

3次元CTによる製品検査システムの開発

大坊 真洋*、長谷川 辰雄*、熊谷 隆美*
藤澤 充**、南幅 留男*

A Development of Inspection System for Manufacturing Mass Product Using Three Dementional Computer Tomography

DAIBO Masahiro*, HASEGAWA Tatsuo*, KUMAGAI Takami*,
FUJISAWA Mitsuru**, MINAMIHABA Tomeo*

We report a status of developing new browsing X-ray CT system for the manufacturing product based on singular value decomposition. This paper presents reconstructed imaging that is obtained only 8 projections and 25 seconds processing time. We also developed a conventional 3D CT system that consists of Filtered Back-Projection and 3D visualization software. By combining with the conventional 3D CT system, this system offers high potential for both speed and precision.

Keyword : 3D-CT, Singular Value Decomposition, A Few Projection, 3D-CG

1 緒言

電子機械関連の工業製品の製造企業では、不良欠陥のない製品を大量に安価に製造しなければならず、X線装置や超音波装置による三次元非破壊内部検査が必要になっている。従来の典型的なCT (Computed Tomography) は、膨大な計算と精密な回転機構を要するため、特殊で非常に高価な装置が必要である。このため従来の典型的なCT装置は、医療などの用途には好都合であるが、非常に安価な電子部品を生産ライン上で全数検査するような用途には、検査コストがかかりすぎるので現実的ではなかった。

内部欠陥の有無を生産ライン上で高速に選別する用途には、高速に計算ができ、回転機構が簡単な少数投影による新しいCTシステムが必要である。少数投影によるCT法は岩手大学の田山グループによって詳細な理論的研究⁽¹⁻⁴⁾が行われている。その指導のもとに我々は特異値分解による最小二乗解を利用した方式を採用して、システム化への応用研究を行っている。このシステムは、画質を多少犠牲にするが、少数方向からの投影で、一般的な安価な装置で高速にCT画像の構成が可能である。

本論文では、高細密用の従来のCT法と高速用の少数投影法の2方法が利用でき、企業への開放が可能な小型のX線装置を用いた三次元CT装置の開発状況について報告する。

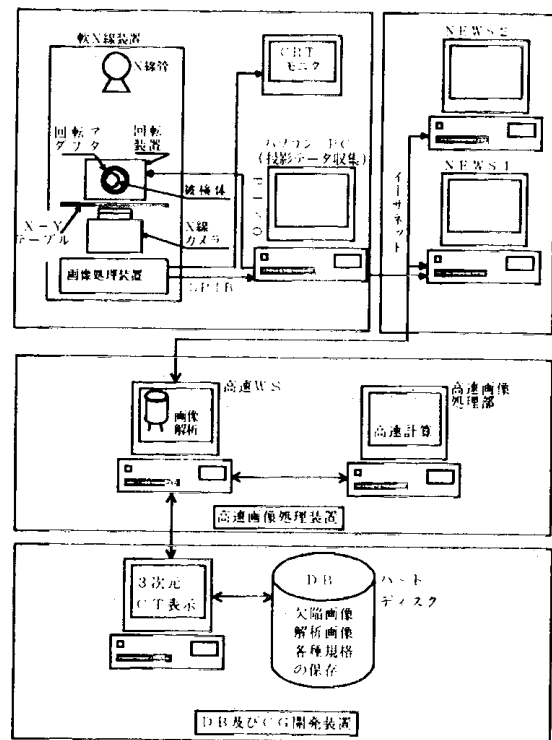


Fig.1 Block diagram of CT system setup.

This system consists of four blocks that are x-ray projection portion, projected data acquirer, CT execution workstation and visualization workstation. Each portion has been connected Ethernet or GPIB.

現在 * 岩手県工業技術センター 電子機械部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** 岩手県工業技術センター 企画情報部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2

2 研究方法

2-1 FBP法による高精細三次元CTシステムの構成

工業製品における不良解析などの場合には、空間分解能の高い検査が必要となる。このような検査に適した方法としてFBP(Filtered Back Projection)法があり、市販されているCT装置はほとんどがこの方式である。この方法は数十～数百方向からの投影が必要であり、長い測定時間を要するが得られる画質は良好である。

本研究のシステム構成の概要を図1に示す。

本システムでは、軟X線装置 (TOSMICRON3000:東芝製) 内で観測物を回転させながらデータ収集装置 (PC486MR:EPSON) で投影データをGPIBを通して収集し、この投影データを高速ワークステーション (HP720:HP) にイーサネットによって転送して、多数枚のCT像の計算を行い、さらにCG装置 (AS408:東芝) によって三次元CT像を生成できるようにした。三次元化のためのソフトウェアはAVS(Application Visualization System)を使用した。AVSのデータ処理は次のように行った。

- (1) CT画像データからAVSデータ・フォーマットに変換する。
- (2) 三次元配列データから二次元断面を抽出する。
- (3) 二次元配列データから三次元メッシュを作成する。
- (4) データの存在範囲を示すためのワイヤフレームを作成する。
- (5) データの等値面を生成する。
- (6) カラー表示を行うため、カラーマップを生成する。
- (7) 透明度を設定する。

2-2 特異値分解法による高速CTシステム

生産ラインにおける工程検査、出荷前の全数検査などの場合には、高速で回転機構が簡単な検査が必要となる。このような検査に適した方法として少数投影の特異値分解法によるCTについてシミュレーション検討した。さらに実測したX線投影データからCT画像を再構成した。

はじめに、田山グループによって提案されている少数投影アルゴリズムについて簡単に説明する。このアルゴリズムでは測定対象物体の濃度分布が緩やかに変化する標本化モデルを想定し、標本化定理に基づいて透過線投影値と標本点濃度値の関係を連立線形方程式で定式化して、これを特異値分解によって誤差が最小になるように最小二乗解を求めてCT画像を計算している。

標本化定理によると、遮断空間周波数 (ナイキスト周波数) w よりも高い周波数成分を含まない空間においては、 $T=1/2w$ の間隔で標本化した濃度値 $f(x_k, y_j)$

と標本化関数 $\Phi(x, y)$ によって、連続した空間の任意点が完全に再現することができることが知られている。

第2図に、2次元の場合の標本化関数を示す。この関数が各格子点に一つシフトして配置される。

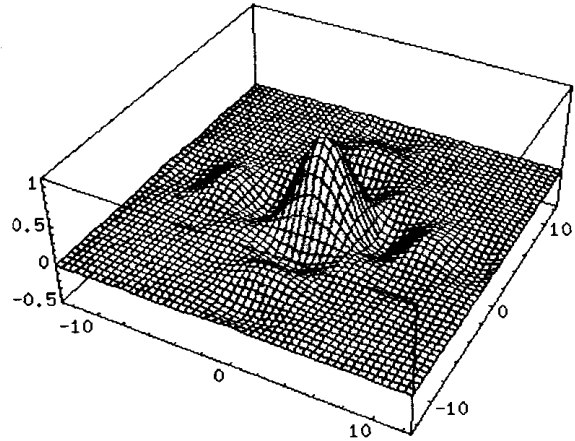


Fig.2 2D sampling function. This function is allocated each into the sampling point.

$$p = \int_0^H \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^r f(x_k, y_j) \cdot \Phi(x - x_k) \cdot \Phi(y - y_j) \, dh \quad \dots(1)$$

図3にこのアルゴリズムの原理を示す。図3において同心円が規則的に並んでいるのは各格子の標本化関数 $\Phi(x, y)$ である。標本化関数の中心から飛び出ている棒の高さが各標本点での濃度値 $f(x, y)$ である。標本化関数と濃度値の積を透過線に沿って線積分すると投影値 p になる。式(1)は一本の透過線について示している。

透過線積分影響係数 $C_{k,j}$ の各要素には、各標本点での標本化関数の透過線に沿った線積分結果が入力される。 $C_{k,j}$ の物理的な意味は、各標本点が透過線の積分結果 (投影値) にどれだけ影響を与えるかを表わす係数である。

透過線の本数だけ方程式ができるので連立方程式とすると式(2)のように表現できる。

$$p_m = \sum_{n=1}^N C_{mn} \cdot f_n + e_m, \quad \dots(2)$$

$$m = 1, 2, \dots, M, \quad n = 1, 2, \dots, N$$

ここで、

M : 透過線の総数、 N : 標本点の総数、 P_m : 投影値、 C : 透過線積分影響係数、 f : 標本点濃度、 e_m : 誤差
一本の投影線について、項の数が格子の数だけあり、各々の項はある格子点にある標本化関数の線積分結果とその標本点の未知の濃度との積からなり、すべての

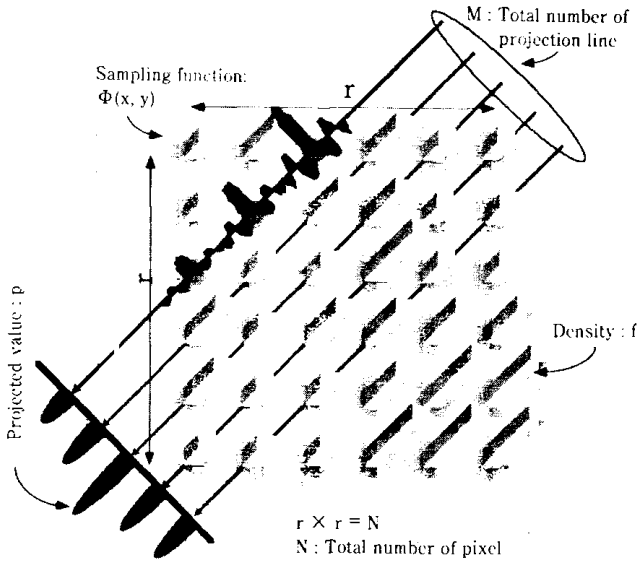


Fig.3 Principle of CT using by a few projection.

項は加算されて一本の投影線の投影値となる。それぞれの投影線について同様な1次方程式ができるので、これらの連立方程式を解いて未知の濃度値を求めればCT画像が構成できることになる。

特異値分解は、不能である方程式 $Ax=b$ に対する最小2乗解求める方法として利用されている。未知数よりも方程式が多い状態は過剰決定の状態であり、この場合は一部の方程式を満足する解が得られたとしても、すべての方程式を同時に満たす解は、測定誤差があるためにできない。このような過剰決定の状態では、測定誤差を考慮して測定値にもっとも近く当てはまるように未知数を決定する必要がある。一方、未知数よりも方程式の数が少ないときは、未知数の間に条件を導入する必要がある。特異値分解を利用すると、このような長方形の逆行列を求めることができるので、連立方程式の妥当な解を計算することができる。

それぞれの投影線について1次連立方程式を解くために、誤差ベクトル e を導入して、ノルムの2乗が最小になるように特異値分解によって解く。

$$P = C f + e \quad \dots(3)$$

$M \times N$ の長方形行列 C を特異値分解によって直交行列 U と V 、対角行列 Λ に分解する。

$$C = U \Lambda V^T \quad \dots(4)$$

式(3)において、 e が最小になるように f を求めるのが最終目的である。

$$\begin{aligned} \|e\|^2 &= \|p - Cf\|^2 = \|U^T(Cf - p)\|^2 \\ &= \|\Lambda V^T f - U^T p\|^2 \end{aligned} \quad \dots(5)$$

式(5)が最小になる条件は式(6)が成立する時である。

$$\Lambda V^T f = U^T p \quad \dots(6)$$

すなわち積分影響係数 C がフルランクならば標本点濃度 f は次式で計算することができる。ランクとは Λ の構成要素である特異値のゼロでない個数である。

$$f = V \Lambda^{-1} U^T p \quad \dots(7)$$

ここで重要なことは式(7)の V 、 Λ^{-1} 、 U^T は、投影方向と投影間隔、対象物体の標準化間隔を与えるだけで、あらかじめ計算しておくことができるので、実験の時は投影値を乗ずるだけで濃度値が再構成できることである。このことは従来になく高速なCT画像の構成が可能であることを示唆している。さらに最小2乗法による最適化を行っているので従来のCTと比較して投影方向を大幅に減少させても比較的良好な画像が得られることが期待できる。

図4に以上説明した行列計算の手法のブロック図を示す。

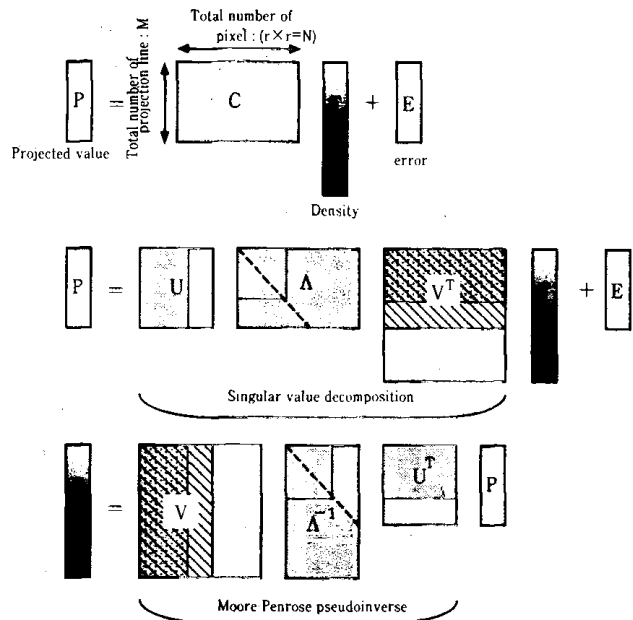


Fig.4 Block diagram of SVD method:

- (a) Calculating matrix C so called "Integration influence coefficient";
- (b) Decomposing matrix C by SVD;
- (c) Calculating Moore-Penrose pseudo-inverse using transposed matrix V , U^T and inverse rectangular diagonal matrix Λ^{-1} . Precomputing Moore-Penrose pseudo inverse then matrix multiplication by projected data to get density.

シミュレーション、実験ともに、画素数と投影方向に対応した透過線積分影響係数を特異値分解して一般化逆行列 $V^{-1}U^T$ をあらかじめ計算しておき、その一般化逆行列に投影値を乗算してCT画像を構成した。特異値分解のアルゴリズムには、直交変換を行い、三角行列化するハウスホルダー変換を使用した。

シミュレーションでは、 16×16 の画素の原画像を画素長の $\frac{1}{2}$ の間隔で3または4方向から投影した場合の投影データを計算して、それに計算で求めておいた一般化逆行列を乗算して求めた。

また実験では 64×64 画素について、画素長の $\frac{1}{2}$ の間隔で8方向から投影した場合の逆行列をあらかじめ計算しておき、それに実測した投影値を乗算してCT画像を計算した。一般化逆行列の計算方法はフルランクの状態ではなく、いろいろな特異値で打ち切って、打ち切り値よりも小さい特異値の逆数をゼロとした Δ^+ から計算した。いろいろな打ち切り値からなる一般化逆行列を数種類用意して、画質がもっとも良好になる一般化逆行列を採用した。

3 研究結果および考察

3-1 FBP法とコンピュータ・グラフィックスによる3次元CT

観測試料として樹脂封止型の小型NPNシリコントランジスタと鉛筆を用い、管電圧27kV、投影角度2度毎、積分回数16回、フィルター有、CT像16枚の条件での投影データの収集時間は41分であった。CT像16枚の構成時間には7分を要した。鉛筆の時にはフィルター無しで同様の実験を行った。

図5に、トランジスタ及び鉛筆の16枚のCT像の結果を示す。三次元CT像を構成するために必要となる多断層CT像を鮮明に得ることができた。

図5(b)に示した16枚の鉛筆の断面を重ね合わせてAVSによって3次元化した結果を図6に示す。観測角度や閾値、切断面を任意に設定できるので、直感的にわかりやすく、2次元CTではわかりにくかった内部構造を観測することができるようになった。

3-2 特異値分解法による高速CTシステム

図7に特異値分解法による2次元CT画像再構成のシミュレーション結果を示す。図7(a)は原画像であり2つのガウス分布を使用した。画素数は 16×16 とした。同図(b)は、投影角度を0度、60度、120度の3方向から投影した場合の再構成画像である。同図(c)は投影角度を0度、45度、90度、135度の4方向から投影した場合の再構成画像である。従来のCT法では数百もの方向からの投影が必要なのに対して、このアルゴリズムではわずか3~4方向でも基本的な構造を再構成でき、この方法が少数投影で画像を再構成することに極

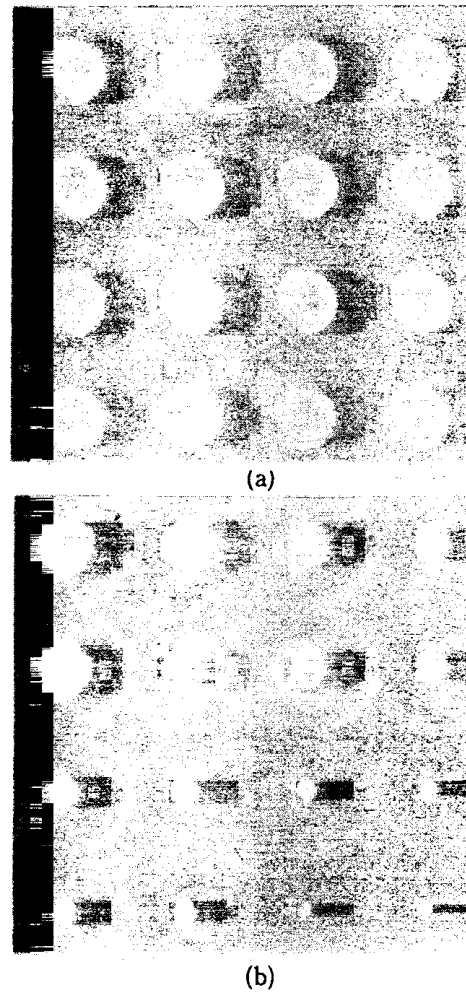
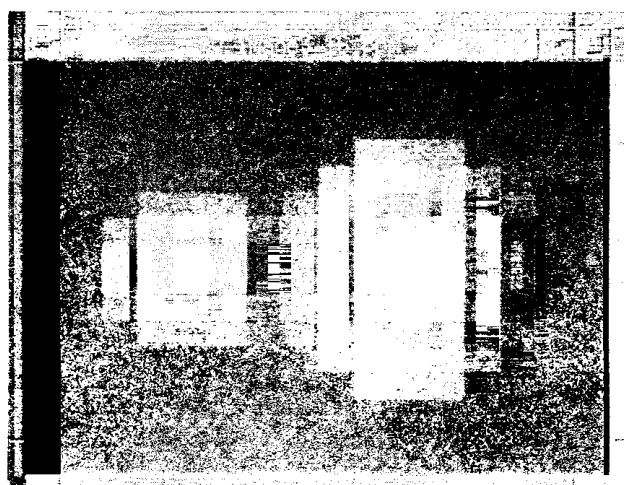


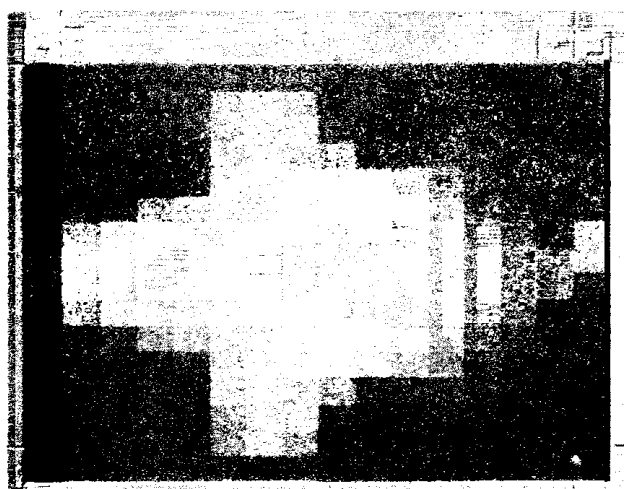
Fig. 5 Reconstructed image by FBP:
(a) 16 cross sections of the transistor by FBP,
(b) 16 cross sections of the pencil by FBP.



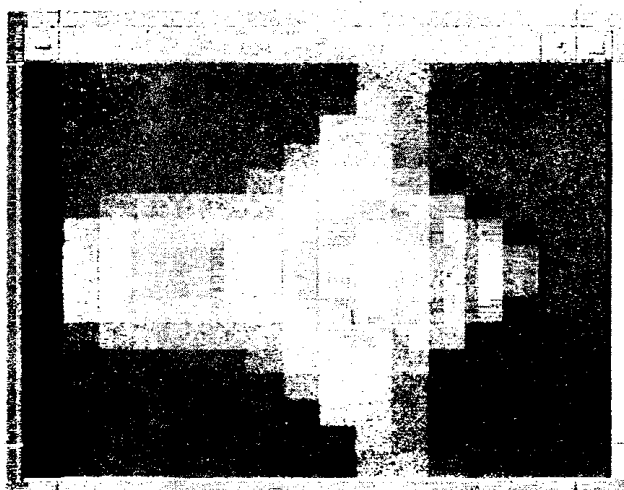
Fig. 6 Three-dimensional visualization of the pencil using AVS. This top view picture has been made by stacked 16 cross sections.



(a) Original



(b) Projected from 0, 60, 120 [degree]



(c) Projected from 0, 45, 90, 135 [degree]

Fig. 7 Simulation result showing two Gaussian distribution reconstructed by SVD method of (a) original image, (b) projected from three directions and (c) projected from four directions.

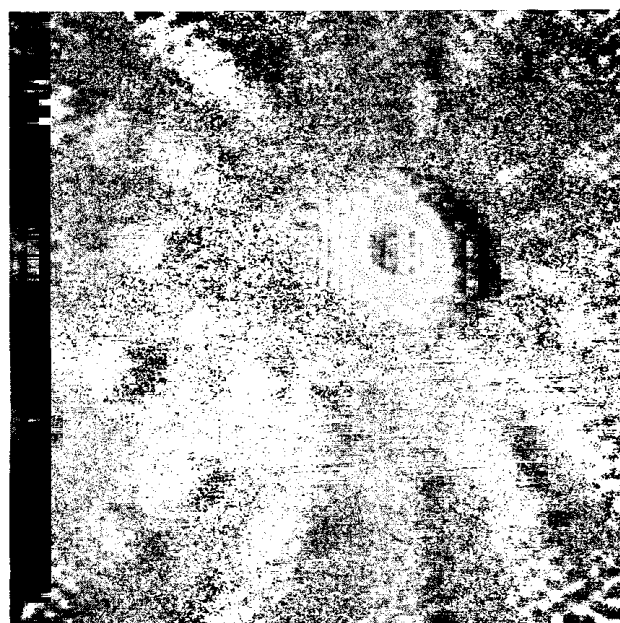


Fig. 8 Reconstructed cross sections of the pencil using by SVD method. The number of pixels and the projected directions are 64 by 64 and 8 respectively. This image has been reconstructed from x-ray experimental projected data and then visualized using AVS. Projection angles are 0, 22, 45, 67, 90, 112, 135, 157 [degree].

めて有効であることが確認できた。若干の画像のゆがみや放射状のartifact (虚像) が投影方向に発生するが、従来不可能であった2~3方向からの投影でCT画像が再構成できた。

鉛筆の投影データから特異値分解法により求めた2次元CT画像を図8に示す。画素数は64×64、投影角度は0, 22, 45, 67, 90, 112, 135, 157 [degree]で8方向から行った。256×256に補間してAVSで表示した。FBP法の結果と比較するとartifactが目立つが、内部構造の概形は十分に観測することができた。一断面のCT像を得るために要した計算時間はわずか25秒であった。artifactが大きすぎるが、投影データを対数化処理して改善する予定である。

4 考 察

FBP法で投影データの取り込み時間が長いのは、投影方向の数だけ観測対象物の回転、投影データの積分処理、データ転送の時間が必要な為であり、多数方向からの投影データを必要とするこの方式の短所である。投影データの取り込み時間がCT処理時間の6倍ほど要しており、投影方向を減少させることがシステム全体の高速化に非常に重要であることがわかる。

特異値分解を使用したCTでは、8方向の投影データ

を合計すると1,284個であり、このデータ数からそれよりもデータ量の多い4096画素の値を得ることができた。FBP法の場合と比較するとわかるように、8方向からの投影データでよいので、投影データの取り込み時間が短縮される分だけでもシステム全体で大幅な高速化が可能であることがわかる。FBP法では90方向からの投影データを使用した。特異値分解法ではその1/17以下の投影データからCT画像を得ることができた。この測定データ数の少なさと、CT画像を得るための最終計算の単純さのため、ハードウェア化が容易であり、超高速なCTが可能と思われる。また観測対象物の回転角度が細かいので、回転機構を単純化でき、生産ライン上に組み込んで、効率的なCT検査装置の実現が可能と思われる。

シミュレーションと実測結果を比較すると、実測の投影データからCT画像を計算した場合には、シミュレーションよりも大きなアーティファクトが発生している。この原因については、回転軸と採用投影データの中心位置が合わないことの偏心や、サンプリング時の想定よりも高い空間周波数の存在、使用する特異値の打ち切りランクなどを考えている。

高い空間周波数の問題については、投影値に低域通過フィルターを通して高周波をカットする方法で対策することを検討している。

また特異値の打ち切りランクについては、シミュレーションでは理想的な原画像があり、それと比較することによって最適の特異値を見つけることができるが、実測では原画像がないのでそれができない。そこで種々なランクの特異値で打ち切った一般化逆行列からなるデータベースを用意し、最も良好なCT画が得られる最大のランクを使用した一般化逆行列を選択できるようなシステムにする必要がある。現在は数種類の一般化逆行列を準備しているが、これをオブジェクトデータベースによって、他のパラメータや画像等と有機的に整理して格納できるようにする予定である。

5 結 言

高細密用のFBP法と高速用の特異値分解法の2つの方法が利用でき、小型のX線装置を用いた3次元CT装置を開発中であり、以下の結果を得た。

- (1) X線装置、データ収集装置、ワークステーション、3次元CG装置がネットワークで接続されたCTシステムを構築した。
- (2) FBP法により高精細なCT画像を得た。

- (3) コンピュータグラフィックス (AVS) による3次元CT表示を実現した。
- (4) 特異値分解法を応用すると、ごく少数方向の投影でもCT像が得られることをシミュレーションによって確認した。
- (5) 特異値分解法によって実際のX線投影データからCT画像を得た。

今後は計算に必要な一般化逆行列や、検査の基準となるJIS規格等をオブジェクトデータベース化し、ISDNのネットワーク回線を介して企業等に技術開放ができるようなシステムに発展させていく予定である。

6 要 約

工業製品の内部検査に使用する目的で開発中の特異値分解法を利用した新しい高速X線CTシステムの開発状況について報告する。わずか8方向からの少ない投影データから25秒で高速にCT画像を得ることができた。またFBP法と3次元可視化ソフトウェアからなる従来方式の3次元CTシステムも開発した。この2つのシステムを組み合わせることによって、高速性と高精細の両方の特徴をあわせもつことができた。

キーワード：CT 特異値分解 少数投影
3次元コンピュータグラフィックス

本研究を遂行するにあたり、指導して頂きました岩手大学工学部の田山典男教授および東北工業技術研究所金属素材部基礎物性研究室の鷺見新一室長に深く感謝いたします。

本研究は、中小企業庁技術開発研究費補助事業(東北・北海道ブロック広域共同研究推進事業)として実施したものです。

参考文献

- (1) 田山典男, 船岡真: 可視化情報, Vol.14, No.52, pp.21-27 (1994)
- (2) N.Tayama, S.Saito and M.Miura: *Third Asian Symposium on Visualization Proc.*, G16, pp.681-686 (1994)
- (3) 田山典男, 楊学東: 非破壊検査, 第43巻1号, pp.41-47 (1995)
- (4) 田山典男: 非破壊検査, 第43巻7号, pp.435-443 (1995)

イーサネットLAN上のパソコン間マルチメディア データ伝送ソフトウェアの開発

藤澤 充*、長谷川 辰雄**、中目 長俊***
新海 芳樹***

Development of Software Transferring Multi-Media Data between Personal Computers on Ethernet LAN

FUJISAWA Mitsuru*, HASEGAWA Tatsuo**, NAKANOME Nagatoshi***
SHINKAI Yoshiki***

By the spread of Windows technique, to perform low cost multi-media transmission, we developed some software transferring multi-media large data of image and voice between personal computers on ethernet LAN of TCP/IP protocol by using C language and software development kit, be on the basis of application development of Windows. As the result of experiments, the transmission speed of image data was about 3 frames per second(maximum), but under the influence of packet length.

Keyword : Windows, Multi-Media, Ethernet, TCP/IP

1 緒 言

近年の急激なパソコン（以下、PC）の高性能化及び低廉化に伴い、従来主流であったワークステーション（以下、WS）のみを接続したコンピュータ・ネットワークに変わり、WSとDOS系PC、Macなどが混在するネットワークが増加している。

これに伴い、従来WSのみが可能であった大容量データの高速伝送がPC間でも容易に実現可能となり、PCの利用分野も単なる計算やドキュメント作成を中心とする制御及び管理用途といったものから、マルチメディア情報端末として使われるようになり、画像や音声といった大容量のデータがPC間でも手軽に扱うことができる環境になってきている。

そこで、本研究では、イーサネットLAN上でPC間の画像や音声のマルチメディアデータ伝送を行うソフトウェアの作成及び評価を行ったので、以下に報告する。

2 研究方法

(1) オペレーティングシステム

現在、PCのOS（オペレーティングシステム）としては、大きく分けてMS-DOSとWindowsTMの2つが存在しているが、最近目覚ましく普及し、グラフィック性能に優れているWindowsに着目し、Windows上で動作する画像及び音声伝送アプリケーションソフトウェアを開発することとした。

Windowsアプリケーションの開発手法としては、視覚的・感覚的に開発が可能なVisual Basicを用いる方法、C言語とソフトウェア開発キット（以下、SDK）を用いる方法、C++言語とコンパイラ付属のクラスライブラリを用いる方法などが存在するが、Windows開発の最も基礎となるC言語とSDKを用いる方法を選択した。

なお、Cコンパイラはマイクロソフト社のVisual C++を使用した。

Windowsプログラミングの特徴として、プログラムの構造がDOSアプリケーションと異なり、マウスや

キーボード等のイベントによるメッセージ駆動型である。つまり、Windowsが検知したメッセージはアプリケーション中のメッセージ・ループを経由してウィンドウ・プロシージャの中で一元管理される。そのため、アプリケーションでは、メッセージ毎に処理を行う構造にする必要がある。

(2) プロトコル

イーサネットのプロトコル (通信規約) には、業界標準の通信プロトコルである TCP/IP^(2,3) (Transmission Control Protocol/Internet Protocol) を必然的に使用した。そのため、Windows 環境における TCP/IP の標準 API (Application Programmable Interface) である Windows Sockets (以下、WinSock) を用いた。

WinSock の特徴として、先に述べた Windows 独特のプログラミングに対応するための非同期 WinSock 関数が準備され、データの受信時などにメッセージを発行してくれる。

更に、TCP/IP のデータ転送プロトコルには、主としてコネクション開設→データ転送→コネクション開放の3つのフェーズから構成されるコネクション型の TCP プロトコルと、コネクションレス型の UDP (User Data-gram Protocol) プロトコルが存在する。今回のマルチメディアデータ伝送には、信頼性の面では劣るが、通信手順が簡単で、データ転送効率の高い UDP プロトコルを採用した。

なお、TCP/IP コア・プロトコルやサポート・プロトコルを実装したプロトコル・スタックには、Novell 社の LAN Workplace for DOS を用いた。

図1に、マルチメディアデータ伝送実験を行ったシステム構成を示す。

3 研究結果

(1) Windows API を用いた音声データ通信

一般に、Windows 環境で音声データを扱う場合、ウェーブフォーム・オーディオ機能と呼ばれるサウンド機能が用いられる。

Windows SDK には、この機能を実現する API が多数用意され、Windows の音声データ標準フォーマットである WAVE 形式のデータを用いることで、音声データを操作するアプリケーションが作成可能である。

今回の実験では、サンプリング周波数 22KHz、8ビットデータ、モノラル形式で伝送を行ったが、ほぼ問題なくデータ伝送が可能になったことがわかった。

(2) Video for Windows 1.1 を用いた画像データ通信

Video for Windows (以下、VFW) は、Windows にデジタルビデオの再生、取り込み、編集機能を付加したものであるが、本研究では VFW の SDK を用い、ビデオキャプチャ及び表示用のアプリケーションを作成した。

ビデオキャプチャボードには、Intel 社の「Intel Smart Video Recorder」を用いた。このボードの特徴として、VFW で定められた画像圧縮方式の一つである Indio 形式のリアルタイム画像圧縮が可能のため、通常膨大な量となる画像データを短時間で伝送可能である。

表1に実験結果を示す。

この結果、最大約3フレーム/秒の画像伝送が可能であるが、UDP パケットの長さによって伝送速度が左右されることがわかった。

表1 画像伝送速度

フレームサイズ \ 圧縮率	小	中	大
	160×120 (5,500)	2.43フレーム/s (3,900)	2.88フレーム/s (2,500)
240×180 (11,000)	2.02フレーム/s (9,000)	2.29フレーム/s (6,000)	2.30フレーム/s (6,000)
320×240 (21,000)	1.54フレーム/s (15,000)	1.79フレーム/s (9,000)	2.36フレーム/s (9,000)

注1：カッコ内の数値は平均画像データ量 (バイト)

注2：1パケット当りの長さは5,000バイト

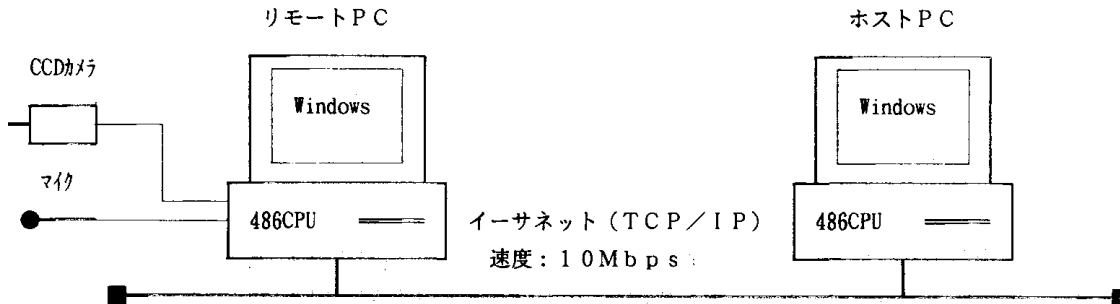


図1 システム構成

4 考 察

この結果、複数の監視点から画像を取り込み、デジタル圧縮し、遠隔地に置いた監視用パソコンに送信して、監視点別の画像をモニタ画面上にマルチウィンドウ表示することによって、パソコン本体やモニタテレビの削減ばかりでなく、Windowsによる統一した操作性による遠隔地監視システムが実現可能である。

UDPパケットは理論上1パケット当たり65,535バイトまで許されているため、伝送速度を向上させるにはパケット長を大きくするのが理想であるが、他のコンピュータやネットワークにデータ伝送効率の低下やパケットの衝突等の影響を与えることが予想されるため、最適なパケット長の算出が必要である。

今後は、データ圧縮に伴う画像品質の劣化やネットワークを共用する場合に他とのデータの衝突を防ぐための最適データパケット長の算出等の課題をクリアし、PCを用いたマルチメディアデータ伝送システムへの応用を進めて行きたいと考えている。

本研究を進める際に、御指導をいただいた岩手大学工学部情報工学科の方々に厚く御礼申し上げます。

なお、本研究は平成6年度技術パイオニア養成事業として実施したものである。

5 要 約

Windowsの普及に伴って、低価格なマルチメディア通信を実現するために、Windowsアプリケーション開発の最も基礎となるC言語と開発キットを用いて、イーサネットLAN上でTCP/IPプロトコルによるパソコン間の大容量画像及び音声データ通信を行うマルチメディア伝送ソフトウェアを開発した。

その結果、最大約3フレーム/秒の画像伝送が可能であるが、パケット長により伝送速度が左右されることがわかった。

キーワード：ウィンドウズ マルチメディア
イーサネット TCP/IP

参考文献

- (1) C.Petzold：プログラミングWINDOWS Ver3.1, アスキー(1994)
- (2) M.T.Rose：TCP/IPネットワーク管理入門, トッパン(1992)
- (3) 西田竹志：TCP/IPインターネットワーキング, ソフトリサーチセンター(1993)

自動化のための画像処理の研究 —小型精密部品の非接触検査—

南 幅 留 男*、高 橋 肇**、澤 里 光 司**

Image Processing for Automatic Process Controls

MINAMIHABA Tomeo,* TAKAHASHI Hajime,** SAWASATO Koji **

We have developed the height measurement system of the solder on thermal printer part that is called print-head. To measure the height, the multi slit light are projected onto the solder area on the part. The height of the solder are detected from the shapes of the refracted the slit light. In the experiments, the accuracy of detecting the height were 10%, the measurement time were 3 s.

Keyword: Light Stripe, Optical Interference, Image Processing

1 緒 言

印字の高品質化に伴い、熱転写プリンターの印字ヘッドの発熱体ドット数が多くなり、高密度化している。このために、従来はなかった新たな問題が生じている。

これは、図1に示したように、印字ヘッドとフィルムキャリアの配線パターン同士の接続時に、パターン上の半田量の過不足によって発生する「短絡」や「導通不良」等の問題である。

印字ヘッドの配線パターン部分は、縦18mm、横8.5mmのセラミック基板の左端部にあり、半田部のパターンは長さ1.45mm、幅60 μ m、ピッチ100 μ mと微細であるためにパターン上の半田量によっては、接続不良や隣接パターンとの短絡が生じ易い。

このため、現在は、パターン部の膜厚検査を抜き取りで行って半田量を検査しているが、品質安定性及び作業性の面で問題があった。膜厚を測定する方法には、位相干渉方式による方法やレーザー顕微鏡による方法等が考えられるが、測定範囲、測定時間、価格等の点で、対象製品に使用することができなかった。

このため、本研究では、製品に損傷を与えることなく半田膜厚の高さが自動測定できる非接触型光波干渉式高さ測定装置の構築を試みたので、その概要について報告する。

2 光切断法による半田膜厚測定装置の試作

本研究では、光切断法の原理を応用した半田膜厚測定装置を試作した。スリット光には光波干渉法による干渉縞を用い、これを熱転写プリンター用の印字ヘッドに照射して、印字ヘッドの半田メッキ部分と下地とに生じる干渉縞のずれ量から半田膜厚を測定する方法を用いた。図2に、光切断法による膜厚測定の原理図を示す。

本装置は、光波干渉法を用いてスリット光を多数本照射するようにしたので膜厚を三次的に測定できる。装置の構成は、パソコン(PC9821XS)、画像入力ボード(512 \times 512画素 \times 8ビット)、CCDカメラ(752 \times 582画素)XYテーブル(CPC-30DN)及び干渉縞を発生させる干渉計ユニットからなっており、縞画像をカメラからパソコンに入力して、半田膜厚を非接触で計測する。

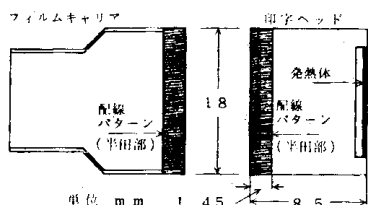


図1 フィルムキャリアとヘッドの外観図

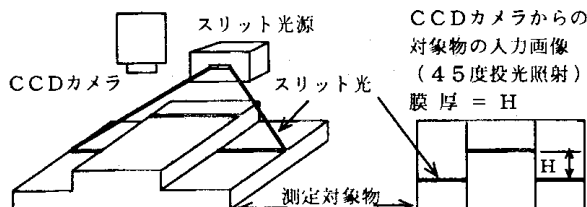


図2 光切断法による膜厚測定の原理

現在 * 岩手県工業技術センター 電子機械部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** ラピアス電機株式会社 開発部 岩手県岩手郡西根町平館8-153

2-1 干渉計ユニット設計

スリット光を多数発生させる方法として、マイケルソン干渉法を用いた。これは、図3のように、ハーフプリズムとこれに対し直角方向に置かれた2個のミラーを用いて構成し、このミラーからの反射光の光路長の差から干渉縞を発生させるものである。本装置では、対物レンズ、ハーフプリズムとミラー、レーザー光の入射位置を決める照準プレート、ノイズ除去のためのピンホール及び位置決め機構から構成されている。

予備実験では、光源に、He-Neレーザーを用いたが、本装置には、小型化のために半導体レーザーを用いた。半導体レーザーのビーム形状が長方形であるために、シリドリカルレンズにより形状補正をした。図4に、本装置による干渉縞を示す。

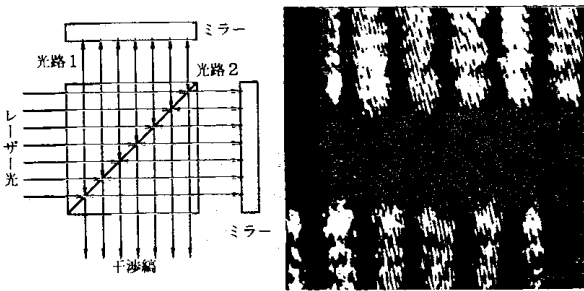


図3 マイケルソン干渉法

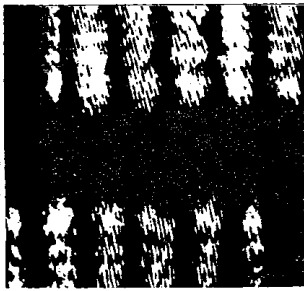


図4 干渉縞画像

2-2 ソフトウェア構成

縞画像からの膜厚測定は、下記の(1)から(6)による。

処理の項目	処理の内容
(1)校正画像の入力	1画素当たりの高さ測定
(2)縞画像の入力	縞画像の取り込み
(3)縞画像の最適化	フィルタリング、ノイズ除去
(4)縞のピーク位置検出	縞座標の計算
(5)縞のずれ量計算	ずれ量からの膜厚計算
(6)測定結果の表示	膜厚結果の表示

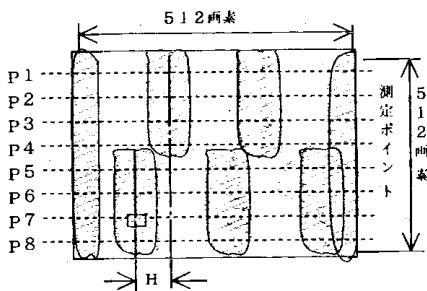


図5 縞画像の例及び測定ライン

(1)は、ブロックゲージを用いて既知の高さを測定し、校正値を設定する処理である。画像処理による測定では、対物レンズの倍率、カメラ方向、干渉縞の照射角

度等の測定条件とともに結果が変わるので、測定する寸法に近いゲージで校正を行う。

(2)及び(3)は、縞画像を入力してレーザー特有のノイズ除去等、測定のための前処理である。図5に縞画像の処理方法を示す。この図で、P1~P8は測定ライン、Hは干渉縞の半田部と下地とのずれ量である。

(4)は、縞画像から、Hの値を求める処理で、ここでは4点のHを測定し、平均値を用いる。

(5)及び(6)は、測定値Hと校正値から膜厚の高さを求めて、これを表示する処理である。

3 試用結果

本試作装置を用いて、実際の製品で測定実験を行ったが、「不正データの取り込み」及び「ステージ移動による振動」のあることが判った。

このため、以下の改善策を行った。

(1) 不正データは正常データに比べ、振幅が異常に小さいことから振幅チェックで不正データを除去した。

(2) 画像データの取り込み後、データ処理に約3秒かかるためこの間にステージを移動する方法に変更した。これにより、安定した測定が可能になった。

この結果から、本装置の性能が、表1のように確認でき、実施化の見通しがついた。

表1 本装置の主な仕様

測定時間	3秒(1画面)
測定精度	高さの10%
測定範囲	膜厚 $1\mu\text{m} \sim 1\text{mm}$
測定視野	$10\mu\text{m}^2 \sim 150\text{mm}^2$

4 結 語

光切断法を応用した膜厚測定装置を試作した。スリット光には光波干渉法による干渉縞を用い、これを熱転写プリンター用の印字ヘッドに照射して、印字ヘッドの配線パターン部の膜厚測定検査に応用した。

この結果、測定精度は高さの10%、測定時間3秒を達成でき、実施化の見通しがついた。

今後、光学系で問題になったレーザー光源の安定性及び画質の改良を図り実施化をする予定である。

尚、本研究は、平成6年度技術パイオニア養成事業として実施した。また、日本自転車振興会補助により導入した高速画像処理装置(H3)を用いた。

キーワード：スリット光 光干渉 画像処理

参考文献

- (1) 南幅他：自動化のための画像処理，岩手県工業試験場報告 No.33-35
- (2) 服部肇著：オプトエレクトロニクスの活用，大河出版
- (3) 日本機械学会編：光応用機械計測技術，朝倉書店

加工条件データベース検索システム

高橋正明*、和合 健**、丸山義保***

A System for Retrieval of Factors in Machining

TAKAHASHI Masaaki *, WAGOU Takeshi **, MARUYAMA Yoshiyasu ***

Sometimes NC-operators modify data in NC-programs which are programmed by CAM-operators. But it is rarely that the know-how of machining acquired these modifications reflect on next NC-programs. And in factories, it is difficult to construct any database for machining, by reason of they have not enough time to survey and gather data for database. On the other hand, database-system in factories should be constructed from data in dairy works. In this paper, the authors describe classification into some kinds of factors in machining and how to pick up data automatically from NC-programs which are modified by NC-operators, then to development database-system. Using this system, CAM-operators will not need a lot of skill for machining and not take much time to finish NC-programming. Moreover, it is easy to construct know-how for machining without effort for surveying and gathering data. The more the system is used, the more data in database will be optimized.

Keyword : Database-System, NC-Program, NC-Data, Retrieve of Cutting Conditions, Factors in Machining, NC-Machining

1 緒 言

一般にNC加工機へのNCプログラムの入力、紙テープを媒体として行われているところが多い。この紙テープは直読できないことや保管の場所をとるため、管理も難しく、放置されていることが多い。特に、繰り返し頻度の少ない金型加工などでは、過去のNCデータが繰り返し利用されることも希である。また、CAMでNCデータを作成する場合、一般にCAMオペレータとNC加工オペレータが異なり、CAMオペレータよりNC加工オペレータの方が加工経験が豊富であるため、CAMで作成されたNCデータに修正が加えられることが多い。しかし、これらの修正はその場限りで、次のNCデータへ反映されることが少なく、同じ処理が何度となく繰り返されている。このため、加工のノウハウが加工作業者一人にとどまり、企業の生産技術全体へ反映されないきらいがある。

反面、企業で加工のためのデータベースの構築を試みても、データの調査やデータ入力作業のみで終わることが多く、完成し活用されることは希である。また、データベースを構築した場合であっても、これを陳腐化させ

ないためには常時データを更新することが必要である。しかし、これは煩わしい作業であることに加え、日常の生産活動に忙殺されているため、新規データの調査すら行う余裕がないのが現状である。これらの理由で、データベースの必要性が説かれていても、実際に生産へ使えるようなデータベースの構築が実現しない。

さらに、データベースを構築する場合、一般の理想的な加工条件が個々の企業にとって最適なデータかという点と必ずしもそうとは言えず、日々の生産活動のなかで、精度のみならず採算なども考慮し決定されるべきものであり、同一製品、同一形状、同一精度のものでも使用する工作機械や環境などにより条件が異なるものである。したがって、企業の日常の生産活動の中で培われた加工条件を蓄積することが活用度の高い有用なデータとなる。

以上のことから、図1に示すようなマイコンを利用したデータ転送装置(コントロールボックス)・分配装置(データセパレータ)からなるDNCシステムを利用し、CAM側から転送されたNCデータに対してNC加工オペレータによって修正が加えられたデータを加工管理用パソコンへ戻すことにより、変更された加工条件などを

現在 *	岩手県工業技術センター	電子機械部	岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
**	岩手県工業技術センター	電子機械部	岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
***	(株)北上精密	生産技術部	岩手県北上市鬼柳町都鳥133

自動的に抽出し、加工条件データベースとして構築するシステムを開発した。このシステムを利用することにより、自動的にデータの蓄積と更新が可能となり、繰り返

し使用することで加工条件の最適化が図れるとともに、加工のノウハウの蓄積が可能となる。システムの構成を図1に示す。

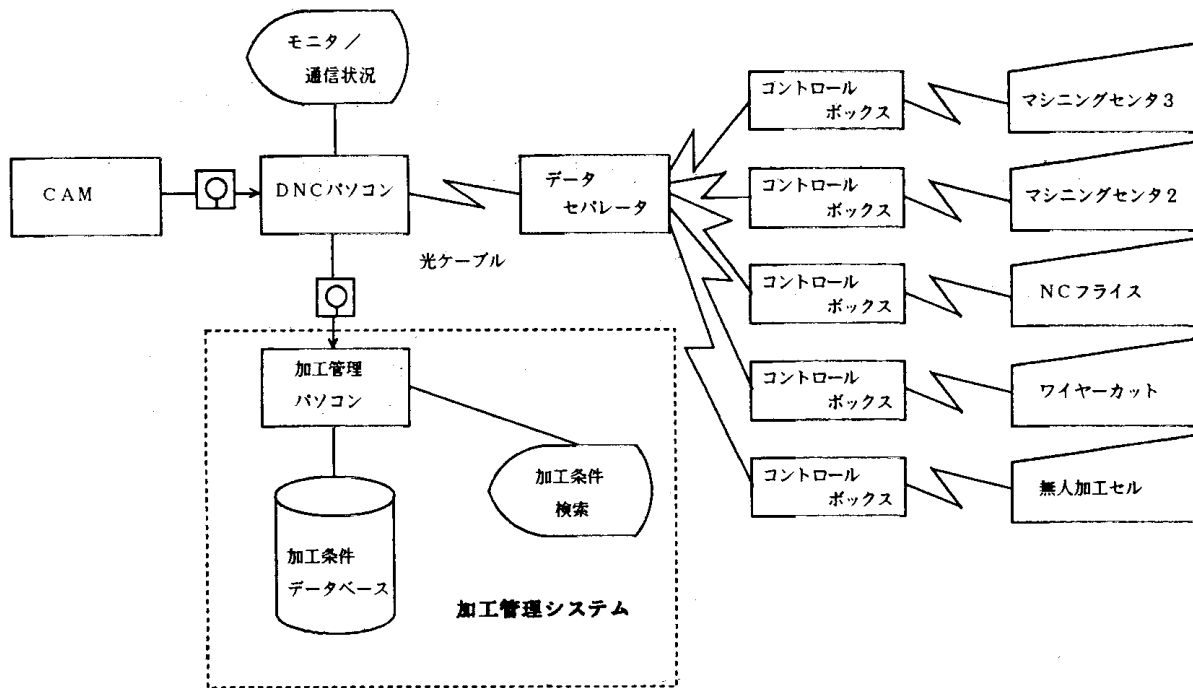


図1 システム構成

2 切削加工条件データベースの範疇

一般に加工条件データベースというと、切削速度や回転数、送りなどの直接的な加工条件要素のみが考えられがちであり、設備的な要素や形状などの要素が含まれていないことが多い。しかし、同一機種を使用しても加工機単体でみると使用年数、設置場所などの環境にも依存し、また、同一レベルの仕上げ精度が要求されたにしても、形状要素により切削条件が異なることが多い。

したがって、データベースを考えるに先立ち、加工を決定づける要因について検討した。また、データベースの対象としては、今回はMC（マシニングセンタ）に限定した。

2-1 加工を決定する要因⁽¹⁾

MC加工にはテーブルと平行な面をつくる平面加工、テーブルに対して垂直に加工する側面加工、加工物に段をつける段加工、溝を付ける溝加工、ボーリングバーを使用して精密な内径加工をする穴ぐり加工、付属装置（円テーブル、割り出し台）を使用してカムの外周や、ねじれ溝を、また、ならい加工する特殊加工などの作業がある。このように、様々な種類の加工が存在するが、これらは全て共通的な要因でまとめる

ことができる。すなわち、これら加工を決める要因は、加工に関与するそれぞれの要素項目からなる以下の(1)～(4)の4つに分類される。

(1) 固定要因

仕様（図面）で指示され、材質・寸法・形状等が完成品となった場合に満足してなければならない要因であり、加工の際に変更出来ない要因。

(2) 生産要因

工作機械設備や工具等の切削条件に対するハード環境に起因する要因。

(3) 変動要因

回転数や送りなどの切削条件は、標準的条件をベースとして経験や勘から決定されるのが一般的であり、条件決定の明確な基準が無くある程度の幅をもっている。つまり、仕様から画一的に決定することが不可能な、ある範囲を持った限定しか出来ない要因。

(4) 算出要因

前述(1)～(3)の要因が決定されることにより数式等を用いて算出することの出来る要因。

以上について、まとめると図2のようになる。

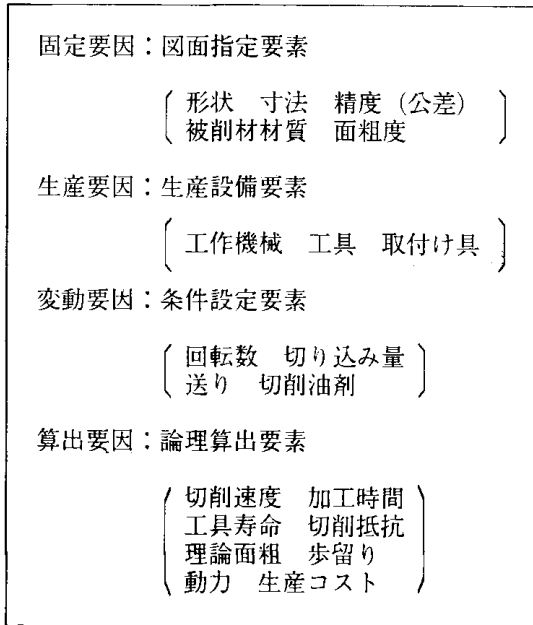


図2 加工を決める要因

これらの要因により加工が決定づけられる。ただし、ここでは温度や湿度といった環境についての要素は取り上げていない。また、プリセッタや取り付け工具などの設定度合いや取り付け方法の良否によっては、加工精度や加工能率に大きな影響を及ぼす。このことから、プリセッタや取り付け工具の設定なども加工を決める要因の一つとも考えられるが、これらについては考慮していない。

3 加工条件の抽出方法

MC加工は、その加工形状も多様であり、加工図面から素材形状および前加工の状態、取り付け具の選定を考え、加工内容の仕様（材質、形状、公差など）を十分に考慮した上で工具を選定し、切削条件が決定される。しかし、これらの情報の全てをNCプログラムから直接読みとることはできない。

したがって、NCデータから自動的に加工条件などを抽出し、データベースとして構築するためには、これらのデータの扱いと抽出するための方法を考えなければならない。

3-1 NCプログラム

NCデータをもとに切削加工条件を抽出しデータベース化を行うために、NCデータのデータ構成を調査分析し抽出方法を検討した。

NCプログラムはNC工作機械の種々な動作を表現する方法として、可変ブロックワード・アドレス・フォーマットが採用されている。そして、NC工作機械の動作は1ブロックで指令する。このブロックの構成例を図3に示す。

1ブロックは図3に示すようにいくつかのワードから構成され、このワードはその機能を意味するアドレスとそれに続く数値で構成される。このNCプログラムに記述されているそれぞれのワードがデータベースとしての要素を全て網羅しているわけではない。これらの機能から直接読みとり可能な加工要因は、変動要因である送りと主軸回転数のみであり、同じ変動要因である切り込み量や切削油剤については、直接読みとることは不可能である。

しかし、切り込み量については準備機能ワードとディメンジョンワードから間接的な形で把握することは可能である。また、工具機能ワードについては、その加工ごとに工具配列が変更されるため、単純にプログラム上の工具番号と使用工具と1対1の対応をさせることはできない。

このほか、固定要因や生産要因、算出要因については全く含まれていない。したがって、このNCプログラムから判別可能なデータは、油剤を除いた変動要因のみということになる。

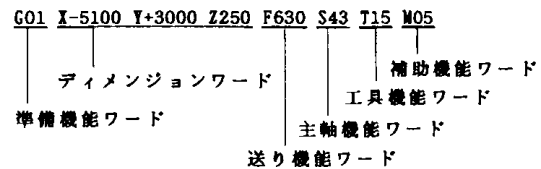


図3 NCプログラムのブロック構成

3-2 切削加工条件データベース項目

標準的な切削加工条件はNCデータ作成時に設定されているが、実加工段階における観察などからNC加工オペレータが経験と勘により切削加工条件の微調整を行っている。この微調整はMDI (Manual Data Input) により変更可能な機能項目で、回転数や送り速度、切り込み量（ディメンジョンワードの変更ではなく工具補正によるもの）の切削条件に限定されている。しかし、この情報の蓄積とフィードバックが重要であり、加工ノウハウとしてデータ化し、次回の加工へ活用することが必要である。

切削加工条件は生産要因である工作機械の能力に依存しているため、同じ工作物でも加工機が異なると切削加工条件は異なるばかりでなく、同一加工機や同一工具を使用しても形状要素やエンドミルでサイドカットやフェースカット行う場合のように、加工内容によっては加工条件を変える必要がある。このことから、データベースのデータ構成として、機械装置、被削材材質、工具（材質、径、刃数）、切削緒言（面粗さ、回転数、送り速度）のほか、指定平面による切削方向やR形状、テーパ形状、ストレート形状の違いによる切り込み量、生産管理情報として加工時間、図面

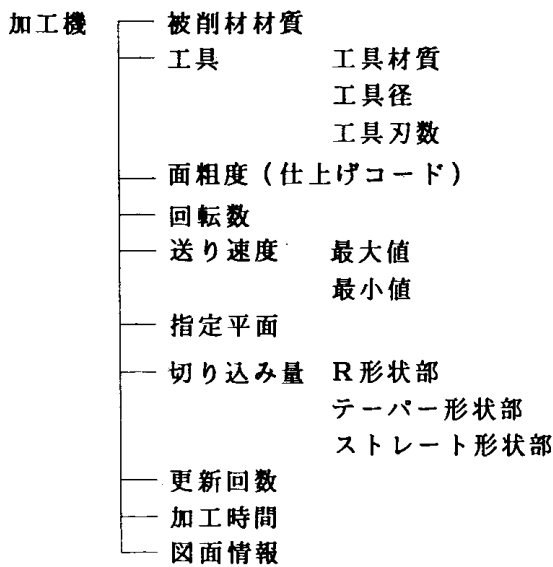


図4 データベース項目

情報、さらに、これらの条件の使用回数としての更新回数の項目を定めた。

このように、加工条件データベース項目として採用分類したものを図4に示す。

3-3 加工条件抽出法

加工条件には、切り込み量（工具移動量）、回転数や送りなど、NCプログラムを作る上で設定が必要な項目と、被削材材質、工具種類や面粗度などプログラムを作る上では考慮しなければならないが、直接設定する必要のない項目が存在する。すなわち、

- ① NCプログラムに直接数値で与えられるもの
送り、回転数

- ② 直接数値で指定されることはないが、与えられた座標値から算出可能なもの
切り込み量
 - ③ データベースの構築に必要であるが、プログラム上に与えられないもの
被削材材質、工具種類、工具径、面粗度、機械種類
- 以上の3種類が存在する。

①については、そのまま読み取ることができるので問題はない。

②については、切り込み量の場合であり、これはディメンションワードに記載されている座標値から読みとることが可能である。しかし、ここに記載されている座標値には工具移動などの空加工も含まれていることから、この空加工と実加工の判別を行わなければならない。加えて、切り込み方向がX軸方向、Y軸方向、Z軸方向の3種類が存在するため、どの方向であるかの判別も必要である。そこで、図5に示すように同一差分値の繰り返されるものを切り込み量とし、また、切り込み方向については、準備機能ワードであるGコードより抽出した。ただし、工具移動値の指令がインクリメンタル指令（増分値）の場合はその値を、アブソリュート指令（絶対値）の場合は、その差分値を求め切り込み量とした。また、R形状部、テーパ形状部、ストレート形状部の切り込み量はプログラム上に記述されたコメントにより識別することとした。

③の場合は、そのままではNCデータ上に存在しない。そこで、図5に示すように、NCプログラムに直接関連しない被削材材質、工具、面粗度などの項目については、NCプログラム作成時に予めコメント行

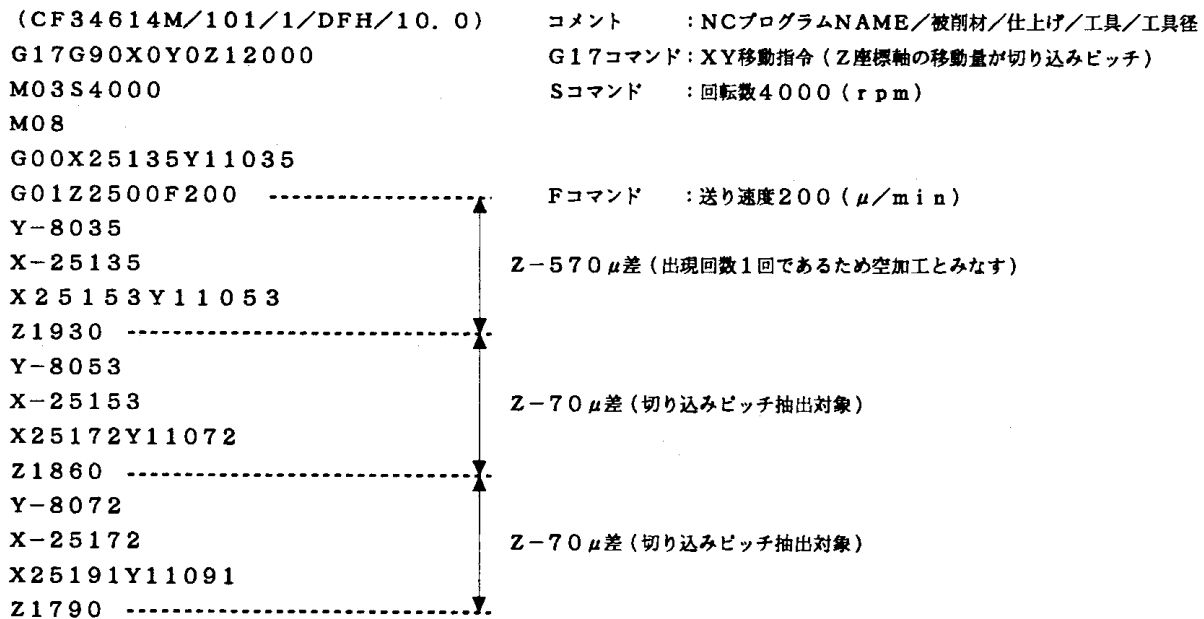


図5 抽出例

として挿入することにより、NCデータからこれらの項目が抽出できるようにした。

4 ソフトウェア構成

加工管理システムの機能の概要は図6に示すように処理振り分けメニュー、加工条件の集計登録、加工条件レコード訂正、加工条件レコード削除、加工条件一覧表出力、加工条件検索の6機能の構成にした。以下にその詳細を述べる。

(1) メニュー

入力した処理区分により各処理機能へコントロールを渡す。処理番号と加工機コードを入力することにより、それぞれの処理画面へ移る。(図7)

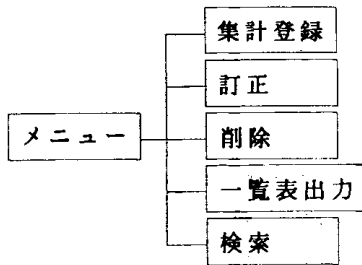


図6 ソフト構成

また、番号1の加工条件一覧表と番号9の終了以外は検索条件として被削材、仕上げ、工具のコードと工具径を入力する。

(2) 加工条件集計登録

DNCシステムより受け渡されたNCデータから加工条件を抽出して登録する。同一加工条件が既に登録されていた場合は、その更新回数を繰り上げる。

(3) 加工条件訂正

指定された加工条件の変更を行う。指定された検索条件に一致する加工条件、もしくは、指定された検索条件範囲を満たす全ての加工条件を表示し、回転数、送り速度、切り込みピッチを入力することにより更新する。

(4) 加工条件削除

指定された加工条件の削除を行う。指定された検索条件に一致する加工条件、もしくは、指定された検索条件範囲を満たす全ての加工条件を表示し削除する。

(5) 加工条件一覧表

加工機別加工条件一覧表をプリンタに出力する。指定された加工機の加工条件一覧表をプリンタに出力する。(図8)

(6) 加工条件検索

指定された検索条件に一致する加工条件、もしくは、指定された検索条件範囲を満たす加工条件を表示する。

さらに、加工機、面粗度、被削材材質、工具のコードは下記のように定めた。

- ① 加工機コード (2桁)
加工機別に番号を設定
- ② 面粗度 (仕上げコードとして1桁)
1:荒仕上げ 2:中仕上げ 3:仕上げ
- ③ 被削材材質 (3桁)
0xx:鋼材(0)+材種に対応する2桁の番号
1xx:樹脂(1)+材種に対応する2桁の番号
- ④ 工具コード (3桁)
Dxx:ドリル(D)+工具に対応する2桁の番号
Rxx:リーマ(R)+工具に対応する2桁の番号
Exx:エンドミル(E)+工具に対応する2桁の番号
Txx:タップ(T)+工具に対応する2桁の番号

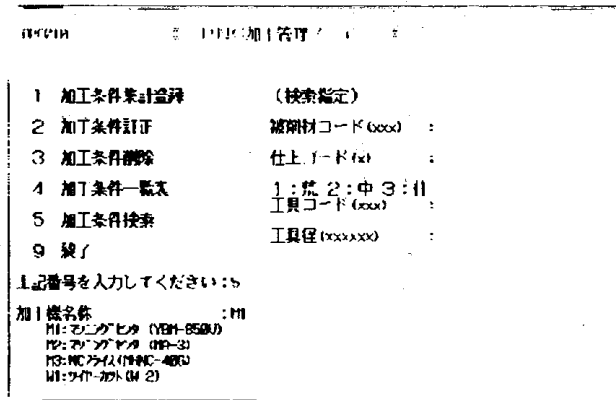


図7 メニュー画面

また、これらのコードは画面表示時にコード名称変換テーブルを介して名称に変換される。これらNCデータから加工条件を抽出した項目を格納するための加工条件データベースファイルの構成を表1に示す。

5 まとめ

本研究により次のような結果が得られた。

(1) NCプログラム作成作業への効果

新規NCプログラム作成時において、過去の加工条件を調べるための時間が不要となり、加工に未熟なCAMオペレータであっても短時間でNCプログラムの作成が行える。

(2) データベース化による効果

NC加工オペレーター個人レベルでの勘や経験による作業から、データベース化された加工条件により標準化された作業への移行が可能となり、また、非熟練者でも最適条件での加工を行うことが可能となる。

(3) 自動抽出の効果

加工条件データを自動的にNCデータから抽出することが可能であることから、データベースとしてのデータを蓄積するためやデータを更新するための特別なデータ収集作業というものは必要とせずその企業に適した

加工条件データの蓄積が行え、容易にその企業の加工ノウハウを蓄積することが可能となる。

(4) 繰り返しの効果

本システムでは、加工条件データが自動的に更新されることから、利用するほどデータベースとして構築された加工条件の最適化が進む。

今後は、本研究での開発システムを実際の生産現場で長期に渡る運用試験に供し、データベースとしての効果を検証するとともに、対象工作機械の拡大などを図り、DNCシステムの中に組み込みことにより、自動化レベルの高いシステムとして完成させる予定である。

なお、本研究は平成5年度岩手県技術パイオニア養成事業（ORT1）「コンピュータ利用による生産技術のシステム化」に関する研究にて実施したものである。

表1 加工条件データベースファイルレイアウト

項目	桁数	備考	
加工機コード	2		
被削材材質コード	3		
仕上げコード	1		
削除フラグ	1		
工具	工具コード	3	
	径	6	
	刃数	2	
処理	回転数	4	
	最大速度	5	
	最小速度	5	
	条件	切込量	R部形状
テーパ部形状			4
ストレート部形状			4
使用回数		3	
図面No.	20		
加工時間	3		
数量	6		
登録日	6		

50 (加工条件一覧表)

加工機：マシニングセンター

被削材	仕上げ	工具/径		回転数	切削速度		送り速度
					rpm	m/min/1000	
銅	荒	ドリル : DFH/18.600	Z	1800	18100-18200	100	
銅	荒	ドリル : DFH/18.800	Z	1800	18100-18200	100	
銅	中	ドリル : DFH/18.300	Z	1800	18100-18200	100	
銅	中	ドリル : DFH/18.330	Z	1800	18100-18200	100	
銅	中	ドリル : DFH/18.440	Z	1800	18100-18200	100	

図8 加工条件一覧表出力例

6 要 約

NCデータはNC加工オペレータにより修正が加えられることが多いが、この修正結果が次のNCデータへ反映されることは少ない。また、企業において、ノウハウを加味したデータベースの構築が試みられるが、活用に至ることは希である。このため、NCデータの加工条件などの変更点を自動的に抽出し、最適な加工条件としてデータベース化するシステムを開発した。

キーワード：データベース NCプログラム
NCデータ 加工条件検索 NC加工

参考文献

- (1) 例えば、高橋正明，他：簡易CAD/CAMシステムに関する研究，岩手県工業試験場研究報告(1986)ほか

ソフトウェア開発高度化に関する研究

長谷川 辰 雄*、藤 澤 充**

A Simplification of Making Computer Software Using Simple Diagram and Line

HASEGAWA Tatsuo*, FUJISAWA Mitsuru**

The computer programmers have to make great efforts to develop software. Hardware and operating systems are complicated every year. Computer language is only written in characters. It caused programmers to confuse with making programs. We apply a simple diagram to programming. A simple diagram made it easier to develop programs. This paper describes diagram programming.

