

## 3次元CTによる製品検査システムの開発Ⅱ\*

大坊 真洋\*\*、長谷川 辰雄\*\*、南幅 留男\*\*  
熊谷 隆美\*\*

特異値分解法による高速CT法と、FFT法による高精細CT法と、マルチメディア・データベースの技術を組み合わせた内部検査システムを開発した。特異値分解を利用した新しいCT法により高速CTを実現できた。またFFT法によって、細密な映像を再現できた。さらに、CT画像と関連するデータを整理するオブジェクト指向のマルチメディア・データベースを構築した。さらに、新概念の遠隔利用可能なCT装置について検討した。

キーワード：計算機断層法、マルチメディア、データベース、コンピュータ・グラフィクス、インターネット

## Development of Inspection System Using Three Dimensional Computer Tomography II\*

DAIBO Masahiro\*\*, HASEGAWA Tatsuo\*\*, MINAMIHABA Tomeo\*\*,  
KUMAGAI Takami\*\*

This paper describes developed inspection system which consists of three technologies. These are a fast CT using our newly developed singular value decomposition method, a high resolution CT by modified FFT method and an object oriented multimedia database. The Experimental CT images are demonstrated. We also discuss new concept remote accessible CT system.

key words : computed tomography, multimedia, database, computer graphics, internet

### 1 緒言

PL法が施行され、工業製品の信頼性や安全性への要求は、ますます厳しくなっている。その一方では、市場の要求により製品の高機能化が進み、部品の構造が複雑になっている。このような内部構造が複雑な部品は、不良が発生した際に、再度分解して不良内容や原因を調査することが困難であることが多い。従来は、単一方向からX線装置で投影して検査することがほとんどであった。しかし、単一方向からの投影では、内部構造の奥行き情報がないため、欠陥が手前にあるか奥にあるか分からなかった。そこで、奥行き情報を得るために、いろいろな方向から投影して、断面や内部の立体構造を計算するCT（計算機断層法）に注目した。この技術は主に医療分野で病巣の検査等に使われている<sup>1)2)</sup>が、CT装置は、非常に高価なため中小企業で導入することは容易ではない。特に機械部品、電子デバイス、プラスチック部品、農林水産物などの安価な対象物の内部検査に利用す

る場合には、コスト高となり現実的でなかった。

そこで我々は、市販のX線テレビ装置とステップングモータを組み合わせて、CT装置のハードウェアを構成し、その制御プログラムやCT数値計算のプログラムを開発して、安価なCT装置を実現した。さらに、CT装置で得られた断面画像を積み重ねて三次元表示するCG（コンピュータ・グラフィクス）と、画像と関連データを取りまとめるマルチメディアDB（データベース）を設計開発し、これらとCT装置を組み合わせた柔軟で実用性の高い内部検査システムを構築した。さらに、インターネットや電話回線から、このDBにアクセスするシステムも検討した。

この報告では、このシステムの構成と、高速性と高画質の2種類のCT法の原理、それぞれの計算方法で得られたCT画像、コンピュータ・グラフィクスによる画質改善、マルチメディア・データベースの機能について述べる。

\* 三次元画像による製品検査技術の高度化に関する研究（東北・北海道ブロック広域共同研究事業）

\*\* 電子機械部

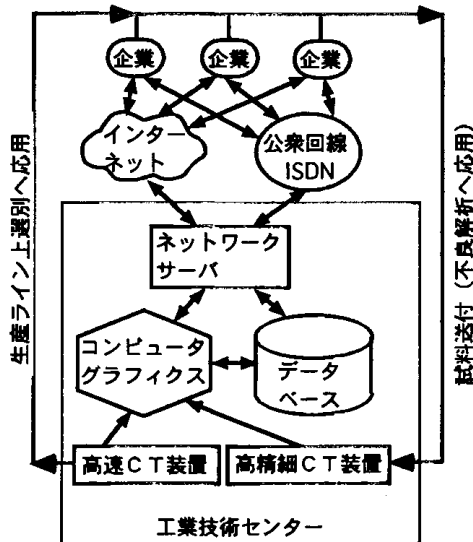


図1 CTによる製品検査システムの全体構成

## 2 実験方法

図1にCTによる製品検査システムの全体構成を示す。CTで内部検査を行い、CGやDBを利用して処理し、インターネットや電話回線からDBにアクセス可能にする。CTの計算方法として、目的別に2種類の方法を使ったX線CT装置をそれぞれ開発した。一つは、生産ライン上で不良選別の用途に利用可能な高速CT法であり、これは特異値分解<sup>3)</sup>(SVD)を原理とする新しい計算方式<sup>4-7)</sup>であり、岩手大学と共同で開発<sup>8,9)</sup>した。もう一つは、不良解析などに威力を発揮する高精細CTであり、フーリエ変換法(FFT)に改良を加えた方式で実現した。

### 2-1 特異値分解CT装置

図2に構築したSVD法CT装置の構成を示す。X線の投影画像を撮影するために、X線テレビ装置(東芝製Tosmicron6125R)を使用した。この装置の解像度は15 $\mu$ m、画素数は640 $\times$ 480画素、階調は256、最大管電圧は125kVである。回転装置は、PCのシリアルポートからシーケンサーを介してステッピングモータを制御して実現した。この回転装置は2軸の回転が可能であり、回転分解能は0.1度である。回転装置の回転制御と、画像処理

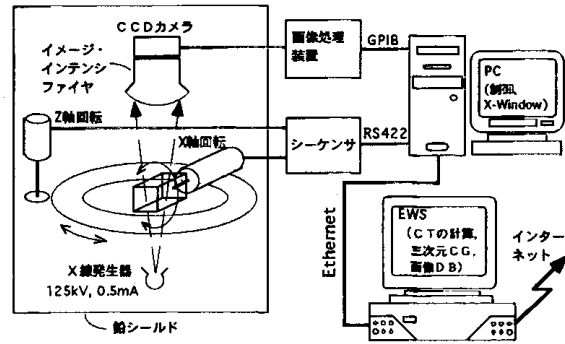


図2 特異値分解CT装置の構成

装置の制御及び投影データの収集プログラムは、LabVIEW(ナショナル・インストルメンツ製)で開発した。また、このPC上に、X-Window環境を同時に実現して、CTの計算を行うEWSとEtherNetで接続した。

このSVD法CTの数学的な原理はすでに報告した<sup>10)</sup>ので詳細は割愛する。図3に開発したSVD法CTアルゴリズムのブロック図を示す。サンプリングによって帯域制限した空間の各ピクセルが、X線からどれくらいの影響を受けるか(影響係数)を、投影経路からの距離を関数として線積分によって求めた。次に、各ピクセルに対応した影響係数と未知数である各ピクセルの濃度の積の総和に、誤差を加えたものが、実測した投影値と等しくなる一次方程式をたてた。全ての投影角度でX線投影経路毎に、この一次方程式をたて、式の数と投影経路数と等しく、未知数の数がピクセル数と等しい、連立一次方程式を定式化した。この連立一次方程式は、誤差を含み、未知数と方程式の数と一致しないので、特異値分解法によって最小二乗で妥当な解を求めた。次に特異値から構成される対角行列 $\Lambda$ の、各要素の値の大きさの変化を調べて、急激に減少する直前までの特異値を採用し、逆行列 $\Lambda^{-1}$ を計算した。採用しなかった特異値に対応する $\Lambda^{-1}$ の要素は値をゼロとする操作を行った。そして、 $V \Lambda^{-1} U^T$ を計算して疑似逆行列 $C^+$ を求めた。

ここで、 $C^+$ と投影ベクトル $P$ をかけ算すれば、CT画像を再構成できるが、さらに再構成時間を高速化させるために、疑似逆行列の値の大きさを調べて、その絶対値が閾値よりも大きい行列要素だけを選び出すフィルター処

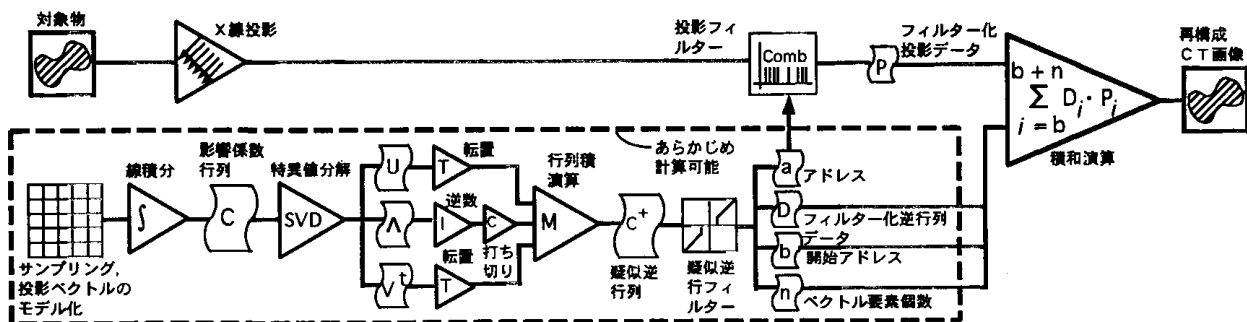


図3 特異値分解CTのアルゴリズムのブロック図

理<sup>11,12)</sup>を行った。疑似逆行列と投影ベクトルのかけ算は、積和演算となるので、疑似逆行列の絶対値が小さい要素は、積和演算結果に大きな影響を与えない。そこで、適当な閾値を選んでフィルター処理すれば、CT画像の劣化をほとんど生じさせずに、計算量を大幅に減少させることができる。投影ベクトルには、採用した疑似逆行列に対応する要素を抜き出すフィルター処理を行った。積和演算とフィルター処理は、EWS (SPECrate\_fp92=4645)で実行した。

2-2 高速フーリエ変換CT装置

FFT法によるCT装置の基本構成は、図2と同様である。X線テレビ装置は(東芝製Tosmicron3000)を使用した。前回までは投影データを、断層毎(走査線毎)に収集し、1方向毎に積分処理を行っていた。このため、積分処理総数は、投影方向数×断層数となり、例えば16枚のCT像の投影データの収集では積分時間が8割を占め、高速化を制限していた。今回改良を加えて投影データ収集を高速化した方法を図4に示す。1方向毎に、全断層の投影データを一度に収集できるようにした。積分回数は投影方向数と同じn回に削減できる。

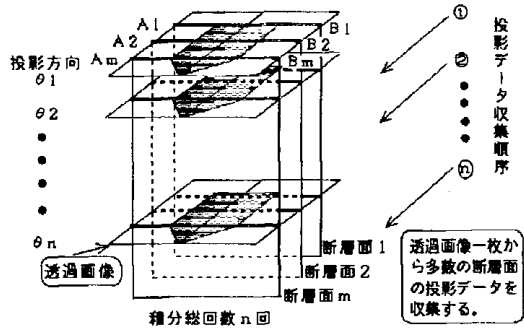


図4 マルチライン投影データ収集法

前回までは、CT像の構成に高画質である理由でFBP法(逆投影法)を採用していた。しかし、この方法は、投影データが増えると急速に計算時間が長くなる問題があり、FFT(高速フーリエ変換)法が見直されている。低画質であった従来のFFT法の欠点を改善する方法が提案<sup>(13,14)</sup>されている。FFT法によるCT像の構成過程では、極座標で得られた投影データのフーリエ変換の結果を直行座標に変換する際に、内挿計算の精度の不十分さが原因で疑似画像が発生する。このため、内挿計算の精度向上を図る方法として、投影データの両端に"0"を付加し、みかけ上投影データを2倍にしてフーリエ変換の周波数精度を2倍にした。また、極座標から直交座標への変換に直線補間を用いた。この2つの方法により、画質の低下を抑えた。図5に、改良したFFT法によるCT像構成の処理方法を示す。

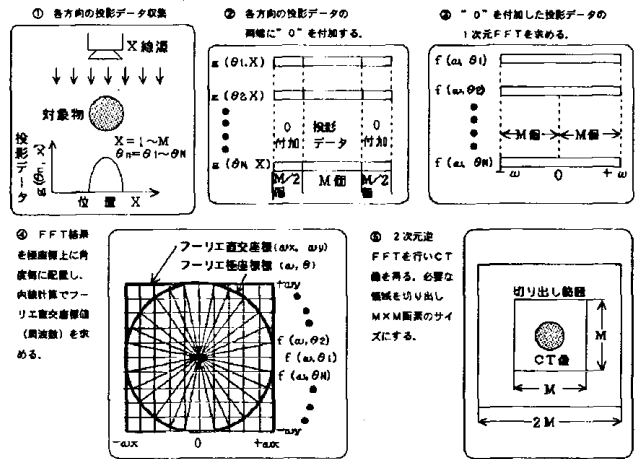


図5 改良した高速フーリエ変換によるCT法

2-3 コンピュータ・グラフィックスとデータ・ベース

前回は、3次元の等値面形成やレンダリングの際にノイズがあり、画質が不鮮明であった。今回はこの問題を解決するために、2次元CT画像の濃淡値の差が明確になるような強調処理を行ってから3次元画像化した。

さらに、これらのCT画像をコンテンツとする2種類の画像データベースを検討した。1つは、当センター内のX線装置で測定物を観測し、その場で現測定物と過去の測定物を比較するための画像データベースである。このデータベースは3次元CG(コンピュータ・グラフィックス)と組み合わせているので、3次元CT画像の回転等を、自由に操作することが可能である。もう1つは、各企業から電話回線を利用して当センターにアクセスする場合に対応した画像データベースである。電話回線は通信速度が遅いため、3次元CGのデータを直接通信することが困難である。このため、WWWブラウザとデータベースを組み合わせて、外部からのアクセス可能な画像データベース<sup>15)</sup>を設計した。

また、ユーザーが会話的に作業を進めてデータや画像の処理まで可能とする、インタラクティブなマルチメディア・データベース<sup>16-18)</sup>と、CTとCGに、ネットワーク機能を付加する為の接続形態と、接続後にどのようなことが可能になるかを検討した。

3 実験結果

3-1 特異値分解CT装置

開発したCT装置の制御プログラムにより、PCの画面上のダイヤルやスライドスイッチを、マウスで動かして装置を制御できるグラフィカルな操作環境を実現した。このCT装置の投影データの収集時間は、回転角度刻み値:2度、回転範囲:180度、画像積分回数:64回の条件で、約4min10secであった。この時間は、ビデオレートと画像処理装置の処理能力により制限されており、この装置でのほぼ限界のスキャンスピードである。

新しく開発した特異値分解CT法により再構成したC

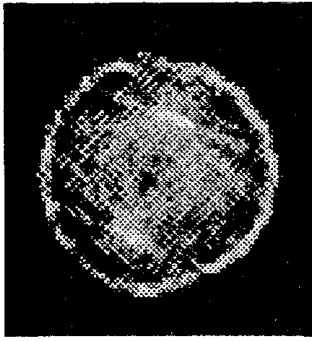


図6 特異値分解CT装置によるCT画像  
(観測物は電解コンデンサ)

T画像を図6に示す。観測した対象物は電解コンデンサである。投影方向: 8 (22.5度毎)、画素数: 64×64の条件で投影した。疑似逆行列を計算する時の特異値の打ち切りは、総ランク数1276のうち特異値の大きい方から500個を採用した。また疑似逆行列の要素をフィルタ処理する閾値は±0.001として、全体の約20%の数の行列要素を採用した。フィルタ処理による画質の劣化は、負の値の行列要素も取り入れることにより改善され、フィルタ処理を行わない画像と同等の画像が得られた。このフィルタ処理によって、再構成時間が1/5に短縮できた。再構成に要した時間は、540msであった。従来法では不可能な高速性を実現できた。

### 3-2 高速フーリエ変換CT装置

前回の報告では、投影データ収集に40分、CT像構成に7分要し、実用性が不十分であった。そこでデータ

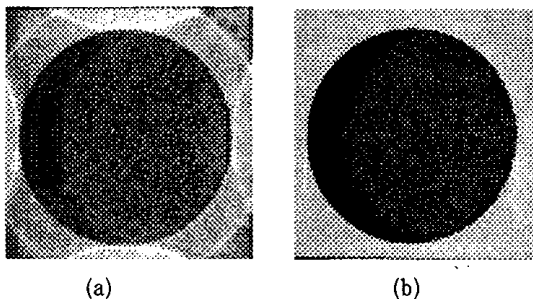


図7 投影データに"0"を追加して疑似画像を除去した結果 (a) 除去前 (b) 除去後

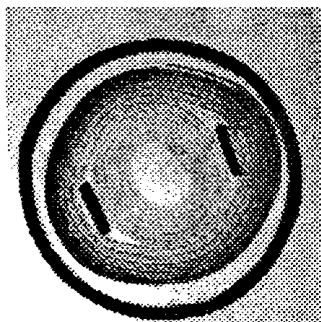


図8 改良したFFT法によるCT画像  
(観測物は電解コンデンサ)

収集方法をマルチライン法に改良し、再構成にFFT法を使用することにより、投影データ収集からCT構成及び表示まで約11分(16枚)にでき、実用上支障のない速度に高速化できた。

FFT法において投影データに"0"を付加した場合と付加しない場合を、同一のサンプル(アクリル丸棒φ8)用いてCT像で比較した結果を図7に示す。"0"付加により疑似画像が除去された鮮明なCT像が得られた。"0"付加が多いほど精度が向上したが、投影データと同数の"0"付加で十分な画質が得られた。

図8に、電解コンデンサ(50V,100μF)のCT画像を示す。渦巻き状の複雑な内部構造を非常に高精細に再現できた。

表1に開発したSVD法とFFT法のそれぞれのCTシステムの性能比較を示す。

項目	FFT法	SVD法
管電圧	25~150kV	25~125kV
焦点	500×500 μm <sup>2</sup>	10×10 μm <sup>2</sup>
観測視野	9×7 mm <sup>2</sup>	60×60mm <sup>2</sup>
投影角度刻み	1,2,3,5度	0.1~2.0,3,4,5度
回転軸数	1軸	2軸
CT枚数	1~32枚	1~480枚
最小スライス幅	20 μm	15 μm
最大CT画像サイズ	512×512画素	64×64画素
データ収集時間	8min/16枚	4.2min/64枚
CT構成時間	2min/16枚	0.6sec/枚

表1 CTシステムの性能比較

### 3-3 コンピュータ・グラフィクスとデータ・ベース

2次元CT画像の強調処理後に、3次元画像化したCT画像を図9に示す。試料はディスクリット・トランジスタである。3本の内部電極を鮮明に表示することができた。

画像データベースは、2つの利用形態(センター内用と外用)に対応できるように設計した。図10、図11にそれぞれのDBの操作画面を示す。センター内用画像データベースは、CGとリンクして動作可能である。

次に、ネットワークの接続形態を検討した結果について述べる。接続形態は、インターネットと併設して、電話回線から直接的にデータベースに接続できる2系統を設

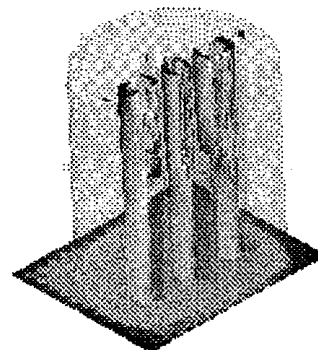


図9 コンピュータ・グラフィクスにより3次化したトランジスタのCT像

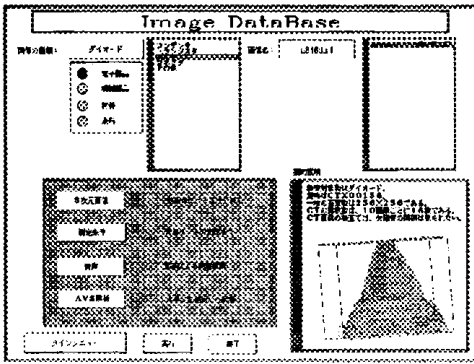


図10 センター内からアクセスする画像データベースの操作画面



図11 センター外からインターネットや電話回線でアクセスする画像データベースの操作画面

けることが理想的である。インターネットは、オープンな環境でアクセスに便利である反面、セキュリティや通信の混雑などが問題となっており、このCT装置が不良解析等に利用されることを考慮すると、通信におけるセキュリティは最も重要な要素である。

また、ネットワーク接続の活用方法を検討した結果、CT装置の遠隔利用に大きな効果が期待できる。ネットワークによって画像データベースにアクセス出来るようになると、企業が観測物を当センターに郵送後、職員が測定結果を画像DBへ登録することによって、企業は直ちに測定結果を見ることができるようになる。また一般的なDBは、データの閲覧や登録しかできないが、インタラクティブなマルチメディアDB<sup>16-18)</sup>をネットワークで開放することによって、ユーザがエッジ抽出や強調処理などの処理を選択すると、自動的に処理が施された画像を返送できるようになる。岩手県は県土が広大なため、企業が当センターへ足を運ぶことが困難であることがあるが、この技術によって出張することなく試験、検査、処理が実現可能になる。

#### 4 考 察

##### 4-1 特異値分解CT装置

特異値の打ち切りの目安をどこにすればよいか、いろいろな打ち切り値で計算した疑似逆行列を使って、CT画像を再構成して調査した。特異値の値は、およそ600番目付近から急激に小さくなっていった。打ち切りを600番以降にすると再構成画像は急激にノイズが増加した。この原因は、疑似逆行列を計算するとき、特異値の逆数がかけ算されるので、特異値の値が小さいものほど、疑似逆行列の値に与える影響が大きくなるためである。

一方、Vt行列の行ベクトルを折り畳んで画像化した結果、幾何学的な基本パターンが現れた。このパターンは、行番号が大きくなるほど複雑になり、最後はランダムノイズ的になった。この基本パターンが特異値の逆数で重みづけされて、疑似逆行列に含まれるので、打ち切り値を大きくしすぎると、大きな重みづけされたランダムノイズ的画像が重畳されて、再構成画像がノイズに埋もれることが分かった。いろいろな特異値で打切った疑似逆行列の列ベクトルを折り畳んで画像化したものを図12に示す。適切な打ち切りを行った場合は、投影線に対応した鮮明な経路が現れたが、大きすぎる値で打ち切りを行った場合は複数の経路が現れ、背景のノイズレベルも高くなっている。これらのことから、打ち切りの目安は、特異値の値が大きく一定である領域から値が減少し始める付近とすれば良いことが分かる。

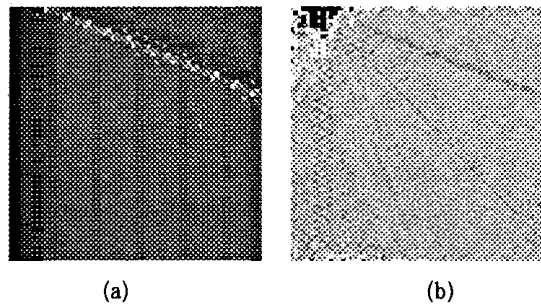


図12 異なる特異値で打ち切りを行った場合の疑似逆行列の列ベクトルを折り畳んで画像化した結果

(a) 打ち切り値=600, (b) 打ち切り値=700

##### 4-2 高速フーリエ変換CT装置

投影数と再構成時間の関係について、CT画像サイズをパラメータにして、ワークステーション(16MIPS)でFBP法とFFT法の速度比較を行った結果を図13に示す。FFT法は投影数が90以上(投影角2度以下)であればFBP法より高速になった。特に、投影数が180の時は、FFT法の処理速度はFBP法の約半分になり、この傾向は投影数の増加とともに更に大きくなった。

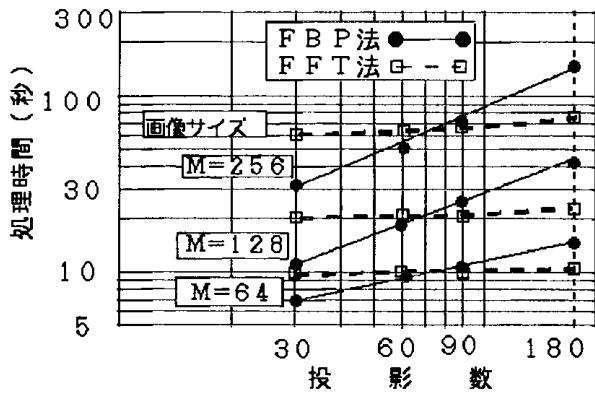


図13 逆投影法(FBP)と高速フーリエ変換法(FFT)のCT計算速度の比較

### 5 結 語

特異値分解法による高速CT法と、FFT法による高精細CT法と、マルチメディア・データベースの技術を組み合わせた内部検査システムを開発した。特異値分解を利用した新しい計算方法により、生産ライン上での全数検査に使用可能な高速CT法を実現できた。また改良を加えたFFT法によって、不良解析の用途に最適な高精細CT法を確立できた。コンピュータ・グラフィクスにより、3次元表示が可能となり、欠陥等の空間位置を特定できるようになった。これらのCT画像と関連するデータを整理するオブジェクト指向のマルチメディア・データベースを構築した。さらに、ネットワークにより、企業からのアクセス可能な、新しい概念のインタラクティブ・マルチメディア・データベースについて検討し、利用形態と開発目標を明確にした。さらに、ユーザーが会話的に作業を進めることができるインタラクティブなマルチメディア・データベースを作成する予定である。

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、東北工業技術研究所の鷲見新一室長および北海道工業技術研究所の池上真志樹主任研究官に深く感謝いたします。また、ネットワークやデータベース構築に協力して頂いた企画情報部の藤澤充主任研究員に感謝します。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。

### 文 献

- 1) 隅崎, 小林, 新世代3次元CT診断, 南江堂(1995).
- 2) 岩井: CTスキャナ, コロナ社(1981).
- 3) G. ストラング, 線形代数とその応用, 産業図書, 151-167(1995).
- 4) 田山, 船岡: 緩やかな2次元濃度分布に対する打ち切り

特異値分解による可視化計測, 可視化情報, 14, No.52, 21-27(1994).

- 5) N. Tayama, S. Saito and M. Miura: Fast Visualization for 3D Smooth Density Distribution from a Few Projections, *Third Asian Symposium on Visualization Proc.*, G16, 681-686(1994).
- 6) 田山, 楊: 緩やかな濃度分布の線形計画法による非破壊検査, *非破壊検査*, 43, 41-47(1995).
- 7) 田山: 緩やかな濃度分布に対する最小二乗法による非破壊検査, *非破壊検査*, 43, 435-443(1995).
- 8) 大坊, 長谷川, 熊谷, 藤澤, 南幅, 田山: 少数投影によるCT装置の開発, *第56回応物学会予稿集*, 26a-G-7, 51(1995).
- 9) 大坊, 長谷川, 熊谷, 藤澤, 南幅, 田山: 特異値分解を利用したCT装置の開発, *応物学会東北支部第50回予稿集*, 19B-4, 99-101(1995).
- 10) 大坊真洋, 長谷川辰雄, 熊谷隆美, 藤澤充, 南幅留男: 3次元CTによる製品の検査システムの開発, *岩手工技セ研報*, 2, 1-6(1995).
- 11) 大坊, 長谷川, 熊谷, 藤澤, 南幅, 田山: 特異値分解法によるCT装置の開発, *第43回応物学会予稿集*, 28p-B-2, 53(1996).
- 12) M. Daibo, T. Minamihaba, T. Hasegawa, T. Kumagai, M. Fujisawa and N. Tayama: Developments of CT System Using Singular Value Decomposition Method, *SCAR96 Computer Applications to Assist Radiology*, 475-476(1996).
- 13) 井上: 計算機トモグラフィーにおける画像処理, *信学論*, 63, 600-607(1980).
- 14) 仁木, 水谷, 高橋, 井上: 二次元フーリエ変換法によるCTの高速画像再構成, *信学論*, J66-D-6, 707-714(1983).
- 15) 長谷川, 南幅, 大坊, 熊谷, 藤澤, 田山: X線CT用画像データベースの構築, *第3回画像情報処理学会東北支部予稿集*, (1995).
- 16) 小林, 小池: オブジェクト指向言語C++のクラスライブラリ視覚化に関する研究, *インタラクティブシステムとソフトウェアI*, WISS'93, 25(1993).
- 17) 清水, 荒川: インタラクティブ変更に容易化をめざしたGUIアプリケーション設計法の提案, *インタラクティブシステムとソフトウェアI*, WISS'93, 105(1993).
- 18) 石井, 佐々木, 金田: インタラクティブ・オフィスシステムのための制約型プログラミング手法, *インタラクティブシステムとソフトウェアI*, WISS'93, 121(1993).

## 自動化ライン構築のためのPLCとパソコンのI/O信号の授受\*

和合 健\*\*、若槻 正明\*\*

試作した画像計測装置を自動化ラインに組み込むために、PLC（プログラマブルコントローラ）とのI/O信号の授受について検討した。PLCの計算機リンクユニットと画像計測装置のデータ処理部（パソコン）をRS-232Cで接続し通信実験を行った結果、リレーラダー図のプログラミングにおいて全二重通信、無手順によりデータ授受が行えた。

キーワード：PLC、パソコン、入出力信号、RS-232C通信

### I/O Signal Communication between PLC and Personal Computer for Making Automation Line

WAGO Takeshi, WAKATUKI Masaaki

I/O signal communication between PLC(Programmable Logic Controller) and a trial image measurement system to link automation line are studied. Between a computer link unit part of PLC and a data analysis section (personal computer) part of image measurement system are connected by RS-232C interface and made an experiment in communication, As a result, We can communicate for relay ladder chart programing and full duplex communication and Tele TYpe procedure.

key words : PLC, personal computer, I/O signal, RS-232C communication

#### 1 緒 言

省力化の推進として無人加工を行う上での不良品検出が重要となってくることから我々は、加工ラインの中に画像処理を用いた長さ計測装置（以下、画像計測装置）を組み入れ、無人化体制で製品検査を行い不良品を検出するシステム構築を目標に研究を行っている。ここでは、画像計測装置を自動化ラインに組み込むためのI/O信号の授受について取り組んだ。

通常、自動化ラインを構築する場合、PLC（プログラマブルコントローラ）により加工機械、ロボット、搬送装置などの同期動作を制御する。試作した画像計測装置<sup>1)</sup>は、データ処理部にパソコンを用いておりI/O信号の授受をパソコンで行う。PLCとパソコン間でI/O信号の授受を行う場合、通常はパソコンの外部スロットにPIOボードを増設して、ビットのON/OFFでI/O信号の授受を行う。しかし、パソコンの外部スロット数の制限があり、増設ボードの数が多く外部スロ

トが使用出来ないケースも見受けられる。一方、PLCの特殊ユニットとして、計算機リンクユニット<sup>2)</sup>と呼ばれる外部機器とRS-232C方式でデータ通信を行うユニットがある。さらに、パソコンは標準でRS-232Cのポートを持っており、RS-232Cで通信を行うためのボードの追加などは不要である。

このことから、PLCとパソコン間でI/O信号を授受する方法として、計算機リンクユニットを用いてRS-232Cでのデータの送受信を行うことを試みたので報告する。

#### 2 実験装置

実験装置の構成を図1に示す。画像計測装置は、画像処理ボード、XYステージ、データ処理部（パソコン）等から構成される。PLCは、ビルディングタイプのものでCPUユニット、入力ユニット、出力ユニット、計算機リンクユニット等により構成され、画像計測装置の

\* 計測管理システムの開発（第2報）

\*\* 電子機械部

データ処理部(パソコン)との接続はPLCの計算機リンクユニットを用いてRS-232Cによる接続とした。

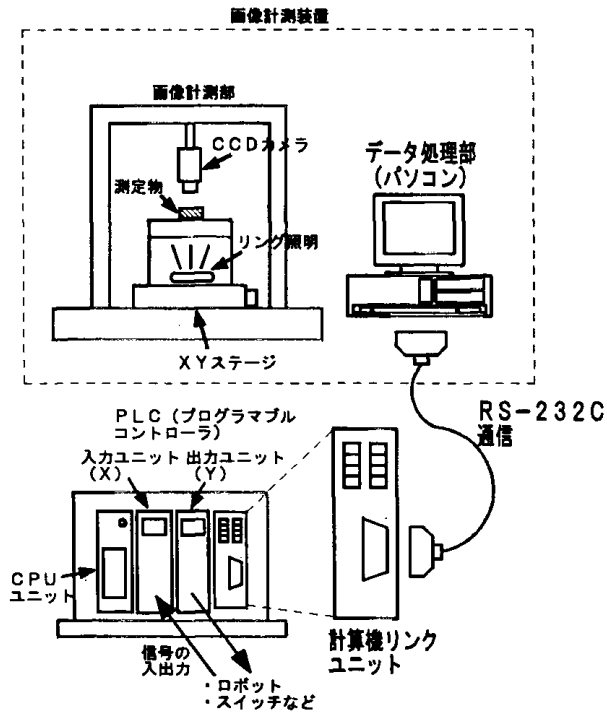


図1 実験装置の構成

データ及びこの実験装置における信号の流れを図2に示す。PLCが制御部として画像計測装置、SW(スイッチ)、LEDが端末として構成され制御のためのシーケンスプログラムはプログラミング装置(パソコン)により、リレーラダー図で記述されたものがPLCに書き込まれる。

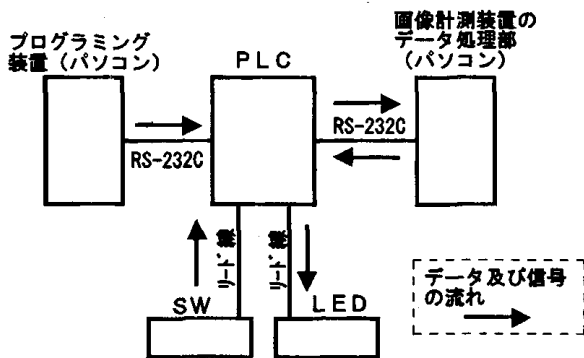


図2 データ及び信号の流れ

### 3 実験方法

#### 3-1 伝送仕様及び伝送制御手順

表1に伝送仕様を示す。通信方式は全二重通信で、伝送制御手順は設定が容易な無手順を用いた。

表1 伝送仕様

インターフェース	RS-232C
通信方式	全二重通信
伝送制御手順	無手順
ボーレート	9600ボー
データビット	7ビット
パリティビットの有無	あり、偶数パリティ
ストップビット	1ビット
サムチェックの有無	なし

PLCと画像計測装置(パソコン)との、データ送受信方法の概要を図3に示す。はじめ、PLC内のCPUユニットと計算機リンクユニット間でTO/FROM命令によりデータの授受を行い、次に計算機リンクユニットと画像計測装置(パソコン)でデータの授受を行う。表2に入出力のI/Oアドレス、表3に計算機リンクユニットのシーケンサCPUに対する入出力信号の働きを以下に示す。

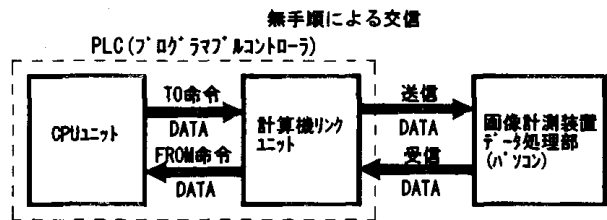


図3 データ送受信方法

表2 入出力のI/Oアドレス

入出力	I/Oアドレス
端子入力	X0000~X000F X0010~X001F
端子出力	Y0020~Y002F Y0030~Y003F
計算機リンクユニット入力	X0040~X004F
計算機リンクユニット出力	Y0050~Y005F



表3 シーケンサCPUに対する入出力信号

入力信号一覧

入力信号	信号名称
X40	送信完了
X41	受信データ読出し要求
X47	AISJ71C24レディ信号
X49	モード変更完了
X4D	ウォッチドグタイマエラー

出力信号一覧

出力信号	信号名称
Y50	受信要求
Y51	受信データ読出し完了
Y59	モード処理要求

3-2 PLCからデータを送信する方法

PLCからデータを送信するタイミングチャートを図4に示す。PLCからデータを送信する場合はTO命令を用いる。TO命令では、CPUユニットのシーケンサプログラムのデータメモリに記述されたデータを計算機リンクユニットのバッファメモリに移動させる処理を行う。TO命令の処理後、送信要求Y50をONさせ計算機リンクユニットのバッファメモリのデータを画像計測装置(パソコン)に送信する。送信後、送信完了X40がONすると送信要求Y50がOFFして、その後送信完了X40がOFFとなる。

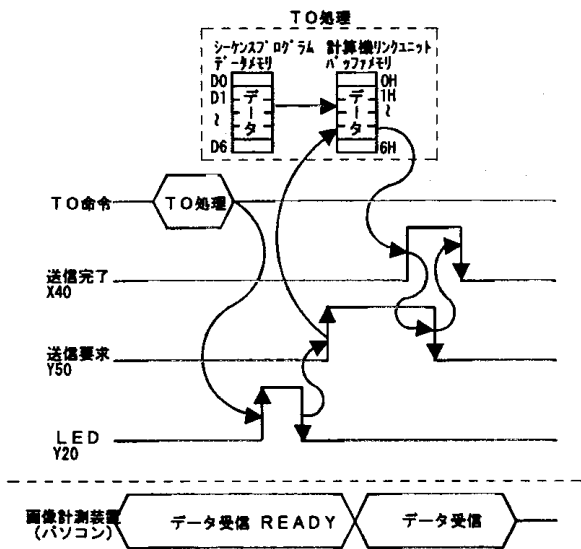


図4 PLCから送信時のタイミングチャート

3-3 PLCがデータを受信する方法

PLCがデータを受信するタイミングチャートを図5に示す。PLCがデータを受信する場合はFROM命令を用いる。FROM命令では、計算機リンクユニットの

バッファメモリに記述されたデータをCPUユニットのシーケンサプログラムのデータメモリに移動させる処理を行う。画像計測装置からデータが送信されると、受信データ読出し要求X41がONしてFROM処理が行われる。FROM処理が終了すると、受信データ読出し完了Y51をONさせ受信データ読出し要求X41がOFFすると、受信データ読出し完了Y51がOFFする。

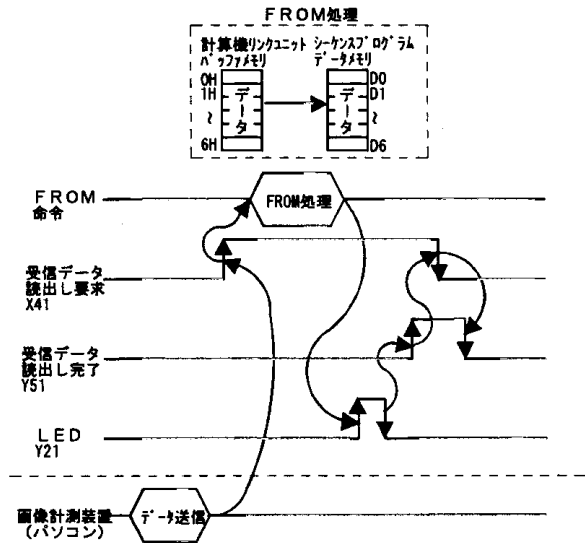


図5 PLCが受信時のタイミングチャート

3-4 リレーラダー図によるプログラム

リレーラダー図によるPLCからデータを送信するプログラムを図6に、PLCがデータを受信するプログラムを図7に示す。これは、上から下に順番に命令を実行する方式(シーケンサ制御)のプログラミングに適している記述方式で、リレーラダー図と呼ばれPLCのプログラミングに多く用いられている。リレーラダー図でデータ通信を行う時は、図6、7のような1つの集合ブロックがデータ送受信の1サブルーチンとして機能する。

PLCからデータを送信する場合は、TO命令、アスキー変換、データ移動、送信信号のON/OFFなどの処理を行いデータの送信が行える。また、PLCがデータを受信する場合は、FROM命令、データ移動、受信信号のON/OFFなどの処理を行いデータの受信が行える。

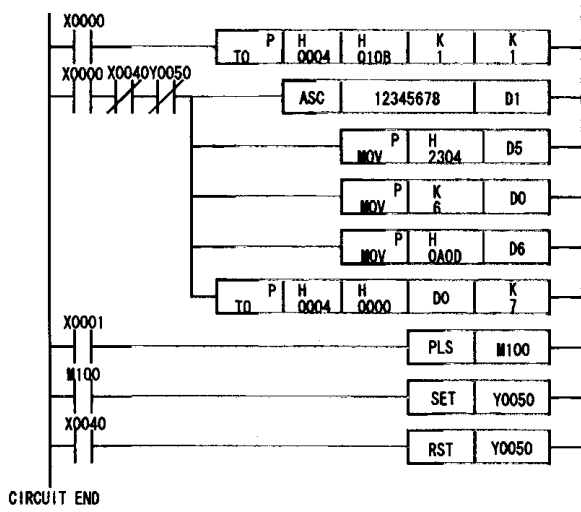


図6 PLCから送信時のプログラム (リレーラダー図)

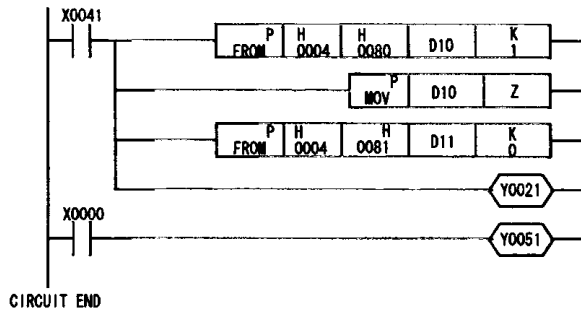


図7 PLCが受信時のプログラム (リレーラダー図)

4 実験結果及び考察

PLCの計算機リンクユニットとパソコン間でデータの送受信が行えた。今回の実験は、PLCから同期動作を制御するためのI/O信号の授受が目的で、あらかじめプログラムに書かれた定数の送受信について達成でき

た。実験を行い気づいた点として、

1) PLCの計算機リンクユニットで通信をする場合、プログラムの記述方法やデータの流れが独自方式のため通常パソコンでBASIC言語などを使用して行っている通信とは形式が異なり、全体の装置構成、データの流れ、シーケンサCPUに対する入出力信号の働きなどを十分理解して取り組む必要がある。

2) プログラミングの記述の点で、PIOボードを使用した方式では1個の接点でI/O機能を果たすが、RS-232C方式は集合ブロックで1つの送信、受信を行うため記述が複雑になる欠点がある。

5 結 言

PLCの計算機リンクユニットと画像計測装置のパソコン間でリレーラダー図のプログラミングにおいて、全二重通信、無手順によりRS-232Cでデータの送受信が行えた。I/O信号の授受について、RS-232C方式はPIOボードによる方式と比較して信号伝達のための前処理が多くプログラミング記述の複雑さなどの欠点はあるが、パソコンとの通信において有効な手段として活用できる方法であることを確認できた。

以上により、PLCと画像計測装置のデータ処理部(パソコン)間においてI/O信号の授受が行えたことから、加工機械や搬送装置などの同期動作による自動化ライン構築が可能となった。

文 献

- 1) 高橋正明、和合 健ほか：岩手県地域人材不足対策技術開発事業研究成果報告書、岩手工技セ、1995
- 2) 三菱電機：三菱汎用シーケンサユーザーズマニュアル(計算機リンクユニット)、三菱電機、1991

## LANを用いた計測データの収集と視覚化\*

藤澤 充\*\*、長谷川辰雄\*\*\*、坂内 忠範\*\*\*\*

下川原真里\*\*\*\*

マルチベンダ化されたネットワーク技術と直感的で簡便なコンピュータ操作環境を提供するソフトウェア開発ツールを活用することによって、遠隔地からの計測データをイーサネットLANを利用して収集し、これらをリアルタイム表示による視覚化及びデータベース管理するシステムを構築した。これらの手法により、システム開発期間の短縮、利用者への快適な操作環境の提供及びシステム変更などに対するメンテナンスの容易性が見られることが確認できた。

キーワード：イーサネット、ソケット、グラフィカル・ユーザ・インターフェイス、オブジェクト指向データベース管理システム

## Collection of Measuring Data by Ethernet LAN and Their Visualization

FUJISAWA Mitsuru, HASEGAWA Tatsuo, BANNAI Tadanori  
SHIMOKAWARA Mari

By using the multi-vended networking technology and the software development tools that provide an instinctive and easy computer operating environment, we developed the realtime visualization and database management system whose data measured at far-distant place were collected by ethernet LAN. As the result of experiments, we recognized the shortening of system development period, the supplyment of comfortable computer operating environment for users and easy maintenance for system exchange.

key words : ethernet , socket , GUI(Graphical User Interface) ,  
OODBMS(Object Oriented DataBase Management System)

### 1 結 言

現在、パーソナル・コンピュータ（以下、PC）やUNIXワークステーション（以下、UNIX-WS）の操作環境は、Windows 95やX11などに代表されるウィンドウズ・システムが一般化し、GUI（Graphical User Interface）による直感的で簡便なコンピュータ操作環境が提供されている。また、データベース構築のためには、画像や音声等のマルチメディアデータを意識したオブジェクト指向データベース管理システム

（以下、OODBMS（Object Oriented DataBase Management System））が主流になりつつある。更に、ネットワーク環境は、マルチベンダ化が進み、イーサネットLANによるPCとUNIX-WS間等の異機種間接続が容易に実現できる状況にある。

平成6年度は、イーサネットLAN上のPC間でマルチメディアデータ伝送を行うウィンドウズプログラムの作成及び評価を行い、画像データ伝送速度の実用性の確認とパケット長による伝送速度への影響を把握した<sup>1)</sup>。

\* コンピュータ・ネットワークの構築に関する研究（第7報）

\*\* 企画情報部

\*\*\* 電子機械部

\*\*\*\* 大崎電気工業（株）岩手研究開発センター

本研究では、その結果を基に実用的なアプリケーションシステムの開発を目指し、ネットワークやソフトウェア開発ツールを活用したシステム開発期間の短縮、メンテナンスの容易性及び利用者に快適な操作環境の提供を目的に、遠隔地において計測されるデータを業界標準のイーサネットLANを利用して収集し、これらをリアルタイム表示による視覚化及びデータベース管理するシステムを構築したので、以下に報告する。

## 2 実験方法

### 2-1 ソケットによるプロセス間通信

今回試作した実験システムは、構内に敷設されたイーサネットLANを利用して、外部に設置した各種センサからのデータを計測中のPCに通信用のプログラムを起動し、複数の計測データを一定周期毎にUNIX-WSへ送信することによって、UNIX-WS上で計測データの収集・表示・管理を行うものである。図1に実験システムの構成を示す。

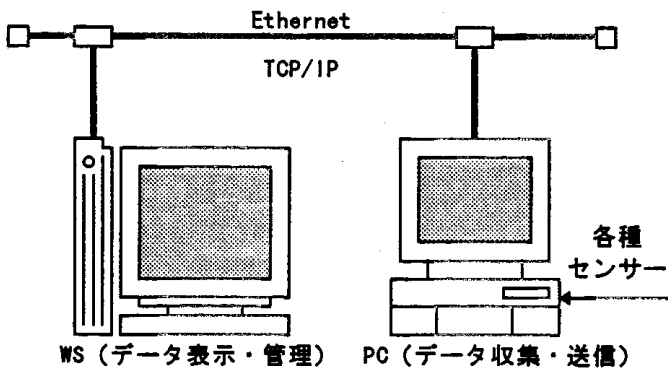


図1 システム構成

ネットワーク・プロトコルには、業界標準のTCP/IP (Transmission Control Protocol/Internet Protocol) を採用し、通信の信頼性を確保している。また、PCとUNIX-WS間の通信は、ウィンドズ・システムで一般的なソケットによるプロセス間通信を実現する通信用プログラムを作成して、計測データの受け渡しを行った。ソケットとは、上位のアプリケーションとTCPが会話するために仮想経路を確立する機能であり、1台のコンピュータ内でのプロセス間とはとより、今回実験を行ったネットワークで接続されたコンピュータ間のプロセス間通信も可能である。図2に、ソケットによるプロセス間通信の手順を示す。

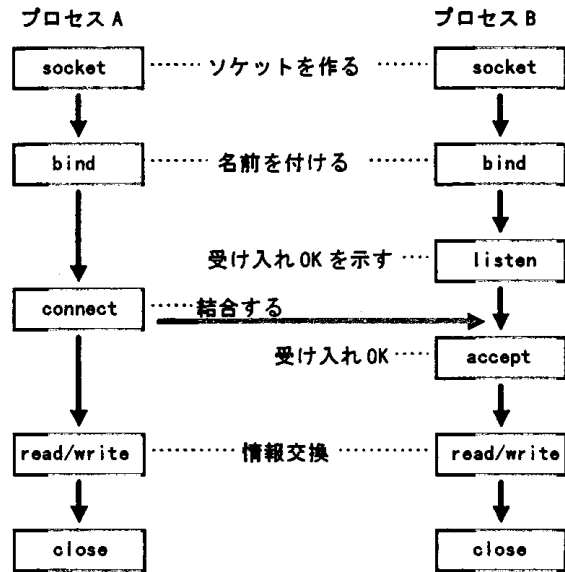


図2 ソケットによるプロセス間通信の手順

### 2-2 GUI構築ツールを用いた計測データの動的表示

操作画面や計測データを視覚化するためのモデルの作成には、米国SL社が開発したGUI構築ツールのSL-GMS (Graphic Modeling System) を利用した。このSL-GMSは、所望のモデルを付属のドローイング・エディタにより作成できるほか、基本的なモデルとしてメータやグラフ、ボタンなど動的属性を持った各種モデルを提供しており、それらのモデルをカスタマイズすることも可能である。そして、一番の特長として、作成したモデルと内外部のデータをダイナミックにリンクできる強力な機能を有している。これにより、利用者は作成したモデルをプログラム上のどの変数とリンクさせるかを指定するだけで、刻々と動的に変化する画面を容易に作成可能である。

### 2-3 OODBMSによる計測データの管理

収集した計測データを蓄積するためのツールとして、NTTデータ通信が開発したオブジェクト指向型DBMSであるUniSQL/Xを利用した。そもそもオブジェクト指向とは、データと処理手続きを一体化してカプセル化することを意味する。これにより、オブジェクト指向型には、クラス（テーブル）やメソッドが予め用意されているので開発が容易であることや優れた拡張性、高速なデータアクセス（格納、検索、表示）など、従来の表形式のリレーショナル型にはない優れた特長を有している。したがって、今回の選択は、将来マルチメディアデータを取り扱うことを前提としている。

### 3 実験結果

#### 3-1 ソケットによるプロセス間通信の実現

図3に、C言語で作成したソケットによるプロセス間通信プログラムを示す。プロセスAはPC側、プロセスBはUNIX-WS側である。これらにより、異機種間（本研究ではPCとUNIX-WS間）でのデータの受け渡しが行えるほか、イーサネットLANによる同じネットワークに接続されている複数台のコンピュータとの間でデータの受け渡しが容易に行えることを確認できた。

(プロセスA)

```
void
main (int argc, char *argv[])
{
    /******
    sockaddr_in 構造体に IP アドレスとポート番号を構成
    /******

    /* ソケットを生成 */
    s_waiting = socket(PF_INET, SOCK_STREAM, 0);
    /* ソケットに対してローカル IP アドレスとポート番号を指定 */
    bind(s_waiting, &me, sizeof(me));
    /* 3ウェイハンドシェイクを使ってコネクションを確立する */
    connect(s, (struct sockaddr_in *)&addr, sizeof(addr));

    /******
    データの受け渡し
    /******

    /* データの受け渡し終了 */
    close(s);
}

```

(プロセスB)

```
void
main (int argc, char *argv[])
{
    /******
    sockaddr_in 構造体に IP アドレスとポート番号を構成
    /******

    /* ソケットを生成 */
    s_waiting = socket(AF_INET, SOCK_STREAM, 0);
    /* ソケットに対してローカル IP アドレスとポート番号を指定 */
    bind(s_waiting, &me, sizeof(me));
    /* ソケットを受動モードにする */
    listen(s_waiting, 1);
    /* 受動ソケットから入ってくる次のコネクションを受け付ける */
    s = accept(s_waiting, NULL, NULL);
    close(s_waiting);

    /******
    データの受け渡し
    /******

    /* データの受け渡し終了 */
    close(s);
}

```

図3 プロセス間通信プログラム

#### 3-2 GUI構築ツールを用いた計測データの動的表示

図4に実際に作成したGUI画面を示す。この画面では、予め作成しておいた「メータ」のモデルを画面上に2個配置し、各々の単位を示す文字属性を「V(ボルト)」及び「A(アンペア)」に変更した。そして、モデルの動作を定義したダイナミクスと電圧値及び電流値を示す

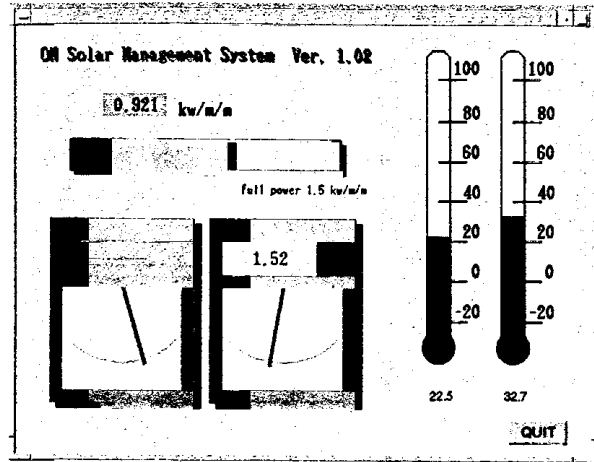


図4 GUIによる作成画面例

変数 (Volts、Amper) をリンクさせることで、異なる2個のメータを容易に実現した。そして、変数 Volts が0~120ボルトの範囲でモデルの針が0~100度回転するように対応づけることで、計測データをメータの針の動きとして、あたかも本物のメータと同じようにリアルタイムに表示させることができた。これにより、視覚による直感的な情報提供を実現している。もちろん、併せてデジタルの数値も表示している。

同様に、「温度計」と「起電力計」のモデルも同一画面上に各々配置し、異なる変数とリンクさせて温度変化と起電力の変化を表示させたことで、5種類の計測データを直感的かつ全体的に把握可能となった。

#### 3-3 OODBMSによる計測データの管理

収集した計測データは、先のモデル表示と同時にOODBMSによるデータベースに蓄積した。本実験では、データベースの定義として表1に示す属性を持つクラス(テーブル)を作成し、計測データをこのクラスのインスタンス(テーブルのデータ)として管理している。

これらのデータは、GUIによる操作画面からの随時操作により、GUI構築ツールであるSL-GMSと連携させながら、例えば指定日の計測データのグラフ化等の指定した形式で、利用者にとって快適な操作環境の基に容易に視覚化させることができる。

図5に実際のグラフ表示例を示す。この表示例では、UniSQLのデータベースに蓄積されたデータに対して、「計測PC内に、具体的な年月日と時刻、計測値3」の条件で検索した結果を、SL-GMSのグラフオブジェクトに渡すことによって、容易にグラフ化できた。

表1 計測データ管理クラスの属性とデータ型

属性名	データ型
計測PC	integer
計測日	date
計測時刻	time
計測値1	float
計測値2	float
計測値3	float
計測値4	float
計測値5	float

#### 4 結 言

今回の研究では、標準的なイーサネットLANを利用した異機種間データ伝送による計測データの収集、GUI構築ツールを活用したりリアルタイムな視覚化、OODBMSによる計測データの管理を基本要素技術として、収集した外部からの複数のデータを一定計測周期毎にPCからUNIX-WSに送信し、UNIX-WS上でダイナミックに表示及びデータベース管理するシステムを開発した。

これらの基本要素技術の活用により、システム開発期間の短縮及び利用者に快適な操作環境の提供を可能にした。更に、計測データの変更等によるシステム変更に対しても、GUI構築ツールによるモデルと変数の変更、データベース内のクラス定義の変更により、GUI操作環境の基で即座に対応が可能である。

SL-GMSやUniSQLは高価なソフトウェアではあるが、前述の長所に加えて、パソコンソフトに比較して数段高い信頼性、OODBMSの特長であるマルチメディアデータの高速な検索機能や利用者向けにカスタマイズして付加価値を付けることによって、実用システムとして十分な商品価値があるものと考えられる。

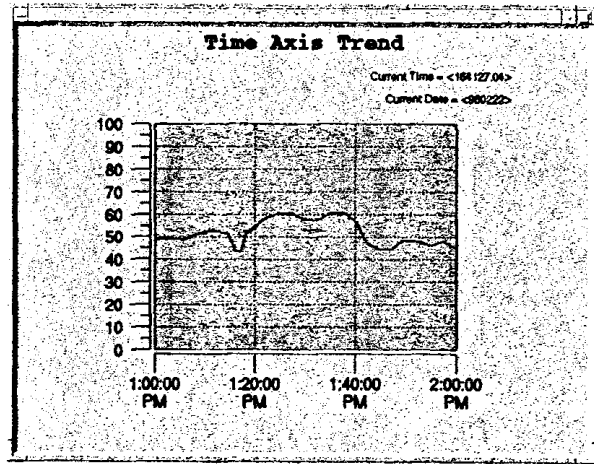


図5 計測データのグラフ表示例

今後は、本研究を監視・制御システムに応用するために、画像データベースの構築や、利用者に対する情報支援方法の検討を加え、多地点監視に必要となる様々な要素技術を組み込むことで、より実用的なシステムに高めていきたいと考えている。

なお、本研究は平成7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。また、今回使用したUNIX-WS及びSL-GMSやUniSQL/Xのソフトウェアは、平成6年度に広域共同研究事業で導入したものである。

#### 文 献

- 1) 藤澤 充、長谷川辰雄、中目長俊、新海芳樹：  
岩手工技セ研報, 2, 7(1995)

[研究報告]

# 生産ライン統合管理のための支援システムの構築\*

長谷川 辰雄\*\*

企業のパソコン導入は、パソコンの低価格・高性能化に伴い、より積極的に進められている。しかし、その使用形態は、ワープロ、表計算などの事務計算が大部分であり、統合管理のために使用しているところは少ない。本研究は、生産ライン管理（生産個数情報、部品欠陥情報）と社内情報管理（販売管理、在庫管理）の統合管理システムを、パソコン・ネットワークで容易に実現するための支援システムを構築する目的で実施した。

キーワード：生産ライン、パソコン、統合管理

## Technology Collection for Total Management of Product Line

HASEGAWA Tatsuo\*\*

Installation of personal computer in a company is proceeded for reasons of the high performance and low price. But the computer is used for office work such as word processor, there is a few the total management use. This paper suggests various technology of product management from line production to shipment in personal comter network.

key words : product line, personal computer, total management

### 1 結 言

製造部門の生産ライン管理、在庫管理、品質管理は、総務部・営業部の受発注管理、販売管理、財務管理とともに、総合管理システムとして、旧型コンピュータ上に構築されている。80年代は、高度情報化時代の幕開けでもあり、各企業は、高額であるけれども、先を競ってコンピュータ導入を進めていた。目的は、各種管理の簡易化、省力化、スピードアップであった。しかし、これらは、部分的にしか実現されておらず、いまだに統合管理ができていない。統合管理のシステム化は、現行業務の一連の流れの変更を伴い、新統合管理システムへ移行するための社員教育時間やシステムの開発費用がかかることが一因である。本研究は、現行業務の流れを変えことなく、低価格と簡易技術で、中小企業が無理なく適用可能な統合管理システムの構築方法を目指し、統合管理システムの縮小モデルを検討したので報告する。

### 2 実験方法

今回の実験では、最初から統合管理システム全体を検討するのではなく、生産ラインから製品出荷までの一連の流れと社内情報システムを統合化する縮小モデルを検討した。この縮小モデルの内容は、簡易カメラを利用した生産ライン管理システムであり、簡易カメラによるライン稼働状況を、工場内及び遠隔地から管理できることを想定している。また、この実験には、テレビ会議用ソ

フトウェア（無償）を利用して行った。遠隔地からの管理を想定した実験は、仮想企業と当センターをコンピュータ・ネットワーク（電話回線）で接続し、簡易カメラが遠隔地から利用可能かを検討した。内容は、各種管理情報を効率的に管理するためのデータベース機能と電話回線でデータベースや簡易カメラが利用可能なネットワークを当センターに構築した（図1）。仮想企業側（クライアント）は、インターネット技術を使用し、WWW(World Wide Web)ブラウザ「Netscape」を使用した。

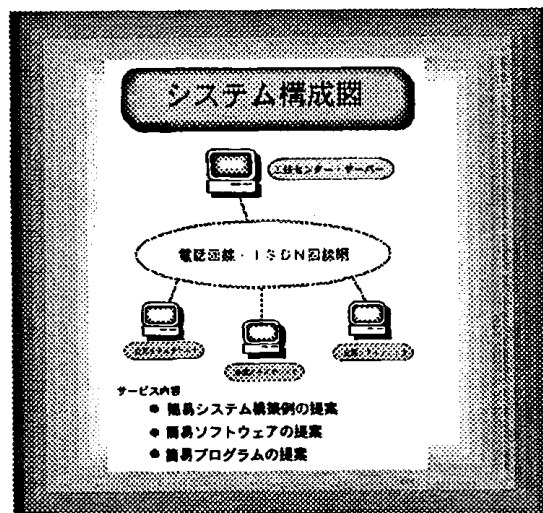


図1 システム構成図

\* ソフトウェア開発高度化に関する研究（第2報）

\*\* 電子機械部

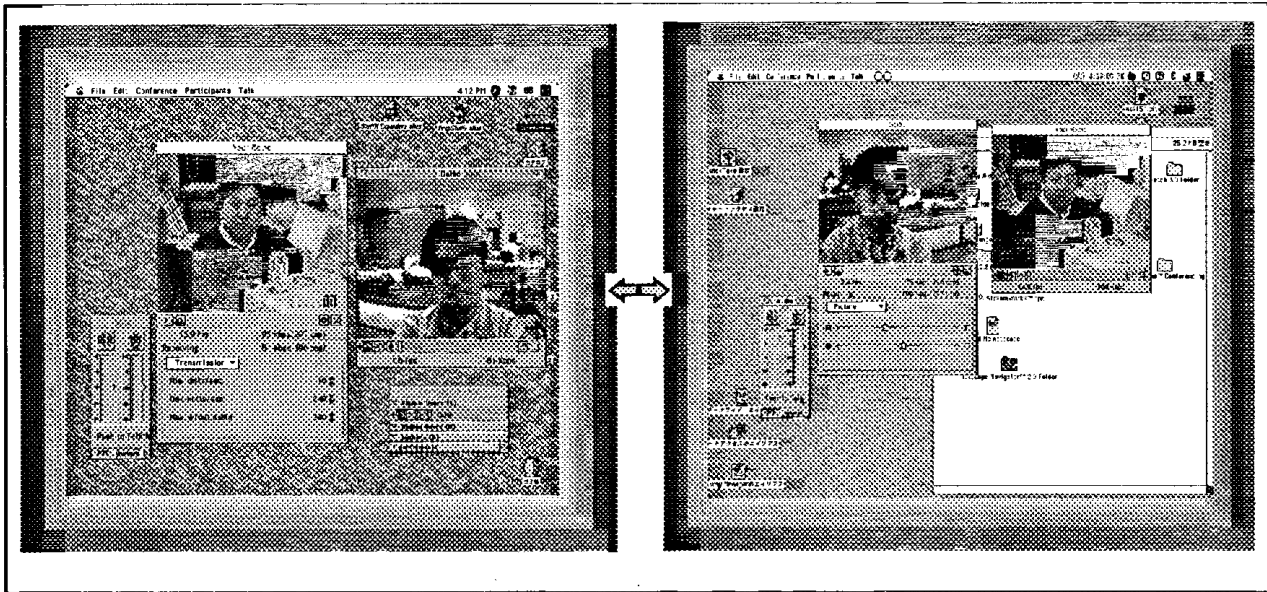


図2 簡易カメラ通信実験

### 2-1 簡易カメラ通信実験

テレビ会議用のソフトウェア「CU-SeeMe」を導入・設定し、工場内を想定した簡易カメラ通信実験は当センターのLAN (Local Area Network) により、IP (Internet Protocol) アドレスを設定し実験を行った(図2)。工場外からの管理(遠隔地)を想定した簡易カメラ通信実験は、当センターのコンピュータに電話回線でIP接続が可能となるように、ダイヤルアップPPP (Point to Point Protocol) と呼ばれるソフトウェア「dp4.0」を導入し、IP接続を行った結果、接続が可能となった。dp4.0の起動は、遠隔地管理システム実現のための通信技術として心臓部ともいべき最重要項目である。この接続の成功により、携帯電話やPHS(Personal Handyphone system)とノート型パソコンによる移動通信(列車などで移動しながら社内データベースにアクセス可能)の構築も容易に行うことができる。

### 2-2 システム構築費のスリム化の試み

統合管理システムの実現は、この新しい統合管理システムへの移行のための教育時間不足、開発費用不足、開発時間不足などの問題により中小企業への導入を困難にしている。また、そのシステムの複雑さも大きな要因である。中小企業が無理なく本システムを導入するためには、そのすべてにおいて費用及び時間がかかってはいけない。そこで、低費用で簡単に構築できるように、フリーウェア(使用料無料のソフトウェア)とシェアウェア(使用料が少額のソフトウェア)に着目し、本システム構築のスリム化を図った。上記簡易カメラ通信実験は、フリーウェアを使用したため低価格化が実現している。

しかし、フリー/シェアウェアの設定・使用方法は、高度なコンピュータ技術を必要とするものが多く、中小企業で即座にこれを利用したシステム構築は困難である。そこで、管理システムの構築に必要とされるフリー/シェアウェアを厳選し、その設定・使用方法を中小企業へ提供することとした。今回は、本システムに必須で、

設定が非常に困難であるフリーウェアのTCP/IP(Transmission Control Protocol/Internet Protocol)通信ソフトウェア「Trumpet」を導入し、通信実験を行った。

### 2-3 技術プログラム開発

統合管理システム構築は、フリー/シェアウェアだけでは実現困難である。企業毎に製造ラインの違いや管理情報の違いがあり、そのすき間を埋めるプログラムや、企業独自の要求に応えるプログラムが必須となる。そこで、本システム構築のために必要な技術プログラム集をデータベースとして構築し、簡易検索ができるようにした。今回は、中小企業の計測・分析で一般的な解法、関数などを中心に263本のソースコードをデータベースに登録した(図3)。

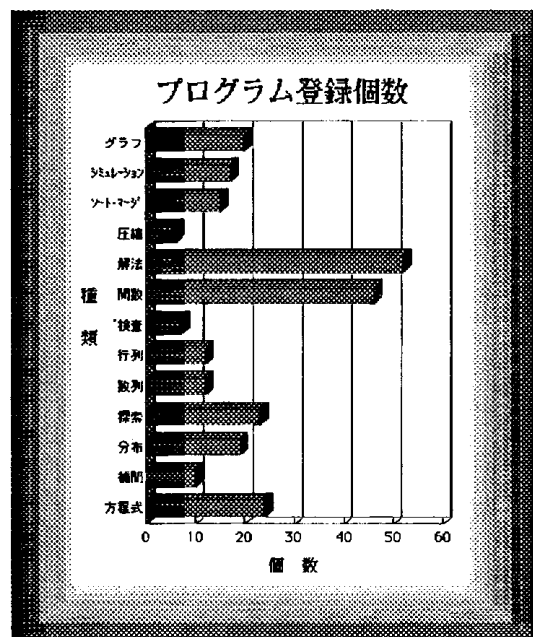


図3 種類別登録個数



### 3 実験結果

#### 3-1 簡易カメラ通信

イーサネット上(10base5)において、2台のパソコン間で簡易カメラ通信が可能となるようにシステムを構築し、実験を行った(表1)。工場内管理を想定した結果は良好で双方向で画像、音声の通信が確認できた。

一方、遠隔地管理(電話回線)を想定した通信実験(回線速度9600bps)は、画像・音声ともに不調に終わった。

表1 簡易カメラ実験構成

パソコン	PowerMac 8100AV,7100AV
モデム	Sony14400bps
カメラ	Sony-Handycam, Qcam
OS	漢字Talk7.2
テレビ電話ソフト	CU-SeeMe0.83b3
通信ソフト	MacTCP,MacPPP

#### 3-2 管理システムのスリム化

通信プロトコルであるTCP/IPは、インターネットやUnixマシンへの接続が一般的であり、使用頻度が多い通信ソフトウェアである。簡易カメラシステム、ファイル転送などのネットワークを利用した管理業務には必須のソフトウェアである。実験結果は、良好に動作し、システム構築のスリム化が十分可能であることを確認した(表2)。

表2 TCP/IP実験構成

パソコン	PC98
LANボード	メルコLGY-98-JM
TCP/IPソフト	Trumpet2.0b
端末ソフト	TeraTerm
ファイル転送ソフト	WinFTP

#### 3-3 技術プログラムの登録

統合管理システムに必要な技術プログラムの検討は、C言語、シェルプログラム(Unix)、バッチプログラム(Windows, DOS)を検討し、今年度はC言語のソースプログラムを重点的に抽出し、カテゴリ(種類)分けをしデータベース登録を行った(表3)。膨大なプログラム・リストの中から、目的に合ったプログラムを即座に利用できるようにデータベースを構築した。本データベースは、統合管理システムの構築で新規に開発したプログラムを順次登録していく予定であり、これを最大限に再利用し、特定企業の独自の要求に即座に応えることが可能となる。

#### 3-4 ネットワーク環境

企業が上記の各種情報をネットワークで利用できるように、工技センター側のコンピュータにサーバー機能を構築した。最初の実験は、LAN(Local Area Network)上において、仮想企業側からサーバーに接続し、各種情報が利用可能であることを確認した。次に、仮想企業が電

表3 プログラム登録内容

番号	名前	ファイル名	大項目	小項目
1	3次元グラフ	3dgraph.c	グラフ	グラフ
2	C曲線	ccurve.c	グラフ	グラフ
3	グラフィックス	circle.c	グラフ	グラフ
4	等高線	contour.c	グラフ	グラフ
5	ドラゴンカーブ	dragon.c	グラフ	グラフ
6	ドラゴンカーブ	dragon2.c	グラフ	グラフ
.....				
256	ヨセフスの問題	jos2.c	方程式	方程式
257	ナップザック問題	knapsack.c	方程式	方程式
258	騎士巡歴の問題	knight.c	方程式	方程式
259	ニュートン法	newt1.c	方程式	方程式
260	ニュートン法	newt2.c	方程式	方程式
261	常微分方程式	orddif.c	方程式	方程式
262	2次方程式	quadeq.c	方程式	方程式
263	面積	area.c	方程式	面積

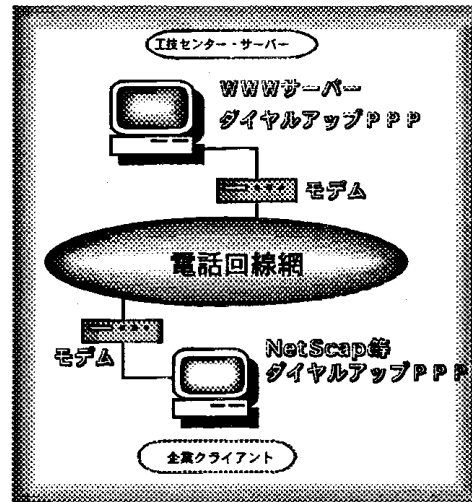


図4 電話回線を使ったTCP/IP接続

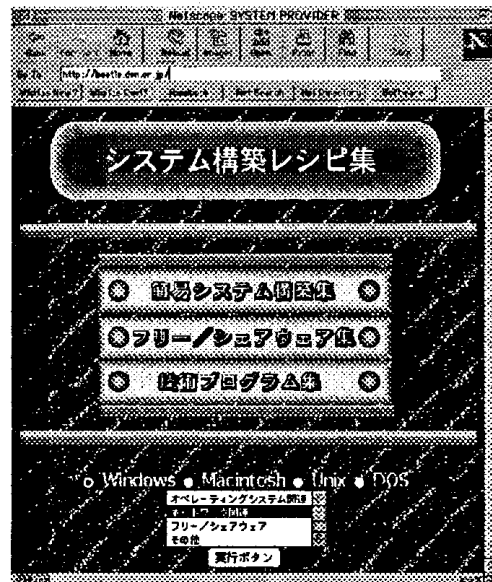


図5 メニュー画面

話回線を使って、工技センターサーバーに接続できるようにネットワークを構築し(図4)、各種情報を利用できることを確認した。

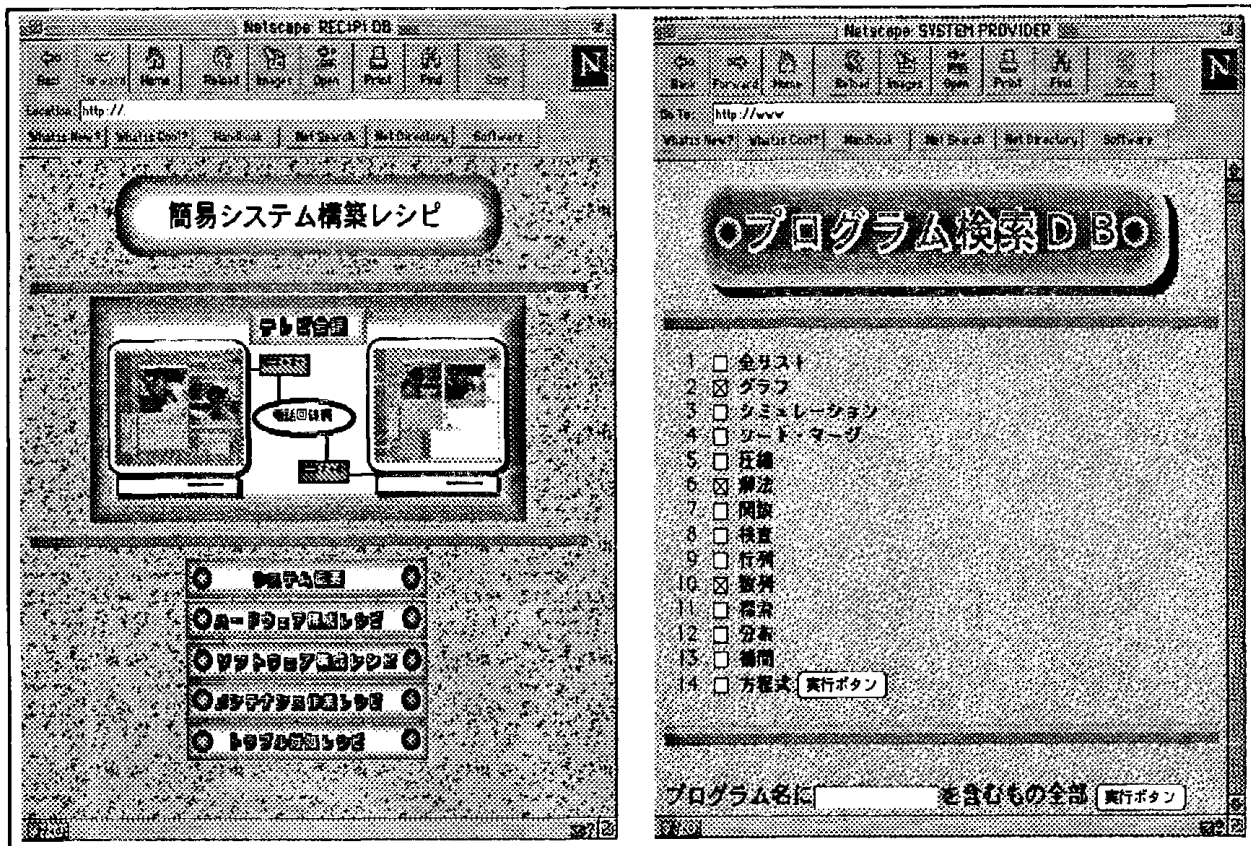


図6 検索画面

#### 4 考察

電話回線を使用した簡易カメラ通信実験は、画像・音声ともに不調であったが、モデムの通信速度(14400bps)が遅かったことが主原因であった。また、技術プログラムの提供は、企業にコンパイラがないと利用できないため、ソースプログラムだけでなく、実行可能ファイルでの提供が必要となることが判明した。しかし、一般的にこの種のソースプログラムは、企業の目的に合うように、多少の変更を加えるためコンパイラが必要となるため、無償のコンパイラの提供も必要であることが判明した。本支援システムは、開発中のため未公開であるが、インターネット及び電話回線からのアクセス画面を図5及び図6に示す。

#### 5 結 言

今回の実験は、統合管理システム構築のための縮小モデルの検討を実施しただけにとどまったが、管理システム構築のための中枢機能の支援が可能となった。次の課題は、ISDNデジタル高速回線を使用した通信実験及びUNIXシステムのパソコンへの導入である。UNIXマシンは高価なため、中小企業の導入例は少ない。また、そのシステム管理が複雑である事も影響している。しかしながら、UNIXの多機能性は統合管理システム構築に必要である。そこで、安価なパソコン上で起動する無償のUNIXに着目し、起動するための導入、設定を行う予定である。実際に企業の生産ラインの一連の流れと管理情報を収集し、支援技術の充実と、実際の中小企業の管理システムの開発・構築を十分に考慮しながら、段階的に本支援システムの利用促進を行う予定である。

#### 文 献

- 1) 長谷川辰雄, 藤澤充: ソフトウェア開発高度化に関する研究、岩手工技セ研報 2.19(1996)
- 2) 小林裕一, 小池英樹: オブジェクト指向言語C++のクラスライブラリ視覚化に関する研究、インタラクティブシステムとソフトウェア | .25
- 3) 清水奨, 荒川則泰: インタクション変更の容易化をめざしたGUIアプリケーション設計法の提案、インタラクティブシステムとソフトウェア | .105
- 4) 石井恵, 佐々木裕, 金田重郎: インタラクティブ・オフィスシステムのための制約型プログラミング手法、インタラクティブシステムとソフトウェア | .121
- 5) 金田重郎, 中野勝之: インタラクティブ・エキスパートシステムのための再実行型インタフェーサ、インタラクティブシステムとソフトウェア | .145
- 6) 安村道晃, 伊賀聡一郎: マルチメディアからマルチモーダルインタフェースへ、インタラクティブシステムとソフトウェア | .185
- 7) 福永真美, 渡部重十, 岸本令子, 小銭正尚, 三枝武男: 情報検索における知的コミュニケーション、インタラクティブシステムとソフトウェア | .217
- 8) 松田純一: 画像データベース構築・活用技法(1994)
- 9) Kurt J.Schmucker: オブジェクト指向プログラミング 上下巻(1990)
- 10) 佐藤次男, 中村理一郎, 伊藤惇: Cによる理工学問題の解法(1994)
- 11) 宇田川佳久: ポスト・リレーショナルデータベース オブジェクト指向データベース入門(1992)

## プリント基板からの放射ノイズの低減に関する研究\*

熊谷 隆美\*\*

両面基板を使用し、片面をベタアースパターン、もう一方をベタ電源パターンとした基板が、放射ノイズが最も少ない。その理由は、両パターン間で、容量が形成されているためである。また、片面ベタアースパターン基板または両面ベタアースパターン基板から放射ノイズが最も多い原因は、アースパターンが電波の反射板となっているためである。

キーワード：放射ノイズ、プリント基板、アースパターン、電源パターン、共振

## Technical Development of Suppression for Radiated Emission

KUMAGAI Takami

It is in the cause of the capacity between the circuit pattern of the both sides of a double-side printed circuit board, that the radiation noise is small under the condition that one side pattern is all over ground and the other is all over power circuit. The generating of the large radiation noise, in the cause that the printed side of a single-side printed circuit board or the both sides of a double-side printed circuit board is all over ground pattern, is in the cause that the each ground pattern acts for a reflector.

key words : radiated emission, printed circuit board, ground pattern, power circuit pattern, resonance

### 1 緒 言

EMC規制の強化に伴い種々のノイズ低減方法<sup>1)</sup>が考案されているが、普遍的技術として確立されているとは言えず、個々の企業秘密となっていることが多い。ノイズ低減のより確実な方法はシールドを行うことであるが、コストが嵩むという問題点がある。

このため、安価なプリント基板のノイズ低減法の検討が行われており、特に、基板のアースパターンと電源パターンの引き回し方法がノイズ低減上重要となっている。

前報<sup>2)</sup>では、アースパターンと電源パターンの引き回しの違い（アースと電源パターンの配置を変えてみる）による放射ノイズ特性の変化について調べた。その結果、放射ノイズが最も小さいのは、両面基板において片面ベタアースパターン、もう一方をベタ電源パターンとした場合であった。また放射ノイズが最も大きいのは、片面ベタアースパターンまたは両面ベタアースパターンとした場合であった。

本報では、前報の原因を調べるために、次のような実験を行い、検討した。(1)両面基板の片面をベタアースパターン、もう一方をベタ電源パターンとした場合に放射ノイズが小さいのは、両パターン間で容量が形成されるためであると考えられるので、基板面積を2倍にして、形成される容量を変化させ、前報と同様の実験を行った。(2)片面ベタアースパターンまたは両面ベタアースパターンとした場合、放射ノイズが大きいのは、ベタアースパターンが電波の反射板となっていると考えられるので、基板の部品面の反対側を銅板で覆って、放射ノイズの指向特性を測定した。その結果、(1)では両パターン間で容量が形成され、これがバイパスコンデンサーとなり回路のインピーダンスを低くし、放射ノイズを抑えている<sup>3)</sup>ことが考えられ、(2)では、ベタアースパターンが、電波の反射板となっていることがわかったので、以下にその概要を報告する。

\* 電波ノイズの低減に関する技術開発（第2報）

\*\* 電子機械部

2 実験方法

2-1 基板のパターンの種類による放射ノイズの変化

前報では、基板上に表1に示す5種類のパターンを試作し、図1に示すノイズ発生回路(30MHzの基本波と、その整数倍の高調波を多数発生する回路)を基板上に組み、放射ノイズレベルの変化を測定した。今回は基板の面積を増やせばベタアースパターンとベタ電源パターン間で形成される容量<sup>4)</sup>が増え、回路のインピーダンスがより低下し、更にノイズの放射が抑えられると考え基板の面積を2倍とし、図1に示すノイズ発生回路を基板上に組んだ。本報で試作した基板のパターンの種類を表2に示す。今後本文ではそれぞれの基板を、表1、2に示す記号で呼ぶことにする。

表1 前報で試作した基板のパターンの種類と本文での記号 (寸法は10×10cm)

基板の種類	パターンの引き回し方	記号
片面基板	ベタアース無し	A-1
片面基板	裏面ベタアース	A-2
両面基板	両面ベタアース	A-3
両面基板	表ベタ電源、裏ベタアース	A-4
両面基板	表ベタアース、裏ベタ電源	A-5

