

高硬度難加工材の旋削加工技術の確立（第二報）*

堀田 昌宏**，若槻 正明**，和合 健**，
飯村 崇**，多田 三郎**

高硬度難加工材として焼入鋼を取り上げ、切削速度、送り速度、冷却方法といった切削条件が表面粗さ、残留応力という工作物の製品品位に及ぼす影響を調べた。その結果、切削（円周）方向において、送りが残留応力変化に影響を与えることが判明した。

キーワード：焼入鋼，旋削，送り，残留応力

Study on Turning Technique for Difficult-to-machine Materials of High Hardness

HOTTA Masahiro, WAKATUKI Masaaki, WAGO Takeshi,
IIMURA Takashi and TADA Saburo

We took up hardened steel as Difficult-to-machine Materials of High hardness, and we examined the effect of cutting conditions, such as cutting speed, feed rate and cooling, on the dignity of roughness and residual stress of the work. As a result, the feed rate affect the amount of residual stress, as for a cutting direction.

key words : hardened steel, turning, feed rate, residual stress

1 緒 言

切削加工でも、製品品位（寸法精度、面粗さ、残留応力）に及ぼす加工の影響は大きい。特に残留応力の影響は、製品の機械的性質を劣化させたり、工作物の変形をもたらす、その結果、幾何学的精度を満たさなくなったりする。そのため、この残留応力を発生させない、また、発生させても小さくする方法として、笹原ら¹⁾²⁾は切削工程毎の切削厚さを変えることにより残留応力を制御できる可能性を示している。

本報は、前年度³⁾に引き続き、上述をふまえ、切り込み配分を変えることで工作物の製品品位（表面の粗さ及び残留応力）がどのように変化するかについて、さらに切削条件を変化させながら焼入鋼を切削し、検証した。

2 実験方法

切削は外周旋削とし、仕上がり寸法を任意の被削材径（40mm）- 2mmと設定し、仕上げしるを2mmに固定した。

また、1回で仕上げることは無いこと、1回目の切り込みが総切り込み量の半分以下とはならないと仮定し、また加工能率も考慮し、最高3回の切り込みとした。なお、総切り込み量1.0mmに対する0.1mm刻みでの切り込み配分は3通り組み合わせとなる。

一方、切削時には1回目切り込み / 2回目切り込み / 3回目切り込みと各仕上げ面の表面を段差をつけて残しておき、触針式表面粗さ測定機で表面粗さの測定を行った。なお切り込みの設定は、図1に示すようにレーザ変位計で確認した。

工具は表1に示すようにSNGN120408型アルミナ系セラミックスローアウェイチップ（以下セラミックスと称す）工具を用いた。表2、表3に本実験の使用機器、被削材の化学成分を示す。なお、今回簡単に冷風を得る手段として、市販の超低温空気発生器（以下コルダールと称す）を用い、工作機械に取り付けた。そして、コンプレッサーからコルダールに圧縮空気を供給し、吐出口から

* 高硬度難加工金属材料の高精度加工技術の開発（東北ブロック広域共同研究推進事業）

** 電子機械部

冷風が吹き出していることを確認後、工具刃先付近の温度を測定した結果、約-10℃を観測した。また、被削材として、熱処理済のSKD11(850×3h-1040×2h-0.5h油冷, 180×1.5h空冷, HRC60)を使用した。

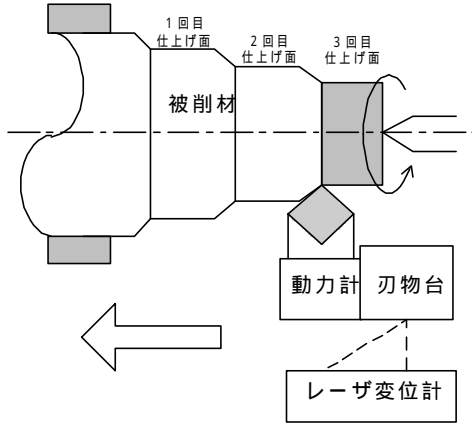


図1 実験模式図

表1 使用工具

物理的・機械的特性	密度 (g/cm ³)	硬さ (HRA)	抗折力 (GPa)	破壊靱性値 K _{IC} (MPa m ^{1/2})	ヤング率 (GPa)
材種	4.3	94	0.9	5.7	400
刃先形状	セラミックス -6, -6, 6, 6, 15, 15, 0.8mm (メーカーカタログより抜粋)				

表2 使用機器の仕様

・工作機械	汎用旋盤 昌運カズヌーブ(無段変速)
冷風発生装置	超低温空気発生器 サンワエンタープライズ V-175-40S
・表面粗さ測定	触針式表面粗さ測定機 テラホブソン Form Talysurf S5
・応力測定	微小部X線応力測定装置 理学電機
・切削力測定	圧電式3成分動力計 キスラー 9257B マルチチャンネルチャージアンブ キスラー 5019A 広帯域記録8mmデータレコーダ ティアック RX-808WB
切削温度測定	赤外線放射温度計 NEC三栄 TH3 10 4

表3 被削材の化学成分

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
SKD11	1.46	0.26	0.37	0.25	0.01	0.07	0.15	12.83	0.82	0.23

なお、本文中の記号や符号は下記のとおりである。

- V: 切削速度 (m/min)
- f: 送り (mm/rev)
- a: 切り込み (mm)
- t: 切削時間 (min)
- R_{th}: 理論粗さ (μm)
- R_y: 実際の仕上げ面粗さ (μm)
- R: ノーズ半径 (mm)
- α: 前切刃角 (deg)

3 実験結果及び考察

3-1 工作物の表面粗さ

切削条件変化による仕上げ面の粗さについて検証するため、表4の切削条件で実験を行った。

表4 切削条件1

切り込み配分(単位mm)			切削条件	
No.	1回目	2回目	3回目	
	0.5	0.4	0.1	V 50,100,120m/min
	0.5	0.3	0.2	f 0.05,0.1,0.2mm/rev
	0.6	0.4		a 左記切り込み配分による
	0.7	0.3		冷却方法 無, 冷風
				被削材 SKD11(HRC60)
				工具 アルミナ系セラミックス

図2に表4による切削最終仕上げ面の粗さを示す。

この時の最終仕上げ面の理論粗さR_{th}は、送りfに対応して約0.4, 1.6, 6.3μmとなる。

$$\text{理論粗さ } R_{th} = f^2 / 8R \times 1000 \quad (\mu\text{m})$$

(ただし f < 2Rsin α である場合)

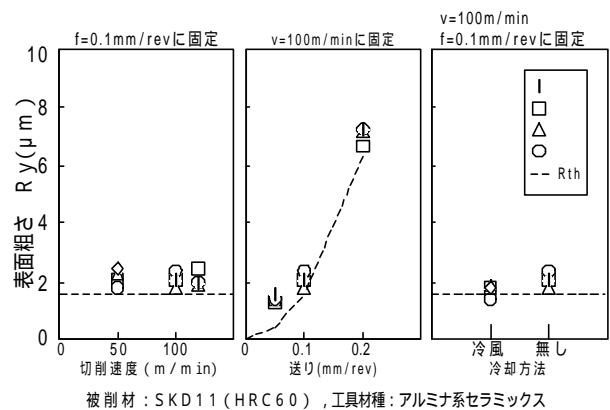

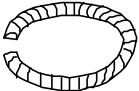



図2 最終仕上げ面の表面粗さ





実際の仕上げ面粗さは、理論粗さよりも外乱(構成刃先, 工具, 被削材の振動, 工具摩耗等)の影響により大きくなっており、特に送りが0.05mm/revの場合は4倍近い値となる。通常、切削速度が低速域の場合、構成刃先の影響で仕上げ面粗さが大きくなるが、今回の切削条件ではそのようなことは見られない。原因としては、切削

温度が高く、また被削材の硬度が高いために構成刃先が生成しない⁴⁾ことが考えられる。冷却の有無では、冷風切削の方が冷風無しの場合より、わずかではあるが表面粗さが小さく、各仕上げ面における表面粗さのばらつきが小さくなっている。一方、表4の切削条件で被削材SKD11の切り屑の形態は、主として図3の〔4〕S3S形及び〔6〕形のせん断形切り屑であり、送りを0.2mm/revにそして1回の切り込みを0.5mm以上にすると、図3の〔1〕形のせん断形切り屑が排出される。⁵⁾このようなせん断形切り屑は、四・六黄銅のような比較のもろい材料を切削した際に見られ、この理由は大規模なせん断破壊がおり、成長・伝播をくり返したために生成すると言われており、今回は被削材の硬度が高いため同じような現象が起こったと推察される。

種類	〔1〕形	〔4〕S3S形	〔6〕形
形状			
説明	粉状又は片状	1巻き程度に折れたもの（C字型）	形が不規則に変動する不連続切り屑

(精機学会切削性専門委員会切り屑処理小委員会による)

図3 切り屑形状の分類

v=100m/minに固定 f=0.05mm/rev	v=100m/min f=0.1mm/revに固定 冷風無し
	
f=0.2mm/rev	冷風切削
	

切削条件 : a = 0.7mm, 被削材 : SKD11(HRC60),
工具 : アルミ系セラミックス

写真1 セラミックス工具による被削材SKD11における切削加工時の切り屑

写真1に表4の切削条件でかつ切り込み0.7mmで切削した場合の切り屑を示す。切り屑の色はほとんど薄青色又は青色⁶⁾をしており、このことは切削速度、送りを変化させてもあまり切削温度に違いがない⁷⁾ことを示している。また、切り込みが小さいとほとんどの切り屑の色が黄褐色になり、切削温度が低いことを示している。一方、冷風切削の場合、切り屑の色は濃青紫色を示すが、これは外部から強制的に冷却されたためであると考えられる。

今回設定した条件において、冷風無しの場合よりも冷風切削の方が表面粗さが良い結果が得られた。そこで、この理由を追求するため、再度表5の切削条件を設定し、外周旋削を実施した。

表5 切削条件2

切削条件	
V	100m / min
f	0.1mm / rev
a	0.5mm
冷却方法	無, 冷風
被削材	SKD11(HRC60)
工具	アルミ系セラミックス

以下に、この時の工具摩耗状況について記載する。すくい面において、冷風無しの方が冷風切削よりもチャンファ部のところが大きくえぐられていることが観察される。刃先部において、冷風無しの方が冷風切削よりも摩耗幅が大きいことが観察される。横逃げ面において、ノーズR部の先端に近い方に摩耗が存在するが、冷風無しの方が冷風切削よりも摩耗条痕が切れ刃稜に見られた。前逃げ面において、どちらの場合も一定の幅で摩耗しているが、冷風無しの方が摩耗痕が深い。表5の切削条件で切削した場合の工具摩耗状態の1例を写真2に示す。

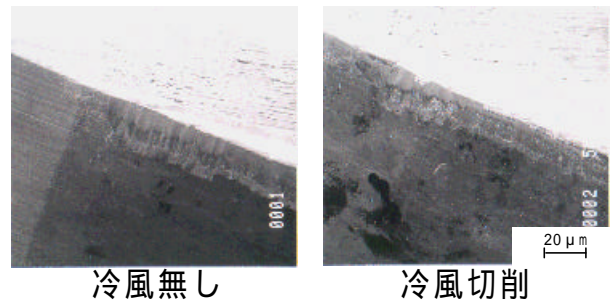


写真2 SKD11における前逃げ面工具摩耗

これらのことから、冷風無しの方が摩耗が早く進行す

と思われる、そのため冷風をかけて切削の方が工具摩耗の進行を抑える可能性があるかと推察される。

3-2 残留応力

切り込み配分及び切削条件(切削速度, 送り, 冷却方法)が被削物の残留応力にどのような影響を及ぼすかを検証するため, 表4の切削条件で実験を行った。なお, 切削面の応力測定は微小部X線応力測定装置を用いて行い, \sin^2 法により応力を求めた⁸⁾。特性X線はCrK線を使用し, 管電圧30kV, 管電流40mA, コリメータの直径を1.0mmとした。

図4に, 切削条件(送り, 冷却方法)を変化させた場合の送り(長手)方向の残留応力変化を示す。ここで, 正の値は引張りの残留応力を, 負の値は圧縮の残留応力を示す。予め表面に引張りの残留応力が存在しても, 1回目にある程度切り込むことにより, 残留応力は圧縮応

力に変わる。また, 2回目, 3回目と切り込んで, 残留応力の変化はあまり見られないが, 冷風無しの場合よりも冷風切削の方が切り込み配分が異なっても応力値のばらつきは小さく, 応力値のばらつきを抑える可能性があることが推察される。

なお, 送り(長手)方向において, 切削速度を変化させた場合でも, 1回目の切り込みで残留応力は圧縮応力に変わる。また, 切削速度や送りを変化させた場合, 若干ではあるが送りを早くした方が1回目に切り込んだ場合の残留応力変化が大きいと思われる。

図5に, 切削条件(送り, 冷却方法)を変化させた場合の切削(円周)方向の残留応力変化を示す。送り方向の残留応力変化と同じように, 予め表面に圧縮または引張りの残留応力のどちらかが存在していても, 1回目の切り込みで残留応力は圧縮応力に変わる。そして, 送りを速くした方が1回目の残留応力変化がより大きいこと

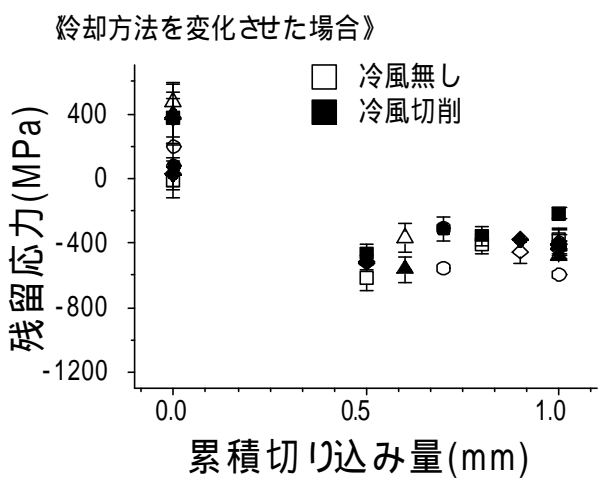
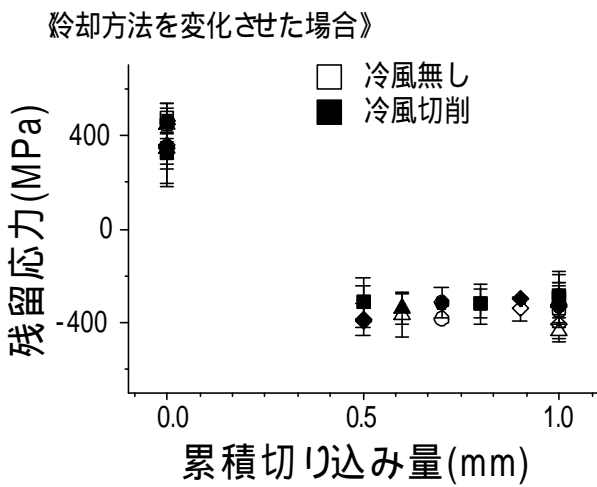
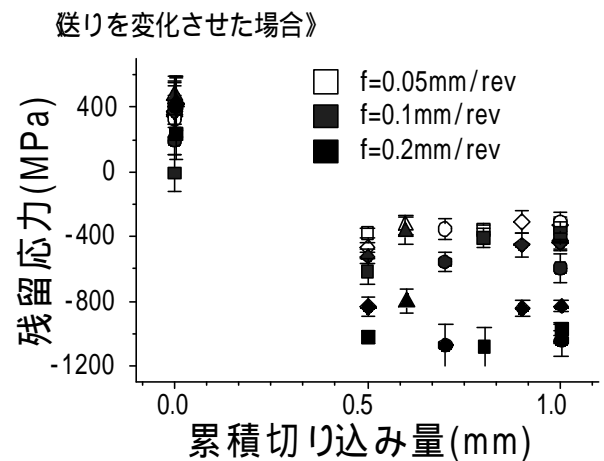
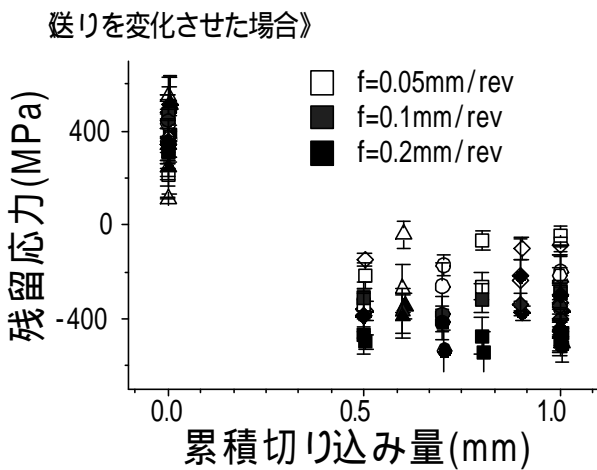


図4 送り方向の残留応力

図5 切削方向の残留応力

切り込み配分
 □ 0.5 0.4 0.1 ◇ 0.5 0.3 0.2 △ 0.6 0.4 ○ 0.7 0.3

切り込み配分
 □ 0.5 0.4 0.1 ◇ 0.5 0.3 0.2 △ 0.6 0.4 ○ 0.7 0.3

がわかる。このことから、送りが残留応力に最も影響することがわかった。また、2回目、3回目と切り込んで、送り方向と同じく残留応力の変化はあまり見られないが、切り込み配分が異なると、冷風供給の有無に関わらず、送り方向に比べて応力値がばらつく。しかし、今回設定した切削条件で、なぜ送りが残留応力変化に最も影響を与えるのか原因が不明なため、さらに表6の条件で再度実験を実施した。

表6 切削条件3

切削条件	
V	50,100,120m / m in
f	0.05,0.1,0.2mm / rev
a	0.5mm
冷却方法	無,冷風
被削材	SKD11(HRC60)
工具	アルミナ系セラミックス

切削抵抗で、切削速度及び冷却方法を変化させた場合、切削抵抗に特に違いはないが、送りを変化させた場合（図6）、送りが速くなるに従い切削抵抗が増加する。また、主分力、送り分力は送りが速くなるに従いある程度線形的に増加するが、背分力で、送りが0.2mm/revの場合、他の送りに比べて増加が大きい。

刃先近傍の平均切削温度で、切削速度を変化させた場合、切削速度を速くすると切削温度は上昇するが、 $v=100\text{m/min}$ 以上になると温度はさほど変わらない。また、送りを変化させた場合（図7）、送りが速くなると切削温度は低下し、特に送りが0.2mm/revの場合は送りが速いためか、切り粉が刃先前方に飛ぶ現象が発生しており、今回設定した切削条件の中では一番刃先付近の平均切削温度が低い結果となった。原因としては、送りが速くなることにより切り屑の発生量も増え、その結果切り屑への熱の流入も増大し、刃先近傍の切削温度が低くなった⁷⁾と考えられる。冷却の有無による切削温度変化では、冷風切削を行った方が冷風無しの場合と比べて約30 くらい低い結果が得られた。

これらのことから、最も残留応力変化が大きい切削条件では、最も切削温度が低く、かつ切削時にかかる力が最も大きい結果が得られた。

以上のことから、今回の設定条件では、切削温度よりも切削抵抗の方が残留応力変化と深い関係があると推察される。一方、若林ら⁹⁾は圧縮残留応力が発生する原因として、切削の際除去されるべき切り屑の一部が表面に押し込まれ、かつ表面上に伸長される現象を挙げている。

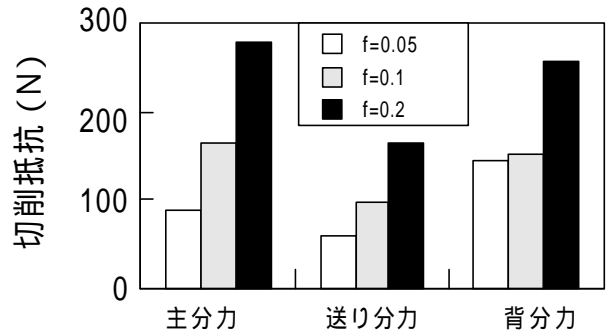


図6 送りを変えた場合の切削抵抗

切削条件： $v=100\text{m/min}$ ， $a=0.5\text{mm}$

工具材種：アルミナ系セラミックス

被削材：SKD11 (HRC60)

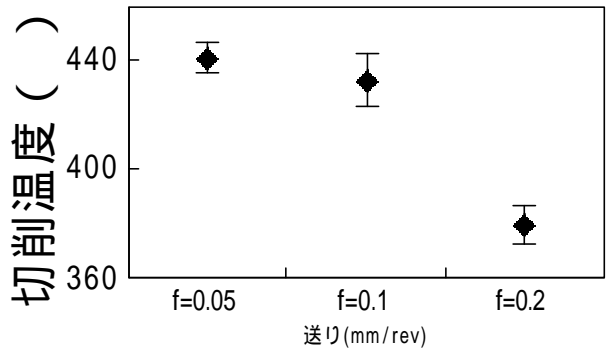


図7 送り速度による刃先近傍の平均切削温度

切削条件： $v=100\text{m/min}$ ， $a=0.5\text{mm}$

工具材種：アルミナ系セラミックス

被削材：SKD11 (HRC60)

残留応力はせん断変形による機械的要因と組織がせん断変形する際に生じる切削熱等による熱的要因とが重畳されて残ると考えられているが、送りが速いほど残留応力変化が大きいのは上述の同じような現象が発生していると推察される。

4 結 言

焼入鋼切削における切り込み配分の変更により、工作物の製品品位（表面の粗さ及び残留応力）がどのように変化するかについて、切削条件を変化させながら検証した結果、以下のことがわかった。

- 1) 冷風無しの場合よりも冷風切削の方が、表面粗さが良い。
- 2) 切削（円周）方向において、送りが残留応力変化に最も影響を与える。

謝 辞

本研究の遂行にあたっては、東北工業技術研究所金属材料部主任研究官高橋利夫氏の貴重なご意見をいただき、厚く御礼申し上げます。

本研究は中小企業庁技術開発研究費補助事業(東北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) 笹原, 帯川, 白樫: 切削工程による加工変質層の推移と制御, 精密工学会誌, 61, 1453(1995)
- 2) 笹原, 帯川, 白樫: 加工工程による切削仕上面の残留応力制御, 1997年精密工学会春季大会学術講演会講演論文集誌, 137(1997)
- 3) 堀田, 若槻, 和合, 飯村, 多田: 高硬度難加工材の旋削加工技術の開発, 岩手工技セ研報4, 7(1997)
- 4) 大石健司: 焼入鋼の仕上げ切削(第1報), 精密工学会誌, 59, 509(1993)
- 5) 杉田, 上田, 稲村: 基礎切削加工学, 共立出版, 98(1992)
- 6) 新井実: 切りくず処理の基礎と応用, 日刊工業新聞社, 43(1990)
- 7) 新井実: 切りくず処理の基礎と応用, 日刊工業新聞社, 35-42(1990)
- 8) 日本材料学会: 改著 X線応力測定法, 養賢堂, 146
- 9) 若林三記夫, 中山守, 橋本猛, 丸谷哲史: 旋削加工層の高圧縮残留応力の研究, 精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1991)295-296

焼入鋼切削でのエンドミルの寿命試験

和合 健^{..}、若槻 正明^{..}、堀田 昌宏^{..}、
飯村 崇^{..}、多田 三郎^{..}

5種類のエンドミルを使用し、被削材を焼入鋼SKD11(HRC60.5)としてエンドミルの寿命試験を行い、切削長さに対する逃げ面摩耗幅(VB)の摩耗経過曲線を作成した。また、品質工学の損失関数を用いて寿命試験を損失で評価する方法として、切削能率重視の場合の損失、工具寿命重視の場合の損失を示し、さらにこの損失を利用した最適切削速度選定方法を示した。
キーワード：寿命試験、焼入鋼、エンドミル、品質工学、損失関数

Life Span Test of Endmill for Hardened Steel Cutting

WAGO Takeshi, WAKATUKI Masaaki, HOTTA Masahiro,
IIMURA Takashi and TADA Saburo

We make life span test of endmill an object of hardened steel SKD11(HRC60.5) using endmill of 5 kind, and make life span curve contrast cutting length with flank wear (VB). And we show loss in case of high efficiency and in case of long life span on life span test to use lost function of quality engineering. More we show how to optimization on cutting speed selection for loss.

key words : life span test, hardened steel, endmill, quality engineering, lost function

1 緒 言

近年、エンドミルで焼入鋼を直彫りして金型を製作する加工方法が注目を集めているが^{1) 2)}、ユーザに対する基本的なデータは少なくデータ蓄積が必要となっている。第1報³⁾では、品質工学に基づいて6枚刃コーティングエンドミルにより焼入鋼SKD11(HRC50)について切削加工での最適化実験を行い、切削条件の組み合わせによる因子間の影響の大きさについて検討した。本報では、HRC60.5の焼入鋼SKD11を被削材としてエンドミルの工具寿命について、寿命に至る切削長さの把握や冷却方式による効果について検討した。さらに、品質工学における評価方法として、評価尺度を物理量からコストに変換して経済性の指針で判断する損失関数⁴⁾により最適な切削速度選定方法、寿命試験での各工具における損失について評価を行った。損失関数は、従来からの評価指標とは異なる加工コスト、損失など経済性からの視

点による新しい評価方法であり、ここでは1つの寿命試験評価方法として提案する。

2 実験装置

表1にマシニングセンタ(以下、MC)の主な仕様、図1に主な実験に使用したエンドミル形状を示す。エンドミルは6枚刃コーティング、6枚刃R付コーティング、1枚刃CBN、4枚刃コーティング、2枚刃ボールコーティングで外径φ10mmの5種類を使用した。なお、コーティングはPVD(物理蒸着)法による(AL,Ti)Nコーティングで、1枚刃CBNエンドミルは、スパイラル状(曲面形状)のCBN焼結体をシャンクにろう付けした工具である。MCは高切削速度に対応できるスピンドル回転がMAX20000rpmの高回転型で位置決め精度が±2.0μm以下である。また、切削抵抗測定に3成分工具動力計(型式:9257B、キスラー製)を用いた。

* 高硬度難加工材のエンドミル加工技術の確立(第2報)

** 電子機械部

表1 MCの主な仕様

立/横形の形式	立形マシニングセンタ(三井精機VS3A)
スピンドル回転	20000rpm(MAX)
送り速度	4000mm/min(MAX)
主轴モータ	スピンドル一体型高周波モータ
位置決め精度	±2.0μm以下

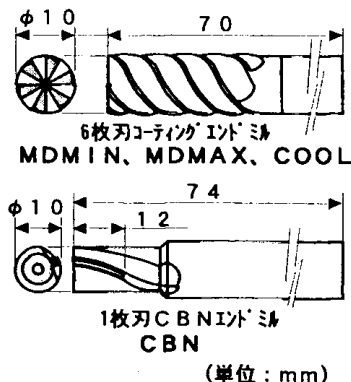


図1 主な使用エンドミル形状

3 実験方法

図2に実験での切削方式を示す。実験方法は、被削材として100×100×50 (mm) のブロック形状の焼入鋼SKD11 (HRC60.5) を側面切削により切削し、半径方向切り込みの方向に一定のピクフィードを行いエンドミルが工具寿命に達するまで切削を続ける。工具寿命の判定は、振動、火花、切りくず、切削音、切削抵抗の変動などから総合的に判断する。また、評価データとして定期的にエンドミルの逃げ面摩耗幅 (VB) を測定顕微鏡で測定するとともに、工具動力計により切削抵抗を測定した。切削条件は、すべてにおいて半径方向切り込み0.2mm、軸方向切り込み10mmとし、切削速度、一刃送りは適宜設定した。特に、高加工能率を得るために切削速度の上限は300 (m/min) とした。実験の呼び名をMDMIN、MDMAX、RBMAX、CBN、COOL、4MC、BALLの全7つとし、個別の条件設定値は図3に示す。冷却方式はCOOL以外はすべてエアブローとした。

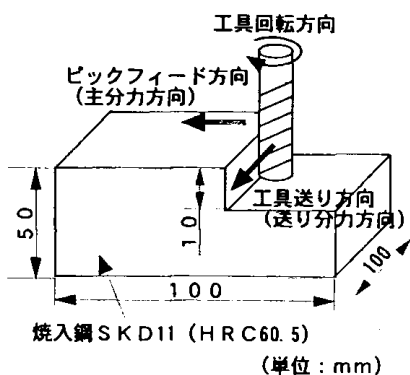


図2 寿命試験での切削方式

4 実験結果及び考察

4-1 各条件での工具寿命について

図3に摩耗経過曲線を示す。MDMINとCBNで切削長さ50m付近でも切削継続可能であり、次いでMDMAXでは切削長さ39mで工具寿命と良い結果を示している。RBMAXは先端エッジ部をR形状に成形した工具でR形状による工具寿命延長が期待されたが、ノーマルの6枚刃コーティングエンドミルよりも工具寿命が短い結果となった。COOLは、水溶性切削液を使用した実験で、冷却方式をエアブローとしたときよりも極端に工具寿命が短い結果となった。4MC、BALLは一般的なエンドミル形状に高硬度用コーティング処理した工具で、本切削条件では工具寿命が5m以下となり実質的に切削不可能となっている。特にボールエンドミルは軸方向切り込みを10mmとしたために過負荷が働いたためと考えられる。4枚刃エンドミルは、1刃送りを0.1 mm/刃と過大値に設定したためと、切れ刃のすくい面で被削材をすくい取る切削方式で設計されたエンドミル形状により高硬度材には不向きと考えられる。切削状況の観察よりコーティングエンドミルの寿命に至る過程は、通常の摩擦による工具摩耗が進みコーティング膜が薄くなった部分に加工の衝撃や振動によりチッピングが生じ、局部的にその部分から急速に工具摩耗が進み、急激な温度上昇から加速度的に工具寿命となる過程が観察された。HRC60以上のダイス鋼は従来から切削加工が難しい領域とされており、さらに切削速度300 (m/min) の高速域ではスピンドルの剛性不足による振動の発生、切削過程で切れ刃に生じる大きな衝撃などの要因から工具寿命が短くなったと思われる。

4-2 水溶性切削液使用による工具寿命

写真1に水溶性切削液を使用した加工、写真2に切削液を使用した加工後の切りくずの堆積の様子を示す。切削状況は、切削液を乳白色のエマルジョンタイプを使用したために工具切れ刃付近の状況は目視で明確に確認できなかった。しかし、切削後の工具切れ刃の状態、切りくずの排出状況、堆積状況などから、切りくず排出性が悪く、切りくずポケットへの詰まり、切れ刃へのからみ付きなど正常切削の妨げとなることが推測された。さらに、急速加熱、急速冷却の繰り返しによる熱疲労などの影響により水溶性切削液では工具寿命が短くなると考えられる。

4-3 切削抵抗評価

図4に6枚刃コーティングエンドミルと1枚刃CBNエ

エンドミルの切削抵抗の比較を示す。6枚刃のエンドミルの特徴は、刃数が6枚と多く、ねじれ角が45°と大きい。そのため被削材と接触している接点が多いので、切削開始直後の切削抵抗は3分力とも0(N)から一定方向に力がシフトしている状態で、力が被削材に対して途切れず働いている。これは、旋削加工と同様に連続切削で見られる切削抵抗の波形と類似しており、高硬度材切削用として開発されたエンドミル形状が有効に機能している結果と思われる。これに対し、1枚刃CBNエンドミルはCBN焼結体をシャンクにろう付けした工具で1枚刃の形状をしており、ねじれ角も13°と6枚刃コーティングエンドミルと比較して小さいねじれ角となっている。このため切削抵抗の波形は典型的な断続切削となっており0

(N)を中心に力がプラス方向とマイナス方向を交差して振動しているのがわかる。これは、エンドミル特有のものであり被削材と衝突する衝撃の力が切れ刃に働くことになりチッピングが発生しやすい。図5にCBNエンドミルのチッピング発生部を示す。図のとおり被削材の上端面エッジ部とエンドミルの切れ刃が接する部分でエンドミルのチッピングが発生している。これは、エンドミル特有の断続切削による被削材と切れ刃の衝突による衝撃力や振動が大きな原因と推測される。このことから、CBNのような硬い材料を工具として使用するだけでなく高硬度材切削に適したエンドミル形状の影響も大きいことがわかる。

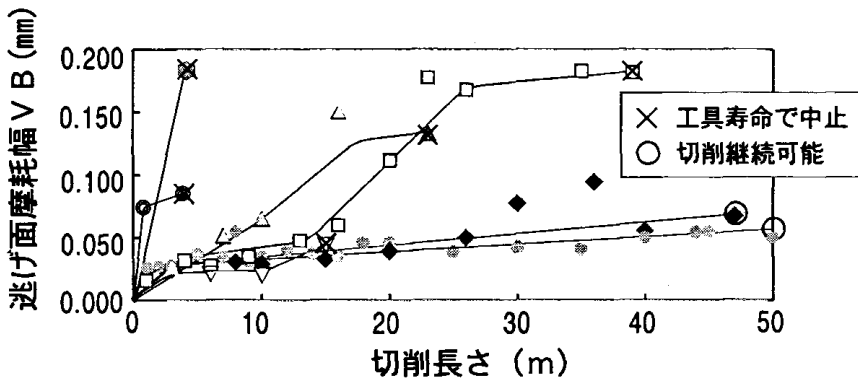


図3 摩耗経過曲線

●	MDMIN : 6枚刃コーティング	切削速度 30m/min	1刃送り0.03mm/刃
□	MDMAX : 6枚刃コーティング	切削速度300m/min	1刃送り0.07mm/刃
△	RBMAX : 6枚刃R付コーティング	切削速度300m/min	1刃送り0.07mm/刃
◆	CBN : 1枚刃CBN	切削速度300m/min	1刃送り0.07mm/刃
▽	COOL : 6枚刃コーティング	切削速度300m/min	1刃送り0.07mm/刃
	水溶性切削液 (エマルジョン)		
◎	4MC : 4枚刃コーティング	切削速度 50m/min	1刃送り0.1 mm/刃
○	BALL : 2枚刃ボール	切削速度 50m/min	1刃送り0.05mm/刃



写真1 水溶性切削液を使用した加工



写真2 切削液を使用した加工後の切りくずの堆積の様子

6枚刃(AI, Ti)Nコーティングエンドミル		1枚CBN刃エンドミル	
切削速度	300m/min	切削速度	300m/min
一刃当たりの送り	0.07mm/刃	一刃当たりの送り	0.07mm/刃
半径方向切り込み	0.2mm	半径方向切り込み	0.2mm
ねじれ角	45°	ねじれ角	13°
冷却方式	エアブロー	冷却方式	エアブロー

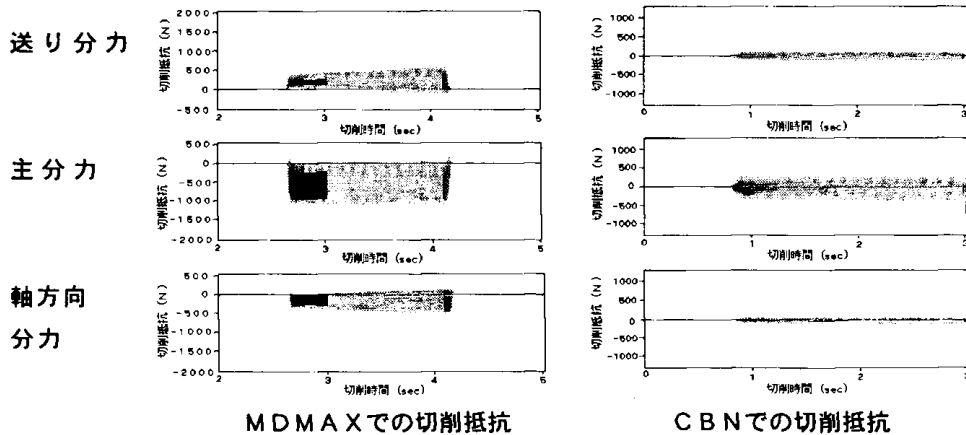


図4 切削抵抗の比較

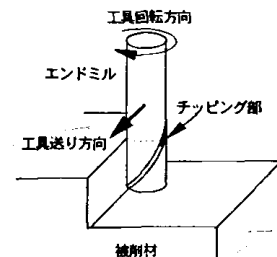


図5 1枚刃CBNエンドミルでのチッピング発生部

5 寿命試験の損失関数評価

5-1 損失関数とは

従来の寿命試験では、工具寿命までの切削時間に対する逃げ面摩耗幅 (VB) の変化量をグラフ化し、そのグラフの変化から工具寿命の評価を行っている。しかし、切削時間など単なる時間としての物理量では評価尺度として直感的なイメージとして判断しにくい。そこで、品質工学では評価尺度を汎用性をもつパラメータに置き換えることで分野を越えた議論を交わす観点から、損失関数という評価方法を用いる。損失関数は、実際の生産において重要な加工コストの観点からの評価であり、L: 損失 (円)、 Δ_0 : 機能限界、 A_0 : 機能しなかったときの損失 (円)、 σ^2 : 分散を用いて式 (1) で表される。

$$L = \frac{A_0}{\Delta_0^2} \sigma^2 \quad \dots \dots \text{式 (1)}$$

5-2 損失関数による最適切削速度選定方法

テーラーの寿命方程式は、V: 切削速度 (m/min)、T: 切削時間 (min)、n, C: 定数を用いて式 (2) で表される。

$$VT^n = C \quad \dots \dots \text{式 (2)}$$

この式より工具寿命 (切削時間) に影響の大きい因子は、V: 切削速度 (m/min) となる⁵⁾。近年、コーティング技術の進歩により高切削速度での加工が可能となるエンドミルが多く市販され、ユーザにおける適正な切削速度選定方法が要求されている。そこで、以下により損失関数を用いた最適な切削速度選定方法並びに一刃送り選定方法、各工具の損失比較を示す。

エンドミル加工の基本機能は、エンドミルという工具で鋼材を指示形状に削り出すことで、工具寿命が長いこと、加工能率が大きいこと、加工精度が高いことが良い機能となる。しかし、エンドミルの性格上加工精度には限界があり、ここでは汎用的な加工精度を対象とし、加工精度により生じる損失は無視する。そこで、残りの工具寿命、加工能率の2つの条件において両者が均衡した関係が良い加工条件とここでは定義する。

工具寿命までの切削長さから損失関数を求める。工具寿命までの切削長さでは切削長さが大きいほど工具寿命が長くエンドミルの性能は優れていると考える。これは望大特性と言い、式 (3) で表される。ここで、 L_1 : 損失 (円)、 A_1 : 加工にかかった経費 (円)、 Δ_1 : 基準切削長さ (m)、 y_1 : 実際の工具寿命までの切削長さ (m)

望大特性
$$L_1 = A_1 \Delta_1^2 \frac{1}{y_1^2} \quad \dots \dots \text{式 (3)}$$

で表される。

切削能率から損失関数を求める。ここでの切削能率とは、単位長さ (1m) 当たりの切削時間とする。切削能率では単位長さ当たりの切削時間が小さいほど切削能率は大きく、切削能率が大きいほど良い切削条件と考える。これは、望小特性と言い、式 (4) で表される。ここで、 L_2 : 損失 (円)、 A_2 : 加工にかかった経費 (円)、 Δ_2 : 基準切削能率 (min/m)、 y_2 : 実際の切削能率 (min/m)

望小特性
$$L_2 = \frac{A_2}{\Delta_2^2} y_2^2 \quad \dots \dots \text{式 (4)}$$

で表される。そこで、図7に示した最適切削速度の選定方法より工具寿命までの切削長さによる式 (3) と切削能率による式 (4) の2次関数の交点が、両者の均衡が取れた状態となり最適な切削速度となる。

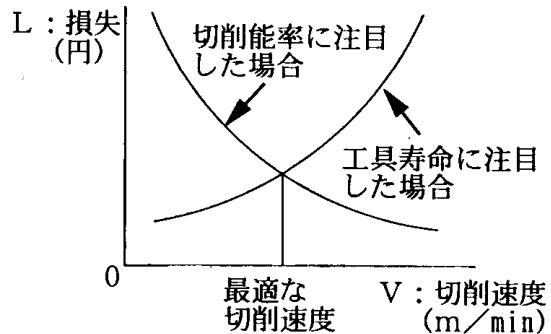


図7 最適切削速度の選定方法

また、式 (3)、(4) より全損失L (円) は、

$$L = L_1 + L_2 \quad \dots \dots \text{式 (5)}$$

と表される。L: 全損失は、寿命試験の結果より工具寿命までの切削長さ と切削能率の2つのパラメータを加算して損失 (円) に置き換えた評価指標である。

5-3 MDMINとMDMAXによる最適な切削速度及び一刃送りの計算例

(1) 工具寿命での損失計算

・MDMINの場合

加工経費 (エンドミルの値段 + エアブローの電気代) $A_1 = (21,800 + 740) = 22,540$ (円)、基準切削長さ $\Delta_1 = 50$ (m)、実際の工具寿命までの切削長さ

$y_1=80$ (m) (実験では50mで中断したため予測値)として、式(3)に代入する。

$$L_1 = 22,540 \times 50^2 \times (1/80^3) = 8,804 \text{ (円)}$$

・MDMAXの場合

加工経費(エンドミルの値段+エアブローの電気代) $A_1 = (21,800 + 25) = 21,825$ (円)、基準切削長さ $\Delta_1 = 50$ (m)、実際の工具寿命までの切削長さ $y_1 = 39$ (m) を、式(3)に代入する。

$$L_1 = 21,825 \times 50^2 \times (1/39^3) = 35,872 \text{ (円)}$$

(2) 切削能率での損失計算

・MDMINの場合

加工経費(エンドミルの値段+エアブローの電気代) $A_2 = (21,800 + 740) = 22,540$ (円)、基準切削能率 $\Delta_2 = 3$ (min/m)、実際の切削能率 $y_2 = 5.8$ (min/m) を、式(4)に代入する。

$$L_2 = (22,540/3^2) \times 5.8^2 = 84,249 \text{ (円)}$$

・MDMAXの場合

加工経費(エンドミルの値段+エアブローの電気代) $A_2 = (21,800 + 25) = 21,825$ (円)、基準切削能率 $\Delta_2 = 3$ (min/m)、実際の切削能率 $y_2 = 0.2$ (min/m) を、式(4)に代入する。

$$L_2 = (21,825/3^2) \times 0.2^2 = 97 \text{ (円)}$$

以上に従い基準切削長さ $\Delta_1 = 50, 60, 70, 80, 90, 100$ (m)、基準切削能率 $\Delta_2 = 2, 3, 4, 5$ (min/m) を変えて計算しグラフ化する。図8に実験データからの最適切削速度算出例、図9に一刃送りの選定方法を示す。

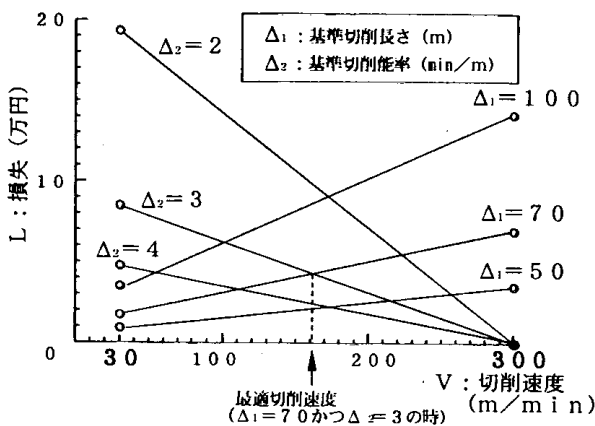


図8 実験データからの最適切削速度算出例

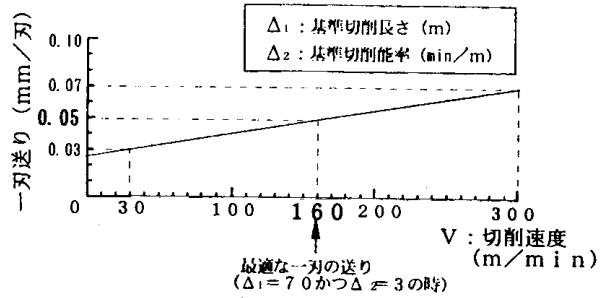


図9 一刃送りの選定方法

図8より基準切削長さ $\Delta_1 = 70$ (m)、基準切削能率 $\Delta_2 = 3$ (min/m) と定義したときの最適切削速度は160 (m/min) が選択される。

図7では2次曲線の交点を最適な切削速度と定義しているが、図8では1次直線の交点を最適切削速度と定義している。2次曲線では多数個のデータ点数が必要とされるが、1次直線では最低2点で直線が決定される。ここでは、損失と切削速度の関係が線形性の範囲内で、切削速度の上限値と下限値の2回の前試験による2点データのみから最適切削速度を求められる方法を示している。このように2回の簡単な実験だけで最適切削速度が求められることは企業における実験の速効性に有効と考えられる。今後、2次曲線と1次直線の誤差の大きさ、最適切削速度の正確性について検証実験が必要と考えられる。

また、一刃送りを決定することは切削速度の決定と同様に重要である。理論上、一刃送りが一定のとき切削速度の変動により工具送り速度が追従し変動する。しかし、切削速度の設定値により工具に働く切削力、衝撃力やスピンドルに働くモーメントは変化し切削速度の設定に対して一刃送りが追従できない状況が生じる。そこで、一刃送りも切削速度と共に切削状況に応じた適正值に変更することが重要となる。ここでは図9に示すように一次比例式から最適な一刃送り選定方法を提案する。一次比例式は実験での経験値より適当と思われ設定したが、今後実験データの蓄積からさらに適正な関数を導き、実験データとの正確な整合性が必要と考える。

5-4 寿命試験での各工具の損失計算

式(5)より寿命試験での各工具における損失を求める。式(3)において基準切削長さ $\Delta_1 = 50$ (m)、式(4)において基準切削能率 $\Delta_2 = 2$ (min/m) としてMDMINについて計算すると、 $L_1 = 8,804$ (円)、 $L_2 = 84,249$ (円) となり全損失は式(5)より、

$$L = L_1 + L_2$$

$$= 8,804 + 84,249$$

$$= 93,053 \text{ (円)}$$

となり、基準切削長さ $\Delta_1 = 50$ (m) かつ基準切削能率 $\Delta_2 = 2$ (min/m) の条件では全損失 L は 93,053 (円) となる。この評価方法により、例えば加工コストに重点をおき工具寿命を重視した場合の損失、または切削能率を重視して加工コストは高くても早く製品を仕上げたい場合の損失が基準切削長さ Δ_1 、基準切削能率 Δ_2 の値を適当に変更することにより算出できる。表2に工具寿命を重視した場合の損失、表3に切削能率を重視した場合の損失を示す。

表2 工具寿命重視の場合の損失

$\Delta_1 = 70$ (m)、 $\Delta_2 = 8$ (min/m) の場合 (単位: 円)

条件	L_1 : 工具寿命での損失	L_2 : 能率での損失	L: 全損失
MDMIN	17,601	12,145	29,746
MDMAX	69,735	21	69,756
RBMAX	344,832	33	344,865
CBN	35,592	1,624	37,216
COOL	513,153	24	513,177
4MC	5,580,856	729	5,581,584
BALL	7,407,856	15,360	7,423,216

表3 切削能率重視の場合の損失

$\Delta_1 = 40$ (m)、 $\Delta_2 = 1$ (min/m) の場合 (単位: 円)

条件	L_1 : 工具寿命での損失	L_2 : 能率での損失	L: 全損失
MDMIN	5,747	777,308	783,055
MDMAX	22,771	1,356	24,127
RBMAX	112,598	2,119	114,717
CBN	11,622	103,934	115,556
COOL	167,560	1,542	169,102
4MC	1,822,320	46,651	1,868,972
BALL	2,418,892	983,053	3,401,945

表2より工具寿命重視の場合、MDMINはMDMAXに対して69,756円-29,746円=40,010円の利得がある。また、表3より切削能率重視の場合、MDMAXはMDMINに対して783,055円-24,127円=758,928円の利得がある。この損失は相対値であり、今後絶対値との整合性が必要になると思われる。

6 結 論

5種類のエンドミルを用い、被削材を焼入鋼SKD11 (HRC60.5) としてエンドミルの寿命試験を行った結果以下の事項が明らかとなった。

- ・6枚刃コーティングエンドミルを使用し、切削速度300 (m/min) と切削速度30 (m/min) と2つの条件では切削速度30 (m/min) の方が工具寿命は長い。この原因として切削速度の影響と、スピンドルの高回転

による工具の振れ誤差や主軸剛性不足による振動の影響が考えられる。

- ・6枚刃コーティングエンドミルを使用し、冷却方式をエアブローと水溶性切削液とした場合、エアブローの方が工具寿命は長く、これは水溶性切削液の場合は切りくずの排出性が悪いこと、熱疲労などが原因と考えられる。
- ・1枚刃CBNエンドミルによる寿命試験では、被削材の上面エッジ部とエンドミルの切れ刃が接する部分からチッピングが生じやすい。
- ・6枚刃コーティングエンドミルでは連続切削と類似した切削抵抗波形、1枚刃CBNエンドミルでは断続切削の抵抗波形が見られた。両者の比較より高硬度材切削には連続切削的な切削抵抗の波形が望ましく、工具形状は高硬度材切削で重要な因子と考えられる。
- ・新しい工具寿命評価方法として、物理量を損失(加工コスト)に変換し経済性の指針で評価を行う損失関数を用いて、工具寿命を重視した場合の損失、切削能率を重視した場合の損失を示した。さらにこの2つの損失から最適な切削速度及び一刃送りを選定する方法を示した。

本研究は、平成8年度から3年間国庫補助事業東北ブロック広域共同研究岩手県分担テーマ「高硬度難加工金属材料の高精度加工技術の開発」の小テーマとして実施している。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、ご指導頂いた宮城教育大学技術科小野元久助教授、工技院機械技術研究所生産情報研究室碓井雄一主任研究官及び澤井信重主任研究官に感謝します。

文 献

- 1) 松岡甫皇他：講習会教材・高速・高精度加工の最前線、(社)日本機械学会(1997)
- 2) 中川威雄他：高速加工に関する技術講習会、(社)精密工学会(1997)
- 3) 和合 健他：品質工学に基づくエンドミルによる焼入鋼切削の最適化、(社)精密工学会東北支部郡山地方講演会108(1997)
- 4) 田口玄一他：品質工学講座1 開発・設計段階の品質工学、(財)日本規格協会(1990)
- 5) 例えば中山一雄、上原邦雄：機械加工、朝倉書店(1991)

CCDカメラを用いた工具摩耗測定法の検討*

飯村 崇**、若槻正明**、和合 健**、
堀田昌宏**、多田三郎**

高硬度材料などの切削加工では工具への負担が非常に大きく、工具の監視が必要不可欠である。そこで、CCDカメラとパソコンを用いた工具摩耗監視システムについて検討を行った。その結果、フィルタ処理によるノイズ低減や二値化処理・サブピクセル処理を行うことにより、逃げ面の摩耗幅を定常摩耗部分で $\pm 10\mu\text{m}$ 、エッジ近傍で $\pm 20\mu\text{m}$ の精度で測定することが可能となり、工具摩耗判定を工作機械上で定量的に、行うことが可能となった。

キーワード：CCDカメラ、工具摩耗、逃げ面、二値化、サブピクセル

Estimation of Measuring Tool Wear with CCD Camera

IIMURA Takashi, WAKATUKI Masaaki, WAGO Takeshi,
HOTTA Masahiro and TADA Saburo

In machining hard metals etc., it is necessary to observe tool wear, because the load on tool is too big. So we studied about tool wear observation system using CCD camera and personal computer. As a result of this study, it is possible to measure the width of flank wear within an accuracy of about $\pm 10\mu\text{m}$ for normal tool wear and $\pm 20\mu\text{m}$ for edge of wear, by using filter, binarization and subpixel processes. And it becomes possible to estimate tool wear quantitatively on machine.

key words : CCD camera, tool wear, flank surface, binarization, subpixel processes

1 緒 言

高硬度難加工材の切削加工では、工具への負担が非常に大きく、作業の安定化と加工不良防止のために、作業環境下における工具の監視が必要不可欠である。そのため前報では、PSD素子を利用したレーザ変位計を用いて、旋盤用バイトチップの摩耗部分を自動で測定する方法について検討を行い¹⁾、その結果工具表面で反射されたレーザ光の明るさで、工具の逃げ面摩耗部分を判別することが可能であることを確認した。しかし、前報で用いたレーザ測定機はスポット測定を行う機械であり、摩耗を計測するには面上の走査が必要となり、オンマシンでの操作に限界があった。そこで、明るさのみを測定する場合、工具摩耗部を面でとらえ機械的走査の必要がない

CCDカメラを用いることを考え、CCDカメラとパソコンによる画像処理の組み合わせを用いて摩耗を測定する方法について検討を行った。

2 装置概要

図1に使用した装置の概要を示す。装置はCCDカメラ (Sony XC-57 画素数: $510\text{H} \times 492\text{V}$)、カメラの画像をパソコンに取り込むための画像処理ボード (住友金属 Personal Imageviser) 及び画像データを処理する画像処理用コンピュータ (NEC PC9801FA) から構成される。今回使用したCCDカメラとレンズの組み合わせでは、1画素が $0.013 \times 0.013(\text{mm})$ の寸法に相当する。また、摩耗部分を摩耗以外の部分 (正常部分) と差別化

* 高硬度難加工金属材料の高精度加工技術の開発 (東北ブロック広域共同研究)
計測評価システム及び加工条件のデータベース構築 (第2報)

** 電子機械部

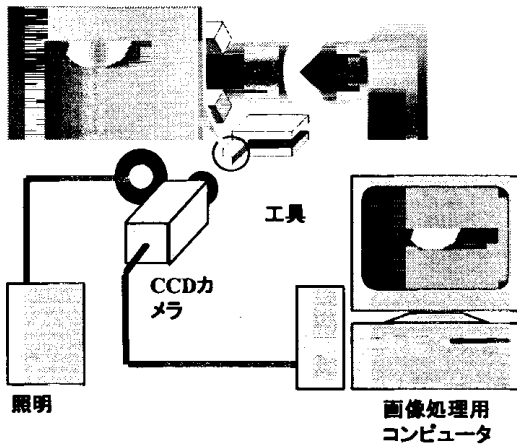


図1. 装置概要

しやすくするため、白色光源(住田光学ガラス LSM-160S)からの光を対象に照射した。被測定物は旋盤用バイトチップで、工具の諸元は(-6,-6,6,6,15,15,0.8)と(-6,-6,6,6,15,15,0.4)であり、SKD11を切削速度100m/min、切り込み1mm、送り0.1mm/revで1~5分間切削して摩耗部分を生成させた。また、チップ材種は超硬工具1種類・サーメット1種類・セラミックス2種類(東芝タンガロイ… TH10・NS520・LX11・LX21)計4種類を使用した。

3 測定方法の検討および結果

3-1 照明及びカメラのセッティング

今回の測定は、摩耗部分と正常部分からの反射光の明るさを、測定角度や照明のセッティングにより差別化できることを利用している。差別化できる要因としては、次の2点が考えられる。

- (1) 工具逃げ角により、工具の摩耗部分は正常部分に対し一定の角度を持つ。
- (2) 正常部分は表面が平滑で、特定方向にのみ光を反射するのにに対し、摩耗部分は切削方向に沿って面が荒れるため、広い角度に光が散乱する。

そこで、摩耗部分と正常部分の表面状態(表面粗さ・面のなす角度)を図2のX方向・Y方向について3次元表面解析顕微鏡を用いて測定し、それをもとに工具に対するライトとカメラの最適な設定位置を決定した。

Y方向について、摩耗部分は正常部分に対し工具の取り付け角度(逃げ角)に起因する5~6°の角度を持つ。またX方向について、摩耗部分の表面は、正常部分より表面粗さが大きく、

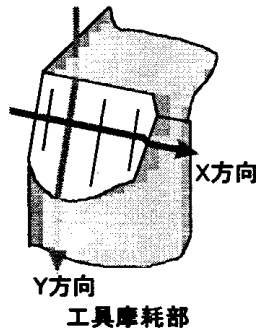


図2. 工具摩耗部

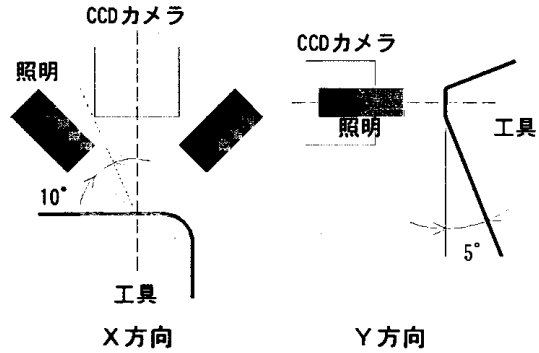


図3. カメラと照明のセッティング

照明を傾けても光を反射する。ただし、表面の粗さ成分がなす角度の割合を、表面粗さ計から出力されるプロファイル曲線から求めると、表面の95%が0~10°程度の角度であることがわかった。

以上のことから、照明とカメラは工具に対し図3の様にX方向に10°、Y方向に5°傾けたセッティングとした。また、照明は角度の条件が合っていることと、セッティングを簡便化できることから、リングライトを使用することとした。(ただし、Y方向の光成分を限定する必要があるため、図4の様に1mmのスリットを開けたカバーを取り付けた。)

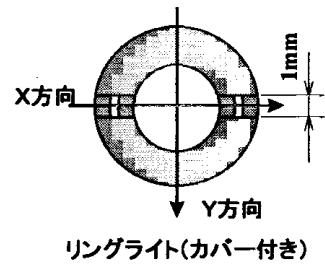


図4. リングライト

3-2 取込画像に対する前処理

CCDカメラにより取り込んだ画像は、多くのノイズを含んでおり、取り込んだ画像をそのまま利用すると、後の処理手順が増し、さらには結果が不安定になる可能性がある。そこで、以下に示す前処理についてノイズ低減効果を確認し、工具表面の観察を短時間でを行うために有効なノイズ処理法を検討した。

3-2-1 重ね合わせ処理法

同一画像を複数回取り込んで、各画素毎に明るさの平均値を取ることで、画像を取り込む際にランダムに発生するノイズを低減する処理。

3-2-2 平滑化処理法

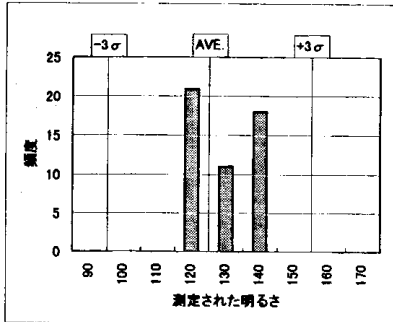
取り込んだ画像の各画素について、周辺画素(今回は3×3画素)を参照して、ノイズを低減させる処理。測定時間短縮のため、比較的単純なメジアンフィルタと単純平均化フィルタの2種類について検討を行った。

- (1) メジアンフィルタ処理…周辺画素(3×3)の明るさの中央値(メジアン)を求める。
- (2) 単純平均化フィルタ処理…周辺画素(3×3)の明るさの単純平均を求める。

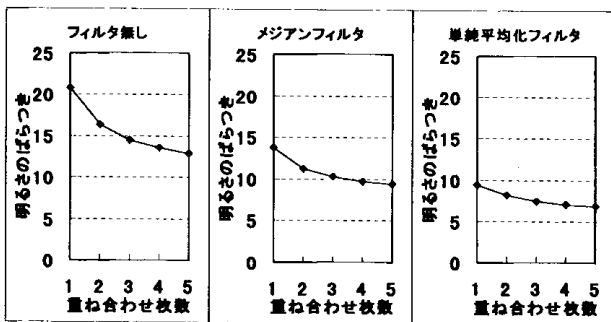
3-2-3 前処理効果の確認

上述の処理について効果を確認するため、測定値 (CCD カメラがデータを取り込む際に分割した 256 階調の明るさ) の分布 (図 5,A) が偶然誤差によるもので正規分布に近似できると仮定して、その 3σ を明るさのばらつきと定義し、ノイズの影響を表すための指標とする。そして同一の画像を複数回取り込み、各画素毎に明るさを測定し、重ね合わせ処理及び平滑化処理を行った際、この値がどのように変化するか比較を行った。結果を図 5,B に示す。

- (1) 重ね合わせ処理… 2 枚重ねたときの低減効果は大きく、それ以上重ねた場合も効果が確認された。5 枚の画像を重ね合わせることで、画像の明るさばらつきを $2/3$ に低減することができる。
- (2) 平滑化処理… メジアンフィルタ処理はなにもない場合に比べばらつきを $2/3$ 程度に減少させることが可能である。単純平均化フィルタ処理については、ばらつきが $1/2$ 程度まで減少し、大きなノイズ低減効果が得られるが、処理した画像と元の画像を比較した場合、エッジのぼけが大きく、今回のような形状測定には適さないと考えられる。(ノイズの低減効果が高いため、再度エッジの先鋭化処理等を行えば有効であると考えられるが、処理手順が増すため今回は使用を見合わせる。)



A. 明るさ測定値の分布



B. 明るさのばらつき

図 5. 前処理の効果

そこで、メジアンフィルタ処理を行った画像を、5 枚重ね合わせることとした。これにより、各画素における明るさのばらつきを、なにも処理をしない場合の $1/2$

まで抑えることが可能となる。

3-3 二値化処理を用いた測定方法

摩耗の大きさを取り込んだ画像から測定するためには、まず摩耗部を特定し、その後で摩耗部に対し何らかの計算を行う必要がある。今回は摩耗部分と正常部分との明るさの違いを利用するというので、まず明るさに関する画像処理の一般的な方法である、二値化処理を使用した。二値化処理とは、図 6 の様に明るい対象物 (摩耗部分) と暗い背景 (正常部分) 及びその中間の明るさ (境界部分) が入り交じった取込画像に対しある適切なしきい値を設け、各画素を”明るい点”と”暗い点”の 2 つのパターンに分類した二値画像 (白黒画像) を得るための処理である。得られた二値画像には、図形の大きさや形状など特徴的情報を取り出し易いという利点がある。しかし、しきい値の取り方次第で情報が大きく変化するという欠点があり、二値化処理を行う場合、しきい値決定は特に慎重に行う必要がある。

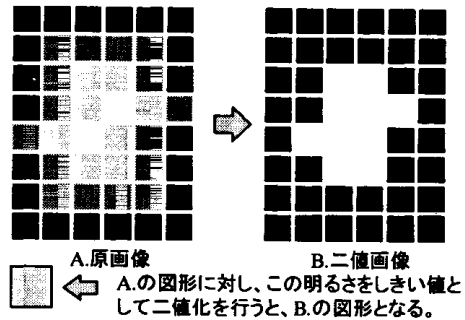


図 6. 二値化処理

3-3-1 しきい値決定

画像信号を二値化するためのしきい値の決定法として様々な方法が考えられているが、今回検討したのは固定しきい値法・モード法・2ウィンドウ法の 3 つである。

- (1) 固定しきい値法… 事前の調査により対象物と背景の明るさを求め、それらを明確に区別できる値をしきい値として決定しておく方法。測定環境の変化や、測定物の材種によって大きな影響を受ける可能性がある。
- (2) モード法… 取込画像の各明るさが画像中に何画素存在するか調べ、それをグラフ化したヒストグラムを求める。このときグラフの中で一番窪んでいる部分をしきい値と定める方法。コントラストの弱い画像に対しては、しきい値を確定することが難しい。
- (3) 2ウィンドウ法²⁾… 工具摩耗測定のために沢井らが開発した方法で、図 7 の様に大きさの異なる 2 つのウィンドウを用意し、それぞれの画像について明るさの分布を調べ、モード法と同様にヒストグラムを作成する。調べた結果を比較する際、2 つのウィンドウにおいて摩耗部分は大きさが変化しないため、摩耗部分に

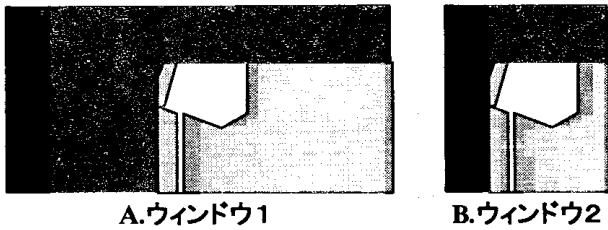
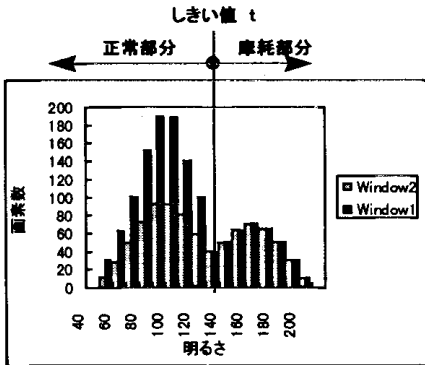
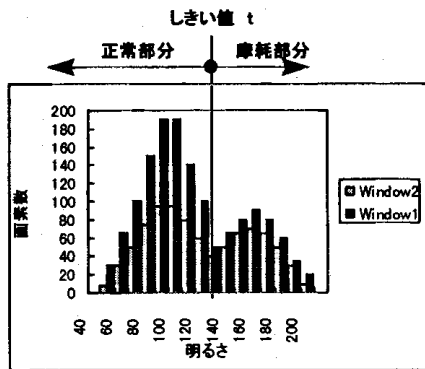


図7. 2ウィンドウ法説明



A. 2ウィンドウ法(沢井)



B. 2ウィンドウ法(今回の提案)

図8. 2ウィンドウ法しきい値決定

相当する明るさは画素数の分布に変化がないはずである。そのことを利用して、図8,Aの様にしきい値を決定することができる。

(1)については、環境の変化により変動が大きく、汎用性に乏しいため、(2)については、工具表面の明るさの分布が複雑で、その変化があまりはっきりしておらず、自動でしきい値を判断するのは非常に困難であるため、使用を見合わせた。以上のことから今回は、(3)の2ウィンドウ法を採用することとした。ただし、実際の作業環境においては、工具に付着した切り粉が、摩耗部分と同程度の明るさで光を反射したり、表面の切削油の影響を受けたりするため、単純に変化のない部分を摩耗部分と判断することはできない(変化のない部分はほとんど存在しない)。そのため今回の測定に際しては変更を加えた。ウィンドウ1と2の明るさの分布を比較し(図8,B)、その比率がある一定値以下の部分を摩耗部分と判断する。比率については、測定に使用した工具に対し、

二値化前の画像と二値画像を比較して、もっとも差異の少ないと考えられる画像が得られた値(分布比率:1.5)を採用した。

3-3-2 孤立点除去処理

次に二値画像に対し、細かいノイズを排除するために孤立点除去処理を行う。これは周囲4点の明るさがすべて等しい場合、中央の画素も周囲の画素と同じ明るさ(明るいまたは暗い)にする処理であり、これにより、大きさが1画素しかない小さなノイズを消去して、以後の処理の負担を低減することができる。

3-3-3 ラベリング処理

図9の様に二値画像の連結成分毎に異なるラベル(番号)をつけて行くことをラベリングという。ラベリングは連結成分の大きさ、面積などの属性を解析するために有効な処理であると考えられている。ラベリングを行う際の連結関係には、周囲の8画素をすべて隣接画素と見なす、8-連結を用いた。ラベリング処理の後、区別した連結成分のうちで、最大のものを摩耗部分と判定し、それ以外は消去する。この処理により、摩耗以外の明るい部分(例えば切り粉など)を排除して摩耗幅のみを求めることが可能である。

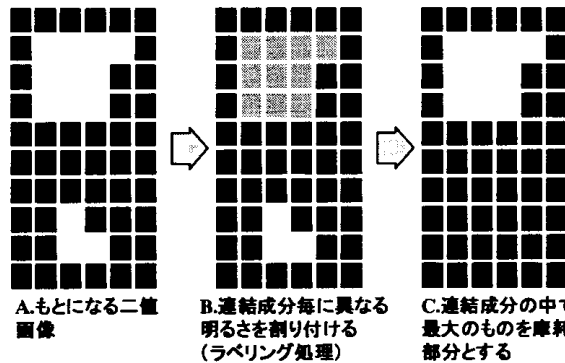


図9. ラベリング処理

3-3-4 穴埋め処理

3-3-3で得られた画像に対し、摩耗幅のカウントを行い易くするため、連結成分の間に空いているスペースを穴埋めする。

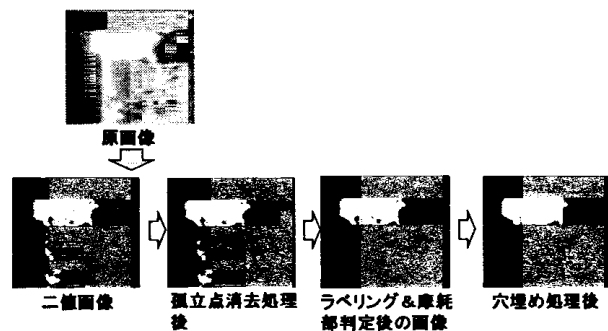


図10. 二値化処理の様子

3-3-5 摩耗幅のカウント

上記の処理で特定した摩耗部分に対し摩耗幅のカウントを行う。摩耗部上端の画素位置と下端の画素位置を参照し、その間の画素数を摩耗幅とする。ここで、1画素の大きさは 0.013×0.013 (mm) であるから、カウントした摩耗幅に対しその値を乗ずることで、摩耗幅を数値として算出できる。

3-4 サブピクセル処理を用いた測定方法

3-3 で説明した二値化法では測定値が1画素の大きさ (0.013mm) 以下の測定は不可能であるため、測定値が大きばらつく。そこで、サブピクセル手法と呼ばれる方法について検討を行った。

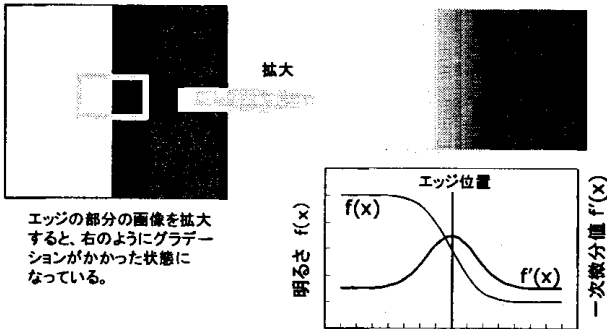


図11. サブピクセル処理

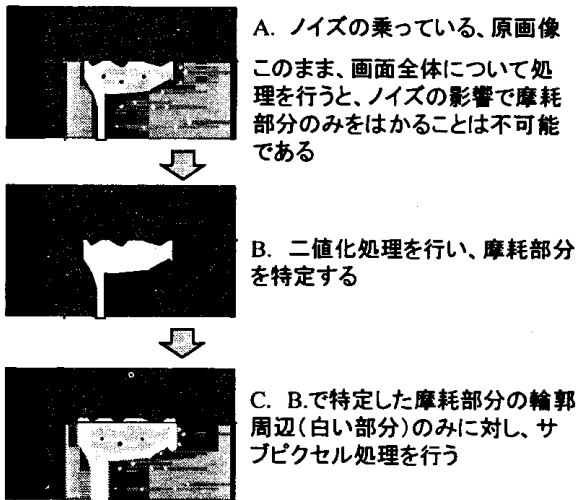


図12. サブピクセル処理のための摩耗部特定法

サブピクセル手法とは、図 11 の様な CCD カメラにより取り込んだエッジ画像に対し、エッジの位置計測の精度を画素 (ピクセル) の大きさ以下のレベルまで向上させる (サブピクセル化する) ための手法で、各画素の明るさやその1次微分値・2次微分値を用いて、計算によりエッジの位置を求める。本研究では、単純な四則演算のみで済み、計算量が少ない1次微分を用いた重心法を採用した。また、今回サブピクセル処理を行うに当たり、切り粉などのノイズとエッジ部分を区別し測定するために、二値化処理のところの説明したラベリング処理までの手順を行い、摩耗部分を特定した後、サブピクセル手法でエッジを正確に求めるという方法を採用した。

(図 12 参照)

3-4-1 1次微分を用いた重心法

エッジを横切る経路にある画素の明るさを調べると、図 11 のグラフ $f(x)$ の様なデータが得られる。これについて1次微分 $f'(x)$ すなわち明るさが変化する割合を採ると、エッジの前後で上昇・下降が起こる。エッジの位置が1次微分の重み中心にあるとすれば、その荷重平均を計算することにより求められる。すなわち座標 x にある画素の1次微分を $f'(x)$ とすると、重心によるエッジ位置 x_0 は

$$x_0 = \frac{\sum x f'(x)}{\sum f'(x)} \quad (1)$$

となる。 \sum は本来、エッジを構成するすべての画素について計算するものであるが、本論文では1次微分が最大の画素と、その前後1画素ずつの合計3画素 (3点重心法) および前後2画素ずつの5画素 (5点重心法) についてのみ計算を行った。

3-5 測定結果

表 1 は二値化処理とサブピクセル処理による測定結果と工具顕微鏡の測定結果を比較したものである。ここで、測定ばらつきとは、摩耗幅の測定を複数回行い、その測定値の分布が正規分布であると仮定し近似した際の 3σ の値を示している。二値化法は $0 \sim 21\mu\text{m}$ とばらつき

表 1. 最大摩耗幅測定結果 (単位 mm)

工具の種類	工具顕微鏡	二値化				サブピクセル(3点重心)			サブピクセル(5点重心)		
		測定値	差	ばらつき	測定値	差	ばらつき	測定値	差	ばらつき	
LX11	1	0.050	0.039	-0.011	0.000	0.052	0.002	0.006	0.089	0.039	0.067
	2	0.102	0.104	0.002	0.000	0.111	0.009	0.000	0.111	0.009	0.003
	3	0.072	0.088	0.017	0.016	0.084	0.013	0.004	0.086	0.014	0.006
	4	0.086	0.091	0.005	0.000	0.087	0.001	0.001	0.087	0.001	0.001
LX21	1	0.030	0.039	0.009	0.000	0.044	0.014	0.002			
	2	0.037	0.052	0.015	0.000	0.047	0.010	0.000			
	3	0.054	0.065	0.011	0.000	0.070	0.016	0.003			
	4	0.034	0.040	0.006	0.012	0.044	0.010	0.001			
NS520	1	0.175	0.169	-0.006	0.000	0.165	-0.010	0.002	0.175	-0.008	0.004
	2	0.145	0.146	0.000	0.016	0.143	-0.002	0.011	0.145	-0.004	0.008
	3	0.178	0.178	0.000	0.019	0.178	0.000	0.006	0.178	0.000	0.002
TH10	1	0.151	0.163	0.012	0.021	0.154	0.003	0.001	0.155	0.004	0.001
	2	0.189	0.195	0.006	0.000	0.197	0.008	0.001	0.197	0.008	0.001
	3	0.294	0.299	0.005	0.000	0.304	0.010	0.001	0.304	0.010	0.001
	4	0.367	0.386	0.019	0.019	0.380	0.013	0.001	0.382	0.015	0.001

※ LX21 については、摩耗幅が小さく5点重心法では満足な測定ができなかった (異常な数値となる)

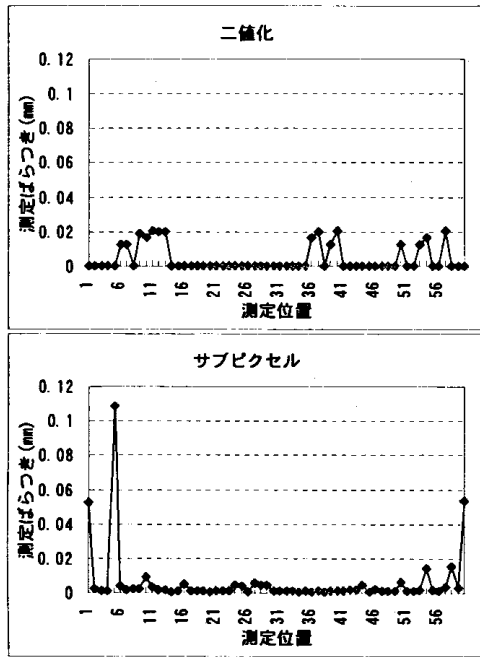


図13. 測定位置とばらつきの相関

ある場合と無い場合の差が大きい。それに対し、1次微分の3点重心法の場合は、常にばらつきが存在するものの、ばらつき量は平均で $3\mu\text{m}$ 、最大でも $11\mu\text{m}$ と二値化より小さい値であった。また5点重心法の場合、参照点が多いため測定ばらつきの低減が期待されたが、結果は測定対象の摩耗幅が大きい場合で3点重心法と同程度、摩耗幅が狭いところでは逆に非常に大きなばらつきが発生し、満足に測定できないことがわかった。大きなばらつきについては、計算に必要なエッジ領域が5画素であるのに対し、摩耗幅が2~3画素程度しかない場合、十分な情報が得られないのが原因であるためと考えられ、処理方法によりキャンセルは可能であると思われる。しかし、摩耗幅が大きい場合でも5点重心法の3点重心法に対する優位性はほとんど見られないため、今回の装置と対象物の組み合わせでは、3点重心法が適している。

(今後、カメラ倍率を上げエッジをさらに拡大して観測できる様にした場合には、5点重心法など参照点を増やすことで精度の向上が期待できると考えられる。)

また、図13は摩耗の測定位置と測定値のばらつきの関係を、二値化処理及びサブピクセル処理(3点重心)について示したグラフである。二値化処理では摩耗のエッジ部分から中心部分(定常摩耗部分)までコンスタントに $20\mu\text{m}$ 程度のばらつきを持つ。それに対し、サブピクセル処理(3点重心)では中心部分(定常摩耗部分)で $5\mu\text{m}$ 程度、エッジ部分で数十 μm のばらつきが発生する可能性があることがわかった。この理由として、エッジ部分の摩耗状況が定常摩耗部分に比べ複雑で、計算を行う際にフィルタ処理等により取りきれないノイズの

影響を受けることが考えられる。以上のことから、定常摩耗部分に対してはサブピクセル処理(3点重心)を、エッジ部分については、若干ばらつきが大きくなってしまいが、ノイズの影響をキャンセルしやすい二値化処理を用いて測定を行うのが良いと考えられる。

4 結 言

4-1 カメラと照明のセッティング

逃げ面摩耗部を差別化しやすくするため、カメラと照明のセッティング方法を検討した。逃げ面摩耗部分の表面状態を解析した結果、工具の水平方向(X方向)には 10° の角度をつけて、垂直方向(Y方向)については摩耗部を正面から監視する様に工具を傾けて(今回は 5°)配置することで工具摩耗をとらえやすくなる。

4-2 前処理

精度向上と計算の簡略化のために有効な前処理方法を検討した。その結果、メジアンフィルタ処理を行い、その画像を5回重ね合わせるという方法で、画像の明るさのばらつきを $1/2$ 程度まで減少させることができる。

4-3 二値化処理とサブピクセル処理

摩耗幅をカウントする方法として二値化処理とサブピクセル処理を検討した。

- (1)二値化処理は摩耗部のどの部分に対しても $\pm 20\mu\text{m}$ 程度のばらつきが発生する可能性を持つ。
- (2)サブピクセル処理では定常摩耗部分に対して最大でも $\pm 10\mu\text{m}$ 程度、逆にエッジ近傍や摩耗幅が小さい部分に対しては数十 μm のばらつきが発生する。

以上のことから、定常摩耗部分に対してはサブピクセル処理、エッジ近傍や摩耗幅が小さい場合には二値化処理を行うこととした。この方法により、逃げ面の摩耗幅を加工機械に取り付けたままで定量的に判定することができる。

謝 辞

本研究を実施するにあたり、ご指導・ご助言いただいた岩手大学工学部機械工学科 井山俊郎教授、水野雅裕助教授、岩手県工業技術センター企画情報部 南幅留男部長に感謝いたします。

文 献

- 1)飯村 崇ほか：レーザ変位計を用いた工具摩耗測定法の検討、岩手県工業技術センター研究報告 第4号 (1997)pp.19-24
- 2)沢井信重ほか：画像処理による工具摩耗の自動測定、精密工学会誌, 61, 3, (1995)368-371

インターネットを利用した低コストの遠隔制御機械システム

長谷川 辰雄*、多田 三郎*

機械制御によく用いられるRS232C通信形式とマルチデータ伝送によく用いられるTCP/IP通信方式を時分割で組み合わせた通信方式を開発した。この方式を用い、ヒューマン・フレンドリなインタフェースを備えた遠隔制御システムを試作し、5自由度をもつマニピュレータを遠隔制御した。マニピュレータ移動速度と通信速度のばらつきに起因するエラー発生などいくつかの問題があることがわかったが、非同期通信などで解決できる見通しを得た。

キーワード：インターネット、遠隔操作、TCP/IP、RS232C、マニピュレータ

Low Cost Remote Control System for Industrial Machines Based on Internet Technologies

HASEGAWA Tatsuo and TADA Saburo

We developed a remote control system of industrial robot connected to Lan through personal computer. In this system, it makes possible to control processing machines, measuring instruments using RS232C and TCP/IP communication. The controlled machine is a five free joint manipulator, and we also developed user-friendly interfaces to operate this manipulator by remote control. These are JAVA widgets to input numbers and be able to operate three dimensional space sensory. key words : internet, remote control, TCP/IP, RS232C, manipulator

1 結 言

電子基板のキズや数値刻印などの検査は、市販の画像処理装置を使って高速に判定可能となってきている。しかし、自社製品に適合した製品検査自動化システムを構築する場合、画像処理装置の他に製造機械や仕分け機械との連携（システム化）が必要となる。このシステム化は、外部委託開発であることが多くコスト高となっている。特に、複数の機械装置を連携する場合、制御プログラムは装置ごとに作成しなければならず、その操作プログラムや通信プログラムが複雑化するため開発コストが高くなる。また、システムの維持も外部委託になるためコスト高の要因となっている。本研究では、自社によるシステム開発を可能とすることで、低コスト化を図ることを目的とする。機械制御はRS232C通信で行い、制御コマンドをインターネットを介した通信で遠隔操作を行う。インターネットはTCP/IP通信により信頼性の高いデータ通信が可能であり、WWWの使用により画面操作

が容易で共通化できる。WWWを操作画面とすることで、ユーザ（クライアント）プログラムの開発が不必要となり開発コスト削減が期待できる。本報では、TCP/IPとRS232Cによる遠隔操作システムの試作及び評価について報告する。

2 実験方法

2-1 遠隔操作制御方式

RS232C通信は1対1を基本とするのに対し、TCP/IPは1対多通信が可能である。このことから、機械制御のデータ通信には、RS232Cが一般的に使われているのに対し、ファイル転送やデータベース検索などの複数人がデータを共有化したい場合にはTCP/IPが使われる。本システムの試作では、1対1通信と1対多通信を時間分割で組み合わせることで、機械制御を遠隔で可能とした。TCP/IPはその性質から通信速度は保証されない^{1,2,3)}が、通信内容の信頼性は高い。特に広範囲なインターネット

* 電子機械部

網を利用することは遠隔制御に適している。つまり、応答速度を求めなければ、データ通信の確実性と広範性により遠隔操作にはTCP/IPが適していると判断した。図1はTCP/IPとRS232Cの2つの通信プロトコルを介して、遠隔データ通信を行うためのプログラム構造図である。開発環境はLabWindows/CVIを使用し、WindowsのAPI関数を用いて作成した。クライアント・プログラムは、ユーザのデータをサーバに送信するために、サーバIPアドレスの取得、ポート番号の指定、TCP/IPのSocket通信が行われる。サーバ・プログラムでは、同時複数からの通信を可能とするために、複数の子スレッドが起動できるサーバ機能と、ユーザからのデータをRS232Cで通信し、機械制御を行う機能から構成される。

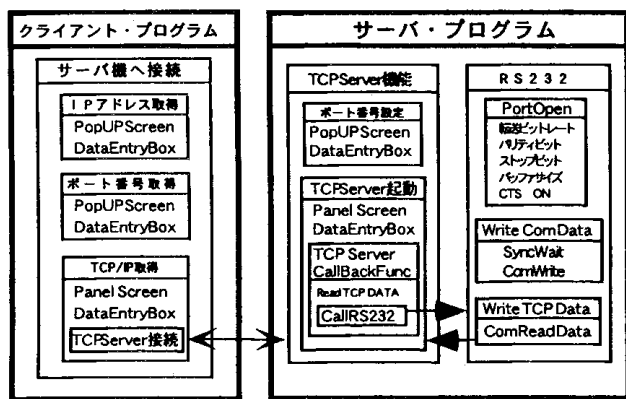


図1 遠隔通信のプログラム構造図

2-2 ロボット制御方式

マニピュレータの軌道制御 (trajectory control) は直交座標系で表現される。その制御は位置制御と力制御がある^{5,7)}が、本試作システムでは、先端の位置制御のモデル化を行った。マニピュレータを移動させる場合、各関節の変位から先端 (手先) の位置を求める順問題⁸⁾と、先端 (手先) の位置から各関節の位置を求める逆問題⁹⁾がある。直交座標はジョイント座標 (関節の角度) で表現できる。順問題は式 (1) で表される。

$$x_d = f(\theta_d) \quad \dots (1)$$

ここで、変数 x_d は目標位置、関数 f はジョイント角 θ_d から先端位置への非線形変換となる。これに対し、逆問題は、上記式の逆関数で式 (2) で表される。

$$\theta_d = f^{-1}(x_d) \quad \dots (2)$$

しかし、 f^{-1} は一対多の写像となり、任意に決定できない。つまり、動作条件を与えることで、目標の座標からジョイントの変位 (関節の角度) を求めることができる。本試作システムでは、アームロボットの4つの各関節の角度について、直交座標の関数としてモデル化し

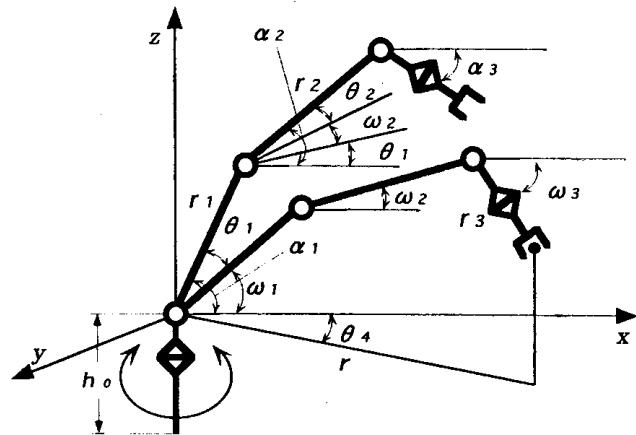


図2 マニピュレータの座標系

た。図2に示すように、腕の長さが r_1, r_2, r_3 の5自由度マニピュレータについて、先端座標 (x, y, z) と各関節の変位角 $\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4$ との関係性を求めた。これを式 (3) ~ 式 (6) に示す。

$$\theta_2 = -\cos^{-1} \frac{r^2 + (z - h_0 + r_3)^2 - r_1^2 - r_2^2}{2r_1 r_2} + (\omega_1 + \omega_2) \quad \dots (3)$$

$$\theta_3 = -\sin^{-1} \frac{r^2 + (z - h_0 + r_3) + r_2^2 - r_1^2}{2r_2 \sqrt{(z - h_0 + r_3)^2 + r^2}} + F \quad \dots (4)$$

ただし、 $F = \tan^{-1} \frac{r}{z - h_0 + r_3} - \frac{\pi}{2} + \omega_2 - \omega_3$

$$\alpha_3 = \theta_1 + \theta_2 + \theta_3 + \omega_3$$

$$\theta_1 = -\left(\frac{\pi}{2} + \theta_2 + \theta_3 + \omega_3\right) \quad \dots (5)$$

$$\theta_4 = \tan^{-1} \frac{y}{x} \quad \dots (6)$$

上記の式により、直交座標系からジョイント角度を求めることができる。

2-3 ユーザ・インタフェースの設計

人間が機械制御する場合、その操作パネルや画面の操作性の良さが大きな影響を与える。機械装置のコントロールパネルの数値入力やモード選択は、以前に比べてアイコン化などのグラフィックスを利用したものが主流となっている。本評価システムでは、テキスト型入力とグラフィック型入力の違いについて評価実験を行った。実験は、機械制御のための数値入力の速度について、キーボード装置によるテキスト型入力方式とマウス装置によるグラフィック型のダイヤル入力による比較を行った。テキスト型入力方式は、HTMLの<FORM>タグを

利用し、その処理をCGIプログラムで行った。グラフィック型のダイヤル方式は、JAVAのDIALクラスにより設計した。この他に、機能選択をするときの煩雑な画面スクロールを無くし、TABクラスによるカード選択方式を設計した。一方、機械操作を人間の感覚に近づけるための

$$\begin{matrix} \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\theta & \sin\theta & 0 \\ 0 & -\sin\theta & \cos\theta & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \cos\theta & -\sin\theta & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin\theta & 0 & \cos\theta \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} & \begin{bmatrix} \cos\theta & \sin\theta & 0 & 0 \\ -\sin\theta & \cos\theta & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \end{matrix}$$

(a)X軸中心回転 (b)Y軸中心回転 (c)Z軸中心回転

行列式1 Affin変換行列式

図3は3次元モデルのVRMLをAffin変換するためのクラス階層図である。VRML Classはマウスの移動量の計算とグラフィックスのVRAM転送を行うメソッドがあり、スレッドプログラムとして実行される。Affin_Matrix Classはデータとして4×4行列、メソッドとして回転・拡大・縮小の行列式を作成する。ここで、マウスで与える回転変位はX軸方向とY軸方向の2つしかないため、X軸中心の行列式とY軸中心の行列式を組み合わせることでAffin変換行列を求めた。このように、Affin変換行列は複数の回転や移動を一度に計算できる特徴がある。VRML_Node Classは、ワイヤーフレームで記述されたVRMLのノード値を解釈し、Affin変換するための元データを構築する。

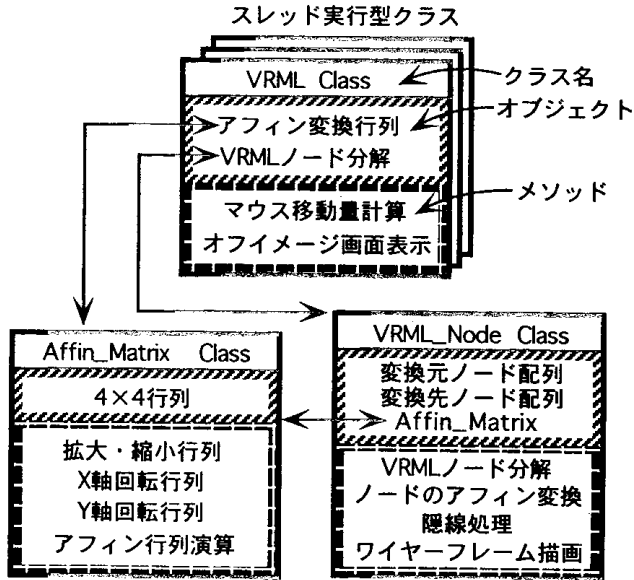


図3 VRMLとAffin変換のクラス階層図

インタフェースとして、3次元CG (VRML) とJAVA^{9,10)}を利用した画面を設計した。この操作モデルは、VRMLとAffin変換を組み合わせた構造になっており、3次元モデルはデータ量が少量ですむワイヤーフレームで構築した。3次元モデルを移動・回転させる手法として一般的なものがAffin変換⁹⁾であり、行列式1の4×4の行列式で表現される。

3 実験結果及び評価

3-1 遠隔操作制御の評価

遠隔操作はパソコン (Windows95) の操作パネルからLAN接続された産業用ロボット「Move Master II」(三菱電機製) に対し、制御コマンドを送信することで駆動制御し、動作結果を確認した。実験条件を、Move Master IIの動作範囲 (図4) と、遠隔操作実験の構成図

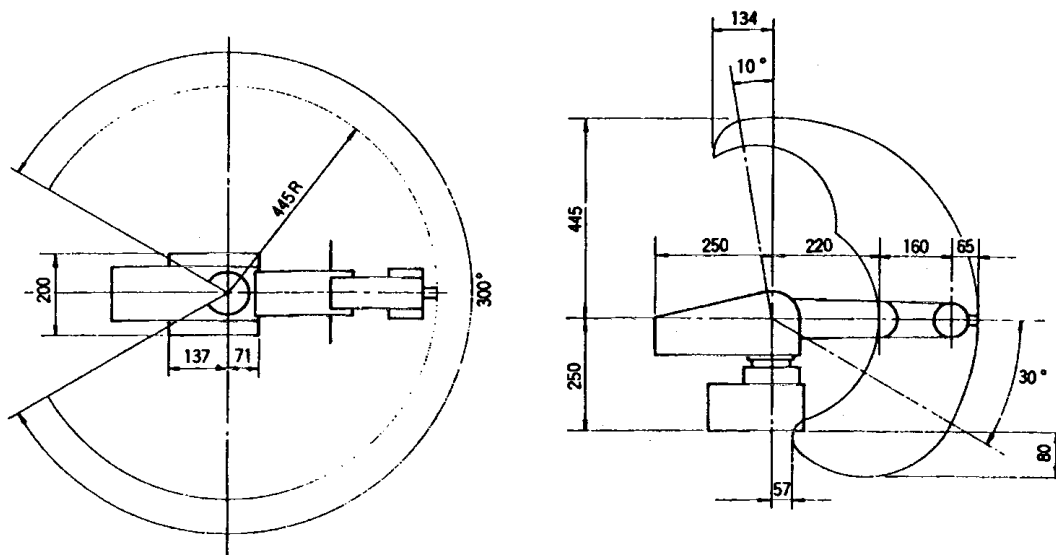


図4 Move Master IIの動作範囲

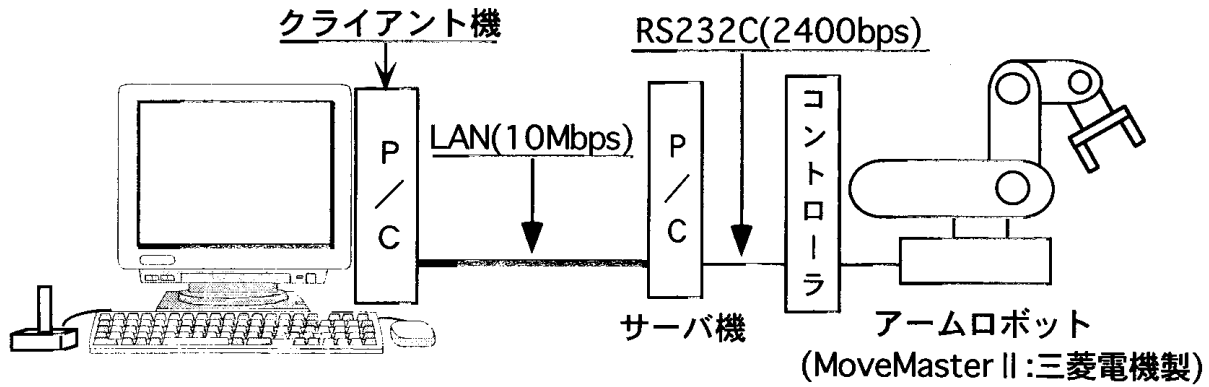


図5 遠隔操作実験構成図

(図5)及びRS232C通信パラメータ(表1)に示す。MoveMaster IIの制御コマンドは38種類あるが、このうちRS232Cで制御可能な7種類の制御コマンドについて、クライアントからの送信開始からMoveMaster IIの動作開始までの平均応答時間を計測した。その測定結果を表2に示す。制御コマンドのNT(原点出し)やHO(ホームポジション)などは、パラメータ引数がないため、2バイトの通信になるのに対し、MIやPSは各関節の駆動パラメータを必要とするため、送信時間を要している。TCP/IP通信では最大10Mbps、RS232C通信が最大2400bpsの仕様速度で応答時間を計算すると0.01秒程度になり、比較するとかなり遅い。この原因は、TCP/

表3 移動距離精度

移動距離(mm)	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
実測距離(mm)	5	9.5	14.5	19.5	24	29	34	39	44	49
誤差(mm)	0	0.5	0.5	0.5	1	1	1	1	1	1

3-2 ロボット制御の評価

マニピュレータ制御モデルの確証を、レーザー変位計を用いた位置精度と移動距離精度を測定した。図6の位置精度測定グラフは、原点(0, 0, 0)から位置(300, 50, 120)の2点間の座標を繰り返し移動し、各軸方向ごとに10回の精度測定を行った。表3の移動距離精度は位置(300, 50, 120)からZ軸方向の移動距離を5mmごと増加させ、その移動距離を測定した。この実験結果から、位置の標準偏差を求めると、X軸:0.019mm、Y軸:0.057mm、Z軸:0.113mmであり、移動距離の精度が分かった。このことから、マニピュレータの制御モデルが正当であることが確認できた。

表1 RS232C通信パラメータ

通信速度(bps)	パリティ	データ(bit)	ストップビット(bit)	ハードウェアフロー制御
2400	奇数	8	2	ON

表2 遠隔操作応答時間 単位:秒

制御コマンド	NT	HO	OG	MI	PS	GO	GC
平均応答時間	2.55	2.61	2.55	2.84	2.83	2.63	2.65

IP通信の実通信速度が低いことや、ロボットがコマンドを受けて実行するまでの動作時間、プログラム実行時間などが考えられる。また、本ロボットのRS232Cの最大速度(9600bps)での通信ができていない問題がある。

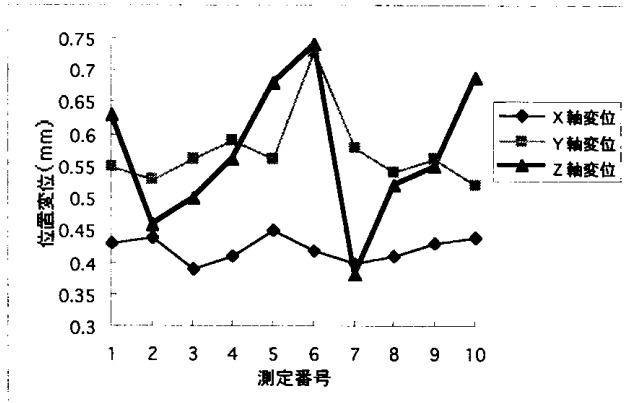


図6 位置精度グラフ

3-3 ユーザ・インタフェースの評価

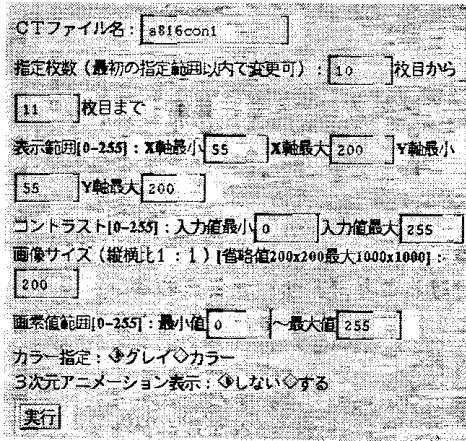
ユーザ・インタフェースの良し悪しは、人の嗜好に影響されることが多く、その評価は困難である。この試作システムでは、数値の入力速度と3次元パラメータの入力方式について検討した。

3-3-1 テキスト型入力とダイヤル型入力

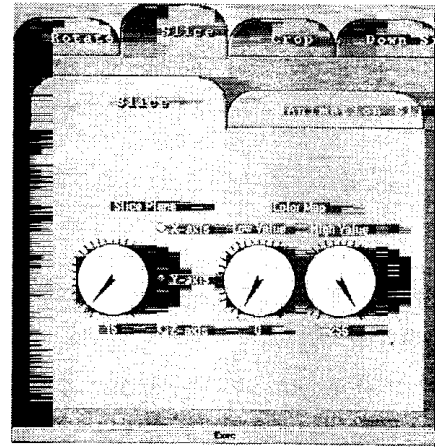
テキスト型とグラフィック型の数値入力速度の比較を図7の入力画面を作成し実験した。測定は、3桁のランダムな整数値を2回入力し、そのときの入力平均時間を

表4 3桁整数値入力時間 単位:秒

入力装置	キーボード	マウス
厳密入力平均時間	6.4	12.1
冗長入力平均時間	5.7	3.8



(a) テキスト入力



(b) ダイアル入力

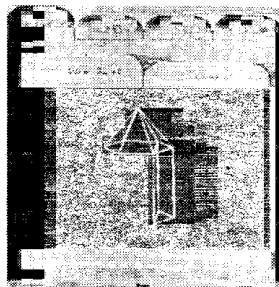
図7 テキスト型入力(a)とダイアル型入力(b)

測定した。表4は3桁数値を厳密に入力した場合と、例えばx:100~120、y:200~220のような冗長な数値入力をする場合の平均入力時間を比較した結果である。この結果から、厳密な数値入力はキーボード入力の方が早く、冗長性のある入力はマウスが早いことがわかった。ダイアル式の冗長入力では、数値箇所が視覚的に瞬時に判断できるため、テキスト入力よりも早く入力できる。厳密入力ではマウスが劣っている原因は、マウスイベント処理が遅いことや、ダイアルパラメータは円周上にメモリを割り振るため、数値範囲が大きくなれば、マウスによる移動角度が小さくなるため、厳密数値選択が困難となるためである。例えば、ダイアル設定の数値幅が360を超えるような場合は、1メモリを設定するために1度以下の回転がマウス移動に要求され、微妙な設定ができなくなる。

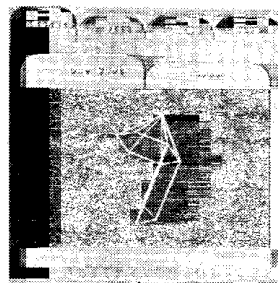
3-3-2 3次元座標の感覚的入力方式の検討

グラフィック型のユーザインタフェースを考えた場合、グラフィックは画像データであるために多用すればするほど、処理に時間を要する。インターネットでは、特に通信速度に大きく影響するため、少グラフィックス化が提案されている。以前のインターネット環境でのシ

