

目 次

共同研究(28テーマ)

- 薄板金属切削におけるひずみ抑制技術(第2報) 1
- T型スロット加工工具による側面溝加工(第2報) 4
- 幾何形状計測の信頼性向上技術の確立 7
- 省エネ・省スペース型階段昇降機用モータ制御システムの開発 10
- 自己校正機能付きロータリエンコーダの精度保証分析 13
- EMI測定電波暗室の伝搬特性測定手法の確立 17
- 圧縮処理による木材接合強度の改善 20
- 二条大麦を活用した抗メタボリック食品素材とその利用技術の開発 23
- 本格焼酎ベースリキュールの多様化,品質向上 27
- 花酵母からの高泡非形成株取得と酒造適性の確認 31
- 輸出用清酒の品質安定化技術の開発 34
- 炭素繊維製水処理用接触材の編成技術の開発(第2報) 36
- トーションレース機による4軸織物組織の開発 39
- 伝統的技法を活用した絨織物染色法(第2報) 43

非公開：14テーマ

受託研究(11テーマ)

非公開：11テーマ

重点研究(4テーマ)

- CFRPと軽金属のスタック穴あけ加工 49
- 木材のレーザー切断における最適加工条件の検討(第2報) 52
- 県産農産物の成分把握と加熱等各種処理条件における挙動 57
- 乳酸菌を利用した発酵食品の高付加価値化に関する研究 62

経常研究(15テーマ)

- 三次元断層画像処理ソフトウェアの開発(第2報) 67
- レーザーブレイクダウン分光法による釉薬成分分析手法の構築 70
- 人工光による植物栽培システムに関する調査研究 74
- 外装用木質建材の耐久性に関する調査 (第1報) 77
- 益子焼の抗菌化に関する研究(第1報) 81
- 新規高活性触媒担体の開発 85
- 黄銅ネジの時期割れに対する低温熱処理の影響の検討 88
- 県内産漬物の抗酸化性等機能性評価 92
- 新規酒造好適米の開発に関する研究(第3報) 95
- 蓄光蛍光顔料を用いた繊維製品の加工技術の開発(第2報) 97
- 天然素材の付与加工技術の開発 101
- テキスタイルにおける花粉リリース効果因子の検討 105
- 天然ゼオライトの改質による高機能化に関する研究 108
- 結城紬絹くくり及び糸つむぎ技術のビジュアル化したマニュアルの作成(第1報) . . . 111
- 牛における体温の非接触的測定技術に関する研究(第1報) 114

本研究報告における研究区分については、次により分類したものとなっております。

共同研究：企業、大学などと課題を分担して行うもの。

受託研究：企業や団体などからの委託を受けて行うもの。

重点研究：県内産業の振興のため県が単独で特に重点的に行うもの。

経常研究：上記以外にて実施したもの。

Contents

Cooperative Research

- Technology of Strain Suppression in Cutting to
Materials for Plate (2nd Report) 1
- Grooving on the mold material surface by side milling
with T-slot cutter(2nd Report) 4
- Improving Reliability of Geometry Measurement 7
- Development of Motor Control System for Energy
and Space-saving Stair Elevator 10
- Accuracy Assurance Analysis
of Self-Calibratable Rotary Encoder 13
- Evaluation of 6GHz environment for the EMI Anechoic room 17
- Improvement of Joint Strength of Wood Material
by use of Compression Forming 20
- Development of Utilization and Anti-Metabolic Syndrome Foodstuffs
from Two-rowed Barley 23
- Diversification and Quality Improvement
of Liqueurs Based Honkaku Shochu 27
- Isolation of Non-Foaming Mutants from Flower Yeast
and Confirmation of Sake Brewing 31
- Study on the Development of Techniques
for Quality Stabilization of the Export Sake 34
- Development of Fabrication Technique of Contact Materials
for Water Treatment with Carbon Fibers (2nd Report) 36
- The Development of Four axis textile by The Torchonlace Machine 39
- Dyeing of the Yuki-Tsumugi utilized traditional technique
(2nd Report) 43

Contract Research

Selected Research

- Drilling Composite Material Which is Stacked
CFRP and Light Weight Metal 49
- Study of the Best Processing Condition
in Laser Cutting of Wood (2nd Report) 52
- Effective Compounds of Farm Products in Tochigi Prefecture
and Behavior of these in the Heating etc 57
- Improvement of the Quality of Fermented Foods
using Lactic acid Bacteria 62

General Research

- Development of 3D Tomographic Image Processing Software
(2nd Report) 67
- Construction of method analyzing glaze element by LIBS 70
- Investigate plant factory of artificial light 74
- Evaluation of Exterior Paint film by the Weathering Tests
in Utsunomiya (1st Report) 77
- Fabrication of the Antibacterial Mashiko Ware (1st Report) 81
- Preparation of Novel Highly-Active Catalyst 85
- Effect of Low-Temperature Heat Treatment
on Season Cracking of Brass Screw 88
- Antioxidative Property of Pickles in Tochigi 92
- Development of New Sake Rice of Tochigi (3rd Report) 95
- Development of textile processing technology
using phosphorescent-fluorescent pigments (2nd Report) 97
- Development of Addition Processing Technique
by Natural Materials 101
- Study of pollen release in the textile 105
- Hydrothermal Modification of Natural Zeolitic Tuffs 108
- The Manual of the Kasuri Pattern Tying Process and Spinning Technique
of *Yuki-Tsumugi* with a Video (1st Report) 111
- Studies on Wireless Measurement Technology
of Cattle Temperature (1st Report) 114

共同研究

薄板金属切削におけるひずみ抑制技術（第2報）

藤沼 誠人* 大橋 利仙* 関山 隆雄** 塩谷達朗**

Technology of Strain Suppression in Cutting to Materials for Plate (2nd Report)

Masato FUJINUMA, Toshinori OHASHI, Takao SEKIYAMA and Tatsuo SHIOYA

航空機材料として利用されているアルミ合金やチタン合金を薄板状に切削加工を行うとひずみによる変形が発生しやすい。これらの原因としては、切削加工による材料内部に潜んでいた内部応力が解放されること、切削点に発生する切削熱や加わる切削力により塑性変形を起こすことが考えられる。今回、重要な航空機部品製造を手掛け、切削技術開発等で実績のある出雲産業㈱との共同研究を実施することで、ひずみ・切削熱・切削力の関係を把握し、さらにひずみを抑制できる最適切削条件を求めることとした。

Key Words : チタン合金, ひずみ, 切削熱, 切削力, ボーダーライン切込法

1 はじめに

アルミ合金やチタン合金は軽量でありながら高強度等の性質を持つ金属であるので航空機材料として頻繁に使用されている。しかし、これらを切削加工する際には、加工により材料内部に潜んでいた内部応力が解放されることや、加工時に発生する切削熱や切削抵抗により製品にひずみが発生することが生産現場で問題になっている。

県内の航空機部品製造業の出雲産業㈱においても航空機部品の切削加工に伴うひずみにより変形した製品を矯正するために多大な時間と労力を費やしていることから、ひずみを抑制できる切削方法を獲得することが課題となっている。このため、工具コストを抑えつつ切削効率及び生産リードタイムの向上に繋がる切削方法について共同研究を実施し、課題解決を目指すことにした。

本年度の研究では、材料のチタン合金 (Ti6Al4V) を薄く切削加工した場合に発生するひずみと切削熱及び切削力の関係を切削条件等を変えて試験し、その結果に基づいて最適切削条件を求める。

2 研究の方法

図1に切削実験におけるワークのモデルを示す。図1のような試験治具を製作し、切削熱と切削抵抗を同時に測定することを可能にした。図2にエンドミルの加工パス

を示す。エンドミルは側面切削によりR10の円弧で被削材にアプローチし、30mmを直線に切削し、R10の円弧で離れるというパスをとる。直線切削部の残り板厚を1mmまで切削し、そのときの切削熱、切削抵抗、ひずみを測定する。切削熱、切削抵抗は直線切削部におけるものを測定する。工具は超硬不等リードスクエアエンドミル(三菱マテリアル VF-4MD)を使用する。

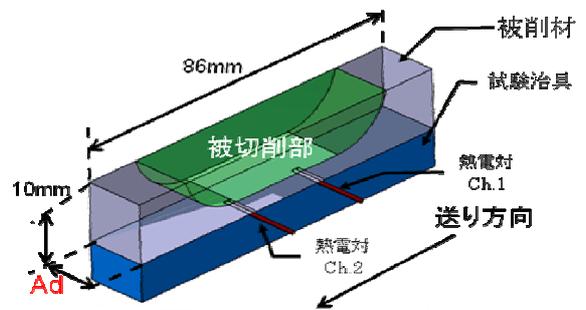


図1 切削実験モデル

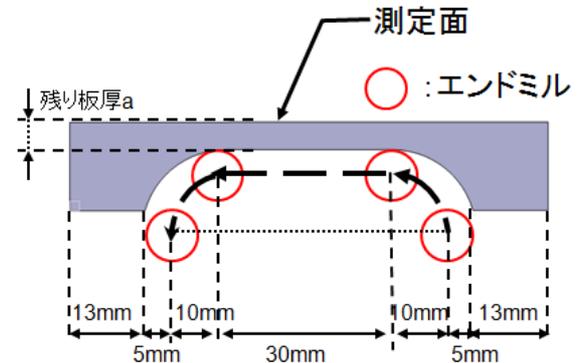


図2 加工パス

加工機は、栃木県産業技術センターの試験では横型マ

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 出雲産業株式会社

シニングセンタ(株)牧野フライス製作所 MC56-5XA)を、出雲産業分担の検証試験では立型マシニングセンタ(東芝機械(株)VMC-65)を使用した。

2.1 切削熱測定

図3に示す切削点の温度を熱電対で測定した。熱電対はCHINO製シー熱電対を使用した。切削前の切削点の温度と、切削中の温度の最大値の差分を切削熱とした。

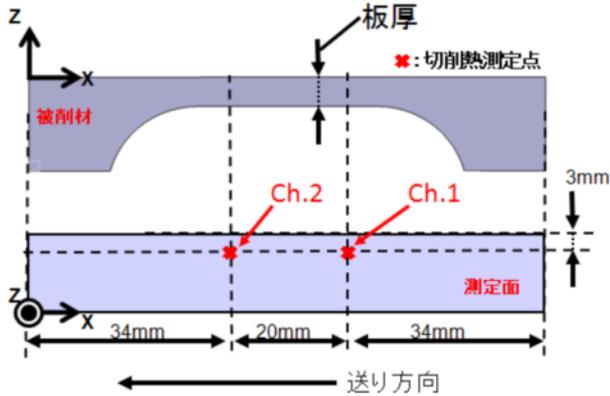


図3 切削熱測定点

2.2 切削抵抗測定

図4に実験の様子を示す。図のように切削抵抗測定装置(日本キスラー(株)9265B型)の上にワークをセットし、押え治具で固定した。押え治具のボルトの締め付けトルクは9.8Nmとした。切削抵抗は接線方向分力と半径方向分力を測定した。データロガー(キーエンスNR-HV04)により切削抵抗を1ms間隔で記録した。



図4 切削実験方法

切削抵抗の評価方法は図5のとおりであり、直線切削部の1.5s間における平均値及び変動幅を求めた。変動幅については、100ms間隔の15区間においてそれぞれ最大値・最小値を求め、それらの平均から算出した

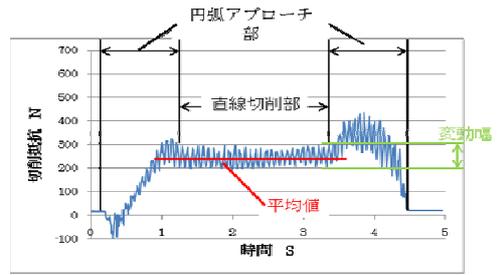


図5 切削抵抗の評価方法

2.3 ひずみ測定

図6に測定箇所を示す。被削材のあて板と接する面を測定面とし、画像測定三次元測定機(ミットヨ(株)SQV202PRO)で測定した。基準点ア~エのZ座標から基準平面を作成し、被削材の中間のX0~X6点のZ座標の変位をひずみとして測定した。X方向には各点を10mm間隔で等分した。

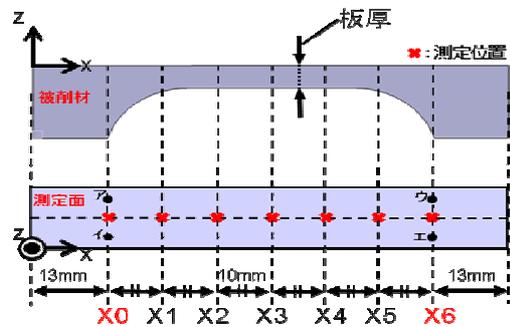


図6 ひずみ測定点

2.4 切削条件

表1に切削条件の区分を示す。条件Aは工具メーカーの推奨条件、条件Bは条件Aにボーダーライン切込法を適用した条件である。条件Cは条件Bを出雲産業(株)で実施した条件である。

表1 切削条件

条件	切込 Ad mm	切込 Rd mm	切削速度 m/min	回転数 min-1	送り速度 mm/min	1刃送り mm/t
A	12.4	1.0	101	3200	770	0.06
B	16.6	1.0	101	3200	770	0.06
C	16.6	1.0	101	3200	770	0.06

3 結果及び考察

3.1 切削抵抗・切削熱測定

図7に各条件における切削抵抗と切削熱の測定結果を示す。

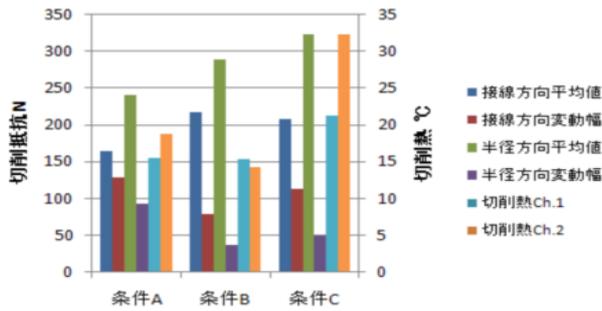


図7 切削抵抗・切削熱の測定結果

半径方向分力の変動幅について、条件Aに比べ条件B、Cでは約半分となっていることがわかる。このことから、条件B、Cでは被削材に均一な力が加わっていると考えられ、ボーダーライン切込法の効果が現れているといえる。

切削熱について、条件Cに比べ条件A、Bで低い温度となっていることがわかる。出雲産業㈱では油性の切削液を使用したのに対し、産業技術センターでは水溶性の切削液を使用した。条件Cに比べ条件A、Bでは冷却性の良い水溶性切削液を使用しているため、切削点の温度が低くなったと考えられる。また、条件Aと条件Bではほぼ同程度の切削温度となったことから、ボーダーライン切込法適用の有無が切削温度へ与える影響は少ないといえる。

3.2 ひずみとの相関性

図8に各条件におけるひずみの測定結果を示す。条件Aに比べ、条件B、Cでひずみが少ない結果になった。また、条件Bと条件Cではほぼ同様のひずみとなった。これは、ボーダーライン切込法を適用した条件では被削材に加わる切削力の変動幅が少ないため、均一な力がかかり、内部応力が溜まりにくく、ひずみが少なくなったと考えられる。

前節より、条件Cに比べ条件Bでは切削点の温度が低いことがわかったが、ひずみは同程度であった。このことから、切削液の違いがひずみに与える影響は少ないといえる。

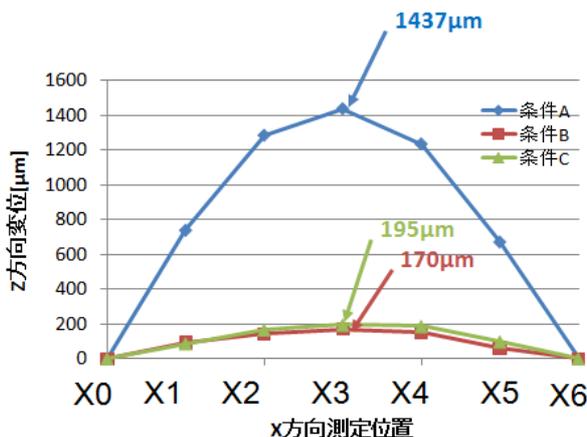


図8 ひずみの測定結果

4 おわりに

航空機材料のチタン合金を薄く切削加工した場合のひずみ抑制と最適切削条件についての検討から次の結果を得た。

- 1 切削条件を変えて切削力、切削熱、及びひずみを試験し、有効なデータを蓄積した。
- 2 ひずみの抑制には切削力の変動幅が少ないボーダーライン切込法が効果的であることがわかった。
- 3 ボーダーライン切込適用の有無が切削熱に与える影響は少ないことがわかった。
- 4 切削液の違いがひずみに与える影響は少ないことがわかった。
- 5 出雲産業㈱で実施した実験でも同様の結果が得られたことから、実際の製造現場でも適用可能であることがわかった。
- 6 本研究では切削速度や送り速度などの条件についての考察は行っていないため、工具寿命を向上させる観点からそれらの条件を最適化することで、製造現場での更なるリードタイム短縮、コスト削減が期待できる。

参考文献

- 1) 赤羽輝夫他：“難削材切削技術の高度化” 栃木県産業技術センター研究報告，128-132，(2008)
- 2) 赤羽輝夫他：“難削材切削技術の高度化” 栃木県産業技術センター研究報告，68-73，(2009)
- 3) 赤羽輝夫他：“薄板金属切削におけるひずみ抑制技術(第1報)” 栃木県産業技術センター研究報告，25-29，(2010)



この事業は、競輪の補助金を受けて実施したものです。

T型スロット加工工具による側面溝加工（第2報）

江面 篤志* 田村 昌一* 瀬川 軍市** 沢田 悟** 大塚 昇**

Grooving on the mold material surface by side milling with T-slot cutter(2nd Report)

Atsushi EZURA, Shoichi TAMURA, Gunichi SEGAWA, Satoshi SAWADA, Noboru OTSUKA

従来、工具径方向の剛性が低いためT型スロット加工のみに利用されるT型スロット加工工具を用いてプリハードン鋼の側面に対し高効率、高精度加工な溝加工を試みた。これまでに、ねじれ角を設けることで切削抵抗低減、加工精度向上が実現することが分かっているが、切削面に大きな傷をつけてしまうことが問題となっている。そこで本研究では、切削面性状の向上を目指した。研究の結果、チドリ刃を採用することで、切削面性状の向上だけでなく、工具の長寿命化についても効果があることがわかった。

Key words : T型スロット加工工具, 切削加工, 加工精度, 切削抵抗

1 はじめに

一般的に、金型の加工はマシニングセンタ（以下M.C.）を用いて切削加工を行っている。その製造過程で金型の側面に溝を加工する場合がある。その際、エンドミルを用いることが多く、5軸M.C.を利用し加工するか、3軸M.C.を利用する場合は段取り替えが必要となる。しかし5軸M.C.は高額であり、段取り替えは加工精度低下と工数の増加が問題である。そこで工作機械や測定機等の作業テーブルに付随しているワーククランプ用T型スロットを加工する図1のような工具を側面溝加工に適用すれば、3軸M.C.でも段取り替えすることなく側面溝加工が可能になる。しかし、T型スロット加工工具は側面溝加工の推奨加工条件がメーカーより示されていないため、工具剛性不足による工具破損が懸念され、使用されていない。そのため、従来通りのエンドミルを用いた加工を選択しているのが現状である。これまでの研究ではプリハードン鋼（40HRC程度）に対し、超硬ソリッドのT型スロット加工工具による側面溝加工を対象とし、実験的手法により最適工具形状を検討してきた¹⁾。その結果、図2のように従来の工具にねじれ角を設けることで切削抵抗の低減、加工精度向上につながることがわかった。しかし、ねじれ角を付けた工具による加工面には大きな傷が生じていることも判明

した（図3）。これは、ねじれ角を付けたことで、切れ刃が被削材に切り込んでいくすくい角が図2中の円中の切れ刃は正のすくい角を持っているため切れ味が良いが、破線円中では負のすくい角を持っているため切れ味が悪い。このことにより、切削面に傷を生じさせているものと考察される。

そこで、図4に示すように、隣合う刃でねじれ角を設ける向きを逆向きにするチドリ刃を採用することで、正のすくい角を持つ切れ刃と負のすくい角を持つ切れ刃が交互に加工するようになり、切削面性状の向上が期待できる。そこで、本研究ではこのチドリ刃の切削特性を明らかとすることとともに、切削面性状の向上を目指す。



図1:T型スロット加工工具の外観

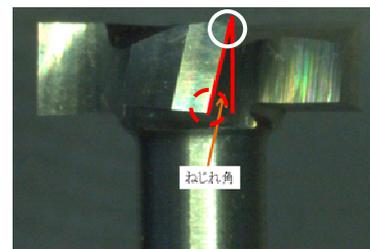
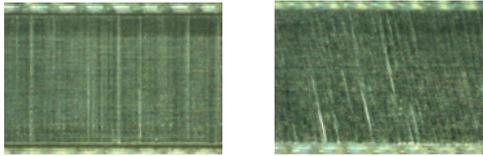


図2:ねじれ角をつけた工具

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 株式会社 ツール工房



(a)基準工具 (b)ねじれ工具

図3:T型スロット加工工具で加工した加工面の様子

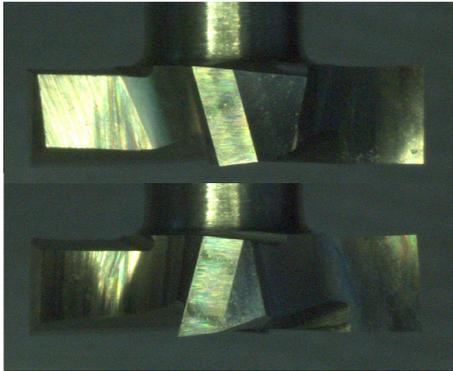


図4:チドリ刃を有する工具

2 研究の方法

2.1 横型5軸マシニングセンタ

本研究で切削実験を行うために使用した加工機は図5で示している牧野フライス(株)製横型5軸M.C.である。本装置の仕様を表1に示す。

表1:横型5軸M.C.仕様

メーカー	牧野フライス(株)
型式	MC56-5XA
加工範囲 (mm)	X600 Y400 Z350



図5:加工機

2.2 実験方法

本研究では、基準工具として、表2に示すような緒言を有する従来使用されている工具を使用した。また、ねじれ角を付けた工具（以下ねじれ工具）とチドリ刃を有する工具（以下チドリ工具）のねじれ角は15°とした。

まず、チドリ工具とねじれ工具の切削特性の比較のため、切削抵抗の測定と切削面性状の測定、さらに加工精度の比較を行った。

切削条件を表3に示す。切削方向は切削抵抗が大きくなる¹⁾ダウンカットを選択した。

切削抵抗を測定するために使用した切削動力計はキスラー社製9265Bであり、図6のように工具切り込み方向をX方向、工具送り方向をY方向となるよう設

置した。加工表面粗さ測定のために、テーラーホブソン社製表面粗さ測定機FORMTALYSURF S6を使用した。また、加工面加工面と工具切れ刃観察のために(株)キーエンス製デジタル顕微鏡VHX-100を使用した。

表2:基準工具緒言

工具直径	10mm
刃数	4
首直径	4mm
首下長	20mm
すくい角	0°
ねじれ角	0°
材質	超硬

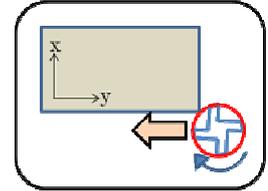


図6:実験系

表3:切削条件

切削速度	50m/min
一切れ刃当たりの送り量	0.01mm/t
半径方向切り込み量	1.25mm
切削方向	ダウンカット
クーラント	ドライ

3 実験及び考察

3.1 チドリ工具の切削抵抗について

チドリ工具とねじれ工具を用いた加工の際の切削抵抗の変動を調べた。その結果を図7に示す。ここで縦軸はX軸方向の切削抵抗の大きさであり、横軸は時間である。工具が1回転する時間が37.6msecであるため、1切れ刃あたりの切削抵抗変動を示している。チドリ工具の最大の切削抵抗が100N程度となっているのに対し、ねじれ工具は130N程度であり、チドリ刃を採用することで切削抵抗の低減が見られることが分かる。

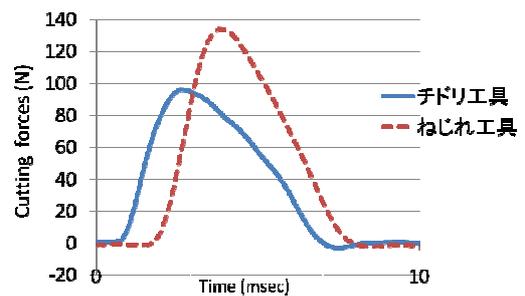


図7:切削抵抗の変動

3.2 チドリ工具の表面粗さ

チドリ工具を用いた切削面の表面粗さは0.15 μ m程度であった。一方、ねじれ工具の場合は0.30 μ m程度であり、チドリ工具は表面粗さにおいても優位性が認められる。また、チドリ工具による加工面の状態をデジタル顕微鏡にて観察した像を図9に示す。先出の図3(b)に示したねじれ工具による切削面と比較し

て、傷が少なくなっていることが分かる。さらに、チドリ工具によるものは、加工溝の上下でスジの向きが逆向きになっている。これは、チドリ工具の正のすくい角を持つ切れ刃のみが切削面を創生しているためであると考察される。ねじれ工具では負のすくい角を持つ切れ刃も切削面創生に寄与していたが、それが無くなったために、表面粗さの向上につながっていると考えられる。

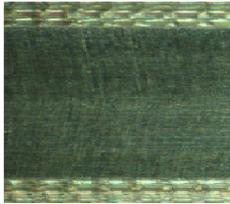


図9:チドリ工具で加工した加工面の様子

3.3 チドリ工具の工具寿命

チドリ工具では正のすくい角を持つ刃先が効率良く機能していることがわかった。これにより、工具寿命にも影響を及ぼしていることが考えられる。基準工具とチドリ工具を用いた場合の切削距離と算術平均粗さRaとの相関を図10に示す。初期の基準工具は0.30 μm 程度であったのに対し、チドリ工具は0.15 μm 程度である。しかし、切削距離が3000mmとなると、基準工具の上昇率はチドリ工具のそれよりも大きくなっている。これは、2種の工具で工具摩耗の進行メカニズムに違いがあるものと考えられる。

図11にそれぞれの逃げ面摩耗幅の推移を示す。切削距離が3000mmに達した時点では、基準工具はチドリ工具よりも3倍程度広がっていることが分かる。さらに、摩耗進行を調べるために切削距離が3000mmに達したチドリ工具の摩耗域を拡大して観察した画像を図12に示す。図12(a)は、負のすくい角の切れ刃、図12(b)は正のすくい角の切れ刃の拡大図である。正のすくい角の切れ刃は摩耗幅が狭いが、負のすくい角の切れ刃はチッピングが生じていたり、摩耗幅が広がったりと摩耗が進行している様子が見てとれる。

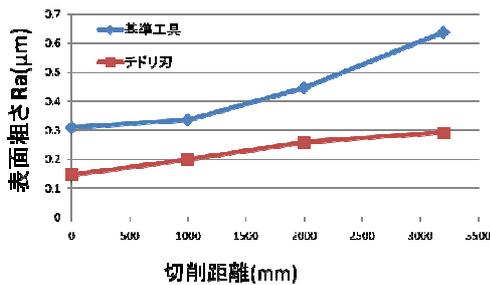


図 10: 切削距離と表面粗さの相関

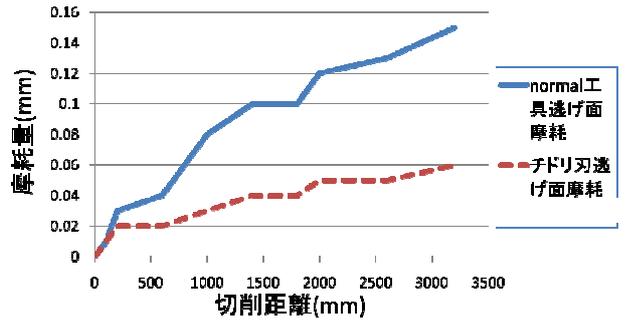
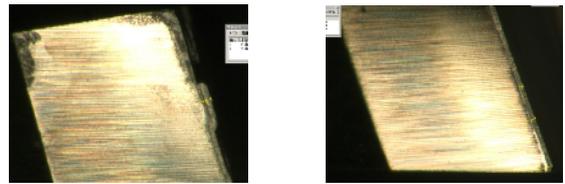


図11: 切削距離と工具逃げ面摩耗の関係



(a)正のすくい角の切れ刃 (b)負のすくい角の切れ刃

図12:チドリ工具の逃げ面摩耗域の拡大図

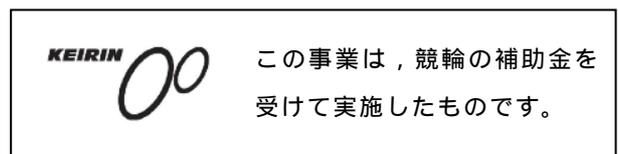
4 おわりに

チドリ刃を有するT型スロット加工工具を用いて切削実験を行い、以下の結論を得た。

- 1) チドリ刃を採用することで、切削抵抗の低減、切削面粗さの向上が見られた。
- 2) チドリ工具での切削の場合、正のすくい角を持つ切れ刃が効率良く機能するため、従来の形状を有する基準工具よりもおよそ3倍の長寿命化が実現した。
- 3) 負のすくい角を持つ切れ刃では、チッピングの発生や、摩耗の進行が早いなど問題点も見られるため、今後、こちら側の切れ刃に工夫を施した新しい形状の工具を考案し、商品化を目指す。

参考文献

- 1) 江面篤志他: T型スロット加工工具による側面溝加工(第1報), 栃木県産業技術センター研究報告No.7(2010), 30-35



幾何形状計測の信頼性向上技術の確立

江面 篤志* 大橋 利仙* 三戸 章裕** 大澤 尊光** 佐藤 理**

Improving Reliability of Geometry Measurement

Atsushi EZURA, Toshinori OHASHI, Akihiro MITO, Sonko OSAWA, Osamu SATO

近年、工業製品の付加価値化は日本が国際社会の中で生き残っていく上で重要なファクターとなっている。そのため、製品の品質管理では国家標準とトレーサブルな三次元座標測定機が活躍する範囲はより広くなってきている。しかし、測定機の精度検査は、年1回程度行われているのみである。そこで本研究では、日常的に行える簡易検査法の開発と、より厳しい精度要求に応えるための高精度測定手法の確立を目指した。その結果、簡易的に測定機の状態を把握できる手法を確立し、反転法やマルチステップ法を用いて高精度な測定が達成できた。

Key words : 精密測定, 三次元座標測定機, トレーサビリティ

1 はじめに

近年、発展著しいアジア諸国に対抗するために、自動車・航空宇宙産業などの工業製品には高付加価値化が求められている。高付加価値化のためには、表面に機能性を持たせる薄膜の塗布や、軽量かつ高強度な新規材料の導入など多様である。そうした流れの中で製品の品質管理へもより厳しい要求が増えてきており、製品の寸法のみを制御する寸法精度だけではなく、その形状を制御する幾何公差の導入も進んでいる。幾何公差の評価には、三次元座標測定機（以下、CMM）がたびたび用いられる。一般的な接触式CMMは、球形の測定子を製品に接触させ、接触した点の座標値を取り込むことができ、複数の接触点の座標値を組み合わせ、平面や円、線などの要素の評価を行うことができる。

さらに、品質管理に使用する測定機に対しても、国家標準とトレーサブルであることが求められている。測定機は年1回程度のメーカーによる定期検査を実施しているが、定期検査の間の状態を把握できずに測定を行っているのが現状である。そこで、本研究では、日常的に行うことのできるCMMの簡易検査手法の開発を行う。さらに、今後、製品に対する要求の高精度化が進むことが予測されるため、既存の測定機を用いての高精度測定手法の確立を目指す。

2 研究の方法

2.1 三次元座標測定機の概要

本研究で使用する当センター所有の三次元座標測定機の外観を図1に、仕様を表1に示す。



図1:三次元座標測定機の外観

表1:三次元座標測定機の仕様

メーカー名	(株)ミツヨ
型式	LEGEX9106
測定範囲 (mm)	X 910 Y1010 Z610
最大許容 指示誤差	(0.35+L/1000) μm
最大許容プローブ 径誤差	0.45μm
データ処理部	MCOSMOS Ver.3.0

2.2 簡易検査用ゲージ

簡易検査法の開発に伴い、図2に示すようなレニショー社製マシンチェックゲージを導入した。これは、スタイラスにバーを引っ掛けて回しながらバーの先端に付いている半球を測定することで、測定空間内の見かけの球を測定し、測定機各軸のスケール誤差・各軸間の直交誤差を相対的に算出することが可能である。本ゲージを用いることにより、簡易的に測定機の状態を把握することが可能である。

また図3に、より直感的にCMMの状態を観察できる

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 独立行政法人 産業技術総合研究所

ホールプレートを示す。このホールプレートは、50mmピッチでφ20mmの円が28個空いており、それぞれの円中心の座標値は（独）産業技術総合研究所より校正値が与えられている。さらに20 近傍での熱膨張係数がほとんど無視できる特殊なセラミックスで構成されている。そのため、温度ならしの必要が無く短時間での精度検査が可能となっている。本研究では上記2種類のゲージを用いてCMMの状態の把握を試みた。

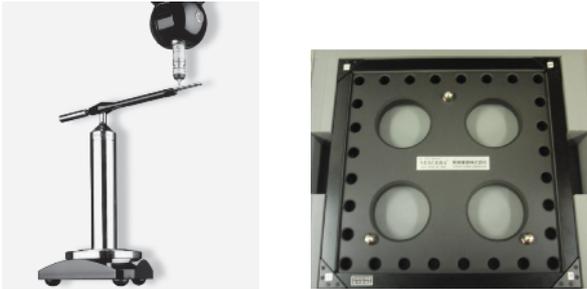


図2:マシンチェックゲージ 図3:ホールプレート

2.3 高精度測定法

本研究では、反転法とマルチステップ法という高精度測定法を取り上げた。測定機を用いて得られた測定値には、測定機が持つ幾何誤差やスケールエラーを含んだものである。前述した2つの測定法は幾何誤差を減少させ、より真の値に近づくことができる手法である^{1),2),3)}。反転法の手順は図4に表すように、測定物を測定機盤上でXYZ各軸に対称に反転させ、測定し、計4姿勢から得られた値の平均をとる。この手法を適用できるのは、上下をひっくり返しても同じ個所を測定することができる対称性がある測定物に限られる。一方、マルチステップ法は図5に示すように、測定物を回転させて複数の姿勢で測定を行い、得られた測定値を平均化するものである。反転法と異なり、測定物の上下をひっくり返すことがないので、反転法よりも適用できる測定物の拘束が少ない⁴⁾。本研究ではこれらの手法をホールプレートに対して適用し、有用性を示した。

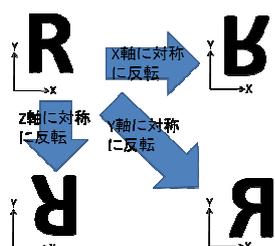


図4:反転法の測定物姿勢

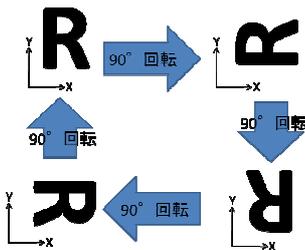


図5:マルチステップ法の測定物姿勢

3 結果及び考察

3.1 簡易日常点検法

マシンチェックゲージを測定し、専用ソフトウェアを用いて解析した結果を図6に示す。マシンチェックゲージを用いることで、測定機の状態を簡単に把握することができた。

次に、ホールプレートをXY平面上で測定した結果を図7に示す。このように、X軸とY軸との間の直交誤差と各軸の回転誤差が存在するため、本来、正方形に近いはずのホールプレートが平行四辺形状にゆがんでしまっている測定結果となり、校正値からの最大誤差も0.75μmとなった。

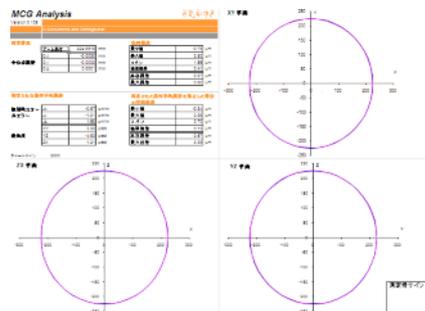


図6:マシンチェックゲージ解析結果

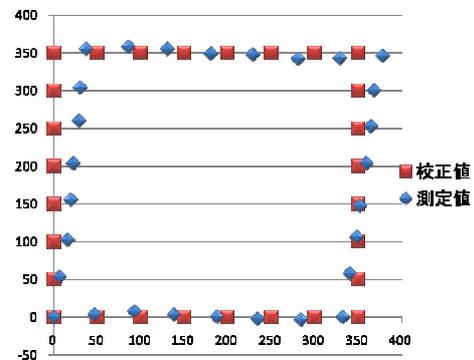


図7:ホールプレート測定結果

3.2 高精度測定手法の適用

前項では測定結果に幾何誤差がどのように含まれているか、ホールプレートを測定することで示すことができた。本項では、反転法とマルチステップ法を適用して幾何誤差がどの程度低減できたかを示す。反転法を適用した結果を図8に、マルチステップ法を適用した結果を図9に示す。反転法を適用した結果、校正値からの最大誤差は0.19μmに、マルチステップ法を適用した結果、最大誤差は0.25μmとなった。これにより高精度測定が実現していることが分かる。

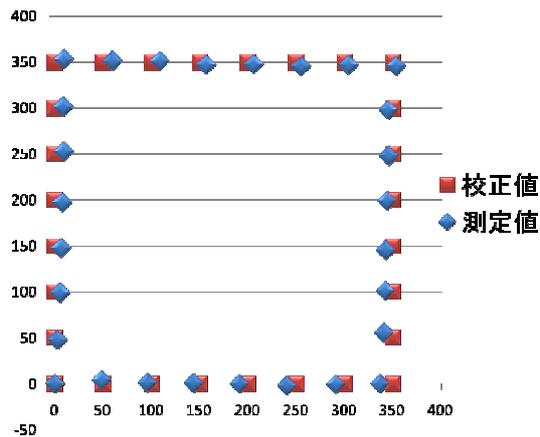


図8:反転法の適用結果

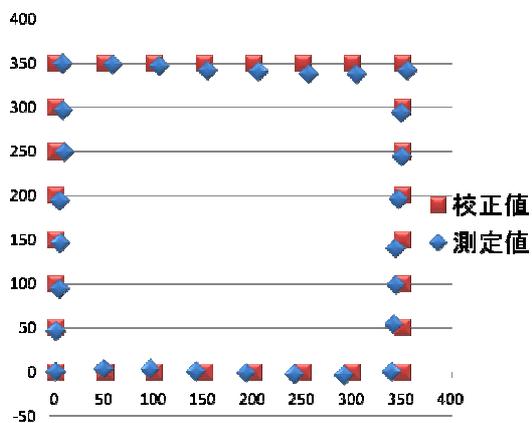


図9:マルチステップ法の適用結果

4 おわりに

マシンチェックゲージ並びにホールプレートを用いた測定実験を行い、以下の結論を得た。

- 1) マシンチェックゲージ，ホールプレートを用いることで，CMMの状態を簡易的に把握することが可能であることが分かった。今後，継続的に測定を続けていくことで，常に高い信頼性を維持した測定を続けていくことが可能となる。
- 2) 反転法，マルチステップ法を適用することで，測定機の幾何誤差の低減が図れ，高精度測定が可能になることが分かった。今後の測定業務で多いに活用していくことができる技術である。

参考文献

- 1) 江面篤志他：画像計測三次元測定機による計測技術の向上，栃木県産業技術センター研究報告 No.6(2009)，83-86
- 2) 大澤尊光：座標測定機による3次元形状の高精度測定技術，産総研 TODAY Vol.7(2007)，31
- 3) (独)産業技術総合研究所 計測標準研究部門 長さ計測科 幾何標準研究室編：地域イノベーション事業 CMM を用いた高精度測定手法マニュアル
- 4) (独)産業技術総合研究所編：地域イノベーション事業セミナー CMM による精密測定 資料

省エネ・省スペース型階段昇降機用モータ制御システムの開発

岡 英雄* 上野 貴明* 青木 一成**

Development of Motor Control System for Energy and Space-saving Stair Elevator
Hideo OKA, Takaaki UENO and Kazunari AOKI

近年、高齢化社会の進行に伴い、旧来の日本家屋に階段や段差の解消の為に階段昇降機・段差解消機などを導入する事例が増えている。しかし、旧来の日本家屋では、階段面積が少なく筐体の大きな階段昇降機は設置できない、あるいは設置することによって利用しない人の通行の妨げになってしまうことが問題となっている。現在のシステム構成は、制御ユニットとモータ駆動ユニットを別々なものとして2つ搭載しており、そのユニットを組み込むため昇降機自体に必要なサイズが大きくなっていることが原因として考えられる

そこで、従来の昇降機制御ユニットとモータ駆動ユニットを一体化し、日本家屋に向けた省スペースでかつ省エネルギーを目的とする昇降機制御ユニットの開発を行ったので報告する。

Key Words : モータ, 階段昇降機

1 はじめに

共同研究者は、階段昇降機・段差解消機の製造メーカーであり、階段昇降機「タスカルシリーズ」は製造14年の実績がある。現在、屋内外両対応の曲線階段で使用できるバッテリー駆動タイプを低床・低厚かつ省エネ設計の階段昇降機として改良を進めているところである。図1に示すように、従来の階段昇降機と比べて6cmスリムになり収納時の階段利用がスムーズになり、7cm低床になったことで車椅子からの乗り降りが楽になっている。



図1 旧来機器との比較

そこで本研究では、改良中の階段昇降機の更なる小型化に向けて、制御ユニットとモータ駆動ユニットの2つを

一体化した昇降機制御ユニットを開発し、上昇時に使用したエネルギーを昇降機の下降時に回収する回生エネルギーの利用について検討する。

2 研究の方法

2.1 基板の小型化検討

階段昇降機の内部構成は、図2に示すようにモータ、DC12Vのバッテリーを2つ直列24Vで使用し、制御ユニットと駆動ユニットをそれぞれ搭載している。この2ユニットを一体化し、昇降機制御ユニットとして開発する。

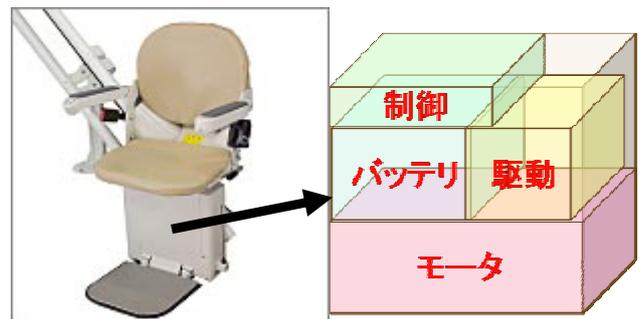


図2 昇降機内部構成

さらに階段昇降機は、福祉機器としてクリアすべき安全基準があり、その基準をクリアするためにシミュレーションボードにより各種センサ・モニタ信号を模擬し搭載マイコンを試験している。その中で、モータ駆動に必要なホール素子の監視や、駆動用信号の出力を行うのでは、マイコンの負荷が大きいと考え、モータ駆動用のブリドライバを使用する

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** シンテックス株式会社

方式を検討した。図3に、シミュレーションボードによるマイコン処理関係図を示す。

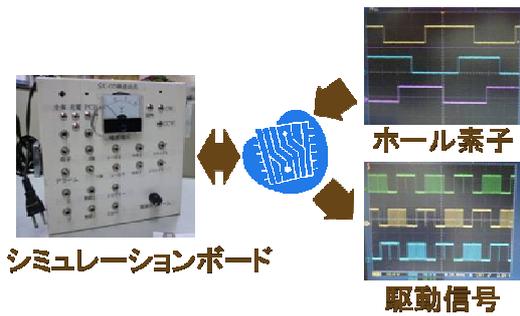


図3 マイコン処理関係図

2.2 回生エネルギーの利用

昇降機は、上昇時に電気エネルギーを消費してモータを駆動し人間を運ぶための運動エネルギーに変換しているが、下降時には逆方向の働きになり、下降する人間の運動エネルギーによってモータを回し電気エネルギーに変換する回生エネルギーが発生する¹⁾。

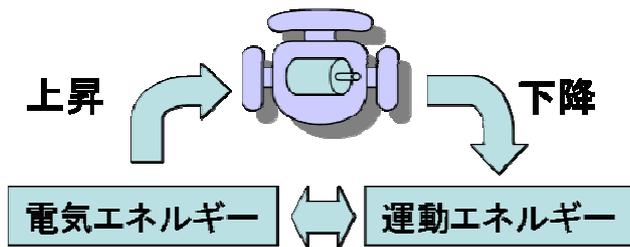


図4 エネルギー変換

図4のように、回生エネルギーの発生が明らかであるため、本研究では上昇時に使用したエネルギーと下降時に回収できるエネルギーを測定し、回生エネルギーの有無について確認する。さらに、DC12Vのバッテリーを2つ搭載することによりDC24Vを使用する回路構成であることから、近年、電気自動車などで活用されている昇圧回路を用いた、昇降機の軽量化について検討する。

3 結果及び考察

3.1 一体化基板の試作

従来の階段昇降機システムは、図5に示すように共同研究者²⁾の開発した制御基板とモータに付属の駆動ユニットの2つで構成されている。そこで、この2つのユニットを一体化し、図6に示す昇降機制御ユニットとして開発した。従来と新規の構成における基板サイズを比較し、表1にまとめる。



図5 制御基板(左), 駆動ユニット(右)



図6 昇降機制御ユニット

表1 基板サイズの比較

	名称	面積(cm ²)	
従来	制御基板	67.5	242.25
	駆動ユニット	175.75	
新規	昇降機制御ユニット	180.5	

表1より、基板面積を従来のサイズの約74%に収めることができた。よって、昇降機制御ユニットの開発により約26%面積比が向上した。

さらに、プリドライバを使用することによるマイコン負荷の軽減については、シミュレーションボードのセンサ入力16, モニタ出力7を監視しながら、マイコンはプリドライバにモータ駆動用の速度情報を出力する構成を検討した。図7にプリドライバによる構成図を、図8にプリドライバ試験回路を示す。

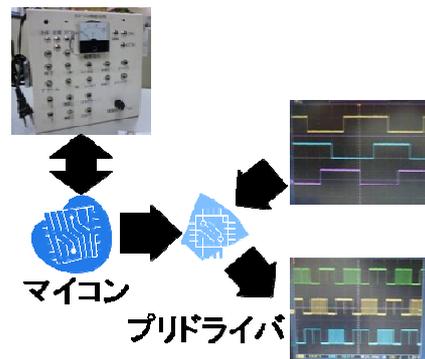


図7 プリドライバ処理関係図

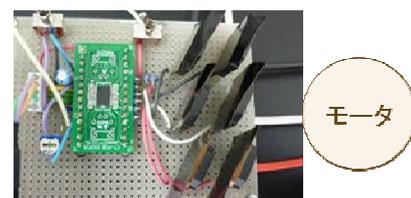


図8 試験回路

図8より、モータ駆動はプリドライバに速度情報を与えるだけで制御可能となり、処理を分散することによりマイコン負荷を軽減することが可能であることが確認できた。

3.2 回生エネルギーの測定

動作環境において、人間に見立てた負荷 80 kgを座面に乗せ、高さ 2 mまで上昇・停止・下降させ、その際のバッテリー端子電圧を測定した。測定環境と結果を図9に示す。

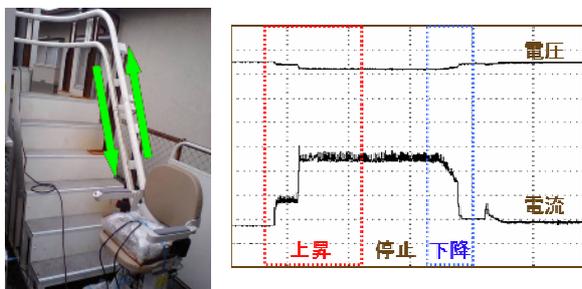


図9 測定環境(左), 結果(右)

図9より、上昇・下降によるバッテリー端子電圧の変動を表2にまとめる。

表2 端子電圧

動作前	24.8
上昇後	21.6
下降後	24

表2より、昇降機のバッテリー端子電圧は、上昇により3.2V減少し下降により2.4V増加したことが確認できる。これにより、上昇に使用した電圧の約75%が戻ることを確認した。

さらに、昇圧チョッパ回路による昇降機の質量軽減について検討した。シミュレータPSIM9.0.2DemoVersionによるシミュレーション結果と、実回路による測定結果を比較し昇圧回路使用の可能性を検討した。図10にシミュレーション回路と実回路を示し、結果を図11にまとめる。

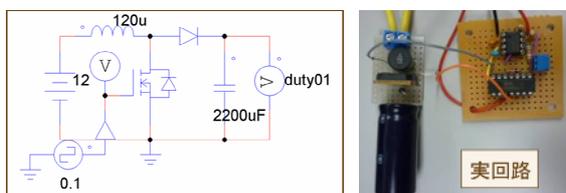


図10 PSIMによる昇圧回路(左), 実回路(右)

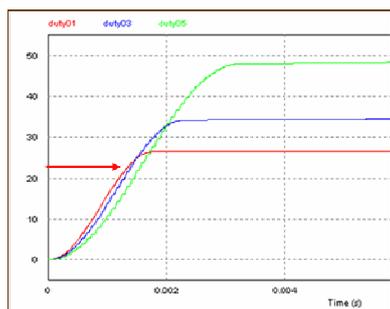


図11(a) シミュレーション結果

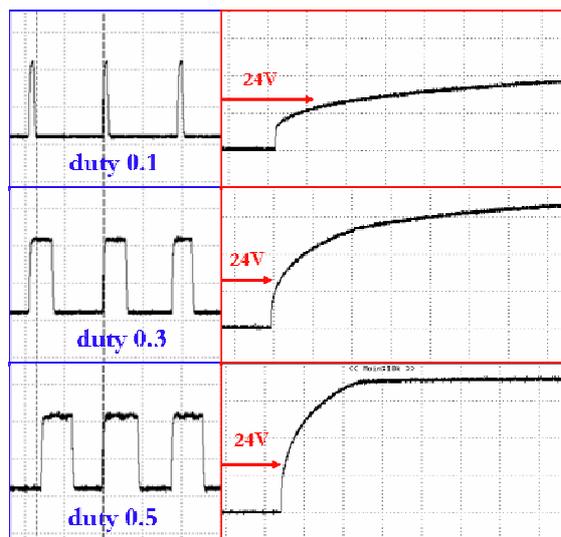


図11(b)実回路の昇圧結果

図11より、実回路においてもシミュレーションと同様に昇圧できていることが確認できる。よって、1バッテリーによる動作の可能性を検討できた。このことにより、従来の昇降機より3kg軽量化することが可能となり、約3%効率的な動作が可能になると考える。

以上の結果より、省エネルギー・省スペース化を目的とした一体型の階段昇降機制御ユニットを開発し、回生電圧の測定を行った。さらに、マイコン制御負荷の軽減と昇圧回路の利用による昇降機の軽量化により約3%効率的な運転が可能であると確認した。しかし、本研究では、実際の昇降機として採用できる安全基準の検証などまだまだ多くの課題が残っている。

4 おわりに

本研究では、これまで開発してきた階段昇降機の制御ユニットと駆動ユニットを一体化した昇降機制御ユニットを開発し、省エネルギー・省スペース化について検討を行った。

- 1) 2ユニットを一体化することにより、基板サイズを従来の約26%小型化を行った。
- 2) バッテリー端子電圧の測定により、上昇により減少した電圧が下降により約75%戻る事を確認した。

今後、共同研究者において、全自社製の階段昇降機として製品化を目指すものである。

参考文献

- 1) トランスタ技術: CQ出版(2010.2)

自己校正機能付きロータリエンコーダの精度保証分析

松本 公巳子* 長嶋 一晋* 高橋 邦彦** 倉澤 安行**

Accuracy Assurance Analysis of Self-Calibratable Rotary Encoder
Kumiko MATSUMOTO, Kazuyuki NAGASHIMA, Kunihiko TAKAHASHI and Yasuyuki KURASAWA

角度校正器である自己校正機能付きロータリエンコーダ(以下 SelfA)の不確かさの低減方法を提案した。従来の解析アルゴリズムで算出された校正値では、不確かさが大きくなってしまふ。そこで、特定二次標準器の校正値を用いた解析アルゴリズムにより、SelfAの不確かさを低減することを可能にした。

key words : SelfA 角度 JCSS 不確かさ

1 はじめに

ロータリエンコーダは角度測定器の一つであり、全分度器のように円周上に目盛りのスケールが刻まれ、それを制御することで角度位置情報を出力する装置である。産業界においては、ロボットや電動モータ、情報機器、医療機器、印刷機器など様々なところで活用されている。そのため、ロータリエンコーダの高機能化、高分解能化への要求が高まっている。

計測標準における角度標準は、長さ標準や重さ標準などに比べ歴史が浅く、2002年に産業技術総合研究所が図1の「等分割平均法を用いた自己校正機能付きロータリエンコーダ」の開発に成功した1)2)3)。開発機器は、世界最高測定能力0.01秒を達成し国家標準器となり、近年校正事業者による校正サービスが可能となっている。



図1 国家標準器

現在、計量法校正事業者認定制度(JCSS)における角度区分の種類「ロータリエンコーダ」の認証を受けている校正事業者は全国で三者のみである。その中のひとつである丸井計器(株)の現状課題は、最高測定能力である最少不確かさが大きいことである。

そこで本研究では、不確かさの低減する方法を提案する。ハード面での改善は、高額な導入コストが必要となるため、解析方法のソフト面を見直し、解析方法が持つ不確かさの低減を行った。

2 研究の方法

2.1 SelfAの原理

2.1.1 SelfA校正値解析方法

通常、ロータリエンコーダは、自身で角度誤差を検出できないため、一度装置に取り付けると軸ブレや経年変化による誤差が確認できない。しかしSelfAは、自身の角度誤差を検出することができるため、精度が高い角度制御が可能である。SelfAの外観と構造を図2、3に示す。

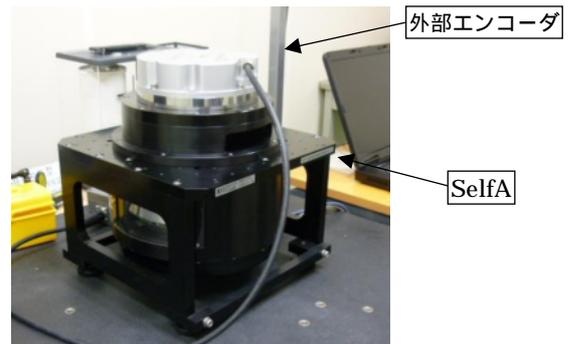


図2 SelfAの外観

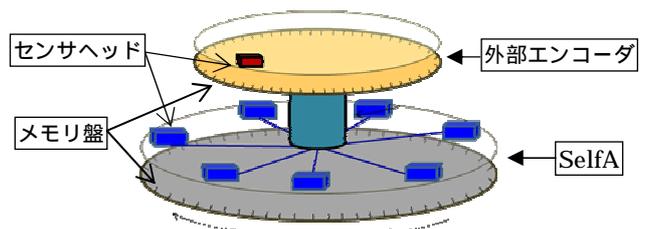


図3 SelfAの構造

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 丸井計器株式会社

メモリが刻まれた円盤の上に、ほぼ等間隔に複数のセンサヘッドが配置されている。丸井計器㈱保有のSelfAはセンサヘッド数7個、メモリ数23049個である。ヘッドとメモリの配置が厳密に等間隔でないことや軸ずれによる偏心など、図4のような角度誤差が生じる。SelfAは、その角度誤差を自身で検出することができる。