表2 本報で試作した基板のパターンの種類と本文での記号 (寸法は10×20cm)

基板の種類	パターンの引き回し方	記号
片面基板	ベタアース無し	B-1
片面基板	裏面ベタアース	B-2
両面基板	両面ベタアース	B-3
両面基板	表ベタ電源、裏ベタアース	B-4
両面基板	表ベタアース、裏ベタ電源	B-5

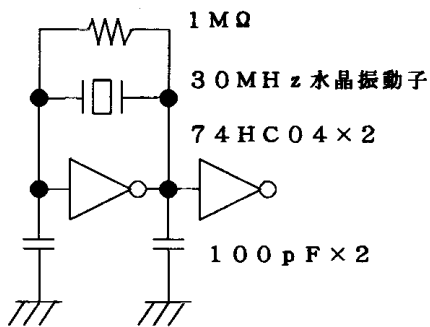


図1 ノイズ発生回路

表2の基板を3m法FCCファイリング型電波暗室で放射ノイズレベルの変化を測定した。測定周波数は、

30MHzから300MHzとした。また、測定に使用したアンテナの高さは、水平偏波の測定の場合は1, 2, 3, 4m、垂直偏波の場合は1mとした。測定方法の略図を図2に示す。

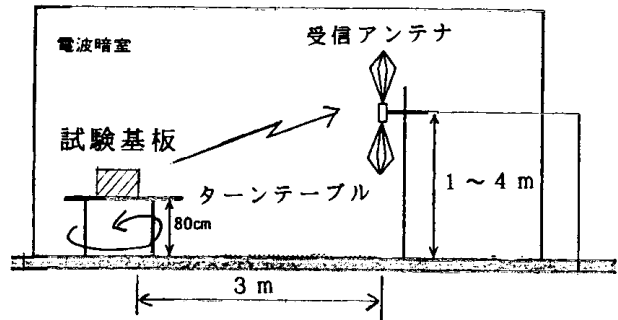


図2 実験方法の略図

2-2 放射ノイズの指向特性の変化

片面ベタアース基板または両面ベタアース基板は、放射ノイズレベルが最大である。これは、ベタアースパターンが電波の反射板となっているためと考えられる。しかも、ノイズ発生回路のICのピンは、基板を貫通しているため、放射ノイズは両面均等に放射すると考えられる。

そこで、A-3基板を用い、基板を図2のターンテーブルに垂直に置いて、放射ノイズレベルの指向特性を測定した。実験はICのピンがむきだしのA-3基板と、ICのピンが貫通している面を銅板で覆い、その面からノイズが放射しない様にしたA-3基板とで行い、比較した。測定周波数は、基板の寸法が放射ノイズの波長にコンパラブルな、600MHzから1GHzの周波数間で行った。

この測定も、図2に示すような3m法FCCファイリング型電波暗室で行った。測定は水平偏波とし、まず、放射ノイズレベルが最大になる高さを探し、その高さを受信アンテナを固定し、基板を置いたターンテーブルを1回転させ指向特性を測定した。

3 実験結果および考察

3-1 基板のパターンの種類による放射ノイズの変化

図3は基板のパターンをパラメーターとして、前報と本報の放射ノイズレベルの測定結果の差を示したものである。横軸は高調波の次数であり、縦軸は(20×10cm基板の放射レベル) - (10×10cm基板の放射レベル)である。20×10cm基板の放射レベルが高ければ、縦軸はプラスの値となる。なお、水平、垂直偏波ともに同じ傾向であったため、水平偏波のみ示した。

図3から、面積を増やした20×10cm基板の方が

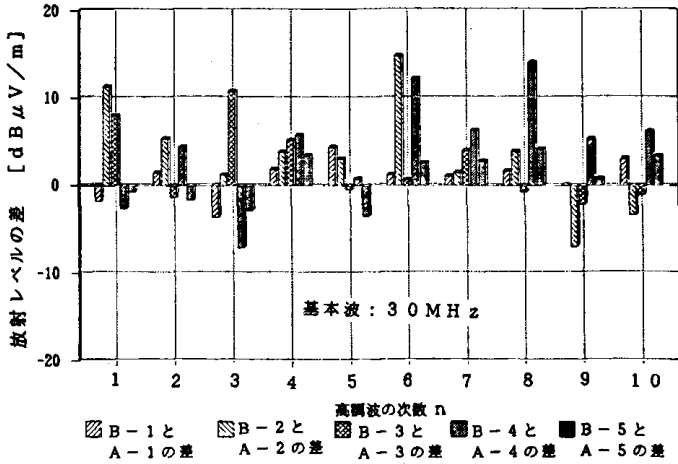


図3 放射レベルの差 (水平偏波の場合)

放射ノイズが増えている傾向がわかる。これは予測した結果と異なる。そこで、エッチングを行っていない $10 \times 10 \text{ cm}$ と $20 \times 10 \text{ cm}$ の両面基板について、インピーダンスアナライザ (HPの4194A) を用いて $10 \text{ MHz}$ から $100 \text{ MHz}$ の周波数範囲で銅箔間インピーダンスの分析を行った。結果を図4に示す。

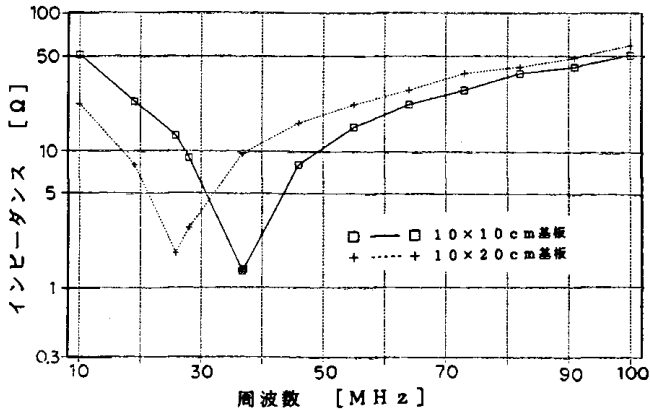


図4 両面ベタアース基板のインピーダンス特性

図4で、実線が $10 \times 10 \text{ cm}$ 基板の場合であり、破線が $20 \times 10 \text{ cm}$ 基板の場合である。実線と破線と比較すると、破線の共振点が低い周波数にずれ、今回の研究対象の周波数である $30 \text{ MHz}$ 以上では、すでにインダクティブ成分となって、インピーダンスが増加していることがわかる。つまり、基板の銅箔間インピーダンスは純粋な容量ではなく、必ずインダクタンスや抵抗成分が存在するために共振が生じる。よって、ノイズ低減のためには、ノイズの周波数が基板の共振付近で、インピーダンスが小さい周波数領域の場合に有効であるといえる<sup>5)</sup>。

そこで、基板の銅箔間インピーダンスを図5に示す回

路で表現できると仮定し、図4の特性からそれぞれの場合の容量C、インダクタンスL、抵抗Rの値を計算してみた。結果を表3に示す。

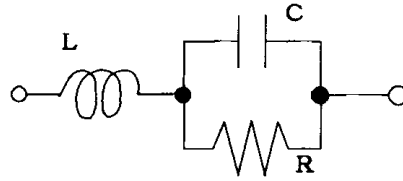


図5 基板のインピーダンス等価回路

表3 各素子の計算値

	$10 \times 10 \text{ cm}$	$20 \times 10 \text{ cm}$
L [nH]	75	75
C [pF]	241	430
R [Ω]	304	111

表3から、 $20 \times 10 \text{ cm}$ の基板の容量Cが、 $10 \times 10 \text{ cm}$ のおよそ1.8倍であることがわかる。

以上の事より、A-4またはA-5基板が放射ノイズが最も少ない理由は、ベタアースパターンとベタ電源パターン間で容量が形成され、それがバイパスコンデンサーとなって回路のインピーダンスを低くし、放射ノイズを抑えていると考えることができる。また、今回使用した基板の容量値は、ほぼ $300 \text{ pF}$ である事がわかった。そこで、放射ノイズが最大であったA-2とA-3基板の電源とアースとの間に、 $300 \text{ pF}$ のセラミックコンデンサーを付加して、放射ノイズの大きさを測定し、放射ノイズが最も小さいA-4基板の場合と比較した。その結果を図6に示す。なお、水平、垂直偏波ともに同じ傾向であったため、水平偏波のみ示した。

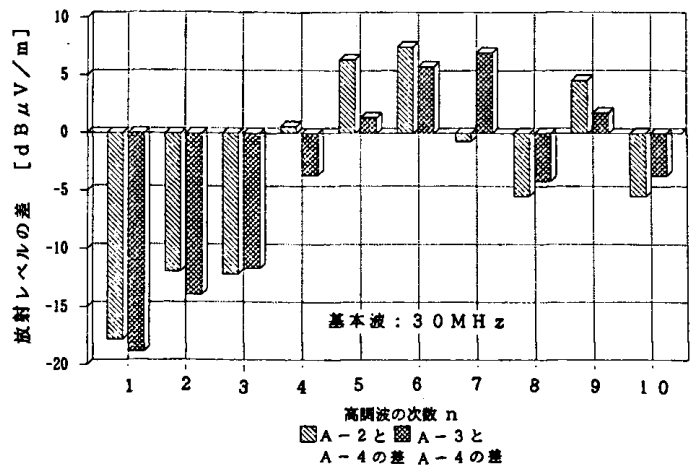


図6  $300 \text{ pF}$ 付加したA-2及びA-3基板とA-4基板の放射ノイズレベルの差 (水平偏波の場合)

図6より、A-2とA-3基板でもコンデンサーを付加することで、A-4基板と同等の効果があることがわかる。さらに、90MHz(次数3)までは、A-4基板よりも放射ノイズが少なくなっている。そこで、実験に用いた300pFのコンデンサーの特性を測定した。その結果を図7に示す。図7と図4に示した10×10cm基板のインピーダンス特性を比較して、共振周波数は殆ど同じであるが、共振付近でのインピーダンスは、300pFのコンデンサーの方が低い。このことが、更に放射ノイズを抑えていると考えられる。

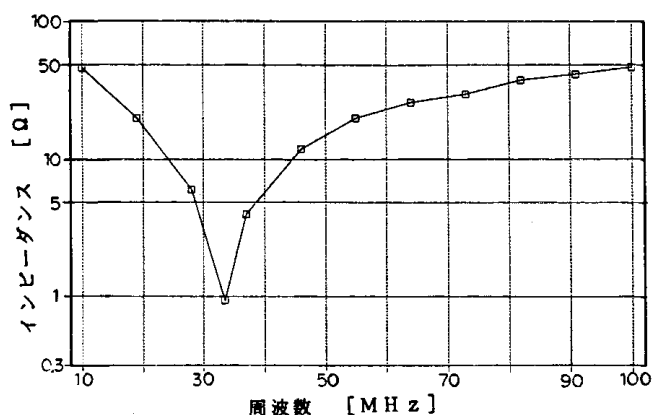


図7 実験に使用したコンデンサーのインピーダンス特性

### 3-2 放射ノイズの指向特性の変化

図8に一例として、930MHz(31次高調波)の場合の放射指向図を示す。実線は、ノイズ発生回路部分の片面(部品面の反対側)を銅板で覆い、その面のベタパターンにハンダ付けした場合であり、破線は、回路構成部分を露出したままの場合である。また、図8で、同

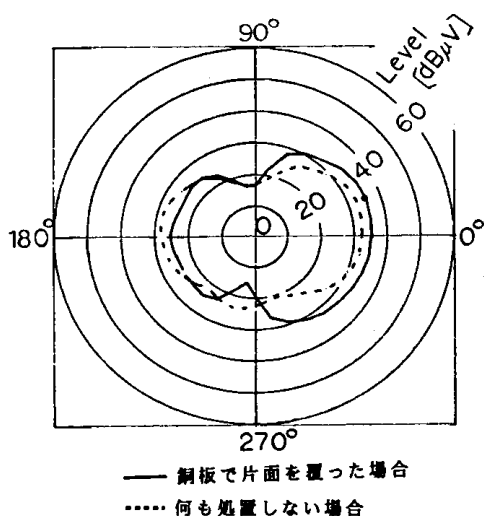


図8 放射指向特性

心円は放射ノイズレベルを示し、円周方向は、ターンテーブルの回転角度を示す。

A-3基板の回路構成部分露出の場合は、両面からほぼ同じ強度でノイズが放射している。一方、裏面を銅板で覆った基板の場合は、ノイズ発生回路の部品がある表面の方向へ、ノイズが強く放射されており、銅板で覆った裏面側への放射レベルは、弱くなっている。これは、両面ともベタアースパターンが電波の反射板となっているが、片面を銅板で覆った基板は、銅板で覆う事により基板の誘電体層を貫通しているICのピンから放射される電波が、銅板に遮られて放射しにくくなったためと考えられる。

## 4 結 語

本研究により、次のような結果が得られた。

- (1) A-4またはA-5基板の放射ノイズが最も少ない原因は、ベタアースパターンとベタ電源パターン間で、容量を形成しているためである。
- (2) ただし、基板面積を2倍とした実験でも明らかのように、実際の基板容量はインダクタンス成分も有するため、ノイズの周波数が共振付近の領域と合わない、効果はない。
- (3) A-2またはA-3基板から放射ノイズが最も多い原因は、アースパターンが電波の反射板になっているためである。

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。

## 文 献

- 1) 清水 康敬, 杉浦 行: “電磁妨害波の基本と対策” (社) 電子情報通信学会, 184-211 (1995)
- 2) 熊谷 隆美: “岩手県工業技術センター研究報告 第2号”, 23-26 (1994)
- 3) 山崎 弘郎: “電子回路のノイズ技術” オーム社 51-52 (1981)
- 4) 伊藤 健一: “アースとパターン設計” 日刊工業新聞社, 65 (1991)
- 5) 坂本 幸夫, 山本 秀俊: “現場のノイズ対策” 日刊工業新聞社, 52-54 (1993)

## コンピュータ・ホログラフィの開発

大坊 真洋\*

ホログラフィの現状について調査し、県内企業の現存技術で作成可能な応用製品として立体ディスプレイを検討した。プラスチック性の黒色板に、針で扇状の擦り傷をつけて、白色光を照射し散乱光を両眼で観察すると、板表面よりも奥または手前の空中に3次元像が再生できることを試作により確認した。高精度を必要とせず、安価な装置で製作が可能であり、立体看板や、標識、壁窓材装飾等の3次元表示器へ応用できる。

キーワード：CGH、立体ディスプレイ

## A Development of Computer Generated Holography

DAIBO Masahiro\*

The application of state-of-the-art of holography is investigated, and it is examined that the application product which could be made by existence technology of a firm in this prefecture. A large-scale three dimensional display is one of good choice. A fan-shaped fine grooves is engraved with a needle of compasses onto the surface of a black board made by plastic. Many grooves are drawn in the same way, a three dimensional display is produced experimentally. When I illuminated the board with collimated white light, then observed scattering light with both eyes, specific points along the groove shined brightly. Three dimensional images are reconstructed both below and above the actual board surface. Using this technique, production of three dimensional display becomes feasible by the cheap device which is not strictly necessary high precision. This display can be applied to 3D display, decoration of wall or window materials. The implementation of 3D display and the experimental results are presented.

key words : CGH, three dimensional display

### 1 緒言

ホログラフィは、光の波面を任意に変調でき、従来の単純レンズや反射鏡では不可能な複雑な波面を実現可能とする。このため、ホログラフィは光技術の主要な要素の一つであり、立体ディスプレイや計測、光素子に利用されている。ホログラフィは、本質的に制御を要する空間の大きさが光の波長以下であり、高精度と高分解能が要求されるため、その製作や制御は容易ではなく、これが工業的な活用を制限している。

しかし近年、子供用玩具からハイテク機器の部品に至るまで、日常生活の所々にホログラフィを応用した製品を目にする機会が少しずつ増えてきている。ホログラフィを計算機と電子機器によって実現する方法（コンピュータ・ホログラフィ）も、電子デバイスの発展により現実的となり、今後光を扱ういろいろな場面で、ホログラフィが応用され、本格的に発展することが期待され

る。

この報告では、ホログラフィのさまざまな応用のなかで、人間の感性に強いインパクトを与えることが可能な立体表示に注目し、最初に最新の技術動向を述べ、次に簡単な機械的加工によって製作が可能な立体ディスプレイの製作方法と、その試作結果について述べる。

### 2 技術動向

#### 2-1 3次元物体の表示器への応用

ホログラフィの身近な応用例の一つに、3次元物体の表示器があり、あたかも実際に物体がそこにあるかのように立体像を空間に表示することが可能である。例えば、重要文化財や美術品をホログラフィに撮影して展示する例や、肖像として記録保存している例がある。これらは、銀塩乾板やゼラチン、ポリマー等の感光性材料に、干渉縞の光強度の二乗を記録させており、特にカ

ラー化を施したホログラフィの再生像は、本物と見間違えるくらい精巧である。また芸術・美術分野への応用も始まっている。本物そっくりに記録するばかりでなく、見る方向によって3次元像が色彩豊かに変化する現象を応用した新しい芸術が生まれ育ちつつある。

しかし、このような従来のホログラフィは、撮影時に振動がない環境でレーザを使用しなければならず、さらに現像や漂白といった化学的な処理が必要であり、これらのことがホログラフィの普及を制限している一因となっている。

## 2-2 セキュリティー印刷への応用

別の実用化の例として、セキュリティー印刷分野への応用があげられる。一般的に、ホログラフィは、光の波長で干渉縞を記録した物であるので、構造は非常に微細(サブ・ミクロン~数ミクロン)で、複雑である。このため複製が困難となり、ホログラフィを付加すると偽物や不正複製は減少する。また見る角度によって見え方が変化するので、美しく魅惑的であり商品付加価値が向上する。このようなOVD(Optically Variable Device)は、具体的にはクレジットカード、小切手、旅行小切手、証明書、イベントチケット、切符、パスポート、免許証、保険証、薬品パッケージ、コンピュータソフト、CD、ビデオ、密封シール、IDカード、切手、紙幣等の偽造防止のために利用されている。ホログラフィの世界市場規模は1994年で、表1のようになる<sup>1)</sup>。特にパッケージ装飾の伸び率は大きく1993年に比べて約1.9倍になっている。

分類	市場規模 (億円)
セキュリティー書類	55
ブランド証明	43
パッケージ装飾	34
販売促進広告	26
置物	19
ギフト	13
出版	4
合計	194

表1 ホログラフィの世界市場規模(1994年)

## 2-3 3次元テレビへの応用

3次元ディスプレイの究極ともいえる動画ホログラフィも活発に研究されており、いろいろな方式が検討されている。MITメディアラボは、超音波光変調器とポリゴンミラーによってリアルタイムのホログラフィを実現した<sup>2-4)</sup>。また、アラバマ大学は、LSI上の液晶層を下部のLSIの電極の電界で直接駆動する"IC Vision"を提案している<sup>5,6)</sup>。一方、凸版印刷は、液晶ディスプレイの上にあ

かじめ計算で求めておいたグレーティングを搭載し、必要な方向のグレーティングに対応した液晶ディスプレイのピクセルを駆動する"Grating Image"方式を開発している<sup>7)</sup>。これらの動画ホログラフィは、電子的に制御するので、膨大なホログラフィの情報量を巧みに処理して、ビデオレートでホログラフィの再生が可能となるように工夫されている。超音波光変調器を使用するタイプは、あらかじめ計算しておいたルックアップテーブルのデータを使って超音波光変調器を制御している。IC VisionとGrating Imageは、グレーティングによって観測位置への偏向角度をあらかじめ決めてい。いずれの方法も垂直方向の視差の情報を削除して、情報量の削減を行っている。

## 2-4 機械加工で実現可能な立体ディスプレイ

SPIE学会のホログラフィ・ワーキング・グループでサイエンス・ホビイストのWilliam Beatyが擦り傷によるホログラフィック・ディスプレイを議論している。黒色の車の洗車時の傷が、太陽の光に照らされた時に、立体的なゴーストが見える現象を発見したのがきっかけになっている。彼は、白色光再生が可能なレンボーホログラムの干渉パターンと、この擦り傷によるホログラフィック・ディスプレイのパターンの類似性を指摘している。

またそれとは別に、金属表面を回転工具で円状にラッピングすると、その擦り傷により光が散乱されて、立体的なゴーストイメージが出現し、それを幾何学的に解析した報告がなされている<sup>8)</sup>。

これらの現象は、機械的加工で可能な分解能の大きさ(数十~数百ミクロン)で、立体ディスプレイの実現が可能なことを示唆している。

## 3 実験方法

### 3-1 立体ディスプレイの試作

今回、簡単な設備で製作が可能であるという理由から、立体ディスプレイの実現する方法として、擦り傷によるホログラフィック・ディスプレイを選択した。一般にホログラフィを実現するには、光の波長程度の光学的な構造(回折格子)が必要となるが、数百nm~数 $\mu$ m程度の細かさで、ホログラフィ回折パターンを製作可能な、電子ビーム描画装置や、レーザ描画装置は非常に高価である。またこのような装置を使用しても、一度に描画できる範囲は数mmから数cmであり、看板等に使用できるような大型(数十cm~数m)のディスプレイは製作することが困難である。一方、擦り傷によるホログラフィック・ディスプレイは、一般的なホログラフィのような微細な回折格子が必要でなく、簡単な機械的加工で立体ディスプレイが実現可能である。

立体ディスプレイの試作は、William Beatyがインター



ネット上での説明した方法と同様な方法で行った。図1に製作方法を示す。表示する立体像は、深さ6 cmの位置に1辺6 cm正方形と、深さ8 cmに直径3 cmの円と、深さ11 cmに1辺3 cm正方形のオブジェクトが配置され、2つの正方形の各頂点を互いに結んだモデルとした。このモデル像を図1(a)に示す。Z軸に平行な方向で、正面からみると図1(b)のようなイメージとなる。煩雑さをさけるために図1(b)~(d)では円オブジェクトは割愛した。次に、黒色のプラスチック板上に、立体像を表示する位置から、各オブジェクトを奥行き深さの分だけ平行移動させて、レイアウトした。この状態を図1(c)に示す。奥行きとシフトさせる量は比例する。次にレイアウトしたそれぞれのオブジェクト上(外形)の任意の点を中心として、シフトさせた量と等しい半径で円弧を描く。角度は約120度~180度とした。この角度が大きいくほど、視点を動かした時に立体像が動く範囲が広がる。コンパスの先端は針に変えてあるので、微細な円弧状の傷(溝)がプラスチック板上に描かれる。ここで重要なのは、光を散乱させるために、溝は十分に微細でなければならない。先端が鋭利な針でプラスチック板、あるいは、金属板上に傷をつけることにより、この条件は容易に実現できる。円弧を描く操作を、コンパスの中心を同一オブジェクト上で少しずつ移動させて繰り返す。これを図1(d)に示す。ここでは図を見やすくするために、縦の太い線で描いた辺に対応する円弧だけを表示している。同一の深さにある部分では、円弧の半径が等しい。コンパスの中心を移動させる刻み値は、溝と隣接する溝の相互作用による光の回折が不必要なので、基本的に目の分解能程度であればよい。立体像を観測する距離に依存するが、例えば200ミクロンあれば十分な細かさである。今回は装置を使わず、手作業で試作したので刻み値は500ミクロン程度である。次に、深さの違うパターンについても、半径を変えて同様な操作を行い、図1(d)のように多数の重なり合った円弧を描く。

#### 4 実験結果

製作したプラスチック製のディスプレイに、太陽のコリメートされた白色光をあてると、円弧状に描いた溝の特定箇所が明るく輝いて観察された。光源が蛍光灯の場合であっても、蛍光灯の長手方向と、円弧状の傷の接線が直交するようにすると、特定箇所が明るく輝いた。

輝点は白色であった。多数の溝に対応した輝点群を結ぶと、三次元的に立体像が再生されて観測できた。再生した方法を図2に示す。図2(a)のようにすると、設計通りの立体像が、ディスプレイの奥に(プラスチック板表面よりも奥)観測された。図2(b)のようにした場合には、奥行きが反対になった共役像がプラスチック板表面手前の空間に再生された。

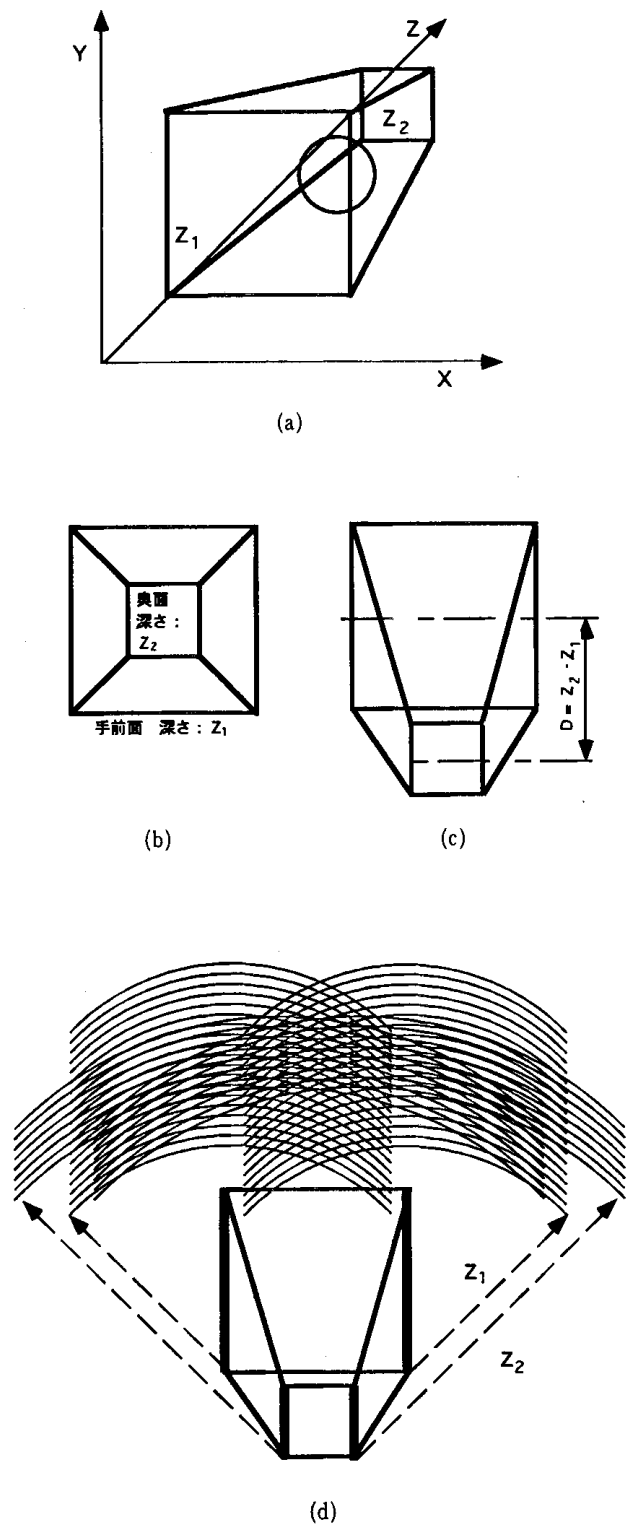


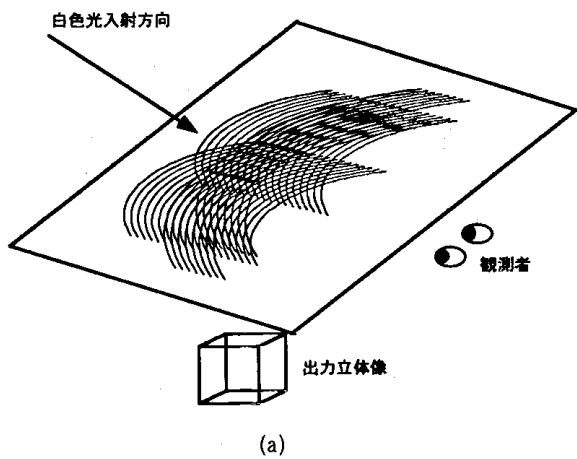
図1 試作した立体ディスプレイの製作方法

- (a) 表示する立体オブジェクトのモデル
- (b) 正面から見た場合のモデル
- (c) オブジェクト要素の平行移動
- (d) 各オブジェクトの外形の任意の点を中心として、奥行きに対応した半径で、溝を刻み込む方法の説明

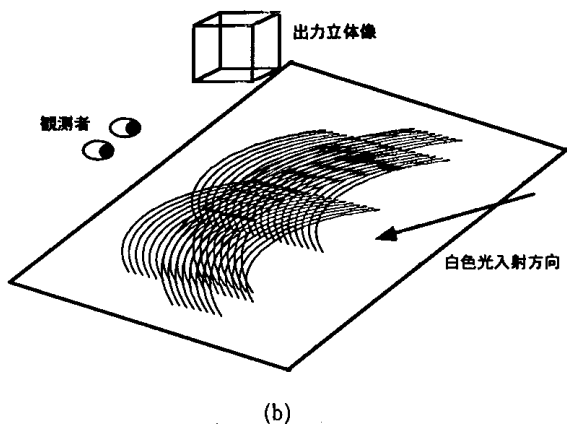
図3は、図2(a)の構成の場合の再生像である。全て奥の方に見え、奥行きが浅い方から正方形(大)、円、正方形(小)の順に再生された。図4は、図2(b)の構成の場合の再生像であり、奥行きは反対となっている。図2(a)の構成の場合、観測位置を左右に動かすと、動いた方向と同一方向に再生像が動いた。図2(b)の構成の場合、動いた方向と反対方向に動いた。

視点と関連して再生像が動く動き方は、半径が大きいほど移動量が大きかった。表面よりも奥に再生された像は、奥行きが大きい部分(観測者から遠い)の方が、記録面に近い部分よりも、動きが大きく、見え方が実世界と異なった。一方、表面よりも上に再生された像は、半径が大きいほど移動量が大きいが、観測者に近い空間に再生されるので、動き方は自然であった。また、奥行きの絶対値を大きくするほど(半径を大きくするほど)、擦り傷上の輝点が不鮮明になった。

このように、このディスプレイは、水平方向の奥行き情報を円弧の半径として記録しており、このような簡単な方法で立体ディスプレイが実現できることを試作によって実際に確認した。



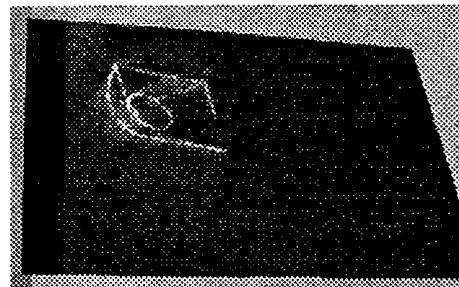
(a)



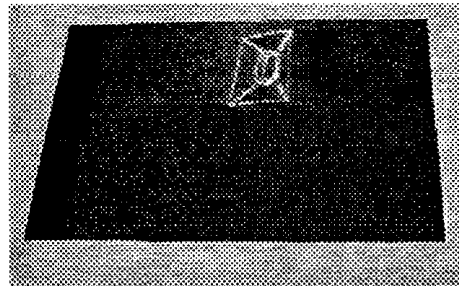
(b)

図2 立体ディスプレイの再生方法

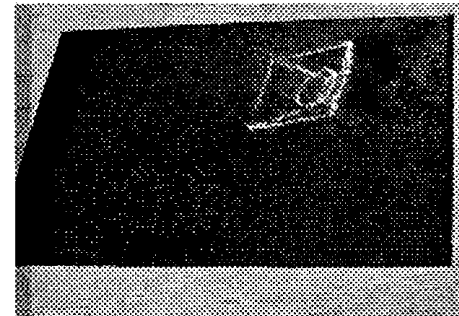
(a) 板表面より奥に再生, (b) 手前の空間に再生



(a)



(b)



(c)

図3 立体ディスプレイの再生像

再生光は太陽光、左(a)から中央(b),そして右(c)へ観測位置を移動するにつれて、立体的に再生像の見え方が変化する様子。像はパネルの奥の方に見える。

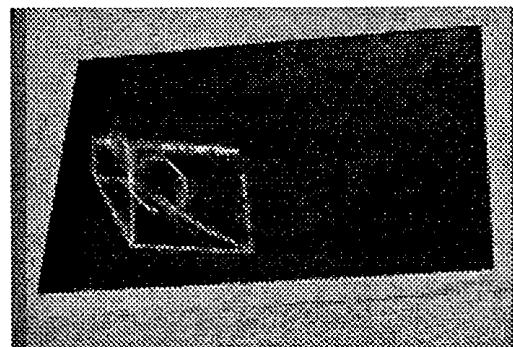


図4 立体ディスプレイの共役再生像

再生光を反対方向から照明した場合の再生像。像は板の手前の空中に飛び出て見える。

5 考察

5-1 立体視について

レインボーホログラムは、瞳の径程度の幅の水平スリットを通して記録している。このため垂直方向の情報は失われるが、波長分散により像が重なり合うボケが生じないので、白色光で再生可能である。副産物的効果であるが、像が虹色に見えることからレインボーホログラムと呼ばれている。

人間の眼は2眼が水平に配置されており、もともと垂直方向の視差はない。このため垂直方向の奥行き情報が欠落しても、立体感が得られる。人間が立体感を感じるためにはフレネルホログラムのような物理的に完全な波面情報が必要なわけではない。レインボー・ホログラムの場合であっても、両眼が同一物体を捕らえるときに内側に向かう輻輳と、水晶体のピント調節と、物体が網膜上で結像する位置のずれで物体の前後関係を弁別する両眼視差による知覚が働くので、バーチャルリアリティで使用されるヘッドマウントディスプレイとは異なり、自然な感覚で立体感を感じることができる。

今回試作した立体ディスプレイも、垂直方向の情報は失われているが、水平方向の奥行き情報は記録されており、レインボー・ホログラムと共通点である。実際に90度横方向から試作したディスプレイを観察すると、擦り傷で散乱される光は観察されるが、立体感は失われ平面的な像として観測される。

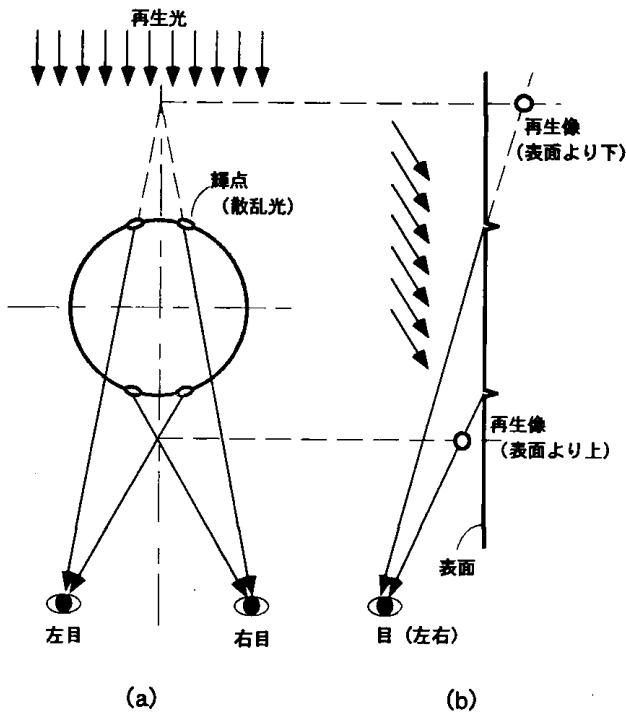


図5 試作したディスプレイの立体視メカニズム  
(a) 平面図, (b) 側面図

水平の2個の輝点を一点にする生理作用が働いて立体感が生じる。

レインボーホログラムも、前述したIC VisionとGrating Imageも、再生像を決めているのは回折格子の角度であり、これによって立体像の奥行きを制御している。これは、今回の立体ディスプレイでは溝全体 (溝内部ではない) の半径に相当する。

図5に、試作したディスプレイの立体視メカニズムを示す。円状の擦り傷に光照射すると、ある観測点 (片目) に対して、円の中心を点対称として2つの輝点が現れる。両目では4つの輝点が現れる。輝点が水平に2つあった場合、それを一点として見ようとする生理機能が働く。これにより、円弧状の溝の向こう側には、実際の表面より奥に再生像が虚像として観測され、円弧の手前側には表面よりも上に観測されていると考えられる。

5-2 コンピュータによる製作方法

今回は、設備の都合により人間の手作業でこのディスプレイを試作した。手作業で立体ディスプレイが実現可能であること自体が驚くべきことである。しかし、今回試作したような単純なオブジェクトの場合はそれほどではないが、すこし複雑なオブジェクトになると、膨大な数の円弧 (平面の画素数×奥行き枚数) を描く必要があり、コンピュータによる自動化をしなければならない。図6に検討した自動製作のための流れ図を示す。このよ

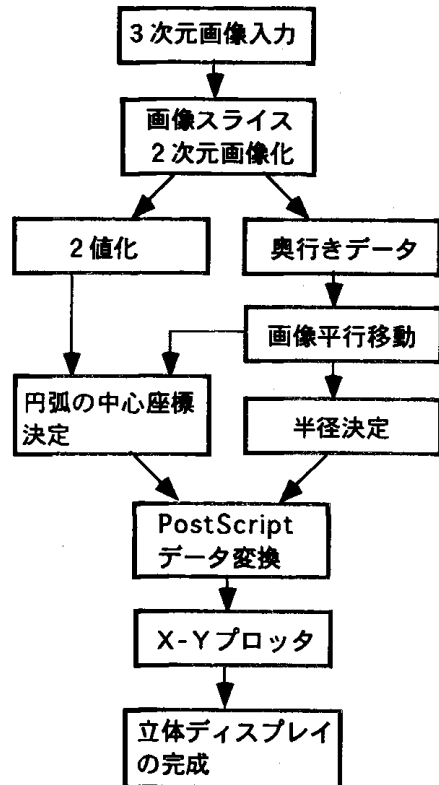


図6 自動製作のための流れ図

うな操作をすると、CADや3次元グラフィックスで設計データや、デジタイザーで読み込んだ座標データから、立体ディスプレイが試作できる。製作装置は、PCとXYプロッターがあれば十分であり、安価に実現可能である。現在までの研究で、PostScriptで必要なデータを生成できるようになっている。

### 5-3 情報量

ホログラフィは、物理的に忠実に波面を再現して立体ディスプレイとして、利用されてきた。しかし情報量が膨大であるため電子ディスプレイや安価なディスプレイとして使われるためには、大幅な情報の削減が必須である。例えば2次元ディスプレイの代表であるテレビは、残像現象を利用して走査を行い、1次元情報に情報量を大幅に削減している。立体ディスプレイの場合は、さらに人間の感覚を利用して情報の削減を行わなければならない。レインボー・ホログラムや、IC VisionとGrating Imageのように、垂直方向の視差を無視するのは、非常に有効である。この研究で試作した立体ディスプレイは、水平方向の視差だけを利用し、さらに人間に目の分解能でサンプリングをしているのと同等のことを行っている。回折格子を使わないので光の波長程度の製作分解能を必要としない。

ホログラフィの出力として可能なものに、レーザプリンターと類似した装置でイメージセッターがあり、印刷に一般的使用されている。イメージセッターはレーザプリンターと異なり、トナーを使用せず、印画紙に潜像を書き込んで、現像によって画像が得られる。分解能は4000dpi(6.4 $\mu$ m)が可能である。しかし、この程度の分解能でも回折させるには十分ではない。実際には、この10倍の分解能が必要である。この装置でA4サイズのホログラフィを作ると1.5Gピクセル必要である。本研究の場合は、回折が生じない程度である300 $\mu$ mの分解能とすると、0.7Mpixelで十分である。約2000分の1以下に情報量を削減できる。これにより計算機の負荷は大幅に軽減できる。

## 6 結 語

ホログラフィの現状について調査し、県内企業の現存技術で作成可能な応用製品として立体ディスプレイを検討した。プラスチック製の黒色板に、コンパスと手作業により針で扇状の擦り傷をつけて、立体ディスプレイのプロトタイプを試作した。このディスプレイに白色光を照射し散乱光を両眼で観察すると、板表面よりも奥または手前の空間に3次元像が再生できた。立体的に見えるメカニズムを説明し、また、コンピュータによる設計、製作手法を検討した。さらに情報量の削減について議論し、回折を利用したタイプに比べて少なくとも1/2000に

削減できることを示唆した。

この立体ディスプレイは、高精度を必要とせず、安価な装置で製作が可能であり、大型の広告用立体看板や、立体標識、壁窓材装飾等の3次元表示器への応用が期待できる。

本研究を進めるに当たり、有益な議論を頂いた東北学院大学工学部の木村光照教授に厚く御礼申し上げます。

## 文 献

- 1) Ian M Lancaster: The Future Security Applications of Optical Holography, SPIE International Conference on Application of Optical Holography proceedings, 2577, 71-76 (1995).
- 2) Pierr St. Hilaire et. al.: Electronic Display system for computational holography, SPIE Practical Holography IV, 1212, 174-182 (1990).
- 3) Pierr St. Hilaire et. al.: Advances in Holographic Video, SPIE proc. 1914, 188-196 (1993).
- 4) M. Lucente et. al.: Progress in holographic video with the acousto-optical modulator display, SPIE Applications of Optical Holography proc. 2577, 2-7 (1995).
- 5) J. Kulick et. al.: IC Vision - A VLSI Based Holographic Display System, SPIE proc. 1914, 219-229 (1993).
- 6) Jeffrey Kulick et. al.: Demonstration of a real-time implementation of the IC Vision holographic stereogram display, SPIE International Conference on Application of Optical Holography proceedings, 2577, 8-19 (1995).
- 7) Fujio IWATA: Grating Image Technology, SPIE International Conference on Application of Optical Holography proceedings, 2577, 66-70 (1995).
- 8) William T. Plummer and Leo R. Gardner: A mechanically generated hologram?, Applied optics, 31, 6585-6588 (1992).

## リングプレートメソッドによる三次元測定機の誤差評価\*

和合 健\*\*

リングプレートメソッド<sup>1)</sup>により、CNCモード3軸フリー検出器三次元測定機(以下CMM)の誤差評価を行った。制御因子と信号因子を直交表L<sub>18</sub>に割り付けて実験を行い、基準点比例式によるSN比を算出した結果、プロービング点数及びプローブの接触方向、ワークテーブル上のワーク位置による有意差はみられず、誤差限界 $\pm 3/\sqrt{\eta}$ (95%信頼限界)は $\phi 20\text{mm}$ 程度の内径測定で $\pm 1.8\mu\text{m}$ を得た。

キーワード：三次元測定機、タグチメソッド、誤差評価、SN比

## CMM Evaluation of Performance by Ring Plate Method

WAGO Takeshi

We made an evaluation of performance on CMM(Coordinate Measuring Machine) with CNC mode, three dimension free probe by Ring plate method. Controllable factors and signal factor are arranged at L<sub>18</sub> matrix table, We made an experiment and calculated s/n ratio  $\eta$ , As a result, factorial effects are not significant by probing number, contact direction and work position on the work table, Error limit of  $\pm 3/\sqrt{\eta}$  is  $\pm 1.8\mu\text{m}$  for  $\phi 20\text{mm}$  hole diameter measurement.

key words : CMM, Taguchi method, evaluation of performance, SN ratio

### 1 結 言

近年、金型や機械加工部品は、形状が複雑になりそのような製品の長さ測定、形状測定には三次元測定機(CMM)が使用される。架空の基準点からの長さや点群の集合したカーブ測定などは、ノギスやマイクロメータなどの一次元測定器具では不可能となり、その場合には三次元測定機は非常に有効となる。

三次元測定機は、X軸、Y軸、Z軸のガイドとプローブヘッドから構成されて、各ガイドに設置されたスケールから長さを読み、プローブヘッドにより入力信号を得る。XYZ軸は互いに直交しておりその複雑な構造から誤差が生じる可能性がある。さらに、最近では計算機の支援により多項目の測定が可能になったことに起因し、測定値の確からしさを過信する傾向さえ見受けられる。

そこで、新しい三次元測定機の誤差評価方法の提案として、計量研究所を中心とした機械金属連合部会計測分科会傘下プラスチック計測技術研究会の共同研究の一環

として、リングプレートメソッドによるCMMの誤差評価を行った。

### 2 実験計画及び実験方法

#### 2-1 誤差原因の仮定

CMMの構造を図1に示し、CMMの仕様を表1に示す。実験に用いたCMMの基本構造は、ワークテーブル固定でブリッジが移動する構造となっている。Y方向を測定するには、図に示す2カ所のY軸可動部の駆動によりブリッジ全体が動きY方向のプロービングが行われる。X方向の測定では、X軸可動部の駆動によりZ軸を構成する支柱が動きX方向のプロービングが行われる。このように、ブリッジ移動型の場合、ブリッジ全体の移動によるブリッジの倒れ、駆動部と反対側の遅れ、慣性の影響、剛性の問題など多くの誤差原因が考えられる。

また、プローブヘッドの構造は、特許などの関係からメーカー独自の方式で設計されて、それぞれの方式に起因

\* CNCモード3軸フリー検出器の場合

\*\* 電子機械部

する誤差が指摘されており、特に斜め方向からのプロービングにより誤差が生じる可能性が高いと言われている。

2)

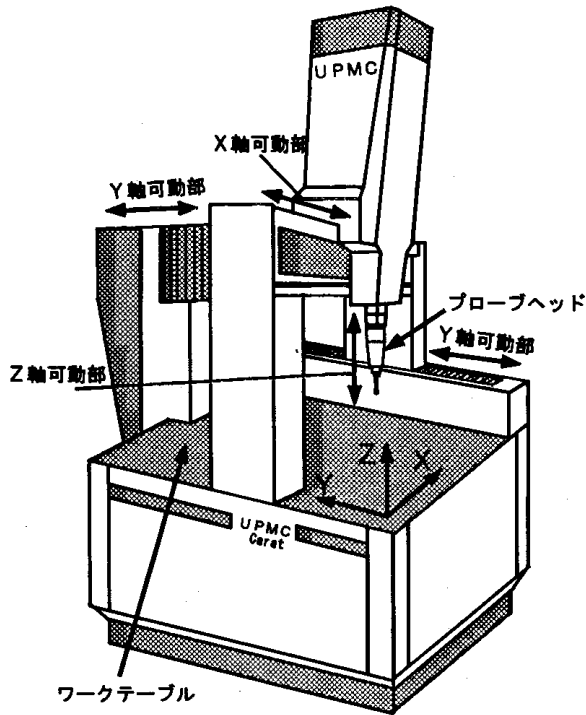


図1 CMMの構造

表1 CMMの仕様

本体	
型式	UPMC550-CARAT-HSS
メーカー	ZEISS
構造	ブリッジ移動型
測定範囲	X=550、Y=500、Z=450mm
測定精度	1軸( $U_1$ ) $0.5+L/900(\mu m)$ 空間( $U_3$ ) $0.8+L/600(\mu m)$ (L=測定長さmm)
ワークの許容重量	600Kg
3Dユニバーサルプローブヘッド	
分解能	スティング範囲が $\pm 0.2mm$ の時、 $0.1\mu m$
最大変位量	$\pm 2.5mm$
測定圧	電気的に発生、0.1N、0.2N、0.4N、1.0N (通常測定は0.2N)

2-2 制御因子

制御因子と水準を表2に示す。プローブの向き(図2)、ワークテーブルにワークを置く位置(図3)の2つを制御因子として設定した。これらを表3のように直交表 $L_{18}$ に割り付けた。

表2 制御因子と水準

記号	制御因子	水準
A	プローブの向き	6水準(①~⑥)
C	誤差列	
D	X軸での位置	3水準(左、中、右)
E	Y軸での位置	3水準(奥、中、前)
F	Z軸での位置	3水準(低、中、高)
G	誤差列	
H	誤差列	

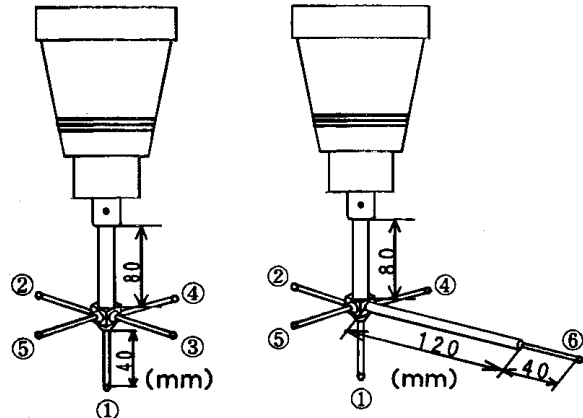


図2 プローブの向き(制御因子)

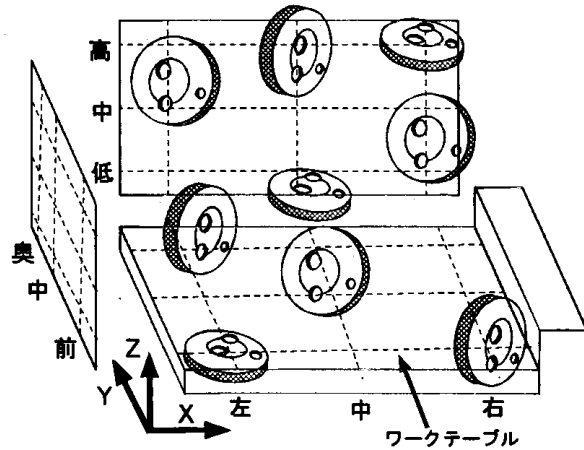


図3 ワークを置く位置(制御因子)

2-3 信号因子

リングプレートゲージ(図4)の内径、中心間距離、挟角を信号因子として、表3のように直交表 $L_{18}$ の外側に割り付けた。誤差因子は単純な測定の繰り返しのみとした。

表3 直交表L<sub>18</sub>の割り付け

番号	因子				内径(D)											
					軸方向4点				45°方向4点				8点			
					M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比
1	1	左	前	低	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)
2	1	中	中	中	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)
3	1	右	奥	高	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)
18	6	中	前	中	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)

中心間距離(L)											
軸方向4点				45°方向4点				8点			
M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比
R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)

挟角(A)											
軸方向4点				45°方向4点				8点			
M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	M <sub>3</sub>	SN比
R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	(db)

注) R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>は繰り返し

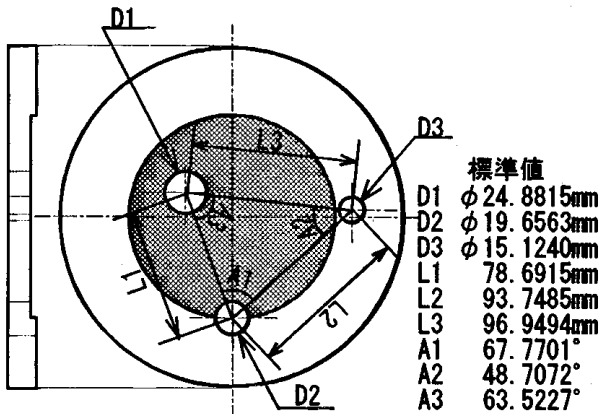


図4 リングプレートゲージ (信号因子)

2-4 測定

表4に測定条件、図5にプロービングの位置、表5にプロービングの点数及び接触方向を示す。リングプレートゲージの内径、中心間距離、挟角を軸方向4点、45°方向4点、8点と3通りのプロービング方法により測定した。CNC測定プログラムは、作業者の手動操作の

ティーチングプレイバック方式により作成した。測定の反復は行わず、測定の繰り返しを3回行った。

表4 測定条件

操作方法	CNCモードによる測定
接触圧	0.2N
プロービング方式	3軸フリー(ベクトルプロービングYes)
プローブ校正方式	たわみ補正あり(DI15228)
校正球	φ30mm
測定プローブ	φ5mm、L=40mm
温度補正機能	無効
ワーク温度	平均値20.45℃、レンジ0.3℃

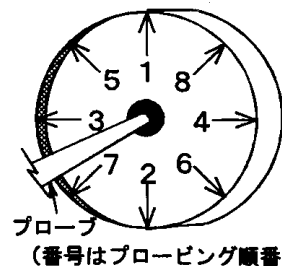


図5 プロービングの位置

表5 プロービングの点数及び接触方向

プロービングの 点数、方向	D:内径 L:中心間距離 A:挟角		
	軸方向4点	L(4,軸)	A(4,軸)
45°方向4点	1, 2, 3, 4	D(4,45)	A(4,45)
8点	5, 6, 7, 8	L(8)	A(8)

2-5 SN比の算出<sup>3)</sup>

標準値の $M_1$ 、 $M_2$ 、 $M_3$ は、 $L_{13}$ のNo.1~3のD(4,軸)の測定値が最も真の値に近いと思われるので、この平均値(9個の平均値)を標準値とした。計算式は、 $M_2$ を基準点とする基準点比例式で動的SN比を求めた。基準点比例式は、比例式の重心近くを基準に補正するため全体的に最小の補正量ですむことから、元の測定値が大きく変化せず適切な補正が出来ると思われる。また、基準値で差をとり補正するため有効桁数が多い計算に適していると思われる。以下に、基準点比例式の一般式を示す。

$$y = y_0 + \beta (M - M_0)$$

標準値 $M$ 、標準 $M$ の読み値 $y$ 、基準点の表示値 $M_0$ 、そのときの読み値 $y_0$ 、感度 $\beta$ で表される。

2-5-1 内径のSN比の算出

D(4,軸)のNo.1のSN比を求める。

信号因子は、 $M_1 = 24.8815\text{mm}$ 、 $M_2 = 19.6563\text{mm}$ 、 $M_3 = 15.1240\text{mm}$ である。 $M_2$ を基準点として補正すると、 $M_1 = 5.2252$ 、 $M_2 = 0$ 、 $M_3 = -4.5323$ となる。

有効除数 $r$ を求める

$$r = M_1^2 + M_2^2 + M_3^2 \\ = 47.84445833$$

$L_1 \sim L_3$ の変動を求める

$$L_1 = M_1 y_{11} + M_2 y_{12} + M_3 y_{13} \\ = 47.84438904$$

$$L_2 = M_1 y_{21} + M_2 y_{22} + M_3 y_{23} \\ = 47.84407439$$

$$L_3 = M_1 y_{31} + M_2 y_{32} + M_3 y_{33} \\ = 47.84498085$$

全2乗和 $S_T$ を求める

$$S_T = y_{11}^2 + y_{12}^2 + y_{13}^2 + \dots + y_{33}^2 \\ = 143.53351369$$

比例項の変動 $S_\beta$ を求める

$$S_\beta = (L_1 + L_2 + L_3)^2 / (3 \times r) \\ = 143.53351357$$

比例定数の変化の変動 $S_{N \times \beta}$ を求める

$$S_{N \times \beta} = (L_1^2 + L_2^2 + L_3^2) / r - S_\beta \\ = 0.0000000089$$

感度 $\beta$ を求める

$$\beta = (L_1 + L_2 + L_3) / (3 \times r) \\ = 1.0000004827$$

非線形を中心とするその他の変動 $S_0$ を求める

$$S_0 = S_T - S_\beta - S_{N \times \beta} \\ = 0.0000001111$$

誤差分散 $V_0$ を求める

$$V_0 = S_0 / 6 = 0.0000000185$$

$$V_N = (S_{N \times \beta} + S_0) / 8 \\ = 0.000000015$$

SN比 $\eta$ を求める

$$\eta = 1 / (3 \times r) \times (S_\beta - V_0) / V_N \\ = 66685315.345(\text{mm}^{-2})$$

$$\eta = 10 \times \log (1 / (3 \times r) \times (S_\beta - V_0) / V_N) \\ = 78.240302092(\text{db}) \\ = 78.2(\text{db})$$

誤差限界を求める。これはほぼ95%信頼限界に相当する。

$$\pm 3 / \sqrt{\eta} = \pm 0.000367372(\text{mm}) \\ = \pm 0.37(\mu\text{m})$$

2-5-2 中心間距離のSN比の算出

L(4,軸)のNo.1のSN比を求める。

信号因子 $M_1 = 78.6915$ 、 $M_2 = 93.7485$ 、 $M_3 = 96.9494$ として、 $M_2$ を基準点とする基準点比例式で、動的SN比を求める。

$$\text{SN比 } \eta = 78.13993953(\text{db})$$

$$\text{誤差限界 } \pm 3 / \sqrt{\eta} = \pm 0.000371642(\text{mm}) \\ = \pm 0.37(\mu\text{m})$$

2-5-3 挟角のSN比の算出

A(4,軸)のNo.1のSN比を求める。

信号因子 $M_1 = 48.7072$ 、 $M_2 = 63.5227$ 、 $M_3 = 67.7701$ として、 $M_2$ を基準点とする基準点方程式で、動的SN比を求める。

$$\text{SN比 } \eta = 76.75547462(\text{db})$$

$$\text{誤差限界 } \pm 3 / \sqrt{\eta} = \pm 0.000435861(\text{mm}) \\ = \pm 0.44(\mu\text{m})$$

2-5-4 校正式

基準点比例式の校正式を以下に示す。校正式は標準値 $M_0$ 、標準を測定した時の読み値 $y_0$ 、感度 $\beta$ 、誤差限界 $\pm 3 / \sqrt{\eta}$ より構成され、実際の測定値 $y$ を入力し推定値 $\hat{M}$ を求めることにより真の値を推定することができる。

$$\hat{M} = (y - y_0) / \beta + M_0 \pm 3 / \sqrt{\eta}(\text{mm})$$

3 実験結果及び考察

SN比の要因効果図を図6~図8、感度の要因効果図を図9、D(4,軸)(No.1)の分散分析表を表6、内径測定での誤差限界を表7に示す。

プローブの向き因子A6は、延長シャフト120mmを取り付けたものである。A6は、表7内径測定での誤差



限界で、A1～A4と比較すると+4.2  $\mu\text{m}$ 大きくなっている。これは、プローブのたわみが影響し誤差が大きくなっていると推測される。中心間距離と挟角は延長シャフトによる誤差の影響が見られない。これは、中心間距離と挟角は円の中心より算出されるので、誤差が平均化されたためと思われる。

同様にプローブの向きの因子A5は、L<sub>13</sub>の中でNo.13～15のプローブ番号5番である。表7内径測定での誤差限界で、A1～A4と比較すると+1.7  $\mu\text{m}$ 誤差が大きくなっている。これは、プローブ番号5番は、リングプレートの位置がCMMのブリッジ駆動部のカバーの陰になり作業員から測定位置が見ずらく、作業員の手動操作により測定位置にプロービングさせるには、CMMの裏側の狭い部分からのぞき込む体制になるため測定面に対して垂直かつ、基準面から同一高さの円周上にプロービングすることが難しいと思われた。

CNCプログラム作成は、基本的に作業員の手動操作によるプロービングのティーチングプレイバック方式なので人的影響が少なからずあると思われ、A5の誤差は作業員による影響が考えられる。

プロービングの点数及び接触方向は、表7内径測定での誤差限界からD(4,軸)、D(4,45)、D(8)のばらつきの範囲は0.6  $\mu\text{m}$ である。誤差は十分小さいことから、D(4,45)などの斜め方向からのプロービングの誤差はないと思われる。

ワークを置く位置は、表7の内径測定での誤差限界よりD1～F3までのばらつきの範囲は0.5  $\mu\text{m}$ である。誤差が小さく特徴的な傾向は見られないことからワークを置く位置による誤差はないと思われる。

誤差が大きくなった項目について、今後の実験で誤差原因の追及が必要と思われる。

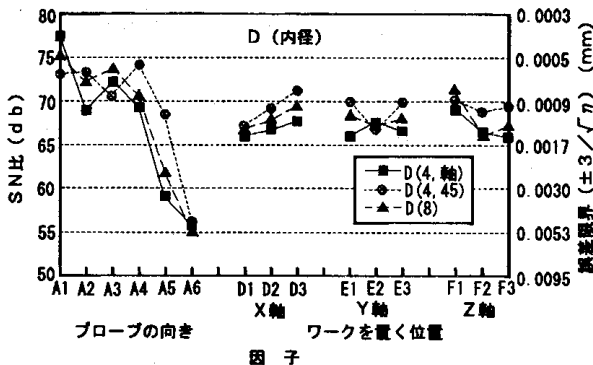


図6 SN比の要因効果図(内径)

表6 D(4,軸)(No.1)の分散分析表

要因	f	S	V
$\beta$	1	143.53	143.53
$S_{\beta}$	2	8.85E-09°	4.43E-09
e	6	1.11E-07°	1.85E-08
$e$ (°印を $\beta$ - $\mu$ )	8	1.20E-07	1.50E-08
T	9	143.53	—

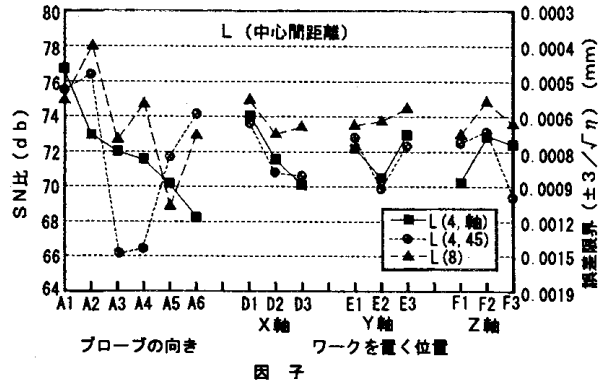


図7 SN比の要因効果図(中心間距離)

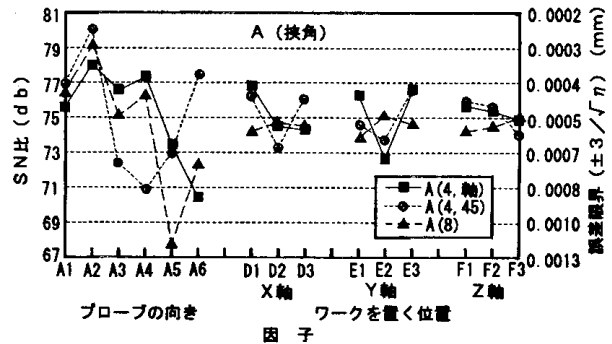


図8 SN比の要因効果図(挟角)

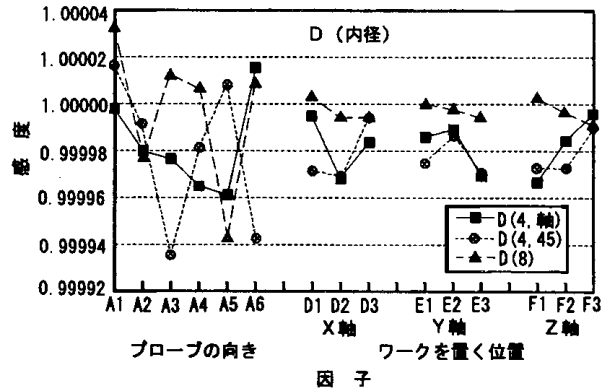


図9 感度の要因効果図(内径)

表7 内径測定での誤差限界 ( $\pm 3/\sqrt{\eta}$ )

因子		プロービング点数、接触方向			(mm)	
		D(4, 軸)	D(4, 45)	D(8)	平均値 AVG{D(4, 軸)~D(8)}	
プローブの向き	A1~A4	0.0009	0.0008	0.0007	0.0008	
	A5	0.0034	0.0016	0.0025	0.0025	
	A6	0.0049	0.0048	0.0053	0.0050	
	AVG(A1~A6)	0.0019	0.0016	0.0018	0.0018	
ワークを置く位置	X軸	D1	0.0021	0.0020	0.0020	0.0020
		D2	0.0017	0.0015	0.0016	0.0016
		D3	0.0019	0.0012	0.0018	0.0016
	Y軸	E1	0.0019	0.0014	0.0017	0.0017
		E2	0.0019	0.0018	0.0020	0.0019
		E3	0.0018	0.0015	0.0017	0.0017
	Z軸	F1	0.0016	0.0015	0.0015	0.0015
		F2	0.0018	0.0016	0.0019	0.0018
		F3	0.0022	0.0016	0.0020	0.0019

#### 4 結 言

リングプレートメソッドによりCMMの誤差評価を品質工学の考え方に基つて行った。その結果以下のことが明らかとなった。

1)  $\phi 20\text{mm}$ 程度の内径測定を実施し基準点比例式によるSN比から誤差限界を求めたところ、 $\pm 3/\sqrt{\eta}$  (95%信頼限界)は $\pm 1.8\mu\text{m}$ である。

延長シャフト120mmを取り付けて測定した結果、誤差限界 $\pm 3/\sqrt{\eta}$ は内径測定で $\pm 5.0\mu\text{m}$ となり、延長シャフトをつけない時より、 $+4.2\mu\text{m}$ 大きくなった。これは、プローブのたわみの誤差が含まれたものと推測される。

プローブの向きの因子A5は、内径測定で誤差限界 $\pm 3/\sqrt{\eta}$ が $\pm 2.5\mu\text{m}$ となり、A1~A4と比較して大きな値となった。これは、プローブ番号5番は、リングプレートの位置がCMMのブリッジ駆動部のカバーの陰になり、作業者によるプロービングの誤差が考えられる。

以上のことから測定形態ごとに誤差の大きさが変動することに十分注意して利用すべきである。

2) プロービングの点数及び接触方向(3種類)は、内径測定で誤差限界のばらつきの範囲が $0.6\mu\text{m}$ なので誤差は十分小さいことから、プロービングの点数及び接触方向の誤差はないと思われる。

3) ワークを置く位置は、内径測定で誤差限界のばらつきの範囲が $0.5\mu\text{m}$ なので誤差は十分小さいことから、ワークを置く位置による誤差はないと思われる。

#### 謝 辞

本研究を行うにあたり御指導頂いた計量研究所の松田次郎主任研究官に深く感謝いたします。

#### 文 献

- 1)井地重人：RPMによるCMMのラウンドロビテストについて、第48回プラスチック計測技術研究会資料、1994
- 2)丸山六男：三次元検出器の動作特性、機械の研究、39、3、1987
- 3)田口玄一他：品質工学応用講座転写性の技術開発、日本規格協会、1992

## 力覚表示機能を持つ送りハンドル\*

和合 健\*\*、碓井 雄一\*\*\*、澤井 信重\*\*\*

切削加工において生じる切削抵抗などの力情報は重要な制御情報にも関わらずNC加工では生かされていない。そこで、NC加工と作業者のインターフェースとして切削力を力覚（反力）として作業者に提示し加工を行わせる力覚表示機能を持つ送りハンドルをマシニングセンタに付加し、手動送りにより加工実験を行い動作評価を行った。その結果、送り方向の切削抵抗の平均的な力が力覚ハンドルに伝わっていることが確認出来た。

キーワード：力覚表示機能、マシニングセンタ、切削抵抗、送りハンドル

## Feed Handle with Tactile-feel Function

WAGO Takeshi, USUI Yuichi, SAWAI Nobushige

Though the force informations such as processing forces are very important paramaters, it isn't used at NC(Numerical Control) processing. So, a feed handle with tactile feel(reaction force) is developed to inform the operator of the processing force in milling as interface between NC processing and the operator. Processing experiment with the handle on machining center shows average processing force is trasmitted to the operator through the handle as tactile feel.

key words : tactile-feel function, machining center, processing force, feed handle

### 1 緒 言

現在のNC工作機械は、工具の座標移動命令により加工物を切削するが、この方法では工具の摩耗状態、被削材の加工状態などの貴重な情報が加工機械側にフィードバックされず、また人間の技能など優れた点がNC加工機械に反映されていない。我々は、力覚情報によって作業者が加工状態を認識しながら作業を進め、適切な条件下で加工を行えるNC加工機械（以下、力覚表示加工機械<sup>1)</sup>と呼ぶ）の開発を目的として研究を行っている。

ここではマシニングセンタ（以下、MC）のフライス加工を対象に、作業者に力覚情報を伝える力覚表示機能を持つ送りハンドル<sup>1)</sup>（以下、力覚ハンドル）とMCに取り付けたセンサからの出力をパソコンで演算させながら、計測した切削力の変化を力覚（反力）として作業者に提示する力覚表示加工機械を試作し評価を行った。特

に本報では、試作機製作の初期段階としてMCと力覚ハンドルその他機器とパソコンとの接続方法、パソコンでの機器制御のためのプログラミング、試作機の動作確認実験について取り組んだので報告する。

### 2 力覚表示加工機械の試作

#### 2-1 装置構成と動作概要

実験装置の構成図を図1に示す。実験装置はMC、増設スロットにAD・DA変換ボードとパルスジェネレータボードを挿入したパソコン、力覚ハンドル（サーボモータとトルクメータ、手動ハンドルを直結したもの）、切削動力計などにより構成されている。MC加工に人間の技能を介入させる方法として力覚ハンドルを用いる。力覚ハンドルは、サーボモータ、トルクメータ、手動ハ

\* 力覚による切削力表示機能を持つマシニングセンタの開発（第1報）

\*\* 電子機械部

\*\*\* 機械技術研究所生産システム部

ンドルより構成され作業者が手動ハンドルからMC加工での切削抵抗を加工情報として感知し、その加工情報に基づいて作業者が手動ハンドルを操作することで作業者の技能をMC加工に反映させる。

今回の実験で取り上げた力覚情報は、MC加工で切削動力計からの切削抵抗と力覚ハンドルのトルクメータからのトルク出力の2つの情報で、この2つの情報の演算にはパソコンを用いる。パソコンはAD・DA変換ボードよりこの2情報を入力し演算した結果をMCと力覚ハンドルに出力することによりクローズドループとして装置を制御する。また、パルスジェネレータボードにより2相パルスを発生させMCの手動パルスジェネレータ用インターフェイス(パルスハンドル)からMCに入力することによりMCの送り制御を行う。

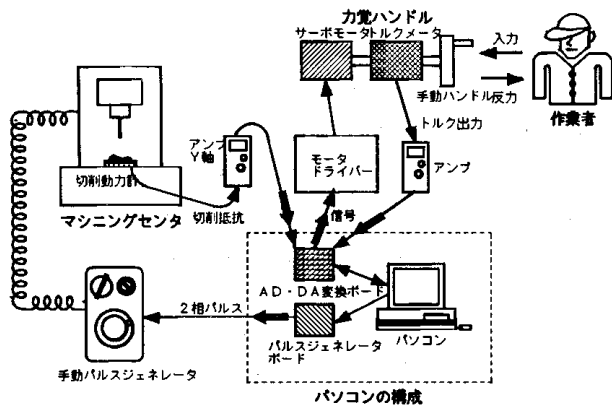


図1 実験装置の構成図

実際の加工における力覚情報のフローチャートを図2に示す。これは、作業者の手動ハンドルから工具送りが過負荷状態の時、MCの工具送りが過負荷状態を切削動力計で検知しサーボモータにより作業者の手動ハンドルを逆回転方向に回すことにより工具送りの負荷を軽減させる。

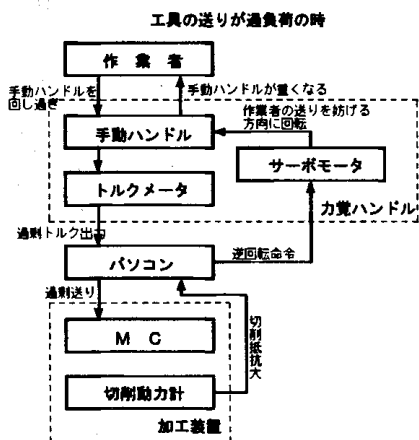


図2 力覚情報のフローチャート

## 2-2 制御プログラム

### 2-2-1 メインルーチン

制御プログラムはC言語を用い、AD・DA変換ボードのプログラムは市販のメーカーサポートライブラリで構築し、パルスジェネレータボードのプログラムは市販のメーカーサポートライブラリでは対応できない部分が多いことからICのレジスタに直接コマンド命令を書き込む方法で行った。

メインルーチンを図3に示す。最初にカウンタマスタリセットなどパルスジェネレータボードの初期化処理を行う。次に、MC座標選択ルーチンによりX、Y、Zのいずれか一つの送り座標を選択し、ソース選択ルーチンにより適切な周波数出力のソースを選択する。動作実行部はMC演算ルーチンとモータ演算ルーチンのループにより行われ、そのループ中に作業者が力覚ハンドルからの力覚情報に基づいてフライス加工を行う。キー入力があると、終了処理後プログラムを終了する。

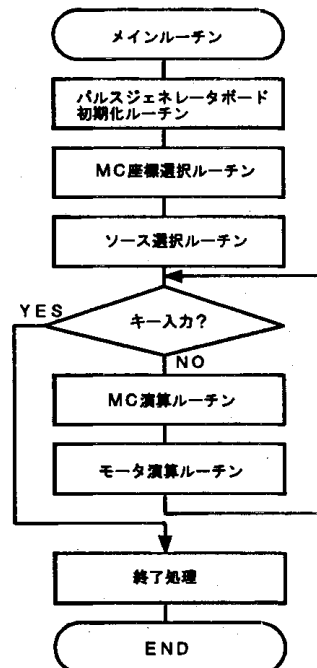


図3 メインルーチン

### 2-2-2 MC演算ルーチン

メインルーチンの動作実行部であるMC演算ルーチンのフローチャートを図4に示す。MC演算ルーチンは主として、MCの送り制御をするもので力覚ハンドルの手動ハンドルを回す方向(時計回り/反時計回り)でMCの送り方向(+/-)を決定する。基本的な考え方として、力覚ハンドルの手動ハンドルを回した時にトルクメータより出力されるトルク出力の大きさから時計方向に回した時のトルク出力レベル、反時計方向に回した時

のトルク出力レベルを上位シキイ値、下位シキイ値とあらかじめ設定しておく。そこで、リアルタイムのトルク出力とあらかじめ設定された上位、下位シキイ値と比較し、flag 1、2を立てることにより力覚ハンドルの手動ハンドルを回す方向とMCの送り方向を制御するのが基本的な考え方である。

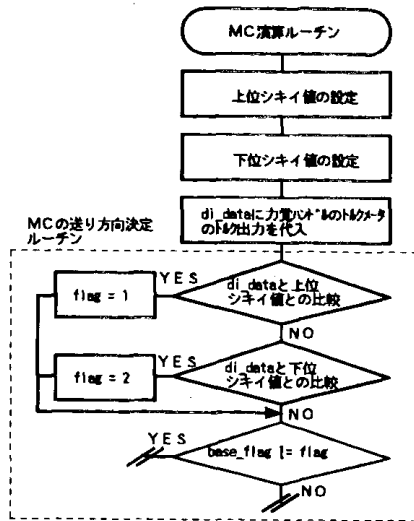


図4 MC演算ルーチン

2-2-3 モータ演算ルーチン

メインルーチンのもう一つの動作実行部であるモータ演算ルーチンのフローチャートを図5に示す。モータ演算ルーチンの主な働きは、力覚ハンドルのサーボモータを制御して作業者に適切な力覚情報を伝達することで、MCの切削動力計からの切削抵抗と力覚ハンドルのトルクメータからのトルク出力をパソコンで計算させて力覚ハンドルのサーボモータの作動電圧として出力する。現時点での計算式はフローチャートに示す通り2出力の差をとるだけの単純なもので、今後この部分をどのような関数に置き換えるかが重要な課題となる。

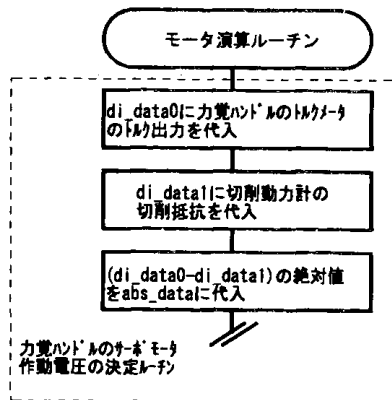


図5 モータ演算ルーチン

3 実験方法

完成した試作機が、フライス加工において作業者に力覚情報としてMCの切削動力計からの切削抵抗を適切に伝達しているか、また、作業者がフライス加工を行うための力覚ハンドル操作において力覚ハンドルのトルクメータからのトルク信号が適切に加工上での人的な技能情報として加工に反映されているかについて確認するために加工実験を行った。加工実験での加工条件を表1に加工物と工具の配置を図6に示す。実験データとしてMCのワークテーブルに取り付けられた切削動力計からの切削抵抗、力覚ハンドルを回した時にトルクメータから出力されるトルク信号、力覚ハンドル用サーボモータの入力信号をデータレコーダーに記録し信号解析装置で評価した。

表1 加工条件

使用工具	エンドミル (HSS-CO、日立ツール、2枚刃、外径φ10mm、全長75mm、工具突き出し長さ35mm)
工具回転数	500rpm
軸方向の切り込み	10mm
半径方向の切り込み	4mm
送り速度	作業者が力覚ハンドルを回して加工に軌道と思われる送り速度で送る
送り方向	Y軸のみ (X、Zは固定)
切削剤	エマルジョン・ユシロンNE50%希釈液
加工方式	湿式加工、上向き切削
被削材	アルミ合金 (A7075-T6)

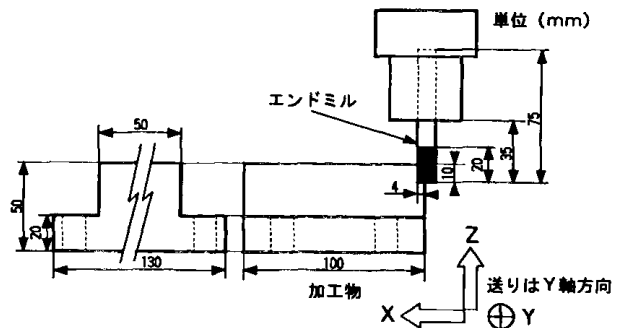


図6 加工物と工具の配置

4 実験結果及び考察

1) 送り方向の切削抵抗と力覚ハンドルのサーボモータの入力信号の比較

モータドライバーより力覚ハンドルのサーボモータへ出力された信号と送り方向の切削抵抗の波形を重ねた図を図7に示す。これから送り方向の切削抵抗とモータの信号が同期して最大値を示すことから、切削抵抗の大きさが力覚ハンドルを経由して作業者に伝えられていることがわかる。

2) 送り方向の切削抵抗とトルクメータの出力の比較

力覚ハンドルの手動ハンドルの動きはトルクメータの出力となるため、本来は、送り方向の切削抵抗の変化が力覚ハンドルのトルクメータの出力に変換されなければ

ならない。図8の力覚ハンドルのトルクメータの出力と送り方向の切削抵抗を比較すると、送り方向の切削抵抗はのこぎりの刃の形状をしているが、トルクメータの出力はX軸に平行な起伏の少ない波形になっており類似性はみられない。これは、断続切削において切削抵抗が変わるのは基本原理で、力覚ハンドルの動きがそれに追従したものとならないの当然のことと推測される。しかし、時間を長く取った図9で比較すると曲線の起伏が類似し平均的な切削力が確認できる。このことから、力覚ハンドルには送り方向の切削抵抗の平均的な力が伝わっていることがわかる。

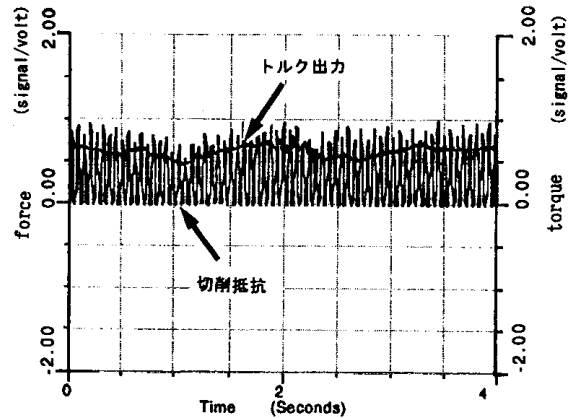


図9 時間軸を長くとした場合の送り方向の切削抵抗とトルクメータのトルク出力の比較

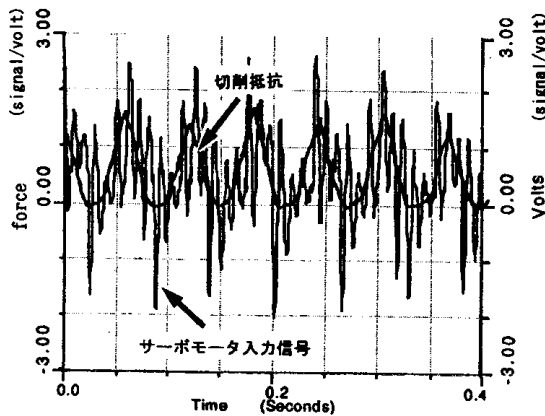


図7 力覚ハンドルのサーボモータの入力信号と送り方向の切削抵抗の比較

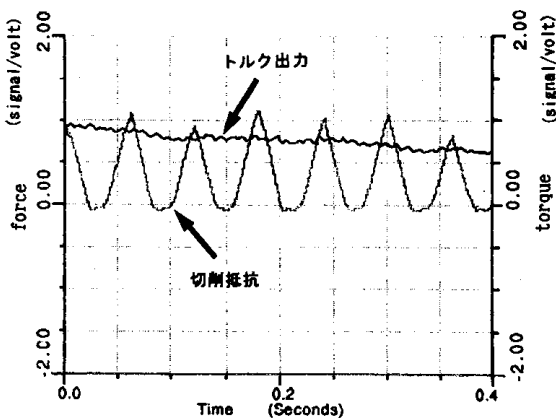


図8 送り方向の切削抵抗とトルクメータのトルク出力比較

### 5 結 言

1) MC、増設スロットにAD・D/A変換ボードとパルスジェネレータボードを挿入したパソコン、力覚ハンドル、切削動力計などにより構成され、C言語により制御プログラムを作成し、フライス加工において力覚情報を作業者に提示しながら加工を行う力覚表示加工機械を試作した。

2) 実際の加工による試作機の評価実験で、動作の確認として送り方向の切削抵抗と力覚ハンドルのサーボモータの入力信号が同期しており、装置の動作として切削抵抗の大きさが力覚ハンドルを経由して作業者に伝えられていることが確認出来た。

3) 時間軸を長くとした場合に送り方向の切削抵抗とトルクメータのトルク出力の波形の起伏が類似しており、切削抵抗の平均的な力が力覚ハンドルに伝えられていることが確認出来た。

本研究は、平成7年度中小企業技術員養成過程6ヶ月コースにおいて工技院機械技術研究所で行った。

### 文 献

- 1) 澤井信重ほか：力覚表示機能を持つ加工機械の開発、1995年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集、C02(第1分冊79ページ)、1995

## 廃材を用いたパーティクルボードの製造と活用

高橋 民雄\*、浪崎 安治\*、及川 雄\*\*

県内の家具工場から排出された木屑を原料としてパーティクルボードを作成した。パーティクルは2mmメッシュで篩い分けた。これを原料とし、ユリア樹脂接着剤を使用して単層ボードを作成した。そのボードを中芯材としてパネルを制作し、耐久性試験を行った。その結果、次の知見を得た。

