

研 究 報 告

第 26 号

令和 5 年 12 月



Journal of
Local Independent Administrative Agency
Iwate Industrial Research Institute

Vol.26

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

電 話 : 019-635-1115

F A X : 019-635-0311

ホームページ : <https://www2.pref.iwate.jp/~kiri/>

電子メール : 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 26 号

目 次

◆ 電子情報システム部

- 1 AI スティックによる機械学習システムの構築と工作機械の工具損傷診断システムへの応用
(令和 3・4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (発展研究))
二瓶 貴之、菊池 貴、堀田 昌宏 3

◆ 機能材料技術部

- 2 木材パルプ／バイオプラスチック積層複合材の表面処理による力学特性の改善
【投稿論文再掲】成形加工 第 35 巻 第 5 号 (2023) p132-136
(令和 3 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (発展研究))
樋澤 健太 11

◆ 素形材プロセス技術部

- 3 3DCAD を用いた感性を満たす 3 次元曲面形状のデザイン手法
(令和 4 年度ものづくり DX システム導入支援強化業務
(DX 推進のためのモデル事例 (先進事例) の創出))
飯村 崇、生内 智、佐藤 昭、井上研司 16
- 4 設計最適化ツールを用いたものづくりの有用性と課題
(令和 4 年度ものづくり DX システム導入支援強化業務
(DX 推進のためのモデル事例 (先進事例) の創出))
黒須 信吾、南野 忠春、小原 照記 22
- 5 白鉄の鋳造割れ感受性に及ぼす硫黄の影響
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
高川 貫仁 31
- 6 長尺測長器のばらつき低減に関する考察
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
和合 健 35
- 7 球状黒鉛鉄の金属組織に及ぼす銅及びビスマスの複合添加の影響
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
高川 貫仁 40

◆ 産業デザイン部

- 8 材料押出法 3D プリンターの造形物におけるプラスチック材料の引張特性
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
長嶋 宏之 44

◆ 醸造技術部

- 9 色素含有平板培地による岩手県清酒酵母の識別
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
菊池 祥、佐藤 稔英、玉川 英幸 49

- 10 酸基醴配を用いた低アルコール清酒の醸造試験
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
佐藤 稔英 53

◆ 食品技術部

- 11 岩手県産食品等をサンプルとした香気成分分析の試行
(令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業 (可能性調査研究))
及川 和宏 57

AI スティックによる機械学習システムの構築と 工作機械の工具損傷診断システムへの応用*

二瓶 貴之**、菊池 貴**、堀田 昌宏**

製造加工の自動化・省人化における課題として工具の損傷や折損による加工工程の中断や歩留の低下などがあげられる。解決法として状態監視技術による異常診断が求められているが、近年の AI、IoT 技術の発達により、エッジコンピュータを用いて現場での異常診断が可能となってきている。本研究ではエッジコンピュータ上にデータ収集システムを構築し小径ドリルによる加工実験を行い従来の収集システムと比較した。また、深層学習モデルによって、基本的な診断システムを構築したので報告する。

キーワード： IoT、AI、エッジコンピューティング、異常検知

Build data acquisition system for machine tool damage diagnosis

NIHEI Takayuki, KIKUCHI Takashi and HOTTA Masahiro

Key words: Internet of Thing, Artificial Intelligence, Edge Computing, Anomaly detection

1 緒言

少子高齢化に伴い、労働人口の減少が問題になっている。特に製造加工業を行っている中小企業の現場では、人手不足の問題が常態化しており、AI や IoT 技術を用いて生産の効率化や自動化・省人化を進めることが急務となっている。しかしながら、AI、IoT 技術を導入するためには技術に習熟した人材や能力の高い計算機が必要であり導入にコストがかかるなどの要因により中小企業への普及は進んでいない¹⁾。

状態監視システムに関する技術は古くから研究がなされており、アコースティックエミッション法や振動診断による工具摩耗の状態監視技術などが研究されている^{2)~4)}。しかしながらそれらのような状態監視システムにかかる費用は比較的高額となるため、問題が起こった際に機械に設置し解析するなど限定的に使用されるにとどまっている。

一方で近年、工作機械の状態監視技術へ深層学習(ディープラーニング)を適用する方法が研究されており、工具の異常検知を精度よく予測できるようになってきている^{5)~7)}。また、最近では IoT 技術の著しい発展により高性能なセンサが手に入り易くなっている。ディープラーニング・アクセラレータとしては GPU や FPGA が主流であるが、近年は省消費電力で高速に並列演算ができる USB 接続デバイスも開発されており、それらは AI スティックと呼ばれる。2021 年時点においては入手性にも優れているため、現場でディープラーニング学習済

モデルの推論を行うためのハード面での AI、IoT 技術導入の敷居が大きく下がったといえる。

本研究では、小径ドリル加工をターゲットとして、工作機械の工具損傷診断を現場で実施するための深層学習モデルを構築すること、および AI スティックを活用し深層学習モデルをエッジコンピュータで実装することを目標とする。

本報告では、エッジコンピュータを用いたデータ収集(Data Acquisition、以下 DAQ)システムを構築し工作機械の振動データを取得したこと、取得したデータを用いて、異常診断用の深層学習モデルを構築、学習を実施したこと、および、深層学習モデルによる異常診断のシステム構築をエッジコンピュータ上に構築したことについて報告する。

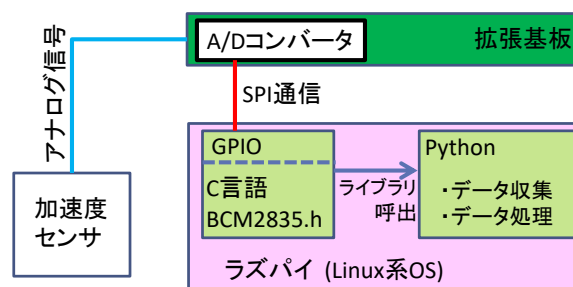


図1 ラズパイ DAQ システムの構成図

* 令和3・4年度技術シーズ創生・発展研究事業(発展研究)

** 電子情報システム部

表1 加工条件

工作機械	マシニングセンタ (三井精機工業 VS-3A)
ツール	Φ1.0 mm ストレートドリル 材質: Coハイス + TiAlNコート
被削材	アルミダイカスト合金 (ADC12) W75×D55×H20 (mm)
主軸回転数	10,000 rpm (166.7 Hz)
送り速度	18 mm/min (ノンステップ送り)
切削深さ	3 mm
冷却方式	乾式 (Airブローなし)

2 実験方法

2-1 データ収集システムの構成

エッジコンピュータとして Raspberry pi 4B (以下ラズパイ) を用い、ラズパイ上に加工時のデータを取得するシステム (ラズパイ DAQ システム) を構築した。

収集するデータは音響領域の周波数を想定しており、人が触診や聴覚で感じることでできる振動を扱うことから、広帯域な測定周波数 (10 Hz ~ 15 kHz) に対応したサンプリング周波数で収集するため、BCM2835 ライブラリなどによりラズパイ DAQ システムを構築した。ラズパイ DAQ システムの主な構成要素を図1に示す。

2-2 加工実験および振動データ取得

構築したラズパイ DAQ システムを用いて、マシニングセンタにて金属被削材の小径ドリル加工を行い、加工時の振動データを取得した。加工条件を表1に示す。

1 試験片に対し、2 mm の間隔で連続して穴を明け、それをドリルが折損するまで複数回繰り返した。振動センサは被削材直下のダイにマグネットチャックにて固定し、加工時の鉛直方向の加速度の変化を振動データとして計測した。

また、比較対象としてキスラー製の固定式切削動力計 9256A、チャージアンプ 5019 およびテクトロニクス製デジタルオシロスコープ TBS2074 を使用した。切削動力計を VS-3A に被削材の直下に併置し、被削材をボルト固定し加工時の切削抵抗 (3 軸方向) を収集した。図2にマシニングセンタ、被削材、振動データおよび切削動力計を

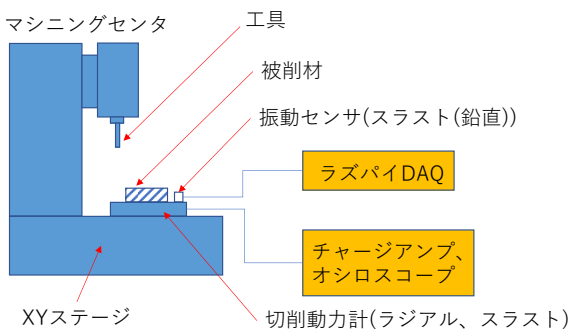


図2 加工時の振動データ取得実験の模式図

設置したときの模式図を示す。図2において奥行方向が X 軸 (ラジアル) 方向、左右方向が Y 軸 (ラジアル) 方向、鉛直方向が Z 軸 (スラスト) 方向となる。オシロスコープの収集条件はサンプリング周波数 12.5 kS/s で切削抵抗の振動データを記録した。また、計測に使用しているラズパイにてオシロスコープと Virtual Instrument Software Architecture による通信 (VISA 通信) を行い、切削抵抗の振動データを、ラズパイ DAQ システムの振動データと同時に取得した。

2-3 異常診断のためのオートエンコーダモデル構築および学習条件

産業機械の異常診断では、データ取得時は正常な運転時のデータが多く得られる反面、異常な状態で運転した時のデータは非常に少ないことが多い。したがって本研究では、正常データのみを用いて学習を行う「教師なし学習」ができるオートエンコーダを用いた異常診断を適用した。

オートエンコーダは深層学習のモデルアーキテクチャの一つであり、近年急速に研究が進められている技術である。オートエンコーダは、図3に示すように、それぞれエンコーダとデコーダの二つの多層パーセプトロンからなる。エンコーダ部では入力された信号を符号化しデコーダ部に送り、デコーダ部では符号化されたデータを元の信号に復号化する。

異常診断の分野では、オートエンコーダに入力データとして正常な状態の画像や正常稼働している時の振動データを学習させる。正常な状態のデータをオートエンコーダに入力すれば、元のデータを正しく復元するが、学習に用いていない異常な状態を入力すると正しく復元できない。入力データとオートエンコーダの復元データの差をとることによって、正常か異常を判断できるようになる。従来の異常診断では、ノイズ除去、フーリエ変換、などの処理を経て周波数成分解析を行い、パワースペクトル密度に変換し、異常兆候を特定の周波成分のパワースペクトル密度変化を事前に特定する必要がある。しかし、オートエンコーダによる異常診断では周波数成分解析前の振動データをそのまま用いることができるため、

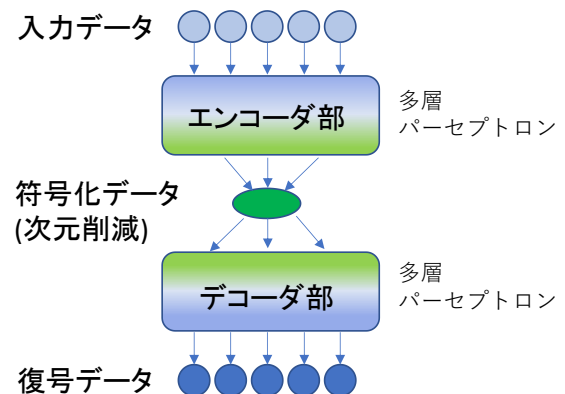


図3 オートエンコーダモデル

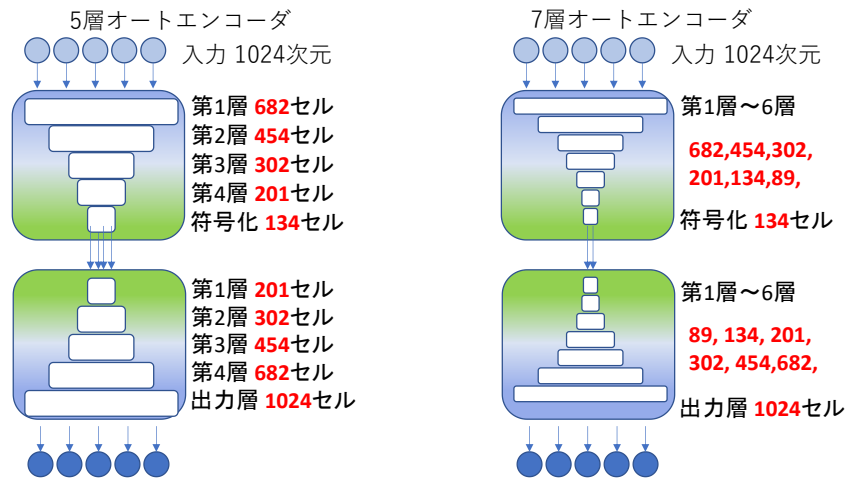


図4 5層および7層のオートエンコーダモデルにおける中間層のパーセプトロンセル数

その場で振動データを取得して診断するエッジ処理に適している。

本研究の小径ドリル加工の実験条件において、振動データを復元できるオートエンコーダの構造を検討した。使用した言語は Python で、深層学習フレームワークに TensorFlow2 (Keras) を用いてオートエンコーダを構築した。検討したオートエンコーダモデルの構造は表2に示す通りそれぞれ3層、5層、7層、9層のエンコーダ部、デコーダ部を持つオートエンコーダモデルで学習を行い、ドリル加工時の振動データをより復元できるモデルを探索した。本研究においては各層におけるハイパーパラメータの精密な調整は行わない。ただし、各構造はそれぞれエンコーダ部では層が進むに伴い各層のパーセプトロンセル数を一定の割合で減少させ、エンコーダ出力である符号化データの次元が入力点の約 10 分の 1 になるように調整を行っている。

例として、5層および7層のオートエンコーダモデルにおける各層のセル数を図4に示す。

深層学習モデルの学習条件を表3に示す。深層学習モデルの学習にはGPUを備えたワークステーションを用いた。本研究のDAQシステムにより取得した新品時から折損直前までの2,000穴分のデータのうち後半1割を除いたデータを学習に用いた。

その日の他の設備の稼働状況により振動データに突

発的なスパイクノイズが発生するため、 $n=3$ のメジアンフィルタ処理を実施した。

また、オートエンコーダモデルの入力次元(1,024点)を窓幅としたスライド窓により1穴分の振動データ(時系列データ点数約55,000点)につき、1,024点×約55,000点のデータセットを作成し、これを1,942穴分用意した。

2-4 マハラノビス距離による異常度の指標および異常診断システム

オートエンコーダモデルによって復号化されたデータは、そのままでは異常診断の指標として使用することはできない。1回あたりに計算される計測点数はオートエンコーダの入力および出力の次元に左右される。

本研究では、出力された符号化データと入力データの差を用いて、以下の式から計算されるマハラノビス距離(Mahalanobis Distance: M. D.)を異常度の指標として適用した。

$$M. D. = \sqrt{(\vec{x} - \vec{\mu})^T A^{-1} (\vec{x} - \vec{\mu})} \cdot \dots \cdot (1)$$

ここで、 A^{-1} は時系列データ1,024点の分散・共分散行列の逆行列であり、 \vec{x} はM. D.を求めたいある瞬間における計測データおよび復号化データの差分ベクトル1,024点、 $\vec{\mu}$ は1,024点の平均ベクトルである。分散・

表2 オートエンコーダモデル(AE)の検討構造

検討モデル	①3層AE	②5層AE	③7層AE	④9層AE
入力/出力	1024次元	1024次元	1024次元	1024次元
層数	3	5	7	9
中間層セル数	512~128	682~134	682~134	853~196
符号化	128次元	134次元	134次元	196次元
トレーニングパラメータ数	約69万	約123万	約125万	約275万

表3 深層学習モデルの学習条件

フレームワーク	: Tensorflow2.X (Keras)
モデル	: オートエンコーダ
評価関数	: 平均二乗誤差
最適化手法	: Adam
バッチサイズ	: 512バッチ
入力学習サイズ	: size=(512,1024)
エポック数	: 50~500エポック / 1ファイル
学習データ	: 1942ファイル

共分散行列は異常度を算出する基準データとなる。

また、本研究の異常度は推論計算一回につき1つ算出する。本DAQシステムにおいては計測点数1,024点にかかる計測時間は約100ミリ秒であるため、1穴分(約4~5秒)の間に40~50回程度の異常度が計算される。

2-5 エッジデバイスによるその場診断

TensorFlowやPyTorchなどの深層学習フレームワークを利用して学習した深層学習モデルは、計算処理の負荷が高くPC上でしか推論計算を実施することはできない。

エッジ処理では、小型のコンピュータであるラズパイ上で深層学習モデルによる推論計算を実施する必要があるが、1回の計算で数秒を要するため、リアルタイムでその場診断することは難しい。そこで、IntelのAIアクセラレータ(AIスティック)を利用することにより、ラズパイ上で高速に推論計算を実現した。

3 結果及び考察

3-1 加工実験による振動データ取得

図5は新品のドリルで加工を続け、ドリルが折損したときの写真である。折れた刃先は最後の穴に残っていた。本実験では折損までに約2,000穴の加工を要した。従って、折損は初期故障などの突発的なものでなく、加工面とドリルが凝着し切削後の引抜時に折損したと推測する。

ラズパイDAQシステムおよび切削動力計で取得した加工時の各計測量の振動データに対して、窓幅1,024点で短時間フーリエ変換(STFT)処理を行い、加工時振動データスペクトログラムをそれぞれ求めて比較した。

図6(a)および(c)は加工初期(約300穴目)および折損直前(約2,000穴目)の、切削動力計で取得した切削抵抗の振動データとスペクトログラムである。それぞれグラフ横軸は時間、縦軸は切削動力計のZ軸(スラスト方向)の切削抵抗である。切削抵抗のスラスト方向振動データでは、ドリルが被削材に接触して削っている時には振幅が大きい。しかし空転している時は振幅が小さいので、切削時及び空転時それぞれの状態が判別できる。これを利用して、振動データの自動計測システムを構築し、700穴目以降より適用した。

ラジアル方向の2つのデータでは、加工開始時点では振幅が小さいが、切削が進むと被削材とドリルの接する面が増大し、振幅が相対的に大きくなる。ラジアル方向のデータからは切削時と空転時の区別を行うことは難し

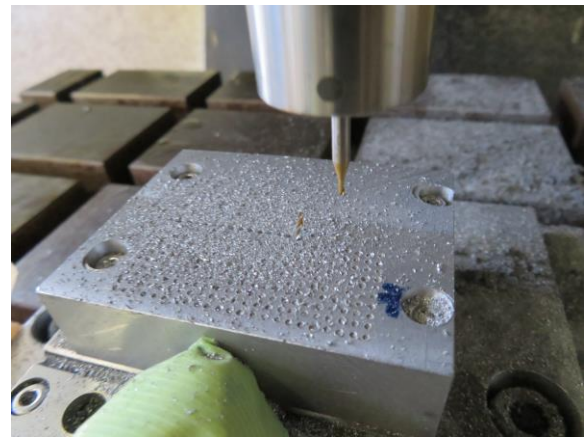


図5 ドリル折損時の様子

いと考える。

図6(b)および(d)は加速度の振動データおよびスペクトログラムである。横軸は時間で縦軸はADコンバータの読取電圧のビット値である。

加工初期(約300穴目)と折損直前(約2,000穴目)を比較すると、約300穴目では4.1kHzや3kHzの周波数が含まれる振動であったが、折損直前では2kHzや、500Hz以下の周波数領域の振動が含まれる振動であったことがわかった。

また、切削動力計とラズパイDAQシステムで取得したデータのスペクトログラムはそれぞれ周波数成分の強さや周波数に違いがみられるが、これは取得する物理量と計測位置が異なることに起因すると思われる。

折損直前に記録された振動データには、折損したと判断できるような振動波形は見られず、折損前の数百穴と類似する振動波形のみが記録されている。これは、ドリル体積が被削材の体積に対して相対的に小さいことから、折損の瞬間の振動も小さかったために計測されなかったものと推測する。

ところで、加工実験において、図7(a)に示すように、データにスパイクノイズが乗っている現象が見られた。これは他の機械設備の稼働状況に影響した外乱であると思われる。

機械学習する上でスパイクノイズは外乱であり、より正確な予知診断を実施するにはノイズ除去が必須となる。そこで、ノイズ除去の手法の一つであるメジアンフィルタ処理を適用することにより、ノイズ低減を図った。メジアンフィルタのフィルタサイズは $n=3$ とした。

図7(b)はメジアンフィルタ処理後の信号である。処理後の信号にはスパイクノイズが除去できている。また、処理前後それぞれの信号のスペクトログラムを比較しても、信号解析に必要な10kHz以下の振動情報を保持していることがわかる。

今回新たに構築したラズパイDAQシステムは、10kHz程度のサンプリング周波数でデータを取得することができ、使用した振動センサも15kHzまでの感度領域を持

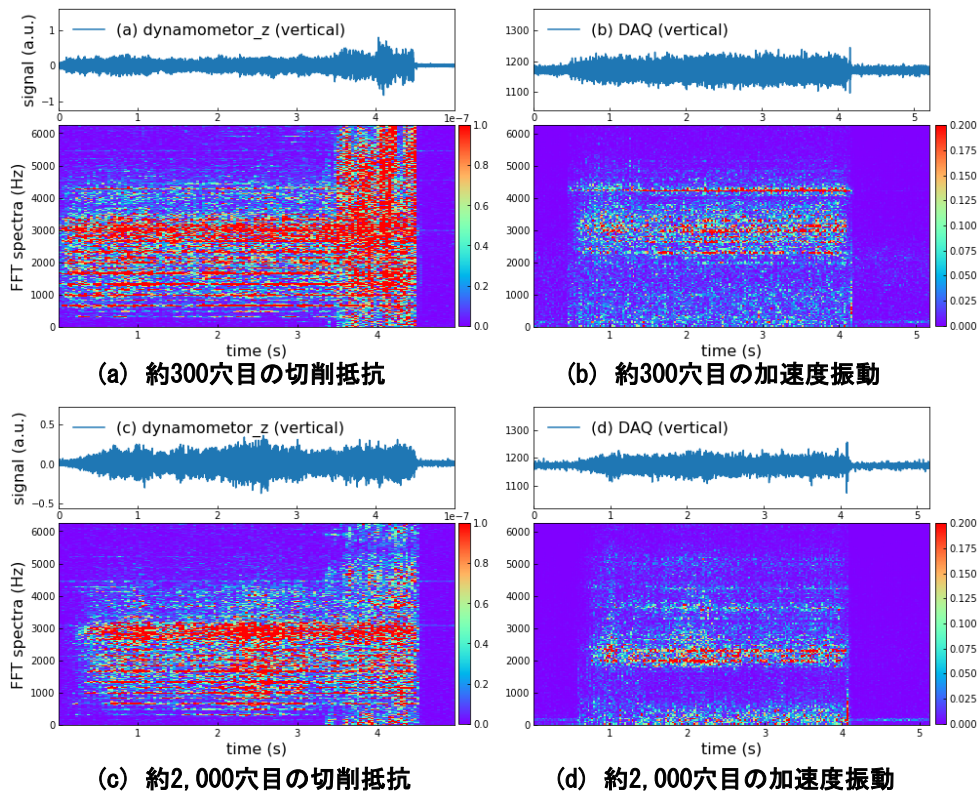


図6 切削動力計の切削抵抗(a, c) ならびにラズパイ DAQ の加速度(b, d)の各振動データおよびスペクトログラム
(a, b)加工初期(約300穴目)の例、(c, d)折損直前(約2,000穴目)の例

つものであるため、実際に切削時に発生する 10 kHz 程度までの高い周波数分解能を持つシステムを構築できた。

3-2 ドリル加工時の振動データに適したオートエンコーダモデルの構造検討

オートエンコーダの学習はGPUを備えたワークステーションで行った。1ファイル分にかかる時間はCPU使用で約20分、GPU時で約2分と約10分の1程度となり大幅に短縮された。また、各構造のオートエンコーダにつき、1942ファイル分の学習にそれぞれ平均約3日間程度を要した。

図8に、各条件のオートエンコーダの復元精度の結果

を示す。図中の各オートエンコーダモデルの結果の青線が振動データであり、赤線は復号データである。また、各グラフの縦軸はラズパイ DAQ から取得した電圧値を無次元化しており、横軸は時系列データである。

一回の推論計算で出力するのは時系列データ 1,024 点だが、見やすくするため横軸の出力点数を半分の 512 点にして表示している。図8中の3層および5層のオートエンコーダでは、復号されたデータが計測された振動データに対して再現されていないことが分かる。一方、7層および9層オートエンコーダモデルでは、計測された振動データをよく再現している様子が分かった。

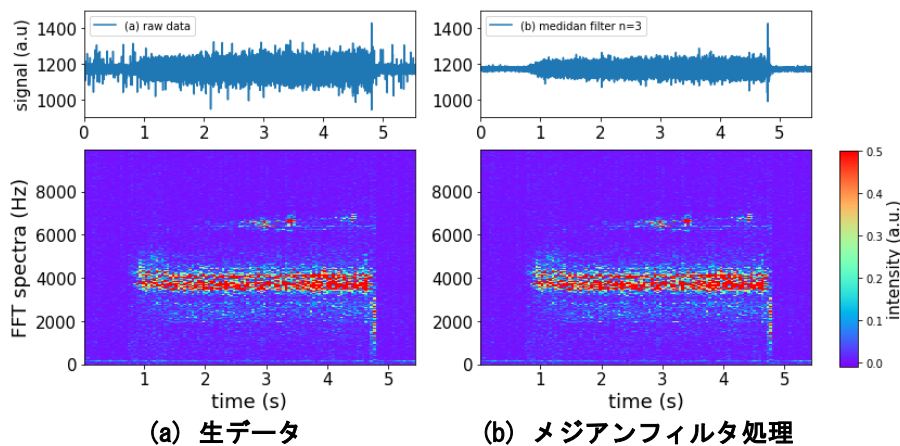


図7 スパイクノイズおよびメジアンフィルタ処理によるノイズ除去

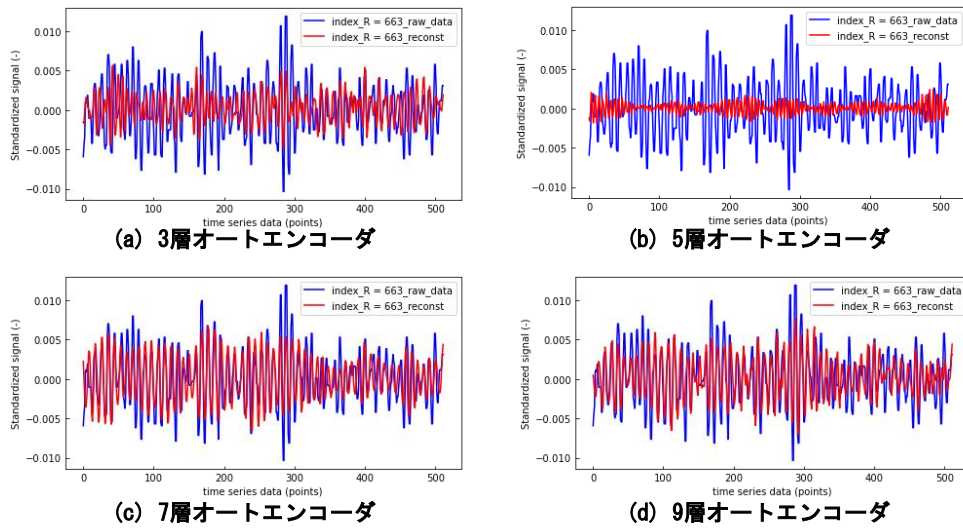


図8 各層のオートエンコーダモデルの復号の精度

一般に、深層学習モデルでは層数が多くなるほど、中間層のニューロン数が増えるほど複雑なデータを表現できると言われており、7層および9層の二つのオートエンコーダモデルは、3層および5層モデルと比較して加工実験の振動データ再現精度が高い結果となった。

次に、約1,000穴目の加工時の振動データ約5.5万点について、各層オートエンコーダモデルの計測データと復号データの絶対誤差をとり、それらをヒストグラムにしたものを図9に示す。各図中横軸は絶対誤差、縦軸は度数である。

各モデルの絶対誤差の平均値を比較すると、最も誤差が小さいのが7層オートエンコーダモデルであることが分かった。9層オートエンコーダモデルと比較すると、7層オートエンコーダモデルの復号データの絶対誤差の平均値は約20%小さく、絶対誤差の分散も小さい。故に、9層より7層オートエンコーダモデルの再現精度が高いと

言える。

9層より7層オートエンコーダモデルの再現精度が高い理由は、層数が深くなりすぎると、深層学習の際のバックプロパゲーション(誤差逆伝搬)の勾配が小さくなり、それ以上学習が進まなくなったためと考えられる。従って、9層以上に深いオートエンコーダモデルを構築しても本実験のドリル加工時の振動データの復号データの再現精度は高くならないと予想されるため、本研究に使用するオートエンコーダは7層オートエンコーダモデルが最適であると結論した。

3-3 マハラノビス距離による各加工時の異常度の可視化

7層オートエンコーダモデルの復号データと計測データの差から計算されるマハラノビス距離について、図10に示す。図10中(a)横軸は加工回数、縦軸はマハラノビ

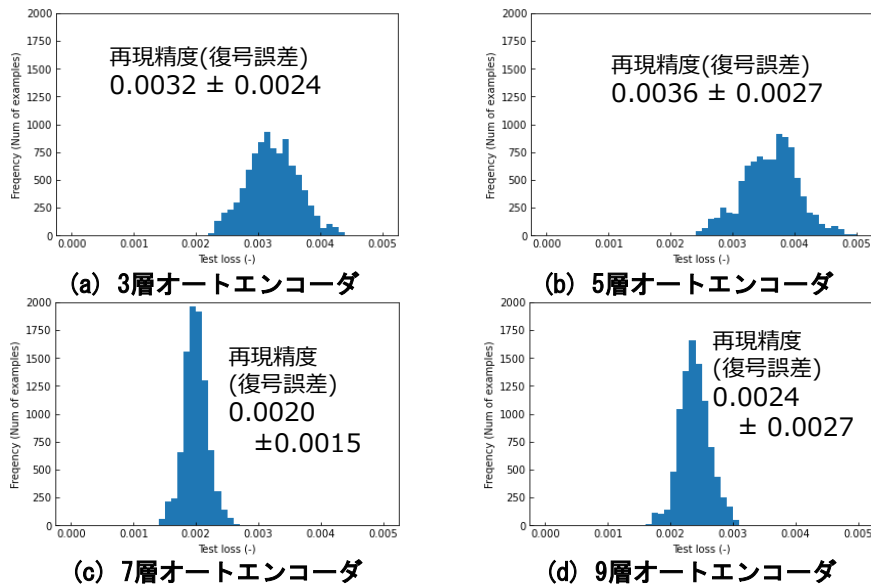


図9 各層オートエンコーダモデルにおける計測と復号データの絶対誤差ヒストグラム

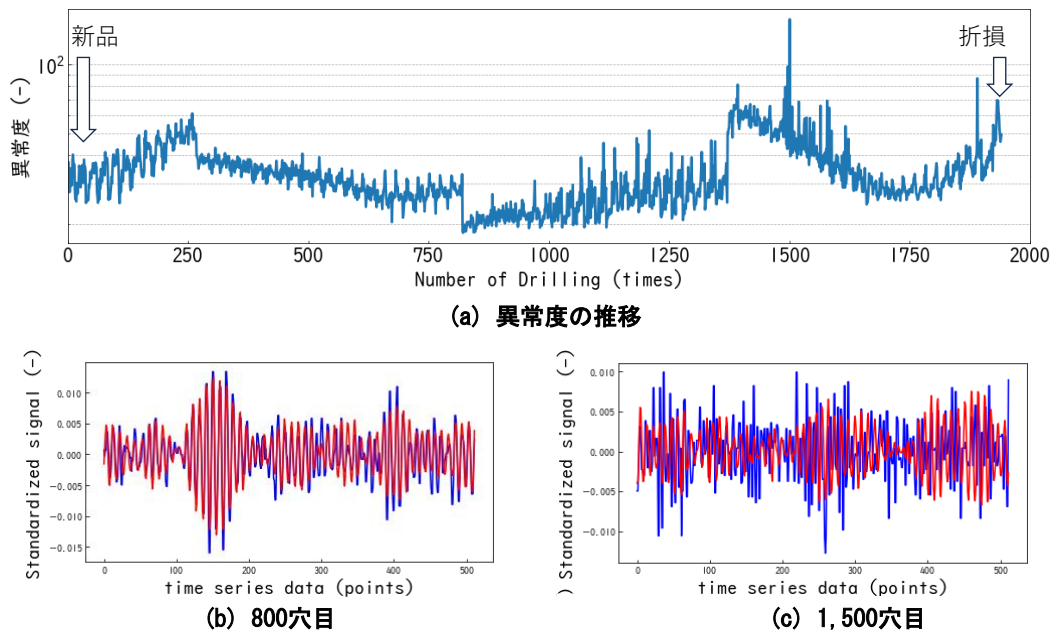


図10 (a) ドリル折損までの異常度の推移および (b), (c) 各加工回数の7層オートエンコーダの復号データ

ス距離を異常度として表示している。本結果は、1本のドリルが折損するまでの約2,000穴に対してマハラノビス距離を計算し、それを異常度の指標としてプロットしたものである。本結果は加工回数に対してマハラノビス距離が単調増加していないが、加工回数が800穴以降全体的に増加傾向にある。