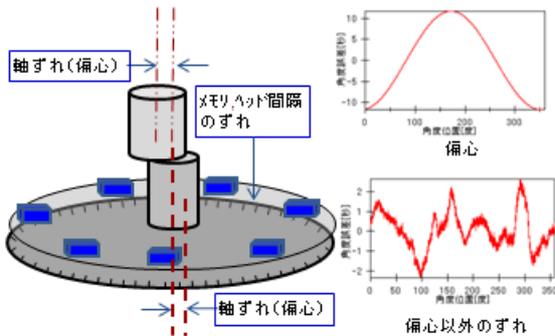


図4 角度誤差要因

センサヘッドは固定、メモリ盤は回転する。各メモリがセンサヘッドを通ると、カウント数の信号 A_{Head} が出力される。ある1つのヘッドを基準に、各ヘッドからの信号の差を平均すると、校正曲線が得られる。同様に、それぞれのヘッドについても行い、校正曲線を式(1)に表す。

$$\begin{aligned}
 &A_{Head1} - \frac{1}{7}(A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7}) \\
 &A_{Head2} - \frac{1}{7}(A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7}) \\
 &M \\
 &A_{Head7} - \frac{1}{7}(A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7})
 \end{aligned} \quad (1)$$

7つの校正曲線は、基準となるヘッドの位相が異なるため、位相を合わせ平均し、最終的な校正曲線を得る。この解析方法を等分割平均法3)といい、図5のSelfA校正曲線が描かれる。

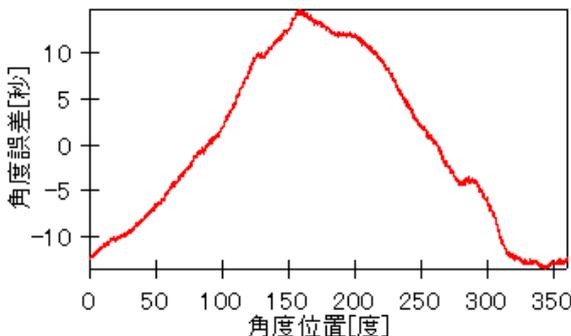


図5 SelfA 校正曲線

2.1.2 外部エンコーダ校正値解析方法

SelfAを用いて、ロータリエンコーダを校正ができる。図3のように、SelfAの同軸上にロータリエンコーダを外部エンコーダとして接続する。SelfAと同様、メモリがセン

サヘッドを通るとカウント数が信号として出力される。SelfAの各ヘッドで出力された信号 A_{Head} と外部エンコーダの出力信号 G の差を平均し、式(2)の外部エンコーダの校正値式が算出される。図6は、外部エンコーダとしてHEIDENHAIN製、型式：Rod800を校正したときの校正曲線である。

$$G - \frac{1}{7}(A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7}) \quad \dots(2)$$

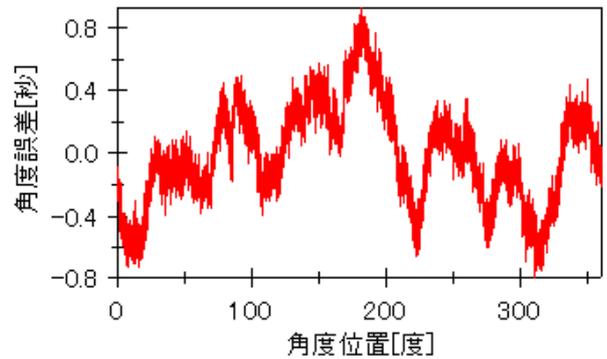


図6 外部エンコーダ (HEIDENHAIN製：Rod800) 校正曲線

2.2 SelfA解析方法における不確かさ要因と低減方法

2.2.1 角度のトレーサビリティ体系

JCSS認定の角度トレーサビリティ体系4)5)を図7に示す。日本の角度のトレーサビリティ体系の頂点は、産総研が保有している国家標準器である。その下に特定二次標準器として、超高精度ロータリエンコーダ、HEIDENHAIN製、型式：Ron905がある。更にその下に、校正事業者が保有する自己校正機能付きロータリエンコーダが内蔵されたワーキングスタンダードがある。国家標準器とワーキングスタンダードで特定二次標準器Ron905をそれぞれ校正し、校正値の比較によりトレーサビリティが成り立っている。

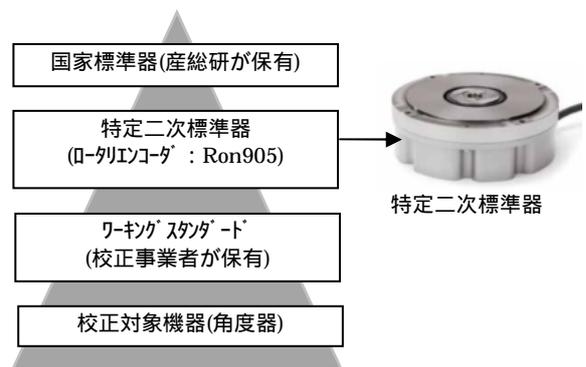


図7 角度トレーサビリティ体系

2.2.2 不確かさ要因

校正値は、様々な要因により誤差が生じ、ばらつきを持って算出される。このばらつきを不確かさ6)といい、値が小さいほど校正値が正確である。現在の丸井計器㈱のSelfA不確かさを一覧にしたパジェット表を

表1に示す。

表1 バジェット表

不確かさ要因	不確かさ[秒]
社内校正の不確かさ	0.116
本体精度	0.115
測定繰り返し性	0.050
測定の再現性	0.100
解析方法による不確かさ	0.577
合成標準不確かさ	0.610
拡張不確かさ(k=2)	1.22

表1より、不確かさ1.3秒としている。この不確かさのうち、～ はSelfAのハード面によるものである。は解析方法によるもので、全体の不確かさの約95%を占めており、解析方法を見直し低減する必要がある。

式(1)で得られる校正曲線は、多くの誤差要因を持っているため様々なフーリエ成分を含んでいる。図5のフーリエ変換を、図8に示す。

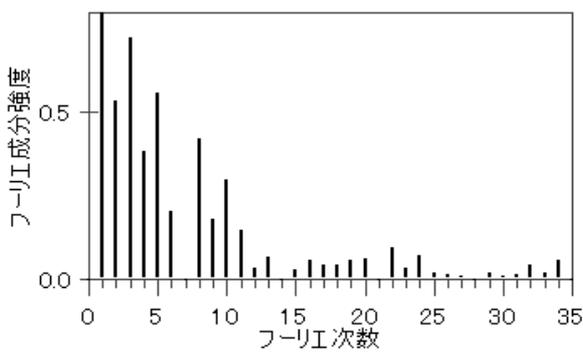


図8 SelfA校正曲線のフーリエ成分

図8では、7倍次成分のみ値が存在していない。これは、センサヘッド数7の倍次成分がキャンセルされてしまうためである。式(1)において、SelfAの誤差全成分 A_{Head} から7倍次成分 $1/7 \times (A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7})$ が差し引かれているため、7倍次成分の分だけ不完全な値となる。この7倍次成分が不確かさ0.577秒の原因となっている。

2.2.3 解析方法不確かさ低減方法

解析方法による不確かさ低減するために、特定二次標準器を用いる。図3の外部エンコーダとして特定二次標準器を接続し、式(2)の校正曲線を算出する。式(2)は、外部エンコーダの全成分 G からSelfA7倍次成分 $1/7 \times (A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7})$ が差し引かれたものである。つまり、特定二次標準器の校正曲線には、SelfAのセンサーヘッド数の7倍次成分が含まれたかたちになっている。式(2)を7倍次成分だけ抽出したものを式(3)に表す。

$$\frac{1}{7}(G_{Head1} + G_{Head2} + L + G_{Head7}) - \frac{1}{7}(A_{Head1} + A_{Head2} + L + A_{Head7}) \quad L(3)$$

式(1)(3)を組み合わせると、SelfAの7倍次成分がキャンセ

ルでき、式(4)に表す。

$$\text{式(1) 式(3)} = A_{Head} - \frac{1}{7}(G_{Head1} + G_{Head2} + L + G_{Head7}) \quad L(4)$$

式(4)が新たなSelfAの校正曲線となる。式(4)では、特定二次標準器の7倍次成分 $1/7 \times (G_{Head1} + G_{Head2} + L + G_{Head7})$ が含まれており、その分が不確かさとなる。しかし、特定二次標準器は超高精度なロータリエンコーダであるため、SelfAの7倍次成分に比べて非常に小さな値である。

つまり、SelfAの7倍次成分を特定二次標準器の7倍次成分に置き換える解析方法により不確かさを小さくしている。

2.3 ソフトウェアの開発

上記の方法で、校正值解析プログラムのソフトウェアを作製した。開発環境は、(株)ヒューリンクスのIgor Proを用いて行った。Igor Proは膨大なデータ数を高速度で処理できる上に、解析に必要な関数が存在している。

3 結果及び考察

従来の解析方法と新解析方法のSelfA校正曲線を図9、校正曲線のフーリエ変換を図10に示す。図10より、新解析方法では、7倍次成分が存在していることが確認できる。

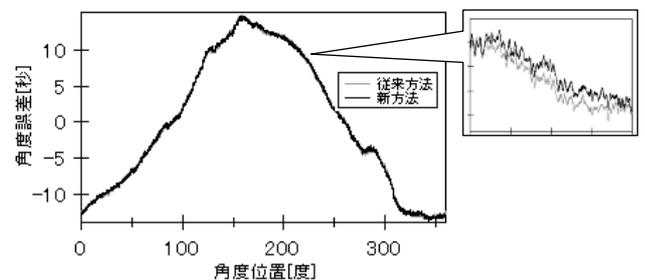


図9 SelfA校正曲線

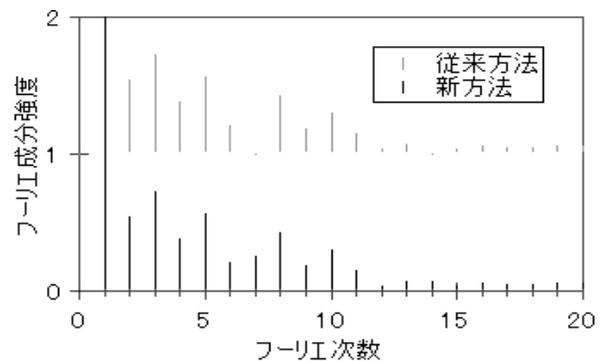


図10 SelfA校正曲線のフーリエ成分

式(4)の新解析方法では、特定二次標準器の7倍次成分 $1/7 \times (G_{Head1} + G_{Head2} + L + G_{Head7})$ が含まれている。この7倍次成分は国家標準器で値付けされており、0.00262秒であった。よって不確かさは、従来の解析方法では0.577秒に対し、

新解析方法では，0.00262 秒となり，0.55438 秒低減することができた。再度 SelfA 全体の不確かさを見積もり，表 2 で表す。

表2 バジレット表見直し

不確かさ要因	不確かさ[秒]
社内校正の不確かさ	0.116
本体精度	0.115
測定繰り返し性	0.050
測定の再現性	0.100
解析方法による不確かさ	0.00262
合成標準不確かさ	0.1806
拡張不確かさ (k=2)	0.361

表2より，SelfA全体の不確かさは0.361秒になり，約1秒低減させた。

4 おわりに

本研究では，丸井計器㈱保有のSelfAの不確かさを低減する解析方法の提案を行った。従来の解析方法に，特定二次標準器を校正した値を組み入れることで，不確かさを1.3秒から0.361秒に低減した。不確かさの低減により，丸井計器㈱の校正事業者としての信頼性の向上が期待できる。

なお，自社製品としてプロトラクタを製造・販売をし，独自の方法でプロトラクタの校正事業も行っているが，JCSS認定の校正方法ではない。今後，プロトラクタの標準校正方法を構築する上で，SelfAが必要となる。今回，SelfAの不確かさを小さくできたことで，プロトラクタの校正における不確かさも小さくできることが期待できる。

謝辞

本研究を実施するにあたり，多大なご指導をいただいた産業技術総合研究所計測標準研究部門渡部司主任研究員に深く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 渡部司ら：“ロータリエンコーダの高精度校正装置の開発” 精密学会誌,vol.67,No.7,1091-1095(2001)
- 2) T.Watanabe, H.Fujimoto, T.Masuda :Self-Calibratable Rotary Encoder .,Journal of Physics :Conference Series13.,240-245,(2005)
- 3) 渡部司：“ロータリエンコーダに角度標準は必要か”産業技術総合研究所 Synthesiology.,vol1.,No.4,(2008)
- 4) 渡部司：“角度標準を搭載したロータリエンコーダ”産業技術総合研究所Today.,2008-03.,24-25
- 5) JCSS：“技術的要求事項適用指針(ロータリエンコーダ，ロータリエンコーダ校正装置)”
- 6) JCSS：“測定の不確かさに関する入門ガイド ”

E M I 測定電波暗室の伝搬特性測定手法の確立

- 電波暗室の6GHz環境適合への構築 -

黒内 利明^{*} 長嶋 一晋^{*} 黒川 悟^{**}

Evaluation of 6GHz environment for the EMI Anechoic room
Toshiaki KUROUCHI , Kazuyuki NAGASHIMA , Satoru KUROKAWA

デジタル家電をはじめとする電子情報通信機器他の動作クロックが高速化している。このため周波数1GHz以上の不要電磁雑音の問題が発生し、電磁波規制の上限周波数が近日常に引き上げられる。そこで現有電波暗室の測定上限を拡張するため規定のSVSWR法により空間特性を評価して規格適合をはかるとともにEMI計測システムを構築した。
Key Words : EMI , 電波暗室 , SVSWR ,

1 はじめに

電磁波ノイズ規制である国内VCCI¹⁾や欧州CEマーク²⁾は、これまでの1GHz規制に対し、新たに6GHzの高周波帯域まで規制を強化する。当センターの大型電波暗室は、電子情報通信機器等の製造業者により頻繁に利用されているが、新たな規制に対応するには暗室空間を規格適合させる必要がある。

すでに、国の地域イノベーション創出共同体形成事業(H20-21)の研究テーマとして独)産業技術総合研究所及び関東広域圏の公設機関らと共同で、この問題の対応に取り組んでいる。

今年度は、現有電波暗室の測定上限を拡張するためSVSWR法により電波伝搬特性を評価し、EMI試験場としての規格適合をはかった。さらに測定系を見直して業務運用に係るEMI計測システムを構築したので報告する。

2 研究の方法

2.1 研究の目的

本研究は、新電磁波規制の規格適合をはかるため大型電波暗室を活用して測定周波数を6GHzまで拡張させる。さらに業務運用に供するためのEMI全自動計測アプリケーションの開発を目指す。

2.2 研究の手順

2.2.1 空間の評価と環境改善

1GHz以上の周波数帯域における試験場所の規格適合の確認方法はCISPR³⁾16-1-4に基づき空間定在波比(Site Voltage Standing Wave Ratio)法が規定されている。

通常、1GHz以下のEMI測定場は床面反射を想定し金属の床構造となっている。しかし1GHz以上の領域では無反射の床構造が要求される。そこで電波暗室内に電波吸収体を敷設配置して床や壁面から反射波の影響を防止する必要がある。そのため図1のSVSWR法により暗室空間の特性改善を行う。

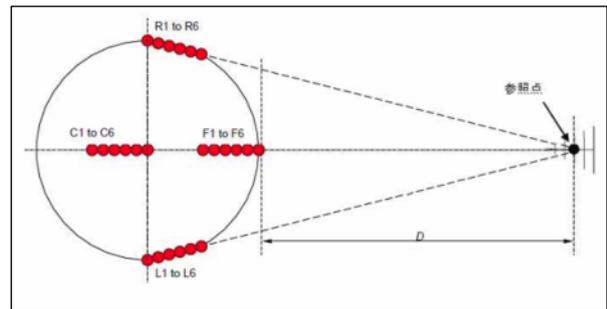


図1 SVSWR法によるアンテナ配置図

2.2.2 計測システムの構築

放射妨害波の周波数上限が6GHzになるため従来のEMI計測システムとは次の点が異なる。

1) 伝送路の損失

高周波受信経路の伝送線路は、同軸ケーブルやコネクタ、経路切替器等を配置するが、これらを合算した通過損失値は従来よりもはるかに大きい。また、この通過損失値を補うには、低損失型の同軸ケーブルや雑音指数(Noise Figure)に優れた外部プリアンプ等が必要である。

2) 妨害波受信器

この周波数帯域(CISPR Band E)の妨害波受信器は、CISPR 16-1-1:2006-03の規定により1MHz±10%以内のインパルス帯域幅の仕様を満足する受信器でなければならない。このため従来型のスペクトラム・アナライザを利用する場合は、当該規定に合致する

^{*} 栃木県産業技術センター

^{**} 独立行政法人 産業技術総合研究所

ことを確認する必要がある。

2.2.3 計測用アプリケーションの開発

周波数1~6GHzの放射妨害波測定は、分解能バンド幅(RBW)を1MHzに設定し、少なくとも述べ5001個の周波数ポイントを計測しなければならない。しかし、個々の周波数をレシーバでチューニングして手動計測することは、もはや容易なことではない。そこで、妨害波受信器としてスペクトラム・アナライザを活用して、その高速掃引機能により自動計測することが一般的な手法となっている。さらに、掃引数を述べ5001ポイントまで拡大し、アンテナ昇降やテーブル回転に係る動作サイクルを効率化する手法(以下、「可変掃引ポイント法」という)を付加してEMI全自動計測アプリケーションを開発する。これにより大幅なEMI計測時間の短縮をはかることが可能になる。

3 結果と考察

3.1 暗室空間の適合性評価

暗室空間の評価は、(株)デバイス製のDM5134Nを用いた。SVSWRの測定法は、図1の参照点に受信アンテナSchwarzbeck製BBHA9120Bを置き、距離D=3mを隔てFront地点に放射アンテナSchwarzbeck製SBA9119を配置する。次にFront地点の放射アンテナを後方へ0/20/100/180/300/400mmずつ移動し6地点の電界強度E[dBμV/m]を測定し、その最大値と最小値の電界強度比をもってSVSWR値6dBと規定される。さらにテストボリュームという概念が新たに導入され供試体が占有する直径2mの回転テーブルの外周エリアLeft, Right, 場合によってはCenterのSVSWR値を確認する必要がある。

図2はSVSWRの測定結果である。図の横軸は周波数縦軸はSVSWR値を表す。図に示すとおり要求仕様であるSVSWR値6dBを満足した。なお測定の周波数ステップ幅は50MHz以下と規定されているが、ここではより厳しい1MHz幅で評価している。

次に、電波吸収体の敷設配置条件を図3に示す。空間補正にはNECトーキン製TUP型の電波吸収体を用いた。その1個あたりの大きさはW0.6(m)×D0.6(m)×H0.3(m)である。受信側の電波吸収体はW2.4(m)×D2.4(m)の面積を床置きし、送信側の電波吸収体はW1.8(m)×H1.8(m)の面積を縦置きに配列する。

試行錯誤の結果、送信側縦置の電波吸収体はCenter側へ近づけるほど、また配列面積を増大するほどSVSWR値がより改善される。しかし毎回の敷設作業を考慮して最少面積となるようにした。

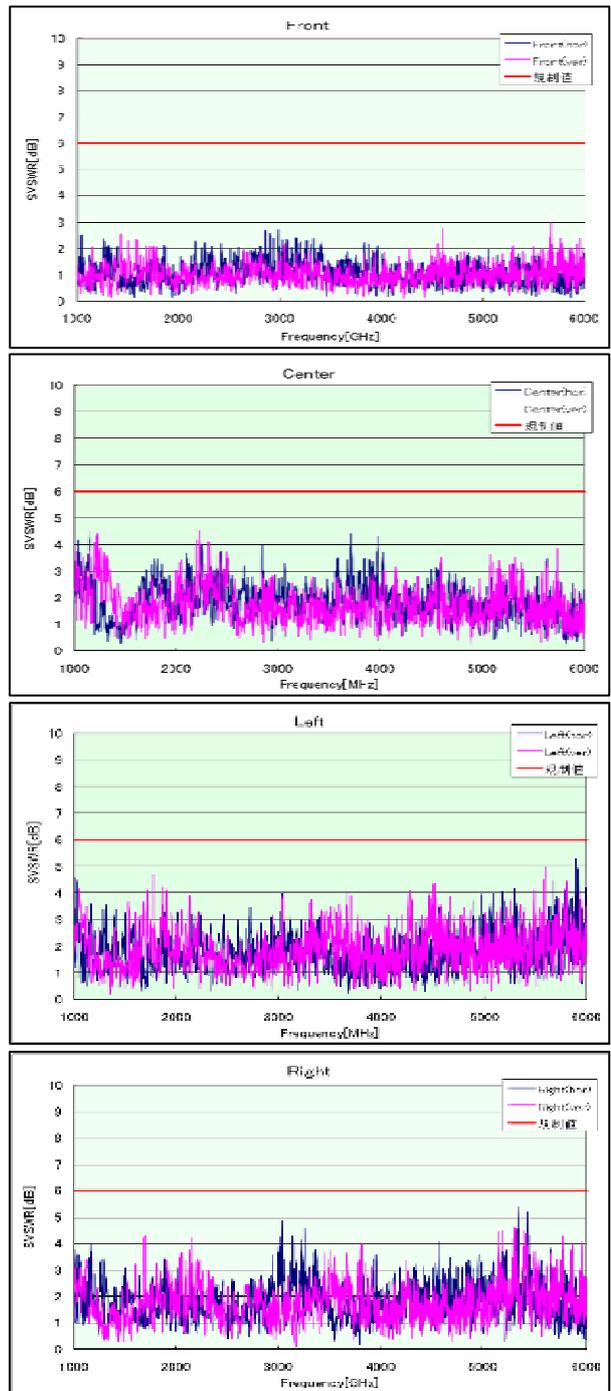


図2 SVSWR法による測定結果

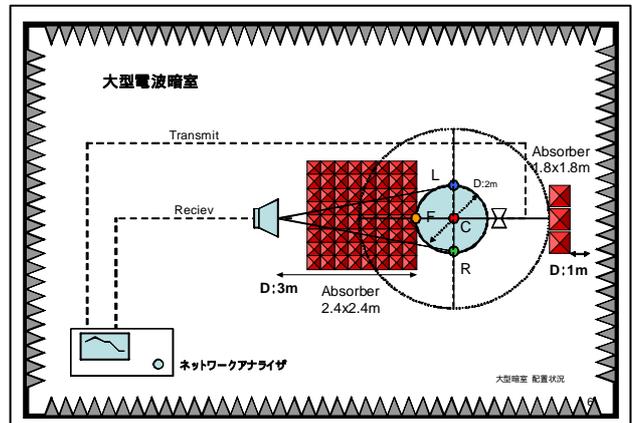


図3 電波吸収体の敷設配置図

3.2 計測システムの構築

次に計測システムの構成について述べる。妨害波受信器は図4に示すレシーバRohde&Schwarz製ES1B, ESC1, スペクトラム・アナライザAgilent製E7405A, N9020A他を備える。受信アンテナは、ダブルリッチド・ガイド構造の広帯域ホーンSchwarzbeck製BBHA9120Bを用いる。また試験テーブルは、測定結果に影響の少ない発泡スチロール製の机台を準備した。



図4 全自動計測システム

さらに高周波伝送線路は低損失型同軸ケーブルのSucoFlex104を選択した。コネクタ型式は機械的強度を要する接続点にN型, 固定点には3.5mmSMA型を用いる。これにより当該暗室の全伝送路長24mにおける全損失の実測値は-16.3dB(at 6GHz)であった。これらの損失を補うため外部プリアンプ(+40dB/NF1.8dB)を挿入した。

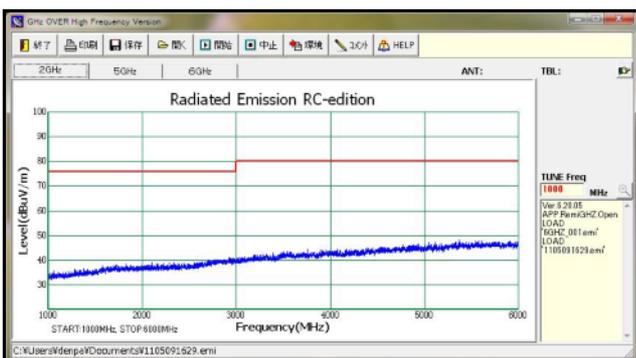


図5 全自動計測アプリケーション

3.2 全自動計測アプリケーションの開発

開発した全自動計測アプリケーションを図5に示す。図の横軸は1~6GHzの周波数, 縦軸は電界強度値(dBµV/m)を表す。グラフ曲線は暗室内背景ノイズの実測値である。図中に記載の限度値ラインから背景ノイズの間は約30dB以上確保できている。

次に1回のEMI計測に要する時間は, 前述の可変掃引ポイント法を活用しアンテナ昇降の高さを1/2/3/4mへ移動し, その都度テーブルを0.6rpmの速度で1回転させた条件下のもと約2分30秒であった。

また, 当該アプリケーションによる業務運用の実施結果, 従来の1GHz以下の測定と比較し供試体の放射電界パターンは急峻でありアンテナの昇降間隔やテーブルの回転速度の設定には細心の注意が必要であろう。

4 おわりに

本研究では, 現有電波暗室の測定周波数を規制上限まで拡大し規格適合をはかった。今後は, 計測の不確かさを定義し, 精度の検証及びディリチェッカーの製作, 簡易電波暗室の規格適合をはかる予定である。

次に, 本研究の成果を述べる。

- 1) 大型暗室の空間特性を評価しSVSWR値 6dBを確認した。これまでの上限周波数1GHzから6GHzまで拡大することができた。
- 2) 測定周波数1-6GHzのEMI計測システムを構築し業務運用に係る全自動計測アプリケーションを開発した。
- 3) 当該計測データを活用してVCCI協会等の認証機関へ設備登録を実施した。

謝 辞

この研究では, 独)産業技術総合研究所から測定指導及び計測器類の提供を受けて実施した。また測定に協力をいただいた関東甲信越静の各公設機関担当者各位に深謝いたします。

参考文献

- 1) VCCI (情報処理装置等自主規制協議会) 技術基準 V3/2011.04及び付属文書
- 2) 欧州共同体安全規格, EMC指令/EN55022
- 3) 国際無線障害特別委員会, CISPR22

圧縮処理による木材接合強度の改善

常盤 茂* 杉山 皓**

Improvement of Joint Strength of Wood Material by use of Compression Forming
Shigeru TOKIWA* Akira SUGIYAMA**

木製品の接合は、繊維方向に延長して接合する場合と直角に接合する場合が一般的だが、自由な角度で接合できれば、家具類や住宅製品の設計範囲を広げることができる。しかし、角度をつけた接合は強度の低下が避けられない。需要が求められる針葉樹の接合は、その影響が顕著である。そこで、接合部を圧縮して高密度化を図ることにより、接合部の強度を高める効果を検討した。その結果、スギ材を例に軟質の木材を圧縮処理し、接合部材間に介在させることにより、接合部の強度向上が可能となった。また、フィンガージョイントとの併用により、自由な角度での接合が可能となり、接合部の設計への柔軟な対応が期待できる。

Key Words スギ, 圧縮処理, 高密度化, 接合強度, 自由角度

1 はじめに

スギ、ヒノキに代表される県産材は、用途開拓が急務とされているが、建築用材への利用が低迷しているため、木製品への利用が期待されている。これまでの木製品の接合は、縦接ぎでの延長または直角に接合するのが一般的であった¹⁾。自由な角度で接合できれば、家具類や住宅製品の設計範囲を広げることができる。しかし、角度をつけた接合は強度の低下が避けられない。そこで、接合部を圧縮して高密度化を図ることにより、接合部の強度を高める効果を検討した。

2 研究の方法

2.1 供試材

針葉樹材のスギ(*Cryptomeria japonica* D.DON)板目材(含水率12.4~14.4%, 密度0.32~0.38 g/cm³)を用いて、圧縮セット量の低い条件を設定して圧縮処理を行った。また、ヒノキ(*Chamaecyparis obtusa* ENDL.)板目材を密度0.50g/cm³に圧縮処理し、接合用部材として用いた。

2.2 圧縮処理

圧縮処理に用いたスギ材の寸法は、30~40(R:半径方向)×30(T:接線方向)×280(L:繊維方向)mmとし、半径方向に20%及び40%の圧縮セット量を設定し、図1に示す方法で厚さ24mmに加熱圧縮を行った。

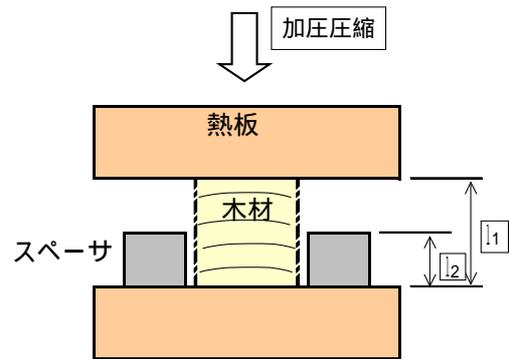


図1 圧縮処理

$$\text{圧縮セット量} = (l_1 - l_2) / l_1 \times 100 (\%)$$

l_1 圧縮前の厚さ l_2 圧縮後の厚さ

圧縮処理は表1に示す条件で行い、3点曲げ試験による強度評価を行った。

表1 圧縮処理の条件

供試材：スギ	30,40(R) × 30(T) × 280(L) (mm)	
加工条件：		
予備加熱	加湿後 80	12hr
加熱温度	130	
加圧時間	8hr or 12hr	
加圧力	ゲージ圧50Kg/cm ² (12.7ton)	

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** 有限会社 インテム

2.3 接合強度試験

接合は自由な角度による接合方法を実現するため、フィンガージョイントによる接合とした。フィンガー加工した部材は、酢酸ビニル樹脂接着剤で接合した。試験体は、繊維方向に縦接ぎした試験体及び繊維に直交してL型に接合した試験体を作成した。縦接ぎ試験体は図2に示す3等分点からの4点曲げ試験により、L型試験体は接合内側表面から200mmの位置から圧縮荷重を加えて最大荷重を測定した。縦接ぎ試験体寸法は、30(T)×24(圧縮材), 25(無垢材)(R)×520(L) mmである。L型試験体寸法は、図3に示すとおりである。



図2 縦接ぎ試験体の4点曲げ試験

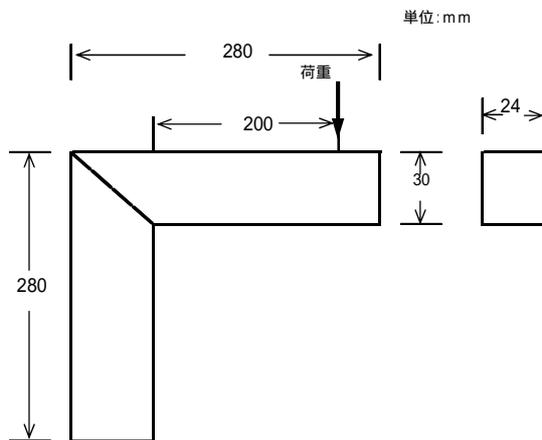


図3 L型試験体

3 結果及び考察

3.1 プレス機を用いた圧密加工

試験用加熱プレス機を用いてスギ材の圧密加工条件を検討した。水分の調整と加熱温度、加熱時間の選定により、密度0.35 g/cm³程度の試験材から1.0 g/cm³以上の高密度材を得ることが可能である。圧縮処

理材の曲げ強さを図4に示す。密度の増加に伴い、曲げ強さと弾性係数の増加が認められた。そこで、フィンガージョイントを併用して接合部の強度向上に取り入れることとした。

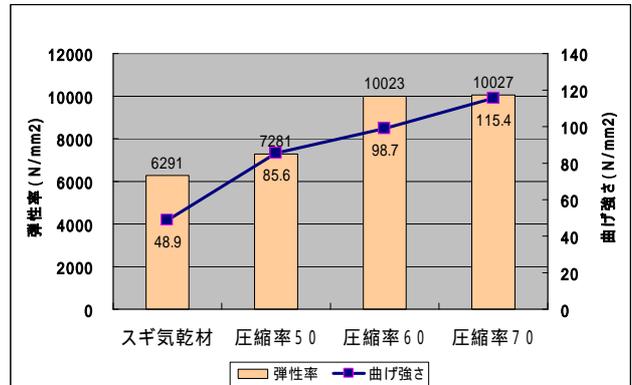


図4 圧縮処理材の曲げ強さ

3.2 接合試験体の強度試験

接合試験では、過度の圧縮セット量を設定することは実用的ではないと考え、20~40%程度の圧縮による接合強度を検討した。縦接ぎ接合による曲げ試験の結果を図5に示す。フィンガージョイントによるスギ材の曲げ強さは、接合しない無垢材に比べ2/3程度である。20%の圧縮率で高密度化することにより、無垢材と同等の曲げ強さが得られた。

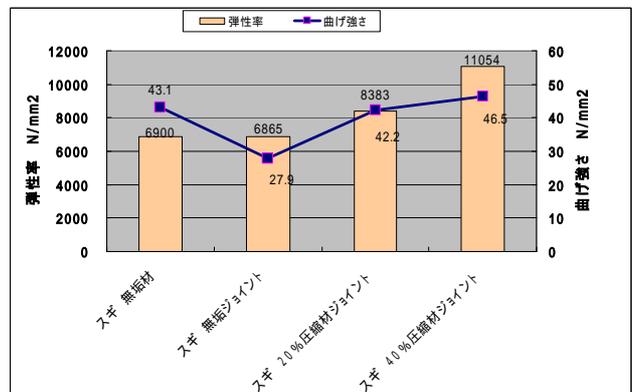


図5 縦接ぎ接合の曲げ強さ

L型形状試験体の先端部の圧縮による強度試験の結果を図6に示す。接合部材の密度が増加するに従い、最大荷重の増加が認められる。フィンガー加工した部材の接合部に角度をもたせる場合、図7に示すフィンガー部分に接触しない箇所が生じる。このため、部材間にフィンガー加工したブロックを介在させた接合形状の試験体を作成し、強度試験を行った。

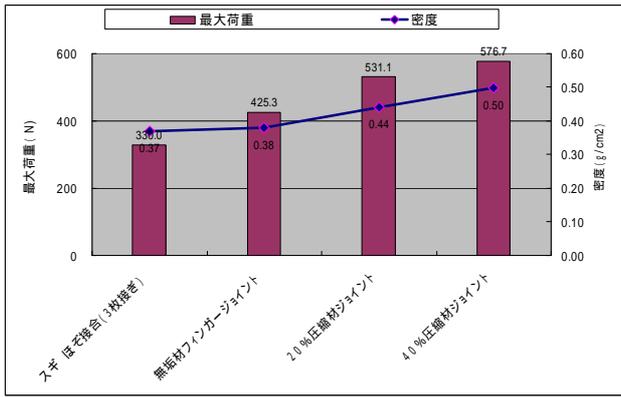


図6 L型接合の曲げ強さ

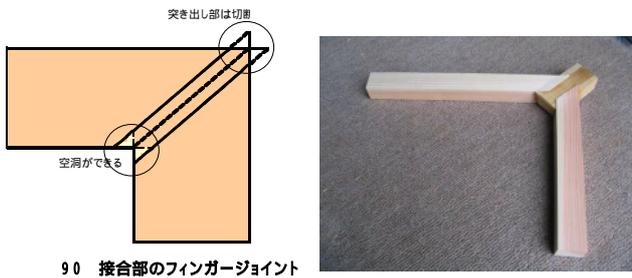


図7 フィンガージョイント

ブロックは、ヒノキ板目材を密度0.50 g/cm³に圧密加工し、木口面をフィンガー加工して用いた。部材密度の組み合わせを変えたL型形状試験体の強度試験結果を図8に示す。

同等密度の無垢材を直接に接合したスギ無垢材のジョイントに比べて、圧密化したブロックを挟んで接合したものは最大荷重値の増加が認められた。密度を0.55 g/cm³に高めたヒノキ部材+スギ圧縮材では、無垢材をブロックで挟んだヒノキ部材+スギ無

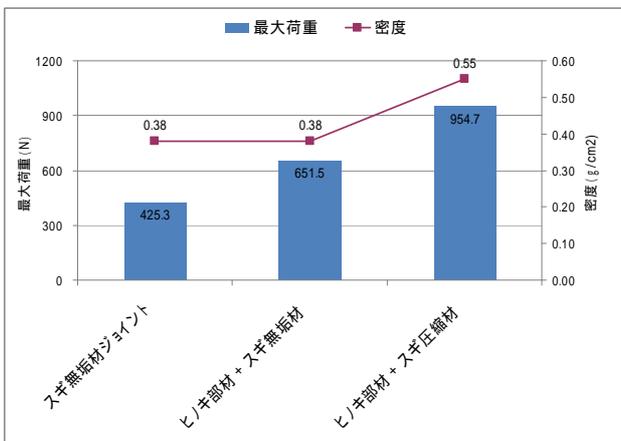


図8 改良したL型接合の曲げ強さ

垢材に比べて5割程度の強度の向上が見られ、部材密度の増加に相当する強度の向上が確認できた。このことから、接合部近傍に圧縮処理した部材を配置することにより、スギ、ヒノキなど軟質針葉樹の構造の改善が期待できる。

3.2 接合例の試作

フィンガージョイントを用いた自由角度による接合製品の試作として、マガジンラックの試作を行った。従来にない構造や形状へのデザイン展開が可能となった。圧縮処理した接合部材をモジュール化して使用するなど、新たな技術展開も可能となる。



図9 試作例

4 おわりに

接合強度に難のある樹種の改善策として、圧密化による方法を試み、強度向上の効果を検討した。その結果、1) 針葉樹のスギを例に水分調整と加熱圧縮により、密度0.35 g/cm³程度から1.0g/cm³以上の高密度化が可能であった。2) 軟質の木材を圧密加工することにより、接合部の強度向上が期待できる。

自由な角度での接合が可能なフィンガージョイントと併用することにより、フレキシブルな部材接合が可能となる。

参考文献

1) 大熊幹章他編：木材の利用 2 木材の工学，文永堂出版(1991)

二条大麦を活用した抗メタボリック食品素材とその利用技術の開発

渡邊 恒夫* 筒井 達也* 大山 高裕* 牧野 光弘*** 上武 裕**
前原 亨次*** 浅沼 誠司** 山崎 公位*

Development of Utilization and Anti-Metabolic Syndrome Foodstuffs from Two-rowed Barley

Tsuneo WATANABE, Tatsuya TSUTSUI, Takahiro OHYAMA, Mitsuhiro MAKINO, Yutaka UETAKE,
Kyoji MAEHARA, Seiji ASANUMA and Kimii YAMAZAKI

地域資源活用型研究開発事業（平成 19・20 年度 経済産業省委託）において二条大麦の浸漬条件による GABA（ γ -アミノ酪酸）20 倍富化，GABA 減少を抑制した乾燥条件の検討を行った。また，同事業参画企業において，製粉方法等の検討，スケールアップ・レシピ開発を行い，大麦 GABA クッキーの商品開発に至っている。しかし，浸漬条件が 15～24 時間と長く，グルタミン酸ナトリウム(MSG)残量が多いことから，浸漬時間の短縮・MSG 残存量の低減（効率化）を目的として，昨年度に引き続き浸漬条件の検討を実施し，至適な条件を明らかにした。

Key Words：二条大麦， γ -アミノ酪酸，GABA，ギャバ，静水圧，浸漬条件

1 はじめに

内臓脂肪型肥満に高血糖，高血圧等が合併したメタボリックシンドロームの該当者は，厚生労働省「平成 19 年国民健康・栄養調査」によると，「40～74 歳において約 1,070 万人，予備群者数は約 940 万人，併せて約 2,010 万人と推定されており，平成 16 年からの推計でも増加傾向がみられる。

二条大麦は，水溶性及び不溶性食物繊維をバランスよく含み，含有量は少ないが血圧上昇抑制作用をもつ GABA（ γ -アミノ酪酸）も 100g あたり 10～15mg 含まれている。これらには，血糖値やコレステロールを下げる働きがあり，メタボリックシンドローム抑止に有効と考えられる。

平成 19・20 年度の研究により，従来 2 倍程度であった GABA 富化を 20 倍（200～300mg/100g）以上にした。

また，生成した GABA の損失を最小限に抑える乾燥条件を検討し，一定の成果を得た。しかし，MSG から GABA への変換効率が低く MSG 残量が多い，浸漬時間が長い等の問題も残された。昨年度は，浸漬条件の改善を検討し，概ね条件を絞り込んだが，MSG 残量については，検討の余地が残った。

本年度は，昨年度に引き続き静水圧利用も含めた浸漬条件の検討を行い，MSG 残存量の低減（GABA 変換効率の向上），浸漬時間の短縮を図った。

2 研究の方法

2.1 原料

二条大麦は，平成 22 年栃木県足利産スカイゴールデンを 85%精麦したものを供試した。

2.2 浸漬・乾燥処理及び高圧処理

浸漬液として，0.6, 0.8, 1.0%MSG 水溶液（pH 5.0）を用い，二条大麦：浸漬液（重量比）を 1：0.7 とし，30

で 8 時間まで浸漬した。また，浸漬用水として，脱イオン水および水道水を用い，用水（塩化物イオン）の GABA 富化への影響を調べた。

浸漬後の試料は，凍結乾燥（棚温 40℃一定）し，分析および試作に用いた。なお，製粉および試作に用いた試料の浸漬には，食品添加物用グルタミン酸ナトリウム及び高酸度酢を使用した。

静水圧の加圧は，超高压試験機（三菱重工㈱、容量 500ml・最高水圧 700MPa、図 1）を使用し，浸漬液注入後，室温で 100 及び 400MPa で 5min 加圧後，30℃で 7 時間まで浸漬した。

2.3 分析方法

各処理区の試料について，一般生菌数，GABA 及び Glu（グルタミン酸）含量を測定した。一般生菌数は，浸漬大麦粒を 10 倍希釈し標準寒天培地を用い平板塗抹法で測定した。GABA 及び Glu は高速アミノ酸分析計（日本電子㈱ JLC-500V）で測定した。

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 株式会社大麦工房コア

*** 笠原産業株式会社



図1 超高压試験機

2.4 製粉方法およびクッキー試作

GABA 富化乾燥二条大麦は、石臼（オストローラー社製 MoIa A-700MSMJ）を用い、156rpm で間隙を3段階（0点, 0点から 1/4 回転締, 0点から 1/8 回転締）に変えて製粉し、全粒粉を試作した。

また、各間隙条件の大麦粉でクッキーを試作した。

3 結果及び考察

3.1 浸漬用水の影響

浸漬用水を脱イオン水と水道水とし、1%MSG で 30 8 時間浸漬し、GABA 生成の経時変化および Glu 残量の経時変化を調べた(図2)。

図2のとおり、浸漬7時間めをみると、脱イオン水でも水道水を用いても、GABA 生成および Glu 残量に差は見られなかった。また、浸漬試料の生菌数変化を調べたが、7時間までは 10^5 cfu/100g 以下の菌数で推移し、増加は認められなかった。

さらに、凍結乾燥を実施した場合、菌数は若干減少傾向が見られた(データは示していない)。麹菌の場合、塩化物イオンの存在が GABA 生成に大きく影響することいわれているが、二条大麦の場合は感受性が低いと判断された。

3.2 静水压一時加圧圧力の GABA 生成への影響

室温で 100 MPa で 5 分間加圧し、30、7 時間浸漬した場合の GABA 生成の経時変化を図3に示した。

400MPa のデータは示していないが、加圧圧力が高くなると、大麦粒内の Glu 残量が多くなり、GABA 生成量が減る傾向が見られた。これは、GABA への変換が、粒内部ではなく表面近くで起っているためと思われる。

3.3 浸漬液 MSG 濃度の GABA 生成への影響

図4に 0.6 及び 0.8%MSG で 30、8 時間浸漬した場合の GABA 生成の経時変化を示す。

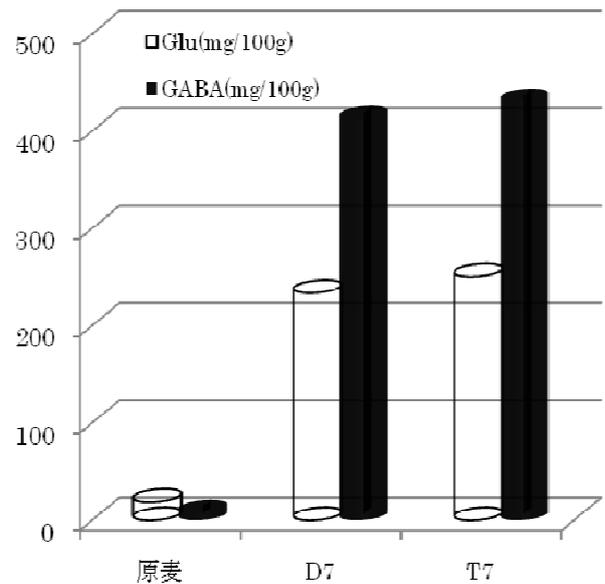


図2 浸漬用水による GABA 生成への影響

D7:脱イオン水, 浸漬 7hr,

T7:水道水, 浸漬 7hr

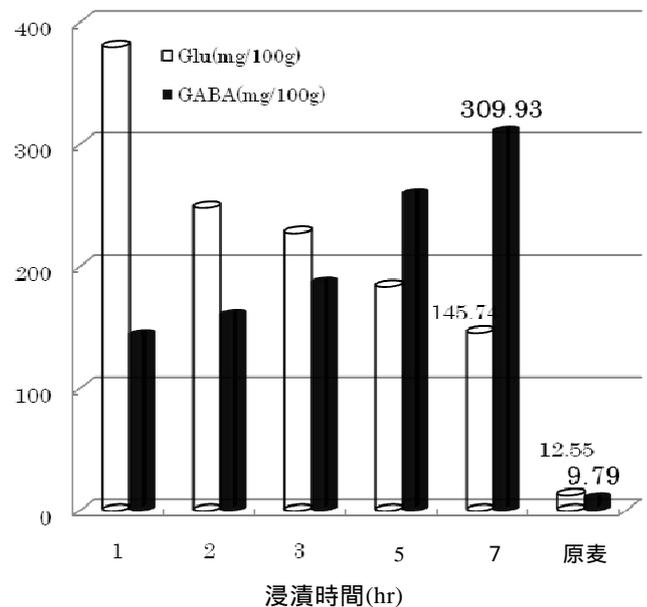


図3 静水压加圧(100MPa, 5min)による GABA 生成の経時変化

浸漬液 0.8%MSG(pH5.0), 浸漬液量: 対大麦 0.7,30

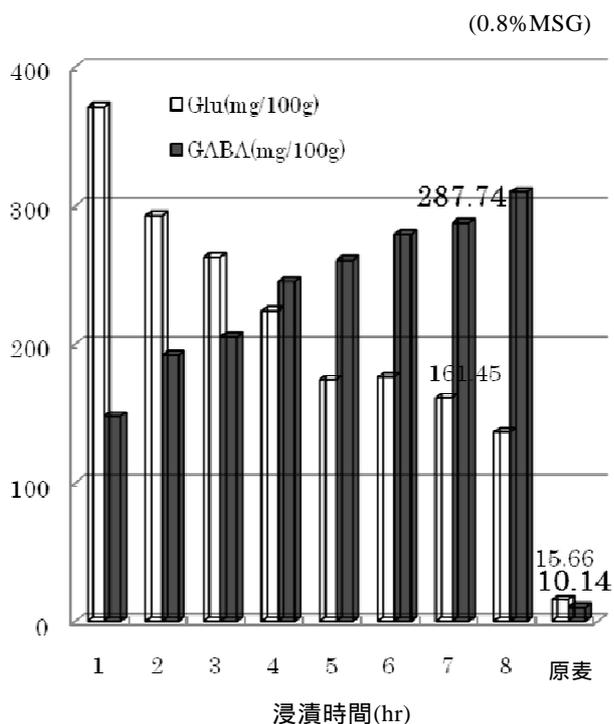
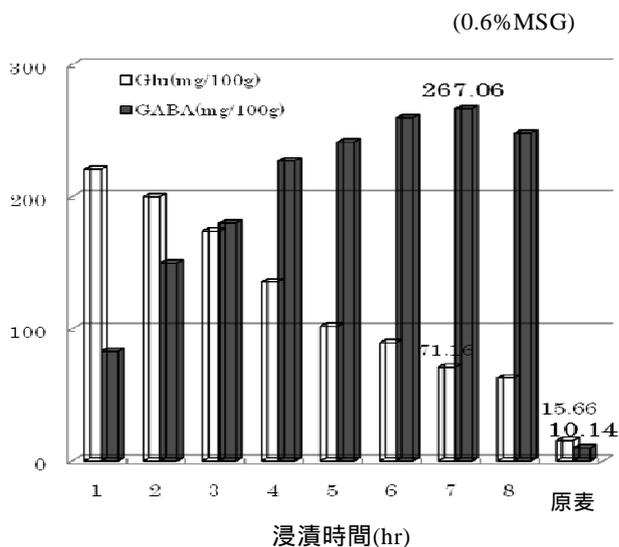


図4 浸漬MSG濃度(0.6, 0.8%)によるGABAへの影響

0.8%MSGを用いた場合、7時間の浸漬でGABAは原麦の約28倍となっているが、Gluは約10倍の残があった。一方、0.6%の場合、GABAが約26倍と若干低下するものの、Gluは約4.5倍の残量でとどまっていた。

MSGは、外部から添加したものであり、残量を低く抑えることは好ましい。また、Gluは興奮性神経伝達物質として知られており、GABAの抑制性と反対の作用を示すため、より少ない方が好ましいと思われる。

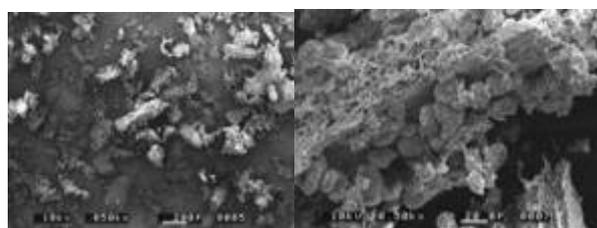
以上のことから、浸漬条件としては0.6%MSG、30-7時間が適しているものと思われた。これまでの1.2%MSG、15-24時間に比べ、MSG濃度は1/2、時間は1/3以下にすることが可能であることが分かった。

また、凍結乾燥を用いることにより、乾燥時の加熱によるGABA損失が殆どなくなった。

3.4 新しい浸漬・乾燥条件におけるGABA富化二条大麦の製粉性、試作品への影響

今回の浸漬・乾燥条件で、製粉した場合、従来の加熱乾燥品(0点から1/2回転締め)に比べ、石臼での製粉性が異なり、製粉時の抵抗が若干大きく、間隙の調整が必要であった。粉の顕微鏡写真を見ると、デンプン粒の損傷はあまり見られなかった。

また、試作のハンドリング性への影響は少なかった。



×50

×500

図5 石臼による製粉と大麦粉(0点より1/8回転締め)走査電顕写真

4 おわりに

静水圧利用(一時加圧)などによる浸漬時間の短縮、Glu残留濃度の低下を検討した。その結果、下記のことが分かった。概ね浸漬・乾燥条件の検討は終了したものと思われる。次年度は、加工・調理工程でGABA等の消長の把握、種々の加工品開発を中心に検討を進める。

(1) 静水圧の一時加圧は100MPaでもGlu残量の増加、GABA生成量の低下が認められた。静水圧利用は、二条大麦でのGABA富化には不適であった。

(2) MSG濃度を0.6%にして、30-7時間浸漬することで、GABA含量は従来法に比べ若干低下するが、当初目標の20倍以上を達成し、1/3以下に時間短縮できた。

また、残存Glu濃度を100mg/100g dry以下に抑えることができ、従来法の1/2の濃度とすることができた。

(3)新しい浸漬・乾燥法によるGABA富化二条大麦は、製粉性に若干違いが見られたものの、ハンドリング性に影響は少なかった。

参考文献

- (財)栃木県産業振興センター：「二条大麦を活用した抗メタボリック食品素材とその利用技術の開発」：平成19年度地域資源活用型研究開発事業成果報告書

2) (財)栃木県産業振興センター：「二条大麦を活用した抗メタボリック食品素材とその利用技術の開発」：平成 20 年度地域資源活用型研究開発事業成果報告書

当該研究は、平成 19・20 年度地域資源活用型研究開発事業（経済産業省委託事業）のフォローアップ研究課題である。

本格焼酎ベースリキュールの多様化，品質向上

星 佳宏* 岡本 竹己* 大橋 正典** 白相 淑久**

Diversification and Quality Improvement of Liqueurs Based Honkaku Shochu
Yoshihiro HOSHI ,Takemi OKAMOTO,Masanori OHASHI and Toshihisa SHIRASO

梅，すだち，ゆずを原料とした本格焼酎（芋）ベースリキュールを試作し，またそれらをブレンドする等多様化した本格焼酎（芋）ベースリキュールの検討をした。梅・ゆず・すだちリキュールについては，加速劣化試験を行い官能評価，化学発光等各種分析により品質を評価した。この結果より50%の加速劣化試験を行うことにより，常温流通，管理時におけるおおよその本製品の品質，安全性を担保できる製品寿命を類推することが可能であることが分かった。

Key Words :芋焼酎，リキュール，梅，すだち，ゆず，化学発光，保存，劣化

1 はじめに

㈱白相酒造は地域福祉のために地元の障害者支援施設（桜ふれあいの郷）で栽培された原料や梅を用いた本格焼酎（芋）ベースのリキュールを現在開発中である。

このリキュールは全量本施設で生産された原料を利用した製品であるが，品質面で他県（他社）製品との差別化が明確でなく，また品質のばらつきも危惧される。

そこで本研究では，梅に加え，ゆず・すだちの県産特産物等を原料とした本格芋焼酎リキュールを開発するため，各種リキュールを試作すると共にこれらについて加速劣化試験を行い，官能評価，機器分析をした。

その結果に基づき，芋焼酎ベースリキュールの多様化や品質向上・品質担保技術を検討したので，これについて報告する。

2 研究の方法

2.1 供試リキュールについて

㈱白相酒造において芋焼酎（本格焼酎）をベースにして，試作製造した「梅リキュール」「ゆずリキュール」「すだちリキュール」の3種類を用いた。

試作方法は，㈱白相酒造において製造した芋焼酎（本格焼酎）に氷砂糖と果実を加え，漬けこんで作成した。

仕込配合や果実の前処理の検討については，㈱白相酒造で行った。

梅リキュールについては氷砂糖分量を検討し，仕込配合焼酎800mL，梅400gを漬けこんだものに対して，氷砂糖400g及び600gを添加した2種類について

官能評価により検討した。

ゆずリキュールについては果実の前処理法を検討した。ゆずを丸ごとつけたもの，ゆずを半分にカットし漬けたもの，ゆずの果実をフォークで刺して処理したものの3種類について官能評価により検討した。

2.3 リキュールの多様化について

リキュールの多様化は，梅・ゆず・すだちを用いたブレンドリキュール及び果肉入り梅リキュールについて検討した。

ブレンドについては，梅・ゆず・すだち各リキュールを用い，梅・ゆず（1：1），梅・すだち（1：1），すだち・梅（1：1），梅・ゆず・すだち（1：1：1）の体積比で混合したものの4種類を試作した。

果肉入り梅リキュールについては，梅リキュールに漬けておいた梅をミキサーで粉碎して入れたもの，青梅から種を除いてミキサーで粉碎したものの2種類について検討した。

これらブレンドリキュールと果肉入り梅リキュールについても産業技術センター職員により官能評価を行った。

2.3 本格芋焼酎ベースリキュールの比較保存試験

本格芋焼酎ベースリキュールの比較保存試験については，供試されたリキュールを50mL容量のガラス製サンプル瓶に満量詰め，各試験区分（表1）において加速劣化試験を行い瓶内試料全量使い切りとした。試料は加速劣化後-35℃で凍結し試料が全て揃った時点で分析に供した。

*栃木県産業技術センター 食品技術部

** ㈱白相酒造

温度の影響については、保存温度は30、50の2区分とし恒温器を用い暗所保存とした。30は5週間(35日)、50は1週間(7日)と5週間(35日)の2条件にて試験を行った。

光の影響については、晴天の日を選び10:00~14:00の4時間の直射日光暴露を実施した。E区は色調変化の対照として着色度のみの評価とした。

官能評価については、産業技術センターの職員5名により香気評価、外観評価を中心に実施した。

表1 加速劣化試験条件

A区	30、5週間	30、35日	暗所
B区	50、1週間	50、7日	暗所
C区	50、5週間	50、35日	暗所
D区	太陽光(透明)	15~20、4時間	日光暴露
E区	太陽光(遮光)	15~20、4時間	日光暴露