- (1) パネルの厚さ膨張、及びスプリングバックはほとんど発生は認められなかった。
- (2) パネルの横反り、及び縦反りはほとんど発生は認められなかった。

キーワード：木質材料、パーティクルボード、木屑

## Utilization of Particleboard Made of Shavings

TAKAHASHI Tamio, NAMIZAKI Yasuji, OIKAWA Yuu

Particleboards were made from shaving and saw dust of Japanese Zelkova, Royal Poulownia and Jongkong, which was obtained from a furniture manufacture in Iwate prefecture. Particles used materialsieved(#2mm) from shaving and saw dust. Using these materials, homogeneous board was made in the laboratory with urea resin. We made two type flus panels as core material this board. The durability of these panels were investigated. The results obtained were summarized as follows;

- (1) Thickness swelling and spring back of these panels were very small.
- (2) Cup and bow of these panels were very small.

key words : wood based materials, particleboard, shavings

### 1 緒 言

岩手県の木材産出量は、北海道について日本で第2位であるが、県内における家具製造業、建具製造業、木工品製造業及びチップ製造業は、中小零細企業が多く、正確な企業数の把握がなされていない。一方、この業界では従来、加工時の廃材は、動物の敷き藁の代用品や、茸栽培等に利用したが、ほとんどは焼却処分してきた。

しかし、近年、業界が使用する材料には接着剤使用による木質系材料の利用が増大し、廃材に接着剤等の樹脂が含まれること、また、事業所によっては使用する木材材質が多種となってきた等から前述のような利用さへできなく、各事業所・各地域における加工時廃材の有効利用技術開発が望まれている。

著者等は、県南地域木工所の廃材利用技術開発とし、現場装置が利用でき、かつ、投資が少なく、再利用製品が木工所現場で即座に利用できることを目的にパーティクルボードの製作技術について検討した結果、廃材選別

作業を必要とするが良い結果が得られたので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試材

パーティクルは家具工場から排出される鉋屑、カッター屑を中心とした。使用する木材は、主に桐材、樺材と外材のジョンコンである。パーティクルは形状によって3種類<sup>1)</sup>(スプリンター、フレーク、シェーピング)に分けられるが、今回は、木材繊維の方向に沿って切削された屑で、寸法が規則正しくないシェーピング状の屑を使用した。

なお、パーティクルの形状がボードに与える影響が大きいため、形状の均質化を図るため、さらに、カールによるスプリングバックを極力少なくするため2mmメッシュの篩いで選別した。その後、100℃の乾燥炉に入れ含水率5%に調湿し供試材<sup>2)</sup>とした。図1に本研究で使用したパーティクル(Particle)を示す。

\* 木工特産部

\*\* 有限会社 藤里木工所

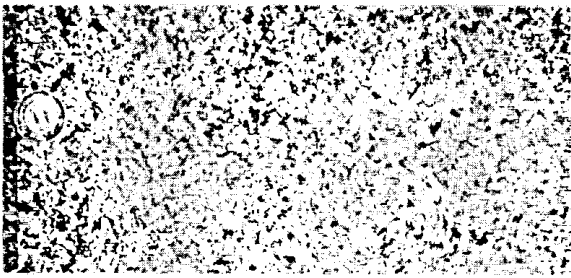


図1 パーティクル

2-2 接着剤

パーティクルボードの製造に用いた接着剤<sup>3)</sup>はユリアホルムアルデヒド樹脂接着剤(大鹿振興製)を用い、含脂率はパーティクルの大きさから、メーカー技術資料を検討し、全乾重量に対して14%とした。

さらに硬化剤として塩化アンモニウム7.5% (20%希釈液)、水5%を樹脂に対し添加した。

表1に配合割合を示す。

表1 配合割合

屑	塩化アンモニウム	樹脂	水
1000g	15g	200g	10g

2-3 パーティクルボードの製造

パーティクルを、ミキサーを改良したプレフォーミングマシン(図2)に入れ、毎分20回転(r/m)でマシンを回し、簡易スプレーガンで樹脂(接着剤)を吹き付けながら約3分間攪拌した。

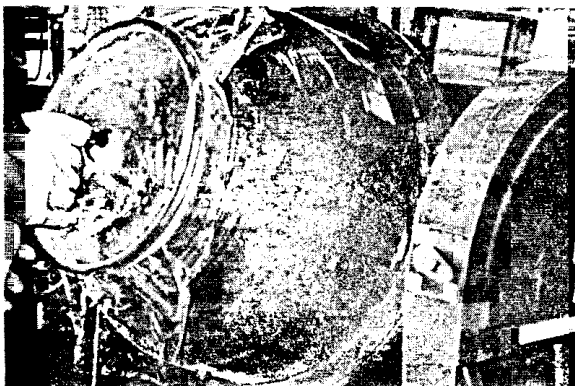


図2 プレフォーミングマシン

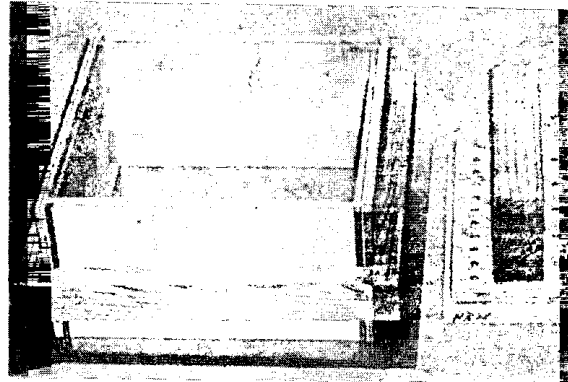
このパーティクルをステンレス板(2mm)の上に置いた成形型枠(図3)に落としこみ、表面を平らにした状態でコールドプレスによるプリプレス(予備圧縮)を行った。型枠のサイズは内法320mm×320mmである。成形型枠をはずし、パーティクルの上にステンレス板を当て、

ホットプレスによる熱圧を行い、厚さ18mm、比重0.6のパーティクルボードを試作した。

なお、ステンレス板にはボードを取り出しやすくするため、離型剤(NUCシリコーン)を塗布した。

表2にボード製造条件を示す。

図3 成形型枠



加圧温度	圧締圧力	圧締時間
150℃	20kgf/cm <sup>2</sup>	6分

表2 製造条件

2-4 材質試験方法

試作したパーティクルボードを温度25℃、湿度60%で10日間調湿し、ジョンコンを練芯材に、パーティクルボードを中芯材用に使用し、厚さ3mmの栓材で縁張りした大きさ700mm×350mm、厚さ24mmのフラッシュパネルを製作した。(図4)また、比較として従来型のフラッシュパネル(図5)及び、合板にベタ張りしたパネル(図6)を製作し同様の試験<sup>4)</sup>を行った。

材質試験に供したパネルを図4から図6に示す。

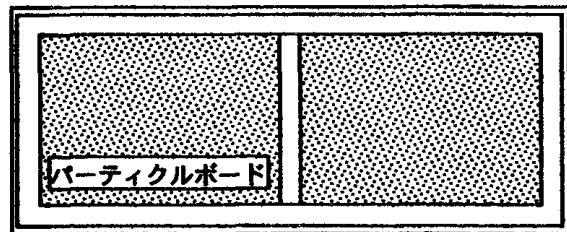


図4 フラッシュパネル

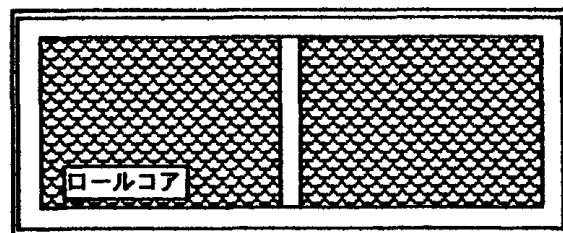


図5 フラッシュパネル(従来型)



## 廃材を用いたパーティクルボードの製造と活用

乾湿繰り返し試験の結果を表3に示す。

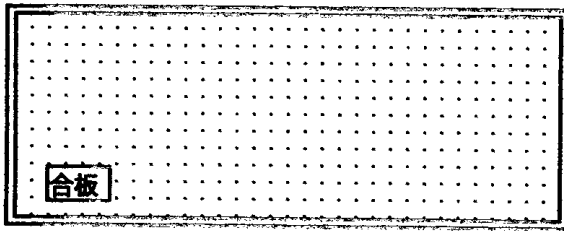


図6 合板ベタ張り

なお、従来型フラッシュパネルの芯材には、クラフト紙で作った筒状のロールコアを使用した。

このパネルについて温湿度35℃、85%の環境下に12時間、次に0℃、35%の環境下に12時間放置し、これを1サイクルとしての乾湿繰り返し試験（屋内外温度差劣化試験機 スガ試験機KK BP-FM-1）を行い、4サイクル経過した時点でのパネルの反り及び、厚さの膨潤、狂いを測定した。

なお、測定部位は長手、および妻手中央部の側面側2か所とし、隙間ゲージを用いた。

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 ボードの適性製造条件

予備圧縮（プリプレス）では、接着剤を塗布したパーティクルを成形型枠に表面を平らにした状態で均一に入れ、厚さ65mmまで圧縮を行うことで、ホットプレス時（最終圧縮）で発生するボードの両端の非成形部を少なくすることがわかった。

図7に完成した単層パーティクルボードを示す。



図7 単層パーティクルボード

#### 3-2 材質試験

3種類のパネルのフェイスベニヤは、樺単板と桐単板でサンドイッチしたもので、表面処理を施さない状態である。乾湿繰り返し試験の結果から、すべてのフラッシュパネルについて、同試験条件における厚さの膨潤、スプリングバック、および反りおよび狂いは小さい値であり、製品への影響はないものと思われる。

表3 パネル測定結果

		フラッシュパネル		パネル (従来型)		合板ベタ張り	
サイクル		0	4	0	4	0	4
反り	長手	0.25	0	0.5	0	0.45	0
	妻手	0	0	0	0	0	0

		フラッシュパネル		パネル (従来型)		合板ベタ張り	
サイクル		0	4	0	4	0	4
厚み	長手	23.86	24.07	23.91	24.09	23.34	23.40
	妻手	23.79	24.02	23.92	24.14	23.37	23.61

単位：mm

このことから、一般家具塗装、特に湿潤の高い環境下で繰り返し作業を行う漆塗装について、パネルに対して湿潤が与える影響は、ほとんど発生しないものと推測される。

### 4 まとめ

家具工場から排出された鉋屑、カッター屑を原料として単層パーティクルボードを製造した。集塵装置で集められた屑類を2mmメッシュの篩で分けたパーティクルとユリアホルムアルデヒド樹脂接着剤を用いて単層パーティクルボードの製造を検討し、このパーティクルボードを家具用材の中芯材としてフラッシュパネルを作成し、実用化への影響について検討した。

- (1) 乾湿繰り返し試験の結果、パネルの厚さ変化について厚さ膨張、スプリングバックとも非常に小さい値を示した。
- (2) 乾湿繰り返し試験によるパネルの縦反り、横反りとも非常に小さい値を示した。

以上から、本研究で製造した鉋屑、カッター屑利用の単層パーティクルボードは、フラッシュパネルの中芯材として使用することが十分に可能であると考えらる。

また、パーティクルボードの中芯材として入れることで、従来よく発生が見られたフラッシュパネルの芯材が浮き出て見える「カゲリ現象」を防ぐことができ、家具の品質向上の一助となることが期待できる。

さらに、今後も実用化について企業と検討を行う計画である。

### 文 献

- 1) 小野和雄：改良木材実験書，62(1972)
- 2) 西村ほか：木材工業，14(414)，P414(1985)
- 3) 大鹿振興テクニカルレポート
- 4) 日本工業規格：JIS A 5908

## 織物設計支援システム開発

佐々木 陽\*、茨島 明\*\*、久慈省一郎\*

パーソナルコンピューターを用いた織物組織図を設計するソフトを開発し、組織点のデーターをプリンターポートより出力させ、エアシリンダーの電磁弁の開閉をコントロールすることにより、ロクロ方式手織機の綜統枠を自動的に駆動させることが出来た。このシステムを用い、従来からある手織機を改良することで、パーソナルコンピューターによる織物設計と、目的の組織を織るための複雑な綜統枠の上下運動を自動化することが可能となった。

キーワード：手織機、織物設計

## Personal Computer System for Hand Weaving

SASAKI Akira, BARAJIMA Akira, KUJI Shouichirou

We made a soft wear for designing for fabrics and controlling held frames of ROKURO loom with personal computer. Those frames can work fluently by air-cylinders to access some datas from printerport of peronal compyuter. It's easy for local hand weaving companies to use the system for complicated designs.

key words : hand weaving loom, desing for fabrics

### 1 緒 言

岩手県の地場産業であるホームспанは、明治時代に導入された英国式の、手紡ぎによる紡毛糸の製造技術と手織技術を中心に、比較的扱いの容易なロクロ方式の高織機（たかばた）を用いて作られる毛織物である。

岩手のホームспанが、本格的な産地形成と生産活動を開始したのは昭和30年頃からであるが、近年では伝統にこだわらない、特徴ある織物を作るための努力がなされている。特に婦人用スーツは、オールシーズンに対応するためにウール以外の絹や綿、麻などの素材を積極的に用い、製品も国内のみならずひろく海外のショーやブティックで展示販売されるようになった。それにとともに、素材の多様化、複雑な織り組織、高度な製織技術

が要求されている。

しかしながら織りのデザインが複雑になるにしたがい、現在使用している織り機では製織作業が難しくなること、作業者の高齢化が進み新しい技術の習得が困難であること等の問題が生じているため、現在の需要に充分対応しきれていない状況にある。このように需要の範囲が今後ますます拡大されるとすれば、織物設計の合理化とともに新しい織り機の導入も検討しなければならない。

本研究では、パーソナルコンピューターで基本組織を設計した後、ロクロ方式織り機の駆動機構を直接コントロールできるソフトの開発と織り機の改造を行い、手織技術の特長を残した、織物設計支援システムを開発したので報告する。

\* 木工特産部

\*\* 金属材料部

2 実験方法および考察

2-1 従来の織物設計方法

織物設計の基本的な作業は通常方眼紙を用い、一単位の組織を検討して、たて糸の浮き部分に印をつけ、デザインを決めるところから始める。

以下に、織物を設計するための一般的な作業の流れを示す。

1) 一単位の完全組織を作る。

オリジナルな組織を作るのは大変なので、すでに完成している織り見本を参考に、自分達の目的と能力にあった新しい組織を製作する場合が多い。

2) たて糸を通す綜統(そうこう) 枠を決める。

たて糸を綜統枠に順番に通す、順通しが一般的であるが、組織が複雑になればたて糸の扱いも複雑となる。

3) 踏み木の順番を決める。

踏み木の順番は実際に織りを担当する人のやりやすい方法で決められるため、両足を左右交互に使う方法が選択されやすい。

4) 踏み木と綜統枠の結び方を決める。

上記の作業が決定すれば、必然的に踏み木と綜統枠の結び方は決定される。ただし1本の踏み木に沢山の綜統が結び付けられないように注意しなければならない。もしもそのことが織りをする時に不便であれば、もう一度2) から検討しなおさなければならない。

複雑な織りの場合、一本の踏み木に結ばれる綜統枠が多くなるため、踏み木を踏む力は強くなければならない。また、踏み木を踏む順番も複雑になり、よこ糸の種類も増えるため、織り手はかなりの負担を強いられる。これらの問題は、綜統の動きをロクロ方式で制御する織り機を使う限り、必然的に起こりうることから、現状では織り手の製織技術に依存した織物設計をせざるをえない。

以上のように織物設計を図面上で行う場合、複雑な設計の知識に加えて、ロクロ織り機の駆動の容易さや、織り手の技術などを考慮しなければならず、設計そのものがかなりめんどうな作業となる。

2-2 織物設計ソフトのフローチャート

次に2-1で述べた設計の方法を基に、パーソナルコンピュータ上で織物設計を行えるプログラムソフトをベーシックで作成した。この織物設計用プログラムソフトのフローチャート<sup>1)</sup>を図1に示し、以下に設計の手順を説明する。

まず完全組織を作るために、カーソルをたて糸の浮き部分まで移動させ、座標位置を入力する(図2)。確認のために大きな組織図を表示させ(図3) デザインを検

討した後、色相の選択と(フルカラーではなく擬似的に色の配置を検討する)、組織全体を表示し最終的な判断を行う(図3)。次にたて糸を通す綜統枠を選び(今回は4枚綜統でプログラムを組んだが、枚数は織り機の仕様で決定し、プログラム上では制限がない)、踏み木の結びを表示させる(図4)。但し、踏み木は実際使用しないため、左から順に右方向へ移動して使用するようプログラムを組んである。織物設計のための作業はここで終了するが、最後の踏み木の結び部分を(図4では白抜きの○印)座標値に変換し、そのデータを駆動ソフトへ出力する。

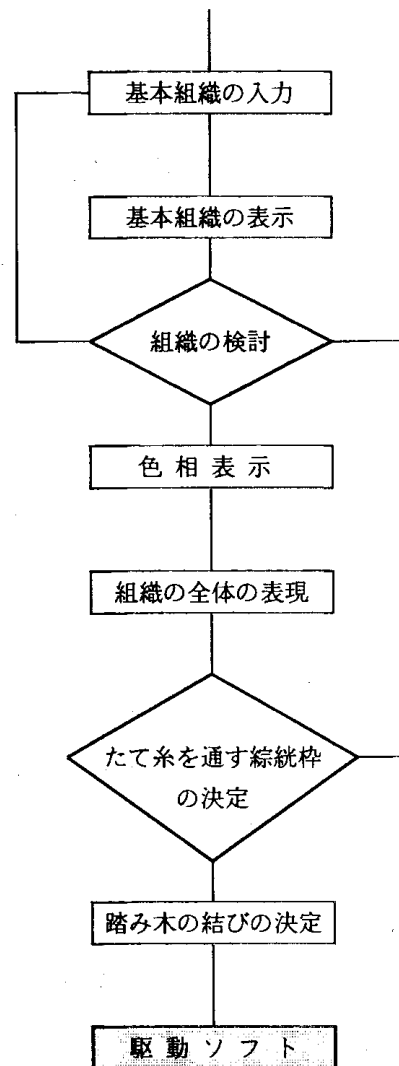


図1 織物設計ソフトのフローチャート

2-3 駆動ソフト

ロクロ織り機の綜統駆動機構は図5に示されるように、一方の綜統が下がるともう一方の綜統が上がる仕組みにあり、このロクロを2段重ねることで、4枚の綜統がそ

それぞれ独立した動きが出来るようになってきている。4枚以上の綜統を使う場合は、さらにロクロの段数を重ねなければならない。綜統枠の上下運動は、枠に結んである踏み木を足で踏むことで生じる。この綜統枠の動きを自動化する方法はいくつか考えられるが、今回は機構が簡単でかつ手織り動作に近い速度に、動きをコントロールできるエアシリンダー方式を採用した。

エアシリンダーと綜統枠はひもで結ばれ、シリンダーの動きで綜統枠が上下に移動するようにしてある。すなわち、4枚綜統の場合はシリンダーを4本織り機の上部にセットしなければならない。図5ではスプリングの力で綜統枠を元の位置に戻す機構になっているが、改良した織り機では、たて糸による回復力と綜統枠の自重だ

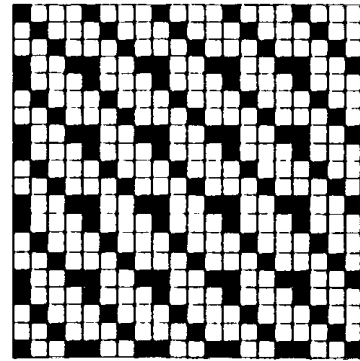


図3 組織の拡大図

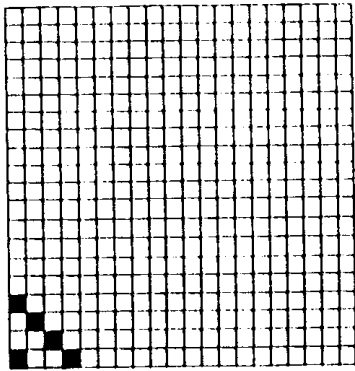


図2 完全組織の入力図

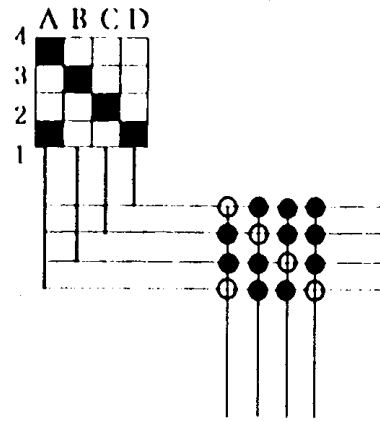


図4 組織と踏み木の関係図

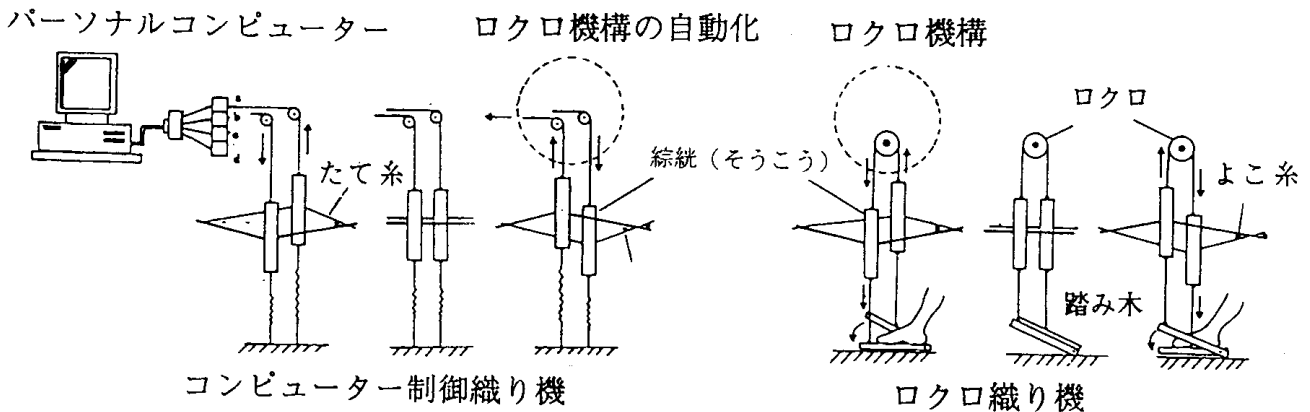
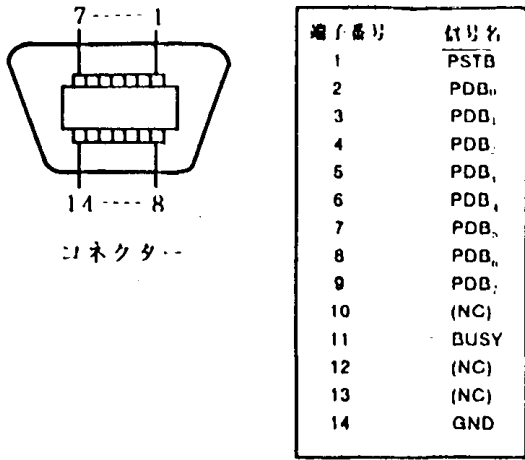


図5 駆動機構の原理



端子接続

図6 PC-9801のプリンター・インターフェイス

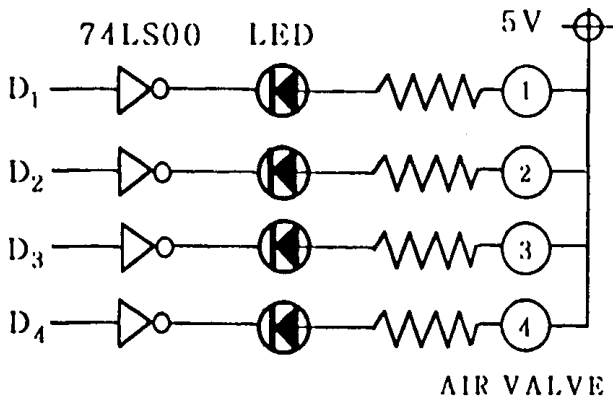


図7 小型電磁弁のコントロール回路

```

*MEIN
FOR J=1 TO 3
  II=1:X=&H0          ' INIT
  FOR I=1 TO 4
    IF P(I,J) THEN *MOTOR
    II=II+1
  NEXT I
  OUT &H40,X          ' LED
  GOTO *WAIT          ' INTERVAL
*MOTOR
ON A(II) GOTO (1),(2),(3),(4)
(1) X=X OR &H1        ' 0001
(2) X=X OR &H2        ' 0010
(3) X=X OR &H3        ' 0100
(4) X=X OR &H8        ' 1000
*WAIT
    
```

図8 データ取り込みソフト

けで、綜統枠が下がるようになっている。改良した織り機は、アッシュフォード製の卓上織り機（織り幅410mm）である。

コンピューターからの出力信号を確認するために、LEDを点滅させる回路を組んだ基盤を作成し、そのデータを小型電磁弁に送ることでエアシリンダーを動作させた。具体的な仕様を以下に示す。

2-2で用いた織物ソフトで得られたデータを、プリンターポート（図6）の2~5に出力させて<sup>2)</sup>（綜統枚数が増えると端子も多く使う）、各信号を図7のIC 74LS00を通す。入力データがONの時、LEDが点灯して小型電磁弁（（株）コガネイ製、040A4MJ）が開く様に回路を組み、ペンシリンダー（（株）コガネイ製、PDAS10×75、復動形）にエアが送り込まれることによって、接続されている綜統枠が上下運動をする。これが駆動部の主な機構であるが、データの取り込みソフトの概要を図8に示してある。

3 結果

従来から使用されているロクロ織り機では、複雑な組織が織りにくいこと、多くの種類のよこ糸を用いた場合、踏み木の操作が極めて煩雑になり誤動作をしやすいこと、また綜統枠に結ばれている踏み木からの糸の本数が増えるため、製織時に大きな力で枠を下ろす必要があることなど、他の織り機と比較して織物組織や製織技術に多くの制限がある。

今回開発した織物設計支援システムでは、ロクロ織り機に改良を加え、パーソナルコンピューターを用い、綜統枠の上下運動を自動化することにより上記の問題点を解決することができた。すなわち、パーソナルコンピューター上で複雑な織物組織を容易に検討できること、それらの組織を実際に織ることができるように、綜統が自動的に上下してくれるため、めんどろな踏み木の動作が必要なくなること、織り組織に関する知識がなくても自由に実際の織物を織ることができること、また作業性が良いために製作時間が短縮できることなどの結果が得られた。

文 献

- 1) 大原信代：東筑紫短期大学研究紀要，24，33（1993）
- 2) 土井滋貴：インターフェース，5，83（1994）

## 鑄鉄製打ち抜き型による鑄バリの処理\*

米倉 勇雄\*\*、北條 久\*\*\*、多田 三郎\*\*\*\*

地方の小規模鑄物工場における多品種少量生産方式に対応可能で、かつ安価なプレス打ち抜き金型として、鑄鉄製打ち抜き型を試作し、鋼板及び鑄バリの打ち抜き試験を行った。

その結果、鑄鉄製の金型によって鋼板や鑄バリの打ち抜きが可能であり、特に球状黒鉛鑄鉄に熱処理を施した金型が良好な性能を示すことが明らかになった。

キーワード 鑄物、鑄バリ、打ち抜き金型、熱処理

## Elimination of Flashes by Using The Blanking Die made from Cast Iron

YONEKURA Isao, HOUJYO Hisashi, TADA Saburo

We manufactured by way of trial inexpensive blanking dies made from cast iron for eliminating flashes which small local foundries can use to cope with multi-product, small-sized production. And then, we tried to use the dies for blanking steel plates and flashes. Consequently, we recognized that we could blank steel plates and flashes by using the blanking dies made from FCD(nodular graphite cast iron) had good performance of them all.

key words : castings, fin, fin cutting die, heat treatment

### 1 結 言

日本国内における銑鉄鑄物製造業の従業員一人当たりの年間生産額は、現在約2,273万円である<sup>1)</sup>が、本県のそれは990万3千円となっており<sup>2)</sup>、全国平均の2分の1にも満たない低い額に留まっている。

本県に限らず、地方の小規模鑄造工場の生産性がこのように低いことの原因は、機械装備率の違いや3交代制の効率的な連続操業が行われていないなど、いろいろなことが考えられるが、具体的な作業の方法で最も大きな差が見られる行程は、鑄造後の後処理(鑄仕上げ)である。小規模鑄造工場の鑄仕上げ(主に鑄バリの処理)は、大部分がグラインダーによる研削作業であるが、大手の量産工場では、そのほとんどがプレス打ち抜きによって行われており、研削作業とは比較にならない高スピードで鑄バリが処理されている。

小規模鑄造工場でプレス打ち抜き方式が採用できない

理由は、主として製品1ロットの数量差にあるものと考えられる。

すなわち、多品種少量製品が大部分である小規模工場では、高価なプレス型を注文製作しても、製品1個当たりの鑄仕上げコスト(金型費)が極端に高いものになってしまうという、中小企業が慢性的に抱えている事情がある。

以上のことから本研究は、小ロット品にも対応可能な安価な鑄バリ処理用のプレス打ち抜き金型を開発し、鑄仕上げの合理化による小規模鑄造工場の生産性向上に資することを目的として実施した。

### 2 実験方法

#### 2-1 鑄鉄製打ち抜き金型の試作

小規模鑄造工場が、バリ処理に用いるプレスの打ち抜き金型を安価に入手する方法は、自社の鑄造技術を活用

\* 鑄仕上げの合理化に関する研究(第2報)

\*\* 金属材料部兼水沢分室

\*\*\* 金属材料部

\*\*\*\* 電子機械部

して、独自で製造することが最善であると考えられる。

本研究での具体的な手法は、量産・非量産品を問わず、鋳物を製造する際には必ず用意される鋳造模型を活用し、図1に示すように、鋳バリが発生する見切り面（上型と下型の合わせ面）と同一形状の雌型を石膏で製作した後、型抜きのために必要な抜け勾配を削り取って、それをそのままバリ打ち抜き金型の鋳造模型として活用するもので、この方法によれば、複雑形状の金型が比較的容易に製作可能である。

付け加えれば、鋳造模型として必要な抜け勾配は、ポンチとして使用する場合にも適当なシャープ角として作用する好都合も考えられる。

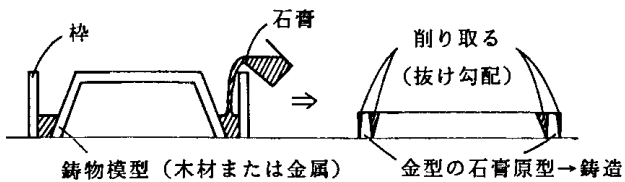


図1 鋳鉄製打ち抜き金型の原型製作手順

また、ダイス及び受け台（バリが打ち抜かれる鋳物の位置決め）などについても、ほぼ同様の方法で製作可能であり、マシニングセンターや放電加工機で切削または型彫りする本格的な金型と比較して、数分の1～10数分の1のコストで金型の製作が可能である。

### 2-2 鋳鉄製打ち抜き金型の性能

本研究における最大の課題は、鋳鉄製打ち抜き金型の性能確認にある。すなわち、鋳造技術を活用することによって型の製作自体は容易であるとしても、その打ち抜き性能（切れ味や金型寿命）が、現在打ち抜き金型として広く用いられている金型用鋼と比較して極端に劣るのであれば、事実上採用は不可能となる。

このことから本研究の第一段階として、金型用鋼と鋳鉄で図2に示す金型を試作し、予備の打ち抜き試験を行って両者の性能を比較することとした。

金型用鋼は、一般に“ダイス鋼”と呼ばれている高合金工具鋼（SKD11）を用い、ワイヤーカット放電加工機で2組の金型を加工し、1組を生材で、もう1組は通常金型として用いる場合の熱処理（1,273K 空冷、453K 焼き戻し）を行った。

また、鋳鉄金型は、SKD11の金型をそのまま模型にしてネズミ鋳鉄（FC200）と球状黒鉛鋳鉄（FCD450）の2種類を生型で製作し、それぞれ鋳放し状態のもの

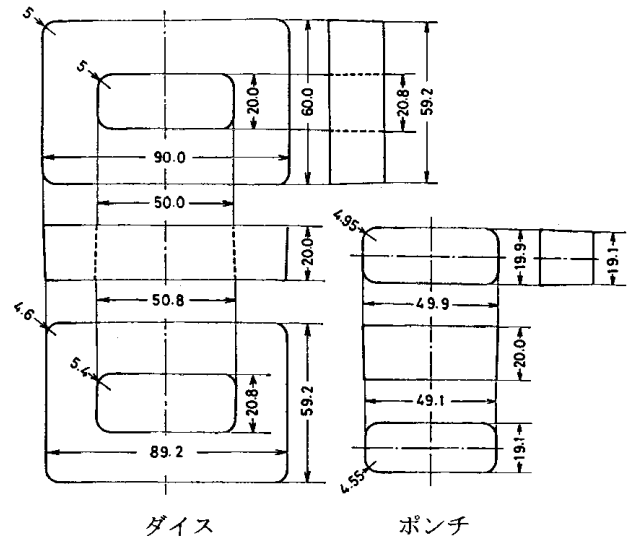


図2 鋼板打ち抜き金型

1,173K及び573Kに各30分間保持するオーステンパー処理したものについて打ち抜き性能を比較した。

打ち抜き材は、鋳鉄の薄板を大量に製造することが困難であるため、一般構造用圧延鋼材（SS400、板厚1.0mm）を使用した。

### 2-3 鋳バリの打ち抜き

実際の鋳造品の鋳バリ打ち抜きに供するために試作した鋳物試験片及び打ち抜き金型の形状と寸法を図3及び図4に示す。

鋳物試験片は、工芸品を想定した肉厚5mmの薄肉鋳物とし、FC150相当のネズミ鋳鉄でマッチプレートを使用して生型で鋳造した。

鋳鉄製打ち抜き金型の材質は、予備の打ち抜き試験で良好な性能を示した球状黒鉛鋳鉄の熱処理材のみを使用し、仕上げ精度や仕上げに要する時間などをグラインダー研削する場合と比較した。

鋳鉄金型の鋳放し組織とオーステンパー処理後の組織

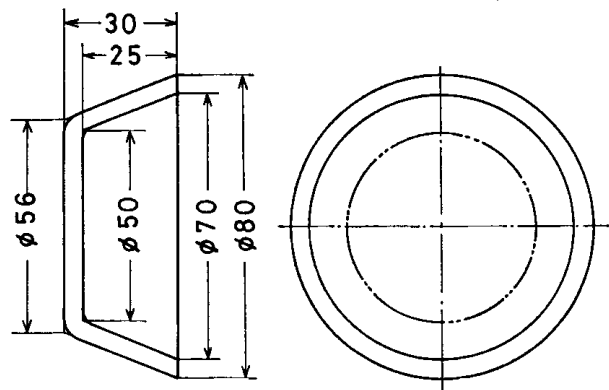


図3 鋳バリ打ち抜き試験片

を、図5に示す。

実験に使用したプレスは、(株)アマダ製ノートンオムニプレス(20トン)、金型及びバリ付き鑄物試験片の鑄造に使用した溶解炉は、富士電波工業(株)製のサイリスタインバータ式高周波溶解炉である。

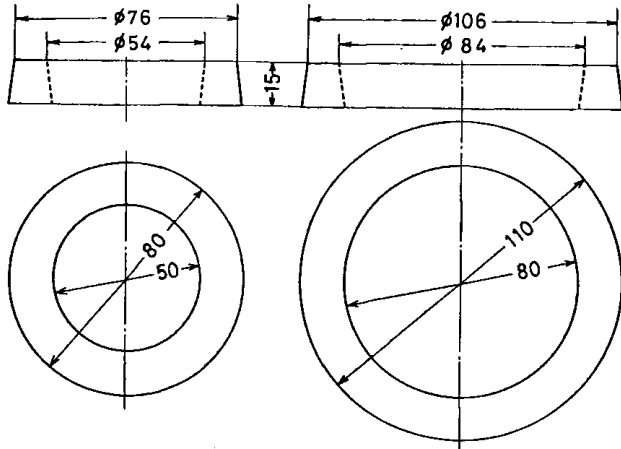


図4 鑄バリ打ち抜き用金型

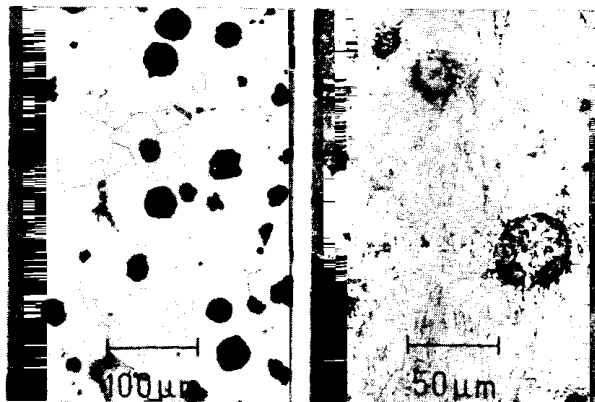


図5 鑄鉄製金型の顕微鏡組織

### 3 実験結果及び考察

#### 3-1 鋼板の打ち抜き試験結果

表1に鋼板の打ち抜き試験に供した各種材質の打ち抜き金型の機械的性質を示す。

表中の表示で、(生)は鑄放しの状態または購入したままの焼きならし状態の測定値を、(熱)は熱処理後の測定値であることを示す。

球状黒鉛鑄鉄の熱処理は、硬さと靱性を同時に満足させることを目標に、JIS G5503のFCAD 1200-2を狙ったが、目標値よりも硬さがやや低くなり、その反面伸びが大きい値となっている。

この原因は、金型の肉厚が15mmと大きいために、573Kの恒温処理温度が、鑄物(金型)自体の潜熱の影響で目標値よりもやや高温側に移動したことが考えられ、それは図5の熱処理組織に見られる粗めの上部ベーナイト組織の混在や、同一条件で熱処理したネズミ鑄鉄の硬さがやや低いことなどから推察される。

表2は、各種材質の金型によって鋼板を連続打ち抜きした場合の打ち抜き限界回数を示したものである。

打ち抜き限界の判断は、打ち抜きした試験片の破断面に“ダレ”と“カエリ”が多くなり、部分的にせん断面が全く観察されなくなった時点とした。

表2から明らかであるように、鑄鉄製の打ち抜き型で鋼板の打ち抜きは可能であり、更に熱処理を施すことによって、その使用限界を3倍以上に延長させることが可能である。

表2及び表3で、硬さの比較ではネズミ鑄鉄の熱処理材よりも低い値であるSKD11の生材の使用限界回数が多くなること理由は、金型の硬度や靱性よりも、精度上の差に由来するものと推察される。

すなわち、ポンチとダイスとの隙間(クリアランス)

表1 供試金型の機械的性質

金型の種類(材質)	SKD11(生)	SKD11(熱)	FC(生)	FC(熱)	FCD(生)	FCD(熱)
耐力(N/mm <sup>2</sup> )	—	—	—	—	338	1199
引張強さ(N/mm <sup>2</sup> )	—	—	216	422	516	1529
伸び(%)	—	—	—	—	24.8	4.2
硬さ(HRC)	20.6	58.1	7.7	35.4	7.9	42.8

表2 供試金型の打ち抜き限界

金型の種類(材質)	SKD11(生)	SKD11(熱)	FC(生)	FC(熱)	FCD(生)	FCD(熱)
打ち抜き限界回数	186	300以上	51	162	76	300以上



が一定で正確であるワイヤーカット製のものと比較して、  
 鋳鉄製の金型はこの隙間に±0.3mm程度の誤差があり、  
 それが大きいく部分で打ち抜き限界回数到達が決定づけら  
 れる傾向があったためである。

以上の結果から、鋳鉄製の金型で鋼板の打ち抜きは可  
 能であり、鋼板と鋳鉄の両者についてその靱性や強度を  
 考慮すると、同金型は鋳バリの打ち抜きにも充分対応可  
 能と考えられる。

金型の材質としては、数の少ない鋳造品向けの使い捨  
 て方式の場合には、熱処理したネズミ鋳鉄でも対応可能  
 であるが、金型寿命の点では球状黒鉛鋳鉄のものが圧倒  
 的に優れており、製造コスト的に大差がないことから以  
 下の実製品の打ち抜き試験には球状黒鉛鋳鉄製の金型の  
 みをを使用することとした。

### 3-2 鋳バリの打ち抜き試験

図6に、マッチプレートを使用して生型で鋳造した打  
 ち抜き用の試験片を、図7には、プレスに取り付けるた  
 めの穴を加工し、熱処理を終えた球状黒鉛鋳鉄製の金型  
 を示す。

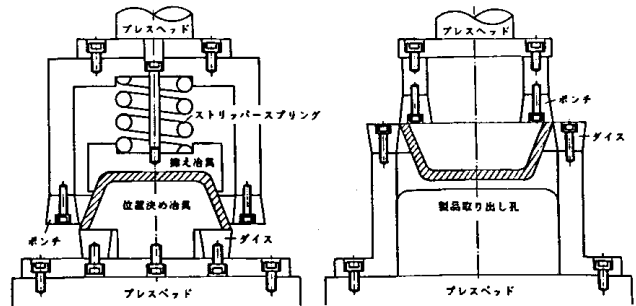
鋳造品の模型を利用して打ち抜き金型を鋳造製作す  
 る方法では、金型の鋳縮みによる寸法誤差が鋳造品の鋳縮  
 みによって相殺される利点がある。



図6 打ち抜き試験片



図7 球状黒鉛鋳鉄製打ち抜き金型



プレス方案 A

プレス方案 B

図8 鋳バリの打ち抜き方法

鋳バリの打ち抜きは、最初に図8のプレス方案Aに示  
 す方法で行ったが、打ち抜き後に試験片がポンチに圧入  
 された形で残留し、使用荷重500Kg以上の強力なスプ  
 リングを用いても押し戻すことが困難で、試験片の取り  
 出しに時間がかかることから、単純にプレス方案Bの方  
 法で試験片を落下させることとした。

しかし、Bの方法によれば試験片の取り出しは容易で  
 あるが、打ち抜き前のセットの段階でAの方案とは異な  
 り、鋳バリのでている部分とでていない部分とで試験片  
 の高さに差が生じ、試験片が斜めにセットされるために  
 バリが残ってしまう等の不都合が生じる場合があった。

従って、プレスによってバリ処理する鋳造品には、予  
 め金型に正確にセット可能であるように余肉を付けるな  
 どの工夫が必要と思われる。

図9は、プレス方案Bの方法によるバリ付き試験片の

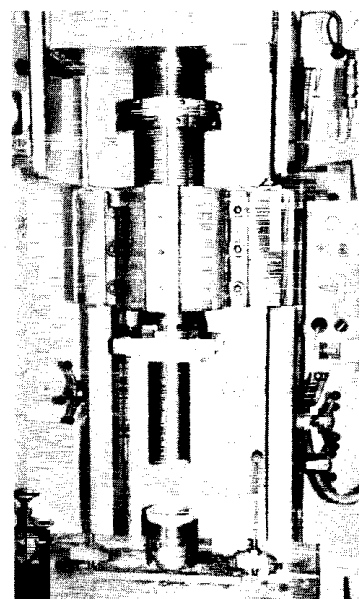


図9 プレス打ち抜きの状況

打ち抜き状況を示したもので、試験片の  
 セットと取り出し、および試験片から切  
 り離された鋳バリの  
 処理にそれぞれ2～  
 3秒程度の作業時間  
 を要するが、打ち抜  
 きそのものは一瞬に  
 して終了する。

その際、打ち抜き  
 スピードが速すぎると鋳バリが飛散して  
 危険を伴うため、現  
 場的には適切なスピー  
 ドコントロールや  
 防護具などの工夫が

必要と思われる。

図 10 は、打ち抜き後の金型と金型下部に落下した試験片を示したもので、ダイス上部に残っている円弧状の金属は、試験片から切り離された鑄バリである。

また、図 11 及び図 12 には、打ち抜き前後の試験片の状況を示したもので、見切り面外周の全面に近い形で鑄バリが出現しているものは比較的均一に除去されるが、部分的にしか出ていない場合には前述のような理由でむしろバリの根本が残る場合がある。

図 13 は、試験片から打ち抜かれた鑄バリを示したものであり、グラインダー研削した場合の砥粒と混じり合った粉末とは異なって、ある程度の大きさを有するものとなるため再生溶解が可能である。

ここで注目すべき事は、プレスによって打ち抜いたバリの破断面には、鋼板の場合に見られるせん断面がほとんど見られないことで、機構的には切断ではなく衝撃力

によって折られると解釈するほうが正しいように推察される。このことから、本研究で採用した試験片の場合、鑄バリが出現している見切り面がエッジになっているため、鑄バリと鑄造品が繋がる形で試験片本体に欠損（チッピング）を生じる。この欠損の大きさは、肉厚が大きく削り代のある機械部品などではほとんど問題にならない程度のものであるが、鑄肌のまま使用する工芸品の場合には問題になる恐れがあるため、見切り面形状がエッジにならないように丸みをつけるなどの工夫が必要である。このように、鑄造品の位置決め方法及び欠損の問題など解決すべき点は残されているが、これまでの実験結果から、プレスによる鑄バリの除去は極めてスピーディであり、本研究で採用した試験片の場合を例に採れば、表 3 に示すように、バリ取りに要する作業時間をグラインダー研削の場合の 5 分の 1 以下に短縮できる可能性がある。

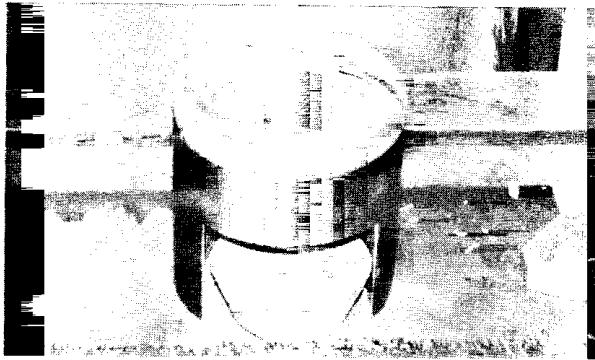


図10 打ち抜き終了後の金型

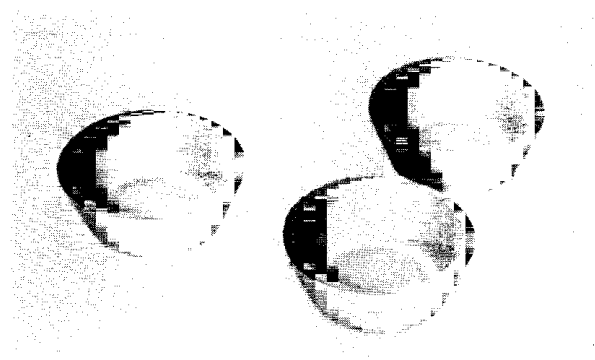


図12 打ち抜き後の試験片

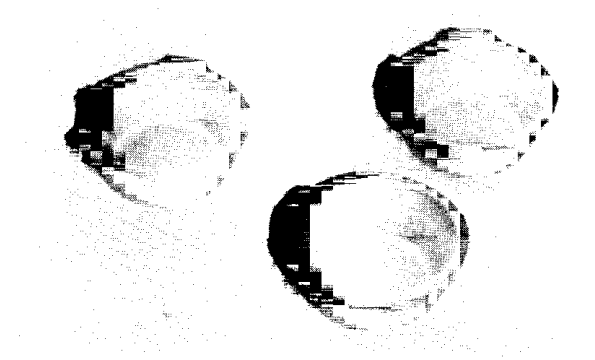


図11 打ち抜き前の試験片

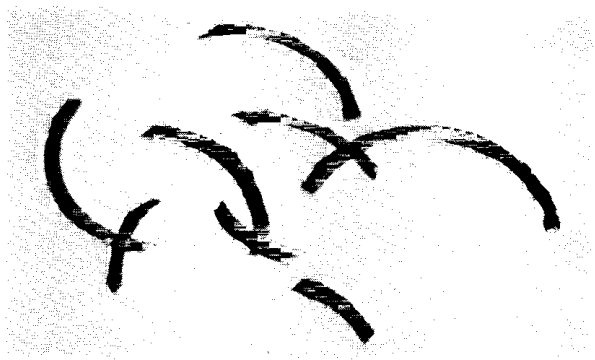


図13 打ち抜いた鑄バリ

表3 グラインダー研削とプレス打ち抜きのバリ処理時間比較 (秒)

処 理 方 法	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	平均
グラインダー仕上げ	42.8	31.2	55.0	22.6	45.6	44.6	39.0	30.5	51.2	44.8	40.7
プレス打ち抜き	8.2	6.7	6.9	7.0	7.1	6.8	7.1	6.5	6.2	6.3	6.9

#### 4 結 言

鑄鉄製打ち抜き金型による鑄造品の鑄バリの打ち抜きに関して、次のことが明らかになった。

- 1) 鑄造によって製造したネズミ鑄鉄及び球状黒鉛鑄鉄の打ち抜き金型によって、鋼板及びネズミ鑄鉄品の鑄バリの打ち抜きは可能である。
- 2) 鑄鉄製金型の材質としては、球状黒鉛鑄鉄が高性能を示し、更にそれに熱処理を施すことによって、打ち抜き限界回数を大幅に増大させることができる。
- 3) 鑄鉄製打ち抜き金型を活用したプレス打ち抜きによって、鑄造品のバリ取りに要する作業時間をグライNDER研削の場合の5分の1程度に短縮できる可能性がある。
- 4) 金型による鑄バリの打ち抜き機構は、せん断よりも衝撃力による破壊に近い。  
このため製品の形状によっては、鑄バリと繋がる形

で製品本体に欠損を生じる場合があり、これを防止するためには、見切り面の位置をずらすことや、エッジ形状をさけるなど、予めプレス打ち抜きを想定した鑄造方案上の工夫が必要である。

本研究を進めるにあたり、球状黒鉛鑄鉄の熱処理に関して多大なるご協力をいただいた、岩手鑄機工業株式会社、並びに貴重な意見と協力を受けた、当所金属材料部の、勝負沢 善行、鎌田 公一、茨島 明、斎藤 貴の四君に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 平成6年度版「工業統計調査結果報告書」, 岩手県企画調整部統計調査課 (平成8年3月発行)
- 2) 平成6年度版「素形材年鑑」, 財団法人 素形材センター (平成7年11月発行)

## OCMG 処理した (Nd, Sm, Eu)-Ba-Cu-O 複合バルク材の 微構造と超電導特性

齋藤 貴\*、瀬川 晃児\*、鎌田 公一\*、  
坂井 直道\*\*、劉 相任\*\*、村上 雅人\*\*

$RE_{1-x}Ba_{2-x}Cu_3O_y$  (RE123) 超電導体 (RE=Nd, Sm および Eu) の希土類元素 (RE) サイトを複合化した。EPMA による微細構造の評価および SQUID による超電導特性の評価から、OCMG 処理した Nd123-Sm123、Nd123-Eu123、Sm123-Eu123、及び Nd123-Sm123-Eu123 の各々の複合材料は、均一な組成のマトリックス (RE123 相) を有しシャープな遷移を伴う高い  $T_c$  を示すことが、明らかになった。

キーワード：超電導体、複合材料、希土類元素化合物

## Microstructure and Superconducting Properties of OCMG-processed (Nd, Sm, Eu)-Ba-Cu-O Composite Bulks

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

RE site of  $RE_{1-x}Ba_{2-x}Cu_3O_y$  superconductors (RE=Nd, Sm, Eu) was compounded. The characterization of microstructure and superconducting properties by EPMA and a SQUID magnetometer showed that OCMG processed Nd123-Sm123, Nd123-Eu123, Sm123-Eu123, Nd123-Sm123-Eu123 composite showed homogeneous matrix and high  $T_c$  with sharp transition.

key words : superconductor, composite, rare-earth compound

### 1 緒 言

$REBa_2Cu_3O_y$  (RE123) 超電導体の中でも、RE のイオン半径が大きい系 (例えば Nd, Sm, Eu など) を大気中で作製した場合、RE の Ba サイトへの置換によって、超電導臨界温度 ( $T_c$ ) が低下することが従来知られていた。<sup>1)</sup>

近年、これらの超電導体を低酸素分圧溶融法 (OCMG 法) で作製することで、RE の置換が抑制され、鋭い超電導遷移および高い  $T_c$  (96K 前後) を示すことや、77K において強磁場中で高い臨界電流密度 ( $J_c$ ) を示すことが明らかになってきた。<sup>2-4)</sup>

また、RE123 超電導体は一般に RE の種類により融点が異なることから、RE123 超電導体を複合化するこ

とで、融点の制御による結晶成長の最適化など、超電導体の製造プロセスへの応用が可能となるほか、超電導バルク体の大型化のための超電導体同士の接合技術への発展も期待できる。

本研究では、複数の希土類元素を同時に用いて RE123 超電導体を複合化することを目的として、OCMG 処理した (Nd, Sm, Eu)-Ba-Cu-O 複合バルク材の微細構造と超電導特性について検討した。

### 2 実験方法

原料には  $RE_2O_3$  (RE=Nd, Sm および Eu)、 $BaCuO_3$ 、CuO を用い、全ての RE の組み合わせ (Nd-Sm、Nd-Eu、Sm-Eu、および Nd-Sm-Eu)

\* 金属材料部

\*\* (財) 国際超電導産業技術研究センター超電導工学研究所

について、RE 同士の比率がグラム原子で 1:1 または 1:1:1 となり、各系とも全体で  $\text{REBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  の組成となるように原料を混合し、大気中で仮焼、粉碎、混合 (890 °C:2 回、910 °C:1 回) した。

仮焼後の材料を、白金るつぼを用い大気中で、1400 °C、30min 熔融処理後、銅製ハンマプレートで急冷した。急冷凝固試料は、粉碎し、1軸プレスで予備成形後に、200MPa の圧力で冷間等方圧 (CIP) 成形し、約 10mm × 10mm × 20mm の圧粉体を得た。

圧粉体の OCMG 処理には管状炉を用い、Ar+1%O<sub>2</sub> の組成の混合ガスによる低酸素分圧雰囲気 (PO<sub>2</sub>=10<sup>-2</sup> atm) で行った。その熱処理条件は、各材料の示差熱分析 (DTA) から得られた熱分解温度 (T<sub>d</sub>) をもとに以下の様に決定された。はじめに 1.5hr で 1100 °C に昇温後 30min 保持し、徐冷開始温度 (T<sub>i</sub>-T<sub>d</sub>+15 °C) まで 5 °C/min の割合で冷却後、T<sub>i</sub> より 100 °C 下の温度まで 1 °C/hr の割合で徐冷し、最後に炉冷した。

OCMG 処理した試料は、純酸素気流中、3 時間で 500 °C まで昇温後 1hr 保持し、300 °C まで 115hr かけて冷却後、最後に炉冷し、アニール処理した。

OCMG 処理後の試料を、電子線プローブマイクロアナライザー (EPMA) による組織観察、定性分析および定量分析、ならびに X 線回折装置 (XRD) による結晶構造の解析を行い、微構造を評価した。酸素アニール処理後の試料については、SQUID を用いて 100e の印加磁場での零磁場冷却 (ZFC) と磁場冷却 (FC) 過程での直流磁化率の温度依存性を測定して、超電導特性を評価した。

### 3 実験結果および考察

図 1 に、Nd123、Sm123 および Nd123-Sm123 複合

材料の DTA 曲線を示す。これから、Nd123-Sm123 複合材料の熔融開始温度は、Nd123 と Sm123 のそのの中間に位置していることがわかる。また、Nd-Sm 以外の系でも、RE を複合化することで熔融開始温度は同様に変化することが確認された。この結果から、RE の混合比を変えたり、本実験で用いた以外の RE と混合することで、RE123 の融点を任意に変化させることが可能と考えられる。

図 2 に、OCMG 処理した Nd123-Sm123 複合材料の研磨面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 像を示す。図中に示した分析位置 a~n の 14 ヶ所について、EPMA を用いて酸化物 ZAF 補正による定量分析を行った。それから得られた組成比 (グラム原子比) を表 1 に示す。これから、分析点のうち a~j が第二相 (RE211 または RE422) に相当し、他はマトリックス相 (123 相) に相当している事がわかる。各相の 2 種類の RE はほぼ同じ比率で存在することから、各々が Nd422-Sm211 および Nd123-Sm123 の固溶体を形成していると考えられる。

また、123 相ではいずれの分析点とも Ba の比率が理論値よりも若干低かった。これは、Ba サイトへの RE の部分的な置換に起因すると考えられる。

図 3 には、図 2 に対応する部分の EPMA による濃度マップ (濃度は各元素が酸化物として存在すると仮定した重量%) を示す。これからも、Nd および Sm イオンがマトリックス中に均一に分布していることがわかる。また、第二相に見いだされる Pt は、OCMG 処理前の熔融処理で使用した Pt るつぼから混入したと考えられる。

図 4 には、Nd123、Sm123 および Nd123-Sm123 複合材料の XRD パターンを示す。これらのパターンも、Nd-Sm 複合材料の 123 相が、単一の相から成っていることを示している。

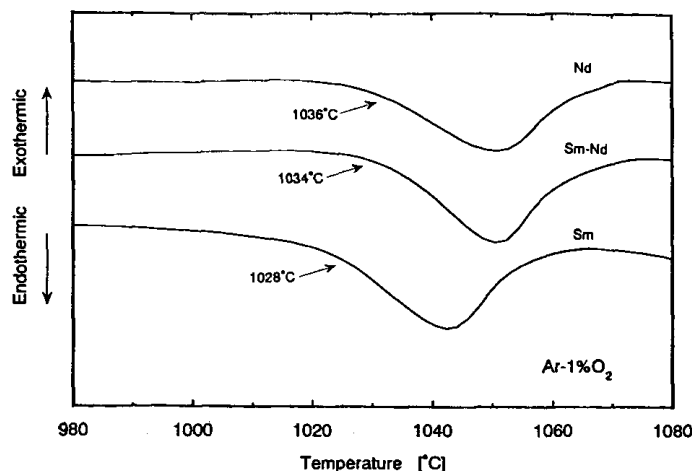


図 1 Nd123、Sm123 および Nd123-Sm123 複合材料の DTA 曲線

一方、今回の出発原料は、RE123 単相となるように配合したにもかかわらず、OCMG 処理後の試料には第二相が認められた。これは、OCMG 処理時に融液の一部が系外に流出したこと等によって組成ずれを起こしたためと考えられることから、今後さらに熱処理条件等のプロセスの検討が必要である。

図 5 に、SQUID で測定した直流磁化曲線を示す。この図から、それぞれの複合 RE123 は、Nd123, Sm123

および Eu123 の単一 RE123 と同様に、高い Tc とシャープな遷移曲線を有しており、いずれの複合系においても Tc (onset) は 96K を示し、超電導遷移も 94K でほぼ完了していることがわかる。これにより RE123 の RE サイトを複合化しても、その Tc は維持でき、さらに同じ酸素分圧下で処理しても優れた超電導特性を有するものが得られることがわかった。

表 1 Nd123-Sm123 複合材料の組成比  
(分析位置は図 2 に表示)

analyzed point	Nd	Sm	Ba	Cu	
2nd phase	a	0.98	1.02	1.01	1.02
	b	1.01	0.99	1.08	1.08
	c	0.99	1.01	1.05	0.83
	d	0.97	1.03	1.05	0.77
	e	1.19	0.81	1.00	1.16
	f	1.00	1.00	1.01	0.65
	g	0.99	1.01	1.05	1.10
	h	1.01	0.99	1.04	0.90
	i	0.98	1.02	0.99	1.04
	j	1.02	0.98	0.97	0.76
123 phase	k	0.52	0.48	1.82	3.41
	l	0.52	0.48	1.88	3.28
	m	0.52	0.48	1.88	3.34
	n	0.51	0.49	1.83	3.05



図 2 Nd123-Sm123 複合材料研磨面の SEM 像

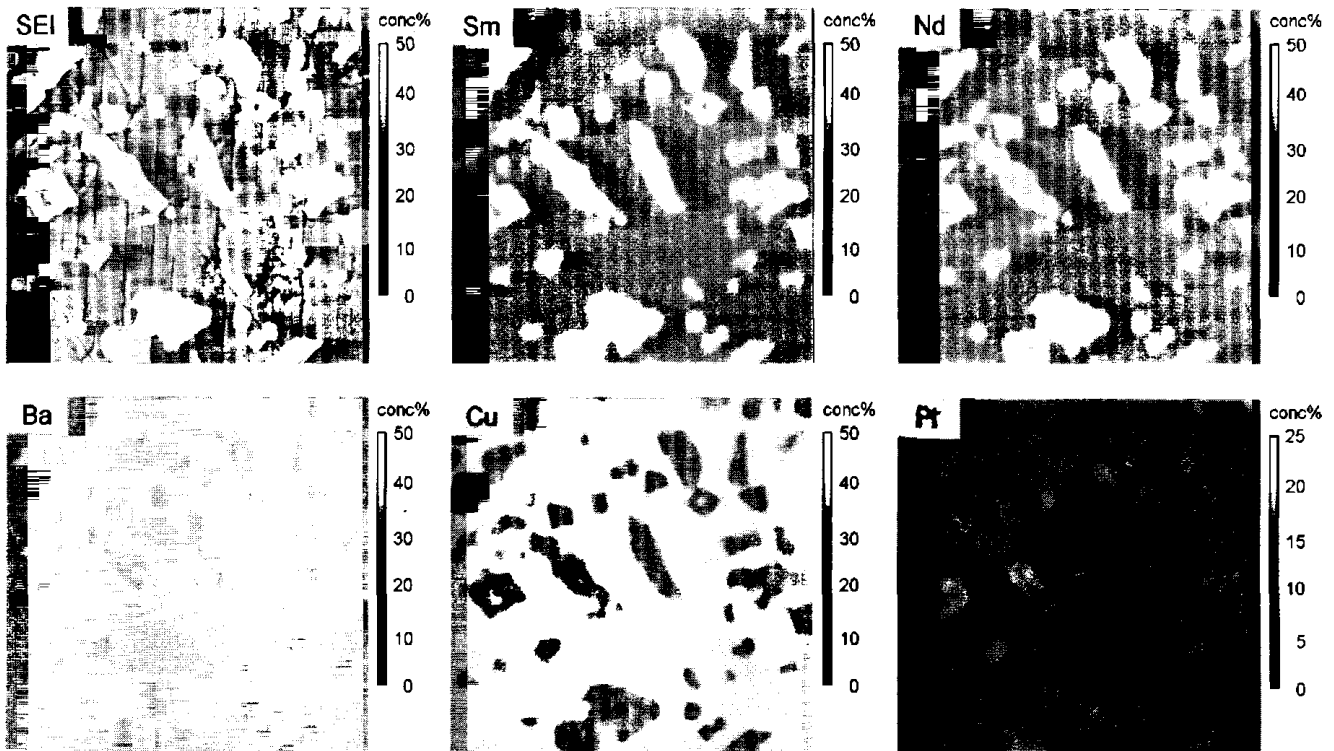


図 3 Nd123-Sm123 複合材料の EPMA による濃度マップ (各元素が酸化物として存在すると仮定した重量%)

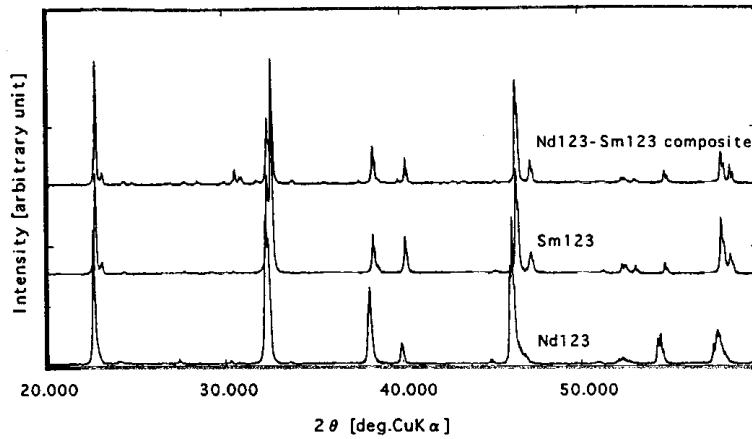


図4 Nd123、Sm123 および Nd123-Sm123 複合材料の XRD パターン

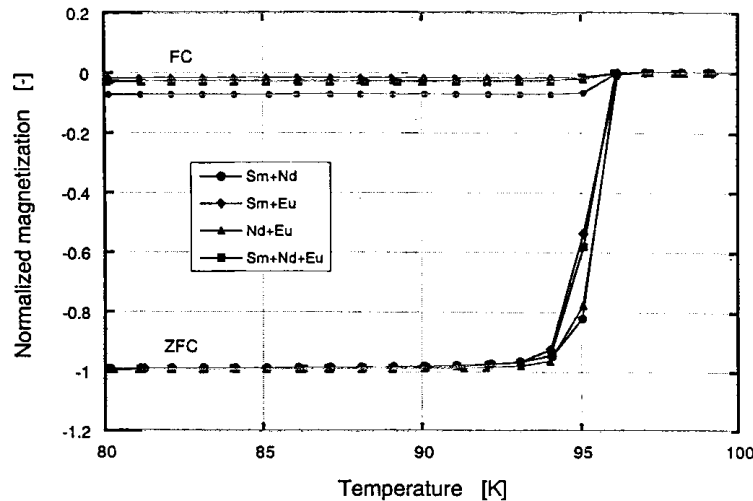


図5 RE123 複合材料の SQUID による直流磁化曲線

#### 4 結 言

$RE_{1-x}Ba_{2-x}Cu_3O_y$  超電導体 (RE=Nd, Sm, Eu) の RE サイトの複合化について検討した結果、OCMG 法で作成した Nd123-Sm123、Nd123-Eu123、Sm123-Eu123 および Nd123-Sm123-Eu123 複合材料は、いずれも均一な組成のマトリックスとシャープな遷移を伴う高い  $T_c$  を有することがわかった。

このことは、異なる RE123 同士を混合しその混合比を変えることで、ある一定の範囲で任意の熔融温度を有する RE123 複合材料が得られることを示唆している。

この手法を拡張すれば、RE123 超電導体複合材料の微細構造の制御や熱処理条件の最適化に応用できるほか、RE 複合系 123 超電導体の結晶成長方位の制御への利用も考えられる。また、RE123 超電導体のうち、比較的低融点のものを接合材として用いた超電導体同士の接合技術への応用も可能である

本実験の遂行に当たり、超電導特性評価を手伝って頂いた超電導工学研究所の樋口天光氏に深く感謝致します。なお、本研究の一部は、(財)国際超電導産業技術研究センターが新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) と締結した委託契約に基づく研究の一部について岩手県と締結した共同研究契約に基づき実施したものである。

#### 文 献

- 1) K.Takita, H.Akinaga, H.Katoh and K.Masuda : *Jpn. J. Appl. Phys.* 27 (1988) L607.
- 2) M.Murakami, S.I.Yoo, T.Higuchi, N.Sakai, J.Weltz, N.Koshizuka and S.Tanaka : *Jpn. J. Appl. Phys.* 33 (1994) L715-L717.
- 3) S.I.Yoo, N.Sakai, H.Takaichi, T.Higuchi and M.Murakami : 65 (1994) 633-635.
- 4) S.I.Yoo, M.Murakami, N.Sakai, T.Higuchi and S.Tanaka : *Jpn. J. Appl. Phys.* 33 (1994) L1000-L1003.

## BaTiO<sub>3</sub>焼結体の組織及び比抵抗に及ぼす焼結条件の影響

鎌田 公一\*、小林 勲\*\*

BaTiO<sub>3</sub>焼結体の焼結条件による組織及び比抵抗への影響について検討した。その結果、焼結密度はいずれの焼結温度及び保持時間でも差はなく、約5.2g/cm<sup>3</sup>であった。一方、温度の上昇とともに結晶粒は成長し1400℃のとき約20μmになった。PTC特性はいずれの条件でも確認され、焼結温度が高く保持時間が長いほど、比抵抗は低くなった。このことから、焼結条件により結晶粒径を調整することで比抵抗を調整できることがわかった。

キーワード：BaTiO<sub>3</sub>、焼結密度、マイクロ組織、比抵抗、PTC

## Effect of Sintering Conditions of Sintered BaTiO<sub>3</sub> on Microstructure and Resistivity

KAMADA Koichi, KOBAYASHI Isao

The relationship between the microstructure and the resistivity of sintered BaTiO<sub>3</sub> and the sintering conditions was studied. As a result, the sintered density didn't depend on sintering temperature and holding time, and showed approximately 5.2g/cm<sup>3</sup> constant. On the other hand, the grain size of sintered BaTiO<sub>3</sub> increases with increased sintering temperature, the grain grew up to approximately 20 μm at 1400 °C. PTC effect was observed with all sintering conditions, and the resistivity decreased with increased sintering temperature and holding time. These results means that the resistivity depend on the grain size of sintered BaTiO<sub>3</sub>.

key words : BaTiO<sub>3</sub>, sintered density, microstructure, resistivity, PTC

### 1 緒言

チタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>) は、希土類やNbなどの3価や5価の元素を微量添加することで半導体化し、キュリー点以上で急激に比抵抗が増加する正の温度係数 (PTC) 特性を有する。この特性を利用したものがPTCサーミスタであり、その用途は温度補償素子、温度センサー、定温発熱体や消磁素子等がある。近年、PTCサーミス材料へのニーズとして、1) 室温抵抗の低抵抗化、2) 抵抗温度係数の増大、3) 耐電圧の増加、4) キュリー点の広域化、5) 特性の安定化等があげられている<sup>1)</sup>。一方で、PTC特性は焼結温度をはじめとする製造条件や添加物により大きく依存するといわれている。

本実験では PTC 素子としての BaTiO<sub>3</sub> の基本的な製造条件把握のため、仮焼条件、焼結条件を変化させ、そ

の組織と電気特性に及ぼす影響について検討した。

### 2 実験方法

本実験のフローチャートを図1に示す。BaCO<sub>3</sub> (純度 99.9%、粒径 1 μm 以下) と TiO<sub>2</sub> (純度 99.9%、粒径 1 μm 以下、ルチル型) を Ba/Ti 比が 0.99 になるように配合し、ドナーとして Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (純度 99.9%、粒径 1 μm 以下) を 0.2mol%、焼結助剤として SiO<sub>2</sub> (非晶質、特級試薬) を 2mol% 添加した。混合は不純物混入による汚染を防ぐためプラスチック製のポットと鉄芯入りナイロンボールを用い、エタノールを分散媒として 8hr ボールミルした。エタノールを蒸発させ、その一部は熱分析装置を用い、大気中での熱重量及び示差熱分析 (TG-DTA) を行い、その他も大気中 900 ~ 1100 °C

\* 金属材料部

\*\* (株) ミクニ アデック



で2hr 仮焼した。成形は金型を用い、圧力 80MPa で直径 10.9mm × 厚さ 3.6mm の形状に圧縮成形した。焼結は大気中、焼結温度 1350 ~ 1450 °C の3条件で保持時間は 1hr 及び 2hr で行った。昇温及び冷却速度は 500°C/hr とした。得られた試料について焼結密度の測定、SEM による組織観察、EPMA による元素分析及び X 線回折 (XRD) による相の同定を行った。焼結体の比抵抗温度特性については直流二端子法を用い、オイルバスにより室温から約 200 °C まで昇温することにより測定した。

### 3 実験結果

#### 3-1 仮焼条件の検討

図2に混合粉の TG-DTA 曲線を示す。重量変化は 900 °C 付近から急激な減少傾向を示し、その傾向は 1050 °C 付近まで続く。1200 °C で約 15% の重量減となった。また、示差熱分析の結果も重量変化の開始及び終了に対応する吸熱及び発熱ピークが認められた。吸熱ピークは BaCO<sub>3</sub> の斜方晶から六方晶への結晶構造変化によるものと思われ、TiO<sub>2</sub> との固相反応による BaTiO<sub>3</sub> 生成が開始し、重量変化として表れたと考える。そこで、重量変化の直前から終了までの温度範囲、つまり 900 °C、1000 °C 及び 1100 °C でそれぞれ仮焼した仮焼粉の XRD 結果を図3に示す。仮焼温度 900 °C ではまだ原料粉末のピークのみであるが、温度上昇に伴い BaTiO<sub>3</sub> のピークが認められ、1100 °C では、ほぼ BaTiO<sub>3</sub> 単相になることがわかる。この結果から、仮焼条件は 1100 °C - 2hr 保持一定とし以下の実験を行った。

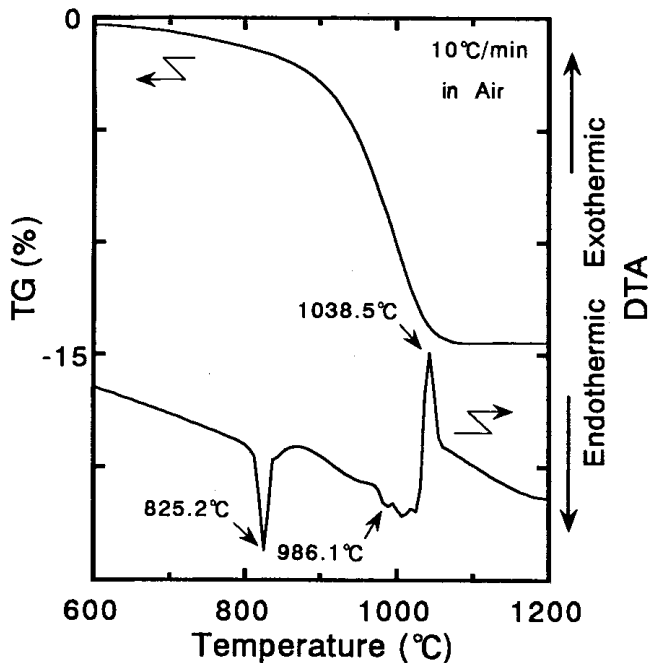


図2 混合粉のTG-DTA曲線

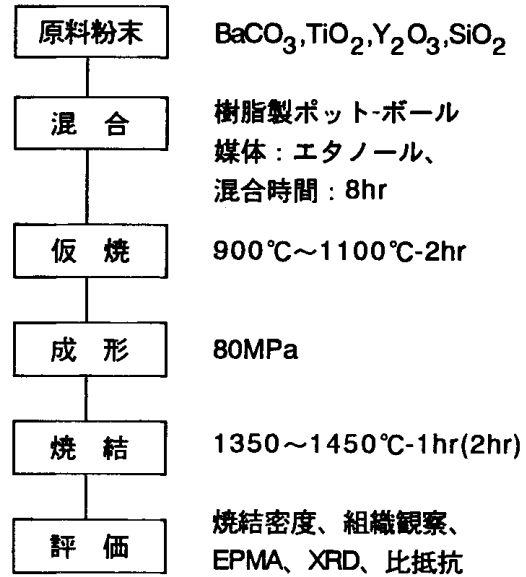


図1 本実験のフローチャート

#### 3-2 焼結条件の焼結組織に及ぼす影響

図4に焼結温度と焼結密度の関係を示す。密度に対する焼結温度の影響は見られず、いずれの温度においても密度は約 5.2g/cm<sup>3</sup> となる。また、焼結温度 1400 °C において保持時間を 2hr としても密度上昇は認められない。

図5に各温度で焼結加工した焼結体表面の SEM 像を示す。温度上昇とともに結晶粒は成長し、特に (a) では約 2 μm の微細結晶粒が (b) では 20 μm 程度に著しく粗大化する。さらに高温の (c) では顕著ではないもののさらに粒成長するとともに、マトリックスの BaTiO<sub>3</sub>

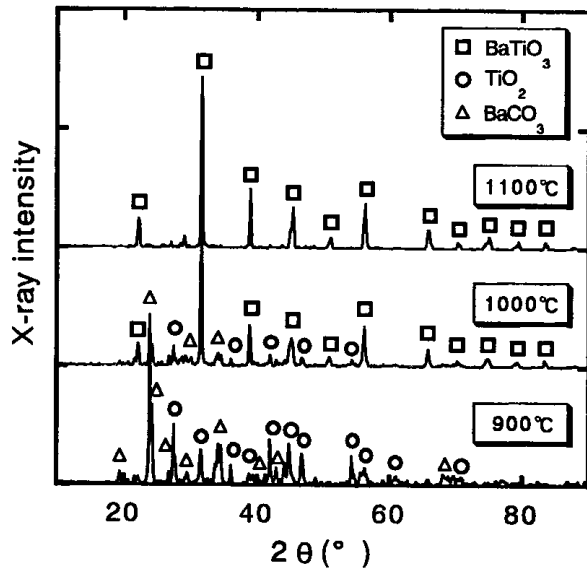


図3 仮焼粉のXRDパターン

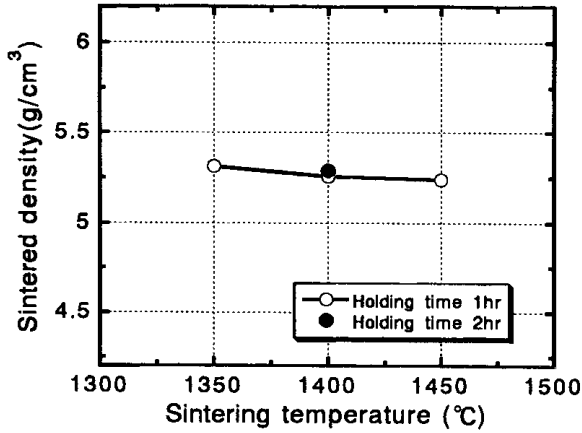


図4 焼結温度と焼結密度の関係

結晶粒界に沿って結晶粒を覆うように新たな相が認められる。図6はその部分を EPMA を用い、面分析した結果である。新たな相には焼結助剤として添加した SiO<sub>2</sub> による Si の濃化が認められる。さらに、焼結体内部の組織を検討するため、図5における各試料を研磨した組成像を図7に示す。焼結体表面と同様の結晶粒径及び成長過程となっており、(b)は大小の結晶粒が混在する組織となっている。また図中の白色部分は BaTiO<sub>3</sub>マトリックスであり、粒界にはマトリックスとは異なる組成と考えられる2種類の相が認められる。EPMA による定量分析及び XRD 結果から図中 (ア) の相は Ba<sub>2</sub>TiSi<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

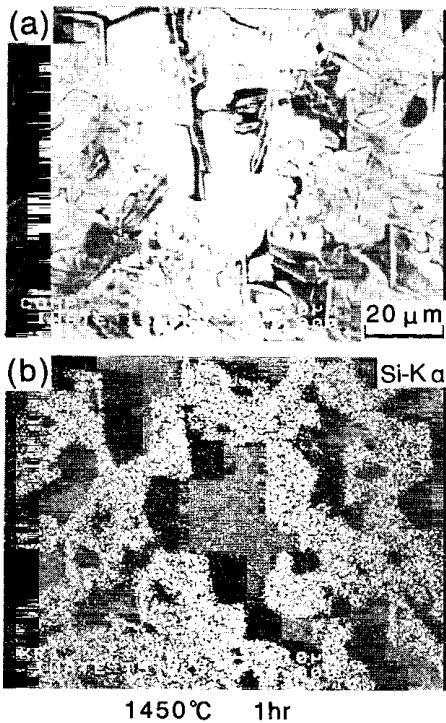


図6 焼結体表面の面分析結果

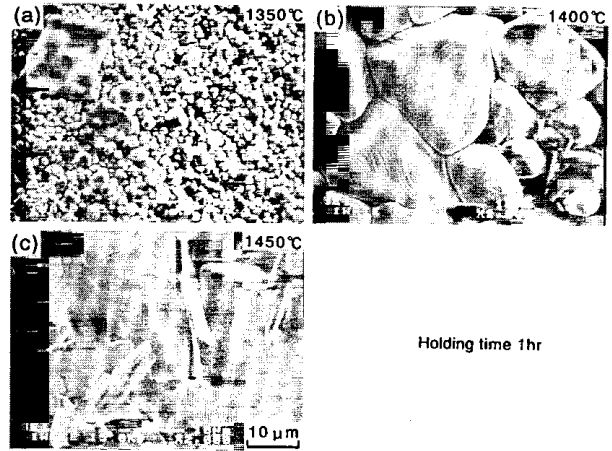


図5 焼結体表面のSEM像

と思われる。(イ)の相は同定までは至らなかったものの、TiリッチのBa酸化物と推測される。また BaTiO<sub>3</sub> 粒内への Si の拡散は認められなかった。

### 3-3 焼結条件の電気特性への影響

図8に焼結温度の変化と比抵抗温度特性の関係を示す。いずれの条件で得られた焼結体とも、キュリー一点付近で比抵抗が急激に上昇し、PTC特性が確認された。また、焼結温度が高いほどキュリー一点以下の比抵抗が低くなった。図9は焼結温度 1400°C で保持時間を変化させたときの比抵抗への影響を示したものであるが、保持時間 1hr に比べ 2hr のものは、キュリー一点以上の比抵抗の立ち上がりが緩やかとなり、全体に比抵抗は低く推移する。BaTiO<sub>3</sub>焼結体の電気特性はその結晶粒径や焼結時の保持時間に大きく影響を受けることが報告され<sup>2, 3)</sup>、その機構はこれら文献に詳しいが、今回、図5に示すよ

