



栃木県元気ニコニコ室長
とちまるくん

ISSN 1349-2608
No. 17 (2020)

令和元（2019）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）

- バレル工具による高効率仕上げ加工技術の開発(航空宇宙分野) 1
- デジタルものづくり技術を活用した特殊工具ホルダの試作(航空宇宙分野) 7
- 新規酒造好適米「夢ささら」を用いた清酒製造技術の確立(フードバレーとちぎ) 11

II 共同研究（実施：5テーマ）

- 高硬度鉄めっき砥石の開発 15
- 電子ビーム蒸着法による可視光応答型酸化チタン光触媒膜の作製 19
- ビューファイバーのレトルト加工条件の確立 23

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：1テーマ）

- A I 導入に向けたデータ収集システムプロトタイプの開発 27

V 経常研究（実施：7テーマ）

● 残留応力の低減を目的とした金属3Dプリンタ造形条件の検討	31
● ファインバブル水を用いた脱脂洗浄の検討	36
● CrN膜の内部応力が膜物性に及ぼす影響	42
● 県産いちごを用いた日本酒ベース発泡性リキュールの開発	45
● 解し織のためのインクジェットプリンタによる経糸捺染技術の開発	49
● 結城紬における縫取り技法を使った多色デザインの開発	53
● 食洗機耐久性における陶器の厚さと強度に関する研究	58

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

- Development of High Efficiency Finish Processing Technology Using
a Barrel Tool 1
- Trial Production of Special Tool Holders Utilizing Digital Manufacturing
Technology 7
- Establishment of Sake Brewing Technology Using
the New Rice “Yumesasara” 11

II Cooperative Research

- Application of Fe Plating to Grinding Wheel 15
- Preparation of Visible Light Responsive TiO₂ Films by an Electron-Beam
Evaporation Method 19
- Establishment of Retorting Process Conditions for Beau Fiber 23

III Contract Research

IV Selected Research

- Development of Data Collection System Prototype for
Utilizing Neural Network 27

V Ordinary Research

- Examination of Build Parameter Conditions for Metal 3D Printer to Reduce
Residual Stress 31
- Study on Degreasing by Fine Bubble Water 36
- Effect of Internal Stress on Properties of CrN Film 42
- Development of Sake-based Sparkling Liqueur Using Strawberries from
Tochigi Prefecture 45
- Development of Warp Printing Method by Textile Digital Printing for
HOGUSHI-ORI 49
- Development of Multicolor Design Using Embroidery Technique in
Yukitsumugi 53
- Effect of the Pottery Thickness on Impact Strength and
Dishwasher-Durability 58

I 重点共同研究

Selected Cooperative Research

重点共同研究（航空宇宙分野）

バレル工具による高効率仕上げ加工技術の開発

五月女 英平* 近藤 弘康* 伊藤 健**

Development of High Efficiency Finish Processing Technology
Using a Barrel Tool

SOTOME Hidehira, KONDO Hiroyasu and ITO Ken

航空機に用いられる析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH は、高硬度と高靱性を併せ持つため、切削加工において工具損傷が発生しやすく高効率加工が難しい。本研究では、工具径よりも側面刃の曲率半径が大きいバレル工具を用い、15-5PH の仕上げ加工時間の短縮を試み、加工面について評価した。その結果、バレル工具の切削加工では、チルト角の変更により加工位置が側面刃の中央から根元方向で加工すると良好な表面粗さが得られることがわかった。さらに、バレル工具は、ボールエンドミルによる加工の 50% 以下の時間で仕上げ加工が可能であり、加工面の表面粗さや形状誤差が一般的な航空機部品の要求基準を満たすことができ、航空機部品の高効率仕上げ加工に有効なことがわかった。

Key Words：切削加工, バレル工具, 析出硬化系ステンレス鋼, 工具摩耗

1 はじめに

航空機部品の製造においては、加工コストの安い海外企業の参入等により、技術革新を含めた価格競争力の確保が必要となっている。航空機の高揚力装置であるフラップ部品や金具等に使用されている析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH は、 $C < 0.07\%$, $Ni 4.5\%$, $Cr 15\%$, $Cu 3.5\%$ を主成分とし、耐食性に優れ、熱処理で強度を向上させる材料である¹⁾。析出硬化系ステンレス鋼は、高硬度と高靱性を併せ持つため、切削速度を低く抑える必要があることに加え、工具寿命が短くなる切削加工上の課題があり²⁾、高効率加工による加工コスト低減が難しい。

近年、同時 5 軸加工が必要なタービンブレード等の曲面形状を有する航空機部品の加工現場では、バレル工具が使われはじめている。バレル工具は工具径よりも側面刃の曲率半径 R が大きいため、従来使用されているボールエンドミルと同じ理論表面粗さで加工する場合、ピックフィード（加工間隔）を大きくすることができ³⁾、加工時間を短縮することが可能である。しかし、バレル工具の加工事例が少ないため、加工条件と加工面品質との関係や、どのような曲面形状の加工に適しているかが明らかとなっていない。

そこで本研究では、高効率加工による加工コストの低減を目的とし、5 軸マシニングセンタを用いてバレル工具の有効性を検証した。まず、バレル工具のチルト角が加工面品質に与える影響を検討した。次に、工具摩耗

実験により、工具の摩耗と加工面品質を評価した。さらに、バレル工具に適した曲面形状を検討し、曲面形状を有する航空機部品の模擬品の加工を行って加工面品質を評価した。

2 研究の方法

2. 1 チルト角と表面粗さ

工具の進行方向に対して直角方向であるチルト角に着目し、チルト角が加工面品質に与える影響を検討した。5 軸加工におけるチルト角を図 1 に示す。被削材は $20\text{mm} \times 90\text{mm} \times 20\text{mm}$ の析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH とした。切削加工実験には 5 軸マシニングセンタ (DMG 森精機 DMF180) を用い、工具は刃先交換式の 2 枚刃のバレル工具 (三菱日立ツール ZDHW200-T43R2-50) とした。加工機及び工具の仕様を表 1 及び表 2 に示す。工具の傾斜角であるチルト角の影響を検討するため、傾斜角度を -52.49° から -59.24° の 3 水準に設定した。実験の外観を図 2、チルト角変更時の実験条件を表 3 に示す。なお、本実験で使用した工具は、加工位置（接触位置）で工具径が変わることから、加工位置での切削速度が一定になるように回転数を変更した。

加工面の表面粗さの測定は、触針式表面粗さ測定機（テラーホブソン PGI840）及び白色干渉計（テラーホブソン CCIMP）を用い、場所を変えて 3 回測定し、その平均を測定値とした。

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 株式会社栃澤金型製作所

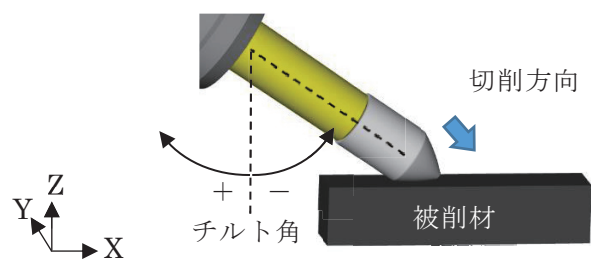


図1 チルト角について

表1 5軸マシニングセンタの主な仕様

型式	DMG 森精機 DMF180
軸構成	同時5軸 (X軸, Y軸, Z軸, B軸, C軸)
最高回転数	15,000min ⁻¹
最大切削送り速度	40m/min
切削液吐出圧	スピンドルスルー4MPa

表2 バレル工具の仕様

	形状等	テーパバレル 側面 R50, 先端 R2 三菱日立ツール ZDHW200-T43R2-50
	工具径[mm]	20
	刃数	2枚
	材質	超硬
	コーティング	PN215



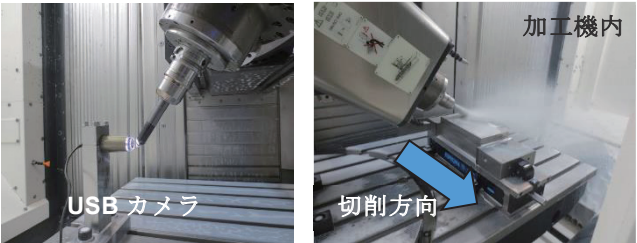
図2 実験外観

表3 チルト角変更の実験条件

チルト角 [°] (回転数[min^{-1}], 送り速度[mm/min])	-52.49 (5536, 1771) -55.93 (4042, 1293) -59.24 (3244, 1038) ※切削速度 160[m/min] 1 刃あたりの送り量 0.16[mm/tooth]
ピックフィード[mm]	2.0 (理論表面粗さ 10 μm)
切込み[mm]	0.1
切削液	水溶性切削液
工具突き出し長さ[mm]	100 (L/D=5)
削りの向き	下向き削り(ダウンカット)

2.2 工具摩耗実験

バレル工具の工具寿命, 異常摩耗の有無及び加工面品質の推移を観察するため, 工具摩耗実験を行った。実験の外観を図3に示す。5 軸マシニングセンタとバレル工具を用いて, 加工機内に被削材(析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH 250mm×125mm×90mm)を配置し, 一定距離加工後, 工具刃先を USB マイクロスコープにより撮影した。逃げ面摩耗量は, 2 枚刃の逃げ面摩耗量の平均値とした。さらに, 加工面品質として表面粗さの推移を観察した。一定距離加工後, 析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH の試験片(20mm×90mm×20mm)を加工し, 触針式表面粗さ測定機で加工面の表面粗さを測定した。表面粗さの測定は, 場所を変えて 3 回測定し, その平均を測定値とした。実験条件を表4に示す。



(a) 刃先観察 (b) 加工実験

図3 工具摩耗実験外観

表4 工具摩耗の実験条件

チルト角 [°] (回転数[min^{-1}], 送り速度[mm/min])	-52.49 (5536, 1771) -55.93 (4042, 1293)
ピックフィード[mm]	2.0 (理論表面粗さ 10 μm)
切込み[mm]	0.1
切削液	水溶性切削液
工具突き出し長さ[mm]	100 (L/D=5)
削りの向き	下向き削り(ダウンカット)

2.3 曲面形状の切削加工実験

バレル工具で曲面形状を切削加工した時の加工面品質を評価するため, 曲面形状の切削加工実験を行った。5 軸マシニングセンタとバレル工具を用い, 加工機内に被削材(析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH ϕ 76.2mm×50mm)を配置し, 曲率半径 R50, R100, R1000 の形状を加工した。ツールパスは, CAD/CAM(hyperMILL OPENMIND)を使用し, 加工面の面に沿って工具の接触位置が常に一定となる加工(タンジェント加工)で, スパイラル状のパスを作成した。また, 加工時間の比較のため, ϕ 12mm のボールエンドミル R6(三菱マテリアル VF-4MB)もバレル工具と同様にタンジェント加工でツールパスを作成した。ピックアップ

ィードは理論表面粗さ $10\mu\text{m}$ の表面粗さになるように設定した。各曲率の加工物形状寸法及び R50 の形状加工のツールパスの比較を図 4 に示し、実験条件を表 5 に示す。

加工面の表面粗さの測定は、触針式表面粗さ測定機で測定した。表面粗さの測定は、場所を変えて 3 回測定し、その平均を測定値とした。形状誤差については、三次元座標測定機（ミットヨ LEGEX9106）で形状を測定し、加工面の削り残しが正の値を＋とし、狙い値からの最大差で評価した。

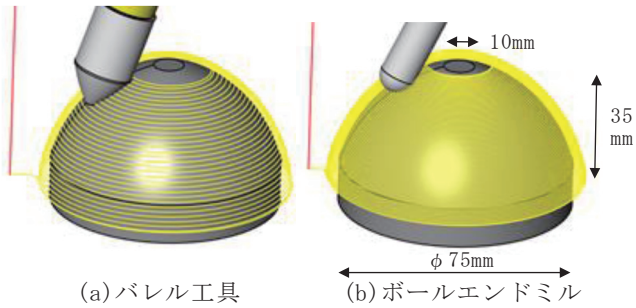


図 4 加工物形状及び R50 のツールパスの比較

表 5 曲面形状加工の実験条件

工具	バレル工具	ボールエンドミル
	2 枚刃 R50	4 枚刃 R6
回転数[min^{-1}] (切削速度 [m/min])	4047 (160)	4000 (150)
送り速度[mm/min] (1 刃当たりの送り 量[mm/tooth])	1295 (0.16)	1280 (0.08)
工具と加工面との 角度[$^{\circ}$]	34.07 (チルト角 -55.93° 相当)	30.00
ピックフィード [mm]	1.41 (R50)	0.65 (R50)
	1.63 (R100)	0.67 (R100)
	1.95 (R1000)	0.69 (R1000)
切込み[mm]	0.1	
切削液	水溶性切削液	
工具突き出し長さ [mm]	100 ($L/D=5$)	50 ($L/D=4.2$)
削りの向き	下向き削り(ダウンカット)	

2. 4 航空機部品（試作）による切削加工実験

5 軸マシニングセンタとバレル工具及びボールエンドミルを用いて実製品を切削加工した時の加工面品質を評価するため、航空機部品を模した試作品の切削加工実験を行った。複数の曲率半径を有する航空機部品（試作）の形状を想定し、R6、R20 及び R2400 の各曲面を切削加工

した。被削材は製品と同じ析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH とし、切削加工実験には 5 軸マシニングセンタ（牧野フライス a61nx-5E）を用いた。ツールパスは、タンジェント加工で加工面の面沿いに加工するように CAD/CAM を使用して作成した。実験条件は、曲面形状加工に準じて設定した。

加工面の表面粗さは、触針式表面粗さ測定機で測定した。形状誤差については、三次元座標測定機（ミットヨ Bright Apex）で形状を測定し、加工面の削り残しが正の値を＋とし、狙い値からの最大差で評価した。

3 結果及び考察

3. 1 チルト角と表面粗さ

バレル工具のチルト角を変更させて加工した試験片を図 5 に示す。触針式表面粗さ測定機を用いて切削方向に対して直角方向の表面粗さを測定した。表面粗さとチルト角の関係を図 6 に示す。この結果、ピックフィード 2mm で加工した場合、航空機業界における切削加工部品の表面粗さの標準値 $12.5\mu\text{m}$ に収まるが、チルト角の違いにより、 $10.3\mu\text{m}$ ～ $11.6\mu\text{m}$ と差が生じた。このうちチルト角 -55.93° （側面刃中央付近）及びチルト角 -59.24° （側面刃根元付近）で加工した場合に、表面粗さ $10.3\mu\text{m}$ 以下となり、理論表面粗さに近い良好な加工面品質を得られることがわかった。一方、チルト角 -52.49° （側面刃先端付近）での加工は、表面粗さが $11.6\mu\text{m}$ と大きくなった。



図 5 表面粗さ測定試験片

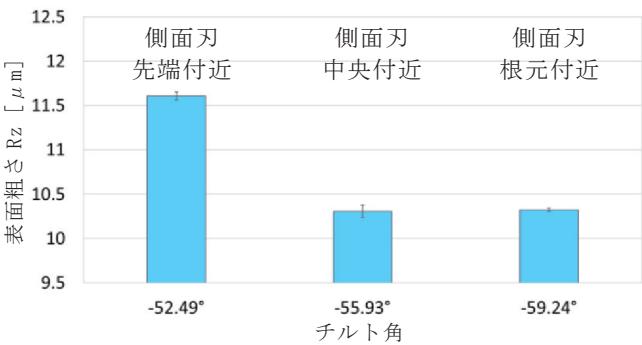


図 6 表面粗さとチルト角の関係

チルト角の違いにより表面粗さが変化したため、白色干渉計を用いて切削方向の加工面形状の比較を行った。表面粗さが一番大きいチルト角 -52.49° （側面刃先端付

近)及び一番小さいチルト角-55.93°(側面刃中央付近)で加工したときの加工面を白色干渉計で測定した結果を図7に示す。加工面の切込み深さを比較すると、チルト角-55.93°(側面刃中央付近)の加工では切込み深さがほぼ一定だったのに対し、チルト角-52.49°(側面刃先端付近)での加工では切込み深さにばらつきがあった。白色干渉計の測定結果から切削方向の粗さ曲線を算出した結果を図8に示す。工具先端に近い加工位置である図8(a)チルト角-52.49°(側面刃先端付近)の加工での切削方向の粗さ曲線の山の間隔は0.32mmであり、一刃送り0.16mm/toothに対して間隔が2倍になっていた。このことから、チルト角-52.49°(側面刃先端付近)での加工では、最終的な仕上げ面は2枚刃のうちどちらか一方の切れ刃で創成されたことがわかる。また、図8(b)チルト角-55.93°(側面刃中央付近)の加工での切削方向の粗さ曲線には、2.4~4.0mmの範囲では0.17mmの間隔で変化していることから、2枚の切れ刃が加工に関与していることがわかる。2枚刃のボールエンドミルで加工した際に、工具の振れにより片方の切れ刃だけで仕上げ面が創成されている報告³⁾があることから、今回の結果についても表面粗さの違いは工具の振れによるものと推測できる。

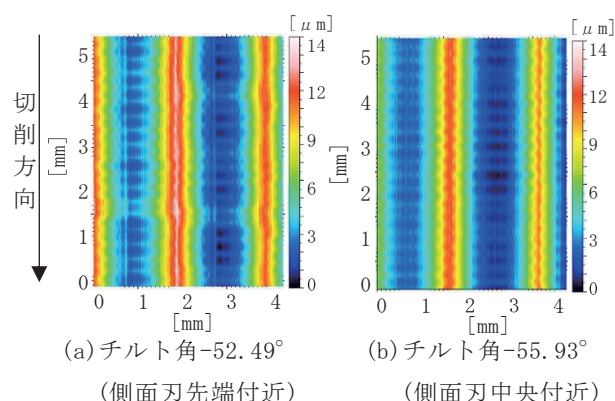


図7 白色干渉計による加工面の測定結果

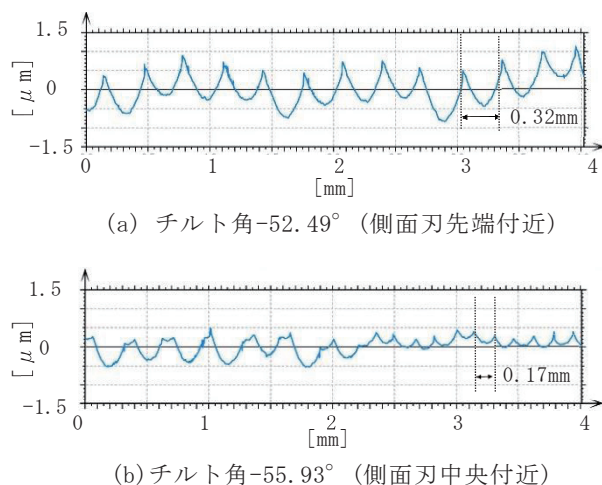


図8 切削方向の粗さ曲線測定結果

切削抵抗Fが、エンドミルの刃先のみに一方向から作用すると仮定したときの、エンドミルのたわみ量の計算式⁴⁾を式1に示す。工具のたわみ量は、突き出し長さの3乗に比例し、外径の4乗に反比例する。

$$\delta = \frac{64 \times F \times L^3}{3 \times \pi \times D^4 \times E} \cdots \text{式1}$$

δ：エンドミルのたわみ量[mm] F：切削抵抗[N]
L：突き出し長さ[mm] D：エンドミル外径[mm]
E：ヤング率[MPa または N/mm²]

使用したバレル工具をチルト角-52.49°(側面刃先端付近)及びチルト角-55.93°(側面刃中央付近)での加工時の各接点までの工具の突き出し長さをそれぞれ95.98mm及び93.58mm、ヤング率を620GPa、切削抵抗を160Nの超鋼ソリッドエンドミルと仮定して、たわみ量を計算すると、チルト角-52.49°(側面刃先端付近)での加工では9.7μm、チルト角-55.93°(側面刃中央付近)での加工では9.0μmとなる。チルト角-52.49°(側面刃先端付近)での加工はチルト角-55.93°(側面刃中央付近)での加工に比べて、たわみ量が8%と大きい。工具がたわむと寸法精度や仕上げ面粗さが悪化することが知られており⁴⁾、バレル工具の先端に近い加工位置で加工した時の表面粗さが大きくなるのは、先端ほどたわみや振れが大きくなることによるものと考えられる。

3. 2 工具摩耗実験

チルト角-55.93°(側面刃中央付近)及びチルト角-52.49°(側面刃先端付近)で工具摩耗実験を行った。各切削距離における工具の側面刃の逃げ面摩耗の観察結果を図9に示す。各チルト角で切削距離が長くなるにつれて逃げ面摩耗量が大きくなり、切削距離510mm程度から工具のすくい面に剥離が生じ始めた。一般的に、工具摩耗が進行すると切れ刃の先端が鈍化するため、切削状態の円滑性が失われてくる。この結果、切屑が切れ刃に付着する凝着が発生し、工具が回転して被削材に切り込む際に、加工硬化した切屑を噛み込み、すくい面が損傷したと考えられる。すくい面の損傷の状態は、チルト角-55.93°(側面刃中央付近)よりもチルト角-52.49°(側面刃先端付近)での加工の方が大きい傾向にあった。

次に工具の逃げ面摩耗量と切削距離の関係を図10に示す。摩耗実験開始から45mm程度まで、逃げ面摩耗量が急増する初期摩耗が進行した。その後、摩耗量がほぼ一定の割合で増加する定常摩耗が進行し、675mm付近から急激に摩耗が進行する終期摩耗を示した。チルト角-55.93°(側面刃中央付近)よりもチルト角-52.49°(側面刃先端付近)の方が、全体的に逃げ面摩耗量が大きい傾