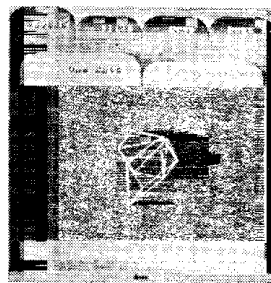
ステム開発では、グラフィックス開発は複雑であるために困難であった。操作性を重視するか、処理速度を重視するか、どちらか一方を重視した設計であった。この双方を満たそうとしたのがJAVA開発環境^{9,10}である。JAVAは、マウスイベントやグラフィック処理をクライアント機で行うことで、グラフィックス処理速度を向上させた。インターネット通信の負荷は、サーバ機への最初の1回目のアクセス時に、グラフィックスデータを送信する時だけであり、その後のグラフィックスデータの処理は全てクライアント側で行う。この新しいネットワーク開発方式は、コンピュータOS自体のインタフェースに近くなってきており、境界がなくなりつつある。本試作システムでは、上記技術を応用して、JAVAとVRMLにより3次元モデルを利用した数値入力について検討した。図8は、ワイヤーフレームで構築した3次元モデルをマウスで対話的に回転(Affin変換)させるインタフェースであり、3次元モデルが回転することで、人間に3次元座標を感覚的に理解させようとしたモデルである。マウスの移動量(dx, dy)によってX軸方向回転、Y軸方向回転のパラメータを与えた。実験結果により、3次元感覚は、この2方向の回転で十分与えることがで



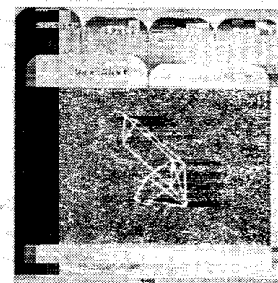
(a) dx=0, dy=0



(b) dx=14.14
dy=-35.18



(c) dx=39.85
dy=-22.09



(d) dx=75.85
dy=-9.0

図8 3次元座標の感覚的入力方式

きた。

4 結 言

4-1 遠隔操作制御

遠隔操作の実験では、TCP/IPとRS232Cの両プロトコル通信が可能なプログラムを構築することができた。しかし、MoveMaster IIは、その動作中のコマンド受信はエラーとなる。連続するコマンドを実行する場合は、MoveMaster IIがコマンドを受け付ける状態（コマンド受信可能状態）を常に監視しながら通信を行わなければならない（データフロー制御）。MoveMaster IIのRS232Cのデータフロー制御は、ハードウェアフロー制御⁶⁾を使用し、送信要求のRTS(Request To Send)と送信許可のCTS(Clear To Send)の信号線によって行った。この手法はポーリングと呼ばれ、制御機械の通信では一般的となっており、本試作システムでも適用している。しかし、9600bpsでの通信実験では、接続するが、コマンドを送信するとエラーとなる。このような通信速度による送受信のばらつきがあることから、今後は通信プログラムの信頼性や非同期通信による効率化の強化を行う予定である。また、インターネットを使用する場合、セキュリティに対する対応が必須とされているが、今回の試作システムでは対応していないため今後の課題とする。

4-2 ロボット制御

ロボット制御は、直交座標系から関節角度を計算するマニピュレータ・モデルを構築し検証した。位置精度や移動精度を求めることで本モデルを実証した。今回の実験では、本モデルの検証を目的としたため、十数回程度の繰り返し試験しかしていない。そのため、ロボット自体の性能を評価する試験とはなっていない。しかし、マニピュレータ制御は、ブドウやリンゴなどの果実収穫ロボットや、製造ラインにおける電子部品の移動など、多数の応用が考えられる。今後は、マニピュレータ・モデルと視覚センサ（CCDカメラ）や距離センサ、力覚センサなどを組み合わせ、不良解析が遠隔で実施できるシステムを検討する。

4-3 ユーザ・インタフェース

テキスト入力型とダイヤル入力型の比較実験から、それぞれ長所短所があることがわかった。つまり、ユーザ・インタフェースを設計する場合の入力方式について、テキスト入力とダイヤル入力についての特徴を抽出することができた。ユーザの嗜好による影響が強いユーザ・インタフェースの設計には、多種多様な部品を準備することで選択肢を増やし、その特徴をわかりやすく体系付けることで、ユーザ要求のインタフェースを設計することができる。単に部品を増やすだけでなく、入力スピードや視覚的な分かり易さなどの品質を考慮しながら設計する予定である。また、3次元情報を感覚的に与える手法の検討では、マウス移動による3次元モデルの回転は実現できた。しかし、回転角度からの座標算出など、3次元視覚モデルからの3次元座標への変換モデルの作成が今後の課題となる。

文 献

- 1) Kevin Washburn, Jim Evans: TCP/IPバイブル, ソフトバンク (1994).
- 2) W.Richard Stevens: Unixネットワークプログラミング, トッパン (1992). PP235-236
- 3) Bill Rieken, Lyle Weiman: UNIX network applications programming, HBJ出版 (1994) pp.5-7.
- 4) 奥村晴彦: C言語によるアルゴリズム辞典, 日経印刷 (1995). pp245-248
- 5) 近藤文治, 前田和夫, 岩貞継夫, 坪根治広: 基礎制御工学, 森北出版 (1986) pp.4
- 6) 横田秀次: 32ビット通信プログラム作成法, CQ出版 (1997). pp.33-47
- 7) Chae H.An, Christopher G. Atkeson, John M.Hollerbach: モデルに基づくロボットマニピュレータの制御, 実教出版 (1991) pp.4-9.
- 8) 岡本嗣男, 白井良明, 藤浦建史, 近藤直: 生物にやさしい知能ロボット工学, 実教出版 (1992). pp.19-22
- 9) 青柳龍也: Java API プログラミングガイド, 工学図書 (1996).
- 10) 有賀妙子, 竹岡尚三: Java 1.1プログラミング, ソフト

行列表現した計算機ホログラフィによる回折光学素子の設計方法*

大坊 真洋**, 多田 三郎**

計算機ホログラムの演算を、行列の形式に定式化した。任意の形状の物体から発せられる波面をホログラムに変換するソフトウェアを開発した。写真縮小法によりホログラムをフィルムに記録して、回折光学素子を試作した。He-Neレーザでホログラムを再生したところ、試作した回折光学素子は、異なった焦点距離で多数点に同時に集光できた。

キーワード：ホログラフィ，CGH，回折光学素子

Design Method for Diffraction Optics Device using Computer Generated Holography in a Matrix Style

DAIBO Masahiro and TADA Saburo

A principle of computer generated holography has been formulized in a matrix style. We develop a software which can generate hologram from wave front of arbitrary objects. The hologram is recorded on the high resolution film as the diffraction optics device by using photo reduction process. He-Ne laser is employed to reconstruct the hologram. The diffraction optics device obtained can focus multi point in different depth in parallel.

key words : Holography, CGH, Diffraction Optics Device

1 緒 言

光エレクトロニクスの急激な発展に伴い、微細光学素子（マイクロ・オプティクス・デバイス）の重要性が高まっている。微細光学素子の応用分野は、光ディスクメモリ、光ファイバー通信、光計測、並列光演算など、きわめて広範囲に拡大している¹⁾。微細光学素子が利用する現象のなかでも、光の回折は重要である。その回折現象を最も巧みに応用しているのがホログラム^{2~4)}である。ホログラムは、物体光と参照光による干渉縞を利用することによって、光波の振幅と位相の両方の情報を記録したものである。一方、通常の写真は、物体光の振幅の2乗（強度）を記録したものにすぎない。旧来のホログラムは、レーザで光学的に干渉させてホログラムを記録していたが、このホログラムを計算で求める方法が、計算機ホログラフィである。

ホログラフィは、光の進む向きと強度を自由自在に制御する技術ともいえる。このためホログラムは、レンズの代わりに利用することができ、光ディスクメモリであるCDやD V Dの光ヘッド⁵⁾や、半導体レーザのレンズやビームスプリッタの代替⁶⁾にも利用されている。普通のレンズでは1点しか焦点を結ぶことができないが、ホ

ログラムならば任意の個数で、任意の位置に焦点を結ぶことが可能となる。さらに、ホログラムは位相成分も記録しているので、いわゆる3次元画像の奥行き情報も記録できる。この特徴があるため、物体があたかも空間に浮き上がっているように表示する立体ディスプレイなどにも利用されている。

本研究は、行列表現した計算機ホログラフィにより多焦点を実現する回折光学素子の設計技術を確立する。また、計算機ホログラフィによる回折光学素子を試作して、その機能を確認する。これら技術を確立することより、今後、大きな発展が期待されている光エレクトロニクス分野での開発力と指導力の向上を図ることを目的とする。

本報告では、はじめに計算機ホログラムの演算を、行列の形式で定式化する理論について述べる。そして、任意の形状の物体から発せられる波面をホログラムに変換するソフトウェアについて説明する。また、写真縮小によりフィルムに記録する回折光学素子の作成方法について述べる。さらに、回折光学素子にHe-Neレーザを照射して、波面を再生した実験結果について述べる。

* CTスキャナーとホログラムによる透視システムの研究（第1報）

** 電子機械部

2 実験方法

2-1 計算機ホログラムの理論と行列表現

図1にホログラムの計算のモデルを示す。オブジェクトと参照光と、それらの干渉を記録するホログラムの位置関係を示している。オブジェクトは、多数の点光源の集合から構成されているとしている。点光源は、各標本点にあり、その振幅（明るさに相当）の分布で任意の形状のオブジェクトを表現する。

点光源から放射される球面波は、ヘルムホルツの方程

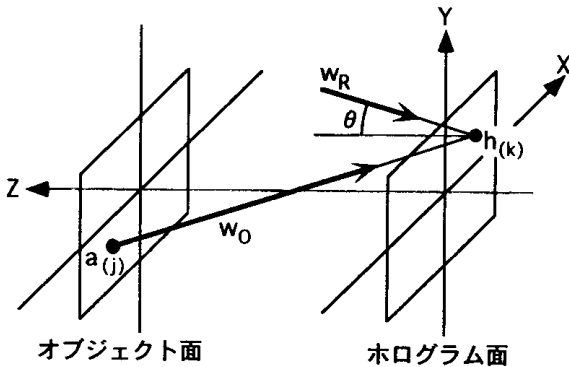


図1 ホログラムの計算モデル
オブジェクト面、ホログラム面、参照光のジオメトリを示している。

式の解¹⁾の発散球面波の項を採用し、時間的なコヒーレント光による干渉を前提とすることにより、時間変動項を削除して、式(1)で表現できる。

$$w = \frac{a}{r} \exp\left\{i\left(\frac{2\pi}{\lambda}r + \phi\right)\right\} \quad \dots (1)$$

m個の点光源から構成されているオブジェクトから放射されるオブジェクト光 w_O は、ホログラム面上では各々の点光源からのオブジェクト光の総和となり、式(2)で表すことができる。

$$w_O = \sum_{j=0}^m \frac{a_{Oj}}{r_{jk}} \exp\left\{i\left(\frac{2\pi}{\lambda}r_{jk} + \phi_{Oj}\right)\right\} \quad \dots (2)$$

$$r_{jk} = \sqrt{(x_j - x_k)^2 + (y_j - y_k)^2 + z^2} \quad \dots (3)$$

ここで、 a_{Oj} : j番目のオブジェクト光の振幅、 r_{jk} : j番目のオブジェクト点とk番目のホログラム点間の距離、 ϕ_{Oj} : j番目のオブジェクト光の初期位相、 λ : 波長、 x_j, y_j : j番目のオブジェクト点の座標、 x_k, y_k : k番目のホログラム点の座標、 z : オブジェクト面とホログラム面のz方向の距離、である。さらに詳しくは、下記の通りである。

$$m = m_x m_y, \quad n = n_x n_y$$

$$j = j_x + m_x j_y, \quad k = k_x + n_x k_y$$

$$x_j = \Delta x_O \cdot j_x, \quad y_j = \Delta y_O \cdot j_y$$

$$x_k = \Delta x_H \cdot k_x, \quad y_k = \Delta y_H \cdot k_y$$

ここで、 m : オブジェクトの標本点数、 j : オブジェクトの標本点番号、 n : ホログラムの標本点数、 k : ホログラムの標本点番号、 Δx_O : オブジェクトの標本化間隔、 Δx_H : ホログラムの標本化間隔、サフィックスの x, y はそれぞれx方向とy方向、を意味する。

参照光 w_R は、off axisとするために、平面波としてy方向に θ 傾いた方向から入射させる。

$$w_R = a_R \exp\left(i\frac{2\pi}{\lambda}y_k \sin\theta\right) \quad \dots (4)$$

ここで、 a_R : 参照光の振幅、である。

オブジェクト光と参照光を干渉させて、その干渉縞をホログラムに記録する。ホログラムの記録に使用するフィルムは、光波の波面を直接記録できるわけではなく、オブジェクト光と参照光を干渉させて、その干渉波の振幅の2乗の時間平均の強度 $h(x,y)$ が記録される。

$$\begin{aligned} h(x,y) &= |w_O + w_R|^2 \\ &= \left| \text{Re}(w_O) + \text{Re}(w_R) + i\{\text{Im}(w_O) + \text{Im}(w_R)\} \right|^2 \\ &= |w_O|^2 + |w_R|^2 + 2\text{Re}(w_O w_R^*) \end{aligned} \quad \dots (5)$$

$\text{Re}(\cdot)$ は実部、 $\text{Im}(\cdot)$ は虚部を意味する。 w_R^* は w_R の共役である。

式(5)の第1項と第2項は、直流成分であり、像の再生には無効であり、ホログラム記録材料のダイナミックレンジを無駄にするので省略する^{7, 8)}。

ホログラム面の干渉波の強度 $h(x,y)$ を標本化して $h(k)$ で表すと、式(6)になる。

$$\begin{aligned} h(k) &= \text{Re}(w_O w_R^*) \\ &= \text{Re}\left\{ \left[\sum_{j=0}^m \frac{a_{Oj}}{r_{jk}} \exp\left\{i\left(\frac{2\pi}{\lambda}r_{jk} + \phi_{Oj}\right)\right\} \right] a_R \exp\left(-i\frac{2\pi}{\lambda}y_k \sin\theta\right) \right\} \\ &= a_R \sum_{j=0}^m d_{jk} a_{Oj} \end{aligned} \quad \dots (6)$$

ただし、 d_{jk} は位相項で、

$$d_{jk} = \frac{\cos\left(\frac{2\pi}{\lambda}(r_{jk} - y_k \sin \theta) + \phi_{Oj}\right)}{r_{jk}} \quad \dots (7)$$

である。

式(6)をみると、オブジェクトの振幅 A_{Oj} と位相項 d_{jk} は積和される形式であり、式(8)に示したように行列表現できる。

$$\begin{pmatrix} h_0 \\ h_1 \\ \vdots \\ h_{n-1} \\ h_n \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d_{(0,0)} & d_{(0,1)} & \dots & d_{(0,m-1)} & d_{(0,m)} \\ d_{(1,0)} & d_{(1,1)} & \dots & d_{(1,m-1)} & d_{(1,m)} \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & \vdots \\ d_{(n-1,0)} & d_{(n-1,1)} & \dots & d_{(n-1,m-1)} & d_{(n-1,m)} \\ d_{(n,0)} & d_{(n,1)} & \dots & d_{(n,m-1)} & d_{(n,m)} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_{O(0)} \\ a_{O(1)} \\ \vdots \\ a_{O(m-1)} \\ a_{O(m)} \end{pmatrix} \quad \dots (8)$$

$$h = D a \quad \dots (9)$$

ただし、ただし、 a_R は参照光の振幅であり、一定であるので省略した。 h は、ホログラム・ベクトルであり、要素数が n 個の縦ベクトルである。 D は位相行列であり、行数が n で列数が m の長方形行列である。これは、オブジェクトを置く標本空間とホログラムの位置関係を決めれば、オブジェクトの形状とは独立に、あらかじめ計算することができる。 a は、物体ベクトルであり、要素数が n 個の縦ベクトルである。

2-2 ホログラムの計算

図2に本研究で行う実験フローを示す。破線で囲まれた部分は、計算機で実行するソフトウェア部分である。

はじめにオブジェクトのデザインを行う(図3)。ホログラムをレーザーで照射した時に、最終的に、特定の深さの平面に、このパターンで集光させることが目的である。画像ソフトウェアで画像データを作成し、次にその画像データを、各要素が4バイトのオブジェクト・ベクトル・データへ変換した。

一方、位相行列は、オブジェクトとホログラムの位置関係で決定されるので、あらかじめ計算しておくことができる。計算パラメータは、オブジェクト標本点数： $m=16 \times 16=256$ 、ホログラム標本点数： $n=1280 \times 1024=1,310,720$ 、オブジェクト標本化間隔： $500 \mu\text{m}$ 、ホログラム標本化間隔： $6.25 \mu\text{m}$ 、参照光角度： $\theta=7.8e^{-3}[\text{rad}]$ 、波長： $\lambda=0.6328 \mu\text{m}$ 、オブジェクト面とホログラム面の距離： $z=256\text{mm}$ と 300mm の2層、である。

オブジェクトデータから発生する球面波の初期位相は、オブジェクトの標本点毎にランダムにした。これは、スペックルによる不要な干渉の悪影響を最小限にするためである。

また、プログラムの汎用性を考えてC言語で開発する

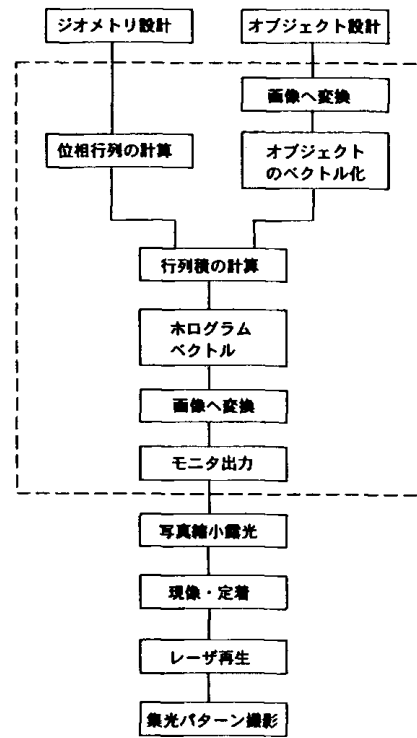
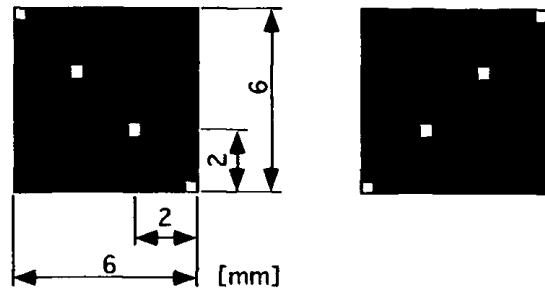


図2 実験のフローチャート
破線部は計算機で実行する。



(a) (b)
図3 オブジェクトのパターン
白い部分に各焦点距離 d で集光される。
(a) $d=256 \text{ mm}$, (b) $d=300 \text{ mm}$

ため、行列データがファイルに書き込まれる順序は、行が最初である。さらに、実装メモリの関係から、一度にメインメモリに全データを読み込んで計算するのが不可能であり、分割して計算する必要がある。また、物体点数を増大させた場合、初期位相の保存にメモリーを消費する。このような理由により、位相行列 D は転値した D^T の形式で保存することにした。

次に、転値した位相行列とオブジェクト・ベクトルの行列積を計算した。

計算は、PC(Pentium II 266MHz, メモリー512MB, HDD 8GB, WindowsNT4.0)で実行した。

2-3 ホログラムの記録方法

図4にホログラムの記録方法を示す。計算で求められ

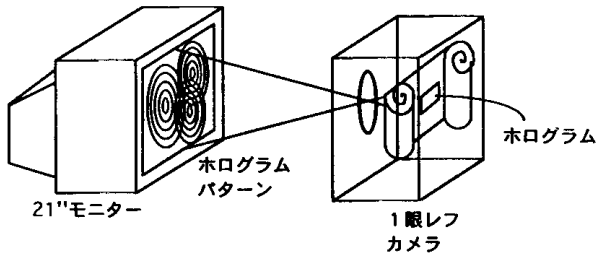


図4 ホログラムの記録方法

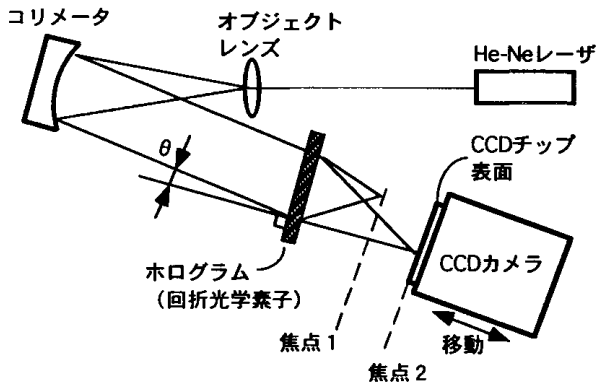


図5 ホログラムの再生方法

たホログラムパターンを、21インチの大型モニターに表示した。モニタの解像度は、ホログラム標本点数と同じ1280×1024画素である。一眼レフカメラで、モニターとの距離を調節して、フィルム上で8×6mmになるようにして、モニタに表示されたホログラムを撮影した。ホログラム標本化間隔は6.25 μmなので、縦横1280×1024画素を掛けると、8×6mmになる。フィルムは、富士写真フィルム製のMiniCopyFilm HR II (ISO-ASA 6)を使用した。

2-4 ホログラムの再生方法

図5にホログラムの再生方法を示す。光源にはHe-Neレーザを使用した。再生光は、対物レンズ(20倍)で拡大して、凹面鏡によりコリメートして、平面波でホログラムを再生した。ホログラムを透過して結像した実像を、レンズを取り外したCCDカメラのCCDチップ(1/2インチ、画素数682(H)×492(V))で直接観察した。

各光学エレメントを配置し、不要な振動を吸収するために、砂箱をタイヤチューブの上に乗せた光学ベンチ(サイズ1000×2000×400mm)を製作した。

3 実験結果及び考察

3-1 計算によるホログラムパターン

上記の条件での位相行列のサイズは、ホログラムの1画素あたり4byteの精度としたので、4byte×2層×m×n=2.5GBとなった。転値した位相行列 D^T を、計算する

ときの実行時間は、PCで62minであった。

次に、転値した位相行列 D^T とオブジェクト・ベクトル a の行列積を計算した。実行時間は60minであった。行列の形式にしたので、オブジェクトとホログラムの標本点の位置関係に変化がない限り、位相行列はどのようなオブジェクトに対しても共通に使用することができる。

ホログラムベクトルを画像化したホログラムパターンの例を図6、図7に示す。図6は、焦点距離が256mmで、1点に集光させる場合のホログラムパターンである。同心円状のフレネルパターンが生成されていることがわかる。参照光角度は、 $\theta=7.8e-3[\text{rad}]$ 傾けたので、off axisとなっている。ホログラム標本点数は、 $n=1280 \times 1024=1,310,720$ である。濃度は256階調であり、同じ濃度の部分が同一位相である。

図7は、図3のオブジェクトを記録したものであり、焦点距離が256mmと300mmのところ、それぞれ4点、合計8点の焦点を結ぶためのホログラムパターンである。これらのホログラムパターンは、実サイズは8mm×6mmであり、これを21インチモニターに表示したので、撮影時の拡大率は約50倍である。

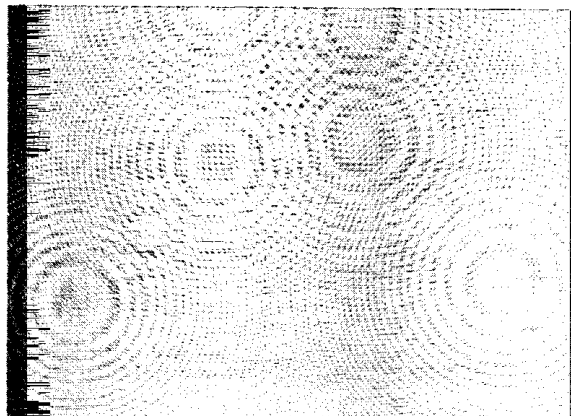
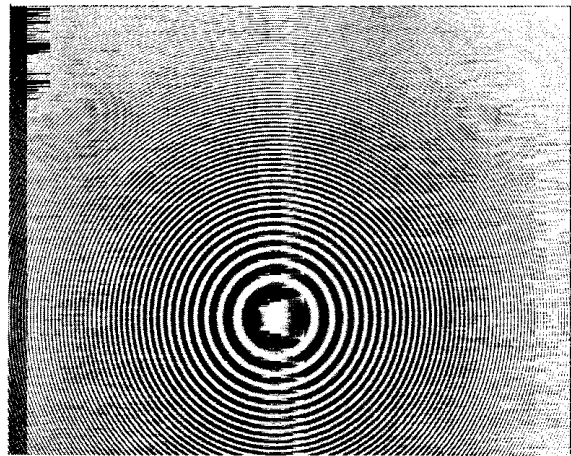


図7 ホログラムパターン 2つの焦点距離(256, 300mm)に各4点、合計8点に集光する

3-2 回折光学素子

回折光学素子は、35mm高解像銀塩フィルムに記録し、現像・定着処理を施して、それをスライドプレートに挟み込んで固定した。回折光学素子となっているホログラムの有効面積は、8mm×6mmである。有効面積以外の場所を透過する0次光をできるだけ遮光するために、8mm×6mmの開口を持つ窓を取り付けた。

このホログラムは、干渉縞を銀の析出した濃度分布として表しているの、振幅ホログラムとなっている。

3-3 結像

図8に結像結果を示す。CCDチップのサイズが像全体よりも小さいので、各焦点距離で4点ある焦点のうち、下側の3点のみを示す。図8(a)は焦点距離256mm、図8(b)は焦点距離300mmである。矢印の先の輝点が焦点であり、下側3/4程度の全体的に明るく見えている領域は、窓を通り抜けてきた0次光である。

焦点距離が256mmの時(図8(a))は、焦点距離が256mmのオブジェクト(図3(a))に対応した像となり、300mmのオブジェクト(図3(b))に対応した像は、分散されて焦点を結んでいない。焦点距離が300mmの場合は、その反対となっている。

このように、本実験により複数の焦点距離で焦点を持

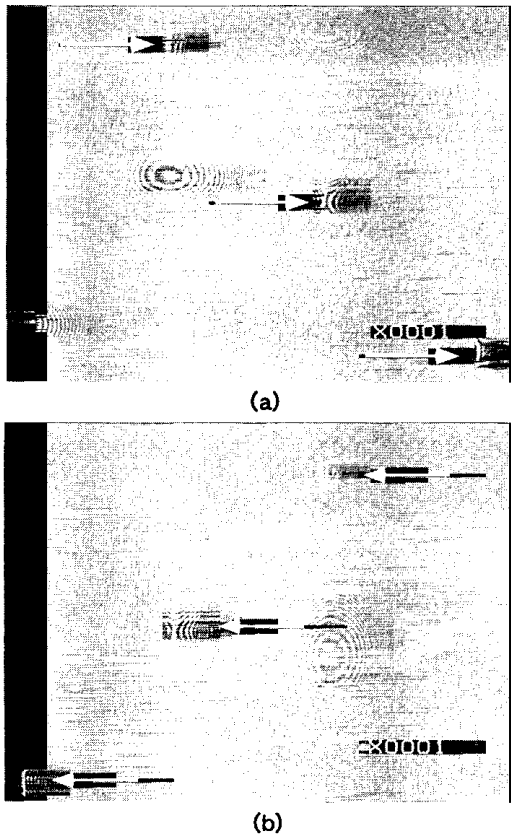


図8 ホログラムの再生結果 (a) 焦点距離256mm, (b) 300mm

つ回折光学素子を設計できることを確認できた。

焦点の数を多くすると、各焦点へ光が分配されるので、各焦点の輝度は低下した。また、輝点の位置が0次光の中心から遠くなるほど、輝度が低下した。これは、ホログラムの標本化間隔が波長の10倍程度もあるので、回折効率が不十分で、大きな角度で回折することができないためと思われる。

今まで示した結果は、実像をCCDチップで撮影したものであるが、レーザのパワーをNDフィルターにより、十分に減衰させて、ホログラムを透過した光を直接肉眼で観察することにより、虚像の観察も行った。ホログラムが8×6mmと小さいため、両眼での観察はできないが、単眼で観察位置を変えることによる視差効果を利用して観察した。

観察位置を変えることによる、オブジェクトの移動の度合いを比較すると、手前にある256mmの像の方が、奥にある300mmの像よりも、移動距離が大きく、自然な立体感を感じながら観察できた。フレネルタイプのホログラムなので、上下方向の立体感も有していた。

4 結 言

計算機ホログラムの演算を、位相行列とオブジェクトベクトルとの行列積の形式になるように定式化した。そして、任意の形状のオブジェクトから発せられる波面をホログラムに変換するソフトウェアを開発した。本計算方法は、行列積の形式となるので、各ベクトル毎に独立・並列の演算が可能であり、演算自体も積と和の累算だけでよい。このため、ハードウェアによる高速計算に好都合である。

また、計算で求めたホログラムパターンを、フィルムに写真縮小法で記録して、異なる焦点距離で多数点に同時に集光できる回折光学素子を試作した。He-Neレーザでホログラムを再生し、設計通りにホログラムが回折光学素子として機能していることを確認した。しかし、本研究で試作したフィルム撮影による回折光学素子は、波長に対して精細度が不足しているため、短い焦点距離の実現は困難である。本理論の検証用には十分であるが、実用的な素子として使用するには現実的ではない。実用的な回折光学素子を製作するには、マイクロ・リソグラフィや、マイクロマシン技術の導入が必要である。

また、虚像を肉眼で観察し、立体像の再生を確認できた。本研究で行った計算手法は、将来の計算機の発展とマイクロマシン技術の発展により、相乗的に可能性が広がるものであり、大きなサイズのホログラムが作製できるようになると、たとえば3次元テレビなどへの応用が期待できる。

今後は、行列表現できることを利用して、他の画像処理を組み込んだホログラムへの変換方法を検討していき

たい。

本研究を進めるに当り、ホログラムに関して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、数値計算に関して指導して頂いた岩手大学工学部の田山典男教授に厚く御礼申し上げます。

文 献

- 1) 応用物理学会・日本光学会編：微小光学の物理的基礎，朝倉書店(1991).
- 2) 久保田敏弘：ホログラフィ入門，朝倉書店(1995).
- 3) 鈴木正根：実践ホログラフィ技術，オプトロニクス社(1993).
- 4) 辻内順平：ホログラフィー，丸善(1993).
- 5) H. Ishiguro et al., "A Laser-Detector-Hologram Unit with IV Amplifiers and Built-in Micro-Mirror," ISSCC Digest of Technical Papers, 330-331(1996).
- 6) SHARP, Semiconductor Data Book 半導体レーザ編, 54-80(1995).
- 7) 吉川浩, 佐々木建光：動画ホログラフィの情報低減，画像電子学会誌，22，329-336(1993).
- 8) M. Lucente, "Interactive computation of holograms using a look-up table", Journal of Electronic Imaging, 2, 28-34(1993).

マイクロ波を利用した誘電率測定による エチレングリコール濃度の測定

熊谷 隆美*

市販の接触型誘電率測定プローブを使用したネットワークアナライザーで、エチレングリコール水溶液の誘電率を測定したところ、濃度と誘電率の間に相関があることがわかった。

キーワード：マイクロ波、誘電率、濃度

Concentration Measurement of Ethyleneglycol by Dielectric Constant Measurement Using Microwave

KUMAGAI Takami

In this paper, it is described that the correlation was observed between the concentration and dielectric constant of a water solution of ethyleneglycol by means of making the measurement of dielectric constant using network analyzer with the contact-type microwave probe.

key words : microwave, dielectric constant, concentration

1 緒 言

近年果実の糖度分析などに非接触分析として近赤外線を利用する方法が実用化されている。しかし赤外線到達深度は約10mmであり¹⁾、果皮の厚いメロン等には活用が困難である。一方、ネルソンらはマイクロ波利用による桃の糖度測定を接触型誘電率測定で検討している²⁾。マイクロ波は近赤外線に比べ長波長であり、厚い果皮等の果実も透過でき、近赤外線法の欠点を補える方法と考える。また、マイクロ波による誘電率は接触型及び非接触型プローブにより測定される。本報ではマイクロ波による果実の糖度分析法確立のため、市販の接触型誘電率測定プローブを用いて誘電率測定による水溶液濃度測定の可能性について検討した。接触型誘電率測定プローブの測定精度評価も兼ねるため、測定試料として誘電率が既知であるエチレングリコールを用いた。その結果、誘電率から算出される誘電正接とエチレングリコール濃度には0.995~0.999の高い相関が得られた。以下にその概要を説明する。

2 実験方法

2-1 原理

一般に、物質の誘電率は周波数特性をもち、以下のよう複素誘電率 ϵ^* で表される。

$$\epsilon^* = \epsilon' - j \epsilon'' \quad (1)$$

ここで実部 ϵ' は誘電率、虚部 ϵ'' は誘電損率、 j は虚数単位である³⁾。

また、誘電率 ϵ' と誘電損率 ϵ'' の間には以下の関係がある。

$$\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon' \quad (2)$$

ここで、 δ は損失角と呼ばれ、また $\tan \delta$ のことは誘電正接と呼ばれている³⁾。なお、誘電正接はコンデンサーの性能の尺度を表す誘電正接と同じである。

よって、式(2)を用いて式(1)は以下のように表される。

$$\epsilon^* = \epsilon' (1 - j \tan \delta) \quad (3)$$

* 電子機械部

次に、今回使用した接触型誘電率測定プローブの原理について説明する。図1に示すような同軸ケーブルの中心導体先端部を長さLだけ露出したような形状のモノポールアンテナの入力インピーダンス $Z(\omega, \epsilon_0)$ は、Lが波長 λ に比較して十分短くしかもaより大きいとして、自由空間では式(4)のように表される⁴⁾。

$$Z(\omega, \epsilon_0) = A\omega^2 + \frac{1}{j\omega C} \quad (4)$$

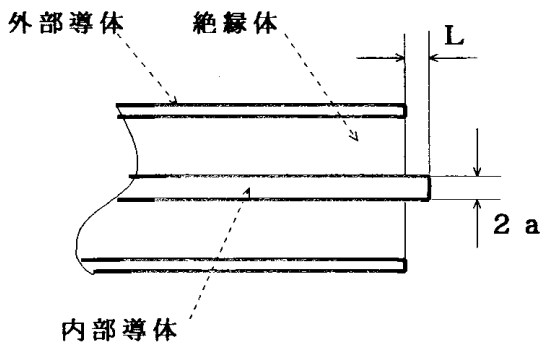


図1 モノポールアンテナの構造

ここで、 ω は角周波数($=2\pi f$)、 ϵ_0 は真空中の誘電率であり、AとCはアンテナ形状から定まる形状係数である。

次に、さらにLを短くしていくと式(4)の第1項は第2項に比較して十分小さくなり式(5)のように表される⁴⁾。

$$Z(\omega, \epsilon_0) = \frac{1}{j\omega C} \quad (5)$$

さて、このアンテナが複素誘電率 ϵ^* の媒質中に置かれたときの入力インピーダンス $Z(\omega, \epsilon^*)$ は式(6)のように表される⁴⁾。

$$Z(\omega, \epsilon^*) = \frac{1}{j\omega C \epsilon r' (1 - j \tan \delta)} \quad (6)$$

ここで、 $\epsilon r'$ は ϵ' を ϵ_0 で割ったもの($\epsilon r' = \epsilon' / \epsilon_0$)であり比誘電率と呼ばれている。同様に $\epsilon r'' (= \epsilon'' / \epsilon_0)$ を比誘電損率と呼ばれている。

以上のことより、式(6)においてCの値が既知であれば、入力インピーダンスの実部と虚部をネットワーク

アナライザーで測定することにより、 $\epsilon r'$ と $\tan \delta$ が計算できる。さらに $\epsilon r'$ と $\tan \delta$ がわかれば、式(2)の関係は $\epsilon r'$ と $\epsilon r''$ にも当てはまるため、 $\epsilon r''$ も計算できる。

2-2 誘電率測定方法

測定に使用したエチレングリコール溶液の濃度は、100, 80, 60, 40, 20% (容量%)である。その他に誘電率測定プローブの校正も兼ね純水も測定した。測定周波数は0.3~3GHzとし、測定項目は比誘電率と比誘電損率である。エチレングリコール溶液の濃度と測定周波数により、比誘電率と比誘電損率がどのように変化するか調べた。実験に使用した機器および試料は表1のとおりである。また、実験装置の概略を図2に示す。

表1 実験に使用した機器、試料

項目	内容
誘電率測定プローブ	HP 85070B
ネットワークアナライザー	HP 8719D
測定周波数	0.3~3GHz
測定試料	純水 エチレングリコール水溶液 (濃度は、100, 80, 60, 40, 20%)

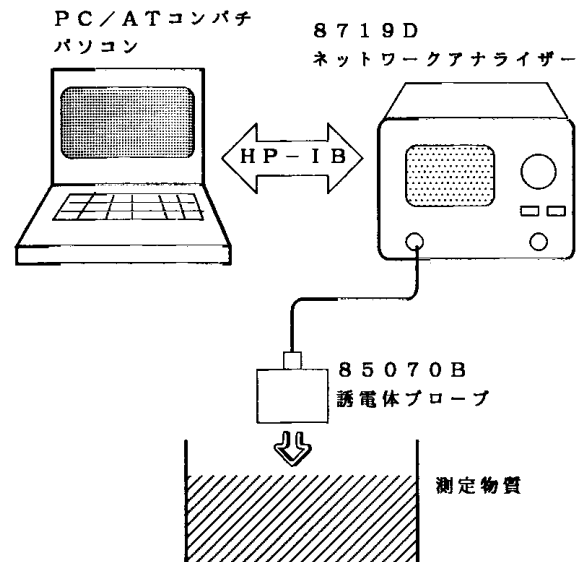


図2 実験装置の概略

3 実験結果

図3に比誘電率の測定結果を、図4に比誘電損率の測

マイクロ波を利用した誘電率測定によるエチレングリコール濃度の測定

定結果を示す。なお、グラフの凡例のEGはエチレングリコールの略である。図3より、周波数が高くなるにしたがい比誘電率が低下すること、エチレングリコール溶液の濃度が高くなるにしたがい比誘電率が低下することがわかる。また、図4より周波数が高くなるにしたがい比誘電損率が上昇すること、エチレングリコール溶液の濃度が高くなるにしたがい比誘電損率が上昇することがわかる。ただし、100%濃度のエチレングリコールでは、1.5GHz付近から比誘電損率がふたたび低下している。なお比誘電率の測定結果において、2.7GHz付近で測定値が小さくなるのは、測定に使用したネットワークアナライザの状態が完調ではなかったためと考えられる。

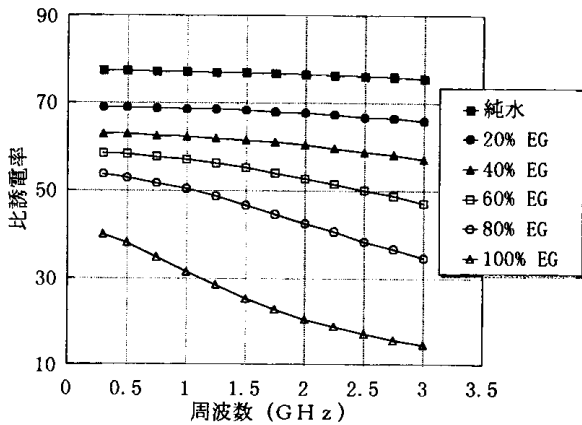


図3 比誘電率の周波数特性

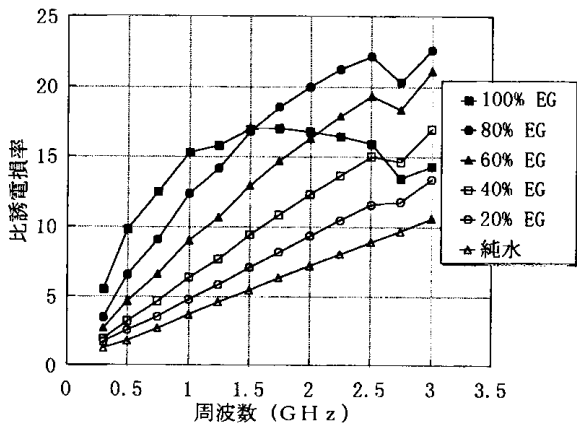


図4 比誘電損率の周波数特性

4 考 察

4-1 接触型誘電率測定プローブの精度

純水と100%濃度のエチレングリコール溶液で、85070B型誘電率測定プローブの精度を比誘電率により評

価してみた。結果を表2に示す。測定に使用したネットワークアナライザの測定周波数範囲の問題もあり、周波数が同一ではないため正確な比較はできない。しかし図3より純水の場合、周波数により比誘電率がほとんど変化しないことを考慮すると精度は高いといえる。

表2 85070B型誘電率測定プローブの精度(比誘電率)

項目 試料	実験結果 (0.3GHz, 28℃)	既存値 (0.1GHz, 25℃)	誤差 (%)
純水	77.2	78.0 ⁴⁾	1.0
エチレングリコール	39.9	41.0 ⁵⁾	2.7

4-2 誘電率と濃度の相関

図3と図4の結果より式(2)を用いて誘電正接を計算した。結果を図5に示す。図5より、20~80%濃度のエチレングリコール溶液では、濃度が高くなるにしたがい誘電正接の値が指数関数的に増加していることがわかる。そこで周波数をパラメーターとして誘電正接の対数値とエチレングリコール溶液濃度の相関を取ってみた。結果を図6に示す。図6より良い相関が得られていることがわかる。相関係数を計算したところ0.995~0.999の範囲にあり、エチレングリコール溶液では誘電正接を測定することにより、濃度を推定することが可能である。

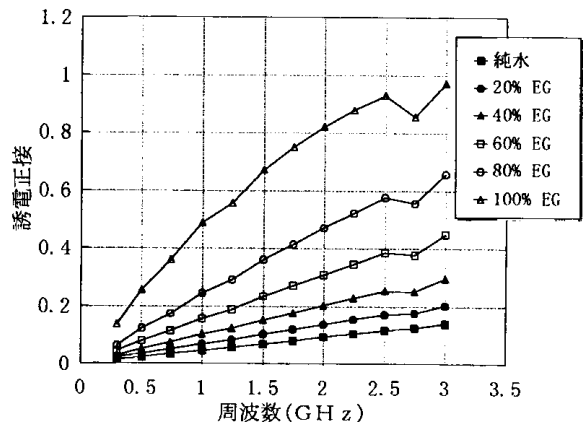


図5 誘電正接の周波数特性

5 結 語

今回の実験から、エチレングリコール溶液の濃度と誘電正接の対数値間には直線性の高い相関があり、誘電正接を測定することにより、エチレングリコール溶液の濃

度を推定することが可能であることがわかった。

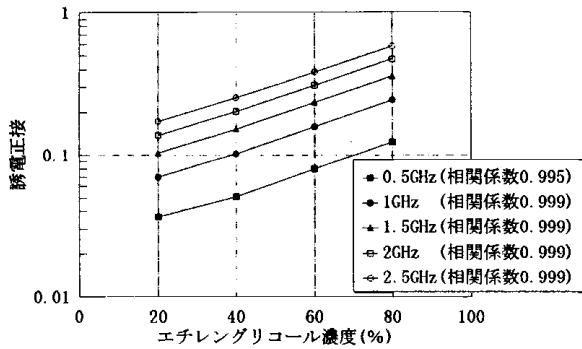


図6 エチレングリコール溶液濃度と誘電正接の相関

今後はショ糖や果糖などの水溶液濃度と誘電率の相関の関係、マイクロ波を用いた非破壊・非接触による誘電率測定方法の果実の糖度測定への応用について検討する予定である。

なお、本内容は中小企業大学校の6ヶ月研修中に電子技術総合研究所にて実習した内容である。また実習に当たり、ご指導戴いた電子技術総合研究所 光技術部 小見山 耕司主任研究官、古屋 克己通商産業技官に感謝致します。

文 献

- 1) 中村 隆一、本木 征治：“近赤外分光法によるトマトの内部品質の測定法” 研究成果情報 北海道農業 VOL. 1995 pp.216 (1996)
- 2) Stuart O. Nelson, W. Roy Forbus, Jr., Kurt C. Lawrence: “Assessment of Microwave Permittivity for Detecting Fruit Maturity” Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 347 pp. 279-280 (1994)
- 3) “85070B 誘電体プローブ・キット ユーザーマニュアル” ソフトウェアリファレンス 8-7
- 4) 宮川 道夫：“微小同軸プローブによる組織誘電特性の測定法” 電子情報通信学会論文誌 D VOL, J71-D No, 11 pp. 2451 (1988-11)
- 5) 工藤 雄一, 井上 浩：“100MHz帯における水の複素誘電率と伝搬定数” 電気学会研究会資料 計測研究会 IM-97-27 pp. 36 (1997)
- 6) 工藤 雄一, 井上 浩：“VHF帯の液体の誘電率の簡易計測” 電気学会研究会資料 計測研究会 IM-96-35 pp. 43 (1996)

プラスチックによる射出成形用モールドの開発*

町田 俊一**、小林正信**、米倉勇雄***
小向隆志****、鈴木一孝****

本県の鉄鉄鋳物業界にロストワックス鋳造法による精密鋳造技術を導入し、市場の拡大を図るため、ワックス原型を従来の方法に比べて迅速、かつ低廉に製作する技術開発を行った。

開発内容はワックス原型を作成するために用いられているアルミ合金製の金型（モールド）と同等性能の簡易金型を光造形法を用いて樹脂で製作する技術で、複雑形状を有する高精度のモールドを簡便に製作することが可能になった。

キーワード：製作技術、光造形、ロストワックス鋳造、射出成形モールド

Development of Injection Mold Based on Plastics

MACHIDA Toshikazu, KOBAYASHI Masanobu, YONEKURA Isao
KOMUKAI Takashi and SUZUKI Kazunori

To expand a market, by introduction a minute casting technology using lost-wax casting for the foundries in Iwate prefecture, we developed the technology to produce wax model in swiftness and cheapness compared with a current method. The technique developed by this research is to produce a substitute mold for wax model, which has equal performance to the mold by aluminum alloy, by a plastic using stereo lithography molding method.

By this technique, it became possible to produce mold of complicated form with short time easily.

Key Words : Product techniques, Stereo lithography, Lost-wax casting, Injection mold

1 結 言

水沢地域の鉄鉄鋳物製造業では、製品の高付加価値化と新規製品による新分野進出が課題になっているが、通常の砂型鋳造では製品の形状が制限され、表面も粗く、肉厚も3mm以上必要になり、比較的単純な形状で精度の低い製品しか生産できないため、高精度化、軽量化、複雑形状製品等の市場ニーズに対応できないでいる。これらのニーズに対応する一つの方法として、ロストワックス精密鋳造技術の導入が考えられる。ロストワックス鋳造では高精度な精密機械部品や各種金型等の製作が可能になり、従来品の付加価値の向上も図れるが、ワックス成形用金型（以下モールド）の加工コストが高く、加工時間も必要なことから導入が進んでいない。また、現在の切削・放電加工によるモールド作成は製品形状に制約があり、本来は自由な形状を鋳造できるロストワックス鋳造法の長所を生かし切れないでいる。本研究では製品の高付加価値化と新分野進出、新製品開発を促進することを目的に、従来は金属の切削加工により作成されていたワックス原型の射出成形モールドをプラスチックを用いて廉価にかつ短時間で作成する技術開発を行った。

2 研究の目的

現在ロストワックス鋳に使用されているワックス原形作成金型はアルミ合金を切削加工または放電加工して製作しているが、加工に時間がかかり、コストも高い。本研究では、複雑な形状のワックス原形作成用モールドを光造形法により、簡便かつ迅速に作成するための技術開発を目的としている。開発するプラスチック製のモールドは通常使用されている金型用の射出成形装置で使用できるものでなければならず、そのためには以下の項目の開発が必要であった。

2-1 射出成形機での利用に耐える強度の確保

ワックスの射出成形では通常、型締め圧で6 t/cm²前後の圧力が金型にかかり、同時にワックスの射出成形圧も30 kg/cm²前後である。この両者の圧力で、モールドが破損したり、変形しないことが大きな条件となる。また、現在のロストワックス製品のロットは1ロットあたり500個程度が最もポピュラーであるが、反復生産を考慮して1万回程度の射出耐久性も必要であると考えた。

2-2 モールドの耐熱性、ワックスの離型性の向上

通常の作業においては射出作業のサイクルは3分間隔

* 特定中小企業集積支援技術開発事業、** 木工特産部、*** 金属材料部、**** 化学部

程度で行われており、この時間でワックスが硬化することが必要になる。このため、モールドには熱伝導性の良いアルミ合金が使用されているが、今回開発するプラスチック製のモールドも同様の冷却効果が必要になる。

2-3 面の平滑度

センターに設置されている光造形装置（シーメット社製GH-400SP）による物体の作成は複雑形状物体を迅速に作成できる一方、技法上の制約として積層される樹脂層の間に層の厚み分（通常は0.1mm）の段差を生じる。

物体の作成方向が垂直に近ければ段差の形状に及ぼす影響は問題とならないが、作成方向が水平に近い場合は影響が大きくなり、何らかの方法でこの段差による影響を改善することが必要である。

2-4 耐摩耗性の向上による耐久性の確保

ワックスと樹脂は成分が似ており、密着性が良く、離型性がアルミに比べて悪い。同時に樹脂は金属等と比べると硬度がかなり低く、型の表面に傷が付き易い。そのままではアルミ製のモールドに比べて摩耗が激しいため金属のメッキ等により表面硬度を向上し、離型性を向上させる必要がある。以上の事項を中心に検討を実施した

3 方法

上述の開発項目に従い、下記の項目の検討を行った。

- (1) 試験用モールドの設計と製作
- (2) 予備射出実験による樹脂強度の確認
- (3) プラスチック表面へのメッキ処理の検討
- (4) 光造形で生じる表面段差改善の検討
- (5) モールドの強度向上の検討
- (6) モールドの耐熱性向上の検討
- (7) 試作モールドによる射出・鑄造試験

以下、各項目の検討方法、結果の詳細を記す。

3-1 試験用モールドの設計と製作

樹脂モールドはセンター保有のCADシステム（Alias）により作成した。今回は図1に示すように試験用形状として、表面段差の現れやすい曲面と平面とで構成された試験片を設計した。

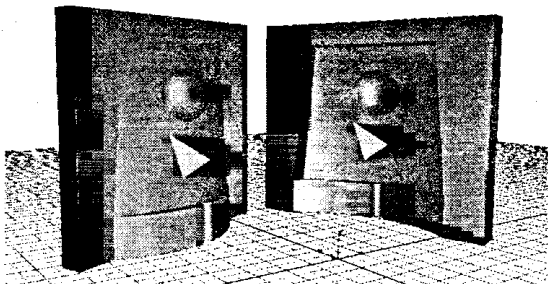


図1 CADによるサンプルの設計

3-2 予備射出実験による樹脂強度の確認

今回開発を行うプラスチック製モールドは現在ワックス原形の射出成形用に使われているアルミニウム合金製金型（以下アルミモールド）の代用を目的としている。

そこで、ワックス成形では一般的な射出成形機（株式会社東京ロストワックス工業TW-6930型）で、光硬化樹脂（アデカHS661）のみで作成したモールドによる射出試験を表1の条件で行った。まず、樹脂製モールドを射出圧で型が開かないように固定し、射出を行った。

その結果、射出の前に型締圧でモールドが破損した。

表1 射出条件

項目	条件
型締圧	6 t/cm ²
射出圧	3.2 kg/cm ²
射出速度	油圧用油吐出量 3 l/min
加圧時間	2.0 sec以上
射出サイクル	3分以内

次に、厚さ2cmの金属板で樹脂モールドの両側を補強した。その結果、型締圧による破損はなくなったが、通常射出圧（30kg/cm²）でワックス漏れが生じたため、低射出圧で射出（19kg/cm²）を行った。ワックス漏れの原因としては、モールド合わせ面の精度が確保されていないことや射出圧によるモールドの変形が考えられる。さらに、連続射出3回目には、樹脂の熱伝導率が悪いために型自体の温度が上昇し、ワックスが型内で充分硬化せず、離型しなくなった。以上のことから、光硬化樹脂だけでは射出成形装置の型締圧及び射出圧に対しての十分な強度を持っておらず、ワックスの迅速な硬化も期待できないことが確認された。

3-3 プラスチック表面へのメッキ処理の検討¹⁾

光硬化樹脂製モールドの耐久性、熱伝導性を向上するために金属による表面処理を行うことを検討した。

表面処理はメッキ、溶射等を施すことが一般的であるが、メッキは、溶射に比べ低温で型精度を維持することができる。また、メッキについては、エポキシ樹脂という絶縁材料にも析出可能な無電解メッキが最適であると考えられるが、メッキ膜を厚くするとメッキの膜応力等によりメッキ膜が剥がれ易くなるという問題がある。一方、光硬化型エポキシ樹脂のような樹脂にメッキをする場合、樹脂表面へ微細孔を形成し、その投錨効果により密着性が確保される。このためメッキ前の樹脂表面の前処理が重要になり、エッチング前処理の有機溶剤への浸漬時間、あるいは温度等により有機溶剤が光硬化エポキシ樹脂の内部まで浸透するようにした場合、クロム酸によるエッチングが容易で、より深くエッチング微細孔が

形成されることからメッキ膜を厚く形成することが可能となり、従来の手法によるメッキ膜の2倍以上の厚みを得られることが判明した。図2の処理工程で行ったメッキ処理前のエッチング処理では、ジメチルホルムアミドが光硬化エポキシ樹脂に対して最も高い膨潤、溶解作用を持ち、次工程のクロム酸エッチングを容易にし、プレエッチング液として最適である。この有機溶剤に浸漬処理すると、光硬化型エポキシ樹脂表面には全面均一で大きく、深い微細孔粗面が形成され、通常の樹脂への無電解ニッケルメッキ工程を行うだけで、密着性のよいメッキ膜が得られる。

A. 処理工程	
1)	脱脂洗浄 アセトン浸漬 (室温) 10min アルコール浸漬 (室温) 10min
2)	エッチング前処理 有機溶剤浸漬 (室温) 10min
3)	エッチング処理 クロム酸溶液 (60℃) 3min エッチング処理材; CrO ₃ 100g/l, H ₂ SO ₄ 500g/l PH ₃ PO ₄ 100g/l
4)	水洗
5)	センタインジグ SnCl ₂ 10g/l, HCl 40ml/l (室温) 1min
6)	アクチベーション PdCl ₂ 0.6g/l, HCl 15ml/l (50℃) 1min
7)	水洗
8)	無電解ニッケルメッキ (60℃) 1時間~4時間
5) 6) 繰り返し2回	

図2 表面処理工程

3-4 光造形で生じる表面段差改善の検討

光造形で作成された物体に生じる段差の解消法として段差の凸部を切削等で削除する方法と、凹部を何らかの方法で充填する方法との2種類が考えられる。凸部の切削についてはサンドブラストによる平滑化を試み、凹部の充填については粉末の充填を試みた。また、金属メッキは凹部充填では効果が得られず、表面硬度向上の観点から、メッキ単独の検討として実施した。

3-4-1 金属メッキによる段差改善

3-3で述べたように、樹脂へのメッキ方法は可能となった。写真1は開発した手法でメッキ処理したサンプルの断面顕微鏡写真である。写真1に示されるように、表面段差の形状どおりに均一にメッキ層が形成され、メッキだけの処理では樹脂表面段差の解消はできないことがわかった。

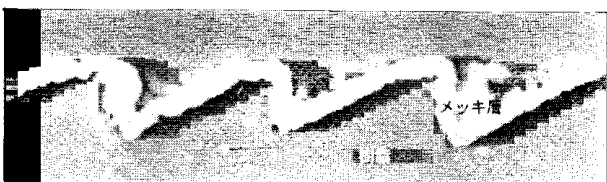


写真1 メッキ後の樹脂断面

3-4-2 サンドブラストによる段差凸部削除

サンドブラストを用いて表面の研削を行った。段差の1/3程度の大きさの粒径を持った研削材では全面均一な研削には適しないことが判明した。サンドブラスト法では、樹脂の硬度が低いために表面の凸部を研削するよりむしろ凸部を研削材が叩き潰すことによる平滑化が行われており、後加工のメッキが全く樹脂表面に密着しない結果となった。(写真2)

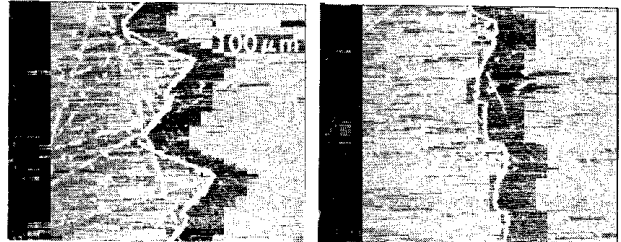


写真2 サンドブラスト処理による樹脂断面の変化

3-4-3 段差凹部への粉末充填による段差改善

次に、粉末の凹部への充填による前処理について検討した。段差を埋める方法としては、パテ等の充填も有効である。しかし、後に研磨する必要性がある充填方法の場合、複雑な曲面や研磨機の届かない部分の段差解消には適応し難い。そこで、後処理が不要な方法として、微粉末による段差解消方法を検討した。実験に使用した粉末は、酸化第二鉄及び3種類の粒径のアルミナ粉末である。粒子を固定させるバインダには光硬化樹脂がエポキシ樹脂であることから、同じ特性を持つ2液性のエポキシ樹脂を使用した。まず、特に段差が顕著に現れている面に樹脂液(バインダ)を薄く塗布した。5分程度放置すると、表面張力により凹部にのみ樹脂液が残るようになる。この状態に達してから、酸化第二鉄やアルミナ等の金属粉末を全体に十分に蒔き付ける。樹脂が多く残っている部分は毛細管現象により粉末が多く付着し、樹脂がほとんど残っていない部分は付着しない。この作業を2回繰り返すことにより凹部への粉末充填を行った。結果は写真3に示されるように、酸化第二鉄が最も厚い粉末層を形成している。

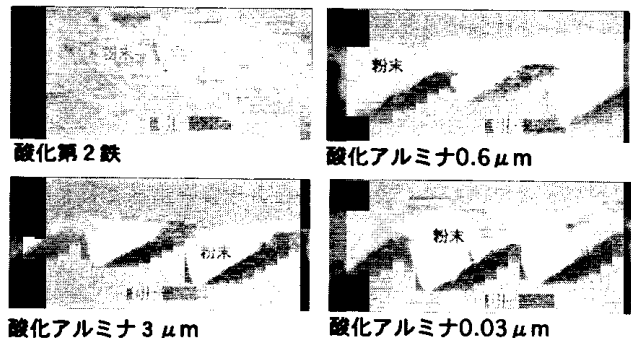


写真3 粉末充填による段差の改善

アルミナ粉末は $3\mu\text{m}$ 、 $0.6\mu\text{m}$ 、 $0.03\mu\text{m}$ と3種類の粒径のものを用いたが、細かいものほど厚い層を形成し、いずれも凹部を充填していることが確認された。酸化第2鉄粉末は、塗装に用いる顔料として作られたものを使用しており、アルミナに比較して非常に細かい粒径である。今回使用した粉末は厚みの違いが見られるものの、凹部の充填の機能は果たしていることが確認できた。

3-5 モールドの強度向上の検討

予備射出試験の結果から、プラスチック単独のモールドは強度的に使用が不可能であることが判明したので、図3に示すような金属製の外枠を設計し、制作した。金属枠は雌雄の2型割りで、単純な角形状の鉄部材をボルト締めで組んだ構造で様々な寸法の樹脂型に柔軟に対応できるようになっており、射出時にはネジで接合する。

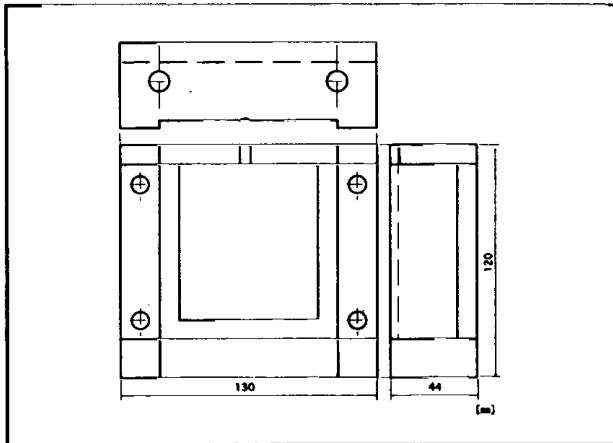


図3 金属製ケーシング概要

この枠を用いることで樹脂モールドの耐熱縮圧を考慮する必要がなくなり、より薄い形状に設計することが可能となった。また、薄くした樹脂の射出圧に対する補強と熱伝導特性の向上を図るため、熱伝導特性に優れた材料の充填によるバックアップを検討することとした。さらに、後に検討を行う冷却機構の組み込みも行える形状とした。金属枠への樹脂モールドの取り付けはネジ止めで行い上から金属版で押さえることで完全に固定した。

3-6 モールドの耐熱性向上の検討

3-6-1 バックアップ部材の検討

3-2における樹脂型の射出実験で、ワックスの冷却が重要な事項であることから、金属に比較して大幅に熱伝導率の悪い樹脂を素材に使用するためには樹脂型をできるだけ薄くすることが肝要であり、しかも外部圧力に対して強度負担をしないで済むような構造が必要となるので、薄肉化した樹脂型とケーシングとの間に熱伝導率の良いバックアップ材を充填して補強することを検討した。ケーシングと樹脂型との間隙は複雑形状になるので、バックアップ材はその空隙を均一に充填し、射出圧

に対して強度負担を行い、かつ高い熱伝導率を有するものでなければならない。また、同時に樹脂の熱変形温度は約 $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ であり、熔融金属や、硬化時に発熱反応を起こすような樹脂の使用は適切でない。さらに樹脂は硬化時に収縮するものが多く、樹脂型の変形が懸念される。以上のことから、適切な充填部材として金属粉末を使用することにした。最初は400メッシュの銅粉を充填して射出実験を行ったが、ワックスの射出中に樹脂型が破損した。これは粉末が細かいために圧力がかかったときに流動現象を生じたためであり、樹脂をバインダとして粉末を固定することにした。また、粉末が細かるとバインダとして使用する樹脂の割合が高くなり、熱伝導性に影響を及ぼす恐れがあり、鉄と同程度の熱伝導率を有する100メッシュのジルコンサンドを使用することにした。バインダに使用する樹脂はポリエステル樹脂、エポキシ樹脂双方を試したが、エポキシ樹脂の場合は混合率が低くても完全硬化し、粉末を固定できることから、低粘度エポキシ樹脂をバインダとするジルコンサンドのバックアップで良い結果が得られた。(写真4)

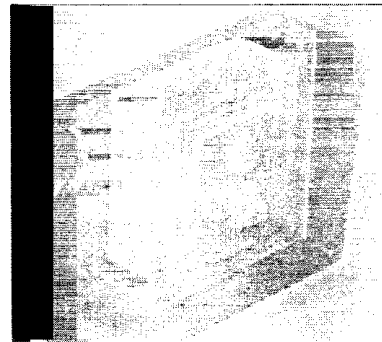


写真4 ジルコンサンドによるバックアップ

また、この部材でのバックアップによる射出成形実験では10回以上射出しても型の温度上昇は見られず、冷却効果の点でも良い結果が得られた。

3-6-2 冷却水循環機構の検討

冷却水循環機構は光造形機で写真5のような循環機構を作成したが、ジルコンサンドのバックアップで十分な結果が得られたので組み込まず試験を続行した。

ただし、ワックス原形の容積が大きな場合は、熱容量

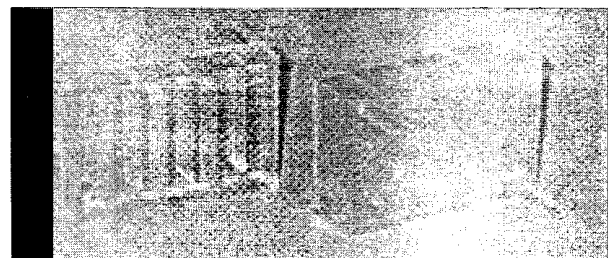


写真5 冷却水循環機構

も大きくなるので写真のような冷却機構を樹脂型になるべく近づけて設置することが必要になると思われる。

3-6-3 薄肉樹脂型の設計と試作

写真6および図4は設計した樹脂モールドの各形状と断面形状である。金属枠の使用を決定してからは、樹脂の厚さは1mmとし、応力集中や不均一な熱分散を防ぐため、全体を均一な厚さとした。バックアップ材による補強をした場合、1mmの厚さでも樹脂の変形、割れは見られなかった。各モデルの主な改良点は、ワックスの漏れにくい雌雄型の接合部分の形状である。接合面を広くした形状や嵌合を深くした形状で射出実験を行った。最終的にはNo.6のモデルで良好な結果が得られた。

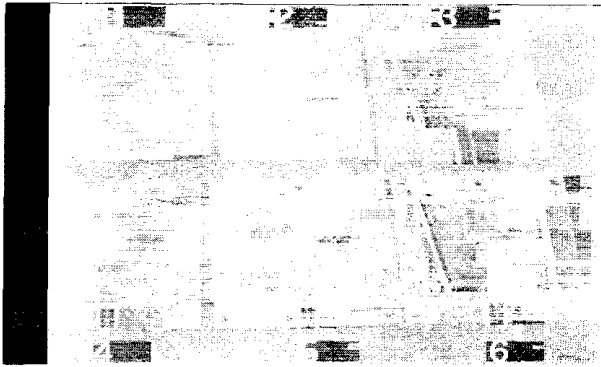


写真6 作成した薄肉樹脂型

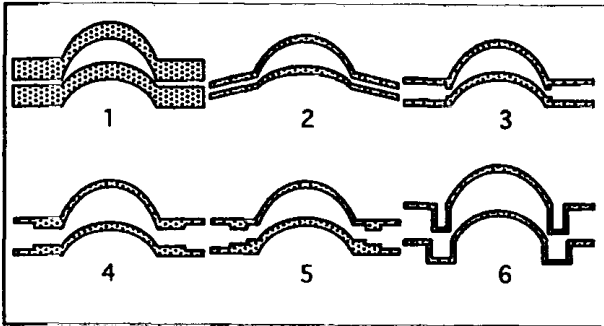


図4 樹脂型断面形状

3-7 試作モールドによる射出・鋳造試験

3-7-1 ワックスの変形防止の検討

今回は、最終的に均一で歩留まりのよい樹脂モールドの開発に成功したが、そこまでの経緯としては、かなり不良率の多いモールドもあった。表2は、射出時のワックスの漏れとひけの関係を見たものである。

表2 射出時の漏れとひけの関係

	総数	ひけ	不良率
ワックス漏れあり	20	12	60%
ワックス漏れなし	33	3	9%

これより射出したワックスの不良率に漏れの有無が関係あることが判明し、形状を改良することで、漏れのない樹脂モールドを完成することができた。また、不良が発生する他の要因についても考え、射出成形において一つのパラメータとなっている射出時間（ワックスがモールド中に一定の圧力で注入し続けられている時間）についても検討を行った。射出実験中に観察した結果、モールド内にワックスが完全に充填されるまでに必要な時間は射出が始まってから約1~2秒で十分である。しかし、実際のワックス原型の製造現場では、15~30秒の射出時間で製造している。射出時間とワックス原形精度の関係を見る一つの方法として、射出時間とワックス原形の重量の関係を実験により調べた。今回行った他の射出実験と同様の条件下（射出圧32kg/cm²、型締圧6t/cm²）で、射出時間を2~30秒（2秒間隔）の範囲で射出したワックス原形の重量を測定した（図5）。

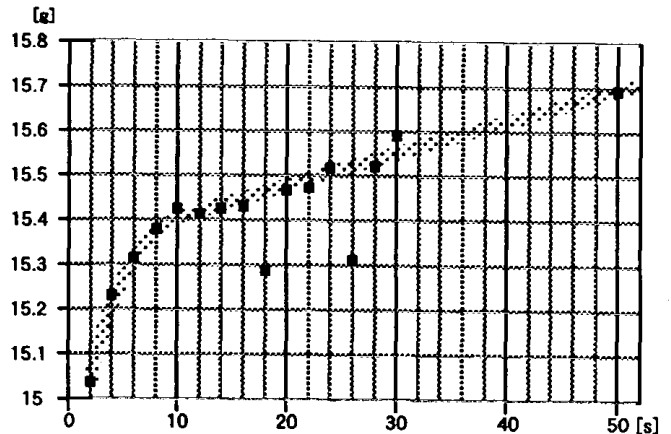


図5 加圧時間とワックス重量

実験では、2秒射出した時点ですでにワックスは完全に充填されていたが、重量を測定すると、射出時間に伴い増加する傾向が見られた。特に、2~10秒までは急激に重量が増加し、個体差が大きくなる可能性が高い。

今回の樹脂モールドの場合では、14秒前後から重量変化量は少なくなったが、50秒の時点でもワックスの重量増加傾向は続いていた。この現象は通常のアルミモールドでも同様に見られるが、実際の製造の観点からは、20秒から30秒の射出時間をとることで実用上必要な精度を得ることができ、20秒以下の射出時間ではひけ等を生じる可能性があることがわかった。

3-7-2 従来の金型との鋳造製品による比較

樹脂モールドとの比較用として、同一形状のモールドをアルミの放電加工および切削加工により制作し（写真7）、両方で射出したワックス原形の鋳造試験を行った（表3）。アルミ金型製のモデルを基準品比較した結果、アルミモールド製のモデルより多少表面の粗い部分

はあるが、全体的には製品として出荷できる水準に達していた。アルミ金型は機械加工によるものであるが、最終的な仕上げは手加工で行っている。そのために、鑄造製品表面の仕上がりも樹脂モールドよりも良くなっているが、その分加工時間も長くなっている。

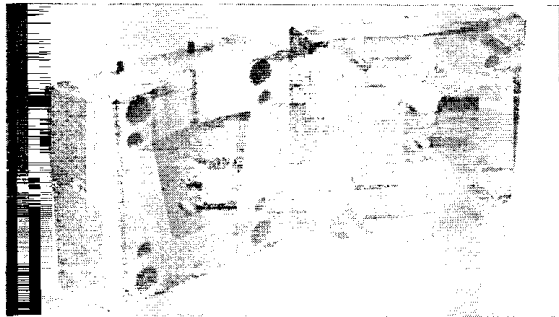


写真7 比較用アルミモールド

4 まとめ

今回の開発の項目は、強度の確保、面平滑度の改善、耐熱性の向上の3点であるが、それぞれの目標達成度は下記のとおりである。

4-1 強度の確保

目標値は、通常の射出条件で1万ショット程度の射出可能な強度であった。樹脂だけの状態で60ショットの射出実験を行った場合では、表面の変形や磨耗等の形状変化は全く見られなかった。また、メッキを施したモールドは、100ショットの射出実験でも変化は見られなかった。これらの結果から、ロストワックス鑄造における一般的なロット数である500個程度の生産については十分に実用に耐える強度を確保できたと考える。

4-2 面の平滑度

目標値は段差の凹みの深さを未処理時の1/3にすることであったが、粉末の充填により、段差が最大な45°の面についても凹みの大半を平滑化することができ、平滑

度の目標を達成した。

4-3 耐熱性の向上

目標値は、150℃までの耐熱性であった。しかし、実際の射出時のワックス温度は約65℃であり、ワックス射出成形に用いるための耐熱性は70~80℃で、今回採用したモールドの構造で、耐熱性を確保することができた。

4-4 その他

現在使用されているアルミ金型は、複雑形状に対応するため、型の割数が3以上のものも多い。このような現状を考慮すると、今回開発した雌雄型モールド以上に複雑な型形状にも対応する必要がある。この問題については、切削加工では不可能な複雑形状も作成できるという利点を持つ光造形法の活用で対応を図る予定である。

5 結 語

本研究により開発を行ったプラスチックモールドは、まだ多数割型への対応等の問題が残されているが、現在最も多く使用されている2つ割型法の場合、金型の製作時間については、本研究で製作したものはCAD入力から3日後には射出成形を行える。これは同じものをアルミ合金で製作した時の最短所要日数である15日間と比較すると大きな時間短縮になる。また、作成にかかる費用も、装置の原価償却を見込んでも、樹脂型の場合はアルミ金型の約1/3と廉価にできる。実用化については実際に幾つかの企業から、本技術の採用について打診があり、複雑形状鑄物の需要とともに普及していくことが期待できる。特に、現在では生産が不可能な、複雑形状の鑄物や小ロットで短期の納品が必要な場合、一品生産等に大きな威力を発揮できるものと考えられる。

文 献

- 1) 鈴木一孝 他 岩手工技セ研報, 4,179, (1997)

表3 鑄造実験結果

1	ワックス原形内訳	3グループ 各6個 計24個				Aグループ プラスチック型1製	Bグループ プラスチック型2製	Cグループ プラスチック型3製	Dグループ アルミ金型製
2	スラリー	初期スラリー バックアップ(ジルコンサンド)				1回 5回			
3	脱漏処理	オートクレーブ使用: 圧力 5 kg/cm ²				温度 120℃ 時間 3時間			
4	鑄造材料	SCS-13 (SUS-304)							
5	鑄湯温度	1590℃							
6	鑄造時のひげ	Aグループ		Bグループ		Cグループ		Dグループ	
		大	0	1	0	0	0	0	0
	小	1	1	1	1	1	1	1	1
	無	5	4	5	5	5	5	5	5
	表面状態	優良		優		良		良	
		大	0	0	4	5	5	5	5
小	6	6	2	1	1	1	1	1	
荒	0	0	0	0	0	0	0	0	
鑄造品の歪み	大		小		無		無		
	大	1	1	0	0	0	0	0	
小	1	2	1	1	1	1	1	1	
無	4	3	5	5	5	5	5	5	
総合評価	表面の段差がそのまま反映されている他は水準に達している		製品のひげが多く、表面状態も段差がでている		表面の荒いものが多少ある他は水準に達している		基準品		

高速フレイム溶射による鋳鉄の表面改質

高橋 幾久雄*、米倉 勇雄*、桑嶋 孝幸**

高速フレイム溶射装置を用いて、5種類の金属及びサーメット溶射で鋳鉄の表面改質を行い、耐食性と耐摩耗性を調べた。

5%濃度の塩水噴霧試験で、耐食性を評価すると、比較材の鋳鉄は12分で発錆するが、金属やサーメットを溶射すると発錆までの時間は長くなる。SUS316溶射材は53時間で発錆が認められたが、Cr₃C₂-Ni-Crサーメット溶射材は2000時間試験しても錆の発生は認められなかった。

スガ式摩耗試験機による耐摩耗性は硬さの高いCr₃C₂-Ni-CrやFe-Cr-C合金溶射皮膜の摩耗量が少なく、耐摩耗性が高いことが判明した。

キーワード：鋳鉄、溶射、耐食性、耐摩耗性

Surface modification of cast iron by flame spraying

TAKAHASHI Ikuo, YONEKURA Isao and KUWASHIMA Takayuki

5 metals and a cermet were sprayed on cast iron by a high velocity flame spraying equipment... Corrosion resistance of the coating was evaluated by emergence time of stain in 5% neutral salt spray test . Emergence time for sprayed samples were longer than the time for cast iron without coating as control. Emergence time for a SUS316 coating was 53 hrs and stain was not observed on a Cr₃C₂-Ni-Cr cermet coating which was corrosion tested for 2,000 hrs. Abrasion resistance of the coatings was evaluated by a SUGA-type abrasion tester. As weight loss on abrasion for Cr₃C₂-Ni-Cr cermet and that for Fe-Cr-C alloy coating were small, high abrasion resistance of hard coatings was clarified .

key words : cast iron, thermal spraying, corrosion resistance, abrasion resistance

1 緒 言

複雑形状品の製造を容易にし、防振性能が高いなどすぐれた特徴をもつ鋳鉄は錆びやすいという欠点をもっている。この欠点を克服するには、鋳鉄の表面改質が必要である。溶射技術はメッキや CVD、PVD など他の表面改質技術に比べて、短時間に厚膜被覆できる特徴を有している。

本研究は鋳鉄基材に金属及びサーメット溶射皮膜を形成して、耐食性向上を図ることを目的に行った。また併せて、溶射皮膜の耐熱性と耐摩耗性についても検討した。

2 実験方法

2 - 1 基材と溶射材料及び溶射方法

試供鋳鉄基材の材質は FC200、その化学組成を表 1 に示す。基材の形状寸法を図 1 に示すが、円柱形状試験片は片端面に M16 のねじ切り加工を施し、他端面に溶射して、基材と溶射皮膜の密着力測定に用いた。また板形状試験片は、溶射する面を平滑に機械加工し、その他の評価試験に用いた。これらの基材はアセトン洗浄及び #20 のアルミナグリットでブラスト処理を行い、清浄・粗面化して溶射に供した。

試供溶射材料は耐食性の高いと思われる合金 4 種類、サーメット 1 種類の計 5 種類で、その化学組成を表 2 示す。

図 2 に溶射材料粉末の X 線回折法による定性分析結果を示す。耐食性の評価に塩水噴霧試験は必須で Co 基

** 金属材料部

** 企画情報部

[研究報告]

表 1 鋳鉄基材の化学組成 (wt%)

形状	C	Si	Mn	S	P	Fe
円柱	3.33	2.13	0.74	0.095	0.054	残
板	3.63	1.97	0.41	0.084	0.074	残

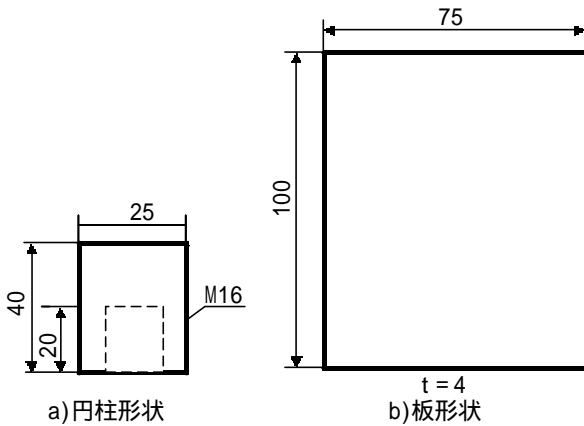


図 1 鋳鉄基材の寸法形状

表 2 溶射材料の化学組成

溶射材料	化学組成 (wt%)
SUS316	17Cr-12Ni-2.5Mo-1Si-Fe
Ni 基超合金	19Cr-18Fe-3Mo-1Co-1Ti-Ni
Cr ₃ C ₂ -Ni-Cr サ-メット	20(80Ni-20Cr)-Cr ₃ C ₂
Ni 基合金	20Cr-10W-9Mo-4Cu-1B-1C-1Fe-Ni
Fe-Cr-C 合金	64Cr-7C-Fe

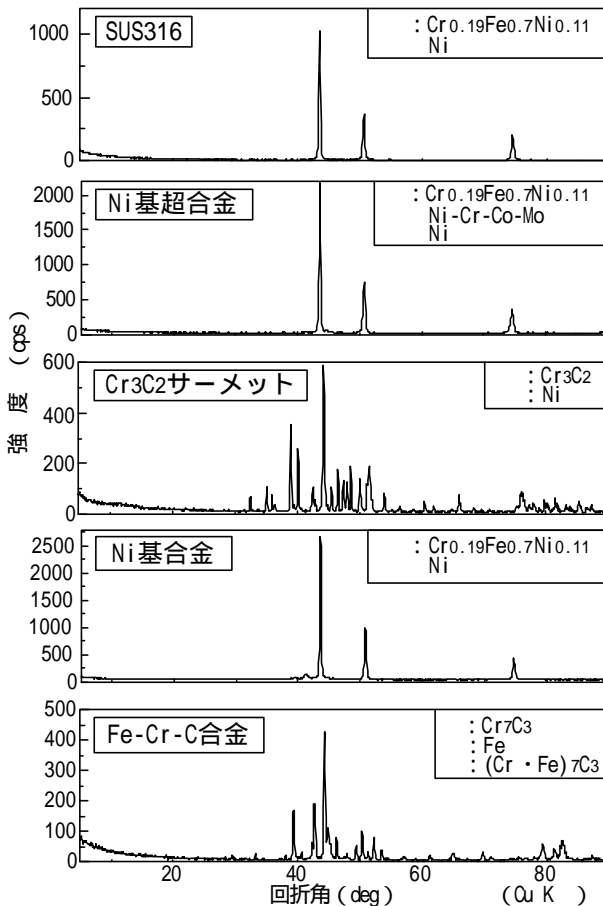


図 2 溶射材料の X 線回折試験結果

溶射材料は塩に弱い使用できなく、Ni 基溶射材料を多く用いた。

溶射は高速フレイム溶射 (HVOF: High Velocity Oxy-Fuel) 装置に超高速アダプターを取り付け、溶射用ロボットにより自動方式で、表 3 に示す条件で行った。燃料はプロピレンで、予熱もこの燃焼炎を用いた。溶射皮膜の厚さは 0.3mm になるようにパス数を調節した。溶射後に一部の溶射材は大気雰囲気中 1073K、1 時間保持の熱処理をした。昇温速度は 4.4K/min、冷却は炉冷とした。これは溶射皮膜の酸化が皮膜中の気孔を減少させ、耐食性を向上させると考えるからである。

表 3 高速フレイム溶射条件

溶射材料	SUS316 Cr ₃ C ₂ サ-メット	Ni 基超合金 Ni 基合金 Fe-Cr-C 合金
予熱温度 (K)	373	
プロピレン圧力 (kg/cm ²)	7.0	7.0
プロピレン流量 (l/min)	278.3	381.9
酸素圧力 (kg/cm ²)	10.5	10.9
酸素流量 (l/min)	322.2	484.4
空気圧力 (kg/cm ²)	6.3	6.5
空気流量 (l/min)	603.8	706.9
粉末供給量 (g/min)	40 ~ 45	40 ~ 45
溶射距離 (mm)	250	
トーチ移動速度 (m/min)	45	
ピッチ (mm)	3	

2 - 2 溶射皮膜の評価方法

溶射皮膜の評価方法は溶射皮膜表面の X 線回折法による定性分析と皮膜断面の SEM 像観察後、鋳鉄基材と溶射皮膜の密着力、耐食性として塩水噴霧試験とガス腐食試験、耐熱性として熱疲労試験、耐摩耗性としてスガ式摩耗試験とプラストエロージョン試験を行った。

密着力測定は円柱状試験片の片端面に溶射して、同じ形状の鋼製試験片とエポキシ系接着材で接合し、自在手を介して精密材料試験機で求めた。

耐食性試験に用いる溶射材は端部と裏面を可剥離性防錆塗料でマスキングし、中心部分約 250cm² を評価対象とした。塩水噴霧試験の NaCl 濃度は 5wt%、暴露帯温度は 308 ± 2K である。ガス腐食試験に用いた標準ガスは N₂ に 2% の SO₂ を混合したガスである。ガス腐食試験装置は標準ガスを微量ガス定量ポンプで試験槽に送り、試験槽内の水分と反応させて生成した亜硫酸ガスで、試験槽内に吊り下げた溶射試験材を腐食する構造になっている。なおこれらの試験には比較材として、鋳鉄基材と溶融亜鉛めっき鋼板、SUS304 鋼板、またガス腐食試験には昨年度実施したアクリルとナイロンのプラスチック

[研究報告]

溶射材も同時に試験した。耐食性は肉眼で鑄鉄基材の鍍金が溶射皮膜表面で確認できる（JIS H 8502「めっきの耐食性試験方法」のレイティングナンバ表示 9.8 程度）までの時間で評価した。

耐熱性は 50mm × 50mm に切りだした試験片を用いて、電気炉で大気雰囲気中 1073K、5 時間保持の加熱を 50 回繰り返して、溶射皮膜の基材からの剥離や皮膜に亀裂が発生するまでの回数で評価した。昇温速度は 6.7K/min、冷却は炉冷である。

スガ式摩耗試験の荷重は 500g、研磨紙は#320 である。溶射材は往復運動し、400 往復で摩耗輪が 1 回転する。摩耗輪が 1 回転する毎に溶射材の重量を測定しつつ、研磨紙を新しくして、計 4000 往復し、累積減重量で評価した。プラストエロージョン試験は荒田式溶射皮膜評価試験機を用いて、噴射圧力 304kPa、噴射量 70g で行った。噴射角度は溶射皮膜の垂線に対して、30,60,90 度の 3 水準で、5 回の累積減重量で評価した。

3 実験結果及び考察

3 - 1 溶射皮膜のSEM像と定性分析

溶射皮膜断面の SEM 像を図 3 に示す。気孔の少ない皮膜が得られるが、Ni 基合金や Fe-Cr-C 合金皮膜に気孔が比較的多く発生している。

溶射後に熱処理した皮膜断面の SEM 像を図 4 に示すが、溶射材で気孔が多い Ni 合金の気孔が少なくなっている以外は多くなる傾向が認められる。

これらの断面の面積気孔率を画像解析装置で求めた結

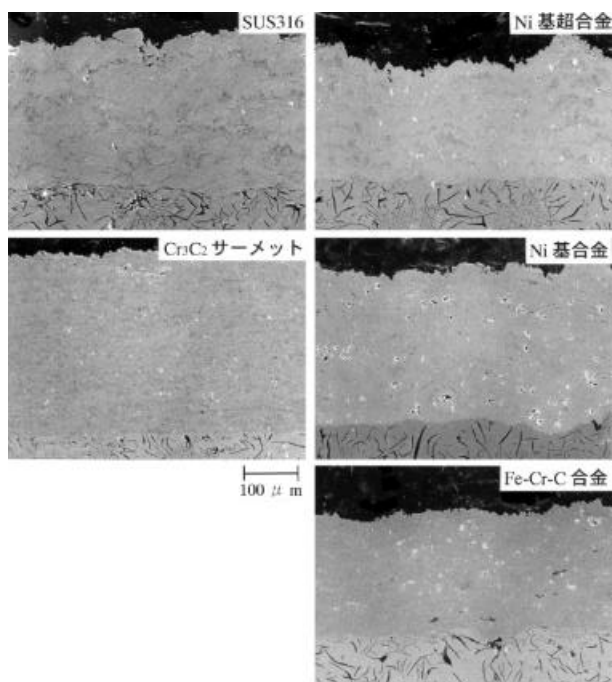


図 3 溶射皮膜断面のSEM像

果を図 5 に示す。プラズマ溶射装置を用いる金属やサーメット溶射では 8 ~ 10 % の気孔が発生する¹⁾が、高速フレーム溶射では気孔率は多くても 2.3 % で、皮膜内気孔が非常に少ないことが判明した。また熱処理の効果は予想に反し、Ni 基合金溶射皮膜を除いて、気孔率が高くなる。これは熱処理で酸化した粒子が顕微鏡試料作成時の切断・研磨中に溶射皮膜から剥離しているためと考える。

溶射後の皮膜表面の X 線回折法による定性分析結果を図 6 に示す。同定された金属や化合物はほぼ溶射材料粉末の X 線回折試験結果と同じである。一方熱処理した溶射皮膜表面の X 線回折法による定性分析結果を図 7 に示すが、いずれの溶射材料でも酸化物が生成している。

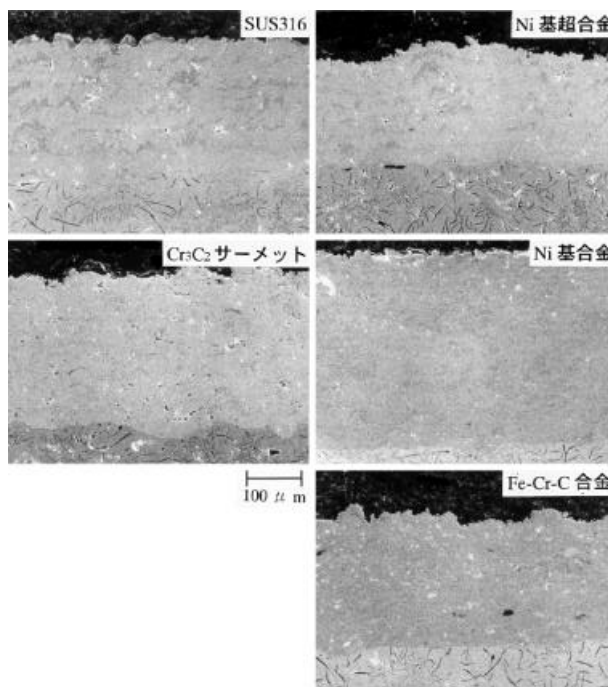


図 4 溶射皮膜断面のSEM像（熱処理材）

溶射材料	気孔率 (%)			
	0	1	2	3
SUS316	[Bar chart showing ~0.5% porosity]			
Ni 基超合金	[Bar chart showing ~1.0% porosity]			
Cr3C2 サーマット	[Bar chart showing ~0.5% porosity]			
Ni 基合金	[Bar chart showing ~2.3% porosity]			
Fe-Cr-C 合金	[Bar chart showing ~1.5% porosity]			

図 5 溶射皮膜の気孔率

3 - 2 溶射皮膜の密着力

溶射皮膜と基材の密着力測定結果を図 8 に示す。溶射材では 3.3 ~ 4.6kN/cm² の強さで、ほとんどが基材と

[研究報告]

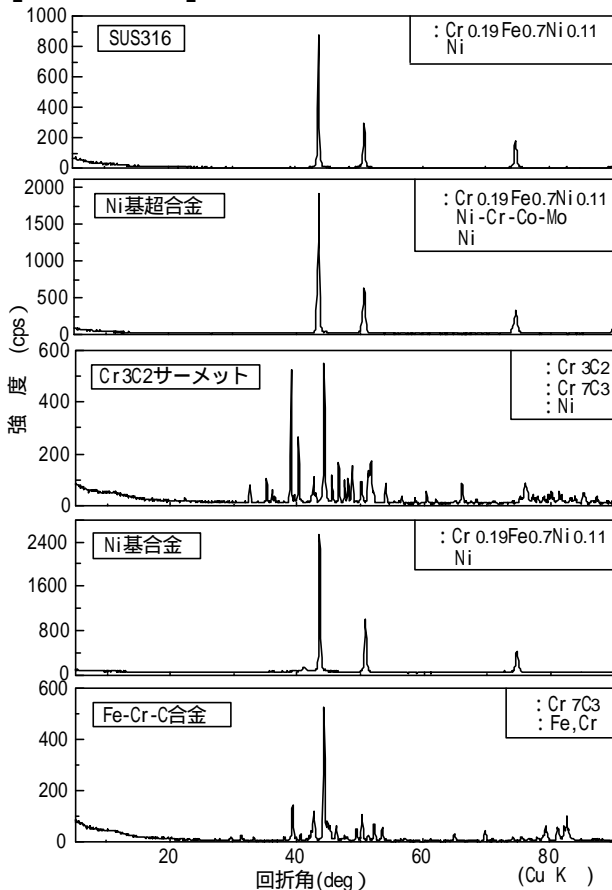


図6 溶射皮膜表面のX線回折試験結果（溶射材）

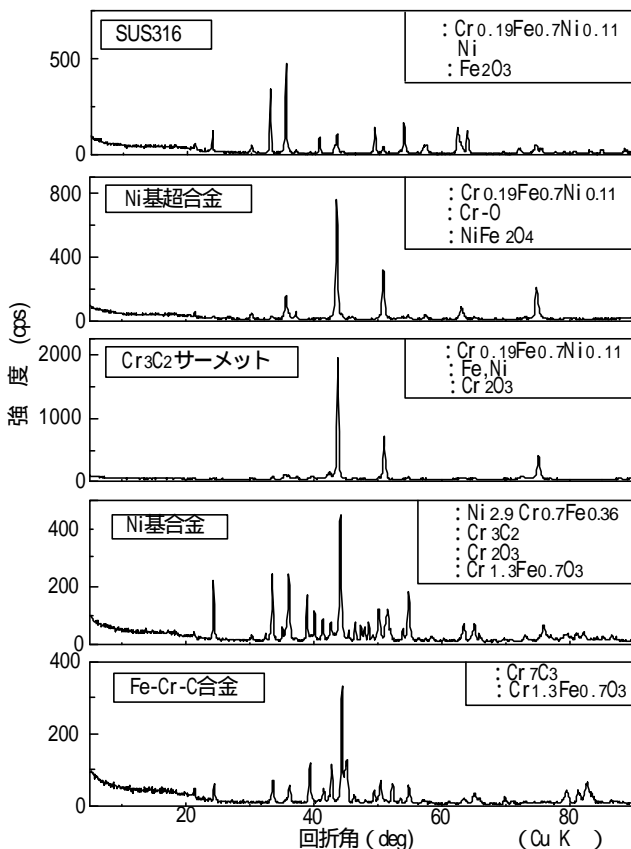


図7 溶射皮膜表面のX線回折試験結果（熱処理材）

溶射材料	密着力 (kN/cm ²)				
	0	1	2	3	4
SUS316	溶射				
	熱処理				
Ni基超合金	溶射				
Cr ₃ C ₂ サーメット	溶射				
Ni基合金	溶射				
Fe-Cr-C合金	溶射				

図8 溶射皮膜と基材の密着力

皮膜の界面で破断する。熱処理すると密着力は低下し、溶射皮膜の上層表面、いわゆる表面酸化した部分から破断する。

3 - 3 溶射材の塩水噴霧試験

図9は横軸を時間（分）の対数表示とした塩水噴霧試験結果を示す。溶射していない鑄鉄基材は12分で発錆するが、溶射により発錆までの時間が大きく延長する。矢印は2000時間試験しても発錆しないことを意味しているが、Cr₃C₂-Ni-Crサーメットの耐食性が優れていることが判る。また、溶射後の熱処理により耐食性は向上する傾向が認められる。図5からNi基合金溶射皮膜の気孔率は溶射材が2.25%に対して、熱処理により0.76%に減少するが、他の溶射材の皮膜では気孔率は逆となり、この耐食性試験結果と相反する傾向が認められる。これは3-1で述べた原因に起因している。

溶射材及び比較材	肉眼で発錆が認められるまでの時間（分）				
	1	10	10 ²	10 ³	10 ⁴
SUS316	溶射				
	熱処理				
Ni基超合金	溶射				
Cr ₃ C ₂ サーメット	溶射				
Ni基合金	溶射				
Fe-Cr-C合金	溶射				
鑄鉄基材	溶射				
亜鉛メッキ鋼板	溶射				
SUS304	溶射				

図9 溶射材及び比較材の塩水噴霧試験結果

3 - 4 溶射材のガス腐食試験

ガス腐食試験結果を図10に示すが、非溶射鑄鉄基材は約7時間で発錆する。溶射材ではCr₃C₂-Ni-Crサーメットが2000時間の試験に耐えて高い耐食性を示すことが明らかになった。また熱処理すると、SUS316を除いて耐食性が向上し、Ni基合金とFe-Cr-C合金は

[研究報告]

2000 時間試験しても錆の発生は認められない。プラスチック溶射のアクリルとナイロンも SUS304 鋼板と共に 2000 時間の試験に耐えることが判明した。

耐食性の高い溶射材料を用いる溶射材の耐食性は、皮

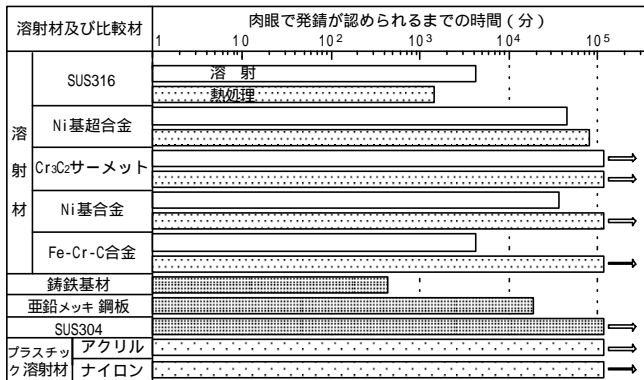


図 10 溶射材及び比較材のガス腐食試験結果

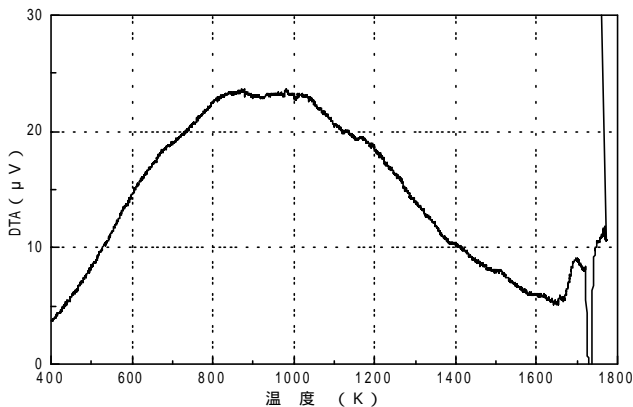


図 11 SUS316溶射材料の熱分析結果

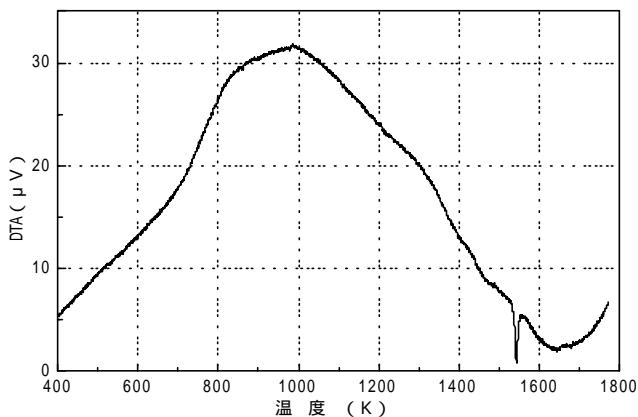


図 12 Cr₃C₂-Ni-Crサーメット溶射材料の熱分析結果

表 4 溶射材料の個相線と液相線 (K)

溶射材料	個相線	液相線
SUS316	1720	1750
Ni 基超合金	> 1773	-
Cr ₃ C ₂ -Ni-Crサーメット	1525	1550
Ni 基合金	1490	1605
Fe-Cr-C 合金	> 1773	-

膜表面から基材までの貫通気孔いわゆる開気孔の有無によって左右される。即ち気孔率が高くて開気孔が無ければ耐食性は高くなる。

SUS316 溶射材料の熱分析結果を図 11 に示す。バックグラウンドが大きく変化しているが、固相線温度は約 1720K、液相線温度は約 1750K になる。

Cr₃C₂-Ni-Cr サーメットの熱分析結果を図 12 に示すが、Ni-Cr 合金の固相線温度は約 1525K、液相線温度は約 1550K になっていて、SUS316 と比べて固相線温度と液相線温度は約 200K 低くなっている。

各溶射材料の熱分析を行って、固相線温度と液相線温度を調べた結果を表 4 に示す。プロピレンと酸素の燃焼炎は約 2400 ~ 3000K²⁾で、液相線温度の低い Cr₃C₂-Ni-Cr サーメットや Ni 基合金溶射材が溶射時に良く溶融して、開気孔が少なくなることが耐食性を高くする一因と考えている。

3 - 5 溶射材の熱疲労試験

溶射材の熱疲労試験結果を図 13 に示す。鋳鉄基材は繰り返し加熱によって成長するので、溶射皮膜側が凹形に大きく変形して、溶射皮膜に引っ張りの応力が発生する。しかし各溶射材とも皮膜の剥離や亀裂の発生は認められず、50 回の繰り返し回数に耐えることが明らかになった。これは溶射皮膜が金属組成で塑性変形能が高く、鋳鉄基材との密着力が高いことに起因している。



図 13 溶射材の熱疲労試験結果

3 - 6 溶射皮膜のスガ式摩耗試験

スガ式摩耗試験結果を図 14 に示す。それぞれの溶射材料の密度が異なるため摩耗重量の絶対比較はできないが、Cr₃C₂-Ni-Cr サーメットと Fe-Cr-C 合金の摩耗減量が少なく、耐摩耗性が高いことが明らかになった。これに比較して、他の溶射皮膜の摩耗減量は多く、ほぼ同じ減量になる。皮膜表面を研磨して、マイクロビッカース硬さを測定した結果を図 15 に示す。Cr₃C₂-Ni-Cr サーメットと Fe-Cr-C 合金の硬さが高く、スガ式摩耗試験による摩耗量の減少は硬さに相関していると考えている。Ni 基合金に比べて、硬さの低い SUS316 の摩耗量

[研究報告]

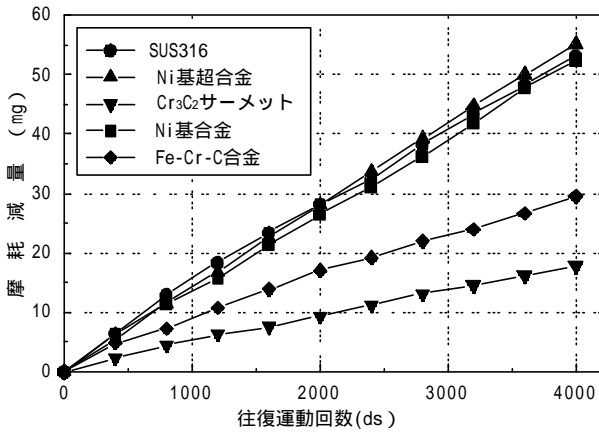


図 1 4 スガ式摩耗試験結果

溶射材料	硬さ (HMV200g)				
	0	200	400	600	1000
SUS316	[Hardness range: 0-400]				
Ni超合金	[Hardness range: 0-400]				
Cr ₃ C ₂ サーメット	[Hardness range: 0-1000]				
Ni基合金	[Hardness range: 0-600]				
Fe-Cr-C合金	[Hardness range: 0-1000]				

図 1 5 溶射皮膜の硬さ

が Ni 基合金とほぼ同じ理由は SUS316 の加工硬化によるものと思われる。

3 - 7 溶射皮膜のプラストエロージョン試験

溶射皮膜のプラストエロージョン試験の噴射角度は 3 種類行ったが、60 度の結果を重量減量で図 1 6 に示す。この場合も密度の関係で絶対比較はできないが、スガ式摩耗試験結果と異なり、Fe-Cr-C 合金や Cr₃C₂-Ni-Cr サーメットの摩耗量が少なく、SUS316 や Ni 基超合金の摩耗量が少なくなる。噴射角度を変えても溶射材の摩耗量の順位は変わりなく、噴射角度を大きくすると摩耗減量は多くなる傾向を示した。この摩耗試験は衝撃的にプラスト材を吹き付けるので、硬さの低い SUS316 や Ni 基超合金がこの衝撃を吸収し易いことと、皮膜内の粒子間結合度が高くなっているためと思われる。

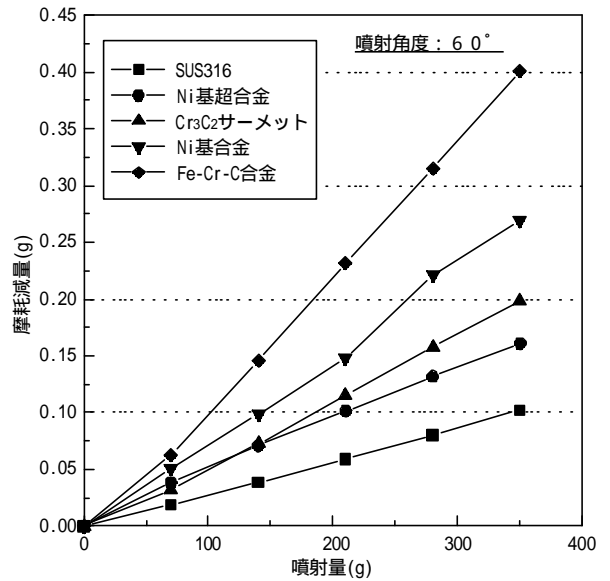


図 1 6 溶射皮膜のプラストエロージョン試験結果

4 . 結 言

- 鑄鉄に 5 種類の溶射材料を高速フレイム溶射して、その溶射材の性状を評価した結果、以下の結論を得た。
- 1)溶射皮膜の密着力は 3.3 ~ 4.5kN/cm² で、鑄鉄基材と溶射皮膜の界面で破断するが、大気雰囲気中 1073K、1 時間保持の熱処理をすると、密着力は低下して、溶射皮膜表面の酸化した部分で破断する。
 - 2)耐食性は Cr₃C₂-Ni-Cr サーメット溶射材が高く、溶射後に熱処理すると、耐食性は向上する傾向がある。
 - 3)1073K、5 時間保持の熱疲労試験の結果、いずれの溶射材も 50 回の繰り返しに耐えることが判明した。
 - 4)スガ式摩耗試験結果は硬さの高い Cr₃C₂-Ni-Cr サーメットや Fe-Cr-C 合金の摩耗量が少ないが、プラストエロージョン試験では溶射皮膜内粒子間結合度の高い SUS316 や Ni 基超合金の耐摩耗性が高くなる。

文 献

- 1)高橋幾久雄、川原正弘、橘秀一、瀬川晃児：岩手県フロンティア技術開発事業研究成果報告書(1987)21
- 2)榊和彦、清水保雄、斉藤信克、合田祥明：溶射 34(1997)1-3

ガス溶射によるセラミックス溶射皮膜性状に関する基礎的検討

桑嶋孝幸*、高橋幾久雄**、川原正弘**、太田利夫***

ガス溶射装置による Al_2O_3 -13 TiO_2 セラミックスの溶射について、溶射距離やクーリングエアージェットの噴射角度などの溶射条件が皮膜性状に及ぼす影響について検討を行った。比較のためプラズマ溶射装置により溶射皮膜も作成した。プラストエロージョン試験では、エアージェット角度 60° 、溶射距離90mmの条件で溶射した皮膜が摩耗減量が少なかった。

キーワード：ガス溶射、セラミックス皮膜、プラストエロージョン試験

Study on Ceramics Coating Using Combustion Flame Spray

KUWASHINA Takayuki*, TAKAHASHI Ikuo**, KAWAHARA Masahiro**
and OHTA Toshio***

On this study, the Al_2O_3 -13 TiO_2 ceramics are sprayed by combustion flame spray and plasma spray. In combustion flame spray, the spray distance and airjet nozzle angle are changed. The plasma spray coating is chosen as a reference standard in preference to a fase. In the blast erosion test, the erosion loss depends on thermal spray conditions, the best spray conditions is that air jet nozzle angle is 60 degree and the spray distance is 90mm.