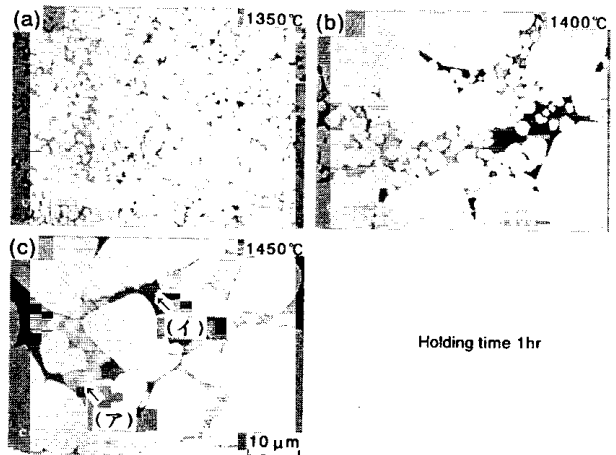


図7 焼結体内部組織の組成像

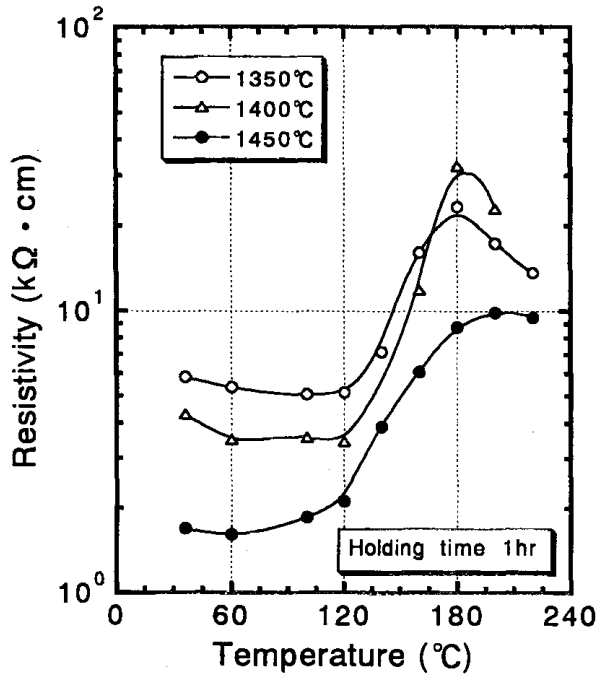


図8 焼結温度による比抵抗と温度の関係

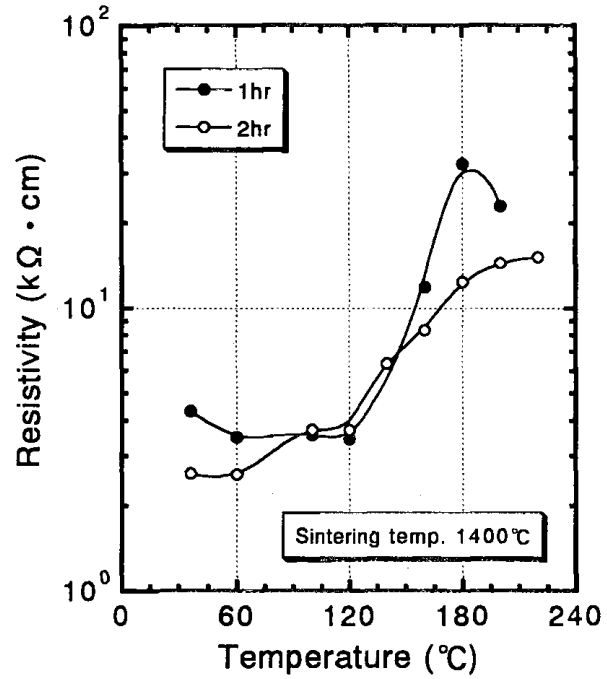


図9 保持時間による比抵抗と温度の関係

うに焼結温度の変化は粒径に顕著に表れ、また保持時間は粒径の点ではより均一化することが確認されたことから、これら平均粒径や粒径の均一性が比抵抗温度特性の変化として表れたものと考えられる。

#### 4 結 言

BaTiO<sub>3</sub>焼結体の組織及び電気特性に及ぼす焼結条件の影響について検討した結果は以下のとおりである。

- (1) 原料粉末は温度 1100℃、2hr 保持の仮焼条件により BaTiO<sub>3</sub>単相となることがわかった。
- (2) 焼結密度に対する焼結温度及び保持時間の影響は認められなかった。
- (3) 焼結温度の上昇とともに結晶粒は成長し、1450℃では 20～30 μm となった。
- (4) 粒界には Ba<sub>2</sub>TiSi<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 及び中間生成物と思われる Ba-Ti-O 化合物が認められた。

(5) 全ての焼結条件において PTC 効果が認められ、焼結温度の上昇及び保持時間の増加は比抵抗を減少させた。これは結晶粒径及びその均一性と関連があるものと考えられた。

本研究は平成7年度技術パイオニア養成事業 ORT 事業として実施したものである。

#### 文 献

- 1) 石川一夫, 松本哲雄: エレクトロニク・セラミクス, 19,9-14(1988)
- 2) 岡野一雄, 小林 大: セラミクス論文誌, 98,941-44(1990)
- 3) 松井岳巳, 加藤 健, 大美賀 孝, 岡野一雄: セラミクス論文誌, 98,938-40(1990)

## 研削屑を利用した超硬合金の再生技術

鎌田 公一\*、佐々木稔明\*\*

研削屑を利用した再生超硬合金の機械的性質改善のためのCo添加と粉碎工程の導入による効果について検討した。その結果、Co添加により抗折力は向上するものの、その値は小さく、さらに硬さは低下することから、Co添加だけでは十分な効果は得られなかった。一方、ボールミルを用いた粉碎工程の導入により、硬さ及び抗折力とも向上し、その有効性が認められた。これは粉碎によりWC粒子の微細・均一化されたことによるものと考えられる。今後、粉碎条件の最適化と不純物の影響についての検討が必要である。

キーワード：超硬合金、リサイクル、コバルト添加、ボールミル、機械的性質

## Recycle Technique for the Hard Metal Utilized by the Grinded Wastes

KAMADA Koichi, SASAKI Toshiaki

The effect of cobalt addition and crush process using ball mill of recycled hard metal utilized by the grinded wastes on mechanical properties was studied. As a result, transverse rupture strength of the recycled hard metal improved by cobalt addition inconsiderably, and hardness of the metal fell adversely. The enough effect wasn't provided only by cobalt addition. On the other hand, hardness and transverse rupture strength of the metal improved, and the effectiveness was recognized by introduction of the crushing process using ball mill. This is thought that WC particle became fine and uniformly. It is need to study optimization of crush conditions and influence of impurities in future.

key words : hard metal, recycle, cobalt addition, ball milling, mechanical properties

### 1 緒 言

超硬合金は優れた硬度や高温強さにより、切削工具や金型用材料など高硬度・耐摩耗機械部品用材料として広く利用されているが、その原料として用いられているW（タングステン）やCo（コバルト）は希少資源であり、また、その製造や加工が難しいため最終製品コストは非常に高価なものになっている。そのため、使用済みの工具類は回収され各種原材料として再利用されているが、金型・工具加工メーカーで超硬合金の研削加工で生じた多量の研削屑は回収されず、業者に委託し有料にて廃棄しているのが現状である。しかし、超硬合金の研削屑は、研削時の切込みが数 $\mu\text{m}$ 程度と小さいため微粉末状態にあり、粉末冶金技術による再生の可能性がある。

前報<sup>1)</sup>において、特に研削屑の粒度調整等はせず、還

元および加炭による成分調整のみで、JIS規格をほぼ満足する結果を得た。しかし、一般に市販されている超硬合金はユーザーからの耐欠損性の面からJIS規格を大きく上回る抗折力を有している。そこで、今回はこれまでの結果をもとに機械的性質の向上を目的に、Co添加およびボールミルによる粉碎工程導入の効果について検討した。

### 2 実験方法

図1に実験フローチャートを示す。本研究に使用した研削屑はJIS規格（JIS H 5501）でG種3号に分類される超硬合金（WC-9mass%Co；以下mass省略）の平面研削盤による研削屑であり、荒研削時の切込み0.5～1 mm、仕上げ研削で2～5 $\mu\text{m}$ の屑である。

\* 金属材料部

\*\* (株)テツニックス

本実験では研削屑を水およびアルコールで洗浄、乾燥した後、 $-75\mu\text{m}$ に分級し、水素中 $800^\circ\text{C}$ ・1hrの条件で還元処理した。この還元粉に総炭素量が6%になるように黒鉛を添加し、またCo粉末( $-75\mu\text{m}$ )はCo総量で12、15、18%となるように添加した。混合はプラスチック製ポットと鉄心入りナイロンボールを用い、エタノールを分散媒に4hr行った。一方、粉碎効果をみるため、加炭処理した還元粉を回転ボールミルにより40hr湿式粉碎した。この際の容器はステンレス製、ボールは超合金製とした。各条件で得られた粉末を成形圧力98、147、196MPaで金型成形し圧粉体とした。焼結は水素中、 $1000^\circ\text{C/hr}$ で昇温し焼結温度 $1400^\circ\text{C}$ 、保持時間1hr一定とした。

焼結体について焼結密度及び寸法変化率を測定後、平面研削加工し硬さ試験、抗折試験ならびにSEMによる組織及び破面観察を行った。なお、硬さ試験はロックウェルAスケールで評価し、抗折試験は支点間20mmとして測定した。

### 3 実験結果及び考察

図2に成形圧力と焼結密度の関係を示す。成形圧力による焼結密度の大きな違いは認められず、いずれのCo量においても相対密度で93~94%に推移した。図3は各Co量における成形圧力と焼結体の寸法変化をみたものである。ここで、成形の軸方向を厚さ、垂直方向を幅とする。厚さ及び幅方向とも成形圧力が低いほど収縮傾向を示し、98MPaではそれぞれ23%、21%程度の収縮率となる。Co量による差はみられず、これは焼結密度の結果とよく一致する。また、既報<sup>2)</sup>の結果に比べ、いずれの方向とも4%程度大きい収縮率を示した。これは、原料粉末が比較的粗粒を含む粒度分布の広い粉末であり、

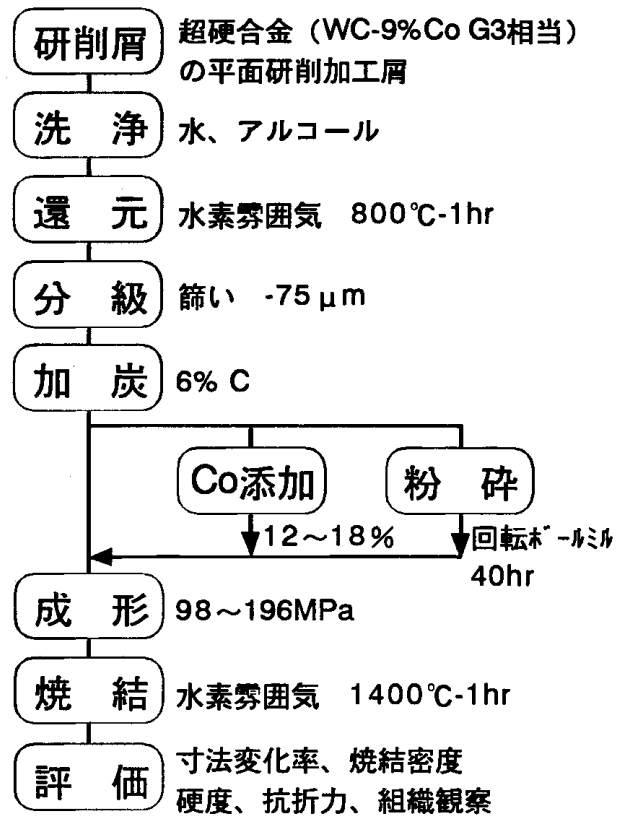


図1 本実験のフローチャート

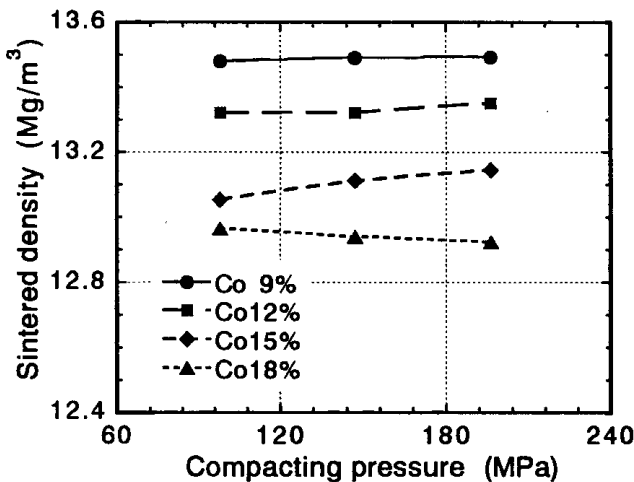


図2 成形圧力と焼結密度の関係

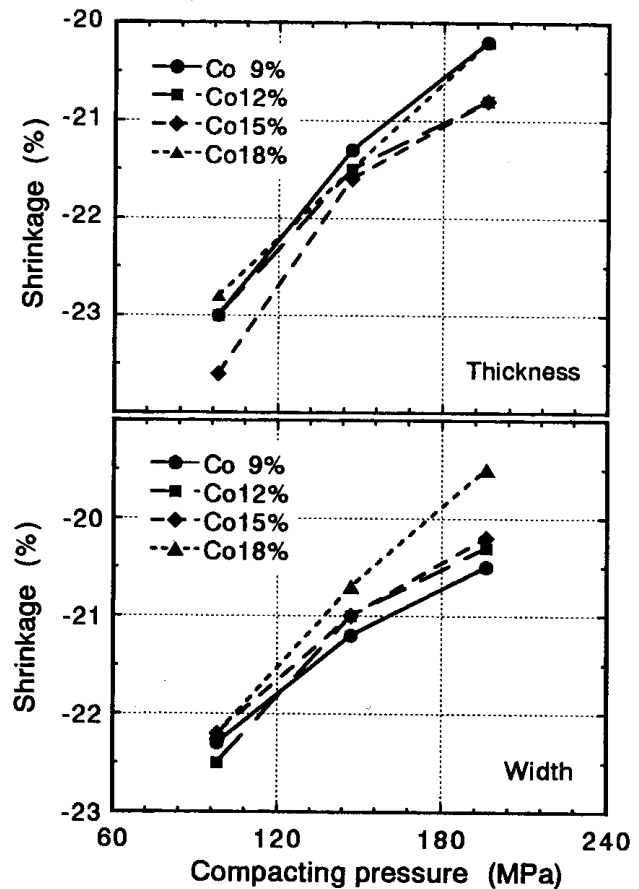


図3 成形圧力と寸法変化率の関係

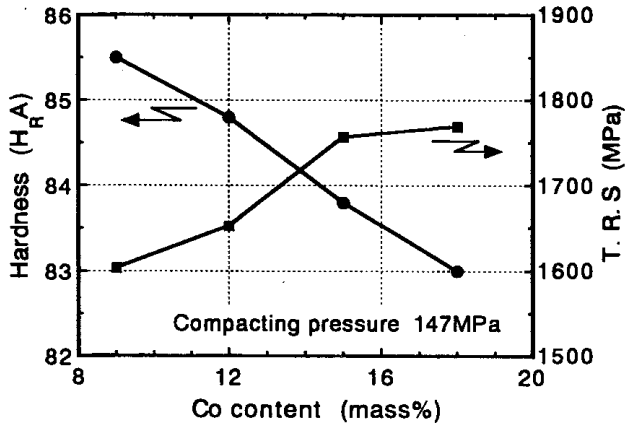


図4 Co量と硬さ及び抗折力の関係

パラフィン等による造粒も行っていないことから、成形密度が上がらなかったことに起因すると考える。

次に機械的性質の検討結果を示す。図4に成形圧力147MPaにおけるCo量と硬さ及び抗折力の関係を示す。ここで、JISG種3号(WC-7~10%Co)の場合、硬さ89H<sub>R</sub>A、抗折力1375MPa以上と規定している。硬さはCo量増加により低下し、Co9%(無添加)で85.5H<sub>R</sub>A、Co18%では83H<sub>R</sub>Aとなる。また、抗折力はCo量増加により上昇し、Co18%で1769MPaを示し、Co9%に比べ約10%向上した。しかし、既報<sup>2)</sup>での結果ではCo含有量の少ないWC-8%Coで抗折力2000MPa

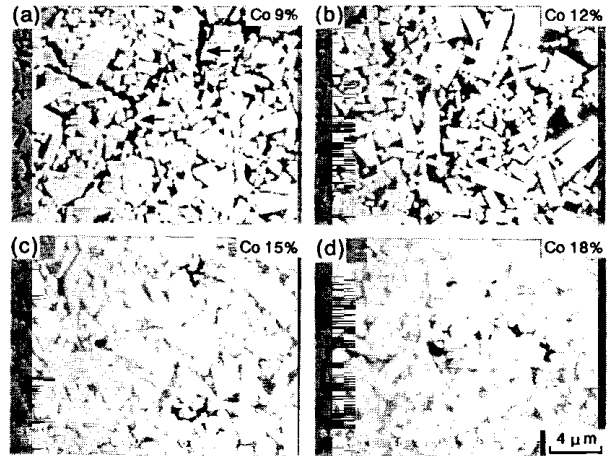


図5 各Co量でのマイクロ組織のSEM像

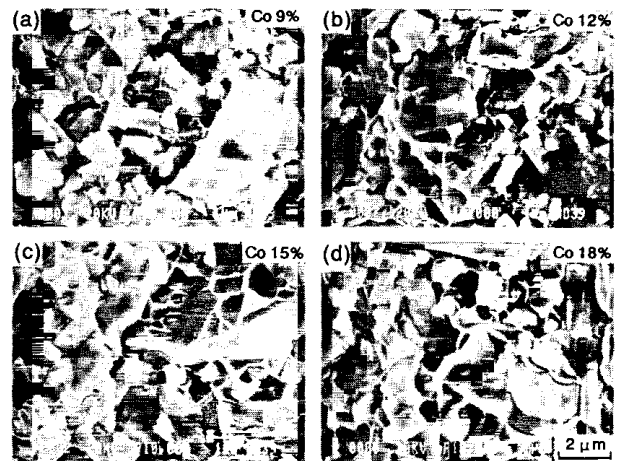


図6 抗折試験破面のSEM像

以上の値を得た。この要因解明のために各焼結体の組織及び破面を観察した。

図5は各Co量におけるマイクロ組織である。Co量による組織の違いはほとんど認められず、いずれの場合もWC粒子の大きさが1μm以下の微細なものから5μm以上と非常にばらつきがあり、かつ形状が多様である。一方、気孔形状はCo量増加とともに連続性が少なくなり、Co15%及び18%ではほぼ独立した形態となっている。これは、焼結時の液相増加によるものと考えられる。

図6に各Co量での抗折試験破面を示す。Co9%では破壊のほとんどがWC粒界で発生するのに対し、Co量増加により粒内破壊も認められるようになる。WC-Co合金の抗折力は、WCの平均粒径、粒度の均一性、さらに結合相であるCo相の厚さ等に大きく左右され<sup>3)</sup>、また破壊の起点として気孔や粗粒WCが作用することが知られている<sup>4)</sup>。本実験で十分な機械的性質、特に高

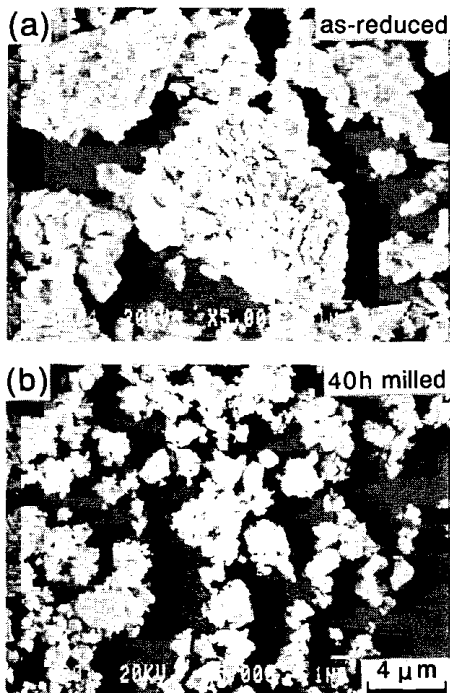


図7 粉碎前後の粉末のSEM像

い抗折力が得られないのは、気孔の残存、WC粒子の形状及び大きさの不均一さに起因すると考える。

次に、WC-Co合金の再生工程にボールミルによる粉碎工程を導入し、その効果について検討した。図7に粉碎前後の粉末SEM像を示す。還元時は各粉末が数 $\mu\text{m}$ 粒子の凝集体となっていたものが、粉碎により5 $\mu\text{m}$ 以下の粉末に粉碎されているのがわかる。

図8は粉碎による硬さ及び抗折力への影響についての検討結果である。Co添加のみでは抗折力と硬さの改善は難しいが、粉碎工程の導入により硬さ、抗折力とも上昇しその有効性が認められる。今回の粉碎条件は1条件のみであり最適条件とは言えず、今後の検討によりさらなる効果が期待される。

また、今回は検討できなかったが、研削屑に含まれる工作機械等からの不純物の影響やこれらの除去についての検討も特性向上のためには必要と考える。

#### 4 結 言

研削屑を利用した再生超硬合金についてCo添加及びボールミルによる粉碎の効果について検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 成形圧力による焼結体の密度はほとんど変化なく、寸法変化率は成形圧力の低下とともに収縮傾向を示す。
- (2) 機械的性質においては、硬さはCo量とともに一義的に低下する一方、抗折力は上昇傾向を示し、Co18%のときCo9%（無添加）の約10%増の1769MPaを得た。
- (3) 粉碎工程の導入により、還元粉は5 $\mu\text{m}$ 以下に微細化され、焼結体の硬さ及び抗折力の改善が認められた。

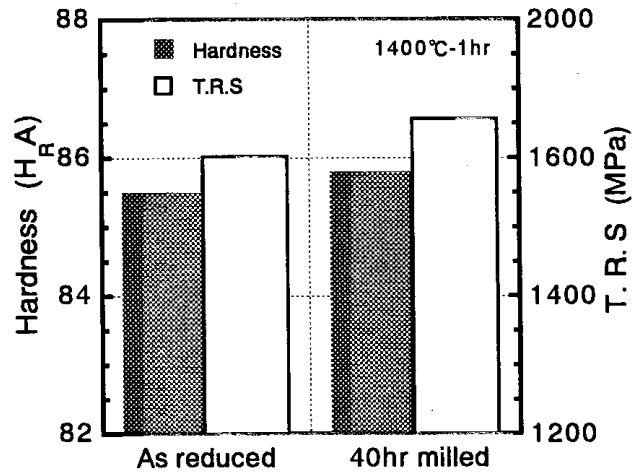


図8 粉碎による硬さ及び抗折力の変化

今後、粉碎条件の最適化により機械的性質の改善が期待される。

本研究は平成7年度技術パイオニア養成事業ORT事業として実施したものである。

#### 文 献

- 1) 中村 満, 吉田敏裕, 鎌田公一, 平塚貞人, 稲葉鋼二郎, 田鎖 真: 粉体および粉末冶金, 41,980(1994).
- 2) 鎌田公一, 吉田敏裕, 佐々木稔明: 岩手工技セ研報, 1,17(1995).
- 3) 鈴木 寿: 超硬合金と焼結硬質材料, 丸善(1986).
- 4) 庄司啓一郎, 永井 宏, 秋山敏彦: 粉末冶金概論, 共立出版(1984).

## アルミダイカスト製品のモーダル解析

茨島 明\*、小川 裕二\*\*

自動車の静粛性や快適性を高めるためにアルミダイカスト製自動車部品の固有振動数とモード形状を有限要素法により解析し、その結果を実験モーダル解析により検証した。有限要素法による結果は実験モーダル解析の結果と一致し、製品の設計に応用できることが確認された。

キーワード：アルミダイカスト製品 有限要素法 モーダル解析

## Modal Analysis of Die Casted Aluminum Alloy Works

BARAJIMA Akira, OGAWA Yuji

We analyzed natural frequencies and modal shapes of die casted aluminum alloy works which were parts of a car by using finite element method(FEM). And then, we verified the results by FEM by using experimental modal analysis. Consequently, the results by FEM have corresponded with the results by experimental modal analysis, and we recognized that we have applied the results by FEM to the design for die casted aluminum alloy works.

key words : die casted aluminum alloy works, finite element method, modal analysis

### 1 結 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、破壊および固有振動数に関する研究を行い<sup>1)・2)</sup>、アルミダイカスト製品の強度や振動特性の向上を図ってきた。ところが、最近の自動車には静粛性や快適性が求められており、強度や固有振動数だけを部品設計の基準にはできなくなってきている。また、機械構造物の動的特性を評価する手法として有限要素法とモーダル解析が使われるようになってきている。そこで、アルミダイカスト製自動車部品(ブラケット)の動的特性を評価するため、製品の固有振動数とモード形状(ある固有振動数における振動の形)を有限要素により求め、実験モーダル解析によりその結果の検証を行った。

### 2 有限要素法による解析

#### 2-1 モデル形状と境界条件

解析を行った2つの製品の有限要素モデルを図1およ

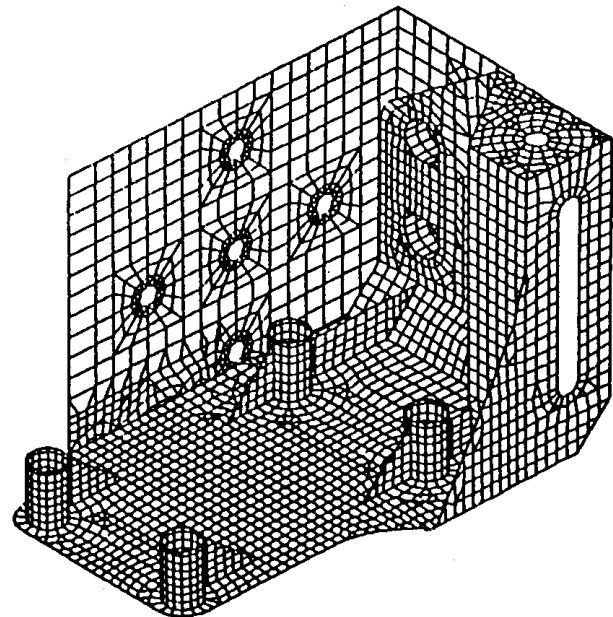


図1 製品1の有限要素モデル

\*金属材料部

\*\* (株)アーレスティ研究所盛岡研究室



び図2に示す。これらはブラケットと呼ばれる自動車部品である。製品のモデル化はシェル要素を、製品と治具の結合のモデル化はリジット要素を用いて行った。境界条件は治具に固定される部分以外は拘束されないフリーな状態（無重力状態）とした。

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(1)式により与えられる。

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

ただし(1)式において

- 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が0と定義して(2)式であらわされる境界値問題を扱っている。

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

2-3 材料定数

有限要素解析を行ったモデルの材質はADC12（ダイカスト鋳造用アルミニウム合金の一種）で、以下のような材料定数を用いて数値解析を行った。

- 縦弾性係数 : 66.64GPa
- ポアソン比 : 0.30
- 質量密度 :  $2.60 \times 10^{-9} \text{Kg/mm}^3$

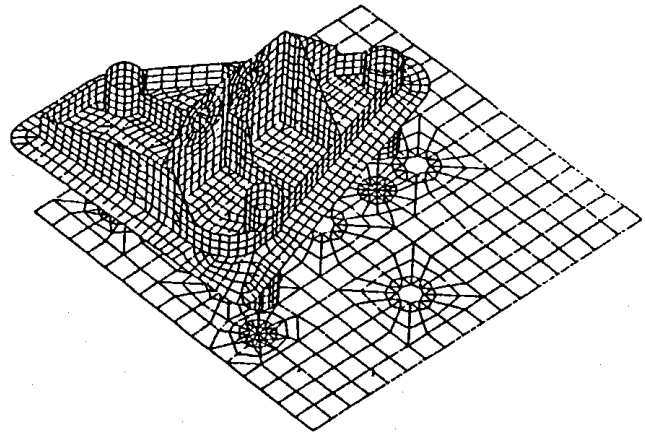


図2 製品2の有限要素モデル

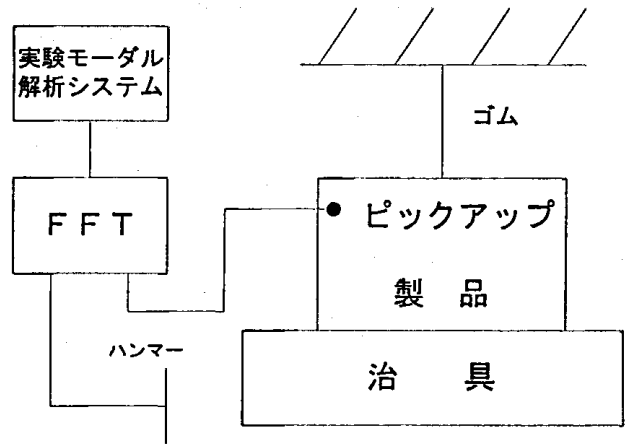


図3 実験装置

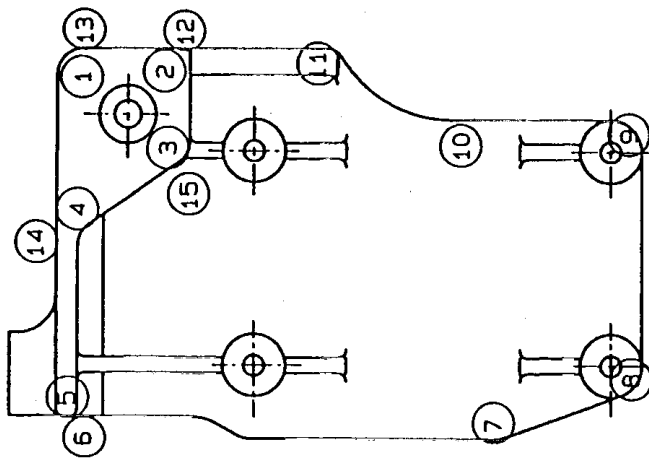


図4 製品1の測定位置

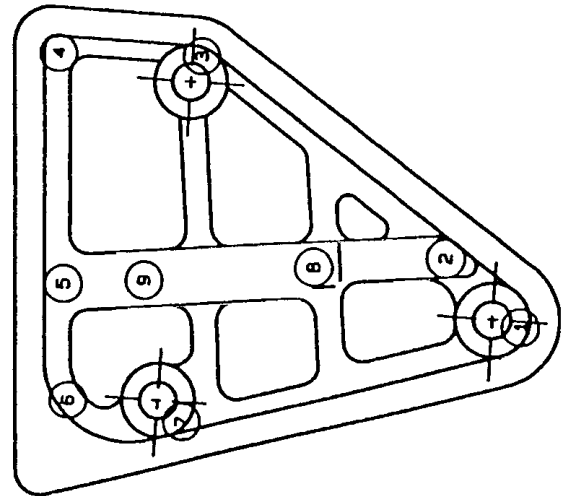


図5 製品2の測定装置

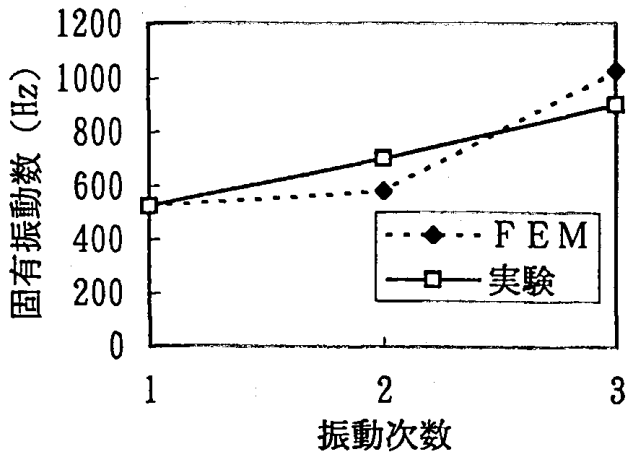


図6 製品1の固有振動数

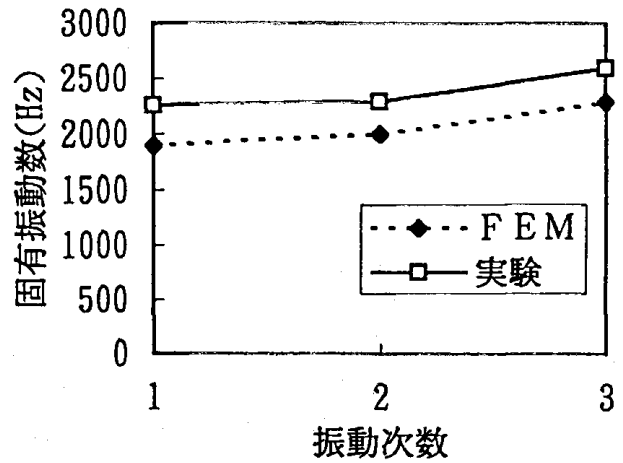


図7 製品2の固有振動数

	製品1			製品2		
	1次	2次	3次	1次	2次	3次
FEM						
実験						

図8 モード形状

#### 2-4 解析環境 (ソフトとハード)

今回の有限要素解析では、ソフトウェアは米国emrc社製のNISA IIを、ハードウェアは日本電算機社製のJS5/85を使用した。

#### 3 検証実験

有限要素解析の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を用い加振実験を行い、さらにFFT解析結果を実験モーダル解析システム (米国SMS社製Star-System) に入力しモーダル解析を行った。今回用いたモーダル解析は1自由度法の一つである多項式近似法である。実験装置の概略を図3に示す。また、各製品のモーダル解析の

ための測定位置を図4および5に示す。実験における境界条件は、治具をネジで固定した製品をゴムで吊しているため、有限要素解析の場合と同様フリーな状態とした。

#### 4 有限要素解析結果と実験結果の比較検討

横軸に振動次数を取り供試した2つの製品の固有振動数をプロットしたものを図6および7に示す。また、各固有振動数におけるモード形状を図8に示す。

固有振動数およびモード形状ともに有限要素解析と実験とがほぼ一致している。その理由としては、境界条件や剛性が有限要素解析と実験とで良く一致したためであると考えられる。全体の境界条件については、有限要素解析の無重力状態と実験のゴムで吊した状態とが良く一

致したと考えられる。また、製品と治具との境界条件については、有限要素解析のリジット要素が実験のネジ止め部分を正確にモデル化していると考えられる。さらに、剛性については、製品と治具を別々にモデル化して有限要素解析を行っているので、実験における剛性を良く反映していると考えられる。

しかしながら、固有振動数の値については、有限要素解析と実験とでは若干の違いが見られ、実験の値が高い振動数を示す傾向が認められた。このことは、表1に示すように、実製品と有限要素モデルの質量に若干の違いがあるためと考えられる。また、実験で用いている加速度ピックアップの質量の影響もあると考えられる。質量が大きい方の物体の固有振動数が高い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。

#### 4 結 言

有限要素法を用いたアルミダイカスト製品の固有振動

数とモード形状はモーダル解析を用いた実験結果とほぼ一致した。しかしながら、有限要素モデルを作成する上で生じる実製品との質量差が原因とみられる固有振動数の違いが確認された。また、本研究の成果は製品設計の際に応用されており、従来の手法に比べ高性能な製品をより効率的に開発できるようになった。

本研究は平成7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。

本研究を実施するに当たり、固有振動解析およびモーダル解析についてご指導ご助言をいただきました工業技術院機械技術研究所森和男生産機械研究室長に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 茨島 明、小川裕二：岩手工技セ研報、1、13(1995)
- 2) 茨島 明、小川裕二：岩手工技セ研報、2、47(1995)

表1 質量の比較 (g)

	製品1	製品2
実製品	1715	565
有限要素モデル	1656	556
質量差	59	9

[研究報告]

## 湯流れシミュレーションを用いた鋳造方案の検討

茨島 明<sup>\*</sup>、三中西信治<sup>\*\*</sup>

アルミダイカスト製品の多数個取り生産を行うための鋳造方案を数値シミュレーションと水シミュレーション実験により検討した。その結果、金型上部のゲートを1/3に絞ったものが良い鋳造方案であることがわかった。この方案を生産用の金型に応用し、高品質のアルミダイカスト製品を生産できるようになった。

キーワード：鋳造方案、アルミダイカスト製品、湯流れシミュレーション

## Examination of Casting Design by Using Mold Filling Simulation

BARAJIMA Akira, SANNAKANISHI Shinji

We examined casting designs for manufacturing many die casted works per one shot by using numerical simulation and water experiment. Consequently, we have recognized that the casting design of which the top gate's radius have been 1/3 as narrow as original one's has been the best performance of them all. We have applied the casting design to the die for manufacturing, consequently, we have could manufactured high quality die casted aluminum alloy works.

key words : casting design, die casted aluminum alloy works, mold filling simulation

### 1 緒 言

アルミダイカスト製品に対するコストダウンの要求は年々厳しくなっており、従来の1回のショットで1個の製品を生産する方法から1度に多数の製品を生産する多数個取り生産に移行する必要がある。しかし、多数個取り生産は製品品質を同じにするための金型の配置、ゲート、ランナー等方案の決定が難しい。

本研究では、数値シミュレーションおよび水シミュレーション実験によりアルミダイカスト製品の鋳造方案の検討を行った。

### 2 実験方法

#### 2-1 数値シミュレーションの方法

本研究では図1のシリンダーヘッドカバーを対象とした。検討前の鋳造方案では、図中の矢印部分には湯まわり不良等による欠陥が発生している。図1の製品を生産するために用いる金型キャビティの形状を図2に示す。図2のキャビティ内における湯流れを東北大学で開発さ

れたシステムであるStefan<sup>1)</sup>を用いてシミュレーションを行った。

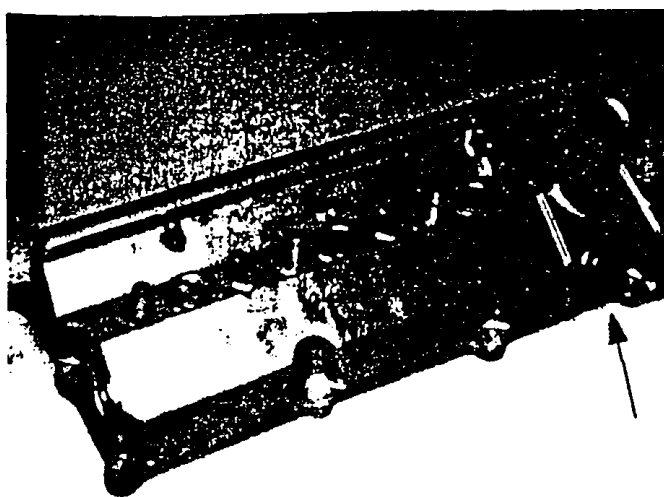


図1 シリンダーヘッドカバー

\*金属材料部

\*\* (株) アーレスティ研究所盛岡研究室

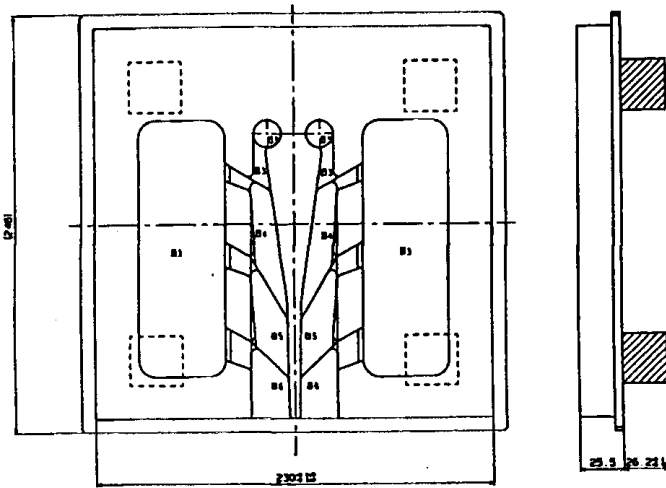


図2 金型キャビティ形状

Stefanは直行差分メッシュ上で湯流れのシミュレーションを行うシステムである。

金型は左右対称なので片側だけの数値シミュレーションとした。

#### 2-2 水シミュレーション実験の方法

図2に示す金型キャビティ内に水をピストンで流し込み、高速度カメラ(コダック社製EM-1012)で撮影を行った。撮影速度は1,000コマ/secとした。

#### 3 水シミュレーション実験結果

図3~5に水シミュレーション実験の結果を示す。図3は図2のオリジナル形状、図4は上部のゲートを止めたもの、図5は上部のゲートを1/3に絞ったものである。

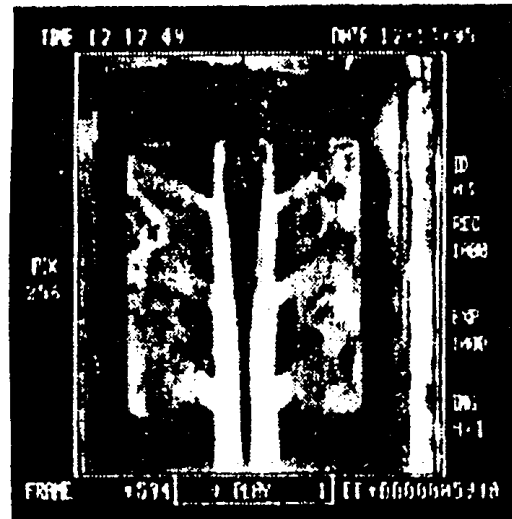
図3では上部から流れ込んだ水が中央部に流れ込み、その結果上部への充填が遅れている。

図4では製品の下部から充填する流れとなり、製品の上部への充填が遅れている。製品の上部から空気を逃がすことができるような厚肉の製品ならば図4のような方案が可能であるが、シリンダーヘッドカバーのように平均肉厚が薄く充填距離を最小にしなければならない製品には適さない。

図5は中央部に流れ込む水の量をコントロールするために絞った方案であり、比較的良い結果となっている。

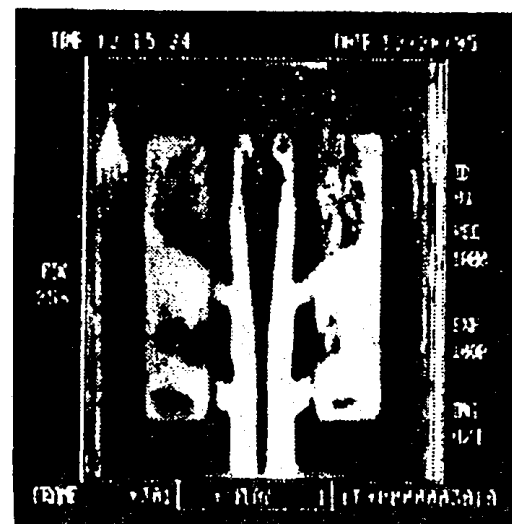
#### 4 数値シミュレーションと水シミュレーション実験結果の比較

図6~8に数値シミュレーションの結果を示す。図6は図2のオリジナル形状、図7は上部のゲートを止めたもの、図8は上部のゲートを1/3に絞ったもので、それ



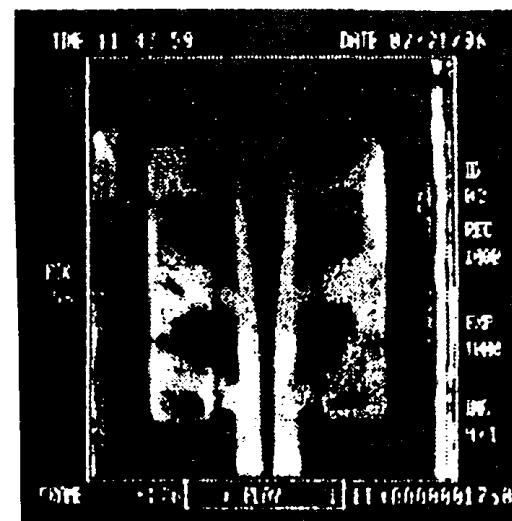
(オリジナル形状)

図3 水シミュレーション結果



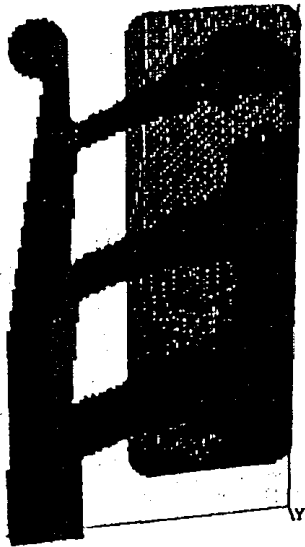
(上部ゲート全閉)

図4 水シミュレーション結果



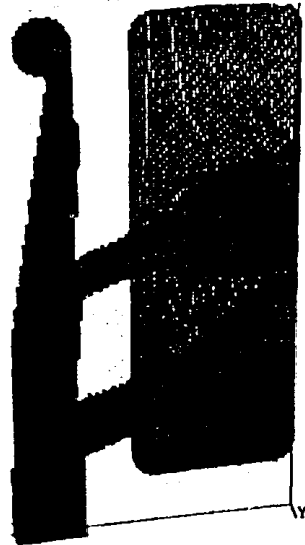
(上部ゲート1/3開)

図5 水シミュレーション結果



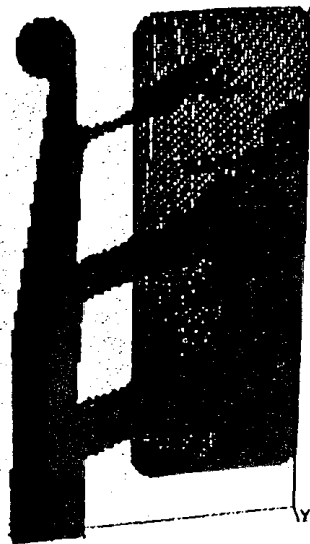
(オリジナル形状)

図6 数値シミュレーション結果



(上部ゲート全閉)

図7 数値シミュレーション結果



(上部ゲート1/3開)

図8 数値シミュレーション結果

Time =0.202 Perc =80.50

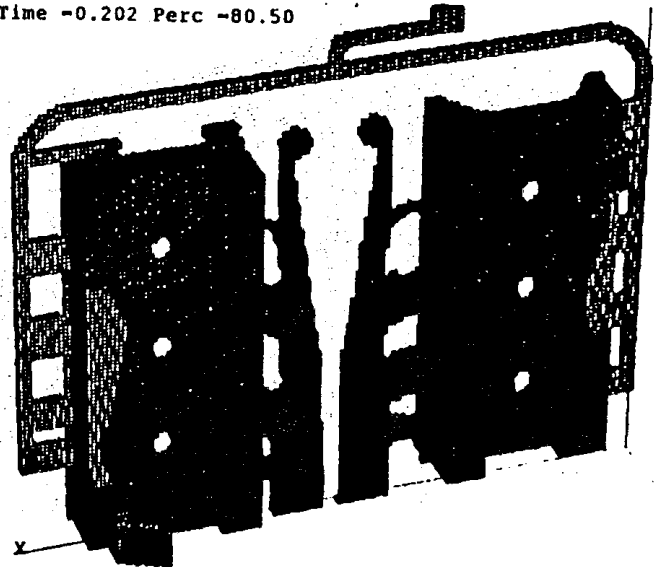


図9 生産のための数値シミュレーション結果

ぞれ水シミュレーション実験結果の図4～6に対応する。それぞれの流れの数値シミュレーションと実験とは良く一致している。

図3と6の上部ゲートからの流れ込み量を比較すると、数値シミュレーションの方がやや少ない。このことは図5と8の結果にも当てはまる。この原因としては、実際のランナー断面は滑らかに変化しているのに対し数値シミュレーションのモデル形状は直行メッシュで階段状に

変化するためであると考えられる。階段状の直行差分メッシュでは溶湯の拡散と速度減衰が生じてしまうからである。この問題は異形メッシュや有限要素法によるシミュレーションを行うことにより解決できる。

5 生産への応用のための数値シミュレーション  
研究段階では左右対称の金型キャビティを用いたが、実際の生産では引き抜き中子の設定上2個取りの製品を

左右対称に配置することはできない。したがって、左右別々にモデル化をおこない、数値シミュレーションを行った。実際の生産へ応用するための数値シミュレーションの結果を図9に示す。

水シミュレーション実験で得られた結果を考慮して、上部のゲートを従来のもより絞った方案とした。中央のゲートは、製品のバリ取り工程を考慮し、2つに分岐させた。この構造は水シミュレーションの場合と異なるが、最下部のゲート断面積を絞ることで全体の流量が同じになるようにした。また、真空鑄造のためのゲートを配置し、空気をできるだけ巻き込まないような構造とした。

この数値シミュレーションの結果を受け、この方案を採用した金型で鑄造品の試作を行ったが、製品の品質は良好であった。

## 6 結 言

数値シミュレーションおよび水シミュレーション実験によりアルミダイカスト製品の鑄造方案の検討を行い、その成果を実際の生産へ応用した。その結果、良好な品質の鑄造品を生産することができた。今後は、別の製品の鑄造にも本研究の成果を応用したいと考えている。また、数値シミュレーションにおいて背圧および減圧を考慮しなかったが、今後検討していきたい。

なお、本研究は平成7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。

## 文 献

- 1) 安斎浩一、新山英輔、Hao Shouwei : 日本ダイカスト会議論文集, JD94-25(1994)

## TIG 溶接による自溶合金溶射皮膜のフュージング処理

桑嶋 孝幸\*、高橋幾久雄\*、藤川 千治\*\*

Al 合金に対する溶射による表面改質を検討した。溶射はプラズマ溶射装置を使用し、溶射材料として、WC-Ni 基自溶合金を溶射した。皮膜組織は、Ni のマトリックスに WC-Co 粒子が分散した組織となっており、マイクロピッカース硬度は Al 基材の約 7 倍まで向上した。また、TIG 溶接により溶射皮膜のフュージングを行ったが、溶接電流により皮膜硬度はピーク値を示し、最適条件が存在することを明らかにした。

キーワード：溶射、Al 合金、自溶合金、フュージング、TIG 溶接

## Fusing Treatment of Self Fluxing Alloy Using TIG Welding

KUWASHIMA Takayuki, TAKAHASHI Ikuo, FUJIKAWA Chiharu

WC-Ni based self fluxing alloy are sprayed on Al substrate(JIS A5083). The thermal spray materials are sprayed by plasma spray system. WC-Co particles are dispersed in the coating structure and thermal spray coating is about seven times as hard as Al substrate.

After spraying the coating on the substrate are fused by TIG welding machine. The hardness of the coating are related to welding current. The hardness of the coating show a peak with 80Ampere.

key words : thermal spray, Al alloy, self fluxing alloy, fusing, TIG welding

### 1 緒 言

近年、材料の軽量化要求がますます高まっている。軽金属である Al 合金は、軽量化を目的に建築構造材料をはじめとして様々な用途に使用されている。反面、鉄鋼材料に比べ、耐摩耗性や耐熱性が低いため表面処理が必要となっている<sup>1) 2)</sup>。

一方、溶射技術は、耐食性、耐熱性、耐摩耗性など表面性能を付与する技術として、鉄鋼材料を中心に適用され研究が進められている<sup>3)</sup>。しかし、アルミニウム合金をはじめとする軽金属に対する適用例は見あたらない<sup>4)</sup>。

本研究では、WC-Ni 基自溶合金を Al 合金の表面に溶射し、その皮膜の性状を明らかにすること、また、Al 基材と溶射皮膜との間で合金化、硬質粒子の分散を目的とする皮膜のフュージング処理についても検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試材

金属基材は、Al-Mg 系合金 A5083 を使用した。試験片は、溶射皮膜の硬度測定や組織観察用の板状試験片（厚さ 6mm、長さ 100mm、幅 75mm）と密着力測定用の円

柱状の試験片（φ 30mm、長さ 35mm）を使用した。

但し、A5083 は円柱状の材料が入手できず、成分が似ている A5056 を使用した。これらの化学組

表 1 Al 基材の化学分析結果

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
A5056	0.07	0.12	0.03	0.08	5.29	0.08	0.01	0.01	残部
A5083	0.14	0.20	0.05	0.76	4.89	0.12	0.01	0.02	残部

\* 金属材料部

\*\* (株) 釜石電機製作所



成を表 1 に示す。溶射材料は、昭和電工製の MA-110 (WC-Ni 基自溶合金) であるであるが、この粉末は、同社の溶射用粉末である KC-40、MA-80、MA-100 の混合粉末である。この溶射材料はアルミニウム基材との親和性を期待し選択した。それらの外観の SEM 写真を図 1 に、化学組成、混合比率をそれぞれ表 2、表 3 に示す。

溶射では、アルミニウム基材表面をプラスト処理した

s 後、プラズマ溶射装置により溶射を行った。溶射条件を表 4 に示す。

溶射した試験片は、走査電子顕微鏡による皮膜組織の観察やマイクロビッカース硬度計による硬度測定などを行った。また、フュージング前の試験片により皮膜の密着強度を測定した。

表 2 溶射材料の化学組成

	W	C	Co	Ni	Si	B	Cr	Fe
MA-110	Bal.	3.4	5.8	39.2	1.2	0.51	4.4	1.2

表 3 溶射材料の混合比率

	組成	粒径(μm)	混合割合
KC-40	WC-12Co	88~30	50
MA-100	Ni-15Cr-4Si-3B-0.7C	88~10	35
MA-80M	Ni-5Al	53~10	15

表 4 溶射条件

溶射装置	METCO 9MB
電流/電圧	400A/70V
1次ガス(N <sub>2</sub> )	0.69 MPa 66l/min
2次ガス(H <sub>2</sub> )	0.34 MPa 38l/min
粉末供給量	50g/min
溶射距離	130mm
移動速度	45m/min
ピッチ	3mm

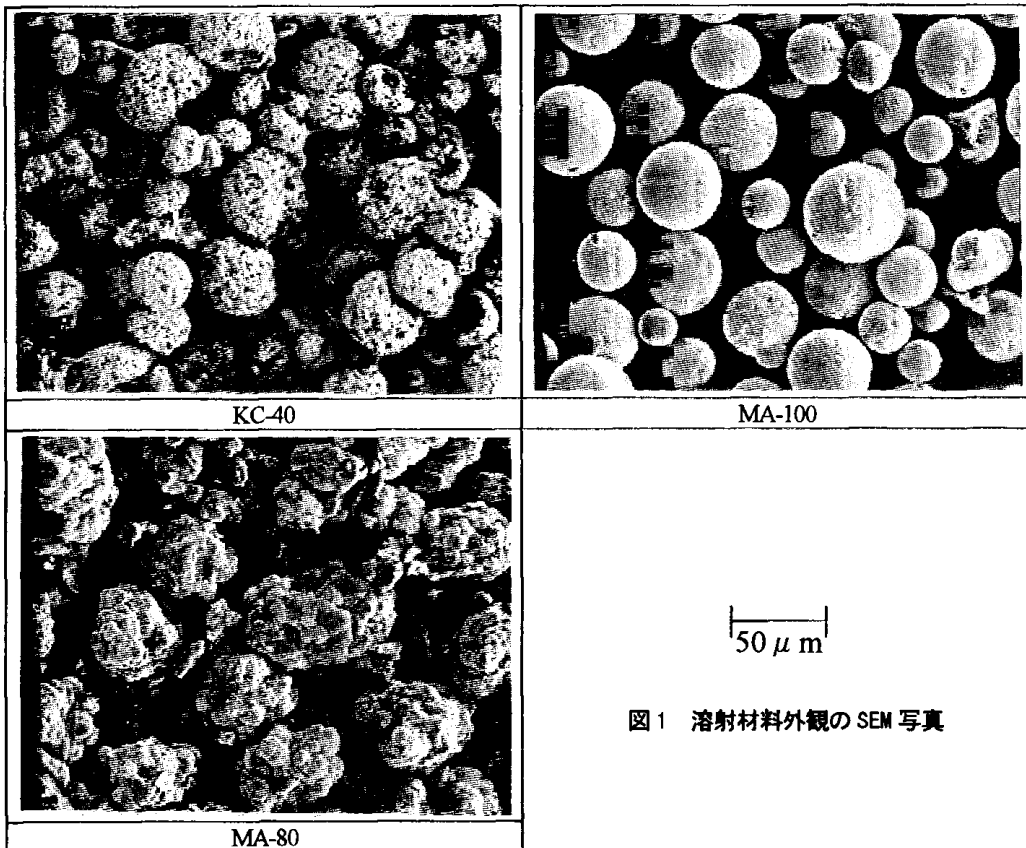


図 1 溶射材料外観の SEM 写真

TIG 溶接による自溶合金溶射皮膜のフュージング処理

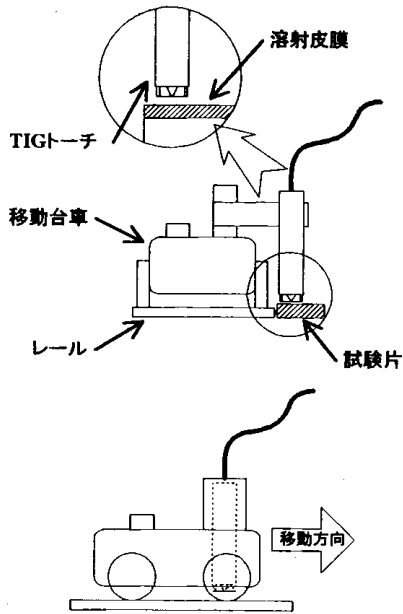


図2 フュージング処理の概略図

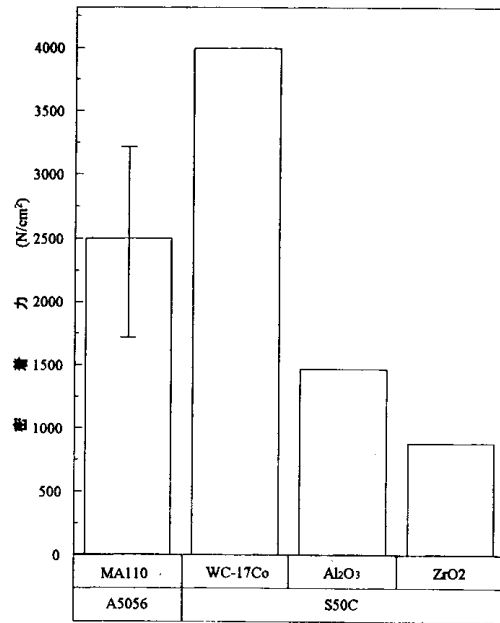


図5 溶射皮膜の密着力

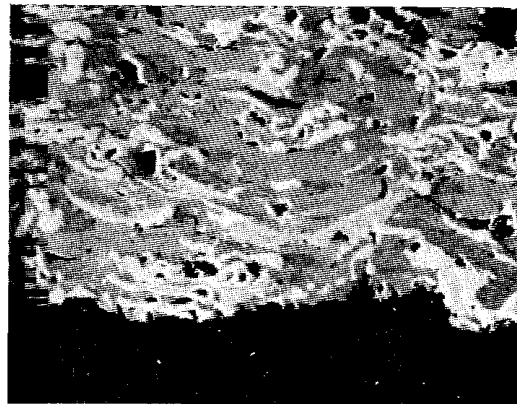


図3 溶射皮膜断面のSEM写真

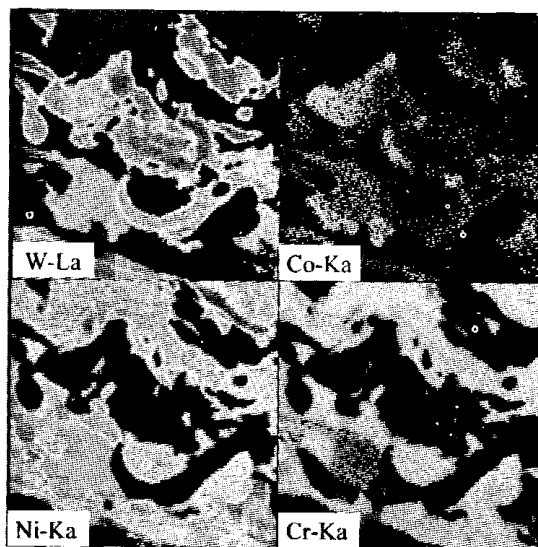


図4 溶射皮膜断面のSEM写真と面分析結果

2-2 溶射皮膜のフュージング

溶射皮膜のフュージングでは、再溶融させる成分である MA-100 の融点は 1200K 以上で、母材の融点よりはるかに高いため、電気炉によるフュージングはできない。本研究では、TIG 溶接機を使用し試験片表面のみを再溶融させる方法を試みた。フュージングの概略図を図 2 に示す。固定された試験片の上を移動台車に取り付けた TIG トーチを一定速度で移動させることによってフュージングを行った。トーチの移動速度は 5mm/min、溶接電流は 80A、100A、120A の 3 通りで行い、溶融条件の違いによる皮膜の変化を観察した。

3 実験結果

3-1 皮膜組織及び密着力

溶射皮膜断面の SEM 写真及び EPMA による面分析結

果を図 3 及び図 4 に示す。溶射皮膜は特有のラメラ構造を示し、皮膜中に WC が分散した組織になっていることがわかる。また、気孔もわずかに認められる。

溶射皮膜の密着力測定結果を図 5 に示す。この図には、金属基材として S50C に溶射した皮膜の密着力も併せて示している<sup>5)</sup>。アルミニウム基材との密着力は平均で 2500N/cm<sup>2</sup> となっており、S50C にセラミックスを溶射した場合よりも密着力は高いものの、今回使用した溶射材料と同じサーメット系溶射材料の WC-17Co を溶射した場合に比べて約 3 分の 2 の密着強度となっている。この密着力の差は、アルミニウム合金表面に形成されている非常に薄い酸化層が形成されているために、溶射時に、溶融した溶射材料が基材に衝突、凝固する際、S50C と比較して金属基材と溶射材料との濡れ性が悪く、アンカー効果が低くなっているためであると推定される。

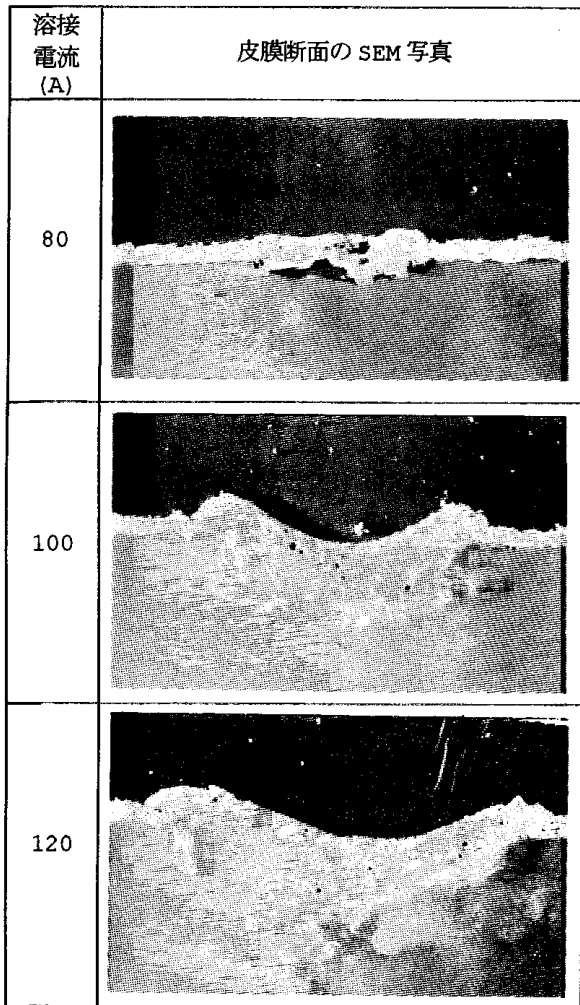


図 6 再溶融処理溶射皮膜断面の SEM 写真

0.5mm

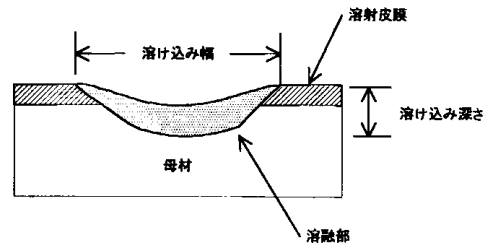


図 7 溶け込み深さの測定基準

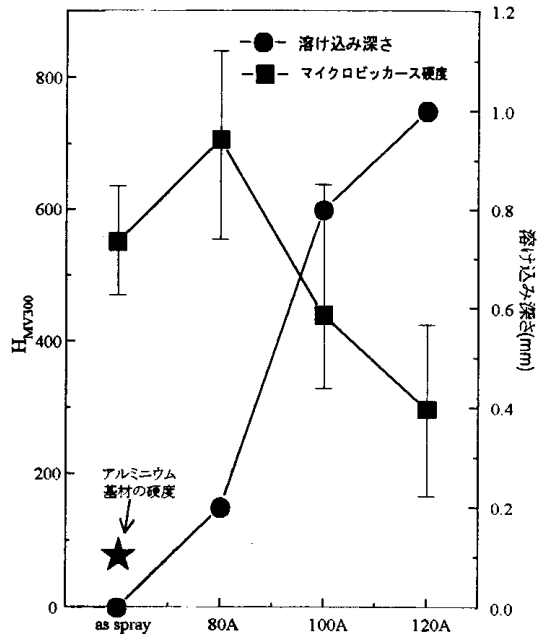


図 8 再溶融処理溶射皮膜のマイクロビッカース硬度

### 3-2 溶射皮膜のフュージング

フュージングを行った溶射皮膜断面の SEM 写真を図 4 に示す。溶接電流 80A の条件でフュージングを行った。溶射皮膜断面では溶射皮膜と金属基材の間に空隙が認められる。これは、溶射皮膜が完全に熔融しなかったことと Al 基材の融点が低いために基材の一部が蒸発したためと思われる。また、溶接電流の増加に従って溶け込み深さが深くなっていることがわかる。図 5 に示した溶け込み深さの測定基準に従って測定した溶け込み深さとマイクロビッカース硬度の関係を図 6 に示す。また、金属基材の硬度も併せて示している。溶射皮膜硬度は、金属基材に比べ約 7 倍になっていることがわかる。フュージングを行った結果では、溶接電流の増加に伴い溶け込み深さが深くなることわかる。硬度は、溶接電流 80A をピークに低下する。80A の条件では、溶射皮膜の熔融により皮膜中に存在した気孔が減少し、緻密な皮膜になったため硬度が上昇し、100A 及び 120A の条件では、溶け込み深さが深いことから、金属基材との希釈が大きくなったため硬度が低下したと思われる。

## 4 結 言

アルミニウム合金に対して WC-Ni 基自溶合金を溶射しその皮膜の評価及びフュージングについて検討を行った結果以下の知見を得た。

(1)溶射皮膜の密着強度は、軟鋼に溶射した場合よりも低

くなる。これは、アルミニウム合金表面に生成している酸化層の影響であると推定される。

(2)溶射皮膜のマイクロビッカース硬度は、アルミニウム基材の約 7 倍となり、耐摩耗性を向上させることが確認できた。

(3)TIG 溶接機により溶射皮膜のフュージングについて検討を行った結果、溶接電流が 80A をピークとして硬度は低下する。これは、溶射皮膜が金属基材に希釈されたためである。

## 文 献

- 1)金属データブック,日本金属学会編,丸善(株)
- 2)水野政夫ほか:現代溶接技術大系第13巻アルミニウムとその合金の溶接,産報出版
- 3)例えば大森明: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など
- 4)赤沼正信ほか:YAG レーザ照射によるアルミニウムの表面改質,レーザー照射による金属材料の表面改質・高機能化に関する共同研究報告書,北海道立工業試験場他,平成6年3月
- 5)高橋他:岩手県地域フロンティア技術開発事業研究成果報告書 p6, 昭和62年

## 新規トリアジンチオール化合物の合成と利用\*

佐々木秀幸\*\*、橘 秀一\*\*、根守 章\*\*  
小向 隆志\*\*、佐々木英幸\*\*、穴沢 靖\*\*  
鈴木 一孝\*\*、吉田 敏裕\*\*、酒井 晃二\*\*  
河野 隆年\*\*\*、森 邦夫\*\*\*\*

従来のトリアジンチオール化合物をより工業的価値の高いファインケミカルスとするために、様々な置換基を導入した表面制御機能性新規トリアジンチオール化合物を22種類合成した。また、これらの化合物の基礎的物性値の測定も行うとともに、各種金属の表面処理を行い表面制御機能を確認した。

キーワード：トリアジン誘導体、化学合成、表面処理

## Synthesis and Utilization of New Triazine Thiols.

SASAKI Hideyuki, TACHIBANA Shuichi, NEMORI Akira,  
KOMUKAI Takashi, SASAKI Hideyuki, ANAZAWA Yasushi,  
SUZUKI Kazunori, YOSHIDA Toshihiro, SAKAI Koji,  
KONO Takatoshi, MORI Kunio

Twenty-two new triazine thiols are synthesized for raise value than existing triazine thiols. New triazine thiols have various functional group with surface modifying functions. The chemical properties of new triazine thiols are investigated. The surfaces of Various metal are treated with them to confirm surface modifying functions.

key words : triazine darivative, chemical synthesis, surface treatment

### 1 結 言

現在トリアジンチオール化合物（以下RTD）は、高分子添加剤、表面処理剤、重金属除去剤などに使用されているが、主にチオール基の反応性が利用されている<sup>2)</sup>。しかし、図1に示すRTDのRの部分に種々の機能を持つ分子団を導入できれば、金属の表面エネルギー等を制御できる工業的価値の高い新規なRTD化合物ができる。

本研究は、置換基Rに特殊機能を持つ分子団を導入した新規化合物（スーパーファイントリアジンチオール）を合成し、得られたRTDの基礎物性値を測定し、併せ

てそれらを工業的に利用するため金属の表面処理を行い、表面制御機能を確認することを目的とした。



図1 RTDの構造

### 2 実験方法

#### 2-1 新規トリアジンチオール化合物の合成

金属表面エネルギー等を変化させる表面制御機能を持つ置換基として、前報<sup>1)</sup>で報告した炭素数の異なる様々

\* トリアジンチオールのスーパーファイン化に関する総合的研究（第二報）

\*\* 化学部

\*\*\* 副所長

\*\*\*\* 岩手大学工学部

なアルキル基に加えて、極性を持ち表面エネルギーを上げることができると考えられる置換基をトリアジン環に導入することとした<sup>3)</sup>。

合成反応は大きく3段階であり、1段階が導入しようとする置換基を持つアミノ化合物の合成反応、続いてトリアジン環を持つ塩化シアヌルとアミン化合物を反応させて6-置換アミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジクロリドを得る反応、最後に6-置換アミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジクロリドと水酸化ナトリウムを反応させて6-置換アミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジチオール(RTD化合物)を得る反応である。

なお、生成物は元素分析、IRスペクトル分析、NMR分析を行って目的とした化合物が合成されていることを確認した。

### 2-2 新規RTDの基礎物性の解明

合成した新規RTDを利用するために、UVスペクトル分析、X線回折、融点、沸点、密度、結晶形態、熱分析、解離定数、溶解性、屈折率、SP値、臨界ミセル濃度等の測定を行った。

### 2-3 表面制御機能の確認

新規RTDの金属の表面制御機能を確認するために、各種金属を新規RTD水溶液に浸漬することによって表面処理をした<sup>4)</sup>。浸漬処理で得られた金属板上のトリアジンチオール皮膜厚の測定は、エリプソメーターを用いて行った。また生成皮膜の確認は、FT-IRによって行った。表面エネルギーの値は、接触角計を用い水およびジヨードメタンの接触角を測定し、Youngの式から導入されたS.Wuの式<sup>5)</sup>から求めた。その後、銅板上の皮膜について皮膜強度と防食性、塗料との密着性の評価試験を行い工業的に利用するための条件を把握した。

## 3 実験結果

### 3-1 新規RTDの合成

表1に示すように、置換基に非極性基であるアルキル基やベンゼン環のみを持つ化合物が16種類、極性基のエステル基等を持つ化合物が11種類、両方の性質を持つ化合物が5種類で計22種類の合成に成功した。外観は全て白色の結晶であった。なお、収率は40%から95%と差が大きく、極性の大きい置換基を導入した化合物ほど収率が悪かった。表面処理をする際の濃度の目安となる臨界ミセル濃度は、全て $1 \times 10^{-2}$  mol/l以下であった。

なお、置換基が2本鎖の化合物では、急激な表面張力

表1 合成した新規RTDの構造

略号	置換基 R <sub>1</sub>	置換基 R <sub>2</sub>
1 S	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	-H
2 S	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	-H
3 S	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub>
4 S	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
5 S	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>3</sub>	-H
6 S	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	-H
7 S	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>3</sub>
8 S	-CH <sub>2</sub> CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	-CH <sub>2</sub> CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>
9 S	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> CH <sub>3</sub>	-H
10 S	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> CH <sub>3</sub>	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> CH <sub>3</sub>
11 S	-C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH <sub>3</sub>	-H
12 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-H
13 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN
14 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-CH <sub>2</sub> CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>
15 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>17</sub> CH <sub>3</sub>
16 S	-CH <sub>2</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-CH <sub>2</sub> COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
17 S	-CH <sub>2</sub> COOH	-CH <sub>2</sub> COOH
18 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>
19 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>
20 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CN	-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>
21 S	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OCH <sub>3</sub>	-H
22 S	-CH <sub>2</sub> COOCH <sub>3</sub>	-H

表2 各種金属と新規RTDの反応性

金属名 化合物略号	金	銀	銅	ニッケル
3 S	×	○	○	○
6 S	△	△	○	○
13 S	×	○	○	×
16 S	×	○	○	○
17 S	×	×	○	×

○金属化合物の皮膜 △RTDのみの皮膜 ×皮膜形成せず

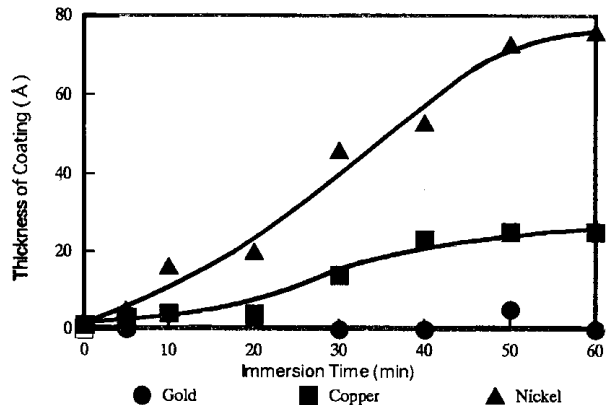


図2 処理時間と膜厚の関係 (16 S)

表3 新規RTDで処理した銅板の防食性 (非極性基)

略号	処理時間 (min)									
	0	5	10	20	30	40	50	60	90	120
10S	0	10	10	10	10	10	10	10	10	10
11S	0	10	10	10	10	10	10	10	10	10
14S	0	2	4	8	8	10	10	10	10	10
15S	0	10	10	10	10	10	10	10	10	10

\* 点数が高いほど防食性が良い  
10点が腐食なし、0点が全面腐食を示す。

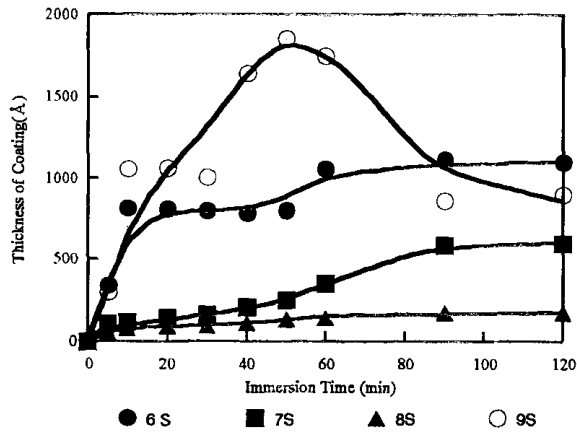


図3 浸漬時間による膜厚の変化 (銅板上)

の変化が見られないため、臨界ミセル濃度が決定できない化合物もあった。

### 3-2 表面制御機能性の確認

金、銀、ニッケル、銅板を置換基の異なる新規RTDで処理した結果を表2に示す。皮膜の形成には選択性があり、図2に示すように膜厚の増加量も金属によって異なっていた。

銅板に新規RTDの皮膜を形成し、その膜の防食性の評価を行った結果を表3に示す。RTDと銅の結合は強固であり、硫化水素ガス中においても処理面は腐食せず、優れた防食性が認められた。

図3に浸漬時間による銅板上の膜厚の変化を示す。化合物により膜厚は大きく異なり、少ないものでは100 Å程であるのに対し、最大では約2000 Åになるものがある。なお、膜厚は浸漬時間に比例せず一定の膜厚以上増加しない。

図4に示すように、未処理の銅の表面エネルギーは46(erg/cm)程であるが、表面処理に使用する新規RTD処理により金属の表面エネルギーが40から70(erg/cm)

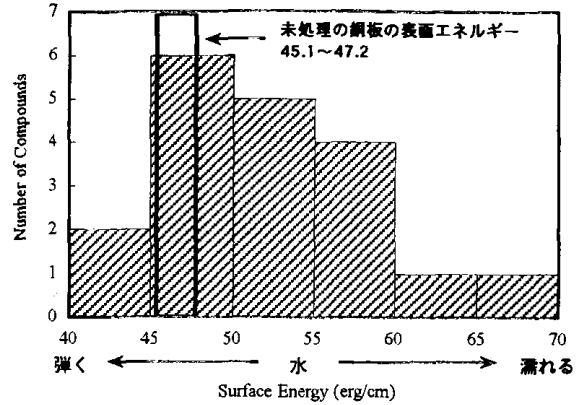


図4 新規RTDで処理した銅板の表面張力

表4 RTD処理銅板上の塗膜の密着性 (ニトリセルロースラッカー)

略号	処理時間 (min)							
	未処理	5	10	20	30	40	50	60
16S	0	0	0	0	0	0	0	0
17S	10	10	6	6	4	4	4	4
18S	0	0	0	0	0	0	0	0
19S	0	0	2	4	8	8	6	6
20S	0	0	0	0	0	0	0	0
21S	0	0	0	0	0	0	0	0
22S	2	8	8	8	6	6	2	2
4F	0	0	0	0	0	0	0	0

\* 点数が高いほど密着性が良い  
10点が全く剥離なし、0点が全面剥離を示す  
4Fは岩手大学で合成されたフッ素系RTD

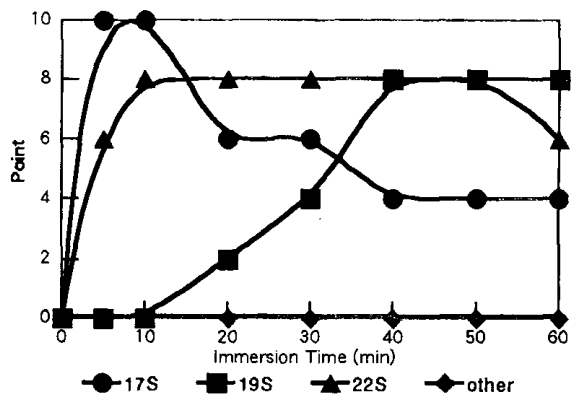


図5 塗膜の密着性と処理時間の関係 (ニトリセルロースラッカー)

まで変化する。

塗料との密着性について評価試験を行った結果を表4に示す。未処理の銅板では全面剥離するが、17S、19

s、22 s など一部の新規RTD処理により、良好な密着性が得られた。また、図5に示すように密着性に効果がある3種類の新規RTDでも処理時間により密着効果が異なる。

#### 4 考 察

##### 4-1 新規RTD合成時の収率及び臨界ミセル濃度

22種類の新規RTDを合成したが、非極性の置換基を導入した化合物では、すべての合成段階で収率が80%を越えているのに対し、エステル等の極性置換基では水を溶媒とした合成段階の収率が悪くなる。これは、水への生成物の溶解が収率を下げるためである。

基礎的物性値として測定した臨界ミセル濃度は全て  $1 \times 10^{-2}$  mol/l 以下であった。これは金属表面の改質用の水溶液を1 l 作るために必要な新規RTDは2 g程で済むことを示しており、ファインケミカルスとしての使用量はそれほど多くないと考えられる。

なお、極性の大きい化合物においては当然ながらミセルを作らないため臨界ミセル濃度は測定できなかった。

##### 4-2 表面制御機能性について

各種金属と新規RTDを反応させた結果、金属と新規RTDの反応には選択性があり、使用するRTDを選択することによって金、銀、ニッケル、銅の表面に皮膜の形成が可能であった。この際同じRTDでも金属によって皮膜の形成速度が異なっていたが、銅やニッケルにおいて比較的厚い膜が得られることが分かった。また、銅板において新規RTDのうち非極性基を持つ化合物の防食効果を確認したが、これは、アルキル基等が表面において強固な膜を形成し、腐食性ガスの金属表面への浸食を防止しているためである。

また、銅板でも化合物によって皮膜の形成速度は大きく違い、一定の膜厚を上限とし浸漬時間を長くとっても膜厚は増加しないものが多かった。中には一定時間以上浸漬すると形成された皮膜が剥離し膜厚が減少するRTDもあった。

なお異種材料として塗膜との密着性に及ぼす新規RT

D皮膜の効果を測定したところ、新規RTDは銅板の表面状態を制御し塗料との相溶性あるいは親和性を向上することにより、塗膜密着力を向上させる。

#### 5 結 言

金属表面等の表面制御機能を持つと考えられる置換基の分子設計を行い、アミン化合物から22種類の新規トリアジンチオール化合物の合成に成功した。

得られた新規RTDの水溶液で金属の浸漬処理を行った結果、各種金属と反応し、皮膜の形成が確認できた。この皮膜は処理時間やRTDの種類を変えることにより膜厚や、表面エネルギーを制御でき、防食性の向上、様々な有機材料との親和性の向上に効果があることが確認できた。

今後は、本研究によって得られた新規化合物であるスーパーファイントリアジンチオールの他の用途開発を進めていく必要がある。

本研究は、平成5年から3年間科学技術庁の生活・地域流動研究として実施したもので、岩手大学の森邦夫教授を地域中核オーガナイザーとして、テクニア岩手協同組合、通商産業省東北工業技術研究所、科学技術庁金属材料研究所と共同で実施したものである。ご指導ご助言をくださった共同研究機関の諸先生方に厚く感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 佐々木秀幸、橘秀一、根守章、小向隆志、佐々木英幸、河野隆年：岩手工技セ研報,1,31(1994)
- 2) 例えば森邦夫、渡辺明、室井愛行、中村儀郎：高分子論文集,43(10),617(1986)
- 3) 森邦夫：平成3年度岩手県技術おこし事業受託研究報告。(1991)
- 4) 小向隆志、河野隆年、瀬川晃児、佐々木英幸：岩工試報,33,35(1991)
- 5) S.Wu : *J.Polym.Sci.*,34,19(1971)



## MA法を用いたTiAl基複合材料の作製

吉田 敏裕\*、鎌田 公一\*\*

メカニカルアロイング (MA) 法及び熱間等方圧加圧 (HIP) 法により、Ti-Al-黒鉛混合粉末あるいはTi-Al-TiC混合粉末からセラミックス分散TiAl基複合材料を試作した。その結果、各混合粉末がMAによって非晶質化すること、これら非晶質粉末のHIP焼結体はいずれも分散相:  $Ti_2AlC$ とマトリックス: TiAlから構成される複合体であり、黒鉛混合粉末を原料とした方がより微細な組織を呈することが分かった。