2.3 分析

試験用試料については、各リキュールについて仕込後に固液分離を行ったものを使用した。

香気成分の分析についてはヘッドスペースガスクロマトグラフ法を用い、酒類の品質の基本となる高級アルコール類としてプロパノール、ブタノール、イソアミルアルコール、オフフレーバーの指標としてアセトアルデヒド、酢酸エチルを分析評価の対象とした。

着色度(色調)については、国税庁所定分析法⁽¹⁾による清酒の着色度の分析に従い430nmの吸光度を測定した。

微生物検査については、常法に準じて、一般生菌数、大腸菌群の測定を行った。

劣化度の評価には山口らの方法⁽²⁾より、NaClO化学発光法を用いた。

3 結果及び考察

3.1 仕込配合及び果実の前処理法の検討

リキュールの仕込配合及び果実の前処理方法検討についての官能評価結果は表2、表3のとおりである。官能評価は保存前のものを(良好)とし、(問題なし)、×(やや難)とし評価したパネル数で示した。

梅リキュールについては、氷砂糖600g添加区で甘みが強すぎるといった評価が多く、氷砂糖400g添加区で高い評価が得られた。

ゆずりキュールについては、カットやフォークは色つきが良好であるものの苦味が目立ち、丸ごとのほうが良いという結果を得た。

この結果に従い、今回の研究において梅リキュールは氷砂糖400g添加のもの、ゆずりキュールは丸ごと漬けたものを試験することとした。

表2 梅リキュール
前処理の官能評価結果

サンプル名	官能評価	コメント
梅400g	: 4	香味とも梅の特徴強く飲みやすい、すっきり
	: 1	
	: 0	
梅600g	: 0	甘強、トロリ、梅特徴強、べたつく
	: 4	
	: 1	

表3 ゆずりキュール
前処理の官能評価結果

サンプル名	官能評価	コメント
まるごと	: 1	ゆずの香りあるが、ややニガ、味のバランスもう一歩、甘さ心地よい
	: 2	
	: 2	
カット	: 0	苦い、香り苦味ともに高い、少し後に残る、色がよい
	: 3	
	: 2	
フォーク	: 0	苦い、香りきつい、香り苦味ともに高い、少し後に残る、色がよい
	: 3	
	: 2	

3.2 リキュールのブレンド等の検討

梅果肉入りリキュールの官能評価結果(表4)については、漬けてあった梅を粉砕した試作した梅リキュールの方が良好との評価を得た。漬ける前に果肉を粉砕して仕込んだ梅果肉リキュールは、2か月漬けても梅の酸味や青臭さが目立ち通常の梅リキュールと比べ漬けてある梅が熟す様子は見られなかった。

ブレンドリキュールの官能評価結果(表5)については、梅・ゆずのブレンドが良好という結果を得た。すだちを入れたリキュールはすだちの苦味が目立ち評価は悪くなる傾向にあった。

表4 梅果肉入りリキュールの官能評価結果

サンプル名	官能評価	コメント
漬けた梅を果肉として使用	: 4	おいしい、果肉のざらつきなければ良好、かすっぽい香り
	: 1	
	×: 0	
粉砕した梅を使用	: 1	梅果の香り、すっきりしすぎ、少々物足りない、酸っぱい梅の香り、ドロドロ
	: 3	
	×: 1	

表5 ブレンドリキュールの官能評価結果

サンプル名	官能評価	コメント
梅・ゆず	: 1 : 4 : 0 x : 0	甘い、飲みやすい、 少し酸味あり、味ま とまりもう一歩
梅・すだち	: 0 : 1 : 3 x : 1	すだちの味香り目立 つ、後に苦い、味ま とまりもう一歩
ゆず・すだち	: 0 : 0 : 5 x : 0	苦味強、甘、すだち の味香り目立つ、後 に苦い、辛い
梅・ゆず・す だち	: 0 : 2 : 2 x : 1	甘、苦、後に少し苦 味残るが、香りと味 のバランス良い、ト ロピカルジュース様

3.3 比較保存試験による品質担保技術の検討

3.3.1 官能評価

官能評価は保存前のものを（問題なし）とし、（やや難）、x（問題あり）とし評価したパネル数で示した。評価結果の一例を表6、表7に示す。コメントは主なものを集約した。

いずれも太陽光暴露区分で異臭を感じた。しかし、他の区分はほぼ問題はない結果となった。遮光下であればこれらのリキュールは品質的に長期安定である結果が示された。

表6 保存後の梅リキュールの官能評価結果

	保存条件	官能評価	コメント
A区	30、5W	: 5 : 0 x : 0	良好、梅らしい 香り
B区	50、1W	: 5 : 0 x : 0	キャラメル臭、や や熟した香り
C区	50、5W	: 1 : 4 x : 0	アルデヒド臭、 キャラメル臭 コゲ様、重い 紹興酒様
D区	太陽光	: 3 : 2 x : 0	薬品臭、アルデ ヒド臭、キャラ メル臭、重い

表7 保存後ゆずリキュールの官能評価結果

	保存条件	官能評価	コメント
A区	30、5W	: 5 : 0 x : 0	好ましい
B区	50、1W	: 5 : 0 x : 0	やや熟す おとなしい
C区	50、5W	: 4 : 1 x : 0	ウイスキー様 好ましい熟成香 甘い臭
D区	太陽光	: 2 : 1 x : 2	異臭、瓶香

3.3.2 分析

図1、図2にリキュールの香気成分の測定結果例を示す。

好ましくない香りであるアセトアルデヒドは保存により増加傾向を示し、一方で酢酸エチルは保存によりほとんど変化はみられなかった。梅についてはブランクのアセトアルデヒドが多かった

高級アルコールについては保存条件、保存期間の影響をほとんど受けなかった。

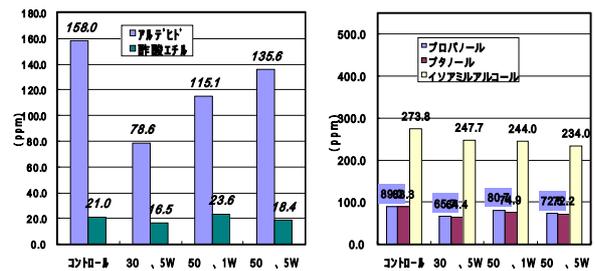


図1 梅リキュールの香気成分変化

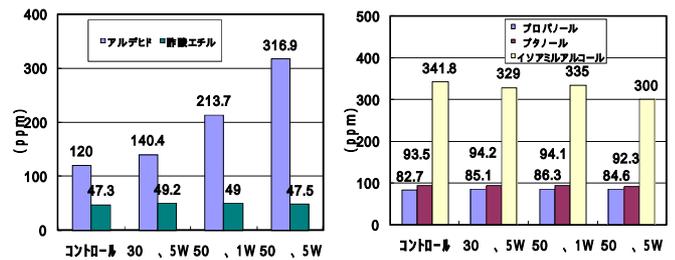


図2 ゆずリキュールの香気成分変化

続いて図3、図4にリキュールの着色度についての測定結果例を示す。

保存により着色度は増加し、両リキュールとも50、1週間が30、5週間の増加量とほぼ同様であった。

また、太陽光の品質における影響についてはゆず、すだちについて、着色度は減少し、梅については増加することが分かった。また、茶色瓶で遮光すると透明瓶に比べ、着色度変化が少なくなることが分かった。

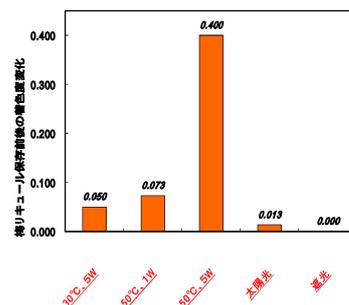


図3 梅リキュールの着色度変化

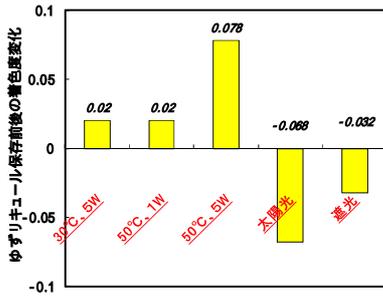


図4 ゆずりキュールの着色度変化

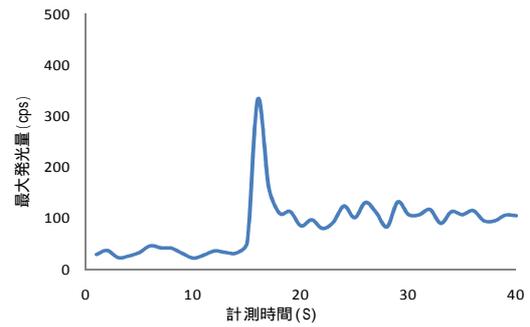


図6 梅りキュール測定時の発光曲線

3.3.3 微生物検査

今回試験を実施した試料において保存前，保存後とも一般細菌，大腸菌群とも全て不検出であった。アルコール分，糖分の存在による抗菌性に加え，原料果実由来の成分が微生物汚染を抑制したものと考えられる。

3.3.4 化学発光による劣化度評価

図5には本方法による清酒を測定した時の代表的な発光曲線を示した。試薬の添加とともに最大は急激に上昇し次第に減少していく波形が表れている。本法による劣化度評価法の有効性は清酒においては既報⁽²⁾により確認済みである。

図6に示すように波形より最大値は明確なので最大発光量を指標とした。各りキュールの劣化条件の違いと希釈倍率による最大発光量と標準偏差を表8に示す。

梅，ゆず，すだち，いずれに関しても，清酒と同様に50，35日間での保存において最大発光量が増加しており，りキュールに対しても化学発光法は利用できることが示唆された。

表8 NaClO 発光によるりキュール測定時の発光特性

劣化条件	コントロール	30 35日間	50 7日間	50 35日間
梅	244±27	170±8	237±15	418±13
ゆず	237±18	351±40	336±33	788±70
すだち	418±12	539±82	435±31	496±21

平均 ± 標準偏差
(n = 3)

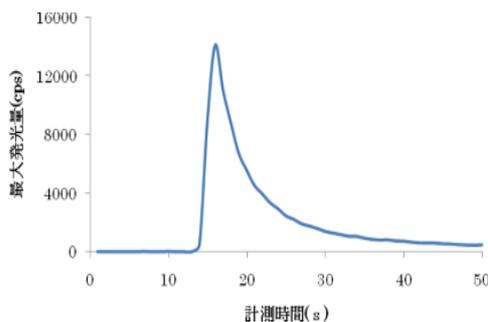


図5 清酒測定時の発光曲線

おわりに

本研究により着色度において30，5週間保存のりキュールと50，1週間保存のりキュールがほぼ同様の数値変化を示すことが分かった。

この結果から50の加速劣化試験を行うことにより，常温流通，管理時におけるおおよその本製品の品質，安全性が担保できる製品寿命を類推することが可能であることが分かった。

謝辞

本研究を実施するにあたり，化学発光法による測定にご協力いただきました宇都宮大学農学部農業環境工学科齋藤研究室に対して，厚くお礼申し上げます。

参考文献

- 1) 注解編集委員会編：“第四回改正国税庁所定分析法注解”財団法人 日本醸造協会(1993)
- 2) 山口ら：醸協，104，(4)，303-311(2009)

花酵母からの高泡非形成株取得と酒造適性の確認

岡本 竹己^{*} 佐々木 隆浩^{*} 天海 学^{**} 大木 高之^{**}

Isolation of Non-Foaming Mutants from Flower Yeast and Confirmation of Sake Brewing
Takemi OKAMOTO , Takahiro SASAKI , Manabu AMAGAI and Takayuki OKI

栃木県立栃木農業高等学校の「寒緋桜」と「もも」の花から分離した花酵母から高泡非形成株を取得した。小仕込試験の結果、もも酵母から取得した株は順調な発酵を示したが、寒緋桜酵母からのものは発酵が緩慢であった。前者を用いた実地醸造により満足のゆく酒質の清酒を得ることができた。

Key Words : 花酵母, 清酒, 高泡非形成

1 はじめに

栃木県産業技術センターと栃木農業高等学校の平成19, 20年度の2ヶ年の共同研究により栃木農業高校構内の花より分離した花酵母2種類(寒緋桜酵母, もも酵母: 両酵母とも *Saccharomyces cerevisiae* と同定済¹⁾)による清酒の製品化に成功した(2ヶ年で720ml瓶約4000本を販売)。しかし, 両酵母とも発酵時に粘性の高い高泡を形成し, 製造に支障をきたす問題点が指摘された。そこで, 本研究ではこれらの花酵母より, 製造時の高泡非形成の泡なし株を取得すること, 取得株の醸造適性の確認を行うことを目的とした。

2 研究の方法

2.1 高泡非形成(泡なし)株の取得

栃木農業高校において, 親株より Froth Flotation 法を用い気泡吸着操作を繰り返し行い, 自然変異による泡なし株の取得を行った。随時培養液を平板培養(YPD培地)し, 生じたコロニーを釣菌した。さらに, 総米60gの発酵試験を適宜実施し, 高泡形成の有無を確認することにより泡なし株を選抜した。

2.2 小仕込試験

掛米は「とちぎ酒14」(精米歩合50%), 麴米は「五百万石」(精米歩合60%)を用い, 総米150gで小仕込試験を行った。酒母省略の酵母仕込法に準じ, 酵母はスラントから一白金耳で麴エキス(Brix10)5mlに接種し25℃で3日間静置培養したものを蒸留水で洗浄後集菌し, 添の水麴時に酵母数が 2×10^5 /mlになるよう添加した。発酵温度は15℃一定で重量減少量40gを目安に遠心分離にて上槽した。

2.3 分析

一般成分は国税庁所定分析法²⁾, 香気成分はヘッドスペースガスクロ法により測定した。

2.4 実地醸造

もも酵母から取得した高泡非形成酵母を用いて, 飯沼銘醸株式会社において実地醸造を行った。原料米は「とちぎ酒14」(精米歩合58%)を用い, 高温糖化法により酒母を育成し, 総米600kgの純米酒を醸造した。仕込配合を表1に示す。

表1 仕込配合

	酒母	添仕込	仲仕込	留仕込	合計
総米(kg)	35	100	180	285	600
掛米(kg)	23	75	145	237	480
麴米(kg)	12	25	35	48	120
汲水(L)	58	120	220	430	828

3 結果及び考察

3.1 高泡非形成(泡なし)株の取得

Froth Flotation 法を8~10回繰り返し行い, 平板培養し現れたコロニーより両酵母とも各々50株を単離した。総米60gの発酵試験により, これらは全て高泡非形成であった。一例として, もも酵母(親株)と取得酵母(もも-1)の発酵中の様子を写真1に示す。

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 栃木県立栃木農業高校

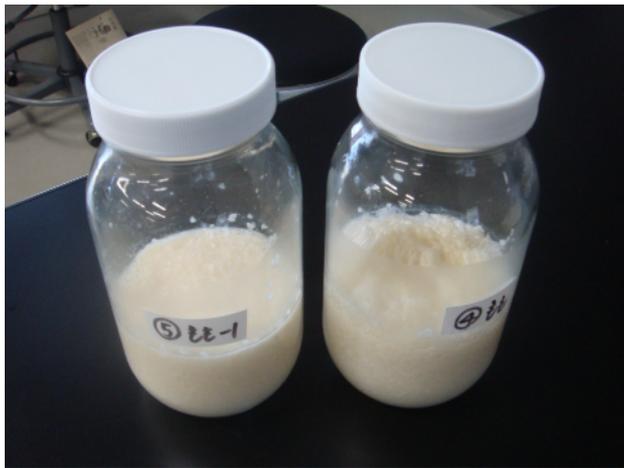


写真 1

左 もも酵母（高泡非形成株） 右 取得株（親株）

3.2 小仕込試験

前述の単離株を用いて小仕込試験を繰り返し行い、有望株の絞り込み、順次選抜を行っていった。もも酵母より得られた高泡非形成株は、全体に発酵経過は順調であったが、寒緋桜酵母より得られたものは総じて発酵が緩慢であった。最終的に寒緋桜酵母より2株、もも酵母より6株を有望株として絞り込んだ。各々の取得株中で、最も順調な発酵を示した株と親株の、重量減量による発酵経過及び一般成分分析結果をそれぞれ図1、表2に示す。

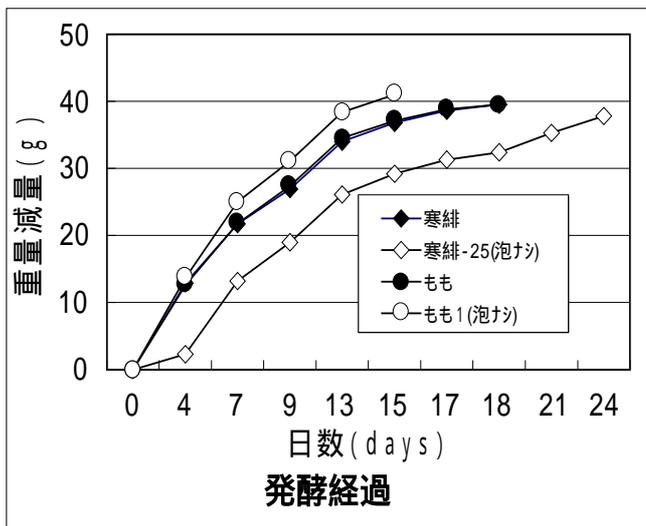


図1 取得株と親株の発酵経過比較

もも-1株は順調な発酵経過を示し、親株（もも）よりも早く目標重量減量に達した。一般成分分析結果よりアルコール生成も十分であり、清酒醸造に利用可能であると判断された。これに対し、寒緋桜酵母より得られた中で最も発酵力が強いと考えられた株（寒緋-25）は、

親株（寒緋）よりも重量減量が緩慢であり、酸度、アミノ酸度も高く、実用酵母としては不適と考えられた。

表2 小仕込酒の一般成分分析結果

	酸度 (ml)	アミノ酸度 (ml)	日本酒度	アルコール (%)
寒緋	3.05	2.18	-9.8	18.60
寒緋-25 (泡なし)	3.83	2.90	-35.0	15.90
もも	3.13	2.23	-10.6	18.85
もも-1 (泡なし)	2.60	2.10	-0.30	20.60
K701	2.90	2.20	-4.7	19.20

主要香気成分の分析結果を図2に示す。本結果については最終小仕込試験時に用いた株全ての結果について示した。寒緋酵母、もも酵母の両親株間の主要香気成分値はほぼ同じであったが、高泡非形成として取得した株間には違いが認められた。これは各々の株の発酵力の差が影響したものと考えている。

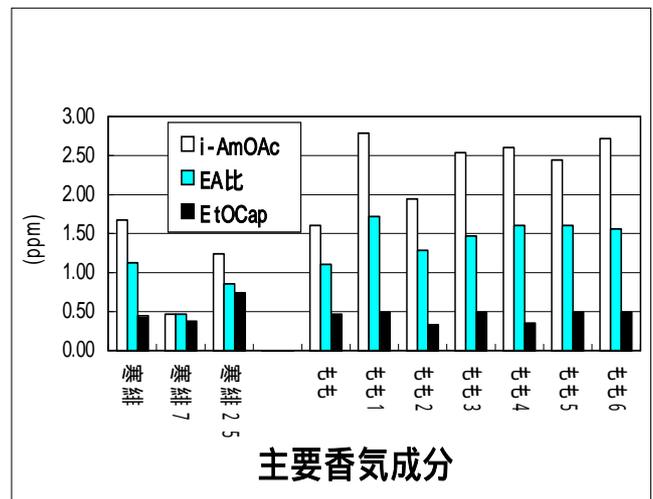


図2 香気成分分析結果

3.3 実地醸造

今回取得した株の中で、最も実用性が高いと判断したもも-1酵母を用い、高温糖化酒母により県内酒造メーカーである飯沼銘醸(株)において実地醸造を実施した。もろみは順調な発酵経過を示し、高泡の形成も認められなかった。最高温度15とし留後25日目に上槽を行っ

た。上槽酒の一般成分，各歩合を表3に示す。産業技術センター職員と飯沼銘醸(株)社員で新酒のきき酒を行った結果，満足のゆく酒質の純米酒が得られたと考えている。

表3 生成酒の一般成分、歩合

日本酒度	+ 4 . 0
酸度 (m l)	2 . 1
アミノ酸度 (m l)	1 . 6
アルコール分 (%)	1 6 . 5
グルコース (g / L)	1 . 4
アルコール収得 (L / ton)	3 4 0
粕歩合 (%)	3 1 . 7

表4 生成酒の香気成分

酢酸イソアミル (ppm)	1 . 5 1
カプロン酸エチル (ppm)	1 . 3 8
酢酸エチル (ppm)	5 9 . 7
イソアミルアルコール (ppm)	1 0 7
n - プロパノール (ppm)	1 1 6
i - ブタノール (ppm)	2 8

4 おわりに

今回の試験により，製造時の扱い易さが向上した花酵母を得ることができた。今回，飯沼銘醸(株)にて製造した清酒は，火入れ熟成後，10月に予定されている栃木市（栃木農業高校の所在地）と西方町（飯沼銘醸(株)の所在地）の合併に合わせて販売する予定である。

参考文献

- 1) 佐々木ら：平成20年度栃木県産業技術センター研究報告，6，29-31(2009)
- 2) 注解編集委員会編：“第四回改正国税庁所定分析法注解” 財団法人 日本醸造協会(1993)

輸出用清酒の品質安定化技術の開発

岡本 竹己* 佐々木 隆浩* 上吉原正人**

Study on the Development of Techniques for Quality Stabilization of the Export Sake
Takemi OKAMOTO , Takahiro SASAKI and Masato KAMIYOSHIHARA

高温糖化乳酸菌添加酒母による、輸出用清酒を視野に入れた品質安定性の高い清酒の製造試験を、パイロットスケールで実施した。得られた清酒を用い加速劣化試験を行い、NaClO 発光法による劣化度評価を行ったところ、本法により得られた清酒は比較対象の「山廃酒」「純米酒」より劣化が進み難い傾向であり、酒質安定性が高いことが示された。

Key Words : 清酒, 品質安定, 乳酸菌, 輸出

1 はじめに

国内の清酒需要が減少傾向の中、北関酒造(株)においては海外輸出の割合が年々増加してきており、平成21年度は総出荷量の12%以上を占めるに至っている。清酒は他の酒類に比較し熟成劣化が生じやすく、流通時にデリケートな管理が要求されるが、海外輸出商品はそのほとんどが船便であり、消費地まで長時間を要し、かつ出荷先で想定以上の過酷な環境下での流通が予想され、品質安定性の高い清酒の商品化が望まれる。

本研究では、筆者らが提案した「新規な清酒劣化防止技術」である、乳酸菌添加高温糖化酒母¹⁾によるパイロットスケール規模(総米100Kg)での清酒製造を行い、得られた清酒の保存中の劣化度を検証し、従来の輸出用清酒と比較し、過酷な流通環境下においても高い品質安定性が担保できる清酒を製品化し海外市場での信頼性向上、販路拡大を目的とする。

なお、本研究は「平成22年度ものづくり技術強化支援補助事業」として実施したものである。

2 研究の方法

2.1 試験酒の製造法

酒母製造法のみを変え、他の条件をほぼ同一とした3区分の清酒製造を行った。各区分の製造法を表1に示す。また、品質安定性を高めることを目的としたA区の高温糖化乳酸菌添加酒母の製造フローは図1のとおりである。全区分とも総米100Kg、酒母歩合6%(A区、B区のみ)、麴歩合20%とし、原料米には精米歩合55

* 栃木県産業技術センター

** 北関酒造株式会社

%の「とちぎ酒14」、酵母はK701を使用し純米

酒規格とした。

表1 各区分の製造法

	製造法	
A区	培養乳酸菌添加酒母(新規手法)	品質安定化
B区	山廃酒母(伝統的手法)	比較
C区	従来法(酵母仕込)	比較

高温糖化による米の溶解、殺菌

培養乳酸菌を添加し、増殖・代謝による酸度上昇(雑菌汚染リスクの少ない安全な酵母培養環境の調整)

酵母添加

通常の酒母と同様の経過後仕込みに用いる

図1 乳酸菌添加高温糖化酒母の製造フロー

2.2 劣化試験

上記の3区分の清酒を、上槽後、速やかに瓶火入れした後マイナス35にて凍結保存し、上槽後の日数を揃えたものを劣化試験に供した。供試酒は解凍後、0.45μミクロフィルタにて濾過後、50ml容のサンプル瓶に満量詰め、遮光した恒温器内50にて保存し、1日目、4日目、7日目の加速劣化試料を調整した。

2.3 分析等

一般成分は国税庁所定分析法²⁾、香気成分はヘッドスペース法により測定した。劣化度はNaClO化学発光法³⁾により評価した。

きき酒は産業技術センター職員 1 名，北関酒造(株) 3 名の 4 名にて実施した。

3 結果及び考察

3.1 試験酒の製造

各区分の製造法により得られた生成酒の成分等を表 2，きき酒結果を表 3 に示す。

もろみ経過はおおむね順調であり，もろみ日数は比較の C 区（酵母仕込）が後半の切れを確保するため意識的に前急経過をとったため最も短く，C 区 < A 区 < B 区の順で長くなった。酸度は B 区 > A 区 > C 区，アミノ酸度は A 区 > B 区 > C 区の順であった。きき酒結果は，A 酒の香味は C 酒と比較し B 酒に近いものと感じられた。

表 2 生成酒の一般成分等

	A 区(新規)	B 区(山麩)	C 区(比較)
もろみ日数	23 日	26 日	18 日
日本酒度	+2.5	+3.0	-2.5
アルコール分(%)	18.4	18.5	17.4
酸度(ml)	2.0	2.1	1.8
アミノ酸度(ml)	1.9	1.7	1.5

表 3 きき酒結果

	コメント
A 区(新規)	かたい，ハリあり，特徴あり，苦渋
B 区(山麩)	オシあり，ハリあり，味あり
C 区(比較)	柔らかい，まとまる，重い，ダレそう

審査は暗番で行い結果は 4 人の合議制とした

これらの清酒を加速劣化試験に供した結果を図 2 に示す。

保存前は A 区の発光量が最も高く，全区とも火入れ，保存試験中に発光量が増加した。しかし，A 区と B 区は C 区と比較し劣化し難い傾向を示し，乳酸菌添加酒母を用いた清酒の保存中の安定性が高いことを本試験により確認することが出来た。自然界の乳酸菌を誘導することを特徴とする B 区（山麩酒母）も，保存後の発光量は C 区よりも低く，生酏系清酒の酸化による劣化の生じ難さを実製造レベルで確認できた。

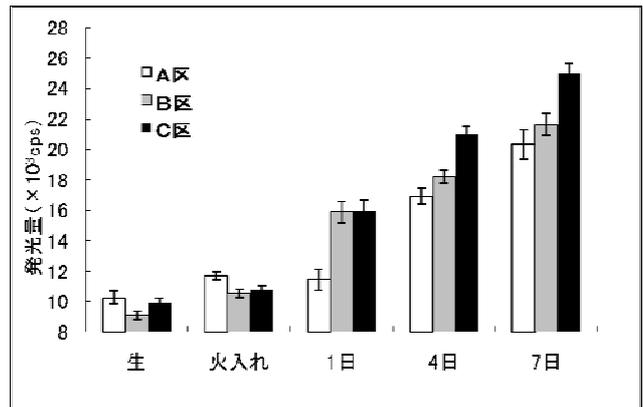


図 2 加速劣化試験による NaClO 発光量の変化

4 おわりに

今回の試験の結果，乳酸菌培養添加高温糖化酒母による清酒の安定性がパイロットスケール規模で確認できた。今後は，さらなる安定性の向上と，他の醸造区分への本製造手法の利用について検討を行っていく予定である。

参考文献

- 岡本ら：平成 21 年度栃木県産業技術センター研究報告，67-69 (2010)
- 注解編集委員会編：“第四回改正国税庁所定分析法注解” 財団法人 日本醸造協会(1993)
- 山口ら：日本醸造協会誌，104，(4)，303-311(2009)

炭素繊維製水処理用接触材の編成技術の開発(第2報)

佐瀬文彦* 諏訪浩史** 櫻井永一郎***

Development of Fabrication Technipue of Contact Materiales for Water Treatment with Carbon Fibers (2nd Report)

Fumihiko SASE, Hiroshi SUWA and Eiichiro SAKURAI

水溶性サイジング剤付き炭素繊維の耐摩耗性に及ぼす含水の影響を張力摩擦試験で評価した。その結果、炭素繊維の耐摩耗性は10数%以上の含水により向上することが明らかになった。また、炭素繊維束の柔軟性は含水によって向上することが明らかになった。

Key Words : 炭素繊維, 摩耗, 摩擦, 含水, 編織

1 はじめに

炭素繊維を用いた水処理技術が大谷, 小島ら^{1,4)}により開発され, 現在実用を目途としたフィールド実験が様々な場所で実施されている^{5,6)}。そのなかで, 水処理に使用される接触材は, 化学繊維の芯材に炭素繊維を房状に配置した芯房構造が有効であることが明らかにされている。現在, この形態の接触材は, 組紐機等により作製されているが, その生産性は高くない。今後, 炭素繊維を用いた水処理技術の実用化促進のためには, 接触材の生産性向上が急務となっている。ただし, 炭素繊維は編織性の指標である耐摩耗性が低い

うえに, 接触材が特殊な構造であるために, 生産性に優れる織機や編機を用いての作製では, 多くの困難を伴う場合が多い。

一方, 炭素繊維には, フィラメントを集束するためのサイジング剤が使われており, その性能が編織性を左右する。水処理用の炭素繊維は, 一般的な炭素繊維とは異なり水溶性サイジング剤が使われているが, その編織性は明らかにされていない。また近年では, 水中での分織性の向上や環境負荷低減のため, サイジング剤の使用量を少なくする傾向にあり, これにより編織性も低下する傾向にある。

これまで我々は, 水溶性サイジング剤を使用した炭素繊維の編織条件を明らかにするため, その耐摩耗性を張力摩擦試験により評価し, 摩擦速度, 繊維張力お

よび繊維束への含水が耐摩耗性に及ぼす影響について検討した。その結果, 繊維束への約40wt%の含水により耐摩耗性が向上することが明らかとなった。しかしながら40wt%より少ない含水率の効果については確認していない。

そこで本研究では, 炭素繊維の耐摩耗性に及ぼす含水率の影響について検討するとともに, 含水による柔軟性の変化についても評価した。

2 研究の方法

2.1 試料

試料には東邦テナックス(株)製の水処理用に調製された炭素繊維 Tenax-J HTS40 を用いた。表1に試料の特性を示す。この試料は直径7 μ m のフィラメント12,000本が水溶性サイジング剤により集束されたものである。本年度使用した試料のサイジング剤付着量は0.9wt%だった。

表1 試料特性

炭素繊維 (東邦テナックス Tenax-J HTS40)
引張強度(MPa) : 4,200
引張弾性率(GPa) : 240
フィラメント数(本) : 12,000
フィラメント直径(μ m) : 7.0
密度 : 1.76

2.2 摩擦試験

摩擦試験には蛭田理研(株)のたて糸抱合力試験機を用いた。図1に本試験機の概観図を示す。耐摩耗性は回

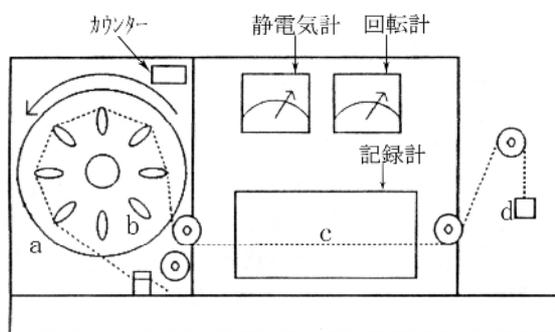
* 栃木県産業技術センター 繊維技術支援センター

** 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

*** (有)櫻井医科器研究所

転する円盤(a)に取り付けられたアルミナ製摩擦端子(b)により試料(c)を荷重(d, 張力)下で, 特定回数摩擦した後の試料の重量変化(摩擦量)をもって評価した。なお摩擦端子を固定した円盤の回転速度(摩擦速度)および試料に与える荷重は任意に設定できる。本年度は, 摩擦速度 97cm/sec(円盤の回転速度 100rpm), 張力 1.98N の一定条件とし, 繊維束への含水率および摩擦回数を変化させて測定した。

摩擦量は, 摩擦試験後の試料をイオン交換水に約 1 分間浸漬し, 損傷した繊維を除去した後に, 105 °C で 2 時間乾燥し, ついで 20 °C ・ 65 % RH で 24 時間調整後の重量と, 同様の操作をした摩擦試験前の試料との重量比から求めた。



a: 回転円盤 b: アルミナ製摩擦端子 c: 試料 d: 荷重

図1 摩擦試験機の概観

2.3 曲げ剛性

炭素繊維束への含水による, 柔軟性の向上について評価するため, 曲げ剛性を測定した。これについてはカトーテック(株)の自動化純曲げ試験機(KES-FB2-AUTO-A)を使用した。図2に試験機および計測部概観を示す。

曲げ剛性の測定は, 装置内の計測部に配置された試料を保持するための移動チャック(a)と固定チャック(b)によって挟まれた試料が, 移動チャックが定められた軌跡上を定められた角度で移動することで屈曲されるとき, 固定チャックに連動するトルク計により計測される。通常は規定幅に調整された生地 of 計測に使用されるが, 今回は繊維束 1 本あたりの曲げ剛性(柔軟性)を評価するために使用した。

この装置は試料をセットした後はチャックによる試料の適切な保持や計測動作は, 制御装置によって自動で行われる。

計測値は, 単位幅当たりの曲げ剛性($B [N \cdot m^2/m]$)として出力されるため, これを炭素繊維束 1 本あたりに読み替え, 試料への含水の有無によるそれぞれの値

を比較することで評価を行った。

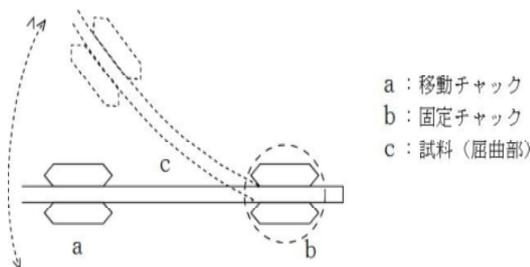


図2 自動化純曲げ試験機(上)及び計測部概観(下)

3 結果及び考察

3.1 摩擦量と含水率

試料の耐摩擦性に及ぼす含水率の影響を検討するため, 含水率を変化させた試料を調整し, 摩擦試験を行った。含水率(wt%)については調整作業の都合から今回は 13wt%, 22wt%, 36wt%とした。また, 比較のため含水しない(含水率 0wt%)試料も用意し, 摩擦回数を 50 回に設定し試験を行った。図3に含水率と摩擦量の関係を示す。これによると, 10 数%程度の含水率から摩擦量の低下が表れており, 編織においては含水率を低く調整しても効果が期待できる可能性があると考えられる。

また, 同様の含水率で摩擦回数を変化させた場合の摩擦量との関係を図4に示す。これによると, 摩擦回

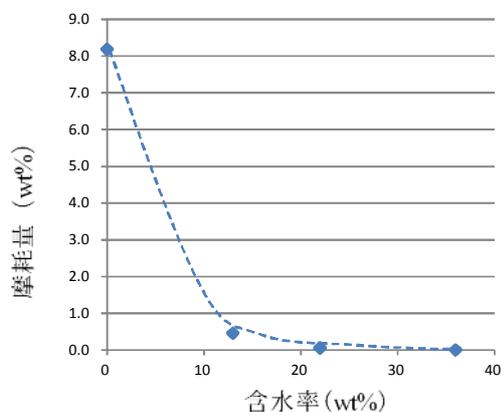


図3 含水率と摩擦量の関係(摩擦回数 50 回)

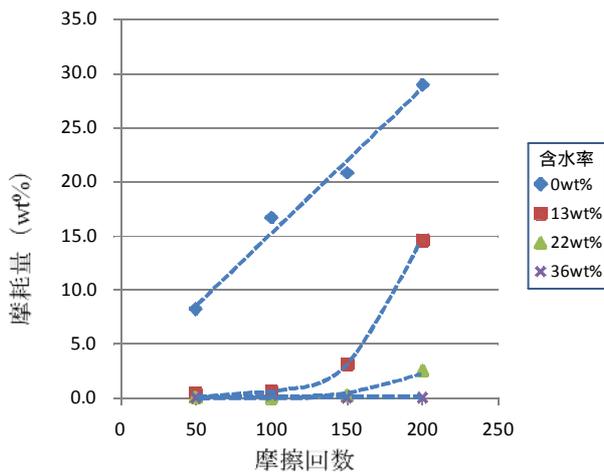


図4 各含水率における摩擦回数と摩擦量の関係

数が増加すると、低い含水率の場合はあるところから摩擦量が急激に増加する傾向があり、含水率を高くするほどその影響が少ないことが明らかとなった。このことは、前報でも触れたが、摩擦回数（経過時間）が多くなることで蒸発や物理的に含水量が減少するため起きていると考えられる⁷⁾。

一方実際の編織においては、装置に対する含水の影響（水滴の付着等）や編成後の製品の管理（乾燥等の処理）上からは一般的には含水は必要以上に行わない方が望ましい。これらのことから、使用する編織装置や編織する組織などからなる編成条件に応じて、最適な含水率を設定することにより、より効率的な生産が可能になると考えられる。

3.2 曲げ剛性の変化

曲げ剛性の測定は、試験機への試料の設置方法等の都合により、繊維束への含水率の調整が困難なことから、含水率約 40wt% で試験を行った。結果を表 2 に示す。

表2 曲げ剛性

含水率 (wt%)	曲げ剛性 ($\times 10^{-4} \text{N} \cdot \text{m}^2 / \text{m}$)
0	0.5149
約40	0.1769

(注) 曲げ剛性の単位は測定時のものであり、評価では繊維束 1 本あたりに読み替えている。

これによると曲げ剛性は含水することによって、約 1 / 3 に減少していることから、繊維束の柔軟性は、

含水によって向上することが確認された。実際の編織においては、繊維は屈曲しながら摩擦されることは避けられないことが多く、繊維の屈曲のしやすさは編織性に大きな影響を及ぼす。従って含水による炭素繊維束の柔軟性向上は編織性の向上に効果があると考えられる。

4 おわりに

水溶性サイジング剤付き炭素繊維の耐摩耗性に及ぼす含水率の影響について張力摩擦試験で評価した。さらに含水による繊維束の曲げ剛性（柔軟性）の変化について自動化純曲げ試験機で評価を行った。

その結果、炭素繊維の含水率を変化させたことにより、耐摩耗性は 10 数%程度の含水率から効果が発現する可能性があることが明らかとなった。

さらに、含水により繊維束を屈曲しようとする際の曲げ剛性の変化についても、大きな効果が現れていることを確認した。

実際の編織では、編織条件に応じて含水率を適切に設定することで、編織性の向上及び効率化が可能であると考えられる。

参考文献

- 1) 大谷杉郎：繊維学会，Vol.57，No.6(2001)，168-172
- 2) 大谷杉郎：繊維学会予稿集，Vol.55，No.3(2000)，5-8
- 3) 小島昭，佐藤誠，山田徹郎：炭素，No.187，(1999)，101-108
- 4) 小島昭，松本寿美，大谷杉郎，上石洋一：繊維学会予稿集，Vol.55，No.3(2000)，69-70
- 5) 小島昭：化学，Vol.64，No.1(2009)，17-20
- 6) 小島昭，福岡裕典：繊維機械学会誌，Vol.62，No.12
- 7) 諏訪浩史，佐瀬文彦，櫻井永一郎：栃木県産業技術センター研究報告，7(2010)，53-55

トーシヨーンレース機による4軸織物組織の開発

堀江 昭次* 二渡 一徳**

The Development of Four axis textile by The Torchonlace Machine
Shouji HORIE, Kazunori FUTAWATARI

トーシヨーンレースの柄組織（3軸織物組織に相当）を基に4軸織物組織を設計して組織図を作成して編成を行い、昨年度の問題点の解決、効率的な編成方法の確立及び糸素材の検討を行い、さらにレースの評価と用途の検討を行った。その結果、よこ糸張力等の編成条件の変更により昨年度の問題点であったよこ糸の蛇行をある程度矯正することができ、よこ糸本数を4本さらに8本、また各糸を2本組にする方法で編成量を59mm/minまで上げることができた。糸素材としてはナイロンモノフィラメント糸とアラミドフィラメント糸を選定しそれぞれのレースの引張強さ及び伸び率の測定を行った。その結果アラミドフィラメント糸のレースでは糸強力利用率に問題があったが、ナイロンモノフィラメント糸では良好な値を得た。

Key Words: トーシヨーンレース機, 4軸織物組織

1 はじめに

トーシヨーンレースの柄組織¹⁾によこ糸を加えて4軸織物組織を編成することを目的に昨年度から研究を行っている。今年度は昨年度の研究結果からの問題点を解決した上でより効率的な編成方法の確立、糸素材の検討とレース編成・評価及び用途の検討を行うことを目的に研究を行った。

2 研究の方法

2-1 昨年度の問題点の解決

昨年度の結果で問題となったよこ糸の蛇行²⁾を解決するために編成条件（糸張力等）と編成プログラムの検討を行い、その検討結果に基づく条件でレースを編成してよこ糸の状況について撮影画像で判断を行った。

2-2 効率的な編成方法の確立

よこ糸本数を多くしてより効率的に4軸織物組織を編成することのできる方法を確立する。具体的には、よこ糸本数を4本あるいは8本とした編成プログラムの作成、及びたて・よこ・斜めそれぞれの糸を2本組にした編成プログラムの作成を行い、そのプログラムによりレース編成を行った。

2-3 糸素材の検討

産業用資材として使用するために適した糸素材を検討し、検討結果から選定した糸を使用して産業用資材

としての4軸織物組織レースの編成を行った。

2-4 レースの評価

編成した4軸織物組織のレースについて、万能材料試験機（インストロン）により評価試験として引張強さ及び伸び率試験を行い、レースの物性、特に糸強力利用率³⁾について評価を行った。

3 結果及び考察

3-1 昨年度の問題点の解決

昨年度編成したレースではよこ糸が蛇行してしまうという問題点が生じてしまった（図1）。この問題を

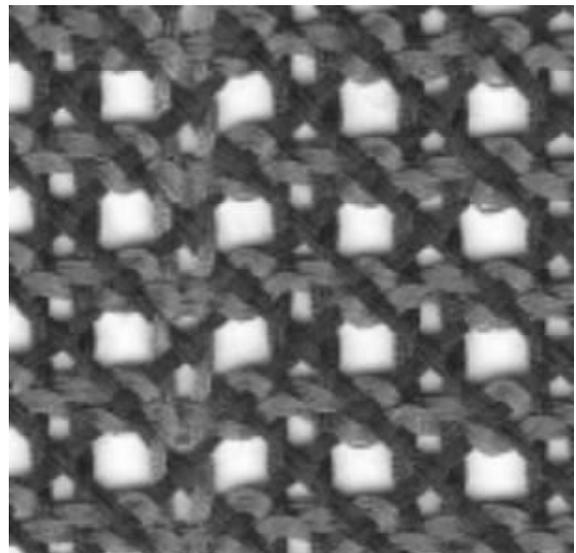


図1 よこ糸の蛇行

* 栃木県産業技術センター繊維技術支援センター

** 二渡レース株式会社

解決するために表 1 に示す糸張力の変更を行った。

表 1 編糸張力

糸種	変更前張力	変更後張力
たて糸	150g	200g
よこ糸	150g	200g
斜め糸	100g	100g
両端の糸	150g	250g

よこ糸の張力を大きくし、リードナイフの叩きに対する抵抗力を大きくした。また、レース両端の糸張力を強くしてよこ糸を両端に向かって引っ張るイメージで編成を行った。その結果を図 2 に示す。図 1 と比較するとよこ糸の蛇行がある程度矯正されている。このことから、緯糸の張力を強くすることが蛇行の矯正に効果があることが確認できた。

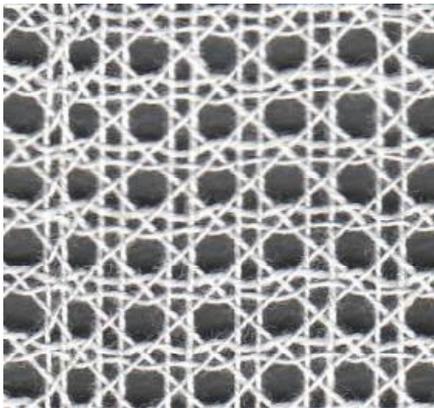


図 2 編成条件変更後のレース

3 - 2 効率的な編成方法の確立

昨年度は、よこ糸の本数を 2 本まで増やして編成することができたが、今年度はさらによこ糸の本数を増やすことで編成効率を上げることを行った。よこ糸本数 4 本と 8 本を使用したレース組織を作成し、編成を行った。編成条件として各糸の張力は表 1 のとおりとした。試験結果を表 2 ~ 4 に示す。なお、巻取速度は斜め糸の角度が約 45° になるような速度とした。

表 2 よこ糸 2 本

○2本の場合	
最適巻取速度	0.18mm/rev
減速率	90%
プログラム枚数	49枚
生産量	15.7mm/min

表 3 よこ糸 4 本

○4本の場合	
最適巻取速度	0.32mm/rev
減速率	90%
プログラム枚数	25枚
生産量	29.5mm/min

表 4 よこ糸 8 本

○8本の場合	
最適巻取速度	0.6mm/rev
減速率	90%
プログラム枚数	14枚
生産量	59mm/min

これらの結果から、よこ糸本数を増やすことで編成効率が良くなることがわかったが、よこ糸 2 本と 4 本に比較して、よこ糸 8 本を使用した場合は組織が多少乱れる傾向がある。そこで、たて・よこ・斜めの各糸が 2 本ずつになるような組織を作成し、よこ糸を 8 本使用しているが、4 本使用と同じ動きで編成することのできる方法でレースの編成を行った。その結果、よこ糸 8 本使用時と同じ条件で 57.5mm/min の生産量を得ることができ、効率的な編成方法となった。それぞれのレースを図 3 ~ 6 に示す。

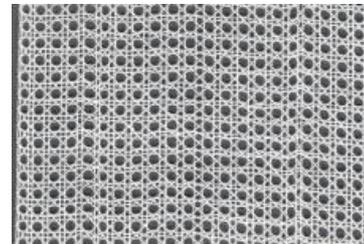


図 3 よこ糸 2 本

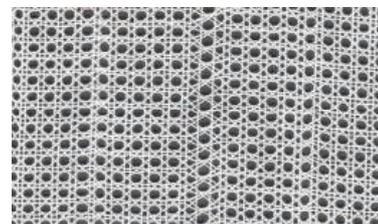


図 4 よこ糸 4 本

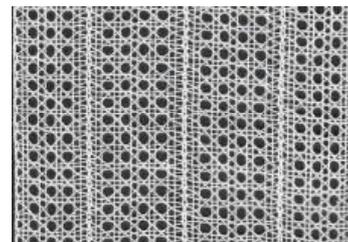


図 5 よこ糸 8 本

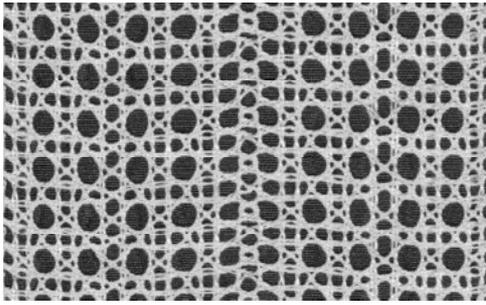


図6 各糸2本組

3-3 糸素材の検討

4軸織物組織のレースは、産業用資材としての使用を想定しているため、ある程度強力な糸が望ましい。また、トーションレース機の機構下で編成することのできる物性を有している必要がある。これらの点を考慮して表5に示す2種類の糸を選定して編成を行った。

表5 選定糸と物性値

糸種	ナイロンモノフィラメント糸	アラミドフィラメント糸
織度(dtex)	700	835
引張強度(CN/dtex)	4.3	14.8
伸び率(%)	56.1	3.1

3-3-1 ナイロンモノフィラメント糸による編成
よこ糸4本使用で編成を行った。各糸の張力は表1、条件編成は表6のとおりである。編成されたレースを

表6 編成条件

トーションレース機	日本マイヤー製 96/45-NC
巻取速度(mm/rev)	0.32
減速率(%)	90

図7に示す。レースは各方向にしっかりとした仕上がりがりとなった。糸自体は柔軟性が乏しく、元の形状に戻ろうとする性質が強いためトーションレース機で扱う場合には糸通し等の作業で注意が必要となる。

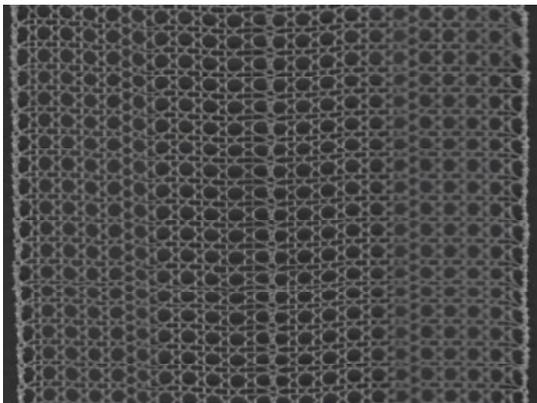


図7 ナイロンモノフィラメント糸のレース

3-3-2 アラミドフィラメント糸による編成

よこ糸4本使用と各方向の糸を2本組とした組織のレースを編成した。条件はよこ糸4本使用は表6のとおりとし、各方向の糸を2本組としたもとは巻取速度を0.60mm/revとし、減速率は同じである。

編成されたレースをそれぞれ図8と図9に示す。糸自体は、ナイロンモノフィラメント糸よりも扱いやすく、糸通し等の段取り作業は容易に行うことができた。

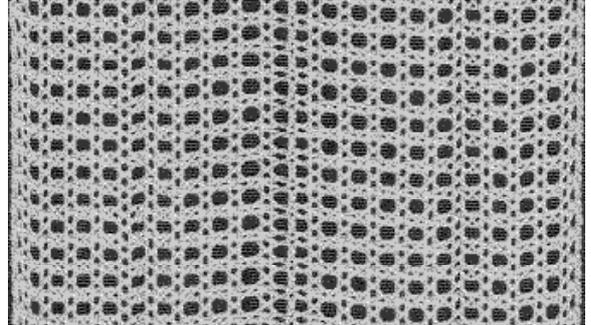


図8 アラミドによるレース(よこ糸4本)

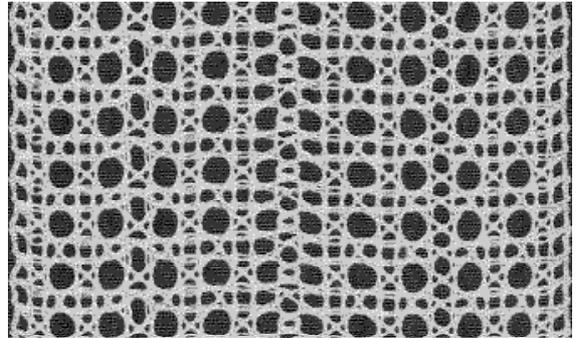


図9 アラミドによるレース(各糸2本組)

3-4 レースの評価

2種類の糸で編成したレース3種類について、物性を測定して評価を行った。試験項目と試験条件は表7のとおりである。

表7 試験項目・試験条件・評価項目

試験項目	引張強さ及び伸び率試験
測定機器	インストロン(ロードセル10kn)
試験条件	試験片幅: 50mm つかみ間隔: 50mm 引張速度: 10mm/min
評価項目	引張強さ(N/cm)及び伸び率(%), 糸強力利用率(%)

試験結果を表8に示す。この結果から、ナイロンモ

表8 試験結果

レース種	引張強さ(N/5cm)及び伸び率(%)糸強力利用率(%)								
	たて方向			よこ方向			斜め方向		
ナイロン/アラ糸	569.6	56.5	94.8	575.8	49.0	86.4	448.4	55.6	101.6
アラミド(よこ糸4本)	1637.2	7.8	63.3	1854.6	22.9	67.2	1379.4	10.6	70.0
アラミド(各糸2本組)	1948.0	10.8	75.3	1671.5	29.9	56.5	1348.0	19.9	69.8

ノフィラメント糸を使ったレースでは、糸の強さ（表5）からすると十分な物性と糸強力利用率が得られている。それに対して、アラミドを使用したレースでは、2種類のレースとも十分な糸強力利用率が得られていない。ナイロンモノフィラメント糸の場合は、糸自体が硬くて元の形状に戻ろうとする性質が強く、トーションレース機の編成の特徴である張力変化やナイフによる叩きにより糸の形状が変化してもすぐに元に戻って各糸が一様な形状に編成されたために糸の強力を十分に生かした物性を示すことができたと考えられる。これに対して、アラミドフィラメント糸は張力変化とナイフによる叩きの影響を、特によこ糸では多く受けていることが考えられる。また、伸びの小さい糸であるので、つかみ間隔の長さも関係して、よこ糸の交錯箇所が伸び率の値に大きな影響を及ぼしていると考えられる。産業用資材として利用するためにはこれらの問題点についての改善が求められると考えている。

3 - 5 4 軸織物組織の用途について

現在、建築用部材としての利用を考えている。具体的には、耐震補強材や木材の接合箇所の金具の代わりに利用する用途である。そのための評価試験を現段階で計画している状況である。

4 おわりに

今年度は、昨年度の問題点であったよこ糸の蛇行をある程度矯正することができ、効率的な編成方法も確立することができた。しかし、アラミドフィラメント糸を使ったレースでは十分な糸強力利用率を得ることができなかった。トーションレース機の編成機構について再検討を行い、改善することが必要になると考えられる。建築用部材としての用途を現在検討中であるが、今後この方向で研究を進めていきたいと考えている。また、今後の研究の中で編成機構についての検討も行っていきたいと考えている。

参考文献

- 1) 松島四郎：トーションレース工業（1982）
- 2) 栃木県産業技術センター研究報告 7（2010）
- 3) 日本紡績協会：テキスタイルエンジニアリング〔2〕（1997）

伝統的技法を活用した絨織物染色法(第2報)

金子 優^{*} 嶋田 和正^{*} 永田 順子^{*} 佐々木和也^{**} 清水 裕子^{**}

Dyeing of the Yuki-Tsumugi utilized traditional technique (2nd Report)
Masaru KANEKO, Kazumasa SHIMADA, Junko NAGATA, Kazuya SASAKI
and Hiroko SHIMIZU

結城紬古来のやまもも等の伝統的な天然染料に対し、おはぐろやチタン媒染液等の媒染剤を適用して、色彩や染色条件、耐光堅ろう度について検討した。その結果、伝統的な媒染剤であっても、種類によっては40時間以上の日干しを施すことで、耐光堅ろう度を改善できることがわかった。また、天然染料による新しい色彩として、葛の葉をアルカリ抽出して銅で媒染する「草木染 緑染め」の手法を取り入れたところ、手つむぎ糸においても比較的明るいグリーン色彩が得られることがわかった。そして、これらの染色糸をたて縞に配して、藍染によるよこ縞の結城紬を試作した。また、今回使用した伝統的な天然染料を中心とした染色見本帳を作成した。

Key Words : 結城紬, 草木染, 染色, 媒染剤, 藍染

1 はじめに

近年、昭和初期・大正時代以前に作られたアンティーク着物を好み、自然に優しい天然染色に興味を寄せる消費者が増えるなど、消費者ニーズは多様化している。また、産地では藍染め等の天然染料を用いた染色技術に対する技術相談が増えるなど、天然染料に対する要望が高まっている。

また、平成22年11月16日に「結城紬」がユネスコの無形文化遺産の代表一覧表に記載される^{1),2)}こととなり、結城紬の伝統的技法に対する国際的な関心も高まってきている。

そこで、明治・大正以前の伝統染色技術を調査し、古来の結城紬の良さを掘り起こすとともに、若い世代が好む現代的な色合いを有するなど消費者の感性を反映した結城紬の開発を目指すこととした。

既報^{3),4)}では、明治大正以前の結城紬の染色技法について調査した結果、藍染の他にやまもも等の伝統的な天然染料が用いられており、その後明治から昭和初期にかけて化学染料に置き換わっていったことを報告した。また、これらの伝統的染色法や最近の媒染剤(チタン媒染剤)について色彩及び染色条件を検討した。

