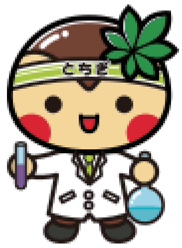
ISSN 1349-2608
No. 16 (2019)



栃木県元気ニコニコ室長
とちまるくん

# 平成３０（2018）年度

# 研　究　報　告

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

― 発信します　明日を拓く　確かな技術 ―

## 栃木県産業技術センター

# 目　　次

## Ⅰ　重点共同研究（実施：3 テーマ）



## Ⅱ　共同研究（実施：１０テーマ）



非公開：２テーマ

## Ⅲ　受託研究（実施：1 テーマ）

非公開：１テーマ

## Ⅳ　重点研究（実施なし）

## Ⅴ　経常研究（実施：9 テーマ）



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います。

Ⅰ　重点共同研究：県の重点振興産業分野（自動車、航空宇宙、医療機器、光、環境産業）及びフードバレーとちぎプロジェクトの食品産業分野において、企業、大学などと課題を分担して重点的に行うもの。

Ⅱ　共 同 研 究　：企業、大学などと課題を分担して行うもの。

Ⅲ　受 託 研 究　：企業や団体などからの委託を受けて行うもの。

Ⅳ　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。

Ⅴ　経 常 研 究　：上記以外にて実施したもの。

また、知的財産権の保護等の観点から、非公開となっている研究テーマがございますので、御了承ください。

# Contents

## Ⅰ　Selected Cooperative Research



## Ⅱ　Cooperative Research



## Ⅲ　Contract Research

## Ⅳ　Selected Research

## V　Ordinary Research

# Ⅰ　重点共同研究

Selected Cooperative Research

重点共同研究（航空宇宙分野）

# アルミニウム溶接部の高品質化

柳田　治美*　関口　康弘*　稲澤　勝史*　渡辺　知明**　鳥澤　純**　山﨑　雅史**

Qualitative improvement of Aluminum Weld

Hiromi YANAGITA, Yasuhiro SEKIGUCHI, Katsufumi INAZAWA
Tomoaki WATANABE, Jun TORISAWA and Masashi YAMAZAKI

アルミニウム合金 A6061 の TIG 溶接における溶接部の高品質化を目指して,自動溶接システムにより,ブローホール発生量に及ぼす溶接条件（溶接電流，溶接速度，トーチ角度，シールドガスの流量等）の影響について検討した。

その結果，溶接部断面マクロ写真からブローホールの発生メカニズムが確認でき，溶接電流を上げて溶融部と母材の固液界面を動かすことで，ブローホールの発生を低減できることが分かった。

これらの結果を踏まえて溶接作業者による TIG 溶接に適用して実施したところ，ブローホールの発生量が約４分の１となり，ブローホール発生量を大幅に低減させることに成功した。

Key Words ： アルミニウム合金，TIG 溶接，ブローホール

## １　はじめに

アルミニウムは溶接部にブローホール（気孔）が発生しやすい金属である。これは，周辺の空気や溶接箇所にある水分，酸化皮膜に含まれる結晶水などが，溶接の熱によりアルミニウムと反応して水素ガスが発生し，溶融金属に水素が吸収され，凝固時に水素の溶解度が低下し，ブローホールとして発生すると考えられる[1)]。ブローホールの発生を抑えるためには，溶接部にシールドガスを流し，溶融金属と空気の接触を遮断したり，酸化皮膜などを除去したりするが，ブローホールの完全な抑制は難しい状況である。

ブローホールは溶接部の強度を低下させるので，少ない方が望ましいが，許容値は部材を使用する場所や目的等に応じて当事者間で決めることが多い。

また，溶接部の品質は，作業者の熟練度に大きく左右されるため，誰が溶接しても安定した品質になることが強く望まれている。

そこで今回，上記の対策で苦慮しているアルミニウムの TIG 溶接における溶接条件等の違いが欠陥発生に及ぼす影響を明らかにし溶接欠陥の低減を図ることを目的に本研究を実施した。

## ２　研究の方法

### ２.１ 供試材

供試材は,「JIS H 4000 アルミニウム及びアルミニウム合金の板及び条」で規定される A6061P-T6（板厚 3mm）と，A6061P-T651（板厚 8mm）とした。

### ２.２ 溶加棒

溶加棒は,「JIS Z 3232 アルミニウム及びアルミニウム合金の溶加棒及び溶接ワイヤ」で規定される直径 3.2mm の A5356-BY-3.2 を用いた。

### ２.３ 溶接試験の実施方法

初めに溶接作業者による従来の手溶接の条件で溶接試験を行い欠陥の発生状況を確認し，次に，自動溶接システムで溶接条件を変えたときの欠陥発生状況を確認し，欠陥発生に最も強い影響を与える溶接条件因子について検討した。

### ２.４ 溶接機

#### ２.４.１ 手溶接用の TIG 溶接機

TIG 溶接機はダイヘン製，COMP A500P を用いた。ノズルは内径 11mm（呼称 No.7）を用いた。電極は直径 3.2mm長さ 150mmの 2%セリウム入りタングステンを用いた。シールドガスはアルゴンガスを用いた。

#### ２.４.２ 自動溶接システム

溶接速度，トーチ角，アーク長を一定にして溶接できる装置を製作した。また，温度や湿度を調整できるようにするため，ビニールハウスを製作し，その中で実験を行った。TIG 溶接機は，ダイヘン製，インバータエレコン 300P を用いた。ノズル，電極，シールドガスは手溶接用の TIG 溶接機と同じ種類のものを用いた。

自動溶接システムのトーチ周辺部を図１に示す。

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
**　株式会社サンテクノロジー

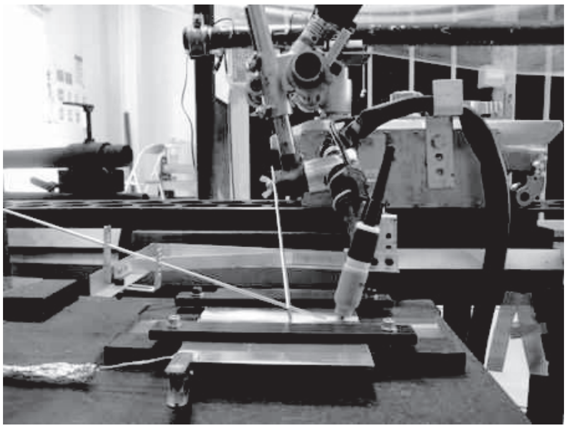


図１　自動溶接システムのトーチ周辺部

### ２．５ 溶接部の評価試験

#### ２．５．１ 溶接部のX線試験

溶接部のＸ線撮影を，Ｘ線透視検査装置（エクスロン・インターナショナル製，Y.MU2000-D）を用い,「JIS Z 3105 アルミニウム溶接継手の放射線透過試験方法」に準拠して行った。

#### ２．５．２ 溶接部断面マクロ試験

研磨，エッチングした溶接部の断面を，金属顕微鏡（オリンパス製，GX-71）で観察し，溶け込み具合やブローホールの発生状況を確認した。

#### ２．５．３ 金属中の水素濃度測定

溶加棒，母材に含まれる水素濃度測定は，酸素窒素水素同時分析装置（堀場製作所製，EMGA-930）を用いた。

## ３　結果及び考察

### ３．１ 手溶接による溶接実験

#### ３．１．１ 板厚 3mm 試験片の手溶接実験

表１に示す一般的な条件で，板厚 3mm 試験片同士の手溶接を行った。

Ｘ線撮影の結果，ブローホール等の欠陥は確認できなかった。

溶接部断面マクロ観察においても溶け込み具合は良好であった。マクロ写真を図２に示す。図２より，溶接金属部に黒い斑点が確認できるが，これは小さなブローホールで，最も大きいものでも直径 0.1mm 以下であり，Ｘ線透視検査装置では識別できない程度の大きさである。また，JIS Z 3105 の規定で算定しないきず像の寸法 0.4mm より十分小さいため，本研究では，溶接部は良好と判断した。

従って，板厚 3mm の手溶接では一般的な溶接条件で良好な結果が得られたので，自動溶接システムによる溶接実験は実施しないこととした。

表１　板厚 3mm 試験片の溶接条件

| | 電流<br>A | 運棒 | 速度<br>mm/min |
|---|---|---|---|
| 初層 | ２００ | S | ２８０ |
| ２層 | １６０ | S | １８０ |

・運棒Ｓ：ストリング
・試験片：突合せ開先形状 V 型，開先角度 80 度，ルート面なし(0mm),ルート間隔なし(0mm),溶接長 150mm
・気温：27 度，湿度 40%

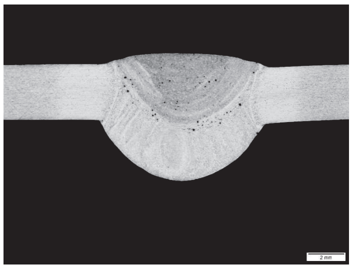


図２　板厚 3mm 試験片溶接部断面マクロ写真

#### ３．１．２ 板厚 8mm 試験片の手溶接実験

表２に示す一般的な条件で，板厚 8mm 試験片同士の手溶接を行った。

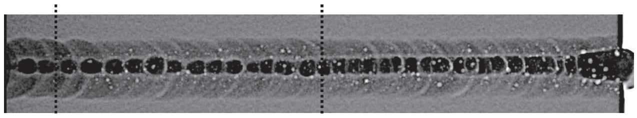
表２　板厚 8mm 試験片の溶接条件

| | 電流<br>A | 運棒 | 速度<br>mm/min |
|---|---|---|---|
| 初層 | ２４０ | S | １２０ |
| ２層 | ２２０ | W | ６６ |
| ３層 | ２５０ | W | １５０ |

・運棒Ｓ：ストリング，W：ウィービング
・試験片：突合せ開先形状 V 型，開先角度 80 度，ルート面なし(0mm),ルート間隔なし(0mm),溶接長 150mm
・気温：27 度，湿度 43%

Ｘ線撮影の結果を図３に示す。ブローホール（白い点）は，溶接部に沿って，ほぼ同じ大きさで多数発生している。発生量は，溶接開始付近が多く，溶接が進むにつれて減少していく傾向が見られた。

B　A　←溶接進行方向



（ブローホール発生量：約 100 個/19.5cm$^2$）
図３　板厚 8mm 試験片のＸ線透過写真

深さ方向のブローホール発生について，溶接部中央付近（図３のＡ線）と溶接部終了付近（図３のＢ線）の断面観察により検討した。それぞれの断面写真を図４に示す。溶接部中央付近の断面は，溶接部終了付近の断面と比べて，溶接部と母材の固液界面がはっきりと見えることがわかる。この違いについて溶接部と母材の固液界面を拡大して観察した断面写真を図５に示す。溶接部中央付近の固液界面は，母材の開先形状と思われる直線が確認でき，この直線に接する溶接部では，微小なブローホールが発生しており，溶接部内部へ進むにつれ大きく成長していることがわかる。一方，溶接部終了付近の固液界面は，直線として明確に確認できなかった。これらの現象について，溶接部の溶融中の冷却過程から凝固までを推測する。まず，図６に示すとおり，常温でのアルミニウムは，平衡状態において水素をほとんど固溶できないが，本実験で使用したアルミニウム材料には，表３に示すとおり平衡溶解度以上の水素が含まれ過飽和となっている。溶接の際，溶融アルミニウムの過飽和な水素は気体となり気泡へと成長していく。一般的に，液体中に溶けている気体成分は，固液界面が存在する場合，固体の表面で気泡として発生する。溶接部中央付近では，固液界面が母材側にあまり動いておらず，明確な固液界面が存在しているため，気泡が出やすくなり，ブローホール発生量が多くなったと考えられる。また，溶接部終了付近では，固液界面が母材側に動いて明確な固液界面が存在していないため，気泡が出にくくなり，ブローホール発生量が少なくなったと考えられる。

これらのことから，ブローホールは，固液界面の母材側への動きで発生量が変化すると考え，発生を低減

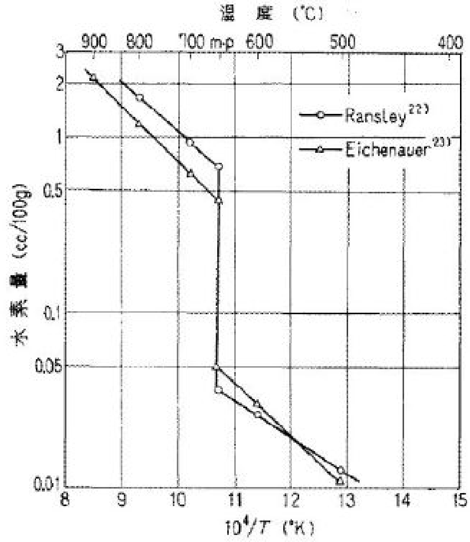



図６　１気圧の水素と平衡するアルミニウム中の水素量〔出所：参考文献 2)，3)〕

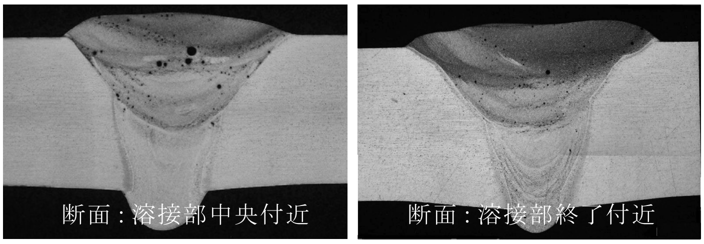



図４　溶接部断面写真

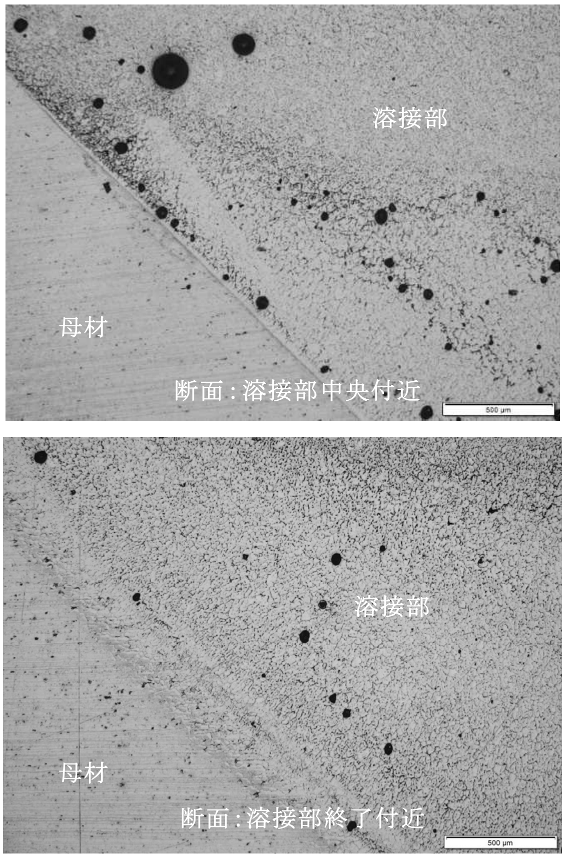



図５　溶接部と母材の固液界面

表３　溶加棒，母材の水素濃度

| 試料名 | 水素濃度 (ppm) |
|---|---|
| 溶加棒(A5356-BY-3.2) | 5 |
| 母材(A6061P-T651) | 8 |

するには，溶接入熱を大きくすることで固液界面を動かすことが有効であると考えた。

### ３．２ 自動溶接システムによる溶接実験

#### ３．２．１ 試験片加工

人的な影響を少なくするため，自動溶接システムで溶接条件を変えたときの欠陥発生状況を調べた。

まず，凝固界面で発生するブローホールや入熱の影響を検討するため，図７のような，厚さ 8mm×幅 95mm×長さ 150mm の平板に，半径 6mm のボールエンドミル

で深さ 4mm の溝加工を行い，溝幅 11.3mm に仕上げた試験片を作製し，溝上に溶加材を加えながら，ビードオンプレートによる TIG 溶接を行った。

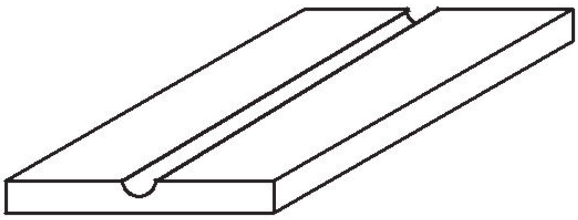


図７　ビードオンプレート溶接試験片略図
（板寸法：厚さ 8mm×幅 95mm×長さ 150mm）
（溝寸法：幅 11.3mm，深さ 4mm，半径 6mm）

### ３．２．２ 溶接速度と溶接電流（入熱）の影響

酸化皮膜除去，トーチ角度０度，シールドガス(Ar)流量 10L/min で一定とし，溶接速度を変化させることによるブローホールの発生量について，Ｘ線透過写真と溶接部断面マクロ写真により比較した。

各条件で溶接した試験片のＸ線透過写真，及び溶接部断面マクロ写真の結果を図８に示す。

図８の条件１と２のＸ線透過写真から，溶接電流が同じで，溶接速度が遅くなる（入熱大）と，ブローホールの発生量は減少した。溶接部断面マクロ写真から，溶接速度が速くなる（入熱小）と，凝固界面付近にブローホールが発生していることが分かる。

また，図８の条件２と３のＸ線透過写真から，溶接速度が同じで，溶接電流が小さくなる（入熱小）と，ブローホールの発生量は増加した。

これらのことから，溶接速度が遅く溶接電流が大きい条件では試験片への入熱が大きくなり，入熱が大きい場合にブローホールが低減する傾向が確認できた。

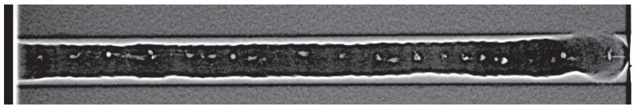
### ３．２．３ 固定ジグ温度の影響

溶接電流 230A，酸化皮膜除去，トーチ角度０度，シールドガス(Ar)流量 10L/min で一定とし，固定ジグの温度を変化させることによるブローホールの発生量について，Ｘ線透過写真により検討した。

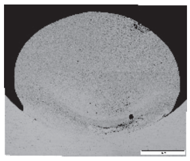
各条件で溶接した試験片について，溶接速度 200mm/min における固定ジグ温度とブローホール発生量の関係を図９に，固定ジグ温度約 30℃における溶接速度とブローホール発生量の関係を図１０に示す。

図９より，固定ジグ温度が 25℃を超えると，ジグ温度の上昇に伴い，ブローホールが減少する傾向が見られた。また，図１０より，溶接速度が上昇すると，ブローホールが増加する傾向が見られた。

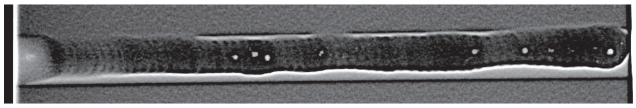
これらの結果より，ジグ温度が高くなると，また同じジグ温度でも溶接速度が遅くなると，凝固速度が遅くなり，溶融金属中の水素が外部に放出されやすくなると考えられる。



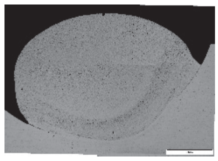
（ブローホール発生量：32 個/17cm$^2$）



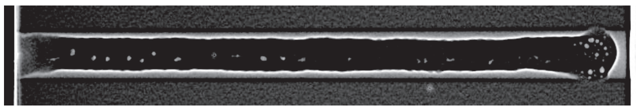
【条件１】溶接速度：200mm/min，溶接電流：230A
（参考）気温 16℃，湿度 55%，固定ジグ温度 22℃，溶加材質量 12.6g



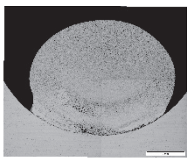
（ブローホール発生量：9 個/17cm$^2$）



【条件２】溶接速度：150mm/min，溶接電流：230A
（参考）気温 16℃，湿度 54%，固定ジグ温度 26℃，溶加材質量 12.4g



（ブローホール発生量：約 50 個/17cm$^2$）



【条件３】溶接速度：150mm/min，溶接電流：210A
（参考）気温 13℃，湿度 39%，固定ジグ温度 14℃，溶加材質量 12.5g

図８　各条件で溶接した試験片のＸ線透過写真
及び溶接部断面マクロ写真

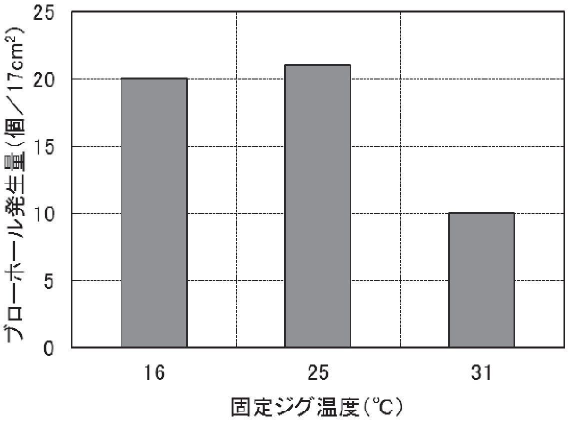



図９　固定ジグ温度とブローホール発生量の関係
（溶接速度 200mm/min）

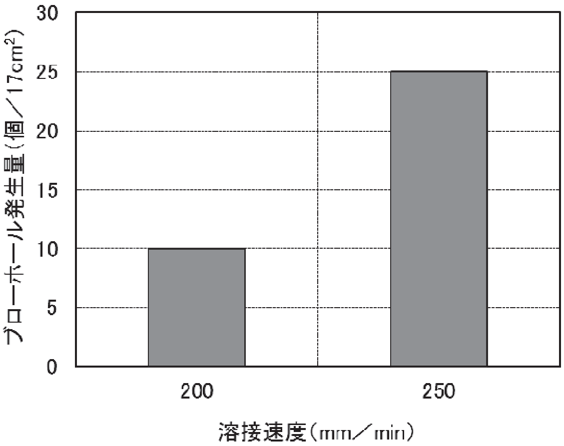



図１０　溶接速度とブローホール発生量の関係
（固定ジグ温度約 30℃）

### ３．２．４ 外部からの水素侵入の影響

### ３．２．４．１ 溶接雰囲気（湿度）の影響

溶接速度 150mm/min,溶接電流 230A,酸化皮膜除去，トーチ角度０度，シールドガス(Ar)流量 10L/min で一定とし,湿度 81%と 54%のブローホール発生量について，X 線透過写真により比較した結果，この実験方法においては，大きな違いは見られなかった。湿度 81%でブローホール発生量は増加していないことから，湿度の影響は少ないことが分かった。一例として湿度 81%で溶接した試験片のＸ線透過写真の結果を図１１に示す。

（ブローホール発生量：10 個/17cm$^2$）
【溶接雰囲気】気温 17℃，湿度 81%
（参考）固定ジグ温度 17℃，溶加材質量 12.8g

図１１　湿度 81%での溶接試験片のＸ線透過写真

### ３．２．４．２ その他（トーチ角度，シールドガス(Ar)流量，酸化皮膜）の影響

溶接速度 150mm/min,溶接電流 230A,酸化皮膜除去，トーチ角度０度，シールドガス(Ar)流量 10L/min を基準の条件とし,基準の条件に対しトーチ角度を 20 度にした場合,シールドガス(Ar)流量を 8L/min にした場合,酸化皮膜あり（200℃の電気炉に５時間投入し酸化皮膜を生成）にした場合，それぞれの溶接条件におけるブローホール発生量について，X 線透過写真により比較した結果，この実験方法においては，大きな違いは見られなかった。

これらのこと（３．２．４項全体の実験結果）から，本研究の実験方法においては，外部からの水素がブローホール発生量に及ぼす影響は少ないと考えられる。

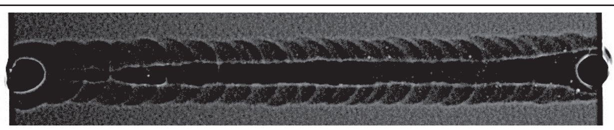
### ３．３ 手溶接による再溶接実験

自動溶接システムによる結果を参考に，従来の溶接条件（表２）よりも可能な範囲で溶接電流を上げ，溶接速度を遅くする方法で，板厚 8mm 試験片の手溶接を行った。溶接条件を表４に示す。表２と表４を比較す

表４　板厚 8mm 試験片の溶接条件

| | 電流<br>A | 運棒 | 速度<br>mm/min |
|---|---|---|---|
| 初層 | ２５０ | S | ９５ |
| ２層 | ２４０ | W | ８３ |
| ３層 | ２５０ | W | ９０ |

・運棒Ｓ：ストリング，Ｗ：ウィービング
・試験片：突合せ開先形状 V 型，開先角度 80 度，ルート面なし(0mm),ルート間隔なし(0mm),溶接長 150mm
・気温：26 度，湿度 58%



（ブローホール発生量：約 25 個/19.5cm2）

図１２　板厚 8mm 試験片のＸ線透過写真

ると，２層目の速度は表４の方が大きいが，これは電流を２０Ａ上げたことにより溶接速度を落とすことができなかったためである。同様に３層目の電流値は同じであるが，これ以上電流を上げると溶接部形状に支障が出るため同じ値とした。

Ｘ線透過写真の結果を図１２に示す。図１２より，非常に小さなブローホールが溶接部右半分に集中しているが，全体的には 25 個程度で，図３に示すＸ線写真と比較するとブローホールが約４分の１に低減した。

## ４　おわりに

溶接条件等の違いが溶接欠陥発生に及ぼす影響を調べるために，手溶接による溶接試験と自動溶接システムによる溶接試験を併用し，欠陥発生の要因を検討した。

得られた結果は次のとおりである。

（1）一般的な溶接条件で手溶接を行った結果，板厚 3mm の試験片ではブローホールはほとんど発生しなかった。一方，板厚 8mm の試験片ではブローホールは発生したが，発生量は溶接が進むにつれて減少傾向を示した。また，断面観察では，溶接部と母材の固液界面で細かいブローホールが発生し，そのメカニズムを推測した。これらのことから，ブローホールの発生原因の一つとして，固液界面の影響が大きいと考えられる。

(2) 自動溶接システムによる実験の結果，実用的な範囲で溶接速度を下げ，溶接電流を上げ，固定ジグ温度を上げることにより，ブローホールの低減を図ることができた。高湿度雰囲気，酸化皮膜，シールドガスの乱れ（トーチ角度，流量）などによる外部からの水素がブローホール発生量に及ぼす影響は少なかった。

(3) 手溶接による再実験において，溶接部形状に支障がない範囲で，従来条件より溶接電流を上げ，溶接速度を遅くすることにより，ブローホール発生量を従来の約４分の１に減らすことができた。

## 参考文献

1) “溶接・接合工学の基礎－溶接学会編“，丸善株式会社，(1993).

2) C. E. Ransley and H. Neufeld: J. Inst. Metals, 74(1948), 599.

3) W. Eichenauer, H. Hattenbach and A. Pebler: Z. Metallknde. , 52(1961), 682.

KEIRIN

本研究は，公益財団法人 JKA 補助事業により整備した機器を活用して実施しました。

重点共同研究（航空宇宙分野）

# チタン合金切削用コーティング膜の開発

佐伯 和彦* 飯塚 一智* 松本 泰治* 五月女 英平* 近藤 弘康*
井上 至** 坂本 直紀** 杉山 裕一** 荒井 恵里** 高久 魁** 櫻井 英樹*** 藤原 眞二***

Development of Hard Coating Films on Cutting Tool for Titanium Alloy

Kazuhiko SAEKI, Kazutomo IIZUKA, Taiji MATSUMOTO, Hidehira SOUTOME, Hiroyasu KONDO,
Itaru INOUE, Naoki SAKAMOTO, Yuichi SUGIYAMA, Eri ARAI, Kai TAKAKU,
Hideki SAKURAI and Shinji FUJIWARA

チタン合金切削において，工具の長寿命化のために工具表面へ硬質セラミック膜のコーティングが行われている。本研究では，膜特性を向上したコーティング膜を開発し，開発膜のコーティングによる工具の切削性能の向上を図った。

開発した４種の膜ともに膜の高硬度化を実現するとともに，低摩擦係数，高靱性，基材に対する高い密着性を有していた。これらの開発膜をコーティングした工具を用いてチタン合金の切削試験を行った結果，４種の開発膜のうち，１種では，硬質セラミック膜がコーティングされた市販工具と比較して切削性能が 10％向上した。他の２種の膜では市販工具と同等の切削性性能を得ることができた。また，膜の硬さが大きいほど切削性能が高かったことから，膜の硬さが切削性能の向上に及ぼす重要な要因の一つであることが示唆された。

Key Words: チタン合金，膜，切削，硬さ

## １　はじめに

高強度と軽さを兼ね揃えたチタン合金品は，航空機向け部材として使用されている [1]。また，生体に無害であることから人工関節など広い用途に使用されている [2]。しかし，チタン合金は熱伝導率が小さいため切削時に高温になることや，化学反応性が高いなどの特性を有しているため，工具摩耗が生じやすい難切削材である。

金属材料の加工に使用される工具は，被削材との激しい接触しゅう動環境下で使用されるため，優れた耐摩耗性が要求されている。そのため，耐摩耗性の高い硬質セラミックス膜を工具表面にコーティングすることが行われている [3),4)]。チタン合金は難削材であることから，一層優れた特性を有するコーティング膜が必要である。

本研究では，鉄系の被削材に主に使用されている従来膜の特性を向上した膜を開発し，この開発膜をコーティングしたエンドミル工具を用いてチタン合金切削性能の向上を図った。また，工具の再利用を検討するために，基材にコーティングされた開発膜の除膜方法についても検討した。

*栃木県産業技術センター，**株式会社アイ・シイ・エス，
***株式会社オンワード技研

## ２　研究の方法

### ２．１　コーティング膜

従来，鉄系切削用工具のコーティングに使用している硬質窒化物膜（従来膜）をベースとした４種のコーティング膜（α，β，γ，δ）を開発した。膜の特性評価用のテストピースは，工具の材質と同じ超硬を用いた。

切削性能評価には，開発した膜をコーティングした工具を用いた。工具はφ10mm で２枚刃の超硬エンドミルを用いた。

### ２．２　コーティング膜の特性評価

膜の表面観察は走査型電子顕微鏡（日本電子㈱ JSM-6010PLUS/LA）を用いた。表面粗さは，光干渉顕微鏡(テーラーホブソン CCIMP）により測定した。摩擦特性は，ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機(新東科学㈱　HEIDON TYPE20）により評価した。測定にはアルミナボールφ10mmを用い，荷重100g，回転半径2mm，周速度100mm/s で測定した。硬さは，マイクロビッカース硬さ試験機(㈱アカシ HV-114）とナノインデンター(㈱エリオニクス ENT-1100a）により評価した。膜の密着性は，スクラッチ試験機(㈱レスカ CSR-1000）を用いて評価した。また，膜の密着性及び靱性をロックウェル固さ試験機（㈱アカシ HR522）を用いてスケール A で試験を行い，圧痕周辺の膜の剥離の様子を観察することで評価した。膜の耐熱性については，600℃及び 800℃で電気炉中でテストピースを加熱処理後，膜の硬さをナノインデンターを用いて測定

することにより評価した。

### ２．３　切削性の評価

切削試験に用いる工具は，φ10mm の 2 枚刃超硬エンドミルに開発した 4 種の膜をコーティングした工具を用いた。比較として，上記で用いたコーティング無しの工具（ノンコート工具）とこれと同一の工具に硬質膜がコーティングされた市販工具（市販工具）についても切削試験を行った。切削試験の切削条件は表 1 のとおりとした。

表 1 切削試験　加工条件

| | |
|---|---|
| 使用装置 | 縦型三軸マシニングセンタ YBM640 Ver.3（安田工業㈱） |
| 被削材 | チタン合金 Ti-6Al-4V (AMS 4911) |
| 切削速度[m/min] | 200 |
| 1 刃当たりの送り [mm/tooth] | 0.1 |
| 半径方向切込み[mm] | 0.1 |
| 軸方向切込み[mm] | 3.0 |
| 切削液 | なし |

### ２．４　コーティング膜の除膜

テストピースにコーティングされた膜の除膜は，ドライエッチングと湿式エッチングについて検討した。

ドライエッチングには高周波プラズマ CVD 装置（サムコ PD-10ST）を用いた。高周波出力 400W，アルゴンガス 20sccm，プロセス圧力 20Pa で 1 時間のエッチングを行った。試料にはβ膜がコーティングされたテストピースを用いた。除膜の評価はエッチング前後の膜の表面を電子顕微鏡により観察することにより行った。

湿式エッチングの除膜は，コーティングされたテストピースを 10M の水酸化ナトリウム水溶液中で 170℃，30 時間水熱処理することにより行った。

## ３　結果及び考察

### ３．１　コーティング膜の特性評価

走査型電子顕微鏡(SEM)による膜の表面観察結果を図 1 に示した。αとβはほとんどドロップレットがなく，αは特に平滑な表面を有している。また，γも平滑な膜を有しているが，δは平滑な面にドロップレットが多少みられる。

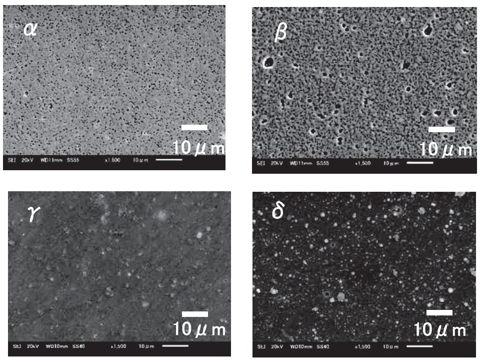



図 1 膜表面の SEM 観察結果

光干渉顕微鏡により膜の表面粗さを測定した結果を表 2 に示した。全ての膜において，Ra と Sa は小さく平滑な表面であることが確認できた。このうちαとγの表面粗さは特に小さく，SEM 観察の結果（図 1）とも一致している。

表 2 膜の表面粗さ

| 膜種 | Ra/nm | Sa/nm |
|---|---|---|
| α | 14.9 | 15.8 |
| β | 34.5 | 32.6 |
| γ | 8.0 | 10.3 |
| δ | 22.2 | 32.0 |

表 3 に摩擦測定を行った結果を示した。全ての開発膜で摩擦係数が 0.5 未満と小さい値であった。特にγは摩擦係数が小さく，表面粗さが最も小さい（表 2）ことが要因の一つとして考えられる。

表 3 膜の摩擦係数

| 膜種 | α | β | γ | δ |
|---|---|---|---|---|
| 摩擦係数 | 0.3 | 0.3 | 0.1 | 0.4 |

表 4 にビッカース硬さ試験の結果を示した。表には従来膜の硬さも示した。なお，γは非常に硬い膜で，圧痕の確認が困難であるため測定は不可能であった。以上の結果，α，β及びγは従来膜と比較して硬さが向上した。

表 4 ビッカース硬さ

| 膜種 | 硬さ(HV) |
|---|---|
| 従来膜 | 2000*1 |
| α | 2920 |
| β | 2510 |
| γ | 3000以上*2 |
| δ | 2020 |

*1：カタログ値
*2：膜が硬く圧痕が確認できないため測定不可。

次に，ナノインデンターを用いて硬さ試験を行った結果を表 5 に示した。4 種の開発膜の硬さの傾向は，ビッカース硬さとおおよそ同じであった。ビッカース硬さ試験において，硬すぎるため測定不可能であるγは，64GPa と 4 種の膜の中で最も高い値であった。

スクラッチ試験機を用いて膜の密着性試験を行った結果を図 2 に示した。4 種の開発膜のうちβは密着性が 42N と最も高かっ

た。一方γは13Nと最も密着性が低いが，これはナノインデーテーション硬さが64GPaと非常に硬いことから，逆に膜が剥離し易くなったと推察される。

表5　ナノインデンテーション硬さ

| 膜種 | 硬さ(GPa) |
|---|---|
| α | 42 |
| β | 28 |
| γ | 64 |
| δ | 35 |

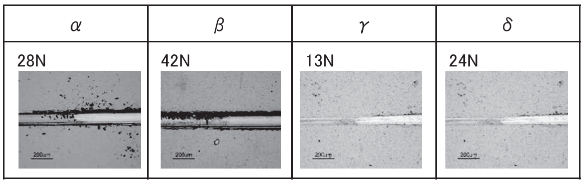



図2 スクラッチ試験機による密着性試験結果

耐熱性試験の結果を図3に示した。αは，800℃でも切削用工具として実用上十分な硬さ20GPa以上の硬さを維持していた。ただし，α以外は20GPa以下となった。

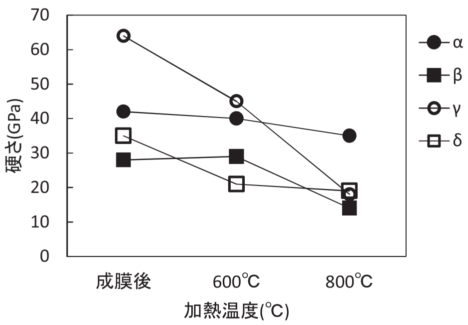



図3 膜の耐熱性試験結果

膜の密着性及び靭性について，ロックウェル試験後の圧痕の外観観察の結果をコーティング無しの超硬基材の結果と併せて図4示した。その結果，全ての膜において圧痕の周辺に，膜が剥離する様子は観察されなかった。なお，膜にひびがみられるが，これは基材自体のひびから生じている。これらのことから膜の超硬基材への密着性は高く靭性も高いことが確認できた。

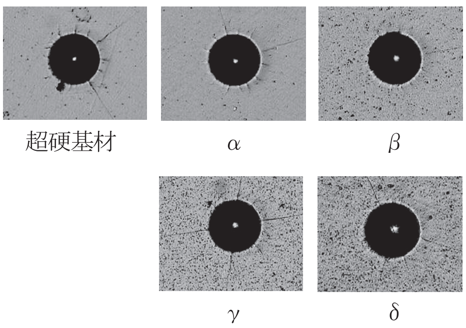



図4 ロックウェル試験後の圧痕の外観

## 3．2　切削性の評価

切削性試験を行った結果を図5に示した。その結果，ノンコート工具，各コーティング工具ともに切削長300mまでゆっくりと摩耗が進行し，300m以降は急速に摩耗が進行した。切削性能において，摩耗幅50μmを寿命とした場合の各工具の工具寿命を表6に示した。開発膜α，βをコートした工具は市販工具と同等の切削性能を得ることができた。開発膜γをコートした工具は，市販工具と比較して10%の向上が可能となった。開発膜δをコートした工具は市販工具より劣っていた。膜の硬さ試験（表4，5）において，膜の硬さが大きいほど切削性能が高いことから，膜の硬さが切削性能の向上に及ぼす重要な要因の一つであることが示唆された。

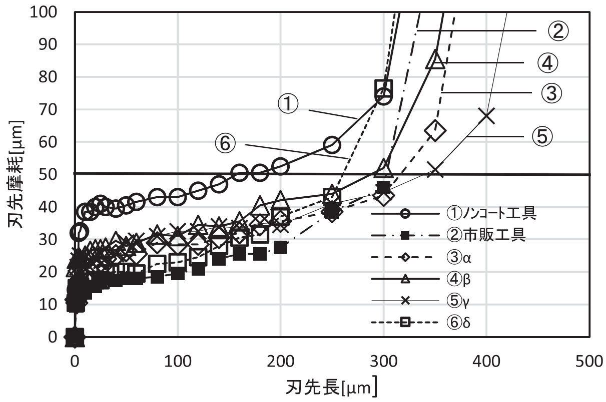



図5　切削試験結果

表6 各種工具の切削性能

| 工具種 | ﾉﾝｺｰﾄ工具 | 市販工具 | α | β | γ | δ |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 工具寿命(m) | 157 | 303 | 316 | 288 | 339 | 260 |

## 3．3　コーティング膜の除膜

ドライエッチングについて，β膜の除膜試験前後のSEM像を図6に示した。除膜は不均一におこることが分かった。これはエッチング前の膜の凹部がドライエッチングによるエッチングは均一におこらず，クレーター状に先的にエッチングされ，窪みが大きくなっていくためと考えられる。

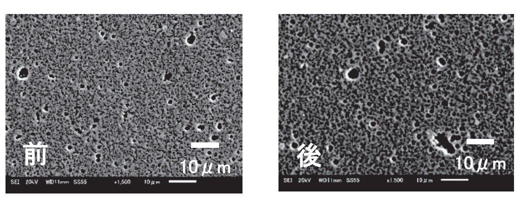



図6　ドライエッチング前後のSEM観察結果

次に湿式エッチング試験を行った前後のテストピース表面のSEM観察結果を図7に示した。除膜の確認は，エッチング後の膜の成分検出により判断した。

その結果，βとδの除膜が可能となった。ただし，膜表面は，エッチングによる荒れが生じているため，再コーティング前には，研磨により表面を平滑化する必要がある。一方，αとγは外観にほとんど変化が認められず，除膜はされなかった。このことから α とγは，耐食性が高い膜であることがわかった。

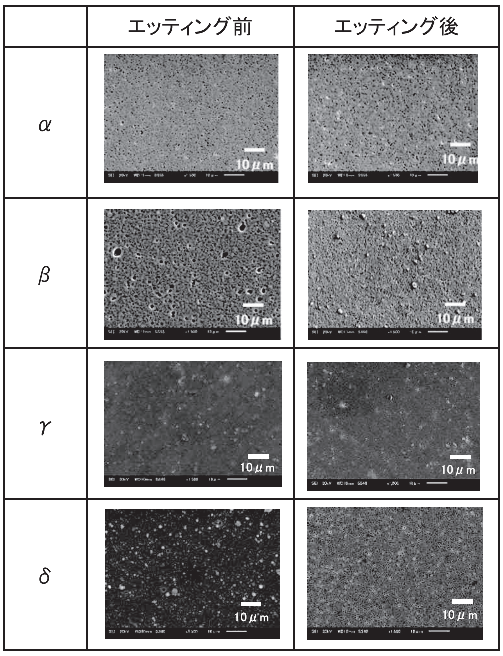



図7 膜のエッチング前後のSEM写真

## 4　おわりに

チタン合金切削用工具のコーティング膜を開発するために，従来膜の特性の向上を図った。また，開発した膜をコーティングした工具を用いて切削試験を行った結果，以下のことが明らかとなった。

(1) 4種の開発膜ともにその硬さが向上し，特にγ膜はナノインデンテーション硬さ64GPaと硬い膜が得られた。

(2) 4種の開発膜ともに基材に対して高い密着性と靭性を有していた。

(3) α膜は800℃の耐熱性を有していた。

(4) α膜及びβ膜をコーティングした工具は市販工具と同等の切削性能を有していた。

(5) γ膜をコーティングした工具は市販工具より10%向上した切削性能を有していた。

(6) β膜とδ膜は湿式エッチングにより工具からの除膜が可能となった。

## 参考文献

1) 山本兼司,久次米進:"KOBE STEEL ENGINEERING REPORTS", 59, No.1, (2009)

2) 成島尚之, 軽金属, 51, 561(2005)

3) 村上良彦, 表面技術, 51, 243(2000)

4) 長谷川 裕 之, 高温学会誌, 33, 78(2007)

重点共同研究（フードバレーとちぎ）

# 氷菓に適した県産イチゴの冷凍技術の開発

金井　悠輔[*]　太田　英佑[*]　齊藤　龍樹[**]　伴　雅之[**]　菅沼　公一[***]

Development of Strawberry Freezing Technology Suitable for Frozen Desserts

Yusuke KANAI, Eisuke OTA, Tatsuki SAITO, Masayuki BAN and Koichi SUGANUMA

急速凍結及び凍結前に浸透圧脱水処理を適用した緩慢凍結（デハイドロフリージング）の２通りのアプローチにより，冷凍状態でも容易に咀嚼できる，一粒まるごと凍結させた氷菓用冷凍イチゴの製造技術を検討した。イチゴを急速凍結させることで，緩慢凍結品と比較して圧縮試験における最大荷重が有意に低下した。特にブライン凍結において，イチゴを脱気包装せずブライン液に直接浸漬する手法により最大荷重が著しく低下した。一方，デハイドロフリージングにおいても，高濃度糖液に浸漬することでイチゴ内部の水分の脱水が進行し，圧縮試験において最大荷重が低下する傾向が見られたが，著しい低下は見られなかった。これらの冷凍イチゴの硬さについて官能評価を行ったところ，急速凍結品は緩慢凍結品と比べて有意に柔らかい評価となり，有望な新規凍結法であると考えられた。