Key words: combustion flame spray, ceramics coating, blast erosion test

1 緒 言

溶射によるコーティング表面は、耐熱性、耐食性、耐摩耗性などの性能が優れているため様々な分野で適用されている。溶射方法は溶射材料を溶かすための熱源によって、プラズマ溶射、ガス溶射、アーク溶射などに分類される。それぞれの熱源は温度が異なるため、溶射装置によって溶射できる材料がある程度限定される。プラズマ溶射装置は、アルゴン、窒素ガス、水素ガスなどのガスを電気エネルギーにより励起させ、イオン化したプラズマ状態にして、溶射の熱源としている。プラズマジェットは、最高温度が約 $15,000^\circ\text{C}$ に達するともいわれている。そのためセラミックスなどの高融点材料の溶射に最適とされている。ガス溶射装置は、酸素-アセチレン炎を熱源とするもので、燃焼炎の温度は約 $3,000^\circ\text{C}$ と低いものの、金属、プラスチックなどの溶射に適している。近年、燃料ガスとして、酸素-プロピレン(一水素)を使用する超高速ガス溶射装置が市販され、注目を集めている。この装置は、燃料ガスの大量使用により、燃焼炎速度を音速まで加速することにより、半溶融状態にした溶射材料運動のエネルギーを高くすることができる。そのため、燃焼温度はプラズマ溶射装置より低い、サーメット材料の溶射では、気孔が少ない緻密な皮膜ができる。あらゆる市場のニーズ応えるためには、これらの溶射装置

を設備することが望ましいが、設備投資が多額となり、企業には大きな負担となる。今回、ガス溶射によるセラミックス溶射皮膜が適用できる部品や部材などを検討するために、この装置により作製したセラミックス溶射皮膜とプラズマ溶射により作製した皮膜との比較を行いながら、その性状を明らかにすることを目的として検討を行った。

2 実験方法

2-1 供試材

溶射材料は、スルザーメテコ社製の130SFで、主成分は Al_2O_3 -13% TiO_2 である。金属基材は、長さ100mm、幅75mm、厚さ5mmのS45Cを使用した。

2-2 溶射方法

溶射装置は、スルザーメテコ社製のダイヤモンドジェット溶射装置で、溶射ロボットによる自動方式で溶射を行った。溶射条件を表1に示す。酸素-プロピレンを使用した超高速ガス溶射は、溶射材料の運動エネルギーを高くすることができるが、溶射材料が燃焼炎中を飛行する時間が短く、溶射材料への熱伝達が不十分のため、溶射材料の溶融状態が悪くなることが予想された。そのため、

* 企画情報部

** 金属材料部

*** (株) 釜石電機製作所

燃焼ガスとして、アセチレン-酸素による低速ガス溶射により溶射を行った。

溶射に際しては、金属基材表面を粗面化、清浄化するため、溶射直前にアルミナグリットでブラスト処理を行った。また、アンダーコートとしてNi-20%Crを溶射している。

溶射条件が溶射皮膜の性状に与える影響を調べるため、溶射条件を変化させ溶射を行った。図1に溶射方法の概略図を示す。溶射距離を60mm、75mm、90mmの3水準、また、クーリングエアージェットの噴出角度を60°90°の2水準とし、これらの組み合わせにより、溶射を行った。クーリングエアージェットは、未溶融の溶射材料を吹き飛ばし、溶射皮膜中にこれらの粒子が混入するのを少なくする効果がある。

比較材として、プラズマ溶射による皮膜を作製した。溶射条件を表2に示す。溶射装置は、プラズマダイン社のプラズマ溶射装置で、作動ガスとして、Ar、Heを使用した。

2-3 皮膜の評価方法

溶射皮膜は、溶融した溶射材料が基材に衝突、凝固、積層することにより、形成される。そのため、皮膜中には必ず数%~数十%の気孔が存在する。基材と皮膜、皮膜中の粒子間の結合度は機械的結合であり、これらが皮膜硬度な

どに影響を与える。そこで、皮膜組織、皮膜の結晶構造、皮膜硬度を調べ、溶射条件との関係を検討した。

皮膜の粒子間結合度は、ブラストエロージョン試験により評価した。ブラストエロージョン試験の概略図を図2に示す。この試験には、荒田式溶射皮膜評価試験機(以下ACT-JPと略す。)を使用した。ACT-JPは皮膜の粒界部分の脆性(摩耗特性)を高精度に、再現性よく迅速に測定することが可能である。また、マイクロビッカース硬度との間に良い相関関係がみとめられている。ACT-JPでは、一定の角度に保たれた試験片上にプラスト材を噴射し、試験前後の重量変化を測定する。ACT-JP試験では、プラスト材噴射ノズル径などが影響を与えるが、基準試験片により、機器の状態を確認して試験を行った。試験条件を、表3に示す。プラスト材は、アルミナグリットで一回の噴射量は20gである。また、溶射皮膜の硬度を測定するために、マイクロビッカース試験機により、溶射皮膜硬度を測定した。この他にEPMAによる溶射皮膜組織の観察、分析、X線回折装置による皮膜の構造観察などを行った。

3 実験結果

3-1 皮膜組織

表1 ガス溶射の溶射条件

溶射装置	METCO DJ
酸素	205×10 ⁻³ Pa
	43 l/min
アセチレン	103×10 ⁻³ Pa
	40 l/min
空気	387×10 ⁻³ Pa
	43 l/min
溶射距離	60,75,90mm
移動速度	45m/min
ピッチ	3mm

表2 プラズマ溶射の溶射条件

溶射装置	プラズマダイン
電流/電圧	800A/34V
1次ガス(Ar)	410×10 ⁻³ Pa
2次ガス(He)	479×10 ⁻³ Pa
粉末供給量	30g/min
溶射距離	90mm
移動速度	6m/min

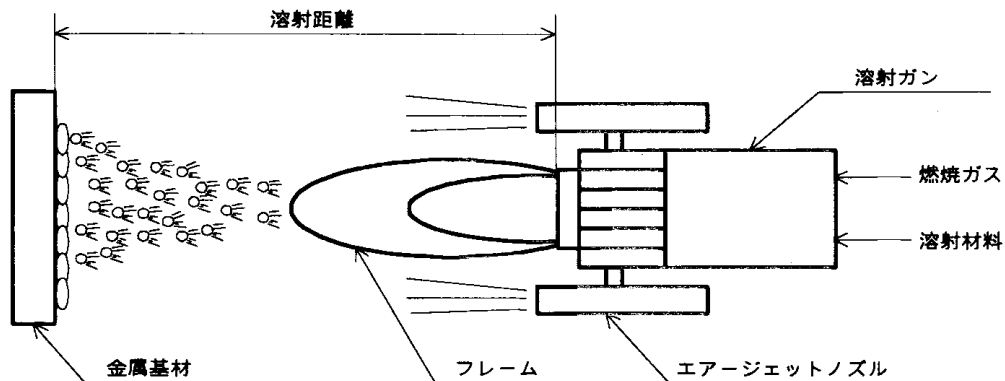


図1 溶射方法の概略図

溶射皮膜断面のSEM写真を図3に示す。どの皮膜でも、皮膜中に気孔が認められる。プラズマ溶射装置で作成した皮膜は、溶射皮膜特有の典型的なラメラ構造になっており、 Al_2O_3 中に層状に TiO_2 が分布していることがわかる。また、わずかであるが未溶融粒子も認められる。一方、ガス溶射装置で作成した皮膜に注目すると溶射距離60mm、エアジェット角度 60° の皮膜組織は、ほとんどが未溶融粒子となっており、溶融状態が悪いことがわかる。その他の皮膜は、それほど大きな差は認められない。しかし、プラズマ溶射で作成した皮膜と比較すると層状のラメラ構造があまりはっきりしてせず、また、未溶融粒子も多く認められる。

図4にX線回折装置による測定結果を示す。溶射材料は、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ と TiO_2 のピークのみが認められる。皮膜組織で溶射材料の溶融状態があまり良くなかった溶射距離60mm、エアジェット角度 60° で溶射した皮膜は、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ が溶融凝固した時にできる $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ のピークも認められるが、他の皮膜に比べて $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ のピーク高さが高くなっている。また、これ以外の皮膜では、ほとんどが $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ と TiO_2 になっていることがわかる。

3-2 ACT-JP 試験及びマイクロピッカー試験結果

溶射皮膜のACT-JPによるブラストエロージョン試験結果を図5に示す。摩耗減量は、プラズマ溶射皮膜が一番少なくなっており、これに比べてガス溶射皮膜は、摩耗減量が多くなっている。特に、溶射距離60mm、エアジェット角度 60° の皮膜摩耗減量が非常に多くなっている。エアジェット角度 60° の皮膜では、溶射距離が長くなるに従い、摩耗減量が少なくなる。また、エアジェット角度 90° の皮膜では、わずかに差があるが、皮膜間の差はそれほど

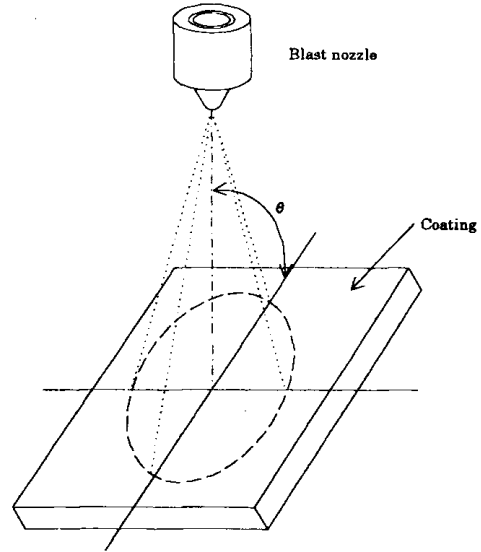


図2 ACT-JP 試験の概略図

表3 ACT-JP 試験条件

試験片角度	30°
ブラスト噴射量	20 g
加速流量	170 NL/min
搬送流量	65 NL/min
本噴射圧力	1.1 kg/cm^2
設定圧力	5 kg/cm^2

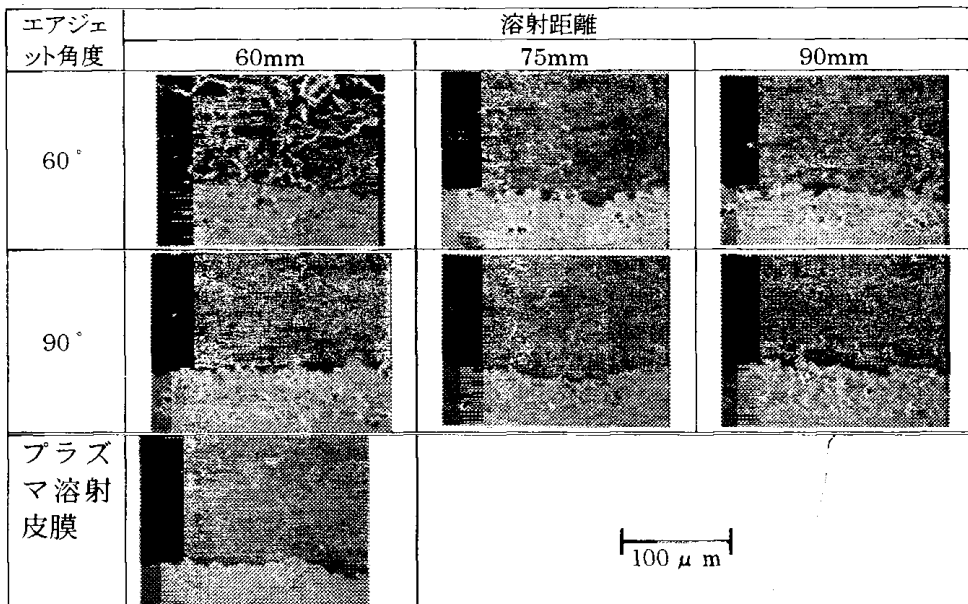


図3 溶射皮膜断面のSEM写真

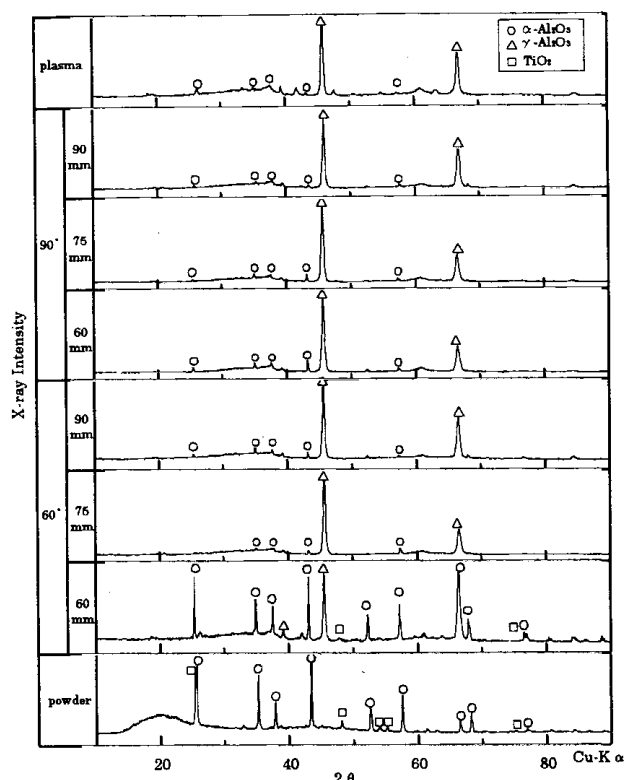


図4 溶射皮膜のX線回折結果

ど多くない。ガス溶射皮膜の中で、溶射距離90mm、エアジェット角度60°の皮膜が、プラズマ溶射皮膜に近い値となる。

マイクロビッカース硬度測定結果を図6に示す。エアジェット角度60°の皮膜の測定結果に注目すると、溶射距離が長くなるに従いマイクロビッカース硬度が高くなる。これに対して、エアジェット角度90°の皮膜の測定結果は溶射距離60mmの皮膜硬度が他の皮膜よりもわずかに高いが、溶射距離による傾向はあまりはっきりしていない。

3-3 EPMAによる分析

図7にプラストエロージョン試験の摩耗減量が少なかった皮膜(エアジェット角度60°溶射距離90mm)と多かった皮膜(エアジェット角度60°溶射距離60mm)およびプラズマ溶射皮膜のEPMAによる分析結果を示す。摩耗減量が多かった皮膜では、溶射皮膜特有のラメラ構造はほとんどみられず、粒状の未熔融組織になっている。この溶射材料は、Al₂O₃粒子の表面にTiO₂を被覆した構造となっているが、皮膜中の未熔融粒子もこのような組織となっており、溶射時の溶射材料の熔融がよくないことがわかる。摩耗減量が少なかった皮膜では、一部未熔融粒子も認められるが、ラメラ構造となっており、プラズマ溶射による皮膜と組織が似ていることがわかる。

4 考察

ガス溶射装置によるセラミックス溶射では、溶射条件が不適正であると溶射材料の熔融状態が悪くなり、図7に示したSEIのように未熔融粒子が皮膜中に多く認められ、ACT-JP値やマイクロビッカース硬度が低くなる。これは、

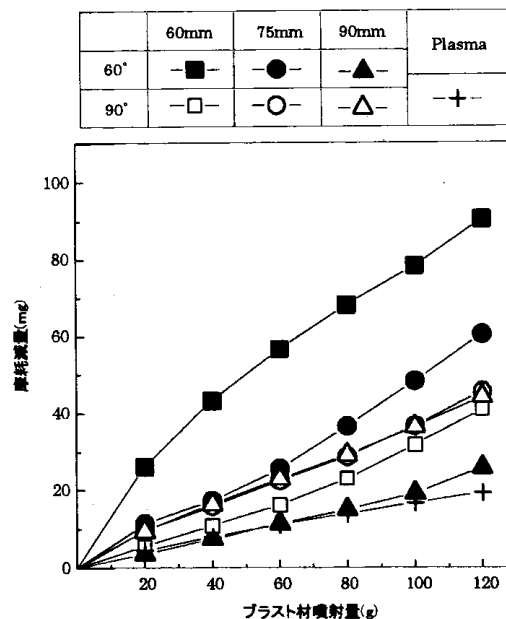


図5 プラストエロージョン試験結果

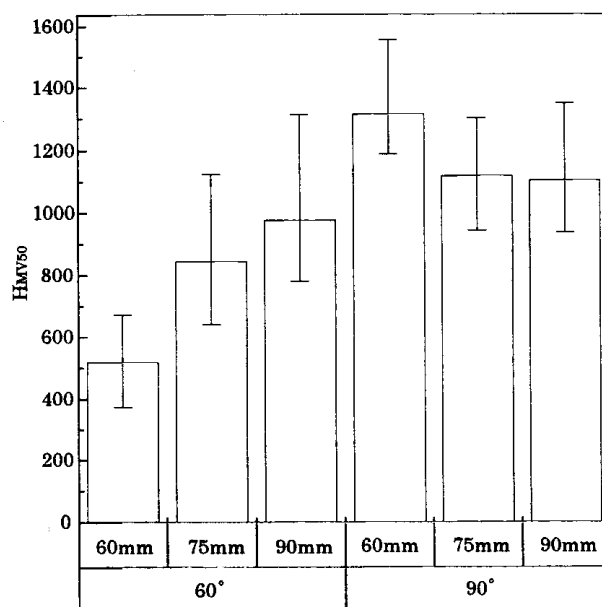


図6 マイクロビッカース硬度測定結果

皮膜の気孔が多いこと、粒子間の結合度が低いことに起因する。ACT-JP試験とマイクロビッカース試験を比較すると両者には、同じような傾向が認められる。溶射条件の皮膜の性状への影響は、エアジェット角度60°において、溶射距離が長くなるにしたがって、マイクロビッカース硬度は高くなり、ACT-JP試験における摩耗減量も少なくなる。溶射距離が長くなると、溶射材料が燃焼炎中を飛行する時間が長く、熔融状態がよくなるため、皮膜の粒子間結合度が高くなるためであると考えられる。

エアジェット角度の影響についてみてみると、マイクロビッカース硬度においては、エアジェット角度90°の方が高くなる傾向があるが、ACT-JP試験結果では、これと相

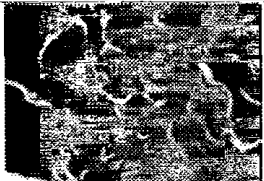
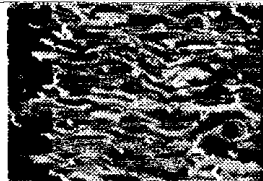



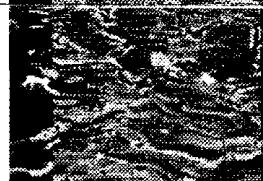
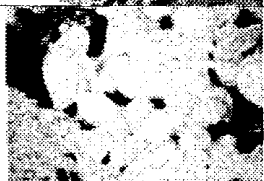

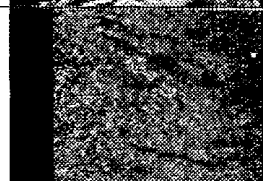

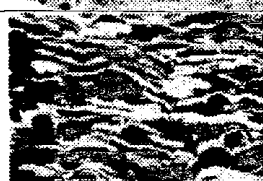
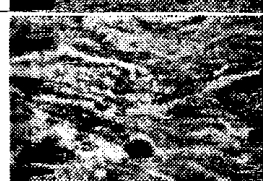



エアージェット角度 溶射距離	60°		プラズマ溶射
	60mm	90mm	
SEI			
BEI			
Al-K α			
Ti-K α			
O-K α			

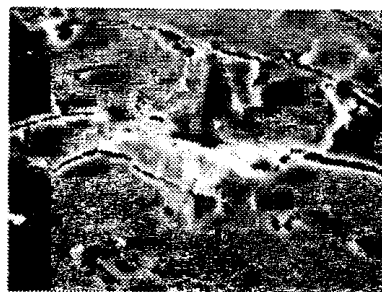
図7 EPMA分析結果

50 μ m

反する結果もでている。

図8にマイクロビッカース試験時の圧痕のSEM写真を示す。圧痕の頂点付近を見ると、クラックが発生していることがわかる。これは皮膜が急冷され脆くなっていたために発生したと考えられ、マイクロビッカース硬度の測定値が実際の値より大きく出ていることが考えられる。

セラミックスを溶射するには不利と考えられたガス溶射において、溶射条件を選ぶことにより、プラズマ溶射によるセラミックス皮膜に近い性状の皮膜が得られたが、これは今回使用した溶射材料のTiO₂の含有量が高く、セラミックスの中では融点が比較的低いためと考えられる。用途によっては、高純度のAl₂O₃の溶射が必要になることも考えられるが、その場合は、ガス溶射装置での溶射加工はかなり困難になると考えられる。



20 μ m

図8 マイクロビッカース圧痕のSEM写真

5 結言

- (1) 適正なセラミックス溶射材料や溶射条件を選ぶことにより、ガス溶射においても、プラズマ溶射に近い皮膜作成が可能である。
- (2) ACT-JP試験結果とマイクロピッカース硬さ試験の結果において相関関係が認められた。
- (3) マイクロピッカース硬さ試験時の圧痕にクラックが発生していたことから、クーリングエアの影響により皮膜が脆くなっていることが考えられる。

謝辞

本研究を行うにあたりご協力いただいた大阪大学接合科学研究所 大森明教授、永山 力人氏、(株)スルザーメ

テコジャパン技術開発本部長 佐々木光正氏に感謝いたします。

本研究は、平成9年度技術パイオニアORT事業で実施したものです。

文 献

- 1)スルザーメテコ技術資料
- 2)大森明他：大阪大学接合科学研究所公開シンポジウム
プロシーディング,1995
- 3)荒田吉明、大森明ほか:プラズマ溶射によるセラミックス皮膜性質の基礎的研究(第1報),昭和60年春期溶接学会全国大会講演概要,第36集,P82

OCMG法作製(RE,RE')-Ba-Cu-O 高温超電導

バルク材料の磁気特性と微構造

齋藤 貴*、鎌田 公一*、瀬川 晃児**、
坂井 直道***、瀬川 智貴***、S.I. Yoo***、村上 雅人 ***

酸素分圧制御型熔融凝固法 (OCMG法) を用いて(RE,RE')-Ba-Cu-O (RE,RE':Nd,Sm,Eu,Gd)高温超電導バルク材料を合成し、その微構造と超電導特性を検討した。その結果、それぞれの超電導体の熱分解温度 (T_m) は混合した2種類の希土類元素のイオン半径の平均と相関があることがわかった。合成された試料の結晶は大きく、そのマトリクスは2種類の希土類元素が均一に拡散した相となった。それぞれの試料は93Kの超電導遷移温度 (T_c) と鋭い超電導転移を示し、臨界電流密度の磁場依存性は、高磁場側にピークを持つことがわかった。

キーワード : (RE,RE')-Ba-Cu-O、超電導体、熔融法、低酸素分圧、熱分解温度

Microstructures and Superconducting Properties of OCMG-processed (RE,RE')-Ba-Cu-O

SAITOH Takashi, KAMADA Koichi, SEGAWA Koji, SAKAI Naomichi,
SEGAWA Tomoki, S.I. Yoo and MURAKAMI Masato

We have studied the microstructures and superconducting properties of OCMG-processed (RE,RE')-Ba-Cu-O composite bulks (RE and RE' are two different rare earth elements selected from a group of Nd, Sm, Eu, Gd). It is found that the peritectic decomposition temperatures (T_m) of the (RE,RE')-Ba-Cu-O composites increase linearly with increasing the average ionic radius between two different rare earth elements. Large grain growth is observed in almost all the (RE,RE')-Ba-Cu-O bulks, when they are melt-processed in a reduced oxygen atmosphere.

Compositional analyses reveal that the ratio of RE to RE' in the (RE,RE')Ba₂Cu₃O_{7-d} matrix phase is almost the same as that of the nominal composition, showing that the mixture of the two different rare earth elements is very uniform. All the samples show onset superconducting transition temperatures (T_c) exceeding 93 K with a sharp transition, and exhibit a secondary peak effect in the M-H loops.

Key words: (RE,RE')-Ba-Cu-O, Superconductor, Melt-processing, Low oxygen partial pressure, Decomposition temperature

1 結 言

OCMG法で作製されたREBa₂Cu₃O_{7-δ}超電導体 (RE,RE':Nd,Sm,Eu,Gd)は高い超電導遷移温度 (T_c) と鋭い超電導転移を示し、臨界電流密度 (J_c) の磁場依存性では高磁場側にピーク効果を示すことから高磁場応用材料としての期待が高い。また、これら希土類元素を混合した混合系希土類123超電導体 (RE,RE')-Ba₂-Cu₃-O_{7-δ} (以下RE,RE'123)は、RE123超電導体と同等の超電導特性を持ち、用いた希土類元素のイオン半径に準じて分解温度を制御可能である。超電導体合成プロセスの制御面から、融点を制御することは非常に有効であり、また、融点差を利用し、高融点超電導材料を低融点

超電導材料で接合するなどの応用化が期待される。

本報告では、希土類元素を2種類混合した混合2元系REBa₂Cu₃O_{7-δ}を合成し、示差熱分析 (DTA) によって分解温度の特定を行った。次に、分解温度を基にOCMGプロセスの熱処理パターンを設定し、希土類混合2元系超電導バルクの合成を行った。作製した試料は、定性・定量分析、面分析を行い、析出相の同定・組成分布測定を行った。これらの結果を基に、123・211相の生成過程について考察した。また、作製したバルク材料の磁気特性を測定し、臨界電流密度の磁場依存性におけるピーク効果と、各希土類元素のイオン半径との関係について検討した。

2 実験方法

2-1 DTAによる分解温度の測定

固相反応法により合成したRE-RE' 123超電導粉末をTG D 7000 (真空理工 (株) 製) を用いて測定した。

測定条件

測定サンプル: RE-RE' 123 超電導粉末

(RE, RE' = Nd, Sm, Eu, Gd · RE:RE' = 1:1)

測定重量: 10mg

昇温速度: 10°C/min

測定雰囲気: 1vol% O₂-bal. Ar, 0.1vol% O₂-bal. Ar

2-2 OCMGプロセスによるバルクの合成

原料粉末を (RE, RE': Ba: Cu = 1.8: 2.4: 3.4) (RE: RE' = 1: 1) の比率に混合した後、CIPで成形し、図1に示す熱処理パターンでOCMG処理を行った。CIP圧力は2ton/cm²、電気炉は雰囲気制御型管状炉で、炉内の雰囲気は1vol% および0.1vol% O₂ の混合ガスをフローさせて調整した。サンプルはイットリウム安定化ジルコニアの基盤上に置き熱処理中の汚染を防止した。

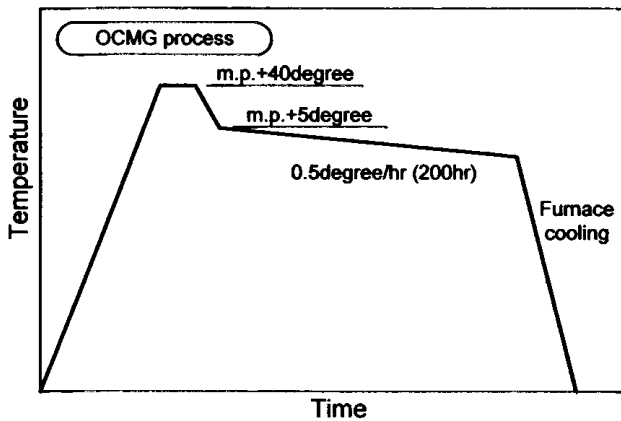


図1 本実験で用いた熱処理(OCMG)パターン

2-3 XRD分析及び組織観察・定量分析・面分析

X線回折装置(XRD)で結晶構造解析を、また電子線プローブマイクロアナライザー(EPMA)で組織観察、定量分析、面分析を行い、各相の同定・構成元素について分析した。また、面分析ではマトリクス相・第2相中の組成分析結果を2次元マップで表示し、構成元素の分布を明らかにした。

2-4 酸素アニール処理-磁気特性測定

結晶成長後の試料に酸素アニール処理を施し、超電導特性を持たせ、その後、磁気特性を測定した。測定には超電導量子干渉素子磁力計 (Quantum Design社製) を用いた。磁化率の温度依存性の測定は、試料をゼロ磁場中冷却と磁場中冷却した両過程の測定から求めた。臨界電流密度の磁

場依存性は、磁化率の磁場依存性からBeanモデルを用いて算出した。

3 実験結果と考察

3-1 希土類元素の平均イオン半径と超電導体の熱分解温度

本実験で得られたRE123および混合RE123超電導体の熱分解温度と平均イオン半径の関係を図2に示す。本実験の結果から、平均イオン半径が大きくなるとともにRE123超電導体、および混合RE123超電導体の分解温度は高くなる傾向にあり、混合RE123超電導体の場合には各系の単相での分解温度の中間付近の分解温度を持つことがわかった。またグラフに示したとおり、平均イオン半径と分解温度の関係は、ほぼ直線で近似できる。一方、希土類元素のイオン半径が大きくREとBaの固溶が起きやすい系 (Nd, Nd-Sm, Sm) では、直線で近似した温度よりも分解温度が低くなっている。これは、昇温中の固相反応によりRE_{(1-x)}}-Ba_(2-x)型の固溶体を生成し、分解温度が低下するためと考えられる。さらに、酸素濃度を一桁下げた場合、分解温度はどの系でも約30度下がることわかる。

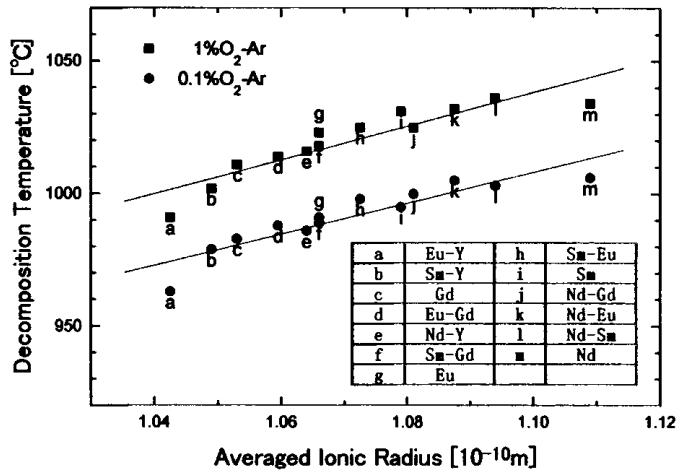


図2 RE123超電導体の分解温度と平均イオン半径の相関

3-2 OCMG法による結晶化プロセス実験

Nd-Sm, Nd-Eu, Nd-Gd, Sm-Eu, Sm-Gd 2元系希土類混合バルク材をOCMG法で合成した。図3に合成バルク体の実体写真を示す。すべてのバルクはほぼ全域で結晶化しており、特にNd-Sm, Nd-Eu, Sm-Eu系では大型結晶粒が得られる。これらの結晶粒は約3mm~10mm角の大きさであり、バルク体はこれらの結晶粒が集めた多結晶体になっている。一方、Gdを含む系には、結晶粒が非常に小さくなる。原因として、(a)結晶化開始温度が低い、(b)半熔融プロセス時の溶融

時間または溶解温度が不十分、(c) Gd元素固有の性質、(d) 原料粉末状態の影響、等が考えられる。

まず(a)、及び(b)の原因は、Gdのみに特別な差別化は行っておらず、半溶解温度条件は熱分解温度によって決定したことから考えにくい。また(c)の原因は、Gd系はむしろNd系に比較して溶液中の溶解度が小さいことから結晶化時の駆動力は小さく、冷却過程が同一ならば大型の結晶を得やすい条件となると考えられる。(d)に関してはXRDにおいて性状の確認を行っているが、検出限界以下のRE123未反応相の残存も考えられ、現段階では原料粉末に起因する何らかの理由によるものと考えられるが、今後更に検討を要する。

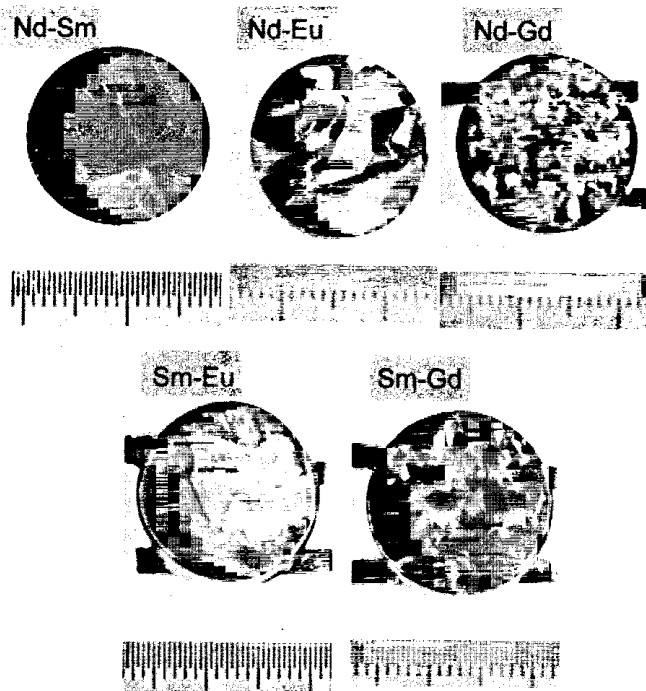


図3 OCMG法により合成されたバルクの実体写真

3-3 組織観察、定量分析、面分析

図4に代表的なバルク断面の内部組織のSEM象を示す。Euを含む系と含まない系で第2相の大きさに違いがみられる。Euを含まない系では第2相の大きさは数ミクロン程度、Euを含む系には10～30ミクロン程度である。実験用原料粉末粒度を完全には均一に出来ないため、その影響が残ったものと考えられる。定量分析の結果、マトリクス部分はRE123相、第2相はRE422またはRE211相であることが確認された。これらの各相の分布状況を調べるためにEPMAによる2次元マップ分析を行った結果を図5-1及び5-2に示す。その結果、マトリクス相ではどの試料でも均一な(RE,RE′):Ba:Cu=

1:2:3の元素分布となるが、第2相では、均一な元素分布を持つ場合と、Nd-Eu系の層状の偏析を持つ場合の2種類が観察される。Euを含む系でNd-Eu間の拡散が進みにくかったことを裏付ける結果であり、Eu211原料粉末の粒度の問題と考えられる。

第2相の粒径制御は、磁束ピンニングの観点からもバルクの超電導特性に直結する重要な研究課題である。本実験では各バルク作製時のプロセス条件に大差がないにもかかわらず、Euを含む系のみ極端な第2相の粗大化が観察されたため、その原因について検討した。バルク溶解凝固プロセス時の第2相の粗大化は以下のいくつかの原因が考えられる。

- (a)溶解凝固プロセスでの長時間高温保持による粒成長
- (b)Al₂O₃などのバルク内混入による粒成長促進現象
- (c)原料粉末粒度の影響

本実験ではプロセスの全体時間は統一されており(a)の影響は考えられない。第2相の粒径制御の研究ではPtが粒成長抑制効果を持つこと¹⁾、Al₂O₃が粒成長促進効果を持つことが²⁾報告されている。バルクの分析結果からAl₂O₃の汚染等は観察されず、(b)の原因も考えにくい。そこで、添加した各422、211粉末をSEM観察した結果(図6)、今回の実験に用いたEu211の粒径が他の粉末に比べて大きいことがわかった。また、最近H.Kojora³⁾によりNd422の微細分散化において、初期422粉末を微細化する事が有効な手段であることが報告されており、前述の原因を支持している。



図4 Nd-Sm123, Nd-Eu123のSEM像

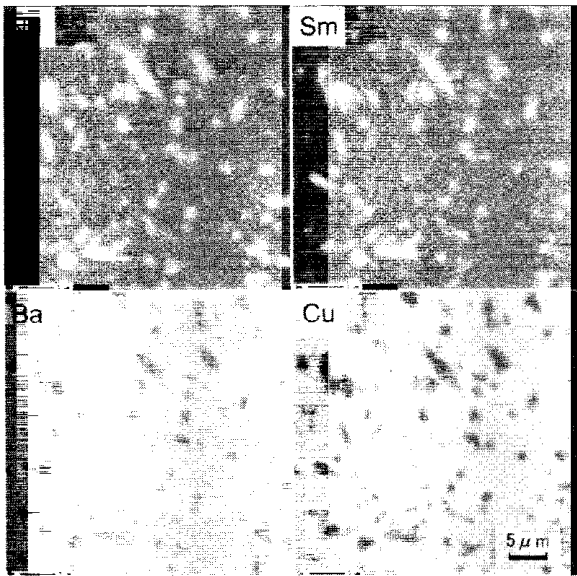


図5-1 Nd-Sm123の2次元マップによる元素分布

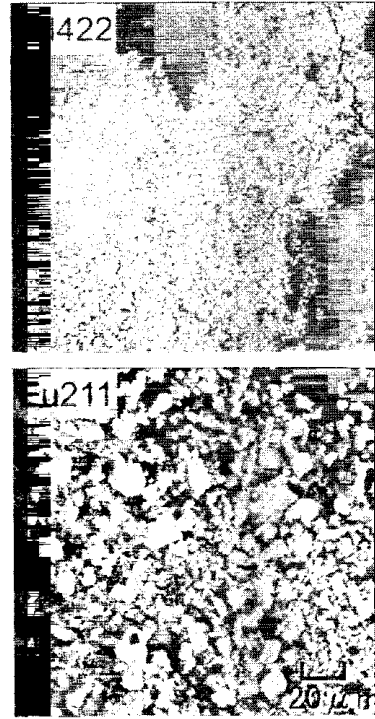


図6 Nd422, Eu211 原料粉末のSEM像

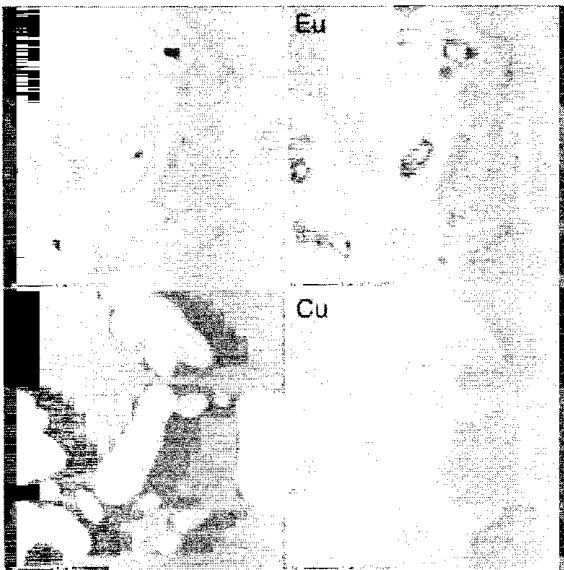


図5-2 Nd-Eu123の2次元マップによる元素分布

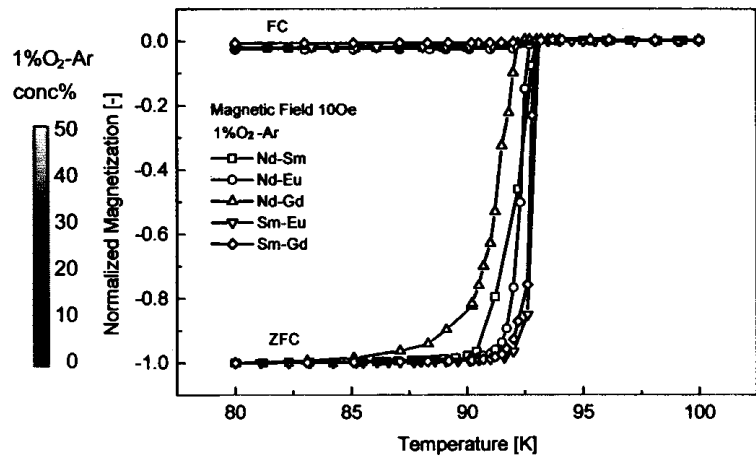


図7 各バルクの磁化率の温度依存性

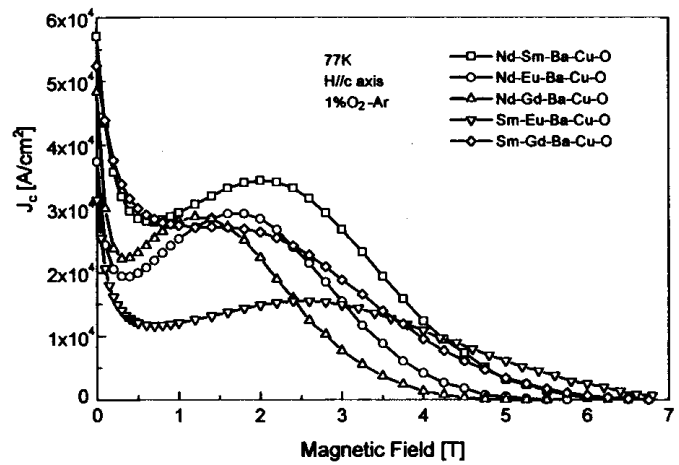


図8 各バルクの臨界電流密度の磁場依存性

3-4 直流磁化率測定

各試料の超電導特性を評価するために、磁化率の温度依存性、磁場依存性の測定を行った。図7に各バルク材の磁化の温度依存性を示す。各試料とも超電導遷移温度(T_c)は92.5K~93.5Kである。筆者らが過去に報告した材料よりも2~3K低い値である。本実験で合成した試料は、低磁場での臨界電流密度の改善や結晶の大型化を目的として、RE123に40mol%のRE422(211)相を添加しており、123相と422相の間でRE-Ba固溶が起きたために、 T_c が若干低下したと考える。またNd-Gd系のみは T_c が低く、その遷移の幅も大きい。試料中のどの位置の結晶を測定するかによってこれらの特性は大きく変化するが、全体の結晶化が良好でない試料では、特に測定箇所を左右される。図8に各バルク結晶の臨界電流密度の磁場依存性を示す。本実験では、すべてのバルクにおいて、臨界電流密度のピークが高磁場側に現れるピーク効果が確認された。これらのピーク磁場は1T~3Tであり、希土類元素の平均イオン半径が小さい系ほど低磁場側に移動する傾向にある。Nd-Gd系では平均イオン半径から予測される位置よりも低磁場側にピークを持つが、前述のように試料の T_c が低く、その遷移の状態もブロードになっているため、すなわち良好な試料が得られていないためと考えられる。

4 結 言

OCMG法により混合2元系REBa₂Cu₃O_{7-x}超電導バルクを作製し組織観察、EPMAによる定性、定量分析・面分析を行ったところ、マトリクス部分はRE-RE'が均一に混合した(RE,RE')123となり、第2相は原料の粒径が大きかったEu211を含む系では不均一に混合した(RE,RE')211(または422)相、その他の系では均一に混合した(RE,RE')211(または422)相となった。第2相の微細化は磁気特性を向上させる上で重要で

あり、原料の粒径を微細にする必要がある。

磁化率の温度依存性、臨界電流密度の磁場依存性について評価を行ったが、各バルクの超電導遷移温度は92.5~93.5Kであった。また臨界電流密度の磁場依存性では高磁場側ピークを持つ(ピーク効果)ことが明らかとなった。そのピーク位置は1T~3Tであり、希土類元素の平均イオン半径が小さい系ほどピーク磁場が低磁場側に移動する傾向にあることがわかった。RE123バルク材料に40mol%程度の第2相を添加することは特性上、プロセス上の要求から不可欠である。しかし、本実験に置いては T_c の低下が認められたため、これを解消する技術を開発することが必要である。

本実験の遂行に当たり、超電導特性の評価をご指導いただいた超電導工学研究所(現JR総研)の樋口天光氏、および、試料合成方法などの面で数々の助言をいただいた超電導工学研究所(現北陸電力)の伍島伸吾氏に深く感謝いたします。

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) N. Ogawa, I. Hirabayashi and S. Tanaka : Physica C 177 (1991) 101
- 2) 和泉輝郎 博士学位論文 東京大学 (1993)
- 3) H. Kojo, S. I. Yoo, N. Sakai and M. Murakami : Extended Abstracts, Int. Workshop on Superconductivity (1996) 189
- 4) T. Saitoh, K. Segawa, K. Kamada, N. Sakai S.I. Yoo and M. Murakami : Extended Abstracts, Int. Workshop on Superconductivity (1995) 330

超硬合金研削屑の溶射原料への再利用

鎌田 公一^{*}、佐々木稔明^{**}、高橋幾久雄^{*}

超硬合金研削屑を溶射用原料粉末として再利用する技術について検討した。その結果、研削屑を水素還元 (1073K)、黒鉛添加 (全炭素量6wt%)、水素中仮焼処理 (1473K) することで市販原料粉末使用と同様の微細で緻密かつ高硬度な皮膜が形成できた。しかし、摩耗試験において市販原料に比べ約3倍の摩耗減量を示した。これは研削屑粉末粒度が不均一であるため皮膜表面粗さが大きくなったことに起因するものと考えられる。

キーワード：超硬合金、研削屑、リサイクル、溶射

Recycling of the Grinded Scraps of the Hard Metal for the Thermal Spray Material

KAMADA Koichi, SASAKI Toshiaki and TAKAHASHI Ikuo

The recycling technique of the grinded scraps for the thermal spray powders was studied. As a result, it was possible to make the scraps the thermal spray powders which was reduced at 1073K, and graphite added to 6wt% of the total weight, and then presintered at 1473K in hydrogen. The coating using the scraps was similar to the coating using the marketing powders in the microstructure and hardness of the coating. But the wear rate of the coating using the scraps was three times larger than the coating using the marketing powders. This results from the increase of the roughness of coating surface due to un-uniformity of the particle size of the scraps.

key words : hard metal, grinded scrap, recycle, thermal spray

1 緒 言

これまで著者らは希少資源である W (タングステン) や Co (コバルト) を含む超硬合金研削屑の有効利用のため、超硬合金への再生技術について検討してきた。その結果、JIS 規格を満足する合金として再生できるが¹⁾、不純物の除去や結晶粒径制御が十分でなく、現在市販・流通している超硬合金の機械的性質にまで品質を向上することはできなかった²⁾。そこで、今回この研削屑が回収時に既に粉末状であることを活用し、溶射原料への利用技術について検討した。即ち、これまでの検討から、回収研削屑は被削材である超硬合金組成の WC 構造であり、かつ粒径も微細なものが多く含まれており、この研削屑を利用する場合、得られる溶射皮膜は微細組

織を有し、かつ耐摩耗性に優れる皮膜となることが期待されるからである。

2 実験方法

本研究に使用した超硬合金研削屑の化学組成は WC-9wt%Co であり、JIS H 5501G 種 3 号相当のものである。なお、不純物として工作機械等からの混入と思われる鉄分が 1.4wt%含まれている。まず、回収した研削屑は研削液や油分の除去のため水およびアルコールで洗浄・乾燥後、篩いで $75 \mu\text{m}$ に分級し原料粉末とした。この原料粉末を用い、図 1 に示すように炭素量調整 (全炭素量 6wt%) のために黒鉛添加したものを未処理粉、また、水素雰囲気中で 1073-3.6ks の条件で還

* 金属材料部

** (株) テツニックス

元処理後、黒鉛添加（全炭素量 6wt%）し再び水素中 1473K-1.8ks の条件で仮焼結し仮焼粉として調整した。なお、比較材として組成の近い市販粉末（スルザーメテコジャパン（株）製 DIAMALLOY2003 以下 2003 粉とする）も同時に実験に供した。溶射加工は表 1 の溶射条件でサンドブラスト処理した S45C 基板上に超高速ガス溶射装置により行った。ここで、粉末によりパス数が異なるのは同じ膜厚を得るために調整したためである。

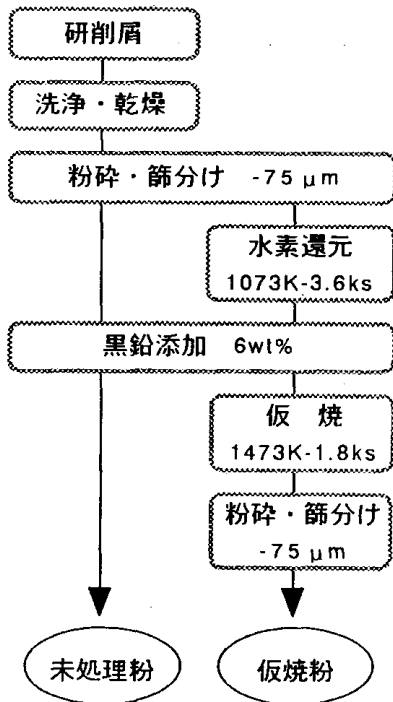


図1 研削屑の溶射用粉末への調整工程

表1 超高速ガス溶射条件

予熱温度	(K)	373	
プロピレン	圧力 (kg/cm ²)	7.0	
	流量 (ℓ/min)	381.9	
酸素	圧力 (kg/cm ²)	10.5	
	流量 (ℓ/min)	484.4	
空気	圧力 (kg/cm ²)	6.3	
	流量 (ℓ/min)	603.8	
粉末供給量	(g/min)	2003粉	40
		未処理粉	23
		仮焼粉	22
溶射距離	(mm)	225	
パス数	(回)	2003粉	5
		未処理粉	7
		仮焼粉	6

各工程で得られた粉末及び試験片は、EPMA による観察、X 線回折による構造解析を行った。硬度及び耐摩耗性についてはマイクロビッカース硬度測定及びスガ式摩耗試験（荷重 500g、研磨紙#320）により評価した。

3 実験結果及び考察

3-1 前処理方法による粉末形状及び構造の変化

図2に今回調整した各粉末と比較材 2003 粉の SEM 像を示す。未処理粉は研削屑の状態がよく反映され、粒径が 20 μm 以上の粗大凝集粉末から 1 μm 以下の単独粉末まで観察される。仮焼粉は微細粉末が凝集した粉末形態となっており、未処理粉に比べ粒度は若干揃っている。これは、回収当初に凝集していた研削屑が還元処理により破碎し、その後の仮焼処理により再び一部焼結し粒径が均一化したと考える。一方、比較材の 2003 粉は典型的な粉碎粉の形状を示し、さらに分級及び造粒に

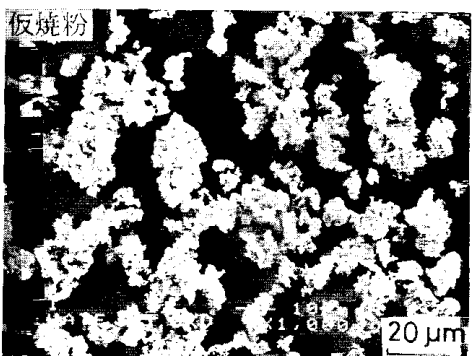
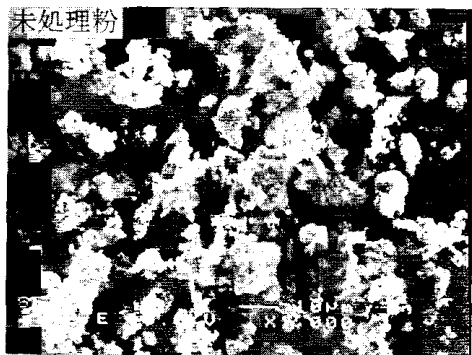
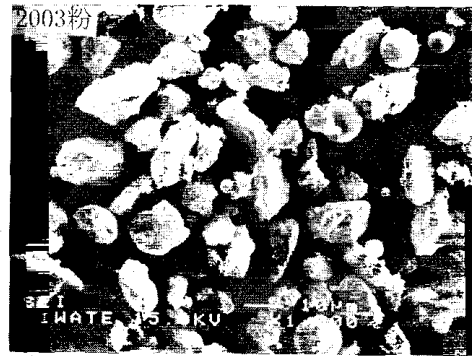


図2 溶射用各種粉末のSEM像

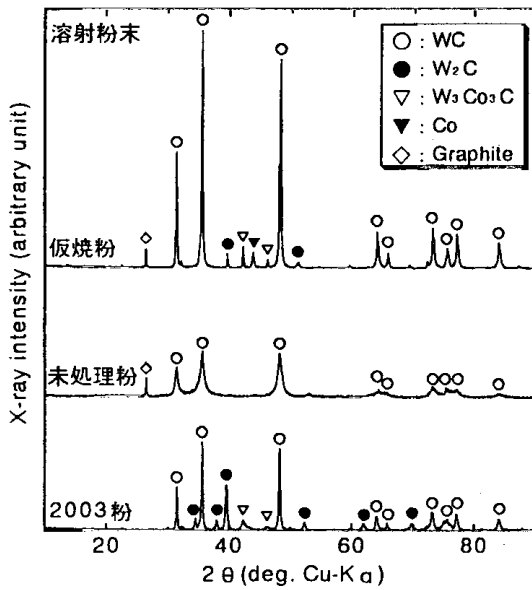


図3 溶射用各種粉末のX線回折結果

より非常に粒径の揃った粉末であることがわかる。図3に各粉末のX線回折結果を示す。2003粉はWC、 W_2C とわずかに W_3Co_3C が認められるのに対し、未処理粉はWCと添加した黒鉛のピークのみであり、仮焼粉はピークのほとんどがWCであり、わずかに W_2C と W_3Co_3C が認められる結果となった。また、未処理粉は仮焼粉に比べピーク強度が低く、各ピークがブロードとなっており仮焼粉に比べ微細粉が多いと推察された。次に実際にこれらの粉末を用いて溶射加工を行った。

3-2 溶射皮膜の性質

図4に各粉末による超高速ガス溶射皮膜断面の組成像を示す。写真は上部から溶射皮膜、S45C基板である。いずれの粉末でも気孔の少ない緻密な皮膜が得られる。特に仮焼粉の場合、2003粉と同等の微細均一組織となる。それに対し未処理粉の場合、組織が他に比べ不均一である。これは今回の溶射方法が主に基材への粉末の衝撃力を利用した方法であるため、溶射前の粉末形状や粒度がそのまま皮膜組織に反映したと考える。

図5は各粉末による溶射皮膜のマイクロピッカース硬度測定結果である。2003粉がHv1260と最も高く、次いで仮焼粉がHv1128、未処理粉はHv614と比較材の約半分の硬度しか得られない。図6に各溶射皮膜表面のX線回折結果を示す。溶射過程でのWCの脱炭により2003粉及び仮焼粉ともWが認められるが、硬質粒子である W_2C 、WCのピークが明確に認められる。一方、

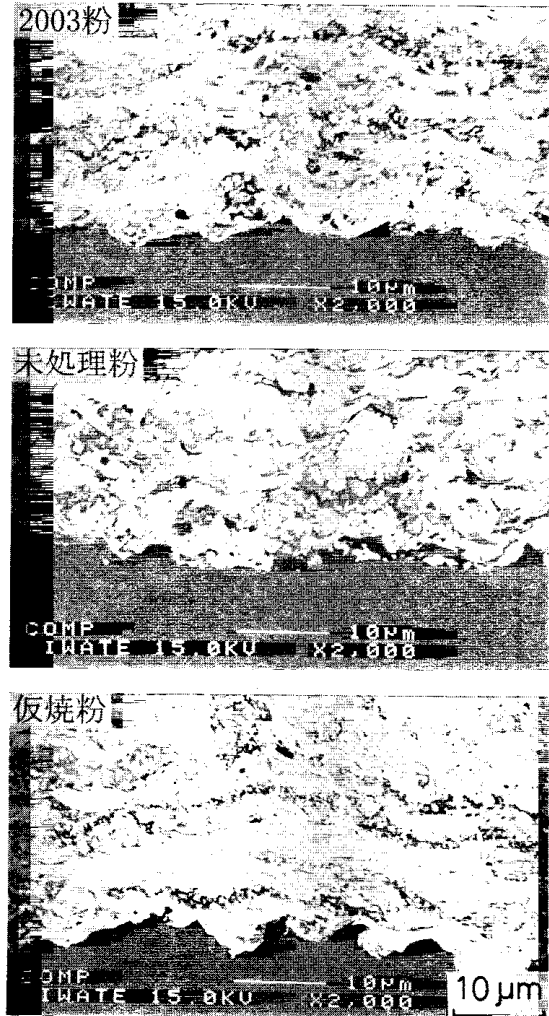


図4 溶射皮膜断面の組成像

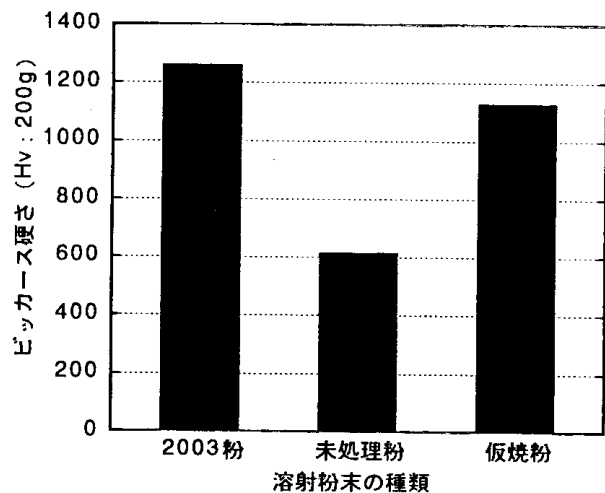


図5 溶射皮膜マイクロピッカース硬度

低硬度であった未処理粉の場合、ほとんどが W となりわずかに W_2C のピークが認められるが、最も硬度に寄与する WC のピークはほとんど認められない。これが硬度低下の原因である。同じ溶射条件にも拘わらず、未処理粉において WC の脱炭が著しく発生したのは、原料粉末の粒径が大きく関与していると考えられる。即ち、未処理粉は他の粉末比で多量の微細粉末を含むため、同じ脱炭酸化雰囲気でも、その脱炭はより早く進行したため

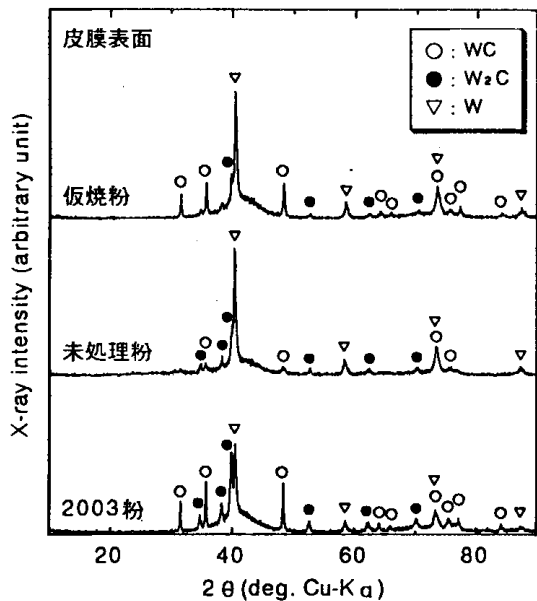


図6 溶射皮膜表面のX線回折結果

と考える。それ故、仮焼処理は単一微細粉末同士を焼結・凝集させ、微細粉末が減少することから、脱炭の進行を抑制するために効果的な処理と考える。

図7にスガ式摩耗試験結果を示す。比較材 2003 粉に比べ仮焼粉で約3倍、また、皮膜硬度の低い未処理粉では約11倍と大きな摩耗減量を示す。何故、硬度では2003粉に比べ若干低い仮焼粉皮膜の耐摩耗性が低いのかを考察した。図8に摩耗試験前後での摩耗表面のSEM像を示す。試験前表面は2003粉、仮焼粉の場合とも同様の表面形態を呈しているが、3600回往復運動後の表面は、2003粉ではほぼ全面で研磨紙と接触しているのに対し、

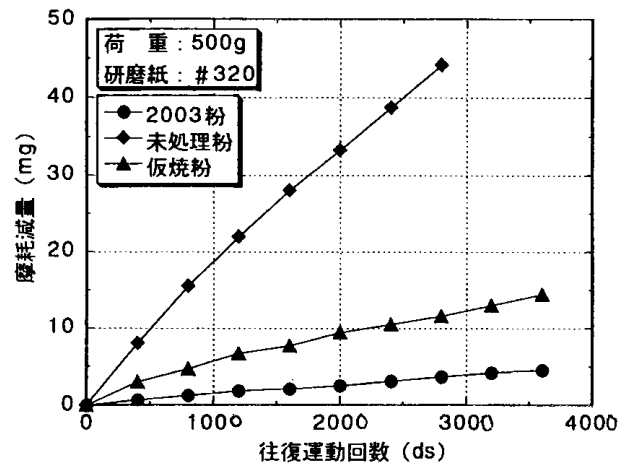


図7 溶射皮膜の摩耗試験結果

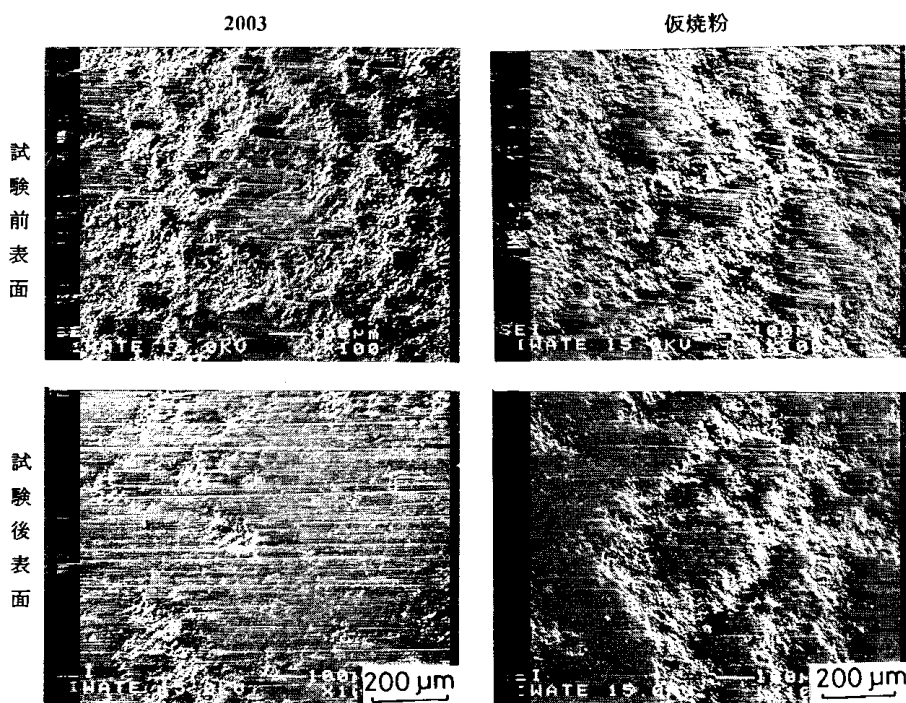


図8 摩耗試験前後の溶射皮膜表面のSEM像

仮焼粉では摩耗減量が大きいにも拘わらず、未接触部が多数見られる。これは仮焼粉による皮膜の表面粗さが大きいことを示しており、その原因として 2003 粉が 10 ~ 45 μm の均一粒径であるのに対し、仮焼粉は 75 μm に分級したのみであることが挙げられる。これらの結果から、耐摩耗性の改善には、仮焼処理により微細粉末同士を一部焼結・凝集させるとともに、得られた仮焼粉の粒径の均一化が必要と考える。

4 結 言

超硬合金研削屑の溶射原料への応用について、超高速ガス溶射装置を用い検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 研削屑を還元・加炭・仮焼処理することで、市販の溶射原料と同様の緻密でかつ微細均一な組織を有する溶射皮膜が形成できた。
- (2) 皮膜硬度は市販原料よりは若干低かったものの、Hv1128 を得た。また、仮焼処理をしない場合は溶射過程での WC の脱炭が著しく、硬度低下を招いた。

- (3) スガ式摩耗試験の結果、摩耗減量は市販原料に比べ約 3 倍となった。これは、研削屑から再生した粉末の粒度が不均一でかつ粗粒を含むため、皮膜表面粗さを大きくしたためと考える。

本研究の遂行に際し、原料の超硬合金研削屑の提供に協力いただいた和田工業(株)東北工場 田鎖 真氏ならびに溶射加工において指導・協力いただいたスルザーメテコジャパン(株)佐々木光正氏に衷心より深謝致します。

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, 3, 61(1996).
- 3) 鎌田公一, 佐々木稔明: 岩手工技セ研報, 4, 59(1997).

複合機能鑄造材料の機械的性質

勝負澤善行*、茨島 明*、池 浩之*

高川 貫仁*

引張強さや靱性の高い球状黒鉛鑄鉄を、鑄造性や減衰性の良好なねずみ鑄鉄で鑄ぐるみ複合材料とし、更にオーステンパ熱処理を施す複合加工により、高い硬さと強度がある複合機能鑄造材料の開発を行った。

この複合機能鑄造材料は、異なる物性の鑄鉄からなる層状の傾斜材料である。曲げ試験では、下側をオーステンパ球状黒鉛鑄鉄とした場合は 2000N/mm^2 と高い抗折強度が得られ、これに対して下側をオーステンパねずみ鑄鉄とした場合は 650N/mm^2 と低く、強度に方向性がある。引張強さは、オーステンパねずみ鑄鉄と同じ $230\sim 290\text{N/mm}^2$ 程度と低いが、硬さは高くオーステンパ球状黒鉛鑄鉄側でHRC40~46、オーステンパねずみ鑄鉄側でHRC30~38であり、しかも勾配がある。

キーワード:オーステンパ球状黒鉛鑄鉄、オーステンパねずみ鑄鉄、複合機能鑄鉄

Mechanical Properties of Functionally Gradient Cast Iron

SHOUBUZAWA Yoshiyuki , BARAJIMA Akira , IKE Hiroyuki
and TAKAGAWA Takahito

Functionally Gradient Cast Iron has been developed. Firstly, cast-in bonding spheroidal graphite cast iron and gray cast iron, Secondly the bonding material was treated with Austemper heat procedure.

Mechanical Properties of this material are summarized as follows:

- (1) There are directional characteristics in bend strength and hardness.
- (2) There is 2000N/mm^2 of bend strength as under-side Austempred Spheroidal graphite cast iron, but 650N/mm^2 as under-side Austempred gray cast iron.
- (3) There is $200\sim 290\text{N/mm}^2$ of tensile strength.
- (4) Hardness are $30\sim 38\text{HRC}$ side of Austempred gray cast iron, and $40\sim 46\text{HRC}$ side of Austempred Spheroidal graphite cast iron.

key words : Austempred Spheroidal Graphite Cast Iron, Austempred gray cast iron,
Functionally Gradient Cast Iron

1 緒 言

複合材料¹⁾は、機能と特性が異なる2種類以上の材料をいろいろな方法で複合して得られ、新たな機能や特性を持つ材料である。現在まで多くの複合材料が研究・実用化²⁾されているが、最近、産業界ニーズの多様化に伴

い、傾斜機能や複合的な機能のある新たな複合材料の創成が望まれている。

鑄鉄系の複合材料は、鑄造や固相反応等³⁾を利用して造られるが、この中で鑄造による複合化、いわゆる「鑄ぐるみ」による方法は、容易で実用性が高い。例えば、

*金属材料部

電磁流量計³⁾にはステンレス鋼パイプを球状黒鉛鑄鉄で鑄ぐるんだ材料が、また、軟鋼を鑄鉄で鑄ぐるんだ材料が工作機械のしゅう動部³⁾や複合パイプ⁴⁾に使用されている。

一方、オーステンパ熱処理により基地組織をベーナイト化したオーステンパ球状黒鉛鑄鉄(ADI)⁵⁾は、強度や靱性および硬さに優れており、自動車・産業機械・建設機械等の各種部品として広く用いられ今後の用途拡大が期待されている。また、ベーナイト基地のねずみ鑄鉄は、一般のねずみ鑄鉄に比べて減衰性が非常に良好であることが報告⁶⁾されている。著者らは、ADIの優れた硬さと強靱性及びねずみ鑄鉄の減衰性に着目し、それぞれの鑄鉄の特性を高いレベルで備えた新規な複合機能鑄造材料開発を行った。

製造方法として、球状黒鉛鑄鉄をねずみ鑄鉄で鑄ぐるみ、更に、この複合材にオーステンパ熱処理を施す複合加工法を用いた。

本研究では、複合加工法で製造した複合機能鑄造材料の基本的な機械的性質について調べたので報告する。

2. 実験方法

(1) 鑄ぐるみ方法

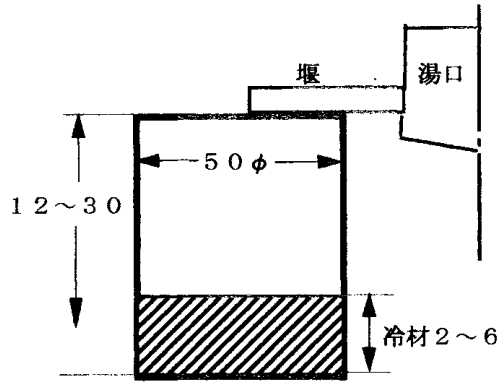
球状黒鉛鑄鉄をねずみ鑄鉄で良好に鑄ぐるむため、ねずみ鑄鉄溶湯の化学組成のうち炭化物生成元素であるP量やMn量の影響及び冷材と溶湯との体積比率の影響など基本的な項目について検討した。

鑄造方案は、図1(a)に示すように接触面が1面で一方方向に熱伝導が生じるものである。鑄ぐるみは、鑄型内に予め冷材として球状黒鉛鑄鉄(表1のFCDの化学組成)を置き、ここに各種ねずみ鑄鉄溶湯(表1のFC2を主としFC1で成分調整)を1723Kと1773Kで鑄込んだ。冷材の寸法は50φ×2~6mm、溶湯部分は50φ×24~28mmとそれぞれ変化させた。球状黒鉛鑄鉄を冷材としたのは、球状黒鉛鑄鉄の溶湯がねずみ鑄鉄に比較してチル化傾向(硬くて脆い炭化物として凝固する傾向)が高く、良好な鑄ぐるみができ難いためである。また、鑄型は主に珪砂(表2のFS)を骨材としたCO₂型を用いた。

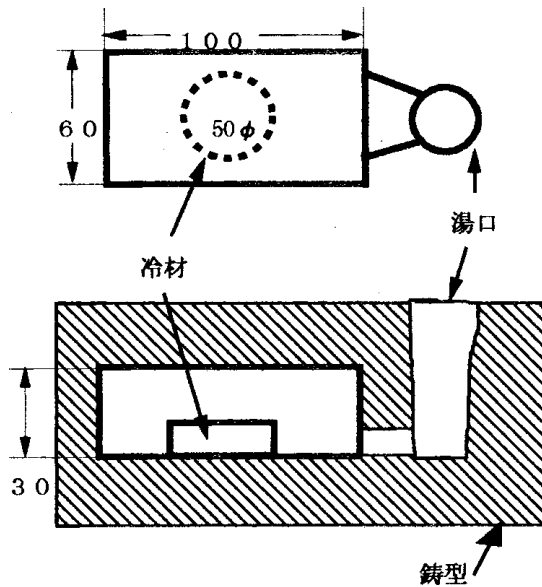
鑄ぐるみの良否は、得られた複合鑄鉄の融合部を切断し顕微鏡組織により比較評価した。

表1 鑄鉄の化学組成 (mass%)

銘柄/元素	C	Si	Mn	P	S
FC1	4.42	2.32	0.44	0.13	0.036
FC2	4.18	2.09	0.25	0.053	0.023
FCD	3.71	2.81	0.27	0.019	0.011

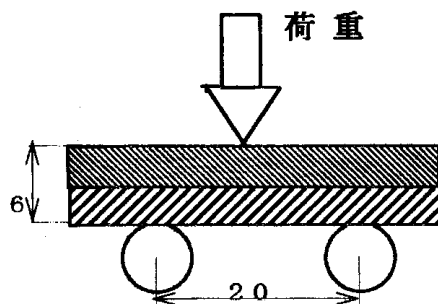


(a) 鑄ぐるみ条件試験用鑄造方法



(b) 曲げ試験片作成用鑄造方法

図1 鑄造方法 (単位: mm)



$$[\text{抗折力 (N/mm}^2\text{)} = 3 \times \text{荷重} \times 200/2 \times \text{厚み} \times \text{幅}^2]$$

図2 曲げ試験方法

(2) 試験片の溶製と機械的性質

2. (1)に従い各種試験用複合鑄鉄を鑄造した。曲げ試験片は図1(b)により、冷材を50φ×6~9mmとする厚さ30×幅60×長さ100mmの鑄ぐるみ材を、引張試験片は円筒状の縦鑄込みにより、鑄造冷材を15φ×60mm

として30φ×120mmの鑄ぐるみ材をそれぞれ得た。なお、これらの鑄型骨材にはセラミック砂(表2のSB)を用い、注湯温度を1723Kとした。

複合鑄鉄は、接合面が中央となるように留意して、曲げ試験片は厚さ6×幅8×長さ30mm、引張試験片は13φ×95mm(ネック部12mm)に、それぞれ加工した。

その後、各試験片を、1173K×1hrのオーステナイト化後、スズ浴法⁷⁾により573K・673K×1hrで急冷・恒温保持し、空冷してオーステンパ熱処理を行った。

曲げ試験は、図2に示すようにスパン間を20mmとし、複合鑄鉄の主材質は2種類であるので、荷重方向を表裏の2方向とした。また、比較のため、オーステンパ処理ねずみ鑄鉄(AFC)とオーステンパ球状黒鉛鑄鉄(ADI)単体の試験も行った。

3. 実験結果及び考察

(1) 鑄ぐるみ条件について

① 体積比率について

良好な鑄ぐるみが可能な、冷材と溶湯との体積比率の範囲について図1-(a)の鑄造方法により検討した。その結果、珪砂(表2のFS)を骨材とした鑄型では、鑄込み温度1723Kで1/6.5~1/9であった。更に比率を上げるために、鑄込み温度を1773Kに上昇すると冷材側の融合面に溶損による凹凸部が生じ、均一な融合面を得ることは難しかった。そこで、体積比率を上げるため、熱伝導率が珪砂の8割のセラミック砂(表2)を鑄型骨材として用いた。その結果、1/5~1/6.5まで体積比率を上げることができた。それらの結果を表3に示す。

表2 鑄型骨材の物性

項目 種別	耐火度 SK	見掛 比重	単位容積重量 g/cm ³	気孔率 %	熱膨張係数 ×10 ⁻⁶	熱伝導率 Kcal/m·hr·°C
FS	34	2.64	1.55	0.18	9.7	0.223
SB	37	2.91	1.68	4.10	5.1	0.183

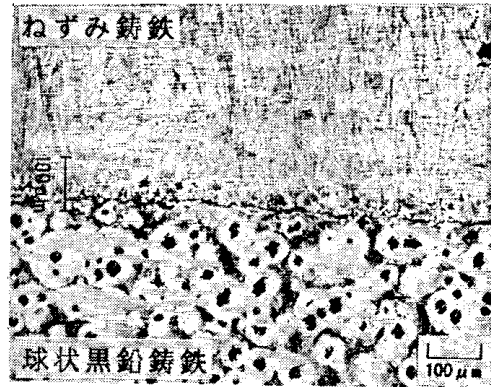
(FS:珪 SiO₂ 98%, SB:セラミック砂(Al₂O₃ 60%-SiO₂ 36%))

表3 体積比率と鑄ぐるみの良否(単位:mm)

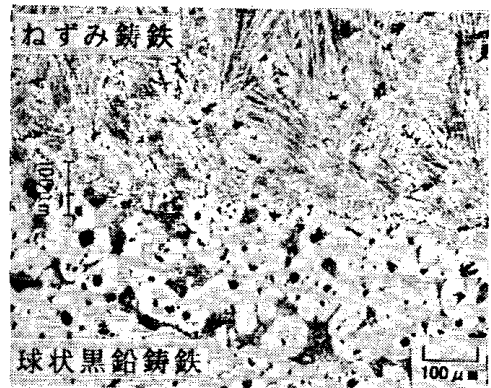
冷材 厚さ	溶湯分 の厚さ	体積比 率	鑄ぐるみの良否	
			珪砂	セラミック砂
2	28	1/14	× 融鉄	
3	27	1/9	○	△ 融鉄
4	26	1/6.5	○	○
5	25	1/5	×	○
6	24	1/4	×	×

○良、×否、△やや良

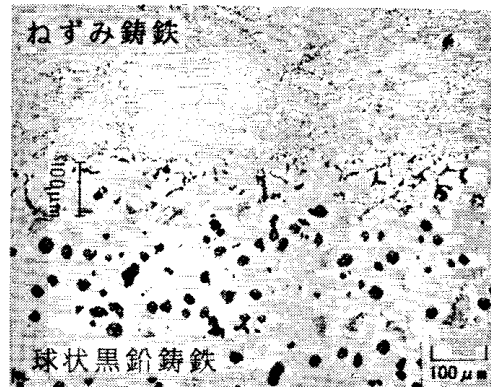
また、珪砂とセラミック砂鑄型による融合面の違いは、セラミック砂鑄型を用いた方が中間層であるCV黒鉛鑄鉄層が100~150μm明確に形成されることである。このことは、セラミック砂鑄型による材料の方が機械的性質が安定化すると予測され、以後の試験片の溶製にはセラミック砂を骨材とした鑄型を用いた。



3-1 未融合界面



3-2 チル発生界面



3-3 良好な融合界面

図3 冷材との融合界面

② ねずみ鑄鉄のP量とMn量の影響

ねずみ鑄鉄溶湯のP量とMn量による鑄ぐるみへの影響について、珪砂鑄型を用いて検討した。但し、冷材と溶湯との体積比率は1/9とした。P量0.1%以上、Mn量0.4%以上のねずみ鑄鉄溶湯を鑄込んだ場合は、図3-1に示すように冷材との界面に指向性のあるチルが生成して融

合されず、铸ぐるみは不可能であった。また、この対策として、铸込み直前に Fe-Si (75%合金) で接種を行い黒鉛化能を高めた溶湯を铸込んだが、図3-2に示すようにわずかな融合は認められるが、界面からチルが発生し良好な铸ぐるみはできなかった。次に、P量0.053%、Mn量0.25%の FC2(表1)のねずみ铸铁を铸込むと、図3-3に示すように冷材との融合が可能となり、良好に铸ぐるむことができた。また、この場合は、融合面に芋虫状黒鉛の晶出層が約100 μ m形成されているのが観察される。この層は球状黒鉛铸铁とねずみ铸铁との中間的な機械的性質を示す CV 黒鉛铸铁の層であり、両铸铁の緩衝層として有効に機能することが期待できる。

③ オーステンパ熱処理結果について

溶製材を試験片寸法に加工後、スズ浴法によるオーステンパ熱処理を行った。各試験片には歪みや割れ等の発生が見られることなく、図4に示すようにペーナイト化処理温度573K では、各部分とも均一な下部ペーナイト組織が得られた。

一般に、複合材は構成する材料の物性の違いにより、熱処理時の応力発生に伴って、界面での割れや材料自体の破損が懸念される。しかし、この铸铁同志の複合材は、化学組成や熱物性値等が類似し、しかも融合面に物性値(表4)が両者の中間的な芋虫状黒鉛を有する CV 黒鉛铸铁が 100~150 μ m 程生成され、熱伝導率の差が小さいこと等により割れや歪みの発生は起こらないものと考えられる。

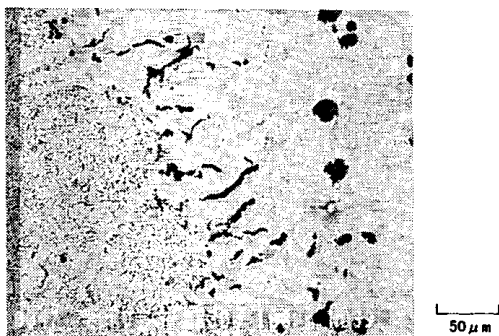


図4 オーステンパ処理後の界面の顕微鏡組織 (ペーナイト化573K×1hr、SEM像)

表4 各種铸铁材の物性値

性質\材種	FC	CV	FCD
引張強さ N/mm ²	150~400	>300	350~900
0.2%耐力 N/mm ²	—	>250	250~600
伸び%	<1.5	>2	3~25
抗圧力 N/mm ²	500~1400	600	600~1200
ブリネル硬さ	140~300	<160	120~350
ヤング率 kN/mm ²	75~155	140~155	165~185
熱伝導率 ×10 ² cal/cm·sec·°C	11~14	9~12	6~9
線膨張係数 ×10 ⁻⁶ mm·°C(20~200)	11~12	12~14	11.5~13

FC:ねずみ铸铁、 CV:CV 黒鉛铸铁、
FCD:球状黒鉛铸铁

(2) 機械的性質

① 曲げ試験

ペーナイト化573K 処理の複合機能铸造材料の曲げ試験結果を図5に示す。ADI 単体で2800N/mm²の抗折力が、下側を ADI とした場合は2000N/mm²であり単体の7割の高い強度が得られる。しかし、下側を AFC とした場合は650N/mm²で、AFC とほぼ同等の低い強度となる。一方、ペーナイト化673K 処理材では、基地が上部ペーナイト組織となるため、下側を ADI とした場合、前者と同様に、単体(2300N/mm²の値)の7割の高い強度が得られる。下側を AFC とした場合は、前者と同じレベルで低い強度である。

この複合機能铸造材料は、このように強度に方向性がある。図6は破断の仕方の模式図であり、下側を AFC とした場合は、下側に加わる張力で片状黒鉛の端部に応力が集中(切り欠け効果)して、高強度なペーナイトでも割れが発生し破断してしまう。これは、図7の破断面の電子顕微鏡写真に示す様に、AFC 側の破断面に黒鉛が多く観察されることから推察される。一方、強度的に強い ADI 側は、AFC 破断後も荷重をかけ続けることにより、伸びて変形する。そして、荷重をさらに加えると、中間層(CV 黒鉛铸铁層)が荷重方向と垂直に破断する。これに対して、下側を ADI とした場合は、強靱なペーナイト組織の ADI は張力に対抗すること、そして抗圧力が高い AFC(表4に示す FC、当然 AFC も抗圧力が高い)が圧縮に対抗することなど、複合化して抗折力を高めていると考える。

球状黒鉛铸铁とねずみ铸铁との間に形成される CV 黒鉛铸铁層は、両者の中間的な物性を示し、応力の緩衝相として作用して、複合機能铸造材料の抗折強度を制御し

ていると思われる。また、この層の生成を制御することにより、機械的性質を更に向上できると考える。

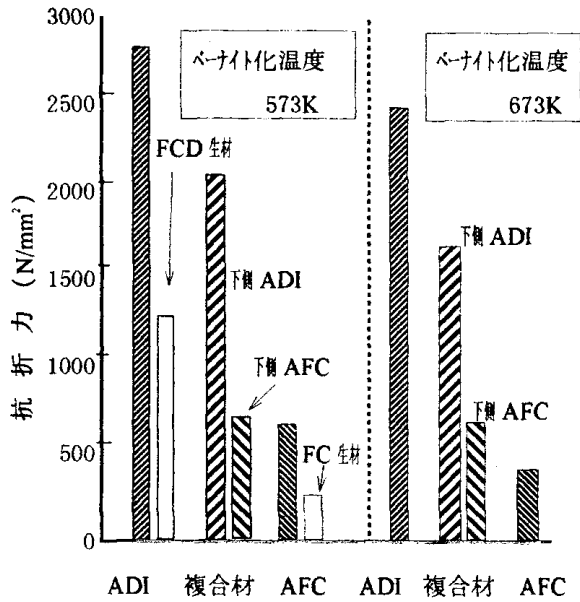


図5 曲げ試験結果

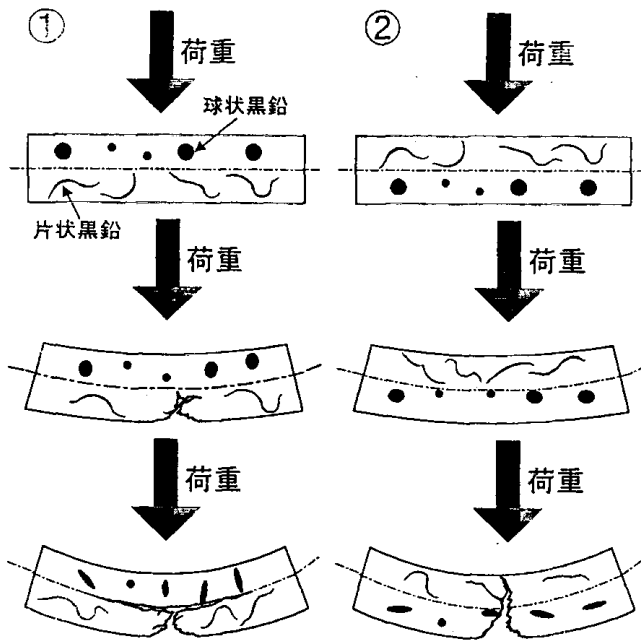


図6 破断の仕方

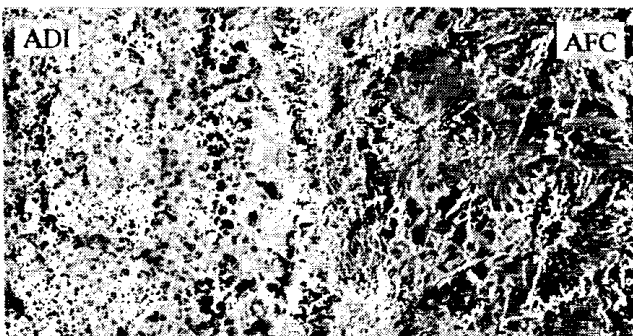


図7 破断面の様子(SEM像)

0.5mm

② 引張り試験

引張試験結果を、複合機能鑄造材の非熱処理材(生材)も含めて図8に示す。複合機能鑄造材の値は、いずれもAFC単体より小さく、230~290N/mm²(573K処理)程度である。また、破断は予測されるようにねずみ鑄鉄側で生じ、従って引張強さはAFCと近い値となる。破断箇所を調べると、融合界面近傍ではなく、内部の黒鉛が粗くなっている部分で起こっている。これは、融合界面のねずみ鑄鉄の黒鉛サイズが、球状黒鉛鑄鉄により急冷されるため微細で、界面から遠い箇所では黒鉛が粗くなるためである。

③ 硬さ試験

複合材の硬さ試験結果を図9に示す。硬さは高く、単体のADI及びAFCと同等である。573K処理でADI側は44~46HRC、AFC側で35~38HRC、673K処理ではADI側は40~43HRC、AFC側で30~33HRCである。中間層のCV黒鉛鑄鉄部は100μm程の厚さであり、硬さの測定は不可能であったが、AFCとADIの中間的な値と予測される。

このように、硬さはADIとAFC側では異なり、材料として硬さに勾配があることが分かる。

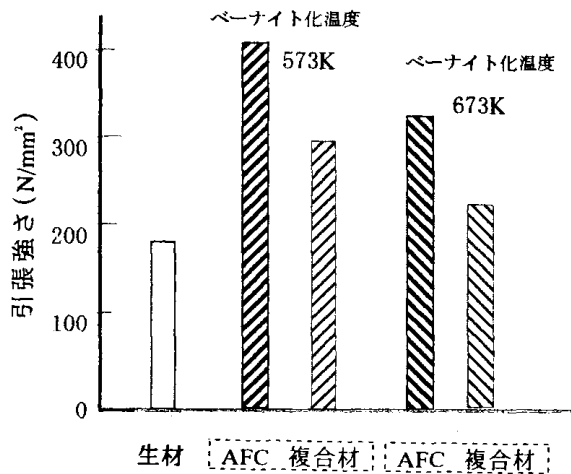


図8 引張試験結果

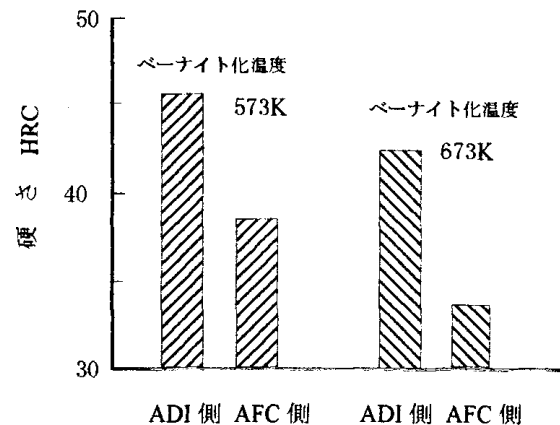


図9 硬さ試験結果

4. 結 言

球状黒鉛鑄鉄をねずみ鑄鉄で鑄ぐるみ複合化し、更にオーステンパ熱処理を施す複合加工により、複合機能鑄造材料を開発し、その機械的性質を調べた結果を得た。

また、この複合機能鑄造材料は同族の鑄鉄同志の複合材であり、リサイクルが非常に容易と考えられる。

- (1) 球状黒鉛鑄鉄をねずみ鑄鉄により鑄ぐるみ、良好な融合面を得るには、セラミック砂を骨材とした鑄型が適しており、冷材と溶湯との体積比は1/5~1/6.5である。
- (2) ねずみ鑄鉄溶湯のP量0.06%以下・Mn量0.3%以下で良好な鑄ぐるみが可能である。
- (3) 良好な鑄ぐるみ面に、100~150 μ m程度の間層(CV黒鉛鑄鉄層)が形成される。
- (4) 複合鑄鉄のスズ浴法によるオーステンパ熱処理では、歪みや割れ等の発生は生じなかった。
- (5) 抗折力は下側をオーステンパ球状黒鉛鑄鉄とした場合は2000N/mm²と高く、逆に下側をオーステンパねずみ鑄鉄とした場合は650N/mm²と低く強度に方向性がある。
- (6) 引張強さはオーステンパねずみ鑄鉄より低い230~290N/mm²である。
- (7) 硬さは高く勾配があり、オーステンパ球状黒鉛鑄鉄側で40~46HRC、オーステンパねずみ鑄鉄側で30~38HRCである。

本研究開発は、平成4年に制定された『特定中小企業集積の活性化に関する臨時措置法』に基づく水沢地域集積活性化事業を支援するため、中小企業事業団の特定中小企業支援技術開発事業として岩手県が委託され実施したものである。

事業の推進に対し、東北通商産業局久保田保技術振興課長に懇切なるご指導賜り謝意を表す。

また、研究を推進するに当たり、室蘭工業大学片山博教授、千葉大学青木弘行教授、岩手大学岩淵明教授・水野雅裕助教授、工業技術院機械技術研究所井上英夫部長(現、中央大教授)、同東北工業技術研究所前首席研究官岡田豊明氏、他多くの方々にご指導を得たことを記し厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 三浦編:「金属複合材料」共立出版(1973)
- 2) 桃野:鑄物62(1990)405
- 3) 桃野:日本鑄物協会東北支部大会講演概要(1991)
- 4) 鴨田、野口:鑄物64(1992),26
- 5) 塩川:鑄物56(1984),362
- 6) 渡辺、沓沢:秋田県工業技術センター
研究報告昭和63年度
- 7) 勝負澤、茨島、池、高川:岩手県工業技術センター
研究報告4号(1997)p43

鉄基材へのトリアジンジチオール有機蒸着薄膜作製とその評価

鈴木一孝*, 橘 秀一*, 根守 章*,
小向隆志*, 佐々木英幸*, 穴沢 靖*,
佐々木秀幸*, 吉田敏裕*, 酒井晃二*

表面をバフ研磨した鉄基材に有機分子(6-ジブチルアミノ-1,3,5-トリアジンジチオール)を真空蒸着法により、成膜速度と基板温度を変えて薄膜を成膜した。得られた有機蒸着薄膜の原子間力顕微鏡(AFM)観察と、高感度反射法フーリエ変換赤外分光分析(FT-IR RAS)分析から、このチオール基を有する有機分子の鉄基材への成膜形態および配向性が明らかとなった。

キーワード: 真空蒸着法, AFM, FT-IR RAS, 成膜形態, 分子配向

Preparation of Triazine Dithiol Organic Thin Films on a Fe Substrate and it's Evaluation.

SUZUKI Kazunori, TACHIBANA Shyuichi, NEMORI Akira,
KOMUKAI Takashi, SASAKI Hideyuki, ANAZAWA Yasushi,
SASAKI Hideyuki, YOSHIDA Toshihiro and SAKAI Koji

The thin films of 6-dibutylamino-1,3,5-triazine-2,4-dithiol (DB) are prepared by Vapor Deposition on a Fe substrate treated with buffing. The characteristics of the thin films are investigated using FT-IR RAS and AFM. In this report, the Growth mode and the molecular orientation of the films is discussed. The results have shown that the deposited DB are grown with a lot of molecular cores dispersed on the wide area of Fe surface for low rate of deposition and low temperature of the substrate. As for orientation of DB, the normal orientation to the surface is formed for high rate of deposition and the high temperature of the substrate.