Keyword : Software, Program-Parts, Diagram

1 緒 言

コンピュータを利用して物体の構造解析や測定を行おうとした場合、ソフトウェアを自作して実験することはごく希になってきている。まずは市販のソフトウェアやハードウェアを購入して行うのが一般的である。市販のソフトウェアは、ハードウェアの高速化、大容量化に伴って機能が複雑化し、何人もの人が分担作業で作成している。

複雑な計算や処理をおこなう特殊な市販ソフトウェアは、多機能ではあるが、ユーザーはその機能全てを使用する訳ではない。ユーザーが本当に行いたい解析や測定は、2機能か3機能だけで十分な場合がほとんどである。少数の機能であれば、個人で目的に合致したソフトウェアを作るほうが、コスト的にも良いと思われる。しかし、ソフトウェアを1から作るとなると、プログラミングの知識が必要となり、その習得に多大の時間を要する。

著者らは、プログラミングの知識習得を最小限にし、容易にソフトウェアを作成可能とすることを目的とした開発システムを研究中である。本稿ではその進捗状況を報告する。

2 開発システム

2-1 開発システムの考え方

ソフトウェアを容易に作成する考え方は、以前から多数研究されているが、最近注目されはじめた考え方に「オブジェクト指向」がある。従来の考え方は「手続き型」と呼ばれる手法であり、データの処理があら

かじめ決められた順番で行われる。これは、ソフトウェアをある機能単位に分割して設計する「構造化手法」と共に、現在のソフトウェア開発の主流となっている。この場合、データ部と処理部が明確に分かれており、データ部がいくつかの処理部によって何らかの処理がなされ、決められた順番に従って処理が行われる。

一方、「オブジェクト指向」は従来方法とは異なり、データ部と処理部が一緒になった構造をしている。オブジェクトは日本語で「もの」を指すが、あるオブジェクトに何らかのメッセージを送ることで、ある振る舞いを自ら行う「もの」のことをいう。例えば、手帳というオブジェクトにたいして「表示せよ」というメッ

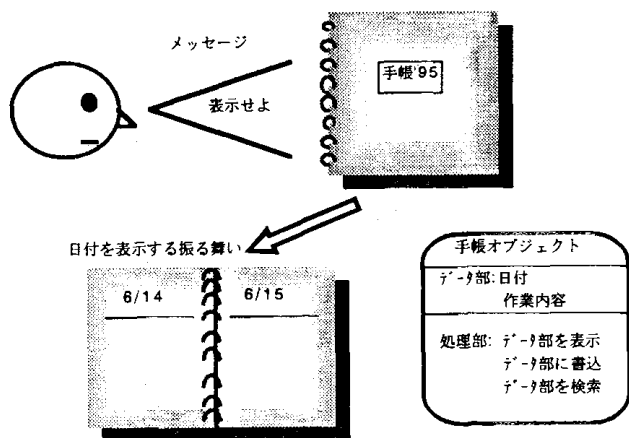


図1 オブジェクト指向の概念

現在 * 岩手県工業技術センター 電子機械部 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2
 ** 岩手県工業技術センター 企画情報部 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2

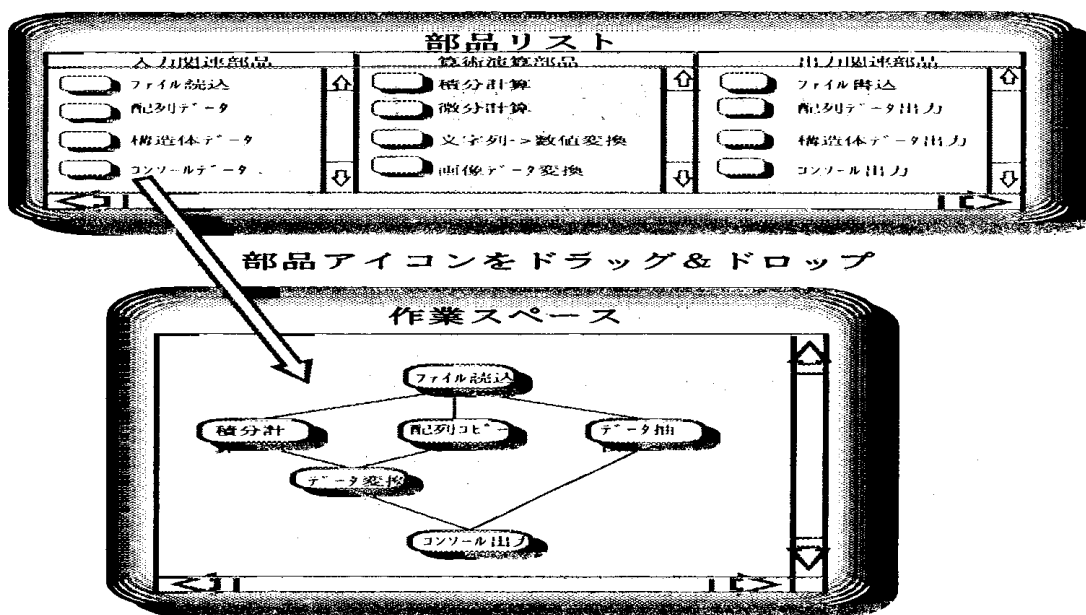


図2 ソフトウェア開発構築ツール概念図

メッセージを送る。すると、手帳は今日の日付を表示する。この場合、手帳は「日付」というデータ部と「日付を表示する」という処理部を一緒に持っているオブジェクトであり、メッセージ「表示せよ」により「日付を表示する」という振る舞いをする。概念を図1に示す。

オブジェクト指向では、従来プログラミングよりもプログラムの部品化及び再利用が容易であると言われている。しかし、オブジェクト指向言語でプログラミングすれば、容易にプログラムが可能であるという訳ではない。いくつかの問題点を以下に記述する。

- 問題点
- ・ プログラムの部品化はしやすいが、1からプログラムを作成する場合、プログラム部品が存在しない。
 - ・ オブジェクト指向言語を習得するのに時間がかかる。
 - ・ オブジェクト指向の1つの概念である「継承」は、部品化に役立つが、あとからプログラム・コードを分析しようとする場合に非常に分析しにくい。
 - ・ オブジェクト指向プログラミングが分析しにくいということは、その部品の再利用も困難である。

本研究は、上記の問題を軽減するようなソフトウェア構築ツールを作成することを目的とする。

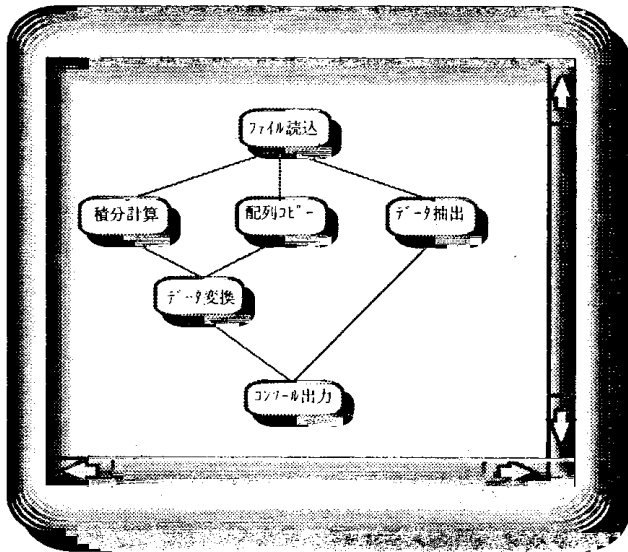
2-2 ソフトウェア構築ツールの仕様

ソフトウェア構築ツールの仕様を以下に記述する。

- ・ C言語を対象とする。
- ・ 基本となるソフトウェア部品をあらかじめ搭載する。

- ・ ソフトウェア部品は新規登録、修正、削除を可能とする。
- ・ ソフトウェア部品はわかりやすい図的表現にする。
- ・ ソフトウェアの作成は、図で表した部品を線でつなぎ合わせることで行う。
- ・ 図と線で表したソフトウェアから、C言語ソースコードを生成する。
- ・ 生成されたC言語コードのコンパイル・リンクは行わない。
- ・ 初級C言語習得者以上を対象とする。

ソフトウェア開発構築ツールの概念図を図2に示す。ソフトウェア開発者(以下ユーザー)は、コンピュータ画面上に表示されたソフトウェア部品リストから、求める部品をマウスにより作業スペースへドラッグ&ドロップする。ユーザーは、部品と部品を線でつなぎ合わせることでプログラムの処理の流れを記述する。図で表現されたプログラムは自動的にC言語ソースコードに展開される(図3 C言語コード生成)。このシステムでは、C言語のコンパイル・リンクは行わない。理由は、企業における開発環境(コンパイル環境)がそれぞれ異なっているためである。そのため、本ツールのユーザーはC言語コンパイラを使用して実行可能アプリケーションを生成しなければならない。C言語に限定した理由は、コンピュータ・プログラム言語として一般的であり普及していることである。オブジェクト指向言語「C++」は、先に述べた「習得時間がかかる」、「プログラムの分析が困難」などの理由により一般的ではないと判断した。



↓ C言語コードを生成

```
#include <stdio.h>
#include <stdlib.h>
main()
{
    file_open(); // ファイル読込
    integral(); // 積分
    array_copy(); // 配列コピー
    convert_ascii(); // データ変換
    get_valid_data(); // データ抽出
    display(); // 表示
}
/*****
/* Spec: file open .....
/* input: none
/* output: file pointer
*****/
void file_open()
{
    FILE *fp;
    fp=fopen("xxxxx.xxx",w);
}
```

図3 C言語コード生成

3 問題点と考察

現在は本システムの開発中であり、仕様に基づきプログラミングを行っている段階である。複雑化していくプログラムを、より簡単にわかりやすく記述したいという要求は当然であり、過去には、様々なプログラムの視覚化の研究がなされてきた。しかし、従来のテキストベースのプログラムを視覚化するには様々な課題が存在する。現在、当システムの開発において、直面している問題点は次の通りである。

- (1) テキスト情報を全て図で表現しようとすると煩雑になり、逆にわかりにくくなる。
- (2) テキスト情報の一部をで表現した場合、図とテキスト情報とのリンクが難しい。
- (3) 各社のコンピュータ機種 (OS) の違いより、共通の GUI (Graphical User Interface) を作成することは困難である。

(4) ソフトウェア部品を登録する際、図的表現の制約により従来のソースコードをそのまま登録することはできない。

本システムでは上記問題点を解決するために、実験的にC言語の関数を部品として提案している。C言語関数はブラックボックス的に表現される。また、入出力が明確なため、構造化プログラム技法 (図4 構造図例) では1つの箱で記述される。この箱に着目し、構造化プログラム技法で記述された箱を、視覚化する方法として利用したものが本システムのイメージである。

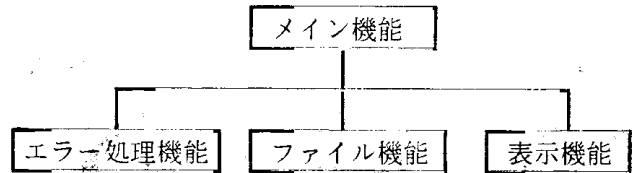


図4 構造図例

本システムの箱はC言語関数を表し、実際のソースコードは部品データベースとして別の場所に保管される。部品データベースから作業スペース上へドラッグ&ドロップされた箱は、単なるデータベースのインデックスとして機能する。箱と箱を接続する実線は、データ及び機能の流れ (順番) を表す。具体的な例を図5に示す。

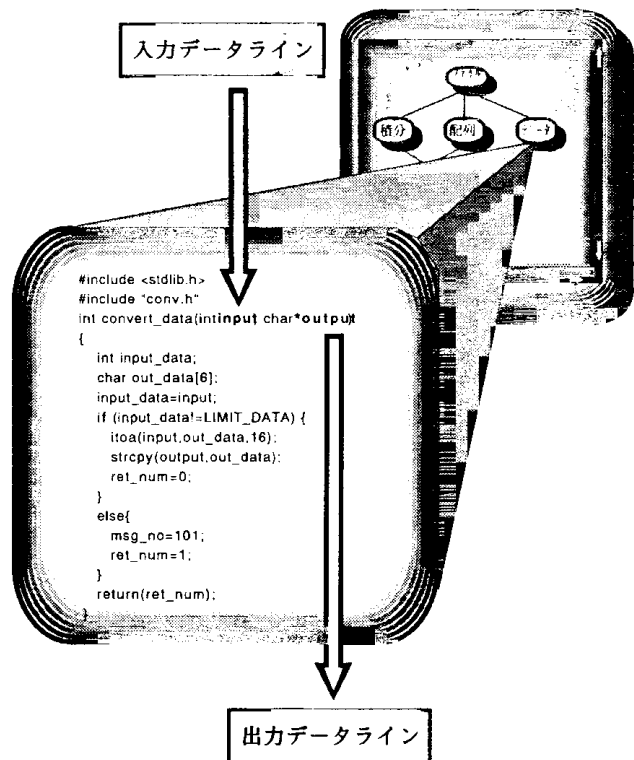


図5 データの流れ

一般的にソフトウェアは目に見えないといわれている。その理由は、プログラムはアルゴリズムの結論のみ

を数式や文字で表現し、その結論にいたった理由、証明は影に隠れているからである。しかし、実際には結論にいたった理由などはプログラムで記述する必要はない。

このような考えで、本システムは、プログラムの内容そのものを図で表現するよりも、単なる象徴としての図を使用しようと試みた。しかし、単なる象徴としての図も画面上にいくつも存在すると煩雑で逆に分かりにくくなる。

そこで、いくつかの箱をまとめて、1つの箱にするグループ化(図6 グループ化)を行って煩雑さを避けようと計画している。

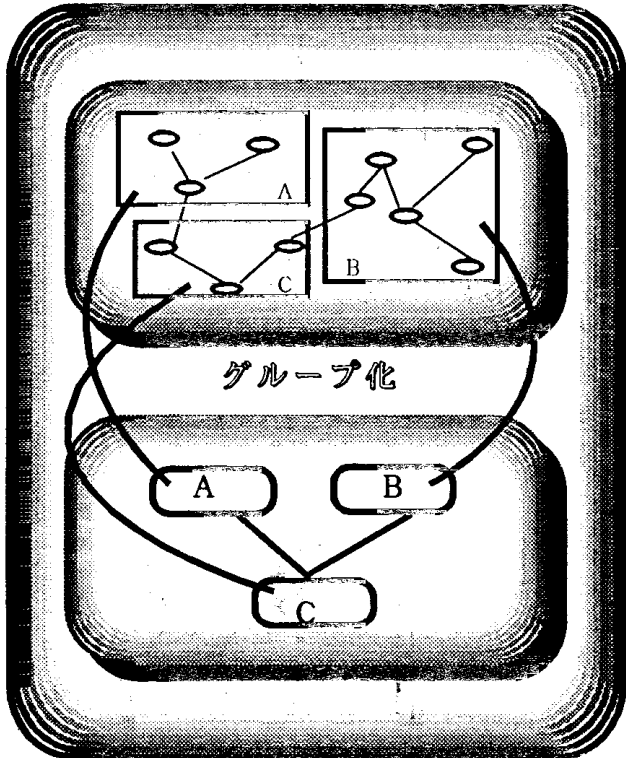


図6 グループ化

4 結 言

本システムでは、部品データベースが重要な機能を果たすが、ここに保管される部品をパターン別に選別し登録することが非常に重要な意味を持つ。現在の進捗状況は、両面とドラッグ&ドロップ処理の設計を行っており、全体の20%程度である。本製品の中核となる部品データベースは未着手であり、今後早急に作成を進める予定である。

5 要 約

ソフトウェア開発の効率化を目指し、コンピュータ・プログラムを部品としてデータベースへ登録し、図的表現によって容易にソフトウェアを構築する「ソフトウェア構築支援ツール」を開発中である。プログラムの中身を図的に表現するのではなく、「ファイル名」のようなインデックス的に図を利用する手法を用いた。

キーワード：ソフトウェア プログラム部品 図的表現

参考文献

- (1) 竹内彰：インタラクティブシステムとソフトウェアI, 近代科学社 (1994)
- (2) 松田純一：画像データベース構築・活用技法, オーム社 (1991)
- (3) 河西朝雄：C++, ナツメ社 (1994)
- (4) Kurt J. Schmucker：オブジェクト指向プログラミング 上下巻, 日本ソフトバンク (1990)
- (5) 原田実：CASEのすべて, オーム社 (1991)
- (6) 柴田望洋：CプログラマのためのC++入門, ソフトバンク (1993)
- (7) S.B. リップマン, 富士ゼロックス情報システム訳：C++ プライマー, トッパン (1993)

プリント基板からの輻射ノイズの低減に関する研究

熊谷 隆美*

岩手県工業技術センター 電子機械部

Technical Development of Suppression for Radiated Emission

KUMAGAI Takami*

Various suppressible methods for radiated emission have been studied by many investigators according as EMC regulation is enforced. In these methods, shielded enclosure is usually used. But this has a problem that is costly.

In this paper, a suppressible technique for radiated emission with low cost is described. It is found out that the following is best, one side of a double-sided printed-circuit board is all over ground pattern and other side is all over power circuit pattern.

Keyword : Radiated Emission, Ground Pattern, Power Circuit Pattern

1 緒言

EMC規制の強化に伴い種々のノイズ低減方法が考案されている。しかし、その方法は各企業のノウハウとなっていることが多く、普遍的技術として確立されているとは言いがたい。また、よく使用されるシールドは、その分コストが高むことが問題点となっている。

このため、本研究では、できるだけコストをかけずに、また試行錯誤をせずにノイズ低減を図るという観点から、プリント基板設計の基本であるアースパターンと電源パターンの引き回しの違いで、輻射ノイズがどのように変化するか調べた。

その結果両面基板を使用し、片面をべたアースパターンとし、もう一方をべた電源パターンとするのが最良であることが判った。以下にその概要を報告する。

2 研究方法

パルス発振回路は基本波の整数倍の高調波が多数発生し、ノイズ発生器としては便利である。よって図1のようなHC49U型30MHz発振周波数の水晶振動子を用い、汎用ロジックICの74シリーズC-MOSタイプの74HC04を使用したパルス発振回路を、10×10cmで板厚1.6mmのガラスエポキシの材質の基板上に組んだ。

使用した1MΩの抵抗はカーボン型、また100pFのコンデンサーはセラミック型である。また、条件を出来る

だけ同じにするため、部品の配置位置は統一した。

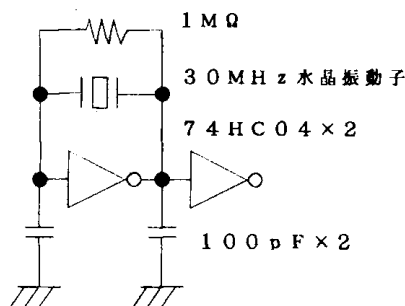


図1 パルス発振回路図

パターンの種類は、表1に示した5種類の基板を試作し、不要な銅箔はエッチングを行うことにより削除した。

試作した基板の例として、べたアース無しの基板及び表面べたアース、裏面べた電源の基板の写真を写真1、2に示す。

この基板からは、30MHzの基本波の他に基本波の整数倍の高調波が多数発生するため、これをFCCファイリング(FCCは米国連邦通信委員会の略)のとれた3m法の電波暗室で測定した。

測定周波数は30~300MHzとし、測定にはスペクトラムアナライザーを使用した。また、測定したアンテナの

高さは、水平偏波では1、2、3、4 m、垂直偏波では1 mとした。なお、実験に使用した測定機器の明細を表2に示す。

表1 試作した基板のパターンの種類

No.	基板の種類	パターンの引き回し方
1	片面基板	べたアース無し
2	片面基板	裏面べたアース
3	両面基板	両面べたアース
4	両面基板	表べた電源、裏べたアース
5	両面基板	表べたアース、裏べた電源

表2 実験に使用した測定機器の明細

測定機器	メーカー	型番
スペクトラムアナライザ	ヒューレットパッカド	8574B
バイコニカルアンテナ	シュワルツベック	BBA9106
アンテナ、ターンテーブル制御機	トーキン	MODEL 5906
自動計測ソフト	東陽テクニカ	EP3/RE Ver.1

3 研究結果

図2、3はスペクトラムアナライザの測定結果例として、表1のNo. 3、4の基板の水平偏波のデータを示す。しかし、このデータは、データの比較、検討が容易でない。そこで、データを見やすくするため、輻射ノイズの周波数をパラメータとして、パターンの種類ごとに輻射ノイズのレベルを図4～図7に示す。図4は水平偏波の30～150MHz、図5は水平偏波の180～300MHz、図6は垂直偏波の30～150MHz、図7は垂直偏波の180～300MHzのノイズ成分である。

4 考察

この結果から輻射ノイズが少ないパターンは、両面基板で、一方がべたアースパターンでもう一方がべた電源パターンの基板であり、さらに表面がべたアースパターンで裏面がべた電源パターンの基板であることが判る。また、べたアースパターン無しの基板も輻射ノイズが少ないことが判る。

さらに、べたアースパターンの基板から輻射ノイズが最も多く、しかも裏面べたアースパターンの基板より両面べたアースパターンの基板の輻射ノイズが多いことが判る。

べたアースパターンの基板から輻射ノイズが最も多く



写真1 べたアース無しの基板

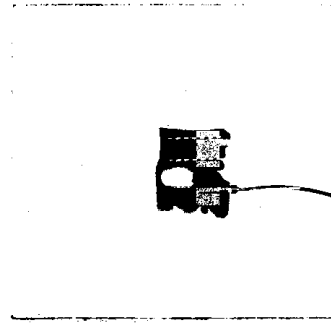


写真2 表面べたアース、裏面べた電源の基板

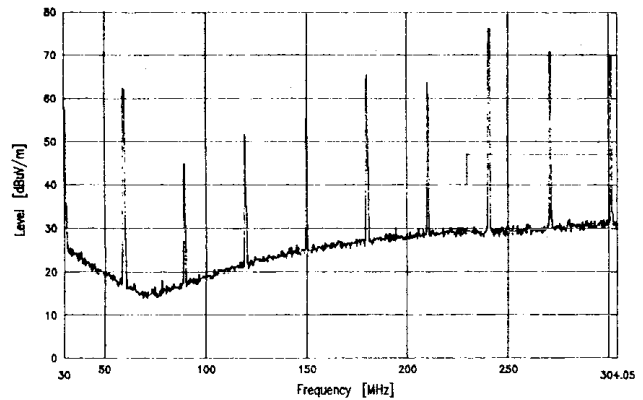


図2 両面べたアースの基板の輻射ノイズ (水平偏波)

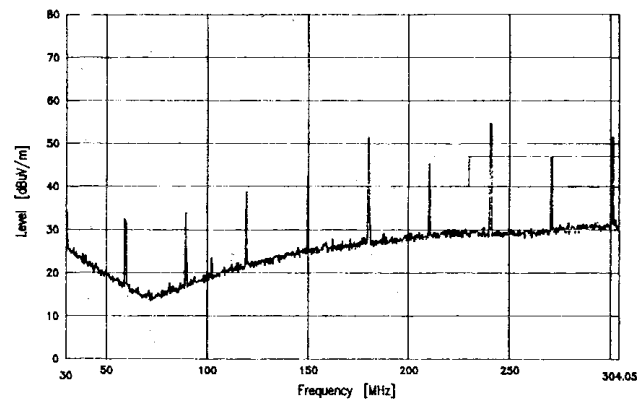


図3 表面べた電源、裏面べたアースの基板の輻射ノイズ (水平偏波)

出ている結果は意外であった。そこで、部品のバラツキがあるのではと思い、上記輻射ノイズの最も少ない基板を両面べたアースパターンの基板に改造し、輻射ノイズを測定したところ、両面べたアースパターンの基板とほぼ同じ輻射ノイズの強度となったため、部品のバラツキはないことがわかった。

べたアースパターン無しの基板から、輻射ノイズが少なく、べたアースパターン有りの基板から輻射ノイズが多いことから、アースパターンが輻射ノイズの反射板として作用(1)、(2)していると考えられるが、詳しいことについては、現在検討中である。

また、両面基板で、一方がべたアースパターンでもう一方がべた電源パターンの基板が輻射ノイズが最も少なかったことについては、べたアースパターンとべた電源パターンの中で、浮遊容量が作用(3)しているためと考えられるが、詳しいことについては、現在検討中である。

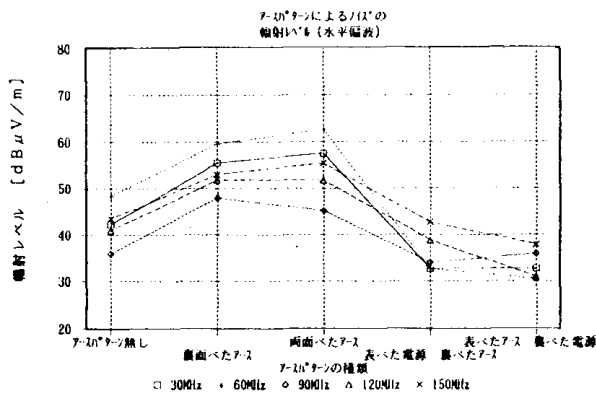


図4 パターンの違いによるノイズの輻射レベルの差 (30~150MHz、水平偏波)

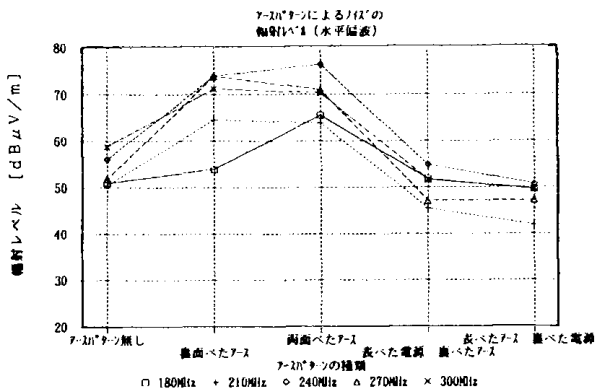


図5 パターンの違いによるノイズの輻射レベルの差 (180~300MHz、水平偏波)

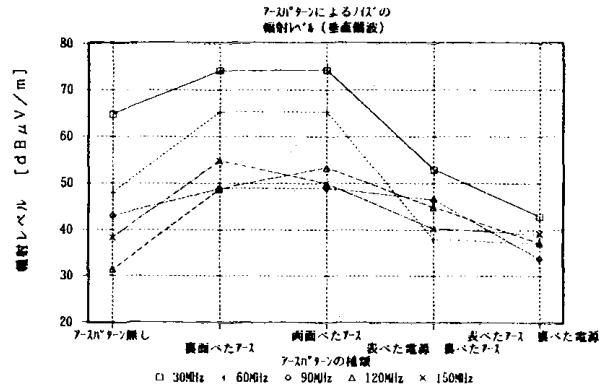


図6 パターンの違いによるノイズの輻射レベルの差 (30~150MHz、垂直偏波)

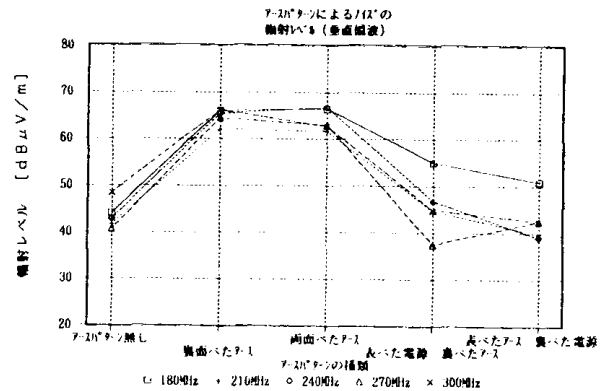


図7 パターンの違いによるノイズの輻射レベルの差 (180~300MHz、垂直偏波)

5 結 語

今回の研究で、輻射ノイズが最も少ないパターンは、両面基板を使用し、片面をべたアースパターンもう一方をべた電源パターンとしたものである。しかも部品面をべたアースパターンとし、裏面をべた電源パターンとした方が、さらに効果が高いことが判った。

また、べたアースパターンの基板が、輻射ノイズが最も多いことが判り、しかも、裏面べたアースパターンの基板より両面べたアースパターンの基板の輻射ノイズが多いことが判った。

ただし、これらの理由については、現在検討中である。

また、以上の結果より、実際にパターン設計をする段階で、輻射ノイズをできるだけ低減しておき、シールドをなくするか、必要最低限にすることが可能となる。

今回の研究では、ICからの輻射ノイズを主にみるため、パルス発振回路の出力がオープンとなっている。そのため、実際のプリント基板から、かけ離れたものとなっ

ている。よって今後は、パルス発振回路からの出力パターンを作り適当な抵抗で終端し、より実際のプリント基板に近い形で研究を進めたい。

6 要 約

EMC規制の強化に伴い種々のノイズ低減方法が考案され、その中でシールドがよく用いられるが、コストが高む問題点がある。

このため、低コストを目的に輻射ノイズを最小限に抑える方法として、アース及び電源パターンの引き回し方法について研究し、その結果、両面基板を使用し、片面をべた電源パターン、もう片面をべたアースパターンと

するのが最良とわかった。

キーワード：輻射ノイズ アースパターン 電源パターン

最後に、本研究を進めるにあたり、種々のご指導を戴いた、岩手大学電気電子工学科の久保田 賢二講師に感謝致します。

参考文献

- (1) 赤尾 保男：環境電磁工学の基礎，電子情通信学会
- (2) 山崎 弘朗：電子回路のノイズ技術，オーム社
- (3) 伊藤 健一：アースとベタパターン，日刊工業新聞社

県産木材活用による新製品開発研究

高橋民雄*、浪崎安治*

Efficient Utilization of Softwood Produced in Iwate Pref.

TAKAHASHI Tamio*, NAMIZAKI Yasuji*

This studies were carried out in the purpose that attempted efficient utilization of thinned out woods of Kesen-cedar. Studies contents are examination of adhesion processing and materials evaluation of Kesen-cedar. We evaluated materials in examination item of glued woods prescribed in Japan agriculture and forestry standard. As a result, The composition materials that used solution high molecule-isocyanate glue have high strength than the tying which used other type of adhesives.

On the basis. of these result, we examined a composition of cedar materials in real size. Then we got the result that conformed to Japan agriculture and forestry standard.

And, we examined the development of new woodwork to utilize this composition materials.

keyword: Joint of Government and People, Kesen Japanese Cryptomeria, Thinnings

1 緒言

岩手県の沿岸2市2町(大船渡市、陸前高田市、三陸町、住田町)を総称して気仙地区とよんでいる。この地区は古くから豊富なスギ材を産出するところである。

スギ材の産出量を見ると、陸前高田市1市だけで国有林、民有林の総面積は6.400ha、総蓄積量は1.640千 m^3 である。このうち、中目材と称する樹齢40年生から60年生(幹の径が20cmから30cm)が占める蓄積量は542千 m^3 (約33%)に上り、現在優良間伐の時期を迎え数多く伐採されている。

しかし、従来通りの建築材料としての利用法では、建築工法の変化、乾燥材の要求の高まり、外材の増加などから中目材の今後の需要見込は非常に厳しい状況である。

また、山林の適性管理からも利用展開は早急に行わねばならない。

本研究では、この中目材を複合化にすることにより建築構造材、建築造作材に利用することについて基本的検討を行った。さらに、スギ集成材を利用した家具、小木工品への利用展開を図るため、製品試作の検討を行った。

2 研究方法

2-1 供試材料

気仙地区で産出する平均樹齢45年生から50年生の中

目材を使用した。製材方法は材の寸法を考慮して正割のみとし、2種類(板目材、柾目材)を供試材とした。

供試材の板厚は24mm、長さは1000mmに統一した。さらに6カ月間の天然乾燥後、乾燥装置(HD/TA-2型、HILDEBRAND)で含水率を10%に調湿し試験に供した。表1に気仙スギの基本的性質を示す。

表1 基本的性質

樹種	気乾比重	含水率(%)	年輪幅(mm)
スギ	0.34	10.1	4.05

2-2 接着剤

試験に用いた接着剤は、水性高分子-イソシアネート系接着剤、常温硬化型エマルジョン系接着剤、レゾルシノール樹脂系接着剤、 α -オレフィンクラタック系接着剤、フェノール樹脂変性酢ビエマルジョン接着剤の5種類である。

2-3 試験片の作製

乾燥したスギ材を長さ1000mm、幅110mmとして、厚さをプレーナー加工で21mmに仕上げ、1週間養生した後、この材を5枚合わせ、接着積層の角柱とした。

さらに、接着積層された角柱を厚さ105mm、幅105mmの寸法で正角柱になるように再加工を施した。

この角柱を集成材の日本農林規格 (JAS) で試験項目に定められている長さ (75mm) に両端から1個ずつ、中央部から1個、計3個のブロック材を切り試験片とした。(図1参照)

なお、本研究では、板目×板目、柾目×柾目、板目×柾目の3種類の組合せで検討したが、作業現場での接着作業を考慮し、組合せの違いによるひき板が接着層に与える影響は特に検討しなかった。

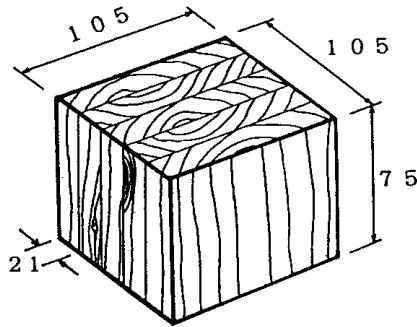


図1 試験片 (単位: mm)

2-4 試験方法

表2に本研究で実施した集成材の試験項目を示す。

表2 集成材の試験項目

試験項目	集成材の種類	構造用集成材	造作用集成材
含水率		○	○
曲げ試験		○	
ブロックせん断試験		○	
浸漬はく離試験			○
煮沸はく離試験		○	

(1) 曲げ試験

試験片は、断面寸法を20mm×20mm、スパンは試験片の厚さの14倍 (280mm) とし、辺材と、心材からそれぞれ10個ずつ作成し、図2に示す方法で試験を行った。荷重速度は3mm/minとした。

なお、実大試験片は、積層数5枚の接着積層した角柱とし、断面寸法を105mm×105mm、スパンは1,470mmの4点荷重方式の曲げ試験を行った。

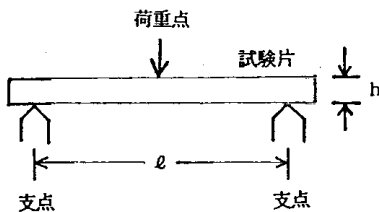


図2 曲げ試験

(2) ブロックせん断試験

試験片は、各試料集成材から各積層部の接着層がすべて含まれるようにして図3のようなブロックせん断試験片を作成した。試験は、せん断装置を用い、荷重速度毎5mm/minで試験を行った。

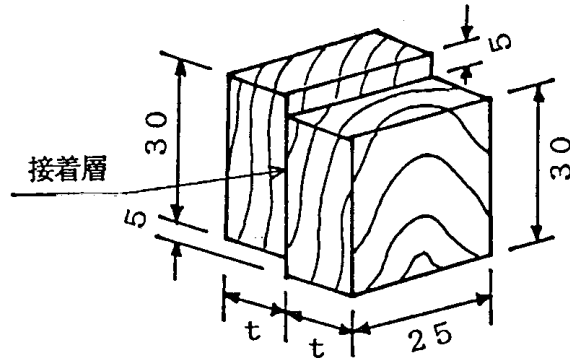


図3 集成材の接着試験片 (単位: mm)

(3) 浸漬はく離試験

試験片を室温の水中に6時間浸漬した後、40±3℃の恒温乾燥器中に入れ、器中の湿気がこもらないようにして18時間乾燥した。

その後、両木口面におけるはく離の長さが3mm以上のものについて測定し、両木口面におけるはく離率を測定した。はく離率は次式によって求められる。次式中で、lは両木口面のはく離長さの合計、Lは両木口面の接着層長さの合計とする。

$$\text{はく離率}(\%) = l / L \times 100$$

(4) 煮沸はく離試験

試験片を沸とう水中に5時間浸漬し、更に、室温水に1時間浸漬した後、試験片を60±3℃の恒温乾燥器中に入れ、器中に湿気がこもらないようにして18時間乾燥した。測定方法及び、はく離率の算出方法は浸漬はく離試験と同様である。

3 研究結果及び考察

3-1 曲げ性能試験

表3に気仙スギの強度的性質を示す。

辺材の試験片の曲げ強さは、840kgf/cm²~483kgf/cm²で、平均値は699kgf/cm²であった。これは、集成材の日本農林規格の試験片の適合基準である針葉樹B-2 (スギ) の値(345kgf/cm²)以上である。

また、心材の試験片の曲げ強さは、551kgf/cm²~472kgf/cm²の範囲で、平均値は498kgf/cm²であり、辺材より約200kgf/cm²も低い値であった。

これは、平均年輪幅が辺材では2mmであるのに対し心材は6mmと広いことと、比重が異なることが影響していると推測される。

気仙スギの曲げ強度が日本農林規格以上であることは、集成材として十分に使用可能である。

縦圧縮試験でも、平均値は380kgf/cm²であり、国内産スギの平均値350kgf/cm²より高い値が得られた。さらに、心材と辺材の違いでは、曲げ試験同様に辺材の方が高い値を示した。

表3 気仙スギの強度

試験法 試験片	曲げ強さ (kgf/cm ²)	圧縮強さ (kgf/cm ²)	せん断強さ (kgf/cm ²)
心材	498.7	311.6	59.8
辺材	699.3	448.3	61.6
平均値	599.0	380.0	60.7
国産杉平均値	650.0	350.0	60.0

3-2 ブロックせん断試験

表4に試験結果を示す。

各接着剤のせん断強さの平均値は60kgf/cm²~70kgf/cm²の範囲にある。これは、集成材の適合基準である「針葉樹B-2(スギ)」の55kgf/cm²以上の値であり、気仙スギの値が国内産スギの平均値より若干上回る結果であった。

また、気仙スギと同比重のヒノキ材のせん断強さは75kgf/cm²と報告されていることから、気仙スギの接着剤せん断強さはほぼヒノキ材と同等の値で、ヒノキ材の代替としても可能性がある。

また、木部破断率についてみると、全試験片とも95%から100%であり、十分満足される値である。

心材と辺材での違いを見ると、双方とも平均で98%で違いはなかった。

表4 ブロックせん断試験結果

試験片 接着剤	試験片		
	心材	辺材	平均値
水性高分子-イソシアネート	66.2	56.3	61.3
常温硬化型エマルジョン	67.4	60.5	64.0
レゲルシノール樹脂	61.4	59.7	60.6
α-オレフェラタック	66.7	64.3	65.5
フェノール樹脂変性酢ビ	71.2	70.4	70.8

※単位：kgf/cm²

3-3 浸漬はく離試験

水性高分子-イソシアネート系接着剤を使用した試験片を写真1に、写真2にはα-オレフィンクラタック系接着剤を使用した試験片を示す。写真はカラーマイクロスコープ(VMS-3000明伸工機製)で撮影した。

今回の実験で木口接着層でののはく離率が低かった試験片は、水性高分子-イソシアネート系接着剤とレゾルシノール樹脂接着剤を使用したもので、はく離率はいずれも0%であった。

また、常温硬化型エマルジョン系接着剤とフェノール樹脂変性酢ビエマルジョン接着剤での試験片で、はく離が生じたが、はく離率とはく離長さは日本農林規格の規準以下であった。

しかし、α-オレフィンクラタック系接着剤では他の接着剤に比べて耐水性が弱く、試験片すべてにはく離が生じた。はく離率は平均10%を越えた。

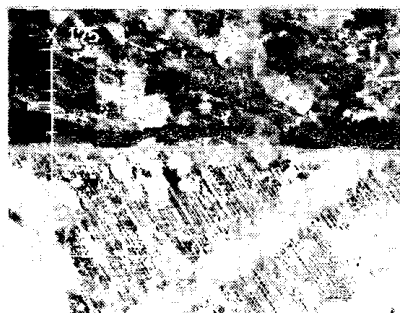


写真1 水性高分子-イソシアネート

写真1は水性高分子-イソシアネート系接着剤を使用した板目面と板目面の接着の破断面である。乾燥過程の中で木材に変形が起こり、木部自体に割れが生じているが接着層のはく離は生じていない。

写真2はα-オレフィンクラタック系接着剤を使用した試験片のはく離状態を示す。接着剤自体での破断が生じており、集成材用の接着剤としては適当ではないと思われる。

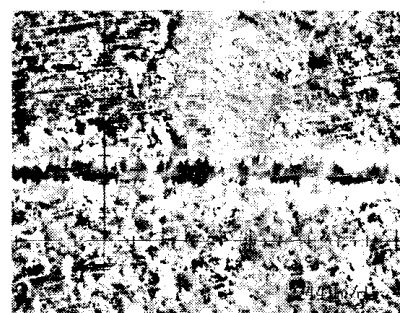


写真2 α-オレフィンクラタック系接着剤

以上のことから、水性高分子-イソシアネート系接着剤とレゾルシノール樹脂系接着剤が浸漬はく離試験で良好な結果を示し、造作用集成材を作る場合の接着剤として十分に満足できるものと判断される。

うに接着層破断は起こらなかった。水性高分子-イソシアネート系接着剤はスギの接着積層において適性な接着剤と考えられる。

3-4 煮沸はく離試験

煮沸はく離試験の結果を表5に示す。

表5 煮沸はく離試験結果 (単位：%)

接着剤	水性高分子	常温硬化型	レゾルシノール	α オレフィン	フェノール
煮沸はく離率	0	3.1	2.9	55.2	5.6

各試験片のはく離率は α -オレフィンクラタック系接着剤を使用した試験片を除いて、最大値はフェノール樹脂変性酢ビエマルジョン接着剤の8.3%であり、平均値は0%~5.6%の範囲となった。この結果は、集成材の日本農林規格の適合基準を満たした。

その中でも水性高分子-イソシアネート系接着剤を使用した試験片のはく離率は0%であり、試験後、試験片を3か月間室内に放置して常温乾燥した結果でも、木口ではく離は認められなかった。

一方、 α -オレフィンクラタック系接着剤を使用した試験片は、浸漬はく離試験と同様にすべてに接着層破断が認められ、はく離率も50%を越えた。

この結果、 α -オレフィンクラタック系接着剤は集成材を気仙スギで作製するときに用いるには不相当と判断した。

3-5 実大試験

以上の結果をもとに、水性高分子-イソシアネート系接着剤によって積層接着(5枚)した角柱(断面105mm×105mm、長さ2000mm)を作製した。積層の組合せは桁目材のみのものと板目材のみのものの各1本づつとした。

実大の曲げ試験は、岩手県林業技術センター木材部の協力を得て行った。その結果、写真3に見られるよ

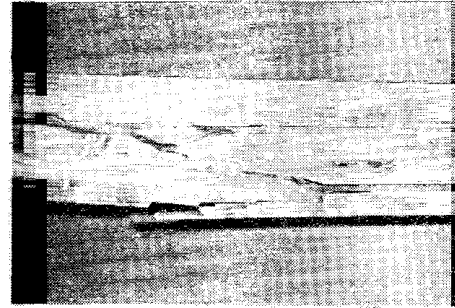


写真3 実大試験

4 結 言

気仙スギを対象として、スギ板の接着積層を試みた。集成材の日本農林規格に対比した品質試験を行った結果、次のことがわかった。

- (1) 本研究で用いた気仙スギは、一般の国産スギと物理的強度では遜色がない。
- (2) 本研究で用いた接着剤5種について常態のブロックせん断試験を行った結果、日本農林規格の適合基準を満たした。また、浸漬はく離試験及び煮沸はく離試験を行った結果、 α -オレフィンクラタック系接着剤以外が日本農林規格の適合基準を満たした。

本研究では接着積層加工の面から気仙スギの検討を行い、複合化の可能性が認められた。すなわち、建築部材や他の木製品への展開が可能と考えられる。

キーワード：官民共同 気仙スギ 間伐材

参考文献

- (1) 財団法人日本合板検査会：集成材の日本農林規格，(1991)
- (2) 林業試験場(監修)：木材工業ハンドブック，丸善(1982)
- (3) シーゲル編：接着接合辞典，近代編集社(1977)

NCルータによる木材加工製品の生産技術の高度化に関する研究 —ルータビットによる県産木材の加工面性状について—

有賀 康 弘*、浪 崎 安 治*、横 澤 忠 志**、高 橋 民 雄*

Machined Surface of Wood with Router Bit

ARUGA Yasuhiro*, NAMIZAKI Yasuji*, YOKOZAWA Tadashi**, TAKAHASHI Tamio*

岩手県内の木材加工製品に広く利用されている樹種であるスギ、アカマツ、セン、ブナについて、NCルータとルータビットによって欠点の少ない加工面を得るための条件を把握することを目的に切削実験を行い、加工条件（木材の繊維傾斜角、上向き切削、下向き切削の切削方向、ルータビットの回転数、送り速度）を変化させたときの切削面性状の観察、比較を行った。

Keyword：地場産 NCルータ ルータビット 加工面性状 スギ アカマツ セン ブナ

1 緒 言

岩手県の木材加工に関わる企業においても需要の多様化、高度化に対応するための生産性の向上、あるいは熟練技術者不足への対応や労働環境の改善のために、生産の省力化、自動化等の関心が高くなっており、NC加工機の導入も増えつつある。

しかし、木材は異方性材料であり、繊維直行方向と繊維平行方向でその材料特性は大いに異なる。例えば縦挽きのこや横挽きのこのように加工方向によって切削条件を変える必要がある。また、樹種のちがいが、あるいは同一樹種間においても材質のばらつきが大きく、さらに不均質性を助長する要因も多い。これらが切削加工の自動化を困難にする要因となっている。

本報は、NCルータとルータビットによって岩手県産木材の切削実験を行い、ルータビットによる適性切削条件を把握することを目的とした研究について記す。

1-2 ルータビットによる木材切削

切削方向と木材の繊維方向の関係は図1（1のように3つの繊維方向角度で示される。すなわち切削方向に平行で切削面に垂直な面（縦断面）において切削面と繊維方向のなす角度（繊維傾斜角： ψ_1 ）、切削面において繊維方向と切削方向のなす角度（木理斜交角： ψ_2 ）、および切削方向と切削面に直角な断面（横断面）において切削面と年輪の接線方向のなす角度（年輪接触角： ψ_3 ）である。

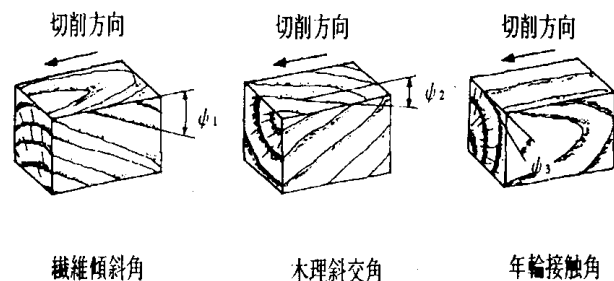


図1 切削方向と繊維方向の角度

繊維傾斜角が 0° を除く 90° 以下のときを順目切削、 90° 以上 180° 以下のときを逆目切削と呼ぶ。木理斜交角が 90° のとき横切削となり、年輪接触角が 0° 、 90° の場合それぞれ切削面が板目面、柁目面となる。

かんな盤や複軸面取り盤などによる木材切削では、被削材の送り方向が繊維方向に対して適切になるように加工することで順目切削が行われ、逆目ほれ等の欠点の少ない良好な切削面が得られる。

しかし、NCルータによる木材切削ではルータビットの回転が一方向であることから、加工形状によって切削面の繊維傾斜角が刻々と変化するため逆目切削が避けられず切削面の不良を生じやすい。このほか、切削面の性状は上向き切削、下向き切削の切削方向、刃物の送り速度、切削深さなどに影響される。図2にNCルータ、ルータビットによる木材切削の特性図を示す。

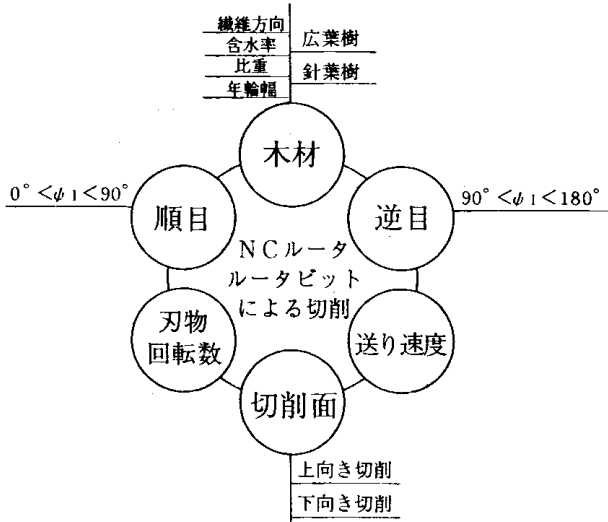


図2 NCルータによる木材切削の特性図

2 研究方法

2-1 供試材

実験に供した樹種は針葉樹2種類、広葉樹2種類でそれぞれ岩手県産材である。針葉樹は、アカマツとスギ、広葉樹は、環孔材としてセン（ハリギリ）、散孔材としてブナを選定した。供試材は含水率を約10%に調湿した後に20mm×150mm×500mmの柁目板として木取り、試験片とした。各供試材の基本的性質を表1に示す。

表1 供試材の基本的性質

供試材	含水率(%)	比 重	平均年輪幅
アカマツ	10.1	0.57	3.04mm
スギ	9.7	0.33	4.05mm
セン	10.6	0.45	1.36mm
ブナ	10.5	0.63	1.76mm

2-2 研究条件

前述のように、切削面性状に影響を及ぼす諸条件に工具条件、被削材条件、切削条件などがある。

ここでは、工具条件（刃物条件）を一定とし、被削材条件と切削条件を変化させた場合について実験を行った。

1) 被削材条件

繊維傾斜角が異なるときの切削面性状。

2) 切削条件

刃物（ルータビット）回転数、刃物の送り速度が異なるときの切削面性状。

これらの条件の組み合わせを表2に、工具条件を表3に示す。また、試験片に対するツールパスは図3のように設定した。

表2 実験条件

繊維傾斜角 ψ_1	刃物回転数 S	刃物の送り速度 F
0°	5,000rpm	3,000mm/min
45°	10,000rpm	6,000mm/min
90°	15,000rpm	9,000mm/min

表3 工具（刃物形状）

二枚刃ストレートビット・直径10mm

刃先角	60°
すくい角	12°
逃げ角	18°
切削角	78°

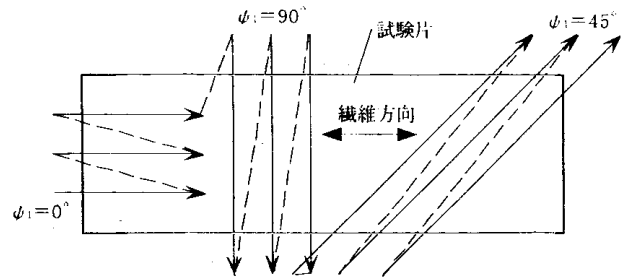


図3 ツールパス

3 結果および考察

3-1 切削面性状の評価

一般に加工面の良否は粗さ（表面形状）と表面層の性質（加工変質層の状態）で定められる。すなわち切削面が美しく滑らかで、切削後の表面状態が安定していることが良い加工面といえる。ただし木材表面の粗さは金属等のように幾何学的に算出される表面粗さだけでは表現し得ない。木材の場合、表面粗さは幾何学的粗さと、道管、放射組織などが持つ細胞内腔や切削された繊維の凹凸に基づく組織粗さより構成され、さらに表面粗さ以外に加工面が持つ通直木理、年輪、杻などの木理模様や節による視覚効果も評価に加味されることがある。

幾何学的な粗さは被削材に残る刃痕の大小で表すことができる。かんな盤やルータビットのような回転刃物の刃痕をナイフマークと呼ぶ。主軸の回転数をN、送り速度をF、軸に取り付けられた刃数をCとすると、ナイフマークの幅(e)は次式で表される⁽²⁾。これは1刃当たりの送り量(f)に等しい。

$$e = F / NC$$

今回の実験条件によるナイフマークの幅は表4のとおりである。ただし、実際の切削面には前述のように被削材（木材）の材質の影響が大きく現われる。材質

的な粗さは、むしろ、毛羽立ち、つぶれなどの大きな加工変質層として見られる。

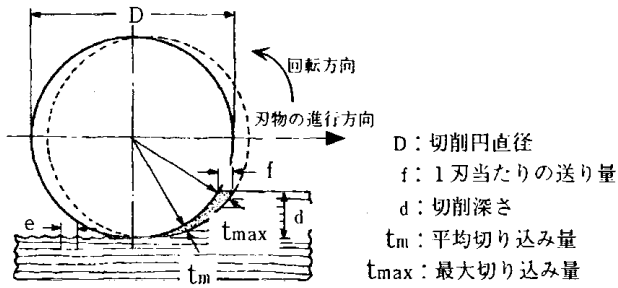


図4 回転削りとナイフマーク

表4 ナイフマークの幅

送り速度	刃物回転数	ナイフマークの幅
3,000mm/min	5,000rpm	0.30mm
	10,000rpm	0.15mm
	15,000rpm	0.10mm
6,000mm/min	5,000rpm	0.60mm
	10,000rpm	0.30mm
	15,000rpm	0.20mm
9,000mm/min	5,000rpm	0.90mm
	10,000rpm	0.45mm
	15,000rpm	0.30mm

実験後、カラーマイクロスコープ（スカラ製 VMS3000）によって試験片の切削面を拡大して観察を行った。

NCルータとルータビットによる切削加工では、上向き切削と下向き切削の2つの切削が同時に行われる。以下、3種類の繊維傾斜角における上向き切削と下向き切削の切削面性状について比較する。

3-2 繊維傾斜角と切削面性状

3-2-1 繊維傾斜角0°における切削面性状

繊維傾斜角0°のときの切削面は4樹種とも送り速度が一定の場合、主軸回転数が増大するにしたがって上向き切削、下向き切削ともに粗さが減少する（写真1、2）。これは1刃当たりの送り量が減少したことによるものでナイフマークが明らかに観察される。また、切削面に大きな加工変質層は認められない。

3-2-2 繊維傾斜角45°における切削面性状

繊維傾斜角45°のとき、すべての切削面の表層の組織はルータビットの移動方向に変形している。

1) スギ

スギは、上向き切削のとき、下向き切削のときに比べて粗さが大きい（写真3、4）。また、送

り速度が一定のとき、主軸回転数が低いほどこの傾向が顕著であり、送り速度9,000mm/min、主軸回転数5,000rpmの切削条件のときには目離れ、あるいは目ぼれが認められる。

上向き切削では、いずれの切削条件でも毛羽立ちが早材部に認められる。送り速度が大きくなるにつれて、早材部から晩材部へ刃先が移動する部分で早材部の毛羽立ちが著しい（写真5）。

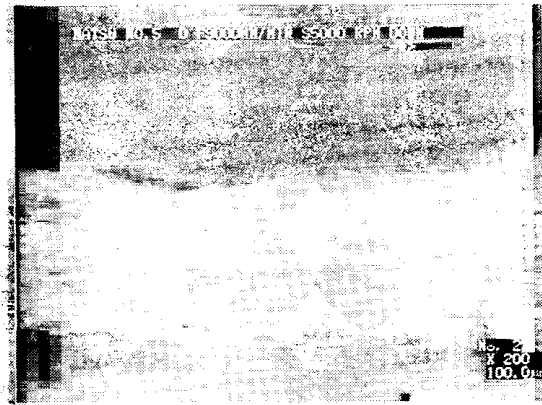


写真1

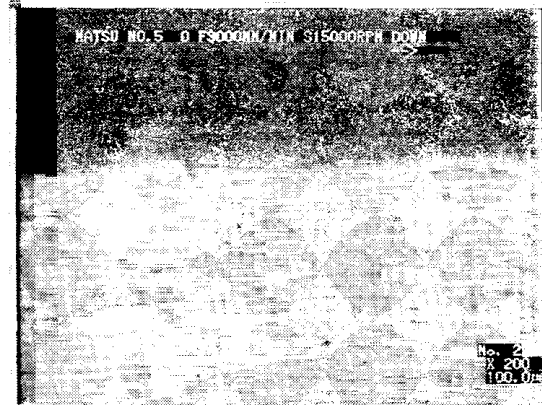


写真2



写真3

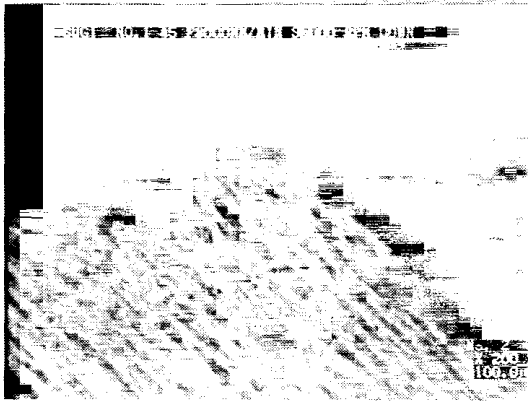


写真4

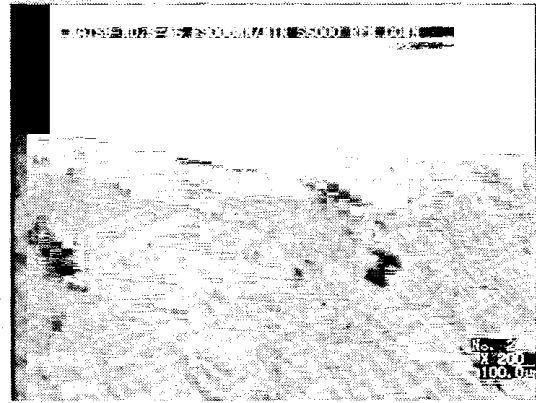


写真6

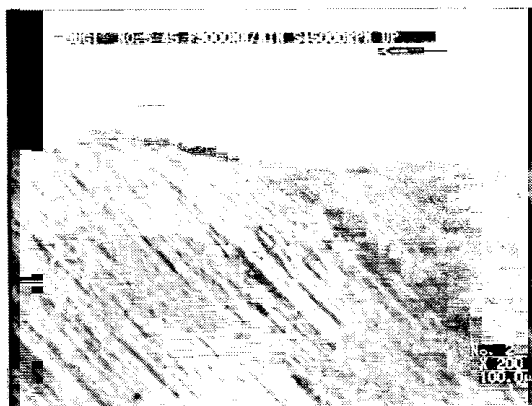


写真5

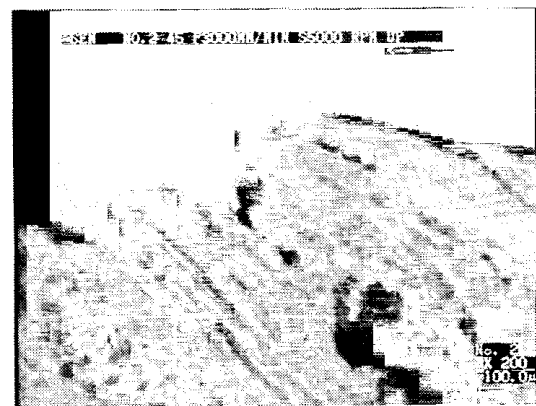


写真7

2) アカマツ

アカマツはスギと同様に上向き切削、下向き切削とも早材部に毛羽立ちが認められる。スギに比べ毛羽立ちが小さいのは比重、平均年輪幅の違いが影響していると考えられる。また、送り速度9,000mm/min、主軸回転数5,000rpmかつ下向き切削のとき目離れが発生しているが、スギに比べて多くない(写真6)。

3) セシ

セシは上向き切削、下向き切削いずれのときも切削面に道管が現われる部分に大きな加工変質が現れている(写真7)。これはセシの道管径が他の環孔材に比べて大きく、波状配列となっているため道管の空腔が切削面に現れやすく、このときに道管壁のむしれ、つぶれなどが発生すると考えられる。刃物の摩耗が進めばより顕著に現われると推測される。

4) ブナ

ブナはセシとは異なり道管は散孔をなしており、早材部と晩材部も明確に区別できない。道管径もセシより小さいため道管が切削面の粗さに与える大きな影響は認められない。

3-2-3 繊維傾斜角90°における切削面性状

切削面の表層の組織は刃物の移動方向に変形しており、これは繊維傾斜角45°のときと同様である。この切削では繊維方向に対して刃物が直角に進み繊維を分断しながら切削を行うので、切屑の生成形態は横断面のかんな削りに見られるような「むしれ型」になるものと推測される。

1) スギ

スギは、送り速度が一定のとき刃物回転数が低いほど上向き切削、下向き切削ともに切削面にむしれ、目離れが認められる(写真8、9)。しかし、送り速度3,000mm/min、刃物回転数15,000rpmの切削条件のときでは他の条件に比べて切削面のむしれはほとんど見られない。

2) アカマツ

アカマツはスギと同様に送り速度が一定のとき刃物回転数が低いほど切削面にむしれが多く見られる(写真10)。また、主軸回転数が一定のとき送り速度が早いほど切削面のむしれがより多く認められる。同一条件のスギの切削面に比べ、むしれが少ないのは比重、平均年輪幅の違いが影響していると考えられる。

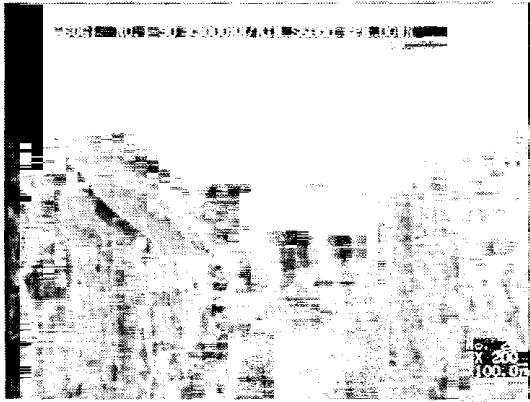


写真8

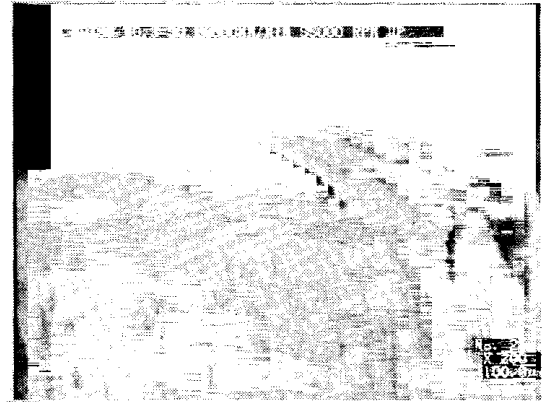


写真10

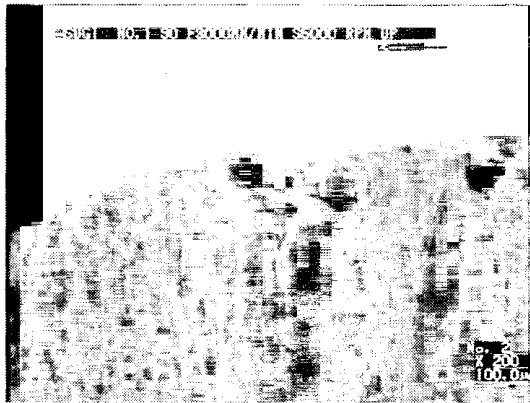


写真9



写真11

3) セン

センは送り速度が一定のとき、主軸回転数が低いほど上向き切削、下向き切削のいずれの場合も切削面のむしれが認められる(写真11)。また、繊維傾斜角45°の場合と同様に切削面に現れた道管が切削面性状に大きく影響していると考えられる。

4) ブナ

ブナは道管が散孔配列となっており、他の被削材に比べ早材部と晩材部を明確に区別し難い。切削面のむしれはあまり認められず、毛羽立ちが認められる(写真12)。これは他の材料に比べ比重が大きいことが影響していると考えられる。



写真12

4 結 言

一般にNCルータとルータビットによる加工はほとんどが成形加工である。このときの切削加工では塗装前の最終工程となし得るほどのできるだけ欠点の少ない仕上げ面(切削面)を得ることが不可欠であり、次工程の研磨仕上げは毛羽とり程度の修正であることが望ましく、研磨工程に成形仕上げ(切削あるいは研削加工)を持ち込むことは避けなければならない。

ここではルータビットによる県産木材の切削面性状について限られた条件ではあるが切削加工実験と切削面の観察、比較を行った。その結果、繊維傾斜角、切削方向、ルータビットの回転数、送り速度が木材の切削面性状に与える影響について、次の知見を得た。

- 1) 繊維傾斜角45°、90°では、切削面の表層に加工変質層が形成される。
- 2) 繊維傾斜角0°、45°では、下向き切削より上向き切

削の方が切削面性状が良い。

- 3) 刃物の送り速度が一定のとき、刃物の回転数が高いほど切削面性状が良い。
- 4) 刃物の回転数が一定のとき、刃物の送り速度が速いほど切削面性状が悪い。
- 5) 同一被削材(同一樹種)においては、早材部より晩材部の方が切削面性状が良い。
- 6) 環孔材と散孔材の比較では、散孔材の切削面性状の方が良い。

以上のことから、加工現場においてNCルータとルータビットによる木材加工を行う場合、繊維傾斜角が0°あるいは45°となる切削加工では加工面が上向き切削となることが望ましく、繊維傾斜角が90°のときには刃物回転数を高くすることがより滑らかで美しい加工面を得るための切削条件となる。

参考文献

- (1) 田中、喜多山：木材科学講座6，切削加工，海青社(1992)
- (2) 宮崎，他：木材の性質と加工，開隆堂(1993)
- (3) 吉松，野田，花岡：野田茂先生定年退職記念論文集，pp.218-230(1994)
- (4) 吉松：木材のNC加工の基礎と活用(1991)
- (5) 喜多山，他：木材の加工，文永堂(1991)
- (6) 林業試験場編：木材工業ハンドブック，丸善(1982)
- (7) 浅野，編集：木材の辞典，朝倉書店(1982)
- (8) 剣持，他：家具の辞典，朝倉書店(1990)
- (9) 木下直治：砥粒加工学会誌，VOL1，No.5，pp.276-277
- (10) 木下，他：第8回木材加工卒業研究合同発表会講演要旨集 pp.26-27(1974)
- (11) 佐伯：木材の構造，日本林業技術協会(1982)
- (12) 青柳：NCルータの機能と特徴・用途と活用技術(1994)
- (13) 有賀：岩手県工業試験場報告，No.35(1993)

鑄造刃物製品のデザイン開発へのコンピュータの活用

町田 俊一*、中村 史彦**

Practical Use of Computer to the Design Development of Casting Edged Tool Product (Knives)

MACHIDA Toshikazu*, NAKAMURA Fumihiko**

This report describes application of a laser lithography and computer design system for modeling casting edged tools with complex shape and high precision. It is found that the modeling method which combines aluminum match plate base and the models made with resin is useful for casting works with complex shape and high precision.