本報では、伝統的技法等による天然染色法についてさらに検討し、たて縞の糸を染色し、藍染めよこ縞を取り入れた結城紬着尺を試作することとした。

2 研究の方法

2.1 産地古来の伝統的染色法の調査

結城紬産地の伝統的染色法について、文献等を調査するとともに、県立博物館及び産地染色業者から聞き取り調査^{5),6)}を行った。

2.2 伝統的技法を活用した染色法の検討

2.2.1 伝統的染色法

やまもも、えんじゅ等の古来の天然染料について、表1のように、おはぐろ、石灰汁、チタン媒染剤等の媒染剤を適用して、染色実験を行った。なお、染色条件は、前報³⁾と同様に次の条件を基本とした。

表1 伝統的染色法と媒染剤

天然染料	部位	媒染剤
やまもも	樹皮	おはぐろ
えんじゅ		みょうばん
かりやす	枝葉	石灰汁
		椿灰汁
		チタン
紫根	根	椿灰汁
葛	葉	酢酸銅

染色実験方法(伝統的染色法)

天然染料を水で30分2回煮出して染液を抽出

* 栃木県産業技術センター 絨織物技術支援センター

** 宇都宮大学 教育学部

糸（手つむぎ糸、又は手紡糸）を染色液で30分加熱染色

染色した糸を媒染剤中で20分（常温）媒染
媒染後、水洗して、の染色液で再び30分加熱染色

媒染剤を2種類使用する場合のみ、で染色した糸を2種類目の媒染剤で20分媒染し、水洗
水洗、ソーピング、フィックス処理後、乾燥
合計40時間以上日干し

なお、フィックス剤は、藍熊染料(株)製の天然染料用フィックス剤であるスペシャルフィックスを使用した。

2.2.2 藍染と他の天然染料の併用

伝統的技法のひとつとして藍染により薄く下染めした上によまももとおはぐろ媒染で染め重ねて、次のような染色実験を行った。

染色実験方法（藍染と天然染料の重ね染）

糸をすくも建て藍液に2分浸漬（2回）して陰干し
で藍染した糸を水洗いして乾燥
合計40時間以上日干し

約60 のやまももの染色液（100%o.w.f）に藍で下染めした糸を30分染色後、軽く水洗

おはぐろ（20%o.w.f）で20分媒染後、水洗
の染色液で30分染色（60 ）

水洗、ソーピング、フィックス処理後、乾燥
40時間以上日干し

2.2.3 耐光堅ろう度の測定

これらの染色実験で染めた糸に対して、40時間以上日干しを行った後、スガ試験機(株)製フェドメーターU48 AU(カーボンアーク)にて耐光堅ろう度試験を行った。

2.3 結城紬の試作

2.3.1 藍染によるよこ縞の作製

明治後期から大正時代にかけて盛んであったよこ縞をベースとした結城紬を試作することとし、図1の創作図案を作成した。この図案に基づいて、県内の生産者に縞括りを委託した。

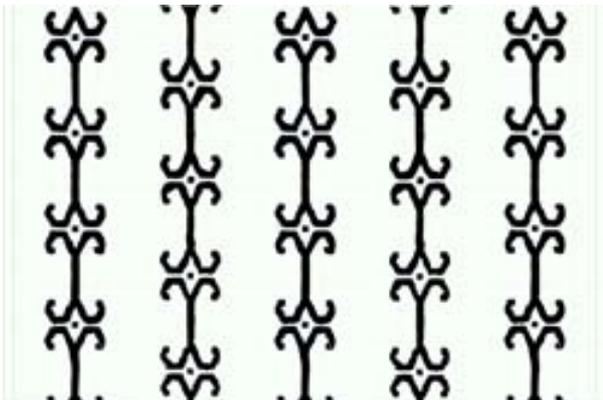


図1 よこ総縞図

さらに、よこ縞の染色は、すくも藍を用いた藍だてによることとし、(財)重要無形文化財結城紬技術保存会⁷⁾が「藍だての保存」事業を委託している本場結城紬染色工業組合に所属する県内の染色店によこ縞の藍染めを委託した。

2.3.2 草木染によるたて縞の検討

2.2による染色実験等を通じて、耐光堅ろう度3級以上を満たすような色彩について検討した。また、新しい色彩として、故山崎青樹氏が開発した^{8),9)}「葛の葉による緑色草木染」の手法¹⁰⁾を取り入れて染色実験を行った。

その条件は次のとおりである。

「草木染 緑染め」染色方法

糸に対して10倍量の葛の葉を15分煮出す

の抽出液は捨てて、 K_2CO_3 を加えてアルカリ性（PH9）にした水中で15分2回煮出す

の抽出液を染色液として使用し、60 で30分染色

酢酸銅溶液（10%o.w.f）で15分媒染後、水洗

の染色液で60 30分染色

水洗、フィックス処理、乾燥

40時間以上の日干し

そして、紬織物デザインシステム（株）トヨシマビジネシステム製）により、たて糸の縞割りについて検討した。

2.3.3 よこ総縞の製織

2.3.1で作成した藍染めによるよこ総縞と、2.3.2で作製した草木染によるたて縞を組み合わせて結城紬着尺を製織した。

製織条件

- ・たて糸 手つむぎ糸（絹）149～158 π ニール
- ・よこ糸 手つむぎ糸（絹）108～112 π ニール
- ・箆密度 63羽/3.8cm
- ・羽数 678羽

2.4 色彩の計測

2.2及び2.3の実験等で染色した糸を分光測色計（ニガミルタ(株)製CM-1000）により測定した。

2.5 伝統的技法による染色見本の作成

本研究で使用した天然染料について、染色見本糸を活用して、伝統的技法による染色見本帳を作成することとした。

3 結果及び考察

3.1 産地古来の伝統的染色法の調査

既報³⁾⁻⁶⁾により明治以降、結城紬産地において化学染料が広まったことは報告している。今回、小山市内の

表2 天然染料の染色条件と色彩及び耐光堅ろう度

原材料	濃度 O.w.f.	媒染剤(10%)	マンセル表色値			耐光堅ろう度	40時間 日干し
			色相	明度	彩度		
やまもも	100%	おはぐろ + 石灰汁	8.2YR	5.3	3	3級	有
やまもも	100%	チタン	9.2YR	6.7	3.8	3級	有
やまもも	100%	みょうばん	9.6YR	6.3	3.5	3級	有
やまもも	100%	石灰汁	8YR	6.3	3.7	4級以上	有
やまもも	100%	みょうばん + 鉄	1.2Y	3.4	2.1	3級未満	有
やまもも	100%	椿灰汁	2.2Y	5.7	5.9	3級未満	有
えんじゅ	200%	椿灰汁	3.8Y	7.4	6.4	3級未満	有
えんじゅ	200%	おはぐろ	1.9Y	6.6	3	3級	有
えんじゅ	200%	石灰汁	3Y	8.1	2.8	4級以上	有
えんじゅ	200%	みょうばん	4.2Y	7.5	5.1	3級	有
カリヤス	100%	チタン	8.2YR	5.9	10.1	4級以上	有
藍下掛け + やまもも	100%	おはぐろ (20%)	8.3YR	5.7	1.5	3級	有
藍下掛け + やまもも	100%	おはぐろ (20%)	2.8YR	4.5	1.6	3級未満	無
葛	1000%	酢酸銅	7.9GY	5.9	3.9	3級未満	無
葛	1000%	酢酸銅	3.6GY	5.9	2.8	3級	有
紫根		椿灰汁	5RP	5.8	3.1	3級未満	無

生産者が所蔵している明治41年及び昭和初期の見本帳¹¹⁾を調査したところ、藍染や天然染料による見本生地とともに、明らかに化学染料によるものと考えられる鮮やかな色彩の見本が散見された。

3.2 伝統的技法を活用した染色法の検討

表1に示すように、やまもも等の伝統的な天然染料に対して、媒染剤を適用して、染色した糸の色彩及び耐光堅ろう度について検討した結果を表2に示す。

媒染剤がおはぐろ、みょうばんのとき耐光堅ろう度は3級であったが、媒染剤が椿灰汁の場合は耐光堅ろう度は3級未満であった。また、石灰汁(アルカリ)を媒染剤として使用すると、もともと耐光堅牢度が低い染料である紫根の場合を除いて、4級以上となり、比較的堅ろう度の高い媒染剤であることが示唆された。

藍染めで下染めをしてからやまももで重ね染めする伝統的な染色法を用いると、堅ろう度はあまり高くないものの、40時間以上の十分な日干しをすることで、耐光堅ろう度を改善できる可能性があることがわかった。

3.3 結城紬の試作

3.3.1 草木染によるたて縞

「草木染 緑染め」の手法について検討したところ、アルカリ抽出した抽出液を染色液として使用し、銅媒

染処理することにより、手つむぎ糸においても比較的明るいグリーンの色相が得られた。耐光堅ろう度は、40時間以上の十分な日干しを行うことで3級以上を満たすことがわかった。

そして、3.2で検討した染色実験結果から、耐光堅ろう度3級以上を満たす組み合わせの中から、伝統染色法によるもの2色、比較的堅ろう度が安定しているチタン媒染剤によるもの2色、緑染めによるもの1色の計5色をたて糸の色彩として採用した(表3)。

表3 試作品の染色処方及び測定結果

	原材料	媒染剤	色目	色彩(マンセル表色系)	耐光堅ろう度(40時間日干し後)
たて糸	葛の葉	酢酸銅	黄緑色系	4.1GY 6.1 2.7	3級
たて糸	やまもも(樹皮)	おはぐろ+石灰汁	褐色系	6.1YR 5.7 2.3	3級
たて糸	藍下染+やまもも(樹皮)	おはぐろ	グレー系	8.3YR 5.7 1.5	3級
たて糸	やまもも(樹皮)	チタン	ベージュ系	9.2YR 6.7 3.8	3級
たて糸	カリヤス(茎)	チタン	オレンジ系	8.2YR 5.9 10.1	4級以上
よこ糸	藍染よこ縞		紺		

3.3.2 藍染よこ縞結城紬の製織

3.3.1で染色したたて糸と、藍染よこ縞を組み

合わせて、地機により結城紬の着尺を製織した。実際の織り上がった着尺は図2のとおりである。



図2 藍染によるよこ総緋着尺

製織結果

- ・織り上がり長さ：12.9m
- ・幅：38cm
- ・重量：535g
- ・よこ糸密度：112本/3.8cm

3.4 伝統的染色法による染色見本帳

今回の試作に使用したやまもも等の伝統的な天然染料について、図3に示すような染色見本帳を作成した。内容は、使用した染料の染色処方をはじめ、原料植物の解説や伝統染色法の簡単な歴史的経緯についても記載した。

4 おわりに

藍染めによる下染めなどの伝統的技法等を活用した天然染料染色法について検討し、たて縞の糸を染色し、藍染めよこ緋を取り入れた結城紬を試作した。また、伝統的染色法についての染色見本帳を作成した。

今後は、染料及び媒染剤の種類別にファイリングを行っていく予定である。

また、これまでに過去にセンターで使用した天然染料についても、染色見本帳を整備していくことにしている。

謝辞

本研究を進めるにあたって、伝統的な草木染及び緑染の染色技法について御助言いただいた東北芸術工科大学の山崎和樹准教授並びに、結城紬の民俗史について情報提供いただいた栃木県立博物館の篠崎主任研究員に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) ユネスコWebサイト：ユネスコ無形文化遺産代表一覧表 <http://www.unesco.org/culture/ich/index.php?lg=en&pg=00011> (平成23年3月22日現在)
- 2) 文化庁Webサイト：文化庁報道発表資料 ユネスコ無形文化遺産保護条約「人類の無形文化遺産の代表的な一覧表」への記載に関する第5回政府間委員会における審議結果について、(2011) http://www.bunka.go.jp/kokusai/bunka/bunkazai/hogo/pdf/5_daihyo/ichiran.pdf
- 3) 金子優, 嶋田和正, 永田順子, 佐々木和也, 清水裕子：平成21年度栃木県産業技術センター研究報告, 7, pp63-66, (2010)
- 4) 金子優, 佐々木和也, 清水裕子：第12回日本感性工学会大会予稿集, (2010)

染料名 やまもも(楊梅) 媒染剤 1回目 おはぐろ(鉄漿)媒染液 2回目 石灰(消石灰/水酸化カルシウム)灰汁
 学名 Myrica rubra(やまもも)

<p>染色処方</p> <p>①やまももを被染色糸重量に対して100%o.w.f相当を30分2回煮出す(浴比30:1)。</p> <p>②100%o.w.fやまもも染色液で30分加熱染色する。</p> <p>③②で染色した糸を10%o.w.fおはぐろ媒染液で20分媒染する。</p> <p>④③で媒染した糸を②と同じように染色する。</p> <p>⑤④の染色糸を石灰灰汁(PH10)で20分媒染する。</p> <p>⑥染色した糸を湯染後、50-70℃で10分ソーピングした後、湯洗、水洗をし、さらにスペシャルフィックスで5分処理、乾燥させる。</p>	<p>○色彩(測色値)</p> <p>染色した糸の色彩を測色計で測定した数値を記載します。</p>
---	---

○染色見本系(手細糸、手紡糸)

このスペースに、染色した糸を貼り付けます。

○染料の説明

わが国の中部地方以南の暖かい地方に生える常緑樹で、人家や寺社、近年では関東地方の公園でも見られるようになってきた。葉はつやのある革質で細長い。4~5月頃花が咲き、雄雌異株で、果実は暗紅色となる。染料となるのは樹皮で、黄色染料のひとつで、江戸時代には、この染料で染めると柿渋と同じように耐水性を増すことから、「渋木(しぶき)」と呼ばれる、黄色褐色を染めるのに広く用いられた。古くは奈良時代から染料として用いられていたと考えられ、平安時代の文献『飾抄』には「楊梅色革靴(やまももいろかわしゆう)」という記述があり、楊梅色があったことが示唆される。

楊梅の樹皮に含まれる色素は、ミリセチンというフラボノールの化学構造をしていて、灰汁媒染で黄茶色、鉄媒染で海松茶色、鉄と石灰の併用で昆布茶色を染める。藍で下染めした絹を、楊梅とおはぐろ媒染だけで、憲法色という黒茶色を染めること方法が江戸時代から伝えられている。

図3 染色見本帳(やまもも)

- 5) 日高里奈：平成21年度宇都宮大学教育学部家政教育専攻卒業論文(2010)
- 6) 佐々木和也,金子優,清水裕子：第12回日本感性工学会大会予稿集,(2010)
- 7) 重要無形文化財結城紬技術保存会編：結城紬,(財)重要無形文化財結城紬技術保存会,(1963)
- 8) 山崎青樹：続草木染染料植物図鑑,美術出版社,(1987)
- 9) 山崎青樹：続々草木染染料植物図鑑,美術出版社,(1996)
- 10) 山崎和樹：草木染講習会資料,高崎市染料植物園,(2010)
- 11) 結城紬生地見本帳(明治41年及び昭和初期),水野氏蔵

重点研究

CFRP と軽金属のスタック穴あけ加工

- 切削条件が CFRP と Ti 合金の切削特性に及ぼす影響 -

田村 昌一* 近藤 弘康*

Drilling Composite Material Which is Stacked CFRP and Light Weight Metal
Influence of cutting conditions on cutting phenomena of CFRP and Titanium alloy
Shoichi TAMURA, Hiroyasu KONDO

航空機等の軽量化に有効な材料として CFRP や Ti 合金重ね合わせ構造体の使用が多くなっている。しかし CFRP や Ti 合金のドリル切削加工は工具摩耗や加工精度に課題があるため、両方の材料を重ね合わせた被削材のドリル穴あけを乾式で高能率、高精度加工する方法を検討し、切削条件が CFRP と Ti 合金のドリル加工に及ぼす影響を調査した。その結果、Ti 合金は切削速度が大きくなると、工具摩耗が急激に進む。またスタック穴あけ加工はステップ加工法を用いることで穴内面精度を向上することができた。

Key words: スタック, ドリル, 切削, チタン, CFRP

1 はじめに

近年、航空機や自動車業界ではボディの軽量化による燃費向上により、燃料コスト削減と二酸化炭素排出削減を試みている。そのため CFRP (carbon fiber reinforced plastics) やアルミ合金、Ti 合金等は軽量化に大変有効なマテリアルとして考えられている。ボーイング 787 では主要構造部の質量の約 50% を CFRP が占め、次いでアルミ合金、Ti 合金となっている¹⁾。また、これらの材質の異なる部品間はファスナを用い締結され、そのファスナ用通し穴を加工するとき、穴位置精度を向上する目的で、異種材料をスタックし穿孔するドリル穴あけ加工法が用いられることがある。また一般的に異種材間の電蝕を避けるため、表面に不動態酸化被膜を形成する Ti 合金と CFRP の組み合わせが拡大している。しかし、CFRP と Ti 合金の重ね合わせ複合材料のドリル加工は精度と工具摩耗に問題が生じる。要因は切り屑排出性や切削熱にあり、工具材質、工具形状、切削条件等の検討がされている²⁾³⁾⁴⁾。しかし、一般的に熱伝導率の悪いチタンの切削加工は冷却液を使用することが必須であるため、研究はウェット加工が行われている。今後コスト低減、環境負荷低減をするためにドライ加工の可能性を見極めることは重要である。また近年、各県の公設試験研究機関では複合材料の加工について取り組まれていることから、さらなる改善が必要であり、栃木県においても、複合材料の加工技術を蓄積することは重要である。

そこで本研究では、ドライ加工で CFRP と Ti 合金 Ti

合金のスタック材を CFRP から Ti 合金側に穴あけする加工を対象に、高精度で高効率な切削条件の検討を行ったので報告する。

2 研究の方法

窒化チタンアルミコーティングが施された直径 8mm、先端角 140 度、ねじれ角 30 度の超硬ツイストドリルを用いて、各板厚 4mm の CFRP と Ti 合金 (Ti-6Al-4V) の被削材に穴あけを行った。加工装置はマシニングセンタ (安田工業 YBM 640V) 用いた。まず CFRP と Ti 合金、それぞれ穴あけを行ったときの切削力、切削温度、工具摩耗の測定を行い、工具摩耗特性について調べた。次に CFRP と Ti 合金のスタック材を CFRP から Ti 合金の順で穴あけを行い、加工仕上げ面粗さについて調査し、切削条件が仕上げ面粗さに及ぼす影響について検討した。

3 結果及び考察

3.1 工具摩耗特性

3.1.1 CFRP に対する工具摩耗

図 1 は CFRP を切削速度 50m/min で送り速度 0.1mm/min で加工した時の逃げ面摩耗推移を示した。安定した工具摩耗経過を示していることがわかる。

3.1.2 Ti 合金に対する工具摩耗

図 2 は Ti 合金を工具一回転あたりの送り速度 0.1mm/rev で加工した時の、切削速度の影響が工具マージン部に及ぼす影響を示したものである。同図 (a) は新品状態を示している。同図 (b) は切削速度 10m/min

*) 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

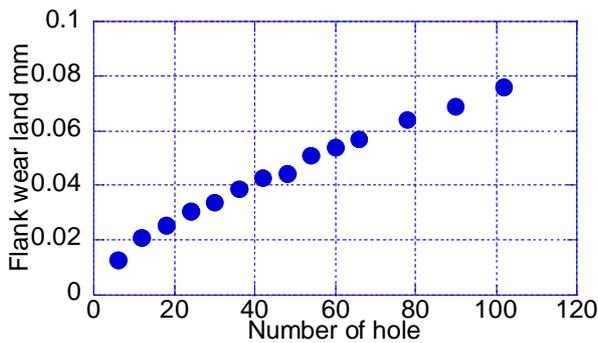
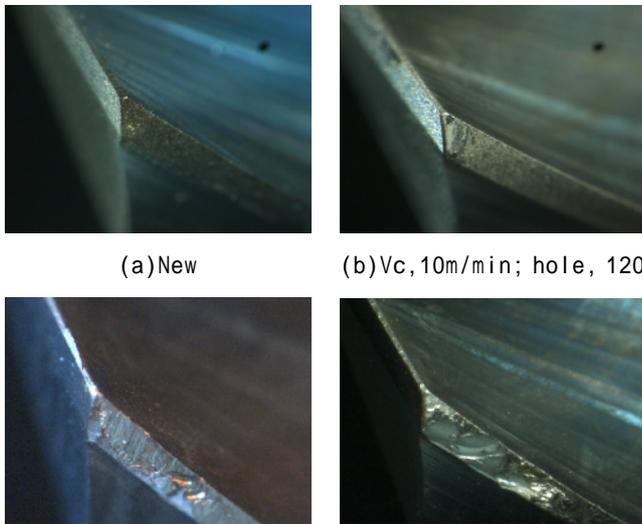


図1 CFRPの加工における工具逃げ面摩耗推移で120穴あけした後の状態をしめしている。コーティングの変色が見られるが、大きな摩耗は観察できない。同図(c)は切削速度25m/minで40穴あけした後を示している。金属溶着と、工具のチッピングが見られる。



(a)New (b)Vc,10m/min; hole, 120

(c) Vc,25m/min; hole, 10 (d) Vc,50m/min; hole, 10

図2 Ti合金加工後の工具マージン摩耗

同図(d)は切削速度50m/minで10穴あけした後の状態を示している。マージン部が同図の(c)よりも大きくチッピングしていることがわかる。切削速度が大きくなると、工具マージンの摩耗が大きくなる。切削速度25m/min以上ではドリル再研磨が困難になることが考えられる。

次に図3にTi合金の切削速度が切削温度に及ぼす影響について測定した結果を示す。また測定点を最小二乗法にて近似した直線を示す。熱電対を用いて、ドリルの肩部の温度を測定し切削温度とした。参考として同様の方法で炭素鋼の切削温度を測定した結果を同図に示した。切削速度が大きくなると切削温度が大きくなっていることがわかる。特にTi合金の切削温度は炭素鋼に比べ、高いことがわかる。

図4は切削速度50m/min, 工具一回転あたりの送り速度0.1mm/minでTi合金を穴あけしたときの被削材に

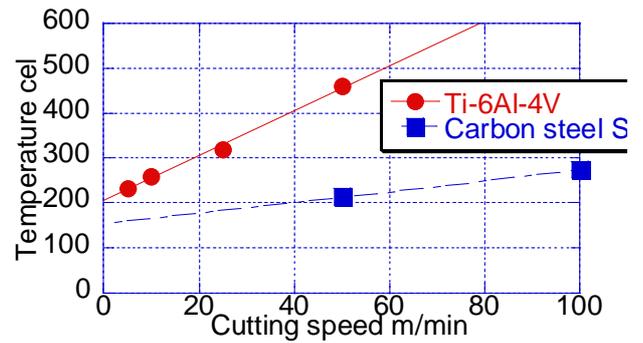


図3 Ti合金加工中の切削温度測定

かかるトルクの推移を示したものである。0.45秒程度から1.3秒までがドリルのチゼルから肩部までのすべての切れ刃で加工を行う定常切削時である。一般的に、定常切削ではトルクが一定になるのに対し、トルクが徐々に大きくなっている。このことからドリルマージン部に溶着が生じるため、ドリルマージン部と穴内面に摩擦が生じていることが考えられる。

切削速度が大きくなると切削温度が上昇し、ドリルマージン部と切りくずが溶着するため、切削トルクが上昇する。さらに、マージン部の溶着材料が離脱する

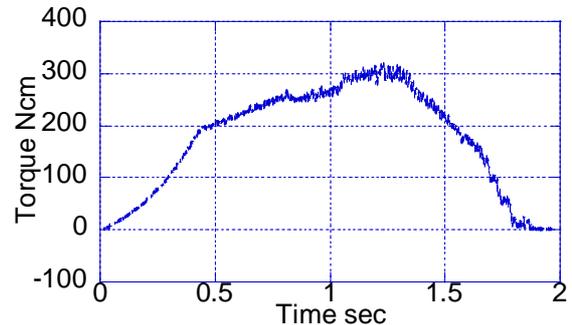


図4 Ti合金加工中の切削トルク変化

切削速度,50m/min;送り速度,0.1mm/rev

ときに、工具母材も一緒に離脱し、摩耗が進行すると考えられる。そのため、Ti合金の乾式ドリル加工の切削速度は溶着の起きにくい10m/minの低い速度で加工することが必要である。

3.2 加工品質特性

3.2.1 スタック加工の穴内面仕上げ

図5に切削速度10m/min, 工具一回転あたりの送り速度0.1mm/revにおけるスタック穴あけしたときの穴内面の断面曲線を示す。0mmから3.8mm程度までがCFRPの仕上げ面で、そこから8mm程度まではTi合金の仕上げ面である。CFRPの仕上げ面がTi合金の仕上げ面に比べ、悪いことが分かる。仕上げ面の算術平均粗さはCFRPが0.011mm, Ti合金が0.001mmとなった。CFRPの仕上げ面粗さがTi合金に比べ大きい。図6はスタック

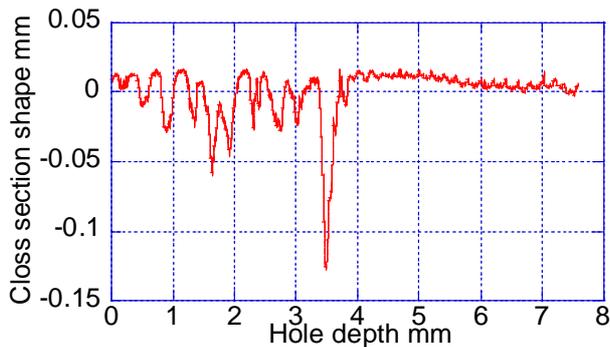


図5 スタックCFRP/Tiの穴内面の断面曲線
加工したときのドリルのフルートから切り屑が流出する様子である。カールした切り屑がCFRPの穴に擦れながら排出され、Ti合金の切り屑がCFRPの穴内面を損傷させてしまうことがわかる。

3.2.2 ステップ加工法仕上げ面に及ぼす影響

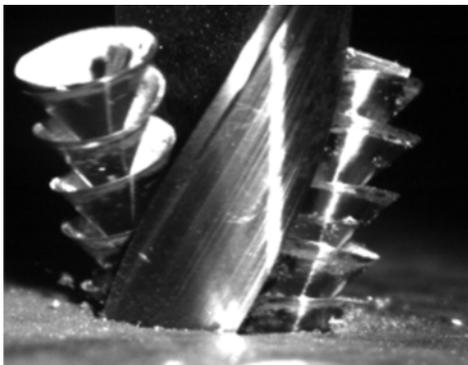


図6 Ti切り屑がCFRP穴内面と擦れる様

前述のとおりTi切り屑がCFRP穴内面を損傷させる。Ti合金は粘り材料であり、切り屑が分断されない。そして、工具のヒール形状やフルートの大きさにも依るが、分断されない切り屑はフルートからはみ出して排出される。そこで切り屑を微細化しフルートからはみ出すことを低減させるために、ステップ加工法を適用した。図7に切削速度 10m/min, 工具一回転あたりの送り速度 0.1mm/revにおけるステップ間隔が表面粗さに及ぼす影響を示す。また参考にTi合金からCFRPにステップなしで穴あけしたときの仕上げ面粗さを示す。全条件のTi合金の仕上げ面粗さはほとんど違いが見られない。しかし、ステップなしのCFRPの算術平均粗さよりステップ間隔が小さくなると、仕上げ面粗さが小さくなる。そしてステップ間隔を0.05mm/revのときの算術平均粗さは0.002mm程度になっている。同図のTi合金からCFRPに穴あけしたときの仕上げ面粗さは0.002mm程度である。この場合、Ti合金の切り屑がCFRP穴内面を損傷させないと考えられる。すなわち今回使用した切削条件とドリルで達成可能な表面粗さの限界と考えられる。ステップ間隔を小さくすると、切り屑

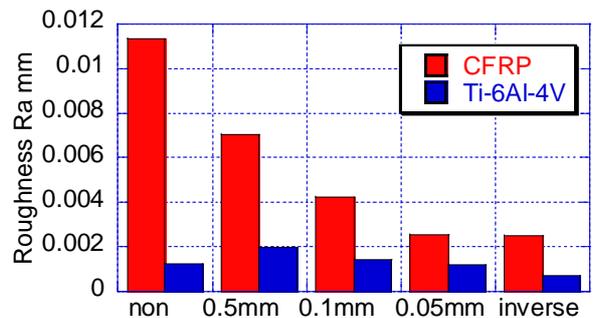


図7 スタックCFRP/Tiの穴内面粗さとステップ幅が分断され、加工面損傷を抑制することができ、表面粗さが良くなる。

4 おわりに

CFRPとTi合金を重ね合わせた板のドリル穿孔加工を行い、以下の結論を得た。

- ・高い切削速度でTi合金を穿孔すると、工具のマージン部がTi合金の切り屑と溶着、離脱が繰り返され、工具摩耗や欠損が生じる。
- ・スタック材を穿孔するとTi合金の切り屑がCFRPの穴内面を損傷させる
- ・ステップ間隔が0.05mm/revだと、切り屑が小さくなり、穴仕上げ面粗さが良好になる。

謝辞

本研究を行うにあたり、東京電機大学 工学部 松村隆教授、株式会社フォトン相沢氏、株式会社ツール工房の皆様には実験や工具作成においてご協力をいただき、深く感謝いたします。

参考文献

- 1) www.boeing.com/companyoffices/financial/ozimek060223.ppt
- 2) Richard Garrick: Drill Advanced Aircraft Structures with PCD (Poly-Crystalline Diamond) Drills
- 3) Islam Shyha, Sein Leung Soo, David K. Aspinwall, Sam Bradley, Stuart Dawson, Cornelius J. Pretorius: Drilling of Titanium/CFRP/Aluminium Stacks, Key Engineering Materials Vols. 447-448 P624-633 (2010)
- 4) E. Brinksmeier, R Janssen: Drill of Multi-Layer Composite Materials consisting of Carbon Fiber Reinforced Plastics(CFRP), Titanium and Aluminum Alloys, CIRP Annals-Manufacturing Technology Vol.51, Issue1, P87-90 (2002)



この事業は、競輪の補助金を受けて実施したものです。

木材のレーザー切断における最適加工条件の検討（第2報）

柳田 治美* 五月女 英平*

Study of the Best Processing Condition in Laser Cutting of Wood (2nd Report)

Hiromi YANAGITA and Hidehira SOUTOME

第1報では、最大出力4kWの炭酸ガスレーザーを用いて木材の切断を行い、複雑な形状の木製品の試作に活用することを目的に、スギ・ヒノキ・スプラスの最適加工条件を検討した。今年度は、ケヤキ、合板、集成材を用いて、レーザー出力および木材の材質の違いによる切断速度と切断深さの関係について検討するとともに、複雑形状品の試作を検討した。

その結果、レーザー出力を上げたり切断速度を遅くしたりすると切断深さが大きくなることが分かった。また、スプルースとケヤキを比較すると、密度の小さいスプルースよりも密度の大きいケヤキの方が、切断深さが小さくなることが分かった。また、合板と集成材の切断において、アシストガス（レーザー照射部に発生する粉塵を吹き飛ばすためなどに用いるガス）に圧縮空気を用いると火の粉が頻繁に発生するが、アシストガスに窒素を用いことで、火の粉の発生を抑制できることが分かった。また、試作段階における木材のレーザー切断の優位性を確認した。

Key Words：木材，レーザー切断，加工条件，切断深さ，複雑形状品の試作

1 はじめに

レーザーによる木材の切断では、煙が発生したり、切断面が炭化して黒くなるなどの理由により金属に比べるとあまり普及していない。また、木材の加工条件もあまり公開されていない。

しかし、レーザー切断は、工具が回転して切削する方式（NCルータ等）の切断方法と比較すると、回転する切削工具の工具径に比べ、レーザービーム径が非常に小さいので、微小で複雑な形状の切断加工や貫通穴の加工に適している。

以上の点から、レーザーによる木材の切断は、複雑な形状のものを試作する場合に有効であるといえる。

しかも、切りくずを出さないことから環境にやさしい一面もある。

そこで、昨年度は建築用などで広く使われている針葉樹の木材（スギ・ヒノキ・スプルース）について、切断条件と切断面の炭化の関係、および切断条件と切断深さの関係について検討した。今年度は、装飾材・構造材などとして幅広い用途で用いられている木材〔ケヤキ（広葉樹）〕と貼り合わせの木材（合板、集成材）について、切断条件と切断深さの関係について検討した。また、複雑形状品として栃木県章を試作し、試作段階における木材のレーザー切断の優位性を確認した。

2 研究の方法

2.1 切断条件の違いによる切断速度と切断深さの関係についての実験

出力4kWの炭酸ガスレーザー加工機を用いて、厚さ40mm前後の木材（材質はケヤキ・合板・集成材の3種類）に、切断条件と切断速度を変えたときに、どの程度の深さまで切断できるかを調べたもので、その概略を図1に示す。

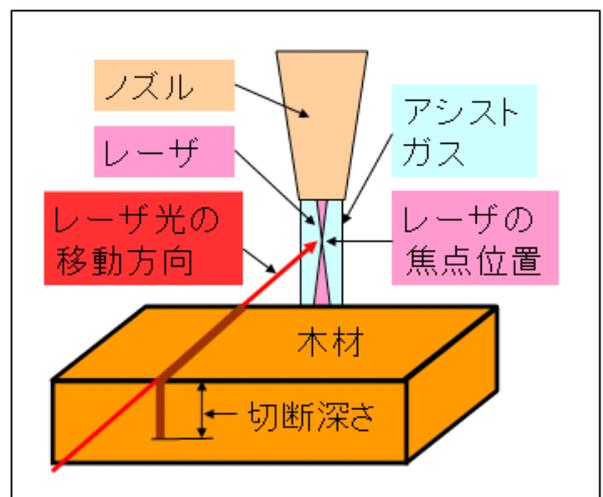


図1 レーザ切断実験の概略

レーザ出力は1, 2, 3, 4kWの4種類, 切断速度は2, 3, 5, 7, 10, 20m/minの6種類(うち, 一部は2m/minを除いた5種類)とした。また, 合板と集成材について, アシストガスの違いによる火の粉の発生状況についても調べた。このときのアシストガスは, 圧縮空気と窒素の2種類で比較した。

2.2 焦点位置の違いによる切断状況の確認方法

最適に切断できる条件を探するために, レーザの焦点位置を変えて実験を行うこととした。焦点位置とはレーザ光の集光部が板の表面からどの位置にあるかを示すものである(図1参照)。0mmは板の表面であり, 板の表面から上側をプラス方向, 板の表面から内部側をマイナス方向で表す。焦点位置は-6mm, -2mm, 0mm, +2mm, +6mmの5種類とした。

2.3 複雑形状品の試作

複雑形状品の一例として, 木材(材質: スプルス)に栃木県章の輪郭に沿って切り抜く加工を施した。なお, 木材の厚さは2種類(10mmと25mm)で実施した。栃木県章を図2に示す。



図2 栃木県章

3 結果及び考察

3.1 切断条件の違いによる切断速度と切断深さの関係

3.1.1 レーザ出力の違いによる切断速度と切断深さの関係

レーザ出力の違いによる切断速度と切断深さの関係を図3に, その時の切断条件を表1に示す。

図3より, レーザ出力を大きくするほど切断深さが大きくなる。また, 切断速度を遅くするほど, 切断深さは大きくなるが, 2m/min以下にすると発火が見られた。また, 切断速度を速くするほど切断深さは小さくなり, 20m/minの切断速度でも切断は安定することが分かった。

3.1.2 材質の違いによる切断速度と切断深さの関係

材質の違いによる切断速度と切断深さの関係を図4に, その時の切断条件を表2に示す。

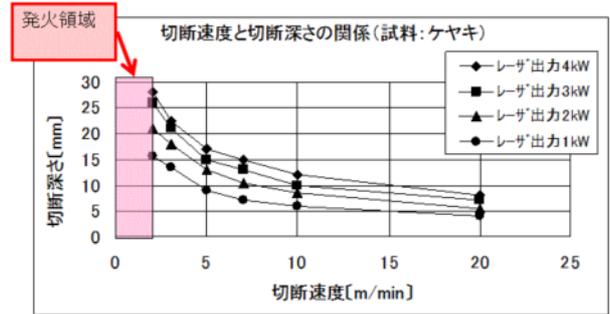


図3 レーザ出力の違いによる切断速度と切断深さの関係

表1 図3における切断条件

項目	条件
レーザ出力	1, 2, 3, 4kW
アシストガス	圧縮空気 0.9MPa
ノズル径	3mm
レーザ発振方法	連続発振
焦点位置	0mm (板表面)
ノズルギャップ (板表面とノズル先端の距離)	2mm
供試木材	ケヤキ

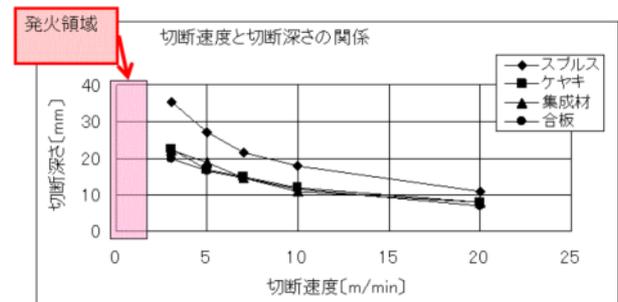


図4 材質の違いによる切断速度と切断深さの関係

表2 図4における切断条件

項目	条件
レーザ出力	4kW
アシストガス	圧縮空気 0.9MPa
ノズル径	3mm
レーザ発振方法	連続発振
焦点位置	0mm (板表面)
ノズルギャップ	2mm
供試木材	スプルス (第1報のデータ), ケヤキ, 集成材, 合板

図 4 より，密度の異なる材質の木材〔スプルス（密度：約 0.39g/cm³）とケヤキ（密度：約 0.69 g/cm³）〕を比較した場合，密度の大きいケヤキの方が，切断深さが小さくなることが確認できた。

また，合板と集成材もケヤキと同程度に切断できるが，アシストガスに圧縮空気を用いた場合には，切断速度によらず危険な火の粉が発生した。

このため，アシストガスに圧縮空気と窒素を用いた場合の，火の粉の発生状況について比較した。切断実験時の写真を図 5 に，その時の切断条件を表 3 に示す。



図 5 アシストガスの違いによる切断時の様子

表 3 図 5 における切断条件

項目	条件
レーザー出力	4kW
切断速度	2, 3, 5, 7, 10, 20m/min
アシストガス	・ 圧縮空気 0.9MPa ・ 窒素 0.9MPa
ノズル径	3mm
レーザー発振方法	連続発振
焦点位置	0mm (板表面)
ノズルギャップ	2mm
供試木材	合板

図 5 より，合板切断時において，アシストガスに窒素を用いることで，切断時に火の粉の発生を抑制できることが分かった。また，集成材についても同様の結果であった。なお，ケヤキについては，アシストガスに圧縮空気を用いても，2m/min 以上の切断速度では，火の粉の発生は認められなかった。

3.2 焦点位置の違いによる切断状況の確認

レーザー切断においては，焦点位置を板の表面に合わせて切断することが一般的であるが，焦点位置を上下させることによって切断特性が変化するかどうかを検討した。切断後の板の表面の写真を図 6 に，その時の切断条件を表 4 に示す。



図 6 焦点位置の違いによる切断後の表面状況

表 4 図 6 における切断条件

項目	条件
レーザー出力	4kW
切断速度	各焦点位置で 6 本ある切断線の左側から 20, 10, 7, 5, 3, 2m/min
アシストガス	圧縮空気 0.9MPa
ノズル径	3mm
レーザー発振方法	連続発振
焦点位置	-6, -2, 0, +2, +6mm
ノズルギャップ	2mm
供試木材	けやき

図 6 より，焦点位置が 0mm 以外のときには，広範囲に焦げが生じたり，特に切断線横の箇所焦げがひどかったりするなどした。従って，木材のレーザー切断においては，焦点位置は 0mm (板の表面) が最適である。

3.3 複雑形状品の試作

3.3.1 板厚 10mm のスプルスでの試作

板厚 10mm のスプルスに栃木県章の形状に加工した試作品を図 7 に，その時の切断条件等を表 5 に示す。



図7 榎木県章の形状に加工した試作品（板厚 10mm）

表5 図7における切断条件

項目	条件
レーザー出力	4kW
切断速度	3m/min
アシストガス	圧縮空気 0.9MPa
ノズル径	3mm
レーザー発振方法	連続発振
焦点位置	0mm（板表面）
ノズルギャップ	2mm
供試木材と板厚	スプルス(板厚 10mm)
加工時間	2分

図7より、板厚 10mm 程度であれば、切断面は多少焦げるが、試作段階への適用は十分可能である。また、加工時間は2分（切断に関係ない早送り等の速度を上げれば、加工時間の更なる短縮は可能）である。これは、糸のご盤を用いて手送りで加工する場合と比べると遙かに短い加工時間である。さらに、NC ルータ等の回転する工具による加工では、穴加工を行うと工具の半径分のコーナRが残ってしまうので、鋭角な形状を有する穴加工はできない。しかし、レーザー切断では、ビーム径が非常に小さいので、鋭角な穴形状にもある程度対応可能である。このように、木材の試作品にレーザー切断を適用することは、他の切断方法と比較しても優れた一面がある。ただし、木材のレーザー切断では加工時に煙が発生することや、レーザー加工機が高価であるため、試作品のコストの面では、糸のご盤等の従来の加工方法と比べると必ずしも優位であるとはいえない。どの特性を重視するかで、加工する装置を選択する必要がある。

3.3.2 板厚 25mm のスプルスでの試作

板厚 25mm のスプルスに榎木県章の形状に加工した試作品を図8に、その時の切断条件等を表6に示す。



図8 榎木県章の形状に加工した試作品（板厚 25mm）

表6 図8における切断条件

項目	条件
レーザー出力	4kW
切断速度	2m/min
アシストガス	圧縮空気 0.9MPa
ノズル径	3mm
レーザー発振方法	連続発振
焦点位置	0mm（板表面）
ノズルギャップ	2mm
供試木材と板厚	スプルス(板厚 25mm)
加工時間	2分 18秒

図8より、板厚 25mm 程度になると、年輪の硬い部分の切断が難しくなり、試作段階であっても、レーザー切断後の手直し作業が必要である。よって、板厚が大きくなると、複雑な形状の場合は、レーザー切断の適用は難しいことが分かった。

4 おわりに

ケヤキ・合板・集成材を用いて、木材のレーザー切断における、切断条件の違いによる切断速度と切断深さの関係、材質の違いによる切断速度と切断深さの関係、およびスプルスを用いた複雑形状品の試作について検討を行った。

得られた結果は次のとおりである。

(1) レーザ出力を上げたり切断速度を遅くしたりする

ことにより、切断深さは大きくなる。

- (2) スプルスとケヤキを比較すると、密度の大きいケヤキの方が、切断深さは小さくなる。
- (3) 合板や集成材は、アシストガスに圧縮空気を用いると火の粉が発生する危険性がある。一方、アシストガスに窒素を用いると火の粉の発生を抑制できる。
- (4) 本研究の切断条件においては、木材のレーザー切断では、焦点位置は 0mm（板の表面）が最適である。
- (5) 板厚 10mm 程度の木材であれば、試作レベルではレーザー切断を適用することが可能である。また、複雑形状品の試作においては、系のご盤や NC ルータ等による切断よりも、レーザーによる切断のほうが優位な一面があることが認められた。

参考文献

- 1) 柳田治美，阿部雅，五月女英平：栃木県産業技術センター研究報告，7，70-74，(2010)

KEIRIN



この事業は、競輪の補助金を
受けて実施したものです。

県産農産物の成分把握と加熱等各種処理条件における挙動

—イチゴのポリフェノール成分と加熱挙動（第2報）—

イチゴ品種等とポリフェノール成分について

阿久津 智美* 筒井 達也* 大山 高裕* 伊藤 和子*

Effective Compounds of Farm Products in Tochigi Prefecture and Behavior of these in the Heating etc.

-Polyphenol Composition and Heating Behavior in Strawberries (2nd Report).-

Satomi AKUTSU, Tatsuya TSUTSUI, Takahiro OYAMA and Kazuko ITO

イチゴ5品種（県育成品種4（夏秋2），県外1）についてポリフェノール等の成分分析を行い、エラグ酸やアントシアニン含量・組成等について違いを把握することができた。総エラグ酸が高い品種は抗酸化力（ORAC値）が高い傾向であった。また、とちおとめそう果にはエラグ酸等ポリフェノールが多く、抗酸化力が高いこと等がわかった。

Key Words : イチゴ品種, とちおとめ, そう果, ポリフェノール, エラグ酸, アントシアニン, 抗酸化力, ORAC

1 はじめに

イチゴは栃木県の主要農産物で、平成21年の収穫量は28,900tと全国1位である。イチゴの消費は生食用が主であるが加工特産品等へのさらなる利用が進められている。

イチゴの主要ポリフェノール成分としては、エラジタンニン、エラグ酸やアントシアニン等があり、これらは、抗酸化効果や抗がん作用等様々な機能性が知られている¹⁾。そこで、イチゴの高付加価値化・未利用資源の有効利用等に寄与するため、機能性成分であるポリフェノールに注目し、栃木県産イチゴの含量把握及び加熱での挙動を追うこととした。

前報²⁾では、とちおとめ規格外品・規格品、熟度の異なるイチゴについて、ポリフェノール等の成分分析を行い、規格外品や未熟果でエラグ酸等ポリフェノールが多いこと等がわかった。また、イチゴペースト加熱処理では低温・短時間の処理が総ポリフェノールの減少を抑えること等成分挙動も把握した。

今回も引き続きイチゴ原料中のポリフェノール成分を把握するため、品種の異なるイチゴについて試験を行った。また、粒が小さいイチゴを含む規格外品にエラグ酸等が多かったことから、イチゴ表面に存在するそう果（種）のポリフェノールについても調べてみた。

2 研究の方法

2.1 試料

冬春イチゴ3品種（W1, W2, W3）は平成21年2月2日栃木県農業試験場から、夏秋イチゴ2品種（S1, S2）は平成21年7月27日栃木県農業試験場黒磯農場から採取し試料とした。品種はW3を除き栃木県育成品種を用いた。イチゴはヘタを除いた後粉碎し屈折糖度等の測定を行った。また、凍結乾燥又は冷凍保存（-20℃）後粉碎し、その他試験に供した。

そう果及び比較のため用いた完熟果（ヘタ除く全果（ホール））平成22年5月17日栃木県農業大学校園場からとちおとめを採取し試料とした。そう果は完熟果をミキサーで粉碎し遠心分離後、沈殿物中のそう果部分を回収し用いた。

2.2 分析方法

2.2.1 屈折糖度, pH, 滴定酸度, 表面色

屈折糖度（Brix%）は、屈折糖度計（ATAGO製DBX-55）、pHはpHメーター（TOA製）を用い測定した。滴定酸度は試料を希釈る過後、pHメーターを用い0.1mol/l水酸化ナトリウムでpH8.0まで滴定し、クエン酸相当量として求めた。

表面色は測色色差計（日本電色工業㈱製SZ-90）により測定した。

2.2.2 総ポリフェノール量

前報²⁾と同様、試料の70%アセトン（0.5%酢酸含）抽出溶液をフォーリン-チオカルト法³⁾により測定し、没食子酸相当量として求めた。

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

2.2.3 ポリフェノール各成分

前報²⁾と同様、アントシアニン²⁾は50%酢酸抽出溶液を吸光度法(510nm)により測定し、Pelargonidin 3-glucoside相当量としてアントシアニン総量を求めた。また、アントシアニン主要4成分(Pelargonidin 3-glucoside, Cyanidin 3-glucoside, Pelargonidin 3-rutinoside, Pelargonidin 3-malonyl-glucoside)の含量を高速液体クロマトグラフィー(HPLC)により測定した。この時Pelargonidin 3-rutinosideとPelargonidin 3-malonyl-glucosideについてはPelargonidin 3-glucoside相当量として求めた。

遊離エラグ酸、(+)-カテキンは80%メタノール抽出物をHPLCで測定した。また前報同様、エラジタンニン等分析のためメタノール含塩酸溶液で加水分解後HPLCにより総エラグ酸を測定をした。

2.2.4 抗酸化力(ORAC値)

食品機能性評価マニュアル集⁴⁾に準じ、マイクロプレートリーダー(TECAN製infinite F200)を用い測定した。

2.2.5 統計処理

JMP 8を用い、品種間には多重比較(Tukey-Kramer法)、そう果、全果についてはt検定(Welch法)を行った。

3 結果及び考察

3.1 イチゴの品種とポリフェノール成分

供試したイチゴの個体重量、屈折糖度等を表1に示す。個体重量は、W1が最も軽く、ついでS1が軽かった。7月に採取した夏秋イチゴ2品種は、2月採取の秋冬イチゴと比べ屈折糖度の値が低かった。ビタミンCはW1,S2で低く、酸度はW1,S1で比較的高かった。

イチゴ品種と総ポリフェノール含量を図1に、品種と各ポリフェノール成分の含量を図2-1, 図2-2に示す。総ポリフェノール含量は、W1, W2が他の品種より高かった。W3はアントシアニン, 総エラグ

表1 供試イチゴ品種の個体重量, 屈折糖度等

品種	(Fresh weight)				
	個体重量 (g)	屈折糖度 (Brix%)	pH	滴定酸度(クエン酸換算 g/100g)	ビタミンC (mg/100g)
W1	8.6±3.7 ^c	10.1	3.4	0.81	54.9
W2	16.7±6.0 ^a	11.3	3.6	0.70	65.5
W3	15.4±9.6 ^{ab}	11.3	3.6	0.70	61.9
S1	11.1±4.3 ^{bc}	7.3	3.5	0.91	64.7
S2	14.8±4.1 ^a	7.6	3.6	0.78	51.3

(個体重量: 平均値±標準偏差, n=25, 同じ文字でつながっていない処理区 p<0.05)

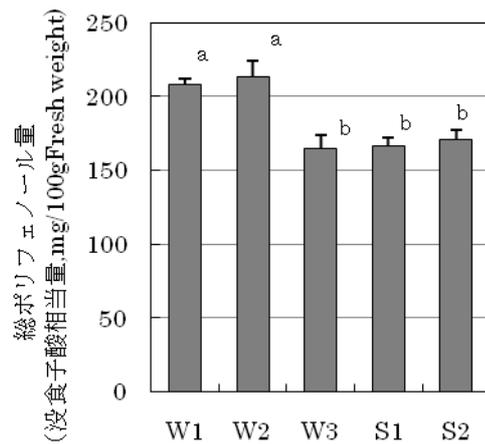


図1 イチゴ品種と総ポリフェノール量

平均値±標準偏差, n=3, 同じ文字でつながっていない処理区 p<0.05

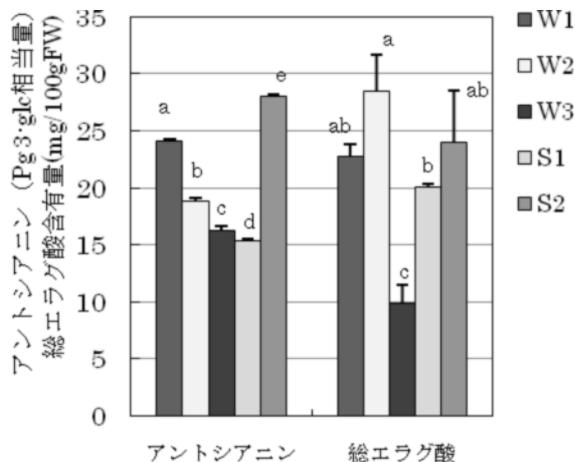


図2-1 品種とアントシアニン(吸光度法)、総エラグ酸含量

n=3, 同じ文字でつながっていない処理区 p<0.05

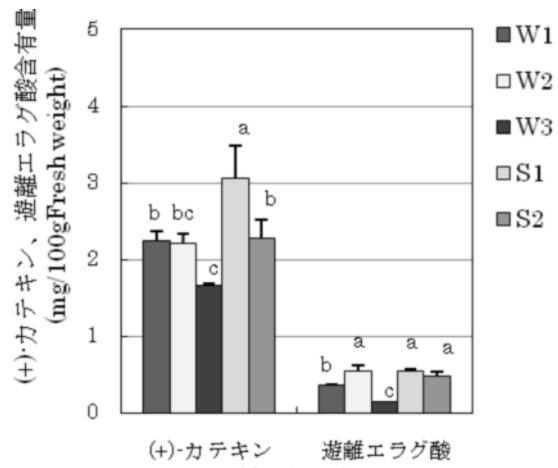


図2-2 品種と(+)-カテキン、遊離エラグ酸含量

n=3, 同じ文字でつながっていない処理区 p<0.05

酸，カテキン，遊離エラグ酸とも他品種より有意に低かった。特に総エラグ酸，遊離エラグ酸ではその含量は2倍以上異なった。

イチゴの表面色を表2に示す。イチゴの表面色の数値からではアントシアニン含量は予測できず，図2-1のアントシアニン含量が高い品種は果心に色が付く品種で，その着色の特徴とアントシアニン含量が関係していると考えられた。

図4に品種とアントシアニン組成（HPLC法）を示す。日本の品種はPg 3-Maglc（Pelargonidin 3-malonyl-glucoside）を生成しない品種の割合が外国の品種と比べ高いとの報告がある⁵⁾。Pg 3-Maglcを含まない品種には旧野茶試久留米支場で育成された，はるのか，とよのか等が含まれている^{5) 6)}。しかしながら，サンプル中県外品種のW3はPg 3-Maglcを含まない品種であったが，栃木県育成品種4種類ともPg 3-Maglcを含む品種であった。

図5に品種とORAC値（抗酸化力）を示す。イチゴ等ベリー類は野菜や果物の中でもORAC値が高いことが知られている⁷⁾。今回も他の野菜等と比較し高い値であった。また，野菜や果物の多くはH-ORACの割合が高いが，測定した5品種のイチゴもH-ORACが大部分であった。H-ORAC分析時抽出で用いる70%アセトン（0.5%酢酸含）溶液は，ポリフェノール成分等の抽出にも用いられている。ORAC値については，Aabyら⁸⁾の値（23.5 μmol of TE/gFW）と近い値であったが，USDA⁹⁾の報告と比べると低めだった。外国の品種と比較すると日本の品種は全体的にやや低い可能性も考えられた。

供試5品種の中では，ポリフェノール成分含量が有意に低い品種W3の抗酸化力が最も低かった。そこでORAC値とポリフェノール成分の関係を調べると，総エラグ酸含量が高いとH-ORAC値（ORAC値）が高い傾向であった（H-ORAC:r = 0.954,p=0.012,n=5. ORAC:r = 0.953,p=0.012,n=5.）。豊福ら¹⁰⁾の報告ではイチゴの抗酸化活性（DPPHラジカル消去能）への構成比率を推定しエラグ酸が主要な役割を果たしていることを示唆している。また，Marieら¹¹⁾は，水に溶けずアセトンに溶解する画分のantioxidant capacity（ABTS method）と総エラグ酸との間に相関（r=0.82,p=0.000）があると報告している。

3.2 イチゴそう果のポリフェノール

とちおとめのそう果とホール（全果）の総ポリフェノール量を図6に示す。そう果部分は，ホールの約4倍で815 mg/100gFWと高い値であった。そう果はとち

表2 供試イチゴ品種の表面色

品種	L	a	b	b* / a*	色相 (H° = tan ⁻¹ (b / a))	彩度 (C*=(a ² +b ²) ^{1/2})
W 1	35.8	40.7	24.8	0.61	31.2	47.7
W 2	36.7	38.0	26.7	0.70	34.8	46.6
W 3	37.6	41.5	27.8	0.67	33.5	50.1
S 1	38.8	39.9	27.9	0.70	34.7	48.7
S 2	36.4	39.5	26.3	0.67	33.6	47.5