Key words : FTIR-RAS, AFM, Growth mode, Molecular orientations

1. 緒 言

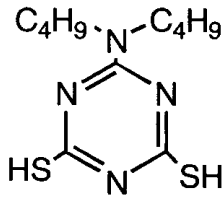
有機物質を機能薄膜として、産業製品に利用しようとする試みは近年活発に行われている。この有機薄膜の成膜原料となる有機分子で成膜される薄膜は、適宜配向制御する成膜技術により、機能を最大限に発揮できることが知られており、この配向制御技術については多くの報告がみられる。¹⁻³⁾ 有機分子による薄膜の作製手法として、溶液中で成膜するウェット系と真空中で成膜するドライ系に大別される。ドライ系の手法としては真空蒸着法が代表的な成膜手法であり、基本的には、真空条件下で有機分子を蒸気化し、基板に薄膜を形

成する手法である。われわれはこの真空蒸着法により今後の産業応用を広げようと考えている。真空蒸着法によって有機化合物の薄膜を作製する技術にも、多くの報告が見られる⁴⁻⁶⁾。その多くはアルカリハライド基板等の高度に表面制御された基板への成膜配向性について議論しているが、一般産業分野では、このような基板を使うことは少ない。

そこで、真空蒸着法により工業材料として使用頻度の高い金属に対し、有機分子による蒸着薄膜(以後有機蒸着薄膜)をさらに多くの工業材料として応用出来るように、薄膜の機

* 化学部

能基の効果を十分に発揮する配向制御成膜する技術を確認する必要があると考えている。



6-ジブチルアミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジチオール
DB

図1 成膜に使用した有機分子の化学構造

ここで使った有機分子は、6-ジブチルアミノ-1,3,5-トリアジン-2,4-ジチオール (以下 DB) であり、化学構造を図1に示した。この有機分子は電解重合法等の湿式法により金属基材とチオール基により、化学吸着し易いこと、チオール基によって化学吸着し易いこと、チオール基同志の S-S 結合反応により重合成長し、強固な膜となりやすいこと、機能基であるジブチルアミノ基の効果により主に金属の防蝕剤として応用される等が知られている化合物である⁵⁾。

また、使用した金属基材は工業材料として一般的な鉄である。工業利用への第1段階として、この鉄基材に対する有機分子の蒸着条件についての基礎知見を得るための成膜手法として、成膜速度と基板温度を制御し、有機蒸着薄膜を作製した。得られた有機蒸着薄膜の特性を FT-IR RAS、および AFM により分析し、成膜形態と配向性について検討したので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 成膜材料と基板

成膜実験用有機化合物は、市販品三協化成 (株) 製の商品名 Zisnet DB 白色粉末をそのまま使用した。成膜基板は市販冷間圧延鋼板 (SPCC 材: 厚さ 2mm, 20mm×20mm) とした。基板表面仕上げは、800# のエメリー研磨紙、および 1000# のエメリー研磨紙で研磨し、最後に 1μm のダイヤモンドペースト分散バフ研磨布で研磨した。その後、アセトンおよびメタノールの順でそれぞれ 10 分間超音波洗浄を行い試験基材とした。

2.2 真空蒸着

有機蒸着装置の概略を図2に、実験手順を表1に示す。成膜前のチャンバーの真空度が 4×10^{-8} Pa の雰囲気になった後、成膜速度による成膜形態と配向性を評価するために、基板温度を -20℃ に設定し、蒸発源ヒーターを 45℃、55℃ および 65℃ に設定し、水晶振動式膜厚計で読み取った値が約 150 Å まで成膜した。

基板温度による成膜形態と配向性を評価するため、成膜前の真空度を 4×10^{-8} Pa とし、成膜速度を約 2.4 Å/min (蒸発源温度を 50℃ とし、基板温度を -20℃、10℃ および 440 に設定し、水晶振動式膜厚計でモニターしながら約 150 Å まで成膜した。

表1 成膜準備手順

1. 基板をホルダーへ装着。
2. 基板を成膜室へ投入。
3. 基板を 200℃、1hr 熱処理。
4. 成膜室内壁を室温冷却。
5. 成膜前の真空度を に設定。
6. 条件設定・成膜。

2.3 有機蒸着薄膜の分析・評価

成膜形態の観察には原子間力顕微鏡 (Digital Instrument 社製の Nano Scope III) を使い、タッピングモードにより、10μm 角の領域を測定した。成膜された蒸着膜の定性分析および配向性評価は、FT-IR RAS により行った。FT-IR RAS は日本分光 (株) 製の FT/IR-8900 の偏光反射測定装置 PR-500 型 (高感度反射分光法) を用いた。入射角 80° で偏光子により、入射面に平行な光 (p 波) を入射し、スキャン回数を 100 回とし測定した。また、蒸着薄膜の膜厚は、溝尻工業 (株) 製のエリプソメトリーにより屈折率を 1.64 として求めた。

3. 実験結果と考察

3.1 成膜速度

蒸発源温度 45℃、50℃、55℃、および 65℃ の成膜速度変化を図2に示す。成膜速度 (Å/min) はそれぞれの蒸発源温度で 15 分間成膜した試験片をエリプソメトリーで膜厚を測定し求めた。その結果、それぞれの成膜速度は 1.6、2.4、23.4、および 208.8 Å/min であり、蒸発源温度に対し 2 次元的な比例関係にあると考えられる。

3.1.1 成膜速度と成膜形態

成膜速度を 1.6、23.4 および 208.8 Å/min と変えた場合の成膜形態を AFM により観察した結果を図3に示す。この得られた有機蒸着薄膜の膜厚はエリプソメトリーにより測定したところすべて約 150 Å である。成膜速度が遅いほど、基材に均一に成膜するが、成膜速度が速くなるに従い、膜の凹凸が、徐々に助長され、蒸着した核分子が大きく島状に成長することがわかる。また、成膜速度変化による有機蒸着薄膜の FT-IR RAS 定性分析スペクトルを図4に示す。各々のスペクトルを比べると、ピーク位置は同じであり蒸着分子構造に違いが見られないことがわかる。

以上より、成膜速度と成膜形態の関係は蒸着プロセスに帰すると説明できる。すなわち、蒸着プロセスは蒸発分子が基材へ吸着されると、基材表面で拡散し、蒸着分子の核形成が起こり、この核がさらに拡散し膜を形成するといわれている⁷⁾。成膜速度が遅いと、蒸発分子数は少なく、表面拡散の自由度が高くなるため、小さな核形成が支配的となり、均一分散した膜が得られ易いと言える。逆に成膜速度が高くなると蒸発する有機分子数が多くなり、蒸着する有機分子の表面拡散自由度が小さくなり、拡散より分子間力凝集による大きな核形成が支配的になると考えられる。

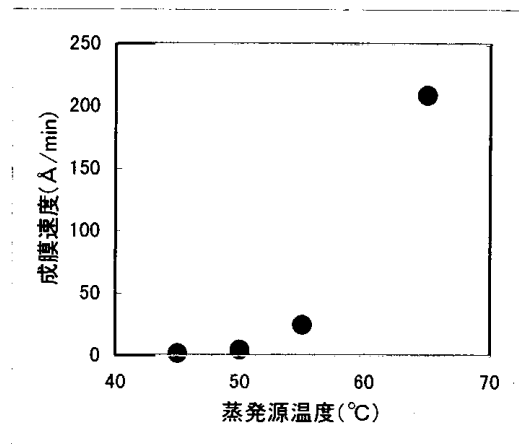


図2 蒸発源温度と成膜速度の関係

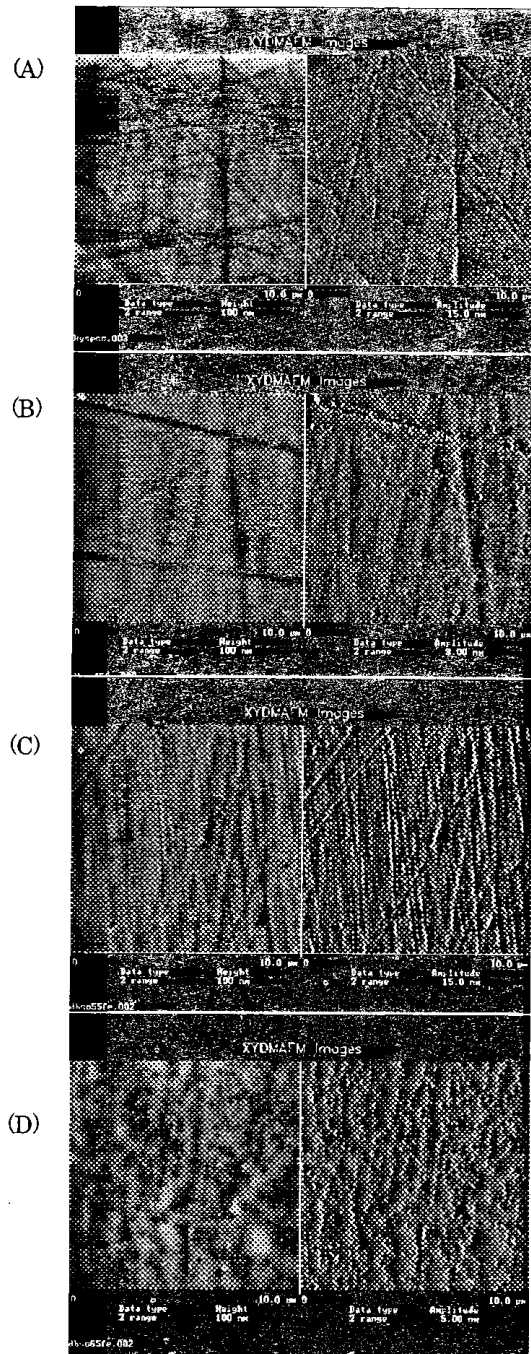
3. 1. 2 配向構造

蒸着した有機化合物の分子配向性は FT-IR RAS により解析出来る⁸⁻⁹⁾。たとえば図4に示す FT-IR RAS スペクトルの特定波数の吸収強度に違いが見られるが、これは何らかの配向性の変化を示唆している。

基材に対する垂直方向(Z軸)の配向性について、FT-IR RAS のデータと、KBr 錠剤法により測定したデータから、各吸収ピーク強度を簡易的な計算式 (1)¹⁰⁾により計算して求めることができる。式(1)に示した I_{RAS} は FT-IR RAS により測定された DB 蒸着膜の吸収ピーク強度であり、 I_{KBr} は蒸着前の原料を KBr に分散し透過法で測定した吸収ピークの強度である。また、 ϕ は基材に対する垂直方向から基材へ向かう分子の配向角度を示すものである。

$$I_{RAS} / 3 I_{KBr} = \cos^2 \phi \quad (1)$$

図5に、蒸発源温度を 50°C とし、基板温度を -20°C で成膜時間 15 分間とした DB 蒸着膜の FT-IR RAS と KBr 錠剤で透過法により測定した FT-IR スペクトルを示した。それぞれのピークで吸収強度に違いが見られ、透過法で測定した FT-IR 無配向分子の点線スペクトルに対し、FT-IR RAS で測定した



(測定領域: 10 μm 角)

図3. 成膜速度変化による DB 蒸着膜の AFM 像:

- (A); 蒸着前の基板
- 成膜速度 (B) 1.6 Å/min; (C); 23.4 Å/min
- (D); 208.8 Å/min

蒸着膜の実線スペクトルでは吸収強度比が小さいところがある。その吸収強度が小さくなる構成分子の配向性は、基材に対し水平配向性を示すことが推定できる。

実際に式(1)を使って、図4に示した FT-IR RAS スペクトルから成膜速度を変えて、成膜された DB 蒸着分子の配

向計算を行った結果を表2示した。この DB 分子はトリアジン環と機能基としてジブチルアミノ基およびチオール基から構成される。表2の計算結果は、C-N 伸縮と C=N 伸縮振動のトリアジン環に基因するピーク、及び CH₂、CH₃ のジブチルアミノ機能基に基因するピークは共に成膜速度が速くなるに従い、基板に対し、垂直配向性を示している。このことは、成膜速度が高くなるに従い、蒸発分子が多くなり、蒸発中に分子間力等により平面分子が積層状の多分子を形成し易く、過冷却度（この実験では基板温度を 20℃とし、冷却度が大きい。）により徐々に水平配向性を示すという従来の報告¹¹⁾とは異なる結果である。

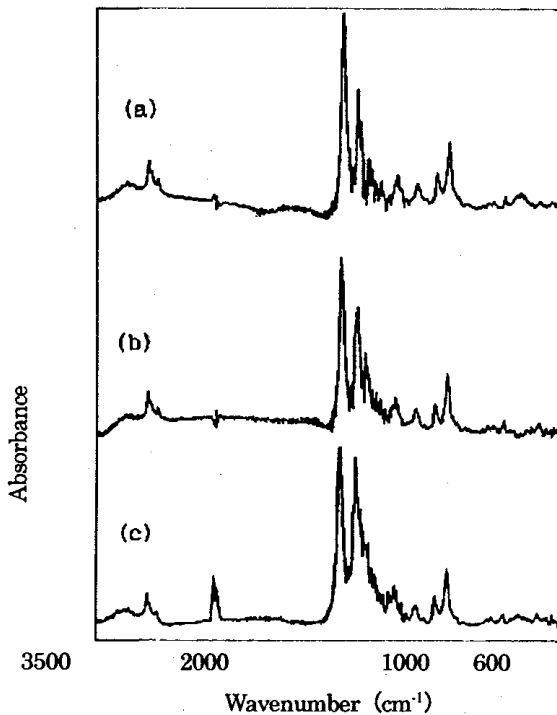


図4 蒸発源温度変化により成膜された DB 蒸着膜の FT-IR RAS スペクトル : (a); 1.6Å/min, (b); 23.4Å/min, (c); 208.8Å/min

これは、蒸着分子が積層した多分子状態であると推測され、基板に対し水平配向よりも垂直配向の方が積層多分子の配向としてより自然であり、より安定であろうと考える。

3. 2 基板温度

3. 2. 1 基板温度と成膜形態

成膜速度を 2.4Å/min、蒸着基板温度を-20、10、40℃とし、成膜膜厚が約 150Åとなるようにそれぞれ約 15分間成膜した DB 蒸着膜の AFM 像を図7に示した。また、定性分析として図8に FT-IR RAS スペクトルを示した。

AFM の結果から、基板温度を変えた場合も、蒸着源温度を変えた場合と同様に、低温度ほど、基板に均一分散された状態で成膜することがわかる。しかしながら、高温度基板と

高速度成膜の場合には有機蒸着膜の表面形態は異なり、高温度基板の方が、同じ島状成長を示すものであるが、島の状態が小さく、その大きさが均一分散された状態で成膜されていることがわかる。また、FT-IR RAS の結果は、成膜速度変化と同様に、蒸着分子の構造には違いが見られないことを示唆するものである。

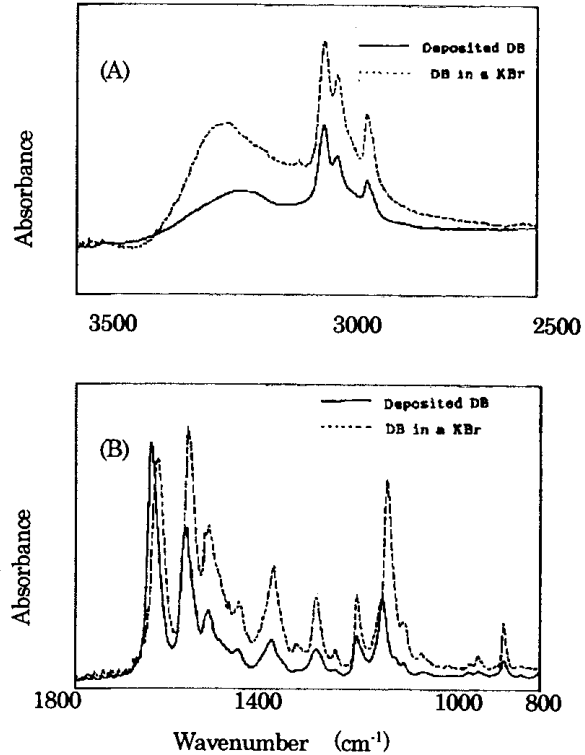


図5 DB 蒸着膜の FT-IR RAS スペクトル (実線) と DB の KBr 法による FT-IR スペクトル (点線) (A); 高波長スペクトル, (B); 低波長スペクトル

ここでは成膜速度を 2.4Å/min 設定したが、この場合蒸発分子は少なく、蒸着分子は単分子的に基板に吸着し、基板上での成膜形態は成膜過程の再蒸発・拡散の違いにより異なる。この基板上での分子運動を支配するのは基板温度である。

低温度基板温度の場合、再蒸発・拡散は起こりにくく、基板全面に均一分散し、単層状に成膜する。一方、高温度基板の場合、小さな核の再蒸発、拡散による分子同志の衝突により凝集し易く、成膜形態は島状成長になり易い¹⁰⁾。

3. 2. 2 基板温度と配向構造

つぎに成膜分子の配向性について議論する。表2と同様に、FT-IR RAS のスペクトルから計算し、蒸着分子の基板温度変化による配向角度の計算結果を表3にまとめた。高温度基板温度ほど、蒸着分子は基板に対し、垂直配向し易いことがわかる。しかしながら、蒸発源温度変化の場合ほど配向性に大

きな変化はない。これは、上記したように蒸着源温度変化では、蒸着分子は多分子的に成膜成長し、基板温度変化の場合では単分子的に成膜成長することに関係があると考えられる。すなわち、基板温度変化の場合、単分子的に基板に吸着し、吸着した分子は、基板との相互作用より、有機分子同志の分子間力が支配的であり、基板に水平配向するより垂直配向した薄膜が得られやすい。また、トリアジン環の配向に比べ、機能基であるジブチルアミノ基の変化が大きいことは興味ある結果である。鎖状分子と環状分子の蒸着による配向構造が

表2 蒸発源温度変化による成膜 DB 分子の特徴ピークの配向角度計算結果

ピーク波数 (cm^{-1})	ピークモード	配向角度 (ϕ°) 蒸着源温度		
		45°C	55°C	65°C
2960	CH3 C-H 伸縮	62	60	55
2934	CH2 C-H 伸縮	63	61	54
1610	NHCS N-H 変角	53	52	53
1540	C=N 伸縮	67	62	54
1435	CH2 挟み振動	65	63	54
1365	CH3 挟み振動	67	65	57
1275	N-C 伸縮	68	63	54
1140	C=S 伸縮	67	65	65

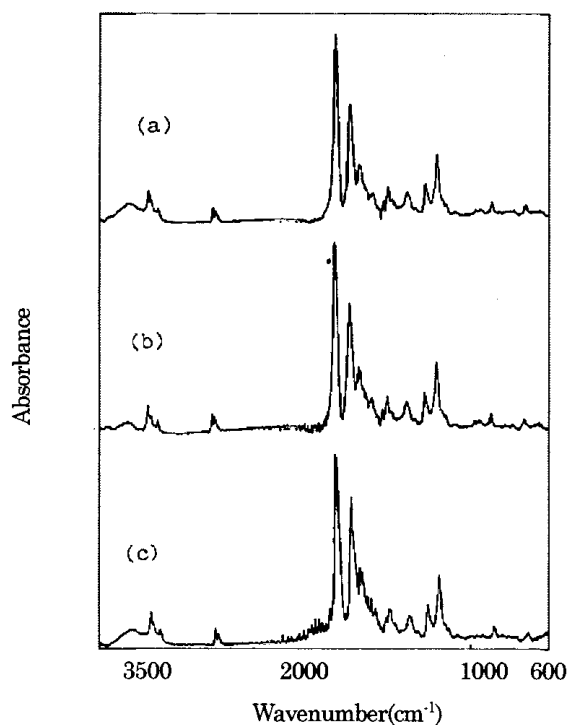
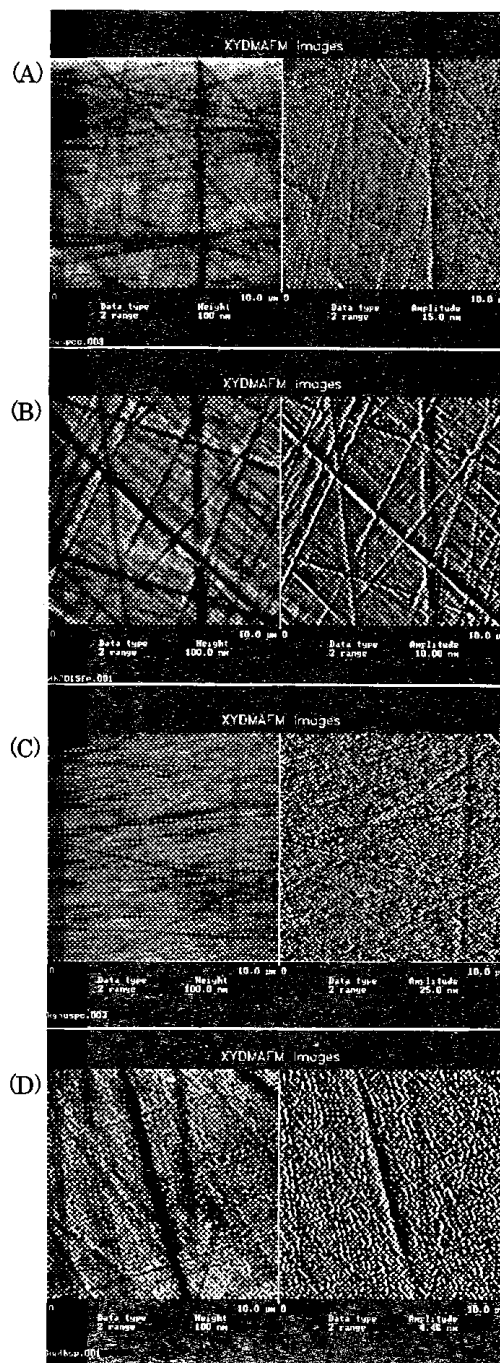


図6. 蒸着基板温度変化により成膜された DB 蒸着膜の FT-IR RAS スペクトル : (a); -20°C, (b); 10°C, (c); 40°C

異なることが知られており、¹²⁾、金属基材に対し、鎖状分子は垂直配向性を示し、環状分子は基材に平行配向性を示す。2つの機能基から構成される DB 有機分子の場合は、垂直配向性が強く、鎖状基と環状基の配向支配は、鎖状基の効果が支配的であると考えられる。



(測定領域: 10 μm 角)

図7. 蒸着基板温度変化による DB 蒸着膜の AFM 像 : (A); 蒸着前の基板
蒸着基板温度 (B); 20°C (C); 10°C (D); 40°C

表3. 蒸着基板温度変化による成膜 DB 分子の特徴ピークの配向角度計算結果

ピーク波数 (cm^{-1})	ピークモード	配向角度 (ϕ°) 蒸着基板温度		
		-20°C	10°C	40°C
2960	CH3 C-H 伸縮	61	60	57
2934	CH2 C-H 伸縮	62	58	55
1610	NHCS N-H 変角	53	53	52
1540	C=N 伸縮	65	62	59
1435	CH2 挟み振動	62	63	54
1365	CH3 挟み振動	63	65	57
1275	N-C 伸縮	66	63	58
1140	C-S 伸縮	67	65	65

4. 結 言

蒸発源温度を変えて蒸着したトリアジンジチオール成膜形態は、温度を低くした場合は、鉄基板上全面に均一に分散して成膜する。一方、温度を高く設定して蒸着したトリアジンジチオールは、鉄基板上に不均一な大きさの島を形成し成膜する。その配向構造は、温度が高い場合には基材に対し、トリアジン環とジブチルアミノ基は垂直配向性を示し、温度が低い場合には基材に平行配向性を示す。

鉄基材の温度条件を変えて蒸着したその成膜形態は、温度が低い場合、基材全面に表面の凹凸起伏を小さくするように均一に分散し成膜するが、温度が高い場合、一定の凹凸起伏で、基材に均一に分散し成膜する。その配向構造は、温度が高い場合には鉄基材に対し、垂直配向性を示し、トリアジン環よりも、ジブチルアミノ基の方がより垂直配向性が大きい。また、温度が低い場合には、トリアジン環とジブチルアミノ基は基材に平行配向性を示す。

謝 辞

本研究にご協力、ご助言頂いた岩手大学 工学部 材料物性工学科の吉澤正人教授、吉本則之講師、同博士過程前期在学中の前原秀雄君に感謝いたします。

本研究は平成9年度特定産業集積活性化支援強化事業により実施した。

文 献

- 1) 矢部, 谷口, 増原, 松田共著; 有機超薄膜入門, 倍風館
- 2) 斎藤, 雀部, 筒井; 有機電子材料, オーム社
- 3) 入山啓治; 有機超薄膜, 産業図書
- 4) 奥居徳昌; 表面 Vol.26 No.10. 695 (1988)
- 5) 上田, 柳, 芦田; 表面 Vol.31 No.10.758 (1993)
- 6) 八瀬 清志; 新素材 Vol.12 76 (1992)
- 7) 森邦夫; トリアジンチオールによる金属の高速表面処理に関する研究(技術開発事業報告書) (1993)
- 8) Ivan V Markov; Crystal Growth For Biginners World Scientific (1996)
- 9) 谷山 明・薄木智亮; 表面科学 Vol.16, No.5, 320 (1991)
- 10) D.L.Allara, R.G.Nuzzo; Langmuir Vol.1, No.1, 52 (1985)
- 11) 久保野 敦史, 奥居徳昌; 化学工業, Vol.3, 40 (1992)
- 12) 上田裕清, 芦田道夫; 日本接着学会誌, Vol.28, No.21, 78 (1992)

トリアジンチオール処理リン青銅板とポリブチレン テレフタレート樹脂の射出成形による直接接着*

佐々木英幸**、小林伊智郎***、於本立也***

リン青銅板を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)水溶液で処理し、ポリブチレンテレフタレート(PBT)樹脂と射出成形で直接接着する方法について検討した。接着に適正な処理条件はTTN濃度0.5~1 mmol/l、浸せき時間10~120秒であった。この条件で処理したリン青銅板はPBT樹脂と強固に接着し、8MPa以上のせん断接着強度を示した。この接着機構はFT-IRおよびXPS分析の結果、PBT樹脂エステル基の皮膜への化学吸着であると考えられた。

キーワード：トリアジンチオール、射出成形、接着、PBT樹脂、リン青銅

Adhesion of PBT Resin and Phosphor Bronze Plates Treated with Triazine Thiols by Injection Molding

SASAKI Hideyuki, KOBAYASHI Ichirou and OMOTO Tatsuya

A method to adhere PBT resin to phosphor bronze (PB) plates in a mold by injection molding was investigated. For this investigation of adhesion, PB plates treated with 1,3,5-triazine-2,4,6-trithiol monosodium salt (TTN) aqueous solution were inserted in a mold and then PBT resin was injected. PBT resin showed good adhesion to the PB plates treated with TTN. The optimum conditions of TTN treatment are in the range of 0.5-1 mmol/l of TTN concentration and in the range of 10-120 sec. of immersion time in TTN solution. Under the optimum conditions, the adhesive strength exceed 8 MPa in a shearing test. The mechanism of adhesion is believed to be chemisorption of ester group in PBT resin to surface of PB plates treated with TTN.

key words: triazine thiol, injection molding, adhesion, PBT resin, phosphor bronze

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、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)の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¹⁻⁷⁾。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の皮膜と樹脂の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特色を持っている。この接着技術をより多くの樹脂に応用展開することは工業的に重要である。

本研究では、電子部品材料によく使われるポリブチレンテレフタレート樹脂(PBT)とトリアジンチオール処理リン青銅板の射出成形による直接接着について検討し、その接着機構を考察した。

* 金属とプラスチックの一体成形技術に関する研究(第8報)

** 化学部

*** (有)トーノ精密

2 実験方法

2.1 供試材料

TTNは、三協化成(株)製のサンチオールN1をメタノールで精製し用いた。ポリブチレンテレフタレート(PBT)樹脂は、ポリプラスチックス(株)製のジュラネックス-3300(ガラス繊維30%含有)を、リン青銅板は市販のJIS C 5191(100×25×2mm)を、その他試薬は市販の特級品を用いた。

2.2 リン青銅板のTTN処理

リン青銅板は、アセトン脱脂、10%希硫酸浸せき後、所定濃度の50℃TTN水溶液に所定時間浸せきし、蒸留水、メタノールで洗浄し、60℃温風で乾燥した。(以下このリン青銅板を処理試験片と記す)

2.3 接着試験片の作成と接着強度の測定

接着試験片は処理試験片を金型内に挿入し、シリンダ温度を260℃とし所定の圧力、射出率、金型温度条件でPBT樹脂を射出成形し、JIS K 6850に準じた形状に作成した。接着強度はこの接着試験片の最大引張せん断荷重から算出した。

2.4 処理試験片の分析

処理試験片は、赤外線分光光度計(FT-IR)及びX線光電子分光分析装置(XPS)で表面分析を行い、また原子間力顕微鏡(AFM)で表面観察した。処理試験片上のトリアジンチオール金属塩皮膜厚さはエリブソメーターで、また皮膜中のSKαX線強度は蛍光X線分析装置で測定した。

3 結果と考察

3.1 処理試験片とPBT樹脂の接着強度

図1にTTN水溶液濃度とせん断接着強度の関係を示す。せん断強度はTTN濃度とともに高くなり0.5mmol/lで7MPa、0.8~1mmol/lでは8MPa以上を示すが、2mmol/l以上では全く接着しない。図2には浸せき時間とせん断接着強度の関係を示す。せん断強度は浸せき時間30秒で約11MPaを示すが、浸せき時間が長くなると徐々に低下し300秒以上では2MPa以下になる。接着に適正なTTN処理条件は、濃度0.5~1mmol/l、浸せき時間10~120秒と考えられる。

3.2 接着機構

処理試験片上にトリアジンチオール銅塩(TT-Cu)皮膜が形成されることは既に報告した¹⁻⁷⁾。前報では、この処理試験片とナイロン樹脂及びABS樹脂との接着機構がTT-Cu皮膜と樹脂官能基間の化学結合の形成であることを示した。本報の接着機構を解明するために、PBT樹脂の低分子モデル化合物としてテレフタル酸ジエチル(DETP)を用い、処理試験片を浸せきしTT-Cu皮膜との相互作用

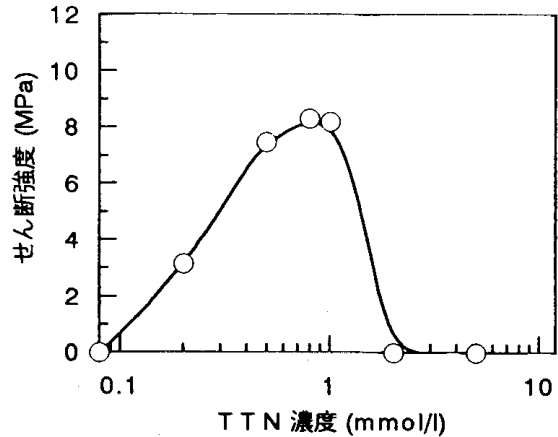


図1 TTN濃度とせん断接着強度の関係
TTN水溶液温度, 50℃; 浸せき処理時間, 10秒
射出成形シリンダ温度, 260℃; 金型温度100℃
射出圧力, 80MPa; 射出率30cm³/s

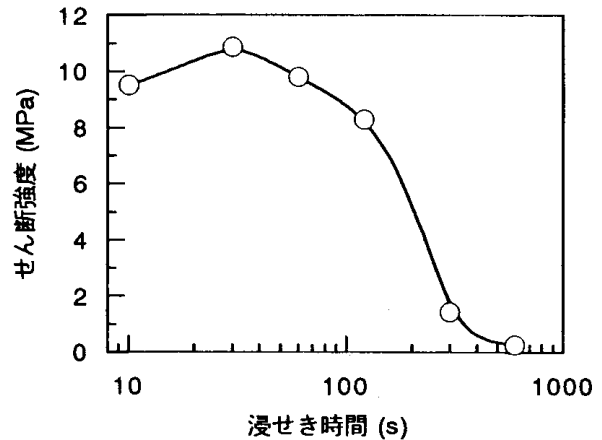


図2 浸せき処理時間とせん断接着強度の関係
TTN水溶液温度, 50℃; TTN濃度, 0.8mmol/l
射出成形シリンダ温度, 260℃; 金型温度100℃
射出圧力, 80MPa; 射出率30cm³/s

を検討した。処理試験片は150℃に加温したDETPに1分間浸せき後、アセトン超音波洗浄を行い乾燥した。

図3には接着適正条件である濃度0.8mmol/lで10秒間浸せきの処理試験片のDETP浸せきによるFT-IRスペクトル変化を示す。1730cm⁻¹付近にC=O伸縮、1280cm⁻¹にC-O-C伸縮振動と考えられるピークが認められ、アセトン洗浄後もDETPが処理試験片表面に存在していることがわかる。また、ピーク強度の低下と1590cm⁻¹、1510cm⁻¹および640cm⁻¹付近に新たなピークの出現が認められ、皮膜構造が変化していることが予想される。1590cm⁻¹のピークは、後述するようにXPS分析で-C(=O)-O(エステル基あるいはカルボキシル基)の存在が確認されたことからカルボキシレ

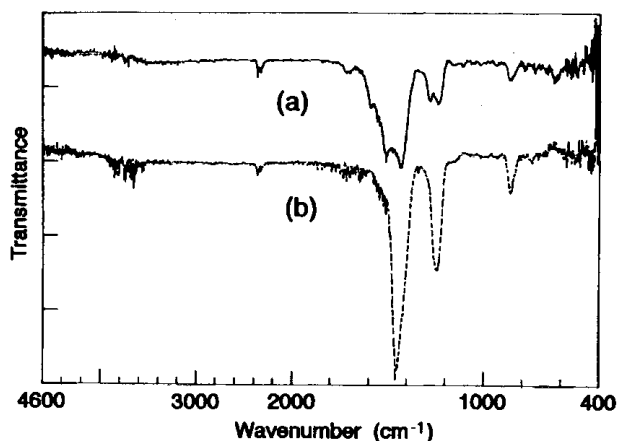


図3 処理試験片のDETP浸せきによるIRスペクトル変化 (a), 150°CDETP浸せき後; (b), 浸せき前
TTN処理条件; 0.8mmol/l, 50°C, 10秒

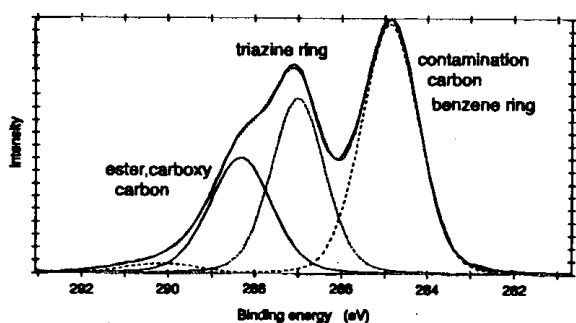


図4 DETPに浸せきした処理試験片のC1sXPSスペクトル
TTN処理条件; 0.8mmol/l, 50°C, 10秒
DETP処理; 150°C, 1分

ートイオンの変角振動を示すと考える。640 cm^{-1} のピークは Cu_2O を示し、これはリン青銅板内部から拡散してきたCuが酸化され生成したと考えられる。1510 cm^{-1} ピークはトリアジン環骨格振動と考えられ、DETP浸せきによってTT-Cuが別のトリアジン化合物に変化した可能性があり現在検討中である。ピーク強度の低下は Cu_2O による皮膜の赤外線反射率変化とTT-Cu減少のためと考えられる。接着適正条件よりも高い濃度および長い浸せき時間の処理試験片では、DETP浸せき後のFT-IRスペクトルで1730 cm^{-1} のピークは認められたが他のピークの存在は確認されなかった。

図4には濃度0.8mmol/lで10秒間浸せきの処理試験片をDETPに浸せきした後のC1sXPSスペクトルを示す。スペクトルは284.8、286.9、288.3eVにピーク分離され、それぞれ表面汚染及びベンゼン環、トリアジン環さらにカルボキシル基あるいはエステル基の炭素に帰属される。

表1にはDETP浸せき前後のTT-Cu皮膜を構成する各元

表1 TT-Cu皮膜構成元素の内殻電子結合エネルギー

元素	結合エネルギー(eV)	
	DETP浸せき前	DETP浸せき後
C1s	287.4	287.1
N1s	399.5	399.1
S2p	163.1	162.8
Cu2p	933.4	933.0

TTN処理条件; 温度50°C、濃度0.8mmol/l、浸せき時間10秒

素から放出された光電子の結合エネルギーを示す。どの元素においてもDETP浸せき後には結合エネルギーが低下していることがわかる。このことはDETP浸せきによりTT-Cu皮膜の電子密度が高くなったことを示し、DETPからTT-Cuへの電子移動が起こったことを示唆する。

これらのことから、PBT樹脂は分子中エステル基の酸素孤立電子対が皮膜に電荷移動するか、あるいはエステル基が解離しカルボキシレートとなって皮膜に化学吸着し接着すると考えられる。このような化学吸着はTTN処理条件に関係なくTT-Cu皮膜表面でも起こると考えられる。実際、適正条件を越えた処理試験片でもFT-IRスペクトルで1730 cm^{-1} のピークがわずかではあるが認められることから、DETPの吸着が起こっていると考えられる。しかし、適正条件をこえた処理試験片では高い接着強度が得られなかった。この原因は皮膜構造による吸着力の違いに帰因すると考えられる。

図5には、異なる処理条件で形成したTT-Cu皮膜のAFM観察結果を示す。濃度0.8mmol/lで10秒間浸せきした処理試験片では、襞のある島状形態の皮膜が形成されている。一方0.8mmol/lで300秒浸せきおよび5mmol/lで10秒間浸せきした処理試験片では粒子が凝集したような表面形態であり処理条件によって皮膜構造が異なることが推測される。

図6にはTT-Cu皮膜厚さと皮膜中の $\text{SK}\alpha$ X線強度の関係を示す。TTN濃度5mmol/lの場合の処理試験片は同じ膜厚でも0.8mmol/lの場合よりもX線強度が高いことから、皮膜密度が高いことが予想される。また、適正条件の処理試験片は、大気中の炭酸ガスをカルボキシレートイオンとして吸着することがFT-IRスペクトルで確認された。また、炭酸ガスを吸着したTT-Cu皮膜のXPS深さ方向分析では皮膜内に酸素が拡散していることを確認した。このことは、炭酸ガスが皮膜内に拡散したことを示すもので、適正条件で形成されたTT-Cu皮膜の特異な内部吸着能力

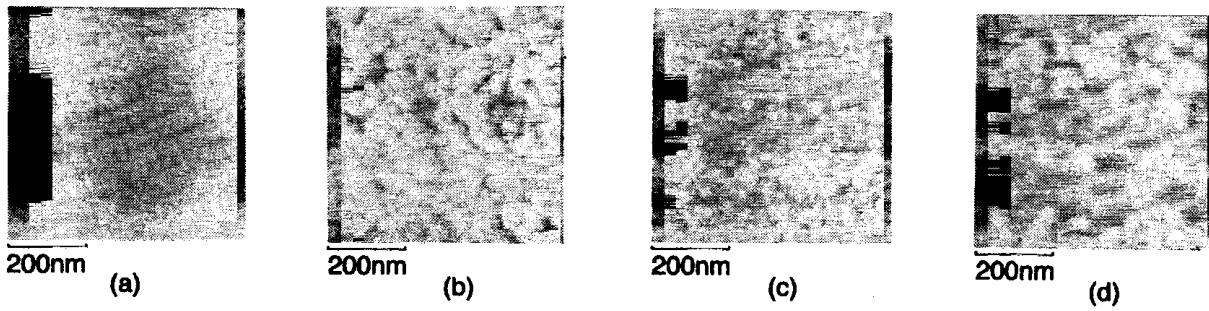


図5 処理試験片のAZM観察像

(a),未処理リン青銅板;(b),0.8mmol/l,10秒;(c),0.8mmol/l,300秒;(d),5mmol/l,10秒

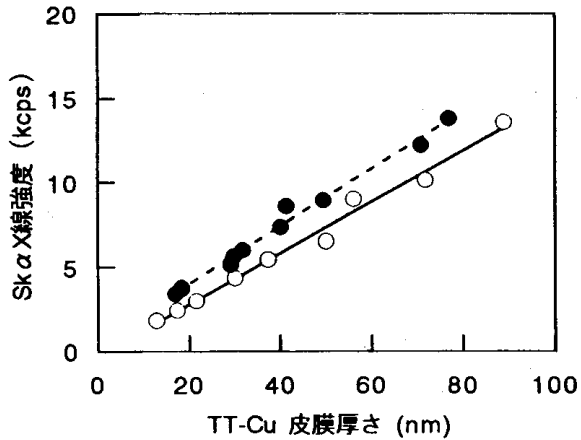


図6 TT-Cu皮膜厚さとSKα X線強度の関係

TTN処理条件: ○;0.8mmol/l,50°C,10~600s
●;5mmol/l,50°C,10~600s

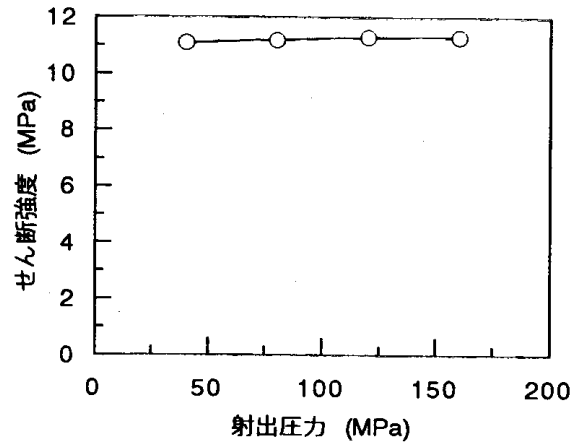


図8 射出圧力とせん断接着強度の関係

TTN処理条件;0.8mmol/l,50°C,30秒
射出成形シリンダ温度,260°C;金型温度,120°C;
射出率,30cm³/s

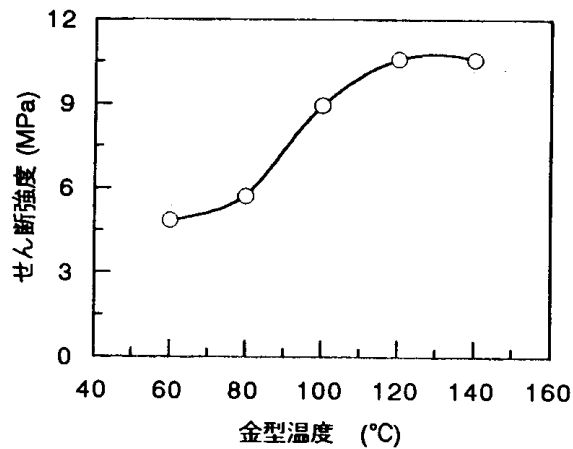


図7 金型温度とせん断接着強度の関係

TTN処理条件;0.8mmol/l,50°C,10秒
射出成形シリンダ温度,260°C;射出圧力,
80MPa;射出率30cm³/s

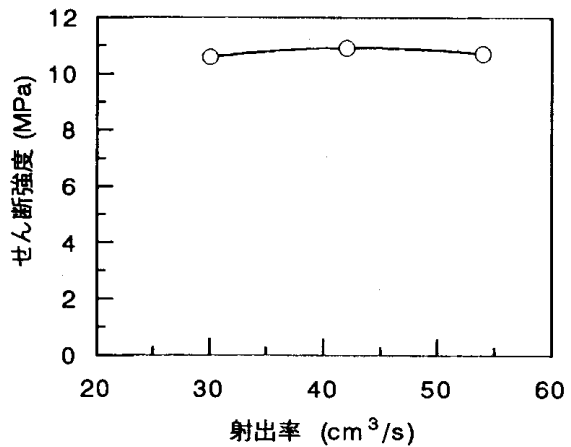


図9 射出率とせん断接着強度の関係

TTN処理条件;0.8mmol/l,50°C,30秒
射出成形シリンダ温度,260°C;金型温度,120°C;
射出圧力,80MPa

を窺わせる。しかし、適正条件を越えた処理試験片ではカルボキシレートイオンの吸着も酸素の拡散も認められなかった。このようなことから、適正条件で形成された

皮膜は内部までPBT分子鎖を吸着し強固に接着するが、皮膜密度が高くなると吸着力が低下し接着しなくなると考えられる。

3. 3 接着強度に及ぼす成形条件の影響

図7には金型温度とせん断接着強度の関係を示す。

せん断強度は金型温度とともに高くなり、120°C以上ではほぼ一定となる。化学吸着は温度が高いほど進むことから、金型温度が高く樹脂の冷却固化するまでの時間が長いほど接着強度が高くなると考える。

図8および図9には射出圧力および射出率とせん断接着強度の関係を示す。せん断強度は射出圧力および射出率に影響されずほぼ11MPaを示す。これらの因子は金型内での熔融樹脂と処理試験片との接触を高める効果が期待される。しかし、これらの影響を受けないという結果は接着が皮膜表面への単なる物理吸着やアンカー効果ではないことを支持する。

4 結 論

リン青銅板をTTN水溶液で処理しその表面にTT-Cu皮膜を形成し、射出成形でPBT樹脂と直接接着する方法について検討した。接着に適正なTTN処理条件は温度50°Cで濃度0.5~0.8mmol/l、浸せき時間10~120秒であった。この条件で処理したリン青銅板はPBT樹脂と強固に接着し8MPa以上のせん断強度を示した。DETPに浸せきした処理試験片はカルボキシレートの存在やTT-Cuを構成する元素の電子密度が高くなることが確認された。接着機構

はPBT樹脂エステル基のTT-Cu皮膜への化学吸着であると考えられた。

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：岩工試報, 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：岩工試報, 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：岩工試報, 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：岩手工技セ研報, 1, 49, (1995)
- 7) 佐々木英幸、小向隆志、小林伊智郎：岩手工技セ研報, 2, 63, (1995)
- 8) 佐々木英幸、小向隆志、小林伊智郎：岩手工技セ研報, 3, 93, (1996)
- 9) 佐々木英幸、小林伊智郎：岩手工技セ研報, 4, 71, (1997)

トリアジンチオ - ルの利用分野開発

小向隆志*

トリアジンチオ - ル (主にN1) の有効利用法について、紙への化学ニッケルめっき用添加剤および金属塗装の前処理剤としての適性について検討した。その結果、化学ニッケルめっき法では、塩化錫を使用することなくめっきする方法を可能にした。また、銅めっきした表面にメラミン塗装する際、銅とN1の反応条件を適正に保つ事によって、銅と塗膜がよく密着する事が分かった。

キーワード : トリアジンチオ - ル、N1、めっき添加剤、塗装前処理剤

Utilization of Triazine Thiols

KOMUKAI Takashi

Utilization of triazine thiols (N1, etc.) as additives for Ni electroless plating and as a pre-treatment agent for painting pre-treatment is studied.

Addition of N1 enabled Ni electroless plating on paper without sensitizing reagent of SnCl₂ ().

Optimization of N1 pretreating conditions give satisfying adhesion of melamine coating to copper surface..

key words : triazine thiols, N1, additional reagents for electroless plating, pre-treatments for plating

1 緒 言

当所では、岩手大学工学部応用分子化学科 (旧 応用化学科) が昭和34年設立されて以来研究を続けている有機硫黄化合物の一つトリアジンチオ - ル化合物を利用する研究を昭和40年代後半から大学の指導のもと断続的に行ってきた。平成2~3年には中小企業庁の補助事業「技術おこし事業」、平成5~7年には科学技術庁の補助事業「生活・地域流動研究『トリアジンチオ - ルのス - パ - ファイン化に関する総合的研究』」を実施した。これらの研究をもとに、今回トリアジンチオ - ル化合物と金属および有機高分子材料との良好な反応性を利用する トリアジンチオ - ル化合物の一つ、N1 (1, 3, 5 - トリアジン - 2, 4, 6 - トリチオ - ルモノナトリウム) を用いる化学ニッケルめっき添加剤について 塗装前処理剤としてのトリアジンチオ - ル化合物の適正について報告する。

2 実験方法

2.1 N1を用いる化学ニッケルめっき

2.1.1 供試材料

N1は三協化成 (株) 製をメチルアルコールで精製し使用した。そのほかの試薬は、関東化学 (株) 製試薬特級を使用した。また、ろ紙は東洋製作所製No6 (125mm) を使用した。

2.1.2 化学ニッケルめっき

不導体材料に化学ニッケルめっきを施す場合には、多くの前処理工程を必要とするが、今回は素材がろ紙で汚れがなく、通常では次のようなめっき工程が考えられる。

通常の化学ニッケルめっき工程

ろ紙をセンシタイジング ——— 表面活性化 ———

— 予備浸漬 ——— ニッケルめっき

今回センシタイジングに代わる方法としてN1による処

理方法検討し、次のような化学ニッケルめっき工程とした。

N 1 を用いる化学ニッケルめっき工程

ろ紙をN 1 処理する ——— 表面活性化 ———
 予備浸漬 ——— 化学ニッケルめっき

処理溶液組成、処理条件を次に示す。

- ・ N 1 処理
 - N 1 : 1 0⁻¹ m o l / l
 - 浸漬温度 : 8 0
- ・ 表面活性化処理
 - 塩化パラジウム : 0 . 6 g
 - 塩酸 : 1 5 m l
 - 水 : 1 , 0 0 0 m l
 - 活性化温度 : 5 0
 - 活性化時間 : 3 0 s e c
- ・ 予備浸漬処理
 - 次亜リン酸ナトリウム : 2 5 g / l
 - 活性化温度 : 5 0
 - 活性化時間 : 1 m i n
- ・ 化学ニッケルめっき処理
 - 硫酸ニッケル : 4 0 g / l
 - 酒石酸アンモニウム : 2 4 g / l
 - 酢酸ナトリウム : 1 4 g / l
 - 次亜リン酸ナトリウム : 2 0 g / l
 - 塩化アンモニウム : 5 g / l
 - p H : 5 . 5
 - めっき温度 : 8 0

2 . 1 . 3 ろ紙上の硫黄およびニッケルの定量

ろ紙をN 1 で処理し、ろ紙中にN 1 が存在する確認のために硫黄 (N 1 分子中に存在する) の量を定量し、処理方法の評価を行った。用いた装置は、L E C O社製C S分析装置C S - 1 2 5である。また、化学ニッケルめっき処理方法の評価に、原子吸光法を用いてろ紙上に析出したニッケルの量を定量した。用いた装置は日立製作所製原子吸光分析装置2 0 7型である。

2 . 2 トリアジンチオ - ル化合物の塗装前処理剤としての適正について

2 . 2 . 1 供用試薬

トリアジンチオ - ル化合物は、N 1 を除き当センタ - で合成したものを用いた。また塗料、銅板 (タフピッチ銅) は市販のものを使用した。

2 . 2 . 2 銅板と塗膜の接着

試験片の銅板のトリアジンチオ - ル処理および皮膜の

物性試験は既報¹⁾の方法で行った。トリアジンチオ - ル処理した試験片をメラミン塗料を始めとする塗料で塗装し、碁盤目テ - プ試験で塗膜の評価を行った。その結果をもとに、トリアジンチオ - ルの塗装前処理剤としての適正を評価した。試験方法は次のように行い、用いたトリアジンチオ - ル化合物を図1に塗料を表1に示す。

試験片作成方法 :

銅板超音波洗浄 ——— 水洗 ——— 乾燥 ——— トリアジンチオ - ル浸漬処理 ——— 乾燥 ——— 塗装 (8 0)

塗膜評価試験方法 :

碁盤目テ - プ法

図1 トリアジンチオ - ル化合物

表1 試験に用いたトリアジンチオ - ル化合物の置換基

略語	R 1	R 2
N 1	S H	H
	C H ₂ C H ₂ C N	C ₆ H ₅
	C H ₂ C O C H ₃	H
	C H ₂ C O C ₂ H ₅	C H ₂ C O C ₂ H ₅
	(C H ₂) ₃ O C H ₃	H
	C H ₂ C O O H	C H ₂ C O O H

- : 6 - N - フェニル - (2 ・ シアノエチルアミノ) - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 , 4 - ジチオ - ルモノナトリウム
- : 6 - メチルアセチルアミノ - 1 , 3 , 5 - トリア

- ジン - 2 , 4 - ジチオ - ルモノナトリウム
- : 6 - ジ - エチルアセチルアミノ - 1 , 3 , 5 - ト
リアジン - 2 , 4 - ジチオ - ルモノナトリウム
- : 6 - (3 - メトキシプロピルアミノ) - 1 ,
3 , 5 - トリアジン - 2 , 4 - ジチオ - ルモノナ
トリウム
- : 6 - 二酢酸アミノ - 1 , 3 , 5 - トリアジン - 2 ,
4 - ジチオ - ルモノナトリウム

試験に使用した塗料

- ・メラミン樹脂塗料
- ・ニトロセルロ - スラッカ - 塗料
- ・アクリルウレタン樹脂塗料
- ・エポキシ樹脂塗料
- ・熱硬化性アクリル樹脂塗料

3 結果と考察

3.1 N1を用いる化学ニッケルめっき

通常、不導体材料に化学めっきを施す場合には、塩化錫溶液によるセンシタイジング工程がある。今回、当所で今まで蓄積してきた技術²⁾を基に、塩化錫によるセンシタイジング工程に代わりN1処理による化学ニッケルめっき工程を検討した。図2にろ紙をN1処理した後のろ紙中の硫黄量を示す。

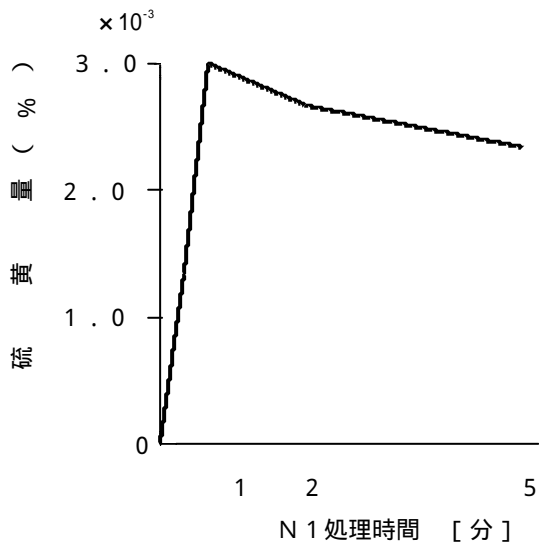


図2 N1処理時間によるろ紙中の硫黄量

図2よりN1処理時間1分に極大を与える曲線が得られた。このことは、銅板をN1で浸漬処理した時にも見られ、ろ紙上に析出したN1皮膜は電着処理で析出させた皮膜とは異なり、N1分子相互の結合が弱くある厚さになると、表面から離脱するものと推測される。次に浸漬処理時間(N1皮膜の影響)の影響によるニッケルめっき後のろ紙上のニッケル量を図3に示す。

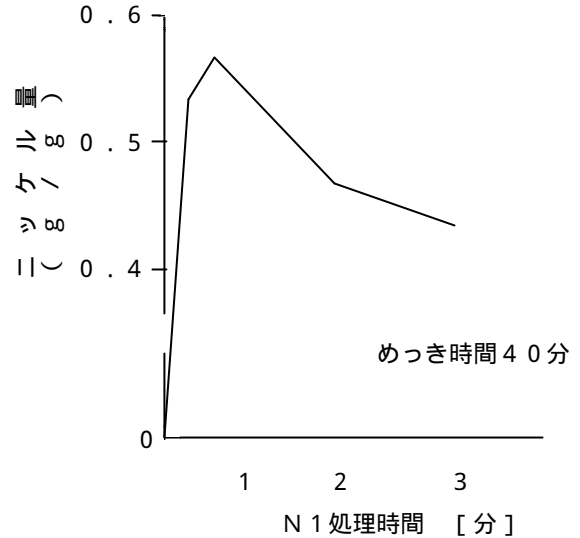


図3 N1処理時間によるろ紙上のニッケル量

図3よりN1処理時間1分に極大を与える曲線が得られた。N1とパラジウムは広い範囲のpHで良く反応することが知られている。N1処理したろ紙中のN1とパラジウムが反応し、パラジウムがろ紙中にとどまり、化学ニッケルめっきの触媒として作用することによって、ろ紙上にニッケルめっきが可能となったものと考えられる。次にめっき時間の影響を図4示す。

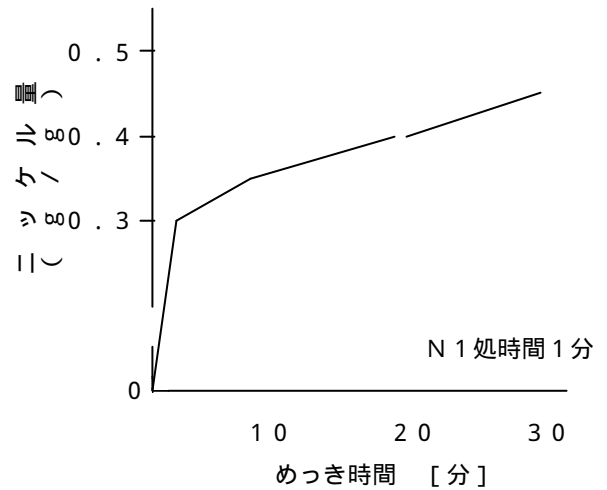


図4 めっき時間によるろ紙上のニッケル量

図4よりめっき時間と共にろ紙上のニッケル量が増加することが確認された。

これらのことから、ろ紙中にN1を安定させる方法を解決することによって、N1を化学ニッケルめっきの添加剤として利用可能と考えられる。

3.2 トリアジンチオ - ル化合物の塗装前処理剤としての適正

銅素材に対し、トリアジンチオ - ル化合物が塗装の前処理剤として適しているか検討した。トリアジン処理銅板に塗装する際の塗料の乾燥条件を表2に示す。

表2 試験に使用した塗料および乾燥条件

塗料	乾燥条件
メラミン樹脂	120・30分
ニトロセルロ - スラッカ -	常温・2時間
アクリルウレタン	常温・8時間
エポキシ	常温・16時間
熱硬化性アクリル	180・20分

次に、塗布した塗膜の接着性評価試験の結果を表3～表7に示す。

1) N1前処理、メラミン樹脂塗料

表3 N1前処理後のメラミン樹脂塗膜との接着性

処理時間	0	5	10	30	1	5	10
		秒	秒	秒	分	分	分
評価	10	10	10	8	2	0	0

5・10秒は耐衝撃性試験も良好であった

表3から、N1処理30秒以降では目的とする適性を示さなかった。銅板上にN1被膜を成長させる際、N1被膜の厚さは処理時間10分に極大を与える曲線を描く³⁾。銅板上に生成するN1被膜と銅板の接着性をセロハンテープで剥離試験を行うと、大部分の被膜は剥がれるが、銅板上にN1被膜の厚さがおよそ100オングストロム存在する。浸漬法で生成するN1皮膜はN1分子間の結合が弱いと推測されが、N1は銅板から剥離せず、銅との接着は強固であった。これらのことから、銅板上のN1被膜をおよそ100オングストロムに調整することが、重要であることがわかった。

2) ニトロセルロ - スラッカ - 塗料

表4 ニトロセルロ - スラッカ - 塗料に対する接着性

時間 (分)	0	5	10	20	30	40	50	60
0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	10	10	8	8	8	8	8	6
0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0	0	0
0	10	10	10	10	8	8	8	

表4より、前処理なしの試料についてはすべて0であった。つまり、剥離試験の結果塗膜がすべて銅板から剥離した。また、トリアジンチオ - ル ・ で前処理することによって接着性が改善する良好な条件が見いだされた。

3) アクリルウレタン塗料

表5 アクリルウレタン塗料に対する接着性

時間 (分)	0	5	10	20	30	40	50	60
8	0	0	0	0	0	0	0	0
8	10	10	10	10	10	10	10	10
8	10	10	10	8	8	6	2	
8	0	0	0	0	0	0	0	
8	10	10	10	8	4	4	4	

表5より、トリアジンチオ - ル ・ ・ 前処理の効果が見られる。

4) エポキシ塗料

表6 エポキシ塗料に対する接着性

時間 (分)	0	5	10	20	30	40	50	60
8	8	8	8	8	6	4	4	
8	6	6	6	6	6	6	6	
8	6	6	4	4	4	4	4	
8	8	8	6	6	4	4	4	
8	8	6	6	6	0	2	2	

表6より、すべてのトリアジンチオ - ル前処理に差が見られず、前処理材としての適性を示さなかった。

5) 熱硬化性アクリル塗料

次に、熱硬化性アクリル塗料にたいする接着性について表7に示す。表7より、トリアジンチオ - ル ・ ・ 前処理の効果が見られる。以上の結果から、トリアジンチオ - ル ・ ・ が同じ塗料に同様の効果を表した。

表7 熱硬化性アクリルに対する接着性

時間 (分) 試料								
	0	5	10	20	30	40	50	60
	8	10	10	10	8	8	4	8
	8	0	0	0	0	0	0	0
	8	10	10	10	6	4	4	0
	8	10	10	8	6	6	6	6
	8	0	0	0	0	0	0	0

界面の接着し易さの判断の一つとして、表面エネルギーを測定する方法がある。表8にトリアジンチオ - ル (~) 処理銅板の表面エネルギーを示す。

表8 トリアジンチオ - ル処理銅板の表面エネルギー

エネルギー 試料			
	R	Rd	Rp
	53.2	29.2	24.0
	59.4	31.4	28.0
	54.7	29.7	25.0
	55.6	30.4	25.2
	65.2	30.9	34.3

R : 表面エネルギー (erg / cm^2)

Rd : 分散項 (erg / cm^2)

Rp : 極性項 (erg / cm^2)

表8より、
、 の表面エネルギーは $53.2 \text{ erg} / \text{cm}^2$ 、
 $55.6 \text{ erg} / \text{cm}^2$ 、また、
、 は 59.4

erg / cm^2 、 $65.2 \text{ erg} / \text{cm}^2$ である。と、
との表面エネルギーの値が近く、
、
間の表面エネルギーに差があるため接着性に違いが現れたものと推察される。

4 結 言

トリアジンチオ - ル化合物の有効な利用法について現在広く市販されているN1と新規に開発合成されたものについて検討した。

1. ろ紙へのめっきと限られた対象物ではあったが、従来使用されている塩化錫溶液に代わりN1溶液で処理することによって化学ニッケルめっきが可能となった。
2. 塗装の前処理剤としての適正を検討した。N1を浸漬する方法で銅板上に析出させた皮膜は、ある厚さまで成長するが強度は弱い。前処理剤として使用する場合には膜厚を100オングストロム以下に制御する必要がある。この膜厚で今回メラミン樹脂塗料との接着性の試験を行い接着性、対衝撃性とも良好な結果が得られた。また、当所で合成したトリアジンチオ - ルについてN1同様に検討した。塗料の種類、トリアジンチオ - ルの処理時間等の条件により、前処理剤としての適性に差が現れた。塗料の種類によってトリアジンチオ - ルの処理条件を見いだすことが重要であった。県内で塗装の前処理剤としてトリアジンチオ - ルを研究している企業が数社ある。今後ますます広がることを期待する。

文 献

- 1) 小向隆志, 河野隆年, 佐々木英幸, 瀬川晃児: 岩工試報, 35, 57, (1993)
- 2) 佐々木秀幸, 根守章, 小向隆志: 岩工試報, 35, 147, (1993)

難燃化処理した赤松材の塗装適正

穴沢 靖*、谷内 博規**、高橋 民雄***、浪崎 安治***、有賀 康弘***

県産木材の用途拡大を図ることを目的に、赤松材の難燃化処理およびその塗装適正について検討した。その結果、難燃化処理した赤松材は、150~200kg/m³ 程の薬剤固定量で、塗料の種類や塗布量に関係なく難燃材料の基準を満たす性能が得られた。また、難燃化処理した赤松材の塗装において、素材感を損ねず、経時変化による薬剤の噴出や変色等を最も少なくすることができ、塗料は、2液型ポリウレタン樹脂塗料であった。

キーワード： 塗装、赤松材、難燃化処理木材

Coating Propriety of The Fire-Retardant-Treated Softwood

ANAZAWA Yasushi , TANIUCHI Hironori , TAKAHASHI Tamio
NAMIZAKI Yasuji and ARUGA Yasuhiro

For the efficient use of softwood, the fire-retardant process and suitable coating material are examined. The treated Red Pine is satisfied with a criterion of fire-retardant material at medicine fixed quantity in 150 ~ 200 kg/m³, without relation to a kind and ammount of paint. quantity of paint . It was Polyurethane Resin Coating of 2 liquid type that a kind of paint without loss of feeling and color of material itself.

key words : coating , Japanese Red Pine , Fire-Retardant-Treated Wood

1 結 言

林業技術センターでは、県産木材の需要拡大を図るため、公共性の高い建築物、例えば病院や博物館等の内装材（天井、壁等）として利用できる難燃化処理木材について、JIS-A-1321の難燃3級の性能を満たすことのできる赤松材の処理条件等についての検討を行ってきた。

難燃化処理木材を公共施設等の内装材として利用する場合、防火性能は当然のことながら、針葉樹特有の素材感（美装性）や耐久性も要求される。しかし、難燃化処理したままでは、空気中の湿度との反応による難燃処理剤の噴出や木材表面の肌荒れ等の問題があり、そのまま使用することはできない。これらの問題を解決するために、塗装による表面処理方法が考えられるが、塗装材料のほとんどは可燃性であり、難燃性能を低下させたり、発煙量の増加等の問題が新たに考えられる。

そこで、塗料が難燃化処理木材の防火性能へおよぼす影響、難燃化処理薬剤および塗料による変色、塗装による耐久性等について、林業技術センターと共同で検討を行ったので、その内容について報告する。

2 実験方法

2-1 供試材

供試材料は、寸法 L×R×T=220×15×110 mmの岩手県産赤松材の辺材を調整し、オープンで乾燥（105℃・48 hrs）したものをを用いた。

2-2 供試薬剤

難燃処理薬剤は、ポリリン酸カルバメートを主成分とする市販のリン系薬剤を用いた。

* 化学部

** 岩手県林業技術センター 木材部

*** 木工特産部

2-3 温冷浴法による薬剤含浸

供試材への薬剤の含浸は温冷浴法を用い、赤松材辺材を水中で煮沸(100℃・3hrs)し、難燃薬液(濃度11.0~55.0%)に浸漬(18±3℃・24hrs)し、室温で風乾(18±3℃・24hrs)した後、オープンで乾燥(60℃→80℃→105℃・それぞれ24hrs)を行った。薬剤固定量は次式の式により算出した。

$$C = (V_0 - W_0) / (V_1 - W_1)$$

C : 薬剤固定量 (kg / m³)

W₀ : 未処理重量 (kg) W₁ : 未処理体積 (m³)

V₀ : 処理後重量 (kg) V₁ : 処理後体積 (m³)

2-4 供試塗料及び塗装

市販の木材用透明塗料の中から、水系塗料1種類、溶剤系塗料5種類の計6種類を用いた。表1に種類、塗料名および記号を示す。(以下、塗料名については記号を用いて記す。)なお、下塗りにはそれぞれ専用のサンディングシーラーをエアスプレー塗装し、24hrs乾燥の後、#320研磨紙にて空研ぎを行い、それぞれ上塗り塗料をエアスプレー塗装した。

2-5 燃焼試験

建築材料燃焼性試験装置を用いて、JIS-A-1321の難燃3級に準拠して行った。なお、表面試験における燃焼性の評価は表2の基準により行った。

表1 塗料の種類、塗料名および記号

種 類	塗 料 名	記 号
可 燃 性 塗 料	ニトロセルロースラッカー	NC
	2液型ポリウレタン樹脂塗料(汎用塗料)	UP
	2液型ポリウレタン樹脂塗料(木肌塗料)	UT
防 火 塗 料	防火塗料(反応型)	FR
	防火塗料(発泡型)	FU
	難燃水溶液(水性浸透タイプ)	NF

表2 難燃材料の評価基準

評 価 項 目	判 定 基 準
残煙時間 (After flame time)	自己燃焼性の指標で30秒以下
発煙係数 (Smoke generation coefficient)	発煙性の指標で基準は120以下
着火時間 (Exhaust temperature-rise)	着火性の指標で基準は3分以上
温度時間面積 (Heat generation)	発熱量の指標で基準は350以下

2-6 木材塗装表面の反射特性および測定

難燃化処理木材の塗装表面の反射特性について、ゴニオフォトメーター(三次元変角高度計)による反射光分布の測定を行い、素材表面と塗装表面の反射光分布の比較を行った。

2-7 促進耐候性試験および耐湿試験

難燃化処理および塗料による赤松材の変色について、JIS-K-5400 9.8促進耐候性試験を行いながら、分光光度計による色差の測定を行った。また、JIS-K-5400 9.2耐湿試験を行い、難燃化処理木材の耐久性について検討を行った。

3 実験結果および考察

3-1 塗布量と燃焼性能

未処理木材に対し、可燃性塗料(NC、UP、UT)と防火塗料(FU)をそれぞれ塗布し、その塗布量と燃焼性能の比較を行った。

図1に塗布量と残煙時間の関係を示す。可燃性塗料では、その塗布量と残煙時間煮は関係は見られないが、防火塗料では、その塗布量が0g/m²、68g/m²、110g/m²と増加するのにもない、残煙時間は459秒、249秒、159秒と減少傾向を示す。

図2に塗布量と発煙係数の関係を示す。可燃性塗料では、その塗布量が増加するのにもない、発煙係数も増加する傾向で、塗布量149g/m²で発煙係数158を示す。防火塗料では、塗布量が0g/m²、68g/m²、110g/m²と増加するのにもない、発煙係数は120、112、93と減少する傾向を示す。

図3に塗布量と着火時間の関係を示す。可燃性塗料においては、その塗布量が0g/m²、37g/m²、99g/m²、149g/m²と増加しても、着火時間は58秒、58秒、40秒、47秒とあまり大きな変化は見られない。防火塗料では塗布量が、0g/m²、68g/m²、110g/m²と増加するのにともない、着火時間も58秒、125秒、200秒と増加する傾向を示す。

図4に塗布量と温度時間面積の関係を示す。可燃性塗料では、その塗布量が0g/m²、37g/m²、99g/m²、151g/m²と増加しても、温度時間面積は691.19℃・min、626.54℃・min、703.13℃・min、722.67℃・minとなり、塗布量と温度時間面積の間に関係は見られない。防火塗料では、その塗布量が0g/m²、68g/m²、110g/m²と増加するのにともない、温度時間面積は691.19℃・min、320.73℃・min、239.17℃・minと減少傾向を示す。

以上、未処理赤松材への防火塗料による塗装は、ある程度、防火性能を付与するが、建築基準法に示す難燃材料の基準は満たすことができない。また、可燃性の塗料は発煙係数が若干増加するが、無塗装試料と比べて、あまり燃焼性能に影響を与えないことがわかる。

3-2 薬剤固定量と燃焼性能

難燃化木材を製造し、塗装を施すことを想定した場合、塗料の種類によっては難燃材料としての防火性能を発現させるのに必要な薬剤固定量が異なることが考えられる。そこで、難燃処理を行った試料にそれぞれ可燃性塗料（NC、UP、UT）と防火塗料（FU）を塗布し、薬剤固定量と燃焼性能の関係について検討した。

図5に塗料別の薬剤固定量と残炎時間の関係を示す。薬剤固定量が低いとき（0~100 kg/m³）は、防火塗料を塗布した試料の残炎時間は若干低いのが、全体的に見ると、塗装の有無、種類によらず薬剤固定量の増加とともに残炎時間は減少傾向を示す。また、150kg/m³の薬剤固定量を有する試料の残炎時間はほとんど0となり、残炎時間が30秒以下という難燃材料の基準を満たす。

図6に塗料別の薬剤固定量と発煙係数の関係を示す。可燃性塗料を塗布した試料は、薬剤固定量0~150 kg/m³の間で、発煙係数は若干高い値を示すが、薬剤固定量が200kg/m³以上で、発煙係数は25~70の値を示す。残炎係数は120以下であり、薬剤固定量30kg/m³以上で塗装の有無、種類によらず難燃材料の基準を満たす。

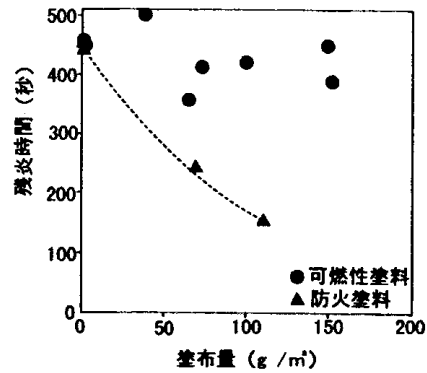


図1 塗布量と残炎時間の関係

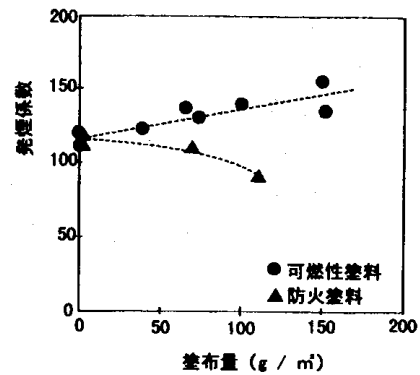


図2 塗布量と発煙係数の関係

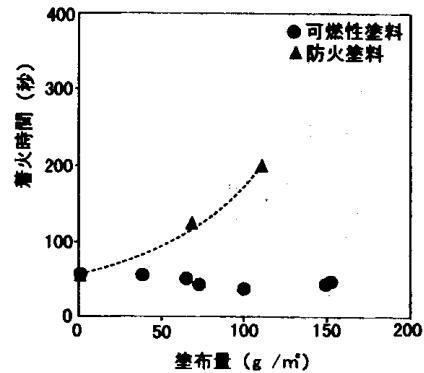


図3 塗布量と着火時間の関係

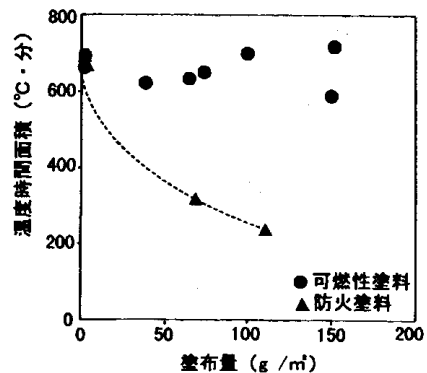


図4 塗布量と温度時間面積の関係

図7に塗料別の薬剤固定量と着火時間の関係を示す。薬剤固定量 0~100kg/m³の間では、無塗装、防火塗料を塗布した試料に比べ、可燃性塗料を塗布した試料では着火時間が短い。しかし、薬剤固定量が 100kg/m³以上では塗装の有無、種類によらず着火時間は 180秒以上を示し、難燃材料の基準を満たす。

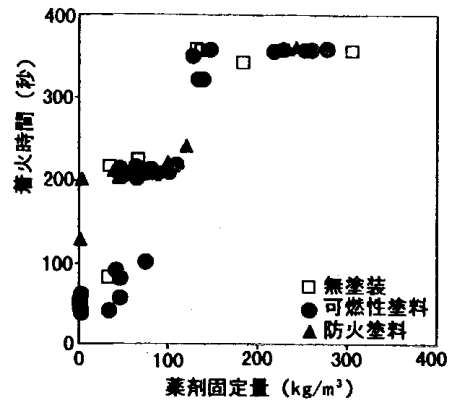


図7 薬剤固定量と着火時間の関係

図8に塗料別の薬剤固定量と温度時間面積の関係を示す。防火塗料を塗布した試料は低い薬剤固定量 (0~40kg/m³) のとき、温度時間面積は無塗装、可燃性塗料を塗布した試料に比べ低い値を示すが、薬剤固定量の増加とともに、塗装の有無、種類によらず温度時間面積は減少し薬剤固定量150kg/m³以上では温度時間面積は0となり難燃材料の基準を満たす。

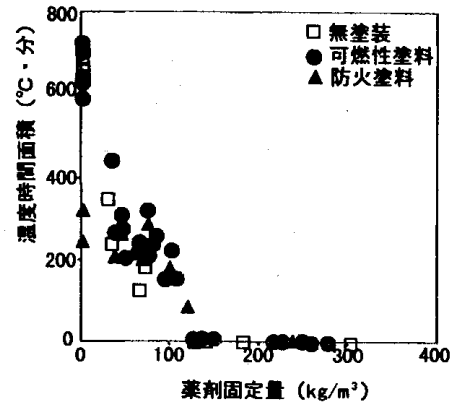


図8 薬剤固定量と温度時間面積の関係

これらのことから、赤松材の辺材は温冷浴法で難燃処理を行い、薬剤固定量が 150kg/m³以上確保できれば、塗装の有無、種類によらず難燃材料の基準を満たすことが可能であると考えられる。

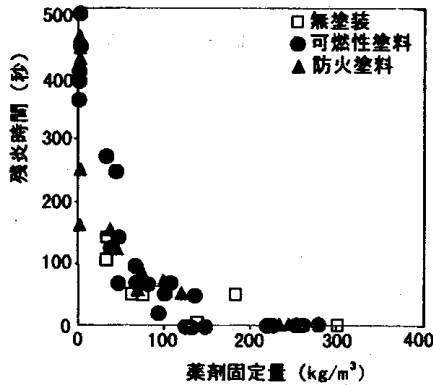


図5 薬剤固定量と残炭時間の関係

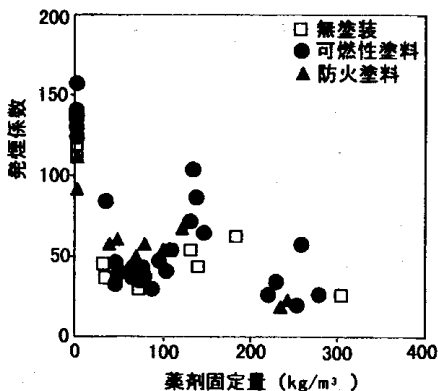


図6 薬剤固定量と発煙係数の関係

3-3 難燃処理木材表面の反射光分布

図9に難燃化处理した赤松材表面の反射光分布をゴニオフォトメーターで測定した結果を示す。測定条件は木目方向に投光し、入射角45°、あおり角 0°である。

反射光分布の形状は、木目方向に投光しているにもかかわらず、受光角45°の鏡面反射はほとんどなく、受光角全域で光を散乱しており、ほぼ球状となっている。通常の木材表面の反射光分布の形状は、樹種によっても多少の違いはあるが、木目に沿った繊維方向での鏡面反射による尖ったピークと凹形の細胞内孔面での光の散乱により、受光角45°の尖ったピークと45°以外の受光角では楕円形の反射光分布を示すのが特徴となっている。このことから、難燃化处理した赤松材表面は、難燃処理薬剤や水分、また、その後の強制乾燥等の影響により、木材繊維の毛羽立ち量が多くなっていることがわかる。

図10に難燃化处理した赤松材をNC、UP、UT、FR、FU、NFで塗装した表面の反射光分布を測定した結果を示す。NC、UP、FUでは、凹形の細胞内孔による光の散乱の影響もなくなり、受光角45°付近の鏡面反射による尖ったピークの反射光分布だけとなってい

る。これらの反射光分布は、プラスチックや金属表面の反射光分布の特徴によく似ており、難燃処理した赤松材表面の反射光分布と明らかに異なっていることがわかる。

また、FRの反射光分布は受光角45°に傾いた楕円状の反射光分布を示しており、UT、NFにおいては、ほぼ球状に近い反射光分布で、難燃化処理した赤松材の反射光分布とほとんど同じ反射光分布を示す結果となり、肉眼で比較した場合でも、ほとんど木材の素材感を損ねない状態となっている。反射光分布が良く近似する原因として、FRにおいては、防火性能を出すための難燃剤として使用されるクレー、タルク、アスベストなどの顔料成分が多量に含まれていること、UTではプラスチックビーズが塗料中に混入されていることから、それらが凸形の塗膜表面を形成することにより、難燃化処理した赤松材表面の反射光分布と良く似た反射光分布を示すためと考えられる。また、NFは、水性の浸透タイプであり、造膜タイプでないことから、難燃化処理したままの表面状態となっているために、反射光分布はあまり変化を示さないためと考えられる。

これらのことから、NC、UP、FUよりも、FR、UT、NFの方が、赤松材特有の素材感を残したまままで塗装仕上げを行うことができると考える。

3-4 難燃化処理した赤松材の変色

図11に塗料の濡れ色による難燃化処理木材の変色について、分光光度計による色差の測定結果を示す。塗料の濡れ色による変色で、 ΔE^* が最も小さい値を示すのはNFで $\Delta E^*=1.9$ 、次いでUTが $\Delta E^*=4.2$ 、FRが $\Delta E^*=8.8$ 、FUが $\Delta E^*=10$ 、NCが $\Delta E^*=11.4$ で、UPが $\Delta E^*=13.6$ となっている。通常、無処理木材の塗装における塗料の濡れ色による変色は、 $\Delta E^*=1\sim 5$ 程度の変化であることから、難燃化処理した木材の塗装においては、塗料の種類によって、難燃化処理の影響を大きく受けることがわかる。この結果から、NFやUTで塗装することにより、難燃化処理木材の塗料の濡れ色による変色を最小限に押さえることができると考える。

図12に促進耐候性試験における変色について、色差の測定から、耐光性の評価を行った結果を示す。FRは難燃化処理前後の色差の測定を行った結果で、 $\Delta E^*=3\sim 4.9$ の変化を示しており、難燃化処理だけでもかなり変色することがわかる。また、WCは、図11に示した塗料の濡れ色による変色で、 $\Delta E^*=6.7\sim 16.2$ の変化を示している。この2つの色差の変化から、塗装仕上げまで行った難燃化処理木材は、塗料の種類によって変色の度

合いが大きく異なることがわかる。塗装仕上げした難燃化処理木材に25、50、100、150時間の促進耐候性試験を行うと、 $\Delta E^*=7.5\sim 25$ 、 $\Delta E^*=10.1\sim 26.7$ 、 $\Delta E^*=10.1\sim 26.8$ 、 $\Delta E^*=13.1\sim 28.7$ と増加傾向を示した。試験時間150時間において、色差の変化が少なかったのはNF、UTで、 $\Delta E^*=13.1\sim 15.4$ であった。これに比べFR、UP、NC、FUにおいては $\Delta E^*=21.4\sim 28.7$ の変化を示し、光変色が著しい結果となる。

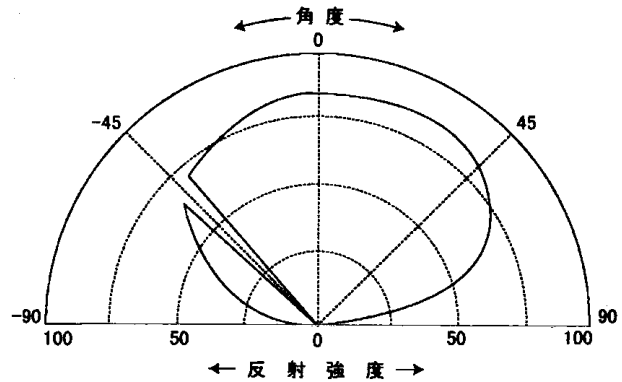


図9 難燃化処理した赤松材の反射光分布

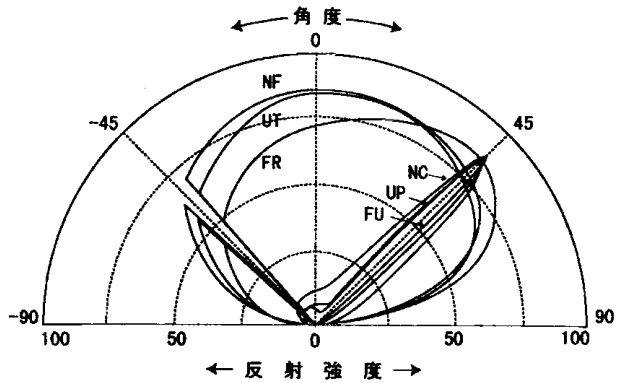


図10 塗装表面の反射光分布

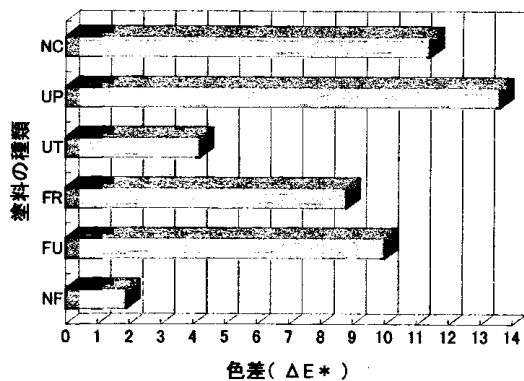


図11 塗料の濡れ色による色差の変化

図13に耐湿試験における変色について、色差の測定から、耐湿性 (50℃・95%RH) の評価を行った結果を示す。試験時間が 25、50、100、150時間と増すと、NFでは $\Delta E^* = 9.1 \sim 3.9$ と減少し、それ以外では、 $\Delta E^* = 10.1 \sim 17.5$ 、 $\Delta E^* = 10.9 \sim 18.3$ 、 $\Delta E^* = 11.5 \sim 22.3$ 、 $\Delta E^* = 12.5 \sim 23$ と増加する傾向を示したが、その中で色差の変化が少なかったのは、促進耐候性試験と同様にUTで、試験時間 150時間においても $\Delta E^* = 12.5$ とわずかな変化であった。これに比べ、UP、NC、FR、FUでは $\Delta E^* = 14.5 \sim 23$ の変化を示し、吸湿による変色が著しい結果となった。

写真1、2に、難燃化処理後、UT、NFを塗装した試験片の耐湿試験 150時間後の表面を観察した結果を示す。UTでは、塗装表面の異常は見られないのに対し、変色の少なかったNFでは、その塗装表面は塗料の濡れ色の状態よりもかなり白くなっており、木目に沿って難燃処理薬剤の噴出が見られた。その他の塗料の塗装表面でも、異常は見られなかったことから、浸透タイプの塗料と造膜タイプの塗料の耐湿性能による差が出たものと考えられる。

これらのことから、難燃処理した赤松材の変色を最小限に押さえ、また、難燃処理薬剤の噴出を防止するためにはUTが効果的であると考えられる。

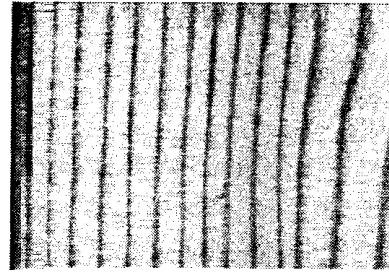


写真1 UTを塗装した難燃処理木材の表面

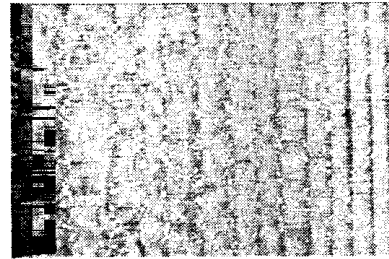


写真2 NFを塗装した難燃処理木材の表面

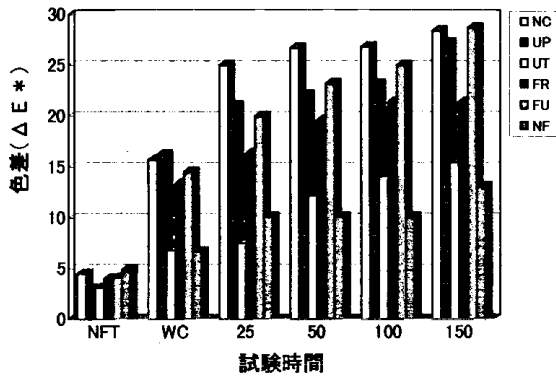


図12 促進耐候性試験における色差の変化

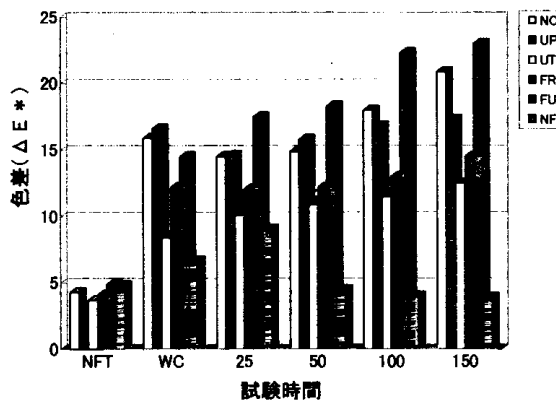


図13 耐湿試験における色差の変化

4 結 言

県産木材の用途拡大を図ることを目的に、赤松材の難燃化処理およびその塗装適正について検討した。その結果、以下の知見が得られた。

- (1) 無処理の木材に対し、可燃性塗料を塗布しても、燃焼性能に与える影響は小さかった。
- (2) 赤松材の辺材を難燃化処理した場合、薬剤固定量を増加すれば、塗料が防火性能に与える影響は小さくなり、150 ~ 200kg/m³ 程の薬剤固定量を確保できれば塗装の有無、種類によらず難燃材料の基準を満たした。
- (3) 難燃化処理した赤松材の塗装において、素材感を損ねず、経時変化による薬剤の噴出や変色等を最も少なくすることができる塗料は、2液型ポリウレタン樹脂塗料であった。

文 献

- 1) 谷内, 穴沢: 第48回日本木材学会大会研究発表要旨集, p649 (1998)
- 2) 穴沢, 浪崎, 高橋, 有賀: 第2回環太平洋塗装技術フォーラム研究発表要旨集, p354 (1997)
- 3) 西沢 仁: ポリマーの難燃化, (株)大成社 (1994)
- 4) 木材活用事典, (株)産業調査会 (1994)
- 5) 山田 正: 木質環境の科学, (株)海青社 (1987)

産業廃棄物の舗装材料への利用*

佐々木秀幸**、谷藤 眞一***

数種類の産業廃棄物を原料としてアスファルト用人工骨材を試作した。道路用砕石の試験の結果、試作品のすり減り減量は市販人工骨材より少なく実用可能との結果が得られた。人工骨材を配合したアスファルト混合物はアスファルト量6.9%が最適であり、安定度は一般のアスファルト以上の値を示した。

キーワード：廃棄物、再利用、骨材、アスファルト混合物、マーシャル試験

Utilization of Industrial Waste to Pavement Materials

SASAKI Hideyuki and TANIFUJI Shinichi

We produced artificial aggregates for asphalt pavement from the mixture of several kinds industrial waste. The loss by abrasion of artificial aggregates is smaller than commercial artificial aggregates from the results of test for crushed stone use to road construction, so it can use to asphalt mixtures. The best mixing ratio of asphalt is 6.9% with asphalt compound which mixed artificial aggregates, and the stability is not less than general asphalt compound.

key words: waste, recycle, aggregate, asphalt compound, marshall stability test

1 緒 言

無機系の産業廃棄物は鋳物工場をはじめとし、様々な事業所から大量に排出されるが¹⁾、その多くは鉱さいまたは汚泥として管理型処分場で埋立処分されている。この処分費用の負担は大きく、再資源化を促進するための有効な処理技術の開発が要求されている。

我々は過去に無機系産業廃棄物の分析方法や、焼成による鉱物組成の成分変化を把握するとともに²⁻⁴⁾、数種

類の汚泥を混合焼成することで、JIS規格を満たすタイル状成形体を作成した⁵⁾。

この成形体は乳白色で顔料で着色が可能であるため、大量消費可能なカラー舗装用骨材として使用できると思われる。そこで、道路用人工骨材としての評価試験及び、アスファルトと混合してマーシャル安定度試験を行い、骨材として使用するための条件を調べた。その結果、市販の人工骨材に比べて吸水率は大きい、すり減り減量

表1 供試体の主な含有成分

	単位: w%										
	含水率	ig.loss	Si	Ca	Al	Fe	Mg	P	S	Na	K
生コンスラッジ	67.92	19.19	11.41	28.70	3.14	2.37	0.95	0.03	0.34	0.68	0.28
鋳物廃砂	-	3.28	40.18	0.26	2.54	0.88	0.31	0.03	0.06	0.52	0.45
ガラス研磨粉	33.73	0.99	31.01	0.43	0.07	-	-	-	-	6.71	8.27

ケイ素以下の定量値は全て水分を含まない試料に対する含有量を示す

* 産業廃棄物の再利用(第5報)

** 化学部

*** 高弥環境整備株式会社

表2 焼成体の作成条件

項目	作成条件
混合割合(重量比)	生コンスラッジ：鑄物廃砂：ガラス研磨粉 = 2：5：3
水分添加量	10 wt%
粉碎装置及び時間	ロールミル：6時間
金型サイズ	100×100 mm
成形圧力	3 KN/cm ²
焼成温度	900～1000 (25 刻み)
焼成パターン	昇温 6 hr、保持 2 hr、炉内放冷

は少なく、アスファルト用人工骨材として使用可能であることが分かったので以下報告する。

2 実験方法

2-1 焼成体の作成

実験には、鑄物工場から排出される廃砂、生コン工場から発生するスラッジ、光学レンズの研磨工場から発生するガラス研磨粉を使用した。含有成分を表1に示す。

これらの廃棄物を原料として、表2に示す作成条件で、焼成温度 900 から 1000 まで5段階で各10枚を作成した。

2-2 人工骨材の作成

2-1で得られた焼成体すべてをハンマー及びジョークラッシャーで粉碎した後、分級し6号砕石サイズ(5～20mm)の人工骨材とした。

2-3 人工骨材の試験

人工骨材については JIS 規格がないため、JIS 道路用砕石の試験方法⁶⁾に準じ、形状試験⁷⁾、見掛比重・吸水率試験、単位容積重量試験、すり減り試験、安定度試験をおこなった。

なお、道路用砕石の試験にはふるい分け試験、粘土塊質量試験、軟石量試験が含まれるが、人工骨材は不要のため割愛した。

2-4 マーシャル安定度試験

アスファルトに混合する砕石の一部(6号砕石)を人工骨材で置き換え、配合設計したマーシャル安定度試験⁸⁾を実施し、最適アスファルト量の決定と混合物としての物性の測定を行った。

3 結果及び考察

3-1 破碎物の形状

乳白色のタイル状焼成体をジョークラッシャーで破碎し、骨材の形状試験を実施したところ、細長いまたは扁



図1 試作した人工骨材

平な形状の骨材の含有量が21.7%と多く、基準の10%以下を満足できなかった。この機械は骨材の粉碎に不適であることが分かったため、骨材はハンマーによって粉碎した。この方法による扁平な形状な骨材の含有量は0.7%であった。得られた骨材を図1に示す。

3-2 骨材試験の結果

骨材試験の結果を市販人工骨材及び自然石(盛岡市下米内産輝緑凝灰岩)と比較したのが表3である。

タイル状成形体でも吸水率が高かった950未満の焼成体もすべて混合して人工骨材としたため、自然砕石の基準を超過した。950以上で焼成したタイル状成形体の吸水率は3%未満であり、950以上の焼成体のみで人工骨材を作れば基準を満たすと考えられる。

吸水率が高い骨材は凍結融解の恐れがあるが、安定性試験の値が0.04%と非常に低い値となっているため、内部からの結晶圧に対する抵抗性が高く凍結融解の可能性は低い。

なお、吸水率の高い骨材はアスファルト中の軽質油を吸収し、耐流動性を向上させる効果があるため用途を選定することで十分使用可能と考えられる。

すり減り減量は自然砕石に劣るが、規格値及び市販人工骨材よりは小さい値を示し、耐摩耗性に優れていることが分かる。

産業廃棄物の舗装材料への利用

表3 骨材試験結果

試験項目	人工骨材	市販人工骨材	自然砕石	規格値
見掛比重 (g/ml)	2.266	2.475	2.921	2.45以上
吸水率 (%)	5.85	2.00	0.80	3.0以下
単位容積重量 (kg/l)	1.169	-	1.619	-
すり減り減量 (%)	14.5	18.0	9.3	30.0以下
安定性試験 (%)	0.04	-	3.1	12.0以下

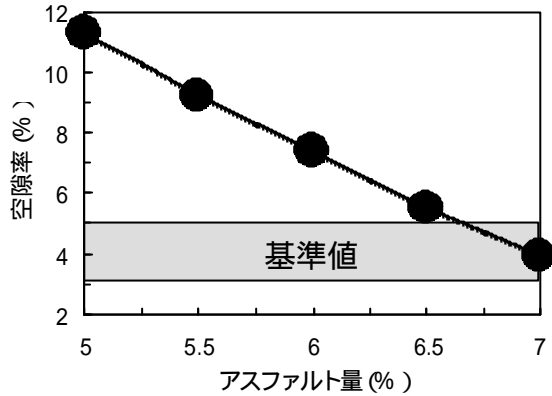


図2 アスファルト量と空隙率の関係

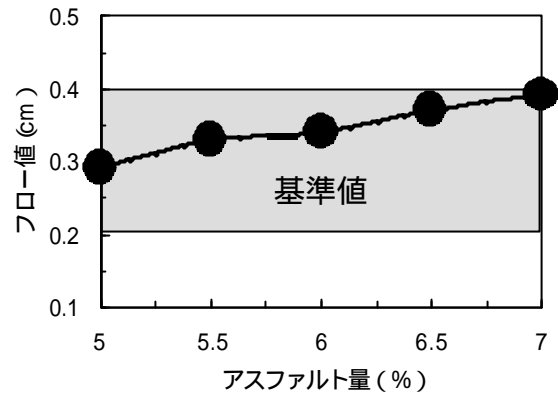


図4 アスファルト量とフロー値の関係

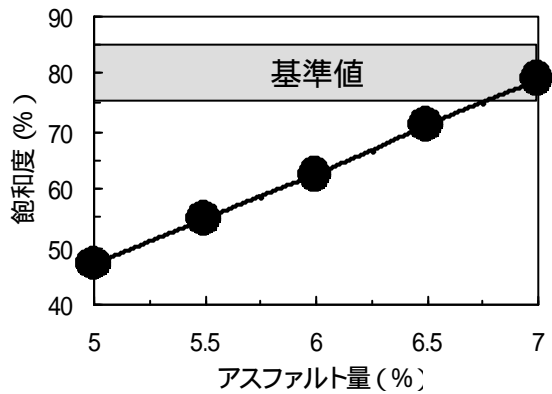


図3 アスファルト量と飽和度の関係

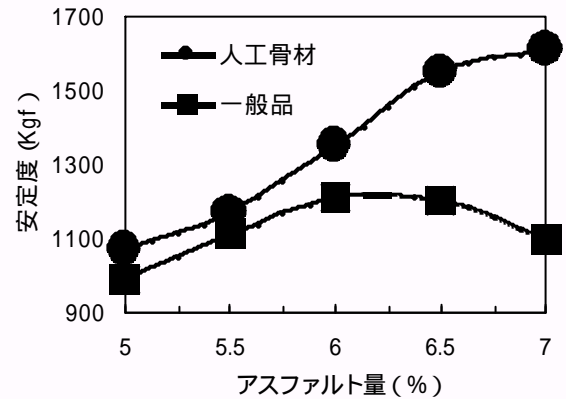


図5 アスファルト量と安定度の関係

3-3 マーシャル安定度試験結果

6号砕石をすべて天然石から人工骨材に変えてマーシャル安定度試験を実施した。アスファルト量と空隙率・飽和度との関係を図2・3に示す。アスファルト量が増加する程空隙率は小さくなり6.7%以上で基準を満たす。

骨材の間隙中のアスファルトが占める割合を示す飽和度は、アスファルト量が増加する程大きくなり空隙率と同様に6.7%以上で基準を満たす。図4にフロー値を示す。フロー値は荷重に対する変形量を示すが、基準は0.2~0.4cmの範囲であり試験したアスファルト量全域で基準を満たす。

試験片破壊時の最大荷重を示す安定度とアスファルト量の関係を図5に示す。基準値500kgfは全範囲で満たしているが、人工骨材を使用したアスファルトの安定度が、自然砕石を使用した一般のアスファルトより6.0%~7.0%で特に高く、最大値はおおよそ6.9%となる。

以上の結果よりすべての基準を満たす最適なアスファルト量は6.9%となる。これは一般のアスファルトの最適値5.7%に比べ高い値であるが、人工骨材の吸水率が影響したと考えられる。

表4にグラフから読んだアスファルト量6.9%のマーシャル安定度試験結果を示す。一般アスファルトより、

表4 アスファルトの配合設計結果

一部人工骨材使用		一般品		目標骨材粒度範囲		
骨材	配合率(%)	骨材	配合率(%)	ふるい目の開き		標準粒度範囲(%)
人工骨材(6号)	35.6	6号碎石	38.5	通	19 mm	100
7号碎石	17.2	7号碎石	13.4	過	13.2	95~100
砕砂	20.2	砕砂	21.5	重	4.75	52~72
細砂	18.8	細砂	18.3	量	2.36	40~60
石粉	8.2	石粉	8.3	百分率	600 μm	25~45
					300	16~33
					150	8~21
				(%)	75	6~11

安定度はかなり高くなっていることから、わだちに対する流動抵抗性(耐流動)も良好な結果が得られると考えられる。

以上の試験結果から得られたアスファルトの配合設計結果を表5に示す。

4 結 語

産業廃棄物のみを原料として作成した人工骨材の骨材試験を実施したところ、吸水率は若干高かったものの、すり減り試験では市販品を上回る結果が得られた。

また、アスファルトを混合したマーシャル安定度試験ではアスファルト量 6.9% で基準をすべて満たすことが確認されたので、道路用碎石に試作した人工骨材を使用することができることが分かった。

なお、今後は大型車が多く通る道路に適用されるホイールトラッキング試験等を実施するとともに、6号碎石以外も人工骨材に置き換えた試験も実施する必要がある。

本研究の遂行にあたり指導及び協力いただいた岩手建工株式会社の大沼一人氏に深く感謝いたします。

表5 マーシャル安定度試験の結果

試験項目	人工骨材	自然碎石	基準値
空隙率(%)	3.3	3.3	3~5
飽和度(%)	81.5	80.2	75~85
安定度(kgf)	1611	1159	500以上
フロ値(cm)	0.38	0.30	0.2~0.4

5 文 献

- 1) (社)日本鋳物工業界他：鋳物工場の産業廃棄物の有効利用等に関する調査研究報告書，(1994)他
- 2) 佐々木秀幸、谷藤眞一：岩手工技セ研報,1,35(1994)
- 3) 佐々木秀幸、谷藤眞一：岩手工技セ研報,2,79(1995)
- 4) 佐々木秀幸、谷藤眞一：岩手工技セ研報,3,97(1996)
- 5) 佐々木秀幸、谷藤眞一：岩手工技セ研報,4,77(1997)
- 6) 日本工業規格：JISA5001⁻¹⁹⁹⁵他
- 7) 日本道路協会：舗装試験法便覧丸善(1988)
- 8) 日本道路協会：アスファルト舗装要綱丸善(1992)

畜産未利用資源からの有用成分の抽出 (第Ⅱ報)

岸 敦*、大澤 純也*

特有の臭気を持つ内臓を試料とした場合の調味液調整を目的として、消臭のために醤油麹菌による肉麴の調製を行った。醤油を調製する場合の窒素源となる大豆の代わりに牛内臓(心臓、肝臓、腎臓、肺臓)を用いて、糖源である小麦との量比、培養時間を検討した。その際の麹菌プロテアーゼ活性を測定し麹菌による内臓の分解が良い条件を検討した。その結果、麹菌プロテアーゼ活性が上昇するためには糖源(小麦)と、2日以上培養時間が必要であることが判明した。麹菌を繁殖させることにより内臓臭気がかなり減少した。

キーワード: 臭気、肉麴、麹菌プロテアーゼ

Extraction of Available Components from Meat Processing Waste

KISHI Atushi and OHSAWA Junya

Smell of intestines is a big problem for using them as seasonings materials. To remove the stench we used shoyu koji kinn (*Aspergillus sojae*) and prepared niku koji which is similar to shoyu koji. In this study, the population of wheat as glucose source and intestines as nitrogen source is examined. Finally, conditions for preparing niku koji which has a little smell of intestines and high activity of shoyu koji kinn to make enough amino acids from intestines are determined.

key words: smell of intestines, shoyu koji kinn, niku koji

1 結 言

畜肉加工の際に生じる骨、血液、一部の内臓等はほとんど利用されず廃棄物扱いされているが、組成的にはタンパク質を多く含むことからアミノ酸へと変換することにより調味液として利用することができる。しかし内臓を原料とした場合はその特有の臭気が問題となり調味液原料とはなりにくい。消臭には原料を塩溶液に浸漬するあるいは最終産物を活性炭等で脱臭するなどの方法がある。魚を原料とした魚醤に見られるように、原料の不快感を押さえ独特な風味を持つ調味液を調製することも出来る。魚醤は魚自身の持つ酵素による分解であるが、微

生物による発酵で同様に消臭とタンパク質の分解の同時進行が可能である。このような技法を応用し、醤油麹菌の作用により内臓臭を軽減するような発酵調味料である肉麴の調製について検討した。

2 実験方法

2-1 原材料

原料は、醤油用小麦麹 ST(W)、大豆(S)、牛心臓(H)、牛肝臓(L)、牛腎臓(K)、牛肺臓(Lu)。牛内臓類は、共同研究者である(株)岩手畜産流通センターからの供与物を使用した。

* 応用生物部

2-2 肉麩の調製

上記材料を用いて表1の方法で肉麩を調製した。麩麦はそのままで、大豆は一晩水に浸漬後オートクレーブ処理して粉碎し、牛内臓類は粉碎後オートクレーブ処理して使用した。混合比は表1に示したように小麦のみ(W100)、大豆のみ(S100)、小麦と大豆(W/S)=50/50、内臓と小麦(H/W)=100/0、75/25、50/50、25/75とし、それぞれに醤油麹菌 (Aspergillus sojae)を1/500重量加え培養した。

表1 肉麩調製手順

(g)	麩麦	大豆	内臓	麹菌
W100	200	-	-	0, 4
S100	200	-	-	0, 4
W/S=50/50	100	100	-	0, 4
H/W=100/	-	-	200	0, 4
=75/25	50	-	150	0, 4
=50/50	100	-	100	0, 4
=25/75	150	-	50	0, 4

↓25℃、湿度90%、48hr

肉麩

2-3 肉麩のプロテアーゼ活性分解度測定

醤油分析法¹に従いミルクカゼインを基質とし、肉麩中のプロテアーゼ活性を測定した。

2-4 肉麩のプロテアーゼ活性の経時変化の検討

a 酵素による分解度

図1(a)に示すように、調製した肉麩に水のみ(SD)又は水と酵素(フレーバーザイム)を加え(FD)50℃で一晩攪拌分解した。遊離したアミノ酸をオルトフタルアルデヒド(OPA)複合体とし、Serを定量する方法^{2, 3, 4}により分解度を測定した。これによりSDでは肉麩に繁殖した麹菌のプロテアーゼのみによる分解を、FDでは麹菌の

肉麩(0, 24, 48hr)10g+水30ml

↓

+フレーバーザイム(Flavorzyme Digestion=FD)

or none(Self Digestion=SD)

↓50℃、O/N

sup → 500ul

↓濾過、希釈 ↓

OPA法分解度測定 +1vol 6N HCl, 110℃、O/N

=酵素による分解(a) ↓乾燥溶解500ul, 希釈

OPA法分解度測定

=HClによる完全分解(b)

図1 肉麩のプロテアーゼ活性の経時変化測定

プロテアーゼと添加した酵素による分解を測定した。な

お経時変化を測定するため0hrを1日目として、2, 3日目それぞれについて検討した。

b 塩酸による完全分解

図1(b)に示すように、肉麩を麹菌プロテアーゼ又は麹菌プロテアーゼと酵素により分解した物をさらに塩酸で完全分解し、それを(a)と同方法で分解度を測定した。

2-5 肉麩エキスの培養細胞に対する影響

肉麩分解物(SD, FD)を熱処理酵素失活させ、乾燥後PBSに溶解しL-Ser量0.1mg/mlを指標として希釈後、図2のように培養細胞に加えWST-1法により細胞増殖影響を検討した