This method is applicable to the production regardless of its size.

Keyword : Rationalization, Design, Modeling Method, Laser Lithography, Casting Edged Tools.

1 緒言

岩手鑄機工業株式会社では、岩手県工業技術センターとの共同開発により、従来の刃物の製品に使用されている鋼材と同等の強度及び硬度を有する鑄物の開発に成功し、市場開拓の先駆けとして一連の刃物製品の開発をおこなっている。

しかし、刃物製品の形状は従来の一般的な「鉄器」と異なり、自由曲面を有するものが多く、しかも刃先の形状には高い精度が必要とされるため、手作業による加工では必要な精度を維持することが困難であった。

また、従来の鑄造用原型は最初に石膏で原型を作成しその原型をもとにアルミニウム製の鑄造用原型を複製して使用していたため、寸法精度の維持が困難であり、また煩雑な工程を経るために多大な時間がかかり、コスト高の大きな要因になっていた。

本研究では、デザイン開発から原型作成までの一連の工程の効率ならびに精度の向上を図るため、デザインモデルの作成に使われる光造形装置を鑄造用原型作成への活用⁽¹⁾すべく、ナイフの原型製作を事例として検討した。

2 研究の方法

刃物のような特殊形状製品のデザイン・原型作成をコンピュータデザインシステム及び光造形装置を活用して迅速、高精度に行う方法について下記の検討を行った。

実際の作成に当たっては表1に示す機器及びソフトウェアを使用した。また、作成における光造形機の作業環境は、表2のとおりである。

表1 使用機器及びソフトウェア一覧表

ナイフの 立体データ の作成	ハードウェア	SiliconGraphics 社製	IRIS Crimson
光造形機に よるモデル の作成	ソフトウェア	Aliasresearch 社製	Alias Studio Ver5.2
	ハードウェア	(株)シーメット製	SOUP4000
		Sun Microsystems 社	SPARC10
	ソフトウェア	(株)シーメット製	SOUP Ware Ver1.5

表2 光造形作業環境

樹脂硬化定査用紫外線レーザー種 及びビーム径	ヘリカドレーザー0.2mmφ
樹脂硬化定査用紫外線レーザー 走査速度	2,200mm/sec
樹脂硬化層厚	0.1mm
末端部レーザー出力	21mW
リコーター速度	300mm/sec
積層間の待機時間	7sec

2-1 形状作成方法に関する検討

コンピュータで作成されたナイフのサーフェスデータ(製品の表面形状データ)は、光造形装置による加工を行う際にポリゴン形状(三角パッチの集積で形状が近似された多面体)のデータに変換される。このときにサーフェスを構成する面を制御する分割数(Subdivision)で各ポリゴンの大きさが規定されるため、自由曲面の形状精度が大きく左右される。

現在 * 岩手県工業技術センター 木工特産部

** 岩手県鑄機工業株式会社

岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2

岩手県水沢市桜屋敷西97-1

面の分割数を多くすれば近似されるポリゴンが小さくなり、面の状態は滑らかになるが、データ量は比例して大きくなり、計算処理に時間を要する。ポリゴン形状による面の荒さは製品の大きさによっても異なるが、本研究で対象としているナイフの寸法の範囲(150×30×1mmh~270×60×15mmh)における構成面の分割数およびデータ容量の関係を検討し、適切な条件を抽出した。

2-2 樹脂の積層に伴って生じる段差の検討

光造形装置は図1、図2に示すように、他の様々なシステムで造られた立体のデータを水平方向に0.1mmの厚みで輪切りにしたスライスデータに変換し、この輪切り形状に沿ってレーザー光を照射して光硬化樹脂液を一層づつ硬化させる。更に、この作業を繰り返し、輪切りを積層させることによって立体を成形する。

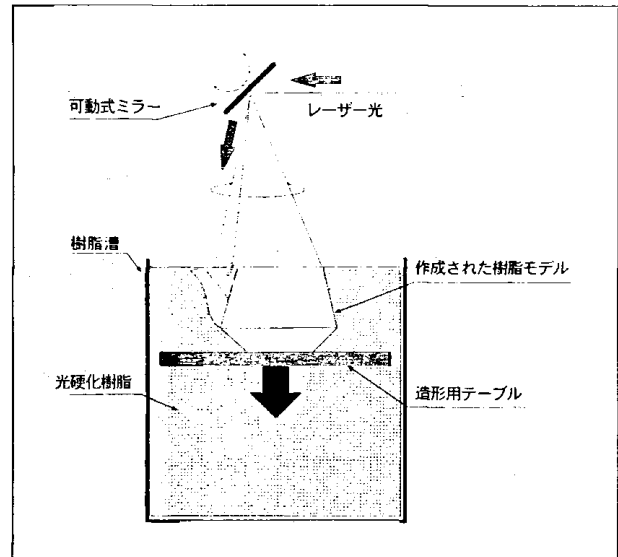


図2 光造形装置の原理2

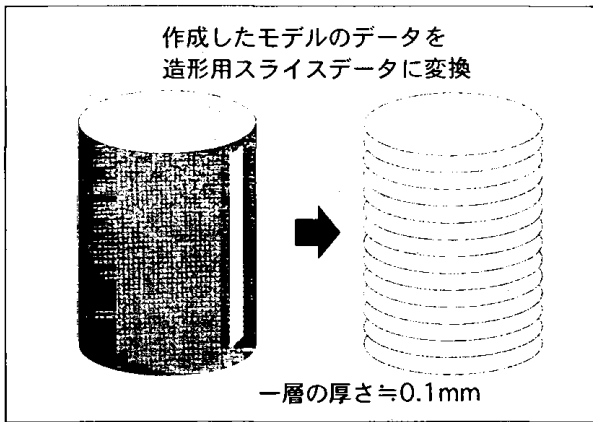


図1 光造形装置の原理1

0.1mmにスライスされた輪切り形状の側面はそれぞれ垂直であるため、各輪切り形状の間には図3のように階段状の段差が生じる。この段差の大きさは造られる立体の側面の角度に依存しており、水平面からの角度 θ が小さいほど段差が大きくなる。

水平面からの角度 θ が一定の物体であれば、すべての部分に均等に段差が生じ、立方体であれば側面が垂直になるために段差は生じない。

本研究で対象とする製品(ナイフ)はかなり扁平な形状であり、段差の生じる部分と生じない部分ができ、しかもその格差は作成時の製品の設置方向によって大きく変化する。また、作成時の製品の方向は、作業時間も大きな関わりを持つ。つまり、作成するものの高さが低ければ、積層回数が少なくなり、作成時間は短くなるが、逆に高さが高ければ、作成時間が増加する。

このように、形状の精度すなわち段差の影響、並びにデータ量と作業時間の関連を比較検討するため、ナイフの厚み・長さ・幅の3方向に作成方向を設定して、モデルの作成を行った。

2-3 光造形装置による原型の砂型原型への応用化

光造形装置で作成した原型を実際の生型铸造の種(铸造用原型)として使用する際に問題になる強度及びマッチプレートへの組み込み方法に関して、①石膏原型の代用として樹脂原型を作成し、その原型をもとにアルミ原型を作成し、マッチプレート化するという従来通りの方法(図4)と、マッチプレートのアルミ基盤を用意してその基盤に作成した原型を組み込んで、直接、量産原型として使用する方法(図5、図6)

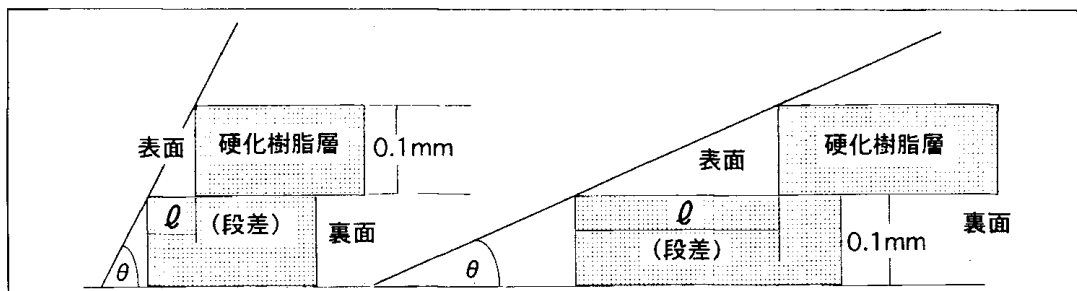


図3 輪切り形状の積層による段差の状況

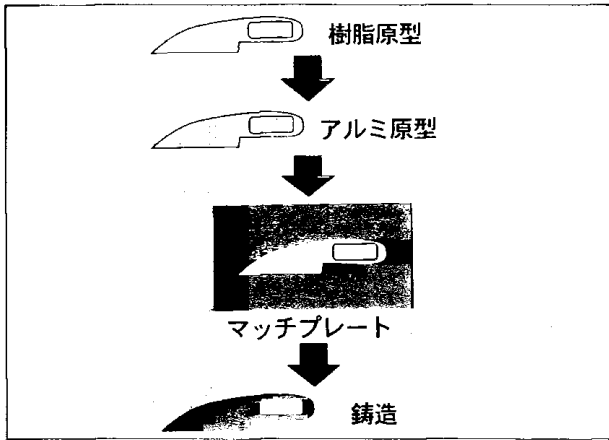


図4 マッチプレートの製作1

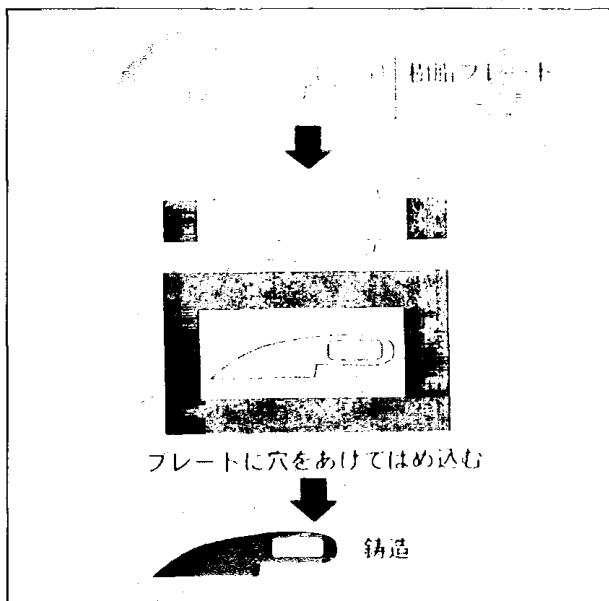


図5 マッチプレートの製作2

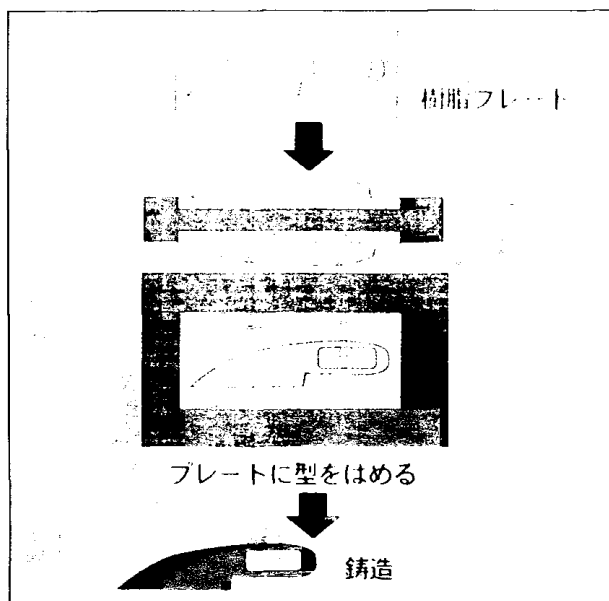


図6 マッチプレートの製作3

について実際に樹脂原型を製作し適切な方法の検討を行った。

3 結果

3-1 表面状況と製品形状の面の荒さ・データ量

本研究では図7に示す形状の刃物を事例として作成したが製品が左右対称形状であることから、片面についてサーフェスデータを作成し、後にミラーコピーを行って製品形状とした。



図7 作成した樹脂モデルの例

作成した刃物は片面で3つの自由曲面から構成されている。各構成面の分割数は最小2分割(四角形)から最大4分割(多角形)のセットを最小単位として最小分割数と最大分割数を自由に設定できるようになっている。

今回は最小セットである2-4のセットと8-16、12-24のセットについてデータ容量とポリゴン面の荒さを比較した。結果を表3に示す。

表3 面の構成数とデータ量、面の状況

Subdivision set	データ量 (bytes)	構成ポリゴン数 (個)	計算処理時間 (min)	面の状態
2-4	1,559,594	7,800	20	不適
8-16	6,352,412	310,000	40	適
12-24	16,884,077	740,000	80	適

計算処理時間はコンピュータデザインシステムで作成した面のデータを、光造形装置に受け渡すためのフォーマットに書き直す時間、データの転送時間、及び光造形装置側でそのデータをスライスデータに変換して作成実行に必要な処理を行う時間の合計である。

また、各分割数で作成したポリゴン面の形状は図8に示すとおりである。図8から分かるように、構成面の分割数が2-4のセットのように少ないと自由局面が適正に表現されない。一方、分割数が12-24のセットの場合はデータ容量と作業時間が大幅に増加する。今回の事例の刃物の大きさでは、分割数8-16のセットが妥当な条件であることが判明した。

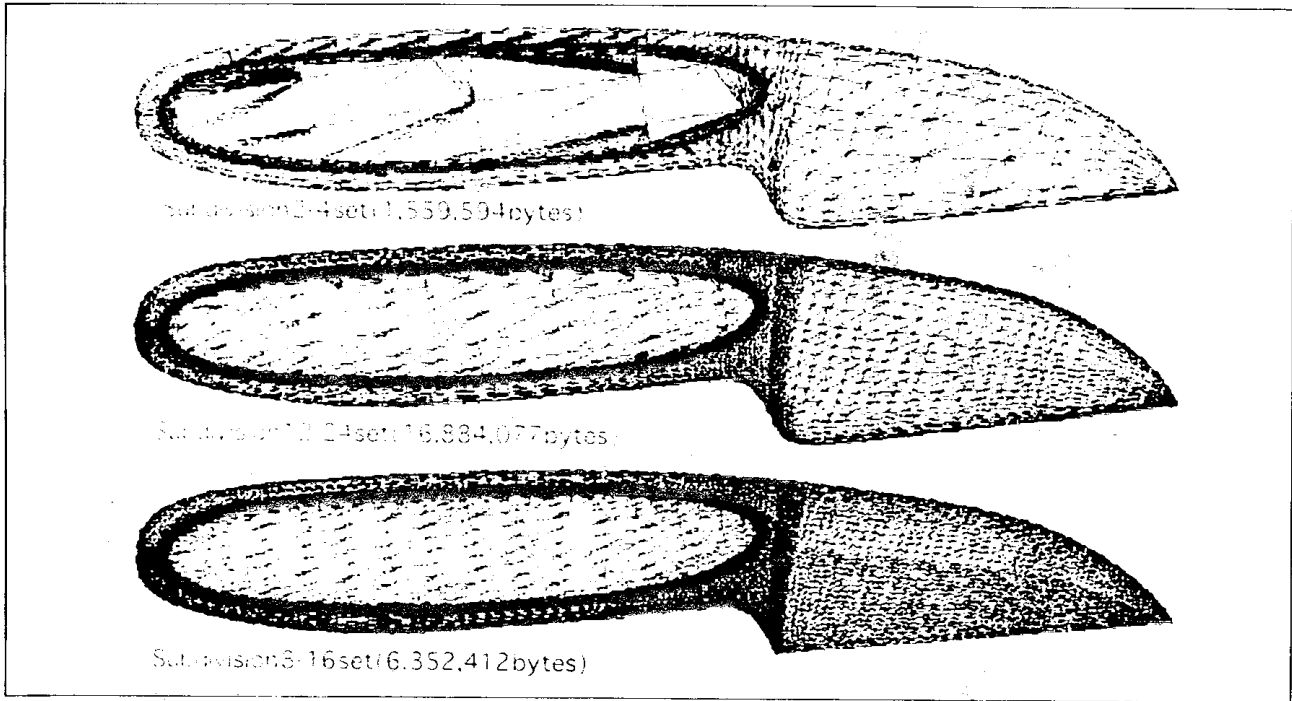


図8 Subdivision による形状の相違

3-2 樹脂の積層に伴って生じる段差の検討

刃物の形状は、刃の部分扁平であるために、刃物を寝かせた方向で作成すると刃の部分に幅の広い等高線が生じ、いわゆる平面の積重ね状態になってしまう。その他の方向性で作成したものは、刃以外の部分で、等高線を生じるが、いずれも曲率が小さいために、たやすく修正できる程度の段差しか生じない。作成時の方向としては、物体の曲面の曲率が最も大きい面を垂直方向に保つことが重要である。

また、作成方向の相違によってはデータ量は変化しないが、作成時間は異なる。これは内部が充填されている立体の作成においては、樹脂を硬化させるための紫外線レーザーが走査する総面積は同じであり、走査に要する時間はどの方向で作成しても変わらない。しかし、今回作成に用いた装置では、紫外線レーザーが1層を走査し、テーブルが1回下降するごとに、液面上をスキージーが走行して樹脂の液面を平滑に保つ動作を行う。この動作によって生じる液面の変動がおさまるまで、5秒から8秒の待機時間を要する。このため、1層の操作時間が短くても積層数が多い場合は紫外線レーザーの走査以外の動作時間が大幅に増加し、結果として作業全体の時間が増加する。

以上のことから、今回作成した刃物の作成方向については刃物の長さ方向で作成したものが形状の精度及び作業時間の点で最も効率が良かった。

3-3 光造形装置で作成した原型の砂型原型への応用化

上記の検討の結果をもとに、従来の石膏モデルを樹

脂で作成し、原型に使用する方式、マッチプレートへ直接組み込む方式の2点について検討を行った。石膏モデルと同等の位置づけでナイフの原型を造る方式は、形状精度の向上が望めるものの、従来とほとんど同じプロセスを経るために時間の短縮は得られなかった。

一方、樹脂モデルを直接マッチプレートに組み込む方式は従来の中間モデルの作成が不要となり、マッチプレートの修正も不要なため、従来の方法では約1週間要した作業を半分に短縮することができた。しかし、当初考案した方法(図9)はマッチプレートの基盤とはめ込む樹脂原型の接合部分で変形や大きなバリが生じ、実用に耐えないことが判明した。

この方法はマッチプレート基盤に四角い穴をあけ、基盤の厚み分とナイフ原型の半割り部分を一体で樹脂

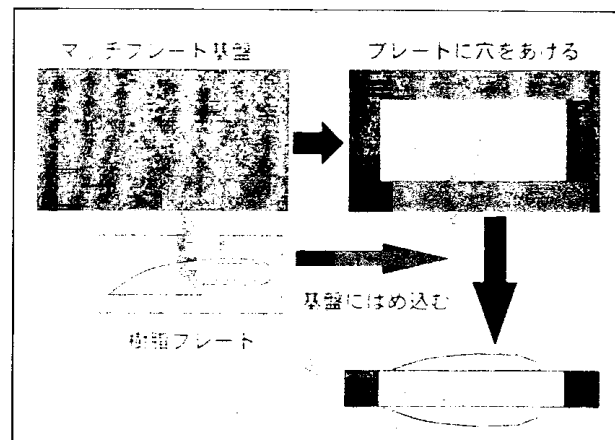


図9 樹脂の組み込み法1

成形し、原型を基盤の穴にはめ込んで使用する。この方法ではマッチプレートの基盤として使用する樹脂の部分がモデルよりもはるかに大きな容積を占め、内部をすべて樹脂で充填するには膨大な時間がかかるので空洞化してあるため、マッチプレートの上下に砂をいれて鑄型を造る際の圧力を58.8MPa (6 kg/cm²)で原型の変形や原型と基盤との間にずれを生じるためである。

この問題を解決するために、図10に示すようにマッチプレートの裏表に凹みを付け、モデルの半割り部分それぞれに凹み分の板を一体化した原型(図11)を張り付ける方法で鑄型の作成を行った。

この方法では、半割り原型の位置をマッチプレートの裏表で正確に合わせることが、前述の方法に比べて困難なきらいがあるが、マッチプレートの裏表の凹みの位置を正確に合わせることと、半割り原型に一体化して造る凹み分の板の大きさを合わせることで精度を維持することができた。しかも鑄型作成時の砂の圧力

は、マッチプレートの基盤が受けるために、たわみ等の問題を懸念することもなく、所定の圧力で砂型を作成できる。

この方法を用いれば、マッチプレート基盤を一枚用意すれば、何種類もの樹脂原型を面積の許す限りマッチプレートに張り付けることができ、その組合せを変えることで少品種大量生産から多品種少量生産まで様々な生産方法に対応できる。また、樹脂で作成した原型であっても抜け勾配に注意すれば、原型の磨耗を最小に押さえることができ、簡便ながらかなりの量産にも使用できると予想される。

4 結 言

鑄造刃物製品の原型作成に関して光造形装置と、コンピュータデザインシステムの活用を検討した結果、下記の知見が得られた。

- ① デザインから原型作成までを一貫作業で行い、共通の基本データを各工程間で処理することにより、製品の設計が従来とは比較にならないほど容易にできるようになり、製品を完成させるまでの時間が大幅に短縮する。
- ② 手加工による原型作成で生じる精度の誤差を解消できるようになった。特にナイブのように左右対称形のものも両面で高い寸法精度が保証される。
- ③ 従来のように中間型を使用する必要がないため、鑄造時の収縮誤差が大幅に軽減できるとともに作業時間及び経費が削減される。
- ④ 作成した原型を直接マッチプレートに張り付けることにより、型の作成コストと時間が大幅に削減され、マッチプレートに張り付ける樹脂原型を組み合わせることにより、多品種少量から少品種多量まで、いずれの生産体制にも対応できる。

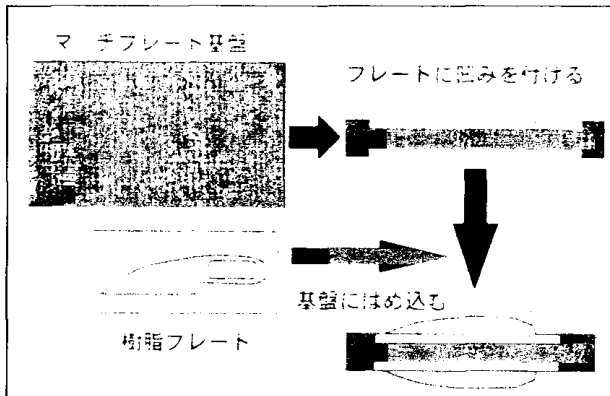


図10 樹脂の組み込み法2

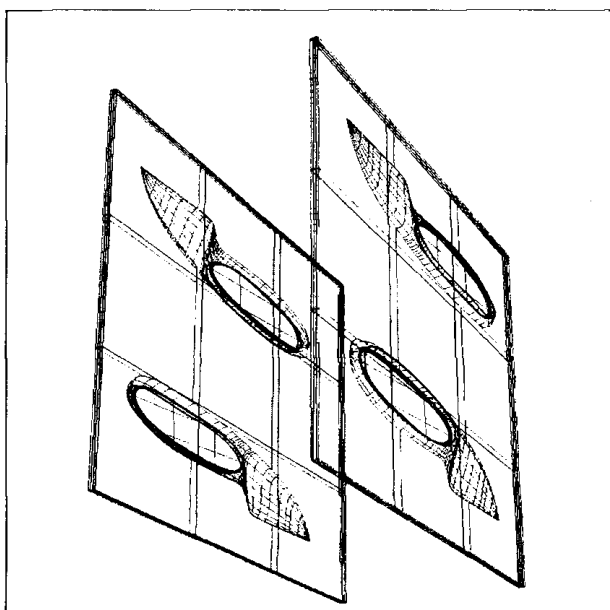


図11 マッチプレートに組み込む樹脂原型

5 要 約

本研究では高い加工精度を必要とし、複雑な自由曲面形状を持つ刃物製品を鑄造で作成する際の原型作成技術について検討を行い、コンピュータデザインシステムと光造形装置を活用することにより、直接量産に使用できる原型を簡便に作成し、アルミマッチプレート基盤と作製した原型を組み合わせ使用することにより、多品種少量生産から少品種大量生産まで柔軟に対応できる原型の活用方法を見いだした。

キーワード：合理化 デザイン 造形方法 光造形
鑄造刃物

実際の樹脂原型作成にあたり、(株)シーメットの田村氏には装置稼働と精度の維持に関して様々な助言を頂いた。

また、マッチプレート版の切削加工については、(有)サンデーの鈴木氏にご協力を頂いた。文末ではあるが、謝辞を申し上げる。

参考文献

- (1) 丸谷洋二, 大川和夫, 早野誠二, 斉藤直一郎, 中井考: 光造形法, 日刊工業新聞社 1990
- (2) 今村正人, 孟 陽, 中川威雄: 鋳造用模型とその適用, 第2回光造形システムシンポジウム資料, pp.37-41 (1992)

[研究報告]

溶融法におけるRE(RE=Nd,Sm)BaCuO系に対するPtの添加効果

齋藤 貴*、鎌田 公一*、瀬川 晃 児*
坂井 直道**、劉 相 任**、村上 雅 人**

Effect of Pt-Doping on the RE (RE=Nd,Sm) BaCuO System during Melt Processing

SAITOH Takashi*, KAMADA Koichi*, SEGAWA Koji*
SAKAI Naomichi**, YOO Sang-Im**, MURAKAMI Masato**

The effect of the Pt-dopant on RE (RE=Nd,Sm) $2O_3$ -BaCuO₂-CuO system during melt processing was investigated. The doping was found to suppress the coarsening of major second phases (Nd422, Sm211). Although Sm samples with and without doping, melt-grown by an oxygen-controlled-melt-growth (OCMG) process, showed the same onset transition temperature (T_c) of 94.5K in a SQUID measurement, the superconducting transition of the doped sample was relatively broad, which may be related to the phase separation caused by formation of a Pt-compound.

Keyword: Superconductor, Neodymium Compound, Samarium Compound, Platinum Doping, Transition Temperature

1 緒 言

超電導体の実用上最も重要な特性は、使用温度における臨界電流密度 (J_c) の大きさである。YBa₂Cu₃O_y 超電導体 (Y123) において、白金 (Pt) の添加は、Y123マトリクス中に微細な針状の Y₂BaCuO₅ (Y211) を分散させ、 J_c の改善に大きな効果があること、さらに、この微細な針状 Y211 が半溶融過程において液相の流出を防ぎ結晶成長を促進させるために重要であることが報告されている⁽¹⁾。

そこで、OCMG法 (酸素分圧を制御した雰囲気下で溶融成長する手法) によって得られた、高い T_c と強いフラックスピンニングセンターを持つ REBaCuO (RE=Nd,Sm) 超電導体⁽²⁻⁵⁾ の組織制御を行うために、第2相である Nd422, Sm211 の形態に及ぼす、Pt添加の影響について検討した。

2 研究方法

原料として、RE₂O₃ (RE=Nd,Sm)、BaCuO₂、CuO、Pt を用い、組成比が RE_{1.8}Ba_{2.4}Cu_{3.4}O_y となるようにボールミル中で無水エチルアルコールを分散媒として24時間混合した。Ptの添加量は1wt%とし、無添加の場合と比較した。混合物を乾燥後、得られた粉末を冷間等方圧プレス (CIP) を用いて200MPaの圧力で成形し、約10mm

×10mm×20mmの圧粉体を得た。

試料結晶組織におよぼすPt添加の影響を、半溶融処理の前後で検討するために、以下の実験を行った。

- (1) 圧粉体を大気中で1120℃で1時間保持した後、Cuプレート上で急冷して、半溶融状態からの急冷凝固試料を作成し、その破面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。
- (2) 圧粉体に0.1% O₂ 雰囲気下で図1に示すOCMG処理を行い、酸素アニール後、SQUIDによる超電導特性の測定及びEPMAにおける定性、定量分析を行った。

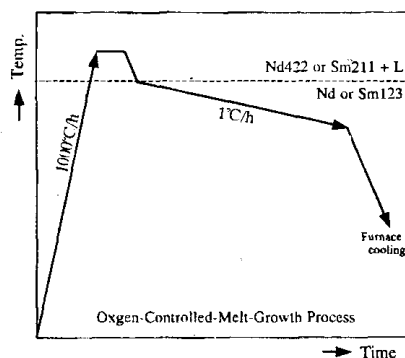


図1 OCMG法の熱処理パターンの様式図

現在 * 岩手県工業技術センター 金属材料部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** 超電導工学研究所 第7研究部 東京都港区芝浦一丁目16-25

3 実験結果及び考察

3-1 半熔融状態での第2相の挙動

RE₂O₃、BaCuO₂、CuOを混合した粉末（圧粉体）を直接Nd₂O₃+BaCuO₂+CuO→Nd422+液相（またはSm₂O₃+BaCuO₂+CuO→Sm211+液相）の反応が進む半熔融状態まで加熱し、1時間保持後急冷凝固させて、SEMを用いて破断面を観察し、第2相の結晶形態を検討した。そのSEM像を図2に示す。

Nd系では、Ptを添加しなかった試料はNd422が柱状に成長しており（図2(a)）、そのアスペクトレシオ（AR=長さ/直径）は、Pt 1 wt%添加試料（図2(b))の約3分の1になる。これから、Pt 1 wt%添加によってNd422の粗大化を抑制できることがわかる。

同様の実験をY系について行くと、はじめPtの添加によってY211の粗大化が抑制されるが、Ptをさらに過剰に添加するとY211は逆に粗大化する事が報告されている⁽¹⁾。Nd422は、Y211とは結晶構造が異なりその平均的な結晶も大きい、Ptの添加はY系の場合と同様で、Nd系においてもNd422の粗大化の抑制に有効であることがわかった。

Sm系では、Pt無添加の場合のSm211は六角柱形状をしており（図2(c)）、そのアスペクトレシオはおおむね1~3程度である。Ptを添加するとSm211は針状となり（直径1~5 μm、長さ10~50 μm）、アスペクトレシオはおおむね5~15程度となる（図2(d)）。これは、

Nd422よりもPt添加による第2相の粗大化抑制効果が大きい事を示している。

しかし、本実験でのSm211の形状は、Nd422より細くかつ長い、同様の処理を行ったY211よりは粗大である⁽¹⁾。Pt添加の効果がY系に比較して小さくなったのは、RE211(422)生成温度が各RE系によって異なるにもかかわらず、本実験で同一条件で熱処理を行ってY、Sm、Ndを比較したためであると考えられる。

よって今後はこれらの条件の最適化を行う必要がある。

3-2 OCMG処理を行った試料における効果

OCMG処理後の第2相（Nd422、Sm211）は、包晶反応の進行によって123マトリクス中に存在する。図3に、Pt添加及び無添加のNdBaCuO、SmBaCuO試料のEPMAによるCOMPO像を示す。この図から、OCMG試料でも急冷凝固試料の場合と同様に、Pt添加によってd422、Sm211の粗大化が抑制されることがわかる。Pt無添加試料では、Pt添加試料と比較して第2相が3~10倍に粗大化している。つまり、半熔融処理を開始する時点で第2相の粗大化を抑制することで、最終組織の第2相の微細化が可能である。

図4 OCMG処理を行ったSmBaCuO試料の帯磁率の測定結果を示す。Pt添加及び無添加の試料とも、超電導転移開始温度(nset T_c)は94.5Kであった。しかし、その温度依存性はPt添加試料がPt無添加試料と比べて

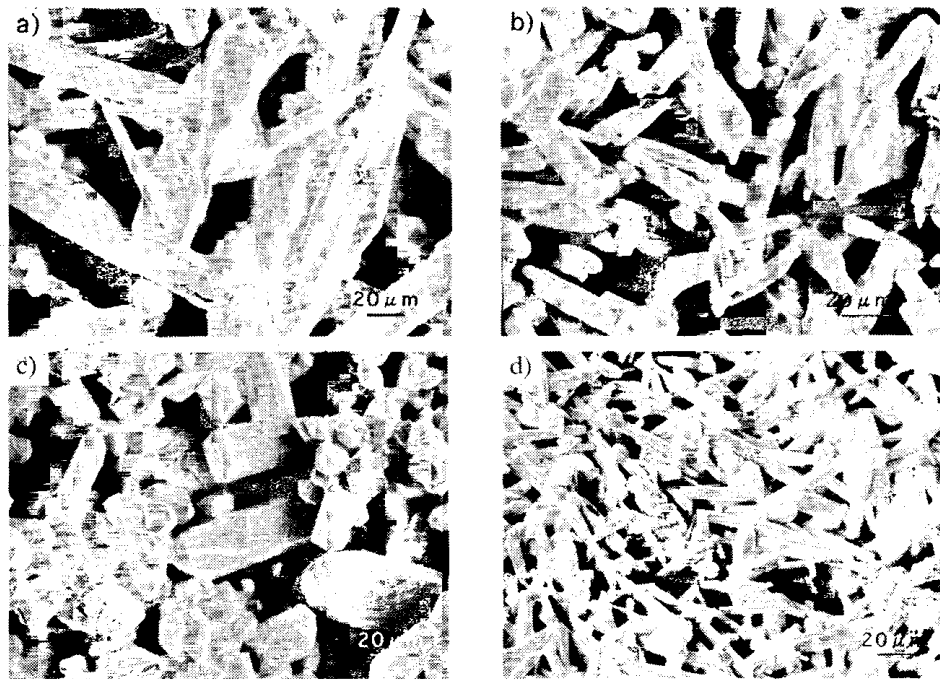


図2 急冷凝固試料のSEM像：(a)NdBaCuO Pt無添加、(b)NdBaCuO Pt 1 wt%添加、(c)SmBaCuO Pt無添加、(d)SmBaCuO Pt 1 wt%添加

図3 OCMG試料のCOMPO像：(a)NdBaCuO Pt無添加, (b)NdBaCuO Pt 1 wt%添加, (c)SmBaCuO Pt無添加, (d)SmBaCuO Pt 1 wt%添加

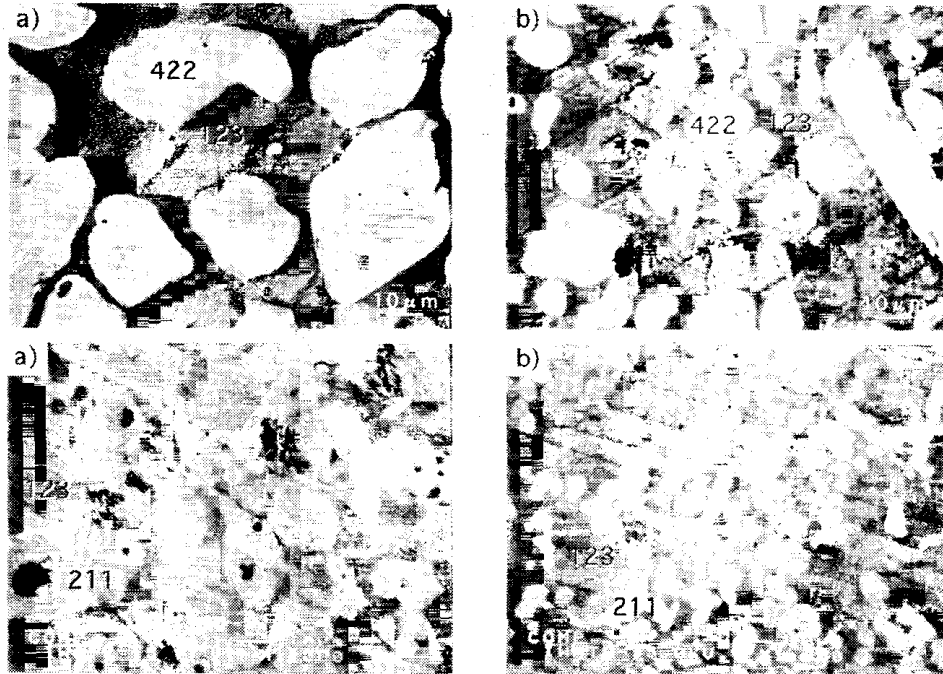
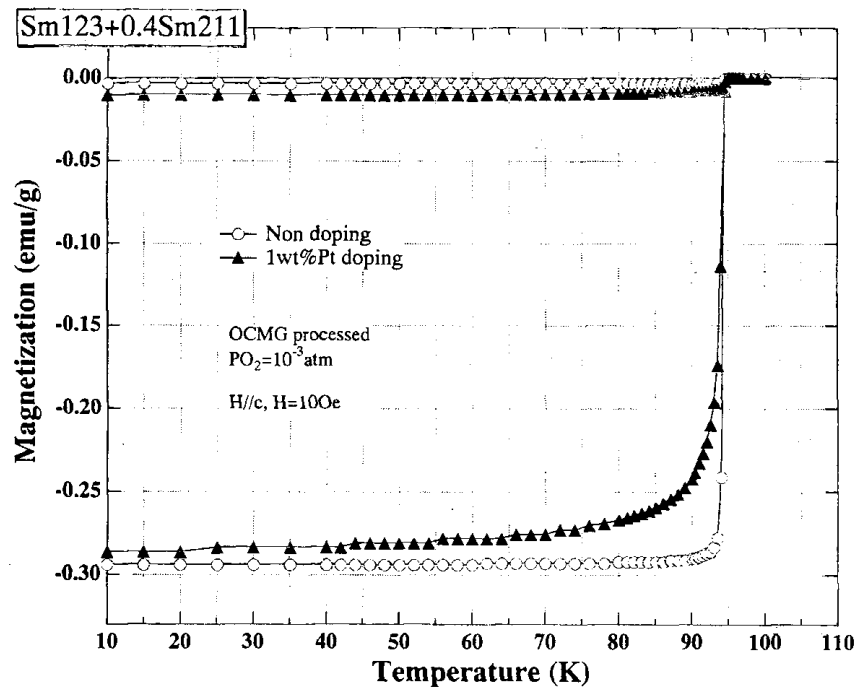


図4 OCMG法により作成したSmBaCuO超電導体帯磁率の温度依存性 (a)SmBaCuO Pt無添加, (b)SmBaCuO Pt 1 wt%添加



劣っていた。

そこで、Pt 1 wt%添加試料についてEPMAによる面分析を行い、その原因について検討した。

図5に、OCMG処理したPt 1 wt%添加SmBaCuOのEPMAマップを示す。分析結果から、図5(a)のCOM-

PO像中の明るい灰色の部分がPt化合物、濃い灰色の部分がSm211、黒色のマトリクスがSm123であることがわかる。また、Sm211中に点在する白色部分はSm₂O₃である。このPt化合物相は多くの微小なSm211を含むために正確な定量は困難だが、その元素比は平均し

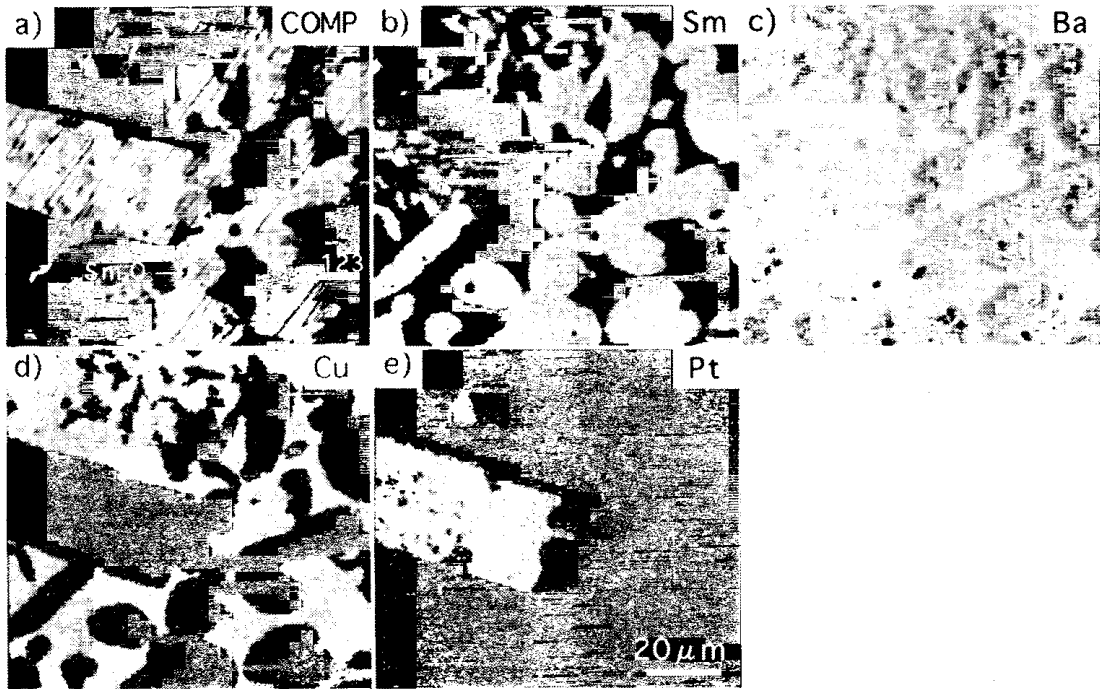


図5 OCMG法により作成したSmBaCuO超電導体 (Pt 1 wt%添加) のEPMAマップ

てSm : Ba : Cu : Pt = 29 : 48 : 17 : 6であった。このPt化合物相にはBaが多く含まれることから、Sm211と液相が反応してSm123相を生成する際に液相の供給量を減少させる可能性がある。このことは、図4で示した結果とも良い一致を見せる。

この結果から、Ptを添加して第2相の粗大化を抑制し良好な123相の結晶成長を行うためには、Pt添加による組成ずれを考慮して、混合時の組成比の最適化を図る必要があると考えられる。

4 結 言

Ptの添加は、Nd123, Sm123相中の第2相 (Nd422, Sm211) の粗大化の抑制を可能とする。また、同じ熱処理条件では、Nd系よりSm系の方が粗大化を抑制しやすいものの、Y系に比べるとその添加効果は小さい。

従って、今後OCMG法を用いて123超電導相の結晶を大型化するためには、組成比の最適化や他の元素とPtの複合添加などを更に検討する必要がある。

5 要 約

RE₂O₃-BaCuO₂-CuO系 (RE=Nd, Sm) について、半溶融結晶成長過程でのPt添加の影響を検討した。Ptの添加が、Nd, Sm系超電導体の第2相であるNd422, Sm211の粗大化を抑制することが判った。Pt添加および無添加のSmBaCuO試料にOCMG (oxygen-controlled-melt-growth) 処理を施すと、超電導転移温度 (T_c) はともにT_c=94.5Kであったが、帯磁率の温度依存性はPt添加試料の方が劣

り、その原因はPt化合物生成による組成ずれであると考えられる。

キーワード：超伝導体 ネオジム化合物 サマリウム化合物 白金添加 転移温度

本実験を遂行するに当たり超電導特性を測定していただいた、超電導工学研究所の樋口天光氏に、深く感謝いたします。

本研究の一部は、財団法人国際超電導産業技術研究センターが、特殊法人新エネルギー・産業技術総合開発機構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より実施した。

参考文献

- (1) Sakai N., Yoo S.I., Murakami M.: submitted to *J. Mater. Res.*
- (2) Murakami M., Yoo S.I., Higuchi T., Sakai N., Weltz J., Koshizuka N., Tanaka S.: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **33**, 715-717 (1994)
- (3) Yoo S.I., Sakai N., Takaichi H., Higuchi T., Murakami M.: *Appl. Phys. Lett.*, **65**, 633-635 (1994)
- (4) Yoo S.I., Murakami M., Sakai N., Takaichi H., Higuchi T., Tanaka S.: *Jpn. J. Phys.*, **33**, 1000-1003 (1994)
- (5) Murakami M., Yoo S.I., Higuchi T., Sakai N., Watahiki M., Koshizuka N., Tanaka S.: *Physica C* in press

アルミダイカスト製品の振動特性

茨島 明*、小川 裕二**

Vibrational Characteristics of Die Casted Aluminum Alloy Works

BARASHIMA Akira*, OGAWA Yuji**

Many kinds of die casted aluminum alloy works have been used for producing reduced weight cars. And, in this study, we analyzed natural frequencies that is important performance of die casted aluminum alloy works; as a part of car, by using numerical analysis and impact test. Consequently, we recognized qualitative identity between numerical analyzing results and impact testing results. However, we recognized a little quantitative difference between numerical analyzing results and impact testing results too, and we consider that this difference depends on difference of boundary condition between numerical analysis and impact test.

Keyword : Die Casted Aluminum Alloy Works, Finite Element Method, Natural Frequency

1 緒言

自動車部品は軽量化等のためにアルミダイカスト製品が多く使用されるようになってきている。我々はこれまで、アルミダイカスト製自動車部品の弾塑性変形や破壊等強度に関する研究⁽¹⁾を行ってきた。ところが、最近では強度に関する性能だけでなく静粛性や快適性等の観点から振動特性(制振性や共振点)に関するユーザーズが高まってきている。

そこで、本研究では、アルミダイカスト製自動車部品の重要な特性である固有振動数を有限要素法による数値解析及びインパクトハンマを用いた加振実験により求め、両者による結果の比較検討を行った。

2 数値解析方法

2-1 モデル形状と解析条件

解析を行った3種類のアルミダイカスト製品の有限要素モデルを図1~3に示す。これらはエンジンマウントブラケットやプレートといった自動車部品である。それぞれの製品のモデル作成には、薄肉部分はシェル要素を用い、他の部分はソリッド要素を用いた。また、マス(付加質量)を取り付けた状態での解析を行う場合には、マス取り付け部にマス要素(集中荷重要素)を用いた。

数値解析の条件としては、拘束なしの状態、製品のみを治具に完全拘束した状態、マス付き製品を治具に完全拘束した状態の3種類とした。

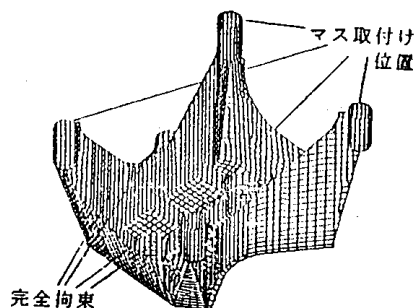


図1 有限要素モデル(製品1)

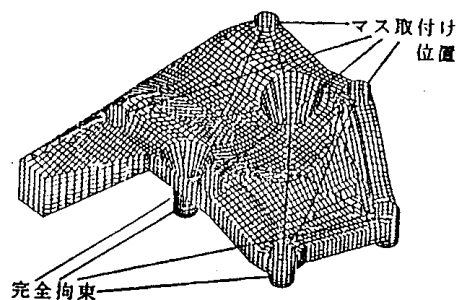


図2 有限要素モデル(製品2)

鑄造技術への工学解析の応用

現在 * 岩手県工業技術センター 金属材料部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** 超電導工学研究所 第7研究部 東京都港区芝浦一丁目16-25

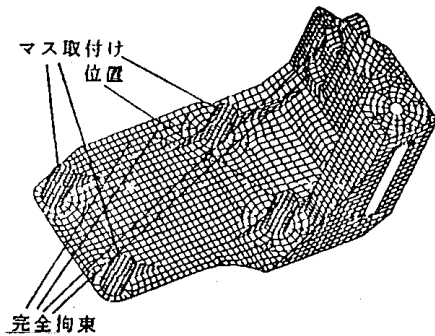


図3 有限要素モデル (製品3)

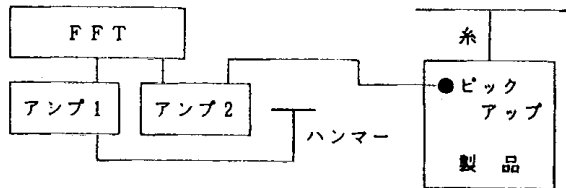


図4 実験装置概略 (拘束なし)

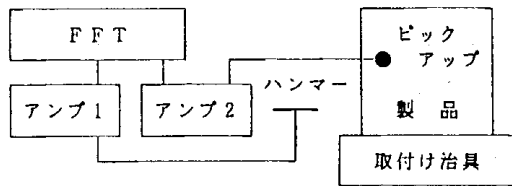


図5 実験装置概略 (治具に取り付け)

2-2 運動方程式

製品モデルの各要素に対する運動方程式は次式により与えられる。

$$m \frac{d^2 u}{dt^2} + c \frac{du}{dt} + ku = f(t) \quad (1)$$

ただし、

- m : 質量マトリックス
- c : 減衰マトリックス
- k : 剛性マトリックス
- f (t) : 外力ベクトル
- u : 変位
- t : 時間

本研究では、固有振動数を求めるために、(1)式において減衰率と外力を0として得られる(2)式を解く。境界条件は前述の拘束条件に従う。

$$m \frac{d^2 u}{dt^2} + ku = 0 \quad (2)$$

2-3 材料定数

モデルの材質はADC12 (ダイカスト铸造用アルミニウム合金の一種) で、次のような材料定数を用いた。

縦弾性係数：66.64GPa

ポアソン比：0.30

質量密度： $2.60 \times 10^{-9} \text{ kg m}^3$

2-4 解析環境 (ソフトとハード)

今回の数値解析では、ソフトウェアは米国emrc社製のNISA IIを、ハードウェアは米国SunMicro-system社製のS4/330を使用した。

3 検証実験

数値解析結果を検証するために、FFT (高速フーリエ変換) 解析装置とインパクトハンマーを用い加振実験を行った。実験条件は数値解析の場合と同様の3種類とした。拘束なしの状態での実験装置の概略を図4に、製品のみを治具に完全拘束した状態またはマス付き製品を治具に完全拘束した状態での実験装置の概略を図5にそれぞれ示す。

4 数値解析結果と実験結果の比較検討

供試した製品1~3につき、固有振動数の実験値と数値解析値の比較一覧を表1に示す。また、横軸に振動次数をとり、製品及び条件ごとに固有振動数をグラフ化したものを図6~8に示す。どの結果においても実験値と数値解析値が定性的にはほぼ良く一致している。

定量的に若干の違いがみられる部分についての理由としては次のように考えられる。すなわち、数値解析では微小領域におけるモードの振動も一つの次数としてとらえるため、実験では計測できない次数を含んでしまい、次数のずれを生じる。たとえば、図7 (製品2) において、製品のみを治具に取り付けた場合では、数値解析値の2~4次が実験値の3~5次の振動数にシフトしている。

また、拘束のない状態ではどの製品の場合も実験値が数値解析値より大きな値となっている。この原因としては、数値解析では無重力の状態での固有振動数を求めているのに対し、実験では重力のもとで製品を糸で吊るして固有振動数を測定しているため試供部分が完全に拘束のない状態とはいえない。拘束される場所が増えるに従って固有振動数が高くなることは物理現象の原則であり、本研究における結果はその原則を良く反映している。

5 結 言

有限要素法を用いた固有振動数の数値解析は加振実験結果と定性的には良く一致した。しかしながら、拘束 (境界) 条件の違いや実験におけるセンサの性能等が原因とみられる若干の定量的な違いが確認された。また、本研究の成果は部品設計の際活用されている。

今後は拘束条件等の見直しを行い、数値解析の改良を行いたい。また、振動モード解析を行い、より詳細な解析を行いたい。なお、本研究は平成6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。

表1 数値解析と実験による固有振動数

	製品1		製品1		製品1		製品2		製品2		製品2		製品3		製品3		製品3	
	条件①		条件②		条件③		条件①		条件②		条件③		条件①		条件②		条件③	
	実験	解析	実験	解析	実験	解析	実験	解析	実験	解析	実験	解析	実験	解析	実験	解析	実験	解析
1次	123	122	713	998	913	611	315	309	570	506	912	914	94	97	465	397	475	391
2次	141	136	1175	1116	1825	1702	425	364	715	985	1187	980	147	200	580	552	862	541
3次	185	159	1350	1720	2163	1811	555	527	995	1362	1850	1409	302	276	720	775	1075	875
4次	217	166	1650	1771	2463	1943	725	792	1235	1500	2125	1613	365	339	990	1254	1587	1258
5次	240	224	1925	1970	3538	2727	805	944	1405	2278	3000	2222	476	379	1120	1362	2125	1790

条件①：マス付き製品取り付け 条件②：製品のみ取り付け 条件③：フリー

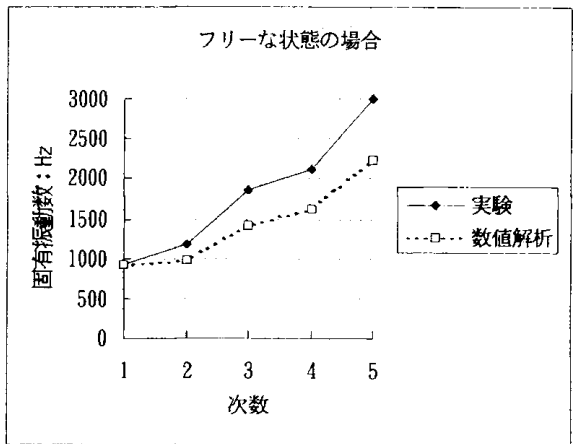
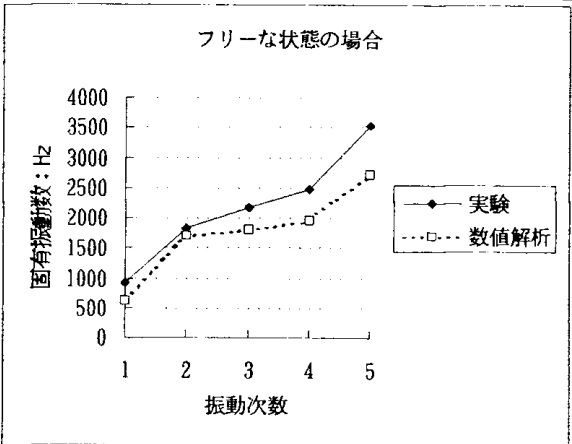
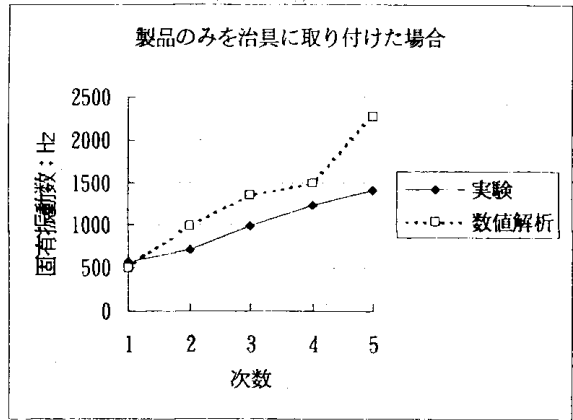
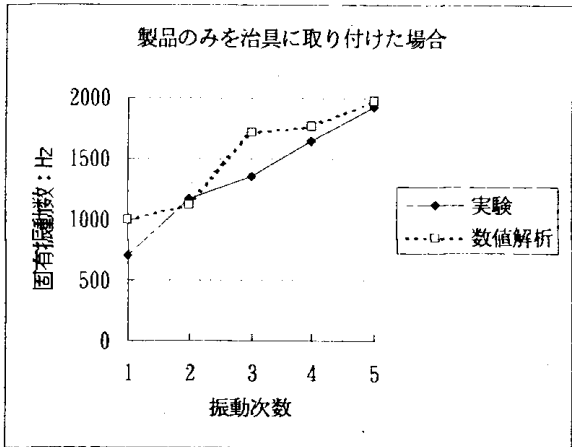
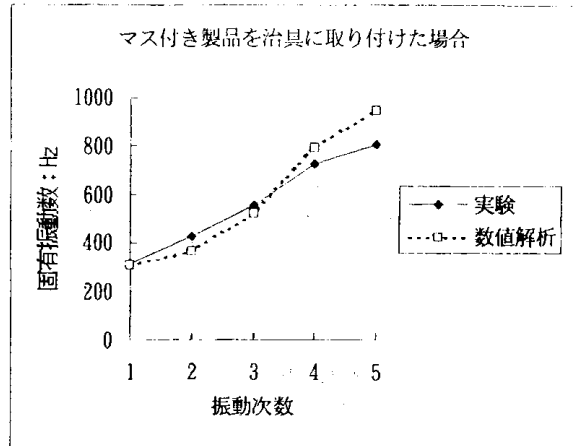
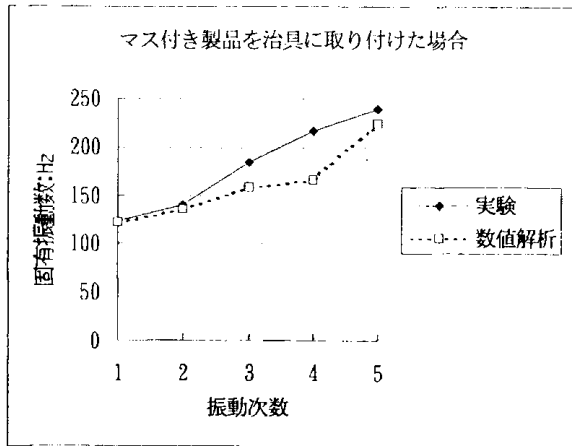


図6 固有振動数 (製品1)

図7 固有振動数 (製品2)

要 約

自動車の軽量化のために様々な部品にアルミダイカスト製品が使われるようになってきている。本研究では、アルミダイカスト製品の重要な特性である固有振動数を数値解析及び加振実験により解析した。その結果、境界条件等の違いにより定量的には若干の相違があるものの、両者の結果は定性的に良い一致を示した。

キーワード：アルミダイカスト 有限要素法 固有振動数

参考文献

- (1) 茨島明, 小川裕二：アルミダイカスト製品の強度解析, 岩手県工業技術センター研究報告 No.1, Feb.1995

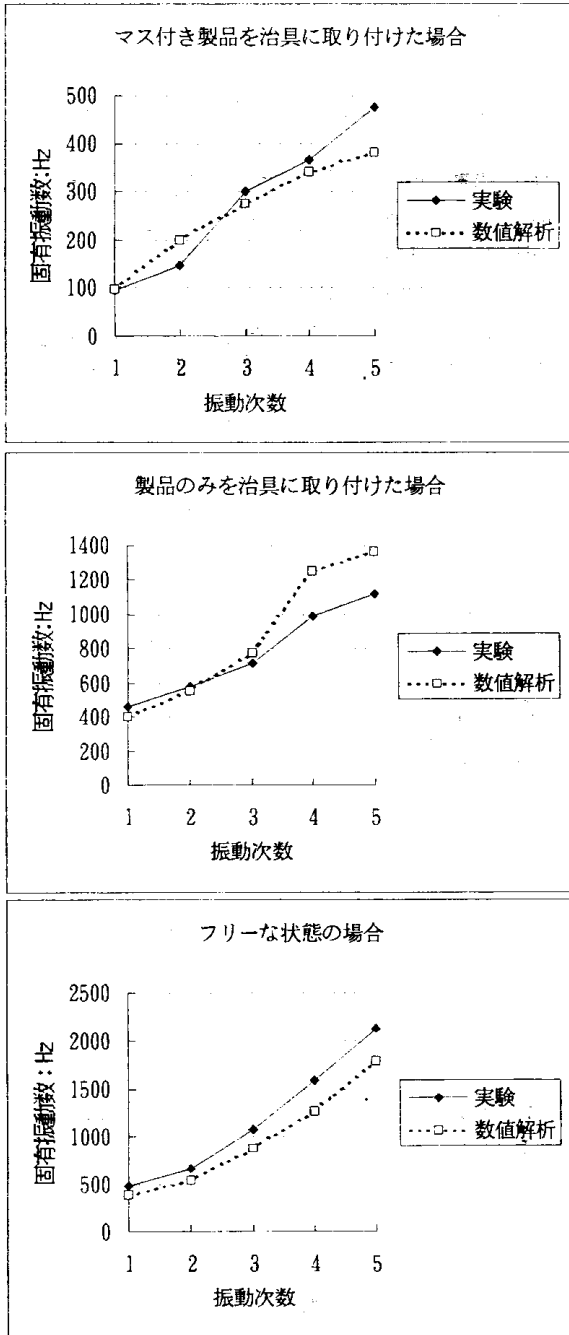


図8 固有振動数 (製品3)

超高速ガス溶射による表面改質技術

桑嶋孝幸*、高橋幾久雄*、藤川千治**

The Properties of WC-Co Spray Coating by HVOF

KUWASHIMA Takayuki*, TAKAHASHI Ikuo*, HUIKAWA Chiharu**

In this study, the properties of WC-Co coatings sprayed by HVOF spray system and plasma spray system are compared. The coating sprayed by HVOF system is harder than that sprayed by plasma spray system. The former has a decreased number of pore and WC and W C dispersed in the coating are finer than the latter.

