

研究報告

第19号

平成29年1月



Journal of
Local Independent Administrative Agency
Iwate Industrial Research Institute

Vol.19

地方独立行政法人
岩手県工業技術センター



地方独立行政法人 岩手県工業技術センター

〒020-0857 岩手県盛岡市北飯岡 2-4-25

TEL: 019-635-1115

FAX: 019-635-0311

ホームページ URL: <http://www.pref.iwate.jp/~kiri/>

お問い合わせ E-mail: CD0002@pref.iwate.jp

地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告

第 19 号

目 次

◆ 電子情報技術部

- 1 IoT を用いた伝統工芸品の製造工程の改善支援
(研究事業名：平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業 (育成ステージ))
菊池 貴、浪崎 安治 3

◆ 機能表面技術部

- 2 超伝導加速空洞製造用縦型電解研磨装置の低コスト化に寄与する樹脂材料の耐久性評価
(研究事業名：平成 27 年度 企業支援 (加速器関連産業参入促進))
村上 総一郎、鈴木 一孝、姉帯 康則、高橋 福巳、赤堀 卓央、
水戸谷 剛、仁井 啓介、井田 義明、早野 仁司 8

◆ 素形材技術部

- 3 アルミニウム合金急速誘導加熱システムの開発
～誘導加熱炉によるアルミニウム合金の急速溶解条件の検討～
(研究事業名：平成 26～27 年度 共同研究)
岩清水 康二、池 浩之、黒須 信吾、五十嵐 吉幾、田中 宏憲、
渡邊 敏之 12
- 4 アルミニウム合金 AC7A 中の減圧凝固試験と K モールド試験に及ぼす Si 量の影響
(研究事業名：平成 27 年度 自動車軽量化に資するものづくり基盤技術データ
ベース構築事業)
岩清水 康二、池 浩之、黒須 信吾 16
- 5 共焦点顕微鏡を利用したデジタルシボの形状検査
(研究事業名：平成 26～27 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ))
和合 健、浅沼 拓雄、飯村 崇 19
- 6 接触式輪郭測定機を利用したデジタルシボの形状検査
(研究事業名：平成 26～27 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ))
和合 健、浅沼 拓雄、飯村 崇 22

7	3D スキャナと 3D プリンタの連携によるクローズドループエンジニアリングに関する考察 (研究事業名：平成 27 年度 産総研地域連携戦略プロジェクト (共同研究)) 和合 健、長嶋 宏之、箱崎 義英	25
8	金属粉末積層造形法により作製した汎用合金の特性評価 (研究事業名：平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ)) 黒須 信吾、岩清水 康二、池 浩之	35
9	鋼球ラップ盤による Co-Cr-Mo 合金骨頭の研磨技術確立 (研究事業名：平成 26～27 年度 医療・福祉機器試作・開発支援事業) 飯村 崇、長嶋 宏之、白井 光一	43
◆ デザイン部		
10	コンプウッドシステムによる木材の弾性変化の確認 (研究事業名：平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業 (育成ステージ)) 内藤 廉二、有賀 康弘、浪崎 安治	51
◆ 醸造技術部		
11	Iw201 号酵母からの尿素低生産性自然変異株の分離 (研究事業名：平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業 (育成ステージ)) 佐藤 稔英、山下 佑子、中山 繁喜、米倉 裕一	54
12	大豆シュウリユウを原料とする味噌・醤油の醸造試験 (研究事業名：平成 27 年度 事業化支援事業) 畑山 誠、米倉 裕一	58
◆ 食品技術部		
13	きゅうり古漬けから単離された乳酸菌の同定と諸性質 (研究事業名：平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ)) 玉川 英幸、伊藤 良仁	62
14	県産超強力小麦「銀河のちから」の中華麺製麺適性 (研究事業名：平成 27 年度 共同研究) 武山 進一、清宮 靖之、藤尾 充、菅原 久子、府金 慶	69
15	県産超強力小麦「銀河のちから」の生パスタ製麺適性 (研究事業名：平成 27 年度 共同研究) 武山 進一、清宮 靖之、藤尾 充、菅原 久子、府金 慶	74

IoT を用いた伝統工芸品の製造工程の改善支援*

菊池 貴**、浪崎 安治***

漆器の品質や歩留まりは乾燥を行う漆風呂の温湿度環境の影響を強く受ける。しかし、これまで品質や歩留まりの改善を目的とした漆風呂における継続的な温湿度の測定が行われてこなかった。本報告では、我々が開発した無線センサネットワークを使った環境測定装置を用いて、7週間に渡る測定を行い、漆器工房における漆風呂内部の温湿度を明らかにした。

キーワード：IoT、M2M、センサネットワーク、漆、漆器、伝統工芸

Traditional craft process improved using IoT-based measurement system

Takashi Kikuchi, Yasuji Namizaki

When drying lacquerware in the “Urushiburo” drying chamber, the quality and yield of lacquerware strongly depends on the temperature and humidity in the drying chamber. To improve the quality and yield of lacquerware, we measured the temperature and humidity in “an Urushiburo” drying chamber over 7 weeks using an environmental measurement system developed in-house and based on wireless sensor network.

key words : Internet of Things, Machine to Machine, Sensor Network, Lacquer, Lacquerware, Traditional Craft

1 緒 言

岩手県は国内有数の漆の生産地であり、生漆の国内生産量の約64%を占めている¹⁾。岩手県では、漆を活用した伝統工芸が小規模ながら盛んであり、浄法寺塗、秀衡塗、岩谷堂筆筒などが挙げられる。

漆の乾燥（固化）は漆液中のラッカーゼ酵素を触媒とするウルシオール²⁾の酸化重合によって硬化するものである²⁾。この漆の乾燥は温度と湿度に影響されることから、一般に漆風呂と呼ばれる木製の乾燥器の中で保湿させながら乾燥させる。漆の乾燥には、温度が25～30℃、湿度が75～85%Rhが適していると言われて³⁾。漆風呂の管理が適切に行われないと、温湿度が低い場合、上記化学反応の速度が遅くなり乾燥に要する時間が長くなる。一方、温湿度が高い場合は結露による白化現象が起り易く、艶が無く曇った状態となってしまう。

そのため、一部の事業者では恒温恒湿器を導入しているが、導入コストの問題から小規模がほとんどを占める漆器工房では、職人の経験と勘による温度と湿度の管理が行われている。現在でも温度と湿度の管理は、漆風呂の中に設置した温度計と湿度計を目視で確認している。このように乾燥

工程において継続的な温度と湿度の計測が行われておらず、乾燥状況を定量的に把握できないことが課題となっている。漆器製品の品質の向上や安定、歩留まりの改善のために、漆風呂内部の温湿度を適切に維持し作業工程を標準化することが必要である。

一方、当センターでは、センサと無線通信を組み合わせたIoT/M2M技術の活用に関する研究開発を行っており、農業分野における温度や湿度といった環境情報を測定する装置の開発を行っている⁴⁾。当該研究の応用展開を目的に企業への訪問を行い、これらの技術を紹介したところ、漆風呂内部の温湿度の継続的な測定とデータ化の要望を受けた。

そこで、上記の測定装置を用いて、冬季における漆風呂内部の温湿度の状況を明らかにし、また得られたデータは企業に提供し、製造工程の改善等に活用いただくこととした。

なお、本報告では、漆器製造販売を行っている二戸市の滴生舎における結果について述べる。

2 現 況

今回実験を行った滴生舎の漆風呂を図1に示す。

* 平成27年度 技術シーズ形成研究事業（育成ステージ）

** 電子情報技術部

*** デザイン部

表1 測定装置概要

センサノード	
Wi-Fi モジュール	XBee WiFi S6B ディジインターナショナル
温度センサ	LM61B National Semiconductor
湿度センサ	CHS-GSS TDK
無線ルーター	Cisco-Linksys E1000
タブレット端末	Lenovo IdeaPad Tablet A1-07



図1 漆風呂と加温用ヒーターおよび加湿用トレー



図2 漆風呂内に設置している湿度計

漆風呂と漆風呂内で使用する挿し板はヒバ材製であり、漆を塗布した漆器は挿し板に載せ乾燥に供している。漆器への埃の付着を防ぐため漆風呂内では温風暖房は使用できない。また、湿度が過剰になると結露が発生することから一般的な加湿器も使用できない。そのため、図1に示す加温用ヒーターと水をひいたトレーを設置しており、ゆるやかに加温と加湿を行っている。これは、図2の赤枠に示すような湿度計や温度計を目視で確認し、経験と勘により手で操作し温度と湿度を調整している。そのため、確認の度に扉の開閉が必要であり頻繁な確認は温度と湿度を一定に保つことを妨げてしまう。また、夜間や休業日は温度と湿度について確認することができない。そのため乾燥工程での不具合が発生した際に、状況を時間的に遡って確認することができないことが問題となっている。

3 実験方法

3-1 計測装置

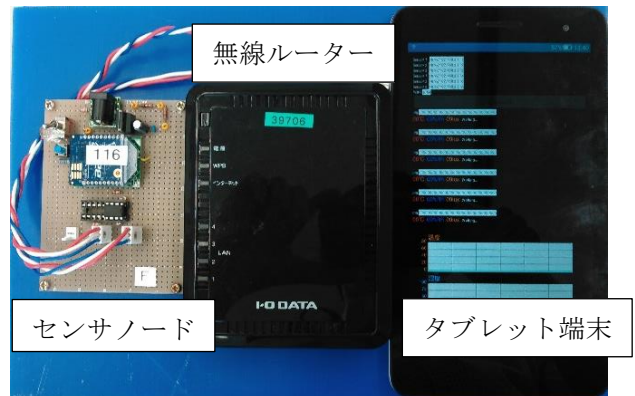


図3 測定装置概観

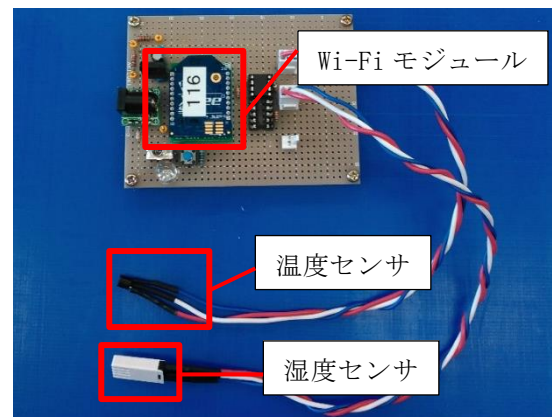


図4 センサノード概観

計測に用いたセンサノード、無線ルーター、タブレット端末の概要と概観を表1および図3に示す。

センサノードは、図4に示すようにWi-Fi モジュール、温度センサ、湿度センサで構成される。各アナログセンサの出力電圧は、オペアンプと抵抗で構成した非反転増幅回路により、Wi-Fi モジュールの参照電圧 2.5Vにスケールした。各センサの測定範囲を表2に示す。Wi-Fi モジュールは一定周期でアナログポートのセンサ電圧を参照し、2byte の ASCII 文字列に変換し無線ルーターを経由してタブレット端末にデータを送信する。

表 2 センサの測定範囲

		温度センサ	湿度センサ
メーカー		National Semiconductor	TDK
型式		LM61B	CHS-GSS
測定範囲	製品仕様	-25～85℃	5～95%RH
	設計仕様 (参照電圧 2.5V)	-25～75℃	5～95%RH
増幅値		1.7 倍	2 倍

表 3 測定実験概要

実験場所	滴生舎 二戸市浄法寺 御山中前田 23-6
実験期間	2015/11/20～2016/1/6
装置設置箇所	漆風呂上部中央
設置台数	1 台
サンプリング周期	10 秒
取得データ	温度・湿度

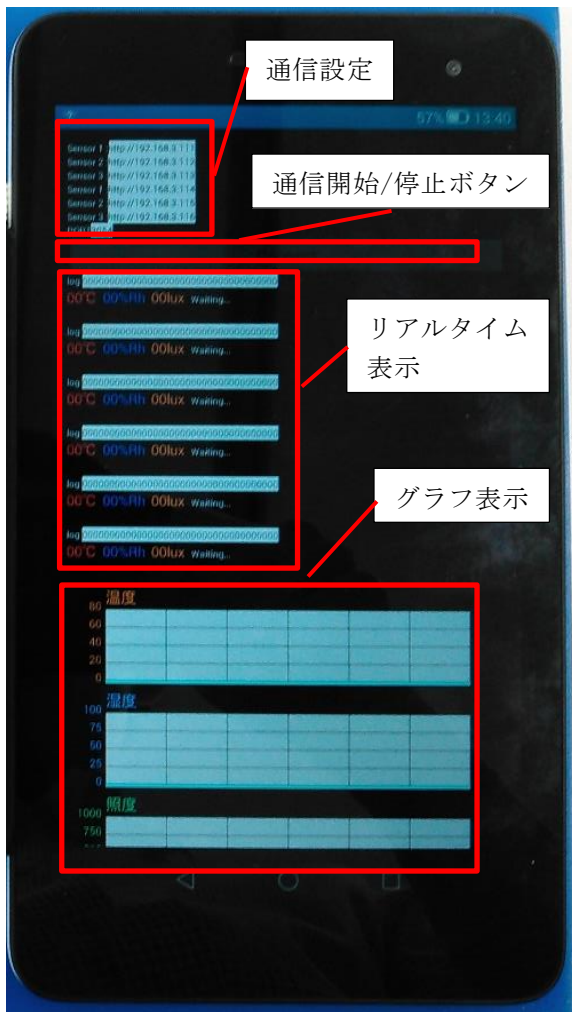


図 5 表示画面

タブレット端末では、受信したパケットを解析し、センサノードを判別する。そして、センサの取得電圧を検量線を基に温度、湿度に変換し表示する。表示方法は、最新の値を表示するリアルタイム表示と、経時的な変化を確認するためのグラフ表示の 2 種類である。表示画面を図 5 に示す。

本装置は無線通信により漆風呂内部のセンサ値を漆風呂外部の携帯端末に送信できるため、漆風呂の開閉による温湿度の変化が起こらない利点がある。



図 6 センサノードの設置状況

3-2 実験条件

上記の計測装置を用いて漆風呂の温湿度測定実験を行った。実験の概要を表 3 に示す。

センサノードはビニール製のケースに格納し、漆風呂上部中央の天井にネジで固定した。設置状態を図 6 に示す。温度センサと湿度センサは個体差により、出力値がばらつくため、事前に恒温恒湿槽 (PL-2KPH エスペック社) を用いてキャリブレーションを行った。

また、確認のために設置時には、リファレンス用の温度・湿度データロガー (TR-76UiC02 ティアンドデイ社) による計測も行い、センサノードの出力値と比較し同様であることを確認した。

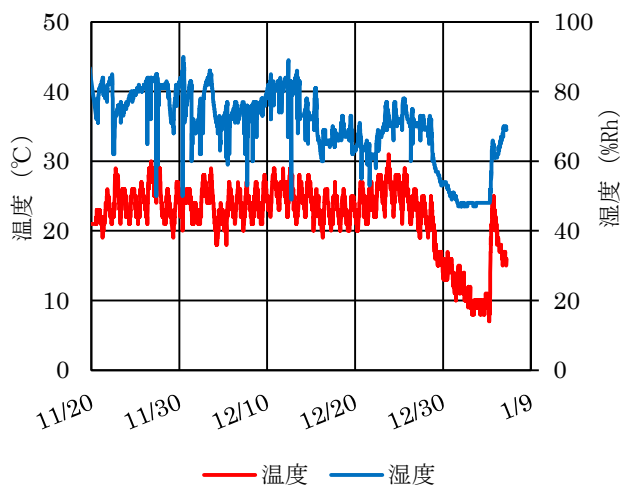


図7 漆風呂内の温度・湿度

4 実験結果

測定結果を図7に示す。漆の乾燥に適した環境は一般に温度が25～30℃、湿度が75～85%Rhと言われている。図7から11/20～12/29の期間は概ね温度が20～30℃、湿度が60～85%Rhの範囲で管理されているが、一部その範囲から外れていることを確認した。また12/30～1/4までの期間について温度は10～20℃、湿度は50～60%Rhと大きく低下していることを確認した。

温度の低下は主に夜間および休業日であり、暖房が稼動していないため外気の影響を強く受けたことが原因と考えられる。日中は作業場内の暖房により温度が適切な範囲に維持されているが、コストの問題から夜間および休業日は暖房を停止している。一方、湿度は11/20～12/29については日中に低下し、夜間に上昇している。これは、作業中の漆風呂の開閉により湿度が低下したこと、夜間は気温が下がることで相対湿度が上昇したものと考えられる。12/30～1/4は休業日のため、乾燥した外気の影響を強く受けたため温湿度が大きく低下したと考えられる。また、湿度が乾燥に適した範囲より低かった理由として、結露による白化現象を防ぐために経験と勘に基づき湿度を低く管理していることも挙げられる。しかし、一方で夜間に湿度が85%Rh以上まで上昇していることも確認された。これは、日中の加湿が過剰だったため夜間の気温低下により湿度が大きく上昇したと考えられる。これまで、夜間の温湿度を把握する手段が無く、結露対策が難しかったが、本環境測定装置により夜間の温湿度の改善が可能となる。一方、温湿度が低いことから、乾燥時間の短縮の余地があると考えられる。そのためには、環境測定により漆風呂内の環境を把握し、結露を防ぎながら温湿度を上昇させる必要がある。

滴生舎に対して製品の仕上がりについてのヒアリングを行い、実験期間内に乾燥させた漆器について問題が無かったことを確認した。また、本実験により、これまで得られなかった夜間の温湿度データが得られたことから、今後も測定を継続し漆風呂の温湿度と製品の仕上がりとの関連の検証を行いたいとの要望を受けた。

また、測定は1月後半までを予定していたが、装置の無線通信になんらかの不具合が生じ、1月前半までのデータしか取得できなかった点が課題として挙げられる。タブレット端末をリセットすることで、測定を再開できたが、通信状態を確認する手段が無かったことから不具合の発生に気づくのが遅れた。これについては対策として、今後タブレット端末の表示ソフトウェアに通信状態を表示する機能を追加する。

5 結 言

本報告では、漆の乾燥工程の改善を目的として、冬季の漆器工房における漆風呂内部の温湿度を明らかにするとともに、企業にデータの提供を行った。

実験結果から温湿度は乾燥に適した範囲よりも低めであることを確認した。滴生舎では、乾燥時間の短縮よりも白化現象の防止を優先しており、湿度を低めに管理していたことから職人の経験と勘と一致する測定結果が得られた。一方、夜間に湿度が85%Rhを上回ることや、乾燥時間の短縮の余地があることも明らかになった。これらの改善のためには漆風呂内の温湿度の把握が必須であることから環境測定装置による監視は有効だと考えられる。また、実験において、通信の不具合の発生といった装置の課題についても明らかにすることができた。これについては改良を行う。

本実験の結果を受け、高温かつ多湿となる夏季の測定について要望された。夏季は湿度が過剰になり白化現象を起こしやすいため、滴生舎では作業記録を作成し、漆器の乾燥状態と漆風呂の温湿度データとの比較検証を行う。現在、2016年6月23日より実験を実施中であり、測定範囲も拡大し、中塗り用漆風呂、下塗り用漆風呂それぞれに2台の計4台のセンサノードを用いた同時計測を行っている。また、漆器に加えて家具の漆の乾燥についても測定を実施しており、支援を拡げている。

今後は、環境測定の継続と測定データの活用を進め、乾燥工程の標準化による品質や歩留まりの改善、加温・加湿・換気等の自動制御による省力化、職人の管理手法の見える化といった技術の継承等の支援につなげていく。

謝 辞

本実験は二戸市の滴生舎様の協力により実施することができました。この場を借りて感謝申し上げます。

文 献

- 1) 農林水産省：平成 26 年特用林産基礎資料、3. 平成 26 年主要品目別生産動向調査、(22) 生うるし (2016)
- 2) 蜷川 彰：うるしと鉄、表面技術、Vol. 51、No. 10、p983-987 (2000)
- 3) 剣持仁・川上信二・垂見健三・藤盛啓治：家具の辞典、朝倉書店、p662(1990)
- 4) 菊池貴・野村翼・千田麗誉：画像情報とセンサーデータを組み合わせた農業用ハイブリッド環境測定システム、岩手県工業技術センター研究報告第 18 号、7(2016)

超伝導加速空洞製造用縦型電解研磨装置の低コスト化に寄与する樹脂材料の耐久性評価*

村上 総一郎**、鈴木 一孝**、姉帯 康則***、高橋 福巳***、赤堀 卓央****、水戸谷 剛****
仁井 啓介*****、井田 義明*****、早野 仁司*****

超伝導加速空洞の量産化を目的とした縦型電解研磨装置の開発においては、研磨時間の短縮や品質向上、装置価格の低減などが求められている。本研究では、従来、装置の配管やバルブ部品の素材に採用されてきたポリテトラフルオロエチレン(PTFE)に代わる安価な樹脂材料を選定するため、種々の汎用樹脂を電解研磨液に対する浸漬試験を行った。その結果、ポリ塩化ビニル(透明グレード)は90日間の浸漬試験においても材料強度低下や重量・寸法変化、変色等はほとんど認められず、耐酸性に優れることがわかった。

キーワード：縦型電解研磨装置、超伝導加速空洞、国際リニアコライダー (ILC)

Evaluation of Commodity Resins to Reduce Cost of Vertical Electropolishing Equipment for Fabricating Superconducting Cavities

Soichiro Murakami, Kazunori Suzuki, Yasunori Anetai, Fukumi Takahashi, Takuo Akabori, Go Mitoya, Keisuke Nii, Yoshiaki Ida and Hitoshi Hayano

Developing vertical electropolishing equipment to fabricate superconducting cavities requires, for example, reducing the polishing time, improving the quality, and reducing the price. For making electropolishing solutions, the present study focuses on selecting inexpensive resins with high durability by subjecting commodity resins to chemical resistance tests. The results show that polyvinyl chloride (PVC) does not lose strength or change weight, dimensions, or color, even after 90 days of immersion in the electrolytic polishing solution. Thus, PVC is very durable in the electropolishing solution.

key words : vertical electro-polishing equipment, superconducting cavity, international linear collider

1 緒 言

国際リニアコライダー (ILC ; International Linear Collider) は、全長約 30km~50km の線型では世界最大の素粒子実験施設である。現在、この施設の国内誘致が検討されており、本県にまたがる北上山地がこの建設候補地として挙げられている。一方、その巨額な建設コストが課題となっており、資材調達から設計、製造、組立等の工程においては、量産化、現地調達、高性能化など、様々なコスト低減策が求められている。特に ILC の心臓部ともいえるニオブ製超伝導加速空洞の製造においては、電子とその反粒子である陽電子の加速性能向上のための内面処理として、フッ酸+硫酸の混合水溶液による電解研磨(EP; Electro-polishing)が行われている。この方法には、空洞を横向きに配置する横型電解研磨法(HEP)¹⁾と縦型に配置する縦型電

解研磨法(VEP)があり、従来より前者が主流とされる。しかしながら、この方法においては、空洞内面の研磨均一性が良好である反面、製造コストや研磨時間など、量産性の面でいくつか課題を残している。これに対して、VEP は HEP に比べ、研磨工程、時間短縮による製造コスト削減、研磨品質向上等が期待されており、その開発動向が注目されている²⁾。

従来電解研磨装置においては、配管・バルブを中心とした樹脂部品の素材には電解研磨液への耐酸性に優れるポリテトラフルオロエチレン(PTFE)が用いられてきたが、汎用樹脂に比べ高価であるため、装置コスト高騰の一因となっていた。

そこで、本研究では PTFE に代わる安価で電解研磨液への耐久性に優れる樹脂の探索として、一般グレードの樹脂数種類について電解研磨液への浸漬試験を

* 平成 27 年度 企業支援 (加速器関連産業参入促進) ** 機能表面技術部 *** 株式会社 WING
**** 東日本機電開発株式会社 ***** マルイ鍍金工業株式会社 ***** 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構

実施した。

2 実験方法

2-1 供試材

代替候補材料として、ポリ塩化ビニル(塩ビ)耐衝撃グレード、耐食グレード、透明グレードおよび、ポリプロピレン(PP)、従来材料として、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)、ポリフッ化ビニリデン(PVdF)、テトラフルオロエチレン-パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体(PFA)の計7種を準備した。

2-2 試験片の作製

試験片はJIS K 7162³⁾に基づき、樹脂板の切削加工によりダンベル1B形(全長150mm x 狭い部分の幅10mm x 厚さ4.0mm)を作製した。

2-3 各種材料の耐薬品性試験

2-3-1 短期浸漬試験

耐薬品性試験は試験片を電解研磨液に浸漬し、PTFE製の密閉容器で行った。なお、電解研磨液は硫酸水溶液(H₂SO₄ aq.)とフッ酸水溶液(HF aq.)を体積比9対1で混合したものを用いた。また、劣化を促進させる目的で、電解研磨液温度50°Cの環境条件を設定した。浸漬時間は、それぞれ0、168、288、360hとし、所用時間経過後、試験片を電解研磨液から取り出し、水洗後、自然乾燥させた。

2-3-2 長期試験

短期試験と同様の方法で行った。電解研磨液温度は、電解研磨時の空洞内の温度を参考とし、室温(rt.)、30°C、40°Cの環境条件を設定した。浸漬期間は、それぞれ0、30、60、90日とし、所用時間経過後、試験片を電解研磨液から取り出し、水洗後乾燥させた。

2-4 評価方法

浸漬前後の試験片は、引張応力測定、二次元デジタル画像相関法(DIC)によるひずみ解析、表面組織分析、外観(目視)および重量・寸法変化率計測により耐薬品性を評価した。

引張応力測定、二次元デジタル画像相関法(DIC)解析によるひずみ解析には、万能試験機(Instron製5982型)を用いた。なお、試験条件はJIS K 7161⁴⁾に準じ、引張速度50[mm/min]で試験を行った。

樹脂表面の定性分析は、フーリエ変換赤外分光装置(Thermo Fisher Scientific製Nicoret 6700 Continuum)を用いて、Attenuated Total Reflection(ATR)/Diamond plate法にて積算32回、分解能8cm⁻¹にて行った。

重量変化率[%]は、(浸漬後の試験片重量[g]/浸漬前の試験片重量[g]+浸漬後の試験片重量[g])x100により算出した。

厚さ変化率[%]は、デジタルノギスを用いて、(浸漬後の試験片中心部厚さ[mm]/浸漬前の試験片中心部厚さ[mm])x100により算出した。

3 実験結果および考察

3-1 短期浸漬試験

図1には浸漬前と浸漬温度50°C、360h経過後の試験片の外観写真を示す。PTFEやPFAのフッ素系樹脂については、変色は殆ど認められなかった。一方、代替候補材料については、塩ビ(透明グレード)やPPではほとんど変色は認められなかったのに対し、塩ビ(耐衝撃グレード)、塩ビ(耐食グレード)では、著しい変色がみられ、特に前者は電解研磨液の浸透の影響による膨潤や重量、寸法変化が顕著に認められた。

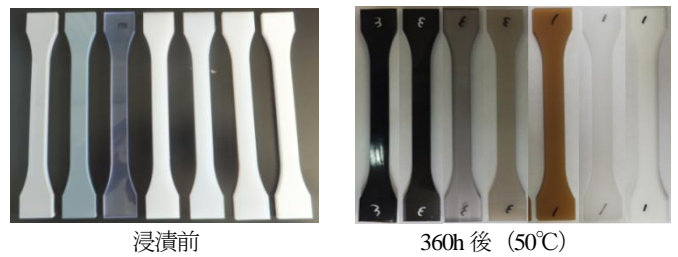


図1 浸漬前後における試験片の外観写真
左から、塩ビ(耐衝撃)、塩ビ(耐食)、塩ビ(透明)、PP、PVdF、PFA PTFE

図2には、各試験片について、浸漬時間毎にサンプリングし引張強度試験を行った際の降伏応力の値をプロットした結果を示す。塩ビ(耐衝撃グレード)を除き、全ての樹脂で降伏応力の低下は殆ど認められなかった。また、全ての材料の中で、塩ビ(透明グレード)の降伏応力が最も大きく、破壊強度に優れることがわかった。

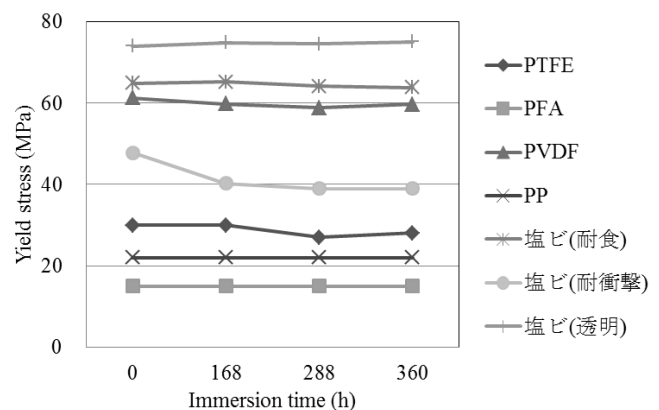


図2 浸漬時間と降伏応力の関係

図3には、PTFEとPPについて、最大縦ひずみ量がおおよそ2.0%を示したときのDIC解析による軸方向ひずみマップを示す。PTFEに比べPPは、浸漬時間288h以後、試験片全面に亘って、縦ひずみ量が大きく増加していることが確認できた。これは電解研磨液による酸分解により、樹脂表面が脆化し微細なクラックが進展しやすくなっているものと考えられる、すなわち、劣化が進行していることを示唆する。その他

の代替候補材料においてもその程度は違うが、同様にひずみ量は増加傾向にあった。

以上の結果を総合的に勘案し、塩ビ(耐衝撃グレード)は代替候補から除外することとした。

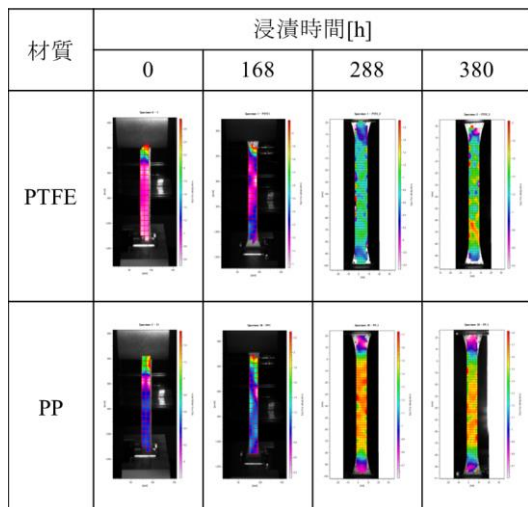


図3 DIC解析による軸方向ひずみマップ

3-2 長期浸漬試験

塩ビ(耐衝撃グレード)を除いた代替候補材料3種類、塩ビ(耐食グレード)、塩ビ(透明グレード)、PPについて、温度をそれぞれrt、30、40℃、期間を0、30、60、90日とし長期に亘る浸漬試験を実施した。なお、開発中の量産機における樹脂部品については、通常運転において、約2年間の電解研磨液への耐久性が要求されており、浸漬期間90日はこれとほぼ同等の接触時間に該当する。

表1には、各材料における浸漬前および浸漬期間30、90日における重量変化率の測定結果を示す。重量の変化率は、PP、塩ビ(透明グレード)、塩ビ(耐食グレード)の順で増加傾向にあり、塩ビ(耐食グレード)については、電解研磨液の浸透による膨潤も顕著にみられた。さらに、全ての材料において、浸漬期間に比べ温度の方が重量変化に与える影響が大きいことがわかった。

表1 浸漬前後における重量変化率

run	材質	浸漬温度 [°C]	重量変化率[%]	
			30d	90d
1	塩ビ (耐食)	r.t.	0.34	0.75
2		30	0.66	0.66
3		40	0.90	0.96
4	塩ビ (透明)	r.t.	0.40	0.34
5		30	0.58	0.40
6		40	0.37	0.33
7	PP	r.t.	0.14	0.10
8		30	0.24	0.05
9		40	0.05	0.00

表2には、浸漬前および浸漬期間30、90日における厚さ変化率の測定結果を示す。厚さの変化率についても、PP、塩ビ(透明グレード)、塩ビ(耐食グレード)の順で増加傾向にあった。前述と同様、浸漬期間に比べ温度の方が厚さ変化に与える影響は大きかった。

表2 浸漬前後における厚さ変化率

run	材質	浸漬温度 [°C]	厚さ変化率[%]	
			30d	90d
1	塩ビ (耐食)	r.t.	0.19	0.26
2		30	0.29	0.32
3		40	0.44	0.40
4	塩ビ (透明)	r.t.	0.16	0.12
5		30	0.27	0.20
6		40	0.27	0.27
7	PP	r.t.	0.13	0.01
8		30	0.04	0.08
9		40	0.12	0.24

図4には、塩ビ(耐食グレード)、塩ビ(透明グレード)、PPの浸漬前および浸漬期間0、30、90日における最大縦ひずみ量が約2.0%を示した時のDIC解析による軸方向ひずみマップを示す。なお、いずれの材料も90日浸漬時においても引張強度の低下は殆ど認められなかった。DIC解析からは、塩ビ(耐食グレード)およびPPは劣化に伴う縦ひずみ量の増加が顕著に認められ、両者では塩ビ(耐食グレード)の方がより劣化が進行していることが示唆される。

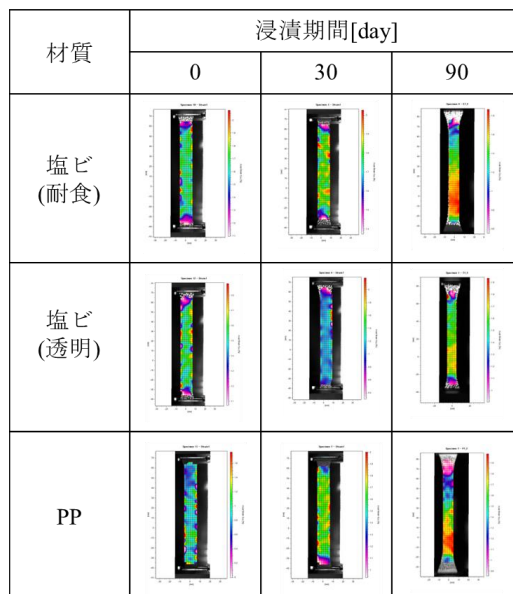


図4 DIC解析による軸方向ひずみマップ

図5には、塩ビ(耐食グレード)の室温下、浸漬前後における赤外線吸収スペクトルを示す。浸漬前におい

て、 1730cm^{-1} 付近に可塑剤由来のカルボニル伸縮振動 ($-\text{C}(=\text{O})-$)のピークが認められた。さらに浸漬後は、この付近のピーク半値幅の増大および、 $3600\sim 3000\text{cm}^{-1}$ にOH伸縮振動に帰属される幅広い吸収ピークが発現しており、これは酸化劣化に伴いカルボニル体が生成していることを示唆する。なお、塩ビ(透明グレード)、PPについても同様に酸化劣化に伴うカルボニル体の生成が確認されたが、いずれも塩ビ(耐食グレード)に比べるとわずかであった。

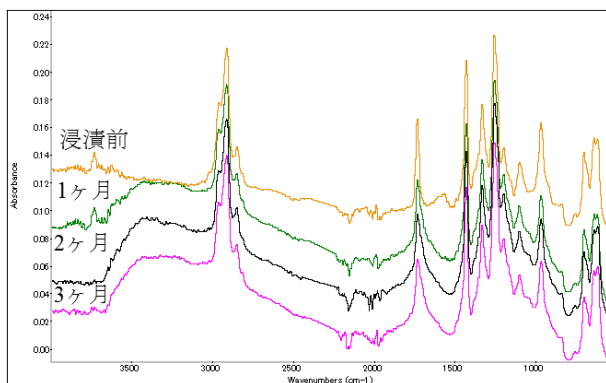


図5 塩ビ(耐食グレード)における浸漬前後のFT-IRスペクトル

以上のことより、長期浸漬試験において、塩ビ(耐食グレード)は電解研磨液に対する耐薬品性が劣ることが明らかとなり、代替候補材料として不适当であるものと考えられる。これに対し、塩ビ(透明グレード)は、今回実施した全ての評価項目において、最も耐薬品性に優れることが明らかとなった。今後は、VEP装置への採用を目指し、実際の使用環境、形状に基づき、更なる評価検討を進めていく必要がある。

4 結 言

本研究では、ILCの建設に向けて超伝導加速空洞の製造装置として開発を進める量産用VEP装置について、従来、各種樹脂部品に用いられてきたPTFEに代わる安価な代替候補樹脂の電解研磨液に対する耐薬品性試験を実施した。その結果、塩ビ(透明グレード)は、重量・寸法変化率、変色度合、酸化劣化、引張強度、DICひずみ解析において、総合的に最も耐久性に優れることがわかった。

引き続き、塩ビ(透明グレード)を実製品に適用するための性能評価の検討を進めると共に、地域企業の加速器関連産業参入に向けた研究及び支援の更なる推進を図っていく予定である。

文 献

- 1) ILC Technical Design Report, Vol.3, Part1, 2.3.2.2 (20-21)
- 2) 仁井 啓介、Chouhan Vijay、山口 隆宣、石見 清隆、井田 義明、早野 仁司、加藤 茂樹、佐伯 学行、文珠四郎 秀昭、沢辺 元明、第12回日本加速器学会年会プロシーディングス、敦賀市、2015、P.558-561
- 3) 日本工業規格：JIS K 7162 プラスチックー引張特性の試験方法 第2部：型成形、押出成形及び注型プラスチックの試験条件 (1994)
- 4) 日本工業規格：JIS K 7161 プラスチックー引張特性の試験方法 第1部：通則 (1994)

アルミニウム合金急速誘導加熱システムの開発*

～誘導加熱炉によるアルミニウム合金の急速溶解条件の検討～

岩清水 康二**、池 浩之**、黒須 信吾**
五十嵐 吉幾***、田中 宏憲***、渡邊 敏之***

誘導加熱炉によるアルミニウム合金の溶解は、溶湯を攪拌し、溶湯品質を低下させる。このことから、誘導加熱炉によるアルミニウム合金の溶解は、難しいとされてきた。しかし、誘導加熱炉の周波数の違いによる溶解実験において、品質を低下させずに溶解することが可能であった。そこで本研究では、誘導加熱炉によるアルミニウム合金急速溶解の適正条件について検討を行った。その結果、誘導加熱炉によるアルミニウムの高品質溶解は、電力と周波数それぞれの最適値を算出することにより可能であることが明らかになった。

キーワード：アルミニウム合金溶湯、誘導加熱炉

Development of rapid-induction-heating system for aluminum

alloys: Investigation of rapid-melt conditions for melting aluminum alloy in induction furnaces

Koji Iwashimizu, Hiroyuki Ike, Shingo Kurosu,
Yoshiki Igarashi, Hironori Tanaka and Toshiyuki Watanabe

Melted in an induction furnace is stirred during melting, thereby degrading the melt quality. Therefore, melting aluminum alloys in induction furnaces is difficult. We address this problem by studying the conditions required to obtain rapid aluminum alloy melts. In preliminary experiments, we obtain non-degraded aluminum alloy melts from an induction furnace. As a result, the range of optimum values of electric power and frequency for rapid melting of aluminum alloys in an induction furnace.

Key words: Aluminum alloy melt, rapid induction heating

1 諸 言

アルミニウム合金の溶解は、LP ガスや重油を燃料として一度に数百kgから数tの合金を溶解した後、長時間保持されることが多い。特に、アルミニウム合金ダイカストでは、連続作業のためアルミニウム合金の溶解と溶湯保持を連続的に行っている。作業が長時間にわたることから燃料コストが高く、大量の溶湯を保持することは、災害時の危険性も高くなっている。先の東日本大震災においても、地震の揺れにより溶湯が炉外へ飛び出したり、停電により溶解炉へ燃料の供給が止まり大量の溶湯を固着させ設備を破損するなど甚大な被害をもたらした。このことから、著者らは、大量の合金を溶解し長時間保持するのではなく、必要時に必要な量だけを溶解し、ダイカストマシン供給するシステムがあれば上記の様な事故

も回避できると考えた。

一方、鋳鉄、鋳鋼の溶解には、誘導加熱炉が使われている例が多い。この誘導加熱炉による溶解方法は、同心円状に巻かれた銅パイプコイル内側に被加熱材をセット、コイルに電流を流し、被加熱材内に渦電流を発生させる。この発生した渦電流と被加熱材の電気抵抗により被加熱材が発熱、融解が進む。短時間で必要量を溶解できるが溶解中は、溶湯が電流と共に発生する磁界や力（ローレンツ力）の影響を受け、攪拌されることで大気を巻き込む。特に、酸化傾向の強いアルミニウム合金は、溶解中、大気との接触により溶湯内に酸化物を主とする介在物の発生や凝固後の気泡の要因となる水素ガスを吸収し溶湯品質を低下させる。このことから、誘導加熱炉は、アルミニウム合金の溶解には適さないと考えられてきた。

* 平成 26～27 年度 共同研究

** 素形材技術部

*** 北芝電機株式会社

しかし、著者らは、アルミニウム合金の誘導加熱炉による溶解について検討したところ、印加電力や周波数が攪拌に影響を及ぼすことが予期された¹⁾。

そこで、本研究では、アルミニウム合金を高品質かつ急速溶解し、保持炉を必要としない小ロットの溶解法の確立を目的とし、誘導加熱炉における急速かつ高品質溶解の方法について検討した。

2 実験方法

2-1 周波数の検討

誘導加熱炉の電源周波数が溶湯品質へ及ぼす影響を検討するため、周波数を3kHz、8kHz、15kHzの3種の異なる誘導加熱炉を使用し溶解と溶湯評価を行った。この時の印加電力は予備実験の結果を基に20kWで行った。溶解は、表1に示す成分のJISアルミニウム合金ADC12材2.5kg塊を#10黒鉛るつぼに充填し、680℃で溶解した直後、溶湯中のガス量を評価する減圧凝固試験用小るつぼと介在物測定用のKモールド鑄型、溶湯中のガス定量分析のためにランズレー銅鑄型に溶湯を採取した。

表1 実験に用いた合金成分

	mass%					
	Cu	Si	Mg	Fe	Mn	Al
ADC12	2.26	11.36	0.25	0.80	0.18	rem.

