細胞を利用した測定方法

熱ショックタンパク質は生物が温度や乾燥、有害物質の存在など生育環境が変動した場合に誘導されるタンパク質である。各処理条件におけるガラクトシダーゼ活性を無処理の細胞の活性を1として図5に示した。2F1813は、トリクロロエチレン、1,2-ジクロロエタンの添加により活性が誘導されていた。

今回調製した河川水試料による活性の増大はなく、キットによる試料の測定濃度の17<sup>-</sup>-エストラジオールの添加では活性の増大は検出できなかった。本方法を用いて各種の内分泌攪乱物質、塩素系有機化合物、金属類などのレスポンスが報告されており<sup>7)</sup>、実際の埋立地浸出水の浄化処理時の指標としてEDSTACの推奨法であるヒト乳がん細胞(MCF-7)の増殖による評価法<sup>8)</sup>と同様に有用であるとされている<sup>9)</sup>。レスポンス濃度は、今回のONPG法より検出感度のよい蛍光法を用いていることもあり、10<sup>-7</sup>~10nMといわれている。本方法は特異的な1物質の測定よりも総合的な環境評価の指標として有用であり、多検体の測定や廃棄物浸出液などの浄化指標として有用であると考えられる。今後、蛍光検出や実試料などを用いてさらに検討を進めたい。

環境負荷物質をバイオアッセイにより評価する方法は企業やベンチャーの参入が相次いでいる。大学や独立行政法人の起業もみられ環境ホルモンチップ(DNAチップ)の作成などが実施されている。環境問題としての重要性に加え、今後の市場成長が期待される分野であり調査検討を継続する予定である。

### 4 結言

バイオアッセイによる環境負荷物質の測定方法について調査検討を行った。市販のELISAキットを用いて河川水、池水など環境試料を分析したところ、簡便な抽出方法で測定可能であることがわかった。また、熱ショックタンパク質のプロモーターを利用した細胞による総合評価方法は、環境試料の浄化の指標として、また多検体のスクリーニング方法として有効と思われた。

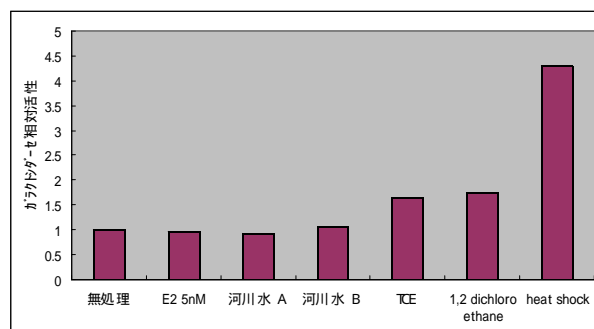


図5 細胞による環境負荷物質評価

### 謝辞

本研究を進めるにあたり、快く細胞を分譲いただきました鐘淵化学工業(株) 横田真一氏、筑波大学 磯田博子氏、また、ご助言いただきました岩手県環境保健センター高橋悟、中南真理子両研究員に深く感謝申し上げます。

### 文献

- 1)第6回化学物質評価研究機構研究発表会要旨集(2001)
- 2) Endocrine Disrupter Screening and Testing Advisory Committee(EDSTAC), Final Report. August (1998)
- 3)環境省：「環境ホルモン緊急全国一斉調査」(1998)
- 4) 坂井るり子、大迫政弘、吉田幸弘、芳賀直樹、岩島清、田中勝：廃棄物学会誌論文誌別冊、8, 311(1997)
- 5) 三村純正、藤井義明：蛋白質・核酸・酵素 44, 2384(1999)
- 6) 村田浩次：環境研究、119, 75, (2000)
- 7) 磯田博子ら：「環境有害物質の高感度検出法」特願 2001-272478
- 8)Soto A.M. et al: Environ. Health Perspect., 103, 113, (1995)
- 9)古山貴士ら：水環境学会講演要旨(2002)

## 岩手県産大豆の豆腐加工適性\*

山口 佑子\*\*、平野 高広\*\*\*、岸 敦\*\*\*、  
小浜 恵子\*\*\*、大澤 純也\*\*\*

県産大豆の品種別および播種時期別の加工適性について検討するために、奨励品種候補を含む県産大豆11品種の一般成分、豆乳の性質、凝固特性などを調べ、併せて充填豆腐を製造し官能評価を行った。その結果、全ての品種で十分な強度を持つ充填豆腐が製造可能であることが示され、さらに在来種を含めた各品種の豆腐加工適性が明らかになった。

キーワード：大豆、豆腐、加工適性

## Properties of Soybeans Grown in Iwate Prefecture for Processing Tofu

YAMAGUCHI Yuko, HIRANO Takahiro, KISHI Atsushi,  
KOHAMA Keiko and OHSAWA Junya

In order to evaluate the effect of cultivar and seeding time on processing properties of 11 cultivars of soybeans grown in Iwate prefecture for tofu, general composition of soybean seeds and some properties include gelation of soybean milk were investigated. All cultivars of soybeans were suitable for processing juten-tofu. Furthermore, all cultivars were characterized by aptitude for processing tofu.

key words : soybean, tofu, processing

### 1 緒 言

水田転換畑の有効利用による大豆作付面積の増大に伴い、全国的に大豆生産量は増加の傾向にある。その一方で産地・集荷ロットが小さく均質でない等の問題点も指摘されており、実需者のニーズに対応できていないのが現状である。生産者からも有望品種の育種だけではなく、適切な播種時期や施肥条件など栽培面での情報提供が求められている。そのため、県産大豆の品質について把握し、栽培技術を向上させ、高品質な大豆を安定供給することが急務となっている。

また、在来種よりも加工特性に優れ、個性のある品種が望まれており、現在新品種として「十育233号」及び「東北141号」が有望視されており、奨励品種編入に向けて栽培法や品質・加工適性が検討されている。

今回はこれら奨励品種候補を含め、県内で栽培されて

いる品種の品種別及び播種期別大豆の加工適性を検討するために、大豆の成分や豆乳の成分、凝固特性など豆腐加工適性に関する試験を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 原材料

岩手県農業研究センター（北上市）、盛岡市、玉山村及び軽米町で収穫された平成12年度産の白大豆、青大豆計10品種22種類（表1）を各試験に供した。1～6は極早生白大豆、7～15は中晩生白大豆、16～21は青大豆である。ワセスズナリ、スズカリ、ナンブシロメ、エンレイ、岩手みどり、秘伝は在来種であり、十育233号、東北143号、刈系、東北141号は奨励品種候補の系統である。

\* 岩手県産大豆の加工特性 第4報

\*\* 応用生物部（現在 食品開発部）

\*\*\* 応用生物部

## 2-2 成分分析

水分、粗蛋白質、粗脂肪及び粗灰分は、前報<sup>1)</sup>の方法に基づいて分析した。

## 2-3 吸水試験

吸水率及び溶出固形分量を示す浸漬液の濃度は、前報<sup>1)</sup>の方法に基づいて算出した。

## 2-4 豆乳の調製及び分析

豆乳の調製は、前報<sup>1)</sup>の方法に基づいて行った。得られた豆乳の濃度、pH及び色調は、前報<sup>1)</sup>の方法に基づいて測定した。

## 2-5 豆腐加工(凝固)試験及び官能評価

適正凝固剤濃度範囲は、前報<sup>1)</sup>の方法に基づいて算出した。

官能評価に用いた充填豆腐は前報<sup>1)</sup>の方法に基づいて作成した。これを豆腐を食べ慣れている研究員5名で評価し、一致した官能的特徴を採用した。物性は凝固した円筒状の豆腐を皿に出し、自重による変形の度合を確認した。

## 3 実験結果及び考察

### 3-1 大豆の成分分析

供試大豆の成分分析を行い、結果を表1に示した。粗蛋白質はエンレイ(北上産)が最も高く、スズカリ(6/20播種)、ナンブシロメ、十育233号が低く、全体的にばらつきが大きかった。他の成分は標準的な値<sup>2)</sup>であり、突出したものはなかった。

### 3-2 大豆の吸水性及び豆乳の性質

豆腐加工の第一段階である吸水過程に関わる吸水率および浸漬水濃度を表2左に示した。吸水率はほとんど差がなかった。浸漬水濃度はいずれも低く、豆腐の品質に影響するとされる2%<sup>3)</sup>を越えるものはなかった。

「ゆ」を取らない充填豆腐はもめん豆腐とは異なり、豆乳の性質がそのまま反映する。豆乳の濃度、pH及び色調を表2右に示した。一般に企業において豆腐を製造する場合、豆乳濃度は最も重要な基準となっているが、今回試験した大豆の粗蛋白質量とは相関していなかった。また、pHについてはすべての品種でほとんど差がなかった。色調については白大豆品種間ではほとんど差が無く、青大豆では東北141号が在来種に比べて緑が強い傾向があった。

### 3-3 凝固特性

各品種の適正凝固剤(塩化マグネシウム)濃度範囲を表3左に示した。普通大豆では、ワセズナリ、十育233号、エンレイ及び刈系で比較的適性範囲が狭く、播種時期が遅くなると適性範囲が低くなる傾向がみられた。

スズカリ、ナンブシロメ及び東北143号では適正範囲が広く、充填豆腐を製造する場合に好適であると判断した。青大豆は全体的に適正範囲が低く、白大豆と同じ濃度で凝固させた場合には16と17を除いては凝縮が起こり「ゆ」ができる。一般的に青大豆豆腐は寄せにくいと言われるが、この点が作り難さの原因と考えられた。

官能評価のために調製した充填豆腐の物性(表3中)は、豆乳濃度が高い(13.7~16.1Brix%)ため、適正凝固剤濃度測定試験結果と一致しないが、これは豆乳が低濃度の場合に凝固しにくいことを示している。これらの結果から、5倍加水豆乳を用いた場合すべての品種で充填豆腐を製造することが可能であることが示された。

### 3-4 充填豆腐官能評価

官能評価を表3右に示した。豆腐の呈味における重要な項目として「甘み・コク」と「渋・エグ味」の2点で評価し、「さっぱり」、「中間」、「甘・コク」の3つの表現系で示した。

普通大豆では、ワセズナリと十育233号はどちらも播種時期が遅いほうが味が濃くなる傾向が見られたが、全体的にプレーンな呈味で豆腐向きであると言える。スズカリは播種時期の違いによる呈味の差は特に感じられず、さっぱり系の呈味であった。ナンブシロメでは、晩播の方が渋みが少ないように感じられた。東北143号は甘み・コクが強く、味が濃く感じられた。エンレイは産地別で差は感じられず、呈味そのものについては「中間」といえる。刈系は大豆臭が少なく、味がうすく感じられた。

青大豆では、秘伝が甘みとこくが強く、枝豆に似た呈味であった。他は標準的であり、東北141号と在来種である岩手みどりとで呈味に差は特に感じられなかった。東北141号の播種時期及び産地の違いによる呈味の差は、16で味が少しうすく感じられたが大きな差は感じられなかった。

豆腐の官能評価は、個人差あるいは地域差が大きく、どの風味が最も良いという結論は出しにくい。極早生白大豆と比較すれば、有望系統である十育233号はワセズナリに劣らない呈味であった。青大豆の中では秘伝が個性があり呈味も良いが、テクスチャーや加工の難しさなどから充填豆腐には向かないといえる。