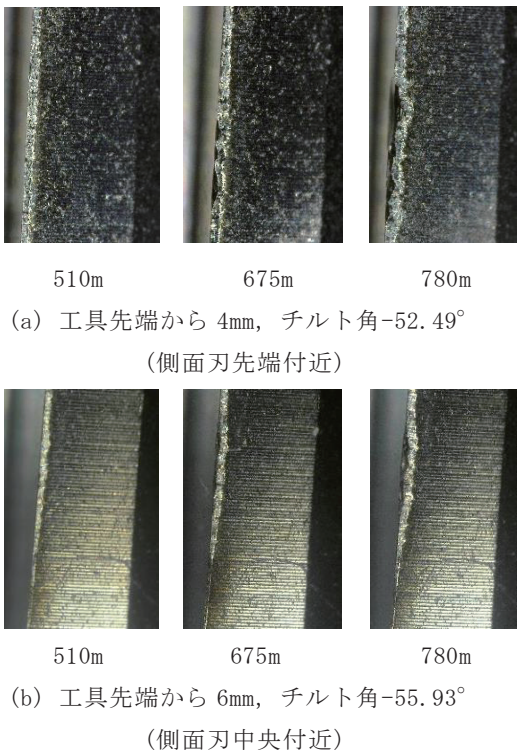


図9 工具の側面刃の逃げ面摩耗の観察結果

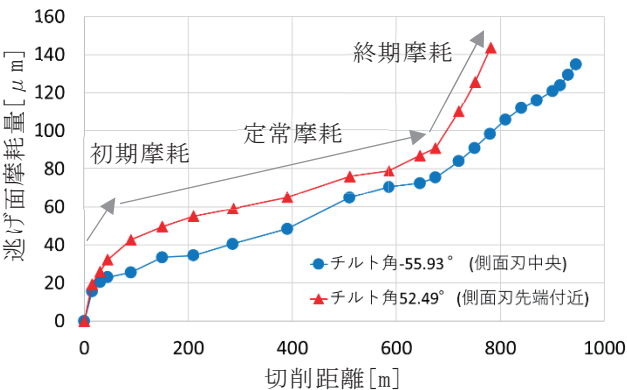


図10 逃げ面摩耗量と切削距離

向にあり、終期摩耗での逃げ面摩耗量の増加量が大きかった。

チルト角-55.93°（側面刃中央付近）における切削距離毎の加工面の表面粗さ測定結果を図11に示す。工具摩耗実験前の切削距離0mで表面粗さRzが10.3μm、定常摩耗領域の切削距離555mで工具摩耗の影響によりRzが6.7μmと小さくなった。終期摩耗領域の切削距離945mで、加工面の一部に大きな削り残しが発生し、Rzが10.7μmとなり切削距離0mよりも大きな表面粗さとなった。

3.3 曲面形状の切削加工実験

バレル工具とボールエンドミルを用いた加工結果を表6に、曲面形状加工物外観を図12に示す。理論表面粗さを10μmとして加工する場合、表6に示すとおり、バレル工具もボールエンドミルも曲率が小さくなるほどピック

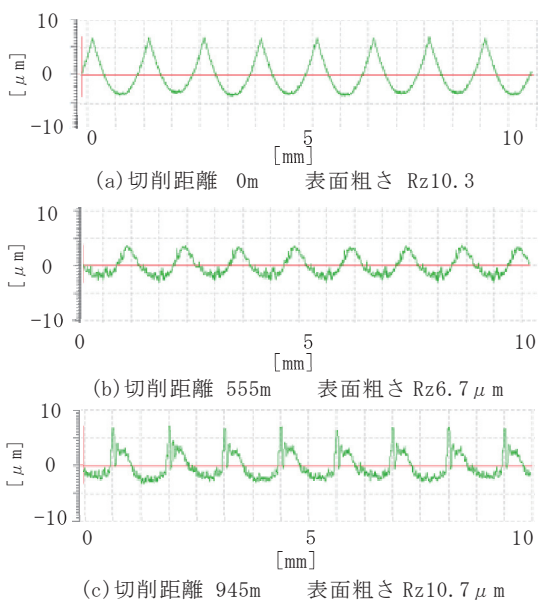


図11 粗さ曲線及び表面粗さ測定結果

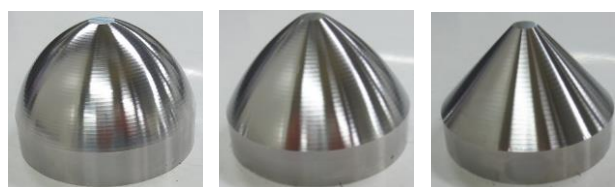
フィードを小さくする必要がある。バレル工具はボールエンドミルに比べ、曲率の影響を受けやすく、R50での加工において、ボールエンドミルは平面加工のピックフィードの94%であったが、バレル工具のそれは71%となった。その一方、今回の各曲率形状の加工において、バレル工具は、ボールエンドミルに対し、ピックフィードで2.2～2.8倍、加工時間で40～50%の高効率加工が可能であった。

また、加工面の表面粗さ及び形状誤差はそれぞれ11.7μm以下、+40μm以下で、いずれも航空機業界における表面粗さの標準値12.5μm及び形状精度±0.2mm¹⁾を満たしていた。

表6 曲面形状の加工結果

加工形状	R50	R100	R1000
ピックフィード[mm]	1.41 (0.65)	1.63 (0.67)	1.95 (0.69)
ボールエンドミルの ピックフィードとの比	2.2	2.4	2.8
平面加工における ピックフィードとの比 [%]	71 (94)	82 (97)	98 (100)
加工時間	5分51秒 (11分37秒)	4分47秒 (10分25秒)	3分52秒 (9分42秒)
ボールエンドミルの 加工時間との比 [%]	50	46	40
表面粗さRz [μm]	11.2 (11.5)	11.7 (12.0)	10.7 (12.4)
形状誤差 [μm]	+34	+33	+40

※カッコ内はボールエンドミルの値



(a) R50 (b) R100 (c) R1000

図 12 曲面形状加工物外観(バレル工具)

3. 4 航空機部品（試作）による切削加工実験

R6, R20 及び R2400 の曲率半径を有する航空機部品を模した形状(析出硬化系ステンレス鋼 15-5PH 300mm×50mm×150mm)を, バレル工具及びボールエンドミルにより切削加工した。バレル工具による加工面外観の一部を図 13 に示す。ボールエンドミル R6 とバレル工具を用いた仕上げ加工時間を比較した結果, バレル工具を用いた加工時間は 50%以下となった。表面粗さは図 13(a) R6 の曲面形状部分で最大 $12.5\mu\text{m}$ となり, 形状誤差は各曲面形状で $+40\mu\text{m}$ 以下となった。この結果, 航空機業界における表面粗さの標準値 $12.5\mu\text{m}$ 及び形状精度 $\pm 0.2\text{mm}$ を満たし, バレル工具は従来工具の加工時間の 50%以下で加工することができ, 緩やかな曲面形状を有する航空機部品の加工に有効であることが明らかとなった。



(a) R6

(b) R20



(c) R2400

図 13 加工面外観

4 おわりに

バレル工具による高効率仕上げ加工の有効性を検証した結果, 次の結論を得た。

- (1) チルト角を変更した時に, 同じ切削速度, 一刀あたり送り量で加工すると, 側面刃の刃先付近で加工するよりも, 中央から根元付近で加工した方が, 理論表面粗さに近い表面粗さで加工できる。
- (2) 工具の逃げ面摩耗量は, 刃の摩耗が急激に上昇する初期摩耗, 刃の摩耗割合がほぼ一定の定常摩耗, 刃の摩耗が急激に上昇する終期摩耗の 3 段階で摩耗が進行した。また, 摩耗実験前の表面粗さと摩耗実験中の加工面の表面粗さを比較すると, 定常摩耗領域で表面粗さは小さくなり, 終期摩耗領域で表面粗さは大きくなる。
- (3) 曲率半径 R50, R100, R1000 の曲面形状加工を行い, 表面粗さ $11.7\mu\text{m}$ 以下, 形状誤差 $+40\mu\text{m}$ 以下で加工することができた。バレル工具で高効率加工を行うためには, 加工面の曲率半径が大きい箇所に適用すると効果的である。
- (4) 異なる曲率半径を有する航空機部品を模した形状の切削加工実験を行い, バレル工具の仕上げ加工時間は, ボールエンドミルの 50%以下となった。バレル工具の加工面を評価した結果, 表面粗さ $12.5\mu\text{m}$ 以下, 形状誤差 $+40\mu\text{m}$ 以下となり, バレル工具による切削加工は, 航空機部品の一般的な要求基準を満たす加工が可能であり, 高効率仕上げ加工に有効なことがわかった。

謝 辞

本研究の遂行に当たり, 御助言を頂いた東京農工大学教授 笹原 弘之氏に感謝の意を表する。

参考文献

- 1) 社団法人日本航空宇宙学会: “第 3 版航空宇宙工学便覧”, 丸善, (2005)
- 2) 神崎 昌郎, 島田 駿貴: “砥粒加工学会誌”, vol. 59 No. 12, 711-716, (2015)
- 3) 越井 亮一, 笹原 弘之, 遠藤 健: “第 25 回 精密工学会 学生会員卒業研究発表講演会論文集”, (2018), 102-102
- 4) 澤 武一: “目で見てわかるエンドミルの選び方・使い方”, 日刊工業新聞社, (2012)

重点共同研究（航空宇宙分野）

デジタルものづくり技術を活用した特殊工具ホルダの試作

高岩 徳寿* 荒井 辰也* 内藤 恭平* 森 千尋** 星 豊仁**

Trial Production of Special Tool Holders Utilizing Digital Manufacturing Technology
TAKAIWA Norihisa, ARAI Tatsuya, NAITO Kyohei, MORI Chihiro and HOSHI Toyohito

旋削加工において、段取り替えを省略し生産性を向上させる目的や、段取り替えによる軸ずれ等の加工精度の低下を防ぐ目的で、特殊工具を用いて加工をすることがある。本研究では、旋削加工における裏面加工のための特殊工具を CAD、CAE、3D プリンタ（金属積層造形）等のデジタルものづくり機器を活用して試作し、実験により加工面性状の改善や生産性向上について検討した。3D プリンタで作製した特殊工具を使うことで、チップの刃先摩耗が低減し、表面粗さ(Rz)が 32%改善し、さらにチップ交換周期の延長や高効率加工が可能となり生産性が向上することを確認した。

Key words: 3D プリンタ、金属積層造形、旋削、バイト、特殊工具

1 はじめに

近年、大量生産品やライフサイクルの長い製品は、コスト削減を図るために大手企業が内製化を進めるとともに、生産拠点を海外移転が行われてきた。その一方で、中小企業の生産は多品種少量が中心となってきた上、ライフサイクルが短い製品の割合が多くなってきている^{1)・2)}。そうした状況の中、中小企業においては多品種少量生産品を効率よく生産するため様々な工夫をしている。

旋削加工において、ドーナツ状の製品の両面を加工する場合、表面を加工した後にワークをチャックから外し反転して再度チャッキングしてから裏面を加工する。その場合、段取り替えに時間と人手がかかり、さらに中心軸がずれたり傾いたりする原因となり加工精度が落ちることが問題となる。これを防ぐために L 字型の特殊工具を使うなど、表面加工後に段取り替えを行わずに裏面加工を行う方法がある。しかしながら、特殊工具を外注で作製するのは納期やコストが課題となり、また工具形状は各社のノウハウとして公開されていない。このため、三益工業(株)では図 1 のような特殊工具を自作して対応している。当工具は 2 本の部品を溶接したものであり、剛性が低く負荷の高い加工を行うことが難しい。また裏面加工をする場合は、加工液が届かないため、チップの刃先冷却ができず工具摩耗が激しいことが問題となる。

本研究では、既存の工具に比べて十分な剛性を持ち、刃先冷却が可能となるよう切削液が通る配管を内蔵した旋削加工における裏面加工のための特殊工具を、CAD、CAE、3D プリンタ（金属積層造形）等のデジタルものづくり機

器を活用して試作し、加工面性状の改善や生産性の向上について検討した。



図 1 自作の特殊工具

2 研究の方法

2. 1 工具形状の設計・モデリング・CAE

3D プリンタで作製する試作工具（以下、試作工具とする）について、加工機への取付け寸法や干渉、3D プリンタで造形可能な寸法や形状、内部配管の経路について検討し、図 2 のとおりの形状とした。また、図 2 を基に CAD（Dassault Systèmes SOLIDWORKS）によって 3D モデリングを実施した。図 1 の現行の自作工具（以下、現行工具とする）についても CAE による剛性比較のため、寸法を測定し 3D モデリングした。それぞれのモデルデータについて、構造解析（Dassault Systèmes SOLIDWORKS Simulation）を実施し、試作工具と現行工具の剛性について確認した。試作工具については材質をマルエージング鋼とし、現行工具の材質は SCM430 として解析した。また、加工試験における条件を送り 0.12mm/rev、切込み 0.17mm、被削材の比切削抵抗を 4500MPa として計算し、工具にかかる切削抵抗は 90N として解析した。

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 三益工業株式会社

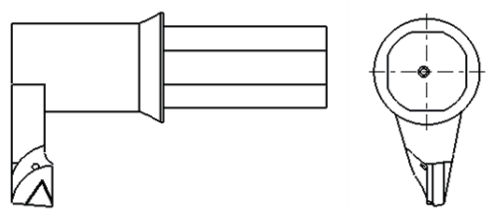


図2 試作工具の形状

2. 2 3D プリンタによる特殊工具の作製

CAD データを基に、図 3 に示す 3D プリンタ（ソディック OPM250L）を用いて試作した。3D プリンタで使用する粉末材料はマルエージング鋼とし、ベースプレートの材質は S45C とした。3D プリンタによるレーザ焼結条件は、レーザスポット径 0.2mm、レーザ出力 420W、走査速度 1400mm/s、走査ピッチ 0.08mm、積層厚さ 0.04mm とした。さらに、切削可能な領域については、レーザ焼結による造形を行うと同時に、3D プリンタ内でボールエンドミルによる切削加工を実施した。作製した試作工具は、三次元座標測定機（ミットヨ LEGEX9106）を用いて、加工試験に用いる加工機とのはめあい部分の寸法を確認した。



図3 3D プリンタ
（ソディック OPM250L）

2. 3 加工試験による加工面性状及びチップ摩耗の評価

それぞれの工具での加工試験は、加工機として図 4 に示す複合旋盤（ヤマザキマザック INTEGREX i300S）を、工具に取り付けるチップとして三角形インサートチップ（タンガロイ TPMT1300304-23 T9125）を用いて実施した。加工対象物として、材質は SCM435H、加工形状は図 5 の通りとし、中心穴から工具を入れ裏面を旋削加工した。さらに、試作工具による加工では、工具の内部配管より加工液（出光興産 ダフニーマーグプラス AM20CX）を 0.7MPa の圧力で吐出させながら加工試験を実施した。



図4 複合旋盤
（ヤマザキマザック INTEGREX i300S）

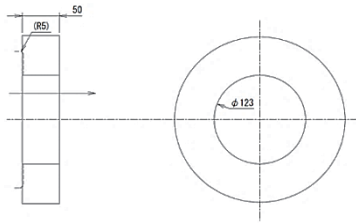


図5 加工対象物の形状

まず、表 1 に示す加工条件（以下、2 パス加工とする）で、それぞれの工具について 1 チップにつき 12 回を 1 セットとし、3 チップ分（3 セット）加工試験を実施した。また、試作工具については、生産性向上が可能か確認するために、表 2 に示す加工条件（以下、1 パス加工とする）で 1 チップにつき 12 回の加工試験を実施した。試験を実施した後の加工面については表面粗さ測定機（ミットヨ CV-3100）を用いて測定した。また、加工試験に使用したチップの摩耗状態は光学顕微鏡（キーエンス VHX-6000）を用いて観察した。

表 1 加工試験条件（2 パス加工）

	周速 (m/min)	送り (mm/rev)	切り込み (mm)
荒加工	120	0.12	0.17
仕上げ	200	0.12	0.03

表 2 加工試験条件（1 パス加工）

周速 (m/min)	送り (mm/rev)	切り込み (mm)
200	0.12	0.20

3 結果及び考察

3. 1 CAE による工具の剛性評価

2.1で作製したCADモデルについて、構造解析を実施した結果を図6に示す。現行工具のミーゼス応力の最大値は36.6MPa、変位の最大値は19.6μmとなった。試作工具のミーゼス応力の最大値は8.5MPa、変位の最大値は6.0μmとなった。試作工具では加工時のミーゼス応力の最大値が1/4以下に、変位の最大値が1/3以下になっており、現行工具に比べ剛性が高くなることが分かった。

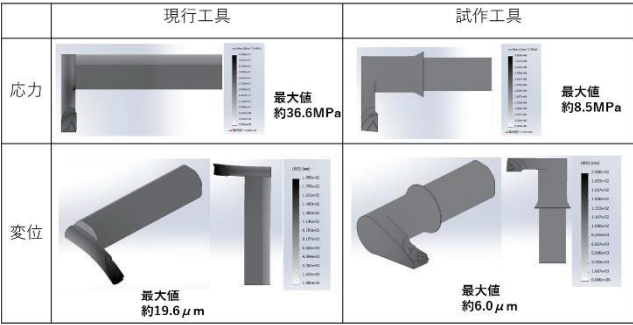


図6 構造解析の結果

3. 2 3D プリンタによる特殊工具の作製

3D プリンタを用いて作製した試作工具を図7に示す。また、ベースプレートから切り離した状態での複合旋盤とのはめあい部分の寸法測定を図8に、寸法測定の結果を表3に示す。3Dプリンタで作製した試作工具は、はめあいの寸法精度を十分満たすことが分かった。



図7 3Dプリンタで作製した試作工具
(ベースプレート切断前)

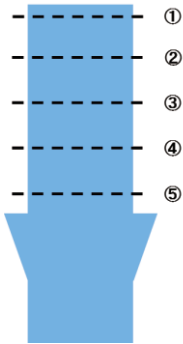


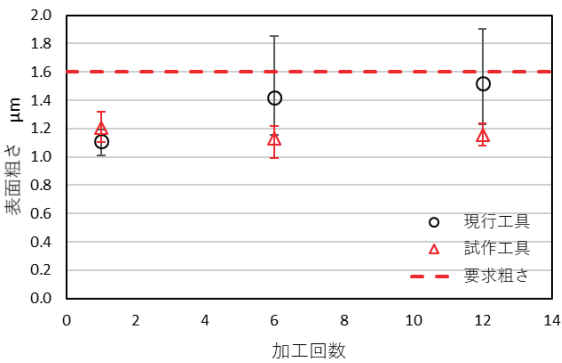
図8 試作工具の寸法測定位置

表3 試作工具のはめあい部の寸法測定結果

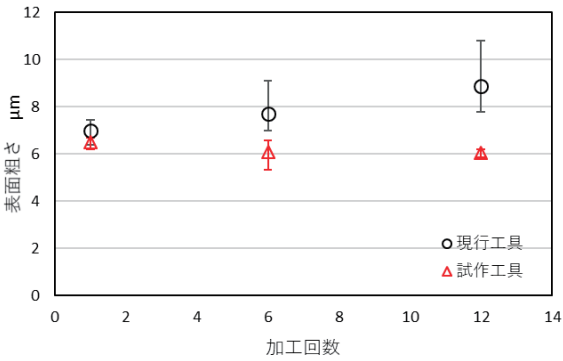
上面からの距離	円の直径 (mm)	平面間距離 (mm)	
① 5mm	39.982	36.983	36.986
② 20mm	39.988	36.986	36.991
③ 35mm	39.986	36.983	36.986
④ 50mm	39.982	36.981	36.988
⑤ 65mm	39.975	36.975	36.978
設計値	40 ⁺⁰ / _{-0.025}	37 ⁺⁰ / _{-0.025}	

3. 3 加工試験による加工面性状及びチップ摩耗の評価

現行工具及び試作工具それぞれにおいて、表1の条件で加工試験を実施した加工面の表面粗さを図9に示す。また、図9(a)中に他の部品とのはめあい部や摺動部で一般的に要求される算術平均粗さ (Ra=1.6μm) の値を示す。現行工具では6回目の加工で大幅に粗さの値が悪くなっているが、試作工具では12回加工しても粗さの値は大きく変化していないことが分かる。また、試作工具を用いることで加工回数を増やしても値のばらつきを抑えることができるため、加工面性状の改善及び安定化が可能であることが分かった。



(a) 算術平均粗さ Ra



(b) 最大高さ Rz

図9 2パス加工での表面粗さ

図 10 に、それぞれの工具で表 1 の条件を 12 回加工した後のチップ刃先の写真を示す（3 チップ分）。試作工具で加工したチップは、現行工具で加工した物に比べ刃先摩耗が軽減されていることが分かる。工具の剛性が上がったことで加工時の振動等が抑えられた影響や、刃先冷却が可能になったことで加工によるチップの温度上昇が抑えられ、さらに加工液の吐出による切りくずの排出性が改善されたことでチップの刃先摩耗が軽減したと考えられる。試作工具を用いることで刃先摩耗が軽減されることから、チップの交換周期を延ばすことが可能であることが分かった。

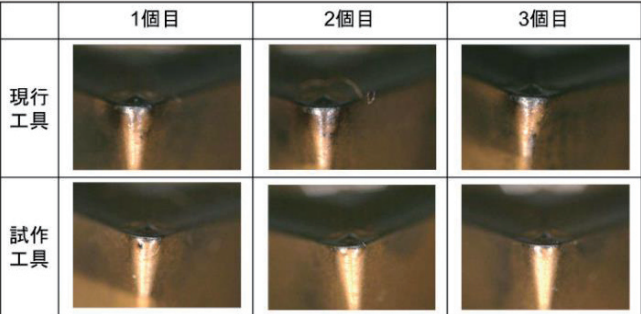
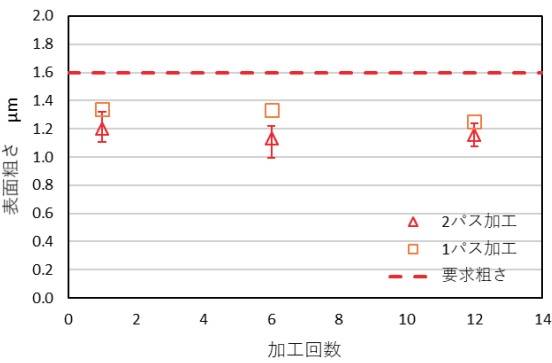
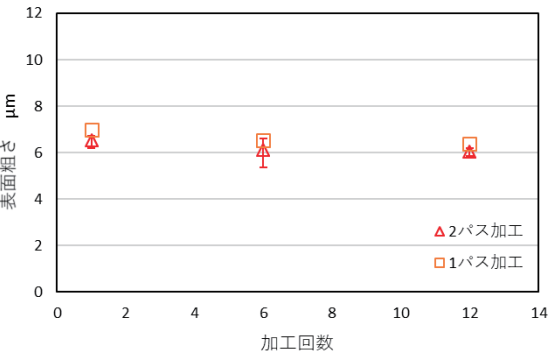


図 10 チップの刃先摩耗

次に、試作工具において表 1 の 2 パス加工と表 2 の 1 パス加工を行った加工面の表面粗さを図 11 に示す。1 パス加工品でも粗さは悪化しておらず、1 パス加工を実施しても問題が無いことが分かった。



(a) 算術平均粗さ Ra



(b) 最大高さ Rz

図 11 試作工具での 2 パス加工と 1 パス加工の表面粗さ

最後に、通常工具で 2 パス加工した場合と、試作工具で 1 パス加工した場合での加工時間と加工単価を試算した結果を表 4 に示す。チップ交換のタイミングは通常工具の 2 パス加工では 6 回加工後、試作工具の 1 パス加工では 12 回後に実施すると仮定した。試作工具で 1 パス加工を行うことで、加工時間および工具費も加味した加工単価は約半分にになり生産性の向上とコストダウンが図れることが分かった。