Keyword : Plasma Spraying, HVOF, WC-Co, Wear Resistance

1 緒言

溶射は、加工速度が速く、耐食性、耐熱性、耐摩耗性等の表面性能を付与する技術として利用されており、金属、セラミックス、サーメット、プラスチック等、ほとんどの材料の皮膜を高速で形成する事ができる特徴を有している⁽¹⁻²⁾。

溶射装置としては、溶射材料を溶かす熱源によって、ガス溶射装置、プラズマ溶射装置等がある。これらの装置は、溶射に際して溶融に重点を置いた装置が主であったが、近年、溶射材料の飛行速度に重点をおいた超高速ガス溶射装置が実用化され始めている。超高速ガス溶射は、熱源の温度はプラズマ溶射に比べて低いものの、溶射材料の飛行速度が速いため、溶射材料の組成変化が少なく、特に、サーメットを溶射した場合、非常に緻密な皮膜ができるとされている⁽³⁾。しかし、その皮膜性状はあまり明らかにされていない。そこで、本研究では、超高速ガス溶射によって作成したサーメット皮膜の性状を明らかにするとともに、プラズマ溶射装置によって作成した皮膜との比較検討をおこなった。

2 研究方法

2-1 供試材

用いた金属基材はSS400で、長さ100mm、幅75mm、厚さ4mmの板状のものとφ25mm、長さ30mmの円柱状の試験片を用いた。板状の試験片は皮膜組織の観察や皮膜性状を調べるために、円柱状の試験片は、基材と皮膜の密着強度測定のために用いた。溶射材料はWC-Coで、その平均粒径や化学成分を表1に、また、外観の

走査電顕写真を図1に示す。超高速ガス溶射用粉末は、プラズマ溶射溶粉末と比較して粒径が細かい。73Fおよび#2005の外観は微細な粒状の粒子が集まって一つ一つの粉末を形成している。これに対して#2003の外観は粉末が角ばっている。これらのことから#2003は溶融粉碎粉、#2005、73-Fは造粒仮焼結粉であると推定される。

2-2 溶射装置及び溶射条件

溶射は、プラズマ溶射装置と超高速ガス溶射装置を用いて、共にロボットによる自動方式で行った。プラズマ溶射ガンはMETCO社製9MBで、最大出力は80kWである。超高速ガス溶射装置は、同じくMETCO社製のDJ溶射装置である。プラズマ溶射は、イオン化した高温のプラズマ状態のガスを熱源とするものである。作動ガスとしてはArとH₂を用い、作動電流400A、作動電圧55Vで溶射距離75mmで溶射を行った。超高速ガス溶射は、プロピレンと酸素の燃焼炎を熱源とするものであり、ガスの流速は音速以上にも達する。この溶射方法では、半溶融状態になった溶射材料を、基材に向かって超高速で吹き付けることによって皮膜を形成する。溶射条件を表2、表3に示す。

溶射は、性状評価用の板状試験片3枚、密着力測定用の円柱状試験片3本を、それぞれ皮膜厚さ250μmを目標にパス数を調整して行った。

現在 * 岩手県工業技術センター 金属材料部
** (株)釜石電機製作所

岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
岩手県釜石市甲子町9-171-4

表1 溶射材料

	溶射装置	粒径(μm)	主成分
METCO 73F-NS1	プラズマ	10~40	WC-17Co
METCO DIMALLOY#2003	DJ	<10	WC-12Co
METCO DIMALLOY#2005	DJ	<10	WC-17Co

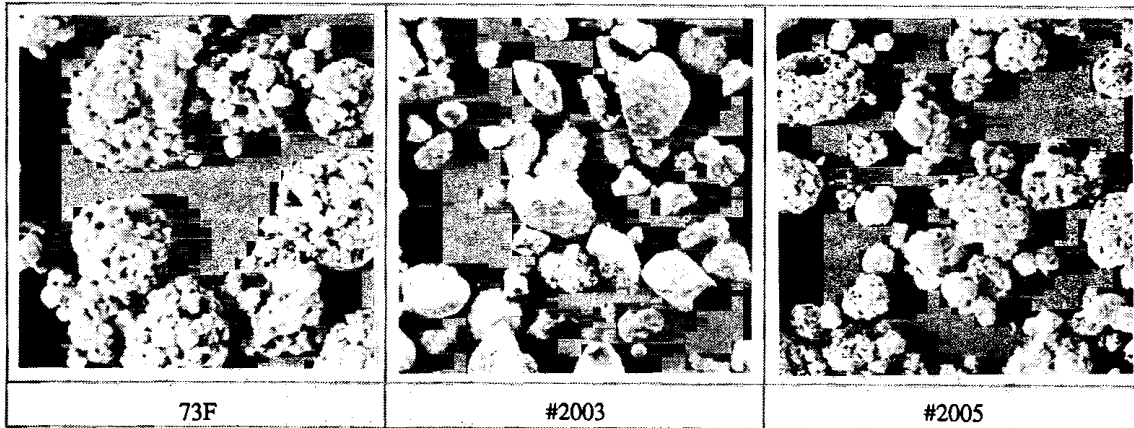


図1 溶射材料の走査電顕写真

20 μm

表2 プラズマ溶射装置の溶射条件

溶射装置	METCO 9MB
電流/電圧	400A/55V
1次ガス(Ar)	0.69 MPa 0.88 l/min
2次ガス(H ₂)	0.34 MPa 0.005l/min
粉末供給量	83.2g/min
溶射距離	75mm
移動速度	45m/min
ピッチ	3mm

表3 DJ溶射装置の溶射条件

溶射装置	METCO DJ
O ₂	1.03MPa
	0.286l/min
C ₃ H ₆	0.689MPa
	0.079l/min
Air	0.52MPa
	0.35l/min
粉末供給量	38g/min
溶射距離	175mm
移動速度	45m/min
ピッチ	2mm

2-3 皮膜の性状評価方法

皮膜性状は、表面あらさ、密着力、硬さ等について評価を行った。図2に溶射皮膜の密着力測定方法の概略を示す。密着力測定試験では、溶射した試験片と同形状の試験片をエポキシ系の接着剤で接着し、ジグに固定した後、精密万能材料試験機により上下方向に引っ張り、皮膜を基材から剥がすことにより密着力の測定を行った。また、EPMAやX線回折法により、溶射皮膜の構造解析などを行った。

3 研究結果及び考察

プラズマ溶射及び超高速ガス溶射により作成した溶射皮膜及び原料粉末のX線回折結果を図3~5に示す。造粒粉末である73F、#2005は原料時点ではWCとCoのピークのみが認められる。これに対して、仮焼結粉である#2003は原料時点で、WC、CoのほかW₂Cのピークも認められる。このことから、73Fと#2005は同じ方法で製造された粒径の異なる粉末であると推定される。溶射皮膜のX線回折結果についてみると、プラズマ溶射で作成した73F及び超高速ガス溶射装置で作成した#2005皮

膜においては、溶射皮膜中のCoのピークがブロードになっている。これは溶射による急熱、急冷によりCoがアモルファスになったためと思われる。また、原料粉末では認められなかったW₂Cのピークが認められる。一般に、炭化物は酸化物に比べて熱力学的安定性に乏しいが、なかでもWの炭化物は高温、酸化性雰囲気中で不安定であ

る。WCが脱炭と酸化によって分解する過程は次式のとおりである⁽⁴⁾。

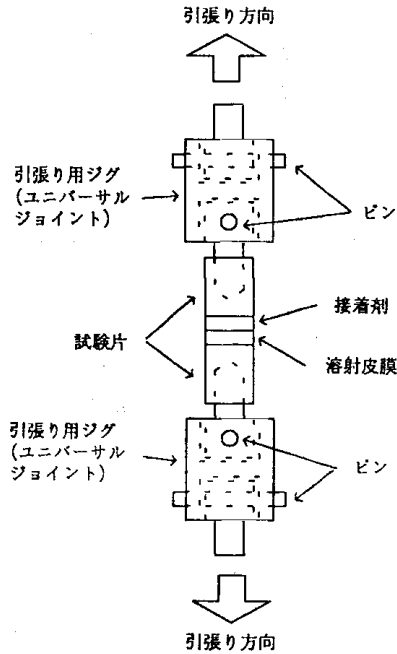
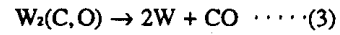
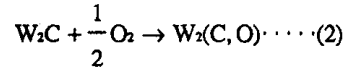
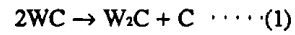


図2 溶射皮膜の密着力測定方法

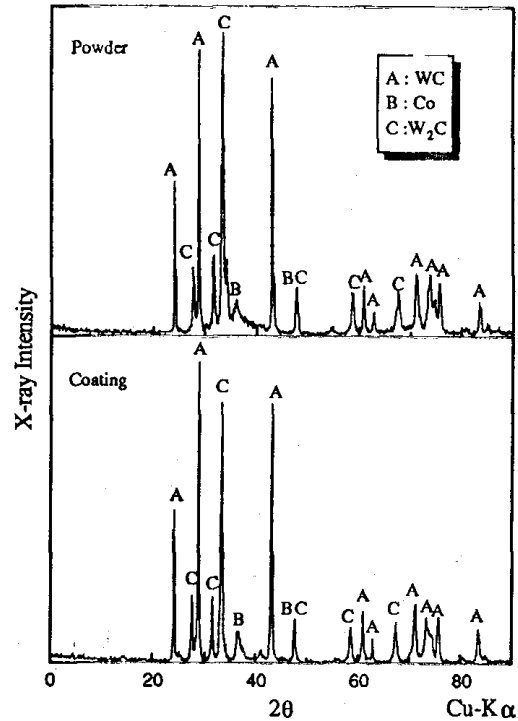


図4 #2003のX線回折結果

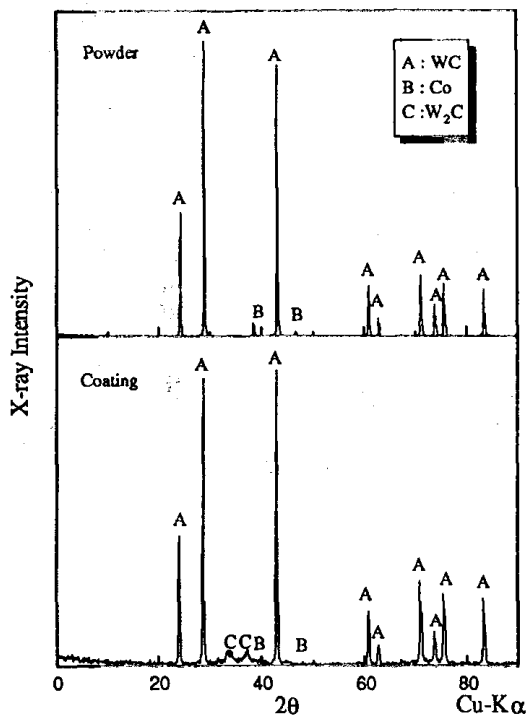


図3 73FのX線回折結果

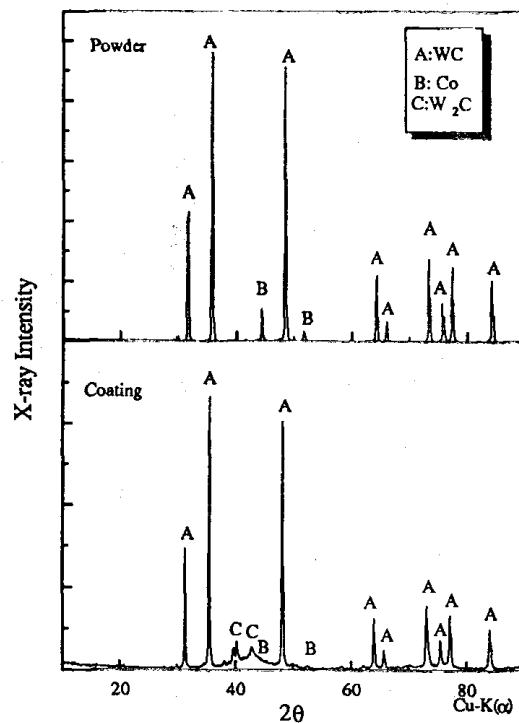
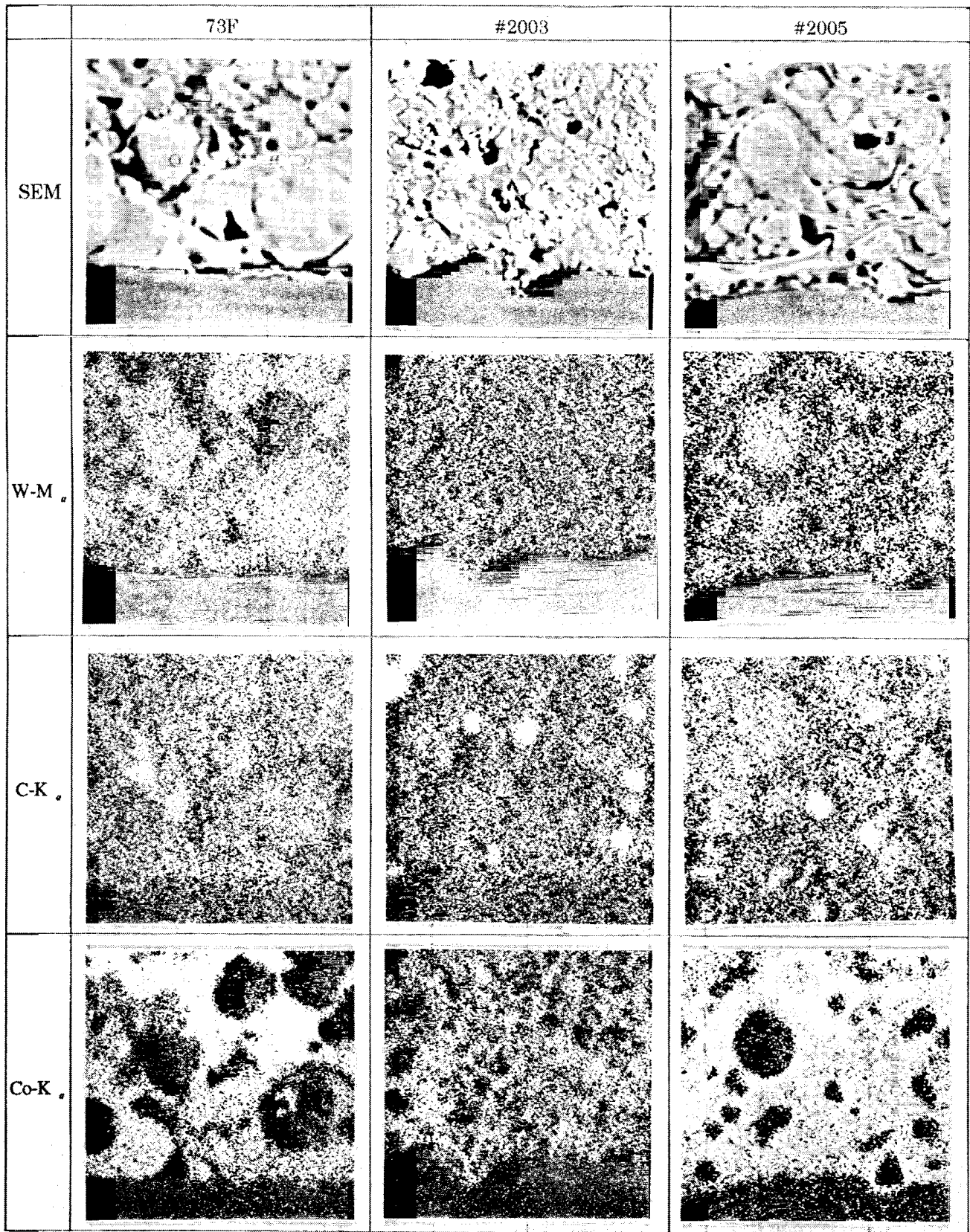


図5 #2005のX線回折結果



10 μm

図6 溶射皮膜断面の走査電顕写真とX線像

(1)式において2000Kでの自由エネルギーを計算すると $\Delta G = -24.96 \text{ kJ/mol}$ となり比較的容易に反応が進むことが推察される⁽⁵⁾。73F、#2005の溶射ではこの反応により一部のWCが分解しW₂Cが生成していると思われる。しかし、(1)~(3)式は、あくまで平衡論的な計算であり、溶射現象では速度的に平衡状態ではない。このために、ピーク強度は低いもののCo、W、Cの複化合物、たとえばCo₃W₃Cなどもわずかに生成している可能性がある⁽⁴⁾。

溶射皮膜断面の走査電顕写真と主成分元素のX線像を図6に示す。どの皮膜もCo中にWの炭化物が分散した組織になっている。皮膜組織を比較すると#2003、#2005、73Fの順で、皮膜組織中のWの炭化物が微細になっている。また、皮膜中の黒い部分は気孔であるが、これも少なくなっている。これは溶射材料の溶射中の溶融状態が異なることや溶射材料の粒径による影響であると思われる。また、超高速ガス溶射に皮膜では、粉末製造工程が異なる#2005と#2003の皮膜を比較すると#2003がより微細な組織になっている。溶射皮膜は溶融粒子が基材に衝突・凝固して形成される積層構造のために、溶融粒子の径が小さい、いかえれば原料粉末の粒径が小さい方が皮膜組織も微細になっている⁽⁶⁾。また、同じような粒径であっても図1に示したように、#2005と#2003では粉末の製造方法が異なり、仮焼結されている#2003の皮膜の方が原料製造時点でWの炭化物が微細に分散しているために皮膜中のWの炭化物が微細になっていると思われる。

溶射皮膜の密着力を測定した結果を図7に溶射皮膜の密着力試験の破壊形態の概略図を図8に示す。皮膜の密着力によって図8の(a)~(c)のような破壊形態を示す。超高速ガス溶射皮膜、プラズマ溶射皮膜ともにすべて接着剤で破断した。よって、絶対値としての比較はできなかった。

皮膜表面の表面荒さ測定結果を図9に示す。超高速ガス溶射で溶射を行った#2003、#2005は、平均荒さがともに約3 μm程度であるのに対し、プラズマ溶射で溶射した73Fは平均荒さが約6 μmと約2倍の値を示している。この要因としては、前述したように溶射材料の粉末粒径の影響と思われる。

各溶射皮膜のマイクロビッカース硬度を測定した結果を図10に示す。同じ化学成分である73Fと#2005を比較すると超高速ガス溶射による#2005皮膜の方が硬度が高い。また、同じ超高速ガス溶射により作成した#2003と#2005を比較すると#2003の方が硬度が高い。これは、図6の走査電顕写真からわかるとおり皮膜組織の気孔が少なく緻密な皮膜になっていることと、#2003は仮焼結粉であったために、Wの炭化物がより微細に分散しているためであると思われる。

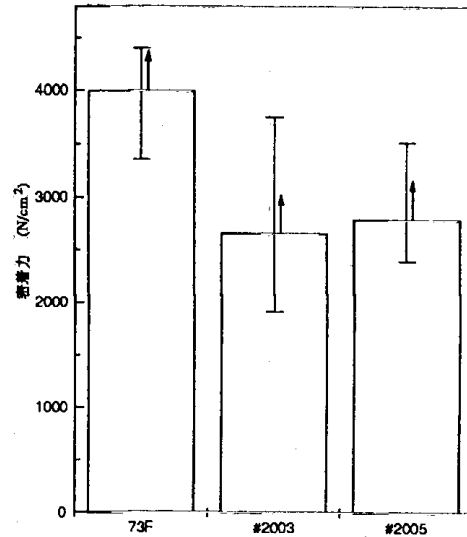


図7 溶射皮膜の密着力測定結果

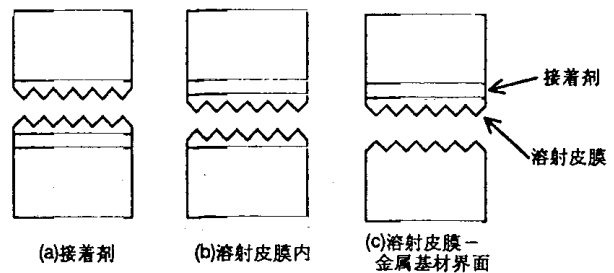


図8 溶射皮膜の密着力試験の破壊形態

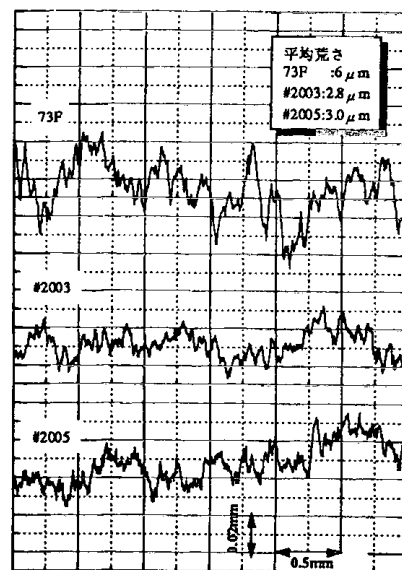


図9 溶射皮膜表面の粗さ曲線

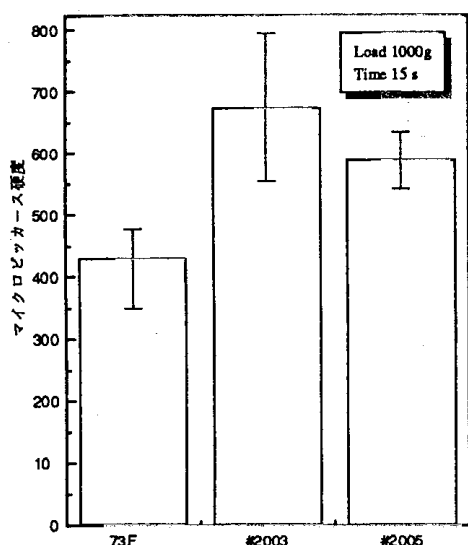


図10 溶射皮膜のマイクロビッカース硬度

4 結 言

プラズマ溶射装置及び超高速ガス溶射装置で作成したWC-Coのサーメット溶射皮膜の性状評価を行い、その結果以下の知見を得た。

- (1) 超高速ガス溶射により作成したWC-Co皮膜は、プラズマ溶射により作成したものよりマイクロビッカース硬度が高い。これは、超高速ガス溶射により作成した皮膜の方が、原料粉末の粒径が細かいこと、溶射中の飛行速度が速いことによって緻密な皮膜になるためである。
- (2) プラズマ溶射装置による73F及びDJによる#2005の溶射では、粉末段階ではみられなかったW₂Cが皮膜中に認められた。これは、溶射によりWCの一部が分解してW₂Cとなったためである。また、Coはアモルファス状になっていると思われる。
- (3) 表面荒さは、平均でプラズマ溶射皮膜が約6 μm、超高速ガス溶射皮膜が約3 μmであった。これは、原料粉末の粒径の影響であると思われる。

- (4) 金属基材との密着力測定では、すべての皮膜が接着剤部分から破断したため、絶対値での比較はできなかったが、接着剤の密着力より高い。

これらの結果から、サーメット溶射における超高速ガス溶射の優位性が確認された。

5 要 約

近年、溶射材料を音速以上に加速して溶射を行う超高速ガス溶射装置が実用化され始めた。本研究では、プラズマ溶射装置と超高速ガス溶射装置でWC-Co皮膜を作成し皮膜の性能評価を行った。その結果、超高速ガス溶射の皮膜では、気孔が少なく、微細なWの炭化物が分散した皮膜組織が得られた。また、硬度などの物性も優れており、サーメット溶射における超高速ガス溶射装置の優位性が確認された。

キーワード：プラズマ溶射 超高速ガス溶射 WC-Co 耐摩耗性

参考文献

- (1) 荒田吉明：セラミックス溶射と応用，日刊工業新聞社
- (2) 大森明：高エネルギー溶射の現状と動向，1993年大阪大学溶接工学研究所高エネルギー溶射研究センター公開研究シンポジウムプロシーディング，p33
- (3) 最新の溶射技術について：第一メテコ技術資料
- (4) WCサーメット溶射皮膜の性質とその応用：谷和美，溶射技術Vol. 9, No. 4, p57
- (5) 冶金物理化学：日本金属学会
- (6) 高橋幾久雄，川原正弘，橘秀一，瀬川晃児：溶射皮膜の性状に及ぼす溶射材料粒径と溶射条件について，岩手県地域フロンティア技術開発事業研究成果報告書 p15 (昭和62年)

[研究報告]

セラミックスとアルミニウム合金のろう接合

高橋 幾久雄*、桑嶋 孝幸*、川原 正弘*
亀田 和夫**

Joining of Ceramics and Aluminium Alloy

TAKAHASHI Ikuo*, KUWASHIMA Takayuki*, KAWAHARA Masahiro*
KAMETA Kazuo**

In this study, for relaxation of thermal stress between ceramics and aluminium alloy on joining, aluminium alloy sprayed copper metal was joined with ceramics. Aluminium alloy are sprayed copper and ceramics was metallized hard brazing include active metal. Tensile strength at the joining part aluminium alloy with Al_2O_3 is $4 N/mm^2$ and tensile strength at the joining part aluminium alloy with ZrO_2 is $11 N/mm^2$.

Keyword: Ceramics, Alumina, Zirconia, Aluminium Alloy, Soft Solder

1 緒言

低密度で比強度が高く、耐食性に優れているアルミニウム合金は、耐摩耗性や耐熱性が他の金属に比べて劣る。一方、セラミックスは金属では得られない耐摩耗性、耐熱性、耐食性を有している。アルミニウム合金製装置や設備の必要個所に必要厚さだけセラミックスを張り付けることができる複合化技術の開発が望まれている。セラミックスとアルミニウム合金の複合化方法は種々試みられているが、本研究では、接合の容易さからろう接法について検討を行った。

ろう接において、問題となるのは2つの接合基材の熱膨張係数が大きく異なるために、接合後の冷却過程で、熱応力が発生することである。即ち、この残留熱応力によって、基材内に亀裂が発生し、接合強さが低下する。本研究では、発生する熱応力を緩和するために、アルミニウム合金の接合面に銅を溶射し、緩和層を形成した。また、ろうとのぬれ性を向上させる目的から、セラミックスの接合面には活性金属ろうをメタライジングした。この両基材の軟ろう接法による接合を試み、その適用性について検討した。

2 研究方法

2-1 供用セラミックス基材

接合に用いたセラミックス基材はアルミナと部分安定化ジルコニアの2種類で、これらの粉末をプレス及

びCIPで成形後、電気炉で焼結した。形状は円盤状で、プレス成形時の直径は30mm、厚さは7mmであるが、焼結後の直径はアルミナが25mm、ジルコニアは23mmで、厚さは5mmになるように両面を研削加工で仕上げた。供用セラミックス基材の物性値を表1に示す。

セラミックスのメタライジング方法は、チタンを含有する活性金属ろう(66.9wt%Ag-27.5wt%Cu-2.54wt%Ti)の厚さ0.2mmの箔を真空雰囲気炉中で1103Kに加熱して行った。具体的には下からセラミックス、活性金属ろう、セラミックスと同じ径の黒鉛板、活性金属ろう、セラミックスの順序に積み重ねて加熱し、活性金属ろうを溶融した。冷却後に黒鉛板をカットし、ブラストで黒鉛を除去した。

表1 供用セラミックス基材の物性値

因子	Al_2O_3	ZrO_2
密度 (g/cm^3)	3.9	6.0
硬さ (HMV)	1800	1300
曲げ強さ (N/mm^2)	441	1176
熱膨張係数 ($\times 10^{-6}/K$)	6.9	8.1

現在 * 岩手県工業技術センター 金属材料部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** 岩手大学 工学部 材料物性工学科 岩手県盛岡市上田4-3-5

2-2 供用アルミニウム合金

接合に用いたアルミニウム合金はA6061 (Al-Mg-Si系)で、その化学組成を表2に示す。形状は円柱状で、それぞれのセラミックスと同じ直径に、長さは30mmに機械加工した。片端面には接合強さを測定するために、M16のネジ切り加工を施している。

試験に用いたアルミニウム合金の熱膨張係数をセラミックスとともに図1に示すが、アルミニウム合金の熱膨張係数はセラミックスの3倍以上である。

アルミニウム合金の接合面への溶射は、プラズマ溶射装置と溶射用ロボットを用いて、自動で行った。下地溶射にアルミニウム合金と溶射皮膜の密着力を高めるために、ニッケルクロム合金を、その上に延性の高い銅を約0.4mm厚さに溶射して、熱応力緩和層を形成した。このアルミニウム合金基材は緩和層を773Kで水素還元して、接合に供した。

表2 アルミニウム合金の化学組成 (wt%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Al
0.65	0.16	0.20	0.020	0.88	0.705	0.096	残

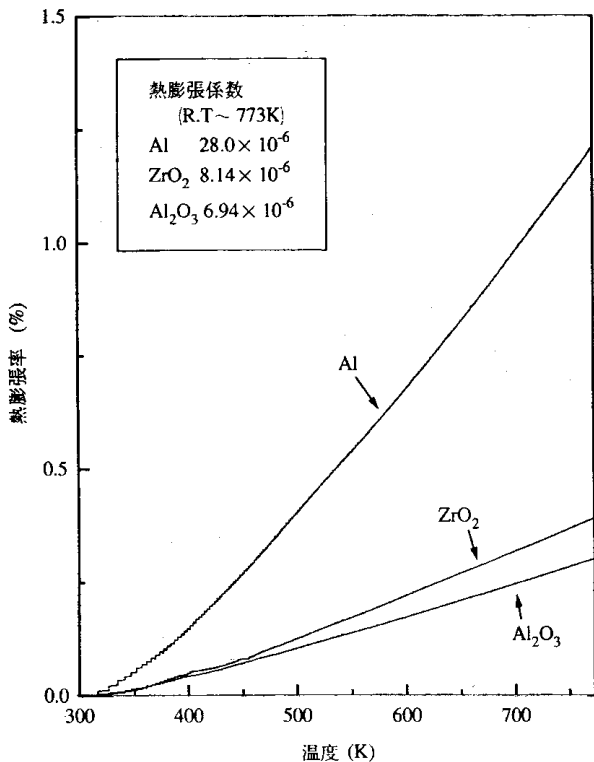


図1 セラミックス及びアルミニウム合金の熱膨張係数と熱膨張率

2-3 供用ろう材と接合方法

供試したろう材は特注で購入したカドミウム-亜鉛-銀系の軟ろう材 (77.54wt% Cd-17.35wt% Zn-5.11wt%

Ag)で、鉛-錫系軟ろう材の2倍以上の強さと473K程度の耐熱性を有している⁽¹⁾。形状は厚さ0.5mmの箔である。このろう材の熱重量 (TG) 及び示差走査熱量 (DTA) 測定結果を図2に示す。昇温速度はいずれも6 K/minである。TGから約623Kでろう材が蒸発し始めることを、DTAからはろう材の固相線温度が523K、液相線温度が593Kであることが示される。

ろう接は雰囲気加熱炉を用いて、最初に0.13Paまで真空にした後、アルゴンガスに置換して、アルゴンガスフローで行った。両基材を黒鉛ブロックを加工した治具で図3の接合形状に示すように固定し、更なる上に150gの重りを乗せて行った。ろうの厚さを一定にするため、ろう部分に径0.05mmのタングステンワイヤを2本挿入した。

ろう接の熱サイクルは図2の結果から、図4に示す熱サイクルで、最高加熱温度を563Kから683Kまで30Kステップの5水準に変化させた。昇温速度は6 K/min、保持時間は30分、冷却は炉冷である。

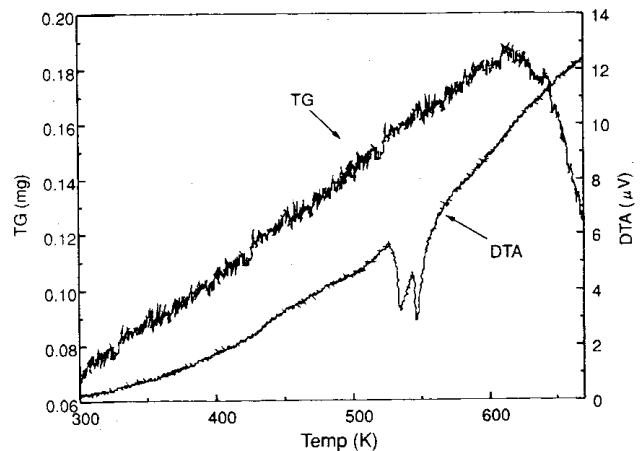


図2 軟ろう材の熱重量及び示差走査熱量測定結果

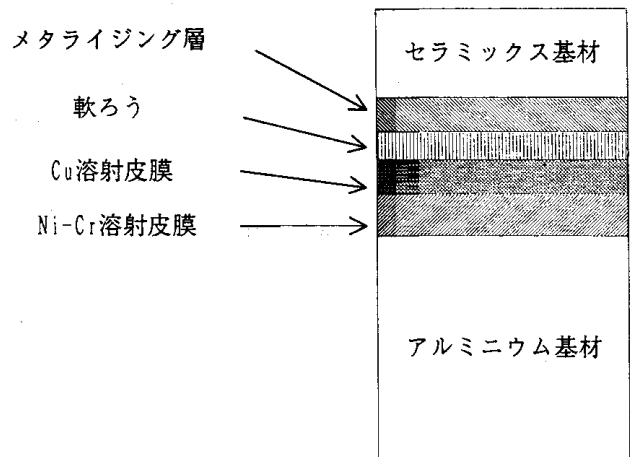


図3 セラミックスとアルミニウム合金の接合形状

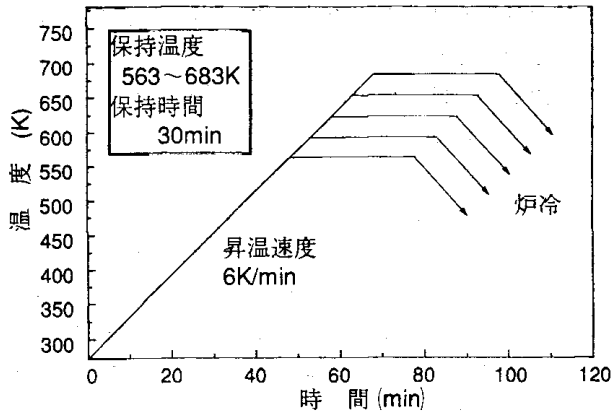


図4 ろう接の熱サイクル

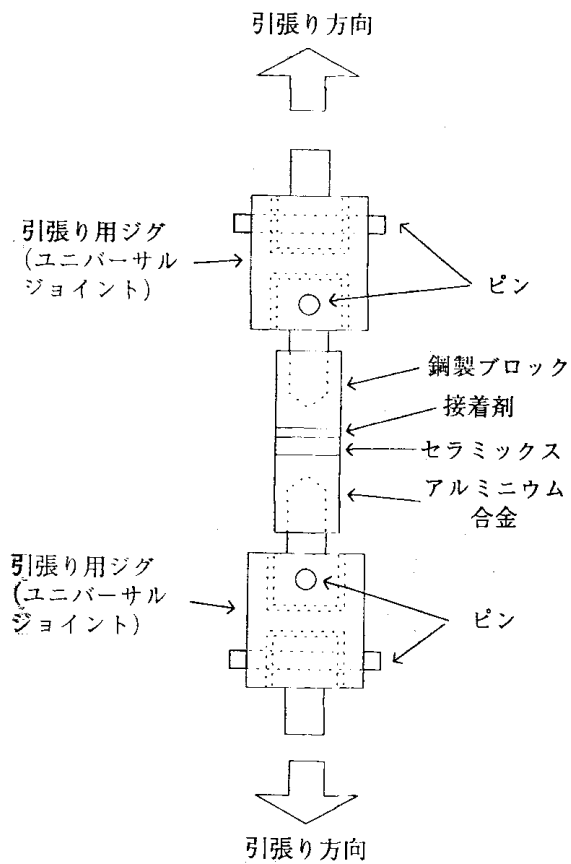


図5 接合強さの測定方法

2-4 接合体の評価方法

同一条件で4体の接合を行い、3体を接合強さの測定に、1体をSEM観察やEPMAとX線回折法による接合部断面の定性分析に用いた。

接合強さは、アルミニウム基材と同形状のブロックを鋼材で作成し、それと接合体をエポキシ系の接着剤で接合し、図5に示すような治具を用いて、精密材料試験機で上下方向に引っ張って測定した。

3 研究結果及び考察

3-1 接合体の接合強さ

ろう接した接合体は肉眼検査、また一部の接合体は浸透探傷検査を行ったが、セラミックスに接合による亀裂の発生は認められなかった。これは軟ろう接で、接合温度が低いことと、溶射による熱応力緩和効果によるものと推定している。

接合強さの測定結果を図6に示す。セラミックスがアルミナの場合の破断箇所は、623K以下の接合温度ではアルミナ基材内で、接合部分からカップコーン状に破断している。ろう接部の強さはこれ以上であると推定できるが、セラミックス基材内で破断していることは、本報のろう接方法では熱応力の緩和効果が充分でないことを示している。

セラミックスがジルコニアの場合は同じように623K以下の接合温度で比較的高い接合強さを示している。破断箇所はアルミニウム合金と溶射皮膜の界面と界面近傍の溶射皮膜内であり、ろう接部の強さはこれ以上であると推定できる。

アルミナとジルコニアは図1に示したように、熱膨張係数が異なり、アルミニウム合金の熱膨張係数に近いジルコニアは熱応力の発生が少ないことと、アルミナに比べて曲げ強さが高いことにより接合強さが高くなっていると思われる。アルミニウム合金と溶射皮膜の密着力は熔融あるいは半熔融した溶射材料がアルミニウム合金基材の凹凸部に投錨効果で結合している、いわゆる物理的結合によるが、アルミニウム合金の投錨効果に対する強さがそれほど高くないため、密着力が弱かったものと考えられる。

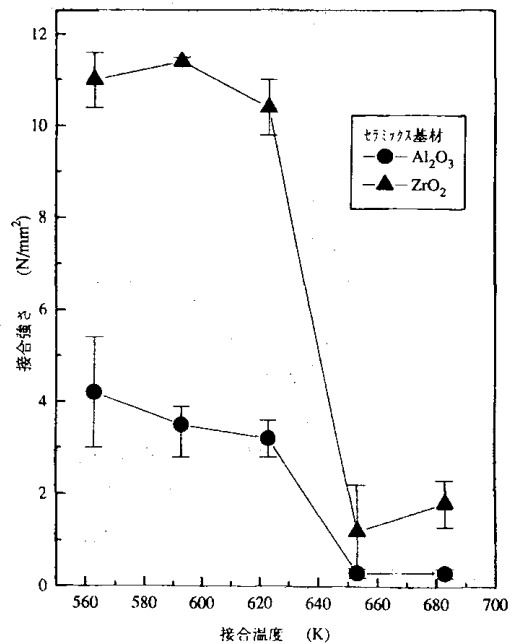


図6 接合体の接合強さ

3-2 接合部の分析

接合温度が653K以上ではアルミナ、ジルコニア共に接合強さは低くなる。破断箇所はいずれもろう接部であった。このことは、ろう接終了後に加熱炉内の壁にカドミウム粉末が付着していること、また、図2で示したように、TGが500K付近より減少していることから、カドミウムの蒸発に起因していると考えられる。

図7はろうのX線回折法による定性分析試験結果である。上段は購入ろう材、中段は接合強さが高い593Kに30分加熱したろう材、下段は接合強さが低かった683Kで接合して、接合強さを測定した破面に対する結果である。購入材はカドミウムが77%以上含まれているために、カドミウムのピークが高くなっている。593Kに加熱したろう材の分析結果は購入材とよく一致しているが、683Kに加熱するとほとんどが Cd_3Ag の化合物になっている。即ち、ろう構成成分の変化が、ろうの接合強さを低下させるものと推測される。

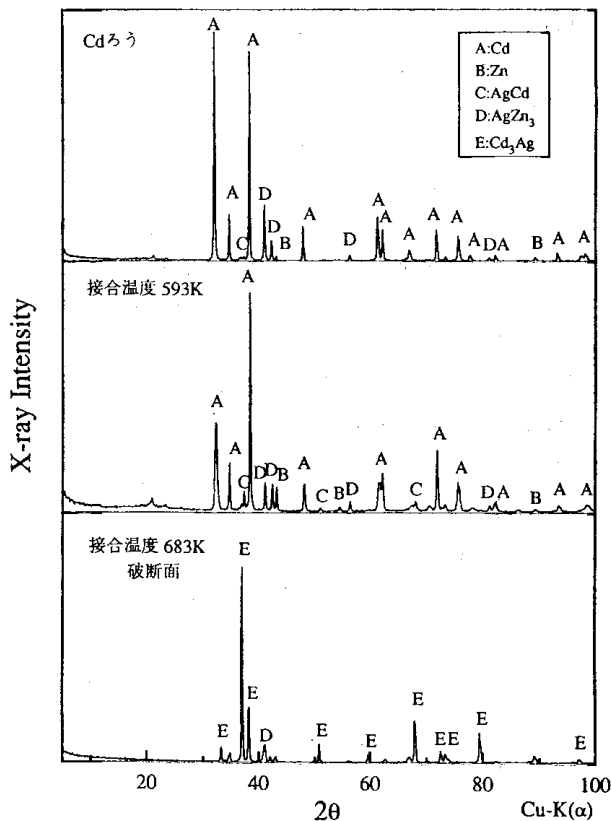


図7 ろう材のX線回折試験結果

図8はジルコニア接合体で一番接合強さが高かった接合部断面のSEM像を示す。溶射層のアルミニウム合金側すなわちニッケルクロム溶射皮膜に気孔が認められる。接合強さが比較的高かったジルコニア接合体の破断箇所はアルミニウム合金と溶射皮膜の界面及び界面近傍の皮膜内であることから、この気孔が破断の初期段階の亀裂発生に寄与しているものと思われる。

接合温度を変化させた接合体の断面をEPMAで定性分析した。分析データはカラー表示であるが、本稿の白黒表示では判別が難しいが、原データから以下のことが言える。

例として図9は上記SEM像と同じ接合体の分析結果を示す。アルミニウム合金のメタライジングでセラミックスと活性金属ろう界面に活性金属ろう中のチタンが凝縮している。この凝縮化合物はセラミックスのメタライジング時にチタンとセラミックスが反応することにより、アルミナの場合は TiO 、ジルコニアの場合は Ti_2O が主に生成している⁽²⁾と推定される。

軟ろう中の垂鉛はろう層の両端に凝縮するが、接合温度が高くなるほどアルミニウム合金基材の溶射皮膜側に特に多く凝縮する傾向が認められた。また、ろう層の中心部はカドミウムリッチとなるが、接合温度が高くなるとカドミウムの量が少なくなることも確認した。即ち、接合温度が高くなると、ろうの化合物構成が変化し、本来のろうの接合強さを低下させることが、ろう部で破断する一因と思われる。

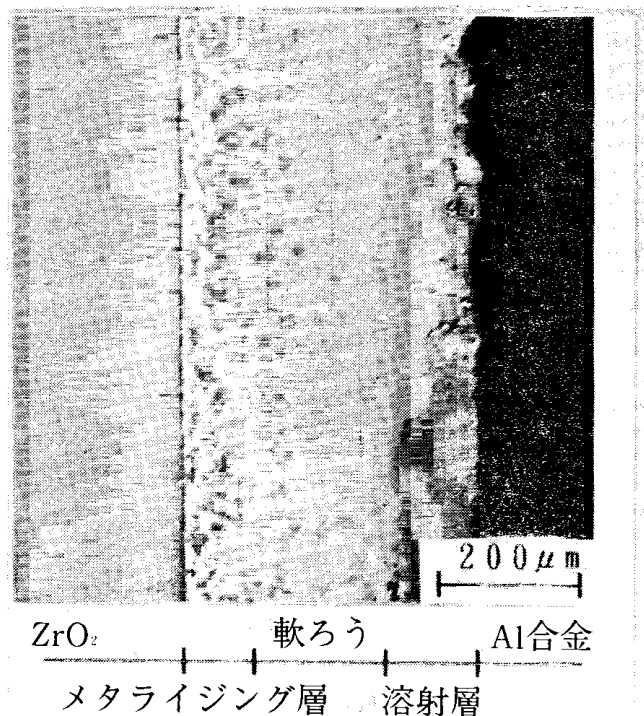


図8 接合部断面のSEM像 (接合温度: 593K)

4 結 言

セラミックスとアルミニウム合金の軟ろうを用いる接合試験の結果を総括すると、次のとおりである。

- (1) 接合温度の最適条件は623K以下であり、最大接合強さはアルミナ接合体で $4N/mm^2$ 、ジルコニア接合体で $11N/mm^2$ 得られる。ただしこの値は硬ろうを用いる接合に比べて低い。

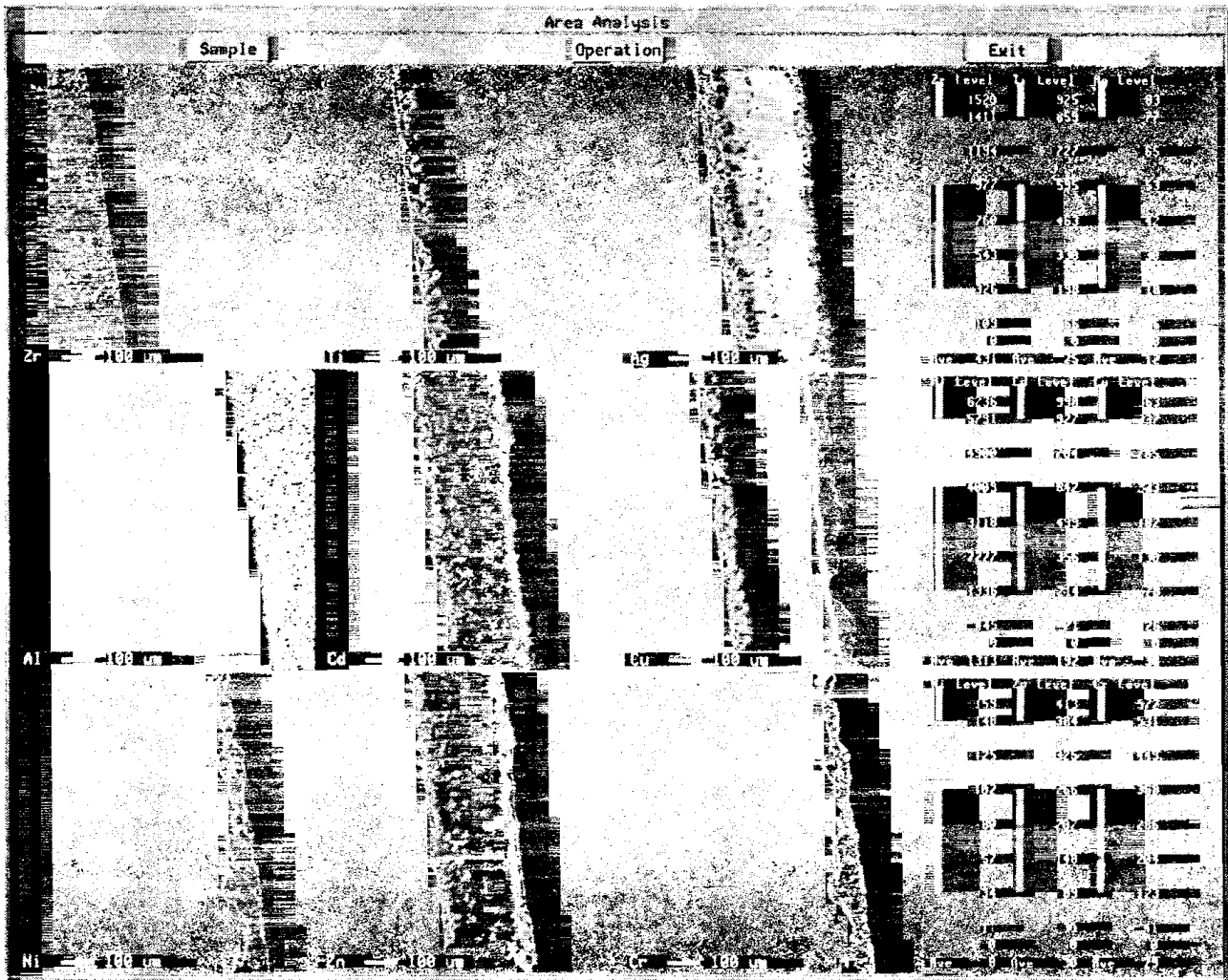


図9 接合体断面のEPMA分析結果（セラミックス： ZrO_2 、接合温度：593K）

- (2) 接合後のろうの組成は、接合温度623K以下では購入ろう材と同じである。653K以上の接合温度ではろう材内に、 Cd_3Ag の化合物が生成し、金属カドミウム含有量を低下させるために、接合強さは大きく低下する。
- (3) 溶射による熱応力緩和層は、接合時にセラミックス内に亀裂を発生させず、効果が認められる。しかし、623K以下の接合温度で接合したアルミナ接合体は、接合強さ測定時にセラミックス内で破断しており、完全には緩和できないことも判明した。

本研究の遂行に協力をいただいた岩手大学学生当時菊池恵介君に感謝します。

要 約

セラミックスとアルミニウム合金は熱膨張係数大きく異り、かつアルミニウム合金は融点が低いので、軟ろう

接合を試みた。接合で発生する熱応力はアルミニウム合金の接合面に銅を溶射して緩和した。セラミックスの接合面には活性金属ろうをメタライジングした。

この結果、接合強さはアルミナで 4 N/mm^2 、ジルコニアで 11 N/mm^2 が得られ、硬ろうに比べ強くはなかったが、健全に接合できることを確認した。

キーワード：接合 セラミックス アルミナ
ジルコニア アルミニウム合金 軟ろう

参考文献

- (1) ろう接便覧編集委員会編：ろう接便覧
- (2) 川原等：自由曲面を有するセラミックスと金属の接合技術の研究，東北・北海道ブロック広域共同研究成果集，pp.22-33（1992）

[研究報告]

トリアジンチオール化合物で処理した黄銅板とABS樹脂
およびナイロン樹脂のインサート成形による接着*

佐々木 英 幸**、小 向 隆 志**、小 林 伊智郎***

Adhesion of ABS Resin and Nylon Resin to Brass Sheet
Treated with Triazine Thiols by Injection Molding

SASAKI Hideyuki**, KOMUKAI Takashi**, KOBAYASHI Ichirou***

A method to adhere ABS resin and nylon resin to brass sheet by injection molding was investigated. For this investigation of adhesion, a brass sheet treated with 1,3,5-triazine-2,4-dithiol-6-sodium mercaptide (TTN) aqueous solution was inserted in a mold and then ABS resin or nylon resin was injected. ABS resin and nylon resin showed good adhesion to the brass sheet treated with TTN as the resin showed cohesive failure in the matrix but not at the interface in a shearing test. The adhesive strength was dependent upon the conditions of TTN treatment. A TTN concentration in the range of $1-5 \times 10^{-4} \text{ mol/l}$ and immersion time in the TTN solution in the range of 10-60s were the optimum conditions. Under optimum conditions, in the case of ABS resin the adhesive strength exceeded 4MPa and in the case of nylon resin exceeded 7MPa. The porous Cu-triazine mercaptide coating on the brass sheet treated with TTN showed good adhesion, but the plane coating showed no good adhesion. The mechanism of adhesion is believed to be the formation of chemical bonding between the Cu-triazine mercaptide and the polybutadiene in the ABS resin or terminal amino-group in the nylon resin, but the formation of the chemical bonding occurred only at the porous site in the coating.

Keyword : Triazine Thiols, Adhesion, Injection-Molding, ABS Resin, Nylon Resin, Brass

1 緒 言

金属部品を金型内に挿入し、樹脂を射出してプラスチックと一体化するインサート成形法は、電子部品や自動車部品の製造において一般によく行われる製造方法である。しかし今まで射出成形の金型内で金属とプラスチックとを直接接着する方法は検討されていなかった。近年、このインサート成形では、気密性部品の製造や高機能性の付与を目的に金属とプラスチックとの金型内での接着技術が求められており、金型内で金属とプラスチックとを接着する技術は今後重要になると考えられる。

著者らは、リン青銅板及びニッケルめっき板をトリアジンチオール化合物で処理し、その表面にトリアジンチオール化合物の皮膜を形成することにより、射出成形でこれらの金属板とABS樹脂あるいはナイロン樹脂が化学結合を形成して強固に接着することを報告してきた⁽¹⁻⁶⁾。

本研究では、インサート成形品をはじめ工業材料とし

て幅広く使われている黄銅を対象とし前報と同様の検討を行った。また、本接着方法で重要となる金属板上のトリアジンチオール化合物皮膜の構造、形成機構について考察した。

2 研究方法

2-1 供試材料

ABS樹脂は、旭化成工業(株)製スタイラック101を、6ナイロン樹脂は、宇部興産(株)製1022Bを用いた。黄銅板(60×60×2mm)は、JISC2600の市販品を使用した。トリアジンチオール化合物は、三協化成(株)製の1,3,5-トリアジン-2,4,6-トリチオールナトリウム塩(以下TTN)をメタノールで再結晶したものを用いた。その他試薬は、市販の特級品を使用した。

現在 * 本報を「金属とプラスチックとの一体成形技術に関する研究(第5報)」とする。(文献1~3、6参照)

** 岩手県工業技術センター 化学部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2

*** (有)トーノ精密 岩手県遠野市松崎町白岩2-20-90

2-2 黄銅板のTTN処理

黄銅板は、アセトンで脱脂後、10%稀硫酸、蒸留水で洗浄し乾燥した。この黄銅板を所定温度所定濃度のTTN水溶液に所定時間浸漬後、蒸留水およびメタノールで洗浄し、乾燥した。処理面積は、約60×20mmとした。

2-3 接着試験片の成形と接着強度の測定

TTN処理した黄銅板を金型内に挿入し、ABS樹脂ではシリンダ温度220℃、射出圧力100MPa、射出率30cm³/s、金型温度100℃の条件で前報^{1,2)}と同様の接着試験片を成形した。6ナイロン樹脂では、シリンダ温度を240℃とし、他はABS樹脂と同様の条件で成形した。この接着試験片の引っ張りせん断試験を前報^{1,2)}と同様に行い、この時の最大せん断荷重を処理面積で割って接着強度とした。

2-4 TTN処理黄銅板の表面分析

TTN処理した黄銅板の表面は、FT-IR (日本分光工業(株)製8900) およびESCA (アルバック・ファイ(株)製5600) で分析した。皮膜厚さはエリプソメーター (溝尻光学工業所(株)製) で測定した。

3 結果と考察

3-1 黄銅板上へのトリアジンチオール化合物の皮膜の形成

TTN水溶液に浸漬処理した黄銅板表面のトリアジンチオール化合物皮膜の形成はIRスペクトルおよびESCAスペクトルで確認できる。IRスペクトルでは、TTNと硫酸銅の水溶液から作成したトリアジントリチオール銅塩(TT-Cu)と同様に 1450cm⁻¹、1250cm⁻¹、および870cm⁻¹付近にトリアジン環骨格振動およびC-S伸縮振動によるピークがあり、黄銅表面にTT-Cuの皮膜の形成が認められる。

ESCAスペクトルでは、C、S、N、O、Cu、Znの元素が確認される。このうちOは、吸着水の酸素と考えられる。また、Cl_sスペクトルには286.5eV付近のトリアジン環のピーク以外に、284.5eV付近に炭化水素系ピークも確認される。これは、皮膜表面への汚染物質の吸着と考えられる。

Fig. 1に、浸漬処理時間と皮膜厚さとの関係を示す。膜厚は、各濃度共、浸漬処理時間とともに増加する傾向を示している。1~5×10⁻⁴mol/lでは、120s付近で階段状の変化を示す。一方、1×10⁻³mol/lではこのような傾向はなく、ほぼ時間の対数に比例して増加している。

また、一定浸漬処理時間における皮膜厚さ、すなわち皮膜形成速度は、5×10⁻⁴mol/l付近が最大でありこれより濃度が高くなると遅くなる。浸漬処理した黄

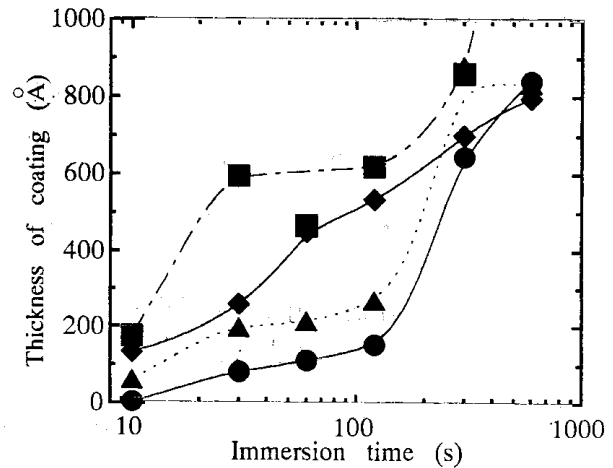


Fig.1 Relationship between thickness of TT-Cu coating on brass plate and immersion time in TTN soln..
Immersion temperature 50 °C
Concentration of TTN ● 1×10⁻⁴mol/l
▲ 2×10⁻⁴mol/l
■ 5×10⁻⁴mol/l
◆ 1×10⁻³mol/l

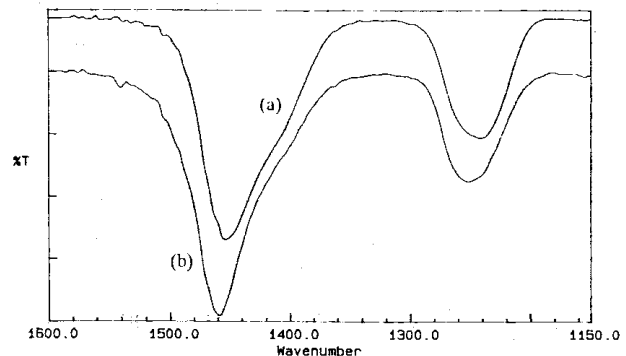


Fig.2 IR spectra of TT-Cu coating on brass treated with (a) 2×10⁻⁴ mol/l TTN aq. soln. (b) 1×10⁻³ mol/l TTN aq. soln.. Immersion time 60s

銅板は、TTN溶液濃度が高くなるに従い薄い黄色から朱色への変化が認められる。

Fig. 2に、2種類のTTN溶液濃度で処理した黄銅板のIRスペクトルを示す。1×10⁻³mol/lの溶液に浸漬処理した黄銅板では、2×10⁻⁴mol/lの溶液に浸漬処理したものに比べ、トリアジン環骨格振動のピークの高波数側へのシフトが認められる。また、1~5×10⁻⁴mol/lのTTN溶液濃度で処理した場合でも、浸漬時間が120s以上では同様のピークシフトが確認された。

TT-Cuは、既に報告したように⁽⁵⁾、Fig. 3(a)に示す構造であるが、このピークシフトの原因は、(a)から(b)への、すなわち、J.C.Chudy⁽⁷⁾らが報告している配位結合ポリマーへの変化によると考えられる。

以上のことから、1×10⁻³mol/lの濃度では、低濃度の場合とは皮膜の形成機構、構造が異なるを考える。また、同様に1~5×10⁻⁴mol/lでは浸漬処理時間120s付近を境に、皮膜の形成機構、構造が異なるを考える。

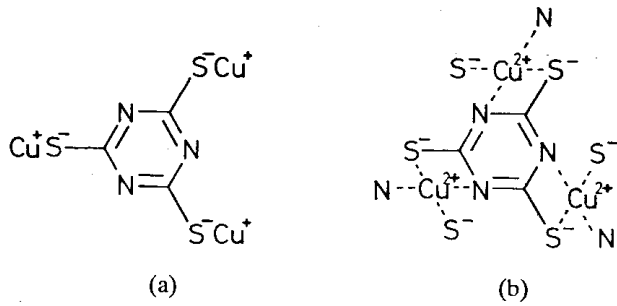


Fig.3 Structure of TT-Cu. (a) TT-3Cu(1), (b) TT-1.5Cu(2) coordinary polymer.

3-2 TTN処理黄銅板とABS樹脂およびナイロン樹脂との接着強度

Fig. 4に、ABS樹脂との接着強度に及ぼす浸漬処理時間とTTN溶液濃度の影響を示す。 1×10^{-4} mol/lでは60~120sで約5 MPaのABS樹脂での母材破断を生じるほどの接着強度が得られる。また、 2×10^{-4} mol/lでは10~120sで、 5×10^{-4} mol/lでは10~30sで同様に母材破断を生じるほどの接着強度が得られる。しかし、 8×10^{-4} mol/l以上では、ほとんど接着しない。

Fig. 5に、6ナイロン樹脂との接着強度に及ぼす浸漬処理時間とTTN水溶液濃度の影響を示す。 1×10^{-4} mol/lでは浸漬時間60~300sで4~7 MPaのナイロン樹脂での母材破断を生じるほどの接着強度が得られる。また、 2×10^{-4} mol/lでは30~60sで、 5×10^{-4} mol/lでは10~30sで同様に母材破断を生じる接着強度が得られる。しかし、 8×10^{-4} mol/l以上では、ほとんど接着しない。

3-3 TTN処理黄銅板の経時変化と接着強度

Fig. 6に、 2×10^{-4} mol/lのTTN溶液に60s浸漬処理した黄銅板とABS樹脂の接着強度に及ぼすTTN処理後の経過時間の影響を示す。この処理条件は、強固な接着を可能とする適正な条件であるが、処理後30分までは、4~5 MPaのABS樹脂での母材破断するほどの接着強度を示すものの、処理後1時間では約2 MPaとなり、さらに7日経過した黄銅板ではほとんど接着しなくなる。

Fig. 7に、同様に処理した黄銅板の7日経過後のIRスペクトルを示す。 2960cm^{-1} 、 1570cm^{-1} 付近に処理直後には認められない新たなピークが出現している。

この経時変化した処理黄銅板を、超音波洗浄機を用いてメタノール洗浄するとこれらのピークは消失し、さらに、接着力が回復してABS樹脂と強固に接着する。

このことから、この新たに出現したピークは、皮膜に吸着した有機物に帰因するものであり、経時変化による接着力の低下は、吸着有機物が原因と考えられる。

この有機物は、IRスペクトルのピーク位置とESCA分析の結果から炭化水素系化合物と炭酸ガスが変化したカルボキシレート化合物であると考えられる。

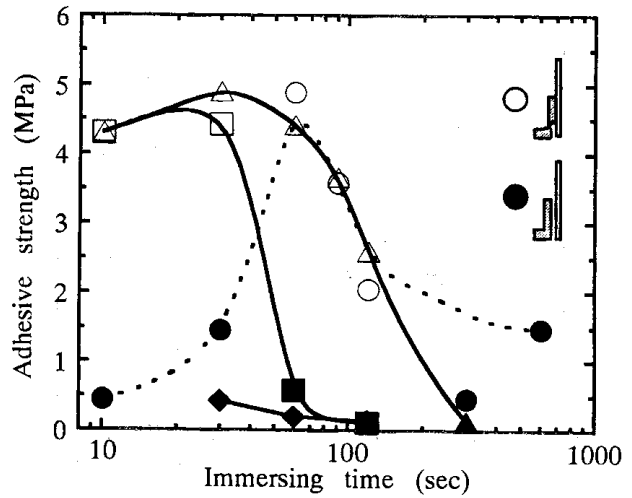


Fig.4 Relationship between adhesive strength to ABS resin and immersion time in TTN soln..

Immersion temperature 50 °C
Concentration of TTN ○ ● 1×10^{-4} mol/l
△ ▲ 2×10^{-4} mol/l
□ ■ 5×10^{-4} mol/l
◇ ◆ 8×10^{-4} mol/l

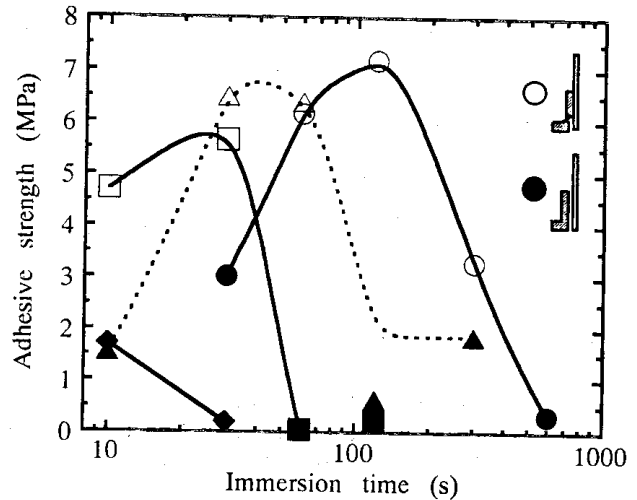


Fig.5 Relationship between adhesive strength of 6-nylon to brass plate and immersion time in TTN soln..

Immersion temperature 50 °C
Concentration of TTN ○ ● 1×10^{-4} mol/l
△ ▲ 2×10^{-4} mol/l
□ ■ 5×10^{-4} mol/l
◇ ◆ 1×10^{-3} mol/l

一方、 1×10^{-3} mol/lで浸漬処理した場合や長時間浸漬処理した場合のように接着強度の低い黄銅板の皮膜では、このような吸着によるIRスペクトルの変化が認められない。

3-4 皮膜の構造と接着機構

Fig. 8に、異なるTTN溶液濃度で処理した黄銅板表面のSEM写真を示す。 2×10^{-4} mol/lの溶液に60s浸漬処理した黄銅板では、鱗状の表面を形成しており微細な凹凸の様子が伺われる。一方、 1×10^{-3} mol/lの溶液で同様に処理した黄銅板の表面は、平滑であることがわかる。

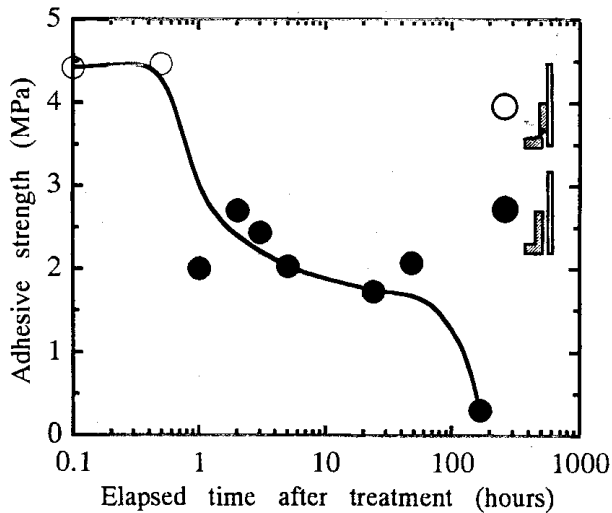


Fig.6 Effect of elapsed time after TTN treatment on adhesive strength to ABS resin

Immersion temperature 50 °C
 Concentration of TTN 2×10^{-4} mol/l
 Immersion time 60sec

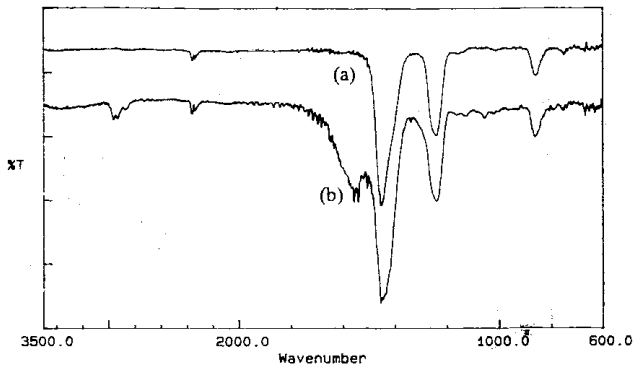


Fig.7 IR spectra of (a) TT-Cu coating on brass plate treated with TTN soln. and (b) the same TT-Cu coating in 7 days after treatment with TTN soln..

前項で述べたように、強固な接着を示す黄銅板では有機物が吸着しやすく、接着しない黄銅板では吸着しないことから、接着に有効な皮膜の構造は、ミクロ的にポーラスであり、吸着サイトが存在するが、接着強度の低い皮膜は緻密な構造をしていると考えられる。

接着の機構は、既に報告しているように^{(2),(3)}、ABS樹脂ではブタジエン成分と、ナイロン樹脂では末端のアミノ基と皮膜中のトリアジンチオールとの反応による化学結合の形成であると考えられるが、このような反応は、Fig. 9に示すように皮膜中の吸着サイトの中で起こると考えられる。

高濃度で浸漬処理した場合の接着試験片では、皮膜の樹脂側への転移が認められなかったことから、このような反応ポイントである吸着サイトが少ないものとする。また、TTN処理後長時間経過した黄銅板で接着しなくなるのは、吸着サイトに有機物が吸着し反応ポイントが塞がれるためとする。

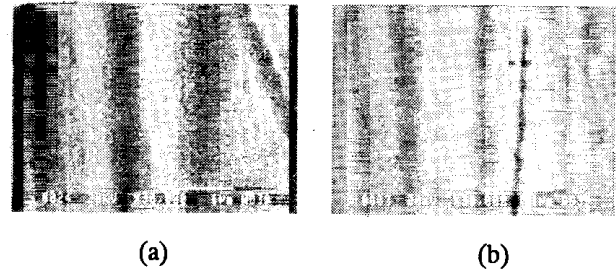


Fig.8 SEM images of TT-Cu coating on brass treated with (a) 2×10^{-4} mol/l TTN soln. and (b) 1×10^{-3} mol/l TTN soln.

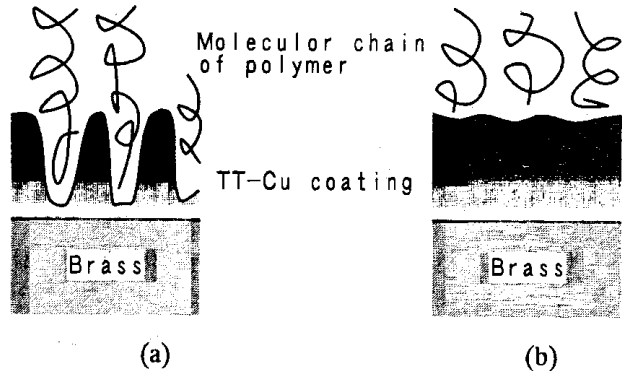


Fig.9 Structure of TT-Cu coating (a) able to adhere and (b) unable to adhere

3-5 皮膜の形成機構

TTN溶液で処理する際に、黄銅板を陰極、白金板を陽極としてその電位差を測定すると0.4V以上を示し、また、処理後のTTN溶液にpHの上昇が認められる。

このようなことから、皮膜形成の機構は、電気化学的な反応であり、Fig.10に示すように銅が酸化してTT-Cuを形成するアノード反応(1)と、溶存酸素の還元によって水とヒドロキシオンを生成するカソード反応(2)から成ると考える。

Fig.11に、6ナイロン樹脂、ABS樹脂との接着強度と皮膜厚さとの関係を示す。処理温度50°Cの場合、膜厚が約200 Åで6ナイロン、ABS樹脂共に母材破断するほどの接着強度が得られる。

$1 \sim 5 \times 10^{-4}$ mol/l の範囲では、200 ÅまではFig.10のようにアノード反応とカソード反応が固定して皮膜が成長するため、カソード部分が吸着サイトとなると考えられる。さらに厚くなるとアノード反応とカソード反応が入れ替わり吸着サイトにも銅塩が形成されるようになる。このため、皮膜形成速度がFig. 1のように変化し、また有機物の吸着も少なくなると考える。

一方、濃度が高くなると吸着サイトができる前にアノード反応とカソード反応が入れ替わるためか、あるいはアノード反応とカソード反応が同じ場所で起こり、配位ポリマーを形成するために均一で緻密な皮膜が形成されると考える。

また、皮膜の成長は、既に形成された皮膜中を銅原

子あるいは銅イオンが拡散し皮膜表面に達してTTNと反応することによって進むと考えるが、 1×10^{-3} mol/lのTTN溶液で処理した場合には、初期には黄銅表面での反応ではあるものの、その後は緻密な皮膜中の銅イオンの拡散速度が律速となるために、皮膜の成長が時間の対数に比例する⁸⁾と考える。

4 結 言

本研究の結果、TTN水溶液に浸漬処理した黄銅板が射出成形でABS樹脂およびナイロン樹脂と強固に接着することを示した。

高い接着強度を得るための適正な処理条件は、TTN溶液濃度 $1 \sim 5 \times 10^{-4}$ mol/l、浸漬処理温度50℃、浸漬処理時間10～60sであった。

TTN処理した黄銅板の表面にはTT-Cu皮膜が形成されるが、接着に有効な皮膜の構造は、ミクロ的にポーラスであり吸着サイトが存在し、接着しない黄銅板では、平滑で緻密な皮膜が形成される。接着の機構は、TT-Cuとポリブタジエンあるいは末端アミノ基との化学結合と考えられるが、この結合は吸着サイトの中で形成される。

皮膜形成の機構は、電気化学的にTT-Cuを形成するアノード反応と水およびヒドロキシオンを生成するカソード反応からなると考えられる。このカソード反応の起こるポイントが吸着サイトになると考えられる。

5 要 旨

トリアジントリチオール化合物(TT)の水溶液で処理した黄銅板を金型内に挿入し、射出成形を行ってABS樹脂およびナイロン樹脂との接着を検討した。

その結果、ABS樹脂、ナイロン樹脂ともに樹脂での母材破断を生じるほど強固に黄銅板と接着することを明らかにした。

接着強度は、TTN処理条件に依存し、適正な処理条件は、TTN溶液濃度 $1 \sim 5 \times 10^{-4}$ mol/l、浸漬処理時間10～60sであった。このような適正条件で処理した黄銅板は、ABS樹脂との場合4 MPa以上の、またナイロン樹脂との場合は7 MPa以上の接着強度を示す。

また、強固な接着が可能な黄銅板の表面には、ポーラスなTT-銅塩の皮膜が形成され、接着のための化学結合がこの細孔の中で形成されることも明らかにした。

キーワード：トリアジンチオール 接着 射出成形
ABS樹脂 ナイロン樹脂 黄銅

参考文献

- (1) 佐々木英幸, 瀬川晃児, 小向隆志, 河野隆年, 小林伊智郎: 岩手県工業試験場報告, **33**, 29 (1991)
- (2) 佐々木英幸, 小向隆志, 瀬川晃児, 河野隆年, 小林

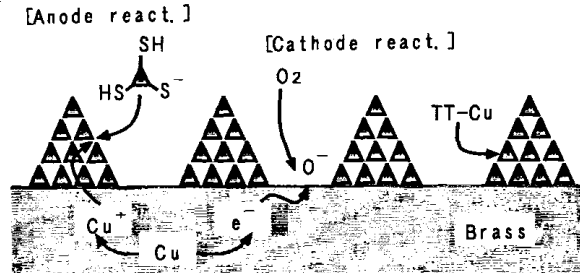
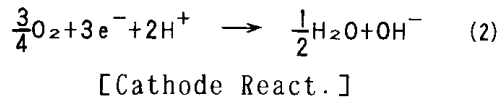
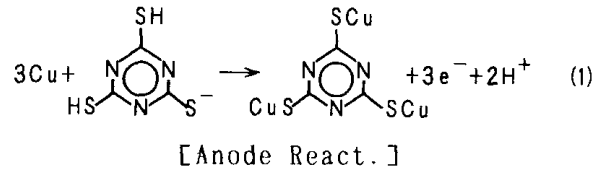


Fig.10 Mechanism of TT-Cu coating formation.