減圧凝固試験は、試験専用鉄製小るつぼに溶湯を約85g採取し、真空チャンバ内で5.3kPaの減圧下で凝固させた。凝固後の試験片は、水中秤量法で見掛密度を測定後、試験片中央部を縦方向に切断、切断面を研磨した後、目視観察によりポロシティを観察した。

Kモールド試験片は、ハンマで破断し、 K_{10} で観察し、介在物数を測定した。また、ランズレー試験片は真空溶融抽出パラジウム管透過法(ランズレー法)により水素の定量分析を行った。

周波数3kHz、8kHz、15kHzの誘導加熱炉から採取した試験片を基に溶湯品質を比較した。また、アルミニウム合金溶湯が680℃に至るまでの昇温時間を測定した。

2-2 印加電力が溶湯品質に及ぼす影響の検討

誘導加熱炉の印加電力がアルミニウム合金の溶湯品質、溶解時間に及ぼす影響を検討するため、印加電力を10kW～50kWと変化させ、溶解実験を行った。この時、誘導加熱炉の周波数は、周波数の検討を基に8kHzとし、#10黒鉛るつぼに120g塊のアルミニウム合金を2.5kg充填し、RTから680℃までの昇温時間を測定し、前項の方法と同様に溶湯品質について比較を行った。

3 実験結果




3-1 周波数が溶湯品質に及ぼす影響

表2に、印加電力20kW、周波数3kHz、8kHz、15kHz

の溶湯評価結果を示す。表によると周波数3kHz、15kHzの溶湯による減圧凝固試験片断面は、上部に膨らみが確認でき、試験片断面には、ポロシティが分散発生している。溶湯中のガス量は、周波数3kHzの溶湯で、0.31cc/100g-Al、15kHzの溶湯は0.18cc/100g-Alであった。周波数8kHzの溶湯による減圧凝固試験片は、上面が引け、内部中央に引け状のポロシティが確認できる。この溶湯中のガス量は、0.18cc/100g-Alであり、周波数15kHzの溶湯と同等の結果であった。この結果から周波数3kHzは、ガス量が高いことが分かった。

介在物量は、表より周波数3kHzの溶湯で $K=0.27$ 、8kHzの溶湯で $K=0$ 、15kHzの溶湯で $K=0.18$ であり、8kHzの溶湯は、介在物が確認できないことから本実験の範囲においては最も高品質の溶湯が得られた。また、RT～680℃までの昇温時間を測定したところ、周波数3kHzは18分、8kHzは15分、15kHzは6分であった。この結果から、周波数を高くすると溶解速度は、速くなることが分かった。

表2 周波数の違いによる溶湯評価結果

周波数	3kHz	8kHz	15kHz
減圧凝固試験片断面			
ガス量 (cc/100g-Al)	0.31	0.18	0.18
介在物	0.27	0	0.18
溶解時間	18分	15分	6分

3-2 印加電力、周波数が溶解時間、溶湯品質に与える影響

図1は、誘導加熱炉の印加電力を変更させ、溶解した溶湯の介在物量、ガス量を示す。これより水素ガス量は、印加電力20kWが最も低かった。介在物量を示すK値も印加電力20kWが最も少ない結果となった。

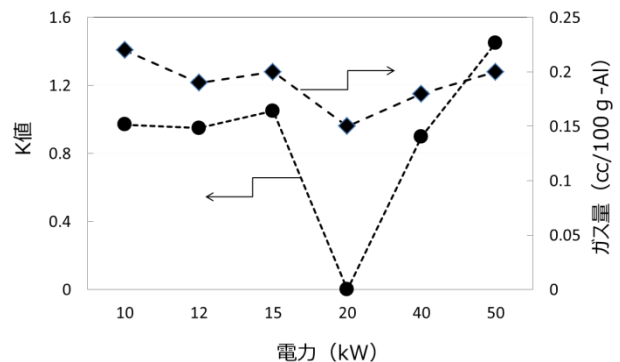


図1 印加電力と介在物、ガス量の関係

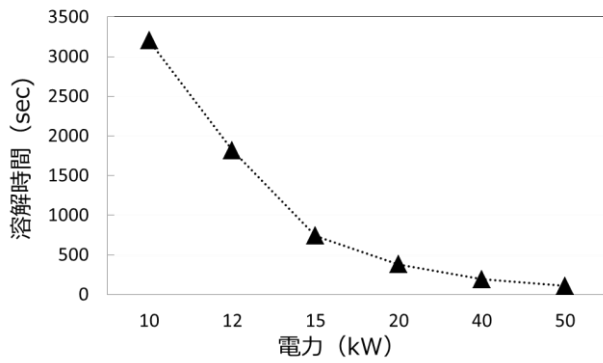


図2 印加電力と溶解速度の関係

図2は、それぞれの印加電力での昇温時間を測定した結果を示す。これによると、印加電力が上昇すると昇温時間が速くなる傾向にあった。そこで、さらに高速で溶解するため、電力50kW、周波数15kHzの条件で溶解を試みたところ、溶解開始とともに合金表面が溶解し飛散した。

4 考 察

4-1 誘導加熱炉の最適周波数について

本実験において、周波数の影響を検討するために印加印加電力を20kW一定とし、周波数を3kHz、8kHz、15kHzと変化させて溶解し、RTから680℃に至るまでの昇温時間を測定した結果、15kHzが最も速かった。このことは、溶解炉内のコイルからアルミニウム合金へ電流を浸透させる表皮効果の影響が考えられる。誘導加熱炉は、同心円状のコイルに電流を流すとアルミニウム合金へ浸透電流が発生する。この電流浸透深さ δ は、表皮効果とされ、次式(1)で表される。

$$\delta \text{ (cm)} = 5.03 \sqrt{\frac{\rho}{\mu f}} \dots \dots \dots (1)$$

ただし、 ρ ：被加熱材の抵抗率 ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)、 μ ：被加熱材の比透磁率、 f ：周波数 (Hz)

(1)式によると誘導加熱炉の周波数 f が高いと電流のアルミニウム合金への浸透深さが浅くなる。これによりアルミニウム合金表面部の電流密度も高くなり、アルミニウム合金表面部が急速加熱され溶解時間が短縮されたと考えられる。また、表皮効果の影響を受けやすくするため、誘導加熱炉内のコイルとアルミニウム合金の高さ方向の中心を揃え、コイルとアルミニウム合金のギャップを狭くし、材料を120g程度まで小さくすることが適正と考えられる。また、この時の溶湯中のガス量は、周波数8kHz、15kHzに比較し、3kHzは、高い値を示し、介在物量は、8kHzが最も良い結果となっている。このことから、合金を高品質に溶解する最適周波数は、8kHzと考えられる。

4-2 誘導加熱炉の最適印加電力について

急速、高品質溶解のために周波数を8kHzと一定にし、印加電力を変化させて実験を行ったところ、印加電力を

高くすると溶解速度が速くなった。これは、印加電力をあげることでアルミニウム合金に発生する印加電力密度 (W/cm^2)も高くなるため溶解速度が速くなったと考えられる。しかし、印加電力を高くすると昇温時間は短縮されたが溶湯品質は低下した。これは、溶湯表面に生成した酸化被膜を溶湯中に巻き込んだためと考えられる。この酸化被膜の巻き込みは、溶湯の攪拌が影響していることが考えられる。誘導溶解炉による溶解は、アルミニウム合金内部にローレンツ力がかかる。さらに、溶湯はこのローレンツ力の影響を受け、溶湯が攪拌する。この溶湯攪拌力 F を次式(2)に表す。

$$F = 316P / (\pi * d * lc \sqrt{\rho * f}) \dots \dots \dots (2)$$

ただし、 F ：溶湯攪拌力 (kg/cm^2)、 P ：印加電力 (kW)、

π ：円周率、 d ：溶湯内径 (cm)、 lc ：コイル巻き高さ (cm)、 ρ ：溶湯の固有抵抗 ($\Omega \cdot \text{cm}$)、 f ：周波数 (Hz)

この式より、周波数を一定にし、印加電力を高くすると溶湯攪拌力が大きくなり、溶湯の攪拌が活発となり溶湯は、表面に生成した酸化物を巻き込み品質を低下する。

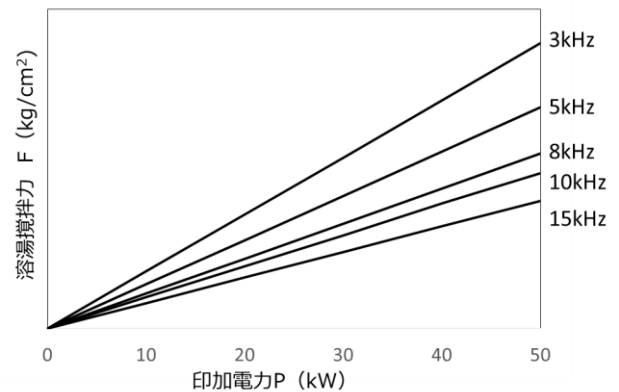


図3 アルミニウム合金の溶湯攪拌力と電力の関係

図3に、(2)式による本実験で使用した誘導加熱炉を基にアルミニウム合金の溶湯攪拌力と印加電力の関係を示す。これによると、溶湯攪拌力の強さは、印加電力のみの影響ではなく、周波数の影響も受けることが分かる。このことから、誘導加熱炉の周波数、印加電力は、溶湯攪拌力を基に検討することが必要であると考えられた。そこで、溶湯攪拌力に着目し、急速溶解かつ溶湯表面の酸化被膜を巻き込まない最適な印加電力、周波数を検討した。本実験の加熱条件を(2)式に代入し、(3)式の定数 a を求め、溶湯が飛散せずに安全に急速溶解できる上限印加電力と周波数の関係式及び溶湯表面の酸化被膜を巻き込まない上限の印加電力と周波数の関係式を求めた。

$$P = a \sqrt{f} \dots \dots \dots (3)$$

ただし、 P ：印加電力 a ：溶湯攪拌力 F による定数 f ：周波数 (Hz)

これを図4に示す。また、図中にK値の結果も併せて示す。

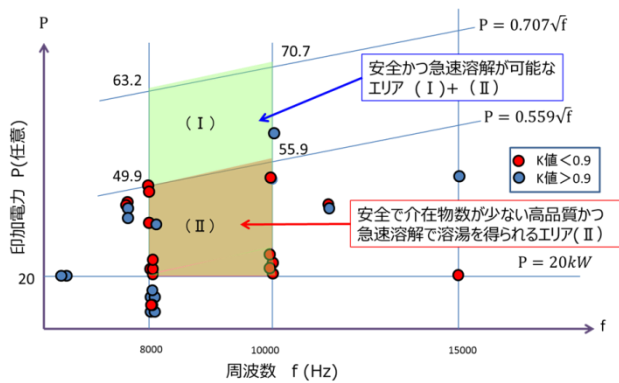


図4 アルミニウム合金の印加電力と周波数の最適範囲

これにより、安全に急速溶解できる印加電力及び周波数の範囲 (I+II)、さらに、高品質の溶湯が得られる範囲 (II)を求めることができた。

5 結 言

本研究において、アルミニウム合金の誘導加熱炉による急速かつ高品質溶解する条件を検討した結果、以下の結論が得られた。

- ・周波数 8kHz の誘導加熱炉で溶解した溶湯が最も高品質であった。
- ・印加電力を上昇させると溶湯中の介在物が増加したが、ガス量は大きく増加しない。
- ・アルミニウム合金を安全に急速かつ高品質に溶解する印加電力P及び周波数fの範囲を次式のとおり求めることができた。

$$20 \leq P \leq 0.559\sqrt{f} \quad (8000 \leq f \leq 10000)$$

以上を条件を考慮すると、誘導加熱炉によるアルミニウムの高品質溶解が可能である。

文 献

- 1) 手嶋大介、亀山勝、岩清水康二、池浩之、高川貫仁：(公社)日本鋳造工学会第 160 回全国講演大会講演概要集, P57 (2012)

アルミニウム合金 AC7A の減圧凝固試験と K モールド試験に及ぼす Si 量の影響*

岩清水 康二**、池 浩之**、黒須 信吾**

Al-Mg 系合金は、高耐食性と高靱性を有することから、自動車部品などとして需要が拡大している。しかし、鑄造現場においては、戻り材中の Si 量が増加する傾向にあることが分かった。そこで本研究では、Al-Mg 系合金中の Si 量が K モールド試験や減圧凝固試験に及ぼす影響について調べた。その結果、Si 量が増加すると、減圧凝固試験片中のポロシティ形態に若干の変化はみられるが、減圧凝固試験片の上部の膨らみに変化はなかった。K モールド試験では、Si 量が増加すると破断面が淡青色を呈し、延性が低下することが分かった。

キーワード： Al-Mg 系合金、Si 量、K モールド試験、減圧凝固試験

Effect of silicon content on K-mold test and vacuum gas test of Al-Mg alloy (AC7A)

Koji Iwashimizu ,Hiroyuki Ike and Shingo Kurosu

Al - Mg based, alloys have high corrosion resistance, and are thus excellent materials for application requiring high toughness. As such, demand for this materials for use in automobile parts is growing. However, upon casting , the Si content of the return material of Al - Mg - based alloys tends to increase. To address this problem, the present study, examines how the Si content of Al - Mg - based alloys affects the K - mold test or vacuum gas test.As a result, upon varying the Si content, the porosity forms change, as manifested by a in the bulge at the top of the decompression coagulation test piece. In the K - mold test, the fracture - surface color changes to light blue with increasing Si content, and the ductility decrease.

Key words: Al-Mg alloy, Silicon content, K-mold test, Vacuum gas test

1 諸 言

アルミニウム合金は、自動車分野や産業機械分野において軽量化材として需要が増加している。特に、鑄造材 AC7A 材や展伸材 5052 材に代表される Al-Mg 系合金は、高耐食性、高靱性なことから今後更なる需要の拡大が見込まれている。

鑄造用 Al-Mg 系合金の AC7A は、これまで広く使用されている Al-Si 系合金と比較し、溶解時、酸化の傾向が強く、溶湯品質が低下しやすい。さらに、鑄造の現場では、鑄造後、製品部以外の湯口や湯道を戻り材として新塊合金と共に再溶解することから溶湯品質の安定化が課題となっている。このことから昨年度より AC7A の溶湯品質評価方法について調査を進めたところ、減圧凝固法、K モールド法を用いることで溶湯評価ができることを確認した。さらに、鑄造現場の戻り材には、Si がわずかに混入し伸びを低下させる傾向

にあることが分かった¹⁾。

そこで、本研究では、AC7A に Si が混入した場合、減圧凝固試験や K モールド試験結果にどのような影響を及ぼすか調べた。

2 実験方法

実験は、表 1 に示す AC7A 新材、戻り材および電解 Si (99.7%) を用いて Si 量が 0%~4.5% となるように調整した。そして、抵抗式電気炉を用いて約 2.5 kg の材料を黒鉛るつぼにて溶解、750℃まで昇温の後、溶湯重量に対し 0.2% のフラックスを添加し脱滓処理と Ar ガスによる脱ガス処理後 10 分の沈静を行った。そして、減圧凝固試験および K モールド試験の各試験片を採取した。

減圧凝固試験は、試験用小るつぼに溶湯を 85 g 採取し、装置真空チャンバ内で 5.3kPa の減圧下で凝固させ

* 平成 27 年度 自動車軽量化に資するものづくり基盤技術データベース構築事業

** 素形材技術部

た。減圧凝固試験後に取り出した凝固試験片は、試験片の中央部から切断、切断面を#600のエメリー紙で研磨仕上げした後、組織を目視観察さらに鏡面仕上げを行い光学顕微鏡で観察した。

Kモールド試験片は、Kモールド鋳型に試験片を採取し、試験片を破断、破断面の確認を行った。

表1 溶解した合金の成分

(mass%)								
	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	Al
新材	0.006	0.076	4.45	0.010	0.118	0.004	0.013	rem
戻り材	0.008	0.364	4.12	0.010	0.116	0.004	0.015	rem

(固体発光分光分析による)

3 実験結果と考察

3-1 減圧凝固試験による結果と考察

表2 作成した試験片の分析結果

(mass%)								
Si目標	Cu	Si	Mg	Zn	Fe	Mn	Ti	Al
-	0.006	0.08	4.41	0.01	0.12	0.01>	0.01	rem.
0.1	0.005	0.09	4.38	0.01	0.12	0.01>	0.01	rem.
0.2	0.004	0.22	4.23	0.01	0.12	0.01>	0.01	rem.
0.3	0.006	0.28	4.11	0.01	0.11	0.01>	0.01	rem.
0.4	0.007	0.38	4.11	0.01	0.12	0.01>	0.02	rem.
1.0	0.006	1.00	4.36	0.01	0.12	0.01>	0.02	rem.
4.5	0.004	4.53	4.42	0.01	0.11	0.01>	0.02	rem.

(固体発光分光分析による)

表2は、作成した合金の成分分析結果を示す。これによると、添加したSiは目標とした組成に近い値を示している。しかし、Mgは、新材に対して、Si量を変化させた溶湯中のMg量が4.11%~4.54%とばらついた。これは、Mgは酸化傾向が高いためと考えられる。

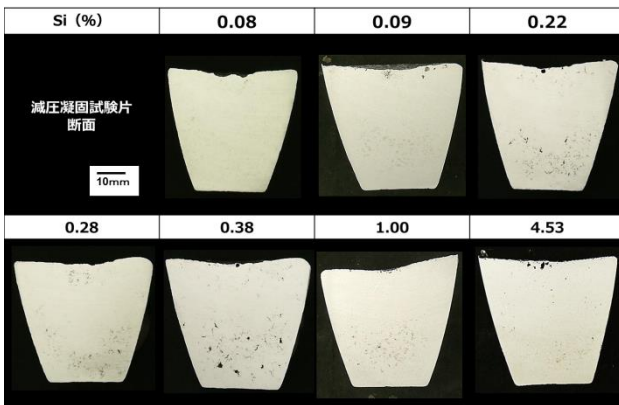


図2 Si量の違いによる減圧凝固試験片

図2には、採取した減圧凝固試験片の断面写真を示す。すべての試験片上部は、ふくらみが確認できないことから、溶湯中のガス量は低いと考えられる。さらに、Si量が0.38%まで増加すると試験片下部には引けに近いポロシティが発生した。しかし、Si量が1.00%、4.53%とさらに増加すると試験片下部のポロシティは少なくなる傾向を示した。

図3は、凝固組織を確認するため図2の試験片を5%塩化第2銅溶液にてマクロエッチングしたものを示す。これによると、Si量0.08%~1.00%の試験片断面のマクロ組織に大きな差は確認できないがSi量4.53%の試験片組織は、Si量0.08%~1.00%の試験片と比較し結晶粒が大きく成長していた。

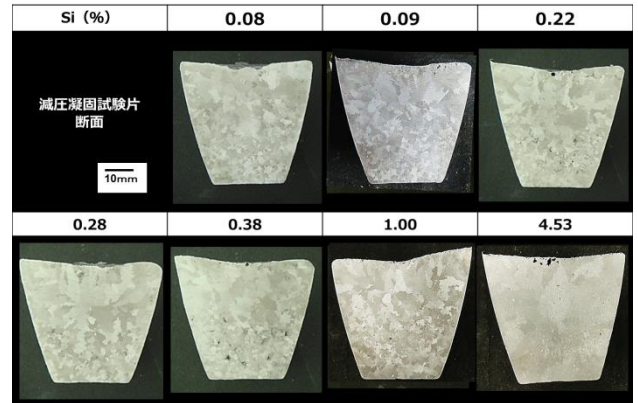


図3 減圧凝固試験片のマクロエッチング結果

図4は、図3のマクロ組織の違いを確認するため、光学顕微鏡により観察した結果を示す。これによると、Si量が0.08%の場合、 α -Alの粒界には、わずかに Al_3Mg_2 と思われる晶相が確認できる。しかし、Si量0.22%となると粒界には、 Al_3Mg_2 と Mg_2Si と推測される骸骨状の組織が確認でき、Si量の増加とともにそれらが増加する傾向にある。

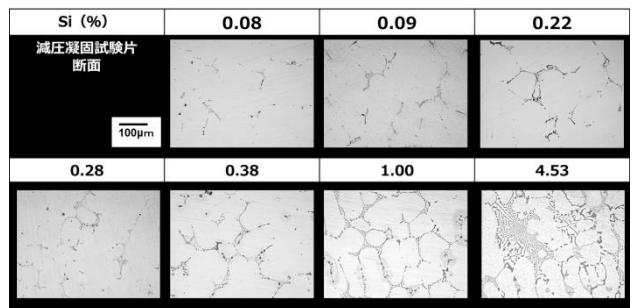


図4 減圧凝固試験片の光学顕微鏡による組織観察結果

3-2 Kモールド試験による結果と考察

図5は、Si量の違いによるKモールド試験片破断面の写真を示す。これによると、Si量の増加とともに、破断面が粗くなり、また、破断面の色が淡青色に変化する傾向がある。この現象を確認するためKモールド試験片の一部を切断、研磨し、光学顕微鏡で組織観察を行った結果を図6に示す。これより、図4と同様にSi量が増加するとともに、組織中の α -Alの粒界に Al_3Mg_2 と Mg_2Si と推測される金属間化合物が確認できる。Si量が0.1%程度の場合、 α -Alは成長し、Kモールド破断時に粒内破壊すると考えられる。しかし、Si量の増加とともに粒界に Al_3Mg_2 と Mg_2Si が生成することで

α -Al の成長を妨げ、破断面の粗さが細かくなると考えられる。さらには、これら金属間化合物の増加が伸びの低下など機械的性質に影響を及ぼすと考えられる。

また、破断面の色の変化については、 Mg_2Si は固有の淡青色を有するとの報告がある²⁾ことから、破断面上の Mg_2Si 量が増加したことで、淡青色が強くなったものと考えられる。

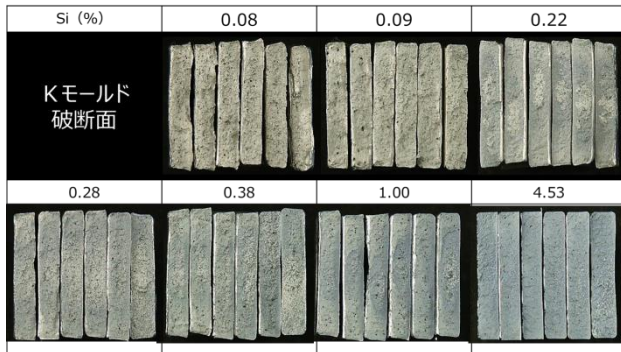


図5 Si 量の違いによる K モールド試験片破断面

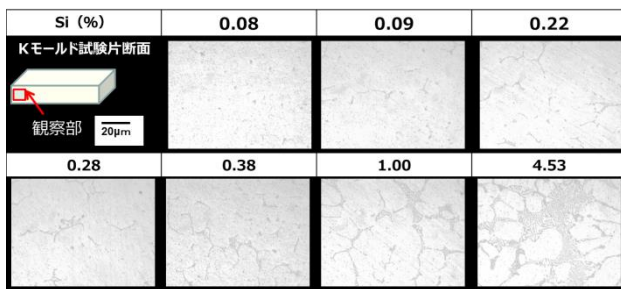


図6 K モールド試験片組織観察

4 結言

本研究においてアルミニウム合金 AC7A 中の Si 量が K モールド試験、減圧凝固試験に及ぼす影響を調べた。その結果、以下の結論が得られた。

- ・ Si 量が増加すると減圧凝固試験片の内部に若干のポロシティが確認できるが、上部の膨らみに変化はない。
- ・ Si 量が増加すると、結晶粒界に Al_3Mg_2 および Mg_2Si と推測される金属間化合物が晶出し、合金の延性低下など機械的性質に影響を及ぼす。
- ・ Si 量が増加すると、K モールドの破断面は粗さが細くなり、淡青色を示す。これは、 Mg_2Si の増加によるものと考えられる。

文 献

- 1) 岩清水康二、池浩之、黒須信吾、内海宏和、斎藤孝実：(公社)日本鑄造工学会第 167 回全国講演大会講演概要集, P41 (2015)
- 2) 例えば、金属組織写真集 非鉄材料編：(社)日本金属学会、P30 (1972)

共焦点顕微鏡を利用したデジタルシボの形状検査*

和合 健**、浅沼 拓雄**、飯村 崇**

従来の有機溶剤のエッチングに代わるシボ性状加工法としてデジタルシボ加工法が注目されており、デジタルシボの特長は、偶然性を排除した再現性の高いシボ性状が生成できる点である。共焦点顕微鏡は、その測定原理から大きなZ軸駆動が実現できる光学系を有するため、高精度かつ高範囲の形状測定が行える特長を有する。ここでは、デジタルシボの特性を生かした形状検査に対する共焦点顕微鏡の適用性について検証し、その有用性を示した。

キーワード：デジタルシボ、共焦点顕微鏡、形状ベストフィット、測定能率、面の繋ぎ合わせ

Digital Surface Texture Inspected Using Confocal Microscope

TAKESHI Wago, TAKUO Asanuma and TAKASHI Iimura

The standard fabrication technique of SHIBO surface texture, which is manufactured by etching, requires organic solvents. High reproducibility is required for manufacturing digital SHIBO. Toward this goal, we use a confocal microscope, with its long stroke Z-axis drive, to achieve high-accuracy and long-range feature measurements. This study uses a confocal microscope to demonstrate efficient feature inspection of digital SHIBO and discusses the utility of this instrument.

key words : digital surface texture, confocal microscope, profile best fit, measurement efficiency, stitching

1 緒言

自動車の内装や家電製品の外装に凹凸模様を与えた、所謂シボは、従来有機溶剤を使用したエッチング法で製作されて来たが、それに代わるデジタルシボが注目されている。従来のエッチング法によるシボ金型製造方法は、目隠しマスクでパターン模様を与え、エッチング液の濃度、時間、その他独自方法により溶融深さや溶融広さを制御している。このようにエッチング法によるシボの凹凸は、偶然性による形状生成が排除できず、明確な設計値を持ちえなかった。デジタルシボは、CADにより凹凸形状の指示を与え、NC 工作機械により製造する方式であることから明確な設計値を持つ。

ここでは、従来のエッチング法とは異なる製造方法となるデジタルシボで生成されたシボ形状¹⁾に対して適する検査方法を求めるために、非接触式形状測定法のデジタルシボ検査への適用性を試した。非接触式形状測定は、面による高密度な形状測定が行え、接触式スタイラスの場合に難しい、先端Rに制限される微細奥部の形状走査ができるなど、高分解能の測定が行える。その一方で、光学的な表面特性による測定誤差や急勾配時の測定時に生じる虚像などの間違いが入り込む余地があり、測定での信頼性の低さが指摘されている。

2 実験装置

2-1 目的

従来のエッチング法によるシボ性状の形状検査方法は、シボのピットの大きさ・かたち及び単位面積当たりの個数を光学顕微鏡による寸法検査や計数カウント、目視による官能検査により参照ワークと比較する方法で行われていた。デジタルシボは設計時のCADモデルが設計値となるため、検査時の誤差算出において設計値照合が適用できる。ここでは、非接触式形状測定法の中で共焦点顕微鏡とレーザプローブ式三次元測定機（以下、レーザプローブCMM）を取り上げた。共焦点顕微鏡は、顕微干涉計に迫る高さ方向の分解能を持ち、nm~ μ m 台のマイクロ領域からメソ領域に至る高レンジの形状測定に有効である。レーザプローブCMMは三角測量式測定原理により μ m~mm 台において垂直かつ水平方向を広域レンジで測定できるが、拡散反射光を利用するため測定のばらつき σ が大きくなる欠点がある。ここでは、両者で同一のシボ性状を測定して設計値照合を行い、誤差算出結果や作業能率及び作業容易性を比較して、デジタルシボ検査における優位性と欠点を抽出する。評価の要点は、ワーク座標系の設定方法、ベストフィットの要否と予想される。

* 平成 26~27 年度 技術シーズ形成研究事業（発展ステージ）

** 素形材技術部

2-2 仕様

実験に使用した共焦点顕微鏡 (OPTELCICS HYBRID L7、レーザーテック株) と、レーザプローブ CMM (Crysta-

表1 主な仕様

Element		Confocal Microscope	Laser probe CMM
Light source (λ)		White light	Red laser (660 nm)
Principle		Confocal optical system	Triangulation method
Resolution	Height	0.1 nm	—
	Width	0.001 μm	7 μm
Error of indicated	Height	0.11+L/100 μm (L mm)	8 μm (1σ sphericity)
Range	Height	7 mm	30 mm
	Width	□1.5 mm (×10 objective)	40 mm
Measurement area (mm)		(X,Y,Z)=(150,150,80)	(X,Y,Z)=(705,705,605)

ApexC776-SurfaceMeasure403、(株)ミットヨ)の主な仕様を表1に示す。両者の大きな違いは、異なる対象分野における要求事項であり、共焦点顕微鏡は狭い領域における正確さが要求され、レーザプローブ CMM は広い領域における高自由度測定が要求され、正確さ/測定レンジの比率で表わすと共焦点顕微鏡は 7.3×10^{-5} ($0.11 \mu\text{m}(2\sigma) / \square 1.5 \text{ mm}$)、レーザプローブ CMM は 20.0×10^{-5} ($8 \mu\text{m}(\sigma) / 40 \text{ mm}$) となりほぼ同等である。

3 実験方法

3-1 ワーク座標系の設定

座標測定機 (CMM) は球状チップが取り付けられたプローブにより水平、垂直端面に対して X、Y、Z 点を取得してワーク座標系が設定できるが、一般的な形状測定機は相対座標により凹凸を検査する考え方であることから、予めワーク座標系が設定できない。そこで両者毎に適する方法でワーク座標系の設定を試した。共焦点顕微鏡は、X、Y 方向位置決め点測定、Z 方向位置決め点測定の機能を有し既存ソフトウェアでワーク座標系が設定できた。レーザプローブ CMM は多数の点群を取得してソフトウェアに受け渡し後にパソコン画面上でワーク座標系を設定する考え方であることから、測定前にワーク座標系の設定は行えなかった。ワーク座標系は双方の測定機ともワーク上端面で空間軸、ワーク下辺で回転軸、X、Y、Z ゼロ点はワーク左下隅の上端面とした。

3-2 デジタルシボの測定方法

荒加工で R1.5 mm ボールエンドミル、仕上げ加工で R0.5 mm ボールエンドミルを使用してデジタルシボ製造方法にて加工したシボ性状に対して二つの測定機で測定した。対象としたシボ性状は自然由来の木の葉となる不規則模様と球と長穴リブを規則的に CAD で配置した幾何学模様であり、広さは二つとも $\square 45 \text{ mm}$ 程度である。

共焦点顕微鏡では、対物レンズ 10 倍とした場合の 1 ショットの視野は $\square 1.5 \text{ mm}$ である。縫い合わせ機能を利用して木の葉模様は 4×4 の $\square 6.0 \text{ mm}$ 、幾何学模様は 3×3 の $\square 4.5 \text{ mm}$ を走査範囲とし、位置指示した 5 箇所を測定した。レーザプローブ CMM では、高速で広い面の形状測定が行えることからプローブ姿勢は鉛直下向きの基本姿勢により点間ピッチ及びピックフィードピッチ 0.007 mm、重複幅 0.1 mm の設定でエリア測定をした。

4 実験結果及び考察

共焦点顕微鏡で得られた測定値のデータ量に対する設計値照合検査を実施するパソコンの処理能力を考慮し、

共焦点顕微鏡の画像サイズ変換機能を利用して $\square 1.4 \text{ mm}$ (1000 ピクセル) に縮小変換して CSV 形式でエクスポートした。得られた測定値は CSV 形式であり、データ配置は 2 次元配列 (最上行が X 軸、最左列が Y 軸、X,Y に囲まれた中央部が Z 軸とした並び) であった。そこで Excel VBA により 1 列目が X 軸、2 列目が Y 軸、3 列目が Z 軸、行方向にシーケンシャル番号としたデータ並びに様式を整えて設計値照合を行う解析ソフトウェア

(Focus InspectionV8.3、Nikon Metrology) に渡した。設計値照合方法は、設計値に STL 形式モデル、測定値に点群モデルを配置した。ベストフィット方法は共焦点顕微鏡では X、Y、Z 回転可かつ X、Y、Z 移動可として実行した。レーザプローブ CMM では X、Y、Z 回転不可、X、Y、Z 移動可として実行した。設計値照合検査で得られた結果を表 2 及び図 1~図 4 に示す。表 2 より木の葉の σ では、共焦点顕微鏡が 0.076 mm、レーザプローブ

表2 形状誤差

Parameter	leaf		Geometric	
	Confocal	LaserCMM	Confocal	LaserCMM
Number of valid points	5000000	1362878	327631	821553
Average Deviation	0.774	0.411	1.064	0.820
Minimum Deviation	-0.524	-0.599	-0.682	-0.450
Maximum Deviation	1.298	1.010	1.746	1.270
Deviation Range	0.007	0.005	0.070	-0.017
Deviation Sigma	0.076	0.093	0.135	0.094
Deviation Root mean square	0.076	0.093	0.135	0.094

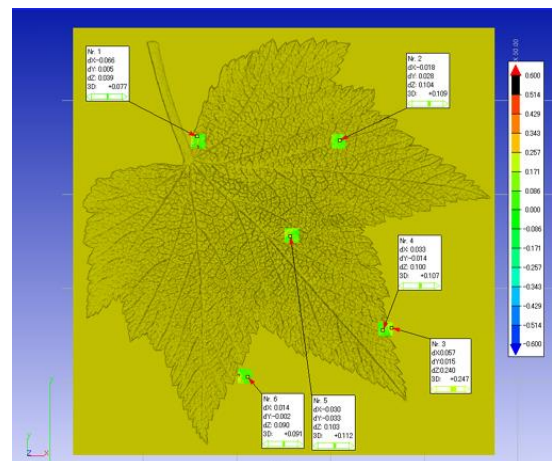


図1 共焦点顕微鏡によるランダムシボの形状誤差

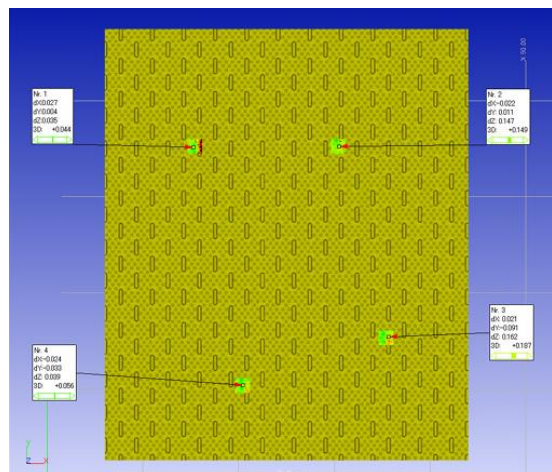


図2 共焦点顕微鏡による幾何学シボの形状誤差

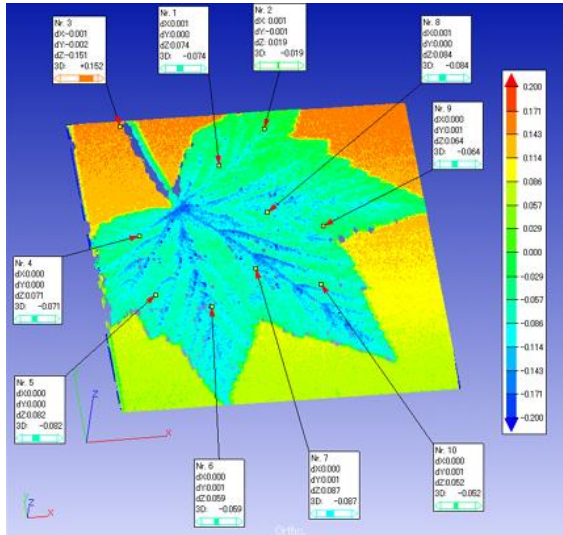


図3 レーザプローブCMMによるランダムシボの形状誤差

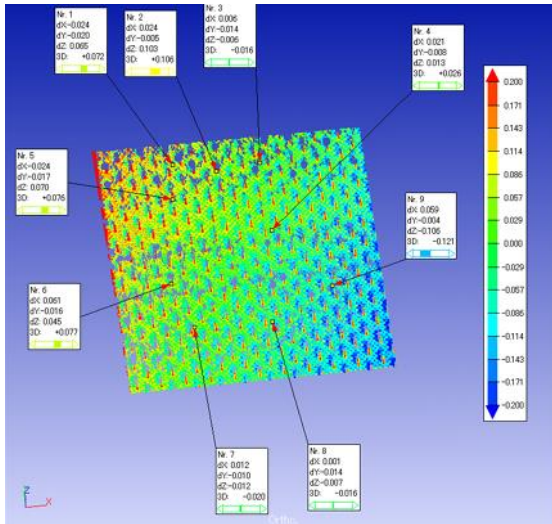


図4 レーザプローブCMMによる幾何学シボの形状誤差

CMM が 0.093 mm、幾何学模様では、共焦点顕微鏡が 0.135 mm、レーザプローブ CMM が 0.094 mm となった。共焦点顕微鏡では $\square 1.4$ mm 領域を 5 箇所、レーザプローブ CMM では全領域の測定であるためレーザプローブ CMM の方で誤差が大きくなると予想したが、幾何学模様では逆転した。レーザプローブ CMM と共焦点顕微鏡はセンサ特性が異なり、レーザプローブ CMM は広い領域において全体の誤差分布の傾向把握が容易に行える。一方、共焦点顕微鏡は狭い領域において高分解能による形状検査が行える。しかしながら、双方ともに誤差の数値の信頼性が未だ保証できていないので、不確かさを付与するなどの数値の信頼性確保が今後の課題である。

5 結 言

明確な設計値を持つデジタルシボ検査への適用性について、共焦点方式と三角測量方式の二つの異なる測定原理の非接触測定機を比較した。その結果、共焦点顕微鏡では狭い領域を高精度に検査する場合、レーザプローブ CMM では広い領域における誤差分布を検査する場合に適することが分かった。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、測定装置の操作及び解析方法についてご教示頂いたレーザーテック(株)の南村裕孝氏並びに(株)ミットヨの石川雅弘氏に感謝の意を表する。

文 献

- 1) 株式会社ケイズデザインラボ: D3 テクスチャー運用教育(2014).