表 4 加工時間と加工単価

	加工時間	加工単価
通常工具 2 パス加工	2 分 10 秒	337 円
試作工具 1 パス加工	1 分 0 秒	160 円

4 おわりに

デジタルものづくり機器を活用して旋削用特殊工具を作製し、次の結論が得られた。

- (1) 3D プリンタでの作製を前提とした設計をすることで、CAE の結果より加工時に工具にかかるミーゼス応力を 1/4 以下に、変位を 1/3 以下に抑えることができおり、工具の剛性を高くすることが可能である。
- (2) 3D プリンタで作製した試作工具は、加工機へのはめあい公差を満たす寸法精度で作製可能である。
- (3) 同一条件で加工試験をした結果、3D プリンタで作製した試作工具では加工回数を増やしても表面粗さは悪くならず、値のばらつきを低減できることが分かった。
- (4) 同一条件で 12 回加工した後のチップの刃先摩耗の写真より、3D プリンタで作製した試作工具では現行工具に比べて摩耗を抑えられることが分かった。
- (5) 3D プリンタで作製した試作工具で 1 パス加工を実施した結果、12 回加工しても表面粗さは悪くなることはなく、生産性の向上とコストダウンが可能であることが分かった。

参考文献

- 1) 商工総合研究所：“第 9 回中小機械・金属工場の構造変化に関する実態調査”，(2019)
- 2) 中小企業庁：“経営戦略に関する実態調査”，(2002)

重点共同研究（フードバレーとちぎ）

新規酒造好適米「夢ささら」を用いた清酒製造技術の確立

筒井 達也* 佐々木 隆浩* 佐藤 全** 天満屋 徳***

Establishment of Sake Brewing Technology Using the New Rice “Yumesasara”

TSUTSUI Tatsuya, SASAKI Takahiro, SATO Tamotsu and TENMAYA Makoto

新規酒造好適米「夢ささら」を用いた吟醸タイプの清酒製造技術を確立するため、原料米分析や麴の酵素力価を測定するとともに、実地醸造試験により本酒米の特徴把握と製造データの取得を行った。「夢ささら」は「山田錦」と比較すると吸水性や消化性が低く、麴の酵素力価はグルコアミラーゼ、G/A 比が低い特徴が示された。実地醸造試験では種麴に高グルコアミラーゼ生産性菌を使用することで、甘味とフクラミのある酒質となった。「山田錦」や「ひとごち」と比べて、香気成分分析では酢酸イソアミルがやや高く、製成酒のアミノ酸はアルギニン（Arg）が低くなる一方、ロイシン（Leu）やイソロイシン（Ile）といった分岐鎖アミノ酸が高くなる傾向が見られた。

Key Words：夢ささら、酒米分析、清酒製造技術

1 はじめに

「夢ささら」は本県のオリジナル酒造好適米として、H30 年 2 月に出願公表された。倒伏しにくく病気に抵抗性があるという栽培特性に加え、高精白が可能で麴のさばけが良好など醸造特性においても県内酒造メーカーから今後が期待されている。H30BY (BY: 酒造年度) に県内全製造蔵元で商品化されたが、一部から「栽培農家による米質のバラツキが大きい」「酵素力価が低くなる傾向がある」「製成酒にフクラミが乏しい」等の意見が出された。「夢ささら」は製造のデータの蓄積が少なく、各社とも試行錯誤しながら造っているのが現状である。

そこで、本研究では「夢ささら」の特徴を明らかにするとともに、本酒米の特性を活かした吟醸酒製造方法の一助とするため検討を行ったので報告する。

2 研究の方法

2.1 原料米分析

県内 7 農家で栽培された H30 年産の「夢ささら」を用いて、酒米統一分析法¹⁾により、玄米千粒重、無効精米歩合、碎米率、20 分吸水率、120 分吸水率、蒸米吸水率、消化性、及び粗蛋白の分析を行った。比較対照には兵庫県産「山田錦」及び栃木県産「五百万石」を用いた。精米は SATAKE 社製のテストミル (TM05C) を用いた。粗蛋白は住化分析センター SUMIGRAPH (NC-TRINITY) を用いて燃焼法（改良デュマ法）により分析を行った。

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 株式会社井上清吉商店

*** 株式会社虎屋本店

2.2 麴の酵素力価分析

精米歩合 40%（見掛け精米歩合）まで精米した「夢ささら」を用いて製麴を行い、種麴の種類及び酒米品種の違いによる酵素力価を比較検討した。種麴には A, B, C, D の 4 種類を使用し、品種の比較対照として、兵庫県産「山田錦」、栃木県産「ひとごち」、栃木県産「五百万石」を用いた。酵素力価分析にはキッコーマンバイオケミファ(株)社製 α アミラーゼ測定キット及び糖化力分別定量キットを用いた。

2.3 実地醸造試験

実地醸造試験を株式会社井上清吉商店（以後 I 社と表記）及び株式会社虎屋本店（以後 T 社と表記）で行った。精米歩合 40%（見掛け精米歩合）とし、ともに純米大吟醸酒規格とした。麴は 2 社とも主に種麴 A を使用した。仕込配合を表 1、表 2 に示す。麴の酵素力価やろみ経過について、酒質に課題が見られた H28BY との比較を行った。

表 1 仕込配合表 (I 社)

	酒母	添	仲	留	追水	合計
総米 (kg)	38	97	183	282		600
掛米 (kg)	26	72	147	235		480
麴米 (kg)	12	25	36	47		120
汲水 (L)	45	110	220	435	120	930

使用酵母は栃木県酵母、酒母育成方法は普通速醸醗

表 2 仕込配合表 (T 社)

	酒母	添	仲	留	追水	合計
総米 (kg)	24	64	122	190		400
掛米 (kg)	14	46	100	160		320
麴米 (kg)	10	18	22	30		80
汲水 (L)	29	74	155	292	20	570

使用酵母は M-310、酒母育成方法は中温速醸醗

2. 4 製成酒の分析及び官能評価

製成酒の一般成分は国税庁所定分析法²⁾に従い行った。香気成分の定量はガスクロマトグラフ（島津製作所 GC-2010 plus）を用いてヘッドスペース法³⁾により分析した。アミノ酸は高速アミノ酸分析計（日本電子 JLC-500V），有機酸は有機酸分析システム（日本分光 EXTREMA）により分析した。グルコースはグルコースキット（富士フイルム和光純薬 CII-テストワコー）を用いて測定を行った。製成酒（火入済）の官能評価は吟醸酒研究会（H30 年 3 月実施）にてセンター職員及び共同研究者を含む県内酒造技術者計 14 名で行った。製成酒の比較対照には I 社では「ひとごち」，T 社では「山田錦」とした。

3 結果及び考察

3. 1 原料米分析

酒米分析の結果を表 3 に示す。酒造好適米の条件として、粒の大きさを示す千粒重が大きく、精米特性を示す無効精米歩合、砕米率が低いこと、さらに粗蛋白が低く消化性が高いことがあげられる。吟醸用に用いられる高精白米は限定吸水法が用いられるため、吸水性は酒造適性に関する大きな要素となる。

H30 年産「夢ささら」は千粒重が「山田錦」や「五百万石」よりやや小さいものの、無効精米歩合、砕米率が低いことから精米特性が優れていた。吸水率は 20 分と 120 分の差が小さいため、やや吸水し難いことが推察される。「山田錦」よりも消化性(Brix)は低いが消化性(F-N)は同等であった。粗蛋白がやや高いことからもろみでは溶けにくく、製成酒には酒米由来のアミノ酸が多くなりやすいことが示唆された。

表 3 酒米分析結果

分析項目	夢ささら (7 農家平均)	山田錦	五百万石
千粒重 (g)	25.9±0.5	26.9	26.6
無効精米歩合 (%)	1.1±0.7	1.2	1.5
砕米率 (%)	4.2±1.8	4.7	3.7
20 分吸水率 (%)	28.1±0.6	30.0	28.6
120 分吸水率 (%)	28.4±0.8	30.3	28.7
蒸米吸水率 (%)	30.2±0.6	31.2	29.3
消化性 (Brix)	10.3±0.5	11.5	9.3
消化性 (F-N)	0.6±0.1	0.6	0.6
粗蛋白質 (%)	4.1±0.1	3.9	4.4
平均値±標準偏差			

3. 2 麴の酵素力価

種麴の違いによる酵素力価を表 4 に示す。吟醸麴の酵素活性は、α アミラーゼに対するグルコアミラーゼの比率 (G/A 比) を高くする必要がある⁴⁾。酵素力価や G/A

比は概ね種麴の種類によって決まってくるため、本結果より、高い G/A 比を達成するためには種麴 A，種麴 B を使用することが有効であることが分かった。

表 4 種麴の違いによる酵素力価

種麴	使用量 (g/100kg)	グルコアミラーゼ [°] (U/g・麴)	α アミラーゼ [°] (U/g・麴)	G/A 比
A	30	321	783	0.41
B	30	374	933	0.40
C	30	159	884	0.18
D	50	111	834	0.13

酒米品種の違いによる酵素力価を検討した結果を表 5 に示す。種麴は A を使用し、精米歩合は 40%に統一してある。グルコアミラーゼ，α アミラーゼともに「山田錦」より低く，G/A 比も低かった。また，「ひとごち」や「五百万石」と比べるとグルコアミラーゼは同程度であったがα アミラーゼは低く，G/A 比はやや高かった。

表 5 酒米品種の違いによる酵素力価

品種	グルコアミラーゼ [°] (U/g・麴)	α アミラーゼ [°] (U/g・麴)	G/A 比
夢ささら	321	783	0.41
山田錦	403	859	0.47
ひとごち	321	873	0.37
五百万石	317	845	0.37

3. 3 実地醸造試験

3. 3. 1 麴

製麴条件を表 6 に、麴米の平均酵素力価を図 1，図 2 に示す。H28BY と比べて H30BY は，I 社，T 社ともにグルコアミラーゼの酵素力価が向上した。

表 6 製麴条件(平均値)

製麴条件	I 社	T 社
水温 (°C)	6.8	7
洗米・浸漬時間	16 分	11 分 20 秒
吸水率 (%)	32.0	25.0
蒸米吸水率 (%)	44.7	37.0
種付 (°C)	32	35
切り返し (°C)	33	省略
盛 (°C)	33	31
仲 (°C)	40	38
仕舞 (°C)	43	40
出麴 (°C)	42	43
40°C 以上経過時間 (h)	12	17
【参考 H28BY】	【13】	【15】

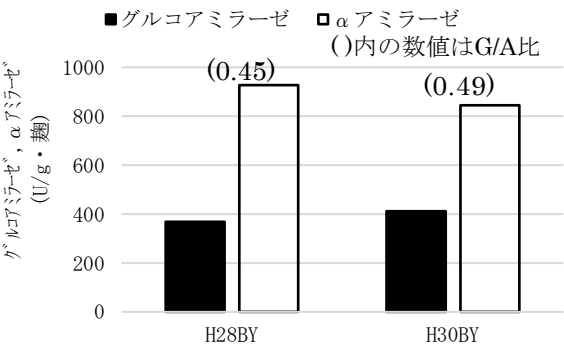


図1 麴の平均酵素力価（I社）

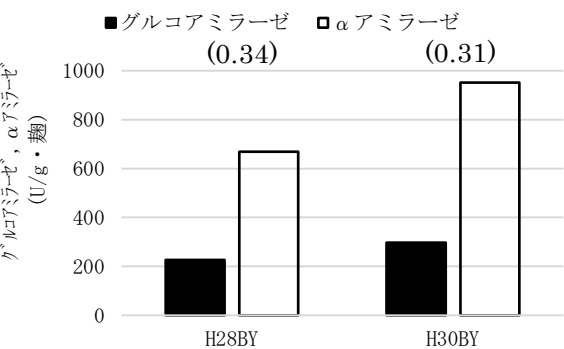
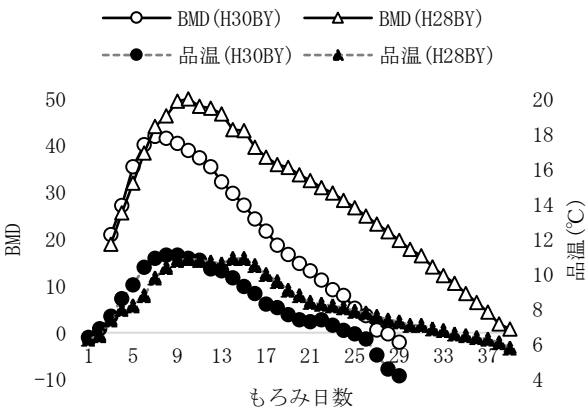


図2 麴の平均酵素力価（T社）

3. 3. 2 もろみ

I 社のもろみ経過を図3に、成分分析及び官能評価の結果を表7に示す。H30BY は掛米吸水率を 28.8%とし、麴の αアミラーゼ酵素力価を抑えた麴を使用するととも



	H30BY	H28BY
もろみ日数	29	39
掛米吸水率(%)	28.8	33.1
最高 Be(日)	7.1(5)	6.4(4)
最高 BMD(日)	42(7)	50(10)
最高温度(℃)	11.1	10.9
汲水歩合(%)留→上槽	135→155	135→165
粕歩合(%)	39	35

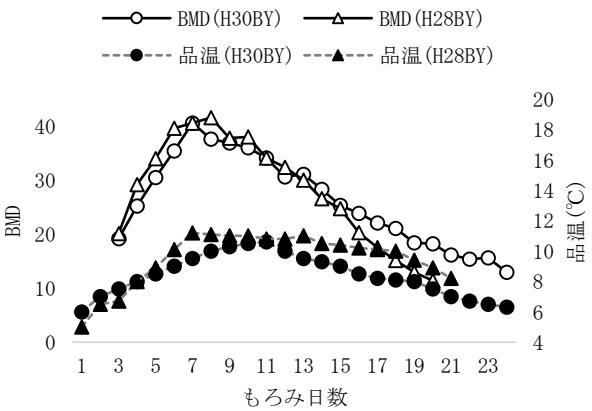
図3 もろみ経過（I社）

表7 成分分析及び官能評価（I社）

	夢ささら (H30BY)	夢ささら (H28BY)	ひとごち (H30BY)
日本酒度	+1	±0	+3.7
アルコール(%)	17.1	17.0	17.9
酸度(ml)	1.3	1.5	1.5
アミノ酸度(ml)	0.7	1.2	0.8
グルコース(%)	2.2	3.3	2.7
酢酸イソアミル (ppm)	2.1	1.4	1.2
カブロン酸エチル (ppm)	4.3	5.8	6.3
官能評価 評点(n=14, 5点法平均)	2.0	2.8	2.6
コメント	フクラミ, 甘味, フト, ハリ, キレ ウスイ, ミルキー	甘味 甘臭, 油臭, 苦渋, ウスイ	エステル香 油臭, 苦渋

に、前急型に誘導する品温経過とした。もろみ日数が 29 日とキレの良い良好なもろみ経過となり、アミノ酸度も H28BY と比較し低くなった。対照の「ひとごち」と比較しバナナ様の香りである酢酸イソアミルの値が高く、甘くフクラミのある酒質となり官能評価では高評価を得た。

T 社のもろみ経過を図4に、成分分析及び官能評価の結果を表8に示す。H30BY は麴の酵素力価を高め、緩やかな品温上昇をすることで、酸度の低減、オフフレーバーの指摘なく、H28BY の欠点が改善された酒質となり高評価を得た。



	H30BY	H28BY
もろみ日数	24	21
掛米吸水率(%)	25	32
最高 Be(日)	6.4(3)	7.3(4)
最高 BMD(日)	41(7)	42(8)
最高温度(℃)	10.6	11.2
汲水歩合(%)留→上槽	138→143	130→138
粕歩合(%)	51	43

図4 もろみ経過（T社）

表 8 成分分析及び官能評価 (T 社)

	夢ささら (H30BY)	夢ささら (H28BY)	山田錦 (H30BY)
日本酒度	-6.1	-5.6	+3.9
アルコール (%)	15.6	16.5	17.6
酸度 (ml)	1.4	1.7	1.3
アミノ酸度 (ml)	1.1	1.0	0.8
グルコース (%)	3.8	2.7	2.9
酢酸イソamil (ppm)	2.3	4.1	2.1
カプロン酸エチル (ppm)	4.8	2.8	4.1
官能評価 評点 (n=14, 5 点法平均)	1.9	2.9	2.3
コメント	まとまる, 甘 味, 味あり やや香り重 い	甘味, ソフト シヤセチル, 酸ウ, 香り重い, 渋	香りバラン ス良, 渋 苦渋

3. 4 製成酒のアミノ酸及び有機酸分析

製成酒のアミノ酸分析の結果を図 5 に示す。「夢ささら」は「ひとごち」や「山田錦」と比較すると苦味系アミノ酸の一種であるアルギニン (Arg) が低い特徴があった。その一方で同じく苦味系アミノ酸であるロイシン (Leu), イソロイシン (Ile) など分岐鎖アミノ酸が高い傾向があり, これら分岐鎖アミノ酸から生成されるイソアミルアルコールが官能評価でも指摘のあった香りの重さに繋がっている可能性がある⁵⁾。その他、酸味系アミノ酸であるアスパラギン酸 (Asp), グルタミン酸 (Glu) がやや高い傾向がみられた。

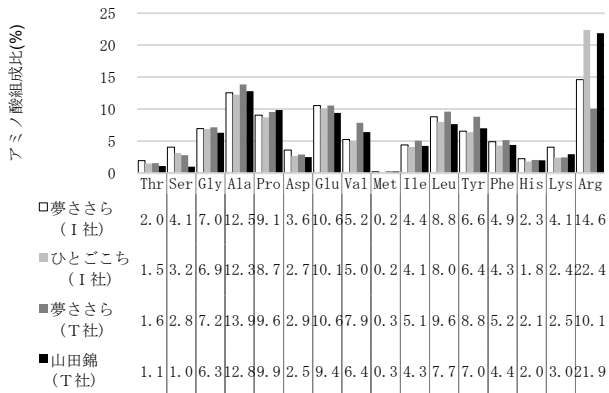


図 5 製成酒のアミノ酸分析 (H30BY)

製成酒の有機酸分析の結果を図 6 に示す。同一蔵元内での比較となるが, 「ひとごち」と比べると全体的に有機酸濃度は低い結果となった。一方「山田錦」と比べると, 全体的に有機酸濃度が高かった。

「夢ささら」の製成酒は酸度の割に酸を感じやすいと言われており, これらの分析はその結果を裏付けた形となる。

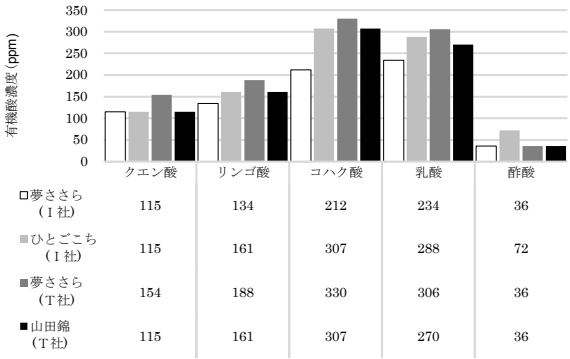


図 6 製成酒の有機酸分析 (H30BY)

4 おわりに

「夢ささら」を用いた吟醸タイプの清酒製造技術確立するため, 原料米や麹の酵素力価を分析するとともに実地醸造試験により本酒米の特徴把握と製造データの取得を行った。「夢ささら」は「山田錦」と比較すると吸水性や消化性 (Brix) が低い特徴があり, 麹の酵素力価はグルコアミラーゼが低く G/A 比も低かった。粗淡白が高いので製成酒のアミノ酸は出やすいと考えられるが, 酵母の自己消化による影響ほど大きくはない。「山田錦」と比べるとやや溶けづらいものの, 高グルコアミラーゼ生産性菌を種麹に使用することで, 甘味とフクラミのある酒質となった。また, 「山田錦」や「ひとごち」と比べて, 製成酒のアミノ酸成分のうちアルギニン (Arg) が低くなる一方, 同じく苦味系アミノ酸であるロイシン (Leu), イソロイシン (Ile) など分岐鎖アミノ酸が高い傾向があり, これら分岐鎖アミノ酸から生成されるイソアミルアルコールが「夢ささら」製成酒の香りの重さに繋がっている可能性がある。また「山田錦」と比較して有機酸の含有量が高く, グルタミン酸やアスパラギン酸といった酸味系アミノ酸の含有量もやや高いことから, 酸味を感じやすい特性を持つと思われる。

参考文献

1) “酒造用原料米全国統一分析法”, 酒米分析会 (1996)
2) “第 4 回改正 国税庁所定分析法注解”, 日本醸造協会 (1993)
3) 吉澤淑: “醸協”, 68, 59, (1973)
4) “清酒製造技術研修講座”, 第 5 巻, 日本酒造組合中央会 (1986)
5) 堤広子: “生物工学会誌”, vol189 No.12, 717-719, (2011)

Ⅱ 共同研究

Cooperative Research

共同研究

高硬度鉄めっき砥石の開発

稲澤 勝史* 江面 篤志* 石川 祥久** 伊藤 伸英***

Application of Fe Plating to Grinding Wheel

INAZAWA Katsufumi, EZURA Atsushi, ISHIKAWA Yoshifusa and ITOH Nobuhide

超合金などの高硬度材料を加工するための鉄めっき砥石を開発することを目的として、鉄めっき浴中の砥粒量を変化させて砥石を作製し、ボロノイ図により砥粒の集中度・分散性を評価した。その結果、集中度100の市販砥石と同等の集中度・分散性を示す砥石が作製可能となった。さらに、開発した砥石と市販のレジンボンド砥石、鋳鉄ボンド砥石の加工性能を比較した結果、市販砥石と同等の除去量を有し、かつ摩耗量の少ない砥石であることが明らかとなった。

Key words: 鉄めっき, 集中度, 分散性, 除去量, 砥石摩耗量

1 はじめに

超合金は、工具や精密ゲージ、精密金型等の高い耐摩耗性及び形状精度が必要な製品に用いられる。これらの製品の仕上げ工程では、精密に成形した砥石を用いた研削加工が必要となるため、成形が容易な樹脂ボンド砥石が用いられることが多い。しかしながら、樹脂ボンド砥石は砥石摩耗が多いため、加工精度の低下及び工具コストの増加などの課題を有している。また、粗加工で用いられるような電着砥石では、工具の成形ができないことに加え、ボンド材が硬く自生作用が少ないため、仕上げ加工への対応は困難である。