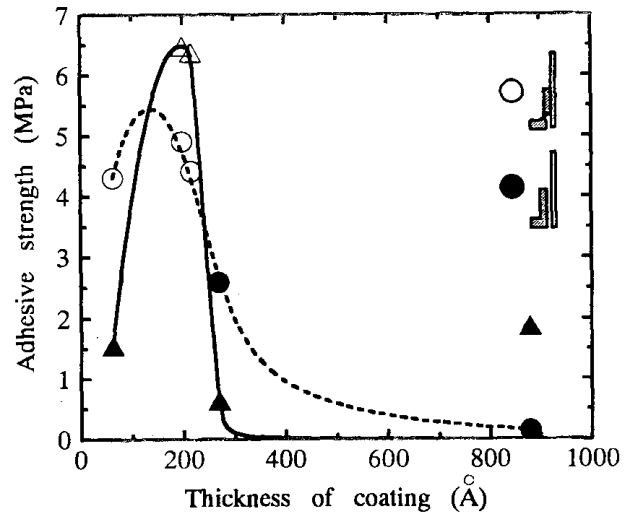


Fig.11 Relationship between adhesive strength and thickness of TT-Cu coating on brass

Immersion temperature 50℃
Concentration of TTN 2×10^{-4} mol/l
○● ABS △▲ PA6

- 伊智郎: 岩手県工業試験場報告, **34**, 33 (1992)
- (3) 佐々木英幸, 小向隆志, 河野隆年, 瀬川晃児, 小林伊智郎: 岩手県工業試験場報告, **35**, 63 (1992)
- (4) 佐々木英幸, 河野隆年, 小向隆志, 瀬川晃児, 小林伊智郎: プラスチック成形加工学会誌, **5**(12), 875 (1993)
- (5) 佐々木英幸, 河野隆年, 小向隆志, 瀬川晃児, 小林伊智郎: 日本ゴム協会誌, **67**(3), 219 (1994)
- (6) 佐々木英幸, 小向隆志, 河野隆年, 小林伊智郎: 岩手県工業技術センター研究報告, **1**, 49 (1995)
- (7) Chudy, J.C. and Dalziel, A.W.: J. Inorg. Nulc. Chem., **37**, 2459 (1975)
- (8) H.Hユーリック: 腐食反応とその制御, 産業図書, 東京, (1974) p.172

メカニカルアロイング法によるTi-Al-C系非晶質粉末の合成

吉田 敏裕*、鎌田 公一**

Synthesis of Ti-Al-C Amorphous Powder by Mechanical Alloying

YOSHIDA Toshihiro*, KAMADA Koichi**

This paper describes the synthesis process of Ti-Al-C ternary amorphous powder by mechanical alloying of mixed powder of titanium, aluminum and graphite using a vibratory ball mill, as well as the evaluation of the microstructure of the milled powder after heat treatment at 1,073K~1,473K in vacuum. As a result, the following findings were obtained. At the early stage of milling process the raw powder is pulverized into hard fine particles among which graphite is well dispersed and then with increase of milling time those fine particles grow to spherical amorphous agglomerates. Graphite mixed in the raw powder facilitates the transformation process into amorphous phase. The microstructure of the milled powder after vacuum heating does not consist of TiC/TiAl composite. Because the carbon seen in amorphous phase is crystallized to $Ti_3Al_2C_2$ through heating.

Keywords : Mechanical Alloying, Ball Milling, Amorphous Powder, TiC/TiAl Composite

1 緒言

次期耐熱材料として期待されているTiAl金属間化合物は、組成・組織制御による延性改善あるいは精密铸造⁽¹⁾や恒温圧延⁽²⁾など加工方法の開発により、自動車やジェットエンジン部品として応用されつつあるが、応用化をすすめる上で材料特性の面から、高温下における機械的性質のさらなる向上が求められている。そこで、この対応策として、粉末冶金法あるいはこれとメカニカルアロイング(MA)法を用いた各種セラミックス粒子との複合化技術が検討されている^{(3),(4)}。

MAは異種粉末をボールミルなどで超微細混合、化合させる方法であり、金属間化合物やセラミックス分散複合材料の製造に適している。例えば、MAによりTi、Al、黒鉛粉末からTiCの生成と分散を同時に行うことができ⁽⁶⁾、これを焼結固化することでTiC分散TiAl基複合材料が得られる⁽⁷⁾。また、著者らはこれまでMAによるTiAl金属間化合物粉末の合成過程および焼結体の高温物性について検討しており、MAにおける原料粉末の非晶質化が焼結組織の均質化や高温物性の向上に有効である事を確認している⁽⁸⁾。

本研究では、TiC分散TiAl基複合材料の製造技術を確立する上での一考察として、MAによりTi、Alおよび黒

鉛粉末からTi-Al-C系非晶質粉末を試作し、その合成過程と焼結組織について検討を行った。

2 研究方法

MAの原料粉末にはTi粉末(99.9%、 $-45\mu\text{m}$)とAl粉末(99.9%、 $-75\mu\text{m}$)および黒鉛粉末(97.0%、平均 $3\mu\text{m}$)を用い、これらをTi-50at%Al-0at%C、Ti-45at%Al-5at%C、Ti-37.5at%Al-12.5at%C、Ti-25at%Al-25at%C(以下各々0%C、5%C、12.5%C、25%Cと記す)に調合した。ミリング容器は内径54mm、深さ40mmの円筒(SUS304製、水冷型)で、この中に調合粉末と直径9.5mmのボール(SUS304製)を充填し容器内部をアルゴンガス雰囲気(置換後、振動ボールミリングを行った。なお、粉末の充填量は3.5g、ボールの充填量は215g(容器への最大充填量の60%)、ミリングの振動周波数は13.1Hzとした。所定時間ミリングした後、粉末を容器から回収し、そのままの状態ですべて電子顕微鏡(SEM)による形状観察およびX線回折(Cu-K α)を行った。次に、粉末を樹脂に埋め込み研磨し、微小ビッカース硬度計(荷重0.147N)により粉末断面の硬さを測定した。また、各粉末の一部を 10^{-3} Paの真空雰囲気中において1073~1473Kまで加熱し、これらについても同様にX線回折を行った。

現在 * 岩手県工業技術センター 化学部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** 岩手県工業技術センター 金属材料部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2

3 研究結果および考察

3-1 非晶質粉末の合成過程

Fig.1 にミリング時間36ks、90ks、180ksおよび360ksにおける5% C粉末のSEM像を示す。ミリング前の粉末は、Ti粉末、Al粉末、黒鉛粉末の混合状態で大きさ、形とも多様であるが、ミリング時間36ksではほとんどが粒径 $20\mu\text{m}$ 以下の微細粉となっている。また、この微細粉はミリングの進行に伴い凝集し、90ksで粒径 $10\sim 40\mu\text{m}$ 、180ks以降では $30\sim 50\mu\text{m}$ の球状粉に成長する。

Fig. 2 に5 at% C粉末の各ミリング時間におけるX線回折パターンを示す。ミリング時間7.2ksのパターンには原料であるTiとAlの回折ピークは確認できるが、黒鉛のピークは見られず既にこの時点で脆質の黒鉛粉末は微細に粉砕され分散しているものと考えられる。ミリング時間36ksではTiとAlのピーク半幅が広がっており、90ksになるとこれらのピークも不明瞭となる。そして化合物のピークが現れないまま360ksでほぼブロードなパターンとなっている。これらより、Fig.1で示したミリング時間36ksにおける微細粉は、ミリング初期にTiとAlの圧接体に黒鉛が分散し、分散強化あるいは固溶強化により硬化した圧接体が破碎してできたものと考えられる。また、この微細粉はその後の凝集過程で圧接と変形を繰り返しながら徐々に非晶質化していくことが分かる。なお、以前の実験において黒鉛無添加の粉末すなわち今回の0% C粉末をミリングした際に、まずTi₂Al化合物が形成されその後非晶質化する現象を確認している⁽⁸⁾が今回は化合物は形成されていない。ミリングボールの衝撃エネルギーが小さくなると結晶質化合物相が形成され難いという報告事例⁽⁹⁾に照らして、今回の現象は添加した黒鉛粉末の潤滑効果でボールの衝撃エネルギーが緩和されたための結果と推測できる。

Fig. 3 にミリング時間180ksにおける各炭素濃度粉末のSEM像を示す。各ミリング粉末とも外観は似ているが、黒鉛を含まない0% Cから炭素濃度が増加するにつれ粒径が小さくなり、25% Cでは $5\mu\text{m}$ 以下となっている。この結果および前述したミリング初期における微細粉の発生機構を考慮すると、黒鉛の配合割合が大きいほどTiとAlの圧接体が硬く脆くなり、より細かい微細粉ができやすく、その後の凝集成長も起こり難くなるものと思われる。

Fig. 4 に各ミリング粉末のX線回折パターンを示す。0% Cのパターンには半幅は広いもののTi₂Alの回折ピークが見られる。図中には示さないがこの粉末を継続してミリングした場合、回折パターンはブロードになることを確認しており、ミリング時間180ksでは結晶質相と非晶質相が混在した組織になっ

ていると判断できる。5% Cおよび12.5% CではTiAl系化合物、炭化物いずれのピークも見られずブロードなパターンとなっているが、25% Cになるとブロードパターン中にTiCのピークが現れている。これより、TiとAl粉末に黒鉛粉末を添加すればより短時間のミリングで非晶質粉末が合成されること、また、調合粉末の炭素濃度、すなわち黒鉛粉末の配合割合が低い場合にはTi、Al、Cの非晶質粉末が、炭素濃度が高い場合にはTiCを取り込んだ非晶質粉末が生成されることが分かる。

Fig. 5 にミリング時間に伴う各調合粉末のビッカース硬度(5点もしくは測定点の平均)の変化を示す。各粉末ともミリング時間に伴い硬くなっているが、0% Cと他ではミリング初期の硬化傾向が大きく異なっている。つまり0% Cではミリング時間90ksまで比較的緩やかに硬化しているのに対し、黒鉛を添加した5% Cおよび12.5% Cの場合はいずれも硬度の上昇が早く、

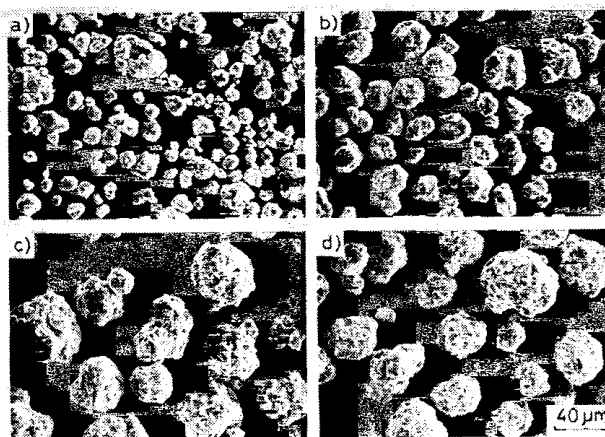


Fig.1 SEM images of 5% C powder milled for a)36ks, b)90ks, c)180ks, d)360ks.

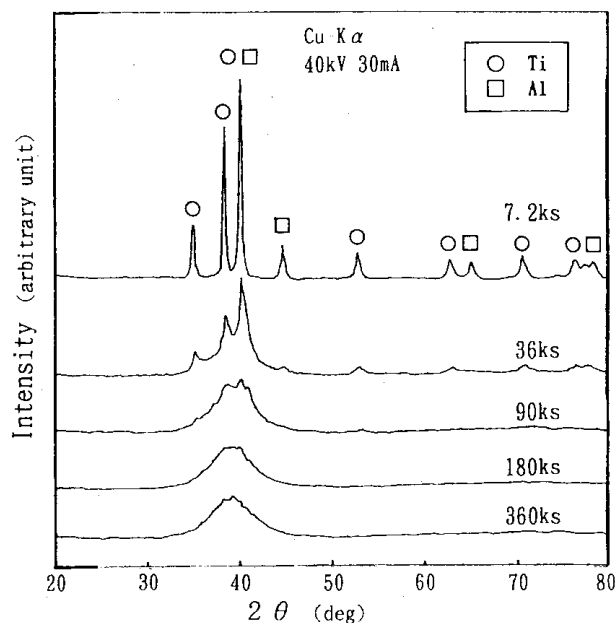


Fig.2 Change in X-ray diffraction patterns of 5% C-powder with milling time.

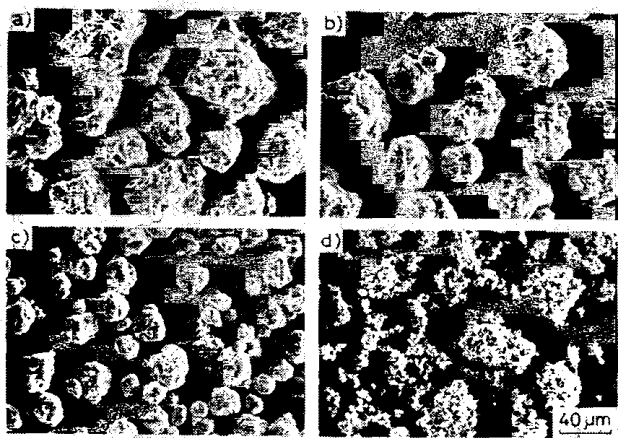


Fig. 3 SEM images of various mixed powders milled for 180ks. a) 0%C, b) 5%C, c) 12.5%C, d) 25%C.

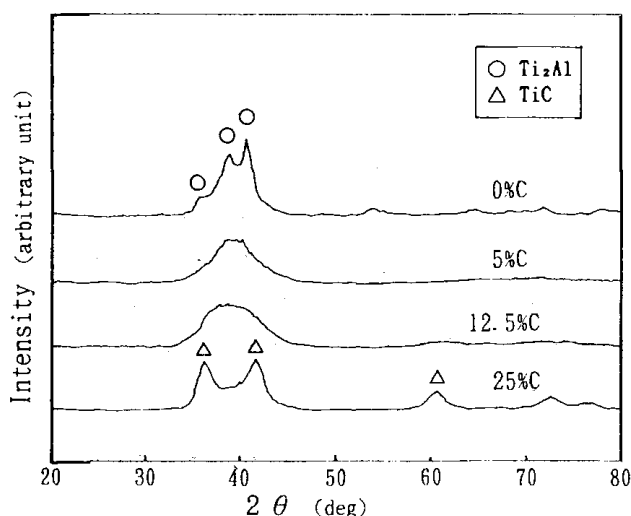


Fig. 4 X-ray diffraction patterns of various mixed powders milled for 180ks.

90ksにおいて0 %Cの2倍以上の硬度を示す。この違いは黒鉛粉末の分散あるいは固溶硬化の有無によるものと思われる。また、ミリング時間36ks以上では炭素濃度が高いほど硬い傾向となっており、このことはFig. 3のところで示した炭素濃度が高いミリング粉末ほど粒径が小さくなるという考えを裏付けるものである。なお、ミリング時間に伴い各測定値のばらつきは減少し、特にミリング時間180ks以降では小さくなっていることから粉末内の組織の均質化がうかがえる。

3-2 複合粉末の焼結組織

TiAl系金属間化合物を粉末から製造する場合、ホットプレスや熱間等方圧加圧法(HIP)で緻密に焼結固化するのが一般的であるが、今回はMAにより合成した粉末が少量であるため、簡易的に、粉末を真空中で加熱(無加圧)し、X線回折により組織を確認した。Fig. 6に5 %C(ミリング時間360ks)粉末、12.5 %C(360ks)

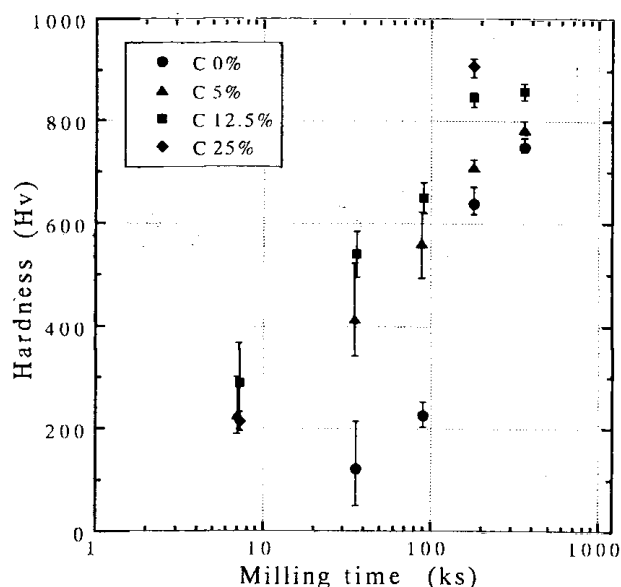


Fig. 5 Change in micro Vickers hardness of various mixed powders with milling time.

粉末および25 %C(180ks)粉末を1073Kで3.6ks保持した後のX線回折パターンを示す。まず5 %C粉末においてはTiAlとTi₄Al₂C₂の回折ピークが確認でき、加熱処理により非晶質相が結晶化したことが分かる。TiAlの結晶化温度は950K付近であることよりTiAlとTi₄Al₂C₂の結晶化はほぼ同時におこるものと思われる。12.5 %Cの場合も同様であるが、TiAlに対するTi₄Al₂C₂のピーク強度比が大きくなっている。さらに25 %CになるとTiAlは消滅しほとんどTi₄Al₂C₂となりTiCのピークが若干現れている。このように非晶質粉末中の炭素は結晶化の段階ではTi₄Al₂C₂という化合物形態を取るため、非晶質粉末からはTiC/TiAlという複合組織は形成されない。しかし、25 %Cの場合にはTiCが確認できることから、ミリング粉末に予め安定なTiC結晶が存在していれば加熱処理後も残存すると考えられる。よって、まずTiと黒鉛粉末からTiC粉末を合成後、TiおよびAl粉末を加え再度ミリングしてTiC/Ti-Al系非晶質相(炭素元素を含まない)の複合粉末とし、これを焼結固化することでTiC分散TiAl基複合材料を製造できると考えられる。

Fig. 7に各ミリング粉末を1473Kで3.6ks保持した場合のX線回折パターンを示す。各粉末ともTiAlとTi₄Al₂C₂のパターンは1073Kの場合と同じであるが、12.5 %CでTiCが確認でき、25 %CにおいてもTiCのピーク強度が相対的に強くなっている。これは、より高温で加熱処理したことでTi₄Al₂C₂が分解したためと思われる。しかし、その分解機構については不明であるため、HIPなどにより高温高圧下で複合粉末を焼結固化し、詳細に組織を確認する必要があると考える。

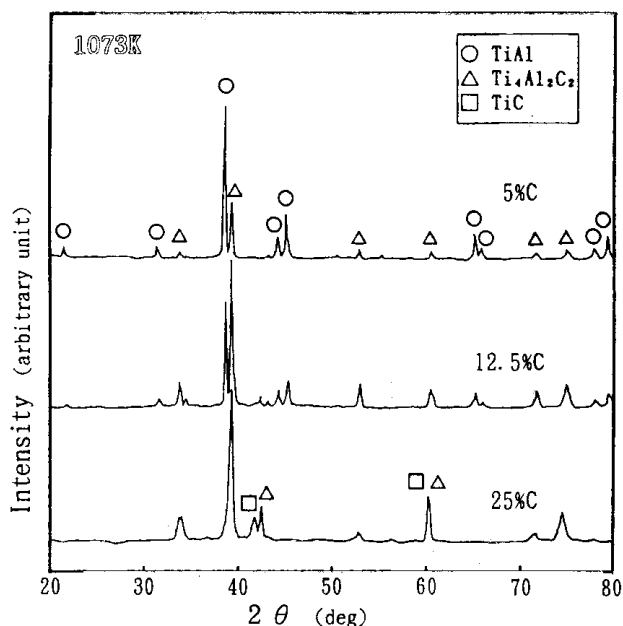


Fig.6 X-ray diffraction patterns of milled powders heated at 1073K.

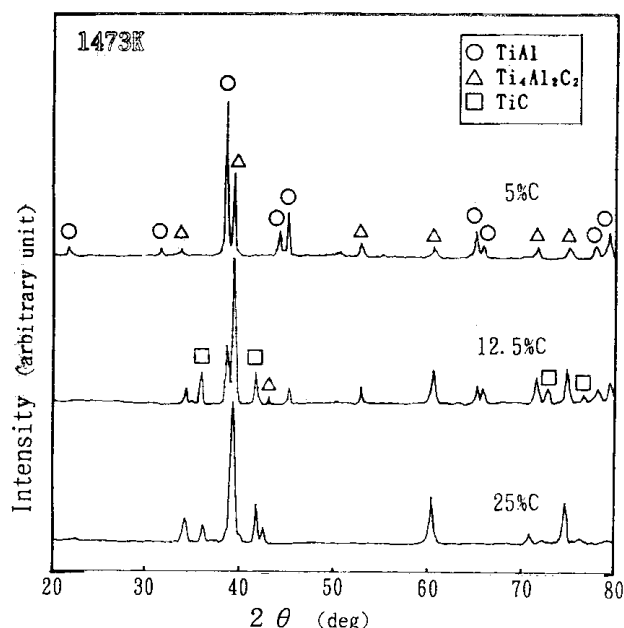


Fig.7 X-ray diffraction patterns of milled powders heated at 1473K.

4 結 言

MA法によりTi粉末、Al粉末、黒鉛粉末の調合粉末からTi-Al-C系非晶質粉末を試作し、その合成過程および真空加熱処理後のマイクロ組織について検討した。その結果、調合粉末はミリング初期に黒鉛が分散した硬質の微細粉末となり、その後はミリングの進行に伴い球状の非晶質粉末に凝集成長することが分かった。さらに、原料粉末がTiとAl粉末のみの場合に比べるとより短時間のミリングで非晶質粉末が合成され、黒鉛粉末の配合割合が高くなると非晶質相中にTiCが分散した複合粉末となることを確認した。また、合成したTi-Al-C系非晶質粉末中の炭素は真空加熱時にTiCではなく $Ti_4Al_3C_2$ として結晶化することが分かり、これより、当初目標のTiC分散TiAl基複合材料を得るためには、焼結原料としてMAによりTiCとTi-Al系非晶質相から成る複合粉末を合成する必要があると考えられる。

本研究（国立試験研究機関共同研究推進事業）の実施に関し、通産省工技院東北工業技術研究所の橋本等氏にご助言いただいたことを記し、謝意を表します。

5 要 約

本研究では、MA法によりTi粉末、Al粉末、黒鉛粉末の調合粉末からTi-Al-C系非晶質粉末を試作し、その合成過程および真空加熱処理後のマイクロ組織について検討した。

その結果、調合粉末はミリング時間に伴い、まず黒鉛が分散した硬質微細粉末となり、その後は球状の非晶質粉末に凝集成長すること、また黒鉛がミリング粉末の非晶質化を促進すること、さらに非晶質粉末中の炭素は真空加熱により $Ti_4Al_3C_2$ として結晶化することなどが明らかとなった。

キーワード：メカニカルアロイング ボールミル 非晶質粉末 TiC/TiAl複合材料

参考文献

- (1) 松田謙治, 錦織貞郎: 軽金属, **44**, 601 (1994)
- (2) 橋本敬三: 軽金属, **44**, 609 (1994)
- (3) 坂本 昭: 金属, **62**, 48 (1992.4)
- (4) J.M.Panchal and T.Vela: Advances in Powder Metallurgy, Metal Powder Industries Federation, **3**, 359 (1989)
- (5) 新宮秀夫: 工業材料, **40**, 18 (1992.6)
- (6) 鎌田政智, 高木節雄, 徳永洋一: 粉体および粉末冶金, **39**, 830 (1992)
- (7) 落合鍾一, 土肥義治, 小島 陽, 村上 雄, 宗宮重行: 粉体および粉末冶金, **41**, 170 (1994)
- (8) 吉田敏裕, 鎌田公一: 岩手県工業技術センター研究報告, **1**, 61 (1995)
- (9) 山内克久, 朴 容浩, 橋本 等, 渡辺龍三: 粉体および粉末冶金, **38**, 42 (1991)

〔研究報告〕

粉体塗装における塗装前処理と塗膜性能に関する研究

穴 沢 靖*、丹 野 信 一**

Surface Preparation for Powder Coating and Coating Film Properties

ANAZAWA Yasushi*, TANNO Sinichi**

The use of aqueous cleaner and chemical conversion treatment of non-pollution in surface preparation of magnesium die-casting (AZ-91) has been studied for the improvement of the durability (adhesive property and anti-corrosion property) of coating film by electrostatic powder coating. Coating film properties of magnesium die-casting immersed at 10 minutes in 70 °C with weak alkali cleaner and immersed at 60 seconds in 50 °C with chemical conversion for aluminum (non-chromate) were equal to the coating film properties with chromate treatment by JIS-H-8651-3 seed.

Keyword : Magnesium Die-Casting, Powder Coating, Surface Preparation, Chemical Conversion

1 緒 言

現在、オゾン層の破壊及び水質汚染等の環境問題から、塩素系溶剤やクロム酸等の有害物質に替わる無公害処理方法への転換が迫られてきている。著者らはこれまで鉄やアルミニウム合金に使用されているアルカリ脱脂剤やノンクロム化成皮膜処理剤の利用について、塗膜の耐久性（付着性や防食性）の観点から検討してきた⁽¹⁾。その結果、粉体塗装の前処理として、いろいろな処理剤の組み合わせの中でも、弱アルカリ脱脂剤とアルミニウム用化成皮膜処理剤の組み合わせが、クロム酸化皮膜処理の代替えとして可能性のあることを明らかにした。

本研究では、マグネシウムダイキャスト材の粉体塗装における塗装前処理として使う場合につき、それら処理剤の適正な処理条件を、塗膜の耐久性の観点から評価した。その結果について報告する。

2 研究方法

2-1 供試材料

供試材としては、マグネシウムダイキャスト (AZ-91) 1.5×100×50mmを用いた。また、供試塗料として熱硬化性ポリエステル樹脂粉体塗料を用いた。乾燥条件は熱風乾燥炉で180℃×20分である。塗装の前処理に使用した脱脂剤は、市販されている弱アルカリ脱脂剤 (pH9.4)、強アルカリ脱脂剤 (pH12.8) の2種類、

化成皮膜処理剤はJIS-H-8651-3種で定められているクロム酸化皮膜処理剤及び市販されているアルミニウム用ノンクロム化成皮膜処理剤を用いた。表-1にアルカリ脱脂剤の成分を、表-2にアルミニウム用ノンクロム化成皮膜処理剤の成分を示す。

2-2 試験片の作製

マグネシウムダイキャスト材のバリや錆の除去を目的に#360研磨紙で研磨し、アルカリ脱脂剤2種類で脱脂処理を行った。強アルカリ脱脂処理したものは、JIS-H-8651-3種で定められているクロム酸化皮膜処理を、弱アルカリ脱脂処理したものは、アルミニウム用ノンクロム化成皮膜処理を行った後、12時間デシケーターで放置し、塗装前処理とした。

塗装は熱硬化性ポリエステル樹脂粉体塗料を静電塗装した。これを熱風乾燥炉において180℃、20分の焼き付け乾燥を行って試験片とした。なお、膜厚は80±5μmに調整した。静電塗装機の機種及び吹き付け条件は前報粉体塗装における塗装前処理と塗膜性能に関する研究 (第2報) と同じである⁽¹⁾。

粉体塗装における塗装前処理と塗膜性能に関する研究 (第2報)

* 岩手県工業技術センター 化学部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2

** (株)共立 盛岡工場 表面処理課 岩手県岩手郡滝沢村菓子10-2

Table.1 Composition of alkali cleaning solution

(a) Strong alkali cleaning solution		Content (ppm)
Sodium	Na	7,000 below
Silicate	SiO ₃	3,500 below
Phosphwolframate	PO ₄	3,500 below
Carbonate	CO ₃	2,000 below
Surface active agent		1,500 below
P H		12.5 ± 0.5

(b) Weak alkali cleaning solution		Content (ppm)
Sodium	Na	3,500 below
Phosphwolframate	PO ₄	5,000 below
Borate	B ₄ O ₉	5,000 below
Surface active agent		2,500 below
P H		9.5 ± 0.5

Table.2 Composition of chemical conversion treatment for aluminum

		Content (ppm)
Organic acid		2,000 below
Fluoride	F	2,000 below
Titanium	Ti	1,000 below
P H		3.8 ± 0.3

2-3 脱脂処理

脱脂処理の清浄度の評価については、接触角法により行った。使用した装置は、エルマ(株)製接触角測定器である。また、脱脂処理後の表面分析及び表面状態の観察を行った。使用した装置は、日本電子(株)製オージェ電子分光分析装置、日本電子(株)製低真空型走査電子顕微鏡である。

試験片は弱アルカリ、強アルカリ脱脂剤でそれぞれ脱脂処理した後、静電粉体塗装を行い、焼き付け乾燥を行った。また、塗膜の中央部にカッターでクロスカットを入れ、24時間の耐湿試験を行った。その後、室温にて2時間放置した試験片のテープ剝離試験を行い、塗膜の付着性について比較を行った。

2-4 化成皮膜処理

弱アルカリ脱脂処理した試験片にアルミニウム用化成皮膜処理剤の処理時間を30秒から90秒まで5段階に変化させて処理を行った後、皮膜重量の測定、電子顕微鏡による表面観察及び塩水噴霧、塩水浸漬試験を24時間行い生成した皮膜の防食性について比較を行った。なお、アルミニウム用化成処理剤の液温は50℃の一定条件で行った。

2-5 塗膜の付着性・防食性

脱脂処理、化成皮膜処理を行った後、塗装した試験片に一次試験として耐湿試験、塩水噴霧・塩水浸漬試

験、ガス腐食試験を行い、二次試験としてごぼん目試験、衝撃試験、テープ剝離試験を行った。なお、塩水噴霧、塩水浸漬試験、ガス腐食試験については、試験片の塗膜の中央部にカッターでクロスカットを入れて試験を行った。

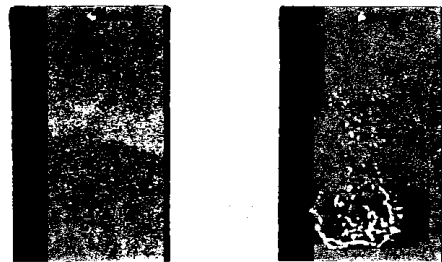
塗膜の防食試験としてはJ I Sに規定されていないが、めっき皮膜、金・金合金めっき、加流ゴムにおいて規定されている試験法である。石炭や石油系燃料の使用拡大にともないSO₂ガスをはじめとする大気汚染による塗膜の腐食は今後重要になっていくものと考えられることから、今回のマグネシウムダイキャスト材の粉体塗膜に対するガス腐食試験を試みた。塗膜の中央部にカッターでクロスカットを入れ、素材の腐食状態の観察を行った。ガス腐食試験に使用した試験機及び試験方法は次のとおりである。すなわち、J I S-H-8051めっき皮膜におけるガス腐食試験に準じ、使用ガスは亜硫酸ガス、ガス濃度は20ppm、槽内温度は50℃、相対湿度は95%とした。試験機は山崎式定流量型ガス腐食試験機(株)山崎精機研究所製を用いた。なお、ガス腐食試験以外は前報⁽¹⁾と同じである。

3 試験結果及び考察

3-1 脱脂処理の結果

剝離試験後の写真を図-1に示す。弱アルカリ脱脂処理した試験片においては塗膜の付着性は問題ないが、強アルカリ脱脂処理した試験片においては、かなりの範囲で塗膜の剝離が生じており、塗膜の付着性があまり良くないことがわかる。

また、弱アルカリ脱脂処理において、塗膜の付着性が良い結果を示したことから、弱アルカリ脱脂剤の温度及び処理時間を変えて脱脂効果の検討を行った。弱アルカリ脱脂処理剤の液温を60℃、70℃、80℃の3段階に、処理時間を1分から10分まで変化させた時の接触角の測定結果を図-2に示す。処理時間3分以内では液温の影響は小さいが、3分以降の液温では、処理時間が長くなると急激に接触角の低下が見られる。



Weak alkail cleaning Strong alkail cleaning

Fig. 1 Phtographs of tape peeling test after humidity cabinet test(condition : temperature ; 50℃, humidity ; 98%)

また、70℃、60℃の液温においても、前者ほど急激な変化は見られないが、処理時間と共に接触角が低下している。すなわち、液温が高いほど、また処理時間が長いほど脱脂効果があることがわかる。発水性だけで脱脂状態を判定することはできないが、弱アルカリ脱脂剤を使用する場合、10分程度の処理時間が必需と言える。

なお、強アルカリ脱脂処理剤においては、処理温度、処理時間に関係なく、10°付近の接触角を示した。

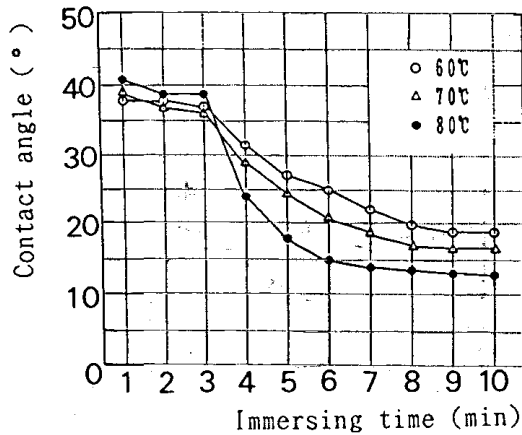


Fig. 2 Change of contact angle of magnesium die-casting treated with weak alkali cleaner (Drop liquid : distilled water)

また、同時に素材の重量の変化についても測定した。液温70℃の測定結果を図-3に示す。強アルカリ脱脂剤で処理した場合、処理時間による重量の変化は見られない。一方、弱アルカリ脱脂剤で処理した場合、処理時間7.5分まではほとんど変化はないが7.5分以降急激に減少し、15分処理では0.5mg/cm²まで減少した。マグネシウムは水溶液中においてpH11.5で不動態になり、不溶であるが、それ以下のpHでは腐食領域となることが知られている。実験に使用した脱脂剤は弱アルカリ脱脂剤がpH9.4、強アルカリ脱脂剤がpH12.8であることから、強アルカリ域においては問題ないが、弱アルカリ域では注意が必要である。しかし、処理時間10分、重量変化0.03mg/cm²程度であれば問題ないと思われる。また、脱脂処理したマグネシウムダイキャストの表面を低真空型走査電子顕微鏡により観察した。図-4にマグネシウムダイキャスト材の素材と弱アルカリ脱脂剤で70℃、10分処理したものの電子顕微鏡写真を示す。強アルカリ脱脂処理の場合および弱アルカリ脱脂処理の場合も液温が60℃ではあまり表面の変化は見られない。しかし、液温を70℃以上にした場合、(b)に見るように明らかに表面がエッチングされており、化成皮膜や塗膜の付着性において良い効果が期待できる。

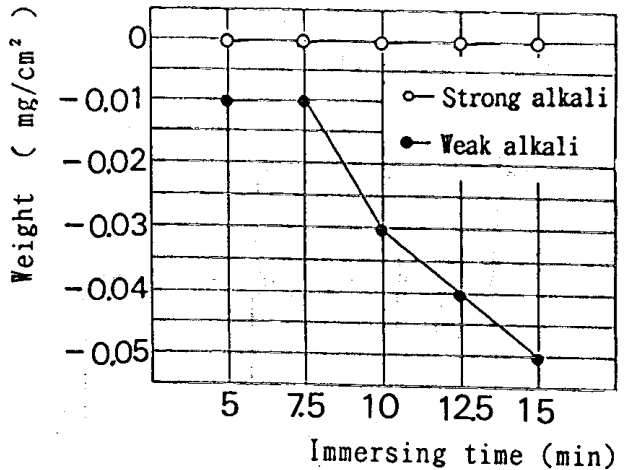


Fig. 3 Change of weight of magnesium die-casting treated with weak alkali cleaner (Treating temperature : 70°C)

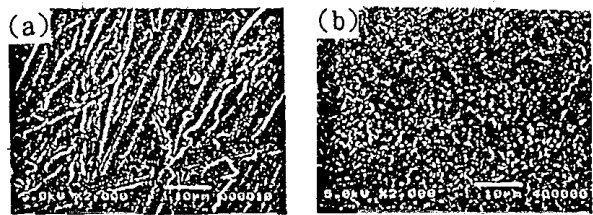


Fig. 4 SEM photographs of magnesium die-casting surface

(a):Immersing time 0min (b):Immersing time 10min

脱脂処理後の表面状態を目視で観察すると、強アルカリ脱脂処理では、ほとんど変化を認めないが、弱アルカリ脱脂処理の場合は、薄い皮膜のようなものが生成していることが確認できる。前報で、報告したように弱アルカリ脱脂だけでも、塗膜の付着性や防食性に効果があったことから、弱アルカリ脱脂処理により、防食皮膜が生成されている可能性もある。そこで、脱脂処理時間を変化させた時のオージェ電子分光分析を行った。

図-5、に未処理試験片と液温70℃の弱アルカリ脱脂処理した試験片のオージェスペクトルを示す。未処理試験片(a)においては、OとMgのピークが顕著でありそのほか不純物も多く見られる。弱アルカリ脱脂処理後の試験片(b)においては、O、Al、Mg、P元素等のピークが見られることから、アルミニウムおよびマグネシウムのリン酸塩が形成されていることが示唆される。図-6に液温70℃、1分の弱アルカリ脱脂処理した試験片(a)と10分の脱脂処理した試験片(b)の深さ方向のオージェ電子分光分析結果を示す。P元素は一定してあらわれるが、微量であり、ほとんど無視できる。どちらにおいても元素的に変化はないが、O元素は(a)ではスパッタ時間10分まで、(b)ではスパッタ時間20分程度まで一定に保持されており、処理時間10分の試験片

(b)において安定したマグネシウム及びアルミニウムの酸化物が形成されていると推定できる。

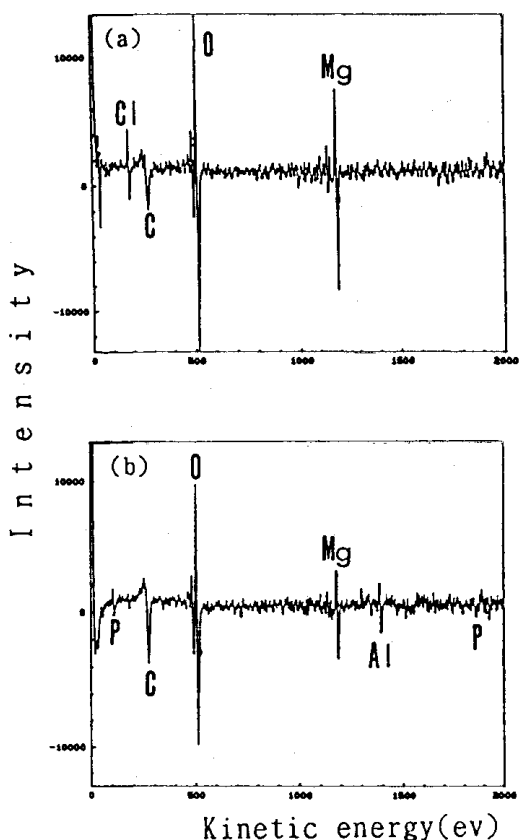


Fig. 5 AES spectra of magnesium die-casting surface treated with weak alkali cleaner
(a):Immersing time 0min (b):Immersing time 10min

3-2 化成皮膜処理の結果

図-7に処理時間と皮膜重量の関係を、図-8に処理時間60秒における表面状態を観察した結果を示す。皮膜重量は処理時間30秒から150秒で $0.02\text{mg}/\text{cm}^2$ から $0.05\text{mg}/\text{cm}^2$ と増加するが、表面状態を観察すると、処理時間75秒以上では皮膜が粉状になっており、塗膜の付着性にあまり良い影響をおよぼさないと考えられる。図-9に塩水浸漬試験における腐食状態の顕微鏡観察した写真を示す。処理時間30秒、45秒では錆の発生する割合が多くなっており皮膜が十分に生成されていないことがうかがえる。処理時間75秒、90秒では、微小な錆が発生しており、肌の荒れも見られる。処理時間60秒で処理した試験片において錆の発生がもっとも少ない結果となったことから、60秒処理で最も安定した皮膜が生成されていることがわかる。塩水噴霧試験の結果も同様な傾向を示した。

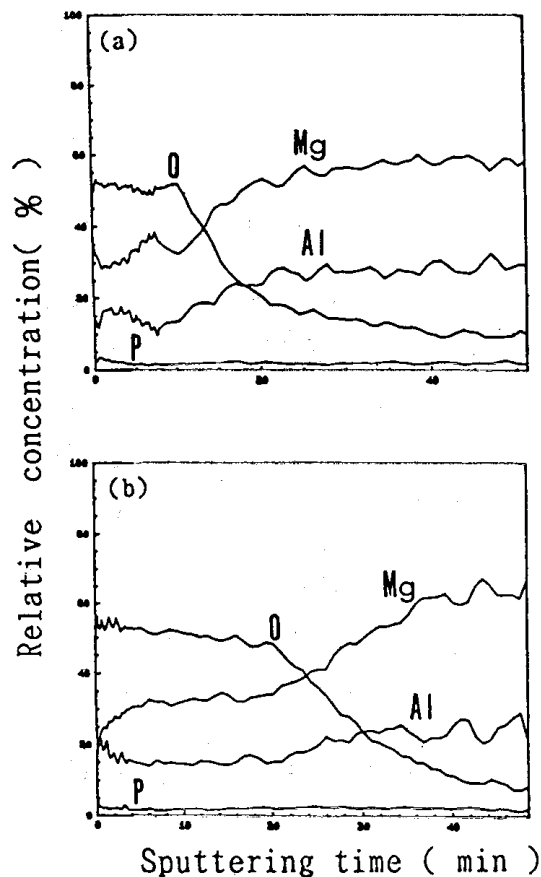


Fig. 6 AES sputtering spectra of magnesium die-casting surface treated with weak alkali cleaner
(a):Immersing time 1min (b):Immersing time 10min

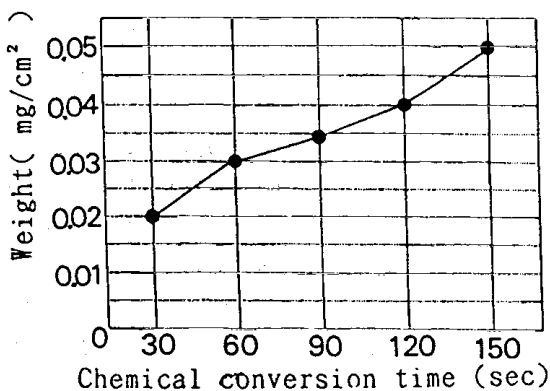


Fig. 7 Relation between immersing time and weight of chemical conversion coatings for aluminum (Treating temperature : 50°C)

3-3 塗膜の防食性 (ガス腐食試験) の結果

図-10に試験時間300時間における試験片の腐食状態の顕微鏡写真を示す。クロスカット部の腐食状態を比較すると、クロム酸処理した試験片においては、

腐食面積が広く、素材の盛り上がり、塗膜の膨れが見られる。一方、アルミニウム用化成処理した試験片においては、腐食面積は少なく、小さな塗膜の膨れ、一部素材の盛り上がり見られる程度である。すなわち、亜硫酸ガス雰囲気における防食性については、アルミニウム用化成皮膜処理した試験片の方がクロム酸処理した試験片よりも良い結果が得られた。

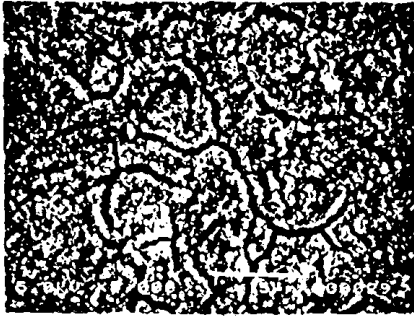


Fig. 8 SEM photographs of magnesium die-casting surface treated with chemical conversion for aluminum (Treating temperature : 50°C)

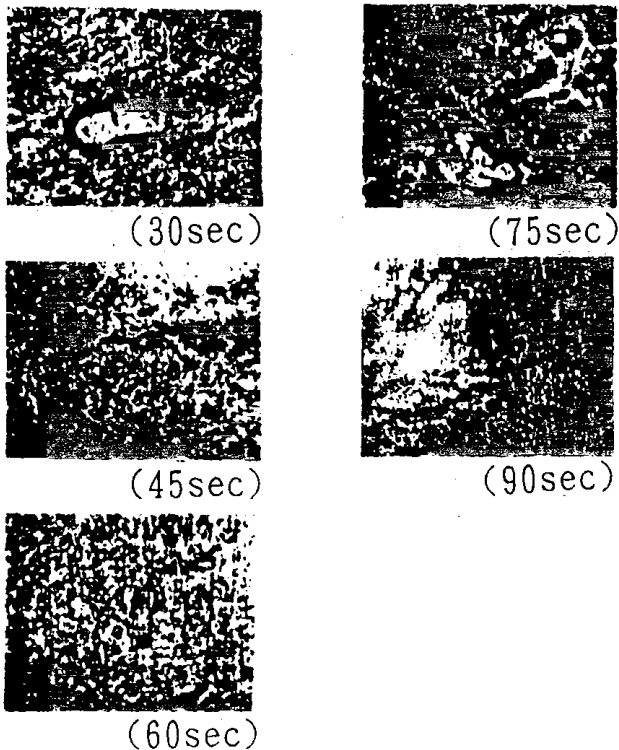
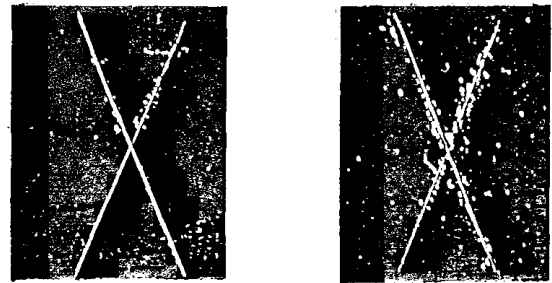


Fig. 9 Photographs of corrosion of magnesium die-casting surface treated with chemical conversion treatment for aluminum (Salt dip test condition; temperature: 30°C, concentration: 3W/V %.)

3-4 塗膜の防食性 (塩水噴霧及び塩水浸漬試験) の結果

マグネシウムダイキャストの場合、他の金属の腐食とは異なり、深さ方向に腐食が進行するため、従来の塗膜のクロスカット試験におけるクロスカット部周辺の腐食幅や目視による比較が困難である。試験片のエッジ部からの腐食の影響を避けるために、ストリップパブルペイントでマスキングを行い、試験に供した。塩水噴霧試験及び塩水浸漬試験の結果を図-11に示す。また、塩水浸漬試験後のテープ剝離試験結果の写真を図-12に示す。比較した試験片は前項と同様である。塩水噴霧試験及び塩水浸漬試験におけるテープ剝離試験の結果を試験時間で比較した場合、どちらの試験片においても、塩水噴霧試験 (Spray) で塗膜の剝離が早く生じる結果となっている。これは、塩水の濃度が2%ほど高いことと空気中の酸素の影響によるものと考えられる。クロム酸処理した試験片においては、噴霧試験では650時間、浸漬試験では800時間で塗膜の剝離が生じた。弱アルカリ脱脂処理後、アルミニウム用化成処理した試験片においては、噴霧試験750時間、浸漬試験で950時間で塗膜の剝離が生じた。



Non-chromate treatment Chromate treatment
Fig. 10 Photographs of gas corrosion test at 300 hours

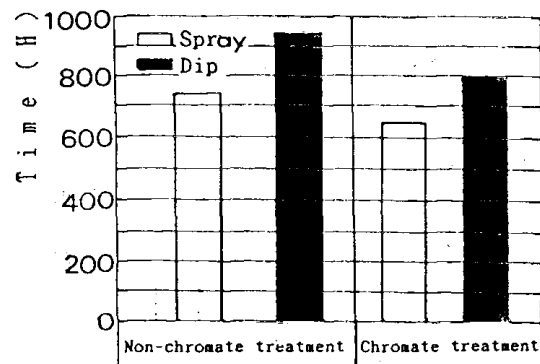


Fig. 11 Results of tape peeling test (Salt spray test condition; temperature: 35°C, concentration: 5 W/V %. Salt dip test condition; temperature: 30°C, concentration: 3 W/V %.)

3-5 塗膜の付着性

塗膜の付着性に対して雰囲気中の水分が大きな影響を及ぼすため、耐水試験あるいは耐湿試験により塗膜の付着性が著しく低下することが知られている。そこで、耐湿試験後、二次試験としてゴバン目試験、衝撃試験を行い、それぞれ処理した試験片の塗膜の付着性について比較を行った。ゴバン目試験及び衝撃試験の結果を図-13に、試験後の試験片の顕微鏡写真を図-14、図-15に示す。なお、ゴバン目試験における試験時間は、評価点数で4点以下の結果が得られた試験時間数を示した。アルミニウム用化成処理した試験片においては650時間、クロム酸処理した試験片においては550時間で評価点数4点となる結果が得られた。衝撃試験における塗膜の付着性には、瞬間応力による塗膜の破壊伸びに支配され、ゴバン目試験と同様に塗膜の下地の影響をかなり受ける。なお、衝撃試験における試験時間は、衝撃により塗膜に割れが発生し、塗膜の剝離が生じた時間数を示した。アルミニウム用化成処理した試験片においては250時間、クロム酸処理した試験片においては200時間で塗膜の剝離が生じた。

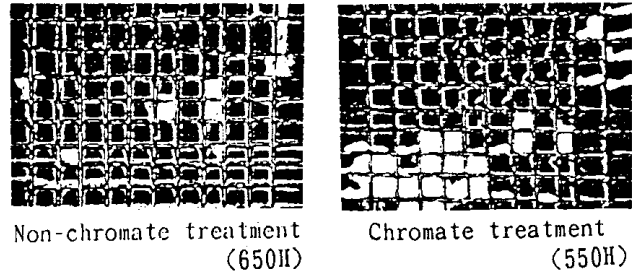


Fig. 14 Photographs of cross cut test after humidity cabinet test (condition; temperature: 50°C, humidity: 98%.)

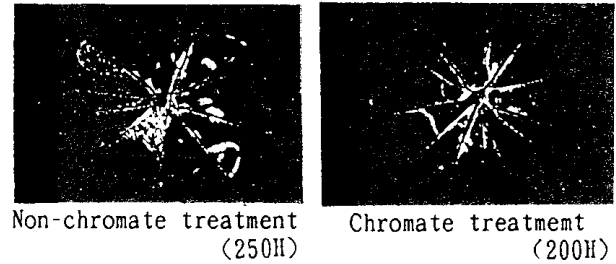


Fig. 15 Photographs of impact test after humidity cabinet test (condition; temperature: 50°C, humidity: 98%.)

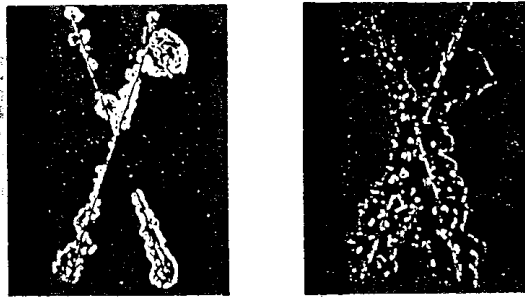


Fig. 12 Photographs of tape peeling test after salt dip test (condition; temperature: 30°C, concentration: 3 W/V %.)

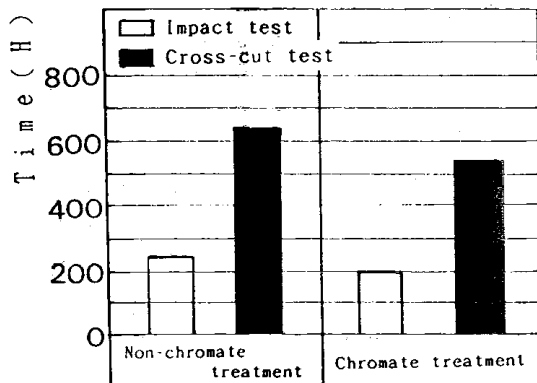


Fig. 13 Result of cross-cut test and impact test after humidity cabinet test (condition; temperature: 50°C, humidity: 98%.)

4 結 言

本研究の結果、マグネシウムダイキャスト材 (A Z91) の静電粉体塗装における塗装前処理として、弱アルカリ脱脂処理後、アルミニウム用化成皮膜処理することにより、J I S - H - 8651 - 3 種に規定されているクロム酸化成皮膜処理以上の塗膜の耐久性 (付着性や防食性) が得られることが明らかとなった。弱アルカリ脱脂処理剤による最適処理条件は、液温70°C、処理時間10分であり、アルミニウム用化成皮膜処理の最適条件は、液温50°C、処理時間60秒であった。

なお、本研究は平成6年度技術パイオニア事業として実施したものである。

キーワード: マグネシウムダイキャスト 粉体塗装
塗装前処理

参考文献

- (1) 穴沢 靖, 浪崎 安治, 丹野 信一: 岩手県工業技術センター研究報告, No. 1 (1995)
- (2) 穴沢 靖, 浪崎 安治, 丹野 信一: 岩手県工業試験場報告, No. 35 (1993)
- (3) マグネシウムマニュアル, 日本マグネシウム協会, (1992)
- (4) マグネシウム便覧, 軽金属協会

無機系産業廃棄物の特性評価

佐々木 秀 幸*、谷 藤 真 一**

Caractalization of Inorganic Waste Sludge

SASAKI hideyuki* , TANIFUJI shinichi**

Annual valuation on chemical composition of inorganic waste sludge, change of chemical composition, mineral composition and elution of heavy metals by sintering were measured, for utilization of the sludge to aggregate. The sludge have little annual variation and have very few elution of heavy metals after sintering, because the sludge changed into stable compounds.

These results support inorganic waste sludge is utilizable to aggregate.

Keyword : Waste, Sludge, Recycle, Mineral Compound, Sintering, Elution Test

1 緒 言

県内から排出される各種の汚泥は、一部で再資源化されてはいるものの、ほとんど埋め立て処分されている。特に工場系の無機汚泥は、組成が発生源によって大きく異なるため、再利用が難しく、埋め立て処分される割合が高い。しかし、この汚泥も成分や特性を把握することにより、再資源化できると思われる。

本報告は無機汚泥を、大量消費可能な建設用骨材として利用するための基礎調査に関するものである。すなわち、原料としての品質や加熱による含有成分、鉱物組成の変化、溶出特性を把握するための試験を行った結果、骨材として好ましい特性を示したので報告する。

2 実験方法

2-1 汚泥の含有成分の変動

汚泥を工業製品の原料とするためには、品質が安定していることが望ましい。製造品目の変化により成分変動が考えられる汚泥を、3か月ごとに1年間採取し含有成分を測定した。実験にはすべて105℃で乾燥させた汚泥を使用した。分析には蛍光X線分析装置(株リガク製3270型)を使用した。

2-2 加熱による含有成分及び鉱物組成の変化

汚泥を骨材として再資源化する場合、熱処理が必要であり、加熱による性状の変化を把握しておく必要がある。そこで、汚泥を電気炉により昇温速度200℃/

hrで1,100℃まで加熱した。試料を100℃ごとに採取して、加熱による含有成分及び鉱物組成の変化を測定した。解析には蛍光X線分析装置とX線回折装置(株リガク製RINT2000)を使用した。

2-3 汚泥及び焼成物に対する溶出試験

廃棄物の有害性は汚泥に含まれる金属の溶出量によって決まるため、乾燥汚泥及び1,100℃焼成物に対して、環境庁告示第13号(産業廃棄物に含まれる金属等の検定方法)に従って溶出試験を行った。分析には、原子吸光分光光度計(株日立製170型)、ICP発光分析装置(株島津製作所製ICPS-1000II)、炎光光度計(株日本分光製F-20,5021型)を使用した。

3 結果と考察

3-1 汚泥Aの含有成分の変動

今回実験に使用した汚泥A、B、Cの主な含有成分を表1に示す⁽¹⁾。汚泥Aの発生源はめっき工場、Bはレンズ研磨工場、Cは生コンクリート製造工場である。そのうちAは骨材に必要な成分のうち、アルミニウム、カルシウム、Bはケイ素分、Cはカルシウム分を比較的多く含んでいる。

汚泥Aの含有成分の月変動を図1に示す。主要成分であるアルミニウム、カルシウムは数%程度の変動のみで、微量成分においても、組成に影響するような変動は見られなかったことから、汚泥Aが原料として安

表1 汚泥試料の主な含有成分

単位: wt%

	含水率	igloss	Si	Ca	Al	Fe	Mg	P	S	Na	K	Cr	Pb	Zn	Ba
汚泥 A	75.41	32.21	2.05	7.96	12.25	0.65	0.20	5.43	1.27	0.51	0.01	2.24	0.16	4.58	0.26
汚泥 B	33.73	20.42	31.01	0.43	0.07	-	-	-	-	6.71	8.27	-	0.08	0.12	0.87
汚泥 C	67.92	1.23	11.41	28.70	3.14	2.37	0.95	0.03	0.34	0.68	0.28	-	-	0.10	-

※ ig loss以下の定量値は全て乾燥試料に対する含有量を示す

定供給されることが分かった。

3-2 加熱による含有成分及び鉱物組成の変化

加熱による含有成分の変化を調査したが、すべての汚泥で大きな変化は見られなかった。

汚泥Aの鉱物組成の変化を図2に示す。回折ピークは加熱と共に次第に変化し、600℃を超えたあたりからSnO₂, CuAl₂O₃, AlPO₄, CaSO₄, Ca₂SiO₄のピークが現れ始める。途中1,000℃でCaSO₄のピークが分解により消滅するものの、他のピークは徐々に大きくなり、結晶化が進んでいることが分かる。同じく汚泥Bの鉱

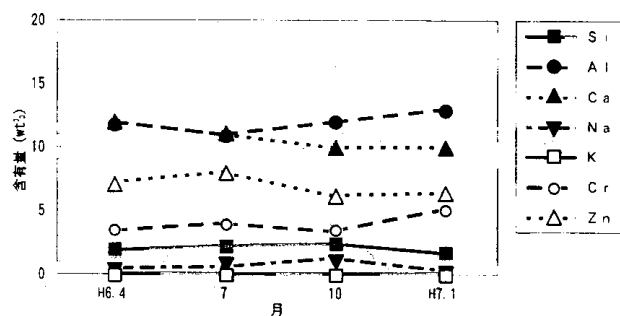


図1 汚泥Aにおける含有成分の月変動

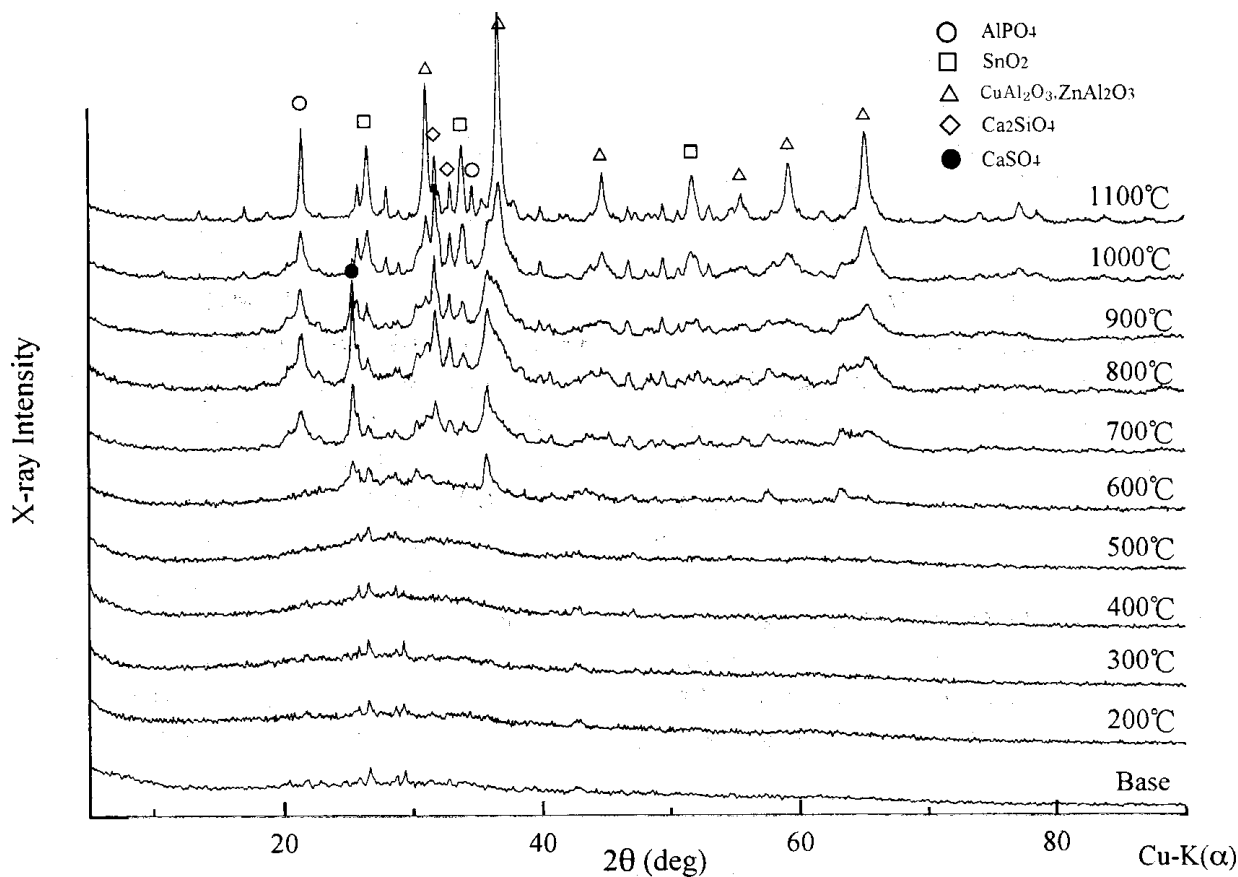


図2 加熱による鉱物組成の変化 (汚泥A)

物組成の変化を図3に示す。汚泥Bはアモルファス物質のガラス研磨粉であるため、はっきりとしたピークが認められない。これを徐々に加熱していくと900℃前後で急激に発泡、膨張し、同時にピークが現れ、結晶性ガラス発泡体が生成していることが分かる。さらに加熱を続けると再び溶融、収縮し、平滑で光沢のあるガラス固形物となった。この性質を利用すれば、軽量骨材やゆう薬として利用が可能であると考えられる。

次に汚泥Cの鉱物組成の変化を図4に示す。当初の $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 CaCO_3 、 SiO_2 のピークのうち、加熱により600℃で $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、800℃で CaCO_3 のピークが分解により消滅し⁽²⁾、これらに変わって800℃付近から CaO 、 $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$ 、 $2\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$ 、 $3\text{CaO}\cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{CaSO}_4$ といった鉱物のピークが現れ、徐々に大きくなり結晶化していることが分かる。

このように、汚泥A、Cは加熱により徐々に結晶化、一部では分解が起こり、1,000℃以上で各成分が、様々な鉱物組成としてほぼ安定化することが分かった。さらに、汚泥Bは900℃前後で結晶性発泡体、1,000℃以上でガラス固形物となることから、この性質を利用して、様々な形態の骨材を製造できるものと思われる。

3-3 溶出試験の結果

有害成分を含む汚泥A、Bとその1,100℃焼成物について、有害物に指定されている成分の溶出試験を行った結果を表2に示す。いずれも基準値⁽³⁾を下回っているが、焼成することによって、ほとんど溶出しなくなった。

その他の主な成分についての溶出率を図5、6に示す。汚泥Aでは、アルカリ成分が50%程度溶出していたものが、焼成することによって、極微量にまで抑えられている。他の成分もほとんど溶出しないが、全体的に焼成により溶出量がさらに低下する。汚泥Bは焼

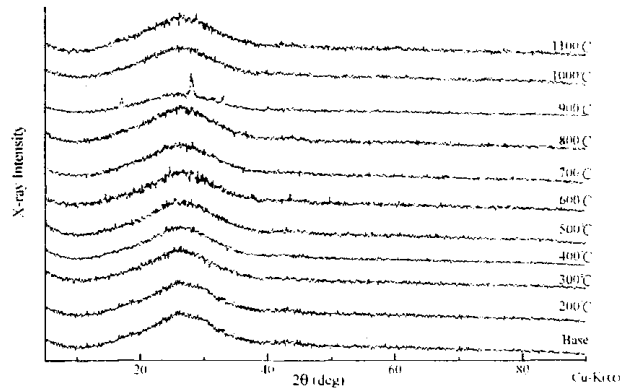


図3 加熱による鉱物組成の変化 (汚泥B)

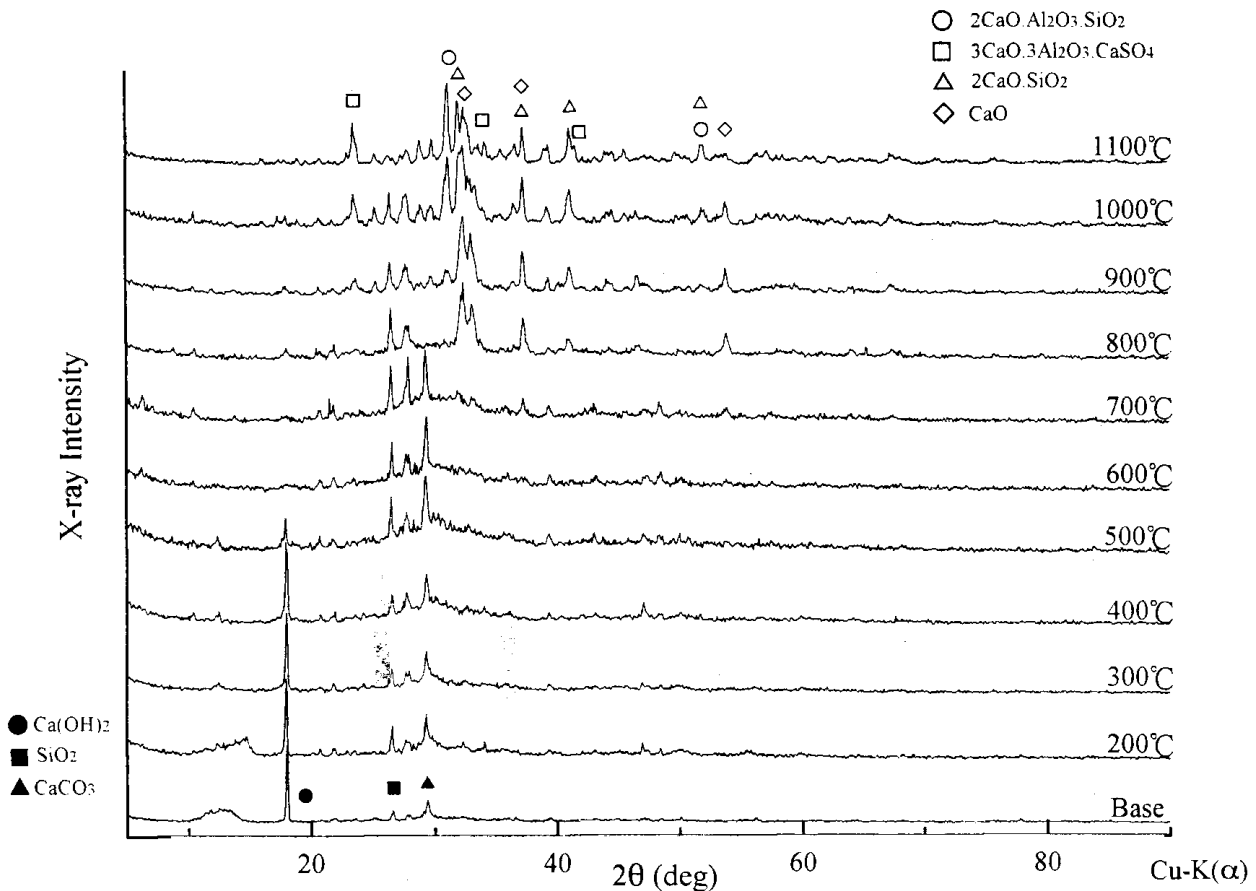


図4 加熱による鉱物組成の変化 (汚泥C)

表2 有害重金属の溶出試験結果

単位：mg/l

項目	汚泥A (105℃焼成)	汚泥A (1100℃焼成)	汚泥B (105℃焼成)	汚泥B (1100℃焼成)	溶出基準値
Pb	< 0.05	< 0.05	0.07	< 0.05	3.0
Cr ⁶⁺	< 0.02	< 0.02	—	—	1.5

※ 基準値は特別管理産業廃棄物の埋立処分に係る判定基準による

成によってガラス固形物となることから、すべての成分が溶出しなかった。

以上のように、汚泥A、Bは焼成することにより、結晶化が進み金属の溶出量が抑えられた。特に骨材に利用する際、腐食の原因となるアルカリ金属がほとんど溶出しなくなる、という好ましい結果が得られた。

4 結 言

骨材として再資源化するための基礎調査を行った結果、以下の知見が得られた。

- 1) めっき汚泥の成分変動は少なく、一年を通じて安定して供給される。
- 2) これらの汚泥は高温で焼成すると結晶化し、安定な鉱物組成に変化するため有害成分の溶出量が著しく抑えられ、骨材として好ましいものになる。
- 3) これらの汚泥を混合することにより、様々な性状に制御できる。

以上から、性状が異なる汚泥の特性を利用し、混合、焼成することにより、骨材として再利用することが可能であると思われる。

5 要 約

産業廃棄物の無機汚泥を骨材として利用するために、年間の成分変動、加熱による含有成分、鉱物組成、溶出特性を変化を調査した。汚泥の成分変動は少なく、焼成することによって安定な鉱物に変化し、有害成分の溶出が抑えられることが分かった。このことから、無機系産業廃棄物が建設用骨材に利用できる可能性が明らかになった。

キーワード：廃棄物 スラッジ 再利用 鉱物組成
焼成 溶出試験

参考文献

- (1) 佐々木, 谷藤：岩手工業技術センター研究報告, No. 1, 35(1995)
- (2) 大門：セメントの科学, 内田老鶴圃 (1989)
- (3) 厚生省：金属等を含む産業廃棄物に係る判定基準を定める総理府令

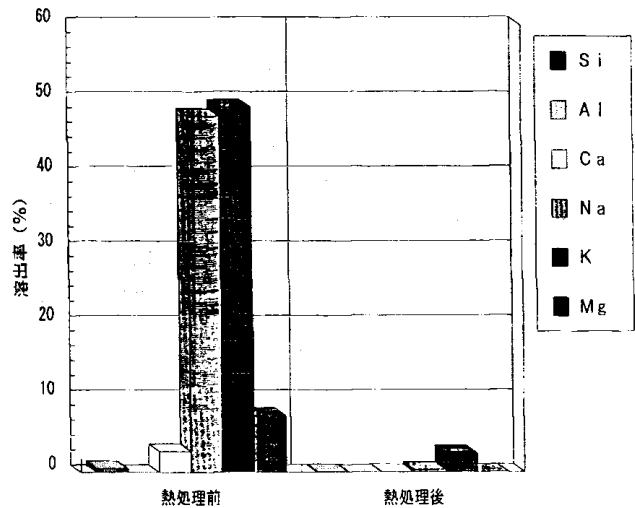


図5 熱処理前後の溶出率の比較 (汚泥A)

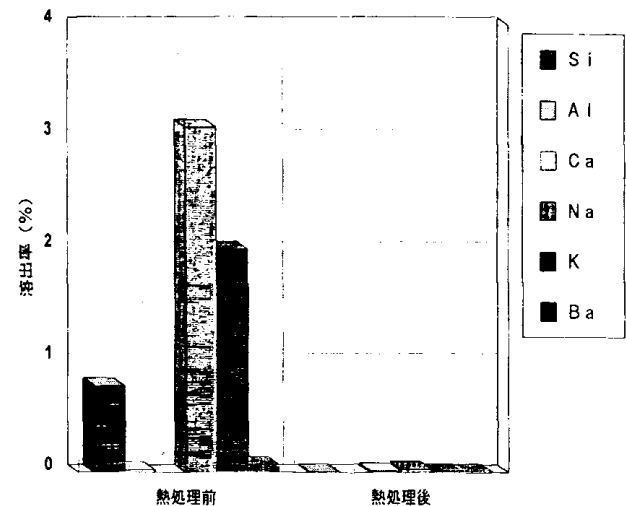


図6 熱処理前後の溶出率の比較 (汚泥B)

Bacillus subtilis Kinemaからの 細胞外セリンプロテアーゼの精製

小 浜 恵 子*、山 本 忠**

Purification of Extracellular Serine Proteinase from *Bacillus subtilis* Kinema

KOHAMA Keiko*, YAMAMOTO Tadashi**

An extracellular serine proteinase was purified from *Bacillus subtilis* Kinema. Molecular weight of the enzyme was about 30,000, and the activity was inhibited by phenylmethylsulfonyl fluoride. The sequence for the first 12 amino acids was AQSVPYGISQIK. It was identical to subtilisin NAT, subtilisin E and subtilisin amylosacchariticus respectively.