接触式輪郭測定機を利用したデジタルシボの形状検査*

和合 健**、浅沼 拓雄**、飯村 崇**

自動車の内装や家電製品の外装に凹凸模様を与えるための金型のシボ加工は、従来有機溶剤を使用したエッチング法で製作されて来たが、それに代わるデジタルシボ加工法が注目されている。デジタルシボは、NC 工作機械により NC プログラムで指示された空間座標に対して加工を行い、偶然性を排除した再現性の高いシボを製造する方法である。ここでは、デジタルシボの形状検査を接触式輪郭測定機を利用して行う方法を提案し、その有用性を示した。

キーワード: デジタルシボ、接触式輪郭測定機、ワーク座標系、Y 軸移動テーブル、急勾配走査

Digital Surface Texture Studied Using Contact Profilometer

TAKESHI Wago, TAKUO Asanuma and TAKASHI Iimura

The SHIBO surface texture may be printed for use in car interiors, home decoration, electronics, etc. It is manufactured by etching in a process that currently requires organic solvents. High reproducibility is required for manufacturing digital SHIBO. Toward this end, the present study uses an NC manufacturing machine to create digital SHIBO with the NC space-coordinate code directly indicated. This study uses a contact profilometer to demonstrate efficient feature inspection of digital SHIBO.

key words : digital surface texture, contact method profilometer, workpiece coordinate system, Y axis traverse table, steep scanning

1 緒 言

自動車の内装や家電製品の外装に凹凸模様を与えた、所謂シボは、従来有機溶剤を使用したエッチング法で製作されて来たが、それに代わるデジタルシボ¹⁾が注目されている。従来のエッチング法によるシボ金型製造方法は、目隠しをする領域と表に出す領域をマスクによるパターン模様で与え、エッチング液の濃度、時間、その他独自方法により溶解深さや溶解広さを制御している。このエッチング法によるシボの個々の凹凸は、偶然性による形状生成が排除できないため厳格な設計値を持ちえなかった。デジタルシボは、CAD による厳格な凹凸形状の指示、CAM ではワーク座標系に基づいた X、Y、Z 軸の空間座標によるツールパス指示、加工では NC 制御工作機械を使用して CAD/CAM で生成した NC プログラムによる偶然性を排除した直接的な形状生成加工によりシボ性状が生成されるため、厳格な設計値を持つ凹凸である。

ここでは、従来のエッチング法とは異なる製造方法となるデジタルシボで生成されたシボ形状に対して適する検査方法を求めるために、光学的な表面特性による測

定誤差の影響が少なく、急勾配時の測定で非接触式での虚像などの間違いの少ない方法である接触式輪郭測定法について取り組んだ。

2 実験装置

2-1 測定戦略

従来のエッチング法によるシボ性状の形状検査方法は、厳格な設計値を持ち得ないため、シボのピットの大きさ・かたち及び単位面積当たりの個数を光学顕微鏡による寸法検査や計数カウント、目視による官能検査により参照ワークと比較する方法で行われていた。デジタルシボは、3D モデルが設計値となるため、測定において設計値照合が適用できる。接触式輪郭形状測定法は、先端 R が非常に小さい鋭利な針状スタイラスでワーク表面を走査して、その軌跡から 2 次元 (ZX 面) の断面曲線を測定する方法であるため、Y 方向の情報を持ち得ない。さらに、X 軸及び Z 軸のゼロ点は測定後にソフトウェアで設定するため、測定開始前にワーク座標系を利用する概念がない。

デジタルシボの 3D モデルは、明確な空間座標にお

* 平成 26~27 年度 技術シーズ形成研究事業 (発展ステージ)

** 素形材技術部

けるワーク座標系を設計値が持ち得ることから、形状測定にワーク座標系の概念をハードウェア上で与えることで2次元の断面曲線を利用してシボ性状の測定評価が行えると考えた。

2-2 実験装置の構成

実験に使用した輪郭形状測定機 (DFS600S、小坂研究所) の検出器分解能は、Z 方向 50nm 及び X 方向 100nm、走査速度 0.05~2.0mm/s、傾斜限界昇り 77°/下り 87°であり、急勾配を高速且つ精密に輪郭測定を行える性能を有する。ワーク座標系をハードウェア上で与えるために図1に示す XY 電動ステージ、回転位置決めテーブル(手動 XY ステージ付)、バイスの3種類の治具を組み合わせた WCS 設定ステージを追加した。WCS 設定ステージを構成する XY 電動ステージはストローク X、Y120mm、XY 運動の直角度 0.005mm でステージ位置は脇に設置した光学式スケールにより目量 0.5 μ m で読み取る。回転位置決めテーブルは、直動式ネジ運動を回転に変える機構により高精細な回転位置決めができる。この3個の構成要素を6面フライス仕上げ面板で接合して、底面部の面板にキーを取り付け、輪郭形状測定機の石定盤のキー溝に嵌め合わせて平行を出した。

3 実験方法

3-1 X、Y ゼロ点の設定方法

座標測定機 (CMM) は球状チップが取り付けられたプローブにより垂直端面に対して X、Y ゼロ点 (起点) が設定できるが、輪郭形状測定機は運動方向が上下方向のみで可動するスタイラスであるため垂直端面に対して起点が設定できない。そこで X、Y 方向の起点は V ブロックの 45°のテーパを利用した。使用した V ブロックは A 級 50mm で上面と V 溝の繋ぎは鋭利な角である。起点の設定方法は、手動 XY ステージの平行移動に伴う Z 軸目盛の挙動を観察し、Z 軸目盛が V 溝に入り下降した位置を起点とする方法とした。起点位置の再現性を評価するために繰り返し 8 回で起点位置を求めた結果を表1に示す。その結果、起点位置の再現性の分布幅は Y 軸方向の場合で最大値 0.030mm (Range) が得られた。また、V ブロック及びスタイラスアームを軸駆動する選択肢は、XY

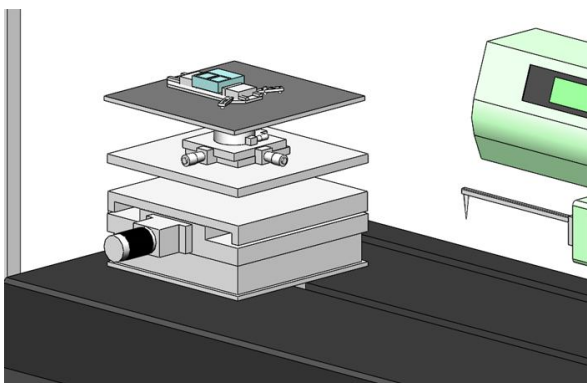


図1 測定物座標系を定義するための駆動装置

表1 X, Y 軸におけるゼロ点設定での誤差

	X direction	Y direction
Repeat (times)	8	8
Maximum (mm)	6.049	5.160
Minimum (mm)	6.030	5.130
Range (mm)	0.019	0.030
Average (mm)	6.042	5.146
σ (mm)	0.008	0.011

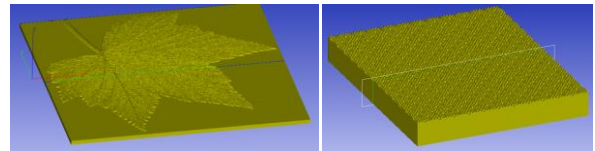


図2 デジタルシボの設計値モデル

電動ステージ、XY 手動ステージ、輪郭形状測定機スタイラスアームの3通りがあったが、手動による方法が振動を生じず、スタイラスアームの Z 方向運動が最も安定稼働した。

3-2 デジタルシボの測定方法

荒加工で R1.5mm ボールエンドミル、仕上げ加工で R0.5mm ボールエンドミルを使用してデジタルシボ製造方法により加工したシボ性状に対して、輪郭形状測定機で Y=0 の位置を走査測定し、設計値と照合した。対象としたシボ性状は図2の自然由来の木の葉となる不規則模様と球と長穴リブを規則的に CAD で配置した幾何学模様である。

輪郭形状測定機に与えるワーク座標系を設定するために以下の作業を実施した。空間軸は輪郭形状測定機の定盤面にワーク上端面が做っていると仮定して設定しない。回転軸は、バイスで V ブロックの V 溝が X 軸と平行になる姿勢で固定し、V ブロックの V 溝の 45°テーパを利用して、スタイラスアームを X 軸上で走査させ輪郭形状測定機のスタイラスアームの Z 軸目盛の差が 1 μ m 以下となるように回転テーブルを調整して設定した。この姿勢が、バイス口当て側面と輪郭形状測定機の X 軸が一致し、回転軸のアライメントが設定された姿勢であると判断した。

X、Y 軸のゼロ点は、V ブロックの V 溝と上端面で成すエッジを利用して、X 軸に做って設置した場合が X 座標、及び Y 軸に做って設置した場合が Y 座標として、手動 XY ステージで求めた。予め、V ブロックの端面から V 溝までの距離を CMM で測定したところ 12.766mm であり、この長さを X、Y 軸にそれぞれオフセットしてワークの X、Y ゼロ点を設定した。Z 軸のゼロ点はソフトウェアで設定できるように設定しなかった。

4 実験結果及び考察

走査測定で得られた生データに対して、輪郭形状測定機の解析ソフトウェアで ZX 面の回転補正を上端面で行

った。Z 軸ゼロ点は上端面とし、X 軸ゼロ点は走査開始位置から既定値をオフセットして設定した。形状データを CSV 形式でエクスポートし、Excel VBA により様式を整えて設計値照合を行う解析ソフトウェア（Focus Inspection V8.3、Nikon Metrology）に渡した。

設計値照合方法は、設計値に STL 形式モデル、測定値に CSV 形式の点群モデルを配置した。ワーク座標系が両者一致していることから両者をマージ読み込みした時点でアライメントが完了するはずであった。実際は木の葉の測定値が X 方向に-0.180mm、幾何学模様様の測定値が X 方向に-0.305mm ずれていた。そこで、そのズレ量をソフトウェアで移動により補正したが、このズレ量の原因追究が今後の課題である。誤差算出は、総合比較コマンド（X、Y、Z 方向ベクトルの利用）と輪郭比較コマンド（X、Z 方向ベクトルのみを利用）により行った。得られた結果を表 2、図 3 及び図 4 に示す。実際は測定値の性質上、Y 方向成分を持っていないことから輪郭比較コマンドがこの場合に適する誤差算出方法であると考えられる。

表 2 輪郭誤差

Parameter	leaf		Geometric	
	Section Cp	Grobal Cp	Section Cp	Grobal Cp
Average Deviation	0.020	0.009	0.015	0.018
Minimum Deviation	-0.090	-0.048	-0.077	-0.087
Maximum Deviation	0.128	0.107	0.179	0.188
Deviation Range	0.218	0.156	0.256	0.274
Deviation Sigma	0.027	0.032	0.040	0.047
Deviation Root mean square	0.027	0.032	0.040	0.047

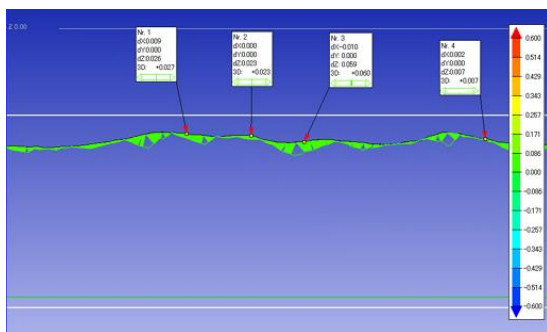


図 3 木の葉模様で Section Compare コマンドにより算出した輪郭誤差

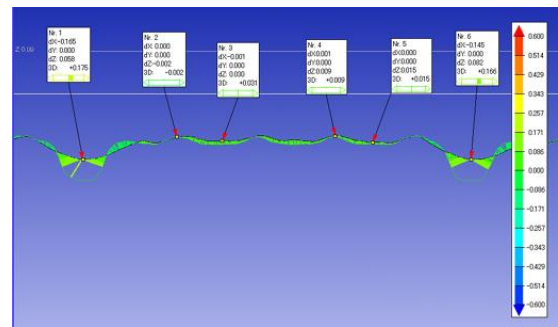


図 4 幾何学模様で Section Compare コマンドにより算出した輪郭誤差

5 結 言

デジタルシボは厳格な設計値を持つシボ性状であることから、輪郭形状測定機に WCS を与え、二次元輪郭の設計値照合により誤差算出した結果、以下の結論を得た。

- (1) Z 方向運動のみの制限がある輪郭形状測定機のプローブに対して、V ブロックの V 溝を利用した X、Y 軸の位置決め方法を試したところ、位置決めのはらつき幅は 0.030mm (Range) となった。
- (2) 二次元輪郭の場合の誤差算出では測定値は Y 方向の情報を持たないことから、Y 方向ベクトルを無視した誤差算出方法を検討した。その結果、輪郭比較コマンドを使用することで 2 軸 (X 軸と Z 軸) ベクトル情報のみを利用した誤差算出が行えた。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、測定装置の操作方法についてご教示頂いた(株)小坂研究所の高田尚恒課長、及び解析ソフトウェアの解析方法についてご教示頂いた(株)ミットヨの石川雅弘課長に感謝の意を表す。

文 献

- 1) 株式会社ケイズデザインラボ: D3 テクスチャー運用教育(2014).

3D スキャナと 3D プリンタの連携による クローズドループエンジニアリングに関する考察*

和合 健**、長嶋 宏之***、箱崎 義英****

クローズドループエンジニアリングは、3D スキャナと 3D プリンタが相互連携することで製造物の形状誤差を収束低減化させる製造手段であり、この手段を用いることで製品製造の高精度かつ高能率化が達成できる。ここでは、熱溶解積層法と光造形法の樹脂 3D プリンタで製作した立体モデルをレーザプローブ式座標測定機で測定しクローズドループエンジニアリングの実用性を検証した。その結果、ばらつきは 0.088mm (σ) となり、良好な結果が得られた。一方、マイクロフォーカス X 線 CT で立体モデルの形状を測定した結果、直径 S ϕ 11mm 球の設計値が、測定では最大値 11.038mm、最小値 10.841mm と誤差が大きく、この原因説明が今後の課題であることが明らかになった。

キーワード：クローズドループエンジニアリング、3D スキャナ、3D プリンタ、レーザプローブ式座標測定機、マイクロフォーカス X 線 CT

Closed-loop engineering combining 3D scanner and 3D printer

TAKESHI Wago, HIROYUKI Nagashima and YOSHIHIDE Hakozaki

Closed-loop engineering promises precision and high-efficiency product manufacturing. This process combines a 3D scanner and a 3D printer to reduce feature deviation. The present study verifies the practicability of closed-loop engineering. A 3D model manufactured by fused deposition molding and laser beam lithography is measured using a laser probe CMM, which provides a measurement variation of 0.088 mm (σ). The 3D model is measured using microfocus X-ray computed tomography. The maximum and minimum sphere diameters are 11.038 and 10.841 mm, respectively, for a nominal diameter of 11.000 mm. Future work will focus on finding the cause of this large deviation.

key words : closed-loop engineering, 3D scanner, 3D printer, laser probe CMM, micro focus X-ray computed tomography

1 緒 言

3D 走査測定法は点群を利用して製品形状の精密測定を行う方法であり、従来は自由曲面に対する特殊な測定方法として認識されていた。現状ではパソコンや測定機本体を始めとする電子計算機器のハードウェア及びソフトウェアの進化により大量の点群を短時間で計算処理できることから、従来、接触式座標測定機（以下 CMM という）で行っていた高精度な寸法測定や幾何形状測定も可能になりつつある。さらに、3D プリンタと 3D 走査測定装置（3D スキャナ）を組み合わせることでより高能率かつ高精度な製品

製造に対応できる可能性も見えており、製造技術のパラダイムシフト（技術革新）への期待が高まっている。

そこで、国立研究開発法人産業技術総合研究所がプロジェクトリーダーとなり、複数公設試が参加するプロジェクトが実施された。事務局がテストピース製作とその 3D 測定に関する共通課題を策定した。岩手県工技セでは樹脂光造形法と樹脂熱溶解積層法による 3D プリンタ、レーザプローブ式座標測定機とマイクロフォーカス X 線 CT による 3D スキャナを使用して、事務局が示した課題に取り組んだ。本研究

* 平成 27 年度 産総研地域連携戦略予算プロジェクト（共同研究）

** 素形材技術部

*** デザイン部

**** 電子情報技術部

の目的は、保有設備が有する性能の数値化と作業者の技能向上、さらに今後の3Dものづくり技術への方針策定及び展開のための基礎データを得ることである。

2 樹脂3Dプリンタによる造形物の製作

2-1 概要

指定器物データを、保有する3Dプリンタ2種により、レイアウト1、レイアウト2の指定方向に設置し、計4個の造形を行った。レイアウト1とは造形装置のX軸と器物の面を平行にした置き方、レイアウト2とはX、Y、Z軸からそれぞれ45°傾けた置き方である。

また、測定範囲の小さいマイクロフォーカスX線CT装置のために50%に縮小した器物を光造形法によりレイアウト1で1個造形した。

2-2 光造形法

2-2-1 装置仕様

光造形法による造形装置（以下、光造形装置）の主な仕様を表1に、外観を図1に示す。

表1 光造形装置の主な仕様

装置名(形式)	NRM-6000
メーカー	シーメット株式会社
造形方法	光造形法
使用樹脂	光硬化性樹脂 TSR-883 (エポキシベース)
積層ピッチ	0.05 mm/0.1 mm/0.15 mm
最大造形範囲	W 610×D 610×H 500 mm

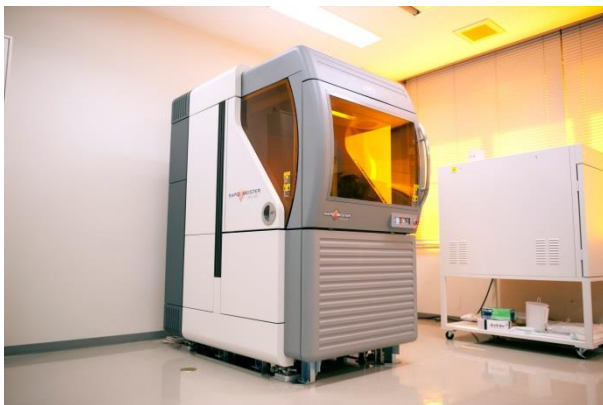


図1 光造形装置の外観

2-2-2 モデル

光造形法による器物について造形条件などを表2に、外観を図2に示す。

表2 光造形法器物の造形条件

レイアウト	レイアウト1	レイアウト2
積層ピッチ	0.1 mm	
造形時間	10時間22分36秒	23時間52分49秒
器物の詳細	特に無し	直方体の一部、 下面方向に欠け
サポート除去方法	手作業による(洗浄時)	

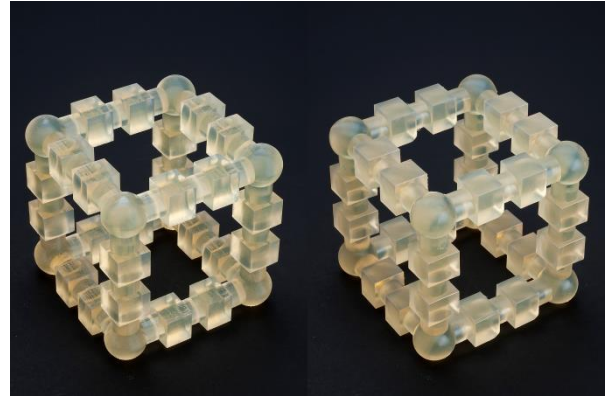


図2 光造形法による器物の外観
(左:レイアウト1、右:レイアウト2)

2-2-3 50%モデル

光造形法による器物の造形条件を表3に、外観を図3に示す。

表3 50%モデルの造形条件

レイアウト	レイアウト1
積層ピッチ	0.1 mm
造形時間	3時間5分5秒
器物の詳細	特に無し
サポート除去方法	手作業による(洗浄時)



図3 50%モデル器物の外観

2-3 熱溶解積層法

2-3-1 装置仕様

熱溶解積層法による造形装置（以下、FDM）の主な仕様を表 4 に、外観を図 4 に示す。

表 4 FDM 式装置の主な仕様

装置名 (形式)	FORTUS 360mc S
メーカー	Stratasys Ltd.
造形方法	熱溶解積層法
使用樹脂	モデル：ABS-M30 (ABS 樹脂)、 サポート：SR30
積層ピッチ	0.127 mm / 0.178 mm / 0.254 mm / 0.330 mm
最大造形範囲	W 355 × D 254 × H 254 mm



図 4 FDM 式装置の外観

2-3-2 モデル

FDM による器物の造形条件を表 5 に、外観を図 5 に示す。

表 5 FDM 法器物の造形条件

レイアウト	レイアウト 1	レイアウト 2
積層ピッチ	0.127 mm	
造形時間	49 時間 4 分	70 時間 34 分
器物の詳細	特に無し	直方体の一部、 下面方向に欠け
サポート除去方法	手作業と強アルカリ 性水溶液による溶解	手作業による

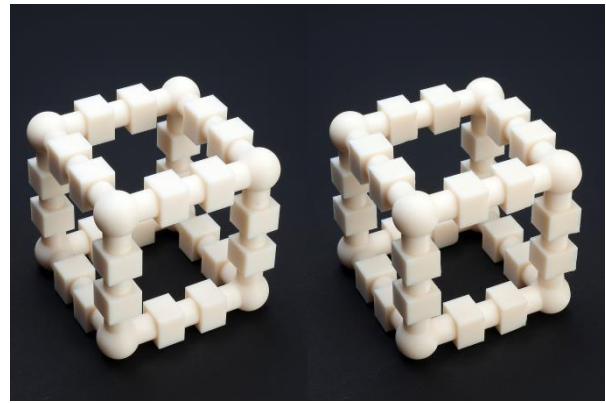


図 5 FDM による器物の外観
(左：レイアウト 1、右：レイアウト 2)

3 レーザプローブ式座標測定機による非接触走査測定

3-1 実験装置

レーザプローブ式座標測定機（以下、レーザプローブ CMM という）の主な仕様を表 6、外観を図 6 に示す。本装置は接触式 CMM のプローブ部を非接触式ラインレーザプローブに付け替えたものでラインレーザの測定幅が 15mm と狭いが球測定での真球度 (σ) 8 μ m の高精度測定に対応できる。本体の指示誤差 MPE_E は接触式プローブ TP200 装着時で 1.9+3L/1000 μ m であり、測定誤差はレーザプローブの性能に大きく依存している。測定範囲は 705×705×605mm (X、Y、Z) であり比較的広い測定範囲を有する。しかし、レーザプローブの作動距離が 100mm であり、プローブの向きを横向きにした場合には作動距離が測定範囲を占有するため、実際の測定範囲は狭まる。従って本装置の測定対象は小物測定物の高精度測定となる。

評価ソフトウェアは Focus Inspection Ver8.3 (Nikon Metology、以下 FI8.3 という) を利用した。使用したパソコンの性能は CPU が Pentium4 で物理メモリが 4MB、OS は Windows XP (32bit) である。FI8.3 は点群の異常点除去や間引きのフィルタリング機能、ワーク座標系 (WCS) 設定、ベストフィット機能からの設計値照合計算や誤差表示までのほぼすべての解析機能を有している。

3-2 実験方法

事務局が示した球と立方体及び円筒から構成されたサイコロ型の測定物についてレーザプローブ CMM を使用して、事務局が示した測定方法により測定した。その結果、事務局が示した測定方法のすべての項目が本装置で実現できた。測定テーブルは表 7 のとおり、試験番号 1~8 の組み合わせとして行い、全 8 回の測定ですべての測定値が得られる。測定テーブルの詳細は、製造方法が熱溶解積層法と光造形法の 2 水準、製造での置き方がレイアウト 1 とレイ

表6 レーザプローブCMMの主な仕様

品名	非接触レーザープローブ式CMM
型式	CRT-AC776-LC15
メーカー	ミツトヨ, Nikon Metology
非接触レーザープローブ: LC15(Nikon Metology)	
スキャニング速度	19200点/秒
測定幅	15mm
測定深さ	15mm
単体精度(1σ 真球度)	8μm
分解能	0.025mm
作動距離	100mm
光源レーザ	Class2
CMM: CRT-AC776(ミツトヨ)	
測定範囲	705 × 705 × 605mm (X,Y,Z)
最小表示量	0.0001mm
案内方式	エアベアリング
最大測定速度	8mm/s
最大測定加速度	0.13G(各軸), 0.23G(合成)
MPE _E (TP200時)	1.9+3L/1000μm (L:測定長さmm)

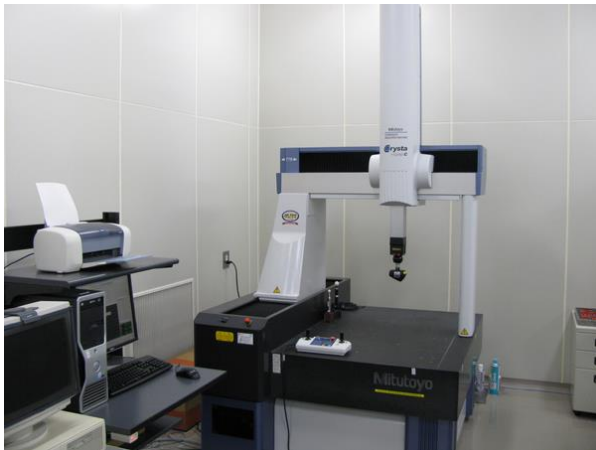


図6 レーザプローブCMMの外観

アウト2の2水準、測定時の測定物の向きが切り欠け部(測定物に刻印した目印)をX軸側またはY軸側に置いた場合の2水準とする計8通りの組み合わせとした。

レーザープローブCMMを利用した測定の要点を説明する。レーザープローブCMMは可動軸が5軸のもので座標測定機のX、Y、Z軸とプローブのA軸、C軸である。造形物の上面は図7、四方側面は図8のプローブ姿勢により行った。A軸はプローブの倒れ方向の軸、C軸はプローブの回転方向の軸である。測定物の底面を含めた全周を測定するためには上側と底側の二つに分けて走査測定し、上下別々のモデルを作成後に重複する任意の4個を使用して、上下を合体させた。

拡散反射光を作り出すための白色粉末塗布は熱溶解積層法では行わず、光造形法のみで使用した。白色粉末は探傷剤を使用し、手動で出来るだけ薄く、均一になるように注意して測定物に吹き付けた。レーザープローブのPoint、Stripe、Overlapの値は熱溶解積層法と光造形法ともにPoint 0.6mm、Stripe

表7 測定テーブル

試験No.	1	2	3	4	5	6	7	8
製造方法	熱溶解積層法				光造形法			
製造での置き方	L1	L2	L1	L2	L1	L2	L1	L2
切り欠けの位置	X軸	X軸	Y軸	Y軸	X軸	X軸	Y軸	Y軸

※ L1:レイアウト1, L2:レイアウト2

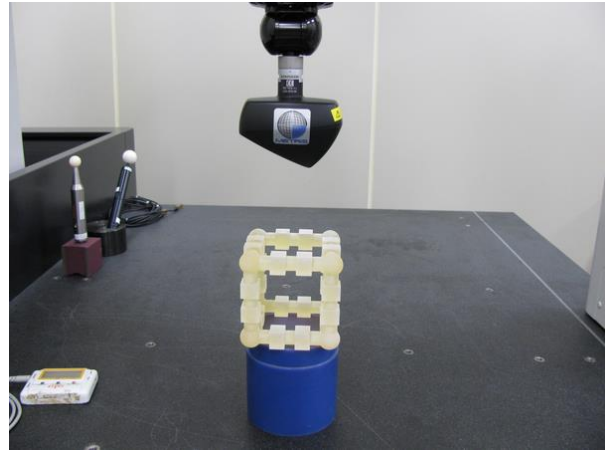


図7 プローブ姿勢 A0deg、C0deg

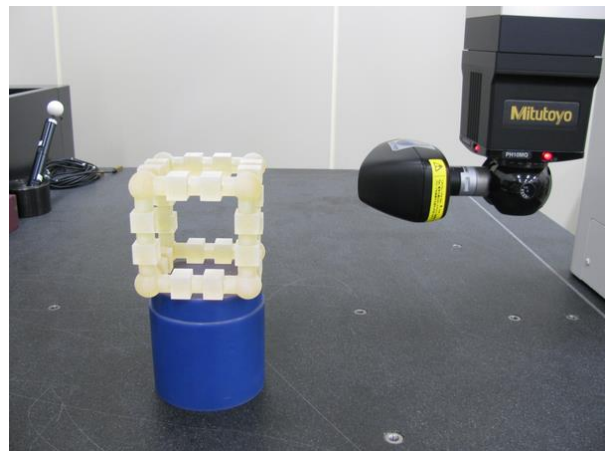


図8 プローブ姿勢 A90deg、C-90deg

0.6mm、Overlap 0.1mmとした。レーザー強度は熱溶解積層法で27/60ノッチとし、光造形法では透明体のため個体や各面及び部位において反射強度が得られ難かったために適宜調整し、およそ32/60程度の値とした。レーザープローブCMMの測定定盤上の温度は平均値19.5℃、変動範囲0.3℃であった。測定期間は2015/11/30から開始し2015/12/2までのほぼ丸々3日間を要した。

3-3 測定結果

設計値照合検査により8件の誤差カラーマップが得られ、その中からfdm_12_xのベストフィット有り無しを図9と図10に示す。カラーマップにより誤

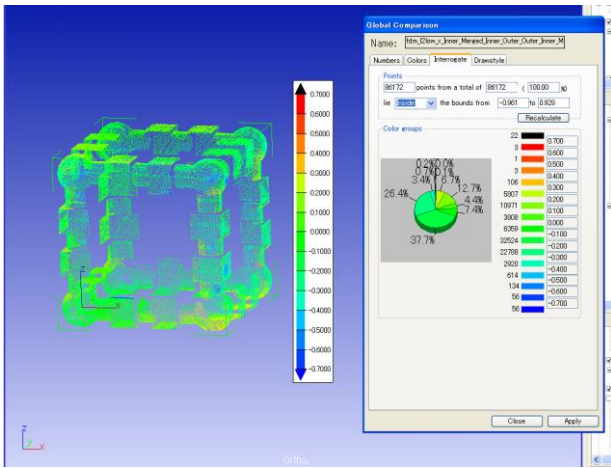


図9 fdm_12_x (ベストフィット有り)

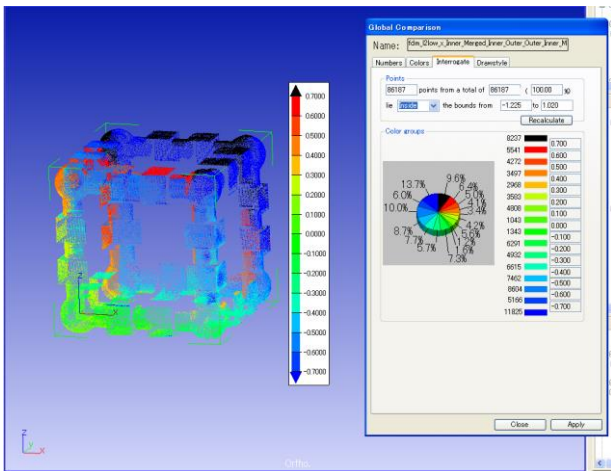


図10 fdm_12_x (ベストフィット無し)

差の大きさを示し、カラーマップの公差は±0.7mmとしカラーバーの中心で誤差が小さいことを示す。試験番号の名称は以下の法則で設定した。例えばfdm_11_xとは、製造方法が熱溶解積層法(Fused deposition modeling:FDM)で製造時の配置がレイアウト1でレーザープローブCMMによる測定時の切り欠け位置がX軸上であることをいう。例えばlbl_12_yとは、製造方法が光造形法(Laser beam lithography:LBL)で製造時の配置がレイアウト2でレーザーCMMによる測定時の切り欠け位置がY軸上であることをいう。走査測定による点群データ(x、y、z)の解析はFI8.3により行い、FI8.3を使用してすべての項目の解析に対応できた。真球度、平面度、円筒度は自由記載であるため試験番号No.1:fdm_11_xのS111、ZX面、Axのみ算出した。カラーマップ評価結果はベストフィット有り、3-2-1のみの2種類とした。

3-4 考察

3-4-1 球測定結果

(1) 分散分析

独自の取組みとして分散分析¹⁾により因子の効果を

を算出した。因子と水準は表8のとおりとした。因子Aは3Dプリンタの造形方式で熱溶解積層法、光造形法で2水準、因子Bは3Dプリンタ造形時のレイアウトでL1が軸に平行、L2が軸に斜めに設置した場合である。因子Cは測定時のワーク向きで事務局が取り付けた切り欠け部がX軸上とY軸上の2水準であり、この因子はレーザープローブCMMの測定誤差の評価に用いる。因子Dは測定者として2水準であり、レーザープローブCMMによるプローブ走査は自動運転で行うため比較的作業者の測定技能が排除された測定である。このため、この因子は測定の反復と見なせると考えた。因子Eは測定評価時の2球の

表8 因子と水準

因子		水準		
		1	2	3
A	造形方式	熱溶解積層法	光造形法	—
B	造形時のレイアウト	L1	L2	—
C	測定時のワーク向き	印がX軸上	印がY軸上	—
D	測定者	測定者A	測定者B	—
E	2球の方向軸	X軸	Y軸	Z軸

表9 特性値

因子		水準											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
y	球間距離(mm)	y1	y2	y3	y4	y5	y6	y7	y8	y9	y10	y11	y12

表10 分散分

(mm ²)					
Factor	f	S	V	F	p %
A	1	0.08424	0.08424	2.90	0.65
B	1	1.30877	1.30877	45.11	14.75
C	1	0.00769	0.00769	0.27	—
D	1	0.00204	0.00204	0.07	—
E	2	1.07059	0.53530	18.45	11.69
A*B	1	0.20506	0.20506	7.07	2.04
A*C	1	0.01046	0.01046	0.36	—
A*D	1	0.00732	0.00732	0.25	—
A*E	2	0.01370	0.00685	0.24	—
B*C	1	0.02997	0.02997	1.03	—
B*D	1	0.05950	0.05950	2.05	0.37
B*E	2	0.88713	0.44357	15.29	9.57
C*D	1	0.00965	0.00965	0.33	—
C*E	2	0.01215	0.00608	0.21	—
D*E	2	0.01755	0.00878	0.30	—
e	171	4.96066	0.02901	—	—
e'	183	5.07119	0.02771	—	60.93
T	119	8.68647	—	—	100.00

※ e': O印をプール

析表

倅う軸方向である。特性値 y は表 9 のとおり球間距離(mm)とし、球測定結果での 12 水準の球間距離測定値を利用した。

表 10 に分散分析表を示す。 V が分散で F が分散比、 ρ が寄与率²⁾である。 e' は誤差分散 e よりも小さい各因子の分散を足し合わせたものである。その結果寄与率から因子 B : 造形時のレイアウトが 14.75%、因子 E : 2 球の方向軸が 11.69% となりこの二つの因子がばらつきに大きく影響していた。因子 B は造形時の姿勢であり、軸に平行に置く場合と軸に斜めに置く場合で造形物の寸法が大きく異なる。因子 E は球間距離測定時の 2 球が倅う軸であり、ばらつきの大きい原因は重力の影響が考えられる。因子 C 測定時のワーク向きで寄与率の効果が小さいことから、造形時の造形物寸法のばらつきに対してレーザプローブ CMM の測定誤差は非常に小さく、因子 C の標準偏差 σ を測定機のばらつき誤差と見なすと $V=0.00769 \text{ mm}^2$ より 0.088mm (σ) となる。因子 D 測定者では、レーザプローブ CMM の走査測定は自動測定で行われるため測定者の測定技能が測定誤差に影響を与えていない。因子 D を測定 of 反復のばらつき誤差と見なすと $V=0.00204 \text{ mm}^2$ より 0.045mm (σ) となる。

(2) ばらつきの評価

表 11 に特性値が球間距離での因子水準毎の標準偏差 (σ) を示す。データ数は 192 個である。分散分析で寄与率が大きかった因子 B のレイアウト 1 が 0.255mm 、レイアウト 2 が 0.113mm であり、造形時に軸に斜めの姿勢で球間距離のばらつきが小さい。因子 E では X 軸が 0.258mm 、Y 軸が 0.214mm 、Z 軸が 0.092mm であり、Z 軸方向の球間距離でばらつきが小さい。

表 11 因子水準毎の標準偏差 (球間距離)

因子		水準 (mm)		
		1	2	3
A	造形方式	熱溶解積層法	光造形法	—
		0.174	0.245	
B	造形時のレイアウト	L1	L2	—
		0.255	0.113	
C	測定時のワーク向き	印がX軸上	印がY軸上	—
		0.192	0.234	
D	測定者	測定者A	測定者B	—
		0.246	0.175	
E	2球の方向軸	X軸	Y軸	Z軸
		0.258	0.214	0.092

(3) 真球度の評価

試験番号 No.1 : fdm_l1_x の S111 球について、最小

二乗球の中心を起点とした球の半径のヒストグラムを図 11 に示す。真球度は 95% 範囲における球の半径

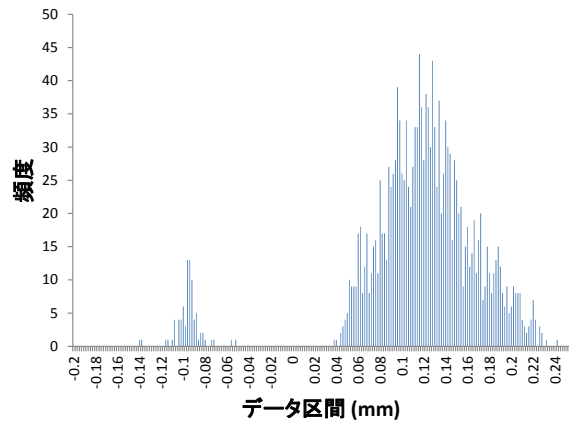


図 11 真球度のヒストグラム

の最大値と最小値の差として算出した。5%を除く方法は最小値側 2.5%及び最大値側 2.5%として行った。その結果、試験番号 No.1 : fdm_l1_x の真球度は 0.300mm となった。

3-4-2 平面測定結果

(1) 直角度の評価

表 12 に直角度の評価を示す。直角度算出の検査長さは 78mm である。レーザプローブ CMM の測定誤差に対して造形物の形状誤差が十分に大きいことが球測定結果で分かっているので直角度の誤差は主に造形物の形状誤差と推測された。造形方式では熱溶解積層法の平均値が 0.111mm 、光造形法の平均値が 0.054mm であり、光造形法の場合で直角度が小さい。平面对平面の場合では平均値で XY-YZ が 0.095mm 、YZ-ZX が 0.028mm 、ZX-XY が 0.124mm であり、XY 平面对する直角度で誤差が大きい。

表 12 直角度の評価

実験番号		XY-YZ			YZ-ZX		ZX-XY		平均値	標準偏差
		(mm)								
1	fdm_l1_x	0.086	0.031	0.062	0.111	0.082				
2	fdm_l1_y	0.086	0.047	0.117						
3	fdm_l2_x	0.194	0.031	0.241						
4	fdm_l2_y	0.249	0.023	0.163						
5	lbl_l1_x	0.055	0.008	0.109	0.054	0.041				
6	lbl_l1_y	0.023	0.008	0.109						
7	lbl_l2_x	0.039	0.039	0.062						
8	lbl_l2_y	0.031	0.039	0.132						
平均値		0.095	0.028	0.124						
標準偏差		0.083	0.014	0.058						

(2) 平面度の評価

試験番号 No.1 : fdm_l1_x の ZX 面について、最小二乗平面を起点として法線ベクトル方向の点の距離のヒストグラムを図 12 に示す。平面度は 95% 範囲に

おける点の距離の最大値と最小値の差として算出した。5%を除く方法は最小値側 2.5%及び最大値側 2.5%として行った。その結果、試験番号 No.1 :

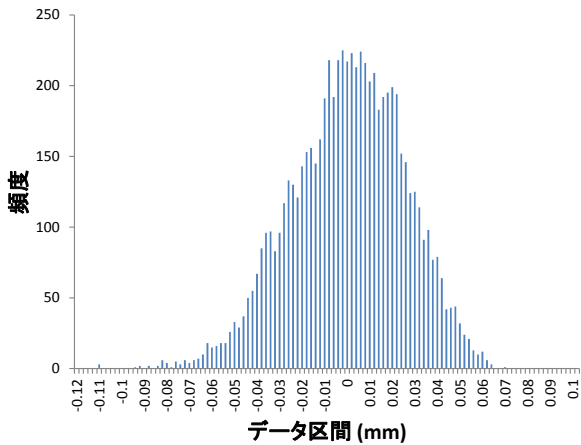


図 12 平面度のヒストグラム

fdm_l1_x の平面度は 0.110mm となった。

3-4-3 円測定結果

(1) 角度の評価

表 13 に角度の評価を示す。プロトコルに従い造形物にワーク座標系を与えた場合の X 軸、Y 軸、Z 軸の成す角度の造形方式毎の平均値と標準偏差、及び軸対軸毎の平均値と標準偏差を求めた。その結果、造形物が安定形状であったためか因子を造形方式及び軸対軸の双方で評価した場合でほぼ 90deg となる良好な結果となり、因子間の差は見られなかった。

表 13 角度の評価

実験番号	Ax-Ay	Ay-Az	Az-Ax	(degree)		
				平均値	標準偏差	
1	fdm_l1_x	89.989	89.971	89.926	89.991	0.098
2	fdm_l1_y	89.920	89.926	89.989		
3	fdm_l2_x	90.178	89.845	90.063		
4	fdm_l2_y	90.103	89.903	90.086		
5	lbl_l1_x	89.960	89.765	89.788	89.916	0.074
6	lbl_l1_y	89.960	89.897	89.862		
7	lbl_l2_x	89.931	89.994	89.971		
8	lbl_l2_y	89.960	89.948	89.954		
平均値		90.000	89.906	89.955		
標準偏差		0.091	0.074	0.098		

(2) 円筒度の評価

試験番号 No.1 : fdm_l1_x の Ax 軸について、最小二乗円筒の中心を起点とした円筒の半径のヒストグラムを図 13 に示す。円筒度は 95%範囲における円筒の半径の最大値と最小値の差として算出した。5%を除く方法は最小値側 2.5%及び最大値側 2.5%として行った。その結果、試験番号 No.1 : fdm_l1_x の円筒度は 0.224mm となった。

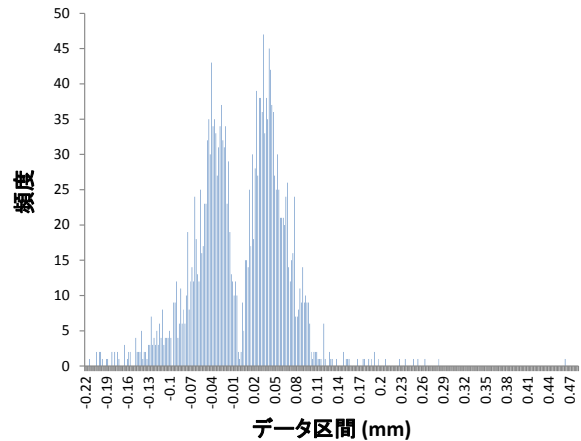


図 13 円筒度のヒストグラム

3-4-4 偏りの評価

CAD モデルを設計値としレーザプローブ CMM の測定点群を測定値として設計値照合を行った。法線ベクトル方向の差 (3D 誤差) を算出し因子毎の最小二乗平均を計算し図 14 に示した。その結果、ベストフィットの場合で 3D 誤差が小さくなっており 3-2-1 のみで 0.498mm、ベストフィットでは 0.203mm となった。

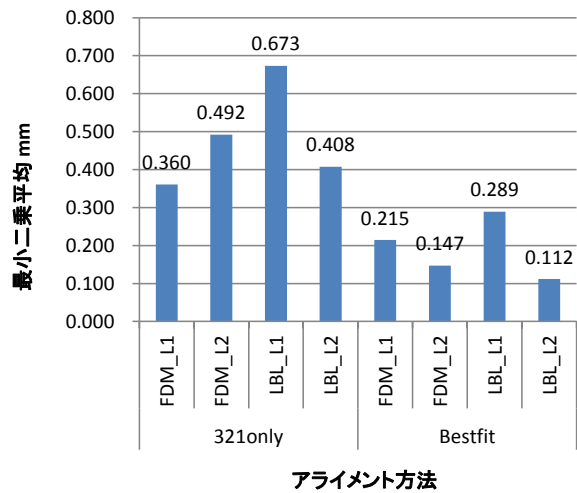


図 14 偏りの評価

4 マイクロフォーカス X 線 CT による座標測定

4-1 測定装置

マイクロフォーカス X 線 CT 装置の主な仕様を表 14、外観を図 15 に示す。また、図 16 に CT 撮影用テーブルを示す。

表 14 マイクロフォーカス X 線 CT 装置の主な仕様

型式	Y.Cheetah uHD
メーカー	エクスロン・インターナショナル
出力管電圧	25-160kV
出力管電流	0.01-1.0mA
最大 X 線管出力	64W
最大ターゲット出力	15W
認識解像度	0.5 μ m
センサー斜角	$\pm 70^\circ$ (140 $^\circ$)
最大サンプルエリア	800 \times 500mm
最大検査エリア	460 \times 410mm
最大幾何学倍率	3000 倍
CT スキャン時間	(最短) 60 秒