これらの課題解決のため、我々は鉄めっきに着目し、砥石への適用を試みた。電気めっきである鉄めっきは、相手材である砥石軸の形状に追従した形成が可能である。このため、砥石の大きさ及び形状等の制約がなく、様々な特殊形状の砥石も作製可能なことから、多種多様のニーズに応えることが可能である。また、熱処理を施さずに700HV程度の硬さを得られることから、砥粒のダイヤモンドへのダメージも抑制できると考えられる。加えて、鉄を主成分とするボンド材であることから、ELID研削¹⁾を用いることで仕上げ加工までの対応が可能となる。鉄めっき砥石加工の進行とともに砥粒層も摩耗するが、砥粒層が無くなった場合でも、砥石軸に再度めっきを施すことで工具として再利用できるため、長期利用ではコスト面でのメリットも考えられる。

以上から本研究では、高硬度鉄めっきにダイヤモンド

を分散することで、超合金用の研削工具を試作し、その加工特性について検討した。砥石の性能向上には砥粒の含有量及び均一分散が重要であるため、めっき条件により砥粒の均一分散を検討し、分散状態の確認及び研削加工を行うことで砥石を評価したので報告する。

2 研究の方法

2.1 集中度・分散性の評価方法

通常の砥石は、砥粒とボンド材を混合し、金型に充填して加圧・焼成（焼結）を経て製造される。ここで、本研究で用いるダイヤモンド砥粒やCBN砥粒は超砥粒と呼ばれ、超砥粒砥石の場合には砥石内における砥粒の密度を集中度で表示する。集中度100は砥石1 mm³に4.4カラット（0.88 g）の超砥粒が含有されていることを意味しており、砥石全体の体積に占める砥粒の体積百分率が25%に相当する。小径砥石の場合には集中度が100程度のものを、大径砥石の場合には75～50のものをを用いることが多い^{2), 3)}。

一方、鉄めっき砥石は電気めっきを用いて作製する。具体的には、鉄イオンを含むめっき浴の中に砥粒を分散させ、電解により陰極側に砥粒を含有しためっき層を形成させることで砥石を作製する。この場合、めっき浴内の砥粒割合どおりにめっきが形成されるわけではないため、前述した集中度が算出できない。また、砥粒は水溶液中で凝集しやすいため、めっきに取り込まれた砥粒について分散状態の確認が重要であり、集中度・分散性を評価する指標が必要となる。

そこで、先行研究⁴⁾を参考にボロノイ図を用いた集中度・分散性の評価を検討した。ボロノイ図とは、平面上

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

** 日本ブレーテック株式会社

*** 茨城大学工学部

に設定された「母点」と呼ばれる複数座標をもとに、どの母点に最も近いことによって平面上の座標空間を分割（＝ボロノイ分割）することで作成される図のことである⁵⁾。図1にボロノイ図の概要を示す。ボロノイ図を用いた場合、画面内に砥粒（母点）が多ければボロノイ領域の面積が小さくなり、均一分散していれば面積値のバラつきが小さくなる。これより、ボロノイ領域面積の平均値を集中度、面積のバラツキを分散性の指標として用いることとした。ここでボロノイ図は、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて取得した砥石表面の反射電子像から、画像処理を用いて二値化し、砥粒の重心位置を算出して求めた。

2. 2 鉄めっき砥石のめっき条件の確立

本研究では、中仕上げから仕上げ加工に用いられる砥石を想定し、平均粒径が 11.6 μm のダイヤモンド砥粒を用いて鉄めっき砥石の作製を行った。鉄めっき砥石の作製に際しては、鉄めっき浴中に含まれる砥粒の量が鉄めっき砥石の集中度・分散性に最も影響を及ぼす。このため、集中度 100 を目標値とし、日本プレーテック株式会社で用いる標準の分散めっき条件を No. 1 として、めっき浴中の砥粒量を 2 倍、3 倍と調整した砥石を用意した。それぞれ No. 2, No. 3 と呼称する。作製した砥石の分散性・集中度を評価し、めっき浴中の砥粒量が集中度・分散性に及ぼす影響を検討した。

2. 3 鉄めっき砥石の加工特性評価

前項で最も良好な集中度・分散性の条件を用いて、鉄めっき砥石を作製し、超精密加工機（東洋工学(株) LINIMAX）を用いて市販砥石との加工特性比較を行った。表1に加工条件を示す。加工特性は、加工後の表面粗さ、被削材の除去量、砥石の摩耗量を測定し評価した。ここで、比較用砥石は鉄めっき砥石と同じ砥粒を含有する砥石とし、市販のレジンボンド砥石と鑄鉄ボンド砥石を用いた。被削材はφ20 mmの超硬合金(富士ダイス(株) J05)を用いた。それぞれの砥石で加工した被削材を、レジンボンド砥石サンプル、鑄鉄ボンド砥石サンプル、鉄めっき砥石サンプルと呼称する。

なお、SD60 メタルボンド砥石を用いて粗加工を行ない、仕上げ加工時は被削材の中心部φ5 mmは加工せず、加工後の段差を表面粗さ測定機（アメテック(株) テーラーホブソン事業部 PGI840）を用いて測定することで除去量を、ワーク中心位置と砥石を接触させ、加工前後の直径変化から摩耗量を測定・算出した。また、表面粗さは白色干渉計（アメテック(株) テーラーホブソン事業部 CCIMP）を用いて測定した。

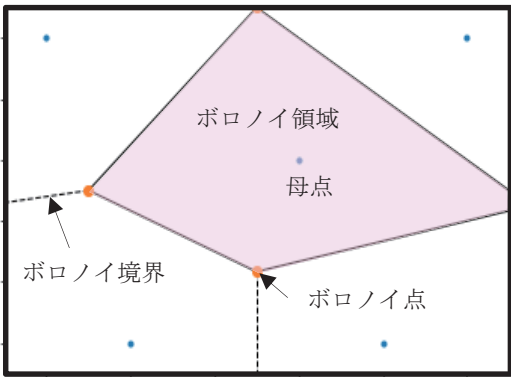


図1 ボロノイ図（参考）

表1 加工条件

砥石	レジンボンド砥石 鑄鉄ボンド砥石 鉄めっき砥石
周速度	943 m/min
送り	10 mm/min
切込み	0.001 mm/pass （計 0.050 mm）
被削材回転数	50 rpm

3 結果及び考察

3. 1 めっき浴の砥粒量が集中度・分散性に及ぼす影響

図2に本研究で作製した鉄めっき砥石の外観を示す。また、図3に鉄めっき砥石のSEM像（反射電子像）及びSEM像から算出したボロノイ図を示す。ここで、ボロノイ図の信頼性については、図4に示す基準画像（ボロノイ図の面積値が 1 mm²となるように等間隔に母点を配置）を解析し、図5に示すとおり誤差が 1 %未満であることを確認できた。

図6に異なる条件を用いた鉄めっき砥石のボロノイ領域面積を示す。また、比較用に同砥粒を用いて製造された二種類の市販砥石（集中度 100）も示す。



図2 鉄めっき砥石外観（ツルーイング後）

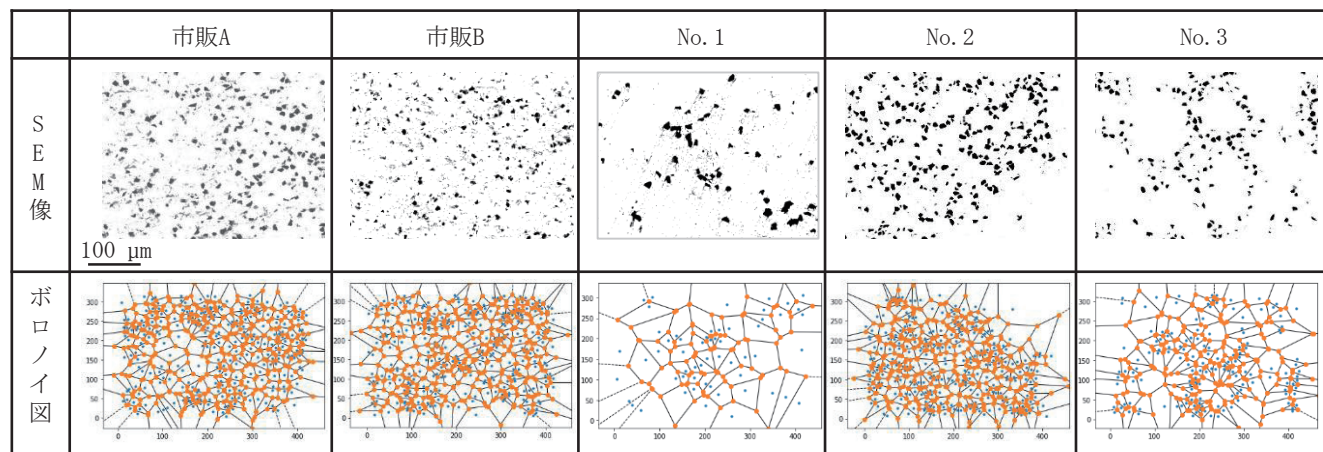


図3 各砥石表面のSEM像及び解析したボロノイ図

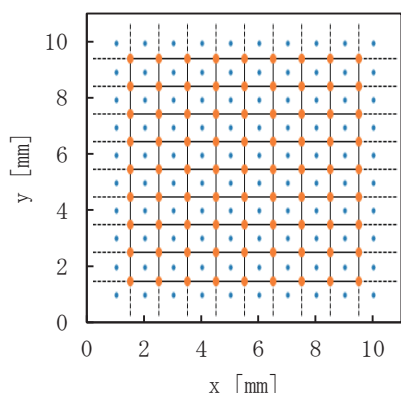


図4 基準画像のボロノイ図

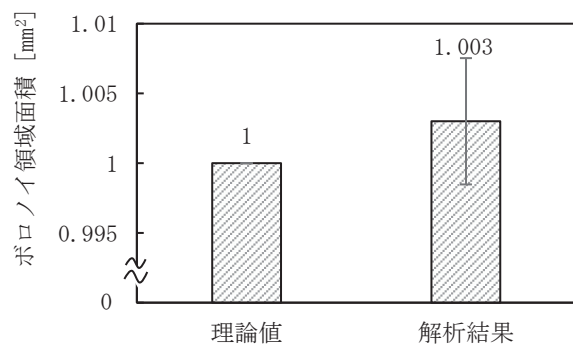


図5 理論値と基準画像のボロノイ領域面積

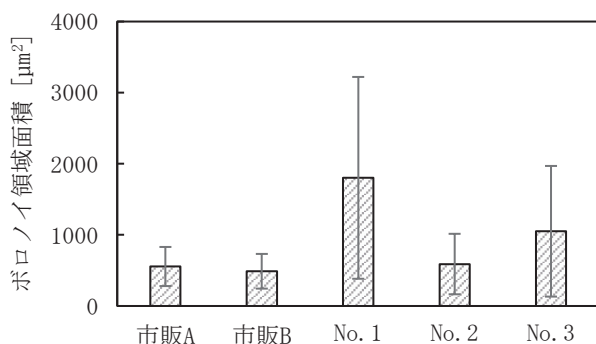


図6 各砥石のボロノイ領域面積

なお、市販砥石はそれぞれメーカーが異なるものを用いた。それぞれ市販Aと市販Bと呼称する。

同図より、市販砥石ごとのボロノイ領域面積及び面積のばらつきは同程度の値を示しており、集中度・分散性は同等であることがわかる。よって、ボロノイ図を用いた集中度・分散性の評価は妥当であると考えられる。

No. 1ではボロノイ領域面積の値が大きく、またばらつきも大きいことがわかる。No. 2では集中度100の市販砥石とほぼ同等の集中度・分散性を達成していることがわかる。また、No. 3ではボロノイ領域面積の平均値が大きくなっていることから、めっき浴中の砥粒量を増やしても、集中度が上昇するとは限らないことがわかる。以上より、めっき浴中の砥粒濃度には適した値がある可能性を見出した。

3. 2 鉄めっき砥石と市販砥石の加工特性比較結果

前項のNo. 2のめっき条件で作製した砥石と市販砥石との加工特性の比較加工実験を行った。

図7に表面粗さ測定結果を示す。同図から、各砥石で加工した加工面では砥粒が通った跡が見えており、砥粒加工を実現していることがわかる。一方、表面粗さはレジンボンド砥石サンプル、铸铁ボンド砥石サンプル、鉄めっき砥石サンプルという順で大きくなっていることもわかる。

図8に被削材除去量及び砥石摩耗量を示す。同図から、鉄めっき砥石の被削材除去量は市販品と同等の能力を有しており、砥石摩耗量も市販品よりも低減できることがわかる。これより、市販品と同等の除去能力を有し、かつ良好な耐摩耗性の砥石を開発できたと考える。一方で、砥石摩耗量及び表面粗さの差異は、砥石ボンド材の硬さに起因するものと考えられる。

以上より、鉄めっき砥石は市販砥石と同等の除去能力を有し、市販砥石に比べて高い耐摩耗性を有していることがわかった。

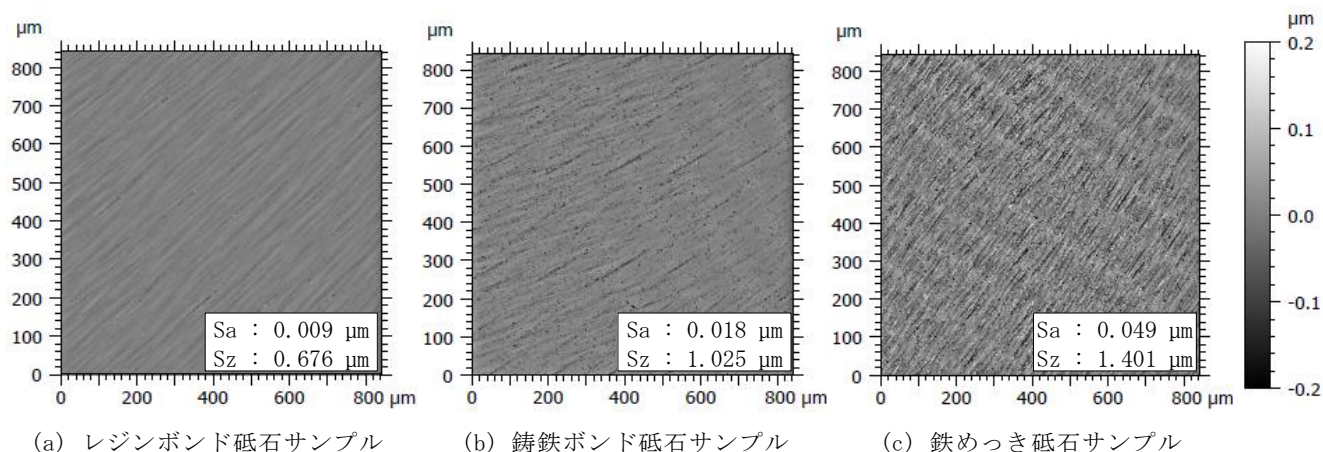
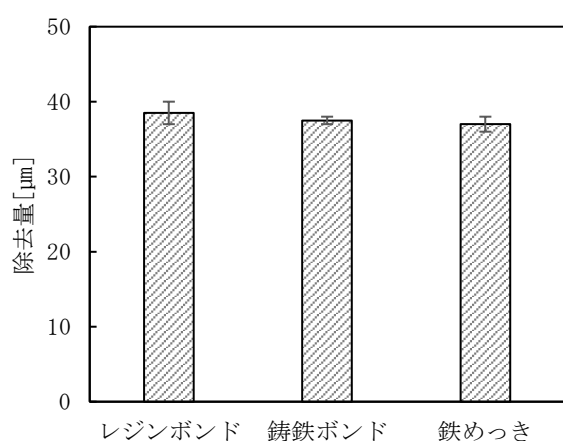
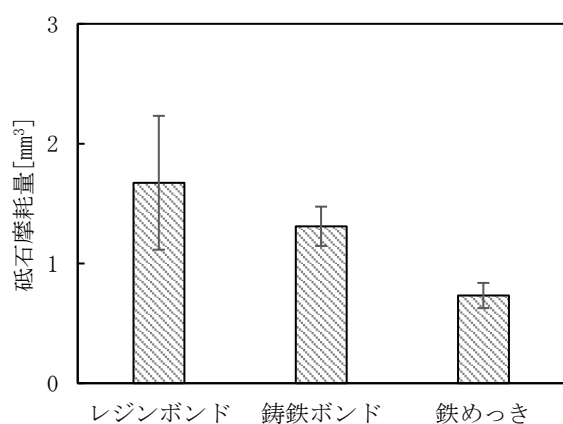


図7 各砥石を用いた加工後の被削材表面粗さ



(a) 被削材の除去量



(b) 砥石摩耗量

図8 被削材除去量及び砥石摩耗量

4 おわりに

ダイヤモンド砥粒を含有する高硬度鉄めっき砥石を開発した。市販の砥石との集中度・分散性評価及び加工特性比較を行い、以下の知見を得た。

- (1) ボロノイ図を用いた評価を行うことで、鉄めっき砥石の集中度・分散性の評価を可能とした。
- (2) 鉄めっき浴の砥粒量を変化させた結果、No. 2 の条件を用いることで、集中度・分散性が最も良い値を示し、集中度 100 の市販砥石と同等の集中度・分散性を示した。
- (3) No. 2 の条件で作製した鉄めっき砥石を用いて加工特性を比較した結果、市販のレジンボンド砥石及び鋳鉄ボンド砥石と同等の除去量を有しており、かつ低摩耗を実現できることが明らかとなった。

参考文献

- 1) 大森 整ほか：“精密工学会誌”，79(4)，pp. 278-286，(2013)
- 2) 庄司 克維：“研削加工学”，養賢堂，(2004)
- 3) 奥山 繁樹：“砥粒加工学会誌”，59(3)，pp. 148-151，(2015)
- 4) 川下 智幸ほか：“砥粒加工学会誌”，60(8)，pp. 442-447，(2016)
- 5) <http://club.informatix.co.jp/?p=1298>

共同研究

電子ビーム蒸着法による可視光応答型酸化チタン光触媒膜の作製

佐伯 和彦* 山畑 雅之* 望月 章** 小林 俊一**

Preparation of Visible Light Responsive TiO₂ Films
by an Electron-Beam Evaporation Method

SAEKI Kazuhiko, YAMAHATA Masayuki, MOCHIZUKI Akira and KOBAYASHI Toshikazu

電子ビーム蒸着法による酸化チタン膜の成膜において、導入する窒素ガス流量条件と熱処理条件を検討することにより、窒素ドーパナターゼ型酸化チタン膜の作製条件を明らかにした。

最適な窒素流量条件により得られた窒素ドーパナターゼ型酸化チタン膜は、紫外光及び疑似太陽光の照射により高い親水性と光触媒活性を発現し、セルフクリーニング能を有することが分かった。

Key Words: 可視光応答型, 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・天体望遠鏡など多くの光学機器に使用されている。光学関連機器の市場の拡大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。

光学ガラスの高機能化の一つとして、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が注目されている^{1) - 3)}。これらの機能性付与方策の一つとして、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も行われている⁵⁾。しかし、いずれの場合も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。そのため、紫外線照射により光触媒活性が発現し、汚れなどの有機物を分解する酸化チタンが利用されるようになってきた。しかし、通常の酸化チタンは太陽光の成分として多くを占める可視光では光触媒活性を発現しないことから、可視光にも活性が発現する光触媒が強く望まれている^{6), 7)}。

可視光により光触媒活性を発現する可視光応答型酸

化チタン膜は、スパッタによる成膜が知られているが⁸⁾、光学薄膜の成膜に用いられる電子ビーム(EB)蒸着による可視光応答型の酸化チタン膜の成膜に関する報告は少ない⁹⁾。そこで本研究では、窒素ガスを用いたEB蒸着法による窒素ドーパナターゼ型酸化チタン膜の成膜条件と疑似太陽光を用いた親水性発現、光触媒活性及びセルフクリーニング能について検討した。

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と評価

酸化チタン膜の成膜は、電子ビーム蒸着装置を用いて石英ガラス基板に表1のガス流量条件により成膜を行った。成膜には酸素(O₂)ガスと窒素(N₂)ガスを用いて全ガス流量を60sccmとした。窒素ドーパ無しの酸化チタン膜はO₂ガス60sccmとした。窒素ドーパの成膜は、N₂ガス流量を10sccmと20sccmの2条件で成膜を行った。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。アニール処理は所定の温度で1時間行った。膜の結晶相同定は、X線回折(XRD)装置(㈱リガク製 RINT2550H)により行った。

酸化チタンの酸素を窒素が置換したことを確認するため、膜のX線光電子分光(XPS)(㈱クレイトス製 AXIS ULTRA)測定における窒素(N 1s)のスペクトルを評価した。

酸化チタン膜の透過率は、紫外可視分光光度計(㈱日立製作所製 U-3210)により測定した。

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

** 株式会社大正光学

表 1 酸化チタン膜の成膜条件

試 料	O ₂ (sccm)	N ₂ (sccm)
N0-T	60	0
N10-T	50	10
N20-T	40	20

2. 2 紫外線照射による酸化チタン膜の親水化

紫外線照射による酸化チタン膜の親水性の評価は、UV ランプを用いて紫外線強度 2mW/cm² で 3 時間照射後の接触角を測定することにより行った。

2. 3 紫外線照射による酸化チタン膜の光触媒活性

紫外線照射による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。試験の概略を図 1 に示す。ガラス製の容器に酸化チタン膜コートガラスを入れ、濃度 5mg/L の MB 水溶液 5ml を円筒形の容器に入れ石英製カバーガラスで蓋をした。UV ランプを用いて紫外線強度 2mW/cm² で紫外線を 4 時間照射した後、MB 溶液の波長 664nm の吸光度を測定し、その減少率から分解率を求めた。

2. 4 疑似太陽光による酸化チタン膜の親水性

疑似太陽光には、太陽光と光スペクトルが類似し、AM1.5 の光照射強度を有するキセノン(Xe)ランプを用いた。

疑似太陽光照射による親水性の評価は、疑似太陽光を 3 時間照射した後、接触角測定することにより行った。

2. 5 可視光による窒素ドーブ型酸化チタンの光触媒能評価

光触媒能の可視光応答性を検討するために、疑似太陽光を用いて、MB 水溶液の分解試験を行った。疑似太陽光のうち全波長光を照射した結果と、UV 域(400nm 以下)のみの光を照射(フィルターを使用)した結果を比較することで、可視光による光触媒能を評価した。試験は図 1 における UV ランプを Xe ランプに変えて実施し、濃度 1mg/L の MB 水溶液を用い、4 時間光照射を行った後、波長 664nm の MB 溶液の吸光度の減少率から分解率を求めた。