また、図10中(a)は複数の箇所でも異常度が不連続で推移している。これは測定時の治具の固定が一定でなかったこと、被削材の形状(特に高さ)が統一できていなかったこと、そして加工時に計測された振動に含まれる周波数成分が変化したこと、によってオートエンコーダが復号できなかったため起こったと推察している。

図10中(b)、(c)において、異常度が低く計算されている約800穴目加工時の振動は再現精度が高い。一方で、最も異常度が高くなったのは約1,500穴目加工時であり、その時の復号データは計測データをほとんど再現していない。

また、1,300穴から1,750穴目までは加工回数に対して緩やかに異常度が低下しているが、その後は増加し、約2,000穴程度で折損に至る。これは、1,300穴から1,750穴目の間と1,750穴から1,300穴目の間で、ドリルの振動モードが変化するために異常度は増加したと推測している。

7層オートエンコーダモデルでは、この時の振動の再

現性が得られておらず、この振動モードの変化の特徴を学習できていない。従って、今回得られた7層オートエンコーダモデルから更に表現能力の高い深層学習モデルを構築する必要がある。

しかしながら、単純に9層を増やすなどでは学習が進まないため、スタッキングオートエンコーダ⁶⁾などの工夫が必要と思われる。

3-4 ラズパイを用いたエッジ処理による異常度判定

3-2にて構築した学習済の3層および7層オートエンコーダをラズパイに適用するために、ラズパイにインテルのNeural Compute Stick2 (NCS2)を接続した。そこに、Intel OpenVINO runtimeの環境を構築し、Tensorflowのmodel convertorを用いて、NCS2で利用可能なOpenVINO中間表現モデルに変換し、ラズパイにロードした。

比較のため、AIスティックを用いない場合として、TensorFlow liteに変換したモデルを利用した。

NCS2を用いた計算時間の結果を表4に示す。AIスティックがない場合、1,024点の時系列データに対する復号データの計算時間は1,000ミリ秒以上を要した。

開発したラズパイDAQシステムにおいて1,024点の振動データを取得するのに要する時間は約100ミリ秒である。それ以上を深層学習計算のために使用すると、振動データが計測されない不感時間(デッドタイム)の割合が50%以上となる。この場合、診断時に必要な情報を含む計

表4 Neural Compute Stick2を用いた深層学習推論計算時間の比較

	AIスティックなし3層	AI + 3層AE	AI + 7層AE
パラメータ数	69万個	69万個	125万個
平均誤差(a.u.)	0.0032	0.0032	0.0020
計算時間	1秒(1000ms)以上	3.2 ± 1.85ms	3.75 ± 1.92ms

測データを見逃す可能性が高くなり、リアルタイム診断をすることが困難である。

一方で、AI スティックを用いた3層オートエンコーダの場合は計算時間が約3.2ミリ秒となり、100ミリ秒に対して非常に短時間で推論計算が行える。そのため、計測時間に対するデッドタイムが5%程度となり、診断時に必要な情報を見逃さない。

また、3層オートエンコーダのパラメータ約69万個に対し、7層オートエンコーダは約125万個と約2倍程度多い。しかし、7層オートエンコーダの推論計算にかかる時間は約3.7ミリ秒と、極僅かに伸びるものの、デッドタイムの割合にはほぼ影響がなかった。従って、3層同様に7層オートエンコーダにおいても、リアルタイム診断を実施することが可能であることが分かった。

4 結 言

本研究では、工作機械の異常診断のためのDAQシステムをラズパイで構築し、従来法として切削動力計の切削抵抗との比較を行った。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) データ収集システムをラズパイ上に構築した。ラズパイDAQシステムは約10kHz程度の高いサンプリング周波数を有している。
- (2) ラズパイDAQシステムで取得したデータを用い振動の変動係数を算出することで切削状態と空転状態を区別でき、それによって自動で振動データを記録できるようにした。
- (3) 小径ドリル加工の加工実験を行い、収集データの比較を行った。加工初期では4.1kHz及び3kHzの周波数が、折損直前では2kHzや、500Hz以下の周波数領域の振動が含まれる振動であったことから、切削加工の状態をラズパイDAQシステムのデータで判断できることが示唆された。
深層学習モデルであるオートエンコーダを構築し、7層オートエンコーダが最もよく加工時の振動データを再現した。
- (4) オートエンコーダの復号データと計測データの差から、ばらつきを考慮したマハラノビス距離を計算し、異常度の指標とした。
- (5) エッジデバイスとして使用しているラズベリーパイにAIスティックを接続し、AIスティック上で7層オートエンコーダを搭載、推論計算したところ、3.7ミリ

秒と非常に短い時間で推論を行うことができ、リアルタイム診断が実施可能であることを確認した。

今後の課題について示す。

7層オートエンコーダモデルは今回検討した条件のなかでは最も再現精度がよかったが、再現精度から計算される異常度は加工回数に対して単調増加していない。

異常診断を行うための理想的なモデルは、加工回数が増えるにつれて徐々に再現しなくなるようなモデルが望まれるが、本研究ではそのようなモデルを構築するまでには至らなかった。

今後、学習データを増やし適切な学習を実施することや更なる深層学習モデルの構造を検討し、再現精度を高めていく。

文 献

- 1) 総務省：令和2年版情報通信白書，p217 (2020)
- 2) 尾上守夫：アコースティックエミッションの基礎と応用，pp1-4(1976)
- 3) 長谷重蘭，和田正毅，古賀俊彦，三科博司：アコースティックエミッション法を用いた加工状態監視に関する基礎研究，精密工学会学術講演会講演論文集 2010S(0)，355-356 (2010)
- 4) Bjorn Weichbrodt: “Mechanical Signature Analysis, A New Tool for product Assurance and Early Fault Detection”, Proc. STH. R/M Cof, 1966.
- 5) Oliver Janssens, Viktor Slavkovikj, Bram Vervish, Kurt Stockman, Mia Loccufier, Steven Verstockt, Rik Van de Walle, Sofie Van Hoecke: Convolutional Neural Network Based Fault Detection for Rotating Machinery, Journal of Sound and Vibration 377, 331-345 (2016)
- 6) Zhou Xiang, Xining Zhang, Wenwen Zhang, Xinrui Xia: Fault diagnosis of rolling bearing under fluctuating speed and variable load based on TCO Spectrum and Stacking Auto-encoder, Measurement 138, 162-174 (2019)
- 7) 朝日翔太，松井彩華，田村哲嗣，速水悟，井指諒亮，古川輝，内藤孝昌：再帰的オートエンコーダを用いた振動データによる工場設備の故障予測手法の提案，Transactions of the JSME (日本機械学会論文集)，Vol. 86, No. 891 (2020)



木材パルプ／バイオプラスチック積層複合材料の 表面処理による力学特性の改善

樋澤 健太*

Improvements in Mechanical Properties of Wood-pulp/Bio-plastic laminated Composites by the Surface Treatment

Toisawa, Kenta*

In this study, wood-pulp/bio-based poly (butylene succinate) (Bio-PBS) laminated composites were made by using papermaking techniques. Wood-pulp fibers were treated with 3-aminopropyltrimethoxysilane (APTMS) and poly (vinyl alcohol) (PVA) to improve the interfacial adhesion between the wood-pulp fibers and Bio-PBS. Wood-pulp fibers without being processed (PF), wood-pulp fibers treated by APTMS (PF-Si), and wood-pulp fibers treated by both APTMS and PVA (PF-Si/PVA) were converted to sheets by the papermaking technique. Those sheets and Bio-PBS films were used to make wood-pulp/Bio-PBS laminated composites by hot-pressing and cut into test pieces. Tensile testing and the heat distortion temperature measurements were conducted with those samples. As a result, the tensile strength of composites was close in value to that expected by the Reuss model when the volume fraction of wood-pulp was 12% and 24%. Furthermore, the tensile strength of composites containing PF-Si/PVA was higher than that of composites containing PF and PF-Si. The heat distortion temperature of the composites was higher than that of Bio-PBS, although the effects of surface treatment on the heat distortion temperature were not confirmed. Microscopy observations of composite fractures indicated that the surface treatment of wood-pulp fibers enhanced interfacial adhesion between the wood-pulp fibers and Bio-PBS.

Key words : Wood-pulp, Bioplastic, Surface treatment, Mechanical properties

1. 緒 言

プラスチックはその軽さや強さ、利便性等から、20世紀以降人類の日常生活に不可欠な素材として、身の周りの幅広い製品に利用されてきた。従来のプラスチック製品の多くは、石油から精製され自然界で分解しないものが多いが、近年、地球温暖化や海洋プラスチック汚染等の環境問題の深刻化を背景に、従来のプラスチックに代わり、バイオプラスチック（バイオマスプラスチックと生分解性プラスチックの総称）を活用する動きが盛んになっている。日本では2050年までに温室効果ガス排出量の実質ゼロを達成する「カーボンニュートラル宣言」が掲げられ、その目標達成のため2019年5月にプラスチック資源循環戦略が

策定された。さらに2022年4月よりプラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律¹⁾が施行され、従来の3R (Reuse・Reduce・Recycle) に Renewable (木材や紙、バイオマスプラスチック等の再生可能資源の活用) を加えた基本原則が掲げられた。これらを受け、製品の設計から廃棄物の処理に至るまでの各段階においてプラスチックの資源循環促進に向けた取組みがより一層求められるようになった。

プラスチック製品中には、一般的にプラスチックの物性を改善するための様々な添加剤が含まれており、その一つにフィラーと呼ばれる補強材が挙げられる。従来のフィラーとしてはガラス繊維がよく用いられてきたが、ガラス繊維は難リサイクル性であるため、資源循環の観点から、バイオプラスチックの補強材として、再生可能資源である植物由来繊維の活用が期待されている。一方、木材は日本に数多く存在する植物資源であり、木材から作られるパルプは古くから印刷・情報用紙や家庭紙の原料として用いられてきた。しかしながら、近年のデジタル化の加速に伴う紙媒体の需要低減から、製紙関連業界では紙の原料となる木材パルプの新たな活用方法の提案が急務となっている。

* (地独)岩手県工業技術センター
Iwate Industrial Research Institute
盛岡市北飯岡 2-4-25 (〒020-0857)
2-4-25, Kitaioka, Morioka-shi, Iwate 020-0857, Japan
k-toisawa@pref.iwate.jp
2022.9.12 受理
<https://doi.org/10.4325/seikeikakou.35.000>

バイオプラスチックの中では、生分解性を有するバイオマスプラスチックであるポリ乳酸の物性改善に関する研究開発が古くから行われてきた^{2)~4)}。ポリ乳酸は曲げ強さや引張強さといった機械的特性については汎用プラスチックのポリプロピレンと同様の特性を示すが、耐熱性が低い性質が課題となっている。一方、ポリ乳酸と同じく生分解性を有するバイオマスプラスチックであるポリブチレンサクシネート（以下、バイオPBSという）が近年開発され、機械的特性はポリ乳酸に劣るものの、ポリ乳酸と比べ高い耐熱性や生分解性を有することから、今後の利用拡大が期待されている。

植物由来のバイオプラスチック用補強材としては、竹^{5)~7)}やケナフ^{8),9)}、バガス繊維¹⁰⁾等の非木材由来パルプの他、近年ではパルプ繊維をナノレベルまで解したセルロースナノファイバーの利用に関する研究が報告されている^{11)~13)}。一方、木材由来のパルプ繊維自体を強化材として利用した報告例は多くない¹⁴⁾。そこで著者は、木材パルプとバイオPBSからなる複合材料の開発を行うこととした。複合化手法には、炭素繊維強化プラスチックの成形においてよく行われる繊維シートと樹脂シートの積層による方法を用いた。セルロースを主成分とする植物由来繊維とプラスチックの複合化において、親水性のセルロースと疎水性のプラスチックとは親和性が乏しいため、両者の界面接着性が弱く、十分な補強効果が期待できない。また、木材パルプは繊維表面が毛羽立った形態をしており、複合化工程において溶融状態のプラスチックがパルプ表面まで均一に含浸しにくい。そのため、木材パルプの複合化による補強効果を高めるには木材パルプと樹脂の界面接着性を向上させ、木材パルプ表面への樹脂の含浸を促進させる方策が必要となる。本研究では、界面接着性の向上を目的としたシランカップリング剤による木材パルプの表面改質およびポリビニルアルコール（以下、PVAという）を用いた木材パルプへの樹脂の含浸促進処理を行い、木材パルプの表面処理が複合材料の引張特性や耐熱性に及ぼす影響について調査した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材料

木材パルプとして岩手県産広葉樹由来の高漂白パルプ（岩手県内製紙メーカー提供品）を用いた。図1に使用した木材パルプの外観および走査型電子顕微鏡（SEM）像を示す。バイオプラスチックとしてバイオPBS（三菱ケミカル製 FORZEAS ZF-7003）を用いた。木材パルプの表面改質剤として、3-アミノプロピルトリメトキシシラ

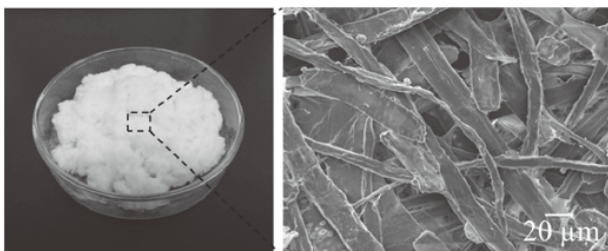


Fig.1 Appearance and SEM image of wood-pulp

ン（信越化学工業製 KBM 903, 以下, APTMS という）を用い、純水を加え 5 mass% 水溶液とした。木材パルプの含浸促進処理用の添加剤として PVA（デンカ製 B-05）を用い、純水を加え 5 mass% 水溶液とした。

2.2 木材パルプのシート加工と表面処理

木材パルプ繊維の凝集を解するため、木材パルプを純水中に 1 mass% 添加し、家庭用ミキサー（株式会社テスコム製 TM 845）を用いて 10 min 攪拌した後、手抄きにより乾燥後の厚みが約 100 μm, 200 μm, および 300 μm のシート状に加工した。シート状木材パルプを 5 mass% APTMS 水溶液中に 1, 5, 10, 20, 30 min 浸せし、風乾することで木材パルプの表面改質を行った。APTMS の木材パルプ表面への吸着量の評価として、APTMS の構成元素であるケイ素を指標とし、X 線光電子分光分析装置（株式会社島津製作所製 AXIS-NOVA, 以下, XPS という）によるケイ素の元素組成比を算出した。表面改質を行ったシート状木材パルプを 5 mass% PVA 水溶液中に 1 min 浸せし、風乾することで含浸促進処理を行った。PVA による木材パルプ表面の被覆状態は、フーリエ変換赤外分光分析装置（サーモフィッシャーサイエンティフィック製 Nicolet iS 50+ Continuum, 以下, FTIR という）による定性分析および SEM による表面形態観察により評価した。また、表面処理が木材パルプシートの引張特性へ及ぼす影響を確認するため、木材パルプシートをダンベル形状（JIS K 7127 タイプ 5）に打抜き加工した試験片について、万能材料試験機（Instron 社製 5982 型）を用いて試験速度を 10 mm/min, チャック間距離を 80 mm とし、引張試験を行った。なお、応力については試験荷重を試験片の細い平行部の初期断面積で除して算出し、ひずみについてはチャック間距離の増加量を初期のチャック間距離で除した引張呼びひずみを用いた。

2.3 バイオPBSのフィルム加工

T ダイ押出成形機（株式会社東洋精機製作所製ラボプラストミル, L/D=25, D はスクリー径, L はスクリー長さ）を用い、T ダイ温度を 170 °C とし、バイオPBS を厚さ約 100 μm のフィルム状に加工した。

2.4 積層複合材料の作製

図2に積層複合材料の作製方法の概念を示す。表面改質および含浸促進処理を行ったシート状木材パルプ n 枚とバイオPBSのフィルム (n+1) 枚を交互に積層し、卓上型油圧式ホットプレス機（アズワン製 HC 300）を用いて金型温度を 180 °C とし、0.1 MPa の加圧力で 300 s 保持し、その後冷却水により約 8 °C/min で金型を常温まで冷却し、木材パルプ/バイオPBS積層複合材料（以下、複合材料という）を得た。なお、木材パルプの積層数は引張試

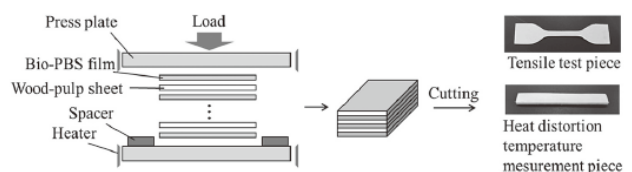


Fig.2 Methods for fabrication of laminated composites and test pieces

験用では $n=1$, 荷重たわみ温度測定用では複合材料の厚みが 4 mm となるよう $n=28$ とした。その後、打ち抜き加工により作製した試験片について、万能材料試験機を用いて JIS K 7127 を参考に試験速度を 10 mm/min , チャック間距離を 80 mm とし、引張試験を行った。なお、応力については試験荷重を試験片の細い平行部の初期断面積で除して算出し、ひずみについてはチャック間距離の増加量を初期のチャック間距離で除した引張呼びひずみを用いた。引張試験後の試験片について、光学顕微鏡による外観および SEM による破断面の形態観察を行った。また、切削加工により作製した試験片について、ヒートデステーションテスター（榊安田精機製作所製 No.148-HD-PC）を用いて JIS K 7191 を参考に負荷応力を 0.45 MPa , 規定のたわみ量を 0.36 mm , 支点間距離を 64 mm とし、フラットワイズ法による荷重たわみ温度測定を行った。

3. 実験結果

3.1 木材パルプの表面処理状態の評価

図 3 に APTMS 水溶液への浸せき時間を変化させて表面改質を行った木材パルプの XPS によるケイ素の元素組成比の測定結果を示す。浸せき時間 1 min 以上でケイ素の元素組成比が飽和する傾向が見られたことから、以降の実験では APTMS 水溶液への木材パルプの浸せき時間を

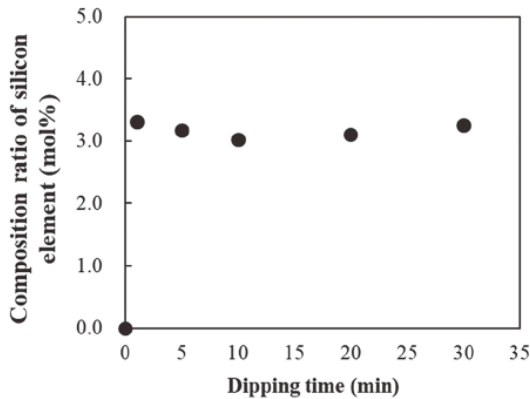


Fig. 3 Composition ratio of silicon element from XPS on the surface of wood-pulp treated by APTMS (PF-Si) dependent on dipping time

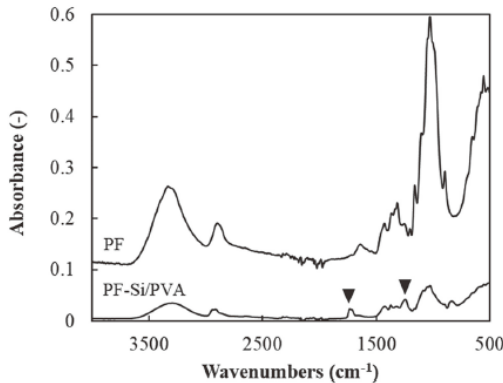


Fig. 4 FTIR spectra of untreated wood-pulp fibers (PF) and wood-pulp fibers treated by both APTMS and PVA (PF-Si/PVA)

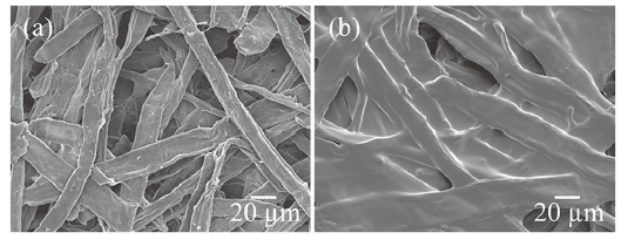


Fig. 5 SEM images of wood-pulp (a) PF-Si (b) PF-Si/PVA

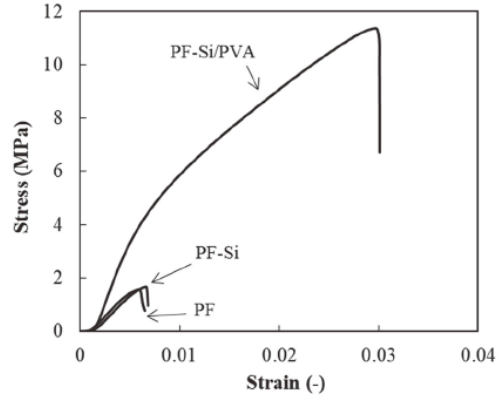


Fig. 6 Tensile stress-strain curves of three kinds of wood-pulp fiber sheets (PF, PF-Si, PF-Si/PVA)

1 min とした。図 4 に未処理の木材パルプ (PF) と APTMS による表面改質および PVA による含浸促進処を行った木材パルプ (PF-Si/PVA) の FTIR による表面分析結果を示す。含浸促進処理後の木材パルプではセルロース中の各官能基由来のピークに加え、 1740 cm^{-1} 付近の $\text{C}=\text{O}$ 伸縮振動に由来するピークおよび 1245 cm^{-1} 付近の $\text{C}-\text{O}$ 伸縮振動に由来するピークが確認され、PVA による被覆が示唆された。

図 5 に APTMS による表面改質を行った木材パルプ (PF-Si) および PF-Si/PVA の SEM 像を示す。図 1 に示した未処理の木材パルプ表面と比較すると、PF-Si では繊維表面の形態に変化は見られないが、PF-Si/PVA では繊維の表面が PVA により被覆されている様子が観察された。図 6 に未処理および各種表面処理を行った木材パルプシートの引張試験における応力-ひずみ曲線を示す。PF-Si は PF と同等の引張強さを示すのに対し、PF-Si/PVA は PF と比べ約 7 倍高い引張強さを示し、PVA による含浸促進処理は木材パルプシート自体の強度を向上させる効果があることが分かった。

3.2 複合材料の物性評価

3.2.1 引張試験

木材パルプシートの厚みを $100\text{ }\mu\text{m}$ とし、PF, PF-Si, PF-Si/PVA を用いてそれぞれ作製した複合材料およびバイオ PBS の引張試験における応力-ひずみ曲線を図 7 に示す。PF-Si/PVA が最も高い引張強さを示し、次いで PF-Si, PF の順に高くなった。図 8 に複合材料の引張試験後の試験片破断面の SEM 像を示す。PF-Si/PVA では PF-Si および PF と比べ、木材パルプの繊維表面がバイオ PBS で覆われている様子が観察された。西野らは、ケナフ織

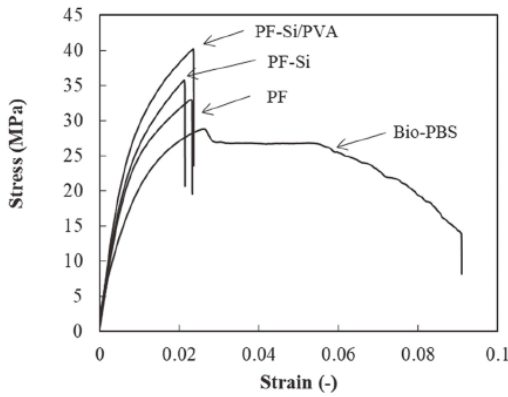


Fig. 7 Tensile stress-strain curves of Bio-PBS and three kinds of composites (PF, PF-Si, PF-Si/PVA)

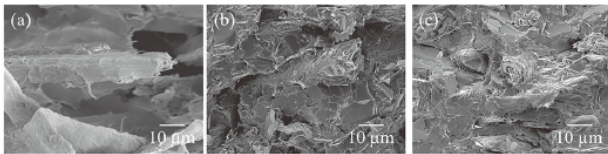


Fig. 8 SEM images of fracture surface of the test pieces after tensile test (a) PF (b) PF-Si (c) PF-Si/PVA

維/ポリ乳酸複合材料について、ケナフ繊維に対しシランカップリング剤で処理することにより、未処理の場合と比べ引張強さが増加したことを報告している¹⁵⁾。本研究においては、木材パルプ表面に吸着した APTMS 中のアミノ基と PVA 中の含酸素官能基との相互作用に起因する界面接着性の向上作用に加え、PVA による木材パルプシートの強度向上および樹脂含浸性の向上作用により、PF-Si/PVA の引張強さが最も高くなったと推察される。

複合材料の引張強さのさらなる向上を目指し、厚みを 100 μm から 200 μm および 300 μm に増加させた木材パルプシートを作製し、木材パルプ含有率の増加について検討した。図 9 に PF および PF-Si/PVA を用いて作製した複合材料試験片の引張強さの測定結果を示す。なお、複合材料中における木材パルプの体積含有率 (V_f) は、バイオ PBS および木材パルプシートの重量と比重から算出し、シート

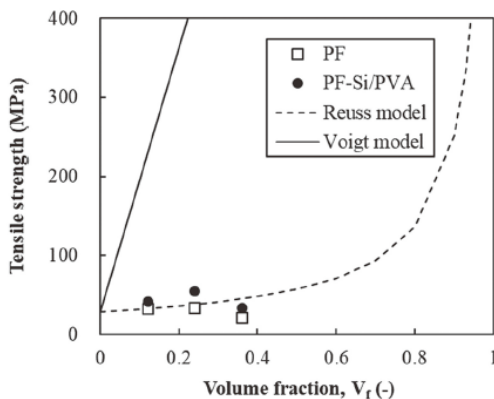


Fig. 9 Tensile strength of composites at different volume fraction

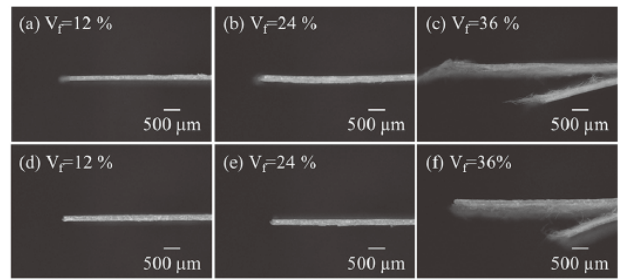


Fig. 10 Optical microscope images of the test pieces after tensile test (a, b, c) with PF (d, e, f) with PF-Si/PVA

厚み 100, 200, 300 μm の場合にそれぞれ $V_f = 12, 24, 36\%$ である。PF-Si/PVA を用いた場合に、 $V_f = 24\%$ において 55 MPa の引張強さを示し、 $V_f = 12\%$ のときの約 1.4 倍に向上した。

得られた結果を検討するために、複合則から予測した計算値との比較を行った。最も単純な複合則理論として Voigt 則¹⁶⁾および Reuss 則¹⁷⁾が知られており、これらに基づく複合材料の強度はそれぞれ式(1)および式(2)で表される。

$$\sigma_c = V_f \sigma_f + (1 - V_f) \sigma_m \quad (1)$$

$$\frac{1}{\sigma_c} = \frac{V_f}{\sigma_f} + \frac{1 - V_f}{\sigma_m} \quad (2)$$

ここで σ_c は複合材料の強度、 σ_f は強化繊維の強度、 σ_m はマトリックス樹脂の強度を指す。本研究では、Page らの研究により報告されているパルプ単繊維の引張強さ¹⁸⁾を参考に $\sigma_f = 1700$ MPa とし、図 7 に示したバイオ PBS の引張試験結果から $\sigma_m = 29$ MPa とした。図中の実線および破線はそれぞれ Voigt 則および Reuss 則による引張強さの計算値を示している。Voigt 則は繊維軸方向、Reuss 則は繊維垂直方向の力学特性を示し、これらは複合材料の機械的特性の上限および下限を示すことが知られている。 $V_f = 12, 24\%$ の場合に、PF では Reuss 則による計算値に近い値を示した。また、PF-Si/PVA では Reuss 則による計算値と比べ $V_f = 12\%$ のときに約 1.3 倍、 $V_f = 24\%$ のときに約 1.4 倍高い値を示したことから、前述のように表面改質による樹脂と繊維の界面接着性の向上や PVA による木材パルプシートの強度向上の効果が発現したものと思われる。一方、 $V_f = 36\%$ では PF および PF-Si/PVA のいずれも Reuss 則から予測される計算値よりも低い値を示した。図 10 に引張試験後の試験片側面からの破断箇所付近の光学顕微鏡写真を示す。PF および PF-Si/PVA のいずれも $V_f = 12, 24\%$ の場合は試験片の破壊形式が凝集破壊であったのに対し、 $V_f = 36\%$ では木材パルプシートの層内剥離が生じていたことから、木材パルプシートの厚みの増加に伴い樹脂含浸性が不十分となり、十分な補強効果が得られなかったと考えられる。破壊形式の改善のため、含浸促進処理条件およびホットプレス条件の詳細な検討が今後の課題である。

3.2.2 荷重たわみ温度測定

図 11 に木材パルプシートの厚みを 100 μm とし、PF および PF-Si/PVA を用いて作製した複合材料の負荷応力

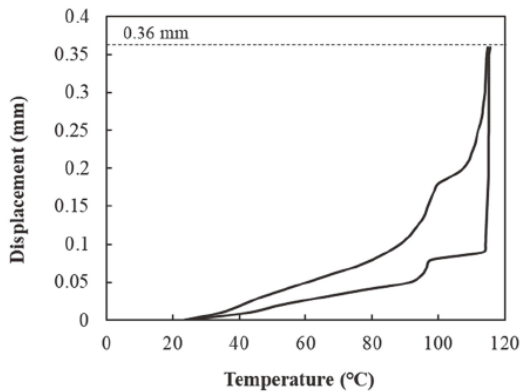


Fig. 11 Displacement-temperature curves of two kinds of composites (PF, PF-Si/PVA)

0.45 MPa におけるたわみ-温度曲線を示す。使用したバイオ PBS の荷重たわみ温度（公称値）が 102 °C であるのに対し、複合材料の荷重たわみ温度は PF, PF-Si/PVA を用いた場合にそれぞれ 115 °C, 116 °C となり、木材パルプの複合化により荷重たわみ温度が上昇した。多くのプラスチックにおいて高温では常温時と比べ結晶弾性率が低下するのに対し、木材パルプの主成分であるセルロースの結晶弾性率は 200 °C までほぼ一定であることから、木材パルプの複合化により高温での剛性が向上したためと考えられる。また、PF に比べ、PF-Si/PVA の方が温度上昇に対するたわみ量の増加が鈍化する傾向が見られ、表面処理により高温での剛性が向上することが分かった。PF と PF-Si/PVA の荷重たわみ温度に差異が見られなかったのは、使用したバイオ PBS の融点が約 120 °C であることから、樹脂自体の融解反応の影響と考えられる。

4. 結 言

本研究では、表面処理を行った木材パルプとバイオ PBS からなる積層複合材料を作製し、引張特性および耐熱性の評価を行い、以下の知見が得られた。

- (1) 木材パルプに対し 3-アミノプロピルトリメトキシシランによる表面改質およびポリビニルアルコールによる含浸促進処理を行うことで、未処理の場合と比べ引張強さが高くなった。
- (2) 木材パルプの体積含有率 (V_f) を変化させた複合材料の引張強さの測定値は、 $V_f=12, 24\%$ では複合則理論における Reuss 則による計算値に近い値となった。一方、 $V_f=36\%$ では計算値と比べ低い値を示し、破壊形式がパルプの層内剥離となった。