## 4 結 言

県産大豆11品種について大豆の成分分析、豆乳の分析及び凝固試験などを行った結果、今回供試した奨励品種候補はすべて(充填)豆腐加工適性があることが示された。ただし、今回得られた結果は、少量のサンプルを



岩手県産大豆の豆腐加工適性

用いた試験室レベルの加工適性であり、実際にプラントレベルで加工した場合に直接評価が一致しない可能性もあることから、企業での製造試験および多数のパネラーによる官能評価が望まれる。

東北141号は、加工適性および呈味は岩手みどりとは差が無いが、色調が優れているため、豆腐だけではなく菓子などへの利用も期待できる。

表1 供試大豆および大豆一般分析

No.	系統名	播種期・産地	水分 (%)	百粒重 (15%水分)	粗蛋白質 (乾物%)	粗脂肪 (乾物%)	粗灰分 (乾物%)
1	ワセスズナリ	白大豆 (5/19)	8.36	21.27	36.36	22.38	5.72
2	ワセスズナリ	白大豆 (7/5)	8.68	26.41	35.47	21.23	5.38
3	ワセスズナリ	白大豆 (7/20)	8.72	26.76	40.06	19.17	5.28
4	十育233号	白大豆 (5/19)	8.16	28.63	37.22	23.69	5.68
5	十育233号	白大豆 (7/5)	8.63	31.41	34.75	22.95	5.53
6	十育233号	白大豆 (7/20)	8.70	31.50	33.32	21.34	5.56
7	スズカリ	白大豆 (5/19)	8.45	23.13	37.63	21.76	5.69
8	スズカリ	白大豆 (6/6)	9.43	29.71	37.19	20.98	5.68
9	スズカリ	白大豆 (6/20)	8.49	28.51	31.86	21.27	5.77
10	ナンブシロメ	白大豆 (5/19)	8.19	17.37	32.44	19.95	6.02
11	ナンブシロメ	白大豆 (6/5)	9.00	17.27	33.77	18.31	5.79
12	東北143号	白大豆 (5/19)	9.58	36.71	40.54	19.02	5.81
13	エンレイ	白大豆 (北上)	9.67	39.67	42.33	18.87	5.36
14	エンレイ	白大豆 (盛岡)	7.89	34.78	39.35	19.59	5.23
15	刈系	白大豆 (盛岡)	7.93	26.90	35.68	19.39	4.94
16	東北141号	青大豆 (5/19)	8.83	20.31	38.61	21.53	5.97
17	東北141号	青大豆 (6/5)	9.33	18.86	37.57	21.86	5.81
18	東北141号	青大豆 (6/20)	9.43	24.96	36.16	22.47	5.81
19 -	東北141号	青大豆 (玉山)	8.52	29.94	37.94	21.26	5.79
19 -	東北141号	青大豆 (軽米)	9.32	32.49	39.73	20.37	5.93
20	岩手みどり	青大豆 (5/19)	9.46	37.19	36.38	19.60	5.26
21	秘伝	青大豆 (5/19)	9.43	45.51	38.33	20.95	5.58

表2 吸水性及び豆乳分析

系統名	吸水率 (乾物%)	浸漬水 (Brix%)	豆 乳				
			濃度 (Brix%)	pH	色調 ( L , a , b )		
ワセスズナリ (5/9)	262	0.5	15.4	6.53	83.75,	- 2.12,	+12.41
ワセスズナリ (7/5)	251	0.2	14.3	6.56	84.22,	- 2.24,	+12.46
ワセスズナリ (7/20)	251	0.4	13.7	6.56	84.06,	- 2.75,	+13.79
十育233号 (5/19)	270	0.4	15.4	6.56	83.83,	- 1.79,	+12.27
十育233号 (7/5)	260	0.5	14.8	6.73	84.17,	- 2.07,	+10.71
十育233号 (7/20)	259	0.3	15.3	6.68	84.10,	- 2.82,	+12.97
スズカリ (5/19)	263	0.7	15.6	6.52	83.04,	- 1.70,	+ 9.79
スズカリ (6/6)	258	0.4	13.7	6.35	83.93,	- 1.84,	+ 9.82
スズカリ (6/20)	256	0.6	14.2	6.42	82.37,	- 1.72,	+10.26
ナンブシロメ (5/19)	270	0.6	16.0	6.62	83.39,	- 2.18,	+11.43
ナンブシロメ (6/5)	261	0.5	14.3	6.58	83.09,	- 2.64,	+12.35
東北143号 (5/19)	262	0.6	15.8	6.63	83.29,	- 2.48,	+11.10
エンレイ (北上)	245	0.4	15.5	6.58	84.36,	- 2.54,	+11.90
エンレイ (盛岡)	254	0.4	15.2	6.53	84.37,	- 2.53,	+12.45
刈系 (盛岡)	252	0.6	15.1	6.61	83.65,	- 3.08,	+14.19
東北141号 (5/19)	267	0.6	15.3	6.47	77.60,	-10.54,	+17.26
東北141号 (6/5)	269	0.3	15.1	6.55	77.22,	-11.16,	+17.80
東北141号 (6/20)	252	0.3	16.1	6.57	78.12,	-10.57,	+16.98
東北141号 (玉山)	246	0.3	14.8	6.59	79.21,	- 9.47,	+15.94
東北141号 (軽米)	246	0.4	14.4	6.57	80.30,	- 8.50,	+15.09
岩手みどり (5/19)	251	0.4	15.3	6.61	80.09,	- 8.43,	+17.13
秘伝 (5/19)	258	0.4	13.7	6.56	81.50,	- 7.63,	+16.18

表3 凝固特性及び充填豆腐官能評価

系統名	適正凝固剤濃度 <sup>a)</sup> (mM)	物性 <sup>b)</sup>	豆腐官能評価 <sup>c)</sup>			
			甘み・コク <sup>d)</sup>	渋・エグ味 <sup>e)</sup>	色調	表現系
ワセスズナリ(5/9)	8.0~10.0	+	++	-	淡黄	中間
ワセスズナリ(7/5)	6.0~9.0	++	++	-	淡黄	さっぱり
ワセスズナリ(7/20)	6.0~8.0	++	+++	+	淡黄	甘・コク
十育233号(5/19)	7.0~9.5	++	++	+	淡黄	さっぱり
十育233号(7/5)	7.0~10.0	+	+++	-	淡黄	甘・コク
十育233号(7/20)	7.0~9.5	+	+++	-	淡黄	甘・コク
スズカリ(5/19)	8.0~12.0	+	++	+	淡黄	さっぱり
スズカリ(6/6)	6.0~11.0	++	+	-	淡黄	さっぱり
スズカリ(6/20)	6.0~11.0	++	+	+	淡黄	さっぱり
ナンブシロメ(5/19)	7.0~11.0	++	+++	+	淡黄	さっぱり
ナンブシロメ(6/5)	6.0~10.0	++	+++	-	淡黄	甘・コク
東北143号(5/19)	8.0~11.5	+	+++	-	淡黄	甘・コク
エンレイ(北上)	6.0~9.0	++	++	-	淡黄	中間
エンレイ(盛岡)	6.0~9.0	++	++	-	淡黄	中間
刈系(盛岡)	6.0~8.0	++	+	-	淡黄	さっぱり
東北141号(5/19)	8.0~10.0	++	+	+	黄緑	さっぱり
東北141号(6/5)	8.0~10.0	++	++	+	黄緑	中間
東北141号(6/20)	6.0~8.0	++	++	+	黄緑	中間
東北141号(玉山)	6.0~8.0	++	++	+	黄緑	さっぱり
東北141号(軽米)	6.0~8.0	++	++	+	黄緑	さっぱり
岩手みどり(5/19)	6.0~9.0	++	++	-	淡黄緑	中間
秘伝(5/19)	5.0~7.0	++	+++	-	淡黄緑	甘・コク

a) Brix10.0の豆乳を用いた試験管凝固試験において未凝固豆乳あるいは凝縮水「ゆ」が5%以下の状態を与える塩化マグネシウムの濃度範囲。

b, c) 大豆100g及び水500mlで調製した豆乳(それぞれBrixは異なる)及び塩化マグネシウム(最終濃度10mM)を用いて、100ml容ビーカー中で凝固させた充填豆腐を評価。

b) - : 自重により崩壊する。 + : 自重により崩壊しないが、大きく変形する。 ++ : ほとんど変形しない。

d) + : 甘み・コクが弱い。 ++ : 中位。 +++ : 強い。

e) - : 渋味・エグ味がほとんどない。 + : 弱い。

大豆の成分含量や豆腐加工適性において、栽培条件よりも品種の影響が大きいと言われている<sup>4)</sup>。加工適性については、今回の結果においても同様の傾向が見られたが、成分含量については同一品種間でも播種時期の違いによる変動が見られた。その年の気候条件等の影響も考えられるためはっきりとした結論付けは難しいので、適切な播種時期を決定するためには数年に渡って同様の試験を行う必要がある。今後は播種時期と合わせて施肥条件なども検討することが望ましい。

本研究を実施するに当たり、大豆原材料及び関連資料等を提供していただきました岩手県農業研究センター園

芸畑作部主任専門研究員沼田聡氏(現在 二戸農業改良普及センター)に感謝します。

### 文 献

- 1)伊藤良仁、山本忠、岸敦、小浜恵子、大澤純也：岩手県工業技術センター研究報告，6，149-152(1999)
- 2)平春枝：日本食品科学工学会誌，39(1)，122-133(1992)
- 3)大村芳正、武知博憲、島本富明：徳島県食品加工試験場研究報告，34，33-39(1987)
- 4)大村芳正：New Food Industry，42(5)，1-7(2000)

## 白糠を原料とする白醤油風調味液の製造

畑山 誠\*、櫻井 廣\*

本研究の目的は、酒米精米時に生成する白糠を原料として白醤油風の調味液を製造すること及び粕の生成量を減少させることである。その結果、脱脂大豆に対して3倍量以上の白糠を用いた調味液は、全窒素量、色度ともに白醤油に近いものになった。また、この白醤油風調味液の粕量は、普通の醤油の粕量より2割少なかった。

キーワード：白醤油、白糠、粕の減少

## Sauce Manufacture like *Shiro-Shoyu* Using White Rice Bran

HATAKEYAMA Makoto and SAKURAI Hiroshi

The purpose of this study is sauce manufacture like *Shiro-shoyu* using white rice bran and to decrease the amount of cake. The bran was produced as by-products of the polishing rice for sake. As a result, total nitrogen and color of the sauce were similar to those of *Shiro-shoyu*. The white rice bran amount of the sauce was more three times than defatted soy beans. And the amount of this sauce cake was decreased about 20% than standard *Shoyu* cake.