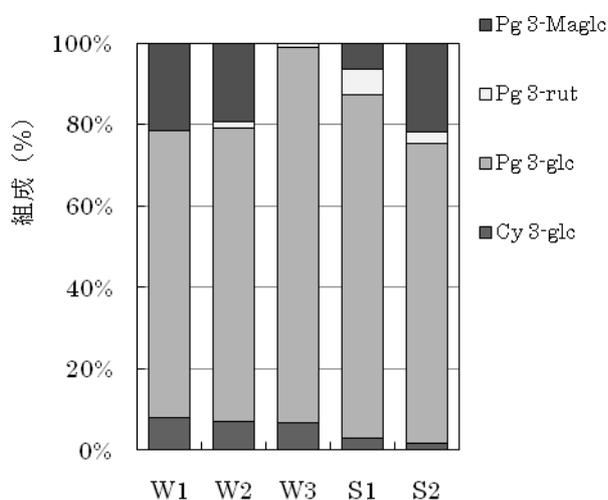


図4 品種とアントシアニン組成（HPLC）

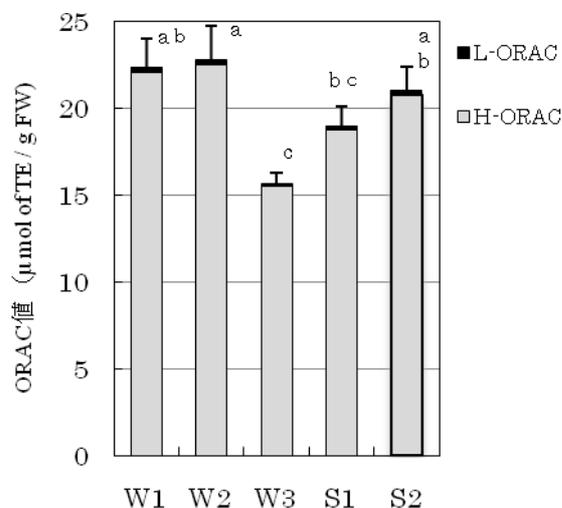


図5 イチゴ品種とORAC値

n=3,同じ文字でつながっていない処理区p<0.05

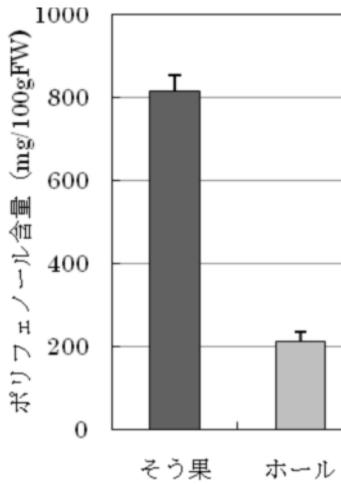


図6 とう果とホール（全果）の総ポリフェノール量

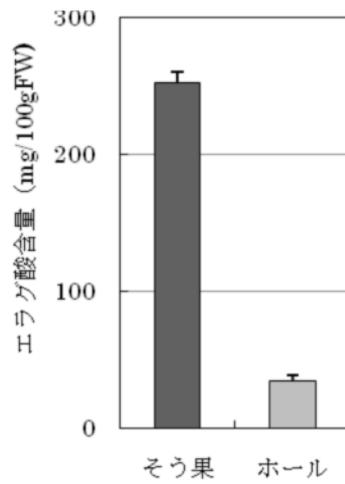


図7-1 とう果とホール（全果）の総エラグ酸

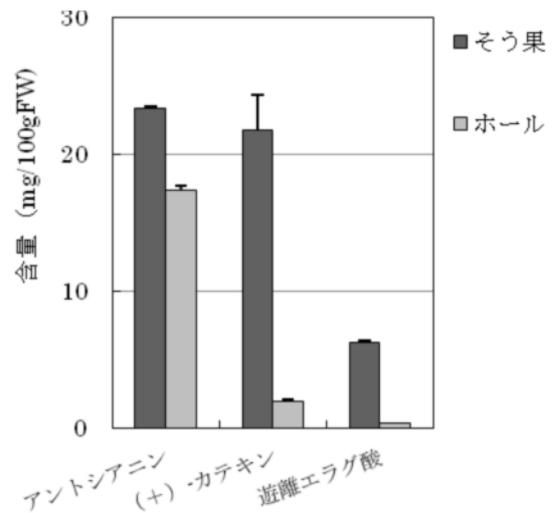


図7-2 とう果と全果（ホール）の各ポリフェノール成分（アントシアニン、(+)-カテキン、遊離エラグ酸）

平均値 ± 標準偏差, n=3, いずれも 2 処理区間で有意差あり (p < 0.05)

おとめ4.69Kgを粉砕・遠心分離し、沈殿物中のとう果部分88gを回収した。全果の約1.9%を回収したことになるが、とう果以外にもペクチン質等も沈澱するため、沈殿物からとう果のみを採取するのは困難であった。よって、とう果部分には一部これらも含んでいる。とう果の重量は約1%であったとの報告もある⁸⁾。

図7-1に総エラグ酸、図7-2にアントシアニン、(+)-カテキン、遊離エラグ酸含量を示す。とう果の総エラグ酸含量も253 mg/100gFWとホール（全果）の7.2倍多く含まれていた。(+)-カテキン、遊離エラグ酸含量も多かった。アントシアニンについては2処理区間で有意な差はあったが、他の成分のような含量差はなかった。これら総エラグ酸等ポリフェノールは、イチゴのとう果部分すなわち表面付近に多く含まれていた。よって、同じ品種（とちおとめ）では規格外品等で一粒が比較的小さいイチゴにこれらポリフェノールが重量当たり多く含まれているのではないかと考えられた。

アントシアニン組成については、とう果ではCy 3-glcの比率がホールと比べ高かった（図8）。吉田ら¹²⁾によると、果肉部分と比べとう果中にはCy 3-glcの他にCyanidin 3-Malonyl-glucoside (Cy 3-Maglc)の比率が高いという。今回Cy 3-Maglcについては定量を行っていなかったが、4成分以外の未検出ピーク中にとう果のみで高いピークが一つあり、Cy 3-Maglcと予測された。これをPg 3-glc相当量として定量すると、全果には0.5mg/100gFW、とう果中には2.2mg/100gFW含まれていることとなる。

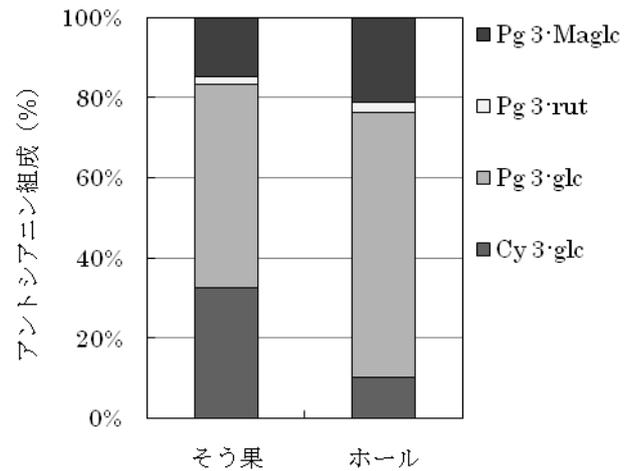


図8 とう果のアントシアニン組成

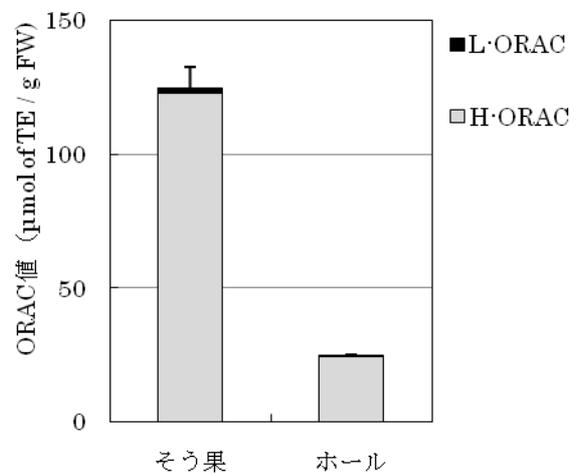


図9 とう果とホール（全果）のORAC値
n=3, 2処理区間で有意差あり (p < 0.05)

図9にORAC値を示す。総エラグ酸等ポリフェノール含量が多いそう果で、ORAC値は124.5 μ mol of TE/g FW(H-ORAC 122.9, L-ORAC 1.6)と非常に高かった。この時全果はORAC値 24.4 μ mol of TE/g FW(H-ORAC 24.2, L-ORAC 0.2)であった。

イチゴのそう果はジュース等加工時の絞リカス中にも多く存在する。抗酸化力が高いこと、つぶつぶ感によりイチゴらしいテクスチャーを付与できること等から有効利用ができると考えられた。

4 おわりに

イチゴ品種及びそう果についてポリフェノール成分の特徴を把握した。イチゴはポリフェノール含量が高く抗酸化力も高い。特に規格外品や未熟果・そう果など、未利用の部位に多くのポリフェノール成分が存在していた。今後これらを利用し、ポリフェノール成分を高めた加工品の試作等を検討したいと考えている。

参考文献

- 1) Hannum S.M. : Crit. Rev. Food Sci. Nutr. 44, 1-17 (2004)
- 2) 阿久津智美,筒井達也,大山高裕,伊藤和子 : 栃木県産

業技術センター研究報告,7,75-79 (2010)

- 3) 食品機能性評価支援センター 技術普及資料等検討委員会編: "食品機能性評価マニュアル集 第集", 1-7 (2009)
- 4) 食品機能性評価支援センター 技術普及資料等検討委員会編: "食品機能性評価マニュアル集 第集" , 79-86 (2008)
- 5) 吉田裕一ら : 園芸学雑誌,73(別1),105 (2004)
- 6) Yoshida Y.et al. : J. Japan. Soc. Hort.Sci. , 71(3) , 355-361 (2002)
- 7) Wu,X et al. : J.Agric. Food Chem., 52, 4026-4037 (2004)
- 8) Aaby K. et al. : J .Agric. Food Chem., 55 (13) , 5156-5166 (2007)
- 9) USDA:Oxygen Radical Absorbance Capacity (ORAC) of Selected Foods, Release 2.0 (2010)
<http://www.ars.usda.gov/Services/docs.htm?docid=15866>(2010)
- 10) 豊福博記ら : 九州農業研究 , 67 , 153 (2005)
- 11) Marie E. et al. : J .Agric. Food Chem., 52 , 2490-2498 (2004)
- 12) Yoshida Y.et al. : J. Japan. Soc. Hort.Sci. , 74(1) , 36-41 (2005)

乳酸菌を利用した発酵食品の高付加価値化に関する研究

宮間 浩一^{*} , 星 佳宏^{*} , 古口久美子^{*}

Improvement of the Quality of Fermented Foods using Lactic acid Bacteria

Koichi MIYAMA, Yoshihiro HOSHI and Kumiko KOGUCHI

発酵食品の高付加価値を図るため、県産味噌から耐塩性乳酸菌 *Tetragenococcus halophilus* の分離を試み、計43株を分離した。また、滅菌した原材料に分離乳酸菌を添加して発酵させることで、乳酸酸度が0.2~0.4%増加し、乳酸菌を $10^7 \sim 10^8$ 個/g含む、酸味の利いたタイプの調味液ができることが明らかになった。

Key Words :耐塩性乳酸菌, 分離, 調味液

1 はじめに

伝統的に清酒、味噌、醤油、漬物の製造現場では無意識のうちに自然界中の乳酸菌が利用されてきた。こうした乳酸菌には食品の香味や保存性を向上させる効果があることが分かっている。

一方、様々な乳酸菌の摂取による整腸作用、コレステロール低減作用、免疫活性化作用等について、近年、全国各地で研究が進められており、辻¹⁾らは、マウスに味噌・醤油製造に用いられる耐塩性乳酸菌 *Tetragenococcus halophilus* を経口投与した結果、免疫活性化作用が認められたことを報告している。

そこで、県産味噌から本菌の分離を試みるとともに、分離乳酸菌を用いた発酵調味液製造の可能性について検討した。

2 研究の方法

2.1 培地

概ね内田²⁾、萱原³⁾らの方法に準じ、分離用寒天培地を調製して用いた(表1~表4)。

表1 分離用寒天培地(PAT-15)

イースト・エキス	0.3%
ポリペプトン	1.0%
グルコース	1.0%
リン酸二カリウム	0.5%
酢酸ナトリウム	3.3%
チオグリコール酸ナトリウム	0.1%
食塩	15.0%
寒天	1.0%

pH 7.2, 滅菌 1.0 kg/cm^2 10分間

表2 分類学的性質観察用培地(PAT-15及びPAT-20)

イースト・エキス	0.3%
ポリペプトン	1.0%
グルコース	1.0%
リン酸二カリウム	0.5%
酢酸ナトリウム	3.3%
チオグリコール酸ナトリウム	0.1%
食塩	15.0% (PAT-15)
	もしくは20.0% (PAT-20)
寒天	1.0%

pH 5.0もしくは9.0, 滅菌 1.0 kg/cm^2 10分間

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

表3 糖発酵試験前培養培地

イースト・エキス	0.3%
ポリペプトン	1.0%
グルコース	0.2%
リン酸二カリウム	0.5%
酢酸ナトリウム	3.3%
チオグリコール酸ナトリウム	0.1%
食塩	5.0%

pH 7.2, 滅菌 1.0 kg / cm² 10分間

表4 糖発酵性試験培地

イースト・エキス	0.1%
ビーフ・エキス (Difco)	0.2%
ポリペプトン	1.0%
リン酸二カリウム	0.5%
食塩	5.0%
プロモ・クレゾール・パープル (BCP)	0.004%
試験糖類	1.0%
(アラビノース、ラクトース、メルトロース、ソルト、マンニトール)	

pH 6.8, 滅菌 0.7 kg / cm² 10分間。(糖類以外を4/3濃度で調製したものに、別殺菌した4倍濃度の糖溶液を接種直前に1/4量添加した。)

2.2 耐塩性乳酸菌の分離

分離源として、平成22年度栃木県味噌鑑評会に出品された乳酸菌無添加の味噌18点、培養乳酸菌を添加していない県産市販味噌3点、県内味噌企業から収集した味噌3点の計24点を用いた。滅菌した15%食塩水で希釈後、溶融して55℃に保ったPAT-15寒天培地を流し込み、攪拌固化させた後、嫌気条件で30・10日間培養し、乳酸菌を単離した。

2.3 分離乳酸菌の糖発酵性試験

分離乳酸菌を前培養培地で30℃、2日間培養した。各糖類を含む糖発酵性培地4mlに前培養液40μlを接種し、30・10日間培養後、BCPの変色により発酵の有無を判定した。

2.4 分離菌を利用した発酵調味液の試作

醤油等の原材料を混合して1.0 kg / cm²で15分間滅菌後、表5の乳酸菌培養培地で培養した分離乳酸菌及び栃木県味噌醤油技術会で頒布している乳酸菌(技術会株)を1~2×10⁶個/mlとなるよう接種し、

30℃で14日間静置発酵して調味液を試作した。

表5 乳酸菌培養培地

生揚醤油	100ml
食塩	103g
グルコース	10g
酵母エキス	5g
リン酸2カリウム	2g
ペプトン	5g

水酸化ナトリウムでpH 7.0に調整し、水で1Lにした後、滅菌して使用した。

発酵調味液の乳酸酸度は、試料10gを1/10N水酸化ナトリウム水溶液でpH 8.3まで滴定し、乳酸に換算して求めた。

また、耐塩性乳酸菌数は表6の乳酸菌検出培地を用いて測定した。

表6 乳酸菌検出培地

生揚醤油	50ml
食塩	100g
グルコース	10g
酵母エキス	5g
リン酸2カリウム	2g
リン酸1カリウム	2g
ペプトン	10g
寒天	15g

寒天以外を加えて溶解後、水酸化ナトリウムでpH 7.2に調整し、水で1Lにした後、寒天を加えて加熱溶解し滅菌した。また、使用時に乾熱滅菌した炭酸カルシウムを培地100ml当たり0.5g添加して使用した。

3 結果及び考察

3.1 県産味噌からの耐塩性乳酸菌の分離と同定

栃木県味噌鑑評会の出品味噌など計24点を分離源として耐塩性乳酸菌の分離を試み、計43株の乳酸菌を分離した。

分離株はいずれもTetradの球菌(特徴的な四連球菌)でカタラーゼ陰性、pH 9.0で生育するがpH 5.0では生育せず、20%食塩培地で生育し、刺穿孔に沿って生育するが表面には生育しなかった。このことから分離株はすべて耐塩性乳酸 *Tetragenococcus halophilus* と判定した。

3.2 分離乳酸菌の糖発酵性

分離した乳酸菌43株と技術会株について、糖発酵性でグルーピングするため、内田²⁾、萱原³⁾らの方法に準じ、L-アラビノース(A)、ラクトース(L)、

メリビオース（B），D - ソルビトール（B），D - マンニトール（M）の5種類の糖類の発酵性を試験した。

その結果，分離株は15タイプの糖発酵性を示し，技術会株とは異なっていた（表7）。

表7 糖発酵性試験結果

タイプ	A	L	B	S	M	株数
1	-	-	-	-	-	2
2	+	-	-	-	-	3
3	-	-	+	-	-	1
4	-	-	-	+	-	1
5	+	+	-	-	-	1
6	+	-	-	-	+	1
7	-	-	+	-	+	1
8	-	-	-	+	+	5
9	+	+	-	+	-	1
10	+	-	+	+	-	1
11	-	+	+	-	+	2
12	-	-	+	+	+	1
13	+	+	+	-	+	1
14	-	+	+	+	+	2
15	+	+	+	+	+	1
技術会株	+	-	+	-	+	

3.3 発酵調味液の発酵期間と酸度及び乳酸菌数

乳酸菌を多く含む発酵調味液の製造を目標として，醤油や砂糖などを混合して食塩約5%に調整後， 1.0 kg/cm^2 で15分間滅菌し，分離乳酸菌を $1 \sim 2 \times 10^6$ 個/ml接種して30℃で14日間静置発酵させた2種類の発酵調味液を試作した。

乳酸菌は，分離菌株から9-1株（タイプ1），8-1株（タイプ5），9-15株（タイプ7）と技術会株を用いた。また，対照として乳酸菌を添加せず同様に経過させた試験区を設けた。

発酵調味液の発酵日数と乳酸酸度及び乳酸菌数の変化を図1～4に示す。

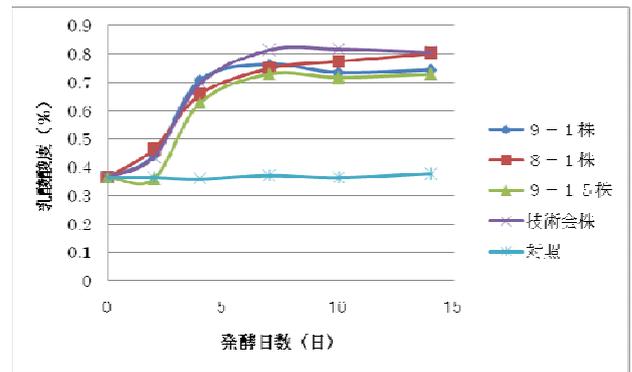


図1 発酵調味液1の発酵時間と乳酸酸度

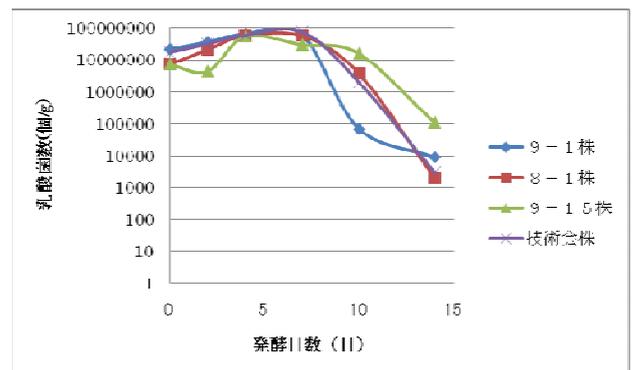


図2 発酵調味液1の発酵時間と乳酸菌数

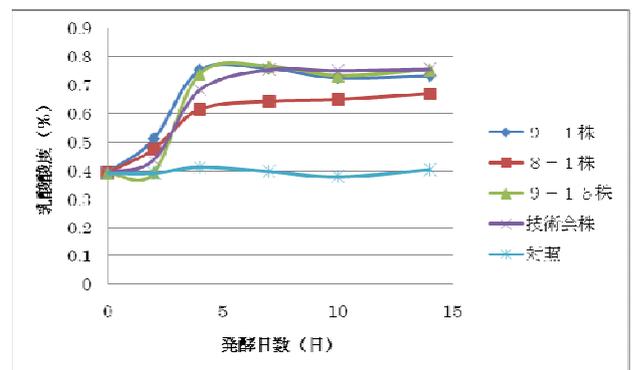


図3 発酵調味液2の発酵時間と乳酸酸度

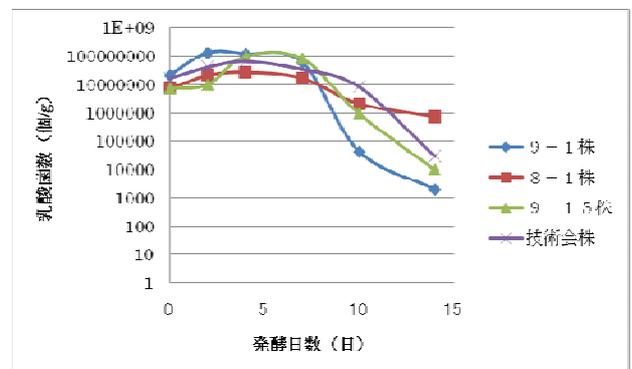


図4 発酵調味液2の発酵時間と乳酸菌数

調味液1の乳酸酸度は発酵7日後に，調味液2は発酵4日後までに，それぞれ0.2～0.4%増加

し、その後はほとんど変化しなかった。

また、各発酵調味液の乳酸菌数は発酵2～7日後に $10^7 \sim 10^8$ 個/mlに達し、その後、減少した。

3.4 発酵調味液の官能評価

試作した発酵調味液のうち、調味液1について、当センター研究員8名による官能評価を行った。対照品には、乳酸菌を添加せず30で14日間経過させたものを用いた。

その結果、評価者により評価が分かれるものの、乳酸発酵により酸味の利いたタイプの調味液となり、その食味は使用菌株によりやや異なることが明らかになった(表8)。

表8 発酵調味液の官能評価結果

	平均評点	主なコメント
9 - 1株	2.1	酸味強く感じる
8 - 1株	2.0	味マイルド
9 - 15株	2.4	酸味やわらか
技術会株	2.1	酸味強く感じる
対照(無添加)	2.1	旨味・甘味強く感じる

3: 良い, 2: 普通, 1: 劣る の3段階で評価

このように、滅菌した原材料に分離乳酸菌を添加して発酵させることで、乳酸酸度が0.2～0.4%増加し、耐塩性乳酸菌を $10^7 \sim 10^8$ 個/g含む、酸味の利いたタイプの調味液ができることが明らかになった。

4 おわりに

県産味噌から乳酸菌の分離と分離菌株を用いた調味液の試作を行った結果、下記のことが明らかになった。

(1) 県産味噌から耐塩性乳酸菌 *Tetragenococcus halophilus* の分離を試み、計43株を分離した。

(2) 滅菌した原材料に分離乳酸菌を添加して発酵させることで、乳酸酸度が0.2～0.4%増加し、耐塩性乳酸菌を $10^7 \sim 10^8$ 個/g含む、酸味の利いたタイプの調味液ができることが明らかになった。

参考文献

- 1) 辻典子, 小坂朱, 川島忠臣, 西村郁子, 筒井ひろ子: 平成20年度第8回産総研・産技連LS-BT合同研究発表会要旨集, 31(2009)
- 2) 内田金治: 日本醤油研究所雑誌, 9, 29(1983)
- 3) 萱原久孝, 安平仁美: 味噌の科学と技術, 35, 117, (1987)
- 4) 東幸雄, 伊藤和徳, 佐藤学: 日本食品化学工学会誌, 48, 656 (2001)
- 5) 橋本敏郎, 田畑恵: 日本食品化学工学会誌, 51, 309(2004)

經常研究

三次元断層画像処理ソフトウェアの開発（第2報）

近藤 弘康*

Development of 3D Tomographic Image Processing Software (2nd Report)

Hiroyasu KONDO

昨年度開発した三次元断層画像処理ソフトウェアを改良し、内部観察機能の追加や画像入力の高速度化、そしてソフトウェアの操作性向上を行った。その結果、これまでのソフトウェアで行えなかった三次元立体表示の自由な拡大縮小や内部観察が可能になり、画像読み込みにおいては4倍程度の高速度化が実施できた。ソフトウェアの提供については、センターのCTスキャン装置利用者にH23年度から有償提供を行う。

Key Words : CTスキャン, OpenGL, MPR, Volume Rendering

1 はじめに

現在、精細かつ鮮明な分析画像が得られるため、CTスキャンを用いた非破壊検査のニーズが増加している。その機器を使用した当センターにおける依頼試験の検査結果は、装置付属の専用ソフトウェアを用いてCTスキャン出力画像の任意方向の断面画像を作製し、試験依頼者に提供を行っている。そのため、依頼者は依頼試験実施時に断面の位置や方向を指定し、自社に断面画像を持ち帰って、検査結果の観察や検討を行うという現状がある。

しかしながら品質管理の効率向上や製品開発期間の短縮のために、自社の汎用PCにて任意の方向から断面像の観察を行いたいという要求がある。この要求を満たすために画像処理ソフトウェアが必要となるが、市販のソフトウェアは高額であり、(財)高輝度光科学研究センターにより配布されているものはwindowsに対応していないため、中小企業の利用は難しい。そのため、本研究ではCTスキャンで出力される生データから汎用PCにて任意断面像表示や三次元立体表示を行えるソフトウェアの開発を行い、企業への提供を実施することを目的としている。

昨年度の第1報では、CTスキャン出力画像を読み込み、任意断面再構成(Multiplanar reconstruction, MPR)表示や三次元立体表示を行えるソフトウェアを開発した。しかし、昨年度のソフトウェアでは三次元立体表示において外側からの観察に機能が限られており、対象物の内部構造を得ることが出来るCTスキャン出力画像を活かしていなかった。加えて、画像読み込み速

度においては数十秒の時間を必要とし、市販のソフトウェアと比較しても数倍の時間を要するものだった。今年度ソフトウェアの改良を実施し、上記の問題解決とソフトウェアの操作性の向上を行ったので、その内容を報告する。

2 研究の方法

1.1 三次元立体表示の内部観察

一般的に三次元コンピューターグラフィックスは、三次元の仮想空間に置かれたオブジェクトを仮想カメラから眺め、二次元平面に投影し、その投影画像をPCのディスプレイに映し出すことで三次元立体の描画を行っている(図1)。開発ソフトウェアにおいても同様のプロセスをOpenGLグラフィックライブラリを用いて行っているが、昨年度のソフトウェアではカメラの位置を固定し、オブジェクトのスケール(拡大・縮小)や回転を用いて視野の変更を行っていたため、オブジェクトの内部観察や任意の位置の拡大観察は不可能だった。この問題を解決するため、カメラの位置

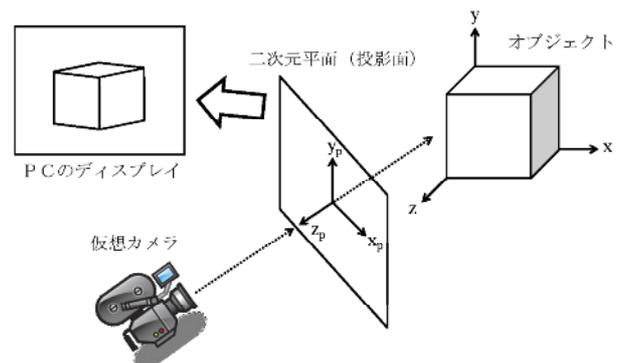


図1 三次元コンピューターグラフィックス

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

・方向を任意に変更出来るようにソフトウェアの改良を行った。

カメラの位置・方向は、図2のとおり視点Eと注視点Cの座標によって決定される。そのため、視点Eから注視点Cへの方向ベクトルであるベクトル v_z に沿って視点と注視点を移動することで、視野の拡大・縮小が可能である。そして、ベクトル v_z と直行するベクトル v_x, v_y を用いることで視野の平行移動が行える。また、図3のとおり視点Eを中心とし、線分ECを動径 r 、yz平面の偏角を θ 、zx平面の偏角を ϕ とする球座標において注視点Cと各ベクトルの回転処理を行うことで、カメラ方向の変更が可能である。この

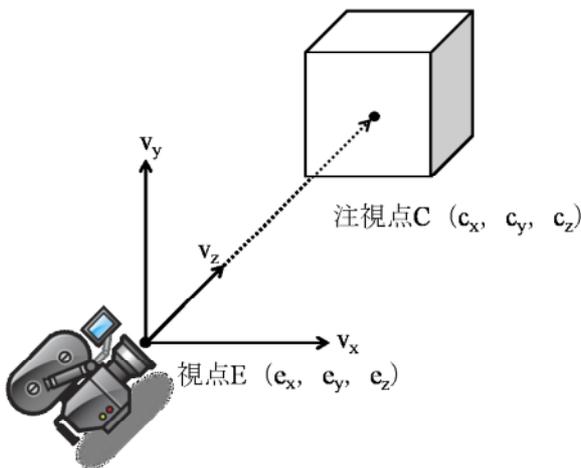


図2 仮想カメラの視点と注視点

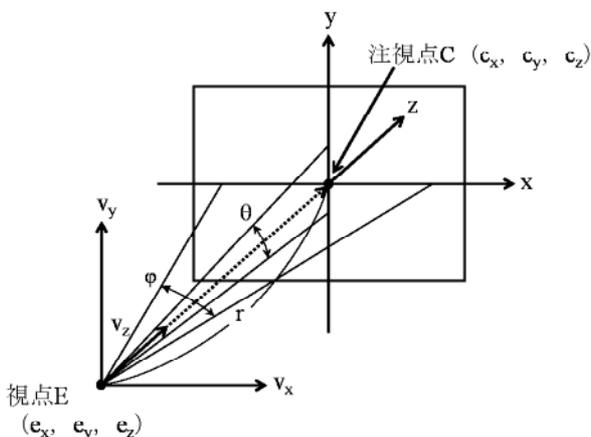


図3 仮想カメラの球座標系

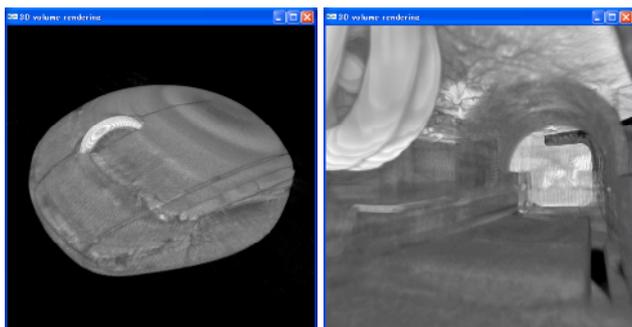


図4 マウス外観

図5 マウス内部

平行移動と回転処理をソフトウェアに実装し、カメラ位置の自由な設定を実現した。それにより、オブジェクトの内部にカメラ位置を設定することで、従来行えなかった内部観察が可能になった(図4, 図5)。

2.2 画像ファイル入力処理の高速化

昨年度のソフトウェアでは、当センター保有のCT装置 SMX-225CT/SV (榑島津製作所) 出力画像 512 枚 (512 x 512pixel, 16bit グレースケール) の読み込みで CPU: Core2 Duo T5500, HDD: hitati HTS541660J9SA00 (回転数 5400rpm, バッファ容量 8MB) のノート PC で 46 秒もの時間を要していた。この読み込み時間は市販のソフトウェアに対して数倍の時間を必要とし、HDD のデータ読み出し時間よりも遙かに長い。そこで、プログラムソースに問題があると考え、処理の方法の改良を行った。

今回、C 言語の標準関数であるバイナリデータの読み込みを行う fread 関数について改良を行った。これまでは画像の 1pixel ずつ fread 関数を呼び出してデータの読み込みを行っていたが、一度の関数呼び出しで 512 x 512pixel すべてを読み込むようにソースコードを改良した(図6)。これにより、画像 1 枚あたりの関数呼び出しを従来の 26 万回から 1 回に削減できる。その結果、上記のノート PC で読み込み時間の計測を行ったところ 11 秒でファイル読み込みが可能になり、従来に比べ 4 倍程度の高速化を実施することができた。また、この読み込み時間は PC のスペックに依存するため、高速な CPU や HDD を持つ PC であれば更なる高速読み込みが可能である(表1)。

改良前

```
for(j = 0; j < 512; j++){
    for(i = 0; i < 512; i++){
        fread(&image_in[k][j][i], sizeof(short), 1, fp);
    }
}
```

改良後

```
fread(&image_in[k], sizeof(short), 512*512, fp);
```

図6 バイナリ読み込みのソースコード

表1 読み込み時間比較表

PC スペック	改良前	改良後
CPU:Core2Duo T5500 1.66GHz HDD:5400rpm, バッファ 8MB	46sec	11sec
CPU:Celeron E1200 1.60GHz HDD:7200rpm, バッファ 16MB	42sec	10sec
CPU:Core2Duo E8400 3.00GHz HDD:7200rpm, バッファ 16MB	25sec	6sec

2.3 ソフトウェアの操作性の向上

MPR 表示を行う windows フォームにおいて、各種機能を用いる場合、これまでは画面上の右クリックメニューから実行を行っていた。しかし、様々な機能を追加するにつれて、メニュー項目が多くなり操作が煩雑になっていた。そこで、大半の操作をマウスを用いて直観的に行えるようにソフトウェアの外観や処理方法を改良した。それにより、CT スキャン出力画像の断面位置の変更や拡大縮小、明るさ調整をマウス操作のみで可能にした。図 7 に MPR 表示における改善点を示す。

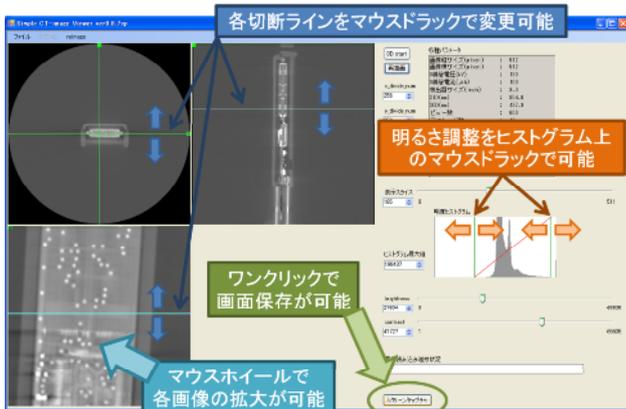


図 7 MPR 表示における操作性改善点

3 結果及び考察

改良後のソフトウェアの仕様を表 2 に示す。今回の改良により、内部観察機能の追加と画像ファイル入力の高速度が可能になった。それにより、企業の自社内における CT スキャン出力画像を用いた製品の品質管理をより効率的に実施することが期待できる。しかし、MPR 表示における斜め切断（ダブルオブリーク）や

表 2 ソフトウェア仕様

MPR	入力画像に対して直断面	
三次元立体表示	ボリュームレンダリングにて表示 オブジェクトの拡大・回転に加え カメラの自由移動が可能	
拡大表示	無段階拡大表示が可能	
入力画像	センター独自フォーマット	
出力画像	8bit tiff, スクリーンキャプチャ	
動作推奨環境	CPU	Pentium4 1.6GHz 同等以上
	メモリー	1GB 以上 (2GB 以上を推奨)
	OS	windows XP, Vista, 7(32bit, 64bit)
	グラフィック	OpenGL ver1.4 以上 (MPR のみ) OpenGL ver3.0 以上 (三次元表示) 対応のグラフィックカードが必要
画面解像度	WXGA (1280 × 800) 以上を表示可能なディスプレイが必要	

三次元立体表示におけるオブジェクト切断の実装は行っていない。今後要望に応じて対応の検討をしたい。

また、三次元立体表示の利用において、OpenGL のバージョンに依存する問題は解決していない。しかし、近年の PC 性能の向上により、グラフィック性能も向上しており、マザーボードに内包されているオンボードグラフィックでも、十分な性能を持つ製品の流通が始まっている (Intel HD Graphics 2000/3000: OpenGL ver3.0 対応)。加えて、グラフィックボードの低価格化も進んでいるため、デスクトップ PC であれば 5,000 円程度のグラフィックボードの追加で推奨環境を満たせる。そのため、動作推奨環境と共に、実際に動作確認がとれたグラフィックボードの提示を行うことで、今後この問題の対応を図る。

4 おわりに

本研究では、昨年度開発した三次元断面画像処理ソフトウェアを改良し、操作性向上と共に内部観察機能の追加や画像入力の高速度を実施した。その結果、これまでのソフトウェアで行えなかった三次元立体表示の自由な拡大縮小や内部観察が可能になり、画像読み込みにおいては 4 倍程度の高速度が実施できた。

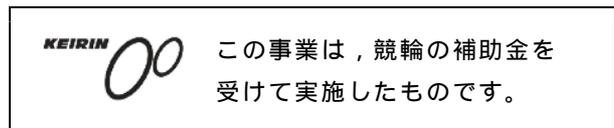
H 2 3 年度からセンターの CT スキャン装置利用者に対して、ソフトウェアの有償提供を実施するため、今後、利用企業の意見を取り入れながら更なるソフトウェアの発展・向上を進めていきたい。

謝辞

本研究を実施するにあたって、大阪大学大学院基礎工学研究科井村准教授にはボリュームレンダリングクラスの利用において多大なる支援を受けたので、ここに感謝の意を表す。

参考文献

- 1) 酒井幸市: "OpenGL でつくる 3 次元 CG&アニメーション" 森北出版, (2008)
- 2) Randima Fernando: "GPU Gems 日本語版" ボーンデジタル, (2004)



レーザーブレイクダウン分光法による釉薬成分分析手法の構築

岡 英雄* 佐伯 和彦**

Construction of method analyzing glaze element by LIBS
Hideo OKA and Kazuhiko SAEKI

窯業技術支援センターでは、年間の技術相談のうち約4割が釉薬に関するものであり、その相談に対応するため約2万のテストピースを作成し、その発色及び特性をデータベース化して管理している。現状では、陶磁器製造業者からの発色に関する問い合わせには、専門知識のあるスタッフの見解か、データベースで似た特性を探し成分を調査する方法がとられているが、どちらも不確実さを含んでいる。さらに、焼き物としては破壊して検査することは望まれない。

そこで本研究では、パルス発振するレーザーを対物レンズで小さいスポット径で照射し、そのサンプルの微小領域分析を行う方法であるレーザーブレイクダウン分光法を利用し、表面釉薬の発光スペクトルからリアルタイムに化学的前処理無く含有成分の定性分析を行う手法を構築したので報告する。

Key Words : 釉薬, レーザーブレイクダウン分光法, LIBS, LIPS

1 はじめに

窯業技術支援センターは、陶磁器を中心とする県内窯業の振興発展を図るために設けられた研究機関である。主な業務としては、窯業業界のニーズをテーマとする試験研究から、粘土・釉薬などの技術相談、窯業原材料や製品の依頼試験、センターの機器を貸し出す機器開放などがある。なかでも今回対象とした釉薬は、益子焼や小砂焼の企業から技術相談が多く、特に品質管理や新製品開発には欠かすことのできないものである。

同センターでは、長年の研修生指導や試験研究で得たテストピースを約2万件保有しており、それら釉薬に関する技術相談への適正・迅速な対応を行うためデータベース化の研究を実施してきた¹⁾。データベース化により、釉薬発色やテストピースの確認が迅速に行えるようになったが、発色からの成分特定においては専門知識のあるスタッフの見解や、データベースから似た特性を検索して調査する方法など専門性の高い技術を含んでいる。また、焼き物として存在しているものを破壊して分析することは望まれないという条件もある。

そこで、本研究では、レーザーブレイクダウン分光法²⁾あるいはレーザー誘起プラズマ分光法³⁾と呼ばれる、パルス発振するレーザーを対物レンズで小さいスポット径に照射することで、サンプルが高温に溶発されて発生するプラズマを光ファイバにより分光器に取り込み、その発光プラズマのスペクトルを基にサンプルの定性分析を行う手法を

使用した釉薬成分分析手法の構築を行うものである。図1にレーザーブレイクダウン分光法の模式図、図2に、今回使用した釉薬5成分、銅・コバルト・マンガン・鉄・チタンのテストピースを示す。母材の影響を見るため益子土と有田土の2種類において作成した。

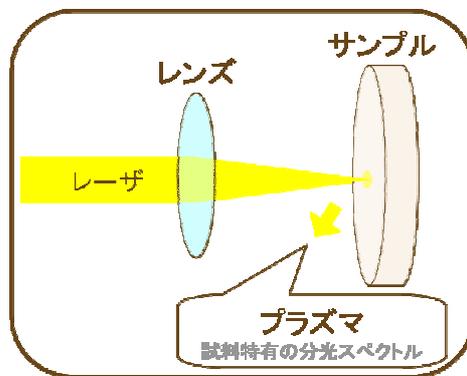


図1 レーザーブレイクダウン分光法



図2 テストピース

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 窯業技術支援センター

2 研究の方法

2.1 測定環境の構築

本手法では、レンズとテストピース間の距離によって損傷の大きさと得られる発光強度が変化することから、その距離を変えながら1パルスの分光測定を実施し、測定に最適なレンズとテストピース間の距離を明らかにする必要がある。光源にNd:YAGレーザー、焦点距離200mmの対物レンズを使用したレンズ距離測定環境を図3に示す。

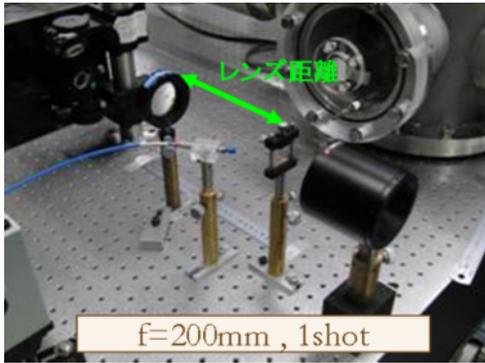


図3 レンズ距離測定環境

次に、測定に必要となるパルス数については、最も発光が確認しやすい銅テストピースを選択し、そのテストピースに対して1～30パルスのレーザーを照射し、その結果を比較することで必要パルス数を検討する。

2.2 釉薬5成分測定と母材の比較

今回の測定では、益子焼などで最もよく利用される釉薬5成分、銅・コバルト・マンガン・鉄・チタンの単一成分のみ含有させたテストピースを作成し、測定により各成分スペクトル発生位置を確認する。さらに、各成分の釉薬成分である粉体での測定を実施する。粉体の測定には、通常押し固めてペレット状にする方法がとられるが、本研究では両面テープによる測定方法を実施した⁴⁾。テストピース測定環境を図4に、測定した粉体ケース外観と測定環境を図5に示す。

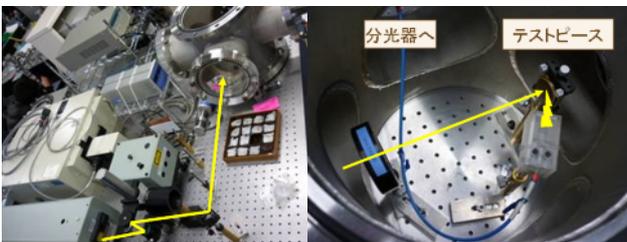


図4 テストピース測定環境



図5 粉体測定：ケース外観（左），測定環境（右）

2.3 定量分析の可能性検討

本研究では、定性分析のみを対象としているが、さらに定量分析の可能性について検討する。銅、コバルトのテストピースについてのみ、濃度階調をつけたものを複数用意し、その測定結果とXPSによる分析結果を比較することで検証する。表1に濃度階調の一覧を、図6にテストピースを示す。

表1 テストピースの濃度階調

	釉薬 = 「基礎釉薬」 + 「酸化金属(外率添加)」 基礎釉薬 = 福島長石(85%) + 合成土灰(15%)
銅	1, 2, 3, 4, 5 (%)
コバルト	0.1, 1, 1.5, 2, 3, 4, 5 (%)



図6 濃度階調テストピース

3 結果及び考察

3.1 測定環境の構築

まず、レンズ距離と損傷面積を表2に、その際に測定したスペクトル波形を図7に示す。

表2 損傷面積

	レンズ距離(mm)	損傷面積(mm ²)
1	75	1.99
2	125	2.21
3	150	1.8
4	160	2.67
5	170	1.85
6	180	2.1
7	185	1.86
8	190	1.54
9	195	0.5
10	200	0.3

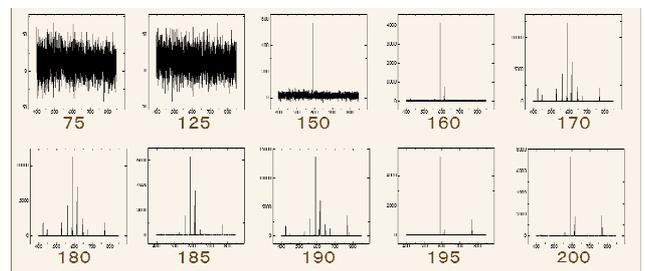


図7 測定波形

表2よりレンズの焦点距離に近づくほど損傷面積が小さくなり、図7では発光強度が大きくなることが確認できる。図7において最も発光強度の大きいナトリウムのスペクトルが確認できるため、これを発光強度の判定基準として比較する。損傷面積とNa発光強度の関係を図8に示す。

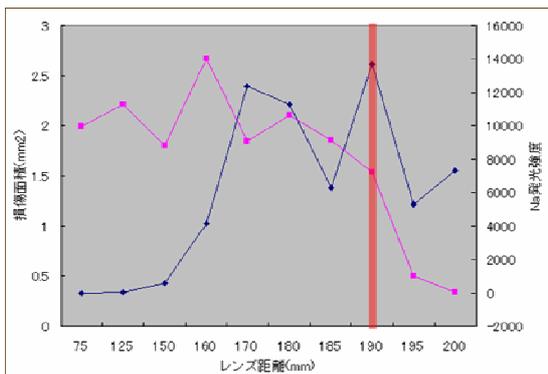


図 8 損傷面積とNa発光強度

図 8 より、最も損傷が小さく発光強度が大きく観測できるのはレンズ距離 190 mm の時である。

さらに、必要なパルス数を確認するため、銅テストピースに 1 ~ 30 パルス照射したスペクトル測定結果を図 9 に示す。

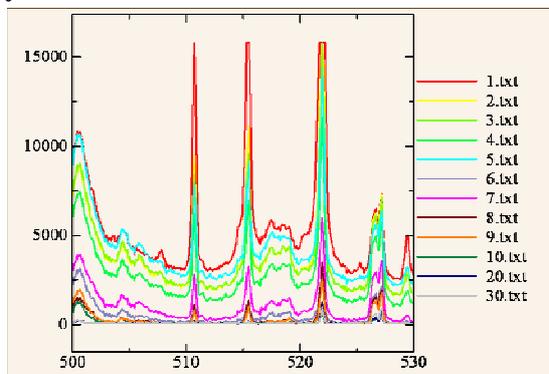


図 9 30パルス測定結果

図 9 より、最初の 1 パルスにおいて最も発光強度が強くなると確認できた。よって、レンズとテストピース間の距離を 190 mm、最初の 1 パルスで測定環境を決定した。

3.2 釉薬 5 成分の測定と母材の比較

まず、釉薬 5 成分ごとに益子土と有田土の 2 種類の母材による分光スペクトル測定結果を図 10 に示す。

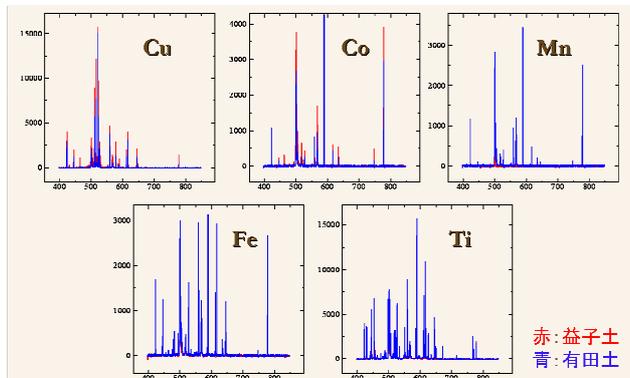


図 10 釉薬 5 成分測定結果

図 10 より、釉薬 5 成分の発光スペクトルを確認した。次に、各成分の粉体を測定した結果を図 11 に示す。

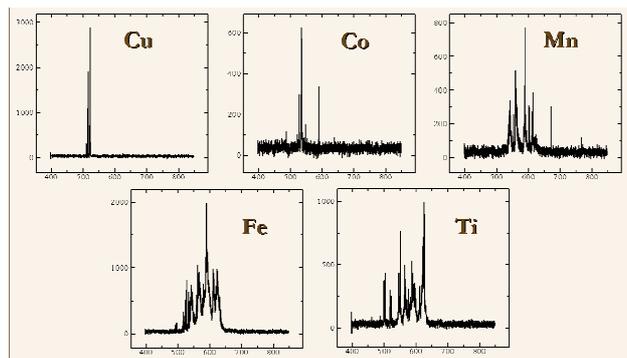


図 11 粉体の測定結果

粉体では、表面釉薬とは異なる結果が得られたが、これは焼き物の表面がガラス化することによる影響と考えられる。さらに、金属成分を多く含む益子土と金属成分をあまり含まない有田土のテストピースによる測定結果を比較し、母材の表面釉薬への影響を検討した。銅テストピースの測定結果の比較を図 12 に示す。

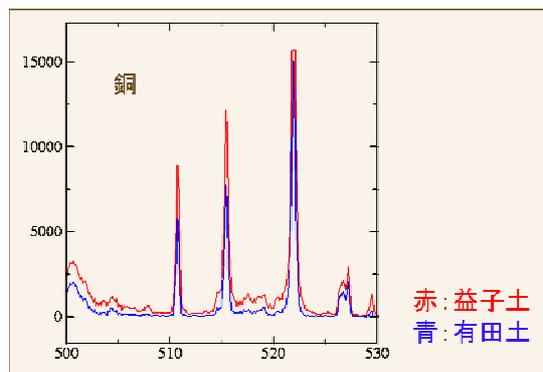


図 12 表面釉薬分析への母材の影響比較

図 12 より、発光強度に違いは見られるが、母材 2 種類の比較において銅の発光スペクトルの位置に影響が無いことを確認した。

3.3 定量分析の可能性検討

まず、作成したテストピースの濃度階調がそのまま釉薬成分含有量の質量パーセントに関係するのかが蛍光X線を用いて測定した。その結果を図 13 に示す。

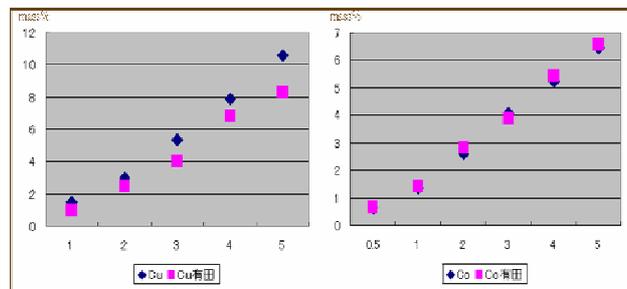


図 13 蛍光X線測定結果

図 13 より、作成したテストピースの濃度階調は質量パーセント濃度と同じになることが確認できた。このテス

トピースを用いて、表面分析の代表であるXPSによる質量パーセント濃度測定と、本手法による発光強度測定を比較した結果を図14に示す。

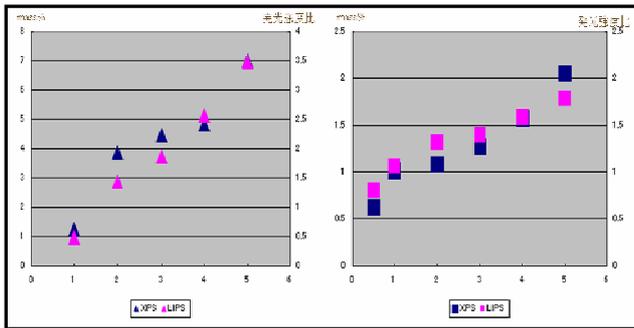


図14 XPSとの比較

図14より、本手法においてもXPSと同じような特性グラフが確認できた。しかしこれは、既知のサンプルを用いて実験しているから可能なことであり、含有成分が未知の場合には同様な結果は得られないと考える。

4 おわりに

本研究では、レーザーブレイクダウン分光法と呼ばれる、パルス発振するレーザーを照射し、発生したプラズマのスペクトルからサンプルの定性分析を行う手法を用いて、焼き物の表面釉薬に含まれる発色成分の分析手法の構築を行った。

- 1) 釉薬サンプルにおけるレーザーブレイクダウン分光法においてレンズ距離190mm、1パルスにおいてスペクトルが測定できることを確認した。
- 2) 釉薬5成分について測定と粉体での測定を実施し各成分のスペクトルを確認し、母材2種類における測定結果の比較からスペクトル発生位置に影響の無いことを確認した。

3) 本手法における、定量分析の可能性を検討した。その結果、未知の成分の入っていない既知のサンプルにおいては同じような特性が確認できた。

今後、既知の釉薬成分を単一で含有したテストピースだけでなく、複数含有させた場合、あるいは未知の釉薬成分を含有した場合などでも測定結果が得られるような実験を行っていく必要がある。さらに、定量分析においても、今回測定した釉薬の様なものではなく、純物質での比較測定を実施して、測定系としてのバックグラウンドデータを蓄積することで、発光スペクトルから定量化ができるようになる可能性があると考えます。

謝辞

本研究を実施するにあたり、レーザー光源の利用およびレーザーブレイクダウン分光法による測定について指導をいただいた宇都宮大学工学部東口武司助教授と研究室の皆様深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 塚本ら：“平成18年度栃木県産業技術センター研究報告『釉薬のデータベース化』”No4,P158-160,(2007)
- 2) 原田明,澤田嗣郎：“レーザー分光分析”丸善(2007)
- 3) 香川喜一郎, IDRIS Nasrullah：“レーザープラズマ分光法による元素分析”J.Plasma Fusion Res.Vol183,No 5(2007)401-402
- 4) Michael Tran, Qing Sunら：“Determination of C:H:O:N ratios in solid organic compounds by laser-induced plasma spectroscopy”The Royal Society of Chemistry(2001)

人工光による植物栽培システムに関する調査研究

岡 英雄* 松本 公巳子* 古口 久美子**

Investigate plant factory of artificial light
Hideo OKA, Kumiko MATSUMOTO and Kumiko KOGUCHI

地球温暖化傾向の中、本年はロシアにおいて干ばつによる小麦の不作の影響で輸出停止状態になり、我が国においても夏の異常高温により野菜や果物の収穫が減少するなどの問題が発生した。さらに日本の農業は、高齢化と後継者不足という重大な問題を抱えている。近年、これらの問題を解決する手段の1つとして人工光による植物栽培システムが注目されている。植物工場では、野菜や果物を季節によらず安定供給でき、また農薬や害虫駆除および土が不要なため、洗浄不要で安全・安心な野菜や果物を供給できるというメリットがある。しかし、現状ではシステム自体が高価であり、栃木県内においても導入の実績は少なく導入の敷居が高いという課題がある。

そこで、本研究では人工光による植物栽培技術の動向を調査し、省力化を目指した簡易な植物工場システムを提案、光源の違いによる栽培の比較を行ったので報告する。

Key Words : 人工光, 植物工場

1 はじめに

近年では世界的な地球温暖化が進み、海外ではロシアなどにおける干ばつの影響で小麦が輸出停止状態となり、日本国内においては、夏の異常高温に起因する野菜や果物の収穫量が激減した。さらに国内では、環境面だけでなく農業従事者の高齢化が進み、後継者不足が深刻な問題として取り上げられている¹⁾。

そして、このような問題を解決する手段の1つとして注目されているものが、人工光による植物栽培システムと呼ばれている植物工場である。植物工場では、天候・気象の条件によらず安定して野菜や果物を栽培でき、農薬や害虫駆除および土が必要ないため、洗浄の必要が無い安全・安心な野菜や果物を提供できるというメリットがある。

しかし、現状の植物工場は、システム自体が高価であり、栃木県内においても導入の実績は少なく、導入の敷居が高いという課題がある。

県内の企業、大学における導入実績としては、企業は宇都宮市清原工業団地にあるエスペックミック株式会社、大学は国立大学法人宇都宮大学農学部サステナブルビレッジが挙げられる。エスペックミック株式会社では、蛍光灯を光源としてレタスや小松菜などを水耕栽培しており、宇都宮大学においては、3色のLEDを光源として各波長を組み合わせながらリーフレタスを水耕栽培している。エスペックミック株式会社と宇都宮大学の植物工場を図1に示す。