Keyword : *Bacillus subtilis*, Extracellular Serine Proteinase

1 緒 言

納豆は、納豆菌 (*Bacillus natto*) により生産されるビタミンを多く含み、酵素作用によって難消化性の大豆の栄養価を高めたすぐれた発酵食品である。最近では、納豆中には、血栓を溶解する効果のある細胞外セリンプロテアーゼの一種、いわゆるナットウキナーゼが存在することが報告され注目を浴びた⁽¹⁾。業者では独自にナットウキナーゼ高含量をうたった製品を開発販売しているが、その多くは製造法に工夫をこらしたと思われるものが多く、納豆菌自体がナットウキナーゼを高生産するものは少ないとの報告もある⁽²⁾。また、市販の納豆に使用されている納豆菌 (*Bacillus natto*) は頒布業者が限定されており、各社の製品中に含まれるナットウキナーゼは同一のものである。

我々は、ネパールで製造されている発酵大豆食品であるキネマより単離された *Bacillus subtilis* Kinema (東北大より分譲) より新たな細胞外プロテアーゼ (ナットウキナーゼ) を探索・精製し、そこから得られる情報を利用した新規の製品開発を目的として研究に着手した。

2 研究方法

2-1 プロテアーゼ活性測定法

プロテアーゼ活性はカゼインを基質として遊離する Tyr を定量する Anson らの方法を改良した一島らの方法⁽³⁾により測定した。

2-2 タンパク質の測定

タンパク量は Bradford の方法⁽⁴⁾により、BSA を標準として 595nm の吸収を測定して求めた。

2-3 *Bacillus subtilis* Kinema の生産する細胞外プロテアーゼ精製法

Bacillus subtilis Kinema を LB 培地 (ポリペプトン 10 g、酵母エキス 5 g、NaCl₂ 5 g、Distilled water 1 l) に植菌して 37℃、24 時間培養し、4℃、12,300×g、20 分間遠心して菌体を分離した。培養上清に硫酸飽和 85% となるように添加し、12,300×g、20 分間遠心分離して沈殿物を集めた。沈殿物は 2 mM 酢酸カルシウムを含む 10 mM Tris-HCl 緩衝液 (pH 7.5) に溶解し、同緩衝液に透析した。10 mM の Tris-HCl 緩衝液 (pH 7.5) で平衡化した MonoQ カラム HR5/5 にアプライし、非吸着画分を集めた。集めた画分を酢酸緩衝液 (pH 5.0) に透析し、同緩衝液で平衡化した MonoS カラム HR5/5 にアプライして非吸着画分を溶出後、0.1 M NaCl を含む同緩衝液で溶出し、活性画分を分取した。

2-4 SDS ポリアクリルアミド電気泳動

電気泳動は Laemmli の方法⁽⁵⁾により行った。グラジエントゲル 10-20% を使い、クマシーブリリアントブルーにより染色して検出した。

現在 * 岩手県工業技術センター 応用生物部 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2

** 岩手県工業技術センター 企画情報部 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2

2-5 N末アミノ酸配列の決定

精製された細胞外セリンプロテアーゼのN末端アミノ酸の配列は Applied Biosystems 社のプロテインシーケンサー473により決定した。

3 結果及び考察

2-2に示した精製法により得られた活性画分をSDSポリアクリルアミド電気泳動により、泳動した結果をFig. 1に示した。単一のバンドとして検出され、分子量約30,000であった (subtilisin kinema)。既に精製、クローニングされている *Bacillus natto* のセリンプロテアーゼ (ナットウキナーゼ) subtilisin NAT⁽⁶⁾と同様である。また、精製された酵素の活性は、セリンプロテアーゼ阻害剤である phenylmethylsulfonyl fluoride (PMSF) 10mM存在下で完全に阻害された。得られた精製酵素の比活性は、Tyr 1 mol/mg protein · secを 1 Katとしたとき 40nKatであった。 *Bacillus subtilis* Kinemaからは、今回精製したsubtilisin kinemaの他に90kDaの分子量で等電点が3.9である細胞外セリンプロテアーゼが精製され、Bacillopeptidase Fと相同性が高いこと、等電点がこのように低いセリンプロテアーゼは例がないことが報告されている⁽⁷⁾。いわゆるナットウキナーゼと呼ばれている今回精製した細胞外酵素の基質特異性、フィブリン塊 (血栓) 溶解活性等の生理活性については今後検討する。

Fig. 2には今回精製した酵素のN末端配列を解析した結果を示した。比較として *Bacillus natto* の生産するsubtilisin NAT、及び既に報告されている各種 *Bacillus* 属の生産する細胞外セリンプロテアーゼ subtilisin E^{(8),(9)}、subtilisin amylosacchariticus⁽¹⁰⁾、subtilisin BPN⁽¹¹⁾、subtilisin Carlsberg⁽¹²⁾を示した。Fig. 2に示した通り、subtilisin NAT等のプロセッシングを受けた後、細胞外に分泌された酵素の最初の12残基と全く同一であった。これらの酵素はsubtilisinファミリーに属するものであるが基質特異性、免疫的同一性などに差異が見られることより、特性解析が今後の課題である。

4 要約

Bacillus subtilis Kinemaの生産する細胞外セリンプロテアーゼ (ナットウキナーゼ) をイオン交換クロマトグラフィーによって単一に精製した。精製した酵素のN末端12残基は *Bacillus natto* の生産するsubtilisin NATと全く同一であった。精製した酵素の特性、生理活性について現在検討している。

キーワード: 枯草菌 細胞外セリンプロテアーゼ

本研究を実施するに当たり、キネマの菌株を分譲、併せて、ご指導ご助言していただいた東北大学農学部一島英治教授に感謝いたします。

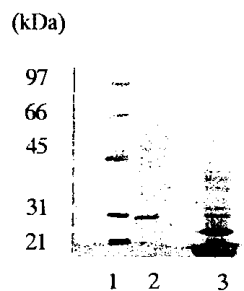


Fig. 1 SDS-PAGE of Purified Serine proteinase from Kinema.

Lane 1 : marker, Lane 2 : purified protein, Lane 3 : supernatant of Kinema cultivated broth.

	1	10
Subtilisin Kinema	<u>A</u> QSV <u>P</u> Y <u>G</u> ISQ <u>I</u> K	
Subtilisin NAT	<u>A</u> QSV <u>P</u> Y <u>G</u> ISQ <u>I</u> K	
Subtilisin E	<u>A</u> QSV <u>P</u> Y <u>G</u> ISQ <u>I</u> K	
Amylosaccharitics	<u>A</u> QSV <u>P</u> Y <u>G</u> ISQ <u>I</u> K	
Subtilisin BPN	<u>A</u> QSV <u>P</u> Y <u>G</u> V <u>S</u> Q <u>I</u> K	
Subtilisin Carlsberg	<u>A</u> Q <u>T</u> V <u>P</u> Y <u>G</u> I <u>P</u> Q <u>I</u> K	

Fig. 2 Amino Acid Sequences of a Serine Proteinase from Kinema and Related Bacterial Serine Proteinases.

参考文献

- (1) 須見洋行: 醸造協会誌, **85**, 518 (1990)
- (2) 木内 幹, 鈴木英也: 食品と科学, **33**, 85 (1991)
- (3) E. Ichishima, Y. Takeda, K. Taira, and M. Takeuchi: *Biochim.Biophys.Acta.* **869**, 178 (1986)
- (4) M. Bradford: *Annal.Biochem.*, **72**, 248 (1976)
- (5) V. K. Laemmli: *Nature*, **227**, 680 (1970)
- (6) T. Nakamura, Y. Yamagata, and E. Ichishima: *Biosci. Biotech. Biochem.*, **56**, 1869 (1992)
- (7) T. Kato, Y. Yamagata, and E. Ichishima: *Biosci. Biotech. Biochem.*, **56**, 1166 (1992)
- (8) M. L. Stahl and E. Ferrari: *J. Bacteriol.*, **158**, 411 (1984)
- (9) S. L. Wong, C. W. Price, D. S. Goldfarb, and R. H. Doi: *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.*, **81**, 1184 (1984)
- (10) T. Yoshimoto, H. Oyama, T. Honda, H. Tone, T. Takeshita, T. Kamiyama, and D. Tsuru: *J. Biochem.*, **103**, 1060 (1988)
- (11) N. Vsantha, L. D. Thompson, C. Rhodes, C. Banner, J. Nagle, and D. Filpula: *J. Bacteriol.*, **159**, 811 (1984)
- (12) M. Jacobs, M. Eliasson, M. Uhlen, and J.-I. Flock: *Nucl. Acid. Res.*, **13**, 8913 (1985)

[研究報告]

サケ及びサケを原料とした魚醬からのアンジオテンシン I 変換酵素阻害ペプチドの分離

小 浜 恵 子*、高 橋 亨*、大 澤 純 也*

Preparation and Separation of Angiotensin I Converting Enzyme Inhibitory Peptides from Salmon

KOHAMA Keiko*, TAKAHASHI Touru*, OHSAWA Junya*

Angiotensin I-converting enzyme (ACE) is an exopeptidase related to the blood pressure control system. The enzyme converts in active decapeptide angiotensin I to potent vasoconstrictive octapeptide angiotensin II and also degrades vasodepressive nonapeptide bradykinin. It has become known specific ACE inhibitors reduce blood pressure. Salmon meat protein was hydrolyzed with protease, and the hydrolyzate tested for inhibitory activity against ACE. When pepsin, trypsin, chymotrypsin was used in hydrolyzation, The pepsin treated hydrolyzate showed the highest activity. Ethanol extracted fish-sauce (gyoshoyu) fermented from salmon processing residue was tested. It showed high activity, 50% inhibition against ACE at 0.24mg protein/ml. ACE inhibitory peptides from fish-sauce were separated by reverse-phase HPLC and gel chromatography.

Keyword : Angiotensin I Converting Enzyme, Peptide, Inhibitor, Salmon

1 緒 言

アンジオテンシン I 変換酵素 (EC3.4.15.1 : ACE) は、アンジオテンシン I を強力な昇圧ペプチドであるアンジオテンシン II に変換するとともに降圧ペプチドであるブラジキニンを不活化する反応を触媒する。したがって、ACE を特異的に阻害する物質は血圧上昇を抑制する作用を有し、カプトプリルなどは経口投与可能な医薬品として実用化されている。

近年、さまざまな生物資源から ACE を阻害するペプチドが見いだされており、食品として摂取して高血圧予防に役立てようとする試みがなされている⁽¹⁻³⁾。

岩手県においては栽培漁業としてサケにも注力しており、その加工技術についても工夫が成されているが、加工残滓の利用や、いわゆるブナサケといわれる産卵期の肉質が軟化し加工が困難なものについては更に付加価値の高い利用法が望まれている。そこで本研究においてはサケ及びサケを原料とした魚醬より、ACE 阻害活性を有するペプチドを分離し、精製を試みたので報告する。

2 研究方法

2-1 試料及び調製方法

サケサンプルとして平成 7 年 1 月に釜石港に水揚げされた体長、体重ほぼ同一な雄サケ (銀毛サケ及びブ

ナサケ) を岩手県水産技術センターより分譲を受けた。サケの筋肉部分 25 g に対し、脱イオン水 250 ml を加えてホモジナイズした。pH を加水分解に用いるプロテアーゼの至適 pH に調整し、各プロテアーゼを 100 mg 添加あるいは無添加で 40℃、5 時間インキュベートした。使用したプロテアーゼはトリプシン (牛睪臓由来、ベーリンガーマンハイム製)、キモトリプシン (牛睪臓由来、ベーリンガーマンハイム製)、ペプシン (豚胃粘膜由来、ベーリンガーマンハイム製) の 3 種である。また無添加のものは pH 無調整 (pH 7) で反応した。反応後、pH を 7 に調整し、98℃ 10 分間加熱して酵素を失活させ、12,300 × g、10 分間遠心分離して分解液を得た。

サケ加工残滓から製造される魚醬及び発酵終了後に油分を分離して圧搾した残滓は、(株)海拓舎より分譲を受けた。これらのサンプルは 2 倍容のエタノールで抽出を行った後、沈澱物を 12,300 × g、10 分間遠心分離して除去し、上清を減圧乾固して脱イオン水に溶解した。

2-2 魚醬からの阻害活性画分の分離

調製した魚醬のエタノール抽出物を限外濾過膜を用いて (ミリポア、UFC4LGC25) 分画分子量 1 万以下のペプチドを得、HPLC により分画した。クロマトグラフ : ファルマシア SMART system、カラム : ファル

* 岩手県工業技術センター 応用生物部 岩手県盛岡市飯岡新田 3-35-2

マシアPC3.2/3、流速0.1ml/min、solvent system : (A) 0.1% TFA in water (B) 0.1% TFA in acetonitrile、A to B 0-40%/30minのリニアグラジエントで分離し、検出波長215nmで0.2mlずつ分取した。HPLC活性画分は減圧乾固して濃縮し、20mMリン酸バッファー (pH7.0) で平衡化したSuperdex peptideカラムに負荷し、流速0.25ml/minでゲル濾過した。更にゲル濾過したNo.1及びNo.2画分をHPLCにより精製した。カラム：ファルマシアPC3.2/3、流速0.25ml/min、solvent system : (A) 0.1% TFA in water (B) 0.1% TFA in 60% acetonitrile、A to B 0-100%/25minのリニアグラジエントで分離した。

2-3 ACE阻害活性測定法

ACE 5 mU (ウサギ肺由来、和光純薬製)、Hippuryl-L-histidyl-L-leucine 5 mM (シグマ製) を用い、Liebermanの測定法を改良した山本ら⁽⁴⁾の方法に準じて測定した。生成した馬尿酸を酢酸エチルにて抽出し、228nmの吸光度を測定した。被験液での吸光度をEs、被験液の代わりに水を加えたときの値をEc、あらかじめ反応停止液を加えて反応させたときの値をEbとして、

$$\text{阻害率 (\%)} = (Ec - Es) / (Ec - Eb) \times 100$$

で表した。IC₅₀の値は、上式によって得られる阻害率が50%を示す反応液中の試料の蛋白質濃度としてもとめた。また、蛋白質量はケルダール法により得られた窒素量に6.25を乗じて算出した。

3 結果及び考察

3-1 サケの酵素分解液中のACE阻害ペプチド

Table I に各種酵素により得られた分解液の活性を示した。銀毛サケ、ブナサケ共にペプシン分解物が最も高い値を示した。ペプシン酵素自体に阻害活性が見られたが (data not shown)、それを考慮しても最も

Table I . ACE Inhibitory Activity of Enzymatic Hydrolyzate

Sample	pH	IC ₅₀ (mg protein/ml)
Pre-spawning chum salmon		
Trypsin	8	1.26
Chymotrypsin	8	0.74
Pepsin	3	0.56
None	7	1.58
Spawning chum salmon		
Trypsin	8	0.92
Chymotrypsin	8	0.84
Pepsin	3	0.60
None	7	0.98

高い活性を示した。産卵期のいわゆるブナ化が進んだサケは非常に高いプロテアーゼ活性を有していることが報告されており、加工上問題となる場合もある。筋肉の軟化現象は、産卵期の生理的変化に伴う筋肉内在性プロテアーゼの増大、筋細胞間に分布するマクロファージ様食細胞の増加に伴うカテプシンLの増大によることが報告されている⁽⁵⁾。

Table I に示したように、酵素無添加の場合ブナサケは銀毛サケよりも高い阻害活性を示しており、プロテアーゼ活性の増大により、自己消化を起こしているものと思われる。加工食品として利用価値の低いブナサケを材料としても、生理機能を有するペプチド剤として使用できる可能性があり、呈味性を考慮して食品素材として活用できるとと思われる。

3-2 魚醬中のACE阻害ペプチドの分離

サケ加工残滓から製造されている魚醬は *Aspergillus soiya* を用いた魚麹を利用して発酵させ製造されている。頭部、内臓、骨等の部分も材料としており、魚醬中にはさまざまな生理機能を有する物質が含まれると期待される。魚醬及び魚醬の圧搾残滓よりエタノール抽出した画分のIC₅₀値はそれぞれ0.24mg protein/ml、1.68mg protein/mlであった。圧搾残滓を上記のプロテアーゼにより分解を試みたが、IC₅₀値に変化はなかった。

Table II Separation of ACE Inhibitors from Ethanol Extracted Fish-sauce

Fraction No.	ACE Inhibition (%)
1	0.0
2	73.6
3	4.7
4	14.3
5	13.5
6	4.1
7	7.0
8	0.0
9	0.0
10	0.0

また魚醬のエタノール抽出物を限外濾過したところ、活性の8割が分子量1万以下の低分子画分に存在していた (data not shown)。この低分子画分について逆層クロマトグラフィーにより分画した結果をTable II に示した。最も活性の高かったFraction 2をゲル濾過クロマトグラフィーに供した結果を Fig. 1 に示し

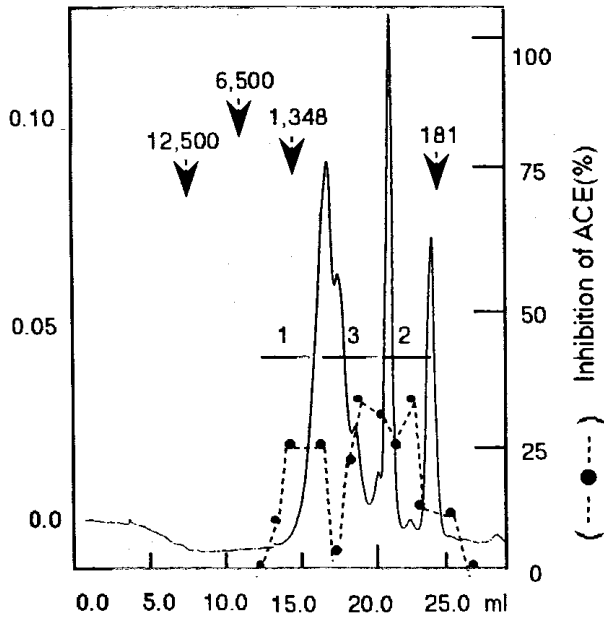


Fig. 1 Gel Chromatography on a Superdex Peptide 10/30 of Fraction 2.

Number in the figure indicates molecular weight of standard marker.

た。活性画分は分散しており、図中に示した分子量マーカーによれば分子量約1,300~200の間に存在している。Fig. 1のように3画分に分け、更にHPLCによる精製を試みた。比較的パターンが単純であったNo. 1及びNo. 2についてのクロマトグラフィーのパターンをFig. 2に、阻害活性について、Table IIIに示した。それぞれのピークについてアミノ酸組成と配列の決定を現在実施している。

ACEの阻害ペプチドはさまざまな生物資源から分離されている。魚類ではイワシ加熱筋肉から分離され、その1つがアクチン由来のペプチドであることが報告されている^{(6),(7)}。in vivoの結果でも高血圧ラットに対し、静脈注入⁽⁸⁾、腹腔内投与、あるいは経口でも降圧効果があったとの報告もある。

Table III ACE Inhibitory Activity of No.1 and No.2

Peak No.	ACE Inhibition (%)
No.1	
P1, P2	34.0
P3	0.0
P4	25.0
No.2	
P1	31.0
P2	23.4

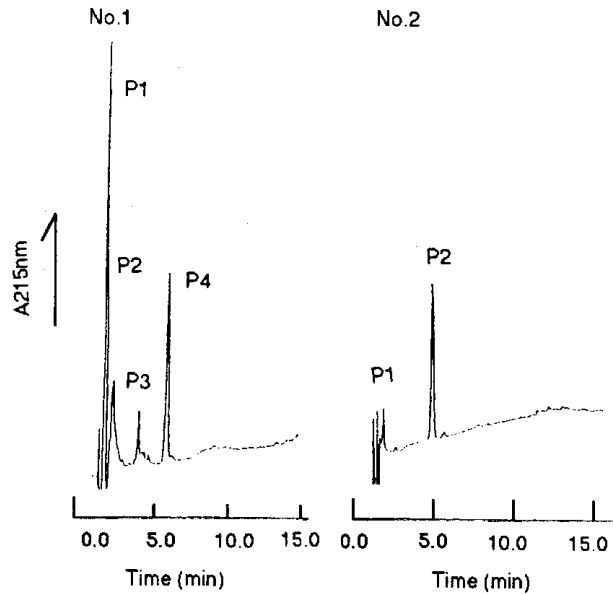


Fig. 2 Reverse -Phase HPLC of No.1 and No.2 Eluted Gel Chromatography.

ACE阻害活性とペプチド配列との相関に関しては、いくつかの報告が見られるが、Cheungら⁽⁹⁾はジペプチドについて、C末端及びN末端アミノ酸と阻害活性との関係を詳細に調べており、C末端アミノ酸としてはトリプトファン、チロシン、プロリン、フェニルアラニン、またN末端としてはバリン、イソロイシンを有するジペプチドが高い活性を有することを明らかにしている。

今後、単離したペプチドの配列を明らかにし、既報の知見と比較していく予定である。また in vivoでの効果も明らかにするのが今後の課題である。

4 要約

サケ（銀毛サケ、ブナサケ）をプロテアーゼで分解することにより、ACEを阻害するペプチドを取得した。使用したプロテアーゼ中ではペプシン分解物が最も活性が高かった。また、サケ加工残渣を利用して製造される魚醬のエタノール抽出物は IC₅₀が0.24mg/proteinと高い活性を有しており、抽出物からHPLCにより更に分画を進めている。

キーワード：アンジオテンシン変換酵素
ペプチド阻害剤 サケ

本研究を実施するにあたり、試料を提供していただきました岩手県水産技術センター、並びに(株)海拓舎に深く感謝いたします。

参考文献

- (1) 千葉英雄, 吉川正明: 化学と生物, **25**, 396 (1987)
- (2) 丸山 進: バイオサイエンスとインダストリー, **47**, 1182 (1989)
- (3) 末綱邦男: 発酵と工業, **46**, 179 (1988)
- (4) 山本節子, 戸井田一郎, 岩井和郎: 日胸疾会誌, **18**, 297 (1980)
- (5) 山下倫明: 日本水産学会誌, **60**, 439 (1994)
- (6) 受田浩之, 松田秀喜, 黒田浩之, 箴島克裕, 松藤 寛, 箴島 豊: 日本農芸化学会誌, **65**, 1223 (1991)
- (7) 受田浩之, 松田秀喜, 箴島克裕, 松藤 寛, 松井利郎, 箴島 豊: 日本農芸化学会誌, **66**, 25 (1992)
- (8) 末綱邦男, 箴島克裕: 日本栄養・食糧学会誌, **42**, 47 (1989)
- (9) H.S.Cheung, F.I.Wang, M.A.Ondetti, E.F.Sabo and D.W.Cushman: *J.Biol.Chem*, **255**, 401 (1980)

細胞融合によるパン酵母の育種

米倉裕一*、伊藤るり子**、大澤純也*

Selective Hybridization Between Baker's Yeast and Sake Yeast by Cell Fusion

YONEKURA Yuichi*, ITOU Ruriko**, OHSAWA Junya*

To obtain baker's yeast which will produce desirable flavor of bread, cell fusion between baker's yeast (Tokyo Nodai No.1464 strain) and sake yeast (kyokai No.7 strain) is attempted. Seven strains of yeasts are obtained by this method, and these are tried out by baking test.

One (No.6 strain) of these strains gives good fermentation characteristics, and gives less acid smell as compared with M Yeast (SANKYO Co.) on the market. These results suggest that No.6 strain obtained by cell fusion is well balanced for fermentation and flavor.

Keyword : Cell Fusion, Baker's Yeast

1 緒言

パン業界において重要な課題は、商品の多様化を含め、消費者嗜好にあった新製品の開発、製造工程の合理化とコストダウンである。これらの推進を図るためには、従来の製造技術を基盤とした高度な先端技術の積極的な導入を行うことが必要かつ最善の方策と考えられる。また、細胞融合、遺伝子操作等のバイオテクノロジー関連技術により様々な形質を持った酵母が育種されている。

このことを踏まえ、香りに特徴のある酵母の選抜を行うために、第一報⁽¹⁾では、培地、培養条件の検討、ガスクロマトグラフィー分析条件の設定及び分析、市販パン酵母やその他の酵母を使用して製パン試験を行い市販パン酵母とその他の酵母の相違を明らかにした。前報⁽²⁾では、目的フレーバー検索のためのフレーバー添加による焼成試験を行った。

本報では、パン酵母と清酒酵母（協会7号）との細胞融合、焼成試験を行い、パン酵母の選抜を行った。

2 研究方法

1 供試菌株

パン酵母1464株（東京農大譲渡株）、清酒酵母（協会7号）を使用した。

2 マーカーの付与

マーカーとして、薬剤耐性株（カナバニン要求性株、

セルレニン要求性株⁽³⁾を用いた。

3 細胞融合

ポリエチレングリコール(PEG)法にて行った。

4 融合の判定

第一報⁽¹⁾に従い、過塩素酸によりDNAを抽出し比色にて測定した。判定は、親株とのDNA含量比により行なった。

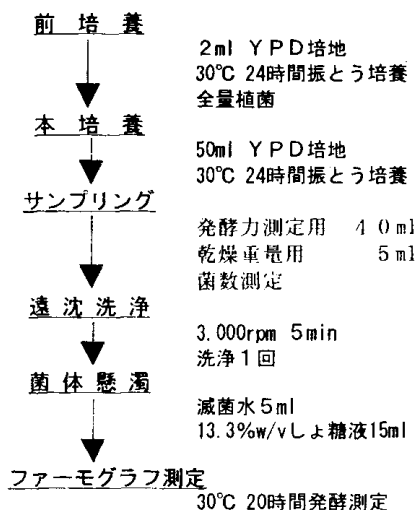


図1 ファーマグラフによる溶液発酵試験

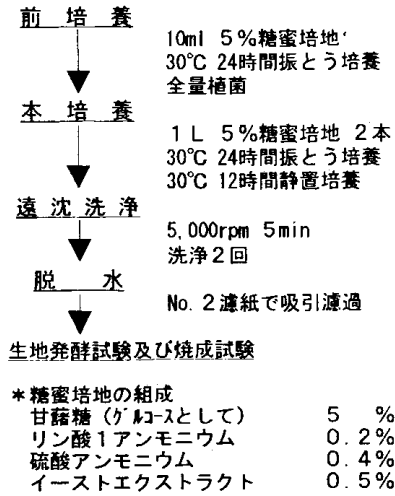


図2 生地発酵・焼成試験の培養法

表1 生地発酵力試験の配合割合

	無糖生地	低糖生地	高糖生地
配合			
強力粉	100%	100%	100%
グラニュー糖	-	5%	30%
食塩	0.5%	2%	0.5%
イースト	2%	2%	3%
水	65%	62%	62%
工程			
ミキシング	L2	L2	L2
分割	33.5g	34.2g	37.1g

表2 直捏、中種製パン試験法の基準値

	中種	本捏	直捏
配合			
強力粉	70%	30%	100%
グラニュー糖	-	5%	5%
食塩	-	2%	2%
ショートニング	-	5%	5%
イーストフード	0.1%	-	0.1%
イースト	2%	-	2%
水	42%	23~26%	75%
工程			
ミキシング	M3	L3, M2, L2, M2, H1	おしゃべり
捏上温度	24.5±0.5°C	27±1°C	30°C
発酵時間	4hr	-	400~1100mi
フロアタイム	-	20分	-
分割	-	300g	-
ベンチタイム	-	15分	-
成型	-	ワンローフ	-
ホイロ	-	38°C, RH85%, 型上0.5cm	-
焼成	-	上 190°C	-
		下 210°C	-
		25分	-

5 融合株の培養液の香気成分

麹汁培地(ポーメ10)、グルコース5%加YM培地(YM5培地)、マルトエクストラクト培地にて30°C、3日間静置培養を行い、ヘッドスペースガスクロマトグラフィー(ガスクロ)により分析を行った。ガスクロの分析条件は、第一報¹⁾に準じた。

6 融合株の溶液発酵、生地発酵試験

液発酵試験は図1に従い、生地発酵試験は図2、表1に従って行った。

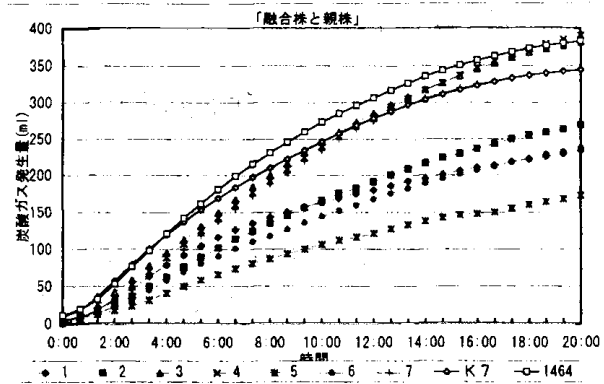


図3 溶液発酵による融合株の発酵力

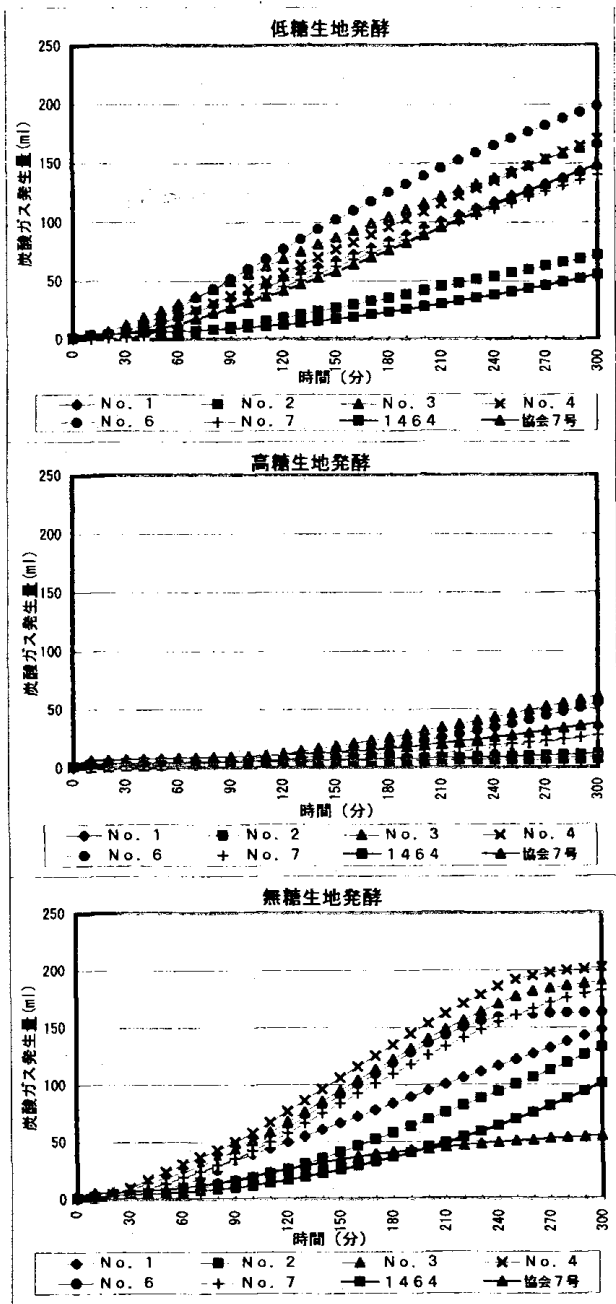


図4 積算の細胞融合株の生地発酵力

細胞融合によるパン酵母の育種

表3 ストレート法による製パンテスト

	イースト量 (%)	捏上温度 (°C)	発酵時間 (min)	パンチタイム (min)	ホイロ (min)	焼成 (min)	容積 (ml)	重量 (g)	比容積	備考
No. 1	2.0	27.0	182	45	96	18	860	272	3.2	*発酵600mlで打切
No. 3	2.5	29.0	61	24	70	25	1,205	256	4.7	
No. 4	2.5	27.8	61	24	70	25	1,205	253	4.8	
No. 6	3.0	28.0	46	40	60	20	1,270	256	5.0	
No. 7	3.0	27.5	56	40	104	20	1,340	252	5.3	
協会7号	2.0	29.0	180	20	117	18	1,205	257	4.7	*オーブンスプリング無し
1464	2.0	29.0	182	45	96	18	890	271	3.3	

表4 中種法による製パンテスト

	中種				本種							
	イースト量 (%)	捏上温度 (°C)	中種発酵 (時:分)	終点温度 (°C)	捏上温度 (°C)	70分タイム (min)	パンチタイム (min)	ホイロ (min)	焼成 (min)	容積 (ml)	重量 (g)	比容積
No. 3	2.5	25.6	4:15	29.2	28.0	20	15	75	25	1,250	241	5.2
No. 4	2.5	24.9	4:00	30.5	26.5	20	15	70	25	1,205	246	4.9
No. 6	2.5	25.6	4:00	29.0	27.0	20	15	57	25	1,260	252	5.0
No. 7	2.5	24.9	4:00	30.0	28.0	20	28	75	25	1,057	234	4.5
Mイースト	2.5	25.1	4:00	28.0	27.0	20	15	43	25	1,270	243	5.2

7 焼成試験

ストレート法は、表2に示すとおり、ミキシングをホームベーカリーにて行った。また、中種法は、パン用酵母試験法に準じ(表2)、製パン後の香気成分分析は、第一報の方法⁽¹⁾に準じた。

3 結果及び考察

1 溶液発酵力

清酒酵母協会7号と東京農大譲渡パン酵母(1464株)とで得られた11株についてDNA含量測定により融合株の判定を行った結果、7株が融合株と推定された。この7株の溶液発酵力(図2)は、No. 1、2、6株は親株の60~70%を示し、No. 3、4、7株では親株と相違ない発酵力を示した。No. 5株は、親株の半分以下の発酵力であった。また、これらすべての融合株の初期発酵力は親株よりも弱かった。

溶液における香気生成能は、麹汁培地、YM5培地、マルトエキス培地において特別の差は見られなかった。

2 生地発酵力

No. 1、2、3、4、6、7株及び親株のファーモグラフによる生地発酵力試験、ストレート法による焼成試験結果は、図3、4、及び、表5の通りである。今回のイーストの培養方法では、低糖生地、または無糖生地発酵を行った場合は市販パン酵母と変わらない活性を示すが、高糖生地発酵では半分以下の活性しか示さなかった。この原因は流加培養、pH調整を行わなかったこと、同調培養の時間設定が不適切であったことなどが可能性としてあげられる。生地発酵力、焼

表5 パンクラムの香気成分(ストレート法)

	面積計算					B/A比
	酢酸エチル	エタノール	アロパノール	イブタノール	イソブチルアルコール	
1	515	62,204	106	127	165	0.77
3	868	123,620	290	461	539	0.86
4	774	154,320	300	307	430	0.71
6	161	79,328	188	212	339	0.63
7	251	91,655	169	255	400	0.64
協会7号	1133	57,878	92	162	234	0.69
1464	867	56,319	98	43	154	0.28

表6 パンクラムの香気成分(中種法)

	面積計算					B/A比
	酢酸エチル	エタノール	アロパノール	イブタノール	イソブチルアルコール	
3	604	109,946	294	594	573	1.04
4	567	134,874	262	374	438	0.85
6	902	140,269	405	623	826	0.75
7	542	159,696	370	883	974	0.91
Mイースト	252	168,889	233	580	511	1.14

成試験から、No. 3、4、6、7の4菌株の発酵力が良かった。この4株及び市販パン酵母「三共Mイースト」を使って中種法による製パンテストを行ったところ、No. 6株は市販パン酵母の次にホイロ時間が短く、比容積、内層のきめの細かさも良好であった。パンクラムの香気成分(表5、6)は、エタノール生成量が少ない割に他の低沸点化合物は市販パン酵母より多い傾向を示した。また、試食を行った結果、No. 6株が他の融合株に比べ風味に優れており、従来の市販パン酵母に比べ酸味が少なく今までにないバランスを持っ

た酵母であった。

今回の試験研究で種々の性質を持った酵母が取得でき、様々な手法を駆使していくことにより、より良い酵母の取得の可能性が見いだされた。

4 要 約

清酒酵母協会7号とパン酵母1464株との細胞融合による新規パン酵母の育種行い、7株の融合酵母を取得した。この7株の焼成試験でNo. 6株は、Mイースト（三共株式会社）と変わらない発酵力を示し、風味もMイーストに比べ酸臭が少なく、バランスのとれた酵母であった。

キーワード：細胞融合 パン酵母

本研究にあたり、パン科学会の内田迪夫博士、農林水産省食品総合研究所の高野博幸博士をはじめとする諸先生方、並びに、イーストの実際の開発技術について、格別な御指導、御協力を頂きました各イーストメーカーの先生方に感謝いたします。さらに、製パンを行うにあたり御協力くださいました、岩手県パン工業組合のみなさんに感謝いたします。

参考文献

- (1) 岩手県醸造食品試験場報告, 27, 22 (1994)
- (2) 岩手県工業技術センター報告, 1, 73 (1995)
- (3) 秋田修：日本醸造協会誌, 84, (2)96 (1989)

新形質米による清酒の製造

櫻井 廣*、斉藤博之*、中山繁喜*
小澤麻由美*、大森勝雄**、谷口 肇***

Making of Sake Using New Types of Rice Grains

SAKURAI Hiroshi*, SAITO Hiroyuki*, NAKAYAMA Shigeki*,
OZAWA Mayumi*, OMORI Katsuo**, TANIGUCHI Hajime***

In order to open up new avenues of use for new types of rice grain cultivated at each regional National Institute of Agriculture from 1992 to 1994, we experiment pilot scale brewing of sake using those rice (5breeds) with various characteristics. The brewing aptitude of these rice grain and the quality of sake brewed are evaluated. As a result, the character of Saikai 214 breed of abundant yield rice crossbred from Yamadanisiki is superior for polishing, texture of steamed rice, and sensory quality of sake. This result shows Saikai 214 breed is a promising rice for sake brewing.

Keyword : New Types of Rice Grains, Pilot-Scale Sake Making,
Properties of Rice for Sake Making

1. 緒 言

米の持つ品質を多様化して用途拡大を図ることを目的として、新しい形質を持つ米(新形質米)の育成、特性の解明、加工・利用技術の開発が農林水産省の「スーパーライス計画(略称)⁽¹⁾」プロジェクトで行われている。

我々は昭和63年から平成2年にかけて各種新形質米について原料分析、清酒の小仕込試験を行ってきた。今回は平成4年から6年に全国各地農業試験場で栽培された新形質米5品種について、中間規模の清酒実地醸造を行い、その酒造適性、評価を行ったので報告する。

コーン添加量は白米1トンあたり120ℓ用いた。総米500kgの仕込み配合例を表2に示す。

(3) 製造方法

麹はハクヨウ(株)製自動製麹機(120kg用)を使用し、製麹した。酒母は協会7号(協和発酵工業製乾燥酵母)を用いた酵母仕込み法、もろみは2段仕込みとした。麴米は各試験区ともトヨニシキを使用し、掛米に各新形質米を使用した。踊りは2日間とした。

2. 研究方法

2-1 試 料

表1に用いた試料の栽培年、品種特性、栽培地を示す。なお、対照は当該年産のトヨニシキ(岩手県産)を用いた。

2-2 仕込方法

(1) 精 米

中野式醸造用精米機(中野工業(株)、AKF16型、5俵張)により、見掛け精米歩合70%に調整し仕込みに供した。

(2) 仕込配合

原料米数量の関係で総米336~530kgで行った。アル

表1 醸造試験に用いた品種およびその特性

栽培年度	系統番号	主な形質	栽培地
平成4年産	関東160号	大粒・心白	茨城県
平成5年産	奥羽342号	超多収	秋田県
	中国113号	低蛋白米	広島県
平成6年産	北陸162号	大粒	福井県
	西海214号	極多収・心白	福岡県

* 岩手県工業技術センター 醸造技術部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
** 岩手県酒造組合 岩手県盛岡市馬場町4-19
*** 農水省食品総合研究所 茨城県つくば市観音台2-1-1

表2 仕込配合

	仕込区分		
	初添	留添	計
総 米(kg)	105	395	500
蒸 米(kg)	70	325	395
麴 米(kg)	35	70	105
30% アルコール(ℓ)			200
水 (ℓ)	150	500	650

2-3 原料米、もろみ、製成酒の分析

原料米、もろみ、製成酒は国税庁所定分析法⁽²⁾に準じて行った。

3. 研究結果および考察

3-1 原料米の性状

(1) 玄 米

供試玄米の厚み区分を表3に、千粒重、粗蛋白、カリウム含量を表4に示す。

関東160号、北陸162号は千粒重が28g台と大粒種であったが、その心白は大きく腹側に流れ、腹白の傾向が強かった。奥羽342号はトヨニシキよりやや大きめな米であったが、同様に腹白の傾向が認められた。中国113号は屑米(死青)、腹白が多く、碎米が目立った。また玄米の溝が深いのも特徴的であった。しかし、粗蛋白含量は4.5%と極めて低く、新しい形質を備えている米であった。西海214号は山田錦とニシヒカリを親として交配された多収米であるが、千粒重は一般米並であるが、心白はやや大きめであった。平成5年岩手県は作況指数30の大冷害の年であったが、その年のトヨニシキは色調はやや黒ずみ、粗蛋白含量が7.5%と極めて高いのが特徴であった。

表3 玄米厚み区分(%)

品 種	年度	2.2mm	2.2	2.1	2.0	1.9	1.8	1.7	1.6	分析試料 粒 厚*
		以上	~2.1	~2.0	~1.9	~1.8	~1.7	~1.6	以下	
1 トヨニシキ	H4	3.6	22.5	54.0	16.0	3.5	0.3	0	0.1	1.9mm
2 関東160号	H4	74.4	17.8	5.3	1.7	0.6	0.1	0.1	0.1	2.0
3 トヨニシキ	H5	2.3	25.5	51.7	16.1	4.3	0	0	0	1.9
4 奥羽342号	H5	40.9	38.5	14.4	3.7	1.6	0.4	0.1	0.2	1.9
5 中国113号	H5	78.6	10.8	6.3	2.4	1.4	0.5	0.1	0.1	2.0
6 トヨニシキ	H6	7.2	35.8	39.6	10.8	4.7	1.6	0.2	0.1	1.9
7 北陸162号	H6	90.7	5.5	2.4	0.7	0.4	0	0	0	2.0
8 西海214号	H6	1.8	24.7	49.4	17.1	6.3	0.5	0.6	0	1.9

* 標記のふりいで選別したものを精玄米とし、分析に供した。

表4 玄米分析結果 (*:乾物換算値)

No	品 種	年度	千粒重	粗蛋白*	カリウム*
			g	%	PPM
1	トヨニシキ	H4	20.4	5.2	517
2	関東160号	H4	28.8	6.3	545
3	トヨニシキ	H5	19.9	7.5	432
4	奥羽342号	H5	22.2	5.6	442
5	中国113号	H5	23.6	4.5	480
6	トヨニシキ	H6	21.9	5.9	275
7	北陸162号	H6	28.6	5.9	401
8	西海214号	H6	23.9	5.0	608

(2) テストミルによる精米

酒米統一分析法が平成6年に一部改変されたため、平成4、5年産米は真精米歩合75%、平成6年産は見掛け精米歩合70%に精米した。その結果を表5に示す。75%精米では、関東160号は心白が流れていたためか、碎米の発生が多かった。中国113号も屑米、腹白が多いため碎米が多く発生し、また玄米の溝が深いため、白米にもそれが残った。70%精米では、北陸162号の精米時間が他の品種に比べ極端に短く、物理的にもろい米質であった。酒米専用品種の育種の場合、大粒、心白ということで選抜されることが多いと思われるが、最低70%精米に充分耐えられるか、ある

新形質米による清酒の製造

いは吟醸酒等の高級酒の場合はさらに精米歩合が低くなるので精米耐性を備えた米の育種が望まれる。

(3) 白米

平成4、5年は75%白米、6年は70%白米での吸水性、消化性試験結果を表6に示す。初期吸水は中国

113号が早かった。関東160号は糖分の生成が低くアミノ酸の生成が高く、酒造適性が劣ることが示唆された。北陸162号も糖分の生成が低く、溶解性に難があると思われた。

表5 精米試験結果

品 種	年度	精米時間*	真精米歩合	見掛精米歩合	無効精米歩合	碎米率
1 トヨニシキ	H 4	18分25秒	74.8%	71.9%	2.9%	1.2%
2 関東160号	H 4	12 15	75.0	74.7	0.3	19.4
3 トヨニシキ	H 5	16 30	75.1	71.9	3.2	0.7
4 奥羽342号	H 5	11 35	75.4	73.2	2.2	7.0
5 中国113号	H 5	14 20	75.4	73.4	2.0	21.9
6 トヨニシキ	H 6	19 00	70.6	70.4	0.2	2.2
7 北陸162号	H 6	8 30	72.5	70.2	2.3	14.4
8 西海214号	H 6	19 45	70.8	70.0	0.8	8.0

* : No 1 ~ 5 は真精米歩合75%、No 6 ~ 8 は見掛精米歩合70%に達するまでの時間

表6 白米分析結果

品 種	年度	精米歩合 (%)	水分 (%)	給 水 性		消 化 性		
				20 分 (%)	120 分 (%)	蒸米吸水率 (%)	* 直 糖 Brix	アミノ酸度 (ml)
1 トヨニシキ	H 4	75	13.6	23.9	26.7	40.8	8.6	1.7
2 関東160号	H 4	75	13.7	22.0	25.0	37.7	7.9	2.2
3 トヨニシキ	H 5	75	13.6	22.6	28.2	39.5	8.6	2.7
4 奥羽342号	H 5	75	13.7	24.3	28.1	37.0	8.2	2.0
5 中国113号	H 5	75	13.0	28.1	30.6	40.0	8.4	1.5
6 トヨニシキ	H 6	70	13.7	23.8	29.2	32.1	10.6	1.1
7 北陸162号	H 6	70	13.6	25.6	28.7	32.3	9.1	1.2
8 西海214号	H 6	70	13.6	25.6	29.8	33.3	10.9	1.2

* : No 1 ~ 5 は直接還元糖(%), No 6 ~ 8 はBrixで表示した。

3-2 醸造試験

(1) 大型精米機による精米

テストミルでの精米試験結果から、関東160号は大粒品種で精米時に碎米が多く発生する傾向にあったので、回転数を落とすことにより、無効精米歩合を通常の範囲に押さえることができた。奥羽342号は外観は腹白が多く、精米中にこの腹白米や乳白米が崩れていくのが観察された。中国113号は完全粒の碎けは目立たなかったが、屑米(死青)、腹白の碎けが少し観察された。しかし著しい碎米発生ではなかった。この米

は、玄米の溝が深く、白米にも浅いシワが1本残った。これは精米が効率よくなされないことを意味しており、酒造上好ましくないと考えられた。北陸162号は腹白のため、碎米の発生が早く、他の品種に比較して2時間程早く精米が終了した。西海214号は糠切れもよく、白米も光沢があり、無難な米であった。

(2) 醪の発酵経過

関東160号、北陸162号の2品種はもろみ中での溶けが著しく劣り、もろみ日数は短く、粕歩合が高く、アルコール取得は低かった。特に北陸162号は留掛米の

表7 実地醸造精米試験結果

品 種	張込玄米	白 米	精米時間 時間 分	精 米 歩 合			欠 減	碎米率
				見 掛	真	無 効		
関 東 160 号	393kg	281kg	9 10	71.4%	75.3%	3.9%	20.0%	19.2%
奥 羽 344 号	500	341	9 16	68.2			3.2	
中 国 113 号	500	350	9 44	70.0			1.6	
北 陸 162 号	590	410	7 30	69.6	70.6	1.0	2.2	6.9
西 海 214 号	500	352	12 00	70.5	71.7	1.2	2.2	6.2

蒸米吸水率45.9%とかなり軟らかくしたにもかかわらず、最高ポーメ6.6と低いものであった。奥羽342号はもろみ経過は一般的であったが、ややアミノ酸度が高い傾向を示した。中国113号はアミノ酸度が低く、低蛋白米の特徴がよく現れていた。しかし、もろみ後半での切れが早く、短期もろみとなった。このためアルコール濃度、アルコール取得歩合がやや低くなった。西海214号は蒸米の触感、もろみ最高ポーメも8.8と高く、経過ともに良好で酒造適性のかなり高い米であった。図1にもろみのBMD値の変化を示す。

(3) 製成酒の各種歩合

表8に製成酒成分及び製造歩合を示す。

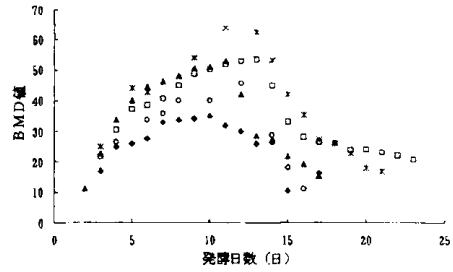


図1 もろみBMD値の変化

(BMD値=もろみポーメ×発酵日数)

◆ 関東160号 □ 奥羽342号 ▲ 中国113号

○ 北陸162号 * 西海214号

表8 製成酒成分及び製造歩合

品 種 年 度	もろみ 日 数	アルコ ル 濃 度 %	酸 度 ml	アミ ノ 酸 度 ml	日本酒度	もろみ 熟成 %	清 酒 歩 合 %	粕 歩 合 %	純アル取得 t/ton
1 トヨニシキ H 4	22	19.6	2.7	2.2	+3.5	91.7	229	36.2	326
2 関東160号 H 4	17	18.6	2.1	1.9	+3.5	92.2	208	55.9	268
3 トヨニシキ H 5	17	19.3	3.0	2.5	+6	86.4	223	36.4	309
4 奥羽342号 H 5	23	19.4	3.1	2.0	+1	77.0	213	34.4	313
5 中国113号 H 5	17	19.0	2.6	1.5	+1	87.6	224	35.9	306
6 トヨニシキ H 6	29	20.2	2.6	1.9	+3	87.1	230	24.8	352
7 北陸162号 H 6	17	18.1	2.3	1.5	+2	92.3	219	48.3	273
8 西海214号 H 6	21	19.5	2.4	1.7	±0	90.7	235	27.7	339

(4) きき酒評価

もろみでの溶けが悪かった関東160号、北陸162号は味のり不足で、渋みが残る酒質であった。中国113号は雑味の少ないすっきりした酒質であった。西海214号は味に巾があり、旨口の酒質で試験した品種の中では最もよい評価であった。

5. 結 語

大粒、心白の形質を持った関東160号、北陸162号は精米時の碎米発生が多く、またもろみ中での溶解性も悪く、酒造適性は劣る品種であった。多収系の奥羽342号は腹白等多く精米時にやや碎け易い傾向であった。酒質は平均的なものが確保できると思われ、多収性を生かして、米の価格が格段に安ければメリットがある。中国113号は精米時に溝が残り問題だが、低蛋白米のためすっきりした酒質となる。若干溶解性に難点がある米であった。西海214号は精米性に特に難点は見られない。蒸米の触感も良好で、酒化率は実用の範囲であった。酒質は、味に巾があり、旨口タイプである。酒造適性はかなり高い。

酒造米は、大粒、心白、溶けがいいこと、といわれてきた。しかしそれぞれの項目の基準値は明らかになっていない。そのため育種の面、利用する立場双方から、酒造好適米としての、また一般米を酒造に使用する場合の

基準値の策定が望まれる。

6. 要 約

米の持つ品質を多様化して用途拡大を図ることを目的として、新しい形質を持つ米(新形質米)について平成4年から6年に全国地域農業試験場で栽培された新形質米5品種について、中間規模の清酒実地醸造を行い、その酒造適性、酒質評価を行った。その中で山田錦を親とする極多収の西海214号は、精米性、蒸米の触感、酒質とも優れ酒造適性の高い米であった。

キーワード：新形質米 実地醸造 酒造適性

本研究は農水省「需要拡大のための新形質水田作物の開発」の一環として行った。精米に御協力を頂きました堀の井酒造店高橋久社長をはじめ関係各位に深謝いたします。

参考文献

- (1) 農林水産省農林技術会議事務局：醸協.88.(7)494 (1993)
- (2) 注解編集委員会編：第4回国税庁所定分析法注解, 日本醸造協会(1994)

味覚センサによる酒質評価

中山 繁喜*、斉藤 博之*、桜井 廣*、
中井 博康**、池崎 秀和***

Evaluation of Sake by Taste Sensor

NAKAYAMA Shigeki* , SAITO Hiroyuki* , SAKURAI Hiroshi* ,
NAKAI Hiroyasu** , IKEZAKI Hidekazu***

The ability of the taste sensor to evaluate Sake is examined. The sensor can presume the integrated evaluation and the thickness of taste of Josen-syu (regular type of sake), and it has been understood to be able to distinguish the aging of sake and the presence of coarse taste. It is difficult to judge the quality of Ginjou-syu (specially made sake), because the flavor has largely influenced the quality of Ginjo-syu judgment.