**keywords** : *Shiro-shoyu*, whitericebran, decrease of *Shoyu* Cake

### 1 緒 言

白糠は、酒米の精米時に生成される副産物である。通常、この白糠は煎餅等の菓子原料として使われる。しかし、以前より他の用途にも利用できないか、という酒造業界からの要望があり、また醤油業界からも色の薄い調味液は業務用途での潜在需要がある、という提案があった。そこで小麦の代わりに白糠を澱粉原料とした色の薄い調味液の開発を行うこととした。

普通の醤油は、澱粉原料として小麦またはこうじむぎを使用する。これらの原料は繊維分を多く含み、この繊維分は大部分が醤油粕に移行すると考えられる。しかし澱粉原料として繊維分の少ない白糠を使用することにより粕量を減少させることが出来ると考えた。そこで粕量を1割以上減少させることを目標とし、研究を始めた。

本研究では、白糠と脱脂大豆を主原料として白醤油風調味液を製造し、その過程で若干の知見が得られたので報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 原料

脱脂加工大豆（味の素）、こうじむぎ（日清製粉）、酒米の搗精時に生成した白糠（玄米表面から20～30%の胚乳部分を削った米粉）を原料として使用した。

#### 2 - 2 醸造用微生物

製麹には種麹として醤油用2号菌（秋田今野商店）をまた諸味の発酵熟成には耐塩性乳酸菌 **BP-3**、主発酵酵母 **RS-1** と後熟酵母 **KT-3**（いずれも当所保存株）を用いた。乳酸菌は、乳酸菌自動培養装置（エイブル社製）で培養し、酵母は振とう培養器（タイテック社製）で培養して用いた。

#### 2 - 3 原料処理

脱脂大豆は、原料重量に対して120%量の熱水（約80℃）を散水して30分放置し、これをオートクレープで121℃、45分間蒸煮した後、40℃まで手早く冷却し、製麹原料とした。こうじむぎはそのまま、白糠はフライパンで薄くきつね色になるまで煎り、製麹原料とした。

\* 醸造技術部

2-4 試験区と原料配合

表1に試験区とその原料配合、仕込み目的を示した。なお試験区は麹として表した。麹 25、26では白糠の1割をこうじむぎに換えて使用した。

表1 試験区と原料配合、仕込み目的

麹	原料配合 脱脂大豆：白糠	仕込み目的
5	1：1	対照（濃口醤油）
7	1：1	白糠配合比率検討
13	1：2	〃
20	1：3	〃
21	1：4	〃
23	1：2	香味改善 後熟酵母添加
24	1：4	〃
25	1：2	香味改善 1割こうじむぎ添加
26	1：4	〃

2-5 製麹

製麹は、脱脂大豆と白糠の配合比率を 1:1 ~ 1:4 まで変えて行った。脱脂大豆の使用量が減ると物量全体の水分量が減る。そこで不足分の水分を種麹を倍散した後の白糠に散水して補った。これを蒸煮した脱脂大豆に振り掛け、表面を均一に覆うように両味混合した。原料の配合比率、使用量と種麹量、補水量を表2に示した。

混合した原料をガーゼを引いた深型ピシャット(323mm x 253mm)に均一に広げ、恒温恒湿機(日本製粉製パン生地発酵機 U-47)に引き込み、3日麹として製麹した。製麹の流れを図1に示した。製麹中の品温は2番手入れまでを30、その後25を目標としてコントロールした。

表2 原料の配合比率と使用量、種麹量、補水量

原料配合 (大豆：白糠)	使用量(g)		種麹 (mg)	補水量 (g)
	脱脂大豆	白糠		
1：1	150	150	150	0
1：2	100	200	〃	60
1：3	75	225	〃	90
1：4	60	240	〃	108

引き込み	混合原料/ピシャット	0hr	
	恒温恒湿機設定	28	98%RH
1番手入れ	21~23hr		
	恒温恒湿機設定	25	95%RH
2番手入れ	28~30hr		
	恒温恒湿機設定	22	85%RH
出 麹	麹(3日麹)		

図1 製 麹

2-6 諸味の仕込み、発酵熟成

塩水は、食塩分 22.5% (ボーム 18.5) に調製し、これを汲み水歩合 12 水で使用した。

麹を塩水に入れた後、麹を潰さないように攪入れた。麹が塩水に馴染むまでは、1日に1回攪入れを行った。仕込み14日目までは諸味品温を15で、その後上槽までは28に管理した。耐塩性乳酸菌と後熟酵母は仕込み直後に、主発酵酵母は仕込み20日目頃に初発濃度が諸味1g当たり10<sup>5</sup>個となるように添加した。乳酸菌と主発酵酵母は全ての諸味に、後熟酵母は麹 23、24の諸味に添加した。

2-7 諸味の上槽

2ヶ月目まで諸味を発酵させ、その後、諸味はガラスフィルター GA-100 (アドバンテック製) を使用し、常温で一晩ろ過し、液と粕を分離した。

2-8 麹、調味液の分析

しょうゆ試験法<sup>1)</sup>に従い、pH、全プロテアーゼ、還元糖、食塩分、色度、麹水分の分析を行った。アミラーゼはアミラーゼ測定キット(キッコマン社製)を用いて分析した。麹の酵素力価分析には、出麹後直ちに-30で凍結保存した麹を用いた。なお酵素の水抽出に当たって、麹の粉碎は行っていない。調味液の全窒素の分析は、ケルテックオートサンプラーシステム(tecator社製)で行った。アミノ酸はアミノ酸分析機JLC-300(日本電子社製)で測定した。有機酸はHP<sup>3D</sup>キャピラリー電気泳動システム(HEWLETT PACKARD社製)で測定した。

2-9 調味液の官能評価

上槽の終了した調味液は火入れをせずに生揚げのまま官能評価に供した。パネラーは7名である。

3 実験結果及び考察

3-1 麹、調味液の成分と粕割合

麹と調味液の分析値を表2に示した。

麹の全プロテアーゼは白糠量が増えるに従って下がる傾向にあった。また、アミラーゼも白糠量が増えると下がる傾向にあった。澱粉原料が増えるとアミラーゼ系の酵素力価は増加するのが普通である。この原因として、炒煎による澱粉の化が不十分であるか、炒煎した白糠に水分を添加するという方法では麹菌の繁殖に適当な水分補給法ではない、ということが考えられる。出麹時の胞子の色は白糠量が多くなるほど薄くなるので、後者の原因の可能性が大きいものと思われる。

調味液の全窒素は、白糠量が多くなるほど低くなった。市販の白醤油では、全窒素0.5%台のものが多い。これ

白糖を原料とする白醤油風調味液の製造

と比較すると本試験で造った調味液はまだ旨味成分が多い。調味液間で食塩分に1%位のばらつきがあった。これは出麹水分の違いによるものと考えられた。還元糖は白糖量が多い調味液ほど多く残った。しかし、同じ原料配合であってもロット間の差が大きかった。発酵中にアルコール臭が強く感じられるものとそうでないものがあり、発酵のばらつきが原因と思われる。そのため甘みのある調味液を造る場合、発酵力をコントロールする必要である。調味液のpHは、白糖量が多いほど低い傾向を示した。色度は白糖量が多くなるほど番数が高く(色が薄く)なった。白醤油の色度は46番以上とJASの成分規格値で定められており、これを満たすのは脱脂大豆に対して白糖を3倍以上使った調味液であった。市販の白醤油では、色度50番以上のものが多い。それらよりは色が濃かった。粕割合は濃口醤油である麹5の

46.3%に対して、白醤油と同等の色度である麹20、21、24、26の平均値が37.3%であった。これは粕量として約2割少なかった。

表4 調味液中の各種有機酸含量(ppm)<sup>1)</sup>

麹	乳酸	コハク酸	リンゴ酸	酢酸	クエン酸
5	100	202	511	4244	3660
7	367	366	531	2648	8568
13	519	277	382	2270	4854
20	724	244	449	3046	2307
21	340	93	435	2997	2057
23	596	113	115	4366	1915
24	793	136	92	4325	1565
25	791	147	132	3464	3787
26	767	207	184	3198	2601
濃口 (min)	2000	300	0	700	100
醤油(max)	12000	600	400	2200	2200

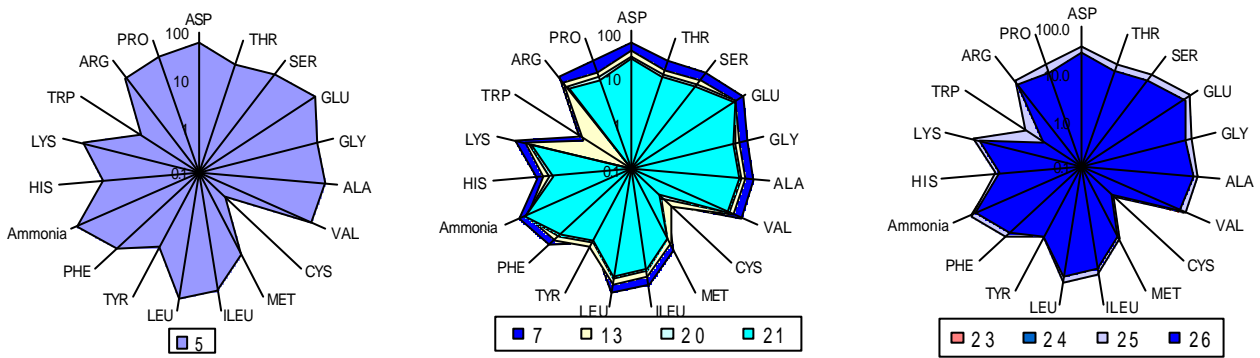


図1 調味液中の各種アミノ酸(μmol/ml)

ASP: アスパラギン酸 THR: スレオニン SER: セリン GLU: グルタミン酸 GLY: グリシン ALA: アラニン VAL: バリオン  
 CYS: シスチン MET: メチオニン ILEU: イソロイシン LEU: ロイシン TYR: チロシン PHE: フェニルアラニン Ammonia: アンモニア  
 HIS: ヒスチジン LYS: リジン TRP: トリプトファン ARG: アルギニン PRO: プロリン

表3 麹、調味液の分析値

麹	麹分析値				調味液分析値						
	水分 (%)	pH	Pro. (U/g 麹)	Ami. (U/g 麹)	諸味日数	全窒素 (%)	食塩分 (%)	還元糖 (%)	pH	色度	粕割合 (%)
5	33.9	6.8	952	-----	74	1.78	15.9	2.41	5.3	19	46.3
7	33.4	6.3	1342	2015	67	1.52	16.5	1.58	5.2	33	46.6
13	33.3	6.4	1205	1730	60	1.05	16.5	4.78	5.2	45	37.9
20	37.0	6.4	841	1809	61	0.87	15.8	5.17	5.2	47	34.3
21	36.8	6.5	584	1609	61	0.80	15.3	6.11	5.1	49	32.9
23	41.6	6.7	1188	2238	60	1.03	15.7	1.80	5.1	43	39.9
24	41.4	6.5	609	1659	60	0.79	15.7	2.46	5.0	49	43.2
25	38.1	6.6	1082	2567	60	1.11	15.4	1.30	5.1	43	40.8
26	37.0	6.4	775	1449	60	0.86	15.7	3.97	5.0	48	38.7

\* Pro. (全プロテイン) と Ami. (アミノ酸) は乾物換算値である。  
 \* 麹5は対照として造った濃口醤油である。そのため澱粉原料はこうじむぎである。  
 \* 粕割合 (%) = 粕量 ÷ 諸味量 × 100