U-937細胞 5×10³個/100μl 培地

↓+SD or FD液 10μl

37℃、培養 3日

↓+WST-1試薬 10μl

37℃、3hr

↓

吸光度測定450nm

図2 細胞増殖に対する影響検討手順

3 結果

3-1 肉麩原料混合比の比較

肉麩調整時の糖源(小麦)と窒素源(畜肉シチ:内臓)の量比検討のため麹菌のプロテアーゼ活性を比較(図3)した結果、醤油麹を調整する際の条件(W/S=50/50)と比較して同程度の麹菌のプロテアーゼ活性を得ることができる条件(H/W=75/25, 50/50)が判明した。予備実験の結果から窒素源としての内臓の種類による麹菌の生育には違いが見られなかったことから今回は心臓シチを使用した。心臓のみ(H/W=100/0)では麹菌の発育も悪くプロテアーゼ活性も無いことから糖源は最小限必要であることが解った。このことから内臓シチ/小麦=90/10、50/50の割合で肉麩を調整し、以後の実験を行うこととした。

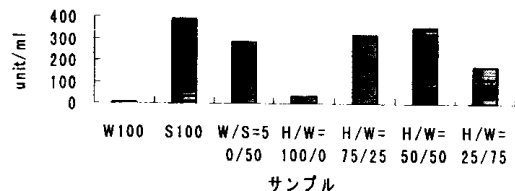


図3 異なる原料比の肉麩のプロテアーゼ活性 (48hr) W:小麦, S:大豆, H:牛心臓

3-2 肉麩のプロテアーゼの経時変化

2-4に示したように肉麩を肉麩自身の麩菌プロテアーゼで分解した場合(図4-1)とさらに酵素フレーバーザイムを添加し分解した場合(図4-2)のそれぞれについて、OPA測定値aとbを求めた。測定値aは麩菌プロテアーゼにより分解され遊離されたアミノ酸量または麩菌プロテアーゼ+フレーバーザイムにより分解され遊離されたアミノ酸量を表している。一方測定値bは塩酸によって完全分解され遊離したアミノ酸量を示している。したがって、測定値aとbの比率(b/a)の値が1.00であれば麩菌プロテアーゼまたは麩菌プロテアーゼ+フレーバーザイムによる分解が完全に行われていることを示し、b/aの値が大きくなるほど分解は進んでいないことを示す。

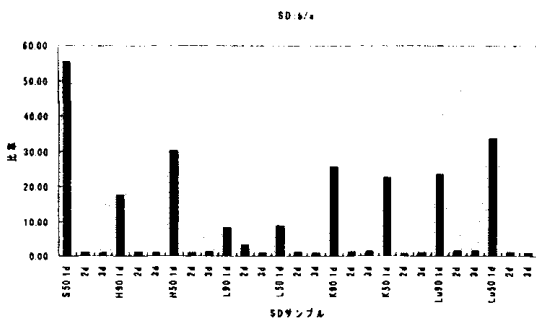


図4-1 肉麩アミノ酸遊離度: SD

S:大豆, H:牛心臓, L:牛肝臓, K:牛腎臓, Lu:牛肺臓
 サンプル名例 S50 1d =大豆50%(小麦50%)1日
 H90 3d =牛心臓90%(小麦10%)3日

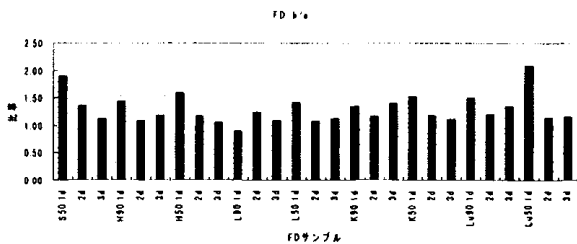


図4-2 肉麩アミノ酸遊離度: FD

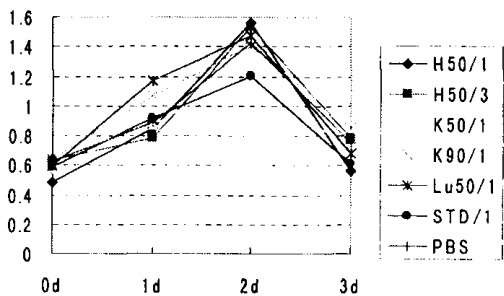


図5 WST-1 assayによるu-937細胞増殖に対する影響

- ・サンプルは全て麩菌プロテアーゼ分解物(SD)
- ・スタンダード(STD)はW/S=50/50

3-3 肉麩エキスが培養細胞に与える影響

ほとんどのサンプルで増殖阻害が見られ、図5に示した一部のSDサンプルでやや増殖促進が見られた。

4 考 察

肉麩に繁殖する麩菌のプロテアーゼ活性の経時変化を検討した結果、図4-1のb/a値から、SD(肉麩に繁殖した麩菌プロテアーゼのみによる分解)の場合麩調整1日目(0hr)では塩酸で分解した場合遊離するアミノ酸量は麩菌プロテアーゼ分解により遊離する量の数十倍となっている。これは麩菌プロテアーゼ分解由来の遊離アミノ酸が限界値の数十分の1しか含まれていないことを示す。しかし2日目(24hr)、3日目(48hr)ではb/aの値は1~2であり麩菌プロテアーゼによりほぼ限界まで分解されている。図4-2からFD(肉麩に繁殖した麩菌プロテアーゼ+添加した酵素剤フレーバーザイムによる分解)では酵素剤フレーバーザイムによりほとんどアミノ酸まで分解が進むため、麩調整1日目(0hr)でもHCl分解との比率はほとんど1である。更に肉麩の2日目以降を麩菌プロテアーゼで分解した結果遊離してくるアミノ酸量(SDのa値)は、フレーバーザイムを添加した場合(FDのa値)と変わらないという結果を得ている。よって肉麩を調整した場合、2日目以降であれば麩菌プロテアーゼによる自己分解(SD)でも酵素剤フレーバーザイムを併用した場合(FD)と同程度の遊離アミノ酸を得ることができる。しかし、麩菌プロテアーゼによる自己分解物は酵素剤フレーバーザイムを使用した場合と比較すると苦味を感じることから苦味を呈する短鎖ペプチドが生成されている可能性がある。

調製した肉麩は麩菌の生育がよい物ほど内臓臭が減少していた。これは麩菌の臭いにより内臓臭がマスキングされているためであろうと考えられる。また、湿度90%中での調製にも関わらず最終的にかなり乾燥するため雑菌の繁殖が押さえられ、腐敗防止になっているようである。

実際に肉麩を分解し、調味液として利用することを考えた場合、上述の苦味、臭気の問題からフレーバーザイムを併用して分解する方法が望ましいと考えられる。

図5から1日目での麩菌プロテアーゼ分解物(SD)中にいくつか増殖促進傾向が見られたが、1日目肉麩では麩菌プロテアーゼ活性はほとんど無いと考えられるので畜肉自体に何らかのアミノ酸やペプチドが含まれていたであろうと考えられる。肉麩エキスの機能性については使用する細胞、検索目標などを検討し今後の課題としたい。

5 結 語

今回の実験結果から、微生物を利用することは内臓臭

を押さえた調味液調に有効であることがわかった。

今後、原料となる内臓について、臭気の強い物と弱い物を混合し全体の臭気を弱くするなどの検討も必要である。また、使用する麹菌の種類も検討する予定である。

調製した調味液を実際にソーセージ等に添加し試食試験を行った結果(平成10年度センター公開)特に不評は無く十分に使用できると考えられた。今後調製条件を検討することにより更に良い製品が出来るものと期待される。

本研究を実施するに当たり、原料を提供して下さった共同研究者(株)岩手畜産流通センター、種麹、麹麦を提供して下さった八木沢醤油に感謝いたします。

また、本件級は農林水産省地域先端技術共同研究促進事業の一環により実施した。

文 献

- 1) (財) 日本醤油研究所しょうゆ試験法編集委員会.
しょうゆ試験法p. 286-289., (1985)
- 2) J. Adler-Nissen, Enzymic Hydrolysis of Food Proteins.
Elsevier Applied Science, New York., (1986)
- 3) K. Pommer, % DH Determination Based on TNBS
Analysis. EF9415317/KPo, Novo Nordisk A/S. DK.,
(1994)
- 4) C. Dambmann, Protease Determination using Casein
as a Substrate .CPU-Determination. AF 228/1-GB,
Novo Nordisk A/S. DK., (1988)

センサによる吟醸酒の香り評価

中山繁喜*、櫻井 廣*

新しく開発された人工脂質膜センサの性能を、鑑評会に出品された吟醸酒を使い検討した。その結果、センサによって、香りの欠点であるアルデヒド臭等の存在を推定できることがわかった。中でも、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭は三つの何れかの香りの有無を高い精度で推定可能であった。

キーワード：人工脂質膜センサ、官能評価、吟醸酒

Flavor Evaluation of *Ginjo-syu* Using the New Artificial Lipid Film Sensor

NAKAYAMA Shigeki and SAKURAI Hiroshi

The performance of the new artificial lipid film sensor is examined by comparing the human sense in evaluating *Ginjo-syu*. As a result, it has been understood to be able to estimate the existence of *aldehyde odor* etc. The presence of the smell of *Kaori-hanare* or *Ester odor* or *Ethylacetate odor* was able to be estimated more accurately.

key words : Artificial lipid film sensor, Sensory Evaluation, *Ginjo-syu*

1 緒 言

清酒の品質管理や新製品の開発を行う際、官能評価は必要不可欠である。しかし、感性に頼る官能評価は個人差が生じやすく、感じる度合いを数値で表現することはことさら難しい。そこで、我々は人工脂質膜センサを導入し、官能評価を客観的に推定するシステムの開発に着手した。昨年までに、普通酒上撰の鑑評値（総合評価）の推定が可能¹⁾であること、酸度やアミノ酸には反応するが、甘み成分には反応しないこと²⁾等を明らかにした。しかし、吟醸酒の鑑評値は、評価に重要な香り成分をセンサが捕らえていないため推定が困難であった²⁾。今年度、吟醸香の主体であるエステルに反応するセンサが開発されたので、その性能を吟醸酒を用いて実験的に調べた。

2 実験方法

2-1 供試清酒および官能評価

供試清酒は、平成9年度岩手県清酒鑑評会に出品された吟醸酒120点とした。官能評価は同鑑評会の審査員15人で行った。その際、検体ごとに香りハナレ、エステ

ル臭、酢エチ臭、ムレ香、アルデヒド臭等気が付いた点を指摘してもらい、複数の審査員が同意した項目をその検体が持っている香りクセとした。なお、酢エチ臭は酢酸エチル単体の香り、エステル臭は吟醸香が劣化した複合香とした。

2-2 センサによる測定

測定は、アンリツ(株)製味認識装置SA401を用いた。この装置は表1に示す7種類の人工脂質膜センサが装着され、清酒の成分に応じた出力を発生する³⁾。今回使用した7本のセンサの内訳は、新開発の膜表面の帯電によらない吸着性を持つセンサ5本と、従来のプラスとマイナスの帯電性を持ったセンサ1本づつとした。

測定は次のように行った。始めに、センサ膜表面の吸着物を5mMコハク酸、10mM塩化ナトリウムを40%エチルアルコール溶液に溶かした洗浄液で洗い流し、つぎに15%エチルアルコール、5mMコハク酸、10mM塩化ナトリウムからなる基準液に浸し、センサ出力値が安定していることを確認し、この出力値をゼロとした。その後、専用ガラス容器に入れた約150mlの検体に浸し、

*醸造技術部

7本のセンサ測定値を得た。なお、測定の際、検体酒、基準液、洗浄液等の温度は20℃とした。

表1 使用した人工脂質膜センサ

センサ名称	製造番号	備考
s1	16005	プラス荷電膜
s2	1042-3	マイナス荷電膜
s3	z1403-5	疎水性膜
s4	z1403-6	//
s5	z523A-2	//
s6	z523A-3	//
s7	z523A-4	//

s3～s7は新開発のセンサ。

2-3 統計解析法

香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭、ムレ香、アルデヒド臭等、香りクセの有無を推定する手法は重判別分析法⁴⁾を用いた。その際、センサ測定値を説明変数として用いた。重判別分析では、最初に選択した項目が推定に最も有効であり、2番目以降は、以前に選択した項目を補う最も有効な項目を選択した。また、推定に有効な項目として取り入れるか、あるいは取り除くかを統計的に判定する基準は、偏F値 2.0とした。

2-4 成分分析

清酒の成分分析は、日本酒度、酸度、アミノ酸度、直接還元糖について、国税庁所定分析法⁵⁾に準拠して測定した。なお、日本酒度と酸度から、濃淡度と甘辛度⁶⁾を算出した。また、香氣成分は、吉澤の方法⁷⁾により HEWLETT PACKARD社製ヘッドスペースガスクロマトグラフHP5890Aで測定した。

3 実験結果

審査員が指摘した香りクセの内、指摘が多かった項目は、香りハナレ(15点)、エステル臭(12点)、酢エ

チ臭(6点)、ムレ香(8点)、アルデヒド臭(7点)であった。これらの香りクセの有無を、センサで推定した結果を表2に示す。ムレ香を除いた香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭、アルデヒド臭については、偏F値が2.0以上になり、これらについては、センサで香りの有無を推定できる。

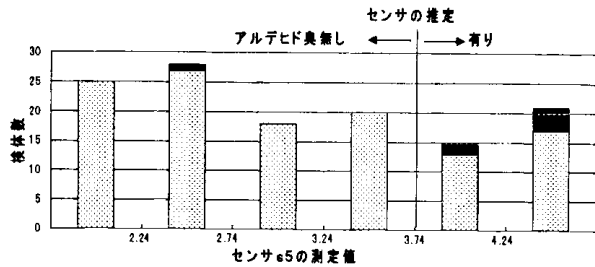


図1 センサによるアルデヒド臭の推定
□審査員の指摘なし ■指摘あり

なかでもアルデヒド臭は、審査員が指摘した検体7点中、6点をセンサs5の測定値を使って推定でき(表2)、他の香りに比べて推定精度が高い。しかし、センサを使った推定では、センサs5の測定値が3.74以上の検体をアルデヒド臭ありと推定したが、3.74以上の測定値であった検体40点中34点は、審査員がクセ無しと判定したサンプルなので、センサが誤って推定した検体である(図1)。

また、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭をまとめて一つの香りクセとし、この香りの有無をセンサで推定させるには、センサs2とs4が有効である。図2に示す(s4の測定値) < (s2の測定値) - 8.35を満たす領域が、センサで香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭の何れかがあると推定した領域である。この領域に審査員が香りクセを指摘した検体の71%が入っている。しかし、この領域に入っている検体の47%は、審査員がクセ無しとした検体であり、審査員の判定と一致しない。また、センサがクセ無しと推定した検体の88%は、審査員の判定と一致する。

表2 センサによる香りの推定

指摘項目	審査員の指摘数	センサの正判別率(%)	審査員の無指摘数	センサの正判別率(%)	判別に有効なセンサ
香りハナレ	15	53.7	105	65.7	S 6 (7.3)、S 3 (2.2)
エステル臭	12	66.7	108	78.7	S 7 (8.5)、S 3 (6.1)
酢エチ臭	6	66.7	114	72.8	S 2 (5.5)
ムレ香	13	-	107	-	-
アルデヒド臭	7	85.7	113	69.9	S 5 (8.5)

判別に有効なセンサの()内は、偏F値

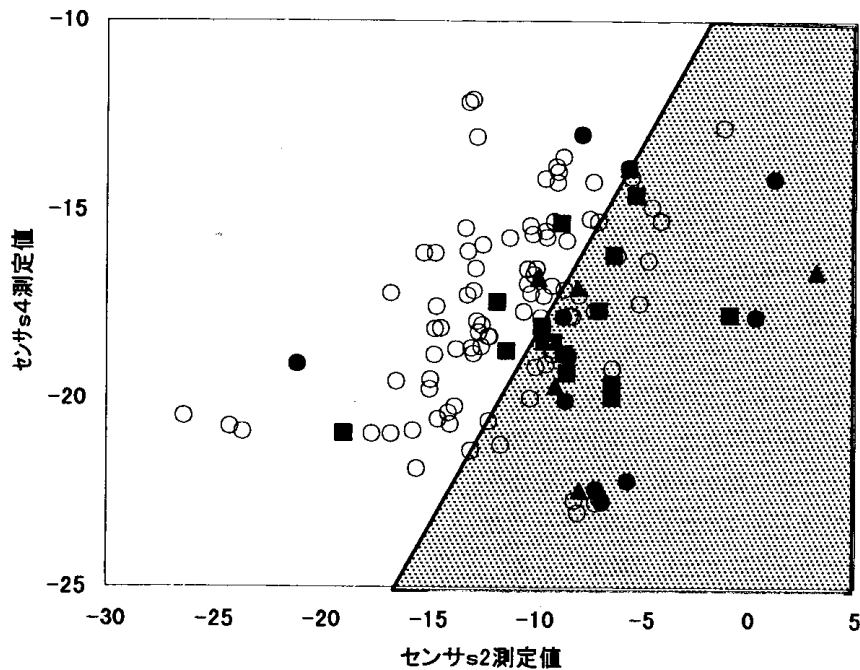


図2 香ハナレ、エステル臭、酢エチ臭の判定

審査員の判定
 ■香ハナレ ●エステル臭 ▲酢エチ臭
 ○香りクセ無し
 [stippled box] センサが香りハナレ、エステル香、酢エチ臭何れかの香りの存在を推定した領域 $(s4の測定値) < (s2の測定値) - 8.35$

表3 センサ測定値と清酒成分との単相関

	センサs2	センサs4
プロパノール	0.007	-0.018
i-ブタノール	0.054	-0.028
酢酸イソアミル	0.115	-0.300**
i-アミルアルコール	-0.165	0.085
カブロン酸エチル	0.174	-0.122
直接還元糖	-0.131	-0.120
日本酒度	0.031	0.147
酸度	0.673**	0.322**
アミノ酸度	0.140	-0.517**
濃淡度	0.623**	0.253**
甘辛度	-0.478**	-0.316**

**危険率1%で有意

さらに、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭の存在を推定したセンサs2とs4が、酒中のどの成分と関係しているかを明らかにするため、センサ測定値と清酒成分との単相関を調べた(表3)。その結果、センサs2は香気成分と有意な相関はなく、酸度、濃淡度、甘辛度と高い相関がある。また、センサs4はアミノ酸度、甘辛度、酸度、酢酸イソアミル、濃淡度と高い相関がある。

4 考 察

エステル類に対して、吸着能を有するセンサを加えて、香りのクセを推定できるか検討したところ、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭の何れかの香クセの有無は、十分な推定精度があると思われる。審査員が香りクセ無しとした酒を、センサが香りクセありと推定した確率が高かったものの、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭の存在は、吟醸酒の品質を下げる原因になるので、これらの香りクセの有無判定は、官能評価推定システムに組み入れる価値があると思われる。

また、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭の有無を推定したセンサは、酸度や濃淡度などの味覚成分と正の相関、酢酸イソアミルやアミノ酸と負の相関がある。このことから、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭は、分析項目としてアミノ酸が高く、かつ濃淡度が高い濃醇型で、酢酸イソアミルが多い酒で指摘されやすいと思われる。一般的には、味が淡い酒で香りが目立ちやすいとされているが、アミノ酸が多い酒や雑味を含む濃い酒は、もろみ時期の発酵が健全でなかった場合が多く、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭が発生したと考えられる。

また、審査員がアルデヒド臭を指摘した検体を、センサs5が高い確率で推定したが、アルデヒド臭が指摘されない検体をアルデヒド臭有りとして誤推定する確率も高い。

そのため、センサs5の改良あるいは有効なセンサの本数を増やすなどの改善を行い、アルデヒド臭をより高い精度で検知する必要がある。

5 結 語

既存の脂質膜センサは、香りに対する感度がほとんどない。そこで、エステル類への反応性を高めた疎水性センサを用い、鑑評会に出品された吟醸酒について、吟醸香への応答性を検討した。

その結果、吟醸酒の欠点になるアルデヒド臭、香りハナレ、エステル臭、酢エチ臭の存在を、センサで推定できることを確認した。中でも、香りハナレ、エステル香、酢エチ臭は、種類を特定せず3つの香りの内何れか香りが有るか否かを、センサで70%以上正しく推定できる。このことから、疎水性センサは吟醸香の判定能力があると考えられる。

本研究の遂行するにあたり、疎水性脂質膜センサを開発、提供していただいたアンリツ㈱に深謝します。

文 献

- 1) 齊藤博之：投稿中
- 2) 中山繁喜、齊藤博之、小澤麻由美、桜井 廣、中井博康、池崎秀和：平成7年度日本醸造学会大会講演要旨集
- 3) 池崎秀和、駒井寛、内藤悦伸、東久保理恵子、佐藤勝史、前田紀寛：アンリツテクニカル 71 159-166
- 4) 奥野忠一、久米均、芳賀敏郎、吉澤正：多変量解析(1983)
- 5) 注解編集委員会編：第4回改訂 国税庁所定分析法注解，日本醸造協会(1993)
- 6) 佐藤信、川島宏、丸山良光：醸協、69、74-77(1974)
- 7) 吉澤淑：醸協、68、59-61(1973)

次世代型水稲(西海210号、関東180号)の酒造適性評価

高橋 亨*、櫻井 廣*

次世代型水稲の利用技術開発のため、西海210号、関東180号について清酒醸造を目的とした適性評価を行った。西海210号は、精米時の碎米発生率が高く酒質も劣ることから、対照に用いたトヨニシキに比べ醸造適性は劣ることが明らかになった。関東180号は、酒化率が高く酒質の評価も良いことから、対照よりも酒造適性が優れていると考えられた。しかしながら、試験用小型精米機と実用精米機の精米試験において、碎米発生率にばらつきが認められたため、精米適性については再検討が必要である。

キーワード：次世代型水稲、西海210号、関東180号、醸造適性

Evaluation in Brewing Aptitude of New Types of Rice Grains

TAKAHASHI Tohru and SAKURAI Hiroshi

We have studied the brewing examination of new types of rice grains, *Saikai 210* and *Kanto 180*, and evaluate their amylolysis characteristic. It was evaluated that the brewing aptitude of *Saikai 210* was a little inferior to the control *Toyonishiki*, because the polishing properties and the quality of sake was not good either. On the other hand, it was evaluated that the brewing aptitude of *Kanto 180* was superior to the control, because the results of the raw material rice analysis was good, and the quality of sake was good. However, the polishing properties need to be reexamined.

key words : new types of rice grains, *Saikai 210*, *Kanto 180*, brewing aptitude

1 緒 言

農業の国際化と労働力の減少・高齢化、消費者ニーズの高度化・多様化が進行する中で、今後の稲作は高品質化はもとより大幅な省力化と低コスト化を図り、国際競争力を強化するとともに、環境保全の視点から、農薬等化学資材の使用量を合理的に減じた低投入型の栽培を目指す必要がある。このため、耐病性や耐冷性、直播適正や高品質多収といった特性を有する画期的新品種の創出プロジェクトが、農林水産省農業研究センターを中心として行われている。これら画期的新品種(次世代型水稲・ミラクルライス)の創出と並行して、新育種素材の用途別利用・高度利用を図るため、各種加工適性の評価が行われており、酒類への利用もその一つとなっている。

次世代型の高品質酒造用品種の育成には、その醸造加工適性、特に酒質や経済性と関係する澱粉分解特性の適性判定を、理化学分析及び実地醸造により明らかにする

ことが重要である。

今回、我々は西海210号、関東180号の2品種の次世代型水稲について実地醸造試験を含む醸造適性の評価を行ったので、ここに報告する。

2 実験方法

2-1 供試原料米

今回使用した次世代型水稲は、平成9年産関東180号(農水省農業研究センター)、西海210号(農水省九州農業試験場)の2品種である。また、対照として平成9年産トヨニシキ(岩手県産)を用いた。米の特徴として、関東180号はやや大粒の多収米であり、西海210号は直播酒米である。

2-2 原料米分析

原料米は酒造用原料米全国統一分析法(以下酒米統一

分析法と呼ぶ)¹⁾に準じて分析した。

2-3 清酒醸造試験

清酒醸造試験は総米 500kg(精米歩合 70%)で行った。麴米はトヨニシキとし、掛米に試験米を使用した(表1)。製成酒は国税庁所定分析法²⁾に基づいて分析し、酒質は平成9酒造年度岩手県新酒鑑評会審査員8名により評価した。対照であるトヨニシキを3点とし、1点がトヨニシキより優良、5点がトヨニシキより劣る、の5点法で採点した。

表1 清酒醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米(kg)	100	165	235	500
蒸米(kg)	75	135	185	385
麴米(kg)	25	30	50	105
汲水(l)	150	200	300	650

- ・30%アルコール使用量: 380l / 白米t
- ・酵母仕込(協会901号)による3段仕込

3 実験結果

3-1 原料米分析

原料米分析結果を、表2に示す。

表2 酒米統一分析法による分析結果

	トヨニシキ	西海210号	関東180号
玄米千粒重(g)	22.6	26.7	24.4
20分吸水(%)	26.0	26.2	26.7
120分吸水(%)	31.8	29.1	31.3
蒸米吸水(%)	35.2	34.6	37.7
糖度(Brix)	9.4	11.0	11.8
アミノ酸度(ml)	0.45	0.90	0.80
粗タンパク質(%)	5.13	5.36	5.50
精米時碎米率(%)	8.8	19.9	36.0

精米時碎米率は西海210号が19.9%、関東180号が36.0%とともに割れやすい米であった。

3-2 清酒醸造試験

清酒製造事績及び製成酒成分を表3に示す。原料処理において、関東180号は蒸米がやや粘ついた。西海210号は碎米が多い割に浸漬・蒸米の吸水率が安定していた(データ未掲載)。対照であるトヨニシキを含め、3品種とも標準的な発酵経過をとり、順調に推移した。また、両試験品種とも対照に比べ粕歩合が低く、酒化率も良かった。

表3 清酒製造事績及び製成酒成分

	トヨニシキ	西海210号	関東180号
もろみ日数(日)	18	17	23
製成数量(l)	1,174	1,191	1,220
アルコール濃度(%)	19.3	19.7	20.1
滴定酸度(ml)	2.1	2.6	2.1
アミノ酸度(ml)	1.3	2.0	2.3
日本酒度	+1	±0	-2
アルコール収得量(l/t)	342	355	377
粕歩合(%)	30.8	27.8	20.1

製成酒の酒質は、西海210号では雑味があり不調和で審査員の平均点が3.75点と対照より劣った。一方の関東180号は平均点は2.75点と対照より良かった。旨味はあるが、色が濃いと指摘された。

4 考察

一般に酒造好適米の条件として、大粒で心白があること、もろみでの溶解性がよいこと、タンパク質が少ないこと、無効精米歩合、碎米の発生が少ないことが挙げられる。、、は、斉藤らの原料米の酒造適性を推定する方法³⁾⁻⁵⁾に基づいて評価した。なお、心白については、今回何の試験も行っていない。については、これまで酒造適性を評価する明確な基準がないことから、経験的に判断した。

西海210号、関東180号とも酒米統一分析法において碎米以外に大きな問題はない。関東180号は、酒米統一分析法の精米試験では碎米が36.0%発生したが、清酒醸造試験で玄米590kgを見掛精米歩合70%まで精米したときの精米時碎米率は3.7%であり、結果が大きく異なった。この原因は不明であるが、関東180号の精米特性は、高精白することも含めてさらに検討が必要である。一方、西海210号は、酒米統一分析法での精米時碎米率が19.9%、清酒醸造試験では34.2%の碎米が発生し、精米特性が劣る米であった。原料処理では、碎米が多い割に浸漬吸水率、蒸米吸水率とも安定していたが、製麹工程では作業の困難が予想される。

西海210号、関東180号とも製成酒の酒化率は対照より良かった。西海210号のきき酒において審査員の点数は、3点(対照並)が2人、4点(対照よりやや劣る)が6人であり、全体的に評価が悪かった。関東180号は1点(対照より良い)1人、2点(対照よりやや良い)2人、3点3人、4点2人と審査員によるばらつき

があった。これは、旨味が出ていて良いと 1 点、2 点に評価した審査員に対し、色が濃い、やや雑味があると 3 点や 4 点に評価した審査員がいたためである。3.4 点に評価した審査員も炭素濾過等の操作により酒質が改善されるとコメントしていることから、関東 180 号の酒質は評点以上に評価が良いと考えられる。

5 結 語

西海 210 号、関東 180 号の 2 品種について、清酒醸造試験を含めた酒米適性を評価した。

西海 210 号は原料米分析では問題ないが、精米時に碎米が多く発生した。製成酒の酒化率は良いが、きき酒では雑味があり不調和であると評価されたことから、酒造適性は劣ると考えられる。

一方、関東 180 号もまた原料米分析では問題ない。製成酒は酒化率も良く、きき酒の成績も良いことから、酒造に適している品種であると判断できる。しかしなが

ら、見掛精米歩合 70%の精米試験において、少量規模と実用規模で碎米発生率が異なる結果が得られたことから、精米適性については更なる検討を要する。

本研究は農林水産省「画期的新品種の創出等による次世代水稲技術構築のための基盤的総合研究」の一環として行ったものである。また、精米にあたって御協力いただきました堀の井酒造店高橋久社長はじめ関係各位に感謝いたします。

文 献

- 1) 酒米研究会：酒造用原料米全国統一分析法 (1996)
- 2) 注解編集委員会編：第 4 回改訂 国税庁所定分析法注解，日本醸造協会 (1993)
- 3) 斉藤博之，西澤直行：醸協，**91**， 737 (1996)
- 4) 斉藤博之，谷口 肇：醸協，**90**， 387 (1995)
- 5) 斉藤博之，西澤直行：醸協，**91**， 123 (1996)

岩手県産酒米育種系統の醸造適性評価（第 2 報）

高橋 亨*、櫻井 廣*

岩手県オリジナルの酒造好適米選抜のため、有望系統5品種について、酒造用原料米統一分析法に基づく原料米分析、見掛精米歩合50%精米試験、総米30kgの醸造試験を行った。供試原料米の理化学分析において、それぞれの項目に大差はなく、対照の美山錦を大きく凌ぐものもなかった。また、精米特性は美山錦より劣ることが明らかになった。製成酒の品質を重視し、5系統の中では岩酒413号が有望であると思われた。

キーワード：岩手県産酒米、岩酒411号、岩酒412号、岩酒413号、江さけ234号、江さけ236号、醸造適性

Evaluation of New Rice Bred in Iwate Prefecture for Sake Brewing

TAKAHASHI Tohru and SAKURAI Hiroshi

We evaluated the brewing aptitude of the five kinds of rice which were newly bred in Iwateprefecture. As a result of rawmaterialriceanalysis, it was clarified that the polishing property was inferior in all of new rice grains. We selected *Iwasake 413* as promising breeds for the brewer's rice, because the result of the tasting of sake was superior to the control *Miyamanishiki*.

key words : brewer's rice, *Iwasake411, 412, 413, Kousake234, 236*, brewing aptitude

1 緒 言

県内の酒造業界は、岩手の清酒イメージと結びつく県産酒米の新品種を強く望んでいる。酒造好適米の育種には、現在、岩手県農業研究センターが精力的に行っている。しかし、酒米育種は、米の理化学分析はもちろんのこと、実地醸造により作業性や製成酒の特性なども十分に検討する必要があり、栽培サイドからの醸造適性評価には限界がある。

前回、我々は育種中の5系統について酒造適性を評価し、岩酒382号、江さけ235、237号が優れていることを報告した¹⁾。平成9年度、これら3系統はそれぞれ岩手酒52号、岩南酒13、15号と名称を変え、奨励品種決定予備調査および現地調査が行われた。これと並行して県酒造組合主導のもと、県内企業による総米500kgの実地醸造試験が行われ、現場での適性を検討している。

今回、我々は新たな5系統について、清酒醸造試験を含む醸造適性評価を行ったので、ここに報告する。

2 実験方法

2 - 1 供試原料米

清酒醸造試験を行った県産酒米育種系統は、岩手県農業研究センター水稲育種研究室で育成された岩酒411、412、413号、同銘柄米開発研究室で育成された江さけ234、236号である。系統名と交配組み合わせを表1に示す。また、対照として平成9年産美山錦（岩手県産）を用いた。

表1 供試原料米の系統名及び組み合わせ

系統名	交配組み合わせ
岩酒411号	秋田酒50号（吟の精）/ 五百万石
岩酒412号	秋田酒50号（吟の精）/ 五百万石
岩酒413号	秋田酒50号（吟の精）/ 五百万石
江さけ234号	山形酒49号（出羽燦々）/ 五百万石
江さけ236号	山形酒49号（出羽燦々）/ 秋田酒49号

* 醸造技術部

2-2 原料米分析

原料米は酒造用原料米統一分析法(以下酒米統一分析法と呼ぶ)²⁾に準じて分析した。

2-3 50%精米試験

新中野工業(株)製のミニ精米機を用い、玄米張り込み量30kg、ロールメッシュ#60、ロール回転数1,800~2,000rpmの条件で見掛精米歩合50%まで、それぞれ2回精米した。

2-4 清酒醸造試験

清酒醸造試験は総米30kg(精米歩合50%)、仕込温度7、最高温度11とし、吟醸造りを行った。麴米は美山錦とし、掛米に各試験米を使用した(表2)。製成酒は国税庁所定分析法³⁾に基づいて分析し、酒質は平成9酒造年度岩手県新酒鑑評会審査員8名により評価を得た。

表2 清酒醸造試験仕込配合

	初添	仲添	留添	計
総米	4.8	9.6	15.6	30.0
蒸米	3.1	7.7	13.2	24.0
麴米	1.7	1.9	2.4	6.0
汲水	6.0	12.0	24.0	42.0
30%アルコール(l)				9.0

- ・単位はkg
- ・酵母仕込(協会901号)による3段仕込

3 実験結果及び考察

3-1 原料米分析及び50%精米試験

少数検体の酒造用米の適性評価法として、斉藤らは過去17年間(1976~1993年)の酒米統一分析法に基づく分析データを解析し、原料米の酒造適性は玄米千粒重、20分吸水値、蒸米吸水値、直接還元糖(消化性)、粗タンパク質量の5項目で評価できること、そしてこれ

ら5項目に基準値を設定し、その範囲内であれば酒造に適すると評価できるとしている⁴⁾⁻⁶⁾。当時と測定法が異なる項目もあるが、今回試験した5品種の原料米について、おおよそこの基準に基づいて酒造適性を評価した。また、精米特性は特にこれといった基準がないが、作業性や現存する品種との比較により経験的に評価した。今回試験した5系統及び対照品種美山錦の原料米分析結果を表3、50%精米試験結果は表4に示す。

酒米統一分析法に基づく原料米分析の結果、玄米千粒重は26.9~28.5g(対照24.9g)であった。斉藤らの酒造適性基準値と、山田錦並範囲を組み合わせると、玄米千粒重は24.6g~28.0g⁶⁾の範囲内であることが望ましく、岩酒411号、江さけ236号はこの範囲より大粒の方へずれていた。20分吸水値、粗タンパク質量はどの系統とも問題ないと考えられる。江さけ234号の糖度が対照より低かった。しかし、これらの分析値からは、極端に酒造適性の劣る育種系統は認められない。

見掛精米歩合70%の精米試験において、江さけ234号を除く4系統の無効精米歩合、碎米混入率は対照の美山錦より悪く、精米特性は劣ると考えられる。

酒造好適米として吟醸酒などに用いる場合、米は高精白されるため、県産育種酒米としても、高精米に耐える米が望ましい。そこで、酒米統一分析法で定められている見掛精米歩合70%の精米ばかりでなく、見掛精米歩合50%まで精米し、無効精米歩合、碎米混入率を検討した。見掛精米歩合50%では、無効精米歩合、碎米混入率とも全ての系統で対照より悪く、今回試験した5系統は精米適性が劣ることが改めて示された。これら育種系統を精米するには、精米歩合に関係なく碎米を出来るだけ少なくするような工夫が必要であろう。

3-2 清酒醸造試験

原料処理において、碎米の特に多い岩酒413号、江さけ234、236号は浸漬吸水にばらつきが見られ、浸漬時間の設定が困難であった。また、岩酒413号はこし

表3 原料米分析結果

系統名	玄米千粒重(g)	20分吸水(%)	120分吸水水(%)	蒸米吸水率(%)	糖度Brix	アミ/酸度	粗蛋白質(%)	無効精米歩合(%)	碎米混入率(%)
美山錦(対照)	24.9	27.6	29.4	33.2	9.8	0.65	5.3	5.0	15.1
岩酒411号	28.5	28.6	29.9	31.1	10.0	0.58	5.1	5.1	16.4
岩酒412号	26.9	26.8	29.0	31.3	10.4	0.64	5.1	6.2	19.7
岩酒413号	27.5	28.4	30.5	33.6	10.1	0.50	5.2	6.5	21.4
江さけ234号	27.0	27.0	29.4	32.1	9.2	0.62	5.3	4.1	11.0
江さけ236号	28.5	28.7	30.5	35.4	9.8	0.50	4.6	4.1	15.3

表4 50%精米試験結果

系統名	見掛精米歩合(%)	真精米歩合(%)	無効精米歩合(%)	碎米混入率(%)	精米時間(時間)
美山錦(対照)	50.3	56.1	5.8	3.7	30.0
岩酒411号	50.3	59.2	8.9	8.6	24.8
岩酒412号	49.8	56.8	7.0	6.6	26.5
岩酒413号	49.9	63.0	13.1	13.5	16.3
江さけ234号	50.1	64.0	13.9	15.5	20.5
江さけ236号	49.9	62.7	12.8	11.0	22.0
2回の平均値					

表5 清酒製造事績及び製成酒成分

系統名	もろみ日数	アルコール濃度	日本酒度	滴定酸度	アミノ酸度	アルコール収得量	粕歩合
	(日)	(%)		(ml)	(ml)	(l/t)	(%)
美山錦(対照)	36	17.8	+3	2.0	1.3	230	49.8
岩酒411号	35	18.1	+3	1.8	1.3	248	44.3
岩酒412号	38	18.5	+5	2.1	1.3	244	47.3
岩酒413号	32	19.1	+4	1.7	1.1	303	27.7
江さけ234号	30	18.9	+6	1.8	1.1	294	27.3
江さけ236号	33	17.8	+1	1.9	1.4	313	32.0

表6 審査員による酒質の評価

系統名	評点	コメント
美山錦(対照)	3.0	キレイ、丸い
岩酒411号	3.0	旨味、含み香
岩酒412号	3.5	旨味少ない、やや渋
岩酒413号	2.3	キレイ、ソフト、プナン
江さけ234号	3.0	良好、カタイ、香クセ
江さけ236号	2.8	キレイ、旨味、少々ザツ

点数が低いほど良好な酒である

き前の吸水率と蒸米の吸水率の差が大きく、扱いにくい米であった。もろみ経過は5系統とも美山錦に比べ溶け気味であった。これも碎米が多いためと考えられる。

製造事績及び製成酒の分析結果を表5に示す。対照の美山錦に比べ、試験5系統はすべて粕歩合が低く純アルコール収得量が多く、特に岩酒413号、江さけ234、236号でその差が顕著であった。しかし、吟醸酒の場合は酒化率が多少悪くても高品質の清酒が得られれば良いため、「酒化率が高いこと」=「酒造適性が高い」とは言い切れない。

きき酒の評点およびコメントを表6に示す。岩酒413号が最も良く、評点も2点が6人、3点が2人と評価がまとまっていた。岩酒411号、江さけ234、236号は美山錦並、岩酒412号はやや劣るとの評価であった。

また、岩酒411、412号では評点1~5点全てに点数が入れられており、審査員により評価が大きく異なった。

4 結 語

岩手県農業研究センター水稻育種研究室および銘柄米開発研究室で育種された酒米5系統について醸造適性を評価した。

粗タンパク質や20分吸水値などの分析値は全ての系統で大きな問題はないが、精米試験では全ての品種で対照の美山錦より劣り、これらの結果から供試原料米の酒造適性の優劣を決定することは出来なかった。製成酒においても試験5系統に大差はないが、酒質の点から岩酒413号が比較的良好と思われる。

文 献

- 1) 高橋 亨, 桜井 廣: 岩手工技セ研報, 4, 105 (1997)
- 2) 酒米研究会: 酒造用原料米全国統一分析法(1996)
- 3) 注解編集委員会編: 第4回改正 国税庁所定分析法 注解, 日本醸造協会(1993)
- 4) 斉藤博之, 谷口 肇: 醸協, 90, 387 (1995)
- 5) 斉藤博之, 西澤直行: 醸協, 91, 123 (1996)
- 6) 斉藤博之, 西澤直行: 醸協, 91, 737 (1996)

育種酵母による吟醸酒製造試験

小澤麻由美*、中山繁喜*、櫻井 廣*

新しい育種操作により得られた酵母 2 株 (YK-45、YK-47) について総米 180kg の試験醸造を行った。YK-45 は発酵が順調であり、香気が穏やかで、味の良い製成酒が得られた。また、YK-71 の発酵はゆっくりではあるが、目的まで発酵させることができ、カブロン酸エチルの多い華やかな香りの製成酒が得られた。

キーワード：4 倍体酵母、減数分裂分離体、試験醸造

Sake Brewing with Hybrid Yeast strains from New Mating Competent mutants

OZAWA Mayumi, NAKAYAMA Shigeki, SAKURAI Hiroshi

Eight hybrid sake yeast strains were constructed by crossing mating-competent isolated the method of Nakazawa et al.¹⁾ These strains and derivative nineteen strains from them were tested by small scale fermentation(details not shown). We selected two strains, YK-45 and YK-71. They were tested by total rice 180kg sake making fermentation test. Strain YK-45 favorably fermented and did not form a high froth head on low temperature fermentation. And the strain produced a well-harmonized aroma and taste as judged by human senses. Strain YK71 fermented slow and more or less weakly at low temperature. But the strain produced ethyl caproate at high level without forming a froth head.

key words ; tetraploid yeast, meiosis strain, fermentation test

1 緒 言

級別廃止などの酒税法改正、消費者のニーズの多様化により、清酒業界では差別化商品競争が激化している。清酒の商品アイデンティティは旧来の「酒銘・級」だけではなく、産地、原料米、酵母、麹、製造方法などで区別されている。この中で酵母は清酒の酒質に与える影響が非常に大きいため、全国的に優良酵母の研究開発が行われている²⁾³⁾。岩手県でも清酒のイメージアップを図るため岩手オリジナル酵母の開発を平成 3 年度から「アロマ計画」とし⁴⁾、平成 5 年度には吟醸酒用酵母を業界に提供した⁵⁾。しかし、清酒は嗜好品であり、その時代にあった製品を消費者に提供しなければならず、平成 5 年度から(財)岩手生物工学研究センターと共同研究体制をとり、バラエティーに富んだ酵母開発を行って

いる。この中で、新育種技術¹⁾により特徴的な高香気生成酵母を収得することができた。本研究ではこの酵母について試験醸造を行い、その酵母の有用性について検討したので報告する。

2 実験方法

2 - 1 原料米および原料処理

原料米は平成 8 年岩手県産美山錦、精米歩合 50% の白米を使用した。洗米は MJP 式洗米機 (白垣産業(株)製) を用い、2 分間洗米し、吸水率が 28 ~ 30% となるよう浸漬・水切りした。蒸米の調整は OH 式二重蒸気槽付き甑 (増田商事(株)製) を用い、50 分間蒸きょうし、最後に乾燥蒸気 10 分間を通した。

* 醸造技術部

2 - 2 使用酵母

センター保有の特徴のある3酵母 (IB-89、IB-95、IB-97) を用い、Nakazawa らの方法¹⁾により融合遺伝子 (*STE6p-PHO5* および *MFalp-PHO5*) を用いて接合型を示さない株 (a/a 型) から接合型を示す株 (a/a 型あるいは a/α 型) を簡便に見だし、これらの株を培地状で交雑させ育種した YK45 (4 倍体、以下 4n と表記) および、IME1 遺伝子を 4 倍体である YK47 に導入し、孢子形成させ、ランダム孢子分離法により減数分裂分離体株を収得した YK-71 (2 倍体、以下 2n と表記) と、対照として平成 5 年度に当センターが開発した吟醸用酵母 (IS-2) を使用した。親株の特徴及び交雑の組み合わせを表 1 に示した。

表 1 使用酵母の特徴

酵母名	特徴および交雑の組み合わせ
IS-2	対照株、本県開発の吟醸酵母
IB-89	濃醇な味を生産する酵母、a 型
IB-95	高香気生成酵母、α 型
IB-97	低酸性酵母、α 型
YK45	交雑育種体 IB97×IB89
YK47	交雑育種体 IB97×IB95
YK71	YK45 の減数分裂分離体

2 - 3 仕込み配合

表 2 に示した仕込み配合で仕込み試験を行った。アルコール添加量は白米トンあたり 90L 用いた。

表 2 総米 180kg 仕込み配合表

	初添	仲添	留添	総計
総米 (kg)	30	63	87	180
蒸米 (kg)	21	51	72	144
麹米 (kg)	9	12	15	36
30%アルコール (L)				54
水 (L)	38	80	134	261

2 - 4 製麹方法

製麹はハクヨウ(株)製自動製麹機(120kg 用)を使用した。種麹は(株)菱六製の特殊吟醸用純粋種麹を用い、白米 100 kg 当たり、添・仲麹で 40g、留麹で 30g 使用した。製麹時の切り返しは行わなかった。

2 - 5 仕込み方法

酒母廃止の酵母を加える酵母仕込み法とした。仕込みの 1 時間前に水麹を行い、初添 11 ~ 12 、仲添 8 ~ 9 、留添 7 を目標に仕込みを行った。もろみ管理は品温を 1 日に 0.5 ずつ上昇させ、9 日目に最高温度 11 に達することを目標とした。仕込み容器は、初添に 100L のサーマルタンク、仲添以降は 500L の開放ロータタンクで行った。もろみ成分が日本酒度 -1 ~ -3、アルコール 16 % 台に達した時点でアルコール添加を行った。添加 2 時間後に袋つりによる上槽を行った。

2 - 6 麹、もろみ、製成酒の分析

麹の分析は堀江らの方法⁶⁾によって、もろみ、製成酒の一般分析は国税庁所定分析法⁷⁾に準じて行った。なお、総エステルは酸化滴定法⁸⁾で、酵母の死滅率はアルカリ - メチレンブルー染色法⁹⁾で行った。低沸点香気成分はオートサンプラー付きヘッドスペースクロマトグラフ装置 (Hewlett Packard 社製)、有機酸は(株)東京理化 S-3000 型カルボン酸分析計を、アミノ酸は、日本電子(株) JLC-300 アミノ酸分析機を用いた。官能試験は熟練したパネラー 9 人により描写法により行った。

3 結果

3 - 1 原料処理

洗米時の水温は 10 ~ 11 で、浸漬時間は 14 ~ 17 分、浸漬吸水率 26 ~ 30 %、蒸し米吸水率 37 ~ 42 % で、やや硬めの蒸し米であった。原料処理結果を表 3 に示す。

表 3 原料処理状況

	吸水時間 (分)	浸漬吸水率 (%)	甑前吸水率 (%)	蒸米吸水率 (%)
添、仲麹米	15.8	28.8	28.1	39.9
留麹米	16.5	30.2	30.0	41.7
添掛米	16.5	29.2	28.4	39.1
仲掛米	15.7	28.8	27.9	38.3
留掛米	14.7	26.8	25.5	37.0

3 - 2 麹

麹の製造経過表を図 1 に示す。蒸し米をある程度さましてから麹室に引き込み、品温 30 前後で種麹を振った。盛り時の水分は添・仲麹で 31.3 %、留麹で 33.3 % であった。最高温度は 41 と低く、また最高温度の時間は 6 ~ 8 時間と短かった。出麹の麹歩合は添・仲麹で 24.2 %、留麹で 25.7 % であった。

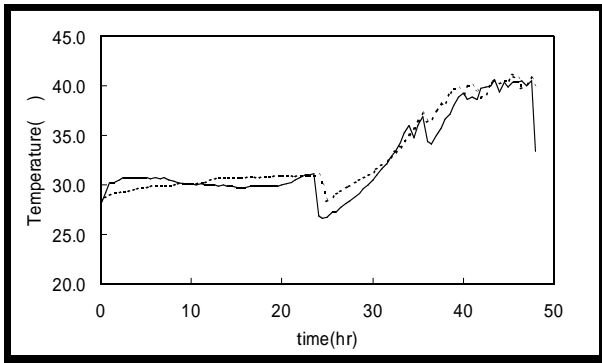


図1 製麴経過

—— 添、仲麴 - - - - 留麴

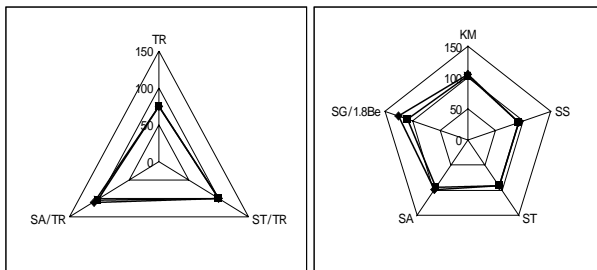


図2 レーダーチャートによる麴の性質

TR：総合力価、SA/TR：アミノ酸比、ST/TR：糖化比
 KM：麴水分、SG/1.8Be：グルコース、SA：真のアミノ酸度、ST：真の糖化性、SS：真の消化性
 —— 添、仲麴 - - - - 留麴

麴の分析チャートを図2に示す。いずれの麴も総合力価、真の消化性、真の糖化性が低く、アミノ酸比、グルコース比が高かった。

3-3 もろみ

もろみの製造経過表を図3に示した。仕込み温度を目的どおりに管理できず、最高温度を予定の日数まで上げることができなかったため、酵母の増殖が遅く、糖化が進みすぎた。また、もろみ後半で温度を保持することができず、温度の上下変化が激しかった。そのため、酵母にストレスがかかりボームの切れが悪く、予定した日数より長期のもろみとなった。しかし、最終的には目的のボーム（日本酒度-1～-3）まで切ることができた。いずれの酵母も、もろみの状態は泡なし酵母の様子を呈したが、後半にはちりめん様の蓋がかかった。特にYK71の蓋が厚かった。もろみ末期（アル添前）の酵母のメチレンブルー染色率はIS-2が36.7%、YK-45が20.2%、YK71が27.7%であった。

IS-2は留後37日目、YK-45は36日目、YK-71は56日目の上槽であった。製成歩合を表4に示す。

3-4 製成酒

製成酒の成分を表5に示した。YK-45は対照のIS-2に比べ酸度が低く、中でもクエン酸、リンゴ酸の含量が

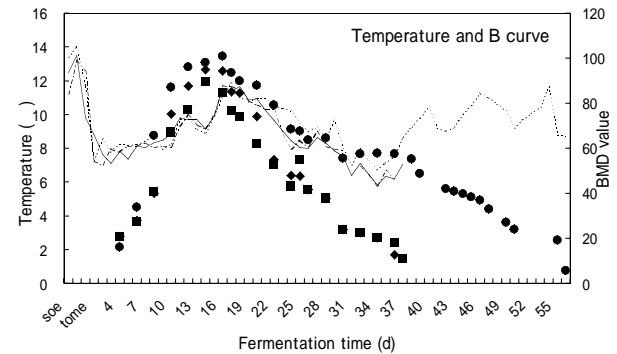
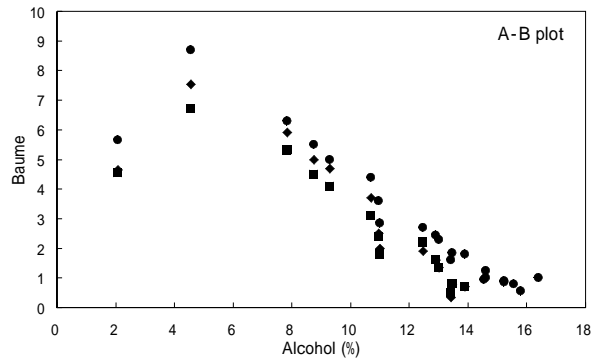


図3 発酵経過表及びB曲線、A-B値

発酵温度 —— IS-2 - - - - YK-45 - - - - YK-71
 :IS-2, :YK-45, :YK47-71

表4 製成実績

	もろみ 熟成歩合 (%)	粕歩合 (%)	アルコール 収得 (100% EtOH l/1000kg rice)	汲み水 歩合 (%)
IS-2	103.9	48.1	300.7	180
YK-45	87.2	61.0	263.1	180
YK-71	86.1	22.8	357.3	190

低かった。しかし、旨味に関係するコハク酸¹⁰⁾はやや多かった。アミノ酸度は同じくらいであった。認識閾値以下¹¹⁾ではあるが、組成にかなり差が見られ、セリンや着色に関係するトリプトファン¹²⁻¹⁵⁾の含量が少なかった。逆に良酒ほど多いとされるアルギニン¹⁶⁾含量が多かった。香気成分はエステルがやや少なかった。吟醸香に代表される酢酸イソアミルとカプロン酸エチルの含量は1:1であった。

YK-71はもろみ日数が長かったため、酸度とアミノ酸度が高かった。有機酸では、リンゴ酸が特に多く、IS-2の2倍以上あった。アミノ酸はすべてにおいてIS-2より多く、閾値以上で多いのは、アスパラギン酸、グルタミン酸、アルギニンであった。また、着色に関係するチロシン、トリプトファン¹²⁻¹⁵⁾も多かった。香気成分

ではカブロン酸エチルが著しく多く、IS-2の2.5倍であった。

官能評価の結果、YK-45は対照に比べ香気が穏やかで、味の調和が良く、YK-71は香りが極めて高く、味が濃厚であるという評価を得た。

4 考察

対照も含め3試験区とも、もろみのポーメの切れが鈍く、もろみ日数が長くなった。このことは酵母の発酵特性だけとは言い難く、平成8年産の原料米が溶けやすかったこと、麴の品質、もろみの品温管理の不適切さ等の要因が考えられる。温度管理面では、最高温度を予定の日数までに上げることが出来なかったため、必要な酵母数が確保できなかった。そのため、もろみ前半では糖化が進みすぎ酵母にかなりのストレスがかかったと推察される。

また、使用した麴は蒸し米が硬かったこと、製麴経過でも盛り時の温度低下が大きく、最高温度保持時間も短かったこと等、良質な麴製造のためには好ましくない条件が重なった。このために麴力価が弱く(図2)、もろみ後半のグルコース濃度が低くなり、アルコールの生成やポーメの減少が停滞する現象がみられた。それでも試験酵母の死滅率はもろみ末期でも20~30%しかなかった。このことからこれら試験酵母はストレスに強い酵母であるといえる。特に、YK71はもろみ日数が長く、もろみ中期からの温度変化の上下が大きかったにもかかわらず、死滅率が26.7%(温度が上下する前は12%)と低

かったことからそれだけ強い酵母であることがいえる。

試験酵母はもろみ後半、蓋がかかったため、香气成分の散逸が少なく、もろみ後半まで香气成分がよく生成された。

YK-45の製成酒は、他の酵母に比べ総酸度が低く、中でもクエン酸含量が少なく、閾値以下であった。加えて、旨味に關与するコハク酸¹⁰⁾は多く、閾値の2倍近くあった。このことはYK-45の官能評価において味わいがある、味がなめらかであるといった評価の裏付けとも考えられる。アミノ酸含量はIS-2と同量であったが、組成にかなりの差がみられ、良酒ほど多いとされるアルギニン酸の含量が多かった¹⁶⁾。また、着色に關係するトリプトファンの含量が少なかった¹²⁻¹⁵⁾。僅差ではあるが苦味のアミノ酸の含量がIS-2より多かった。しかし、その量は認知閾値以下であるため、これらは酒の濃さとして感じられた。このことは、佐藤の報告¹⁷⁾と一致する結果を得た。

YK-71の製成酒は、総酸度、アミノ酸が高く、香气成分の中では、カブロン酸エチルが著しく高かったが、官能評価では雑味や酸はなれ、香りはなれ等の悪い指摘はなかった。その理由として、1.有機酸中のリンゴ酸が特に多く、酒に爽快さ¹⁸⁾を与えた。2.苦味成分のアミノ酸(苦味として感じない閾値以下、なおかつ雑味として感じるより少なく、酒の濃さとして感じる程度¹⁷⁾)がIS-2の1.5倍もあり、酸味や香气成分のバランスを保っている等が推察される。しかし、老香に關係するステロニン¹⁹⁾や着色に關係するチロシン、トリプトファン

表5 吟醸酒一般分析

ホ-メ	RS (%)	TA (ml)	AA (ml)	EtOH (%)	有機酸 (mg/100ml)					アミノ酸 (mg/100ml)											
					酢酸	リンゴ酸	コハク酸	酪氨酸	酪氨酸	Asp	Thr	Ser	Glu	Gly	Ala	Cys	Val	Met	Ile	Leu	
IS-2	+3.5	2.67	1.65	1.00	18.3	2.50	6.92	6.69	7.06	0.53	4.35	3.71	6.18	21.23	10.71	22.32	2.26	11.18	1.92	5.67	12.16
YK-45	+3.0	3.04	1.45	1.10	17.7	2.14	5.86	6.88	6.62	0.00	4.19	3.81	4.45	20.86	10.99	23.66	2.48	11.78	1.87	5.88	12.42
YK-71	+4.0	2.84	2.25	1.60	18.0	2.68	13.48	6.15	7.55	0.53	7.40	6.30	7.95	31.11	12.72	27.79	3.18	14.95	3.28	7.92	18.28

アミノ酸 (mg/100ml)										総エステル (%)	E/A ratio (ppm)						E/A ratio (%)	E/B ratio (%)			
Tyr	Phe	His	Orn	Lys	NH ₄	Trp	Arg	Pro			Aldehyde	AcOEt	i-BuOAc	PrOH	i-BuOH	i-AmOAc			BuOH	i-AmOH	CapEt
IS-2	13.83	14.28	5.49	1.36	6.46	3.20	0.95	10.34	11.18	0.26	26.74	48.97	0.21	46.13	40.13	4.77	0.82	111.13	3.55	4.3	24.9
YK-45	14.28	15.01	5.47	1.25	5.77	4.25	0.80	12.55	12.50	0.25	28.31	45.92	0.13	65.51	34.29	3.55	1.38	110.76	3.53	3.2	9.0
YK-71	20.20	21.73	8.06	1.70	10.34	4.01	1.40	18.05	12.83	0.24	25.09	36.12	0.02	44.87	34.22	1.91	1.07	97.56	9.08	2.0	2.2

RS:直接還元糖、TA:総酸度(0.1N NaOH ml)、AA:アミノ酸度(0.1N NaOH ml)、EtOH:アルコール含量(vol.%)
 Aldehyde:アセトアルデヒド、AcOEt:酢酸エチル、i-BuOAc:酢酸イソブチル、PrOH:プロパノール、i-BuOH:イソブチルアルコール、i-AmOAc:酢酸イソアミル、BuOH:ブタノール、i-AmOH:イソアミルアルコール、CapEt:カブロン酸エチル、E/A ratio:i-AmOAc*100/i-AmOH、E/B ratio:i-BuOAc*100/i-BuOH

¹²⁻¹⁵⁾の含量が多いことは問題である。一般に、アミノ酸含量は製造方法により量比が変動する²⁰⁾ため、酵母による特性だけだとは言いがたい。実際、本試験では追水やもろみ日数の関係でもろみ熟成歩合やかす歩合等が異なっている(表4)。今後の検討を要する。

今回新育種技術により育種したYK-45は、発酵性が親株と変わることなく、香気生成等の発酵副産物に特徴を持った酵母であった。また、YK-47の減数分裂分離体であるYK-71は、カプロン酸エチルを多く生成する酵母であった。カプロン酸エチルを多く生成する酵母は、それ自体の阻害作用により死滅率が高く、ストレスに弱い酵母が多い。事実、高カプロン酸エチル生成株で、YK-71の親株であるYK-47は総米30kg仕込み試験において死滅率が50%にも達していた。しかし、YK-71はYK-47と同等の高カプロン酸エチル生成にもかかわらず死滅率が低く、発酵性は親株より優れていた。

5 結 語

様々な特徴を持った酵母を親とし、中沢らが開発した酵母育種法により育種した酵母6株を(財)岩手生物工学研究センターから提供を受けた。今回はその中から香気のバランスが良いと思われるYK-45と、高カプロン酸エチル生成株YK-47を減数分裂させたYK47-71の計2株について総米180kgの試験醸造を行った。その結果、YK-45は発酵力が優れ、香気穏やかで、味の調和が良い製成酒が得られ、YK47-71は発酵は遅いが、目的のボーメまで達することができ、香気がきわめて華やかで味が濃醇である製成酒が得られた。

以上のことから新しい育種法により開発した酵母は確実に、高頻度で、特徴を持った酵母を育種することができる。また、得られた交雑体で発酵力が劣っていても減数分裂分離体を収得することにより発酵力を向上させることが可能であることがわかった。

本研究を実施するに当たって酵母を提供、また、ご助言を頂きました(財)岩手生物工学研究センター江井仁所長、中沢伸重主任研究員に感謝申し上げます。

文 献

- 1)清酒酵母研究会編：改訂清酒酵母研究
- 2)清酒酵母研究会編：清酒酵母の研究 - 80年度の研究
- 3)小澤麻由美,米倉裕一,中山繁喜,齋藤博之,大森勝雄：岩手県醸造食品試験場報告,27,38(1993)
- 4)中山繁喜,櫻井廣,齋藤博之,小澤麻由美：岩手工技七研報,1,65(1995)
- 5)N.Nakazawa,K.Tsuchihara,T.Hattori,K.Akita,S.har-

ashima and Y.Oshima : *J.Ferment.Bioeng.*,78,6 (1994)

- 6)堀江修二,土佐典昭,細谷達夫：醸協、87,57(1992)
- 7)注解編集委員会編：第4回改正国税庁所定分析法注解
- 8)日本醸造協会編：成分一覽
- 9)佐見学：醸協、90,536(1995)
- 10)山田正一：醸造分析法、産業図書
- 11)吉田正昭,二宮恒彦,池田真吾,山口静子,吉川知子,小原正美：農化、40,295(1966)
- 12)高瀬澄夫,酒井佑,江頭勇次,村上英也：醸協、63,783 (1968)
- 13)佐藤信,中村欽一,蓼沼誠：醸協、65,255(1970)
- 14)中村欽一,佐藤信,蓼沼誠,吉江輝征：醸協、65,1120 (1970)
- 15)S.Sato,K.Nakamura and M.Tadenuma : *Agr.Bio. Chem.*,35,308(1971)
- 16)小崎道雄,安井俊雄,住江金之：発協、20,102(1962)
- 17)佐藤信：食の科学、36,102(1977)
- 18)全国清涼飲料研究会：ソフトドリンクス、清涼ハンドブック、光琳書院
- 19)(財)日本醸造協会：清酒製造技術
- 20)山本醸,新田啓一：醸協、58,1067(1963)

ブドウ新品種の醸造適性試験 (第 報)

小澤麻由美*、鈴木哲**、櫻井 廣*

寒冷地向きワイン用ブドウとして植栽された7系統(山梨29号、30号、31号、32号、33号、34号、37号)についての栽培、醸造適性試験をリースリング・リオン、ピノ・ブランを対照として行った。各試験区とも発酵は順調に推移した。官能検査の結果、試験品種のワインはボディがあり、味のバランスのいいものや、香りに特徴があるものを醸造することができることがわかった。それゆえ、試験区の数品種は岩手県の優良品種となり得ることが示唆された。

キーワード: 1996年、栽培・醸造適性試験、醸造専用ブドウ品種

Brewing Test of New Wine-Grape Vines

OZAWA Mayumi, SUZUKI Tetsu and SAKURAI Hiroshi

Wine was made by using seven new types of grapes especially suited to cold district. *Riesling Lion* and *Pino Blanc* were used for reference. Wines were fermented at 18°C for 6 to 10 days. The wine produced were reevaluated by a sensory test. The results of these evaluations show that some wines are rich in body and have well balanced, and some are appraised at high quality. On the basis of these results, it is suggested that some clones of grapes are suitable for wine brewing in Iwate prefecture.

key words : 1995 year, cultivation and brewing test, wine grape vine

1 緒 言

ワインの品質は原料となるブドウの品質に大きく左右される。原料ブドウの品質は品種もさることながら、ブドウ栽培地の気温、降水量、日照時間、地形、土質などの自然条件によって左右される。同一ブドウ品種、同一の土壌及び気象条件下であっても、仕立て方や収穫量、収穫時期などの栽培条件などがブドウの品質に影響し、高品質のブドウを作るにはそのブドウ品種にあった仕立て、栽培管理などが重要である。

そこで、岩手県園芸試験場大迫試験地から果樹系統の適応性・特性検定試験に供試している白ワイン用7系統について昨年度に引き続き栽培、醸造適性試験を行い、岩手の気候風土にあった優良品種を選抜するとともに垣根及び棚仕立て栽培がマストとワインの品質に及ぼす影響について試験したので、その結果について報告する。

2 実験方法

2-1 試験樹について

前報¹⁾同様、試験樹には岩手県園芸試験場大迫試験地で垣根及び棚仕立ての2つの栽培法で栽培している平成7年産(1996年産白ワイン用7系統山梨29、30、31、32、33、34、37号)を、対照にはリースリング・リオン、ピノ・ブランを用いた。試験樹の交雑、樹齢を表1²⁾に示した。

2-2 マスト、ワインの一般分析

マストとワインの成分分析は前報¹⁾同様に行った。

2-3 ワインの醸造

10月に収穫したブドウを、除梗・破碎し、ピロ亜硫酸カリウム100ppmを加え、60%まで搾汁、1昼夜静置後、上澄み果汁をマストとして用いた。酒母として酵母を5v/v%を加え、20℃以下で発酵させた。仕込み3日目に

* 醸造技術部

** 岩手県園芸試験場大迫試験地

無水結晶ブドウ糖で目的の糖度まで補糖した。

発酵終了後、おり引き、半年間ビン貯蔵して、ワインの一般分析およびきき酒試験を行った。

表1 試験品種

試験品種	交配	台木	樹齡(年)
山梨29号	甲州 × PinoBlanc	Teleki5BB	6
山梨30号	笛吹 × PinoBlanc	Teleki5BB	6
山梨31号	甲州 × PinoBlanc	Teleki5BB	6
山梨32号	笛吹 × Chardonnay	Teleki5BB	6
山梨33号	笛吹 × Semilon	Teleki5BB	6
山梨34号	笛吹 × Semilon	Teleki5BB	6
山梨37号	甲州 × Pino Blanc	Teleki5BB	4
RieslingLion		VFSO4	11
PinoBlanc		Teleki5C	6

2 - 4 官能試験

官能評価は前報の通り、山梨県果樹試験場で行っている官能検査法³⁾に従って行った。

パネラーはワインメーカー4人、大迫町ブドウヶ丘研究所1人、園芸試験場職員5人、当センター職員3人の計13人で1997年7月29日に行った。

3 実験結果

3 - 1 1996年の気象条件と成育状況

1996年のブドウ育成試験地(大迫町)における月別平均気温、日照時間、降水量の年平均値比較を図1に示した。なお、年平均値および日照時間の資料は、盛岡気象台の「岩手県農業気象速報」⁴⁾によった。

ブドウ活動期の4月から10月にかけての有効積算温度は1358.7 (平年比94.1%)、最高温度が30 以上の日数は9日、日照時間が782.8時間(平年比95.7%)とほぼ平年並みであったが、降水量が771mm(平年比86%)と少雨であった。

発芽期の5月の気温は平年よりもやや低く、降水量がやや多かった。そのため発芽は平年よりも5~6日程度遅れた。開花期の6月も平年よりも気温が低く、降水量がやや多かった。そのため開花が4~5日の遅れとなった。開花期間中の日照不足及び低温により花振るいが多かった。

果実の肥大・成熟期である7月の気温は平年より高かったが日照時間が54.3時間平年比60.5%とかなり少なく日照不足であった。8月の気温は平年よりもやや低かったが、降水量は少なく、日照時間がやや長かった。果実の肥大、糖度の上昇、酸含量の減少は平年より遅れ気味

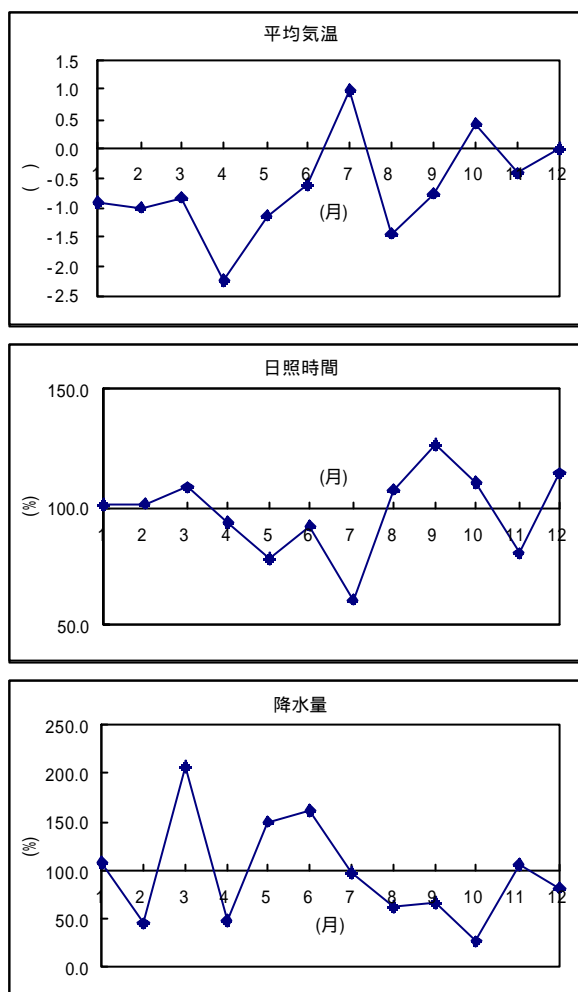


図1 気温、日照時間、降水量の年平均値比較 (1996年岩手県大迫町)

表2 ブドウ品種の生育状況

試験品種	発芽期	開花期	収穫期
山梨29号垣(Y29K)	5/17	7/2	10/4
山梨29号棚(Y29T)	5/16	7/1	10/4
山梨30号垣(Y30K)	5/13	7/3	10/22
山梨30号棚(Y30T)	5/12	7/2	10/22
山梨31号垣(Y31K)	5/22	7/9	10/17
山梨31号棚(Y31T)	5/21	7/8	10/17
山梨32号垣(Y32K)	5/11	7/3	10/7
山梨32号棚(Y32T)	5/10	7/2	10/7
山梨33号棚(Y33T)	5/18	7/8	10/22
山梨34号垣(Y34K)	5/18	7/9	10/17
山梨34号棚(Y34T)	5/17	7/8	10/17
山梨37号垣(Y37K)	5/8	7/2	10/17
山梨37号棚(Y37T)	5/7	7/1	10/17
RieslingLion(RL)	5/18	7/7	10/16
PinoBlanc 垣(PBK)	5/18	7/3	10/22
PinoBlanc 棚(PBT)	5/17	7/2	10/22

ブドウ新品種の醸造適性試験（第 報）

であった。

収穫期の9月は気温がやや低かったものの日照時間が長く、降水量が少なかった。10月の気温はやや高く、日照時間はやや長く、降水量は平年比25.7%と少なかった。

ブドウ生育期前半は悪天候のため生育が遅れたが、後半の天気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で、果実肥大、糖度はほぼ平年並みになった。しかし、酸の減少がやや遅い傾向であった。

栽培状況を表2に示した。

3 - 2 原料果汁

仕込み時におけるマストの一般分析値を表3に示した。

ポーメと直接還元糖はどの系統も垣根仕立ての方が高い傾向にあり、その差は欧州系品種であるピノ・ブラン（PB）が一番大きかった。山梨34号は垣根、棚仕立てとも対照品種よりポーメと直接還元糖が低かった。全糖はどの系統もPBより低かった。山梨29号、30号、34号、PBの全糖は棚仕立ての方が垣根仕立てより高く、山梨31号、32号、37号は垣根仕立ての方が高かった。総

表3 果汁成分分析値

品種	糖度 (° Brix)	比重	エキス分 (g/100ml)	全糖 (g/100ml)	直接還元糖 (g/100ml)	pH	総酸度 (g/100ml)	総フェノール量 (mg/ℓ)	吸光度		アミノ酸態窒素 (mg/ℓ)
									430nm	530nm	
Y29K	19.0	1.086	282.6	18.3	18.2	3.02	1.30	394.1	1.433	0.576	38.0
Y29T	18.4	1.082	281.5	19.3	18.1	3.01	0.91	461.3	0.463	0.201	17.9
Y30K	19.0	1.080	281.0	17.1	17.9	3.04	1.12	550.4	0.055	0.009	33.2
Y30T	17.6	1.077	280.2	20.9	16.8	2.96	1.16	585.2	0.081	0.020	35.0
Y31K	19.2	1.082	281.5	26.8	18.6	3.01	1.51	461.7	0.079	0.022	100.6
Y31T	19.0	1.082	281.5	24.3	18.3	3.00	1.14	462.5	0.100	0.028	47.2
Y32K	19.3	1.084	282.1	24.2	18.6	3.01	1.12	482.7	0.409	0.187	38.4
Y32T	18.7	1.082	281.5	19.3	18.3	3.07	1.08	456.8	0.238	0.098	62.2
Y33T	19.6	1.082	281.5	18.8	18.7	3.14	1.08	528.1	0.125	0.035	74.9
Y34K	17.6	1.073	279.2	15.9	16.2	3.03	1.09	667.5	0.104	0.028	67.8
Y34T	17.2	1.072	278.9	20.3	16.0	3.02	1.35	536.9	0.103	0.030	156.7
Y37K	19.1	1.082	281.5	24.6	18.2	3.01	1.24	454.2	0.059	0.012	24.3
Y37T	18.4	1.078	280.5	23.3	17.3	3.13	0.84	473.6	0.062	0.012	24.3
R L	18.3	1.076	279.9	18.8	17.5	3.02	1.13	519.2	0.099	0.031	53.6
PBK	19.3	1.079	280.8	21.0	18.1	3.21	0.87	469.6	0.072	0.012	42.7
PBT	16.7	1.072	278.9	26.2	16.7	3.27	0.73	412.5	0.080	0.010	42.6

	アミノ酸 (mg/ℓ)																			
	Asp	Thr	Ser	Glu	Gly	Ala	Cys	Val	Met	Ile	Leu	Tyr	Phe	His	Om	Lys	Trp	Arg	Pro	
Y29K	37.2	86.2	68.2	2.5	44.0	100.5	1.1	24.3	4.5	15.0	31.3	11.9	101.3	13.4	2.2	2.9	10.6	484.3	355.2	
Y29T	28.2	31.2	41.3	1.6	16.0	35.9	0.9	12.4	1.6	6.8	12.1	5.6	47.1	6.8	0.4	1.6	8.9	174.1	252.5	
Y30K	31.0	233.4	130.8	4.3	97.3	3338.0	4.2	50.9	6.9	32.5	50.3	23.5	142.5	21.7	1.8	2.5	15.6	413.2	315.4	
Y30T	24.1	202.2	2195.1	5.2	58.0	283.6	3.5	40.7	5.9	25.1	35.8	17.6	98.1	17.6	1.3	2.3	13.1	342.3	142.5	
Y31K	41.6	617.6	233.5	6.4	116.1	1457.8	4.4	53.1	10.2	28.1	43.2	32.0	187.6	32.1	2.3	3.7	27.3	567.7	448.5	
Y31T	26.5	272.9	181.0	6.5	51.3	250.2	3.2	39.6	8.1	22.3	28.4	20.7	133.9	24.5	1.5	3.0	22.7	383.3	318.3	
Y32K	37.0	120.2	95.7	2.1	42.8	108.5	1.8	19.4	3.9	8.6	11.9	6.0	94.6	11.7	0.5	2.9	3.6	280.6	182.5	
Y32T	26.2	25.6	208.9	5.4	254.1	227.7	3.2	29.3	6.3	12.5	15.9	8.0	100.4	17.3	1.0	3.3	0	435.4	186.5	
Y33T	23.7	119.0	81.4	5.1	179.9	130.3	2.5	49.2	16.3	35.8	53.1	28.6	199.2	37.3	2.4	3.7	23.7	729.5	196.9	
Y34K	54.2	73.4	83.4	2.8	99.4	137.6	2.3	32.2	8.9	20.9	45.9	19.4	100.7	25.6	12.1	5.9	14.5	1065.2	99.7	
Y34T	56.9	98.7	120.1	4.4	129.6	186.5	2.9	36.2	9.9	20.0	47.9	21.9	119.7	33.2	13.1	7.5	12.9	141.32	119.1	
Y37K	32.0	58.1	87.3	3.5	84.3	218.9	2.9	34.9	7.2	19.9	36.5	21.3	117.4	19.2	4.1	2.9	13.8	516.4	445.1	
Y37T	32.3	77.7	63.3	3.4	103.3	122.4	1.8	53.9	13.7	38.0	56.6	18.7	125.5	23.4	6.9	2.8	15.9	415.2	622.7	
RL	37.1	67.0	49.5	2.9	106.3	89.1	1.7	17.3	3.6	10.6	15.1	8.0	101.1	14.8	0.5	2.0	0	170.6	590.0	
PBK	33.2	127.0	61.7	2.8	166.6	128.1	2.0	33.2	7.4	23.5	33.0	12.8	158.8	16.3	0.9	2.1	8.9	247.6	314.1	
PBT	24.9	91.7	69.3	3.6	114.0	137.8	2.3	25.3	5.0	14.8	20.8	5.6	163.4	15.6	0.8	3.0	4.1	270.2	229.0	

酸はどの系統もPBより高く、山梨29、31、32、37、PBは垣根仕立て、山梨30、34は棚仕立ての方が高かった。山梨29号と山梨32号の吸光度が高かった。仕立て方の違いによるエキス分と総酸度の関係を図2に示した。ほとんどの試験品種は垣根仕立ての方が濃醇なマストが得られる傾向にあったが、山梨31号、34号はエキス分に差がなく、果汁酸度に差があった。また、山梨34号以外は

対照のリースリング・リオンやピノ・ブランに比べ総酸や直接還元糖量が多く、ボディのある果汁が得られた。山梨33号、34号の果汁は官能的に華やかな香りを有していた。（データ未掲載）。

3 - 3 醸造試験

発酵経過（糖度減少）を表4に示す。

品温は20 で経過し、3日目に補糖を行った。醗日数は

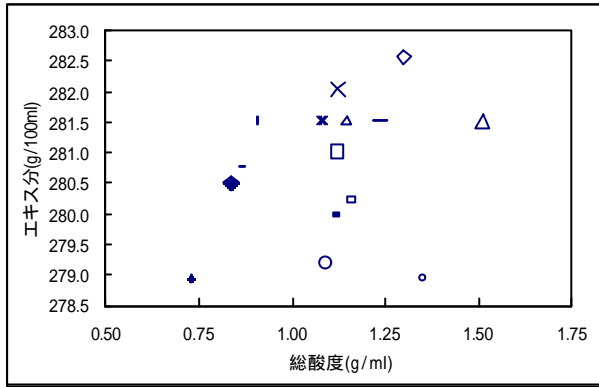


図2 果汁のエキス分と総酸度

○:山梨29号、 □:山梨30号、 △:山梨31号
 ×:山梨32号、 * :山梨33号、 ◇:山梨34号
 ●:山梨37号、 ○:Riesling Lion、 ○:Pino Blanc
 シンボルの大は垣根仕立て、小は棚仕立て

Y31K、Y33Tが6日、Y29K、Y32T、Y34Tが7日、RLが8日、Y30K、Y30T、Y31T、Y32K、Y34Kが9日、Y29T、Y37K、Y37T、PBK、PBTが10日で、多少ばらつきがみられたが、おおむね順調に発酵した。

本県のマスト酸度は全国平均の1.5~2倍程度あり、完全発酵させると酸がはなれ、官能検査が難しくなるので、発酵終了の直接還元糖を3%前後にすることを目標にした。

3-4 ワイン分析およびきき酒試験

ワインの一般成分を表5に示した

目標どおり発酵を終了させることができたが、濾過瓶詰めまでの貯蔵中に再発酵するものがあった。そのためアルコール度が10.44~13.44vol.%、エキス分が2.55~

表4 発酵経過表(糖度Brixの日変化)

日順	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Y29K	19.0	18.6	17.3	12.7	14.0	12.4	11.0	10.0			
Y29T	18.4	18.1	16.1	14.4	13.3	12.0	15.6	15.4	14.0	12.1	10.0
Y30K	19.0	17.6	15.4	13.0	11.5	14.0	13.5	12.5	11.6	10.6	
Y30T	17.6	14.4	12.6	10.4	15.5	14.0	12.6	11.7	11.0	10.4	
Y31K	19.2	19.4	19.2	16.0	11.4	8.4	8.6				
Y31T	19.0	18.8	18.0	16.0	12.7	15.4	13.4	11.9	10.6	9.4	
Y32K	19.3	18.8	16.6	14.2	13.0	10.7	12.5	12.0	11.0	9.9	
Y32T	18.7	18.5	15.1	11.0	13.2	12.0	10.6	9.8			
Y33T	19.6	19.0	17.9	12.4	12.7	10.7	9.0				
Y34K	17.8	17.2	16.2	11.8	10.4	13.2	13.0	11.9	11.3	10.5	
Y34T	17.8	17.3	16.2	13.6	10.5	14.1	11.6	10.2			
Y37K	19.2	16.8	15.0	13.2	11.4	14.5	13.7	12.7	11.7	11.0	10.1
Y37T	18.4	19.0	18.5	18.6	15.6	13.1	11.0	14.6	12.4	11.1	9.9
RL	18.3	17.7	16.0	13.7	11.9	13.0	13.2	12.2	11.0		
PBK	19.3	17.2	14.4	12.1	14.6	14.7	13.0	12.0	11.0	10.0	9.1
PBT	16.7	15.3	13.0	11.4	15.0	14.5	12.6	12.0	11.0	10.6	9.4

7.28と甘辛に差が生じ、栽培仕立ての違いを検討したり、優良品種を選抜したりするためのきき酒には適していないワインであった。

ワインpHはマストpHより低かった。ほとんどの品種のワイン総酸度はマスト総酸度より低くなったが、Y37T、PBTは高くなる傾向にあった。どの品種も揮発酸が0.05mg/100ml程度と正常に発酵した。瓶詰め分析時の遊離亜硫酸はほとんど残っていなかった。総酸度は0.8~1.2g/100mlと全国平均の約2倍の値であった。Y29T、Y32K、Y32T、PBKの色調(OD₄₃₀)が高い傾向にあった。

官能検査結果を表6に示した。

品種の特性がよく出たワインに仕上がったが、異なった栽培方法(垣根仕立て、棚仕立て)がワイン品質に与える影響については、明確な特徴差が認められなかった。しかし、ワイン評点においては山梨29号と山梨31号に差が認められ、棚仕立ての方が評点が高い傾向にあった。色調の高いワインやアミノ酸総量が少ないワインの評点が高い傾向にあった。

山梨32号、33号、29号は県の奨励品種であるリースリング・リオンより評価が高かったが、欧州系品種であるピノ・ブランより低かった。評点の平均は順に6.945、6.890、6.555であった。

4 考察

1996年の気象はブドウ生育期前半の天気が悪かったため花振るいが起こり、収量が減少した。そのためワイン用ブドウの生産で望まれている数量制限が自然に行われ

表6 官能検査結果

試験品種	総合得点	短評
Y29K	6.11	平坦、ややボディー弱い
Y29T	7.00	平坦、華やかさあり
Y30K	6.44	平坦、きれい、酸劣る
Y30T	6.22	平坦、きれい
Y31K	4.67	平坦、ラプラスカ系の香
Y31T	6.22	平坦、ラプラスカ系の香
Y32K	7.00	平坦、フルーティー、品悪い
Y32T	6.89	平坦、フルーティー、品悪い
Y33T	6.89	良、フレッシュ
Y34K	5.78	セミヨンの感じがよく出る
Y34T	5.78	〃、酸良好
Y37K	5.56	平坦、渋味良
Y37T	6.33	平坦、渋味良、酵母臭
RL	6.44	
PBK	7.22	
PBT	7.11	

ブドウ新品種の醸造適性試験（第 報）

表5 1995年産ワイン成分分析

	アルコール	比重	水分	全糖	直糖	pH	総酸度	揮発酸度	吸光度		遊離SO ₂	総SO ₂	総フェノール	灰分	アルコール度	アミノ酸
	(vol%)		(g/100ml)	(g/100ml)	(g/100ml)		(g/100ml)	(g/100ml)	430nm	530nm	(mg/100ml)	(mg/100ml)	(mg/l)	(g/l)		(mg/l)
Y29K	12.38	1.008	6.45	1.78	3.16	2.66	1.04	0.029	0.060	0.010	1.60	14.00	226.7	1.37	30.3	10.1
Y29T	11.33	1.012	7.18	2.64	3.87	2.75	0.87	0.041	0.091	0.023	1.28	17.28	254.6	1.60	39.6	10.4
Y30K	10.58	1.010	6.80	2.30	3.07	2.36	1.07	0.026	0.046	0.017	2.40	8.80	265.6	1.27	33.0	0.99
Y30T	11.72	1.012	7.28	3.02	3.79	2.69	1.02	0.046	0.057	0.018	3.44	27.28	343.9	0.86	26.7	1.01
Y31K	11.80	0.995	2.89	0.33	0.12	2.40	1.22	0.048	0.043	0.010	0	8.00	215.9	1.43	37.1	0.06
Y31T	10.44	1.006	5.38	1.30	2.70	2.72	1.09	0.048	0.057	0.013	1.76	14.96	230.5	1.25	52.6	1.43
Y32K	11.73	1.010	6.89	2.04	3.54	2.70	1.03	0.042	0.078	0.023	1.07	6.13	227.6	1.06	27.5	0.94
Y32T	12.48	1.008	6.48	2.15	3.74	2.79	0.96	0.037	0.069	0.021	0.40	16.24	210.5	1.03	30.3	1.16
Y33T	13.31	0.992	2.55	1.55	0.19	2.51	0.92	0.041	0.053	0.009	2.00	8.80	189.9	1.26	31.8	0.12
Y34K	13.44	1.004	5.70	1.16	2.48	2.67	1.02	0.039	0.062	0.015	1.60	7.60	307.7	1.06	22.5	0.09
Y34T	11.49	1.002	4.63	1.61	2.08	2.72	1.27	0.046	0.064	0.018	0.80	10.40	238.3	1.17	33.4	0.08
Y37K	12.11	1.008	6.37	1.69	3.26	2.71	1.14	0.041	0.046	0.013	2.00	13.60	208.1	1.72	42.9	1.11
Y37T	12.30	1.000	4.34	0.86	2.14	2.98	0.95	0.051	0.050	0.010	1.60	16.40	211.6	1.57	39.0	0.86
R L	11.79	1.002	4.71	1.32	1.64	2.64	0.98	0.046	0.051	0.016	2.08	9.28	244.0	1.25	87.0	0.95
PBK	11.80	1.002	4.71	1.30	2.65	2.91	0.83	0.036	0.171	0.015	2.40	5.60	197.3	1.86	31.5	0.87
PBT	11.86	1.008	6.29	2.14	3.70	3.01	0.84	0.045	0.072	0.013	0.88	8.08	199.8	1.33	36.3	1.02

	アミノ酸 (mg/l)																		
	Asp	Thr	Ser	Glu	Gly	Ala	Cys	Val	Met	Ile	Leu	Tyr	Phe	His	Orn	Lys	Trp	Arg	Pro
Y29K	10.1	0	0	10.7	1.2	1.5	0.8	1.1	0	0	1.0	3.0	1.7	1.1	0	0	0	0	516.7
Y29T	6.7	0	0	11.2	0.4	0	0.7	0	0	0	0	3.2	1.2	0	0	0	0	0	149.0
Y30K	17.8	0	0	11.0	0.7	0	0.7	0	0	0	0	1.9	0	0	0	0	0	0	208.7
Y30T	15.1	0	0	10.6	0.5	0.6	0.8	0	0	0	0	1.2	0	0	0	0	0	0	153.9
Y31K	39.2	4.5	0	17.9	8.3	9.5	3.1	4.5	0.9	0	2.1	21.4	118.8	1.6	0	0	37.6	0	539.9
Y31T	20.1	0	0	20.8	2.2	0.5	2.0	1.4	0	0	0	7.2	0	0	0	0	0	0	221.8
Y32K	12.1	0	0	11.3	0	0	0.6	0	0	0	0	1.4	0.7	0	0	0	0	0	76.7
Y32T	15.4	0	0	10.4	0.6	0	2.0	0.8	0	0	0	3.0	1.2	0	0	0	0	0	283.7
Y33T	33.3	2.7	0	18.7	4.9	12.6	3.2	3.7	1.0	0	2.8	15.6	14.6	2.8	0	0	6.2	0	199.8
Y34K	14.6	1.6	0	18.4	2.6	3.5	2.6	2.7	0	0	1.3	7.9	6.8	0.9	0	0	0	0	526.0
Y34T	19.3	0	3.1	15.6	6.7	7.4	1.6	3.4	0	0	0.8	9.7	18.7	1.0	0	0	37.7	0	581.9
Y37K	13.7	0	0	15.3	0.8	0	0.9	0	0	0	0	1.8	0	0	0	0	0	0	400.5
Y37T	10.0	0	0	16.6	1.4	0	0.7	2.5	0	0	0	1.9	1.7	0	0	0	0	0	366.7
RL	8.5	0.8	0	11.7	0.9	0.7	0.7	0.9	0	0	0	1.3	2.2	1.0	0	0	0	0	334.5
PBK	7.8	0	0	13.5	0	0	0.4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PBT	7.1	0	0	14.7	0.4	0	0.5	0	0	0	0	0.7	0	0	0	0	0	0	0.8

たかたちになり、本年度生産したワインは品種の特性がよく現れていた。また、後半の天気良かったため、果実の肥大は平年並みとなった。しかし、酸の減少が遅かったためワインは高酸度になることが容易に想像ついた。そのため、通常の完全発酵では酸がはなれることになり、選抜するための官能評価が難しくなる。そのため、ワイン醸造の終点を糖分3%前後に設定した。

試験品種の栽培適性を前報のようにブドウの品種群別温度・光指標により試験品種を考察すると、萌芽から成熟までの日数はY29K141日、Y29T140日、Y30K163日、Y30T162日、Y31K149日、Y31T148日、Y32K150日、Y32T149日、Y33T157日、Y34K153日、Y34T152日、Y37K163日、Y37T162日、PBK158日、PBT157日であった。県内に適した日数は160日以内であるから、山梨30号と山梨37号が晩生系になり、栽培が困難と推測される。しかし、

山梨30号は昨年もワインの評価が高かったため安易に選抜からさけることはできない。一方、山梨33号は栽培適性面では大房、豊生産、ワイン醸造適性では欧州系ブドウに近い特徴を持っていたため、有用品種になりうると推察された。

試験品種の醸造適性については、どの品種も順調に発酵することができたので、特に問題はなかった。しかし、糖分を約3%で発酵を止めたため、製成酒は貯蔵中に再発酵が起こり、ワインの品質がばらついた。そのため官能検査は難しくなった。

官能検査結果、異臭がなく、香味がきれいでフレッシュなワインの評価が高く、評価の高かったワインの成分は総アミノ酸含量や総フェノール量が少ないものであった。これは大塚ら⁵⁾が国産ワインの官能検査と成分分析値の統計解析の結果、味の薄い方が評価が高くなる傾向があると指摘しているのと同じである。一般的に、黄色の

色調(OD₄₃₀)が高いのはワインの形質として好ましくないし、ワインが酸化されると高くなる赤の色調(OD₅₃₀)が高いのも好ましくない。しかし、ワインの評価が高いものの中には色調(OD₄₃₀、₅₃₀)が高いもの(Y29T、Y32K、Y32T、PBK)があった。これらはマストの時から色調の値が高かったため、ワインの酸化によるものというよりはブドウ果皮の特徴と考えられる。

垣根仕立てと棚仕立ての違いはマスト品質に対しては影響があり、垣根仕立ての方がやや濃厚なマストになる傾向にあったが、ワインの品質に関しては明確な差は認められなかった。これは前述したとおりワインの甘辛に差が生じ、仕込み技術面の影響が大きいと思われる。

5 結 語

ワイン醸造は原料の出来不出来の影響が大きく、原料

の品質は気象条件の善し悪しに左右される。そのため本県に適した専用品種育成のため今後も継続したワイン醸造と利き酒試験が必要と考えられた。

本研究は果樹系統の適応性・特性検定試験の一環として実施した。

文 献

- 1) 小澤麻由美：岩手工技セ研報, 4, 113(1997)
- 2) 岩手県園芸試験場：「平成8年度果樹試験成績書」, 大迫試験地試験成績(1997)
- 3) 山梨県食工指編：葡萄醸造法, p23(1974)
- 4) 日本気象協会盛岡支部編：岩手県農業気象速報1996
- 5) 大塚謙一：醸協, 80, 867(1985)

ゲノムリニューアル法によるワイン酵母の育種及び醸造特性

小澤麻由美*、中沢伸重**、櫻井 廣*

県内で多く使用されているワイン酵母EC-1118からゲノムリニューアル法¹⁾により硫化水素非生産菌株を5株育成した。これらの酵母をYPD20液体培地ならびにリースリング種ブドウ果汁により生育、発酵試験を行い、醸造特性を明らかにしたところ、硫化水素非生産性の他に親株と異なった性質をもっていることがわかった。官能検査の結果から、ボディがあり、味のバランスのいいものや、香りに特徴がある酵母を育種できることがわかり、数株は岩手県の優良ワイン酵母となり得ることが示唆された。

キーワード：ゲノムリニューアル法、ワイン酵母、硫化水素低生産性

Breeding and Enological Characteristics of New Wine Yeast with Genome Renewal from *Saccharomyces cerevisiae* EC-1118

OZAWA Mayumi, NAKAZAWA Nobushige and SAKURAI Hiroshi

Five yeast strains, which had less production of hydrogen sulfide, were bred from *Saccharomyces cerevisiae* EC-1118 with genome renewal method. These five strains were investigated by growth tests in YPD and laboratory-scale fermentation tests in Riesling-lion grape must. As a result, new strains had less production of hydrogen sulfide besides different character from parent strain EC-1118. Wines were fermented at 18 °C for 7 to 13 days. The wine produced were evaluated by a sensory test. The results of this evaluation show that some wines are rich in body and have well balanced, and some are appraised at high quality. On the basis of these results, it is suggested that some clones of yeast are suitable for wine brewing in Iwate prefecture.

key words : genome renewal, wine yeast, less production of hydrogen sulfide

1 緒 言

ワインの酒質は原料となるブドウの品種・品質に大きく左右され、酒質向上の研究もブドウの品種、栽培技術の改良や、果汁の前処理、ワインの精製などの製造プロセスの改良がほとんどで、主発酵を担うワイン酵母のワイン品質への影響は過小評価される傾向にあった。

しかし近年、ワイン酵母が種々のエステル²⁾、高級アルコール³⁾などの生成やブドウ果汁中のモノテルペン類の代謝を通じてワインのブーケ、アロマの形成に、また、グリセリン⁴⁾、2,3ブタンジオール⁵⁾などの生成、フェノール類の合成、分解、酵母菌体からのアミノ酸の溶出などを通じて、ワインの味の形成に重要な役割を果たし

ていることが解ってきた。また、これらの物質の生成及び分解能がワイン酵母菌株間で大きく異なっている³⁻⁶⁾ことが次第に明らかになるにつれて、ワイン醸造におけるワイン酵母の重要性が見直されるようになってきた。ワイン酵母の選択は古くから行われていたが、原料ブドウ由来の野生酵母群存在下での開放発酵であることから、酵母選択の基準は官能的に良質、無難なワインが得られることを前提に、発酵力、発酵温度、亜硫酸耐性その他主に安全、安定な発酵の進行を目安にしたスクリーニングしか行われなかった。しかし、細胞融合法や遺伝子操作の発達とともに、ワイン酵母の遺伝的改良の可能性が指摘されるようになってきた⁷⁾。

* 醸造技術部

** (財)岩手生物工学研究センター

現在、県内で主に使用されているワイン酵母 EC-1118 は、ワインの香味に悪影響を及ぼす硫化水素を生成するため、硫化水素低生産酵母菌株が望まれる。著者らは劣性優良遺伝子のホモ型化による形質発現に基づく酵母の育種すなわち酵母に胞子を形成させ、マイクロマニピレーターで胞子を分離し、ワイン酵母の生活環であるホモタリックにより染色体を倍化させ、減数分裂により染色体が組み換えられた株の取得が期待されるゲノムリニューアル法¹⁾により EC-1118 から硫化水素生成能の低い株を数株取得した。本報告は分離株でワイン試験醸造を行い、発酵、香气生成ならびに有機酸生成等の醸造特性を明らかにし、これら菌株のワイン酵母としての有用性について検討した結果について報告する。

2 実験方法

2-1 供試菌株

IME1 遺伝子と G418 耐性を付与する遺伝子を乗せた多コピー型プラスミド pIGZ2 を構築し、このプラスミドを EC-1118 株に導入した。ジェネティシン耐性を選択マーカーとして得られた形質転換体を胞子形成培地に移し、胞子形成後、マイクロマニピレーターで胞子を分離した。取得した細胞を BIGGY 培地(DIFCO)により硫化水素の生成度合を判定した。得られた11株(表1)のうち硫化水素の生成量が少なかった5株を各試験に用いた。なお、対照として EC-1118、W-3、OC-2 を使用した。

表 1 EC-1118 株から得られた減数分裂分離体株

菌株	硫化水素生成
EC-1118	++
1-A	-
1-B	++
2-A	-
2-B	-
3-A	+
3-B	+
4-A	+
4-B	+
5-A	-
6-A	+
7-A	-
W-3	++
OC-2	++

2-2 増殖曲線作製

YPD 培地 (3ml) で前培養 (25℃、2日間静置) した菌体を 1×10^5 cells/ml になるよう、YPD 培地 10ml (L 型試

験管) に接種し、25℃ で静置培養した。培地の比濁度 (Klettunitsat 660nm) を所定時間毎に Klett 型光電比色計 (伊藤超短波製) で測定し、菌体濃度の経時変化を調べた。供試菌株の増殖力は増殖曲線のピーク、すなわち、最高増殖菌体濃度をもって示した。

2-3 亜硫酸耐性試験

100ppm の亜硫酸を添加したブドウ果汁を用いて HAR-A²⁾ の方法に従った。

2-4 発酵試験

YPD 培地 (3ml) で前培養 (25℃、2日間静置) した菌体を 1×10^6 cells/ml になるよう、YPD20 (グルコース 20% 含有 YPD 培地) 培地 50ml (200ml 容三角フラスコ) に接種し、18℃ で静置培養した。MEISSEL の重量法³⁾ により経時的に炭酸ガス放出量を測定した。

2-5 小規模ワイン醸造試験

常法により、最終的な亜硫酸量が 50ppm になるようにピロ亜硫酸カリウムを添加しながら、破碎、压榨して得たリースリング・リオン種ブドウ果汁 (搾汁率 60v/w%) の糖度が 23 度になるようグルコースで調整した後、10ℓ 容ステンレス製発酵容器に 5ℓ ずつ分注し、16 時間放置した。これに各供試酵母菌株の前培養液を 5v/v% 添加し、室温で発酵させた。なお、前培養には 121℃、15 分間加圧殺菌したブドウ果汁を用い、各菌株を接種して 25℃ で 3 日間静置培養した。

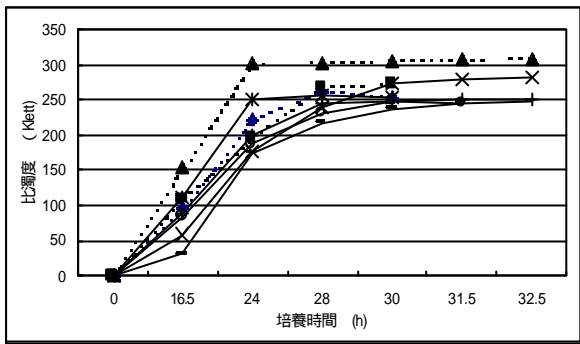
2-6 分析方法

分析は常法¹⁰⁾¹¹⁾ により、比重は浮ひょう計を用い、エキス分は比重より計算法で求めた。アルコール濃度はガスクロマトグラフ分析法 (HEWLETT PACKARD 5890 SERIES、カラム充填剤 PEG1000) で、pH はガラス電極 pH メーター (HORIBA pH meter F-22) で測定した。総酸度は OIV の分析法に従い NaOH による滴定値を酒石酸に換算した。直糖はソモギーネルソン法で、グリセロール及び還元糖は Waters 製液体クロマトグラフィー (糖分析用カラム Sugar-PakH) を用いて測定した。有機酸はキャピラリー電気泳動で測定した。低沸点香气成分は HewlettPackard ガスクロマトグラフィーを用いて SHINOHARA らの方法¹²⁾ に従って直接導入法で行った。

ゲノムリニューアル法によるワイン酵母の育種及び醸造適性

3 実験結果

3-1 菌体増殖力



D培地におけるワイン酵母の増殖曲線

... W-3 ... OC-2 ... EC-1118 - x - 1-A
 - * - 2-A - - 2-B - + - 5-A - - - 7-A

25、YPD培地における菌体濃度の経時変化を図1に示した。親株のEC-1118が327KUであったのに対し、1-Aは293KU、2-Aは257KU、2-Bは248KU、5-Aは270KU、7-Aは259KUといずれも増殖力が低下した。しかし、対照株のW-3(63KU)やOC-2(272KU)と同等の増殖力を示した。1-Aと7-Aの増殖の立ち上がりが遅かった。

3-2 亜硫酸耐性

表2 EC-1118株から得られた減数分裂分離体株の亜硫酸耐性

菌株	亜硫酸耐性
W-3	+
OC-2	+
EC-1118	++
1-A	+(±)
2-A	++
2-B	+(±)
5-A	+
7-A	+(±)

表3 発酵終了液の成分分析

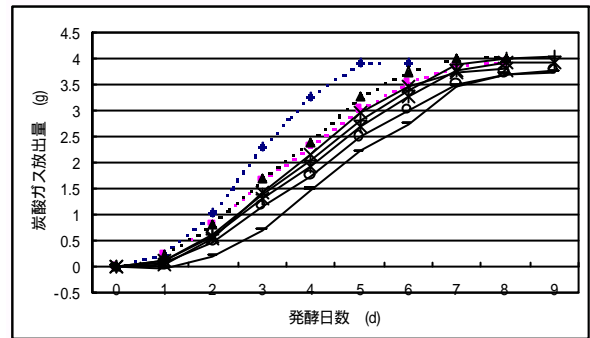
	Brix	エタノール	直接還元糖	pH	総酸度	リン酸	クエン酸	酢酸	グリセロール	アセトアルデヒド	酢酸エチル	酢酸イソアミルエステル	高級アルコール
	(°)	(%)	(g/100ml)		(g/100ml)	(g/l)	(g/l)	(g/l)	(g/l)	(ppm)	(ppm)	(ppm)	(ppm)
W-3	7.0	8.54	6.79	4.76	0.18	0.18	0.25	0.02	3.48	14.26	22.78	3.30	27.28
OC-2	7.4	8.34	7.55	4.71	0.18	0.21	0.24	0.28	4.24	20.06	17.20	1.76	19.97
EC-1118	7.3	8.05	6.70	4.59	0.17	-	0.19	-	3.16	7.87	36.28	2.07	39.74
1-A	7.0	7.49	6.50	4.72	0.16	0.09	0.22	0.02	4.10	12.30	28.91	2.67	32.76
2-A	7.5	8.42	6.17	4.64	0.20	0.06	0.27	0.01	5.88	14.70	35.69	3.06	39.59
2-B	7.6	8.63	6.81	4.81	0.15	0.10	0.29	0.52	4.19	10.07	32.38	2.06	35.43
5-A	7.8	8.76	6.94	4.78	0.15	0.09	0.24	0.50	3.65	8.11	37.36	3.70	41.92
7-A	7.4	8.45	6.23	4.62	0.20	0.09	0.25	0.03	6.05	13.67	43.32	2.00	46.04

図
1
2
5
Y
P

100ppmの総亜硫酸を含むブドウ果汁10mlを用いて亜硫酸耐性試験の結果(表2)2-AはEC-1118と同等の亜硫酸耐性でW-3より強い耐性を示した。5-AはW-3と同等の耐性を示したが親株よりやや弱かった。一方、1-A、2-B、7-Aは亜硫酸耐性がW-3よりやや弱く数時間遅れて発酵した。

3-3 発酵試験

YPD20液体培地50mlを用いた18の発酵試験結果を図2に示した。1-A、2-A、5-Aの発酵は親株EC-1118と同等であったが、2-B、7-Aの発酵は緩慢であった。発酵終了時の発酵液の成分分析を表3に示した。2-A、2-B、



D20液体培地における発酵試験

... W-3 ... OC-2 ... EC-1118 - x - 1-A
 - * - 2-A - - 2-B - + - 5-A - - - 7-A

5-A、7-Aのエタノール生成量は8.4~8.8%の範囲にあり、親株に比べ0.4~0.8%高い値であった。しかし、1-Aは7.49%とアルコール生成能がやや低かった。2-B、5-Aは低生酸性であり、2-A、7-Aは高生酸性であった。減数分裂分離体はいずれも親株よりグリセロール生成量が多く、特に7-Aは親株の約2倍量生成した。また、高級アルコールやエステルの生産性も親株より優れていた。

図
2
1
8
Y
P

表4 ワインの一般成分分析

	比重	エタノール (%)	直接還元糖 (g/100ml)	pH	総酸度 (g/100ml)	酒石酸 (g/l)	リン酸 (g/l)	クエン酸 (g/l)	酢酸 (g/l)	グリセロール (ppm)	アセチルアセチン (ppm)	酢酸エチル (ppm)	酢酸イソアミルエステル (ppm)	高級アルコール (ppm)	
果汁	1.076	-	17.15	3.15	1.07	4.49	10.77	-	-	-	-	-	-	-	
W-3	1.004	11.1	2.10	3.12	1.04	3.71	5.91	1.08	0.20	5.50	4.46	65.64	6.98	74.26	249.42
EC-1118	1.010	11.2	3.22	3.11	1.08	3.98	6.31	0.87	0.23	5.79	2.06	58.34	6.41	66.68	249.31
1-A	1.008	11.4	3.00	3.11	1.12	3.98	6.61	0.73	0.20	6.57	3.06	51.69	3.58	57.01	239.43
2-A	1.012	11.3	3.76	3.08	1.14	3.98	6.42	1.12	0.09	7.67	4.13	60.92	4.89	67.47	172.67
2-B	1.010	11.3	3.17	3.16	0.99	3.60	6.07	1.14	0.25	5.16	3.55	46.19	1.16	48.35	292.29
5-A	1.014	10.8	4.40	3.14	1.05	3.86	6.20	0.90	0.16	5.67	3.36	49.12	0.90	51.09	220.67
7-A	1.008	11.4	3.04	3.11	1.10	3.59	6.74	0.87	0	6.91	9.39	50.84	1.00	53.14	281.67

3-4 小規模ワイン醸造試験

ワイン酵母 EC-1118由来の硫化水素低生産性株についてのワイン醸造特性を検討するため、リースリング種ブドウ果汁5ℓを用いて小規模試験醸造を実施した。なお比較対照にはW-3及びEC-1118を用いた。発酵経過を図3に、また生成ワインの一般分析値を表4に示した。

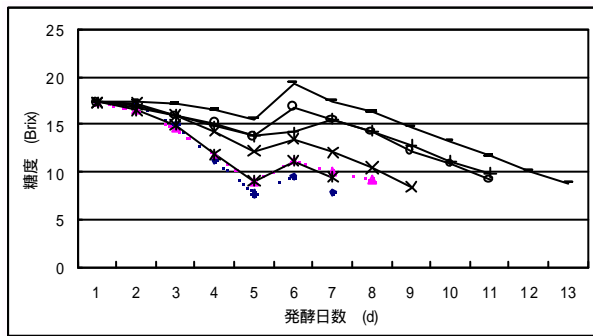


図3 発酵経過

... W-3 ... OC-2 ... EC-1118 - x - 1-A
 - * - 2-A - - 2-B - + - 5-A - - - 7-A

2-A及び1-Aの発酵は、発酵日数がそれぞれ7日、9日であり、対照のW-3の7日、EC-1118の8日に対してほぼ同等の発酵力を示した。一方、2-Bや5-A、特に7-Aは発酵日数がそれぞれ11日、13日と対照に対して長く発酵が緩慢であった。発酵終了時のエタノール生成量は5-Aが親株に比べ0.4%少ない値であった他は、親株とほぼ同量生成した。総酸度は2-B、5-Aが親株に比較して減少する傾向が認められたが、1-A、2-A、7-Aは同程度もしくは増加傾向にあった。有機酸分析の結果、2-Bは親株に比べリンゴ酸含量が少なく、1-A、7-Aは多かった。酢酸含量は2-A、7-Aが少なかった。1-A、2-A、7-Aは高グリセロール生成株であった。生成ワインの香気成分でn-プロピル、イソブチル及びイソアミルアルコールの和

で表した高級アルコールの含量は2-B、7-Aが親株より増加していたが、エステルは減少していた。

上槽6ヶ月後に官能検査を実施した結果、親株に比べ1-Aと2-Aは後味に甘みの丸さと酸味に特徴があった。2-Bは香りが良く、酸が穏やかであった。5-Aは発酵不足の感があり、7-Aは香りが良くまとまりもよかった。

4 考察

硫化水素低生産性ビール酵母の育種に硫化水素生成抑制遺伝子 *NHS5* を導入した報告¹³⁾がある。今回我々はゲノムリニューアル法¹⁾により分離した胞子を硫化水素非生産性を指標として選抜を行い、硫化水素を生産しない酵母1-A、2-A、2-B、5-A、7-Aを造成することができた。これらの酵母は様々な発酵特性を示した。

25 YPD培地における増殖力はいずれの試験酵母も親株EC-1118より劣っていた。しかし実用株のW-3やOC-2と同等の発酵力を示したので実用化の上で問題はないと思われた。

100ppmの亜硫酸を添加したブドウ果汁の発酵開始時間にばらつきが見られたがいずれも40時間以内に発酵を始めた。また、試験酵母は亜硫酸200mg/l添加果汁でも発酵することができたのでOC-2以上の亜硫酸耐性があると考えられる。

18における発酵速度はYPD20とブドウ果汁では同様の結果を得ることができ、2-B、5-A、7-Aが遅かった。しかし、発酵速度は発酵温度と関係があり、温度によりワイン酵母の発酵型が分けられる¹⁴⁾。ワイン酵母はW-3のような低温発酵型の酵母と、OC-2のような中温発酵型の酵母、さらに、低温、中温両温度でもに発酵良好な酵母に分けられる。本試験では発酵速度の試験温度は18であり、低温と中温の間の温度であった。そのため、本試験で発酵速度が遅くても、どちらかの温度に発酵温度を変えて試験すれば発酵性が良くなる可能性があるた

ゲノムリニューアル法によるワイン酵母の育種及び醸造適性

め、安易に優良ワイン酵母の選抜から削除すべきではない。供試菌株がどの発酵型を示すか今後の検討を要する。

オフ・フレーバーである硫化水素を生産しない酵母であったが、試醸ワインの官能からはその特性をうかがうことができなかつた。しかし、芳香成分生成能、特に高級アルコールの生産性に差が見られ、これは官能においてもはっきりとした違いに感じることができた。この芳香成分の生成にも発酵温度が関係するので、発酵温度を変えて検討する必要がある。

グリセロールの生産性は菌株によりかなり異なる¹⁵⁾ことが知られており、今回供試した菌株のうち2-A、7-Aのグリセロール生成量が多く、官能的に酒の厚みとして感じられた。

酸度の著しく高いワインの生物学的減酸方法に乳酸菌によるマロラクティック発酵がある。他方、種々のワイン醸造関連酵母もリンゴ酸を分解する¹⁶⁻²⁰⁾。*Schiz. pombe*は発酵中、リンゴ酸をほぼ完全に分解し、酸度を減少させる。一般ワイン酵母は発酵中、リンゴ酸を約10~35%分解するが、コハク酸や乳酸などを発酵副産物として生成するので、全体としての減酸はほとんどない。しかし、供試酵母のうち2-Bは著しくリンゴ酸分解能が高かつた(約40%)ため、低生酸性酵母であった。本県のブドウのように酸度の高いブドウ果汁が仕込みに供される場合には、低生酸性の酵母の使用が望まれるので、2-Bは本県の優良ワイン酵母として有望である。逆に、1-A、2-A、7-Aはリンゴ酸分解能が低く、高生酸性酵母であった。これらは、酸が少ない果汁を発酵させるのに有望である。

5 結 語

県内で多く使用されているワイン酵母 EC-1118をゲノムリニューアル法により硫化水素非生産菌株を5株育成し

た。これらの酵母を YPD20液体培地ならびにリースリング種ブドウ果汁による生育、発酵試験を行った結果、親株と異なった性質が現れた。

1-A、2-Aは親株と同様の発酵経過を示したが、生酸性、グリセロール生成量が多かつた。

2-Bは低酸性で高級アルコール含量が多かつた。

5-Aは発酵が不良であつた。

7-Aは高級アルコール、グリセロール含量が多かつた。

文 献

- 1) R. MORTIMER : Yeast, 10, 1543 (1994)
- 2) 大塚謙一 : 醸協, 70, (11) 800 (1975)
- 3) 篠原隆 : 濃化, 52, 309 (1978)
- 4) 乙黒親男 : 醸協, 78, (3) 214 (1983)
- 5) 宇井定春 : 醸協, 72, (6) 449 (1977)
- 6) C. D. DAUDT : Am. J. Enol. Vitic. , 24, 130 (1973)
- 7) R. SNOW : Yeast Genetics, 439 (1983)
- 8) S. HARA : Am. J. Enol. Vitic. , 31, 28 (1980)
- 9) 東京大学農学部農芸化学教室編 : 実験農芸化学下巻, 第3版, 281, 朝倉書店 (1978)
- 10) 注解編集委員会編 : 国税庁所定分析法注解
- 11) M. A. Amerine and C. S. Ough : Wine and must analysis
- 12) T. SHINOHARA : Agric. Biol. Chem. , 40, 2475 (1976)
- 13) H. Twzuka : J. Am. Soc. Brew. Chem. , 50, 130 (1992)
- 14) 押田明成 : 醸協, 90, (5) 381 (1995)
- 15) B. C. RANKINE : Am. J. Enol. Vitic. , 22, 6 (1971)
- 16) B. C. RANKINE : J. Sci. Fd. Agric. , 17, 312 (1966)
- 17) 野々村英夫 : 醸協, 63, (7) 765 (1968)
- 18) E. FUCK : Zbl. Bact. Abt. . 129, 82 (1974)
- 19) 後藤昭二 : 酵工, 56, 133 (1978)
- 20) K. WENZEL : Wein-wiss. 37, 133 (1982)

雑穀で作ったもち菓子の物性

武山 進一^{*}、遠山 良^{*}、藤原 ゆかり^{**}、荒川 善行^{*}

雑穀の菓子加工時における物性を調べるために、物性の測定条件の検討と4種の雑穀の評価を行うとともに、デンプンの老化傾向との関連を調査した。テンシプレスラーによる物性の測定では、モデル団子の1日後のかたさの違いが測定でき、タカキビ<モチアワ<イナキビ<<ヒエの順であった。また、BAP法による糊化度と、X線回折法による結晶化の測定から、タカキビ団子中のデンプンは老化しにくく、経時変化が少ないことがわかった。

キーワード：雑穀、テンシプレスラー、糊化度、X線回折

Physical Properties of Steamed Cakes made of Miscellaneous Cereals.