キーワード: メカニカルアロイング、熱間等方圧加圧、非晶質粉末、TiAl基複合材料

## Processing of TiAl-based Composites by Mechanical Alloying

YOSHIDA Toshihiro, KAMADA Koichi

TiAl-based composites dispersed ceramics particles were experimentally produced from mixed powder of titanium, aluminum and graphite or TiC using MA and HIP methods. Both mixed powder was made into amorphous powder by MA, and was sintered complex composed of matrix (TiAl) and dispersion phase ( $Ti_2AlC$ ) by HIP. However, in case of graphite mixed powder, the microstructure of the complex was fine in comparison with case of TiC mixed powder.

key words: mechanical alloying, HIP, amorphous powder, TiAl-based composite

### 1 結 言

高温下で高比強度を有するTiAl金属間化合物は自動車、航空機のエンジン部材あるいは宇宙往還機の機体構造部材など次期耐熱構造用材料として期待されているが、実用化にあたっては高温強度の向上が必要であることから耐熱性に優れたセラミックスとの複合化技術が検討されている<sup>1)~4)</sup>。筆者らもMA法<sup>5)</sup>(異種粉末をボールミルで超微細混合、化合させる)で合成した粉末を焼結固化するといったプロセスによる、TiAl基材料組織の微細均質化、複合化技術を検討しており<sup>6), 7)</sup>、これまでに、MAによる合成粉末の非晶質化が焼結組織の微細均質化するかわち高温特性の向上に有効であること、Ti粉末、Al粉末、黒鉛粉末からTi-Al-C系非晶質粉末が合成できその焼結体(真空焼結による)が炭化物系セラミックス/TiAl複合組織となることを明らかにしてきた。

本報では、原料粉末種の複合組織への影響を確認するため、同組成のTi、Al、黒鉛混合粉末とTi、Al、TiC混合

粉末からMA及びHIP法<sup>8)</sup>により焼結体を作製し、MAでのミリング粉末性状や焼結組織について比較検討した結果を報告する。

### 2 実験方法

Ti粉末(99.9%、 $-45\mu m$ )、Al粉末(99.9%、 $-75\mu m$ )、黒鉛粉末(98%、 $3\mu m$ )及びTiC粉末( $0.9\mu m$ )からTi-49at%Al-1at%C、Ti-45at%Al-5at%C、Ti-37.5at%Al-12.5at%C(以下各々1%、5%、12.5%と記す)のTi、Al、黒鉛混合粉末とTi、Al、TiC混合粉末を作り、振動ボールミル装置でミリング処理した。ミリング容器は内径54mm、深さ40mmの円筒(SUS304製、水冷式)で、この中に混合粉末と直径9.5mmボール(SUS304製)を充填し容器内部をアルゴン雰囲気置換後ミリングを行った。容器への混合充填量は3.5g、ボール充填率は60%とした。所定時間ミリングした後に粉末を回収し、走査型電子顕微鏡(SEM)による粉末形状の観察及びX線回折による組

\* 化学部

\*\* 金属材料部

織の同定を行った。(黒鉛混合粉末のミリング粉末については既に調査、報告済みであるため<sup>7)</sup>、今回はTiC混合粉末についてのみ調査した。)次に、回収した粉末を直径12mm、高さ10mmに金型成形後、HIP法により温度1273~1473K、圧力147MPa、保持時間3.6ksで焼結し、X線回折による焼結組織の同定、光学顕微鏡によるマイクロ組織観察ならびに微小ピッカース硬度計による硬さ測定を行った。

### 3 結果及び考察

#### 3-1 ミリング粉末性状

図1にTiC混合粉末のミリング時間180ks及び360ksにおけるSEM像を示す。5%C混合粉末はミリング180ksで粒径は約50 $\mu$ mであり360ksになると20~40 $\mu$ mとやや小さくなっている。一方12.5%混合粉末でもミリング時間180ksより360ksの粒径が小さく10 $\mu$ m以下の微細粉が多く見られ、いずれも5%C混合粉末のミリング粉末より小さい傾向にある。なお、どちらの混合粉末においてもミリング時間が180ksより短い場合、粉末は容器及びボール表面にコーティングされた状態となり回収できなかった。

図2にTiC混合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。TiC混合粉末の炭素濃度やミリング時間に依らず、いずれもブロードなバックグラウンド上にTiCの回折ピークが現れたパターンとなっておりTi、AlおよびTiAlなどのピークは見られない。よって、各ミリング粉末は、TiC相とほぼ非晶質状態(あるいは超微細結晶粒)のTi-Al相との複合組織になっていると推定できる。また、TiCの回折ピーク強度(対バックグラウンド)に着目すると、炭素濃度が高い(TiC含有量が多い)12.5%C混合粉末の方が大きく、さらにミリング時間に伴う強度変化がほとんど無いことから、混合粉末中のTiCはミリングにより分解あるいは微細化し難いことが分かる。

以前行った黒鉛混合粉末の調査では<sup>7)</sup>、ミリング粉末の粒径は混合粉末の炭素濃度が高い(黒鉛含有量が多い)程小さくなる傾向がみられ、これについては黒鉛粉末が多い程ミリング粉末が硬化し(微細化した黒鉛粉末の分散あるいは固溶強化による)脆くなるためと考察した。今回のTiC混合粉末でも炭素濃度の高い方がミリング粉末粒径は小さくなっており、これもTiC粉末の分散量の差による結果と考えられる。実際、ミリング粉末の硬度を測定してみると、ミリング時間360ksで5%C粉末が660Hv、12.5%Cでは716Hvとなり、前記考察を裏付ける結果である。また、TiとAlの混合粉末に比べ黒

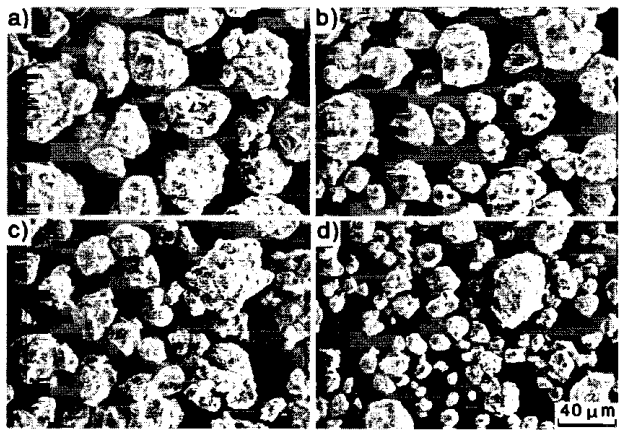


図1 TiC混合粉末のミリング後における形状

- a) 5%C混合粉末、ミリング時間：180ks
- b) 5%C混合粉末、ミリング時間：360ks
- c) 12.5%C混合粉末、ミリング時間：180ks
- d) 12.5%C混合粉末、ミリング時間：360ks

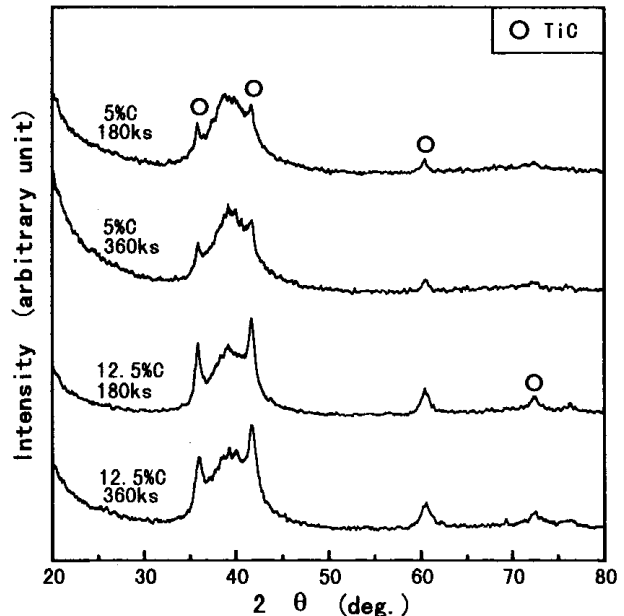


図2 TiC混合粉末のミリング後におけるX線回折パターン

鉛混合粉ではより短時間のミリング(180ks)で非晶質粉末が合成されることを確認しており、図2で示した通りTiC混合粉末の場合でも180ksのミリングでTiC相/Ti-Al系非晶質相複合粉末が合成されることから、TiC及び黒鉛粉末にはミリング粉末の非晶質化を促進させる作用があると言える。このメカニズムは明らかではないが、これら粉末の分散に伴うミリング粉末物性の変化あるいは格子欠陥の蓄積が関与していると推察する。

#### 3-2 焼結組織

5%C黒鉛混合粉末及びTiC混合粉末を360ksミリングした後、HIP法（1473K、147MPa）で焼結した試料のX線回折パターンを図3に示す。両試料のパターンにはともにTiAlとTi<sub>2</sub>AlCの回折ピークのみが認められる。1%Cと12.5%Cの混合粉末についても同じ条件で焼結体を作製し調べたところ、5%Cの場合と同じくいずれのパターン

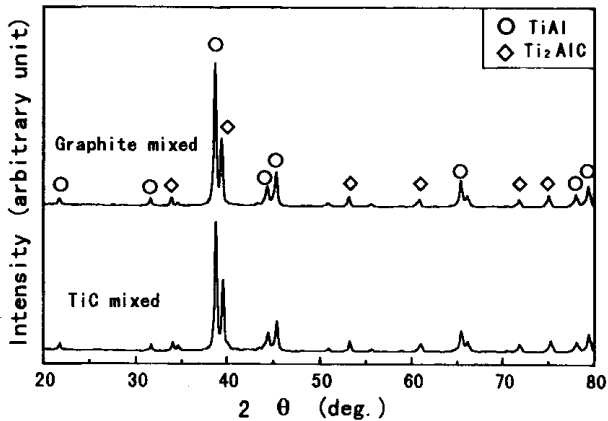


図3 5%C混合粉末から作製したHIP焼結体のX線回折パターン（ミリング時間：360ks）

にもTiAlとTi<sub>2</sub>AlCの回折ピークしか確認できずTi<sub>3</sub>AlやTiCなどのピークは見られなかった。また、炭素濃度が高くなるほどTi<sub>2</sub>AlCのピーク強度比は大きくなっていった。これらの結果より、今回作製した各混合粉末の焼結体はすべて炭化物系セラミックスTi<sub>2</sub>AlCとTiAlの2相のみから構成される複合体であることが分かった。

図4に各焼結体のマイクロ組織を示す。TiC混合粉末の焼結組織は明確な2相組織となっている。1%Cにおいてはマトリックス中に数μmの粒子が分散した組織を呈しているが、X線回折の結果よりマトリックスはTiAl、分散粒子はTi<sub>2</sub>AlCと考えられる。このTi<sub>2</sub>AlC粒子は炭素濃度とともに増加し5%Cでは結合、成長し、さらに12.5%Cになるとネットワークを形成している。一方黒鉛混合粉末の焼結組織は非常に微細であり、1%C及び5%Cではサブμmオーダーとなっている。これらより、TiCに比べ層状構造の黒鉛はミリングで十分微細化、分散し、焼結時にTi<sub>2</sub>AlCがより均一かつ微細に析出すること、つまり分散相を形成する原料粉末の粒径や機械的特性が、焼結組織ひいては物性に影響を及ぼすものと考えられる。

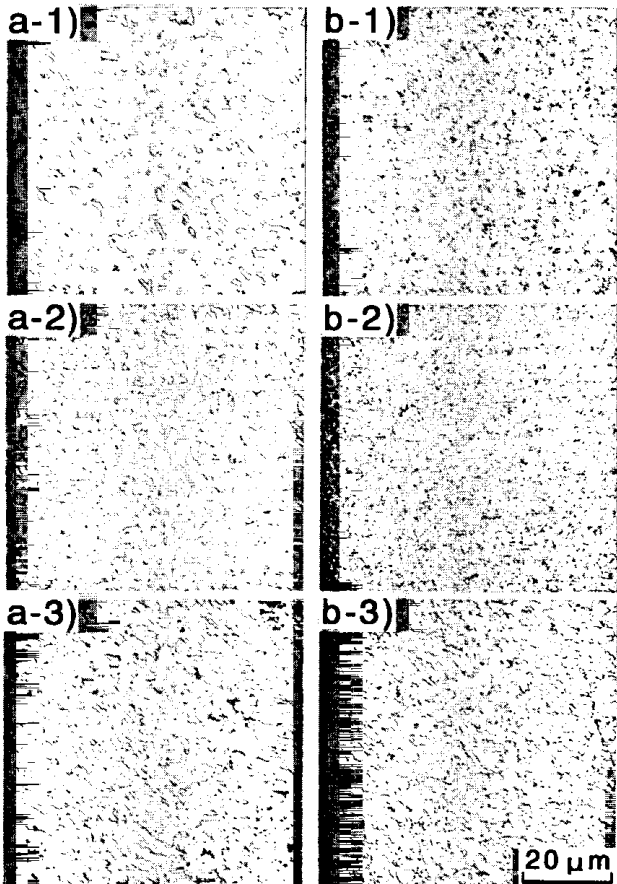


図4 各HIP焼結体のマイクロ組織  
 a-1) 1%-TiC    b-1) 1%-黒鉛  
 a-2) 5%-TiC    b-2) 5%-黒鉛  
 a-3) 12.5%-TiC    b-3) 12.5%-黒鉛

図5に各焼結体の常温硬度測定結果を示す。いずれの混合粉末の場合も炭素濃度の増加とともに焼結体は硬くなり、相対的に黒鉛混合粉末の方が硬い傾向にある。すなわち、Ti<sub>2</sub>AlC相が大量かつ微細に分散する程硬度は高くなる事が分かる。また、Ti<sub>2</sub>AlC相の体積比率が最も高い（計算上では約50%）12.5%C混合粉末の焼結体硬度は650Hv程度であることから、Ti<sub>2</sub>AlC単体はセラミックスとしては非常に軟質であり、TiAl材料の分散強化への寄与は小さいと予想される。

本検討当初は、焼結時に硬質のTiCが析出あるいは残存することを期待していたが、実際はTi<sub>2</sub>AlCのみが析出する結果となった。間接的にも、Ti粉末、Al粉末、黒鉛粉

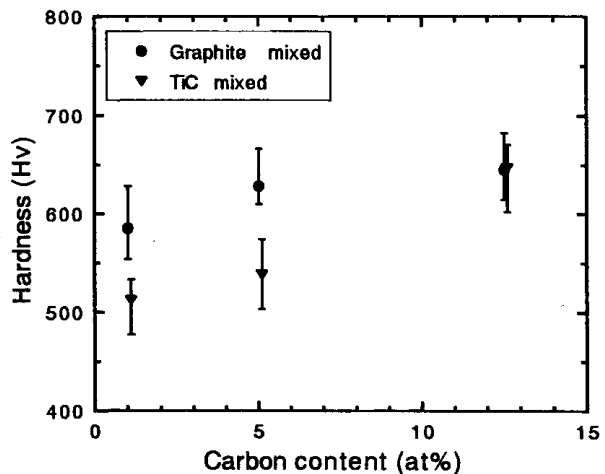


図5 混合粉末炭素濃度とHIP焼結体硬度の関係（試験荷重：0.98N）

末の混合粉末から自己燃焼法による複合材料の作製を試みているがやはり同様な結果を得ており<sup>4)</sup>、TiCより熱的に安定(生成熱が大きい)であろうTi<sub>2</sub>AlCがTi-Al燃焼反応時の激しい発熱で生成したと考察している。MA及びHIP法による複合材料作製プロセスにおいて、炭化物生成に関与する主な熱源はHIP焼結時の非晶質粉末の結晶化に伴う発熱及び炉熱である。そこで、これらの熱を低減した場合、すなわちTiAl結晶質粉末とTiC粉末の混合粉末(ミリングはしない)及び黒鉛混合粉末(ミリング時間360ksの非晶質粉末)を低温(1273K)でHIP焼結した場合にTiCが析出するかどうか確認してみた。図6に両試料のX線回折パターンを示すが、いずれにもTiCの回折ピークは認められず図3で示した焼結温度1473Kの場合と同様なパターンである。これらの結果より、Ti-Al-C系混合粉末の焼結時には、粉末の種類や性状及び焼結条件に依らず炭化物としてTi<sub>2</sub>AlCが析出し易く、粉末原料からTiC/TiAl複合材料は作製できないと考えられる。

#### 4 結 語

MA法及びHIP法を用いた炭化物系セラミックス分散TiAl基複合材料の作製技術に関し、原料粉末種の複合組織への影響を確認するため、Ti-Al-黒鉛混合粉末及びTi-Al-TiC混合粉末のMA後の性状や焼結組織について比較検討し、以下の結論を得た。

(1) MAすなわちボールミリングにより、黒鉛混合粉末からTi-Al-C系非晶質粉末、TiC混合粉末からはTiC相と非晶質相の複合粉末が合成され、黒鉛及びTiCにはミリング粉末の非晶質化を促進させる作用がある。

(2) ミリング粉末のHIP焼結体はいずれの混合粉末の場合も分散相Ti<sub>2</sub>AlCとマトリックスTiAlの2相から構成される複合体であるが、黒鉛混合粉末の方が微細な組織であり常温硬度も高い。この差はミリング粉末中のTiCと黒鉛の分散状態、つまり分散相を形成する原料粉末の粒径や機械的特性の違いによるものと考えられる。

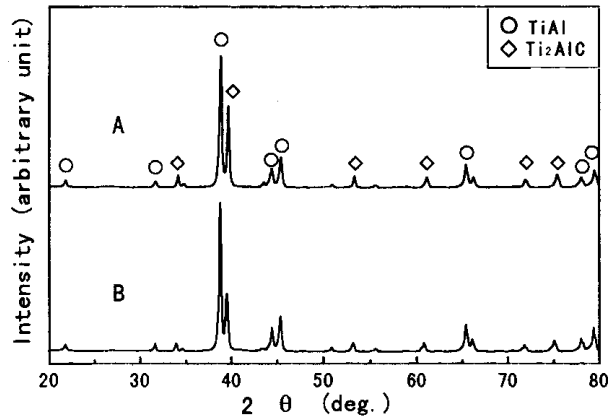


図6 1273KHIP焼結体のX線回折パターン

- A) 5%C-TiAl-TiC混合粉末(ミリング無し)
- B) 5%C-黒鉛混合粉末(360ksミリング)

(3) Ti-Al-C系混合粉末の焼結時には、粉末の種類や性状及び焼結条件に依らず炭化物としてTiCよりTi<sub>2</sub>AlCが優先的に析出する。

本研究の実施に関し、通産省工技院東北工業技術研究所の橋本等氏からご助言いただいたことを記し、謝意を表します。

#### 文 献

- 1) 坂本 昭：金属、62, 48(1995)
- 2) J. M. Panchal and T. Vela : Metal Powder Industries Federation, 2, 497(1990)
- 3) 鎌田政智、高木節雄、徳永洋一：粉体および粉末冶金、39, 830(1992)
- 4) 間瀬 博、津田 大、中山 豊：粉体および粉末冶金、39, 468(1992)
- 5) 時実正治：工業材料、40, 54(1992)
- 6) 吉田敏裕、鎌田公一：岩手工技セ研報、1, 61(1995)
- 7) 吉田敏裕、鎌田公一：岩手工技セ研報、2, 69(1995)
- 8) 小泉、西原：等方加圧技術、日刊工業新聞社(1988)

[研究報告]

## トリアジンチオール処理ステンレス板とナイロン樹脂の射出成形による接着\*

佐々木英幸\*\*、小林伊智郎\*\*\*

電解重合法を用いてステンレス板上にトリアジンチオール化合物ポリマー(TTP)の皮膜を形成し、ステンレス板とナイロン樹脂を射出成形で直接接着する方法について検討した。TTPは、電解重合条件により数Å～数100Åの皮膜を形成するが、約200Å以上でステンレス板とナイロン樹脂を強固に接着し、6MPa以上の引張せん断強度を与えた。接着の機構は、TTPのトリアジン環とナイロン分子鎖末端アミノ基と間の化学結合の形成であると考えられる。

キーワード：トリアジンチオール、射出成形、接着、電解重合

## Adhesion of Nylon Resin of Stainless Steel Sheet Treated with Triazine Thiols by Injection Molding

SASAKI Hideyuki, KOBAYASHI Ichirou

A method to adhere nylon resin to stainless steel sheet by injection molding was investigated. For this investigation of adhesion, triazine thiol polymer(TTP) coating was made on the surface of stainless steel sheet by electropolymerization of 1,3,5-triazine-2,4,6-trithiol monosodium salt. Nylon resin showed good adhesion to stainless steel sheet with TTP coating. In the case of thickness of TTP coating above 200 Å, adhesive strength exceeded 6MPa in a shearing test. The mechanism of adhesion is believed to be the formation of chemical bonding between triazine ring in the TTP and terminal amino-group in the nylon resin.

key words : triazine thiol, injection molding, adhesion, electropolymerization

### 1 緒 言

金属とプラスチックの射出成形による接着技術が、自動車の防震部品や電気電子製品の封止部品の製造方法として求められている。異種材料の接着方法としては一般に接着剤が用いられるが、射出成形では接着剤の金型汚損や作業性などに配慮する必要がある。

著者らは、接着剤を用いない新しい方法として、トリアジンチオール化合物水溶液で処理した黄銅板、リン青銅板、ニッケルメッキ板がABS樹脂、ナイロン樹脂と射出成形で直接接着できることを報告してきた<sup>1)~7)</sup>。この接着は、水溶液浸せきにより金属板上に形成されたトリ

アジンチオール金属塩皮膜と樹脂官能基との間の化学結合によるもので、金属板上に形成された皮膜には粘性が無く金型汚損の心配がない。皮膜は、金属が電子を放出しトリアジンチオールと塩を形成する酸化と、溶存酸素が電子を受け取りヒドロキシオンとなる還元<sup>7)</sup>の電気化学反応によって形成される<sup>7)</sup>。この接着技術を、ステンレスに応用することは工業的に重要である。しかし、ステンレスでは、その表面が耐食性の高い酸化皮膜で覆われており、浸せき処理では電気化学反応が起こればトリアジンチオール金属塩皮膜を形成しないことをこれまでの検討で確認している。

\* 金属とプラスチックの一体成形技術に関する研究(第6報)

\*\* 化学部

\*\*\* (有) トーノ精密

本研究では、電解重合法を用いてステンレス板上にトリアジンチオールポリマー皮膜を形成し、ナイロン樹脂と射出成形で直接接着する方法について検討した。

## 2 実験方法

### 2-1 供試材料

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-トリチオールモノナトリウム塩(TTN)をメタノールで精製して用いた。ナイロン樹脂は、宇部興産(株)製の6-ナイロン樹脂1022Bを、ステンレス板(60×60×1mm)は市販のSUS304をアセトンで脱脂して用いた。その他試薬は市販の特級品を用いた。

### 2-2 電解重合処理

ステンレス板の電解重合処理は、三電極方式のポテンシostatを用い、所定濃度のTTN水溶液の入った電解槽にステンレス板を作用極(陽極)、白金板を対極(陰極)とし、また、電解槽と参照槽を塩橋で接続して参照極には飽和カロメル電極を用い、所定電位を所定時間印荷した。処理面積は片面で約60×20mmとした。電解重合処理したステンレス板は、蒸留水、メタノールで洗浄し、60℃温風で乾燥し試験片とした。

### 2-3 接着試験片の成形と接着強度の測定

電解重合処理した試験片を金型内に挿入し、シリンダ温度245℃、射出圧力100MPa、射出率30cm<sup>3</sup>/s、金型温度100℃の条件で前報<sup>1)2)</sup>と同様の接着試験片を成形した。この接着試験片の引張せん断試験を前報<sup>1)2)</sup>と同様に行い、このときの最大せん断荷重を処理面積で割って接着強度を求めた。

### 2-4 電解重合処理ステンレス板の表面分析

電解重合処理したステンレス板の表面は、FT-IR及びESCAで分析し、重合皮膜の厚さは、エリプソメーターで測定した。

## 3 結果と考察

### 3-1 ステンレス板上へのトリアジンチオール皮膜の形成

チオール基を有するメルカプタンやチオラートアニオンは、電気分解(電解)により陽極上で酸化され電子を放出しチルラジカルとなりこれがカップリング開始剤となって二分子がジスルフィド(-S-S-)結合することが知られている<sup>3)</sup>。チオール基を2個有するチオラートアニオンであるTTNは、3個の反応点を持っていることから

陽極上で酸化され他の分子と逐次ラジカルカップリングによりジスルフィド結合を次々と形成し高分子化することが予想される。

また、1,3,5-トリアジン-2,4,6-トリチオール(TT)は過酸化水素などの酸化剤に容易に酸化されて電解酸化と同様にジスルフィド結合を形成し、溶剤不溶で融点のないの三次元重合体(TTポリマー)を生成することを確認している。

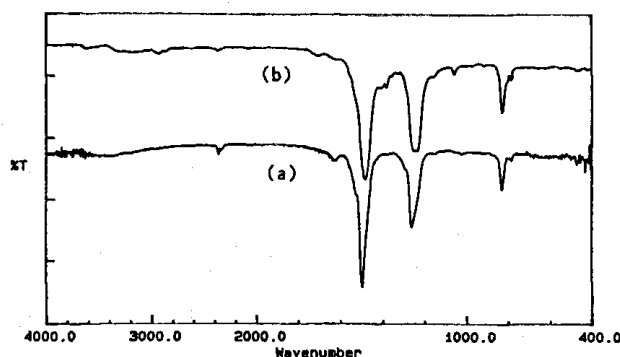


図1 (a)電解重合処理ステンレス板及び(b)メタノール中で過酸化水素により酸化重合したTTのIRスペクトル

図1に、電解重合処理したステンレス板表面及びTTのメタノール溶液に過酸化水素を加えて沈殿生成した重合体のIRスペクトルを示す。この二つのスペクトルはほぼ一致しており、1480cm<sup>-1</sup>、1240cm<sup>-1</sup>にトリアジン環骨格振動、830cm<sup>-1</sup>にC-S伸縮振動と考えられるピークが認められるものの、TTN及びTTのチオール型に特徴的な460cm<sup>-1</sup>付近のS-H変角振動のピーク、あるいはこれらの互変異性体であるチオン型に特徴的な3200cm<sup>-1</sup>付近のN-H伸縮振動や1140cm<sup>-1</sup>付近のC=S伸縮振動のピークは認められない。ステンレス板上の皮膜は溶剤に不溶であり、ESCAスペクトルからはC, S, N, Oの元素のみが確認された。これらのことは、電解によりTTNの全てのチオール基およびチオラートがジスルフィド結合を形成し、ステンレス板上にTTポリマー皮膜が形成していることを示す。

図2に、TTポリマー皮膜厚さと電解電位の関係を示す。電解電位1V以下ではほとんど皮膜が形成されない。1V以上では電位とともに膜厚が増加するが、2V以上ではほぼ200Åで一定となる。直井らは、2,5-ジメルカプト-1,3,4-チアジアゾールの電解重合で、二つの酸化ピークがあり第一酸化電位(0.9V)付近では溶媒に可溶の二量体が生成し、第二酸化電位(1.4V)付近でポリマーが析出することを示している<sup>3)</sup>。TTNの電解においても同様に1V以下では主にメタノール可溶のTT二量体が生成し、1V以上では三次元のTTポリマーが生成すると考えられる。

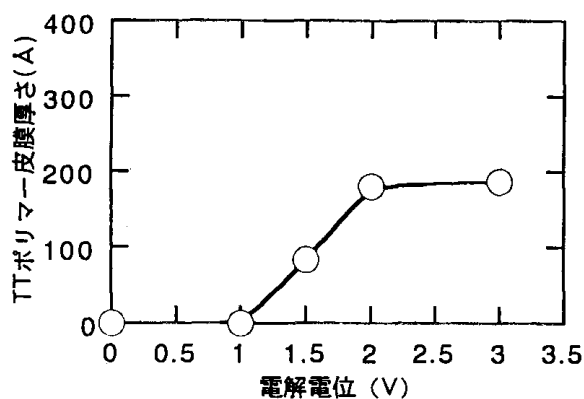


図2 皮膜厚さと電解電位の関係  
TTN溶液濃度5mmol/l, 電解処理時間5分

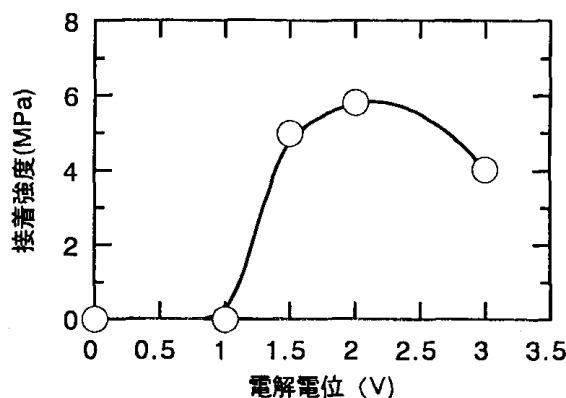


図4 ステンレス板とPA6の接着強度に及ぼす電解電位の影響  
TTN溶液濃度5mmol/l, 電解処理時間5分

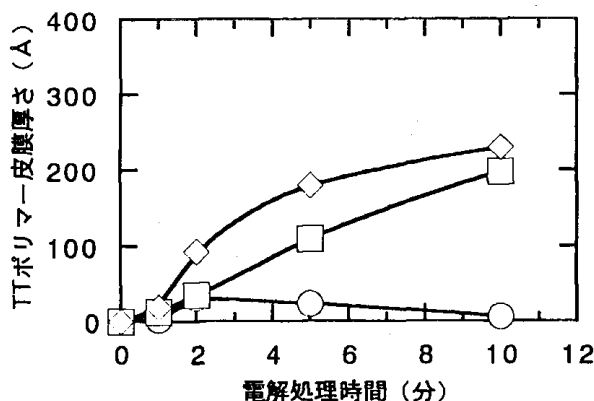


図3 皮膜厚さと電解処理時間の関係  
○: TTN溶液濃度1mmol/l, 電解電位2V  
△: " 3mmol/l, " 2V  
◇: " 5mmol/l, " 2V

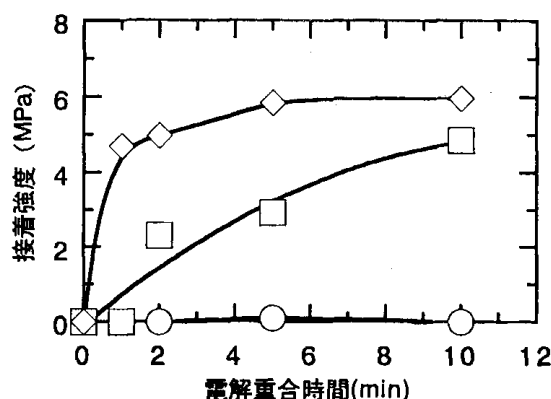


図5 ステンレス板とPA6の接着強度に及ぼす電解重合時間及びTTN水溶液濃度の影響  
○: TTN溶液濃度1mmol/l, 電解電位2V  
△: " 3mmol/l, " 2V  
◇: " 5mmol/l, " 2V

図3に、電解重合処理時間とTTポリマー皮膜厚さの関係を示す。皮膜厚さは、電解処理時間とともに増加し、約200Åとなる。しかしTTN溶液濃度が1mmol/lの場合は、ほとんど皮膜が形成されない。これは、TTN濃度が低く生成したチルラジカルが他の分子と逐次カップリングする前にチルラジカル同士で結合し二量体程度の結合で終わるためと考えられる。

### 3-2 電解重合処理ステンレス板とナイロン樹脂との接着強度

図4に、電解電位と接着強度の関係を示す。電解電位1V以下では全く接着しない。1.5~2Vでは5MPa以上の強固な接着を示す。しかし、3Vでは接着強度が低下する。3Vでは、陽極であるステンレス板表面近傍で水の加水分解が起こり生成した水素イオンとTTアニオンが結合し、ジスルフィドを形成しない単体のTTが皮膜中に混入するため三次元結合の弱い皮膜となり接着強度が低下するものと考えられる。

図5に、異なる濃度における電解重合時間と接着強度

の関係を示す。接着強度は、TTN溶液濃度に依存し1mmol/lでは電解時間を長くしても接着しないが、TTN溶液濃度5mmol/lでは、1~2分程度の短い電解時間でも約5MPaの接着強度を示し、5分以上ではナイロン樹脂の母材破断に至る6MPa以上の強度が得られる。

これらの結果を、前述した皮膜厚さとの関係から考察すると、およそ200Å以上の皮膜が形成されると強固に接着できるものと考えられる。

### 3-3 接着の機構

著者らは、前報<sup>3)</sup>でTTN処理したリン青銅板とナイロン樹脂の接着の機構について、ナイロン分子鎖末端のアミノ基とTT-Cu塩の化学反応を示唆した。本報の接着の機構でも、同様にナイロン分子鎖末端のアミノ基あるいはカルボキシル基とTTポリマーとの化学反応が予想される。そこで、本報における接着機構を明らかにする目的で、電解処理したステンレス板を、炭酸ナトリウムを加え中和し80℃に加温したグリシンメチルエステル塩酸塩

の水溶液及び100°Cに加温したn-ヘキサン酸に1分間浸せきし、TTポリマーとの反応性を検討した。浸せき後ステンレス板は、蒸留水、メタノールおよびアセトンで洗浄し乾燥してIRスペクトルを測定した。

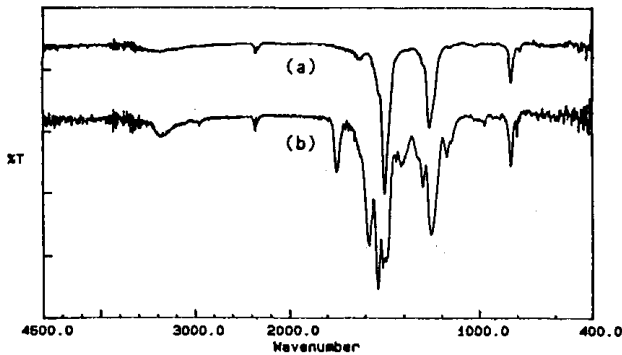


図6 グリシンメチルエステルの水溶液への浸せきによる電解重合処理ステンレス板のIRスペクトルの変化  
(a) 浸せき前、(b) 浸せき後

図6に、グリシンメチルエステルの水溶液に浸せきしたステンレス板のIRスペクトルを示す。スペクトルには、 $1500\text{cm}^{-1}$ 、 $1250\text{cm}^{-1}$ 、 $830\text{cm}^{-1}$ 付近のTT皮膜に帰属されるピークの他に、 $3350\text{cm}^{-1}$ 付近にN-H伸縮、 $2950\text{cm}^{-1}$ にC-H伸縮、 $1750\text{cm}^{-1}$ にC=O伸縮、 $1580\text{cm}^{-1}$ にC=N伸縮、 $1530\text{cm}^{-1}$ にN-H変角などの振動と考えられるピークが認められる。これは、皮膜中のTTとグリシンメチルエステルが反応し、メチルアセトアミノトリアジンジチオールが生成したことを示す。一方、n-ヘキサン酸に浸せきしたステンレス板では全く変化が認められなかった。

これらのことは、接着の機構がナイロン分子鎖末端のアミノ基とTT皮膜中のトリアジン環との化学結合の形成であることを示唆する。

#### 4 結 論

電解重合でステンレス板にトリアジンチオールポリマー皮膜を形成することにより、射出成形でナイロン樹脂と強固に接着できることを示した。

TTN溶液濃度 $5\text{mmol/l}$ 、電解電位 $2\text{V}$ 、電解時間5分以上の条件で処理したステンレス板上には約 $200\text{\AA}$ 以上のTTポリマー皮膜が形成され、このようなステンレス板では $6\text{MPa}$ 以上のナイロン樹脂での母材破断に至る接着強度が得られた。

本研究の成果により、浸せき処理ではトリアジンチオールの皮膜が形成されない金属についてもナイロン樹脂との接着の可能性が開かれた。

#### 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, (1993)
- 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) 佐々木英幸、小向隆志、小林伊智郎：岩手県工業技術センター研究報告, 2, 63, (1995)
- 8) 直井勝彦、大浦靖：表面技術, 46(12), 1110, (1995)
- 9) K. Naoi, Y. Oura, Y. Iwamizu, N. Oyama: *J. Electrochem. Soc.*, 139, 3090 (1995)



## 無機系産業廃棄物の窯業原料への利用 \*

佐々木秀幸\*\*、谷藤 眞一\*\*\*

無機系産業廃棄物を窯業原料として利用するために、数種類の無機汚泥を混合してタイルの試作試験を行った。3種類の汚泥を適切な割合で混合処理することによりタイルのJIS規格を満たすことができた。適正焼成温度は1000℃前後であり、十分な強度が得られた。

キーワード：廃棄物、スラッジ、再利用、焼成

## Utilization of Inorganic Waste Sludge as Ceramic Raw Materials

SASAKI Hideyuki, TANIHUJI Shinichi

We produced tiles by way of experiment from the mixture of several kinds inorganic waste sludge for utilize to ceramic raw materials. The tile made with mixture of 3 kinds sludge in appropriate ratio passed Japanese Industrial Standard(A5209). Suitable sintering temperature was about 1000 degrees, and the trial product had sufficient strength to use.

key words : waste, sludge, recycle, sintering

### 1 緒 言

近年産業廃棄物に対する関心の高まりとともに、各分野で様々な再資源化が行われている。しかし、工場系の無機汚泥は、依然として大部分が埋立処分されており、その再資源化技術の開発が要求されている。我々は無機汚泥の分析方法を検討するとともに<sup>1)</sup>、数種類の汚泥について、年間の成分変動、焼成による鉱物組成や成分の変化、溶出特性を調査した<sup>2)</sup>。

今回これまでの結果をもとに、各種の無機汚泥を窯業原料として再資源化するため、各汚泥を混合比を変えたタイル状成型体を作成し、各種様温度で焼成し、窯業原料化の可能性を検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 成型体の作成

汚泥中最も再資源化が望まれているものがメッキスラ

表1 汚泥試料の主な含有成分

単位：wt%

	含水率	Ig. loss	Si	Ca	Al	Fe	Mg	P	S	Na	K
メッキスラッジ	75.41	83.33	2.05	7.96	12.25	0.65	0.20	5.43	1.27	0.51	0.01
生コンスラッジ	67.92	28.30	11.41	28.70	3.14	2.37	0.95	0.03	0.34	0.68	0.28
ガラス研磨スラッジ	33.73	35.01	31.01	0.43	0.07	-	-	-	-	6.71	8.27

含水率以外の値はすべて105℃乾燥試料に対する含有量を示す。

\* 産業廃棄物の再利用（第3報）

\*\* 化学部

\*\*\* 高弥環境整備株式会社

ッジであるため、これを最低20%以上含むこととし、媒溶原料としてガラス研磨スラッジ、非可塑性原料として生コンスラッジを加え3成分系で成形体を作成した。3種類の汚泥は105℃で乾燥し使用した。含有成分を表1に示す。なお、強熱減量が多い汚泥は、900℃で仮焼し使用した。これらをそれぞれボールミルで30分粉碎し、V型混合機で所定の混合比で10分間混合攪拌した後、水20%を加え、油圧プレス機により圧力300kg/cm<sup>2</sup>で金型成形した。

金型はφ20mmの円柱状(混合試料2g)と、100mm×100mmの正方形(混合試料100g)とした。試料は成形後105℃で乾燥し、電気炉により800~1100℃で焼成した。

設定温度までの昇温時間、及び保持時間はそれぞれ3時間で、焼成後は炉内自然冷却とした。実験のフローを図1に示す。

3 結果及び考察

3-1 窯業原料として最適な汚泥混合領域・焼成温度

最適な汚泥混合領域を特定するため、φ20mm金型を使用し、厚さ約10mmの成形体を20%区分ごとの混合比で作成し、これを800、900及び1000℃で焼成した。焼成後、その外観から最適な汚泥混合領域を推定した。

つぎに、この混合領域につき100mm×100mmのタイル状成形体を作成して同様に焼成した。その外観(亀裂、溶融等)、変形(ばち、反り)、熱収縮率、曲げ強さをを陶磁器質タイルの規格(JIS A 5209)により測定し、混合領域、焼成温度と物性変化について検討し、基準(磁器質床タイル)と比較した。最適混合領域を図2

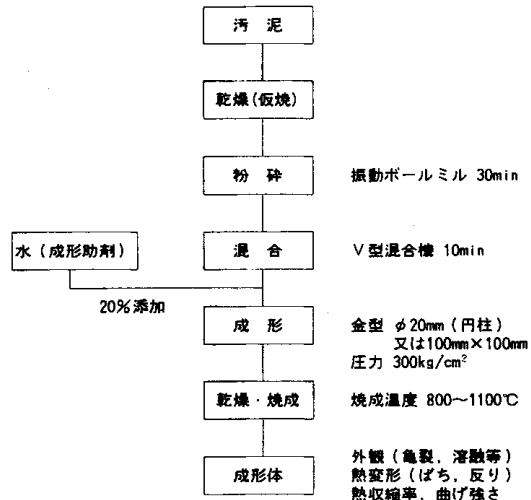


図1 実験のフロー

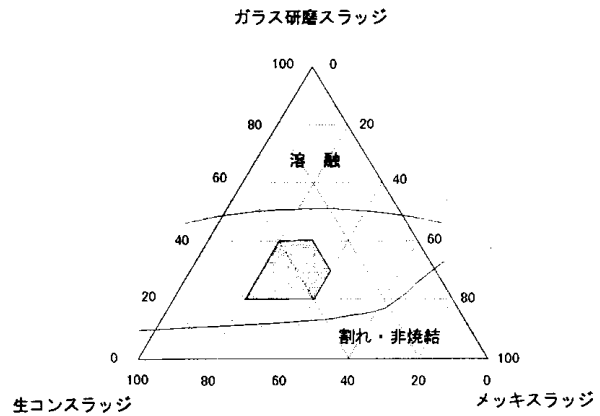


図2 乾燥汚泥3成分の最適混合領域

に示す。

1000℃においてはガラス研磨スラッジ50%以上で明らかな溶融、収縮が見られ、ガラス研磨スラッジが少ない

表2 成形体番号と各汚泥の混合比

汚泥試料 / 成形体 No.	1	2	3	4
メッキスラッジ (105℃乾燥)	20	20	—	—
メッキスラッジ (900℃仮焼)	—	—	20	20
生コンスラッジ (105℃乾燥)	50	40	—	—
生コンスラッジ (900℃仮成)	—	—	50	40
ガラス研磨スラッジ (105℃乾燥)	30	40	30	40
水 (成形助剤)	20	20	20	20
成形体厚さ (mm)	6.9	7.0	6.1	6.0
成形性の良さ (○:良, △:不良)	○	○	△	△

くメッキスラッジが多くなると割れ、非焼結が見られる。

また、最適領域内でもメッキスラッジの含有量が少ない方が好結果が得られた。

なお、仮焼をした試料についてもほぼ同じ結果が得られた。

### 3-2 各成形体の焼成による外観の変化

3-1の結果から、表2の混合比でタイル状の成形体を作成し、800～1100℃の範囲で焼成した。成形体3、4は焼成時の熱収縮を抑えるために仮焼試料を使用したものである。初めに外観結果を表3に示す。発泡、溶融は、1000℃まではほぼ許容範囲内であるが、1100℃では急激に発泡、膨張あるいは溶融の発生が見られた。

また、き裂は比較的早い段階から現れ、特に成形体1、2で大きく現れる。き裂は冷却段階でなく焼成過程で発生するが、原因は過大な収縮や、成形体内の密度の不均一による熱収縮差であると考えられる。これは仮焼試料では、き裂が少なくなることから熱収縮に原因があることが推測できる。

なお、1100℃以上の焼成では、溶融により形状が完全に崩れて、測定不能の項目があり以下は800～1000℃の焼成結果について述べる。

### 3-3 焼成による平均収縮率変化

全体の焼成収縮を見るため、成形体各辺の平均収縮率を測定した。その結果を図3に示す。各成形体とも焼成収縮率はほぼ同じような挙動を示しており、素地全体が900℃から1000℃で溶化して急激な熱収縮（焼結）が起こることが分かる。

仮焼試料では5～10%前後収縮が抑えられ、寸法精度の確保に有利になる。

### 3-4 焼成によるばち及び反り変化

磁器質床タイルの規格を基準値として、変形及び強度を測定した。

図4は4辺の最大差を示すばちの測定結果である。この基準値は2.0mmで、これと比較すればほぼ下回っているが、明らかに形状が歪んでいるものもあり、問題があった。ばちの変化は焼成収縮と同じように900～1000℃で大きく、かつ成形体1、2の方が大きかった。このことから、熱収縮が急激で大きいと形状を保持することが難しく、ばちも大きくなってしまふことが分かる。

また、収縮の小さい成形体3、4でも、ややばちが見られており、収縮を均一にするため試料の作成方法を改善する必要がある。

表3 各成形体の焼成結果（外観）

焼成温度 / 成形体 No.		1	2	3	4
800℃	割れ、き裂	△	×	○	△
	発泡、溶融	○	○	○	○
900℃	割れ、き裂	△	×	○	△
	発泡、溶融	○	○	○	○
1000℃	割れ、き裂	×	×	○	△
	発泡、溶融	○	△	○	△
1100℃	割れ、き裂	×	×	○	△
	発泡、溶融	×	×	×	×

\* ○：なし △：僅かにあり ×：あり

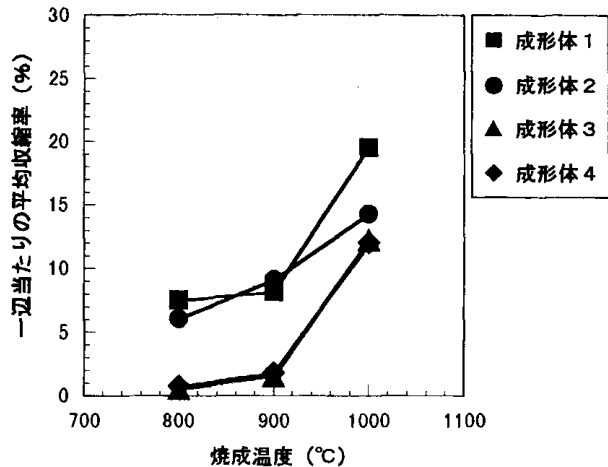


図3 焼成温度と収縮率変化

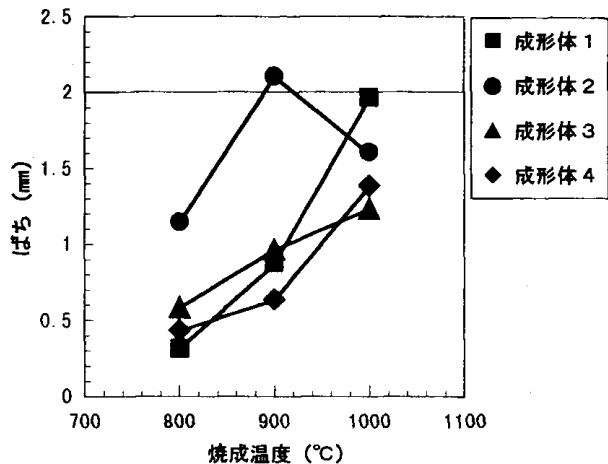


図4 焼成温度とばちの変化

図5は反りの変化を表したものである。これも基準値（でこ反り1.2mm，へこ反り0.9mm）以下であるが、1000℃まで焼成していくと全てへこ反りが見られた。これは、焼成表面部と底部（焼成板側）に熱勾配が生じ、表面部の溶融、収縮が早くなったためだと考えられる。この解消には、昇温速度の低下や炉内の成形体の配置を考える等の対策が必要である。また、成形体1、2では反

り変化も大きく、高温になると波形に変形しているのに対して、成形体3, 4は変形差が小さく、比較的安定していることから、仮焼も有効な対策の一つである。

### 3-5 焼成による曲げ強さの変化

次に、曲げ試験の結果を図6に示す。900～1000℃にかけて焼結が起り、急激に強度が高くなる。これは、融点が700℃前後のガラス研磨スラッジが溶融し、融点が高い他の汚泥のバインダーとなり固化するためと考えられる。また、各汚泥で焼成過程に発生するCaOやK<sub>2</sub>O等の低融点成分がSiO<sub>2</sub>と反応し、溶化が促進され、より低い温度で全体が焼結し、強度がさらに増加したと思われる<sup>3)</sup>。

また、各成形体の測定値を基準値の120N/cmと比較すると、全て下回っている。特に成形体1, 2は亀裂が大きく、実際よりも低い数値となった。しかし、今回の成形体の厚さは1000℃焼成時で5～6mm前後で、通常の床タイルの半分ほどの厚さであった。成形体3の混合比で試料の量を倍にしたところ(厚さ11.6mm)、曲げ破壊加重は181.2N/cmとなり、基準を満足する数値となった。曲げ破壊加重の基準を満たすためには、成形体を厚くすれば良い

## 4 結 言

無機系産業廃棄物の窯業原料への利用を目的とし、組成の異なる3種類の汚泥について、配合、成形、焼成により、磁器質床タイルの日本工業規格基準値と比較検討した結果、各乾燥スラッジの混合割合はガラス研磨スラッジ20～40%、生コンスラッジ30～60%程度が良く、メックスラッジは40%以下でなるべく少ない方が良かったことが分かった。焼成温度は焼結が起り、強度が増す1000℃前後が適当で、この時十分な曲げ強さも得られることが分かった。

また、仮焼によって焼成変形(割れ、き裂、収縮、そり等)は、基準値以下に押さえられる。

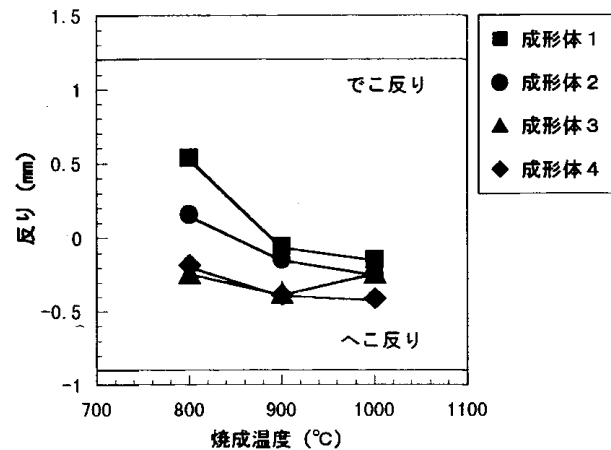


図5 焼成温度と反りの変化

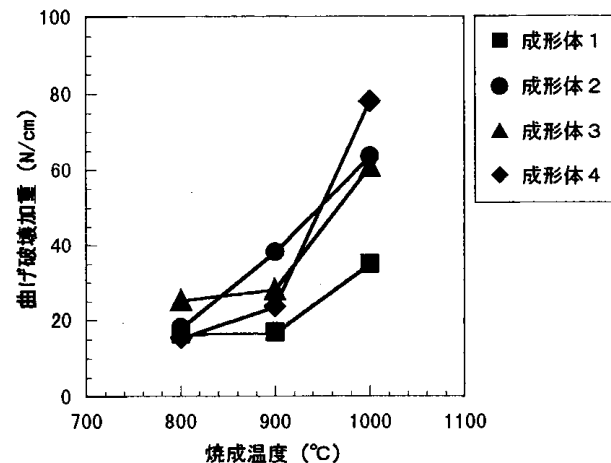


図6 焼成温度と曲げ破壊加重の変化

以上の結果より、無機系産業廃棄物汚泥の再資源化が可能と考えられる。

今後は更に細部にわたり諸条件について検討を重ね、実用化に対処する予定である。

## 文 献

- 1) 佐々木秀幸、谷藤真一：岩手工技セ研報,1,35(1994)
- 2) 佐々木秀幸、谷藤真一：岩手工技セ研報,2,79(1995)
- 3) 素木洋一：セラミックス製造プロセス,技報堂(1982)

## F P法による窯業原料の高精度迅速分析方法\*

酒井 晃二\*\*、吉田 敏裕\*\*、橘 秀一\*\*

窯業原料の迅速な化学分析法として fundamental parameter (FP) 法を用いた蛍光X線分析法を検討した。湿式分析値既知試料からそれぞれのFPを求め、同種または異種の原料に適用させた。その結果、同一組成試料のFP法による分析値と湿式分析の値は良く一致した。FP法は同一試料の変化測定を高精度かつ迅速に行うのに非常に有用である。

キーワード：窯業原料、蛍光X線分析、化学分析

## The Accurate and Rapid Analysis of Raw Porcelaine Materials by using X-ray Fluorescence Analysis with the Fundamental Parameter(FP) Correction Method

SAKAI Koji, YOSHIDA Toshihiro, TACHIBANA Syuichi

The accurate and Rapid chemical analysis of raw materials for porcelaines has been performed by X-ray fluorescence analysis with the fundamental parameter (FP) correction method. The FP was calculated from standard materials which were known chemical consists and applied for same and the other raw materials. The analytical results in same raw materials were good agreement with the value of chemical analysis with wet process. The FP-method was very adequate for the accurate and rapid analysis of the changing of same raw materials consists.

key words : raw porcelaine materials, X-ray fluorescence analysis, chemical analysis

### 1 緒 言

粘土鉱物を窯業原料へ利用するためには、鉱物組成、化学成分等性状を的確に把握する必要がある。化学組成分析法は一般的に湿式分析法によるが長時間を要し、効率的でない。窯業製品製造ラインで原料配合、焼成等諸条件を追跡する場合、出来るだけ短時間で分析値を得る必要がある。

そこで、より正確により迅速な分析方法が望まれるが、現在のところ湿式分析法以上に基礎的な信頼を得ている方法は存在しない。一般に、蛍光X線分析により大まかな化学組成比を得ているものの、分析精度は検量線に用いる標準物質とマトリックス効果の補正計算に用いるモデルとに支配される<sup>1)</sup>。しかしながら、新規または未知原料には標準物質が存在しないことが多い。

そこで、標準物質には湿式分析値既知試料を、マトリ

ックス効果の補正にはファンダメンタルパラメーター(FP)法<sup>2) 3)</sup>を用いる蛍光X線分析方法について検討した。試料には、県内3事業所の湿式分析値既知試料を用いて蛍光X線分析法で得られた値との間にファンダメンタルパラメーターを求めた。また、その他の試料に適用させることも検討した。

### 2 実験方法

#### 2-1 試料

県内3事業所において現在使用されている坯土A、B、Cを使用した。

#### 2-2 分析方法

##### 2-2-1 湿式分析

J I S M 8852-1976 けい石分析方法に準拠した。

\* 県産資源の利用化事業に関する報告 (第2報)

\*\* 化学部

2-2-2 蛍光X線分析

試料調整：500  $\mu$  のふるいを全通させた坯土を 105 ~ 110  $^{\circ}$ C のオーブンで乾燥し、恒量に達したものをさらにめのう乳鉢で細粉した。これを事前焼成して鉱物的影響を除去し、プリケット法で供試試料を調整した。

使用装置：蛍光X線分析装置 理学 3270

2-3 fundamental parameter (FP) 法について

蛍光X線分析には湿式分析法などと比較して下記のような特徴<sup>2)</sup>がある。

(1) 利点

(a) 迅速分析

測定精度との関連はあるが、通常では1試料の1元素測定で10~100秒程度。

(b) 非破壊分析

測定による試料の変化が少なく反復測定が可能であり、測定結果の客観的再現性がある。

(c) 物質の状態によらない

試料の化学的な結合状態には無関係であり、個体、液体、結晶質、非晶質などの状態によらない。

(d) 試料調整が容易

(2) 欠点

(a) 絶対値分析不能

定量分析には標準試料を必要とする。

従来の蛍光X線における定量分析では、被検試料とマトリックスが類似した標準試料により、検量線を作成するという方法が用いられている。この場合、分析手順は次のようになる。

イ. 分析対象と同種の標準試料を準備。

ロ. 標準試料を測定し、得られたX線強度と含有率の相関から、検量線を回帰する。

ハ. 共存元素の含有範囲が広く、マトリックス補正を必要とする場合、より多くの標準試料からマトリックス補正定数を求める。

ニ. 未知試料を測定し、そのX線強度からイ~ハで求めた検量線定数、マトリックス補正定数を用いて含有率を算出する。

上記のように、従来の検量線法では標準試料の多少・良否が分析精度のキーポイントになっており、イ~ハの準備作業に多大な労力が必要であった。また、新規な素材や材料などには標準試料がない場合が多く、蛍光X線分析を適用する上での障害になっていた。

表1 試料Aの理論X線強度と実測X線強度

スペクトル	理論X線強度 Y	実測X線強度 X	装置感度更正值 Y/X
Si-K $\alpha$	52.3432	131.7500	0.39729E+000
Al-K $\alpha$	10.9942	1.8095	0.60758E+001
Fe-K $\alpha$	14.1570	81.0050	0.17477E+000
Ti-K $\alpha$	1.8121	3.8313	0.47296E+000
Mn-K $\alpha$	0.0594	0.6828	0.87037E-001
Ca-K $\alpha$	0.3050	3.4031	0.89633E-001
Mg-K $\alpha$	0.2106	0.4071	0.51723E+000
Na-K $\alpha$	0.0696	0.0432	0.16117E+001
K-K $\alpha$	2.3627	25.1300	0.94020E-001
P-K $\alpha$	0.0162	0.4023	0.40337E-001

表2 試料Bの理論X線強度と実測X線強度

スペクトル	理論X線強度 Y	実測X線強度 X	装置感度更正值 Y/X
Si-K $\alpha$	50.7147	55.2060	0.91864E+000
Al-K $\alpha$	11.8479	0.5082	0.23314E+002
Fe-K $\alpha$	13.3479	78.5790	0.17661E+000
Ti-K $\alpha$	1.8383	3.7099	0.49551E+000
Mn-K $\alpha$	0.0603	0.6082	0.99217E-001
Ca-K $\alpha$	0.2953	3.2518	0.90804E-001
Mg-K $\alpha$	0.1958	0.0779	0.25133E+000
Na-K $\alpha$	0.0652	0.0150	0.43441E+001
K-K $\alpha$	2.1776	19.8470	0.10972E+000
P-K $\alpha$	0.0219	0.3412	0.64046E-001

FP法は、質量吸収係数、蛍光収率、X線源のスペクトル分布などの物理定数 (fundamental parameter) を用いて、蛍光X線強度理論式より理論X線強度を求め、測定X線強度との対比を行って含有率を算出する方法である<sup>3) 4)</sup>。

3 結果と考察

3-1 理論X線強度と測定X線強度

表1から表3に試料AからCのFP法によって得られた理論X線強度と測定X線強度を示す。

理論X線強度と測定X線強度の比から各元素における装置感度更正值 (質量吸収係数、蛍光収率、X線源のスペ

F P 法による窯業原料の高精度迅速分析方法

表3 試料Cの理論X線強度と実測X線強度

スペクトル	理論X線強度 Y	実測X線強度 X	装置感度修正値 Y/X
Si-K $\alpha$	53.0526	167.8700	0.31603E+000
Al-K $\alpha$	10.8911	2.7437	0.39695E+001
Fe-K $\alpha$	13.1741	67.9480	0.19388E+000
Ti-K $\alpha$	1.6070	3.3683	0.47708E+000
Mn-K $\alpha$	0.1191	0.6049	0.19691E+000
Ca-K $\alpha$	0.2630	2.9037	0.90589E-001
Mg-K $\alpha$	0.1858	0.7593	0.2447E+000
Na-K $\alpha$	0.0785	0.1264	0.62074E+000
K-K $\alpha$	2.3590	24.9290	0.94627E-001
P-K $\alpha$	0.0108	0.3552	0.30420E-001

表5 試料B分析結果

成分	通常 蛍光X線分析	F P 法 蛍光X線分析	湿式分析法
SiO <sub>2</sub>	46.0	74.00	74.07
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8.00	19.52	19.47
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	22.0	1.80	1.80
TiO <sub>2</sub>	6.90	0.75	0.76
MnO	0.095	0.01	0.01
CaO	1.90	0.22	0.23
MgO	-	0.56	0.57
Na <sub>2</sub> O	-	0.49	0.49
K <sub>2</sub> O	13.0	2.55	2.55
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.088	0.04	0.04
OTHERs	2.364	-	-
計	100.347	99.94	99.99

表4 試料Aの分析結果

成分	通常 蛍光X線分析	F P 法 蛍光X線分析	湿式分析法
SiO <sub>2</sub>	63.0	74.91	74.97
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15.0	18.19	18.16
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8.60	1.94	1.92
TiO <sub>2</sub>	3.00	0.77	0.75
MnO	0.039	0.01	0.01
CaO	0.96	0.24	0.23
MgO	0.23	0.62	0.62
Na <sub>2</sub> O	-	0.51	0.53
K <sub>2</sub> O	8.20	2.78	2.77
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.045	0.03	0.03
OTHERs	0.822	-	-
計	99.896	100.00	99.99

表6 試料Cの分析結果

成分	通常 蛍光X線分析	F P 法 蛍光X線分析	湿式分析法
SiO <sub>2</sub>	47.0	75.52	75.50
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7.10	17.79	17.90
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	21.0	1.80	1.78
TiO <sub>2</sub>	6.20	0.68	0.67
MnO	0.10	0.02	0.02
CaO	1.70	0.20	0.20
MgO	0.048	0.56	0.54
Na <sub>2</sub> O	-	0.60	0.59
K <sub>2</sub> O	14.0	2.79	2.77
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.044	0.02	0.02
OTHERs	2.514	-	-
計	99.706	99.98	99.99

クトル分布などの物理定数の複合値) が得られた。これは、各試料における固有データとして登録され、定量分析計算に用いられる。

3-2 通常蛍光X線分析とF P法の比較

表4から表6に各試料の通常蛍光X線分析値とF P法による値を示す。それぞれの湿式分析値との比較から、F P法によるものがより高精度の分析値が得られること

が分かる。通常法においては、選択した元素以外の定量も行ってしまうため全く未知のサンプルを測定する場合には有効であるが、一定元素群を定期的に測定するルーティンワークには不向きである。

もちろん、F P法によって得られた値は絶対値ではな

表7 FP法分析結果

成分	湿式分析法	FP法		
		FP-A	FP-B	FP-C
SiO <sub>2</sub>	74.97	74.91 (-0.06)	70.90 (-4.07)	75.64 (+0.67)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18.16	18.19 (+0.03)	25.34 (+7.18)	15.83 (-2.33)
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.92	1.94 (+0.02)	0.69 (-1.23)	2.73 (+0.81)
TiO <sub>2</sub>	0.75	0.77 (+0.02)	0.29 (-0.46)	1.04 (+0.29)
MnO	0.01	0.01 (0)	0.00 (-0.01)	0.03 (+0.02)
CaO	0.23	0.24 (+0.01)	0.09 (-0.14)	0.31 (+0.08)
MgO	0.62	0.62 (0)	1.00 (+0.38)	0.40 (-0.22)
Na <sub>2</sub> O	0.53	0.51 (-0.02)	0.45 (-0.08)	0.27 (-0.26)
K <sub>2</sub> O	2.77	2.78 (+0.01)	1.22 (-1.55)	3.71 (+0.94)
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.03	0.03 (0)	0.02 (-0.01)	0.03 (0)
計	100	100	100	100

いため、標準試料との比較にのみ有効である。

### 3-3 装置感度更正值の他試料への応用

化学組成比の異なる標準試料で作成した装置感度更正值が他の試料に応用できれば、ただ1つの標準試料によって数多くの試料の定量が行えることになり、新規な材料の開発や未知成分の化学組成分析に有効である。そ

こで試料Aに対して試料B、試料Cで作成した装置感度更正值(それぞれFP-B、FP-C)を応用した例を表7に示す。表7より通常蛍光X線分析よりは精度よく試料Aの値を再現していることがわかるがJIS規格を考慮した場合、分析値としての差違は大きい。しかしながら、分析元素群を規定しているため試料BまたはCを基準値とした比較値として用いることが可能である。

## 4 結 言

窯業原料を迅速に分析する方法として、蛍光X線分析装置によりFP法を用いた測定を行い、湿式分析法と比較検討した。その結果以下の結論が得られた。

- (1) 標準分析法である湿式分析値との分析精度は各元素とも2%以内であった。
- (2) FP法は同一試料の成分安定性を定期的に確認するのに有効である。
- (3) FP法は試料調整が容易でかつ高精度迅速分析法である。
- (4) 他の原料との比較には有効であるが絶対値は求まらない。

以上のように本法は今後広範囲の分析に応用できると思われる。

## 文 献

- 1) 多田格三:セラミックス,29(12),1102-1105(1994)
- 2) 大野勝美: X線分析の進歩:8,91(1977), 科学技術社
- 3) 佐藤幸一、郡宗幸、井出邦和、堀田宏、大河原春乃:分析化学,44(2),143-150(1995)
- 4) 「蛍光X線分析の手引」:7, 理学電機株式会社(1990)



## [ 研究報告 ]

# DAMによる重油灰中のチタンの吸光光度定量\*

根守 章<sup>1)</sup>、佐々木 秀幸<sup>2)</sup>

ジアンチピリルメタン（以下DAM）による重油灰中のチタンの吸光光度定量法について、試料の分解（溶液化）及び発色条件等の諸条件について検討した。

その結果、試料の分解には加圧酸分解（容器）装置を用ることにより塩酸-250℃・3時間でほぼ完全に溶液化することが分かった。一方、鉄、バナジウム等の妨害元素は還元によって、その影響が除かれた。又、検量線は0~2 ppmの範囲で原点を通る直線性を示し、ベールの法則に従う。この時の吸収極大波長390 nmにおけるモル吸光係数は $1.5 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ であり、感度は0.315  $\mu\text{g/ml}$ であった。

検討した方法により重油灰中のチタンを変動係数5%以下の精度で定量することができた。

キーワード：灰、チタン、吸光光度定量法

## Absorptiometry with Diantipylmethane for Ti in Ash of Fuel Oil

NEMORI Akira, SASAKI Hideyuki

Absorptiometry with diantipylmethane for Ti in ash of fuel oil was investigated. The ash was perfectly dissolved by autoclaving with hydrochloric acid for 3 hr at 250 °C. The influence of interfering elements (Fe, V and etc.) was excluded by reduction of the solution. Obtained calibration curve was approximately a straight line which intersected the origin 0 and obeyed the Beer's law. At the wave length of 390 nm where absorption spectra took the maximum value, the molar extinction coefficient was  $1.5 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ , and the sensitivity was 0.315  $\mu\text{g/ml}$ . The values of quantitative analysis gave the variance less than 5.0 %.

key words: ash, titanium, absorptiometry

### 1 結 言

吸光光度法によるチタン定量法として過酸化水素法<sup>1)</sup>が広く知られてるが、バナジウムの妨害作用があり、バナジウム含有試料では、バナジウムを分離除去しなければならぬ欠点がある。また、吸光光度法による重油燃焼灰及び廃油処理業者等から発生する焼却灰中のチタンの定量法についての詳細な報告は見あたらない。

そこで著者等はDAM<sup>2)</sup>がチタンと反応して黄色の呈色を示すことに着目し、重油灰中のチタンを定量するため種々の検討を行った。

その結果、試料前処理としてテフロン加圧酸分解容器を用い溶液化する方法及び、発色時の試薬濃度は約0.4

%の範囲が良好であることが分かった。また、バナジウムは還元することにより、妨害の影響が除かれ、分離操作を行わずに定量ができた。

検討した方法により、重油灰中のチタンの定量を行った結果、ほぼ満足する値が得られたので、その経過について報告する。

### 2 装置・試薬及び試料調整

#### 2-1 装置

吸光度の測定に、日立624型吸光光度計を用い、セルは光路長1 cmの石英セルを、また、試料の分解（溶液化）にはテフロン加圧酸分解容器（内容量50ml）を使用した。

\* 高精度化学分析技術の開発（第1報）

\*\* 化学部

2-2 試薬

チタン標準溶液：関東化学製の原子吸光分析標準原液 (1.000mg/ml) を用いた。DAM溶液：DAM 1 g を塩酸 (1+5) 約 30ml に溶かし 100ml とし、褐色ビンに保存。アスコルビン酸は使用時、水で 10% 溶液に調整した。その他の試薬は市販の特級、化学用試薬及び原子吸光分析標準原液を適宜調整して使用した

2-3 試料 (調整)

試料は廃油処理業者から発生する焼却灰 1 種類と重油燃焼灰 3 種類を約 3 mm フルイを通過 (粗粒を除いた) し、瑪瑙乳鉢で微粒にして試料に供した。

3 実験方法及び結果

3-1 基礎実験操作

チタンの一定量を 50ml メスフラスコに取り、塩酸 (1+5) とアスコルビン酸を加えた後、DAM 溶液を添加発色させ、吸光度を測定する。

3-2 吸収波長、試薬添加量及び還元剤の影響

チタン 0.03mg を用い 3-1 の基礎操作に従って、空試験液を対照液として得られた吸収スペクトルと水を対照液とした空試験液の吸収スペクトルを図 1 に示す。

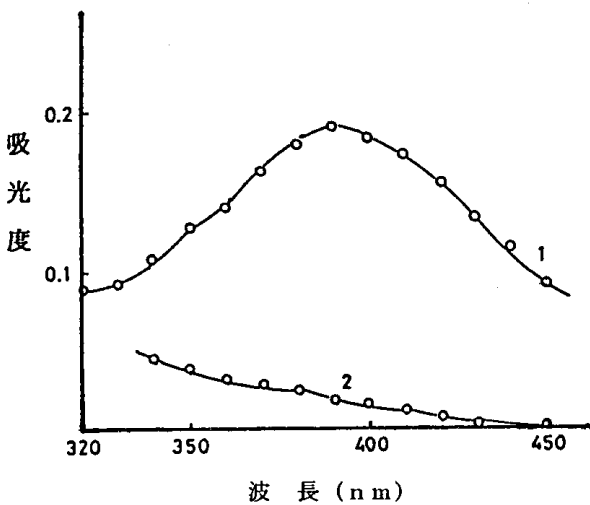


図 1 吸光度と吸収波長の関係

1) : Ti : 0.03mg/50ml

2) : 空試験液

図 1 に示すように吸収極大波長は 390 nm に認められる。次に DAM の添加量についてチタン 0.03mg と 0.1mg を 50ml メスフラスコに取り、段階的に DAM 溶液を加え、呈色の状態について検討した結果、DAM 濃度が増すと呈色も濃くなる傾向になるが、約 0.4% 程度

以上でほぼ一定になる。また、還元剤の量について検討したところ、アスコルビン酸 10% 溶液 5 ml で充分であったが、アスコルビン酸溶液自体も吸収するため正確に加え、必ず対照液は空試験液を用いる必要がある。

3-3 呈色の経時変化、酸濃度の影響及び検量線

呈色の経時変化及び酸の影響について、チタン 0.03mg を用い 3-1 の操作に従い検討した結果を図 2, 3 に示す。図 2 から約 40 分までは吸光度は増加し、検討した 90 分までは安定であった。また、図 3 のように硫酸約 0.5 N、塩酸約 1.0 N までは影響は認められず、それ以上で吸光度は減少した。硝酸は正の、磷酸は負の影響が著しい。過塩素酸は白濁の沈殿が生じて測定が不可能であった。

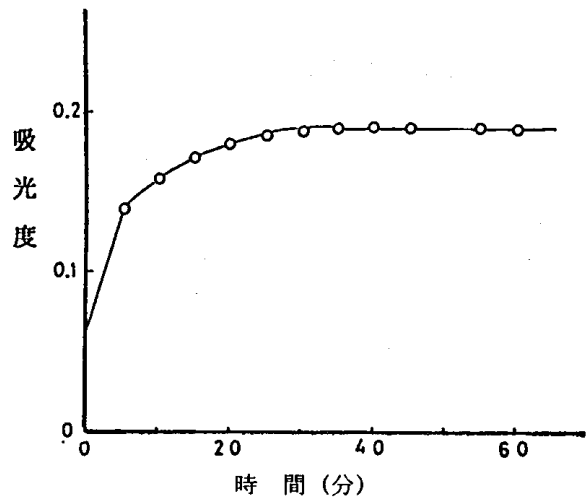


図 2 吸光度に及ぼす経時変化の影響

Ti : 0.03mg/50ml

次に検量線についてチタン 0.0 ~ 0.1mg/50ml の範囲で原点を通る良好な直線性を示し、ベールの法則に従う。

この時の吸収極大波長は 390nm でモル吸光係数は  $1.5 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  であり、感度は  $0.315 \mu \text{g/ml}$  であった。

3-4 共存元素の影響

3-1 の操作に従いチタン (0.03mg/50ml) 溶液に各々単独に各元素を加え、チタンの吸光度に及ぼす影響について検討した。その結果を表 1 に示す。

金、タングステン、セレンは赤褐色の沈殿が生じる。今回の試料では、このような現象は見られなかった。また、実際に用いる発色時の試料採取量は極少量のため検討した元素では、その影響は測定誤差範囲内と思われる。

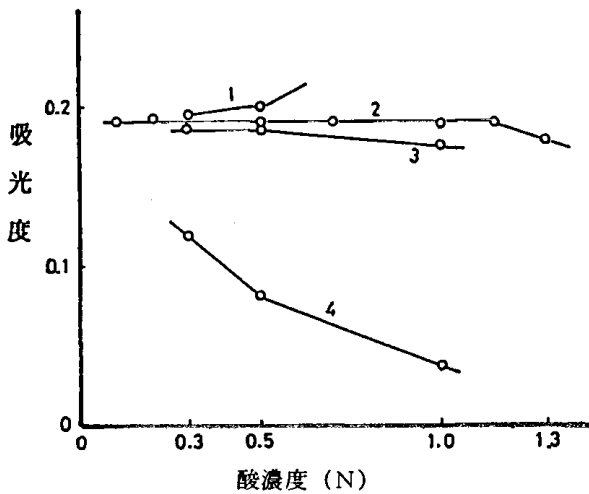


図3 吸光度に及ぼす酸濃度の影響

1) 硝酸, 2) 塩酸, 3) 硫酸, 4) 磷酸

### 3-5 試料の前処理とその組成

一般に吸光光度法で定量する場合、試料の前処理（溶液化）が必要である。既報<sup>3), 4)</sup>でレアメタルの有効利用の目的として種々前処理法について検討した。既報ではフッ化水素酸-過塩素酸分解法が適していたが、過塩素酸が妨害作用（沈殿が生ずる）を与えるため、今回は、加圧酸分解装置を用いて検討した。

即ち、試料（0.1～0.2g）を加圧酸分解容器に取り、塩酸2～3 ml 加え、電気炉で約250℃で約3時間加熱分解後、電気炉から取り出し、室温まで冷却後、濾過洗浄し、残分を白金ルツボに入れ、強熱-フッ酸処理したところ99.8%以上分解されてることがわかった。

しかし、カーボンは分解されず試料溶液に残存するため、実際の操作ではカーボンを除く濾過操作が必要となる。次に定量する上で試料の概組成を知る必要があるが、その結果を表2に示す。

## 4 実試料の定量

### 4-1 分析操作

試料(0.1～0.2g)を加圧酸分解容器（テフロン内容量50ml）に秤量し、塩酸(2～3ml)を加えて密栓後、電気炉で約250℃で約3時間加熱分解後、電気炉から取り出し室温まで冷却後、試料を100mlメスフラスコに移し（必要に応じて濾過する。）水で定容とする。

これよりチタン0.05mg以下になるように50mlのメスフラスコに分取し、これに塩酸(1+1)5mlとアスコルビン酸(10%)を正確に5mlを加え、1分後、DAM溶液(1%)20ml加えて水で定容とする。約50分放置後、空試験液を対照液として波長390nmで吸光度を測定し、検量線より濃度を求める。

表1 共存元素の影響

元素	添加状態	添加量(mg)	吸光度
None			0.189
Al	Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	5	0.188
As	Na <sub>3</sub> AsO <sub>3</sub>	5	0.187
Au	AuCl	1	※0.186
Bi	NaBiO <sub>3</sub>	5	0.189
Ca	CaCO <sub>3</sub>	5	0.187
Cd	Cd(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.188
Ce	Ce(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.188
Co	CoCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	5	0.188
Cr	K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	5	0.210
"	"	1	0.183
Cu	Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.189
Fe	FeCl <sub>3</sub>	5	0.190
La	La(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.188
Li	Li(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.190
In	In(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.187
Mg	Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.188
Mn	Mn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.182
Mo	(NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> Mo <sub>7</sub> O <sub>22</sub> ·4H <sub>2</sub> O	5	0.244
"	"	1	0.192
Ni	Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.192
P	K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	5	0.186
Pb	Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.187
Pr	Pr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	0.186
Sb	SbCl <sub>3</sub>	5	0.185
Sc	Sc <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	0.073
"	"	1	0.173
Se	SeO <sub>2</sub>	5	※0.232
"	"	1	※0.195
Sm	Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	0.185
Sn	SnCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O	5	0.185
Sr	Sr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	5	0.186
Tl	TlNO <sub>3</sub>	5	0.183
V	NH <sub>4</sub> VO <sub>3</sub>	5	0.190
W	Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	1	※0.183
Y	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	0.184
Zn	ZnSO <sub>4</sub> ·7H <sub>2</sub> O	5	0.188
Zr	ZrOCl <sub>2</sub>	1	0.180

※印は沈殿(混濁)が生じたので濾過して濾液を測定。

チタンの採取量: 0.03mg/50ml

表2 試料の成分概要値

試料	SiO <sub>2</sub>	R <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	S	Ni	V
No1	18.1	26.6	22.3	1.7	8.7	0.03	0.01
No2	1.5	29.3	0.9	0.3	19.3	2.3	4.3
No3	0.4	42.0	0.05	0.06	19.5	0.5	1.2
No4	0.4	44.0	0.05	0.10	18.4	0.2	0.5

No 1 : 廃油処理業者から生じた焼却灰

No 2~4 : 重油燃焼灰

4-2 分析結果及び繰り返し精度

確立した分析方法に従い廃油処理業者から生じた焼却灰1種類と重油燃焼灰3種類を定量した結果を表3に示す。次に確立した方法による試料No1とNo2についての繰り返し精度を求めた結果を表4に示す。

表3 分析結果

試料	本法	他方
No. 1	0.79	0.70
No. 2	0.024	0.023
No. 3	0.006	————
No. 4	0.005	————

他方: ICP発光法 (%)

No1: 廃油処理業者から生じた焼却灰

No2~4: 重油燃焼灰

表4 本法による繰り返し精度

回数	No. 1	No. 2
1	0.796	0.0251
2	0.790	0.0243
3	0.789	0.0225
4	0.790	0.0248
5	0.787	0.0250
平均値 (%)	0.790	0.0243
変動係数 (%)	0.5	4.4

5 結語

DAMによる重油燃焼灰等(バナジウムが含まれていると予想される試料)のチタンの吸光光度定量を行うための諸条件について検討した。

その結果、試料の前処理にはテフロン加圧分解容器を用いる方法が適しており、また、検討した方法ではバナジウムの影響を受けることなく定量ができることが分かった。

一方、吸収極大波長は390nmで、この時のモル吸光係数は $1.5 \times 10^4 \text{ l mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ であり、感度は0.315  $\mu\text{g/ml}$ で、呈色時の塩酸濃度は1規定以内で最大の吸光度を示した。

本法による重油燃焼灰中のチタンの定量を行ったところ、他方ともほぼ一致する値が得られ、変動係数5%以内で定量することができた。

今後、多方面の分野に応用できるものと思われる。

最後にご協力頂いた金属材料部瀬川主任専門研究員及び化学部の諸兄に感謝致します。

文 献

- 1) 分析化学講座(珪酸塩工業分析), 21, 共立出版(株)(1956)
- 2) 分析化学便覧(改訂3版), 72, 丸善(株)(1981)
- 3) 根守章, 小向隆志, 佐々木英幸, 河野隆年: 岩手工試研報, 28, 27(1987)
- 4) 根守章, 小向隆志, 菅原隆志, 河野隆年: 岩手工試研報, 30, 125(1989)

## おからからの有用オリゴ糖の生産

高橋 亨\*\*、小浜 恵子\*、岸 敦\*、  
米倉 裕一\*、大澤 純也\*

現在は産業廃棄物として取り扱われているおからの有効利用の観点から、おからヘミセルロースを原料としたオリゴ糖の生産を試みた。市販酵素であるマセロチームAをイオン交換クロマトグラフで分画することで、いくつかのオリゴ糖を生成する活性を有するフラクションを得た。また、ラットを用いておからヘミセルロースの生理機能を検索したところ、肝臓の総コレステロール濃度、中性脂肪濃度を低下させる傾向が見られた。

キーワード：おから、オリゴ糖、ヘミセルラーゼ

## Preparation of Oligosaccharide from Okara(Tofu residue) Hemicellulose

TAKAHASHI Tohru, KOHAMA Keiko, KISHI Atsushi,  
YONEKURA Yuichi, OHSAWA Junya

Okara is a huge industrial waste now. Useful production of oligosaccharide from hemicellulose of okara was studied. Macerozyme A, commercially available hemicellulase, was partially purified by ion exchange chromatograph. As a result, some oligosaccharides were obtained by applying the partially purified fraction to hemicellulose hydrolysis. When rats were fed a diet containing 5% hemicellulose, a tendency of decrease in the density of the total cholesterol and triglyceride in the liver was observed.

key words : oligosaccharide, hemicellulase, okara

### 1 緒 言

豆腐製造時の副産物として生ずるおからは、これまで食品や肥料、飼料として完全に消費されてきたが、現在ではその多くが費用をかけて廃棄処分されており、豆腐製造業者にとっておからの処理は深刻な問題の一つである。

我々は、おからの有効利用という観点から、おからに大量に含まれる食物繊維に着目し、おからからH-A（キシロースが主成分）、H-B（アラビノース、ガラクトースが主成分）の2種のヘミセルロースを分離し、酵素分解することによりオリゴ糖を得ることができたが、生成物はオリゴ糖より単糖の比率が高かった<sup>1)</sup>。今回はオリゴ糖の生産効率の改善のため、ヘミセルラーゼの部分精製について検討した。また、H-Bの生理機能を検索し、機能性食物繊維としての食品素材への利用の可能

性を併せて検討したので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 ヘミセルラーゼの部分精製

##### 2-1-1 ヘミセルラーゼ

マセロチームA（ヤクルト薬品工業株式会社製）を使用した。

##### 2-1-2 ヘミセルラーゼの部分精製

マセロチームA 10gを10mM酢酸緩衝液(pH5.0)100mlに溶解し、0.2μmのフィルターでろ過した。これをFPLC（ファルマシア社）を用い、カラムMONO-Q HR 5/5に供給し、10mM酢酸緩衝液(pH5.0)、0.5M NaClグラディエント、流速1ml/minの条件で分取した。非吸