Keyword : Taste sensor, Evaluation of Sake, Sake

1. 緒言

清酒の多様化がすすみ、酒造メーカー側では品質管理の煩雑さに苦慮している。現在、各メーカーの品質管理は経験豊かな熟練者の感性に頼るところが大きく、その人材不足が深刻な問題になっている。

今回、私たちは脂質膜を利用した味覚センサを活用し、清酒の酒質を客観的に判定する技術を開発したので、その結果について報告する。

2. 研究方法

2-1 供試清酒と官能評価

平成6年度岩手県清酒鑑評会に出品された上撰タイプの市販酒と吟醸原酒を供試試料とした。上撰酒は岩手県内酒が27点と県外酒10点、合計37点を用いた。吟醸原酒は県内酒101点を用いた。

官能評価は上記鑑評会の審査員13人で行った。評価項目は総合評価(5段階、上位1・下位5)、上撰酒はさらに濃淡(濃・普・淡)、甘辛(甘・普・辛)、熟度(若・普・熟)および雑味の有無である。なお、審査員全員の総合評価は平均値をとり鑑評値として用いた。

2-2 味覚センサ

アンリツ(株)製味認識装置SA401に付属する7本の脂質膜センサを使用した。センサの特性は膜に含まれて

いる脂質によって支配される。今回使用した脂質膜センサは脂質組成が異なる正荷電の親水性膜4本、負荷電の親水性膜1本、疎水性膜2本である。いずれも耐アルコール性を有し、清酒の測定用として開発したものを使用した。なお、脂質膜センサはサンプル中の平衡電位(No1~No7)と基準液に戻しての膜吸着電位(SP1~SP7)の2種類のセンサ値を提供する。なお、上撰酒のSP6、SP7は採用しなかった。

2-3 成分分析

低沸点香気成分(カブロン酸エチル、酢酸イソアミル、その他5成分)、一般成分は国税庁所定分析法¹⁾に準拠した。なお香気成分はサンプラー付きヘッドスペースガスクロマトグラフ装置(Hewlett Packard社製)、遊離アミノ酸(加水分解性アミノ酸19種類)はアミノ酸分析機JLC-300(日本電子(株)製)を用いた。

3. 結果および考察

3-1 一般酒(上撰)について

3-1-1 センサの特性

味覚センサ値(12項目)、成分分析値(28項目)それに官能評価(8項目)を加えた48項目で主成分分析²⁾し、結果を表1に示した。

* 岩手県工業技術センター 醸造技術部 岩手県飯岡新田3-35-2
** 岩手県工業技術センター 副所長 岩手県飯岡新田3-35-2
*** アンリツ株式会社 第三研究部 神奈川県厚木市恩名1800

表1 上撰酒の主成分分析結果

主成分	累積寄与率	軸の意味	対応センサ	鑑評価値*
第1	30.7	アミノ酸、熟度	No6, 7	0.514
第2	49.8	紫外部吸収 雑味	No4	0.522
第3	58.1	アンモニア	SP5	0.093
第4	65.5	熟度、酸度	No2, 4	0.449
第5	72.1	甘辛	なし	0.204

*：因子負荷量

鑑評価値の因子負荷量は第1、2、4主成分で高めになっているが、いずれも0.5前後で各主成分を代表する因子になっていない。鑑評価値は雑味、熟度、酸度に、センサ値ではNo2、4、6、7が関連していることが伺えた。

3-1-2 鑑評価値の推定

センサ値を説明変数、鑑評価値を目的変数として重回帰式をたて、その結果を表2、図1に示した。

自由度補正済み寄与率(R^{*2})が0.674となり、ほぼ信頼できる回帰式がたてられ、上撰酒に限れば4種類のセンサ値で鑑評価値を推定することが可能と考えられた。な

表2 センサによる鑑評価値の推定 (上撰酒)

センサ	偏回帰係数	F値	偏回帰係数
SP2	55.7		-0.477
No6	17.6		0.302
SP4	7.5		0.305
No4	4.1		-0.203

寄与率(R^2)=0.710 自由度補正寄与率(R^{*2})0.674
x(0)2.377

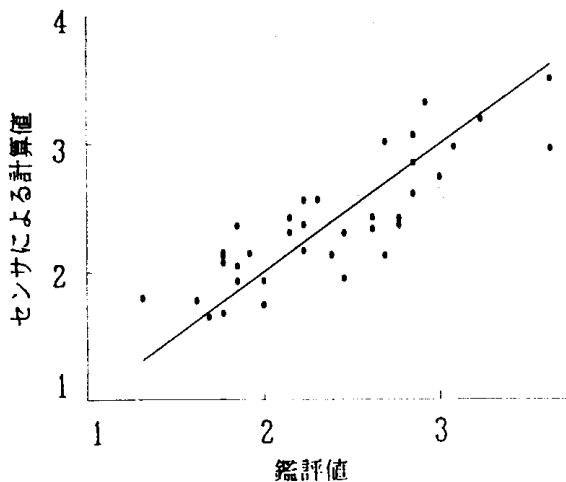


図1 鑑評価値とセンサ値による計算値の関係

お、表1で鑑評価値との関連が示唆されたNo2、7は他のセンサ値との相関があり選択されなかったと思われる。

3-1-3 鑑評価値の判別能力

清酒サンプルを鑑評価値順に2~5段階に等分し、味覚センサ値による判別分析⁶⁾で、どの程度正確に再現できるかを検討した。その結果を表3に示した。

表3 鑑評価値の判別分析

区分数	正判別率 (%)					全体
	ラ ン ク (鑑評価値上位1)					
	1	2	3	4	5	
2	88.9	73.7				81.7
3	84.6	63.6	76.9			75.7
4	80.0	62.5	40.0	100		70.3
5	85.7	37.5	57.1	77.8	100	75.7

2~4段階判別ならSP2とNo6の2本で、5段階なら、それにSP1とSP5を加えた4本の味覚センサで全体の70%以上を正しく判別できた。特に鑑評価値上位と下位の正答率が高くなる傾向があった。中間区分で正判定率が低くなっているのは、各審査員間の判定基準が統一されていないことが考えられ、むしろ味覚センサの方が上位から下位まで一定の判定基準で判別しており信頼性が高い可能性がある。

表2に示した重回帰式で求めた値の小数点以下を四捨五入して味覚センサが判定した総合評価とし、それに審査員13人が判定した評価値および鑑評価値をクラスター分析した結果を図2に示した。

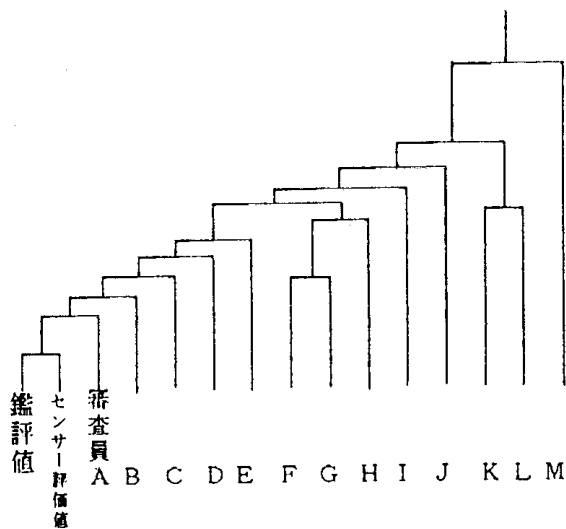


図2 鑑評価値、センサー評価値及び審査員(13人)総合評価値のクラスター分析結果

標準化ユークリット、群平均法による

3-1-4 甘辛度、濃淡度の推定

センサ値を説明変数とし、佐藤ら³⁾が提唱した甘辛度、濃淡度を分析値から算出し目的変数とする重回帰式をたて、表4、5に示した。

表4 甘辛度の重回帰式 (上撰酒)

センサ	偏回帰係数 F 値	偏回帰係数
SP3	25.4	0.741
No2	16.6	0.072
SP1	16.4	-0.136
SP2	8.9	-0.203
No5	8.5	0.026

$R^2=0.537$ $R^{*2}=0.462$ $x(0)=-0.125$

表5 濃淡度の重回帰式 (上撰酒)

センサ	偏回帰係数 F 値	偏回帰係数
No4	27.1	0.060
No6	18.3	0.143
SP4	14.3	-0.283
No3	8.6	0.038
SP1	4.4	0.047

$R^2=0.708$ $R^{*2}=0.650$ $x(0)=0.283$

濃淡度の R^{*2} は0.65となり、味覚センサが十分な推定能力を持っていると考えられた。それに比較し甘辛度の R^{*2} は低く味覚センサによる推定が難しいと思われた。

3-1-5 熟度、雑味の判定

センサ値を説明変数とし、官能評価の熟度項目で「若」または「熟」、雑味項目で「有」と指摘した審査員人数を目的変数とする重回帰式をたて、その結果を表6に示した。

表6 熟度、雑味の重回帰分析 (上撰酒)

目的変数	選択されたセンサ	R^{*2}
若	No 6、No 3、No 2	0.397
熟	SP 2、No 4、SP 4、No 6	0.518
雑味	SP 5、SP 3、No 1、SP 4	0.353

「若」「熟」「雑味」の R^{*2} はいずれも十分に高い値でなかった。熟度の進行度や雑味の強度は味覚センサで推定が難しいと考えられたので、あらかじめ次のよう

に清酒サンプルを区分しておき、各区分の違いをセンサ値で見つけれられるかを検討した。

審査員が熟度の項目で3人以上が「熟」と判定し、かつ「若」と判定した人の差が2以上のサンプルを「熟した」、同様に3人以上が「若」と判定し、かつ「熟」と判定した人の差が2以上のサンプルを「若い」、それ以外のサンプルを「普通」と区分(表8の熟度区分)し、センサ値を説明変数とする重判別分析を行った結果を表7に示した。

表7 熟度の重判別分析 (上撰酒)

選択されたセンサ	F 値
No 6	5.67
SP 2	3.02
No 7	2.62
SP 1	2.25

上記熟度区分に分けた清酒サンプルを表7に示した味覚センサがどの区分に判定したかを表8に示した。

表8 味覚センサの判別数 (上撰酒)

熟度区分(サンプル数)	センサが判別した区分			正判別率
	若い	普通	熟した	
若い (2)	2	0	0	100%
普通 (20)	2	13	5	65
熟した (15)	1	1	13	87

「若い」または「熟した」区分の清酒サンプルは正判別率が高く、「普通」区分で比較的低めになっているものの、味覚センサは熟度の3段階判別がほぼ可能と思われた。また、ここで注目されるのは熟度の判定に選択されたセンサ構成が鑑評値の推定で選択されたものに似ていることである。つまり鑑評値と熟度の判定は同様の判断基準で行われている可能性が示唆された。

雑味についてもセンサ値を説明変数とした重判別分析を行った。審査員が雑味の項目で3人以上が「有」と判定した清酒サンプルを「有」区分、それ以外を「無」区分とし、その結果を表9に示した。

同様に上記雑味区分に分けた清酒サンプルを表9に示した味覚センサがどの区分に判定したかを表10に示した。

表9 雑味の重判別分析 (上撰酒)

選択されたセンサ	F 値
SP 4	5.67
SP 3	3.02
No 6	2.62

表10 味覚センサの判別数 (上撰酒)

表10 味覚センサの判別数 (上撰酒)

雑味区分(サンプル数)	センサが判別した区分		正判別率
	有	無	
有 (9)	7	2	78%
無 (28)	5	23	88

全体で80%以上が正判別になり、雑味の有無も味覚センサで判定可能と思われた。

3-1-6 成分分析値の推定

味覚センサが清酒中のどんな成分に反応しているかを確認するため、センサ値を説明変数とし、成分分析値を目的変数とする重回帰式をたて、表11に示した。

表11 成分分析値の重回帰分析 (上撰酒)

分析項目	選択されたセンサ	R ^{*2}
酸 度	No 6、No 4、No 3、No 1	0.683
アミノ酸度	No 3、No 4、No 1	0.401
日本酒度	SP 4、No 4、SP 4、SP 3	0.337
p H	No 1、No 6、SP 5	0.104
直接還元糖	No 3、SP 3、No 2	0.275
着色度	SP 1、SP 2	0.283
紫外外部吸収	SP 4、SP 6、SP 3	0.748

サンプルが鑑評会出品酒のため分析値のデータ範囲が狭くなっているが、酸度(R^{*2}=0.684)と紫外外部吸収(R^{*2}=0.748)は味覚センサで推定可能と思われた。他の成分はR^{*2}が低く、味覚センサは感知できないと考えた。

3-2 吟醸原酒について

センサ値(14項目)、成分分析値(33項目)で主成分分析を行った結果を表12に示した。

鑑評値の因子負荷量は第1主成分の0.365が最高でどの主成分でも低い値を示した。また、香り成分が第2、3、5主成分に表れていることが注目された。

表12 吟醸原酒の主成分分析結果

主成分	累積寄与率	軸の意味	対応センサ	鑑評値*
第1	28.3	アミノ酸	No6、7	0.365
第2	43.3	酢酸イソアミル 酢酸エチル	SP1、SP3	0.116
第3	52.7	E/A、酸度	No3	0.057
第4	59.8	Met, Ser	なし	0.026
第5	65.2	ブタノール イソアミルアルコール	SP6	0.220

*: 因子負荷量

センサ値: 14項目、成分分析値: 33項目、鑑評値計48項目で解析した。

3-2-1 鑑評値の推定

センサ値と成分分析値を説明変数とし、鑑評値を目的変数とする重回帰式をたて、その結果を表13に示した。

表13 鑑評値の重回帰分析 (吟醸原酒)

説明変数	偏回帰係数F 値	偏回帰係数
1 カブロン酸エチル	36.0	-0.090
2 イソアミルアルコール	31.2	-0.026
3 酢酸イソアミル	28.0	0.827
4 E/A比	20.5	-0.902
5 アンモニア	15.5	0.258
6 リジン	13.1	0.084
7 センサSP3	9.4	0.056
8 酸度	7.0	0.564
9 トリプトファン	6.3	-0.266
10 アセトアルデヒド	5.6	0.028
11 イソブタノール	5.2	0.015
12 センサSP1	3.9	-0.060

R²=0.614 R^{*2}=0.562 x(0)=3.456

説明変数を過剰に多い12項目も選択しているにも関わらず、R^{*2}が0.562十分に高い値ではなかった。また、偏回帰係数F 値の上位5つまで香り関連項目が選択されていることが注目された。

センサ値だけで、鑑評値に近似する重回帰式をたてると、4種類のセンサ値を選択してもR^{*2}が0.083とかなり低くセンサ値から鑑評値を推定することは不可能であった。表13に示したように、鑑評値を推定するには香氣成分が主要な要因になっており、これらの成分を感知できない味覚センサでは鑑評値を推定することは困難であり、香氣成分を取り込む手段を講じる必要がある。

本研究を行うにあたり、多数の清酒サンプルについて詳細な官能評価を行っていただいた平成6年度岩手県清酒鑑評会審査員の方々に深謝します。

4. 要 約

味覚センサの酒質判定能力を検討した。一般酒（上撰）は総合評価である鑑評値や濃淡度の推定および熟度の3段階判別と雑味の有無判別の可能性が強く示唆された。吟醸原酒は香りの要因が大きく酒質判定は難しかった。

キーワード：味覚センサー 酒質評価 清酒

参考文献

- (1) 第4回改正 国税庁所定分析法
- (2) 斉藤博之：アンケート・実態解析・施策決定支援プログラム「快刀乱麻」
- (3) 佐藤信，川島宏，丸山良光：醸協，69，pp.74-777(1974)

寒冷地向きブドウ品種の醸造適性試験

小澤 麻由美*、佐々木 誠 二**、中山 繁 喜*
桜井 廣*

Brewing Test of Wine-Grape Vines for Cold District

OZAWA Mayumi*, SASAKI Seiji** , NAKAYAMA Shigeki*,
SAKURAI Hiroshi*

Wine was made by using five types of grapes especially suited to cold district. Riesling lion was used for reference. The weather from May to October in 1993 was not warm and rainy with little sunshine, but on the contrary, the weather in 1994 was warm with little rain and lots of sun. In spite of the differences in weather, the grapes grown in both 1993 and 1994 had high sugar contents. The wine produced were evaluated by a sensory test. The results of this evaluation show that some wines are rich in body and have sufficient tannins, and some are appraised at high quality. On the basis of these results, it is suggested that some clones of grapes are suitable for wine brewing.

Keyword : Wine Making, Grape Vines, Duration of Sunshine, Amount of Precipitation

1. 緒 言

日本においてワイン用原料であるV. viniferaの栽培は難しいため、日本の気象条件にあったワイン用ブドウ品種の改良が山梨県を中心に全国各地で行われてから久しい。その間、様々な改良品種が各地に普及されているが、ブドウ果実は気候や土壌条件の違いにより品質に差が生じるので、それぞれの土地に適した系統の株を選抜する必要がある。

岩手県も以前から在来種や山梨県等が優良系統として選抜した交配種の栽培・醸造適性試験を行ってきた。しかし、全国平均より日照時間、積算温度がやや不足し、開花から収穫までの期間が短く降水量が多いため、ワイン用ブドウ果実としてはアロマは高いが果汁糖度と酸度のバランスが悪く品種改良の余地がある。そこで、新たにワイン用原料として植栽された系統について醸造適性があるか仕込み試験を行い、優良品種を選抜することを目的として本実験を行った。本報告はその経過途中として1994年の研究結果について報告する。

以上で、1994年までに2回以上結実のあった交配株の5系統(山梨29、30、31、32、34号)と、参考としてリースリング・リオンを用いた。

この5系統は山梨県果樹試験場で育成した醸造用系統で、テレキ5BBに接ぎ木し、垣根仕立てにしたものである。試験樹の交配、樹齢をTable 1⁽¹⁾に示した。

Table 1 Composition of grape vines

Clone	Hybrid	Stock	Age of tree (year)
Yamanashi No.29	Koshu×Pino Blanc	Teleki5BB	4
Yamanashi No.30	Fuefuki×Pino Blanc	Teleki5BB	4
Yamanashi No.31	Koshu×Pino Blanc	Teleki5BB	4
Yamanashi No.32	Fuefuki×Chardonnay	Teleki5BB	4
Yamanashi No.34	Fuefuki×Semilon	Teleki5BB	4
Riesling lion		VFSO4	10

2. 研究方法

2-1 試験樹について

岩手県園芸試験場大迫試験地に植栽している4年生樹

2-2 果汁、ワインの一般分析

分析は常法⁽²⁾により、比重は比重浮ひょう計で、アルコール濃度はガスクロマトグラフィー法で、エキス分は

* 岩手県工業技術センター 醸造技術部 岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2

** 岩手県園芸試験場大迫試験地 岩手県稗貫郡大迫町大迫9-63

計算法で、pHはガラス電極 pHメーター (HORIBA pH meter F-22)で、総酸度はNaOHによる滴定法で酒石酸として、揮発酸度は水蒸気蒸留後滴定法で酢酸として、総亜硫酸および遊離亜硫酸量はRankine法で、総窒素量はマイクロケルダール法で、吸光度は430、530nmで行った。

その他の分析については、直糖はスクール法⁽³⁾で、全糖はフェノール硫酸法⁽⁴⁾で、ブドウ糖・果糖・グリセロールは高速液体クロマトグラフィー (TO-SOH AS-8020)で糖分離用カラム (Waters Sugar-Pak Pb)を用い、移動溶媒として蒸留水を用いて分離、示差屈折検出器 (TOSOH RI-8020)を用いて測定した。酒石酸・リンゴ酸など有機酸含量はカルボン酸分析計 (東京理化 S-3000)で、総フェノール量はSingletonの方法^{(5),(6)}で測定した。

2-3 ワインの醸造

収穫した各系統のブドウを常法⁽⁷⁾に従いワインの醸造を行った。すなわち、ブドウの果梗を手で取り除き破砕機にかけ、メタ亜硫酸カリウム100ppmを添加し、4℃16時間のスキンコンタクトを行った。その後、圧搾し、得られた果汁の澄清化を行い、これを発酵に供した。補糖は上白糖を使用し、補糖後糖度が22%になるように仕込み後3日目に行った。酵母はW-3を使用し、ドライなワインとするため完全発酵させた。発酵終了後、おり引き、半年間ビン貯蔵して、ワインの一般分析⁽²⁾およびきき酒試験を行った。仕込み状況をTable 2に示した。

Table 2 Preparation ingredients for brewing process.

Clone	Amount of juice used	Pressing ration *	Brix of juice
Yamanashi No.29	4.2	60.0	20.0
Yamanashi No.30	4.2	61.9	16.2
Yamanashi No.31	4.2	61.3	16.7
Yamanashi No.32	4.2	59.4	17.6
Yamanashi No.34	4.2	60.3	19.8
Riesling lion	4.2	62.5	17.8

* $\frac{\text{Weight of juice (kg)}}{\text{Weight of grape (kg)}} \times 100$

3. 研究結果および考察

3-1 1994年の気象条件と原料果

ブドウ育種試験地における1994年の気温、日照時間、降水量の平年値比較をFig.1に示した。なお、平年値および日照時間の資料は、盛岡気象台の「岩手県農業気象速報」⁽⁸⁾によった。

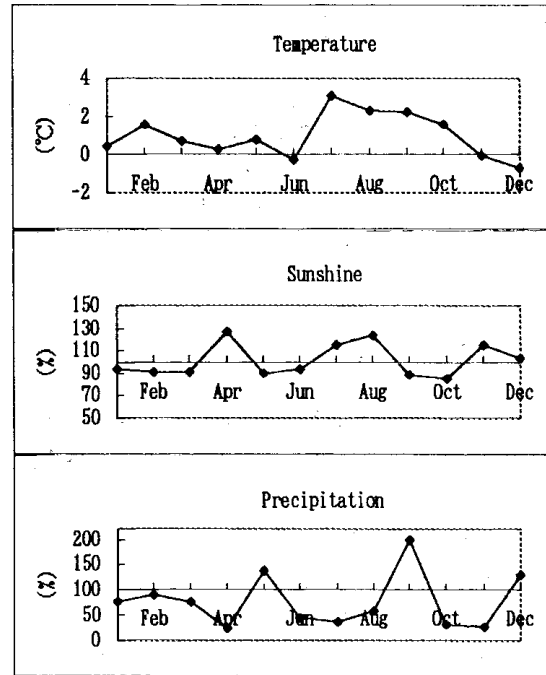


Fig.1 Meteorological data for Ohasama Chou in Iwate Prefecture, Japan during 1994.

5月から10月のブドウ生育期の気温は、6月が平年を下回ったほかは平年値を1~3℃高めに推移し、10℃以上の積算温度が3,533℃、真夏日を34日を記録するという、過去にあまり例のない傾向で推移した。

日照時間は開花期と収穫期の5、6、9月が平年を下

Table 3 Viticultural characteristics of Yamanashi-Clones and Riesling lion.

Clone	Date of bud break	Date of full bloom	Date of harvest
Yamanashi No.29	May 11	Jun. 24	Sep. 21
Yamanashi No.30	May 8	Jun. 27	Oct. 6
Yamanashi No.31	May 13	Jun. 29	Oct. 6
Yamanashi No.32	May 7	Jun. 27	Oct. 6
Yamanashi No.34	May 8	Jun. 29	Sep. 21
Riesling lion	May 14	Jun. 1	Sep. 28

Clone	Productivity (kg)	Cluster weight (g)	Berry weight (g)
Yamanashi No.29	0.8	97.9	1.7
Yamanashi No.30	3.3	165.0	2.3
Yamanashi No.31	3.5	168.7	2.7
Yamanashi No.32	0.5	131.3	2.3
Yamanashi No.33	1.4	145.0	2.1
Riesling lion	68.0	291.3	2.6

回ったものの、果粒の肥大、成熟に関係する7、8月は293時間、平年値の119%と多くなっていた。

降水量は5、9月以外は平年を下回り、めずらしい少雨であった。6月の降水量は平年より少なかったが少降水量の雨の日が続いた。7、8月の合計降水量は159mm、平年値の50%と、少雨・乾燥気味で果実の肥大に影響があったのではないかと考えられた。開花期6月の雨天が続いたことで花流れが起こり、やや結実が不良となった。また、異常高温、乾燥により果粒の肥大が抑制され収穫量が減少した系統が多かった。しかし、山梨31号、32号は昨年と同量の収量であった。

日照時間が多かったこともあって果実糖度の上昇は早く、例年になく高糖度であった。けれども収穫前の降雨によって裂果が生じた果実があった。栽培状況をTable 3⁽¹⁾に示した。

3-2 原料果汁

仕込みに供した果汁成分をTable 4に、参考として1993、1994年産の収穫期の果実成分をTable 5⁽⁹⁾に示した。高温少雨のため供試6系統の果汁は平年に比べ高糖度低酸度であった。1994年と対照的な天候(低温・多雨・日照不足)であった1993年においても交配品種5系統は高糖度であった。このことは糖蓄積効率が悪い岩手県の気象条件にとって果実糖分の向上、強いては酒質の向上につながるものと推察される。

山梨29、32、34号系統はワイン原料としては低酸度であったが、これは異常気象によるもので果実本来の特性ではないと思われる。実際、1993年度はどの系統もTable 5にあるようにかなり高酸度であった。

高酸度であっても有機酸の中の酒石酸は醸造過程で除かれるため酒質の向上をはかるには糖合成経路での中間物質・リンゴ酸が重要な因子であると考えられる。ブドウ成熟期間中のリンゴ酸の減少は降雨と密接な関係があ

る他、品種により相違がある事が知られている⁽¹⁰⁾ので今後経時的变化を把握しておく必要がある。

Table 5 Analysis of berries at harvest in 1993 and 1994

Clone	1993		1994	
	Brix	T.A.	Brix	T.A.
Yamanashi No.29	19.2	1.6	20.6	0.7
Yamanashi No.30	16.8	1.4	17.2	1.0
Yamanashi No.31	17.2	1.7	17.8	1.0
Yamanashi No.32	18.2	1.5	17.6	0.7
Yamanashi No.34	18.2	1.6	19.0	0.8
Riesling lion	16.2	1.5	19.4	0.9

3. 醸造試験結果

発酵経過をFig 2に示す。

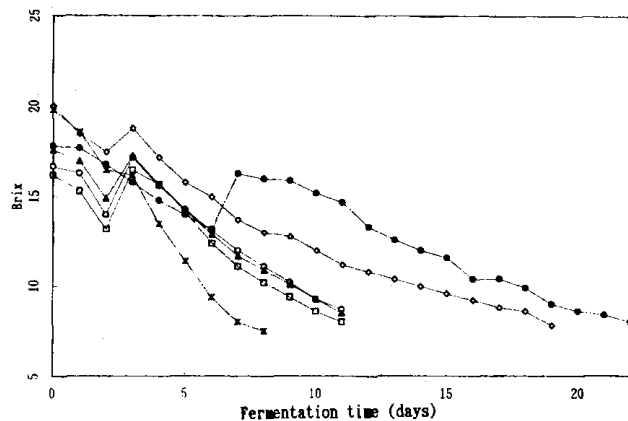


Fig.2 Time course of fermentation

- ◆:Yamanashi No.29, □:Yamanashi No.30
- :Yamanashi No.31, ▲:Yamanashi No.32
- *:Yamanashi No.34, ●:Riesling lion

Table 4 General analysis of grape juice produced at Iwate Prefecture in 1994

Clone	S.G.	Ext.	T.C.	R.S.	Glu.	Fru.	G/F	pH	T.A.	V.A.	Mal.	T.N.	ABS-430	ABS-530	T-Phe
Yamanashi No.29	1.084	282.1	20.76	18.78	7.13	7.19	0.99	3.20	0.44	0.003	0.21	0.05	0.973	0.403	17.69
Yamanashi No.30	1.608	277.9	14.18	13.45	6.54	7.02	0.93	3.04	0.72	0.005	0.38	0.02	0.146	0.065	69.45
Yamanashi No.31	1.074	279.5	15.70	14.73	7.43	7.55	0.98	3.12	0.74	0.003	0.40	0.03	0.270	0.140	40.34
Yamanashi No.32	1.074	279.5	16.50	15.65	6.95	7.50	0.93	3.21	0.65	0.003	0.27	0.03	0.256	0.109	57.32
Yamanashi No.34	1.080	281.0	17.42	17.00	6.41	6.94	0.92	3.27	0.47	0.003	0.20	0.05	0.878	0.423	49.50
Riesling lion	1.087	280.5	16.59	16.50	6.38	7.03	0.91	3.10	0.58	0.005	0.23	0.01	0.211	0.103	43.84

S.G.:Specific gravity detected by hydrometer, Ext.:Extract(g/100ml)by calculation, T.C.:Total carbohydrate content(g/100ml)by method, R.S.:Reducing sugar content(g/100ml)by Schoorl method, Glu.:Glucose content(g/100ml) by HPLC, Fru.:Fructose content(g/100ml)by HPLC, G/F:Glucose content/Fructose content, pH:by pH meter, T.A.:Total acidity(g/100ml)as Tartaric acid by titration, V.A.:Volatile acidity(g/100ml)as Acetic acid by steam distillation and titration, Mal.:Malic acid content(g/100ml)by HPLC, T.N.:Total nitrogen content(mg/100ml)by Kjeldahl method, ABS-430:Absorbance at 430nm, ABS-530:Absorbance at 530nm, T-Phe:Total phenol content(mg/100ml)by Singleton method.

品温経過は15~19℃で推移し、醗日数は山梨34号が8日、30、32号が11日、31号が12日、29号が19日、リースリング・リオンが22日であった。各系統の発酵経過にかなりのばらつきがあった。窒素含量が充分にある山梨29号の発酵が緩慢であったのは醗の高糖度状態が長く続いたため酵母が弱ったものと推察される。実際、データには示さなかったがメチレンブルー染色法により酵母活性が他より低いことを確認した。

3-4 ワイン分析およびきき酒試験結果

ワインの一般成分をTable 6に示した。それぞれの系統はほぼ目的通り比重が0.996前後、アルコールが13%前後、エキス分は4以下、還元糖も1g/100ml以下となり、ドライなワインに仕上げることができた。ワインpHはマストpHとほとんど変わりなく、揮発酸も0.02%程度と発酵も正常で、分析時に遊離亜硫酸はほとんど残っていなかった。

パネル7名でコメントを付けた5点評価法(5が優、3が普通、1が悪い)のきき酒試験結果は、山梨32号系、30号系ワインの評価が高く評点がそれぞれ3.7、3.4であった。32号系ワインはボディに厚みがありバランスがよく、30号系ワインはアロマ高くフルーティーでボディがあり酸もしっかりしていた。これらは酸度が0.6%程度でグリセロール含量が高かったことが影響しているように思われる。29号系ワインが評点3.0、淡泊で特徴に欠け、中庸であった。34号系ワインは香りが個性的で評点2.7、31号系ワインは酸がしっかりしていたが酒質は淡泊であり、香りにやや難点(青臭さ)が見受けられ評点2.3といずれもやや不良であった。参考のリースリング・リオンワインは評点2.7でやや不良であった。

ワイン醸造は原料の出来不出来の影響が大きく、原料の品質は気象条件の善し悪しに左右される。また、試験に供したブドウ樹は樹齢4年とまだ若く原料果の収量ならびに品質が安定しない。そのため今後も継続したワイ

ン醸造と利き酒試験が必要と考えられた。

本研究は果樹系統の適応性・特性検定試験の一環として実施した。

4. 要 約

寒冷地向き醸造用ブドウとして植栽された5系統と対照としてリースリング・リオンについての適応性試験を行い、以下の途中結果を得た。どの系統も普遍的に果汁糖度は高い傾向にあった。また、数品種はワインの品質においてもボディがあり、個性的で優良系統となり得る可能性が示唆された。

キーワード：ブドウ酒醸造 ブドウ 日照時間 降水量

参考文献

- (1) 岩手県園芸試験場：平成6年度果樹試験成績書、大迫試験地試験成績(1994)
- (2) 注解編集委員会編：国税庁所定分析法注解
- (3) American Association of Cereal Chemists(1953): Cereal laboratory method ed.3, 18; ed.7, 80-68(1962)
- (4) M.Dubois et al.: Anal.Chem., 28, 350(1956)
- (5) 森, 原田, 坪井：日本缶詰協会研究所研究報告, 5, 10(1975)
- (6) Singleton, V.L., Rossi, J.A. Jr.: Am. J. Enol. Vitic., 16, 144(1965)
- (7) 山梨県食工指編：葡萄醸造法, p23(1974)
- (8) 日本気象協会盛岡支部編：岩手県農業気象速報(1994)
- (9) 岩手県園芸試験場：平成5年度果樹試験成績書、大迫試験地試験成績(1993)
- (10) 岩野貞雄：ワイン事典, (株)柴田書店(1979)

Table 6 General analysis of wine produced at Iwate Prefecture in 1994

Clone	S.G.	Alc.	Ext.	T.C.	R.S.	Gly.	pH	T.A.	V.A.	Mal.	T-SO ₂	F-SO ₂	ABS-430	ABS-530	T-Phe
Yamanashi No.29	0.998	12.6	3.9	0.27	0.22	0.76	3.23	0.53	0.02	0.17	100.43	3.26	0.087	0.021	12.84
Yamanashi No.30	0.994	13.2	2.9	0.75	0.71	1.00	2.96	0.68	0.02	0.27	97.82	4.89	0.098	0.036	51.39
Yamanashi No.31	0.996	13.0	3.5	0.18	0.08	0.97	2.96	0.72	0.01	0.28	78.25	9.78	0.097	0.029	29.29
Yamanashi No.32	0.994	13.4	3.1	0.33	0.30	0.96	3.10	0.59	0.02	0.21	78.26	3.26	0.113	0.035	34.41
Yamanashi No.34	0.996	12.8	3.1	0.19	0.08	0.84	3.14	0.47	0.01	0.17	70.43	1.63	0.161	0.072	36.29
Riesling lion	0.994	13.4	2.8	0.45	0.44	0.92	2.99	0.63	0.02	0.24	97.82	1.63	0.241	0.107	40.34

Alc.:Alcohol content(vol.%)by GC,Gly.:Glycerol content(g/100ml)by HPLC, T-SO₂,F-SO₂:Total SO₂, Free SO₂ content (mg/l)by Rankine method.

The other symbols are similarly as in Table 4.

商品性能評価技術の検討と確立（予備調査結果報告）

小林正信*、町田俊一*、井戸真伸*

Preliminary Investigation for Study on Product Performance Evaluation
(Complaint - Response Procedure of Manufacturers)

Kobayashi Masanobu*, Machida Toshikazu*, Ido Masanobu*

Product performance test is necessary for manufacturers and distributors which deal with accidents in production and circular. This preliminary investigation made clear that reports on product accident from manufacturers and distributors are not many and manufacturers are poorly prepared for complaint procedure on the accidents. There is every possibility of increasing number of the accidents in Iwate Prefecture.

Keywords : Product Planning, Objection Treatment, Market Investigation

1. 緒言

1-1 本研究の背景

本県地場産業、特に生活用品製造業の製品は、大都市での流通が増加しているが、市場の拡大に伴い、的確に製品開発を行うために、市場およびユーザーの製品の評価を客観的に把握する必要性が叫ばれている。また、製品の流通から使用における過程での事故の発生やクレームに対応する技術の確立が求められ、特に製造物責任法（以下、PL法）の施行における業界の対応として、製品性能を予め生産者が予測できるシステムの確立が求められている。

1-2 製品性能

図1に、本研究で指す製品性能の概念を示す。通常、製品性能という場合、その製品の機能性を指す場合が多い。しかし、本研究での製品性能の位置付けは図1の要素のような、より広範囲の特性を含むものとしている。なぜならば、製品が使用される状態では製品単独で評価されるわけではなく、使用者との間に発生する官能的問題や、使用空間の中で発生する環境問題など、様々な要素が絡み合っているためである。本研究では、そのような要素を網羅する総合評価を「製品性能」と定義する。

1-3 PL法

この法律は平成7年7月1日より施行される。その内容は、「自らの意思によって引き渡した製造物の欠陥に

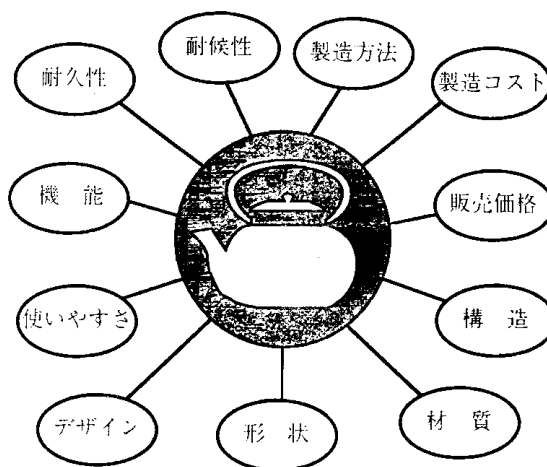


図1 製品性能の概念

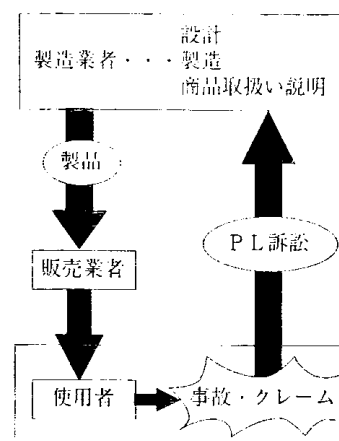


図2 PL法施行後の訴訟構造

* 岩手県工業技術センター 木工特産部 岩手県盛岡市飯岡新田3-52-2

表1 販売業者の事故・クレーム対応表 (空欄は無回答)

製品名	事故・故障・クレームの内容	顧客の要求事項	対応・処理
漆器 (椀)	新品に塗ムラ		取替・返品
〃	数度の使用で剥げる		使用状態ヒヤリング・取替・返品
〃	汁を入れたら気泡		使用状態ヒヤリング・3回取替あり
〃	根来が一点ずつ違う		商品説明・取替えることもある
〃	木地呂の揃えで各々色が違う		選んだものと取り替える
〃	底が仕上げてない		
〃	ディッシュウォッシャーで痛む		
〃 (箸)	先端がすぐ剥げる		取替
〃	何回か使ってすぐ剥げる		
〃 (椀)	各々の厚さ・重さが著しく異なる		選んだものと取替
〃	そり・ずれ		
〃	膳のそり		
〃	椀が楕円になった		
〃	木地の木目が著しく異なる		取替・返品
〃	加飾の金が無関係な所についている		取替
〃	違う色の漆がついている		
〃 (木製椀)	漆が剥げた		
箸置 (木製)	漆が剥げた		
弁当箱 (木粉加工品)	内面が白くなった		
盆	沈金が取れた		
銚子、引き出し	把手が取れた		
鍋	把手が取れた		
ケトル	把手が取れた		
〃	お湯を注ぐときフタが外れて火傷した		
ポット	お湯を入れたらガラスが破裂		
包丁	曲がって切れ、手を切った		
密閉容器	電子レンジ内で破裂		
ガラスシェーカー	割れてけがをした		
ノンスリップトレイ	茶碗が滑って火傷		
家具	接着不良でツキ板がはがれた		
〃	虫喰い発生		
机用回転椅子	キャスターが壊れた		
ダイニングボード	把手のちょうつがい破損		
ドレッサー&スツール	塗装違い	交換要求	交換
リクライナー	フレームのパイプの通し穴(張地)が 大きすぎ、詰め物がはみ出していた	交換要求	
ウォーターベッド	水漏れ 塩化ビニールの接着不良	交換要求	

よって、他人（製造物を直接使用・消費していない第三者も含む。また、自然人のみならず法人も含む。）の生命、身体または財産を侵害したとき、当該製造物を業として製造、加工若しくは輸入したもの又は当該製造物に一定の表示をした者が被害者に対して損害賠償責任を負う。⁽¹⁾⁽²⁾ というものである(図2参照)。本法の施行に伴い製造者側は一層の製品安全対策を迫られている。

以上のような背景を踏まえ、本研究は、製品性能評価技術を確立することを目的として進めている。研究の方向性を見出すため製造者あるいは販売者側に上がってくる具体的なクレーム内容およびそれに対する対処法を調査することは必須であるため、平成6年度は予備調査として以下に示す内容の調査を行った。

2. 調査方法

製品販売現場、および製造現場での事故・クレームの発生状況調査を、工芸品を取り扱っている首都圏の大クレーム手デパート3社、県内の工芸品製造業者14社（鉄器・漆器・木工・繊維）に対して実施した。調査対象としたのは、過去3年間に発生した事故・クレームとそれに対する対応である。以下の①～⑤の調査項目に関して自由解答形式で解答を得た。

- ① 当該製品名
- ② 発生年月日
- ③ 事故・故障・クレームの内容
- ④ 顧客の要求事項
- ⑤ ④に対する対応・処理

表2 県内製造業者の事故・クレーム対応表（空欄は無回答）

製品名	事故・故障・クレームの内容	顧客の要求事項	対応・処理
鉄瓶	説明書どおりに使用して錆びた	説明希望、代替品請求	返品後社内検討し返品または交換
木柄付鉄鍋	木柄がこげる	説明希望、代替品請求	返品後社内検討し返品または交換
風鈴	ひもが切れ、下にあった机が破損	机の弁償	謝る
南部鉄瓶関連	水漏れ、錆び		修理あるいは錆び止め加工処理
丸鍋	亀裂発生	交換	新品を送付
鉄瓶	内部の錆び	修理	修理
〃	つるのぐらつき	修理	修理
〃	水漏れ	修理	交換
汁椀	内部はがれ		部分修理
塗箸	頭部はがれ		交換
おしぼり皿	塗ムラ	交換	交換
椀	割れ	修理	交換
皿	刻苧の目痩せ	修理	塗直し（無料）
〃	貰い物で開けたら割れていた	修理	塗直し（有料）
杉	丸身・傷等		単価の下げ
一般建材	丸身・傷等	返品	単価の下げで再販
フローリング	材質により色ムラ	貼り替え	2～3枚の貼り替え
〃	割れ（内部割れが表に出る）	貼り替え	2～3枚の貼り替え
〃	床板が1mm～4mm縮んでいる		梅雨時期に状態を見る
フローリングボード	湿度の関係で合わせ目が反り返る		空気の対流を良くし状態を見る
FMブロック	材質による色ムラ	貼り替え	100㎡前後の貼りかえ
しゃもじ	御飯に接触すると塗料の臭いがする	塗料種類、成分の説明	塗料の種類、成分等を説明 製品を塗装後すぐに出荷していたのを時間、日数を長く置いてから出荷するようにした なるべく化繊の服と一緒にしないよう指示
カシミアストール	車に乗ったら静電気で離れなくなった		

3. 調査結果

得られた調査結果を販売業者、製造業社別に表1、表2に示す。

4. 考 察

4-1 販売業者のクレーム対応

販売業者からの解答に関しては、十分なデータを保管していないためか、総じて詳細な対応方法までの回答は得られなかった。発生内容に関して以下に述べる。

【漆器に関するクレーム内容】

今回、製品別に見ると一番回答の多かった漆器に関するクレーム内容は以下のように大別できる。

① 購入時の欠陥

塗ムラ、塗の違い、未仕上といった漆器の仕上がりに関するものと、漆器の反り・ずれなどの木地の変形。

② 使用中の破損

漆塗膜の破損。また、使用中の木地の反り。デパート側では、これらのクレームに対して、使用状況をヒヤリングしたうえで、ほとんどの場合において取替または返品で対応している。

【その他の家庭用品に関するクレーム内容】

調理器具、食器、家具、寝具等におけるクレームは、そのほとんどが使用中の破損であり、購入時の欠陥はほとんど見られなかった。

【人体に何等かの傷害を与えたクレーム内容】

このケースは、台所用品に関して発生しているが、製品の構造等に起因した事故であるのか、製品取り扱い方法による事故であるのかは、明確でない。

内容としては、コンロなどの火にかけて使用する製品（ケトルなど）では、火傷の事故が多い。また、刃物やガラス製品では、手を切るなどの外傷の事故が発生している。これらのクレームに対して販売業者側がどのような対応方法を取っているのかは、今回の調査では回答を得られなかった。

4-2 製造業者のクレーム対応

【鉄 器】

使用時の破損が主な内容である。製品の材料として鉄を使用していることから、錆びの発生に関するケースが多い。また、柄に使用している木材の焦げ、製造上の問題と考えられる水漏れ等が発生して

いる。製造業者ということもあり、大部分が取替、または修理により対応しているが、出荷前段階での十分な製品検査により未然に防げたと考えられるケースも多い。

一方で、製造した製品により第三者または物に被害を及ぼしたクレームは、今回の調査結果では1件であったが、その対応を見ると販売業者側の十分なクレーム対応体制はまだ十分ではない。

【漆 器】

デパートで得られた回答とほぼ同一で、購入時の欠陥と使用時の破損が共に発生している。漆器に限らずどの製品でもいえることであるが、製品の取り扱い方法を使用者が十分に理解していないことから発生する事故も多い。製造時の検査と共に、詳細な説明書を添付するなど取り扱い方法を使用者に十分に周知させる方法を検討しなければならない。なお、発生したクレームには鉄器と同様に修理・交換で対応している。

【木 工】

木工製品に関しては、今回、主として建材業者から回答を得たが、木材の材料特性に起因した割れや反り、また傷によるクレームが発生している。クレームへの対応は、主に返品や交換によって行っている。

しゃもじなどの台所製品では製品安全に関わる塗装の問題もクレームとして発生している。このケースでは、事故までは発展していないが、使用者が製品自体の安全性に疑問を持っているということで、使用材料などに関してもはっきり記載する必要がある。木材はその材料特性上、特に変形等に対する製品管理を十分に行うとともに、食器として用いられる場合もあるため、塗装などの安全面も十分配慮しなければならない。

【織 維】

着用時の静電気事故が発生していたが、それ以外の事故はなかった。

以上のように、今回の調査で得た県内製造業者で発生しているクレーム内容は、主に製品の使用中の破損・変質に関するものであり、人身事故は回答がない。しかし販売業者ではケトルによる火傷事故などが発生している現状を踏まえると、同様の機能性を有する県内工芸品においても今後販売業者の回答にみられたような人身事故が発生する可能性は極めて高い。PL法施行後は、現状の販売業者への事故・クレームも製造者側へと責任転化されてくるため、製造者側への事故・クレーム発生件数は増加してくるものと考えられる。

5. 結 語

今回の予備調査では、深刻な事故・クレームはほとんどみられなかった。これは使用者側に何等かの事故が発生した場合でも、販売業者あるいは製造業者側に届け出していないケースも含まれている可能性もある。実数としてみると、販売者側に比べ製造者側への事故・クレーム届けの件数がかなり少ない。従って製造者側、特に今回調査対象とした県内中小製造業者では体系的な事故・クレーム対処法を含む製品管理体制は十分に確立されておらず、現状ではその時々判断により対応を行っている。この点に関しても、今後製品に関する責任が製造者側にかかってくることを考慮すると、製造者側での製品自己管理がより重要になってくる。

事故・クレームの内容に関しては、製品別にクレーム発生箇所がある程度限定されるため、製造業者側としての製品管理はこの点に重点を置いて進める必要がある。

今後は、クレーム発生状況事例をより多く把握するために、さらに多くの製造・販売業者、あるいは消費生活センターなどの使用者の苦情窓口についても調査する予定である。また、物理的、人間工学的な視点を含めた製品性能の評価項目の体系化も進めてゆく。

6. 要 旨

商品性能評価技術は、製品の流通過程および製品使用中に発生する事故を取り扱うために必要である。商品性能評価項目を明確とするため、販売・製造現場での事故・クレーム調査を実施した。今回の事前調査結果は、以下のように要約できる。

1. 現状では、販売・製造業者には多くのクレームは発生していない（届けられていない）。
2. 業者側のクレームに対する対応体制はまだ十分に整っていない。
3. 今後県内企業でも事故発生件数は増加する可能性が高い。

キーワード：商品計画 クレーム処理 市場調査

参考文献

- (1) 施策普及リーフレット 中小企業庁, 1995. 5, No. 9
- (2) 月刊中小企業, 1995. 6, 50-53

岩手県内陶磁器製造業現状調査

酒井 晃 二*、吉田 敏 裕*、橋 秀 一*

The Investigation about Porcelain Factories in IWATE Prefecture

SAKAI Koji*, YOSHIDA Toshihiro*, TACHIBANA Shuichi*

This report revealed the actual condition of porcelain factories and studios in Iwate prefecture. There are 40 porcelain factories and studios in Iwate. 89% of those porcelainers consist of the 30 to 59 age bracket. And 90% of those factories are private enterprises. More than 60% of raw porcelain materials have been imported from other prefectures noted by porcelain, for instance Shigaraki(Shiga pref.), Mashiko(Tochigi pref.), Seto(Aichi pref.) and so on.

Keyword : Porcelain Questionnaire Iwate

1. 調査概要

1-1 調査の目的

岩手県の陶磁器業界には、文化5年創業の小久慈焼、明治28年創業の台焼など歴史に裏付けされた郷土の名品を造り続けているところもあるが、近年では小規模ながら数多くの窯元が開窯し多彩な創作活動を行っている。ところが、県内における陶磁器製造企業の実態は正確には把握されておらず、情報を得るには一部の団体による集計に頼らざるをえなかった。そこで、当所は「県産資源の利用化事業」の下に、本年は県内窯業業界とりわけ陶磁器製造企業の現状を把握し、技術支援および技術開発の資料とするため各事業所に対してアンケート調査を行った。

1-2 調査方法

(1) 調査対象

「日本標準産業分類」¹⁾において分類番号254に相当するものうち岩手県内で陶磁器製品の製造を行っている製造所、企業数40社（平成5年工業統計調査結果²⁾）に該当しないものも含む。

(3) 調査方法

郵送配布、郵送回収。

(3) 回収結果

回収数 35（回収率88%）

1-3 調査内容

- (1) 陶磁器製造企業について
- (2) 使用原料について
- (3) 岩手県工業技術センターに対する要望

2. 調査結果

(1) 陶磁器製造企業について

① 代表者の年齢構成（回答数35：回答率 100%）

30代…10人（29%）	60代… 1人（ 3%）
40代…13人（37%）	70代… 2人（ 6%）
50代… 8人（23%）	80代… 1人（ 3%）

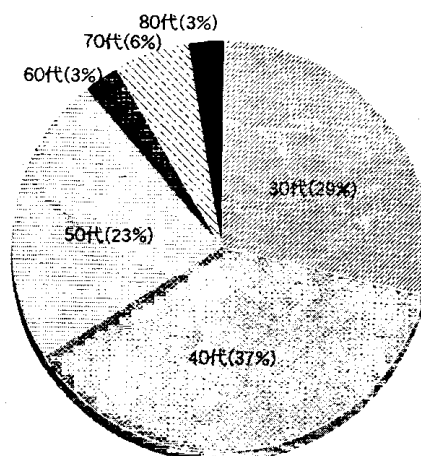


図1-1 年齢構成

② 開業年 (回答数35; 回答率 100%)

昭和40年代	…	6 (17%)
昭和50年代	…	14 (40%)
昭和60年代	…	8 (23%)
平成	…	5 (14%)
その他	…	21 (6%)

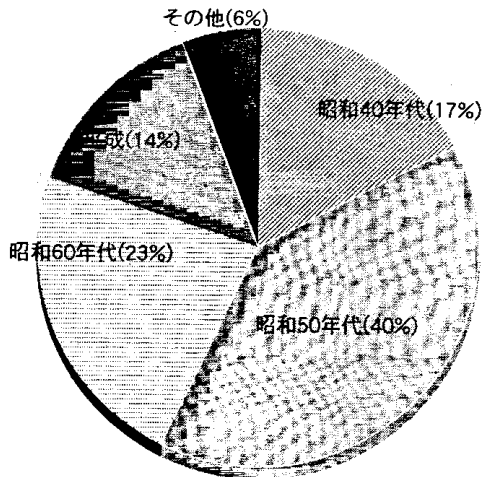


図1-2 開業年

③ 企業形態 (回答数35; 回答率 100%)

個人	31 (89%)
有限会社	1 (3%)
組合	1 (3%)
株式会社	1 (3%)
町営	1 (3%)

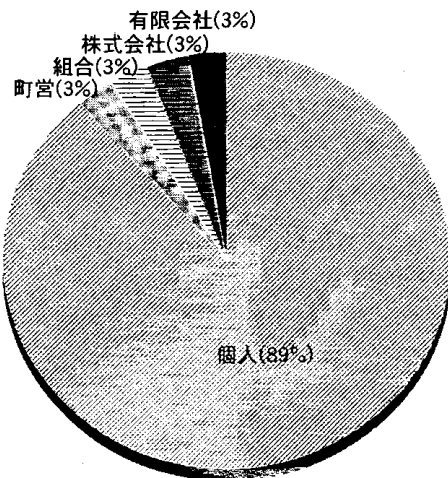


図1-3 企業形態

④ 従業員数およびその構成 (回答数35; 100%)

1人	20 (58%)
2人	11 (30%)
3~10人	3 (9%)
10人以上	1 (1%)

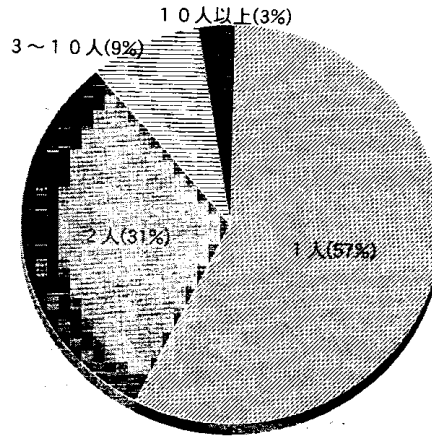


図1-4 従業員数

⑤ 陶芸教室 (回答数35; 回答率 100%)

行っていない	19 (54%)
定期的に行っている	19 (46%)

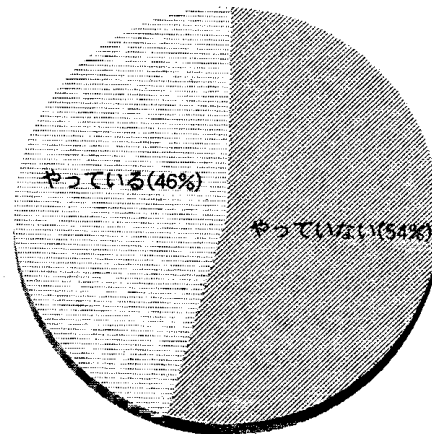


図1-5 陶芸教室

⑥ 団体への所属 (回答数35; 100%)

所属	…	18 (55%)
非所属	…	16 (42%)
不明	…	1 (3%)

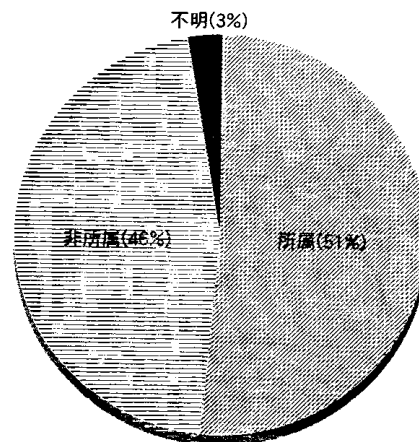


図1-6 団体への所属

⑦ 修行・研修地 (回答数56; 複数回答)

愛知県	12 (21%)
栃木県	8 (14%)
岩手県	7 (13%)
佐賀県	4 (7%)
岡山県	3 (5%)
岐阜県	2 (4%)
京都府	2 (4%)
独学	7 (13%)
その他	11 (20%)

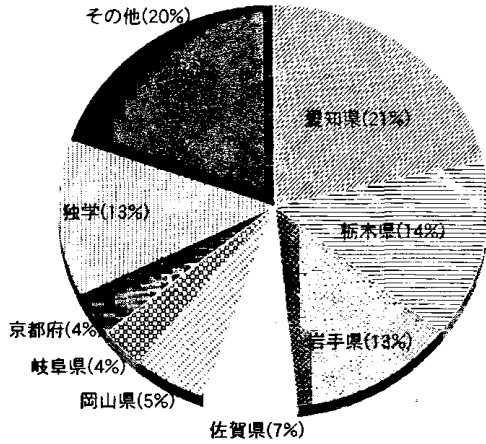


図1-7 修行・研修地

② 原料土の年間使用料 (回答数26; 回答率74%)

1トン未満	3 (12%)	4~6トン	5 (19%)
1~2トン	9 (35%)	6~8トン	3 (12%)
2~4トン	5 (19%)	その他	1 (4%)

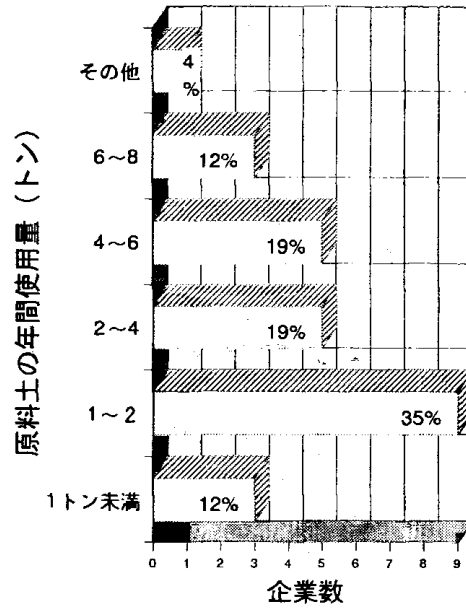


図2-2 原料土の年間使用量

(2) 使用原料について

① 原料土の入手先 (回答数57; 複数回答)

滋賀県	11 (19%)
栃木県	9 (16%)
愛知県	7 (12%)
岐阜県	4 (7%)
京都府	4 (7%)
岡山県	1 (2%)
岩手県	21 (37%)

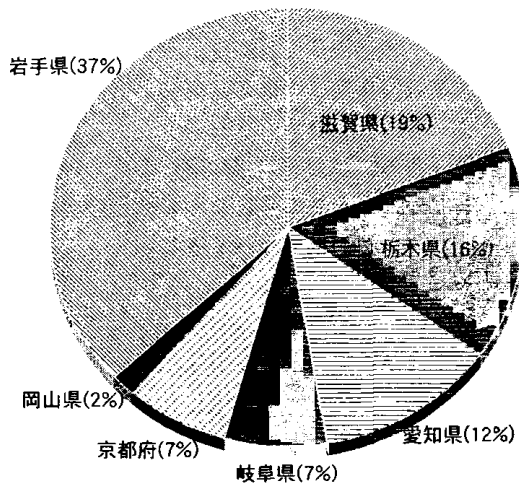


図2-1 原料土入手先

③ 原料土の入手状況 (回答数32; 91%)

非常に容易	7 (23%)
容易	12 (37%)
どちらでもない	8 (27%)
困難	3 (10%)
非常に困難	1 (3%)

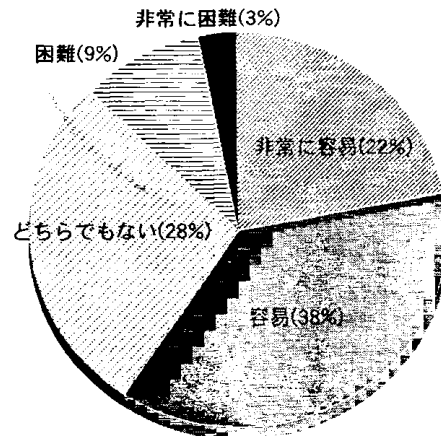


図2-3 原料土の入手状況

④ 新しい原料土への挑戦 (回答数32; 回答率91%)

すでに挑戦している	9 (28%)
今後挑戦したい	15 (47%)
どちらでもない	8 (19%)
挑戦したくない	1 (3%)

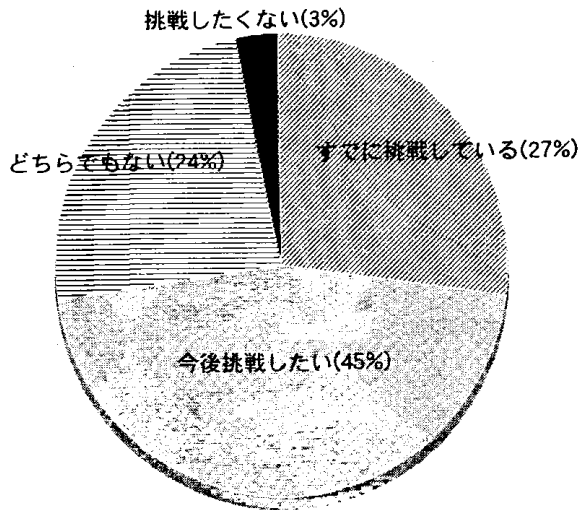


図2-4 新しい原料土への挑戦について

- ⑤ 県内原料土の使用について(回答数32; 回答率91%)
- | | |
|-----------|----------|
| すでに使用している | 15 (44%) |
| 今後使用したい | 16 (47%) |
| どちらでもない | 2 (6%) |
| 使用したくない | 1 (3%) |

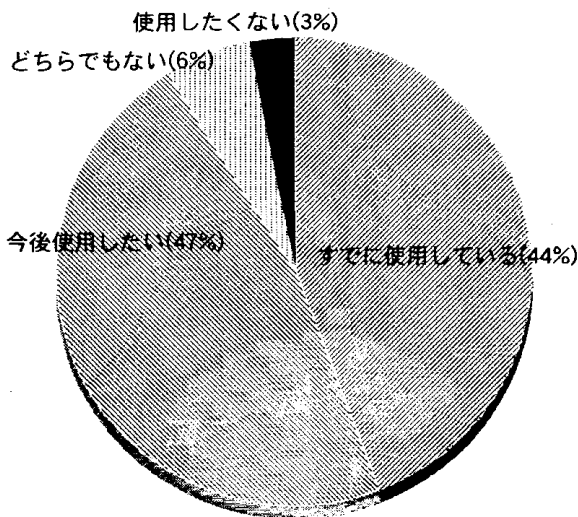


図2-5 県内原料土の使用について

(3) 岩手県工業技術センターに対する要望

- ① 陶磁器原料一般について要望がありますか。(回答数32; 回答率 91%)
- | | |
|----|----------|
| ある | 15 (47%) |
| ない | 17 (53%) |

- ※「ある」と答えたものの内容は、
- 価格、性状などの情報が欲しい
 - 県内の産出地が知りたい
 - 原料の斡旋

- ② 制作技術について要望がありますか。(回答数32; 回答率 91%)
- | | |
|----|----------|
| ある | 11 (34%) |
| ない | 21 (66%) |

- ※「ある」と答えたものの内容は、
- 新しい技術や特殊な技術について
 - ろくろ技術について
 - 研修会を開催してほしい

- ③ 試験・研究について要望がありますか。(回答数30; 回答率 86%)
- | | |
|----|----------|
| ある | 15 (50%) |
| ない | 15 (50%) |

- ※「ある」と答えたものの内容は、
- 焼成試験
 - 発色試験
 - 耐火度試験
 - 講演会の開催
 - 一度作った釉の再現
 - 各種化学成分分析
 - 研究結果の定期的な発表

- ④ 技術データについて要望がありますか。(回答数31; 回答率 89%)
- | | |
|----|----------|
| ある | 17 (59%) |
| ない | 14 (41%) |

- ※「ある」と答えたものの内容は、
- 県産粘土鉱物の組成・性状データの公開
 - 専門誌の発行
 - 新しい釉薬情報の配布

- ⑤ その他
- 試験機器を揃えて欲しい
 - 特殊な技術を教えて欲しい
 - 講演会・研修会を頻繁に開いて欲しい
 - 業界の情報交換の場になって欲しい
 - 情報の発信基地になって欲しい
 - 訪問指導して欲しい
 - 新しい釉薬の情報が欲しい
 - 県内及び近県の原料人手先を紹介して欲しい
 - 県内粘土の分布図を作成して欲しい
(採掘可能かどうかも含めて)

3. 調査総括

岩手県内には40に及ぶ陶磁器製造業者（工房）が存在する。その60%は30代、40代のいわゆる若手と呼ばれる年代で構成されており、将来発展の可能性を秘めている。開業（開窯）も比較的最近であり、昭和40年以降の開窯が9割以上である。その他の2軒（6%）は

小久慈焼 … 文化5年（江戸時代）

台焼 … 明治28年

である。

しかしながら、約9割が個人経営による工房である。

個人経営以外の有限会社、組合、株式会社、町営はそれぞれ以下のようになっている。

有限会社 … 台焼（台特殊窯業有限会社）

組 合 … 小久慈焼（小久慈焼企業組合）

株式会社 … うれら焼（日本粘土株式会社）

町 営 … 東稲焼（東山町ふるさとセンター）

また、昨今の陶芸ブームからか陶芸教室を定期的に行っているところも多く、その割合は5割を越えている。不定期に受け入れられる人や他の陶芸教室（カルチャーセンター、老人ホームなど）、観光客（盛岡手作り村では年間約1,500～2,000人をうけいれている）を考えると陶芸人口はかなりの数にのぼるものと思われる。

陶磁器製造業界にもさまざまな団体が存在しているが、団体への所属はほぼ半数。しかし、それぞれが別個の団体に所属している。組合的な組織になっていないため公的なサポートが受けにくい状態にある。

（内訳）複数所属を含む … 計26

岩手工芸美術協会	10
岩手陶芸会	5
岩手クラフト協会	2
現代工芸岩手会	1
藤沢町設たかほく陶芸愛好会	1
日本工芸会	3
日本現代工芸美術協会	3
日本民芸協会	1

研修・修行先については、ほぼ9割が県外で行われている。愛知県、栃木県、佐賀県などの大生産地での研修・修行が60%以上を占めているが、これらの地域では公的、私的な研修機関が県内と比較にならないほど充実しており、後継者の育成に力を入れているため当然の結果であると考えられる。

岩手県内からの原料土の入手割合は37%であるが、これは複数回答を含む数字である。実際に、県内の土だけで制作している割合は3割に満たない。大半の企業は他県から整土されたものを入手し、そのまままたはブレンドして使用している。移入原料の場合、整土してあるためそのまま使用できる。土作りに時間を取られずに制作

できるが、移送にコストが掛かる。

また、岩手県内の原料利用割合が低い理由の一つには組成や物性が不明確であるという点も挙げられる。勝手を知っている（研修・修行地で使用した）原料のほうが焼成条件などの設定にとらわれずに制作に打ち込めるといった利点もある。

岩手県内の原料土のみを使用している割合

- 県産原料土のみ 9 (27%)
- 県産原料土移入原料 13 (39%)
- 移入原料のみ 11 (34%)

原料の入手状況は、非常に容易、容易をあわせると60%が苦勞なく原料土を入手できると答えているが、多分に「価格次第」という感がある。または、個人的つてがある（修行地など）場合もある。また、困難、非常に困難と答えた人でも「土の種類による」、「県内からの採取が困難」など限定された場合が多く、一般に市販されている原料土を用いる場合は「価格次第」で容易に入手できるようである。

新しい原料に対する興味および挑戦の意欲については、「すでに挑戦している」、「今後挑戦したい」をあわせると2/3は新しい原料土を用いた製品をつくりだして行きたいという姿勢が見られる。「どちらでもない」、「挑戦したくない」と答えた企業はすでに“定番”を持っているためである。

県産原料の使用について、すでに使用している」、「今後使用したい」をあわせると91%は県産原料を用いた製品をつくってみたいという意識がかいま見られる。「今後使用したい」と答えたなかには、「価格の折り合いと安定した供給が得られれば」、「詳細なデータがあれば」などの注文もついていた。

製造業者自身には県産原料を積極的に利用して行きたい意志はあるが、あらゆる面での情報網および必要施設設備の整備不足が現状である。

要 約

岩手県内の陶磁器製造業者の現状をアンケートにより調査した。県内には40の対象業者が存在し、代表者の年齢構成は30代から50代が全体の89%を占めている。また、9割が個人経営である。原料の60%以上は、信楽（滋賀県）、益子（栃木県）、瀬戸（愛知県）などの陶磁器製造では有名な県外から移入されているのが現状である。

キーワード：陶磁器 アンケート 岩手

参考文献

- (1) 総務庁，日本標準産業分類，平成5年10月改訂

(2) 岩手県企画調整部 統計調査課, 平成5年 工業統計結果報告書

5. 付 録
岩手県陶磁器製造業地図

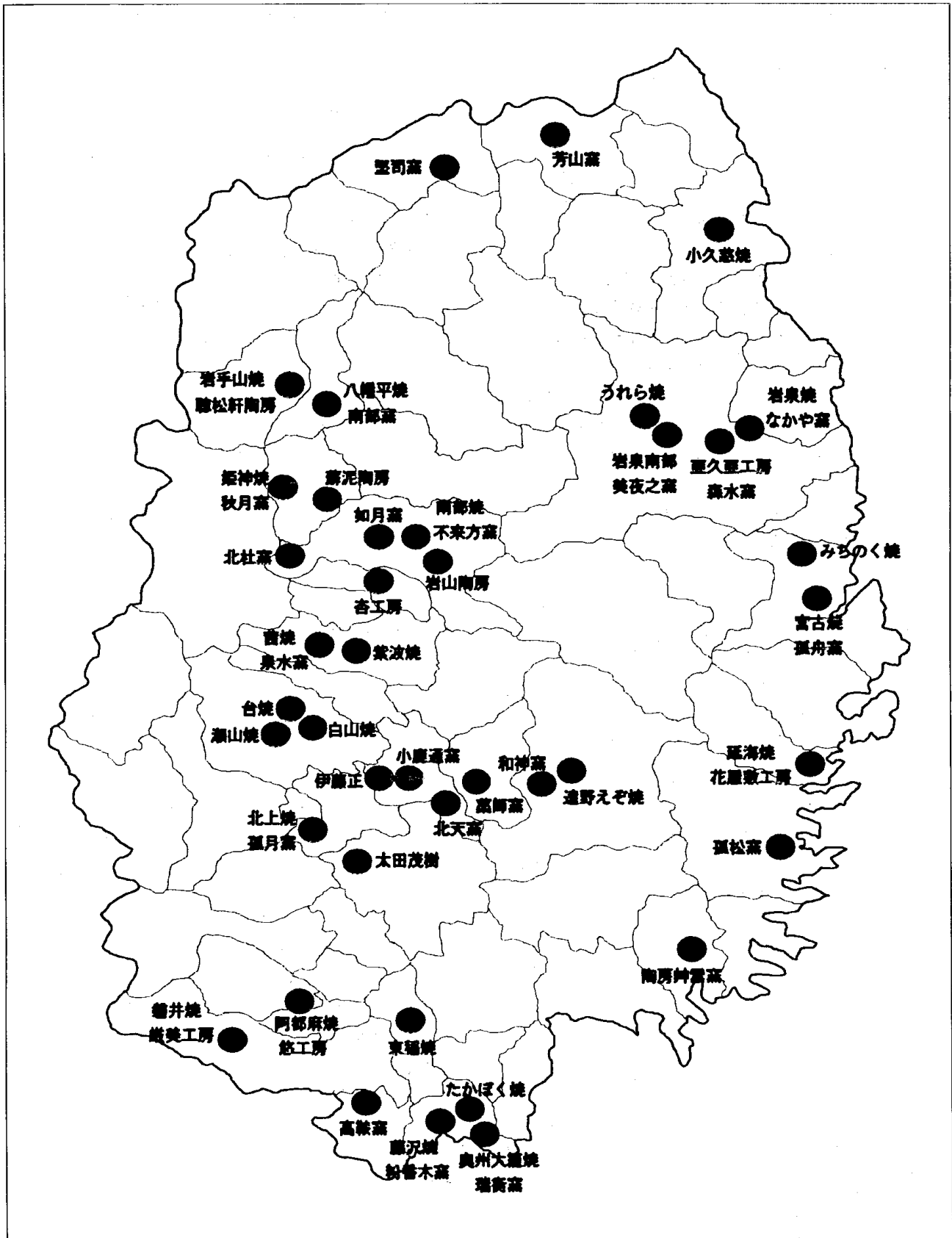


図3 岩手県陶磁器製造企業地図

セラミックスと金属の複合化並びにその内部欠陥に関する研究

岩手県工業技術センター 川原正弘 橘 秀一
 高橋幾久雄 桑島孝幸
 東北工業技術研究所 阿部利彦 高橋利夫
 株式会社ベン岩手工場 梶原英司

1. 経緯

ユーザーニーズの高機能化、多機能化に伴って、機器を構成する材料の特性についても、これらのことが要求されている。これを達成する手段として、それぞれ固有の優れた機能を有する材料を組み合わせる複合化が検討されている。特に、セラミックスは物理的、化学的に種々の特性を有するものの、脆性材料のため、単体では使用上の制約が多く、金属との組合せ、則ち、金属との接合技術の確立が望まれている。

従来、接合対象とされた金属はろう材の融点の関係から、高融点材料が多く、低融点のアルミニウム合金等はほとんど用いられていない。しかし、軽量、高強度等の利点に耐食、耐熱、耐摩耗等の特性を付与することのメリットは莫大である。

本研究では、アルミニウム合金の表面に溶射によって接合性を向上させる表面層を形成し接合を行った。また、接合部の評価試験として、超音波映像試験装置により内部欠陥検査を実施した。

表1 基材の機械的性質

	機械的性質
アルミニウム合金	$\sigma_b=325\text{N/mm}^2$ E=28%
アルミナ	$\sigma_b=180\text{N/mm}^2$