調味液中の各種アミノ酸量を図1に示した。図1の軸は、量比が著しく異なる全てのアミノ酸量の全バランスを見やすくするため対数表示とした。この図から白糠量が異なる調味液では個々のアミノ酸量に違いはあるが、その全体の割合は大きくは変わらないことが分かった。

調味液中の有機酸量を表3に示した。

有機酸は一般的な濃口醤油の値<sup>2)</sup>と比較すると酢酸、クエン酸がやや多く、コハク酸、リンゴ酸は同程度で、乳酸は10分の1以下と低かった。従って2ヶ月の諸味期間では乳酸発酵は不十分であったと思われる。乳酸菌を添加してから酵母添加するまでの間隔と温度経過については更に追求が必要がある。調味液間では有機酸の量について特別な傾向は見られなかった。

### 3-2 官能評価結果

官能評価結果を表4に示した。白糠量を増すにつれて(麹 7~21)糠臭や塩カドが強くなり、調味液の官能評価は下がった。反面、甘さが出てきて、ソフト感もあるという評価もあった。

そこで糠臭を改善するために後熟酵母を添加した調味液(麹 23、24)や白糠の1割をこうじむぎに換えた調味液(麹 25、26)では、糠臭さがずいぶん押さえられるという評価が多かった。それでも脱脂大豆に対して3倍以上の白糠を使用した調味液では旨味の不足からくる香味バランスの悪さを指摘する評価が多かった。

表5 調味液の官能評価結果

麹	官能評価の短評
5	コク、旨味、調和良好
7	旨味やや不足、糠臭
13	塩角、糠臭
20	塩角、アルコール臭、糠臭強い、甘み
21	塩角強い、糠臭強い、甘み、ソフト感
23	塩角、やや糠臭、後熟香、調和
24	塩角強い、糠臭、後熟香、不調和
25	塩角、やや糠臭、醤油様香、調和
26	塩角強い、糠臭、醤油様香、不調和

## 4 結 言

本研究は、色の薄い白醤油風味調味液を開発すること、および醤油製造時に生成する廃棄物である粕の量を減少

させることを目的とした。そのために澱粉原料として通常使われる小麦やこうじむぎの代わりに繊維分の少ない白糠を用い調味液の製造を行った。

製成した調味液の全窒素は白糠が増えるにつれて低くなり、色度は大きく(色が薄く)なった。白醤油のJAS規格を満たす色度の調味液は、白糠が脱脂大豆に対して3倍以上使われたものであった。粕割合は、澱粉原料にこうじむぎを使用する濃口醤油より約2割少なかった。またアミノ酸バランスは各調味液間で類似のものとなった。

官能評価では白糠量を増すにつれて、調味液に糠臭や塩カドが出て評価が下がった。そこで糠臭を改善するために後熟酵母を添加した調味液や白糠の1割をこうじむぎに換えた調味液では、糠臭さが押さえられるという評価であった。

元来、白醤油は大豆の割合が低く、旨味の成分は極めて少ない。本研究で得られた調味液は市場に流通している白醤油よりは全窒素が高く、旨味成分は多いが、官能評価パネラーには旨味成分の欠如を指摘された。これは岩手県では旨味の少ない調味液は好まれない(あるいは慣れていない)ことが大きな要因と思われる。そこで、旨味成分を増やすために蛋白原料の比率を高くすると色が濃くなる。しかし、色の濃い調味液も好まれない。そこで今後の課題として、脱脂大豆に対する白糠量は2~3倍程度とし、諸味物量の酵素分解を速く強くする、発酵期間を短くする製造方法を検討し、旨味成分と甘味成分を増やし、かつ色が付かない新しいタイプの調味液開発を進めて行きたい。

なお、本研究は「農林水産省フードシステム連携強化・循環推進支援事業」の補助金により「米を原料としたゼロエミッション醤油製造技術の開発」として実施したものである。

## 文 献

- 1) しょうゆ試験法編集委員会：しょうゆ試験法 (日本醤油研究所) (1985)
- 2) 財団法人日本醸造協会：醸造物の成分 (日本醸造協会) p473(1999)

## 県産ヤマブドウの果汁成分分析および醸造試験\*

米倉 裕一\*\*、泉 憲裕\*\*\*、平野 高広\*\*\*\*、山口 佑子\*\*\*\*\*

作山 健\*\*\*、櫻井 廣\*\*

県産ヤマブドウの選抜系統7系統について果汁分析とジュースを製造し、うち4系統でワイン醸造も行った。これらについて官能検査を行ったところ、ジュースに向く系統、ワインに向く系統を把握することが出来た。

キーワード：ヤマブドウ、系統選抜、ワイン醸造

## Must Analysis and Brewing Test of the Clones of *YAMABUDO* (*Vitis coignetiae* Pulliat) Collected in Iwate Prefecture

YONEKURA Yuichi, HIRANO Takahiro, IZUMI Kenyu

SAKUYAMA Takeshi and SAKURAI Hiroshi

Each must of seven strains, which were selection of clones of *YAMABUDO* (*Vitis coignetiae* Pulliat) made in Iwate prefecture, were analyzed and made juice, and four musts of these were made wines. It was understood that the clones was suitable for wine and juice by the sensory taste of these wines and juice.

**key words: *YAMABUDO* (*Vitis coignetiae* Pulliat), clone selection, wine brewing.**

### 1 緒 言

ヤマブドウは岩手県内では葛巻町、安代町、久慈市、大野村などで栽培されている。県内での総生産量は年間100～300トンであり、2007年の生産量は1000トンに達するともいわれている。ヤマブドウを原料とした商品は地域特産品として県内企業や第三セクターの産業開発公社等から、ワイン、ジュース、ジャム等が販売されており、近年の健康志向からその需要が拡大している。しかし、原料ヤマブドウのほとんどが天然物であるため、年毎の収量や品質のばらつきが大きく、

その安定供給および高品質化が望まれている。

前報<sup>1)2)</sup>までに県林業技術センターで選抜した優良系統の果汁成分分析及びワイン醸造等により、その特性を明らかにし、涼実紫1号(系統名：江刺)、涼実紫2号(系統名：川井4)、涼実紫4号(系統名：二戸2)の品種登録に寄与した。本報では、引き続き登録及び登録予定等の優良系統株について同様の試験を行い、品種特性や経年変化についてさらなる検討を行った。

---

\* 県産ヤマブドウの果汁成分分析および醸造試験 第4報

\*\* 醸造技術部

\*\*\* 岩手県林業技術センター 特用林産部

\*\*\*\* 応用生物部

\*\*\*\*\* 応用生物部(現：食品開発部)

2 実験方法

2.1 試験樹

試験樹の由来等を表1に示す。これらは岩手県内の野外から収集した野生株の蔓を挿し木で増殖したもので、県林業技術センター矢巾試験地又は滝沢試験地で検定している。栽培管理は「ヤマブドウの手引き」(葛巻町発行)に従い、房数の調整は剪定にまかせ摘果や摘房は行わなかった。

これら7系統について、結実期に果実を収穫し果汁成分分析に供した。

表1 試験系統

系統名	母樹の自生地	検定林	樹齢	結実回数
涼実紫1号	江刺市根木	矢巾	8	6
涼実紫2号	川井村田代	矢巾	8	6
涼実紫4号	二戸市白鳥	滝沢	7	5
沢内	沢内村猿橋	滝沢	7	5
衣川	衣川村餅転	矢巾	8	6
川井1	川井村田代	矢巾	8	6
山形2	山形村戸呂	矢巾	8	6

2.2 ジュース製造

表1の試験系統株を原料に用いた。原料ブドウ約3kgを除梗後、500gを2-3の果汁分析用とし残りをジュース製造用とした。製造法は、果実を鍋に入れ直火で焦げないように攪拌しながら約15分で80℃となるように加熱した。加熱後直ちに、ステンレス製ハンドジューサーにより搾汁し、瓶詰め後80℃達温で瓶殺菌を行った。

2.3 果汁、ワインの一般分析

比重、エキス分、アルコール、pH、直接還元糖、総酸、色度、フェノール性化合物の目安であるA<sub>280</sub>値の分析は前報<sup>1)</sup>に準じて行った。

2.4 ワインの醸造

醸造試験は、川井1、涼実紫2号、涼実紫4号、沢内(品種登録予定株)の4系統を原料に用いた。

前培養菌は、121℃で15分間殺菌したぶどう果汁に酵母 *Saccharomyces cerevisiae* L-2226 を接種し、25℃で3日間静置培養して調製した。原料ぶどう各15kgを除梗、破碎後、20L容ステンレス製ジャケットタンクに入れた。これに亜硫酸濃度が50ppmになるようメタ重亜硫酸カリウムを添加し、前培養液を加えて温度20℃でかもし発酵を行った。発酵5日目に糖度(Brix)22~24°まで結晶ブドウ糖で補糖した。発酵後圧搾を行い、亜硫酸濃度が50ppmになるようメタ重亜硫酸カリウムを添加し、数日後におり引きした。

2.5 官能試験

ワインの官能評価は山梨県果樹試験場の官能検査法<sup>3)</sup>に従った。すなわち、色調1点、清澄度1点、香り6点、味10点の計18点満点で採点したものを10点満点に換算して評価した。ジュースの官能評価は、

好き3点、普通2点、嫌い1点で行った。パネラーは岩手県ワイン研究会に出席した県ワインメーカー職員、県試験場及び県関係者等20人で2001年11月28日に行った。

3 実験結果

3.1 2001年の気象概況と成育状況

矢巾および滝沢両試験地域における月別平均気温、降水量、日照時間の平年値比較を図1に示す。なお、観測値等は盛岡気象台の「岩手県気象月報」<sup>4)</sup>によった。

ヤマブドウの活動期の4~9月の気温は全般に平年より高めに推移し、降水量は690.0mm(平年比85.2%)と少雨だった。日照時間は953時間(平年比100.6%)と平年並みであった。

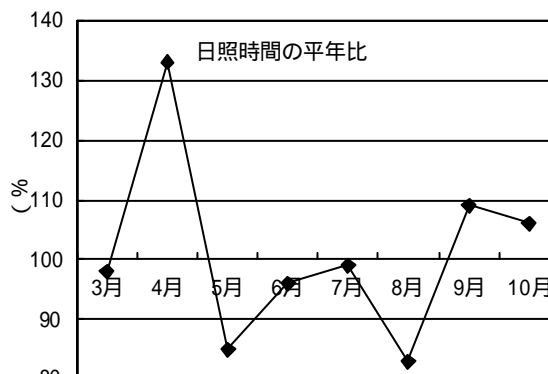
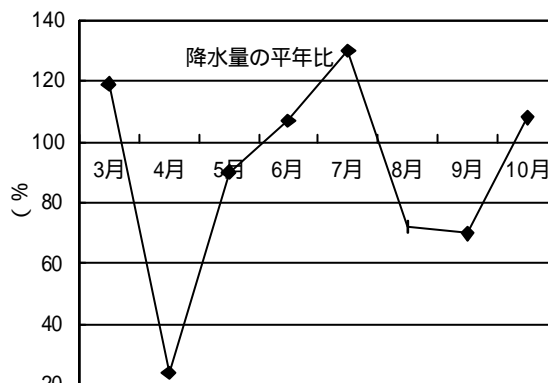
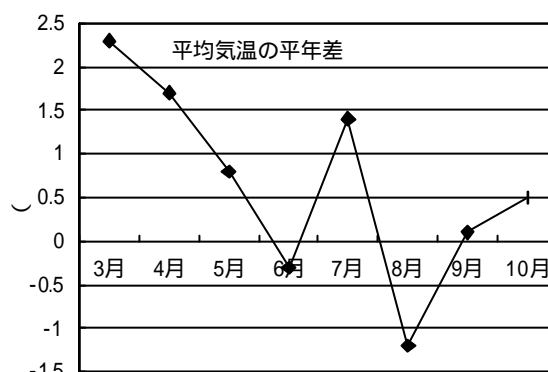