Key words:　いちご，テクスチャー，冷凍，急速凍結，デハイドロフリージング

## １　はじめに

県内の氷菓メーカーにおいては，本県ならではの魅力ある商品を創出するため，県産イチゴを活用した新たな商品開発に取組んでいる。従来，氷菓にはピューレ状やダイスカットされたイチゴ果肉が用いられてきたが，より商品の魅力を高めるため一粒まるごと冷凍したイチゴ果肉に対する要望がある。しかし，通常の凍結法では果肉が硬くなってしまい，凍結状態では咀嚼が困難であるとともに果肉感が得られないことが課題となっている。

そこで，本研究では，県産イチゴを活用した新たな氷菓製品の開発に資するため，急速凍結及び凍結前に浸透圧脱水処理を適用した緩慢凍結（デハイドロフリージング）の２通りのアプローチにより，従来よりも柔らかく，冷凍状態でも容易に咀嚼できる冷凍イチゴの製造技術の開発を行った。

## ２　研究の方法

### ２．１　イチゴ原料

原料は栃木県産イチゴ（一粒あたり約 11g）を使用した。なお，収穫期の都合上，急速凍結試験及び官能評価においては「とちおとめ」，デハイドロフリージング試験においては「なつおとめ」を使用した。

### ２．２　凍結試験

冷凍イチゴの硬さの原因の一つとして，凍結時にイチゴ果肉内部に生成する氷結晶の成長が影響するものと予想した。そこで，氷結晶の大きさと物性の関係を調査するため，緩慢凍結方式及び各種急速凍結方式によるイチゴの凍結試験を行った。緩慢凍結は低温インキュベーター（福島工業㈱ FMU-133I　庫内温度：-15℃），急速凍結はエアブラスト凍結装置（古賀産業㈱ KQF-8A-300B　庫内温度：-30℃），ブライン凍結装置（サラヤ㈱　SF-10　ブライン液：同社製ラピノール CL　槽内温度：-30℃）を用いた。液体窒素凍結については，実機を稼働させるには大量の液体窒素を使用する必要があるため，金属カゴに入れたイチゴを液体窒素の浴槽に一定間隔で瞬間的に浸漬させる方法により凍結させた。また，ブライン凍結においては，食材を脱気包装してブライン液と食材が直接触れない状態で凍結するのが一般的な方法だが，イチゴを強く脱気包装すると果肉が潰れ，逆に弱く脱気包装すると含気量が増えて凍結速度の低下につながる。このため，脱気包装する方法と，脱気包装せずにイチゴを直接ブライン液に浸漬する方法の２通りの手法を用いた。

凍結試験時に，イチゴ中心に熱電対（石川産業㈱ T/T-T-30）を挿入し，芯温をデータロガー（日置電機㈱ LR8432）により測定した。品温は各試験区で３点測定し，得られた凍結曲線から，最大氷結晶生成温度帯（-1℃～-5℃）の通過時間の平均を求めた。

*　栃木県産業技術センター　食品技術部
**　フタバ食品株式会社
***　株式会社健食

### ２．３　デハイドロフリージング

一般的に，水分含量の高い青果物を凍結すると，氷結晶の生成や凍結濃縮等の影響により解凍後の品質が低下することが知られている。青果物の凍結解凍耐性を向上させる手段として，凍結前に脱水処理を施し，予め組織内の水分を減少させてから凍結させるデハイドロフリージングと呼ばれる技術が存在する。本研究ではこれに着目し，凍結前に浸透圧脱水を行うことで氷結晶生成量を低減する手法を試みた。浸透圧脱水に用いる液の溶質は，単糖類からフルクトース及びグルコース並びに二糖類からスクロース及びトレハロースの計４種類を選定した。フルクトース及びスクロースは 20%・40%・60%，グルコース及びトレハロースは 10%・20%・40%(w/w)の 3 段階の溶液濃度に調整し，イチゴを等量の糖溶液に浸漬させた。浸漬時間は 1h・2h・4h・6h の計４条件とした。浸漬前後でイチゴ重量を計測し，重量変化率を求めた。

### ２．４　冷凍イチゴの硬さの評価

冷凍イチゴの硬さを評価するため，テクスチャーアナライザー（Stable Micro Systems　TA.XT plus）による圧縮試験を行った。圧縮プローブはステンレス製のφ4mm 円柱プローブを用い，圧縮速度 1mm/s，圧縮距離 15mm とした。なお，冷凍状態を保つため，サーマルキャビネット（同社製　TC/LN2）を用いて試験環境を-18℃に維持して試験を実施した。

### ２．５　氷結晶サイズの観察

冷凍イチゴ内部の氷結晶の直接観察は技術的に困難であったため，冷凍イチゴを真空凍結乾燥し，氷が昇華することで組織内部に生成される空洞を氷結晶の痕跡と捉え，X 線 CT で空洞の大きさを測定した。

まず，冷凍イチゴを凍結状態のまま，バンドソーで厚さ 5mm にスライスした。スライスした冷凍イチゴを表１の条件で真空凍結乾燥を行い，乾燥品を X 線 CT（㈱ニコン　MCT225）による三次元計測により痕跡の大きさごとの分布を調査した。

表１　真空凍結乾燥条件

| 順序 | 棚温度 | 昇温速度 | 時間 |
|---|---|---|---|
| 1 | -50℃ | - | 48h |
| 2 | 40℃ | 5℃/h | - |
| 3 | 40℃ | - | 1h |

### ２．６　色彩の評価

冷凍イチゴの外観も商品価値を左右する重要な要素であるため，凍結前のイチゴ及び冷凍イチゴの表面色を分光測色計（コニカミノルタジャパン㈱　CM-5）により測定した。各試験区あたり３粒，１粒あたり２か所測定し，それらの平均値を L*a*b*表色系により比較した。

### ２．７　官能評価

試作した各種凍結イチゴを用いて官能評価を行い，実際に人が咀嚼した際の食感改質効果を検証した。緩慢凍結品の硬さを基準とし，評価対象試料の硬さを－３～＋３の７段階評点法により評価を行った。評価結果については，１標本の　t　検定により評価対象試料の硬さ評点と定数０との差を解析した。パネルは，産業技術センター食品技術部，㈱健食及びフタバ食品㈱の職員計 21 名とした。

## ３　結果及び考察

### ３．１　急速凍結による冷凍イチゴの品質検討

### ３．１．１　各種凍結方式によるイチゴの凍結試験

緩慢凍結及び各種急速凍結における最大氷結晶生成温度帯通過時間を表２に示す。急速凍結ではいずれも 20 分以内で最大氷結晶生成温度帯を通過した。冷媒が気体であるエアブラスト凍結と比較すると，ブライン凍結や液体窒素凍結を行うことでさらに急速に凍結した。また，脱気包装せずブライン液に直接浸漬させた場合は，脱気包装した場合と比べて半分以下の時間で通過した。包装資材や包装内の空気による断熱効果が失われたことで，急激にイチゴの熱が奪われたものと考えられた。

表２　最大氷結晶生成温度帯通過時間

| 凍結方式 | | 最大氷結晶生成温度帯通過時間 |
|---|---|---|
| 緩慢凍結 | | 160 分 |
| 急速凍結 | エアブラスト凍結 | 17 分 |
| | ブライン凍結（包装あり） | 11 分 |
| | ブライン凍結（包装なし） | 5 分 |
| | 液体窒素凍結 | 5 分未満 |

### ３．１．２　急速凍結イチゴの物性評価

急速凍結による凍結イチゴの硬さ低減効果を検証するため，作製した各種凍結イチゴについて冷却チャンバー付きテクスチャー測定装置により圧縮試験を行った。平均化した応力歪み曲線を図１，最大荷重平均値を図２に示す。緩慢凍結品では圧縮初期に約 25kgf の荷重がかかり，破壊後に一気に低下するのに対し，急速凍結品ではより小さい荷重で破壊され，破壊後も荷重が一定のまま圧縮される傾向となった。最大荷重平均は，緩慢凍結品と比べて急速凍結品において有意に低下し，特にブライン凍結(包装なし)では，緩慢凍結品と比較して約 75%減，ブライン凍結（包装あり）と比較して約 50%減という大幅な低下が認められた。これは，最も凍結速度の速い液体窒素凍結品よりも低い荷重であることから，急速

凍結による氷結晶の微細化以外の効果も作用しているものと考えられた。他の急速凍結品では，圧縮開始後 12～15kgf の荷重がかかり破壊されるのに対し，ブライン凍結品（包装なし）では，わずか 3kgf 程度の荷重で破壊が進み，中心部に近づくと徐々に荷重が上昇していることから，特に外周部が軟化しているものと考えられる。ブライン液にイチゴを直接浸漬した際，ブライン液中のエタノールがイチゴ表面から果肉内部に若干染み込むことが予想される。これにより果肉の凍結点が降下し外周部を中心に未凍結状態となり，圧縮初期の荷重が極端に低下したものと考えられる。

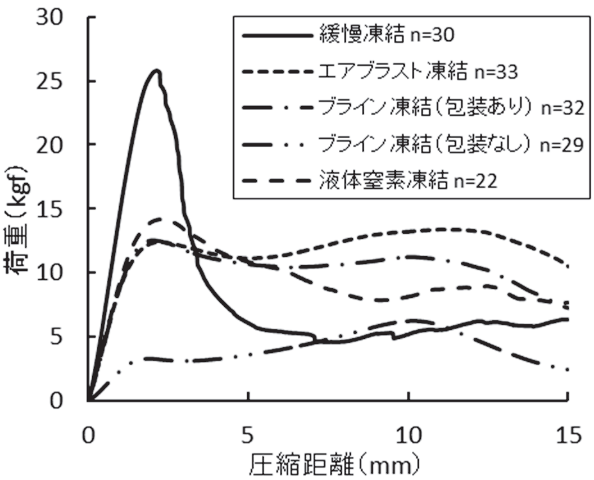



図１　応力歪み曲線

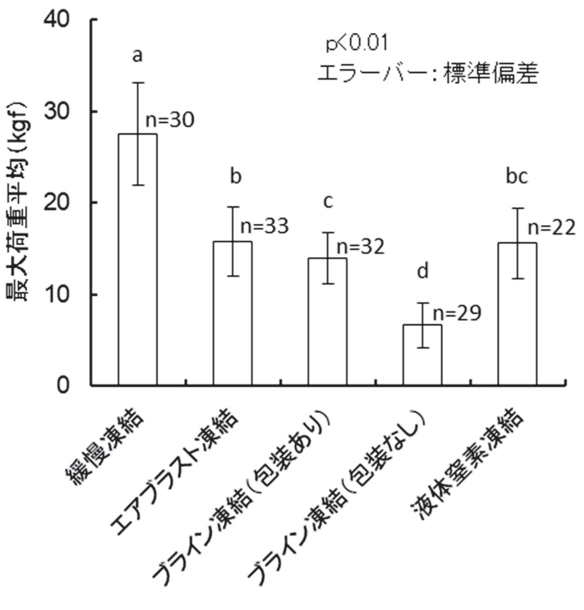



図２　最大荷重平均

異なるアルファベットは統計的に有意な差があることを示す。

### ３．１．３　氷結晶サイズの観察

急速凍結によりイチゴ内部に生成される氷結晶が微細化されていることを確認するため，真空凍結乾燥させた各種凍結イチゴを X 線 CT で撮影し，氷結晶の痕跡サイズの分布を比較した。結果を図３に示す。すべての急速凍結品において約 0.01mm³ 以下の空洞が緩慢凍結品よりも多く，それよりも大きな空洞は少ない分布となることが確認された。このことから，急速凍結により氷結晶が実際に微細化したものと考えられた。急速凍結品の中では，脱気包装したブライン凍結及び液体窒素凍結において小さな氷結晶痕跡の分布が最も多く，次にエアブラスト凍結が続いた。一方，凍結速度が２番目に速かったブライン凍結（包装なし）は，急速凍結品の中では小さな氷結晶痕跡が最も少ない分布を示した。詳細な原因は不明だが，前述したブライン液中のエタノールが果肉内部に染み込むことが影響しているものと推察した。

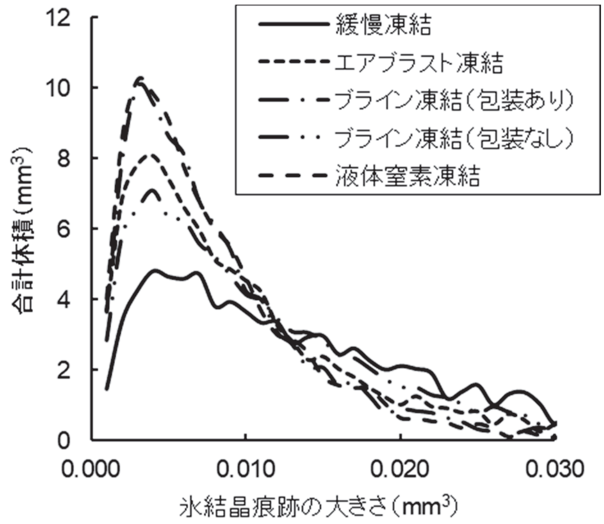



図３　氷結晶痕跡の大きさの分布

### ３．１．４　色彩の評価

凍結方式の違いによるイチゴの色彩への影響を把握するため，凍結前イチゴ及び各種凍結イチゴの表面色を分光測色計で測定した（図４）。その結果，いずれの凍結品においても凍結前と比較して明度，色度ともに低下したが，急速凍結品では，緩慢凍結品と比較して凍結前に近い色度を示す傾向が見られた。ブライン凍結（包装なし）においては，凍結品の中では最も凍結前に近い色度であったが，明度は最も低く，やや暗いが鮮やかな色を維持することが明らかとなった。

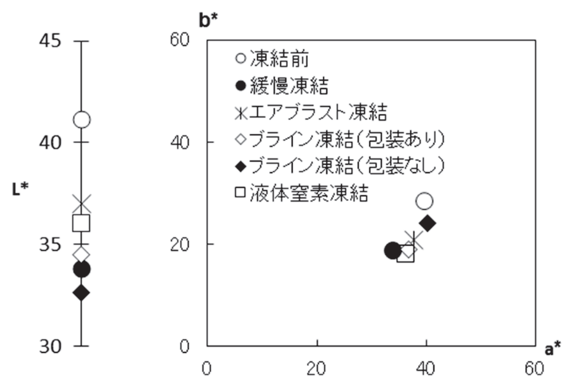



図４　急速冷凍イチゴの色彩測定結果

### ３．２　緩慢凍結による冷凍イチゴの品質検討

#### ３．２．１　浸透圧脱水処理の検討

イチゴ内部の自由水の一部を浸透圧脱水することで，凍結時の氷結晶生成量を減少させる手法を検討した。脱水によるイチゴの重量変化率を図５に示す。いずれの糖においても高濃度かつ長時間の浸漬を行うことで重量が減少し，脱水が進行する傾向が確認された。また，当初は分子量の小さい単糖類の方が二糖類よりもモル濃度が高くなるため，効率的に脱水が進むものと予想していたが，今回の結果では単糖類，二糖類の違いによる脱水効率への影響は確認されず，飽和溶解度が高いフルクトース及びスクロースの高濃度溶液を用いることで効率的に脱水が進行する傾向が見られた。脱水処理後のイチゴは，緩慢凍結により凍結させた。

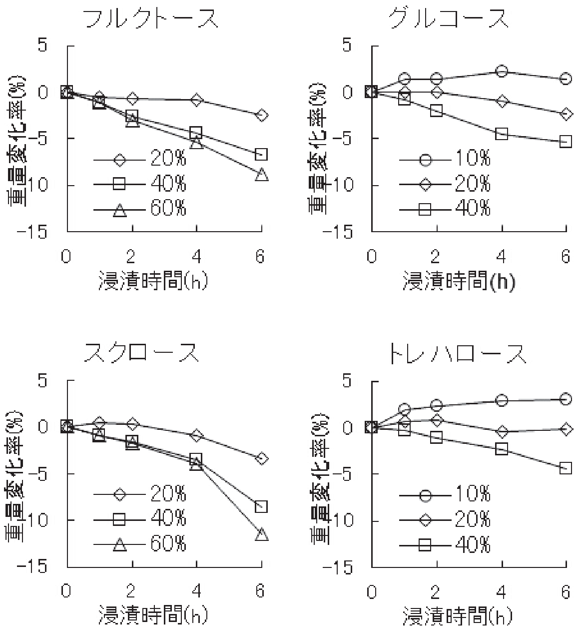



図５　浸漬時間と重量変化率の関係

#### ３．２．２　脱水処理後の緩慢凍結イチゴの物性評価

浸透圧脱水処理による凍結イチゴの硬さ低減効果を検証するため，各条件で脱水処理後に緩慢凍結した冷凍イチゴについて圧縮試験を行った。応力歪み曲線は，未処理の緩慢凍結品と同様に圧縮初期に大きな力が加わり，破壊後に急激に低下する波形を示した。脱水処理における重量変化率と圧縮試験の最大荷重平均値の相関を図６に示す。トレハロース以外の処理区においては，より脱水されたものほど最大荷重が低下する傾向が認められ，近似曲線の傾きはフルクトース，グルコース，スクロースの順に大きい値を示した。一方，トレハロース処理区では低濃度かつ短時間の浸漬処理においても破断強度が低下したものの，重量変化率と最大荷重の間に相関が認められなかった。

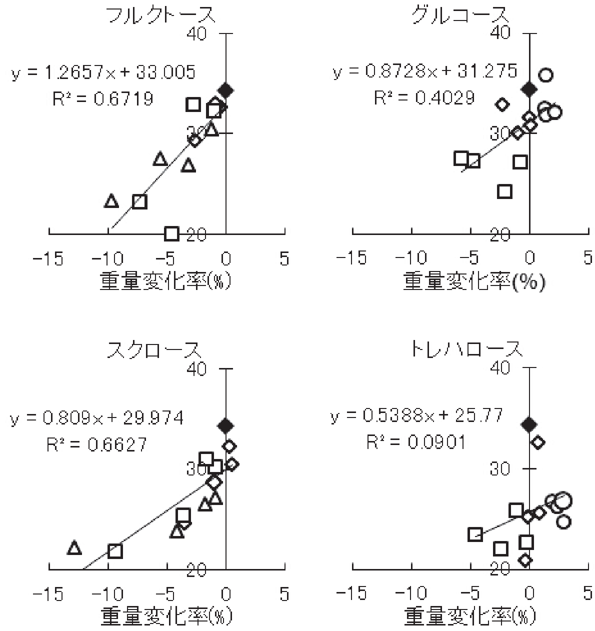



図６　重量変化率と最大荷重の相関

縦軸は圧縮試験における最大荷重平均（kgf）

◆：緩慢凍結（未処理），○：10%，◇：20%，□：40%，△：60%

ここで，今回脱水処理に用いた糖のガラス転移温度（Tg）を表３に示す。食品を構成する物質のガラス転移温度は，食品全体の物性に大きく影響することが知られており，低 Tg 成分の配合による食感の軟化や，逆に高 Tg 成分を配合することで系全体の Tg を引き上げ，食感を硬くする手法が報告されている[1)]。トレハロース溶液による脱水処理区において重量変化率と最大荷重の間に相関が見られなかったのは，脱水による軟化効果が果肉に浸透または付着したトレハロースの Tg 特性の影響によって相殺された結果であると推察した。

表３　各糖類のガラス転移温度

| 糖の種類 | ガラス転移温度（Tg） |
|---|---|
| フルクトース | 5℃ |
| グルコース | 31℃ |
| スクロース | 62℃ |
| トレハロース | 114℃ |

#### ３．２．３　色彩の評価

脱水処理が冷凍イチゴの色に及ぼす影響を把握するため，凍結前イチゴ及び脱水処理後の緩慢凍結イチゴの表面色を測定した。結果を図７に示す。浸透圧脱水処理した凍結イチゴの場合，いずれも凍結前と比較して明度が低下し，色度は b*が低下する傾向が見られた。一方で，その傾向は単糖類での処理区において顕著に表れた。そのため，二糖類を用いた糖溶液で脱水処理を行うことで，凍結前の鮮やかな色彩を比較的維持するものと考えられた。

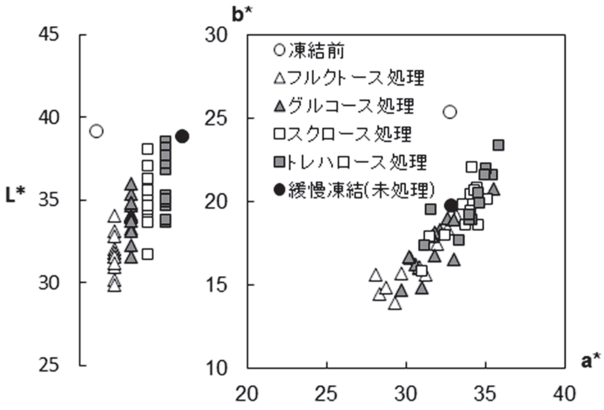



図７　浸透圧脱水冷凍イチゴの色彩測定結果

### ３．３　冷凍イチゴの官能評価

試作した各種凍結イチゴを用いて官能評価を行い，実際に人が咀嚼した際の食感改質効果を検証した。従来の緩慢凍結品を対照とし，エアブラスト凍結，ブライン凍結（包装なし），浸透圧脱水（60%スクロース溶液で 6h 脱水処理）を評価対象とした。対照の硬さを０とした時の評価対象品の硬さを評点法で評価した。結果を図８に示す。エアブラスト凍結品は平均－１，ブライン凍結（包装なし）は平均－２．６であり，緩慢凍結品と比較してそれぞれ有意に低い評価が得られた。ブライン凍結（包装なし）に対する自由意見として「外観が鮮やか」「軟らかく食べやすい」との意見が多く上がり，当該手法が

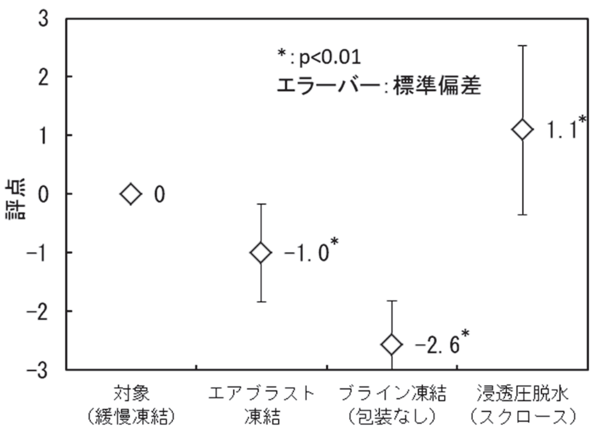



図８　官能評価結果

容易に咀嚼できる冷凍イチゴの製造法として有望であると考えられた。一方，浸透圧脱水処理を行った冷凍イチゴに対しては，未処理の緩慢凍結品と同等以上に硬いとの評価が多かった。圧縮試験での最大荷重は低下したものの，実際に人が食感改善効果を感じるためには脱水処理が不十分であったと考えられた。

### ４　おわりに

県産イチゴを活用した氷菓製品の高付加価値化のため，冷凍状態でも容易に咀嚼できる冷凍イチゴの製造技術開発に取り組んだ結果，以下の知見を得た。

(1) イチゴを急速凍結することで果肉内の氷結晶が微細化し，圧縮試験による最大荷重が低下することを確認した。

(2) イチゴを脱気包装せずブライン液に直接浸漬して凍結させることで，最大荷重の大幅な低減を実現するとともに，他の急速凍結方式よりも鮮やかなイチゴの色を維持することが分かった。

(3) 凍結前に浸透圧脱水処理を行うことで，最大荷重が低下することを確認した。脱水処理により表面の色彩が暗くくすんだ色に変色するが，二糖類の溶液で脱水処理をすることで変色が軽減された。

(4) 官能評価の結果，イチゴを脱気包装せずブライン液に直接浸漬して凍結したものが顕著に柔らかいと感じられ，本手法が新規凍結法として有望であるとの結論に至った。

### 謝　辞

本研究実施にあたり協力・助言を頂いた東京海洋大学　鈴木徹教授，ブライン凍結装置による実験にご協力頂いたサラヤ株式会社及び東京サラヤ株式会社に感謝いたします。

### 参考文献

1) 川井清司：〞日本食品工学会誌〞, Vol.19 (No.1), 9-14, (2018)

# Ⅱ　共同研究
Cooperative Research

共同研究

# 高機能デンタルインプラント実用化のための レーザ表面改質技術の開発（第１報）

江面 篤志*，荒井　辰也*，山畑　雅之**，花輪　潤***，澤　孝幸****，小茂鳥　潤*****

Laser Surface Treatment for Practical use of Superior Dental Implant (1st Report)

Atsushi EZURA, Tatsuya ARAI, Masayuki YAMAHATA, Jun HANAWA, Takayuki SAWA and Jun KOMOTORI

レーザ表面改質によりデンタルインプラントの接着期間短縮のためのマイクロパターン及び抗菌性付与のための銀成分含有改質面の形成を試みた。その結果，チタン合金に対して，レーザ走査速度を 500 mm/min として処理を施すことで，複雑形状を有するマイクロパターンが形成できることが明らかとなった。さらに，形成したマイクロパターン上で骨芽細胞を用いた培養試験を実施した結果，パターンを有さない未処理材と比較して，細胞増殖性が向上することが明らかとなった。

Key words :レーザ，表面改質，微細加工，チタン合金，デンタルインプラント

## １　はじめに

疾病やケガなどにより失われた歯の機能を補完するための医療器具であるデンタルインプラントを用いた治療は，高齢社会の進行とともに増加の一途を辿っている。しかしながら，埋め込み後の接着期間の短縮や，埋め込んだインプラント周辺における歯周炎の発生などが課題となっている。このため，顎骨や軟組織と接着する人工歯根やアバットメントには，細胞適合性の向上及び抗菌性の付与が求められている。

細胞適合性の向上には，人工歯根やアバットメントの表面に微細な凹凸を付与することが有効であるとされており，レーザ加工やブラスト処理，酸エッチング処理などにより，微細な凹凸を形成することで細胞適合性の向上につながることが報告されている[1),2)]。体内埋め込み型のインプラントは，代替する器官を模しているため，自由曲面を含有した複雑形状を有している。このため，NC制御可能なマシニングセンタなどの工作機械を用いて形状創製がなされており，段取り替えを行う必要がないレーザ加工による表面改質法は，作業工程の削減につながり，他の手法と比較してコストの面で有利である[3),4)]。

A. Palmquistら[5)]は，レーザを用いて微細な凹凸を付与したチタン合金製インプラントが接着性の向上に寄与することを報告している。しかしながら，レーザ波長やパルス幅，出力などのレーザ照射パラメータを変化させることにより，形成される微細形状は大幅に変化するため，最適な形状については明らかになっていない。そこで本研究では，デンタルインプラントに用いられるチタン合金に対して，レーザ照射条件を変化させてレーザ照射を施し，異なる形状を有する微細パターンの形成を試みた。さらに被処理面上にて骨芽細胞を用いた培養試験を実施し，その増殖性を評価することで細胞適合性について検討を行った。

## ２　研究の方法

### ２．１　大気中でのレーザ照射実験

本研究では，供試材として表１に示す組成を有する医療用チタン合金(Ti-6Al-4V ELI) を用いた。同材をφ15 mm×4 mm の形状に機械加工した後，一方の端面を#1200 の

*　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 材料技術部
***　株式会社スズキプレシオン
****　株式会社白鵬
*****　慶應義塾大学 理工学部 機械工学科

耐水研磨紙を用いて研磨することにより，算術平均粗さが 100 nm 程度となるように仕上げ，レーザ照射面とした。

このようにして準備した試験片に対して，表２に示す条件でレーザ照射を施した。処理時の外観を図１に示す。ファイバーレーザユニット（波長 1064 nm，パルス幅 1～100 ns）から照射されたレーザ光は焦点距離 30 mm である対物レンズにより約 10 μm に集光される。このレーザユニットを 3 軸駆動加工機に取り付け，走査速度が加工痕に及ぼす影響を検討するため，走査速度を 100，250，500 mm/min に変化させてレーザ照射を施した。さらに図２に示すレーザ走査パターンにて走査ピッチを 10，15，20 μm と変化させてレーザ照射を施すことにより，異なるマイクロパターンの形成を試みた。

### ２．２　細胞培養試験

前項までに作製した被処理面の細胞適合性について検討するため，骨芽細胞を用いた培養試験を行った。表３に細胞培養試験条件を示す。培養試験後は MTT assay により細胞数の評価を行った。

## ３　結果および考察

### ３．１　大気中におけるレーザ照射実験結果

#### ３．１．１　レーザ走査速度が加工痕に及ぼす影響

医療用チタン合金に対して，走査速度を 100，250，500 mm/min に変化させてレーザ照射を施した。それぞれの試験片を F100，F250，F500 シリーズとする。レーザ照射により形成された加工痕について SEM を用いて観察した結果を図３に示す。同図より，F100 および F250 シリーズにおいては，レーザ光が通過した箇所が盛り上がり，凸部が形成され，その周辺には多数のデブリが存在していることがわかる。一方で，F500 シリーズにおけるレーザ加工痕は，深く除去された箇所と盛り上った凸部が混在しており，複雑な形状を有していることがわかる。これは，F500 シリーズと比較して F100 および F250 シリーズでは走査速度が低く，より多くの熱量が入力されたことにより，より多くの基材が溶融したため，レーザ照射により形成された加工面穴が埋められ，凸部のみを形成したものと考えられる。F500 シリーズ においては，基材の溶融が適度に抑制され，凹部と凸部の両方を含む加工痕が形成されたと考えられる。細胞適合性の向上には，サブミクロンオーダーの複雑な形状が有効であるとされる[5])ため，以後のレーザ照射実験は走査速度を 500 mm/min として実施した。

#### ３．１．２　レーザ走査ピッチが形成されるパターンに及ぼす影響

走査速度を 500 mm/min とし，表２のレーザ照射条件を用いて，レーザ走査ピッチを 10，15，20 μm と変化させ往復走査させることにより，φ15 mm の円盤状の試験片全面

表１　試験片の組成(mass%)

| Al | V | Ti |
|---|---|---|
| 5.50-6.75 | 3.50-4.50 | Bal. |

表２　大気中でのレーザ照射条件

| | |
|---|---|
| Wave length | 1064 nm |
| Laser power | 3 W |
| Spot size | 10 μm |
| Scan speed | 100, 250, 500 mm/min |
| Frequency | 50kHz |
| Pulse width | 1 ns |
| Defocus | 0 mm (on focus) |


図１　大気中でのレーザ照射実験外観

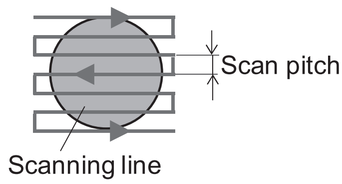



図２　大気中でのレーザ照射パターン

表３　細胞培養試験条件

| | |
|---|---|
| Solution | osteoblastic-like cell (MC3T3-E1 cell) |
| Culture medium | MEM-α |
| Culture period | 3 days |
| Seeded cell number | $2\times10^4$ cell/well |

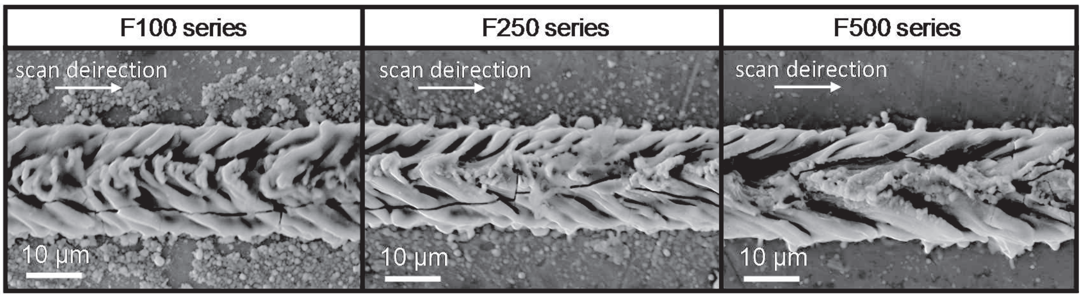



図３　１ラインの加工痕の SEM 観察結果

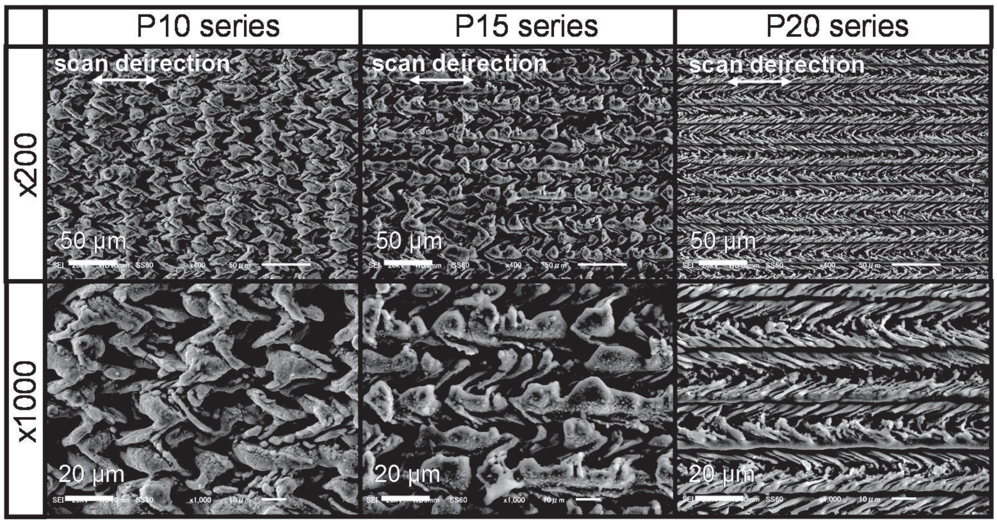



図４　マイクロパターンの SEM 観察結果

に渡ってレーザ照射を施した。それぞれの試験片を P10，P15 および P20 シリーズとする。レーザ照射後のレーザ照射領域に対して，SEM を用いて観察した結果を図４に示す。なお，同図中の矢印はレーザの往復走査方向を示している。図４より，レーザ走査間隔の変化により，レーザ照射領域に形成されるマイクロパターンが変化することがわかる。P15 および P20 シリーズでは，レーザ往復走査方向に平行に複雑なパターンが形成されている。一方で，P10 シリーズにおいては，往復走査方向に垂直な方向に特徴的なパターンが形成されていることがわかる。P10 シリーズの走査ピッチは約 10 μm であるレーザのスポット径と同等であるため，被処理面は 2 度レーザが照射されることとなる。このため，往復走査方向とは異なる方向に指向したパターンが形成されたものと考えられる。一方，P15 および P20 シリーズにおける走査間隔はレーザのスポットサイズと比較して広いため，レーザ走査により形成された加工痕が残存しており，往復走査方向のパターンが形成されたものと考えられる。

### ３．１．３　異なるパターンを有する被処理面が細胞適合性に及ぼす影響

前項で作成した異なるパターンを有する被処理面が細胞適合性に及ぼす影響について検討するため，それぞれの試験片上において，表３に示す条件を用いて細胞培養試験を実施した。被処理面上に細胞を播種した後，インキュベータ(37℃，5%$CO_2$)内で培養を 3 日間行った。培養後は，MTT assay を用いて細胞数を計測し，増殖性について検討を行った。培養試験には，レーザ照射を施した P10，P15，P20 シリーズの他，比較のため，レーザ照射を施していない未処理材を用いた。培養後の細胞数を計測した結果を図５に示す。同図より，未処理材と比較して，レーザ照射を施した試験片上で培養した場合に，細胞数が増加したことがわかる。これは，レーザ照射により微細な凹凸が形成されたことにより，細胞増殖性が向上したためと考えられる。一方で，レーザ照射を施した試験片同士を比較すると，それぞれの試験片の間で有意差は見られない。これにより，細胞増殖性には，パターンの規則性や指向性は大きな影響を及ぼさないことが考えられる。

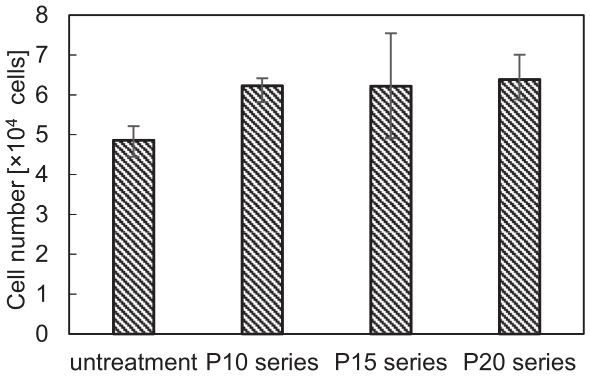



図５　マイクロパターンを有する処理面上での細胞培養後の細胞数計測結果

## ４　おわりに

本研究では，デンタルインプラントに用いられる医療用チタン合金 Ti-6Al-4V ELI 材に対し，細胞増殖性を向上させることを目的として，レーザ照射によるマイクロパターンの付与を行った。さらに形成した処理面上で細胞培養を行うことで細胞増殖性について検討を行った。以下に得られた知見を示す。

(1) レーザ走査速度を 500 mm/min として Ti-6Al-4V ELI 材に対してレーザ照射を施した結果，サブマイクロメートルオーダーの複雑な形状を有するマイクロパターンが形成されることが明らかとなった。

(2) 全面にマイクロパターンを形成させた試験片を用いて細胞培養を行った結果，未処理材と比較して細胞増殖性が向上することが明らかとなった。

## 参考文献

1) L. Le Guehennec, A. Soueidan, P. Layrolle, Y. Amouriq; Dental Mater., 23, 844 (2016).

2) H. Huang, C. T. Ho, T. H. Lee, K. K. Liao, F. l. Chen; Biomolecular Eng., 21, 93 (2004).

3) 江面篤志， 渡部篤彦 ： 液中レーザ局所改質法の開発とそれを用いた医療用ステンレス鋼の摩擦摩耗特性の向上（第一報），栃木県産業技術センター研究報告，12(2016)，71.

4) 江面篤志， 渡部篤彦 ： 液中レーザ局所改質法の開発とそれを用いた医療用ステンレス鋼の摩擦摩耗特性の向上（第二報），栃木県産業技術センター研究報告，13(2017)，71.

5) A. Palmquist, F. Lindberg, L. Emanuelsson, R. Branemark, H. Engqvist, P. Thomsen; J. Biomed. Mater. Res., 92A(2010), 1476.