サンプルには、窒素ドーブしアニール処理によりアナターゼが結晶化した酸化チタン膜を用いた。ブランク(Blank)として成膜前のガラス基板を用いた。

2. 6 セルフクリーニング能の評価

酸化チタン膜のセルフクリーニング能は、疑似太陽光を 5 時間照射した後、赤く着色した機械油を滴下し、流水で 10 秒間油を洗い流すことにより評価した。サンプルには、窒素ドーブしアニール処理によりアナター

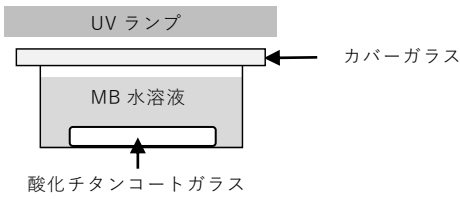


図 1 光触媒活性試験の概略

ゼが結晶化した酸化チタン膜を用いた。比較用のサンプルには成膜前のガラス基板を用いた。

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と評価

表 1 の成膜条件で得られた膜の外観を図 2 に示す。図 2 に示したとおり、窒素ドーブ無しの酸化チタン膜(N0-T)、N₂ ガス流量 10sccm とした酸化チタン膜(N10-T)、及び 20sccm とした酸化チタン膜(N20-T)の全てにおいて欠陥のない透明な膜が得られた。

これらの酸化チタン膜の 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。図 3 にアニール処理後の XRD 測定結果を示す。N0-T、N10-T、N20-T を 400℃アニール処理したサンプルをそれぞれ、N0-T-400、N10-T-400、N20-T-400 と表す。図よりアニール処理により、3 種の酸化チタン膜ともにアナターゼが結晶化したことが分かった。

図 4 に 400℃アニール処理酸化チタン膜の窒素(N 1s)の XPS による分析結果を示した。図では 396eV、399～400eV、402～403eV の 3 つのピークが確認できる。396eV のピークは、酸化チタンの酸素(O)を置換した窒素(N)による Ti-N-Ti 結合由来のピークである。399～



図 2 酸化チタン膜の外観

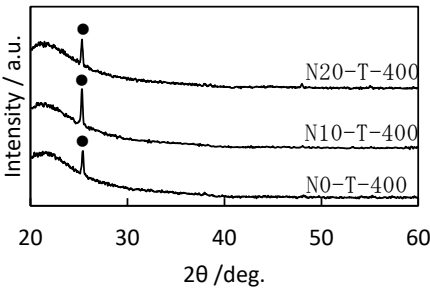


図 3 400℃アニール処理酸化チタン膜の XRD 図
● : アナターゼ

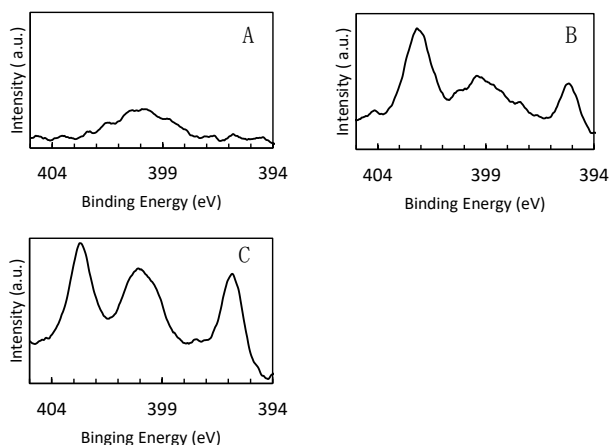


図4 酸化チタン膜のXPS測定結果

A:N0-T-400, B:N10-T-400, C:N20-T-400

400eVのピークは、表面に吸着した窒素と格子間に侵入した窒素由来のピークである。402～403eVのピークは、オキシナイトライド結合(Ti-N-O, Ti-O-N)由来のピークである。

396eVのピークは、窒素ドーピングを行ったN10-T-400とN20-T-400ともにみられ、窒素と酸素の置換が確認できた。ピーク強度は、窒素を多く使用したN20-T-400の方が高く、N10-T-400よりドーピング量が多い。一方窒素ドーピング無しのN0-T-400ではこのピークは認められない。

窒素ドーピング無しのN0-T-400では、400eVに表面に吸着した窒素と格子間に侵入した窒素由来のピーク(399～400eV)が観察される。窒素ドーピングを行ったN10-T-400とN20-T-400でも同様に確認でき、窒素を多く使用したN20-T-400の方がピーク強度が高い。

402～403eVのピークは、窒素ドーピングを行ったN10-T-400とN20-T-400ともにみられ、オキシナイトライド結合に帰属されるピーク強度は用いた窒素量に関わらず同程度であった。

図5に400℃アニール処理した3種の酸化チタン膜の光透過率測定結果を示した。窒素ドーピング型のN10-T-400及びN20-T-400は、窒素ドーピング無しのN0-T-400に比べ、波長400nm付近の吸収が大きく、可視光を多く吸収することが分かった。また、窒素ドーピング量が多いN20-T-400の方がN10-T-400より吸収が大きい。

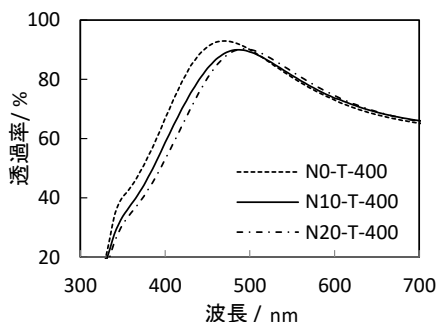


図5 酸化チタン膜の光透過率測定

3. 2 紫外線照射による酸化チタン膜の親水性

図6に紫外線を3時間照射した後の接触角測定結果を示した。窒素ドーピング無しのN0-T-400及び窒素ドーピング型のN10-T-400は、接触角 10° 未満の超親水性を示した。一方、窒素ドーピング型のN20-T-400は接触角 32° と親水性が低く、過剰に窒素をドーピングすると親水性が低下することが分かった。

3. 3 紫外線照射による酸化チタン膜の光触媒活性

紫外線照射による光触媒活性をMB水溶液の分解試験により評価した結果を図7に示した。N10-T-400は窒素ドーピング無しのN0-T-400と同等であった。一方、窒素ドーピング量が多いN20-T-400では、MB水溶液の分解率が低下した。3.2に示した紫外線照射による親水性試験と同様に、過剰に窒素をドーピングすると性能が低下する傾向を示した。

3. 4 疑似太陽光による酸化チタン膜の親水性

図8に疑似太陽光を3時間照射した後の接触角測定結果を示した。窒素ドーピング無しのN0-T-400及び窒素ドーピング型のN10-T-400は、接触角 10° 未満の超親水性を示した。一方、窒素ドーピング型のN20-T-400は接触角 30° と親水性が低く、過剰に窒素をドーピングすると親水性が低下することが分かった。疑似太陽光による結果も紫外線照射による結果と同様な傾向を示した。

3. 5 可視光による窒素ドーピング型酸化チタンの光触媒能評価

光触媒の可視光応答性を検討するために、疑似太陽光を用いて、MB溶液の分解試験を行った結果を図9に示した。サンプルには、窒素ドーピング型酸化チタンのう

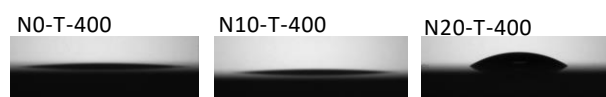


図6 UV照射後の接触角測定結果

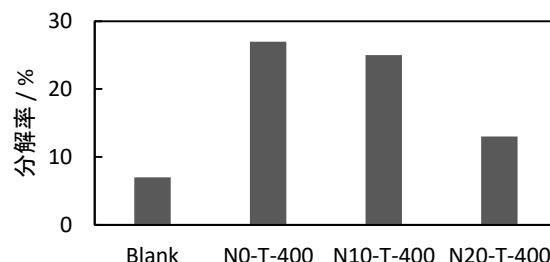


図7 UV照射による光触媒能試験結果



図8 疑似太陽光照射後の接触角測定

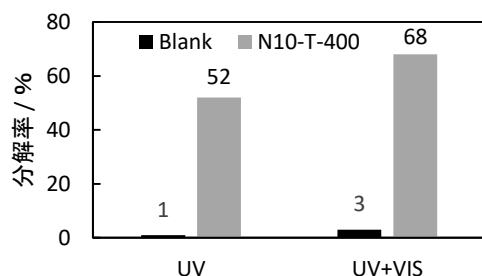


図9 疑似太陽光の紫外光と全波長による光触媒能試験結果

ち、親水性発現が大きい N10-T-400 を用いた。Blank 用のサンプルには、成膜前のガラス基板を用いた。

図9に示したとおり、疑似太陽光の紫外域の光だけの場合と比較し、可視域の光を加えることで、MB 水溶液の分解率が 52%から 68%へ上昇し、分解能が 1.3 倍向上した。

次に、窒素ドーブした N10-T-400 とドーブ無しの N0-T-400 を比較して、窒素ドーブの光触媒能に及ぼす効果を評価した結果を図10に示した。図より窒素ドーブ無しでは MB 水溶液の分解率は 6%だが、窒素ドーブにより 35%に向上し、可視光の光触媒能が向上することが分かった。

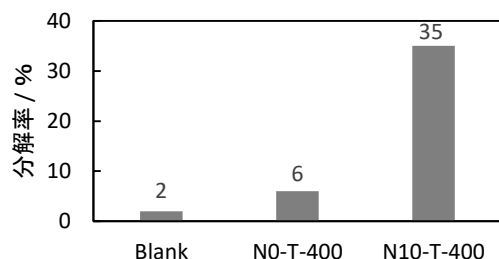


図10 可視光による光触媒能試験

3. 6 セルフクリーニング能の評価

疑似太陽光を 5 時間照射した後、赤く着色した機械油を滴下した。次に、流水で 10 秒間油を洗い流した。洗い流す前後の写真を図11に示した。サンプルには N10-T-400 を用い、比較用に成膜前のガラス基板を用いた。ガラス基板は、流水後でも油が完全に流れ落ちない。一方 N10-T-400 は、流水で油が流れ落ちたことから、窒素ドーブ酸化チタン膜は疑似太陽光によ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。

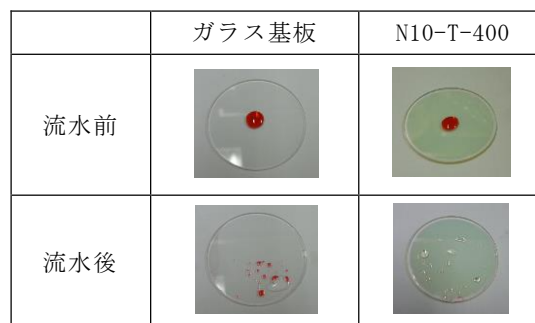


図11 油に対するセルフクリーニング試験結果

4 おわりに

本研究では、EB 蒸着法により窒素ドーブしたアナターゼ型の酸化チタン膜を作製し、UV 光及び疑似太陽光を用いて親水性、光触媒活性及びセルフクリーニング能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、400℃のアニール処理によりアナターゼが結晶化した。
- (2) 窒素ガス流量 10sccm により得られた窒素ドーブアナターゼ型酸化チタン膜 N10-T-400 は、UV 光及び疑似太陽光により高い親水性を発現する。
- (3) 窒素ドーブアナターゼ型酸化チタン膜 N10-T-400 は、疑似太陽光により光触媒能が発現し、可視光にも応答する光触媒能を有する。
- (4) 窒素ドーブアナターゼ型酸化チタン膜 N10-T-400 は、セルフクリーニング能を有する。

参考文献

- 1) 赤松佳則：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)
- 6) Y. NOSAKA, M. Matsushita, J. Nishio, A. Nosaka：“Science and Technology of Advanced Materials”，6，143，(2005)
- 7) F. Peng, L. Cai, H. Yu, H. Wang, J. Yang：“J. Solid State Chemistry”，181，130，(2008)
- 8) 坂本弘，鋤柄琢磨，小野敦，野村憲吾，田野倉敦，市川熊也：“表面技術”，25，163，(2004)
- 9) H. Chen, K. Lee, C. Lee：“Applied Optics”，47，C284，(2008)

共同研究

ビューファイバーのレトルト加工条件の確立

星 佳宏* 太田 英佑* 川島 こずえ** 小林 容子** 上武 裕**

Establishment of Retorting Process Conditions for Beau Fiber
HOSHI Yoshihiro, OTA Eisuke, KAWASHIMA Kozue, KOBAYASHI Yoko and UETAKE Yutaka

β -グルカンを豊富に含むビューファイバーの機能性を生かした食品を製造するため、高温高压レトルト殺菌機によりビューファイバーをレトルト加工し、色相測定、硬さ測定を行った。また、各種測定の結果から、褐変が抑えられ軟らかいビューファイバーとする最適レトルト加工条件は、溶液の pH を低くし酸性側にすること、大麦の外側を削り精麦歩合を低くし、アスコルビン酸を添加することであることが明らかになった。また、この検討結果を基に、ゆず果汁を用いた試作を行ったところ、対照区（純水）に比べ褐変が抑制され、軟らかいレトルト加工品ができた。

Key words: 大麦, ビューファイバー, レトルト加工

1 はじめに

栃木県は全国有数の大麦生産県であり、平成 30 年度は全国の 26%である 31,000t の収穫量があった。また、近年大麦の健康効果に注目が集まっており、特に大麦に多く含まれる食物繊維である β -グルカンは、食後血糖値上昇抑制効果¹⁾や血中コレステロール正常化作用等が報告されている。

そのため、大麦 β -グルカンを機能性関与成分とした機能性表示食品の届出が増えつつあり、これまで大麦の用途はビールや麦茶などが主であったが、最近は様々な加工品への利用が進んでいる。

国立研究開発法人 農業・食品産業技術総合研究機構にて開発されたビューファイバーは従来の大麦の 2~3 倍の β -グルカンを含むした機能性大麦として知られている¹⁾。しかし、ビューファイバーは穀粒の内部(胚乳の中心部)に β -グルカンを多く含み非常に硬いため、製粉に時間がかかり、製粉コストが高いという課題がある。また、現在の大麦調理加工食品には長期保存できるものが少ない。保存のための加工法として、食材を入れた密封容器を高温高压で殺菌するレトルト加工がある。レトルト加工法は殺菌と同時に簡便に調理もでき、原材料をそのままの形で商品化できる方法であり、ビューファイバー入り加工食品への利活用が期待できる。しかし、ビューファイバーのレトルト加工においては、高温加熱によって生じる褐変及びレトルト加工後の食感の変化が課題であった。

そこで、本研究ではビューファイバーの機能性を生かした食品を製造するために、レトルト加工条件の確立を

目的として色相・食感・機能性への影響を検討した。

2 研究の方法

2. 1 試料大麦

大麦は足利市産ビューファイバーを用いた。

2. 2 レトルト加工方法

溶液とビューファイバーをレトルトパックに入れ、真空包装後高温高压レトルト殺菌機（(株) サムソン, SGC60/10D-S）にて 15 分で昇温、120℃で保持後、冷却段数は 2 段で行った。

2. 3 測定・評価方法

色相測定は、分光測色計（コニカミノルタ（株）、CM-5）を用いて評価した。また、褐変性を表す指標としてハンター白色度を用いた。

硬さ測定はテクスチャー測定装置（Stable Micro Systems, TA.XT.plus100C）を用い常温で測定した。プローブは ϕ 20mm シリンダープローブで速度 1.0 mm/s、90%圧縮時の最大荷重を硬さとした。

β -グルカン量の測定は BETA-GLUCAN assay kit（Megazyme 社製）を用い測定した。

固形分率は、レトルト加工後の試料をろ紙（5 A）でろ別した残渣の重量 (W_s)、ろ別前の全体重量 (W_{total}) を電子天秤で測定し、次式により算出した。

$$\text{固形分率 (\%)} = W_s / W_{total} \times 100$$

2. 4 酸添加による色相改善方法の検討

レトルト加工時のビューファイバーの褐変改善のため、酸添加を検討した。

酸添加試験は、精麦歩合 80%ビューファイバー 10 g、

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

** 株式会社 大麦工房ロア

0.01%アスコルビン酸溶液 100mL をレトルトパックに入れ 120℃保持時間 20 分の条件でレトルト加工を行った。

2. 5 pHによる色相変化の把握及び改善方法の検討

pH 条件の検討は、レトルト加工前後で pH 変化が起こらないように食品添加物用試薬で調整可能な緩衝液を用いて行った。

精麦歩合 80% ビューファイバー 10 g, pH 2.5~7.0 に調整した McIlvaine 緩衝液 100mL をレトルトパックに入れ, 120℃保持時間 20 分でレトルト加工を行った。McIlvaine 緩衝液は, 0.2Mリン酸水素 2 ナトリウム溶液と 0.1Mクエン酸ナトリウム溶液を混合し調製し, pH 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0, 5.5, 6.0, 6.5, 7.0 の 10 試験区を設定した。

2. 6 レトルト加工条件の最適化

ビューファイバーのレトルト加工条件を検討するため, 120℃保持時間及び精麦歩合を検討した。

120℃保持時間の検討は, 精麦歩合 60%, 80% ビューファイバー, 純水 100mL をレトルトパックに入れ, 保持時間 10, 15, 20 分の 3 条件で 120℃の 20 分間レトルト加工を行った。

精麦歩合の検討は精麦歩合 60, 70, 80%に条件を振ったビューファイバー, 純水 100mL をレトルトパックに入れ, 120℃保持時間 20 分のレトルト加工を行った。これらから, 最適条件を決定した。

2. 7 ゆず果汁を用いたレトルト加工食品の試作

ゆずは栃木県全域の地域産業資源であり, アスコルビン酸やクエン酸などの有機酸を多く含有する食品素材である。このゆず果汁を活用し, ビューファイバーレトルト加工食品を試作した。

試作は精麦歩合 60% ビューファイバー 10 g, ゆず果汁 (J A 足利産) 1% 水溶液をレトルトパックに入れ, 120℃保持時間 20 分でレトルト加工を行った。

3 結果及び考察

3. 1 酸添加による色相改善方法の検討

アスコルビン酸の添加試験の色相測定結果を表 1 に示す。アスコルビン酸添加試験区は対照に比べハンター白色度が大きく, 褐変が抑制されていた。

以上の結果から, アスコルビン酸添加は褐変抑制効果があることが示唆された。アスコルビン酸はポリフェノールの酸化防止効果があることが知られており, 大麦中のポリフェノールの酸化を防ぐことにより褐変抑制が起こったと考えられた²⁾。

また, pH については対照区ではレトルト加工後に pH が低下したが, アスコルビン酸添加試験区はレトル

ト加工後に pH が上昇するという現象が見られた。

表 1 レトルト処理後のアスコルビン酸試験区のハンター白色度及び pH 測定結果

試験区	ハンター白色度	レトルト前 pH	レトルト後 pH
0.01 % アスコルビン酸溶液	55.9	3.57	5.01
【対照区】純水	53.5	5.86	5.25

3. 2 pHによる色相変化の把握及び改善方法の検討

レトルト加工前の pH とレトルト加工後のハンター白色度の関係を図 1, 固形分率との関係を図 2 に示す。

図 1 のとおり, pH が高くなるほどハンター白色度が小さくなり, 褐変が著しくなった。高 pH で褐変が著しい理由としては, pH が高いほどポリフェノールのフェノール性水酸基が酸化されやすく, 酸化型のキノン系ポリフェノールに変化するためと推察された³⁾。

また, 図 2 のとおり, pH 4.5 より低い pH になるほど, 固形分率が低くなった。固形分率はレトルト加工により溶解しなかった大麦粒の割合であるので, 固形分率が低いほど溶解する大麦粒が増えていることになる。このため, pH 4.5 より低 pH ではビューファイバーが溶解していることが考えられた。また, 前述の低 pH でハンター白色度が大きくなるのは, ビューファイバーの溶解も寄与している可能性があると考えられた。

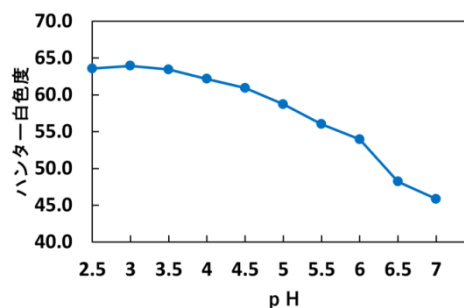


図 1 各 pH におけるレトルト処理後のビューファイバーのハンター白色度

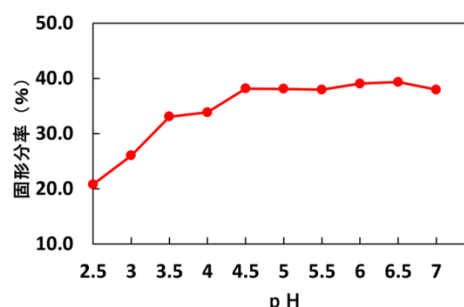


図 2 各 pH におけるレトルト処理後のビューファイバーの固形分率

3. 3 レトルト加工条件の最適化

精麦歩合 60%及び 80%ビューファイバーをレトルト加工にて 120℃に保持したときの色相変化を表 2 に、硬さの変化を図 3 に示す。

表 2 のとおり、精麦歩合 60%、80%共に 120℃に保持したときのハンター白色度の経時変化はほとんど認められなかった。この結果からレトルト加工工程中の褐変は主に 120℃までの昇温中に起こると考えられた。

また、図 3 のとおり、レトルト加工したビューファイバーの硬さは 120℃保持時間が長いほど軟らかくなる傾向が見られた。

表 2 120℃保持時間毎のハンター白色度

試験区	精麦歩合 60%	精麦歩合 80%
10 分	62.6	57.8
15 分	62.4	57.9
20 分	62.3	57.3

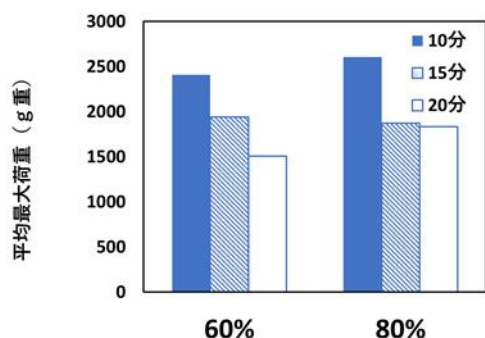


図 3 120℃保持時間毎の硬さ測定結果

次に精麦歩合毎 (60, 70, 80%) の 120℃20 分間レトルト加工後の色相測定結果を表 3、硬さ測定結果を図 4 に示す。

表 3 より、精麦歩合が低く、外側を多く削っているビューファイバーほどハンター白色度が大きく、褐変にくいことが分かった。また、図 4 より精麦歩合が低いほど、最大荷重が低くなり、軟らかくなることも明らかになった。