- (3) 複合材料の荷重たわみ温度はバイオ PBS 単体と比べ高くなった。また、木材パルプの表面処理により高温での剛性が向上することが分かった。

今後は、開発した材料の実用化を目指し、引張強さのさらなる向上に向けた木材パルプの表面処理条件やホットプレス条件等の検討を行う予定である。

参 考 文 献

- 1) プラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律（令和三年法律第六十号）
- 2) 満田諒, 井上遼平, 原良輔, 佐藤貞雄：成形加工, 19 (11), 730(2007)
- 3) 伊藤公一, 阿部聡美, 石川優：成形加工, 22 (8), 445 (2010)
- 4) 曾山誠, 木内幸浩, 位地正年：高分子論文集, 69 (4), 179(2012)
- 5) Tanaka, C., Okubo, K. and Fujii, T. : *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, 58 (5), 368 (2009)
- 6) Tokoro, R., Vu, D. M., Okubo, K., Tanaka, T., Fujii, T. and Fujiura, T. : *J. Mater. Sci.*, 43 (2), 775 (2008)
- 7) Young, W. B. and Tsao, Y. C. : *J. Compos. Mater.*, 49 (22), 2803 (2015)
- 8) 芹澤慎, 井上和彦, 位地正年：高分子論文集, 62 (4), 177 (2005)
- 9) Ochi, S. : *Mech. Mater.*, 40 (4-5), 446 (2008)
- 10) 阪本浩規, 今村信幸, 西野雄大, 川崎真一, 山田和志, 西村寛之：成形加工, 28 (3), 119 (2016)
- 11) 仙波健, 伊藤彰浩, 上坂貴宏, 北川和男, 佐藤明弘, 田熊邦郎, 俵正崇, 矢野浩之：京都市産業技術研究所研究報告, (4), (2014)
- 12) 川野優希, 水野渡, 高松周一, 岡野優, 藤牧寛城, 永田健二, 坪井国雄, 橋場洋美, 明野美也子：富山県産業技術研究開発センター研究報告, (34), 49 (2020)
- 13) Jonoobi, M., Harun, J., Mathew, A. P. and Oksman, K. : *Compos. Sci. Technol.*, 70 (12), 1742 (2010)
- 14) Peltola, H., Lmmonen, K., Johansson, L., Virkajarvi, J. and Sandquist, D. : *J. Appl. Polym. Sci.*, 136 (37), 47955 (2019)
- 15) Nishino, T., Hirao, K. and Kotera, M. : *Composites A*, 37, 2269 (2006)
- 16) Voigt, W. : *Wied. Ann.*, 38, 573 (1889)
- 17) Reuss, A. : *Z. Angew. Math. Mech.*, 9, 55 (1929)
- 18) Page, D. H. and EL-Hosseiny, F. : *J. Pulp Paper. Sci., Trans Techn. Sect.* 9 (4), TR 99 (1983)

3DCAD を用いた感性を満たす 3 次元曲面形状のデザイン手法*

飯村 崇**、生内 智***、佐藤 昭****、井上研司****

はさみの柄のように、3 次元曲面形状を持つ部品は手作業で作製したものと 3DCAD で設計し加工したものの間で、見た目の柔らかさに違いが感じられるという意見が多い。そこで、本研究ではより作業性の高い方法で、見た目の柔らかさを実現することを目標とした。研究の結果、物体を構成する面を意図的に曲面とし、その断面の半径を積極的に変化させるなどの基本的なルールにより、見た目の柔らかさを表現可能であることが確認できた。

キーワード：3DCAD、手作業、見た目の柔らかさ

Design Method with 3DCAD for 3D Curved Shapes that Satisfies Senses of Designer

IIMURA Takashi, OBONAI Tomo, SATOH Akira and INOUE Kenji

Key words : 3DCAD, handwork, Softness of appearance

1 緒 言

木工製品や理容・美容用のはさみの柄のように、長年作り続けられている 3 次元曲面形状を持つ部品は、2 次元のデザイン図などを参考に手作業で直接形状を仕上げる人が多い。大量生産される部品においても、手作業で作製したサンプル（図 1）を電極として利用して放電加工で金型を作製したり、サンプルを基にならい加工で同じ形状を作製したりと、手作業でのデザインが重要である。一方、機械加工をする企業は、近年の進歩した CAD/CAM 技術を導入し、機械加工の多くを NC 化して生産性を高めており（図 2）、支給された電極での金型加工やサンプルを基にしたならい加工などと言った旧来の方法は行われなくなっている。そのため、今後は、はさみの柄のような 3 次元曲面形状においても、これまでの手作業に大きく依存していた製造方法を見直し、3DCAD データを基にした製造方法に転換していく必要がある。昨年度は、手作業により作製した試作サンプル（銅電極）を 3D スキャナで取り込み、サンプルや金型作製のデータとして活用する、いわゆるリバースエンジニアリングに関する研究を実施した。しかし、試作サンプルを手作業で作製するには、熟練技術が必要でありかつ製作時間を要することから、3DCAD で直接設計を行っていくことが重要であることがわかった。ただし、3DCAD で設計し加工したものは手作業で作製したもの比べ、機能的で無駄がないと感じられる一方、見た目の柔らかさを感じにくいという意見が多い。原因として、3DCAD で設計した部品を構成する面が単一の R のみの曲面や平面であったりすることが考えられる。このような問題をなくすた

めに、「美しい曲面」の創生が研究テーマとして継続的に取り上げられており^{1), 2), 3)}、今なお難しい課題である。どちらが良いかは利用者の好みによるが、片方しか作れないと、顧客ニーズに十分に答えることができず企業として問題である。



図 1 手作業で作製した（見た目の柔らかさが感じられる）サンプル（従来は、金型加工の電極としても使用していた）



図 2 CAD で設計し、CAM で加工プログラムを作成して加工を行った（機能的で無駄のないと感じられる）サンプル

そこで本研究では、より作業性の高い方法で見た目の柔らかさを実現することを目標とする。そのためにはまず、見た目の柔らかさについて明確にする必要がある。

* 令和 4 年度ものづくり DX システム導入支援強化業務（DX 推進のためのモデル事例（先進事例）の創出）

** 素形材プロセス技術部（現：DX 推進特命部）

*** 素形材プロセス技術部

**** 榎東光舎

そこで、初めに、形状測定により手作業で作製したサンプルと 3DCAD 設計のサンプルを比較し、両者の違いから見た目の柔らかさを定義する。また、得られた違いを 3DCAD 設計データに意図的に反映させ、見た目の柔らかさを反映させた設計方法を確立する。

2 実験方法

2-1 既存のはさみの柄のデジタルデータの検討

既存のサンプルを 3D スキャナ (COMET6 Carl Zeiss 社) を用いて測定し、得られた点群データを変換ソフト (Geomagic Design X 3DSystems 社) の自動面貼機能で 3DCAD データ化する。得られる 3DCAD データは測定した点群データのいくつかを用いて作った小さな曲面を多数張り合わせたような状態になることから、それぞれの曲面の R を調査し、手作業で行ったデザインにおける曲面の変動を把握し、見た目の柔らかさとは何か検討する。

2-2 2次元形状の検討

2-1 で得られた 3DCAD データの曲面寸法の変動をもとに、2DCAD (Jw_CAD フリーソフト) を使用し寸法を変化させた 2次元形状を作成し、寸法の変化の影響を確認する。寸法の変化の影響を確認するための形状として、単純でわかりやすい円を使用することとした。円を中心角で 10 度毎に等分割し、10 度毎に弧の長さをランダムに変化させた場合の形状を作成して、これを目視で評価し影響を確認できる寸法変化量を特定する。

2-3 3次元形状の検討

2-1、2-2 で実施した寸法の変化などを基にはさみの柄の 3DCAD データを作成する。また CAD ソフトは、表示を高速化するために表示する形状を簡素化していることから、実際の印象と異なる場合があるため、作成した CAD データをもとに、マシニングセンタで形状確認用のサンプル加工し、実際に手に取るなどして評価を行う。CAD/CAM のデータ作成には 3DCAD ソフト (TopSolid TOPSOLID 社) を使用する。作製するサンプルは 8 種類

で、変化は上面の R、側面の R、およびフィレットに加える。それぞれの特徴を表 1 に示す。Sample 1~3 は弦や指孔の外形がゆがむことによる見た目の変化の影響を確認するため、元の形状から弦 (つる) の部分と指孔の部分の側面の曲率を変化させる。Sample4、5 は、上面が平面では無く曲面になった時の影響を確認するため、上面全体に一定の曲率を与えたもので、Sample5 は、併せて弦の部分のフィレット大きさを変えている。ただし、CAD での作図のしやすさを考慮し、ねじ周りは単純な円盤形状とし別途曲率を与えている。Sample6 は、ねじ周りまで一定の曲率にしたもの。Sample7、8 は、弦上面の曲率を弦の横幅に応じて変化させたもので、7 は 4、5 と同様にねじ部を円盤で作図したもの、8 は 6 と同様にねじ部もほかの部分と同様の方法で R を与えたものである。

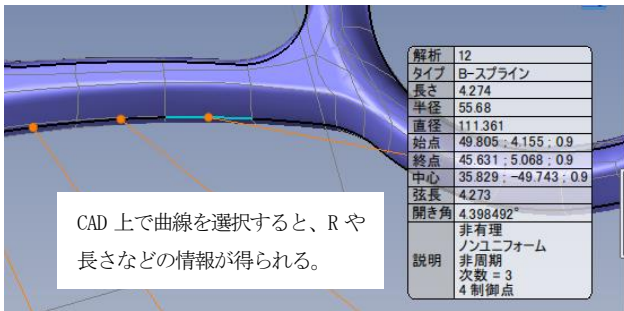
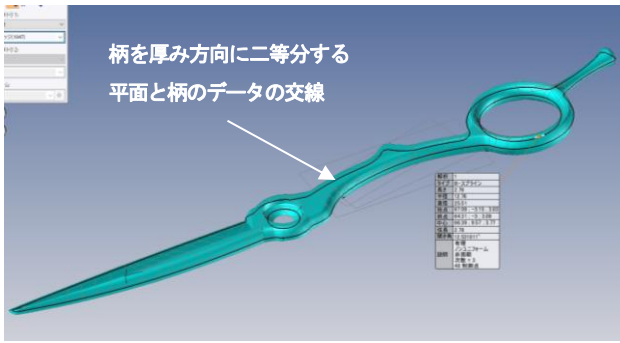
3 実験結果および考察

3-1 既存のはさみの柄のデジタルデータ

既存のはさみの柄を 3D スキャナで測定し、3DCAD データ化したものを図 3、4 に示す。DesignX の自動面貼によって作成された 3DCAD データは図 3、4 のように多くの小さい曲面で構成されている。そこで、はさみを厚み方向に二等分する平面とはさみのデータの交線を作成し、この交線の R を CAD の解析機能を用いて、自動面貼で作成された小さな曲面ごとに分割して求め、その変動を調査する。測定は、曲率の変化が大きい指孔周辺について行った。測定箇所は静刃の指孔の外周 (図 5) 及び内周 (図 6) と動刃の指孔の内周 (図 7) の 3 か所である。横軸には測定箇所 (ねじ穴側から反時計回りに順に番号を振ったもの)、縦軸には分割した曲線の長さ (length) と、R の大きさ (R) をプロットしている。曲線を円に近似できなかった部分は、R の値を空欄とした。曲線の長さは 1~5mm 程度で安定している。それぞれの R の平均値及び R の変化量 $\Delta R (\Delta R_n = |R_n - R_{n-1}|)$ の平均値は、静刃側指孔外周で $R=15.1$ 、 $\Delta R=6.4$ 、静刃側指孔内周で $R=11.9$ 、 $\Delta R=3.7$ 、

表 1 作製するサンプル形状

形状変化の箇所	上面 R	側面 R	フィレット
Sample1	無し	指孔外周及び弦を 8 分割し、そのうち 2 か所ずつを $R \times 0.7$ と $R \times 1.3$ に変更	R1.0
Sample2	無し	8 分割 2 か所ずつ $R \times 0.5$ と $R \times 1.5$	R1.0
Sample3	無し	8 分割 元の R に対し弧が 0.1 mm ずれるように (sample1、2 より大きいずれ)、変更した R を 4 か所に挿入	R1.0
Sample4	一定曲率 ねじ部円盤	一定	R1.0
Sample5	一定曲率 ねじ部円盤	一定	弦の部分 R0.7 と R1.3
Sample6	一定曲率	一定	R1.0
Sample7	弦の横幅により曲率変更 ねじ部円盤	一定	R1.0
Sample8	弦の横幅により曲率変更	一定	R1.0



CAD データより、R 値を求める (要素ごとに寸法を表示)
図 3 デジタイザで測定し、自動面貼で 3DCAD データ化した形状の評価 (静刃側)

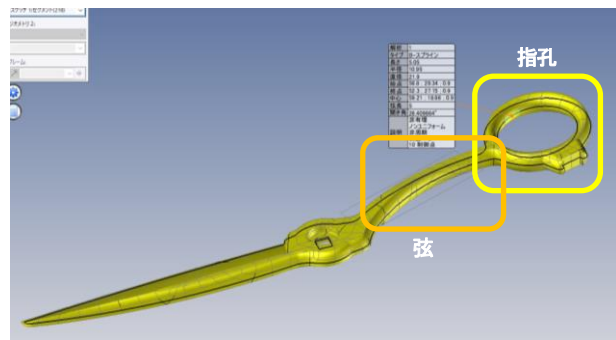


図 4 デジタイザで測定し、自動面貼で 3DCAD データ化した形状の評価 (動刃側)

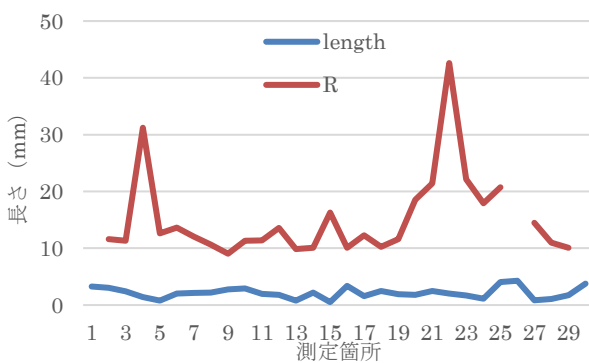


図 5 静刃指孔外側の曲面に関する円弧の長さ と R の解析結果

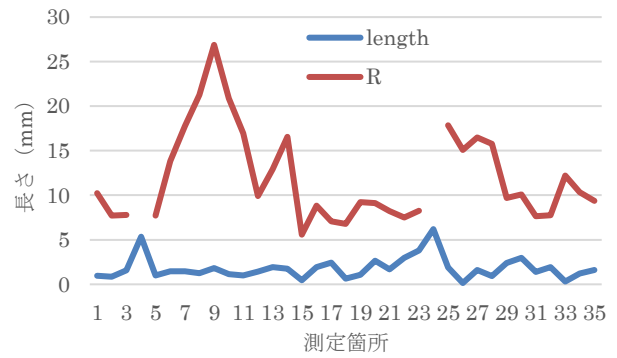


図 6 静刃指孔内側の曲面に関する円弧の長さ と R の解析結果

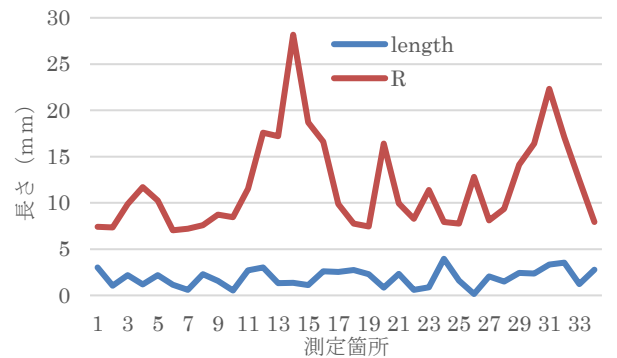
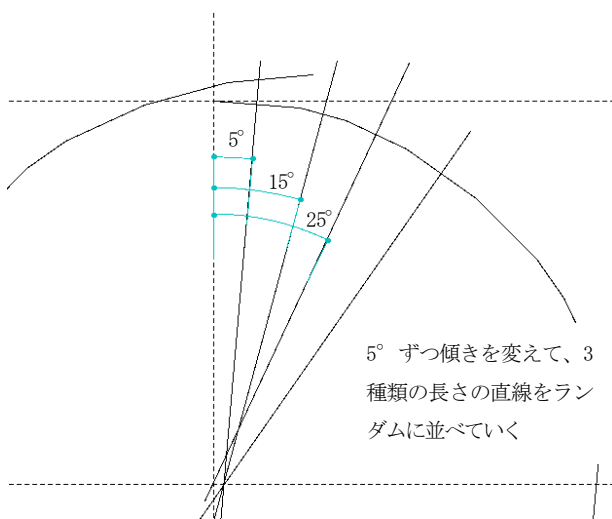
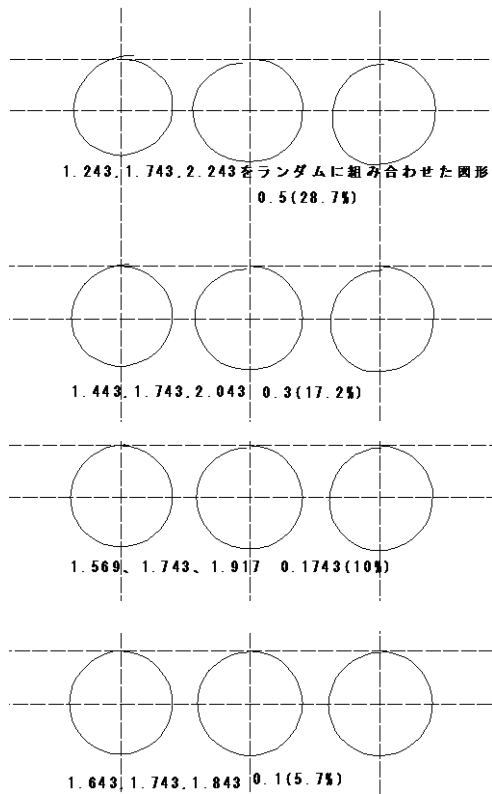


図 7 動刃指孔内側の曲面に関する円弧の長さ と R の解析結果

動刃指孔内周で $R=11.8$ 、 $\Delta R=3.5$ であり、 ΔR の R に対する比率の平均値は静刃指孔外周で 0.42、静刃側指孔内周で 0.31、動刃側指孔内周で 0.287 と、形状が数十%変化している。この結果より、本報告では見た目の柔らかさを、数十%に及ぶ形状の変化が感じられることであると考える。

3-2 2次元形状の検討

3-1 より、見た目の柔らかさを、数十%に及ぶ形状の変化であると考え。そこで、実際にどの寸法の変化が形状の印象に影響を及ぼすか確認するために、初めに 2 次元形状について検討を行った。図 8 は 2DCAD を用いて R10 の円を 10 度毎に分割し、分割した円弧ごとに長さを変動させたもので、円弧の長さはそれぞれ $\pm 28.7\%$ (動刃内周の平均 ΔR)、 $\pm 17.2\%$ (28.7 の 60%)、 $\pm 5.7\%$ (28.7 の 20%)、 $\pm 10\%$ ずつ変化させた図形である。変化の加え方は例えば $\pm 28.7\%$ の場合、12 時の方向から 10° ずつ、長さ 1.243、1.743、2.243 の弧をランダムで選択して 36 個 (360 度分) 配置する。 $\pm 17.2\%$ の場合は円弧の長さが 1.443、1.743、12.043、 $\pm 10\%$ は 1.569、1.743、1.917、 $\pm 5.7\%$ の場合は 1.643、1.743、1.843 をそれぞれランダムに配置する。図 8 より、5.7% は変化が小さいが、10%、17.2% では円が崩れていることが確認できる。さらに 28.7% では崩れが顕著である。以上のことから 2 次元形状の場合、見た目の柔らかさを再現するためには、繋いでいく曲線の R 値を最低でも 10% 以上、可能なら 30% 程度変化させると良いことがわかった。



作図方法

図8 円弧の弧長さをランダムに変えた形状

3-3 3次元形状の検討

次に3次元形状について検討を行うために、3DCADを用いて実際にはさみの柄を設計し(図9)、5軸マシニングセンタ(HSC55linear DMG 森精機)でサンプルを加工した(図10)。ここで、寸法の変化の加え方として円弧の長さを変えながら作図する方法では、一定の形状をもとに変化を加える作図が難しいことから、曲率を変えた円弧を、始点終点を変えずに挿入することとした。曲率の変化は3-1の結果をもとに30%以上とする。それぞれの変化の加え方は表1に示した通りである。

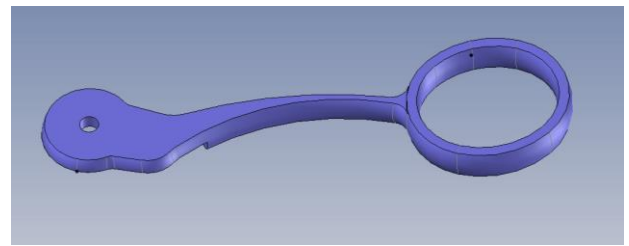


図9 検討する基本形状

Sample1~3より、曲率の大きい弦の部分に、3-1から得られた30%およびそれ以上の50%と、さらに50%よりも変化の大きい弧のずれが0.1mmとなる曲率の変化を加えても影響がほとんど感じられず、指孔の一部において形状のゆがみが確認できる程度であった。このため、外形のRを大きくする方法の場合、さらに大きな曲率の変化を求められることになるが、その場合、形状が崩れ、機能面での問題が発生することも考えられることから、外形Rの変化で見た目の柔らかさを表すのは難しいことがわかった。

次に、ゆがみのない広い平面は、手作業で作製するのが非常に難しいことから、見た目の柔らかさを表現するためには、逆に平面を少なくすることが重要であると仮定し検討を行ったのがSample4以降の形状である。Sample4,5については、作図の作業性を考慮し、ねじ穴周辺の形状は弦の部分とは別に円盤形状のパーツを配置して、ブーリアン演算で接合する方法で作図することとした。Sample4,5ともに上面が平面の場合よりは、見た目の柔らかさを感じられる形状となっているが、ねじ穴周辺の円盤形状と弦の形状の接続部分における形状変化が大きく、かつ形状変化の分布が直線状であることでCADを用いたデザインであることが強調されており、この接続部分について検討する必要がある。また、Sample5のフィレットの変化は、元のフィレットが小さいこともあり、影響をほとんど確認できなかった。Sample6はSample4,5のねじ部との接続をなくすために全面を一定曲率にしたものであるが、面全体が一定の曲率を持っているために、平面と同様にCADを用いたデザインであることが強調されてしまうことがわかった。そこで、Sample7,8は弦の横幅に合わせて曲率を変えた形状とした。曲率を変化させる方法として、断面形状を複数用意し、それらをつないで3次元形状を作成する方法を活用した。曲面の曲率は弦の部分で、R22、R16、R10、R8と最も太い部分を基準に63%変化させている。これにより、平面の場合や曲率一定ではなく、曲率が変化することで、見た目の柔らかさを感じられる。Sample7はねじ部を円盤形状にしたものだが、Sample4,5と同様に円盤形状は、一定の曲率をもつ形状が連続しており、CADで作成した形状を連想させてしまうため、Sample8の全面に対して曲率を変化させたモデルのほうが見た目の柔らかさを感じることができた。以上のことから、効率的に見た目の

柔らかさを表現するには、形状を構成する面に曲面を配置し、その R を 30%以上変化させることが効果的であることがわかった。

4 結 言

本研究では、理容・美容用ハサミを例として、CAD を用いた設計において、見た目の柔らかさを持たせるために必要な設計手法について検討を行った。その結果、以下の3つの知見を得ることができた。

- (1) 本研究では、見た目の柔らかさを感じることは、形状の変化を感じることであると考えた。
- (2) 2次元形状の場合、円弧の半径 R などの寸法を変化させることで、見た目の柔らかさを表現することが可能である。
- (3) 3次元形状の場合外形形状だけでは変化を感じづらい。そのため、物体を構成する面を意図的に曲面とし、その断面の半径を積極的に変化させることで見た目の柔らかさを表現することが可能である。



Sample1



Sample5



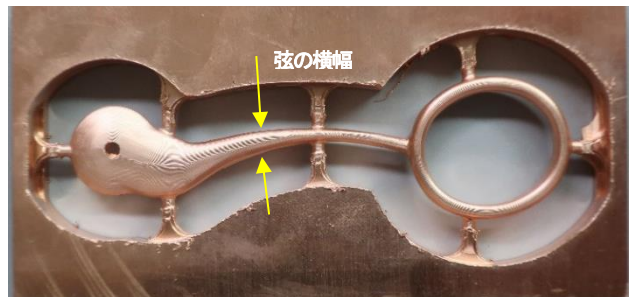
Sample2



Sample6



Sample3



Sample7



Sample4



Sample8

図 10 設計・試作したサンプル

文 献

- 1) 原田利宣:工業デザインと美しい曲線,精密工学会誌, 73, p1291-1294 (2007)
- 2) 松本大志, 加藤健郎, 松岡由幸: 曲面形状における「複雑さ」の指標,日本デザイン学会 デザイン学研究, p190-191(2017)
- 3) 井上治郎, 原田利宣: 曲率・振率分布に基づく曲面における性質の同定, 情報処理学会研究報告, 146, No. 31, p1-4

設計最適化ツールを用いたものづくりの有用性と課題*

黒須 信吾**、南野 忠春**、小原 照記***

トポロジー最適化 (TO) やジェネレーティブデザイン (GD) の設計最適化ツールを用いて、軽量化を図る設計を行い、Ti6Al4V 合金粉末を用いて電子ビーム積層造形によりモデルを造形した。TO 計算において、初期形状が既存形状よりも大きくした形状からの計算の方がより大きな軽量化結果が得られ、鉄製既存製品よりも 75%の軽量化が実現した。また、GD 計算においては、複数の計算結果を得られ、目的に応じたモデルの選択が可能であった。

キーワード：トポロジー最適化、ジェネレーティブデザイン、金属積層造形、軽量化

Case studies of Advanced Design Based on Topology Optimization and Generative Design Tools

KUROSU Shingo, MINAMINO Tadaharu and OBARA Teruki

Key words：Topology Optimization, Generative Design, Additive Manufacturing, Weight Reduction

1 緒言

アディティブマニュファクチャリング (以下、AM と呼称) とトポロジー最適化やジェネレーティブデザイン (以下まとめて、設計最適化ツールと呼称) を組合せて活用することで、先入観にとらわれない革新的な形状で軽量かつ付加価値の高い製品の設計および提供が可能となり、ものづくり業界に革命をもたらしている¹⁾。一方、設計最適化ツールで設計されたモデルは設計自由度が高い形状であることから、従来製造法では製造は難しく、AM での製造対応となるため、その応用先は航空宇宙分野や医療分野など極めて限定的な応用に留まっていた。しかし、昨今の設計最適化ツールの技術進歩により、製造における制約を計算に加えることで、AM 以外の casting、3 軸加工といった従来製法に対応したモデル設計が可能になっている²⁾。これより設計最適化ツールを用いた設計手法は、次世代製品の設計アプローチとして改めて注目され、様々な分野で実用化が進められている³⁾。

本研究では、実製品に対してトポロジー最適化やジェネレーティブデザインの設計最適化ツールを用いて、部品性能を維持しつつ軽量化を図る設計を行う。得られた設計モデルは金属積層造形により試作し、試作品の評価を実施する。その一連のプロセスで得られた知見や課題を抽出することを目的として実施した。

2 実験方法

2-1 計算モデル

本研究での設計最適化ツールを用いた計算モデルとして、子供用自転車 (トレーニングバイク、AVIGO (トイザラス社)) の部品である”フロントフォーク”を選定した (図 1)。この部品は、パイプに円板リングとコの字形の部品が溶接されたものであり、大きさは幅 75 mm、長さ 280 mm である。また、材質は鉄製であるが詳しい鋼種は不明であったため、自転車で多く使用されているクロモリ鋼 (機械構造用クロモリブデン鋼、AISI4130) と想定し、表 1 の物性値を用いて計算を行った。計算に用いる 3D モデルは、実製品の各部位をノギスで実測し、3DCAD で 3D モデルを作成した。実製品の実測質量は 361 g、3D モデルの算出質量は 450 g であった。

2-2 設計最適化ツールソフトおよび試作装置

本研究で利用した設計最適化手法は、トポロジー最適化およびジェネレーティブデザインを実施した。使用したソフトは、それぞれ Inspire (Altair 社) および Fusion360 Generative Design Extension (AUTODESK 社) である。これらは、デザインや設計に求められる必要最低限の形状から荷重や拘束、計算目標、製造方法、材料などを設定することでコンピュータが最適な形状を提案してくれるものであり、製品 CAD モデルが存在しない設計プロセスの超初期段階においてもゼロからコンセプトデザインの創出が可能である。本研究において、トポロジー最適化計算は岩手県工業技術センターで実施し、ジェネレーティブデザインはいわてデジタルエンジニア育成センターで実施した。

* 令和 4 年度ものづくり DX システム導入支援強化業務 (DX 推進のためのモデル事例 (先進事例) の創出)

** 素形材プロセス技術部

*** いわてデジタルエンジニア育成センター

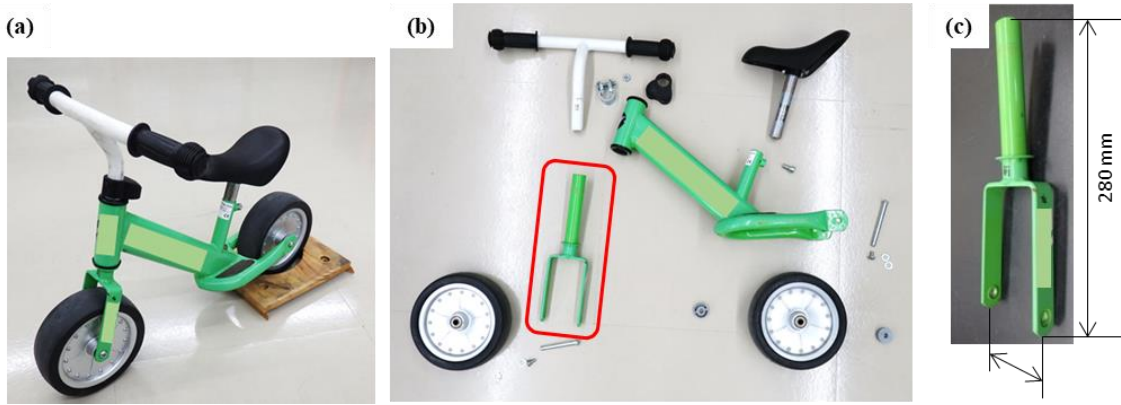


図1 本研究で計算モデルとした子供用自転車の (a) 外観写真、(b) 分解写真および (c) 計算対象としたフロントフォーク外観写真と寸法

トポロジー最適化 (Topology Optimization) は、設計領域や制約条件に基づき、不要な箇所を削り、必要な部分だけを残して、形状を導出する計算であり、ひとつの計算でひとつの最適案を提案するものである。一方、ジェネレーティブデザイン (Generative Design) は、最低限必要な領域 (保持ジオメトリ)、設計しない領域 (障害物ジオメトリ) および荷重条件から成る設計要件を定義して、ゼロの状態から形状を生み出す手法であり、ひとつの計算で複数の計算結果が提案される。これら複数の計算結果は人間が選定する必要がある。

設計最適化ツールにより提案されたモデルの試作は、電子ビーム積層造形装置 (ARCAM A2X, GE Additive 社) を用いて行った。また、使用した材料はチタン合金 (Ti-6Al-4V) であり、設計最適化においても従来材料 (想定) のクロモリ鋼からチタン合金への変更を念頭に設計計算を進行した。計算に用いたチタン合金の物性値を表1に示す。クロモリ鋼と比較して、チタン合金は強度が高いにもかかわらず、密度が低いことから、性能を維持しつつ軽量化を図るには適した材料のひとつとして考えられる。