TAKEYAMA Shinichi, TOYAMA Ryo, FUJIWARA Yukari
and ARAKAWA Yoshiyuki

In order to examine physical properties of 4 kinds of miscellaneous cereals on making steamed cake (Japanese dango), we investigated the procedure of data measured with Tensipresser. We also studied correlation between physical properties and the retrogradation of the starch. The difference of the hardness of dango after one day was clearly seen and measured in following order: sorghum (great millet) < glutinous foxtail millet < proso millet << sawa millet. In addition, we found that there was little retrogradation of the starch in the sorghum dango from both measurements of the degree of gelatinization by the BAP method and crystalline structure by the X-ray diffraction.

key words : miscellaneous cereal, Tensipresser, the degree of gelatinization, X-ray diffraction

1 緒 言

本県の特産品である雑穀類（ヒエ、アワ、キビ、タカキビ）について、それらの特徴を生かした菓子として、団子等の餅菓子類を開発することとした。これまでの雑穀の利用に関する試験には、唐沢¹⁾らのアワ・キビを原料とした麺及びパンの製造試験、関沢ら²⁾のアワ・キビ・ヒエ・ソバを用いたまんじゅうについての試作試験等がある。また、団子に関しては、谷地田³⁻⁵⁾らが冷凍に関する研究を詳細に行っている。さらに、澱粉利用食品の物性に関する研究には数多くの報告⁶⁻⁸⁾がある。

今回の試験は、4種類の雑穀に関して餅菓子加工時の

物性評価方法を検討し、原料としての雑穀の加工特性を明らかにすることを目的とした。また、物性とデンプンの老化との関連を調べるとともに、菓子加工後の冷蔵及び、冷凍保存での澱粉の老化傾向を調べた。

2 実験方法

2 - 1 試料

雑穀粉は、岩手町の武田米穀店より購入した、雑穀粉「タカキビ粉」、「イナキビ粉」、「モチアワ粉」、「ヒエ粉」を使用した。

* 食品開発部

** (株)岩手阿部製粉

2-2 測定用試料の調整法

2-2-1 モデル団子の作成法

雑穀粉200gに80の熱水120ml(加水量:対粉60%)
 加え、家庭用のパン用ベーカリー(象印マホービン
 株製、BBC-S15)で約5分間捏ねる。この生地を4cmの
 間隔に並べた厚さ5mmのアクリル版の間に敷き、のし
 棒でのした後、長さ4cmづつ切断し、4cm×4cm×5mmの
 板状に整形した。これを蒸し器で10分間蒸した後、
 乾燥防止のために袋詰めした。これをモデル団子と
 し実験に用いた。

2-2-2 保存試験用試料

保存試験用試料は、ガスバリアー性を有する袋
 (KNY15/ドライ/LLD60)に入れ、25、冷蔵(4)、-
 20(冷凍)で保存した。それぞれを「25」、「冷
 蔵」、「冷凍」保存試験区とする。25、冷蔵試験
 区の試料には、脱酸素剤を入れカビの発生を防止し
 た。

25試験区の試料は、テンシプレッサーによる物性
 測定を行った。冷蔵、冷凍両試験区の試料は、恒温
 器で品温を25に調整後、25試験区の試料ととも
 に、糊化度およびX線回折パターンを測定した。

2-2-3 乾燥試料の調整

糊化度およびX線回折パターン測定用に、各試料を
 乾燥した。モデル団子をカッターで細切し、3倍量以
 上の無水エチルアルコールを加えてからさらに細か
 く砕き脱水を行った。この操作を3回繰り返した後、
 アセトン脱水を行い乾燥試料を調整した。

2-3 測定方法

2-3-1 物性の測定

モデル団子の物性をタケトモ電機(株)製テンシブ
 レッサー My Boy Systemで測定した。テンシプレッ
 サーには種々の測定法があるが、今回の試験では、1
 バイト法、積算微小変位測定法、多重積算バイト法
 の3種類の測定法を検討した。1バイト法は、ラン
 ジャーが試料を大きく1回噛む様な動作、つまり1往
 復する際の応力を測定するものである。断面積1cm²の
 円柱状ランジャーを用い、変形率90%でかたさ
 (Hardness)を測定した。4点づつ測定しその平均とし
 た。積算微小変位測定法は、岡留ら⁹⁾が米飯粒の物性
 測定で行った積算加重試験と同じ方法であり、ラン
 ジャーが試料に接触してから微小な一定振幅での
 上下運動によって、試料に繰り返し加重を加えなが
 ら測定する方法である。ソフトウェアでの解析から、

Tenderness(軟らかさ)、Pliability(しなやか
 さ・柔軟性)、Toughness(ねばりづよさ・噛みごた
 え)、Brittleness(脆さ)等の結果が得られる。断
 面積1cm²の円柱状ランジャーを用い、表1に示す測
 定条件で測定を行った。4点づつ測定しその平均値を
 とった。

表1 積算微小変位測定での設定条件

Distance	30mm	2nd Distance	0.5mm
Clearance	0.5mm	2nd Thickness1	7mm
Thickness 1	7mm	2nd Thickness2	10mm
Thickness 2	10mm	Multi Repeat time	1
Repeat time	45	2nd Speed	2.0mm/s
Bite speed	2mm/sec	Add value	0.1mm

多重積算バイト法は、辻ら¹⁰⁾がパンや麺の物性測定
 で行った連続式微小変形多重バイト試験のことであ
 り、前記の積算微小変位測定法と測定方法が似てい
 るが、ランジャーを同じ位置で複数回バイトさせ
 る点異なる。今回の場合、ランジャーを同じ位置
 で2回バイトさせて、その際のランジャーの応力H_n
 (kgw/cm²)のデータを得るもので、この値を解析した。

2-3-2 糊化度の測定

モデル団子の乾燥試料について、-アミラーゼ・
 プルラーゼ法¹¹⁾を用いて糊化度を測定した。

2-3-3 X線回折パターンの測定

モデル団子の乾燥試料を、めのう製るつぼで細粒化
 し、150μmの分析篩を通過させ、X線回折装置(株
 リガク製RINT2000)を用いて澱粉の結晶図形を測定
 した。

3 結果及び考察

3-1 物性測定

3-1-1 1バイト法による測定結果

4種類のモデル団子について、25で2日間保存時の、
 かたさ(Hardness)の結果を図1に示す。

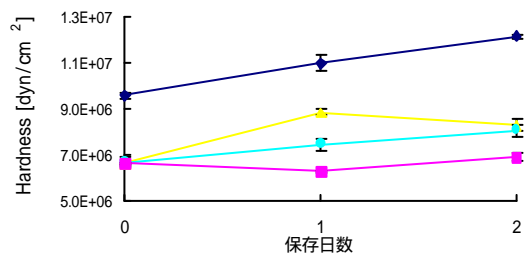


図1 Hardnessの推移

●ヒエ ●イナキビ ●モチアワ ●タカキビ

雑穀で作ったもち菓子の物性

モデル団子の作成時点（保存日数0日）では、ヒエだけがボクボクして固い状態であったが、他の3種はモチ性の特徴を有した団子の状態であった。Hardnessの結果は、ヒエだけが極端に固いことを裏づけているが、他の3種の値はほとんど同じであった。

しかし、経時的には保存1日後のHardnessは、タカキビ < モチアワ < イナキビ < < ヒエの順となり、その差が明確となった。2日間の保存で、ヒエ、モチアワのHardnessは保存日数に比例して上昇したものの、イナキビは増減後にモチアワと同程度の値になった。これに対し、タカキビのHardness値の上昇傾向はごく僅かであった。タカキビには、軟らかい上に弾力性が感じられる独特の触感があったが、保存2日経過後もこの触感は残っており、Hardnessの測定結果に現れた。

3 - 1 - 2 積算微小変位測定法による測定結果

積算微小変位測定法では、Tenderness、Pliability、Toughness、Brittleness といった項目について結果が得られる。タカキビの経時的な物性変化をより詳しく捕らえるために、積算微小変位測定法での測定を試みた。

タカキビとイナキビのモデル団子について、25 で2日間保存時の、Tenderness、Toughness、Pliability、の結果を図2～4に示す。

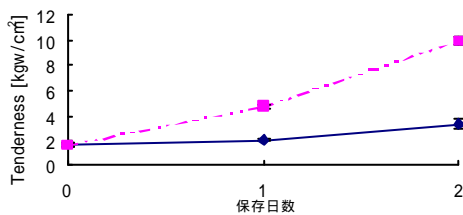


図 2 Tenderness の推移

◆ タカキビ —■— イナキビ

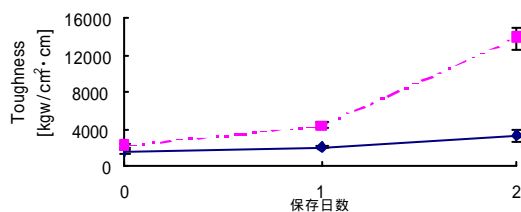


図 3 Toughness の推移

◆ タカキビ —■— イナキビ

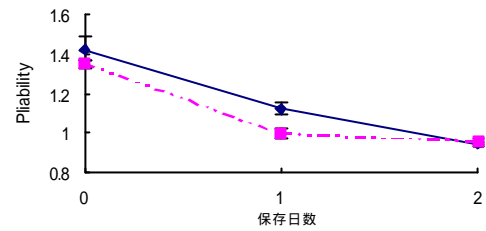


図 4 Pliability の推移

◆ タカキビ —■— イナキビ

Tenderness、Toughnessの結果は、1バイト法でのHardnessの結果と同様のものとなった。作成時点（保存開始時）はタカキビ、イナキビの値はほぼ同じで、その後に値が増加するが、その傾向はタカキビ < イナキビであり、タカキビの増加傾向はごく僅かであった。しかしながら、タカキビの経時的な物性的変化は、Pliability値に顕著に現れ、イナキビと同様に減少した。測定結果からタカキビは、経時的にしなやかさ・柔軟性が失われるものの、TendernessやToughnessの変化が少なく、団子の原料素材として特徴があると言えた。積算微小変位測定法での測定は、Tenderness及びToughnessで1バイト法のHardnessと同様の結果が得られ、またこの2項目について経時的変化が僅かな試料についても、Pliability値では経時的な変化を捉えることが出来た。

3 - 1 - 3 多重積算バイト法による測定結果

モデル団子の作成時点(保存日数0日)でのHardness値は、イナキビ、モチアワ、タカキビで、ほぼ同じ値となった。また、積算微小変位測定法でもイナキビとタカキビの差も同様に僅かなものであった。しかし、作成時点での触感は各々微妙に異なり、明らかに試料間の差が感じられた。微妙な差をより明確に評価する手法として、多重積算バイト法を検討した。

多重積算バイト法は、積算微小変位測定法と同様にプランジャーの微小な一定振幅での上下運動で、試料に繰り返し加重を加えながら測定する方法であるが、同位置で複数回（通常2回）バイト（噛む動作）させる点異なる。具体的には、プランジャーが試料に接触してから、プランジャーは0.1mmづつ試料に圧縮を加えながら、同位置で2回づつバイト（振幅0.5mm）させ、これを45回繰り返して各圧縮点での応力を測定した。圧縮点での瞬間応力 H から、 H_{n+1}/H_n (n はバイト回数で、奇数値)を算出し、解析に用いた。

バイト率(バイト回数/全バイト数×100)にともなう H_{n+1}/H_n 値の変化について、一例を図5に示した。

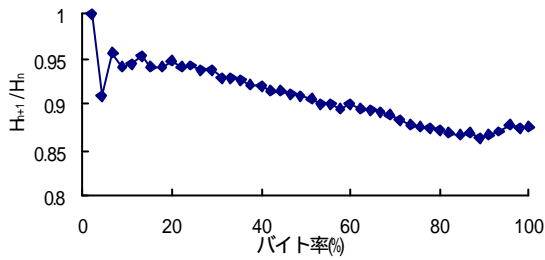


図5 バイト率にともなう H_{n+1}/H_n 値の変化

◆ H_{n+1}/H_n

多重積算バイト法は、あるバイト率の範囲で H_{n+1}/H_n 値とバイト率の関係が直線近似となる。

4種のモデル団子について、 H_{n+1}/H_n 値とバイト率の関係が直線近似となるバイト率の範囲は22~55%であった。このバイト率の範囲で直線近似したときの一次直線式及び寄与率(R^2)値を、表2に示す。

表2 H_{n+1}/H_n 値とバイト率の関係を示す直線近似式

モデル団子	一次直線式	寄与率(R^2)
タカキビ		
製造直後	$y = -0.021x + 0.960$	$R^2 = 0.8756$
1日後	$y = -0.027x + 0.964$	$R^2 = 0.9411$
2日後	$y = -0.022x + 0.940$	$R^2 = 0.9395$
イナキビ		
製造直後	$y = -0.020x + 0.974$	$R^2 = 0.8457$
1日後	$y = -0.018x + 0.977$	$R^2 = 0.7960$
2日後	$y = -0.008x + 0.983$	$R^2 = 0.6289$
モチアワ		
製造直後	$y = -0.023x + 0.964$	$R^2 = 0.9461$
1日後	$y = -0.024x + 0.965$	$R^2 = 0.9119$
2日後	$y = -0.023x + 0.994$	$R^2 = 0.8722$
ヒエ		
製造直後	$y = -0.014x + 0.985$	$R^2 = 0.9228$
1日後	$y = -0.014x + 0.993$	$R^2 = 0.9260$
2日後	$y = -0.012x + 0.994$	$R^2 = 0.8113$

一次直線のy切片の値は、製造直後から1日後迄ほぼ一定であり、タカキビとモチアワは0.960~0.965、次にイナキビの0.974~0.977、ヒエの0.985~0.993であった。このy切片値は、モデル団子の触感と比例する傾向があり、値が低いほどモチ状の触感があり、値が高いほどボクボクした触感が強くなった。

辻ら¹⁰⁾は、食パンのクラムの回復力を示すパラメーターを、同一バイト率におけるプランジャーのプラスの仕事量 $+A_n$ (g.sec)を用いた、 $+A_{n+1}/+A_n$ の変化で検討している。そして、食パンの貯蔵及び冷蔵にともなってこの値が低下することを示した。

今回の試験では、応力Hの比 H_{n+1}/H_n について着目し、

この値をプロットし直線近似させることによって算出される一次直線について、その傾きとy切片値を求め検討を行った。傾きは、応力Hの比 H_{n+1}/H_n を平滑化した値であり、また、y切片の値は、バイト率%(試料表面に相当する位置)での回復力(H_2/H_1)として外挿される値である。本実験の傾きは、辻らの回復力と同様の意味を持つと考え、触感との相関が現れる値と予想したが、ばらつきがあり傾向は一定しなかった。しかし、y切片の値は、前述のように製造直後から1日後まで値が安定し、雑穀間の比較において低値ほどモチ状の触感が強くなる傾向があった。つまり、搗きたて直後のモチのように流動性の高い試料ほど、試料表面部分での圧縮応力は弱くなり、回復力(H_2/H_1)値が低い値をとると考えられた。

このように、多重積算バイト法による測定値を解析した回復力(H_{n+1}/H_n)で、雑穀の種類間における微妙な触感の差を、ある程度評価できることがわかった。

3-2 物性と澱粉の老化との関連

3-2-1 X線回折測定

雑穀の澱粉の老化の度合いを調べるため、X線回折を測定した。糊化状態から老化が進行すると澱粉の再結晶化がはじまり、X線回折曲線にピークとして現われる。4種の雑穀のモデル団子の保存試験品のX線回折曲線を図6~9に示す。

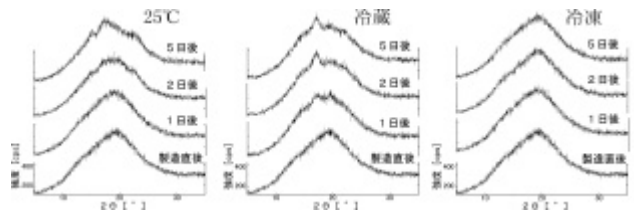


図6 タカキビのX線回折曲線

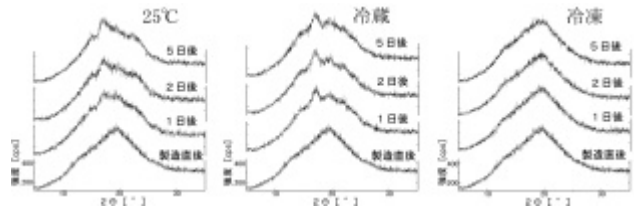


図7 イナキビのX線回折曲線

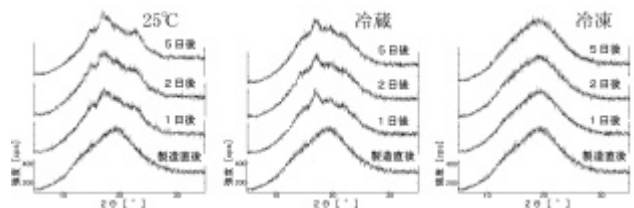


図8 モチアワのX線回折曲線

雑穀で作ったもち菓子の物性

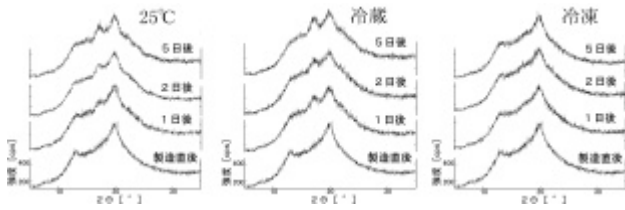


図 9 ヒエの X 線回折曲線

25 保存では、タカキビは他の 3 種よりも結晶化する速度が遅かった。テンシプレッサーによる物性測定の結果から、Hardness、Tenderness、Toughness の値について、タカキビは経時変化が少ないことが測定されているが、この結果と結晶化する速度は比例関係になった。

3 - 2 - 2 糊化度測定

澱粉の老化現象の一つに糊化度の低下がある。糊化度の測定には、アミラーゼ・プルラーゼ系酵素が生澱粉と糊化澱粉に対する分解性に非常に大きな差があることを利用する、アミラーゼ・プルラーゼ法 (BAP 法) がよく用いられる。この BAP 法で、モデル団子の糊化度を測定した。タカキビとその対照としてイナキビについて、25 で 2 日保存を行い、糊化度の推移を測定した結果を、図 10 に示す。

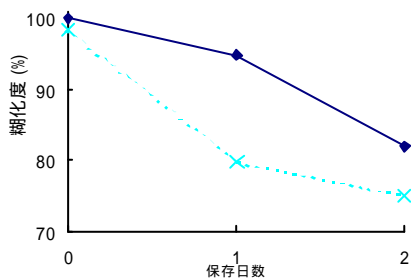


図 10 糊化度の推移(25 保存)
—◆— タカキビ —×— イナキビ

糊化度でも、タカキビの糊化度の低下傾向が遅く、テンシプレッサーの物性測定結果 (Hardness、Tenderness、Toughness) と同様の傾向であった。

3 - 3 冷蔵、冷凍時の経時変化

3 - 3 - 1 X 線回折測定

冷蔵及び冷凍試験区の X 線回折結果 (図 6 ~ 9) から、保存試験区間の比較では、25 保存区よりも、冷蔵保存区の方が結晶化の速度が速かった。一般に、澱

粉の老化は冷凍では進まず⁴⁾、冷蔵庫の温度付近で最も進むことが知られており¹²⁾、測定結果はこれを裏づける。雑穀間の比較では、タカキビは 25 保存区、冷蔵保存区ともに、結晶化の速度は遅く、冷凍保存区では、5 日間の保存でも結晶化はおこらないでいた。

3 - 3 - 2 糊化度測定

タカキビとその対照としてのイナキビについて、冷蔵、冷凍および 25 で 7 日間保存した場合の糊化度の推移を図 11 に示す。

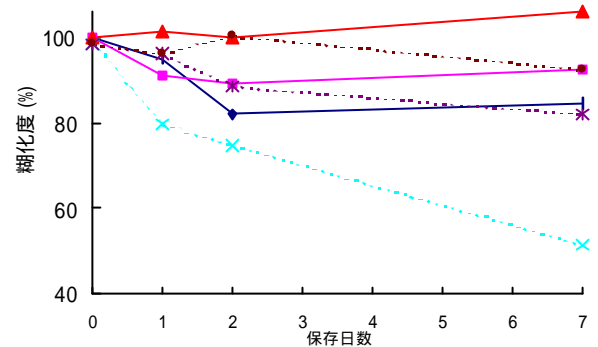


図 11 冷蔵、冷凍、25 保存した場合の糊化度の推移

タカキビ、イナキビともに冷蔵保存品よりも 25 保存品が糊化度の低下が大きかった。しかし、X 線回折法での結晶化の測定では、冷蔵保存が 25 保存よりも結晶化の進行が速く逆の結果となった。この原因は不明であるが、BAP 法による糊化度の低下、X 線回折法による結晶化はともに、澱粉の老化現象の一断面をとらえているに過ぎない^{11,12)}。このように異なる結果となった原因について、今後さらに検討する必要がある。

2 種の雑穀の比較では、各保存試験区でタカキビの方が糊化度の低下は遅かった。タカキビは、X 線回折法での測定結果でも他の 3 種より結晶化が遅く、澱粉の老化現象についてその進行が遅いと考えられた。

4 結語

雑穀で作ったもち菓子の物性変化を調べるため、物性の測定条件の検討を行い、今回測定対象とした 4 種の雑穀の評価を行うとともに、デンプンの老化傾向との関連を調査した。

(1) 板状に整形して蒸したモデル団子 4 種について、テンシプレッサーによる物性の測定方法を検討した。1 バイト法では、モデル団子の 1 日後のかたさの違い

を測定できた。積算微小変位測定法では、経時的な
かたさの変化が少ないタカキビについて、しなやか
さ・柔軟性の低下を確認することができた。多重積
算バイト法では、試料表面部分の回復力に相当する
指標を導き、流動性の高い試料はこの値が低下する
ことを示した。

(2)4種の雑穀のモデル団子は、保存1日後のかたさ
が、タカキビ<モチアワ<イナキビ<<ヒエの順で
あった。タカキビは、経時的にしなやかさ・柔軟性
が失われるものの、TendernessやToughnessの変化が
少なく、団子の素材として特徴があった。

(3)BAP法による糊化度と、X線回折法による結
晶化の測定により、タカキビ団子中のデンプンが老
化しにくく、経時的な変化が少ないことがわかった。

(4)冷蔵庫(4℃)、冷凍庫(-20℃)での保存試験を行
い、デンプンの老化傾向を調べた。冷凍保存によっ
てデンプンの老化が停止されることは、X線回折法、
BAP法の測定結果で示された。冷蔵は、デンプン
の老化が一番進行する温度域であるが、X線回折の
結果はこれを示す結果であった。

文 献

- 1)唐沢秀行, 大日方洋, 金子昌二, 村松信之, 大池
昶威:長野食工試報,22,44(1994)
- 2)関沢憲夫, 荒川善行, 遠山良, 村井一男:岩手釀
試報,15,177(1981)
- 3)谷地田武男, 中島幸一, 中村厚子:新潟食品研報,
13,33(1974)
- 4)谷地田武男, 中島幸一, 中村厚子:新潟食品研報,
13,41(1974)
- 5)谷地田武男, 中島幸一, 中村厚子:新潟食品研報,
14,23(1977)
- 6)永島伸浩, 川端昌子, 中村道徳:澱粉科学,37,243
(1990)
- 7)有坂將美, 吉井洋一, 今井誠一:日食工試,38,86
(1991)
- 8)釘宮正住, 前梶健治, 酒井宏美:広島食工試研報,
14,1,(1977)
- 9)岡留博司, 豊島英親, 大坪研一:食科工,43,1004
(1996)
- 10)辻昭二郎, 遠藤克己:日食工誌,39,25(1992)
- 11)貝沼圭二, 松永暁子, 板川正秀, 小林昭一:澱粉
科学,28,235(1981)
- 12)二国二郎編:デンプンハンドブック,p.70,朝倉書
店(1961)

醤油粕の有効利用技術の開発

- 醤油粕を用いた漬物の製造 -

伊藤 良仁*、成島 千文**、米倉 裕一***、桜井 廣****、
荒川 善行*****、大澤 純也*****

醤油製造時に「もろみ」から分離される醤油粕は、未利用資源の一つである。醤油粕の有効利用(漬物製造への応用)を目的として物性の確認及び成分分析を行った。その結果、醤油粕は吸水性が非常に高いこと、水分38%、塩分5%であり、醤油粕 2g に醤油 1g 相当の水溶性窒素が含まれること等が明らかとなった。さらに、固形の食塩を加えた粉末醤油粕に直接漬け込む「古漬」の製造方法を開発した。

キーワード：醤油粕、未利用資源、漬物

Utilization of Soy Sauce Cake (Syoyu-kasu)

-Application for "Tsukemono"-

ITO Yoshihito, NARISHIMA Chifumi, YONEKURA Yuichi,
SAKURAI Hiroshi, ARAKAWA Yoshiyuki and OHSAWA Junya

Soysaucecake(syoyu-kasu)obtainedthrough press-filtrationofsoysaucemash(moromi)isanunutilizedmaterial. Some properties of soysaucecakeareinvestigatedtousefor productionof"tsukemono". It isshowedthatthesoysaucecakehashighabilityofwater absorption,andcontains38%moisture, 5%NaClandwater-solublenitrogenequaltohalf theamountofsoysauce. In addition,aprocedureforproductionof"furuzuke"using solid NaClandchoppedsoysaucecakeisproposed.

key words : soysaucecake,unutilizedmaterial,tsukemono

1 緒 言

醤油粕は、醤油製造時に「もろみ」から分離される副生産物であり、醤油 10 部に対して 1 部～2 部程度排出される。醤油粕は食塩と水分を含むため、その用途は限られており、これまで肥料¹⁾、飼料²⁾、キノコの栽培³⁾等への応用が試みられたが、その大部分は産業廃棄物と

して焼却処分され、ほとんど活用されていないのが現状である。一方、土壌改良材への利用⁴⁾、抗酸化性物質の検索⁵⁾あるいは微生物処理等の研究⁶⁾も進められている。しかし、直接食品加工に応用した例はない。今回、醤油粕の有効利用技術の開発を目的として、物性の確認、成分分析を行い、漬物製造への応用を試みた。

* 食品開発部(現在 応用生物部)、** 佐々長醸造(株)、*** 応用生物部(現在 企画情報部)、
**** 醸造技術部、***** 食品開発部、***** 応用生物部

2 実験方法及び結果

2-1 原材料

東和町佐々長醸造(株)において脱脂加工大豆使用の醤油もろみ压榨時に排出された醤油粕を使用した。漬物床には果実破碎用ハンマークラッシャー(親和工業(株)製)を用いて2~10mmのフレーク状にした粕を使用した。成分分析には、さらにミルで粉碎した1mm以下の微粉末を用いた。比較分析を行った醤油は、佐々長醸造(株)製脱脂加工大豆使用の生揚げ醤油を用いた。

2-2 醤油粕の物性(加工特性)確認

醤油粕の特徴を活かした漬け込み方法を開発するために、物性の確認を行った。もろみから分離後の醤油粕の形状は約80cm四方、厚さ約3mmの板状であり、比重は1.1 g/mlである。単独では醤油と味噌の中間的な呈味であり、苦み、えぐみが強く独特である。また、匂いも同様に醤油と味噌の中間的であり、麴臭が強く、粉末化しただけでは食用にならない。吸水性を確認するため粉碎醤油粕に各量の水を添加、攪拌後、室温に1時間以上静置した(表1)。粉碎醤油粕は非常に吸水性が良く、粉碎の度合いが低くても攪拌によりペースト状になった。吸水後のpHは醤油とほぼ同じ4.6であった。作業上の簡便性、吸水能力の関係から以降の漬物の試作には2倍重量の水添加ペーストを用いることにした。

表1 醤油粕の吸水性

等重量の水を添加 = 湿ったオガクズ状
2倍重量の水を添加 = 堅い味噌状
3倍重量の水を添加 = 柔らかい味噌状
4倍重量の水を添加 = 静置で溜りができる柔らかい味噌状

2-3 醤油粕の成分分析

醤油粕成分の特徴を把握するため、一般成分及びアミノ酸を含む水可溶性成分の分析を行った。窒素量測定はtecator社製ケルテックオートサンブラーシステム1035アナライザーを用いたマイクロケルダール法で行った。また、粗タンパク量は総窒素量に計数6.25を乗じ算出した。水分は105 乾燥法、塩分はモール法、灰分は550 灰化法で定量した。アミノ酸分析は、日本電子(株)製JLC-300アミノ酸分析機で行った。粗脂肪はエーテル抽出法、粗繊維は菊池らの方法⁷⁾で定量した。醤油粕水溶性成分(塩分、水溶性窒素、総アミノ酸)は、粉碎醤油粕に19倍容の水を加え、室温で1時間攪拌した後、No.5c 濾紙で濾過した濾液を分析に供した。

一般成分の値(表2)は、天野らが報告している醤油

粕の値⁸⁾とほぼ一致した。塩分は5%であり、一般の漬物が2%から8%であることから、浅漬用漬物床として利用する場合以外は、塩の添加が必要と考えられる。

表2 醤油粕の一般成分

水分	塩分	粗蛋白	粗脂肪	粗繊維	*灰分
37.5	5.0	24.3	6.9	25.0	1.6 %

* NaClを除く

さらに、醤油粕には「醤油分がどの程度含まれるのか」あるいは「旨味成分は残っているのか」を求めると各成分を分析し、表3、表4に示した。

表3 醤油粕と醤油の成分

	水分	塩分	総窒素	水溶性窒素	総アミノ酸
醤油粕	37.5	5.0	3.89	0.76	3.42 %
醤油	68.6	13.8	1.44	1.44	6.91 %

表4 醤油粕に含まれる遊離アミノ酸

アミノ酸	醤油粕 (g/100g)	醤油 (g/100g)
アスパラギン酸	0.181	0.642
スレオニン	0.099	0.320
セリン	0.133	0.448
グルタミン酸	0.343	1.228
グリシン	0.072	0.252
アラニン	0.142	0.444
バリン	0.153	0.455
システイン	0.002	0.006
メチオニン	0.038	0.139
イソロイシン	0.178	0.433
ロイシン	0.295	0.661
チロシン	0.942	0.073
フェニルアラニン	0.352	0.367
ヒスチジン	0.049	0.129
リジン	0.118	0.436
トリプトファン	0.034	0.032
アルギニン	0.163	0.442
プロリン	0.132	0.399
合計	3.421	6.906

水溶性窒素及び総アミノ酸の値(表3)から、醤油粕中には醤油分が約半分含まれることが算出された。すなわち、醤油粕2gが醤油1gに相当する。

醤油の旨味の中心である遊離アミノ酸は、そのほとんどの構成比に差がないが、グルタミン酸は醤油に多く、チロシン、フェニルアラニン等の難溶性アミノ酸が醤油

粕に多く含まれている(表4)。分析値的には醤油粕を水抽出しても「薄い醤油」が得られる訳ではないが、官能的には「薄い醤油」であり、補助的な調味には充分使用可能であると思われた。

2-4 漬物の試作

醤油粕の物性及び成分分析結果を考慮して、実際に漬物を試作した。漬け込み方法は、塩水を加えた醤油粕(ペースト状)に各種の野菜を漬け込む浅漬タイプ、塩濃度を高くした長期漬タイプ、及び固形食塩を粉末醤油粕に混ぜ込み野菜にまぶす古漬タイプの3種類を設定した。

浅漬タイプ(低塩)は、粉末醤油粕に塩水を2倍重量添加混合後、1昼夜室温で熟成させた最終塩濃度5%のペーストに、漬物床と同じ重量のきゅうり、大根、カブ、人参を4で1週間漬け込んだ。重石は全重量と同重量のものを使用した。漬け上がりの野菜の塩濃度は約2%となり、独特の醤油粕臭とえぐみが強く、醤油の風味、旨味がほとんどないものになった。

長期漬タイプ(中塩)は、最終塩濃度を8%にしたペーストに浅漬タイプと同じ条件で3週間漬け込んだ。漬け上がりの野菜の塩濃度は約4%で、やはり醤油粕臭が強く、醤油の風味がほとんどない。旨味も少なく浅漬タイプと変わらない結果となった。

古漬タイプ(高塩)は、粉末醤油粕に食塩を混ぜ込み、最終塩濃度を30%に調整したものを同じ重量のきゅうりにまぶし、4で2週間漬け込んだ。重石は全重量と同重量とした。漬け上がりの塩濃度は約20%となり、設定した塩濃度(平均化した濃度・15%)に対してより高くなる現象が見られた。また、重量が生に対して45%になり、よくしぼれた状態になった。醤油の旨味も良くのっており、独特の醤油粕臭もなく、浅漬タイプ、長期漬タイプと比較して良好な仕上がりであった。ただし、塩濃度が高く脱塩が必要である。

2-5 各塩濃度の醤油粕漬と塩漬の比較

前述の試験において、食塩を加えた粉末状の醤油粕を野菜にまぶしつける古漬タイプ(きゅうり)が最も呈味性に優れていることがわかった。さらに、漬け込みにより野菜重量が減少する「しぼり」効果がみられたが、それが単に塩濃度によるものか、醤油粕の吸水性によるものなのかを確認するために、同じ条件で塩漬けたものと比較した。さらに、脱塩時の醤油の香り、旨味の漏出を軽くする目的で、漬け込み時の塩濃度を下げて試験を行い、同程度の漬け上がりとなるかを試験した。

2-5-1 漬け込み中の重量変化と塩分濃度

1kgのきゅうりを熱湯でブランチングし、急冷後、1kgの塩分30%に調製した粉末醤油粕に混ぜ込み、同重量の重石をして4で漬け込みした。比較試験として、食塩177gで同様に漬け込みした。計算上の漬け上がり塩濃度は15%である。漬け込み中の重量変化と塩濃度を図1に示した。

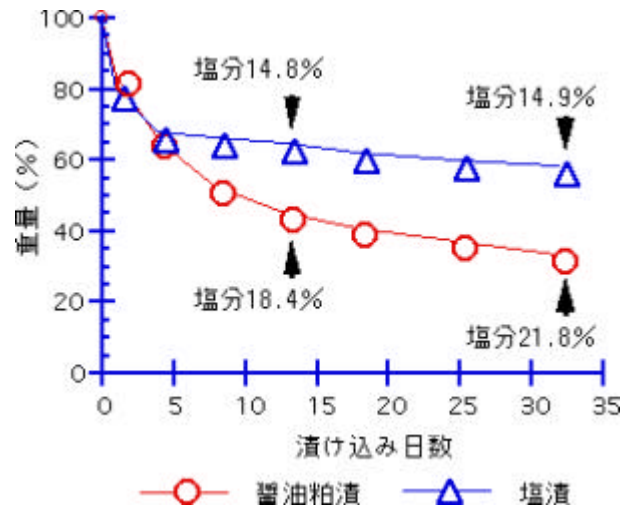


図1 漬け込み中の重量変化と塩濃度

醤油粕漬は塩漬と比較して、重量の減少が大きく、塩濃度も設定した濃度(平均化した場合の濃度)の約1.4倍となり、通常の液漬と異なった作用があることが示された。通常低pH条件下では、緑色野菜の色調の変化(緑黄色)がおこるため、醤油粕漬床においても同様な変化が起きる可能性が考えられたが、実際には緑色が鮮やかであった。3ヶ月の継続保存での状態も極めて良好であり、保存性も非常に高いと言える。

2-5-2 各塩濃度での醤油粕漬の重量変化と塩濃度

前述のとおり醤油粕漬の場合、設定した塩濃度よりも漬け上がり濃度が高くなり、かつ、重量が減少した「しぼられた」状態となる。この作用に対する塩濃度の影響を確かめた。漬け込みは、きゅうり1kgを用いて前回と同様に行い13日目の結果を表5に示した。

表5 醤油粕漬の重量変化と塩濃度(13日目)

設定塩濃度 (%)	漬け上がり塩濃度 (%)		重量 (%) [*]	
	醤油粕漬	塩漬	醤油粕漬	塩漬
2.5	1.7	1.9	50	76
5.0	5.9	5.0	43	74
10.0	11.8	9.8	44	72
15.0	18.4	14.8	47	68

* 生きゅうりを100とした値

醤油粕の有効利用技術の開発

比較として試験した塩漬は、設定した塩濃度に漬け上がった。すなわち塩分が均等に浸透し、平均化したということである。それに対し、醤油粕漬は5%以上の設定試験区で漬け上がり塩濃度が設定塩濃度より高くなった。一方、塩漬の重量が塩濃度に比例して減少するのに対して、醤油粕漬では設定塩濃度5%で最も減少が大きく、塩濃度には依存しないことが示された。これらの結果から、醤油粕の吸水作用が醤油粕漬における塩濃度の増加、重量の減少に大きく関与することが考えられた。また、塩漬は旨味に乏しく青臭みが残っているのに対して、醤油粕漬は醤油の旨味が浸透しており、青臭みもなく歯ごたえも良い。ただし、醤油粕漬でも塩濃度が低い(2.5%、5%)場合、浅漬と同様な醤油粕臭が強調され、旨味も少なく感じられた。以上の結果(主に官能的な評価)から、設定塩濃度は10%、漬け上がり塩濃度は12%が最も良好であると判断した。

2-6 商品試作

これまでの試験から、きゅうりの古漬(まぶし漬)が最も適した漬け込み方法として選択された。図2に漬け込み作業のフローチャートを示す。

きゅうり	醤油粕(板状)
水洗浄	粉碎(打壊式)
ブランチング (沸騰水中20秒)	粉末醤油粕 840g
流水中で急冷	食塩添加 160g
1.0kg	(床塩濃度20%) 1.0kg
混合・4 漬け込み(2週間以上) (合計2.0kg・最終塩濃度10%)	
薄い調味液で脱塩・調味(表6)	調味酒粕で脱塩(表7)
きざみ漬	酒粕漬

図2 醤油粕漬きゅうりの漬け込み

前述のとおり、漬け上がり塩濃度は12%となるため低塩化が必要であるが、単に水で脱塩した場合、醤油の香り、旨味も漏出してしまう。そこで、薄い調味液で脱塩と共に調味する「きざみ漬」(表6)及び調味酒粕で脱塩調味する「酒粕漬」(表7)を試作した結果、共に

醤油粕のよい特徴(醤油の旨味、もろみ風の香り)が出た風味の良い漬物に仕上がった。

表6 きざみ漬材料

醤油粕漬きゅうり	300g(塩分12%、スライス)
ショウガ	30g(針ショウガ、水さらし)
トウガラシ	1/2本(タネ抜き、輪切り)
調味液	870ml(下表参照)

調味液

グルタミン酸ナトリウム	0.50%
クエン酸	0.25%
ブドウ糖果糖液糖	2.00%

全ての材料を混ぜ合わせ4で1~2日漬け込み、なじませる。汁を絞り提供する。

表7 酒粕漬材料

醤油粕漬きゅうり	300g(塩分12%)
調味酒粕	900g(下表参照)

調味酒粕

酒粕	700g
ブドウ糖果糖液糖	70g
水	230ml

材料を混ぜ合わせ、加熱、練り合わせる。

醤油粕漬きゅうりと冷やした調味酒粕を混ぜ、4で1~2週間漬け込み、なじませる。途中2~3回混ぜ合わせる。酒粕をある程度取り去り、スライスして提供する。

3 考察

本研究で醤油粕中には約1/2の醤油分が残されていること、高い吸水性があること等が明らかとなった。さらに、醤油粕の漬物製造への応用を試み、塩を加えた醤油粕粉末をまぶし付けて漬け込む「きゅうり古漬」を開発し、商品化を念頭に脱塩及び調味法を工夫した試作品を提案した。醤油製造業者が漬物製造を行う場合に従来の「もろみ漬」、「醤油漬」とは異なる差別化された商品として市場に出せるものと考えられる。

今後の課題として、以下の3点が挙げられる。今回の試験は細菌類の増殖、つまり、乳酸発酵や腐敗等の変化に対して考慮していない。つまり、細菌の増殖しない条件(野菜材料を充分洗浄し、クリーンな環境で漬け込み、低温で保存する方法)を用いており、実際に工場規模で作業を行い、室温で漬け込んだ場合に今回と同様な結果が得られるかは不明である。今後、醤油粕に含まれる菌叢の調査と共に、室温条件下での変化等も試験する必要がある。「廃棄物の有効利用」の観点からは、利用の後は廃棄量が0かまたは減少しなければならない。しかし、醤油粕を漬物に利用した場合、旨味や香りは回収できるが水分と塩分が増加し、結果的に廃棄量が増加してしまう。特に、現在行われている焼却処理に対しては適応せず、問題点として残っている。醤油粕漬の場

合、漬け込み時に通常の「調味液漬」とは異なり貯蔵場所を大きく占有することとなる。併せて、上記の廃棄物処理費用がかさむこと等が商品のコストへ跳ね返ることになる。一方、低温では長期の保存が可能のため、材料価格が暴落する夏季に漬け込みを行い、出荷時に脱塩調味することでコストの安定化がはかれるメリットもある。商品化する場合には、これらのバランスを考慮しなければならない。

4 結 語

醤油粕の有効利用技術の開発を目的として、漬物製造への応用を試み、その特性(味、香り、吸水性等)を活かした試作品を提案した。いくつかの問題点は残されたものの、本試験で醤油粕を漬物に利用する目処が立った。今後、漬物以外の利用法(調味料、飼料、菌床等)との組み合わせ等で、より有効な利用が可能になるものと考えられるため、総合的な検討が望まれる。

なお、本研究は東和商工会からの委託事業であり、平成9年度商工会等地域技術創造事業(地域技おこし事業)研究課題「醤油粕の有効利用技術の開発」で実施した研究の一部である。

文 献

- 1) 内田一生: 醤研, 4, 203(1978)
- 2) 福間眞介: 醤研, 4, 68 (1978)
- 3) 門脇清: 醤研, 4, 237 (1978)
- 4) 遠藤勝之: 醸協, 90, 512 (1995)
- 5) 松田茂樹: 醸協, 93, 263 (1998)
- 6) 佐々原浩幸: 香川県食品試験場研究報告, 第86号, p.39、平成5年度
- 7) 菊池忠昭、杉本洋、横塚保: 農化, 50, 279 (1976)
- 8) 天野武雄、竹内徳男、好井久雄
: J.Ferment.Technol., 48, 425 (1970)

レーザー変位計を利用した工具損耗の測定 (第二報) *

若槻 正明**、和合 健**、堀田 昌宏**
飯村 崇**、野川 健***

著者らは、NC工作機械など無人加工中に生ずる工具損耗に起因する寸法不良などの低減を図るため、非接触式のレーザー変位計により常時加工工具の状態を監視し工具の損耗を自動で検知するシステムの開発を行ってきた。前回の実験では、工具の形状測定の測定は可能であったが、工具の刃先でのばらつきが大きく、精度的に満足いく結果が得られなかった。今回、検出部にCCDを使用した変位計を用いることにより、 $\pm 0.03\text{mm}$ の精度での測定を可能とした。

キーワード：測定、工具損耗、レーザー変位計、

Measurement of Tool Failure Using a Laser Sensor

WAKATUKI Masaaki, WAGO Takeshi, HOTTA Masahiro,
IIMURA Takashi and NOGAWA Takeshi

In order to reduce defective works on machine, we try to make a system which always keeps monitoring the state of tool and detecting tool wearing. Main component of the system is a laser distance meter which is obtained at cheap and easy to handle. We confirmed that it was possible to detect the tool wearing with an accuracy of about $\pm 0.03\text{mm}$ by using a laser distance meter with CCD detector.

key words : measurement, tool failure, laser sensor

1 緒 言

無人での機械加工中の工具損耗の検知は、不良品を発生せずに、無人生産を安定化させる上で重要なことである。通常の作業では、ある一定時間使用したなら、工具に損耗が有る無しに関わらず工具を交換するという方法で行われる。しかし、この方法では異常摩耗や予期せぬ欠損などを検知することは不可能である。また、被削材、工具材種やワーク形状が種々あるなかで予め適切な工具交換時間を一意に決定することが困難なため、必要以上の早期交換時間を設定することにより工具経費を増大する傾向がある。したがって、生産機械の稼働中の工具を常に監視し、工具の損耗の検知を自動的に行うことができれば、適切な工具交換時期を知ることができ、前述の問題点の解決となる。さ

らに、計測データを工具材種と被削材種及び切削条件などの関連を求めるためのデータベースとして活用する二次効果も期待できる。

一方、正確な摩耗を計るためには工具顕微鏡などを用いるが、生産機械の稼働中には使用できない。また、CCDカメラにより工具摩耗を検知する方法なども試みられているが、CCDカメラでは2次元平面の計測しか行えず、深さ方向の計測が行えないとともに、工具の刃先先端のノーズR部などの曲面形状を有する部分での計測は困難となる。これを補うためには、光干渉を利用するなど3次元の計測が行える手だてが必要となるため大がかりな計測装置となり、高価なものとなる。さらに、測定レンジの広い計測も困難となる。この点、レーザー変位計はそれ単一で

* 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

*** (有)小林精機

深さ方向のデータを直読可能であり、高精度でその測定レンジは広く、さらに安価である。

以上のことから、これまでレーザー変位計を用いた工具損耗の計測システムの開発を行い、前報告で受光素子にPSDを用いたレーザー変位計を使用した工具損耗測定の可能性について述べた。しかし、このタイプではエッジ部計測の不正確さや、面の状態の影響を強く受け精度的な安定が得られないため、今回受光素子にCCDを用いた反射面の影響を緩和する変位計を用いて実験を行った。この結果、エッジ部形状測定の不正確さも小さく、かつ摩耗計測でも良好な結果を得ることができた。

2 変位計の形状測定比較

まず、本実験に先立ち2種類のセンサーにより形状測定を行ない比較した。形状測定は前報告で使用した受光素子にPSDを用いたLC-2450(KEYENCE社製)と受光素子にCCDを用いたLK-030(KEYENCE社製)の表1に示す仕様のもを用いた。被測定物には、図1に示す切削加工用スローアウェイチップTN60(東芝タンガロイ製:材種サーメット、三角形ポジ、内接円径5.56mm、逃げ角11°、ノーズR0.4、チッププレーカ付)の刃先部の形状を測定した。測定範囲は横方向に0.05mmピッチで60点、これを縦方向に0.05mmピッチで35ラインの計5.25mm²の範囲で2,100点を計測した。この計測

表1 センサーの仕様

ヘッドユニット	LK-030	LC-2450
受光素子	CCD	PSD
最小スポット径	30×30μm	45×20μm
分解能	1μm	0.5μm
作動距離	30mm	50mm
測定範囲	±5mm	±8mm



図1 実験に使用したスローアウェイチップ

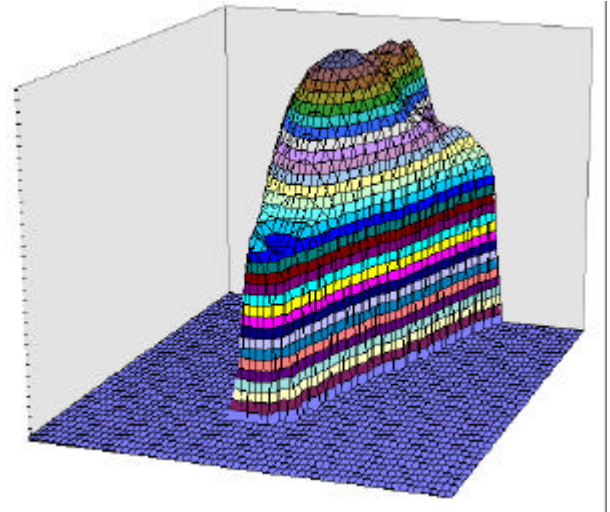


図2 PSD受光素子を使用測定結果

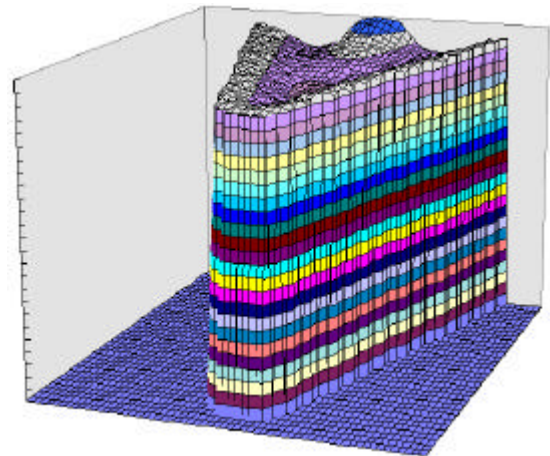


図3 CCD受光素子を使用測定結果

したデータに対し等高線処理を施し、三次元的に表示した結果を図2、図3に示す。これより、LC-2450ではチップの平坦部分での面の反射の影響を強く受け不正確な値となっており、また外周切れ刃のエッジ部分での形状のダレが大きいことがわかる。これに対し、CCDタイプのLK-030では平坦部の面の反射の影響を受けることなく、正確な値を示すとともに、また、外周切れ刃のエッジ部分の形状も正確に捕らえることが可能であることがわかる。表1から、分解能についてはLC-2450の0.5μmに対し、LK-030は1μmとその精度は劣ることがわかる。しかし、PSDを使用したLC-2450は、反射面の表面状態の影響を受け易く、受光部で全体の受光量の重心位置をピーク値として変位の計算を行っており、重心位置が真のピーク値と一致しないことによる誤差が大きくなる。これに対し、CCDを使用したLK-030では、受光量にばらつきが生じても、安定して光量のピーク値を検知できることから、金属面などの平坦な部分やエッジ部分などの反射光量の変化の度合いが強い部分での計測でも

安定した精度が維持できる。

この結果をもとに、LK-030を用いて摩耗の計測を行った。

3 実験装置の概容および実験方法

図4に実験装置の概容を示す。センサーヘッドを縦横に移動させるためのXYステージ(中央精機製:XYストローク±10mm、分解能0.001mm)を、治具を用いてNC旋盤(池貝製:ANC25)の刃物台に固定した。計測のデータはセンサーからのアナログ信号をアンプユニット・アナログユニットを介してA/Dボードよりパソコンに取り込まれる。また、同一のパソコンを使用しRS-232Cにより変位計が取り付けられているXYステージを0.01mm単位で制御し、データの取り込みを行なった。

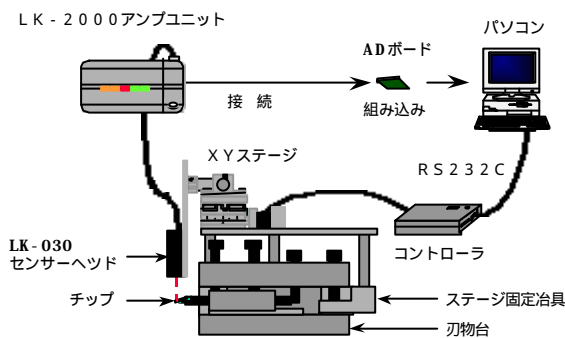


図4 実験装置の概容

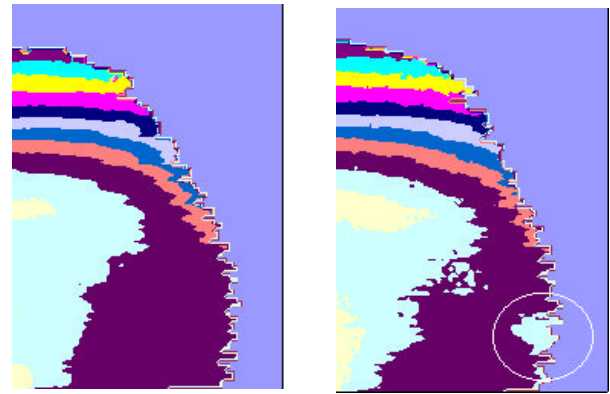
実験は、S45C(直径60mm)を切り込み0.2mmで端面加工を行い、その時のチップ刃先部分を計測し、同時に、その刃先部分の画像情報もビデオスコープで取り込む形で行なった。これを、随時繰り返し、摩耗の経過の目視による観察と変位計による計測を繰り返し行い、任意の摩耗域まで行なった。

チップでの摩耗測定範囲は、すくい面の先端から横方向に0.01mmピッチで100点の1.0mm、また縦方向に0.01mmピッチで150ラインの1.5mmの領域、つまり刃先周辺の1.0mm×1.5mm=1.5mm²の領域とした。

4 測定結果及び考察

図5に、加工前の未使用状態のチップ刃先部の測定結果と、端面加工を200回行った後のチップ刃先部の測定結果を示す。これらはいずれも取り込んだデータに対し、等高線処理を施した結果である。

この2つの処理結果から、未加工状態と加工を行ったものとは、図5(右)の丸印で示したような明確な違いが確認できる。この丸印の部分は加工により工具が摩耗し



未加工状態

端面加工 200回

図5 測定結果(等高線処理)

た部分と考えられる。図6に加工前の未使用時のチップ刃先部の状態の画像と、端面加工を200回行った使用後のチップ刃先部の画像を示す。この画像からわかるように、200回切削後のチップには、逃げ面摩耗が刃先周辺部に見られ、丸印で示す個所に切り欠け摩耗が見られる。これは、図5で示した丸印の個所と一致しており、変位計で摩耗部分を捉えることが可能であることがわかる。

摩耗量算出は、加工後のチップ刃先部計測データから未加工時のチップ刃先部の計測データを減算することにより求めた。図7(左)に演算結果の等高線データを示す。演算後、摩耗幅を算出するために図7(右)に示すように領

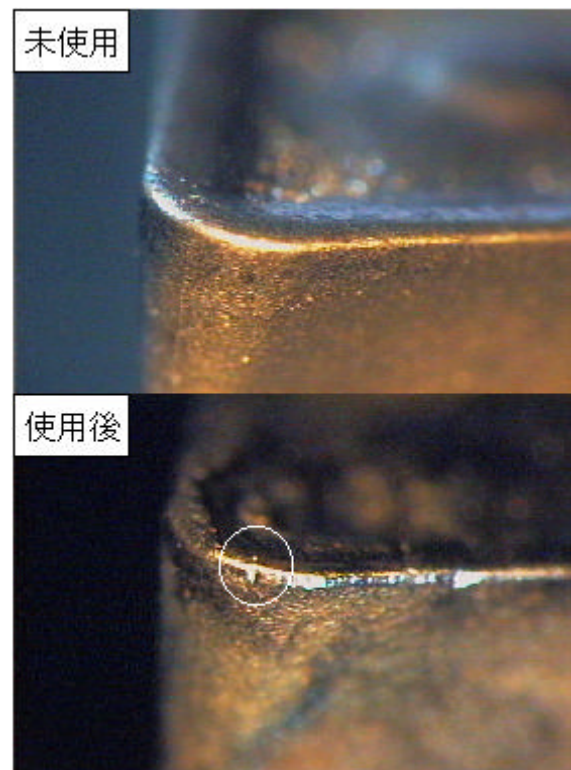


図6 未使用、使用後のチップの先端の画像

域をピクセル化し、このピクセルの個数を数えることにより摩耗幅を算出した。しかし、この状態ではノイズなども含まれており正確な摩耗量の算出は困難であることから、一般に画像処理で行われるラベリング処理を施し、面積の一番大きい部分を抽出し摩耗とした。図6(下)の画像からもわかるように、この方法では逃げ面摩耗などが排除されることになるが、ここでは製品寸法精度へ影響を及ぼす可能性の高い摩耗、すなわち刃先からチップ中央部分で面積が最大のものを摩耗として処理した。なお、図6(下)の端面加工を200回行った時のチップは先部分における丸印の切り欠け摩耗の大きさは0.06mmとなる。さらに、この後摩耗が進行するまで加工を行い、摩耗域の最大幅をビデオスコープにより計測した値と、変位計により計測し算出した値の比較結果を表2に示す。これは、摩耗したチップ12個の比較を行ったものであるが、ビデオスコープと

表2 ビデオスコープとの比較

	マイクロスコープ	レーザー変位計	差
1	0.21	0.20	0.01
2	0.30	0.27	0.03
3	0.30	0.31	-0.01
4	0.34	0.34	0
5	0.21	0.20	0.01
6	0.33	0.35	-0.02
7	0.21	0.23	-0.02
8	0.19	0.20	-0.01
9	0.40	0.37	0.03
10	0.41	0.40	0.01
11	0.24	0.25	-0.01
12	0.26	0.25	0.01

が確認できた。すなわち、工具未使用時の状態と使用後の状態を比較することにより摩耗を0.01mmオーダーで判別することが可能である。

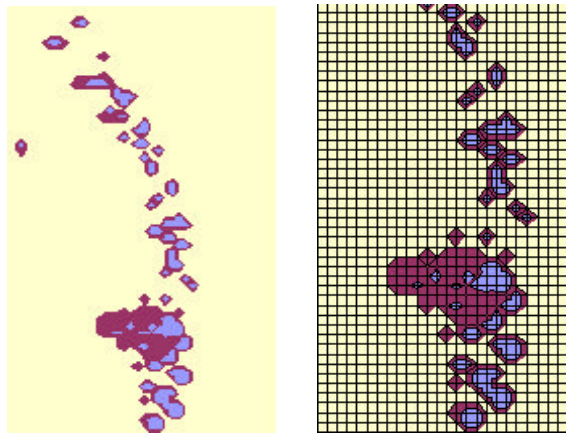
今回は、主に使用前後の工具形状を比較して摩耗を判断したが、今後は工具摩耗量の数値をオフセット値として、直接加工機械へフィードバックできるようにする。また、工具摩耗が被切削物へ与える影響と比較観察したデータ収集と、実際の加工現場へ設置し、油煙など環境が測定装置へ及ぼす影響の調査を行う。

以上の研究を進め、加工工具の監視システムの実用化を目指す予定である。

なお、本研究は平成9年度技術パイオニア養成事業ORT事業で実施した内容である。

文 献

- 1) 若槻、野川ほか：レーザー変位計による工具損耗の測定、岩手県工業技術センター研究報告、4、1997
- 2) 安藤光：レーザー変位計のFA分野への活用、省力と自動化、11、1988
- 3) 杉田、上田、稲村：基礎切削加工学、共立出版
- 4) 梅沢、菅野：超硬工具のカンドコロ、大河出版



演算結果

ピクセル化

図7 摩耗部の抽出

の測定誤差は平均で±0.03mmという結果となる。

5 結 言

レーザー変位計により工具の摩耗測定が可能であること

イントラネットを用いた工場内 LAN の試行*

若槻 正明**、和合 健**、堀田 昌宏**
飯村 崇**、渡辺 一克***

製造業の工場は、コンピュータ以外にもネットワーク化の対象となる装置が少なくない。このため、イーサネットでは接続できない装置の接続技術を調査し、これらの装置を組み入れたクライアント・サーバー型 LAN の導入をおこなった。しかし、各装置の情報は複数の方法で蓄積されていて操作性が悪かったため、さらに装置の情報のデータベース化とイントラネットによる操作環境の統一を試み、実用性を検証した。

キーワード：LAN、イントラネット、データベース

A Trial Construction of LAN System for Small Shops by Intranet

WAKATUKI Masaaki, WAGO Takeshi, HOTTA Masahiro,
IIMURA Takashi and WATANABE Kazuyoshi

In a factor, many equipment and machines can be connected to network in addition to computers. Then we have been constructed client-server LAN by Ethernet. But each machine operation was not easy by reason of stored many kind of forms data. So we construct the database for each machine and standardization of environments for operation in order to confirm utility of Intranet.

Key words: LAN, Intranet, Database system

1 緒 言

ORT 事業参加の K 社では、ピア・ツー・ピア型 LAN を構築し業務に使用している。しかし、近年のコンピュータの利用増大で低効率化が顕在化し、クライアント・サーバー型への変更を検討していた。また、三次元測定機や CAD、オープン NC など、データを相互に活用する設備や装置が単独で使用され、データのやり取りがスムーズにできない状態にあった。全てのコンピュータや装置をネットワーク化することは、コストや担当者の熟練度などから困難であるため、段階的な導入を計画し、初は三次元測定機やオープン NC を中心にネットワークの導入を行なった。しかし、ネットワーク化された各装置のデータは、自社開発を含め複数の方法で処理され

ており、操作性が悪く、またデータの有効活用が図れないなどの不具合が生じていた。このことから、Web による統一されたインターフェースでデータベースを利用することによる改善と、後述する中小企業における FA 統合化を推進していくための一つの試みとして、イントラネットによる工場内 LAN システムの構築を試みた。

2 中小企業における FA 統合化推進の必要性

工業全体から見た FA (factory automation) の発展は、NC 工作機械やロボットの導入から始まっている。自動化を推進する上で大半が個々の装置で自動化が完結していることから、点の自動化や自動化の孤島と表現される。それ以降の発展過程を見ると、搬送システムの導

* 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

*** (有)小林精機

入による自動化の線的拡大、次に工場全体の自動化、さらには生産計画や管理など企業活動全体を包含した自動化へと変遷する。平成7年に改定された日本工業規格 JIS B 3000 F A用語)における F Aの定義は、「工場の生産機能を構成する要素(生産機器、搬送機器、保管機器など)及び生産行為(生産計画、生産管理など)を統合化し、統合的に自動化を行うこと。」となっている。F Aは加工機を中心とした生産機能のオートメーション化に止まらず、工場での企業活動全体を統合化して、効率改善や企業体力強化を推量する時代となったといえるが、中小企業では、いまだに自動化の孤島と呼ばれる状態の企業が多い。組み立てラインを持たない機械加工中心の工場は、特にその傾向が強い。しかし、中小企業においても F A統合化が重要になってきている。この主な理由を以下に述べる。

(1) 他企業との均一化からの脱却

個々の設備の優劣で、企業の生産性が他社に対して飛躍的に向上することが考えにくい状況になり、工場全体、広くいえば物流を含めた生産システムの優劣こそが競争力確保の決め手となる。

(2) 加工効率追求のための新たな手段

あらゆる手段を講じて、加工効率を上げなければならない。その手段としてインテリジェント化(統合化)が必要である。現在の製造業では、加工した製品の品質が保証されるのは当たり前のことであり、そのうえで、短納期化に心えるという時間重視の要素が大きく高まっている。多品種少量生産、変種変量生産が通常化している現在、加工のみの管理ではなく、受注から納品までを統合的に効率化することが望まれる。

(3) 記録の保管・電子化の新たなニーズへの対応

ISO9000、ISO14000、PL法の施行や改正の影響により、記録とその保管が重要な仕事となっている。ISO9000、ISO14000を直接取得しない場合でも、取得企業との関連でさまざまな事柄が保管すべき記録の対象となってくる。また、PL法では突然過去の記録が必要となる場合もある。さらに、F A統合化の有効性として、記録の自動化という側面もある。例えば、問題が発生した場合、加工した機械、時間の割り出し、工程等の確認等が統合化により容易になる。O Aのイントラネットと違い F Aの場合、接続機器自体が情報の提供源として機能することも多い。また、データの電子化により、関連企業とのデータ共有、データベース化など、データの二次利用、相互利用が可能になる。規格・法律への対応策だけでなく、取引先への情報提供

等、積極的な意味をもつ可能性もある。

(4) 統合化のためのインフラ

上述の理由により、統合化のニーズが高まっているが、CIM(computer integrated manufacturing system: コンピュータ統合生産)等の統合化を実現するための製品や支援システムで、中小企業に現実的に合致する製品は見られない。外部にシステムの構築を依頼すれば導入コストはかなり高額になる。F A統合化を低コストで実現して行くためには自社開発が望ましい。近年のコンピュータやネットワーク関連製品などのハードウェア、ソフトウェアの低価格化と高機能化がある。変化は激しいが、購入は容易になった。価格面だけでなく、ネットワークOSなどの導入の労力も、以前に比較し格段に容易である。O A分野を中心に普及したイーサネット型LANやTCP/IPプロトコルも、活発にF A分野でも利用され始めている。一番不足しているのは、それを適切に活用できる人員であり、外部に容易に開発を依頼できない中小企業こそ積極的にインテリジェント化に取り組み、技術蓄積、人材育成を行う必要がある。中小企業が統合化を進めて行くには、単純な効率追求だけではなく、付加価値を生む獨創性、独自性も必要となる。なぜなら、大企業や人件費の安い外国企業に対して、効率追求によるコスト競争のみでは優位性が得られないからである。現在、日本の景気は依然長期低迷の状態にあるが、企業活動をめぐる社会要因やインフラはむしろ活発に変化している。すなわち、インターネットやイントラネットの普及であり、ISOやCAL Sの影響であり、コンピュータやネットワーク機材の高機能化や低価格化である。

3 システムの構成

今回構築したLANは、基本的な通信媒体はイーサネットであるが、工場の装置などは個別の方法をとっている。全体の構成を図1に、各装置と、これらの装置がイーサネットに接続されるまでの内容を表1に示す。

(1) イーサネットは10BASE-Tと100BASE-TXを併用している。現時点でのすべての100BASE化はコスト高となるため、ネットワーク上の通信負荷が高いサーバーとCAD使用のコンピュータについて、100BASE-TXを使用した。

(2) ハード面以外のOSの構成としては、Windows NT ServerとWorkstationが、各1台、Windows95が4台である。三次元測定機付属の専用コンピュータは、IBM DOS 7.0であるが、直接イーサネットには接続していない。

(3) サーバーのOSは現在、最も一般的なWindows NT

イントラネットを用いた工場内LANの試行

表 1 コンピュータ以外の装置

	装置名 (メーカー / 型式)	イーサネットまでの接続経路 (パソコン搭載)
A	三次元測定機 (Mitutoyo / BRT504)	メーカー専用指定ケーブル RS-232C
B	オープンNC (北村 / KNC-50FS) (FANUC / Series210-T)	光ファイバケーブル 高速シリアルバス 専用シリアル通信ボード
C	関節型ロボット (YASKAWA / MOTOMAN-K3S)	多芯ケーブル デジタル入出力ボード
D	レーザー変位計 (KEYENCE / LC-2450)	同軸多芯ケーブル A/D変換ボード
E	XYテーブル (中央精機 / MM-60XY)	専用接続ケーブル 多軸制御用変換アダプタ 小型2軸コントローラ RS-232C

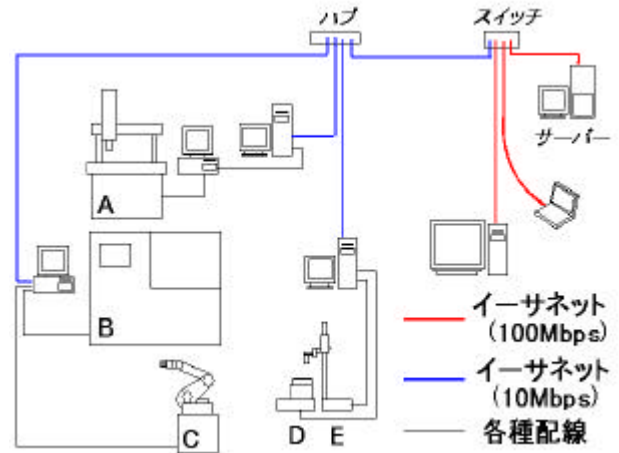


図 1 システム構成

Server 4.0 を使用した。OS 本体以外に組み込んだ主な機能は以下になる。

- ・ DHCP サーバー
- ・ DNS サーバー
- ・ WINS サーバー
- ・ IIS 3.0
- ・ Active Server Pages
- ・ 各種 ODBC ドライバ

(4) 工業用のリアルタイムOSなどの部分的な使用の是非について調べたが、オーバースペックになると、LAN 導入時の作業量が増大する点で採用していない。

4 Access97 によるイントラネット

当初のネットワーク化では、データベース化の必要性と、ソフト操作統一性の悪さがより明確になった。このことから Access97 によるデータベース化と、Access97 の Web 変換機能を利用したイントラネット化に取り組んだ。このとき、データベースソフトと Web 開発ツールの選択肢は他にもあったが、同一のソフトでどちらの開発も行えることや、比較的容易に開発可能なことなどの理

由で Access97 を選択した。Access97 は本来データベースソフトであるが、開発したデータベースの内容を Web ページに変換し Internet Explorer などのブラウザソフトで利用可能にする機能を持つ。ブラウザソフトでファイルを利用するために、HTML 形式への変換機能をもつアプリケーションは多いが、Access97 は HTML 形式以外の変換機能を持つ。表 2 に Access97 が持つ各形式の特徴を示す。

HTML 形式への変換は、作成時の内容が固定される静的 (スタティック) なものであるが、ASP 形式と HTX/IDC 形式は、ブラウザソフトが表示をする時点の情報を、動的 (ダイナミック) に作成して表示する。この機能によりデータベースが Web 上で有効に利用できる。また、ASP 形式は表示以外に入力作業を可能にする。今回作成した入力フォーム例を図 2 に示す。データベースが Web 上で利用可能となることにより、コンピュータの操作をはば広く共通化できるほか、コストダウンや効率改善につながる。

表 2 Web ページ作成の各形式

	Webページの形式	データベースへの書き込み	表示速度	修正・カスタマイズにおける記述の難易度	データベース連携でのカスタマイズの柔軟性
HTML	静的 (スタティック)	不可	早い	他の言語と比べ単純	× 不可
HTX/IDC	動的 (ダイナミック)	不可 (ファイルの編集により可)	早い	SQLベースなので比較的単純	複雑な処理には向かない
ASP	動的 (ダイナミック)	可	遅い	× ロジックベースなので複雑	スクリプト言語や ActiveX が使用可能

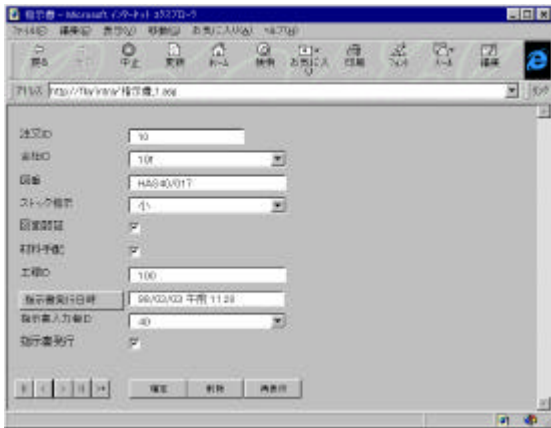


図2 ASP形式の表示例

5 Web ページ作成の検証

今回各種のデータのデータベース化とイントラネット導入によるユーザーインターフェースの統一を推進する生産管理システムを模擬的に行うシステムを作成し、このシステム上で動作するWebページを作成しイントラネットの実用度検証を行った。作成した生産管理システムのフローチャートと、イントラネット化した操作画面を図3に示す。基本的部分のみで構成され、例外処理や修正のためのメンテナンス等、実際の運用に必要な内容を完全に満たしていない。この生産管理システムの想定した運用内容は、K社の業務にもとづいている。この流れをフローチャートをもとに箇条書きで説明する。

- ・ 受注(工程への発注)
- ・ 新規受注の製品か受注済みの製品かを判断をする。

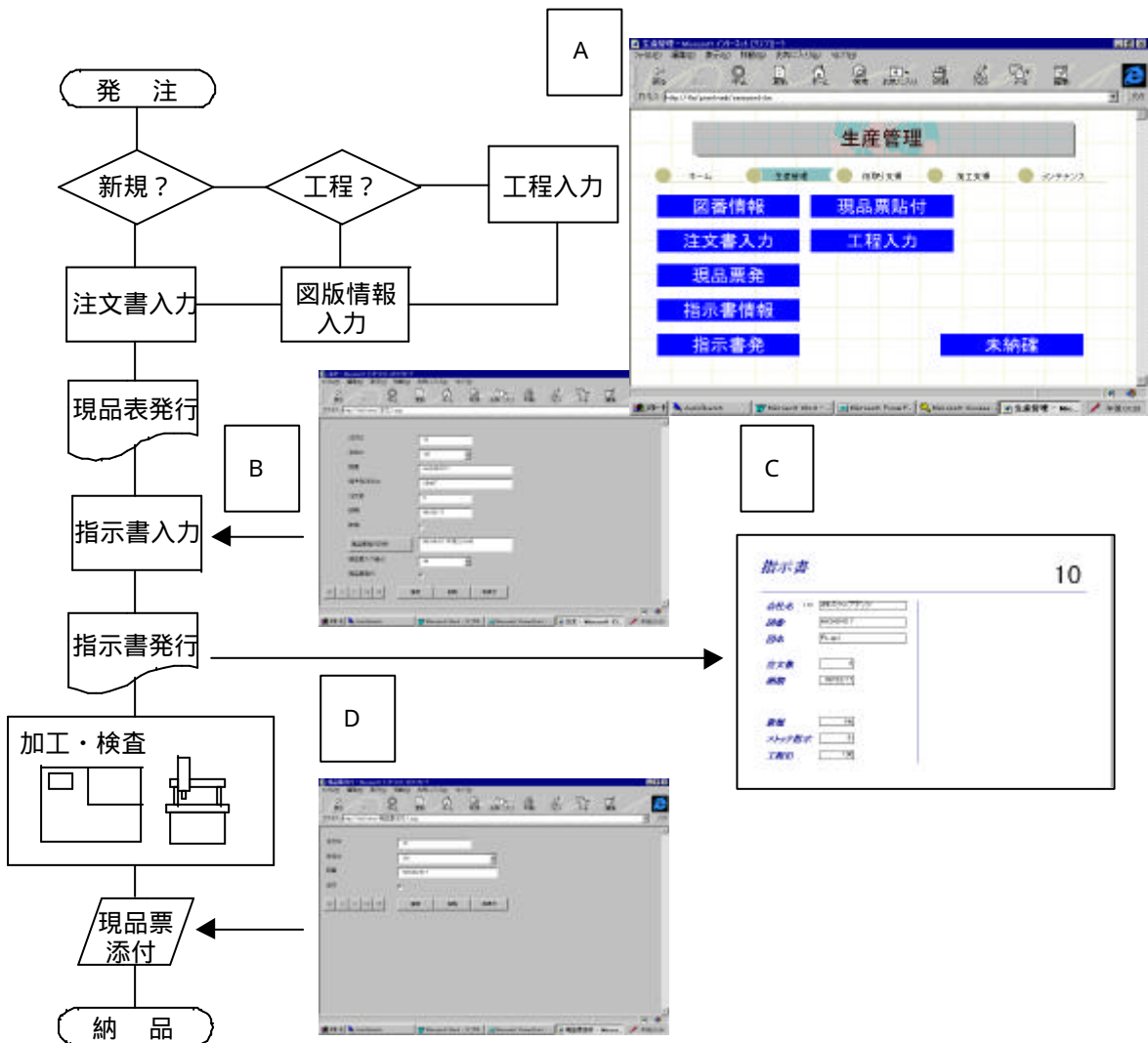


図3 生産管理システムの概要

イントラネットを用いた工場内LANの試行

注文ID	会社ID	図番	納期	現品票発行日時
12330	100031114	シフト付加工	011998-04-02 00000011998-03-01 22:23:30	
12330	MGO-044090-A	シフト	161998-04-20 00000011998-03-02 10:25:50	
14350	MH4-018380-C	シフト	111998-04-20 00000011998-03-02 10:31:24	
16350	SIC34666-2	シフト	101998-04-02 00000011998-03-02 10:35:41	
19350	SIC33281-1	子機加工	011998-04-02 00000011998-03-02 10:41:08	
18350	SIC-34559-0	加工	101998-04-02 00000011998-03-17 04:55:27	
10101	HAS40/017	PL	01998-02-11 00000011998-04-01 13:15:20	

図4 未納確認画面

- ・新規の場合、最初に工程の検討がなされる。工程は登録済み工程パターンから選択する方式となっており、新規に工程パターンが必要な時はデータベースに追加登録する。
- ・型番など必要事項を、図版情報としてデータベースに入力する。以降は新規・既存とも同様の作業となる。
- ・総務部門で注文書の入力をする。入力の時点で注文IDが付られる。以降のコンピュータの入力作業は、この注文IDをもとにおこなわれる。
- ・注文書が一定数になったら現品票を発行し、業務部門に渡す。
- ・業務部門、及び検査部門は現品票の製品に対し、規定のルーチンに従って材料手配や図面内容の確認などを行う。担当者は図3のBに見る指示書入力フォームで必要事項の入力をおこない、同時に現品票にルーチン終了のチェックを入れる。ルーチンがすべて終了した現品票は指示書発行待ちの箱にいれられる。
- ・一日に数回のサイクルでDの指示書の発行を行う。発行される指示書は、注文書入力画面と指示書入力画面で入力された項目をあわせた内容となっている。発行された指示書は製品の図面に添付され生産部門に回される。現品票はこの時点で、業務部門のホワイトボードに所定の方法で貼る。
- ・生産部門は指示書の内容に従い加工を行なう。加工終了後、指示書・図面・加工物を検査待ちテーブルを持って行く。
- ・検査部門は検査を行い、検査終了後、製品図面と指示書を回収して整理する。
- ・検査終了製品は、業務または検査部門で箱詰め、梱包等出荷に必要な作業をし、ホワイトボードの現品票を貼り納品待ちとなる。同時にCの現品票添付フォームでチェック入力をする。製品が納品不可能な注文は、

Web による表示

Access97 による表示

図5 Web による表示 Access97 による表示の比較

未納確認ボタンによりWeb ブラウザ上に図4のように表示される。

上記におけるコンピュータでの操作はすべて図3のAに示すイントラネットのWeb ブラウザから操作が行なえる。そのため、ネットワーク内のクライアントのコンピュータすべてから生産管理システムの作業が可能となっている。クライアントのコンピュータにAccessがインストールされていなくてもWeb ブラウザの操作に影響はない。また、コンピュータにAccessがインストールされている場合は、Web ブラウザとAccessのどちらの入力フォームからも操作が行える。図3のBとCのWeb ブラウザの入力フォームとAccessでの入力フォームとの比較を図5に示す。Web ブラウザの入力フォームはAccessの入力フォームを変換したものであり、似通った外観となっている。なお、入力がデータベースに対し同時に行うことが可能であるが、入力フォームなどによりデータベースのテーブルに書き込みが行われる場合、現在書き込みを

注文ID	会社ID	図番	相手先
10	101	HAS40/017	2E40T
11	140	499E007	83622
12	390	000131114F	L07311
13	390	MGO-044090-A	3090380
14	390	MH4-018380-C	3087511
15	360	JIG7701-1-3	268
16	350	SIC34666-2	4791
17	240	125B160040	37532
18	350	SIC-34559-0	4790
19	350	SIC33281-1	112498
21			

図6 レコードロック

表3 コントロールのASP変換

ASP形式に変換されるコントロール	ASP形式に変換されないコントロール
テキストボックス	長方形 (表題の付かないラベルコントロールで代用可)
リストボックス (一列表示のみ可能)	線 (表題の付かないラベルコントロールで代用可)
オプショングループ (グループフレームは付かない)	改ページ
オプションボタン	非連結オブジェクトフレーム
トグルボタン	連結オブジェクトフレーム
チェックボックス	タブコントロール
ActiveXコントロール (コントロール内部のコードは保存されない)	イメージコントロール
サブフォーム(データシート以外は不可)	ピクチャプロパティで背景を設定したフォーム
ハイパーリンクフィールド連結のテキストボックスコントロール (リンク先への移動は不可)	
ラベル	
コマンドボタン (ボタン内のコードは不可)	

行っているレコードとその前後のレコードは、他のコンピュータからの書き込みができなくなるレコードロックの保護対策を施している。図6にテーブルの例を示す。

(1) ASP形式の検証

今回のWebページ上の入力フォームはすべてASP形式で作成したが、操作時のレスポンスはHTX/IDC形式より劣る。特に、次レコードへの移動は遅れが目立つ。多量の入力作業をする場合はWebページよりも通常の入力フォームを利用したほうが良いと考えられる。また、Webページへの変換時、おおまかな外観は引き継がれるが、変更される点も多い。変更内容も実際に使用してみないと発見できない事項もある。表3に変換時の変更点の内

容を示す。さらに、再入力時の応答時間が長い点やエラー
トラップ機能が一部機能しない問題がある。

開発時の問題としてWeb変換後に変更点が多く、変更点をあらかじめ良く理解しておく必要がある。変換機能には制約も多いが、変換後のファイルをVB Script等で修正やカスタマイズすることが可能になる。

(2) HTX/IDC形式の検証

HTX/IDC形式として、検証として進捗確認、在庫確認、未納確認などを作成し、実用性を確認した。以下にその結果について記述する。

表示を要する時間や操作への応答については、Webページではない通常のデータベースの操作と遜色はない。ま

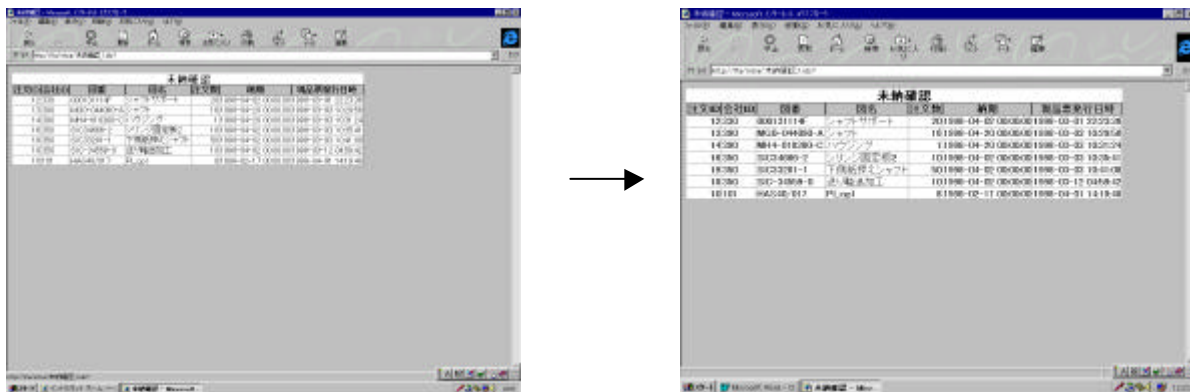


図7 Windows画面プロパティ変更によるフォント表示の改善

た、データベースの変更に伴うレコードの並び順やその他の変更も問題なく即座に反映する。

Web ページ変換した際、ほとんどの場合、表示の可読性が悪い。文字が小さく、表示のデザイン的な部分も読みにくさを助長している。根本的な解決としてはHTXファイルを書き換えることにより可能となるが、今回は応急的な処置として、Windows の画面プロパティのフォントを大きくすることで可読性を改善した。変更例を図7に示す。Web ページへの変換で、数値の小数点以下の表示が不自然になる場合がある。このような場合 IDC ファイルの中の SQL 文を変更することで修正ができる。

Web 変換後の問題として、数字の表示形式が不自然に変更されたり、表示の可読性が悪化するなどした。しかし、ファイルの SQL 文を変更することにより改善できる場合が多かった。

Access97 による HTX/IDC 形式では、Web ページ側からの書き込みはサポートされない。しかし、標準の変換作業後に、HTX ファイルや IDC ファイルの内容をカスタマイズすることで表示修正のみならず、Web ページからの書き込み作業なども可能となる。HTX の記述内容は、データベース用のタグが拡張された HTML 文であり表示形式を決める。IDC ファイルの内容は標準的言語である SQL 文が中心であり、原則として SQL 文の機能である追加・更新・削除も可能である。書き込みが行なえる Web ページの開発を、ASP 形式のそれと比較すると、制御構造が貧弱であり、開発環境も二つになってしまうなどの欠点がある。

6 結 言

中小企業がイントラネットによる LAN の構築を安価に行えることを検証した。ブラウザによるデータベース操作が実用可能であることが確認できた。ブラウザによる操作の統一も推進された。

K 社の改善例でみると Access97 をインストールしていないコンピュータからもデータベースが利用可能になった点で次の具体的効果があった。

- ・ハードディスクの資源削減
- ・Access97 のクライアントへのインストールなどの管理作業の削減
- ・操作手順の単純化

ブラウザによるデータベース利用は利点も多いが、注意点・問題点もあり、特に、動的形式において多くあった。

Access97 の Web 変換機能の HTX/IDC 形式は、ブラウザの表示のレスポンスは良好であり、動作の安定性に関しても問題点はなく、実用性は高いといえるが、複雑な Web ページの開発には向いていない。

今回のデータベース化作業は三次元測定機のデータのみにとどまった。しかし今後は、オープンNC並びにCADのデータベース化を検討する予定である。

なお、本研究は平成9年度技術パイオニア養成事業ORT事業で実施した内容である。

文 献

- 1) Microsoft Co.: Microsoft WindowsNT4.0 Serverリソースキット、アスキー出版局
- 2) 藤木、多岐沢、桂: WindowsNT4.0インターネットサーバー構築術、オーム社
- 3) M. Minasi/C. Anderson/E. Creegan: WindowsNT Server4.0パーフェクトガイド、翔泳社
- 4) 小倉: WindowsNT4.0ネットワーク構築入門、ディー・アート
- 5) 佐藤: Access97 Webサイトデータベース、オーム社
- 6) 若槻、石行、斎藤: 品質管理システムのWindows環境への移行、岩手県工業技術センター研究報告、3、1996
- 7) 若槻、藤原ほか: クライアントサーバーシステムによるLANの構築、岩手県技術パイオニア養成事業ORT研修事業成果集、1997
- 8) 若槻、渡辺ほか: ピア・ツー・ピア型LANの導入と生産管理システムの構築、岩手県技術パイオニア養成事業ORT研修事業成果集、1997

イントラネットを活用した設備画像の遠隔監視に関する研究*

小林 幹夫**、下川原 真里**
長谷川 辰雄***、藤澤 充***

ビデオ信号を高速にデジタル画像圧縮するハードウェア基盤とLANを用いた画像伝送プログラムを開発し、遠隔画像監視システムを構築した。画像圧縮基盤はJPEG形式へ変換を行い、そのデータを通信するためのRS232C通信とLAN通信の2機能から構成される。開発したシステムにより、動力盤や計測器の操作パネル面の画像をWWWブラウザ内で表示可能となり、イントラネットからの遠隔監視の見通しが確認できた。

キーワード：イントラネット、電気設備、遠隔監視

A Development of Remote Monitoring system for Electric equipments using Intranet

KOBAYASHI Mikio**, SHIMOKAWARA Mari**,
HASEGAWA Tatsuo***, Fujisawa Mitsuru***

We have developed a remote monitoring system using Intranet technology and compressing JPEG board. The Internet technologies are Client Pull, TCP/IP Socket programming on Visual Basic. The function of JPEG board consists of RS232C and LAN data transmitting modules. This trial system perspectives remote monitoring of operation panel of electric equipments.