表 3 精麦歩合毎のハンター白色度
(120℃保持時間 20 分間)

試験区	ハンター白色度
80%	54.8
70%	58.9
60%	61.6

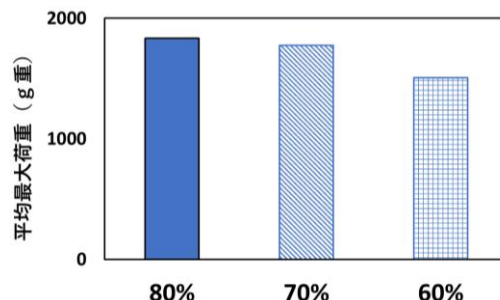


図 4 精麦歩合毎の硬さ測定結果
(120℃保持時間 20 分間)

3. 4 最適条件におけるレトルト加工

これまでの pH 条件とレトルト加工条件の検討結果から、レトルト加工したビューファイバーの硬さと色相のバランスの良い条件を決定した。また、レトルト加工前後での pH 変化を抑制するため、McIlvaine 緩衝液の使用を試みた。

具体的には、精麦歩合 60%ビューファイバー 10 g に最終濃度が 0.01% (w/v) となるようにアスコルビン酸を添加し、McIlvaine 緩衝液により pH 4.5 に調整した水溶液 100mL をレトルトパックに入れ、120℃20 分保持の条件を最適レトルト条件とした。

対照区は純水区に加え、pH の影響なくアスコルビン酸単独の効果を調べるため、アスコルビン酸無添加で pH 4.5 に調整した McIlvaine 緩衝液試験区も設定した。

本研究での最適条件におけるレトルト加工の色相測定結果を表 4 に、硬さ測定結果を図 5 に、β-グルカン量測定結果を表 5 に示す。

色相は、0.01%アスコルビン酸添加 pH 4.5 緩衝液の試験区はハンター白色度が純水の対照区に比べ大きく、褐変抑制効果が見られた。また、0.01%アスコルビン酸添加 pH 4.5 緩衝液の試験区はアスコルビン酸無添加の対照区と比べてもハンター白色度は大きかったことから、アスコルビン酸の褐変抑制効果は pH 低下によるものだけではないことが示唆された。

硬さは 0.01%アスコルビン酸添加 pH 4.5 緩衝液の試験区は対照区 (アスコルビン酸無添加)、対照区 (純水) とほぼ同等の硬さであった。

レトルト加工前後の β-グルカン量の変化については、0.01%アスコルビン酸添加 pH 4.5 緩衝液の試験区はほぼ変わらなかったが、アスコルビン酸無添加の対照区や純水の対照区は微減傾向であった。

表 4 最適レトルト加工条件のハンター白濁度

試験区	ハンター 白濁度
p H4.5 緩衝液 0.01%アスコルビン酸添加	64.6
【対照区】 p H4.5 緩衝液 (アスコルビン酸無添加)	63.6
【対照区】 純水	61.4

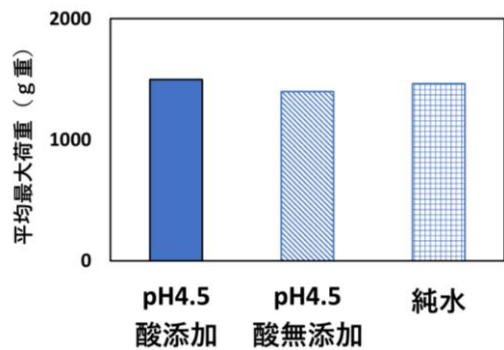


図 5 最適レトルト加工条件での硬さ測定結果

表 5 最適レトルト加工条件でのβ-グルカン量

試験区	レトルト 前 (g)	レトルト後 (g)
p H4.5 緩衝液 0.01%アスコルビン酸添加	1.05	1.05
【対照区】 p H4.5 緩衝液 (アスコルビン酸無添加)	1.05	0.95
【対照区】 純水	1.05	0.99

3. 5 ゆず果汁を用いたレトルト加工食品の試作

ゆず果汁を用いた試作品の色相測定結果及び硬さ測定結果を表 6 に、β-グルカン量測定結果を表 7 に示す。

ゆず果汁を添加した試作品は、対照区（純水）に比べ、ハンター白濁度が大きく、平均最大荷重が低かった。このことから、ゆず果汁添加により、褐変が抑制され軟らかくなることが分かった。ゆずの成分にはクエン酸やアスコルビン酸を多く含むため、これらの酸により大麦粒が軟らかくなり、褐変が抑えられたと考えられた。レトルト加工前後のβ-グルカン量の変化については、微減傾向であった。

表 6 ゆず果汁試作品のハンター白濁度及び硬さ測定結果

試験区	ハンター白濁度	平均最大荷重 (g 重)
ゆず果汁 1%	63.0	1227
【対照区】 純水	61.4	1465

表 7 ゆず果汁試作品のβ-グルカン量

試験区	レトルト前 (g)	レトルト後 (g)
ゆず果汁 1%	1.05	0.94
【対照区】 純水	1.05	0.99

4 おわりに

β-グルカンを豊富に含むビューファイバーを生かした加工食品を製造するため、高温高压レトルト殺菌機により加工したビューファイバーの色相測定、硬さ測定を行った。さらに、ゆず果汁を用いて試作を行い、硬さ測定、色相測定、β-グルカン量測定を行った。

その結果、ビューファイバーのレトルト加工について下記のことが確認された。

- (1) レトルト加工時の p H について、4.5 以下の低 p H 条件で褐変を抑制できることが明らかになった。さらに、アスコルビン酸の添加は褐変抑制効果があることが確認された。しかし、p H4.0 以下の低 p H 条件では大麦粒の溶解が確認された。
- (2) 色相はレトルト加工時の 120℃ 保持時間を長くしても変わらなかったが、硬さは軟らかくなる傾向があった。
- (3) 精麦歩合が低いほど、つまり大麦粒の外側を削っているほど褐変しにくく、軟らかくなることが明らかになった。

これらの結果から、今回の研究で p H4.5、アスコルビン酸添加、低精麦歩合という条件がビューファイバーのレトルト加工の最適条件であることを明らかにすることができた。さらに、ゆず果汁を用いることで、対照区（純水）に比べ、褐変が抑制され、軟らかい製品を試作できた。

参考文献

1) 塔野岡卓司, 吉岡藤治, 青木恵美子, 小前幸三, 一ノ瀬靖則, 金子成延, 河田尚之, 吉田めぐみ: “育種学研究”, 13, 74-79, (2011)

2) 佐藤寿一, 大沢功, 服部温子, 押田芳治, 佐藤祐造: “総合補保健体育科学”, 13, 75-78, (1990)

3) 佐藤有一: “福井県農業試験場研究報告”, 32, 43-50, (1995)

IV 重点研究

Selected Research

重点研究

AI 導入に向けたデータ収集システムプロトタイプの開発

八木澤 秀人* 清水 暁* 島田 智*

Development of Data Collection System Prototype for Utilizing Neural Network

YAGISAWA Hideto, SHIMIZU Akira and SHIMADA Satoshi

IoT 技術を活用し、ネットワーク環境がない状況下でも各種データの収集・蓄積・可視化を可能とするデータ収集システムプロトタイプを開発した。プロトタイプは可搬性を考慮した必要最小限の構成とし、単一のデバイスにセンサ部からのデータを受け取るゲートウェイ機能、データベース機能、Web サーバ機能、無線 AP (アクセスポイント) 機能を持たせ、別のセンサデバイスから送られるデータを受け取り、データの蓄積を行うとともに、データ可視化用アプリケーションにより蓄積データのグラフ表示を行うものとした。

また、開発したプロトタイプを用いて収集した画像データに対して、機械学習による画像カテゴリ分類を実施し、AI 技術による稼働状況判定の可能性を確認した。

Keywords: IoT, 可視化, センシング, 機械学習, AI

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。また、ディープラーニング等のニューラルネットワーク技術の進歩や GPU(Graphic Processing Unit)などによる計算機能力の向上により、AI(Artificial Intelligence)技術の実用化が進んできている。一方で、ものづくり中小企業においては、労働人口の減少等に伴う人材不足のため、新規受注の引き合いがあるのに受けられない状況も発生しており、製造現場での生産性向上への関心が高まっている。

こうした中、ものづくり産業においても IoT, AI の活用が注目されており、IoT 技術等を活用したデータ収集・蓄積の必要性が今後より一層高まってくると考えられる。

県内ものづくり中小企業においては、製造現場の IoT 化への関心は高いものの、その利用場面や具体的効果が見えにくいなどの理由から IoT の導入があまり進んでいない。加えて、IoT 化を進めるには、センサやマイコンモジュール、ネットワーク通信、データベース処理、可視化アプリケーションなど広範囲の技術が必要となることから、中小企業が自社で試行的に取り組むには困難であり、導入する上での障壁になっていると考えられる。

そこで、これらの課題を解決するため、本研究では、

県内ものづくり中小企業における将来的な AI 技術等の導入及び AI 技術等によって解析した結果の製造現場へのフィードバックに向けた、簡易的なデータ収集システムのプロトタイプの開発を目指した。

2 研究の方法

2.1 プロトタイプの概要

2.1.1 システム全体構成

システムの全体構成を図 1 に示す。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、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部、可視化用アプリケーション構築のための WEB サーバ部による構成とし、蓄積データの閲覧はタブレットを用いて WEB サーバにアクセスすることとした。また、蓄積したデータに対して IoT データ解析システムによりデータ解析を行い、蓄積データの活用による現場への解析結果のフィードバックについても検討を行った。

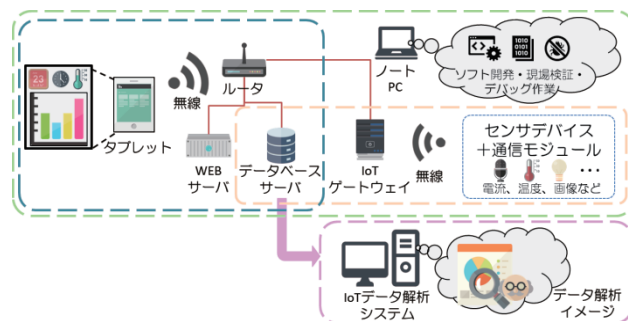


図1 システム構成イメージ

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

2. 1. 2 収集データの検討

収集するデータについては、県内企業において部屋の温湿度監視及び撮影画像からの装置の稼働状況監視のニーズが多いため、温湿度データ及び画像データの収集・蓄積を行うプロトタイプを開発した。

2. 1. 3 ハードウェア構成の検討

今回開発するプロトタイプでは、現場のネットワーク環境に依存せずにデータ収集を可能にすることに加え、可搬性を考慮した必要最小限のハードウェア構成とし、ゲートウェイ機能、データベース機能、Web サーバ機能、無線 AP（アクセスポイント）機能についてはゲートウェイ兼サーバとして単一のデバイス(Raspberry Pi)で実現し、センサデバイスからセンサデータを定期的に送信することとした（図 2）。センサデバイスについては、送信するデータサイズ等を考慮し、センサの種類に応じて表 1 のようなハードウェア構成とした。

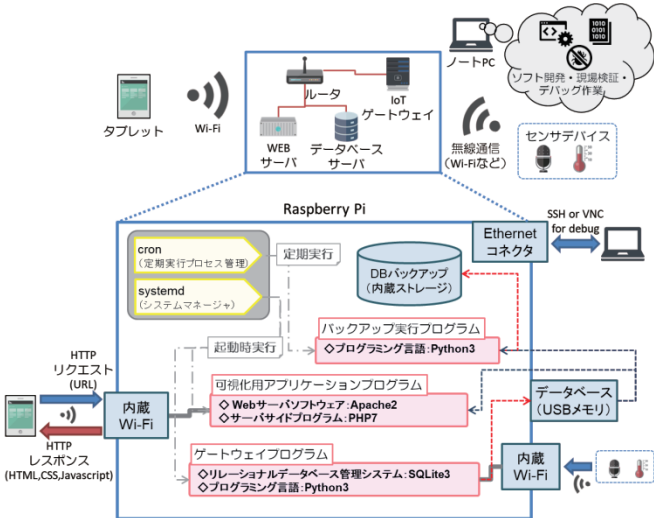


図 2 ゲートウェイ兼サーバ内部動作イメージ

表 1 ハードウェア構成

温湿度センサデバイス	・ ESPr Branch 32 (㈱スイッチサイエンス) ・ 温湿度・気圧センサ Grove-BME280 (Seeed Studio 社)
画像センサデバイス	・ Raspberry Pi 3 model B (ラズベリーパイ財団) ・ USB カメラ (㈱パフファロー)
ゲートウェイ兼サーバ	Raspberry Pi 3 model B+ (ラズベリーパイ財団)

2. 2 ソフトウェア機能検討

2. 2. 1 温湿度データ

通信モジュールと温湿度センサの組み合わせでセンサデバイスを構成し、通信モジュールから定期的にセンサデータの送信を行うプログラムを通信モジュールに実装した。

Raspberry Pi 側では、センサデバイスから送信されたデータの受信・集約処理及びデータベースへのデータ追加処理を行うためのプログラムを開発した。なお、データベースについては、軽量データベース（DB）システムである SQLite¹⁾ を使用し、DB ファイルは Raspberry Pi に接続した USB メモリ内に作成した（図 3）。

2. 2. 2 画像データ

USB カメラを繋いだ側の Raspberry Pi で定期的に USB カメラの映像を取得・画像ファイル化した後、ファイル転送プロトコルを用いてサーバ側 Raspberry Pi の USB メモリに転送することで画像データの蓄積を行うこととした（図 3）。

2. 2. 3 時刻管理・システム管理ページ

サーバ側 Raspberry Pi では時刻情報保持のための RTC（リアルタイムクロック）モジュールを取り付けるが、この RTC モジュールの手動時刻合わせや Raspberry Pi 自体のシャットダウン処理をタブレット上から行えるようにする必要がある。そこで、Raspberry Pi 内にシステム管理用の Web ページを作成し、タブレットのウェブブラウザソフトから、時刻調整やリブート、シャットダウン等の操作を行うこととした。

2. 2. 4 データ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タブレットの OS 等によらずに確認ができるよう Web アプリケーション形式で開発した。インターネットにつながっていない状態でもグラフの表示等が可能で、さらにアプリ上からグラフ表示方法や表示データが変更可能な仕組みを実装した。

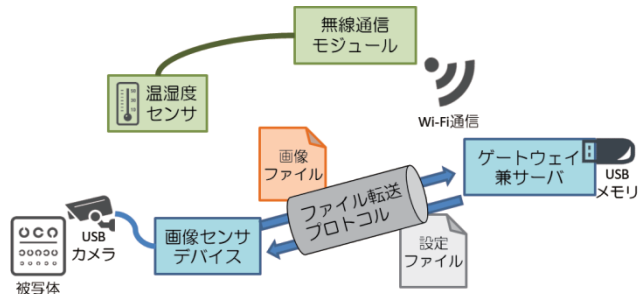


図 3 センサデータ転送イメージ

3 結果及び考察

3.1 センサデータ収集・蓄積用ツールの開発

温湿度データについては、通信モジュールと温湿度・気圧センサを I²C で通信する方式とした。通信モジュールでは、定期的にセンサにアクセスし、Wi-Fi 通信でセンサデータをゲートウェイ兼サーバに送信するプログラムを開発した。ゲートウェイ兼サーバ側では、常にデータ受信待ち状態にし、センサデバイスからのデータを受信すると、データの検証等を行った後に接続されている USB メモリにデータを追加するゲートウェイプログラムを開発し、デバイス起動時にそのプログラムを実行するようにした (図 4 (a))。

画像データについては、画像センサデバイス側の Raspberry Pi で、定期的に USB カメラの映像をキャプチャ・画像ファイル(png ファイル)化した後、ファイル転送プロトコルの一種である SCP を用いて、サーバ側 Raspberry Pi の USB メモリに直接転送するプログラムを開発・実装した (図 4 (b))。

タブレット上からゲートウェイ兼サーバの管理・制御を行うため、システム管理ページ (図 4 (c)) を作成した。管理ページ上から画像センサデバイス及びゲートウェイ兼サーバのシャットダウン/リブート処理や RTC の時刻修正等がそれぞれ実行できることを確認した。

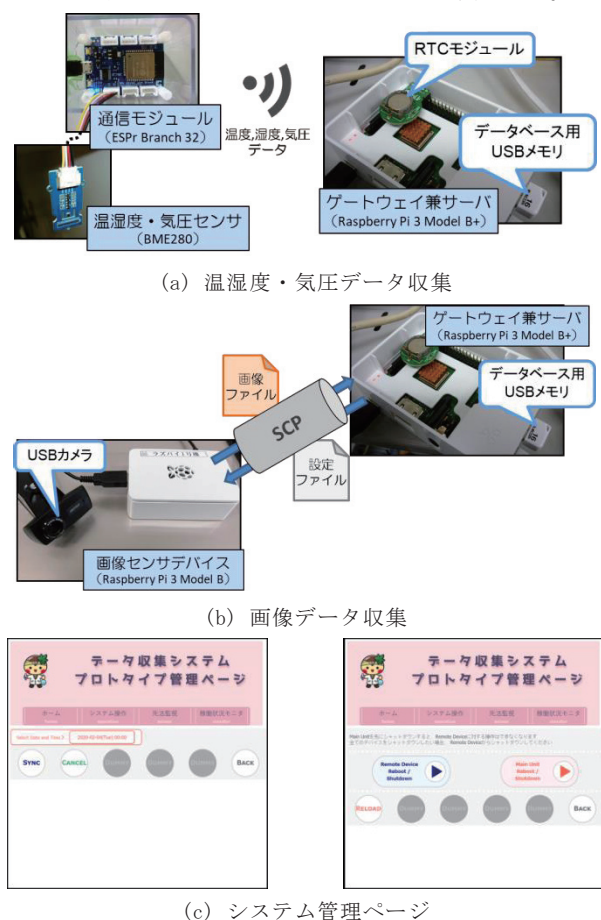


図 4 センサデータ収集・蓄積用ツール

3.2 データ可視化用アプリケーションの開発

可視化アプリケーションプログラムはゲートウェイ兼サーバ上に開発・実装し、起動時にプログラムを実行する形とした。図 5 に開発したアプリケーション画面を示す。アプリ画面上にセンサデータを時系列 (グラフ) 表示するとともに、最新の画像を表示する仕様 (図 5 (a)) とした。また、表示するデータの種類やグラフ表示方式の設定 (グラフ表示色、データラベル等) を Web アプリ上から行えるよう、設定変更画面 (図 5 (b)) を新規に開発した。

3.3 プロトタイプを用いたデータ収集

開発したプロトタイプを当センターの塑性加工室内に設置し (図 6), 2 週間温湿度・気圧データと画像データの収集及びデータ可視化アプリによる日々のデータ確認を実施した。なお、画像データについては、塑性加工室内に設置されている複合環境試験装置 (振動試験機) の制御 PC 用モニタが写るように USB カメラを設置し、データの収集を行った。

2 週間実験した結果、データの収集及び可視化アプリケーションによるデータ表示が動作することを確認した。ただし、画像データについては、画像ファイルの転送に失敗している状態が数回発生したため、途中から USB カメラの解像度を縮小 (1280×720→320×240) した。その結果、転送エラーは発生しなくなった。

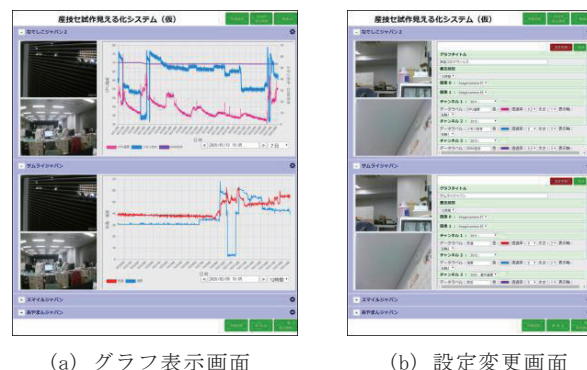


図 5 データ可視化用アプリケーション

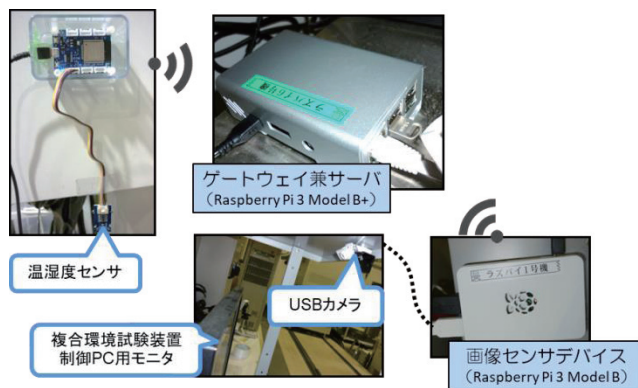


図 6 塑性加工室でのデータ収集実験

3. 4 AIによる蓄積データの分析

3. 4. 1 複合環境試験装置稼働状況分析

プロトタイプにより収集した複合環境試験装置の制御 PC 用モニタ撮影画像に対して、エラー発生時の状態を判別するために CNN（畳み込みニューラルネットワーク）による画像のカテゴリ分類を試みた。

正常稼働時画像、異常停止時画像、その他（モニタ OFF 時、振動条件設定時など）画像の 3 種類にカテゴリ化し、これらの画像をシャッフルした状態で訓練画像セットと検証画像セットに分類した後（図 7）、機械学習用のフレームワークを用いて CNN（畳み込みニューラルネットワーク）による学習を実施した。フレームワークは、TensorFlow + Keras²⁾・³⁾、Neural Network Console⁴⁾の 2 つの環境を用いて行い、いずれの環境でも検証画像セットに対して 9 割以上の精度が出ることを確認した。

今回の実験では、訓練画像の回転や拡大・縮小等によるデータの増し処理を行っていないが、これらの処理を追加することにより、判別精度の向上につながると考えられる。

3. 4. 2 7 セグ LED 表示の分析

7 セグ LED 表示のテキスト化については、LED 表示部分の輝度差を検出（図 8 (a)）することにより、テキスト化を行う方法が報告されている⁵⁾。しかし、輝度差による手法ではカメラのズレや映り込みの影響を受けやすいという課題があるため、今回、機械学習による文字認識処理（図 8 (b)）を試みた。フレームワークは TensorFlow + Keras を使用し、既存の学習モデルを転移学習させ、電力系表示画像の学習を行った。

その結果、従来手法に比べ、カメラのズレや映り込み等の外乱に強いシステムを開発できたが、計算量や消費メモリの増大により、連続での処理を要する、高速で変化する数値の読み込みへの適用は難しいことが分かった。実際の現場においては、撮影する計器の種類や撮影環境に応じてそれぞれの手法を使い分ける必要性があると考えられる。