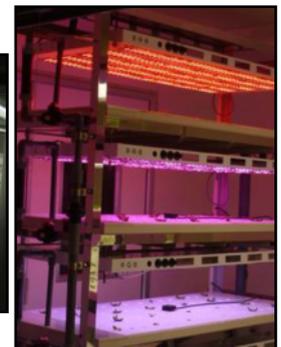


図1 植物工場

左：エスペックミック(株)，右：宇都宮大学

そこで本研究では、人工光による植物栽培技術の動向を調査し、中小企業の開発した簡易植物栽培ユニットを活用した、省力化を目指した簡易な植物栽培システムを開発し、光源や色の違いによる栽培の比較を実施する。

2 研究の方法

2.1 植物生育槽

まず、図2に示す株式会社アイ電子工業のキッチン菜房小菜摘ちゃん(こなつちゃん)を利用して、蛍光灯・赤色LED・緑色LED・青色LEDの4光源による植物生育槽を開発し、2種類の葉の色に特徴のある植物としてベビーリーフを生育させ、各生育槽の温湿度をモニタできる環境とした。

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 栃木県産業技術センター 食品技術部

3 結果及び考察

3.1 植物生育槽の開発

本研究では、4種類の異なる光源による生育ができる環境を整えた。使用した光源の波長スペクトルを図6に、各光源による生育槽を図7に示す。



図2 キッチン菜房小菜摘ちゃん

葉の色に特徴のある植物として、図3に示すグリーンリーフレタスとレッドリーフレタスを採用し、上下段で分けて生育させることでそれぞれの生育状態を比較する。



図3 生育植物

また、各生育槽の温湿度をモニタするためにおんどとりeaseを使用した。おんどとりを図4に、そのモニタソフトウェアを図5に示す。



図4 おんどとりease送受信機

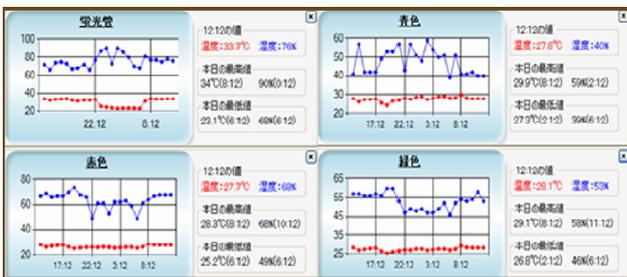


図5 おんどとりモニタソフト

2.2 生育状態の比較

各生育槽での、緑葉と赤葉のベビーリーフの生育状態を平均全長、平均質量、積算消費電力、葉の色調の4項目でそれぞれ比較する。

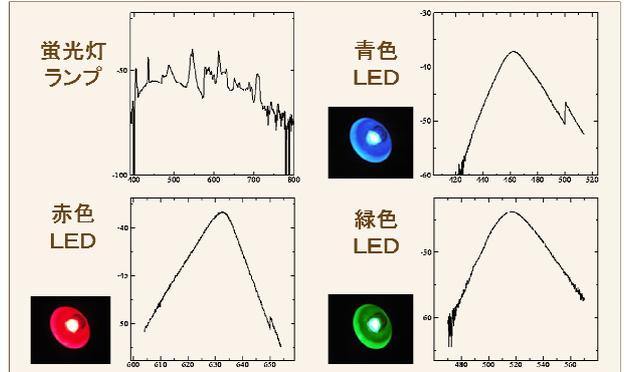


図6 光源のスペクトル



図7 各光源による生育槽

図6, 7より、各光源による植物生育環境を開発することができた。ここで光合成の指標として用いられる光量子束密度 ($\mu\text{mol}/\text{m}^2/\text{s}$) を測定し、各槽の光合成が行われる能力を評価した。測定には、(株)セネコムApogee光量子を使用した。各生育槽内で正規化した光量子束密度分布を図8に示す。

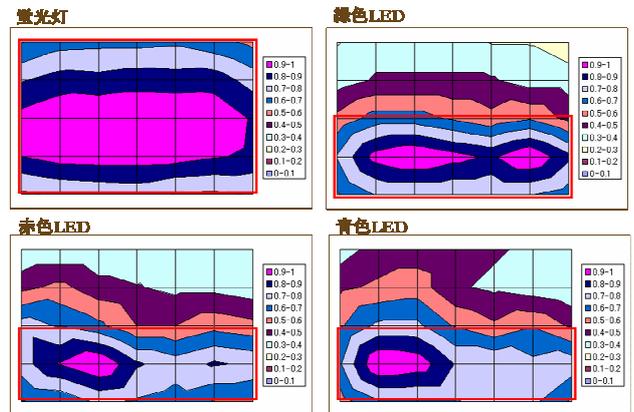


図8 光量子束密度分布

図8より、各生育槽内において枠で囲まれた部分が同じ程度の密度になっていることが確認できる。LEDの光源には、密度の偏りが確認できるが、これは光源の設置方向が横向

きであるためであり、LEDのような直線的に発光する光源においては、直下方向に植物育成棚を設置した場合において光量子束密度が大きくなることが確認できた。

また、各生育槽でモニタリングした温度・湿度を、生育期間中のある1日をグラフ化して図9に示す。

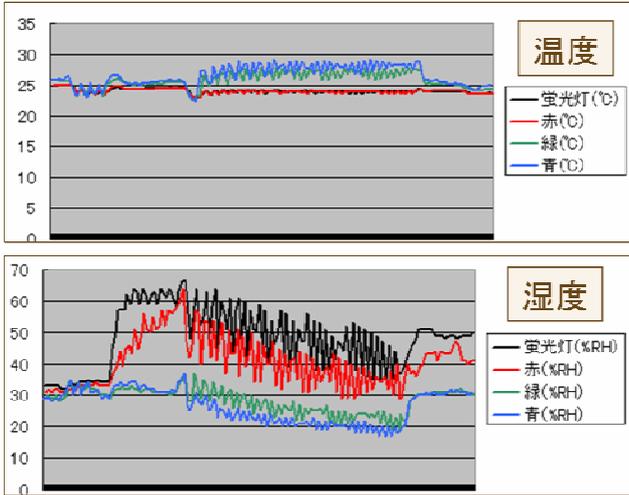


図9 各生育槽の温度・湿度

図9より、蛍光灯と赤色、緑色と青色が同じ様な波形となっていることが確認できる。これは、ステンレス製のラックに蛍光灯と赤色、緑色と青色が2つずつ置かれていたことが原因であり。緑色と青色の生育槽内に温度上昇・湿度低下が見られるのは、その直上にエアコンの吹き出し口があったためであると考えられる。

3.2 生育状態の比較

各生育槽内のベビーリーフの生育状態を確認するために、光源をオフにした状態で比較したものを図10に示す。



図10 生育状態の確認

図10より、蛍光灯、青色、赤色、緑色の順に生育が小さくなっていることが確認できる。これは、生育初期においては葉や茎の形成に必要な紫外線などの青の光が必要であり、光合成を促進する赤の光は成長後期において重要となり、植物にとってあまり重要ではない緑の光では植物があまり育たないということが確認できた。さらに、これらの植物の生育状態を平均全長、平均質量、積算消費電力、葉の色調の4項目で測定した数値を表1にまとめる。

表1 生育植物の状態比較

蛍光灯		赤色		緑色		青色	
緑	赤	緑	赤	緑	赤	緑	赤
21.8	16.1	12.8	13	5.5	8.2	9.75	8.1
2.544	2.842	0.161	0.285	0.019	0.033	0.498	0.281
23.62		6.29		8.39		9.26	

表1は、上から平均全長、平均質量、積算消費電力、葉の色調の順に示してある。全長・質量ともに最も成長したのは蛍光灯で、成長しなかったのは緑色LEDであると確認できた。しかし蛍光灯は、LEDの約3倍の消費電力がかかっていることが確認できる。色調においては、葉画像によるヒストグラムを図11に示す。

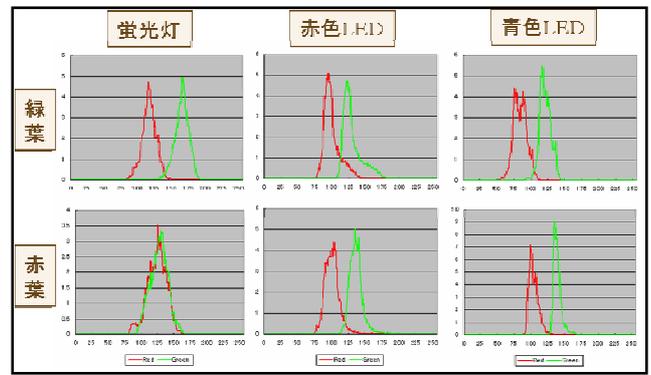


図11 葉のヒストグラム

図11より、蛍光灯で生育したベビーリーフの紅葉が、他の光源において生育させた場合よりも色づいていることが確認できた。

4 おわりに

本研究では、将来の農業界において導入・活用されるであろう植物工場の調査研究を行った。

- 1) 4波長の光源を使用し、温湿度環境のモニタできる植物生育槽を開発し、葉の色に特徴のある2種類のベビーリーフを生育させた。
- 2) 生育させたベビーリーフの状態を、平均全長、平均質量、積算消費電力、葉の色調の4項目で比較し、各光源の特徴を確認した。

今後、農業従事者の高齢化が進むにつれて、農業の省力化は避けては通れない課題であり、その一環として植物工場は重要な役割があると考えられる。

参考文献

- 1) “農林水産技術研究ジャーナル Vol.34 No2” 農林水産技術情報協会

外装用木質建材の耐久性に関する調査 (第1報)

常盤 茂*

Evaluation of Exterior Paint film by the Weathering Tests in Utsunomiya (1st Report) Shigeru TOKIWA*

屋外で使用される木部用保護塗料は、建築基準法の改正もあり低VOC化が進んでいる。効果の持続低下を懸念する声も聴かれるが、客観的な評価情報は乏しい。促進耐候試験の放射エネルギー条件の違い及び屋外暴露試験の暴露傾斜の違いによる劣化を、変退色や耐水性、外観変化の程度を観察して検討した。

1) 促進耐候性の色彩変化は、造膜系塗料で前回に比べ時間の初期に劣化の促進が見られ、耐水性変化は、含浸、半造膜系とも800時間経過後からは水性の低下が見られた。2) 促進耐候性の高照度の促進効果は、1/2程度の促進と見られた。3) 屋外暴露による傾斜角度による劣化の差は、大きな差は認められなかったが、塗料によるばらつきが見られた。

Key Words 木材保護着色塗料, 環境配慮型, 屋外暴露耐候性, 促進耐候性

1 はじめに

屋外で使用される木質材料の表面保護には、木材用保護塗料が用いられる。従来と異なり、健康被害に配慮した低VOC化が進められているが、効果の持続低下が懸念されている¹⁾²⁾。また、施工される地域や気象により劣化の程度が異なる³⁾。老化性能の客観的な評価情報は乏しいため、屋外で使用される木質材料の塗装表面について、前報に続き、屋外暴露試験と促進耐候性試験による耐久性能を対比して検証を行うこととした⁴⁾⁵⁾。

今年度は、2008年に改正されたキセノンランプ法による促進試験の変更を踏まえ、従来の3倍に当たる高放射照度試験による促進効果を検討した。また、暴露台の傾斜角度を30°で行った場合と45°行った場合との劣化の違いを比較検討した。

2 研究の方法

2.1 供試材料

キセノンランプ法による促進耐候性試験に用いた試験片は、ヒノキ(*Chamaecyparis obtusa* ENDL.) 柾目材を基材とし、前報で示した8種類の木材保護着色塗料を2回の刷毛塗り塗装により作成した。塗料は表1に示す市販の造膜型1種類、半造膜型5種類、含浸型2種類を用いた。各塗料につき5試験片を塗装して試料とした。試験片寸法は、70(R:半径方向)

×150(L:繊維方向)×12(T:接線方向)である。

塗料番号	塗膜タイプ	希釈剤	カラー	塗装	環境性
A	造膜型	水性エマルジョン	#251ビニー	1液型・2回塗り	F
B	半造膜型	水性	S9-3900バイン	1液型・2回塗り	F
C	半造膜型	植物・油性	702 ラーチ	1液型・2回塗り	-
D	半造膜型	植物・油性	#507バイン	1液型・2回塗り	F
E	半造膜型	油性	077ナチュラル	1液型・2回塗り	-
F	含浸型	油性	410-オーク(Z-YO)	1液型・2回塗り	F
G	含浸型	油性	#115 スプルー	1液型・2回塗り	-
H	半造膜型	油性	W1-0002 バイン	ベース+エクストラ	-
I	無塗装コントロール				

表1 木材保護着色塗料

2.2 劣化試験

促進耐候性試験は、JIS K 5600-7-7 促進耐候性(キセノンランプ法)の試験方法に準じて行った。光照射条件は、波長300~700nmにおいて放射エネルギー0.45kW/m²が用いられてきたが、促進性を得るため3倍の1.35 kW/m²を採用する例も見られるため、今回高放射照度試験を適用し、前報で示した経過と比較した。ぬれサイクルは前回同様とし、照射時間は2000時間まで行った。試験条件を表2に示す。

操作	濡れ時間 min	乾燥時間 min	乾燥中の相対湿度 %	ブラックパネル温度
連続運転	18	102	50	65

表2 ぬれサイクル条件

屋外暴露試験は、直接暴露とし、暴露架台の傾斜角度を30°と45°に設定し、JIS K 5600-7-6 屋外暴

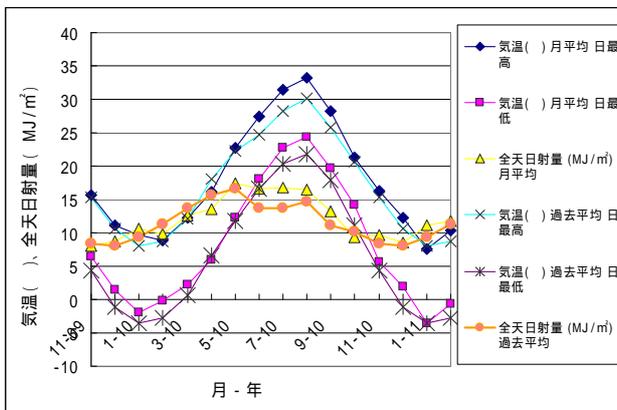
* 栃木県産業技術センター 材料技術部

露耐候性の試験方法にもとづいて、劣化への影響を観察した。場所は、北緯36度34分，東経139度59分に位置する産業技術センター屋上に暴露架台を設置した。南面45°傾斜角での暴露は2009年11月より，南面30°傾斜角は2008年11月より行った。その様子を図1に示す。

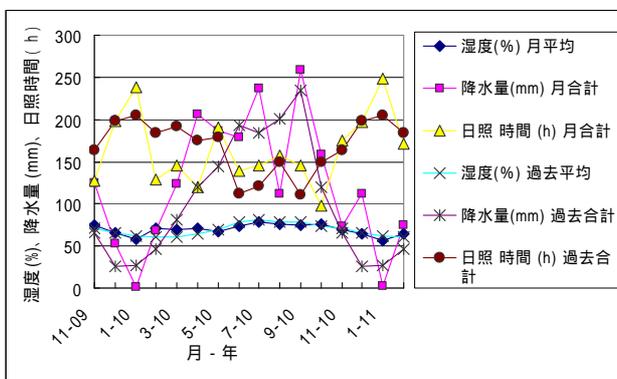


図1 暴露架台

過去1年間の気象観測値（宇都宮地方気象台）を図2に示す。



気温（最高，最低），日射量



湿度，降水量，日照時間

図2 気象観測値

2.3 劣化評価

色差，はっ水度の測定及び写真撮影による観察を行った。色差は，日本電色工業製SZ-シグマ790を用いて，JIS K 4600-4-4～6に規定される方法によった。はっ水度は，塗装面に滴下した水の浸透した分量で評価する森林総研法によった。

3 結果及び考察

3.1 促進耐候性試験

3.1.1 色差

図3～4に塗膜タイプ別の色差変化を示す。従来の照射条件では造膜系塗料の促進劣化が緩慢な推移を示していたが，高照度ではダメージが大きい傾向を示した。逆に含浸系塗料の劣化は，従来との差が小さい。無塗装のヒノキの場合，同時期の色差はほぼ同様の値を示している。

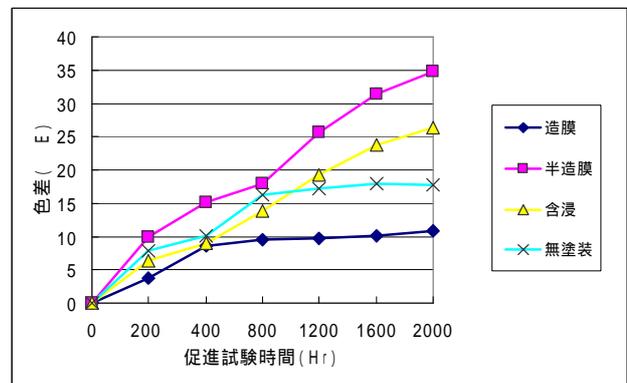


図3 促進劣化試験の色差変化（従来）

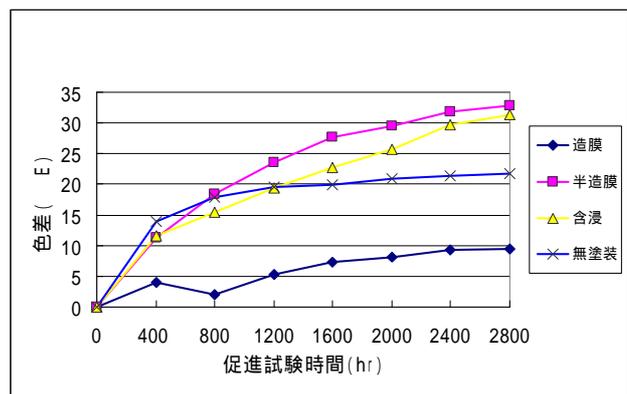


図4 促進劣化試験の色差変化（高照度）

3.1.2 はっ水度

図5～6に塗膜タイプ別のはっ水度変化を示す。造膜系は従来の照射条件の時と同様に高いはっ水性を示した。含浸系，半造膜系では800時間経過後から急激にはっ水性を低下させた。無塗装表面は前回と同様の傾向で，高照度による影響は顕著には現れない。

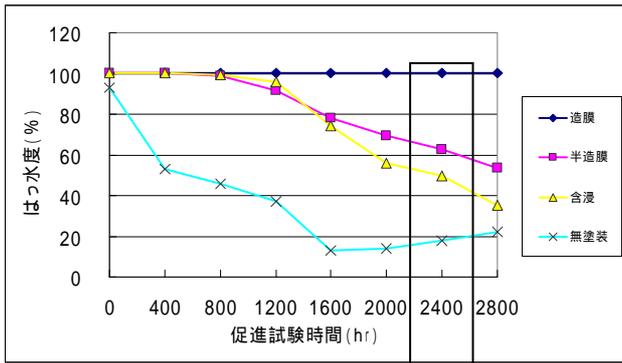


図5 促進劣化試験のはっ水性変化（従来）

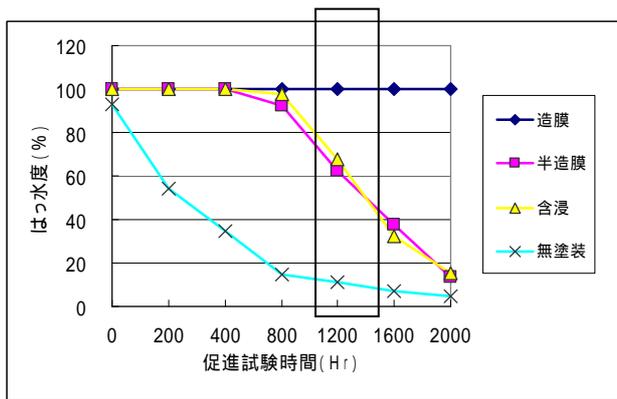


図6 促進劣化試験のはっ水性変化（高照度）

暴露試験との比較では，前回1年経過後の性状が促進試験の1600～2000時間相当と見られたが，今回の高照度では1/2程度に促進されると見られた。

3.2 暴露傾斜の違いによる比較

3.2.1 色差

図7～8は塗膜タイプ別に色差（E）の変化を示す。45°傾斜と30°傾斜の劣化の程度は，同時期の色差に明瞭な差異は見られない。個別の塗料に差が生じているものが見られた。試験用に使用する塗料は少量で，開封後直ちに使い切ることが困難であることから，塗料の保管期間による変化の影響も考慮を要する。造膜系の水性塗料は，共通して色差の変化が小さい。

3.2.2 はっ水度

図9～10に塗膜タイプ別のはっ水度変化を示す。色差同様に，同時期のはっ水度に明瞭な差異は見られないが，個別の塗料に差が生じているものが見られた。1年を経過した頃から，一部の塗料に劣化傾向が現れる。塗り替えを判断する時期の判定にとっては，この時期からの劣化が注目される。

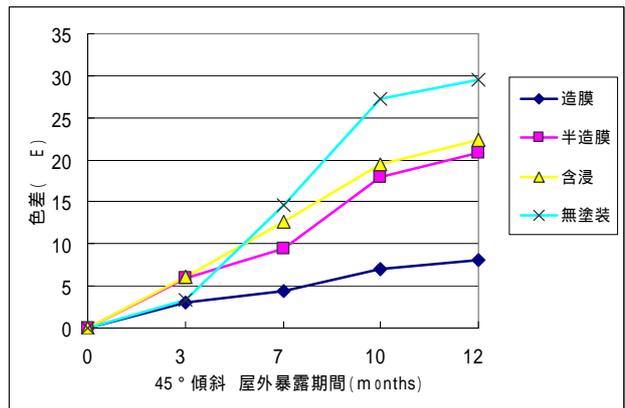


図7 屋外暴露試験による色差変化（45°傾斜）

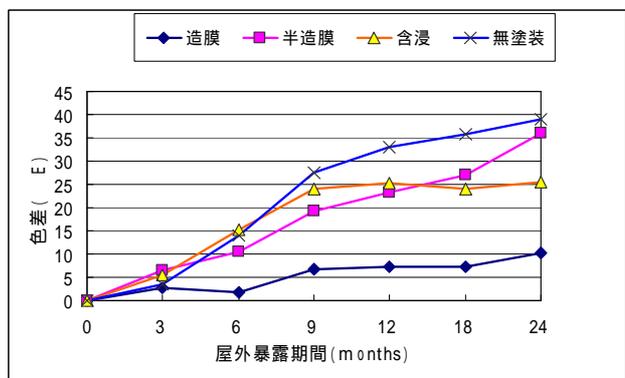


図8 屋外暴露試験による色差変化（30°傾斜）

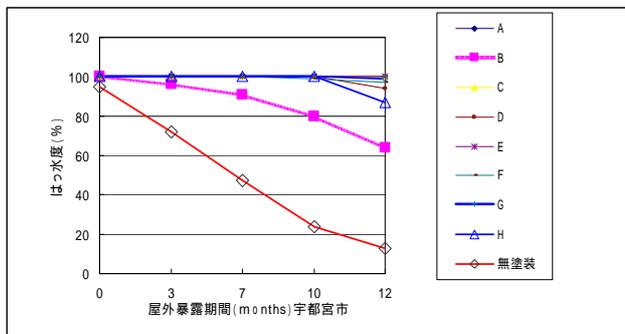


図9 はっ水度変化（45°傾斜）

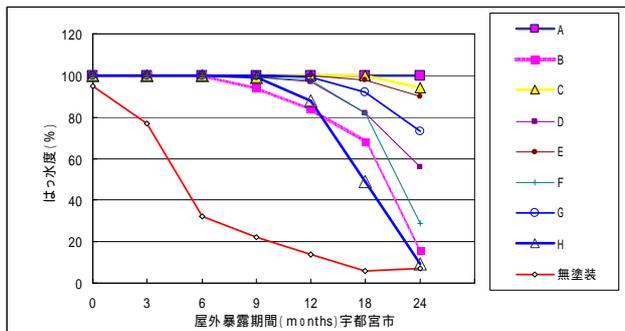


図10 はっ水度変化（30°傾斜）

4 おわりに

促進耐候性の色彩変化は、造膜系塗料で前回に比べ、時間の初期に劣化の促進が見られた。耐水性変化は、含浸、半造膜系とも800時間経過後から、はっ水性の低下が見られた。促進耐候性の高照度の促進効果は、1/2程度の促進が見られた。屋外暴露による傾斜角度による劣化の差に、大きな差異は認められなかったが、塗料によるばらつきが見られた。

参考文献

1) 木口：第1回木材高度加工技術交流会資料(木材の機能性向上のための耐久性付与技術)，栃木県産業技術センター，2005.7.28

2) 木口，鈴木，木下，川村：木材保護着色塗料の新しい塗り替え基準による耐候性評価．木材工業，Vol.52，No.12，1997

3) 屋我嗣良他編：木材科学講座12 保存・耐久性，海青社(1997)

4) 常盤，伊澤：外装用木質建材の耐久性に関する調査 栃木県産業技術センター研究報告，No.6，95-98 (2008)

5) 常盤，伊澤：外装用木質建材の耐久性に関する調査(第2報) 栃木県産業技術センター研究報告，No.7，85-88 (2008)



本研究は、日本自転車振興会から競輪収益の一部である機械工業振興資金の補助を受け設置した設備を使用して行ったものである。

益子焼の抗菌化に関する研究（第1報）

- 抗菌性金属担持無機物質の調製 -

仁平 淳史* 松本 泰治* 佐伯 和彦** 興野 雄亮**

Fabrication of the Antibacterial Mashiko Ware (1st Report)
Preparation of Inorganic Materials Containing Antibacterial Metal
Atsushi NIHEI, Taiji MATSUMOTO, Kazuhiko SAEKI and Yusuke KYOUNO

A型, X型, L型のゼオライトを用いて, 硝酸銀溶液中でのイオン交換反応により各種銀ゼオライトを調製した。調製した銀ゼオライトを酸化・還元雰囲気にて1280℃で焼成した試料において, 金属銀の存在が確認された。またXPSを用いた化学状態分析においても酸化銀の生成は確認されず, 抗菌性を有する金属銀のみの存在が確認された。

Key Words : ゼオライト, 抗菌性, 益子焼, 金属銀

1 はじめに

益子焼に使用される坏土は, 砂粒を含む粗い素地のため, 本焼成後も5%ほどの吸水率を示す。また益子焼伝統釉の一つである並白釉は焼成後に貫入が入る特徴を有するため, 貫入からの素地への吸水が起こる。吸水に伴い食品由来の汚れ等が附着しやすく, 細菌の繁殖による臭気発生の一因となることもあり, この点についての消費者からの相談も多い。

一方, 製品をより衛生的に保つために, 様々な身の周りの製品に抗菌剤が使用されている¹⁾。抗菌性を発現できる物質の一つとして金属が知られており, 中でも銀は人体への安全性が高く, 低濃度で広範囲の細菌に抗菌作用を示す²⁾ことから広く利用されている。金属の抗菌メカニズムは金属イオンが直接細菌に働きかける金属イオン溶出説と, 金属が触媒として作用し酸素や水から生成されたヒドロキシラジカル等が細菌に働きかける活性酸素説の両説が提唱されている。銀の抗菌性についてはすでに実証されていることから, 銀がイオン状態もしくは金属状態で製品中に存在できれば, 抗菌性の発現が期待できる。

益子焼業界において抗菌剤を使用した飲食器の製造・販売は見あたらない。そこで本報では益子焼への抗菌性付与技術の確立を目指し, 銀イオンを導入したゼオライト(以下, 「銀ゼオライト」)を調製し, 益子焼製造工程の下限温度である800℃以上の高温域で

加熱した際の銀ゼオライトの構造変化や銀イオンの存在状態を検討したので報告する。

2 研究の方法

2.1 各種ゼオライトのカチオン交換能の評価

銀を担持する無機物質として, A型ゼオライト(東ソー製A-4), X型ゼオライト(東ソー製F-9), L型ゼオライト(東ソー製HSZ-500)の3種を用いた。

ゼオライト中に存在するイオン交換可能なカチオン量を定量するために, A型, X型ゼオライトは塩酸を, L型ゼオライトは塩酸とふっ酸による混酸を用いて酸分解処理を行った。処理溶液中のカチオン濃度は誘導結合プラズマ発光分析装置(ICP)(島津製作所製ICPS-8000)を用いて調べた。

銀イオン交換率と担持量は次法により調べた。0.01~0.1Mの各硝酸銀溶液20mlに各種ゼオライト100mgを添加し, 25℃で24時間振とうさせ, イオン交換を行った。反応溶液を固液分離後, 溶液中の銀イオン濃度をICPにより調べた。ゼオライト中のカチオン量と銀イオンの吸着量より, 銀イオン交換率と担持量を算出した。

2.2 銀ゼオライトの結晶構造評価

調製した3種の銀ゼオライトの加熱構造変化をX線回折装置(XRD)(RIGAKU製RINT2510H)を用いて調べた。調製した3種ゼオライトを酸化・還元雰囲気において800~1280℃の所定温度で加熱し, 銀ゼオライトの結晶構造変化を調べた。酸化焼成は高速昇温電気炉(モトヤマ製SH-2035D)を用い大気中で,

*栃木県産業技術センター

**栃木県産業技術センター窯業技術支援センター

還元焼成は0.2m³ガス炉（益子窯炉製）を用いて行った。

2.3 銀ゼオライト中の銀の化学状態評価

調製した3種ゼオライト中の銀イオンの化学状態をX線光電子分光装置（XPS）（KRATOS製 AXIS ULTRA）を用いて調べた。C 1sピークを284.9eVとしてチャージ補正を行い、結合エネルギーを決定した。

2.4 銀ゼオライト中の銀含有量の評価

加熱後の銀ゼオライト中に含まれる銀含有量をエネルギー分散型蛍光X線分析装置（日本電子製 JSX-3201A）を用いて調べた。

3 結果及び考察

3.1 各種ゼオライトの銀イオン交換率と担持量

図1及び図2に3種ゼオライトの銀イオン交換率と担持量の結果を示す。A型,X型ゼオライトは反応溶液中におけるゼオライト中のカチオン数に対する銀イオン数（ $Ag^+(AgNO_3)/Cation(Zeolite)$ ）が1以上において、90%以上の銀イオン交換率を示し、銀担持量も40mass%程度となった。一方、L型ゼオライトの銀イオン交換率は20~30%程度であり、銀担持量も10mass%程度であった。A型、X型ゼオライトは銀イオンに対する選択性が高いために高イオン交換率を示したものと考えられる。一方、L型ゼオライトは骨格構造中のSi成分比が高いために疎水性を示し、かつ銀イオンに対する選択性が低いために、銀イオン交換率が低くなったものと推察する。以後の実験では $Ag^+(AgNO_3)/Cation(Zeolite)=1$ の条件で調製したゼオライトを用いて評価を行った。調製したゼオライトは光により着色しやすいため、大量の水で洗浄し乾燥させたものを使用した。A型、X型、L型ゼオライトから調製した銀ゼオライトをそれぞれAgA、AgX、AgLと表記する。

3.2 銀ゼオライトの加熱構造変化

図3~5にAgA、AgX、AgLを800~1280 の範囲で大気中にて加熱した際のXRDパターンを示す。1280 については還元雰囲気下についても加熱を行った。3種の銀ゼオライトとも加熱によりゼオライト骨格構造が崩壊し、1280 酸化・還元両雰囲気下にて金属銀のピークが確認された。酸化焼成よりも還元焼成においてシャープな金属銀のピークが確認されているが、これは使用した還元炉内容積が0.2m³と、酸化炉よりも大きいために、冷却速度が緩やかになり、金属銀の結晶成長が促進されたためと考えられる。

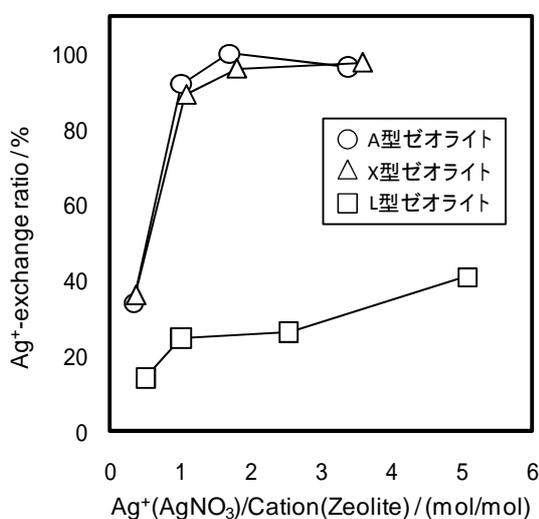


図1 各種ゼオライトの銀イオン交換率

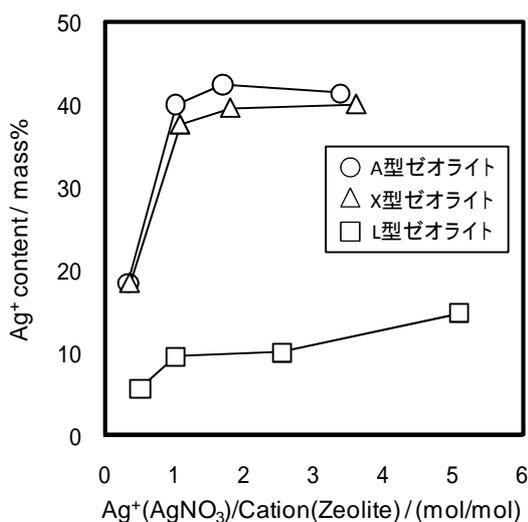


図2 各種ゼオライトの銀イオン担持量

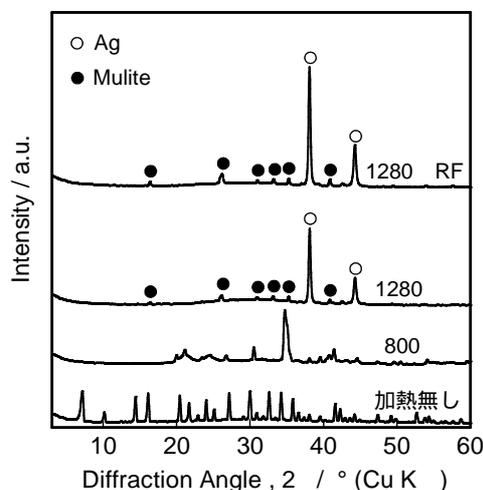


図3 AgA の加熱構造変化

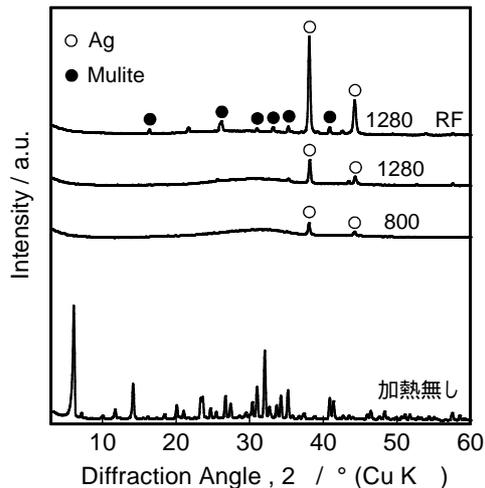


図4 AgXの加熱構造変化

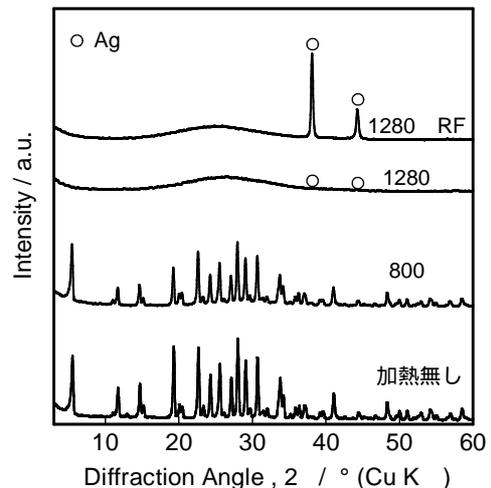


図5 AgLの加熱構造変化

3.3 銀ゼオライト中の銀の化学状態

図6にAgAのAg3d_{5/2}光電子スペクトルを示す。金属銀の結合エネルギーは374.8, 368.8eVに、酸化銀(Ag₂O)の結合エネルギーは374.2, 368.2eVにそれぞれピークを示す。AgAを焼成した結果、1280において金属銀の結合エネルギー値と同値のピークが確認され、金属銀のみの生成が確認された。また還元雰囲気においても金属銀のみのピークが確認され、酸化銀の生成は確認されなかった。AgX, AgLについても同様の結果が得られ、抗菌性を有する金属銀のみの生成が確認された。

3.4 銀ゼオライトの加熱による銀含有量の変化

図7に調製した3種銀ゼオライトと1280 酸化・還元両雰囲気下における焼成後の銀含有量を示す。各種ゼオライトとも1280 加熱により銀含有量が低下した。さらに還元雰囲気では銀の減少量が大きくなった。銀は1000 以上では溶融するため、一部がガス化し含有量が低下すると思われるが、還元雰囲気によってさらに減量する理由については調査中である。

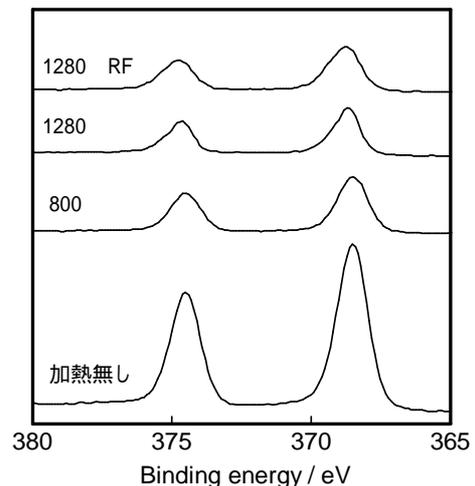


図6 AgAのAg3d_{5/2}光電子スペクトル

4 おわりに

A型, X型, L型の3種ゼオライトから銀イオンを導入した銀ゼオライトを調製し、益子焼の製造下限温度である800 以上で加熱した際の銀ゼオライトの構造変化ならびに銀イオンの化学状態を評価したところ、次の結果を得た。

1) A型, X型ゼオライトは銀イオン選択性が高く、担持量は40mass%程度であった。L型ゼオライトは疎水性と銀イオンの選択性が低いために、担持量は10mass%程度であった。

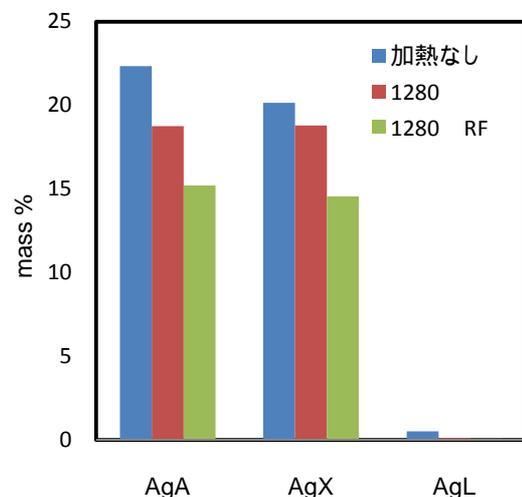


図7 銀ゼオライト中の銀含有量の加熱と雰囲気による影響

2) 3種の銀ゼオライトを1280℃酸化・還元雰囲気にて加熱したところ、金属銀の存在が確認された。

3) XPSによる分析から、1280℃酸化・還元雰囲気での加熱後の銀ゼオライトからは酸化銀の結合エネルギーピークは確認されず、金属銀のみの結合エネルギーピークが確認された。

4) 銀ゼオライトを1280℃で加熱すると銀含有量が低下し、さらに還元雰囲気にて減少量が大きくなった。

参考文献

1) (社)日本セラミックス協会：これだけは知っておきたい ファインセラミックスのすべて 第2版，日刊工業新聞社，142-143(2005)

2) 小野嘉夫・八嶋建明：ゼオライトの科学と工学，講談社サイエンティフィク，229-237(2007)

新規高活性触媒担体の開発

湯澤 修孝*

Preparation of Novel Highly-Active Catalyst

Nobutaka YUZAWA*

二酸化炭素を電気化学的に還元する触媒担体を開発するため、水酸化鉄コロイドとポリ(4-スチレンスルホン酸)アンモニウム 30mass%水溶液の混合体を調製し、その熱処理により鉄炭素複合体の合成を検討した。熱処理条件や還元剤としてのチオ尿素の添加量を変化させることにより、鉄とその酸化物の生成量が変化することが分かった。

Key Words: 二酸化炭素, 還元, 鉄, 炭素, 高分子

1 はじめに

ものづくり企業の多くは、ステンレスや鉄鋼など種々の金属材料を活用することで、独自の企業活動を展開している。こうした企業の原動力となる金属材料は、主に、複数の金属成分を溶融する鉄鋼業、ケイ素や硫黄などの除去に必要な生石灰を供給する石灰製造業に支えられている。しかし、これらの産業は、製造工程における二酸化炭素の発生を回避することが困難であり、(独)国立環境研究所 日本の温室効果ガス排出量データ(1990~2008年度速報値)によると、上位を鉄鋼業などが占めている。こうした課題に対し、吸着や膜分離などを用いた炭素隔離貯留技術が挙げられるが、二酸化炭素そのものを地中や海底に貯留するため、その許容量には限界がある。また、この二酸化炭素は消費されず貯留されるため、大気中への漏出が懸念される。このような中で、環境に配慮しつつ、活発な産業として躍進し続けるためには、安定的に二酸化炭素を別の物質に変換し、消費することが不可欠である。

二酸化炭素を電気化学的に還元する触媒として、ルテニウムなどの希少金属や、コバルト、ロジウムなどの金属錯体を用いた材料が研究されている^{1)~4)}。これらの反応では、使用する金属元素により組成や化学種は異なるが、一酸化炭素、メタノール、ギ酸などが主な生成物である。鉄を利用した触媒も存在するが、その構造は金属粒子を単体表面に担持したものである^{5),6)}。

活性種として希少金属の微粒子や金属錯体に依存する場合、その使用量を増加させると、反応性が向上する半面、価格の上昇を引き起こすため実用的でない。更に、金属粒子が担体上で密な状態では、合成反応を行うことにより、粒子どうしが凝集し易くなり、活性に有効な径を超えるため経時的な反応性の低

下を招く。これらの問題点に対し、活性種となる金属が少量でも担体自体が還元反応に寄与可能な触媒担体を開発することで解決を図る。

そこで、比較的安価な塩化鉄()と高分子を出発原料として、熱処理により鉄粒子を合成しつつ、炭素により凝集を防いだ鉄炭素複合体の合成を検討した。

2 研究の方法

2.1 試料調製

塩化鉄() (関東化学)を熱水に添加して水酸化鉄コロイドを調製した。この溶液をポリ(4-スチレンスルホン酸)アンモニウム 30mass%水溶液(シグマアルドリッチ)に加え十分に攪拌し、凍結乾燥の後、粉碎することで水酸化鉄 高分子混合体とした。鉄:高分子の重量比 1:100とした混合体を熱処理することで、鉄炭素複合体を合成した。なお、熱処理条件は、5%水素ヘリウム雰囲気下において、室温から1,000まで5 min⁻¹で昇温して1,000で1時間保持した。いくつかの試料については、1,000到達前に保持する温度及び時間を設け、これを変化させた。

2.2 評価

水酸化鉄 高分子混合体の熱分解挙動を示差熱重量分析(株式会社マックサイエンス製 TG-DTA2020S)により調べた。測定条件は、ヘリウム雰囲気下において、室温から1,000まで5 min⁻¹で昇温とした。熱処理による生成物の鉄及び炭素の結晶構造を粉末X線回折法(株式会社理学電機製 RINT2550H)により評価した。

3 結果及び考察

3.1 水酸化鉄 高分子混合体の熱分解挙動

*産業技術センター

水酸化鉄 高分子混合体の熱分解挙動を図1に示す。340 付近に大きな重量減少が生じ、同温度付近に吸熱ピークが見られるため、高分子の熱分解と考えられる。この結果を基に、熱処理における保持温度を 300 , 500 , 700 と設定した。

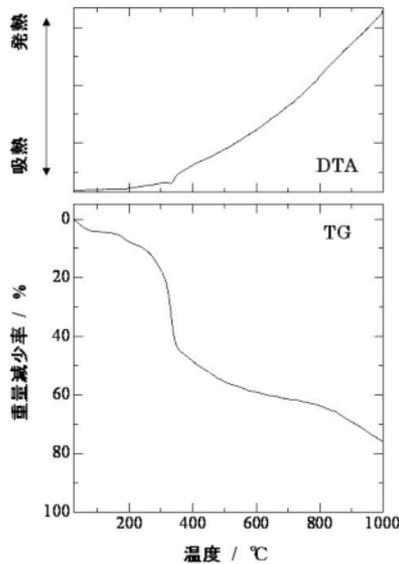


図1 水酸化鉄-高分子混合体の熱分解挙動

3.2 鉄 炭素複合体の同定

図2に熱処理条件を変化させて合成した鉄-炭素複合体のX線回折パターンを示す。1,000 到達前に保持する温度及び時間を設定していない試料(以下、保持なし)では、水酸化鉄から鉄及び酸化鉄が生成された。主なピークについて $2\theta = 44.6^\circ, 65.0^\circ, 82.3^\circ$ が鉄に帰属し、 $2\theta = 30.0^\circ, 35.6^\circ, 62.9^\circ$ が酸化鉄に帰属される。300 , 500 , 700 いずれの保持温度においても、保持時間を1時間と固定した場合は、保持なしと比較して、酸化鉄の回折強度が低下していることがわかる。

また、500 5時間保持の場合は、保持なしと同様の回折パターンとなった。このことにより、熱処理条件において1,000 到達前に保持温度を設けることは、酸化鉄の生成を抑制するが、長時間保持すると鉄の酸化が進行することが分かった。一方で、高分子については炭化したが、その構造は非晶質と考えられる。いずれの条件においても、高分子は炭化したが、水酸化鉄は一部が鉄に還元するものの、その大部分は酸化鉄として存在していた。

そこで、水酸化鉄を鉄へ十分に還元するために、熱分解により還元性の気体を生じるチオ尿素を混合体に添加して熱処理を行った。

3.3 チオ尿素添加による影響

水酸化鉄-高分子混合体の重量を1として、チオ尿素の添加量を0.5, 1, 2と変化させて混合し、500 1時間保持を設けた熱処理により合成した鉄-炭素複合体のX線回折パターンを図3に示す。

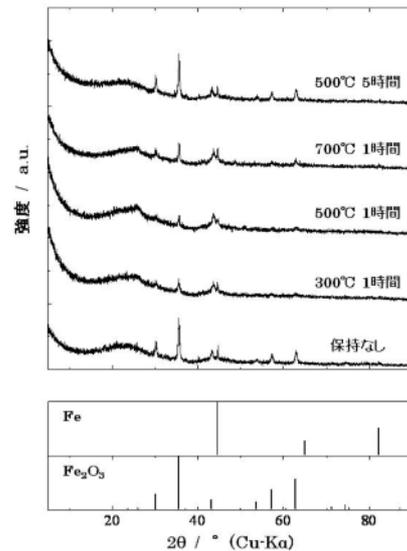


図2 熱処理条件の変化によるX線回折パターン

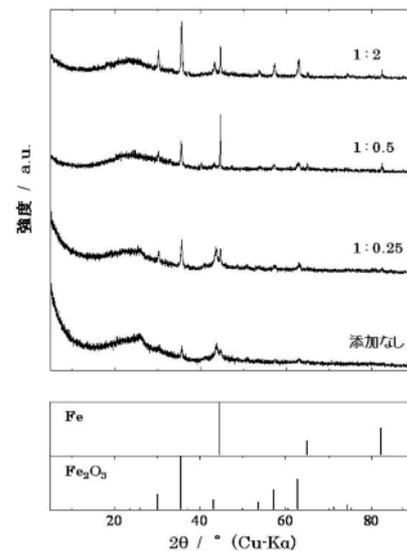


図3 チオ尿素の添加量変化によるX線回折パターン

チオ尿素の添加量が増加するにつれて、鉄の回折強度が増加し、酸化鉄の回折強度が減少していることが分かる。しかし、添加量が混合体の重量よりも過剰になると、その強度は逆となった。

ここで、チオ尿素を添加した水酸化鉄-高分子混合体の熱重量減少及びその微分曲線を図4に示す。

チオ尿素を添加した試料については、200 付近に重量減少が見られる。添加量の増加に伴い、この温度における減少量も増加していることから、主にチオ尿素の熱分解と考えられる。また、添加なしの試料に見られる340 付近における高分子の熱分解は、高温側に移動していることも分かる。このことは、チオ尿素の添加量増加が、発生する還元性の気体濃度を上昇させ、高分子の側鎖に加え、主鎖の熱分解も進行したためと考えられる。このため、水酸化鉄の還元チオ尿素が消費されにくくな

り、酸化鉄の生成量が増加したと考えられる。

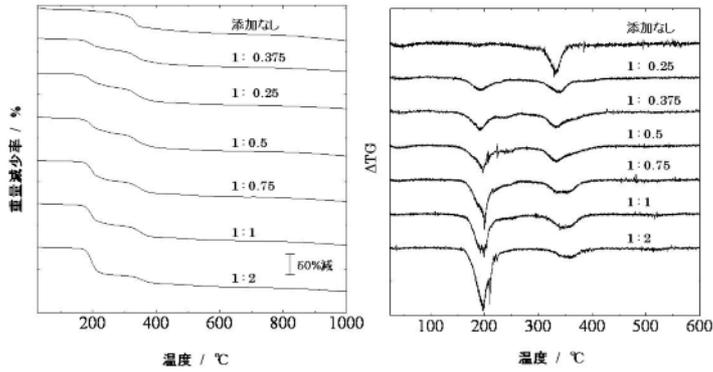


図4 チオ尿素の添加量変化における熱分解挙動

4 おわりに

水酸化鉄コロイドとポリ(4-スチレンスルホン酸)アンモニウム 30mass%水溶液から調製した水酸化鉄 高分子混合体を熱処理することにより、鉄 炭素複合体の合成を検討した。

本研究において、明らかとなった主な知見は次のとおりである。

1) 5%水素 ヘリウム雰囲気下での熱処理

水酸化鉄は一部が鉄に還元したものの、その大部分は酸化鉄

として存在し、高分子は非晶質な炭素として合成された。

2) チオ尿素添加による熱処理

チオ尿素の添加量増加に伴い、酸化物より鉄の生成量が増加するが、過剰になると逆転した。水酸化鉄の還元でチオ尿素は効果的だが、酸化物を完全に除去するには至らなかった。

参考文献

- 1) G.Arai, T.Harashina and I.Yasumori: Chem.Soc.Jpn., (1989),1215-1218
- 2) C.Caix, S.Chardon-Noblat and A.Deronzier: J.Electroanal.Chem., 434,(1997),163-170
- 3) T.V.Magdesieva, T.Yamamoto, D.A.Tryk and A.Fujishima: J.Electrochem.Soc, 149(2002),89-95
- 4) H.Aga, A.Aramata and Y.Hisada: J.Elctroanal.Chem.,437,(1997),111-118
- 5) T.Yamamoto, D.A.Tryk, K.Hashimoto and A.Fujishima: J.Electrochem.Soc., 147,(2000),3393-3400
- 6) T.Yamamoto, K.Hirota, D.A.Tryk, K.Hashimoto, A.Fujishima and M.Okawa: Chem.Soc.Jpn., (1998),825-826

黄銅ネジの時期割れに対する低温熱処理の影響の検討

石川信幸* 赤羽輝夫*

Effect of Low-Temperature Heat Treatment on Season Cracking of Brass Screw
Nobuyuki ISHIKAWA and Teruo AKABA

亜鉛の含有率が15~20%以上である黄銅に冷間加工を行うと残留応力が発生する。これを保持した状態で大気中に放置すると割れが発生することがある。これは、時期割れと呼ばれ、引張残留応力と環境の弱い腐食作用によって発生する応力腐食割れの一種である¹⁾。時期割れの対策としては、一般に応力を除去することが有効とされているが¹⁾、ネジの締結時に発生する引張の応力が起因となる時期割れに関する報告例がない。

本研究では、黄銅ネジに締結前の焼鈍及び締結後の低温熱処理を行い、この時の熱処理条件と時期割れの関係を検討した結果、黄銅ネジの時期割れを改善することが可能な熱処理方法を導くことができた。

Key words: 黄銅ネジ, 時期割れ, 熱処理,

1 はじめに

黄銅は導電性に優れることから変圧器の端子固定ネジ等に利用されている。しかし、黄銅は応力が保持されると時期割れを起こす欠点がある。例えば、常に締付け力を受けるネジの場合には、時期割れによる破断の可能性がある。

一般に時期割れの対策としては、焼鈍(銅と亜鉛の割合が6:4の黄銅では225~250で熱処理を行う)による応力除去が有効である。²⁾また、時期割れを起こしにくい材料への置換えも有効と考えられる。しかし、ネジの緩み発生及び製造コスト増加の懸念のため焼鈍ができない場合や製品に黄銅の性質が必要なため材料の置換えができない場合がある。

しかし、熱処理条件を適切にコントロールすることにより、製品における黄銅ネジの時期割れを改善できる可能性がある。

本研究では、市販の黄銅ネジを対象として、締結前の焼鈍及び締結後の低温熱処理を行い、この時の熱処理条件と時期割れの関係を検討し、黄銅ネジの時期割れが改善可能な熱処理方法について検討する。

2 研究の方法

2.1 試料

試料は、市販のニッケルめっきの黄銅ネジ(呼び:M3)と、被締結部材には、フェノール樹脂(板厚:5mm)を用いた。

2.2 実験手順

実験は、図1に示すように、試料に対して締結前の焼鈍

と締結後の低温熱処理を組合せて、4パターンの比較を行った。

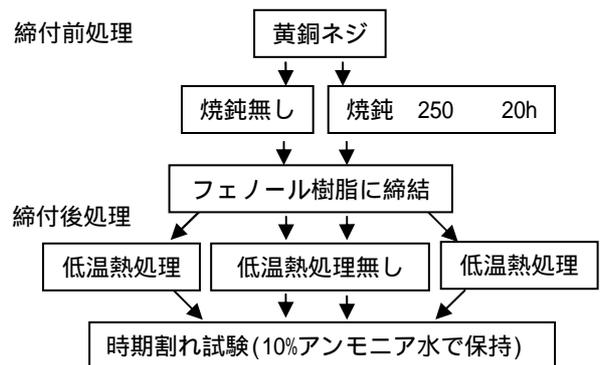


図1 実験手順

2.3 検討項目とネジの締結条件

ネジの締結には、フェノール樹脂にダイヤル型トルクドライバ(東日製作所 FTD200CN-S)を用いた。

締付けトルクは、検討する項目毎に表1に示す条件とした。

表1 検討項目と締付けトルク

検討項目	締付けトルク (cN・m)
焼鈍と時期割れ	60, 90
低温熱処理と ネジ緩みトルク	60
低温熱処理と時期割れ	60, 90

2.4 焼鈍方法

銅ネジの締結前の焼鈍は、定温乾燥機(東洋製作所 FS-620)を用いて250で20h行った。

2.5 低温熱処理方法

締結後の低温熱処理は、定温乾燥機を用いて50, 0.5h

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

保持及び50℃、1.0h保持の4条件で行った。低温熱処理の条件を表2に示す。

表2 低温熱処理条件

	温度(℃)	保持時間(h)
1	50	0.5
2	50	1.0
3	100	0.5
4	100	1.0

2.6 時期割れ評価方法

実際の時期割れは、現象が発生するまでに長い時間を要することから、割れを促進させる加速度試験で評価することとした。図2のように、デシケータ内で10%のアンモニア水50mlの環境を作り、締結した試料を入れた状態で保持し、ネジが破断に至るまでの時間を測定した。

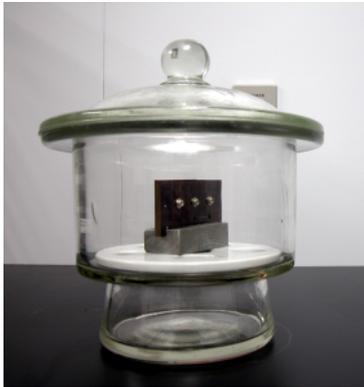


図2 時期割れ試験

2.7 断面金属組織観察方法及び硬さ試験方法

未使用のネジと焼鈍後のネジ頭部の軸方向断面金属組織観察は、研磨後、塩酸-塩化第二鉄水溶液で腐食し、金属顕微鏡(オリンパス GX71)で行った。

硬さ試験は、ピッカース硬さ試験機(フューチュアテック FM-ARS10K)を用いて試験力0.9807N、ピッチ0.2mmで、ネジ頭部から軸方向に中心部の硬さ分布を測定した。(図3参照)