3 結果

3-1 荷重条件の選定

設計最適化計算を実施するにあたって、まずフロントフォークに掛かる荷重について検討した。従来製品としての耐荷重は 35 kg であったが、大人でも乗れる仕様にするため、JIS 規格 (JIS D 9313-4:2019 自転車-第4部 車体部の試験方法) を参考に“曲げ試験”と“ねじり試験”から負荷させる荷重値を検討した。いずれの試験においても、高負荷条件となる“スポーツ専用自転車 (マウンテンバイク)”の荷重値を参考にした (図2)。曲げ試験に掛かる荷重は 1,500 N であり、ねじり試験に掛けるトルクは 80 Nmm である。この値を基に、表2に示すような荷重条件および組み合わせにおける実製品形状 (AISI4130 想定) における構造解析を 5 パターン実施し、

表1 本研究において計算で用いた各材料の物性値

材料	密度 (ρ , 10^3kg/m^3)	ヤング率 (E , GPa)	降伏強度 (YS , MPa)
クロモリ鋼 (AISI4130)	7.87	200	690
チタン合金 (Ti6Al4V)	4.43	116	827

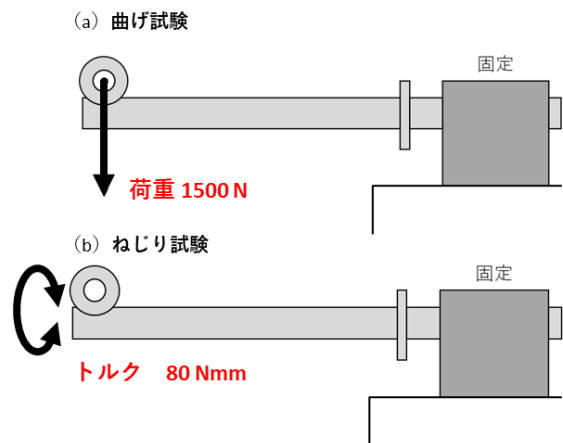


図2 JIS規格を参考にしたフロントフォークに掛かる荷重設定の外観図 (a) 曲げ試験、(b) ねじり試験

表2 各荷重条件およびその組み合わせ

荷重条件	①曲げ試験 荷重 1500N	②ねじり試験 トルク右 80Nmm	②ねじり試験 トルク左 80Nmm
1	○	—	—
2	—	○	—
3	—	—	○
1+2	○	○	—
1+3	○	—	○

その結果から本研究に用いる荷重条件を選定した。

図3に各荷重条件における構造解析結果 (引張/圧縮応力表示) を示す。(a) 荷重条件1 (荷重のみ)、(b) 荷

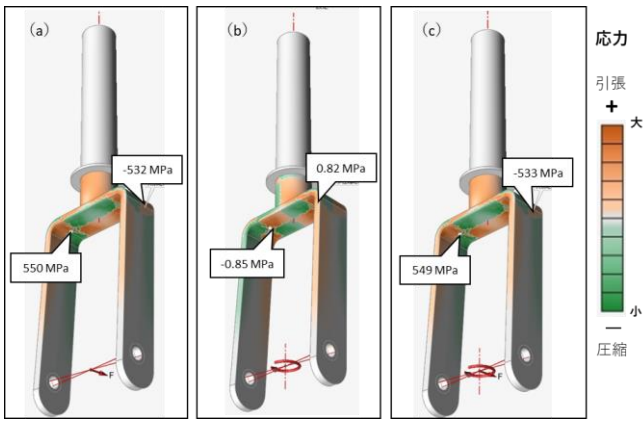


図 3 各荷重条件における構造解析結果（引張/圧縮応力表示）
 (a) 荷重条件 1（荷重のみ）、(b) 荷重条件 2（トルク右）、
 (c) 荷重条件 1 + 2（荷重+トルク右）

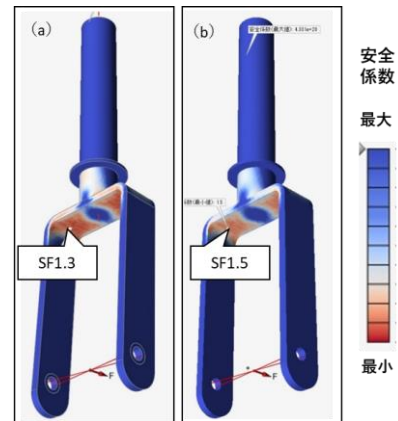


図 4 異なる材質における構造解析結果（安全係数 (SF) 表示）
 (a) クロモリ鋼 (AISI4130)、(b) チタン合金 (Ti6Al4V)

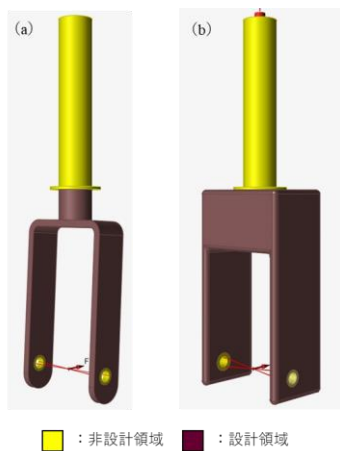


図 5 トポロジー最適化計算に用いた初期形状
 (a) 既存形状、(b) 大形状



図 6 既存形状からトポロジー最適化計算を実施した計算結果 (a) 質量の最小化(安全係数 1.5)、(b) 剛性の最大化(減少率 50%)

重条件 2（トルク右）、(c) 荷重条件 1 + 2（荷重+トルク右）を示している。図中には、最大応力（引張）と最小応力（圧縮）の箇所を併記している。荷重条件 2 に掛かる応力は、荷重条件 1 で掛かる応力よりも極めて小さいことがわかった。また、荷重とトルクを組み合わせた荷重条件 1 + 2 での応力値および応力分布は、荷重条件 1 と酷似しており、荷重条件 1 が支配的に働いていることがわかる。これより、解析（計算）簡略化のため、本研究での計算に用いる荷重条件を曲げ試験における荷重のみである荷重条件 1 に選定した。

3-2 異なる材質での構造解析結果（クロモリ鋼とチタン合金の比較）

図 4 に異なる材質における構造解析結果（安全係数 (SF) 表示）を示す。(a) はクロモリ鋼、(b) はチタン合金である。材質が異なるが、安全係数の分布は酷似しており、最小安全係数の値もクロモリ鋼の場合が 1.3、チタン合金の場合が 1.5 であった。この時 3D モデルから計算される質量は、クロモリ鋼が 450 g、チタン合金が 254 g である。これよりクロモリ鋼からチタン合金に材料を変えることで、性能を維持したまま 44%の軽量化が見込ま







れる。次節以降、設計支援ツールを用いてさらなる軽量化を図っていく。

3-3 トポロジー最適化計算による設計

トポロジー最適化計算を行うに当たり、計算前の初期形状を変え、初期形状の影響についても検討した。図 5 にトポロジー最適化計算に用いた初期形状を示す。(a) は、実製品と同じ“既存形状”、(b) は、タイヤの干渉を除いた広い設計領域を有した“大形状”である。質量はチタン合金換算で、それぞれ 254 g および 1173 g である。まず、図 5 に示すように、フレームとハンドルに組み込む領域やタイヤを取り付ける穴など、計算に含めない領域である“非設計領域”と、計算を考慮する領域である“設計領域”を分割した。トポロジー最適化計算は、計算目的の異なる 2 種類を実施した。ひとつは、計算目的として最小安全係数を指定し、質量が最小になるように計算を行う“質量の最小化”と、もうひとつは、目標質量を設計領域の総ボリュームに対する比率を指定し、そのうえで剛性が最大化になるように計算を行う“剛性の最大化”である。

図 6 に、既存形状からトポロジー最適化計算を実施し

表3 トポロジー最適化計算結果から得られた3Dモデルの外観図、3Dモデルから計算した質量および既存形状に対する質量比

トポロジー最適化計算結果							
3Dモデルからの 計算値	オリジナル	①	②	③	③'	④	
	既存形状 (AISI4130製)	既存形状 (Ti64製)	既存形状から計算		大形状から計算		
			質量最小化 安全係数 1.5	剛性の最大化 減少率 50%	質量最小化 安全係数 1.5	質量最小化 安全係数 3.0	剛性の最大化 減少率 83.5%
							
質量	450 g	254 g	163 g	171 g	129 g	161 g	296 g
質量比	100%	56%	36%	38%	29%	36%	66%
	—	100%	64%	67%	51%	63%	117%

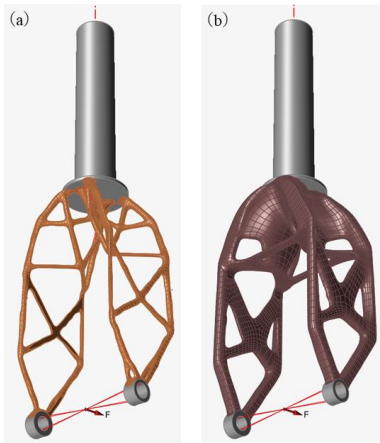


図7 大形状からトポロジー最適化計算を実施した計算結果 (a) 質量の最小化 (安全係数 1.5)、(b) 剛性の最大化 (減少率 83.5%)

た計算結果を示す。(a)は、質量の最小化(安全係数 1.5)の計算結果、(b)は、剛性の最大化(減少率 50%)の計算結果である。設計領域と非設計領域を合わせた総質量はそれぞれ 163 g および 171 g である。2つの計算結果を比較すると、肉抜きされた部位など極めて近い形状を示しており、質量も同等であった。これらの結果は、既存形状モデル(チタン合金製) 254 g からおよそ 35%の軽量化を達成した。

図7は、大形状からトポロジー最適化計算を実施した計算結果を示す。(a)は質量の最小化(安全係数 1.5)の計算結果、(b)は剛性の最大化(減少率 83.5%)の計算結果である。質量はそれぞれ 129 g および 296 g である。

既存形状からの計算結果(図6)とは異なり、特徴的な形状が得られた。両者とも形状の太さは違えども構造は極めて近い形状を示している。また、質量の最小化(安全係数 1.5)の計算で得られたモデル(図7(a))は、既存形状モデル(チタン合金製、254 g)と比較しておおよそ 50%の軽量化の結果が見出され、既存形状からの計算結果よりも大きい軽量化効果が得られた。このことから、トポロジー最適化計算は、初期形状の影響を強く受けることが示唆され、設計領域を拡大することで、自由度の高い設計を導くことも可能となり、より高い軽量化効果が得られることを見出した。

表3は、トポロジー最適化計算結果から得られた3Dモデルの外観図、3Dモデルから計算した質量および既存形状に対する質量比をまとめたものである。大形状からの計算において、安全係数を 3.0 に設定した質量の最小化計算の結果(表3中の③')も追加している。トポロジー最適化計算結果として得られた表3に示す5つのモデル(表3中の①、②、③、③'、④)とチタン合金製の既存形状(表3中の①)を試作した。

3-4 ジェネレーティブデザインによる設計

ジェネレーティブデザインのモデル設定は、トポロジー最適化とは異なり、保持ジオメトリ(図8中の緑部分)と障害ジオメトリ(図8中の赤部分)の設定が必要となる。保持ジオメトリは、トポロジー最適化計算の“非設計領域”に相当する領域である。障害物ジオメトリは、設計してほしくない領域であり、本研究の場合はタイヤの領域に相当する。これらの領域以外が“設計領域”に相当する。予備試験的に本設定で計算を実施したところ、

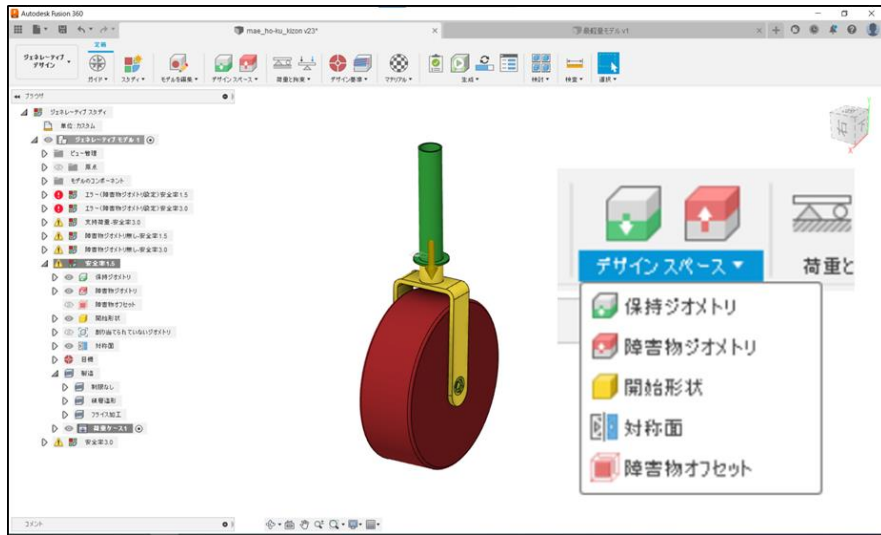


図8 ジェネレーティブデザインにおけるモデル設定画面

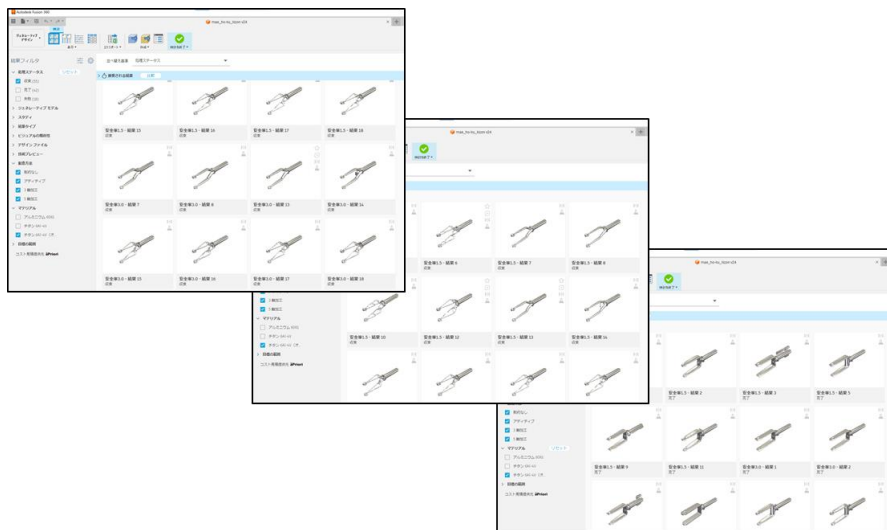


図9 ジェネレーティブデザインにおける計算結果（一例）

計算が安定しなかった。そこで実製品形状を“開始形状”（図8中の黄色部分）と設定し、計算を実施したところ、計算が安定したため、研究では開始形状を設定して計算を実施した。また、ジェネレーティブデザインには“製造制約”の設定がある。本研究では、製造制約の設定として、制限なし、アディティブ（金属積層造形に相当するもの）、3軸加工、5軸加工を選択した。計算は、安全係数が1.5以上になるように計算を実施した。

図9に、ジェネレーティブデザインにおける計算結果の一例を示す。先述したとおり、ジェネレーティブデザインにおける計算結果は複数存在する。今回の計算では97通りの結果が得られた。これらの結果を人間が選択することになるが、様々な視点からグラフで比較することができる。図10に、ジェネレーティブデザインにおける計算結果をグラフ化した一例を示す。この例は、縦軸に最小安全係数、横軸に質量を示したもので、マーカーは、各製造方法を表している。そのほかに最大応力、最大変

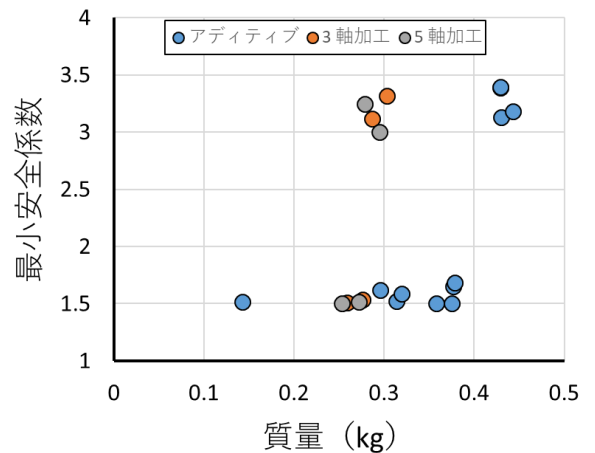
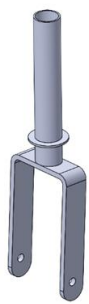


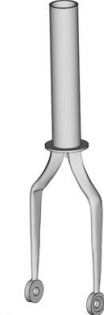




図10 ジェネレーティブデザインにおける計算結果をグラフ化した一例

表4 ジェネレーティブデザイン計算結果から得られた3Dモデルの外観図、3Dモデルから計算した質量および既存形状に対する質量比

ジェネレーティブデザインを用いた計算結果						
	オリジナル	①	⑤	⑥	⑦	⑧
3Dモデルからの 計算値	既存形状 (AISI4130製)	既存形状 (Ti64製)	安全係数 1.5			安全係数 3.0
			アディティブ +Y	アディティブ -Y	アディティブ -Z	アディティブ -Z
						
質量	450 g	254 g	121 g	118 g	169 g	214 g
質量比	100%	56%	27%	26%	38%	48%
	—	100%	48%	46%	67%	84%

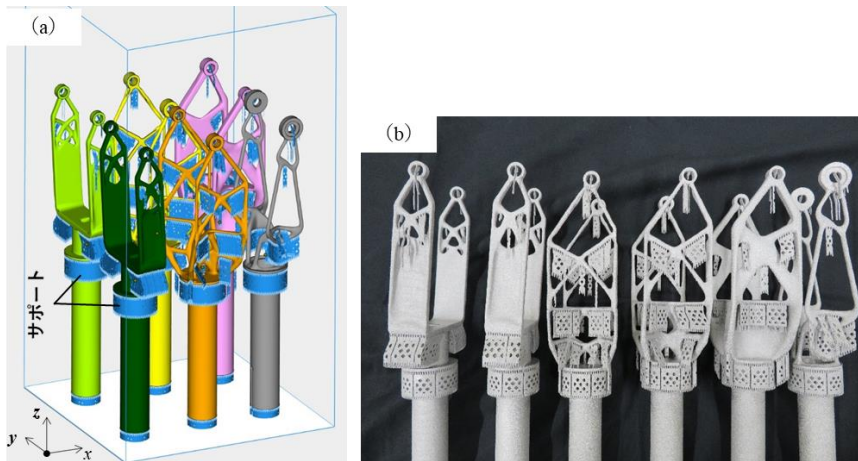


図11 (a) 造形データおよび (b) 造形物の一例

位、部品のコスト、ビジュアルの類似性などの項目で比較が可能で、目的に応じてモデルの選定ができる。本研究では、提案のあったモデルのうちアディティブ製造で特徴的な形状の3パターンに加え、参考のために安全率が3.0のモデルも選出した。

表4に、ジェネレーティブデザイン計算結果から得られた3Dモデルの外観図、3Dモデルから計算した質量および既存形状に対する質量比をまとめた結果を示す。ジェネレーティブデザインで得られたモデルは、表4中の⑤と⑥に示すように、先ほどのトポロジー最適化計算で得られたモデルと似た特徴的な形状を示していることがわかる。また軽量化の効果についても同等な効果が得られ、既存形状モデル(チタン合金製、254g)と比較して

50%以上の軽量化が見込まれる。一方で、表4の⑦のように、比較的単純な形状でのモデルも提案されている。軽量化の効果は33%と⑤と⑥よりも小さいが、従来製法でも応用可能な形状を示しており、積層造形などに頼らない製造方法での提供が可能となる。このように、ジェネレーティブデザインで計算されたモデルは、種々の目的に応じたモデルの選択が可能といえる。表4に示す4つのモデル(表4中の⑤、⑥、⑦、⑧)を試作した。

3-5 金属積層造形によるモデル試作

図11に、(a) 造形データおよび (b) 造形物の一例を示す。造形は、従来形状を含む10種類を試作した。造形エリアの都合上、図11(a)に示すようにz方向に平行にモデルの長手方向を配置して、6個もしくは7個を配置

表5 トポロジー最適化計算を用いた計算モデル試作品外観図、実測した質量および既存形状に対する質量比














トポロジー最適化計算結果							
実測値	オリジナル	①	②	③	③'	④	
	既存形状 (AISI4130製)	既存形状 (Ti64製)	既存形状から計算		大形状から計算		
			質量最小化 安全係数 1.5	剛性の最大化 減少率 50%	質量最小化 安全係数 1.5	質量最小化 安全係数 3.0	剛性の最大化 減少率 83.5%
							
質量	361 g	235 g	147 g	155 g	91 g	126 g	281 g
質量比	100%	65%	41%	43%	25%	35%	78%
	—	100%	63%	66%	39%	54%	120%

表6 ジェネレーティブデザインを用いた計算モデル試作品外観図、実測した質量および既存形状に対する質量比

ジェネレーティブデザインを用いた計算結果						
実測値	オリジナル	①	⑤	⑥	⑦	⑧
	既存形状 (AISI4130製)	既存形状 (Ti64製)	安全係数 1.5			安全係数 3.0
			アディティブ +Y	アディティブ -Y	アディティブ -Z	アディティブ -Z
						
質量	361 g	235 g	106 g	103g	155 g	200 g
質量比	100%	65%	29%	29%	43%	55%
	—	100%	45%	44%	66%	85%



した。造形品にはサポート (図 11 (a) 中の青い部分) が必須であり、造形後サポートを外しやすいようにサポートを設計した。造形高さは、約 290 mm で、冷却時間を含めた造形時間はおよそ 60 時間であった。造形後、サポートについてはハンドツールを用いて除去し、未溶融粉末を注意深く除去したあとで各造形品の質量を測定した。

表5および表6に、それぞれトポロジー最適化ソフトおよびジェネレーティブデザインを用いた計算モデルの試作品外観写真、実測した質量および既存形状に対する質量比をまとめた結果を示す。ほとんどの試作品において、3D モデルから算出した質量よりもわずかに小さい質量であったが、精度よく形状を再現できていることが

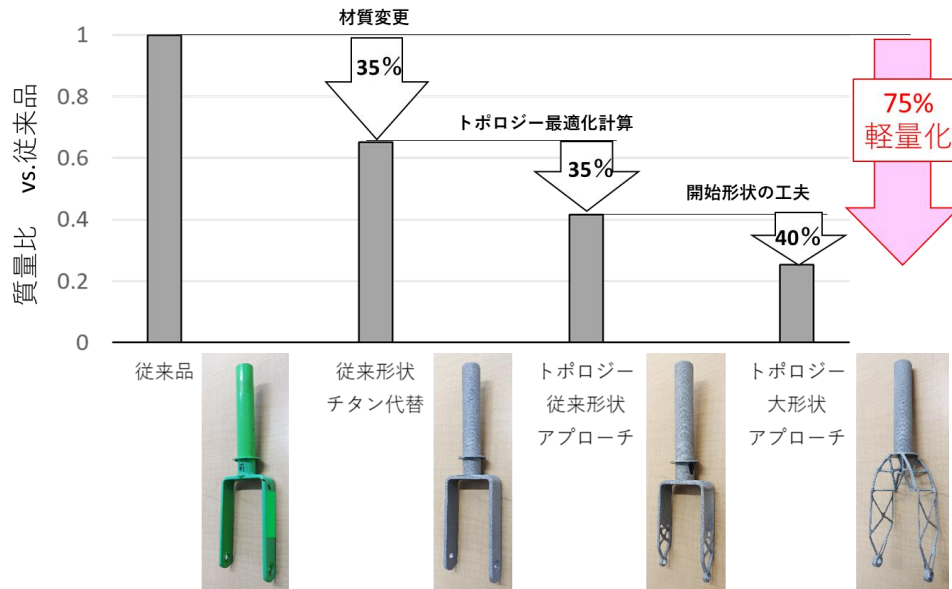


図12 設計最適化ツールを用いた効果～トポロジー最適化計算結果を中心に～



図13 従来品および試作したフロントフォークの装着写真

- (a) 従来品、(b) トポロジー最適化モデル (表 5③)、
- (c) ジェネレーティブデザインモデル (表 6⑤)、
- (d) ジェネレーティブデザインモデル (表 6⑥)

図14 横方向からの荷重荷重検証モデルおよび検証結果

外観写真からもわかる。

ここで、トポロジー最適化計算結果を中心に、設計最適化ツールを用いた効果 (図12) について述べる。鉄製の従来品をチタン合金に材質変更することで 35%の軽量化が図られた。材料をチタン合金に変えて、かつ従来形状からトポロジー最適化計算したモデルは、さらに 35%の軽量化が実現した。これは、従来品 (鉄製) と比較するとおおよそ 60%の軽量化に相当する。その上、従来形状よりも大きな形状から最適化計算して得られたモデルは、設計の自由度が広がり、従来形状からの最適化計算よりも 40%の軽量化が実現され、最終的には、従来品 361

g から 91 g と、75%軽量化することができた。

4 検証 (試作品の装着および機能性評価)

試作品を製品に実際に装着して機能性を評価した。図13は、従来品および試作したフロントフォークの装着写真である。実際にまたがった状態 (停止状態)、直進走行、走行からの停止において試作品は、従来品と変わらず問題なく機能した。しかし車体を傾けたときなど、横方向に荷重がかかると試作品によっては、大きくたわむこと

がわかった。

そこで、横方向の荷重負荷について検証した。図 14 に検証モデルおよび検証結果を示す。検証モデルは、タイヤをバイスで固定し、横方向に荷重をかけてフロントフォーク部品のたわみを観察した。検証に用いたのは、従来形状のチタン合金代替品 (②)、安全係数が異なるトポロジー最適化モデル、安全率 1.5 設定 (③) と 3.0 設定 (③′) を用いた。

この横方向の荷重は、本研究で設定した計算条件には含まれていないものであり、安全係数 1.5 設定のトポロジー最適化モデル (③) は、大きくたわむことがわかった。一方で、安全率を高く設定した最適化モデル (③′) は、ほとんどたわまなかった。このことより、設計最適化ツールを用いることで、従来よりも軽量化された“最適なモデル”は、その時の計算条件での最適なモデルであって、本当の最適なモデルではないことが明瞭に示された。その対策として設定条件を繰り返し見直し、より製品の使用環境を再現することが必要であるが、設定条件以外での調節として、安全係数をあらかじめ大きく設定するなど設計経験を基にした“勘どころ”も有効対策であるといえる。いずれにせよ、その製品の要求性能を深く理解し、設計のノウハウを蓄積し高度化させるため、継続的な研究および実施経験が必要といえる。

5 結 言

県内企業にもものづくり産業のデジタル化を PR するために、先進的なモデル事例の創出を実施した。本事例は、構造用部品の一例として子供用自転車部品を対象に、トポロジー最適化やジェネレーティブデザインなどの設計最適化ツールを用いた設計を実施し、得られた設計モデ

ルを金属積層造形にて試作した。

トポロジー最適化計算について、既存形状からの最適化計算で、鉄製従来品と比較して、60%の軽量化が実現した。得られたモデルは、既存形状から肉抜きするイメージで、大きく形状は変化しない。一方、大形状からの最適化計算では、設計領域が広がったことで特徴的な形状となった。これは、従来形状から計算よりも軽量化効果が大きく得られ、鉄製従来品と比較して、75%の軽量化が実現した。

ジェネレーティブデザインを用いた計算について、「開始形状」を指定することにより計算が安定した。計算されたモデルは、複数存在し、最も効果の大きかったモデルは、鉄製従来品と比較して、70%以上の軽量化を示した。また、得られたモデルを様々な視点より目的に応じたモデルの選択が可能である。さらに製造制限を付けることで、AMに頼らない形状も出力可能であった。

しかしながら、課題も抽出された。その製品の要求性能を深く理解し、繰り返し計算条件を見直し試行錯誤することで、よりリアルに近づけていき最適化を図る必要があることが明らかになった。

文 献

- 1) L. Barbieri, M. Muzzupappa : Performance-Driven Engineering Design Approaches Based on Generative Design and Topology Optimization Tools: A Comparative Study, Appl. Sci., 2022 12(4) 2106
- 2) トヨタが挑戦する 3D プリンタ×ジェネレーティブデザインによる次世代モノづくり, Monoist 記事 2021 年 6 月 21 日 (<https://monoist.itmedia.co.jp/mn/articles/2106/21/news028.html>)
- 3) ニュースサイト Redshift by Autodesk, (<https://redshift.autodesk.co.jp/>)

白鑄鉄の鑄造割れ感受性に及ぼす硫黄の影響*

高川 貫仁**

白鑄鉄の割れ抑制のための鑄鉄組成を検討するため、白鑄鉄の割れ感受性に及ぼす硫黄含有量の影響をリング状の枠形試験片を用いて調べた。その結果、炭素 4 mass%では硫黄含有量の増加に伴いリングの歪みは増加して、割れ感受性は高くなり、炭素 3 mass%では逆に小さくなった。リングの歪みはセメントイット面積率が増加するに伴い直線的に大きくなる傾向を示した。そのため、炭素 4 mass%において硫黄含有量の増加に伴いリングの歪みが大きくなった原因は、硫黄含有量の増加に伴いセメントイット量が増加したためと考えられた。

キーワード：白鑄鉄、鑄造割れ感受性、硫黄

Effect of Sulfur on Casting Crack Susceptibility in White Cast Iron

TAKAGAWA Takahito

Key words : white cast iron, casting crack susceptibility, Sulfur

1 緒言

岩手県の伝統的工芸品である南部鉄瓶では、高付加価値製品の一例として、日本古来の製鉄技術「タタラ製鉄」で採れた鑄鉄地金（和銑：わずく）を原料とした南部鉄瓶の製造を行っている。和銑はシリコン量が低いいため白銑組織になりやすい。白銑は、一般的な黒鉛が晶出しているねずみ鑄鉄と比較して、振動を吸収しにくいため、たたくと音色が長く続き、また錆びにくいという特徴がある。しかし、ねずみ鑄鉄と比較して黒鉛を晶出しないため、凝固収縮量が大きくなる。そのため和銑を原料として鉄瓶をつくる場合、割れることがある。割れ防止のためには、鑄鉄組成の検討が必要である。そこで本研究では、白鑄鉄の鑄造割れ感受性に及ぼす硫黄含有量の影響について調べた。

2 実験方法

本実験の鑄鉄の目標組成及び炭素当量を表 1 に示す。炭素は 3、4 mass%の 2 水準、シリコンは 0.5 mass%、硫黄は 0、0.2、0.4 mass%の 3 水準とし、これらを組み合わせた試料を作製した。炭素当量(CE)は、まず菅野らによる亜共晶から共晶にかけての液相線から求めた炭素当量の計算式①¹⁾より算出し、炭素 4 mass%、硫黄 0.4 mass%においては共晶成分(4.32 mass%C)を超えたため、本組成のみ、過共晶組成の炭素溶解度曲線から求めた計算式②²⁾より算出した。なお式①の CE_L は亜共晶から共晶にかけての液相線から求めた式であることを意味する。

$$CE_L = [\%C] + 0.23[\%Si] - 0.03[\%Mn] + 0.32[\%P] + 0.64[\%S] + 0.02[\%Ni] + 0.06[\%Cr] \dots \dots \dots \textcircled{1}$$

$$CE = [\%C] + 0.31[\%Si] + 0.33[\%P] + 0.4[\%S] - 0.027[\%Mn]$$

.....②

実験は、黒鉛るつばに電解鉄と黒鉛を所定量配合し高周波誘導炉で溶解し、フェロシリコンと硫化鉄を添加した後、炭素 3 mass%の場合は 1480°C、炭素 4 mass%の場合は 1370°Cで炉から取り出し、CO₂型による鑄造割れ感受性評価試験片鑄型に注湯した。

鑄造割れ感受性評価には図 1 に示すリング状枠形試験片を用い、感受性の評価は図 2 に示す方法によりリング

表 1 鑄鉄の目標組成及び炭素当量

	C mass%	Si mass%	S mass%	炭素当量
3%C- 0%S	3	0.5	0	3.12
3%C-0.2%S			0.2	3.24
3%C-0.4%S			0.4	3.37
4%C- 0%S	4		0	4.12
4%C-0.2%S			0.2	4.24
4%C-0.4%S			0.4	4.32