\* 応用生物部

\*\* 醸造技術部

着画分を限外ろ過によって濃縮し、MONO-S HR5/5、10mM 酢酸緩衝液 (pH4.0)、0.5MNaCl グラディエント、1ml/min の条件で1ml ずつ分取した。

### 2-1-3 ヘミセルラーゼの活性測定

ヘミセルラーゼ活性はヘミセルロースが分解して生ずる還元糖量で判定した。フラクション0.1ml、基質としておからから抽出した2種の5%ヘミセルロース (10mM 酢酸緩衝液、pH5.0に溶解)を0.9ml 加え、40℃、24時間、120rpm で振とうして反応した。100℃、10分間加熱して反応を停止後、650×g、10分間遠心分離し、その上澄みを Somogyi-Nelson 法で測定した。

### 2-1-4 高速液体クロマトグラフによる糖質の分析

オリゴ糖は、糖分析専用高速液体クロマトグラフ (ダイオネクス社 Bio-LC System) を用い、CarboPAC PA1 カラム (φ18mm、L30cm)、200mMNaOH、0.5MCH<sub>3</sub>COONa グラディエント、流速1ml/min の条件で分析した。

### 2-2 H-Bの生理機能試験

H-Bの生理機能試験は、岩手大学農学部に委託して行った。

#### 2-2-1 ラット飼育試験

ラットの飼育実験には4週齢のウィスター系ラットを用い、AIN-76 飼料<sup>2)</sup>に準じた表1のような組成の飼料を6頭ずつ23日間投与、2日間おきに飼料摂取量と体重を測定した。

#### 2-2-2 Caの吸収率

飼育開始14~16日及び21~23日の2日間に糞尿を採取、Ca含量を測定した。これらのCaの量と飼料のCa含量と摂取量からのCa出納を計算して、2回のCaの見かけの吸収率を算出した。

#### 2-2-3 血漿中のコレステロール濃度、中性脂肪濃度測定

Ca吸収率の実験終了後、18時間絶食させ、エーテル麻酔下で腹大静脈より採血し血漿を分離した。血漿中の総コレステロール濃度 (TC) は、血漿20μlをWAKO製キット、コレステロールC-テストワコーを用いて測定した。また、高密度リポ蛋白質濃度 (HDL) は、血漿50μlをWAKO製キット、HDL-コレステロール-テストワコーで測定し、低密度リポ蛋白質濃度 (LD

表1 飼料組成

	対照区	試験区
炭酸カルシウム	7.50	7.50
S P I	200.00	200.00
コーンスターチ	133.50	81.63
蔗糖	500.00	500.00
コーンオイル	50.00	50.00
塩混合	35.00	35.00
ビタミン混合	10.00	10.00
K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	9.00	9.00
セルロース	50.00	50.00
コリン重酒石酸塩	2.00	2.00
D, L-メチオニン	3.00	3.00
H-B	-	51.87

(g/kg)

L) はTCとHDLの差から求めた。

中性脂肪濃度 (TG) は、血漿20μlをWAKO製キット、トリグリセライドG-テストワコーを用いて測定した。

#### 2-2-4 肝臓中のコレステロール濃度、中性脂肪濃度測定

TCは、肝臓0.5gをFolchの方法<sup>3)</sup>で脂質を抽出し、その0.5mlを血漿中の総コレステロール濃度と同様にWAKO製キットを用いて測定した。

TGは、肝臓0.5gをFolchの方法で脂質を抽出し、その0.5mlをWAKO製キット、トリグリセライド-テストワコーを用いて測定した。

### 3 実験結果

#### 3-1 ヘミセルラーゼの部分精製

マセロチームAをMONO-Qカラムで分画したところ、ヘミセルラーゼ活性は非吸着画分に存在した。これを濃縮しMONO-Sカラムで分画し、ヘミセルラーゼ活性を調べた (図1)。H-A、H-Bでは分解活性の強さのパターンが異なることがわかった。

#### 3-2 生成オリゴ糖の分析

今回のヘミセルラーゼの部分精製では活性の強さだけではなく、分解物にオリゴ糖がどれくらい含まれるかが重要である。そこで、酵素の各フラクションとH-A、H-Bを反応し、分解物を糖分析用高速液体クロマトグ

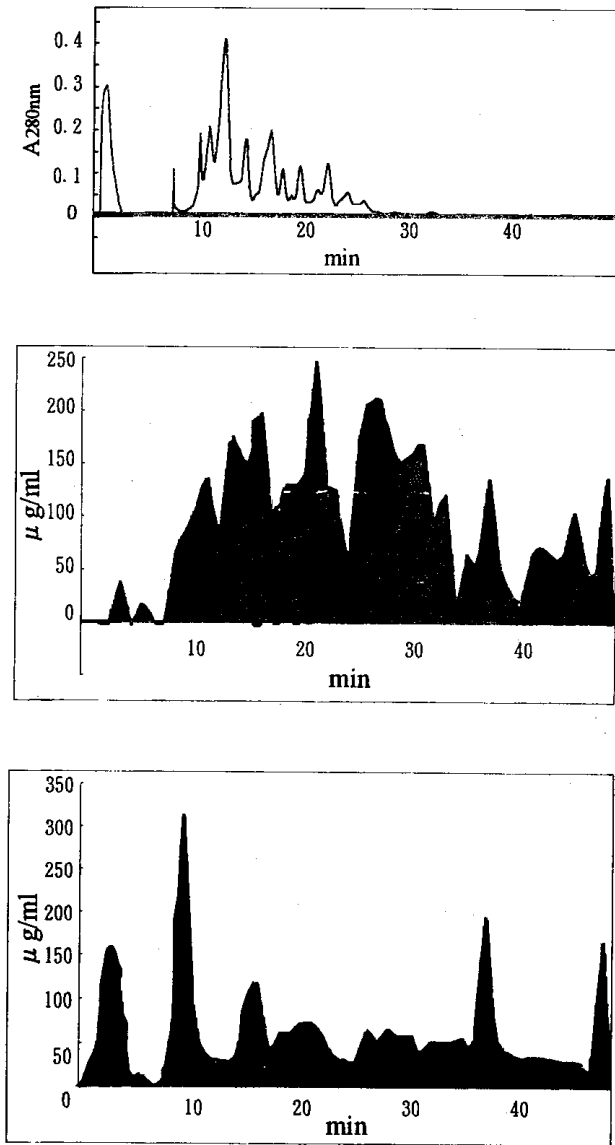


図1 マセロチームAのMONO-S(陽イオン交換)クロマトグラフィーとヘミセルラーゼ活性

上段: マセロチームAのMONO-Sクロマトグラフィー

中段: H-A分解活性

X軸 上段の時間と対応するフラクション

Y軸 酵素反応により生成した還元糖量(μg/ml)

下段: H-B分解活性

X軸 上段の時間と対応するフラクション

Y軸 酵素反応により生成した還元糖量(μg/ml)

ラフで分析した結果、いくつかのフラクションで高分子のオリゴ糖の生成が確認された。その中で、オリゴ糖の含量が高いのはH-Aでは溶出時間22分のフラクション(図2)、H-Bでは溶出時間3分のフラクションであった(図3)。

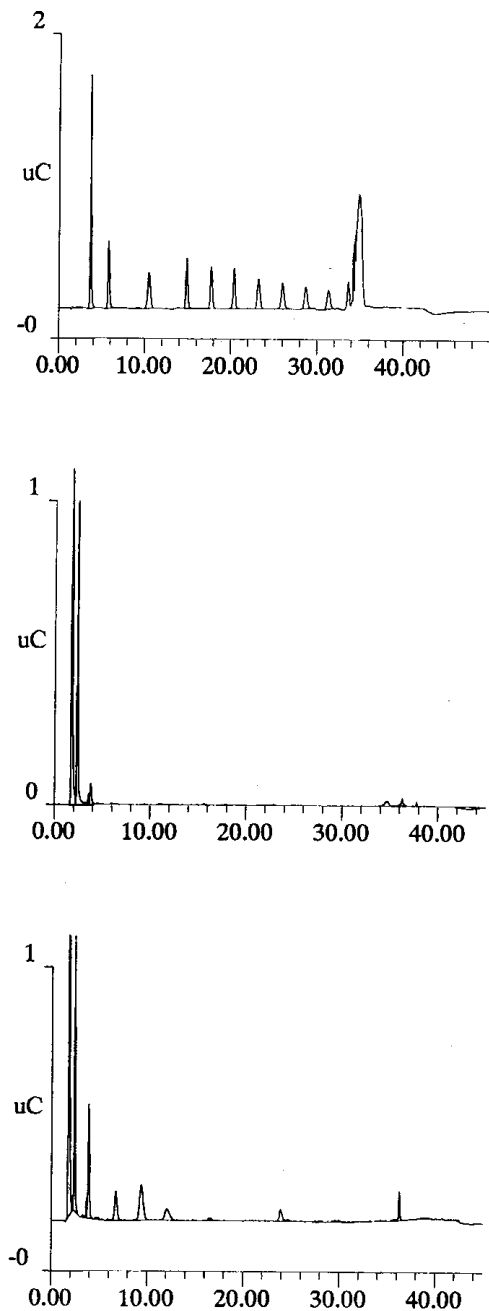


図2 分画前のマセロチームAと粗分画したマセロチームAのH-A反応分解物のクロマトグラフィーの比較

上段: グルコースの重合物のクロマトグラフィー

左のピークからn=1,2,3,4...と重合した糖が溶出する。

中段: 分画前のマセロチームAとH-Aを反応し、生じた分解物のクロマトグラフィー

下段: 溶出時間22分のフラクションとH-Aを反応し、生じた分解物のクロマトグラフィー

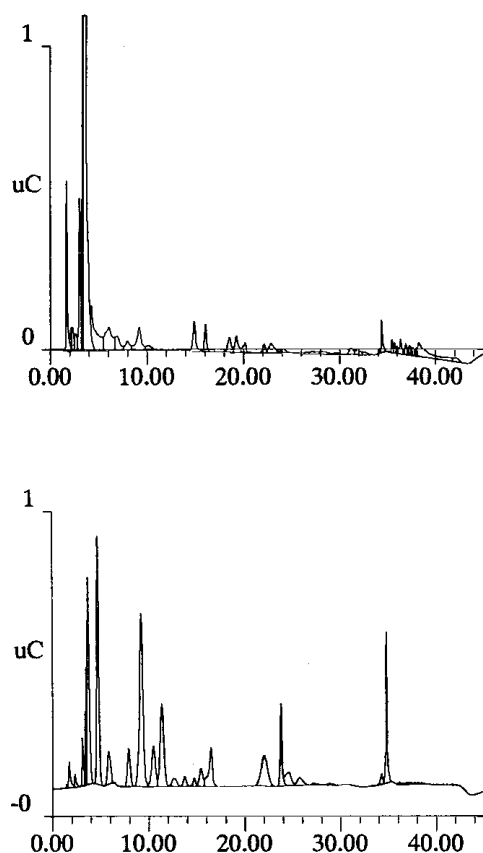


図3 分画前のマセロチームAと粗分画したマセロチームAのH-B反応分解物のクロマトグラフィーの比較  
 上段：分画前のマセロチームAとH-Bを反応し、生じた分解物のクロマトグラフィー  
 下段：溶出時間3分のフラクションとH-Bを反応し、生じた分解物のクロマトグラフィー

### 3-3 H-Bの生理機能

ラットを用いたH-Bの生理機能試験は、表2の通りであった。

表2 H-Bの生理機能試験

		対照区	試験区
飼料摂取量(g)		361.3±24.7	359.8±15.3
体重増加量(g)		154.8±9.5	155.6±5.9
Ca吸収率(%)		84.6±3.8	86.7±6.2
血漿中 (mg/dl)	TC	75.6±6.7	72.9±8.0
	HDL	52.9±8.5	37.3±3.0
	LDL	22.6±3.9	35.6±6.7
	TG	71.5±24.5	70.0±38.9
肝臓 (mg/g)	TC	70.2±15.2	44.4±24.9
	TG	181.1±31.2	132.6±25.6*

(平均+S D, n = 6) \*有意差あり (p<0.05)

試料摂取量、体重増加量、Ca吸収率において両者に差は認められなかった。血漿中のTC、TGに差はなかった。試験区のHDLの減少、LDLの増加傾向が見られたが、これも有意な差ではなかった。一方、肝臓ではTGが試験区の方で有意に下がっており、また、有意な差ではないものの試験区のTCは顕著に低い値であった。

### 4 考 察

酵素の部分精製では、最初、マセロチームAをMONO-Qカラムで粗分画した。今回行った条件下では、マセロチームAのヘミセルラーゼ活性のほとんどが非吸着画分に含まれた。これは、不必要なタンパク質を短時間で除くのに有効であった。

MONO-Sカラムで分画した際、H-A、H-Bで分解活性のパターンが異なるのは、酵素の基質特異性によるものである。基質特異性の異なる複数のヘミセルラーゼを有するマセロチームAを、そのまま使用してオリゴ糖を生産するのはかなり困難であることが今回の結果で再確認された。

2種類のカラムで分画することで、比較的高分子量のオリゴ糖を生産するフラクションがいくつか得られたが、もっとも生産効率の良いのはH-Aの場合、22分のフラクションの部分であった。分解物をHPLCで分析した結果、キシロビオース、キシロトリオースと思われるピークが検出され、更にそれ以上の重合度のオリゴ糖も検出された。H-Bでは、3分のフラクションと反応させたとき、オリゴ糖が多く見られた。H-A、H-Bとも分解物の中に単糖の生成が見られるため、反応条件や反応産物の分離などを検討する必要がある。

H-Bの生理機能については、飼料摂取量、体重増加量、Ca吸収率、血漿中の脂質代謝に有意な差は見られなかった。食物繊維の中には、コレステロール降下作用を有するものがいくつか知られている。今回の試験では、血漿中のTC、HDL、LDLは試験区と対象区での有意差は見られなかった。一方、肝臓のTGは有意に低下し、また、TCでは有意差はないものの顕著に低下している。この結果より、H-Bを摂取することにより肝臓中の脂質合成等に何らかの影響を与えると判断される。しかし、対照区、試験区ともTG、TCの濃度は正常値の範囲内であり、H-Bに明らかなコレステロール降下作用があるとは言いきれない。H-Bにコレステロール降下作用があるかどうかは、ラットが高コレステロールを引き起こす条件下での動物実験を行う必要がある。

コレステロール降下作用を含め、H-Bの生理機能については現在も調査中であり、何らかの生理機能が見つ



かることを期待している。

## 5 結 語

市販細胞壁溶解酵素であるマセロチームAを粗分画し、H-A、H-Bを分解したところ、以前に比べオリゴ糖の生産効率が上昇した。更に効率を上げるために、単糖を除く処理や反応条件の検討をする必要がある。

また、H-Bをラットに摂食させた結果、飼料摂取量、体重増加量、Ca吸収率に影響を与えずに肝臓のコレステロールや中性脂肪量を低下させる傾向があった。コレステロール降下作用については、更に詳細に検討する必要がある。また、他の機能性についても検索しなければならない。

おからヘミセルロース、あるいは酵素分解により生産したオリゴ糖が何らかの機能性を有することで食品素材

としての利用が見いだせれば、おからの有効利用の一手段になると考えられる。

本研究を実施するに当たり、H-Bの生理機能試験、ならびに御指導、御助言していただきました岩手大学農学部西澤直行教授に感謝いたします。また実験にご協力いただきました大谷民子さんに深く感謝いたします。

## 文 献

- 1) 山本忠、高橋亨、大谷民子：岩手工技セ研報，1，67 (1995)
- 2) American Institute of Nutrition, *J.Nutr.*, **107**, 1340 (1977)
- 3) J. Folch et al., *J. Biol. Chem.*, **226**, 497 (1957)

[研究報告]

## *Bacillus subtilis* Kinema からの細胞内セリンプロテアーゼの クローニング\*

小浜 恵子\*\*、山本 忠\*\*\*

ネパールの納豆類似の無塩大豆発酵食品であるキネマから分離した *Bacillus subtilis* Kinema の生産するプロテアーゼ遺伝子をカゼイン分解活性を指標としてクローニングし、塩基配列を決定した。取得した遺伝子は細胞内セリンプロテアーゼであり、331アミノ酸から構成されておりプロトンリレー系を形成する Asp, His, Ser 残基が保存されていた。*Bacillus subtilis* 由来の細胞内プロテアーゼ ISP-1 と 50.3%、*Bacillus polymyxa* 由来の細胞内プロテアーゼと 54.8% の高い相同性を示した。

キーワード：枯草菌、細胞内セリンプロテアーゼ

## Cloning and Nucleotide Sequence of an Intracellular Serine Proteinase from *Bacillus subtilis* Kinema

KOHAMA Keiko, YAMAMOTO Tadashi

An Intracellular serine proteinase gene is cloned from *Bacillus subtilis* Kinema. Kinema is a traditional non-salted fermented soybean food in Nepal. Nucleotide sequence was determined. It was consisted of 331 amino acids, and conserved Asp, His, Ser residues. Amino acid sequence was 50.3% homologous to the *Bacillus subtilis* ISP-1 and 54.8% homologous to the proteinase from *Bacillus polymyxa*, respectively.

key words : *Bacillus subtilis*, intracellular 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的大豆の栄養価を高めたすぐれた発酵食品である。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ており<sup>1)</sup>、一方われわれは、ネパールの納豆様の無塩大豆発酵食品であるキネマから分離した *Bacillus subtilis* Kinema よりナットウキナーゼを精製した<sup>2)</sup>。プロテアーゼは、食品製造に用いられる他、工業的にも皮革加工などにも用いられており、耐熱性や、耐アルカリ性など変化の富んだプロテアーゼの探索が望まれている。一島らは Kinema の菌株から等電点が 3.9 である新たなセリ

ンプロテアーゼを分離しており<sup>3)</sup>、未知のプロテアーゼの存在も期待される。

本研究においては Kinema の菌株より新たな細胞内プロテアーゼ遺伝子をクローニングし、塩基配列を明らかにしたので報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 *Bacillus subtilis* Kinema の染色体調製

*Bacillus subtilis* Kinema を LB 培地 (1% トリプトン、0.5% Yeast extract、0.5% NaCl) にて定常期まで培養し、常法により<sup>4)</sup> 染色体 DNA を調製した。

#### 2-2 プロテアーゼ遺伝子のクローニング

\* 遺伝子情報を利用した納豆菌の改良 (第2報)

\*\* 応用生物部

\*\*\* 企画情報部 (現在 応用生物部)

調製した染色体DNAを制限酵素Sau3AIで部分的に分解し、BamHIで分解したベクター pUC19とライゲーションさせ、Escherichia coli HB101に常法により形質転換し、2% ミルクカゼイン及び 50 μg/ml アンピシリンを含む LB 寒天培地にプレーティングし、カゼインを分解し、ハローを形成する株を取得した。

2-3 プロテアーゼ遺伝子の塩基配列決定

クローニングしたプロテアーゼ遺伝子の塩基配列は、Sanger<sup>5)</sup>らの方法により Applied Biosystems 社の DNA シーケンサーで決定した。

3 結果

得られたプロテアーゼ遺伝子断片の制限酵素地図を図1に、塩基配列を図2に示した。シグナル配列が認められない細胞内プロテアーゼであり、331 アミノ酸から構成されていた。他のプロテアーゼとの相同性を検索した結果、Bacillus subtilis 由来の細胞内プロテアーゼ ISP-1<sup>6)</sup>と 50.3%、Bacillus polymixia 由来の細胞内プロテアーゼ<sup>7)</sup>と 54.8%の相同性を有していた。

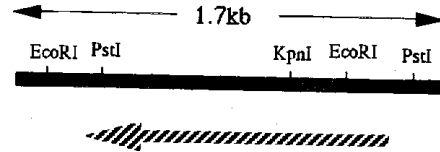


図 1 遺伝子断片の制限酵素地図

```

10      20      30      40      50      60
GGATCTTTAAGCAGTTCGGTTCCAATCATTTTTAAGATACTCATACCTGTTTACCTCCA
70      80      90      100     110     120
TGTATATCTAAGGTTTTTAGTAGTATAACATGGGGCCAACATAATGCTTTTGTCTCAC
130     140     150     160     170     180
TAAACAAGTAGTATAAAGCATTAGGACACATCTGTCGAATTCAGATTAAACAGGACA
190     200     210     220     230     240
ATATAACTGAATATTTCAAACATTTATGTGAGAAATTTTACAGCTGTGGTACAATCAGAAG
250     260     270     280     290     300
TGACATATATCCATATTTTATCCTTACTTTTATAATGCACCTATGCAGACTTTATAACAC
310     320     330     340     350     360
GAGTCTACCAAGTCGTTCTGCTACTGTGTAGGGCTCTTTTGTAAAAAAGGGGGGATAA
370     380     390     400     410     420
AAGTGATGGAGTTGCTTGAGCAGTTGTGACGTTGTCCGTAATGCTGCCACTTCTCTCT
430     440     450     460     470     480
CTACCGTCATGTTAGGTATCAAACATTTAAAAGAGATAAAAAGAAACATAAAAGAAA
490     500     510     520     530     540
GACGATTCCTTGAGGAAATCGCCTATATGAGATTTTTTGCCTACGAGTAAAGTATAAT
550     560     570     580     590     600
ACCGAATAAACTAATTTATACAACAACTTTCAAATTTTCAATCTAATATAAGTGTATT
610     620     630     640     650     660
TATATTGTAAGTGTAATGGGATATATGTCGAGCATTTTAGCACTTTTATCAAAAAAAT
670     680     690     700     710     720
TCTTATTAAGTGGGGAGTTCGATGAGTAAAGTGAAGCTGATCCATTCAAAGTTGAG
      M S K V S L I P F K V E
730     740     750     760     770     780
AAGGTTCTAAATGACACAAAGGTTATTCGCGCCGGTATTGAAATGATGAAGCACCAGCC
K V L N D T K V I P P G I E M I E A P A
790     800     810     820     830     840
GTATGGGAGGCTGGATATAAGGGTGGTAATCTGTTGTAGCTGTTCTAGATACAGGGTGT
V W E A G Y K G G N T V V A V L D T G C
850     860     870     880     890     900
GAAACGACCCACATCGAATTTAAGGATCAAATATTGACGGTCGTAACFTTACTACAGAT
E T T H I E F K D Q I I D G R N F T T D
910     920     930     940     950     960
GATAACAGCCACCTGATAATGTAGAAGATTTCAACGGTCATGGTACTCACGTATGCGGA
D N S D P D N V E D S N G H G T H V C G
970     980     990     1000    1010    1020
ACCGTTGCTGCTGTGAGAATGACAAGGGCGCTATTGGTACCGCCCCAAAAGCGAAACTG
T V A A C E N D K G V I G T A P K A K L
    
```

```

1030     1040     1050     1060     1070     1080
CTCGTTGTAAAGGTGCTTAGCGGACAAGGGTACGGAGATACAAAATGGGTCAATTGAAGGG
L V V K V L S G Q G Y G D T K W V I E G
1090     1100     1110     1120     1130     1140
GTTCTGTTATGCGATAAATGGCGTGGACCAACAAATGAACGAGTTCGTGTCATTTCTATG
V R Y A I N W R G P N N E R V R V I S M
1150     1160     1170     1180     1190     1200
TCACCTCGGGGAAGAATTGATACTCCTGAACTTCATCAAGCGATAAAAACATGCTGTAGCT
S L G G R I D T P E L H Q A I K H A V A
1210     1220     1230     1240     1250     1260
GAGGATATTTTGTATGTCAGCTGGAATGAAGGGGATGGCAATCATGACACAGAT
E D I L V V C A A G N E G D G N H D T D
1270     1280     1290     1300     1310     1320
GAATATGCCTACCTGGAGCTTATCCGGAAGTCGTTCAAGTAGGCTCTGTCAATCTAGAA
E Y A Y P G A Y P E V V Q V G S V N L E
1330     1340     1350     1360     1370     1380
GGCGAGATCTCTAGATTCAGCAATACAAAATGTGCGGATGACCTTGTCCGACCAGGCGAA
G E I S R F S N T N C A I D L V A P G E
1390     1400     1410     1420     1430     1440
GAAATATTTCAACTTATCTTAAACAACGGCTACGCTGCTTATCCGGTACTTCAATGGCT
E I I S T Y L N N G Y A V L S G T S M A
1450     1460     1470     1480     1490     1500
ACACCGCATGTATCCGGTGGCGCAGCCCTGTTAATGAACAAGTAGAAAAGAGTTTGAA
T P H V S G A A A L L I E Q V E K E F E
1510     1520     1530     1540     1550     1560
AGAAAGTTGACGGAAACCGAATTTTCGCACAACACTGATCAACACACCCGTTTCTCTTAA
R K L T E P E I F A Q L I K H T V S L N
1570     1580     1590     1600     1610     1620
TTCAGCCGCGCGCACAAGGAAGCGGGCTGTTGATATTATCATCAAGCGTTGTATCAGTA
F S R R A Q G S G L L I L S S S V V S V
1630     1640     1650     1660     1670     1680
GAGGATGCCGACTATACAGCTAGCTCTATTAAATTTGGAGAACAGGCGGTCCTATTGTA
E D A D Y T A S S I K L E E Q G R S Y *
1690     1700     1710     1720     1730     1740
GAAGGCTGTCTTTTATGCGAAATTTTCTTCTCAGCATCTTCTTTTAAACCAAGT
1750     1760     1770     1780
AATAACGTGGCTACAAAAGCAACACCTGCAG
    
```

図 2 Bacillus subtilis Kinema 細胞内プロテアーゼの塩基配列

```

M-SKVS LIPFVKVKV LNDTKVIPPGIEMIEAPAVWEAGYKGGNTVVAVIDTGCETHLIEF
.NGEIR...YVTNEQIM.VNEL.E..KV.K..EM.AK.V..K.IK.....D.S.PDL
.ER..HI..YQ.I.QEQQVNE..R.V...Q.....NQ-TR.RGVK.....DAD.PDL
*      **          * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * *
KDQIIDGRNFTTDDNSDPDNVEDSNHGHTHCGTVAACENDKGVIGTAPKAKLLVVKVLS
.N...G.K..SD..GGKE.AIS.Y.....A..I..NDSNG.IA.V..E.S..I...G
.AR..G.....D..EG..EIFK.Y.....A..I..T..EN..V.V..E.D..II...-
* * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * *
-GQGYGDTKWVIEGVRYAINWRGPNNERVVRVISMSLGRIDTPELHQAIKHAVAEDILVV
GEN.S.QYE.I.N.IN.-----VEQK.DI.....PS.V...EE.V.N.KNGV...
NK..S.QYD.I.Q.IY.....IEQK.DI.....PE.V...E.V.K...SQ...M
* * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * *
CAAGNEGDGNHDTDEYAYPGAYPEVVQVGSVNLEGEISRFNSNTCAIDLVPAGEEIIISTY
.....DER.E.LS..A..N..IA.....SVAR.L.E...A.KE.....N.L..L
.....DDR...LG...C.N..IS..AI.FDRHA.E...S.NEV.....D.L..V
***** * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * *
LNNGYAVLSGTSMTATPHVSGAAALIEQVEKEFERKLTEPEIFAQLIKHTVSLNFSRRAQ
P.KK.GK.T...A.....L..IKSYE.ES.Q...S.S.V...RR.LP.DIAKTLA
PGGK...TF.....A..L..IKQLANAS...D.....LY.....R.IP.GN.PKME
* * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * *
GSGLLILSSSVVSVEDADYTASSIKLEEQGRSY
.N.F.Y.TAPDELA.K.EQSHLL-T.
.N...Y.TAVEELSRIF.TQRVAGI.STASLKVK
* * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * * *

```

上段: *Bacillus subtilis* Kinema  
 中段: *Bacillus subtilis* (ISP-1)  
 下段: *Bacillus polymixia*

図 3 細胞内プロテアーゼのアミノ酸同一性

4 考 察

*Bacillus* 属の生産する菌体内プロテアーゼは、孢子形成期に活性が認められることから、遺伝子レベルでの活性調節機構と、孢子形成過程との関連について検討され、ISP-Iの制御機構については多くの報告がある。ISP-Iは、他の不要タンパクを分解し、孢子の特異的タンパクの新生に必要とも言われていたが、孢子形成に必須ではないとの報告が有力である<sup>8)</sup>。他の細胞内プロテアーゼISP-IIなども孢子形成には関連しているが必須ではない<sup>9)</sup>。孢子形成期の細胞内プロテアーゼの生理的役割については、今後の報告が待たれるところである。発酵食品製造、納豆製造におけるプロテアーゼの役割は、細胞外プロテアーゼによる消化が最も重要であるとは考えられるが、細胞内プロテアーゼが発酵過程の微生物内でどのような役割を果たし、食品製造に影響をおよぼしているのか興味もたれる。

最近、一島らは好アルカリ性の *Bacillus* 属から、pH 12で高い活性を有する細胞内プロテアーゼの遺伝子をクローニングし、その性質について検討しているが<sup>10)</sup>、今回クローニングした細胞内プロテアーゼと非常に似ており、C末側8残基が長いこと、4アミノ酸が異なる他は全く同一であった。Kinemaの菌株はpH10で生育不能であることから、アミノ酸の相違がアルカリ耐性の性質の差であると推察される。

4 結 語

*Bacillus subtilis* kinemaから細胞内プロテアーゼ遺伝子をクローニングし、塩基配列を決定した。331アミノ酸から構成されており、*Bacillus subtilis* ISP-I及び*Bacillus polymixia*の細胞内プロテアーゼと高い相同性を示した。また、Alkalophilic *Bacillus* sp.の細胞内プロテアーゼと12アミノ酸の相違しかないことから、アルカリ耐性の細胞内プロテアーゼとの性質の相違について今後検討する必要がある。

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。

文 献

- 1) 須見洋行: 醸造協会誌, 85, 518(1990)
- 2) 小浜恵子: 岩手工技セ研報, 2, 83 (1995)
- 3) Tetsuya Kato et al.: *Biosci. Biotech. Biochem.*, 56, 1166 (1992)
- 4) Maniatis, T. et al.: *Molecular cloning*. Cold Spring Harbor Laboratory, Cold Spring Harbor, New York(1982)
- 5) Sanger, F. et al.: *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 74, 5463 (1977)
- 6) Koido Y. et al.: *J. Bacteriol.*, 167, 110 (1986)
- 7) Takekawa S. et al.: *J. Bacteriol.*, 173, 6820 (1991)
- 8) 村尾澤夫: 日本農芸化学会誌, 65, 56. (1991)
- 9) Sastry K. J. et al.: *J. Bacteriol.*, 153, 511 (1983)
- 10) Yamagata Y. and Ichishima E.: *Curr. Microbiol.*, 30, 357(1995)

## 耐塩性酵母の簡易培養法

畑山 誠\*、中山 繁喜\*、桜井 廣\*

酵母の培養装置を持たない中小の味噌醤油工場で行える2種類の耐塩性酵母の簡易な大量培養法を確立した。生醤油10%、グルコース5%、食塩10%という同一組成の培地と簡単な装置で通気培養することにより、これらの耐塩性酵母の培養が可能となった。

キーワード：耐塩性酵母、大量培養

## Easy Culture Method of Salt Tolerant Yeast

HATAKEYAMA Makoto、NAKAYAMA Shigeki、SAKURAI Hiroshi

An easy mass culture method of two salt tolerant yeasts was established for the minor Miso and Shoyu factories where special fermentor for yeast was not equipped. Two salt tolerant yeasts could be cultured by aeration using easy equipments and the same medium that contains Raw Shoyu (without heating) 10%(v/v), Glucose 5%(w/v) and Salt 10%(w/v).

key words : salt tolerant yeast , mass culture method

### 1 緒言

近年、味噌、醤油の製造において、発酵をコントロールし高品質な製品を製造することを目的として培養酵母を添加することが行われており、これに関する報告や解説も多い<sup>1)~7)</sup>。すなわち家付き酵母による蔵癖を修正し諸味の発酵を健全にすること、さらに積極的に熟成期間を短くする試み<sup>8)</sup>などが行われている。

味噌、醤油の発酵を行う耐塩性酵母には主発酵酵母 (*Zygosaccharomyces rouxii*) と後熟酵母 (*Candida versatilis*、*Candida etchellsii*) がある。一般にこれらの酵母を工場で使用するには専用設備で培養するか専門業者から購入する必要があるが、高価である。主発酵酵母の大量培養法については比較的簡易な装置として甘酒製造用タンクの改良したものを流用した報告<sup>9)</sup>があるが、この設備は県内企業にはなく、どこでも行える方法ではない。また今井は耐塩性酵母の大量培養のための最適培地は生醤油、グルコース、食塩からなり、主発酵酵母と後熟酵母では生醤油の濃度が異なると報告している<sup>10)</sup>。

本研究では簡単に入手できるもので培養装置を組み、作業の煩雑さを避けるために2種の耐塩性酵母とも同一組成の培地を使用して、県内中小企業の工場現場ででき

る簡易な培養法を確立した。

### 2 実験方法

#### 2-1 供試菌株

当センター保有の *Z.rouxii* RS-1 (以後、Z酵母と略す)、*C.versatilis* KT-2 (以後、C酵母と略す) を供試した。

#### 2-2 培地組成の検討

生醤油、グルコース、食塩から成る培地を選択し、耐塩性酵母の増殖に最適な培地組成について検討した。

表1の組成の培地を調製し、各5mlずつL字試験管に分注し、滅菌した。これに  $1 \times 10^5$  個/mlとなるようにZ酵母またはC酵母を植菌した。これを30℃、120rpmで振盪培養し、経時的に酵母の増殖を調べた。酵母の計数はトーマ氏血球計を用いて行った。

#### 2-3 培地の殺菌条件

大量培養培地の殺菌は二重釜を使い、煮沸で行った。沸騰開始から30分後まで経時的に培地をサンプリングし、煮沸時間と残存細菌数の関係について検討した。

\* 醸造技術部

表1 培地組成 (%)

No	生醤油 (v/v)	グルコース (w/v)	食塩 (w/v)
1	5	2.5	10
2	5	5	10
3	5	10	10
4	10	2.5	10
5	10	5	10
6	10	10	10
7	20	2.5	10
8	20	5	10

pHはすべて5.0 ± 0.1に調製した。

生醤油 TN(全窒素)=1.79% NaCl=17.4% pH=4.9

### 2-4 大量培養

培養装置を図1に示した。散気管とシリコンチューブ(内径6mm)は5分間煮沸殺菌した。培養器としてポリエチレン製(20ℓ)あるいはステンレス製タンク(100ℓ)を使用した。これらは殺菌しなかった。また通気配管中に細菌等を捕集するエアフィルターは設けなかった。通気には吐出空気に油の混じらないコンプレッサー(岩城製エアポンプ AP-415A、最大吐出量15ℓ/min、50Hz)を使用し、恒温室中で培地温度を25℃あるいは30℃に保ち培養を行った。また培地には消泡剤としてシリコーン(信越化学工業製信越シリコーンKS66)0.005%を加えた。

酵母の計数はトーマ氏血球計を用いて行った。

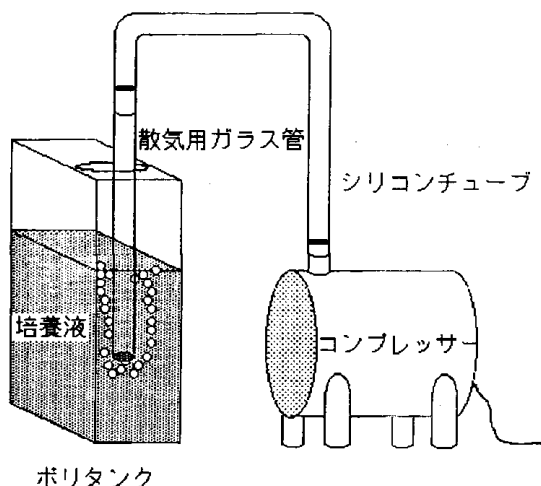


図1、耐塩性酵母の簡易大量培養装置

### 2-5 培養酵母の保存性と細菌汚染

培養終了後、本培養液を10℃環境下で保存し、酵母生菌数および耐塩性細菌数の経時変化について検討した。

### 2-6 酵母、細菌数の測定

酵母の生菌数は平板塗抹法で調べた。あらかじめ調製した生醤油培地(表2)をシャーレに分注し凝固させた。これに適宜希釈した試料を塗抹し、30℃で静置培養し生育したコロニー数を計数した。

細菌の生菌数は混釈培養法で調べた。適宜希釈した試料と寒天培地を混和凝固し、これを30℃で静置培養して生育コロニー数を計数した。寒天培地は一般細菌については標準寒天培地を使用し、耐塩性細菌については食塩を10%加えた標準寒天培地を使用した。また培養液の耐塩性細菌の経時変化の検討では、酵母の生育を阻止するカビサイジン(0.02%加えた生醤油培地)を使用した。

表2 生醤油培地の組成

生醤油	20%
グルコース	5%
食塩	10%
寒天	2%

(pH5.0に調製)

## 3 実験結果

### 3-1 培地組成

組成の異なる培地(表1、No1~8)による酵母増殖の差を図2および図3に示した。Z酵母では生醤油、グルコースともに10%の培地(No6)で一番酵母の増殖が早かった。C酵母では生醤油10%、グルコース5%(No5)以上の培地で酵母が10<sup>6</sup>個/mlのオーダーまで増殖した。

### 3-2 培地殺菌条件

培地の煮沸時間と細菌数の関係を図4に示した。培地が沸騰し始めてから5分で培地中の細菌はすべて死滅した。この時の培地の温度は沸点上昇により103℃であった。

### 3-3 大量培養

図1の培養装置を使用し、No5の組成の培地50ℓを調製して、Z酵母およびC酵母の培養を2日間行った。結果を表3に示す。この装置を使った培養では、培養温度25℃および30℃で、Z酵母、C酵母ともに10<sup>6</sup>個/mlのオーダーまで増殖した。

この実験では培地を適温に保つために恒温室を使用した。冬季に室温7℃前後の部屋で市販の電気毛布をボ

## 耐塩性酵母の簡易培養法

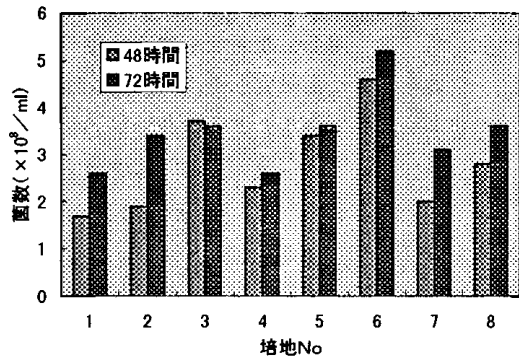


図2、培地と主発酵酵母(Z酵母)の生育

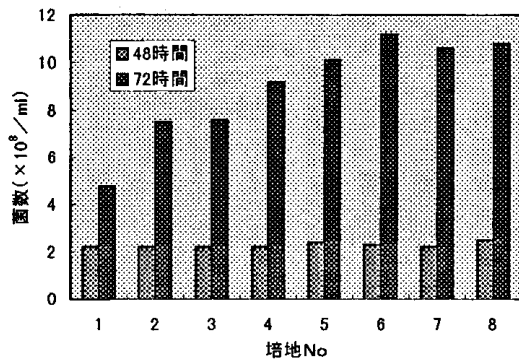


図3、培地と後熟酵母(C酵母)の生育

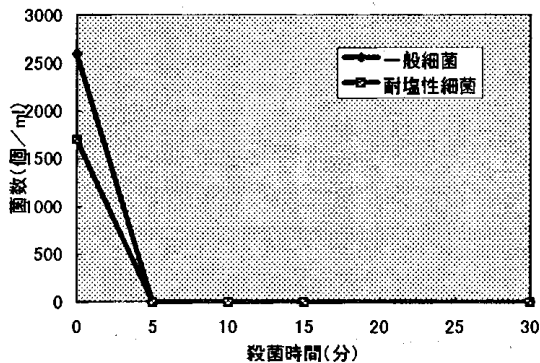


図4、殺菌時間と細菌数

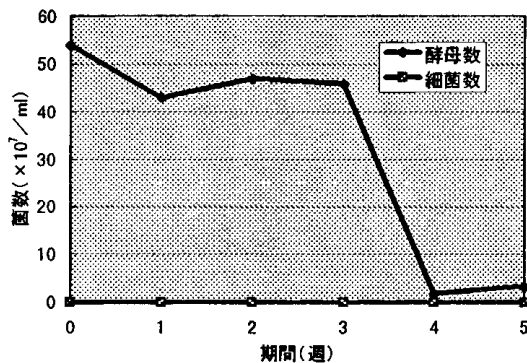


図5、後熟酵母の保存性と汚染細菌の増殖

リエチレン製タンクの周りに巻いて培地温度を 25℃ に保ち、培養を試みた。この結果、Z酵母、C酵母ともに酵母数は  $3.5 \times 10^8$  / ml まで増殖した。

表3 大量培養における酵母の生育

酵母	培養温度 (°C)	菌数 ( $\times 10^8$ / ml)
Z酵母	25	3.0
〃	30	4.3
C酵母	25	4.0
〃	30	6.4

初発酵母数  $1 \times 10^6$  個 / ml

50 l 培地に対し通気量 15 l / 分、2日間培養

### 3-4 培養酵母の保存性と細菌汚染

C酵母の培養終了後、培養液を 10℃ で保存した時の経時的な生菌数の減少と耐塩性細菌の増殖の結果を図5に示す。3週間目までは酵母生菌数が  $10^8$  個 / ml 台であったが、4週間目には約 10 分の 1 まで減少した。耐塩性細菌の増殖は5週間目まで全く見られなかった。

## 4 考察

### 4-1 培地組成の選択

味噌醤油の発酵を行う場合、一般的に初発菌数が  $10^5$  個 / g 以上であれば良いとされている。これから計算すると酵母濃度が  $10^8$  個 / g の培養液を 10 ~ 100 l 調製すれば、10 ~ 100 t の味噌醤油の製造が可能であり、県下業者の生産規模に対応できると考えられる。そこで培地組成の選択基準の最低ラインを両酵母ともに 1 ml あたり  $10^8$  個以上に増殖するものとした。これに照らすと図2および3から全ての組成が基準をクリアしている。

またZ酵母はグルコース量が多い培地で早く増殖したが、生醤油 10% 培地の方が 20% 培地よりも増殖が早かった(図2)。C酵母は生醤油、グルコースともに多い培地の方がよく増殖した(図3)。これらの結果は今井の報告<sup>10)</sup>と一致する。さらにグルコース 10% の培地では培養終了後、培養物を室温で静置しておいたところ継続的な泡の発生が観察され、これは培地に残存する糖の発酵に起因するものと推測された。培養終了後はすぐに製造工程で使用されることから、これでは残糖量が多い。酵母培養の最適培地はそれぞれの酵母で異なるが(生醤油濃度 Z酵母用 10%、C酵母用 20%)、工場現場での調製という点から培地組成は同じものとした方が簡便と

思われる。

そこで以上のことから2種類の酵母培養に共通の培地組成としてNo 5 (生醤油10%、グルコース5%、食塩10%)を選択した。

#### 4-2 培地の殺菌条件

培地の殺菌には通常、高圧蒸気滅菌器を用いるが、その設備のない工場もあるので本研究では簡単な煮沸殺菌の条件について検討した。

その結果、培地殺菌のための煮沸時間は5分で十分であった。実際はさらに短い時間で殺菌が完了している可能性もあるが、沸騰開始の見極めが難しいことと現場での作業を考え、煮沸時間は5分に設定した。

#### 4-3 培養酵母の保存と細菌汚染

酵母は10℃環境下では3週間から4週間目にかけて生菌数が減少した。耐塩性細菌の増殖は5週間目まで全く見られなかった。従って酵母の培養中に耐塩性細菌の混入はなかったと言える。

#### 4-4 培養法の適否

No 5の培地を使用し、培養温度25℃および30℃、2日間の通気培養でZ酵母、C酵母ともに $3\sim 6 \times 10^6$ 個/mlまで増殖した。試験管を使用した振盪培養ではC酵母は $10^9$ 個/ml台まで増殖したが、攪拌を伴わない本装置の培養では $10^8$ 個/ml台が限界であった。しかし1mlあたり $10^8$ 個以上に酵母が増殖すれば工場生産規模に対応可能という基準は満たしている。また細菌の増殖も見られない。

これらのことより本研究の培養法は工場における簡易的な酵母の培養法として適当であると判断した。

## 5 結 語

本研究では生醤油10%、グルコース5%、食塩10%という組成の培地を使用し、簡易な装置で2種の耐塩性酵母を通気培養する方法を確立した。県内の味噌、醤油工場で恒温室を設置しているところはないと思われるので、培地の保温には火災の危険の少ない電気毛布を培養器に巻く方法がよいと思われる。

またこの培養法は無菌環境下で行うものではないため、いろいろな細菌の汚染が起こりうる。しかしこの培地には食塩が10%含まれており、一般の微生物が増殖しにくい培地である。本試験では耐塩性細菌による汚染は見られなかった。しかし味噌、醤油工場には耐塩性細菌が多く存在するので培養液が汚染される可能性は高い。そこで細菌汚染また酵母の活性の点から酵母の培養液を長期保存するのは避け、培養後すぐに使用することが望ましい。

## 文 献

- 1) 相羽富夫：醬研,1,157(1975)
- 2) 清水 毅、木村延二郎：醬研,4,171(1978)
- 3) 奥沢洋平、板倉 徹、江口卯三夫：醬研,8,21(1982)
- 4) 野田義治、井上 等、楠田秀喜、大場和徳、中野正路：醬研,8,108(1982)
- 5) 小泉幸道、羽島久志、柳田藤治、伊藤明徳、山口元之：醸協,76,206(1981)
- 6) 今井誠一：味噌の科学と技術,32,206(1984)
- 7) 今井誠一：味噌の科学と技術,35,334(1987)
- 8) 小澤一広、赤池嘉彦、佐々木勝史、村松恵津子：醬研,21,197(1995)
- 9) 安藤 武、山下 恵、竹田良作：香川県発酵食品試報,76,1(1983)
- 10) 今井誠一：新潟県食品研究所報告・特別号 (1984)



## オール・イン・ワン冷麺の開発

遠山 良\*、阿部 羨子\*\*、石川明日香\*\*\*  
伊藤 崇\*\*\*\*、八重樫龍彦\*\*\*\*\*、関村 照吉\*  
武山 進一\*、荒川 善行\*、種谷 新一\*\*\*\*\*  
産業間連携技術開発委員会\*\*\*\*\*

一般の食堂で提供されているものとはほぼ同等なワンセットの土産用冷麺の商品開発を目的として、県内関連業者の参加により商品開発を行った。その結果、麺については程良いかたさと弾力性に優れた麺の原料配合や製造条件を見いだすことが出来た。また、スープは4~6倍濃縮タイプを開発し、キムチについては糖絞り大根を使用したものと、切り干し大根を使用した試作品を開発した。肉についてはもも肉とアウトサイドスカートを使用したレトルト品を開発した。

キーワード：スープ、具材、レトルト、キムチ、切り干し大根、糖絞り大根

## Development of All-in-one "Reimen"(Korean noodle)

TOYAMA Ryo, ABE Yoshiko, ISHIKAWA Asuka  
ITO Takashi, YAEGASHI Tatumiko, SEKIMURA Teruyoshi  
TAKEYAMA Shinichi, ARAKAWA Yoshiyuki, TANEYA Shinichi  
Regional Industrial Cooperative Committee for Technical Development

We succeeded in developing a set of "Reimen" for souvenir having good taste almost like Korean Reimen. The set of "Reimen" was composed of noodle, soup, kimchi and meat. It is necessary for noodle to possess the properties of adequate hardness and springness. We have found out these properties by means of the proper material combinations and the appropriate processing conditions in noodle making. The soup is the type condensed 4 to 6 times. The kimchi has 2 types. One is made from Japanese radish that is processed with the method of squeezing sugar, the other is made from "kiriboshi daikon"(cut and dried Japanese radish). The beef meat is processed from the part of round or outside skirt. All parts are packaged and heated, so that they can be preserved for long period at room temperature.

key words : Reimen, noodle, soup, kimchi, meat

### 1 緒 言

現状では土産用冷麺は既に開発され市販されているが、麺の製造は岩手県内の独自技術で行われているのに対して、スープについては県外業者による委託生産の状態である。また、具材については冷蔵品としては添付した製品も見受けられるが、食堂で提供されているような、キムチ、肉、などを添付した商品は少なく、しかも常温

流通可能な製品開発は不十分である。

そこで、県内の関連業者の参加による特色のあるワンセットで提供可能な冷麺の開発を目的として、食味が良く保存性に優れた麺、スープ、キムチ、肉の試作開発を行った。

\*食品開発部    \*\*(株)道奥    \*\*\*(有)青三商店    \*\*\*\*(株)岩手畜産流通センター    \*\*\*\*\*(株)クミアイ醤油  
\*\*\*\*\*岩手大学農学部    \*\*\*\*\*岩手県工業技術センター・岩手大学・関連業界で構成

2 実験方法

麺は単軸エクストルーダを使用して製造した。製法については前報<sup>1)</sup>と同様である。製造条件としては、アルカリ剤の種類(かんすい(炭酸Na20と炭酸K80の混合物)と重曹)、ダイの穴の径(1.1mmと1.5mm)、デンプンと小麦粉の配合、スクリュ回転数(300rpmと900rpm)などの製造条件を変えて種々試作検討した試料から好ましいと考えられる試料を抽出して専門パネル

により試食検討した。官能検査は表1の官能検査用紙を使用して実施した。麺の茹時間はダイの穴の径1.1mmは2分、1.5mmの場合には3分とした。

スープについては4~6倍濃縮タイプを目標に市販のスープ用素材を種々調合して試作を繰り返した。

キムチについては(1)切り干し大根を使用したキムチの製造と(2)糖絞り大根を使用したキムチの製造試験を実施した。切り干し大根のうち、銀杏切り切り干し大根

表1 冷麺の官能検査採点用紙

試料番号 \_\_\_\_\_

氏名 \_\_\_\_\_

1. 自分の好みで

項目	評価	不			普通	良			備考
		かなり	すこし	わずかに		わずかに	すこし	かなり	
色									
外観	(はだ荒れ)								
食感	(かたさ)								
	(粘弾性)								
	(なめらかさ)								
食味	(匂い、味)								
総合	合								

2. 強弱の評価

項目	評価	柔い			普通	かたい			備考
		かなり	すこし	わずかに		わずかに	すこし	かなり	
かたさ									
項目	評価	弾力がない			普通	弾力がある			備考
		かなり	すこし	わずかに		わずかに	すこし	かなり	
粘弾性									

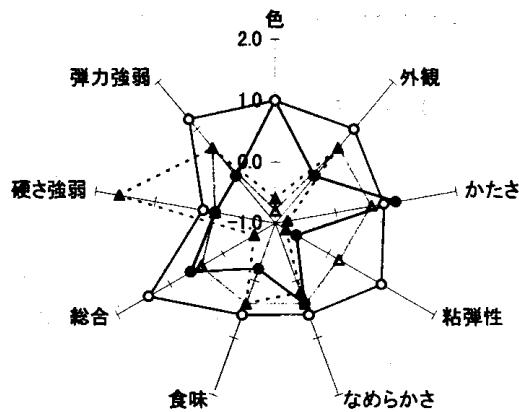


図1 細物冷麺の官能検査結果 (900rpm、ダイの穴の径1.1mm)

●— かん粉0.5、澱粉40      ○— かん粉0.5、澱粉60  
 ●- - 重曹粉末0.5、澱粉80      ▲- - 重曹溶液0.5、澱粉60

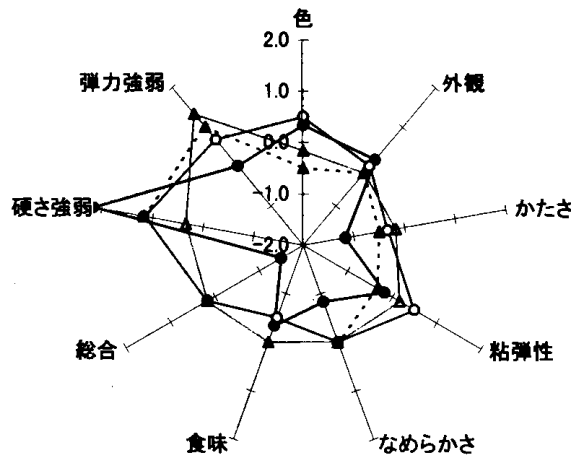


図2 太物冷麺の官能検査結果  
(900rpm、ダいの穴の径1.5mm)

●— かん粉0.5、澱粉40  
 ○— かん粉1.0、澱粉60  
 ▲--- 重曹粉末1.0、澱粉60  
 ◆... 重曹溶液1.0、澱粉60

は市販品が入手できなかったため、銀杏切りした大根を通風乾燥したものもちいた。

肉については牛肉と豚肉（もも肉）について検討し、牛肉についてはもも肉の外、はらみ（アウトサイドスカート）についても検討した。試作品の評価は各委員会で試食検討した外、地域産業間連携技術開発委員会（以下委員会という）のメンバー（13名）で全体的な評価を2回行った。

### 3 結果及び考察

#### 3-1 麺

図1にダいの穴の径1.1mmを使用し、スクリュー回転数900rpmで押し出した冷麺の官能検査結果を示した。総合ではかん粉を使用した試料の評価が全般に高く、重曹を使用した試作品の評価は低い傾向であった。重曹を粉末添加した試料は特にかたい麺質である事が特徴でありかたさの評価も低かった。それ以外の3試料はかたさではほぼ同等のやや高い評価を得た。粘弾性ではかん粉使用デンプン60%の試料の評価が高かった。このように同じ重曹でも混入方法により、麺の性質はかなり異なるものとなった。色では、かん粉を使用した試料の評価が重曹よりもかなり高かった。図2にダいの穴の径1.5mmを使用し、スクリュー回転数900rpmで押し出して試作した冷麺の官能検査結果を示した。アルカリ剤の種類と無関係に、デンプン60%配合粉を使用した試作品の評価が高く同じ総合評価であった。これらの試料の内重曹を溶液添加した試料はかたさに比べて弾力性が高いという特徴があったが、他にはそれほど大きな差は認

められなかった。これに対してデンプン40%（かん粉0.5%添加）の試料はかたさと粘弾性の評価が低く、総合評価もかなり低かった。色は、ダいの穴径1.1mmを使

表2 冷麺スープの原材料

原料	含量 (%)
醤油	20.0
アミノ酸液	17.0
調味料	16.0
甘味料	21.4
酸味料	12.0
香辛料	0.4
増粘剤	1.2
食塩	12.0

用した場合と同様にかん粉を使用したものの評価が重曹を使用した試料より高かった。これは色調が黄色みを帯びており、これに対して重曹を使用した試料は白っぽい感じであることが原因である。以上のようにダいの穴の径を変えれば、好まれる配合も変わり、ダいの穴の径が1.1mmと小さい場合にはアルカリ剤としてかん粉が好まれ、1.5mmと大きい場合にはアルカリ剤により特徴はあるもののデンプン含量配合量60%による試料が好まれた。以上の結果より、細物（ダいの穴の径1.1mm）の場合にはかん粉0.5%添加、デンプン60%配合粉が最適であり、太物（ダいの穴の径1.5mm）の場合には、

アルカリ剤による大きな差異は認められないことからアルカリ剤の種類及び添加方法にはこだわらず、重曹またはかん粉1%添加でデンプン60%配合粉使用したものをすべてを最適配合と決定した。

### 3-2 スープ

市販品の購入試食を経てトマト味ビーフ味の冷麺用スープの試食を行い、表2に掲げるような原材料で最終的な試作品を製造した。冷麺スープの成分分析結果は表3に示したとおりである。

表3 試作スープ (4~6倍濃縮タイプ) の分析結果

分析項目	分析結果
pH	4.4~4.5
無塩可溶性固形分 (%)	42~43
食塩 (%)	11~12
色度	28~29

### 3-3 キムチ

(1) 切り干し大根を使用したキムチの製造

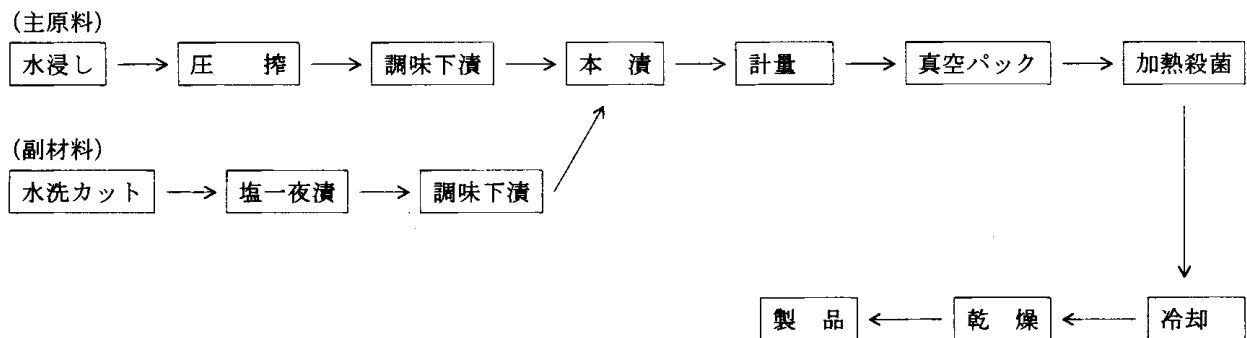


図4 切り干し大根を使用したキムチの製造工程

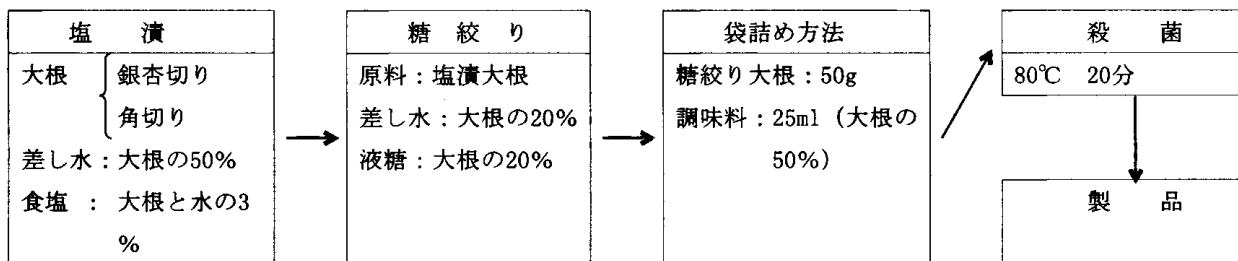


図5 糖絞り法による冷麺用キムチの製造工程

最初に、漬け物用素材として姫竹、茄子、切干大根、牛蒡、胡瓜、蕨を検討した。試作品について官能検査した結果を図3に示した。試作品は姫竹は少し独特の臭い

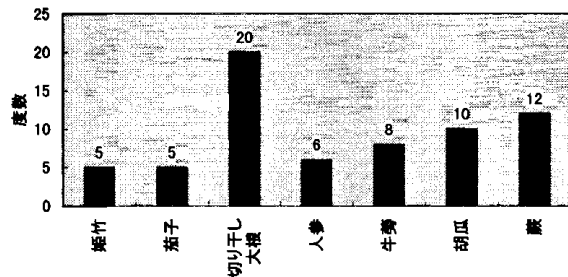


図3 冷麺用キムチとして好まれた素材

があり、茄子が少し柔らかかったこと、人参は好き嫌いがあることが原因となり評価が低かったが、他の素材はおおむね好評であり、特に切り干し大根は独特の歯触りが好評であった。この結果を踏まえて、切り干し大根を使用したキムチに目標を絞り、以下のような方法で切り干し大根を使用したキムチを開発した。

ア) 原材料

・切り干し大根 银杏切り (5mm と 8mm 厚で大根をカットした後通風乾燥機で30~40℃一晩乾燥したもの(晩)と市販の切り干し大根短冊切り (長さ5cm)

- ・副材料：リンゴ、にんにく、トマト、大根、にら、葱、人参、昆布、白ごま
- ・調味材料：粉唐辛子（4種ミックス）、調味料（アミノ酸、有機酸）、醸造酢、甘味料（水飴、ステビア）、塩、増粘剤（デンプン）

イ) 製造工程

切り干し大根を使用したキムチの製造工程を図4に示した。

2) 糖絞り大根を使用したキムチの製造

キムチの素材の処理方法として糖絞り法による製造を試みた。最初にキムチ用素材として大根、人参、胡瓜、蕪について検討したが、その結果、胡瓜は好みによるばらつきがあり、人参は青臭さや甘み、等の人参のくせがあり、蕪は食感が軟弱である欠点があるという欠点があった。これに対して大根は歯ごたえが良く無難であり、殺菌してもテクスチャーがあまり変化しないことから、大根を素材として選定し、更に試作検討を行った。

ア) 製造工程

主原料として大根（角切りと銀杏切りの2通り）を使用した。糖絞り法を応用したキムチの製造工程を図5に示した。

3-4 肉

(1) 開発経過

最初豚肉と牛肉の適否の検討をした結果、牛肉の方が冷麺用としては好ましかったので、以後原料肉は牛肉を用いて試作検討した。その後の検討事項は①肉に発色剤を入れた場合と入れない場合の検討。②調味液への2度漬けにより表面を黒く着色する方法の検討。③調味液浸漬後の表面の洗いの検討。④肉のスライスの方向の検討。（繊維方向にそって切断するか、繊維方向に直角に切断するかの違い）⑤肉の部位の検討（もも肉とアウトサイドスカート）を進めた結果、冷麺用の添付用肉としては発色剤を入れず、表面を特に着色しない方が好ましく、

繊維方向にそってスライスした方が肉の歯ごたえがあって良く、肉の部位としては、もも肉は外観的には良く、食感は無難であり、アウトサイドスカートは脂肪が表面に浮き出ているために見栄えは少々悪いが、食味は非常に良い試作品が出来た。肉は最終的に1枚から2枚のスライスを小袋包装し、レトルト殺菌したために保存性には全く問題のない試作品が出来た。

(2) 冷麺用チャーシュー製造工程

最終的に選定した冷麺用チャーシューの製造工程を図6に示した。

3-5 最終試作品の評価

麺は試作品の中から、重曹溶液1.0%添加し、デンプン60%配合した生地を穴の径1.5mmのダイを使用し、スクリュ回転数900rpmで押し出した麺を最終試作品とした。スープ、キムチ、肉については上述の試料を最終試作品として委員会で試食会を実施したところ、麺については弾力があり柔らかさもちょうど良いという評価が多かった。スープについては、6倍希釈品の評価が高く、冷麺用としては合格であるが、夏場はもう少し酸味を強くするとか、沈殿物を除去した方がよいとのコメントがあった。

キムチの場合、試食に供した切り干し大根使用キムチは全体的に評価が高かったが、銀杏切りの厚め（7mm厚で大根を切ったもの）の評価が最も高かった。糖絞り大根使用キムチは好みにより若干の違いが見られたが、銀杏切り、角切りいずれも好評であった。試作品の写真を写真1～6に示した。

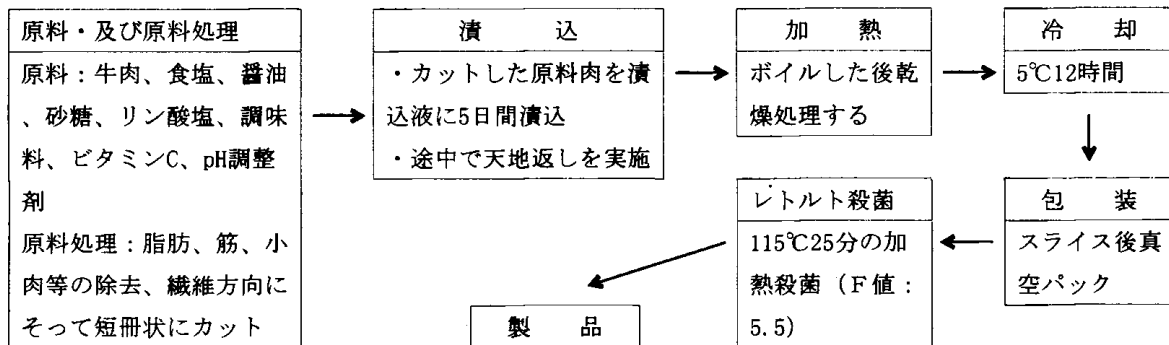


図6 冷麺用チャーシューの製造工程

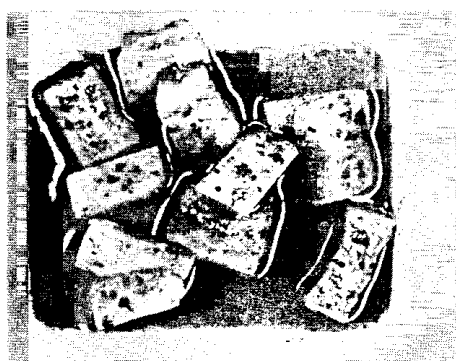


写真1 糖絞り大根キムチ



写真2 切り干し大根キムチ



写真3 レトルト肉1 (モモ肉)

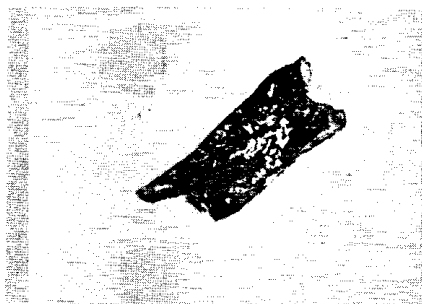


写真4 レトルト肉2 (アウトサイドスカート)

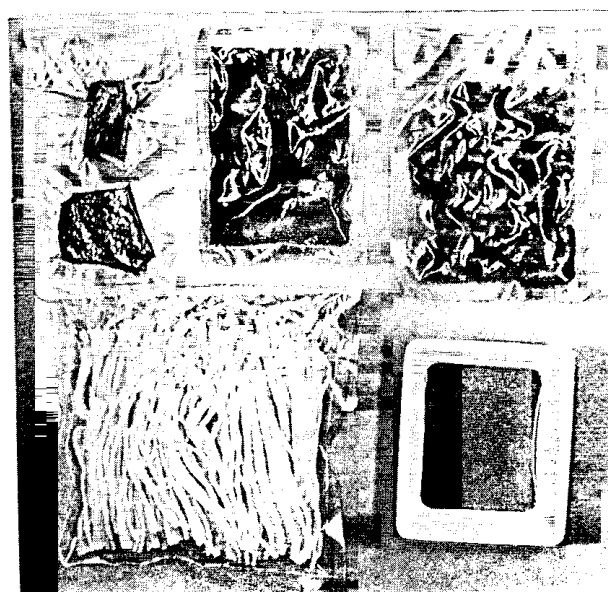


写真5 オールインワン冷麺のパーツ

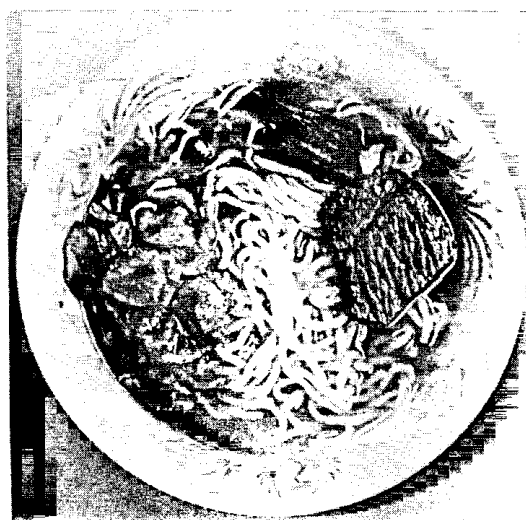


写真6 オールインワン冷麺

尚、本研究は農林水産省補助事業、地域産業間連携技術開発補助事業の補助金を受けて実施したものであり、補助金の交付等に便宜を図っていただいた関係各位に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 遠山 良, 関村照吉, 関澤憲夫: 日食工誌, 41, 299(1994).

## 冷麺製造ラインの改良

遠山 良\*、関村 照吉\*、武山 進一\*

荒川 善行\*、四戸 立男\*\*、田澤 正明\*\*\*

工藤 達之\*\*\*\*、渡辺 伸也\*\*\*\*、種谷 新一\*\*\*\*\*

冷麺製造に使用されている現在のラインを改良する目的で単軸エクストルーダを使用した試験ラインを調整した。95℃に加熱されて押し出された麺線は送風装置の付いたベルトコンベア上に誘導され、室温まで冷却される。試験ラインには、ベルトコンベアの速度調整と麺線を一定の長さに切断するために光センサを用いた。試験ラインの性能試験とベルトコンベア上を流れる麺線の温度と水分含量の測定試験を実施した結果、冷麺製造ラインの自動制御の可能性と製造ライン短縮化の可能性の見通しが得られた。

キーワード：冷麺製造ライン、光センサ

## Improvement of "Reimen"(Korean noodle) Processing Line

TOYAMA Ryo, SEKIMURA Teruyoshi, TAKEYAMA Shinich  
ARAKAWA Yoshiyuki, SHINOHE Tatu, TAZAWA Masaaki  
KUDOH Tatu, WATANABE Shinya, TANEYA Shin'ichi

For the purpose of improving the present production line of "Reimen", a test line processed by single screw extruder was prepared. The noodle at 95 °C pressed out from the extruder was flowing on the belt conveyer with air curtain, and then was cooled up to room temperature. Due to controlling belt conveyer speed and cutting the noodle at constant length, photosensors were employed. Performance test of the line and measurements of temperature and moisture of the noodle flowing on the conveyer were carried out. From these results, we can obtain the possibility of automatic control in "Reimen" noodle making, and that shortening of making line.

key words : extruder, Reimen, photosensor

### 1 緒 言

単軸エクストルーダを使用して冷麺を製造する方法<sup>1)</sup>では、生地は約 100℃に加熱され糊化状態でダイから麺線に成形されて押し出される。次に、連続的に押し出される麺線を互いに付着しないようにベルトコンベア上に広げ、冷却乾燥する工程が必要である。現在、この方法で実稼働の生産ラインでは、ベルトコンベアの長さが 10m 程度あり、少ないスペースでより効率よく生産するためにはラインをより短くすることが望ましい。また、

生産ラインを自動化し出来るだけ人の手が製品にふれないようにする工夫をすることは、生産効率の面からだけでなく、食品衛生上の理由からも重要な課題となっている。

今回は工業技術センターに試験ラインを導入し自動化のためのいくつかの改良を試みた。また、試験ラインを運転し、生産ラインの短縮化のための基礎的試験を実施した。

\* 食品開発部

\*\* (有)北日本機設サービス

\*\*\* (有)サンメイ電子

\*\*\*\* 岩手大学農学部

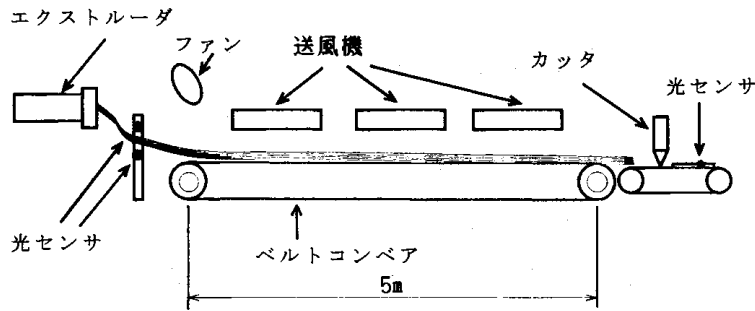


図1 麺線の冷却乾燥ライン

## 2 実験方法

### 2-1 光センサの利用によるラインの自動化

図1に麺線の冷却乾燥ラインを示した。冷却乾燥ラインは、ベルトコンベアと送風機（エアカーテン）から構成されるが、送風機は長さ120cmのものを3台使用した。また、エクストルーダのダイから流出した麺線が送風機下に到達する間にはファンを設置した。なお、ダイは直径143mm、厚さ8.5mmで同心円状に直径1.5mmの穴が100個空いているものを使用した。光センサ（赤色発光ダイオードと光電変換ICから構成）はエクストルーダダイからの麺線出口部分と麺の切断部分に設置した。エクストルーダダイからの麺線出口部分の光センサは図1のように流出して垂れ下がった麺線の上部和下部の2カ所設置している。これは麺の垂み具合を検知することにより、ベルトコンベアの色度制御を行うためのものである。すなわち、ベルトコンベアの色度が速くて麺が引っ張られ上部の発光ダイオードの光を麺が遮断するとコンベア速度を減速し、逆にコンベアの色度が遅くなり麺がたるんで下部の発光ダイオードの光を遮ると、コンベアの色度を増加させるようにしている。また、麺の切断部分のセンサは可変式になっており、切り刃との間隔をコンベア速度に応じて調節することにより麺を任意の一定の長さ（普通約30cm）に切断することができる。

### 2-2 麺の製造法

原料粉は、バレイショデンプン（南十勝農工連澱粉工場製、南十勝）と小麦粉（㈱府金製粉製、オリンピック1号）を6:4の比率で混合した混合粉である。これに重曹1%（w/w）、アルコール製剤5%（w/w）、水を50%（w/w）加えて縦型ミキサー（㈱押し製作所 Junior60、回転速度3段切り替え）で低速3分間ミキシングして生地を調製した。次に、生地をエクストルーダの試料投入ホッパに入れ、押し出しスクリュの回転数を300rpm、600rpm、900rpmの3段階に変化させてダイから麺を押し出して製麺した。

し出して製麺した。

### 2-3 システムの性能試験

図1のように長さ5mのベルトコンベアのエクストルーダ側から1m間隔で、0～5mの6カ所で麺の温度と水分含量を測定した。また、風速計（㈱TSRUGA ELECTRIC WORKS TDA-7432型）によりそれらの各点におけるベルトコンベア面に向かって垂直方向の風速も測定した。温度は赤外線温度計（㈱KEYENCE IT2-60型）を使用してライン上で直接測定した。水分含量は、各点で試料をサンプリング後直ちにハイバリアーの包装袋で包装したものを測定用試料とし、実験終了後、それらの麺を細かく切断し測定に供し、135℃3時間乾燥法により求めた。

## 3 結果および考察

### 3-1 光センサを使用した制御

今回の試験では、麺の押し出し速度にタイミングを合わせたベルトコンベアの自動制御の実際の稼働試験については現在検討中であり、上限と下限のセンサの設置位置等について検討している。光センサを使用した麺線の切断方法は、ベルトコンベアの色度を変えても常に一定の長さに麺を切断することが可能である。しかし反面、発光ダイオードの光を誤って手などで遮れば、誤動作するために、これに対して何らかの対策が必要である。いくつかの改良すべき点はあるが、今回の実験では、この方法でも十分に麺の自動裁断が可能であることが分かった。

### 3-2 冷却乾燥ラインの性能

ベルトコンベア上の風速を測定した結果、送風装置と送風装置の間隙の下で最低で1.0m/sの風速を示したが、平均してほぼ4.5m/sの風速であった。実験の環境条件は、気温17～18℃、生地の温度19℃、湿度RH30%、ダイの温度89～99℃、送風機からの空気出口温度20



～21℃であった。

図2にベルトコンベア上の麺の移動距離と滞留時間との関係について示した。滞留時間はエクストルーダのス

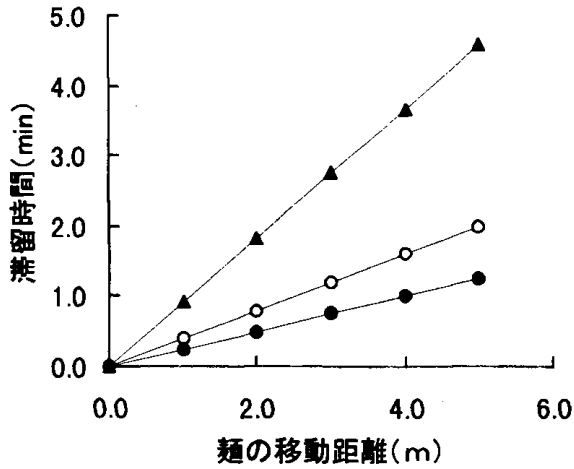


図2 ベルトコンベア上の麺の移動距離と滞留時間  
 ● スクリュ回転数900rpm  
 ○ " 600rpm  
 ▲ " 300rpm

クリュ回転数（これにベルトコンベアの速度のタイミングを合わせている）により異なるので、図にはスクリュ回転数別に示している。ちなみにスクリュ回転数がそれぞれ900rpm、600rpm、300rpmのときベルトコンベアの速度はそれぞれ398cm/min、250cm/min、109cm/minであった。

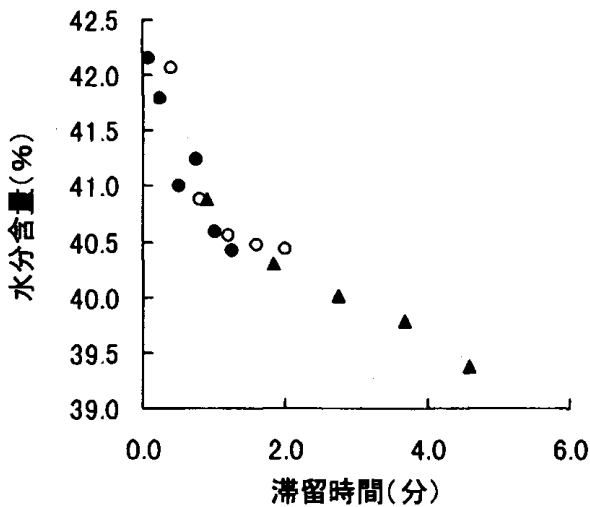


図3 ベルトコンベア上の麺の滞留時間と水分含量  
 ● 900rpm ○ 600rpm ▲ 300rpm

スクリュ回転数を900rpm、600rpm、300rpmと3段階に変えて麺線を出し時の滞留時間と麺の水分含量

との関係を図3にまとめて示した。冷麺用生地水分含量の実測値は44.8%であったが、エクストルーダから押し出された直後では図に示したように42.2%となり、高圧で押し出された瞬間に断熱膨張のため2.5%前後の水分が蒸発した。その後麺はベルトコンベアに誘導され滞留時間で1分前後までに40.5%となり、さらに約2%の水分が蒸発した。それ以後は徐々に蒸発速度が低下し、3～4分の滞留時間で40%程度の水分含量となった。このように水分含量と滞留時間は指数関数的な関係があった。水分含量(w/w%)をYとし、滞留時間(s)をXとすると、麺の水分含量は $Y=43.7-0.717\ln X$ という実験式で表すことができた。なお、麺の水分と滞留時間の自然対数値との相関係数は0.948であった。

図4にベルトコンベア上の麺の滞留時間と麺の温度との関係を示した。エクストルーダ内部では生地は95℃

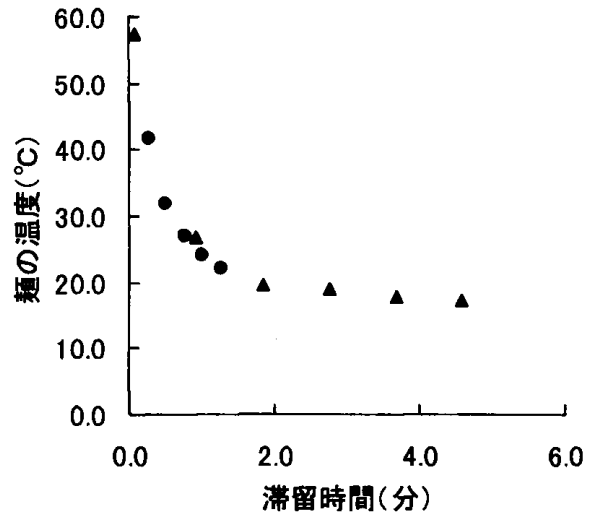


図4 ベルトコンベア上の麺の滞留時間と温度  
 ● 900rpm ▲ 300rpm

まで加熱されているが、麺が押し出される瞬間、膨化と同時に急激に水分が気化するため、麺の温度は急速に冷却され、図に示したように、押し出された時点で実測値では50～60℃前後の温度となった。麺がベルトコンベアに誘導され送風冷却されると、滞留時間が1分前後まで麺の温度は急激に低下した。その後、品温はほぼ室温と一致し、その後はほとんど変化が見られなかった。品温が室温に達するのは滞留時間が1.5分以内であったが、その時点までの滞留時間と温度との関係を見ると、水分含量と同様に指数関数的な関係が見られた。ここで麺の品温(℃)をY、滞留時間(s)をXとすると、品温は $Y=77.44-12.9\ln X$ という実験式で表すことができた。なお、品温と時間の自然対数との相関係数は

0.997であった。

以上のことから、今回試作した試験ラインにより、麵を効率良く冷却する場合、通常の実用的なスクリュ回転数である900rpmの場合でも、約5m程度の長さがあれば十分に室温まで冷却可能であることが分かった。

本研究は農林水産省補助事業、地域産業間連携技術開発補助事業の補助金を受けて実施したものであり、補助金の交付等に便宜を図っていただいた関係各位に深謝いたします。

#### 文 献

- 1) 遠山 良, 関村照吉, 関澤憲夫: 日食工誌, 41, 299(1994).