図 15 マイクロフォーカス X 線 CT 装置の外観

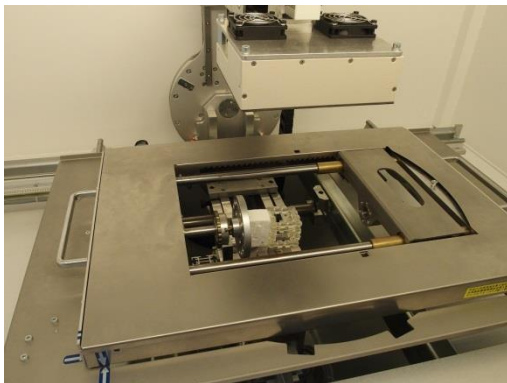


図 16 CT 撮影用テーブル

本装置の CT 撮影では、図 16 に示すように測定物は X 軸（横軸）周りに回転させ撮影するものとなっている。このため、測定物が落下しないように治具に固定する必要がある。

3次元解析ソフトウェアは VG Studio Max を利用した。VG Studio Max では座標計測、繊維複合材料解析、設計値/測定値比較、欠陥/介在物解析、肉厚解析を有している。

4-2 測定方法

事務局が指定した器物(最大寸法: 100 \times 100 \times 100mm)は、本装置の最大視野角において全体像の撮影が不可能であった。そこで、指定器物の 50%サイズの器物を光造形法により製作し参考データとして測定を行った。

金属と樹脂など X 線の減衰が大きく異なる材質の CT 撮影では金属由来のノイズにより境界の判断が困難となる。そこで、X 線の減衰の低い発泡スチロールを治具と測定物の間に挟み込み撮影を行った。測定物の固定は両面テープにより行った。

4-3 結果および考察

ベストフィットによるカラーマップ評価を図 17、ヒストグラムを図 18 に示す。また、面形状位置合わせによるカラーマップ評価を図 19、図 20 に、ヒストグラムを図 21 に示す。

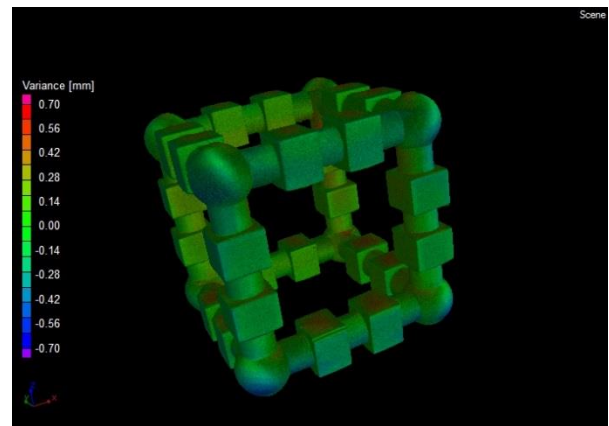


図 17 カラーマップ評価

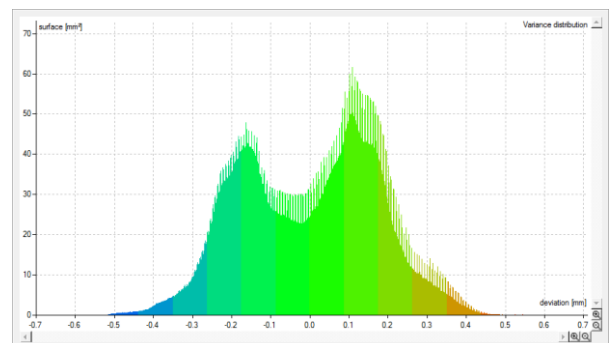


図 18 ヒストグラム

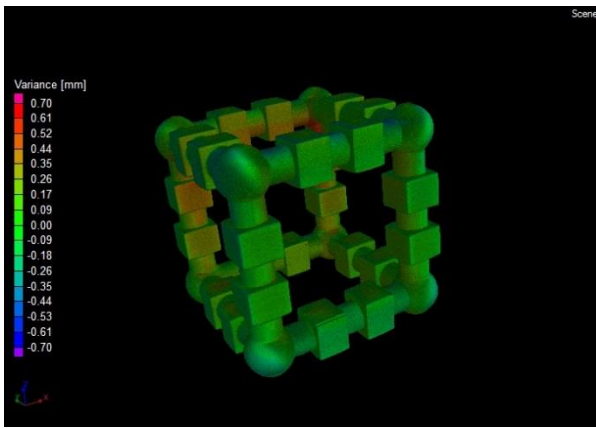


図 19 カラーマップ評価（指定方向の描画）

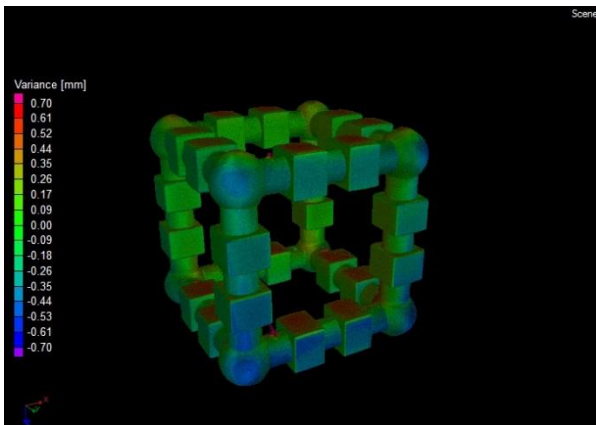


図 20 カラーマップ評価（指定方向の逆の描画）

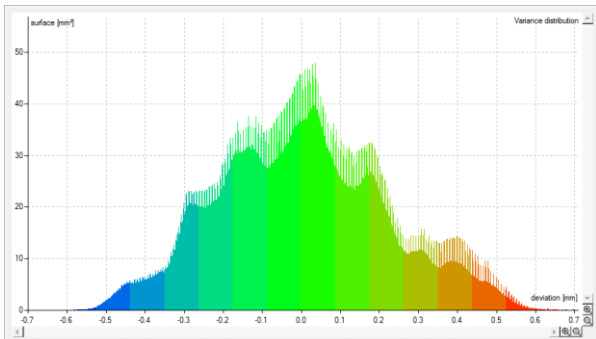


図 21 ヒストグラム

直径 11mm の球の測定結果として、直径の最大値 11.038mm、最小値 10.841mm となった。また、設計値の直径 7mm の円柱測定では最大値 7.04mm、最小値 6.864mm となった。

今回の測定ではカラーマップ評価より $\pm 0.5\text{mm}$ の範囲内に収まっている。使用したソフトウェアの VG Studio Max は座標計測等の解析を行うためには撮影された画像をもとに物体の面の定義（境界の設定）が必要となっている。面の定義について今回は物体が単一の材質のため自動で行うことが可能であった。しかし、ノイズが著しい場合における CT 画像において特定の表面を指定する場合には手動で行う必要がある。このことより、CT 撮影時における X 線の強さ

や撮影後の面の定義により結果が異なってくることが考えられる。

5 結 言

5-1 モデル造形に関すること

- (1) 光造形法と熱溶解積層法の積層時間を比較した結果、積層ピッチは光造形法が 0.1mm、熱溶解積層法が 0.127mm とした設定値であるため積層ピッチでは光造形法が熱溶解積層法の 0.79 倍と細かいが、積層時間は熱溶解積層法が光造形法のレイアウト 1 で 4.73 倍、レイアウト 2 で 2.95 倍の時間を要した。
- (2) 測定範囲の制限から岩手県工業技術センター保有の X 線 CT で測定するために光造形法により 50%縮小モデルをレイアウト 1 のみ、積層ピッチは 100%モデルと同等の 0.1mm として造形した。その結果、造形時間は 100%モデル時の 10 時間 22 分 36 秒に対し、50%縮小モデルは 3 時間 5 分 5 秒を要し、造形時間は 100%モデルの 0.30 倍であった。

5-2 レーザプローブ式座標測定機による走査測定に関すること

- (1) 球間距離を特性値として分散分析をした結果、寄与率から因子 B：造形時のレイアウトが 14.75%と因子 E：2 球の方向軸が 11.69%となり二つの因子で 26.44%を占めている。
- (2) 球間距離を特性値として、因子 C：測定時のワーク向きで寄与率の効果が小さいことから造形時の造形物寸法のばらつきに対してレーザプローブ CMM の測定誤差は非常に小さく、因子 C の標準偏差 σ を測定機のばらつき誤差と見なすと 0.088mm (σ) となる。
- (3) 球間距離を特性値として各因子の水準毎に標準偏差 σ を求めた結果、因子 B：造形時のレイアウトでは L2:軸に対して斜めの場合で標準偏差 σ が小さい。因子 E：2 球の方向軸では Z 軸の場合で標準偏差 σ が小さい。
- (4) 平面对平面の直角度の評価では、光造形法の場合で直角度が小さく、平面对平面の場合では XY 平面に対する直角度で誤差が大きい。
- (5) 軸対軸の角度を算出した結果、すべてでほぼ 90deg となる良好な結果であり因子間の差は見られなかった。
- (6) 設計値照合の 3D 誤差において因子毎の最小二乗平均を算出した結果、3-2-1 のみで 0.498mm、ベストフィットでは 0.203mm となった。

5-3 マイクロフォーカス X 線 CT による走査測定に関すること

- (1) 設計値が直径 11mm 球の測定値は、直径の最大値 11.038mm、最小値 10.841mm となった。また、設計値が直径 7mm 円柱の測定値は、最大値

7.04mm、最小値 6.864mm となった。今回の測定のカラーマップ評価は、ほぼ $\pm 0.5\text{mm}$ の範囲内に収まった。

- (2) 評価ソフトウェア VG Studio Max は座標計測を行うためには面の定義(境界設定)が必要であり、今回は物体が単一の材質のため自動で行えたが、ノイズの多い測定モデルの場合は手動で行う必要

があり測定結果に影響が生じる恐れがある。

文 献

- 1) 森口繁一：統計的方法、日本規格協会、p143～152(2003).
- 2) 矢野宏：計測管理の実際、p75～86(1986)

金属粉末積層造形法により作製した汎用合金の特性評価*

黒須 信吾**、岩清水 康二**、池 浩之**

金属粉末積層造形法によりアルミニウム合金およびステンレス鋼の供試材を作製し、組織および機械的特性を調査した。アルミニウム合金造形品の組織は積層方向に伸長した微細なセル状組織を呈しているにもかかわらず、結晶方位異方性は認められなかった。これは、特有のレーザーパターンにより結晶方位をキャンセルしたものであると思われる。一方、ステンレス鋼は、マルテンサイト組織を呈し、等軸結晶粒を呈していた。このことから、本技術により得られる造形品の組織および特性は、レーザーパターンや合金の相変態挙動により強く依存することが分かった。

キーワード：金属粉末積層造形、アルミニウム合金 (AlSi10Mg)、ステンレス鋼 (17-4PH)、金属組織、機械的特性

Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy and Stainless Steel Manufactured by Selective Laser Melting

Shingo KUROSU, Koji IWASHIMIZU and Hiroyuki IKE

Microstructure and mechanical properties of aluminum alloy (AlSi10Mg) and precipitation hardening stainless steel (17-4PH) manufactured by selective laser melting (SLM) were investigated in detail. In the AlSi10Mg specimen, fine dendritic cell structures along build direction were observed. However no strong crystal orientation texture is confirmed, supposing that the specific controlled tracking-laser-pattern may lead to random crystal orientations. The 17-4PH specimen contains a fully martensite microstructure. Therefore, characteristics of selective laser melting specimens depend on the tracking-laser pattern and the phase transformation characteristics.

keywords :Selective Laser Melting、Aluminum alloy(AlSi10Mg)、Stainless Steel(17-4PH)、Microstructure、Mechanical Properties

1 緒 言

金属粉末積層造形法は、金属粉末を出発原料とし、電子ビームまたはレーザービームを熱源として、3D CAD データから作成した 2D スライスデータを選択的に熔融、積層して 3 次元形状を造形する方法として、注目されている。これまでは、純チタンおよびチタン合金、コバルト合金、インコネル合金などの耐熱材料や生体材料を対象に、研究および応用がされ、宇宙航空部品や外科用インプラント、歯科材料などの限定された分野で製品応用されていた¹⁾。しかし、最近になってアルミニウム合金、ステンレス鋼、銅合金、マルエージング鋼など汎用合金にも適応が広がり、一般産業部品への応用も加速的に進んでいる²⁾。

本技術における特徴として、マスターモデルや金型を必要とせず、3D CAD データからダイレクトに最終製品形状近くまで造形できるニアネットシェイプ特性が挙げら

れる。これより、試作に係る納期や種々の形状での機能的評価など、開発スピードを格段に速くする事が可能となっている。もう一つの特徴として、本技術により従来のプロセスでは実現が困難であった特異的な組織および特性を得ることができていることが知られている。本技術のプロセスは、一層毎に急速熔融・凝固を繰り返して積層していくため、組織が非常に微細であること、晶出物が偏析なく、微細に且つ均一に分布した組織を得ることができる^{3,4)}。その上、合金によっては、結晶方位異方性を発現し、単結晶のような強い配向性を生じることも報告されている^{3,4,5)}。この結晶方位異方性は、一般的には製品で使用する際には、強度特性に異方性が生じるため、デメリットとして扱われ、異方性をキャンセルして、組織および特性の等方化を進める研究もされている^{3,5)}。しかし、この結晶方位異方性を造形条件などで制御し、意図的に発現することができた場合、鑄造や鍛造などの従

* 平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業（発展ステージ）

** 素形材技術部

来の手法で得ることが困難であった新たな機能性を付加させることができる。それにより、これまででない高付加価値の製品展開が可能となり、本技術におけるものづくりの幅を広げる可能性がある。

そこで、本研究では金属粉末積層造形法を用いた結晶方位異方性を活かしたものづくりの展開を図るため、既存造形条件で得られる造形品の特性を詳細に調査し、結晶方位異方性を活かした組織制御造形法について検討する。

2 実験方法

2-1 供試材

供試材は、15×15×55 mmの角柱として、レーザービームを熱源とした金属粉末積層造形装置を用いて作製した。作製した供試材は2種類で、アルミニウム合金 (Al-10Si-0.4Mg以降、AlSi10Mgと呼称) は、大阪府立産業技術総合研究所、析出強化型ステンレス鋼 (Fe-17Cr-4Ni以降、17-4PHと呼称) は東京都立産業技術研究センターにて作製した。各々の造形条件を表1に示す。造形条件は装置メーカーが指定した推奨条件を採用している。装置メーカーによりノウハウがあり、スキャンパターンは各社特有のパターンであることがわかる。

造形物の積層傾斜による機械的特性の影響を調査するために、供試材に種々の傾斜を与えた。図1に供試材に与えた各傾斜の配置例を示す。供試材の配置はx方向をスキージング方向とし、積層傾斜は積層方向(z方向)から、0 deg.、45 deg.、54.74 deg.および90 deg.傾斜をつけた。各々の傾斜は面心立方構造 (F.C.C.) の主要結晶方位である<100>、<101>、<111>および<001>に対応している。

2-2 外観観察

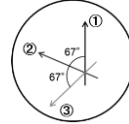
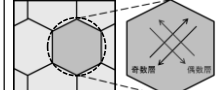
外観観察は造形ままの状態で行い、走査型電子顕微鏡を用いた。また、図2に示すように各面、各方向に対して接触式表面粗さ測定機 (小坂研究所、DSF600S) を用いて平均表面粗さ (Ra) を測定した。Raは5回測定し、その平均値を算出した。

2-3 断面組織観察

造形物の断面組織観察を光学顕微鏡 (OM) および走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。積層面に対して水平もしくは垂直にワイヤー放電加工機を用いて切り出した。表面は、SiC耐水研磨紙2000番まで湿式研磨後、ダイヤモンドペースト (3 μm) で鏡面研磨した。鏡面研磨後、AlSi10Mgはケラー氏腐食液 (H₂O:塩酸:硝酸:フッ酸=4:4:4:1) でエッチング、17-4PHはシュウ酸水溶液 (シュウ酸10 g、H₂O 100 ml) にて電解研磨を施し、結晶粒界を現出させた。また、電子線後方散乱回折法 (EBSD法) を用いて結晶方位の解析を行った。表面は鏡面研磨後、コロイダルシリカ (0.04 μm) により表面を仕上げた。

2-4 機械的特性

表1 AlSi10Mgおよび17-4PHの造形条件

合金	AlSi10Mg	17-4PH
造形装置	EOSINT M280(EOS社)	ProX 300(3Dsystems社)
平均粒径	25	10
造形雰囲気	アルゴンガス	窒素ガス
積層厚さ	30	40
走査ピッチ	100	60
スキャンパターン	1層毎に約67°回転 	ヘキサゴンパッチワーク 外接円直径 50mm +45° (+X+Y) / -45° (+X-Y) 

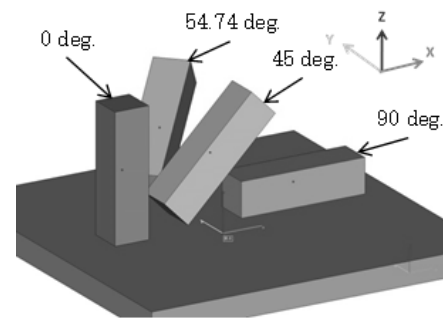


図1 供試材に与えた各傾斜の配置例

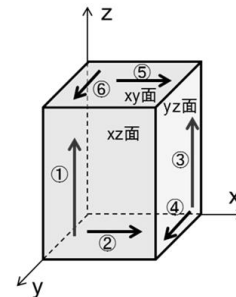


図2 表面粗さを測定した各面および各方向

積層傾斜が及ぼす機械的特性への影響の調査として、各積層傾斜造形サンプルの引張試験およびヤング率測定を行った。引張試験は、角柱サンプルから板状引張試験片をワイヤー放電加工により切り出した。試験片サイズは、JIS規格14号試験片に準拠し、標点部の幅と厚さが3 mm、標点間距離は17 mmとした。引張試験は初期ひずみ速度は $9.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行い、破断後突合せ法にて破断伸びを算出した。ヤング率は自由共振法を用いて測定した。試験片サイズは長さが40 mm、幅が15 mm、厚さが1 mmである。試験片表面は引張試験およびヤング率測定ともに、SiC耐水研磨紙800番まで乾式研磨を施した。また、試験回数は3回行い、平均値を算出した。

造形高さが及ぼす機械的特性への影響の調査として、造形高さ毎の硬さを測定した。ベースプレート(最下面)から5 mm、30 mmおよび55 mm(最終溶融面)の高さを積

層面に対して水平にワイヤー放電加工で切り出し、それぞれ、Bottom、Middle および Top とし、マイクロビッカース硬度計にて硬さ (HV) を測定した。試験荷重は、AlSi10Mg は 0.5 kgf、17-4PH は 1.0 kgf で実施し、試験回数は 5 回行い、平均値を算出した。表面は、耐水研磨紙 SiC2000 番まで湿式研磨し、ダイヤモンドペースト (3 μm) で鏡面研磨を施した。

3 実験結果

3-1 外観観察

図 3 および図 4 に AlSi10Mg および 17-4PH 造形物の外観写真を示す。(a)、(b) は上面 (溶融面)、(c)、(d) は側面である。両造形物ともに、溶融面は比較的滑らかであり、レーザーが走査した痕跡が確認できる。また、表面にはいくつか未溶融の粉末および溶融途中でスパッタした粒子の付着が観察された。側面に関しては、未溶融の粉末が多く付着している様子が確認される。

表 2 に AlSi10Mg および 17-4PH の各面における各方向の平均表面粗さ (Ra) を示す。溶融面である上面は側面よりも半分程度小さい Ra を示していることがわかる。一方、側面は z 方向と (x, y) 方向ともに、同等の Ra を示

表2 AlSi10Mgおよび17-4PHの各面における各方向の平均表面粗さ (Ra)

測定面_測定方向	平均表面粗さ (Ra[μm])	
	Al10SiMg	17-4PH
側面 ① xz面_z方向	24.4	8.6
側面 ② xz面_x方向	24.1	9.8
側面 ③ yz面_z方向	18.6	7.3
側面 ④ yz面_y方向	18.8	9.7
上面 ⑤ xy面_x方向	9.7	5.6
上面 ⑥ xy面_y方向	11.3	6.4

した。これより、側面の表面粗さは積層による段差の影響をあまり受けていないことがわかる。また、AlSi10Mg および 17-4PH の出発粉末の平均粒径は各々 25 μm および 10 μm であり、造形物の Ra と同等の値を示していることから、金属粉末積層造形により得られる造形品の表面粗さは、出発粉末の平均粒径に依存した値であることが推察される。

3-2 断面組織観察

図 5 に AlSi10Mg および 17-4PH 造形物の光学顕微鏡による断面組織を示す。(a)、(b) は AlSi10Mg、(c)、(d) は 17-4PH であり、(a)、(c) は水平断面、(b)、(d) は垂直断面を示している。水平断面組織において、レーザーが走査した痕跡が明確に確認でき、レーザー走査境界も確認することができる。垂直断面組織においてもレーザーにより溶融された領域 (溶融池、メルティングプール) が明確に確認でき、うろこ状に溶融池境界を呈している。AlSi10Mg、17-4PH における 1 層の積層厚さは、それぞれ 30 μm および 40 μm にもかかわらず、1 層における溶融池の深さは、AlSi10Mg が 200~270 μm、17-4PH が 80~100 μm まで達している。これより、1 層の溶融池の深さは、AlSi10Mg においては積層厚さの 7 倍以上、17-4PH は 2 倍以上深くまで溶融領域が達し、直下の積層を再溶解して、造形が進んでいることがわかる。

図 6 に AlSi10Mg および 17-4PH 造形物の走査型電子顕微鏡による断面組織を示す。(a)、(b) は AlSi10Mg、(c)、(d) は 17-4PH であり、(a)、(c) は水平断面、(b)、(d) は垂直断面を示している。図 6(a) および (b) より、AlSi10Mg はサブミクロンオーダーの微細なセル状組織を呈し、積層方向 (z 方向) に沿って伸長した組織を呈している。図 6 (a) および (b) 中の白破線に示す溶融界面は、周りの組織よりも若干大きなセル状組織であることから、直上層での溶融により熱影響を受けた箇所であると推察される。一方、17-4PH は、マルテンサイト組織を呈している。図 6(c) および (d) 中に示す矢印に示すように、溶融界面が確認されるが、組織は溶融界面をまたが

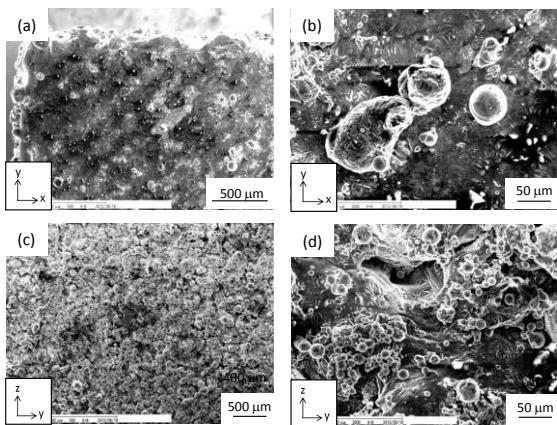


図 3 AlSi10Mg 造形物の外観写真 (走査型電子顕微鏡像) (a)、(b) は上面 (溶融面) (c)、(d) は側面

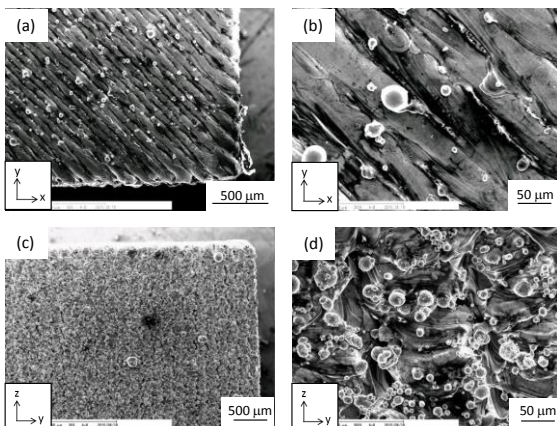


図 4 17-4PH 造形物の外観写真 (走査型電子顕微鏡像) (a)、(b) は上面 (溶融面) (c)、(d) は側面

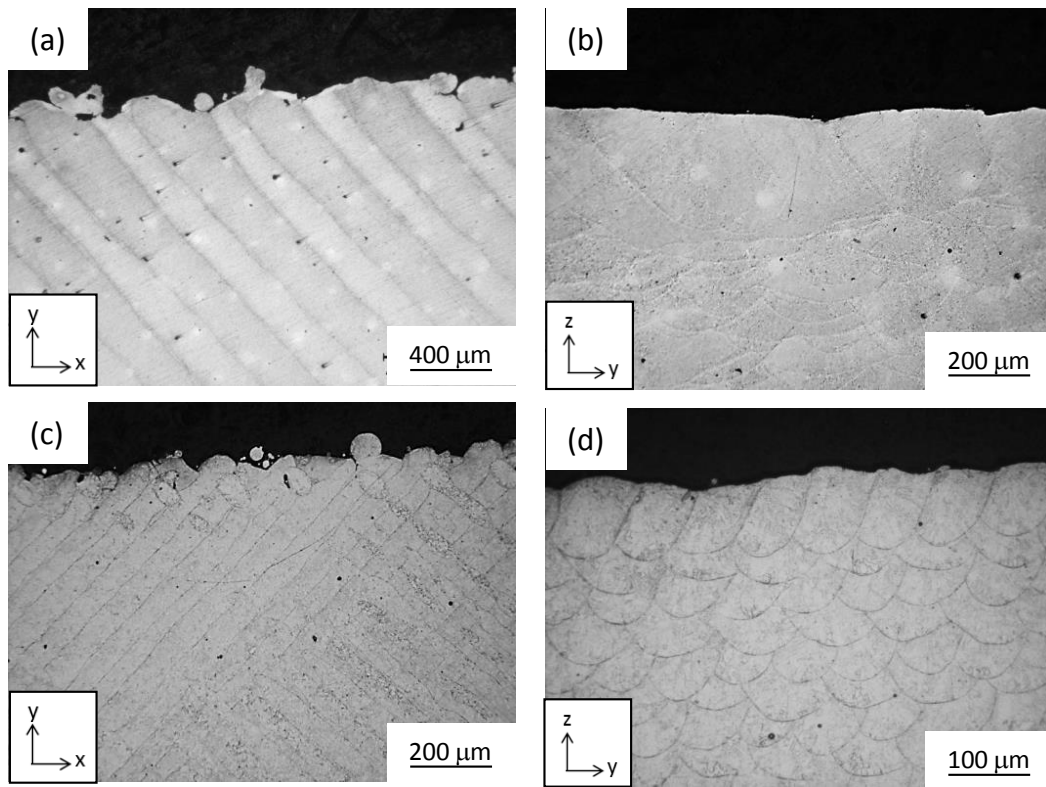


図5 (a)、(b) AlSi10Mg造形物および(c)、(d) 17-4PH造形物の光学顕微鏡による断面組織
(a)、(c) は水平断面 (b)、(d) は垂直断面

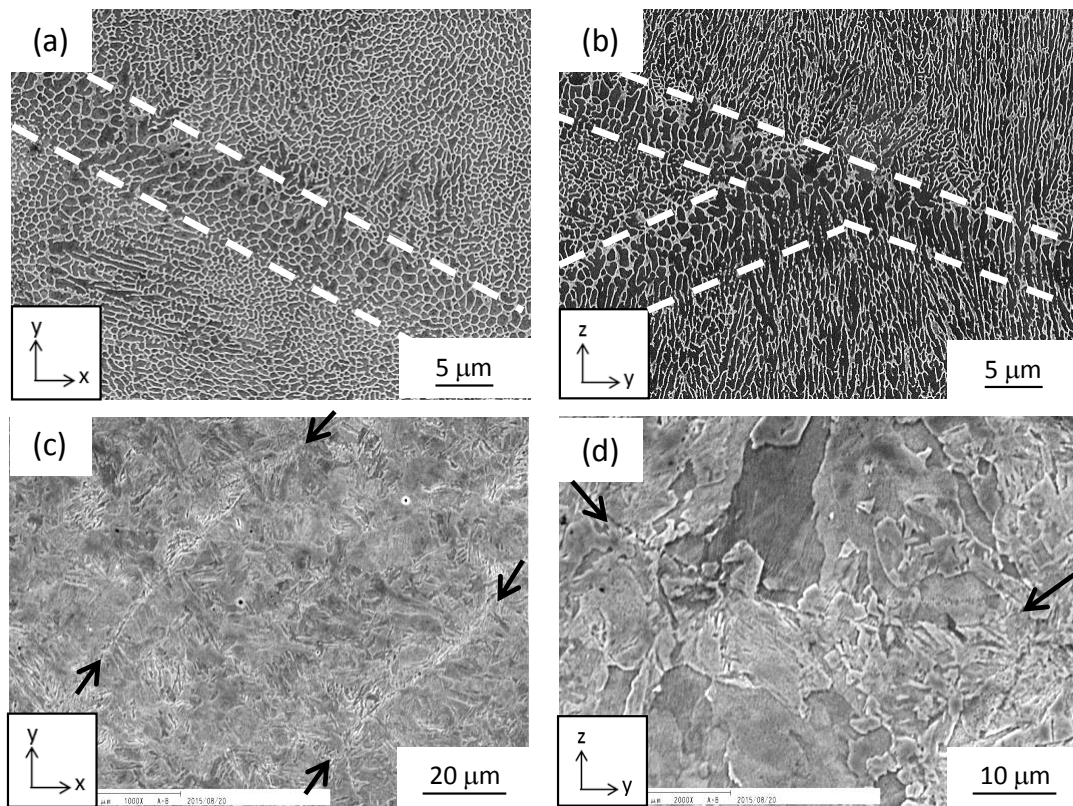


図6 (a)、(b) AlSi10Mg造形物および(c)、(d) 17-4PH造形物の走査型電子顕微鏡による断面組織
(a)、(c) は水平断面 (b)、(d) は垂直断面

って形成していた。

また、熔融界面は電解研磨による優先的な腐食を受けていることから、酸化物や窒化物などの介在物が形成していることが推察される。

3-3 結晶方位解析

図7に、AlSi10Mg造形物の結晶方位解析結果を示す。(a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、(c)はImage Quality map(IQ map)、(b)、(d)は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)である。図7(a)および(b)より、水平断面は、001方位が集積している組織形態を呈しており、結晶粒内で方位の揺らぎ(グラデーション)が確認されることから、セル組織は、低角粒界によっていくつかに分断されていることが示唆される。垂直断面(図7(c)および(d))は、熔融面界面をまたいで、かつ熔融池底面の法線方向に組織が伸長しているにもかかわらず、様々な結晶方位で構成されている。

図8に、17-4PH造形物の結晶方位解析結果を示す。(a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、(c)はImage Quality map(IQ map)、(b)、(d)は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)である。17-4PHにお

ける結晶方位は、先に示したAlSi10Mg(図7)と比較すると、大きく異なることがわかる。図8より、水平断面、垂直断面共に、等軸粒で構成されており、積層方向による伸長した結晶粒は確認できなかった。また、結晶方位に関してもランダム方位で構成されていることがわかる。AlSi10Mgおよび17-4PHに関する結晶方位については、後述する。

3-4 種々の積層傾斜を有した造形品の機械的特性

図9は、種々の積層傾斜で造形した(a)AlSi10Mgおよび(b)17-4PH造形品における典型的な公称ひずみ-公称応力曲線(s-s曲線)を示す。図9より、両合金造形品における傾斜によるs-s曲線の大きな変化はなく、同様であることがわかる。

AlSi10Mgおよび17-4PHにおける各積層傾斜で造形した造形品の機械的特性をそれぞれ表3および表4に示す。比較のために、Al-Si10Mgの金型鑄造材およびSUS630の熱処理材のJIS規格も併せて示す。本技術により得られる造形物の強度および伸びは、従来法である金型鑄造により得られたAl-Si10Mg材のJIS規格に比べるとはるかに高い値を示した。これは、本技術により得られた非常

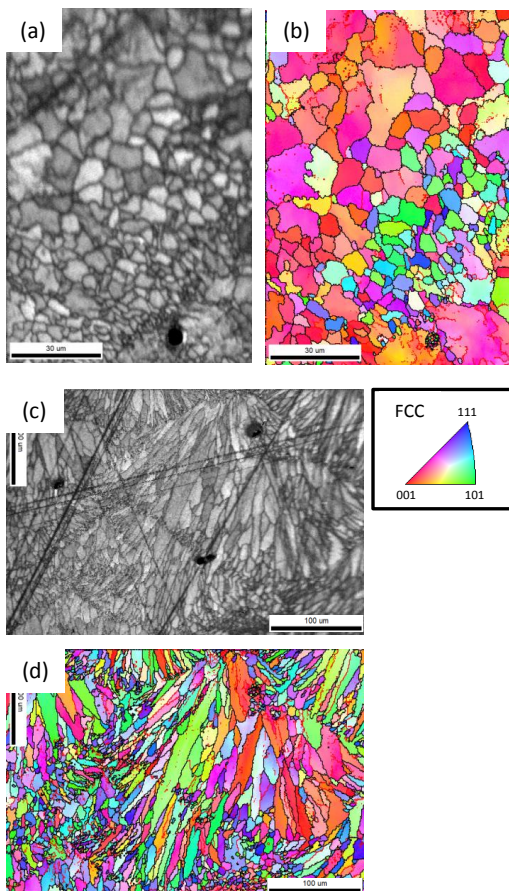


図7 AlSi10Mg造形物の結晶方位解析結果
(a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、(c)はImage Quality map(IQ map)、(b)、(d)は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)

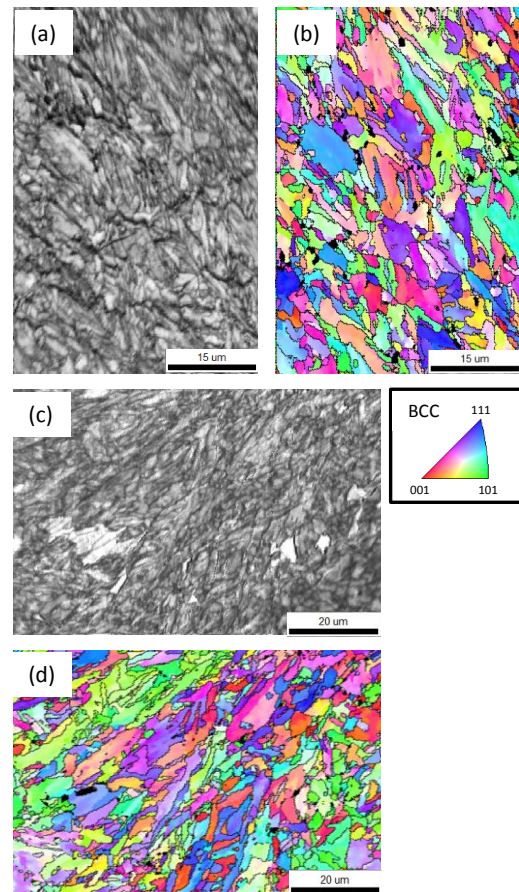


図8 17-4PH造形物の結晶方位解析結果
(a)、(b)は水平断面、(c)、(d)は垂直断面であり、(a)、(c)はImage Quality map(IQ map)、(b)、(d)は、Inverse Pole Figure orientation map(IPF map)

に微細な組織に起因している。AlSi10Mg 造形物の強度および破断伸びにおいて、積層傾斜による特性の有意差は認められなかった。また、結晶方位に強く依存するヤング率についても、傾斜間に大きな差はなく ADC12 の値⁶⁾と同等の値を示し、機械的特性の異方性は確認されなかつた。

同様に、17-4PH においても傾斜間における引張特性およびヤング率の差は認められなかった。得られる特性としては、17-4PH に相当する SUS630 における析出硬化処理 (H1075) 材と同等の値を示し、造形ままの状態で、高

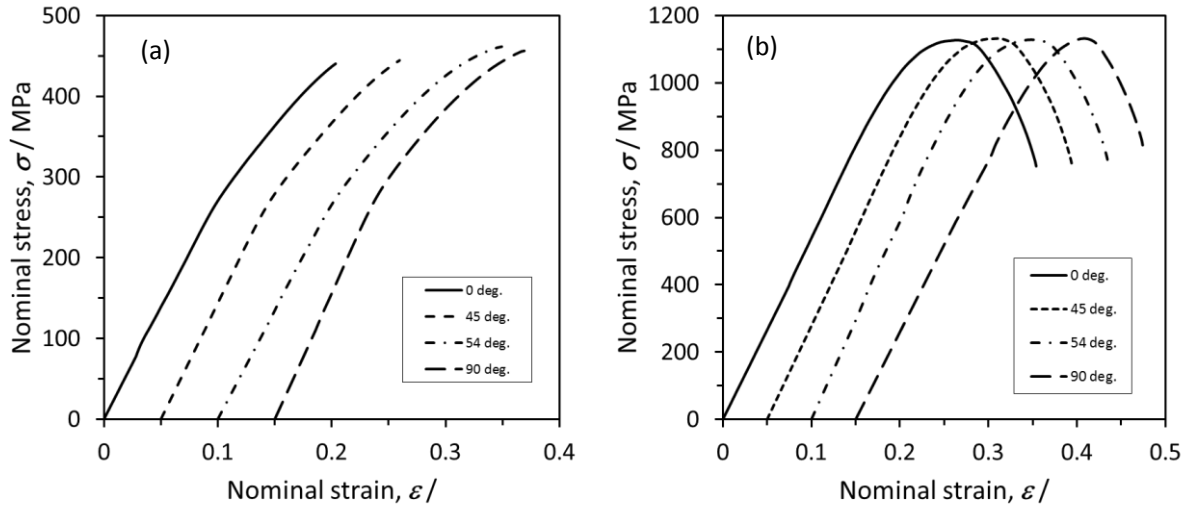


図9 種々の傾斜で造形した (a) AlSi10Mg および (b) 17-4PH 造形品における典型的な公称ひずみ-公称応力曲線 (s-s 曲線)

表3 種々の積層傾斜で造形した AlSi10Mg 造形品における機械的特性

Specimens		0.2% PS	UTS	Fracture to Elongation	Young's Modulus
		MPa	MPa	%	GPa
Building angle (deg.)	0	283 (6.7)	446 (12.4)	5.3 (1.33)	75.0 (2.25)
	45	284 (2.9)	466 (1.4)	7.6 (1.14)	75.8 (1.19)
	54	272 (10.2)	457 (12.5)	9.5 (0.76)	74.4 (0.43)
	90	277 (5.6)	464 (4.9)	8.7 (1.07)	70.8 (0.59)
(JIS) Al-Si10Mg 金型鑄造	F	—	>170	>3.0	—
	T6	—	>240	>1.5	—
Mean (S.D.)					

表4 種々の積層傾斜で造形し 17-4PH 造形品における機械的特性

Specimens		0.2% PS	UTS	Fracture to Elongation	Young's Modulus
		MPa	MPa	%	GPa
Building angle (deg.)	0	917 (4.7)	1144 (2.5)	17.3 (0.31)	194 (3.9)
	45	900 (16.3)	1136 (5.7)	18.0 (1.53)	187 (0.6)
	54	902 (46.9)	1133 (0.5)	18.6 (0.72)	189 (0.9)
	90	933 (41.1)	1111 (5.0)	17.5 (1.12)	193 (2.4)
(JIS) SUS630 析出硬化熱処理 H1075		>860	>1000	>13	—
Mean (S.D.)					