図1 2001年月別気象の平均値格差



県産ヤマブドウの果汁成分分析および醸造試験

4月の気温は平年に比べ高く、発芽期は早く推移した。5月は気温が高めに推移し、開花期は例年に比べ数日早かった。

果実の肥大、成熟期では7月の気温が高かったものの、8月には平均気温が22度(平年差マイナス1.2度)と低かった。降水量は7月が多く(平年比130)、8月は少なかった(平年比72)。日照時間は7月が平年並みであったが、8月は132時間(平年比83)と少なかった。収穫期の9月には気温は平年並みで、降水量は少なかった。

試験系統の生育状況を表2に示す。全般に生育は順調であったが、8月の低温、少日照時間により果実の登熟が遅れる傾向が見られた。また、滝沢試験地では4月23日の晩霜被害が見られ、結実量に影響があった。

表2 試験系統の生育状況等

系統名	開花期	収穫期	結実重量* (kg/本)
涼実紫1号	5月25日	9月19日	9.0
涼実紫2号	5月28日	9月18日	9.2
涼実紫4号	5月30日	9月25日	1.4
沢内	5月29日	9月25日	5.5
衣川	5月28日	9月19日	6.8
川井1	5月28日	9月19日	14.9
山形2	5月27日	9月19日	8.7

\* 1本あたり結実重量(Kg)の系統平均値

3.2 果汁の分析

試験樹7系統の果汁成分分析を行った(表3)。色

表3 果汁成分

系統名	搾汁率 (%)	比重	還元糖 (g/100ml)	糖度 (Brix°)	pH	総酸 (g-酒石酸/100ml)	A <sub>420</sub> (x5)	A <sub>530</sub> (x5)	A <sub>280</sub> (x100)
涼実紫1号	51.3	1.060	13.5	14.3	3.15	0.99	0.900	0.675	0.299
涼実紫2号	51.2	1.057	12.0	13.5	2.84	1.32	1.078	0.907	0.298
涼実紫4号	46.4	1.055	10.0	13.2	2.98	1.84	1.118	0.806	0.340
沢内	53.9	1.046	7.2	10.2	2.71	2.04	1.492	1.243	0.441
川井1	53.4	1.060	12.7	14.4	2.86	1.47	1.454	1.950	0.615
衣川	49.7	1.044	7.9	10.3	2.69	1.79	1.336	0.915	0.358
山形2	49.4	1.050	9.4	11.8	2.84	1.50	0.818	1.017	0.334

表4 ワインの一般成分

系統名	タレ歩合 (%)	アルコール (%)	比重	還元糖 (g/100ml)	エキス分	pH	総酸 (g-酒石酸/100ml)	A <sub>420</sub> (x5)	A <sub>530</sub> (x5)	A <sub>280</sub> (x100)
涼実紫2号	77.7	10.79	1.000	0.48	3.91	3.07	1.38	0.716	1.281	0.394
涼実紫4号	73.7	8.06	1.001	0.19	3.32	2.98	1.71	0.814	1.443	0.534
沢内	73.8	9.78	0.998	0.22	2.86	2.92	1.69	0.874	1.507	0.572
川井1	78.7	10.02	0.998	0.22	3.15	3.05	1.28	0.738	1.738	0.594

度A<sub>420</sub>値、A<sub>530</sub>値ともに系統間で大きく異なっており、色調も赤色、赤紫色、赤褐色と様々であった。比重は1.046~1.060、pHは2.69~3.15の範囲であった。味への影響が大きい糖度は還元糖で7.2~13.5g/100ml、総酸は0.99~2.04g酒石酸/100mlの範囲で、系統差が大きいことがあきらかとなった。フェノール性化合物含量の目安であるA<sub>280</sub>値は0.298~0.615であった。

3.3 醸造試験

発酵経過を図2に示す。発酵終了は、糖度(Brix°)7°±0.1°であった。昨年の発酵日数10~15日に比べ早い経過をとった。各系統の日数は、「涼実紫4号」が7日、「沢内」、「川井1」が8日、「涼実紫2号」は13日であった。

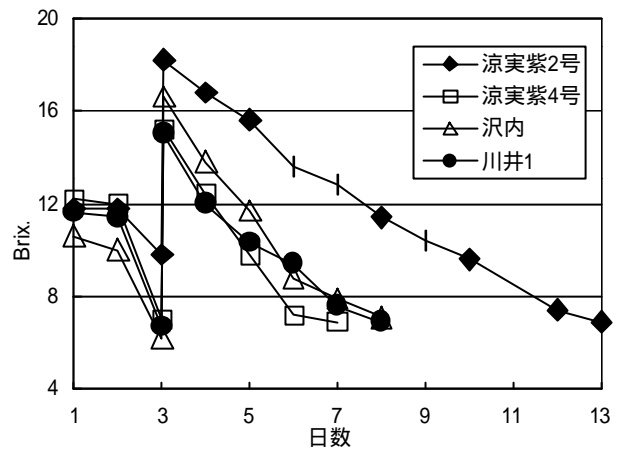


図2 発酵経過

表5 ワインの官能試験結果

系統名	総合得点	短評
涼実紫2号	5.12	さらり。丸みある。薄い。
涼実紫4号	4.72	渋い。酸強い。
沢内	4.72	渋い。酸強い。さらり。
川井1	5.34	後味良。バランス良。鉄臭。

表6 ジュースの官能試験結果

系統名	総合得点	短評
涼実紫1号	2.28	甘い。飲みやすい。甘過ぎ。
涼実紫2号	1.78	甘い。土臭い。
涼実紫4号	1.39	酸強い。青い香り。
沢内	1.56	酸強い。
川井1	2.33	飲みやすい。バランス良。色きれい。
衣川	1.61	特徴無い。酸強い。生臭い。
山形2	1.89	香り良。バランス良。

### 3 4 ワインの分析

一般成分を表4に示す。アルコール濃度は、8.06~10.79 vol.%であり、エキス分は2.86~3.91と系統による差が大きかった。pHは2.92~3.07で果汁のpHと同等か若干高かった。フェノール性化合物含量の目安となるA<sub>280</sub>値は0.394~0.594であった。総酸は1.28~1.78 g-酒石酸/100mlと高い値を示した。成分、色調とも全体的に濃厚でヤマブドウの個性が生きていた。「涼実紫2号」は色調が赤紫色であった。その他の「涼実紫2号」、「沢内」、「川井1」は青紫色であった。

### 3 5 官能試験

ワインの官能試験結果を表5に、ジュースの官能試験結果を表6に示す。

ワインの総合得点は4.72~5.34の範囲で、「川井1」、「涼実紫2号」が比較的评价が高かった。これら個々の評価は、「川井1」が酸味、渋味がしっかりとしたバランスの良い味、「涼実紫2号」が酸味、渋味が柔らかくソフトで飲み易いというものであった。また、評価が劣った「涼実紫4号」、「沢内」は、渋味、酸味が強すぎるという評価であった。

ジュースの総合得点は、「川井1」、「涼実紫1号」の評価が高く、次いで「山形2」、「涼実紫2号」の評価が高かった。個々では「川井1」、「山形2」は酸味、渋味のバランスが良く、「涼実紫1号」、「涼実紫2号」は甘みが特徴的という評価であった。その他の品種は、

酸が強すぎるという評価が多かった。

## 4 考 察

2001年、ワイン、ジュースの両方において官能評価で高い評価を得た「川井1」は、昨年のワイン評価では酸味、渋味の強さを良いと評価をする人と悪い評価をする人に別れており、ばらついた評価であった。この原因として、2000年に比較して総酸が果汁で0.96g酒石酸/100ml、ワインで0.41g酒石酸/100mlと低かったためバランスが良くなったためと思われる。さらに、「川井1」の糖分は2001年と2000年とでほとんど変わらないが、他の系統の糖分が例年より低かったことも一つの要因と考えられる。また、2000年一番ワインの評価が良かった「涼実紫2号」は、2001も評価が良く、穏やかな発酵とアルコールの生成量がソフトな質の仕上がりにつながったものと思われる。ジュースで比較的评价の高かった「涼実紫1号」は、その遺伝的形質のとおり、糖が高く酸が低い特徴を現していた。ただ、この甘さを低く評価する傾向もあり、今後、糖と酸のバランス等について検討する必要性を感じた。

全体的に見ると、試験した系統品種毎に2000年と同様な傾向を示し、それぞれ色調、酸味、渋味等に個性的な特徴を持っていた。

## 5 結 言

県内から収集したヤマブドウの中から選抜した優良候補系統を対象に、果汁成分分析ならびに醸造試験を行った。試験したすべての果汁およびワインは、系統由来の個性を持つとともに、ヤマブドウらしい濃色、酸味、渋味を持っていた。これらのワイン、ジュースについて官能試験した結果、ワインには「川井1」と「涼実紫2号」が、ジュースには「川井1」と「涼実紫1号」が適していると評価された。今後も適性試験を行い、県の特産品としての可能性を探っていきたい。

なお、2000年に続き県林業技術センターでは、県のオリジナル品種として「沢内」を「涼実紫5号」と命名して品種登録申請中である。

## 文 献

- 1) 平野高広, 泉憲裕, 畑山誠, 中山繁喜, 作山健, 櫻井廣: 岩手工技セ研報, 7, 111 (2000)
- 2) 米倉裕一, 平野高広, 泉憲裕, 作山健, 櫻井廣: 岩手工技セ研報, 8, 183 (2001)
- 3) 山梨県食工指編: 葡萄醸造法, p.23 (1974)
- 4) 日本気象協会盛岡支部: 岩手県気象月報 (2001)

## 吟ぎんがによる吟醸酒製造試験

高橋 亨\*、中山 繁喜\*、畑山 誠\*  
米倉 裕一\*、櫻井 廣\*

「吟ぎんが」と「岩手吟醸2号」酵母を用いて吟醸酒の醸造試験を行った。平成13年産「吟ぎんが」はもろみ中で溶解しやすい米質であり、適切な原料処理、もろみ管理が例年以上に大切であることがわかった。

キーワード：吟ぎんが、岩手吟醸2号

## Sake Brewing from *Ginginga*

TAKAHASHI Tohru, NAKAYAMA Shigeki, HATAKEYAMA Makoto,  
YONEKURA Yuichi and SAKURAI Hiroshi

We brewed *Ginjo-syu* from *Ginginga* and *IS2*. The properties of *Ginginga* harvested in *Heisei* 13 was very easy to be dissolved in *moromi*, it was important of appropriate material processing and *Moromi* control, over the average year.