共同研究

# ファインバブルクーラントが研削加工に及ぼす影響（第２報）

稲澤　勝史*　　江面　篤志*　　髙岩　徳寿*
加藤　克紀**　　篠原　尚也**

Effect of Fine-Bubble Coolant on Grinding Characteristics (2nd Report)

Katsufumi INAZAWA, Atsushi EZURA, Norihisa TAKAIWA
Katsunori　KATO　and　Naoya　SHINOHARA

近年，研削加工における加工能率の向上を目的として，ファインバブルを用いた研削加工が注目されている。既報では，大生工業株式会社が開発したファインバブル発生ノズルを用いて，ファインバブル条件が研削特性に及ぼす影響を検討し，吸気量が２Ｌの場合に０Ｌの場合と比較して砥石の目詰まりが軽減し研削比が向上することを明らかにした。本報では，ファインバブルの有無及びファインバブルに用いる気体を変え，研削特性に及ぼす影響を検討した[1]。ファインバブルを含むクーラントを用いた場合には，通常の研削液と比較して砥石摩耗が低減した。特にAirFBを用いた場合には最も砥石摩耗量が低減し，通常の研削液を用いた場合と比較して３倍以上の研削比を達成した。

Key words:　ファインバブル，液特性，研削抵抗，研削比

## １　はじめに

ファインバブル（以下，FB）は，直径が 100 μm 以下の気泡であり，近年では裾野の広い技術として注目を浴びており，様々な産業分野での利用が進んでいる[2]。工業分野での利用に着目すると,FBを含むクーラントを加工に用いることで，研削比の向上及び表面粗さの低減などが報告されており[3],FBノズルを搭載した加工機も実用化されている。

FBの特徴として,液中での上昇速度が気泡径の減少と共に減少すること，また気泡が小さくなるほど気泡内部の圧力は高くなり，溶解の推進力が増大し，ガスが溶解しやすくなることが知られている[4]。このため，様々な気体を用いて液特性を制御し，加工雰囲気を調整することが可能と考えられる。例えば，加工雰囲気を変化させた加工として，MQLに$CO_2$ガスを援用したS45Cの切削加工では，酸化発熱を抑制できることから，超硬工具の摩耗が低減することが明らかにされている[5]。加工熱の抑制は，超硬工具のみならず様々な工具の摩耗抑制に効果的であり，特にダイヤモンド工具に対しては有効であると考えられる。

そこで，我々が開発したFBノズルを用い[6]，各種気体を用いて研削液特性を調整し，加工に適した研削液特性を検討することとした。本ノズルは，水圧をかけることで内部の圧力が減少し，吸気部から空気を自吸する構造となっている。このため，吸気する気体を変えることで，様々な気体のFBを作ることが可能である。よって本研究では，吸気させる気体を変え，各種気体のFBを含有した研削液が研削加工に及ぼす影響を検討した。

## ２　研究の方法

### ２．１　各種気体を用いたFBが研削液に及ぼす影響

各種気体のFBを含有させることで，研削液の基礎特性がどのように変化するかを把握するため，図１に示す装置を用い，5Lの研削液に対してAirFB，$N_2$FB，$CO_2$FBを発生させた。FB発生後の液特性の評価項目は，先行研究[5]では酸化発熱を抑制していたことから，液中に溶け込んでいる溶存酸素量 DO [mg/L]及び水素イオン指数pHとし，HORIBA　LAQUA act D-74及びD-75を用いて測定した。ここで，研削液には水道水にて50倍希釈した弱導電性研削液（東洋工学㈱　CG-7）を用いた。

なお，筆者らは既報[1]にて，砥石近傍にFBノズルを設置し，吸気量が研削特性に及ぼす影響を検討しており，2 L/minのFBが研削時の目詰まり及び砥石摩耗を低減することを示している。このため，図１中の点線で示すノズルの吸気部の先端にフローメータを設置し，吸気する各種気体の量を2 L/minに固定して試験を行った。

＊　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
＊＊　大生工業株式会社　ＦＢ事業部

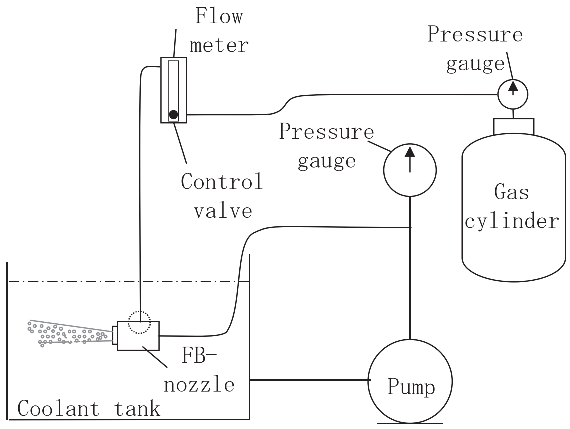



図１　FB 循環システムの概観

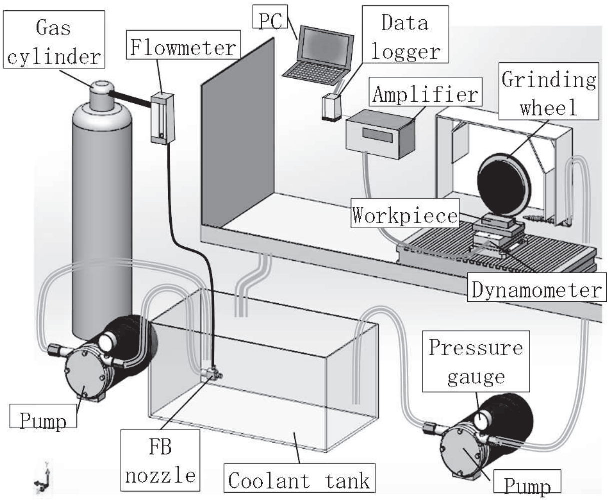



図２　研削加工装置

表１　加工条件

| | |
|---|---|
| Grinding velocity | 314 m/min |
| Feed rate | 2.5 m/min |
| Depth of cut | 0.003 mm |
| Coolant | Normal, AirFB, $N_2$FB, $CO_2$FB |

### ２．２　加工条件

各種気体の FB を含有した研削液が加工特性に及ぼす影響を検討するため，図２に示す装置を用いて加工実験を行った。加工は，被削材 SUS304(長さ 100×幅 50 mm)に対して，幅 10 mm の SD325 メタルボンド砥石を用いた。また加工条件は，長期的な加工を行い除去量と摩耗量の測定を行うため，定常的に加工が可能な条件設定として表１の条件を用いた。ここで，比較のために FB を発生させない研削液（以下，通常研削液）を用い，各種気体の FB においては,加工を行う前に 60 分間タンク内で FB を循環させ，かつ加工中も FB を発生させることで，十分な FB を供給しながら加工を行った。

評価項目は，加工後の表面粗さ，砥石の摩耗量，研削抵抗とし，研削抵抗については圧電式三成分動力計（日本キスラー㈱　9265B）を，表面粗さの測定には表面粗さ測定機（アメテック㈱　PGI840）を用いて評価を行った。

## ３　結果及び考察

### ３．１　各種気体の FB を含有した研削液の基礎特性

表２に各種気体の FB を発生させた場合の研削液の基礎特性を示す。

なお，同表には比較として通常研削液の基礎特性も示した。$CO_2$FB を用いた場合では，pH 値の低下も見られた。これは，次式(1)に示した反応が起こるためである[2)]。

$$CO_2 + H_2O \leftrightarrow HCO_3^- + H^+ \quad (1)$$

また，$CO_2$FB 及び $N_2$FB を用いた場合，DO 値が低下することがわかった。これは，$CO_2$FB を用いた場合には，先の反応で水中の酸素が使用されたことによるもので，$N_2$FB を用いた場合には，液中の酸素が窒素に置換されたことによるものと考えられる。

以上のことから，FB に用いる気体を変えることで，研削液の特性を調整できることがわかった。一般に，FB の上昇速度は Stokes の式に従うため，直径の二乗に比例する。よって，径が小さくなればなるほど液中での滞在時間が長くなる。加えて，FB の気泡内圧力は Young-Laplace の式に従うため，直径に反比例して気泡周囲の圧力よりも高くなる。また，気体はヘンリーの法則に従って溶解するため，加圧された気体は効率的に周囲の水に溶解する[7),8)]。先述した液特性の変化は，これらの効果に起因すると考えられ，液特性の調整に FB を用いることは効果的であると考えられる。

### ３．２　各種気体の FB を含有した研削液を用いた加工特性

図３に，研削加工後の表面粗さの測定結果を示す。同図より，$CO_2$FB を用いた場合には Ra，Rz 共に若干の低減が見られたものの，全体として大きな差異はない。既報では，切込み量が多い条件にて FB が目詰まりに効果的であることを明らかにしているが，本条件では目詰まりが起きない定常的な加工であったことから，大きな差が見られなかったと考える。

図４に研削時の研削抵抗を示す。ここで比較のため，昨年と同様に FB を直接供給する方法で，表１の条件を用いて加工した際の研削抵抗も示す。空気及び $N_2$FB を用いることで，通常研削液を用いた場合に比べて研削抵抗が低減する傾向が見られる。特に，同図(b)に示す背分力ではこの傾向がより顕著に見られた。このことは，砥石に係る負荷が軽減していることを示しており，砥石

表２　液特性の測定結果

| | pH | DO [mg/L] |
|---|---|---|
| Normal | 10 | 7.0 |
| AirFB | 10 | 7.5 |
| $N_2$FB | 10 | 1.4 |
| $CO_2$FB | 7 | 1.8 |

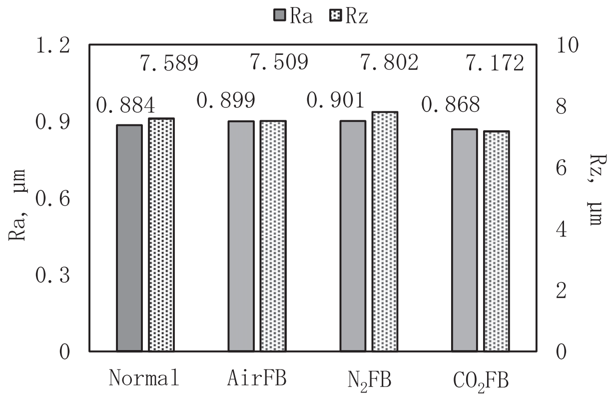
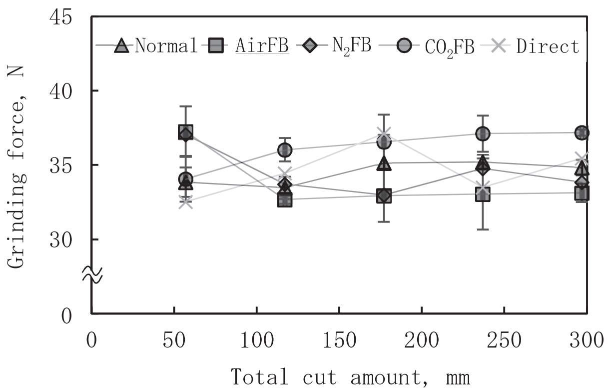
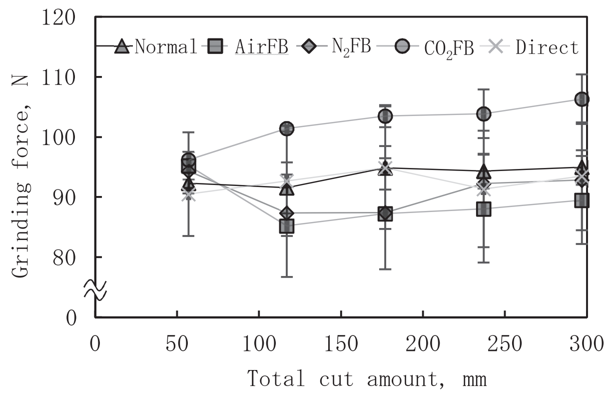



図３　各種 FB を用いた研削後の被削材表面粗さ




(a)　主分力（x 方向）




(b)　背分力（z 方向）

図４　各種 FB を用いた研削時の研削抵抗

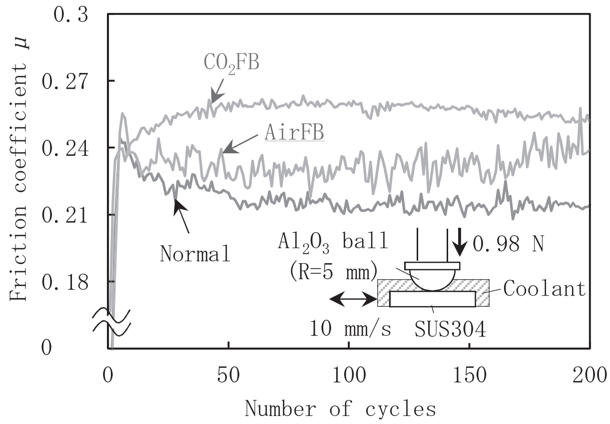



図５　摩擦摩耗試験時の摩擦係数の推移

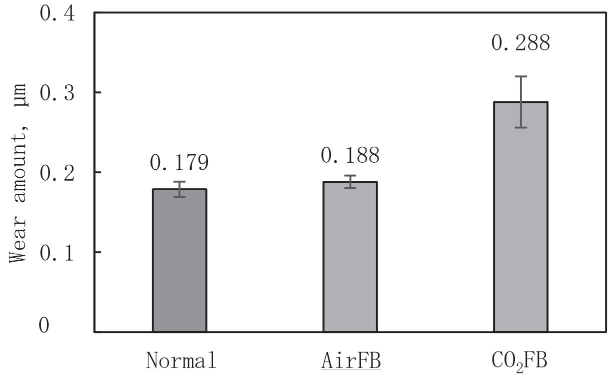



図６　摩擦摩耗試験後の試料表面の摩耗量

摩耗の抑制が期待できる。また，AirFB と直接供給を比較すると，AirFB を用いた場合に研削抵抗が小さい値を示すことから，定常状態での研削においては，タンク内で循環した FB を用いた場合には砥石に係る負荷が低減できることを示唆している。一方で，$CO_2$FB を用いた場合には，通常研削液を用いた場合と比べて研削抵抗が高い値を示し，他の FB を用いた場合と異なる挙動を示した。この現象を把握するため，砥粒と被削材との二面間の接触状態を模擬し，摩擦摩耗試験を行った。

図５に摩擦試験の繰り返し回数と摩擦係数の推移を示す。同図より，$CO_2$FB を用いた場合に摩擦係数が高い値を示す傾向が見られた。図６に摩擦摩耗試験後の試料表面の摩耗量の測定結果を示す。同図より，$CO_2$FB を用いた場合には他の研削液を用いた場合と比べて摩耗量が多い傾向が見られた。以上の結果から，$CO_2$FB を用いた場合には相手材表面を変質させ，摩擦を繰り返すことで摩耗量が増え，真実接触面積が増加したために摩擦係数が高い値を示したと考えられる。これらの効果により，研削時の研削抵抗も高い値を示したと考えられる。

一方，図７に研削加工後の被削材除去量及び砥石の摩耗量を示す。同図より，FB を用いることで砥石摩耗の低減とそれに起因する除去量が多いことがわかる。特に，AirFB では最も砥石摩耗が低減していることがわかる。

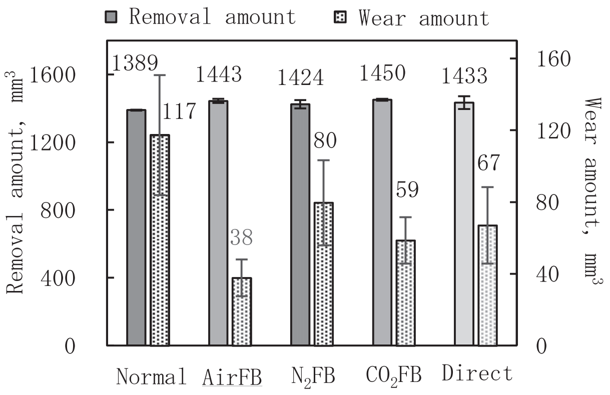



図７　被削材除去量及び砥石摩耗量

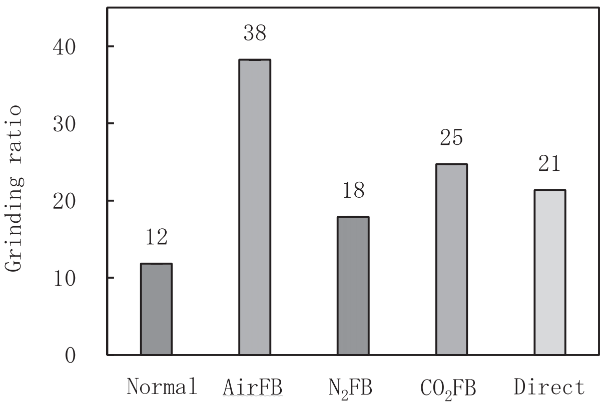



図８　各種 FB を用いた研削後の研削比

これは，AirFB に係る研削抵抗が最も低い値を示したことに起因すると考えられる。ただし，先述したように AirFB 及び $N_2$FB を用いた場合では，研削時の砥石に係る負荷が低減したが，$CO_2$FB を用いた場合では研削抵抗が高い値を示した。しかしながら，各種気体の FB を用いることで砥石摩耗が低減しているという結果は，本実験においては液特性の変化よりも FB が物理的に作用し，砥石摩耗を実現したことによると考えられる。加えて，AirFB を用いた場合は直接供給と比較して，砥石摩耗量の低減が見られた。これは，前述したとおり，定常的な加工が可能な条件では，タンク内で循環した FB を供給することで砥石に係る負荷が軽減し，砥石摩耗を抑制できることを示している。

図８に被削材除去量を砥石摩耗量で除した値である研削比を示す。研削比は，砥石の研削能力を評価するものである。同図より，FB を用いることで研削比が向上することがわかる。また，AirFB を用いた場合は，通常研削液を用いた場合と比較して３倍以上の研削比向上を実現していることがわかる。これは，前述した砥石摩耗の低減に起因するものである。以上の結果より，FB を用いることで砥石の摩耗を抑えて多くの被削材を除去できるため,FB を用いた加工はコスト低減につながるだけでなく，高い形状精度の創成に資するものと考えられる。

## ４　おわりに

本研究では，研削液に各種気体の FB を含有した FB クーラントを用い，液特性調査及び加工実験を行い，以下の知見を得た。

(1)　FB を用いることで，研削液の液特性を調整することが可能である。$CO_2$FB 及び $N_2$FB を用いた場合，DO 値が低下する。また，$CO_2$FB を用いた場合では，pH 値も低下する。

(2)　FB を用いた研削では，通常研削に比べ除去量の増加及び砥石摩耗量の低減が見られた。これは，FB が物理的に作用したことによると考えられる。

(3)　FB を用いることで砥石摩耗が低減することから，研削比が向上する。特に,AirFB を用いることで通常研削に比べて３倍以上の値を示した。

## 謝　辞

本研究の遂行にあたり，茨城大学工学部　伊藤 伸英教授には，有益な御助言・御協力を賜りました。ここに感謝の意を表します。

## 参考文献

1) 稲澤ら:2018 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集，(2018)，pp.262-263.
2) 齋藤：計測と制御，54，10(2015)，pp.752-755.
3) 岩井ら:2007 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，(2007)，pp.671-672.
4) 柘植：日本海水学会誌， 64，1(2010)，pp.4-10.
5) 田中ら:2014 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，(2014)，pp.1167-1168.
6) 青木ら：流体工学部門講演会講演論文集，(2015).
7) H. Tsuge：Bulletin of the Society of Sea Water Science, Japan, 64, 1(2010), pp.4-10.
8) M. Takahashi：Bulletin of the Society of Sea Water Science, Japan, 64, 1(2010), pp.19-23.

共同研究

# 福祉機器モニター評価用データロガーの開発

清水　暁 *　　島田　智 *　　田中　繁 **　　菊地　義信 **　　小林　勇也 **

Development of Data Logger for Welfare Equipment Evaluations

Akira SHIMIZU, Satoshi SHIMADA, Shigeru TANAKA, Yoshinobu KIKUCHI and Yuya KOBAYASHI

福祉機器の使用状況を記録するため,タッチセンサや加速度センサ等を用いたデータロガーを試作し,データロガーの出力とビデオ動画を比較することで,データロガーの有用性を確認した。また,機械学習による車いすの状態推定を試み,90%以上の精度で推定可能であることを確認した。

Key Words :福祉機器,データロガー ,機械学習

## 1　はじめに

平成 29 年版高齢社会白書 [1)]によると,平成 28 年の我が国における 65 歳以上の人口割合は,27.3%（3,459 万人　総人口 1 億 2,693 万人）であり,2060 年には 38.1%になると予測されている。高齢者人口の増加に伴い,需要の拡大が予想される福祉機器であるが,製品開発においては利用者の障害度合や使用環境に着目した臨床的な観点での安全性や使い勝手の評価が必要であり,これらの評価を十分に行わない製品は流通ルートに乗りにくいものとなる。そのため,福祉機器の開発には,初期段階から,福祉機器の利用者,開発者,評価者が連携し,迅速な開発をする必要がある。

本研究の共同研究者である,㈱福祉用具総合評価センターは,主業務として福祉機器の臨床評価,モニター評価等を行っている。これまでに実施した車いすやポータブルトイレ等のモニター評価,調査研究では,実際の使用状況を録画した上で,動画を見ながら使用者が機器のどの場所を触ったか等について記録する方法でデータ取得を行っている。そのため,①記録作業の負担が大きい②詳細なデータの取得が難しい③ポータブルトイレ等では,録画を拒否される等の理由から,十分な評価ができないという問題がある。これらの課題の解決には,利用者が機器に触った場所と時刻を自動で記録するデータロガーが有効であるが,専用装置として市販されていない。

一方で, Raspberry Pi[2)]等の電子デバイスが小型・高機能・低コストであり,取り扱いも比較的容易であることから注目されている。これらのデバイスを用いることで,低コストかつ迅速な試作品開発が可能となる。本研究では,これらのデバイスを活用し,車いすのモニター評価を想定したデータロガーの試作開発を行ったので報告する。

*　栃木県産業技術センター　機械電子技術部
**　株式会社福祉用具総合評価センター

## 2　研究の方法

### 2．1　センサの検討

車いす等の移動体のモニター評価を行うためには,利用者が車いすに触れた箇所と時間の検出,車いすの移動の有無を検出する必要がある。

人が触れた箇所の検出を行うためには,感圧センサや近接センサ等を使用することが考えられるが,車いすの使用者が違和感を覚えないことが重要である。さらに,曲面箇所にも取付けが必要となるため,コンパクトかつフレキシブルなセンサを用いる必要がある。また,接触を検出するためには,意図的に力を加えることなく検出できることも必要となる。複数個のセンサが必要となることから,センサ単体のコストも抑える必要がある。

これらの条件を満たすセンサとして,静電容量式のタッチセンサに着目した。静電容量式のタッチセンサは,人体が接触した時の静電容量の変化を検出するセンサであり,ノートパソコンのタッチパッド等で広く利用されている。本研究で用いたタッチセンサは,アルミ箔をフィルムで挟んだ構造となっており,安価に作成が可能である。また,検出方式として,マイコンの機能で容易に実現可能な充放電方式(図 1)を利用することとした。この方式は,一定時間充電後,人体とアルミ箔の間に充電された電荷を一定時間放電させた時の電圧から人体の接触の有無を検出する。

例として 150pF のコンデンサの有無による充放電波形の違いを図 2 に示す。コンデンサの有無により,放電時の電圧が変化していることが分かるが,本研究で用いたタッチセンサは,この電圧の変化により接触の有無を検出している。

その他,車いすの動きを検出するため加速度・ジャイロセンサ(TDK-InveSense 社製　MPU-6050)を,車輪の回転を検出するために簡易の回転センサとして DC モータ(マブチモータ社製　FA130-RA)を用いた。

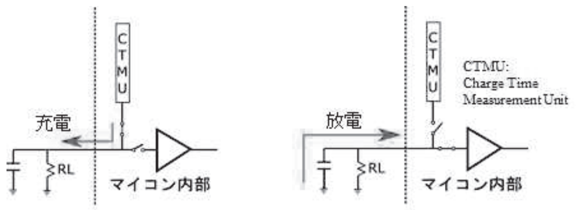



図1　充放電方式

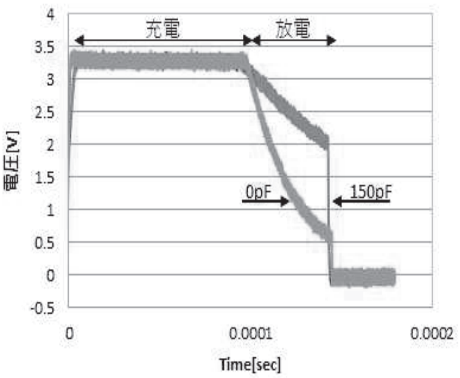



図2　充放電波形

## 2．2　データロガーの開発

車いすの使用状況をモニタするために,以下の仕様でデータロガーを設計した。

① タッチセンサ16ch,ひずみセンサ,圧力センサ,加速度・ジャイロセンサのデータを毎秒1回程度でサンプリング可能であること。

② 無線によりパソコン等にデータ送信可能であること。

③ 無線が途切れた場合にもデータ保存可能であること。

④ バッテリーにより,連続8時間以上駆動できること。

図3にデータロガーの構成を示す。データロガーは,タッチセンサ等のアナログ信号を処理する回路と,センサデータの保存や通信等の制御を行うデータ収集用プロセッサと,バッテリーから構成されている。

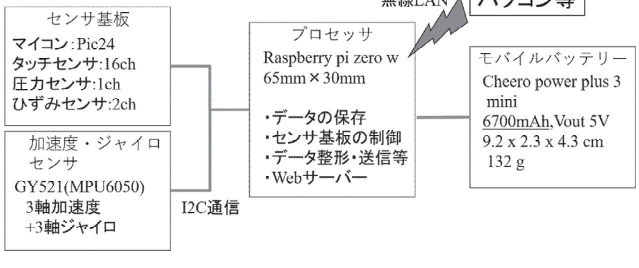



図3　データロガー構成

### 2．2．1 アナログ信号用基板

アナログ信号用基板は,16chのタッチセンサと2chのひずみセンサ,1chの圧力センサの計19個のデータをAD変換し,データ収集用のプロセッサにデータを送る。本研究は,マイコン(マイクロチップテクノロジー社製PIC24FJ128GC010)により,タッチセンサの充放電制御や各センサのデータ取得を行っている。図4に作製した回路基板を示す。

各アナログセンサのノイズ平滑化のために,1秒あたり50回測定を行い,平均化したものをI2Cによりデータ収集用プロセッサにデータ送信している。また, バッテリーからの電源が喪失した場合も時刻保持を行うため,PICのリアルタイムクロック機能を用いている。

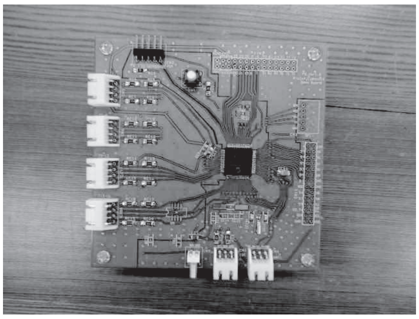


図4　作製したアナログ回路基板

### 2．2．2 データ収集用プロセッサ

データ収集用プロセッサは,アナログ信号用基板に測定開始・停止等の指令送信や測定したデータの保存,無線によるデータの送受信等を行う。

車いすに装着するためには,小型かつ低消費電力であることが重要であるため, Raspberry Pi Zero Wをプロセッサとして使用した。このデバイスは65mm×30mmと小型であり消費電流も200mA程度と少ない。また,無線LANが搭載されている。

図5に開発したデータロガーのシステム概要を示す。Raspberry Pi Zero Wには,アナログ信号処理用基板をコントロールする機能とWebサーバーとしての機能を持たせている。WebフレームワークFlaskによりサーバーを構築しており,Web上で測定の開始・停止の制御やグラフによるデータの閲覧を行うことができる。また,インターネット環境がない状態に対応するためにアクセスポイント機能も有している。

クライアント端末から測定開始の指令が送信されると,アナログ回路基板は各センサの読み取りを開始し,1秒毎にデータ収集用プロセッサにデータを送信する。プロセッサでは,受け取ったデータをデータベースとCSVファイルに書き込むと同時にWebSocketによりクライアントにデータ送信を行う。図6にグラフ表示の例を示す。また,試作したデータロガーを図7に示す。

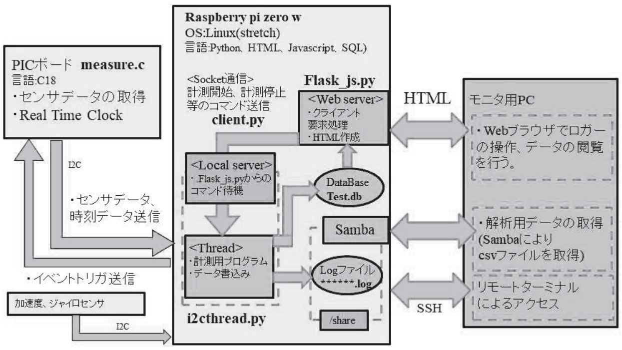



図５　システム概要


図６ グラフ表示

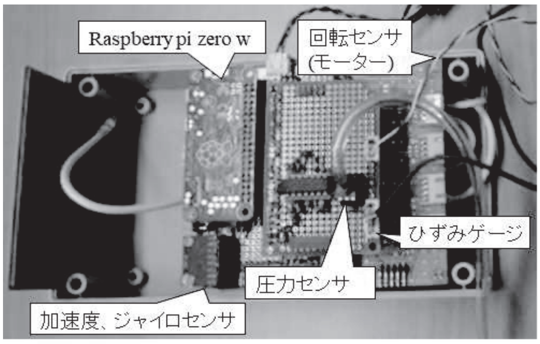



図７ 試作したデータロガー

## ２．２．３ 車いすへの装着

図８に，本研究で使用した車いす(松永製作所製 REM-1000)を示す。車いすの手すり，座面，背もたれ，ハンドル，ブレーキにタッチセンサ(図９)を，車輪には回転を検出するための回転センサを装着した。データロガーは車いす背面のポケットに収納している（図10)。

また， 車いす上方にはビデオカメラ(Sony 社製 HDR-AS50)を設置し，動画撮影を行い，動画とセンサデータの比較を行った。

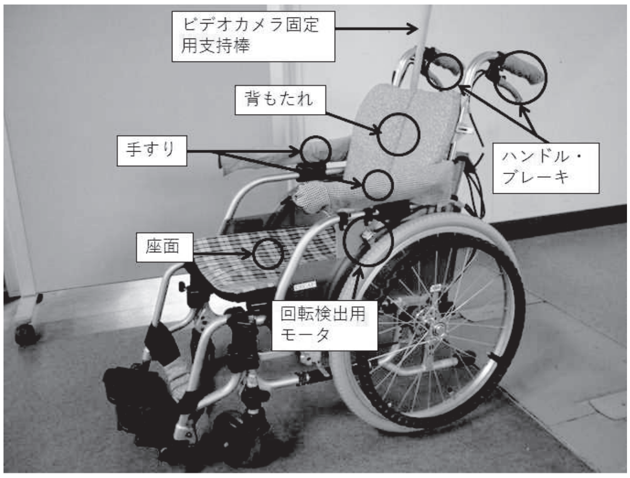



図８ 実験に使用した車いす

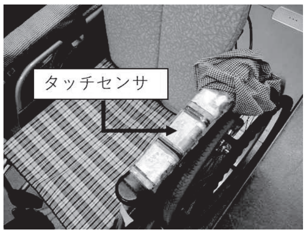



図９ タッチセンサ

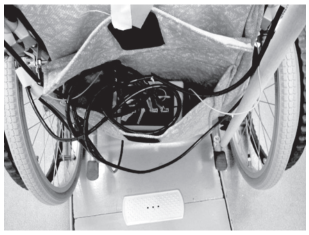


図10　データロガー

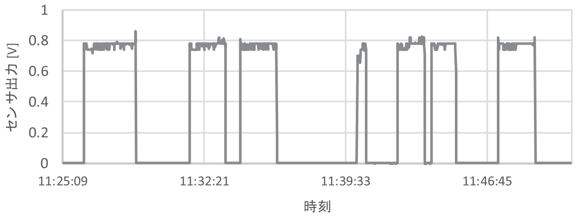
## ３　結果および考察

### ３．１　動画との比較

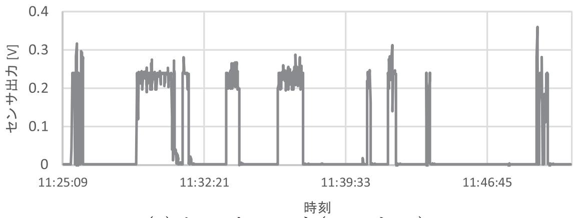
データロガーにより取得したデータの例を図11(a)～(d)に示す。各センサの出力は，データロガーの起動時にキャリブレーションによる補正を行っている。

回転センサは，車いすの進行方向で正，逆方向で負の値を出力するため，出力の絶対値が0.1Vを超えた時を車輪が回転したと判定した。また，タッチセンサからの出力が0.1Vを超えると接触と判定した。さらに，車輪が回転している状態を移動と定義し，移動時にハンドルに接触している場合を手押し走行，ハンドルに接触していない状態を自力走行と定義した。

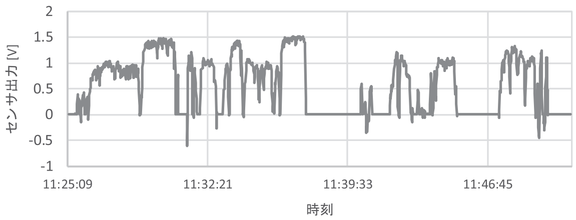
図11に示したデータから，自力走行と手押し走行を分類したものを図12(a)に示す。また，動画の目視から得られた結果を図12(b)に示す。この結果から，本研究で試作したデータロガーから得られた結果と，動画の目視から得られた結果は，良く一致していることが分かった。その他，手すりや背もたれについても同様な実験を行い，動画と一致していることを確認した。手すりや背もたれ等の接触の場合，同時に複数個所の目視確認が難しいため，何度も動画を見直す必要がある。そのため，確認作業には，実際の記録時間の2～3倍程度の時間を要する。一方で，本研究で開発したデータロガーを用いることで確認に要する時間を削減することができるため，モニター評価を効率的に行えることがわかった。



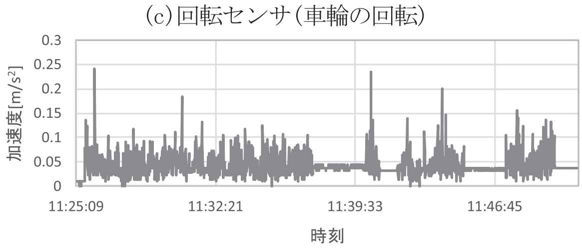

(a)タッチセンサ(座面)




(b)タッチセンサ(ハンドル)

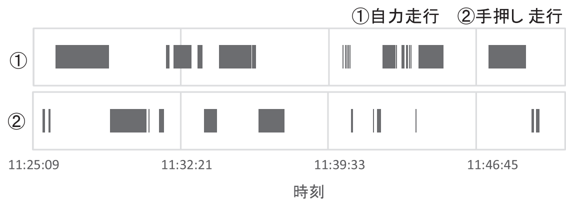



(c)回転センサ(車輪の回転)

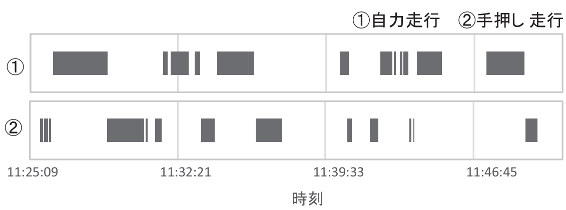



(d)加速度の絶対値

図11 各センサの出力例




(a)　車いすの走行時間(データロガー)




(b)車いすの走行時間(ビデオ動画)

図12　車いすの走行時間についての比較

### ３．２　　車いすの状態推定

試作したデータロガーの応用として,車いす使用者の活動度合いを定量的に把握することが考えられる。

高齢者のQOL(Quality Of Life)と身体活動には関係があり,身体活動の多い者は,QOLが高く維持される傾向があることが報告されている[3)]。リハビリや介護等の場合においても車いすをどのように利用しているかを把握することは,QOL向上やヘルスケアの観点から重要であると考えられる。

しかしながら,本研究で開発したデータロガーは,福祉機器のモニター評価等の限定された時間内の利用を想定しており,日常的な利用を想定していない。リハビリ等のモニターに活用するためには,長期間の利用を想定する必要があり,車輪の回転を検出するために用いている回転センサ等は耐久性や安全性等の観点から好ましくない。そこで,回転センサの代替として加速度センサ,ジャイロセンサにより車いすの状態を推定することを検討した。

図11(c),(d)に示す回転センサと加速度センサの出力を比べると,車輪が回転している時は,加速度センサの出力も大きくなる傾向があるため,加速度センサの出力の大きさにより,移動や停止の状態が判定可能であるように思われる。

しかし,車いすが静止時の加速度を見ると,時刻11:25:09のときは0$m/s^2$であるが,時刻11:39:33の時は,0.05$m/s^2$となっており,静止時の加速度が時刻により異なることがわかる。この原因として,図10に示すようにデータロガーを車いす背面のポケットに収納していることが考えられる。このような,加速度の変動を避けるため,データロガーを車いすのフレーム等に固定することも可能であるが,車いすの折り畳み収納等での利便性を損なう可能性がある。また,坂道で車輪をロックし静止する等の状況も考えられるため,加速度センサの大きさのみで静止,移動を判定することは難しいことが予想される。

そこで,本研究では,機械学習により車いすの状態を推定することを試みた。機械学習の例として,画像処理に用いられるCNN(Convolutional Neural Network)や時系列データに用いられるRNN(Recurrent Neural Network)等がある。近年では,時系列データの処理のため,CNNやRNN等を組み合わせたDeepSenseモデル[4)],DeepConvLSTMモデル[5)]等が提案されている。これらのモデルでは,時系列データの特徴をCNNにより抽出した後,特徴量の時系列データをRNNに入力し,時間領域の特徴抽出を行うことで,時系列データの分類回帰を可能としている。本研究では図13に示すモデルにより車いすの状態推定を試みた。

推定する車いすの状態を表1に示す5種類のラベルで定義した。また,各ラベルは,表2に示す状態として検出可能であるため,加速度(3軸)・ジャイロ(3軸)と座面・背もたれ・左右ハンドル・左右ブレーキに装着したタッチセンサからの出力を入力データとした。

学習用のデータを得るため,あらかじめ回転センサを設置した状態でデータを取得後,ラベル分けを行い,正解ラベル

を得た。その後,正解ラベル付きのデータを用い,図13のネットワークの学習を行った。サンプリングレートは毎秒1回とし,各センサデータを8秒毎に短時間フーリエ変換した8秒間のスペクトログラムデータを入力として与えた。また,学習用に12000秒のデータを用意し,評価用に5000秒のデータを用意した。学習の時点では,およそ98%の正答率を得ることができた。

次に,学習に用いたデータセットと異なる日時で取得した25000秒のデータセットにより評価を行ったところ,正答率は96.7%であった。図14に評価に用いたデータセットの正解ラベルと推定した結果を示す。ラベル”1”(自力走行)の状態を活動の目安と考え,図14のデータセットの内,ラベル”1”の時間が占める割合を算出したところ,回転センサによる正解は 11.7%であったが,機械学習による推定では,12.7%となった。

表3に,機械学習による推定結果を混同行列の形式で示す。表3の混同行列は,縦方向に正解ラベルを,横方向に推定ラベルを示している。例えば,正解ラベル”0”に対して”0”と推定したものが97.36%あり”1”と推定したものが0.05%あることが分かる。

表3の太線部分を見ると,正解が”2”のとき”0”と推定する, 正解が”0”のとき”2”と推定する,正解が”3”のとき”1”と推定する場合が多いことが分かる。

図15に推定を誤った箇所を例示する。図15から,ラベルが変化する瞬間に推定を誤っていることが分かる。図15の点線枠内を見ると, 正解ラベルは”0”→”2”→”0”→”3” →”1”であり,手押し走行と自力走行の間に,人が車いすに触れていない瞬間と車いすに乗ったが移動していない瞬間があることがわかる。一方で,機械学習による推定は”0”→”2”→”0”→”1”となっており,人が乗っているが走行していない瞬間を認識できていないことがわかる。これは,状態が変化する瞬間の学習データが定常状態と比較して少ないことやデータのサンプリング周期が1秒と長いことが原因と考えられるため,これらを改善することで,より高い精度で推定できるものと考えられる。

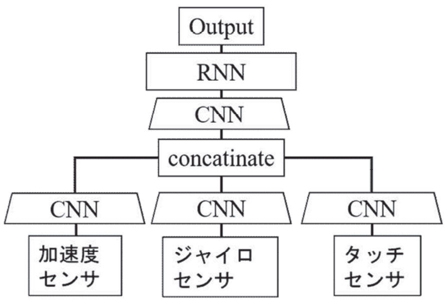


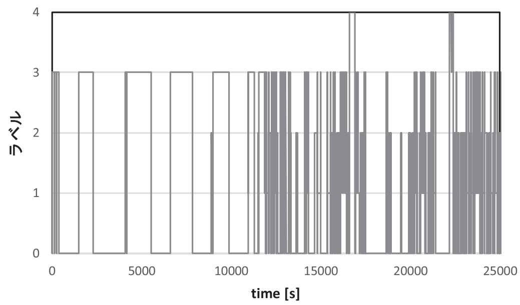

図13　本研究で用いたモデル

表1　ラベル分類

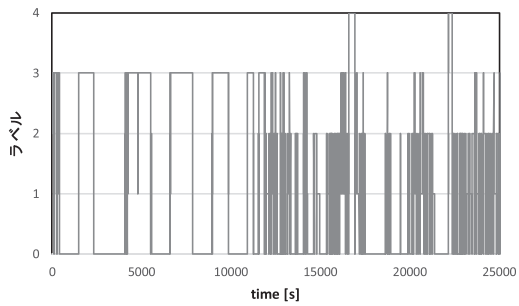
| ラベル | 車いすの状態 |
|---|---|
| 0 | 人が乗っておらず,静止している。 |
| 1 | 人が乗っており,自力走行している。 |
| 2 | 人が乗っておらず,手押し走行している。 |
| 3 | 人が乗っており,静止している。 |
| 4 | 人が乗っており,手押し走行している。 |

表2　各ラベルの状態

| ラベル | 移動の有無 | 着座の有無 | ハンドル接触 |
|---|---|---|---|
| 0 | 無 | 無 | 有or無 |
| 1 | 有 | 有 | 無 |
| 2 | 有 | 無 | 有 |
| 3 | 無 | 有 | 有or無 |
| 4 | 有 | 有 | 有 |




(a)正解ラベル

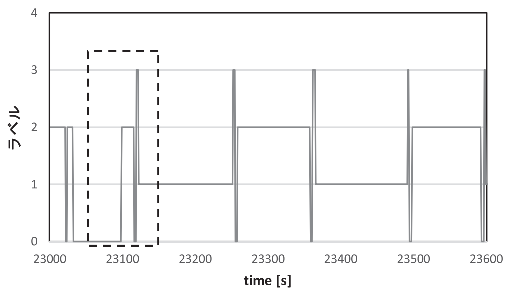



(b)推定ラベル

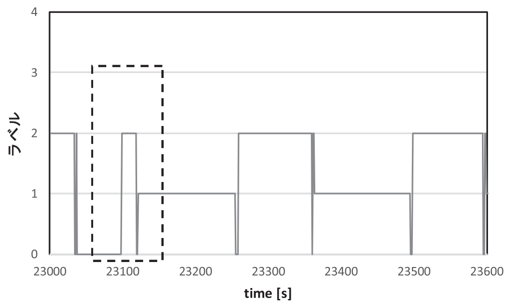
図14　機械学習による推定

表3　混同行列

| | | 推定ラベル | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 正解ラベル | 0 | 97.36% | 0.05% | 2.35% | 0.24% | 0.01% |
| | 1 | 0.03% | 99.80% | 0.00% | 0.17% | 0.00% |
| | 2 | 3.53% | 0.00% | 96.43% | 0.04% | 0.00% |
| | 3 | 1.36% | 4.27% | 0.47% | 93.80% | 0.10% |
| | 4 | 0.00% | 0.00% | 0.00% | 0.19% | 99.81% |




(a)正解ラベル




(b)推定ラベル

図15　推定を誤った箇所の例

## 4　おわりに

福祉機器のモニター評価を効率的に行うために,データロガーを試作した。また,データロガーで得られたデータと従来手法（動画による確認）の比較ならびに機械学習による車いすの状態推定を行い,次の結果を得た。

(1) 試作したデータロガーから得られた結果と動画の目視から得られた結果は,良く一致しており,データロガーを使用することで動画確認の時間を削減できるため,モニター評価を効率的に行うことができる。

(2) 加速度センサ,ジャイロセンサとタッチセンサのデータを用いることで車いすの静止・走行等の状態を90%以上の精度で推定することができる。

(3) 車いすが手押し走行から自力走行に変化する瞬間等で推定を誤る傾向がある。

## 参考文献

1) 内閣府：“平成 29 年版高齢社会白書”

2) ラズベリーパイ財団 HP https://www.raspberrypi.org/

3) 前田 清, 太田 壽城, 芳賀 博, 石川 和子, 長田 久雄：“日本公衆衛生雑誌”,49(6),497-506,(2002)

4) Shuochao Yao, Shaohan Hu, Yiran Zhao, Aston Zhang, and Tarek Abdelzaher:” Proceedings of the 26th International Conference on World Wide Web”,351-360(2017)

5) Francisco Javier Ordonez, Daniel Roggen: ” Sensors”,16(115),(2016)

共同研究

# セルフクリーニング機能を有した親水性ガラスの開発

佐伯　和彦*　飯塚　一智*　望月　章**　小林　俊一**

Development of  Glass with Self-Cleaning Function

Kazuhiko SAEKI, Kazutomo IIZUKA, Akira MOCHIDUKI and Toshikazu KOBAYASHI

電子ビーム蒸着法により酸化チタン膜を成膜し，アニール処理によってアナターゼ型酸化チタン膜が得られる条件を明らかにした。得られたアナターゼ型酸化チタン膜は，紫外線照射により光触媒活性を発現し，親水性を示す。また，付着した油が流水により洗い流されるセルフクリーニング能を有している。

ガラス基板の両面に反射防止(AR)膜をコーティングした後，両面に膜厚 10nm のアナターゼ型酸化チタン膜がコーティングされたガラスは，高い光透過率を有することが分かった。

Key Words: アナターゼ，光触媒，親水性，セルフクリーニング

## 1　はじめに

光学ガラスは，デジタルカメラ及び液晶プロジェクター等のデジタル関連機器，スマートフォン・タブレット端末，監視カメラ，車載カメラ，顕微鏡・天体望遠鏡などの光学機器に使用されている。光学関連機器の市場の増加に伴い光学ガラスの需要も増加が期待されている。しかし，新興国の台頭による価格競争の激化など厳しい状況が続くことが予測される。これらのことから，高機能な製品の開発等による競争力強化が課題となっている。

高機能化のために，ガラス表面に機能性を付与することが行われている。その一つとして，ガラス表面に防曇性や防汚性の機能をもたせ，視認性の向上や汚れ防止の効果を有したガラスの開発が行われている [1)~3)]。これらの機能性付与のために，フッ素化合物を原料に用いて，撥水性を示すガラスの表面処理が行われている [4)]。一方，撥水性とは逆の親水性とすることで，水滴が濡れ広がることにより防曇性を付与することや，水洗により汚れが落ちやすい防汚性に優れたガラスの作製が行われている [5)]。しかし，時間の経過とともに汚れなどの付着などによりこれらの特性は低下する。

そこで本研究では，紫外線照射により有機物を分解する光触媒活性と親水性を発現するアナターゼ型酸化チタン膜を作製し，付着した油が流水により洗い流されるセルフクリーニング機能を有するアナターゼ型酸化チタン膜がコーティングされたガラスの開発を行った。

さらに，酸化チタン膜は光を反射しガラスの光透過率低下をもたらすため，酸化チタン膜の薄膜化による光透過率低下を防ぐことについても検討した。

## 2　研究の方法

### 2.1　アナターゼ型酸化チタン膜の成膜条件

酸化チタン膜の成膜は，電子ビーム蒸着装置を用いてガラス基板に表1の成膜条件で行った。なお，膜厚は 250nm とした。成膜後の膜がアモルファスである場合，アニール処理によるアナターゼの結晶化を検討した。アニール処理温度は 200～400℃で1時間とした。膜の結晶相の同定は，X 線回折（XRD）装置（㈱リガク製 RINT2550H）により行った。