強度高延性を兼ね備えていることがわかる。

3-5 造形高さ別のビッカース硬さ

図 10 は、(a) AlSi10Mg および(b) 17-4PH における造形高さ別のビッカース硬度を示す。両造形品ともに造形高さにより硬さが変化していた。しかし、その挙動は異なり、AlSi10Mg の硬さは Top 部から Bottom 部に伴い増加し、17-4PH の値は、減少する傾向を示した。Bottom 部は、先に造形されているため、それ以降の造形の熱影響をうけ、反対に、Top 部は造形による熱影響が小さいといえる。アルミ合金において、鋳物または押出材のような高温加工から冷却後、T5 処理 (約 225 °C-5 時間) を施すと、硬度が増すこと⁷⁾ が知られおり、これに相当した熱処理の効果が AlSi10Mg 造形物の Bottom 部で受けたものと考えられる。同様に、17-4PH 造形物については、マルテンサイトの焼戻処理に相当する熱処理の影響を受けて、硬度が減少しているものと推察される。このように、合金の熱処理挙動により、造形高さが特性に影響を及ぼすことが示唆される。これより、受ける熱影響をあらかじめ加味し、任意的に配置方向を変えることで、造形物の特性 (組織、硬度) に傾斜をつけられる可能性がある。

4. 考 察

4-1 金属粉末積層造形により得られる組織について

AlSi10Mg および 17-4PH に関する結晶方位について述べる。図 9 より、両造形物における s-s 曲線は積層傾斜間で変化がなく、いずれの傾斜サンプルでも一様な s-s 曲線を示していた。単結晶のような非常に強い結晶方位異方性を有している場合、s-s 曲線は、その結晶方位特有の挙動を示すこと⁸⁾、加えて結晶方位異方性に大きく影響を受けるヤング率においても、傾斜間による値の有意差はほとんど認められないこと (表 3、表 4) から、本研究の造形物に関しては、結晶方位異方性は発現しておらず、ランダム方位であることがいえる。しかしながら、これら組織形態が大きく異なることから (図 7 および図 8)、ランダム結晶方位に至る過程は異なることが予想される。

まず 17-4PH に関しては、高温ではオーステナイト組織 (γ , F.C.C.) が安定相であるが、冷却過程でマルテンサイト (α' , B.C.C.) に $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態し、室温ではマルテンサイト組織を呈する。本技術は、急速溶解・凝固プロセスが生じていることから、凝固直後は AlSi10Mg のような (図 7(c) および (d)) 積層方向 (z 軸) に伸長したオーステナイト組織が一旦形成し、その後冷却過程でマルテンサイト変態が生じ、オーステナイト組織を分断化することで、オーステナイト組織で生じた結晶方位異方性をキャンセルして、等方化が図れていることが考えられる。ただし、マルテンサイトとオーステナイト相の間には一定の結晶学的な方位関係が成立しているため、凝固直後に形成するオーステナイト組織の結晶方位を制御

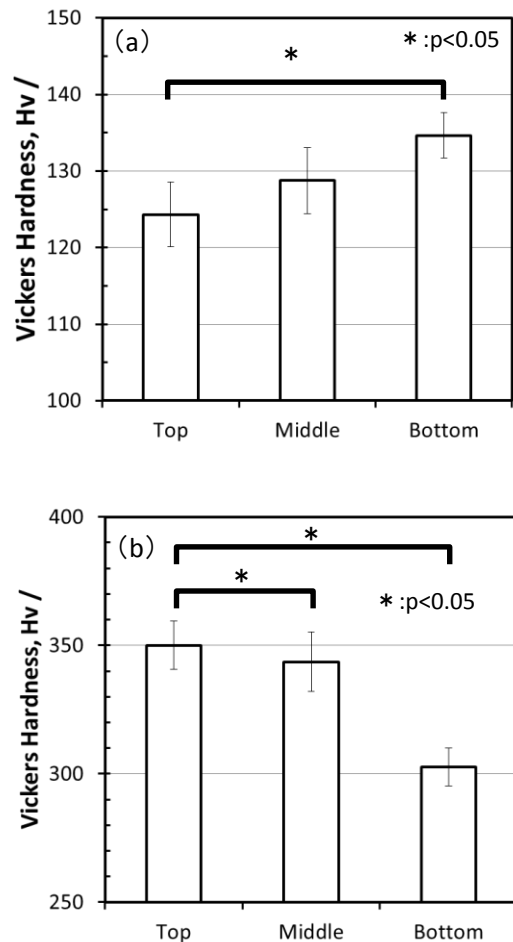


図 10 (a) AlSi10Mg 造形物および(b)17-4PH 造形物における造形高さ別のビッカース硬度

することができれば、特定の方角を集積させたマルテンサイト組織を形成できる可能性がある。

次に、AlSi10Mg に関しては、17-4PH とは異なり凝固・冷却過程で相変態せず、母相は F.C.C. 相単相である。単純に積層していけば、図 6(a) および (b) に示したような積層方向 (z 軸) に伸長した組織が生じ、積層方向に対して結晶方位異方性を発現するものと思われる。しかし、本研究では、マイクロ領域である水平断面 (図 7(b)) では、001 方位の集積が認められたのにもかかわらず、マクロ領域である s-s 曲線 (図 9) および機械的特性 (表 3) において異方性は確認されなかった。これは、AlSi10Mg 造形物を造形した際のスキャンパターンが要因となっていると推察される。本研究における AlSi10Mg 造形物のスキャンパターンは、一層毎に約 67° 回転させて積層していく装置メーカー特有の手法を採用した。これは、直下の層とは異なる方向にスキャンしていくことで緻密化を図る狙いがあるが、それに加えて結晶方位をキャンセルさせる働きがある可能性がある。詳細については、今後調査する予定である。

以上のことから、本技術により得られる造形物の組織および特性は、造形する合金の性質を加味し、スキャンパターンなどの造形条件を変えることで、任意の組織を

生み出す可能性が見出された。その際に、従来法である
 鋳造や溶接などの熔融・凝固に関するノウハウを参考に
 することが効果的であり、組織制御を加味した本技術の
 確立が実現するものと考えられる。

5 結 言

本研究において、汎用合金である AlSi10Mg および
 17-4PH を用いて、レーザービームを熱源とした金属積層
 造形法により造形物を作成し、組織および機械的特性に
 関して詳細に調査した。本研究で得られた知見について
 以下に列記する。

1. 造形物の外観観察した結果、上面（熔融面）は側
 面より滑らかである。側面の表面粗さは積層によ
 る段差の影響は小さく、出発原料の粉末粒径に強
 く依存する。
2. 垂直断面組織観察より、いずれの合金も断面組織
 は、うろこ状の熔融境界が確認され、熔融深さは
 積層厚さよりも2倍以上深くまで達している。
3. AlSi10Mg 造形品は、積層方向（z 軸）に伸長した
 非常に微細なセル状組織を呈しているが、機械的
 特性には異方性は確認されない。
4. 17-4PH の組織は、マルテンサイト組織を呈してお
 り、積層方向に関わらず、等軸な結晶粒を呈して
 いる。機械的特性についても、異方性は確認され
 ない。
5. 本技術で作製した造形物の機械的特性は、いずれ

の合金とも、従来法と同等もしくはそれ以上の特
 性を示している。

謝 辞

本研究におけるヤング率測定は、東北大学金属材料研
 究所 加工プロセス工学研究部門 千葉研究室にて、装
 置を借りて測定させて頂きました。ここに御礼申し上げ
 ます。

文 献

- 1) 池田博英, 升岡正: 精密工学会誌, 82, p639-642
 (2016)
- 2) 檜原弘之: 精密工学会誌, 82, p634-638 (2016)
- 3) 千葉晶彦: 計測と制御, 54 p (2015)
- 4) 小泉 雄一郎, 孫 世海, 齋藤 毅, 黒須 信吾, 千葉
 晶彦: 粉体および粉末冶金, 61 243-249 (2014)
- 5) 余語良章, 加嶋祐佳, 高市敦士, 中本貴之, 土居 壽,
 高橋英和, 野村直之, 塙隆夫, 若林則幸: 日本歯科
 理工学会誌, 35 p168 (2016)
- 6) 山田耕二, 宮川進, 吉川澄: 日本機械学会論文集A,
 68, p567-572 (2002)
- 7) 神尾彰彦他: “軽合金鋳物ダイカストの生産技術”,
 財団法人素形材センター p17-24 (1993)
- 8) 辛島誠一: “金属・合金の強度”, 日本金属学会
 p67-70 (1997)

鋼球ラップ盤による Co-Cr-Mo 合金骨頭の研磨技術確立*

飯村 崇**、長嶋宏之***、白井光一****

人工股関節の骨頭は、ステムとの接続のためテーパ穴が加工されており、ラップ盤の適用に際して、球の回転が阻害され加工が円滑に進まないことが問題となる。

そこで、穴埋め治具を用いてラップ盤による研磨加工を行ったところ、骨頭の全面を鏡面加工することが可能であり、その際の加工条件選定には、品川光学がレンズ加工において蓄積したノウハウが応用可能であることがわかった。

キーワード：Co-Cr-Mo 合金、人工骨頭、ラップ盤

Polishing Co-Cr-Mo Alloy Artificial Femoral Head of Hip Joint with Steel-ball lapping machine

Takashi IIMURA, Hiroyuki NAGASHIMA and Koichi SHIRAI

The artificial femoral head of a hip joint requires a tapered hole for connecting the stem. The hole inhibits the lapping of the artificial femoral head, because it inhibits the rotation of the artificial femoral head.

In this study, a jig to fill the hole allows rotation and lapping of the artificial femoral head, and it leads to a mirror finish of the entire surface of the artificial femoral head. Furthermore, Shinagawa optics can use their own lens processing conditions for the lapping.

key words: Co-Cr-Mo alloy, artificial femoral head, lapping

1 緒 言

人工股関節の骨頭は、ステムとの接続のため、シャフトが付いているタイプとテーパ穴が加工されているタイプが存在する。このうちテーパ穴が加工されているタイプについては、球の外径を仕上げた後に穴の加工を行うと、加工時の荷重や熱により球が変形し精度が保てなくなるため、穴加工の後に球の仕上げ加工を行う必要がある。

品川光学ではテーパ穴タイプの骨頭のサンプル加工を実施しており、現在はこのテーパ穴を利用して骨頭を保持し、レンズ磨きと同様の方法で仕上げ加工を行っている。しかし骨頭を保持する治具と干渉するため、穴近傍は研磨パッドの接触回数が少なく加工が不均一となり、表面粗さの数値的には問題がなくとも外観上の評価を下げる（表面の光沢が微妙に異なる）原因となっており、改善が必要である。

この問題を解決するために、ベアリングの鋼球と同じラップ盤による加工法の適用を検討する

こととした。ラップ盤による加工の特徴として、次の3点が挙げられる。

- ① 球面全体を加工する加工法であり、磨きムラの解消が期待される。
- ② レンズ磨きと同様に遊離砥粒を用いる加工法であり、品川光学で培ってきたレンズや骨頭磨きにおける研磨剤の選定や加工条件の選定などのノウハウを活かし従来同様に高品質な表面粗さと形状精度を得ることができる。
- ③ 多数個の同時加工が可能であり、生産性の向上が可能である。

これら①～③により、ラッピングフィルム等で仕上げを行っている他社の加工方法に対し大きなアドバンテージがあると考えられる。しかし、ラップ盤の適用に際して、ステムとの接続に使うテーパ穴の存在により球の回転が阻害され加工が円滑に進まないことが問題となる。そのため、加工を行うにはこの穴を埋める治具が必要となる。

* 平成 26～27 年度 医療・福祉機器等試作・開発支援事業「鋼球ラップ盤による Co-Cr-Mo 合金骨頭の研磨技術確立」

** 素形材技術部

*** デザイン部

**** 品川光学（株）

本研究の目的は、ラップ盤を用いた加工を行うために穴埋め用の治具を開発し、品川光学で行ってきた従来加工品と同等レベルの表面粗さ及び形状精度で外観上の問題がない表面を実現することである。

2 加工および評価方法

開発する骨頭の形状を図1に示す。目標は表面粗さ Ra50nm 以下の達成と、穴周辺とそれ以外の部分において外観上差異がない研磨面を得ることである。開発手順を以下に示す。

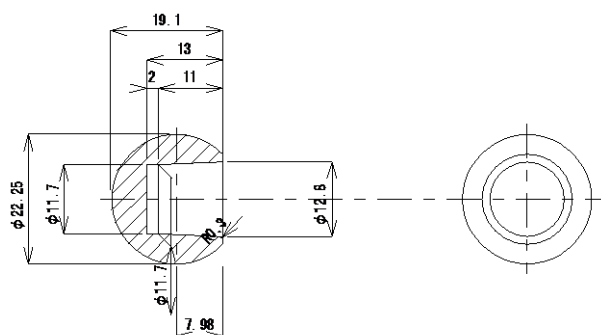
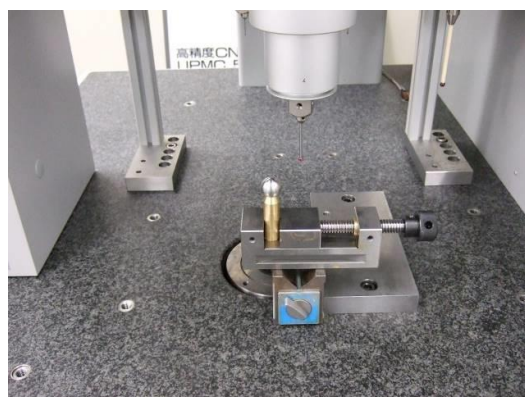
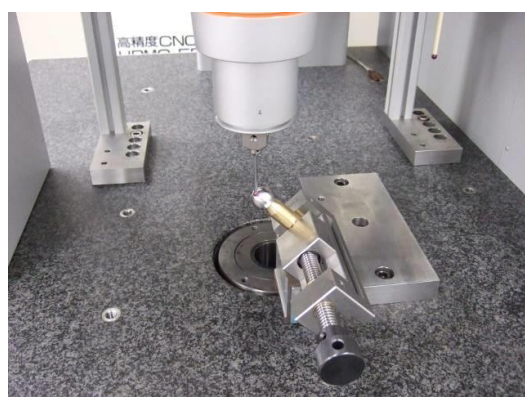


図1 骨頭の形状



a) 垂直



b) 45度傾け

図2 骨頭の形状測定方法

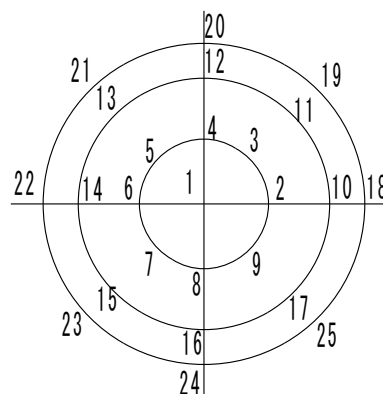
2-1 Co-Cr-Mo 合金丸棒の作成

骨頭及び穴埋め治具を作成するために必要な素材として、Co-Cr-Mo合金の丸棒(Cobarion® アロイ1 φ40)を(株)エイワにて作成。

2-2 骨頭の切削加工

骨頭の概形を切削加工により作成する。加工は、量産化の際にも加工を依頼可能な企業ということで、(株)サンセイ・イサワに委託する。

なお、形状の測定は三次元測定器(カールツァイス UPMC550CARAT)により行う。測定方法を図2に、測定ポイントを図3に示す。測定は25点(頂点+3断面、1断面当たり8点)をプローブにより接触測定する。また、骨頭の設置姿勢は骨頭の固定治具を垂直に立てた場合と45度傾けた場合の2種類について測定することにより、上半球のみではなく、穴近傍の真球度についても測定を行う。



1が頂点。測定は頂点+3断面で1断面当たり8点(合計25点)に対し実施。

図3 形状測定の測定ポイント

2-3 穴埋め治具の加工

ラップ盤による研磨を実施するため、骨頭に空いた穴を埋める治具(穴埋め治具)を作成する。穴埋め治具に必要な要素は次の通り。

○研磨を行った際、形状精度と表面粗さがよいこと。

○安価であること。(加工しやすい、再利用が可能など)

これらの要素を満足するために、3種類の穴埋め治具を試作する。

①Co-Cr-Mo合金製治具(骨頭と同じ素材を選定)

②アルミ合金製治具(加工の容易さから軟らかいアルミ合金を選定)

③樹脂製治具(3Dプリンタにて複数個同時に製造可能な樹脂を選定)

穴埋め治具の形状は、図4斜線部に示すとおり穴全面を覆うものとした。

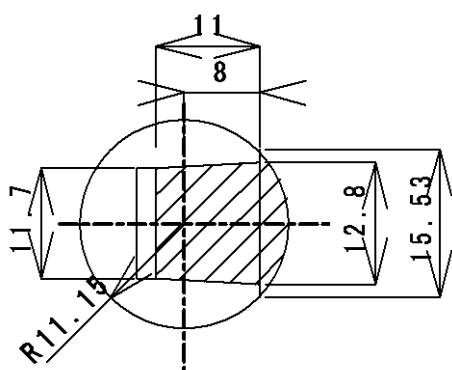


図4 穴埋め治具形状



図5 ラッピング装置

2-4 研磨実験準備

今回の研究では、両面に定盤を使用した両面ラップ加工のうち、定盤にパッドを張り付けたソフトポリッシング加工を用いることとする。ソフトポリッシングのメリットは、砥粒の切り込みを抑えて加工量を制限することで良好な表面粗さを出しやすくすることである。研磨装置には(株)東京電波にて社内用に開発されたラップ盤を使用する(図5)。

2-5 研磨実験と評価

骨頭の研磨実験は品川光学において行う。加工条件や研磨剤の選定などは、品川光学のレンズ磨きで培われたノウハウを使用する。加工後は次の3項目について評価を行う。

a)粗さ

Zygo社製のNewView100を用いて、研磨後の被削材の表面粗さの測定を行う。

b)形状精度

研磨後、三次元測定器(カールツァイスUPMG550CARAT)を使用して真球度を測定する。

c)外観

実際の骨頭においても、最終的な判断は目視であることから、外観についても検査を行う。特に、従来加工において問題となっていた穴近傍を重点的に確認する。

3 加工実験及び評価

3-1 Co-Cr-Mo合金丸棒の作成

骨頭及び穴埋め治具を作成するために必要な素材として、Co-Cr-Mo合金の丸棒(Cobarion®アロイ1 φ40)を(株)エイワにて作成。



図6 骨頭(切削)

表1 切削加工後の形状測定結果

		D	S	MIN	MIN 位 置	MAX	MAX 位 置	真球度
垂直	W1	22.2876	0.0014	-0.0026	24	0.0021	19	0.0047
	W2	22.2882	0.0017	-0.0039	24	0.0033	18	0.0072
	W3	22.3071	0.0038	-0.0127	1	0.0045	6	0.0172
	W4	22.3056	0.005	-0.0168	1	0.005	8	0.0218
	W5	22.3074	0.0059	-0.0166	1	0.0066	7	0.0232
	W6	22.3031	0.0046	-0.0169	1	0.0049	5	0.0218
	W7	22.2904	0.0077	-0.0206	1	0.0103	12	0.0309
45 度 傾 け	W1	22.3244	0.0106	-0.0194	24	0.0171	18	0.0365
	W2	22.3078	0.0077	-0.0149	20	0.0158	19	0.0307
	W3	22.3118	0.0044	-0.0097	6	0.0057	5	0.0154
	W4	22.3086	0.0049	-0.0136	6	0.0086	18	0.0222
	W5	22.3235	0.0077	-0.0118	24	0.012	18	0.0238
	W6	22.3089	0.0048	-0.0135	6	0.0083	18	0.0218
	W7	22.3167	0.0066	-0.0148	11	0.0134	18	0.0282

3-2 骨頭の切削加工

加工条件等はサンセイ・イサワに一任し、加工

後の形状精度及び表面粗さの確認のみを工業技術センターにて行った(図6)。測定結果は表1のとおり。測定の結果、真球度は最大で $30\mu\text{m}$ 程度であり、切削加工としては良好な値であった。W3~W7について、垂直に固定した場合(頂点部分に旋削時の加工中心が来る固定方法)の測定において、頂点部分が周囲よりも $15\sim 20\mu\text{m}$ ほど低くなっている。頂点部分は切削速度が0に近くなることから、外周部分より加工が難しく、このような結果になったものと思われる。一方で被削材1と被削材2はこのような傾向がないことから、量産化時は被削材1と被削材2を加工した際の加工条件を採用するように依頼する必要がある。

3-3 穴埋め治具の加工

①Co-Cr-Mo合金製と②アルミ合金製の加工には大日金属工業(株)製のNC旋盤(DL530)を使用した。工具は京セラ社製のステンレスや耐熱鋼などの加工に使用されるCVDコーティング(CA6515)のVNMG160404MUを使用した。加工条件は表2のとおり。

表2 穴埋め治具加工条件

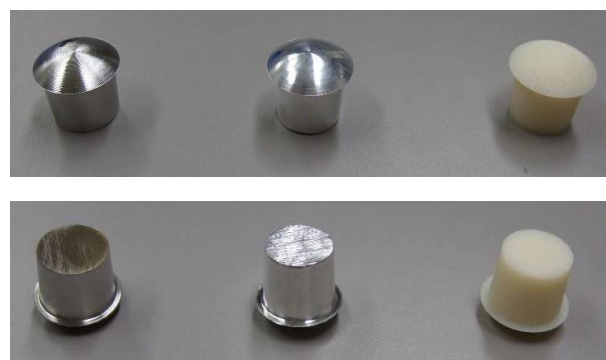
回転数	500rpm
送り	0.1mm/rev
切り込み	0.1mm
加工液	エマルジョン

③樹脂製の加工にはStratasys社製の3DプリンタFORTUS 360mc Sを使用。積層方向の影響を調査するために、対称軸を横にした場合と縦にした場合の両方について試作を行った(図7)。図8に加工した穴埋め治具を示す。



図7 樹脂の積層方向の違い

Co-Cr-Mo合金製については、切削工具の摩耗が大きく、形状が安定しないためにテーパ部分のばらつきが大きくなった。このため、条件を調整しながら必要数よりも多く製作した後、実際に骨頭にはめ合わせた際に、球として研磨可能なもののみを選定して使用することとした。



Co-Cr-Mo合金製 アルミ合金製 樹脂製
図8 試作した穴埋め治具

3-4 研磨実験準備

○穴埋め治具材質の選定

初めに、①Co-Cr-Mo合金製・②アルミ合金製・③樹脂製の穴埋め治具を取り付け、ポリッシング時の被削材の回転の状況を確認した。その結果、樹脂製治具においては、骨頭と治具の比重の差が大きく、重心がずれるため良好な回転を得ることができなかった。これにより、全体の均一な研磨が妨げられる可能性があり、今回は樹脂製治具を使用しないこととした。また、同様の理由によりアルミ合金についても問題が確認されたので、アルミ合金製治具も試験的に1個のみ実験することとし、残りはCo-Cr-Mo合金製治具を使用することとした。

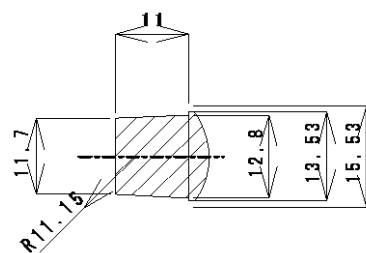


図9 穴埋め治具形状(改良後)

また、穴全体を覆う治具を使用したところ、エッジによってキャリアやパッドが削られるという問題が生じたことから、図4に示す穴全面を覆うものではなく、治具のエッジを旋盤で1mm落としたもの(図9)を使用することとした。

○キャリア形状の検討

図5の灰色の樹脂パーツ(周囲に歯車が切つてあるもの)を被削材を運ぶものという意味でキャリアと呼ぶ。ラップ盤の部品を作成するメーカーの推奨で、当初はキャリアの中央のみ被削材を入れる穴をあけたキャリアを用意したが、加工前のテストで被削材の動きが小さく、加工時間が長くなることが考えられることから、円周上に穴を追

加工しキャリアの回転運動で被削材が大きく移動する形状になるようにした。また、キャリア内でも研磨が進行するように、キャリアの穴にもパッドを張り、研磨剤が固定されるようにした。

表 3 研磨加工条件

1 回目 (加工時間 160min 11/5 実施)

	定盤の回転数 (rpm)	時間
工程 1	47~50	2 分×4 回
工程 2	84~90	1 分 15 秒×6 回
工程 3	84~90	6 分×10 回
工程 4	47~50	10 分 30 秒×7 回

研磨剤: アルミナ 1g に水を 100cc で溶かしたもの
 研磨剤供給方法: 各回ごとに筆で塗布。研磨中は 5 秒に 1 滴程度の割合で被削材に供給

2-1 回目 (11/17~21)

	定盤の回転数 (rpm)	時間
工程 1	44~51	73 分
工程 2	48~52	91 分
工程 3	44~53	93 分
工程 4	46~54	103 分
工程 5	49~53	35 分

研磨剤: ダイヤモンドパウダー (0.5 μ m) 1g を水 100cc で溶かしたもの
 研磨剤供給方法は 1 回目と同じ

2-2 回目 (11/25~28)

	定盤の回転数 (rpm)	時間
工程 1	46~48	18 分
工程 2	48~50	64 分
工程 3	46~48	66 分
工程 4	28~29	30 分
工程 5	28~30	40 分
工程 6	21~24	41 分

研磨剤: アルミナ (0.5~0.7 μ m 六方晶系) 1g
 を水 100cc で溶かしたもの
 研磨剤供給方法は 1 回目と同じ。

3-5 研磨実験と評価

研磨実験を品川光学にて大きく分けて 2 回行った。砥粒と研磨条件の選定については、品川光学がレンズ研磨等で蓄積したノウハウを基に最適と考えられるものを使用しており、表 3 に示す通り。1 回目の実験は合計 160 分行った。2 回目の実験は合計 395 分+259 分で、1 回目の被削材をそのまま継続して使用し、粗さの向上を図った。また、2 回目は当初ダイヤモンド砥粒を用いたスラリーを作成し粗さの改善を図ったが(2-1 回目)、目視で粗さが悪くなることを確認。そこで再度アルミナ砥粒を用いた加工を行った(2-2 回目)。

表 4 形状精度

研磨 1 回目 (11/10 測定)

	被削材 No	D	S	MIN	MIN 位置	MAX	MAX 位置	真球度
通常	1	22.2876	0.0014	-0.0026	24	0.0021	19	0.0074
	2	22.2796	0.002	-0.004	1	0.0034	16	
	3	22.2967	0.0038	-0.015	1	0.0035	6	
	4	22.2984	0.0044	-0.0168	1	0.0044	6	
	5	22.2963	0.005	-0.0199	1	0.0039	9	
	6	22.2949	0.0051	-0.0193	1	0.0051	4	
	7	22.3015	0.0044	-0.0151	1	0.0041	15	
	平均	22.29457	0.004117					
45 度傾け	1	22.3244	0.0106	-0.0194	24	0.0171	18	0.0298
	2	22.3136	0.009	-0.0163	24	0.0135	25	
	3	22.306	0.0039	-0.0052	6	0.0063	18	
	4	22.304	0.0044	-0.01	6	0.0092	18	
	5	22.3063	0.0045	-0.0085	24	0.0094	18	
	6	22.3154	0.0068	-0.0114	24	0.0117	18	
	7	22.3019	0.0073	-0.0164	11	0.0126	18	
	平均	22.30787	0.005983					

研磨2回目 (2-2の結果) (11/28測定)

	被削材 No	D	S	MIN	MIN 位置	MAX	MAX 位置	真球度
通常	1	22.2876	0.0014	-0.0026	24	0.0021	19	0.0047
	2	22.2729	0.0027	-0.0073	1	0.0032	6	0.0105
	3	22.2891	0.0037	-0.0146	1	0.0031	15	0.0177
	4	22.291	0.0042	-0.0163	1	0.0039	2	0.0202
	5	22.2871	0.005	-0.02	1	0.0033	7	0.0233
	6	22.2876	0.0047	-0.0183	1	0.0041	6	0.0224
	7	22.2922	0.0052	-0.0183	1	0.0047	12	0.023
	平均	22.28665	0.00425					
45度傾け	1	22.3244	0.0106	-0.0194	24	0.0171	18	0.0365
	2	22.3093	0.0095	-0.0175	24	0.0134	14	0.0309
	3	22.2987	0.0045	-0.0086	2	0.0072	22	0.0158
	4	22.298	0.0048	-0.0121	2	0.0091	22	0.0212
	5	22.2991	0.0053	-0.011	2	0.0083	22	0.0193
	6	22.312	0.0077	-0.0116	20	0.0133	22	0.0249
	7	22.3009	0.0074	-0.0158	13	0.0136	22	0.0294
	平均	22.303	0.006533					

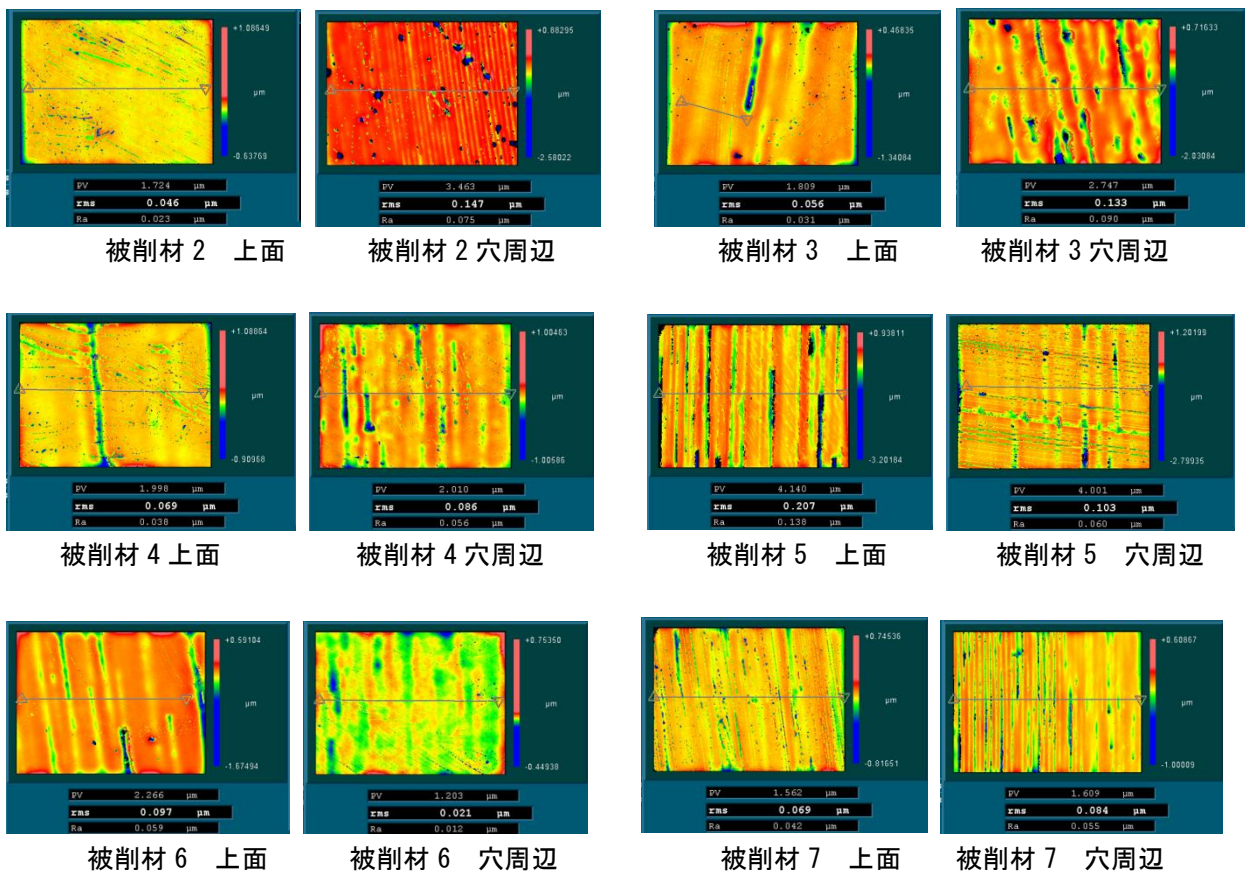
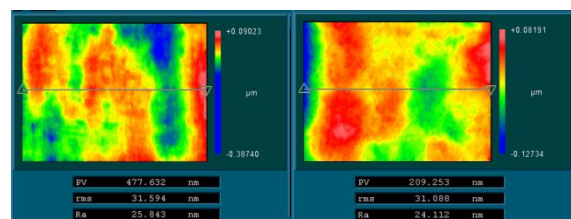


図10 研磨実験1回目の表面粗さ

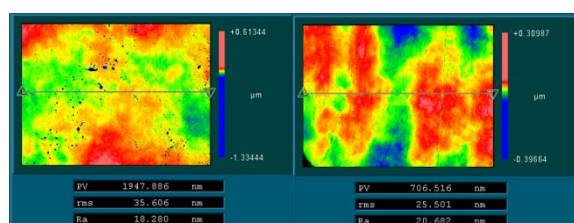
表 5 2 回目のアルミナ砥粒による研磨工程 (2-2 回目) と加工後の粗さの変化

	研磨時間	回転数 (rpm)	表面粗さ Ra (nm)					
			2	3	4	5	6	7
工程 1	1 8 分	46~48	102.591	77.854	63.03	63.051	49.018	74.384
工程 2	6 4 分	48~50	115.285	53.832	39.149	43.808	37.804	45.9
工程 3	6 6 分	46~48	65.622	45.997	33.678	34.612	33.381	39.62
工程 4	3 0 分	28~29	51.628	47.277	23.971	28.972	20.553	32.827
工程 5	4 0 分	28~30	46.003	37.581	18.509	22.031	13.18	26.523
工程 6	4 1 分	21~24	25.843	24.112	18.28	20.682	11.238	18.921



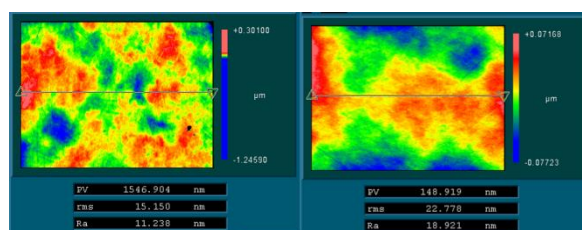
被削材 2

被削材 3



被削材 4

被削材 5



被削材 6

被削材 7

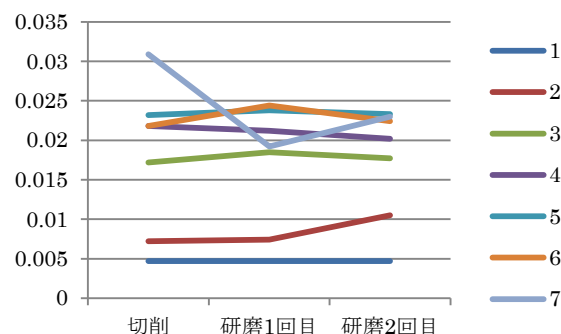
図 11 研磨実験 2 回目 (アルミナ砥粒による研磨) の表面粗さ

a) 粗さ

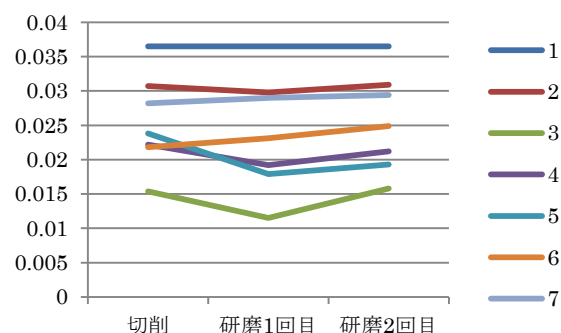
Zygo 社製の NewView100 を用いて、研磨後の被削材の表面粗さの測定を行った。1 回目の研磨実験後は頂点近傍と穴近傍において外観上も粗さの違いが判ることから 2 か所で測定を行った (図 10)。

研磨加工による改善はみられているが、被削材によってばらつきが大きいこと、穴近傍の粗さが頂点近傍よりも大きいことが確認された。これは研磨加工が不十分であるためと考えられる。そこで、条件を変え、2 回目の研磨加工を行った。当初ダイヤモンド砥粒で 6 時間半ほど研磨を行った (2-1 回目) が粗さの改善が見られず、目視ではむしろ

粗さが悪化したため、再度アルミナ砥粒を用いて粗さを測定しながら 4 時間 20 分研磨加工を行った (2-2 回目)。加工時間が増すにつれ表面粗さが大きく改善されていることが分かる (表 5)。また、ある程度粗さが良好になった時点で、仕上げ条件として研磨装置の回転数を 30rpm→20rpm と低くすることによってさらに良好な表面粗さが得られた。この作業により、図 12 に示す通りいずれの被削材についても切削痕が消えた Ra25nm (0.025 μm) の良好な表面粗さを得ることができた。



a) 垂直



b) 45 度傾け

図 12 真球度変化

b) 形状精度

三次元測定器を使用して、上側の半球の真球度を測定した。なお、被削材 1 は切削のサンプルと

して研磨を行っていない被削材であり、比較のためのデータである。測定の結果、図12に示す通り真球度については今回の研磨加工でほとんど変化しないことが確認できた。ソフトポリッシングは主に表面粗さの改善のために行われる加工法であり、加工量も少ないことから予想通りの変化である。このことから、今回の研磨方法では切削の段階であらかじめ真球度を高めておくことで形状精度の良好な骨頭が製造可能である。

c) 外観

図13は研磨加工後の骨頭である。切削に起因する表面の曇りは無くなり、全面が鏡面になっている。また、従来加工で問題となっていた穴近傍についても、ほかの部分との差異はなく、良好な鏡面となっている。



図13 研磨後の骨頭

4 まとめ

今回の開発研究により、当初の目的としていた調査内容については以下の結果が得られた。

①治具の材質：比重の関係で回転のバランスが取れなくなることから、比重の近い材料を使用する必要がある

②治具の形状：穴全面を覆う形状の場合、エッジが研磨パッド等に干渉しうまく削れないことがあるため、意図的にエッジを落とした形状を使用する。

③加工精度：研磨による形状精度の変化はほとんどないことから、切削の時点で真球度を高めておけば、研磨後も良好な真球度が得られる。

④治具の耐久性：今回はサンプル数が少ないことから、治具の耐久性に関する試験はできなかった。今回の開発事業により、穴埋め治具を用いてラップ盤による研磨加工を行うことで、骨頭の全面を鏡面加工することが可能であり、その際の加工条件選定には、品川光学がレンズ加工において蓄積したノウハウが応用可能であることがわかった。このことから、骨頭研磨において従来問題となっていた骨頭の穴周辺の粗さの問題を解決し、かつ複数個の骨頭を同時に効率よく研磨加工する加工方法が実用化され、加工時間・加工コストの大幅な低減が可能となり、今後のサンプル出荷や受注にも期待が持てる。

コンプウッドシステムによる木材の弾性変化の確認*

内藤廉二**、有賀康弘**、浪崎安治***

コンプウッドシステムにより圧縮処理した木材の弾性は大きくなり、また、圧縮処理時の圧縮保持時間を長くすることで、より弾性が大きくなるといわれている¹⁾。そこで、コンプウッドシステムにより圧縮処理した木材の乾燥後の弾性係数について検証した。その結果、コンプウッドシステムで圧縮処理した木材の弾性係数は小さくなった。また、圧縮保持時間を長くするとさらに弾性係数が小さくなった。

キーワード：コンプウッドシステム、弾性

Verification of how Compwood system affects wood-elasticity.