表2 ろう材の化学組成

	化学組成
銀ろう	Ag-28%Cu-2%Ti
カドミウム合金ろう	Cd-17%Zn-5%Ag

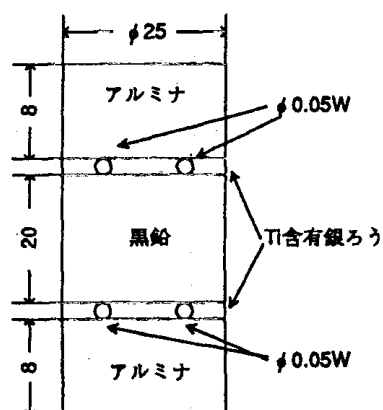


図1 アルミナのメタライジング方法

2. はじめに

本研究の供試材は、金属基材としてアルミニウム-マグネシウム系合金であるJIS-AE083Pを、セラミックス基材として耐熱、耐食、耐摩耗性の良いアルミナセラミックスを使用した。接合を行う前に予備実験としてアルミナ表面にメタライジングを行い、加熱サイクルが基材の残留応力に及ぼす影響を調べた。接合は、アルミニウム合金表面に溶射により種々の表面層を形成した後、真空加熱炉中でろう接を行った。

3. 研究の方法

3.1 供試材料

接合に用いたアルミナは直径25mm厚さ8mm、アルミニウム合金は直径15mm厚さ30mmの円柱状の試験片を用いた。ろう材はチタンを含む銀ろうとカドミウム合金ろうを用いた。基材の機械的性質及びろう材の化学組成を表1、表2に示す。

3.2 アルミナのメタライジング

銀ろうによるアルミナのメタライジング方法とメタライジングの際の加熱サイクルをそれぞれ図1、図2に示す。繰り返し加熱サイクルは0~2回の間で変化させた。

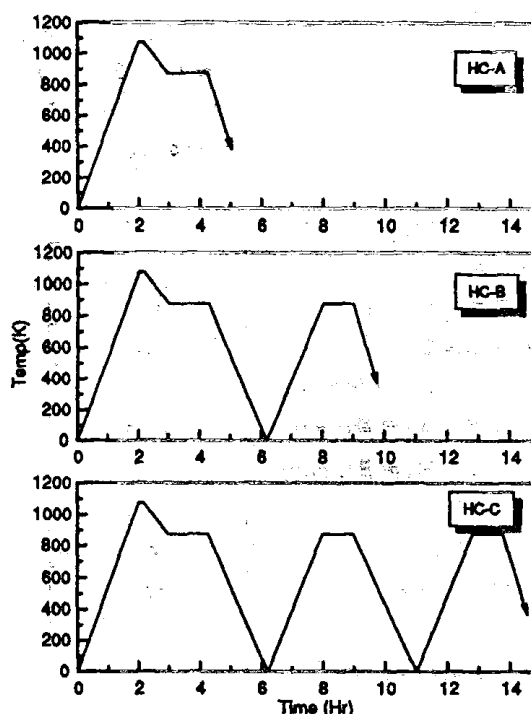


図2 メタライジングの加熱サイクル

3.3 アルミニウム合金の溶射

接合するアルミニウム合金の接合面をブラストし、その後、直ちに銅をプラズマ溶射した。溶射条件を表3に示す。溶射後、水素雰囲気、718K、1時間保持の還元熱処理を行って接合に供した。

3.4 ろう接合

接合はチタン含有銀ろうをメタライジングしたアルミナセラミックスの接合面と、銅をメタライジングしたアルミニウム合金の接合面の間にスペーサーとしてタングステンワイヤー(φ 0.05mm)を介し、カドミウム合金ろう板を挟み、黒鉛製治具で固定し接合した。用いたカドミウム合金ろうの示差走査熱量測定結果を図3に示す。この図から、このろう材は、吸熱反応のピークがいくつか存在することから複数の相からなっており、748Kでほとんどが溶融していると推定される。

ろう接合条件を図4に示す。1気圧の水素雰囲気中で、818K、15min保持した後、炉冷した。冷却過程では、473K以下では、雰囲気を真空中に変化させ、拡散性水素の除去焼鈍を兼ねた加熱サイクルにより接合を行った。

4. 研究成果及び考察

4.1 アルミナ表面へのメタライジング

アルミナ表面に対してチタン含有銀ろうによりメタライジングを行って、熱処理を行いアルミナの残留応力を微小点X線解析装置により残留応力の測定を行った。この結果を図5に示す。アルミナセラミックスのチタン含有銀ろうメタライジング表面の残留応力は、すべて圧縮方向の残留応力であったが、1073Kでメタライジング後、冷却途上で、873K保持の徐冷熱サイクルが最も小さく、 $\sigma_{r,s} = 15.6\text{N/mm}^2$ 、であった。加熱サイクルをくり返すことによって残留応力は増加していることがわかる。

表3 溶射条件

溶射材料	Cu
雰囲気圧力(kPa)	101
粉末供給量(g/min)	38
キャリアガス流量(l/min)	40
一次ガス Ar 流量(l/min)	83.5
二次ガス H ₂ 流量(l/min)	8.8
作動電流(A)	500
作動電圧(V)	64
溶射距離(mm)	100
ピッチ(mm)	3
ガン移動速度(mm)	45
パス数	2

4.2 接合体の接合強度

接合部の顕微鏡組織を図6に示す。この図は母材のアルミニウム合金と、これに溶射付着した銅、及びアルミナとこれにメタライジングしたチタン含有銀ろう並びにこれらを接合したカドミウム合金ろうの金属組織を示したものである。図7はアルミニウム合金と銅の溶射界面を拡大したものである。これらの写真より、溶射銅のピーニングにより、アルミニウム合金と溶射銅が複雑に結合している状況が判る。特に、溶射銅には空孔の存在が見られず、このことはピーニングによる効果と思われる。

接合強度を調べるために、接合体をジグに固定して引張り試験により強度を測定したが、後熱しないもので $\sigma_b = 68.7\text{N/mm}^2$ 、後熱したものは $\sigma_b = 0$ であった。

4.3 接合部の内部欠陥検査

接合部の内部欠陥検査としてはX線透過試験と超音波映像探傷試験を行った。図8にX線透過試験により内部の欠陥検査を行った結果を示す。この図からX線透過試験では欠陥は認められない。図9、図10に超音波映像装置による内部検査の概略図を示す。超音波映像探傷試験はアルミニウム合金側とアルミナ側から行った。それらの結果をそれぞれ図11、図12に示す。また、それぞれの探傷において、ゲートを設定することによってある深さのみの映像を得ている。超音波映像では内部の状況がX線透過試験に比べて鮮明に得られていることがわかる。これは、両者の試験方法では、超音波映像のほうが分解能の点で優れていること

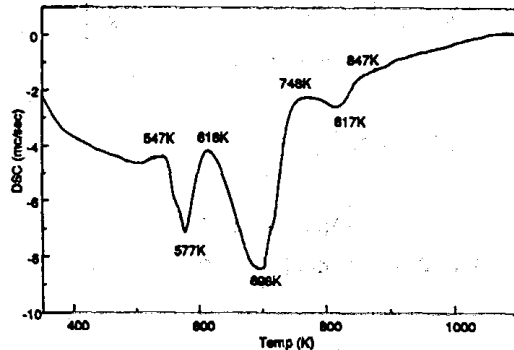


図3 カドミウム合金ろうの示差走査熱量測定結果

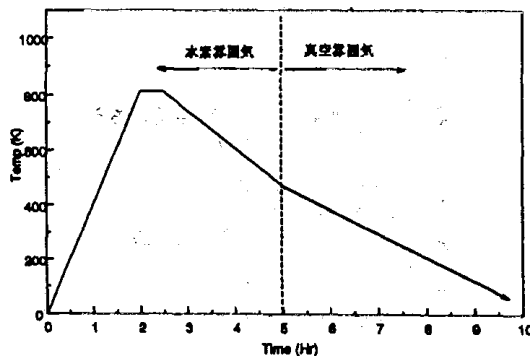


図4 ろう接合条件

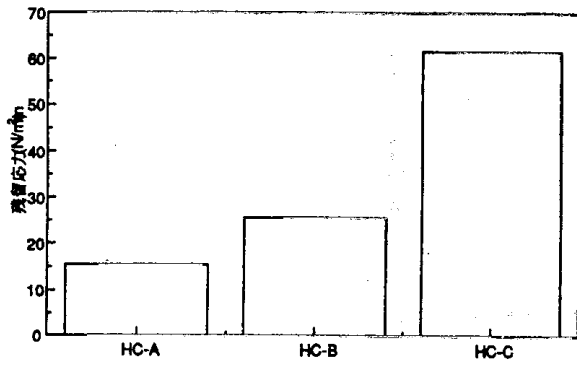


図5 残留応力測定結果

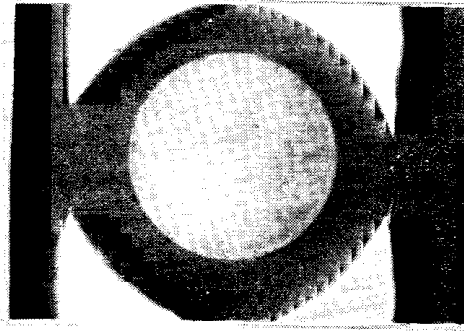


図8 X線透過試験結果

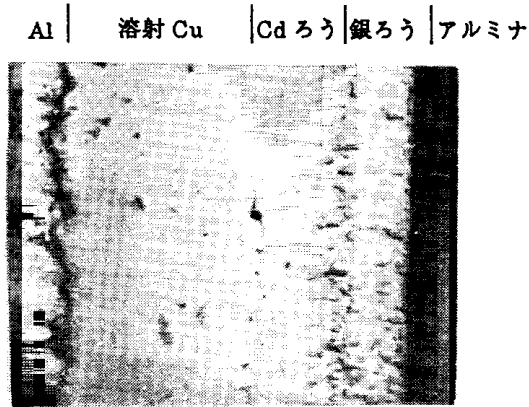


図6 接合部の顕微鏡組織

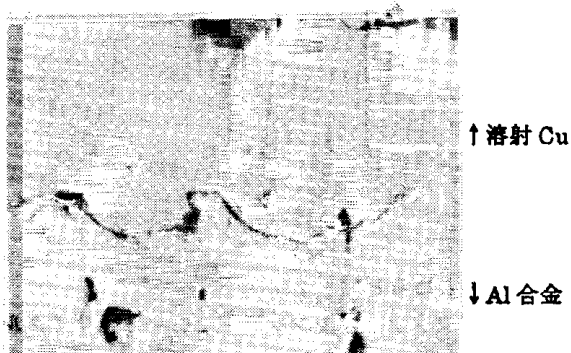


図7 アルミニウム合金と銅の溶射界面の顕微鏡組織

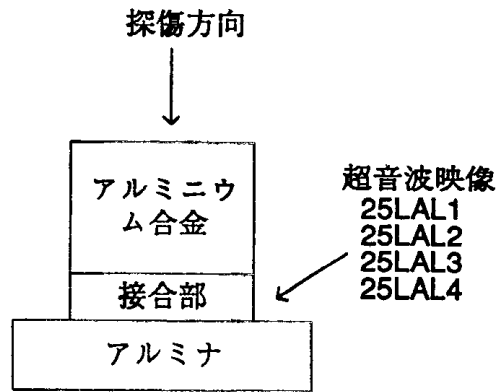


図9 超音波映像装置による内部の検査の概略図

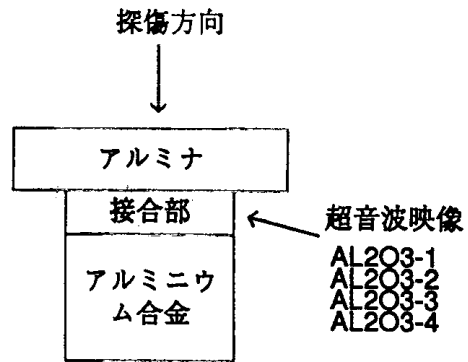


図10 超音波映像装置による内部の検査の概略図

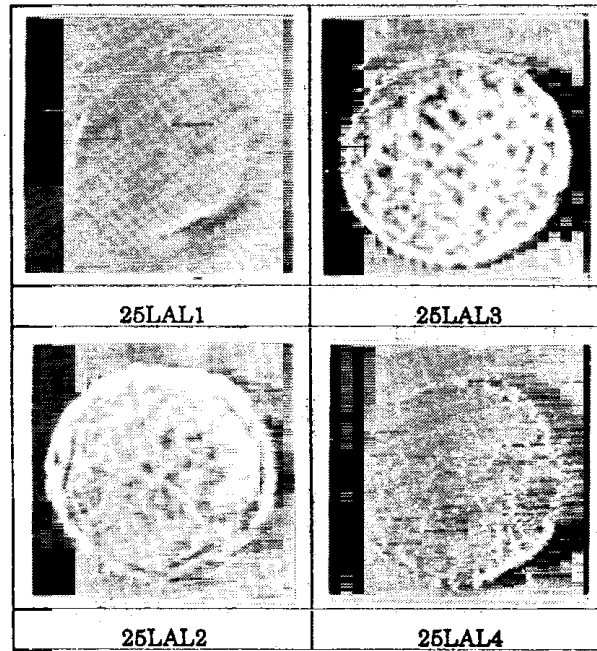


図 11 アルミニウム合金側からの超音波映像

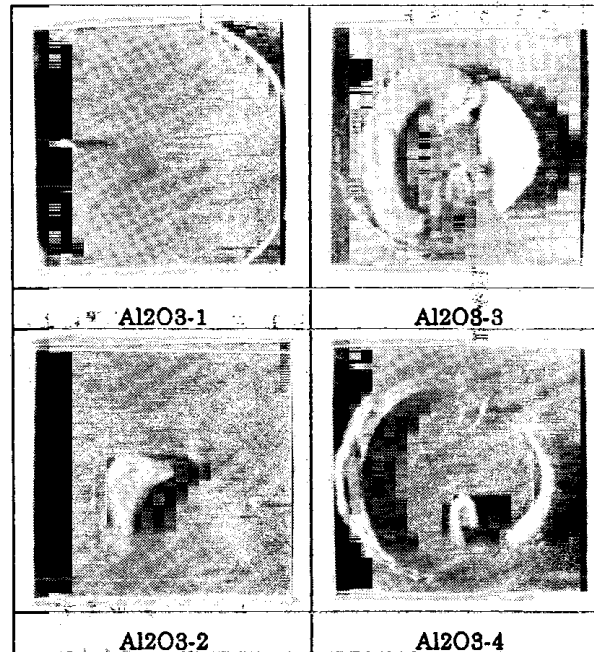


図 12 アルミナ側からの超音波映像

によるものと思われる。

超音波の探傷方向によって映像が異なっているが、電気的なゲートの設定によって深さを決めているために完全には探傷位置が一致しないこと、金属と酸化セラミックスといった材料的な物性の相違、経路の距離の相違などが影響しているためであると思われる。

超音波映像に関しては、今回の接合体では接合界面が多層にわたり、また、これらの層間に接合の際の熱処理によって反応層が形成されているために、構造が複雑になっているために、さらに検討を要するものと考えている。

5. おわりに

以上の結果をまとめると

- (1) アルミナ表面にメタライジング処理を行い、熱サイクルを繰り返しかけると、残留応力は増加する。
- (2) 超音波映像装置と X 線透過試験による内部欠陥検査を比較すると超音波映像装置の方が分解能が良いために、微構造がわかる。
- (3) 超音波映像装置による内部欠陥検査では、探傷方向によって異なる映像が得られる。これは、材料の物性値等が影響しているものと思われる。

新品種酒造米の実用的評価方法の開発とその応用

齊藤博之*・谷口肇**

〈岩手工業技術センター・*岩手大学大学院連合農学研究科〉

平成6年10月17日受理

A Modified Method to Evaluate New Rice Varieties for Sake Brewing

Hiroyuki SAITO* and Hajime TANIGUCHI**

(Iwate Industrial Research Institute and *the United Graduate School of Agricultural Sciences, Iwate University, Morioka, Iwate 020)

Methods for evaluating new rice varieties for sake brewing from analytical data established by The Research Group of Sake Rices were examined. Standard values of 12 analytical items composed of chemical and physical analysis, which were derived from cumulative frequency and standard deviation, were compared. Results showed that a method by data from cumulative frequency is more effective to evaluate new varieties for sake brewing than those from standard deviation. A procedure to visualize data of principal component analysis on a figure was developed for easily evaluating the rice for sake brewing, and applied to compare previously obtained values on 81 rice varieties with those of newly bred rice varieties. This visualization method demonstrated that a new variety, "Gin-nosei", which was bred for sake production, was located to a position suitable for sake making. Therefore, these procedures would be useful for field workers of rice breeding for sake.

Key words: 原料米・酒造適性・多変量解析

緒言

最近の清酒生産は、商品の多様化、地域特産志向に対応し、酒造用米の品種名が重要になってきている。それにつれて、各県で酒造用米の新品種育種^{1,2)}が活発になり、その醸造適性判定を求められる機会が増えている。一方、昭和51年度に、全国酒米統一分析法³⁾(以下、統一分析法と略称)が公表され、酒造適性に関係が深いとされる分析12項目が設定され、多くの適性評価が検討されてきた^{3~10)}。吉沢は産地別、年次別評価⁴⁾、宮野は相関係数や分析値のペンタグラム、標準化得点合計値による評価方法^{5~7)}、岡崎はクラスター分析及び主成分分析法(Principal component analysis, PCA)による酒米の分類法、標準偏差を利用した分析値評価基準値^{8~10)}を提示している。しかし、新品種を簡易に判定するための基準値、評価法は近年報告されていない。

本報では酒造米新品種の分析値を評価するために①累積度数と標準偏差を利用した分析評価基準値の策定方法と、②主成分分析法のサンプル得点図を利用した評価法

について検討したので報告する。

評価方法と結果

1. 使用データ

全国酒米研究会から公表されている240品種、4,502サンプル(1976~1992)、統一分析法12項目のうち、欠測値を含むサンプル77点を除き、さらに10サンプル以上分析された81品種のデータ4,081サンプルを使用した。81品種は酒米研究会に報告されている品種全体の30%強であるが、サンプル数では90%強であり、日本で使用されている酒造用米の主な品種は網羅されていると考えられる。これら81品種の分析12項目について平均値、標準偏差を算出して、「基準値策定」と「主成分分析法サンプル得点図」の出発データとした。

2. 新品種酒造米の分析評価基準値の策定

(1) 分析12項目の正規性の検討

分析12項目の正規分布検定は、歪度(ゆがみの尺度) g_1 、尖度(とがりの尺度) g_2 の検定で行った¹¹⁾。

尖度、歪度ともに正規分布と認められたのは、真精米歩合、白米水分、吸水性120分、蒸米吸水率、ホルモー

** 現在、農林水産省食品総合研究所

Table 1 Basic statistics of analytical items of 81 rice varieties.

Analytical item No. and abbreviation		Average ± SD (Av)	VC*	Maximum	Minimum	Skewness	Judgment of skewness	Kurtosis	Judgment of kurtosis
1 Weight 1000 (1)	(g)	23.56 ± 2.27	9.66	31.15	20.19	1.300	no	1.356	no
2 Weight 1000 (2)	(g)	23.15 ± 2.23	9.61	30.16	19.73	1.279	no	1.248	no
3 Water content (RR)	(%)	15.19 ± 0.45	2.95	16.46	14.19	0.387	no	-0.197	yes
4 True polishing	(%)	75.63 ± 0.56	0.74	77.26	74.23	0.038	yes	0.316	yes
5 Water content (PR)	(%)	13.53 ± 0.13	0.97	13.90	13.17	-0.054	yes	0.944	yes
6 Absorbed water (20)	(%)	24.43 ± 2.35	9.61	29.87	20.41	0.609	no	-0.463	yes
7 Absorbed water (120)	(%)	29.18 ± 0.77	2.64	31.01	27.38	-0.121	yes	-0.260	yes
8 Absorbed water (ST)	(%)	38.96 ± 1.37	3.51	42.85	35.48	0.025	yes	0.280	yes
9 Digestibility (RS)	(%)	9.46 ± 0.26	2.77	10.37	8.620	0.200	yes	1.759	no
10 Digestibility (FN)	(ml)	2.05 ± 0.09	4.45	2.292	1.880	0.154	yes	-0.510	yes
11 Crude protein	(%)	5.75 ± 0.32	5.50	6.505	5.024	0.241	yes	-0.322	yes
12 Potassium	(ppm)	489 ± 67	13	739	374.3	1.320	no	2.441	no

* Variation coefficient.

See a paper of OKAZAKI³ for details of analytical items.

ル窒素、粗蛋白質の6項目であった (Table 1)。千粒重 (水分調製前)、千粒重 (水分調製後)、玄米水分、吸水性 20 分、直接還元糖、カリウムの6項目は、歪度、尖度のいずれかあるいは両方が正規分布とは認められなかった。

(2) 5段階評価基準値の策定方法の検討

5段階評価基準値の策定は、品種毎の基準値^{9,12)}と同様に天気予報の確率表現¹³⁾に準じた。すなわち、低い (出現確率 10%)、やや低い (同 20%)、並 (同 40%)、やや高い (同 20%)、高い (同 10%) の5段階とし、そのための4つの評価基準値を求めた。この基準値を使うと、「この品種は、10品種に1品種の確率の低蛋白米である」という確率表現が可能となる。

基準値の策定は次のように累積度数による方法と、標準偏差による方法の2つを検討した。

方法 1. 累積度数による5段階評価基準値の策定方法

各分析項目の81品種の平均値を使用し、値の小さい方から昇順に並び換えた。次に累積度数率 10%、30%、70%、90%にあたるサンプルの分析値を求め¹⁴⁾、そ

の値を評価基準値とした。この方法は累積度数を利用した経験的正規化変換¹⁶⁾、すなわち正規型とみられない連続変量を正規化する方法である。

方法 2. 標準偏差による5段階評価基準値の策定方法

前記の方法と比較のため各分析項目がすべて正規分布と仮定し、岡崎ら⁹⁾が行ったように標準偏差から5段階評価基準値を求めた。

この2つの方法により策定した分類基準値を Table 2 に示した。さらに、これらの分類基準値を元の81品種のデータにあてはめ、分析12項目を5段階に分類した。分類集計された品種数を求め、それが理論出現確率からどれだけ外れるか、 χ^2 検定により検討した (Table 3)。その結果、標準偏差法で分類すると、千粒重 (水分調製前)、千粒重 (水分調製後)、吸水性 20 分、カリウムの4項目が危険率 5% 以下で、期待する出現確率に合わないことがわかった。また、直接還元糖、玄米水分の危険率はそれぞれ 12%、34% であり、前記4項目に次いであてはめが悪かった。一方、累積度数による分類は、確率分布を仮定せず、実際のデータにあてはめてその順序

Table 2 Evaluation values for five Grades.

Analytical item No. and abbreviation	Borderlines between Grades :							
	1 and 2		2 and 3		3 and 4		4 and 5	
	Method 1*	Method 2*	Method 1	Method 2	Method 1	Method 2	Method 1	Method 2
1 Weight 1000 (1)	21.23	20.64	22.08	22.36	24.12	24.75	26.59	26.47
2 Weight 1000 (2)	20.93	20.30	21.66	21.99	23.60	24.32	26.17	26.01
3 Water content (RR)	14.66	14.62	14.90	14.95	15.42	15.43	15.74	15.77
4 True polishing	74.93	74.91	75.35	75.34	75.89	75.92	76.31	76.34
5 Water content (PR)	13.36	13.36	13.47	13.46	13.59	13.60	13.66	13.70
6 Absorbed water (20)	21.80	21.42	23.07	23.20	24.84	25.66	28.09	27.43
7 Absorbed water (120)	27.96	28.19	28.77	28.77	29.56	29.58	30.06	30.16
8 Absorbed water (ST)	37.13	37.21	38.21	38.25	39.68	39.68	40.50	40.71
9 Digestibility (RS)	9.17	9.13	9.32	9.33	9.55	9.60	9.79	9.80
10 Digestibility (FN)	1.93	1.94	1.99	2.00	2.10	2.10	2.16	2.17
11 Crude protein	5.39	5.35	5.58	5.59	5.89	5.92	6.14	6.16
12 Potassium	417.61	403.40	447.69	454.36	510.12	524.96	552.03	575.93

* See Text for details.

Table 3 Comparison of evaluation obtained from two Methods.

Analytical item No. and abbreviation	Evaluation by cumulative frequency (Method 1)							Evaluation by standard deviation (Method 2)						
	Grade					χ^2 Test		Grade					χ^2 Test	
	1	2	3 (%)	4	5	Significance (%)	Judgment	1	2	3 (%)	4	5	Significance (%)	Judgment
1 Weight 1000 (1)	10	20	41	19	11	99.53	yes	1	36	38	12	12	0.01	no
2 Weight 1000 (2)	10	20	40	20	11	99.85	yes	1	38	37	10	14	0.00	no
3 Water content (RR)	10	20	40	20	11	99.85	yes	7	26	37	20	10	34.13	yes
4 True polishing	10	21	38	20	11	99.53	yes	9	20	46	16	10	48.63	yes
5 Water content (PR)	10	20	40	20	11	99.85	yes	10	16	46	21	7	39.26	yes
6 Absorbed water (20)	10	20	40	20	11	99.85	yes	6	23	44	9	17	0.30	no
7 Absorbed water (120)	10	20	40	20	11	99.85	yes	11	19	40	22	9	76.34	yes
8 Absorbed water (ST)	10	20	40	20	11	99.85	yes	11	19	38	25	7	42.96	yes
9 Digestibility (RS)	10	20	40	20	11	99.85	yes	5	26	42	16	11	11.59	yes
10 Digestibility (FN)	10	20	40	20	11	99.85	yes	10	23	36	21	10	64.40	yes
11 Crude protein	10	20	40	20	11	99.85	yes	7	23	41	17	11	48.68	yes
12 Potassium	10	20	40	20	11	99.85	yes	5	26	48	12	9	2.52	no

から分類しているため、どの項目でも上記の理論出現確率をかなり良く満たしていた。

3. 主成分分析サンプル得点図を利用した新品種酒造米の評価方法

(1) 既存品種の主成分分析とサンプル得点図

前述の5段階評価法は、新品種を各分析項目毎に評価する方法であるが、さらに、全体としてどの既存品種と近いか判定するために主成分分析を行った。

1) 主成分軸の意味

各項目の因子負荷量と寄与率を Table 4 に示した。第1主成分 (Z1) は、高得点ほど大粒で20分吸水率、直接還元糖が高く、粗蛋白質が低くて良好な品質であることを意味している。この主成分が最も酒造適性品種特性を良く捉えており、酒造好適米はすべてプラスの値を示している。同様に第2主成分 (Z2) は得点が高いほど、

ホルモール窒素、粗蛋白質、カリウムが高く、120分の吸水率が低いことを意味している。マイナスの数値の大きい方が低蛋白質等であるため、酒米として良好であることを示唆している。第3主成分 (Z3) は得点が高いほど、玄米水分、白米水分が低く、蒸米吸水率、ホルモール窒素が高いことを意味している。これらの項目の重要度、因子負荷量の大きさを考慮すると、第1主成分と第2主成分 (寄与率合計 46.6%) だけで品種特性をほぼ表現できると考えられる。なお、直接還元糖と粗蛋白質はその因子負荷量が各主成分に分散した。これらの項目は、第1か第2主成分に最大の因子負荷量を持つので、両方の主成分軸からなる図で表わせれば効率よく表現されることが考えられる。第4主成分 (Z4) は真精米歩合の因子負荷量が高く、品種特性と関係がないので省略して良いであろう。また、第5主成分以下は固有値が1以下であ

Table 4 Results of PCA.

Analytical item No. and abbreviation	PCA Factor Loading				Sum of square Z1 - Z2 (%)
	Z1	Z2	Z3	Z4	
1 Weight 1000 (1)	0.8835	0.3375	0.0376	0.0897	89.5
2 Weight 1000 (2)	0.8759	0.3446	0.0793	0.0752	88.6
3 Water content (RR)	0.1529	-0.0911	-0.7114	0.2637	3.2
4 True polishing	0.2301	0.0547	0.2270	-0.8112	5.6
5 Water content (PR)	0.1305	0.4395	-0.5849	0.0007	21.0
6 Absorbed water (20)	0.9096	-0.1230	0.1128	-0.0823	84.3
7 Absorbed water (120)	0.2595	-0.7364	0.1069	0.4012	61.0
8 Absorbed water (ST)	0.4396	-0.3652	0.5776	0.0417	32.7
9 Digestibility (RS)	0.5509	0.3284	0.0588	0.2754	41.1
10 Digestibility (FN)	-0.2357	0.5350	0.6429	0.2183	34.2
11 Crude protein	-0.5022	0.5709	0.4368	0.2821	57.8
12 Potassium	0.0579	0.6357	-0.2705	-0.0878	40.8
Component eigenvalue	3.34	2.25	1.95	1.12	
Ratio of contribution (%)	27.9	18.8	16.2	9.3	
Cumulative contribution	27.9	46.6	62.9	72.2	

ったので割愛する。以上の結果、第1主成分と第2主成分の2軸でサンプル得点図を描くこととし、この2軸で区切られる4つの区分(I~IV)で判定することとした(Fig. 1)。

2) 直接還元糖と粗蛋白質について

前述のように直接還元糖は因子負荷量が各主成分に分散しており、単一の主成分軸では表現しにくくなっている。直接還元糖は多くの主成分に分散しており、その変動は他の項目に比べて複雑と推測された。この項目はその因子負荷量から考えて、Fig. 1の第II区分、特にその斜め右上方向が溶け易くなっていると解釈すれば良い。粗蛋白質は、因子負荷量が第1主成分と第2主成分に分離した。品種だけによらず、栽培条件によっても粗蛋白質濃度は変わるので因子負荷量が分離したことは現実と合致していると思われる。主成分分析法では各主成分軸が無相関であることから、第2主成分は品種、酒造好適米か否か(第1主成分)、というよりもその品種をとりまく栽培地の土壌タイプ、施肥法等の栽培環境要因で変化する主成分と考えられる。粗蛋白質の第1、第2主成分因子負荷量から判断して、Fig. 1の第I区分、特にその斜め右下方向が低蛋白質になっていると解釈すれば良い。

(2) 新品種を既存品種のサンプル得点図に付加する方法

本論文で示した2つの方法を用い、近年開発され、またデータの少ない秋田県の「吟の精」^{1),16)}(平成4年産の4サンプル平均値)を評価した例を示す(Table 5)。

計算に必要なデータは12項目の平均値(A_v)と標準偏差(SD)(各12個, Table 1), 第1, 第2主成分の

因子負荷量(12個×2, Table 4), それに図に書き加えたい新品種の分析データ(12個)である。これをもとに下記の計算を行う¹⁷⁾。

1) 新品種データの基準化を行う。

千粒重(水分調整前)を例に基準化の方法を示す。

$$B = (A - A_v) \div SD$$

B: 新品種の千粒重(水分調整前)の基準化データ

A: 新品種の千粒重(水分調整前)の分析データ

A_v: 81品種の千粒重(水分調整前)の平均値

SD: 81品種の千粒重(水分調整前)の標準偏差

同様の計算を分析12項目について行い、計算結果をTable 5のB欄に記入する。

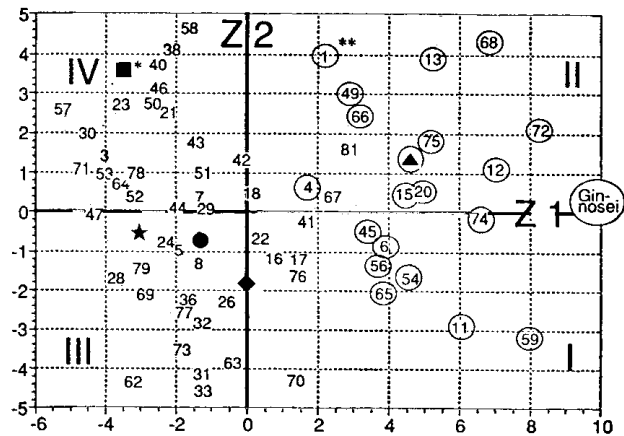


Fig. 1 PCA sample scores of 81 varieties.

* These include following varieties: ■, 39 and 55; ★, 10, 61 and 80; ●, 2, 9, 19 and 60; ◆, 25, 27, 34, 37 and 48; ▲, 14 and 35. ** - These show varieties suitable for sake making.

Table 5 Calculation of Gin-nosei by method of PCA sample scores for a new variety.

Analytical item No. and abbreviation	Values for 1992 (A)	Evaluation	(B)*	(C)	(D)
1 Weight 1000 (1)	29.23	5	2.4956	2.205	0.842
2 Weight 1000 (2)	28.40	5	2.3543	2.062	0.811
3 Water content (RR)	16.03	5	1.8556	0.284	-0.169
4 True polishing	74.78	1	-1.5268	-0.351	-0.084
5 Water content (PR)	13.50	3	-0.2308	-0.030	-0.101
6 Absorbed water (20)	30.23	5	2.4660	2.243	-0.303
7 Absorbed water (120)	30.40	5	1.5844	0.411	-1.167
8 Absorbed water (ST)	38.65	3	-0.2263	-0.099	0.083
9 Digestibility (RS)	10.88	5	5.4423	2.998	1.787
10 Digestibility (FN)	2.125	4	0.8333	-0.196	0.446
11 Crude protein	5.350	1	-1.1563	0.581	-0.660
12 Potassium	393.3	1	-1.4291	-0.083	-0.909
				10.02	0.58
				(E)	(F)

See Text for procedure to calculate this value.

2) 「基準化データ (B欄)×Z1, Z2 因子負荷量」を 12 項目について求める。

$C=B \times Z1$: 千粒重 (水分調製前) 基準化データ
× 第 1 主成分因子負荷量 (Z1)

$D=B \times Z2$: 千粒重 (水分調製前) 基準化データ
× 第 2 主成分因子負荷量 (Z2)

この計算を 12 項目について行い、計算結果を Table 5 の C, D 欄に記入する。

3) 新品種の第 1, 第 2 主成分サンプル得点を計算する。

第 1 主成分サンプル得点 E: C 欄の合計

第 2 主成分サンプル得点 F: D 欄の合計

上記の E を Fig. 1 の横軸, F を縦軸とし, 新品種を付加して既存 81 品種の位置と比較する。図の軸は単一の性質を示すものではなく, 全項目に比重を掛けて合計した総合軸である。従って, 次のように, どの項目が大きくてその位置に付加されたのか, 5 段階評価値やサンプル得点の計算途中の値も合わせて検討を行う。

本法により計算すると「吟の精」の第 1, 第 2 主成分サンプル得点は, それぞれ 10.02 (E: 横軸), 0.58 (F: 縦軸) であった。それぞれの値により, 「吟の精」は第 II 区分の第 1 主成分軸に近い位置にプロットされる (Fig. 1)。また, 「吟の精」の各項目の値を累積度数法による基準値で 5 段階に評価した数値を示した (Table 5)。千粒重, 吸水性 20 分, 直接還元糖の 5 段階評価値は既存 81 品種と比較して高い (出現確率 10% の高さ)。従って, C 欄のそれらの項目の値が大きくなっている。また, その合計である第 1 主成分サンプル得点も大きく, 酒造好適米的性質を良く示している。一方, 縦軸上 (第 2 主成分) では, D 欄の数値の+, - が拮抗して全体としてゼロ近くになっている。その中で吸水性 120 分と直接還元糖の主成分値の絶対値が大きく, 目立っている。吟の精は直接還元糖が著しく高く, 大きな特徴となっているが, 単年度のデータであるので, さらに年次を重ねて検討したい。

なお, 統一分析法 12 項目にない心白率, 碎米の発生などは, 問題がないか別に考慮する必要がある。

考 察

1. 分析評価基準値の策定の意義

81 品種, 12 項目のデータの分布を検討すると, その半分が正規分布せず, 標準偏差を利用した評価基準値も 3 分の 1 の項目で明らかに利用できないことがわかった。このことは, 「酒造好適米」と「一般米」は特性が異なる母集団であることを示唆している。母集団の異なるサンプルの場合, サンプル群に分けて解析すれば良い

が, 新品種の場合, 「酒造好適米」と「一般米」の既存品種を一緒にし, その中で比較したいことが多い。新品種の場合は実際の利用面から考えて, どの項目も理論的な出現確率にほぼ一致する「累積度数による評価基準値」で評価する方が, より実用的と考えた。この基準値を用いることによって, 新品種の分析値を期待する出現確率で, 5 段階に判定することができるであろう。また, この方法によって 81 品種を判定した結果を Table 6 に示したが, この分類結果と比較することにより新品種の特徴把握がより容易になると考えられる。

2. 主成分分析サンプル得点図の利用

(1) サンプル得点図 (Fig. 1) からわかること

主成分軸の意味から, Fig. 1 の第 1・第 2 主成分軸で区切られる 4 つの区分は, ほぼ良好な順に I > II > III > IV の 4 区分と考えられる。I の区分は山田錦を含むいわゆる酒造好適米が多く, 大粒でホルモール窒素, 粗蛋白質, カリウム等が低い等, 良好な性格の強い区分と考えられる。IV は逆の性質を示し, 酒造米としては不良と考えられる。II の区分は第 2 主成分で劣る酒造好適米の下位グループ, III の区分は第 2 主成分で勝る一般米の上位グループと考えられる。図の中心は, 81 品種全体の平均であり, どの区分にあっても中心に近いほど平均的な品種である。この図のとこに位置するか, どの品種に近いかで新品種の全体像を把握できる。

(2) 主成分分析サンプル得点図に簡便的に新品種を付加する方法の有用性

新品種をサンプル得点図 (Fig. 1) に書き込むには, 厳密には新品種の 12 項目の分析値を既存 81 品種の平均値データに付け加えて, 再度主成分分析を行う必要がある。この際, 各項目間の相関関係が変わることにより, 図の中の各品種の位置関係にズレが生じることが考えられる。実際, 過去の解析例 (59 品種)^{8,18)} と本論文の解析結果 (81 品種) を比較すると主成分軸の意味合いが変わってきている。新品種は何年・何カ所もの分析値がないのが普通であるのに対し, 既存 81 品種のデータは多くの年次や場所のサンプルの平均値である。多数のサンプルの平均値からの相関関係を基に計算された主成分分析サンプル得点図は信頼性が高く, 現状でこれ以上のものは得難い。従って, サンプル数の少ない新品種をそれらのデータの中に入れて主成分分析法を適用するのは適切とは思われない。また, 主成分分析にはコンピュータ, 統計ソフト, 統計知識が必要であり, 評価するのは容易でない。そのため本論文では, 主成分分析を行わないで, しかも主要な既存 81 品種の酒造用米の位置関を変えないで, 新品種を便宜的に書き加える方法を提案した。

Table 6 Results of 81 rice varieties evaluated by Method I.

	Rice varieties and their number	(n)	Analytical item No.												Rice varieties and their number	(n)	Analytical item No.																																		
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12																							
1	Gohyakumangoku*	454	4	4	3	3	4	4	1	2	4	4	3	4	42	Onseto	46	4	4	3	2	3	3	3	2	3	3	2	3	3	2	4	4	4	4	4															
2	Nipponbare	417	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	4	2	43	Reihou	131	3	3	4	4	3	3	3	3	3	3	3	3	4	4	4	4	4	4	4	4														
3	Houenwase	70	1	1	2	3	4	1	2	3	5	4	2	44	Asominori	13	3	3	1	2	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	2	3													
4	Takane-nishiki*	77	4	4	3	3	3	4	2	3	4	3	3	45	Miyama-nishiki*	241	4	4	4	4	3	4	3	4	3	3	3	3	3	4	3	2	3	3	2	3	3	3	3												
5	Todorokiwase	179	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	46	Etsu-nan77	12	2	2	1	4	4	3	2	3	4	3	2	3	4	5	5	3	3	4	5	5	2	3	3	3											
6	Tsuyuhakaze*	17	4	4	2	5	1	4	4	5	5	4	3	47	Kogane-masari	26	2	2	3	3	2	1	2	3	3	2	4	3	4	2	4	5	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	2	3							
7	Akitsuho	45	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	4	48	Hatsuboshi	44	3	3	3	4	4	3	4	4	3	5	4	3	3	4	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3						
8	Minehikari	29	2	2	2	3	2	2	4	4	3	3	3	49	Shirakaba-nishiki*	28	4	4	3	3	3	3	3	4	4	2	2	4	2	4	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3						
9	Biwaminori	30	3	3	2	4	3	3	3	3	3	3	3	50	Nishihomare	42	3	3	1	3	2	3	3	3	3	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3					
10	Kinpa	31	2	2	2	3	2	2	2	3	3	4	3	51	Minami-nishiki	31	2	2	1	3	2	3	4	4	2	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4						
11	Yamada-nishiki*	174	5	5	3	3	4	3	5	5	5	5	2	52	Kostjiwase	17	1	1	4	3	5	2	4	3	5	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2					
12	Nadatikari*	13	5	5	3	4	2	5	5	5	5	5	2	53	Nigatawase	38	1	1	2	2	4	3	2	4	3	5	4	4	2	1	2	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3					
13	Tamasakae*	27	5	5	2	4	4	4	4	4	1	2	4	54	Kinmon-nishiki*	18	4	4	3	2	3	3	2	3	5	4	4	4	2	1	1	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4				
14	Fukuno-hana*	52	4	4	3	5	3	5	3	5	4	4	2	5	55	Kitahikari	16	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	1	2	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4			
15	Hattan*	16	4	4	3	5	5	4	2	4	5	4	2	4	56	Hidaminori*	25	4	4	1	3	2	4	2	4	2	4	2	1	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3		
16	Nakateshinsenbon	62	3	3	2	5	3	4	3	3	3	3	2	4	57	Aki-nishiki	19	1	1	1	2	5	4	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1			
17	Kinmaze	31	3	3	3	5	3	4	3	4	2	2	1	4	58	Tomoyutaka	17	3	3	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	
18	Nihonmasari	31	3	3	3	3	3	3	2	2	3	3	3	3	59	Hidahomare*	60	5	5	3	3	3	4	4	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3			
19	Yamahoushi	34	3	3	3	3	3	2	2	4	4	4	3	1	60	Mutsukaori	24	2	2	4	4	4	4	4	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3			
20	Sachidama*	19	5	5	4	3	5	4	3	5	3	3	3	3	61	Kogane-bare	34	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2		
21	Koshi-nishiki	20	3	3	3	3	3	3	3	4	3	5	5	4	62	Musashikogane	10	1	1	1	1	3	2	3	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4			
22	Yamabiko	36	3	4	2	4	3	2	3	4	3	4	3	3	2	63	Yamahikari	13	3	3	2	1	1	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3
23	Kagahikari	31	3	3	3	3	3	2	1	2	2	5	3	4	64	Hukuhikari	19	3	3	3	2	2	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3	1	3		
24	Mine-nishiki	17	2	2	2	3	4	2	2	3	4	3	1	1	65	Nada-nishiki*	21	4	4	3	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3		
25	Toyo-nishiki	26	3	3	5	4	3	4	3	4	3	3	3	3	66	Wakamizu*	40	4	4	1	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	
26	Sasa-nishiki	66	2	2	5	3	3	4	2	3	4	4	2	2	2	67	Matsuyamamitsui	18	4	4	4	4	5	3	5	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
27	Akihikari	58	3	3	4	5	2	3	3	4	3	3	3	3	68	Oku-homare*	41	5	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5	3	5		
28	Hana-hikari	27	1	1	4	2	3	3	4	3	2	2	4	3	69	Hanayutaka	10	3	3	4	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3		
29	Yone-shiro	13	3	3	4	4	2	1	2	3	3	3	3	3	70	Chiyo-nishiki	30	3	3	5	4	2	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	
30	Harebare	18	2	2	1	2	1	2	4	2	1	2	4	1	71	Yukihikari	20	1	1	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3		
31	Ohzora	25	2	2	2	3	1	1	3	5	3	3	3	2	72	Hana-hubuki*	56	5	5	5	4	3	1	5	5	4	3	1	5	5	4	3	1	5	5	4	3	1	5	5	4	3	1	5	5	4	3	1	5		
32	Ukon-nishiki	20	3	3	3	3	1	1	3	4	3	3	3	1	73	Mutsu-homare	13	2	2	2	4	3	1	2	3	2	2	1	2	3	2	2	1	2	3	2	2	1	2	3	2	2	1	2	3	2	2	1	2		
33	Kogane-nishiki	15	2	2	2	3	2	1	1	3	5	3	3	3	74	Hattan-nishiki-1*	15	5	5	3	2	1	3	5	3	2	5	5	3	2	1	3	5	3	2	5	5	3	2	1	3	5	3	2	5	5	3	2	5		
34	Kiyo-nishiki	143	3	3	4	4	4	4	2	3	3	3	3	1	75	Hyougokita-nishiki*	34	5	5	5	3	4	2	5	3	4	2	5	3	4	2	5	3	4	2	5	3	4	2	5	3	4	2	5	3	4	2	5			
35	Houhai*	15	4	4	4	5	4	4	4	4	4	4	2	2	76	Yukigesyou	11	3	3	3	3	5	2	5	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3		
36	Koshihikari	45	1	1	3	2	4	4	2	4	3	5	2	5	77	Asano-hikari	11	2	2	4	2	4	3	4	2	4	3	4	2	4	3	4	2	4	3	4	2	4	3	4	2	4	3	4	2	4	3	4	2	4	
37	Reimei	41	3	3	3	5	3	2	3	3	3	3	2	2	78	Kirara397	13	3	3	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4	3	2	4		
38	Ishikari	26	3	3	4	3	3	1	2	3	4	4	5	5	79	Hana-nomai	12	2	2	4	1	5	2	4	1	5	2	4	1	5	2	4	1	5	2	4	1	5	2	4	1	5	2	4	1	5	2	4			
39	Yuhkara	17	3	3	4	2	3	1	1	3	3	3	3	3	80	Takaneminori																																			

3. 結 論

以上、本論文では、①新品種のための分析値評価基準値、②主成分分析サンプル得点図に新品種を付加する方法、を提案した。この方法によって、新品種酒造米の特性を容易に評価、推察することができる。本法は簡便であり、酒造米育種の現場に対し有用な手法と考えられる。

要 約

全国酒米研究会の酒米統一分析法データから、新品種の分析値を5段階に評価する基準値を累積度数法と標準偏差法によって検討して、累積度数法の基準値が新品種判定に有用であることを明らかにした。また、新品種の分析値の全体像を視覚的に既存81品種と比べるために、主成分分析サンプル得点図の上に簡易に付加する方法を提案した。この方法によって、新品種の「吟の精」を評価したところサンプル得点図の「酒造好適米」の区分に配置された。この方法は主成分分析を行う必要がなく、計算が簡便で、各品種の位置関係が変化しないので酒造米育種現場に実用的であると考えられる。

最後に本論文のまとめを行うにあたって、データの使用を快諾し、データベースを提供いただいた醸造試験所第7研究室の岡崎直人室長、荒巻 功主任研究員に深く感謝いたします。また、詳細な論文校閲をいただいた岩手大学農学部西澤直行教授に感謝いたします。

文 献

- 1) 島山俊彦：醸協，89，（1）6（1994）
- 2) 深谷伊和男：醸協，88，（4）250（1993）
- 3) 吉沢 淑：醸協，77，（10）656，77，（11）798（1982）
- 4) 吉沢 淑：醸協，79，（3）156（1984）
- 5) 宮野信之：醸協，81，（11）782（1986）
- 6) 宮野信之：醸協，81，（12）854（1986）
- 7) 宮野信之：醸協，82，（1）33（1987）
- 8) 岡崎直人：醸協，83，（11）764（1988）
- 9) 岡崎直人：醸協，84，（11）800（1989）
- 10) 岡崎直人：第12回酒米懇談会講演要旨集，p.1（1988）
- 11) 石川栄助：実務家のための新統計学，p.56，p.196，槇書店（1970）
- 12) 酒米調査研究チーム：酒米の品種，p.247（1993）
- 13) 根本順吉，朝倉 正：気候と人間シリーズ2 気候変化・長期予報，p.187，朝倉書店（1980）
- 14) 齊藤博之：アンケート・実態解析・施策決定支援プログラム「快刀乱麻」，岩手県農政部指導上の参考事項（1987）
- 15) 鈴木榮一：気象統計学，p.9，p.26，p.48，地人書館（1981）
- 16) 全国酒米研究会：平成4年度酒造用原料米全国統一分析結果（2次分析），資料1（1993）
- 17) 応用統計ハンドブック編集委員会編：応用統計ハンドブック，p.328，養賢堂（1978）
- 18) 齊藤博之：第12回酒米懇談会講演要旨集，p.37（1988）

技術報告

半生冷麺製造における添加エチルアルコールの
残存量とその保存効果

遠山 良*・関村照吉*・関澤憲夫**

Remaining in Manufacturing and Preservative Effect of
Ethanol Added to "Reimen" (Korean noodle)

Ryo TOYAMA*, Teruyoshi SEKIMURA* and Norio SEKIZAWA**

** Iwate Prefectural Brewing and Food Research Institute, 26
Tsushida, Morioka-shi, Iwate 020**** Iwate Prefectural Commercial and Industrial Federation, 5-5
Shinmei-cho, Morioka-shi, Iwate 020*

Reimen is an unique noodle made of wheat flour (70%) and potato starch (30%). Extruding dough at 100°C followed by immediate cooling of the formed noodle by blow-drying yield a final product with a water content of 35%. Ethanol added to the dough was found to remain with a high yield in the final product, in spite of the above conditions that would stimulate the evaporation of ethanol. In the comparison of drying methods, stand-drying decreased both water and ethanol contents in the noodle rapidly and in parallel. On the contrary, blow-drying did not decrease the ethanol content in the noodle, but increased it slightly, whereas it decreased the water content more rapidly than stand-drying. In reimen containing 1.94% alcohol, microbial growth was negligible during storage at 30°C for 14 days. With a lower ethanol content of 1.26%, no microbial growth was observed when reimen was stored at 15°C. Thus, it was found that blow-drying of the noodle is quite effective for preventing evaporation of added ethanol, and that the final ethanol content of 1.94% is much enough to keep the shelf-life of the reimen product. (Received July 9, 1993)

岩手県における半生冷麺の生産は、近年急速に伸びてワンコソバと並ぶ盛岡の名物となっている。冷麺はうどん、そば類とは異なり、小麦粉に澱粉を約30%配合したものが主原料であり、透明感があり弾力のある麺にその特徴がある。半生冷麺は通常連続押し出し装置を使用して生産されるが、その方法では押し出し機により麺線状に整形する際、摩擦熱により麺生地が100°C程度に加熱され、麺線になった時点で澱粉の糊化が進行している。そのため押し出し後、麺線間の付着を防止する工程が必要になる。以前より冷麺を製造している韓国では、麺線押し出し後、凍結処理を行い、それに引き続く手揉み乾

燥により乾燥冷麺を製造している。このように乾燥冷麺は製造工程が複雑で多くの人力を要する。さらに調理の際にゆで時間を長く要する。著者らはこれらの欠点を克服して新しく半生冷麺の製造方法を開発した。この方法では凍結工程を設けず、押し出し機により麺線を形成した後急速冷却することにより麺線間の付着を防止し、一旦包装した後再度加熱冷却することにより最終製品を得ている。

半生冷麺は35%程度の水分を含むため、保存性向上の目的でエタノールを添加している。エタノールの各種食品への添加試験については既に多くの報告があ

* 岩手県醸造食品試験場 (〒020 岩手県盛岡市津志田 26)

** 岩手県商工会連合会 (〒020 岩手県盛岡市神明町 5-5 (岩手県火災共済会館 4 階))

り^{1)~9)}, 各種微生物のエタノール耐性については山下¹⁰⁾や山本¹¹⁾らの報告がある。麺類へのエタノールの使用についても多くの報告^{12)~17)}があり, 長い間使用されてきた安全な保存料として中華麺やうどん類で実際に使用されている。

しかしこれらの麺類と異なり, 加熱やそれに引き続く通風乾燥工程を経て製造される冷麺の原料に添加したエタノールがどれ位残存するか, また残存エタノールはどの程度保存効果を示すかはきわめて興味ある問題である。そこで, 本研究では, 冷麺製造に際して添加したエタノールの各工程における残存率を調べるとともに, 残存したエタノールと冷麺の保存性との関係を調べたので報告する。

実験方法

1. 冷麺の製造方法

Fig. 1 に冷麺の製造工程を示した。冷麺用配合粉 (小麦粉 70%, 澱粉 30%) 100 g に対して水 50 g を加え, 添加物として少量のかんすいとエタノールを加えてミキシングした後, 冷麺製造機により加圧押し出しして製麺。冷麺製造機はノズル口径 150 mm, ダイの直径 1.2 mm の連続押し出し装置 (韓国, 清水食品) を使用した。冷麺製造機により押し出された麺はベルトコンベアーに乗り運ばれて行く間にトンネル式乾燥装置により表面乾燥される。ベルトコンベアーの終点で麺は自動裁断機により裁断され, 計量されたのち自動包装機により包装された。包装フィルムはナイロン/ポリプロピレン (Ny/CP) を使用した。包装された製品は, 蒸気殺菌庫で殺菌されたのち製品とした。最終製品の麺のサイズは直径約 2

mm, 長さ 20 cm である。

2. エタノール含量及び水分含量の測定

製麺工程中のエタノール残存率の測定では, 75% (V/V) エタノールを含むアルコール製剤 (グリコ (株) 製) を用いて, 原料に対して 4.1% (V/W) のエタノールを添加し, 20 分間ミキシングして生地を形成した。エタノール濃度は, 生地形成直後と冷麺製造機から押し出されて乾燥後包装された時点の 2 サンプルについて測定した (Fig. 1)。

エタノール含量は, 麺を約 5 mm の長さに細かく切断し, 水蒸気蒸留した後重クロム酸による酸化法¹⁸⁾により測定した。

水分含量は, 麺を約 5 mm の長さに細かく切断した後アルミ秤量缶に入れ 135°C で 3 時間乾燥して測定して求めた重量減少率からエタノール濃度を差し引いて求めた。

3. 冷麺の乾燥方法の比較

麺の乾燥試験は, 蒸気殺菌されて製品となった麺をプラスチック製の籠に薄く広げ, 30°C に設定した通風乾燥器中に放置する方法 (通風乾燥) または 30°C に設定した恒温器中に放置する方法 (無風乾燥) で行った。乾燥開始後経時的に試料を取り出し, 水分含量とエタノール含量を測定した。

4. 保存試験

エタノールを原料に対して 2.6, 3.0, 4.1% (V/W) 添加して製造した包装冷麺を保存試験に供し, 経時的に生菌数を測定した。保存温度は 2.6 と 4.1% 添加試料については 30°C, 3.0% 添加試料については 15, 20, 25 及び 30°C とした。

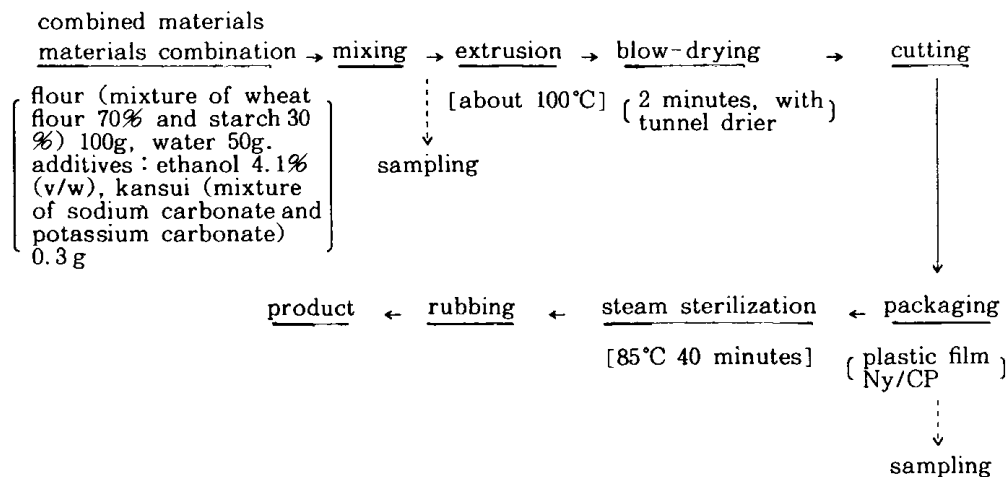


Fig. 1 Manufacturing process of "reimen" (Korean noodle)

生菌数は、麺を 10g 採取し滅菌水を 90ml 添加後、ストマッカー（オルガノ(株)）で 3 分間処理して試料懸濁液を調製し、標準寒天培地を用いて混釈法により測定した。培養は 30℃ で行い、3~4 日後にコロニー数を計数した。

実験結果および考察

1. 製麺工程中のエタノール残存量

Table 1 に原料混合直後及び包装直後の試料中の水分及びエタノール含量を示した。水分含量は 41.1% から 34.7% に減少したが、これは乾燥工程中に蒸発したものと考えられる。一方、エタノール含量は原料混合直後の 1.86% から包装直後の 1.89% へと、逆に僅かながら上昇した。この含量の増加は水分含量の低下により起こったものと推察される。そこで両者の残存率を計算してみると、水分が 79.0% であるのに対してエタノールは 95.1%

であった。予想に反して沸点の低いエタノールの方が水よりはるかに残存率が高いことが判明した。

2. エタノールの残存量に及ぼす乾燥法の影響

そこで次に、冷麺を通風と無風の 2 種の条件で乾燥し、水分含量とエタノール含量を経時的に測定した。Fig. 2 に両条件での水分含量の変化を示す。乾燥開始 2 時間及び 5 時間の時点では、通風乾燥の方が無風乾燥より水分含量の低下速度が速いことが分かる。しかし、24 時間後の水分含量は両条件ともほぼ 8% であった。同様の実験でのエタノール含量の変化を Fig. 3 に示す。無風乾燥ではエタノール含量も水分の場合と同じかそれ以上の割合で低下している。ところが通風乾燥では全く異なる結果が得られた。すなわち、エタノール含量の低下はほとんど認められず、24 時間後には逆に増加していた。

以上の結果から、冷麺中のエタノールの蒸発速度は水の蒸発速度と密接な関係があることが分かる。すなわ

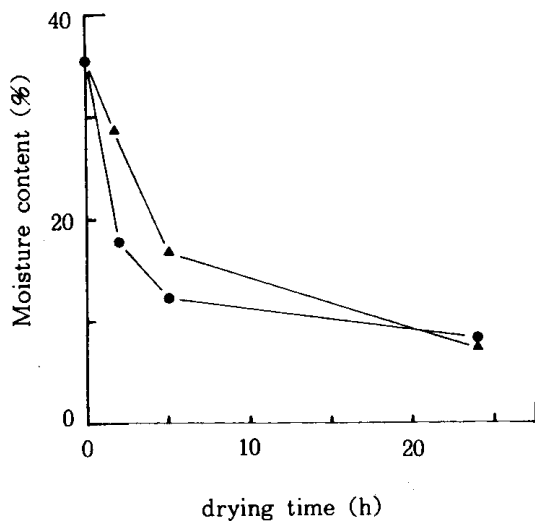


Fig. 2 Changes in the moisture content of "reimen" (Korean noodle) during blow-drying or stand-drying

● : blow-drying
▲ : stand-drying

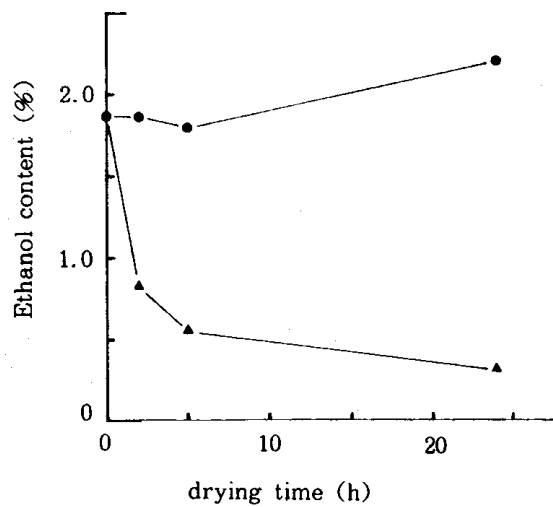


Fig. 3 Changes in the ethanol content of "reimen" (Korean noodle) during blow-drying or stand-drying

● : blow-drying
▲ : stand-drying

Table 1 Changes in the ethanol content during manufacturing process of "reimen" (Korean noodle) added with 4.1% ethanol

Process	Ethanol		Water	
	content (%)	remaining ratio (%)	content (%)	remaining ratio (%)
After mixing	1.86	100.0	41.1	100.0
After packaging	1.89	95.1	34.7	79.0

ち、水分の蒸発速度が高いと逆にエタノールの蒸発速度は低く抑えられる。通風乾燥では麺線の表面が急速に乾燥収縮する。この条件では、エタノールと水の分子の大きさの違いや表面張力の違い等が原因となり、麺表面へのエタノール分子の移動が水分子より遅くなると考えられる。噴霧乾燥や凍結乾燥でも沸点の低い香気成分が比較的良く残存することが知られている¹⁹⁾。

著者らは、通常の半生麺の製造に際しても、麺の通風乾燥がエタノールの残存率を高めるのに有効であることを報告した¹⁵⁾。冷麺の場合には乾燥工程で見かけ上エタノール含量が高まる現象が見られ、工程中の通風乾燥がエタノールの残存に特に有効であることを明らかにした。これは、通常の半生麺の場合と異なり、冷麺では麺中の澱粉が一旦糊化していることが原因であると考えられる。

以上のように、通風乾燥工程は、糊化澱粉の老化を促進して麺線の固着を防ぐと共に、エタノールの残存率を高める上でも極めて有効であることが判明した。

3. 冷麺のエタノール含量と保存性との関係

最終製品のエタノール含量と、30℃に保存した麺の生菌数との関係を Table 2 に示した。エタノール含量 0.94% では菌の増殖はあまり抑えられず、保存 14 日後の生菌数は $1.9 \times 10^7/g$ に達した。しかし、エタノール含量 1.94% では 14 日間保存後でも生菌数は $2.0 \times 10^6/g$ で、十分に静菌効果を発揮した。次に、エタノール含量 1.26% の麺を種々の温度に保存した場合の生菌数の変化を Fig. 4 に示した。30℃で保存した場合、3 日間保存後で $1.6 \times 10^2/g$ であったが 10 日目では $1.5 \times 10^6/g$ に達した。しかし生菌数の増加は保存温度が低いほど抑制され、20℃では 20 日間保存後でも生菌数は $10^2/g$ 以下であった。さらに、保存温度を 15℃にすると、45 日間保存後でも生菌数の増加は全く認められなかった。

工藤らは 30℃で生麺の保存試験を実施し、生麺のエタノール含量が 1.40% では 7 日後の細菌 (*Micrococcus*) 数が $5.9 \times 10^6/g$ 、1.86% では 7 日後の細菌数が $1.0 \times 10^4/g$ と報告している¹²⁾。本研究とはエタノール濃度が異な

るので厳密な比較はできないが、エタノールの保存効果は冷麺の場合とはほぼ同程度と考えられる。

要 約

冷麺製造工程におけるエタノールの残存率及び残存エタノールと冷麺の保存性との関係について検討した。

(1) 冷麺は製造時約 100℃の加熱糊化工程を経ているにもかかわらず、製造原料に保存料として添加したエタノールの残存率はかなり高く、乾燥工程を経た段階で 86.8% であった。

(2) 乾燥工程でエタノールの減少率が低い原因を確認するため、冷麺を通風と無風の条件下で乾燥して比較したところ、無風乾燥では水分の減少とともにエタノール濃度も減少した。一方、通風乾燥では水分は急激に減少したが、エタノール濃度は逆に僅かに上昇した。

(3) 以上のことから、冷麺製造時の通風乾燥は、エタ

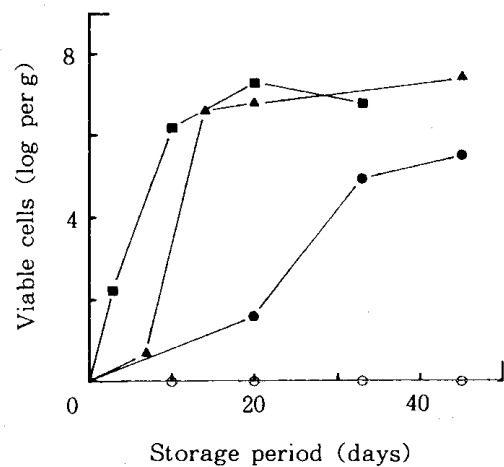


Fig. 4 Changes in viable cells in "reimen" (Korean noodle) added with 3% ethanol during storage at various temperatures

○ : stored at 15℃
● : " 20℃
▲ : " 25℃
■ : " 30℃

Table 2 Changes in viable cells in "reimen" (Korean noodle) added with 2.6% and 4.1% ethanol during storage at 30℃

Amount of ethanol added (% (v/w))	Ethanol content of final product (% (w/w))	Storage period (days)			
		0	4	7	14
2.6	0.94	0	2.2×10^5	2.2×10^6	1.9×10^7
4.1	1.94	0	0	0	2.0×10^6

ノールの残存率を高める上で有効であることが分かった。

(4) エタノール残存率と保存性の関係を調べた結果、麺に1.94%のエタノールが残存する場合、30℃、14日間の保存でも微生物の増殖はほとんど見られなかった。エタノール含量が低下するにつれて保存性は低下するが、エタノール含量が1.26%と低くても保存温度が15℃であれば45日間経過しても微生物は全く検出されなかった。

本研究を通じてご指導頂きました岩手大学農学部櫻井米吉教授、並びに試料の提供を始め実験に協力頂きました岩手県乾麺工業協同組合の碁石芳男理事長、府金利幸専務及び柵山貢工場長に、深謝いたします。

文 献

- 1) 加藤 熙・山沢正勝：愛知県食品工業試験所年報, 12, 111 (1971).
- 2) 山沢正勝・加藤 熙：愛知県食品工業試験所年報, 12, 118 (1971).
- 3) 大島克己：愛知県食品工業試験所年報, 12, 125 (1971).
- 4) 吉田正次：愛知県食品工業試験所年報, 12, 129 (1971).
- 5) 工藤日出男：愛知県食品工業試験所年報, 12, 136 (1971).
- 6) 大島克己：愛知県食品工業試験所年報, 14, 148 (1973).
- 7) 工藤日出男・好井久雄・渡辺忠弘：愛知県食品工業試験所年報, 14, 164 (1973).
- 8) 井川房欣：愛知県食品工業試験所年報, 15, 46 (1974).
- 9) 湯田定利・高橋順子・柳沢 洋：簡易包装による食品の品質保持に関する研究 (中小企業庁), III-1 (1984).
- 10) 山下 勝・深沢伊和男：愛知県食品工業試験所年報, 12, 105 (1971).
- 11) 山本 泰・東 和男・好井久雄：日食工誌, 31, 531 (1984).
- 12) 工藤日出男・好井久雄：愛知県食品工業試験所年報, 14, 155 (1973).
- 13) 棚田益夫・内田晴彦：日食工誌, 21, 345 (1974).
- 14) 宮尾茂雄・佐藤 匡・谷津富高：日食工誌, 31, 192 (1984).
- 15) 遠山 良・関澤憲夫：日食工誌, 34, 586 (1987).
- 16) 遠山 良・関澤憲夫：岩手県醸造食品試験場報告, 22, 122 (1988).
- 17) 遠山 良・佐々木俊幸・関澤憲夫：岩手県醸造食品試験場報告, 23, 81 (1989).
- 18) (財)日本醤油研究所：醤油分析法, p. 9 (1985).
- 19) 杉沢 博：日食工誌, 24, 94 (1977).
- 20) 遠山 良・関澤憲夫：岩手県醸造食品試験場報告, 19, 110 (1985).

(平成5年7月9日受理)