Keywords: Intranet, Electric equipments, Remote monitoring

1. はじめに

インターネットが世界的な広がりを見せるなか、企業の情報システムなどのOA領域では、イントラネットを構築するのがトレンドとなっており、ユーザーや関連会社との情報交換などもWWW(World Wide Web)を使って行う大規模なイントラネットも登場している。こうしたOA領域でのネットワークの浸透に伴い、BA(Building Automation)領域の電力管理製品群も質的変換を迫られており、大きな転換期にあると言える。平成7年度は、「LANを用いた計測データの収集と視覚化」¹⁾というテーマにおいて、遠隔地からの計測データをイーサネットLANの利用により収集し、データベース管理するシステムを構築した。この方法により、システム開発期間の短縮、ユーザーへの快適

な操作環境の提供およびメンテナンスの容易性を確認した。

本研究では、ますますニーズの深まる「ネ・オ・ダ・マ」(ネットワーク技術、オープン、ダウンサイジング、マルチメディア)技術に応えるため、前回の実験で得られた結果と、著者らのもつJPEG画像圧縮/伸長技術を活かし、イントラネットでの設備画像監視を容易に実現するシステムを構築したので、以下に報告する。

2. システムのねらい

大崎電気工業のBA関連製品は、主に電力管理向け製品を用意しており、デマンド制御装置・データロガー装置という単体製品から、中央監視システムまであ

*平成9年度技術パイオニア事業

**大崎電気工業(株)

***岩手県工業技術センター

る。これらの製品は、ビル・工場・病院などの受変電設備の制御機器(遮断器・コンデンサなど)監視、計測データ(電圧・電流・電力量など)管理を、管理者が設備設置場所に出かけて手作業で行うことなく、管理室で集中管理することを目的とした製品である。

本研究では、メンテナンスの容易性、他メディアとのデータ接続性など製品に対し強く要望される中央監視システム機能を構築することを目的とし、その一部分の実験を行った。即ち、一般に中央監視システムは、作画ツールなどを利用して設備の描画を行い、計測データを数値で表現し、ユーザーに現在の設備状況を確認させるのであるが、今回はそのような表現に加えて、現場での直接確認が必要な設備(計測メータや各種動力など)を対象に、ビデオカメラと画像圧縮装置を設置し、コンピュータ・ネットワークを使ってホストパソコン上で一元管理可能なシステムを想定し、検討を行った。コンピュータ・ネットワークの仕組みには、OAはもとよりFAネットワークでもデファクトスタンダードと認識されつつあるTCP/IPプロトコル、およびWebブラウザを利用し、イントラネットを最大限に活用するシステムである。

3. 実験方法

3-1 LANを用いた画像データ伝送

今回のシステムは、構内に敷設されている中央監視システムの制御用イーサネットLAN上に、ユーザーが普段目視で確認している箇所の映像データを伝送し、ホストパソコン側の通信プログラムにより収集・表示を行う機能を想定している。試作した実験システムは、大崎電気工業(株)の岩手事業所内に敷設された事務用イーサネットLANを利用して構築し、また監視する画像は、ビデオカメラを実験室内に設置し、室内全体や計測器の指示計の画像をそのサンプルとして取り込んだ。実験を行ったシステムの構成を図1に示す。

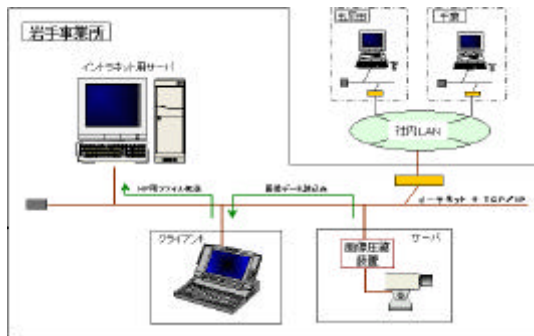


図1 システム構成

サーバ: JPEG画像圧縮装置

画像データの取り込みは、ビデオカメラ(三菱製: CIT-804)と、JPEG画像圧縮装置(図2)によって行う。この装置は、JPEG形式データをRS-232C出力する画像圧縮基板と、LAN伝送モジュールにより構成される。入力仕様がNTSC入力となっているため、市販されているほとんどのビデオカメラが接続可能である。また出力仕様に関しては、イーサネットLANとRS-232Cのどちらかの接続を選択できるので、取り込み機器とのインターフェースが容易である。今回は実験では、10Base-TによるイーサネットLAN接続で行った。

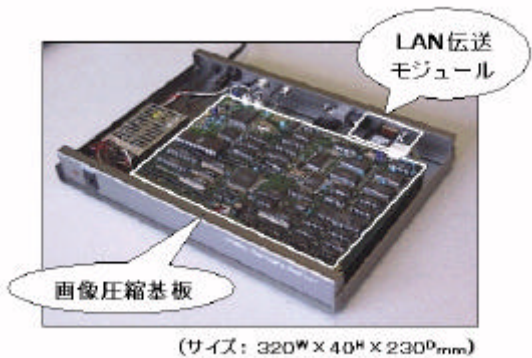


図2 JPEG画像圧縮装置外觀

クライアント: アプリケーションソフトウェア

JPEG画像圧縮装置に記憶されている画像データは、パソコン側のアプリケーションソフトウェア(図3)によって取り込み、ユーザーに対して現場のリアルタイム画像を320x240ドット表示で提供する。ネットワーク・プロトコルにはTCP/IPを採用する。このプロトコルを利用したデータ収集は、前回の実験では、C言語によるプログラム作成でAPI(Application Protocol Interface)を利用して行ったが、今回はプログラムの加工の容易性などの点を考慮して、VB(Visual Basic 5.0)によりプログラム作成^{2,3)}を行った。また、ネットワーク通信処理部のコーディングについては、クライアント側からの画像データの要求コマンドと、それに返答するサーバ側からのデータを取り込むだけの処理なので、従来の面倒なAPI利用のコーディング方法ではなく、現在VBやVBA(Visual Basic for Application Edition)アプリケーションにも標準添付され、容易にネットワーク通信が実現できるWinSockコントロール(MSWINSOCK.OCX)を使った方法で行った。



図3 画像取り込みソフトウェア画面

3-2 設備画像の遠隔監視

遠隔地からの画像の監視については、イントラネットを最大限に活用するという観点から、現場の映像はパソコンとWebブラウザを利用することにした。パソコンを活用することにより、特別に監視用ハードウェアを用意する必要はなく、また使用するパソコンに対しても、特別にソフトウェアをインストールする必要もない。これによって、どこからでも接続台数の心配をすることなく、遠隔地の設備監視が行える。現在弊社では、事業所毎にイントラネット用サーバを設け、職場のホームページを開設し、各事業所内の事務作業の効率化、または他事業所への情報の開示を行っている。今回はホームページのコンテンツの1つとして、職場のライブ映像のページを作成し、他事業所から現在の岩手の風景を見ることができるようにした。接続方法は、専用回線による常時接続、ダイヤルアップ接

続の両方で行った。実験で作成したWebページを図4に示す。

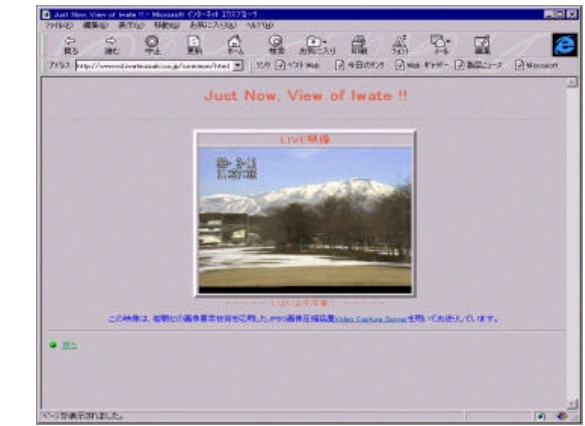


図4 イン트라ネットWebページ

4. 実験結果

4-1 LANを用いた画像データ伝送

今回の研究では、パソコン側アプリケーションソフトウェアによる画像圧縮装置からのデータ収集は、圧縮率を5段階に区切って評価した。作成した画像圧縮基板は最小(約1/15)から最大(約1/40)の範囲で圧縮率を調整可能であるが、対象物として、動力盤や計測器の操作パネル面を撮影してみると、実際の使用に耐えられる画質は、最小から大(約1/30)までの範囲と評価できる。計測器の操作パネル面を評価してみた画像が図5である。圧縮率最小(図5-a)と大(図5-b)の比較であるが、画質がほとんど変わらないのが分かる。



5-a 圧縮率最小(約1/15)の場合



5-b 圧縮率大(約1/30)の場合

図5 伝送画像比較

また、1枚の画面読み込みに掛かる時間については、圧縮率大の場合、最小の場合に比べてほぼ半分の容量での伝送となるので、時間もそれに比例し、画面更新に掛かる時間が平均6秒のオーダーが、平均3秒で更新することが可能である。このことから、画像圧縮率は大と設定して稼働するのが、画質、画面更新時間の点で効率的であると言える。

4-2 設備画像の遠隔監視

遠隔地からの設備画像の監視は、実験方法で述べたとおり、職場のライブ映像のWebページを作成することにより確認した。ページの作成はテキストエディタを使用し、HTML(Hypertext Markup Language)文書の書式に従って行った。画面更新はHTMLのクライアントプルという機能を用い、5~30秒の範囲で実験してみた。使用したクライアントプル機能は、更新したいJPEG画像ファイルのみでなく、その他の書式タグや参照グラフィックスを含め、ページ内全体の情報を更新させる機能を持つ。そのため画面が更新されるタイミングで、処理速度の速くないパソコンや、使用するWebブラウザのバージョンによっては、画面表示が見難くなるケースもあった。また、外部からモデムを使ってダイヤルアップ接続による監視も行って見たが、この場合は、その影響がますます大きく感じられた。しかし、今回の研究は、容易に監視できるシステム構築を目的とした内容であり、また監視対象についても、頻繁にデータ更新を必要とする設備や場所ではなく、30秒~1分程度の更新時間設定で、十分満足できるスペックであると考えられる。

5. おわりに

今回の研究では、平成7年度の実験結果と、今までの弊社のJPEG画像圧縮/伸長技術を応用し、イーサネットLANを利用した画像データの伝送、Webブラウザによる遠隔地からの設備の監視を行えるシステムを構築した。今回のシステムでは、320x240ドット表示の設備画像を平均3秒の更新時間で提供できるもので、簡易的な画像伝送システムとしては満足の行くスペックであった。またこのシステムは、固定位置での画像データを1カ所のみ収集するものであったが、実際に中央監視システムとしての運用面を考えると、画像圧縮装置を数カ所へ設置して多地点の監視や、ホストパソコン側からの操作により、カメラの方向やチャンネルの切り替える能力を備えることが必要と考えられる。今後は本研究をベースにこれらの課題をクリアして、弊社のBAシステム製品群に組み込める実用的なモジュールとして、操作性の良いコストパフォーマンスの優れたシステムを実現したい。

参考文献

- 1) 藤澤充、長谷川辰雄、坂内忠範、下川原真里：岩手工技セ研報、1996, PP.11-14
- 2) Microsoft Corporation：「Microsoft Office97 / Visual Basic プログラマーズガイド」、アスキー出版局、1997
- 3) 長谷川勝規、福岡寿和：「Visual Basic Magazine 1998 Feb.」、(株)翔泳社、1998

軟質木材の利用活用

浪崎 安治*、高橋 民雄*、穴沢 靖**
有賀 康弘*、町田 俊一*、小林正信*

アカマツ材やスギ材等の軟質木材における新しい利用展開を図るため、塗装本来の目的である木材の保護機能と、さらに素材感の生かされた面材料としての機能を付与することを目的として、新しい塗装システムについて検討を行ってきた。その結果、軟質木材専用の塗装システムを開発した。そして、軟質木材の新用途についての設計試作に、この塗装システムを活用して行った。

キーワード：軟質木材、塗装システム、設計試作

The Efficient Utilization of Softwood

NAMIZAKI Yasuji, TAKAHASHI Tamio, ANAZAWA Yasushi
ARUGA Yasuhiro, MACHIDA Toshikazu and KOBAYASHI Masanobu

As part of our research into new efficient utilizations for the softwood such as Japanese Red Pine and Japanese Cryptomeria, we examined coating system in order to develop a coating which retains its original texture, both protecting surface wood, while bringing out the natural beauty of the fundamental softwood. We have developed the new coating system for Softwood. The new sample design for softwood was carried out with new coating system.

key words : Softwood, Coating system, Sample Design

1 研究の背景

我が国の森林資源（軟質木材）の礎は、主に第二次世界大戦後の復旧造林と昭和30年代の拡大造林によって築かれ、現在伐採期を迎えている。軟質木材、例えばスギ材等の人工林は、主に住宅の軸用材料として在来軸組工法に用いられる柱材等の供給を念頭に造林が行われてきた。一方、近年、種々の建築工法の出現および合理化の進展に伴い軟質木材の利用活用として、多様な住宅部材への需要開拓や新しい用途開発を目指す必要が生じてきている。このようなニーズに対応して軟質木材の生産、加工、流通体制の整備や技術開発、実用化を図ることが早急に求められている。

現在、岩手県は木材の素材生産量が全国第2位の森林県となっているが、アカマツ材に関しては、供給の中断性、外材との競合により需要が低迷しており、また、スギ材は優良間伐材の伐採期を迎えているが、前述のよう

な理由から多量の需要は見込めなく、その利用用途は建築構造材以外の多様な住宅部材の需要開拓や新しい用途開発をめざした量から質への転換を迫られている。このような要求に対して、軟質木材の生産、加工、流通体制の整備や技術開発・実用化を推進することが必要となってきた。

岩手県工業試験場（現岩手県工業技術センター）ではヨーロッパで、軟質木材の高度利用技術に関する研究を提案(H5)したところ、同じような問題を抱えているリマリック大学（アイルランド共和国）から協力の申し出があり、国際技術創造研究推進事業(H7~H9)の分担テーマとして本研究に取り組んだ。

2 研究の概要

軟質木材、特にアカマツ材やスギ材は早材部と晩材部との差（色・硬さ）が明瞭で、色合いが明るく、かつ視

* 木工特産部

** 化学部

感的に柔らかさを感じさせることが特徴的な材質であり、無機質素材にはない「ぬくもり」や「やさしさ」があり、このような特徴が生かされればいろいろな用途展開が考えられ、需要の拡大につながると考えられる。

そこで、本研究では平成7年度から3カ年間、軟質木材に塗装本来の目的である木材の保護機能と、さらに素材感の生かされた面材料としての機能を付与する塗装システムを開発し、その塗装システムを活用して県内企業の軟質木材への積極的取組を図ることを目的に各種応用化指導及び技術指導を行った。

3 研究の経緯

3-1 平成7年度

軟質木材に関して従来の躯体保護の観点から脱し、材感を表わすコーティング皮膜が重要な要素と考えて、以下のことを行った。

ウレタン樹脂、アクリル樹脂等をバインダーとして、コラーゲンパウダー(繊維状蛋白質)真球状アクリル樹脂ビーズ等を分散させたクリア塗料の作成を行って、汎用木工クリア塗料との軟質木材への塗装処理表面における光反射特性、熱特性、耐傷性について検討を行った。

この結果、塗料用樹脂に真球樹脂ビーズを分散させた表面処理剤を軟質木材に塗布することにより、従来の塗装仕上げに比べ、木材の持つ自然の風合いを保持し、さらに、素材表面の保護機能を向上させる可能性が高いことが確認された。⁽¹⁾

3-2 平成8年度

前年度の成果を実用化するために、斎藤(株)と軟質木材向けの新しい塗料組成物について検討を行った。

この成果は特許として、斎藤(株)と岩手県の共同出願を9月27日に行い(「軟質木材用塗料組成物」特願平8-1256152)この塗料を木肌塗料と名付けた。

この塗料に、さらに表面硬度の機能を付与することを目的として、素材の下地処理について、コーティング表面の硬さについての検討を行った。

この結果、アカマツ材及びスギ材にトリレンジイソシアネート樹脂とポリブタジエン変性ポリイソシアネート樹脂を重量比で2:1に混合した下地処理(素材表面の堅さを補強する下塗り塗装処理)を行った場合と下地無処理と比較した結果、両試験材とも下地処理を施した材が約2倍の表面硬度(ピッカース硬度)を示した。

この下地処理と特許出願した塗料を併せた塗装システムは、従来の塗装システムよりも軟質木材等の素材表面において、木の肌合いを保持しつつ、表面硬度の向上が図れる可能性があることが確認された。

3-3 平成9年度

前年度までに開発した木肌塗料(ICS)の塗装システムを活用して、県内企業の軟質木材への積極的取組を図ることを目的に各種応用化についての提案、及びその技術指導を行った。また、これらの成果を一堂に会した試作品の展示会を開催し、軟質木材利用活用の普及に努めた。

(ICS: Improvement of Coating for Softwood)

4 木肌塗装システム

本研究で開発した木肌塗装システムの一例を表1に示す。

表1 木肌塗料による塗装方法の一例

No	工程	使用材料	重量比	方法	塗布量	乾燥条件
1	素地調整	#240研磨紙		空研ぎ		
2	木堅め	ICS木堅め剤 ICSシンナー	100 100	スプレー	100~ 120g/m ²	オーバーナイト
3	研 磨	#320研磨紙		空研ぎ		
4	中塗り	ICSサンディング シーラーA液 ICSサンディング シーラーB液 ICSシンナー	100 25 50	スプレー	120~ 140g/m ²	オーバーナイト
5	研 磨	#400研磨紙		空研ぎ		
6	上塗り	ICS艶消クリヤー A液 ICS艶消しクリヤーB液 ICSシンナー	100 25 50	スプレー	130~ 150g/m ²	オーバーナイト

(No6の濾過は金網#120を使用)

5 下地処理法の応用活用の提案

5-1 実験の概要

近年、県内漆器製造業界は、人手不足、コスト上昇、納期の迅速化などメーカーのもの作りをとりまく環境は一段と厳しくなっており、より一層の安定品質維持の技術改善の推進及び生産コストの低減が必要不可欠となっている。本県では、漆器の木地は横木取り法で製造されており、木地に使用している硬質木材（広葉樹材）は、細胞構成が軟質木材に比べ複雑で狂いの発生による品質低下を招くことがある。しかし、軟質木材（針葉樹材）は細胞構成が単純で狂いも少ないが、表面硬さの面からほとんど使用されていない。

そこで、前年度検討を行った軟質木材の下地処理法による材表面の補強効果の成果を踏まえて漆器への応用活用について、漆との密着性の面から基本的検討を行った。

5-2 供試材料及び実験方法

供試材料としては、下地処理法で検討を行った軟質木材と同様のアカマツ材及びスギ材の2種類を選定した。試験片としては、アカマツ素材及びスギ素材に生漆で木固めしたものにクロメ漆を3回塗布したものと、トリレンジイソシアネート樹脂とポリブタジエン変性ポリイソシアネート樹脂を重量比で2：1に混合した下地処理剤を同様にアカマツ素材及びスギ素材に塗布し、その後クロメ漆を3回塗布したものの漆膜との常態時における密着性について検討を行った。

試験方法は、塗膜面にエポキシ樹脂接着剤で接着したアルミ製治具を引張る平面引張り法で適応した。

(図1)

また、新しい下地処理法を施した場合には、漆が木地への吸収がなくなることから、漆独自の色彩を活用した拭き漆法等での活用においては従来品とは色調が異なることが予想される。そこで、下地処理法の応用活用として、木地にスギ材を、上塗りに漆を使用した木地呂塗り製品（本棚）を試作し提案した。

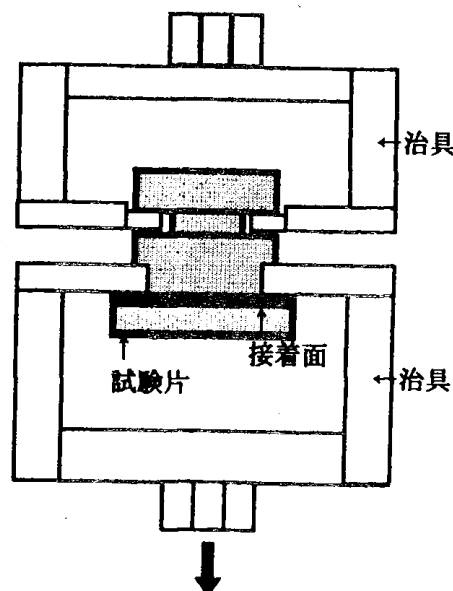


図1 平面引張試験方法

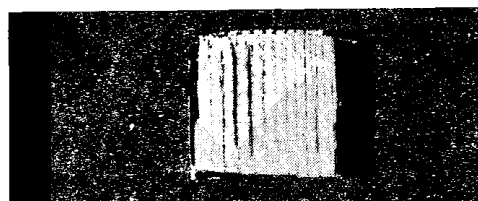


写真1 木部破断率100%

5-3 実験結果及び考察

試験結果を表2、表3に示す。スギ材、アカマツ材とも今回開発した下地処理法と従来の下地処理法では、スギ材については、平面引張り強度は極端な相違は見られず、双方とも破断面の状態は木部破断を示した。また、アカマツ材の平面引張り強度に関してはスギ材と同様に極端な相違は見られなかったが、破断面の状態がスギ材とは異なり木部破断、接着層破断、漆膜破断の状態が入り混じる状態を示した。

以上のことから、新しく開発した軟質木材用下地処理法は、漆との密着性に問題がないことがわかった。このことは、従来の漆を使用した下地処理の作業に比較して作業時間が短縮できる可能性があり、とくに、家具等の塗装面積が広い製品に活用した場合には作業効率が大きく向上する効果が期待できる。

表2 平面引張試験結果

スギ	強度(Kgf/cm ²)	評価(木破率%)
下地処理無	12	木破95
下地処理有	15、2	木破98

表3 平面引張試験結果

アカマツ	強度(Kgf/cm ²)	評価(木破率%)
下地処理無	15、2	接破・漆破50
下地処理有	13、6	木破75

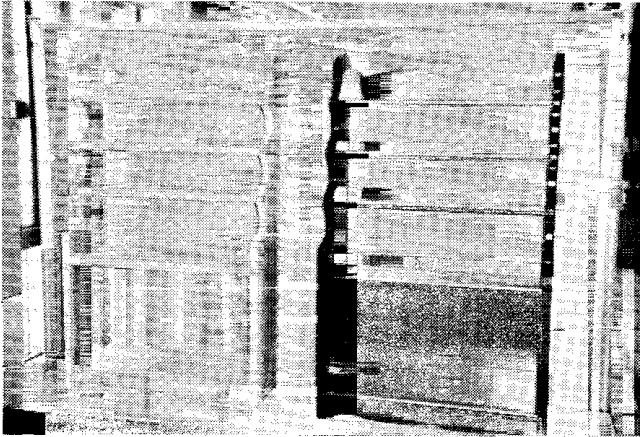


写真2 本棚(木地:スギ材)
木肌塗装仕上げと漆仕上げ

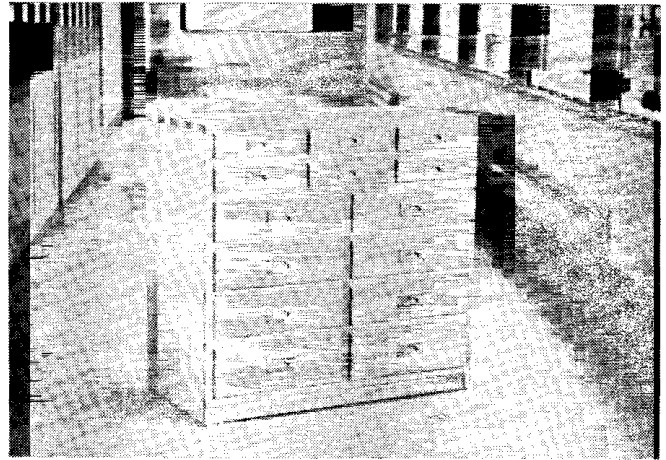


写真3 収納家具(委託試作)
材料:アカマツ. 仕上げ:木肌塗装

6 成果活用の応用例の提案

国際技術創造研究推進事業で開発した軟質木材(針葉樹等)向け塗料および塗装システムは、全く塗装したように見えない「木肌の質感を損なわない透明塗装」を実現しつつ、表面硬度を向上させる機能をあわせ持っている。このような特徴によって軟質木材の用途拡大を図ることができるほか、従来の艶消し塗装で仕上げられた木製品はもとより、住宅内装など白木仕上げを重視して無塗装とされてきた建材分野や什器、小木工品などにも木肌塗料は幅広く利用でき、製品の差別化や品質の向上が期待できる。

軟質木材の家具への応用例として統一イメージを持つ収納家具とダイニングテーブル、イスのセットなどの提案とともに、試作を委託した。その一部を写真3から写真8に示す。そのほか県内企業への指導による応用例の一部を写真9から写真11に紹介する。

6-1 収納家具の設計・デザインのポイント

伝統的工芸品に指定されている岩谷堂箆笥の6種類の基準形式をもとに、形状イメージと機能を設定した。材料はアカマツを使用し木肌塗料仕上げとした。これらによるシンプルな質感を十分に生かすことを念頭に、岩谷堂箆笥のイメージを象徴する仕口、単純化した金具を選定して外観の特徴的な要素とした。現代の住空間を考慮して基本寸法を統一し、単品ずつの買い増しにも対応できるようにしている。複数並べた場合にも抽斗前板の位置に統一感を持たせており自由な配置が可能である。収納家具にあわせて、ダイニングテーブル、イスを設計した。

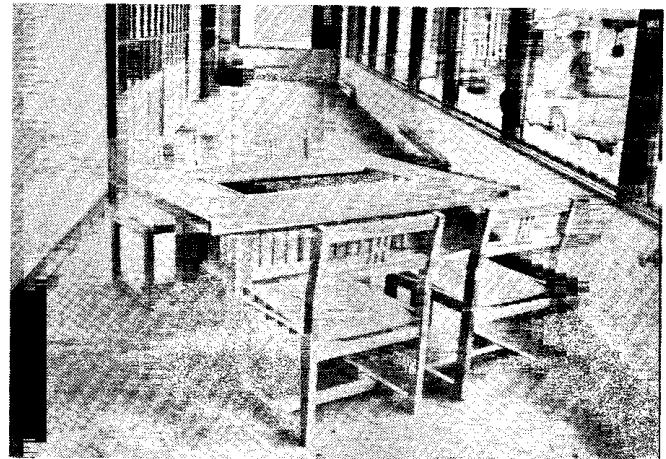


写真4 ダイニングテーブル、イス(委託試作)
材料:アカマツ. 仕上げ:木肌塗装

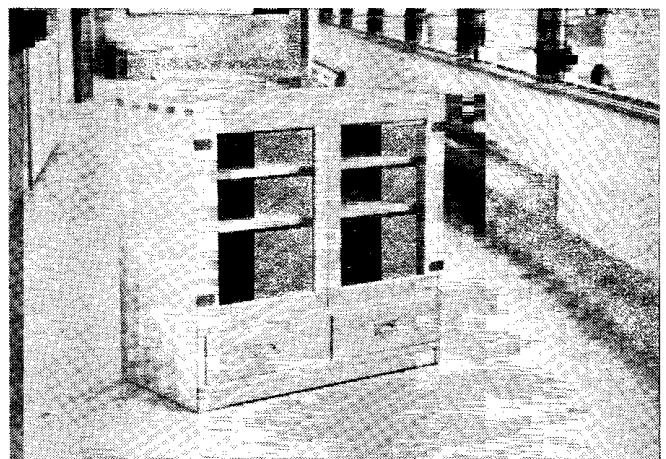


写真5 収納家具(委託試作)
材料:アカマツ. 仕上げ:木肌塗装

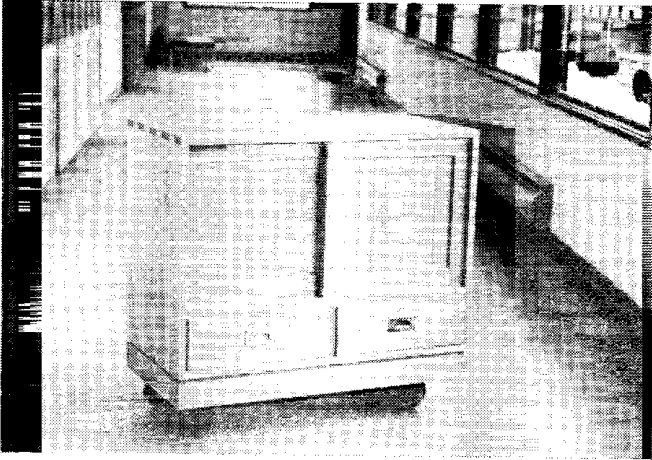


写真6 収納家具（委託試作）
材料：アカマツ. 仕上げ：木肌塗装

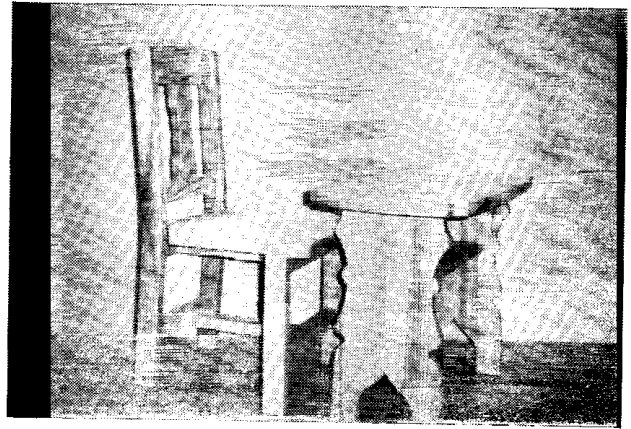


写真9 イスと小テーブル（指導試作）
材料：アカマツ. 仕上げ：木肌塗装



写真7 アームチェア（委託試作）
材料：ヒバ. 仕上げ：木肌塗装

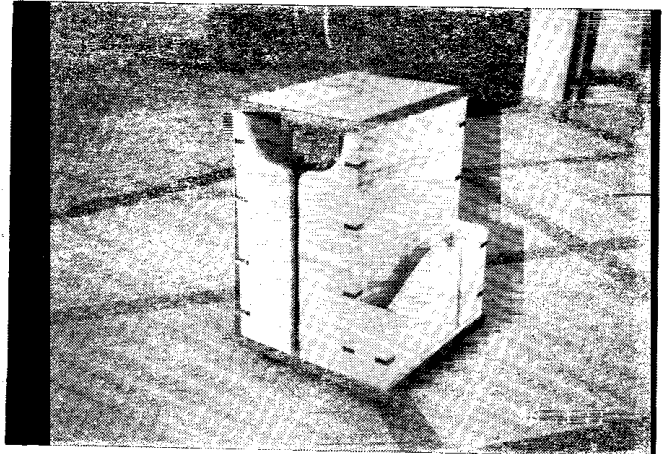


写真10 収納ボックス（指導試作）
材料：アカマツとエンジュ. 仕上げ：木肌塗装

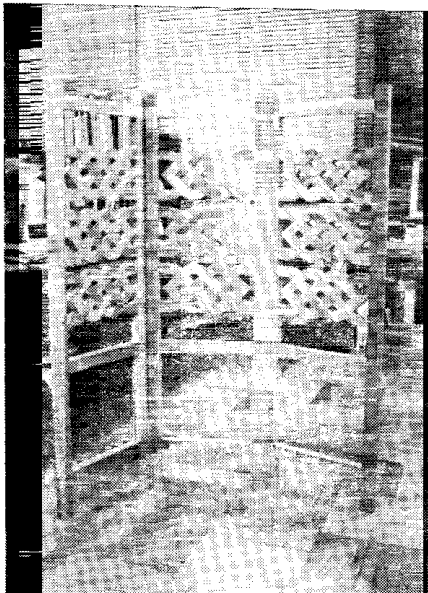


写真8 パーテーション（委託試作）
材料：スギ. 仕上げ：木肌塗装

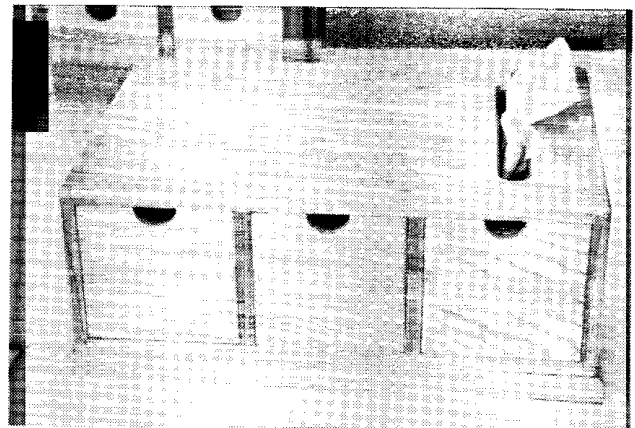


写真11 小箱（指導試作）
材料：アカマツとウルシ. 仕上げ：木肌塗装

7 普及展示及び商品化

木肌塗装システムを活用した軟質木材の利用活用した試作品の展示会開催及び各種展示会等への出品等を次のように行い成果の公開と普及に努めた。その結果、企業による軟質木材活用の商品化の取り組みが始まった。

- (1)平成9年8月 ナイスフェア97 (東京都)
木肌塗料仕上げ羽目板2種類とパネル
- (2)平成9年11月 第5回岩谷堂箆笥創作展(江刺市)
木肌塗料仕上げ試作品4点とパネル
- (3)平成10年1月 国際技術創造研究事業成果展示会
木肌塗料仕上げ試作品30点とパネ(工技センター)
- (4)平成10年2月 日本のベストデザイン展(名古屋市)
木肌塗料仕上げ総引き箆笥とパネル
- (5)平成10年2月 WTCエキシビジョン(アイルランド)
木肌塗料仕上げ試作品2点とポスター

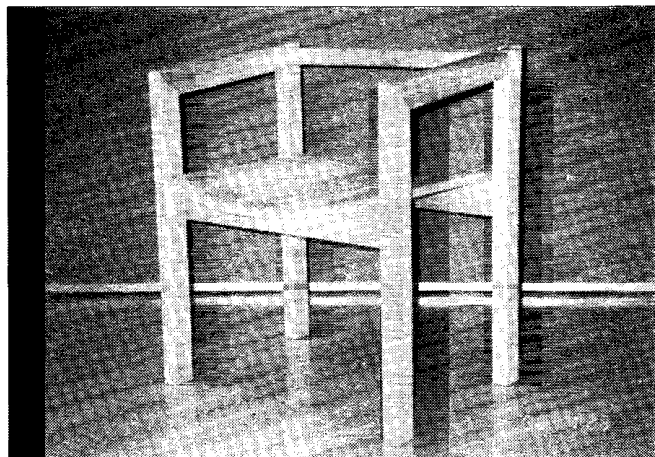


写真14 アームチェア(ヒバ材)
製作: おりつめ木工

8 結 言

軟質木材、特に小中径木の活用について、建築用材から他用途への転換による高付加価値化を目標に、軟質木材の風合いを保つ塗装システムの開発とともに取り組んできた。

その結果、塗装してないような外観を保ちながら躯体保護がしっかりしている木肌塗装システムが開発された。その応用例として、収納家具、脚物家具の提案を行い、企業への委託、技術指導等による試作品の展示会を行い、多数の見学者を得たことで木肌塗装システムへの関心の高さがうかがえた。また、来県中のデンマークの家具会社社長に、中華人民共和国蘇州市で開催された塗装技術フォーラムで、リマリック大学WTCエキシビジョンでそれぞれ木肌塗装システムを紹介する機会を得て、サンプルを要求されるほど高い関心を持たれた。

現在、県内企業において、木肌塗装を活用した軟質木材の箱物家具、脚物家具及び内装材等への取り組み始められるようになったものの、内外の評価からみて、より一層の軟質木材の利用活用を推進していく必要がある。

文 献

- 1) Anazawa, Namizaki, Takahashi, Aruga: Improvement of Coating for Softwood, Transactions of MRS-J, 1996, vol. 20 P76-79
- 2) Anazawa, Namizaki, Takahashi: Improvement in the Softwood Coating, Proceedings of 2nd Pacific Coating Forum, 1997, P354-357
- 3) Anazawa, Namizaki, Takahashi, Aruga: Improved Coating for Softwood, IUMRS ICA-97 Symposium T, 1997, P106-107



写真12 WTCエキシビジョン
リマリック大学(アイルランド共和国)

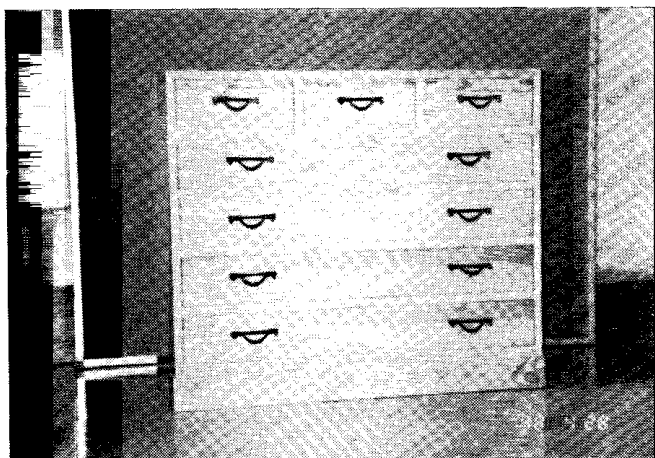


写真13 総引箆笥(アカマツ材)
製作: (有) 藤里木工所

鋳造用アルミニウム合金における溶湯評価基準の作成

池 浩之^{*}、勝負澤善行^{*}、茨島 明^{*}、
高川 貫仁^{*}、本山 勝見^{*}、田中 悟^{**}

Making a Standard for Estimating Molten Aluminum Alloy for Casting

IKE Hiroyuki, SHOUBUZAWA Yoshiyuki, BARAJIMA Akira,
TAKAGAWA Takahito, MOTOYAMA Katsumi and TANAKA Satoru

1 緒 言

健全なアルミニウム合金鋳物を製造するには、溶湯中に含まれる酸化物、金属間化合物などの介在物と水素ガスなどを除去するための溶湯処理が必要である。その方法としては、介在物との濡れ性の良いフラックスを溶湯中に添加し浮上分離する方法、アルゴン、窒素ガスなどの不活性ガスや塩素ガスを溶湯中に吹き込むことによって介在物と水素ガスを同時に除去する方法などがある。この溶湯処理の鋳造現場における条件出しは、既報¹⁾で行った。この中で、溶湯処理後の溶湯から4号引張試験片を作製し、合金組織や破面観察、引張強さ、伸びおよび硬さなどを測定し評価した。しかし、鋳造現場では溶湯の評価は迅速に、かつ出来る限り正確に行う必要があり、前述の方法では時間がかかるため現場向きでない。一方、最近では研究室向けから炉前用まで多くの溶湯評価装置が市販されている²⁾。そこで、本研究では炉前における介在物量の判定法として広く用いられているKモード²⁾と、炉前の水素ガス量判定用装置として普及して

いる市販の減圧凝固装置の二つを用いて、各溶湯処理における介在物量および水素ガス量の変化などを詳しく調べた。さらに、これら評価装置による健全な鋳物を得るための判定基準を作製した。

2 実験方法

介在物量測定用Kモードは、図1に示す寸法形状で鋳鉄により作製した。介在物量の評価方法は、溶湯をKモードに注湯し、得られた板状の試験片をハンマーで破壊し、破断面を肉眼で観察して介在物数を数え評価した。その評価基準²⁾を表1に示す。図2に減圧凝固装置の外観図を示す。本装置は耐熱ガラス容器内のるつぼに溶湯を採取し、減圧下で凝固させ、試験片外観および試

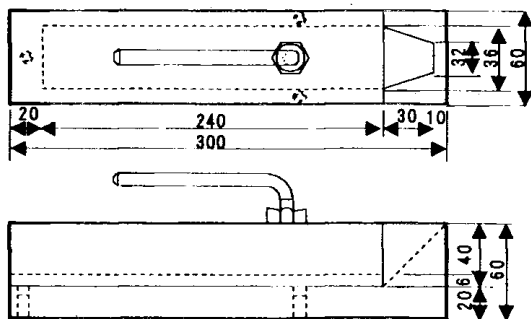


図1 Kモードの寸法

表1 Kモードによる介在物量の判定

ランク	K値	清浄度の判定	鋳造可否の判定
A	<0.1	清浄な溶湯	良い
B	0.1~0.5	ほぼ //	良だが処理した方がよい
C	0.5~1.0	やや汚れている溶湯	処理の必要あり
D	1.0~10	汚れている溶湯	//
E	>10	著しく //	//

*K値とは、全介在物数を破断面数で除した数

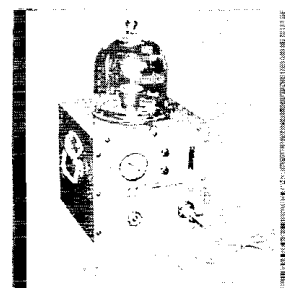


図2 減圧凝固装置外観

^{*} 金属材料部

^{**} 横河電子機器株式会社

表2 溶解および溶湯処理条件

溶解炉	重油バーナー式るつぼ炉		
原材料	JISAC4Cインゴットおよびリターン材		
溶解量	200kg	溶解温度	1023K
脱介在物処理	フラックス 450g×2回		
脱ガス処理	Ar, 回転翼, 10ℓ/min, 10min		

試験片断面のポロシティ量により、溶湯中の水素ガス量を定性的に評価した。

本研究では鑄造現場における溶湯の評価を目的としているため、通常の現場条件にほぼ近い表2の条件で溶解、溶湯処理を行った。そして溶解直後、脱介在物処理後、脱ガス処理直後から10min静置後およびインゴット添加後の溶湯などについて、それぞれ介在物量およびガス量の評価を行った。また各条件下の溶湯で4号引張試験片を作製し、引張強さと伸びの測定を行った。

3 結果および考察

図3は溶解直後、脱介在物処理後、脱ガス処理後および脱ガス処理後10min静置した溶湯のKモード試験片の断面組織例とその判定結果を示した。溶解直後の溶湯にはいくつかの介在物が観察され、その判定はEランクと評価された。そして、フラックスによる脱介在物処理を行うことにより、介在物はほとんどなくなり、Aランクの評価となることが分かった。ここでは、3回の同様な実験を行ったが全て同結果となった。

図4は減圧凝固試験片の断面マクロ組織を示す。脱ガス処理以前の試験片内部には、多大な空壁部が発生し、試験片上部に外引けは発生していない。しかし、脱ガス処理を行うことにより、溶湯中の水素ガス量が、少なくなるため試験片内部の空壁部は激減し、外引けが発生す

ることが分かった。また、溶解直後の溶湯より、フラックスを添加し脱介在物処理を行った直後の溶湯の方が、溶湯中の水素ガス量は増加することが分かった。これはフラックスを溶湯中に添加した後、攪拌棒を用いて十分に溶湯内に拡散させるために、さらに水素ガスの吸収が進行したためと考えられた。ところで、図4において、脱ガス処理後と10min静置後の試料では、大きな差がみられない。しかし、図5に示すように減圧凝固試験片の上部を光学顕微鏡で観察したところ、脱ガス直後の溶湯は、矢印に示すような細かい気泡の跡が残っているが、脱ガス後10min静置した試料には全くみられないことが分かった。これは、脱ガス直後の溶湯は、減圧凝固途中、試料表面に多くの気泡が発生するが、脱ガス後10min静置によりこの気泡の発生が無くなるのに対応している。つまり、溶湯中に浮遊していた細かい水素ガスが、約10

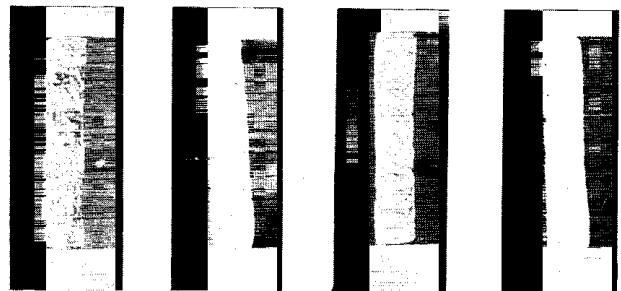


図3 Kモード試験片の断面組織 20mm



図4 減圧凝固試験片の断面組織 20mm

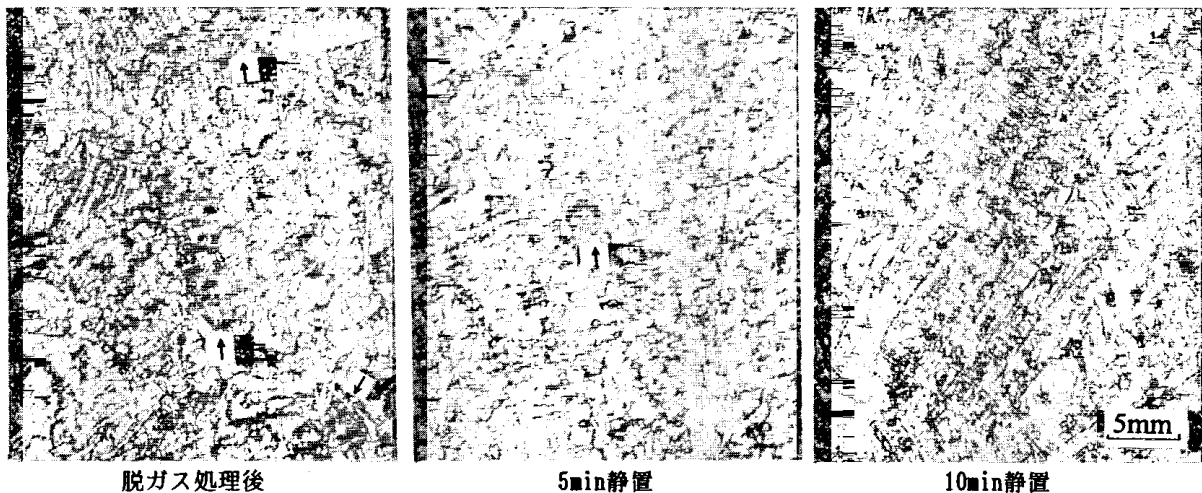


図5 減圧凝固試験片の表面観察結果例

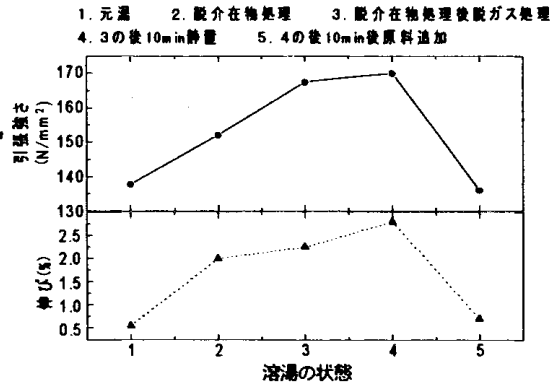


図6 溶湯の各処理後の機械的性質

10min静置することによって、浮上し除去されたと考えられる。そして、その微量水素ガスの有無は、減圧凝固試験片表面の気泡の発生量で判断できることが分かった。

図6は各処理後の溶湯から得られた試験片を用いて、引張強さと伸びを求めた結果である。最も引張強さおよび伸びが高くなる条件は、溶湯評価で介在物がほとんどみられず、ガス量も最も少ない、脱ガス後10min静置した試料であることが分かった。つまり、Kモールドと減圧凝固法で溶湯評価が、Kモールドの判定でAランク、減圧凝固法で試料表面に内引けが生じず、気泡の発生もほとんど見られない溶湯が、現状では最適溶湯であることが分かった。

4 結 論

アルミニウム合金溶湯中の介在物量および水素ガス量の変化などを、Kモールドと減圧凝固装置を用いて調べ、健全な铸件を得るため、炉前における判定基準の作成を行った結果以下の結論が得られた。

- ① アルミニウム合金溶湯をKモールドと減圧凝固法で炉前評価する場合は、まずK値のランクがAであることはもちろん、減圧凝固法においてサンプル上面に外引けが生じること、減圧中の試料をよく観察し、引けが生じる場合でも小さな気泡が多数発生しないことを確認することによって、ほぼ良好な溶湯であると判断して良いことが分かった。
- ② 溶湯中の介在物が少なく、ガス量が最も少ないと評価された、脱ガス後約10min静置後の溶湯から採取した試験片の機械的性質が最も高くなることを確かめた。

なお、本研究は平成9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) 池、勝負澤、茨島、本山:岩手県工業技術センター 研究報告 3 (1996) 159.
- 2) 例えば、北岡:铸件 66 (1994) 523.

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*、吉田暘早人**

真空ダイカスト鋳造法と普通ダイカスト鋳造法の溶湯流れを水シミュレーションにより検討した。その結果、真空鋳造法の水シミュレーションでは空気の巻き込みが原因と考えられる先走り現象が観察された。しかし、普通ダイカスト鋳造法の水シミュレーションでは走り現象は観察されなかった。

キーワード：真空ダイカスト鋳造法、普通ダイカスト鋳造法、湯流れシミュレーション

Examination of Casting Design by Using Mold Filling Simulation

BARAJIMA Akira and YOSHIDA Shisato

We examined mold filling of vacuum die casting and normal die casting by water simulation experiment. Consequently, the flow of a vacuum die casting's simulation is a discontinuous flow, because of rolling up air. However, the flow of a normal die casting's simulation is continuous flow.

key words : vacuum die casting, normal die casting, mold filling simulation

1 緒 言

真空ダイカスト鋳造法の一つにGF (Gas Free) 法 (宇部興産㈱の特許) がある。この鋳造法は溶湯の慣性力を利用してバルブを閉じるオートエアベントバルブを特徴とする。この鋳造法による製品は錆や錆びりが少なく、金型寿命も長い。しかし、この鋳造法ではバルブのつまりがしばしばトラブルとして発生する。このつまりの原因としては溶湯の先走り現象が関与していると考えられている。そこで、溶湯の先走り現象の解析を水シミュレーションにより試みたので、報告する。

2 実験方法

本研究では図1の樹脂型を使用し、図2の装置で実験を行った。図2において、給水口から注がれた水は射出シリンダに連結されたピストンにより樹脂型下部のゲートよりキャビティ内に射出される。その様子を高速カメラ (コダック社製EM-1012) で撮影する。撮影速度は1,000コマ/secとした。表1に射出条件を示す。

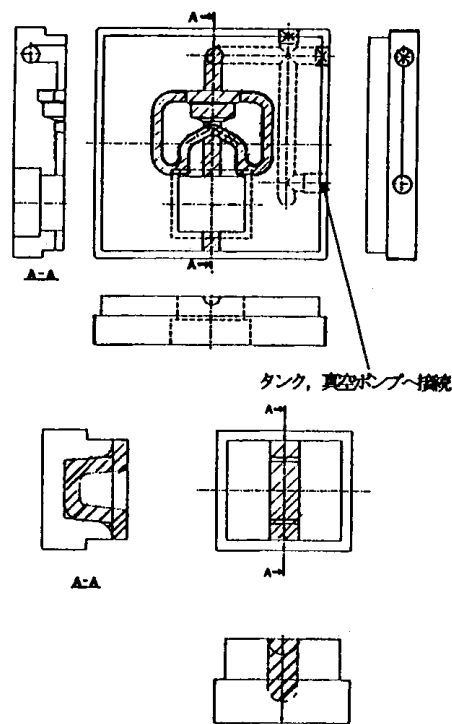


図1 実験用樹脂型
斜線部分はキャビティ部分

*金属材料部

** (株) アーレスティ研究所盛岡研究室

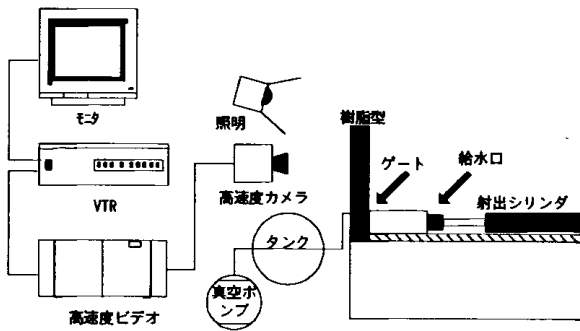


図2 水シミュレーション実験装置

表1 射出条件

低速射出速度	0.06m/sec
高速射出速度	0.18m/sec
ランナー入り口速度	3.56m/sec
スリーブ充填率	60%
タンク内真空圧	510Torr

3 結果及び考察

図3に樹脂型内を減圧しない場合の流れを図4に減圧した場合の流れをそれぞれ示す。流れの順番は(a)→(d)である。図中で黒い部分が水を表している。

図3の減圧しない場合では、どの過程においても先走りの現象はなく、連続的な流れとなっている。これに対し、図4の減圧した場合には、(a)～(b)の過程においてキャビティ内上部において空気の巻き込みによると考えられる先走りの現象(図中円内)が起きている。

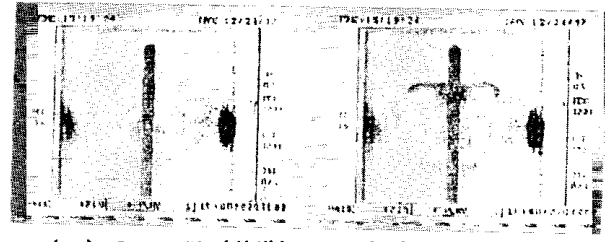
(d)の過程では、設計とは異なる部分が最終充填部(図中円内)となってしまう。また、減圧ありの流れが観察し難いのは、空気が巻き込まれているためであると考えられる。

この先走り現象とバルブのつまりがどの様に対応しているのかは今回の実験からは不明であるが、真空鋳造法において溶湯の先走り現象が起きやすいことは明らかとなった。また、先走り現象が空気の巻き込みによるものであることから、先走り現象をなくすことは製品の品質向上にも寄与するものと考えられる。

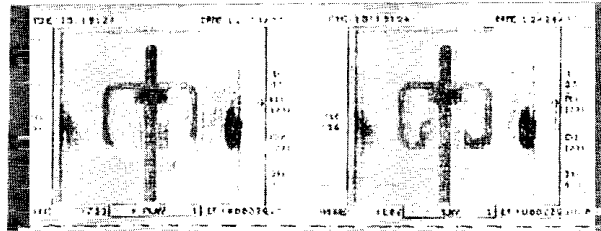
4 結 言

真空ダイカスト鋳造法(GF法)における溶湯の流れを水シミュレーションにより解析した結果、空気の巻き込みが原因と考えられる先走り現象が観察された。しかし、普通ダイカスト鋳造法の水シミュレーションでは先走り現象は観察されなかった。

なお、本研究は平成9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。

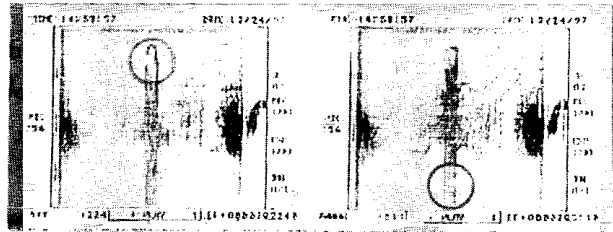


(a) 0コマ目 (基準) (b) 10コマ目

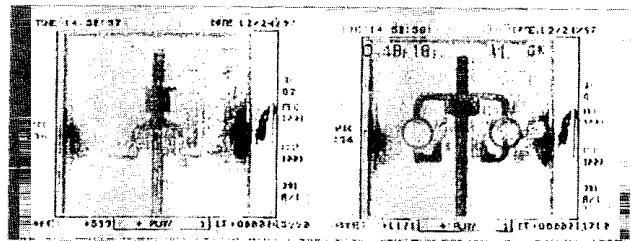


(c) 50コマ目 (d) 90コマ目

図3 減圧なしの流れ



(a) 0コマ目 (基準) (b) 25コマ目



(c) 275コマ目 (d) 875コマ目

図4 減圧ありの流れ

鋳造材料の振動特性評価に関する研究

茨島 明*、勝負澤善行*、池 浩之*、高川貫仁*、小川裕二**

各種鋳造材料の減衰比を測定し、その値を用いてアルミダイカスト材料の周波数応答関数を有限要素法により解析した。その結果、数値解析と検証実験の固有振動数は良く一致しており、減衰比を考慮した計算モデルが固有振動数の解析に適用できることを確認した。

キーワード：鋳造材料 振動特性 減衰比

Estimation of Casting Materials' Vibrational Characteristics

BARAJIMA Akira, SHOUBUZAWA Yoshiyuki, IKE Hiroyuki,
TAKAGAWA Takahito and OGAWA Yuji

We measured damping ratios of some castig materials, and then we analyzed frequency response function of die casted aluminum alloy works by using finite element method(FEM) and thedamping ratios. Consequently, the natural frequencies caliculated by FEM are in good agreement with mearsured frequencies , and we comfirmed we can aply thecaliculationmodelwithdamping ratio totheanalysisfornaturalrfrequencies.

key words : casting materials,vibrationalcharaceristics,damping ratio

1 緒 言

自動車部品は軽量化等のためにアルミダイカスト製品が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^{1)、2)、3)}、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。しかしながら、これまでは振動特性に関する研究において減衰比を考慮しておらず、そのため実験と数値シミュレーションの間でこのことが原因と考えられる共振周波数のずれ^{2)、3)}が生じていた。そこで、各種鋳造材料の減衰比の測定を行った。また、減衰比を考慮した有限要素によりアルミダイカスト材料の周波数応答関数を求め、実験値との比較検証を行った。

2 実験方法

2 - 1 減衰比の測定

減衰比の測定に用いた装置の概略を図1に示す。この

装置による減衰比の測定は中央加振法である。図2にテストピースの形状を示す。また、テストピースには表1に示す材種を用いた。

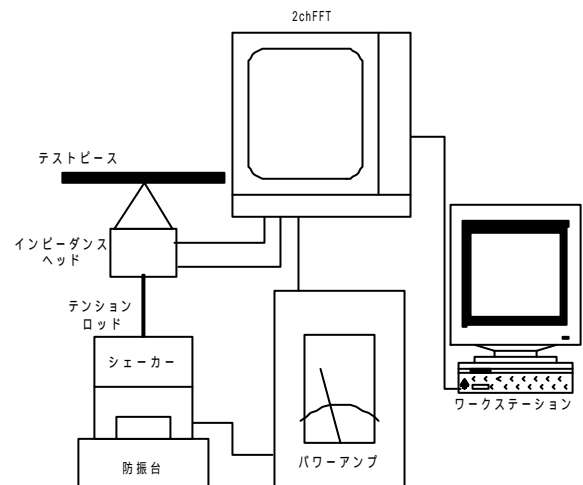


図1 減衰比測定装置の概略

*金属材料部

** (株)アーレスティ研究所盛岡研究室

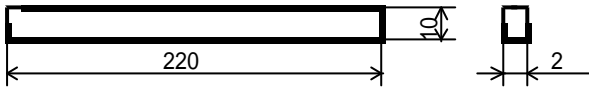


図2 テストピース形状

表1 テストピースの材種

記号	材質	備考
FC	FC250	
A	A5052	
ADC-1	ADC12砂型鋳造品	
ADC-2	ADC12製品切り出し	220×10両面加工
ADC-3	ADC12製品切り出し	220×10片面加工
ADC-4	ADC12製品切り出し	220×10両面未加工

2 - 2 周波数応答関数の数値解析及び検証実験

周波数応答関数の解析モデルを図3に示す。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

この数値解析では、前項の実験で測定した減衰比をもとにレーリー減衰を求め、その値を数値解析の減衰比とした。また、算出は式(2)、(3)及び(4)により行った。

$$+ \dots = 2 \dots \quad (2)$$

$$+ \dots = 2 \dots \quad (3)$$

$$C = \dots \cdot K + \dots \cdot M / 2 \quad (4)$$

ただし式(2)~(4)において

- 、 : 定数
- : 固有振動数(測定値)
- : 減衰比(測定値)
- C : レーリー減衰
- K : 剛性
- M : 質量

モデルの材質はADC12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 : $2.60 \times 10^{-9} \text{Kg/mm}^3$

数値解析結果を検証するために図4に示す装置で実験を行い、周波数応答関数を求めた。

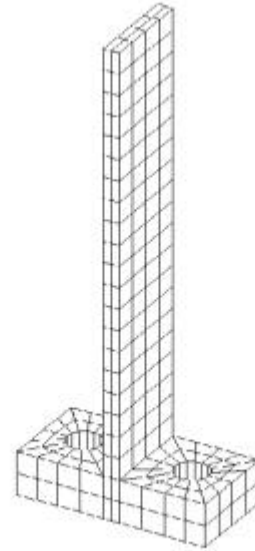


図3 周波数応答関数解析モデル

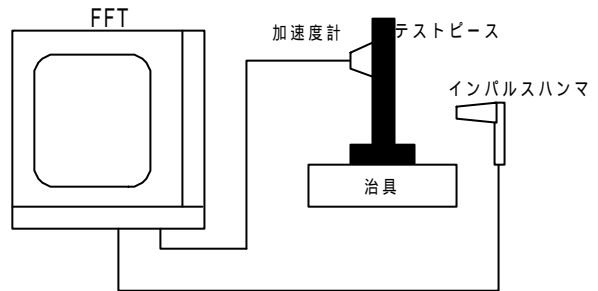


図4 検証実験装置の概略

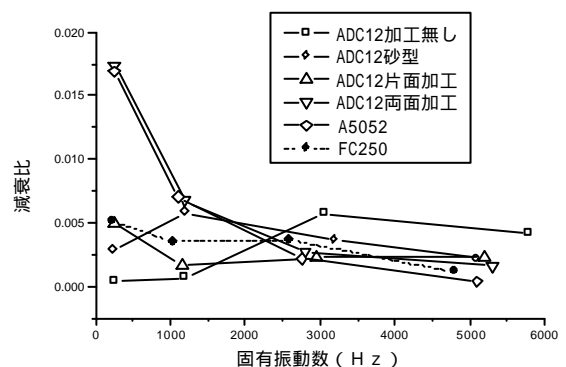


図5 減衰比測定結果

3 結果及び考察

3 - 1 減衰比測定結果

振動次数を4次まで測定した減衰比を図5に示す。ど

の次数においてもFC250の固有振動数が最も低い値を示す。固有振動数は質量と剛性の比 K/M によって決定されるが、FC250におけるこの比を1とすると、アルミニウム合金では2.6程度の値となる。このことから、FC250の固有振動数が他の材料よりも低いと考えられる。

減衰比を比較すると、製品から切り出し両面を加工しないADC12が高い減衰比を示した。

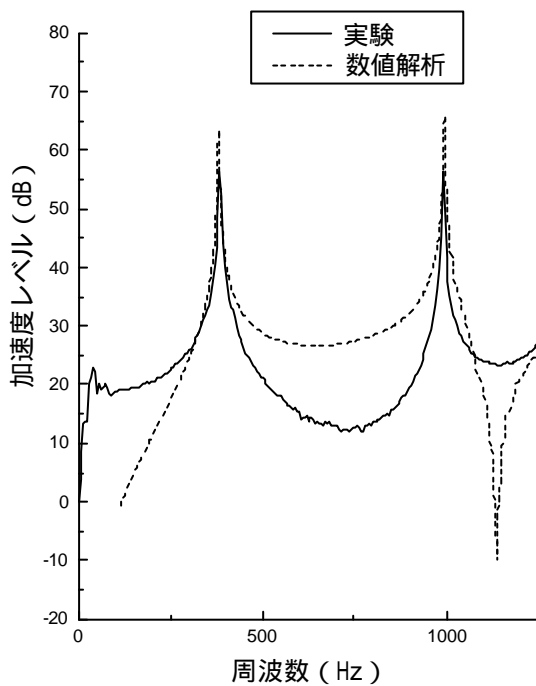


図6 周波数応答関数

3 - 2 周波数応答関数

図6に周波数応答関数を示す。加速度のレベルは数値解析値が実験値より2割程度高い値となったが、固有振動数は数値解析値と実験値とが良く一致しており、減衰比を考慮した計算モデルが固有振動数の解析に有効であることがわかった。

4 結 言

各種鑄造材料の減衰比を測定し、その値を用いてアルミダイカスト材料の周波数応答関数を有限要素法により解析した。その結果、数値解析と検証実験の固有振動数は良く一致しており、減衰比を考慮した計算モデルが固有振動数の解析に適用できることを確認した。しかしながら、各固有振動数における加速度のレベルは数値解析値が実験値より2割程度高い値となった。

本研究は平成9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、振動解析について助言をいただきました工業技術院機械技術研究所笠島永吉主任研究官に感謝いたします。

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)
- 3) 茨島 明、小川裕二：岩手工技セ研報、3、65(1996)

複合機能鑄造材料の高精度加工技術の開発

茨島 明*、池 浩之、勝負澤善行、高川貫仁

当センターで開発した複合機能鑄造材料はねずみ鑄鉄と球状黒鉛鑄鉄を複合させオーステンパ熱処理したもので、難加工材である。この材料の高精度加工技術を開発するための第一歩として、オーステンパ熱処理したねずみ鑄鉄（AFC）と球状黒鉛鑄鉄（ADI）の平面研削加工を行い、その表面粗さを評価した。その結果、ADIの方がAFCより良い表面粗さを示した。AFCの中では、FC200相当のねずみ鑄鉄をペーナイト処理温度573K×30分保持した後水冷処理した材料が最も良い値を示した。

キーワード：複合機能鑄造材料、平面研削加工、AFC、ADI

Development of High Precision Machinig Technique for Advanced Composite Cast Iron

BARAJIMA Akira, IKE Hiroyuki, SHOUBUZAWA Yoshiyuki and TAKAGAWA Takahito

We grinded austempered gray cast iron(AFC) and austempered ductile cast iron(ADI), and then we estimated the roughness of grinded surrfaces, for developing of high precision machinig technique for advanced composite cast iron. Concequently, the roughness of ADI has been better than the roughness of AFC. The roughness of AFC which we have ausetempered FC200 at 573K and while 30minites has been best in the AFC materials.

key words : advanced composite cast iron, siface grinding, AFC, ADI

1 緒 言

当センターで開発した複合機能鑄造材料は強度、耐磨耗性及び制振性能の向上を目的とした材料であるが、難加工材料である。この材料はねずみ鑄鉄（FC材）と球状黒鉛鑄鉄（FCD材）とを鑄ぐるみにより複合し、さ

らにオーステンパ熱処理をした材料である。そこで、この複合機能鑄造材料の基材となるオーステンパ熱処理したFC材（AFC）とFCD材（ADI）を平面研削加工し、その表面粗さの評価を行った。その結果、それぞ

表1 供試材の組成 (mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Mg
FC材 (FC250相当)	3.6	1.8	0.16	0.041	0.003	-----
FCD材 (FCD500相当)	3.7	3.2	0.24	0.043	0.018	0.044

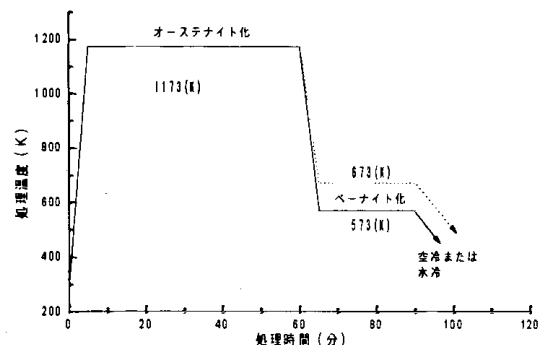


図1 オーステンパ熱処理方法

その材料に含まれる黒鉛の幾何学的形状に起因すると思われる表面粗さの違いが明らかになり、AFCの表面粗さはその成分に依存することが明らかになったので報告する。

2 実験方法

2-1 AFCとADIの平面研削加工

材料による加工表面粗さを調べるため、AFCとADIの平面研削加工を行い、その表面粗さを計測した。

供試材は表1に示す組成のFC材とFCD材を用いた。オーステンパ熱処理は必ず浴法を用い図1の条件で、平面研削加工は表2の条件で行った。

2-2 成分の異なるAFC材の平面研削加工

表3のFC材を表4の条件でオーステンパ処理したAFCの平面研削加工を行い、その表面粗さを計測した。平面研削加工は表5の条件で行った。

3 結果及び考察

3-1 AFCとADIの平面研削加工表面粗さ

図2に研削加工されたAFCとADIの表面粗さを示す。また、図3及び4にベーナイト処理温度573Kで熱処理した材料の平面研削加工表面粗さ曲線を示す。

図2から、どのベーナイト処理温度においてもADIの方が良い加工表面粗さを示す。図3では、所々に黒鉛が脱落したと考えられる大きな窪みがみられる。図4では図3のような大きな窪みはみられない。FC材の黒鉛は図5に示すように片状であるために脱落し易いと考えられる。FCD材の黒鉛は図6に示すように球状であり鉄基地に包み込まれるように保持されているため、脱落し難いと考えられる。そのためADIの方が良い表面粗さを示す結果となると考えられる。

3-2 AFCの硬さと平面研削加工時の表面粗さ

AFCの硬さを図7に示す。どの成分の材料でもAの

表2 研削条件

研削速度	テーブル速度	切り込み	砥粒の種類	粒度	砥粒率	ボンドの種類	結合度
1300(m/min)	12(m/min)	5(μ m)	C砥粒	#46	50%	ビトリファイド	J

表3 FC材の組成 (mass%)

材料番号	元素	C	Si	Mn	P	S
1 (FC150相当)		3.8	1.9	0.17	0.042	0.003
2 (FC250相当)		3.6	1.8	0.16	0.041	0.003
3 (FC300相当)		3.5	1.6	0.69	0.038	0.003

表4 オーステンパ熱処理条件

項目	オーステナイト処理温度及び時間	ベーナイト処理温度及び時間	冷却条件
A	1,173K、60min	523K、30min	水焼き入れ
B	1,173K、60min	573K、60min	空冷
C	1,173K、60min	673K、60min	空冷

表5 研削条件

研削速度	テーブル速度	荒切り込み	精切り込み	砥粒の種類	粒度	砥粒率	ボンドの種類	結合度
1400(m/min)	15(m/min)	10 μ m	2 μ m	GC砥粒	#240	48%	ビトリファイド	H

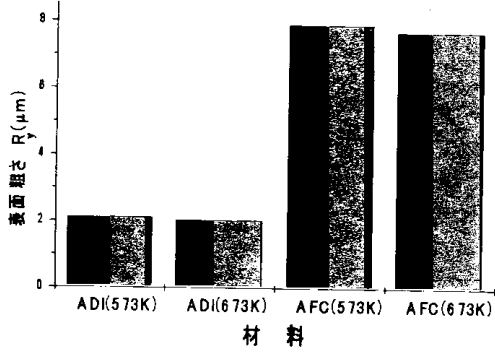


図5 FC材の黒鉛形状 (FC200、×100)

図2 平面研削加工されたAFCとADIの表面粗さ

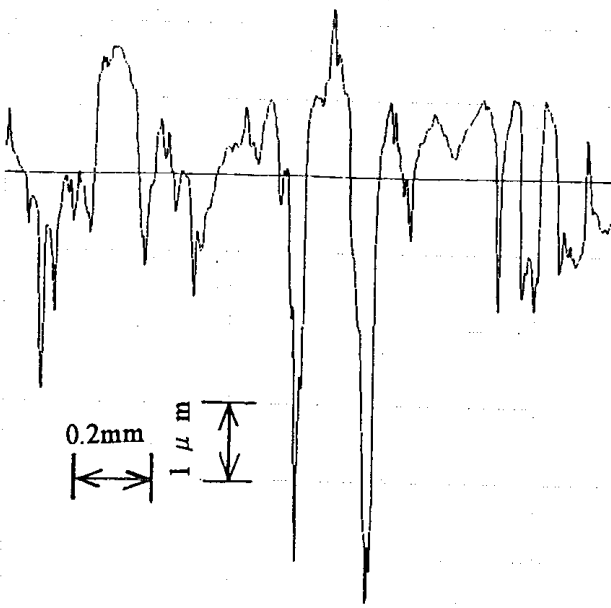


図3 平面研削加工されたAFCの粗さ曲線
ベーナイト処理温度；575K

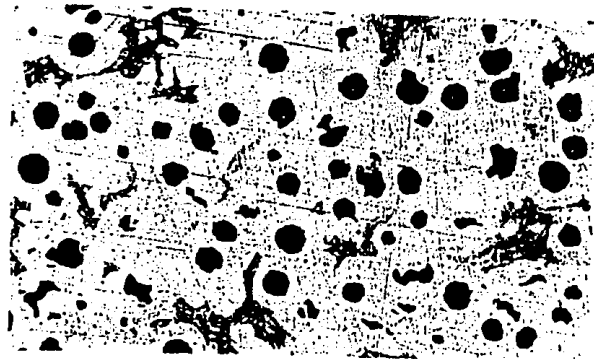


図6 FCD材の黒鉛形状 (FCD500、×100)

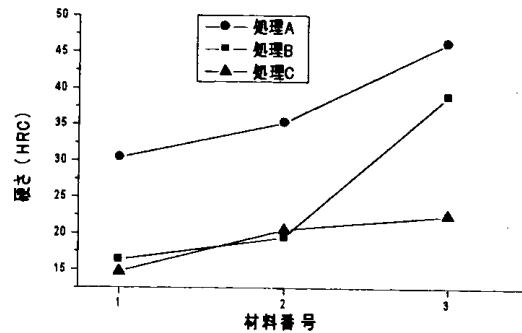


図7 AFCの硬さ

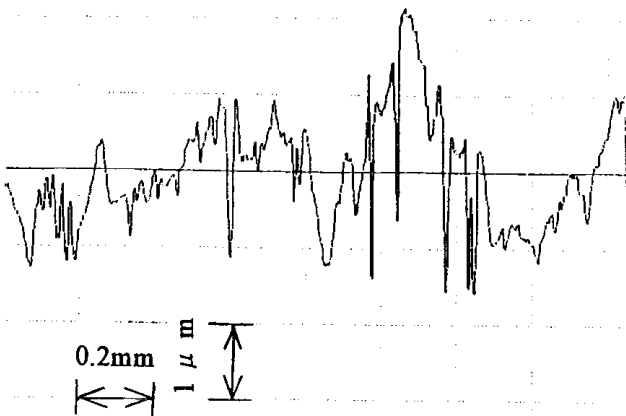


図4 平面研削加工されたADIの粗さ曲線
ベーナイト処理温度；575K

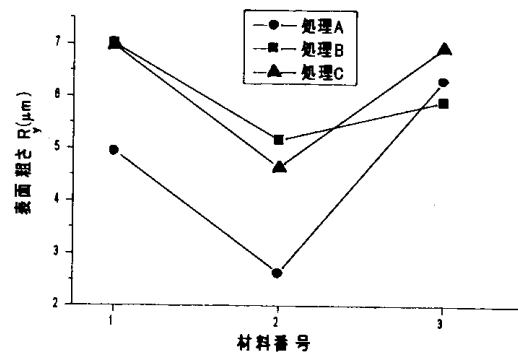


図8 平面研削加工されたAFCの表面粗さ

条件で処理した材料が高い硬さを示す。また、どの処理条件でもFC300相当のFC材を処理した材料が高い硬さを示すが、これはこの材料が他の材料よりMnを多く含んでいるためと考えられる。

研削加工されたAFCの表面粗さを図8に示す。FC150相当材料をAの条件で熱処理した材料が最も良い表面粗さを示す。AFCの研削加工表面粗さには図3から黒鉛の脱落が大きく影響していると考えられるが、材料成分の違いや熱処理条件の違いにより黒鉛の形状や大きさに差が生じたためと考えられる。

AFCの硬さと研削加工されたAFCの表面粗さの関係を図9に示す。FC150及びFC200相当材料ではAの条件で熱処理した硬い材料が良い表面粗さを示しているが、FC300相当材料はBの条件で熱処理した材料が良い粗さを示す。しかし、今回は硬さと表面粗さとの間に明確な相関を見いだすことはできなかった。

4 結 言

複合機能鑄造材料の高精度加工技術の開発を目的とし、FC材とFCD材をオーステンパ熱処理したAFCとADIの平面研削加工を行い、以下の結論を得た。

- 1) どのベーナイト処理温度で処理した材料においても、ADIの表面粗さがAFCより良い値を示す。
- 2) AFCの研削加工表面粗さについては、FC200相当FC材をベーナイト処理温度573K×30分保持し、その後水冷処理したAFCが最も良い値を示す。
- 3) 以上の結果は材料に含まれる黒鉛の形状や大きさに関係があると考えられる。

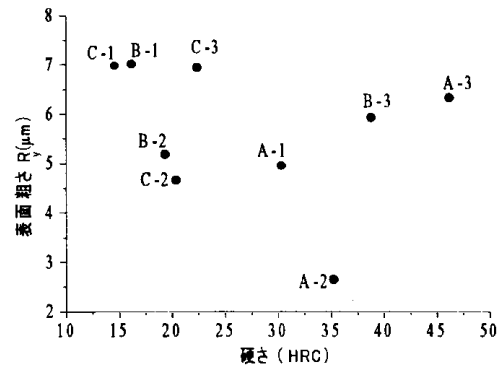


図9 AFCの硬さと平面研削加工表面粗さ
図中の記号および番号は表3, 4を参照

溶融鋳鉄からの脱マンガン技術の開発

高川 貫仁*、勝負澤 善行*、茨島 明*
池 浩之*

Na₂S-FeSフラックスによる溶融鋳鉄からの脱マンガン効果を、1573-1673Kの温度範囲において調べた。その結果、脱マンガン反応は短時間で起こり、脱マンガン効果に及ぼす処理温度の影響は無かった。また、Na₂S-FeSの配合および添加量により、マンガン分配比(フラックス中マンガン含有量(%Mn)/鋳鉄試料中マンガン含有量[%Mn])は10~115の範囲を動いた。

キーワード：脱マンガン 鉄鋼スクラップのリサイクル Na₂S-FeSフラックス 溶融鋳鉄

Development of Manganese Removal Technique from Molten Cast Iron

TAKAGAWA Takahito, SHOUBUZAWA Yoshiyuki, BARAJIMA Akira
and IKE Hiroyuki

The manganese removal effect from molten cast iron by Na₂S-FeS flux was investigated in the temperature range 1573-1673K. The manganese removal reaction was occurred in a very short time. And the effect of temperature on the manganese removal effect was not observed. Manganese distribution ratio (manganese content in flux(%Mn)/manganese content in cast iron[%Mn]) was varied from 10 to 115 by change of flux composition and flux amount.

keywords : manganese removal; recycling of steels scrap; Na₂S-FeS flux; molten cast iron.

1 緒 言

鋳鉄の鉄源として、銑鉄や鋼スクラップ・鋳鉄戻り材などが使われている。このうち、約40%を鋼スクラップが占め、鋳鉄の溶解に関しては、鋼スクラップが主原料となっている。最近、鉄鋼製品の高付加価値化にともない、鋳鉄にとって有害な元素(マンガン・鉛・亜鉛・クロム等)を含有している鋼スクラップが多くなった¹⁾²⁾。特に、1995年1月17日に起きた阪神大震災により、マンガンを多く含有する一般構造用圧延鋼材(SS材：規定があるもので、1.6mass%Mn以下)のスクラップが大量に発生し、このスクラップを鋳鉄鉄源とするために、脱マンガン技術の開発が急がれている。マンガンは、P-ライト基地を安定にするため、硬さや強度・耐摩耗性を高めるために添加され、ねずみ鋳鉄では0.6~1.0mass%、P-ライト系球状黒鉛鋳鉄では0.6~0.8mass%程度含有している。しかし、伸びが必要なフェライト系球状黒鉛鋳

鉄は、0.2%~0.4mass%と低くする必要がある。

本実験では、溶融鋳鉄中のマンガン含有量制御を目的とし、Na₂S-FeSフラックスによる脱マンガン効果を調べた。また、0.01mass%以上のイオウは黒鉛の球状化を阻害するため、イオウの挙動も調べた。

2 硫化物による脱マンガン技術の熱力学的検討

硫化物系フラックスによる溶融鋳鉄からの脱マンガン技術は、マンガンが、炭素や鉄・ケイ素よりも硫化しやすい性質を利用する方法である(図1)。ここで、この方法により、マンガンがフラックス中にどの程度まで移行可能かを検討した。マンガンの硫化反応を(1)式に示す。



この反応の標準生成自由エネルギー - 変化 G_1^0 および平衡定数Kは、次のように表される。

$$G_1^0 = -187634 + 104.344T \text{ (J/mol)}^{3)4)} \dots\dots\dots (2)$$

* 金属材料部

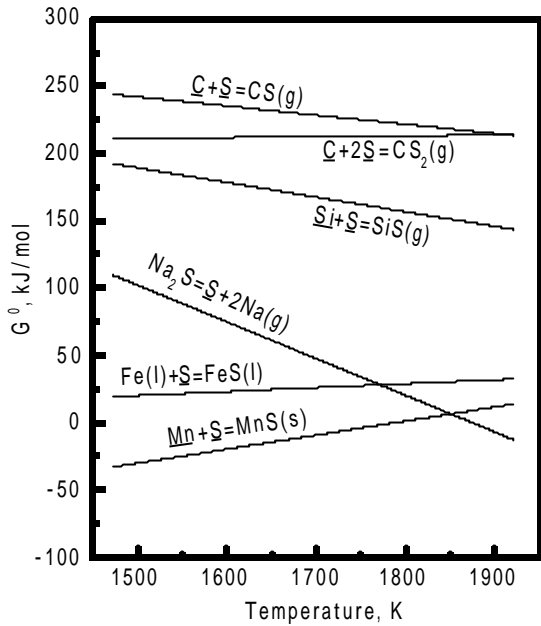


図1 硫化物の標準生成自由エネルギー・温度図

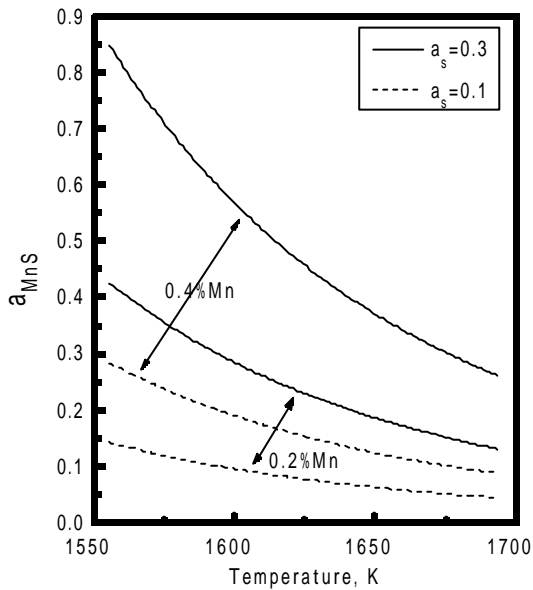


図2 a_{MnS} と温度の関係

$$\log K = \log(a_{MnS} / a_{Mn} \cdot a_S) \quad \dots \dots \dots (3)$$

$$= -5.4516 + 9803.2/T \quad \dots \dots \dots (4)$$

ここで、 a_{MnS} : フラックス中MnSのラウル法則基準の
活量

a_{Mn} : 溶融鋳鉄中マンガン濃度の1mass%基準の活量

a_S : 溶融鋳鉄中イオウ濃度の1mass%基準の活量

(3)、(4)式より、 a_S が0.1および0.3、さらに溶融鋳鉄中のマンガン濃度が0.4mass%および0.2mass%のときに平衡するフラックス中の a_{MnS} を求めた。それを図2に示す。なお、4.0mass%C-1.6mass%Siの溶融鋳鉄において、 a_S が0.1のとき、イオウ濃度は約0.01mass%である⁵⁾。図2よ

り、フラックス中の a_{MnS} は、低温ほど、また a_S が高いほど大きくなる。これより、硫化物による脱マンガン技術は、低温において、 a_{MnS} を下げるフラックスを用いれば、かなり有効と考えられる。

3 実験方法

3-1 試料作製

鋳鉄試料の化学組成を表1に示す。鋳鉄試料は、電解鉄・黒鉛・電解シリコン・FeSおよびFMnを目的組成に配合し、高周波溶解炉において溶製した。イオウ含有量は、ねずみ鋳鉄の戻り材によるイオウの混入などを想定し、高めに配合した。

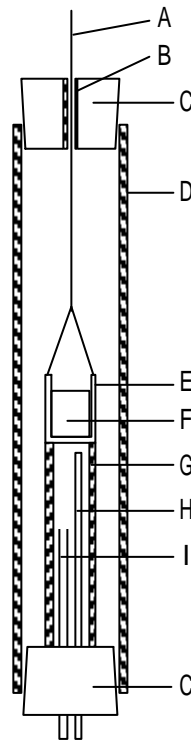
Na₂Sは、試薬Na₂S・9H₂Oをステンレス製のケ-スに入れ、473Kにおいて2h保持し、充分脱水して用いた。また、FeSは99.9mass%硫化第一鉄試薬を用いた。

表1 鋳鉄試料の化学組成 (mass%)

C	S	Si	Mn
4.087	0.074	1.59	1.47

3-2 実験操作

実験装置概略図を図3に示す。反応管はアルミナ製で、内径42mm、高さ1000mmである。また、黒鉛のつぼは、内径19mm、高さ55mmである。また、つぼにモリブデン線



- A : Mo wire
- B : Ar gas outlet
- C : Silicone rubber
- D : Reaction tube
- E : Graphite crucible
- F : Molten cast iron
- G : Crucible supporter
- H : Thermo-couple
- I : Ar gas inlet

図3 実験装置概略図

を付け、反応管からの出し入れができるようにした。

実験は、まず黒鉛のつば内に鑄鉄試料15gおよび所定量の Na_2S - FeS フラックスを入れ、反応管上部につり下げ、反応管内をアルゴンガスにより置換した。反応管内が目的温度に達した後、るつぼを所定位置まで降下させ、所定時間加熱保持した。その後、るつぼを反応管内から取りだし水冷した。冷却した試料をメタルとフラックスに分離し、鑄鉄試料についてはマンガンおよびイオウ、フラックスについてはマンガンおよび鉄の定量分析を行った。

4 実験結果および考察

4-1 保持時間の影響

実験温度1623K、フラックスの配合を4% Na_2S -2% FeS とし保持時間の影響を調べた。

図4に[%Mn]および[%S]に及ぼす保持時間の影響を示す([%X]は鑄鉄試料中の元素Xの含有量を示す)。[%Mn]は、保持時間1minで急激に減少し、約0.5mass%に低下した。その後時間の経過とともに徐々に減少し、30min後には約0.3mass%まで低下した。[%S]は、保持時間1minのとき

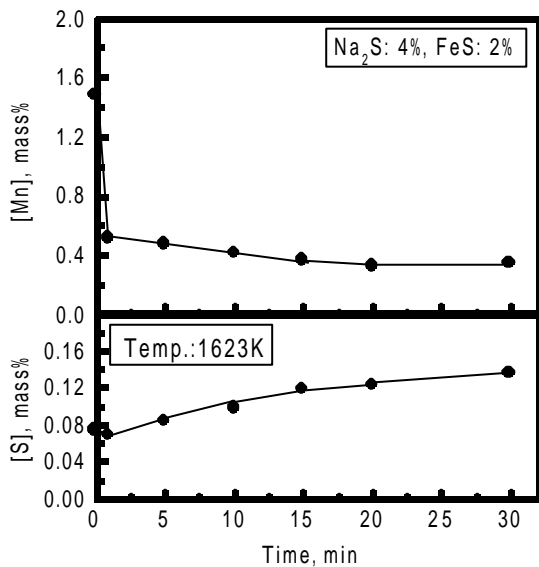


図4 [%Mn]および[%S]に及ぼす保持時間の影響

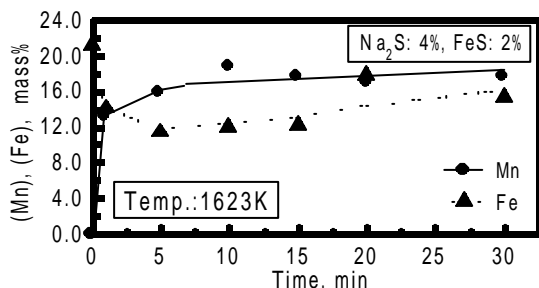


図5 (%Mn)および(%Fe)に及ぼす保持時間の影響

少し減少したが、その後時間の経過とともに増加した。次に、(%Mn)および(%Fe)に及ぼす保持時間の影響を図5に示す((%X)はフラックス中の元素Xの含有量を示す)。(Mn)は1minで急激に増加し、その後ゆるやかに増加した。(Fe)は、1minで急激に減少し、5min後から徐々に増加した。

鑄鉄試料中では、(1)式の反応に次いで、(5)式の反応が起こる。



ここで、 a_{FeS} : フラックス中 FeS のラウル法則基準の活量

a_{Fe} : 溶融鑄鉄中鉄の1mass%基準の活量

a_{S} : 溶融鑄鉄中イオウの1mass%基準の活量

K_5 : (5)式の平衡定数

これより、時間の経過とともに[%S]が増加すると、(%Fe)も同時に増加する。また(3)式より、[%S]が増加すると(Mn)も増加し、実験結果も同様になった。

4-2 温度の影響

保持時間10min、フラックスの配合を4% Na_2S -2% FeS とし温度の影響を調べた。

図6に[%Mn]および[%S]に及ぼす温度の影響を示す。[%Mn]は、温度の上昇とともに僅かに減少した。[%S]は、温度の上昇により、マンガン減少量に比較して大きく増加した。次に、(%Mn)および(%Fe)に及ぼす温度の影響を図7に示す。(Mn)は、温度の上昇とともに僅かに増加した。(Fe)は、温度による変化はほとんど見られなかった。

ここで、温度によって活量係数が大きく変化しないものとして、見かけの平衡定数(K')を(7)式のように定義し、フラックス配合4% Na_2S -2% FeS における K' を求めた。

$$K' = (\%Mn) / [\%Mn] \cdot [\%S] \quad \dots\dots\dots (7)$$

図8に4% Na_2S -2% FeS における K' の温度依存性を示す。

また、求められた K' の温度依存性は次式である。

$$\log K' = -2.03 + 7604/T \quad \dots\dots\dots (8)$$

1573Kのとき $K' = 630$ であるが、1673Kでは $K' = 320$ と大きく低下する。また、(7)式よりマンガン分配比 $\{(\%Mn) / [\%Mn]\}$ は次のように表される。

$$(\%Mn) / [\%Mn] = K' \cdot [\%S] \quad \dots\dots\dots (9)$$

(9)式より、分配比は、 K' および[%S]に依存する。このことから、脱マンガン効果に及ぼす温度の影響がほとんどなかったのは、1573Kの方が1673Kに比較して K' は約2倍大きい、1673Kでは高温であるため[%S]が約2倍増加し、分配比を向上させる2つの要因が、この温度範囲に

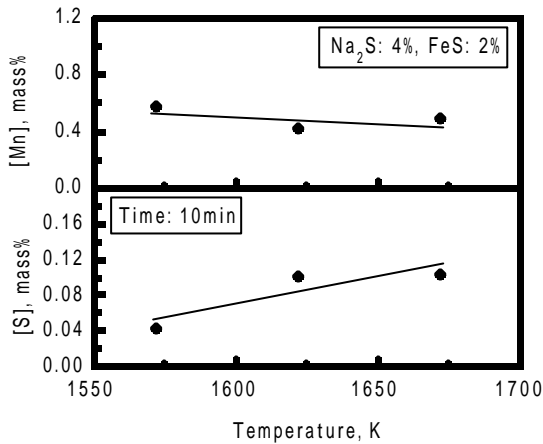


図6 [%Mn]および[%S]に及ぼす温度の影響

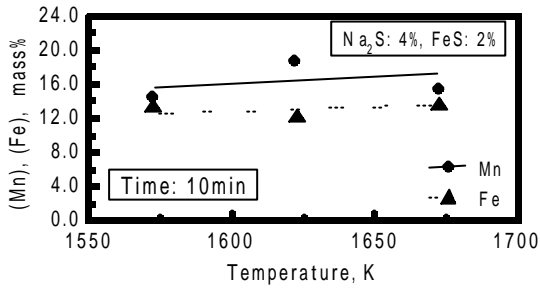


図7 (%Mn)および(%Fe)に及ぼす温度の影響

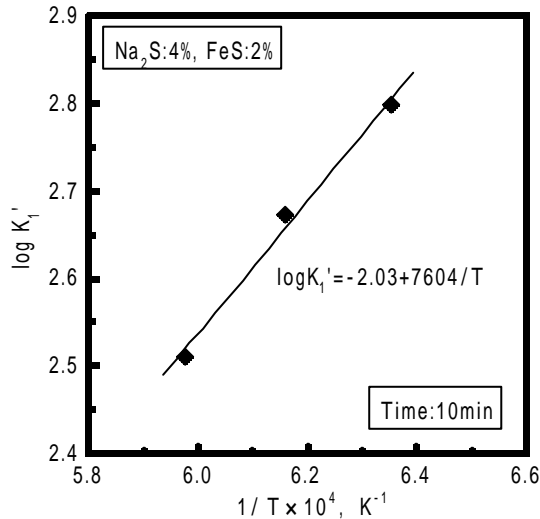


図8 4%Na₂S-2%FeSにおけるK₁'の温度依存性

においてそれぞれ同じ程度増加したためと考えられる。

次に、[%S]が増加したのに対し(%Fe)はほぼ一定であったが、これは、温度の上昇に従いK₁'が低下したためと考えられる。

4-3 フラックスの配合比および添加量の影響

実験温度1623K、保持時間10minとし、フラックスの配合比および添加量の影響を調べた。なお、Na₂S-FeSフ

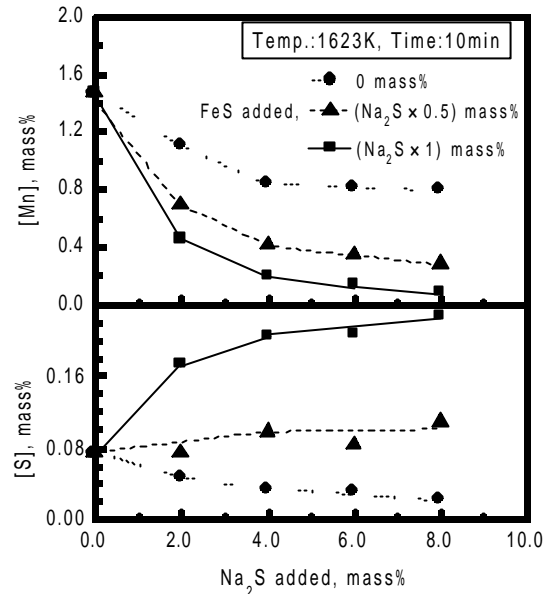


図9 [%Mn]および[%S]に及ぼす配合比および添加量の影響

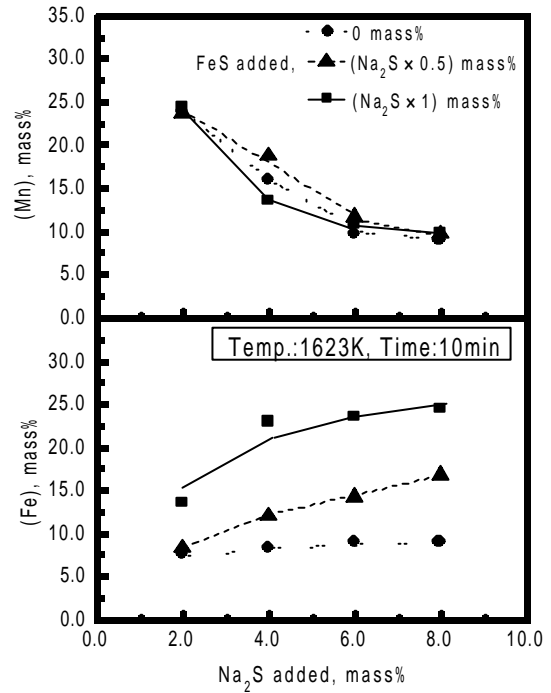


図10 (%Mn)および(%Fe)に及ぼす配合比および添加量の影響

ラックスの配合比は、1:0、1:0.5および1:1の3レベルとし、それぞれの比においてフラックス添加量を変化させた。

図9に[%Mn]および[%S]に及ぼす配合比および添加量の影響を示す。[%Mn]は、配合比が小さくなるに従い減少し、また添加量の増加に伴い減少した。Na₂S添加量8 mass%において配合比の影響を比較すると、配合比1:0で

は、[%Mn]は、0.8mass%までしか減少しなかったが、配合比が1:1では、約0.08mass%まで減少した。[%S]は、配合比1:0では添加量の増加に従い減少し、配合比1:0.5ではほぼ一定であった。また配合比1:1では、フラックスの添加により大きく増加し、その後、徐々に増加した。次に、(%Mn)および(%Fe)に及ぼす配合比および添加量の影響を図10に示す。(Mn)は、添加量の増加により減少し、配合比の影響はほとんど見られなかった。(Fe)は、配合比1:0では添加量に対して変化しなかったが、配合比1:0.5および1:1では、添加量の増加に伴い徐々に増加した。

次に、マンガン分配比に及ぼす(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の影響を図11に示す。また、[%S]に及ぼす(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の影響を図12に示す。図中の

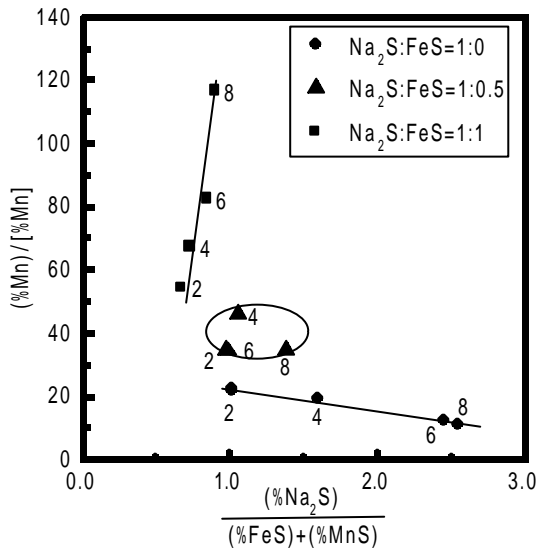


図11 マンガン分配比に及ぼす(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の影響

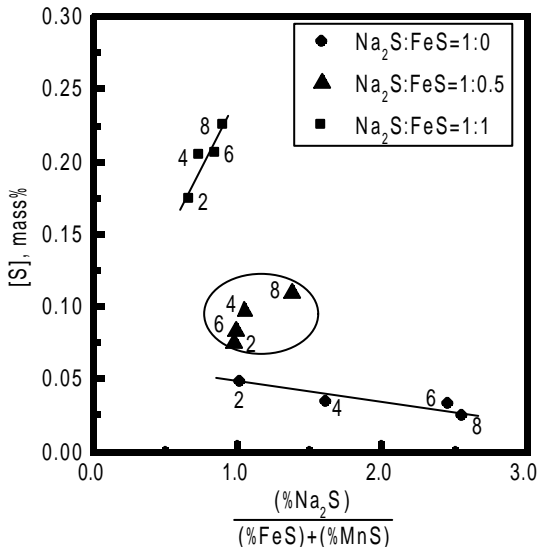


図12 [%S]に及ぼす(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の影響

プロット横の数字は、Na₂S添加量(mass%)である。分配比は、配合比および添加量により約10~115まで変動した。配合比が1:0の場合、分配比および[%S]は(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の値に対して同じ様な傾向を示し、(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の値が大きくなるに従いゆるやかに減少した。これは、添加量の増加により[%S]が減少し、そのため分配比が減少したと考えられる。配合比が1:0.5の場合、添加量が増加しても(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の値はほとんど変動せず、分配比および[%S]もほとんど変化しなかった。これは、FeSの添加により[%S]は減少せず、そのため分配比も変化しなかったと考えられる。配合比が1:1の場合、添加量が増加しても(%Na₂S)/(FeS)+(MnS)の値はほとんど変動せず、[%S]もほとんど変化しなかった。しかし、分配比は添加量の増加により大きく増大した。ここで、(3)式を(10)式のように表し、左辺が分配比に相当するものと考え、

$$(\text{Mn})/[\text{Mn}] = K \cdot f_{\text{Mn}} \cdot f_{\text{S}} [\text{S}] / f_{\text{MnS}} \dots\dots\dots (10)$$

ここで、 f_{MnS} : フラックス中MnSの活量係数

f_{Mn} : 溶融鉄中マンガンの活量係数

f_{S} : 溶融鉄中イオウの活量係数

分配比は、[%S]および f_{MnS} により大きく作用されることがわかる。これより、配合比が1:1では、添加量の増加に伴い f_{MnS} が大きく減少し、そのため分配比が大きく増大したものと考えられる。このことから、 a_{MnS} を大きく低下させるためには、配合比を小さくし、添加量を増加させた方が良く考えられる。

4-4 Na₂S-FeSフラックスによる脱マンガン技術の検討

処理時間は、反応が短時間で起こることやイオウの影響を考慮すると、1~5minが適当と考えられる。処理温度は、温度による脱マンガン効果への影響はなかったが、高温ではイオウがかなり溶融鉄中に入り、また図1よりNa₂Sの蒸発が予想されるため、低い方が望ましい。

フラックス配合比は、1:0.5の場合、溶融鉄中のイオウ含有量は脱硫剤により0.01mass%まで低下させられる範囲であり、またフラックス添加量も少量で済むため、この配合比が適当と考えられる。

5 結 言

Na₂S-FeSフラックスによる溶融鉄からの脱マンガン実験を行った。得られた結果を次に示す。

- (1) 脱マンガン反応は短時間で起こり、[%Mn]は1minで急激に減少し、[%S]も僅かに低下した。その後、保持時間の経過とともに[%Mn]は更に減少したが、[%S]はかなり増加した。

- (2) 脱マンガン効果に及ぼす温度の影響は見られなかった。しかし、温度の上昇にともない[%S]は増加した。
- (3) フラックス配合比および添加量により、マンガン分配比は最大115まで向上した。
- (4) 配合比が1:0の場合、分配比および[%S]は、 $(\%Na_2S)/(\%FeS)+(\%MnS)$ の増加にともない減少した。
- (5) 配合比が1:0.5の場合、 $(\%Na_2S)/(\%FeS)+(\%MnS)$ の値がほとんど一定であり、分配比および[%S]も一定であった。
- (6) 配合比が1:1の場合、 $(\%Na_2S)/(\%FeS)+(\%MnS)$ の値はほとんど一定であり、[%S]もほぼ一定であったが、分配比は添加量の増加により大きく上昇した。

本研究を遂行するにあたり、懇切丁寧な御指導および

御助言をいただいた室蘭工業大学 片山博教授および桃野正助教授に深く感謝いたします。また、分析の際に多大な御協力をいただいた当センター 佐々木秀幸主任専門研究員に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 目黒勝：鑄物65(1993)730
- 2) 中江秀雄、管野利猛、川崎通夫：鑄物68(1996)348
- 3) E.T.Turkdan：Physical Chemistry of High Temperature Technology(Academic press)(1980)
- 4) Steelmaking Data Sourcebook,ed.by the 19th Committee on Steelmaking,the Japan Society for the Promotion of Science(Gordon and Breach Science Publishers)(1988)
- 5) 加藤栄一：鑄物43(1971)388

フレイム原子吸光法による廃油処理業者から生ずる 焼却灰中のクロムの定量*

根守 章**、佐々木 秀幸**、瀬川晃児***、

フレイム原子吸光法による廃油処理業者から生ずる焼却灰中のクロムの定量法について、試料の溶液化及び測定条件等を検討した。その結果、試料の分解は石英ピーカーを用い、電気炉で約500℃で加熱しカーボンを除去後、酸分解を行った。又、アセチレン圧は0.055MPa付近で最高の吸光度を示すが、鉄等の妨害元素は酸化後分離する必要があった。検量線は0~1ppmの範囲で原点を通る直線が得られ、その勾配は標準添加法の検量線ともほぼ一致した。検討した方法により焼却灰中のクロムを変動係数5%以下の精度で定量することができた。

キーワード：燃焼灰、クロム、フレイム原子吸光光度法。

Quantitative Analysis with Flame Atomic Absorption Spectrometry for Chromium in Incinerated Ash of Residue from Oil Reclaiming System

NEMORI Akira, SASAKI Hideyuki and SEGAWA Koji

Dissolution method and analytical conditions of flame atomic absorption spectrometry (F-AAS) were studied in quantitative analysis for chromium in incinerated ash of residue from an oil reclaiming system. The ash was heated in electric furnace at 500 degree C to remove carbon then decomposed with acid. The sample was hold in quartz glass beaker during the oxidation process. Maximum absorbance was measured in condition of acetylene pressure of 0.054MPa. Interfering substances like Fe were separated after oxidation for high accuracy. An analytical curve which coincidents with the origin and approximately a straight line in concentration range, 0 to 1ppm, was given and well fitted an analytical curve of the standard addition method. Chromium in the ash was quantitatively analyzed with high accuracy to a coefficient of variation less than 5%.

key words: incinerated ash, chromium, flame atomic absorption spectrometry

1 結 言

廃油は再生され燃料油として使用されているが、再生処理工程で残渣が生じ、これらの残渣は焼却し焼却灰として最終処分場へ埋め立て処分される。しかし、焼却灰中には有害元素が含まれていると予想されることなどからその性状を把握する必要がある。今回フレイム原子吸光法を用い有害元素であるクロムの定量について検討した。フレイム原子吸光法によるクロムの定量は数多くの試料で行われているが、金子は都市ごみの焼却灰飛中¹⁾、遠藤等は鉄鉱石中²⁾について報告している。しかし、廃

油処理業者から生ずる焼却灰中の詳細なクロム定量法についての報告は見当たらない。本報ではフレイム原子吸光法でクロム分析に有効とされる多燃料フレイムを利用した。この焼却灰中のクロムを定量のため種々検討したのでそれについて報告する。

2 装置・試薬及び試料

2-1 装置

原子吸光装置は日立170-10型フレイム原子吸光分光光度計である。光源には日立製クロム中空陰極HLA-Aを使

* 高精度化学分析技術の開発 (第3報)

** 化学部 *** 金属材料部

用した。吸光度計は日立 U-2000 形分光光度計を用い、セルは光路長 1 cm を用いた。

2-2 試薬及び試料調整

3 価のクロムの標準溶液は硝酸クロムの 9 水塩から、6 価のクロムの標準溶液は重クロム酸カリウムの試薬から各々調整した。その他の試薬は市販の特級、化学用試薬及び原子吸光用標準原液を適宜調整して使用した。

試料は廃油処理業者から生ずる焼却灰を 3 mm のフルイを通過したものを瑪瑙乳鉢で粉碎して試料に供した。

3 実験方法及び結果

3-1 基礎実験操作

100ml メスフラスコに一定量のクロム標準溶液を取り、これに必要なに応じて酸及び金属塩類を添加し、水で定容とする。この溶液を用いて種々検討した。

3-2 吸光度に及ぼすアセチレン圧 (量) の影響

フレイム原子吸光法でクロムを定量する場合、二酸化窒素-アセチレンフレイムを用いるのが一般的に知られているが、高温バーナの汚染 (カーボンの付着) 等が著しいので連続的に測定する場合好ましいとは言いがたい。

そこで安定なクロムの原子吸光現象を促進するといわれる多燃料フレイムによる測定を行った。即ち 3 価及び 6 価のクロムの 1 ppm 溶液を用いてアセチレン量 (圧) を変化させ吸光度に及ぼす影響について検討した結果を図 1 に示す。図 1 からアセチレン量 (圧) は 0.054 MPa 付近で最高の吸光度を示した。又、クロムの価数の変化による吸光度の影響は見られなかった。

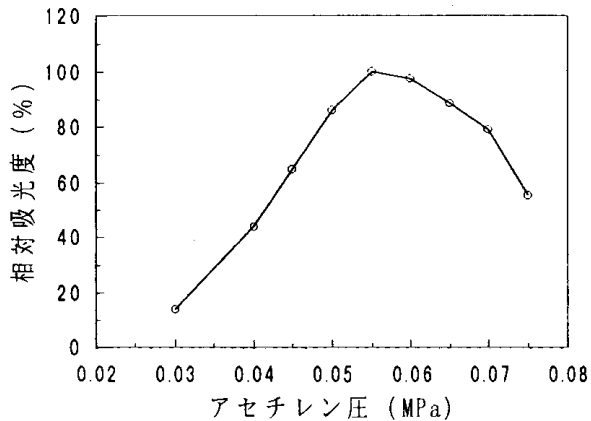


図 1 吸光度に及ぼすアセチレン圧の影響

Cr : 0.1mg/100ml

3-3 試料の溶解及び溶出試験

焼却灰、ダスト等の溶解法として既報³⁾の方法が一般的に知られているが、今回の試料はカーボンを多く含んでいるため、これを除く必要があったので加熱による除去法について検討した。予備試験として二個の石英ピーカーに既報³⁾の方法で精製した煤を各々 0.01g を取り、次に 3 価及び 6 価のクロムの標準溶液を 0.1mg 加え乾燥後、電気炉で約 500℃ まで昇温、冷却後クロムを酸で抽出し温度によるクロムの揮散について検討した結果、揮散は認められなかった。一方、クロムは酸分解の際、塩酸等によって塩化クロミル (CrO₂Cl₂) となって揮散する事が知られているので、3 価及び 6 価の各々クロム 0.1mg を用い、1) 塩酸+硝酸+過塩素酸, 2) 硝酸, 3) 塩酸, 4) 塩酸+硝酸, 5) 過塩素酸の 5 種類の酸分解 (乾固) による揮散の有無について検討した結果、1) 塩酸+硝酸+過塩素酸, 5) 過塩素酸の場合 3 価及び 6 価のクロムは殆ど揮散した。また、4) 塩酸+硝酸では揮散は認められなかった。以上の結果から試料の溶液化は試料を石英ピーカーに取り電気炉で約 500℃ まで昇温し、カーボンを除き、塩酸と硝酸の混酸で分解し、不溶分は白金ルツボを用い、フッ酸処理を行い主液へ戻して試料液とする。次に溶出試験を行い溶液の調整は公定法 (環境庁告示第 13 号) に準じた。即ち既報³⁾のとおり行い検液とした。その時の検液の PH は 10.4 でアルカリ性を示した。これは試料中にカルシウムが多く含んでいるためと考えられる。表 1 に試料の成分概要値を示す。但し TiO₂ は既報³⁾の方法で測定した。

表 1 成分概要値 (%)

ig, loss	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	S
16.0	16.0	17.8	9.2	1.3	22.0	1.8	8.4

3-4 酸及び共存元素の影響

種々の酸濃度と吸光度の関係について 1.5N までの範囲で検討した。酸添加により吸光度は増加するが、硝酸では 0.1N~1.5N の範囲で吸光度の増加量が一定であった。次に干渉抑制剤としてストロンチウムを添加し、酸濃度による影響について検討した結果、塩酸では酸濃度の増加にともない吸光度は減少傾向を示した。硝酸, 磷酸, 過塩素酸では殆ど影響が見られないが、硫酸では白濁沈殿が生じた。次に共存元素の影響について検討した。クロム 1ppm 溶液の吸光度を 100 とし、この溶液に単独で各元素 5mg 添加した時と、一方にはクロム 1ppm 溶液にストロンチウム 2,000ppm を加えた溶液の吸光度を 100 とし、この溶液に単独で各元素 5mg を加えた時の吸光度にあ

える影響について検討した。その結果を鉄については図2に、その他の元素については表2に示す。図2、表2から全体的に干渉抑制剤(Sr)の効果は見られるものの鉄、チタン等は分離除去が必要であった。

表 2 共存元素の影響

	添加量 (mg)	注1) SS (相対吸光度)	注2) SS + Sr (相対吸光度)
		100.0	100.0
Al	5	95.0	81.5
As	5	100.0	100.0
Bi	5	117.3	98.0
Ca	5	100.0	100.0
Cd	5	138.0	100.0
Co	5	100.0	100.0
Cu	5	147.8	100.0
Ge	5	163.5	86.7
La	5	178.2	93.0
Li	5	158.0	100.0
Mg	5	130.0	98.0
Mn	5	147.0	100.0
Mo	5	126.0	100.0
Ni	5	43.5	100.0
Pb	5	100.0	100.0
Se	5	100.0	92.0
Sb	5	100.0	100.0
Tl	5	153.5	96.5
Ti	5	98.5	41.3
V	5	128.0	100.0
W	5	126.0	95.0
Zn	5	153.0	100.0
Zr	5	138.5	62.0

注1) SS : Cr0.1mg/100mlの吸光度を100とし、この溶液に単独に各元素5mg添加した時の相対吸光度で表示したもの。

注2) SS : Cr0.1mg+Sr20mg/100mlの吸光度を100とし、この溶液に単独に各元素5mg添加した時の相対吸光度で表示したもの。

3-5 検量線及びくりかえし精度

3-1の基礎実験操作により、クロム標準溶液を段階的に取り、検量線を作成し検討した結果、0~1 ppm の範囲で原点を通り直線が得られた。

次にクロムはフレイム原子吸光法で定量する場合、鉄、チタン等が干渉¹⁾の大きい元素であることが知られている。そこでクロム0.1mg, 鉄5mg, チタン5mg, アルミニウム5mg / 100mlの混合溶液を用い、過マンガン酸

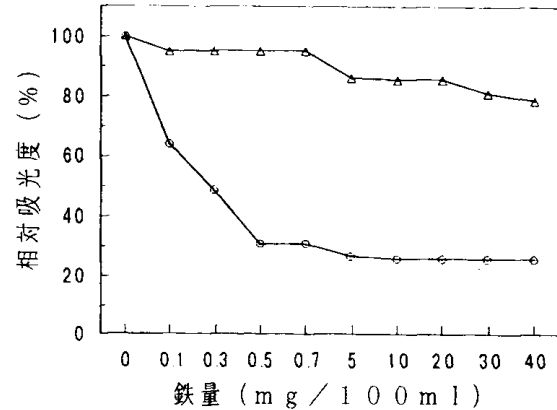


図 2 吸光度に及ぼす鉄の影響

○ : Cr 0.1mg/100ml
△ : Cr 0.1mg + Sr 20mg/100ml

カリウムで酸化し、アンモニア水でアルカリ性とし、妨害元素から分離、くりかえし精度 (n : 5) を求めたところ変動係数5%以下の精度で定量する事が出来た。

4 実試料の定量

4-1 分析操作

試料(0.5~1.0g)を石英ビーカーに取り電気炉で約500℃まで徐々に升温し、カーボンを除いた後、電気炉から取り、硝酸と少々塩酸を加えて、ほぼ乾固するまで加熱分解し、冷却後硝酸(1+1)約30ml加えて溶かし濾過する。残分は白金ルツボを用いてフッ酸処理を行い残渣は硝酸(1+1)約10mlで溶かし主液へ加え過マンガン酸カリウムで酸化し、アンモニア水を加え沈殿を生成し濾過する。濾液を硝酸で中和し定容として試料液とする。試料液から適当量分取し、ストロンチウム約2,000ppm、硝酸約0.5Nになるように加え定容とし、検液とする。検液を用いてアセチレン圧5.4MPaで測定し、検量線からクロムの濃度を求める。

4-2 定量結果

検討した方法に従い定量した結果、全クロムとして76.0ppm 含まれていることが分かった。

5 結語

フレイム原子吸光法による廃油処理業者から生ずる焼

却灰中のクロムの定量法について検討した。

その結果、試料中に多量のカーボンが含まれているので石英ビーカーに試料を取り電気炉で約500℃まで昇温し除く必要があった。また、試料の分解には混酸(塩酸+硝酸)による方法が好ましく、単独の塩酸、過塩素酸では揮散現象が生じ適当でないことがわかった。一方、鉄等の影響を減少するため干渉抑制剤を用いるとチタンで逆に吸光度が減少するため、クロムを酸化後、鉄、チタン等を沈殿分離する必要があった。溶出試験を行った結果、試料中にカルシウムが多く含んでいるため溶出液はアルカリ性(PH:10.4)を示し、全クロムとして0.46ppm(規制値:Cr⁺⁺として1.5ppm以下)溶出されることが分かった。

最後にご協力頂いた化学部の研究員に感謝致します。

文 献

- 1) 金子栄廣: 廃棄物学会論文誌, Vol.8 No7. p.3 21-326, (1997)
- 2) 遠藤芳秀, 畑俊彦, 中原悠紀: 分析化学, 18, 833(1969)
- 3) 新版 鉄鋼化学分析全書, 日刊工業新聞社 9 259(1963)
- 4) 根守章, 小向隆志, 佐々木英幸, 河野隆年: 岩工試報, 28, 27(1987)
- 5) 根守章, 佐々木秀幸, 鈴木一孝, 酒井晃二: 岩手工技セ研報, 4, 81(1997)
- 6) 根守章, 佐々木秀幸: 岩手工技セ研報, 1, 53 (1996)
- 7) 長谷川敬彦, 保田和雄: 原子吸光分析, 158 (1973) (講談社)

セラミック溶射膜への封孔処理技術調査

鈴木一孝*、橘 秀一*

セラミック溶射膜内には成膜プロセス中に形成される微細孔がある。防食等の性能を向上させるために、この微細孔を封孔する処理技術が知られている。この封孔処理の実用的な処理技術の可能性について文献および特許を調査し、工業ニーズにあった処理技術について議論した。金属基材に成膜される溶射膜の封孔処理として、目的にあった耐食材を電気泳動させて細孔内に封孔処理する手法の有用性を実験により確認した。

キーワード：セラミック溶射膜、封孔処理、電気めっき

Technical Research of the Sealing for Thermal Sprayed Ceramic Coatings

SUZUKI Kazunori and TACHIBANA Shyuichi

Present situation and probability of the sealing for thermal sprayed ceramic coatings are investigated by technical reports and patents. It turned out that Electro-plating for Electro-migration processes is effective for the sealing of thermal sprayed ceramic coating on metal substrate. It is examined by corrosion test of SO₂ gas for Cu Electro-plating.