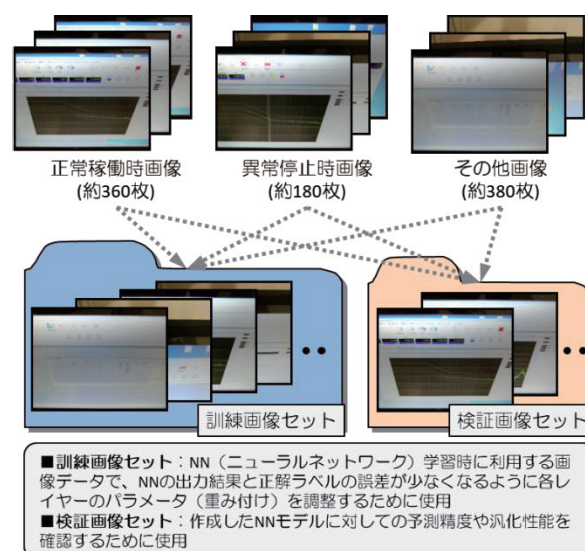
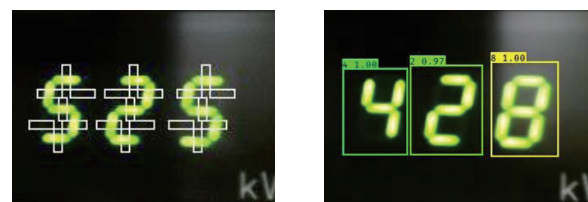


図 7 複合環境試験装置の稼働状況分析



(a) 輝度差による検出 (b) 機械学習による検出

図 8 電力計表示のテキスト化処理

4 おわりに

センサデータ収集・蓄積用ツール及び可視化アプリケーションを開発し、既存のネットワークがない環境においてもデータ収集が行えることを確認できた。また、蓄積した画像データを CNN で分類することにより、AI 技術を用いた稼働状況判定の可能性を確認した。

今後は、学習したモデルのエッジデバイスへの組み込み（推論環境構築）及びエッジ推論処理の実施に向けて検討を進めていく。

参考文献

- 1) SQLite : "https://www.sqlite.org/index.html"
- 2) TensorFlow : "https://www.tensorflow.org/" , Google 社
- 3) Keras : "https://keras.io/"
- 4) Neural Network Console : "https://dl.sony.com/" , ソニーネットワークコミュニケーションズ(株)
- 5) 八木澤秀人, 島田智 : "栃木県産業技術センター研究報告", No. 16, 58-61, (2019)

V 經常研究

Ordinary Research

経常研究

残留応力の低減を目的とした金属 3D プリント造形条件の検討

内藤 恭平* 高岩 徳寿* 石川 信幸*

Examination of Build Parameter Conditions for Metal 3D Printer to Reduce Residual Stress

NAITO Kyohai, TAKAIWA Norihisa and ISHIKAWA Nobuyuki

金属 3D プリントを用いた造形（金属積層造形）では、造形時の急熱急冷などにより造形物に残留応力が発生する。この残留応力は、造形物のひずみや反りの原因となり、形状精度を低下させてしまう。本研究では、造形条件の調整などによる造形物の残留応力制御に向け、複数の造形条件で造形した円柱形状サンプルの残留応力を評価した。造形時の XY 平面上における残留応力の角度分布は、焼結レーザーの走査方向に依存する角度に極値を持つ分布となっていることがわかった。特に、応力値が極大となる角度では、レーザー出力条件とレーザー走査パターンによって、残留応力に最大 30% 程度の差が生じた。

Key Words : 3D プリント, 金属積層造形, Additive Manufacturing, 残留応力, 角度分布

1 はじめに

金属 3D プリントを用いた造形（金属積層造形）は、切削加工や鋳造等の従来の加工方法では実現が困難である構造の部品や、複数の部品からなるアセンブリ品などを設計データから直接出力することが可能である。従来は設計品の試作用途としての造形がほとんどであったが、近年では内部に冷却用の 3D 配管を導入した射出成形用金型の造形など、生産技術への応用事例も増えてきている¹⁾。また、自動車産業や航空宇宙産業においては、燃費性能の向上等を目的としてトポロジー最適化を使用した設計を行うことがあるが、解析によって得られる形状は複雑であり、機械加工による製造が困難な場合が多い。金属積層造形は複雑形状部品の作製にも対応可能であり、さらに、部品毎に材料となるバルク材を保管する必要が無く、同じ粉末材料から多くの種類の部品製造が可能であるといった利点から、金属積層造形を新たな部品生産技術として活用することが期待されている^{2), 3)}。

一方で、金属積層造形は、造形物のひずみや反りによる形状精度の低下が大きな課題となっている。このひずみや反りの原因は、造形のプロセスにおいて金属粉末をレーザーで焼結する際の急熱急冷等であると考えられている。今後、金属積層造形を用いて高精度な造形を実現するためには、造形条件が造形物の残留応力に及ぼす影響について把握する必要がある。

本研究では、金属積層造形による造形物の形状精度向上に向けて、造形条件が異なる複数のサンプルを造形し、残留応力を比較検討した。これにより、金属積層造形物の残留応力測定手法を確立し、造形条件が残留応力に及ぼす影響を検証した。

2 研究の方法

2. 1 使用装置等

評価用サンプルの造形には（株）ソディック製金属 3D プリント・OPM-250L（図 1）を、残留応力の測定にはパルステック工業（株）製ポータブル残留応力測定装置・μ-X360（図 2）を用いた。残留応力は造形物の材質や形状、測定位置などの条件によっても変化する。本研究では、使用する材料をマルエージング鋼、積層ピッチを 0.04mm とし、ベースプレートは S50C 材、125mm 角、厚さ 20mm のものを使用した。残留応力の測定にお



図 1 金属 3D プリント

((株) ソディック製 OPM-250L)

* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部



図2 ポータブル残留応力測定装置
(パルステック工業(株) 製 μ-X360)

いては、使用する X 線は Cr 管球 30kV, 1.5mA の出力条件とし、使用コリメータは直径 1mm とした。測定面上で角度を変化させても測定方向の長さが変化しないよう、円柱形状の上面中心を測定することとした。

2. 2 評価用サンプル形状の検討

適切な評価用サンプル形状の検討のため、直径 40mm で高さ 5, 10, 20mm の 3 種類、及び高さ 10mm で直径 10, 20, 40mm の 3 種類の計 6 種類のサンプルを造形し、それぞれのサンプルについて残留応力の測定を行った。測定の結果及び造形の容易さなどから、評価用サンプル形状を決定することとした。

2. 3 評価用サンプルの残留応力測定方法

決定した評価サンプル形状の造形物について、残留応力が角度毎にどのように分布しているかを調べるため、造形時の機械座標 Y 軸正方向を 0deg とし、15deg 毎に 360deg 分 24 回の測定を行うこととした。測定箇所概略図を図 3 に示す。

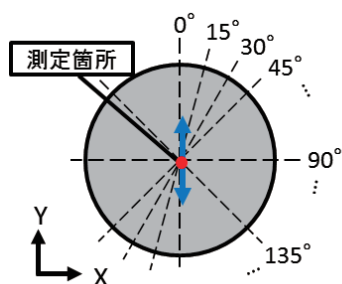


図3 測定箇所概略図

2. 4 表面性状による残留応力への影響

残留応力の測定に使用される X 線強度 I は、物体の透過とともに (1) 式に従って減衰する。

$$I_x = I_0 e^{-\mu \rho x} \quad (1)$$

ここで、 μ は質量吸収係数、 ρ は透過物質密度、 x は透過厚さである。今回の測定の場合、X 線はおよそ試料深さ 6 μ m まで到達し、回折する。しかし、造形物表面には酸化などによる変質層が存在すると考えられ、測定結果に対して影響を与える可能性がある。そのた

め、本研究では測定サンプルに対し、造形時一層分程度の深さまで電解研磨を行った上で残留応力の測定を行った。

2. 5 評価用サンプルの造形と測定

金属 3D プリンタにおける造形条件は、レーザ走査パターン及びレーザ出力条件によって決定した。造形時は、レーザが高速で往復するため、肉眼では帯が走査しているように見える。この帯の幅はラスト幅と呼ばれる (図 4)。帯の走査パターンはレーザ走査パターンと呼ばれ、造形条件として選択できる。本研究では、ラスト幅が造形物全体にわたる全面 (図 5 (a))、同じラスト幅で塗りつぶすように造形する帯状 (図 5 (b))、チェス盤のように区切られた領域を順に造形するチェスボード (図 5 (c)) の 3 種のレーザ走査パターンに加え、同時に複数の帯を走査させる並列照射の有無 (図 5 (d)) 及び、並列照射時に照射間隔を設けるかどうか (図 5 (e)) の組み合わせによる 6 条件をレーザ走査パターンとして選択した。レーザ出力条件は、表 1 に示す 2 条件を選択した。以上の組み合わせから 12 条件を造形条件とし、造形を行った。造形表面を電解研磨した後、残留応力を測定した。

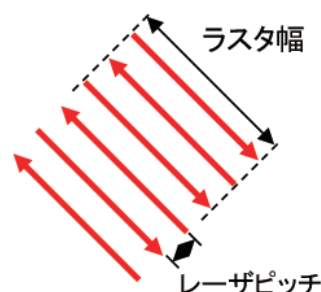
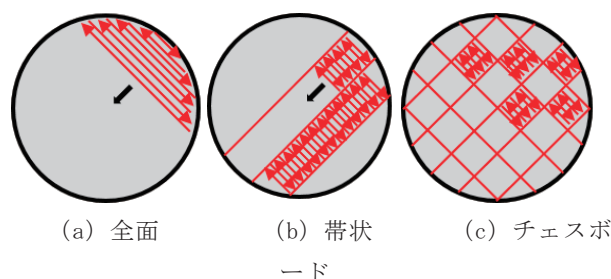
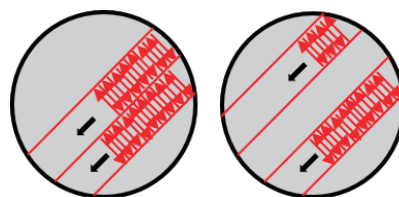


図4 ラスタ幅について



(a) 全面 (b) 帯状 (c) チェスボード



(d) 並列照射 (e) 照射間隔

図5 レーザ走査パターン詳細

表 1 レーザ出力条件

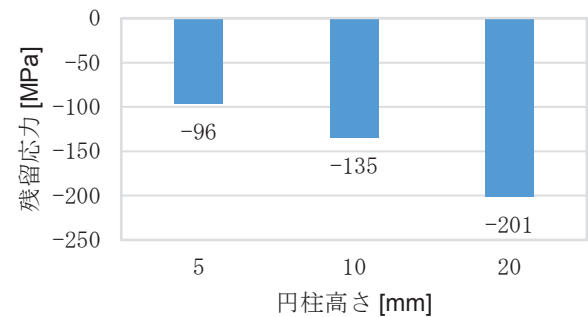
	ラスタ幅	走査速度	レーザピッチ
密度重視条件	5 mm	1400 mm/s	0.08 mm
速度重視条件	10 mm	1000 mm/s	0.12 mm

※レーザ出力 420 W，スポット径 0.2mm は共通

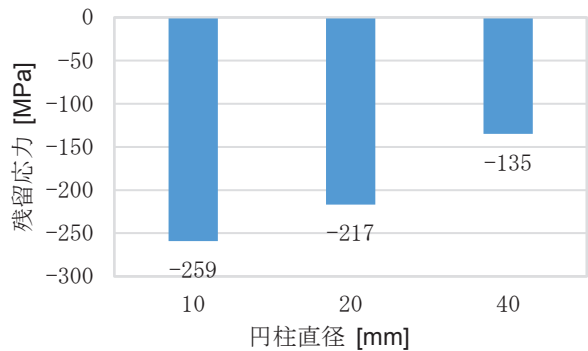
3 結果及び考察

3. 1 評価用サンプル形状の検討

図 6 (a) に、直径を40mmに固定し、高さ5, 10, 20mmとなるように造形した場合、図 6 (b) に、高さを10mmに固定して直径を10, 20, 40mmで造形した場合の残留応力の測定結果を示す。造形条件は、レーザ出力条件を密度重視、レーザ走査パターンを全面で統一した。造形高さ、及び造形物直径によって残留応力値は変化しており、造形高さが高く、直径が小さくなるほど応力値は大きくなることが分かった。本研究においては、造形に要する時間を考慮して造形高さを10mmとし、直径が小さすぎるとラスタ幅やレーザ走査パターンの違いによる影響を受けにくくなる可能性があるため、造形直径20mmとしてサンプル形状を決定した。



(a) 直径40mm円柱



(b) 高さ10mm円柱

図 6 寸法の異なるサンプルの残留応力

3. 2 造形条件による残留応力値への影響

3. 2. 1 角度方向による変化

レーザ出力条件：密度重視条件、レーザ走査パターン：全面の場合の残留応力測定結果を図 7 に示す。測定結果より、残留応力は全ての角度で圧縮の傾向にあるが、特に0degから90degおきに圧縮応力が極大、45degから90degおきに極小となる応力分布となっていることがわかった。この応力分布は、応力値に大小こそあるものの、本研究で造形した12条件全てに共通する傾向が現れた。

応力値が極小となる角度は、サンプル造形時のレーザ、及びラスタの走査方向と一致している。この結果から、残留応力の主応力方向はレーザ走査方向に影響されると考えられる。

金属積層造形物に生じる歪みの方向や大きさは、使用する材料粉末とベースプレートの材質の組み合わせによって変化することが知られている⁴⁾。この変化は、材質毎の線膨張係数の違い等によって生じるとされており、本研究において使用したマルエージング鋼粉末とS50Cベースプレートの組み合わせでは造形終了時点で上に凸となるように変形した。これは、造形物が膨張しようとした結果、圧縮応力が加わったためと理解できる。

レーザ走査による1層分の熔融と冷却に伴う収縮の様子は、溶接時のビード線の挙動に当てはめることができる。溶接線上においては、熔融状態から冷却によって体積が減少する際に周囲から拘束を受けることによって、溶接線方向、及び溶接線垂直方向に引張りの残留応力が付与されることが知られている⁵⁾。金属積層造形におけるレーザ走査による熔融部分周囲の挙動は、溶接線における熔融凝固の過程と熱履歴的に近似であると仮定すると、レーザラスタの走査方向に引張りの残留応力が発生

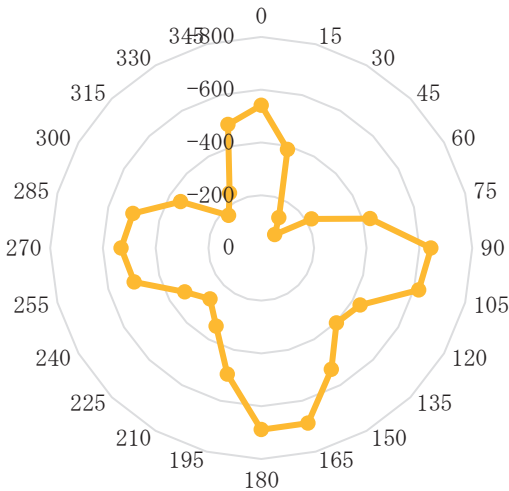


図 7 測定角度による残留応力の変化

※密度重視条件/全面 円周方向は[deg]，半径方向は[MPa]
円中心が応力0，外に行くほど圧縮応力が大

していると推測できる。

線膨張係数の差による圧縮応力と、レーザラスタ走査方向に発生する引張応力が合成された結果、今回得られたような極値を持つ残留応力の分布となったと考えられる。

3. 2. 2 造形条件による変化

前項において、造形物の残留応力は特定の角度に極値を持つ分布であることが明らかになった。残留応力を主因として生じる変形は、圧縮応力が極大となる位置で最も大きくなるものと推察できる。0deg方向と180deg方向の残留応力の平均を σ_y 、90 deg方向と270deg方向の平均を σ_x として定義し、今回造形した12条件の測定結果から算出した(表2)。この結果を見ると、レーザ走査パターンが同一である場合は、速度重視条件と比較して密度重視条件の残留応力が大きい傾向にあることが分かる。レーザ出力条件が同一の場合は、レーザ走査パターンによる残留応力値の違いが見られるが、その傾向はレーザ出力条件毎に異なっており、密度重視条件の場合はチェスボード・並列照射有・照射間隔1のレーザ走査パターンが残留応力最小であったのに対し、速度重視条件では帯状・並列照射有・照射間隔0のレーザ走査パターンで残留応力が最小の値をとった。本研究において選択した12条件の内では、造形条件の違いによって σ_y で最大32%、 σ_x で30%の差があることがわかった。

造形物の残留応力へ影響を及ぼす要素として、レーザのエネルギー密度の違い、熱履歴の違い、焼結時の拘束条件の違い等があげられる。造形条件ごとに、これらの要素が変化すると考えられる。例えば、レーザ出力条件の違いによっては、レーザ出力 P [W]、レーザ走査速度 v [m/s]、レーザ走査ピッチ s [mm]、積層厚さ t [mm]を用いて(2)式に定義される体積エネルギー密度 E [J/mm³]が異なる⁶⁾。

$$E = \frac{P}{vst} \quad (2)$$

密度重条件と速度重視条件を比較すると、体積エネルギー密度は密度重視条件の方が7%程度大きい。また、レーザ走査ピッチの違いから、領域によってレーザが走査する回数が異なる(図8)。レーザ走査回数の多い微小領域に注目すると、短い加熱が3度繰り返されるか、長い加熱が2度行われるか、のように溶融領域の熱履歴に違いが起きることが考えられる。

レーザ走査パターンの違いによっては、主に焼結時の周囲からの拘束条件に違いがあると予想できる(図9)。レーザ照射によって溶融した部分は、冷却に伴う凝固に従って体積が減少する。その際、既に焼結済みの領域か

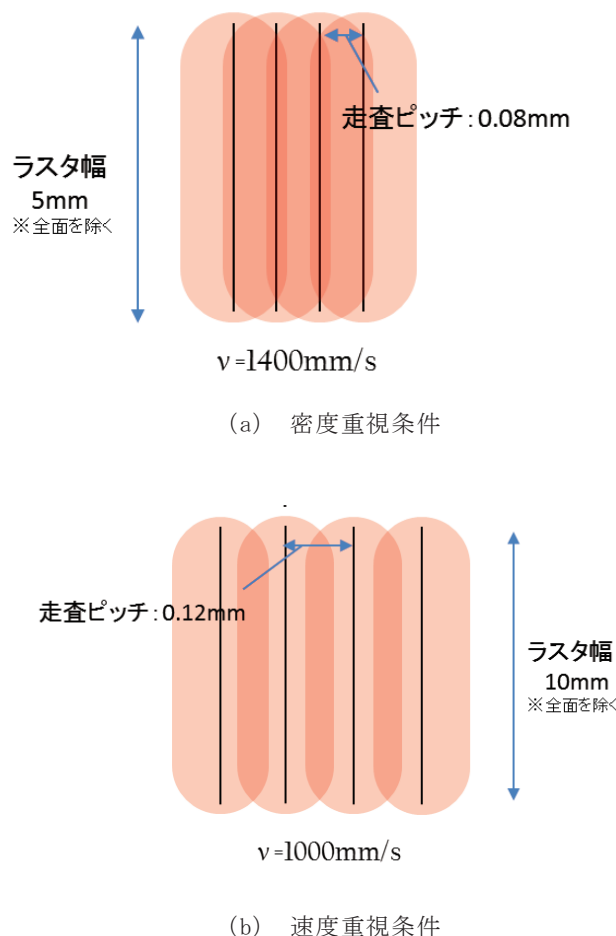


図8 条件ごとのレーザ走査履歴

らは形状的な拘束を受けるが、レーザ未走査の粉末領域からは拘束を受けない。レーザ走査パターンが異なると、溶融領域周辺の焼結の状況が異なるため、XY方向で発生する残留応力に差が生まれると考えられる。それに加え、焼結済みの領域はその周囲にレーザ走査が行われた際に熱影響を受けると考えられるので、熱履歴にも変化が起きる。これら条件の複雑な組み合わせにより、残留応力値は変化しているものと推察する。

表2 レーザ出力条件毎の残留応力値

(a) 密度重視条件

レーザ走査パターン		σ_y [MPa]	σ_x [MPa]
全面		-615	-587.5
帯状		-569.5	-551.5
	並列・間隔 0	-620	-645.5
	並列・間隔 1	-589.5	-575
チェス ボード		-586.5	-556
	並列・間隔 1	-509	-473.5

(b) 速度重視条件

レーザ走査パターン		σ_y [MPa]	σ_x [MPa]
全面		-578	-636
帯状		-452	-508.5
	並列・間隔 0	-420.5	-449.5
	並列・間隔 1	-434.5	-497.5
チェス ボード		-481.5	-565
	並列・間隔 1	-445	-513.5

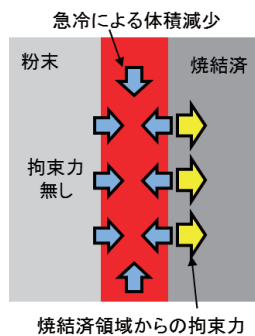
4 おわりに

造形条件の異なる金属積層造形物の残留応力を測定し、以下の知見を得た。

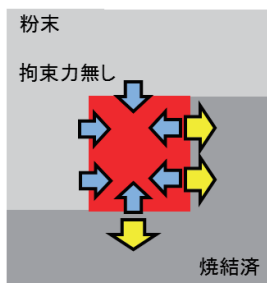
- (1) 造形物の残留応力は角度分布を持ち、レーザ走査方向と一致する角度で残留応力が極小となる。
- (2) レーザ出力条件を変化させた場合、体積エネルギー密度が小さい条件の方が残留応力の値が小さい傾向となった。
- (3) 残留応力が極大となる角度での応力値を比較すると、適切な造形条件を設定することで、最大 30% の応力の低減が可能であることがわかった。

参考文献

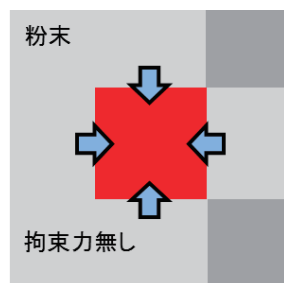
- 1) 高岩徳寿, 荒井辰也, 上野司: “栃木県産業技術センター研究報告”, No.15, 1-6, (2018)
- 2) 京極 秀樹: “日本機械学会誌”, 第 122 巻, 1204 号 4-7, (2019)
- 3) 京極 秀樹: “まてりあ”, 第 57 巻, 第 4 号 140-144, (2018)
- 4) 古本 達明: “平成 29 年度競輪補助事業 No.106 成果報告”, (2017)
- 5) 寺崎 俊夫: “溶接学会誌”, 第 78 巻, 第 2 号 55-62, (2009)
- 6) A. Simchi: “Materials Science and Engineering A”, 428, 148-158, (2006)