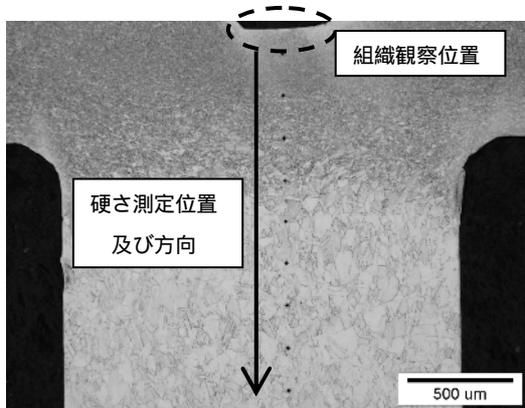


図3 金属組織及び硬さ測定位置

2.8 緩みトルク測定

緩みトルクを測定には、表1の条件で締結後、表2の条

件で低温熱処理を行い。再度ダイヤル型トルクドライバを用いて測定を行った。

3 結果及び考察

3.1 焼鈍と時期割れの関係

図4に市販品の試料(焼鈍も含めて熱処理無し、以下熱処理無し)、締結前に250℃で20h焼鈍した、ネジの時期割れ試験による破断までの平均時間を示す。また、図5に焼鈍後に締結し、50℃で0.5h及び1.0h低温熱処理した、ネジの時期割れ試験による破断までの平均時間を示す。

焼鈍を行ったネジは、熱処理無しに比べ平均の破断時間が短くなる傾向を示した。残留応力の除去効果は、ネジの時期割れの改善に繋がらない結果となった。また、焼鈍後に締結し低温熱処理を行ったネジは、焼鈍のみのネジと同様の傾向を示した。

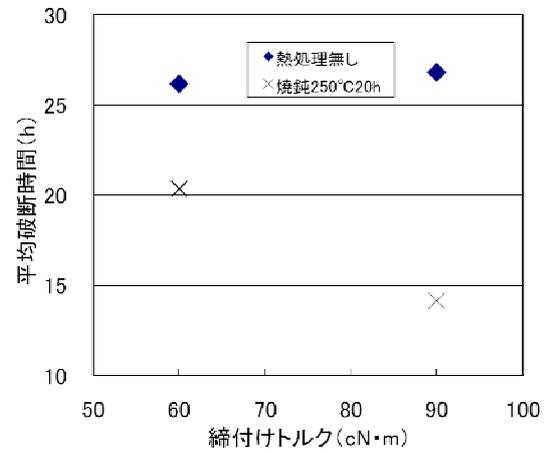


図4 締結前の焼鈍と時期割れの関係

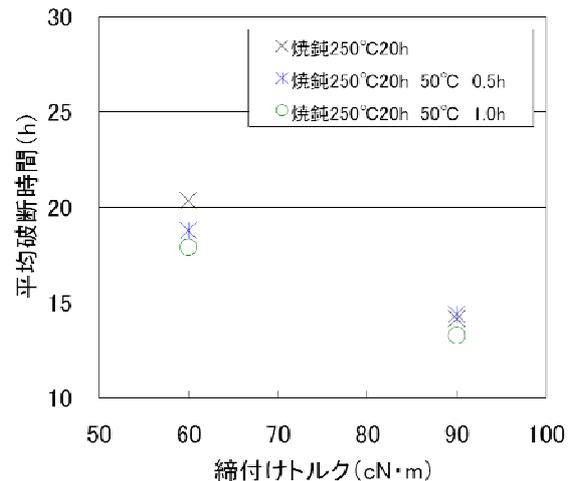


図5 締結前の焼鈍と低温熱処理と時期割れの関係

図6、図7に熱処理無しのネジ及び250℃で20h焼鈍したネジの金属組織写真(軸方向に二分割した断面の頭部付近)を示す。

熱処理無しのネジの金属組織は、冷間加工の影響により組織が繊維状に変化している。焼鈍後の金属組織は、一部に等

軸の結晶粒が確認できる。この理由は、焼鈍により再結晶が起こったためと考えられる。

図8にネジのピッカース硬さの分布(軸方向に二分割した断面の頭部から軸方向に向かって0.2mmピッチ)を示す。

熱処理無しのネジの頭部は、塑性変形に伴う加工硬化のため硬さが増加し、軸部に向かうに従い低下する傾向が確認できた。一方、焼鈍したネジの頭部は硬さが低下し、頭部と軸部の境界近傍で硬い部分が残存していることが分かった。この原因は、今回の焼鈍条件では全体が再結晶するまでに至らなかったと考えられる。

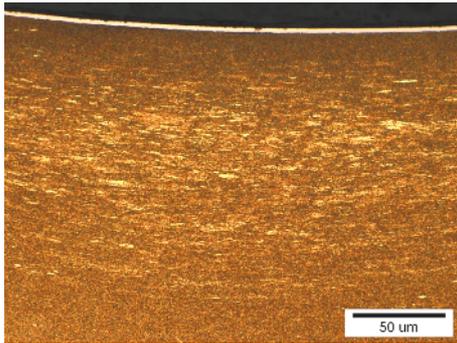


図6 熱処理無しのネジの金属組織

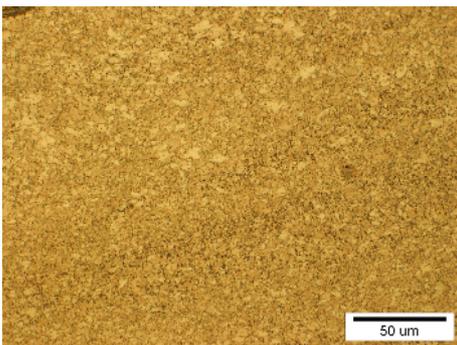


図7 焼鈍(250 20h)ネジの金属組織

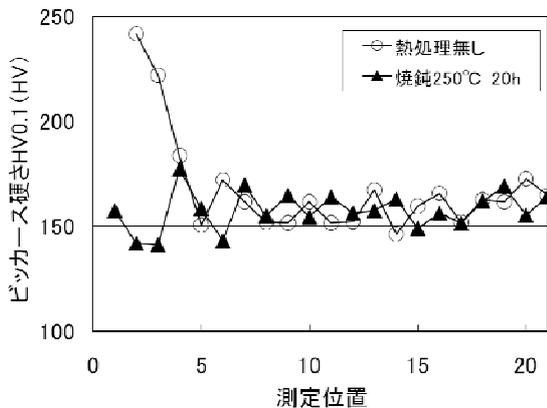


図8 硬さ分布の測定結果

3.2 低温熱処理とネジ緩みトルクの関係

加熱に伴うネジの緩みを検証するため、締結後の低温熱処理による緩みの発生状況をネジの緩みトルクで評価することとした。熱処理条件の違いによる、締付けトルクと

緩みトルクの関係を図9に示す。

緩みトルクは、熱処理温度の増加に伴い低下する傾向があり、次いで保持時間の増加に伴い低下することが分かった。50 で0.5hの熱処理条件は、熱処理無しの条件とほぼ同等の緩みトルクを示し、この低温熱処理条件であれば締結が維持できることが分かった。

3.3 低温熱処理と時期割れの関係

熱処理無し及び締結後に低温熱処理を行ったネジの時期割れ試験結果を図10に示す。

締付けトルク60cN・mで締結後に、50 で0.5h及び1.0hの低温熱処理を行ったネジは、破断までの時間が長い傾向を示した。しかし、締付けトルク90cN・mで締結後に、50 で0.5h及び1.0h低温熱処理を行ったネジは、熱処理無しの条件と同等であった。これらのことから、締付けトルク60cN・mで締結後に、50 で0.5hから1.0h程度の低温熱処理を行うことが時期割れの改善対策に有効であると考えられる。しかし、50 で1.0hの熱処理条件については、3.2の結果からネジに緩みが発生する条件のため実用性は低いと考えられる。

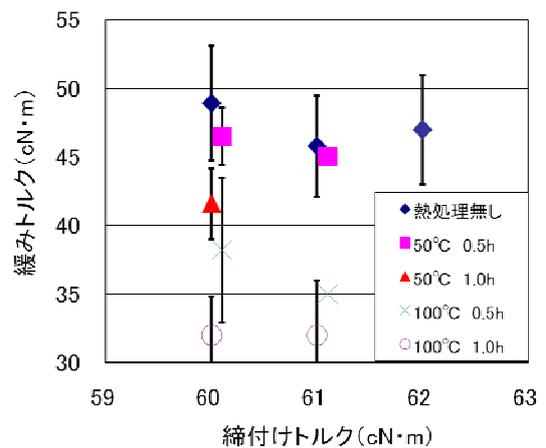


図9 締付けトルクと緩みトルクの関係

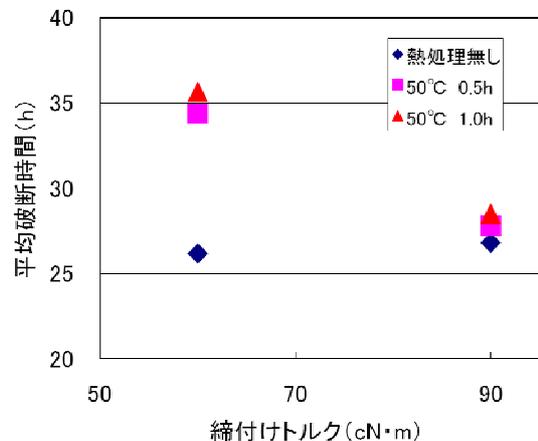


図10 締付けトルクと平均破断時間の関係

4 おわりに

市販の黄銅ネジに対してフェノール樹脂に締結前の焼鈍及び締結後の低温熱処理効果を検証した結果、以下の知見が得られた。

- (1)黄銅の時期割れ対策に有効とされる焼鈍（250℃，20h）を黄銅ネジの締結前に適用した結果，時期割れ改善に対する有効性が確認できなかった。
- (2)黄銅ネジの締結後に低温熱処理（50℃，0.5h）した場合と熱処理無しの場合とでは，ネジの緩みトルク

が同等であったことから，熱処理による緩み防止に適する条件であることが確認できた。

（3）黄銅ネジの締結後に低温熱処理（50℃，0.5h）した場合は，熱処理無しに比べ破断時間が改善できることが分かった。

参考文献

- 1) 丸善，改訂5版 金属便覧，p624(1993)
- 2) 内田老鶴圃新社，非鉄金属および合金，p44-55(1979)

県内産漬物の抗酸化性等機能性評価

筒井 達也*

伊藤 和子*

Antioxidative Property of Pickles in Tochigi

Tatsuya TSUTSUI and Kazuko ITO

ORAC 法により生姜原料および加工品の抗酸化能を評価した。生姜原料の方が加工品よりも高い抗酸化能を示し、製造工程において抗酸化能に寄与する成分が損失している可能性が示唆された。また総ポリフェノール量や生姜の主要な辛み成分である 6-Gingerol についても定量し、抗酸化能との相関性を調べた。

Key Words : 生姜, 漬物, 抗酸化性, ORAC 法

1 はじめに

体内に取り込まれた酸素の一部は活性酸素種となり、生体成分(脂質・タンパク質・核酸など)を損傷し生活習慣病の発病や老化の促進をもたらすと考えられている。抗酸化性とは、そうした活性酸素種による酸化を抑制する働きで、生体にはスーパーオキシド・ディスムターゼ(SOD)やカタラーゼといった活性酸素種を除去するメカニズムが備わっている。しかし現代では大気汚染や紫外線などの環境要因や喫煙等の生活習慣、精神的ストレスなどにより生体内でのバランスが崩れ活性酸素種が十分に消去されていない状況にある。また、加齢によっても、消去能が減少するとされている。そのため生体に備わったメカニズムに加え、食事由来の抗酸化活性成分の摂取が健康維持に重要と考えられるようになり、抗酸化物質は第7番目の栄養素として積極的な摂取が奨励されている。

一方、抗酸化性の評価方法は、多種多様な測定方法が用いられてきたため、相互比較が困難な状況であった。しかし、近年、アメリカで開発されたORAC(Oxygen Radical Absorbance Capacity)法は、生体内での評価に適合し、水溶性・脂溶性どちらの試料も測定できる等の長所を持つため、アメリカにおける抗酸化性測定法の標準的な手法となっており、日本国内でも、標準法とするための検討が始まっている。

県内には漬物を生産する会社が多数あり、県内産生姜漬物は全国1位のシェアを誇る。しかし近年生姜漬物の消費量は減少しており、新たな消費拡大のために更なる高付加価値化が求められている。生姜には抗炎症作用や鎮痛作用などの機能性に加え、上記で述べた抗酸化性も高いという報告があるが生姜漬物については分かっていない。

以上のことから、本研究では、ORAC法を用いて県内産生姜漬物の抗酸化性評価を行い、製品の抗酸化性を高めるための製造工程改善につなげる基礎データを取り、より市場価値を高め、県内漬物業界の振興を図ることを目的とする。

2 研究の方法

2.1 ORAC法による抗酸化性評価

測定に用いた2種類の生姜原料は㈱シオダ食品より提供を受けた竹生姜、大生姜を用いた(図1)。なお大生姜については、姜頭、第一子、第二子、第三子と部位別に評価を行った。加工品については、県内メーカーの市販品7種類(紅生姜2種、ガリ3種、スティック2種)を測定試料とした。

抗酸化性の評価には、沖らの方法⁽¹⁾を用いた。生姜原料及び加工品は、凍結乾燥後ミキサーを用いて粉碎した。試料の抽出は、既報⁽¹⁾を参考にして行った。すなわち、凍結乾燥粉末0.1gとヘキサン:ジクロロメタン(1:1)を混合し遠心分離をかけ、上清は溶媒を蒸発・乾固後アセトンを加えて脂溶性抗酸化能(L-ORAC)測定試料に、沈殿物は一晚ドラフト内に置き溶媒を飛ばした後、メタノール:水:酢酸(90:9.5:0.5、以下MWAとする)による抽出を行い、遠心分離をかけ上清を水溶性抗酸化能(H-ORAC)測定試料とした。



竹生姜(茨城県産) 大生姜(長崎県産)

図1 生姜原料(竹生姜, 大生姜)

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

2.2 総ポリフェノール量

測定試料の調整は、まず凍結乾燥試料 0.1g にエタノール 15ml を加え、10 分間超音波抽出にかけた。遠心分離して得た上清をフィルターを過して、フォーリン-チオカルト法⁽²⁾により総ポリフェノールを測定し、没食子酸相当量として求めた。

2.3 6-Gingerol 量

前処理・調製方法については、まず原料及び加工品 0.1g にメタノール 15ml を添加し 10 分間超音波抽出を行った。遠心分離後上清をフィルターを過し、高速液体クロマトグラフ (HPLC) により測定した。HPLC 条件は飯島ら⁽³⁾の方法を参考にし、カラム:Crestpak C18T-5 4.6×250mm (日本分光製)、移動相:(A)水:ギ酸=99.9:0.1,(B)アセトニトリル:ギ酸=99.9:0.1,A 液 70% 10%(20分),10%(10分),10% 70%(5分:初期条件へ),70%(25分:初期条件安定化)グラジェント,流速:0.5ml/min,カラム温度:35℃,注入量:10µl,検出器:フォトダイオードアレイ検出器,検出波長:280nm とした。

3 結果及び考察

3.1 ORAC 法による抗酸化性評価

ORAC 法を用いて評価した生姜原料および加工品の抗酸化能結果を図 2, 図 3 に示す。

測定結果より生姜の抗酸化能への寄与としては、脂溶性成分の方が水溶性成分よりも高いことが分かった。また生姜原料の抗酸化能は加工品の抗酸化能よりも高いことから、抗酸化能は漬物製造工程において低くなることが示唆された。また加工品の種類によっても抗酸化能に違いが見られることが分かった。

3.2 総ポリフェノール量

続いて生姜原料および加工品の総ポリフェノール量測定結果を図 4, 図 5 に、抗酸化能との関係を図 6 に示す。

生姜原料の方が加工品よりも全体的に総ポリフェノール量が高かった。加工品の種類によってもポリフェノール量に違いが見られ、紅生姜はガリやスティックよりも高い傾向が見られた。また生姜原料および加工品についても、ポリフェノール含量と抗酸化能との間に相関性が見られた。このことからポリフェノールは抗酸化能に寄与する成分であることが推察された。

3.3 6-Gingerol 量

続いて生姜原料および加工品に含まれる 6-Gingerol 量の測定結果を図 7, 図 8 に、抗酸化能

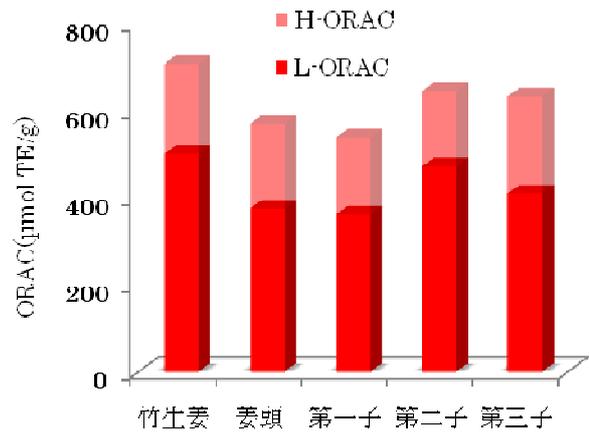


図 2 生姜原料の抗酸化能

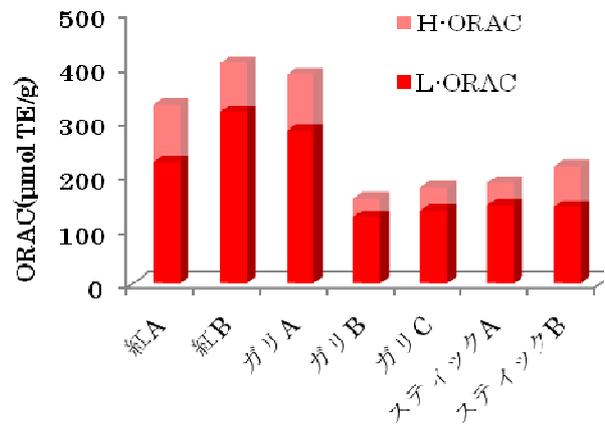


図 3 加工品の抗酸化能

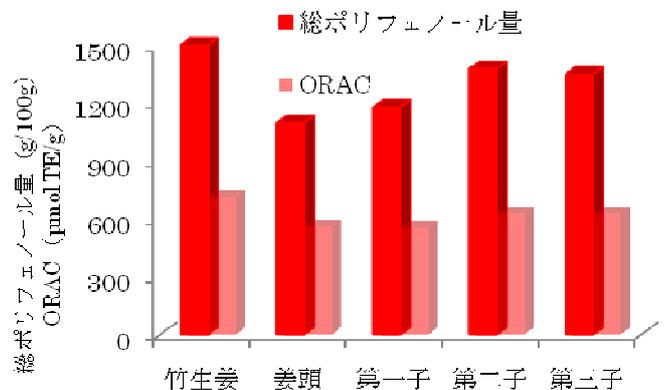


図 4 生姜原料の総ポリフェノール量と ORAC 値

との関係を図 9 に示す。

生姜の主要な辛み成分である 6-Gingerol 量は、生姜原料の方が加工品よりも高かった。このことから製造工程において損失していくことが考えられた。また生姜原料および加工品において 6-Gingerol 含量と抗酸化能との間に相関性が見られたことから、6-Gingerol も抗酸化能に寄与する成分であることが推察された。

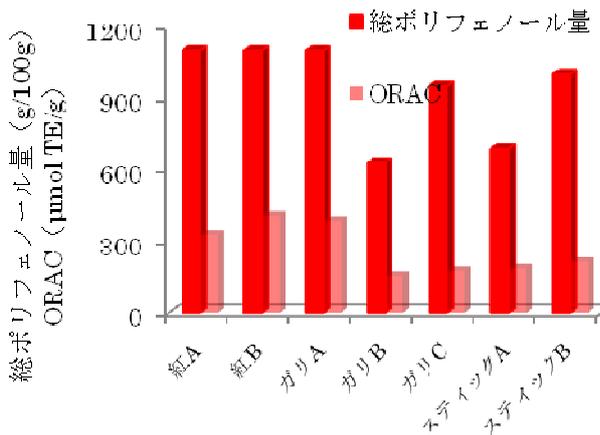


図5 加工品の総ポリフェノール量と ORAC 値

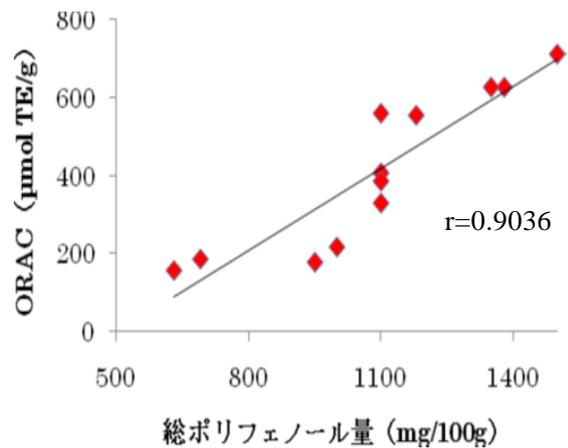


図6 原料および加工品の総ポリフェノール量と ORAC 値との関係

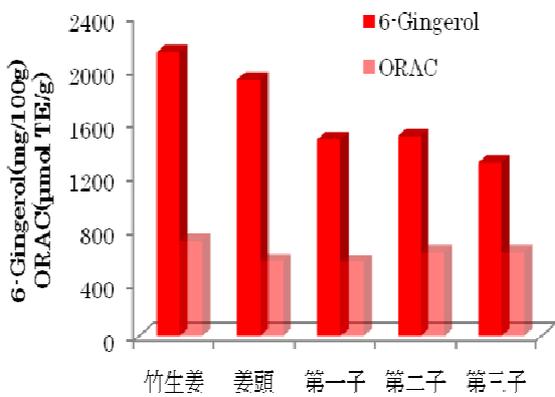


図7 原料の 6-gingerol 量と ORAC 値

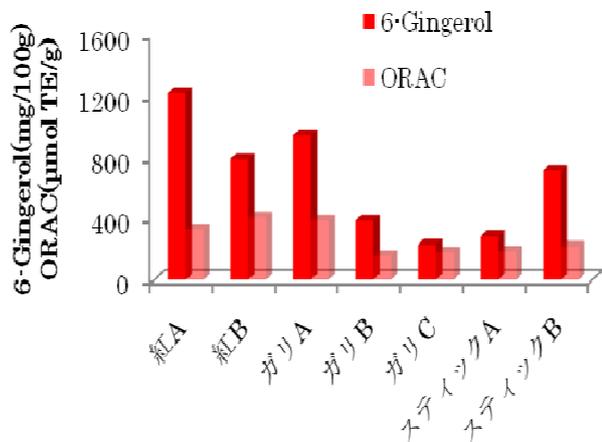


図8 加工品の 6-Gingerol 量と ORAC 値

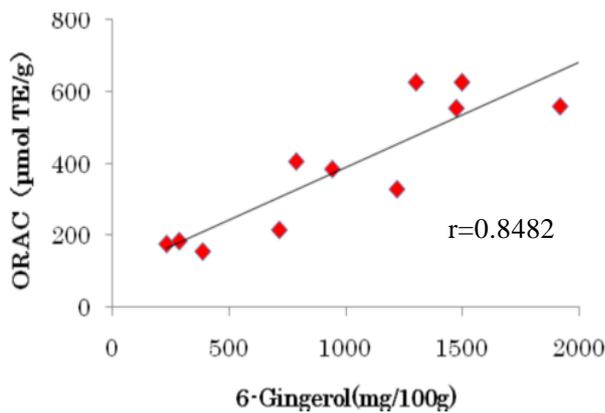


図9 原料および加工品の 6-Gingerol 量と ORAC 値との関係

4 おわりに

本研究により生姜原料および加工品における抗酸化能を測ることができた。生姜原料は加工品よりも抗酸化能が高く、製造工程において抗酸化物質が損失していることが示唆された。

また抗酸化能は総ポリフェノール量や 6-Gingerol といった機能性成分量と相関を示したことから、それらは生姜の抗酸化能に寄与する主要な抗酸化性成分であることが推察された。

参考文献

- 1) 食品機能性評価支援センター 技術普及資料等検討委員会編：“食品機能性評価マニュアル集 第 集”，(社)日本食品科学工学会，79-86，(2008)
- 2) 食品機能性評価支援センター 技術普及資料等検討委員会編：“食品機能性評価マニュアル集 第 集”，(社)日本食品科学工学会，1-7，(2009)
- 3) 食品機能性の科学：食品機能性の科学 編集委員会，1086-1088，(2008)

新規酒造好適米の開発に関する研究（第3報）

佐々木 隆浩* 岡本 竹己*

Development of New Sake Rice of Tochigi(3rd Report)

Takahiro SASAKI, Takemi OKAMOTO

農業試験場で育成試験中のT酒30, 31について製麹試験, 小規模発酵試験, 官能評価を行い品種間の酒米適性を確認した。その結果製麹試験ではT酒30, 31はひとごちと比べ手触りや味のりが良好であった。小規模発酵試験や官能試験でも良好な結果でありひとごちと同等以上であることが示唆された。

Key Words : 新規酒造好適米, 精米試験, 製麹試験, 醸造試験

1 はじめに

近年地産地消の流れから県産米を用いた酒造りが増加しており, 栃木県オリジナル酒造好適米に対する酒造企業の期待も年々高まっている。その中, 新酒造好適米「とちぎ酒14」が栃木県の産地品種銘柄に指定され, 県内各地で栽培されるようになった。しかしとちぎ酒14は主に高精白が求められない純米酒や本醸造酒, レギュラー酒にも使用されるような手頃な酒米として育種・選抜されたため, 県内の大吟醸酒の原料米は主に県外産品種に依存している。そこで本研究では酒造メーカーが待ち望んでいる高精白が可能な新規酒造好適米の開発を目的に, 一昨年精米試験により選抜した¹⁾T酒30, 31において製麹試験, 小規模発酵試験, 官能評価を行ったので報告する。

2 研究の方法

2.1 製麹試験

製麹試験は当センターの麹室で箱麹法により行った。原料米は精米歩合50%のT酒30, 31を使用し対照としてひとごちを用いた。種麹はヒグチの「吟醸用ひかみ」を用い白米100kg当たり50g相当を使用した。吸水率は30%を目標とし盛りは30~31, 仲仕事は35~36, 仕舞仕事は38~39, 最高温度は42~44とし最高温度を10時間以上保持後出麹した。麹の品質評価は堀江らの方法²⁾により行った。

2.2 小規模発酵試験

製麹試験により製造した麹を用いて総米5kgの小規模発酵試験を行った。仕込み配合を表1に示す。仕込みは酵母省略の酵母仕込みに準じ, 添仕込みの汲み水に酵母T-S(10号系)をスラントから一白金耳で麹工

キス(Brix10)に接種し20で3日間静置培養したものを約10⁶/mlとなるように加え, 醸造用乳酸を汲み水100Lあたり110ml加えた。添仕込みを13, 踊りを14~15, 仲仕込みを9, 留仕込みを6とし踊りは2日間とした。留仕込み後室温を1日1ずつ上昇させ12一定とし, 日本酒度±0を目安に遠心分離により上槽した。一般成分は国税庁所定分析法³⁾グルコース濃度はグルコースCテストワコー(和光純薬), 香気成分はヘッドスペースガスクロマトグラフ法により分析を行った。

表1 仕込み配合

	添	仲	留	計
総米(g)	1060	1600	2340	5000
掛米(g)	780	1300	1920	4000
麹米(g)	280	300	420	1000
汲水(ml)	1500	1800	3700	7000

2.3 官能評価

第45回栃木県清酒鑑評会県産米純米酒の部にて官能評価を行った。審査員は関東信越国税局鑑定官や県内の酒造技術者など10名で行った。評価は5点法で行い優:1, 劣:5とした。

3 結果及び考察

3.1 製麹試験

図1に製麹試験により得た麹の品質評価結果を示す。T酒30, 31は対照米のひとごちと比べ総合力価や消化性, 糖化性, グルコース比がほぼ同等であったが, アミノ酸度がひとごちと比べ低いことが示唆された。

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

また、製麹試験の感想としてT酒30、31は麹のさばけや味乗りに関して良好に感じられ、これまでの品種中（T酒22、25、26、28、29）⁴⁾では最も優れていることを確認した。

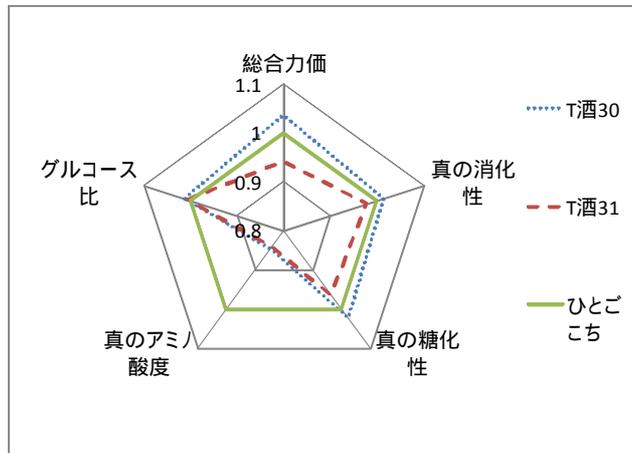


図1 麹の品質評価

3.2 小規模発酵試験

一般成分と香気成分の分析結果を表2に示す。T酒31はもろみ後半でややもたついたため酸度、アミノ酸度が高くなってしまったが、全体的に順調な発酵経過であった。香気成分はT-S特有の酢酸イソアミル主体のさわやかな軽い吟醸香が感じられた。特にひとごちと比較して大きな欠点は認められなかった。

表2 一般成分および香気成分

	T酒30	T酒31	ひとごち
酸度 (ml)	1.7	1.9	1.8
アミノ酸度 (ml)	1.2	1.5	1.4
日本酒度	+1.0	-0.7	+1.7
アルコール分 (%)	17.7	17.0	17.2
グルコース濃度 (g/100ml)	1.8	2.0	1.8
もろみ日数(日)	22	25	20
酢酸イソアミル (ppm)	2.9	2.7	3.2
カプロン酸エチル (ppm)	1.7	1.2	1.4

3.3 官能評価

官能評価の結果を表3に示す。T酒30、31に関してハリやまとまるとの意見が見られひとごち同様しっかりとした酒質であった。また、審査員10名の平均点はT酒30、31、ひとごちはそれぞれ2.0、2.4、2.4

とひとごちと同等以上の評価であった。

表3

T酒30	T酒31	ひとごち
甘味, 巾, まとまる, エステル	エステル, オシ, ハリ, 酸味	エステル, キレ, オシ

4 おわりに

農業試験場で育成試験中のT酒30、31について製麹試験、小規模発酵試験、官能評価を行い品種間の酒米適性を確認した。製麹試験ではT酒30、31はひとごちと比べ手触りや味のりが良好であり、小規模発酵試験や官能試験でも良好な結果でありひとごちと同等以上であることが示唆された。来年度以降は県農業試験場と協力して研究を進めていく予定である。なお次候補米T酒32、33、34については来年度玄米で30kg以上の収穫が見込めることから製麹試験を行う予定である。

参考文献

- 1) 佐々木ら:平成21年度栃木県産業技術センター研究報告, 7, 89-90(2010)
- 2) 堀江ら:日本醸造学会誌 87, 1, 57-61(1992)
- 3) 注解編集委員会編: “第四回改正国税庁所定分析法注解” 財団法人 日本醸造協会(1993)
- 4) 佐々木ら:平成20年度栃木県産業技術センター研究報告, 6, 99-100(2009)

蓄光蛍光顔料を用いた繊維製品の加工技術の開発(第2報)

吉葉 光雄* 長 英昭* 佐瀬 文彦*

Development of textile processing technology using phosphorescent-fluorescent pigments (2nd Report)
Mitsuo YOSHIBA, Hideaki CHOU and Fumihiko SASE

蓄光蛍光顔料のポリエステル系へのコーティングを行い、装置の改良やコーティング条件の改善を行った結果、蓄光系のコーティング速度や蓄光強度、摩擦堅ろう度の向上が実現した。また、実機を想定した系の作製、蓄光系を用いた生地を試作を行った。

Key Words: 蓄光蛍光顔料, ポリエステル系, コーティング, 加工技術

1 はじめに

国内の産地間競争や海外からの輸入攻勢などで厳しい環境にある繊維関連業界では、生き残りを図る手段として、新技術の開発や製品の高付加価値化が求められる。

そこで本研究では、高付加価値化の手段の一つとして、蓄光蛍光顔料の系素材へのコーティング加工について検討を行った。昨年度はコーティング条件や堅ろう度、蓄光性能の確認等を行い、基礎的な知見を得た。今年度は、昨年度の内容を基に、装置の改良による処理速度向上、コーティング液の処方改良とベーキング処理による堅ろう度改善、蓄光性能の簡易な評価方法の検討、長時間連続での蓄光系作製を行い、最終的に蓄光を活かした生地サンプルを作成した。

2 研究の方法

2.1 使用材料

使用した材料を表1に示す。蓄光蛍光顔料は従来製品と比較して残光時間が長く、化学的安定性に優れていることから耐久性が期待される。また、パイ

表1 使用材料

ポリエステル系	東レ シルック 150d/2
バインダー等	クロスミンバインダー #2000 " #4000 架橋剤, 堅ろう増進剤
蓄光蛍光顔料	根元特殊化学(株)製 N夜光® LumiNova® G-300M, BGL-300FSS, 同 GLL-300FSS

ンダーは主に捺染プリント等に用いられるものを使用している。なお、コーティング液作製手順は前年度同様次の手順で行った。

- 1 水+バインダー(重量で1:1)で5分攪拌
- 2 蓄光蛍光顔料(重量で10%)を添加
5分攪拌
- 3 超音波で10分処理(ガラス棒で攪拌継続)

2.2 コーティング装置の改良

コーティング装置を図1に示す。糸は写真右側から供給され、コーティング槽で液に浸漬した後、ヒーターを内蔵した縦型の乾燥ボックス内を上下に往復しながら通過し、左側の巻取り機部分に巻き取られる。昨年度からの変更点として、コーティング槽は糸道を滑車構造とし、糸に係る負荷を抑制した。糸道部分を取り外し可能として洗浄しやすい構造とした。内部は前年同様スターラーでコーティング液を攪拌し、顔料の沈降を抑えている。浸漬後余剰に

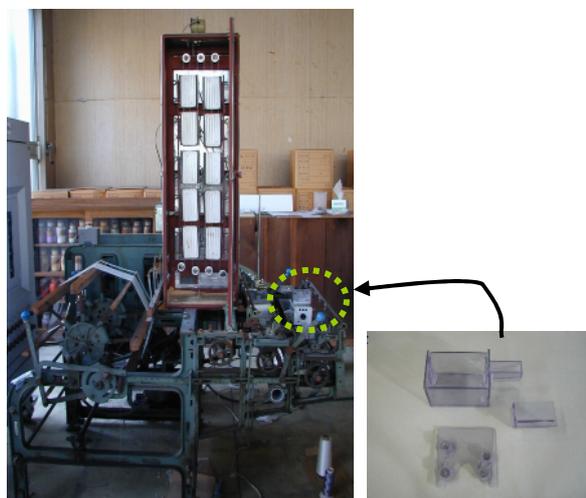


図1 コーティング装置とコーティング槽

* 栃木県産業技術センター繊維技術支援センター

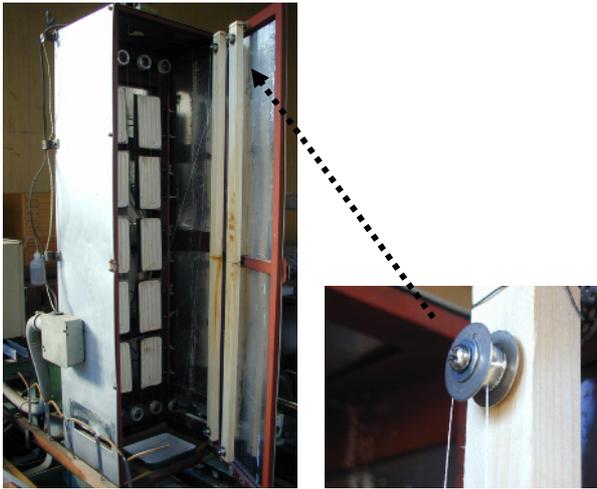


図2 乾燥装置の糸経路延長部分

付着したコーティング液はスポンジで除去回収される。処理速度が速い条件ではコーティング液の一部が乾燥部分内部に飛散する場合があります、その場合は後段にさらにスポンジを追加して余剰な液を除去した。乾燥部分は扉部分に回転ローラーを追加することで、糸の経路を約3m伸ばし約8mとなり、乾燥時間の確保を図った。処理速度60m/minでは滞留時間8秒に相当する。

2.3 蓄光評価スケールの作製

蓄光蛍光強度を測定する方法として、照度計を用いる方法が通常考えられる。ところが、蛍光灯ランプ等で試料を照射後消灯して測定する場合、初期は照度の減衰が大きく、また暗箱等を使用する必要があり簡便性に劣る。そこで、蓄光蛍光顔料濃度を5段階とした蓄光評価スケールを試作した(図3)。蓄光蛍光糸と一緒に観察をすることで、コーティングの状態を簡単に評価することができる。

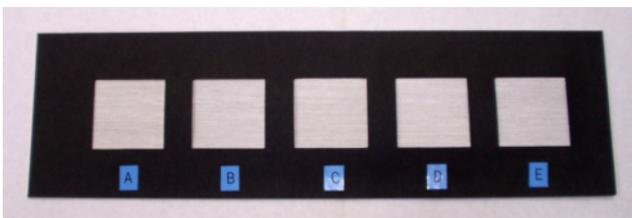
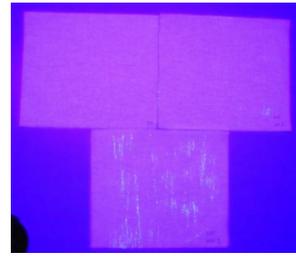


図3：コーティング見本スケール

3 結果及び考察

3.1 装置改良の効果

コーティング糸の乾燥状態を調べるため、前年度同様に、処理直後の糸にキムワイブを押し当て、ブラックライトで観察を行った(図4)。乾燥設定温度105℃、処理速度が60m/minでも付着はほとんど見られなかったことから、余剰液除去および乾燥距



バインダーの乾燥が十分でないと、下の様に未乾燥のバインダーがワイブに付着する

図4 コーティング状態確認例

離の延長により、この処理条件でも概ね乾燥状態に至っていることが確認された。

3.2 バインダーのグレードとコーティング状態

蓄光蛍光糸の残光強度改善と、摩擦堅ろう度の向上を目的として、異なるグレードのバインダーを使用してコーティングを行った。コーティング前後の糸重量の変化を測定した(図5)。バインダーに#4000を用いた系では、#2000に比較して数倍の量が付着しており、より蓄光蛍光顔料のコーティングに適しているものと考えられる。また架橋剤、堅ろう増進剤を添加した系では、添加しない場合と比較してコーティング量が減少する結果となった。

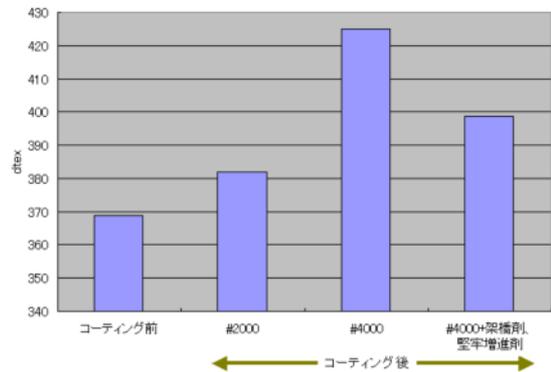


図5 コーティング前後の糸重量変化 (dtex 換算)

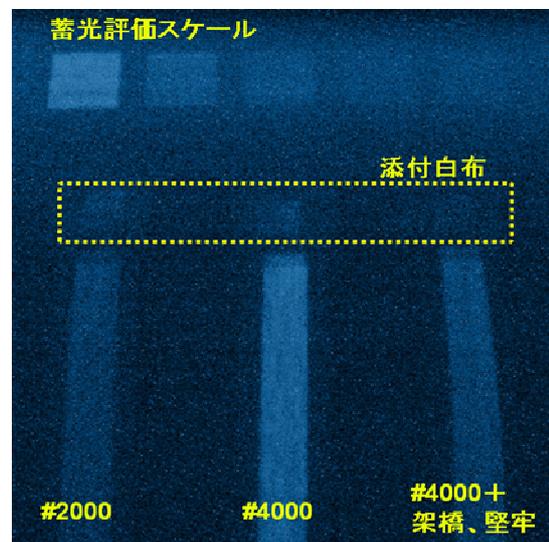


図6 摩擦堅ろう度試験結果

また、JIS L 0849 に準じて摩擦堅ろう度試験を行い、その結果をブラックライトで確認した(図6)。なお評価の指標として2.3で作製した蓄光蛍光スケールを参照した。#4000での蓄光蛍光強度は他と比較しても大きく、またコーティング重量との相関も確認できた。また摩擦による添付白布への汚染については、コーティング付着量を勘案すると良好であり、大きな摩擦が加わらなければ実用に耐えるレベルと考えられる。

3.3 ベーキング処理とその効果

3.2で蓄光蛍光のコーティング量が良好であった#4000コーティング糸について、摩擦堅ろう度の向上を目的として、140℃、5分間でベーキング処理を行った。処理前後の試料について摩擦堅ろう度試験を行い、ブラックライト下で観察した結果を図7に示す。ベーキング処理により、添付白布へ付着する蓄光蛍光顔料の減少が確認され、摩擦堅ろう度の向上に対して効果が見られた。

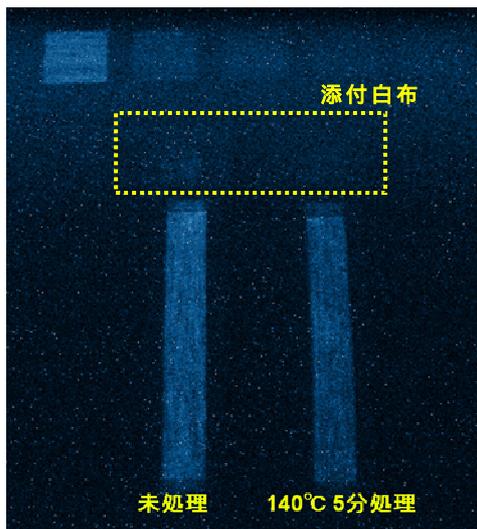


図7 ベーキング前後の摩擦堅ろう度試験結果

3.4 実機を想定した連続運転

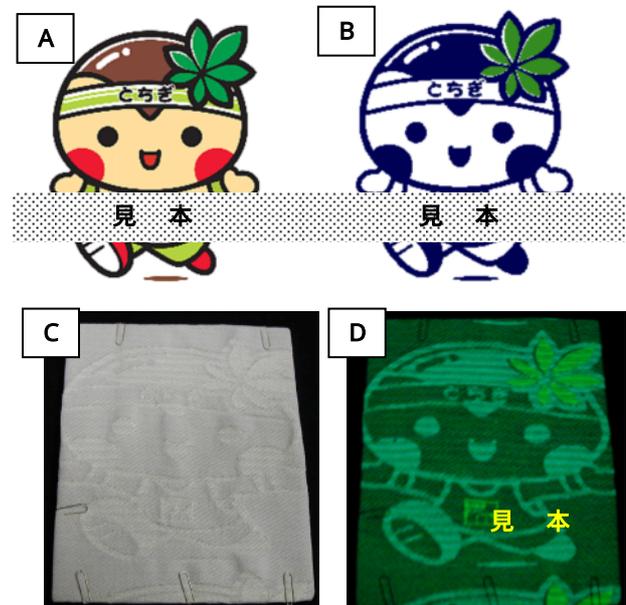
実際の生産を想定して、処理温度 105℃、処理速度 60m/min の条件で 45 分間の連続運転を行った。この時の処理長さは約 2700m に相当する。乾燥機内部の滑車にバインダー、蓄光蛍光顔料の付着は見られたものの、その他は支障なく蓄光蛍光糸の作製を行った。なお、生地を試作に備え青色系、緑色系の2色の糸を作製した。コーティング液処方については同じとし、蓄光蛍光顔料について、青色系はN夜光®LumiNova® BGL-300FSS、緑色系は同 GLL-300FSSを使用した。

3.5 生地を試作

コーティングした糸を実際に生地に応用できるか確認するため、生地を試作を行った。まずFAK(編み立て性試験機)を用いて生地サンプルを試作し、製編が支障なく行えることを確認した(図8)後、シングル丸編機(福原精機製作所製SEC-24Y)を用いて生地を試作を行った。試作にあたっては、蓄光蛍光の特性を活かしたユニークな柄を用いた(図9)。ブラックライト照射後暗所で確認し、想定した柄の発現が確認できた。



図8 作製した糸とFAKサンプル(右上)



A:元の図案 B:青,緑,白に色分け
C:作製した生地(蛍光灯下で撮影)
D:ブラックライト照射し,消灯の約10秒後

図9 蓄光糸を用いて試作した生地

4 まとめ

蓄光蛍光顔料のポリエステル糸へのコーティング

及び生地を作成を行い、以下の知見を得た。

1) コーティング装置の改良により、乾燥状態が改善し、処理速度UPが実現した。装置をスケールアップすることにより、処理速度が向上できる可能性は高いと思われる。

2) よりコーティングに適したバインダーの検討によって、蓄光系の顔料付着量が増加し、暗所での視認性が向上した。またベーキング処理を追加することで、摩擦堅ろう度の改善効果が得られた。

3) 蓄光顔料の濃度を変えたコーティング液で蓄光系を作成し、蓄光系性能評価に適した簡易スケールを作製した。

4) コーティング装置の連続運転を行い、特に問題なく蓄光系が作製できることを確認した

5) 蓄光系を用いて、ユニークな柄の生地サンプルを作製し、生地への応用が可能なことを確認した。

参考文献

- 1) 日本技術士会：“浸染・捺染”コロナ社
- 2) 日本規格協会：“JISハンドブック 繊維”，(2009)

天然素材の付与加工技術の開発

長 英昭*

Development of Addition Processing Technique by Natural Materials Hideaki CHOU

絹の精練工程で生糸から除去される未利用天然素材のセリシンを抽出して、セリシンパウダーを精製した。これをポリカルボン酸の一種であるブタンテトラカルボン酸及びホスフィン酸の水溶液に添加し、その処理液をスプレー法により綿ブロード生地に付与した。熱プレス加工により樹脂架橋反応を行ったところ、紫外線の若干の吸収と高い生地の形態安定性を認めた。さらに、常圧スチーミングと熱プレスを併用したところ、反応染料による染色が可能であった。

Key Words : セリシン, ポリカルボン酸, 綿, 形態安定性, 染色

1 はじめに

カイコが吐き出した繭から取り出される生糸は、2本のフィブロインを芯に20～30%のにかわ質のセリシンで被覆、接着されている動物性のタンパク質繊維である¹⁾。

絹本来の柔らかな風合いや光沢などの特長を發揮させるために、通常は精練(練り)工程で生糸のセリシンは取り除かれている¹⁾。

近年では未利用天然素材であるセリシンの機能性(UVカット等)が注目され、化粧品等の添加物(セリシンパウダー)としても利用されてきている。

当センターにおいてもセリシンを生地に付与することで、風合いの変化や染色加工との複合的な効果を発現させるために、新しい繊維加工方法について検討した。

2 研究の方法

処理加工工程は、以下のとおりである。

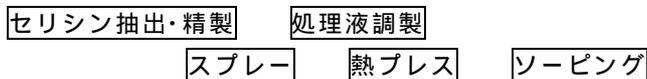


図1 処理加工工程のフローチャート

2.1 セリシンの抽出・精製について

栃木県産の生糸である「ネットロウシルク」²⁾から高压精練¹⁾や凍結乾燥、微粉碎などの分離精製処理を順次行い、セリシンパウダーを入手した。

高压精練は回転ポット染色試験機(株)テクサム技研ミニカラーを用い、120℃、1時間、浴比1:20の条件でセリシンを熱水(蒸留水)に抽出した。また、凍結乾燥は東京理化学器械(株)FDU-830・ドライチャンバーを、微粉碎には高速回転式カッター 協立理工(株)SK-M2000をそれぞれ用いた。

2.2 処理液の調製について

セリシンを含む処理液は、ブタンテトラカルボン酸BTCA 6wt%、ホスフィン酸ナトリウム 3.6wt%を混合した水溶液を用いた³⁾。BTCAはポリカルボン酸の一種であり、人体に有害なホルムアルデヒドの発生の恐れのない樹脂架橋剤である。ホスフィン酸ナトリウムは架橋剤の触媒である。

2.3 綿布への付与加工について

綿布として(株)色染社の綿ブロード生地(シルケット加工、重さ123g/m²)を用い、処理液の付与加工にはインクジェット捺染用の前処理剤スプレー装置(株)島精機製作所SSC0912を使用した。処理液はセリシンのゲル化、沈殿の影響を抑えるため、加温、攪拌しながら噴霧した。その後、処理布は平板の上で、室温で予備乾燥させた。

ここで原布を未処理布とし、セリシンを含まない処理液を噴霧した生地をBTCA処理布、セリシンを含む処理液を噴霧した生地をその濃度(wt%)によってBTCA・セリシン1%処理布、BTCA・セリシン5%処理布とした。

2.4 架橋剤のベーキング及びソーピングについて

架橋反応のベーキング処理として、多目的コーティングマシン(株)古木製作所EDISON-88の熱プレス機能(油圧平板加圧式)を用いて、二つ折りした生地を薄い紙(38g/m²)に挟み、加熱温度150～170℃、加熱時間120秒間、圧力17.4kPa(0.178kgf/cm²)で熱処理した。図2に熱プレスの概略図を示した。

最後に、余分な薬剤を除去するために非イオン界面活性剤 北広ケミカル(株)スコアロール400を2g/l、80℃、10分間の条件でソーピング処理を行った。処理布は平板の上で、自然乾燥させた。

なお、未処理についてはコントロールとして、熱プ

* 栃木県産業技術センター繊維技術支援センター

レス(170)及びソーピングを実施した。

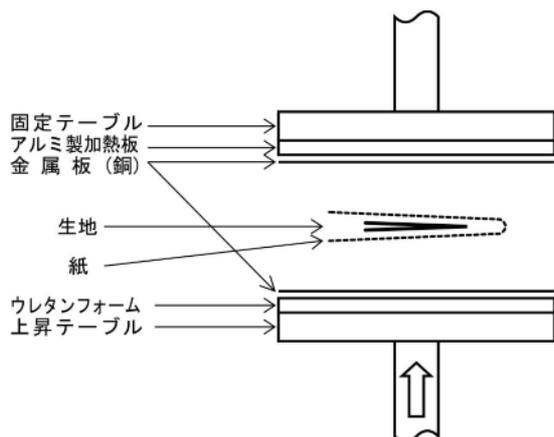


図2 熱プレスの概略図

2.5 処理布の表面観察及び機器分析について

処理布の表面状態を走査型電子顕微鏡(SEM) 日本電子(株) JSM-5310LV で観察し、化学的な情報をフーリエ変換赤外分光光度計 (FT-IR) (株)堀場製作所 FT-210W を用いて測定した。また、測色値として、分光反射率、白色度 $W_L^{(4)}$ 、黄色度 $G^{(4)}$ などを紫外可視光近赤外分光光度計(自記分光光度計) 日本分光(株) V-670DS に150mm 積分球を装着して求めた。光源は D_{65} 、視野は 10° とした。

2.6 処理布の風合い及び形態安定性について

処理布の剛軟性⁵⁾を測定し、防しわ性⁶⁾やプリーツ性⁷⁾を「平滑性外觀見本」及び「折り目外觀見本」などのレプリカを用いて等級評価した。

2.7 処理布の染色性について

BTCA・セリシン 5%処理布に対して、反応染料 日本化薬(株) Sumifix Supra Blue BRF を用いた染色を実施した。

3 結果及び考察

3.1 処理布の表面観察及び機器分析について

未処理布及び BTCA・セリシン 5%処理布の SEM 画像を図3, 4に示した。このときの熱プレス温度は170 であった。

未処理布に対して BTCA・セリシン 5%処理布の表面は固形物の付着が認められた。固形物は BTCA 処理布では認められなかった。

FT-IR による各処理布の赤外吸収スペクトルを、セリシンのデータと共に図5に示した。これによると、BTCA 処理布及び BTCA・セリシン 5%処理布のポリカルボン酸の架橋反応によるカルボキシルカルボニル吸収帯が 1728cm^{-1} 付近に認められた⁸⁾。BTCA・セリシン 5%処理布ではセリシンの吸収帯も加算されているように見られる。

SEM 画像及び赤外吸収スペクトルから、セリシンは綿とポリカルボン酸との架橋反応により生地表面に樹脂コーティングされた状態にあると思われる。

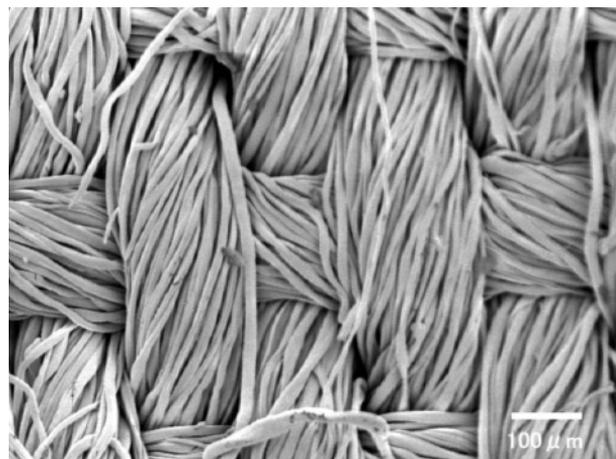


図3 未処理布及の SEM 画像

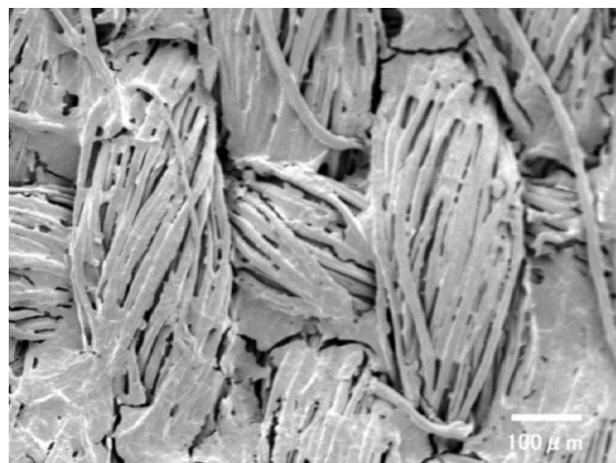


図4 BTCA・セリシン 5%処理布の SEM 画像

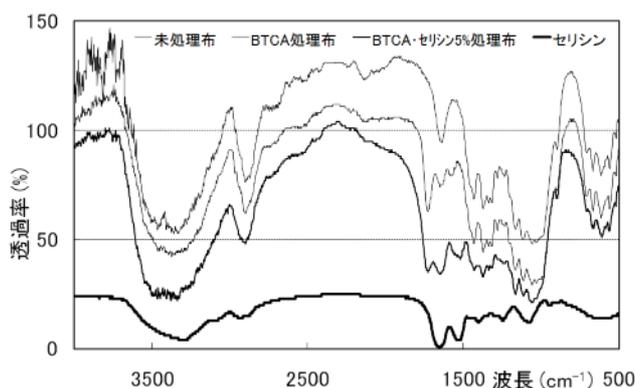


図5 処理布の赤外吸収スペクトル

BTCA・セリシン 1%処理布に対して熱プレス温度を150、170及び190とした分光反射率のグラフを未処理布と併せて図6に示した。また、白色度 W_L と黄色度 G を、三刺激値 $X_{10}Y_{10}Z_{10}^{(9)}$ や $L^*a^*b^{(10)}$ の値と共に表1に示した。380~780nmの範囲が可視光領域の波長であり、BTCA・セリシン 1%処理布では温度が上昇するにつれて短波長側が低下しているのが認められた。白色度 W_L の低下及び黄色度 G の上昇が見られた。未処理