### 2.2　アナターゼ型酸化チタン膜の親水性及び光触媒活性

紫外線照射によるアナターゼ型酸化チタン膜の親水性の評価

表1 酸化チタン膜の成膜条件

| 試料 | 成膜温度(℃) | IAD条件/ビーム電圧・電流 加速電圧 | $O_2$ (sccm) | Ar (sccm) |
|---|---|---|---|---|
| ① | 300 | 1.5kV 1.5A 1kV | 50 | 0 |
| ② | | | 35 | 15 |
| ③ | | | 20 | 20 |
| ④ | 150 | | 50 | 0 |
| ⑤ | | | 35 | 15 |
| ⑥ | | | 20 | 20 |
| ⑦ | 300 | 1.2kV 1.3A 600V | 50 | 0 |
| ⑧ | | | 35 | 15 |
| ⑨ | | | 20 | 20 |
| ⑩ | 150 | | 50 | 0 |
| ⑪ | | | 35 | 15 |
| ⑫ | | | 20 | 20 |

* 栃木県産業技術センター　材料技術部
** 株式会社大正光学

は，紫外線強度 2mW/cm$^2$ で 3 時間照射後の接触角を測定することにより行った。光触媒活性の評価はメチレンブルー(MB)水溶液の分解試験により行った。試験の概略図を図 1 に示した。アナターゼ型酸化チタン膜をコートしたガラス上に円筒形の容器を設置し，濃度 10 μM の MB 水溶液 5ml を円筒形の容器に入れ石英製のカバーガラスで蓋をした。紫外線照射には，紫外線ランプ（NEC ライティング㈱製　ブラックライト FL20SBL-B）を用い，酸化チタンコートガラス上の紫外線強度は 1mW/cm$^2$ でとした。紫外線を所定の時間照射した後，自記分光光度計（㈱日立製作所製 U-3210）を用い，波長 664nm の MB 溶液の吸光度から濃度を測定した。

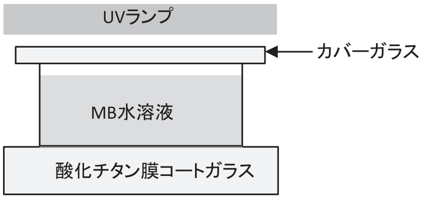



図 1 光触媒活性試験の概略図

### 2．3 アナターゼ型酸化チタン膜の薄膜化

薄膜化したアタナーゼ型酸化チタン膜（薄膜アナターゼ型酸化チタン膜）は，ガラス基板の両面に反射防止(AR)膜を成膜した後，酸化チタン膜を膜厚 20nm 及び 10nm に成膜し，その後，アニール処理によりアナターゼを結晶化することにより得た。アナターゼの結晶化は XRD 測定で確認した。得られたガラスは光透過率測定を行った。また，アニール前後の酸化チタン膜の表面状態をプローブ顕微鏡（㈱キーエンス製 VN-8000）により測定した。

### 2．4 アナターゼ型酸化チタン膜のセルフクリーニング能

セルフクリーニング能の評価は，400℃アニール処理により得たアナターゼ型酸化チタン膜に機械油を滴下し，流水で 10 秒間流し，油が流れ落ちるのを確認することにより行った。

### 2．5 アナターゼ型酸化チタン膜の光学特性

アナターゼ型酸化チタン膜の光学特性は，アニール温度が屈折率に及ぼす影響について検討した。アナターゼが得られた試料を用い，アニール温度は 200℃～400℃とし，屈折率の測定は分光エリプソメータ（J.A. ウーラムジャパン㈱製 M-2000U）を用いた。

## 3　結果及び考察

### 3．1 アナターゼ型酸化チタン膜の成膜条件

表 1 の成膜条件で得られた膜は，全ての試料とも欠陥がなく透明な膜が得られた。図 2 に代表として試料①の写真を示した。

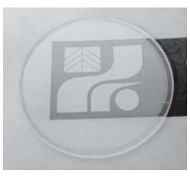


図 2 試料①の外観

また，得られた試料の XRD 測定を行った結果，全ての試料において結晶相は認められずアモルファスであった。

そこで，アニール処理によるアナターゼへの結晶化について検討した。アニール温度は 300℃と 400℃とした。XRD 測定の結果を表 2，アナターゼ相が認められた試料④，⑤，⑩，⑪の XRD 図を図 3 に示した。アニール処理温度 300℃の試料④，⑤及び⑩では，主成分としてアナターゼ相のピークと僅かなルチル相の生成が確認できる。アニール温度 400℃では，試料⑪もアナターゼ相の生成が確認できる。これらの結果から，アナターゼが得られる成膜条件は，成膜温度が 150℃で，使用ガスの条件は，酸素ガス単独 50sccm，あるいは酸素ガスとアルゴンガスの混合ガス（$O_2$ /Ar=35sccm/15sccm）であった。

表 2 アニール処理後の酸化チタン膜の XRD 測定結果

a：アモルファス、A：アナターゼ、R：ルチル

| 試料 | 結晶相 | |
|---|---|---|
| | アニール温度/℃ | |
| | 300 | 400 |
| ① | a | a |
| ② | a | a |
| ③ | a | a |
| ④ | A, R | A, R |
| ⑤ | A, R | A, R |
| ⑥ | a | a |
| ⑦ | a | a |
| ⑧ | a | a |
| ⑨ | a | a |
| ⑩ | A, R | A, R |
| ⑪ | a | A |
| ⑫ | a | a |

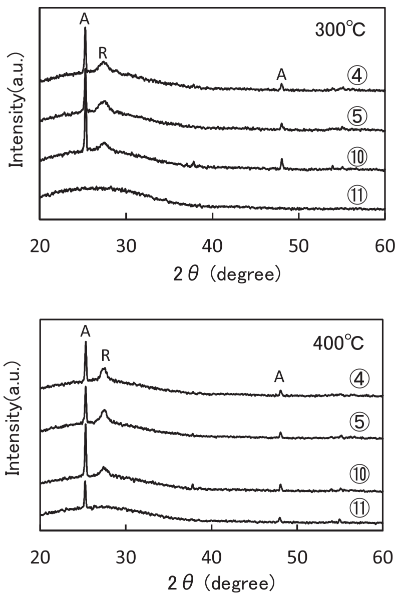



図 3 アニール処理後の酸化チタン膜の XRD 図

A：アナターゼ、R：ルチル

### 3．2 アナターゼ型酸化チタン膜の親水性及び光触媒活性

紫外線照射による親水性の評価は，紫外線を試料に照射した後に水の接触角を測定することにより行った。評価には，前項

においてアナターゼが得られた試料④，⑤，⑩，⑪を300℃及び400℃でアニール処理した試料を用いた。紫外線は照射強度を2mW/cm$^2$とし，照射時間は3時間とした。また比較として，成膜無しのガラス基板も評価した。

結果を図4に示したとおり，ガラス基板は，紫外線照射後でも接触角は低下せず，親水性を発現しなかった。アニール処理したサンプルについては，紫外線照射前は，ガラス基板と同様に親水性は示さない。紫外線光照射後では，300℃及び400℃でアニールで処理した全ての試料で親水性を示した。400℃アニール処理の試料では，接触角が測定不可能なほど超親水性を示した。

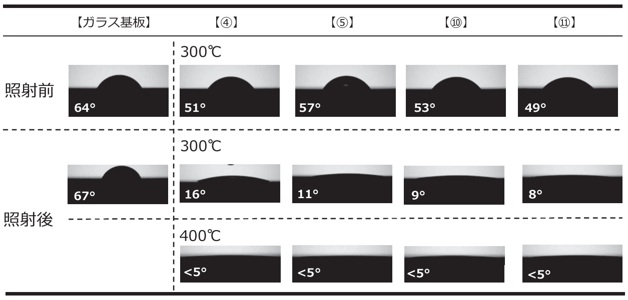



図4 紫外線照射前後の接触角測定の結果

アナターゼ型酸化チタン膜の光触媒活性をMB水溶液を用いて評価した結果を図5に示した。評価には300℃でアニール処理した試料を用いた。

その結果，300℃でアニール処理した試料④，⑤及び⑩では，MBの分解がおこり，光触媒活性を有することが分かった。一方，試料⑪では，ほとんど分解が進まなかった。このことは，表2の結果において，アニール処理した試料④，⑤及び⑩は，光触媒活性を示すアナターゼが生成しているが，試料⑪では，アナターゼが生成していないことから，MBの分解がほとんどおきなかったためと考えられる。

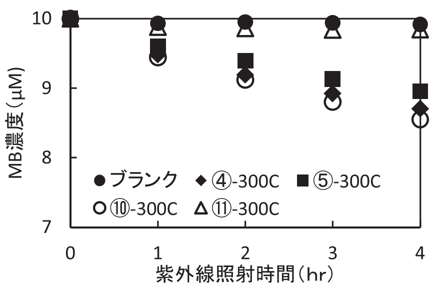



図5 紫外線照射によるMBの分解試験結果

### 3．3 アナターゼ型酸化チタン膜の薄膜化

表1及び表2に示したとおりアナターゼ型酸化チタン膜が得られる条件を明らかにした。これらの条件の中で，薄膜化を目的とした成膜には，試料⑩の成膜条件を用いた。この成膜条件は，成膜温度が150℃で，IAD条件（表1）のうち，小電力・低加速電圧条件である。また導入ガス条件（表1）は，300℃アニール処理によりアナターゼが結晶化する条件の酸素ガス単独条件($O_2$=50sccm)である。この条件で，AR膜が両面に成膜されたガラスに膜厚10nm及び20nmの酸化チタン膜を成膜して得た薄膜酸化チタン膜を，300℃アニール処理した後の低入射角XRD測定を行った結果を図6に示した。その結果，10nm及び20nmの膜ともにアナターゼの生成が確認でき，薄膜アナターゼ型酸化チタン膜が得られた。

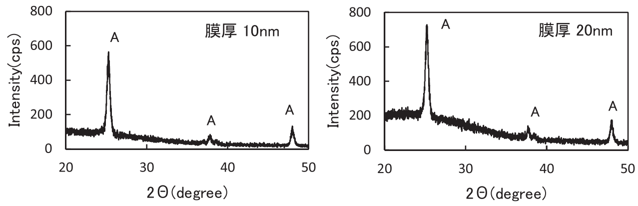



図6　300℃アニール処理後の薄膜酸化チタン膜のXRD測定結果
A:アナターゼ

次に，300℃及び400℃のアニール処理で得られた薄膜アナターゼ型酸化チタン膜がコートされたガラスの透過率測定の結果をコート無しのガラス（ガラス基板）とともに図7に示した。アニール処理温度が異なる2つのガラスは，ほぼ同じ透過率を示し，膜厚10nmの試料では概ねガラス基板（92%）以上の透過率を示した。一方膜厚20nmでは，420nm～600nm前後の波長ではガラス基板の透過率を上回るが，短波長側と長波長側で透過率がガラス基板より低くなった。

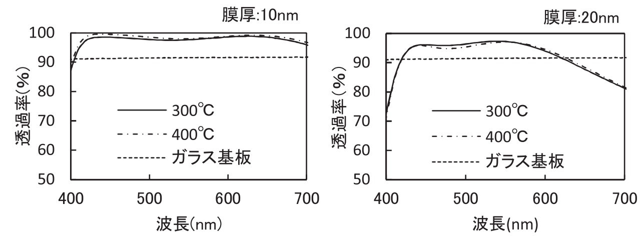



図7 ガラス基板及び薄膜アナターゼ型酸化チタン膜がコートされたガラスの光透過率測定結果

図8に膜厚10nm及び20nmに成膜した酸化チタン膜のアニール処理前後の薄膜酸化チタン膜のプローブ顕微鏡観察結果を示した。観察エリアは3μm×3μmである。アニール処理前後に

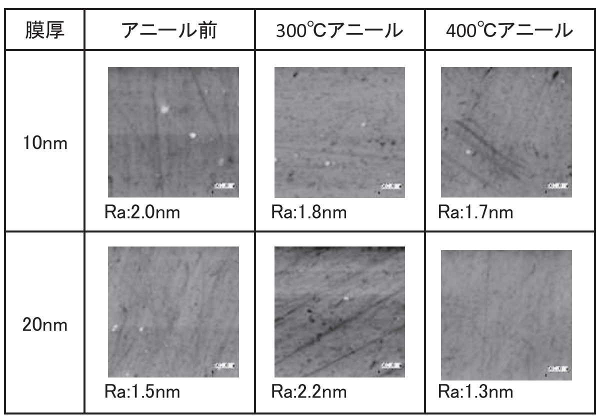



図8 アニール処理前後の薄膜酸化チタン膜のプローブ顕微鏡観察結果

おいて，表面の形態はほとんど変化せず，アニール処理に対して表面は安定していることが分かった。

### 3．4 アナターゼ型酸化チタン膜のセルフクリーニング

試料⑩の 400℃アニール処理して得たアナターゼ型酸化チタン膜のセルフクリーニング試験の結果を図 9 に示した。ガラス基板は，流水後でも油が完全に流れ落ちない。一方アナターゼ型酸化チタン膜の方は，両方の試料ともに流水で油が流れ落ちるセルフクリーニング能を有していることが確認できた。

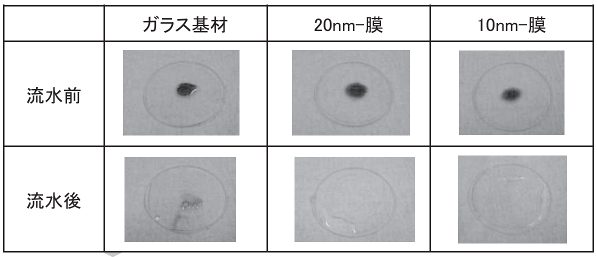



図 9 セルフクリーニング試験の結果

### 3．5 アナターゼ型酸化チタン膜の光学特性

試料⑩を分光エリプソメータを用いて測定し，波長 550nm 付近の屈折率を図 10 に示した。アニール温度の上昇による屈折率のプロファイルに大きな変化はないが，アニール温度の上昇にともない，屈折率が少しずつ増加した。この屈折率の増加はアニール温度の上昇にともない，膜の密度が増加したため考えられる。

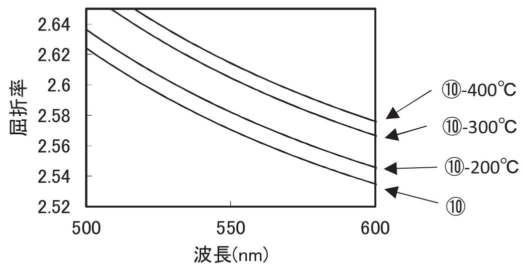



図 10 試料⑩のアニール処理による酸化チタン膜の屈折率変化

## 4 おわりに

本研究では，EB 蒸着法によりアナターゼ型酸化チタン膜を作製し，セルフクリーニング能を有する親水性ガラスの開発について検討した結果，以下のことが明らかとなった。

(1) 成膜後の酸化チタン膜はアモルファスであるが，300℃及び 400℃のアニール処理によりアナターゼが結晶化した。

(2) 膜厚 10nm のアナターゼ型酸化チタン膜がコートされたガラスはガラス基板（92%）以上の光透過率を有していた。

(3) アナターゼ型酸化チタン膜は光触媒活性を有していた。

(4) アナターゼ型酸化チタン膜は，紫外線照射により親水性が発現し，セルフクリーニング能を有していた。

### 参考文献

1) 赤松則，NEW GLASS，21[3]，27(2006)

2) 牧田研介，赤松佳則，J. Ceram Soc. Japan，105，1012(1997)

3) 竹厚流，櫻井彩香，表面技術，67，485(2016)

4) 林泰夫，米田貴重，松本潔，J. Ceram Soc. Japan，102，206(1994)

5) 上村隆哉，Panasonic Technical Journal，59，121(2013)

共同研究

# 尿素非生産性酵母による実地醸造試験

佐々木　隆浩*　筒井　達也*　今井　昌平**　渡邉　英憲***

Sake Brewing Test Using Yeast with Non-urea Productivity

Takahiro SASAKI, Tatsuya TSUTSUI, Shohei IMAI and Hidenori WATANABE

昨年度選抜した尿素非生産性酵母４株のスケールアップ試験を行った。総米5kgの中規模発酵試験では選抜株は親株に比べ良好な発酵性を示し，華やかな吟醸香が認められた。官能評価では親株と比べ同等以上の評価を得た。総米数百kg規模の大規模発酵試験においても，選抜株は順調な発酵経過を示しスケールアップに伴う欠点は見受けられなかった。また，官能評価の結果も良好だったことから，製造現場での実用性は高いことが示唆された。

Key Words ： 尿素非生産性酵母，実地醸造試験，カルバミン酸エチル

## １　はじめに

現在，人口減少や若手の飲酒離れから清酒製造数量は漸減傾向にあるが，海外輸出数量は年々増加傾向にあり，県内清酒製造企業においても輸出に関する注目度は高まりつつある。一方，酒類に存在するカルバミン酸エチルは国ごとに基準値が設けられており，早急な対策が求められている。

昨年度，当センターでは県清酒酵母を対象にカルバミン酸エチルの前駆体を生産しない尿素非生産性酵母の開発に取り組み優良酵母の選抜を行った[1)]が，発酵試験は小スケールでしか行っておらず，製造現場での適応性について検討が必要であった。

そこで，本研究では昨年度選抜した酵母についてスケールアップ試験を行い，製造現場レベルでの実用性について検討を行ったので報告する。

## ２　研究の方法

### ２．１　使用酵母

昨年度選抜した尿素非生産性酵母であるND-5-7,S-11-31,F-2-35,F-13-6の４株及びこれらの親株（ND-5,S-11,F-2,F-13）を使用した。

### ２．２　中規模発酵試験

総米5kgで小規模発酵試験を行った。仕込み配合を表１に示す。掛米は精米歩合65%の五百万石，麹米は精米歩合50%の山田錦を用いた。酒母は中温速醸により育成し，醸造用乳酸を汲水100mlあたり0.7ml添加した。添仕込みを15℃，踊りを16℃，仲仕込みを9℃，留仕込みを6℃とし，8日目で最高温度を13℃とし，もろみ日数17日程度で遠心分離により上槽した。

表１　中規模発酵試験仕込み配合

| | 酛 | 添 | 仲 | 留 | 計 |
|---|---|---|---|---|---|
| 総米（g） | 300 | 780 | 1520 | 2400 | 5000 |
| 掛米（g） | 200 | 600 | 1200 | 2000 | 4000 |
| 麹米（g） | 100 | 180 | 320 | 400 | 1000 |
| 汲水（mL） | 360 | 900 | 1800 | 3690 | 6750 |

### ２．３　大規模発酵試験

共同研究者の製造場にて大規模発酵試験（実地醸造試験）を行った。総米660-1,800kgの規模で，普通酒（精米歩合68%），純米酒（精米歩合65%），純米吟醸酒（精米歩合55%）の製造を行った。

### ２．４　生成酒の分析及び官能評価

生成酒の一般成分は前報[1)]と同様に行い，尿素は1ppm以下，カルバミン酸エチルは20ppb以下を不検出（ND）とした。また，生成酒の官能評価は当センター職員4名で実施し，5点法（1：優～5：劣）にて行った。

## ３　結果及び考察

### ３．１　中規模発酵試験

中規模発酵試験酒の分析及び官能評価の結果を表２に示す。一般成分の酸度やアミノ酸度について，選抜株は親株と比べほとんど変わりなかったが，アルコールは十分に得られ発酵力は旺盛であった。選抜株の酢酸イソアミルやカプロン酸エチルは親株と比べ同等かそれ以上であり，官能評価も親株と比べ同等以上であった。

*　栃木県産業技術センター　食品技術部
**　宇都宮酒造株式会社　***　渡邉酒造株式会社

選抜株は親株に比べ尿素とカルバミン酸エチルの含有量が大幅に減少しており，カルバミン酸エチルはすべての株において不検出であった。

表２　中規模発酵試験結果

| 酵母 | 官能評価(1:優、5:劣) | 尿素(ppm) | カルバミン酸エチル（ppb） | 酸度(ml) | アミノ酸度(ml) | 日本酒度 | アルコール分（%） | 酢酸イソアミル(ppm) | カプロン酸エチル(ppm) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ND-5-7 | 3.1 | 5.7 | ND | 3.0 | 0.8 | -4.2 | 15.1 | 3.6 | 0.4 |
| ND-5（親株） | 3.0 | 8.8 | 533 | 2.9 | 0.9 | -8.3 | 14.5 | 2.6 | 0.5 |
| S-11-21 | 2.8 | 5.2 | ND | 2.3 | 0.8 | -1.3 | 14.7 | 4.5 | 0.7 |
| S-11（親株） | 3.0 | 13.0 | 442 | 2.6 | 1.0 | -6.3 | 14.2 | 4.3 | 0.8 |
| F-2-35 | 2.3 | 3.9 | ND | 2.8 | 1.1 | -3.6 | 17.0 | 2.5 | 3.8 |
| F-2（親株） | 2.8 | 28.7 | 1344 | 2.8 | 1.1 | -3.5 | 17.1 | 2.5 | 3.2 |
| F-13-6 | 2.5 | 5.7 | ND | 2.7 | 1.0 | -4.2 | 16.5 | 3.1 | 3.0 |
| F-13（親株） | 3.0 | 23.5 | 2349 | 2.9 | 1.1 | -4.0 | 16.6 | 2.2 | 3.0 |

## ３．２　大規模発酵試験

大規模発酵試験酒の分析及び官能評価の結果を表３に示す。選抜株は順調な発酵経過を示し，酸度，アミノ酸度及び日本酒度等の一般成分や酢酸イソアミル及びカプロン酸エチルの香気成分において，スケールアップに伴う欠点は見受けられなかった。また，一部の酵母において尿素がやや高い値となったが，これは蔵付酵母等の混入の可能性が考えられ，製造環境改善による検証が必要と考えられる。

官能評価では酵母由来の欠点は認められず良好であり，選抜株は製造現場での実用性は高いことが示唆された。

表３　大規模発酵試験結果

| 区分 | 酵母 | 尿素(ppm) | カルバミン酸エチル（ppb） | 酸度(ml) | アミノ酸度(ml) | 日本酒度 | アルコール分（%） | 酢酸イソアミル（バナナ様香り）(ppm) | カプロン酸エチル（リンゴ様香り）(ppm) | コメント |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 普通酒 | ND-5-7 | 4.2 | ND | 1.6 | 1.0 | +3.9 | 19.3 | 2.9 | 0.9 | 甘い、なめらか、ふくらみ |
| 普通酒 | ND-5（親株） | 23.6 | 218 | 1.6 | 0.9 | +5.5 | 19.6 | 1.7 | 1.0 | 荒い、シブイ、すっきり |
| 純米酒 | S-11-21 | 9.4 | 192 | 1.6 | 1.8 | +1.8 | 17.9 | 3.3 | 1.3 | 酢酸イソアミル、酸味、シブイ、苦い |
| 純米吟醸酒 | F-2-35 | 6.2 | 77 | 1.9 | 1.5 | +3.0 | 17.8 | 0.8 | 7.2 | カプロン酸エチル、ソフト、甘い、キレイ、ウスイ |

## ４　おわりに

昨年度選抜した尿素非生産性酵母４株のスケールアップ試験を行った。中規模発酵試験では選抜株は親株に比べ良好な発酵性を示し，華やかな吟醸香が認められた。官能評価では親株と比べ同等以上の評価を得た。選抜株の尿素とカルバミン酸エチルの含有量は親株に比べ大幅に減少していた。

大規模発酵試験においても，選抜株は順調な発酵経過を示し一般成分や香気成分についてスケールアップに伴う欠点は見受けられなかった。また，スケールアップによる酵母由来の欠点は認められなかったことから，製造現場での実用性は高いことが示唆された。

## 参考文献

1)佐々木ら：″平成 29（2017）年度栃木県産業技術センター研究報告″，15，17-19(2018)

共同研究

# 繊維の消臭加工に適した天然由来の加工材料の検討

丸　弘樹*　　佐瀬　文彦*　　初山　亮二**

Naturally Derived Materials Suitable for Deodorant Textiles

Hiroki MARU, Fumihiko SASE and Ryoji HATSUYAMA

消臭性能を有し，かつ繊維への着色が少ない加工材料を見出すために，天然由来の無機系多孔質材料のアンモニアガスに対する吸着性能，それらを加工した生地の消臭性能，着色性，耐久性能を評価した。その結果，吸着力が高い多孔質材料を見出すとともに，消臭性能を付与した生地を試作することができた。また，粒子径が小さく均一なほど粒子の脱落が少なく，洗濯耐性があることが示唆された。

Key words:　消臭加工，機能加工，吸着，消臭

## 1　はじめに

健康，快適の意識が高まる中で，衣服や寝装品をはじめとする繊維製品に付着した汗等に起因した不快臭への対策が重要となっている。そのため，繊維製品の購買動機として消臭性能を挙げる消費者も多い。この社会的ニーズに対して，不快な臭気成分を分解・除去できる消臭加工を施した繊維製品(消臭加工繊維)[1]が数多く上市されている。消臭加工繊維は，悪臭成分を吸着する材料，またはそれらを分解する材料を紡糸段階で繊維内部に含ませる前加工や，またはそれらを生地表層等に付与する後加工することで消臭性能を発現させている。消臭加工繊維を開発するためには，消臭性能を有する材料について繊維への加工条件を検討し，加工前後の消臭性能や堅ろう性を評価するプロセスが必要となる。しかし，地域の繊維関連企業では経営資源が乏しく，上述したプロセスを各事業者が単独で実施することは困難といえる。

一方で，近年の潮流として天然由来である事を付加価値として積極的に消費者に訴求する繊維製品も多数上市されている。このような繊維製品は，化学薬品の使用による健康や環境的負荷が最小限に抑えられることがメリットであるため消費者に受け入れられている。これらの観点を踏まえると，天然由来の材料と消臭加工を組み合わせた繊維製品には大きな潜在的な付加価値があると考えられる。例えば，消臭性能を有する天然由来の材料で後加工に適したものとして活性炭が挙げられる。活性炭は，内部が比表面積の大きい多孔質であるため，臭気成分を物理的に吸着できる。しかし，活性炭を使用した場合は，その固有色が影響し，付着量が増加するにつれて生地の色彩が灰色から黒色になってしまうことが問題となる。

以上のことから，本研究では天然由来の材料のうち，消臭性能を有し，繊維への着色が少ない加工材料を見出すことを目的とした。

この目的のために，天然由来の多孔質材料を選定し，これらのアンモニアガスに対する吸着性能を評価した。また，材料の生地への加工方法として，浸染法および捺染法を検討し，生地に加工した際の消臭性能，繊維への着色性，耐久性を評価することで加工材料としての適性を検討した。

*　栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター
**　有限会社初山染工

## 2　研究の方法

### 2．1　材料の検討

#### 2．1．1　材料

天然由来の材料として繊維への着色が少ないと想定される白色の無機系多孔質材料 3 種類($M_1$，$M_2$，$M_3$)を選定した。また，比較用に代表的な多孔質材料である活性炭($M_0$)を選定した。なお，各材料の粉末について，走査型電子顕微鏡(JSM-5310LV，日本電子社製)による粒子形状を確認したところ，粒子径はいずれの材料とも数 μm～数十 μm 程度であった。

#### 2．1．2　材料の吸着性能評価方法

選定した 4 種類の材料について，粉末 1g あたりの吸着性能を評価した。評価に用いた臭気成分は 4 大悪臭成分 [2]のひとつであり，ほとんどの悪臭に含まれるアンモニアガスとした。評価は JEC301 SEK マーク繊維製

品認証基準(消臭性試験検知管法)[3]を参照し，以下の手順で実施した。(1)プラスチックシャーレに入れた粉末試料 1g をサンプリングバックに封入，(2)初発濃度 100ppm に調整されたアンモニアガス 3 リットルをサンプリングバッグに封入し放置，(3)2 時間後のガス濃度を検知管で測定(図 1 参照)した。また，比較として試料を封入しないブランクについても同様の手順で評価を行った。なお，測定は各試料について 3 回行い，その平均値を求めた。

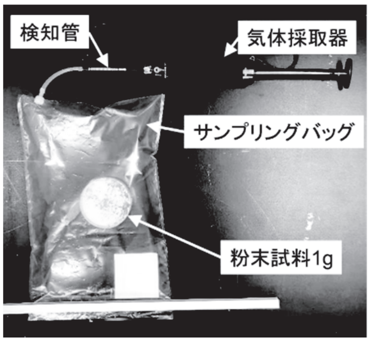



図１　ガス濃度測定の様子

### ２．２　加工方法の検討

#### ２．２．１　浸染法

無地染めの染色方法として知られる浸染法を応用し，生地の加工を試みた。消臭加工材料は，$M_0$ と同等の消臭性能を有すると考えられる炭とし，処方または混用率が異なる 3 種類($A_1$:綿 100%,$A_2$:綿 100%バインダー有，$A_3$:絹 40%綿 60%)の加工生地を作製した。

#### ２．２．２　捺染法

柄染めの染色方法として知られる捺染法を応用し，生地の加工を試みた。加工する生地は，表 1 に示す未加工生地 $C_0$(綿 100%)とした。消臭加工材料は，後述する 3.1 節において吸着力が高い事がわかった $M_1$ および $M_2$ の 2 種類とし，以下に示す捺染方法で $C_1$ (綿 100% $M_1$ 加工)，$C_2$(綿 100% $M_2$ 加工)の加工生地を作製した。捺染方法は，顔料捺染 [4]レシピを参考に，消臭加工材料が 20wt%,バインダー(CB-320,林化学工業社製)が 20wt%,レデューサー(エクステンダーYH，林化学工業社製)が 60wt%になるように調製した加工剤を 70 メッシュのスクリーンで印捺し，中間乾燥した後，140℃で 3 分間ベーキング処理を施した。また，比較として上記加工剤レシピから消臭加工材料分を除いた加工剤を調製し，同様の手順によってバインダーのみを付与した生地($C_0$’)を作製した。

表１　生地の詳細

| | $C_0$ |
|---|---|
| 素材 | 綿100% |
| 組織 | 平織 |
| 繊度[tex] | 25 |
| 目付[g/m$^2$] | 122.5 |

### ２．３　加工生地の性能評価方法

2.2 節で得られた加工生地について以下の 3 項目について評価を行った。

#### ２．３．１　消臭性能評価

消臭性能は，10×10cm に調製した生地を試料として，2.1.2 項と同一の方法で評価した。

#### ２．３．２　繊維への着色性評価

繊維への着色性は，加工前後の生地を測色し，得られた測色値(L*a*b*)の色差 [5]を求めることで評価した。測定は分光測色計(CM-3700d，コニカミノルタ社製)を用いて行い，φ8mm の測定径で生地の異なる 5 箇所を拡散照明光 8 度受光の幾何条件で測定し，その平均測色値を求めた。

#### ２．３．３　耐久性評価

耐久性は，洗濯処理を行い処理前後の質量および消臭性能を測定することで評価した。洗濯処理は，JEC326SEK マーク繊維製品の洗濯方法 [6]に準拠し，以下の手順を決定した。すなわち，(1)洗濯 2 分(40℃)，(2)脱水 3 分，(3)すすぎ 2 分(常温)，(4)脱水 3 分のプロトコルで行った。洗濯に使用した洗濯機はパルセータ式全自動洗濯機(DWA-T55，DAEWOO 社製)であり，このときの洗濯機械力を WAT クロス [6]を用いて評価したところ，ΔL*は 2.7±0.3 であった。

## ３　結果及び考察

### ３．１　材料の吸着性能評価結果

初発濃度 100ppm に対する 2 時間後のアンモニアガス濃度の結果を図 2 に示す。図 2 より $M_0$ は 65ppm，$M_3$ は 66ppm でありアンモニアガスの吸着力が小さいのに対して，$M_1$ と $M_2$ は 1ppm 以下であり非常に吸着力が大きい材料であることがわかった。したがって，$M_1$ と $M_2$ は生地に加工した場合であっても大きな消臭性能を発現することが見込めることから，消臭加工材料とすることとした。

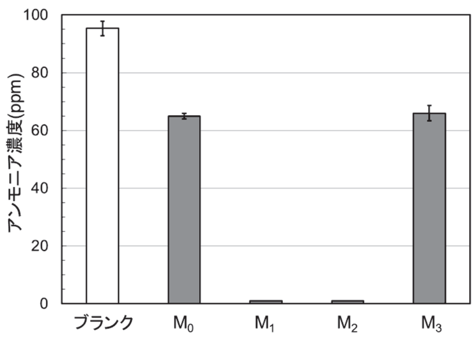
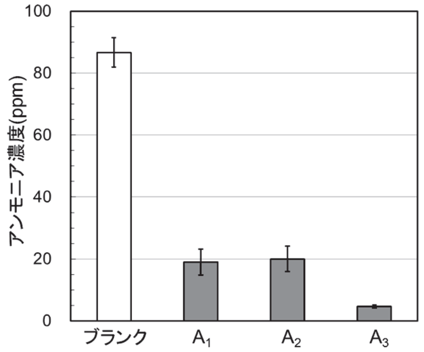



図２　アンモニアガスに対する吸着性能

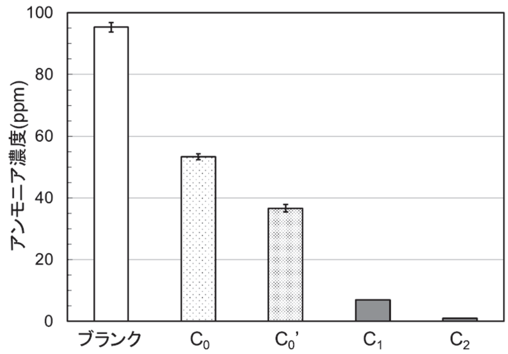
### ３．２　加工生地の性能評価結果

#### ３．２．１　消臭性能評価結果

2.2.1 項において作製した生地のアンモニアガスに対する消臭性能を図 3 (a) に示す。図 3(a)より，生地 $A_1$は 19ppm，生地 $A_2$は 20ppm，生地 $A_3$は 5ppm となり，絹を混紡した生地 $A_3$は特に高い消臭性能を有することがわかった。これは絹のたんぱく質が含有するカルボキシ基の影響によるものと考えられる[7)]。次に，2.2.2 項において作製した生地のアンモニアガスに対する消臭性能を図 3(b)に示す。図 3(b)より，生地 $C_0$は 53ppm，生地 $C_0$’は 37ppm，$C_1$は 7ppm，$C_2$は 1ppm 以下となった。すなわち，吸着力が大きい $M_1$と $M_2$によって生地に高い消臭性能が付与されたと考えられる。




(a) 浸染法加工生地




(b) 捺染法加工生地

図３　アンモニアガスに対する消臭性能

#### ３．２．２　繊維への着色性評価結果

測色によって得られた加工生地と未加工生地の色差 ΔE を図 4 に示す。図 4 より $C_1$は 3.90，$C_2$は 21.38 であり，$C_1$については許容色差[5)]が 4 級に相当し，経時比較した場合にほぼ同一と認めることができる程度の着色性であることがわかった。反対に，$C_2$は許容色差が 6 級に相当し，固有色によって $C_1$よりは着色性があるものの，色名レベルの色の管理ができる程度の着色性であることがわかった。

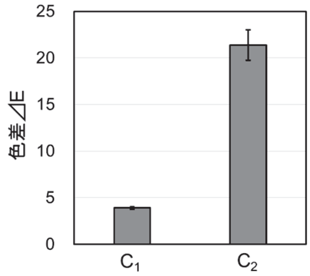



図４　繊維への着色性

#### ３．２．３　耐久性評価結果

洗濯処理前後の質量を図 5 に示す。図 5 より，$A_1$，$A_2$，$A_3$および $C_2$は，洗濯処理による質量変化はほとんどみられなかった。一方，$C_1$は大きく質量が減少してしまった。次に，洗濯処理前後のアンモニアガスに対する消臭性能を図 6 に示す。図 6 より，$A_1$，$A_2$，$A_3$および $C_2$は消臭性能を維持しているが，$C_1$は消臭性能が大きく低減してしまった。これらのことから，$C_1$は洗濯によって消臭加工材料 $M_1$が脱落してしまったことがわかった。これは，図 7 に示す SEM 画像にあるように，$M_1$は $M_2$よりも 20μm 以上の粒子が多く分布しており，バインダーが粒子を保持できなかったためと考えられる。

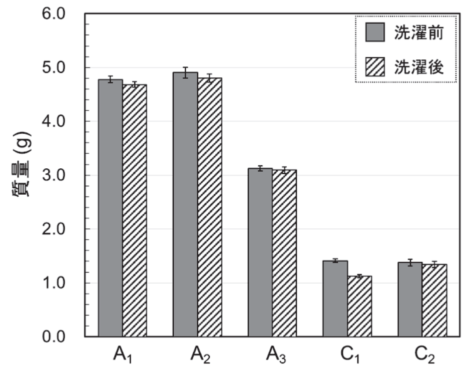



図５　洗濯処理前後の質量

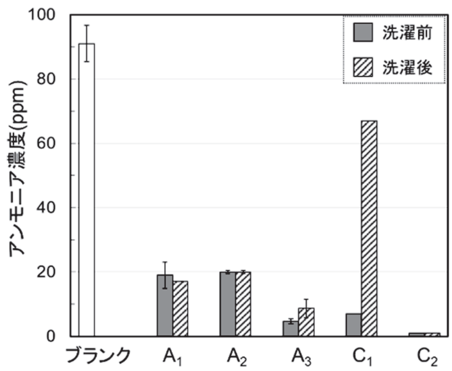
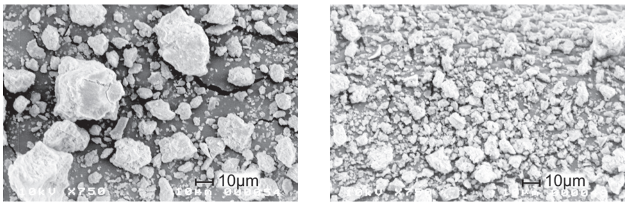



図６　洗濯処理前後の消臭性能




(a) $M_1$　　　(b) $M_2$

図７　粒子形状の SEM 画像

## ４　おわりに

本研究では，天然由来の材料のうち，消臭性能を有し，繊維への着色が少ない加工材料を見出すことを目的に，天然由来の無機系多孔質材料のアンモニアガスに対する吸着性能，および加工生地の性能評価を行った。

その結果，吸着力が高い材料($M_1$，$M_2$)を見出すことができ，これらの材料は生地に付与した場合でも高い消臭性能を発現することがわかった。また，粒子径が小さく均一なほど粒子の脱落が少なく，洗濯耐性があることが示唆された。

これらことから，消臭加工に適した天然由来材料を見出すとともに，その加工生地を作製することができた。

## 謝　辞

本研究にあたりまして，加工剤のご提供を頂きました林化学工業株式会社の児堂様，ならびに WAT クロスのご提供を頂きました一般社団法人繊維評価技術協議会の上島様に深謝申し上げます。

## 参考文献

1) 日本学術振興会 繊維・高分子機能加工第 120 委員会 編:"学振版 染色機能加工要論", 色染社, 172, (2004)
2) 昭和46年6月1日法律第91号:"悪臭防止法",(1971)
3) 一般社団法人繊維評価技術協議会製品認証部:"SEK マーク繊維製品認証基準", 18-20, (2018)
4) 塩澤和男 : "捺染用色糊の調液法", 繊維研究社, 81-86, (1979)
5) 日本色彩学会 編:"新編 色彩科学ハンドブック【第 2 版】", 東京大学出版会, 259-303, (1998)
6) 一般社団法人繊維評価技術協議会製品認証部:"SEK マーク繊維製品の洗濯方法", 1-2, (2018)
7) 杉浦愛子ら : "繊維消費科学", 49 (5), 355-360, (2008)

共同研究

# 解し織における仮織の広幅化とシミュレーション技術の高度化

佐瀬　文彦*　　丸　弘樹*　　鶴貝　雅廣**

Advancement of Width Expansion and Simulation Technology of Temporary Weaving in HOGUSHI-ORI(Temporary Weaving and Weaving Textile)

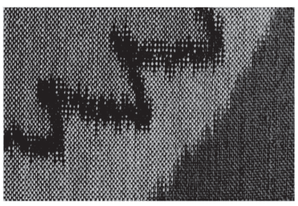
Fumihiko SASE, Hiroki MARU and Masahiro TSURUGAI

広幅化した解し織における仮織について，企画の主体となる捺染業等がコストダウンや生産性向上のための内製化を試みる場合の仮織用織機の試製とシミュレーション技術について検討を行った。いわゆる小幅の銘仙における仮織織機や手機を参考に，広幅の仮織に特化した安価な織機の設計基礎となる試製織機を入手が容易な材料を用いて製作した。さらにこの試製織機を使用して，実際の解し織を想定した仮織を行い製織業以外でも仮織を行える可能性を見いだした。また，平成24年度に実施した捺染業における解し織の企画効率化支援のためのシミュレーションソフトについて，精度向上のため，新たな解し織のサンプルを使用してパラメータの調整を行った。

Key words:　解し織，仮織，織機，シミュレーション

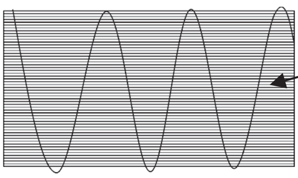
## 1　はじめに

足利地域を中心として明治から昭和初期にかけて盛んに製織されていた織物に銘仙がある。当時銘仙は各地域でも製造されており，例えば伊勢崎銘仙，秩父銘仙，八王子銘仙，足利銘仙などそれぞれの地域で生産されていた。足利銘仙が盛んに織られていた時期の製造方法の代表的なものに解し織（ほぐしおり）があげられる。解し織は，整経した経糸に対して，仮織（かりおり）と呼ばれる，粗く緯糸を入れた状態として経糸がばらけるのを防いでおき，そこに柄を捺染した後に，仮織した緯糸を取り除きながら本織を行って生地としたもので，工程の間で捺染した経糸が微妙にずれる事で生じる絣（かすり）が，通常の先染や生地へのプリントでは現れない独特な雰囲気を特徴とする（図１，図２）。しかし，衣料品の洋装化などにより，足利地域における解し織の製造は縮小していった。



①整経
②仮織・・仮織用緯糸
③捺染（経糸）
④本織・・本織用緯糸

図１　解し織の生地例（左）及び工程（右）



緯糸を粗く入れて捺染時の経糸の乱れを防ぐ

図２　仮織のイメージ（横方向が経糸）

こうした中で鶴貝捺染工業有限会社らは，以前に先代が解し織の捺染を行っていた事をヒントに，平成20年頃から洋装品に対応する広幅化した解し織の開発に取組み，開発した生地を用いた製品が販売されるまでに至った。しかし，現在仮織は他産地で行わざるを得ず，コストや生産性（リードタイム），規格（織幅，緯糸密度等）の制約など課題があった。図３に示すとおり，仮織は捺染の前工程であり，これを捺染業が内製化または産地内で対応できれば，コストダウンと生産性の向上が，特に海外への展開における大きなアドバンテージとなる。

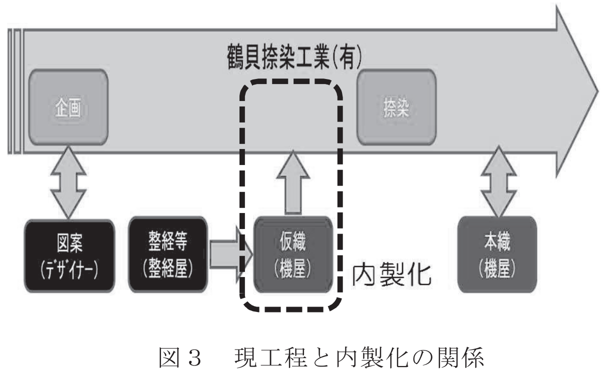



図３　現工程と内製化の関係

一方で広幅（120cm）の仮織用の織機は一般的に製造されておらず，既存の力織機を改造するか，新たに設計製作する必要がある。幸い仮織は，緯糸を筬で高密

*　栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター
**　鶴貝捺染工業有限会社

度に打ち込む事はなく，経糸張力もあまり必要ではない。従って織機自体の強度も比較的求められず，組織も平織り限定で，シャトルを使用する必要はあるが全体的に，シンプルな手機の構造で，高い製織技術を要さずに製織できる可能性が高い。

このため，捺染業等の製職業以外の者による，仮織の内製化を図るための仮織織機の設計や導入の先導的な取組として，広幅に適応した試製仮織織機の製作を行う事とした。また併せて筆者らが平成 24 年度に実施した共同研究[1] 製作した解し織のシミュレーションソフトについて，パラメータの調整について検討を行い実用性の向上を試みることとした。