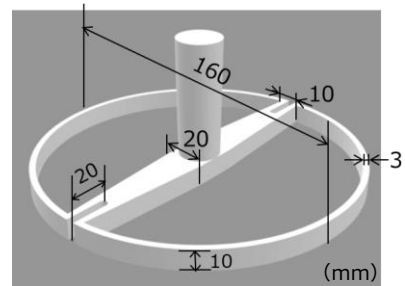


図 1 リング状枠形試験片(鑄造割れ感受性評価試験片)

* 令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業（可能性調査研究）
** 素形材プロセス技術部

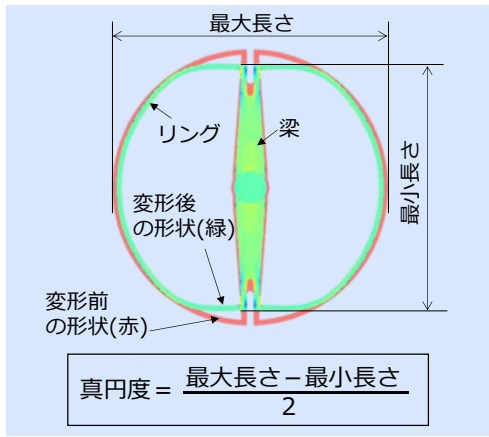


図2 リング状棒型試験片からの真円度の求め方

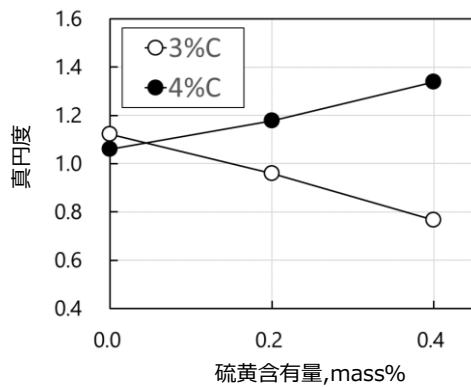


図3 真円度に及ぼす炭素及び硫黄含有量の影響

の真円度を求めて定量的に評価した。試験片は湯口と梁、リングから成り、湯口から注湯すると、はじめにリング

部分から凝固し、次いで梁の部分が凝固する。そのため先に凝固したリング部分は梁の凝固収縮により梁方向に歪む。真円度は、梁に垂直方向のリング径と梁方向のリング径の差を2で除した値とした。リングの歪が大きいほど真円度の値は大きくなり、真円度が大きいほど割れ感受性が高いと評価した。

組織観察は、リングの出来るだけ梁から離れた部分から切り出した断面を観察し、画像解析によりセメント界面積率を求めた。

リング状棒型試験片は各組成においてn3で採取し、組織観察は一つの試験片から1000倍で3視野観察し画像解析を行った。

3 結果及び考察

図3に真円度に及ぼす炭素及び硫黄含有量の影響を示す。炭素4 mass%の場合、真円度は硫黄含有量の増加に伴い大きくなり、ひずみが大きくなっている。炭素3 mass%の場合、逆に硫黄含有量の増加に伴い真円度は小さくなった。

図4に撮影倍率200倍の組織写真、図5に撮影倍率1000倍の組織写真を示す。図5の組織中、白い組織が共晶セメントで、灰色の組織はパーライトであるが、パーライトは共析温度以上でオーステナイトであった組織であり、本報告では灰色の組織を便宜上オーステナイトと表記する。炭素3 mass%の金属組織は、デンドライト状又は丸い塊状の初晶オーステナイトとレデブライト(セメントとオーステナイトの共晶組織)から成る。炭素3 mass%の場合、図4より、オーステナイトのデンドライト・セル集団(同じ方向に成長しているデンドライトの集団)は硫黄含有量の増加に伴い増加した。また図5

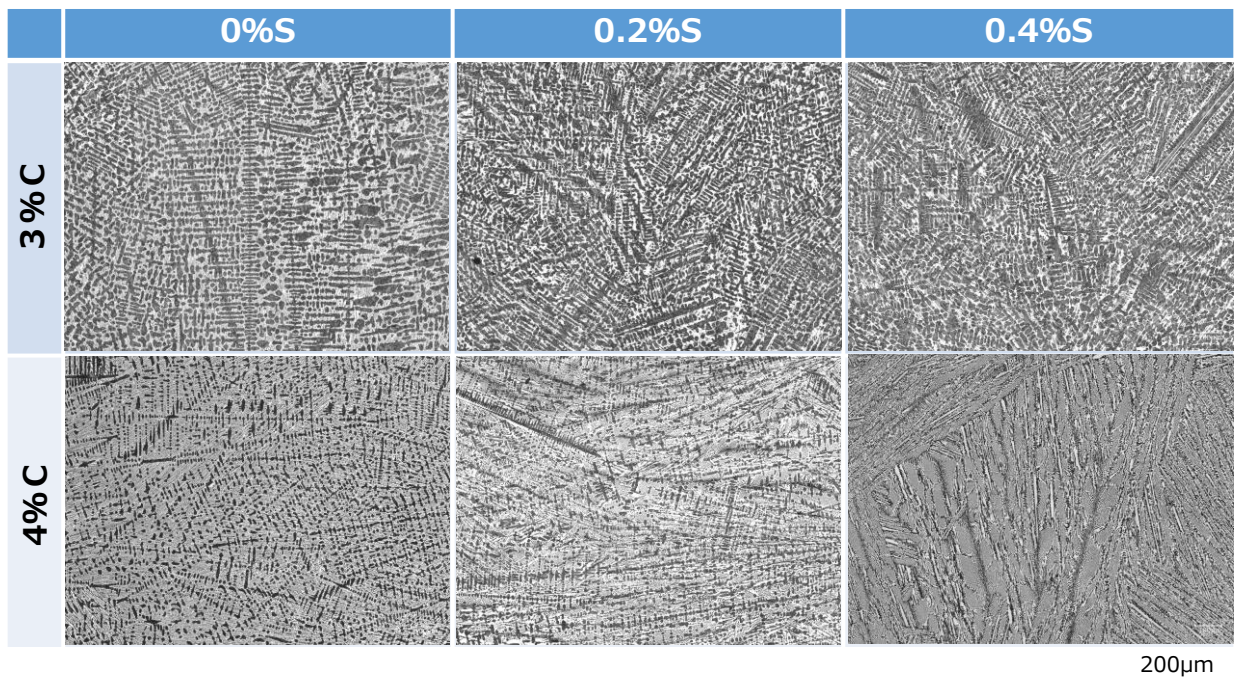


図4 光学顕微鏡写真 (撮影倍率 200 倍)

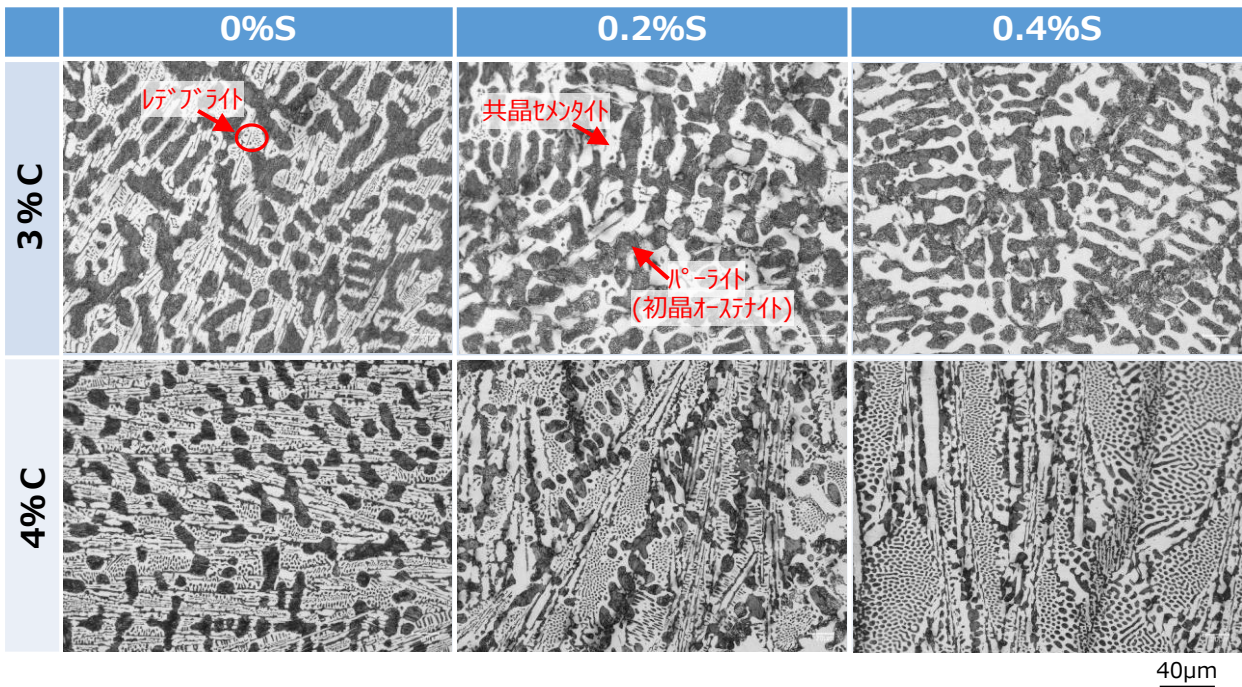


図5 光学顕微鏡写真 (撮影倍率 1000 倍)

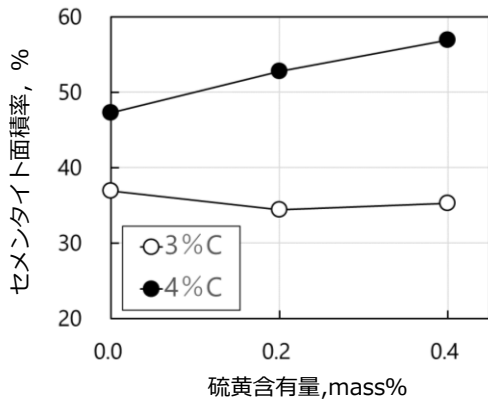


図6 セメントタイト面積率に及ぼす硫黄含有量の影響

より初晶のデンドライトは硫黄含有量の増加に伴い、細かくなった。これは大城らのクロム 1 mass% を含有する亜共晶白鑄鉄における報告とも一致する³⁾。炭素 4 mass% の場合、図 5 より、硫黄含有量の増加に伴い初晶オーステナイトは減少し、0.4 mass% 硫黄では初晶オーステナイトは観察されず、いずれの図からも板状の初晶セメントタイトが若干観察された。炭素量の影響では、炭素 3 mass% から 4 mass% に増加することにより、初晶オーステナイトは減少した。これは、表 1 のとおり炭素当量が、増加するためと考えられる。

次に 1000 倍の組織写真を画解析ソフトにより 2 値化し、白色のセメントタイト面積率を求めた。図 6 にセメントタイト面積率に及ぼす硫黄含有量の影響を示す。炭素 4 mass% の場合、セメントタイト面積率は硫黄含有量の増加

に伴い増加した。炭素 3 mass% の場合は、硫黄含有量に増加に伴い、セメントタイト面積率は若干減少したがほぼ一定であった。

次に、Fe-C 系平衡状態図から、この原理により表 1 の炭素当量におけるセメントタイト/オーステナイト質量比を求め、そこからセメントタイトの密度を $7.66 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ⁴⁾、オーステナイトの密度を $7.84 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ ⁴⁾ としてセメントタイト面積率を求めた。図 7 に、平衡状態図から求めた共晶セメントタイトの面積率及び組織写真から求めた共晶セメントタイト面積率と硫黄含有量の関係を示す。図より、炭素 3 mass% の場合、計算によるセメントタイト面積率は硫黄含有量の増加に伴い増加するが、実際のセメントタイト面積率は硫黄含有量が増加してもほぼ一定であり、計算値と実測値は異なる傾向を示した。炭素 4 mass% の場合は、計算及び実測のセメントタイト面積率は、共に硫黄含有量の増加に伴い増加し同様の傾向であった。また計算値と実測値の差は硫黄含有量の増加に伴い大きくなった。この要因については、大城らによれば硫黄はレデブライトの晶出温度範囲を広くするなどの理由により共晶コロニーは粗大化すると報告もあり³⁾、本実験において、硫黄含有量の増加に伴い共晶セメントタイトが成長しやすい環境になり、セメントタイト面積率が高い炭素 4 mass% において、セメントタイト面積率は硫黄含有量の増加に伴い計算値よりも大きくなったと考えられた。

炭素 4 mass% において、図 3 及び図 6 より、真円度に及ぼす硫黄含有量の影響とセメントタイト面積率に及ぼす硫黄含有量の影響はほぼ同じ傾向を示した。そこで、炭

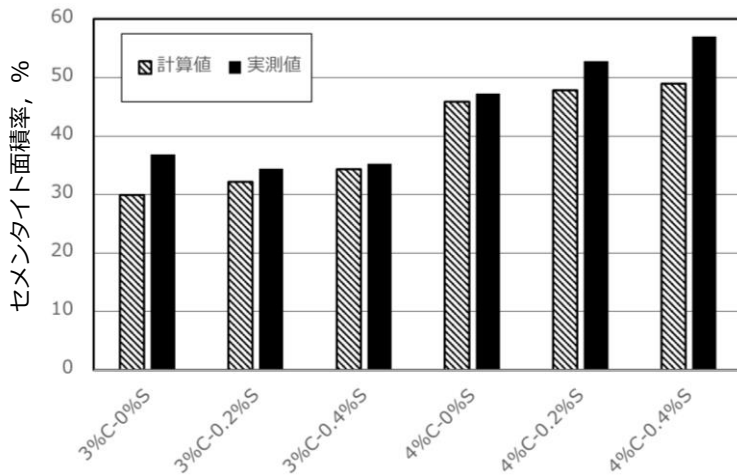


図7 平衡状態図から求めた共晶セメンタイト面積率及び組織写真から求めた共晶セメンタイト面積率と硫黄含有量の関係

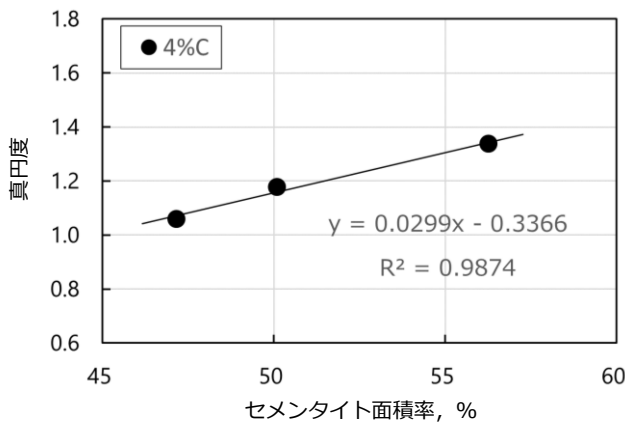


図8 炭素 4 mass%における真円度に及ぼすセメンタイト面積率の影響

炭素 4 mass%における真円度に及ぼすセメンタイト面積率の影響を図8に示す。真円度はセメンタイト面積率の増加に伴い高くなる傾向にあり、最小二乗法により求めた回帰直線の寄与率は 0.99 であり、高い相関が得られた。鋳型原型作製時の伸び尺を参考に鋳鋼と白鋳鉄の収縮率を比較すると、収縮率は鋳物の形状や大きさ、肉厚によっても異なるため単純に比較は出来ないが、鋳鋼(肉厚 10 mm 以上の一般)の伸び尺が 16/1000⁵⁾、白鋳鉄は 18/1000~25/1000⁶⁾ であり、白鋳鉄の方が鋳鋼よりも収縮率は大きい。このことから、フェライトやパーライトなどの鉄基地よりもセメンタイトの方が収縮率は大きいと考えられ、それ故に本実験において、セメンタイトの面積率が増えると収縮率も大きくなり真円度が大きくな

ったと考えられた。

また機械的性質の観点から、谷口によれば炭素含有量の増加によりレデブライト量が増加すると圧延性が低下し、共晶組成に近くなり全体がほぼレデブライトになると、圧延性は急激に悪くなるという報告がある⁷⁾。つまりレデブライトが増えると脆くなり、じん性は低下する。そのため、凝固後の残留応力が同程度の場合、炭素含有量が多いほど、また、硫黄含有量が多いほどレデブライトは増加して、割れやすくなると考えられる。

本実験において、炭素 3 mass%の場合、真円度は硫黄含有量の増加に伴い小さくなったが、この要因についてはセメンタイト面積率とは相関は得られず今後さらなる検討が必要である。

4 結 言

- (1) 真円度は、炭素 4 mass%では硫黄含有量の増加に伴い大きくなり、凝固時に生じる収縮による歪は大きくなった。炭素 3 mass%では逆に小さくなった。
- (2) セメンタイト面積率は、炭素 4 mass%の場合、硫黄含有量の増加に伴い増加した。炭素 3 mass%の場合は硫黄含有量に関係なくほぼ一定であった。
- (3) 炭素 4 mass%において、真円度はセメンタイト面積率が増加するに伴い直線的に大きくなる傾向を示し、寄与率 0.99 の高い相関が得られた。
- (4) 炭素 4 mass%において硫黄含有量の増加に伴い真円度が高くなった原因は、硫黄含有量の増加に伴いセメンタイト量が増加したためと考えられた。

謝 辞

本研究は、岩手大学大学院総合科学研究科 金型・鋳造プログラム特別研究(長期インターンシップ)の研究テーマとして大学院 吉田健吾氏ならびに大学院 鈴木海斗氏に多大な協力を頂いた。心から感謝します。

文 献

- 1) 菅野利猛, 岩見祐貴, 姜一求: 鋳造工学 91(2019)87
- 2) 日本鋳造工学会: 鋳造工学便覧 (2002)
- 3) 大城桂作, 松田公扶: 鋳物 84(1976)16
- 4) 素形材センター: 鋳鉄の生産技術 改訂版 (1998)
- 5) 日本鋳物協会: 鋳物便覧 改訂3版 (1973)
- 6) 鋳造技術講座編集委員会: 特殊鋳鉄鋳物 (1967)
- 7) 谷口希一: 鋳物 47(1975)320

長尺測長器のばらつき低減に関する考察*

和合 健**

長尺測長器のばらつきを低減するために、摺動方式とプロービング方式の改良に取り組んだ。摺動方式は、従来のすべり摩擦式から転がり軸受に変更して、スティックスリップが低減されたことを確認した。プロービング方式は、静的プロービングを採用して、位置取得のサンプリング周期により生じていたばらつき誤差の低減を図った。その結果、測定長さ 850 mm 時の最終的なばらつきは $\sigma 0.0014$ mm ($n=15$)、誤差は -0.0013 mm (標準値との差) となった。

キーワード：軸受方式、スティックスリップ現象、プロービング誤差、長尺寸法

Study of Reducing Variation of Long Size Gauge Measuring Instrument

WAGO Takeshi

Key words : bearing method, stick-slip phenomenon, probing deviation, Long size measuring

1 はじめに

半導体製造装置は大型化の傾向があり、その製造工程では部品段階で寸法検査をする必要があるが、長尺のため測定方法に苦慮している。我々はこの問題解決のために JKA 補助事業で長尺寸法測定器を試作し、長尺物寸法測定の高精度化に取り組んできた^{1)~3)}。その結果、幾何学誤差補正による偏り誤差の低減に成功したが、装置本体の測定方式に起因する何らかのばらつき誤差の低減が課題として残った。この長尺測長器は長尺標準器の寸法標準値の値付けと線膨張係数(以下、CTE)の測定で使用される。長尺標準器の多くが軽量化のため CFRP 等を利用した複合材で構成されているため、その複合材の CTE を A タイプで値付けすることが必要と考えており、この目的達成のためには長尺測長器の高精度化は必須要件となっている。

ここでは案内原理をすべり軸受式としたことで不安定摺動の原因と予想されるスティックスリップ現象の発生に起因するばらつき誤差を低減する。スティックスリップ現象はキャリジ走行時のびびりによるレーザ干渉計⁴⁾との目盛カウントのずれやプロービング時の滑らかなキャリジ走行を阻害してトリガ時の位置決め誤差の原因になっていると推測した。

2 摺動抵抗の改善

2-1 スティックスリップの原理

スティックスリップ回避のための設計指針⁵⁾によると、図1に示すクーロン摩擦を伴う1自由度振動系の解析モデルでスティックスリップの発生を抑制するには、式(1)で示すスティックスリップの非発生不等式を満足すれば良く、無次元パラメータ λ , ζ は式(2)、(3)で示される。つまり $\Delta\mu$, W を小さくすることでスティックスリップが

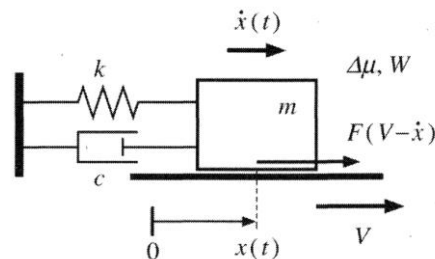


図1 クーロン摩擦を伴う1自由度振動系の解析モデル⁵⁾

$$(1 - \zeta)^5 \cdot \zeta^{-1} \cdot \lambda^2 < 4\pi \quad \dots \dots (1)$$

$$\lambda = \Delta\mu \cdot W / (\sqrt{mk} \cdot V) \quad \dots \dots (2)$$

$$\zeta = c / (2\sqrt{mk}) \quad \dots \dots (3)$$

抑制できる。ここで、 $\Delta\mu$ は: 静止摩擦係数と動摩擦係数の差、 W は mg で表される荷重、 m は質量、 k は剛性、 V は通常状態時の移動速度、 \dot{x} はスティックスリップ時の移動速度、 c は減衰係数、 x は位置である。

2-2 キャリジの改良

表1に転がり軸受の仕様、図2に底面が従来のすべり軸受式のキャリジ、図3に底面を転がり軸受式に変更したキャリジを示す。スティックスリップを低減させるために2つの改良をキャリジに行った。一つ目は底面をすべり軸受から転がり軸受に変更することで $\Delta\mu$ を低減する。そこで用いた転がり軸受けは軌道輪形状が玉で、精度(JIS)は等級0の高精度型を用いた。二つ目は側面の加力機構¹⁾をおもりからばね式へ変更しておもりの質量を取り除くことで W を低減した。ここで加力機構とは、光学レールのデータ面とキャリジのデータ面を常に接触させるために加力する機構である。図4に改良後のキャリジの全景を示す。キャリジ本体の材質はアルミニウム合金(A5052)、軸受方式は底面に転がり軸受で、加力

* 令和4年度技術シーズ創生・発展研究事業(可能性調査研究)

** 素形材プロセス技術部

機構の側面部は、フッ素樹脂 (PTFE) と転がり軸受の2方式で切り替えられるようにした。その結果、反射鏡等を含む装置重量は4320 gから3580 gへ740 gの軽量化が

表1 転がり軸受の仕様

型式	SB695ZZ	SB693ZZ
メーカー	ミスミ	ミスミ
軌道輪形状	玉	玉
精度 (JIS)	等級0	等級0
外径 (mm)	φ13	φ8
内径 (mm)	φ5	φ3
幅 (mm)	4	4
外輪タイプ	フラット	フラット
基本定格荷重 (動) (N)	915	474
基本定格荷重 (静) (N)	344	144
転動体材質	SUS440C相当	SUS440C相当
許容回転数 (rpm)	43000	60000
荷重方向	ラジアル	ラジアル
軌道輪列数	単列	単列
本キャリジ使用箇所	底面	デアトム面

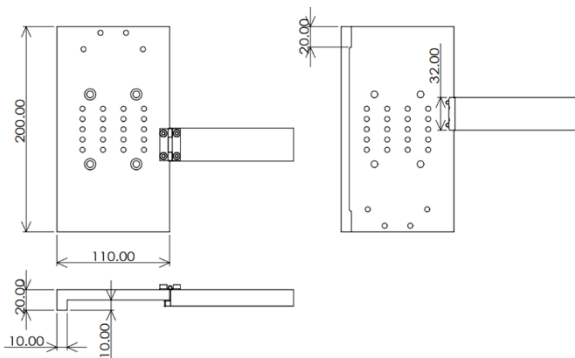


図2 すべり軸受式キャリジ (改良前)

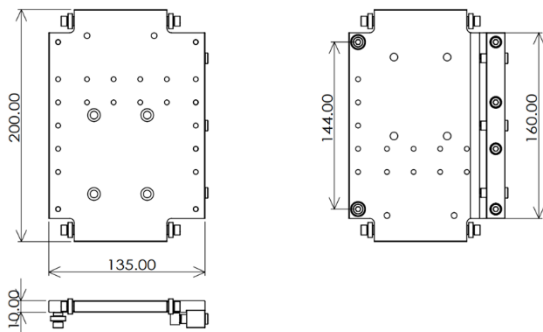


図3 転がり軸受式キャリジ (改良後)

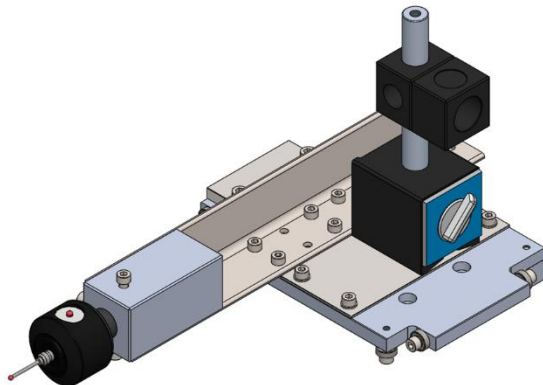


図4 キャリジの全景

図られた。

2-3 摺動抵抗の測定方法

図5に摺動抵抗測定実験の模式図、図6に牽引部の構成を示す。サーボモータに直付けしたボビンでワイヤ巻き取ることでキャリジを牽引する。キャリジには定格19.6 Nのロードセル (LTS-2KA、共和電業製) を固定してワイヤに繋ぎ、牽引力を測定する。牽引部をサーボモータとしたことで等速での牽引が行え、スティックスリップの発生は時間軸に対して牽引力の変化を観察することで確認できる。牽引時のモータ回転数は8 rpmとし、この時の牽引速度は37.6 mm/sである。摺動部の潤滑方法はすべり軸受式では工作機械用摺動油トナオイル S32 (昭和シェル、動粘度32 mm²/s (40°C時)) を案内面に塗布し、転がり軸受式では潤滑はしなかった。

2-4 摺動抵抗の結果及び考察

図7に時間軸に対する牽引力の変動の一例を、表2に牽引力の最大値と平均値を示す。すべり軸受式では、牽引時の摺動抵抗の最大値は約14.1 Nであり、牽引開始時牽引初期と牽引中盤で牽引力が大きく変動している。計測開始から1 s~100 sまでの牽引力の平均値は11.2 Nとなっていた。これに対して、転がり軸受式 (側面: PTFE 軸受) では、牽引時の摺動抵抗の最大値は約5.6 N、1 s~100 sまでの牽引力の平均値は3.1 Nであった。転がり軸受で、PTFEの固体潤滑剤を採用することで摺動抵抗はすべり軸受式と比較して1/3程度に減少した。牽引初期と光学レールの継ぎ目においてすべり軸受と同様に摺動抵抗の変動が大きくなっているが、すべり軸受式より振幅は小さく、減衰も速い。転がり軸は約1.9 N、1 s~100 sまでの牽引力の平均値は0.3 Nであった。転がり軸受式 (側面: PTFE 軸受) の摺動抵抗の平均値と比較しても1/10程度まで減少しており、側面の加力機構部分の軸受を転がり軸受に変更することで大幅に摺動状況が改善することが確認された。この牽引力の変動がスティッ

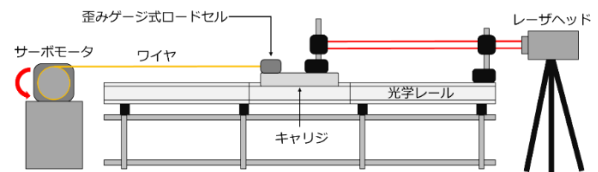


図5 摺動抵抗測定実験の模式図

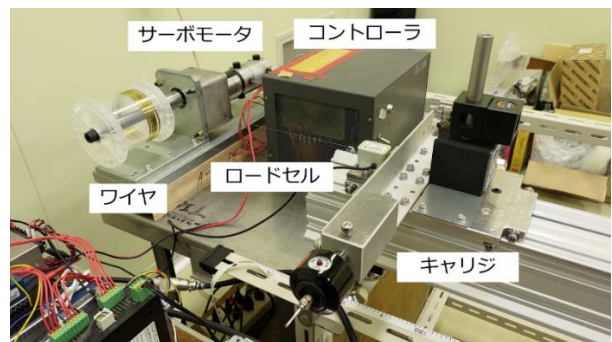


図6 牽引部の構成

表2 牽引力の結果

	最大値[N]	平均値[N]
すべり軸受	14.1	11.2
PTFE	5.6	3.1
転がり軸受	1.9	0.3

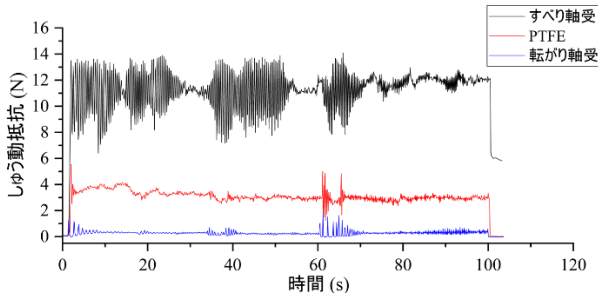


図7 時間軸に対する牽引力の変動

クスリップの原因であれば転がり軸受ではほぼ発生しない。

3 測定誤差の評価

3-1 同一端面の繰り返し測定精度の評価

4水準のキャリジ設定で同一端面の繰り返し測定を行い、測定精度の評価を行った。4水準の設定は、①すべり軸受式、②すべり軸受式+微動機構¹⁾、③転がり軸受式(側面:PTFE軸受)、④転がり軸受式(側面:転がり軸受)である。ここで微動機構とは、プロービングを低速で行うために付加した手動式ネジ機構である。測定条件は図8のVisual Basic6.0制御プログラム(以下、VB6制御プログラム)により、図9の電気式トリガプローブ(TP1、RENISHAW、精度 $\pm 0.5 \mu\text{m}$ (2σ))を用いて、測定の繰り返し3回で行った。表3及び図10に測定値のばらつき(平均値、 $n=3$)を示す。すべり軸受式+微動機構のばらつきの平均値 $\sigma 0.0210 \text{ mm}$ が最良値で、他は $\sigma 0.0996 \text{ mm} \sim \sigma 0.0933 \text{ mm}$ 程度となった。この原因を調べたところVB6制御プログラム時のレーザ干渉計位置取得のサンプリング周期20 Hz (50 msec)が影響していることが判明した。このためばらつきの原因は、電気式トリガプローブでの動的プロービングにレーザ干渉計位置取得のサンプリング周期が追従しないことで生じていた。そのため、正しい測定結果となっていないことがわかった。

VB6制御プログラムは、姿勢誤差補正、CTE入力による温度膨張補正及び2点間距離測定機能を付与しており、メーカーが提供する制御プログラムCARTO(以下、CARTO)では、これらの補正を利用できないためここではCARTOは用いないこととした。解決策は、VB6制御プログラムに併用してキャリジが静止後に静的プロービングが行えるプローブを使用することとし、図11の通電式タッチプローブ(PMC-20、大昭和精機、測定精度 $\pm 1.0 \mu\text{m}$ (2σ))

を採用した。このプローブはスイッチが閉じた時にLEDランプが点灯する仕組みで、トリガはスタイラスチップと測定物端面が接触してLEDランプ点灯後に数秒間の待機時間をはさみ、別装置の手動スイッチでトリガを与える手順とした。3水準のキャリジ設定で同一端面の繰り返し測定を行った。3水準の設定は、①すべり軸受式、②転がり軸受式(側面:PTFE軸受)、③転がり軸受式(側面:転がり軸受)で、測定の繰り返し3回とした。表4及び図12に測定値のばらつき(平均値、 $n=3$)を示す。