Key words : Sealing, Thermal Sprayed Ceramic Coating, Electro-plating

1 緒 言

耐熱性、耐食性向上を目的に種々形状の産業機器のセラミックコーティング技術は、近年多分野に利用されている。そのコーティング技術として、比較的安価な設備投資で済み、幅広い産業分野へ応用の可能性を持つ溶射技術がある。しかしながらこの溶射技術を応用した製品には、いくつかの問題も報告されている。問題の多くは、環境雰囲気による基板の腐食である。他には高電圧下で発生する放電による膜破損短絡事故の問題、あるいは最近では、真空成膜装置に应用された場合、溶射膜内からの残留ガス放出による真空度の悪化の問題もある。これらの問題の原因は、溶射成膜過程で発生する溶射膜内の微細孔によると言われている。溶射被体基板温度条件、減圧雰囲気制御等で溶射膜の微細孔を減らす報告もなされているが、十分な効果が得られていないのが実状である。

セラミック溶射膜をより高性能化するには溶射膜内の微細孔を封孔する2次処理が必要であり、その処理技術を確認する必要がある。著者は、溶射膜の封孔処理技術について、文献および特許により調査し、得られた知見をもとに工業ニーズにあった処理技術の可能性について検討したのでその結果を報告する。

2 調査方法および実験

2-1 文献の調査

関連する技術文献はJICSTにより検索を行った。1981年から1994年までを調査期間とし、タイトルキーワードを封孔処理として調査した。

2-2 特許調査

特許については、PATORISにより、1975年から1995年までの特許公告と公開物件を対象とし、検索キーワードを封孔とセラミック溶射の複合キーワードとし、ヒットした物件を調査した。

2-3 溶射材料及び基材

使用した基材は冷間圧延鋼板 (spcc) であり、基材寸法は50mm×30mm×2mmである。

溶射材料は昭和電工 (株) 製のSHOCOAT K-16Tの主成分がアルミナ (Al₂O₃) 粉で (粒径、10~45μm) を使用した。またアルミナの下地膜としては、昭和電工 (株) 製SHOCOAT M-80 ニッケル粉 (粒径、10~45μm) を使用した。

2-4 溶射

溶射は、spcc材表面を24メッシュのアルミナ砥粒で、

空気圧 4kg/cm² の条件でドライブラスト処理した後、プラズマ溶射装置で溶射を行った。溶射条件を表1に示す。

表1 Condition of Thermal Spraying

Main arc gas (Ar)	(L/min)	50
Auxiliary gas (He)	(L/min)	13
Powder feed gas (Ar)	(L/min)	7.5
Arc current	(A)	850
Arc voltage	(V)	35
Powder	Composition	Al ₂ O ₃ 99.6%
	Particle size(μm)	44~10
Spraying distance	(mm)	90

2-5 SO₂ガス腐食試験とその評価

亜硫酸ガス試験は、温度40±2℃、90%RH湿度、100ppmの雰囲気中に100時間暴露して行った。また、その試験片の断面をEPMAのライン分析で硫黄の分布から腐食状態を確認した。

3 調査および実験の結果と考察

3-1. 文献調査による開発状況概要

1981年から1994年までの文献についてJICSTの検索により封孔処理技術の調査を行った。検索はタイトルキーワードを「封孔処理」としたが、対応する物件は36件であった。その内訳を表2にまとめた。

表2 JICST 文献調査による封孔処理報告例

技術分類	報告件数
溶射処理の封孔	14件 (有効件数13件)
陽極酸化処理の封孔	17件
めっき膜の封孔	5件
合計	36件

溶射処理に対する封孔処理は14件あり そのうち有効件数は13件であった。その13件を1990年に報告された総説¹⁾にある封孔処理の技術分類欄を参考として報告例を年代別に表3にまとめた。1982年に溶射膜の封孔処理についての総説の報告例²⁾があるが、この報告では具体的な技術手段については触れず、封孔処理の必要性を書くに留めている。具体的な技術報告例として有機材料系による処理では、1986年のアクリル樹脂の含浸封孔処理が初めてである³⁾。その後各種熱硬化性樹脂モノマーを含浸処理後、硬化させる処理技術例がある⁴⁾。無機系の封孔剤処理については市販のセラミック生成溶液を塗布・含浸する技術報告例⁵⁾に始まり、水ガラス浸透⁶⁾、金属ア

ルコキンド溶液から金属酸化物を得るゾルゲル法⁷⁾、さらには無機物コロイドの電気泳動法による処理技術報告例⁸⁾がある。また、近年の先端技術を応用したレーザーによる1次溶射膜の溶融による封孔処理の報告例⁹⁾も見られる。

3-2. 特許調査による出願状況概要

溶射に対する封孔処理の特許出願状況を年代別に表4にまとめた。最初の出願は無機系材料系に分類したセラミック溶液の塗布・含浸処理である¹⁰⁾。関連の無機系材料についてケイ酸塩材料の塗布¹¹⁾、あるいはケイ酸を生成する各種原材料についての含浸、浸漬処理¹²⁾、各種金属アルコキンドによるいわゆるゾルゲル処理¹³⁾、無機コロイド粒子の電気泳動法¹⁴⁾、硫化処理等の手法¹⁵⁾がある。分類した有機材料系については熱硬化性樹脂の被覆処理¹⁶⁾を皮切りに、年代と共に熱硬化と熱可塑樹脂の複合¹⁷⁾、あるいは樹脂とクロム酸の複合処理¹⁸⁾というように複合化技術が使われだしている。その他として分類したの技術には、金属の被覆、電子ビーム、アークといった物理的溶融2次処理¹⁹⁻²¹⁾、あるいはセラミックと金属との混合溶射後に金属の再溶融²²⁾、金属の熱水酸化処理による封孔処理²³⁾、溶射粒子の粒径制御法²⁴⁾等が見られる。

3-3 調査結果による開発の方向

セラミック溶射膜の封孔処理技術を確立するために、考慮する事項として、本来の耐食性、耐熱性といった特性を生かした材料設計、プロセスを採用する必要がある。使用目的にもよるが耐熱性という点では一般に有機系材料は採用されない。また、溶射は使用分野が付加価値の高い産業分野ではないため、高度な技術を駆使する必要はない。従って、調査で分類したレーザー、アーク放電処理といったその他の技術も参考資料に留める。

ここでは金属を含む無機系材料による封孔処理が対象技術と考えられ、そのプロセスを開発する必要がある。無機系封孔処理について、文献と特許の調査事項は、塗布や浸漬による含浸処理と電気化学的な泳動電着処理のプロセス技術に大別できる。含浸処理によるプロセス技術は非常に簡素な方法であるが機能面を考えると、処理時間が長い、微細孔への完全な封孔は困難等の課題が多くある。従って、今後の開発の方向としては、もう一方のプロセス技術である電気化学的手法が考えられる。一般に、溶射処理の基材としては金属が使われ、下地の金属に通電されるところがあれば封孔処理剤が泳動電着し、溶射膜の通気細孔を確実に封孔してくれると考えられる。

3-4 泳動電着による封孔処理の可能性の確認

封孔処理前の溶射したままの試験片と、泳動電着の代替処理として溶射後に硫酸銅めっきで封孔処理した試験片を、100ppmの亜硫酸ガス雰囲気中に100時間腐食試験を行った。

表3 JICSTによる封孔処理技術の分類と年代別報告例

溶射膜封孔処理技術の分類		報 告 物 件							
大分類	小分類								
有機材料系封孔処理	熱可塑性樹脂系	7列樹脂含浸	PTFE, エポキシ樹脂含浸	7列樹脂	フェノ樹脂	シリコン樹脂			
	熱硬化性樹脂系								
	無機高分子系								
	その他								
無機材料系封孔処理	ケイ酸塩系	水ガラス		溶射処理					
	ゾルゲル法	ゾルゲル法							
	泳動電着法				金属7列電泳				
	液相成長法				加酸処理				
	その他	塗布、浸漬処理							
その他	レーザー照射				レーザー		レーザー-PVD		
	ガラス混合法								
	自己封孔				傾斜機能化				
	その他								
		総説	総説						
年代		1981	1983	1985	1987	1989	1991	1993	1995

表4 PATORISによる封孔処理技術の分類と出願状況

溶射膜封孔処理技術の分類		報 告 物 件										
大分類	小分類											
有機材料系封孔処理	熱可塑性樹脂系	樹脂含浸		撥水樹脂		有機粒子被覆						
	熱硬化性樹脂系	被膜法		モノマー含浸		透明樹脂		電着塗装				
	その他					セミック+熱可塑+熱硬化		重合触媒とモノマー混合 光硬化				
無機材料系封孔処理	ケイ酸塩系	塗布		浸漬(7列溶射)		含浸(7列溶射)		水ガラス浸漬				
	ゾルゲル法							7列溶射含浸 7列溶射				
	泳動電着法							金属7列電泳				
	その他	塗布・浸漬法		モノマー含浸		陽極火花放電法		硫化処理				
その他	レーザー照射							電子ビーム処理 7列処理				
	ガラス混合法							セミックと金属の積層				
	自己封孔			熱水・水蒸気		再溶融						
	その他					金属被覆		粒径限定法				
年代		1975	1977	1979	1981	1983	1985	1987	1989	1991	1993	1995

基材の硫黄浸食について X 線マイクロアナライザーでライン分析した結果を図1、図2にそれぞれ示す。溶射膜そのままのSO₂ ガス腐食試験片は下地のニッケル膜と基材の鉄まで硫黄の進入による腐食の形跡が見られるが、銅めっきによって封孔処理した試験片は封孔した銅のみ硫黄と反応しているが下地のニッケル膜および基材の鉄は硫黄に侵されていないことがわかる。

このデータは、泳動電着法による封孔処理プロセス技術は有望な技術であることを示唆するものである。

4 結 言

セラミック溶射膜の最適な封孔処理技術について文献、特許検索により調査し、技術分類をおこなった。これにより今後の

開発技術の位置づけと方向性を見いだした。金属基材上のセラミック溶射膜の封孔処理として泳動電着プロセス技術を確認するのが最適と考えられ、めっき処理によりその有効性を確認した。実用性を考えた場合、泳動電着封孔処理により腐食等の性能を向上させるには、封孔材料の選択が重要であり、使用目的により適宜電気泳動しやすい材料を選択する必要がある。

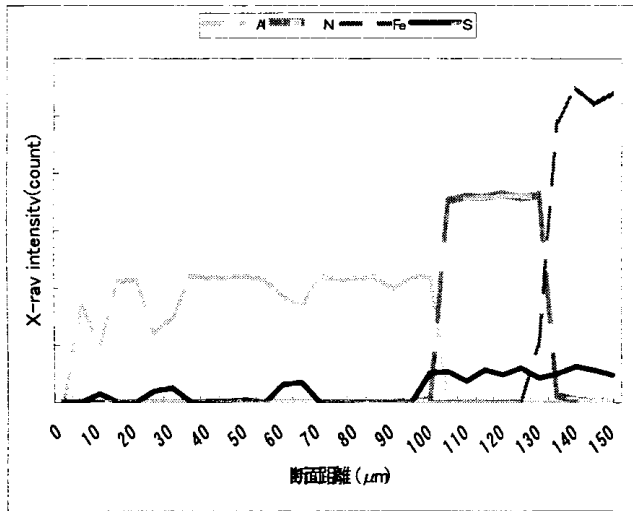


図1 アルミナ溶射そのままをSO₂ガス腐食試験した断面のEPMAライン分析結果

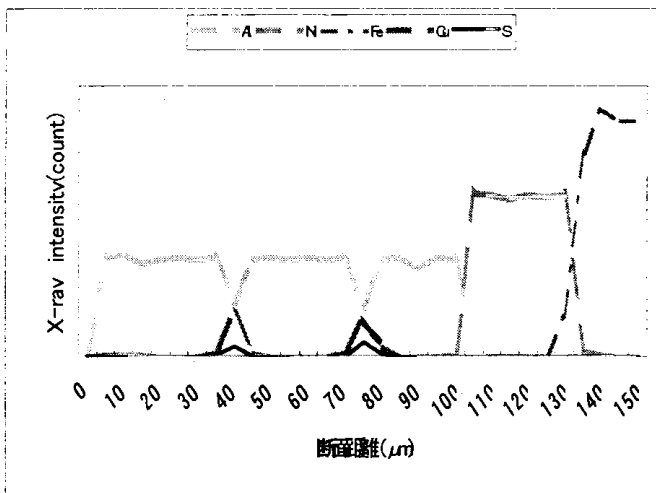


図2 銅めっきで封孔処理したアルミナ溶射膜をSO₂ガス腐食試験した断面のEPMAライン分析結果

文 献

- 1) 上野和夫 溶射技術 Vol.9 No.3 P50 (1990)
- 2) 馬込正勝 実務表面技術 Vol.29 No.5 P214 (1982)
- 3) 荒田吉明ら 溶接学会全国大会講演概要 No.39, P246 (1986)
- 4) 植野軍二ら 日本溶射協会誌 Vol.25, No.2, P1462 (1988)
- 5) 袖岡賢ら 日本溶射協会誌 Vol.24 No.3 P1350 (1988)
- 6) 宮岡俊輔ら 愛知県工業技術センター業務報告 P111 (1988)
- 7) 守屋公一ら 日本溶射協会第54回学術講演大会講演論文集 P167 1991-11
- 8) 萩野清二ら 日本溶接学会機械材料・機械加工技術講演会講演論文集 No.11 P130 (1993)
- 9) 片岡泰弘ら 愛知県工業技術センター報告 Vol.30 P21 (1994)
- 10) 特開昭 52-77116
- 11) 特公昭 59-12747
- 12) 特公昭 59-1267343
- 13) 特開昭 57-70275
- 14) 特開平 07-41927
- 15) 特開平 05-65618
- 16) 特公昭 60-21732
- 17) 特開平 02-2117455
- 18) 特開平 05-279834
- 19) 特開昭 61-227036
- 20) 特開昭 62-182265
- 21) 特開昭 62-182266
- 22) 特開昭 61-104062
- 23) 特開商 60-125363
- 24) 特開平 04-32547

県産未利用粘土鉱物の粘土がわらへの利用*

酒井晃二** 吉田敏裕** 橘 秀一**

県産未利用粘土鉱物の有効利用を図るため2種類の粘土鉱物について化学組成、鉱物組成、耐火度、熱収縮などの諸物性を測定し、窯業建材への活用を検討した。その結果、焼成体の曲げ強さは現行原料土と同等の値を示した。また、試作がわらはJIS規格を満足し、粘土がわらへの活用が可能であることが分かった。

キーワード：粘土鉱物 粘土がわら

Application of the Unused Raw Porcelian Materials for Clay Rooftiles

SAKAI Koji, YOSHIDA Toshihiro and TACHIBANA Shyuichi

Two kinds of unused raw porcelian materials in Iwate prefecture were investigated chemical and mineral composition, particle size distribution, thermal resistance and thermal contraction behavior. Those unused raw porcelian materials remarked equally compression strength than the conventional materials. And the roof tiles made on trial passed Japanese Industrial Standard (JIS), those materials can be utilized for clay rooftiles.

key words : mineral clay , clay rooftiles

1 緒言

粘土瓦および煉瓦製造業などの窯業建材関連製造事業は粘土の多消費型産業である。日本を代表する窯業関連建材の一大産地である愛知県においても年々粘土の確保が困難になってきており、フライアッシュ¹⁾やスラッジ²⁾、ダム堆積土³⁾などの活用を試みている。同様に、県内事業所においても事業の存続を賭けた深刻な問題となっている。一方、県内の未利用資源活用については検討されていない。そこで、本報では昨年度調査した結果⁴⁾をもとに、県内の未利用資源の窯業建材とくに粘土がわら素地への利用を試みた。

2 実験方法

2-1 使用原料

使用原料として、A：県内産原料土、B：県内産原料土、C：県内産原料土、D：他県産移入原料、E：県内事業所廃泥、およびF：県内より採取した粘土の6種類を用いた。表1に分類、属性、現在の状況などをまとめた。

現行製品はA、B、C、Dの組み合わせで製品化されている。現在のところA、Bに枯渇の問題はなく、Cは県内産原料であるが可採年数は少なく枯渇の危機にある。Dは他県から移入原料土であり、運送費などが原料コスト圧迫をしている。Eは県内砂利等採掘場から廃出される廃泥であり野積み状態で利用されていない。Fは新規に用いた県産原料土であり、採掘可能である。

* 県産資源の利用化事業（第4報）

** 化学部

表 1 使用材料と主な構成鉱物

分類	試料	属性	構成鉱物	特記事項
現行原料	A	県内産原料土	α -石英、カオリナイト、雲母、モンモリロナイト、長石	枯渇危機 コスト圧迫
	B	県内産原料土	α -石英、カオリナイト、雲母	
	C	県内産原料土	α -石英、カオリナイト、雲母、モンモリロナイト、長石	
	D	他県移入原料土	α -石英、カオリナイト、雲母、モンモリロナイト、長石	
新規原料	E	県内事業所廃泥	α -石英、カオリナイト、雲母	廃棄泥 (未利用)
	F	県内産原料土	α -石英、トリジマイト	採掘可能

2-2 原料組成と性状

本報で用いた試料の化学組成および耐火度を表3に示した。

化学組成 (蛍光X線回折) は強熱減量測定後の乾燥粉体を理学 X-ray spectrometer 3270 で測定した。耐火度は JIS M8512 により測定した。また、鉱物組成は乾燥粉体を理学 X-ray diffractometer RINT2000 で測定した。

新規試料 E は、他の試料と比較して Fe_2O_3 の割合が大きく、褐色度合いがよい。新規試料である F の耐火度が SK12 と低く、体積収縮率が大きくなり焼成前後の「そり」や「たわみ」などが懸念される。しかし、耐火度が低いことで焼き締まり、吸水率を低く抑えて耐凍性を上げることも期待できる。

2-3 試験配合

本報で試験した 15 の配合を表4に示した。No.1 が現行配合である。番号が大きくなるに従い、枯渇が危惧される

県産原料 C を少なくさせ、新規原料である E および F を多くする配合とした。移入原料 D は現行で 10% 用いられているが、偶数番で 5% に、奇数番で 0% になるよう配合した。No.15 は、県産原料 C と移入原料 D を用いない配合となり、本報の目指す県産原料 100% の理想的な配合案である。

2-4 素地調整と成形及び焼成

原料の混合及び加水はポリエチレン製容器を用いて 180rpm (約 100 回転/分) で 2 時間攪拌し、24 時間室温で放置した後試験に供した。吸水率測定用試料は、調整素地約 10 g を直径 30 mm の円筒状金型を用い 50 kN で加圧成形した。また、曲げ強度測定用試料は、調整素地約 17 g を 10 mm × 60 mm の金型に 10 kN で半乾式加圧成形しそれぞれ厚さ 10 mm 程度の試料を作成した。焼成試料は昇温速度 192°C/h により 1150°C (現行焼成温度) で 1 時間焼成して作成した。

表 2 試料の化学組成と耐火度

試料名	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	Ig.loss	耐火度
A	53.9	26.6	7.09	0.84	1.16	1.16	0.86	1.85	6.20	SK17
B	78.4	9.50	6.43	0.55	0.16	0.26	0.06	0.85	2.62	SK19
C	58.4	22.6	6.46	1.33	0.21	0.78	0.27	1.62	8.14	SK19
D	56.0	23.4	7.88	1.00	0.74	0.89	0.75	1.96	7.19	SK17
E	74.0	9.20	12.0	0.96	0.14	0.24	0.04	1.90	3.73	SK17
F	66.0	20.0	7.10	1.40	0.96	0.67	0.21	3.40	7.31	SK12

表3 試験配合割合 (wt%)

No	A	B	C	D	E	F
1	50	10	30	10	0	0
2	50	10	30	5	5	0
3	50	10	30	0	5	5
4	50	10	25	5	5	5
5	50	10	25	0	10	5
6	50	10	20	5	10	5
7	50	10	20	0	10	10
8	50	10	15	5	10	10
9	50	10	15	0	15	10
10	50	10	10	5	15	10
11	50	10	10	0	15	15
12	50	10	5	5	15	15
13	50	10	5	0	20	15
14	50	10	0	5	20	15
15	50	10	0	0	20	20

2-5 試作がわら作成と評価

試作がわらは、JIS分類によるゆう薬がわら (J形-60) を現行品同様混練後の試料をプレス、乾燥、焼成の

手順で作成した。また、評価は「JIS A 5208-1996 粘土がわら」に従った。

3 結果と考察

3-1 成形体物性と焼成体物性および吸水率

表3の配合案に従い、試験片を作成し物性を調査した。その結果を表4に示した。

加水率は外割りで15%以上加えた場合、本実験で用いた金型の形状及びサイズでは金型への粘着などが起こり成形不良が生じたため外割り10%に統一した。外割り10%加水による成形性は概ね良好であった。成形後、110℃で24時間以上乾燥した成形体の曲げ強さ、体積収縮率、を表5に示した。乾燥時の強度は概ね0.7~1.0Mpaであった。焼成体積収縮率8~10%程度、焼成強度は3~4Mpaと施釉せずにはほぼJIS規格の2倍程度の値を示した。また、吸水率も7~9%代となりJIS規格内にあることが分かった。

以上の結果を元に、焼成曲げ強さが大きいNo.2、7、8、9および本報の理想的配合であるNo.15について試作がわらを作成し、JIS規格に定める試験により評価した。

表4 成形体物性と焼成体物性および吸水率

No	乾燥体積収縮率[%]	乾燥曲げ強さ[MPa]	焼成体積収縮率[%]	焼成曲げ強さ [MPa]	吸水率[%]
1	2.37	1.15	12.44	4.52	7.80
2	1.66	0.70	11.67	3.76	8.77
3	1.26	0.73	10.49	3.05	8.63
4	1.33	1.01	12.23	3.16	8.46
5	1.11	1.00	9.03	2.81	8.51
6	0.95	0.66	9.67	3.04	8.79
7	1.15	0.82	13.02	4.12	7.72
8	1.14	1.18	12.11	3.94	8.09
9	0.98	1.08	11.71	3.58	8.79
10	0.77	0.69	9.95	3.50	8.45
11	1.17	0.68	8.86	3.30	8.47
12	1.06	0.76	9.40	3.46	8.44
13	1.22	0.71	8.66	3.29	9.05
14	0.38	1.00	9.30	3.54	8.29
15	0.78	1.03	9.60	3.87	8.32

3-2 試作がわら

現行品と同様の製造方法で、現行配合 (No. 1) および焼成強度の高い No. 2、7、8、9 と本報の理想的配合である No.15 について試作がわらを作成し、J I S 規格の試験を行った。結果を表 6 に示した。

表 5 J I S 規格に定める試験の結果

No	曲げ破壊強度 [N]	吸水率 [%]
1 (現行品)	3,430	7.80
2	2,045	8.56
7	3,777	7.13
8	3,845	7.50
9	3,723	8.40
15	2,497	9.84
J I S 規格値	1,500 以上	12 以下

曲げ強度については、J I S 規格で定められた 1500 N を本報で試作したかわらはすべて上回った。現行品は 3430 N であり、No. 7、8、9 がこれを上回った。また、吸水率についても J I S 規格で定められた 12% を本報で試作したかわらはすべて満足した。現行品は 7.80% であり、No. 7、8 が良い値を示した。

J I S 規格に定める試験において No. 7 と 8 が現行品の性能を上回った。No. 7 では、枯渇危機の県産原料を 10% 減量させ、コストを圧迫する移入減量を使わずに済む。また、No. 8 では、枯渇危機の県産原料をこれまでの半分に抑え、さらに移入原料も半分に抑えることができる。県産原料 100% の理想的な配合案である No. 15 は

現行品よりも J I S 規格に定める試験においては劣っているが、J I S 規格を満足しており、利用可能である。

4 結 言

県産未利用原料 100% の試作がわらは現行品の物性を越えるまでには至らなかったが、現在使用している原料とブレンドすることで、その活用が可能になった。また、枯渇が危惧される原料や原料コストの約 40% を占める移入原料を県産未利用原料で置き換えることができた。さらに、試作品はいずれも J I S 規格を満足しており、供給体勢と大量製造条件をクリアすることが出来れば、これまでよりも原料コストを削減することができると期待される。

しかしながら、未利用原料の埋蔵量も数年程度の生産を補うほどしかない。冬季が厳寒となる当県の自然環境を考慮した場合、高耐寒性原料の開発が不可欠であり、粒度の調整や多成分混合系を考慮した原料の探索、検討が必要であると考えられる。

文 献

- 1) 深谷英世、加藤勝正、伊藤征幸、伊藤政巳、愛知県常滑窯業技術センター報告第 23 号 (1996)
- 2) 福永 均、加藤勝正、浅井邦雄、服部金司、愛知県常滑窯業技術センター報告第 21 号 (1994)
- 3) 福永 均、永柳辰一、小沢三彦、伊藤征幸、中村雅光、愛知県常滑窯業技術センター報告第 14 号 (1987)
- 4) 酒井晃二、吉田敏裕、橘 秀一、岩手工技セ研報第 4 号 (1997)

醤油粕分解液を利用した調味液の製造

畑山 誠*、大沢美千代**、大澤純也***、荒川善行****、櫻井 廣*

醤油粕利用のため、醤油粕を酵素剤ペクチナーゼで分解し、醤油粕様の臭いと薄い醤油様の味がある分解液を得た。この分解液を利用し、ストレートつゆ、餃子のたれの試作を行った。

キーワード：醤油粕、酵素剤、調味液

Production of Seasoning that Used Dissolved Liquid of *Shoyu* Cake

HATAKEYAMA Makoto、OHSAWA Michiyo、OHSAWA Junya
ARAKAWA Yoshiyuki and SAKURAI Hiroshi

For utilization of *Shoyu* Cake, the cake was dissolved by enzyme "pectinase". The dissolved liquid has a bad smell like *Shoyu* Cake and a hint of taste like *Shoyu* was gotten. *Tsuyu* (straight type) and *Tare* for *Gyozu* were made by using the dissolved liquid for trial.

key words : *Shoyu* Cake, enzyme, seasoning liquid

1 緒 言

醤油粕は、醤油製造時に諸味から分離される副産物である。醤油粕の利用に関する研究は様々行われている¹⁻⁴⁾が、実際には飼料への利用などが僅かになされている程度で大部分は焼却処分されている。これは醤油粕独特の臭いや醤油粕中に存在する食塩分が粕の利用を難しくしているためと思われる。しかし醤油粕にはまだ未利用の成分が残っており⁵⁾、これを利用できる可能性もある。今回、醤油粕の酵素分解条件の検討と抽出した分解液をベースとした新しい調味液の開発を行ったので報告する。

2 実験方法

2 - 1 供試醤油粕

本醸造醤油の板粕を2 ~ 10mm に粉碎し、フレーク状⁵⁾としてを使用した。

2 - 2 酵素剤

使用酵素剤を表1に示す。酵素剤のうち、プロテアーゼはノボルディクバイオインダストリー社製であり、その他は天野製薬(株)製である。

表1 酵素剤

酵素剤名	商品名
セルラーゼ	セルラーゼT「アマノ」4
ヘミセルラーゼ	ヘミセルラーゼ「アマノ」90
ペクチナーゼ	ペクチナーゼG「アマノ」
リパーゼ	リパーゼA
ヌクレアーゼ	ヌクレアーゼ「アマノ」
酸性ホスファターゼ	試作品
アミラーゼ	アミラーゼS「アマノ」35 G
アミラーゼ	ピオザイムM5
プロテアーゼ	フレーバーザイム

2 - 3 酵素反応条件と分解率の計算

500 ml三角フラスコに醤油粕5 gを入れ、水を粕重量に対し20倍量加えた。さらに酵素剤を粕重量に対し10%づつ加えた。酵素反応は、タイテック社製振とう機BR-3000LFを使用し、温度50℃、反応時間1晩(約17時間)、回転数100rpm(旋回振とう)の条件で行った。その後、No.2の濾紙(径150 mm)で濾過し、分解液を得た。

醤油粕の分解率および濾液量を測定し、分解率、液量が多くなる酵素剤を選択した。分解率は、醤油粕および分解液の総窒素(TN)をKjeltec社製オートサンプリ

システム 1035/35 で測定し、次式で計算した。

$$\text{分解率} = \frac{\text{分解液 TN}}{\text{醤油粕 TN}} \times 100$$

2-4 醤油粕分解試験

500 ml三角フラスコに醤油粕 10 gを取り、水を粕重量に対し 10 倍量加えた。酵素反応中の粕腐敗防止の目的で、121、15 分間の滅菌処理をオートクレーブで行った。次に表2の試験区分に従い酵素剤を添加あるいは無添加とし、プロテアーゼを加えない状態で一晚振とうを行った。滅菌処理のみの区分は振とうを行わなかった。

その後、すべての試験区分に、粕重量に対して5%のプロテアーゼを添加し、さらに一晚振とうを行った。その他の条件は2-3と同じとした。

分解濾液中のアミノ酸は日本電子(株)製アミノ酸分析機 JLC-300 で測定した。

表2 醤油粕分解の試験区分

試験区分	プロテアーゼ 添加前		プロテアーゼ 添加後 振とう
	振とう	酵素剤	
対 照	有	無	有
滅菌処理のみ	無	無	有
ペクチナーゼ	有	5%	有
混合酵素剤	有	* 1	有

* 1、セルラーゼ 5%+ヘミセルラーゼ 2.5%+ペクチナーゼ 2.5%

2-5 加水量を変えた分解試験

500 ml三角フラスコに醤油粕 10 gを取り、これに水を醤油粕重量の5倍、6倍、8倍、10倍加えた。121、15 分間の滅菌処理を行った後、粕重量に対しペクチナーゼ5%を加えて、分解試験を行った。その他の条件は、2-3と同じとした。

2-6 スケールアップ試験

中規模スケールでの醤油粕分解試験を図1に従い行った。

2-7 分解液を原料とした調味液の試作

2-6で得られた分解液(粕:水=1:10)を原料として、ストレートタイプのつゆと餃子のたれの試作を行った。

秤量 醤油粕(粉碎品)200g + 水道水 2ℓ

煮沸 5分

冷却 50 まで

酵素剤添加 ペクチナーゼ 10 g

分解(恒温振とう) 50、80rpm、17hr(一晚)

冷却 室温まで

圧搾(自然タレが出なくなったら、加圧 80kg/cm²)

分解抽出液

図1 醤油粕分解スケールアップ試験の流れ

3 結果と考察

3-1 各酵素剤による分解試験

2-3の各種酵素剤による分解試験結果を表3に示す。酵素剤添加により、分解率、濾液量ともに多くなるが、著しい増加を示す酵素剤はない。その中で濾液に酵素剤由来の味を付与せず、かつ濾液量が多く取れる酵素剤として、セルラーゼ、ヘミセルラーゼ、ペクチナーゼを選択した。またプロテアーゼは単独使用では濾液量が少ないが、タンパク質をアミノ酸へと分解する酵素であるため使用することにした。本試験では滅菌処理をせずに酵素反応を行ったため、腐敗するサンプルがあった。そこで以後の試験では、酵素反応前に滅菌処理を行うことにした。

表3 酵素剤と濾液量、分解率、pH

酵 素 剤	濾 液 (ml)	分解率 (%)	p H
セルラーゼ	84.8	1.9	4.5
ヘミセルラーゼ	82.2	2.1	4.4
ペクチナーゼ	80.6	2.0	4.5
リパーゼ	78.7	2.0	4.6
ヌクレアーゼ	77.6	2.0	4.6
酸性ホスファターゼ	78.5	1.9	4.4
アミラーゼ	79.8	1.8	4.4
アミラーゼ	79.8	1.9	4.4
プロテアーゼ	76.3	1.9	4.5
対照(無添加)	77.1	1.7	4.4

3-2 醤油粕分解試験

2-4による醤油粕分解試験の結果を表4に示す。1回目の振とう時に酵素剤を添加しない2区分では濁りが発生し、濾液量も少なく、濾過時間も4倍となる。ペク

醤油粕分解液を利用した調味液の製造

チナーゼのみの添加と混合酵素剤の使用では大きな差はない。プロテアーゼ添加後、全ての区分で分解率が高くなったが、官能的に濾液中の旨味が増えた印象はなく、むしろプロテアーゼ由来のえぐ味が付加された。

分解濾液中のアミノ酸と濃い口醤油のアミノ酸測定結果を図2に示す。図から醤油中のアミノ酸量比と濾液中の量比は似ていることが判る。このことは濾液が醤油を薄めたものに近いことを示唆している。ただしチロシンには違いが見られる。

3-3 使用酵素剤の決定

酵素剤を使用し醤油粕分解を行うと、使用しない区分より分解率は高くなる。これは濾液中に遊離アミノ酸が増えたためと考えられるが、味には大きな違いがない。粕分解率、味に大差がないのであれば、酵素剤使用分のコストアップは無駄と考える。

しかし、酵素剤非使用区分では、濾液の濁り、濾過速度の遅延、濾液量の減少が見られたことから、搾汁率向上、濾液の清澄化、濾過時間短縮の目的でペクチナーゼを使用することにした。このペクチナーゼ分解濾液には、醤油粕独特の臭みと薄い醤油の味がある。

3-4 加水量を変えた分解試験

2-5の結果を表5に示す。加水量が少ないほど、総窒素濃度、食塩濃度が高く、濾液量が少なく、濾過性が悪い。加水量が多ければ、逆の結果となる。この結果から、調味料のコンセプトにより加水量は選択すればよいと考える。

表5 注水量と濾過率、総窒素、食塩濃度

加水歩合 (倍)	濾過率*1 (%)	総窒素 (%)	食塩 (%)
5	4.1	0.226	1.2
6	4.2	0.197	1.1
8	5.0	0.147	0.8
10	6.3	0.126	0.6

*1、濾過率 = $\frac{\text{濾液量 (ml)}}{\text{加水量 (ml)}} \times 100$

3-5 スケールアップ試験

スケールアップ試験と実験室スケールの分解濾液の成分データを表6に示す。表6よりスケールアップ試験の方が総窒素が高く、食塩濃度はほぼ同じであることが分かる。総窒素が高いのは濾過と圧搾の違いと思われる。これは圧搾時に酵素剤処理液を濾布で濾過したが、濾布

表4 種々の条件での醤油粕の分解試験結果

試験区分	プロテアーゼ添加前	プロテアーゼ添加分解後			
	分解率 (%)	分解率 (%)	状態	量 (ml)	濾過時間
滅菌処理のみ	3.0	3.9	濁り	4.9	4 hr
対 照	2.9	4.0	濁り	4.7	4 hr
ペクチナーゼ 5 %	3.3	4.2	透明	6.6	1 hr
混合酵素剤	3.4	4.1	透明	6.8	1 hr

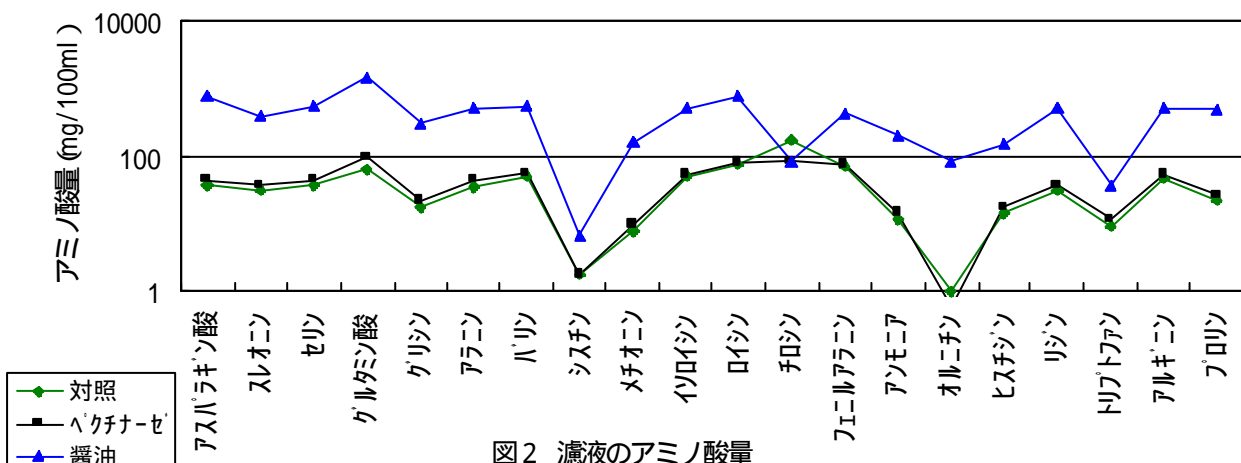


図2 濾液のアミノ酸量

の目が濾紙よりも粗いため粒子の大きいペプチドも濾液に入ったためと思われる。

また、この濾液を冷蔵庫で保存すると1週間くらいで白い析出物が出た。この原因は現時点では不明であるが、実験室レベルの試験では起きず、殺菌処理の違いあるいは濾過方法の違いに原因があると思われる。

表6 総窒素、食塩濃度の比較

成分	総窒素 (%)	食塩 (%)
スケールアップ試験	0.15	0.55
実験室スケール	0.13	0.53

3-6 分解液を原料とした調味液の試作

a) つゆ

醤油粕の分解液は低食塩濃度であるため希釈を必要としないストレートタイプのつゆの製造を考えた。これはそば、うどんのつゆではなく、豆腐やおひたしにたっぷり掛けて食べることでできる醤油に変わる新しい製品を目指した。表7に分解液を用いたレシピを示す。このつゆは、天然物を原料とし、低塩分(3%)であるところが特徴である。

表7 つゆのレシピ

分解液	1000ml
食塩	25g
ザラメ	16g
削り節	20g
だし昆布	6g

作り方) 分解液に食塩、ザラメを溶かす

だし昆布を入れる

一晩放置 (冷蔵)

煮る (沸騰直前にだし昆布を取り除く)

沸騰直後、火から下ろす

削り節を入れる

漉す (削り節が沈んだら)

煮沸殺菌

つゆ

b) 餃子のたれ

色が市販されている製品より薄いことを除けば、市販品と比べて遜色はないものが作ることが出来た。表8にレシピを示す。

表8 餃子のたれのレシピ

分解液	50ml	A
酢	30ml	
砂糖	8g	
粉末調味料(中華味)	2g	
食塩	7g	B
ごま油	10ml	
ラー油	15滴	

作り方)

Aを計量する

混合

加熱(80)

冷却

濾過

これにbを加える

餃子のたれ

4 結 語

本研究では、醤油粕の有効利用を目的とし、醤油粕の酵素分解液を利用した調味液の製造を行った。

醤油粕分解には、搾汁率向上、濾液の清澄化、濾過時間の短縮の観点から、酵素剤ペクチナーゼを醤油粕量に対して5%使用することにした。抽出した分解液をベースとして、ストレートタイプのつゆと餃子のたれを試作した。試食の結果、つゆについては醤油粕の臭いが完全には隠されていない、餃子のたれについては甘みが強い等の指摘があったが、一応の成果を得ることができた。

本報告では、上記2品の試作にとどまったが醤油粕分解液を利用した調味液は、納豆のたれやドレッシング等いろいろなものに利用できると考える。さらに分解液と分離された粕は、酵素反応時の加水量にもよるが食塩濃度が通常の醤油粕の5~10分の1に減少するため、家畜の餌や土壤肥料としても現在以上に利用しやすくなると思う。

醤油粕分解液を利用した調味液の製造

本研究は東和商工会からの委託事業であり、平成9年度商工会等地域技術創造事業（地域技おこし事業）の研究課題「醤油粕の有効利用技術の開発」として東和町の佐々長醸造㈱と共同で行ったものである。

文 献

- 1)江口卯三夫：醤研 4,4,142(1978)
- 2)門脇 清：醤研 4,6,237(1978)
- 3)木村延二郎：醤研 5,4,178(1979)
- 4)松田茂樹、湯之上雅子：醤研 23,5,263(1997)
- 5)伊藤良仁、成島千文、櫻井 廣、荒川善行、大澤純也：岩手県工業技術センター報告 5 号 , 139(1998)

赤米を用いた清酒製造

小澤麻由美*、櫻井 廣*

タンニン系色素を蓄積するジャポニカタイプの赤米を用いて赤色に着色した清酒の開発について検討した。赤米を使用したもろみの発酵は順調に推移し、生成酒を得ることができた。上槽直後の生成酒の色は淡黄色を示したが、光照射により鮮明な赤色を帯びた赤酒を製造することができた。この赤酒は530nm付近に極大吸収があり、冷暗所で長期間安定であった。この色素は熱や光によって増退色し、低波長側に極大吸収が移動することがわかった。

キーワード：清酒、タンニン系色素、赤米

Sake Brewing with Red Rice

OZAWA Mayumi and SAKURAI Hiroshi

Redrice (*Japonica*) which accumulate tannin pigments were studied to utilize them in the manufacture of red sake. 200g sake making fermentation test. The fermentation was going well. Immediately after the press, the sake had straw-colored, but the color changed to vivid red when the sake was irradiated with light. The maximum absorption of sake color was 530nm. The color was stable when sake was stored in cool and dark room for long time. The stability of the color was affected by heat and dry. And the maximum absorption moved to lower wavelength.

key words ; sake, tannin pigments, red rice

1 緒言

級別廃止などの酒税法改正、消費者のニーズの多様化により、清酒業界では差別化商品競争が激化しており、清酒の新製品開発には香りや味に特徴を持たせる製品や視覚的に訴える製品などが商品化されてきた。その中で赤い色をした酒類には酒中に木灰を添加し、微アルカリ性とし褐変反応を進行させて製造する熊本県の「赤酒（灰持酒）」、鹿児島県の「地酒」¹⁾、島根県の「地伝酒」、石川県の「七尾酒」等の雑種がある。清酒としては、紅麹菌 *Monascus anka* の生産する色素を利用する新潟県醸造試験場が開発した「あかい酒」²⁾ や酵母のアデニン要求変異株を用いる「桃色にごり酒」^{3,4)}、またアントシアニン系色素やタンニン系色素を蓄積する有色米の色素を抽出して製造する清酒リキュール等⁵⁻⁷⁾ が知られている。有色米とは穀粒の表皮が赤褐色の色調を示す米で、古代米と称し、米の原品種に近い系統である。これらは稲の粒色に関する遺伝子型により粒色発現物質が

異なり、アントシアニン系色素を蓄積するインディカタイプの黒紫色米やタンニン系色素を蓄積するジャポニカタイプの赤米があることが報告⁸⁻¹⁰⁾ されている。

筆者らはタンニン系色素を有する赤米利用による清酒製造を行い、色素の温度、太陽光に対する安定性を検討したので、その経過について報告する。

2 実験方法

2-1 原料米および原料処理

原料米は(財)岩手生物工学研究センターで収穫されたジャポニカタイプの赤米を用いた。この赤米を常法通り70%まで精米した。

2-2 清酒の小仕込試験

赤米(70%精米)を用いた総米200g [酵母：協会701号、麹歩合20%(70%トヨニシキ)、汲水歩合130%、15 一段仕込み]の小仕込み試験を行った。

* 醸造技術部

2-3 生成酒の成分分析

一般成分は国税庁所定分析法¹¹⁾に準じて行った。色調の測定はベックマン分光光度計を用いた。

2-4 赤酒の保存試験

生成酒の保存時における色素の変化について検討した。貯蔵温度、光照射の有無、及び窒素置換等の貯蔵条件を変えて6ヶ月間保存試験を行い、視覚的観察及び吸光度(OD₄₂₀及びOD₅₃₀)の変化を調べた。貯蔵試験区を表1に示す。

表1 貯蔵試験区

試験区	貯蔵温度	光照射の有無	窒素ガス
No.1	冷蔵	有	-
No.2	冷蔵	無	-
No.3	冷蔵	無	窒素置換
No.4	室温	有	-
No.5	室温	無	-
No.6	室温	UV	-

3 結果

3-1 赤酒の製造

洗米時の水温は13℃で、浸漬時間は18分、浸漬吸水率28%、蒸し米吸水率43%であった。洗米により色素が流

失し、一般の白米と変わらない白色になった。

発酵は順調に経過し、17日目の上槽となった。生成酒の一般分析値を表2に示す。生成酒は淡黄色を示し、普通の白米で仕込んだ酒の色と殆ど変わらなかった。しかし、自然光に曝すことにより速やかに発色し、赤色に着色した。

表2 赤米酒の成分

日本酒度	アルコール (%)	pH	酸度 (ml)	アミノ酸度 (ml)
+5.0	16.2	4.01	4.0	1.5

3-2 赤酒の貯蔵試験

生成酒に光照射せず、淡黄色のまま表1の貯蔵試験区に従って試験を実施した。

生成酒の貯蔵時における色素の変化について検討した結果を表3に示す。

室温・UV照射貯蔵区(No.6)は黄褐色の増加が早く、見た目の赤色の退色が早く、すぐに褐変した。

室温・有光貯蔵区(No.4)は420nmの光の吸収の増加により褐変してきたが、それと共に530nmの光の吸収も増加進行した。そのため、視覚的には赤褐色が濃くなった。しかし、4ヶ月を越えると褐色の方が強くなり、貯蔵期間は3ヶ月以内であると思われた。冷蔵・有光貯蔵区(No.1)での色保存状態は良好で、6ヶ月を経過しても赤色は安定的に保たれていた。

表3 生成酒の貯蔵試験(吸光度の変化)

試験区	貯蔵日数 波長	0日目	1日目	3日目	5日目	30日目	90日目	180日目
		OD ₄₂₀	0.1120	0.1229	0.1768	0.1959	0.2098	0.2342
No.1	OD ₅₃₀	0.0233	0.0341	0.0820	0.0971	0.1606	0.2663	0.2169
	OD ₄₂₀	0.1120	0.1018	0.1015	0.1026	0.1300	0.1323	0.1377
No.2	OD ₅₃₀	0.0233	0.0248	0.0338	0.0621	0.0616	0.0657	0.0642
	OD ₄₂₀	0.1120	-	-	-	-	-	0.1081
No.3	OD ₅₃₀	0.0233	-	-	-	-	-	0.0292
	OD ₄₂₀	0.1120	0.1439	0.1654	0.1848	0.1997	0.2356	0.5067
No.4	OD ₅₃₀	0.0233	0.0811	0.1388	0.1586	0.1782	0.2769	0.1275
	OD ₄₂₀	0.1120	-	-	-	-	0.1984	0.2276
No.5	OD ₅₃₀	0.0233	-	-	-	-	0.0795	0.0893
	OD ₄₂₀	0.1120	0.2563	0.5332	0.5008	0.6120	-	-
No.6	OD ₅₃₀	0.0233	0.1447	0.2323	0.2244	0.2176	-	-

遮光区(2, 3及び5)はいずれも赤色に発色せず淡黄色のままであった。特に3の窒素置換区は上槽時そのまゝの色調を保っているが、貯蔵温度が高くなるほど、黄色波長の吸収が大きかった。しかし、いずれも再度の光照射により赤色に発色した。

4 考 察

赤米を用いて赤色清酒の開発について検討した。上槽直後の生成酒の色調は淡黄色を示し、暗所に保存すれば色調の変化は認められない。しかし、光照射により速やかに発色し、鮮やかなピンク色清酒となった。これは赤米に含まれる多色性色素であるポリフェノール性タンニン様物質が、光酸化重合反応により赤色に発色する¹²⁾ためと推定された。この赤米は脱穀直後の米の色は白かったが、光を照射すると赤色に発色した。また、米を割ると中心部まで赤くなったため、この色素は米の表皮だけでなく、米の内部にまで存在すると思われた。それゆえ、精米時あるいは、洗米時に色素が流出しても、米内部に残存する色素により、光を照射すると赤色に発色することができると思われる。従って、この赤米を用いての高精白酒を製造することが可能と思われるが、色素量、色素分布等の問題があり、今後の検討を要する。また、色素の含有量により濃赤色から淡ピンク色まで様々な色を帯有させることができるので米の精米、洗米等の処理条件も併せて検討する必要がある。

赤米で仕込んだ清酒の色素変化を検討した結果、冷蔵・有光貯蔵区は420nm、530nmの両波長とも吸光度が増加したが、OD₅₃₀の増加がより多く、視覚的に赤色が濃くなる。また6ヶ月を経過しても赤色は安定的に保たれている。冷蔵・遮光貯蔵試験区も吸光度は増加するが、その増加は少量であり、視覚的にはやや黄色が増加する程度となる。しかし、この試験区の酒に光を照射すると、速やかに赤色に発色した。冷蔵・遮光・窒素置換貯蔵区は上槽直後の吸光度と変わりなく、淡黄色のままである。しかし、これも光照射により赤色に発色した。室温・有光貯蔵区は430nmの吸光度が4ヶ月頃から急速に増加し、褐色が強くなる。そのため、赤酒としての貯蔵期間は3ヶ月ぐらいであると思われる。しかし、室温は季節による変動があるため、夏の高温で光線の強い時期にはさらに色の安定性が悪いと思われる。室温・遮光貯蔵区は光を照射しないため淡黄色のままであるが、OD₄₂₀の吸光度の増加は冷蔵・遮光試験区より大きく、黄色の度合いがより強くなる。これも、光を照射することにより赤く発色する。室温・UV照射貯蔵区の増色の程度が最も速く、すぐに褐変し、みだ目の赤色の退色も速かった。特に、

貯蔵温度が上がると420nmの吸光度が増加し褐変みられ、光にさらすと530nmの吸光度が増加し赤色が濃くなった。これは、遮光するか、窒素置換することにより防止することができた。従って、実際に商品化する場合には、出荷時に自然光にさらして赤色を発色させ、遮光するための褐色瓶に瓶詰めし、冷蔵で貯蔵することが必要であると思われる。

以上述べたように、酒の着色度は経時変化から時間とともに強くなることから、光、温度による酸化作用によると推察される。

5 結 語

赤米を用いて赤い清酒の開発について検討した。発酵は順調に推移し、生成酒を得ることができた。上槽後の生成酒の色は淡黄色を示したが、光を照射することにより、鮮やかな赤色を帯びた赤酒を製造することができた。

この米はアントシアニン系色素の黒紫米のようにはじめから色を有するのではなく、自然光にさらすと色を有するようになるため、この色素は多色性色素のタンニン系色素であると思われた。

この米でできた酒は光照射前は淡黄色を示し、420nm付近に極大吸収があった。しかし、太陽光を照射すると赤色の色調を示し、520~530nm付近に極大吸収が移動した。この色素は冷暗所では長期間安定であるが、熱や光や酸素によって増退色するため、商品化の際には発色させる時期や流通過程における保存等の工夫が必要であると思われる。

終わりに当たり赤米の提供をいただいた(財)岩手工学研究センターに感謝いたします。

文 献

- 1)高宮義治：醸協、77,634(1982)
- 2)嶋梯司：醸協、73,332(1978)
- 3)西谷尚道：醸協、80,17(1985)
- 4)大内弘造：特許番号1251170
- 5)吉永和彦：醸協、81,337(1986)
- 6)山中信介：奈良県工業試験場研究報告 No.12、4(1986)
- 7)高橋康次郎：醸協、84,807(1986)
- 8)Nagai：Jour. Coll. Agric. Imp. Univ. Tokyo、8(1921)
- 9)涼野元：日大農医研報8,65(1957)
- 10)前川雅彦：北大農研報23,11(1983)
- 11)注解編集委員会編：第4回改正国税庁所定分析法注解
- 12)天然着色料ハンドブック：光琳(1979)

モチ性小麦粉加工品の開発

関村 照吉*、伊藤 良仁**、荒川 善行*

従来の小麦粉にモチ性小麦粉を混合し、岩手県特産品のひつつみ、南部せんべい、盛岡冷めんなどを製造し、官能試験でその特性を評価した。その結果、めん類は色が悪い点と歯に付着する食感があり評価は悪かったが、おしるこ団子や南部せんべいの評価は良く、混合粉はお菓子類の加工適性に優れていると考えられた。

キーワード：モチ性小麦粉、加工適性

Development of Waxy Flour Products.

SEKIMURA Teruyoshi, ITO Yoshihito and ARAKAWA Yoshiyuki

We evaluate the character of a mixture of waxy flour and a normal type by the sensory test making *Hittumi*, *Nanbu-senbei* and *Morioka-reimen* of which Iwate original brand. The evaluation of noodle is poor by sticky and failed in the color, but *Osiruko-dango* and *Nanbu-senbei* have good results.

Therefore the waxy flour mix has suitability for processing confectionery.

key words:waxy flour, processing suitability

1 結 言

モチ性小麦はデンプンのアミロース含量が極端に低くほとんどアミロペクチンのみからなる小麦¹⁾である。これは東北農業試験場で半数体育種法で育種された盛系と農業研究センターで突然変異法で育種された谷系が種苗登録²⁾されている。この小麦の加工特性として、従来の小麦粉に20～30%混入することにより、ゆでめん加工した場合になめらかさやもちもち感が強調されることを期待している小麦³⁾である。このモチ性小麦粉を従来粉に混合し、岩手県特産の南部せんべい、盛岡冷めんなどを製造した場合の特徴を、官能試験を中心に評価した。

2 実験方法

2-1 試料

東北糯210号粉(もち盛系C-D1478)及び東北糯211号粉(もち盛系C-D1479)は福岡県産であり、製粉方法は不明である。ナンブコムギ粉は東日本産業(株)製、コユキコムギ粉は府金製粉(株)製、南部せんべい用小麦粉(商品名ヒット)は府金製粉(株)製、パン用小麦粉(商品名ホームラン)は府金製粉(株)製、そば粉

(商品名りんどう)は東日本産業(株)製、盛岡冷めん粉は府金製粉(株)製を使用した。

2-2 原料配合

混合率は、従来粉にモチ性小麦粉を混合しても、その特徴が出ると考えられる全体の粉の量の25重量%(以下配合はすべて重量%)を混合することを基本とした。

1) 乾及びゆでうどん

ナンブコムギ粉を対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

2) そば

りんどう30%に対しナンブコムギ粉70%加えた粉を対照とし、ナンブコムギ粉の内25%を東北糯210号粉で置き換えた混合粉とした。従って全体に占めるモチ性小麦粉の割合は17.5%である。

3) 南部せんべい

ヒットを対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

4) ひつつみ

ナンブコムギ粉を対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

* 食品開発部

** 食品開発部(現在応用生物部)

5) 盛岡冷めん

冷めん粉を対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

6) おしるこ団子

上新粉と同量のモチ性小麦粉を加えた粉、モチ性小麦粉70%とキビ粉及びモロコシ粉を30%加えた粉の3種類とした。

7) パン

ホームランを対照とし、小麦粉の30%を東北糯210号粉で置き換えた混合粉とした。

2-3 製造法

1) ゆでうどん

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩2、水34の割合で加えた。ミキシング時間10分間、荒延べ1回、生地複合2回後30分間放置し、圧延3回で最終めん帯厚2.5mmとし切り歯10番で切り出した。ゆでめん水分が75%になる時間ゆでた後、-30℃で凍結保存し、試食当日熱湯で解凍後冷却し、冷たい状態で試食した。

2) 乾うどん

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩4、水34の割合で加えた。ミキシング時間10分間、荒延べ1回、生地複合2回後30分間放置し、圧延3回で最終めん帯厚1.2mmとし切り歯10番で切り出し、4ステップ乾燥した。試食当日ゆでめん水分が75%になる時間ゆでた後冷却し、冷たい状態で試食した。

3) ゆでそば

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩4、熱湯40の割合で加えた。ミキシング時間5分間、荒延べ1回、生地複合2回、圧延3回で最終めん帯厚1.8mmとし切り歯20番で切り出した。ゆでそば水分が75%になる時間ゆでた後、-30℃で凍結保存し、試食当日熱湯で解凍後冷却し、冷たい状態で試食した。

4) ひつつみ

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩2、水55、食用油1の割合で加えた。ミキシング時間10分間、2時間放置後手で熱湯内にちぎり入れ、ゆで上げた後-30℃で凍結保存し、試食当日熱湯で解凍後あたたかい状態で試食した。

5) 南部せんべい

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩1.7、水60、重曹0.2の割合で加えた。手で軽く混ぜ合わせた後、20g前後に分割し石釜式の南部せんべい焼き機で焼き上げ、試食当日手で適当な大きさに割り試食した。

6) 盛岡冷めん

水分13.5%換算で原料配合粉100に対し食塩2、水5

0、重曹0.5の割合で加えた。油圧押し出しのバッチ式の冷めん機で熱湯に押し出し、冷却し冷やした状態で試食した。

7) おしるこ団子

それぞれの原料粉に加糖、加水して練り上げ蒸し器で10分蒸した後、-30℃で凍結保存し、試食当日解凍し、別に暖めたあんこ汁であたかい状態で試食した。

8) パン

表1の原料配合により中種法でリーン及びリッチタイプのバンズパンを製造し試食した。

表1 パンの原料配合

	リーンタイプ	リッチタイプ
小麦粉	100	100
砂糖	5	10
食塩	2	1.8
油脂	5	10
卵		10
イースト	2	3
イーストフード	0.1	0.1
水	適量	適量

2-4 官能試験

ゆでうどん、ゆで乾しうどん、ゆでそば、ひつつみは色、はだ荒れ、かたさ、粘弾性、なめらかさ、味、総合の評価項目を、南部せんべいは色、もろさ、かたさ、味、総合の評価項目を、対照と混合品の2試料を23名のパネルでどちらが良いかを比較⁴⁾した。盛岡冷めんは対照と混合品の2試料をパネル5名で比較した。おしるこ団子とパンは硬さ、総合について23名のパネルで1(劣る)、2(普通)、3(よい)の点数を付けた。

3 結果

3-1 原料粉分析

混合原料のナンブコムギ粉とモチ性小麦粉(東北糯211号粉)の分析値とそれぞれのアミログラム値を表2に示した。

表2 原料粉の特性値

	分析値				アミログラム値		
	水分	灰分	タンパク	湿麩	GT	MV	MVT
ナンブコムギ	14.5	0.387	10.57	32.0	58.0	530	89.9
モチ性小麦	12.4	0.517	9.53		61.0	959	70.0

(東北糯211号)

ナンブコムギ粉の水分は13.5%よりも高かった。また、モチ性小麦粉の灰分は製粉方法の違いによるものか2等粉⁵⁾以上の量で多かった。ナンブコムギ粉のアミログラム値は低アミロ小麦ではなかった。モチ性小麦粉は

MVT（最高粘度時温度）が低くナンブコムギ粉との差は20℃もあった。MV（最高粘度）は大きく、グラフとしては立ち上がりの大きいバレイショやタピオカ⁶⁾のような地下貯蔵デンプンのパターンと類似していた。

3-2 配合粉のブラベンダー試験結果

ナンブコムギ粉75%にモチ性小麦粉（東北糯211号粉）を25%混合した粉の特性値を知るためブラベンダー試験⁷⁾（アミログラム・ファリノグラム・エクステンソグラム）を実施した結果を表3に示した。

混合粉のブラベンダー試験結果は、アミログラムで2つのピークが認められ、混合原料に用いた粉のアミログラムの特性値より、第1ピークはモチ性小麦粉に第2ピークはナンブコムギ粉に由来するものと考えられた。ファリノグラムでは吸水率（Ab）と弱化度（Wk）が大きく、パロリーメーター・バリュー（VV）の特性値では中力粉のパターンを示した。エクステンソグラムでは伸張抵抗（R）が小さく、伸張度（E）が大きいことからデンプンが損傷した小麦粉を思わせるようなパターンで、形状係数（R/E）も小さいことから生地がだれる傾向があると考えられた。

3-3 うどん類の分析値

ゆでうどん類の水分、ゆで時間、ゆで溶出量、ゆで歩合の測定値を表4に示した。また、ゆでうどんとゆでモチ性小麦うどんの表面写真を図1、2に示した。



図1 ゆでうどんの表面写真

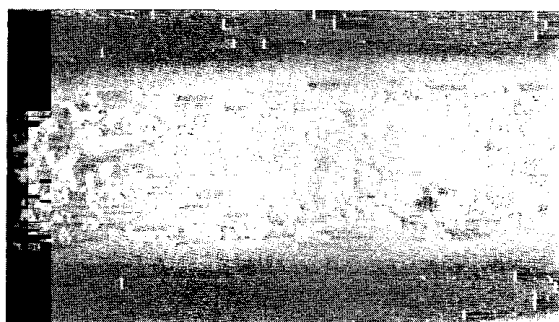


図2 ゆでモチ性小麦うどんの表面写真

ゆでうどん類のゆで溶出量は、ゆでめんは混合品が大きく、ゆで乾めん類では逆に混合品が小さい。表面の状態は混合品は表面がゆで溶けて肌荒れがめだった。

3-4 パンの分析値

表5にパンの分析値を示した。また、図3、4にゼロックス複写法によるパンの内層面の比較を示した。

表3 配合粉のブラベンダーテスト

分析値	アミログラム値				ファリノグラム値				エクステンソグラム値								
	水分	灰分	タンパク	湿熱	GT	MV	MVT	Ab	Dt	Stab	Wk	VV	Ab	A	R	E	R/E
混合粉	14.1	0.427	10.3	30.5	58.0	73	68.3	65.5	3.2	3.7	135	44	62.2	69	255	215	1.19
						335	92.0										

表4 めん類の分析値

	水分	ゆで時間	ゆで溶出量	ゆで歩留
ゆでうどん	32.3	23' 41"	8.18	2.88
ゆでモチ性小麦うどん	31.6	25' 02"	11.86	3.16
ゆで乾うどん	14.3	8' 30"	8.16	3.53
ゆでモチ性小麦乾うどん	15.4	9' 35"	7.21	2.86

表5 パンの分析値

パンの種類	パンズパン 生地70g			
	焼き上げ後重量(g)	焼減率	容積(ml)	比容積
リーン対照	62.8	10.3	278	4.42
混合品	62.0	11.4	270	4.35
リッチ対照	62.4	10.9	372	5.96
混合品	61.6	12.0	330	5.36



対照 混合品

図3 リーンタイプのパン



対照 混合品

図4 リッチタイプのパン

混合粉のパンは、リーン、リッチタイプ共に比容積は標準に比較して小さく、焼減率は大きくなり、やや軽い感じのパンに仕上がる傾向となった。

3-5 官能試験結果

表6 官能試験結果

ゆでうどん	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	0	2	0	1	1	1	0	差がある
対照	23	21	23	22	22	22	23	
ゆで乾うどん	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	6	7	6	10	13	12	8	差が無し
対照	17	16	17	13	10	11	15	
ゆでそば	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	2	3	0	3	1	1	0	差がある
対照	22	21	24	21	23	23	24	
ひつつみ	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	6	7	12	16	17	15	16	差が無し
対照	17	16	11	7	6	8	7	
南部せんべい	色	もろさ	かたさ	味	総合	χ ² 乗検定		
混合品	11	15	10	7	7	差が無し		
対照	13	9	14	17	17			

おしるこ団子	硬さ	総合	主な講評
モチ性小麦・米粉	1.92	2.00	少しかたい
モチ性小麦・きび	2.67	2.61	独特の風味
モチ性小麦・もろこし	2.64	2.59	香りがよい やわらかく食べやすい

パン リーンタイプ	硬さ	総合	主な講評
対照	2.47	2.36	ふっくら
混合品	2.04	2.00	粘り気

パン リッチタイプ	硬さ	総合	主な講評
対照	2.54	2.54	
混合品	2.32	2.45	色やや不良 差が少ない

表6に官能試験の結果を示す。ゆでうどんとゆでそばは対照と混合品の評価に差があり、混合品の評価は低かった。その原因は、混合品は対照に比較し、色が悪く、め

んの表面と内部の水分勾配が大きく、表面はゆで溶けているにもかかわらず、内部はゆで上がっていないような食感ではだ荒れ、かたさの評価が悪く、めんを噛んだとき歯に付着するため粘弾性、なめらかさともに評価が劣ったと考えられた。

ゆで乾うどんとひつつみでは対照と混合品と評価の差が小さく、特にゆで乾うどんではなめらかさの点で、ひつつみでは粘弾性、なめらかさ、味の項目で混合品の評価が良かった。

南部せんべいでは対照と混合品との評価の差は小さく、混合品はもろさの点で評価が良く「さくさく」している食感から老人向け子供向けとの評価があった。

おしるこ団子はモチ性小麦粉・米粉混合よりもキビ粉、モロコシ粉の雑穀粉を混ぜた粉の評価が高かった。

パンでは混合品がリーンタイプでは粘り気があるとの評価や、リッチタイプでは色がやや不良な点を除けば対照との評価の差が少なくなった。

盛岡冷めんの、混合品は見た目ではゆで溶けは対照並であったが、食感は弾力がなく歯に付着した。

総合的には、めん類の官能試験では色の評価項目のウエイトが高く⁸⁾、歯に付着する食感もあることから製めん適性は高いとはいえない。しかし、おしるこ団子や南部せんべいでは、色の評価項目のウエイトが高くないこともあり、今回の色が不良である点は問題にならないと考えられ、食感も良いことからお菓子類の加工適性があると考えられた。

文 献

- 1) 今井徹：食品と化学,7,67(1996)
- 2) 柴田茂久：食品と化学,10,89(1996)
- 3) モチ性小麦の生産・利用技術実用化事業実績報告書：(財)農産業振興奨励会(1997)
- 4) 石川栄助：実務化のための新統計学,201(1970)
- 5) 日本麦類研究会：小麦粉 その原料と加工品,523(1976)
- 6) 中村道徳、鈴木繁男編：澱粉科学ハンドブック,37(1977)
- 7) 農林水産技術会議事務局：小麦育種試験における小麦品質検定法,29(1968)
- 8) 小麦の品質評価法 官能検査によるめん適性：農林水産省 食品総合研究所,昭和60年11月

モチ性小麦粉加工品の開発

関村 照吉*、伊藤 良仁**、荒川 善行*

従来の小麦粉にモチ性小麦粉を混合し、岩手県特産品のひつつみ、南部せんべい、盛岡冷めんなどを製造し、官能試験でその特性を評価した。その結果、めん類は色が悪い点と歯に付着する食感があり評価は悪かったが、おしるこ団子や南部せんべいの評価は良く、混合粉はお菓子類の加工適性に優れていると考えられた。

キーワード：モチ性小麦粉、加工適性

Development of Waxy Flour Products.

SEKIMURA Teruyoshi, ITO Yoshihito and ARAKAWA Yoshiyuki

We evaluate the character of a mixture of waxy flour and a normal type by the sensory test making *Hittumi*, *Nanbu-senbei* and *Morioka-reimen* of which Iwate original brand. The evaluation of noodle is poor by sticky and failed in the color, but *Osiruko-dango* and *Nanbu-senbei* have good results.

Therefore the waxy flour mix has suitability for processing confectionery.

key words:waxy flour, processing suitability

1 結 言

モチ性小麦はデンプンのアミロース含量が極端に低くほとんどアミロペクチンのみからなる小麦¹⁾である。これは東北農業試験場で半数体育種法で育種された盛系と農業研究センターで突然変異法で育種された谷系が種苗登録²⁾されている。この小麦の加工特性として、従来の小麦粉に20～30%混入することにより、ゆでめん加工した場合になめらかさやもちもち感が強調されることを期待している小麦³⁾である。このモチ性小麦粉を従来粉に混合し、岩手県特産の南部せんべい、盛岡冷めんなどを製造した場合の特徴を、官能試験を中心に評価した。

2 実験方法

2-1 試料

東北糯210号粉(もち盛系 C-D1478)及び東北糯211号粉(もち盛系 C-D1479)は福岡県産であり、製粉方法は不明である。ナンブコムギ粉は東日本産業(株)製、コユキコムギ粉は府金製粉(株)製、南部せんべい用小麦粉(商品名ヒット)は府金製粉(株)製、パン用小麦粉(商品名ホームラン)は府金製粉(株)製、そば粉

(商品名りんどう)は東日本産業(株)製、盛岡冷めん粉は府金製粉(株)製を使用した。

2-2 原料配合

混合率は、従来粉にモチ性小麦粉を混合しても、その特徴が出ると考えられる全体の粉の量の25重量%(以下配合はすべて重量%)を混合することを基本とした。

1) 乾及びゆでうどん

ナンブコムギ粉を対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

2) そば

りんどう30%に対しナンブコムギ粉70%加えた粉を対照とし、ナンブコムギ粉の内25%を東北糯210号粉で置き換えた混合粉とした。従って全体に占めるモチ性小麦粉の割合は17.5%である。

3) 南部せんべい

ヒットを対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

4) ひつつみ

ナンブコムギ粉を対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

* 食品開発部

** 食品開発部(現在応用生物部)

5) 盛岡冷めん

冷めん粉を対照とし、その内25%を東北糯211号粉で置き換えた混合粉とした。

6) おしるこ団子

上新粉と同量のモチ性小麦粉を加えた粉、モチ性小麦粉70%とキビ粉及びモロコシ粉を30%加えた粉の3種類とした。

7) パン

ホームランを対照とし、小麦粉の30%を東北糯210号粉で置き換えた混合粉とした。

2-3 製造法

1) ゆでうどん

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩2、水34の割合で加えた。ミキシング時間10分間、荒延べ1回、生地複合2回後30分間放置し、圧延3回で最終めん帯厚2.5mmとし切り歯10番で切り出した。ゆでめん水分が75%になる時間ゆでた後、-30℃で凍結保存し、試食当日熱湯で解凍後冷却し、冷たい状態で試食した。

2) 乾うどん

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩4、水34の割合で加えた。ミキシング時間10分間、荒延べ1回、生地複合2回後30分間放置し、圧延3回で最終めん帯厚1.2mmとし切り歯10番で切り出し、4ステップ乾燥した。試食当日ゆでめん水分が75%になる時間ゆでた後冷却し、冷たい状態で試食した。

3) ゆでそば

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩4、熱湯40の割合で加えた。ミキシング時間5分間、荒延べ1回、生地複合2回、圧延3回で最終めん帯厚1.8mmとし切り歯20番で切り出した。ゆでそば水分が75%になる時間ゆでた後、-30℃で凍結保存し、試食当日熱湯で解凍後冷却し、冷たい状態で試食した。

4) ひつつみ

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩2、水55、食用油1の割合で加えた。ミキシング時間10分間、2時間放置後手で熱湯内にちぎり入れ、ゆで上げた後-30℃で凍結保存し、試食当日熱湯で解凍後あたたかい状態で試食した。

5) 南部せんべい

水分13.5%換算で原料粉100に対し食塩1.7、水60、重曹0.2の割合で加えた。手で軽く混ぜ合わせた後、20g前後に分割し石釜式の南部せんべい焼き機で焼き上げ、試食当日手で適当な大きさに割り試食した。

6) 盛岡冷めん

水分13.5%換算で原料配合粉100に対し食塩2、水5

0、重曹0.5の割合で加えた。油圧押し出しのバッチ式の冷めん機で熱湯に押し出し、冷却し冷やした状態で試食した。

7) おしるこ団子

それぞれの原料粉に加糖、加水して練り上げ蒸し器で10分蒸した後、-30℃で凍結保存し、試食当日解凍し、別に暖めたあんこ汁であたたかい状態で試食した。

8) パン

表1の原料配合により中種法でリーン及びリッチタイプのバンズパンを製造し試食した。

表1 パンの原料配合

	リーンタイプ	リッチタイプ
小麦粉	100	100
砂糖	5	10
食塩	2	1.8
油脂	5	10
卵		10
イースト	2	3
イーストフード	0.1	0.1
水	適量	適量

2-4 官能試験

ゆでうどん、ゆで乾しうどん、ゆでそば、ひつつみは色、はだ荒れ、かたさ、粘弾性、なめらかさ、味、総合の評価項目を、南部せんべいは色、もろさ、かたさ、味、総合の評価項目を、対照と混合品の2試料を23名のパネルでどちらが良いかを比較⁴⁾した。盛岡冷めんは対照と混合品の2試料をパネル5名で比較した。おしるこ団子とパンは硬さ、総合について23名のパネルで1(劣る)、2(普通)、3(よい)の点数を付けた。

3 結果

3-1 原料粉分析

混合原料のナンブコムギ粉とモチ性小麦粉(東北糯211号粉)の分析値とそれぞれのアミログラム値を表2に示した。

表2 原料粉の特性値

	分析値				アミログラム値		
	水分	灰分	タンパク	湿麩	GT	MV	MVT
ナンブコムギ	14.5	0.387	10.57	32.0	58.0	530	89.9
モチ性小麦	12.4	0.517	9.53		61.0	959	70.0

(東北糯211号)

ナンブコムギ粉の水分は13.5%よりも高かった。また、モチ性小麦粉の灰分は製粉方法の違いによるものか2等粉⁵⁾以上の量が多かった。ナンブコムギ粉のアミログラム値は低アミロ小麦ではなかった。モチ性小麦粉は

MVT（最高粘度時温度）が低くナンブコムギ粉との差は20℃もあった。MV（最高粘度）は大きく、グラフとしては立ち上がりの大きいバレイショやタピオカ⁶⁾のような地下貯蔵デンプンのパターンと類似していた。

3-2 配合粉のブラベンダー試験結果

ナンブコムギ粉75%にモチ性小麦粉（東北糯211号粉）を25%混合した粉の特性値を知るためブラベンダー試験⁷⁾（アミログラム・ファリノグラム・エクステンソグラム）を実施した結果を表3に示した。

混合粉のブラベンダー試験結果は、アミログラムで2つのピークが認められ、混合原料に用いた粉のアミログラムの特性値より、第1ピークはモチ性小麦粉に第2ピークはナンブコムギ粉に由来するものと考えられた。ファリノグラムでは吸水率（Ab）と弱化度（Wk）が大きく、パロリーメーター・バリュー（VV）の特性値では中力粉のパターンを示した。エクステンソグラムでは伸張抵抗（R）が小さく、伸張度（E）が大きいことからデンプンが損傷した小麦粉を思わせるようなパターンで、形状係数（R/E）も小さいことから生地がだれる傾向があると考えられた。

3-3 うどん類の分析値

ゆでうどん類の水分、ゆで時間、ゆで溶出量、ゆで歩合の測定値を表4に示した。また、ゆでうどんとゆでモチ性小麦うどんの表面写真を図1、2に示した。



図1 ゆでうどんの表面写真

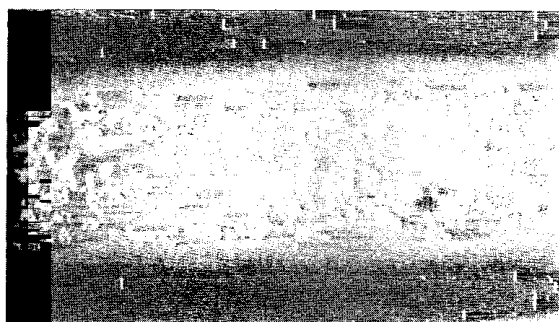


図2 ゆでモチ性小麦うどんの表面写真

ゆでうどん類のゆで溶出量は、ゆでめんは混合品が大きく、ゆで乾めん類では逆に混合品が小さい。表面の状態は混合品は表面がゆで溶けて肌荒れがめだった。

3-4 パンの分析値

表5にパンの分析値を示した。また、図3、4にゼロックス複写法によるパンの内層面の比較を示した。

表3 配合粉のブラベンダーテスト

分析値	アミログラム値				ファリノグラム値				エクステンソグラム値								
	水分	灰分	タンパク	湿熱	GT	MV	MVT	Ab	Dt	Stab	Wk	VV	Ab	A	R	E	R/E
混合粉	14.1	0.427	10.3	30.5	58.0	73	68.3	65.5	3.2	3.7	135	44	62.2	69	255	215	1.19
						335	92.0										

表4 めん類の分析値

	水分	ゆで時間	ゆで溶出量	ゆで歩留
ゆでうどん	32.3	23' 41"	8.18	2.88
ゆでモチ性小麦うどん	31.6	25' 02"	11.86	3.16
ゆで乾うどん	14.3	8' 30"	8.16	3.53
ゆでモチ性小麦乾うどん	15.4	9' 35"	7.21	2.86

表5 パンの分析値

パンの種類	パンズパン 生地70g			
	焼き上げ後重量(g)	焼減率	容積(ml)	比容積
リーン対照	62.8	10.3	278	4.42
混合品	62.0	11.4	270	4.35
リッチ対照	62.4	10.9	372	5.96
混合品	61.6	12.0	330	5.36



対照 混合品

図3 リーンタイプのパン



対照 混合品

図4 リッチタイプのパン

混合粉のパンは、リーン、リッチタイプ共に比容積は標準に比較して小さく、焼減率は大きくなり、やや軽い感じのパンに仕上がる傾向となった。

3-5 官能試験結果

表6 官能試験結果

ゆでうどん	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	0	2	0	1	1	1	0	差がある
対照	23	21	23	22	22	22	23	
ゆで乾うどん	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	6	7	6	10	13	12	8	差が無し
対照	17	16	17	13	10	11	15	
ゆでそば	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	2	3	0	3	1	1	0	差がある
対照	22	21	24	21	23	23	24	
ひつつみ	色	はだ荒れ	かたさ	粘弾性	なめらかさ	味	総合	χ ² 乗検定
混合品	6	7	12	16	17	15	16	差が無し
対照	17	16	11	7	6	8	7	
南部せんべい	色	もろさ	かたさ	味	総合	χ ² 乗検定		
混合品	11	15	10	7	7	差が無し		
対照	13	9	14	17	17			

+1 いまいち、+2 よつう、+3 よい

おしるこ団子	硬さ	総合	主な講評
モチ性小麦・米粉	1.92	2.00	少しかたい
モチ性小麦・きび	2.67	2.61	独特の風味
モチ性小麦・もろこし	2.64	2.59	香りがよい やわらかく食べやすい

パン	リーンタイプ	硬さ	総合	主な講評
対照		2.47	2.36	ふっくら
混合品		2.04	2.00	粘り気

パン	リッチタイプ	硬さ	総合	主な講評
対照		2.54	2.54	
混合品		2.32	2.45	色やや不良 差が少ない

表6に官能試験の結果を示す。ゆでうどんとゆでそばは対照と混合品の評価に差があり、混合品の評価は低かった。その原因は、混合品は対照に比較し、色が悪く、め

んの表面と内部の水分勾配が大きく、表面はゆで溶けているにもかかわらず、内部はゆで上がっていないような食感ではだ荒れ、かたさの評価が悪く、めんを噛んだとき歯に付着するため粘弾性、なめらかさともに評価が劣ったと考えられた。

ゆで乾うどんとひつつみでは対照と混合品と評価の差が小さく、特にゆで乾うどんではなめらかさの点で、ひつつみでは粘弾性、なめらかさ、味の項目で混合品の評価が良かった。

南部せんべいでは対照と混合品との評価の差は小さく、混合品はもろさの点で評価が良く「さくさく」している食感から老人向け子供向けとの評価があった。

おしるこ団子はモチ性小麦粉・米粉混合よりもキビ粉、モロコシ粉の雑穀粉を混ぜた粉の評価が高かった。

パンでは混合品がリーンタイプでは粘り気があるとの評価や、リッチタイプでは色がやや不良な点を除けば対照との評価の差が少なくなった。

盛岡冷めんの、混合品は見た目ではゆで溶けは対照並であったが、食感は弾力がなく歯に付着した。

総合的には、めん類の官能試験では色の評価項目のウエイトが高く⁸⁾、歯に付着する食感もあることから製めん適性は高いとはいえない。しかし、おしるこ団子や南部せんべいでは、色の評価項目のウエイトが高くないこともあり、今回の色が不良である点は問題にならないと考えられ、食感も良いことからお菓子類の加工適性があると考えられた。

文 献

- 1) 今井徹：食品と化学,7,67(1996)
- 2) 柴田茂久：食品と化学,10,89(1996)
- 3) モチ性小麦の生産・利用技術実用化事業実績報告書：(財)農産業振興奨励会(1997)
- 4) 石川栄助：実務化のための新統計学,201(1970)
- 5) 日本麦類研究会：小麦粉 その原料と加工品,523(1976)
- 6) 中村道徳、鈴木繁男編：澱粉科学ハンドブック,37(1977)
- 7) 農林水産技術会議事務局：小麦育種試験における小麦品質検定法,29(1968)
- 8) 小麦の品質評価法 官能検査によるめん適性：農林水産省 食品総合研究所,昭和60年11月

だんご汁の製造技術調査

関村 照吉*、荒川 善行*

大分県のだんご汁の製造技術を調査した。その結果、製造方法は岩手県のひつつみと共通点が多かった。機械製造のだんご汁は、乾タイプとプロピレングリコールを含有した半生タイプであった。

キーワード：だんご汁、ひつつみ

Report of the Hand Making and the Manufacturing *Dango-jiru* in Oita.

SEKIMURA Teruyoshi and ARAKAWA Yoshiyuki

We researched the processing technique of *Dango-jiru* in Oita. As a result, the processing has many similarity of *Hittumi* in Iwate. The manufactured *Dango-jiru* are dried type and semi-dried type adding of propylene glycol.

key words: dumpling, semi-dried noodle

1 緒 言

平成9年度岩手県生めん協同組合では、新商品開発能力育成事業¹⁾を実施し「ひつつみの機械化製造技術」に取り組んだ。これに伴い、工業技術センターでは技術的な支援をするため、製造方法が近いと考えられる大分県のだんご汁²⁾の状況を同事業実行委員会に同行し調査した。

2 調査場所

大分県別府市

3 調査時期

平成9年11月23日

4 調査内容

4-1 手作りのだんご汁製造法

大分市県認定のふるさと名人佐藤マスエさん³⁾による手作りのだんご汁製造法の実演視察と聞き取り調査した。

4-2 機械によるだんご汁の製造

大分県生麺組合連合会（会長 篠沢利治さん）の製麺業社4社から機械によるだんご汁の製造状況について聞き取り調査した。

4-3 観光土産用だんご汁の形態

大分県別府市内の観光土産品店3店にて、観光土産用だんご汁の販売形態について調査した。

5 調査結果

5-1 佐藤マスエさんの製造法

だんご汁は、小麦粉（中力粉、熊本製粉製、商品名紫銀杏）100に対し食塩2、加水量60重量%（以下配合はすべて重量%）で30分間手で練り、長さ2×6cm、厚さ3cm程度にちぎった後、濡れ布巾を掛けて1時間放置する。その後、両端を引っ張り約40cmの麺棒状に延ばして熱湯の中に放ち、ゆでる。ゆで上げ後十分に水洗いし、具材を煮込んだみそ仕立ての熱いスープで食べる。具材はニンジン・ゴボウ・シイタケ・サトイモであり、みそは麦みそと米みその合わせみそであった。

* 食品開発部

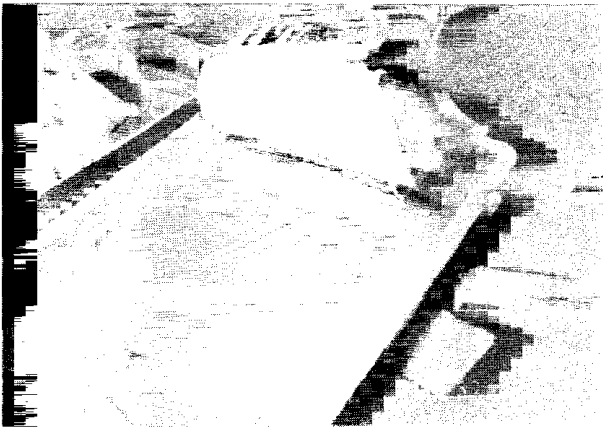


図1 だんご汁1時間の放置



図2 佐藤マスエさんによるだんご汁引き伸ばし



図3 だんご汁とやせうま

5-2 機械製造法

機械製造は、小麦粉は準強力粉を使用し、加水量34、食塩2でうどんのように生地をミキシング後、めん帯を造り、切歯4~8番(巾3.8~8mm)で切り出し、品質保持剤としてプロピレングリコール⁹⁾の入った半生タイプか乾燥したひらめん状態のものを製造している。

6 ひつつみとの比較

6-1 手作りのだんご汁とひつつみ

手作りのだんご汁もひつつみもその製造方法は、加水量が60と多いこと、放置時間は1時間とっていること、生地を引っ張ることなど共通点が多く、具材も類似していた。

6-2 機械製造のだんご汁とひつつみ

めん類を機械製造法で分類すると、生タイプ：めん製造後ゆで工程が無くそのまま包装して販売する。ゆでタイプ：めん製造後ゆで工程を経て水で冷却し包装後蒸気殺菌して販売する。冷凍タイプ：めん製造後ゆで工程を経て水で冷却し急速凍結し包装して販売する。半生タイプ：めん製造工程の中で品質保持剤や保存料を混入し水分23%程度まで乾燥して包装し販売する。乾タイプ：めん製造後水分14%以下に乾燥させ包装後販売する。の5タイプになる。

この内、だんご汁もひつつみも、商品寿命が短いことから生タイプの製品は作られていない。

機械製造のだんご汁は、半生タイプか乾タイプで、ゆでタイプ、冷凍タイプは造られていなかった。

岩手県の業界では機械製造のひつつみは、プロピレングリコールを自主規制している関係で乾めんタイプだけである。

6-3 観光土産品のだんご汁とひつつみ

観光土産用のだんご汁は、'やせうま'と言う名称で販売されている製品も含まれ、前述の機械製造の半生タイプと乾タイプが販売されていた。この内半生タイプは、岩手県の半生めんが主流となっているアルコールと脱酸素剤の併用による半生製品はなく、ほとんどプロピレングリコールを使用していた。粉末スープは添加されていたが、具材の添加は無かった。販売価格は500g入り1,000円であった。

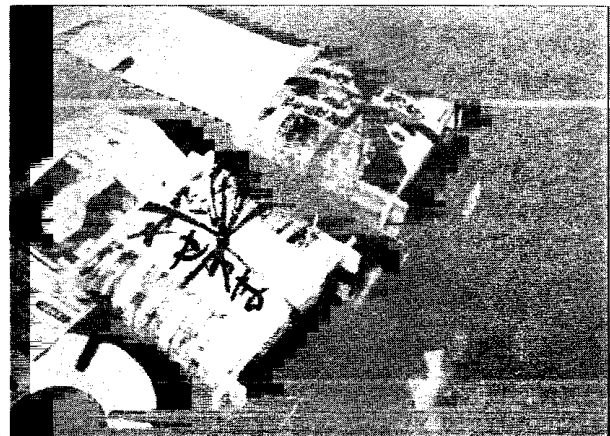


図4 観光土産用だんご汁・やせうま

これに対し観光土産品のひつつみは、機械製造による乾タイプもしくは手作りによるゆでタイプであり、粉末スープもしくは濃縮液体スープが添加されている。具材を調理した缶詰を組み合わせている製品もあるが具材を付した製品は無い。販売価格はだんご汁と同程度である。

7 機械による手作り風ひつつみ製造への取り組み

7-1 加水量と機械による製造方法

岩手県内でひつつみを製造している業者では、機械製造の加水量34%のひつつみと手作りの加水量55~60%のひつつみを比較した場合、後者に独特の「つるつる感」と「しこしこ感」があることを認めており、手作り作業者が肩こりするなどの負担が重いながら手作りによるゆでタイプの製造を続けている。しかしながら、永続していける技術ではないことから、機械での加水量の多い手作り風ひつつみが製造できないかを検討している。

加水量を多くして製造する場合の問題点は、手作り風の形状をだすために形をいろいろにしなければならず、機械とひつつみ及びひつつみ自体の付着防止を考えなければならない。このことから、通常の製めん機では扱えないことが想像され、元来加水量の多い生地を扱うパンあるいは製菓用の機械を使って製造できないかを検討したい。

7-2 観光土産用ひつつみの形態

機械による手作り風ひつつみは、製造コストと賞味期限を考えると、ゆでタイプか冷凍タイプを考えたい。具材はレトルト殺菌可能なスープや肉類の添加と調理済み

野菜類の添加を検討したい。

補 足

本調査終了後、(財)食品産業センター主催の'98ふるさと食品全国フェアが1998年3月3日~3月6日に東京国際展示場で開催された。そのフェアで新技術・新商品開発部門の農林水産大臣賞を(株)八商(本社 大分県別府市)の"豊後の里 だんご汁"が受賞した。商品の特徴は、ゆでたてのだんごと具材を調理冷凍パックしてあることで、290g入り500円である。

注 釈

だんご汁は、文献によれば団子汁とも記載がある。だんご汁は太いめん状のものである。また、だんご汁は本来は料理名と考えられるが、佐藤マスエさんも観光土産品もだんご汁の具材のだんごをだんご汁と呼んでいた。従って本文中明らかに具材のだんごをさしてもだんご汁と記述している。

文 献

- 1) 岩手県生めん協同組合：新商品開発能力育成事業報告書(1998)
- 2) (社)日本麺類業団体連合会監修：そば・うどんの応用技術、そば・うどん技術教本「第3巻」,128(1985)
- 3) 佐藤マスエ：大分市ふるさと名人認定証,平成2年12月5日
- 4) 食品・食品添加物等規格基準：食品衛生法(1997)
- 5) ふるさと食品コーナーガイド：(財)食品産業センター,'98ふるさと食品全国フェア(1998)