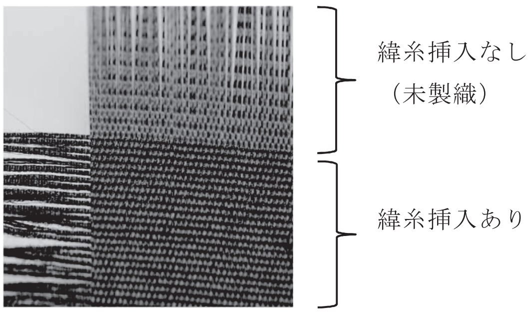



図４　緯糸挿入の有無による見た目の差異

本研究で扱う解し織は経糸のみに捺染を行ういわゆる経銘仙（絣が縦方向のみに生じる）の製法であるため，捺染後に緯糸を挿入する事で図４に示すように見た目の色が変化してしまう。このため捺染業において織物の企画を行う場合には織上がりの目安が必要となる。このため図５に示すようなソフトを開発したが，シミュレーションにおいては糸の陰影や形状の変化など多くの要素に影響される。そこでソフトの実用性向上のため，補正値（パラメータ）等について検証した。

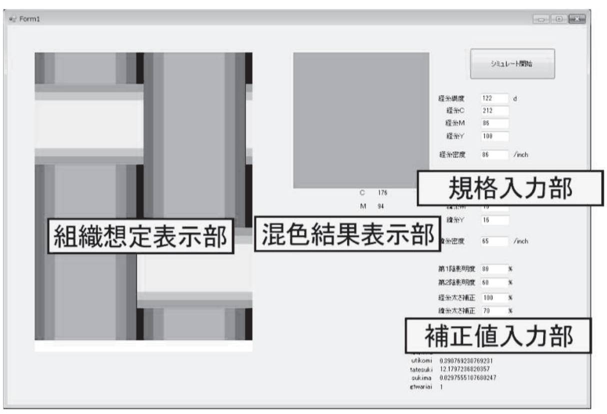



図５　シミュレーション結果画面

## ２　研究の方法

### ２．１　仮織規格の検討

試製仮織織機の設計に伴い，試験的に使用する織物規格を検討した。規格は試験的な仮織時における製織性や，今後の製品企画検討に資する事を踏まえて決定した。

### ２．２　仮織方法及び機構の検討

決定した織物規格を基に試製仮織織機の設計及び製作を行った。また，この織機を用いた仮織を試験的に実施し，仮織方法についても検討した。今回の仮織織機の主な要件は以下のとおりとした。

①製作過程で暫時工夫を検討出来るよう，構造の小変更等自由度の高いものとする。

②技術移転を考慮して入手が容易でできるだけ安価な材料を用いる。

③織幅 120cm のシャトル織機で，粗い緯糸密度（数 cm ～数 10cm の幅で可変する想定）に対応した仮織（平織のみで可）が可能であること。

④技術移転時の電動化に配慮する。

なお基本的な構造上の留意点として，例えば手機（高機）の構造に対する製織時にかかる特徴的な力としては，図６に示すように経糸を緊張させ，緯糸の打ち込みを行うために経糸方向に対する織機内側へ引く力と，経糸開口動作のための上下方向に対する内側に引く力があるため，この力を加味して設計を行う必要がある。

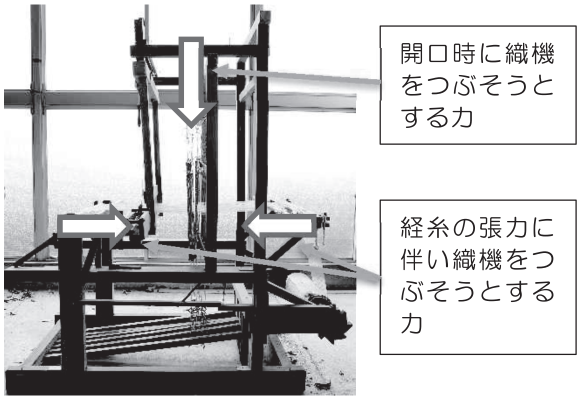



図６　製織時に織機にかかる特徴的な力

※写真は小幅の高機（側面図）の例

### ２．３　実用的なシミュレーション方法の検討

筆者らが平成 24 年度に実施した解し織に関する研究成果である，解し織に関するシミュレーションソフトについて，実用性向上を図るため，最近製織された解し織の生地をサンプルとして，シミュレーション時の補正値（パラメータ）の調整を行った。

## ３　結果及び考察

### ３．１　仮織規格の検討

今回設定する織物規格は，今後の解し織に関する製品開発の方向性や，仮織試験実施時の経糸のハンドリ

ング性等を考慮し，表１のとおり決定した。素材は，今後も高価格帯の製品開発を見込むことから，これまで最も多く使用してきた絹紡糸を使用することとした。

表１　設定した織物規格

| | | |
|---|---|---|
| 経糸 | 素材 | 絹紡糸 |
| | 繊度 | 2／120(約150D) |
| | 密度 | 32本／cm(筬羽 16／cm)<br>2本入れ(総本数3840本) |
| 緯糸 | 素材 | ポリエチレン |
| | 繊度 | 約65D |
| | 密度 | 任意<br>(1本／尺、5本／尺、10本／尺) |

### ３．２　仮織方法及び機構の検討

仮織のための試製織機は２．２節の要件により，加工及び入手が容易な木製（２×４材）を主として，表２のような設計概要とした。また緯糸を連続させる必要がある事から，緯糸挿入はシャトル方式とし，平織のみのため開口装置はドビー（２枚筬）とした。

表２　設計概要

| | |
|---|---|
| 素材 | 木製(締結用ボルト等一部金属製) |
| 大きさ | 縦1．8m×横1．8m×高さ1．5m程度 |
| 開口装置 | ドビー(2枚) |
| 緯糸挿入 | シャトル(杼:ひ) |
| 巻取り等 | 手動(送り出し:消極)〔電動化に配慮〕 |
| その他 | 巻き箱、筬(おさ)、シャトル、綜絖(枠)は既製品<br>※結果的に消極送りのブレーキ部も既存品を流用 |

基本的な構造としては，まず経糸方向及び下方向への力に強い立方体の外枠を形成し，その内側に織機の構造を作り込むこととした。これにより，プロトタイピング式に織機を試製していく事に対して織機の強度に都度配慮せずに製作が可能となる。素材は柔軟な加工に対応できるよう木製とし，２×４材で外枠を形成した。図７に概要を示す。

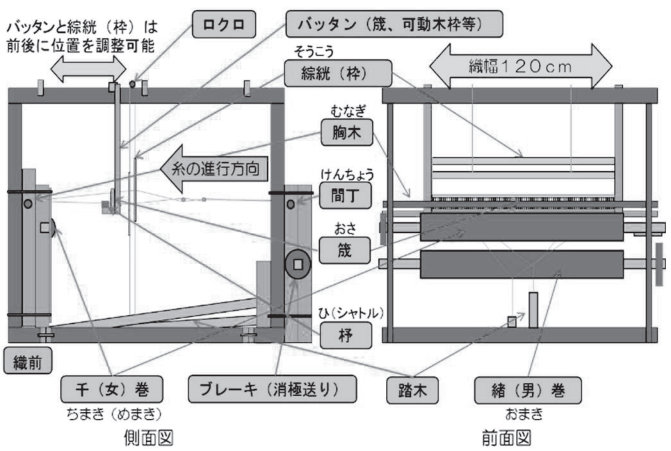



図７　設計イメージ

製織時にかかる力を考慮し，仕口を工夫して外枠を組んだ後，経糸の巻取り，緯糸挿入装置（筬，シャトル，バッタン等），開口装置（綜絖及び綜絖枠，ロクロ等）を配置する。その際，胸木と筬の間は広く（60ｃｍ以上）し，開口装置も含めて容易に前後に移動可能とした。部材の殆どはホームセンター等で購入可能なものとし，部材間は接着剤を使用せず，はめ込みか金属製ボルトで締結することで容易に調整・解体を可能とした。完成した試製織機を図８に示す。操作性向上のため踏み木支点を後退させたため，全長が２ｍを超えたが，概ね設計イメージに近いものができた。

これに，決定した規格のとおりに整経した経糸及び緯糸（ポリエチレン約65D）をセットした。仮織は経糸の

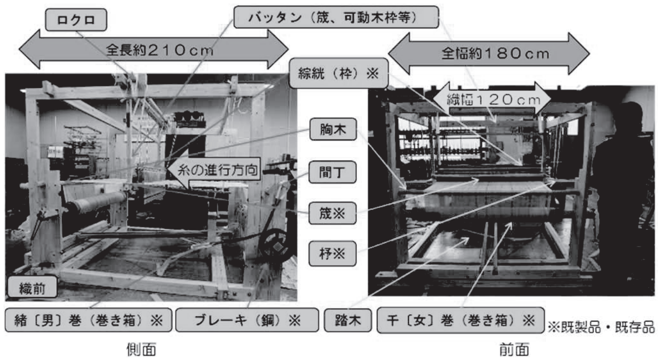



図８　完成した試製仮織織機

駆動，筬打ち，緯糸挿入及び開口が，現状では連動していないため，織機の前後２人で，都度確認を行いながら作業を進めた。そして手機の製織経験が殆ど無い２名での作業でも概ね 0.5 本／分程度の打ち込み速度は確認できた。それでも，例えば緯糸密度が１本／尺（約 30cm）であれば，30m程度の仮織は３時間弱で完了することになる（引き込み等の段取り工程は除く）。速度については織手の慣熟程度や，モーター等による電動化によれば，相応の製織速度が期待出来る。また，製織前の段取り（糸通し等）等全て手作業で行った場合でも概ね５日以内で製織出来る見込みを得た。

今回の試織では図９に示す緯糸の打ち込み（緯糸無し部分含む）で約９ｍの試捺染用仮織生地を作成した。

また，仮織した生地に解し織同様に捺染を行って緯糸の打ち込みとの関係を検証した結果を表３に示す。

表３　緯糸と試捺染の結果

| 緯糸密度 | 所感(捺染時の作業者の印象) |
|---|---|
| 緯糸なし | 経糸の交差が一部生じた |
| 1本／尺程度 | 経糸の交差が一部生じた |
| 5本／尺程度 | 支障なし |
| 10本／尺程度 | 支障なし |

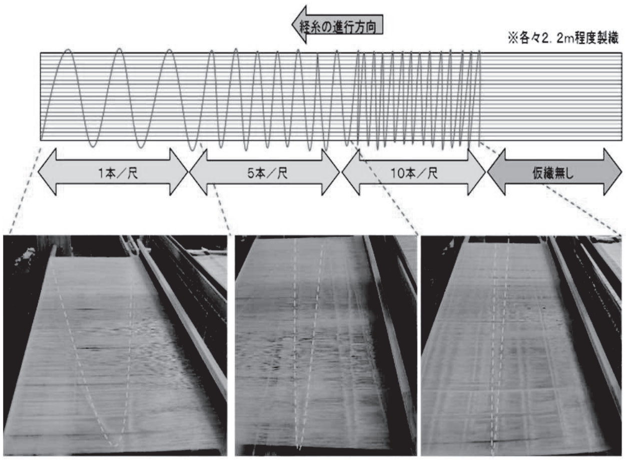


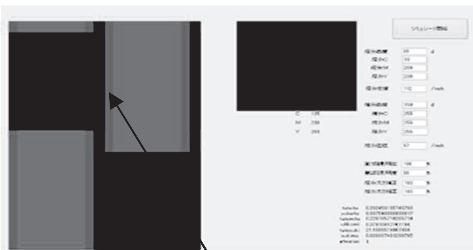

図９　試製織機による仮織実験

緯糸の密度は密な程経糸の乱れは少ないが，本織時の緯糸除去の手間や，捺染後に仮織糸の跡が目立ちやすくなるなどの弊害があるため，捺染に支障が無い範囲で粗である方が望ましい。経糸の規格（繊度，密度，素材）等の差異もあるが，今回の検証範囲においては，概ね５本／尺程度（平均６ｃｍ程度の間隔）以上の密度で安定した捺染が行えたと言える。図９で示した仮織生地に対して試捺染を行った状態を図１０に示す。

図１０　試捺染後の仮織生地

### ３．３　実用的なシミュレーション方法の開発

今回の検証は，シミュレーションの値を補正する陰影処理の係数について検証を行った。シミュレーションソフトについては，一定程度の実用性を得るためには何度か検証を行う必要があると考えられる。



概念的に総括した陰影をイメージ
（最縁部を２段階に分けて視覚的に円筒形を表現）

図１１　シミュレーション画面と陰影の概念

検証については，色差を求めるために測色機（コニカミノルタ CM-3700D）を使用するが，測色におけるメディア（紙，布等）の差異による影響の排除を見込み，シミュレーション時に使用するカラーチャートを使用して測色は全てカラーチャートに置き換えて実施した。

このため，測色値についてはチャートへの置き換えに伴う誤差を含む事となるが，繊維製品に係るいわゆる見た目の評価という意味で，今回は試行的に取り入れた。その結果，当該ソフトにおける陰影補正は60%-80%程度が各色にばらつきはあるものの，平均的な色差は最小となった。シミュレーション画面のイメージを図１１に、サンプルとして使用した解し織の生地を図１２に示す。シミュレーションソフトについては補正的なパラメータ及びアルゴリズムも含めて引き続き検証が必要と思われる。

図１２　サンプル生地

## ４　おわりに

解し織における仮織の広幅化とシミュレーション技術の高度化について検討を行った結果，以下の結論を得た。

(1) 広幅の試製仮織織機を設計製作しこれを用いて仮織を行った。容易に入手できる木材を中心とした材料でも仮織可能な織機が得られた。

(2) 全て手動による試験では，条件によるが当初目標とした，５日以内での仮織は可能である事を確認した。しかし，実用性を見込む場合は，電動化等による効率化が必須と思われる。

(3) シミュレーションについては，今回のサンプルでの一定の実用的な補正値の目処が得られたが，今後も多くのサンプルによる検証による実用性の向上が必要であると思われる。

## 参考文献

1)佐瀬文彦ら："栃木県産業技術センター研究報告", 10, 48-51, (2013)

共同研究

# 地機経糸の染色の違いによる下拵え条件の最適化

堀江　昭次*　太田　仁美*　石井　優利奈*　渡辺　智文**

## Optimization of the Preparation Condition by the Difference in the Dyeing of the Place Loom Warp

Shoji HORIE, Hitomi OTA, Yurina ISHII and Toshinori WATANABE

結城紬に使われる手つむぎ糸は，その製織性を改善するための下拵えとして小麦粉を糊剤として糊付けを行っているが，糸染めの色の違いにより糊付け効果に違いがあると言われている。従来産地では，薄い色では糊付け効果が悪く，濃い色では糊付け効果が良いと言われている。そこで，濃色として紺色，薄色としてベージュ，中間色として茶色を選定して染色を行い，染色後に物性（摩擦力，破断強度）と製織性及びマイクロスコープによる糸状態の撮影を行って，それぞれの糊付け効果の評価をした。その結果，薄色の方が製織性や物性値で優れているという結果となった。また，破断曲線の検証から，センターメソッドによる糊付けが３色に対して十分な効果があることがわかった。

Key Words：結城紬，手つむぎ糸，糊付け，小麦粉

### １　はじめに

結城紬は栃木県，茨城県で生産され，地域の伝統的な産業として現在も地機による製織が行われている。糸は，真綿から手でつむいだ糸（以下，手つむぎ糸）が使用されている。手つむぎ糸は，無撚糸であるため，引張や摩擦などに弱く，製織する前には，その点をカバーするために小麦粉を糊材として糊付けが行われている。

産地では，染色する色の違いにより糊付け効果に差があると言われている。そこで本研究では，色の違いによる糊付け効果の差を検証し，色ごとの最適な糊付け条件の確立を目的として研究を行った。

### ２　研究の方法

#### ２．１　糊付け効果の検証

昨年度の研究結果から，糊材として小麦粉を使用する方法が手つむぎ糸には効果的であることが分かった。また，当支援センターの条件（センターメソッド）と織元の条件（織元メソッド）では，糊付け効果に大きな差がないことが分かった[1)]。そこで，二つの方法について，製織試験を行い，それぞれの糊付け効果の検証を行った。

#### ２．２　染色する色の選定・染色，糊付け

染色による糊付け効果の差を検証するために，３色の糸を選定し，染色を行った。染色後，３色の糸に対し表１に示す２種類の条件で糊付けを行った。

表１　糊付け条件

| | |
|---|---|
| センターメソッド | ①下糊付け<br>小麦粉量　糸量の 30%<br>100℃まで加熱 5分煮る<br>浴比 1:20　回数 2<br>②本糊付け<br>小麦粉量　糸量の 40%<br>80℃まで加熱して火を止める<br>浴比 1:12.5 回数 1 |
| 織元メソッド | ①下糊付け 1<br>小麦粉量　糸量の 15%<br>80℃まで加熱して火を止める<br>浴比 1:20　回数 2<br>②下糊付け 2<br>小麦粉量　糸量の 20%<br>80℃まで加熱して火を止める<br>浴比 1:20　回数 1<br>③本糊付け<br>小麦粉量　糸量の 40%<br>80℃まで加熱して火を止める<br>浴比 1:16　回数 1 |

＊　栃木県産業技術センター紬織物技術支援センター
＊＊ 渡辺染色店

### ２．３　評価試験

#### ２．３．１　物性試験

製織時に糸にかかる力として，引張力があり，糸切れの大きな要因として考えられる。また，製織時に摩擦による力もかかると考えられるので，万能材料試験機(インストロン 5569 型)で引張時の破断強度と摩擦力の測定を行った。表２にそれぞれの測定条件を示す。

表２　測定条件

| 破断強度測定 | 摩擦力測定 |
|---|---|
| 万能材料試験機（インストロン 5569 型）使用 | 万能材料試験機（インストロン 5569 型）使用 |
| つかみ間隔：100 mm | 鉄丸棒との摩擦力測定 |
| 試料長さ：200 mm | 引張速度：100 mm/min |
| 引張速度：100 mm/min | 測定回数：60 回程度 |
| 測定回数：60 回程度 | 動摩擦力の測定 |

#### ２．３．２　製織試験

各色に染めた糸を地機による製織を行い，糸切れ回数と製織時における製織者の評価（感想）により，製織性の違いを検証した。

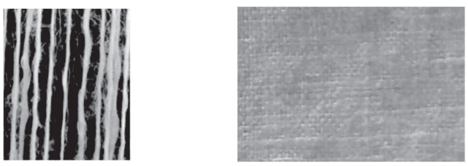
#### ２．３．３　マイクロスコープによる観察

染色後に糊付けした糸について，マイクロスコープを使用して表面状態を観察し，糸の状態について検証した。

## ３　結果及び考察

### ３．１　糊付け効果の検証

糊付け後の糸状態と製織後の生地の状態を図１に示す。



a)センターメソッド　糸と生地

b)織元メソッド　糸と生地

図１　無染色糸と生地の状態

無染色の糸は，糊付きが悪いと言われているが，本研究の結果でも，製織中，常にポリビニルアルコール系糊剤による引糊を必要とする状態であった。

両方のメソッドに大きな差は無く，今後の研究には，センターメソッドを使用することとした。

### ３．２　染色する色の選定・染色

産地では，薄い色は糊付きが悪く，濃い色は良いと言われる傾向がある。そこで選定の条件として，濃色，薄色から各１色，その中間色から１色を選定することとした。また，結城紬に使用される頻度も考慮し，濃色として紺，薄色としてベージュ，中間色として茶色を選定し，染色を行った。表３に各色の染料の配分を示す。

表３　使用した染料

| 色 | 染　　料 | |
|---|---|---|
| 紺 | イルガランブルー1(200%) | 0.5owf |
| ベージュ | ラニルカーキー | 0.16owf |
| | ラナブロン | 0.08owf |
| | イルガランイエロー | 0.04owf |
| 茶色 | ラナセットブロンG | 0.10owf |
| | ラナセットブロンGL | 0.90owf |

染色後，センターメソッドによる糊付けを同じ条件で行った。

### ３．３　評価試験

#### ３．３．１　物性試験

摩擦力は，図２に示す方法で測定を行った。測定結果を表４に示す。

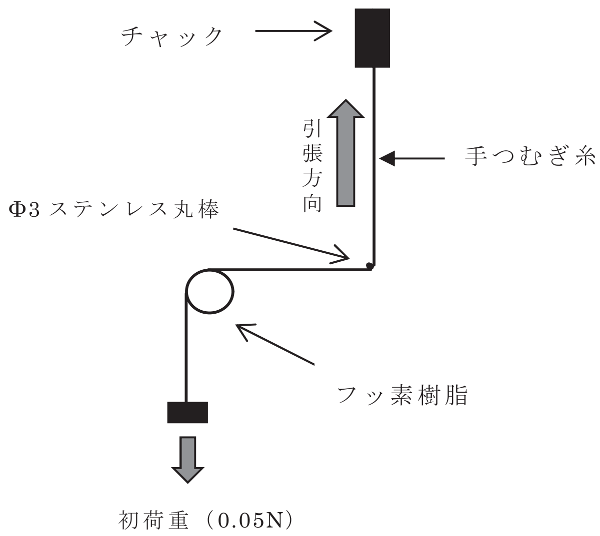



図２　摩擦力試験方法

また，破断強度は表２に示す条件で測定を行った。その測定結果を表５に示す。

表４　摩擦力試験結果

| 試料名 | 摩擦力（N） |
|---|---|
| 糊付け前無染色 | 0.1104 |
| 糊付け後無染色 | 0.1476 |
| ベージュ色（糊付け後） | 0.1498 |
| 茶色（糊付け後） | 0.1462 |
| 紺色（糊付け後） | 0.1520 |

表５　破断強度測定結果

| 試料名 | 破断強度（N） |
|---|---|
| 糊付け前無染色 | 1.55 |
| 糊付け後無染色 | 4.20 |
| ベージュ色（糊付け後） | 3.99 |
| 茶色（糊付け後） | 4.33 |
| 紺色（糊付け後） | 3.60 |

糊付けの目的の一つとして，「毛羽立ちを抑えることによる摩擦の減少」と言われているが，試験結果から，糊付け後に摩擦力が増加していることが分かった。糊付け前の柔らかい状態から糊付け後に硬い状態になるため，滑るときの抵抗力が大きくなることが原因と思われる。摩擦力の増加以上に破断強度が上がっている。摩擦力の上昇（糊付け前の 1.32～1.38 倍）によるデメリットよりも破断強度の上昇（2.32～2.79 倍）によるメリットが得られることが糊付け効果として糊付け後の製織工程に対して重要であると考えられる。

### ３．３．２　製織試験

同一の製織者により地機での製織を行った。その結果を表６に示す。

表６　製織試験結果

| 試料名 | 糸切れ回数 | 製織者の感想 |
|---|---|---|
| ベージュ糸 | 28 | 織り始めからほとんど糸切れがなく，糸の毛羽立ちもなく，最後まで変わりなく織れた。 |
| 茶色糸 | 38 | 織り始め多少は毛羽立ちが気になったが，織りが進むにつれて織りやすくなった。 |
| 紺色糸 | 60 | 最初から最後まで毛羽立ちが多かった。 |

この結果から，従来産地で言われていたこととは逆で，薄い色で糊付け効果が大きくなった。

### ３．３．３　マイクロスコープによる観察

染色した糸について，糊付け後の状態をマイクロスコープで観察した。その画像を図３に示す。

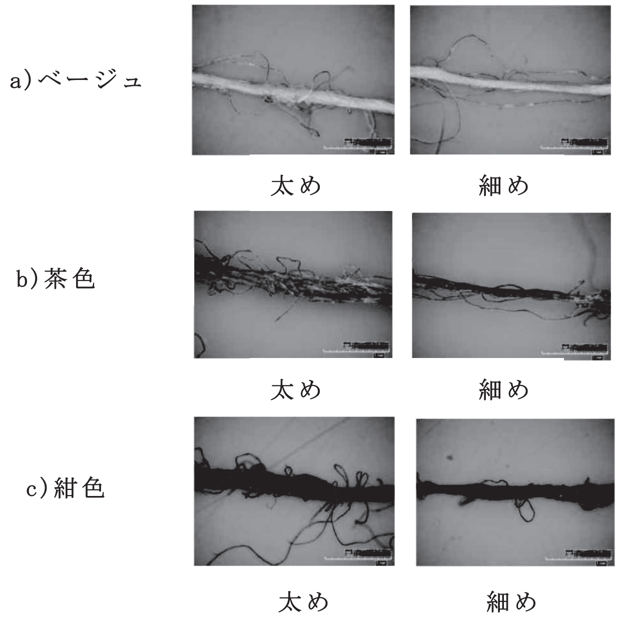



図３　マイクロスコープ画像

手つむぎ糸であるため，通常の紡績糸やフィラメント糸と比較すると，太さのムラや毛羽立ちのある箇所が多く見られる。紺色の糸には写真に示すような毛羽立ち箇所が他の２色の糸よりも多く見られ，物性試験と製織試験の結果と整合した。これは，糸としての結合が弱く，製織時の糸切れや破断強度の弱さの原因であると考えられる。製織中に切れた糸の状態を図４に示す。

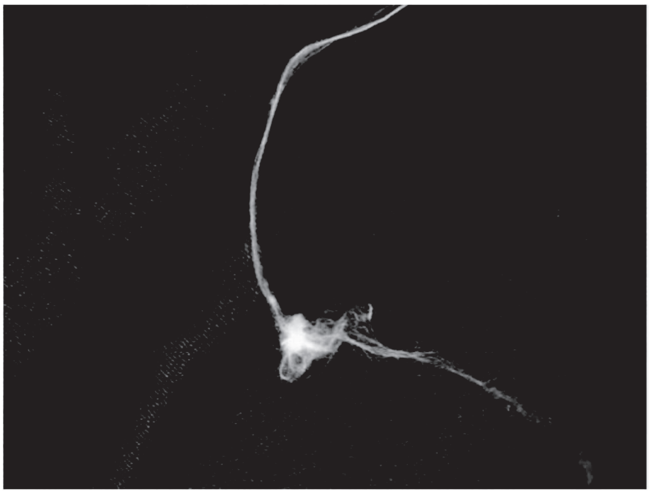
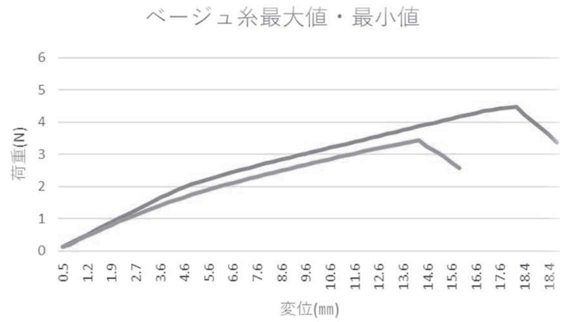


図４　糸切れの様子

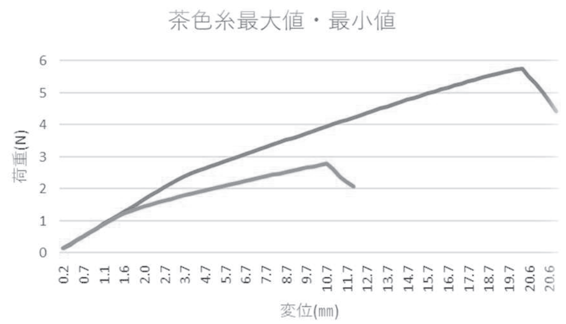
糊液が十分に付いていない糸は，製織摩擦によって毛玉ができて切れることが多いので，紺色糸の糸切れ回数では，糊液が十分に含まれなかったことによる毛羽立ちの多さがその原因になったと考えられる。

### ３．３．４　破断強度グラフと最大値最小値

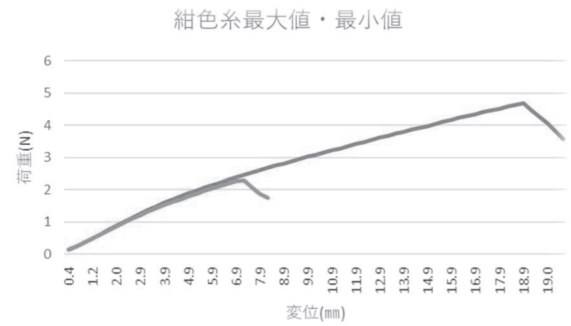
それぞれの糊付けした染色糸の破断強度を測定した際の最大値と最小値での変位曲線を図５に示す。




a)ベージュ糸




b)茶色糸




c)紺色糸

図５　最大値・最小値変位曲線

３色共に立ち上がりは同じような傾きの変位曲線を示しているが，最小値を示した曲線は途中から傾きが小さくなっており，製織試験における糸切れにつながっていることが考えられる。また，各色の最大値を示している曲線の破断に至るまでの傾き（荷重(N)/変位(㎜)）について，ベージュ糸が 0.22，茶色糸が 0.25，紺色糸が 0.23 と大きな差はない。これらの結果から，各色が同じ繊度で均一な手つむぎ糸の状態であった場合，同じような物性となることが考えられる。また，昨年度の研究結果で，糊付け前糸の破断曲線の傾きが 0.12，糊付け効果の小さかった布海苔+正麩糊を使った糊付け糸の破断曲線の傾きが 0.17 であり [1]，傾きの大きさが糊付け効果の指標として考えられる。このことから，糊付け方法としてセンターメソッドは３色の糸に対して十分な糊付け効果があると思われる。

## ４　おわりに

地機経糸に対する下拵えについて，３色を選定して染色を行い，染色後の糊付け効果の差を検証することで，次の結果を得ることができた。

（1）小麦粉を使用した糊付けについて，センターメソッドと織元メソッドを検証した結果，差が無いことが確認できた。

（2）濃色の方が大きい糊付け効果となり，薄色の方が小さい糊付け効果であると言われているため，ベージュ（薄色），茶色（中間色），濃色（紺色）の３色を選定して染色と糊付けを行った。製織試験と物性試験の結果からは，逆の結果となった。

（3）破断強度試験の変位グラフから，センターメソッドによる３色の糸に対する十分な糊付け効果があると思われた。

これら本研究の結果を今後の業界に対する支援に生かしていきたいと考えている。特に，後継者育成として，センターメソッドを基本として糊付けの指導を行っていきたいと考えている。

## 参考文献

1）堀江昭次，太田仁美，石井優利奈：平成 29 年度栃木県産業技術センター研究報告，№15(2017)

# V　経常研究

Ordinary Research

経常研究

# 凍結鋳型の流動性に及ぼす鋳物砂の粒度の影響

小池　宏侑*　石川　信幸*　関口　康弘*

Effect of Sand Grain Size of Frozen Mold on Fluidity of Molten Metal

Hiroyuki KOIKE,　Nobuyuki ISHIKAWA and Yasuhiro SEKIGUCHI

粒度の異なる３種類のけい砂を用いて凍結鋳型を作製し，凍結条件や流動性及び金属組織の評価を行った。鋳物砂の粒度によらず，鋳型の凍結時間は３時間以上で作製可能なことが分かった。流動性は鋳型通気度の影響を受けることが分かった。

Key Words ： 凍結鋳型，熱伝導率，粒度，通気度，流動性，

## １　はじめに

平成 26 年度経常研究「凍結鋳型における球状黒鉛鋳鉄の流動性に関する研究」において，日光けい砂で作製した凍結鋳型を用いて流動性試験を実施し，凍結鋳型が $CO_2$ 鋳型に比べ流動性に優れることを確認した[1)]。今後，凍結鋳型を企業へ提案するためには，企業で使用されている鋳物砂を使用した凍結鋳型の作製条件や流動性等の基礎的データを蓄積することが必要である。

凍結鋳型の流動性は，鋳型に使用する鋳物砂の材質及び粒度の影響を受けると考えられる。鋳物砂の材質及び粒度と流動性の関係を明確にすることで鋳造する製品に適した凍結鋳型を作製することが可能と考える。更に，内部の金属組織は，鋳型の冷却挙動と密接な関係がある[2),3)]と考えられるため，冷却挙動を把握することも重要である。

そこで，本研究では，高さ 2mm 幅 10mm 全長 233mm の流動性試験片を用い，粒度の異なる 3 種の日光けい砂（以下けい砂）を用いて作製した凍結鋳型で球状黒鉛鋳鉄の鋳造を行い，鋳物砂の粒度と流動性及び金属組織の関係について調べた。

## ２　研究の方法

### ２．１　鋳物砂及び凍結鋳型の物性値の測定

各鋳物砂のかさ密度，粒度分布，砂とフェノール樹脂成形体の熱伝導率（以下，砂成形体の熱伝導率），鋳型通気度及び混練した砂を突き固めて鋳型とした時の密度（以下，鋳型密度）の測定を行った。粒度分布は，レーザー回折式の粒度分布測定装置（(株)堀場製作所 LA-920）を用いて測定し，最頻度粒径（モード径）を求めた。砂成形体の熱伝導率は，砂単体での測定は困難であったため，けい砂とフェノール樹脂を砂:樹脂の体積比 6:4 で混合[4)]し加熱プレスした砂成形体を作製し，迅速熱伝導率計（アルバック理工(株)GH-1S）を用いて室温から 100℃までの熱伝導率を測定した。鋳型通気度は，各砂に水分量が体積比で 7.5%になるように混練し凍結させた鋳型（直径 3.1cm 高さ 7cm）について，JIS Z2601:1993 を参考に作製した通気度試験機を用いて測定を行った。鋳型密度の測定は，通気度試験に使用した型を用いて行った。

### ２．２　凍結鋳型造形条件の検討

各鋳物砂に水分量が体積比で 7.5%（質量比は，けい砂 6 号 5.0%，けい砂 7 号 5.1%，けい砂 8 号 5.4%）になるように水を添加し混練機で 3 分混練した。混練した砂を，図 1 に示す流動性試験型 （高さ 40mm 幅 90mm 長さ 180mm）に充填し造型した。造型した鋳型は乾燥を防ぐためにビニール袋に包み，-30℃に設定した冷凍庫で 2，2.5，3 時間凍結させた。所定の時間凍結後，抜型して鋳型の破損を目視で観察し凍結状態を評価した。

### ２．３　流動性試験

凍結鋳型は，各鋳物砂に体積比 7.5%の水を添加して混練し，流動性試験型を用いて造型した。球状黒鉛鋳鉄は，目標組成 C3.50%，Si2.70%になるよう配合し，溶解は，高周波溶解炉で黒鉛るつぼを用いて行った。球状化処理は 1550℃で出湯後に行い，溶湯温度が 1280℃になったところで注湯した。なお，本試験において，注湯は手作業で行ったため，注ぎ方によるばらつきが生じる可能性がある。そこで，ばらつきを低減するため，注湯の際は次のような方法をとった。まず，図 2 に示すように，底部にφ20mm の穴を有する $CO_2$ 型をブロックの上に置き，穴の直下に凍結鋳型の注湯口が来るように配置した。そして，穴に黒鉛棒のストッパをはめ込んだ状態で $CO_2$ 型に溶湯を満たし，ストッパを

＊　　栃木県産業技術センター　機械電子技術部

引き抜くことで凍結鋳型に注湯を行った。

### ２．４　金属組織観察

各段の厚さが 2, 4, 6, 8mm で厚さ 2mm の部分の先端に吐かせを取付けた階段状試験片型(図 3)を用い，流動性試験と同条件で各鋳物砂の凍結鋳型を作製した。目標組成 C3.50%, Si3.40%, Mg0.035%になるよう配合を調整した。高周波溶解炉で溶解し 1630℃で出湯後球状化処理を行った。各鋳型には 1417℃で同一の溶湯を注湯した。

鋳込んだ階段状試験片から試料を切出し，光学顕微鏡(オリンパス(株)　GX71)を用いて，表面組織を観察した。

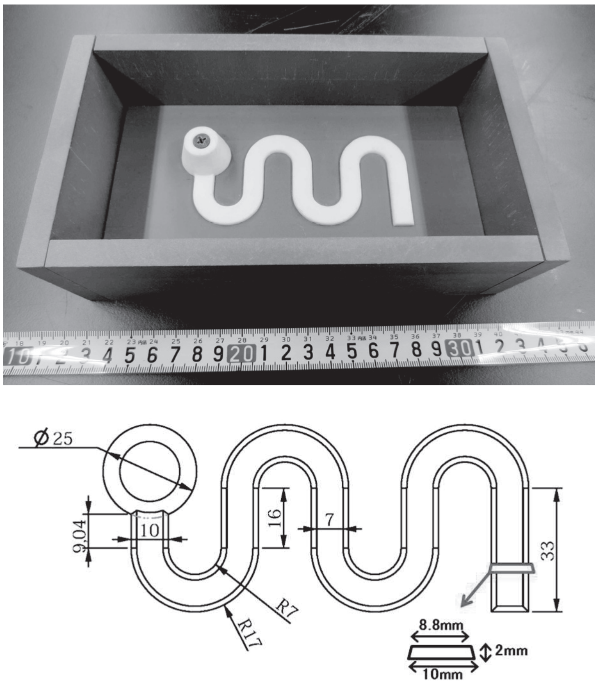



図 1　流動性試験型

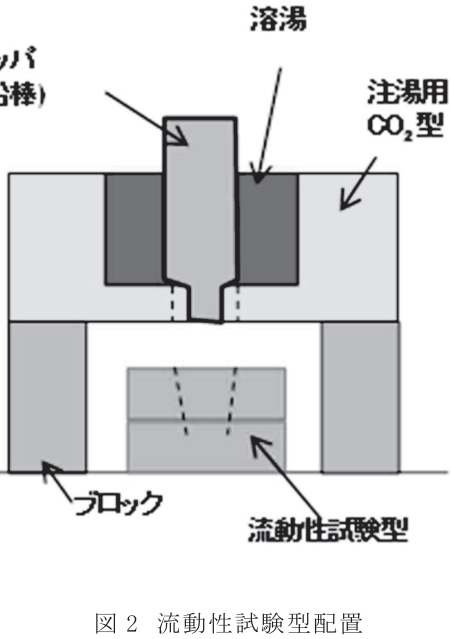



図 2　流動性試験型配置

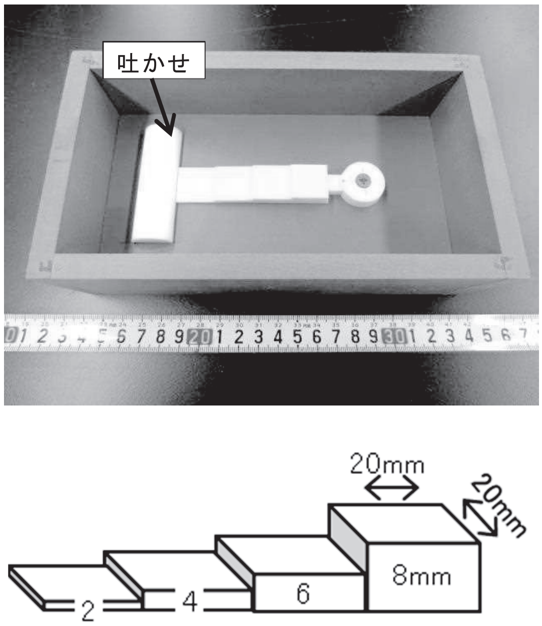



図 3　階段状試験片型

## 3　結果及び考察

### ３．１　鋳物砂及び凍結鋳型の物性値

各鋳物砂の粒度分布の測定結果を図 4 に示す。また，鋳物砂及び凍結鋳型の物性値の測定結果を表 1 に示す。砂の粒度が小さくなるに伴い，砂成形体の熱伝導率及び鋳型通気度が低くなる傾向を示した。

### ３．２　鋳型の凍結条件

所定時間凍結後の鋳型の抜型時の破損を目視にて観察した結果を表 2 に示す。凍結時間 2.5 時間ではやや鋳型密度が低く鋳型に含む水分量が多いけい砂 8 号は凍結が不十分で鋳型が破損した。凍結時間 3 時間以上で全ての鋳型で抜型可能な強度が得られることが分かった。

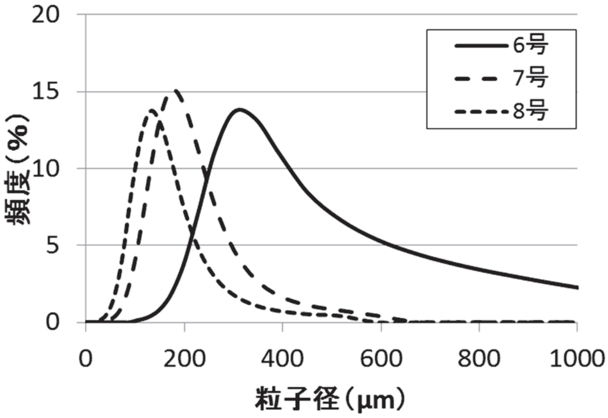



図 4　粒度分布測定結果

表 1　鋳物砂及び鋳型の物性値の測定結果

| | けい砂<br>6 号 | けい砂<br>7 号 | けい砂<br>8 号 |
|---|---|---|---|
| かさ密度(g/cm$^3$) | 1.53 | 1.52 | 1.43 |
| モード径(μm) | 284 | 164 | 124 |
| 砂成形体の<br>熱伝導率<br>(W/m･K) | 0.75 | 0.66 | 0.63 |
| 鋳型通気度 | 263 | 147 | 61 |
| 鋳型密度(g/cm$^3$) | 1.52 | 1.50 | 1.46 |

表 2　凍結時間と鋳型の強度

| | 凍結時間(h) | | |
|---|---|---|---|
| | 2 | 2.5 | 3 |
| けい砂　6 号 | × | ○ | ○ |
| けい砂　7 号 | × | ○ | ○ |
| けい砂　8 号 | × | × | ○ |

×:破損　○:破損無し

### ３．３　流動性試験

鋳造した試験片の流動長と砂成形体の熱伝導率の関係を図 5 に示す。砂成形体の熱伝導率が低くなるに伴って流動長が伸びる傾向を示した。砂成形体の熱伝導率が低いと流動長が伸びる理由としては，粒度の小さいけい砂による鋳型は，粒度の大きいものより熱伝導率が低いことで溶湯の熱が奪われにくくなり，結果として溶湯の冷却速度が遅くなったためと考えられる。鋳型通気度と流動長の関係を図 6 に示す。鋳型通気度が低くなるに伴って流動長が伸びる傾向を示した。この理由としては，凍結鋳型の伝熱メカニズムが関係していると考えられる。凍結鋳型の熱移動は，鋳型の氷が溶け，水が水蒸気となることで溶湯の熱を奪うと同時に外側へ移動することで行われるとされている [2)]。そのため，通気度が低い鋳型は水蒸気の移動が妨げられることにより溶湯の冷却速度が遅くなったものと考えられる。

さらに，昨年度，流動性試験と砂成形体の熱伝導率の測定を実施したアルミナサンド，オリビンサンド，セラビーズの鋳型通気度を新たに測定し，流動性に及ぼす鋳型通気度と砂成形体の熱伝導率の影響を検討した。流動長平均値と砂成形体熱伝導率及び鋳型通気度の関係を図 7 及び図 8 に示す。アルミナサンド，オリビンサンド，セラビーズを含めると，砂成形体の熱伝導率と流動長に明確な相関が確認できなくなったが，鋳型通気度については，アルミナサンドを除き，通気度が低くなると流動長が伸びる傾向を示した。