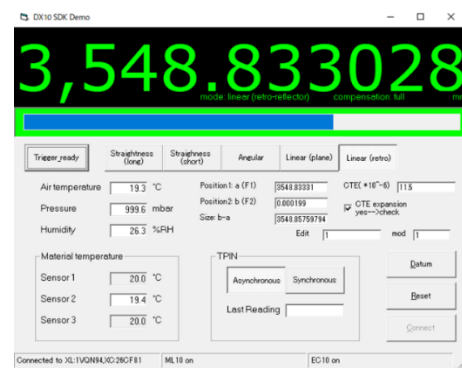


図8 VB6制御プログラム



図9 電気式トリガプローブ

表3 測定値のばらつき(平均値、 $n=3$)

	$\sigma[\text{mm}]$
すべり軸受式	0.0933
すべり軸受式+微動機構	0.0210
転がり軸受式(側面PTFE軸受)	0.0975
転がり軸受式(側面転がり軸受)	0.0996

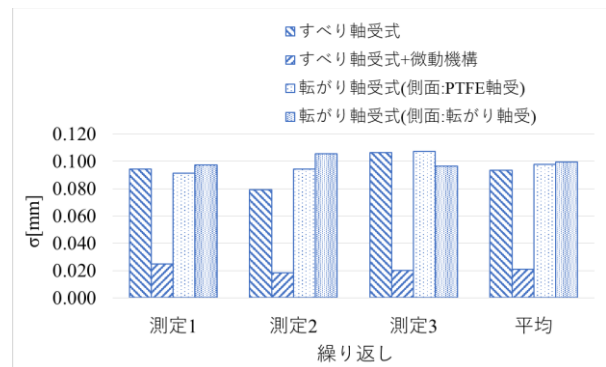


図10 測定値のばらつき(平均値、 $n=3$)

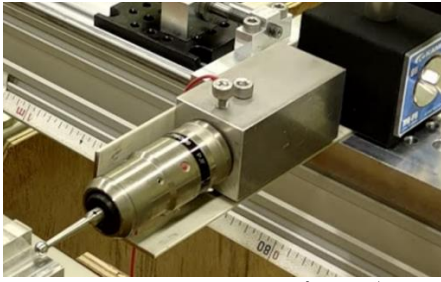


図11 通電式タッチプローブ

表4 測定値のばらつき (平均値、n=3)

	σ [mm]
すべり軸受式	0.0015
転がり軸受式 (側面PTFE軸受)	0.0013
転がり軸受式 (側面転がり軸受)	0.0008



図12 測定値のばらつき (平均値、n=3)

この結果、ばらつきの最大値はすべり軸受式の σ 0.0015 mm となり、通電式タッチプローブ (静的プロービング方式) にプローブを変更したことでばらつき誤差の低減を図ることができた。

3-2 長尺標準器による正確さとばらつきの評価

VB6 制御プログラムと電気式トリガプローブの組み合わせでは、VB6 制御プログラムのサンプリング速度が 20 Hz (50 msec) と遅いため電気式トリガプローブのトリガ ON 時からキャリジが移動し、次にサンプリング周期が巡って来た時の位置座標が行き過ぎた地点で位置座標を取得していたため、この位置ずれが原因で正確さやばらつきが大きくなっていた。この改善策として今回、VB 制御プログラムと通電式タッチプローブによる静止してからトリガを与える仕組みに変更したことで正確さとばらつきが低減した。その確認を行うために、図 13 の長尺標準器 (CB850、標準値 850.605 mm) を利用して測長精度の確認実験を行った。確認実験は、2 水準のキャリジ設定ですべり軸受と転がり軸受 (側面: 転がり軸受)、要点となる制御プログラムとプローブ方式の組み合わせは、VB6 制御プログラムと通電式タッチプローブとした。測定方法は連続 5 回の測長を 3 セット行い、姿勢誤差補正の起点は 1 セット毎に再設定する手順とし計 15 個の測長を行った。表 5 及び図 14 に姿勢誤差補正³⁾の有無での誤差 (標準値からの差、平均値、n=15) を示す。ここで姿勢

誤差補正とは光学レール上をキャリジが走行する時のピッチングとヨーイングの姿勢誤差 (degree) の補正を指す。その結果正確さ (標準値からの差) は、姿勢誤差補正無しでは双方の軸受とも 0.39 mm 程度の誤差であったが、姿勢誤差補正有りで誤差の最大値が-0.0013 mm となった。姿勢誤差補正を行うことで誤差 0.002 mm 以下になることを確認した。

正確さと同様の条件でばらつきを評価し、その個数は軸受方式毎に 850 mm 程度の測長値で 15 個とした。表 6 と図 15 に姿勢誤差補正有無のばらつき (平均値、n=15) を示す。その結果、4 水準でのばらつきの分布範囲は 0.0018 mm~0.0014 mm となり姿勢誤差補正の有無でばらつきに差異は見られなかった。つまり、姿勢誤差補正は、ばらつきには関与していないこと、また、本測定方法でばらつきが 0.002 mm 以下となることを確認した。しかしながら、通電式タッチプローブを利用した測定方法は、プロービング時に手でねじを回して行う繊細なプロービング技能が必要であり、作業者の感覚に依存する。作業者の技能に依存する測定では信頼性が低いことから、その解決策が課題として残った。



図13 長尺標準器 (CB850) による測長精度の評価

表5 姿勢誤差補正有無での誤差 (平均値、n=15)

補正無	誤差[mm]	補正有	誤差[mm]
すべり軸受	0.3993	すべり軸受	0.0003
転がり軸受	0.3965	転がり軸受	-0.0013

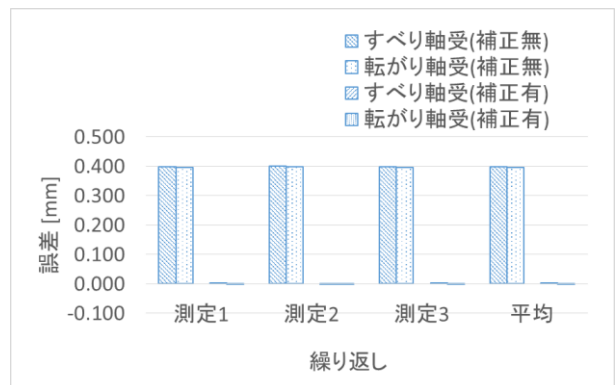


図14 姿勢誤差補正有無での誤差 (平均値、n=15)

表 6 姿勢誤差補正有無のばらつき (平均値、n=15)

補正無	σ [mm]	補正有	σ [mm]
すべり軸受	0.0016	すべり軸受	0.0018
転がり軸受	0.0014	転がり軸受	0.0014

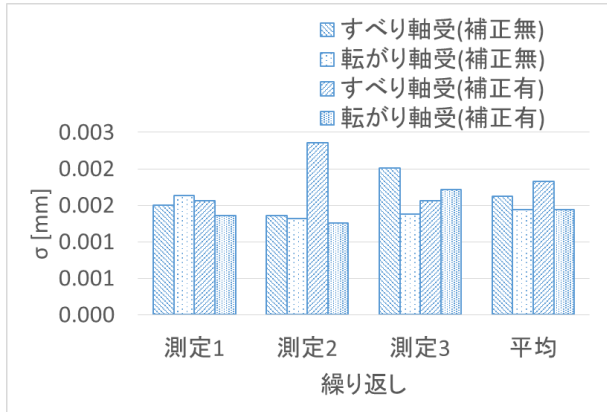


図 15 姿勢誤差補正有無のばらつき (平均値、n=15)

4 結 言

キャリジが案内上を走行する際に発生する不安定な摺動現象の解明と測定精度の改善を行った結果、以下の知見が得られた。

- (1) 転がり軸受式キャリジを用いることで摺動抵抗が減少し、スティックスリップの発生を抑制することが確認できた。しかしながら、最終的にスティックスリップは測定誤差の発生原因では無いことが判明し、測定誤差は動的プロービングに位置取得のサンプリング周期が追従しないことで生じていた。
- (2) プロービング方式を電気式トリガプローブによる動的プロービングから、通電式タッチプローブによる静

的プロービングに変更することで測定誤差 (正確さとばらつき) が低減した。

(3) 転がり軸受式キャリジにおいて姿勢誤差補正の有効動作を確認し、最終的なばらつきは σ 0.0014 mm (n=15)、誤差は -0.0013 mm (標準値との差) となった。しかしながら、現状では静的プロービングにより精度向上を図ったため作業員個々のプロービング技能の優劣で測定結果が異なることが予想され、その改善策が課題として残った。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、長期インターンシップで実験に加わった岩手大学大学院の盛田雄斗君にはキャリジ改良や精度評価実験でご協力頂いた。ここで感謝の意を表す。

文 献

- 1) 和合健, 竹原英樹, 辺見誠雄: レーザ干渉計を利用した大型構造体の高精度寸法計測技術の構築, 岩手県工業技術センター研究報告第 23 号 (2021)
- 2) 和合健, 生内智, 磯部和夫: 可搬式長大寸法測定器用長さ標準器の開発, 岩手県工業技術センター研究報告第 24 号 (2022)
- 3) 和合健: 長尺測長器の幾何学誤差補正方法の確立, 岩手県工業技術センター研究報告第 25 号 (2022)
- 4) RENISHAW カタログ: パンフレット XL-80 レーザーシステム
- 5) 中野健: スティックスリップ回避のための設計指針, 日本ゴム協会誌, 第 80 巻, 第 4 号 (2007)

球状黒鉛鑄鉄の金属組織に及ぼす銅及びビスマスの複合添加の影響*

高川 貫仁**

球状黒鉛鑄鉄の高強度化及び高延性化を目的に、パーライト促進元素である銅を0~2 mass%、黒鉛粒数を増加させるビスマスを0~0.005 mass%複合添加し、金属組織に及ぼす銅及びビスマスの複合添加の影響を調べた。その結果、銅を単独添加した場合、黒鉛粒数は銅添加量の増加に伴い減少した。さらにビスマスを複合添加した場合、黒鉛粒数は銅添加量の増加に伴いさらに大きく減少した。これは、銅添加により、黒鉛核形成元素であるマグネシウムやビスマスは銅と介在物を形成し消費されるためと考えられた。黒鉛形状は、銅添加量 2 mass%にビスマスを複合添加した場合、糸状及び擬球状に崩れた。

キーワード： 球状黒鉛鑄鉄、銅、ビスマス、黒鉛粒数

Effect of Combined Addition of Copper and Bismuth on Microstructure in Spheroidal Graphite Cast Iron

TAKAGAWA Takahito

Key words : spheroidal graphite cast iron, Copper, Bismuth, graphite nodule count,

1 緒言

近年、輸送機器や産業機械等の鑄鉄部品において、環境負荷低減の観点から、軽量化や衝撃安全性を向上させる必要があり、鑄鉄材料の高強度化及び高延性化が求められる。高強度化には一般的にパーライト促進元素であるマンガンや銅が添加される¹⁾。高延性化には結晶粒の微細化、つまりは黒鉛粒数の増加のために、接種²⁾やビスマスなどが添加される³⁾。一方で、銅やビスマスは黒鉛球状化阻害元素でもあり、銅は2.2 mass%、ビスマスは0.006 mass%を超えると黒鉛の球状化が崩れるという報告がある¹⁾。

そこで本研究では、球状黒鉛鑄鉄の高強度化及び高延性化を目的に、高強度化にはパーライト促進元素である銅を添加、高延性化には黒鉛を微細化、つまり黒鉛粒数を増加させるビスマスを添加し、金属組織に及ぼす黒鉛の球状化が崩れない濃度範囲で添加した銅及びビスマスの複合添加の影響を調べた。

2 実験方法

球状黒鉛鑄鉄の目標組成を表1に示す。銅は0 mass%、0.5 mass%、1 mass%、2 mass%と4水準に変化させ、ビスマスは無添加と0.005 mass%の2水準に変化させた。

溶解は、10 番黒鉛るつぼに、鉄及び電解鉄を入れ、溶け落ち後、フェロシリコン、フェロマンガ、硫化鉄

及び電解銅で成分調整を行った。黒鉛球状化処理用るつぼに金属ビスマス及び黒鉛球状化処理剤をセットした後、1500°Cでるつぼを炉から取り出し、サンドイッチ法により黒鉛球状化処理を行った。その後接種を行い、図1に示す階段状試験片及び分析用金型に注湯した。なお本実験の溶湯処理剤には、添加元素の影響をできるだけ単純化させるために、黒鉛球状化剤にはREを含まないFe-44%Si-6%Mg合金、接種剤にはシリコン以外の配合成分を含まないFe-75%Si合金を使用した。

表1 球状黒鉛鑄鉄の目標組成

(mass%)						
C	Si	Mn	P	S	Cu	Bi
3.9	2.7	0.2	0.01	0.02	0	0
					0.5	0.005
					1.0	
					2.0	

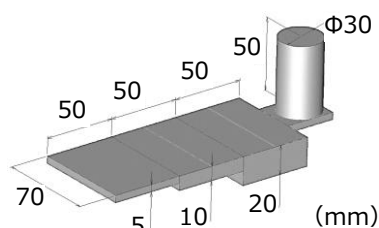


図1 階段状試験片

* 令和4年度技術シーズ創生・発展研究事業（可能性調査研究）
** 素形材プロセス技術部

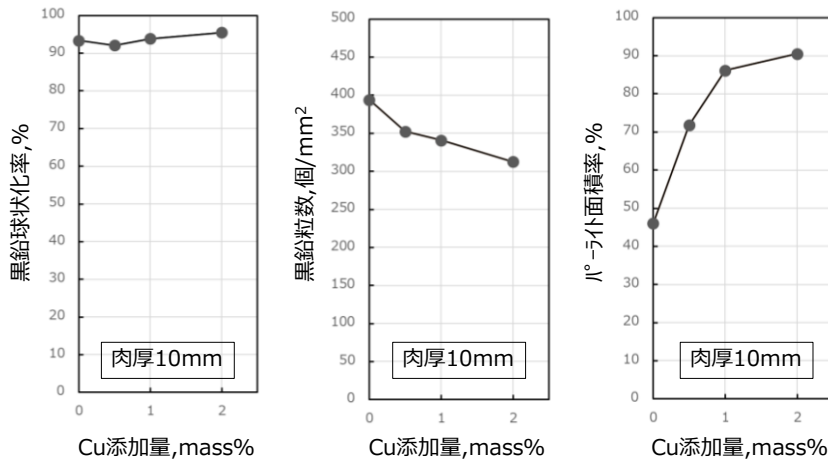


図2 金属組織に及ぼす銅添加量の影響（ビスマス無添加）

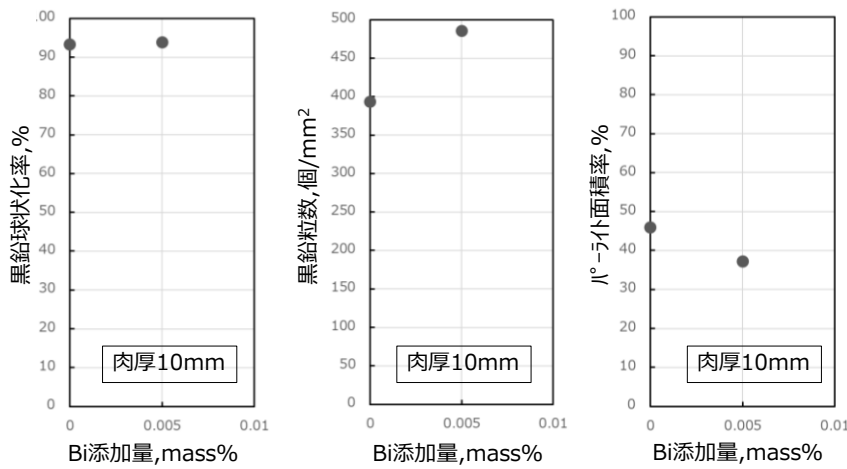


図3 金属組織に及ぼすビスマス添加量の影響（銅無添加）

階段状試験片の肉厚は5 mm、10 mm、20 mmの3水準であり、肉厚10 mmの中央部分について組織観察、比較的冷却速度が速い肉厚5 mmの中央部分についてSEM-EDSによる元素分析を行った。

3 結果及び考察

3-1 金属組織に及ぼす銅及びビスマス単独添加の影響

ビスマス無添加における金属組織に及ぼす銅添加量の影響を図2に示す。黒鉛球状化率は銅添加量が増加してもほぼ一定で90%以上であった。黒鉛粒数は銅添加量の増加に伴い約390個/mm²から310個/mm²に減少した。パーライト面積率は銅無添加の場合46%であったのに対し、銅添加量0.5 mass%では72%と急激に増加、さらに添加量2 mass%で91%まで増加し、本実験においても銅はパーライト促進元素であることを確認できた。

次に銅無添加における金属組織に及ぼすビスマス添加量の影響を図3に示す。黒鉛球状化率はビスマスを添加してもほぼ一定で90%以上であった。黒鉛粒数は

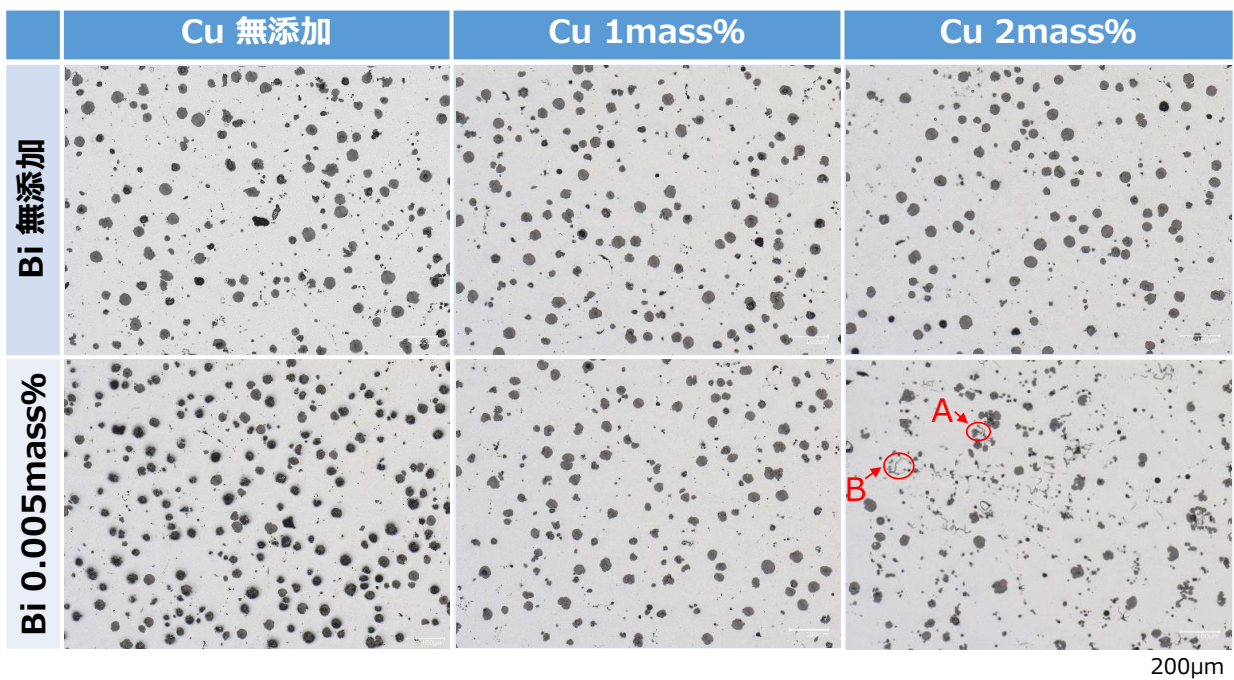


図4 銅及びビスマスを添加した試料の黒鉛組織

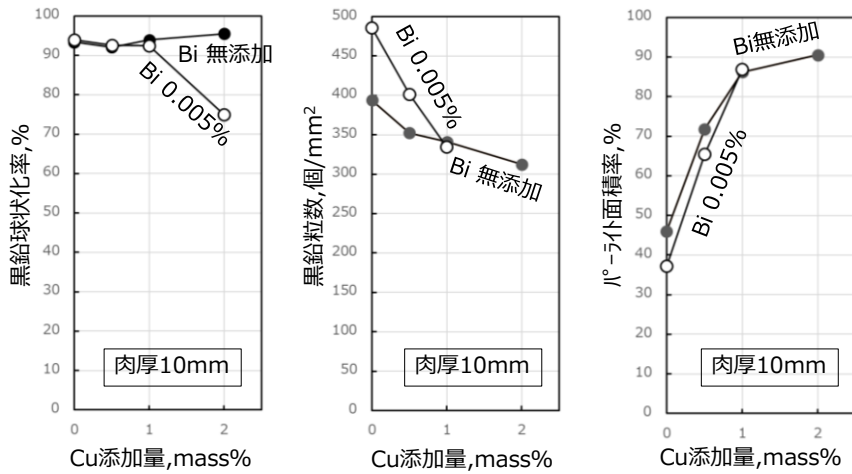


図5 金属組織に及ぼす銅及びビスマス添加量の影響

ビスマス添加により約 390 個/mm²から約 490 個/mm²に増加し、本実験においてもビスマスは黒鉛粒数を増加させる元素であることを確認できた。パーライト面積率はビ

スマス添加により 46%から 37%に減少した。これは黒鉛粒数の増加によりフェライト面積率が増加したためと考えられる。

3-2 金属組織に及ぼす銅及びビスマス複合添加の影響

銅及びビスマスを複合添加した試料の黒鉛組織写真を図4に示す。ビスマス無添加の場合、黒鉛組織はいずれの銅添加量においても球状になっているが、ビスマス添加試料では、銅添加量2%において球状から形を崩し、糸くず状(図中矢印A)や擬球状(図中矢印B)などの黒鉛組織となった。

図5に金属組織に及ぼす銅及びビスマス添加量の影響を示す。ここで黒鉛粒数の図において、この図は球状黒鉛の粒数の変化を示すことが目的であることから、球状以外の黒鉛が多く混在するビスマス 0.005 mass%、銅 2 mass%添加した試料はプロットしていない。黒鉛球状化率は、ビスマス添加の場合、銅添加量 2 mass%で 75%と大きく低下し、JIS 規格である「80%以上」を下回る結果となった。黒鉛粒数は、ビスマス無添加試料においても銅添加量の増加に伴い低下したが、ビスマス添加によりさらに大きく低下し、銅添加量 1%ではビスマス添加の有無にかかわらずほぼ同じ値になり、ビスマス添加による黒鉛粒数増加の効果は無くなった。

3-3 銅及びビスマス添加による黒鉛核及び基地介在物の成分

銅添加していないものと、銅添加量 1 mass%のビスマス添加試料の黒鉛核近傍のSEM-EDS結果を図6に示す。銅無添加の場合の黒鉛核近傍からは主にマグネシウム、シリコン、硫黄等が検出され、さらにビスマスも検出された。しかし銅添加量 1 mass%の黒鉛核からはビスマスは検出されなかった。

次に銅添加量 1 mass%のビスマス添加及び無添加の基地介在物のSEM-EDS結果を図7に示す。ビスマス無添加の介在物からはマグネシウム、銅、アルミニウム及び鉄等が検出され、基地中にマグネシウム及び銅を含む介在物が確認された。ビスマス添加の介在物からはマグネシウム、銅、アルミニウム及び鉄等の他にビスマスも検出され、マグネシウム、銅及びビスマスを含む介在物が確認された。

これらの分析結果より、銅添加量の増加に伴い黒鉛粒数が減少した原因は、銅添加によ

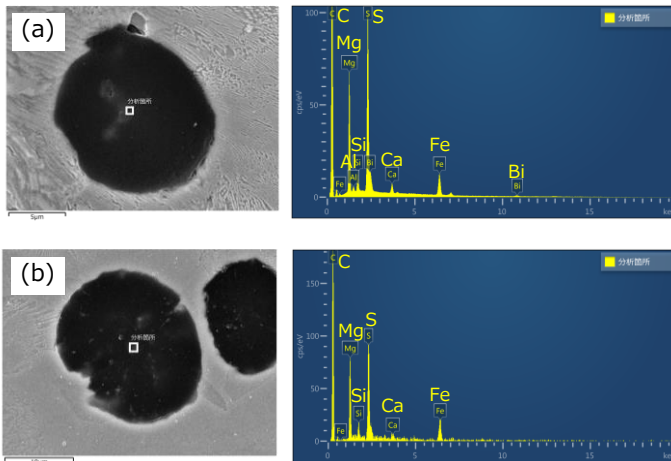


図6 黒鉛核近傍のSEM-EDS結果

(a) 銅無添加+ビスマス添加, (b) 銅添加量 1 mass%+ビスマス添加

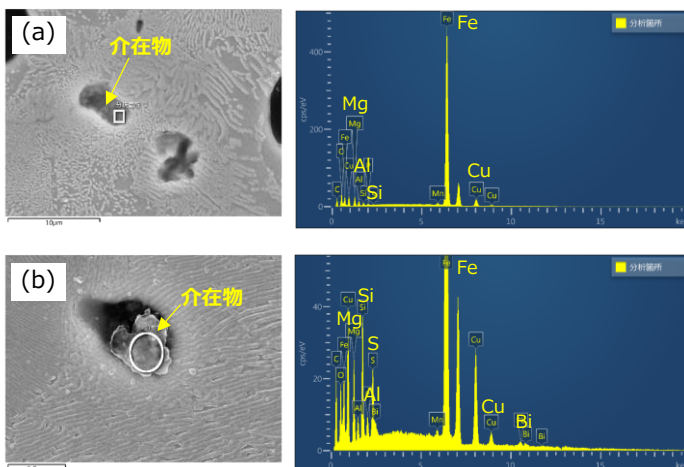


図7 基地介在物のSEM-EDS結果

(a) 銅添加量 1 mass%, (b) 銅添加量 1 mass%+ビスマス添加

る何らかの作用により、黒鉛核形成元素であるマグネシウムが鉄基地中に銅を含む介在物を形成することにより消費され、黒鉛核形成に必要なマグネシウムが十分に確保されないため、結果として黒鉛核形成機能が低下したと考えられた。また、銅及びビスマスを複合添加した場合、ビスマスの黒鉛粒数増加の効果が低下する原因も、銅添加によりビスマスが鉄基地中に銅を含む介在物を形成して消費され、黒鉛核形成元素としての機能が低下したと考えられた。ただし、銅添加量 2 mass%においてビスマスを複合添加することにより黒鉛形状が崩れる原因は本実験では明らかに出来なかった。

今後の球状黒鉛鑄鉄の高強度化及び高延性化の検討においては、黒鉛粒数を減少させない高強度化元素、もしくは銅を添加しても黒鉛粒数増加の効果を弱めない高延性化元素など、他の元素との組み合わせを検討する必要があると考えられた。

4 結 言

- (1) 銅を 0~2 mass% 単独添加した場合、パーライト面積率は 46% から 91% に増加した。黒鉛粒数は約 390 個/mm² から 310 個/mm² に減少した。
- (2) ビスマスを 0~0.005 mass% 単独添加した場合、黒鉛粒数は約 390 個/mm² から 490 個/mm² に増加し、ビスマスは黒鉛粒数を増加させる元素であることを確認した。パーライト面積率は 46% から 37% に減少した。
- (3) 銅及びビスマスを複合添加した場合、ビスマス添加による黒鉛粒数増加の効果は低下し、銅添加量 1 mass%

ではビスマス無添加とビスマス添加の黒鉛粒数は同じ値になった。

(4) 銅及びビスマスを複合添加した場合、銅添加量 2 mass% で黒鉛形状は崩れた。

(5) 銅単独添加試料からマグネシウム及び銅を含む介在物が観察された。また銅及びビスマスを複合添加した試料からはマグネシウム、銅及びビスマスを含む介在物が観察された。

(6) 銅添加により黒鉛粒数が減少した原因は、黒鉛核形成元素であるマグネシウムが銅と介在物を形成することにより消費され、核生成元素として機能が低下するためと考えられた。銅及びビスマスの複合添加によりビスマスの黒鉛粒数増加の効果が低下する原因も、銅と介在物を形成し消費されるためと考えられた。

謝 辞

本研究は、岩手大学大学院総合科学研究科 金型・鑄造プログラム特別研究(長期インターンシップ)の研究テーマとして大学院 鈴木海斗氏に多大な協力を頂いた。心から感謝します。

文 献

- 1) 日本鑄造工学会：鑄造工学便覧 (2002)
- 2) 安藤正, 岡田和彦, 佐藤和則, 山田聡：鑄造工学 84 (2012) 702
- 3) 堀江皓, 小綿利憲：鑄物 60 (1988) 3, 173

材料押出法 3D プリンターの造形物における プラスチック材料の引張特性*

長嶋 宏之**

保有する材料押出法の 3D プリンターにて、対応する造形材料、ABS 樹脂、ポリカーボネート、PC-ABS、ポリアミドの 4 種類において、2 種類の造形方向で試験片を製作し、引張試験を実施した。

試験により各データを収集した結果、造形材料及び造形方向の違い（異方性）による引張特性への影響を把握できた。

キーワード：3D プリンター、材料押出法、プラスチック、引張特性

Tensile properties of models by *Material Extrusion 3D Printer*

NAGASHIMA Hiroyuki

Key words : 3D printer, Material extrusion, Plastics (Polymer) , Tensile properties

1 緒 言

当センターでは令和 3 年度に材料押出法 3D プリンター（以下、MEX 3D プリンター）を更新した。この MEX 3D プリンターの特徴は、複数の熱可塑性プラスチックの中から、造形材料の選択が適宜可能なことである。この特徴により、企業支援などで活用の機会が更に広がると考えている。

一般的に 3D プリンターの造形物は、射出成形などによる樹脂成形品に比べ、強度や剛性などの機械的特性が異なることや、造形方向による異方性があることが知られている。そこで、保有装置による造形物の機械的性質データを整理することで、装置の利用促進を図りたいと考えた。

本報では、保有装置が対応するプラスチック材料について、当該装置にて試験片を製作し、引張試験を行った結果を報告する。

2 方 法

2-1 試験法

保有装置のメーカー Stratasys 社（米）が発行する材料データシート^{1) 2) 3) 4)}では、機械的性質として ASTM 規格の試験による引張特性が示されており、降伏応力、降伏ひずみ、破壊応力、破壊ひずみ、弾性係数の値があげられている。

そこで本試験では、日本産業規格（以下 JIS）の K 7161-1、K 7161-2 に準拠した条件で引張試験を行い、降伏応力、降伏ひずみ、破壊応力、破壊ひずみ、弾性係数を求めた。

2-2 試験片

2-2-1 形状・寸法・数量

試験片（図 1）は、JIS K 7161-2 に基づき、標準試験片 1A（ダンベル型）とし、数量は JIS K 7161-1 による 5 個以上に適応するため、7 個とした。

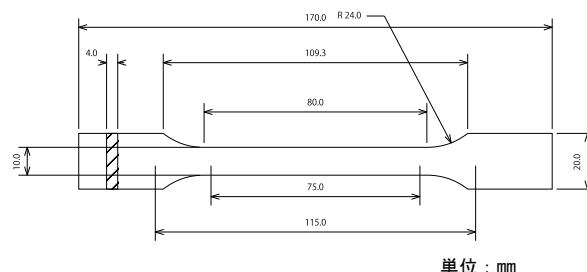


図 1 試験片

2-2-2 造形方法

試験片の造形に使用した MEX 3D プリンターは図 2 に示す Stratasys 社 Fortus 450mc である。

造形条件は、Stratasys 社が発行する Materials Testing Procedure（材料試験手順書）⁵⁾ に準じ、表 1 に示した条件とした。積層厚、加工経路、サポート（造形物の支持体）の形式においても、標準的な設定である。

また 3D プリントでは、造形原理から積層の境界面が水平方向に等間隔で存在する。よって、造形物には水平方向と垂直方向で異なる性質があらわれる（異方性）。そこで、図 3 に示すとおり、造形時、

* 令和 4 年度技術シーズ創生・発展研究事業（可能性調査研究）

** 産業デザイン部

試験片を造形テーブルに水平に配置した「水平方向」、垂直に配置した「垂直方向」を設定し、方向別に試験片を製作した。なお、垂直方向の試験片は高さに比べ極端に印刷面積が小さく、造形中に倒壊する恐れがあるので、前述の試験手順書に倣い、「Stabilize Wall (安定壁)」を付与した。

2-2-3 造形材料

試験片の材料には、表2に示す、Stratasys社が供給する、ABS樹脂、ポリカーボネート(PC)、PC-ABS、ポリアミド(PA 12、ナイロン 12)の4種類を使用した。また、3Dプリントに不可欠なサポート材も、それぞれに対応する材料を使用した。