**keywords** : *Ginginga, IS2*

### 1 緒 言

岩手県オリジナル酒造好適米である「吟ぎんが」は県内各酒造会社において吟醸酒、純米吟醸酒の原料米として用いられている。酒造用原料米全国統一分析、醸造試験を行うことによって平成13年産「吟ぎんが」の特徴を把握し、「吟ぎんが」吟醸酒製造における技術支援を行うための情報を得ることを目的とした。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試酵母

当センターで吟醸用酵母として県内企業へ頒布している「岩手吟醸2号」酵母を用いた。

#### 2-2 原料および処理法

原料米は、岩手県酒造協同組合共同精米所で精米された精米歩合50%の「吟ぎんが」を用いた。玄米および白米は酒造用原料米全国統一分析法<sup>1)</sup>に準じて分析を行った。醸造試験において洗米はMJP式洗米機(白垣産業株式会社製)を用い、2分間洗米した後、麹米と添、仲掛米は吸水率30%、留掛米は28%を目標に浸漬吸水させた。蒸きょうはOH式二重蒸気槽付き甑(増田商

事株式会社製)を用い50分間行った。蒸きょう終了前10分間は加熱した乾燥蒸気を通じた。

製麹は薄盛三段式製麹機(ハクヨウ株式会社製)を用い、添麹と仲麹はまとめて製麹した。種麹(株秋田今野商店5菌)は白米100kg当たり添・仲麹で50g、留麹で30g使用した。麹の分析は国税庁所定分析法<sup>4)</sup>に基づいて分析した。

#### 2-3 仕込み配合および温度管理

表1に示す仕込み配合で醸造試験した。酒母として麹エキス(Brix11度、0.3%酵母エキス)10ℓを用い、30、2日間静置培養した酵母を初添水麹に添加する酵母仕込みとした。添仕込みと踊りが16、仲仕込で10、留仕込みで7を目標にした。

アルコール添加時期は、もろみの日本酒度-2到達時を目標にした。上槽は綿搾袋で行い、初期の濁りが無くなった後40ℓを斗ビン(20ℓ容ガラス容器)にとった。

#### 2-4 製成酒の分析

製成酒およびもろみは国税庁所定分析法<sup>2)</sup>に基づいて分析し、香気成分は、HEWLETT PACKARD社製ヘッドスペースガスクロマトグラフHP5890Aで測定した。

表1 仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米(kg)	30	60	90	180
蒸米(kg)	21	48	75	144
麹米(kg)	9	12	15	36
汲水(l)	43	90	119	252
30%アルコール(l)				66

3 実験結果および考察

3-1 原料米分析、原料処理および製麹

原料米分析結果を表2に示す。平成12年産米に比べ平成13年産米は千粒重がやや小さく、吸水、粗蛋白質、砕米混入率は高めであった。蒸米吸水率が10%以上少ないのに比べ消化性(Brix)があまり変わらないことから、例年どおりの吸水だと米の溶解が進むことが予想された。

原料処理結果を表3(平成12年度)、表4(平成13年度)に示す。平成12,13年産米とも吸水時間が9.7~14.0分であり、50%精白米としては平均的な値であった。しかし、平成13年産米では洗米のロット差が大きかった。また、浸漬中の砕粒も平成12年より多かった。

麹の分析結果を表5に示す。添・仲麹、留麹とも水分はやや高めであり、酵素力価は、 $\alpha$ -アミラーゼに比べグルコアミラーゼ活性、酸性カルボキシペプチダーゼ活性がやや弱めの麹であった。

表2 原料米分析結果

	平成13年度	平成12年度
玄米千粒重(g)	26.2	26.9
20分吸水(%)	30.6	34.9
120分吸水(%)	32.2	41.4
蒸米吸水(%)	37.2	49.0
糖度(Brix)	10.8	11.0
$\alpha$ ミ/酸度(ml)	0.6	0.6
粗蛋白質(%)	4.1	3.8
砕米混入率(%)	4.8	0.8

玄米千粒重以外の項目は50%精白米の分析結果

3-2 醸造試験

図1にもろみ品温経過、表6に製造実績および製成酒成分、表7に製成酒の香気成分をそれぞれ示す。平成12年度は33日で上槽しているが平成13年度は40日のもろみ日数となり、また、目標である日本酒度-2まできらすことができずに上槽した。BMD値から米の溶解がかなり進んだことがわかる。汲み水歩合150%まで追

表3 原料処理結果(平成12年度)

	品温 ( )	水温 ( )	吸水時間 (分)	吸水率 (%)	蒸米吸水 (%)
添・仲麹	14.5	16.0	12.0	33.4	43.4
留 麹	16.0	16.0	11.0	30.8	42.9
添 掛	16.0	16.0	10.5	30.8	40.8
仲 掛	11.0	13.0	10.0	29.4	40.9
留 掛	11.0	13.0	9.7	27.0	37.0

表4 原料処理結果(平成13年度)

	品温 ( )	水温 ( )	吸水時間 (分)	吸水率 (%)	蒸米吸水 (%)
添・仲麹	13.5	17.0	14.0	39.9	48.3
留 麹	11.0	16.0	12.0	32.5	44.4
添 掛	11.0	16.0	11.0	34.5*	42.0
仲 掛	10.5	13.0	12.0	29.7	40.2
留 掛	11.0	14.5	10.8	27.2	37.3

\* 予定の吸水率に達しなかったため再度浸漬を行った。また、その時間は吸水時間に含まれていない。

表5 麹分析結果

	水分 (%)	$\alpha$ ミラーゼ* (U/g 麹)	グルコアミラーゼ* (U/g 麹)	ACP* (U/g 麹)
添・仲	23.2	840	180	3975
留	21.1	882	199	3522

\*酸性カルボキシペプチダーゼ

い水を行い対応したが米の溶解が大きく進み、最大のBMD値は88.2(18日目)となり、発酵の制御をうまく行うことができなかった。平成13年産吟ぎんがはもろみ中で溶解しやすい米質であることが明らかになった。また、平成12年度は添え・踊り時の温度を約20<sup>3)</sup>として酵母の増殖を促したのに対し、平成13年度は16とやや低く抑えたが、結果酵母の増殖が不十分であったと考えられる。もろみ11日目まで最高温度(11.3)に達したが、そのままの温度を維持することができなかったことも一因と考えられた。

米がよく溶けたため粕歩合が低くなり、また、もろみ日数が長くなったため酸度、アミノ酸度ともに平成12年度よりも高くなった。

香気成分は平成12年度よりやや低めであった。これは平成12年度が上槽直後の香気成分を測定したのに対し、平成13年度は火入れ後のサンプルを分析したためであり、吟2号の活性が変化したことによるものではないと考えられた。

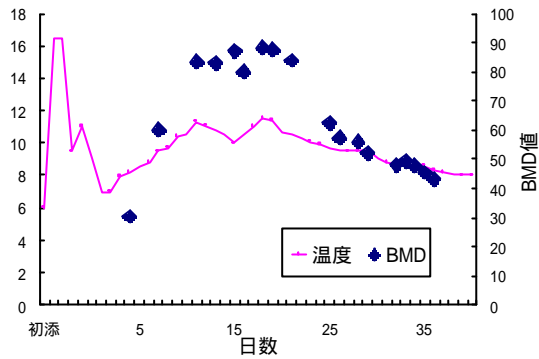


図1 もろみ品温経過

表6 清酒製造事績及び製成酒成分

	平成13年度	平成12年度
もろみ日数(日)	40	33
製成数量(ℓ)	431	389
もろみ熟成歩合(%)	80.5	80.4
もろみたれ歩合(%)	88.3	84.4
アルコール取得量(ℓ/t)	366	275
粕歩合(%)	33.3	47.5
アルコール濃度(%)	16.8	16.9
酸度(mℓ)	2.0	1.5
アミノ酸度(mℓ)	1.7	1.1
日本酒度	-2	+3

表7 製成酒の香気成分

	平成13年	平成12年
酢酸イソamil	2.4	4.3
カプロン酸ethyl	5.5	6.6
酢酸ethyl	29.2	50.2
プロピルアルコール	52.4	52.1
i-ブチルアルコール	32.3	41.5
i-アミルアルコール	120.3	118.0

(単位 ppm)

#### 4 結 言

平成13年産吟ぎんがの特性を把握するために酒造用原料米全国統一分析、醸造試験を行った。平成13年産吟ぎんがは平成12年産に比べもろみ中で溶解しやすく、碎米も多いことから原料処理に留意すること、糖化と発酵のバランスがうまくとれるよう、また糖化が進みすぎた場合は早めの追い水によるもろみの管理が必要と考えられた。吟ぎんがによる吟醸酒の製造を11月上旬から開始することで、県内酒造場の多くが吟ぎんがで仕込む前に平成13年産吟ぎんがの特徴について情報を提供することができた。

また、平成12年に誕生した「ぎんおとめ」についても「吟ぎんが」と同様、試験醸造をとおしてその年の米質を把握、情報提供したい。

#### 文 献

- 1)酒米研究会：酒造用原料米全国統一分析法(1996)
- 2)注解編集委員会編：第4回改訂 国税庁所定分析法 注解，日本醸造協会(1993)
- 3)高橋 亨，中山繁喜，畑山 誠，平野高広，櫻井 廣：岩手工技セ研報，7, 91(2000)

## 低アルコール清酒のアンケート調査と試験醸造

中山 繁喜\*、山口 佑子\*\*、小浜 恵子\*\*\*、櫻井 廣\*

低アルコール清酒の商品化を目指す県内企業と歩調を合わせ、女性に好まれる酒質の調査と試験醸造を行った。市販酒のアンケート調査の結果、甘味や酸味が明確で発泡性を有するタイプが好評であった。試験醸造酒でも発泡性タイプが好評であったが、糖化を進め酸味を増やすように改良する必要があった。

キーワード：低アルコール清酒、発泡性清酒

## Questionnaire and Brewing of Low Alcohol Sake

NAKAYAMA Shigeki ,YAMAGUCHI Yuko,  
KOHAMA Keiko and SAKURAI Hiroshi

We investigated the quality of low alcohol sake liked by woman and examined brewing sake. According to the investigation of the questionnaire of sake for sale, the type where sweetness and acidity were clearly and had foam was favored. In the test brewing sake foamed type was favored too. It was necessary to advance saccharification and increase acidity.