以上の結果から，同種の砂であれば，砂成形体の熱伝

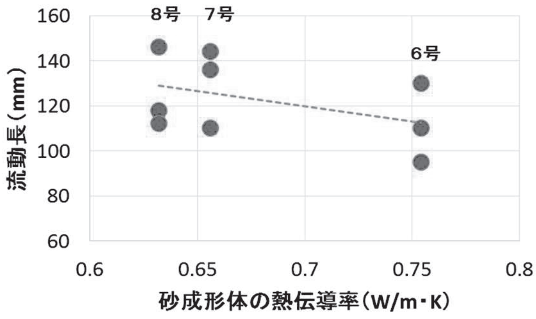



図 5　砂成形体の熱伝導率と流動長の関係

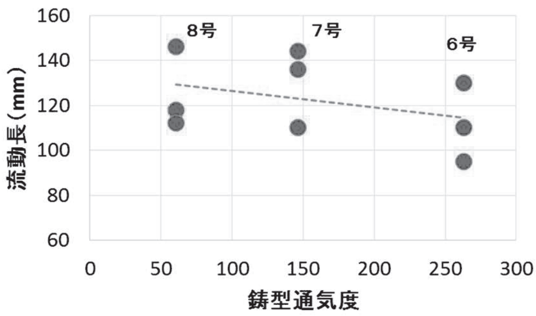



図 6　鋳型通気度と流動長の関係

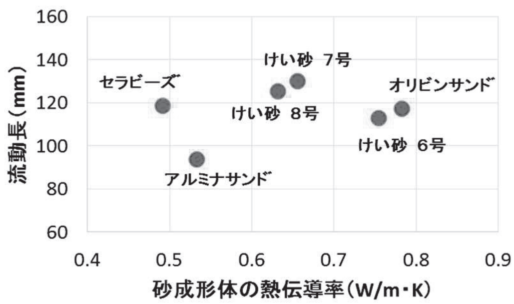



図 7　砂成形体の熱伝導率と流動長平均値の関係
(アルミナサンド，オリビンサンド，セラビーズを含む)

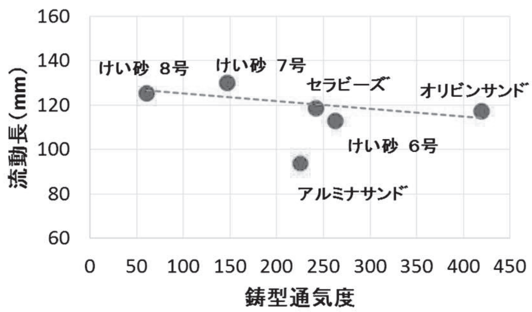


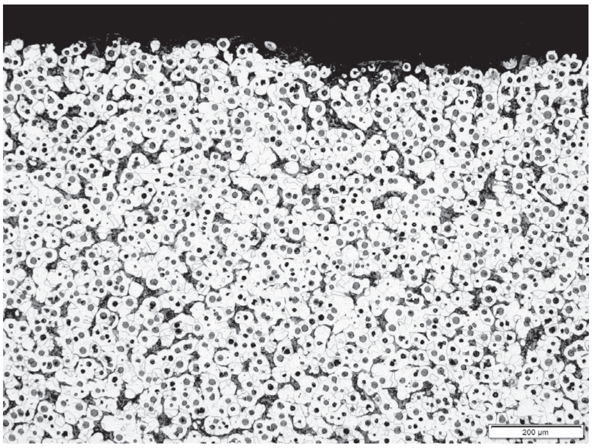

図 8　鋳型通気度と流動長平均値の関係
(アルミナサンド，オリビンサンド，セラビーズを含む)

導率が流動長に影響するが，種類の異なる鋳物砂も含めると，通気度が流動性に大きく影響する可能性が得られた。一方で，アルミナサンドが他の砂と異なる結果を示したが，構造に非晶質な部分を含むため，鋳型内の伝熱が他

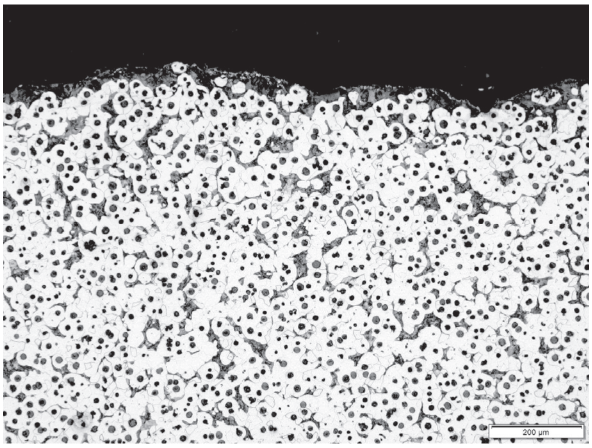
の砂で作製した凍結鋳型と異なる可能性があることが考えられる。

### 3．4　金属組織

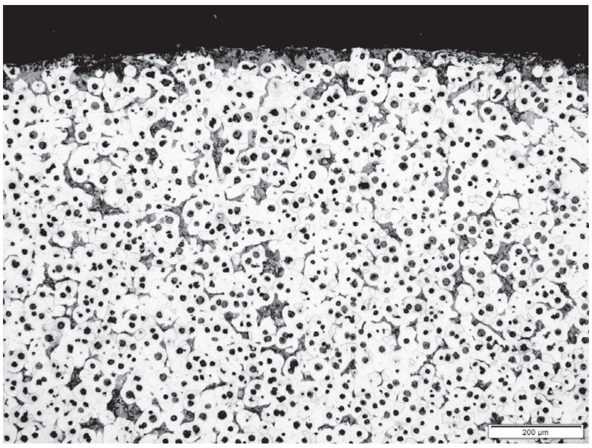
階段状試験片の金属組織を観察した。もっとも肉厚の薄い肉厚 2mm の中央付近ではけい砂 6 号，7 号，8 号の鋳型で鋳造した鋳造品のチルは確認されなかった(図 9)。しかし，肉厚 4mm 及び吐かせと接する部分に僅かに逆チルが確認された。これは，溶湯が肉厚な部分に接していたため冷却が遅かったためと推測される。




(a) けい砂 6 号




(b) けい砂 7 号




(c) けい砂 8 号

図 9 肉厚 2mm 上型表面の金属組織

## 4　おわりに

3 種の粒度の異なるけい砂で作製した凍結鋳型を用いて，砂成形体の熱伝導率及び鋳型の通気度と流動性及び金属組織との関係を調べた結果，以下のことが得られた。

(1)けい砂の粒度が小さくなるにしたがって，砂成形体の熱伝導率及び作製した鋳型の通気度が低下する傾向を示すことが分かった。

(2)種々の粒度のけい砂を用いて鋳型の凍結時間を検討したところ，凍結時間 3 時間で抜型可能な強度が得られることが分かった。

(3)粒度の異なるけい砂で作製した凍結鋳型では，砂成形体の熱伝導率及び鋳型通気度が低くなるにしたがって，流動長が伸びる傾向が得られた。

(4)けい砂の粒度によらず，肉厚 2mm の薄肉部にチルの無い健全な組織が得られた。

## 参考文献

1)石川信幸，相馬宏之，樋山里美:”栃木県産業技術センター研究報告”，NO.12(2015)，91-94

2)中山博行，多田周二，西尾敏幸，小林慶三:”鋳造工学”，第 81 巻(2009)第 8 号，373-376

3)多田周二，中山博行，西尾敏幸，小林慶三:”鋳造工学”，第 82 巻(2010)第 2 号，93-96

4)太田弘道，友田陽:”日本金属学会会報”，第 29 巻(1990)第 3 号，148

KEIRIN
本研究は，公益財団法人 JKA 補助事業により整備した機器を活用して実施しました。

経常研究

# 3D プリンタを用いたポーラス金属作製技術の開発

髙岩 徳寿*　荒井　辰也*

Development of Porous Metal Production Technology with 3D Printer

Norihisa TAKAIWA and Tatsuya ARAI

射出成形において，金型からガスを排出するための構造や通気性能をもった部材が広く用いられている。また，自動車や航空宇宙関連分野においては，部品の軽量化に対するニーズが高い。本研究では，これらの分野への応用を見据えて，3D プリンタ（金属積層造形）を用いたポーラス金属作製技術の開発を行い，作製したポーラス金属の相対密度について検討した。CAD 設計によるポーラス構造の作製については，設計方法を工夫することで設計時の想定密度が 30%以上あればポーラス金属が作製可能であることが分かった。造形条件振りによるポーラス金属の作製については，金属粉末に入射するエネルギー密度を調整することにより，相対密度が 40%程度から 99.9%の範囲で，任意の相対密度を持つポーラス金属が作製可能であることが分かった。

**Key Words: 3D プリンタ，金属積層造形，Additive Manufacturing，ポーラス金属，金型，軽量化**

## 1　はじめに

近年，金属 3D プリンタの普及により，内部に複雑な冷却配管を有する金型の作製や，インコネルやチタン合金の造形による航空宇宙分野や医療分野への活用が活発に行われるようになってきており，3D プリンタを用いた試作開発サイクルの短期化や製造コスト低減に対する関心は高まってきている[1)-5)]。

射出成形においては，射出成形機での樹脂注入時に金型内に残留した空気や樹脂自体から発生するガスにより，樹脂が行き渡らないショートショットや，ガス焼け不良が発生することが知られている。また，高温高圧のガスにより金型の腐食が発生し，金型のメンテナンスサイクルや寿命が早まり生産性が低下することがある。このような不具合を防ぐために，金型のパーティング面に溝を作製しガスが抜けるようにする方法や，金型の製品面でガスが溜まりやすい箇所に穴を開け，そこに通気性を持った金属部品を埋め込んでガスが抜けるようにする方法が用いられている。前者の方法では，製品にバリが発生する可能性があり，後者の方法では金型を後加工するために金型の製造工程の増加や，ガス抜きのための部材を配置できる箇所に制限がある等の弊害がある。そのため，ガス排出性能を有するポーラス金属を金型と一体に作製し，かつ自由な形状で任意の箇所に作製できる技術が必要とされている。

自動車，航空宇宙関連分野においては，燃費性能の向上のために部品の軽量化に対するニーズが非常に高い。近年，CAE 技術の発展により，トポロジーの最適化などの軽量化設計が比較的簡単にできるようになってきているが，こうした解析結果から得られる形状は，従来の機械加工では作製が難しい場合が多い。そのため，複雑な形状の作製を得意とする 3D プリンタを用いた部品の軽量化の技術が注目されている。

そこで本研究では，将来的なポーラス金属を用いた高機能金型への活用や，部品の軽量化への応用に向けて，複雑な内部構造を作製することができる金属 3D プリンタを用いた，ポーラス金属作製のための CAD 設計手法の検討や造形条件の探索を行い，相対密度の評価方法の検討を行うことで，各条件と相対密度との関係を調査した。

## 2　研究の方法

### 2．1　ポーラス金属作製条件

ポーラス金属を作製するための手法として，CAD（Dassault Systèmes（株）　SOLIDWORKS）によってポーラス構造を設計する方法と，3D プリンタ（ソディック　OPM-250L）の造形条件を変化させポーラス金属を作製する方法の 2 通りで実施した。使用した 3D プリンタを図 1 に示す。


図 1　3D プリンタ
（(株) ソディック　OPM-250L）

*栃木県産業技術センター　機械電子技術部

造形に使用する材料はマルエージング鋼とした。造形条件については，レーザスポット径が 0.2mm，レーザ出力が 420W，走査速度が 1400mm/s，走査ピッチが 0.08mm，積層厚さが 0.04mm の条件を標準条件とした。

### ２．２　密度の評価方法

作製したポーラス金属について，それぞれの作成条件と相対密度の相関を調査した。CAD 設計によって作製したポーラス金属については，体積全体を評価するために図 2 に示す X 線 CT 三次元測定機（(株) ニコン　MCT225）を用いて 3 次元データを取得し，データの体積から相対密度を算出した（以下，相対密度とする）。

造形条件振りにより作製したポーラス金属については，体積内でポーラス構造がランダムに配置していると考えられることから，図 3 に示す顕微鏡（オリンパス（株）　GX71）によって断面画像を取得し，金属部分と空隙部分の面積を計算することで相対密度を算出した（以下，相対面密度とする）。観察する断面は，積層方向と垂直な平面となるように樹脂埋め研磨を行った。

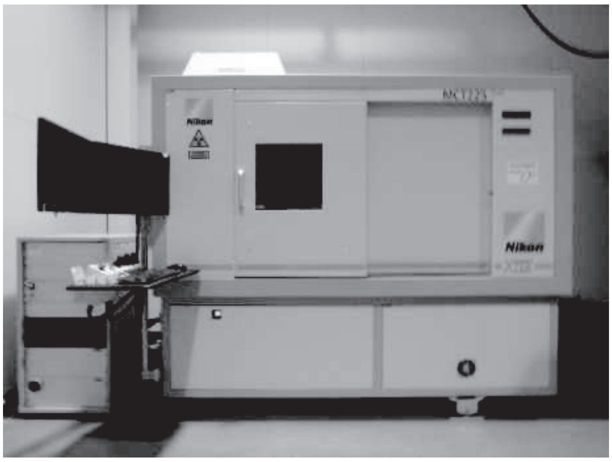


図 2　X 線 CT 三次元測定機
（(株) ニコン　MCT225）

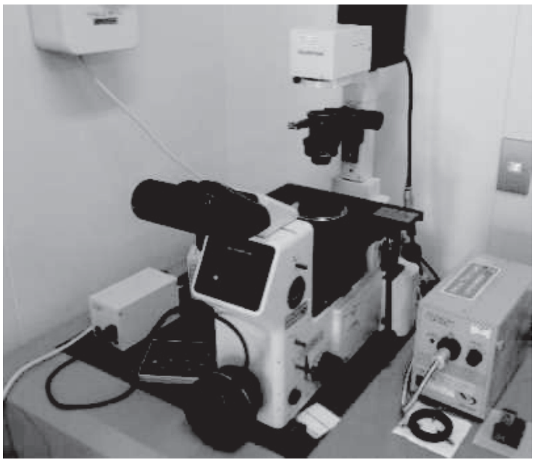


図 3　顕微鏡
（オリンパス（株）　GX71）

## ３　結果及び考察

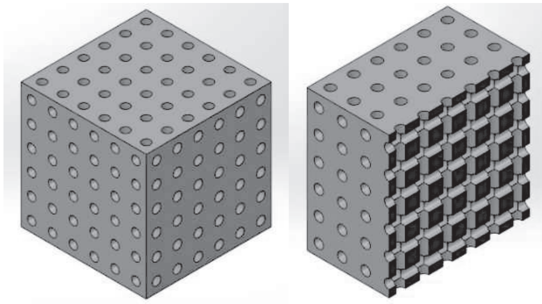
### ３．１　ポーラス金属作製

### ３．１．１　CAD によるポーラス構造の設計

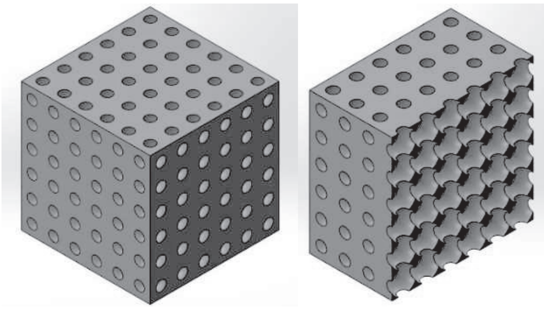
CADにより検討したポーラス構造を図4に，ポーラス構造の作成パターンを表1に示す。設計方法は，(a) 6mm角の立方体から円柱を1mm間隔で除去，(b) 6mm角の立方体から球を1mm間隔で除去，(c) 球と円柱を組み合わせて隣接する球同士が接触するように配置し6mm角の立方体に収まるようにしたものの3パターンで作成した。

作成したポーラス構造を持つCADデータについて，3Dプリンタを用いて造形を行った。φ0.9mmの円柱を除去したデータについては，造形中に破損してしまい造形が不可能であることが分かった。設計密度を30%以下とすると，造形時にかかる金属粉末の重さやリコート時にかかる圧力に耐えられず，造形物が崩れてしまうリスクが高くなることが分かった。

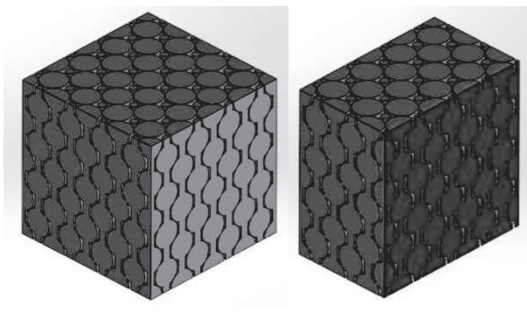
設計密度と相対密度の相関については次章で示す。



(a) 円柱(φ0.3mm)除去の外観と断面



(b) 球(φ1.1mm)除去の外観と断面



(c) 球(φ0.5mm)と円柱(φ0.2mm)の外観と断面

図4　CADによるポーラス構造図

表1　検討したポーラス構造パターン

| 空隙形状 | サイズ(mm) | 設計密度(%) | 造形可否 |
|---|---|---|---|
| 円柱除去 | φ0.3 | 69.50 | |
| | φ0.5 | 58.77 | |
| | φ0.7 | 33.06 | |
| | φ0.9 | 14.63 | 造形不可 |
| 球除去 | φ1.1 | 32.82 | |
| 球と円柱 | φ0.5・φ0.2 | 82.05 | |
| | φ1・φ0.3 | 78.59 | |

### ３．１．２　造形条件変更によるポーラス金属の作製

3Dプリンタの造形条件を変化させポーラス金属の作製を試みた。造形に使用したCADモデルは，直径6mm高さ10mmの円筒形とした。また，(1)式により定義されるエネルギー密度$E$（J/mm$^3$）を算出し，それぞれの条件における相対面密度との関係を定量的に評価した[6]。

$$E=\frac{P}{vst} \qquad (1)$$

ここで，$P$ はレーザ出力(W)，$v$ は走査速度(mm/s)，$s$ は走査ピッチ(mm)，$t$ は積層厚さ(mm)とした。

まず始めに，造形条件においてどの項目が相対面密度に影響を及ぼすかを調査するために，単一の項目について条件振りを実施した。実施した項目は，スポット径，レーザ出力，走査速度，走査ピッチ，積層厚さの5項目とした。造形条件とエネルギー密度及び造形結果について表2に示す。スポット径及びレーザ出力を変更すると，スポット径では0.45mm以上，レーザ出力では80W(エネルギー密度は17.86(J/mm$^3$))以下となると造形が不可能になることが分かった。エネルギー密度と相対面密度の相関については次章で示す。

表2　造形条件変更の検討項目と造形結果

| 検討項目 | 造形<br>(標準条件) | エネルギー<br>密度$E$（J/mm$^3$） | 造形結果 |
|---|---|---|---|
| スポット径<br>(mm) | 0.1～0.6<br>(0.2) | 93.75 | 0.45mm以上で<br>造形不可 |
| レーザ出力<br>(W) | 60～500<br>(420) | 13.39～111.61 | 80W以下で<br>造形不可 |
| 走査速度<br>(mm/s) | 800～5000<br>(1400) | 26.25～164.06 | 全て造形可 |
| 走査ピッチ<br>(mm) | 0.05～0.40<br>(0.08) | 18.75～150.00 | 全て造形可 |
| 積層厚さ<br>(mm) | 0.02～0.10<br>(0.04) | 37.50～187.50 | 全て造形可 |

次に，比較的相対面密度に及ぼす影響が大きいレーザ出力と走査速度を，各5水準で変化させて造形を実施した。造形条件を表3に，それぞれの条件での造形の可否とエネルギー密度を表4に示す。条件の変更範囲は，標準条件を基にエネルギー密度が低下する条件のみを実施した。造形結果より，エネルギー密度が18（J/mm$^3$)以下になると造形が不可能となることが分かった。レーザ出力のみを変更した時の結果と合わせて，エネルギー密度と造形可否には関連があり，造形可能なエネルギー密度は概ね18(J/mm$^3$)が下限であることが分かった。エネルギー密度と相対面密度の相関については次章で示す。

表3　レーザ出力と走査速度変更の造形条件

| パラメータ | 造形条件 |
|---|---|
| スポット径(mm) | 0.2 |
| レーザ出力(W) | 100，200，300，<br>400，420 |
| 走査速度(mm/s) | 1400，2000，3000，<br>4000，5000 |
| 走査ピッチ(mm) | 0.08 |
| 積層厚さ(mm) | 0.04 |
| エネルギー密度<br>(J/mm$^3$) | 6.25～93.75 |

表4　レーザ出力及び走査速度変更の造形結果

| | | 走査速度(mm/s) | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | 1400 | 2000 | 3000 | 4000 | 5000 |
| レーザ出力(W) | 420 | ○<br>(93.75) | ○<br>(65.63) | ○<br>(43.75) | ○<br>(32.81) | ○<br>(26.25) |
| | 400 | ○<br>(89.29) | ○<br>(62.50) | ○<br>(41.67) | ○<br>(31.25) | ○<br>(25.00) |
| | 300 | ○<br>(66.96) | ○<br>(46.88) | ○<br>(31.25) | ○<br>(23.44) | ○<br>(18.75) |
| | 200 | ○<br>(44.26) | ○<br>(31.25) | ○<br>(20.83) | ×<br>(15.63) | ×<br>(12.50) |
| | 100 | ○<br>(22.32) | ×<br>(15.63) | ×<br>(10.43) | ×<br>(7.81) | ×<br>(6.25) |

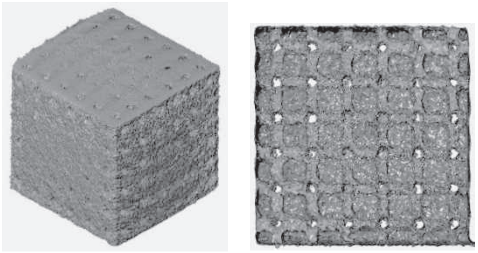
○：造形可　×：造形不可　()：エネルギー密度(J/mm$^3$)

### ３．２　密度の評価

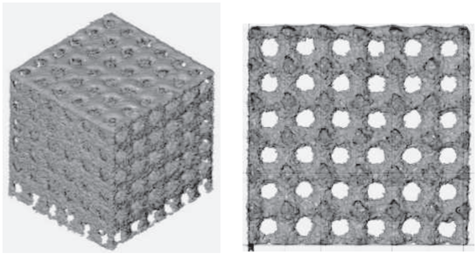
### ３．２．１　CADにより設計した造形物の相対密度

3.1.1にて作製した造形物について，X線CT三次元測定機を用いて取得した3Dデータ例を図5に示す。このデータから表面粗さ等の影響を受けないように，データの中心で4mm角の立方体の領域を作成し，この領域内でのデータの体積から造形物の相対密度を算出した結果を表5に示す。円柱除去と球除去により作成した造形物については貫通穴が確認できたが，球と円柱を組み合わせて作った造形物は貫通穴が確認できなかった。また，X線CT三次元測定機で得たデータから相対密度を求めると，設計時に想定していた密度に対して約2割高くなっていること

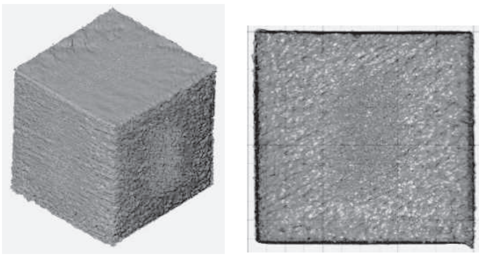
が分かった。これは，造形に用いるレーザのスポット径が0.2mmあるためレーザ焼結のときにスポット径の分だけ設計した隙間が埋められてしまうことや，X線CT三次元測定機の分解能により微小な隙間は検出できないことが原因と考えられる。



(a) 円柱(φ0.3mm)除去の外観と断面



(b) 球(φ1.1mm)除去の外観と断面



(c) 球(φ0.5mm)と円柱(φ0.3mm)の外観と断面

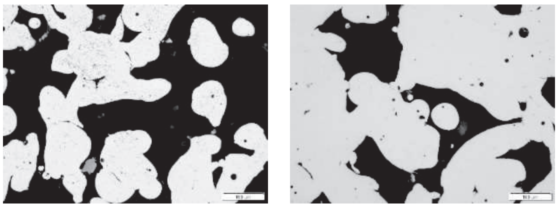
図5　CADにより設計した造形物のCTデータの例

表5　CADにより設計した造形物の相対密度

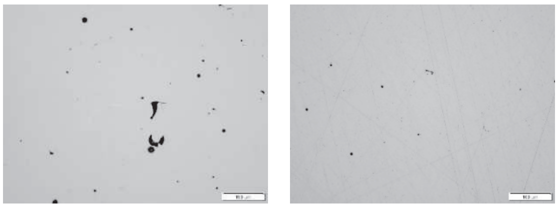
| 設計方法 | サイズ(mm) | 設計密度(%) | 相対密度(%) |
|---|---|---|---|
| 円柱除去 | φ0.3 | 69.50 | 82.54 |
| | φ0.5 | 58.77 | 68.19 |
| | φ0.7 | 33.06 | 40.02 |
| | φ0.9 | 14.63 | 造形不可 |
| 球除去 | φ1.1 | 32.82 | 41.64 |
| 球と円柱 | φ0.5・φ0.3 | 82.05 | 99.95 |
| | φ1・φ0.2 | 78.59 | 99.43 |

### 3．2．2　造形条件変更により作製した造形物の相対面密度

3.1.2にて作製した造形物について，樹脂埋め研磨後の断面を顕微鏡で観察し，取得した画像から相対面密度を算出した。レーザ出力変更により作製した造形物の断面画像を図6に，各条件のエネルギー密度と相対面密度の関係を図7に示す。この結果より，条件変更が相対面密度に及ぼす影響が強く，かつ相対面密度を比較的容易に制御できるのはレーザ出力，走査速度，走査ピッチであることが分かった。

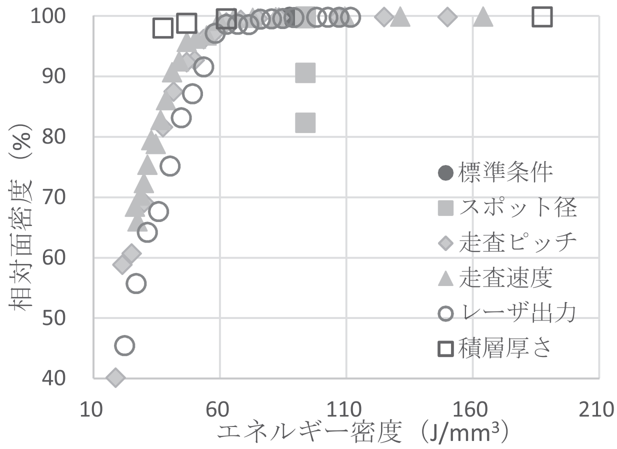


(a) 100W　　(b) 200W

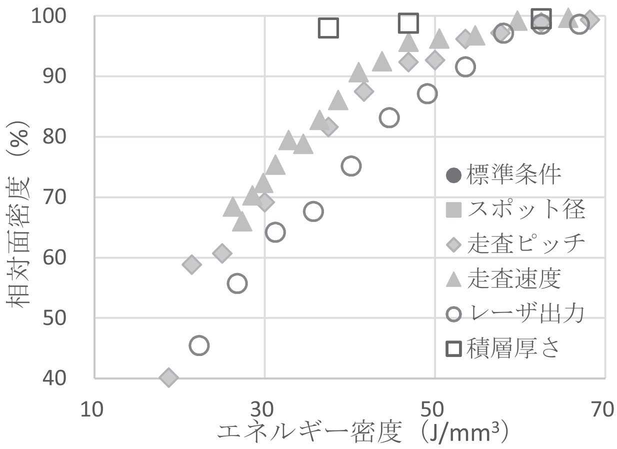


(c) 300W　　(d) 420W

図6　レーザ出力変更により作製した造形物の断面画像




(a)全条件




(b)エネルギー密度70J/mm³以下のみ表示

図7　エネルギー密度と相対面密度の関係

これまでの結果を踏まえて，任意の相対面密度を持った造形物の作製を確立するために以下の検討を行った。

① (2) 式により各パラメータに標準条件を入れ，エネルギー密度に任意の値を入れて係数nを算出。

②レーザ出力及び走査速度にnを乗除し，その条件で造形。

③造形物のエネルギー密度と相対面密度のグラフより関係を導き出す。

④導かれた関係から，任意の相対面密度を得るためのレーザ出力及び走査速度を算出し，造形して相対面密度を調べる。

$$E = \frac{nP}{(v/n)st} \qquad (2)$$

以上の方法を実施した結果について，それぞれの造形物のエネルギー密度と相対面密度の関係を図8に示す。また，④を実施した際の想定面密度と，作製した造形物の相対面密度を表6に示す。この結果より，造形条件と相対面密度の関係を調査することで，概ね想定どおりの相対面密度をもったポーラス金属の作製が可能であることが分かった。

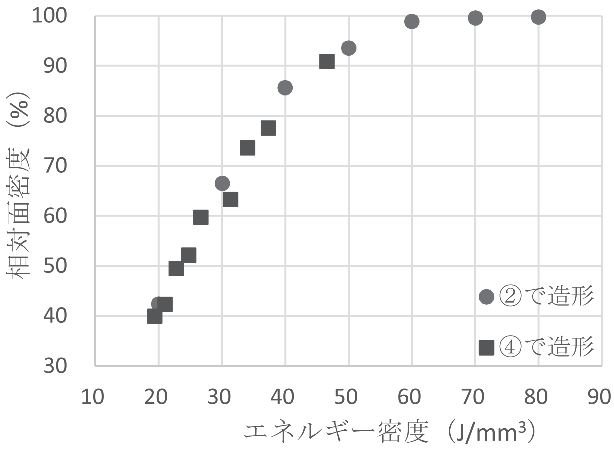



図8　②，④のエネルギー密度と相対面密度の関係

表６　④で作製した造形物の想定密度と実際の相対密度

| 想定面密度(%) | レーザ出力(W) | 走査速度(mm/s) | 造形物の相対面密度(%) |
|---|---|---|---|
| 91.31 | 296 | 1986 | 90.88 |
| 80.59 | 265 | 2217 | 77.54 |
| 75.30 | 253 | 2321 | 73.57 |
| 70.36 | 243 | 2419 | 63.31 |
| 60.15 | 224 | 2623 | 59.72 |
| 55.34 | 216 | 2728 | 52.19 |
| 50.12 | 307 | 2839 | 49.50 |
| 45.15 | 199 | 2955 | 42.29 |
| 40.14 | 191 | 3078 | 39.96 |

## 4　おわりに

3Dプリンタを用いたポーラス金属の作製を試み，次の結論を得た。

(1) CADにより設計したポーラス構造の造形においては，設計時の想定密度を30%以上とすれば造形可能である。また，作製した造形物の相対密度は想定した密度よりも2割程度高くなる。

(2) 造形条件を変化させてポーラス金属を作製する場合は，エネルギー密度が概ね18%以上あれば造形可能である。この方法で作製したポーラス金属の相対面密度は，40%程度から99.9%まで作製可能である。

(3) 造形条件ごとのエネルギー密度と相対面密度の関係を把握することで，相対面密度が40%程度から上であれば任意の相対面密度をもったポーラス金属を作製可能である。

## 謝　辞

本事業で用いた機器の一部は公益財団法人JKAの補助事業によるものであり，競輪マークを記して謝意を表する。

## 参考文献

1) 阿部諭，東喜万，峠山祐彦，不破勲，吉田徳雄 ： 精密工学会誌，vol.73 No.8，912-916，(2007)

2) 髙岩徳寿，荒井辰也，上野司 ： 栃木県産業技術センター研究報告，No.15，1-6，(2018)

3) 京極秀樹 ： 特殊鋼，vol65 No.4，22-24，(2016)

4) 田村知子 ： 特殊鋼，vol65 No.4，33-35，(2016)

5) 酒井仁史 ： 特殊鋼，vol65 No.4，36-40，(2016)

6) A.Simchi ： Materials Science and Engineering A，428，148-158，(2006)

KEIRIN

本研究は，公益財団法人JKA補助事業により整備した機器を活用して実施しました。

## 経常研究

# 所内設備の IoT 化に関する研究

八木澤　秀人*　　島田　智*

Study on Adopting IoT for in-house Facilities

Hideto YAGISAWA and Satoshi SHIMADA

産業技術センター内設備・機器の稼働状況及び建屋全体の使用電力量（デマンドメータ）を遠隔で監視するシステムを開発した。センサデバイス部，IoT ゲートウェイ部，データベースサーバ部，WEB サーバ部から成る構成とし，センサデバイスで取得したデータを無線通信により IoT ゲートウェイに送り，IoT ゲートウェイからデータベースサーバにデータを格納するとともに，WEB サーバ内の WEB アプリケーションにより可視化を行う。

遠隔にて現在の装置の稼働状況や使用電力量が確認できることに加え，装置の過去の稼働状況や使用電力量についても時系列にグラフ形式で表示できるシステムを開発し，システムが問題なく稼働することを確認した。

Key words:　IoT，可視化，センシング，遠隔監視

### 1　はじめに

近年，クラウドサービスの発展や無線通信モジュール等の低価格化に伴い，物流，医療など様々な産業で急速に IoT(Internet of Things)の普及が進んでいる。ものづくり産業においても IoT の活用が注目されてきており，欧米を中心に，ものづくり現場での IoT 活用による生産性向上等に取り組む企業が増えてきているが，中小企業においては，実際に導入まで至った企業の割合は低い状況となっており，その要因として，IoT の利用場面・効果が不明であることが挙げられている。

一方，産業技術センターにおいては，各種設備が稼働している状態であり，特に恒温槽等の信頼性評価関係設備の長時間試験では，試験機が問題なく稼働しているかを定期的に確認する作業が必要となっている。また，産業技術センターでは，建屋全体の使用電力量を中央監視室内にある監視装置（図 1）で表示し，デマンドの監視を行っているが，当該装置は所内ネットワークから独立しており，大電力を要する機器の稼働に際しては，現在使用電力量を目視等で事前把握するとともに，逐次確認を行う必要がある。

そこで，本研究では，県内ものづくり企業への IoT 化の有用性の周知及び，センター職員の作業負荷軽減を目的とし，産業技術センターで保有している設備の稼働状況等を収集・蓄積・監視するシステムを開発した。

＊　　栃木県産業技術センター　機械電子技術部

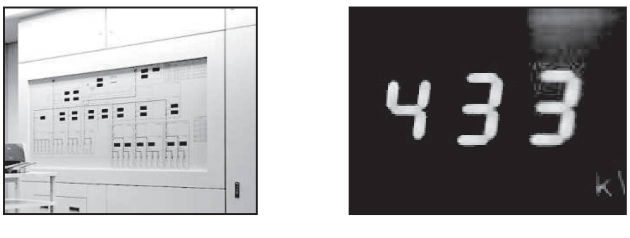
### 2　研究の方法

#### ２．１　システムの概要

#### ２．１．１　稼働状況データ収集対象機器の選定及び収集データの検討

稼働状況データの収集対象装置については，夜間等にも稼働することがある電子機器用試験槽及び複合環境試験装置の２機種を選択した（図 2）。稼働確認のための収集データについては，他の設備への横展開等を考慮し，クランプセンサによる電流値取得結果を用いて稼働の有無を判断する仕組みとした。また，電子機器用試験槽については，予め備わっているシリアル通信用インターフェースを活用し，稼働時の内部状態（槽内温度など）についても収集することとした。

加えて，現状目視での確認が必要となっている監視装置の使用電力量について，画像のテキスト化及びデータ蓄積を行い，遠隔での電力量監視及び使用電力量の時系列データ確認の実現を図った。




(a) 監視装置（外観）　　(b) 使用電力量 LED 表示

図 1　使用電力量監視

(a) 電子機器用試験槽　　(b) 複合環境試験装置

図２　稼働対象設備

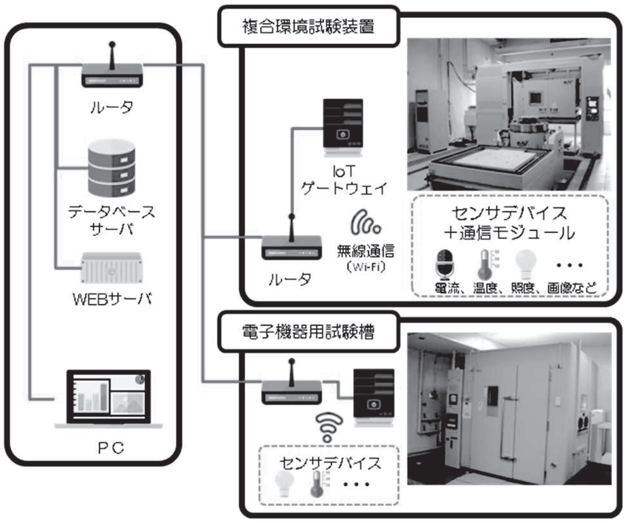



図３　稼働状況監視システム全体構成

**２．１．２　システム全体構成**

システムの構成は，装置から必要なデータを取得するためのセンサデバイス部，装置毎のデータを集約してデータベースに追加していくIoTゲートウェイ部，全装置のデータを蓄積するデータベースサーバ部，可視化用アプリケーション構築のためのWEBサーバ部から成る構成とした（図3）。

**２．２　システム詳細設計**

**２．２．１　センサデバイス**

システムのハードウェア構成を表1に示す。

センサデバイス部の無線マイコンモジュールはWi-Fiモジュールを内蔵したESPr Developerを使用し，収集するデータに応じて，クランプセンサやRS-232レベル変換基板を接続する構成とした。センサデバイス部では，定期的にデータを取得し，そのデータをWi-Fi通信により送信させた。

**２．２．２　IoTゲートウェイ**

センサデバイスから送信されたデータを受け取るIoTゲートウェイには，シングルボードコンピュータのRaspberry Piを使用し，プログラム言語のPythonを用いてデータ受信及びデータベース格納処理，受信データが閾値を超えた場合の通知処理を実装した。

表１　ハードウェア構成

| | |
|---|---|
| センサデバイス | ESPr Developer<br>(㈱スイッチサイエンス) |
| IoTゲートウェイ | Raspberry Pi 3<br>(ラズベリーパイ財団) |
| データベースサーバ | DiskStation DS218j<br>(Synology Inc.) |
| WEBサーバ | Raspberry Pi 3<br>(ラズベリーパイ財団) |

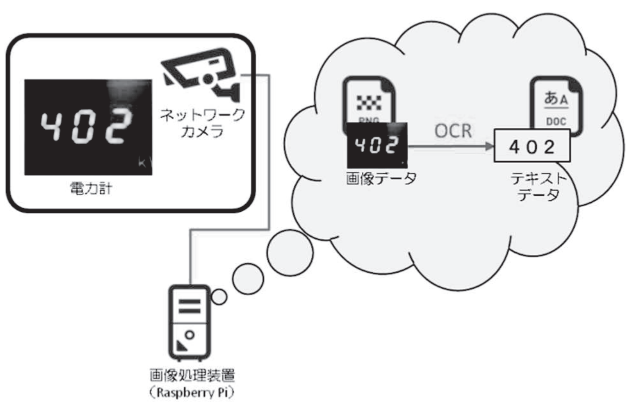



図４　使用電力量テキスト化イメージ

IoTゲートウェイでは，複数センサから同時にデータが送信されるケースを想定し，マルチスレッド処理によりデータ受信を行った。

**２．２．３　可視化用アプリケーション**

可視化用アプリケーションは，PCに加えて，スマートフォンやタブレット等からも確認が容易であるWEBアプリ形式とした。WEB サーバーソフトウェアには Apache を使用し，サーバ側プログラミング言語にPHP，クライアント側プログラミング言語に JavaScript を使用する構成とした。

**２．２．４　使用電力量取得**

使用電力量が表示されている電力計にネットワークカメラを設置し，その映像を画像処理装置で取り込み，画像データからテキストデータに変換した（図4）。

画像処理装置には Raspberry Pi を用い，テキスト変換プログラムはPythonを用いて開発した。

## ３　結果及び考察

**３．１　センサデータ収集**

**３．１．１　シリアル通信**

マイコンに RS-232 レベル変換基板を接続したセンサデバイスを，シリアルケーブル（D-Sub 9pin）を用いて電子機器用試験槽と接続した（図5）。マイコン部において，定期的に情報取得用のコマンドを送信し，電子機

器用試験槽からの応答を受け取った後に Wi-Fi 通信でIoT ゲートウェイにデータを送信するプログラムを開発して実装した。マイコンからのコマンド送信及び電子機器用試験槽からの応答時の信号をオシロスコープのロジックアナライザ機能を用いて計測した結果を図6に示す。

コマンドを送信した際に期待される応答があることを波形レベル及びシリアル出力レベルで確認した。

### ３．１．２　クランプセンサ

マイコンに AD コンバータを接続し，それぞれの装置が接続されている配電盤にクランプセンサを設置した（図 7）。クランプセンサからの出力を AD コンバータでデジタル値に変換し，マイコン部においてそのデジタル値を定期的に読み取るプログラムを開発・実装した。単体テストにより，装置稼働状態と非稼働状態とで，読み取り結果に差があることを確認し，クランプセンサを用いて装置の稼働状態が判別可能であることを確認した。

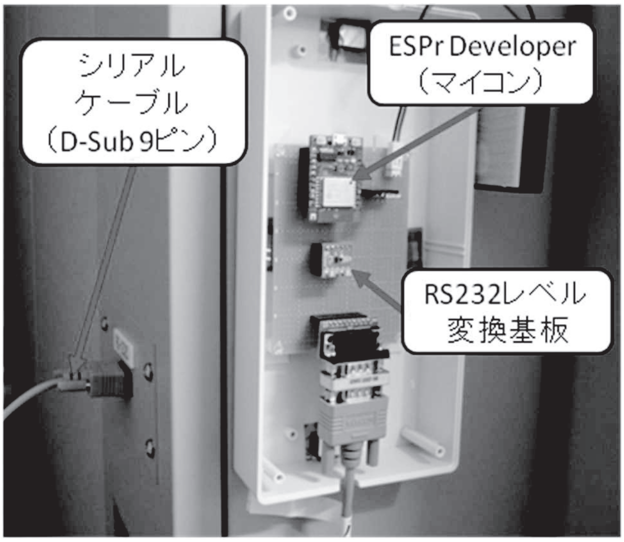
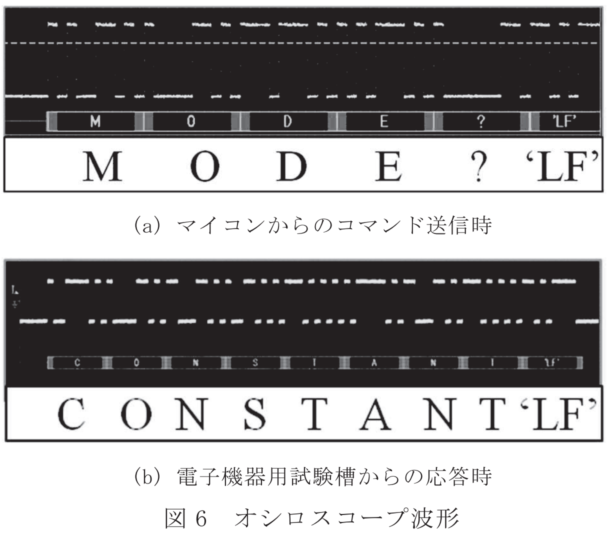



図 5　センサデバイス設置状況




(a) マイコンからのコマンド送信時

(b) 電子機器用試験槽からの応答時

図 6　オシロスコープ波形

### ３．２　収集データ蓄積

センサデバイスから送信されるデータを待ち，データ受け取り後にデータベースサーバに格納するプログラムを開発し，IoT ゲートウェイ上で常時実行させた。

複数センサから同時にデータを送信した場合に，正しくデータ受信及び格納ができることをデバッグ出力及びデータベース上で確認した。

### ３．３　蓄積データ可視化

図 8 に開発した WEB アプリケーション画面を示す。アプリケーション TOP 画面（図 8(a)）では，各装置の現在の稼働状況や現在の使用電力量，加えて電力計に設置したネットワークカメラ映像等を表示し，各ボタンをクリックすることで，過去の装置の稼働状況（図 8(b)）や使用電力量（図 8(c)）をグラフ形式で確認できる仕様とした。各グラフ上では，データ表示範囲を指定することにより，ある 1 日分のデータや直近 1 週間分のデータを表示といった選択が可能である。