造形後には、装置操作マニュアルの手順に則り、表2に示す標準的な後処理をした。

特にポリアミドは、サポートの剥離性が悪く、また、成形後の吸水により機械的性質が変化する理由から、強アルカリ水溶液によるサポートの溶解と約1時間の水道水への浸漬を行った。

2-3 引張試験

引張試験はJIS K 7161-1、K 7161-2に準じ、図4に示す万能試験機Instron社 5982型を使用して行った。表3に示す、試験速度1 mm/min、室温大気中などの条件で試験を行い、ひずみの計測には試験機に搭載の光学式伸び計を使用した。

材料4種を造形方向2種で組合せた8条件について、1条件につき試験片7個を試験した。



図3 試験片外観と造形方向

表2 使用材料

使用材料	モデル材 (製品名)	サポート材 (製品名)	後処理
ABS樹脂	Stratasys ABS-M30	Stratasys SR-30	機械的破壊による サポート除去
ポリカーボネート (PC)	Stratasys PC	Stratasys SR-100	機械的破壊による サポート除去
PC-ABS	Stratasys PC-ABS	Stratasys SR-110	機械的破壊による サポート除去
ポリアミド (PA 12、 ナイロン 12)	Stratasys FDM Nylon 12	Stratasys SR-110	強アルカリ水溶液による サポート溶解後、 水道水に約1時間の 浸漬

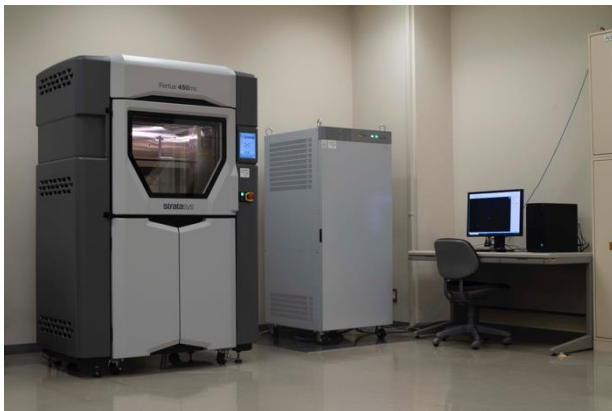


図2 造形装置外観 (Stratasys社 Fortus 450mc)

表1 造形条件

造形装置	Stratasys Fortus 450 mc
使用ノズル	T16 チップ (ノズル径 0.4064 mm)
積層厚	0.254 mm
造形ソフトウェア	Insigt、Control Center
主な造形設定	Contour: Single、Raster: +45/-45 Solid、Support style: Sparse、垂直方向のみ: Stabilize Wall 付与



図4 試験装置外観 (Instron社 5982型)

表3 試験条件

試験方法	JIS K 7161-1、JIS K 7161-2 準拠
試験装置	Instron 5982 型
試験ソフトウェア	Bluehill 3
伸び計	光学式 (AVE 非接触式ビデオ伸び計)
試験速度	1 mm / min
試験雰囲気	室温大気中
試験数	7 個

2-4 データ処理

条件ごとの試験片 7 個の結果から、降伏応力、降伏ひずみ、破壊応力、破壊ひずみ、弾性係数について、平均値、標準偏差を算出し、最大値、最小値を抽出した。

3 結果及び考察

ABS 樹脂、ポリカーボネート、PC-ABS、ポリアミドの 4 種類の材料について引張特性のデータを収集し、材料の違いと積層造形による引張特性への影響を再確認した。

各樹脂の、水平方向、垂直方向別に、降伏応力、降伏ひずみ、破壊応力、破壊ひずみ、弾性係数について、平均値、標準偏差、最大値、最小値を表 4 に、造形方向による各応力の平均値の差とその比(水平/垂直)のグラフを図 5 に示す。また、水平方向と垂直方向において引張最大荷重が中央値に当たる試験片の荷重とひずみのグラフを図 6 に示す。

ポリカーボネート、PC-ABS、ポリアミドでは、降伏応力で垂直方向よりも水平方向が大きい値を示し、さらに、ポリカーボネートと PC-ABS では破壊応力でも水平方向が大きい値であった。一方、弾性係数は、造形方向が変わっても 4 つの材料とも大きな差は無かった。これは、造形方向が試験片の引張強さには影響を与えるが、剛性には影響をあまり与えていないと考える。その引張強さへの影響の原因としては、積層境界面での剥離や、表面に現れる「積層段差」への応力集中などではないかと推測する。

ABS 樹脂では降伏ひずみでは大きな差はないが、水平方向の破壊ひずみは垂直方向の 3 倍以上の値であった。また、垂直方向の応力が水平方向よりも大きい値となったのは、塗りつぶし部の材料フィラメントの溶着界面の影響ではないかと推量する。

ポリカーボネートは、今回の 4 種の樹脂の中では、降伏応力、破壊応力とも一番大きい。ただし、降伏点から破壊までのひずみがあまりない。つまり、大きな力に耐えうるが、降伏点を超えるとたちまち破壊することがわかった。

PC-ABS は ABS 樹脂とポリカーボネートの混合樹脂である。水平方向に限れば、ABS 樹脂よりも降伏応力、破壊応力とも平均値は高く、引張強さが向上したように見える。しかしながら、垂直方向では ABS 樹脂よりも下がってしまっている。

ポリアミドは、特筆すべきは、水平方向での降伏点後のひずみの大きさである。破壊ひずみは 35.13%で、降伏点から破壊点までの伸びが最長であった。しかし、垂直方向での破壊ひずみは 4.05%と水平方向の 1/9 程度で、ほかの樹脂と比べても差が大きい。4 種類の樹脂の中では造形方向の影響が一番受ける材料と言える。

表 4 各材料の引張特性

ABS 樹脂					
	造形方向	平均値	標準偏差	最大値	最小値
降伏応力 (MPa)	水平	29.68	0.2508	30.16	29.40
	垂直	31.47	0.3212	31.98	31.03
降伏ひずみ (%)	水平	1.66	0.0003	1.72	1.63
	垂直	1.79	0.0004	1.84	1.74
破壊応力 (MPa)	水平	26.72	0.6211	28.04	26.16
	垂直	30.23	0.5470	31.07	29.33
破壊ひずみ (%)	水平	7.08	0.0121	8.57	4.95
	垂直	2.28	0.0019	2.51	2.07
弾性係数 (GPa)	水平	2.95	0.4429	3.57	2.29
	垂直	2.34	0.0320	2.39	2.31

ポリカーボネート (PC)					
	造形方向	平均値	標準偏差	最大値	最小値
降伏応力 (MPa)	水平	62.72	0.9501	63.95	61.18
	垂直	42.76	9.2948	51.32	28.25
降伏ひずみ (%)	水平	4.62	0.0013	4.77	4.45
	垂直	2.37	0.0067	3.05	1.36
破壊応力 (MPa)	水平	57.79	0.8638	58.76	56.44
	垂直	42.76	9.2947	51.32	28.25
破壊ひずみ (%)	水平	5.48	0.0080	6.54	4.54
	垂直	2.36	0.0067	3.05	1.36
弾性係数 (GPa)	水平	2.42	0.1396	2.70	2.26
	垂直	2.48	0.4923	3.46	2.05

PC-ABS					
	造形方向	平均値	標準偏差	最大値	最小値
降伏応力 (MPa)	水平	36.91	0.5053	37.47	36.12
	垂直	26.58	1.1427	27.54	24.43
降伏ひずみ (%)	水平	3.37	0.0010	3.52	3.26
	垂直	1.92	0.0018	2.12	1.57
破壊応力 (MPa)	水平	32.98	0.7228	33.80	31.59
	垂直	26.58	1.1422	27.54	24.43
破壊ひずみ (%)	水平	8.66	0.0235	11.15	4.72
	垂直	1.92	0.0018	2.12	1.57
弾性係数 (GPa)	水平	1.99	0.1439	2.11	1.70
	垂直	1.94	0.2091	2.11	1.62

ポリアミド (PA 12)					
	造形方向	平均値	標準偏差	最大値	最小値
降伏応力 (MPa)	水平	47.58	0.5796	48.23	46.61
	垂直	37.03	1.4722	39.75	35.53
降伏ひずみ (%)	水平	6.34	0.0018	6.53	6.04
	垂直	4.03	0.0035	4.73	3.66
破壊応力 (MPa)	水平	35.60	1.0456	36.70	34.09
	垂直	36.94	1.4762	39.69	35.43
破壊ひずみ (%)	水平	35.13	0.0948	42.50	14.89
	垂直	4.05	0.0035	4.74	3.68
弾性係数 (GPa)	水平	1.43	0.0723	1.52	1.30
	垂直	1.41	0.0746	1.53	1.34

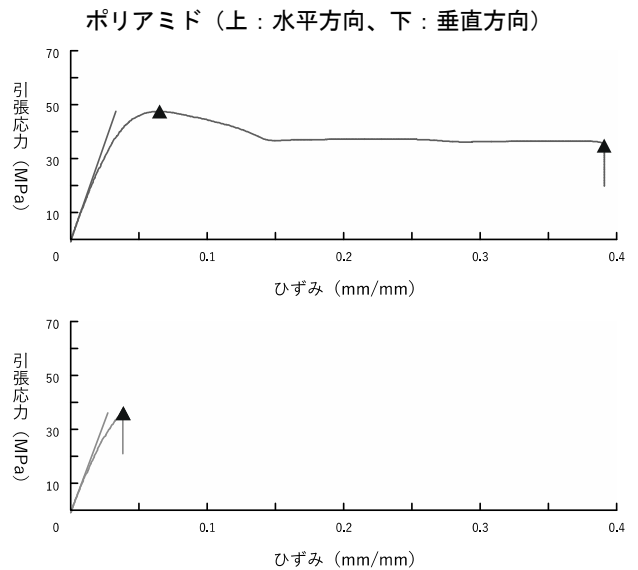
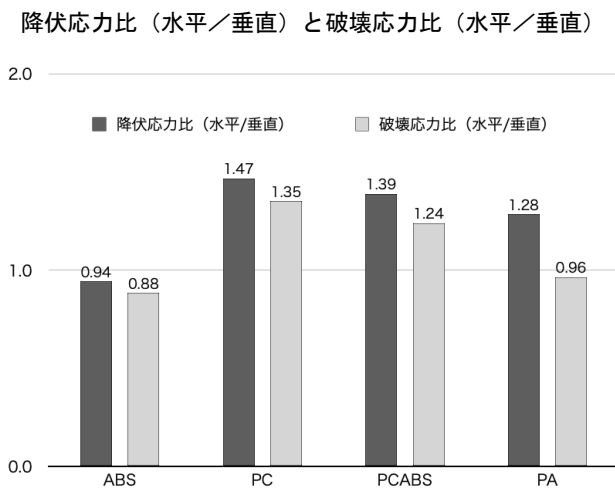
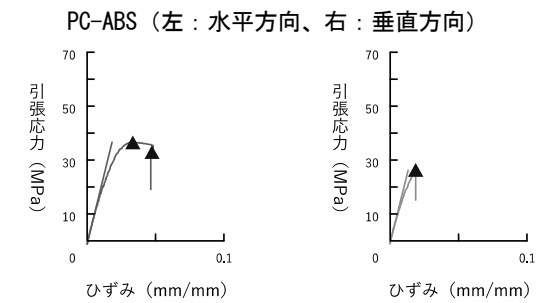
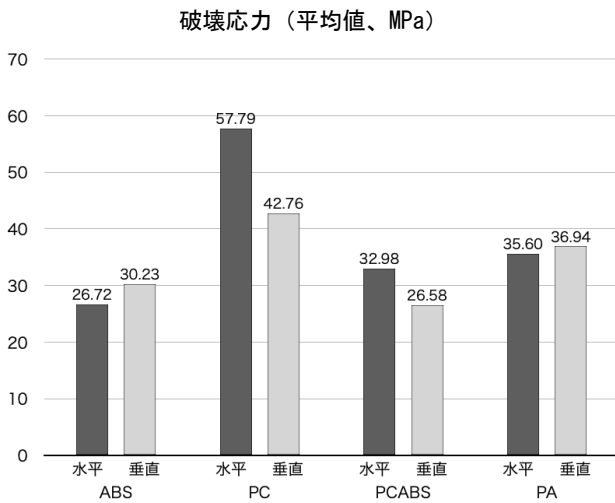
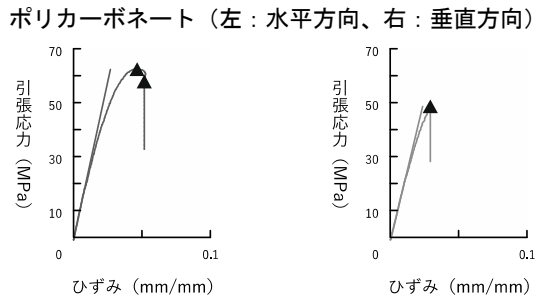
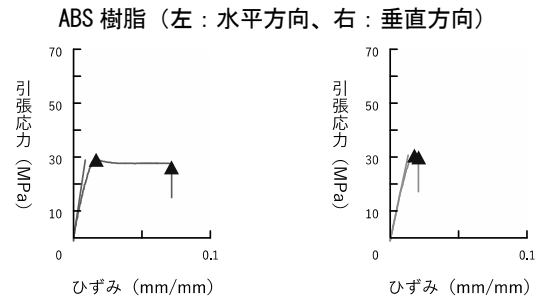
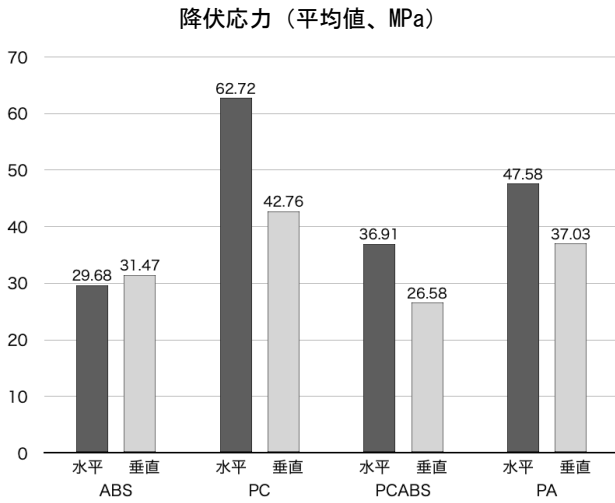


図5 造形方向による応力の差と比

図6 各材料の応力とひずみ (▲: 降伏点と破壊点)

4 まとめ

当センターが保有する MEX 3D プリンターにて、4 種類の材料、2 種類の造形方向別に製作した試験片について引張試験を実施し、引張特性データを収集した。その結果、材料の差、及び、造形方向による引張特性への影響をあらためて確認できた。

装置メーカーの材料データシートの機械的性質には、ほかに曲げ特性、圧縮強さ、衝撃強さが示されており、引き続き、それぞれの実測を実施する予定である。

謝 辞

今回の調査に関し、試験機使用に協力いただいた機能材料技術部樋澤健太主任専門研究員に厚く御

礼を申し上げます。

文 献

- 1) Stratasys : ABS-M30 Data Sheet (2022)
- 2) Stratasys : PC Data Sheet (2021)
- 3) Stratasys : PC-ABS Data Sheet (2022)
- 4) Stratasys : FDM Nylon 12 Data Sheet (2021)
- 5) Stratasys : Materials Testing Procedure (2021)
- 6) 日本産業規格 : JIS K 7161-1 プラスチックー引張特性の求め方ー第 1 部 : 通則 (2014)
- 7) 日本産業規格 : JIS K 7161-2 プラスチックー引張特性の求め方ー第 2 部 : 型成形, 押出成形及び注型プラスチックの試験条件 (2014)

色素含有平板培地による岩手県清酒酵母の識別*

菊池 祥**、佐藤 稔英**、玉川 英幸**

色素混合平板培地（カラープレート）を使用し、岩手県清酒酵母「ジョバンニの調べ」、「ゆうこの想い」、「FoxIw201」の識別を検討した。色素濃度検討の結果、BTBは80 mg/L、フロキシシン B 及びローズベンガルは20 mg/L でコロニーの着色が最も明瞭となった。また、培養温度 35°C、炭素源にグルコース及びグリセロールを用いた結果、炭素源により着色が変化し、これらの酵母を識別できた。

キーワード：カラープレート、清酒酵母、識別、グルコース、グリセロール

Distinction of iwate sake yeasts by using dye-containing plate

Shou Kikuchi, Naruhide Sato and Hideyuki Tamakawa

Key words : Color plate, Sake yeast, Distinction, Glucose, Glycerol

1 緒 言

食品に使用される酵母の大部分は *Saccharomyces cerevisiae* である。*S. cerevisiae* は、糖分からアルコールと炭酸ガスを生成する働きを持つ。この働きからパン、ワイン、清酒など多くの発酵食品に使われている。清酒酵母は、公益財団法人日本醸造協会が頒布するきょうかい酵母や、各県が独自に育種した県酵母などがある。岩手県にも、県で育種した清酒酵母がある。吟醸香と言われる香気成分の一種であるカプロン酸エチル生成量が多く大吟醸酒等に使用される「ジョバンニの調べ」、カプロン酸エチル生成量がやや多く純米吟醸酒や純米酒等に使用される「ゆうこの想い」、吟醸香の一種である酢酸イソアミルと酸の生成量が多く純米酒等に使用される「FoxIw201」である。

清酒の製造時には培養した優良な清酒酵母を十分量添加して、その添加酵母を優勢な状態とすることで、雑菌汚染のリスクを低くする。しかし、容器を密閉せずに開放状態で発酵するため、稀に野生酵母や別の醗の酵母が混入して添加酵母よりも優勢になる場合がある。添加酵母以外が優勢になって発酵が進むと、香りや味が商品コンセプトと異なる清酒ができてしまう。醗が添加酵母の特徴と異なり添加酵母以外の優勢が疑われる場合には、酵母の識別が必要になる。添加酵母以外が優勢の場合には、酵母の再添加などの対策が必要となる。

清酒酵母の識別は、呼吸欠損菌の判別をする TTC 染色法^{1,2)} やパントテン酸資化性の判別をする β -アラニン法³⁾ など各種識別培地の組み合わせによる識別⁴⁾ に加え、PCR 法を用いた遺伝子解析も行われている⁵⁾。識別に要する日数は、各種識別培地は5～7日間、PCR 法は3～4日間であるが、いずれの識別法も操作が煩雑であるため、より簡易な方法が求められる。

簡易な識別方法として、色素混合平板培地（カラープレート）を用いて清酒酵母であるきょうかい9号酵母とこまち酵母を着色差によって2～3日間の短期間で識別した渡辺らの報告がある⁶⁾。

本試験は、渡辺らの方法を参考に、岩手県で育種した清酒酵母をカラープレートで識別できるか検討した。渡辺らの方法に加え、培養温度の検討と、炭素源をグルコースからグリセロールに変えた培養試験、酵母混合による識別試験も実施したので報告する。

2 実験方法

2-1 使用酵母と培養方法

酵母は、岩手県で育種した清酒酵母「ジョバンニの調べ」、「ゆうこの想い」、「FoxIw201」の3株を使用した。

酵母は YPD 液体培地（20 g/L グルコース、10 g/L 酵母エキス、20 g/L ペプトン）3 mL にスラントから一白金耳接種し、30°C で3日間静置培養して供試した。

2-2 使用色素

色素は、pH 指示薬であり中性で緑色を呈するプロモチモールブルー（BTB）、菌垢の染め出しなどで用いられる桃色を呈するフロキシシン B、食紅で赤色を呈するローズベンガルの3種類を使用した。

2-3 色素濃度の検討

カラープレートに用いる最適な色素濃度を検討するため、次の方法で試験を行った。

グルコースカラープレートは YPD 培地（20 g/L グルコース、10 g/L 酵母エキス、20 g/L ペプトン、20 g/L 寒天）に色素を濃度 20、40、60、80 mg/L とするように混合して作成した。

YPD 液体培地で増殖した酵母の光学密度 (OD₆₀₀) を測定し、OD₆₀₀ = 1 となるように滅菌水で希釈して、濁度をそ

* 令和4年度技術シーズ創生・発展研究事業（可能性調査研究）

** 醸造技術部

えた。

OD₆₀₀=1の酵母希釈液をグルコースカラープレートへプロットし、30℃で3日間培養後に各酵母の着色状態を観察した。

2-4 培養温度の検討

カラープレートの最適な培養温度を検討するため、次の方法で試験を行った。

BTBは濃度80 mg/L、フロキシシンBとローズベンガルは20 mg/LのグルコースカラープレートへOD₆₀₀=1の酵母希釈液をプロットし、25、30または35℃で3日間培養後に各酵母の着色状態を観察した。

2-5 炭素源の検討

各酵母の炭素源による着色を確認するため、次の方法で試験を行った。

グルコースカラープレートに加え、炭素源をグルコースからグリセロールに変更した培地(20 g/L グリセロール、10 g/L 酵母エキス、20 g/L ペプトン、20 g/L 寒天)に、BTBは濃度80 mg/L、フロキシシンB及びローズベンガルは20 mg/Lになるように混合してグリセロールカラープレートも作成した。

OD₆₀₀=1の酵母希釈液を1万倍希釈して、作成したカラープレートに100 μL塗抹し、35℃で、グルコースカラープレートは3日間、グリセロールカラープレートは6日間培養後に各酵母の着色状態を観察した。

2-6 混合酵母の識別

酵母を混合した場合に識別可能か確認するため、次の方法で試験を行った。

OD₆₀₀=1の酵母希釈液を1万倍希釈して、「ジョバンニの調べ×ゆうこの想い」、「ジョバンニの調べ×FoxIw201」、「ゆうこの想い×FoxIw201」の組み合わせで、1対1で混合し、酵母混合液とした。

カラープレートに酵母混合液を100 μL塗抹し、35℃で、グルコースカラープレートは3日間、グリセロールカラープレートは6日間培養後に各酵母の着色状態を観察した。

3 結果及び考察

3-1 色素濃度の検討

結果を図1に示す。BTBは濃度が高くなるにつれて、酵母の着色が濃くなり80 mg/Lが最も酵母間の差が明瞭であった。同様に、フロキシシンBとローズベンガルは濃度が高くなるにつれて、酵母が濃く着色した。しかし、濃度が高くなると酵母間の着色差が小さくなるとともに、培地の色が濃く不明瞭となるため、20 mg/Lが最も識別し易かった。すべての色素で「ジョバンニの調べ」と「FoxIw201」の着色は似通っており、識別は難しいと考えられた。そのため、より識別を容易にするため培養温度の検討を行った。












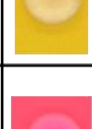



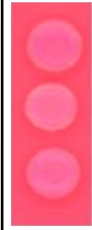




















色素	酵母	色素濃度			
		20 mg/L	40 mg/L	60 mg/L	80 mg/L
BTB	ジョバンニの調べ				
	ゆうこの想い				
	FoxIw201				
フロキシシンB	ジョバンニの調べ				
	ゆうこの想い				
	FoxIw201				
ローズベンガル	ジョバンニの調べ				
	ゆうこの想い				
	FoxIw201				

図1 酵母を培養したカラープレート(色素濃度の検討)

3-2 培養温度の検討

結果を図2に示す。酵母の着色は、培養温度が25℃から30℃、35℃と高くなるにつれ、濃くなり、35℃で最も酵母間の差が明瞭となった。このことから培養温度は35℃が最適と考えられた。

酵母別の着色は「FoxIw201」が最も濃く、次に「ジョバンニの調べ」となり、「ゆうこの想い」は最も薄くなった。BTBとフロキシシンB又はローズベンガルを組み合わせることで、単コロニーの酵母の識別が可能であった。

酵母の最適培養温度は30℃程であり、この最適温度から大きく離れるとストレスが負荷される⁷⁾。高温などの環境ストレスに酵母が曝されると、ストレス応答が誘導され、酵素の不活性化やタンパク質の保護及び除去などが行われる。このことから培養温度による酵母の着色の違いは、ストレス応答による酵母の酵素活性やタンパク質の変化が影響していると考えられた。

3-3 炭素源の検討

これまでの検討で単コロニーの酵母の識別はできた。そこで、実際の作業では単コロニーではなく、複数コロニーで識別するため、以下の試験は複数コロニーで実施した。

炭素源をグルコースとした場合は色素によらず、「ジョバンニの調べ」と「ゆうこの想い」は同程度に薄く、「FoxIw201」は濃く着色した(図3)。そこで、「ジョバン

ニの調べ」と「ゆうこの想い」の識別を容易にするために炭素源の違いによる検討を行った。

グルコースは解糖系で代謝される。グリセロールはジヒドロキシアセトンリン酸を経て、グリセルアルデヒド3リン酸に変換され解糖系に合流する⁸⁾。この反応で発生した NADH は呼吸鎖で再酸化される必要がある。こうしたことから、グリセロールの代謝には酸素が必要になる。このような代謝の違いが色素の取り込みや着色に関与すると推測し、炭素源をグリセロールに変更して試験を行った。

その結果、グリセロールの場合は「ゆうこの想い」と「FoxIw201」は薄く、「ジョバンニの調べ」は濃く着色した(図4)。

色素	酵母	培養温度		
		25℃	30℃	35℃
BTB	ジョバンニの調べ			
	ゆうこの想い			
	FoxIw201			
フロキシシンB	ジョバンニの調べ			
	ゆうこの想い			
	FoxIw201			
ローズベンガル	ジョバンニの調べ			
	ゆうこの想い			
	FoxIw201			

図2 酵母を培養したカラープレート (培養温度の検討)

3-4 混合酵母の識別

次に、実際の識別作業を想定して、2種類の酵母を混合した混合酵母の培養を試みた。

その結果、炭素源をグルコースとした場合(図5)とグリセロールとした場合(図6)のいずれの着色パターンも、図3及び図4と同様であった。そのため、グルコースでは「ジョバンニの調べ×ゆうこの想い」、グリセロールでは「ゆうこの想い×FoxIw201」の識別は難しいと考えられた。しかし、表1に示すように、これら2種類の炭素源を用いることで、試験した3つの酵母の組み合

わせを識別可能であった。

全ての色素で、酵母及び炭素源での着色パターンが一致していたため、色素はいずれかの1種類で十分であると考えられる。3種類の色素の中では、BTBが最も識別が容易であったが、BTBは酵母の生成する酸により培地が変色する。このように酵母や色素により識別が難しい場合があるため、念のためBTBとフロキシシンB又はローズベンガルというように、2種類の色素を用いることでより確実に識別できると考えられる。

酵母	色素		
	BTB	フロキシシンB	ローズベンガル
ジョバンニの調べ			
ゆうこの想い			
FoxIw201			

図3 酵母を培養したカラープレート (炭素源グルコース)

酵母	色素		
	BTB	フロキシシンB	ローズベンガル
ジョバンニの調べ			
ゆうこの想い			
FoxIw201			

図4 酵母を培養したカラープレート (炭素源グリセロール)

酵母	色素		
	BTB	フロキシシン B	ローズベンガル
「ジョパンニの調べ」 × 「FoxIw201」			
「ゆうこの想い」 × 「FoxIw201」			
「ジョパンニの調べ」 × 「ゆうこの想い」			

図5 混合酵母を培養したカラープレート (炭素源グルコース)

酵母	色素		
	BTB	フロキシシン B	ローズベンガル
「ジョパンニの調べ」 × 「FoxIw201」			
「ゆうこの想い」 × 「FoxIw201」			
「ジョパンニの調べ」 × 「ゆうこの想い」			

図6 混合酵母を培養したカラープレート (炭素源グリセロール)

表1 カラープレートでの酵母の着色結果

色素		BTB フロキシシンB ローズベンガル	
		グルコース	グリセロール
酵母	ジョパンニの調べ	+	++
	ゆうこの想い	+	+
	FoxIw201	++	+

+: 薄い着色、++: 濃い着色

4 結 言

本研究では、カラープレートを用いて岩手県で育種した清酒酵母の識別を試みた。

(1) 色素濃度を検討した結果、酵母に依存せず、BTB では 80 mg/L、フロキシシン B 及びローズベンガルは 20 mg/L が、全体的にコロニーの着色が最も明瞭であった。

(2) 最適な培養温度を検討した結果、35℃でコロニーの着色が最も明瞭となった。

(3) グルコースとグリセロールの2種類の炭素源を用いることで、同一株でもコロニーの着色に違いが生じ、どの酵母の組み合わせでも、それぞれの酵母を識別可能であった。

(4) 色素は1種類ではなく、2種類を用いることでより確実に識別できると考えられる。著者らはBTBとフロキシシンBを推奨する。

(5) PCR法と比較すると、識別に同等の期間を要したが、カラープレートは煩雑な作業がなく簡易に行うことができた。

(6) 各種識別培地と比較すると、同等の操作になるものの、グリセロールカラープレートでは少し早く(3日間)、グリセロールカラープレートでは同等の期間(6日間)で、複数回の培養工程がなく、識別することができた。

(7) カラープレートによる識別は必要とする設備が少なく、また、高価な機器を必要としないため、酒造企業でも実施できる。

本研究で開発したカラープレートでの酵母識別技術を、醗中の酵母の優勢確認で活用し、県内清酒の品質向上に繋げるとともに、今後、きょうかい酵母など県酵母以外の識別も検討し、県内酒造企業への技術支援に活かしたい。

文 献

- 古川敏郎, 秋山裕一: 日本農芸化学会誌, 37, p398-402 (1963)
- 稲橋正明, 吉田清, 蓼沼誠: 日本醸造協会誌, 94, p1006-1015 (1999)
- 池見元宏, 和田多聞, 秋山裕一: 日本醸造協会誌, 67, p678-681 (1972)
- 吉田清: 日本醸造協会誌, 101, p910-922 (2006)
- 福田央: 日本醸造協会誌, 109, p202-211 (2014)
- 渡辺誠衛, 田口隆信, 高橋仁, 大野剛: 日本醸造協会誌, 104, p712-721 (2009)
- 島純, 安藤聡, 中村敏英: 日本食品科学工学会誌, 57, p225-231 (2010)
- E. E. CONN, P. K. STUMPF, G. BRUENING, R. H. DOI: コーン・スタンプ生化学, 株式会社東京化学同人, 1988

酸基醴酐を用いた低アルコール清酒の醸造試験*

佐藤 稔英**

消費者ニーズや清酒の個性化に対応するため、酸基醴酐（さんきあまざけもと）を用いた低アルコール清酒の醸造試験を行った。各種条件下で試験醸造を行った結果、低温醸造によりアルコール10度まで発酵させた場合にオフフレーバーの発生リスクも低く、香味のバランスの取れた製成酒が製造できることが明らかとなった。

キーワード：低アルコール清酒、酸基醴酐

Brewing tests of low alcohol sake using Sankiamazake-moto

SATO Naruhide

Key words： low alcohol sake, Sankiamazake-moto

1 緒言

近年の酒類消費傾向は消費者ニーズの多様化にとともに、幅広いアルコール濃度のバリエーションが提供されている。多くの酒類がアルコール度数の選択肢を消費者に与える中、清酒の販売数量はビールや発泡酒、焼酎、リキュール等に逆転されている。これは、若者や女性を中心とした清酒離れや健康志向を背景とした低アルコール化などを反映しているものと思われる¹⁾。

このような背景の元、清酒に関してもこれまでの一般的な市販清酒のアルコール度数である15~17%よりも低いアルコール度数の清酒の開発が行われてきた。これまでの方法は大きく分けて①加水希釈法②発酵停止法③アルコール除去法の3種類の方法である。

加水希釈法²⁾は割水や追水でアルコールを下げる方法で、一般的な清酒製造方法で製造が可能な反面、水っぽくなりやすい欠点がある。発酵停止法は目標のアルコール度数に達した時に強制的にもろみの発酵を停止する方法で、発酵管理に関する設備導入が進んだ現代では比較的容易に製造が可能である。一方で、 α -アセト乳酸等の発酵中間生成体がモロミに残存しやすく、製成後にオフフレーバーであるジアセチルの生成リスクが上昇する³⁾。アルコール除去法は逆浸透膜等を使用することでアルコール分を除去する方法で確実性が高いものの、新たな設備導入が必要で、工場の複雑化などハード面での課題が大きい⁴⁾。