Yasuji Naitou , Yasuhiro Aruga and Yasuji Namizaki

The elasticity of wood compressed using the Compwood system is greater than that of unprocessed wood. In addition, it seems the elasticity increases upon increasing the compression-holding time. Therefore, we inspected the elastic modulus of dry wood compressed using the Compwood system. The resulting elastic modulus of the wood compressed by this system is less than that of unprocessed wood. And, a longer compression-holding time leads to a smaller elastic modulus.

key words : Compwood system, elasticity

1 緒 言

コンプウッドシステムは、木材を縦圧縮することで常温での曲木加工を可能にする装置であり、蒸煮法やトーネット法と呼ばれる従来の曲木技術と比べて容易に曲木加工が可能になる。(地独)岩手県工業技術センターでは、この装置を導入し、岩手県内の木製品製造業者に対して曲木を活用した製品の開発、技術支援を行っている²⁾³⁾⁴⁾。

コンプウッドシステムによる圧縮処理（以下、コンプウッド処理）を行った木材は、含水率 20%以上において曲木加工が可能であり、木材が乾燥することで形状固定（ドライイングセット）される。コンプウッドシステムのメーカー¹⁾によれば、コンプウッド処理を行った木材は乾燥した後でも、コンプウッド処理しない木材（以下、無処理木材）に比べ弾性が大きくなるといわれている。また、圧縮保持時間を長くすることでさらに弾性が大きくなるともいわれている¹⁾。圧縮保持時間とは、コンプウッド処理工程において一定時間圧縮状態を保持する時間で、10 分間程度が推奨されている⁵⁾。しかし、この弾性についての詳細なデータについては、調査した限りでは公表されていない。これらのデータを得ることでコンプウッドシステムが木を曲げやすくするだけでなく、従来の曲木では得られない付加価値を与えることができる可能性がある。このことによりコンプウッドシステムを活用するうえでの有効な資料を得るため、本研究ではコンプウッド

処理を行った木材の乾燥後の弾性係数について検証した。

2 試験方法

国産の広葉樹 2 樹種（散孔材、環孔材）について異なる圧縮保持時間のコンプウッド処理を行い、乾燥後に曲げ試験を行った。それにより弾性係数を次のように比較した。ここで弾性係数とは、見掛けの曲げヤング係数⁶⁾である。

- 1) 無処理木材とコンプウッド処理した木材（圧縮保持時間 10 分間）の弾性係数と、荷重に対する変位を比較した。
- 2) コンプウッド処理の工程において圧縮保持時間を変えた場合の木材の弾性について、圧縮保持時間を 10 分間とした場合と圧縮保持時間を 360 分間とした場合の木材の弾性係数と、荷重に対する変位を比較した。

また、異なる圧縮保持時間のコンプウッド処理直後（乾燥前）に減少した木材の繊維方向の長さの割合を残留圧縮率⁷⁾とし、それを比較した。残留圧縮率は次のように求めた。

$$\text{残留圧縮率 (\%)} = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \times 100$$

* 平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業（育成ステージ）

** デザイン部 *** 企業支援コーディネーター

L_0 = コンブウッド処理前の木材長

L_1 = コンブウッド処理後の木材長

2-1 供試材

試験に供した広葉樹は、ブナ（散孔材）及びニレ（環孔材）の2樹種で、断面寸法 90 mm×130 mm、長さ 2240～2260 mmに製材後人工乾燥を行わず1年以上屋内で積み重ねて保管したものを用いた（表1）。

供試材は、あらかじめ70℃の温水に2日間浸漬して吸水処理を行った。吸水後の含水率は高周波式木材水分計（株式会社科学研究所 HM520）で測定した（表2）。

表1 供試材

樹種	含水率 (%)	密度 (g/mm ³)	年輪巾 (mm)
ブナ	13.0	0.68	3.10
ニレ	11.5	0.68	6.93

表2 吸水後の含水率（高周波式木材水分計による）

樹種	含水率 (%)
ブナ	52.0
ニレ	93.0

2-2 供試材のコンブウッド処理及び試験体の作成

供試材の処理及び、試験体の作成工程を図2に示す。供試材はコンブウッド処理する際に蒸煮する。このとき木材が膨潤することを考慮する。すなわち、装置の使用にあわせてコンブウッド処理時の供試材の断面寸法が80 mm×120 mmとなるよう、予め供試材の断面寸法を78 mm×117 mmに木取りした。長さ寸法は500 mmとした。供試材は表3に示したように圧縮保持時間を変えてコンブウッド処理を行った。コンブウッド処理した供試材は、木材乾燥機（住金ヒルデブランド製HD74/TA-II）を用い、庫内温度50℃の中に7日間静置して乾燥させた。その後、曲げ試験に用いる試験体を作成した。試験体の含水率を表4に示す。試験体の寸法は、断面寸法20 mm×20 mm、長さ320 mmとした。

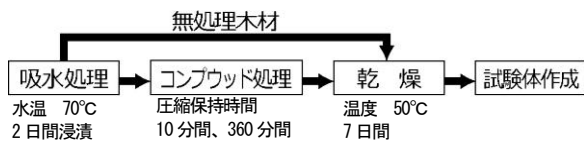


図2 供試材の処理及び試験体の作成工程

表3 コンブウッド処理条件

	圧縮保持時間	圧縮率 (%)	圧縮速度 (mm/min)
条件1	10分間	20	120
条件2	360分間	20	120

表4 試験体の含水率 (%)

樹種	無処理木材	圧縮保持時間	
		10分間	360分間
ブナ	7.0	7.5	7.0
ニレ	6.5	6.0	6.0

2-3 曲げ試験

2-2により作成した試験体の曲げ試験を行った。曲げ試験の方法は、図3に示すとおりで、JISの木材の試験方法JIS Z2101:2009に準じた。試験は精密万能試験機（株式会社東洋ボールドウィン製 UTM-10T）を用いて、荷重速度3 mm/minで荷重を与え、荷重に対する変位（たわみ量）を測定し、比例限度領域での弾性係数（見掛けの曲げヤング係数）を求めた⁶⁾。

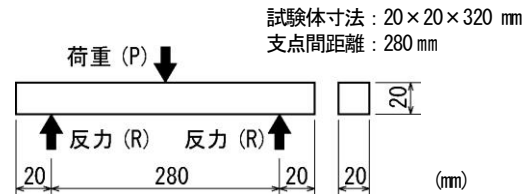


図3 曲げ試験方法

3 結果

3-1 コンブウッド処理した木材と無処理木材の弾性比較

曲げ試験の結果を表5に示した。図4からわかるようにコンブウッド処理材した木材は、無処理木材に比べ弾性係数があきらかに小さくなった。荷重方向による弾性係数に大きな差異は認められなかった。樹種による、荷重に対する変位については、図4に示すとおり大きな差異は認められなかった。

表5 曲げ試験結果

供試材	樹種	荷重面	P _m :最大荷重(N)	E:弾性係数
		柾目面	2275	12.4
		平均	2453	13.1
	ニレ	板目面	2825	12.9
		柾目面	2738	12.5
		平均	2763	12.7
コンブウッド処理木材	ブナ	板目面	1580	6.6
		柾目面	2275	6.8
		平均	1603	6.8
	ニレ	板目面	1693	6.2
		柾目面	1650	6.0
		平均	1666	6.2

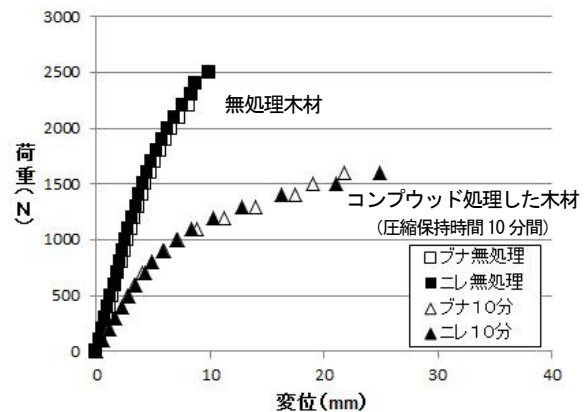


図4 コンブウッド処理した木材と無処理木材の荷重に対する変位の比較

3-2 圧縮処理工程において圧縮保持時間を変えた場合の木材の弾性比較

曲げ試験結果を表6に示した。ブナ、ニレ、いずれも圧縮保持時間を360分間とした場合は、圧縮保持時間を10分間としたものに比べ弾性係数が小さくなった。荷重面による弾性係数に大きな差異は認められなかった。樹種による荷重に対する変位については図5に示すとおり大きな差異は認められなかった。

表6 圧縮保持時間を変化させた時の曲げ試験結果

圧縮保持時間		樹種	荷重面	Pm:最大荷重(N)	E:弾性係数
10分間	360分間				
10分間	ブナ		板目面	1580	6.6
			柀目面	2275	6.8
			平均	1603	6.8
	ニレ		板目面	1693	6.1
			柀目面	1650	6.0
			平均	1666	6.2
360分間	ブナ		板目面	1573	5.5
			柀目面	1490	5.0
			平均	1536	5.2
	ニレ		板目面	1640	5.0
			柀目面	1767	5.2
			平均	1657	5.1

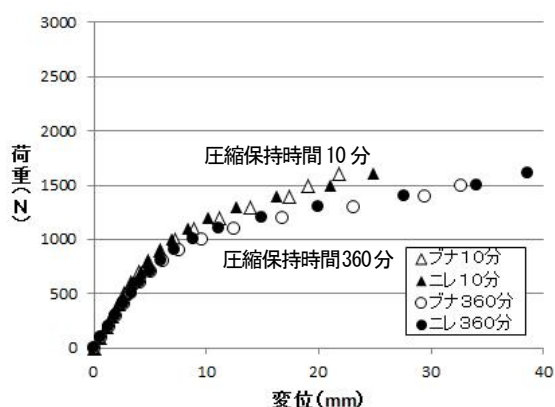


図5 コンプウッド処理した木材の圧縮保持時間ごとの荷重に対する変位の比較

3-3 残留圧縮率

コンプウッド処理後の残留圧縮率を表7に示す。圧縮保持時間が長くなると残留圧縮率は大きくなった。その後室内に静置し長さの変化を観察したところ、時間の経過とともに木材の組織が長さ方向に復元し、残留圧縮率は小さくなったが、2日目以降は変化が見られなかった。

表7 コンプウッド処理後の残留圧縮率

圧縮保持時間	樹種	処理直後(%)	2日後(%)
10分間	ブナ	3.8	2.8
	ニレ	4.3	3.8
360分間	ブナ	12.3	6.3
	ニレ	13.5	8.3

4 まとめ及び考察

コンプウッド処理した木材の、乾燥工程を経た形状固定（ドライイングセット）後の弾性係数は、無処理木材に比べて小さくなり弾性は大きくなるのがわかった。しかし、荷重面の違いによる弾性係数及び最大荷重の変化については、大きな差異は認められなかった。

弾性が大きくなるということは、同じ荷重を加えたとき、より大きくしなるということであり、圧縮保持時間を長くすることで、より大きくしなる性能を付与できるといえる。このしなりを活用すれば商品提案の可能性が拡大すると考えられ、これらのことからコンプウッドシステムによる木材の圧縮処理は、木材の曲げ加工を容易にするだけでなく木材に新しい付加価値を与えるということがわかった。

本研究ではコンプウッド処理後に乾燥した木材での弾性について試験を行ったが、圧縮保持時間の違いによる木材の弾性の変化については、乾燥前の曲げ加工性についても影響を与えるのかどうかなど、コンプウッドシステムを活用していく上で有効な資料となりうる可能性がある。今後は、コンプウッド処理木材の曲げ加工工程において、圧縮保持時間を変化させた場合の最小曲げ半径への影響についても検証したい。

文 献

- 1) Compwood Machines Ltd. : Industriskellet 15 DK-2635 Ishøj Denmark
- 2) 浪崎安治、有賀康弘、高橋民雄：岩手県工業技術センター研究報告、9、P83-86 (2002)
- 3) 浪崎安治、有賀康弘：岩手県工業技術センター研究報告、10、p55-58 (2003)
- 4) 有賀康弘、内藤廉二、浪崎安治：岩手県工業技術センター研究報告、18、p6-14 (2016)
- 5) Compwood Machines Ltd. : COMPWOOD SYSTEM 取扱説明書、p26 (1999)
- 6) 日本工業規格：JIS Z 2101 木材の試験方法 (2009)
- 7) 山田順治、住友将洋、安永真也：徳島県立工業技術センター研究報告、13、p21-24 (2004)

Iw201 号酵母からの尿素非生産性自然変異株の分離*

佐藤 稔英**、山下 佑子**、中山 繁喜**、米倉 裕一**

岩手 2 号泡無し酵母 (Iw201) から、自然変異したアルギナーゼ欠損変異株を分離することを試みた。Iw201 を山廃培地に植菌して 8°C で 3 週間培養した培養液を CAO 培地に塗布し、増殖旺盛な 960 株を分離して Arg 培地と Orn 培地を用いて選抜し、8 株のアルギナーゼ欠損変異株を得た。この 8 株を用いて総米 250g の発酵試験を行い、製成酒に含まれる尿素濃度を酵素法により測定した結果、全ての株で親株よりも尿素生産性が低減している事が確認された。中でも製成酒の尿素が検出されず、酸生産量の少ない FOX_4 号を選抜し、総米 25kg にスケールアップした小仕込み試験を行ったところ、その性質の再現性が確認された。

キーワード：日本酒、酵母、Fox-Iw201 号、尿素非生産性、カルバミン酸エチル

Isolation of sake yeast from Iw201 with no urea productivity

Naruhide Sato, Yuko Yamashita, Shigeki Nakayama and Yuichi Yonekura

Sake yeast strains with no urea productivity are isolated from the sake yeast Iw201 strain (non-bubbling sake yeast Iwate No. 2) using CAO plates. Sake mutant strains were selected during a fermentation test using 250-g and 25-kg scale brewing tests. The results indicate that the FOX_4 strain produces less urea than the parental strain.

key words : sake, sake yeast, FOX-Iw201, no urea productivity, ethyl carbamate

1 緒 言

酒類を含む発酵食品中には少量のカルバミン酸エチルが含まれている事が知られている¹⁾。カルバミン酸エチルは、国際がん研究機関により、平成 19 年にグループ 2A (おそらく発がん性がある) に分類された物質であり、現時点では日本国内における規制値は存在しないものの、カルバミン酸エチルの生成機構や低減化に関する研究が精力的に行われてきた。その結果、清酒におけるカルバミン酸エチルは、酵母が生成する尿素とエタノールが化学的に反応して生成されること²⁾が明らかとなっており、清酒中の尿素濃度の低減や貯蔵温度を低く保つことが、カルバミン酸エチルの低減に効果があることが報告されている³⁾。また、尿素を低減させる方法として、原料処理^{4),5)}やウレアーゼの使用⁶⁾、低尿素生産性酵母を利用する方法⁷⁾が報告されている。北本らは、清酒酵母のアルギナーゼ遺伝子を破壊することで非尿素生産性酵母を作出できること⁸⁾、また CAO 培地を用いることで高頻度にアルギナーゼ欠損変異株が取得可能であることを報告している⁹⁾。

本検討では、Iw201 号酵母のアルギナーゼ欠損自然変異株を CAO 培地により選抜育種したので報告する。

2 実験方法

2-1 使用菌株

岩手 2 号泡無し酵母 (Iw201) をアルギナーゼ欠損変異株分離の親株として使用した。小仕込み試験の対照として、協会 701 号 (K-701) および尿素非生産性協会 701 号 (KArg-701) を使用した。

2-2 アルギナーゼ欠損変異株の取得方法

Iw201 を 10mL の山廃培地 (汲水歩合 108% の酵母添加直前の山廃酒母を遠心分離した上清をオートクレーブ滅菌したもの) に植菌して 8°C で静置培養し、定常期の酵母を集菌 (9400rpm/10min)、滅菌水で 3 回洗浄し、CAO 培地 (0.17% イーストナイトロジェンベース (N 源を含まないもの、Difco 社)、10ppm カナバニン、5mM オルニチン、1mM アルギニン、2% グルコース、2% 寒天) 上にストリークし、30°C で培養した (第一スクリーニング)。3 週間後に生育してきたコロニーを分離し、100 μ L の滅菌水に分散して再度 CAO 培地上にストリークした (第二スクリーニング)。出現したシングルコロニーを単離して 1mL の滅菌水に分散し、Arg 培地 (0.17% イーストナイトロジェンベース (N 源を含まないもの)、5mM アルギニン、2% グルコース、2% 寒天) および Orn 培地 (Arg 培地のアルギニンの代わりにオルニチンを 5mM 含む) 上に 2 μ L ずつスポットし

* 平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業 (育成ステージ)

** 醸造技術部

て30℃で培養を行った。その結果、Arg 培地では生育できず、Orn 培地で生育できるものを目的とするアルギナーゼ欠損変異株として単離した。単離した目的株は YPD 培地(1%イーストエキス、2%ポリペプトン、2%グルコース)で増殖させ、YPD スラント(YPD 培地に2%寒天を加えたもの)を作製して5℃で保管した。

2-3 小仕込み試験

小仕込み試験は総米 250g と 25kg で行った。250g の発酵試験は、初添を水麴とし、留添に蒸米を添加する2段仕込みとした。原料米は、平成27年産「吟ぎんが」精米歩合55%を用い、岩手県オリジナル麹菌「黎明平泉」(株式会社秋田今野商店製)を使用して製麴を行った。仕込み配合は麴歩合20%、汲水歩合140%とし、品温13.5℃一定で発酵を行い、炭酸ガス減量80gを目安に遠心分離により上槽した。25kgの小仕込み試験の仕込み配合は表1の通りとした。初添の温度を13℃、留添7.0℃、最高品温15℃を目安とし、日本酒度+5.0を目安に上槽した。

表1 総米25kg小仕込み試験配合

	初添	仲添	留添	計
総米	4.3	8.2	12.5	25.0
蒸米	2.9	6.4	10.7	20.0
麴米	1.4	1.8	1.8	5.0
汲水	6.8	11.0	17.2	35.0

*単位はkg

*酵母仕込みによる3段仕込み

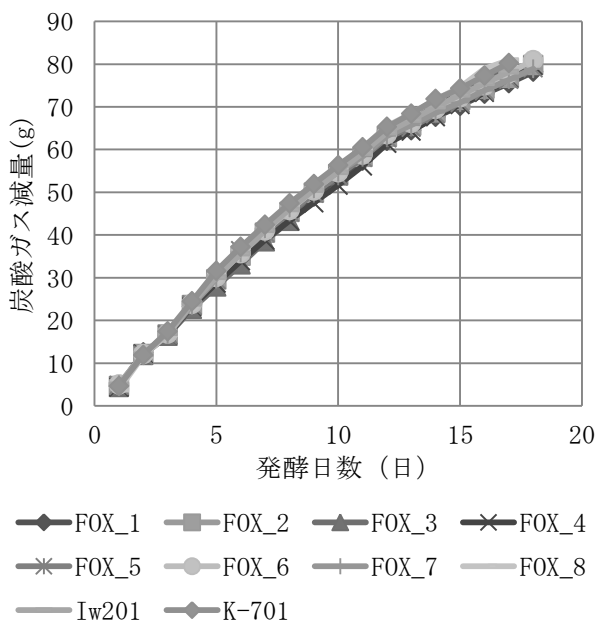


図1 総米250g発酵試験の経過図

2-4 成分分析

製成酒の一般成分は国税庁所定分析法に基づいて分析した。製成酒に含まれる尿素及びアンモニアは宮岡らの方法¹⁰⁾に準じて酵素法 (Roche Diagnostics 社製F-キット 尿素/アンモニア) により測定した。

3 実験結果

3-1 アルギナーゼ欠損変異株の取得

Iw201を親株としてCAO培地を用いアルギナーゼ欠損変異株の単離を行った。その結果、第一スクリーニングの段階ではコロニーの大きさにバラツキがあり、小さなコロニーが多数発生した。比較的大きめのコロニーを1シャーレ当たり5株ずつ選抜して第二スクリーニングを行った結果、比較的大きなコロニーのみが形成された。ここから1シャーレ当たり5株ずつ計960株を単離し、Arg培地とOrn培地に移植した結果、960株中8株が、Arg培地では生育できず、Orn培地で良好な生育を示したため、アルギナーゼ欠損変異株として分離した。

3-2 総米250g発酵試験の経過

図1に総米250g発酵試験の経過図を示す。親株であるIw201が仕込み後18日目に炭酸ガス減量80gに達したのに対し、対照であるK-701は18日目、選抜株も18日目~19日目には炭酸ガス減量80gに達し、発酵経過に大きな差は生じなかった。

3-3 総米250g発酵試験製成酒の成分

総米250g発酵試験製成酒の成分分析結果を表2に示す。分離した8株の尿素生成量は、親株と比較して明らかに低減したものの、菌株により生成量に差が生じていた。発酵経過に大きな差が生じていないことから、製成酒から尿素が検出されず、酸生産量の少ないFOX_4株が良好と考え選抜した。

3-4 総米25kg小仕込み試験の経過と製成酒の成分

選抜したFOX_4株の尿素生産の再現性を検討するため、親株であるIw201と、尿素非生産性酵母として広く利用されているKArg-701株を対照として総米25kgのパイロットスケールでの小仕込み試験を行った。

図2に仕込み時のBMD曲線を示す。また、製成酒の成分分析結果を表3に示す。総米250g発酵試験の場合と同様に、分離した株は親株と同等の発酵経過をたどり、親株は仕込み後18日目、選抜株と対照株であるKArg-701株はともに仕込み後19日目に上槽した。これらの点から、選抜株は親株やKArg-701と同様の醗管理が可能であると考えられる。また、KArg-701と同様に製成酒から尿素は検出されず性質の再現性が確認された。酸度に関しては親株よりもやや高い傾向があるものの、KArg-701よりも低かった。

表2 総米250g発酵試験の成分分析結果

	アルコール (%)	日本酒度	酸度 (mL)	アミノ酸度 (mL)	尿素 (ppm)
FOX_1	13.8	-14.8	3.8	0.4	4.38
FOX_2	14.0	-14.1	3.7	0.5	3.31
FOX_3	13.0	-20.2	3.7	0.5	6.20
FOX_4	13.3	-21.3	3.4	0.5	N. D
FOX_5	13.8	-14.4	3.8	0.5	N. D
FOX_6	13.7	-13.1	3.7	0.5	4.42
FOX_7	13.7	-11.8	3.8	0.5	3.34
FOX_8	13.2	-19.3	3.5	0.6	4.96
Iw201	13.5	-18.1	3.8	0.3	14.46
K-701	14.1	-13.5	3.6	0.4	11.52

*N. Dは検出限界3.0ppm以下を示す

表3 総米25kg小仕込み試験の成分分析結果

	アルコール (%)	日本酒度	酸度 (mL)	アミノ酸度 (mL)	尿素 (ppm)
FOX_4	16.5	7.4	2.1	0.5	N. D
Iw201	16.6	5.8	1.7	0.5	16.61
KArg-701	16.0	5.4	2.3	0.4	N. D

*N. Dは検出限界3.0ppm以下を示す

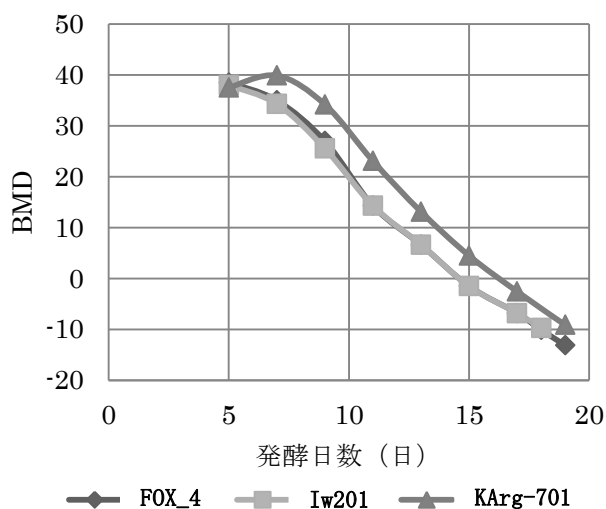


図2 総米25kg小仕込み試験のBMD曲線

4 結 言

Iw201 をアルギナーゼ欠損変異株分離の親株として使用した場合、CA0 培地でのコロニーが現れるのに約3週間と長い時間を要したものの自然変異したアルギナーゼ欠損変異株を取得することが出来た。得られた自然変異株8株について発酵試験を行ったところ、全ての株について尿素生産量は親株よりも明らかに低減した。また、総米25kgの仕込み試験を行い、親株と同等の発酵経過と製成酒の成分からFOX_4株を優良株として選抜した。北本ら⁹⁾は尿素生産量が3ppm(検出下限値)以下の酵母を用

いた清酒は、カルバミン酸エチル濃度が10ppb(検出下限値)以下となり、対照酒が約100ppbのカルバミン酸エチルを生成する加熱処理条件においても、カルバミン酸エチルは検出されないことを示している。これらの結果から、本検討で選抜されたFOX_4株も同様にカルバミン酸エチルの生成量は低いと考えられ、今後は製成酒のカルバミン酸エチル濃度を検討する予定である。

選抜株は平成27年度から県内企業での実地醸造が行われており、製造担当者からは「酸味に特長があり、爛向きの清酒が製成できる」という良好な意見が出されている。今後は同様の手法を用いて尿素生成量を低減させた吟醸酒用酵母を開発する予定である。

文 献

- 1) Hasegawa Yukari, Nakamura Yumiko, Tonogai Yasuhide, Terasawa Shinji, Ito Yoshio, Uchiyama Mitsuru: Determination of Ethyl Carbamate in Various Fermented Foods by Selected Ion Monitoring, Journal of Food Protection, 53(12), pp. 1058-1061 (1990)
- 2) 原昌道, 吉沢淑, 中村欽一: 尿素あるいはその関連物質を含みモデル酒中におけるカルバミン酸エチルの生成, 日本醸造協会誌, 83(1), pp.57-63 (1988)
- 3) 吉沢淑, 高橋康次郎: 酒中のカルバミン酸エチルの生成に及ぼす温度と酒質の影響, 日本醸造協会誌, 83(1), pp.69-73 (1988)
- 4) 吉沢淑, 高橋康次郎, 佐藤和夫: 原料処理および醸造工程中の尿素の消長, 日本醸造協会誌, 83(2),

- pp.136-141 (1988)
- 5) 齋藤和夫, 佐藤俊一, 下飯仁, 蓼沼誠, 吉沢淑: 原料処理と清酒中の尿素, 日本醸造協会誌, 83(2), pp.145-149 (1988)
 - 6) 吉沢淑, 高橋康次郎: ウレアーゼによる清酒中の尿素的の分解除去, 日本醸造協会誌, 83(2), pp.142-144 (1988)
 - 7) 田中準浩, 永井英雄, 中沢英五郎, 三島秀夫, 竹村成三: カルバミド生産能の低い清酒酵母の単離, 日本醸造協会誌, 84(6), pp.413-417 (1989)
 - 8) Katsuhiko Kitamoto, Kaoko Oda, Katsuya Gomi, Kojiro Takahashi: Genetic Engineering of a Sake Yeast Producing No Urea by Successive Disruption of Arginase Gene, Applied and Environmental Microbiology, 57(1), pp. 301-306 (1990)
 - 9) 北本勝ひこ, 宮崎佳緒子, 山岡洋, 五味勝也, 熊谷知栄子: 変異処理を行わないウレア非生産性清酒酵母の単離, 日本醸造協会誌, 87(8), pp.598-601 (1992)
 - 10) 宮岡俊輔, 森本聡: EK-1 酵母からのウレア非生産性変異株の分離, 愛媛県産業技術研究所報告, 49, pp.6-9 (2011)

大豆シュウリュウを原料とする味噌・醤油の醸造試験*

畑山 誠**、米倉裕一**

大豆新品種シュウリュウを原料として味噌と醤油の試験醸造を行った。その結果、味噌醸造では、シュウリュウの味噌は対照品種であるナンブシロメの味噌より香味に優れていた。また醤油醸造では、対照品種より濾過後の醤油の収率が高かった。

キーワード：大豆シュウリュウ、味噌、醤油

Brewing Miso and Soy Sauce with Soybean “Syuryu”

Makoto Hatakeyama, Yuichi Yonekura

We use the new type of soybean “Syuryu” to brew miso and soy sauce. Miso brewed with “Syuryu” smells and tastes better than brewed with the reference soybean “Nanbu-sirome”. In addition, after filtration, the soy sauce brewed with “Syuryu” has a higher yield than the reference.

key words : soybean ”Syuryu”, miso, soy sauce

1 緒 言

平成 26 年 2 月に岩手県の奨励品種となった大豆新品種シュウリュウは、従来品種（ナンブシロメ、リュウホウ）より、大粒でしわ粒が少なく、反収が多く、豆腐加工適正に優れる¹⁾ことが特徴である。本試験では、県内の味噌醤油製造業者へ技術情報を提供することを目的として、シュウリュウを原料とする味噌と醤油の試験醸造と適正評価を行った。

2 実験方法

2-1 原材料

大豆は、試験区に平成 26 年盛岡市玉山産シュウリュウを対照試験区に同年玉山産ナンブシロメを使用した。食塩は並塩を使用した。味噌醸造原料の白米は平成 24 年産ひとめぼれを使用し、醤油醸造原料の小麦は(株)八木澤商店の炒煎割砕小麦を使用した。

味噌醸造の種麴には、(株)秋田今野商店の山吹 3 号菌 (Lot. No.2022A) を使用した。醤油醸造には、岩手県で新しく開発した醤油用種麴「南部もやし（製造は秋田今野商店、Lot. No.6169C）」を使用した。

2-2 味噌の醸造

白米 10kg を洗米し一晩浸漬吸水させたのち水切りし、これをサンキュウボイラー 2 型 (品川工業所) で 1 時間蒸した。放冷した蒸米に種麴 14g を振ったのち、麴発酵機こうじ君 15S (池田機械工業) に通風ファンを付加した改造機 (以下こうじ君 15S (改) と記す) に入れ、4 日麴として製麴した。

大豆 5kg を洗淨し、一晩浸漬吸水させた。翌日水切りしてオートクレーブで 121℃、30 分間蒸煮した。この蒸

煮大豆を放冷したのち、元の白米 4kg 分の米麴と食塩 2kg および当センターの味噌用酵母 RM-3 の培養液を味噌物料の 1000 分の 1 量入れた種水 1 ℓを混ぜて、味噌漉し機で播砕し、プラスチック製の味噌樽に仕込んだ (表 1)。

初めの 1 ヶ月間 (5 月～6 月) は味噌樽を 15℃の低温室に静置した。次の 1 ヶ月間 (6 月～7 月) は、味噌物料を天地返しした後に 30℃の恒温器内に静置した。その後は 11 月まで天然醸造で発酵・熟成を継続した (図 1)。

表 1 味噌 1 試験区の配合

大豆	米	食塩	種水
5kg	4kg	2kg	1 ℓ

2-3 醤油の醸造

1 試験区当たり大豆 2kg を洗淨し一晩浸漬吸水させた。水切りした大豆をオートクレーブで 121℃、45 分間蒸煮した。蒸煮大豆は 28℃まで放冷後、予め種麴 1.4g を分散させておいた炒煎割砕小麦 1.7kg と混合して、製麴原料とした。これをこうじ君 15S (改) に入れ 4 日麴として製麴した。

出麴の全量は仕込み容器 (8 ℓ梅酒瓶) に入らないため、半量 (原料大豆 1kg、割砕小麦 850g 分) を梅酒瓶に入れ、これに 20%食塩水 3.3ℓ (11 水) を加えて醤油諸味とした (表 2)。

仕込み直後の諸味に醤油用乳酸菌 50mℓを添加した。初めの 10 日間は諸味を 15℃の低温室に静置した。その後、20℃の恒温器内に移動し、1 ヶ月目まで 2 日に 1℃昇温を行い、1 ヶ月目から 30℃で発酵・熟成を続けた。この

* 平成 27 年度 事業化支援事業

** 醸造技術部

時、当センターの醤油用酵母 RS-1 を 50ml 添加した。発酵熟成は 5 ヶ月目まで継続し、諸味の様子を観察しながら適宜攪入れを行った。

熟成の終了した醤油諸味をガラスファイバーフィルターGA-100 (アドバンテック) で一晩自然濾過し、生醤油と粕に分離した (図2)。

表2 醤油1試験区の配合

大豆	割砕小麦	20%塩水
1kg	850g	3.3 ℓ

2-5 分析

味噌麹の水分分析は基準みそ分析法²⁾に従った。酸性カルボキシペプチダーゼ、糖化力とαアミラーゼの測定には醸造分析キット (キッコーマン) を用いた。

味噌のY値 (明度)、pH、水分、蛋白質、ホルモール窒素、蛋白分解率、還元糖、アルコール分析は基準みそ分析法²⁾に従った。食塩分は、塩分計 TS-70 (東亜ディ

ーケーケー) を用いて分析した。

醤油麹の水分と全プロテアーゼの分析はしょうゆ試験法³⁾に従った。糖化力とαアミラーゼ測定には醸造分析キット (キッコーマン) を用いた。グルタミンナーゼ活性測定には、L-グルタミン酸測定キットII (ヤマサ醤油) を用いた。

醤油の全窒素は、KJELTEC AUTO SAMPLER SYSTEM 1035 Analyzer (Tecator) を用いて分析した。食塩分は塩分計 TS-70 (東亜ディケーケー) を用いて分析した。アミノ酸は、アミノ酸アナライザーL-8900 (日立製作所) で分析した。直接還元糖は、ソモギー変法で分析した。色度、pHはしょうゆ試験法³⁾に従い分析を行った。醤油の収率は、濾過後の醤油重量を元の諸味重量で除して百分率で現した。

2-6 官能評価

味噌、醤油ともに、8名のパネラーによる5点法できき味を行った。きき味評点は1~5点で採点し、評点が小さい方が香味に優れた味噌、醤油である。

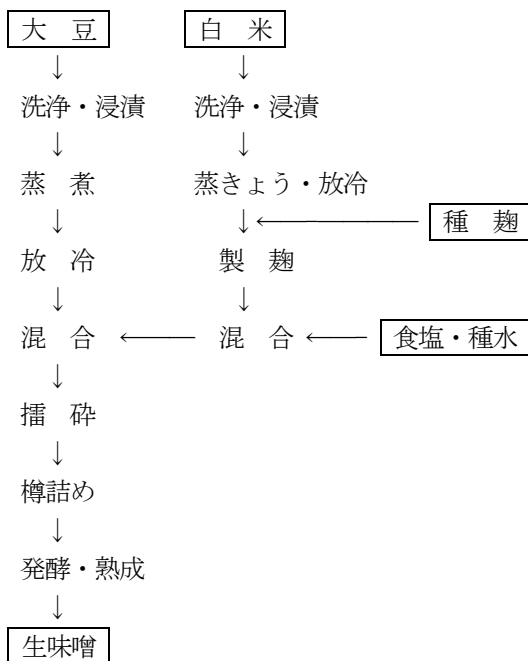


図1. 味噌製造のフロー図

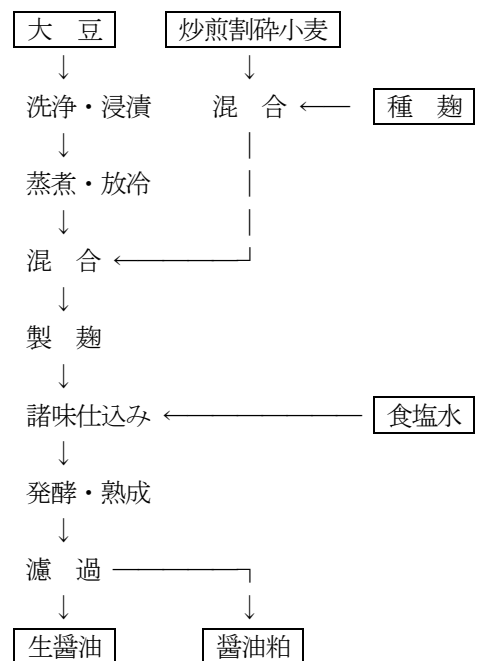


図2. 醤油製造のフロー図

表3 味噌麴の酵素力価

麴	水分(%)	酵素力価 (U/g)		
		酸性カサドキハチヂヂ	αアミラーゼ	糖化力
3日麴	25.3	6696	904	319
4日麴	20.9	8437	1083	448

表4 味噌の分析値と官能評価

No.	大豆	Y(%)	pH	水分(%)	食塩分(%)	蛋白質(%)	ホルモール窒素(%)	蛋白分解率(%)	還元糖(%)	アルコール(g/100ml)	きき味評点
1	シュウリュウ	8.12	4.91	46.5	10.7	10.1	0.393	22.2	15.0	1.4	1.8
2	ナンブシロメ	9.00	4.90	46.0	10.7	9.8	0.351	20.4	13.8	1.4	2.4

表5 醤油麴の酵素力価

No.	大豆	水分(%)	酵素力価			
			全アミラーゼ(U/g)	グルタミナーゼ(mU/g)	αアミラーゼ(U/g)	糖化力(U/g)
1	シュウリュウ	26.4	184	1.58	1334	618
2	ナンブシロメ	26.9	243	0.52	1348	648

表6 醤油の分析値と官能評価

No.	大豆	色度	pH	全窒素分(%)	食塩分(%)	還元糖(g/100ml)	アルコール(g/100ml)	収率(%)	きき味評点
1	シュウリュウ	27	4.80	1.39	14.6	2.46	2.84	27.1	2.8
2	ナンブシロメ	26	4.93	1.35	14.8	2.61	2.84	24.0	2.4

表7 醤油のアミノ酸量

(n mol)

No.	大豆	グルタミン酸	アスパラギン酸	グリシン	アラニン	プロリン	セリン
1	シュウリュウ	0.92	1.16	2.60	3.84	3.27	3.69
2	ナンブシロメ	0.94	1.19	2.66	3.84	3.23	3.76

* 旨味アミノ酸(グルタミン酸、アスパラギン酸)、甘味アミノ酸(グリシン、アラニン、プロリン、セリン)

3 実験結果および考察

3-1 味噌醸造

味噌麴の酵素力価を表3に、味噌の分析値と官能評価の結果を表4に示した。

通常、味噌麴の製麴は3日麴(製麴2日間)で行われるが、本試験では4日麴(製麴3日間)とした。

予備試験の結果、白米の浸漬吸水率が24.3%と低く(28~30%位が適正)、そのままでは製麴に適さないと考えられたため、白米を50℃で一晩低温乾燥させた。しかし、この操作により逆に浸漬吸水率が39.2%と高くなった。その結果、麴菌の発芽・伸長が遅れたため4日麴とした。表3に示す通り、3日麴より4日麴の方が2~4割ほど酵素力価が高かった。

味噌の分析値(表4)を比較すると、シュウリュウを原料とする味噌はホルモール窒素、蛋白分

解率、還元糖が1割ほど高かった。ホルモール窒素は遊離のアミノ酸量に比例し、蛋白分解率は蛋白質がアミノ酸に分解された割合を示している⁴⁾。これらのことよりシュウリュウを使った味噌はナンブシロメの味噌より旨味成分が多く出ていると考えられる。また、仕込み後1ヶ月目に天地返しを行った時、シュウリュウを原料とする味噌の方がナンブシロメの味噌より軟らかかった。このことから、シュウリュウはナンブシロメより酵素分解を受けやすい大豆品種であると考えられる。

きき味評価は、シュウリュウを原料とする味噌の方が良かった。「旨味がしっかりある」というコメントが多かったことから、蛋白分解率が高く、遊離のアミノ酸が1割ほど高いことがそのまま官能に現れたものと考えられる。また「軟らかい」というコメントも複数あり、ザラツキの少ない滑らかな味噌を造りやすいものと思われる。

3-2 醤油醸造

醤油麴の酵素力価を表5に、醤油の分析値と官能評価を表6に、醤油のアミノ酸を表7に示した。

醤油麴の分析値を比較すると、シュウリュウではグルタミンナーゼ活性が高く、ナンブシロメでは全プロテアーゼ活性が高かった。醤油用種麴「南部もやし」は、グルタミンナーゼ活性が高い *A. oryzae* 菌と全プロテアーゼ活性が高い *A. sojae* 菌の混合種麴であり、どちらの菌種が優性に生育するかで酵素活性バランスが変わる⁵⁾ことが判っている。したがってシュウリュウの麴では *A. oryzae* 菌が優性に生育し、ナンブシロメの麴では *A. sojae* 菌が優勢であったと考えられる。デンプン分解酵素はどちらも変わりがなかった。

醤油の分析値を比較すると、両大豆ともほとんどの分析項目で変わりがなく、旨味・甘味アミノ酸の濃度もほとんど変わりがなかった。醤油の収率はシュウリュウを原料とする醤油の方が3%ほど高かった。

きき味評点は、ナンブシロメを原料とする醤油の方が良かった。ナンブシロメの醤油には、「味がきれい」、「香味まとまる」というコメントが多く、シュウリュウの醤油には、「味がばらばら」というコメントが多かった。

4 結 言

岩手県は、平成26年2月に大豆新品種シュウリュウを奨励品種とした。そこで味噌醤油製造業者への技術情報提供を目的として、シュウリュウを原料とする味噌と醤油の試験醸造を行った。

シュウリュウを原料とする味噌は、ホルモール窒素、蛋白分解率、還元糖がナンブシロメの味噌

より1割ほど高かった。仕込み後1ヶ月目に天地返しを行った時、シュウリュウを原料とする味噌の方が軟らかかった。これらのことから、シュウリュウは酵素分解を受けやすい大豆品種であり、シュウリュウを原料とする味噌の方が旨味が多くなるものと考えられる。きき味評価もシュウリュウを原料とする味噌の方が良かった。

醤油では、両大豆ともほとんどの分析項目で変わりがなかった。きき味評価はナンブシロメを原料とする醤油の方が良かったが、醤油の収率はシュウリュウを原料とするものの方が3%ほど高かった。

新品種大豆シュウリュウを原料として使用することで、味噌醸造においてはナンブシロメを使うより軟らかく味の良い製品の製造が可能となることが期待される。また、醤油醸造においては官能評価でやや劣る面はあったが醤油の歩留まりは良いので、シュウリュウに適した醸造法を見出すことで原料価格の高い丸大豆醤油の製造原価改善に繋がることを期待される。

文 献

- 1) 多収、高品質、豆腐加工適正に優れる大豆「シュウリュウ」：平成25年度岩手県農業研究センター試験研究成果書(2013)
- 2) 基準みそ分析法：全国味噌技術会(1995)
- 3) しょうゆ試験法：財団法人日本醤油研究所(1986)
- 4) みそ技術ハンドブック：全国味噌技術会(1995)
- 5) 畑山誠、及川和宏：岩手県工業技術センター研究報告, 18 (2016)

きゅうり古漬けから単離された乳酸菌の同定と諸性質*

玉川 英幸**、伊藤 良仁**

きゅうり古漬けから乳酸菌の単離を試みた。得られた乳酸菌候補株を諸性質に基づき分類したところ、得られた微生物種は発酵の特性により 3 つのグループに分類されることが明らかになった。それぞれのグループに含まれる代表株 1 株の 16S rDNA 解析し、各諸性質を合わせて生物種の同定を行ったところ、3 種の株はそれぞれ *Pediococcus pentosaceus*、*Lactobacillus brevis*、*Lactobacillus plantarum* であることが示された。3 種の単離株とそれぞれの標準株を用いて、8%塩化ナトリウムを含むきゅうり破碎液において増殖試験を行ったところ、各単離株はそれぞれの標準株より優れた増殖特性を示した。また、各単離株をスターターとしてきゅうりの漬物を作製し、その香气成分を分析したところ使用する乳酸菌によっていずれも異なる香气パターンを示すことが明らかになった。これらの結果は使用する乳酸菌によって漬物の香味をつくり分けられる可能性を示している。

キーワード: 乳酸菌、きゅうり古漬け、*Pediococcus pentosaceus*、*Lactobacillus brevis*、*Lactobacillus plantarum*

Isolation, identification, and characterization of lactic acid bacteria from furuzuke: a traditional well-pickled Japanese cucumbers

Hideyuki Tamakawa and Yoshihito Ito

In this study, we isolate, characterize, and identify lactic acid bacteria (LAB) in furuzuke, which is a traditional well-pickled Japanese cucumbers (*Cucumis sativus*). The isolates from furuzuke are divided into three different bacterial groups according to phenotypic and biochemical characteristics, and sequencing 16S ribosomal DNA of representative strains in each group shows that these LAB represent three genera: *Pediococcus pentosaceus*, *Lactobacillus brevis*, and *Lactobacillus plantarum*. In cucumber juice containing 8% NaCl, all isolates grow faster than their type strains. The pickled cucumbers inoculated by isolated LAB have different flavor patterns, respectively. These results suggest that specific pickles can be produced using LAB as starter.

key words : Lactic acid bacteria, well-pickled cucumbers, *Pediococcus pentosaceus*, *Lactobacillus brevis*, *Lactobacillus plantarum*

1 緒 言

乳酸菌は酵母と並んで古くから食品加工に利用されており、人類は各発酵食品に適した様々な乳酸菌を自然界より分離してきた。野菜を原料とする発酵漬物からも様々な乳酸菌種が単離されており、例えば、韓国のキムチからは *Lactococcus lactis*、*Lactobacillus plantarum* が、台湾の酸菜からは *Pediococcus pentosaceus*、*Tetragenococcus halophilus* などの乳酸菌種の単離が報告されており¹⁻³⁾、これら乳酸菌は各漬物特有の風味醸成に寄与していると考えられている。

ヨーグルトには *Lactobacillus delbrueckii* と *Streptococcus thermophilus*⁴⁾、チーズには *Lactococcus*

*lactis*⁵⁾ というように特に乳製品においては乳酸菌スターターの活用は一般的ではあるが、多くの漬物においてスターターとして乳酸菌を接種している事例は極めて少なく、未だ天然の乳酸菌、すなわち、製造環境や野菜由来の乳酸菌が発酵の主役となっている。

古漬けとは長期間漬込みを行った漬物の総称であり、一般的には 20%以上の塩分存在下で数ヵ月以上漬込みを行うことで製造される⁶⁾。日本国内では特にきゅうりや高菜の古漬けが有名であり、全国各地で地域の特色ある古漬けが製造されている。古漬けは長期間に渡る漬込み工程において pH が低下することが確認されているが、“きゅうりの古漬け”と称されている商品、あるいはその

* 平成 27 年度 技術シーズ形成研究事業（発展ステージ）

** 食品技術部

製造工程よりこれまで乳酸菌が単離された報告はない。そこで本研究では、岩手県内で製造中のきゅうり古漬けより乳酸菌を単離・同定し、その諸性質を明らかにするとともにきゅうりの漬物製造にスターター利用した際の発酵特性について解析を行った。

2 実験方法

2-1 使用菌株

実験に使用した乳酸菌株は Table 1 に示した。

Table 1 Strains of LAB in this work.