### ３．４　メッセージ通知

IoT ゲートウェイのプログラム上で，センサデバイスから受信したデータをチェックし，予め設定した閾値を超えた場合に通知を行う処理を開発・実装した（図 9）。通知手段は，メール及び LINE（LINE Notify）[1] により行い，インターネット回線を介して，予め指定したメールアドレスおよび LINE アカウント宛てに通知を行えることを確認した。

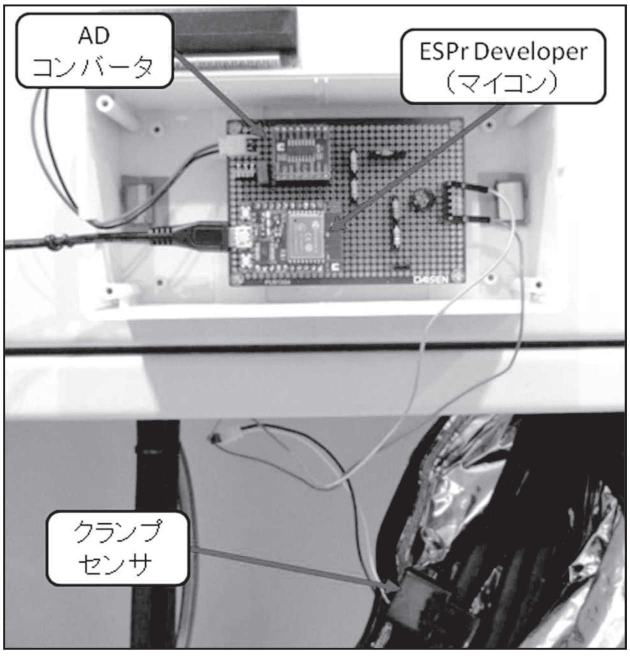
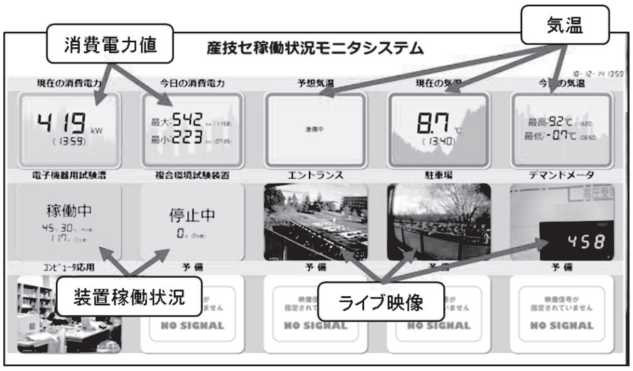
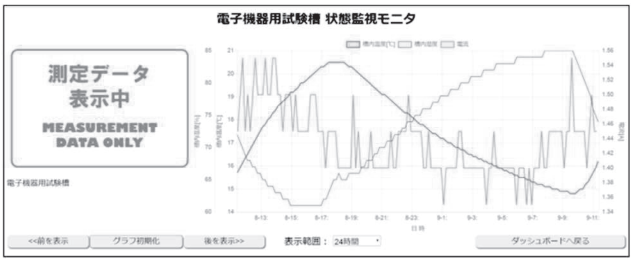


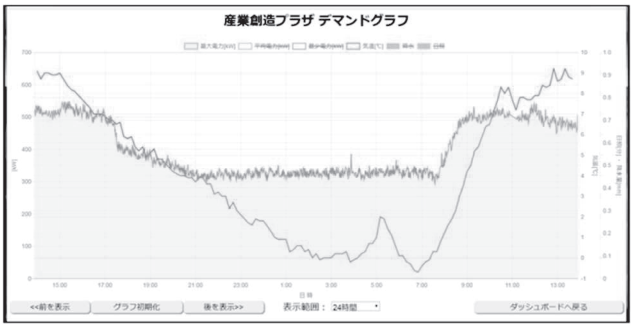

図 7　センサデバイス設置状況




(a) TOP 画面




(b) 電子機器用試験槽稼働状況グラフ




(c) 使用電力量推移グラフ

図８　 WEB アプリケーション画面

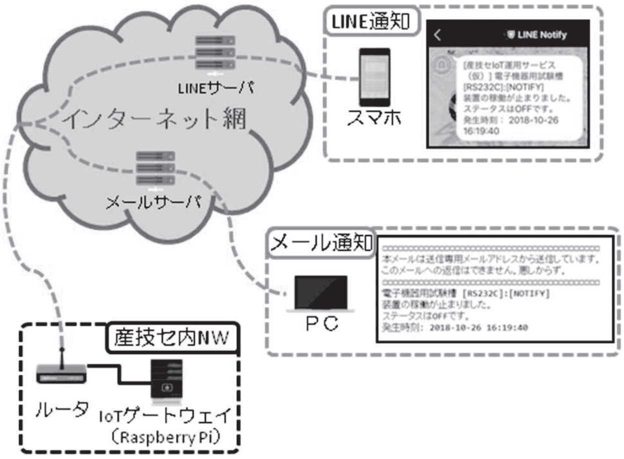



図９　メッセージ通知

### ３．５　運用テスト

開発した各種センサデバイスや IoT ゲートウェイ等を常時稼働させ，データの収集・蓄積・可視化が行えるかを検証し，問題なくシステムが稼働することを確認した。また，別室での装置の稼働確認や複合環境試験装置の加振機の切り替えタイミングの把握等が可能になり，稼働している装置の管理が容易になることを確認した。

## ４　おわりに

センサデバイス，IoT ゲートウェイ，データベースサーバを用いて，産業技術センター内設備の稼働状況等を収集・蓄積するシステムを開発するとともに，WEB サーバを用いて，各装置の現在の稼働状況等を確認可能な WEB アプリケーションを開発した。また，システムをテスト稼働させ，装置の稼働状況や使用電力量を遠隔で監視できることを確認した。今後は，引き続きシステムを稼働させ，適宜システムの改良等を検討する。

## 参考文献

1) LINE Notify:″https://notify-bot.line.me/ja/″,
LINE 株式会社

経常研究

# 熱処理による無電解ニッケルめっき皮膜の構造変化とその物性

渡辺　克人*　　大和　弘之*　　小池　宏侑**

Effect of Heat Treatment Temperature and Time on Structures and Physical Properties of Electroless Ni-P Plating

Katsuto WATANABE, Hiroyuki YAMATO and Hiroyuki KOIKE

熱処理を行っためっき皮膜の深さ方向への元素分布，結晶構造変化及び皮膜硬さ，摩擦係数について評価を行い，熱処理が無電解ニッケルめっきの皮膜構造及び物性に及ぼす影響を検討した。300℃ 1.5h, 300℃ 2h 及び 340℃以上の熱処理で $Ni_3P$ 結晶の析出が確認でき，ビッカース硬さも上昇した。220℃, 1.0h 以上の熱処理により皮膜表面にリンを含有しないニッケル酸化物層が認められたが，皮膜硬さ，摩擦係数への影響は認められなかった。

Key words: 無電解ニッケルめっき，熱処理

## 1　はじめに

無電解ニッケルめっきは，自動車，電子機器，航空機産業などの分野で広く利用されている。機械部品として使用される場合は，皮膜の硬度や摩擦特性を向上するため熱処理が施されることがある。熱処理に伴う皮膜の硬さ変化は，$Ni_3P$ 結晶の析出によることが知られている[1)]。また，めっき皮膜の元素分布変化や表面酸化物層が熱処理によって生じることも報告[2)]されているが，これらがめっき皮膜の物性に及ぼす影響については明らかでない点もある。

本研究では，無電解ニッケルめっきに熱処理を行い，皮膜の深さ方向の元素分布，結晶構造の変化について調べ，それら構造変化が皮膜硬さ，摩擦特性に及ぼす影響について検討した。

## 2　研究の方法

### 2．1　無電解ニッケルめっき皮膜の作製

めっき素地には，寸法 70mm×50mm×0.5mm の SPCC 鋼板を用いた。めっき液には，アルニック LS（(株)パックス）を用い，めっき条件は浴温 90～95℃，pH6.0 として，膜厚約 10μm の無電解ニッケル-リンめっき皮膜を成膜した。

### 2．2　無電解ニッケルめっき皮膜の熱処理

作製しためっき試料の熱処理は，マッフル炉（KDF(株)製 KDF-P90）を用いて大気雰囲気で行った。熱処理温度は 220℃, 260℃, 300℃, 340℃, 380℃, 処理時間は 0.5h, 1.0h, 1.5h, 2.0h とし，昇温は 5℃/min，冷却は炉冷とした。

### 2．3　熱処理後のめっき皮膜構造及び物性の評価

めっき皮膜の結晶構造は，X 線回折装置（以下 XRD）((株)リガク製 RINT　2550H)で行った。また，深さ方向分析は，グロー放電発光分析装置（以下 GD-OES）（(株)堀場製作所製 GD-Profiler2）で行った。めっき皮膜の表面観察は，走査型電子顕微鏡（以下 SEM）（(株)日立ハイテクノロジーズ製 S-3400N）で行った。

皮膜の硬さ測定は，マイクロビッカース硬さ試験機((株)フューチュアテック製 FM-ARS10K）を用い，荷重 50gf で測定した。皮膜の摩擦特性は，摩擦摩耗試験機（新東科学(株)製 HEIDON TYPE:20）を用い，相手材に 10mm の SUS304 ボール，摺動速度 5cm/sec，荷重 1N で摩擦係数を測定した。

## 3　結果及び考察

### 3．1　めっき皮膜構造の評価

熱処理を行った試料の XRD 測定結果を図 1 に示す。220℃及び 260℃の熱処理においては，X 線回折パターンは熱処理時間に関わらず，熱処理前とほぼ同様であった。300℃の熱処理では，0.5h の処理時間においては $Ni_3P$ の回折ピークは確認できないが，300℃, 1h の熱処理により，わずかに $Ni_3P$ の回折ピークが確認できるようになり，1.5h 及び 2h の熱処理により明瞭な回折ピークが確認できるようになった。また，340℃及び 380℃の熱処理では，処理時間 0.5h から $Ni_3P$ の回折ピークが確認できた。

＊　栃木県産業技術センター材料技術部
＊＊　栃木県産業技術センター機械電子技術部

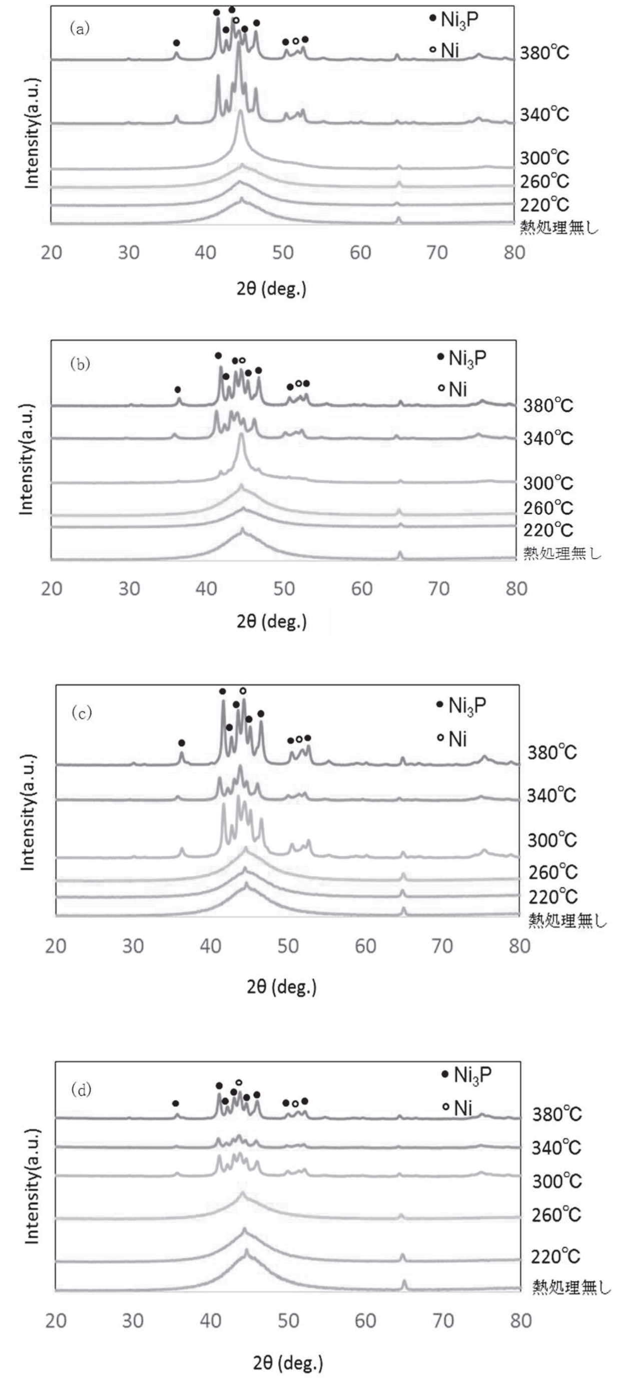
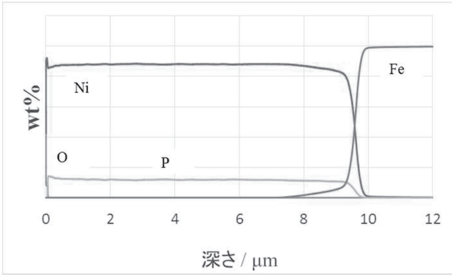



図１　各熱処理条件における XRD 測定結果
熱処理時間 (a)0.5h (b)1.0h (c)1.5h (d)2.0h

GD-OES 測定の例として 380℃, 2h で熱処理しためっき皮膜の測定結果を図２(a),その表面拡大図を図２(b)に示す。熱処理後のめっき皮膜は，表面からニッケル酸化物層（Ni,O)，無電解ニッケルめっき層（Ni,P)，母材（Fe）の 3 層であることが確認できた。また，生じた酸化物層は，リンを含有していなかった。データは示していないが，各熱処理条件におけるニッケル酸化物層の厚さを半定量で見積った結果，220℃, 0.5h の熱処理では，酸化物層はほとんど見られなかったが，熱処理時間の増加に伴って 2h の熱処理で約 8nm の酸化物層が認められた。同様に 260℃熱処理では約 5～8nm, 300℃熱処理では約 7～11nm, 340℃熱処理では約 16～23nm, 380℃熱処理では約 21～50nm であり，処理時間及び温度の増加により表面酸化物層が厚くなる傾向が見られた。

(a)




(b)

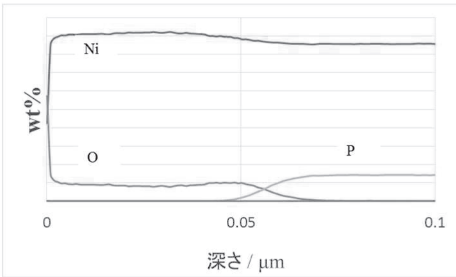



図２　GD-OES 測定結果
(a)全体図　(b)表面拡大図

めっき皮膜表面の SEM 観察の例として，熱処理前のめっき皮膜の表面 SEM 像を図３(a)，220℃, 2.0h 熱処理後のめっき皮膜の表面 SEM 像を図３(b)，同様に，260℃, 2.0h を図３(c)，300℃, 2.0h を図３(d)，340℃, 2.0h を図３(e)，380℃, 2.0h を図３(f)に示す。220℃及び 260℃の熱処理では，いずれも表面性状に顕著な差は観察できなかった。300℃の熱処理では，表面の荒れが観察された。340℃及び 380℃の熱処理では，300℃での熱処理と同様に表面の荒れが観察できたが，その様子は 300℃の熱処理で観察されたものと比較してより顕著であった。図では示していないが，220℃及び 260℃の熱処理では，0.5h, 1.0h, 1.5h の処理時間で表面に荒れは観察されず 2.0h で熱処理したものと同様であった。300℃及び 340℃の熱処理では，0.5h, 1.0h の処理時間で表面に荒れは観察されなかったが，1.5h の処理時間では 2h 熱処理と同様の顕著な荒れが観察された。380℃の熱処理では，0.5h で僅かに表面の荒れが観察され，1.0h 及び 1.5h の処理時間では 2.0h 熱処理と同様の顕著な表面荒れが観察された。GD-OES の測定結果から，めっき皮膜表面にはニッケル酸化物層が形成されているが，その厚さは数 nm から数十 nm 程と観察倍率に対して薄膜であるため，熱処理による表面性状変化はめっき層の構造変化に由来するものと考えられる。

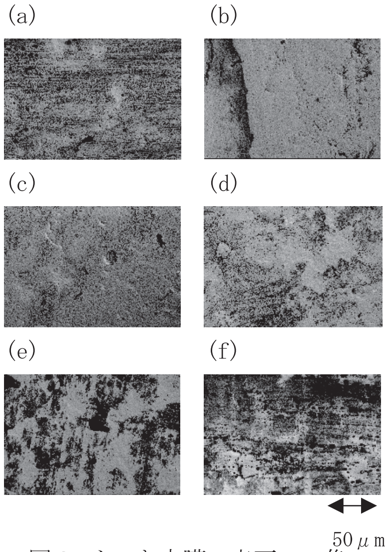



図３ めっき皮膜の表面 SEM 像
(a)熱処理前　(b)220℃，2.0h (c)260℃，2.0h
(d)300℃，2.0h (e)340℃，2.0h (f)380℃，2.0h

### ３．２　めっき皮膜硬さ及び摩擦特性評価

各条件で熱処理を行っためっき皮膜のマイクロビッカース硬さ及び摩擦係数を表１に示す。ビッカース硬さは，260℃以下で熱処理を行った試料ではいずれも 550HV 程度であり，熱処理前の試料とほぼ同等の数値であった。300℃の熱処理では，ビッカース硬さは熱処理時間の増加により上昇し，熱処理時間 0.5h で 588HV，1.0h で 666HV，1.5h で 697HV，2.0h で 884HV であった。また，340℃以上の温度で熱処理を行った試料では 870～900HV 程度であり，380℃，2h の熱処理を行った試料で最も硬くなった。

ビッカース硬さは，300℃，2.0h 及び 340℃，380℃の熱処理条件で大きな上昇が見られた。これらのめっき皮膜は XRD 測定から $Ni_3P$ 結晶析出が確認されており，知られているとおり[1)]$Ni_3P$ 結晶析出により硬さが上昇したためと考えられる。300℃，1.5h の熱処理を行った試料では，$Ni_3P$ の明瞭な回折ピークは確認できるが，ビッカース硬さは HV697 であり，同様の回折ピークを示すものと比較して低い数値であった。これは，300℃，1.5h の熱処理条件が $Ni_3P$ 結晶析出に対して過渡的な条件になっており，処理時間 1.5h から 2h の間で硬さを増しているためと考えられる。また，GD-OES の測定結果から，めっき皮膜表面には熱処理条件に応じて酸化物層が見られるが，厚さは最大で 50nm 程度であるため，ビッカース硬さへの影響は無かったと考えられる。

摩擦係数は，いずれの熱処理条件でも 0.6 程度であり，処理条件による差は認められなかった。これは，ビッカース硬さ測定と同様に，酸化物層が最大でも 50nm 程度であるため，摩擦係数にはほとんど寄与せず，めっき層の摩擦係数が反映されたためと考えられる。

表１　ビッカース硬さ及び摩擦係数測定結果

| 時間(h) | 温度(℃) | 硬さ(HV) | 摩擦係数(-) |
|---|---|---|---|
| 0.5 | 220 | 543 | 0.61 |
| | 260 | 545 | 0.63 |
| | 300 | 588 | 0.68 |
| | 340 | 876 | 0.64 |
| | 380 | 879 | 0.64 |
| 1.0 | 220 | 538 | 0.62 |
| | 260 | 533 | 0.66 |
| | 300 | 666 | 0.66 |
| | 340 | 876 | 0.63 |
| | 380 | 873 | 0.65 |
| 1.5 | 220 | 559 | 0.65 |
| | 260 | 539 | 0.68 |
| | 300 | 697 | 0.65 |
| | 340 | 878 | 0.64 |
| | 380 | 884 | 0.65 |
| 2.0 | 220 | 547 | 0.62 |
| | 260 | 551 | 0.66 |
| | 300 | 884 | 0.64 |
| | 340 | 897 | 0.64 |
| | 380 | 898 | 0.64 |

## ４　おわりに

熱処理が無電解ニッケルめっきの皮膜構造及び物性に及ぼす影響を検討した。各種熱処理条件による皮膜の結晶構造変化，深さ方向への元素分布，皮膜硬さ及び摩擦係数についてそれぞれ評価し，以下の知見を得た。

(1) 220℃，1h 以上の熱処理により，めっき皮膜表面にニッケル酸化物層，300℃，1.5h 以上の熱処理により，めっき層では $Ni_3P$ 結晶析出が認められた。また，めっき層の構造変化の影響と考えられる皮膜表面の荒れが観察された。
(2) 300℃ 1.5h，300℃ 2.0h 及び 340℃，380℃の熱処理により $Ni_3P$ 結晶析出が認められ，ビッカース硬さが上昇した。
(3) 260℃，1.0h 以上の熱処理によりめっき皮膜表面にニッケル酸化物層が認められ，熱処理温度及び時間の増加により厚くなる傾向が見られたが，ビッカース硬さへの影響は見られなかった。
(4) 摩擦係数は，いずれの熱処理条件でも 0.6 程度であり，熱処理による影響は認められなかった。

## 参考文献

1) めっき技術マニュアル編集委員会編：″めっき技術マニュアル″，81，日本規格協会，(1987)
2) 宮脇彰，我妻和明，広川吉之助：分析化学，43，125-129，(1994)

経常研究

# 米麹の品質評価に関する研究

石田　莉菜*　　小坂　忠之*

Study on the Quality Evaluation of Rice Koji

Rina ISHIDA and Tadayuki KOSAKA

米麹の製造時期による品質の違いについて，一般生菌数と簡易評価法である河村氏法により評価した。メーカー2社の麹について，5月，9月，11月を中心とした時期に製造されたサンプルを分析評価したところ，一般生菌数については当初懸念されていた夏期に大きく増加するといった傾向は見られなかった。河村氏法による品質評価では，液量，糖度，pHについての測定及び官能評価を行ったが，夏期に特に品質が低下するといった傾向は見られなかった。また，一般生菌数や河村氏法による液量やpHの測定結果は，官能評価に影響を及ぼすことが明らかとなった。

Key words:　米麹，品質評価，河村氏法，一般生菌数

## 1　はじめに

米麹を製造する味噌や清酒の県内醸造食品企業では，健康イメージで市場拡大が続く甘酒や米麹を用いた新商品開発への取り組みが増えている。

米麹は蒸米に麹菌を接種して二昼夜で製造されるが，その間，開放された環境で製造されるため，特に夏場の製造では高温多湿な環境から品質が安定しないと言われてきた。これにより製造現場では寒仕込みの時期以外の麹の製造は敬遠されてきたが，近年は甘酒や菓子原料として米麹を通年で製造することが多く，これらの商品を安定した品質で製造するため，一年を通して米麹の品質を担保することが必要である。

そこで，県内製造現場の品質管理手法として製造現場への普及の一助とするため，異なる時期に製造された米麹の一般生菌数測定と簡易評価を行い，製造時期による品質の違いについて検討したので報告する。

## 2　研究の方法

### 2．1　サンプルの収集

米麹は，醸造メーカー2 企業を選択し，提供を依頼した。5月期（4～6月），9月期（8～10月），11月期（11～12月）の3期に製造された米麹を各時期につき3回サンプルとして採取した。一般生菌数の測定は直ちに行い，他の分析用サンプルは冷凍保存した。また，同時に製造環境などの聞き取り調査も行った。

### 2．2　一般生菌数の測定

一般生菌数の測定については食品衛生検査指針[1]に基づき，混釈法にて試験を行った。

ストマッカー用ポリ袋に米麹を25g秤量し，滅菌生理食塩水225gを加えストマッカーを用いて30秒間均質化し，これを原液とした。原液を適宜希釈した後，希釈溶液1mLを滅菌シャーレにとり，標準寒天培地約20mLを加えて混釈し，固まるまで静置した。これを35℃のインキュベーター内で48時間保温した後，生菌数のコロニー数をカウントした。

### 2．3　米麹の品質評価

米麹の簡易評価法である河村氏法[2),3)]を用いて品質評価を行った。この方法は，現場で用いることを想定し，考案された簡易な評価方法である。

冷蔵庫にて5℃で解凍した米麹100gを300mLフラスコにとり，70℃の湯200mLを加え，恒温水槽中で56℃に保ち1時間糖化を行った。途中，適宜ガラス棒で撹拌を行った。糖化終了後，直ちに流水にて室温まで冷却し，ろ紙（東洋濾紙，No.2，直径24cm）を用いて1時間ろ過した。これにより得られたろ液の液量，糖度，pHの測定，及び官能評価を行った。糖度（Brix）はデジタル屈折計（ATAGO，DBX-55），pHはpHメーター（東亜，HM-26S）を用いて測定した。液量は80mL以上，糖度（Brix）は18%以上，pHは5.7～6.0が河村氏法における通常の米麹の基準値であり，これに当てはまる麹は良好な麹である。

さらに，ろ液について，当センター職員6名により甘味，酸味，香り，総評について3点法を用い，官能評価を実施した。甘味，酸味の項目については1点を「弱い」，3点を「強い」とし，香り，総評については1点を「良い」，3点を「悪い」として評価を行った。

＊　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　一般生菌数

各サンプルの一般生菌数を測定した結果を図１に示す。

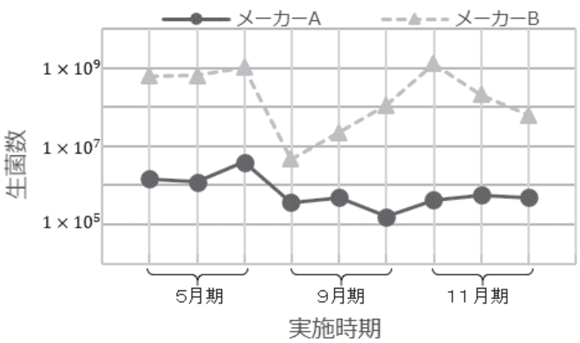



図１　一般生菌数

全期間を通して，メーカーAは $10^5$～$10^6$，メーカーBは $10^6$～$10^9$ の範囲であった。通常，麹製造後の一般生菌数は $10^5$～$10^7$ 未満になることが知られている[4)]。このことから，メーカーA は標準的な範囲と言える。メーカーB は全期間を通じてこれより高い数値であり，特に５月期において生菌数が高い結果となった。しかし，２社とも夏期に特に生菌数が増加するといった傾向は見られなかった。また，メーカーB の９月期に大きく菌数が低下したことについては，聞き取りにより，同時期の製造ラインの消耗品の交換が原因のひとつとして考えられる。

### 3．2　河村氏法による品質評価

河村氏法により得られた結果を図２，図３及び図４に示す。

液量の結果を図２に示す。メーカー間でわずかに差はあったものの,いずれの試料も基準値の 80mL 以上は超えていた。

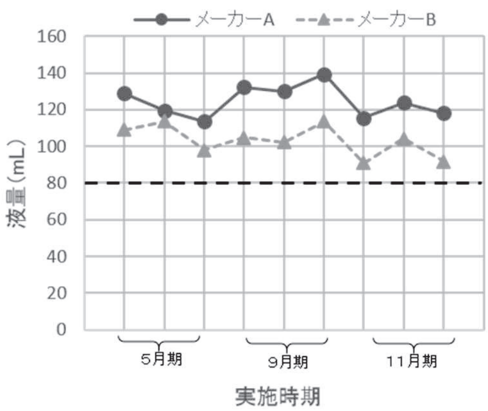



図２　河村氏法による液量

破線は基準値（80mL）を示す。

糖度の結果を図３に示す。2 社とも基準値の 18%以上を示しており，年間を通して大きなばらつきはなかった。

pH の結果を図４に示す。基準値は pH5.7～6.0 であったが，メーカーA は概ねこの範囲に収まっていた。

しかし，メーカーB については全期間を通して基準値以下の pH となった。

以上のことから，夏期に液量及び糖度が顕著に減少したり，pH が低下したりするといった，麹の品質低下を来すことを示す結果には至らなかった。

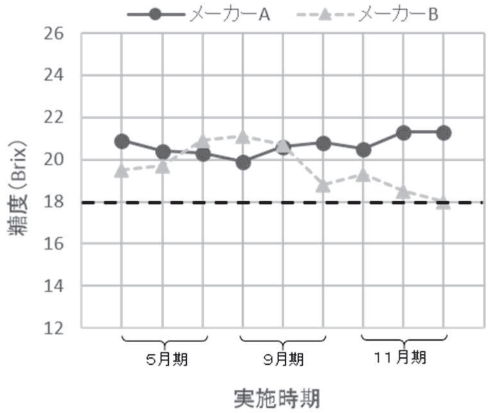



図３　河村氏法による糖度（Brix）

破線は基準値（18%）を示す。

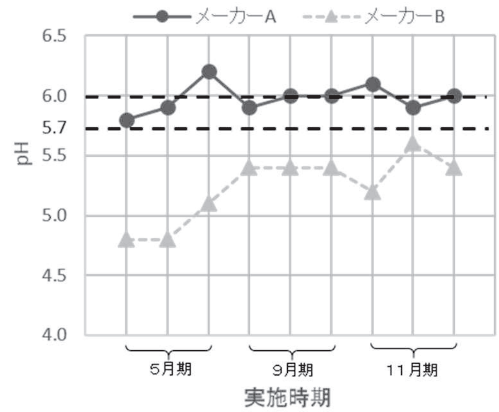



図４　河村氏法による pH

破線は基準値（pH5.7～6.0）を示す。

糖化液の官能評価について，製造時期ごとの結果を表１，及び表２に示す。

メーカーB は全期間を通して一般生菌数が多く，いずれも総評が低くなった。特に生菌数が多かったメーカーB の５月期のサンプルは，甘味が弱い，酸味が強い，香りが悪い評価となった。

河村氏法による液量，糖度及び pH の測定結果と官能評価を比較検討すると，pH が低くなると官能評価も低くなる傾向が見られた。

このことから，河村氏法は現場で米麹を簡易に客観的に評価する方法として有効であることが示唆された。

表１　メーカーA の糖化液の官能評価

| メーカーA | 甘味 | 酸味 | 香り | 総評 |
|---|---|---|---|---|
| 5 月期 | 2.3 | 1.4 | 2.0 | 1.7 |
| 9 月期 | 2.4 | 1.4 | 1.8 | 1.5 |
| 11 月期 | 2.3 | 1.3 | 1.7 | 1.6 |

甘味・酸味…1 :「弱い」-3 :「強い」
香り・総評…1 :「良い」-3 :「悪い」

表２　メーカーB の糖化液の官能評価

| メーカーB | 甘味 | 酸味 | 香り | 総評 |
|---|---|---|---|---|
| 5 月期 | 1.6 | 2.6 | 2.5 | 2.6 |
| 9 月期 | 2.1 | 1.4 | 2.0 | 1.9 |
| 11 月期 | 1.8 | 1.6 | 2.2 | 1.9 |

甘味・酸味…1 :「弱い」-3 :「強い」
香り・総評…1 :「良い」-3 :「悪い」

## 4　おわりに

製造時期の異なる麹の河村氏法による評価の検討により，以下の知見を得た。

(1) 一般生菌数，河村氏法による評価はメーカー間で差はあったものの，夏期に製造された麹の品質が特に低下するという傾向は見られなかった。

(2) 米麹糖化液の pH と官能評価の比較により，製造現場において河村氏法は簡易に客観的に米麹を評価する方法として有効であることが示唆された。

## 謝　辞

本研究で用いた米麹をご提供いただいたメーカーA,メーカーB に深く感謝申し上げます。

## 参考文献

1) 厚生労働省監修 :″食品衛生検査指針″, 日本食品衛生協会, p.116-121, (2004 年)
2) 今井誠一, 松本伊左尾 :″味噌技術読本″, 新潟県味噌工業協同組合連合会, 新潟県味噌技術会, p.132, (1990 年)
3) 河村守泰 :″味噌技術″, No.1, p.7-8, (1953 年)
4) 望月務 他 :″味噌の科学と技術″, No.264, p.28-31, (1976 年)

経常研究

# インクジェットプリントの後処理工程における高圧蒸熱処理法の可能性の検討

丸　弘樹*　　伏木　徹*　　佐瀬　文彦*

High Pressure Steam Treatment in Post-Processing of Textile Digital Printing

Hiroki MARU, Toru FUSEGI and Fumihiko SASE

ポリエステル生地のインクジェットプリントにおける熱処理について蒸気の有無や時間，温度，圧力を変えた熱処理を実施した。その結果，異なる熱処理で同等の発色性が得られる範囲を可視化する発色性マップを得ることができた。また，乾熱処理と同等の発色が得られる高圧蒸熱処理条件を見出し，生地幅に依存しない大柄の試作支援が可能になった。

Key words:　捺染，インクジェットプリント，熱処理

## 1　はじめに

インクジェット方式による捺染(インクジェットプリント)は，製版が不要であることから従来のスクリーン捺染に比べてデザイン変更が容易となる。そのため，繊維製品に対して従来の捺染では困難であった個人の趣味嗜好や季節性等の価値を付与できる。

インクジェットプリントは，転写紙を用いた昇華転写プリントと生地に直接プリントを行うダイレクトプリントがある。ダイレクトプリントは，鮮明な発色と高い堅牢度を得るために，プリント前後の処理工程として布帛表面に糊剤を塗布する前処理と，染料の固着・余分な糊剤と染料を洗い流す後処理(熱処理，ソーピング処理)が必要となる。

熱処理[1-3]について着目すると，熱は熱風を利用した乾熱と蒸気を利用した湿熱(蒸熱)に大別され，処理方式は連続式とバッチ式に大別される。連続式は，常に同じ処理温度・時間に設定されているため 1 種類を大量に熱処理することに向いている。反対に，バッチ式は処理温度・時間の変更が容易であるため多品種の熱処理に向いている。

ポリエステルのダイレクトプリントでは，180℃程度の乾熱処理または 130℃程度の高圧蒸熱処理が経験的に適用される。しかし，各熱処理方法における主要因の温度，時間，圧力と発色性の関係は対応づけられていないため，熱処理方法を変えた場合に同等の発色性が得られる条件は明確とは言えない。熱処理方法が機器に依存せず自由に選択可能になることで，既存熱処理装置の有効活用に繋がるだけでなく，インクジェットプリンタの新規導入における機器選択の幅が拡がることが期待される。特に，センターにおいては，バッチ式の高圧蒸熱処理が適用できるようになれば，生地幅に依存しない熱処理が可能になり，大柄生地の試作支援ができる。

以上のことから本研究では，ポリエステルのインクジェットプリントに高圧蒸熱処理を適用することを想定し，熱処理条件と発色性の関係を明らかすることを目的とした。この目的のために，ポリエステル生地について蒸気の有無や時間，温度，圧力を変えた種々の熱処理を実施し，各熱処理条件と発色性の関係を発色性マップにより可視化した。そして，乾熱処理と同等の発色性を実現できる高圧蒸熱処理法を検討した。さらに，生地の設計要素が熱処理に及ぼす影響についても検討した。

## 2　研究の方法

### 2．1　生地とプリント対象について

プリントする生地として，表 1 に示す 2 種類の平織物(いずれもポリエステル 100%)を選定した。この生地に対して表 2 に示す前処理レシピに基づいて調製した前処理剤を図 1 のようにマングルを用いて塗布した。塗布量は乾燥後の塗布量がメーカ推奨の 0.5g/m$^2$ になるようにした。

プリント対象は，単一の染料のみを吐出する色彩 3 種類(Cyan:C100，Magenta:M100，Yellow:Y100)とこれらの染料を同一配分で吐出した色彩 4 種類

*　栃木県産業技術センター　繊維技術支援センター

(C100M100Y100，M100Y100，C100M100，C100Y100)を基準画像とした。

次に，図 2 に示すテキスタイルインクジェットプリンタ(Tx2-1600，ミマキエンジニアリング社製)を用いて，それぞれの基準画像が 3×3cm の大きさになるように生地にプリントした(図 3 参照)。

表１　生地の詳細

| | 薄地 | 厚地 |
|---|---|---|
| 組織 | 平織 | 平織 |
| 繊度[tex] | 8.25 | 16.5 |
| 目付[g/m$^2$] | 71.8 | 120 |
| たて糸密度[cm$^{-1}$] | 47 | 30 |
| よこ糸密度[cm$^{-1}$] | 35 | 27 |

表２　前処理レシピ

| | 濃度(wt%) |
|---|---|
| 糊剤(CMC) | 0.7 |
| 純水 | 99.3 |
| 合計 | 100 |

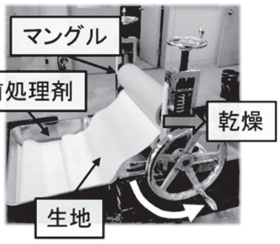



図１　前処理方法

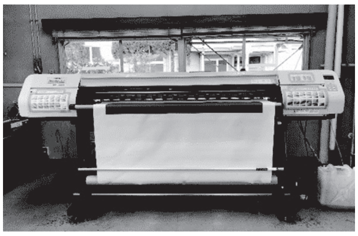


図２　テキスタイルインクジェットプリンタ

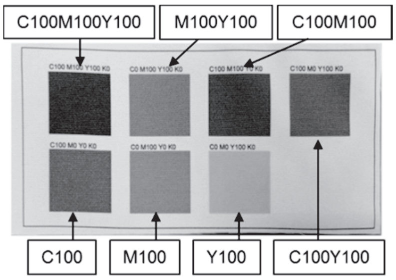



図３　基準画像のプリント

## ２．２　熱処理実験

2.1 節で作製したプリント生地を用いて以下の熱処理実験を行った。

### ２．２．１　乾熱処理実験

乾熱処理実験では，図 4(a)に示す送風定温恒温器(DKN602，ヤマト科学社製)を用いた。本装置は幅 600mm×奥行 500mm×高さ 500mm の恒温層内でバッチ式の熱処理が可能である。すなわち，処理できる生地の幅と長さに制約がある。

熱処理は蒸気を使用せず，温度を 2.2.2 項にて後述する熱処理装置の設定上限値 200℃を基準に，40℃間隔となる 160℃，120℃とメーカ推奨の 180℃を加えた 4 水準とした。処理時間は 1，5，10 分とし，これらを組み合わせた合計 12 条件で実験を行った。

熱処理後は,いずれの条件とも次に示す(1)水洗 5 分，(2)80℃還元洗浄 10 分，(3)50℃湯洗 5 分，(4)水洗 5 分，(5)乾燥の手順でソーピング処理を行った。

### ２．２．２　常圧蒸熱処理実験

常圧蒸熱処理実験では，図 4(b)に示す HT スチーマ(イチキンミニスチーマースチームペット，市金工業社製)を用いた。本装置はヒータとスチーマによって構成され，連続式の常圧蒸熱処理が可能である。処理できる生地は，長さ方向に制約はないものの，幅が 500mm 以下に限られる。また，定温制御可能な範囲は，常圧(0.1MPa)環境下における 100～200℃である。

熱処理は過熱蒸気を使用して,温度を 120,160,200℃の 3 水準，処理時間を 1，5，10 分の 3 水準とし，これらを組み合わせた合計 9 条件で実験を行った。熱処理後は 2.2.1 項と同様のソーピング処理を行った。

### ２．２．３　高圧蒸熱処理実験

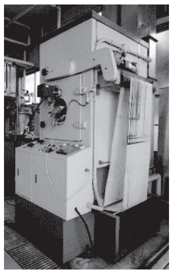
高圧蒸熱処理実験では，図 4(c)に示す HP スチーマ(SS-1S，辻井染機社製)を用いた。本装置は密閉された槽内にて蒸気を加圧することでバッチ式の高圧蒸熱処理が可能である。処理できる生地は，長さが 1m 程度と制約があるものの，生地幅規格の最大であるダブル幅(180cm)まで可能である。また，圧力制御可能な範囲は 0.1～0.44MPa であり，その際の処理温度はおよそ 100～140℃となる。

熱処理は蒸気を使用して，圧力 0.3，0.4，0.44(設定上限値)MPa の 3 水準,時間を 1,5,10 分の 3 水準とし，これらを組み合わせた合計 9 条件で実験を行った。なお，各設定圧力下において計測された温度は，0.3MPa:123℃，0.4MPa:135℃，0.44MPa:138℃であった。熱処理後は 2.2.1 項と同様のソーピング処理を行った。

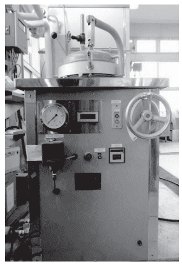
## ２．３　発色性評価方法

田上らは，染色の後処理として乾熱処理，蒸熱処理を適用した際の処理温度および時間と発色性の関係を K/S 値から比較検討している[4]。K/S 値は，塗膜の光学的性質の分析に用いられ，分光反射率測定における最小反射率波長の反射率から算出される表面色濃度の指標である[5]。このことから，インクジェットプリントの発色性評価について K/S 値による数値的検討が有効であると考え，以下の手順で発色性の数値化を行った。すなわち，(1)360～740nm の範囲で 10nm 毎に分光反射率を測定，(2)各波長において得られた反射率を式 1 に従って K/S 値に変換，(3)式 2 に従って全波長帯の積算(Total K/S)をプリント生地の発色性として算出，(4)熱処理後の Total K/S と熱処理およびソーピング処理

(a) 送風定温恒温器



(b) HT スチーマ



(c) HP スチーマ

図４　熱処理装置

を施していない未処理の Total K/S の差分を熱処理効果として算出した。なお，測定機器は分光測色計(CM-3700d, コニカミノルタ社製)とした。測定方法は，φ8mm の測定径で拡散照明光 8 度受光の幾何条件とした。測定箇所はそれぞれの基準画像内の異なる 3 箇所とし，その平均値を求めた。

$$K/S = \frac{(1-R_\lambda)^2}{2R_\lambda} \qquad \text{式 1}$$

R ：反射率
λ ：波長(nm)

$$Total\ K/S = \sum_{\lambda=360}^{740} (K/S)_\lambda \qquad \text{式 2}$$

### ２．４　発色性マップの作成

2.2 節の実験および 2.3 節の評価方法に基づいて得られた熱処理効果を温度(圧力)，時間の 2 軸上において等高線グラフ化し，これを各熱処理条件における発色の程度を表す発色性マップと定義し作成した。

## ３　結果及び考察

### ３．１　熱処理実験結果

各基準画像について熱処理効果を比較したところ，高度に有意な相関が得られた。すなわち，用いた染料(Cyan, Magenta, Yellow)の処理温度または時間に対する特性には大きな差異はないことがわかった。

したがって，本研究では C100 の基準画像について熱処理効果の比較と発色性マップの作成を行った。

### ３．１．１　乾熱処理結果

乾熱処理実験において得られた熱処理効果を表 3 に示す。表 3 より，120℃において，いずれの条件とも負の熱処理効果になった。これは温度が低く，ポリエステル繊維の軟化が十分に起こらず，染料の拡散・固着ができなかったためであると考えられる。

一方，200℃5 分は最も熱処理効果が正に大きくなった。これは，ポリエステル繊維の軟化によって，染料の拡散・固着が起きたためであると考えられる。しかし，200℃10 分では，200℃5 分に比べて効果が低減していることがわかる。これは，染料が繊維に固着せずに昇華してしまったためと考えられる。このことから，最適な温度，時間にはピークがあることがわかった。

表３　乾熱処理における C100 薄地の熱処理効果

| | | 温度(℃) | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | 120 | 160 | 180 | 200 |
| 時間(分) | 1 | -71.9 | -19.1 | 25.1 | 71.6 |
| | 5 | -70.6 | 23.2 | 55.9 | 75.4 |
| | 10 | -65.8 | 45.4 | 61.9 | 39.7 |

### ３．１．２　常圧蒸熱処理結果

常圧蒸熱処理実験において得られた熱処理効果を表 4 に示す。表 4 より，200℃1 分は最も熱処理効果が正に大きくなった。しかし，生地の収縮が起こり風合いに硬化がみられた。これは熱処理で加えられた過熱蒸気の高いエネルギーによるポリエステル繊維の軟化と，その後の急冷によって生じたものと考えられる。