## 解凍おからの漬物床への利用

関村 照吉\*、武山 進一\*、遠山 良\*  
荒川 善行\*

一度凍結し解凍した後食塩を加えたおからを漬物床に用いた場合、生おからをそのまま用いたものに比較しキュウリの緑色度を長く保った漬物を製造することができた。その理由は、凍結することによっておからの含有タンパク質が変性し、水に溶けにくい構造変化が起き、そのために、漬物床のpHを下げるような微生物へ窒素供給が抑制されるためではないかと考えられた。

キーワード：おから、解凍、漬物

## Application of Defrosted Okara to Pickles Base

SEKIMURA Teruyoshi, TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo  
ARAKAWA Yoshiyuki

The pickled cucumber made by using defrosted Okara was preserved its greenish color better than using raw Okara. The reasons were assumed that the proteins in Okara would be denatured and transformed to an insoluble structure, and that the supply of nitrogen source to microorganisms would be depressed causing the decrease in pH of pickled base .

key words : okara, defrost, pickles

### 1 結 言

岩手県のおからの生産量は約 150t/日、1年間に換算すると 4.2 万 t 余りと推定される。高橋らは<sup>1)</sup>、岩手県内及び隣県の豆腐業者にアンケート調査し、おからの 64% が家畜の飼料として処理され、以下堆肥、焼却、乾燥されて処理されていること、この内、飼料としての処理は畜産公害の発生により都市から畜舎が離れる傾向にあって処理経費が増大していること、また、おからの乾燥、焼却装置も多額の設備投資を必要とするため、業界ではおから処理対策に苦慮していることをまとめている。さらに、全国的には「おから利用促進対策中央協議会」<sup>2)、3)</sup>が、おから処理の現状と豆腐業界の要望や意見を集約し、現在まで研究されているおからの有効利用に関する報告や特許を報告書にまとめている。

このうち当センターの研究では、著者ら<sup>4)</sup>がおからを他の食品の副産物（酒粕・醤油粕・フスマ）と二軸エクストルーダを用いて混合し、キノコ培地や家畜飼料を製造した報告や山本ら<sup>5)</sup>によるおからへミセルローズからオリゴ糖を生産する方策について報告している。

一方、おからを漬物床として利用する方法は、「卵の花漬け」として製造販売されているが、その研究例はほとんどなく、若林ら<sup>6)</sup>がぬか漬けと乾燥おから漬けを比較した報告や馬場ら<sup>7)</sup>が乾燥おからの漬物床でキュウリなどを漬けた報告がある。このうち後者は、漬込んでもキュウリなど緑色野菜の色調変化がほとんどなく、漬物床が原料野菜の色素の変化をおこすような pH に下がらないためとしている。また、県内の豆腐製造業者は、凍結したおからを解凍して漬物床に使用した場合にキュウリの緑色が保たれたまま漬け上がり、その現象は生おからを用いるより解凍おからを使用した場合に効果が顕著であることを経験上つかんでいる。

本研究では、解凍おからを漬物床に使用し、キュウリを漬込み、pH、キュウリの色、漬物床の窒素濃度などの変化について測定し、野菜の緑色が保たれまま漬け上がる理由について検討した。その結果、おからを凍結し解凍した後食塩を加えることによって、おから含有のタンパク質が変性するために起こる現象ではないかと推論されたので報告する。

\* 食品開発部

2 実験方法

2-1 漬込み方法

図1に解凍おからを用いたキュウリの漬込み手順を示した。

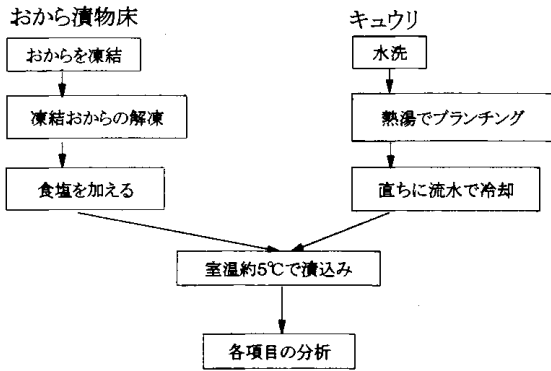


図1 漬込み方法

2-2 分析項目

pHは漬物床に用いたおからの10倍量の水を加え30分間攪拌し、HORIBA社製、pH METER F-22により測定した。

水分は135℃で2時間通風乾燥による減量をおからの水分とした。

水分活性はコンウェイユニットを用いた定湿下における平衡重量(水分)測定法と日本ゼネラル社製AQUA LAB CX-2で測定した。

食塩濃度はモール法により測定した。

全窒素はセミマイクロケルダール法で常法により測定した。

混濁液の660nmの透過度は、おから漬床のおからに10倍量の水を加え30分間攪拌し、10分間静置後中間位置の溶液を採取し、HITACHI社製、U-3300で10mmの石英セルを用い測定した。

混濁液の窒素は、透過度を測定するときと同様に処理し、セミマイクロケルダール法で常法により測定した。

漬物材料のキュウリの色彩は、色彩色差計MINOLTA社製CR-200でa\*値を測定した。a\*値は正から負の方向が赤から緑の方向に相当し、負の値が多いほど緑色が濃い。

おからの漬物床の一般生菌数・ブドウ球菌・大腸菌群は、それぞれ常法に従って1g当たりの菌数を測定した。

3 結果

3-1 生おからと解凍おから及びそれに加塩したものの各分析値

表1に生おからと解凍おから及びそれぞれに加塩して調整したおからについて、pH、水分、水分活性、食塩濃度、全窒素、おから混濁液中の窒素と660nmの透過度及び菌数について測定した結果を示した。

表1 生と凍結おから及びそれに加塩したものの各分析値

	pH	水分(%)	水分活性	食塩濃度(%)	全窒素(%)
生おから	6.50	78.3	0.99	0	4.55
生おから加塩	6.50	71.2	0.92	9.37	4.44
解凍おから	6.88	77.8	1.00	0	4.86
解凍おから加塩	6.88	70.5	0.91	9.31	4.80

	混濁液中の窒素(%)	混濁液の660nmにおける透過度(%)	一般生菌数 (cell/g)	ブドウ球菌・大腸菌群
生おから	2.48	30	2.0x10 <sup>3</sup>	陰性
生おから加塩	2.10	45	1.8x10 <sup>3</sup>	陰性
解凍おから	1.26	53	2.3x10 <sup>3</sup>	陰性
解凍おから加塩	1.16	54	2.0x10 <sup>3</sup>	陰性

3-2 漬物床のpHの変化

図2にキュウリをそれぞれのおから床に漬込んだ時のpHの変化を示した。

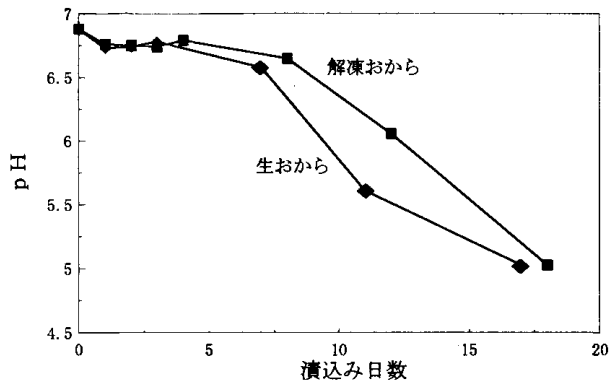


図2 漬物床のpH変化

3-3 キュウリのa\*値の変化

図3に原料キュウリとブランチングした後のキュウリのa\*値及びキュウリをそれぞれのおから床に漬込んだときのa\*値の変化を示した。

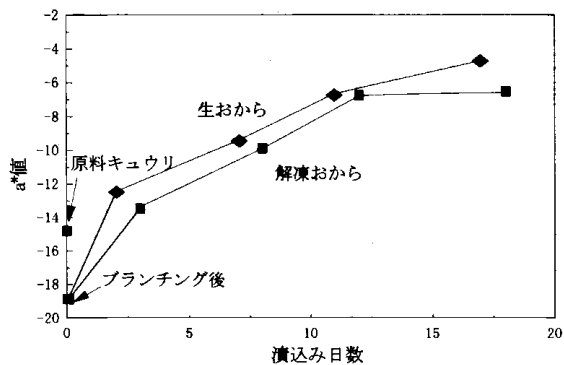


図3 キュウリのa\*値の変化

### 3-4 おから漬物床のおから混濁液中の窒素濃度変化

図4にキュウリを漬込んだときの、漬物床のおから混濁液の窒素濃度の変化を示した。

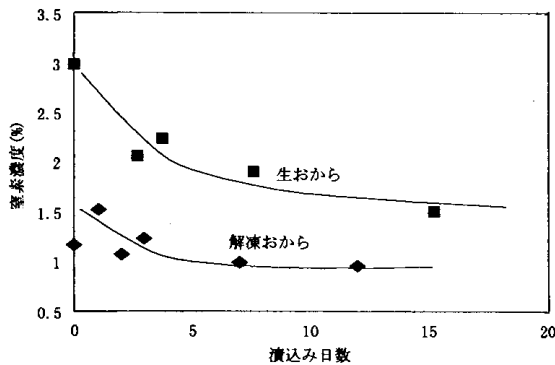


図4 漬物床のおから混濁液中の窒素濃度変化

## 4 考 察

### 4-1 解凍おからの特徴

水分は生おからよりも解凍おからで約0.5%少なくなった。おからの解凍時にドリップの発生はなく、おからが結氷した水を再び吸っていることから、蒸発などによって生じたわずかな水分の差であると考えられる。また、それぞれに加塩したものは食塩の分だけ水分は低く測定されるはずであるが、正確にはそれ以下となった。加塩することで組織の結合水まで表面に出るため、結果として重量減として多く測定されるためと考えられる。

水分活性は生おからと解凍おからはほぼ水と同じ水分活性であった。約9.4%加塩することで水分活性は0.91～0.92に低下した。

全窒素は生よりも解凍おからで多くなった。これは解凍おからの水分が低いことにより相対的に含量が多く測定されたものと考えられる。

一般生菌数は $10^3$ レベルで生おからと解凍おからの差はほとんどなく、加塩することで200～300cell/gの菌数が減った。ブドウ球菌と大腸菌群はいずれも陰性であった。

pHは生おからよりも解凍おからで約0.4高くなった。

おから混濁液中の窒素濃度は、解凍おからのものは生おからのそれよりも低く、加塩することでよりその差が大きくなった。逆におから混濁液の660nmの透過度は、解凍おからで高く(液は澄んで)、加塩することでさらに高く測定された。

これらは、おからを解凍することにより、その多くはタンパク質と考えられる含有の窒素化合物が変性し、さらに食塩を加えることによる変性が加わり、水に溶けにくい構造変化とpHの変化が起こるためと考えられる。

### 4-2 解凍おから漬物床を使ったキュウリ漬込み試験

おから漬物床のpH変化は漬込み1週間では明らかな差はなかったが、それ以後は解凍おからを使用したものが生おからにのものに比較して、pHの低下は緩やかであった。漬込み試験は、室温約5℃で実施したが室温の高い場合には、この差はさらに大きくなるであろうと考えられる。また、別に実施した食塩濃度を3、5、7%にして、キュウリを漬込んだ試験では1週間程度でカビの発生が観られ、食塩濃度は10%程度にする必要があった。

原料キュウリの $a^*$ 値は約-15で、ブランチングをすることによって緑色は強調され約-19となった。その後生おからと解凍おからいづれに漬けたキュウリも緑色度は低下し、解凍おからのものは約12日で一定となったが、生おからのものはその後も下がりやがて黄変した。

おから漬物床のおから混濁液の窒素濃度の変化は、漬込み1週間でキュウリから出てくる水分で相対的に窒素濃度は低下したが、その後ほぼ一定となり、生おから漬物床では約2%、解凍おから漬物床では約1%となった。

以上から、凍結後解凍と食塩を加えることにより、含有タンパク質に変性が起き、そのおからを漬物床に使用してキュウリを漬込むと、漬物床のpHを下げるような微生物に窒素が供給されにくいいため、それらの菌の増殖が抑制され、pHが急激には下がらずキュウリの緑色が比較的保たれるものと推論された。

## 5 結 語

凍結おからを解凍し食塩を加えることにより、その含有のタンパク質が変性し、水に溶けにくい構造変化が起きていると考えられた。この解凍おからを漬物床として使用しキュウリを漬込むと、漬物床のpHを急激に下げよう微生物に窒素が供給されにくいので、それらの菌の増殖が抑制され、キュウリの緑色変化が少ないのではないかと考えられた。

本研究を実施するに当たり、おからの提供とご指導ご助言を頂いた「凍結おからの漬物床への利用専門検討委員会」(岩手大学農学部 小野伴忠助教授、有限会社 関添食品工業 斉藤好昭代表取締役、有限会社 岩淵食品工業 岩淵孝至代表取締役、有限会社 沢田屋 沢田一信専務取締役、岩手町 高橋妙子)の各委員に感謝いたします。

本研究は、農林水産省フードシステム高度化対策事業「加工流通新技術開発事業」により実施した。

文 献

- 1) 高橋靖忠、黒川賢太郎、高橋博芳、宮澤一郎：協同組合岩手クリーンシステム、豆腐製造業者のアンケート調査 (1995)
- 2) 食品産業センター：大豆加工食品副産物高度利用研究開発事業報告書「おからの有効利用のために」(1992)
- 3) 食品産業センター：大豆加工食品副産物高度利用研究開発事業報告書「おから利用促進対策中央協議会事業関係」(1994)
- 4) 関村照吉、工藤幸雄、壁谷裕充、遠山良、斉藤博之、関澤憲夫、飯野久栄：岩醸食試報,22,43(1988)
- 5) 山本忠、高橋亨、大谷民子：岩手工技セ研報,1,67(1995)
- 6) 若林昭、菊池久寿郎：新潟県食品研究所研究報告,18,27(1981)
- 7) 馬場茂、福沢幹雄、小栗勇、飯田俊彦、小林巖：長野食工試報,8,7(1980)

## 原料配合の異なる発酵ソーセージの製造法の検討

武山 進一\*、荒川 善行\*、伊藤 崇\*\*、  
中井 博康\*\*\*

岩手県の代表的品種である日本短角種牛肉単独、及び、ホルスタイン種牛肉と豚肉の合挽き肉を主原料として、二種類の発酵ソーセージを試作し、そのpH、水分活性(A<sub>w</sub>)等の状態及び品質の相違を試験した。その結果、熟成後の製品のpH及びA<sub>w</sub>は製造基準を達成していたが、短角牛品は合挽き品よりもpH、A<sub>w</sub>が高い傾向にあった。また、官能評価の結果、嗜好性評価では、短角牛品は合挽き品より色で少し劣る傾向を示したが、総合評価では殆ど差がなかった。

キーワード：発酵ソーセージ、日本短角種

## Examination of Manufacturing Method of Fermented Sausages Different in Raw Material Components

TAKEYAMA Shinichi, ARAKAWA Yoshiyuki, ITOU Takashi,  
NAKAI Hiroyasu

Two types of fermented sausages were made to examine the differences in qualities and some properties such as pH, water activity (A<sub>w</sub>), and so on. One was the Japanese Shorthorn cattle meat (JSB) being a famous beef of Iwate prefecture, and the other was Holstein cattle meat mixed with pork (MBP). The pH and A<sub>w</sub> of the fermented sausage made from JSB were slightly higher than that made from MBP. As a result of the sensory test, there were few differences in total evaluation between the two, though the sausage made from JSB was a little more inferior in the color to the one made from MBP.

key words : fermented sausage, Japanese Shorthorn

### 1 結 言

前報<sup>1)</sup>において、乳酸菌をスターターとする発酵ソーセージの試作製造を行い、乳酸菌2種による品質の違いを官能試験により検討した。その結果、*Pediococcus cerevisiae*で発酵させたソーセージは、*Lactobacillus plantarum*のそれと比べ酸味が適当であり、官能試験の総合評価が高いものであった。

今回、主原料配合の相違が製造条件及び製品の品質に及ぼす影響を検討するため、岩手県の代表種である日本短角種牛肉単独、及び、ホルスタイン種牛肉と豚肉の合挽き肉を主原料として、*Pediococcus cerevisiae*菌をスターターとする発酵ソーセージを試作し、各種測定を行ったので、その結果を報告する。

スターとする発酵ソーセージを試作し、各種測定を行ったので、その結果を報告する。

### 2 実験方法

#### 2-1 原 料

##### 2-1-1 供試菌株

前報で用いた乳酸菌株 (*P.cerevisiae*) を供試した。スターターの調製は、菌数 $10^8 \sim 10^9$  /gの液体培養物を、液体培地10mlに500 $\mu$ l接種し、37℃にて48時間培養し、遠心分離(3000r. p. m  $\times$  10分)して行い、沈殿物をスターターとした。

\* 食品開発部

\*\* 岩手畜産流通センター

\*\*\* 現在、農林水産省畜産試験場

2-1-2 ソーセージ原料

原料配合の異なる2種類の発酵ソーセージについて、その原料配合を表1に示した。原料赤肉に日本短角種牛肉を用いたものを短角牛品とし、国産牛肉(ホルスタイン種牛肉)と国産豚肉(1:1)を用いたものを合挽き品とした。

2-2 発酵ソーセージの試作製造

前報と同様の方法で試作した。製造工程は、図1に示す通りである。但し、発酵時間は48時間行い、熟成は15日間行った。

表1 ソーセージ原料配合割合(%)

	短角牛品	合挽き品
牛短角赤肉	80	
牛赤肉(♀♀肉)		40
豚赤肉(♀♀肉)		40
ボイル脂肪	20	20
ブドウ糖	0.3	
ホワイトペッパー	0.25	
カルダモン	0.1	
パプリカ	0.2	
ジンジャー	0.1	
コリアンダー	0.15	
L-グルタミン酸Na	0.3	
アスコルビン酸Na	0.12	
亜硝酸Na	0.06	
食塩	2.2	
水	5.0	

注 ブドウ糖以下の配合割合は原料肉100に対する割合で示した。

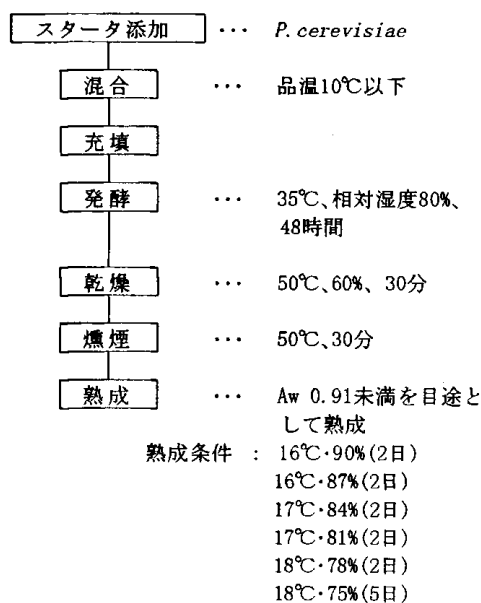


図1 発酵ソーセージの製造工程

2-3 測定方法

乳酸菌の測定は、BPC加プレートカウントアガール培地にて、35°C 72時間培養後、黄色集落を計数した。発酵工程及び熟成工程で測定した。

pHの測定のためには、ソーセージ表面から5mm以上の内側の部分を採取し、測定用試料とした。pHは、測定用試料に等倍の水を加えホモジナイズし、測定した。

水分活性(Aw)の測定は、測定用試料を細切し、Decagon Devices社製装置 AQUA LAB CX-2で測定した。

亜硝酸根の定量は、衛生試験法注解に記載されている方法<sup>2)</sup>で測定した。

食塩の定量は、衛生試験法注解記載の、湿式法によるホルハルド法<sup>3)</sup>で測定した。

2-4 官能評価

熟成後の製品に対する官能評価は、「好き」か「嫌い」かを問う嗜好性評価項目と「強い」か「弱い」かを問う定量的評価に区分して実施した。嗜好性評価項目として、色、かたさ、粘弾性、匂い、酸味、風味及び総合評価の7項目を、定量的評価項目として、匂い、酸味、かたさ、粘弾性の4項目を選んだ。各項目の官能評価は7段階評価法で行い、当センター職員23人(男性17人、女性6人)をパネラーとして実施した。

3 結果及び考察

3-1 発酵・熟成工程での乳酸菌数

充填直後のソーセージを35°C(湿度80%)の恒温恒湿器内で48時間発酵させ、0、6、18、30、48時間後に測定した乳酸菌数は、表2に示す通りである。

前報では発酵初期段階で10<sup>8</sup>/gレベルの菌に達していたが、今回10<sup>7</sup>/g以下の菌数に止まり、その後も前報に比べ1~2桁低い菌数で推移した。これは、今回、亜硝酸ナトリウムの配合を従来の3倍(600ppm)に設定したので、そのことが乳酸菌の増殖に影響を及ぼしたためと考えられた。

表2 発酵過程での乳酸菌数の推移

合挽き品	
発酵開始時	4×10 <sup>5</sup>
6時間後	6×10 <sup>5</sup>
18時間後	1×10 <sup>7</sup>
30時間後	10 <sup>7</sup> 未満
48時間後	10 <sup>7</sup> 未満

発酵過程で低めであった乳酸菌数は、熟成過程におい



でもその傾向は変わらず、15日間で1桁程度微増したに止まった。短角牛品の方が合挽き品より乳酸菌数が多い傾向を示した(表3参照)。

表3 熟成過程での乳酸菌数の推移

	合挽き品	短角牛品
熟成開始時	10 <sup>7</sup> 未満	10 <sup>7</sup> 未満
熟成5日目	2.6×10 <sup>6</sup>	8.2×10 <sup>7</sup>
熟成10日目	5.3×10 <sup>6</sup>	1.3×10 <sup>8</sup>
熟成15日目	1.0×10 <sup>7</sup>	1.6×10 <sup>8</sup>

### 3-2 発酵・熟成過程でのpH及び熟成過程でのAwの推移

発酵過程、熟成過程でのpHの推移を、それぞれ表4、表5に示す。また、熟成過程でのAwの推移を、表6に示す。

表4 発酵過程のpH推移

	合挽き品	短角牛品
発酵開始	5.83	5.84
6時間後	5.83	5.86
18時間後	5.52	5.73
30時間後	5.29	5.49
30時間後	5.25	5.49
48時間後	5.24	5.40

表5 熟成過程のpH推移

	合挽き品	短角牛品
熟成開始時	5.26	5.38
熟成5日目	5.10	5.13
熟成10日目	5.13	5.24
熟成15日目	5.19	5.30

表6 熟成過程のAw推移

	合挽き品	短角牛品
熟成開始時	0.956	0.960
熟成5日目	0.947	0.953
熟成10日目	0.917	0.925
熟成15日目	0.893	0.905

発酵開始時のpHは、合挽き品も短角牛品もともに、5.83、5.84とほぼ同様の値を示したが、乳酸菌による発酵が進むにつれ、合挽き品のpH低下は短角牛品に比べ急速に低下し、48時間の発酵で短角牛品の5.40に対し、合挽き品は5.24であった。この傾向は熟成過程でも同様で、熟成15日目のpHは短角牛品の5.30に対し、合挽き品は5.19であった。この相違は、両品の乳酸菌数の傾向と少し矛盾しているが、豚肉の最終pHが牛肉のそれよりは一般に低いことと関連しているのかも知れない。

熟成過程における乾燥によって製品の水分活性は順調に低下し、熟成開始時に合い挽き品で0.956、短角牛品で0.960を示したものが、熟成15日目は0.893、0.905までそれぞれ低下した。

食品衛生法で定められている、肉塊以外の非加熱食肉製品の製造基準として、くん煙または乾燥(発酵ソーセージの場合は発酵と熟成)は製品の温度を20℃以下に保持して20日間行い、①pH5.0未満か、②水分活性0.91未満、または、③pH5.3未満で水分活性0.96未満になるまで行わなければならない。常温保存のものは、④pH4.6未満か、⑤pH5.1未満で水分活性0.93未満にしなければならない。

今回の試作では、合挽き品は②、③の条件を満たしたが、短角牛品では②の条件を満たすに止まった。短角牛品は合挽き品よりもpH、Awが高く、安全に製造するためには、それらを低くする対策が必要と考えられる。今回は乳酸菌の増殖が活発に行われる条件下で発酵させたが、食品衛生法では、発酵過程も製品温度が20℃以下でなければならず、今後この基準を考慮に入れて発酵・熟成工程全体で20日間以上になるように調整する必要がある。

### 3-3 製品の残存亜硝酸根量及び食塩量

熟成10日目の残存亜硝酸根量、熟成15日目の食塩量を測定した。結果を表7に示す。

表7 製品の亜硝酸根量、食塩量

	合挽き品	短角牛品
亜硝酸根量(ppm)	16.7	16.7
食塩量(%)	4.25	4.30

亜硝酸塩は600ppm添加したが、製品の残存亜硝酸根量は従来(200ppm添加)の亜硝酸根量と変わらない残存量であった。添加亜硝酸塩は初期段階で激減するということは知られているが、今回の実験では残存亜硝酸根量を多くする目的を、達成することは出来なかった。

食塩量については、配合からの計算値は2.02%のところ、最終的な結果が4.25~4.30%であったことから、約2倍に濃縮されていた。

### 3-4 嗜好性評価結果

嗜好性評価結果を表8、図2に示す。短角牛品は、かたさ、粘弾性、酸味、風味、総合評価の項目で普通(3点)かそれ以上の評価であった。色、匂いについては、普通に満たない評価で、特に色の評価が低かった。

対照品である合挽き品との比較では、短角牛品は、匂い、酸味で僅かに評価が上回ったが、それ以外の項目では評価が下回り、特に色については有意差 ( $P < 0.05$ ) が認められた。

表8 嗜好性評価結果

	色	かたさ	粘弾性	匂い	酸味	風味	総合評価
短角牛品	2.57	3.09	3.00	2.96	3.39	3.30	3.39
合挽き品	3.78	3.48	3.43	2.91	3.13	3.52	3.52
平均	3.17	3.28	3.22	2.93	3.26	3.41	3.46

しかし総合評価においては、合挽き品と短角牛品ではその評価の差は僅かなものであった。短角牛品の場合、総合評価は風味との相関が高く、色は総合評価に影響を与える要因となっていないことがわかる。

<総合評価と相関が高い項目 (括弧内は相関係数) >

短角牛品：風味 (0.892) > 粘弾性 (0.728)

合挽き品：風味 (0.689)

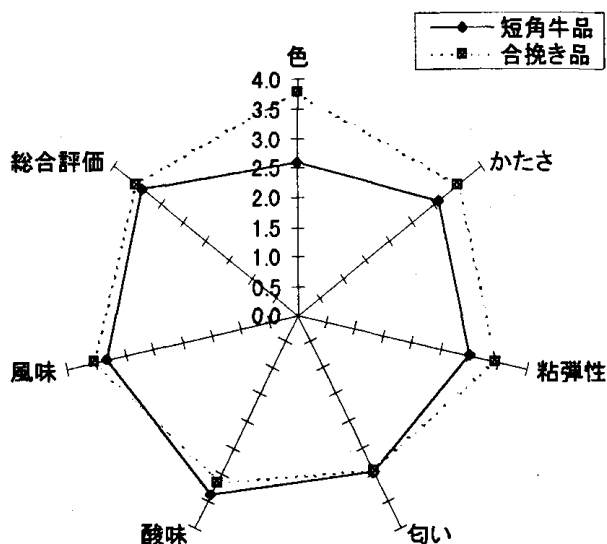


図2 嗜好性評価結果のレーダーチャート図

好きか嫌いかを、7段階評価法で評価。「普通」(3点)を基準とし、高い値ほど「好き」側評価。

### 3-5 定量的評価結果

定量的評価結果を表9に示す。酸味は、短角牛品、合挽き品ともに「強い」側の評価を受けた。しかし、嗜好性評価項目で、酸味が普通よりも好ましい評価を受けていることから、適度な酸味 (pH5.2-5.3) であったと言える。

匂い、かたさ、粘弾性については、短角牛品は「弱い」側の評価を受け、合挽き品が「強い」側の評価を受けた。

特に、かたさと粘弾性の2項目は、短角牛品との間で有意差 ( $P < 0.05$ ) が認められた。短角牛品は熟成工程での乾燥が進みにくく、最終的な水分活性値では、短角牛品が Aw 0.905、合挽き品が Aw 0.893と差が出たことから裏付けられる。短角牛品は、合挽き品より乾燥期間を長くする必要がある。

表9 定量的評価結果

	匂い	酸味	かたさ	粘弾性
短角牛品	2.87	3.35	2.09	2.65
合挽き品	3.30	3.78	3.35	3.52
平均	3.09	3.57	2.72	3.09

## 4 結 語

岩手県の風土にあった食肉製品を開発するため、乳酸菌スターターを用いた発酵ソーセージの製造試験を行っている。岩手県の代表的な短角和牛肉を主原料とした発酵ソーセージは、対照と比べ、品質で差が殆どなかったが、製造法を工夫することにより、さらに改善されると思われた。

## 文 献

- 1) 武山進一, 荒川善行, 伊藤崇, 中井博康: 岩手工技セ研報, 2, 107(1995)
- 2) 日本薬学会編: 食品衛生法注解, p. 687, 金原出版 (1990)
- 3) 日本薬学会編: 食品衛生法注解, p. 378, 金原出版 (1990)

## 所内LAN及びインターネット環境の構築

藤澤 充\*、武山 進一\*\*、桑嶋 孝幸\*\*\*  
長谷川辰雄\*\*\*\*、山本 忠\*\*\*\*\*、菅原 龍江\*\*\*\*\*

平成7年10月に岩手大学をNOC (Network Operation Center) とするTOPIC (東北学術研究インターネット) 経由で、当センターもインターネットに接続された。また、所内LANサーバ内に、いくつかのデータベースも着々と構築されつつある。将来的には、蓄積したデータベースをインターネットのホームページ上から検索可能な形態で発信し、それを窓口として企業からの問い合わせや要望に対応していきたいと考えている。本報告では、それらのこれまでの経緯と今後の計画について述べた。

キーワード：LAN、インターネット、電子メール、WWW、ホームページ、データベース、イーサネット、情報検索システム

## Construction of LAN and Internet Environment

FUJISAWA Mitsuru, TAKEYAMA Shinichi, KUWASHIMA Takayuki,  
HASEGAWA Tatsuo, YAMAMOTO Tadashi, SUGAWARA Ryukou

In October 1995, we were connected with internet by Iwate University which was one of Network Operation Centers(NOC) of Tohoku Open Internet Community(TOPIC). We are constructing several databases on LAN step by step. In future, by providing searchably these databases from our homepage of internet we would like to response some questions and desires from small and medium enterprises. In this report we refer the experience of our network system development and some future plans.

key words : LAN, internet, e-mail, WWW(World Wide Web), homepage, database, ethernet, information searching system

### 1 緒言

平成6年4月1日に岩手県工業技術センターが新たな発足をみた。この時建物が新築されるのを機に、将来的にネットワーク環境が重要になることを考慮し、所内LAN設備の導入を検討することになった。

本報告では、当センター建設前のネットワーク検討会から始まる現在の情報ネットワーク委員会での活動成果

について紹介する。

### 2 開発の経緯

平成6年4月の工業技術センター開所に向けて、我々が平成4年頃から所内LANシステム導入の検討に取り掛かった頃は、インターネットは日本ではまだ普及して

---

\* 企画情報部  
\*\* 食品開発部  
\*\*\* 金属材料部  
\*\*\*\* 電子機械部  
\*\*\*\*\* 企画情報部 (現在応用生物部)  
\*\*\*\*\* 木工特産部 (現在水沢保健所)

おらず、パソコン通信が主流の時代であった。

そこで、所内LANシステムの構成として下記の点に留意して設計を行った。

- ・プロトコル (通信規約) には世界標準のTCP/IP (Transmission Control Protocol/Internet Protocol) を採用することにより、ワークステーション (WS) だけでなくDOS系PCやMac等のパソコンが混在する異機種間接続に対応可能であること。
- ・基幹LANには100Mbpsの光ケーブル (FDDI)、支線LANには10Mbpsの同軸イーローケーブル (10BASE5) を全館に張り巡らし、各部屋にトランシーバケーブルを引き込んでおくことにより、即端末を接続可能であり、将来的な情報量 (トラフィック) にも対応可能なこと。
- ・データベースエンジンはORACLE (オラクル社製) を採用し、6台の所内限定端末からはGUI (Graphical User Interface) の画像レベルで検索が可能、その他の端末からはCUI (Character User Interface) のテキストレベルで検索可能なこと (外部からはパソコン通信による)。

そして、当センターの情報ネットワークシステムとして、内外部ともにパソコン通信局の運用を計画していた。

しかし、ここ1~2年のインターネット技術やその周辺技術の進歩及び日本中への普及により、文字情報中心のパソコン通信よりも、直感的にイメージデータを扱えるWWW (World Wide Web) が一般的に注目されるようになった。ブラウザというイメージデータ表示可能な専用ソフトを通して、写真や音声等のマルチメディアデータを簡単なマウス操作だけで扱えるようになり、こうしたインターネット技術のノウハウを組織内部で情報伝達手段として活用するイントラネットが出現した。

すなわち、コンピュータ技術の進歩が余りにも急激で、所内LAN導入計画時点では予測できなかった状況が出現した。一方、当初からのデータベースシステムには、研究成果や図書情報等の約2年間の情報が徐々に蓄積され、県内外企業への情報提供がパソコン通信レベルで可能になった。

このような状況から、従来のパソコン通信方式からインターネット方式に切り替えることになった。すなわち、所内情報伝達はイントラネットで、また、外部への情報提供はパソコン通信も可能なインターネットのホームページから行う方針にした。

平成7年10月に岩手大学をNOCとする東北学術研究インターネット (TOPIC) 経由で、当センターも

ようやくインターネットに接続され、電子メールによる共同研究の推進やメーリングリストによる情報交換、WWWやFTP (File Transfer Protocol) による情報収集が可能になった。また、従来のデータベースとは別に、平成8年1月からは自作のホームページから業務紹介や技術情報、リンク情報などを情報発信している。平成8年6月には、保有設備や研究会紹介をはじめ、英語版、職員かわら版 (将来は研究員情報) などを追加することにより、更に役に立つ魅力的な情報提供を計画している。同時に、内部情報の迅速な伝達を目的にイントラネットを試行中である。

### 3 開発内容

#### 3-1 所内情報検索・伝達システムの開発

図1に、導入した所内LANの構成図を示す。

LANサーバは東芝製AS4080 (主メモリ:128MB, HDD:3.7GB) で、ここに記載された基本機器の他に、ルータ3台、ハブ10数台及びツイストペアケーブル (10BASET) 数十本に接続されたパソコンから構成される。

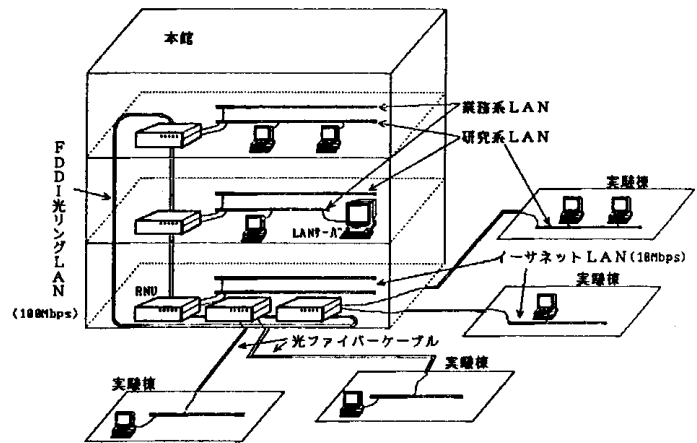


図1 所内LAN構成図

所内システムの開発内容を時系列的に以下に示す。

- 1) GUIによるセンター情報検索システムの導入 (H6. 秋)

研究報告をはじめ、所有図書や定期刊行物、保有設備、技術情報、指導事例、企業情報等の登録及び検索が可能なシステムである。

- ・データベースエンジン: ORACLE 7
- ・ミドルウェア: UnifAce Ver. 4

- 2) CUIによる内外情報伝達システムの開発 (H7. 6~9)

ATSON1 (トランスコスモス社製) による基本

機能（電子メール、掲示板）の利用環境整備を行った。

- ・オンライン操作マニュアルの作成
- ・補足説明の画面表示追加（修正作業は委託業者）

3) CUIによるセンター情報検索システムの開発 (H8. 1～6)

GUI版は端末へのソフト導入費用が高額なため、所内リース端末6台のみの限定利用で、その他の端末からの利用や外部解放は事実上困難である。そのため、外部解放に向けてCUI版の整備を行った。

本作業は、所内LANシステム導入の本来の目的である企業への情報提供のための必須項目である。また、現状ではインターネットを利用できる企業はまだほんの一部にしか過ぎないため、過渡期としてパソコン通信での情報提供サービスは必要と判断した。

ATSON1を利用した本システムの開発は委託であったが、バグが多く実質的な使用に耐えなかったため、ネットワーク委員による不具合発見と委託業者による修正作業にかなりの労力と時間を要した。

4) イン트라ネットによる所内情報伝達システムの開発 (H8. 6)

平成7年11月に導入した実験用インターネットサーバAS4035（東芝製、主メモリ:32MB、HDD:2.1GB）を利用した所内向け情報サービスシステムの構築を行い、現在試行を検討中である。

このイントラネット版ホームページの開発の狙いには、WWWと同じ利用環境でスムーズな所内情報伝達を可能にするだけでなく、なるべく多くの職員にホームページ制作技術を身につけさせて、蓄積したHTML（Hyper Text Markup Language）による記述や画像取り込み等のノウハウを企業への指導に役立てる意図もある。

3-2 インターネット接続

図2に、インターネット接続図を示す。

当センターは文部省の学術系ネットに接続されているため、商用目的の利用は禁止されている。従って、現時点では企業に対して接続サービスは行えない状況にある。

インターネット接続及び利用までの手続きを時系列的に以下に示す。

- 1) 東北インターネット協議会（T i A）への個人ログインサービスへの加入（H6. 秋）  
ダイアルアップによる電子メールの利用が可能になった。
- 2) IPアドレスの取得（H7. 3）  
JPNIC（日本ネットワーク情報センター）への

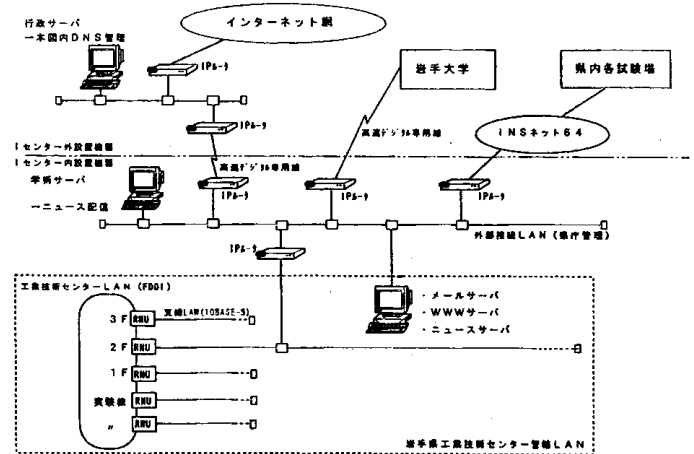


図2 インターネット接続図

上記電子メールでの申請により、下記のクラスC2ヶを取得した。

- ・202.244.234.0 (254ヶ)
- ・202.244.235.0 (254ヶ)

3) ドメイン名の取得（H7. 9）

既に岩手県が地域型ドメイン名（pref.iwate.jp）を取得していたので、そのサブドメインとして下記のドメイン名の割り当てを受けた。

- ・kiri.pref.iwate.jp

4) 岩手大学をNOCとするTOPICへの参加及び接続（H7. 10）

県主導により、インターネットサーバ及びデジタル専用線が設置された。但し、このサーバには4つの県内試験研究機関が同居している。

- ・EWS4800（NEC製、主メモリ:96MB、HDD:2.1GB）
- ・192Kbpsデジタル専用線（光ファイバー）

事実上、この段階で電子メール、ニュース、WWW、FTP（ファイル転送）等のインターネットサービスの利用が可能になった。

5) ホームページ公開（H8. 1）

コンテンツ（内容）は業務紹介、技術情報、リンク情報等であり、技術的にはクリックابلマップやカウンタ機能を使用している。この時点で、ブラウザ（ホームページ表示ツール）による表示差違の解消や適切な画像サイズの選定を行った。

6) ホームページ更新（H8. 6）

従来のコンテンツに対して、全体階層構造の整備をはじめ、英語版（一部）、保有設備・研究会・制度紹介や職員かわら版（将来は研究員情報）などの追加を行った。技術的にはフレーム機能とフォーム（匿名FTPによるファイル転送）の追加を行った。

上記5、6によって、一部のネットワーク委員だけではあるが、ホームページ制作のための高度なテクニックを蓄積した。

図3に、制作したホームページのメイン画面を示す。

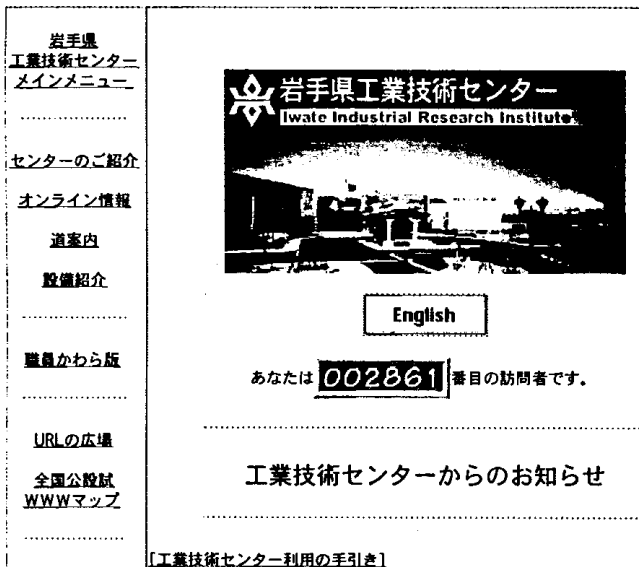


図3 ホームページのメイン画面

#### 4 ハードウェア及びソフトウェアの問題点

ハードウェア的には、以下のような問題点がある。

##### ・端末不足

平成6年度に導入のリース端末6台のみでは、複数人で共用せざるをえない。予算要求上、端末単体での導入が難しいため、どうしても試験研究設備に制御用に付属するパソコンを利用している状況にある。

##### ・ハードの陳腐化

CPU性能、主メモリ容量、HDD容量、OS (Windows 95) の急激な変貌により、ハードの陳腐化が著しく、常に最新の機種を導入しないと、快適な操作環境を望めない。

##### ・IPアドレスの枯渇とルーティングテーブルの爆発

世界的なインターネットの急峻な普及により、IPアドレスの割り当て基準が見直されている。また、経路情報を記憶するルーティングテーブルのメモリ容量にも制限があるため、ある一定以上の情報を記憶すると、それ以上の情報は漏れてしまい、一部の組織だけでなく、そこを経由する全体が通信不能な状態に陥ってしまう。

所内のIPアドレスに関しては、アドレスを分割するサブネットの活用により、アドレス不足をある程度解消できた。

ソフトウェア的には、以下のような問題点がある。

##### ・業者まかせの委託開発

委託業者まかせでシステム開発すると、端末の増設の

ために高価なパッケージソフトの購入費用や開発ソフトの使用料が伴うだけでなく、少々の変更もかなり専門的な知識が必要とされるため、自力では困難である。

##### ・組織全体の意思不統一

様々なベクトルを持つ組織全体をほぼ一定の方向に動かすことが技術的問題よりも、何にも増して最大の難関である。システム導入段階から組織全体の意思統一が不可欠である。

##### ・運用体制の不備

委託開発では融通性がないとは言え、研究という本来業務を持つ職員から構成されるネットワーク委員会のみで、ボランティア的に管理運営するには限界がある。

##### ・学術系ネットの壁

当センターがインターネットを通して企業の支援を行うためには、大学を中心とする文部省系ネットの枠をはずして商用系と統合することが不可欠である。

##### ・情報化利用上の問題点 (H8 中小企業白書より)

主要要因をウェイトが高い順に、①から⑦まで示す。

- ①操作の人材開発の遅れや不足、②社内体制の不備、③運用資金が高い、④利用の不徹底、⑤効果の期待外れ、⑥セキュリティ、⑦メンテナンスの手間

#### 5 今後の展望

##### ・データベースに蓄積したセンター情報のWWW公開

蓄積したデータベースをインターネットのホームページ上から検索可能な形態で発信し、それを窓口として企業からの問合せや要望に対応する新サービスを提供する。

##### ・岩手独自技術のマルチメディア情報提供事業

岩手独自技術として、南部鉄器、漆工、南部杜氏、盛岡冷麺等の製造技術をデジタルビデオカメラに納め、それをホームページ上から動画レベルで情報発信する。

本報告は、平成6年度からの情報ネットワーク形成事業として、各部から派遣された情報ネットワーク委員による活動の経過である。筆者の欄にはスペースの関係から情報ネットワーク委員全員分を記入できなかったが、当初からボランティア的に活動してくれたメンバー及び部を代表して積極的に活躍してくれた情報ネットワーク委員には心から感謝申し上げます。

また、ネットワーク推進活動はこれからもますます高度な技術改革を伴って引き続き継続されることから、情報ネットワーク委員による組織的な活動と周囲のご理解及びご協力をお願いしたい。

## 品質管理システムのWindows環境への移行\*

若槻 正明\*\*, 石行 正彦\*\*\*, 斉藤 光一\*\*\*

Windows環境下で動作するリレーショナルデータベースを使用した品質管理システムを開発した。このことにより、データの二重入力などの非効率的な作業を排除することが可能となった。また、WindowsのGUI環境下のマルチウィンドウの機能の視認性、操作性のよい画面で、パソコンの知識のない作業員でも多様な資料作成（データの図表化、グラフ化）が行えるようになった。

キーワード：品質管理，Windows，リレーショナルデータベース

## Replacement of Products Management System to run with MS-Windows from MS-DOS

WAKATSUKI Masaaki, ISHIGO Masahiko, SAITO Kouichi

We replace the System for products management to using relational Data-base which run with MS-Windows. This produces to exclude works which are un-efficiency, as input data multiply. And, workers who are not knowledge of personal computers can output many kind of sheets with charts and graphics easily in the GUI environment of MS-Windows.

key words : products management, MS-Windows, relational data base

### 1 緒 言

従来の品質管理システムでは必要な資料がデータベース化されていないことから、資料作成の要求が発生する都度同一データを入力しなければならないという非効率的な作業が生じていた。また、このシステムの操作がパソコンの知識のある特定の作業員しか行えないため、その作業員が不在の時は資料の出力ができないという不都合や、さらに、出力様式が限られることから視認性のよい資料作成の要求に応えるためには、多大な時間が必要とされるなどの問題が生じていた。

このことから、Windows環境下で動作するリレーショナルデータベースを使用した品質管理システムを開発することにより、データの二重入力などの非効率的な作業を排除し、また、WindowsのGUI環境

によるマルチウィンドウの機能を生かした見やすく操作性に優れた画面とすることで、特定の作業員のみならず、誰でもがパソコンの知識にとらわれることなくデータの入出力が行え、多様な表現（データの図表化、グラフ化）の資料出力が行えるようにした。

### 2 現状の品質管理システムの流れ

製造工程の流れを図1に示す。製造は発注元企業（得意先）からの受注の発生により、大きく分けて外作、内作の2つの工程で行われる。外作には、実装、基板、下加工の3つの行程があり、実装は基板の実装、基板はDIPや部品の手挿入など、下加工（内職）は取り扱い説

\* コンピュータ利用による生産技術のシステム化

\*\* 電子機械部

\*\*\* (株)東北TKR

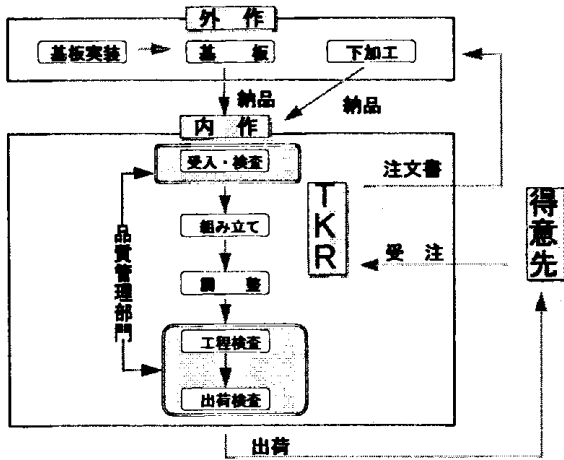


図1 製造工程の流れ

明書の袋詰めや簡単なビス締めなどの作業を行っている。  
内作は外作からの納品にもとづき、受入検査、組立、調

整、行程検査、出荷検査の5つの行程があり、これらを経て完成品の出荷が行われる。この流れにおいて受入検査、工程検査、出荷検査の3つの行程が品質管理部門で行われている。この品質管理の流れを図2に示す。

- (a)各製造ラインから前日の作業日報、修理日報が製造事務所に提出される。このとき、修理日報のみが品質管理部門へも同時に提出される。
- (b)製造事務所では各製造ラインごとの生産実績や不良件数等を集計した修理日報と作業日報の内容が併記された生産日報を作成し、これを品質管理部門ならびに資材倉庫部門等に配付する。
- (c)品質管理部門では生産日報、修理日報、出検日報をもとに特定の作業者がパソコンヘデータとして入力する。（ロータス 1-2-3 R2.4J MS-DOS 版を使用）
- (d)さらに、品質管理部門では週に1回、前週分の工程不良解析表や月間工程不良内容等の資料を作成し出

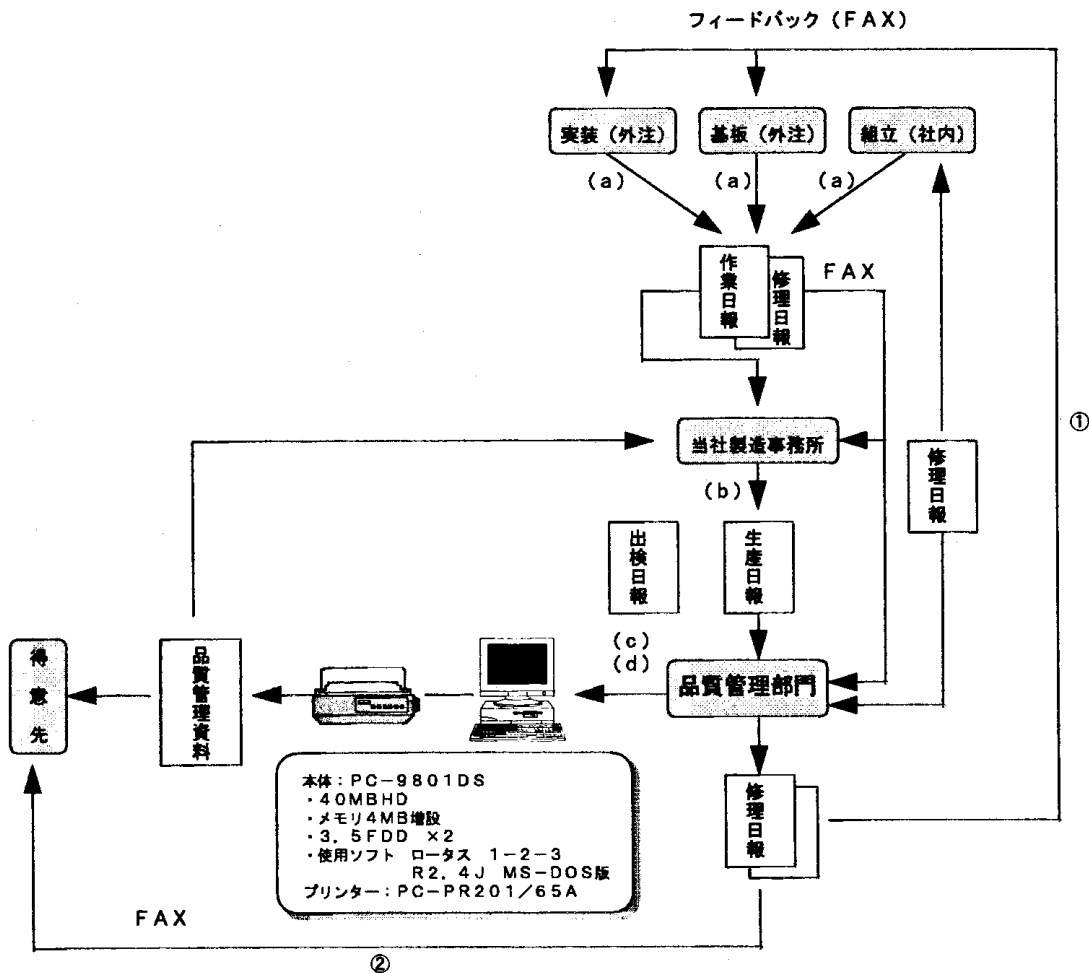


図2 現行の品質管理の流れ



力する。また、受入検査や出荷検査等の検査実績を1ヶ月に1度、月間報告として発注元企業に提出する。但し、不良が多い機種については随時、発注元企業の指示により関連資料を提出する。

以上のように、品質管理部門の業務は各工程から提出された前日の生産日報（製造事務所から）と修理日報（各製造ラインから）をもとに行われるが、修理日報については、さらに、社内工程で前工程（外作）の不良が発見された場合は、その不良内容、不良原因、対策等を記載した修理日報をFAXで外注先へフィードバックし改善させる。（図2-①）また、同時にこれを発注元企業へも報告を行うというシステムとなっている。（図2-②）

なお、この流れで生ずる資料は、修理日報の場合はラインごと（外注含む）に、付帯資料については項目ごとに分け、1年分をまとめてファイリングにより保存される。また、入力データについては、生産日報、修理日報、その他各資料ごとに月単位でフロッピーディスクに保存される。

### 3 現状の品質管理システムの問題点

前述の品質管理システムの流れにおいて、以下のような問題が生じている。

#### (1) データベース化されていないことから生ずる問題

毎回使用される同一データであってもデータベース化されておらず、発注企業等への資料提出等が発生する都度データを入力し直すという無駄な作業が発生している。さらに、データの変更等が生じた場合は、関連する全ての資料に対して同一データの打ち直しによる変更を行うという不合理さが生じ、時間の浪費とともに非合理的な作業が繰り返し行われている。

#### (2) 特定作業者のみのシステム運用

システムを運用する上でパソコンやアプリケーションソフトに関する知識が必要であり、これらの知識のある特定の作業者しか扱えない。このため、その作業者が不在の時は、データの入出力ができず、早急な資料作成要求に対応できない。

#### (3) 資料の出力形態の不足

出力できる資料の様式が限定されており、グラフや図表形式での出力ができない。このため、色々な角度からのデータの解析や関連資料を作成する場合に時間がかかる。

#### (4) 資料の保存形態

1年分まとめてファイリングされるため、不良の項目別や機種別といった形での不良の統計や解析を行うことが困難な状況にある。さらに、データの保存形態が資料ごとに月単位でフロッピーディスクに保存されるため、ディスク枚数が膨大となりデータのメンテナンスを行う際、該当資料を探すのに手間と時間がかかる。

以上、これらの点を改善するため、後述するシステムの開発を行った。

## 4 開発システムの概要

### 4-1 システム開発の内容

次に示す項目を重点として開発を行った。

- (1) 関連資料をデータベース化する
- (2) 一つの資料の変更が他の関連資料へも反映する。
- (3) Windows環境下で動作する
- (4) パソコンの知識を必要とせず、誰でも操作を短時間で習熟でき、また、その操作が容易である。
- (5) 画面上でレイアウトしたイメージを損なわずにグラフや表などのバリエーションに富んだ出力帳票が作成できる。
- (6) 他のデータベースとの高い接続性がある。

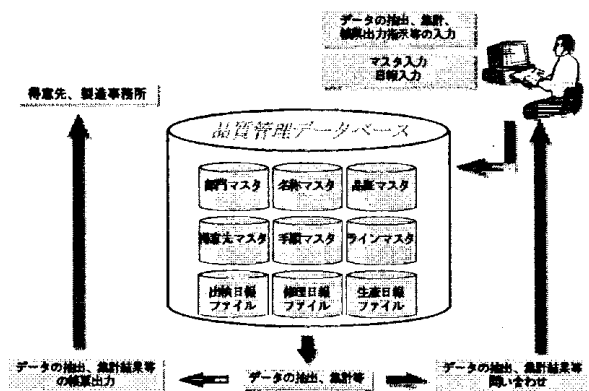


図3 品質管理システム

(7) データ管理の必要に合わせてカスタマイズが可能である。

これらの項目を検討した結果、データベースとしては Windows 下で動作する Microsoft Access を使用することとし、これをベースに開発を行った。

開発したシステム概要を図3に示す。データの構築媒体としては従来のフロッピーベースからハードディスクベースに移行し、部門、名称、品証、得意先、手順、ラインの表1に示す6つのマスタファイルと生産、修理、出検の表2に示す3つの日報ファイルから構成される品質管理データベースファイルを構築する。マスタファイルは受注が発生する都度予めデータを入力し、日報ファイルは日々の入力によりデータを更新する。そして、これらのファイルに対しデータの問い合わせ処理を行うことにより関連する項目データの抽出や集計を行う。さらに、この抽出・集計されたデータに対し必要資料形式に変換して帳票やグラフなどの出力を行い発注元企業や製造事務所へ資料として提出する。

4-2 ファイルのリレーションシップ

マスタファイルや日報ファイルはそれぞれ関連するデータを保有している。したがって、ある項目を参照する場合複数のファイルに分散されている関連するデータを参照する必要がある。この点リレーショナルデータベース

表1 マスタファイル

マスタ	内 容
品証マスタ	製番、機種ごとの受注内容、生産実績などの累計データを管理する
ラインマスタ	各生産ラインごとの在籍人数のデータを管理する
手順マスタ	機種ごとの行程手順情報を管理する
名称マスタ	システムで使用される名称(部品不良など)を管理する
部門マスタ	各部門ごとの情報を管理する
得意先マスタ	各得意先ごとの情報を管理する

表2 日報ファイル

日 報	内 容
生産日報ファイル	各生産ラインごとの1日の生産実績を管理する
修理日報ファイル	各生産ラインで発生した不良の内容、原因などの詳細データを管理する
出検日報ファイル	1日の検査実績を管理する

にはリレーションシップと呼ばれるファイル間のデータの関連づけが設定でき、関連する項目を各ファイルからいちいち探さなくとも瞬時に検索できる。このリレーションには1対1, 1対多(∞), 多対多のリレーションがあり、どのような関連づけを行うかはユーザー側で決定する。今回開発したデータベースファイル(マスタ、日報ファイル)のリレーションシップを図4に示す。ラインNoと製番、機種、部門コード、得意先コードは1対多のリレーションとなっており、手順マスタの手順No

が多対多の関係付けがなされている。これらのような関係で各ファイル内の項目が関連づけられ検索時間の短縮と必要情報項目が瞬時に取り出せるようになっている。さらに、リレーションシップを設定する際に、参照整合性の設定によりリレーションの設定されているレコードを誤って削除することを防止している。

4-3 GUI環境上の操作例

従来画面はロータス 1-2-3 R2.4J (MS-DOS版)を使用した表形式のみの入力方法であり、非常に見づらく、操作しにくい画面であった。しかし、今回開発したデータの入力画面はWindowsのGUI環境を利用したマルチウィンドウ表示で、見やすく、

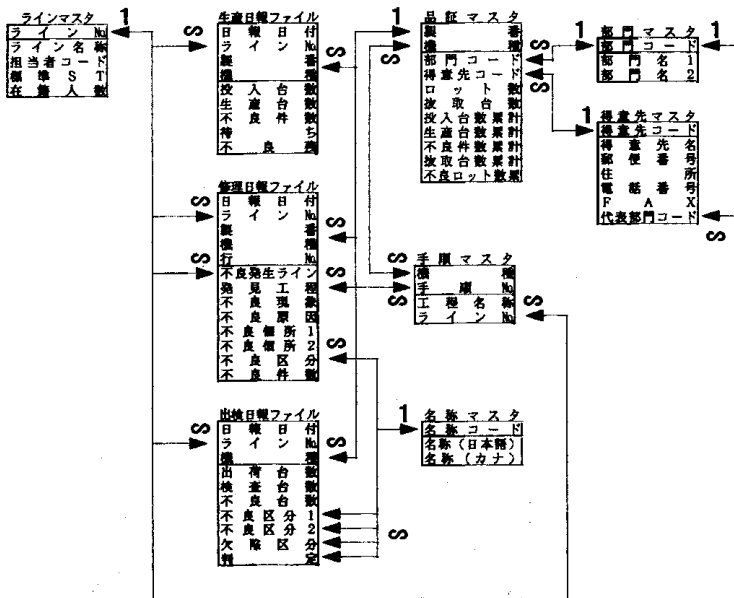


図4 データベースファイルのリレーション



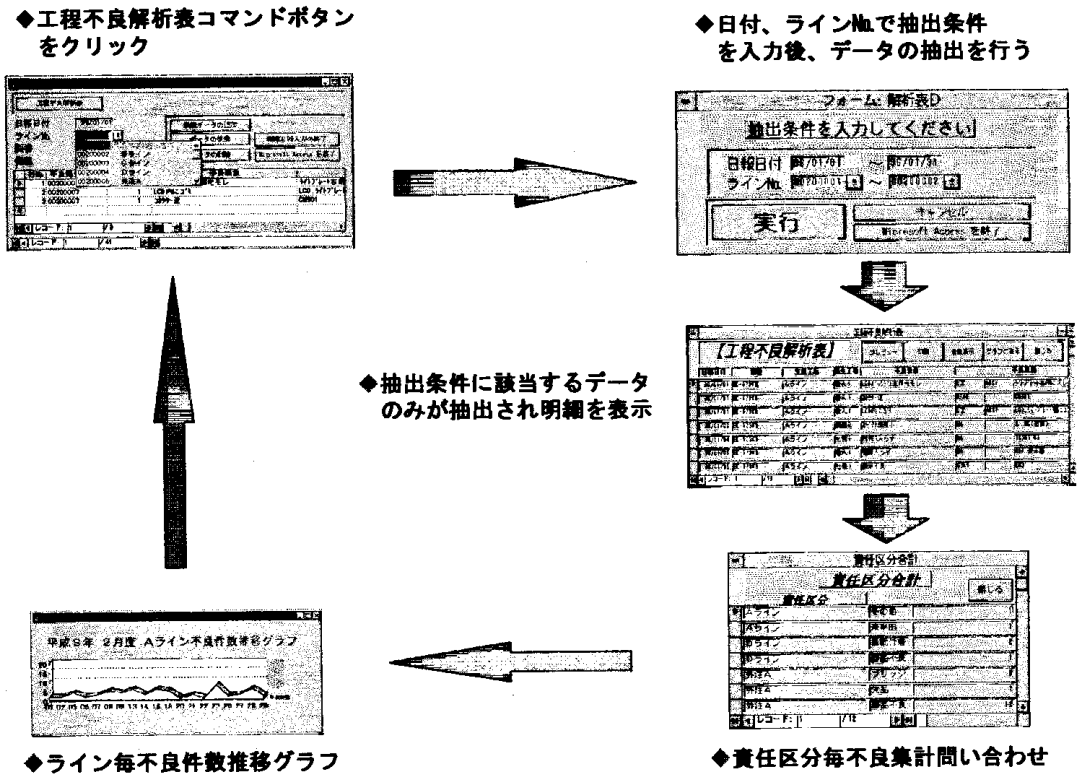


図6 問い合わせ処理の流れ

することが可能となり、データのメンテナンスを行う場合にもこのデータベースの中の必要なデータだけを抽出し、加工するということが可能となる。これにより品質管理システムのみならず全社的に生産に係わる情報の効果的運用が図れる。

5 まとめ

リレーショナルデータベースを使用した品質管理システムを開発することによって、従来資料作成の都度行われていたデータの二重入力等の非効率の作業が改善された。また、図5、図6に示すようなWindowsを利用したGUI環境での操作が可能となり、パソコンの知識のある特定の作業者のみならず、品質管理部門の作業者の誰でも容易に操作が行える環境となるとともに、グラフ化などの多彩な形態の資料作成および出力を可能とした。なお、本研究は平成7年度技術パイオニア養成事業ORT事業で実施したものである。

利用したGUI環境での操作が可能となり、パソコンの知識のある特定の作業者のみならず、品質管理部門の作業者の誰でも容易に操作が行える環境となるとともに、グラフ化などの多彩な形態の資料作成および出力を可能とした。なお、本研究は平成7年度技術パイオニア養成事業ORT事業で実施したものである。

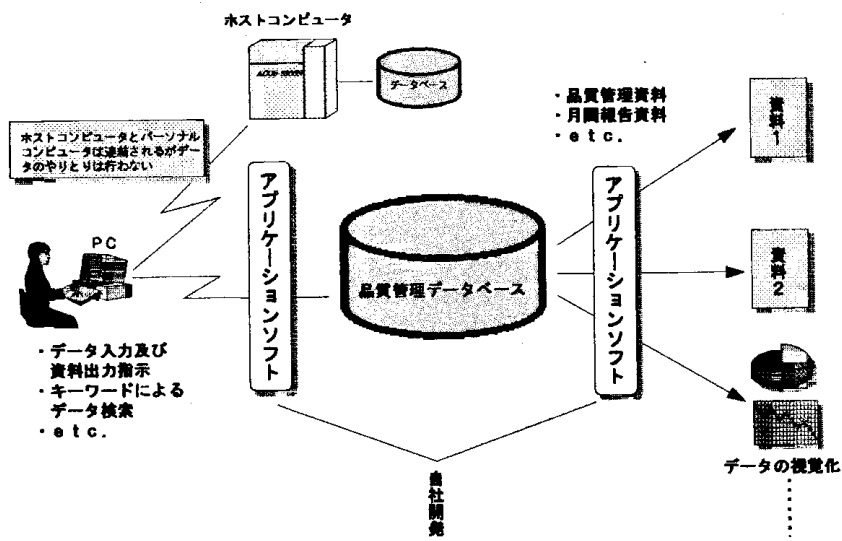


図7 システムの運用形態

## 伝統固有技術の要素分析

小林 正信\*、井戸 真伸\*、湯口 靖彦\*

南部鉄瓶を事例とし、伝統固有技術の保存を目的とした予備調査を行った。今回の調査で、伝統的に使用されてきた種々の道具、挽き型及び完成品の写真撮影と寸法計測を行った。また、鉄瓶製造の注湯工程のVTR撮影を行った。今回収集したデータを基に、記録や活用方法の検討を行った。

キーワード：南部鉄瓶、伝統固有技術記録

### 1 緒言

本県の伝統工芸産業は全国的にも高い評価を受け、文化的な産業としての側面とともに、地域に根ざした産業として多大な価値を持っている。本研究は、職人の長い経験と蓄積によって培われた伝統固有技術を製品や生産に応用し、地域の特徴を生かした現代的な高付加価値製品製造を支援することを目的とする。

今年度は岩手県を代表する伝統的工芸品である南部鉄瓶を事例として、各種記録手段及び収集したデータの活用方法について検討した。

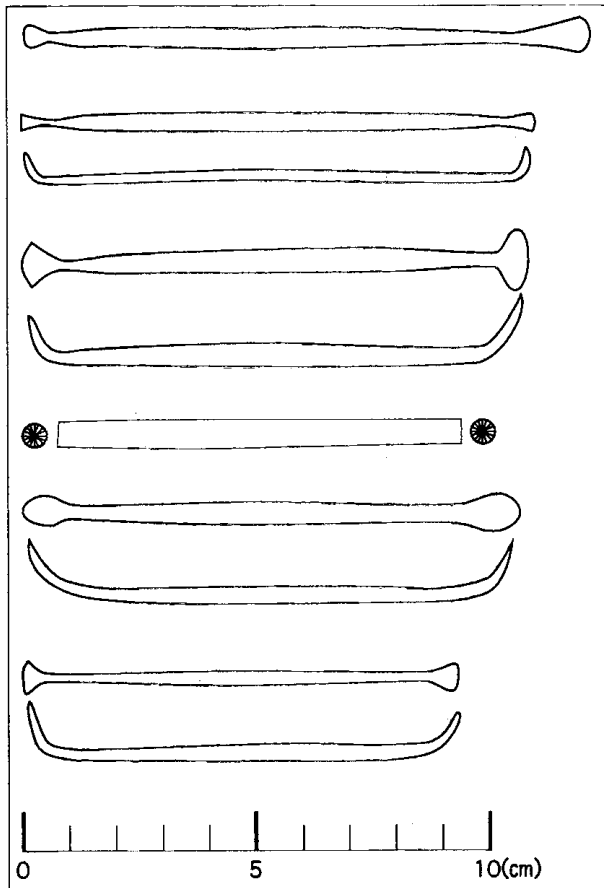


図1 計測データの一部

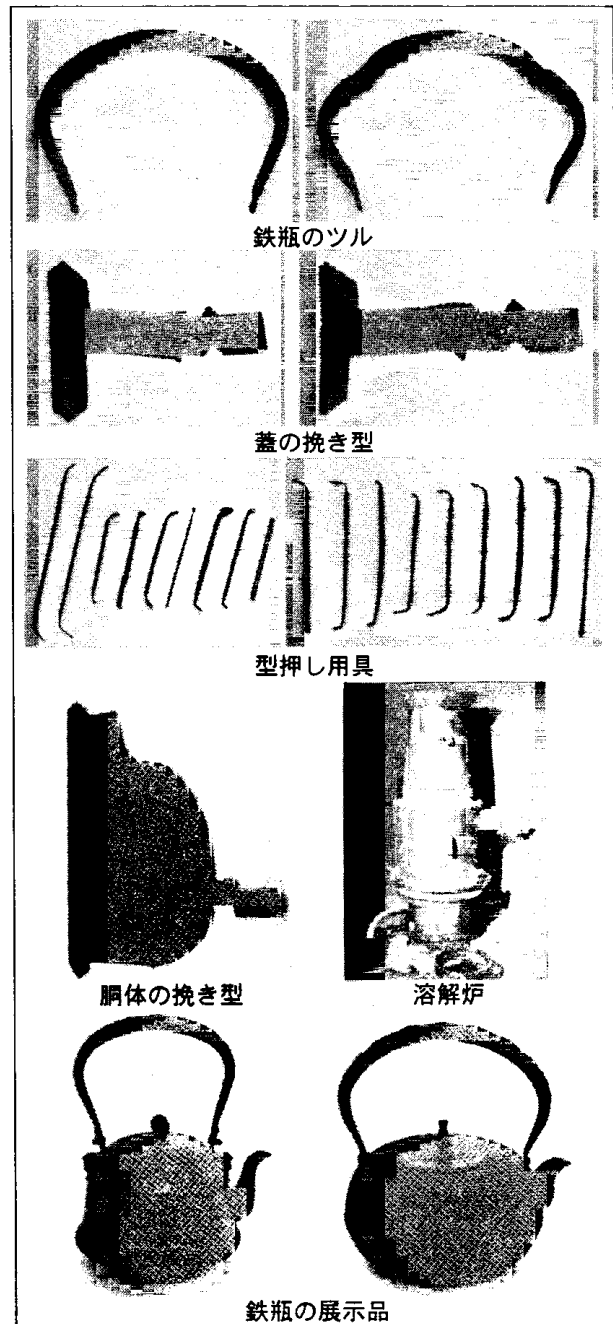


図2 撮影した写真の一部

\*木工特産部

## 2 研究方法

はじめに、水沢市伝統工芸館に多数展示保管されている道具や挽き型の寸法計測と形状の書き写しを行った(図1)。また、それらと鉄瓶や茶釜などの展示物の写真撮影を行った(図2)。次に、水沢市内の佐秋鋳造所で鋳造工程の記録を行った(図3)。南部鉄器は多くの工程を経て製造されるため、一度にすべてを記録するのは困難である。そこで、今回は、多くの工程の中から鋳型への注湯から鋳型開けまでの工程に限定し、写真及びVTRにより記録した。それら収集したデータを持ち帰り、データの活用方法に関する検討を行った。

### 2-1 VTR映像の分析

南部鉄瓶の製造工程に関しては、これまでも記録として残されているものは存在している。しかし、元来完成までに多くの工程を持ち、それぞれの工程に高度な技術を必要とするだけに、製造技法を詳細に記録したものではなく、文献などを元に鋳造工程を再現することは不可能に近い現状である。技術の保存としては、記録を元にした再現性の高さは技術を消失させないためにも必要不可欠であるため、今回撮影を行った鋳型への注湯から鋳型開けまでの工程のVTRより、再現性の高い製造工程の記録を試みた。

記録したVTRを元に工程を細かく読み取る作業を行った。ポイントとなる部分は、ビデオ映像撮影装置で静止画像として記録、同時にそれぞれの工程内容や使用される道具類を抽出し、表1にまとめた。

### 2-2 計測データの3次元化

今回は寸法計測を行った挽き型の活用方法の一つとして、コンピュータの3次元CADソフトを用い、計測データからの製品の復元を試みた。

計測を行ったデータより、本体及び蓋の挽き型、注口とつまみ、及びツルの計測データを1点ずつ無作為に抽

出した。挽き型は、回転体形状の鋳型を作成するために必要な道具であり、本体、蓋それぞれに挽き型を有する。

図4に実際に行った作業の流れを示す。始めに現場で形状を写し取った記録用紙をイメージスキャナで画像解像度300dpiのグレースケール画像として読みとった。それを、画像処理ソフトで補正した後に、ドローソフトでアウトラインのベクトルデータを作成した。挽き型の形状には、最終製品形状以外の部分も含まれているため、形状の部分のデータのみを3次元デザインCADで立体化した。蓋と本体及びつまみは断面の回転により作成し、それ以外は、正面図と側面図から3次元化を行った。完成した3次元モデルのレンダリング画像を図5に示す。

## 3 結果及び考察

今回は収集データに関して2つの方向からの検討を行った。その結果、有効活用の可能性が確認できた。

計測データの3次元化は、鋳造技術を十分に体得していない人でも、鋳造前に完成形状を把握することが可能な点で有効である。また、デジタル化されたデータは光造型装置による原型製作にもそのまま使用できるため、応用の可能性は大きい。

今回は挽き型から3次元化を行ったが、逆に、3次元モデルからその形状を製作するための挽き型を設計することも可能と考えられるため、鋳型の製作工程の高効率化に有効である。また、コンピュータによるレンダリング画像では、忠実に形状を把握することが可能であるため、収集した挽き型の3次元化を行い、挽き型と完成形状を一括したデータベースの構築を行う方向で今後検討してゆく。

VTRによる記録では、文章にすると難解な作業を視覚的に捉えることができるために技術の理解度が高く、従来経験による勘として捉えられていたような時間的な側面も、定量的に把握できることが判った。今後は、撮影



図3 撮影したVTR画像

伝統固有技術の要素分析

表1 VTRより抽出した工程表

工程	作業内容	備考
1 鑄込準備	(1)土間砂を平らに掻きならしガス抜き用の溝を掘る。角材2本を10cm程度の間隔で平行に並べる方法もある。 (2)土間に湯返し用の溝を掘る。土間砂を平らに掻きならすだけで済ます方法もある。	<b>ガス抜き用溝</b> 深さ10cm、巾10cm、長さ120cm程度 <b>角材(木製)</b> 5cm角、長さ90cm程度
2 鑄型準備	(1)鑄型をガス抜き用溝または、2本の角材の上に置く。 (2)溝又は角材に対して90°の角度で土間から鑄型へ斜めに両側から登り板を架ける。 →人手が無い場合は1升入り程度の鉄瓶の鑄型であれば1本用の登り板を使用する。人手が有る場合は2個の鑄型に登り板を架ける。 →鑄型に体重が均等にかかるように2本の場合は鑄型の両端に、1本の場合は中央部に架ける。	<b>登り板(木製)</b> 盛岡では乗り板と言う。巾10cm、長さ90cm、厚み2cm程度。人が乗って体重で鑄型を押さえる道具。 <b>1本用乗り板(鉄製)</b> 2本の爪が扇状の角度で登り板の先端に付いており、鑄型の中央部を押さえつけられる。また、注湯や重しを置く際もじゃまにならない形状となっている。→1人でも注湯ができるように工夫された道具と思われる。
3 甌炉の栓口をあける	(1)溶湯の熱で焼かれた耐火粘土で覆われている栓口に金棒をあてハンマーで金棒の端を叩き耐火粘土を取り除く。柳の生木を栓代わりに使用した場合は柳を抜く。	<b>金棒(鉄製)</b> 2cmの丸棒長さ60cm程度。先端を鋭角に加工
4 湯汲みで溶湯を受ける	(1)湯汲みで受けながら溶湯の状態を観察する。 (2)栓口を塞ぐ準備をする。 →温度が低過ぎる場合は甌炉に戻し再溶解する。 →温度を判定し注湯作業計画を立てる。低めの場合は注湯を急ぐ、高めの場合は放置して温度を下げる。	<b>湯汲み</b> 15cm×20cm高さ20cm程度の楕円形の鉢状の形態で長手方向に木製の柄がつく。鉢は鉄製で内側は耐火粘土でコーティングされている。溶湯を受け鑄型に注ぐ道具。
5 甌炉の栓口を塞ぐ	(1)松の棒の先端に耐火粘土を付け栓口に押し当て栓口を塞ぐ。柳の生木を栓代わりに使う場合もある。 →耐火粘土や柳の生木で栓口を塞ぐ技法は作業性やコスト面から評価すると大変優れた技法である。	<b>棒(松、柳)</b> 松は直径5cm程度の生木で耐火粘土を栓口に押しつける道具。柳は溶湯が流れ出るのを防ぐ栓の役割をする道具。 <b>耐火粘土</b> 粘土50%と川砂50%の混合物。
6 溶湯の調整	(1)溶湯の滓を鉄棒で除去する。 (2)湯面を見て温度を調整する。	
7 介添者待機	(1)根廻し棒を2本持ち一方の登り板に乗る。 →人手が無い場合は一人用登り板を使用して一人で注湯するが、人手が有る場合は介添者も注湯者もバランスが良いので両足で2個の鑄型を同時に押さえる。	<b>根廻し棒(鉄製)</b> 直径1.5cm長さ40cm程度の丸棒。鑄型を押さえる道具。溶湯の滓の取りや鑄型に付着した鉄の取り除きにも使用。
8 注湯	(1)注湯者は湯汲みを持って乗り板に乗る (2)介添者が滓を取り除く。 (3)こぼさないように一気に溶湯を注ぐ。 (4)せき(湯口とも言う)一杯に溶湯を満たす。	
9 鑄型の固定	(1)介添者は注湯者が次の鑄型に移動する前に根廻し棒で鑄型を固定する。 →1升入り程度の鉄瓶の鑄型であれば根廻し棒で固定する代わりに重しを置く。 →大きな鑄型では介添者と注湯者は注湯後10秒程度登り板に乗ったままで鑄型内の溶湯の凝固を待つ。	<b>重し(鑄鉄製)</b> 小型鉄瓶の鑄型用は巾8cm長さ18cm厚み8cm重さ約5kg程度で製品の3倍の重さを目安とする。他に10kg、15kgがある。 →5kg用は1人用登り板を架けた状態で鑄型中央に置けるサイズになっている。
10 湯返し	(1)湯面を観察して鑄型内の鉄が凝固したことを判断する。 (2)せきに溜まっている溶湯を鑄型を傾けて湯汲みか土間にあける。 (3)せきや鑄型に付着した余分な鉄を根廻し棒で取り除く。 →手間のかかる仕上がりを極力少なくする工夫であり、また鑄型を破損させない工夫である。 →溶湯が凝固したかどうかの判断は勘で行われており、この判断の誤りは型破損や湯廻り不良に結びつく。 →湯返しは鉄瓶製作の中で重要な工程の一つであり、惣型鑄物独特の技術である。	
11 甌炉に湯を戻す	(1)湯汲みに集めた湯は原材料投入口から甌炉に戻す。 (2)土間にあけた湯が凝固したら集めて甌炉に投入する。 →優れた省エネルギーの知恵であり現在も応用すべき技法である。	
12 鑄型開け	(1)尻型を外す (2)胴型のたがを外し、口と環付を見切り線として二分割構造になっている鑄型を丁寧に外す。 (3)鑄型から製品を取り出し冷却する。	<b>たが(鉄針金製)</b> たが2本で二分割構造の胴型を締め付けて固定する。

表1 VTRより抽出した工程表

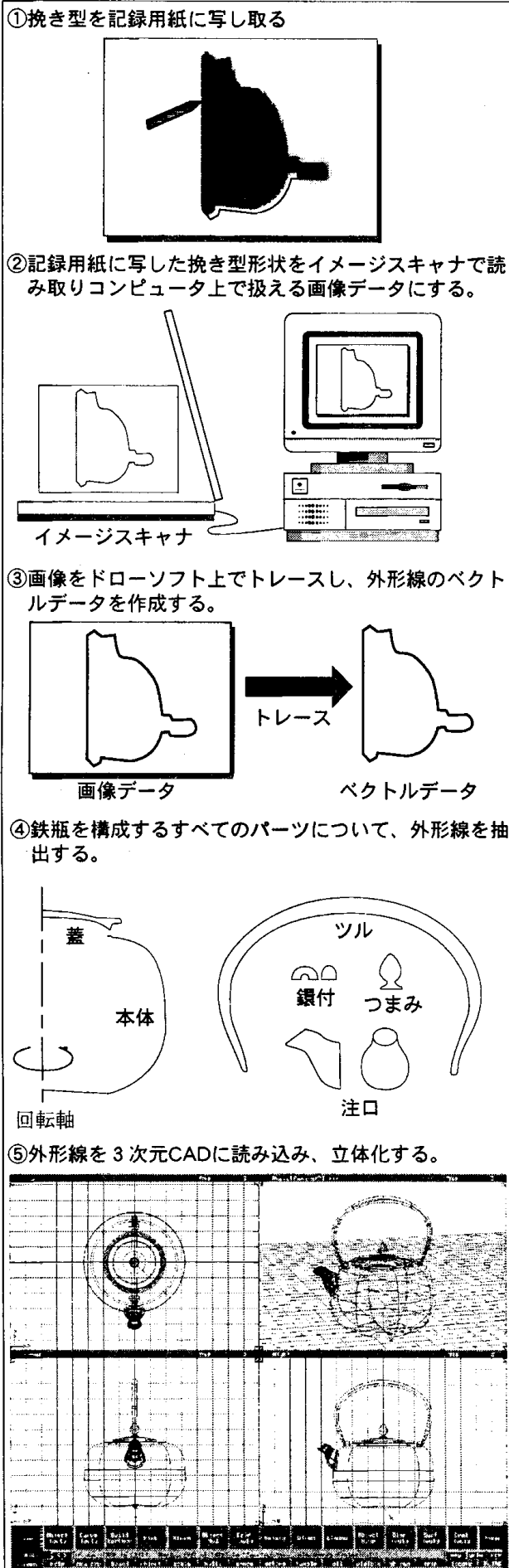


図4 実施した3次元化手法

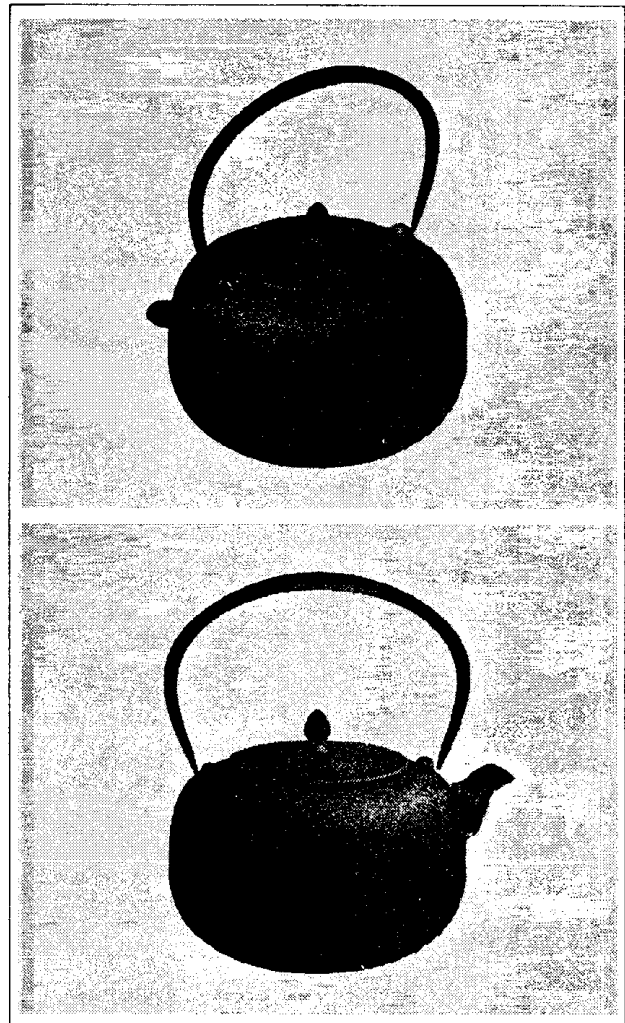


図5 完成したレンダリング画像

方法などに関して検討したうえで、他の工程についても記録を行い、高い技術を有する伝統工芸分野の製造工程を再現性の高いデータとしてまとめてゆく方針である。

#### 4 結語

今年度の報告では、実施した予備調査のデータを基に活用事例を通じた記録方法の検討を行った。現在では、情報記録分野のめざましい発達のために、書物や写真といった方法以外の長期的に使用可能な記録方法も数多く存在する。それらの中から適切なものを選択し、正しい記録方法で残されたデータは、高い付加価値を持つ伝統工芸産業分野の生存や育成のために大きな助けとなる。