布では 170 に加熱したが ,120 秒間では黄変は見られなかった。

処理布の違いによる分光反射率を図 7 に、白色度 W_L と黄色度 G を表 2 に示した。未処理布より処理布の方が、セリシンを含んだ処理布の方が、セリシンの濃度が高い方がそれぞれ分光反射率の低下傾向が見られ、白色度 W_L の低下及び黄色度 G の上昇が見られた。また、BTCA・セリシン 5%処理布では 275nm 付近の紫外領域で分光反射率 5%程度の低下が認められた。これはセリシンの UV カット性能によると思われる。

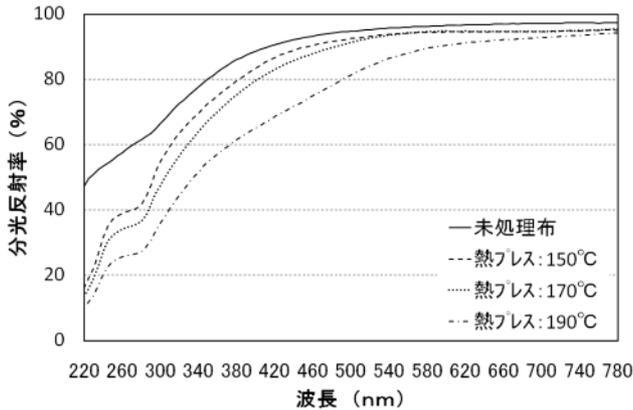


図 6 熱プレス温度による処理布の分光反射率

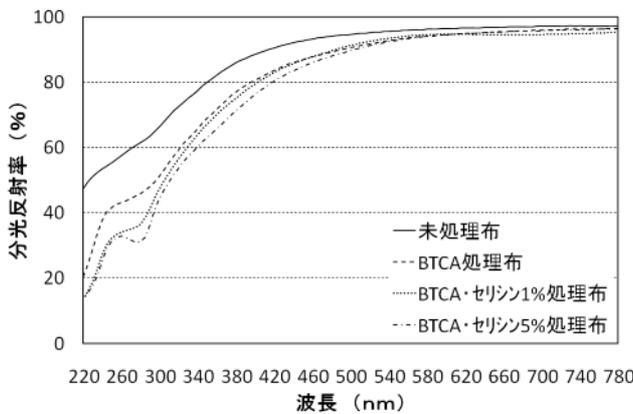


図 7 処理布の違いによる分光反射率

3.2 処理布の風合い及び形態安定性について

処理布の違いによる形態安定性を、厚さと併せて表 3 に示した。処理布の厚さを図 8 に、剛軟性を図 9 に、防しわ性及びプリーツ性を図 10 にそれぞれ示した。

厚さは未処理布が 0.36mm なのに対して、BTCA で樹脂加工した処理布は熱プレスによる加圧の影響もあり、0.29~0.27mm と薄くなっていた。一方、剛軟性の値は 26mm から 29, 33, 37mm と徐々に大きくなっており、生地 hardness が増していた。

防しわ性とプリーツ性では未処理布は 2 級であり、薬剤の付与がないので効果が認められなかった。それ以外の処理布では大きく異なっており、セリシンを加えても 4~5 級という高い形態安定性を示した。

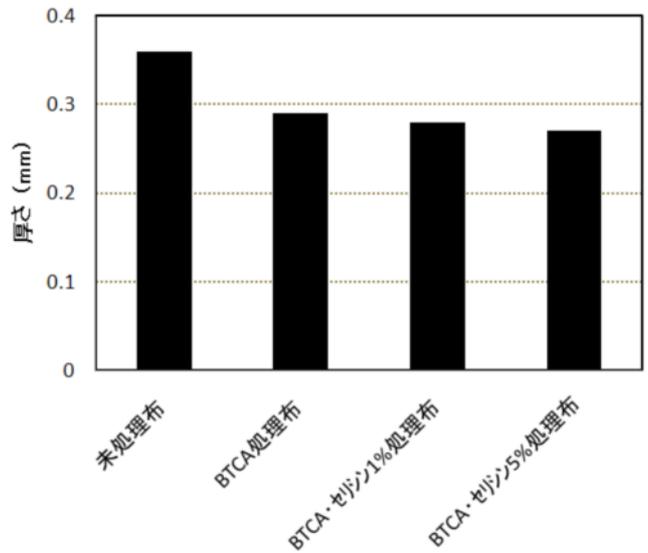


図 8 処理布の厚さ

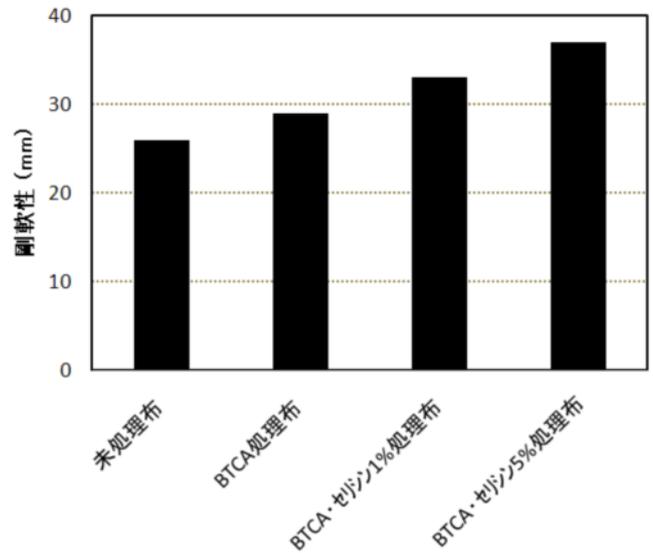


図 9 処理布の剛軟性

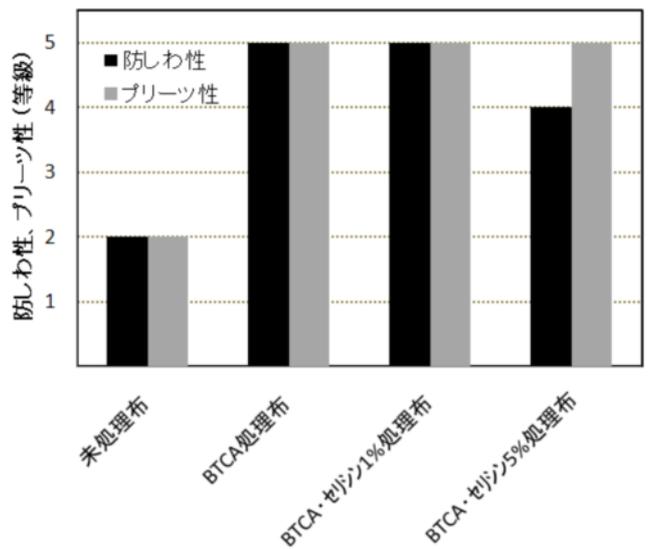


図 10 処理布の防しわ性及びプリーツ性

3.3 処理布の染色性について

BTCA・セリシン 5%処理布に対して、反応染料及び芒硝(硫酸ナトリウム)、炭酸ナトリウムを用いた通常の染色(浸染)を行ったが、防染効果により染色ができなかった。これは、BTCAの架橋反応により綿との染色反応が阻害されたものと思われる。

そこで、処理液に反応染料を添加し、熱プレスの前段に常圧スチーミングを15分間実施する工程を加えたところ、染色が可能となった¹¹⁾。

4 おわりに

綿生地にセリシンとポリカルボン酸を配合した処理液をスプレー法により付与し、その性能や染色性について検討を行った。

・処理布の表面観察や分光反射率・白色度・黄色度の測定、形態安定性などの性能評価を行い、知見を得ることができた。

・処理液に反応染料を添加し、熱処理を2段階で行うことにより、染色が可能となった。

参考文献

- 1) 加藤弘, 絹繊維の加工技術とその応用, 繊維研究社(1987)
- 2) 臼井博之, ネットロウシルクの加工法と特性, 栃木県農業試験場研究成果集, No.20, P.49(2001)

- 3) 長英昭, 山ノ井翼, ポリカルボン酸を用いた繊維加工技術の開発, 栃木県産業技術センター研究報告, No.4, P.125(2007)
- 4) JIS L 0803 染色堅ろう度試験用添付白布
- 5) JIS L 1096 織物及び編物の生地試験法, 剛軟性 A 法(45°カンチレバー法)
- 6) 「平滑性外観見本」 AATCC Test Method No.124
- 7) JIS L 1060 織物及び編物のプリーツ性試験法, C 法(外観判定法), 「折り目外観見本」 AATCC Test Method 88 C
- 8) Charles Q. Yang and Gagan D. Bakshi, Quantitative analysis of the nonformaldehyde durable press finish on cotton fabric: Acid-base titration and infrared spectroscopy, Textile Research Journal, Vol.66, No.6, P.377(1996)
- 9) JIS Z 8701 色の表示方法 - XYZ 表色系及び X₁₀Y₁₀Z₁₀ 表色系
- 10) JIS Z 8729 色の表示方法 - L*a*b* 表色系及び L*u*v* 表色系
- 11) Yang, Y., S. Li and N. Stewert, One-step inkjet printing and durable press finishing, AATCC review, Vol.3, No.3, P.29(2003)

表1 熱プレス温度の違いによる測色値 (D₆₅-10°)

熱プレス温度	X ₁₀	Y ₁₀	Z ₁₀	L*	a*	b*	白色度 W _L	黄色度 G
未処理布	90.61	95.65	99.47	98.29	-0.14	2.06	91.7	3.8
150	88.49	93.6	96.17	97.47	-0.46	2.82	87.6	4.9
170	88.08	93.26	93.23	97.33	-0.63	4.57	81.7	8.0
190	81.94	86.34	79.09	94.46	0.15	9.8	65.5	18.2

表2 処理布の違いによる測色値 (D₆₅-10°)

処理布	X ₁₀	Y ₁₀	Z ₁₀	L*	a*	b*	白色度 W _L	黄色度 G
未処理布	90.61	95.65	99.47	98.29	-0.14	2.06	91.7	3.8
BTCA 処理布	87.97	92.8	93.36	97.15	-0.02	4.16	84.6	7.7
BTCA・セリシン 1% 処理布	88.08	93.26	93.23	97.33	-0.63	4.57	81.7	8.0
BTCA・セリシン 5% 処理布	87.47	92.39	91.05	96.98	-0.23	5.46	79.9	9.9

表3 処理布の違いによる形態安定性

処理布	厚さ(mm)	剛軟性(mm)	防しわ性(等級)	プリーツ性(等級)
未処理布	0.36	26	2	2
BTCA 処理布	0.29	29	5	5
BTCA・セリシン 1% 処理布	0.28	33	5	5
BTCA・セリシン 5% 処理布	0.27	37	4	5

テキスタイルにおける花粉リリース効果因子の検討

田中 武*

Study of pollen release in the textile

Takeshi TANAKA

繊維素材の表面特性値が花粉の付着性とどのように関わっているか検討した。花粉は疑似花粉として用いられることが多い石松子を使用した。石松子は常緑シダ植物ヒカゲノカズラの胞子である。また、表面特性値は風合い試験機（KES-FB4）を用い、測定した。

その結果、天然繊維においては平均摩擦係数MIU及び表面粗さの平均偏差SMDと花粉の付着量には相関関係が見られた。

key words : 疑似花粉, 生地表面摩擦, 付着性

1 はじめに

花粉症は今や国民病とまでいわれている。予防法としては、花粉のばく露を防ぐ方法(マスクやメガネの着用)と薬物による予防法がある。今回は繊維素材に付いた花粉の着脱性について繊維素材の表面特性及びテキスタイル構造から検討した。また、花粉の付着性やリリース性などに関する試験方法はJIS規格などに統一されたものがなく、新しい評価方法と基準が必要であると思われるが、現状では2～3の機関が独自の規格をもうけているか、あるいは企業独自に評価基準を設けて評価しているものと考えられる。

2 研究の方法

2.1 試料

繊維素材10種類を用いた。表1のとおりである。

表1 繊維素材

素材名	組織	目付け (g/m ²)
綿	平織	100
絹	平織	60
毛	平織	102
レーヨン	平織	75
キュプラ	平織	65
アセテート	平織	83
ポリエステル	平織	70
ナイロン	平織	70
アクリル	平織	95
ビニロン	平織	118

繊維素材の表面特性を客観的数値で比較するために、風合い試験機（KES-FB4 カトーテック社製）を用いた。

2.3 疑似花粉

花粉は疑似花粉を用いた。疑似花粉には石松子（セキショウシ）を用い花粉のリリース性（着脱性）について検討した。石松子は常緑シダ植物ヒカゲノカズラの胞子であり、淡黄色の微粉末で、個々の粒子は4面体粒子で3面は平面に近く1面が球面状である。一般的用途としては和漢薬の丸剤の丸衣、果実栽培の人工授精用花粉の希釈剤などに利用されている。なお、石松子は(社)日本粉体工業技術協会から購入した。写真1は当センターで撮った電子顕微鏡写真である。疑似花粉の平均粒子径は35μmでほぼスギ花粉と同等の大きさである。

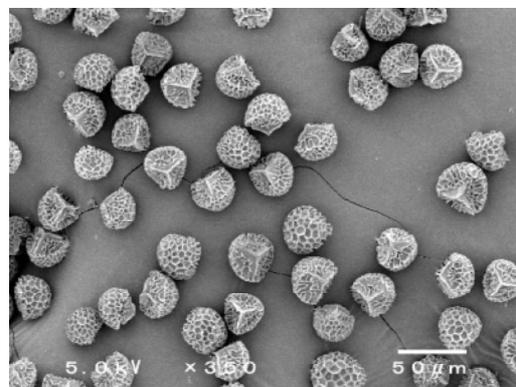


写真1 疑似花粉（石松子）

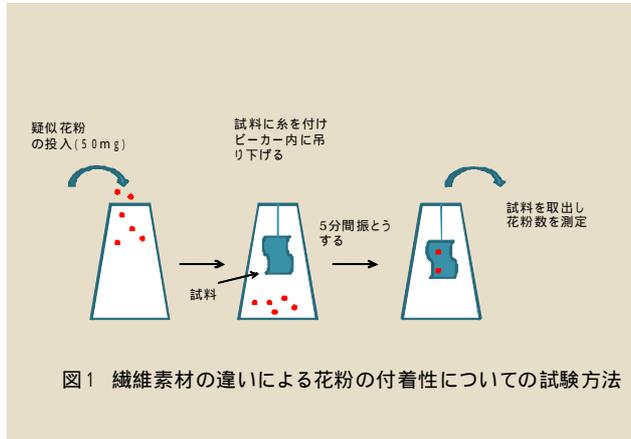
2.4 付着花粉量の測定

疑似花粉を繊維素材に付着させるために振とう機

* 栃木県産業技術センター 繊維技術支援センター

(SJK振とう機)を利用した。図1のとおり三角フラスコに試料片と疑似花粉を投入し、5分間振とうさせ、疑似花粉の着脱を繰り返し行うことにより、振とう後の試料片への疑似花粉の付着量(花粉の個数)を測定した。

なお、花粉量の測定はデジタルマイクロスコープ((株)ハイロックス KH-7700)を用いた。



(試験条件)

試験布の種類：10種類

試験布のサイズ：20mm×60mm

疑似花粉量：50mg

三角フラスコ：200ml

振とう時間：5分間(200回/分)

疑似花粉の投入量は200mlの三角フラスコを使用した場合に限ると0.05gが適量であった。

また、試験布のサイズを20mm×60mmとしたのは試験後フラスコから取り出すときに20mmであれば試験布がフラスコにあらず、疑似花粉が衝撃で落ちることがないためである。また、60mmの長さは糸で試料を吊り下げたときに三角フラスコの底に触れることもなく試料を取り出せるためである。

各繊維素材の花粉付着状態は単位面積当たりの付着個数をカウントした。単位面積(800μm×800μm, n=5)当たりの付着個数を測定するにあたっては、デジタルマイクロスコープの倍率を120倍と設定し、適当な位置の写真をとって花粉の個数を測定した。

3 結果及び考察

3.1 繊維素材の表面観察

写真2は天然繊維(綿, 絹, 毛の3種類), 再生繊維(レーヨン, キュブラの2種類), 半合成繊維(アセテートの1種類), 合成繊維(ポリエステル, ナイ

ロン, アクリル, ビニロンの4種類)の計10種類の繊維素材における疑似花粉の付着状態を示したものである。

表面観察によると花粉の付着量が多いものは綿, 毛, アクリルなど紡績糸を使用した生地素材であった。その他長繊維を使用した生地素材では少なかった。

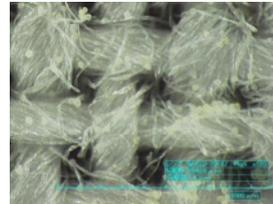


写真2-1 綿

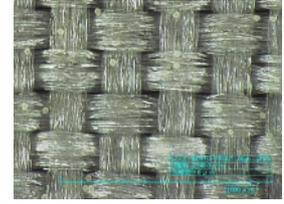


写真2-2 絹

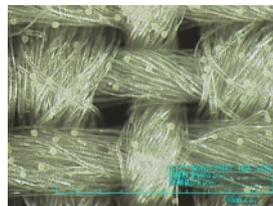


写真2-3 毛

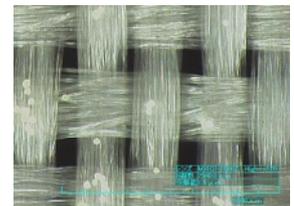


写真2-4 レーヨン

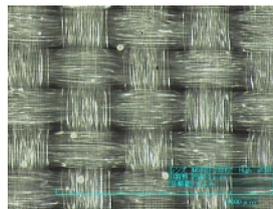


写真2-5 キュブラ

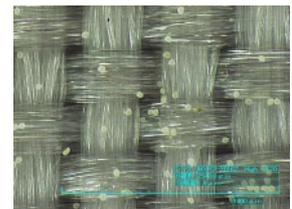


写真2-6 アセート



写真2-7 ポリエステル

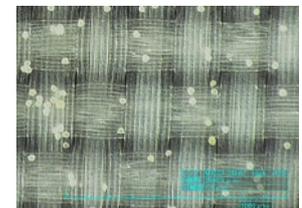


写真2-8 ナイロン



写真2-9 アクリル



写真2-10 ビニロン

写真2 繊維素材と疑似花粉の付着状態

3.2 花粉着脱試験方法の評価

今回、200ml三角フラスコを使用した。三角フラスコのサイズ、試験布のサイズ、投入花粉量、振とう機の振とう時間など、今後検討する要因はあると思われるが、JIS規格にない花粉の着脱性に関する

性能評価試験としては非常に簡便な方法であり，試験準備等も含め短時間で済むことから性能評価試験のひとつとして使用できるものと思われる。

3.3 表面特性値からみた疑似花粉の脱着性

3.3.1 平均摩擦係数 (MIU)

図2，図3は平均摩擦係数と付着花粉量の関係を示したものである。図2は天然繊維についての関係であるが明らかに平均摩擦係数が大きくなるにつれ花粉付着数も多くなっていることが見て取れる。図3は化学繊維についての関係であるが平均摩擦係数と花粉付着数の関係ははっきりとしない。ただ，合成繊維であるアクリルは長繊維ではなく短繊維を使った紡績糸であることから平均摩擦係数が大きくなったものと思われる。

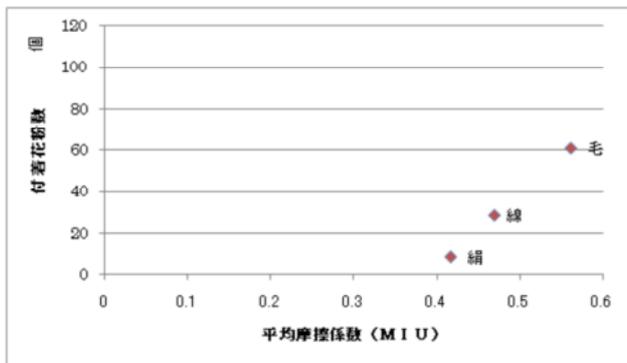


図2 平均摩擦係数と付着花粉量の関係(天然繊維)

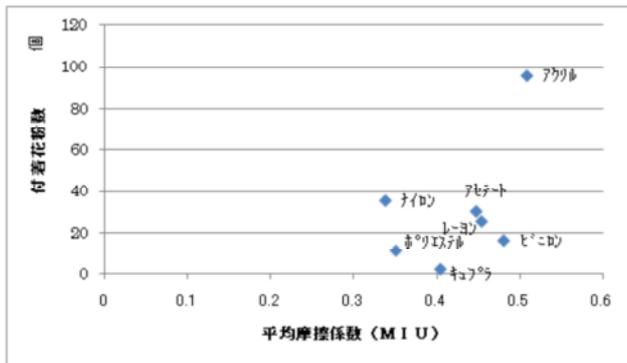


図3 平均摩擦係数と付着花粉量の関係(化学繊維)

3.3.2 表面粗さの変動 (SMD)

図4，図5は表面粗さと付着花粉量の関係を示したものである。図4は天然繊維についての関係を示したものであるが，平均摩擦係数との関係と同じように表面粗さが大きくなるほど，つまり表面の凹凸感があるほど花粉付着数も多くなっていることが見て取れる。図5は化学繊維についての関係であるがアクリル素材を除いては表面の凹凸感にかかわらず同じような花粉付着数と見ることも出来ると思わ

れる。

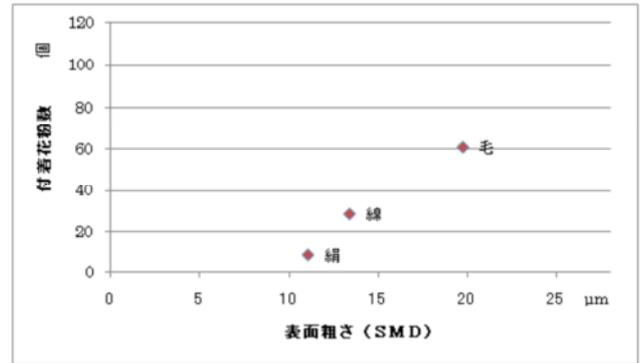


図4 表面粗さと付着花粉量の関係(天然繊維)

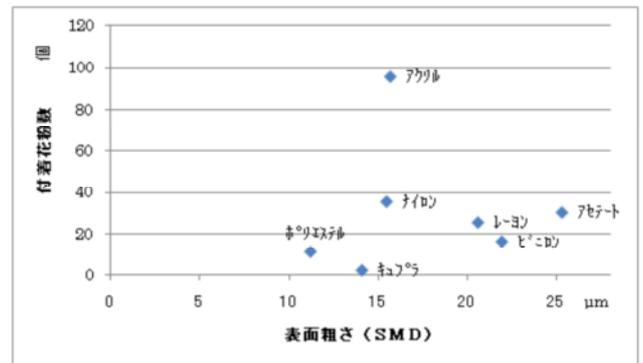


図5 表面粗さと付着花粉量の関係(化学繊維)

4 おわりに

本来は天然の花粉を使用して試験を行うべきであるが，花粉症を誘発する危険性もあることから，アレルギー性のない疑似花粉を使用することが健康管理の面からも好ましいと思われる。また，疑似花粉ではあるが試験中にできるだけ疑似花粉が飛散しないような方法を用いた。

テキスタイルにおける花粉の付着性，リリース性どのような因子が係わっているのかが判明すれば，衣服等繊維生地から見た花粉症の予防にも寄与することが可能になる。さらに簡便な花粉のリリース性に関する性能評価試験方法の検討により，花粉対策機能を付与した新製品開発に取り組みやすくなると思われる。

なお，長繊維による織物についてもナイロンなどは花粉の付着量が多かった。これについては次年度の研究課題としたい。

参考文献

- 1) 藤本綾子，花粉リリース性試験方法について
ボーケンReport(2003) P 115-120
- 2) 花粉脱落性能の試験方法，東レ(株)(2006)
- 3) 川端季雄，風合い評価の標準化と解析

天然ゼオライトの改質による高機能化に関する研究

- クリノプチロライトの水熱合成 -

金田健* 松本泰治**

Hydrothermal Modification of Natural Zeolitic Tuffs

- Synthesis of Clinoptilolite by Hydrothermal-reaction -

Takeshi KANEDA*, Taiji MATSUMOTO**

天然ゼオライト岩に含まれるゼオライト(クリノプチロライト)について、純物質を試薬から水熱法により合成した。ナトリウム安定型シリカゾルからでは得ることのできなかつた単相クリノプチロライトをアンモニア安定型シリカゾルを用いることで純物質の合成に成功した。クリノプチロライト合成におけるアンモニア水添加の影響を調べるとともに、天然ゼオライトの改質に向け、種晶効果についても検討を行った。

Key Words : ゼオライト, 水熱合成, clinoptilolite

1 はじめに

ゼオライトは組成・構造に基づく独特の孔路系を持ち、吸着・触媒・イオン交換など幅広く工業的に利用されている。一般的に、工業分野においては物性・特性の面で均一な製品が求められるため、工業的に製造される合成ゼオライトが広く用いられている。これに対し、天然ゼオライトは不純物の存在、結晶度の不均一性等の問題から、その利用範囲は水処理や土壌改質材等の低次利用に限定されており、工業的利用を目指した化学処理や熱処理等ははまだ試験研究段階か、またはごく小規模の利用の域を脱していないのが現状である¹⁾。

鉱物としての天然ゼオライトはこれまでに 40 種類以上が知られており、世界各地にゼオライト産地が存在する。日本においてもゼオライト岩は存在し、特に北海道南西部から東北・北陸・山陰にまたがるグリーン・タフ(緑色凝灰岩)層において、主にクリノプチロライト・モルデナイトとして産出される。栃木県内においても、県産資源の一つである大谷石にはゼオライト(主としてクリノプチロライト)が 60~70%程度含まれていることが知られている。しかし、ゼオライト含有量のばらつきが大きいこと等からゼオライトとしての有効利用はあまり進んでいない。また、クリノプチロライトは天然に大量に存在するものの合成例²⁾は少なく、しばしばモルデナイト

などの副生成物を伴い生成し、クリノプチロライト単相で得られる条件範囲は非常に狭い。

本報では天然ゼオライトのゼオライト含有量の増大及び他の機能性物質への変換による高機能化を目指した改質を行うための検討として、天然ゼオライト岩に含まれるゼオライト(クリノプチロライト)について、純物質を試薬から水熱法により合成したことについて報告する。

2 研究の方法

2.1 試料

シリカ原料にはナトリウム安定型シリカゾル(日産化学(株), スノーテックス 30)、アンモニア安定型シリカゾル(日産化学(株), スノーテックス N)を用いた。所定量の NaOH, KOH と Al(OH)₃ を少量の水で混合し、透明な溶液になるまで 90 に保持した後、残りの水を加えた。このヒドロキシアミン酸溶液をシリカゾルにスターラーで攪拌しながら少量ずつ加え、そのまま一時間混合し、原料ゲルを調合した。原料ゲルのモル比は文献³⁾を参考に、Si/Al=5.5, (Na+K)/Si=0.3, K/(Na+K)=0.5, H₂O/Si=25 とした。

水熱合成はステンレス製のオートクレーブを用い、テフロン内筒容器(容積 100ml)に原料ゲルを約 50ml 入れ、反応温度 150、必要に応じて容器の回転速度 15rpm で行った。水熱反応後の試料はメンブランフィルターを用いてろ過、洗浄を行い、40 に保持した乾燥機により乾燥させた。

* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

** 栃木県産業技術センター 材料技術部

2.2 試料の評価

試料の結晶構造は粉末 X 線回折法 (XRD) (理学電機製, RINT-2550H) により調べた。また, 形態観察は走査型電子顕微鏡 (SEM) (JEOL 製, JSM-6510LA) により行った。試料は導電性を付与するため Au コーティングし観察した。

3 結果及び考察

3.1 アンモニア添加の効果

ナトリウム安定型シリカゾルを用いて攪拌合成によって得られた生成物の XRD パターンを図 1 に示す。反応時間 96h からクリノプチロライトの生成が認められるとともに合成時間が 120h 以上ではモルデナイトも生成していることがわかる。クリノプチロライトとモルデナイトとともに反応時間 144h までは, 回折線強度が増大し, 生成量の増大を示している。しかしながら, 168h ではモルデナイトの生成量はさらに増大するが, クリノプチロライトの生成量は減少した。これはクリノプチロライトよりもモルデナイトの方が, この合成反応条件では安定相であることを示唆している。結果としてこの系においては, いずれの反応時間においてもクリノプチロライトとともにモルデナイトが生成するため, クリノプチロライトを単相で得ることはできなかった。そこでクリノプチロライトの単相生成が報告されている既往の研究⁴⁾を参考にアンモニア安定型シリカゾルを用いて反応時間 168h で同様に合成した生成物の XRD パターンを図 2, SEM 像を図 3 に示す。XRD パターンはクリノプチロライトのみの回折ピークを示し, SEM 像からもクリノプチロライトの板状結晶が観察でき, 純物質が得られていることがわかる。両者の合成条件の違いは, 原料シリカゾル中のナトリウムとアンモニアの違いのみであり, アンモニア

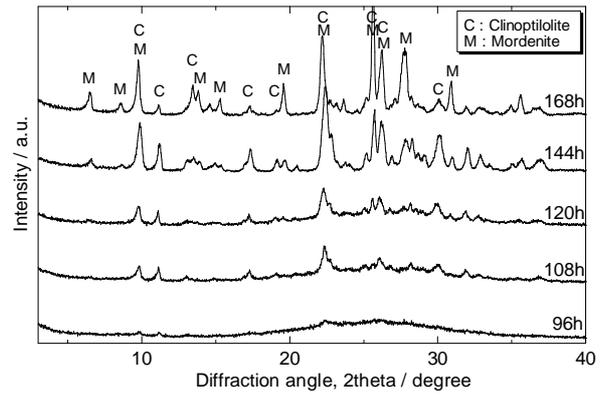


図 1 XRD patterns of products obtained from Snowtex-30.

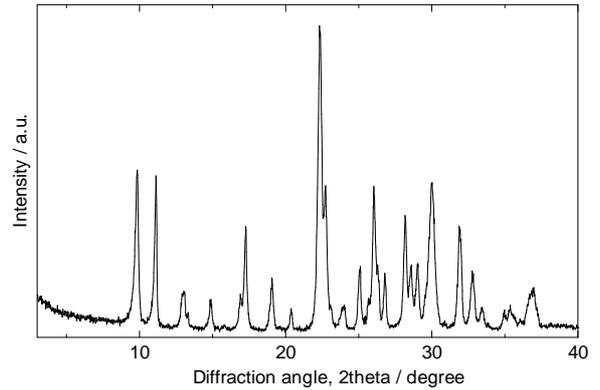


図 2 XRD pattern of products obtained from Snowtex-N.

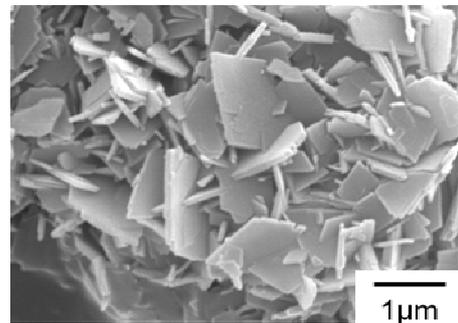


図 3 SEM image of products obtained from Snowtex-N.

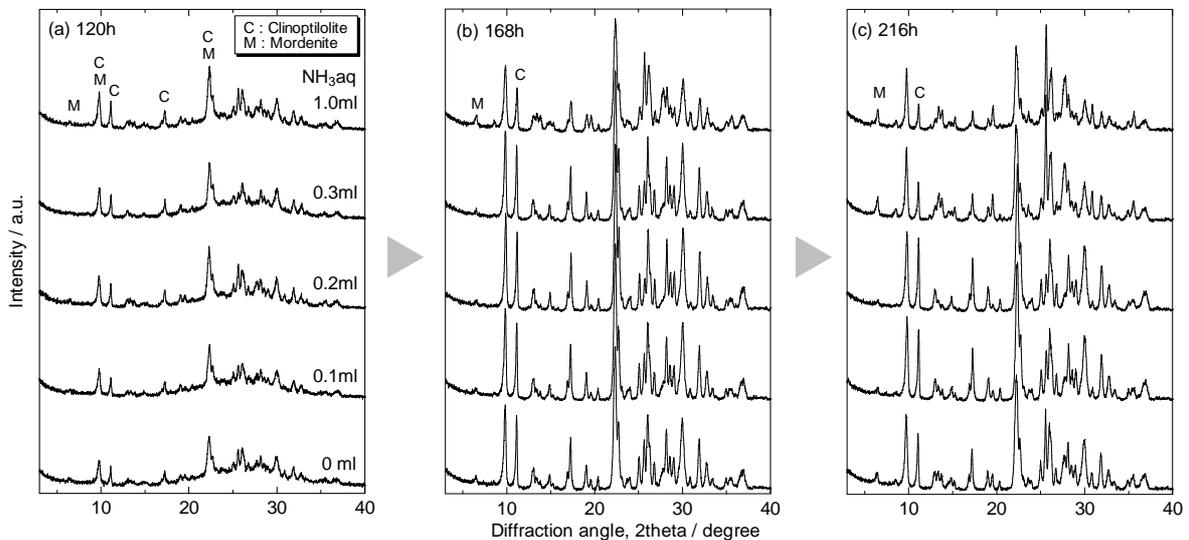


図 4 XRD patterns of products obtained from Snowtex-30 with ammonia solution. Crystallization time: (a)120h, (b)168h and (c)216h.

による効果を改めて示唆するものである。

そこで、アンモニア添加の効果を検証するために、ナトリウム安定型シリカゾルを用いて、アンモニア水添加量を変えて合成した結果が図4である。反応初期(120h)(図4(a))からアンモニアの添加量にかかわらず、主にクリノプチロライトが生成するが、わずかにモルデナイトも生成している。アンモニアを添加して合成しても、クリノプチロライト単相を得ることはできなかった。しかし、反応時間を長くしてもアンモニア水を0.1, 0.2ml添加した合成ではモルデナイトの生成量は少なく、モルデナイトの結晶成長を抑制していると考えられる。しかしながら、アンモニア添加量が0.3ml以上では、無添加同様にモルデナイトの生成量が反応時間とともに増加し、抑制効果をほとんど示さなかった。この結果は、モルデナイト生成の抑制効果はアンモニア濃度に依存することを示唆している。

3.2 種晶効果

クリノプチロライトは合成が困難なゼオライトとして知られている。そこで原料に少量の種結晶を加えることで、結晶化を促進し、生成範囲が広がるという報告がなされている³⁾。また、既往の研究の多くで、攪拌無しの水熱合成ではクリノプチロライトは生成しないと報告されている。攪拌を伴う水熱合成は、エネルギー消費の面だけでなく反応装置が限られ効率が良いとは言えない。そこで攪拌無しの静置下での種結晶を加えた水熱合成法を検討した。

本研究で得られたクリノプチロライトを原料ゲルに原料に対する固体重量比で1%加え、温度150に設定した乾燥機に反応容器を静置した。得られた生成物のXRDパターンを図5に示す。攪拌下での合成に比べ長い反応

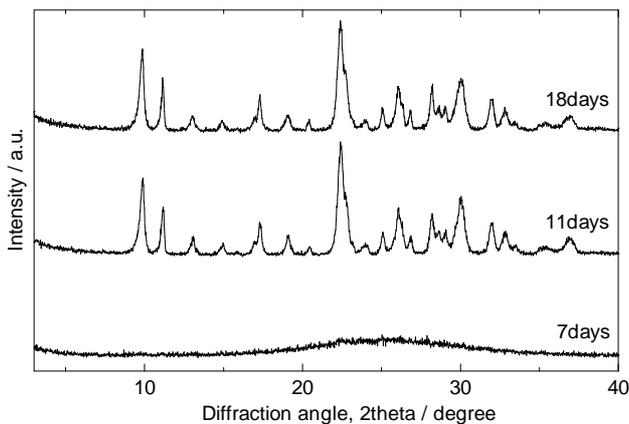


図5 XRD patterns of product obtained with 1% seed.

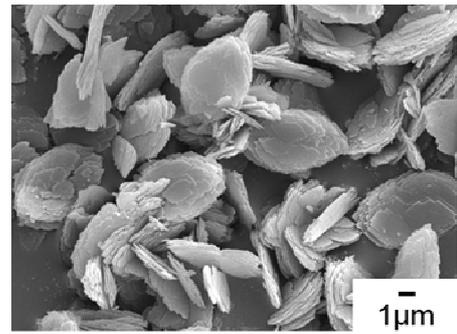


図6 SEM image of product obtained with 1% seed.

時間が必要になるが、クリノプチロライトを単相で得ることができた。反応時間11daysでの生成物のSEMを図6に示す。種結晶表面において多発的に二次元核生成したと思われる多結晶からなる板状形態を示しており、種結晶効果が認められたと考えられる。なお、種結晶を加えていない系では、反応時間18daysにおいても生成物はアモルファスであった。

4 おわりに

クリノプチロライトの合成について、アンモニア安定型シリカゾルを使うことで試薬から純物質を得ることができた。また、ナトリウム安定型シリカゾルからのクリノプチロライト合成下で、アンモニアを添加することによりモルデナイトの結晶成長を抑制できることを示した。

また、静置下での合成でも種結晶を加えることでクリノプチロライトが得られることを確認し、クリノプチロライトが一定量含まれる天然ゼオライト岩の改質に向けた検討を行った。

謝辞

本研究を実施するにあたり多大なるご指導とご助言をいただきました龍谷大学 後藤 義昭名誉教授に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 富永博夫 編, ゼオライトの科学と応用, 講談社(1987)
- 2) Y. Goto, *Am. Miner.*, **62** (1977) 330.
- 3) S. Satokawa and K. Itabashi, *Microporous Mater.*, **8** (1997) 49.
- 4) C. D. Williams, *Chem. Commun.*, (1997) 2113.

結城紬 緋くくり及び糸つむぎ技術のビジュアル化 したマニュアルの作成（第1報）

嶋田 和正^{*} 金子 優^{*} 永田 順子^{*}

The Manual of the Kasuri Pattern Tying Process and Spinning Technique of *Yuki-Tsumugi* with a Video (1st Report)

Kazumasa SHIMADA, Masaru KANEKO and Junko NAGATA

結城紬の産地では生産者の廃業や高齢化等から後継者不足となり、生産技術の伝承が危ぶまれる状況にある。そのため結城紬の生産を担う熟練技術者の確保・育成が課題となっている。

本研究では、結城紬の生産技術のうち緋くくり及び糸つむぎ技術のビジュアル化したマニュアルの作成に必要な技術要素について解析し、各技術の作業工程をビデオ撮影することで映像資料の収集を行った。

Key Words : 結城紬, 糸つむぎ, 緋くくり, マニュアル

1 はじめに

国の重要無形文化財及び伝統的工芸品に指定されている結城紬の生産技術は、平成22年11月にユネスコの無形文化遺産に登録され、国の内外から注目を集めている。産地においては、それら技術を後世へ受け継ぐ努力をしているが、生産反数の減少、生産者の高齢化等から技術の伝承が危ぶまれている。

結城紬の生産は原料となる手細糸てつむぎいとに始まって製織に至るまですべての工程が手作業で行われており、それらを支える熟練した高度な技術の習得には長い年月が必要とされている。そのため、後継者の確保・育成が急務となっている。

しかしながら、産地における技術の伝承方法は作業現場において直接指導するという口伝による場合が多く、そのため産地には生産技術に関する詳細な文献は見られない¹⁾。

結城紬を代表する工程としては糸つむぎ、緋くくり、地機による製織があげられるが、これらはすべて手作業で行われ、いずれも熟練した技術が必要である。

このうち、平成21年度に製織技術についてビデオによるマニュアルを作成した。

本研究では糸つむぎ技術、緋くくり技術について調査・解析し映像資料の収集を行った。

これらの資料を基に平成23年度にビデオによるマニュアルを作成し、後継者育成のための資料として技術の伝承を図る予定である。

2 研究の方法

結城紬の緋くくり及び糸つむぎの工程について、それぞれの部門の熟練技術者である伝統工芸士の作業内容をビデオ撮影し、彼らの持つ熟練した技術要素について解析を行った。

また、緋くくり及び糸つむぎの作業工程におけるコツや勘どころといったノウハウに関係する事項については、予め質問票やアンケート用紙を用意するというのではなく、作業現場において撮影しながらその都度質問するという会話方式で行った。

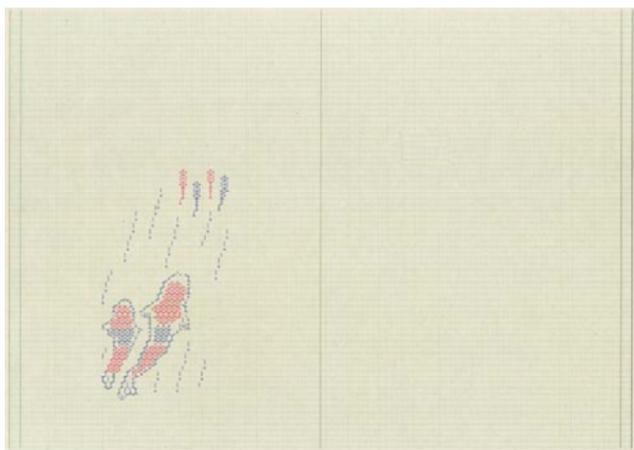
撮影に用いたビデオカメラは、ソニーデジタルカメラDCR-TRV70Kである。

なお、緋くくりの技術要素については、撮影した2人の他に、産地で緋くくりを行っている織元にも聞き取り調査を行った。

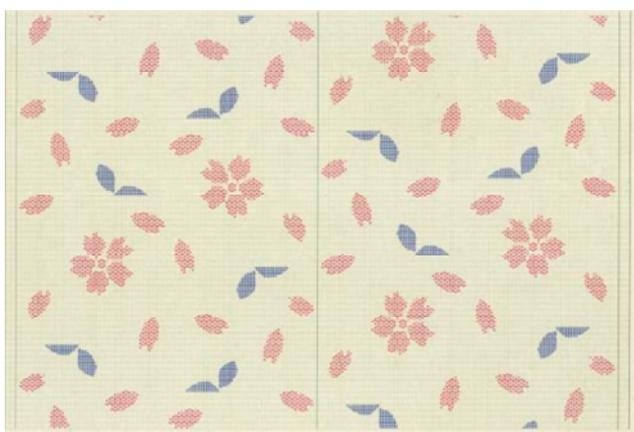
2.1 緋くくり技術

当支援センターが結城紬着尺の試作開発の一環として製作している反物について100亀甲飛柄「清流」及び100亀甲総柄「花吹雪」の設計図案を作成した。(図1)それぞれの図案について、産地の熟練技術者として染色部門(緋くくり)の伝統工芸士2名に緋くくりを依頼し、その仕事内容をビデオ撮影することによって映像資料を収集した。

* 栃木県産業技術センター 紬織物技術支援センター



100亀甲飛柄「清流」



100亀甲総柄「花吹雪」

図1 結城紬絣織り設計図案



図2 絣糸の下ごしらえ(たて糸機延べ)



図3 墨付け(よこ糸)



図4 絣くり(よこ糸)

2.2 糸つむぎ技術

糸つむぎは結城紬の製糸部門の伝統工芸士2名が、栃木県主催の糸つむぎ講習会(小山市東出張所, 下野市公民館)で実演指導している様子をビデオ撮影した。

3 結果及び考察

3.1 絣くり技術

絣くりの技術要素について産地で絣くりを行っている織元に聞き取り調査を行った結果, 絣くり自体も熟練した技が当然必要とされるが, くりに至るまでの準備工程である下ごしらえが重要で, 絣の出来栄えに大きく影響することが分かった。

撮影・収集した主な映像資料は, 絣糸の下ごしらえ(図2)をるところから墨付け(図3), 絣くり(図4)等絣くりに伴う一連の工程である。

産地で行われている絣くりはくり手がそれぞれに創意工夫し, 独自の方法を確立しているため, 本研究における2人の映像資料だけでは十分とはいえず, さらに取材・撮影を行う必要がある。

3.2 糸つむぎ技術

結城紬で使用される^{てつむぎいと}手紬糸の原料は、繭を重曹で煮たものを水中で手で押し広げてつくる袋真綿（図5）である。



図5 袋真綿

これをつくしと呼ばれる産地特有の台に絡ませて、その端から繊維を手で引き出し、唾を付けながら捻って糸状にし、これを「おぼけ」と呼ばれる桶に入れて作る（図6）。



図6 糸つむぎ

糸つむぎの作業は動作的にはこれだけであるが、結城紬の糸として利用できる細くて平らな（太さの均一な）ものをつむげるようになるまでには3～4年はかかると言われている。

今回は、糸つむぎ講習会における取材・撮影であったため、実際に起きた糸切れやつむいだ糸が太くなった時の対応等のトラブル事例が豊富で、対応策など作業初心者にも分かりやすい映像資料が得られた。

4 おわりに

本研究で作成するビデオマニュアルは産地における後継者育成のための技術資料として活用する予定である。

さらに、使用する目的に合わせてマニュアルを編集し直すことで、結城紬の高度な生産技術を具体的にPRする資料としても活用する予定である。

また、平成21年度に作成した「結城紬製織技術のビジュアル化したマニュアル」と本研究で行う「緋くくりと糸つむぎに関するビデオマニュアルの作成」により、重要無形文化財及び伝統的工芸品の指定要件である三つの技術のマニュアルが揃うことになり、結城紬の製作技術について系統的な技術指導ができるようになる。

謝 辞

本研究を行うにあたって緋くくり及び糸つむぎ技術についての御指導及びビデオ撮影に御協力いただいた栃木県内の伝統工芸士の皆様に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 嶋田和正, 金子 優, 永田順子: 栃木県産業技術センター研究報告 7, 130, (2010)

牛における体温の非接触的測定技術に関する研究（第1報）

上野 貴明* 枝野 龍之* 野沢 久夫**

Studies on Wireless Measurement Technology of Cattle Temperature (1st Report)

Takaaki UENO, Tatsuyuki EDANO, Hisao NOZAWA

家畜の体温をモニターすることは、疾病管理を行うために有効な手段である。しかし、固体の大きい牛の体温の測定では、保定設備を使用しなければ少人数での捕捉は不可能である。特に生産者が高齢化している現状では、疾病に対する対応が遅れ、事故の増加による経営悪化が懸念される。本研究はH22～H23年度の2年間、畜産試験場と共同で、疾病の早期発見による事故率低減を目的とし、個体を捕捉することなく、また性別に関係なく体温を計測できる技術開発を行う。本年度では、温度センサとマイコン、無線化を検討し、牛の体温測定を無線通信にて行うセンサモジュールの開発を行ったので報告する。

Key Words : 牛体温, 非接触, 温度センサ

1 はじめに

家畜の体温測定は、健康管理を行う有効な手法の1つとして農家で行われている。しかし体温測定では、個体を捕捉し、一定時間静止させなければならない。牛など大きな固体になると、保定設備を使用しなければ少人数での捕捉は不可能である。一方、生産者が高齢化している現状では、牛体の捕捉が重労働となり体温測定が疎かになる。これに伴い、疾病への対応が遅れ、口蹄疫など事故の増加に繋がり、農家の経営悪化も懸念されている。そこで疾病の早期発見による事故率の低下を目的とし、H22～H23年度の2年間、県畜産試験場と共同で研究を行う。

体温測定に伴う牛体補足の労力を軽減するため、非接触での体温測定を検討する。現在の技術では赤外線を利用したサーモグラフィによる非接触的体温測定も考えられるが、非常に高価な機械であり、生産現場での利用は困難である。よって、非接触的体温測定を安価で性別に関係なく行える牛体温測定システムの技術開発を目標とした。

本年度は、温度センサ、マイコン、無線化技術を検討し、牛の体温測定を無線通信にて行うセンサモジュールの開発に取り組んだ。また、実際に牛体を利用し、体温測定を検証した。

2 研究の方法

2-1 センサモジュールの開発

牛体温測定システムのセンサモジュールを開発するため、温度センサ、マイコン、無線モジュールを選定する。センサモジュールは、体温を測定する送信機と体温を表示する受信

機の2つで構成する。

無線通信は微弱無線のモジュールを使用し、通信距離の性能試験を行う。

牛の体温は肛門内で測定することが一般的であり、平均体温は39.0前後とされている。体温は小数点第一位まで測定するため、センサモジュールの測定データでは誤差を±1.0以内とする。また、マイコンの温度分解能は8ビットで256、または10ビットで1024分解能から検討する。

2-2 センサモジュールの性能評価

作製したセンサモジュールの性能評価を行う。温度センサの誤差を評価するために、校正されているデジタル温度計と作製したセンサモジュールの比較測定を行う。沸騰したお湯を紙コップに注ぎ、その中に両センサを束ねて挿入し、水温が降下する状況を1刻みに測定する。基準はデジタル温度計とし、センサモジュールの温度指示値を測定する。

無線通信における通信距離の性能評価を電波暗室内にて行う。テーブル上に送信機を設置し、受信機の距離を50cm刻みに離しながら測定する。10秒以上の通信エラーが発生した場合を通信不可能と判断し、前時点での測定値を通信距離とする。

2-3 牛体温測定試験

作製したセンサモジュールを使用し、被試験体となる牛体の体温を測定する。測定箇所は、耳の中、尻尾の付け根、肛門内の3箇所とする。（図1）

牛体温は一般的に肛門内で測定される。よって肛門内の温度を基準体温とし、耳の中、尻尾の付け根部分の体温を

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 栃木県畜産試験場 畜産技術部

比較測定する。

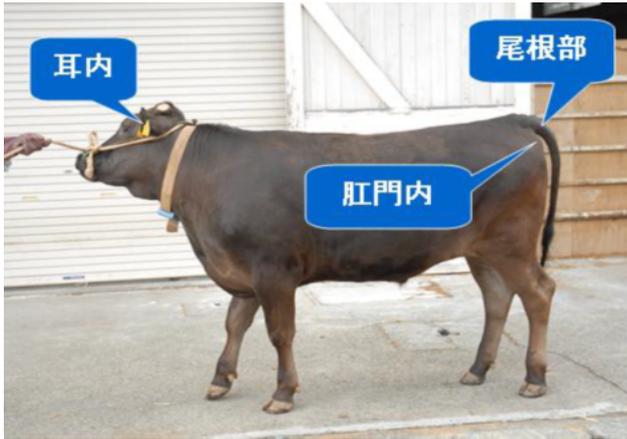


図1 牛体温の測定箇所
(一般的な体温測定は肛門内で行う)

3 結果および考察

牛体温測定システムのセンサモジュール(図2)を開発した。IC温度センサはLM35DZ(National Semiconductor社製),マイコンはPIC16F877A,微弱無線は通信周波数315MHz帯,ASK変調方式のものを採用した。

IC温度センサLM35DZの測定温度範囲は仕様上0 ~ 100である。分解能を1024とした場合,0.0 ~ 100.0 と小数点第一位までを測定範囲として設定することが可能である。しかし,牛の基礎体温は39 前後であり,体温計としての機能を考えた場合に大きな測定範囲は必要とされない。よって,分解能を256とし,19.0 ~ 44.5 までの測定範囲を設定した。

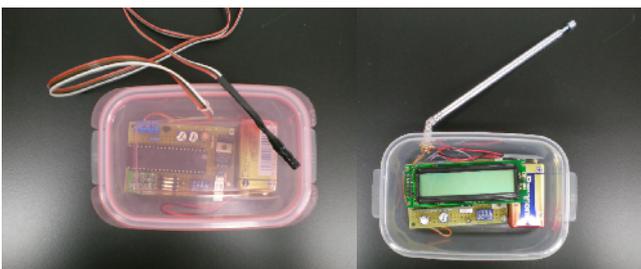


図2 開発したセンサモジュール
(左:送信機,右:受信機)

3 - 1 IC温度センサの性能試験

校正されたデジタル温度計を基準温度とし,センサモジュールのIC温度センサを比較測定した。測定対象は紙コップに注いだお湯とする(図3)。比較測定の結果を図4に示す。

IC温度センサLM35DZの精度は仕様上 ± 1.0 である。比較測定では,降下するお湯の温度を44.0 ~ 19.0 まで,1.0 刻みに測定した。測定値はセンサモジュールの表示値の平均値である。測定結果は誤差 ± 0.1 以内であり,体温測定に

十分な性能を有しているといえる。



図3 IC温度センサの性能試験
(左:受信機,中央上:紙コップ,中央下:送信機,右:デジタル温度計)

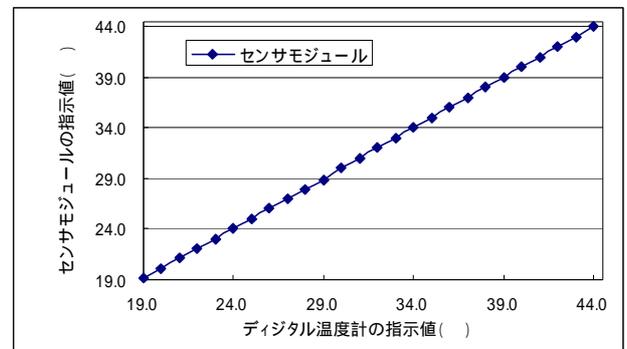


図4 センサモジュールの比較測定結果
(温度測定誤差 ± 0.1 以内)

3 - 2 無線通信の性能試験

微弱無線の通信距離を電波暗室内で測定した。テーブル上に送信機を設置し,受信機の距離を50cm刻みで離しながら測定する。(図5)



図5 センサモジュールの通信距離測定

結果、9mまでは表示機に異常は見られなかったが、9mを越えた時点で、10秒以上の通信エラーが発生した。障害物のない理想状態で通信距離9mとなると、現場での通信距離はさらに短くなる可能性が示唆される。

センサモジュールのアンテナは、送信機がワイヤーアンテナ、受信機がロッドアンテナである。今後の改良で利得を上げるか、無線通信をZigbeeやBluetoothに変更することで、通信距離の拡大と安定した通信を確保していく必要がある。

3 - 3 牛体の体温測定

県畜産試験場の牛体を用いて実際に体温測定を行った。測定箇所は、耳の中、尻尾の付け根、肛門内の3箇所である。

測定結果を表1に示す。

表1 牛体温測定結果

耳内	
37.4	
尾根部	
37.7	
肛門内	
38.9	

牛体における一般的な体温測定箇所が肛門内であり、基礎体温は39.0 前後である。センサモジュールを用いた場合でも、肛門内の体温は基礎体温と同様の結果を得た。対して、耳の中、尾根部はそれぞれ約1.0 ~2.0 低い値となる。

来年度の研究課題では、耳根部、脇の下など測定箇所を増やし、牛の体温変化を顕著に確認できる場所を検討する。また、肛門内の体温より低い箇所でも、今後の1年を通した比較測定で肛門内体温との同期した傾向が確認できれば、数値をマイコンで補正することも可能となる。今後、センサモジュールを常時牛体に取り付ける場合を考慮し、取り付けに最適となる箇所の検討と、センサモジュールの小型化が必要となる。

4 おわりに

牛体温を測定するための体温計として、センサモジュールの開発と性能試験を行った。

IC温度センサによる牛体温測定の結果、誤差 ± 0.1 と十分な精度を得ることができた。また牛体温測定における分解能も、19.0 ~44.5 と体温測定に適した温度範囲を設けることができた。

無線通信においては9mの通信距離を確保できたが、牛舎での運用を考えた場合に、通信の安定化とともに通信距離の拡大が課題として挙げられる。

謝 辞

本研究の実施において御指導・御助言を頂きました宇都宮大学大学院准教授 尾崎功一先生に深謝致します。

参考文献

- 1) 内村 誠, 松岡 恭二, 武石 秀一 他: "大分県家畜保健衛生並びに畜産関係業績発表会集録 大分県農林水産部, Vol.58, P102-104, (2009)
- 2) (社)計量管理協会 編者: "温度の計測 (株)コロナ社, (1988)
- 3) 後閑哲也: "PICで楽しむネットワーク接続機器の自作 (株)技術評論社, (2008)