**key words : Low Alcohol Sake, Foamed Sake**

### 1 緒 言

清酒全体の消費量が年々減少している中、県内のある低アルコール清酒が多大な販売実績を上げるなど、低アルコール清酒は将来性のある分野だと思われる。近年、県内でも低アルコール清酒に取り組む企業が徐々に増えている。しかし、低アルコール清酒のターゲットを女性にしているにもかかわらず、十分な市場調査を行わないまま、男性職員だけで商品開発を行っている例もあった。そこで、当センターで女性が好む低アルコール清酒の酒質を調査し、それに合った製造法を確立するため試験醸造を行ったので報告する。

### 2 実験方法

#### 2 - 1 アンケート調査

低アルコール清酒と、米を主原料とする雑酒（柚、レモン果汁添加）の計6種類（表1）を酒販店から購入し、アンケート調査を行った。回答者は20代から60代の女性

18人で、6種類の酒に対して「好き」、「きれい」もしくは「分らない」のどれに該当するか答えてもらい、さらにその酒に対するコメントを求めた。

表1 アンケートに使用した酒

酒	区分	発泡性	アルコール
A	清酒	有	5.5 %
B	"	有	8.5
C	"	有	6 ~ 7
D	"	有	7
E	雑酒	有	9 ~ 10
F	清酒	無	10 ~ 11

#### 2 - 2 低アルコール清酒醸造用酵母の分離

協会701号酵母を親株としてEMS（エチルメタンサルホン酸）を用いた突然変異処理を行った。処理株は、アスパラギン酸アナログ L-Aspartyl- hydroxamate を添

\* 醸造技術部、

\*\* 応用生物部（現在 食品開発部）、

\*\*\* 応用生物部

加した培地(表2)でスクリーニングした。L-Aspartyl-hydroxamate耐性株は、ピルビン酸からTCAサイクルに至る経路が変わり、生成する有機酸組成が変化した酵母が得られると考えた。

次に、L-Aspartyl-hydroxamate耐性株を麹エキス5ml中で培養し酸生成能を比較した。その後、総米100g、3段仕込み、発酵温度10一定で小仕込試験を行って菌株を選抜した。

表2 スクリーニング培地の組成

Glucose	5	%
AmmoniumSulfate	1.2	%
YEASTNITROGENBASE (DIFICO)	0.17	%
L-Aspartyl-hydroxamate	7.4	mg
D-Biotin	10	μg
Agar	2	g
Water	100	ml

2-3 試醸試験

総米7kgの純米酒仕込み試験を行った(表3)。原料米は精米歩合60%の「ぎんおとめ」を用いた。試験区は発泡性を有するタイプと無いタイプの2区分けた。酵母は麹エキス500mlで2日間培養し、全量を初添仕込みに添加した。品温経過は図1のとおりとした。発泡性がないタイプは最高温度を13とし12日目にアルコール濃度10%に達したところで上槽した。発泡性タイプは途中まで前者と同じ経過をとったが、7日目に圧搾して液を耐圧タンクに移動し、その後、品温を下げ12

表3 仕込み配合 (kg)

	初添	仲添	留添	計
総米	1.1	2.2	3.7	7.0
蒸米	0.8	1.7	3.1	5.6
麹米	0.3	0.5	0.6	1.4
水	1.5	4.4	8.1	14.0

表4 アンケート結果(女性全員)

酒	好き	嫌い	分からない
A	4人	8人	6人
B	12	5	1
C	3	12	3
D	0	12	6
E	8	7	3
F	2	8	8

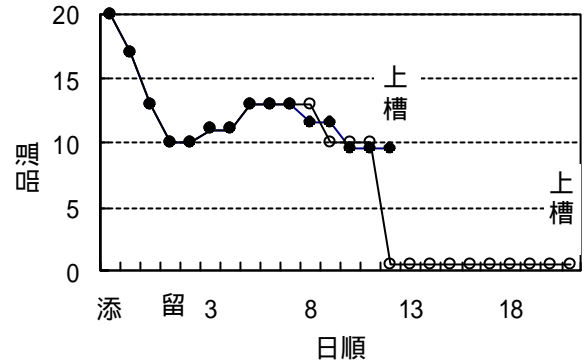


図1 品温経過

○: 発泡性有り、●: 発泡性無し

日目を以降は0.5にし21日目に発酵を終了させた。

また、製成した酒の官能評価は当センター職員10名(うち女性5名)で行った。

2-4 成分分析

酒の分析は国税庁所定分析法<sup>3)</sup>に基づいて分析し、有機酸は(株)東京理化製カルボン酸分析計S-3000とAgilen製キャピラリー電気泳動システム、ブドウ糖は東洋紡(株)製ダイヤグルカで測定した。

3 実験結果及び考察

3-1 市販低アルコール酒の調査

女性18人に対するアンケート結果を表4に示した。「好き」と答えた人が最も多かったのは、酒Bであった。逆に「嫌い」と答えた人が多かったのは酒C、D、A、Fであった。酒Eは両者の数が接近していた。また、回答者の中には、清酒以外の酒類を好む人が7人おり、その人達だけの集計を表5に示した。酒Bを「好き」と答える人が多く、酒C、D、Fを「嫌い」と答える人の方が多かった。酒A、Eは両者が接近していた。

低アルコール清酒は、特に既存の清酒に満足せず清酒以外の酒類を飲んでいる人々へアピールしたいと考えて、清酒以外の酒類を好む人々に限っても集計した。しかし全員の集計結果とほぼ同じ結果になり、全員の集計だけ

表5 アンケート結果(清酒以外の酒類が好きな人)

酒	好き	嫌い	分からない
A	2人	2人	3人
B	4	2	0
C	1	4	2
D	0	3	4
E	4	3	0
F	1	3	3

表6 市販酒に対するコメント

酒	コメント
A	炭酸がきつい、さらっとしている、おいしい、味がよく分からない。
B	甘酸っぱくてフルーティー、酎ハイに近い、女好み、おいしい、甘すぎる
C	変な臭い、炭酸がきつい、味が嫌い、辛い。お酒の味が濃い。
D	味がはっきりしない、渋い、苦い、後味が変、酸が強い、香りがきらい。
E	甘くてフルーティー、香りが良い、フルーツの味、爽やか、柚が合わない。
F	味が薄い、味がはっきりしない、水くさい、変な臭い、日本酒らしい味がする。

表7 市販酒の有機酸とブドウ糖濃度（有機酸の単位はmg/ℓ、ブドウ糖は%）

酒	乳酸	酢酸	ピルビン酸	リンゴ酸	クエン酸	コハク酸	ブドウ糖
A	364	92	119	180	847	73	7.4
B	2087	72	263	193	2	165	17
C	745	120	184	55	2	302	4.8
D	1070	26	393	223	3	204	5.3
E	174	37	79	160	2561	158	3.3
F	572	14	80	1259	58	345	4.3

で充分と思われた。

有機酸組成とブドウ糖濃度を表7に示した。これらは酒ごとの違いが明確に表れた。酒Aは、クエン酸、酒Bはブドウ糖と乳酸、酒Cは酢酸、酒Dは乳酸、酒Eはクエン酸、酒Fはリンゴ酸を多く含んでいた。

女性に好まれた酒Bは、甘みと酸味がはっきりしているタイプであった。酒Eも、クエン酸の爽快な酸味があり、ブドウ糖濃度は低かったが甘味は強く感じられ、好きと答えた人が比較的多かった。しかし、果汁が添加され風味が清酒と大きく異なっていたため、嫌いと答えた人もいた。

また、酒Dはピルビン酸濃度が高くこれに由来するダイアセチル臭が出ており、また酒Cは酢酸濃度が高く、香りや味を嫌うコメントがあった。さらに酒Fは唯一発泡性が無かったことやリンゴ酸の刺激の少ない酸味であったことから、アルコール濃度が最も高かったにもかかわらず、味が薄く水っぽいと感じられ、嫌いという評価

が多くなったと思われた。

女性に好かれる酒質は、甘味や酸味が明確なタイプで、適度な発泡性を有している方が爽やかで良いと思われる。また香りに対するコメントも多く、オフフレーバーには充分気を使う必要があることが分かった。

### 3-2 低アルコール酵母の取得

E M S 処理変異株200株の中から、L-Aspartyl- -hydroxamate耐性株を20株取得した。その中から、麹エキス培養で酸生成が多かった6株を選び、総米100gの仕込み試験を行った。製成酒の有機酸組成と一般成分を表8に示した。106株はアルコール度数が低くボームが高くして発酵が緩慢であった。他の株は低アルコール清酒用とすれば十分に発酵した。また、57株の有機酸の生成は乳酸、ピルビン酸、リンゴ酸、クエン酸が多く、106株はリンゴ酸とコハク酸が多かった。これら耐性株は親株と異なる有機酸組成であった。官能評価は、113株がエステル香が強く、味も軽快であった。また、リンゴ酸

表8 製成酒の有機酸および一般成分（総米100g試験）（有機酸の単位はmg/ℓ）

酵母	乳酸	酢酸	ピルビン酸	リンゴ酸	クエン酸	コハク酸	アルコール	ボーム	酸度
57	771	112	348	429	147	693	11.0 %	3.4	2.7 mℓ
78	542	176	44	192	98	618	12.5	3.2	2.7
106	451	32	21	441	97	806	8.6	6.2	3.6
108	392	100	106	210	72	389	12.7	2.6	3.2
113	513	102	202	250	117	480	12.0	2.9	2.6
136	352	93	49	185	74	323	10.7	4.2	2.9
親株	387	160	178	201	85	391	12.8	2.4	2.9



表9 製成酒の一般成分と製成歩合(総米7kg試験)

酵母	発泡性	日本酒度	アルコール	酸度	アミノ酸度	粕歩合	アルコール収得
57	無	-21	10.7 %	1.9 ml	1.2 ml	39.6 %	22.9 %
	有	-10	10.3	1.8	1.2	50.0	22.0
113	無	-20	10.9	1.8	1.0	41.0	21.7
	有	-10	10.5	1.7	1.2	50.0	22.4

表10 製成酒の有機酸とブドウ糖濃度(有機酸の単位はmg/l、ブドウ糖は%)

酵母	発泡性	乳酸	酢酸	ピルビン酸	リンゴ酸	クエン酸	コハク酸	ブドウ糖
57	無	428	94	113	104	39	518	2.0
	有	421	100	116	94	26	499	1.8
113	無	449	91	184	99	36	465	2.4
	有	425	119	91	76	48	436	1.1

生成が多かった 57株と 116株では、57株の方が香味の調和がよくソフトであった。以上のことから、57と 113の2株を用いて低アルコール清酒の仕込試験を行った。

### 3-3 低アルコール清酒の製造

製成酒の一般成分と製成歩合を表9、有機酸とブドウ糖濃度を表10に示した。4試験区とも蒸米の溶解が進まず、製成酒のブドウ糖濃度が低くなった。市販酒に比べてコハク酸や酢酸濃度が高く、リンゴ酸濃度が低い傾向にあったが、市販酒で見られたような明確な有機酸組成の特徴はなかった。

官能評価を表11に示した。発泡性がないタイプでは、酵母 113がすっきりして飲みやすかった。一方、発泡性を持たせた 113は、特徴的な香りになり評価が分かれた。57は味のまとまりが良く爽快感があって最も評価が良かった。しかし、炭酸ガスが苦手とコメントした人もあり、ガス圧は低目に押さえた方が良いと思われた。

また、市販酒で好評だった酒Bに比べ、甘味と酸味が少なかったため、発泡性 57の製成酒にブドウ糖を3%、乳酸を500mg/l添加したところ、特に女性の評価が高まった。したがって、甘味や酸味を増すように酒質を改良する必要があることが分かった。

表11 製成酒の官能評価

酵母	発泡性	コメント
57	無	味が調和せず、いろんな味が浮き出る。
	有	爽快感ある。この中では最も良い。
113	無	クセがなく、すっきりして飲みやすい。
	有	プリンのような香りが良い。香り悪い。