Strain	Relevant genotype	Reference
<i>Pediococcus pentosaceus</i>		
AO-105	Wild type	This work
NBRC107768	Wild type (Type strain)	NBRC
<i>Lactobacillus brevis</i>		
AO-115	Wild type	This work
NBRC107147	Wild type (Type strain)	NBRC
<i>Lactobacillus plantarum</i>		
AO-118	Wild type	This work
NBRC15891	Wild type (Type strain)	NBRC

2-2 きゅうり古漬けからの乳酸菌単離

県内漬物メーカーのきゅうり漬込み槽から、漬込み 58 日目の漬液をサンプリングした。漬液は適宜希釈し、BCP 加プレートカウントアガール(Nissui Pharmaceutical, Tokyo, Japan) に塗布した。35°C で 3 日間培養後、酸生成によって黄色に変化したコロニーを釣菌し、MRS 液体培地 (Merck, Darmstadt, Germany) を用いて 30°C で 3 日間静置培養した。良好な増殖を示し、かつ得られた培養液に含まれる乳酸量を測定し、消費したグルコースに対して 50%以上の割合で乳酸を生成している株を選抜した。選抜した株は発酵特性と形態観察に基づきグルーピングを行った。

2-3 16S rDNA 領域のシーケンスとデータベース検索

乳酸菌菌体からのゲノム DNA の抽出には ZR Fungal/Bacterial DNA Kit (Zymo Research, Irvine, CA) を用い、付属のプロトコールに従い行った。PCR は Takara OCR Thermal Cycler Dice (Shiga, Japan) と EX Taq (TaKaRaBio) を用いて行った。各乳酸菌の 16S rDNA 配列は、それぞれの乳酸菌のゲノム DNA を鋳型として 10F (5'-GTTTGATCCTGGCTCA-3') と 800R (5'-TACCAGGG TATCTAATCC-3') のプライマーセットを用いて増幅した。反応は 94°C 3 分の変性を行った後、94°C 30 秒、50°C 30 秒、72°C 90 秒の 3 ステップ 30 サイクルとし、サイクル終了後は 4°C に保持した。PCR 産物は ExoSAP-IT (GE Healthcare, Chalfont St Giles, England) を用いて精製した。シーケンス反応は先の PCR で使用したプライマーセットと BigDye Terminator v1.1 Cycle Terminator Removal Kit (Thermo Fisher Scientific, San Jose, CA, USA) を用いた。得られた塩基配列のデータベース検索には、国立生物工学情報センター (米: National

Center for Biotechnology Information, NCBI) が提供する BLAST (Basic Local Alignment Search Tool) を用いた。

2-4 糖類発酵性試験、温度生育性試験

糖類発酵性試験、温度生育性試験は乳酸菌実験マニュアル⁷⁾に従った。すなわち、YP 培地 (10 g/L 酵母エキス、5 g/L ペプトン、2 g/L 酢酸ナトリウム、20 mg/L 硫酸マグネシウム、1 mg/L 硫酸マンガン、1 mg/L 硫酸鉄、1 mg/L 塩化ナトリウム、50 g/L Tween 80) に炭素源として適切な糖源を 10 g/L となるように添加した培地を用いて、30°C で静置培養を行い、OD₆₆₀ と pH を測定した。なお、温度生育性試験の炭素源にはグルコースを使用した。

2-5 走査型電子顕微鏡写真撮影

乳酸菌の固定には 2% グルタルアルデヒドが溶解した 0.1 M リン酸緩衝液 (pH7) を用いた。限界点乾燥法を用いて試料調整した後、走査型電子顕微鏡 JSM-6320F (JEOL, Tokyo, Japan) で撮影を行った。

2-6 きゅうり破碎液の調整と塩分生育性試験

市販のきゅうりをジューサーで破碎した後、121°C、15 分間オートクレーブ処理を行った。-30°C で凍結、20°C で融解した後、遠心分離によって固形物を除去した。さらにガラス繊維ろ紙、0.8 μm フィルター、0.22 μm フィルターを用いた吸引ろ過を段階的に行うことにより、きゅうり破碎液の無菌化を行った。塩分生育性試験には、塩化ナトリウムを添加したきゅうり破碎液を用いた。塩化ナトリウムを添加後は 0.22 μm フィルターを用いて滅菌ろ過を行い、30°C、静置条件で培養を開始し、経時的に OD₆₆₀ を測定した。

2-7 漬込試験

乳酸菌の前培養にはきゅうり破碎液を用いた。きゅうりは 100 ppm の次亜塩素水に 15 分間浸漬した後、アルコール消毒したまな板と包丁を用いて 1 cm 幅にカットした。

真空包装用の袋にきゅうり 100 g、8% 塩化ナトリウム 100 mL、乳酸菌培養液を初発 OD₆₆₀=0.001 となるように添加し、減圧条件下でヒートシールを行い、15°C で漬込みを行った。複数種の乳酸菌を同時に接種する場合は、それぞれの乳酸菌の初発 OD₆₆₀ が 0.001 となるように接種を行った。

2-8 分析方法

酢酸、乳酸、エタノールの定量は Shi らの高速液体クロマトグラフィーによる方法を一部改変して行った⁸⁾。60°C で保持した IC Sep-ION-300 カラム (Tokyo Chemical Industry, Tokyo) を用い、溶媒として 0.01 N 硫酸 (流速 0.4 mL/min) を使用した。検出には示差屈折率検出器 (RID-10A, Shimadzu, Kyoto, Japan) を用いた。

香気成分分析にはフラッシュ GC ノーズ HERACLES II (Alpha MOS, Toulouse, France) を用いた。漬液 1 mL を封入したバイアルを 60°C、1200 秒加温し、ヘッドス

ペース気層 5 mL を GC に導入した。カラムオープン は 1°C /sec の速度で 250°C まで昇温させ、検出には FID を用いた。主成分分析はフラッシュ GC ノーズ HERACLES II 解析ソフト付属の機能を用いて行った。

漬液中乳酸菌の生菌数はコロニー形成単位 (colony formation unit; cfu) で算出した。漬液を適宜希釈後 BCP 培地に混釈して 30°C で 48 時間培養し、形成したコロニー数を計測した。

3 結果と考察

3-1 きゅうり古漬けからの乳酸菌分離と同定

きゅうり古漬けの漬液を適宜希釈し、BCP 寒天培地で黄色を示す 200 コロニーをピックアップした。得られた 200 株を MRS 液体培地での増殖試験に供し、良好な増殖 ($OD_{600} > 1$) を示す 18 株を選抜した。選抜された 18 株の MRS 培地での各有機酸生産性と形態を評価したところ、3 つのグループに分類された。すなわち、(1) ホモ型発酵様式を示す四連球菌、(2) ヘテロ型発酵様式を示す桿菌、(3) ホモ型発酵様式を示す桿菌がそれぞれ 8 株、7 株、3 株得られた。18 株を用いて再現性試験を行い、そこで各グループから最も再現良く乳酸生成能の高い株を 1 株ずつ選抜し、それぞれを A0-105 株、A0-115 株、A0-118 株とした。なお、A0-115 株には菌体の凝集性が認められ、走査型電子顕微鏡写真では細胞間を接着している糸状物質が確認された (Figure 1)。

次に 16S rDNA 配列のシーケンス解析を行うことで菌種の同定を試みた。データベース検索の結果、A0-105 株、A0-115 株の 16S rDNA 配列は *P. pentosaceus* および *Lactobacillus brevis* の配列とそれぞれ 100% 一致した。

A0-118 株については *Lb. plantarum*、*Lactobacillus pentosus* とそれぞれ 100% 一致し、16S rDNA 配列では一種に同定することができなかった。乳酸菌実験マニュアル⁷⁾に記載されている乳酸菌ダイアグラムによれば、キシロースの発酵性を評価することで *Lb. plantarum* と *Lb. pentosus* の識別することができる可能性があるが記載されている。すなわち、*Lb. pentosus* はキシロースを利用できる一方で、*Lb. plantarum* はキシロースを利用できる株とできない株が存在することが報告されている。キシロ

ースの利用性を評価したところ、A0-118 株はキシロースを唯一の炭素源とする培地で増殖せず、pH の低下も確認できなかった。これらの結果を踏まえて A0-118 株は *Lb. plantarum* であると同定した。

3-2 各標準菌株との発酵特性の比較

単離・同定された 3 種の乳酸菌の特性を解析するために糖類発酵性、温度発酵性、きゅうり破碎液での塩分増殖性についてそれぞれの標準菌株と比較試験を行った。

A0-115 株については標準株である *Lb. brevis* NBRC107147 と同じ糖の資化スペクトルを示したのに対して、A0-115 株についてはメリビオース、スクロース、ラフィノースの資化性を、A0-118 株についてはアラビノースの資化性を有していなかった (Table 2)。きゅうりは遊離糖としてはグルコース、フルクトース、ガラクトースを含有しているが、遊離型のアラビノース、あるいはスクロースなどのオリゴ糖は含有しないことが報告されている⁹⁾。これらは長年に渡って繰り返された古漬けの製造において、不要な形質を欠失したものと推測された。

次に温度増殖性の評価を行った。3 種の単離株、およびその標準株はいずれも 30-37°C で最大の増殖性を示し、45°C では低下した。また、いずれの菌株においても 10°C 以下では増殖性が低下し、5°C では増殖できなかった (Table 3)。したがって、これらの乳酸菌をスターターとして漬物を製造した場合、無殺菌条件であっても十分に冷蔵して保管することでさらなる発酵を抑制することが可能である。A0-105 株と A0-118 株は各標準株とほぼ同じ温度増殖性パターンを示したのに対して、A0-115 株はその標準株が増殖できない 45°C でも増殖可能であった。酵母では *FLO1* や *FLO5* など凝集に関わる因子が耐熱性に関わることが知られており¹⁰⁾、A0-115 株の 45°C での増殖性も、その標準株が有していない凝集性に起因している可能性が考えられる。*Lb. brevis* 細胞間の凝集に関わる因子は報告されていないが、*Lb. brevis* のヒト消化管接着には細胞表面に存在する S-レイヤータンパク質の関与が示唆されており¹¹⁾、A0-115 株の細胞表面構造にも興味を持たれる。

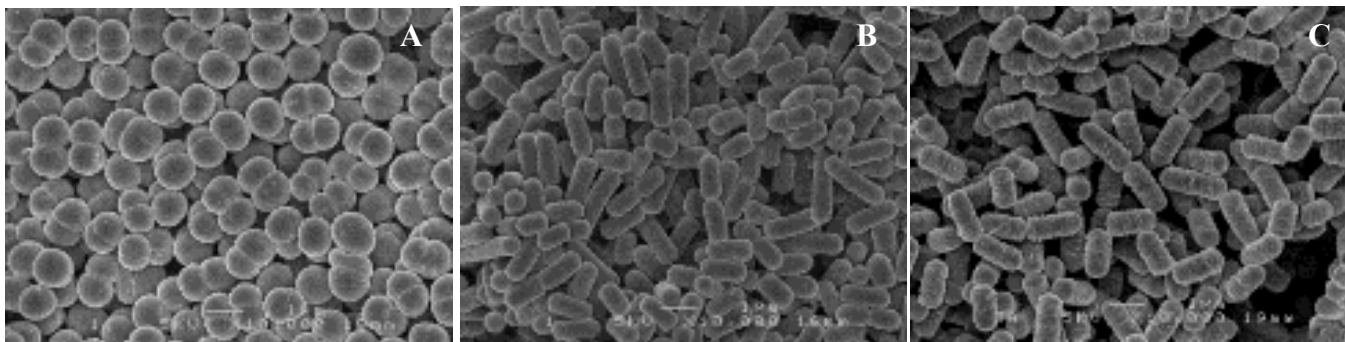


Figure 1 Morphology of the isolates LAB strains *P. pentosaceus* A0-105 (A), *Lb. brevis* A0-115 (B), and *Lb. plantarum* A0-118 (C). Strains were grown on MRS medium, and their cells were viewed by scanning electron microscopy, as described in Materials and Methods.

Table2 Assimilation of sugar by isolates LAB.

Sugar	<i>P. pentosaceus</i>		<i>Lb. brevis</i>		<i>Lb. plantarum</i>	
	AO-105	NBRC107768	AO-115	NBRC107147	AO-118	NBRC15891
Arabinose	+	+	+	+	-	+
Xylose	+	+	+	+	-	-
Glucose	+	+	+	+	+	+
Fructose	+	+	+	+	+	+
Galactose	+	+	+	+	+	+
Mannose	+	+	-	-	+	+
Rhamnose	-	-	-	-	-	-
Cellobiose	+	+	-	-	+	+
Lactose	+/-	+	-	-	+	+
Maltose	+	+	+	+	+	+
Melibiose	-	+	+	+	+	+
Sucrose	-	+	-	-	+	+
Raffinose	-	+	-	-	+	+
Trehalose	+	+	-	-	+	+
Mannitol	-	-	-	-	+	+
Sorbitol	-	-	-	-	+	+
Soluble starch	-	-	-	-	-	-

Table 3 Effect of temperature on growth of isolates LAB.

Temperature	<i>P. pentosaceus</i>		<i>Lb. brevis</i>		<i>Lb. plantarum</i>	
	AO-105	NBRC107768	AO-115	NBRC107147	AO-118	NBRC15891
5°C	-	-	-	-	-	-
10°C	+/-	+/-	+/-	+/-	+/-	+/-
15°C	+	+	+	+	+	+
20°C	++	++	++	++	++	++
30°C	+++	+++	+++	+++	+++	+++
37°C	+++	+++	+++	+++	+++	+++
45°C	++	++	++	-	+/-	+/-

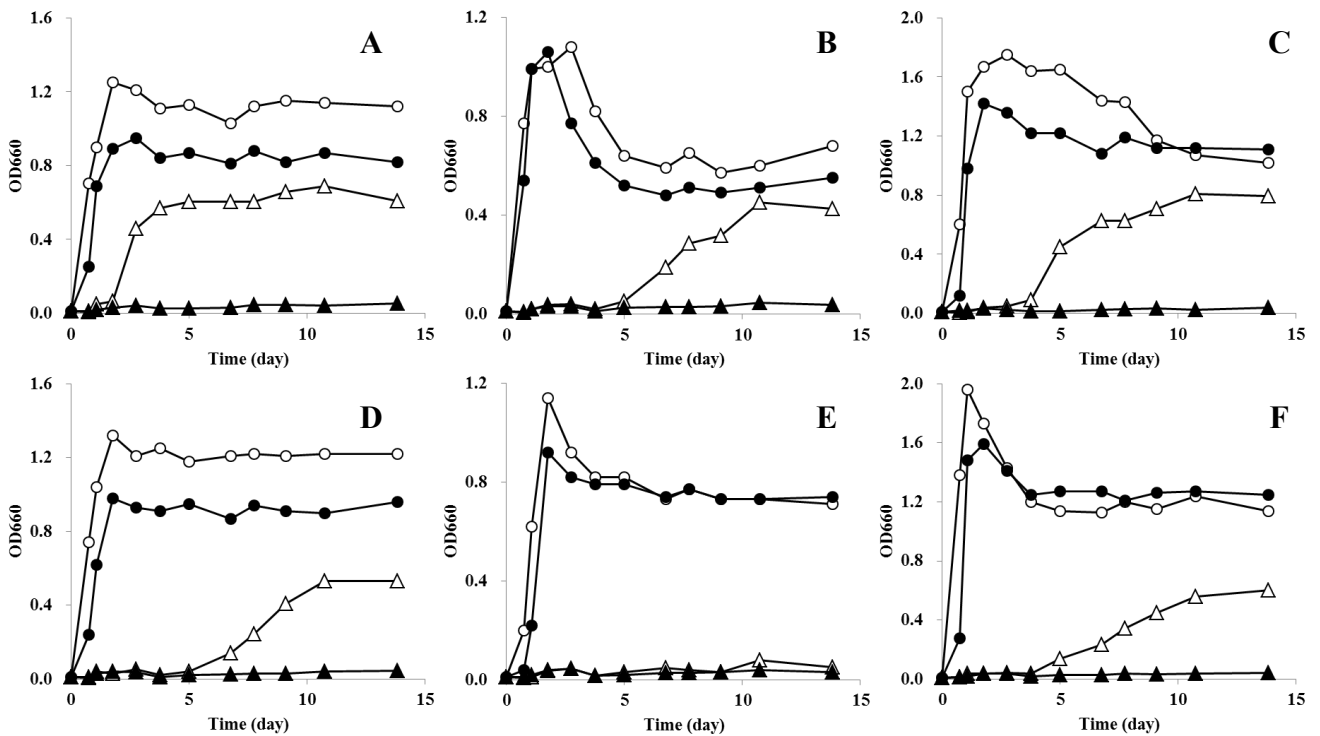


Figure 2 Growth curve for *P. pentosaceus* AO-105 (A), *Lb. brevis* AO-115 (B), *Lb. plantarum* AO-118 (C), *P. pentosaceus* NBRC107768 (D), *Lb. brevis* NBRC107147 (E), and *Lb. plantarum* NBRC15891 (F) in cucumber juice containing NaCl.

Symbols; 0% NaCl (opened circles), 4% NaCl (closed circles), 8% NaCl (opened triangles), 12% NaCl (closed triangles).

今回単離した乳酸菌は、高濃度の塩分が存在するきゅうり古漬けから単離されており、標準菌株と比較して塩分耐性が高いことが想定された。そこできゅうり破砕液に塩化ナトリウムを添加し、増殖試験を行った。その結果、今回単離した3株はいずれもその標準株よりも塩分存在下での増殖性に優れており、いずれの株においても特に 8%塩化ナトリウムを添加した条件でその差が顕著であった。特に *Lb. brevis* AO-115 株はその標準株 (NBRC107147 株) が増殖できない 8%塩化ナトリウムで増殖が可能であった。これらの結果は、今回単離した3株がそれぞれの標準株と比較して耐塩性に優れている可能

性を示すものである。なお、12%塩化ナトリウムを添加した条件では評価に使用したすべての乳酸菌株は増殖できなかった。きゅうりの古漬けは 20%以上の塩分を添加して製造されているが、塩分添加によってきゅうりから水分が抽出されており、漬込み槽内で塩分濃度は均一化されていない。今回の試験において、単離された3株は12%塩化ナトリウム存在下で増殖できなかったが、古漬けの製造現場では局所的に塩分濃度が低いところで増殖しているのかもしれない。

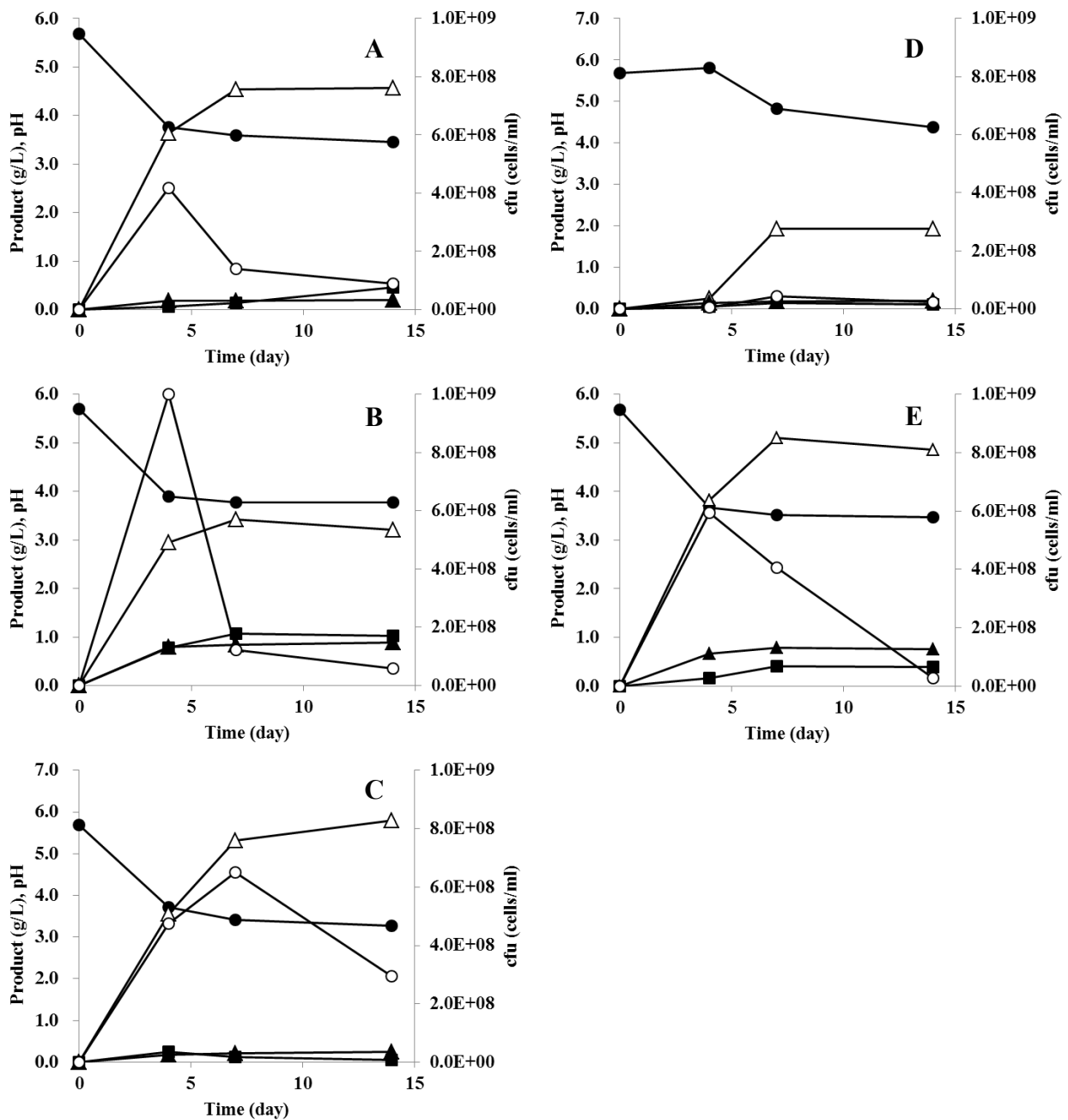


Figure 3 Time course of LAB during the fermentation of cucumbers. Panels A, B, C, D, and E show the results for *P. pentosaceus* AO-105, *Lb. brevis* AO-115, *Lb. plantarum* AO-118, without strain, and mixture of three strains, respectively. Symbols; cfu (opened circles), pH (closed circles), lactate (opened triangles), acetate (closed triangles), and ethanol (closed squares).

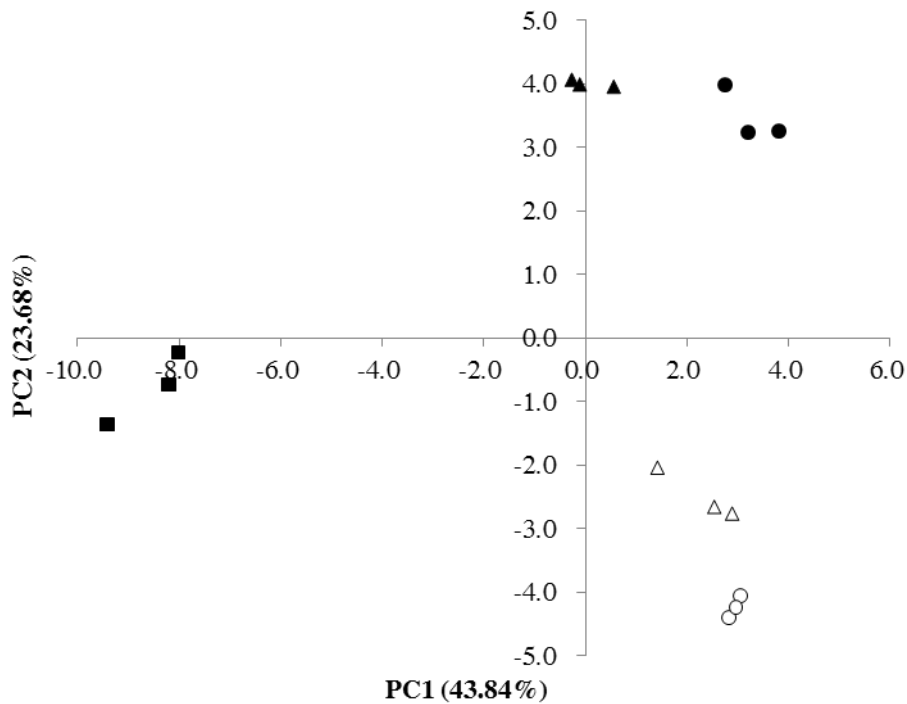


Figure 4 Multivariate analysis by PCA via the ultra-fast gas chromatography Heracles II from Alpha MOS Co.

Symbols; *P. pentosaceus* AO-105 (closed circles), *Lb. brevis* AO-115 (open circles), *Lb. plantarum* AO-118 (closed triangles), mixture of three strains (open triangles), and without strain (closed squares). Data were shown as results of three analyses per one sample.

3-3 乳酸菌スターターを用いたきゅうり漬物の製造

単離した乳酸菌のきゅうり漬込みにおける性質を確認するため、きゅうりの漬込みを行った際の発酵パラメーターと香気成分について解析を行った。

主要な発酵パラメーターについて Figure 3 に示した。生菌数はすべての群においてはいずれも漬込み 4 日目から 7 日目にピークに達しており、その後は減少した。乳酸、酢酸、エタノールなどの発酵産物も 4 日目には、ほぼ飽和に達しており、主要な乳酸発酵はこの期間で終了していることが示唆された。A0-105 株、A0-115 株、A0-118 株は乳酸を最大 4.57 g/L、3.24 g/L、5.79 g/L 生成しており、pH が 3.4-3.7 程度まで下がっていたのに対して、乳酸菌非接種群において乳酸濃度は 1.9 g/L であり、pH も 4.3 までしか下がっていなかった。ヘテロ型の発酵形式を示す A0-115 株は乳酸菌接種群の中で乳酸の生成量は最も低かったが、酢酸とエタノール生産が最も多く、それぞれ 0.84 g/L、1.07 g/L 生成していた。3 種の乳酸菌を混合して発酵させた場合、乳酸量は A0-118 株に次いで多く最大 4.86 g/L 生成した。また、酢酸とエタノールも A0-115 株に次いで多く、それぞれ 0.39 g/L、0.76 g/L 生成していた。

次に得られた漬物の質的な違いを確認するために漬込み 14 日目のきゅうり漬液の香気成分分析を行った。Alpha MOS 社のフラッシュ GC ノーズ HERACLES II は導入した気体サンプルを DB-5 カラムと DB-WAX カラムを用い

てそれぞれ同時分析を行うことができる。DB-5 を用いた場合では 33 本のピークが、DB-WAX を用いた場合では 16 本のピークが検出されたため、計 49 ピークについて各積分値を用いて多変量解析を行った。Figure 4 には主成分分析の結果について示した。第一主成分はスターター乳酸菌を使用しなかったサンプルが分離されており、スターターとして乳酸菌を使用したかどうかを識別する軸として機能していると考えられる。また、第二主成分は A0-105 株と A0-118 株が高い値を示し、A0-115 株と 3 種混合群が低い値を示したことから、使用した乳酸菌がホモ型の発酵をするかヘテロ型の発酵をするかを識別する軸として機能していることが示唆された。これらの結果は、使用する乳酸菌種によって香気パターンが異なることを示すものであり、乳酸菌種によって香気成分の異なる漬物を作り分けられる可能性を示唆している。

4 結 言

本研究では、きゅうり古漬けより初めて乳酸菌種の単離を行い、*P. pentosaceus*、*Lb. brevis*、*Lb. plantarum* の単離に成功した。単離株はそれぞれの標準株と諸性質が若干異なっており、特に塩分存在下でのきゅうり破碎液の増殖に優れていた。また、それぞれの単離株を用いてきゅうりの漬込みを行い、乳酸菌種によって香気成分の異なる漬物を作り分けられる可能性が示された。香気成分の詳細な差異に関する解析については今後の課題

ではあるが、本研究は漬物製造におけるスターター乳酸菌の重要性を示すものである。

謝 辞

本試験を実施するにあたり製造現場からの乳酸菌分離を快く提供していただいた(株)青三様に深く感謝いたします。また、分離に関わる実験補助にご協力いただいた阿部敏之氏に深く感謝申し上げます。

文 献

- 1) Rhee CH and Park HD: Three glycoproteins with antimutagenic activity identified in *Lactobacillus plantarum* KLAB21, *Appl Environ Microbiol*, 67, p3445-3449 (2001).
- 2) Choi HJ, Cheigh CI, Kim SB and Pyun YR: Production of a nisin-like acteriocin by *Lactococcus lactis* subsp. *lactis* A164 isolated from kimchi, *J Appl Microbiol*, 88, p563-571 (2000).
- 3) Chen YS, F Yanagida and JS Hsu: Isolation and characterization of lactic acid bacteria from suan - tsai (fermented mustard), a traditional fermented food in Taiwan, *J Appl Microbiol*, 101, p125-130 (2006).
- 4) Rawson HL and Marshall VM: Effect of 'ropy' strains of *Lactobacillus delbrueckii* ssp. *bulgaricus* and *Streptococcus thermophilus* on rheology of stirred yogurt, *Int J Food Sci*, 32, p213-220(1997).
- 5) Ryan, M. P., Rea, M. C., Hill, C., & Ross, R. P.. An application in cheddar cheese manufacture for a strain of *Lactococcus lactis* producing a novel broad-spectrum bacteriocin, lacticin 3147. *Applied and Environmental Microbiology*, 62, p612-619(1996).
- 6) 前田安彦: 漬物の化学と製造技術の体系化, 日本栄養・食糧学会誌, 47, p257-266(1994).
- 7) 小崎道雄, 内村泰, 岡田早苗: 乳酸菌実験マニュアル 内村泰・岡田早苗編 (1992).
- 8) Shi NQ, Cruz J, Sherman F, Jeffries TW, SHAM-sensitive alternative respiration in the xylose-metabolizing yeast *Pichia stipitis*, *Yeast*, 19, p1203-1220 (2002).
- 9) 楠瀬博三, 沢村正義: 野菜類果実の炭水化物に関する研究-2-キュウリ果実の炭水化物, 高知大学学術研究報告 農学, 29, p47-51(1980).
- 10) Hodgson JA, Berry DR and Johnston JR: Discrimination by heat and proteinase treatments between flocculent phenotypes conferred on *Saccharomyces cerevisiae* by the genes *FL01* and *FL05*. *Microbiology*, 131, p3219-3227(1985).
- 11) Hynönen U, Westerlund-Wikström B, Palva A and Korhonen TK: Identification by flagellum display of an epithelial cell-and fibronectin-binding function in the *SlpA* surface protein of *Lactobacillus brevis*. *J Bacteriol*, 184, p3360-3367 (2002).

県産超強力小麦「銀河のちから」の中華麵製麵適性評価*

武山 進一**、清宮 靖之**、藤尾 充***、菅原 久子****、府金 慶*****

県産超強力小麦”銀河のちから”の製麵適性を調査するため、加水率 32~36%(対小麦粉)で中華麵を試作し、物性測定および官能試験によりその適性を評価した。その結果、”ゆきちから”の中華麵(対照)よりも、破断強度、伸長率ともに約 2 割高で、その食感評価も高いものだった。”銀河のちから”は、かたく弾力感ある中華麵が製麵可能で、中華麵用としての適性が確認された。

キーワード：超強力粉、銀河のちから、中華麵製麵適性

Evaluation of the Chinese noodles made in Iwate with extra-strong wheat “Ginga-no-chikara”

**Shinichi TAKEYAMA, Yasuyuki SEIMIYA, Mitsuru FUJIO,
Hisako SUGAWARA and Kei FUGANE**

To investigate the quality of noodles made with the extra-strong wheat “Ginga-no-chikara” (made in Iwate Prefecture), we made Chinese noodles with adding 32-36% water of the flour weight and evaluated them by measuring their physical properties and conducting a sensory analysis. The results indicated that the breaking strength and extension rate of Ginga-no-chikara noodles were about 20% higher than for Yuki-chikara noodles (control). In addition, sensory analysis indicated that the food texture of Ginga-no-chikara noodles exceeds that of the control. We could make the tight and elastic Chinese noodles with using Ginga-no-chikara, and confirmed that Ginga-no-chikara was suitable for making Chinese noodles.

key words : extra-strong wheat, Ginga-no-chikara, making Chinese noodles

1 はじめに

小麦品種「銀河のちから」¹⁾は、強靱なグルテンを持つ超強力硬質小麦であり、パンや中華めん適性が高いことが特徴とされている。2013年に県の奨励品種に指定され生産が拡大しており、現在のところ、本県の主力品種「ゆきちから」や「ナンブコムギ」(いずれの小麦粉もグルテンの力が不足)とのブレンド利用が進められている。

一方、岩手県内の製粉および製麵関係者は「銀河のちから」の”超強力”という特徴に高い関心を持ち、「銀河のちから」100%の麵製品開発への期待が寄せられていた。

このような経緯もあり、県産超強力小麦「銀河のちから」の利用促進を考える県内製粉企業からの提案を受け、その製麵適性について共同研究することとなった。なお製麵適性を評価する対象(麵)については、製麵関係者からの提案を受けて中華麵、生パスタとした。本報告ではこのうちの中華麵の実施結果について報告する。

本研究では、中華麵の試作とその評価による製麵適性試験のほか、麵の加水率と保存熟成による経時的変化の関係性も調査しており、「銀河のちから」の中華麵としての適性をより詳細に試験した。

2 実験方法

2-1 供試小麦粉

銀河のちから(H26年県内産、府金製粉製)ならびに、その対照として準強力~強力粉である、ゆきちから(H27年県内産、府金製粉製)を試料とした。

2-2 製麵方法

銀河のちからは加水率 32、34、36%で、対照のゆきちからでは加水率 34%で中華麵(ストレート)を製麵した。なお、加水率は原料粉に対する仕込水(食塩、かんすい、アルコールを含む)の割合とした。

* 平成 27 年度 県内製粉企業との共同研究

** 食品技術部

*** 東日本産業株式会社

**** 菅原製粉製麵工場

***** 府金製粉株式会社

1) 配合割合

表1 配合割合

	加水率 32%	加水率 34%	加水率 36%
小麦粉 (水分 13.5%)	3kg	3kg	3kg
粉末かんすい (対粉 1%)	30g	30g	30g
食塩 (対粉 1%)	30g	30g	30g
脱塩水	810g	870g	930g
70%アルコール(対粉 3%)	90g	90g	90g

【備考】

- ・粉末かん水：(株)オリエンタル酵母製「赤かんすい」(炭酸Na40%、炭酸Ca60%)
- ・70%アルコール：グリコ栄養食品(株)「アルコール製剤E&F70シリーズ」(エタノール67重量%含有)

2) ミキシング

回転数 80rpm で 10 分間ミキシングした。加水についてはシャワー方式で行なった。尚、原料粉 500g ベースの試作時には、家庭用の麺パン用ミキサー（現パナソニック(株)製）を使用した。

3) 製麺

ロール式製麺機（大竹麺機製、ロール幅 150mm、切刃：角 20 番使用）を用い、下記条件で製麺した。

荒延べ（間隙 3mm）× 1 回、複合（間隙 3mm）× 2 回後、ポリ袋に入れて熟成（1 時間放置）。その後、圧延（間隙 2.0mm → 間隙 1.4mm → 間隙 1.1mm）し、麺帯厚 1.4mm（目標）で切り出し（麺線長 25cm 前後）。麺は 120g ずつポリ袋に入れ密封後、10℃保管した。

2-3 物性測定

1) 測定用試料の調製

中華麺 15g を熱湯 300ml（500ml 容ビーカー使用）で 2 分半茹でたのち、お湯を切り 18℃の水に 30 秒浸漬し、物性測定用試料とした。

2) 破断試験

テンシプレッサー My Boy System（タケトモ電機製）を用い、麺のかたさを 1 バイト法で測定した。具体的には、プレート型プランジャー（刃巾 1mm）を速度 2mm/秒で動作させ、麺を 95%圧縮した際の破断応力（かたさ）を測定した。

3) 引張試験

クリーブメータ RE-33005（山電製）で麺の引張強度を測定した。具体的には、引張試験用プランジャー（No. 12）を用いて麺線の両端を固定し、速度 1mm/秒で引っ張り、麺線が切れた際の応力を抗張力、伸びの割合を伸長率として測定した。

2-4 色差測定

色差計 SD5000（日本電色工業製）を用い、麺帯の色差（反射法、SCE 測定）L*、a*を測定した。

2-5 官能試験

中華麺の一般的な評価方法「小麦の品質評価法」²⁾に準じ、製麺 1 日経過後（1 回目）、および製麺 6 日経過後（2 回目）の茹で麺（茹で時間 2 分半）を試食評価した。官能試験の試験区を、表 2 に示す。

尚、保存による熟成効果を確認するため製麺 6 日後（10℃保存）についても同様に実施した。パネラーは、岩手県工業技術センター職員で、1 回目は 25 名、2 回目は 27 名で実施した。

表 2 官能試験（中華麺）の試験区

試験区	原料小麦(%値は加水率)
No. 1	ゆきちから 34%
No. 2	銀河のちから 32%
No. 3	銀河のちから 34%
No. 4	銀河のちから 36%

3 結果と考察

3-1 製麺時の特性

銀河のちからを用いた中華麺の製麺作業では、麺帯の圧延の際に超強力粉の特徴が現れ、ロール掛け後の反発が大きく、ゆきちからの場合よりもロール掛けを 1~2 回多くし、またロール間隙も更に狭める必要があったものの（最終ギャップは、ゆきちからは 1.0mm、銀河のちからは 0.9mm で実施）、作業性には問題なかった。

3-2 物性測定

1) 製麺直後の物性

製麺 1 日後の破断応力測定結果を図 1 に、引張試験の結果を図 2、図 3 に示す。

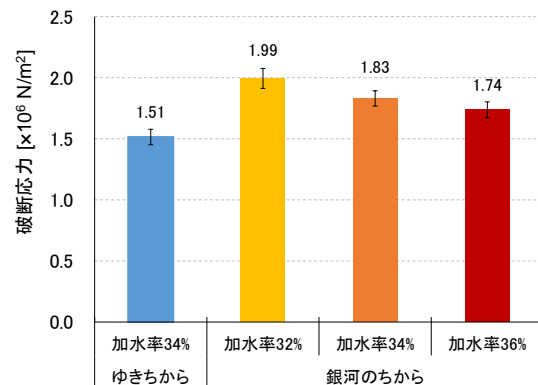


図 1 製麺 1 日後の破断応力

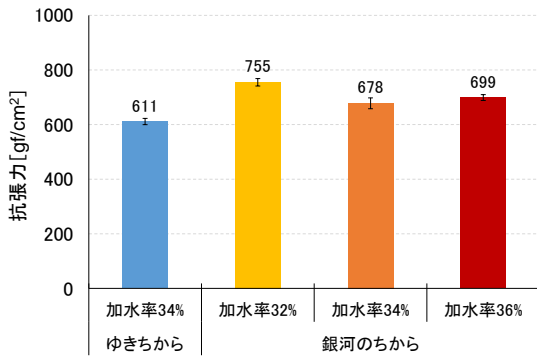


図2 製麵1日後の抗張力

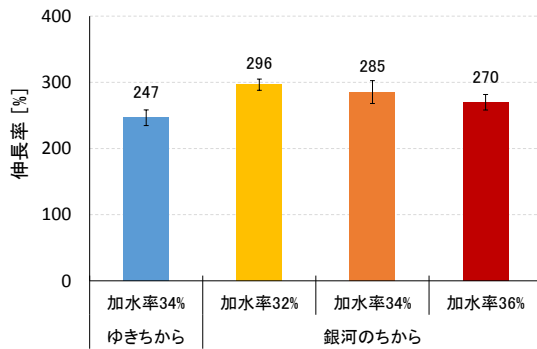


図3 製麵1日後の伸長率

加水率を変えて製麵した銀河のちからでは、加水率が低いほど破断応力（かたさに相当）が増加した。同じ加水率（34%）のゆきちからとの比較では、明らかに銀河のちからの方がかたく（約2割高）、その差は顕著であった。