表４　常圧蒸熱処理における C100 薄地の熱処理効果

| | | 温度(℃) | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 120 | 160 | 200 |
| 時間(分) | 1 | -61.6 | -32.6 | 79.4 |
| | 5 | -28.6 | 74.6 | 0.1 |
| | 10 | 14.3 | 24.9 | -51.9 |

### ３．１．３　高圧蒸熱処理結果

高圧蒸熱処理実験において得られた熱処理効果を表 5 に示す。表 5 より，0.4MPa10 分は最も熱処理効果が正に大きくなった。また，常圧蒸熱処理のような生地の収縮と風合いの硬化はみられず，比較的低温の 135℃で効果的な処理ができることがわかった。これは，加圧によってポリエステル繊維の分子中に隙間が生じ，低温であっても染料の拡散が起こったためと考えられる。

表５　高圧蒸熱処理における C100 薄地の熱処理効果

| | | 圧力 (MPa) | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 0.30 | 0.40 | 0.44 |
| 時間(分) | 1 | -54.4 | 11.3 | -8.2 |
| | 5 | -31.0 | 43.9 | 15.8 |
| | 10 | -1.2 | 65.7 | 24.6 |

### ３．２　熱処理条件と発色性の関係

各熱処理方法によって得られた発色性マップを図 5 に示す。図 5 より，高い発色性が得られる温度および時間領域を可視化するとともに，異なる熱処理方法間で同等の発色性が得られる範囲がわかった。

### ３．３　生地の目付が発色性に及ぼす影響

乾熱処理における薄地と厚地の熱処理効果を比較した結果を図 6 に示す。図 6 より同一熱処理条件においては厚地生地の方が大きな熱処理効果が得られることがわかった。これは，目付が大きい(繊維量が多い)ほど，多くの染料を受容できるためと考えられる。また，厚地の 5 分以降で熱処理効果の減少がみられるが，これは染料の昇華に起因するものと考えられる。

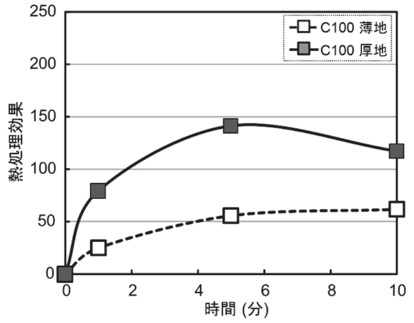



図６　目付が熱処理効果に及ぼす影響

## ４　おわりに

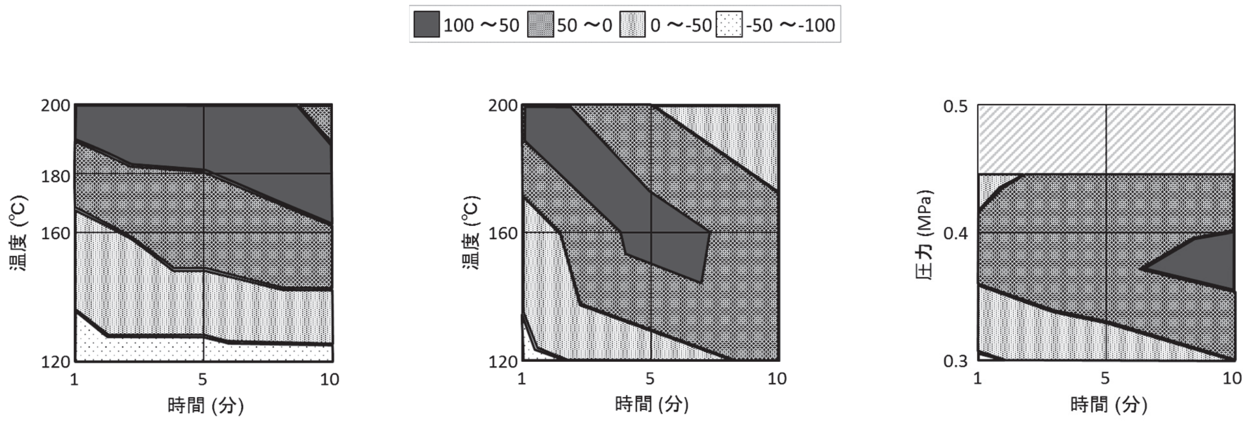
本研究では，熱処理条件と発色性の関係を明らかすることを目的に，ポリエステル生地について蒸気の有無や時間，温度，圧力を変えた熱処理を実施した。

その結果，乾熱処理においては最適な熱処理効果が得られる温度，時間にはピークがあることがわかった。常圧蒸熱処理においては，加える熱エネルギーが大きすぎると生地の風合いが硬くなることがわかった。高圧蒸熱処理においては，0.4MPa10 分の処理条件が最も熱処理効果が高いことがわかった。また，発色性マップにより，異なる熱処理方法間で同等の発色性が得られる範囲を可視化することができた。

これらことから，ポリエステルのインクジェットプリントにおいて乾熱処理と同等の発色が得られる高圧蒸熱処理条件を見出し，生地幅に依存しない大柄の試作支援が可能になった。

### 参考文献

1)　清水融ら:″繊維学会誌″,23(3),125-132,(1967)
2)　増子徹:″繊維学会誌″,36(2),41-49,(1980)
3)　安田武:″繊維学会誌″,17(1),55-59,(1961)
4)　田上真二ら:″広島県立東部工業技術センター研究報告″,15,65-68,(2002)
5)　Paul Kubelka and Franz Munk : ″Zeitschrift für technische Physik″,11,593-601,(1931)




(a) 乾熱処理　(b) 常圧蒸熱処理　(c) 高圧蒸熱処理

図５　発色性マップ

経常研究

# セルロースナノファイバーゲルを用いた透明複合樹脂の開発

小林　愛雲*　　大森　和宏*　　加藤　栄*

Preparation of Transparent Resin Composite using Cellulose Nanofiber Gel

Azumi KOBAYASHI, Kazuhiro OMORI and Sakae KATO

セルロースナノファイバー（CNF）ハイドロゲルを調製後，水を除去して得られた多孔質体にアクリルモノマーを含浸し，紫外線を照射する方法で，複合樹脂を作製した。CNF 複合樹脂の透明性向上を目的に CNF ゲルの疎水変性（アセチル化）処理条件を検討し，アセチル化によってゲル乾燥時に CNF の凝集を抑制できることを確認した。得られた CNF 複合樹脂は高い透明性を示し，波長 600 nm における全光線透過率が 80 % 以上の複合樹脂（厚さ：約 4 mm，CNF 含有率：約 1.4 wt%）を作製することができた。

Key words:　セルロースナノファイバー，ゲル，透明樹脂，複合樹脂

## 1　はじめに

自動車や建設関連分野では車両や建材等の軽量化のため樹脂化が進んでおり，ガラスの代替として使用できる高強度な透明複合樹脂が求められている。植物由来の繊維であるセルロースナノファイバー（CNF）を透明樹脂中に分散させて作製した複合樹脂は，樹脂の透明性を保ちながら強度特性を改善できることが報告されており [1, 2]，ガラスの代替として期待される。しかしながら，これらはフレキシブルで薄型の透明複合シートを作製する技術である。CNF 複合樹脂のガラス代替としての利用のために，厚板作製方法の開発が求められている。

ハイドロゲル（以下ゲル）は，紙おむつの吸水体やソフトコンタクトレンズ等として使われている高分子材料であり，水中に高分子が分散したネットワーク構造を有する。我々は高分子鎖が分散したゲルの構造に着目し，セルロース鎖の集合体である CNF を用いてゲルを調製し，CNF ゲル中の水を樹脂に置き換えることで，CNF が樹脂中に分散した厚板複合材料を作製できると考えた。これまでに，CNF 水分散液を水酸化ナトリウム水溶液に浸漬すると，セルロース鎖同士が絡み合いゲルを形成することが報告されている [3]。しかし親水性である CNF と疎水性の樹脂を複合化するためには，容易に疎水変性できる機械解繊CNFを共有結合により架橋したゲル（化学ゲル）を用いることが望ましいと考えられる。

そこで本研究では，機械解繊 CNF 化学ゲルの調製後，水を除去して得られた多孔質体に樹脂を含浸する方法で複合樹脂を作製した。CNF ゲルの疎水変性（アセチル化）処理条件を検討することで乾燥時の凝集を抑制し，透明な CNF 複合樹脂の作製を試みたので報告する。

*　栃木県産業技術センター　県南技術支援センター

## 2　研究の方法

### 2．1　CNF 多孔質体の作製

2 wt% CNF 水分散液(スギノマシン,BiNFi-s IMa-10002)にエチレングリコールジグリシジルエーテル(EGDE)(東京化成工業）を添加し，5 mol/l 水酸化ナトリウム水溶液を用いて pH=12.8のプレゲル溶液を調製した。EGDE の添加量は，CNF 水分散液に対して 1，3，5，7，9 wt%とした。調製したプレゲル溶液を 60×40×3 mm の型に流し込み，60℃で 24 時間反応させることで CNF ゲルを調製した。調製したゲルを多量の 50 wt%イソプロピルアルコール（IPA）水溶液に浸漬することで未反応の EGDE を除去した。IPA 浸漬後のゲルを多量の蒸留水に浸漬することで洗浄した。

得られた CNF ゲル 2 枚を酢酸（関東化学，特級）200 ml に浸漬し，無水酢酸（関東化学，特級）を加え，80℃で 3 時間反応させることでアセチル化 CNF ゲルを調製した。無水酢酸の添加量は，5.5，13.75，22.0 g とした。調製したアセチル化CNFゲルを多量の蒸留水に浸漬することで洗浄した。

次にアセチル化 CNF ゲルを液体窒素で予備凍結した後，真空凍結乾燥機（共和真空製 RLEⅡ-103）を用いて-40℃で凍結乾燥し CNF 多孔質体を得た。

### 2．2　CNF 複合樹脂の作製

紫外線（UV）硬化型アクリルモノマー13 g に 1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン（東京化成工業）0.26 g，ジフェニル(2，4，6-トリメチルベンゾイル)ホスフィンオキシド（東京化成工業）0.26 g，カレンズ MT

PE1（昭和電工）0.13 gを加え，アクリルモノマー液を調製した。アクリルモノマーは，CNF（屈折率：1.58）と近い屈折率を有する新中村化学工業製 NK エステル A-9300-1CL，NK エステル A-DCP，NK エステル A-BPE-10 を用いた（表 1）。

アクリルモノマー液と CNF 多孔質体を 62×42×5 mm の型に入れ，デシケータ内で 2 時間減圧し，CNF 多孔質体にアクリルモノマー液を含浸させた。その後，サンプルをデシケータより取り出し,UV 照射により樹脂を硬化させ，CNF 複合樹脂（厚さ：約 4 mm）を作製した。なおニート樹脂（CNF を含まないアクリル樹脂）も，前述の CNF 複合樹脂と同様の手法で作製した。

### ２．３　評価

CNF 多孔質体のアセチル化の評価には，フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR，日本分光製 FT/IR-350）を用い，KBr 錠剤法により測定した。また CNF 多孔質体の観察には，走査型電子顕微鏡（SEM，日本電子製 JSM-6510LA）を用いた。SEM 観察は，サンプルを金蒸着して行った。

作製した CNF 複合樹脂とニート樹脂の波長 600 nm における全光線透過率は，自記分光光度計（日本分光製 V-670DS）を用いて測定した。測定は 1 試料につき 3 箇所行った。

## ３　結果及び考察

### ３．１　CNF 多孔質体の作製

CNF ハイドロゲルの形成結果を表 2 に示す。今回検討した条件のうち，EGDE 濃度 5 wt%以上でゲル形成が認められ，白色のゲルが得られた（図 1）。セルロース誘導体であるカルボキシメチルセルロースを EGDE で架橋しゲルを調製した事例が報告されており [4]，CNF も同様の架橋反応によりゲルが形成したと考えられる。

CNF 多孔質体の FT-IR スペクトルを図 2 に示す。アセチル化処理した多孔質体の IR スペクトル（図 2 (b)～(d)）には，未処理の試料（図 2 (a)）には見られないアセチル基由来の 1730 及び 1230 $cm^{-1}$ 付近の吸収（図 2 の矢印の吸収）が出現しており，多孔質体へのアセチル基の導入が確認された。またセルロースのグルコピラノース環に由来する 1050 $cm^{-1}$ の吸収を基準として比較すると，1730 及び 1230 $cm^{-1}$ 付近の吸収は，無水酢酸量の増加に伴い増大する傾向が見られた。アセチル化処理における無水酢酸量が多いほど，アセチル化が進行することが示唆される。

図 3 に CNF 多孔質体（EGDE 濃度：7 wt%）の SEM 観察結果を示す。すべての多孔質体において，凍結乾燥の過程で生成した氷晶が乾燥してできたと思われる空洞が多数観察された。また幅数十 nm～数百 nm の繊維が観察され，これらが CNF であると考えられる。図 3 の四角部分を比較すると，未処理の試料では CNF が凝集しているが，アセチル化した試料では CNF が分散して存在していることが確認された。アセチル化により，乾燥過程においてCNFの水素結合生成が阻害されることで凝集が抑制され，分散性が向上したと考えられる。

表1　アクリルモノマー

| 品名 | 主成分 | 屈折率（25℃） |
|---|---|---|
| A-9300-1CL | カプロラクトン変性トリス-(2-アクリロキシエチル)イソシアヌレート | 1.498 |
| A-DCP | トリシクロデカンジメタノールジアクリレート | 1.503 |
| A-BPE-10 | エトキシ化ビスフェノールAジアクリレート | 1.516 |

引用:新中村化学工業株式会社 "製品カタログ"

表2　CNFハイドロゲルの形成結果

| | EGDE濃度 *) [wt%] | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 3 | 5 | 7 | 9 |
| 2 wt% CNF | × | × | ○ | ○ | ○ |

※）○:ゲル化　×:ゲル形成せず
*）CNF水分散液に対する濃度

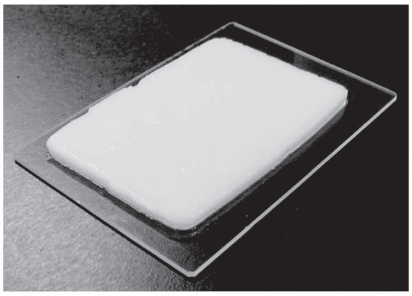


図1　CNFゲル（EGDE濃度：7 wt%，アセチル化なし）

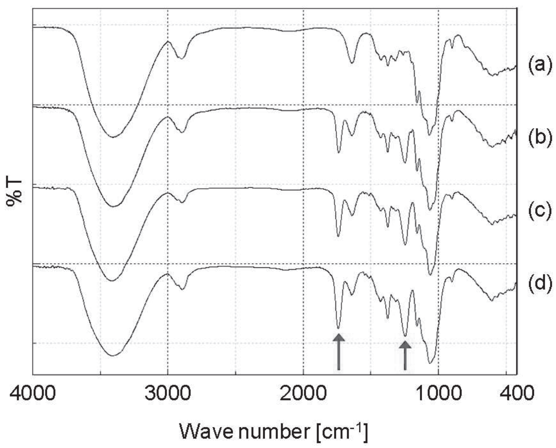



図2　CNF多孔質体（EGDE濃度：7 wt%）のFT-IRスペクトル
無水酢酸量［g/200 ml］：(a) 0，(b) 5.5，(c) 13.75，(d) 22.0

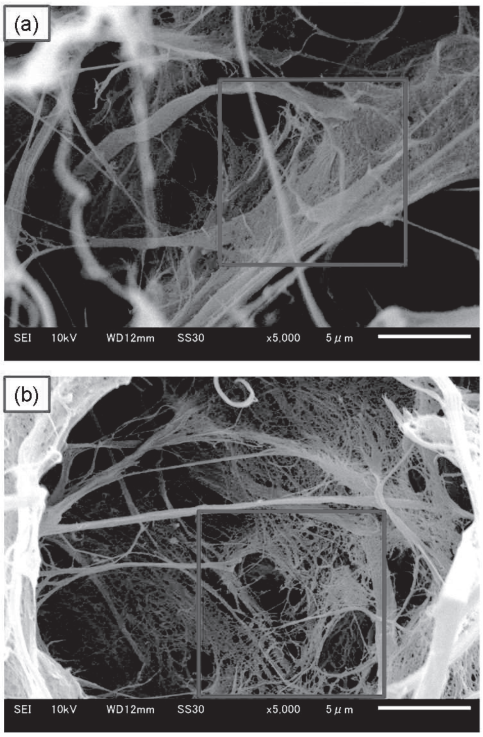



図3　CNF多孔質体（EGDE濃度：7 wt%）のSEM像
無水酢酸量［g/200 ml］：(a) 0，(b) 22.0

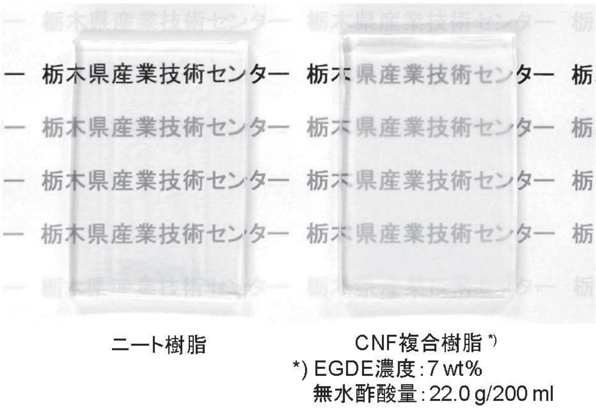



図4　CNF複合樹脂及びニート樹脂

### ３．２　CNF 複合樹脂の作製

CNF 多孔質体(EGDE 濃度:9 wt%,無水酢酸量:22.0 g/200 ml）に A-9300-1CL，A-DCP，A-BPE-10 を含浸し，CNF 複合樹脂の作製を行った。各 CNF 複合樹脂を目視観察したところ，いずれも高い透明性を有していた。これは CNF と各モノマーの屈折率が近く，樹脂／CNF 界面での光の屈折が抑制されたためと考えられる。しかし A-9300-1CL で作製した複合樹脂は高い粘性のため残存したと考えられる微小な気泡が見られ，A-DCP で作製した複合樹脂は硬化収縮によると考えられる大きな凹凸が観察された。そこで用いるモノマーを，気泡や大きな凹凸なく複合樹脂を作製できた A-BPE-10 とし，以降の実験を行った。

EGDE 濃度,無水酢酸量を変えて調製した CNF 多孔質体に A-BPE-10 を含浸し，複合樹脂を作製した。多孔質体質量を複合樹脂質量で除して算出した CNF 含有率は約 1.4 wt%であった。作製した複合樹脂（EGDE 濃度：7 wt%，無水酢酸量：22.0 g/200 ml）及びニート樹脂の外観を図 4 に示す。複合樹脂はニート樹脂より僅かに白いが，樹脂の下の台紙に印字された文字を確認することができ，良好な透明性を有していることが分かる。また複合樹脂を目視観察したところ，検討したすべての条件において CNF の明らかな凝集は見られなかった。

表3　CNF複合樹脂（EGDE濃度：7 wt%）の
全光線透過率（波長600 nm）

| 無水酢酸量 [g/200 ml] | 全光線透過率 [%] | 厚さ [mm] |
|---|---|---|
| 0 | 74.0 | 3.4 |
| | 75.9 | 4.9 |
| | 75.6 | 3.4 |
| 5.5 | 80.5 | 3.8 |
| | 80.8 | 4.9 |
| | 80.3 | 4.2 |
| 13.75 | 81.2 | 4.1 |
| | 80.4 | 4.3 |
| | 82.4 | 4.0 |
| 22.0 | 81.6 | 3.8 |
| | 81.7 | 4.2 |
| | 81.5 | 3.5 |

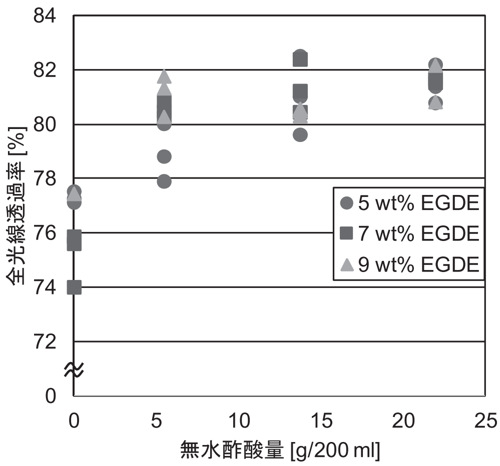



図5　CNF複合樹脂（厚さ：4±1 mm）の全光線透過率
（波長600 nm）と無水酢酸量の関係

### ３．３　CNF 複合樹脂の透明性

複合樹脂（EGDE 濃度：7 wt%）の波長 600 nm での全光線透過率を表 3 に示す。厚さにばらつきがあるものの，すべての試料が透過率 74 %以上であり高い透明性を示した。なおデータは示していないが，EGDE 濃度による全光線透過率に大きな相違は見られなかった。

複合樹脂（厚さ：4±1 mm）の全光線透過率（波長 600 nm）と無水酢酸量の関係を図 5 に示す。アセチル化処理

により複合樹脂の全光線透過率は上昇した。またアセチル化処理において無水酢酸量を増やすと，複合樹脂の全光線透過率は僅かに上昇する傾向が見られた。CNF 多孔質体の IR スペクトル（図 2）と SEM 写真（図 3）が示すとおり，アセチル化処理において無水酢酸量を増やすとアセチル化が進行すること，アセチル化によって CNF の凝集が抑制されることが確認されており，これらのことにより複合樹脂の透明性が向上したものと考えられる。

## 4　おわりに

CNF ゲルの調製後，水を除去して得られた多孔質体にアクリルモノマーを含浸し，UV 照射する方法で，複合樹脂を作製した。複合樹脂の透明性向上を目的に，CNF ゲルのアセチル化処理条件を検討した。各条件で作製した CNF ゲル，多孔質体，複合樹脂の評価を行い，次の知見を得た。

（1） CNF 水分散液（CNF：2 wt%）に対し，EGDE を 5，7，9 wt%添加することで，CNF ゲルが形成した。

（2） 無水酢酸を用いた疎水変性（アセチル化）処理により，CNF ゲルがアセチル化されたことを確認した。またアセチル化処理における無水酢酸量の増加に伴い，アセチル化が進行することが示唆された。さらに CNF ゲルを凍結乾燥して得た CNF 多孔質体において，アセチル化処理による CNF 分散性の向上を確認した。

（3） CNF 多孔質体に NK エステル A-BPE-10 を含浸し作製した複合樹脂において,CNF の明らかな凝集は見られなかった。また CNF 含有率は約 1.4 wt%であった。

（4） アセチル化処理により複合樹脂の透明性が向上した。波長 600 nm における全光線透過率が 80 %以上の CNF 複合樹脂を作製することができた。

## 参考文献

1） 矢野浩之：″日本接着学会誌″,47,210-214,(2011)

2）H. Yano, J. Sugiyama, A. N. Nakagaito, M. Nogi, T. Matsuura, M. Hikita, K. Handa：″Advanced Materials″, 17, 153-155, (2005)

3） 田崎裕人編：″セルロースナノファイバーの調製，分散・複合化と製品応用″，技術情報協会，455-459，(2015)

4） 仁平淳史，小林愛雲，湯澤祥，湯澤真人：″栃木県産業技術センター研究報告″，11，4-6，(2014)

経常研究

# 低融点合金を用いた切削加工に関する研究

阿部　雅*　　植竹　大輔*　　関　隼人*

Cutting Clamped Work by using Fusible Alloy

Masashi ABE, Daisuke UETAKE and Hayato SEKI

航空機部品等の薄肉箇所の保持方法の一つとして，低融点合金が用いられることがある。本研究では，肉厚が薄くなると通常の把持が困難となり得る加工モデルの切削加工を想定し，バイスクランプによる通常把持方法と，被削材を低融点合金に埋込把持した固定方法について切削実験を行い，比較・検討を行った。

その結果，低融点合金に埋込把持する手法が，加工面品位の向上の観点でも有効であることがわかった。

Key words:　低融点合金，固定治具，複雑形状，切削加工

## １　はじめに

低融点合金とは，鉛の融点（327.4℃）以下で実用化されている合金であり，原子炉の反射材や自動車エンジンの軸受材などに用いられている。また，航空機部品のタービンブレードの切削加工を行う場合などでは，薄肉箇所の保持材としても用いられている。

一方，アルミダイカスト製品などの複雑な外形の被削材に対し，他部品に取り付けるための追加工を行う場合などでは，被削材の剛性が低い箇所や既に加工した面を把持せざるを得ない場合がある。バイスクランプ等の通常の把持方法では，被削材が歪んだり傷がついたりする恐れがあるため，把持する場所や力の都度調整，専用治具の作り込み等を行う必要があり，段取りや条件出しが非常に難しい。

そこで本研究では，肉厚が薄くなると通常の把持が困難となり得る加工モデルの切削加工を想定し，バイスクランプによる通常把持方法と，被削材を低融点合金に埋込把持した固定方法について切削実験を行い，比較・検討を行った。

## ２　研究の方法

### ２．１　加工機

切削加工はマシニングセンタ（㈱牧野フライス製作所：V55）を用いた。

### ２．２　被削材と低融点合金

被削材はアルミニウム合金 A6063 を用い，低融点合金はアルミニウム合金の時効処理温度より低温であり，お湯で溶解可能な融点 70℃のウッド合金を使用した。

＊　栃木県産業技術センター　県南技術支援センター

### ２．３　低融点合金への埋込把持

#### ２．３．１　加工モデル

一辺が 50mm の立方体から，図１に示すような正四角錐台のポケットを六面に加工する場合を想定した。肉厚 t が薄くなるに従って剛性が低下し，把持時の歪みや加工中のびびりが生じやすくなる。

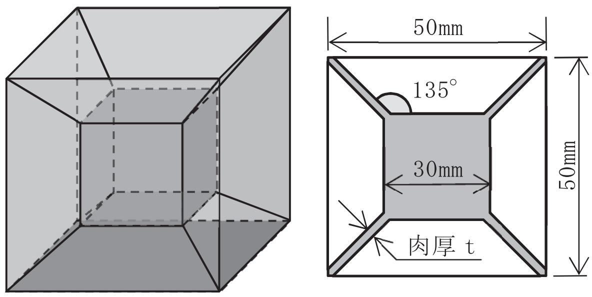



図１　加工モデル（左：概略図，右：中心を通る断面）

#### ２．３．２　被削材埋込用治具

図２に示すとおり，低融点合金に埋込把持した状態において，比較的容易に位置決め可能で，被削材の加工面だけが露出するような治具を考案し，作製した。被削材を設置した後，残った空隙を低融点合金で満たし（図３左），硬化後反転させて加工を行う（図３右）。

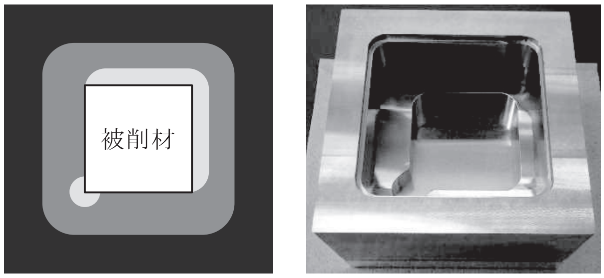



図２　埋込用治具（左：埋込前概略図，右：完成品）

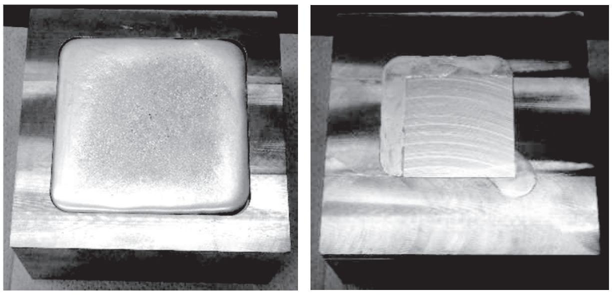


図３　埋込把持状態（左：埋込硬化時，右：加工面）

### ２．４　使用工具及び切削条件並びに加工条件

仕上げ加工に使用した工具及び切削条件を表１に、加工条件を表２に示す。

表１　使用工具及び切削条件

| | |
|---|---|
| 工具 | R1.5mm ボールエンドミル<br>２枚刃ＤＬＣコーティング |
| 主軸回転数 | 10,000rpm |
| 送り速度 | 800mm/min(0.04mm/tooth) |
| 切削方式 | ダウンカット，等高線加工 |
| 送りピッチ | 0.05mm(軸方向・径方向共) |
| 冷却方式 | エアブロー |

表２　加工条件

| 条件 | A | B | C | D |
|---|---|---|---|---|
| 目標<br>肉厚 t | 2.0mm | 1.0mm | 0.5mm | 0.5mm |
| 把持<br>方法 | バイスクランプ<br>（通常把持方法） | | | 低融点<br>合金埋込 |

### ２．５　加工面の評価

寸法及び平面度は三次元座標測定機（㈱ミツトヨ：LEGEX910），表面粗さは表面粗さ測定機（㈱ミツトヨ：SV-C624）を用いて測定した。

## ３　結果及び考察

### ３．１　加工面品位

図４は，条件Ａ～Ｄの加工面のマクロ写真である。通常把持の肉厚 2mm はびびりの無い面が得られ，肉厚 1mm では一部びびりが現れた。肉厚 0.5mm では明瞭なびびりが見られ，肉厚 t の減少に従い加工部位の剛性が低下し，びびりが生じやすくなったものと考えられる。

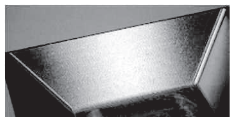
低融点合金で埋込把持した方は，肉厚が 0.5mm であってもびびりは生じなかった。これは硬化した低融点合金が被削材の把持のみならず，剛性の補強材としても効果を発揮したためであると考えている。

### ３．２　加工面の評価

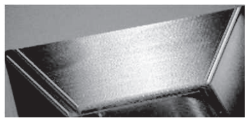
表３は前項で得られた面をそれぞれ測定した結果である。目標肉厚 0.5mm に対して実測肉厚は，バイスクランプの場合 0.03mm の誤差であり，低融点合金に埋込把持した場合は 0.11mm の誤差となった。段取り時の位置決めを，バイスクランプでは被削材の露出面で直接行ったのに対し，低融点合金への埋込把持は被削材の加工面以外が露出しておらず，位置決めに埋込用治具の面を用いたため，誤差が大きくなったものと考えられる。したがって，位置決め方案・治具形状等を見直すことで，位置決めの高精度化は可能であると予想される。

平面度は，バイスクランプの場合ではバイスの締付力によって加工面がたわむことで 20μm 以上となり，低融点合金への埋込把持では，締付力が被削材へ直接作用しないため，加工面のたわみが抑制され，9μm 程度に低減されたと考えられる。

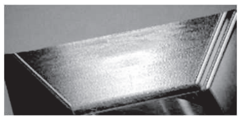
表面粗さの Ra（算術平均粗さ）は，加工条件が等しいために大きな差異は現れにくく，Rz（最大高さ粗さ）は，低融点合金に埋込把持した方が，剛性が補強されているためびびり等の加工時の振動が抑えられ，最大で約 30% 粗さが改善されたと考えられる。



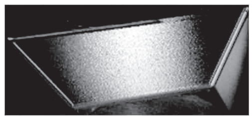
条件Ａ



条件Ｂ



条件Ｃ



条件Ｄ

図４　加工面のマクロ写真

表３　加工面の測定結果

| 条件 | A | B | C | D |
|---|---|---|---|---|
| 実測<br>肉厚 t | 1.89mm | 1.03mm | 0.47mm | 0.39mm |
| 平面度 | 23μm | 20μm | 27μm | 9μm |
| 表面<br>粗さ | Ra0.4μm<br>Rz2.8μm | Ra0.4μm<br>Rz2.6μm | Ra0.5μm<br>Rz3.4μm | Ra0.3μm<br>Rz1.8μm |

## ４　おわりに

バイスクランプによる通常把持方法と，被削材を低融点合金に埋込把持した固定方法について比較・検討した結果，通常把持が困難な加工モデルを加工する際に，低融点合金に埋込把持する手法が，加工面品位の向上の観点でも有効であることがわかった。

経常研究

# 各種粘土を用いた陶器の食洗機耐久性に関する研究

山ノ井　翼*　　吉葉　光雄*　　塚本　準一*

Study on dishwasher-durability of the pottery made of various clay

Tsubasa YAMANOI, Mitsuo YOSHIBA and Junichi TSUKAMOTO

現代社会においては，飲食店や一般家庭における食洗機の普及が進み，対応する食器には一定の強度が求められる。さらに近年の陶磁器業界の海外進出に伴い，製品輸出の際に食洗機対応が重要な項目となっている。そこで，本研究では益子強化土及び県内陶磁器業界でよく使用される粘土を用いて製作した陶器について，業務用食洗機を用いた繰り返し洗浄による耐久性の評価を行った。その結果，陶器の材料や形状によらず，いずれの陶器も500回洗浄に対する耐久性を有することが分かった。

Key words：食洗機，強度，陶磁器，耐久性

## 1　はじめに

現代社会においては，飲食店や一般家庭における食洗機の普及が進み，対応する食器には一定の強度が求められる。さらに近年の陶磁器業界の海外進出に伴い，製品輸出の際に食洗機対応が重要な項目となっている一方，国内では食洗機耐久性に関する標準試験方法が定められておらず，各企業において独自の評価試験を行っているのが現状である。県内陶磁器業界においても，各窯元，作陶家の基準で「家庭用食洗機は対応可」として売られている商品が多く見受けられるが，業務用食洗機については「対応不可」もしくは言及しないものが多く，統一された基準の確立が求められている。こうした中，2015年から（国研）産業技術総合研究所中部センターで食洗機耐久性試験の標準化に関する研究を実施しており，標準試験方法の確立に向けた動きも見られる。

そこで，本研究では益子町の給食食器にも使用されている，一般的な益子の粘土の３倍程度の強度をもつ[1)]益子強化土及び県内陶磁器業界でよく使用されている粘土を用いて製作した陶器について，家庭用食洗機より高温・高水圧の条件で洗浄が行われる業務用食洗機を用いた繰り返し洗浄による耐久性の評価を行うこととした。

## 2　研究の方法

### 2．1　各種粘土の基礎的物性評価

本研究に用いる粘土は，前述の益子強化土及び県内陶磁器業界でよく使用されている益子水簸土と益子赤土の３種類（いずれも益子焼協同組合で製造）とした。

#### 2．1．1　化学組成及び鉱物組成

化学組成については，105℃，24時間処理後，乳鉢で粉砕したものを試料とし，蛍光Ｘ線分析装置（㈱島津製作所 EDX-8000）を用いて分析した。また，試料を105℃，24時間処理後，1050℃で処理することで，Ig-Loss（強熱減量）を求めた。

鉱物組成については，105℃，24時間処理した試料を仮焼前，1000℃処理した試料を仮焼後とし，それぞれ乳鉢で粉砕後，Ｘ線回折装置（リガク㈱UltimaⅣ）を用いて分析した。

#### 2．1．2　収縮率，吸水率，曲げ強度

30mm×60mm×5mmの金型を用いて試験体を作製した。

収縮率は，試験体５個について全収縮率（成形直後から焼成後の収縮）を測定し，その平均値とした。

吸水率は，JIS A 5208の試験方法に準拠し，焼成試験体５個についてその平均値を求めた。

曲げ強度は，JIS A 1509-4の試験方法に準拠し，焼成試験体 5 個について曲げ試験機（㈱島津製作所 AGS-10kNX，３点曲げ治具付）を用いて測定し，その平均値とした。また，釉薬による強度への影響を確認するため，並白釉を全体に施釉した試験体についても同様に測定した。

なお，試験体の焼成には超高速昇温電気炉（㈱モトヤマ SC-2035D）を用い，1280℃で酸化焼成した。

### 2．2　食洗機耐久試験用陶器の製作

真空土練機（㈱林田鉄工 WONDER20）で５分間処理した粘土を用いて，電動ロクロ（日本電産シンポ㈱RK-3D）で平物（大皿，小皿），碗物（飯碗），筒物（フリーカップ）の４種類を成形し，電気窯（橋本電炉工業㈱HTE-15）

＊　栃木県産業技術センター窯業技術支援センター

を用いて焼成したものを試験用陶器とした。表１に製作条件を，図１に製作した陶器を示す。

表１　食洗機試験用陶器製作条件

| | | |
|---|---|---|
| 形状 | 平物 | 大皿（8寸）、小皿（5寸）※リム付 |
| | 碗物 | 飯碗（4寸：内径12cm、内高5cm） |
| | 筒物 | フリーカップ（内径8cm、内高10cm） |
| 厚み | | 3mm（フチ部分）※釉薬厚み含む |
| 釉薬 | | 並白釉 |
| 焼成条件 | | SK9（1280℃）、酸化 |

※サイズは焼き上がり寸法

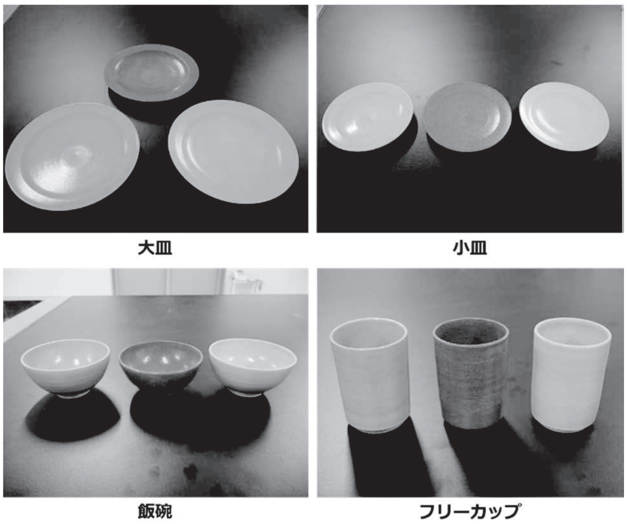



図１　食洗機耐久性試験用陶器
（左から益子水簸土，益子赤土，益子強化土）

### ２．３　繰り返し洗浄試験

２．２で製作した試験用陶器 12 個（粘土３種×形状４種）を業務用食洗機（ホシザキ㈱JWE-400TB3）の専用ラックに配置し（図２），図３に示す手順で 500 回の繰り返し洗浄試験を行った。洗浄した陶器は，目視（1 回ごと）及びフチを指で叩く打音検査（10 回ごと）で状態を確認した。


図２　試験用陶器の配置

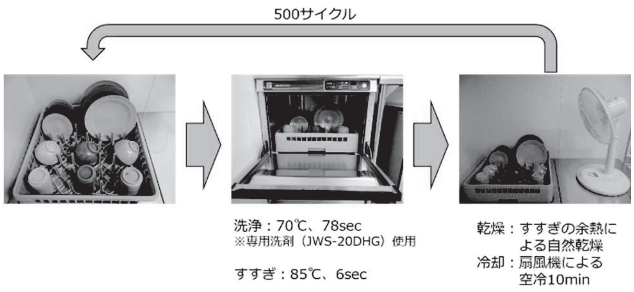



図３　繰り返し洗浄試験フローチャート

## ３　結果及び考察

### ３．１　各種粘土の基礎的物性

### ３．１．１　化学組成及び鉱物組成

使用した粘土について，表２に化学組成，図４に鉱物組成の分析結果を示す。化学組成において，益子赤土に鉄成分が多いこと，鉱物組成において，粘土分を表すカオリナイトのピークが仮焼により消失すること，といったそれぞれの粘土の性質を確認することができた。

表２　粘土の化学組成

| | Components[wt%] | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $SiO_2$ | $Al_2O_3$ | $K_2O$ | $Fe_2O_3$ | $TiO_2$ | MgO | CaO | $SO_3$ | Others | Ig.Loss |
| 益子強化土 | 61.9 | 23.4 | 2.95 | 2.21 | 1.14 | 0.37 | 0.39 | 0.33 | 0.23 | 7.08 |
| 益子水簸土 | 63.5 | 21.2 | 3.49 | 2.88 | 1.28 | 0.52 | 0.47 | 0.49 | 0.11 | 6.06 |
| 益子赤土 | 61.8 | 20.7 | 3.16 | 6.18 | 1.25 | 0.46 | 0.37 | 0.10 | 0.23 | 5.75 |

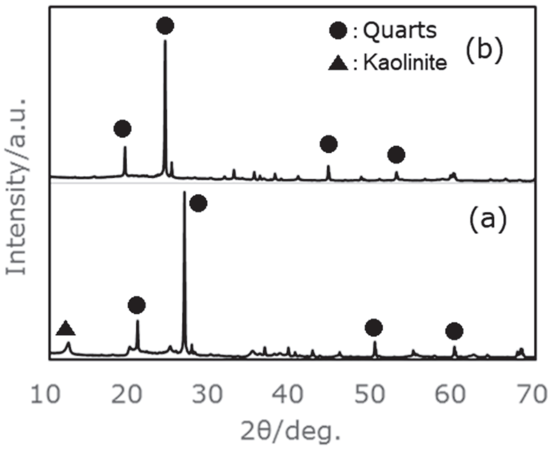



図４　粘土の鉱物組成（益子強化土）
(a)：仮焼前　(b)：仮焼後（1000℃）

### ３．１．２　収縮率，吸水率，曲げ強度

表３に各種粘土の収縮率，吸水率，曲げ強度の結果を示す。

曲げ強度の結果について，当初の想定とは異なり，益子赤土が益子強化土と同等程度の高い値を示した。このことは，益子赤土の粒度が細かいことや鉄成分が多い等の要因により焼締まりが良くなることで，強度が増加し

表３　収縮率，吸水率，曲げ強度

| | 収縮率[%] | 吸水率[%] | 曲げ強度[MPa] | |
|---|---|---|---|---|
| | | | 無釉 | 施釉 |
| 益子強化土 | 12.5 | 2.28 | 33.0 | 29.2 |
| 益子水簸土 | 12.0 | 1.88 | 24.6 | 21.1 |
| 益子赤土 | 12.1 | 1.66 | 31.7 | 30.8 |

たと考えられる。また，施釉試験体の曲げ強度が無釉試験体よりも低い値を示した。一般的に，施釉することで強度が増加すると考えられるが，今回施釉した並白釉は貫入が多く入る釉薬であることから，貫入による影響で強度が低下したと考えられる。

### ３．２　食洗機耐久性評価

２．３に示した方法で食洗機耐久性試験を行った結果,陶器の材料や形状によらず全ての試験用陶器(12 種)において破損は見られず，500 回繰り返し洗浄に対する耐久性を示した。

なお，今回の評価方法は目視及び指での打音検査という人的な手法によるものであった。このような打音検査は，外観検査では判断できない素地内部の亀裂等を判断する簡易的な検査方法として，陶磁器の製造現場で用いられている [2)]。しかしながら，微妙な音の違いを聞き分ける経験が必要であることや定量的な評価が困難であることから，評価の手法について今後検討していく必要があると考えられる。

## ４　おわりに

益子強化土及び県内陶磁器業界でよく使用されている粘土を用いて製作した陶器について，業務用食洗機による耐久性試験を行った。その結果，陶器の材料や形状によらず，全ての陶器において 500 回繰り返し洗浄の耐久性を示した。

ただし，本研究の結果は未使用の陶器という限られた条件のものであり，実際は料理を乗せ，食事をするといった使用を重ねていくにつれて，耐久性が低下する可能性も思慮される。今後は一定期間使用した陶器についても検証していく必要があると考えられる。

## 参考文献

1) 小口武雄ら： ″栃木県工業試験研究機関研究集録 VOL.14″，146-151，(1999)
2) 桑原田聡ら： ″鹿児島県工業技術センター研究報告 No.27″，35-39，(2013)

平成３０（２０１８）年度

栃木県産業技術センター研究報告

第１６号

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

No.16 (2019)

発　行　　令和元（2019）年８月

発行所　　栃木県産業技術センター
〒321-3226　　栃木県宇都宮市ゆいの杜 1-5-20

ＴＥＬ（028）670-3391

ＦＡＸ（028）667-9430

VERY
GOOD
LOCAL
とちぎ