今後ともこれらの記録を続けてゆき、職人のノウハウを解析、数値化することによって、後継者育成のための技術資料としても役立て、また、労働環境、生産設備の近代化や合理化を図り、同時に量産品への応用を検討することによって、地域に根ざした付加価値の高い商品づくりを目指したい。





(b) 球状および微細片状黒鉛からなる鑄鉄(以下、S1鑄鉄と称す)

この鑄鉄は初晶黒鉛が球状黒鉛であり、共晶黒鉛が微細片状黒鉛からなるものである。配合組成はS0鑄鉄と同様にし、さらにTiを0.2%添加して金型に鑄造した。

(c) 擬球状および微細片状黒鉛からなる鑄鉄(以下、S2鑄鉄と称す)

この鑄鉄は初晶黒鉛が擬球状黒鉛であり、共晶黒鉛が微細片状黒鉛からなる。配合組成はS1鑄鉄と同様であるが、球状化剤は添加せずに金型に鑄造した。

### 2-3 鑄造金型

鑄鉄を高周波電気炉溶解し、Ca-Si系合金や球状化剤等の添加剤を添加処理した溶湯を、373~423 Kに予熱した金型に鑄造した。

この金型の型状は図1に示す通りである。この金型の材質はねずみ鑄鉄を使用している。鑄鉄試験片は100×100×5 mmの板状である。

## 3 実験結果および考察

### 3-1 引張強さと硬さ測定

図2は金型鑄鉄による各種試験片の引張強さと硬さの測定結果を示したものである。また、焼鈍(1173 K, 10 min保持)によるその効果、さらに、比較のため砂型鑄造品についても示した。

この図より、金型鑄造のS0鑄鉄は、焼鈍により硬さがHRBで5程度低下し、引張強さも100 N/mm<sup>2</sup>低下することが判る。これの伸びは、鑄込みのままの2%が焼鈍により13%となっている。この材質はJISのFCD500( $\sigma_B \geq 500$  N/mm<sup>2</sup>,  $E \geq 7\%$ )を満足するものである。

S1鑄鉄は、焼鈍により硬さがHRBで25軟化したにもかかわらず、引張強さが23 N/mm<sup>2</sup>から32 N/mm<sup>2</sup>と、10 N/mm<sup>2</sup>上昇している。これは、金型による急冷凝固組成(炭素過飽和のオーステナイト)が焼鈍により拡散均一化し、黒鉛およびフェライト化したことや、残留応力の除去効果等によるものと考えられる。

次にS2鑄鉄は、S1鑄鉄と同様に、焼鈍により引張強さが40 N/mm<sup>2</sup>程度増加し、250 N/mm<sup>2</sup>の高強度を示している。

### 3-2 吸振性

鑄鉄の性能評価として重要な吸振性について、対数減衰率の測定結果を図3に示す。この図は金型鑄造したS0, S1およびS2の他に砂型鑄造のFC200とFCD450、さらに参考値として鋼(S45C)の値を示したものである。これらの

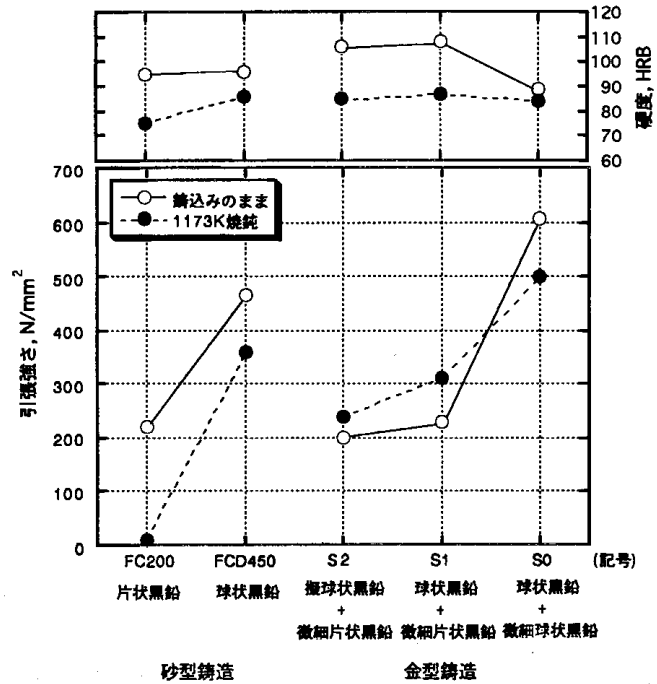


図2 各種鑄鉄の引張強さと硬さ

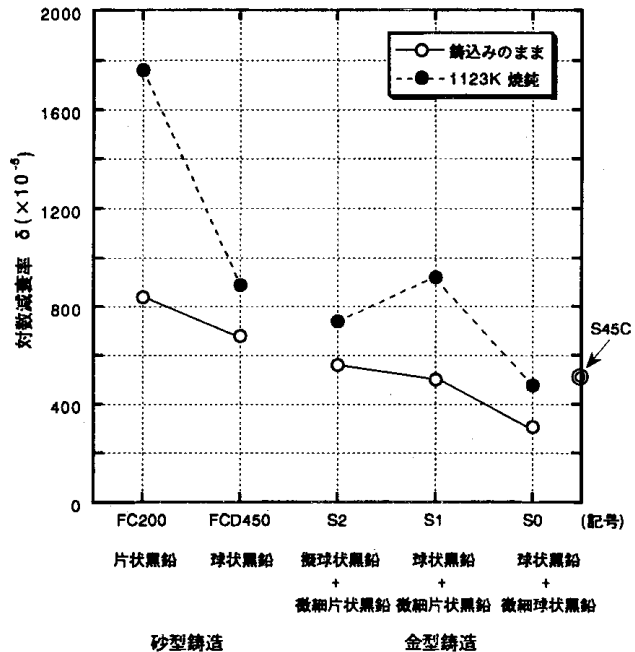


図3 各種鑄鉄の対数減衰率

値を比較すると、金型球状黒鉛鑄鉄のS0鑄鉄と鋼(S45C)が同程度の値であり、その他の鑄鉄は減衰率が鋼より大きく、かつ焼鈍によってさらに大きくなることを示している。

また、砂型のFCD450と金型のS0とでは、その値が800ないし400前後と大きく異なっている。これは、砂型鑄造のFCD450球状黒鉛鑄鉄は、直径40 μm程度のものが100%晶出されているのに対し、金型鑄造のS0鑄鉄は

初晶黒鉛の直径が  $15 \mu\text{m}$  前後で、晶出数割合が 93% となっており、この粒径の違いによるものと考えられる。

### 3-3 顕微鏡組織

写真1は、金型鑄造試験片 S0, S1 および S2 の鑄込みのままと、1123 K 焼鈍したものの顕微鏡組織を示している。

S0 鑄鉄の鑄込みのままの組織は、大粒の初晶球状黒鉛のまわりをトルースタイト組織が取り囲み、微細な共晶黒鉛と過飽和炭素のフェライト基地組織からなっている。こ

れの 1123 K 焼鈍組織は、黒鉛が成長し、初晶が  $20 \mu\text{m}$ 、共晶が  $10 \mu\text{m}$  となり、微細なフェライト基地に分散している。

S1 鑄鉄の鑄込みのままの組織は初晶が球状黒鉛であり、共晶で微細に分散した片状黒鉛とフェライト基地からなる組織である。これの 1123 K 焼鈍では、黒鉛粒が成長し、これらが微細に分散した組織となっている。

S2 鑄鉄の鑄込みのままの組織は、片状黒鉛が凝集した初晶の擬球状黒鉛と、共晶の微細片状黒鉛およびフェライ

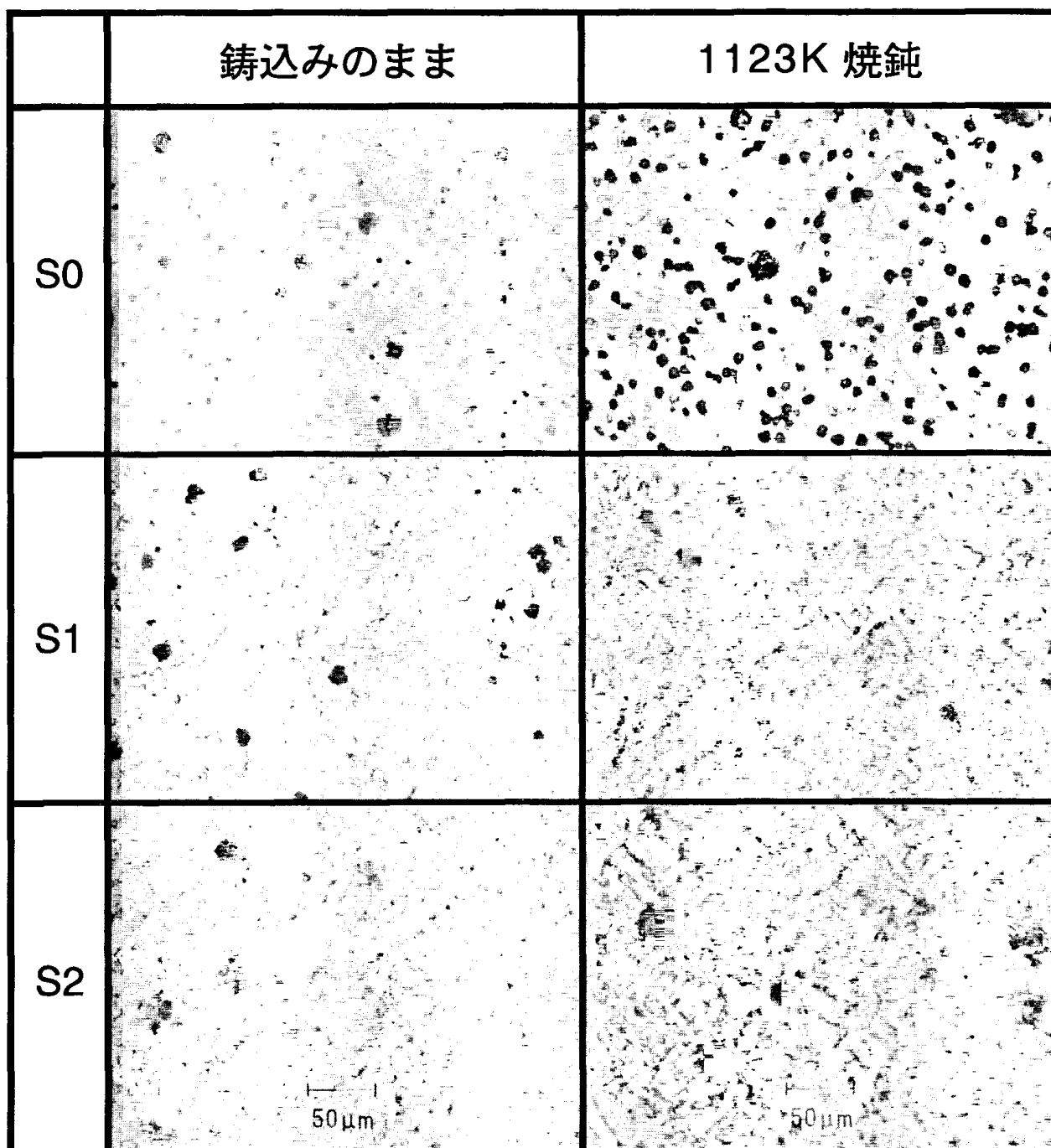


写真1 各種金型鑄造試験片の顕微鏡組織

ト基地からなっている。これの1123 K焼鈍では、これらの黒鉛粒が他の試験片と同様に成長しているものの、その成長度合いは他のものより大きいようである。

#### 4 結言

以上の研究結果より、次のような結論が得られた。

##### (1) 金型鑄造による鑄鉄の開発

鑄鉄製金型を用いて板厚5 mm以下の薄肉高強度鑄鉄の製造が可能である。

本研究では、ねずみ鑄鉄品ではJIS-FC300、球状黒鉛鑄鉄ではJIS-FCD500相当級の性能を有する鑄鉄を開発した。さらにこれ以上の高強度化は、合金元素の添加によって可能である。

##### (2) 新組織鑄鉄の開発

##### (2)-1 微細球状黒鉛とフェライト基地からなる鑄鉄(S0鑄鉄)

従来の砂型で製造されていた球状黒鉛の直径は40  $\mu$  m前後であるのに対し、本開発鑄鉄は5~10  $\mu$  mと小さく、疲労強度の向上が期待できる。

##### (2)-2 微細球状黒鉛と微細片状黒鉛およびフェライト基地からなる鑄鉄(S1鑄鉄)

初晶黒鉛を球状化し、共晶黒鉛を微細片状に晶出させた鑄鉄である。このため、この鑄鉄は高強度と高吸振性の特性を有しており、応用用途に期待できる。

##### (2)-3 擬球状黒鉛と微細片状黒鉛およびフェライト基地からなる鑄鉄(S2鑄鉄)

外周が滑らかでない擬球状の初晶黒鉛と、微細な片状黒鉛からなる組織であり、最も吸振性が高い組織である。

最後に、本研究は岩手県工業技術センターと岩手県新素材開発研究協同組合との共同研究の成果であり、特許出願していることを附記いたします。

## アルミニウム合金鋳物の溶湯処理技術

池 浩之\*、勝負澤善行\*、茨島 明\*  
本山 勝見\*\*

JISのAC4Cアルミニウム合金鋳物について、溶解材料と溶湯処理条件の鋳造品組織及び機械的性質に及ぼす影響を調べた。その結果、アルミニウム合金地金を用い、適正な溶湯処理を行うとマイクロポロシティや介在物のない鋳造品が得られた。リターン材を用いると、適正な溶湯処理を行っても組織中に砂などの介在物が確認された。本実験の範囲内では、鋳造品中のポロシティが減少しても機械的性質はほとんど変化しないことがわかった。

キーワード : アルミニウム合金、溶湯処理、リターン材

## Molten Metal Treatment Technology of Aluminum Alloy Castings

IKE Hiroyuki, SHYOBUZAWA Yoshiyuki, BRAJIMA Akira  
MOTOYAMA Katumi

The effect of treatment conditions of charge materials and molten metal on microstructures and mechanical properties of castings were investigated with aluminum alloy castings (JIS AC4C). Consequently, we could provide the castings which didn't have microporosities and inclusions, when we used aluminum alloy ingots for charge materials and then operate on right molten metal treatment. And, we recognized inclusions during microstructures of castings, which was sands and others, in spite of right molten metal treatment, when we used return scraps for charge materials. Moreover, in this experiment, the mechanical properties didn't change even if microporosities in castings decreased.

key words : aluminum alloy, molten metal treatment, return scraps

### 1 結 言

JIS AC4Cアルミニウム合金鋳物は、耐食性や機械的性質が優れるなどの理由により、船舶、自動車などの部品として広く利用されている<sup>1)</sup>。また、その機械的性質はFe、Mnなどの不純物量、溶湯処理条件、冷却速度および熱処理条件などによって変化することが分かっている<sup>2)</sup>。特に、溶湯処理が十分に行われないと、溶湯中の介在物や水素ガスの影響でマイクロポロシティなどの欠陥が発生し、機械的性質が著しく低下する<sup>2)</sup>ため、その溶湯性状にあった適正な処理が必要となる。

一方、アルミニウム合金鋳物工場では、原材料として鋳造した湯口や押し湯などのリターン材と地金とを一緒に使用するが、このリターン材は鋳型の砂や機械加工時

の切削油などの不純物を多量に含んでいるため、地金を原材料とした場合に比べてさらに十分な溶湯処理を行う必要があると考えられる。

本研究では、欠陥の少ないAC4Cアルミニウム合金鋳物を得るために、各原材料で溶湯処理条件を変化させた時の組織を調査するとともに、鋳造品のマイクロポロシティ生成量と機械的性質との関係などについて検討した。

### 2 実験方法

原材料としては、表1に示す成分の日本軽金属(株)製(JIS C4CV)アルミニウム合金地金と同地金のリターン材を用いた。ここで、地金のみを原材料とした場合は、溶解直前に約40 $\mu$ mのアルミナ粒によるブラスト処

\* 金属材料部

\*\* 横河電子機器(株)

表1 アルミニウム合金地金の成分

元素名	Cu	Si	Fe	Zn	Mg	Mn	Ni
wt%	0.08	7.04	0.34	0.02	0.42	0.22	0.03
Ti	Pb	Sn	Cr	Ca	Sb	Bi	Al
0.02	0.01	0.01	0.02	.001	.002	.002	残部

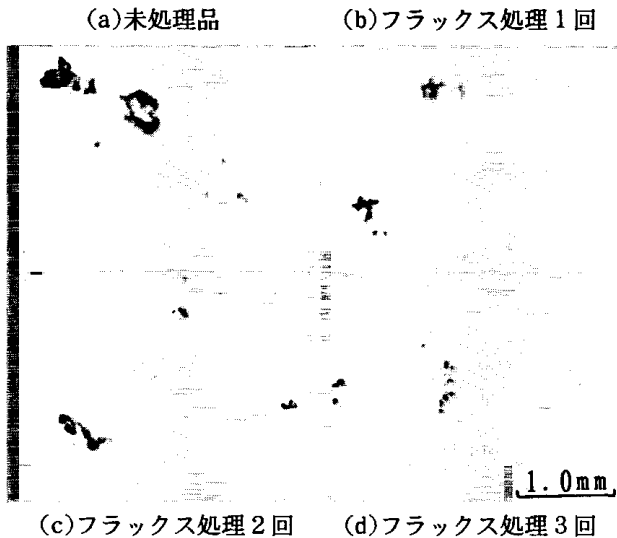


図1 鑄造品中のマイクロポロシティ生成に及ぼすフラックス処理回数の影響 原材料：地金のみ

理を行った。リターン材は付着した不純物の影響を確認するためそのまま用いた。それぞれの原材料は $1.0 \pm 0.1$  kg秤量後、#6黒鉛るつぼに充填し、抵抗式電気炉にて最高温度750℃まで加熱し溶解した。溶解後、市販のフラックスによる脱滓処理は回数を変化させて行い、必要に応じ窒素ガス導入による脱ガス処理を行った後、シェル鑄型に注湯し、JIS4号試験片を得た。この試験片を用いて引張強さ、伸びおよび硬さ(HB)などの機械的性質の測定と光学顕微鏡による組織観察を行った。

### 3 実験結果

原材料に地金のみを用いた場合の、マイクロポロシティ生成に及ぼすフラックス脱滓処理回数の影響を図1に示す。これよりフラックス処理回数が増加するほどマイクロポロシティの寸法および量は減少することが分かる。また、3回のフラックス処理を行ってもマイクロポロシティは完全には消滅しないことも分かる。これは、フラックス処理回数が増加するほど酸化物などの介在物およびある程度の水素ガスが、除去されるためマイクロポロシティは減少するが、フラックス処理のみでは溶湯中の水素ガスの除去が不十分であることと、本実験で用いた鑄型は、シェル鑄型であり金型などに比べて冷却速度が遅いので、凝固中ガスが集中し、ガス欠陥が顕著になり易いこと、

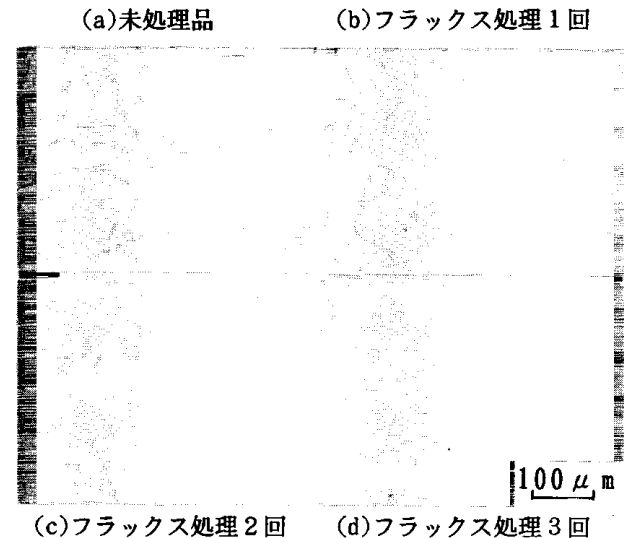


図2 鑄造品中の共晶シリコンの形状に及ぼすフラックス処理回数の影響 原材料：地金のみ

表2 使用したフラックスの成分 (カタログより)

元素名	Na	K	O	F	Cl
wt/%	20~25	10~15	5~10	5~10	35~40
元素名	Al	Si			
wt/%	<5	<5			

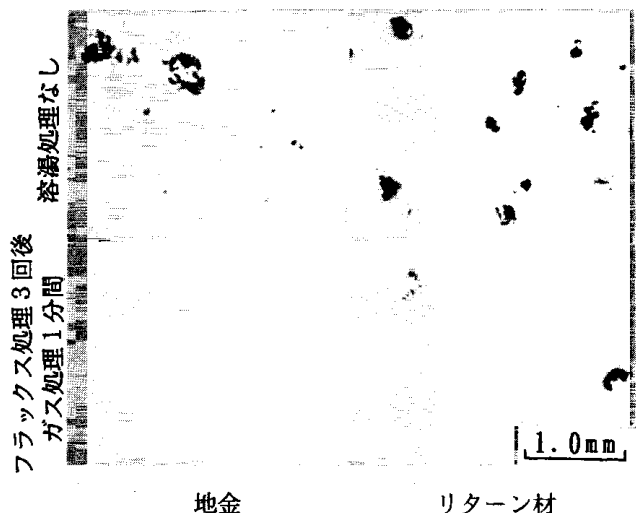


図3 鑄造品中のマイクロポロシティ生成に及ぼす原材料の影響

および水素ガスを固溶する量が少ない<sup>3)</sup>ことなどより、ガスポロシティが完全に消滅しなかったと考えられる。

図2は図1の組織をさらに拡大し、共晶シリコン形状に及ぼすフラックス処理回数の影響を調べた結果である。これより処理回数が増えるほど共晶シリコンの微細化が進んでいることが分かる。これは、表2に示すように、使用したフラックスは金属NaまたはNaClなどを主成分として含んでいるため、処理回数が増加するほど溶湯中の

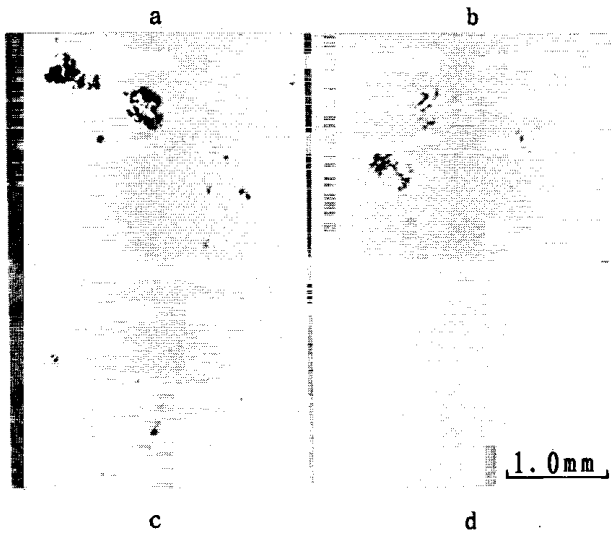


図4 各溶湯処理条件下での鋳造品中のマイクロポロシティ生成状況 原材料：地金のみ  
 a：溶湯処理なし  
 b：フラックス処理1回のみ  
 c：ガス処理のみ1分間  
 d：フラックス処理3回後ガス処理1分間

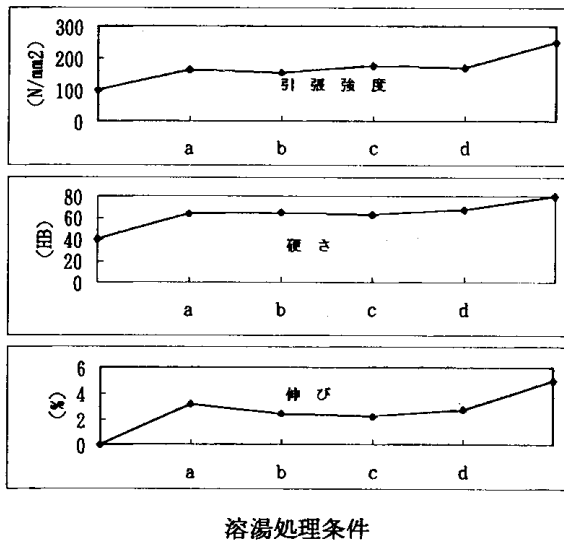


図5 機械的性質に及ぼす溶湯処理条件の影響  
 a~d 図4に同じ

NaまたはNaClなどの成分が増えたため、改良処理が施されたと考えられる。しかし、この改良処理の効果は、本実験の場合約10minで消滅する。

図3に鋳造品中のマイクロポロシティ生成に及ぼす原材料の影響を示す。これより原材料に地金のみを用いた場合の方がリターン材のみを用いた場合に比較し、マイクロポロシティの寸法および量は小となっていることが分かる。この理由は、リターン材は砂や機械加工時の研削油など不純物を多量に含んでいるためと考えられる。図4

は原材料として地金のみを用い、溶湯処理条件を変化させたときのマイクロポロシティの発生状況を示す。本研究の場合、脱滓処理を1回行うより脱ガス処理を1分間行った場合の方が、マイクロポロシティはより減少した。また、脱滓と脱ガス処理を十分に行うことによりマイクロポロシティは完全に消滅することが分かる。図5は図4の各条件で溶湯処理を行ったときの鋳造品の機械的性質である。これよりマイクロポロシティの有無によって機械的性質はほとんど変化しないことが分かる。つまり十分な溶湯処理を行ってマイクロポロシティの発生を押さえても、本研究の場合、機械的性質はほとんど変化しなかった。

#### 4 考 察

原材料に地金のみを用いた場合でもフラックス処理だけでは、マイクロポロシティを完全に除去することができなかった。その理由は、フラックス処理だけでは脱ガス効果が不十分だったことと、使用した鋳型の冷却速度が遅いためと考えられた。さらに詳しく述べると、図1に示すようにマイクロポロシティは結晶粒界に生じており、その形状は球状を呈していること、窒素ガス導入による脱ガス処理の方がフラックスを用いた脱滓処理よりもポロシティ減少の効果が大きかったことから、このマイクロポロシティは溶湯中の水素ガスが原因で生じたガスポロシティであることが分かる。また純アルミニウムの場合、金型などで溶湯が急冷された場合の水素固溶量は、0.2ppm程度であるが、砂型の場合0.1ppm以下であり<sup>3)</sup>それ以上になるとガスポロシティが生じることと冷却速度が遅いと溶湯中の水素ガスが集中しガス欠陥が顕著になり易いことなどから、鋳型の冷却速度も影響していると考えられた。

図4の溶湯処理条件によるマイクロポロシティ発生状況の結果では、脱ガス処理のみで鋳造品中のマイクロポロシティの寸法および量は、未処理品、フラックス1回処理品と比較し減少しているが、完全には消滅していない。しかし、脱ガス処理時間をより長くしたり、供給量を増やしたり、気泡の寸法をより細かくすることによりその効果が拡大し、脱ガス処理のみでもマイクロポロシティのない鋳造品が得られた。

リターン材を原材料として用いた場合について述べると、この場合も十分な溶湯処理を行うことによりマイクロポロシティは完全に消滅した。しかし、組織中には、砂と思われる介在物が多量に存在しており(図6-a)、そこで使用した黒鉛るつぼの中には、図6-bに示すように多量の砂が存在した。これは、フラックスを用いた脱滓処理と窒素ガス導入による脱ガス処理によって溶湯中の水

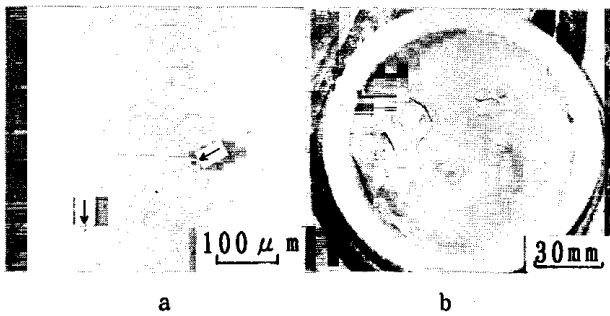


図6 a: リターン材を使用したときの鑄造品のマイクロ組織と b: その時使用したるつぼの外観

素ガスや酸化物などの介在物は除去され、マイクロポロシティは消滅するが、リターン材から混入した砂などの成分は、本実験のような溶湯処理を行ってもすべてを取り除くことはできないことを示す。そして、この砂を除去するには、別途、フィルターによる溶湯の濾過処理などが必要になろう。いずれにしろリターン材を用いる場合は、まず砂の混入を防ぐことが大事である。ブラスト処理を行い付着した砂などの不純物を除去したリターン材を原材料として用いた場合には、図6のような砂などの介在物は確認されなかった。

最後に、マイクロポロシティの生成量と機械的性質の関係であるが、いずれも同一地金を原材料として用いていることと、図4の各種溶湯処理条件下の組織からいずれの結晶粒もほぼ同じ大きさで、共晶シリコンの改良処理も行われていないので、マイクロポロシティの生成量によって強度や伸びに変化が出て良いと考えられるが、そのような傾向は見られなかった。これは、機械的性質に対して、初晶デンドライトの大きさ、Fe、Mnなどの不純物量、冷却速度など、マイクロポロシティ以外の要因の影響

響が大きかったためと考えられた。機械的性質については、上記の他に微細化処理や改良処理、熱処理によって大きく変化することが分かっているので、これらの点についても考慮しながら今後の課題にしたいと思う。

## 5 結 言

AC4Cアルミニウム合金の原材料と溶湯処理条件を変化させ、鑄造品の組織および機械的性質に及ぼす影響を調べた結果以下の結論が得られた。

- 1) フラックス処理のみでも、酸化物などの介在物とある程度の水素ガスは除去でき、処理回数が増えるほどマイクロポロシティは減少することが分かった。しかし、この処理のみでは脱ガス効果は不十分なので、マイクロポロシティを完全に除去することはできなかった。
- 2) 砂などの付着したリターン材を原材料として使用すると、溶湯処理を行っても砂などの不純物が組織中に残るので、健全な鑄造品を得るためには、事前に取り除く必要がある。
- 3) 本研究の範囲内では、溶湯処理によってマイクロポロシティのみを完全に除去しても、機械的性質はほとんど変化しないことが分かった。これは初晶の寸法、Fe、Mnなどの不純物量、冷却速度など他の要因が影響してくるためと考えられた。

## 文 献

- 1) 例えば、高橋恒夫編：新版非鉄金属材料の選択のポイント、日本規格協会、(1995)。
- 2) 例えば、軽合金の生産技術教本編集委員会編：軽合金鑄物・ダイカストの生産技術、素形材センター、(1993)。
- 3) C.E.Ransley, H. Neufeld: J. Inst. Metals 74 (1948) 599.



## 近赤外分光分析法によるパン原料の配合量の推定

米倉 裕一\*、遠山 良\*\*、斉藤 博之\*\*\*  
大澤 純也\*

近赤外分光分析 (NIR) によりパンクラムから油脂、小麦粉、食塩等の配合割合の予測を重回帰分析により行った。サンプルは、54種類の配合割合を設定し、それぞれホームベーカリーにて焼成を行い、それを厚さ2cm、長さ8cm、幅4cmのものを2枚切り高水分油分セルに挟み、反射法及び透過法にて測定した。その結果、透過法より反射法の方が配合割合の予測に適し、また、乾物当たりの配合割合をよく推定できた。

キーワード：近赤外分光分析、パン、予測

## The Prediction of the Composition of Fat, Flour and Salt in Bread by Near Infrared Spectroscopy

YONEKURA Yuichi, TOYAMA Ryo, SAITO Hiroyuki,  
OHSAWA Junya

Near infrared (NIR) spectroscopy has employed for the prediction of fat, flour and salt in sliced white bread. NIR reflectance and transmittance at several wavelengths were measured using two samples from 54 loaves of different composition. The results showed that NIR reflectance had high potential for the prediction of fat, flour and salt contents of dried bread samples.

key words ; near infrared, bread, prediction

### 1 緒言

近赤外分光分析法による食品の組成分析は、あらゆる形態（液体、ペースト、個体）を非破壊の状態、しかも迅速かつ簡便に行える可能性を秘めているので、極めて高い関心が寄せられている。今日、近赤外分光法は食品業界では果物の熟度判定や米の食味計などに実用化されているほか、製造工程および製品の品質管理などに、幅広く活用されている。製パン関連における近赤外分光法の技術は、パン切片試料のタンパク、水分、脂肪の成分分析<sup>1) 2)</sup>、パンの体積膨張度<sup>3)</sup>等の報告がなされている。しかし、パンは複雑な工程を経て製品となっており、最終製品から原料の配合量を予測している報告はない。

本研究は、近赤外分光分析装置を用い原料の配合割合

を出来上がったパンから推定することにより、最終製品の品質の安定化をめざすものである。

### 2 実験方法

#### 2-1 測定試料

製パンはホームベーカリー（象印（株）製BBC-S15）を使用し、小麦粉（昭和産業（株）製イーグル）、砂糖

表1 パンの配合割合

	対粉比(%)	全体比率(%)	乾物当(%)
小麦粉	100	45~60	67~97
砂糖	0~25	0~13	0~20
食塩	0~4	0~2.5	0~4
油脂	0~25	0~13	0~20
イースト	2	—	—
イーストフード	0.1	—	—
水	55~75	31~41	—

\* 応用生物部

\*\* 食品開発部

\*\*\* 企画情報部（旧醸造技術部）

表2 乾物当たりの原料配合比と近赤外の相関(波長単位nm)

	反 射				透 過			
	油脂	小麦粉	砂糖	食塩	油脂	小麦粉	砂糖	食塩
第1波長	1722	2284	2080	1808	1212/1190	916	978	1170/708
第2波長	2280	2130	2188	1352	956	952	988	900
第3波長		1906	2260	2070	840	926	942	758
標準誤差	0.267	1.02	1.09	0.145	0.322	2.12	1.40	0.358
重相関係数	0.9991	0.9890	0.9679	0.9870	0.9986	0.9513	0.9465	0.8962

表3 全原料配合比と近赤外の相関(波長単位nm)

	反 射				透 過			
	油脂	小麦粉	砂糖	食塩	油脂	小麦粉	砂糖	食塩
第1波長	1722	2134	2114	1808	1238/1188	916	956	984/708
第2波長	1536	2188	2066	1620	1146	770	738	900
第3波長		1030		780		1228	838	758
第4波長							914	
標準誤差	0.264	1.14	0.846	0.124	0.403	1.60	1.35	0.199
重相関係数	0.9980	0.9321	0.9535	0.9689	0.9954	0.8602	0.8817	0.9169

表4 重量及び水の添加量との近赤外の相関(波長単位nm)

	反 射		透 過	
	水	重量	水	重量
第1波長	1910	796	954/1006	722
第2波長	910	900	1232	798
第3波長	844			
標準誤差	0.683	2.25	0.916	2.16
重相関係数	0.9490	0.9652	0.9051	0.9682

(日新製糖(株)製グラニュー糖)、ショートニング(クリスコ(株)製)、食塩(関東化学(株)製特級)、水(蒸留水)は、小麦粉の重量を100としてそれに対するそれぞれの重量で配合した。この値を近赤外分光分析の目的変数に用いる場合は、重量%に換算して解析を行った。(表1)焼成後は、直ちに室温(22~23℃)まで放冷しビニール袋に入れ、このサンプルについて翌日測定した。

### 2-2 測定

サンプルは、高油分水セル((株)ニレコ製)の大きさに合わせるために、厚さ2cm、長さ8cm、幅4cmにパンクラムを2枚スライスし縦に2枚並べ入れた。測定には、(株)ニレコ製NIRS6500型を用い、400~2500nmの範囲で2nmごとに反射法及び透過法によるNIRスペクトルを測定した。測定は、1試料について2回行い、その平均スペクトルを求めた。

### 2-3 重回帰分析

重回帰分析には(株)ニレコ製のNSAS(Near infrared spectral analysis software)プログラムを用いた。54サンプルの試料をすべて検量線作成用とし、2~4波長

を用いて反射及び透過の回帰式を作成した。また、目的変数はパンの配合量を百分率を用いて示した。ただし、小麦粉、油脂、砂糖、食塩に関しては、乾物当たりの百分率も用いた。重量については、体積膨張率が配合割合に関係してくる可能性があると考え因子に加えた。目的変数は、測定に使用した2枚のパンクラムの重量を用い、測定範囲は、21g~58gであった。

### 3 結果

近赤外分光分析計を用いて測定したそれぞれの配合割合の予測式及び重回帰分析の結果は、表2、3、4に示したとおりである。おのおのの成分は、反射法及び透過法の2通りで測定し、また、小麦粉、油脂、砂糖、食塩については、添加水分量を含まない乾物当たりの配合割合と含んだ配合割合で予測したが、小麦粉、食塩の割合は、標準誤差、重相関係数ともに水分を含まない乾物当たりの反射法でよい結果が得られた。油脂では、どの方法でも高い重相関が示されたが、特に、乾物当たりの反射法でよい結果が得られた。砂糖では、どの方法でも全体的にばらつきがあり、特に糖分の少ないときにばらつきが大きくなった。水分、重量では、全体的にばらつきが大きい結果であった。

### 4 考察

このモデル系において、小麦粉、油脂、食塩は乾物当たりの反射法で高い重相関が示された。特に、油脂に関しては高い相関があり、第一波長に選んだ1722nmは、的場の報告<sup>2)</sup>の油脂の測定波長に一致している。また、小麦粉で選択した2130nm付近は、アミノ酸の構造に帰

## 近赤外分光分析法によるパン原料の配合量の推定

属する波長である。食塩は、それ自体吸収を持たず測定できないとされているが今回高い相関を示した。今後どの成分に起因しているか調査検討が必要である。

砂糖は配合割合の推定値にばらつきが見られるが、これは酵母が消費することにより生じてくるものと推察される。また、水分、重量は、発酵終了時の体積の違いによる焼成時の水分の発散がばらつきとなっていると思われる。総じて今回の測定結果は、乾物当たりの反射法で良い結果が得られているが、これらは水分、重量のばらつきからくるものと推察された。

### 5 結 語

焼いたパンの配合量の推定を行った結果、小麦粉、油脂、食塩において、重相関係数0.985以上の高い検量線を引くことが出来た。砂糖、水分、重量については、ばら

つきが大きく十分な推定は出来なかった。今後、検証用サンプルによる検証、あるいは、製造工程初期である生地についての配合量の予測を行っていききたい。また、市販のパンについての適応性についても検討していきたい。

本研究を実施するに当たり、解析等について指導下さった株式会社ニレコの篠原公之氏に深謝いたします。

### 文 献

- 1) B. G. Osborne, G. M. Barrett, S. P. Cauvain and T. Fear : J. Sci. Food Agric, 35, 940(1984)
- 2) 的場輝佳 : 飯島記念食品科学振興財団, 53(1990)
- 3) C. Starr, D. B. Smith, J. A. Blackman and A. A. Gill : Anal. Proc. , 20, 72(1983)

## 寒冷地向き醸造用ブドウ果汁の生産試験

小澤麻由美\*、佐々木誠二\*\*、桜井 廣\*

### Production Test of Wine-Grape Juice for Cold District

OZAWA Mayumi, SASAKI Seiji, SAKURAI Hiroshi

#### 1 結 言

岩手県ワイン業界は、県産ぶどうを原料とする地場産業として、メーカー3社が良心的なワインづくりを行っている。しかし、昨今の様々な規制緩和に伴い業種内競争が激化し、さらに輸入低価格ワインの登場などにより価格破壊が進行し、県産ワインメーカーの低迷が危惧されている。このような中で県産ワインメーカーが健全な成長を続けるには、さらなる品質向上と付加価値の創造が必要であり、そのために岩手県の気候風土に適したワイン原料ブドウ品種を選抜する必要がある。

1984年までにリースリング・リオン、S-9110を県の白ワイン奨励品種として制定し、アロマの高いワインを醸造することができた。しかし、果汁の糖度と酸度のバランスが悪いため、補糖量が多くなり、ボディーが希薄になりやすい等の問題が残った。そこで果汁糖度を高めるためにウィルスフリー化したブドウ樹を導入し、醸造適性試験<sup>1, 2)</sup>を1991～92年度に行った。しかしウィルスフリー化は感染樹の味無し化現象を防ぐ効果はあったが、果汁の高糖度化には効果がみられなかった。次に、1994年度から寒冷地向き醸造ブドウ品種について醸造適性試験<sup>3)</sup>を行い、県内に適した醸造用品種を選抜しようと本実験を行った。1994年はブドウ樹の樹齢が若いうえに、単年度の気候だけでは優良品種の選抜を行うことができなかった。そこで1995年度も同様に2回以上結実のあったブドウ品種について醸造試験を行った。本報告はその経過途中として1995年の栽培適性・果汁状況について報告する。

#### 2 実験方法

##### 2-1 試験樹について

前報<sup>3)</sup>のブドウ6品種の他に試験品種として山梨33号、対照品種としてピノ・ブランを加えた。ブドウ樹は全て長梢仕立てで行いの交配、台木、樹齢を表1に示した。

表1 ブドウ樹の由来

系統名	親品種	台木	樹齢(年)
山梨29号	甲州×ピノ・ブラン	テレキ5BB	5
山梨30号	笛吹×ピノ・ブラン	テレキ5BB	5
山梨31号	甲州×ピノ・ブラン	テレキ5BB	5
山梨32号	笛吹×シャルドネ	テレキ5BB	5
山梨33号	笛吹×セミヨン	テレキ5BB	5
山梨34号	笛吹×セミヨン	テレキ5BB	5
リースリング・リオン(対照)		VFSO4	11
ピノ・ブラン(対照)		テレキ5C	5

##### 2-2 果汁の一般分析

前報<sup>3)</sup>に準じて行った。

\* 醸造技術部

\*\* 岩手県園芸試験場大迫試験地

### 3 結果

#### 3-1 1995年の気象状況とブドウ果実

ブドウ育種試験地(大迫町)における1995年の気温、日照時間、降水量の平年値比較<sup>4)</sup>を図1に示した。

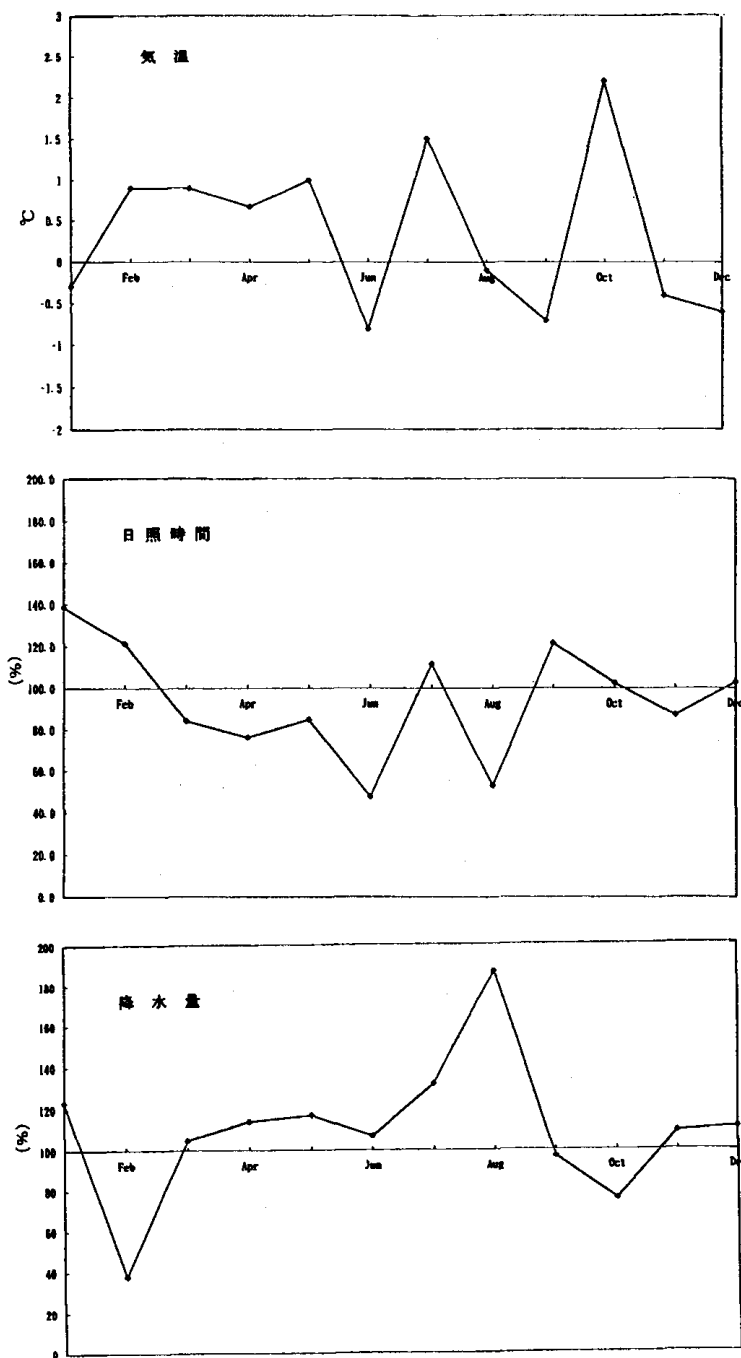


図1 気温、日照時間、降水量の平年値比較  
(岩手県大迫町1995年)

ブドウ活動期間の4月から10月にかけての有効積算温度は1481.3℃、30℃以上の日数が13日とほぼ平年並みであったが、降水量が1084mm、日照時間が690.7

時間と多雨、日照不足であった。

発芽期の5月の気温は平年よりもやや高く降水量もやや多かった。そのため発芽は平年よりも2~3日早まった。開花期の6月は平年よりも気温が低く、降水量もやや多く、その上日照時間がかなり少なかった。そのため開花が3~5日遅れとなり、果実の受精率が悪く結実がやや不良であった。また、病害の初期兆候が見られたが早めの防除により大事には至らなかった。果実の肥大・成熟期である7、8月は日照時間が168.1時間(平年比77%)、降水量533mm(平年比161%)と日照が少なく、多雨であった。また、昼夜の温度格差が平年よりも小さいため果実中の糖分の蓄積が不良であった。そのため、果実の肥大は小さめに経過し、糖度の上昇は遅れ気味であった。収穫期の9月は気温が低かったものの10月は平年より高かった。また、日照時間が多く、降水量が少なかった。

ブドウ生育期前半は悪天候であったが、後半の天候が回復したため、ある程度ブドウ果実の品質を挽回することができ、品質はほぼ平年並みとなった。また、生育期全般の降雨量が多く、土壌水分の変動が比較的少なかったため、果実の裂果が非常に少なかった。栽培状況<sup>5)</sup>を表2に示した。

表2 ブドウの生育状況と果実品質

系統名	発芽期	開花期	収穫期
山梨29号	5/3	6/28	9/29
山梨30号	5/1	6/29	10/12
山梨31号	5/11	7/2	10/9
山梨32号	5/1	6/30	10/4
山梨33号	5/8	7/2	10/9
山梨34号	5/6	7/2	10/4
リースク・リオン(対照)	5/7	6/30	10/12
ピノ・ブラン(対照)	5/8	6/30	10/12

系統名	収量(kg)	果房重(g)	粒重(g)
山梨29号	2.7	104.3	1.6
山梨30号	16.4	230.3	1.9
山梨31号	14.9	276.0	2.3
山梨32号	5.4	195.8	2.3
山梨33号	22.1	422.1	2.2
山梨34号	13.3	281.5	2.5
リースク・リオン(対照)	152.1	302.2	2.6
ピノ・ブラン(対照)	10.3	227.5	1.8

3-2 原料果汁

果汁処理状況を表3に、果汁成分を表4に示した。

表3 果汁処理と糖度

系統名	果汁量 (l)	压榨率*1 (%)	糖度 (°)
山梨29号	10.5	63.8	18.8
山梨30号	12.8	65.0	17.0
山梨31号	12.6	68.7	19.0
山梨32号	8.8	61.3	20.2
山梨33号	10.6	64.0	18.4
山梨34号	11.1	63.1	19.3
リースリング・リオン (対照)	11.8	63.1	19.3
ピノ・ブラン (対照)	7.3	61.1	16.0

\*1  $\frac{\text{果汁量 (kg)}}{\text{果実量 (kg)}} \times 100$

表4 果汁成分分析値

系統名	比重	エキス分 (g/100 ml)	直糖 (g/100 ml)	pH
山梨29号	1.078	280.50	18.58	3.00
山梨30号	1.078	280.50	16.05	3.00
山梨31号	1.084	282.10	18.26	3.01
山梨32号	1.084	282.05	20.37	3.00
山梨33号	1.080	281.01	18.76	3.02
山梨34号	1.080	281.01	18.26	2.99
リースリング・リオン (対照)	1.084	282.05	18.18	2.89
ピノ・ブラン (対照)	1.080	281.01	15.75	3.21

系統名	総酸*2 (g/100 ml)	吸光度	
		(430nm)	(530nm)
山梨29号	1.05	0.268	0.137
山梨30号	1.20	0.146	0.067
山梨31号	1.38	0.244	0.118
山梨32号	1.01	0.286	0.155
山梨33号	1.29	0.256	0.124
山梨34号	1.01	0.173	0.087
リースリング・リオン (対照)	1.16	0.310	0.153
ピノ・ブラン (対照)	0.86	0.142	0.092

\*2、総酸は酒石酸として算出

欧州系品種であるピノ・ブランは総酸、直糖、色素が少なく、未熟な果汁であった。山梨30号は他の試験品種に比べ総酸の含量は多いが、直糖量は少なかった。ほとんどの試験品種は対照のリースリング・リオンに比べ総酸や直糖量が多く、ボディのある果汁が得られた。また、データは示さなかったが、果汁の香気にも特徴的な品種が多かった。

4 考 察

Branasらはブドウの栽培適性を品種群と温度・光指数で表し、その指標が2.6以下の場合には欧州ブドウの栽培が困難であるとしている。実際、大迫地域におけるこの値は2.0前後となるため導入に適したブドウ品種はアメリカ系、東洋系、または野生ブドウとそれらとの欧州系の交配種ということになり、そのまま欧州種を導入するのは困難である。実際、栽培成績、果汁成分からみてもわかるように本試験の対照品種であるピノ・ブランは果実が未熟のままでは収穫できないため、ワイン醸造用に適した果汁を得るための栽培が困難であることがわかる。また、この指標により県内に適した栽培品種は極早生、早生種に限られることから、萌芽から成熟までの日数は160日以内であることが望ましい。そこで試験品種の萌芽から成熟までの日数を合計すると、山梨29号は150日、30号が165日、31号152日、32号157日、33号155日、34号152日であった。このことから、山梨30号は他の試験品種に比べ萌芽してから成熟までに必要な温度や日照量が多く、県内の気候ではこの品種を栽培することが困難であると思われる。日照や温度の不足により糖の合成が不十分な結果、山梨30号は糖分の少ない、酸味の多い果汁であった。それ故、この品種を導入する場合には栽培地の斜面の向き等を慎重に考慮しなければならない。

文 献

- 1) 小澤麻由美：岩手醸食試報,26,35(1992)
- 2) 小澤麻由美：岩手醸食試報,27,31(1993)
- 3) 小澤麻由美：岩手工技セ研報,2,103(1995)
- 4) 日本気象協会盛岡支部編：岩手県農業気象速報 (1995)
- 5) 岩手県園芸試験場：平成7年度果樹試験成績書,大迫試験地試験成績 (1995)

## 酒造好適米と一般米を判別する方法

斉藤博之\*・西澤直行\*\*

<岩手県工業技術センター・\*岩手大学大学院連合農学研究科,

\*\*岩手大学農学部応用生物学科>

平成7年7月4日受理

### Discrimination of Rice Varieties between Rice Suitable for Sake Brewing and Ordinary Commercial Rice

Hiroyuki SAITO\* and Naoyuki NISHIZAWA\*\*

(Iwate Industrial Research Institute and \*the United Graduate School  
of Agricultural Sciences, Iwate University, Morioka, Iwate 020 and

\*\*Department of Bioscience and Technology, Faculty of  
Agriculture, Iwate University, Morioka, Iwate 020)

Methods for evaluating the suitability of newly bred rice variety for sake making were examined by using data of discriminant analysis on 4,081 rices that has been established by The Research Group For Sake Rices. It was possible to discriminate sake rices from ordinary commercial ones by using discriminant equations composed of two variables, weight of 1,000 grains and water absorption for 20 min. Further, a simple graphical line was derived from the equation which enabled to estimate the value of water absorption for 20min. corresponding to an analytical value of the weight of 1,000 grains. These procedures would be useful for breeding of sake rice.

**Key words:** 原料米・好適米・判別

### 緒言

酒米研究の中で、育種関係者から、「分析値から、育種中の新品種が酒造好適米（以下、好適米）と推定できるような方法がないだろうか」という質問をされることが多い。近年、好適米の特性や評価については、各方面から興味深い解析が報告されているが<sup>1-10)</sup>、好適米と一般米の区別を推定できるものは少ない。例えば、多くの好適米で、細胞壁構成成分のグルコマンナン含有量が、良食味の一般米よりも明らかに高く、好適米と一般米の相違点として注目される<sup>5)</sup>。しかし、例外もあり、酒造適性との関係が明らかでないこと、グルコマンナンの分析を要することなどから、簡易な判別的手段として利用するには、今後の研究が待たれる。

一方、全国酒米研究会は、酒造用原料米全国統一分析法<sup>11,12)</sup>（以下、統一分析法と略称）によって、1976年から1993年までの18年間に、玄米3項目、75%精白米9項目で4,838検体にのぼる分析データベースを蓄積して公表している。このデータベースは、日本全国の多

数の酒造米品種のデータを、長期間にわたって蓄積した唯一のものである。この統一分析法は、簡易で一般的であり、分析に要する試料が比較的少量であるので、そのデータの解析によって好適米と言えるかどうかを推定できれば、酒造米の育種に対して有用であろうと思われる。

著者他は前報で、新品種の実験値を高低5段階に評価する基準値と、既存81品種と新品種を図上で比較して好適性を類推する2つの方法について報告した<sup>13)</sup>。本報ではさらに進めて、上記のデータベースを基にして、育種中の酒造米が好適米に区分されるかどうかを推定する方法の検討を行った。

### 1. 解析方法及び結果

#### 1. 使用データ

全国酒米研究会から公表されている4,502検体（1976年から1992年）の統一分析法12項目のうち、欠測値を含む77検体を除き、さらに、10検体以上分析された81品種の4,081検体を使用した。この検体を好適米の

**Table 1** Welch's *t*-Test of difference between means of analytical values of sake rice and ordinary commercial rice.

Analytical item No. and abbreviation <sup>a</sup>	Mean		Difference	Degree of freedom	<i>t</i> -value	<i>p</i> value (%)
	Sake rice <sup>b</sup> ( <i>n</i> =21)	Ordinary commercial rice <sup>c</sup> ( <i>n</i> =60)				
1. Weight 1000(1) (g)	26.72	22.45	4.27	23.9	9.70	0.1
2. Weight 1000(2) (g)	26.25	22.07	4.18	24.1	9.70	0.1
3. Water content (RR) (%)	15.22	15.18	0.04	40.0	0.31	N. S.
4. True polishing (%)	75.8	75.57	0.23	27.6	1.42	N. S.
5. Water content (PR) (%)	13.56	13.53	0.03	41.9	1.00	N. S.
6. Absorbed water (20) (%)	27.78	23.25	4.53	34.5	13.93	0.1
7. Absorbed water(120) (%)	29.18	29.18	0.00	35.0	0.01	N. S.
8. Absorbed water (ST) (%)	39.69	38.71	0.98	32.1	2.81	1
9. Digestibility (RS) (%)	9.66	9.40	0.26	36.5	4.52	0.1
10. Digestibility (FN) (ml)	2.05	2.05	0.00	39.2	0.12	N. S.
11. Crude protein (%)	5.58	5.81	0.23	35.4	3.13	1
12. Potassium (ppm)	497.4	487.0	10.4	54.9	0.74	N. S.

<sup>a</sup> See a paper of OKAZAKI<sup>1)</sup> for details.

<sup>b</sup> This shows rice for sake brewing.

<sup>c</sup> This means rice for home consumption.

21 品種と一般米の 60 品種の 2 群に区分して、酒造米の区分を推定する方法の検討に使用した。また、上記の 81 品種以外の検体と 1993 年の検体は、推定方法が妥当であるかどうかを判断するために使用した。好適米か一般米かの区別は、文献<sup>14-17)</sup>によって行い、好適米を 1、一般米を 2 として計算に使用した。この際、明らかに酒造用として育種された「酒」系統番号の品種であっても、各県の奨励品種や準奨励品種等に採用されたことのない品種は、その優位性が認められていないと判断して、本論文の検討には使用しなかった。なお、各県で「優良」、「特定」、「認定」という名称が付けられた好適米品種も一種の準奨励品種的なものと見なされているので<sup>17)</sup>、好適米と見なした。

## 2. 使用分析項目

好適米と一般米の区別を行うには、それに有効な項目を用いる必要があると考えたので、まず、好適米と一般米で品質に差の認められる項目を、次のようにして選択した。最初に、統一分析法の 12 項目を、好適米 21 品種と一般米 60 品種の品種毎の平均値を用いて 2 群の分散分析を行った（品種毎の平均値と *F* 値は省略）。その結果、すべての項目で分散に差が認められたので、平均値の差の検定 (Welch の *t*-検定)<sup>18)</sup> を行い、平均値に差の認められる分析項目を選び出した。この検定の結果、好適米と一般米の平均値に有意差の認められた項目は、水分調整前千粒重、水分調整後千粒重、吸水性 20 分、蒸米吸水率、消化性の直接還元糖（以下、直接還元糖）及び粗蛋白質の 6 項目であった (Table 1)。なお、

千粒重は、水分調整前千粒重、水分調整後千粒重ともに有意差が認められたが、水分調整前千粒重は玄米水分により変動するため独立変数としては扱い難い。そこで、玄米水分を 13.8% に調整した水分調整後千粒重（以下、千粒重）を用いた。以後この 5 項目が、好適米の特性に関連が深いと考えて、以下の検討を行った。

## 2. 育種中の酒造米を好適米と推定する判別式の検討

本項では、好適米か一般米かを推定する計算式の導入を検討した。このような計算式の導入には、多変量解析法の一種である重判別分析法<sup>19,20)</sup>が最も適していると考えられる。なぜなら、この方法は、いくつかの群に分類される *n* 個体のデータを基に、未知の個体の所属群を予測する方法だからである。また、この方法の計算原理から導かれた重判別式（以下、判別式）は、既存品種を統計的に最も正しく判別すると思われるので、育種中の品種に対しても同様に予測するだろうと期待される。そこで、この重判別分析法によって、上記で選定された 5 項目を説明変数に、好適米か一般米かの区分を目的変数として判別式を求めた。

なお、実際に酒造米を育種していく段階では、判別したい品種の検体が少ない場合と、多数ある場合の 2 つがあると思われる。そこで、この 2 つの場合に分けて検討を行った。

### 1. 10 点以上の多検体の場合の判別式の検討

育種の年次が進むと、同一品種で年次や栽培地、栽培



方法などが異なる多数の検体が得られる。その場合は、平均値を用いてその品種が好適米と言えるかどうかの推定が望まれる。なぜならば、平均値は、その品種の分析値の代表値であり、信頼性が高いと期待されるからである。したがって、この場合の判別式の導入には、10 検体以上ある 81 品種の品種毎の平均値を使用した。なお、この判別式の導入は、重判別分析法の中の 1 方法である変数増加法で行った。この変数増加法は、判別式の中の説明変数を、1 つから、2 つ、3 つと徐々に増やして行き、その式がどれだけ正しく判別できるかを各段階で検討して、最終的に 1 つの判別式を決定する方法である。この方法によると、1 つ目に選択される項目は、5 つの項目の中で、最も正しく好適米と一般米を区別できる項目である。2 つ目以降の項目は、残りの各項目の  $F$  値によって、順次、選択する。項目を選択した各段階での計算式が、どれだけ既存品種を正しく判別できるかは、実際に食糧庁が指定している好適米の区分と計算結果の区分が一致する割合（以下、正判別率）を比較検討することで行った。その結果、吸水性 20 分が判別式の 1 つ目の説明変数に選択された。その正判別率は 97.5% であった。次いで、千粒重が 2 つ目の説明変数に選択されて、その式の正判別率は 98.8% であった。しかし、この式の説明変数を 5 項目まで増加させても、これ以上正しく判別できる式は得られなかった。以上のように、検討した 5 つの判別式（1～5 項目）の中で、正判別率が最大で、説明変数が最少の判別式は、千粒重と吸水性 20 分の 2 項目を組み合わせた式であった（以下、千粒重・吸水性 20 分と略記）。この判別式は既存の 81 品種の内、80 品種を正しく区分していたので、この式を最終的に多検体の場合の判別式として決定した。その式は次に示すとおりであり、この不等式が成立すれば、その育種中の品種は好適米と推定される。

$$X_2 > -0.8672 X_1 + 46.469 \quad (1)$$

$X_1$ : 千粒重 (10 検体以上の平均値)

$X_2$ : 吸水性 20 分 (10 検体以上の平均値)

次に、実際の計算で利用しやすいように、これを変形して、(2) 式を得た。

$$Y = X_2 + 0.8672 X_1 - 46.469 \quad (2)$$

$Y > 0$  ならば好適米とする。

$Y < 0$  ならば一般米とする。

なお、この式の導入に用いた検体の千粒重の範囲は 19.7～30.2 g (81 品種の千粒重の最小、最大値) であったので、予測したい品種がこの範囲内であるなら、内挿による推定であるので、間違いの少ない予想結果が期待できよう。

なお、多数の検体がある場合は、半分の検体で推定式

を作り、その式で残りの検体をどれだけ正しく推定できるか、確認することができる。この判別式の場合は 10 検体以上の 81 品種すべてを用いたために、その検討ができなかったが、(2) 式によって誤って判別された既存品種は「松山三井」のみであったので、この式は一般的な品種には適応可能と考えられる。

本論文では、(2) 式を「多検体判別式」と称する。

## 2. 10 点未満の少数検体の場合の判別式の検討

育種段階の後半で、多数の検体を得られている品種が好適米と言えるかどうかを推定するには、上記の多検体判別式を利用すれば良いと考える。しかし、農業試験場で交配されて間もない品種や育種途上の品種では、1 検体だけで判別しなければならない場合が多い。この場合は、検体 1 つでも判別しうる判別式が必要であろう。また、多い場合でも数点の検体で判別しなければならないことがある（以下、少数検体と略称）。このような時は、検体 1 つ 1 つで判別を行えば、それぞれの検体の持つ情報が有効に活かせる場合があると思われる。例えば、検体毎に検討した場合、「5 検体中の 4 検体が好適米と推定され、対照品種を上回った」、また「追肥をした試験区の検体が好適米と推定されなかった」等の、育種や栽培の現場で有用な情報が得られる。しかし、このように、少数検体の 1 つ 1 つを推定する場合、上記の多検体判別式では、誤って判別しやすくなると思われる。なぜならば、多検体判別式は、10 検体以上ある品種の平均値から求められており、計算するデータの基礎が異なっているからである。そこで、少数検体の 1 つ 1 つが好適米と言えるかどうか推定する式を検討するために、4,081 検体の全データを基にして、上記の多検体の場合と同様に、重判別分析法によって計算式を求めた。この場合、検体数が多すぎて変数増加法が行えなかったため、以下のようにして、この解析を進めた。

まず、上記の 5 項目のうち 1 項目を説明変数として、好適米か一般米かを目的変数として、4,081 検体から 5 通りの判別式を求めた。同様にして、2 項目の組み合わせからなる判別式を 10 通り、さらに 3 項目からなる判別式を 10 通り求めた。これらの 25 通りの判別式を 4,081 検体に適用した場合の結果を、Table 2 に示した。その結果、それぞれの 1 項目のみからなる判別式を適用した時、千粒重による式が最も正しく区分できた。その判別式の正判別率は 92.3% (4,081 検体中の 3,768 検体) であった。次いで、吸水性 20 分による判別式の正判別率が高く、80.2% (4,081 検体中の 3,275 検体) であった。2 項目の式の組み合わせは 10 通りであるが、千粒重の 1 項目だけの式よりも正しく区別できたのは、多検体判別式の場合と同様に、千粒重・吸水性 20 分

**Table 2** Investigation to make an equation to discriminate sake rice from ordinary commercial rice<sup>a</sup>.

Numbers of item used to derive an equation	Analytical item No. <sup>b</sup>					Evaluation (%) <sup>c</sup>		
	2	6	8	9	12	Sake rice <sup>b</sup> (n=1,443)	Ordinary commercial rice <sup>b</sup> (n=2,638)	Mean (n=4,081)
1 items	○					87.7	94.9	92.4
		○				78.7	81.1	80.3
			○			52.8	50.5	51.3
				○		55.0	59.1	57.7
					○	57.0	58.9	58.2
2 items	○	○				90.2	96.6	94.3
	○		○			87.7	95.0	92.4
	○			○		87.5	94.8	92.2
	○				○	88.3	95.4	92.9
		○	○			80.5	82.8	82.0
		○		○		78.3	81.1	80.1
		○			○	78.3	81.7	80.5
			○	○		55.9	58.2	57.4
			○		○	59.5	56.5	57.6
				○	○	60.7	61.4	61.2
3 items	○	○	○			90.3	96.3	94.2
	○	○		○		90.0	96.6	94.3
	○	○			○	90.2	96.3	94.1
	○		○	○		87.8	94.8	92.3
	○		○		○	88.1	95.1	92.6
	○			○	○	87.9	95.2	92.6
		○	○	○		80.3	83.2	82.2
		○	○		○	80.4	82.6	81.8
		○		○	○	78.5	81.3	80.3
			○	○	○	60.5	61.9	61.4

<sup>a</sup> Equation for varieties within 10 samples.  
<sup>b</sup> See Table 1 for details.  
<sup>c</sup> Correct ratio of judgement by using the equations.

の組み合わせの式であった。その正判別率は 94.3% (4,081 検体中の 3,849 検体) であり、千粒重だけの式よりも正判別数が 81 検体増加していた。次に、これらの 1 項目からなる式と 2 項目からなる式のどちらが有効なのかを調べるために、千粒重のみからなる判別式で正しく判別された検体数の割合と、千粒重・吸水性 20 分の式によって判別された検体数の割合に差が認められるかどうかを、標本比率の差の検定<sup>21)</sup>で検討した。その結果、この差は有意であった ( $\mu_0=3.59, p<0.001$ )。したがって、千粒重・吸水性 20 分の判別式の方が、千粒重の 1 項目による判別式よりも正しく判別できることがわかった。千粒重、吸水性 20 分及び蒸米吸水率などの 3 項目の組み合わせの式も 10 通りあるが、千粒重・吸水性 20 分の式を上回る良好な組み合わせの判別式は得られなかった。したがって、千粒重・吸水性 20 分の 2 項目を使った式を、少数検体の場合の好適米を予測する式

として採用した。その式は、 $X_1$  (千粒重, g),  $X_2$  (吸水性 20 分, %) よりなる (3) 式の不等式で表わされる。この式が成立すれば、その検体は好適米と推定される。

$$X_2 > -2.9902 X_1 + 97.296 \quad (3)$$

$X_1$ : 千粒重

$X_2$ : 吸水性 20 分

なお、この式の導入に用いた検体の千粒重の範囲は 17.5~32.3 g (4,081 検体の千粒重の最小, 最大) であるので、予測したい未知の検体がこの範囲内であるならば、内挿による推定となるので、実用的な区別が可能であろう。

また、(3) 式を計算で利用しやすいように変形して (4) 式を得た。

$$Y = X_2 + 2.9902 X_1 - 97.296 \quad (4)$$

$Y > 0$  ならば好適米とする。

$Y < 0$  ならば一般米とする。

本論文では、(4)式を「少数検体判別式」と称する。次に、少数検体を推定する場合に、少数検体判別式が多検体判別式よりも適していることを次のようにして確認した。まず、少数検体判別式と多検体判別式を同じ4,081検体に対して適用して、好適米と一般米に区分したところ、その正判別率はそれぞれ94.3%と93.0%であった。その差の1.3%(55検体)は、比率差の検定によると、危険率5%で有意であった( $u_0=2.495$ )。したがって、少数検体の場合には多検体判別式よりも、少数検体判別式を適用した方が妥当であろうと思われる。

### 考 察

これまで、酒造米育種研究の現場や酒造適性の研究をしていく上で、好適米と言えるかどうかを推測することは容易でなかった。本論文では、育種中の品種の分析値を代入して計算することによって、好適米と一般米の区分が容易に予想される多検体判別式((2)式)と少数検体判別式((4)式)の2式を導入した。次に、この判別式の意味と、応用方法について考察したい。

#### 1. 好適米と一般米の判別式の意味と有用性

一般に、好適米の特徴は「大粒、心白」と言われ、それが一般米と区別できる外見的特徴とされている。また、従来より吸水性が好適米のもう1つの特徴とされている。品種の違いによって白米の吸水性が変化するのは、おもに細胞間の間隙量の変化によるものであり、実際に、酒米に最も適していると言われる山田錦の白米の間隙量は日本晴よりも多くて、吸水性が高いことが報告されている<sup>3)</sup>。また、好適米の心白部は、デンプン粒の集積が不十分な細胞層で、吸水しやすいことが示されていることを併せ考えると<sup>22)</sup>、判別式を構成する千粒重・吸水性20分は、一般的な好適米の外見的特徴である「大粒、心白」を表現しているものと考えられる。一方、最近育種された好適米の「吟の精」は、大粒の好適米でありながら心白の少ない特殊な品種であるが、1992年の5点と1993年の2点についてこの少数検体判別式を適用したところ(データ省略)、千粒重と吸水性20分の分析値が好適米の条件を満たしており、全検体が正しく好適米と区別された。これらの結果は、少数検体判別式が大粒心白の品種に限らず、広い範囲の品種で好適米とみなせるかどうか推定しうることを示唆している。

#### 2. 多検体判別式による「判別境界線」の導入と育種への応用

従来、農業試験場における好適米の育種は、外見的特質の「大粒、心白」が重要な目標とされている。しかし、これまで農業試験場と醸造業界側では、広く認められた共通の育種上の数値目標がないのが現状である。そこ

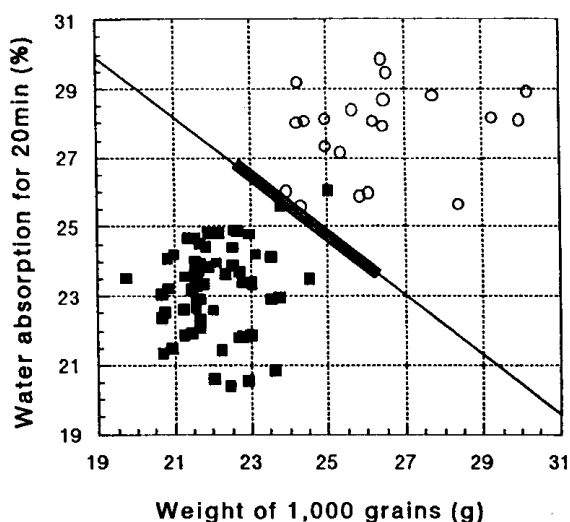


Fig. 1 Estimation of the value of water absorption for 20 min. corresponding to an analytical value of weight of 1,000 grains: ○, Sake rice; ■, Ordinary commercial rice.

で、本項では多検体判別式((1)式)を応用して、酒米の育種に対して新たな数値目標を提供する可能性を論ずる。その応用とは、(1)式を右辺=左辺として、予測のための千粒重と吸水性20分の境界線を導入することである。この式の、右辺の $X_1$ に千粒重の値を代入すれば、 $X_2$ すなわち吸水性20分の値が求まる。この値は、好適米とみなされる最低値を示しており、酒造米を育種する際の新たな目標値としての活用が期待される。この吸水性20分の値は、千粒重に対応して変化する連続した値を示して、傾きを持った直線となる。その関係をFig. 1に示した。Fig. 1の横軸は千粒重を、縦軸は吸水性20分を示している。本論文ではこの直線を判別境界線、Fig. 1を判別図と称する。例えば、この判別境界線を活用すれば、千粒重25gの好適米品種の育種を想定した場合、吸水性20分の日標値が24.79%以上となる。次に、既存の品種と判別境界線の位置関係を見るために、多検体判別式((2)式)によって得られた既存81品種の判別結果を、好適米「○」、一般米「■」でFig. 1に示した。一見して、好適米はこの判別境界線よりも上に、一般米は下に位置していることがわかる。また、Fig. 1の既存品種の分布状態から判断すると、小粒で吸水性が極端に高い品種や、逆に大粒で吸水性が著しく低い品種は存在しないことがわかる。したがって育種中の品種も、概ねFig. 1の既存品種と同様の範囲に位置すると推察される。Fig. 1に示された判別境界線の太線部分付近の品種は、千粒重に加えて、その境界線から求められる吸水性20分の値も同時にその目標値とすれば、好適米により一歩近づくとと思われる。

Table 3 Validity of the equation.

	Rice variety	Number of sample	Number of sample evaluated correctly	Ratio of sample evaluated correctly (%)
Samples used for making the equation	Sake rices <sup>b</sup>	1,443	1,301	90.1
	Ordinary commercial rices <sup>b</sup>	2,638	2,548	96.6
	Total	4,081	3,849	94.3
Samples used for the validity	Sake rices	66	64	97.0
	Ordinary commercial rices	213	200	93.4
	Total	279	262	93.9
Samples in 1993 <sup>a</sup>	Sake rices	136	116	85.3
	Ordinary commercial rices	187	182	97.3
	Total	323	298	92.3

<sup>a</sup> The production of rice of this year was very low because of cold summer damage.

<sup>b</sup> See Table 1 for details.

また、承知のように、農業試験場では好適米の心白の判定基準があり、心白発現率、心白率が測定されている<sup>14,17)</sup>。しかし、心白の量(大きさ)と質(位置、厚さ等)の判断には相当の経験を要すること、また、質と量を同時に考慮した測定基準がないことや、計測には多くの手数がかかるなどの難点がある。さらに、「吟の精」のように、吸水性は高いが、心白の少ない好適米品種が育種され始めていることを考えると、いわゆる外見的な心白という育種目標だけでは対応が難しくなっているように思われる。したがって、心白発現率や心白率以外に、判別境界線のような手法も必要のように思われる。

### 3. 少数検体判別式の妥当性

次に、少数検体判別式が、未知の品種を好適米と一般米に区分できるかを、式の導入に用いた 81 品種以外の品種で検討した。すなわち、1976 年から 1992 年の 10 検体未満の 110 品種の 337 検体のうち、未登録や不明品種を除いた 80 品種の 279 検体を、少数検体判別式で区分して、正判別率を調べた。また、判別の条件が著しく悪いと思われる冷害年であっても、推定が可能であるかどうかを検討した。すなわち、著しい冷害年であった 1993 年の 91 品種の 336 検体のうち、やはり未登録品種などを除いた 84 品種の 323 検体について、少数検体判別式で正しく区分できるかどうかを検討した。これらの検体 1 つ 1 つの千粒重と吸水性 20 分のデータを、この(4)式に代入して、好適米と言えるかどうかを検体毎に調べた。そして、これらの検証用の検体で、正しく判別された数が全数の 90% を越えれば、少数検体判別式として実用的であろうと考えた。その結果(Table 3)、少数検体判別式は、10 検体未満の品種の場合でも、90% 以上の検体を正しく区別できた。このように、判別式を

求めるのに使用した 81 品種以外の 110 品種に対しても正しく区別できうるということは、この判別式が多様な品種を柔軟に推定できるであろうことを示唆している。これらに加えて、本式は、著しい冷害で、通常の年と相当に異なると想像される検体でも、90% 以上の検体を正しく区別できた。これらの結果は、この式の妥当性を示しているであろう。

ただし、1993 年の冷害年の好適米の検体では、正判別率が 85.3% で、90% をやや下回った(Table 3)。この結果は、著しい冷害の場合、千粒重が低下しやすいため<sup>23)</sup>、好適米が一般米に誤って区分されやすいことを示しているであろう。しかし、1993 年が百年に一度と言われる大冷害年であったことを考えると、条件の悪い好適米の検体の正判別率が 90% をやや下回ったことは、やむを得ないものと思われる。また、大粒だが心白が少なく、区分が難しいと思われる「吟の精」が 1993 年に 2 点あったが、2 点ともこの判別式から好適米と判断された(データ省略)。これらのことを併せ考えると、本式はほとんどの年で好適米にも一般米にも、十分利用できることを示している。

最後に、本論文で導入された判別式は既存品種の 90% 以上を正しく判別できたので、育種中の品種が好適米と言えるかどうか推定するのに役立つと思われる。しかし、「松山三井」のような腹白の品種<sup>10)</sup>が正しく判別できない問題点があった。今後、碎米率を含めて 1994 年に改訂された統一分析法によって、より良い判別方法が開発され、好適米の育種が促進されることを望みたい。

また、次報では、千粒重、吸水性 20 分、直接還元糖、蒸米吸水率、粗蛋白質の項目を用いた酒造適性を評価す

る方法について報告したい。

### 要 約

本論文では全国酒米研究会の4,081検体からなるデータベースを基にして、育種中の品種が好適米と言えるかどうかを推定する式を、重判別分析法によって検討した。その結果、水分調整後千粒重と吸水性20分の値からなる式が、好適米と一般米を最もよく区別することがわかった。また、好適米と一般米を区分する境界線は、千粒重に応じた吸水性20分の育種目標値として利用できると考えられ、好適米の育種に有用と思われた。

本論文で使用したデータベースは、全国酒米研究会の各位が分析し、研究会事務局で構築したものである。本論文のまとめを行うにあたって、本データベースの使用を快諾し、提供いただくとともに、激励を下さいました旧醸造試験所第7研究室の岡崎直人室長、荒巻功主任研究員、及び全国酒米研究会の各位に深く感謝いたします。また、有益な助言をいただいた谷口肇、前岩手県醸造試験場場長（現・農林水産省食品総合研究所）に謝意を表します。

### 文 献

- 1) 岡崎直人, 伊藤 清, 小林信也: 醸協, 83 (11), 764-769 (1988)
- 2) 木崎康造, 井上康裕, 岡崎直人, 小林信也: 醸協, 86 (4), 293-298 (1991)
- 3) 伊藤 清: 醸協, 87 (7), 497-502 (1992)
- 4) 木崎康造, 小原 昭, 逸見彰則, 荒巻 功, 小林信也, 岡崎直人: 醸協, 88 (4), 326-331 (1993)
- 5) 渋谷直人: 第16回酒米懇談会講演要旨集, p. 37-47 (1992)
- 6) 吉沢 淑: 醸協, 79 (3), 156-164 (1984)
- 7) 宮野信之: 醸協, 81 (12), 854-858 (1986)
- 8) 宮野信之: 醸協, 82 (1), 33-40 (1987)
- 9) 若井芳則: 第17回酒米懇談会講演要旨集, p. 2-13 (1993)
- 10) 酒米調査研究チーム: 酒米の品種, p. 232, p. 238, p. 242, p. 243, p. 247, p. 268, p. 271 (1993)
- 11) 吉沢 淑: 醸協, 77 (10), 656-661 (1982)
- 12) 吉沢 淑: 醸協, 77 (11), 798-805 (1982)
- 13) 齊藤博之, 谷口 肇: 醸協, 90 (5), 387-393 (1995)
- 14) 榑淵欽也: 日本の稲育種, p. 212, p. 376, p. 439, 農業技術協会 (1992)
- 15) 北陸農業試験場: 水稻の育成品種・系統の来歴と品種名一覧, p. 208, 農林水産技術情報協会 (1979)
- 16) 川嶋良一: 新編農作物品種解説, p. 12, 農業技術協会 (1984)
- 17) 農林水産省農蚕園芸局: 水陸稲・麦類奨励品種特性表, p. 1, p. 2, p. 5, p. 66, 農業技術協会 (1989)
- 18) 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. 51, 養賢堂 (1986)
- 19) 中谷和夫: 多変量解析, p. 156, 新曜社 (1978)
- 20) 田中 豊: パソコン統計解析ハンドブックII多変量解析編, p. 112, 共立出版 (1984)
- 21) 石川栄助: 実務家のための新統計学, p. 56, p. 196, 槇書店 (1970)
- 22) 松尾孝嶺, 清水正治, 角田重三郎, 村田吉男, 熊澤喜久雄, 蓬来雄三, 星川清親, 前田英三, 山崎耕宇: 稲学大成, 第1巻, p. 335, 農山漁村文化協会 (1990)
- 23) 齊藤博之: 平成6年酒造技術研究発表会発表要旨, p. 6, 日本醸友会仙台支部 (1994)