引張試験による抗張力と伸長率（伸びの良さ）の結果は、ほぼ破断応力と同様の傾向で、原料粉のエクステンソグラフでの結果では、銀河のちからの伸張度（E）が149mm、伸張抵抗力（R）が845Buで、ゆきちからの伸張度（E）が180mm、伸張抵抗力（R）が350Buであるため、銀河のちからは、麵を引っ張ると早い段階で切れ、その際に強い力が掛かるものと予想していたが、伸長率は逆の結果であり、抗張力もゆきちからと大差ないものであった。小麦粉を練った生地と、その加熱品である麵とでは物性が変わるものであり、エクステンソグラフ分析と麵の引張試験では測定原理も異なることから、それらの結果が意味するものは異なる解釈された。

2) 熟成による物性変化

麵は10℃で保存し熟成効果による物性変化を調べた。保存1、4、8日後の破断応力測定結果を図4に、引張試験の結果を図5、6に示す。

銀河のちからでは、保存4日後の破断応力は加水率による差が見られなくなったが、保存8日目では加水率36%のみ低下し、ゆきちから（加水率34%）とほぼ同じかたさになった。

引張試験での抗張力については、加水率の低い銀河のちからでやや増加する傾向が確認されたが（4日後以降はほぼ一定）、伸長率については逆に加水率の高いもの

が高くなった（8日後）。これらの結果から、保存中の熟成により、加水率が高いものほど、やわらかく伸びの良い状態に変化した、といえる。

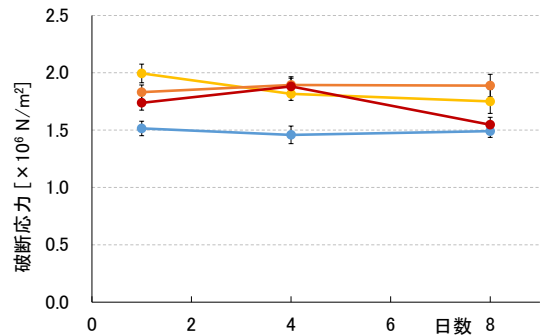


図4 保存品の破断応力

● ゆきちから 加水率34% ● 銀河のちから 加水率32%
● 銀河のちから 加水率34% ● 銀河のちから 加水率36%

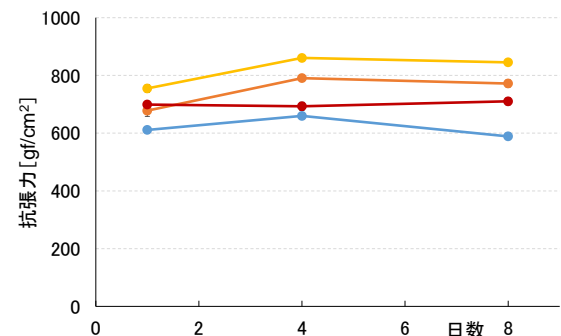


図5 保存品の抗張力

● ゆきちから 加水率34% ● 銀河のちから 加水率32%
● 銀河のちから 加水率34% ● 銀河のちから 加水率36%

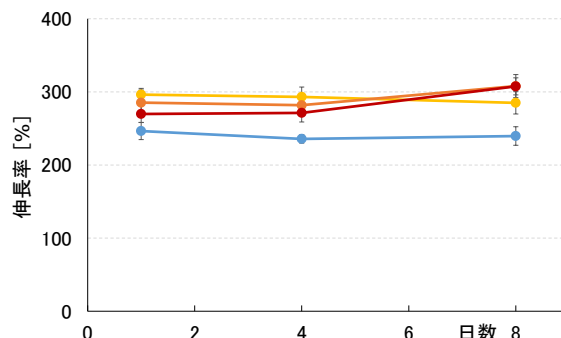


図6 保存品の伸長率

● ゆきちから 加水率34% ● 銀河のちから 加水率32%
● 銀河のちから 加水率34% ● 銀河のちから 加水率36%

麵は保存期間中にグルテンの酸化変性ならびに脱気が進むことで、コシが強くなりまた透明感も増すとされ、そして生中華麵の場合にはグルテンのアルカリ変性による効果が大きく、その熟成は進み易いとされている³⁾。この熟成効果により、中華麵らしい食感（コシがあり、ツルツルした食感）が向上することが知られているが、今回の測定結果からは前記したように、熟成が進むことにより”やわらかく伸びの良い状態”になるものと評価された。

3-3 色差

麺帯の色差測定結果を図7、8に示す。

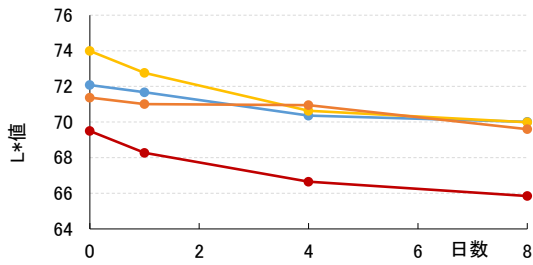


図7 麺帯の明度 (L*)

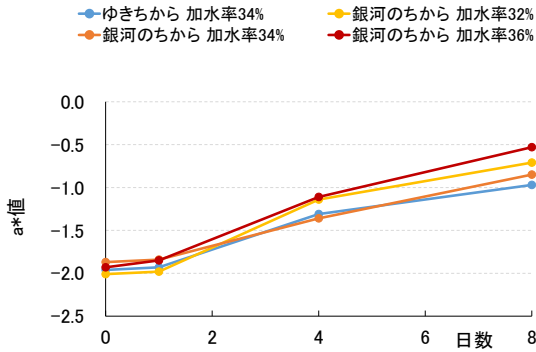


図8 麺帯のa*値

麺は保存時に変色が進み明度 (L*値) が低下し、a*値 (赤味) が上昇する。銀河のちからは、加水率が低いほどL*値が高い (明るい) が、保存により低下した。保存4日目以降では、銀河のちからの加水率32%品と34%品はほぼ同じ明るさになったものの、加水率36%品のみが極端に低値になった。全体的な傾向として、L*値が低下しa*値が上昇することで、くすんだ茶色味が増す形になったが、加水率36%品の退色は著しいものがあった。

銀河のちからとゆきちからとの比較 (ともに加水率34%) では、L*値、a*値ともにほぼ同値であり、両者に差はなかった。

3-4 官能試験

試作した中華麺は、1日後、6日後に官能試験を実施した。茹で直後の食感と食味、茹で7分後の食感について、それぞれ7段階 (不良:0点~普通:3点~良:6点) で評価した。官能試験結果を図9~11に示す。また、直後ならびに7分後の食感の配点を各20点、食味の配点を10点とする採点結果 (満点:50点) を図12に示す。

製麺1日後の結果は、銀河のちからは、ゆきちからよりも食感 (直後) が”良い”側に評価され、加水率に関しては低いほど”良い”側に評価された。食味に関しては、銀河のちからとゆきちからに差はなかった。製麺6日後の結果では、熟成により銀河のちから、ゆきちからともに食感 (直後)、食味の評価が高くなった。このとき食感に関しては、加水率が高いほど”良”評価であった。

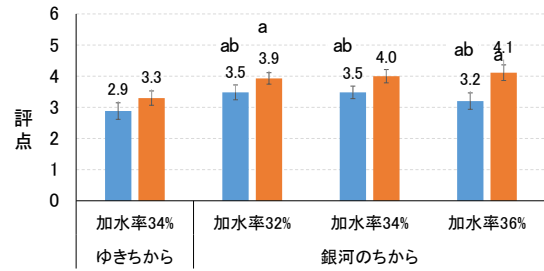


図9 食感 (直後) の評価結果

■ 1日後 ■ 6日後
a-b: 異なる文字は試料間に有意差のあることを示す (p<0.05)。

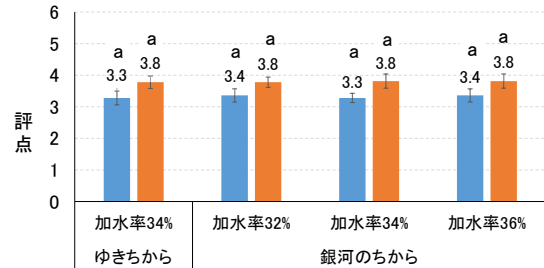


図10 食味 (直後) の評価結果

■ 1日後 ■ 6日後
a: 試料間に有意差がないことを示す (p<0.05)。

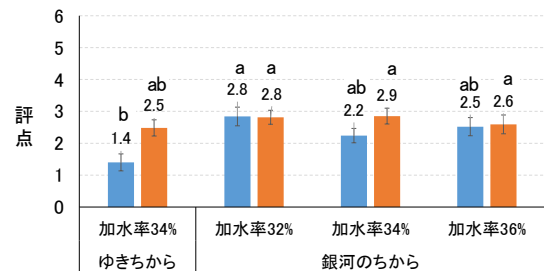


図11 食感 (7分後) の評価結果

a-b: 異なる文字は試料間に有意差のあることを示す (p<0.05)。

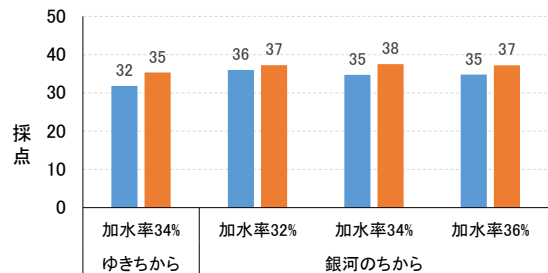


図12 官能試験 (食感、食味) の採点結果

■ 1日後 ■ 6日後

7分後の食感、麺の茹で伸びを評価するものだが、ゆきちからよりも銀河のちからのほうが茹で伸びしにくい傾向であった (加水率34%同士での比較)。また加水率は低いほうが茹で伸びには有利であった。

各評価項目に既定の配点割合を反映して求めた採点結果 (満点:50点) においても、銀河のちからはゆきちからよりも得点が高く、製麺適性が確認された。そして、熟成が進んだ段階 (製麺6日後) でも銀河のちからの評価が高かった。

4 結 言

銀河のちからについて、ゆきちからを対照とした中華麵の製麵試験を実施し、以下の結果を得た。

製麵の作業性については、麵帯を圧延する際に超強力粉の特徴が現れたものの、ロール掛け回数を増やし、またギャップを狭めることで対応可能であった。

銀河のちからの中華麵は、ゆきちからの麵よりも、破断応力、伸長率（引張試験）ともに約2割高と、かたくて弾力感のある麵であった。保存による熟成効果を調査したところ、物性的には麵が”やわらかく伸びの良い状態”に変化していることがわかった。なお、この様な熟成は加水率が高いほど進んでいた。

麵の色に関しては、銀河のちからとゆきちからに差はなく、麵の熟成時には同様に加水率が高いほど退色が進み易かった（明るさが低下し、赤味が上昇）。

官能試験の結果は、次の通りであった。

- 1) 銀河のちからは、ゆきちからよりも食感の評価が高く、茹で伸びしにくいと評価された。
- 2) 食味については、銀河のちからとゆきちからに差はなく、いずれも良い側の評価だった。

- 3) 銀河のちからは、ゆきちからよりも製麵適性が高いと評価された。

今回の試験結果から、銀河のちからは中華麵としての適性が充分にあると判断された。今後、県産小麦100%中華麵としてその利用と普及が期待される。

謝 辞

本研究の実施にあたり、（地独）北海道立総合研究機構・中央農業試験場の柳原哲司氏、阿部珠代氏より、貴重なご助言ならびに技術資料等をご提供いただきました。ここに深謝いたします。

文 献

- 1) 谷口義則, 中村和弘, 伊藤裕之, 平 将人, 中村俊樹, 石川吾郎, 吉川 亮, 八田浩一, 前島秀和, 伊藤美環子, 中村 洋, 伊藤誠治: 東北農研研報, **115**, 21 (2013)
- 2) 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
- 3) 小田聞多著: 新めんの本, 食品産業新聞社(1994)

県産超強力小麦「銀河のちから」の生パスタ製麺適性*

武山 進一**、清宮 靖之**、藤尾 充***、菅原 久子****、府金 慶*****

”銀河のちから”の製麺適性試験として、2種類の製麺方法(圧延法、押出法)で、加水率を変えて生パスタを試作し、物性試験、官能試験により評価した。”銀河のちから”の生パスタは、圧延法でも十分に製麺可能で(加水率27~35%)、パスタ専用粉であるデュラム小麦の麺と比較しても、物性的にも官能評価的にも良好な結果が得られた。”銀河のちから”はパスタ用としての高い製麺適性を有している。

キーワード：超強力粉、銀河のちから、生パスタ製麺適性

Evaluation of the fresh pasta made in Iwate with extra-strong wheat “Ginga-no-chikara”

**Shinichi TAKEYAMA, Yasuyuki SEIMIYA, Mitsuru FUJIO,
Hisako SUGAWARA and Kei FUGANE**

To test the quality of noodles made with extra-strong wheat “Ginga-no-chikara,” we tested fresh pasta made with two methods (the roll method and the extrusion method) and with different water/flour ratios. We evaluated the suitability of Ginga-no-chikara for pasta by measuring the physical properties of the noodles and applying sensory tests. The fresh pasta made from Ginga-no-chikara could also make noodle sufficiently by the roll method (27%-35% added water). The physical properties and sensory evaluations of fresh pasta made from Ginga-no-chikara were sufficient compared with the same for fresh pasta made from durum wheat. Thus, Ginga-no-chikara was excellent for making fresh pasta.

key words : extra-strong wheat, Ginga-no-chikara, Fresh pasta-making quality

1 はじめに

小麦品種「銀河のちから」¹⁾は、強靱なグルテンを持つ超強力硬質小麦であり、パンや中華めん適性が高いとされている。この超強力粉の特徴を活かした「銀河のちから」100%利用による麺開発への関心が高まったことから、県内製粉企業の要請により共同研究することにした。検討対象については、県産小麦の実需者である県内製麺企業から提案のあった、中華麺、生パスタとして、それらの製麺適性を試験した。本報告ではこのうちの生パスタの実施結果について報告する。

国産超強力小麦によるパスタ製麺の検討については、北海道産「北海262号」、「ゆめちから」、「北海259号」等での検討事例²⁻⁶⁾があり、一部は製品化されている。今回の対象である「銀河のちから」も超強力という同様の特徴を有することから、生パスタ製麺への期待が持たれ、実現すれば県産小麦100%生パスタの製造につながるものと考えた。

試験では、県内製麺企業での生パスタ製造を念頭に一般的な製麺方法であるロール圧延法(以下「圧延法」と、小規模パスタ店での利用を想定し低価格パスタマシンによる押出法の2種類の製麺法で検討することとした。また、その評価にあたっては、デュラム小麦(パスタ専用粉)で製麺した麺を比較対照とした。

2 実験方法

2-1 供試小麦粉

銀河のちから(H26年産、府金製粉製)ならびに、その対照としてパスタ専用粉であるデュラム小麦(旭製粉製)を試料とした。

2-2 製麺方法

ロール圧延式製麺機(中華麺と同じ製法)による圧延法と、市販パスタマシンを用いた押出法による製麺を試験した。

* 平成27年度 県内製粉企業との共同研究
** 食品技術部
*** 東日本産業株式会社
**** 菅原製粉製麺工場
***** 府金製粉株式会社

1) 圧延法 (ロール圧延式製麺機)

銀河のちからは加水率 29%を中心に2%ずつ加水量を変え、対照であるデュラム粉については加水率 29%で生パスタを製麺した。なお、加水率は原料粉に対する仕込水(水、全卵中の水分、アルコールを含む)の割合とした。

・配合割合

	加水率 29%	加水率±2%
小麦粉 (水分 13.5%)	500g	
全卵 (水分 75%)	100g	
食塩 (対粉 2%)	10g	
脱塩水	55g	±10g
70%アルコール (対粉 3%)	15g	

[備考]

・70%アルコール: グリコ栄養食品(株)「アルコール製剤 E&F70 シリーズ」(エタノール 67 重量%含有)

・ミキシング

家庭用の麺パン用ミキサー(現パナソニック(株)製)で8分間ミキシングし、シャワー方式で加水した。

・製麺

ロール式製麺機(大竹麺機製、ロール幅 150mm、切刃:丸 15 番使用)を用い、下記の条件で製麺した。

荒延べ(間隙 3mm) × 1 回、複合(間隙 3mm) × 2 回後、ポリ袋に入れて1時間ねかせた。その後、圧延し(間隙 2.0mm → 1.8mm → 1.6mm)、めん帯厚 2.0mm (目標)で切り出した(めん線長約 25cm)。麺は 120g ずつポリ袋に入れ密封後、10℃保管した。

2) 押出法

押出式製麺機 (PHILIPS 社「ヌードルメーカー」(型番 HR2365/01))を用いた。

・配合割合

圧延法での製麺と同配合とした。但し、脱塩水、食塩、アルコールは混合したのち約 4℃で冷蔵し、冷たい状態で使用した。

・ミキシング

製麺機はミキシングから製麺迄自動で行なえることから、ミキシングは本製麺機で5分間行った。

・製麺

2mm 丸麺用ダイスを取り付けて製麺した。麺は 120g ずつポリ袋に入れ密封後、10℃保管した。

2-3 物性測定

1) 測定用試料の調製

生パスタ 30g をイオン交換水約 1000ml (1L 容トルビーカー使用)で 5~11 分間茹でたのち、お湯を切り 20℃の水に 60 秒浸漬し、物性測定用試料とした。

2) 破断試験

山電クリープメータ RE-33005 を用い、伊藤ら³⁾の方法に準じた方法で、ゆで麺の破断応力および粘弾性を測定した。具体的には、プランジャーガイド No. 102 (幅 2.5mm

の切れ込み入り試料台)に麺線を切れ込みと直角に置いた状態で麺線両端を固定し、切断用プランジャーNo. 21 (カッター刃)を速度 5mm/秒で動作させ、麺線を切断し、そのまま約 13mm 押し込み測定した。なお、麺線の両端を固定するための器具は自作し、麺線の両端を各 9mm ずつクッション材で押さえ、麺線 30mm をカッターの刃で切断出来る様にした。

このような方法で、切断時の荷重(gf)から破断応力(N)を、麺線接触点から切断点までの距離(mm)から破断変形量(mm)測定した(図1参照)。これらより、「破断応力/変形量」を求め、この比が粘弾性の指標(値が低いほど粘弾性が高い^{2,3)})となることから、1回の測定で破断試験ならびに引張試験に準じた情報を得た。

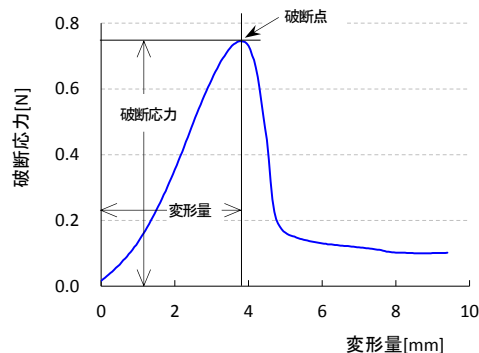


図1 パスタの破断応力-破断変形量曲線

2-4 色差測定

色差計 SD5000 (日本電色工業製)を用い、麺帯(製麺時に採取)の色差(反射法、SCE 測定) L*、a*、b*を測定した。

2-5 官能試験

銀河のちからと対照としてのデュラム小麦で、それぞれ圧延法、押出法で製麺(加水率 29%)し、製麺 1 日経過後の茹で麺を試食評価した。試験区を表 1 に示す。

評価は、強弱の評価として「かたさ、コシ、モチモチ感、滑らかさ、風味」の 5 項目を、嗜好の評価として「食感、食味、総合評価」の 3 項目を、それぞれ 7 段階評価(強弱評価では、弱:0 点~中間:3 点~強:6 点、嗜好評価では、不良:0 点~普通:3 点~良:6 点)する方式とした。パネラーは、岩手県工業技術センター職員 21 名で実施した。

表 1 官能試験(生パスタ)の試験区

試験区	原料小麦・製麺法
No. 1	デュラム・圧延法
No. 2	銀河のちから・圧延法
No. 3	デュラム・押出法
No. 4	銀河のちから・押出法

3 結果と考察

3-1 製麺作業性

銀河のちからを用いた生パスタの製麺は、圧延法では、加水率 27%~35%の範囲で製麺可能であった。このとき、加水率 25%では荒延べ段階で麺帯にならず、加水率 37%では圧延時にロールに巻きつき作業性が落ち、製麺後にも麺線がくっつき塊状になり易く実用的ではなかった。

押出法では、銀河のちからは、加水率 29~35%の範囲で製麺可能であった。加水率が低過ぎると押出時に圧力が掛かりエラーとなり、加水率が高過ぎると麺線がくっつき易くやはり実用的でなくなった。

なお、圧延法では丸#15の切刃(2mm幅)で、押出法では2mm丸麺用ダイスを用いて製麺したが、押出法の方が0.3mmほど太い麺になった。加水率29%の茹で麺(写真1)の太さ(厚さ)を図2に示す。



写真1 生パスタ茹で麺 (圧延法、加水率29%)
(左:デュラム、右:銀河のちから)

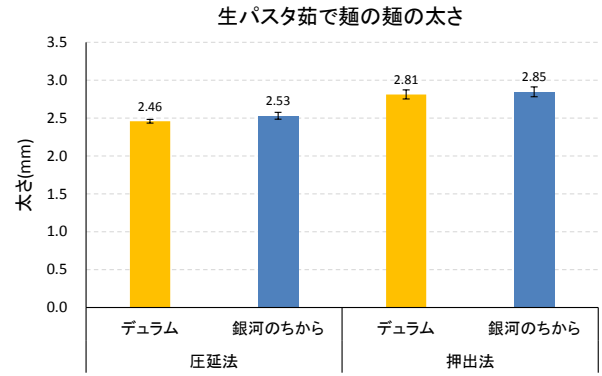


図2 生パスタ(加水率29%)茹で麺の太さ

3-2 物性

1) 加水率と物性の関係

加水率を変えて試作した生パスタ(茹で時間7分)の物性測定結果を図3、4に示す。なお、対照であるデュラム粉を用いた生パスタの加水率については、その製麺適性範囲を示したものではない。

結果より、全体的な傾向として、加水率が高いほど破断応力は低下し、破断応力/変形量(比)も低下する傾向があった。麺の水分含量が高いほど、かたさが低下し、粘弾性が高くなっており破断の際の伸長性がみられた。

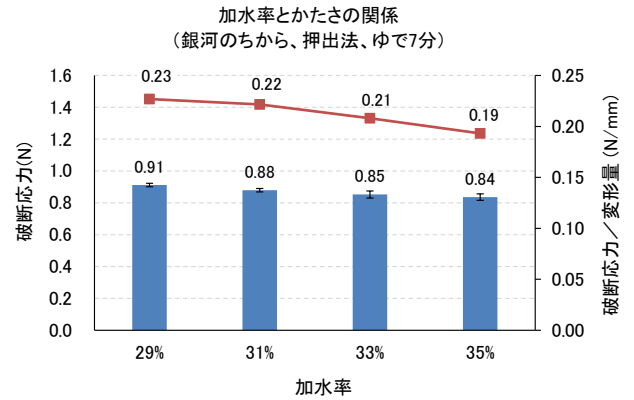
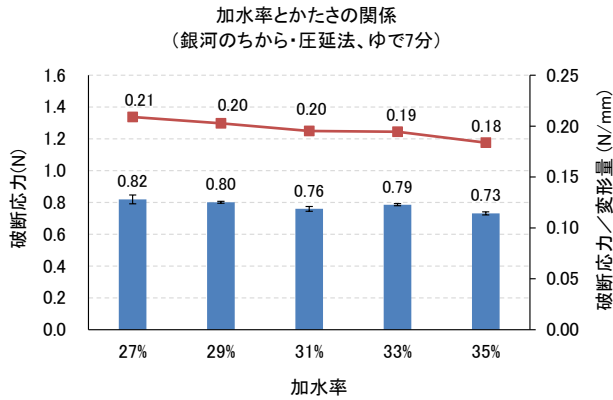


図3 銀河のちから生パスタの物性(左:圧延法、右:押出法)

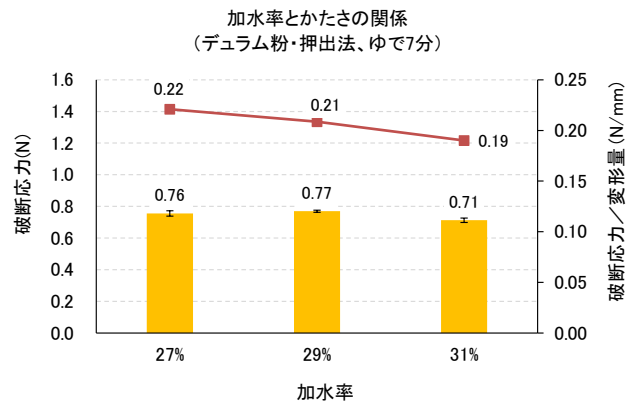
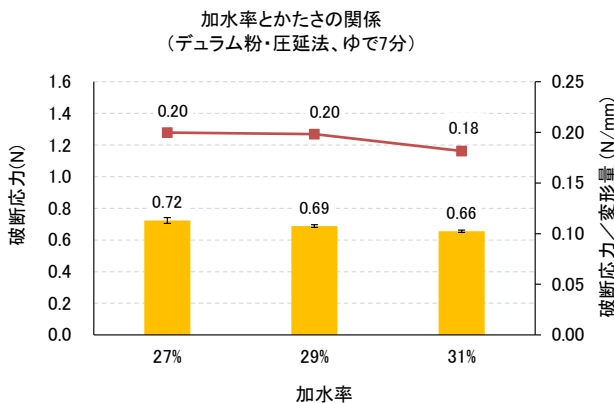


図4 デュラム粉生パスタの物性(左:圧延法、右:押出法)

銀河のちからパスタは、デュラム粉パスタと同一加水率で比較すると、圧延法（図3、4の左図）では、破断応力が増すものの、破断応力/変形量（比）はほぼ同じであることから、かたくなるが粘弾性は同じと評価される。これに対し押出法（図3、4の右図）では、銀河のちからがデュラム粉よりも、破断応力、破断応力/変形量（比）ともに増加しており、かたくて粘弾性が低い（＝破断時の伸長性が低い）とみなされたが、これは茹で時間が7分間では足りていないためとも考えられた。

2) 茹で時間の影響

茹で時間と物性の関係进行调查するため、加水率29%の生パスタについて、茹で時間を変化させた場合の物性を測定した。その結果を図5に示す。

適切な茹で時間を求めるため、生パスタの茹で時間を2分間隔で変化させて試験したところ、茹で時間に応じて破断応力、破断応力/変形量（比）は一定の傾向で減少することが確認された。製麺法の違いによる差も大き

く、圧延法の麺の茹で時間7分は、押出法の麺の場合は10分に相当し、これは麺の太さの違いによると考えられた。

パスタの茹で加減を一定にした比較の必要性から、十分に茹で上げられた状態として、麺断面の芯がほぼ残らない状態（写真2）を目安にして茹で上げてみたところ、この状態での破断応力/変形量（比）は0.19～0.20の範囲であった。破断応力/変形量（比）は、茹で加減を一定にする目安としても利用可能と考えられた。

3) 茹で加減を揃えた銀河のちから生パスタの物性

銀河のちからの生パスタ（加水率29%）について、デュラム粉を対照として、製麺法（圧延法、押出法）の比較を行うこととした。このときに茹で加減を揃える必要から、破断応力/変形量（比）が0.19～0.20になるよう、茹で時間を設定した（表2）。その設定時間で茹でた結果、茹で加減を揃えた場合でも、銀河のちからはデュラム粉よりも破断応力が高く（かたく）、押出法の方が、その差は大きく更にかたいものだった（図6）。

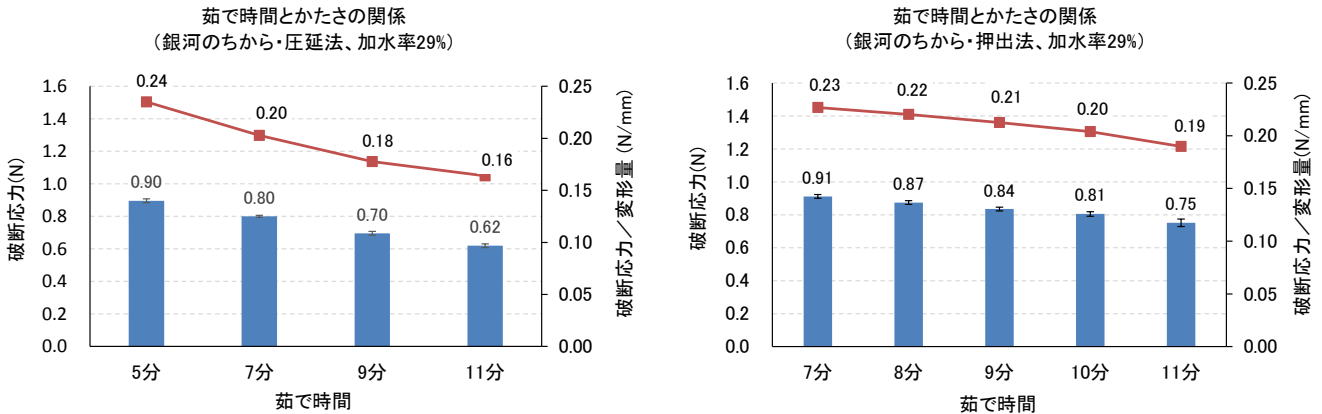


図5 生パスタ（加水率29%）の物性（左：圧延法、右：押出法）

表2 官能試験・試験区と、その茹で時間

試験区	小麦粉	製麺法	茹で時間(分)
No.1	デュラム粉	圧延法	6
No.2	銀河のちから	圧延法	6
No.3	デュラム粉	押出法	8
No.4	銀河のちから	押出法	10



写真2 茹で加減を調整したパスタの断面

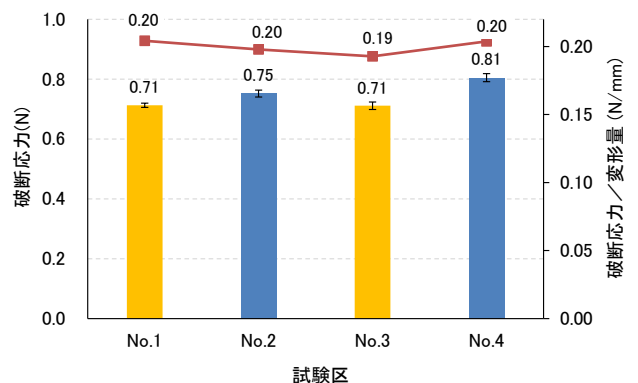


図6 生パスタ（官能試験・試験区）の物性

3-3 色差測定

生パスタ(麺帯)の色差測定結果を図7~9に示す。

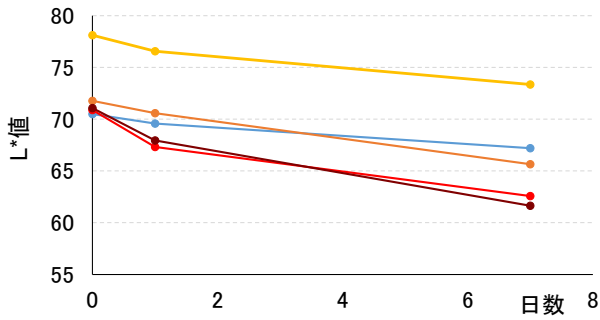


図7 生パスタ用麺帯の明度 (L*)

● デュラム・加水率29% ● 銀河のちから・加水率27%
 ● 銀河のちから・加水率29% ● 銀河のちから・加水率31%
 ● 銀河のちから・加水率33%

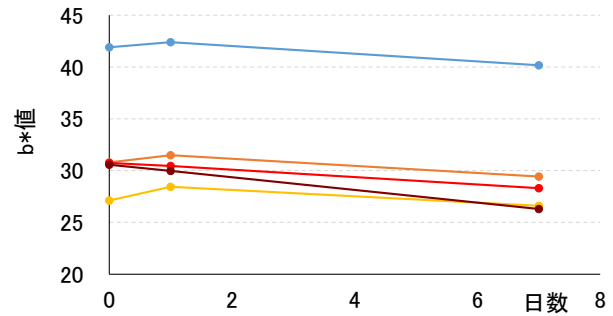


図9 生パスタ用麺帯のb*

● デュラム・加水率29% ● 銀河のちから・加水率27%
 ● 銀河のちから・加水率29% ● 銀河のちから・加水率31%
 ● 銀河のちから・加水率33%

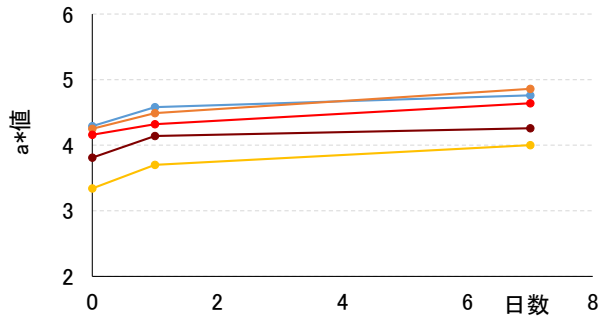


図8 生パスタ用麺帯のa*

● デュラム・加水率29% ● 銀河のちから・加水率27%
 ● 銀河のちから・加水率29% ● 銀河のちから・加水率31%
 ● 銀河のちから・加水率33%

明度 (L*値) は、加水率が低いほど高いが、保存により低下し、その差は広がった。保存により a* (赤味) は増加する傾向、b* (黄色味) は減少する傾向が確認されたが、あまり大きな変化では

なく、L*値の変化が一番大きいと言える。デュラム粉の b*値が極端に高かったが、これは麺帯の色が明らかに黄色味を帯びていたことによる。

3-4 官能試験

銀河のちから、およびデュラム粉の生パスタ(加水率 29%、製麺 1 日後の茹で麺)について、製麺法(圧延法、押出法)毎に試食評価した(試験区については、表 2、図 6 参照)。

評価項目は、強弱の評価として「かたさ、コシ、モチモチ感、滑らかさ、風味」の 5 項目を、嗜好の評価として「食感、食味、総合評価」の 3 項目を、それぞれ 7 段階評価する方式(強弱評価では、弱: 0 点~中間: 3 点~強: 6 点、嗜好評価では、不良: 0 点~普通: 3 点~良: 6 点)とした。官能試験結果を図 10 に示す。

1) 強弱の評価結果

かたさ、コシの 2 項目は、圧延法の方が押出法よりも”強い”側に評価される傾向があった。小麦粉の比較では、銀河のちからの方がデュラムより

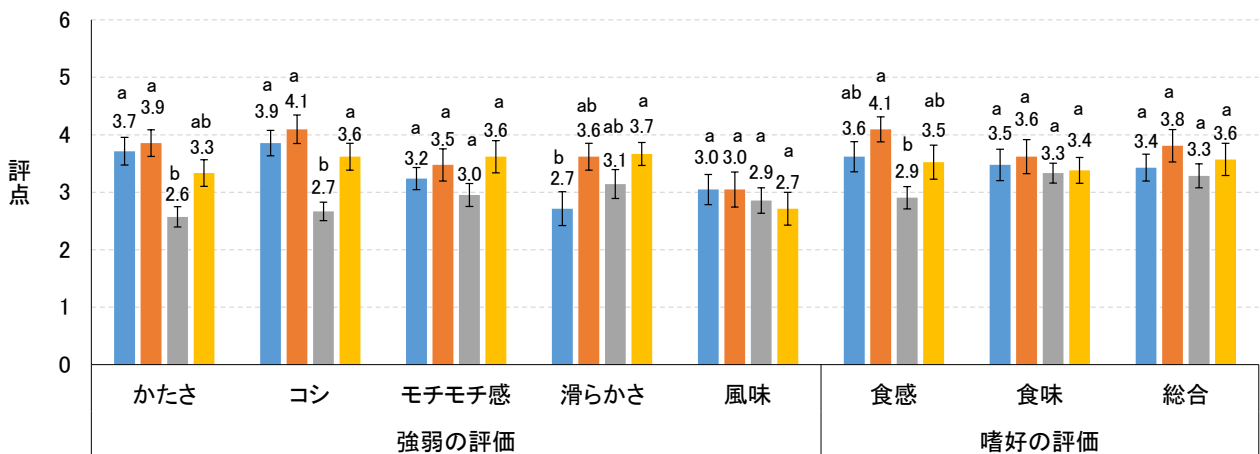


図10 生パスタ(加水率 29%)の官能試験 (n=21、0~6 点の 7 段階評価)

■ デュラム・圧延法 ■ 銀河のちから・圧延法 ■ デュラム・押出法 ■ 銀河のちから・押出法
 a-b: 項目内の異なる文字は試料間に有意差のあることを示す (Tukey-Kramer 法、p<0.05)

も、かたさ、コシがともに”強い”側に評価される傾向にあった。モチモチ感と風味の強弱については、製麺法や小麦粉による違いは無かった。

滑らかさの強弱については、試験区No.4(銀河のちから・押出法)では強いと評価されたのに対し、試験区No.1(デュラム・圧延法)は弱いと評価され両者に有意差が認められた(危険率5%)。銀河のちからとデュラムには、滑らかさの強弱に差があり、圧延法ではその差が明確に出たと言える。

2) 嗜好の評価結果

食感では、試験区No.2(銀河のちから・圧延法)が最も”好き”側評価となり、試験区No.3(デュラム・押出法)との間に有意差が認められた(危険率5%)。かたさ、コシ、滑らかさの強さが食感の評価につながったと考えられる。食味と総合評価に関しては、製麺法、小麦粉による違いは無く、すべて好き側の評価であった。

3) 物性測定結果と官能評価の比較

官能試験のかたさ(強弱)の評価結果と、物性測定の破断応力(N)は比例関係にあると予測していた。しかし、実際には製麺法の違いによる要因が大きく、破断応力がほぼ同じであっても、官能試験では圧延法の方が、”かたい”と評価されていた。この原因については、圧延法よりも押出法の麺が0.3mm太く製麺されたためと思われる。パスタの茹で加減は麺線中心部の状態で揃えるため、太い麺ほど茹で時間が長くなる。このとき麺の表面に近い部分に関しては、太い麺ほど”茹で過ぎ”状態となり、茹で時間の短い細い麺の方が、”かたい”、”コシがある”という評価に繋がったと考えられる。食感の違いを評価する際には、茹で麺状態での太さを揃えて実施すべきと考えられる。

4 結 言

銀河のちからについて、デュラム小麦を対照として、圧延法と押出法による生パスタの製麺試験を実施し、下記の結果を得た。

銀河のちからを用いた生パスタ製麺での適正な加水率は、圧延法では加水率27%~35%、押出法では加水率29~35%の範囲であった。

麺の物性については、茹で加減を揃えた状態で比較したところ、銀河のちからの麺はデュラムの麺よりも破断応力が高く(かたく)、圧延法よりも押出法の方がその差は大きかった(更にかたいものだった)。

官能試験結果からは、銀河のちからの生パスタは、かたさ、コシ、滑らかさの3項目で、デュラムよりも強い側に評価され、食感的にも好まれるものであり、銀河のちからの特徴としては、滑らかさ(強い)があげられた。

以上、デュラム粉を比較対照とした各種試験結果から、銀河のちからは生パスタの製麺適性が充分にあると判断された。

謝 辞

本研究の実施にあたり、(地独)北海道立総合研究機構・中央農業試験場の柳原哲司氏、阿部珠代氏、(独)農業・食品産業総合技術研究機構 北海道農業研究センターの伊藤美環子氏、八田浩一氏、および北海道立十勝圏地域食品加工技術センターの佐々木香子氏より、貴重なご助言ならびに技術資料等をご提供いただきました。ここに深謝いたします。

文 献

- 1) 谷口義則, 中村和弘, 伊藤裕之, 平 将人, 中村俊樹, 石川吾郎, 吉川 亮, 八田浩一, 前島秀和, 伊藤美環子, 中村 洋, 伊藤誠治: 東北農研研報, **115**, 21 (2013)
- 2) 農研機構, 北海道農業研究成果情報(平成21年度)「超強力小麦の生パスタ加工適性」, <http://www.naro.affrc.go.jp/org/harc/seika/h21/10.08/049/main.htm> (2015.7 参照)
- 3) M. Ito, W. M. Funatsuk, T. M. Ikeda, Z. Nishio, K. Nagasawa, T. Tabiki and H. Yamauchi: Breeding Science, **62**, 340-347 (2012)
- 4) 北海道立総合研究機構, 戦略研究報告書・北海道の総合力を活かした付加価値向上による食産業活性の推進, p47-56 (2015)
- 5) 北海道立十勝圏地域食品加工技術センター, 十勝産小麦および加工品の特性評価の検討, http://www.food-tokachi.jp/research/h24result/wheat_h24.pdf (2015.7 参照)
- 6) 北海道立十勝圏地域食品加工技術センター, パスタ加工における十勝産小麦の加工特性評価, http://www.food-tokachi.jp/research/h22result/pasta_h22.pdf (2015.7 参照)

地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告
平成 29 年 1 月 第 19 号

Journal of Local Independent Administrative Agency
Iwate Industrial Research Institute
2017 January Vol.19

発行 平成 29 年 1 月 24 日

地方独立行政法人岩手県工業技術センター

〒020-0857 岩手県盛岡市北飯岡 2-4-25

TEL: 019-635-1115

FAX: 019-635-0311

ホームページ URL: <http://www.pref.iwate.jp/~kiri/>

お問い合わせ E-mail: CD0002@pref.iwate.jp