今回我々が行った製法では、蒸米の糖化や酵母が活発に活動できる日数が通常のもろみの半分程度と短かったため、蒸米の糖化が不十分であったり、酵母の特徴を充分引き出していないと思われた。そのため、従来の並行複発酵ではなく単行複発酵の方式にし、蒸米の糖化は酵素剤を使用して高温で行い、酸味は酵母だけに頼らず酸味料の添加等積極的に酸を増加させる手法を導入する必要があると思われた。

## 4 結 言

女性に好まれる低アルコール酒をアンケート調査したところ、甘味や酸味のはっきりして、適度な発泡性を持っているタイプであることが分かった。当センターで分離したL-Aspartyl-β-hydroxamate耐性株を用いて試験醸造したところ、炭酸ガスが溶け込み爽快感のある製成酒が得られた。さらに女性に好まれる低アルコール清酒にするために、甘さや酸味を増加させる製造法の改良が必要と思われた。

## 文 献

- 1) 渡辺誠衛、高橋仁、田口隆信、中田健美、立花忠則、斎藤久一：秋田県総合食品研究所報告 2, 36 (2000)
- 2) 小関敏彦、森岡裕人、飛塚幸喜、須貝智、小島弥之祐、鈴木弥兵衛、佐藤昭仁、和田多聞、布宮雅昭：醸協、8、92 (1996)
- 3) 第4回改正 国税庁所定分析法注解、日本醸造協会 (1993)

## 減圧乾燥法による保存性食品の試作

笹島 正彦\*、遠山 良\*

市販の漬物製品を真空凍結乾燥し漬物乾燥品の試作を行い、これに冷麺スープを吸収させたときの固さについて検討した。その結果、市販品の2倍程度の固さに戻ったが、冷麺添付品としては麺調理時間に比べ漬け物が軟化する時間が長い点が問題であった。

また、岩手県近海定置水揚げのサケを、低温で減圧乾燥し薫製状の半乾燥品を試作した。6日間で原材料の40%の重量まで減量でき、切り身にせず大型でかつ低塩分の新しいタイプのサケ乾燥品の加工ができたが、製品化のためには、量産のための製造装置、素材の状態に応じた製造方法が課題である。

キーワード：減圧乾燥

## Making of preservable Food by Reduced Pressure Treatment

SASAJIMA Masahiko and TOYAMA Ryo

We freeze-dried tukemono(pickles) of the commercial product, and then examined the hardness of them which was made to absorb the reimen noodle soup. The hardness came to a double of the commercial product. It was necessary longer time than the cooking time of the reimen noodle to absorb the reimen soup sufficiently

And by reduced pressure treatment, we made semi-dried food of the salmon caught in the sea of Iwate Prefecture. It's weight was able to be reduce to 40% weight of the raw material for 6 days. We were able to make low-salinity and large dried salmon. But for the merchandising, it is necessary to examine the manufacturing equipment for the mass-production.

key words: reduced pressure treatment

### 1 緒 言

当センターでは県内企業及び業界団体の需要拡大に向けた取り組みに対し、技術的支援を行ってきた。消費拡大の方向として、新規商品開発、保存性の向上などがあげられるが、今般、漬物製品及び魚肉（サケ）を対象として減圧乾燥法による保存性食品の製造について検討した。

漬物については、土産物冷麺添付品としての需要が期待できる乾燥品の試作、サケについては薫製製品の加工期間短縮を目的に半乾燥品の試作を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 原材料

漬け物については株式会社青三製の大根のキムチ漬を使用した。原料の大根はおおよそ5mmほどの厚さに銀杏切りされている。

サケについては岩手県沿岸定置漁業で水揚げされたものを、頭部及び内臓を取り除いたのち三枚におろしたものの使用した。

#### 2-2 製造装置

凍結乾燥器：

株式会社共和真空製 RLE103

#### 2-3 製造方法

漬け物については凍結乾燥機の最終温度を40℃に設定し乾燥した。

サケについては予備凍結した後、最終温度を設定せず減圧のみで1日（約24時間）～6日（約144時間）間乾燥した。

#### 2-4 測定

##### 2-4-1 試料調整

漬け物については、原材料の銀杏切り片を一定時間冷麺スープに浸したものを試料とした。浸漬にあたっては、漬け物片をスープに入れた直後にガラス棒を用い手動で約5秒間10回転撈拌した。スープは和弘食品株式会社製の冷麺スープを5倍に薄めて使用した。

サケについては、背部の最も肉厚の部分を約2cm<sup>2</sup>の範囲で切り出したものを試料とした。

##### 2-4-2 測定方法

###### (1) 固さ

タケモト電機株式会社製テンシプレス My Boy Systemを用いて、試作品の固さを1バイト法で測定した。テンシプレッサーのプランジャーはプレート型（刃巾1mm×長さ20mm）を使用した。漬け物の測定条件を表1に、サケの測定条件を表2に

\* 食品開発部

示す。

表1 1バイト法での測定条件(漬け物)

Distance	30 mm	Bite Speed	2 mm/sec
Clearance	0.1 mm	Loadcell	10 kg
Thickness	10 mm	Plunger area	1 cm <sup>2</sup>
Repeat time	1	Selector	37
Static time	0 sec	Mode check	0

表2 1バイト法での測定条件(サケ)

Distance	30 mm	Bite Speed	2 mm/sec
Clearance	0.1 mm	Loadcell	10 kg
Thickness	20 mm	Plunger area	1 cm <sup>2</sup>
Repeat time	1	Selector	37
Static time	0 sec	Mode check	0

(2) 漬物の乾熱減量

冷麺スープに浸漬後、表面のスープを除くためキッチンペーパーで挟み、105℃で恒量になるまで加熱した。

3 実験結果

3-1 漬け物

冷麺スープに浸漬した時間と固さとの関係について図1に、また、乾熱減量との関係について図2に示す。

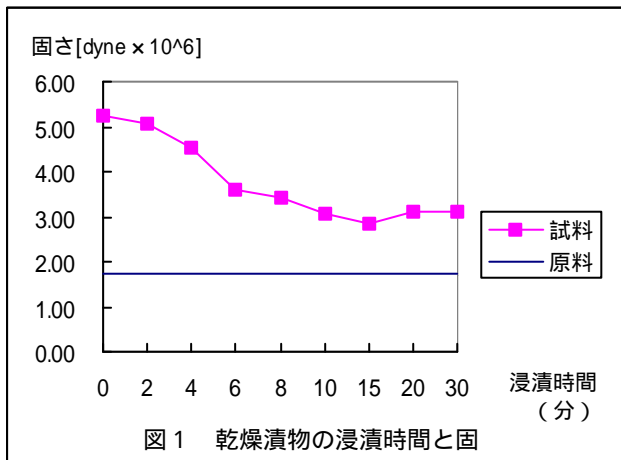


図1 乾燥漬物の浸漬時間と固さ

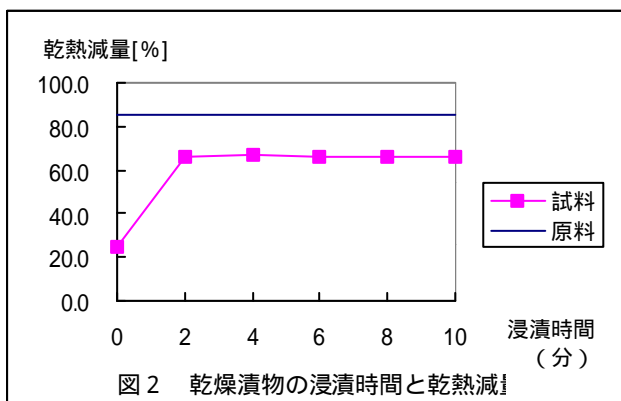


図2 乾燥漬物の浸漬時間と乾熱減量

その結果、乾燥漬物試料を冷麺スープで軟化させた場合、約10分間は徐々に軟化するが、以後あまり変化しないことがわかった。

また、乾熱減量が2分で66%に達し、以後変化がないことから、乾燥漬物試料の冷麺スープ浸漬での吸水はほぼ2分以内で終了していることが推定された。

3-2 サケ

試料の乾燥期間と固さとの関係について図3に、また、乾燥後重量(乾燥前重量比)との関係について図4に示す。

試料の外観は、乾燥2日目までは生サケと変わらないが、3日目から5日目までは表面が白みがかり2層に分かれ、6日目で全体が変色した。

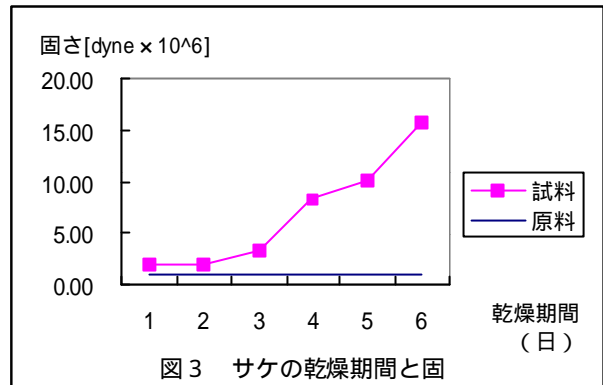


図3 サケの乾燥期間と固さ

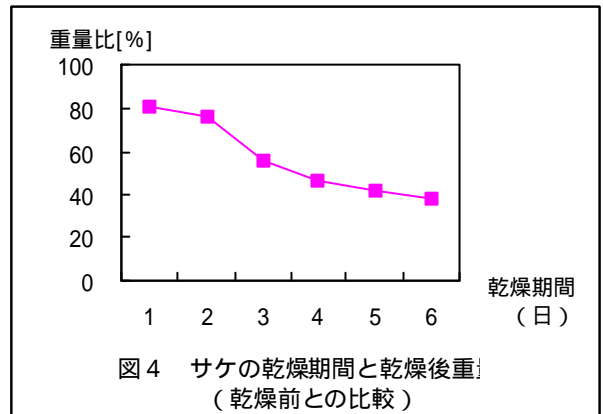


図4 サケの乾燥期間と乾燥後重量(乾燥前との比較)

4 結 言

市販の漬物製品を真空凍結乾燥し漬物乾燥品の試作を行い、これに冷麺スープを吸収させたときの食感(固さ)について検討した。その結果、スープの吸収は2分間程度の短時間で終了するが、固さが一定になるまでは10分程度要した。原材料の製造企業の商品開発担当者からは製品化の可能性ありとの意見をいただいたが、製品化のためには食感を市販漬物製品に近づける必要がある。また、冷麺添付品にするためには、麺調理時間に比べ軟化するまでの時間が長い点が問題であった。

また、岩手県近海定置水揚げのサケを、低温で減圧乾燥し薫製状の半乾燥品を試作した。切り身にせず大型でかつ低塩分の新しいタイプのサケ乾燥品の加工ができたが、製品化のためには、量産のための製造装置、素材の状態に応じた製造方法が課題である。

なお今後は、今回題材とした漬物及びサケだけではなく、他の素材も併せ、県産原材料を利用した土産用又は携帯用食品の開発に取り組むこととしている。