また、そもそも一般的な清酒製造方法は製品のアルコール度数が15~17%程度となったときに味が調和するようになっているため、アルコール自体が持つ刺激感が失われる低アルコール清酒の場合、酸味や発泡感などのあらたな刺激味を付与する必要がある。報告者はこれまで、実際の酒造現場で製造された米麹から乳酸菌を探索、分

離し、それらを培養して添加する酸基醴酐に着目し試験醸造を行ってきた⁵⁾。その結果、製成酒に生酐らしい酸と甘のバランスを付与することが出来ることなどを確認している。そこで、低アルコール清酒製造時に欠失されやすい刺激感を補う目的で酸基醴酐に着目し、「1段仕込み」⁶⁾「低温醸造」による低アルコール清酒の試験醸造を行った。

2 実験方法

2-1 原材料

供試菌株として岩手県酵母 M7 株を用いた。また、酸基醴酐用乳酸菌として LB146 株を用い、硝酸還元菌は県保有株を用いた。原材料として精米歩合 55% の吟ぎんがを米麹および掛米として使用し、麹菌として麹菌紅椿を用いた。

2-2 小仕込み試験方法

小仕込み試験は表1に示す仕込配合で、総米 300 g の1段仕込とした。酒母は対照として中温速醸酐と山麩酐を用いた。酸基醴酐は2段酒母とし、前段で加温糖化および乳酸菌の培養を行い、2段目添加時に酵母を添加した。酒母経過を図1に示す様に行い、中温速醸酐、酸基醴酐、山麩酐をそれぞれ12日目、15日目、25日目で使用した。

表1 小仕込み試験配合

	酒母①		酒母②	添	総量
総米(g)	150			150	300
掛米(g)	120	(60)	(60)	120	240
麹米(g)	30	(15)	(15)	30	60
水(g)	160	(80)	(80)	260	420

※括弧内は酸基醴酐の仕込み配合

* 令和4年度技術シーズ創生・発展研究事業（可能性調査研究）

** 醸造技術部

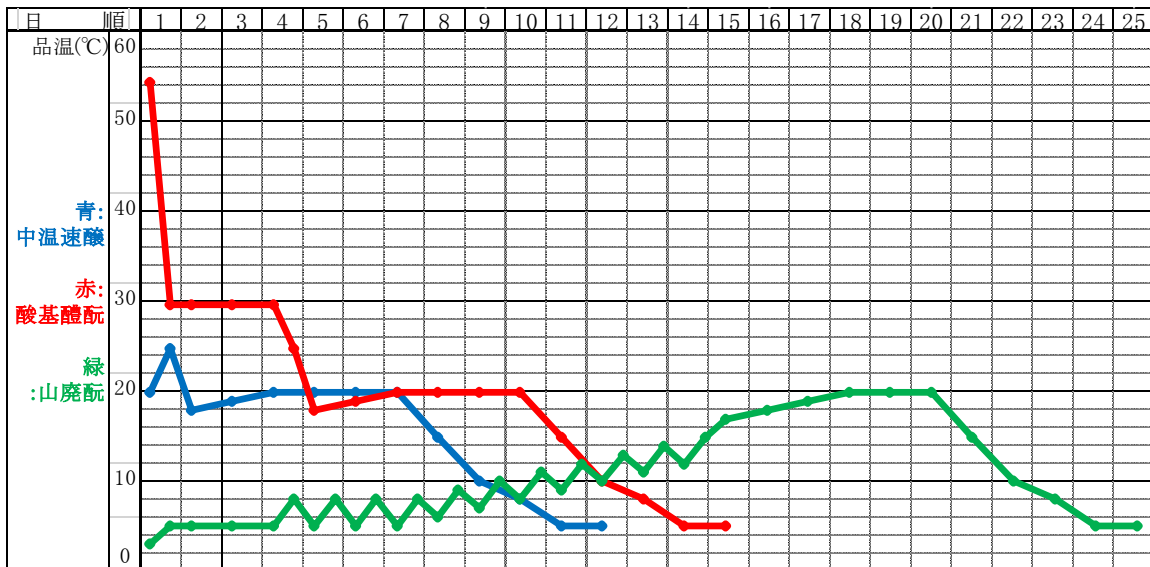


図1 酒母品温経過

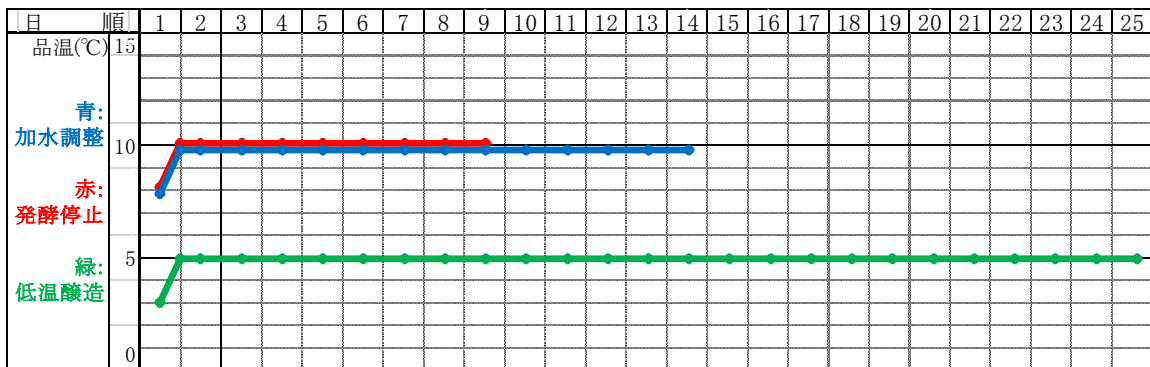


図2 小仕込み試験モロミ品温経過

モロミの品温経過を図2に示す。対照として加水調整区および発酵停止区を設けた。加水調整区は発酵温度 10℃としてアルコール度数 16 度に達するまで 14 日間発酵させた後、加水調整にてアルコール度数 10 度まで加水を行い上槽した。発酵停止区は発酵温度を 10℃としてアルコール度数 10 度に達するまで 9 日間発酵させた後、上槽した。低温醸造区は発酵温度を 5℃としてアルコール度数 10 度に達するまで 25 日間発酵させて上槽した。上槽は遠心分離 (4600 rpm、4℃、50 分) で行い、得られた上清を製成酒とした。

2-2 清酒の評価方法

日本酒度 (Me)、アルコール濃度 (Alc.)、酸度 (TA)、アミノ酸度 (AA) は国税庁所定分析法⁶⁾に則って測定した。香気成分の測定はヘッドスペースガスクロマトグラフィーにより行った、ガスクロマトグラフは GC-7890A (アジレントテクノロジー(株)) を用いた。カラムは DB-WAX を使い、カラム温度は 85℃一定で、キャリアーガスは窒素を用い、流速は 1.8 mL/min とした。検出器は水素炎イオン化検出器 (FID) を使用し、検出器温度は 250℃ とした。グルコース濃度 (Glu) は GA05 (株) エイアンドテ

ィー) を用いた酵素法により測定した。ピルビン酸濃度 (PyA) はピルビン酸簡易測定キット (新洋技研工業(株) 社製) を用いた比色法により測定した。製成酒の官能評価はパネラー 5 名により総合評価 10 点法 (10: 優 ~ 1: 不可) で行った。

3 結果

小仕込み試験における製成酒の一般成分分析結果を表 2 に示す。日本酒度は加水調整区で高くなったが、発酵

表2 小仕込み試験 一般分析結果

酒母	モロミ区分	発酵日数	Alc. (%)	Me	TA (mL)	AA (mL)
中温速醸	加水調整	26	10.4	-13	1.8	0.9
	発酵停止	21	10.4	-53	2.4	0.9
	低温発酵	37	10.7	-55	2.4	1.8
酸基醱	加水調整	29	10.2	-10	2.0	1.0
	発酵停止	24	10.3	-55	2.9	1.2
	低温発酵	40	10.0	-54	3.1	2.0
山麩醱	加水調整	49	10.4	-11	2.2	1.0
	発酵停止	39	10.3	-55	3.0	1.2
	低温発酵	50	10.1	-52	3.2	2.0

※加水調整区は加水調整後の成分

表3 小仕込み試験 グルコース、ピルビン酸、香氣成分分析結果

酒母	モロミ区分	Glu (%)	PyA (ppm)	アセトアルデヒド (ppm)	酢酸エチル (ppm)	酢酸イソアミル (ppm)	イソアミルアルコール (ppm)	カプロン酸エチル (ppm)
中温速醸	加水調整	2.2	76.5	10.8	56.6	4.4	98.2	0.4
	発酵停止	7.2	135.8	12.8	48.7	3.2	104.5	0.1
	低温発酵	8.1	53.2	9.2	53.4	3.3	96.6	0.1
酸基醴酐	加水調整	1.0	95.2	26.2	40.9	3.8	105.0	0.3
	発酵停止	5.0	161.0	22.9	47.1	3.4	103.9	0.1
	低温発酵	6.8	41.3	31.5	38.2	2.5	95.1	0.1
山廃酐	加水調整	1.3	105.7	22.3	29.3	2.2	96.2	0.2
	発酵停止	5.9	152.7	24.7	49.4	2.5	90.1	0.1
	低温発酵	7.0	49.5	28.3	48.0	2.0	83.4	0.0

※加水調整区は加水調整後の成分

表4 官能評価結果

酒母	モロミ区分	総合評価	コメント
中温速醸	加水調整	5.0	薄めも甘酸のバランスは良い、香り穏やか、酢エチ様、水っぽさがある、酸味あり
	発酵停止	4.7	酢イソ、生老香感じる、甘み強く後に残る、酢エチ、酸くどい、甘強い、酸味
	低温発酵	6.7	甘酸が調和、自然に飲める、メロン様香、少々荒い、キレ
酸基醴酐	加水調整	4.7	味薄、酸苦目立つ、香り控えめ、メロン様香、まとまりある味、酸味あり、キレ
	発酵停止	5.7	甘酸シャープでキレ良い、酢イソ、酸残る、酸はきれいかも、甘強い、酸味
	低温発酵	7.0	甘酸バランス良い、香り出ている調和、メロン様香、少々荒い、酸味あり、キレ
山廃酐	加水調整	2.7	特に薄い、酸目立つ、香りは悪くない、エステル感じる、後引く苦み、水っぽい、
	発酵停止	3.3	やや苦残るも甘酸のバランスは悪くない、酸と苦が残る、アセトアルデヒド、甘強い
	低温発酵	5.3	甘酸良い、甘多いのにどこか薄さを感じる、香り穏やか、不調和、脂肪臭、酸味あり

停止区および低温発酵区で同様の値となった。低温発酵区では発酵の進行を抑制しているものの、アルコール度数と日本酒度の関係は一般的な発酵と変わらないことから、酵母の発酵だけでなく麹由来の酵素活性も同時に抑制されているものと考えられた。酸度は中温速醸酐<酸基醴酐<山廃酐の順に高い傾向が示された。これは、酒母使用時の酸度が影響を与えているものと考えられた。さらに酸度は、加水調整区<発酵停止区<低温発酵区の順に高い傾向があった。*Saccharmyces cerevisiae*はリンゴ酸およびクエン酸の分解が報告⁷⁾されていることから酒母から供給された有機酸が低温発酵では分解が進まず、発酵停止区に対して低温発酵区で残存量が多くなったものと推定された。アミノ酸度は加水調整区<発酵停止区<低温発酵区の順に高い傾向が示された。酵母は増殖期にアミノ酸を多く取り込むことが報告⁸⁾されている。低温発酵区では酵母の増殖は抑制されていると推定されることから、酒母由来のアミノ酸が取り込まれずに残存しているものと考えられた。

グルコース濃度、ピルビン酸濃度、香氣成分の分析結果を表3に示す。グルコース濃度は加水調整区<発酵停止区<低温発酵区の順に高い傾向が得られた。日本酒度は発酵停止区と低温発酵区で同等であったことから、エキソ型アミラーゼが品温経過と発酵日数に影響を受けているものと推定された。ピルビン酸濃度は低温発酵区<加水調整区<発酵停止区の順に高い傾向が示された。通常、ピルビン酸は酵母の活性の低下と共に減少し、細胞

内で合成されるジアセチルの前駆体である α -アセト乳酸濃度も低下する。これらのことからオフフレーバーの発生リスク低減のためにはピルビン酸濃度を100 ppm以下にすることが求められる⁹⁾が、発酵停止区ではこれを上回る数値が検出された。木香様臭として知られるアセトアルデヒド濃度は中温速醸酐で低く、酸基醴酐、山廃酐で30 ppm前後と同等の値を示したが、木香様臭としての認知閾値として報告¹⁰⁾のある40 ppmを全ての試験区で下回っておりオフフレーバーとしての認知リスクは低いものと考えられた。セメダイン臭として知られる酢酸エチル濃度は試験区による一様の傾向を示さなかったが、認知閾値である80 ppm¹¹⁾をいずれの試験区も下回っており、オフフレーバーとしての認知リスクは低いものと考えられた。酢酸イソアミルおよびイソアミルアルコールは、低温発酵区<発酵停止区<加水調整区の順で高い傾向が示された。酢酸イソアミルはロイシン生合成経路から分岐してイソアミルアルコールを経て合成される¹²⁾。前述した通り、アミノ酸の取り込みは酵母増殖の活性に依存するため、モロミの品温経過が低く酵母の増殖が抑制されていると推定される低温発酵区での合成量が低く抑えられたと考えられる。カプロン酸エチルは試験区による差異は確認されなかった。

表4に官能評価結果を示す。総合評価は山廃酐<中温速醸酐<酸基醴酐の順で高く、さらに加水調整区<発酵停止区<低温発酵区の順で高い傾向があった。山廃酐は総じて山廃酐特有の酸味と苦味が強く、特に加水調整区

において味薄感と共に酸味が際立つ傾向が見られた。これまでの報告¹³⁾にもアルコール濃度を下げることによって甘味が低下し、酸味が強くなることが報告されており、加水調整による低アルコール製造にはかなりの熟練を要するものと推察された。中温速醸醗と酸基醗は甘味と酸味のバランスが良く、特に低温発酵区での香味が調和しいずれも評価が高かった。特に酸基醗を用いた場合は香气成分濃度が低いにも関わらず香りの調和感での評価も高く良好と判断された。

4 まとめ

消費者ニーズや清酒の個性化に対応した清酒の製造試験として酸基醗を利用した低アルコール清酒の醸造試験を行った。その結果、酸基醗を用いた低温発酵区においてオフフレーバーのリスクが低く香味バランスの良い清酒が製造できることが判明した。また、本試験結果を受けて県内酒造メーカーにより同手法を用いて清酒製造が開始された。製成酒の評価は高く増産計画が上がる一方で、酒母歩合が高いため一般的な製造規模での醸造には課題が残る。今後はスケールアップの方法について検討を進める予定である。

文 献

- 1) 熊坂敏彦：清酒製造業の経営革新の方向性，昭和女子大学現代ビジネス研究所 2015 年度紀要，p1-10 (2015)
- 2) 鈴木重一郎，有松嘉一，奥田教廣：酒質と希釈限度との関係に就いて，醸協，38(2)，p84-87 (1943)
- 3) 日本酒造組合中央会東京支部銘酒研究委員会：ソフトタイプ清酒の開発，醸協，74(1)，p61-63 (1979)
- 4) 佐藤信，中村欽一，大場俊輝，吉田隆一：逆浸透膜法による低アルコール清酒の製造，醸協，78(8)，p641-646 (1983)
- 5) 佐藤稔英：酸基醗(あまざけ)醗を用いた清酒製造，醸協，116(11)，p736-747 (2021)
- 6) 第四回改正国税庁所定分析法注解 (1993)
- 7) 島津善美，上原三喜夫，渡辺正澄：酵母および乳酸菌によるワイン中の有機酸の分解，醸協，77(2)，p117-122 (1982)
- 8) 北本勝ひこ，三宅優，中村欽一：胚芽添加仕込みにおける胚芽添加時期の製成酒に及ぼす影響，醸協，80(8)，p567-568 (1985)
- 9) 伊藤和樹，佐藤時習，兜森忠道，渡辺誠衛，田口隆信：もろみ中のピルビン酸濃度を指標とした発酵管理，醸協，102(4)，p309-313 (2007)
- 10) 宇都宮仁，磯谷敦子，岩田博：清酒に添加した匂い物質の閾値 (第1報)，醸協，99(9)，p652-658 (2004)
- 11) 宇都宮仁，磯谷敦子，岩田博：清酒に添加した匂い物質の閾値 (第2報)，醸協，99(10)，p729-734 (2004)
- 12) S. Ashida, E. Ichikawa, K. Suginami, S. Imayasu: Isolation and Application of Mutants Producing Sufficient Isoamyl Acetate, a Sake Flavor Component, *Agric. Biol. Chem.*, 51(8), p2061-2065 (1987).
- 13) 吉沢淑：低濃度酒とその背景，醸協，80(5)，p298-301 (1985)

岩手県産食品等をサンプルとした香気成分分析の試行*

及川 和宏**

岩手県内で製造された4種類の食品等について、香気成分分析に関する基礎的知見を得るため、機器分析を実施した。前処理にSPME法を用いて、GC-MSによる揮発性化合物の定性分析を行った。分析の結果から、それぞれの食品における香気成分の特性を確認することができた。

キーワード：香気成分、GC-MS、SPME

Analysis of volatile compounds in food products from Iwate

OIKAWA Kazuhiro

Key words: volatile compounds, GC-MS, SPME

1 緒言

食品の香りは、人間の嗜好に大きく影響を与える要因のひとつである。香気成分は、人間が香りを感じる多種多様な揮発性化合物であり、それらは機器分析によって化学的に分析することが可能である。香気成分分析を通じて得られるデータは、食品の付加価値向上や品質管理に有益な情報となる。しかしながら、香気成分分析を適切に実施するためには、分析対象に応じた前処理手法や機器分析条件の検討が必要となる。したがって、過去に分析経験のない食品をサンプルとする場合、分析の試行を通じて予備的知見を蓄積していかなければならない。

ガスクロマトグラフ質量分析装置(GC-MS)は、香気成分をはじめとする揮発性化合物の分析に用いられる。サンプル中に含まれる複数化合物の分離を行うGC部と、マススペクトルと呼ばれる質量情報を得る検出機であるMS部からなる。GC-MSは、各種化合物の定性分析や定量分析に広く力を発揮する機器である。固相マイクロ抽出(SPME: Solid Phase Micro Extraction)法は、GC-MS分析に活用される前処理手法のひとつである。吸着層を備えたファイバーに揮発性化合物を吸着、濃縮することで抽出を行い、簡易な操作で感度の高い分析を実現することができる。

本研究では、岩手県内企業や当センターで製造された新しい食品素材等をサンプルとして、将来的な香気成分分析に有用な知見を得ることを目的に、SPME法とGC-MSを用いた香気成分分析を試行し、各サンプルの特性を確認した。

2 方法

2-1 材料

サンプルとして、グレープシードオイル、マツタケ抽出液、ナマコエキス及び木材チップ浸漬液を用いた。グ

レープシードオイル、マツタケ抽出液及びナマコエキスは、岩手県内の企業においてそれぞれ製造されたものである。木材チップ浸漬液は、木材チップのフレーバー利用を検討するため、甲類焼酎(A1c. 25%)にコナラ及びアカマツの木材チップを浸漬して当センターで製造したものである。これらは全て液体サンプルであり、-40℃又は4℃で保管した。

2-2 揮発成分の抽出

揮発成分の抽出にはSPME法(SPMEファイバー: DVB/CAR/PDMS, 50/30 µm, 1 cm)を用いた。ナマコエキスは3mL、その他は2mLをバイアルへ封入し、50℃で10分間加熱、その後気相に10分間ファイバーを露出させて揮発成分を吸着させ、GC注入口にて240℃で3分間加熱脱着した。

2-3 揮発成分の分析

揮発成分の分析にはGC-MS(Agilent Technologies, GC 7890A, MSD 5975C)を用いた。注入口はスプリットレスモードで温度は240℃とした。カラムはINNOWAX(60 m × 0.25 mm, 0.25 µm)を用いた。カラムの昇温条件は、40℃ 5分間保持、240℃まで12℃/minで昇温、240℃ 5 min 保持とした。キャリアガスはヘリウムで流量は1.5 mL/minとした。分析は全てのサンプルで2回ずつ実施した。得られたマススペクトルをもとに、解析ソフト(Agilent MS ChemStation)を用いてライブラリデータと照合し、候補化合物の推定を行った。

3 結果及び考察

3-1 グレープシードオイル

分析に供したグレープシードオイルは、ワイン残渣から選別した種を非加熱圧搾して搾油した、いわゆるコールドプレス法を特徴とする製品である。

分析の結果、TIC(Total ion current chromatogram)上

* 令和4年度技術シーズ創生・発展研究事業(可能性調査)

** 食品技術部

で複数のピークを確認することができた(図1)。このうち、ピーク面積値の大きい上位10化合物について、マススペクトルから候補化合物を推定したところ、表1の結果が得られた。

これらはいずれも、ワインに含まれる香り成分として報告されている化合物である¹⁾。なお、比較のため、溶剤抽出法で製造したとみられる市販のグレープシードオイルを同条件で分析したところ、表1の化合物は検出されないか、検出されてもピーク面積はごく小さいものだった(データは省略)。

以上の結果から、本研究で用いたグレープシードオイルは、原料に由来するワインの香りが特徴となっていることが示唆された。

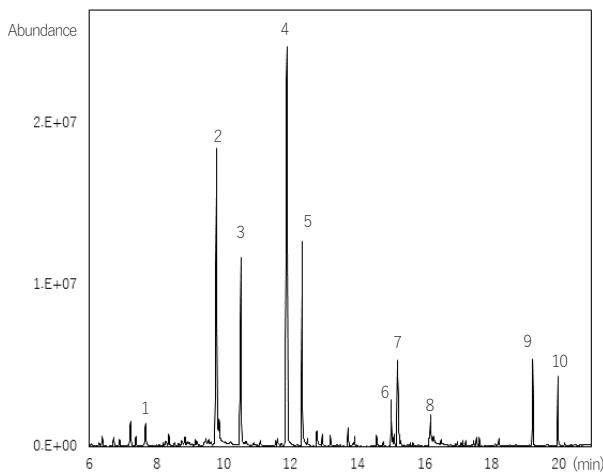


図1 グレープシードオイルのTICクロマトグラム

表1 グレープシードオイルの分析結果

No.	RT (保持時間)	推定化合物
1	7.676	Pentanal
2	9.795	Hexanal
3	10.526	3-methylbutyl acetate
4	11.905	3-methyl-1-butanol
5	12.358	Ethyl hexanoate
6	15.012	Ethyl octanoate
7	15.202	Acetic acid
8	16.188	Propanoic acid
9	19.239	Hexanoic acid
10	19.991	2-phenylethyl alcohol

3-2 マツタケ抽出液

分析に供したマツタケ抽出液は、県内企業が試作したマツタケを原料とした液体素材である。

分析の結果、TIC上で複数のピークを確認することができた(図2)。このうち、ピーク面積値が大きい上位10

化合物について、マススペクトルから候補化合物を推定したところ、表2の結果が得られた。

これらはいずれも、マツタケの香り成分として報告されている化合物である²⁾。マツタケの香りは、1-Octen-3-ol及びMethyl cinnamateを主要香り成分として、その他複数の化合物が寄与しているとされる。

分析サンプルからマツタケと同様の香り成分が検出されたため、原料であるマツタケからマツタケ抽出液へ、特徴的な香り成分が移行していることが示された。

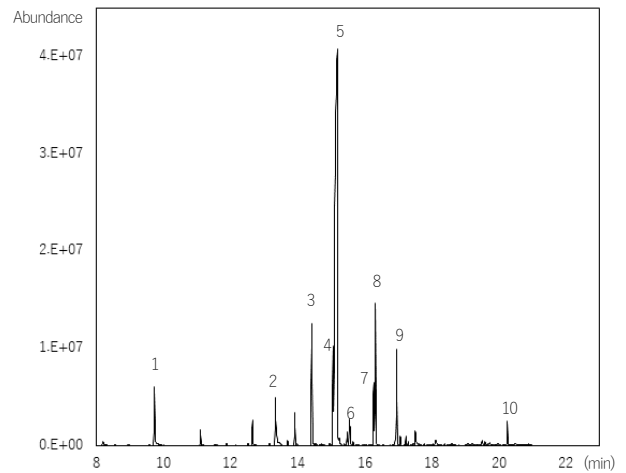


図2 マツタケ抽出液のTICクロマトグラム

表2 マツタケ抽出液の分析結果

No.	RT	推定化合物
1	9.747	Hexanal
2	13.357	1-octen-3-one
3	14.437	3-octanol
4	15.066	2-octenal
5	15.195	1-octen-3-ol
6	15.555	cis-Linalooloxide
7	16.279	Benzaldehyde
8	16.332	1-octanol
9	16.964	cis-2-octen-1-ol
10	21.520	Methyl cis-cinnamate

3-3 ナマコエキス

分析に供したナマコエキスは、県内企業等が開発した新規の機能性素材であり、特許登録されている³⁾。

分析の結果、TIC上で複数のピークを確認することができた。しかしながら、ピーク面積値の大きい化合物の多くで、候補化合物を特定できなかった。今回の分析条件ではピークの分離が不十分だったこと等が原因として考えられる。

そこで、乾燥ナマコの香り成分として文献に報告のある化合物⁴⁾を対象を絞り、ピーク面積値の小さな化合物

も含めて、網羅的にそれらの存在を探索した。その結果、表3に示す化合物を見出した。これらは青草や海藻、磯の香りを持つとされている化合物であった。

これらの香りは、ナマコエキスの官能評価における印象と合致するものだった。今後、検証を進めていくためには、本研究の結果を踏まえた分析手法の改善が必要であろう。

表3 ナマコエキスの分析結果

RT	推定化合物
6.387	3-methylbutanal
7.676	Pentanal
9.747	Hexanal
11.573	Heptanal
15.569	2-ethyl-1-hexanol
16.326	1-octanol
17.388	1-nonanol

3-4 木材チップ浸漬液

分析に供した木材チップ浸漬液は、岩手県産の木材チップの活用方法を検討する中で、当センターにおいて試作した実験サンプルである⁵⁾。

木材チップの利用方法として、果実酒の場合、オークチップの浸漬が酒税法で認められており、浸漬することによって樽の香りが付与されるとされている。今回は、樽の香りに寄与するとされる化合物⁶⁾に注目し、それらが検出されるか確認した。

コナラチップ浸漬液をサンプルとして分析したところ、TIC 上では樽の香りに関する化合物のピークを確認することは困難だった。今回の分析条件では検出感度が不十分だったこと等が原因として考えられる。続いて、目的化合物に特徴的なフラグメントイオンの情報をもとに探索したところ、表4に示す化合物の存在を確認できた。フラグメントイオンとは、化合物がMS部で分解したことにより生じるイオンであり、定性分析の手掛かりとなるものである。

今後は、前処理手法や分析条件の改善、LC-MS など他の機器の活用等を検討することで、信頼性の高い定性分析や定量分析を実現していく必要があるといえる。

表4 分析対象とした樽の香りの成分

RT	推定化合物
19.904	<i>trans</i> -whisky lactone
20.553	<i>cis</i> -whisky lactone
23.804	Eugenol
26.468	Vanillin

また、アカマツチップ浸漬液を分析してコナラチップ浸漬液と比較したところ、アカマツチップ浸漬液のみで、TIC 上にテルペン系の化合物が複数検出された(図3)。ピーク面積値の大きかった代表的なテルペン系の化合物を表5に示す。

テルペン系の化合物は、針葉樹の香りの特徴づける香気成分とされている⁷⁾。アカマツをはじめとする針葉樹の木材チップは、コナラなどの広葉樹の木材チップとは特徴の異なる香りを付与できる可能性があると言える。

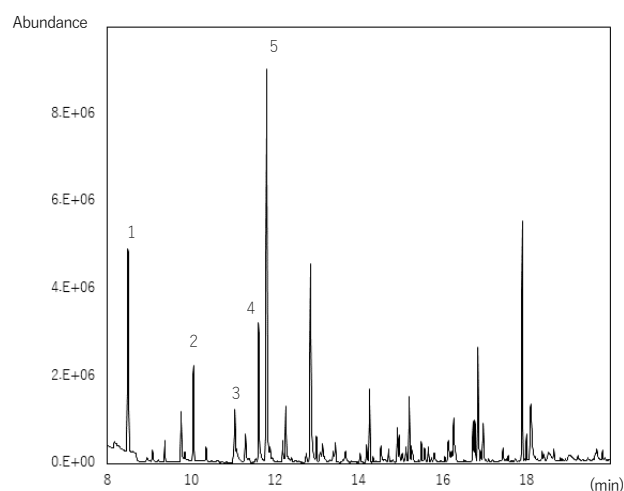


図3 アカマツチップ浸漬液のTICクロマトグラム

表5 アカマツチップ浸漬液の主要なテルペン系化合物

No.	RT	推定化合物
1	8.491	α -pinene
2	10.056	β -pinene
3	11.043	α -phellandrene
4	11.619	<i>d</i> -limonene
5	11.800	β -phellandrene

4 結 言

岩手県内企業及び当センターが製造した食品等をサンプルとして香気成分分析を行った。分析にはGC-MS、前処理にはSPME法を用い、各サンプルの香気成分の特性を概観することができた。

将来的には、本研究を基に香気成分分析を展開していくことで、それぞれの食品に有益な情報を得ることができると考えられる。例えば、グレープシードオイルやマツタケ抽出液では、製品の香りの特徴を分析結果により科学的に裏付けることができる。ナマコエキスでは、機能性素材としての用途に応じた香味の調整が求められた場合に、分析的な知見が手掛かりとなり得る。木質チップ浸漬液に関しては、当センターで酒類における木質チップ利用の研究に着手しているところである。

今後、さらに研究を進めていく上では、分析条件を改

善しながら、特徴成分については定量分析を行っていく必要がある。また、各香気成分が食品の香りにどの程度寄与しているか評価するため、官能評価試験を実施するなど、幅広い観点から研究を進展させていくことが重要である。

謝 辞

本研究の実施にあたり、株式会社テクノボンス様、株式会社長根商店様及び株式会社三笑様から貴重な試料を御提供いただきました(順不同)。深く感謝申し上げます。

文 献

- 1) Jibin Liu, Xiao-Lin Zhu, Niamat Ullah, and Yong-Sheng Tao: Aroma Glycosides in Grapes and Wine, *J. Food Sci.*, 82, 248-259 (2017)
- 2) Izumi Yajima, Tetsuya Yanai, Mikio Nakamura, Hidemasa Sakakibara, Kazuo Hayashi: Flavor Compounds of Matsutake-Tricholoma matsutake (ITO et

IMAI) *SING.*, *Agric. Biol. Chem.*, 45, 373-377 (1981)

- 3) 矢野明, 岸光男, 澤井隆郎, 佐々木隆男, 小野昭男: 特許第6977940号 (2021-12-8)

- 4) Han Zhang, Yu-feng Geng, Lei Qin, Xiu-ping Dong, Xian-bing Xu, Ming Du, Zhen-yu Wang, Megan Thornton, Jing-feng Yang, Liang Dong: Characterization of volatile compounds in different dried sea cucumber cultivars, *J. Food Meas. Charact.*, 12, 1439-1448 (2018)

- 5) 晴山聖一, 伊藤良仁: 岩手県産木質資源の食品フレーバー原料としての活用検討, 岩手県工業技術センター最新成果集2022, 32 (2022)

- 6) 小松正和, 佐藤憲亮, 恩田匠: 甲州ワイン高品質化のための各種醸造技術の検証, 山梨県産業技術センター研究報告, 2, 123-128 (2019)

- 7) 鈴木史朗: 樹木の個性—抽出成分—, *生存圏研究*, 15, 13-18 (2019)

地方独立行政法人岩手県工業技術センター研究報告

ISSN 2759-1573

令和 5 年 12 月 第 26 号

Journal of Local Independent Administrative Agency
Iwate Industrial Research Institute
ISSN 2759-1573
2023 December Vol.26

発 行 令和 5 年 12 月 19 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

電 話 : 019-635-1115

F A X : 019-635-0311

ホームページ : <https://www2.pref.iwate.jp/~kiri/>

電子メール : CD0002@pref.iwate.jp