(a) 全面



(b) 帯状



(c) チェスボード

図9 レーザ走査パターンによる拘束条件の変化

経常研究

ファインバブル水を用いた脱脂洗浄の検討

大森 和宏* 桐原 広成*

Study on Degreasing by Fine Bubble Water

OMORI Kazuhiro and KIRIHARA Hironari

ファインバブル洗浄条件が洗浄効果に与える影響について検討した。浸漬洗浄では、ファインバブル濃度が高いほど洗浄効果は高く、ポンプ圧力 0.2MPa、空気流量 0.2l/min の条件でファインバブルを発生させた場合、最も洗浄効果が高くなった。界面活性剤を添加すると洗浄効果が向上し、濃度が高いほど洗浄効果は高かった。直噴洗浄の場合、ファインバブル水の被洗浄物に対する衝突の影響が大きく、ノズル被洗浄物間距離に近いほど洗浄効果は高く、ポンプ圧力 0.2MPa、空気流量 1l/min の条件でも洗浄効果が高くなった。

Key words: ファインバブル水, 脱脂洗浄

1 はじめに

めっき加工における脱脂洗浄は、剥離やムラ等のめっき不良を抑制し高品質な製品を得るため、重要な工程である。一般的にめっき加工では、溶剤やアルカリ等の薬品を使った脱脂が行われているが、洗浄不良が起ることがあり、より適切な洗浄技術が求められている。近年、ファインバブル（FB）を用いた洗浄技術が注目されている。めっき工程では既設の水洗槽等に設置することが比較的容易であると考えられ、利用事例が報告されている¹⁾。一方、FB 洗浄の導入には、洗浄対象物に対して適した条件設定が必要と考えられるが、FB 洗浄についての具体的な条件は示されていない。

本研究では、FB 水による浸漬及び直噴洗浄において、FB 発生条件や洗浄対象物の配置方法、界面活性剤の使用が脱脂洗浄効果に与える影響について検討した。

2 研究の方法

2. 1 洗浄対象試験片の作製

約 50mm×50mm×0.5mm の SUS304 板に、ノルマルテトラデカン（関東化学㈱）又は市販の防錆油 300 μ l をスピンキャスト（2,000rpm, 30 秒）により塗布し、サンプルとした。

2. 2 FB 水洗浄

FB 発生装置の概略図を図 1 に示す。本装置は、水槽内の水を循環ポンプ（PH2-3/3AS5.4, 三相電機㈱製）で吸い上げ、ノズル（HELIX NOZZLE TH-03, 大生工業㈱製）から吐出する際、空気を自給し FB を発生させる

仕組みである。図 1 (g) のコックは全開とし、図 1 (f) からの排水によりポンプ圧力を調整した。水槽には約 40L の水道水を加え、水温は 15℃～20℃となるように調整した。界面活性剤を用いた実験の際には、濃度が 0.5～5ml/l となるように Tween20（ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、東京化成工業㈱）を水道水に添加した。

水槽（図 1 (h)）にサンプルを入れ、浸漬又は直噴により洗浄を行った。サンプル取り出し後、窒素ガスブローにより表面の水分を除去し、評価を行った。界面活性剤を用いた洗浄の際は、サンプル取り出し後、界面活性剤除去の目的で水洗いし、窒素ガスによる水分除去を行った。

2. 3 評価

サンプル表面のノルマルテトラデカン又は防錆油の分析は、フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR, 島津製作所㈱製 IR-Prestige21）を用い、正反射法及び高感度反射法により行った。洗浄前後の試料の中心部分を ϕ 15 mm のマスクを用いて測定し、3,050～2,750 cm^{-1} 付近の炭化水素に起因する吸収を用いて評価を行った。

なお、浸漬による洗浄の場合、洗浄後の試料表面が局所的な洗浄で、均一に洗浄されない恐れがある。このため、繰り返し洗浄実験を実施した FT-IR 測定結果のうち、最もピークが高い結果を採用した。

3 結果及び考察

3. 1 各条件が FB 発生に及ぼす影響

ポンプ圧力及び空気流量を変えて FB 発生実験を行っ

* 栃木県産業技術センター材料技術部

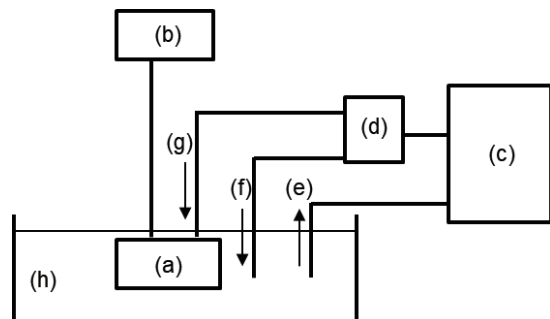
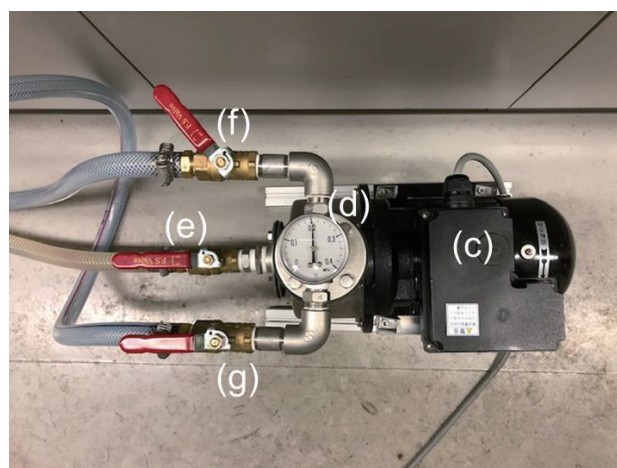
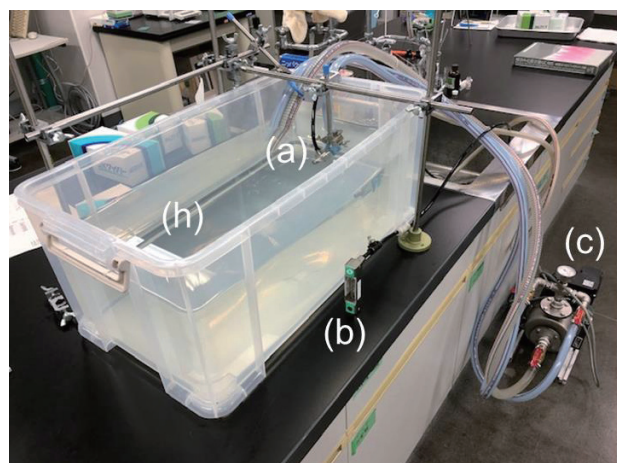


図1 FB発生装置写真及び概略図 (a)ノズル, (b)流量計, (c)循環ポンプ, (d)ポンプ圧力計, (e)吸水路, (f)排水路, (g)噴射水路, (h)水槽.

た結果を図2に示す。ポンプ圧力 0.1MPa では、空気流量による変化は少なく、ノズルから発生するバブルの径は大きかった（図2 (a), (b)）。一方、ポンプ圧力 0.2MPa では、空気流量が 0.2 l/min では細かいバブルが発生したのに対し（図2 (c)），1 l/min ではバブルが大きくなった（図2 (d)）。また、全ての条件で水が白濁することではなく、透明のままだった。

ポンプ圧力 0.2 MPa, 空気流量 0.2 l/min で FB 発生後、装置を停止し、緑色レーザーポインタを用いて FB の発生を確認すると、散乱による光の軌跡が確認されたが、空気流量が 1 l/min では、光の軌跡は不明瞭で

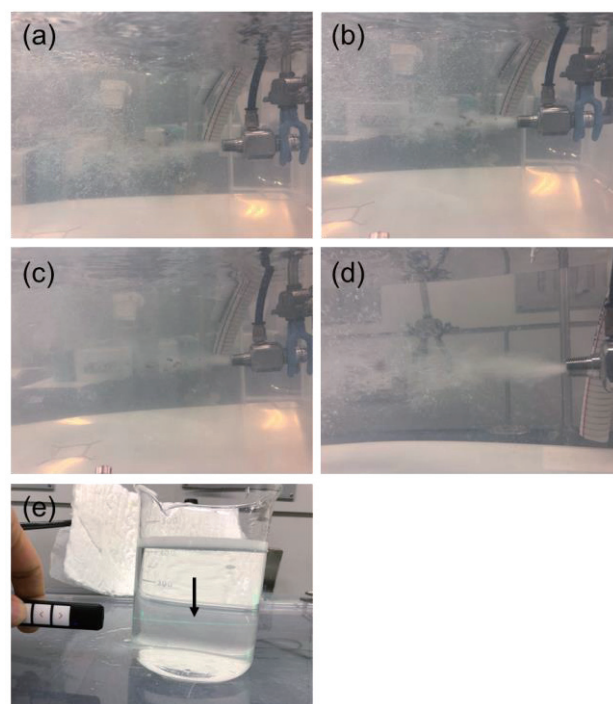


図2 各条件における FB 発生の様子

(a) ポンプ圧力 0.1 MPa, 空気流量 0.2 l/min, (b) 0.1 MPa, 1 l/min, (c) 0.2 MPa, 0.2 l/min, (d) 0.2 MPa, 1 l/min, (e) 0.2 MPa, 0.2 l/min, 界面活性剤 1ml/l, 装置停止 10 分後. 図中矢印はレーザー光の軌跡を示す

あった。このことは、粒径が大きい気泡は水面上昇が早く、空気流量が多い条件では FB 装置停止後に水中に残存する FB が少ないことを示唆している。また、FB 発生条件に関わらず、装置停止から 10 分経過すると、緑色レーザー光の軌跡は見えなくなった。本装置で発生する FB の、マイクロバブル領域における粒径分布（1～100 μm ）のピークは 20 μm にあることがわかっている²⁾。マイクロバブルの上昇速度は Stokes の式に従うことが知られているが³⁾、直径 20 μm の気泡は 10 分間で約 130 mm 上昇する。本実験では、ノズルから水面までの距離は約 100mm 程度であったため、装置停止後 10 分経過後では、水中に残存する FB 量が低下していることが考えられる。一方、直径 1 μm 以下のウルトラファインバブルは長時間水中に存在すると言われているが、装置停止後 10 分経過した FB 水では、緑色レーザー光の軌跡が見えなくなったことから、ウルトラファインバブルの存在も少ないことが示された。

水道水に界面活性剤を添加し FB を発生させると、水が白濁した。界面活性剤の影響により、水中に高濃度でマイクロバブル領域の FB が発生したと考えられる。また、装置停止後 10 分経過すると FB 水は透明になったが、緑色レーザー光を当てると光の軌跡が明確に確

認された(図2(e))。このことは、装置停止後マイクロバブルは上昇し、水中濃度は下がったが、水中にはウルトラファインバブルが残存していることを示している。界面活性剤の影響により、FB 粒径は小さくなり気泡安定性が向上することが報告されており⁴⁾、本実験においても同様の効果が得られたと考えられる。

3. 2 FB 水浸漬による洗浄効果

FB を各条件で発生させた後、装置を止め、サンプルを10分間浸漬し、洗浄を行った。浸漬前後のFT-IR 正反射測定結果を図3に示す。水道水(FB 発生なし)に浸漬した場合、炭化水素由来のピークは若干小さくなった(図3(a))。FB 水浸漬では、FB 発生条件により効果が異なり、ポンプ圧力0.1MPa、空気流量0.2l/min(図3(b))及びポンプ圧力0.2MPa、空気流量1l/min(図3(d))では、水道水浸漬結果と比較して若干ピークが小さくなり、ポンプ圧力0.2MPa、空気流量0.2l/minでは明確にピークが小さくなった(図3(c))。この結果は、FB に洗浄効果があることを示している。また、

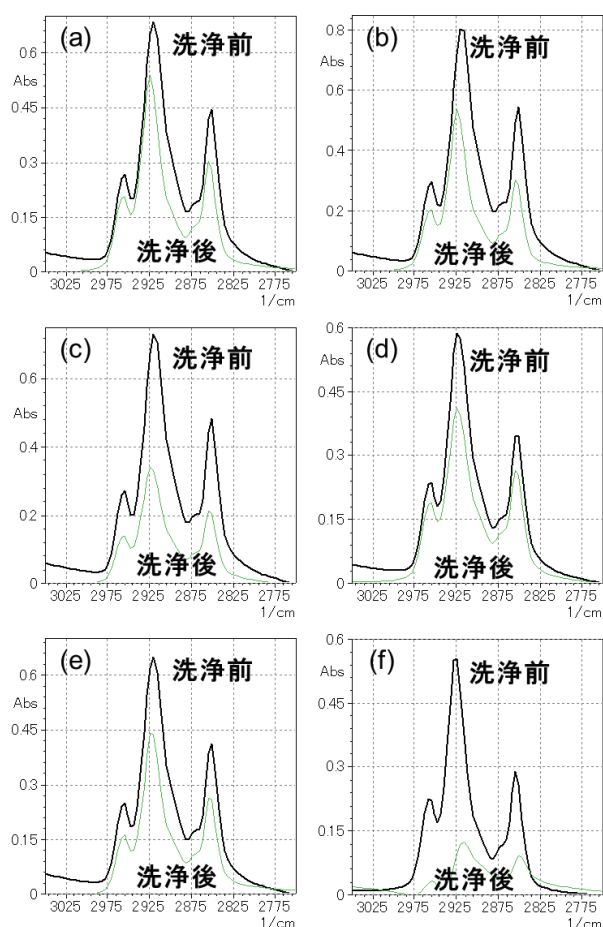


図3 装置停止後浸漬洗浄前後のFT-IR 測定結果

(a)水道水、(b)0.1 MPa、0.2 l/min、30 minFB 発生、(c)0.2 MPa、0.2 l/min、30 minFB 発生、(d)0.2 MPa、1 l/min、30 minFB 発生、(e)水道水、界面活性剤 1ml/l、(f)0.2 MPa、0.2 l/min、10 minFB 発生、界面活性剤 1 ml/l

図2で示したとおり、ポンプ圧力0.2MPa、空気流量0.2l/minの条件では小さいバブルが発生しており、他の条件と比較してFB 濃度が高かったため、ピークの減少が大きかったと考えられる。界面活性剤を添加した場合も同様に、FB 発生なしでは浸漬前後でピークに大きな差は現れなかった(図3(e))が、FB 水に浸漬すると、ピークは小さくなった(図3(f))。この結果については、界面活性剤により洗浄されたのではなく、発生したFBによって洗浄されたことを示している。一方、全てにおいて、浸漬時間やFB 発生時間を長くする等、条件を変えても、炭化水素由来のピークは確認され、高い洗浄効果は得られなかった。

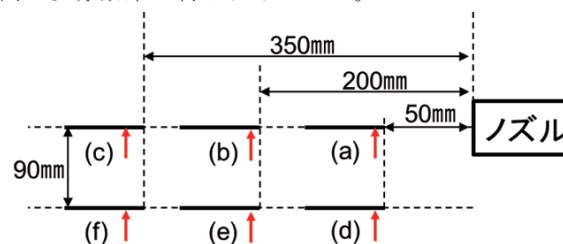


図4 サンプル配置方法

矢印側がノルマルテトラデカン塗布面

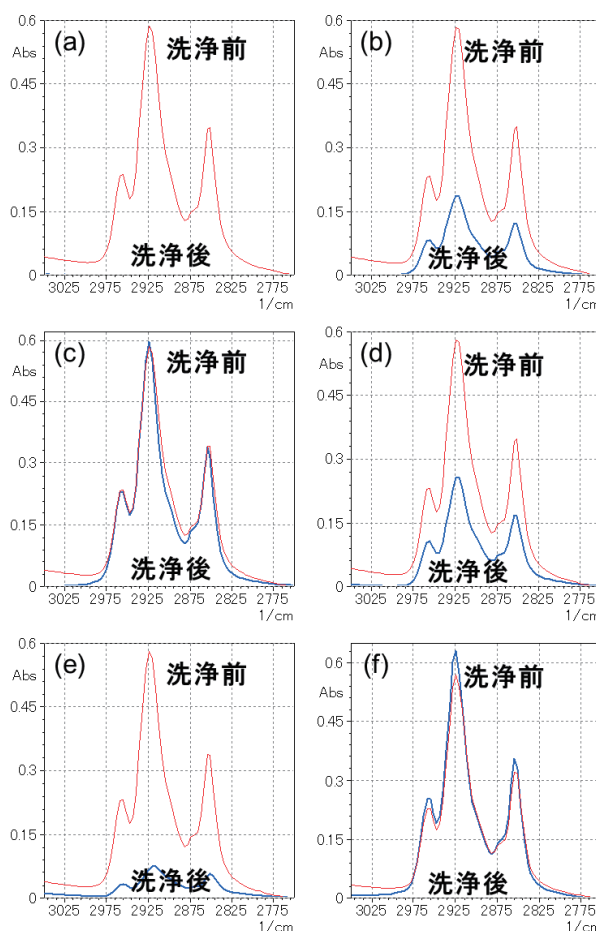


図5 FB 発生中浸漬洗浄前後のFT-IR 測定結果

0.2 MPa、0.2 l/min、30 min 洗浄、

(a)～(f)は図4の配置に対応

そこで、より高い洗浄効果を期待し、FB を発生させながら浸漬洗浄を行った。サンプルは図 4 のとおり FB 噴射方向に対し平行に配置した。結果を図 5 に示す。水道水のみで FB 発生させ洗浄した場合、図 4 (a) のサンプル位置でピークが見られなくなったが (図 5 (a))、他の位置ではピークが確認された。(a) の位置では、FB 噴射が直接当たるため、洗浄効果が高かったと思われる。

界面活性剤を添加した場合、洗浄効果は向上した。洗浄時間を長くするほどピークは小さくなり、60 分間の洗浄により、ノズルに近い(a)、(b)、(d)、(e) の位置で概ねピークが見られなくなった (図 6)。また、界面活性剤濃度が高いほどピークは小さくなる傾向にあり、洗浄効果が高くなったことが伺える。

以上の浸漬洗浄結果より、FB 濃度が高い方が、洗浄効果が高いことが示された。FB 発生条件としては、ポンプ圧力 0.2MPa、空気流量 0.2l/min の条件で、界面活性剤を加えた水を用いて FB を連続発生させながら洗浄することが最も効果が高かった。なお、図 6 の結果か

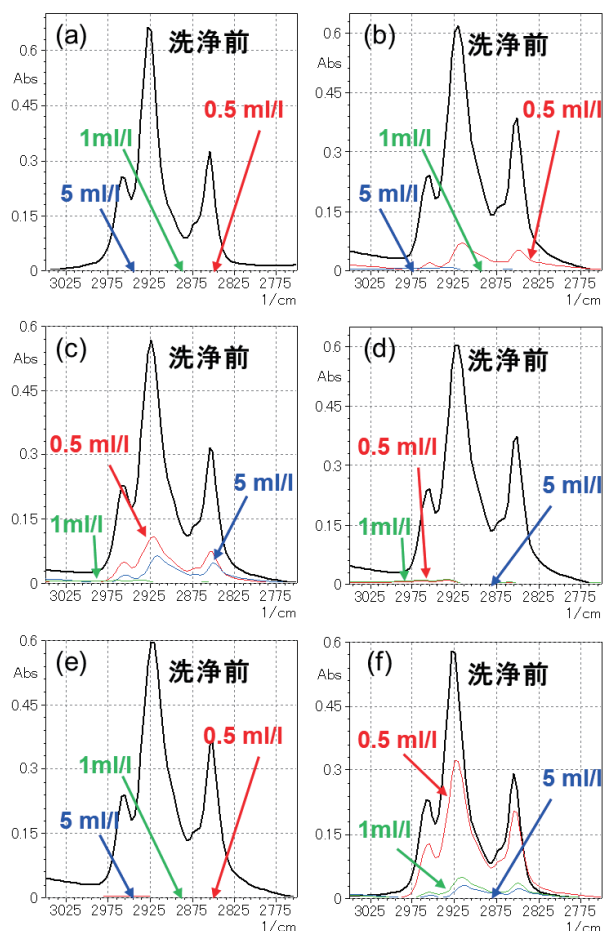


図 6 FB 発生中浸漬洗浄前後の FT-IR 測定結果

0.2 MPa, 0.2 l/min, 60 min 洗浄,

図中数値は界面活性剤濃度,

(a)～(f)は図 4 の配置に対応

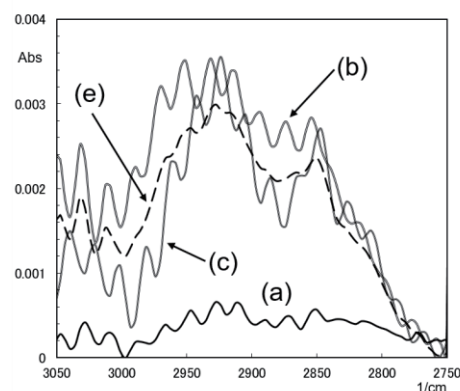


図 7 図 6 サンプルの FT-IR (高感度反射) 測定結果
界面活性剤濃度 1 ml/l, (a)～(e)は図 4 の配置に対応

ら、サンプル位置により洗浄効果が異なることが示された。明確な原因は不明だが、水流が影響しているのではないかと予想している。

サンプル最表面の残留炭化水素の評価のため、図 6 の洗浄試料に対し高感度反射法による測定を行った。結果を図 7 に示す。(a) の位置ではピークが確認されなかったが、他の位置ではピークが確認された。浸漬洗浄では、最表面に炭化水素が残存することが示された。

3. 3 直噴による洗浄

FB 噴射に対し垂直にサンプルを設置し、直噴洗浄実験を行った。図 8 に、ノズル-サンプル間距離を変えて洗浄を行った場合の結果を示す。ノズル-サンプル間距離が近いほど、ピークは小さくなった。また、ノズル-サンプル間距離を一定にし、FB 発生条件を変えて洗浄を行った結果を図 9 に示す。ポンプ圧力 0.1MPa (図 9 (a), (b)) では、洗浄後にピークが確認されたが、0.2MPa (図 9 (c), (d)) では空気流量によらずピークが見えなくなった。直噴洗浄では、浸漬洗浄と比較し短時間の洗浄でピークが小さくなったことから、FB による洗浄効果より、発生した FB 水がサンプル表面に衝突することによる影響が大きく、高いポンプ圧力で洗浄効果が高かったと考えられる。

直噴洗浄の詳細な条件検討のため、ポンプ圧力 0.2MPa で、空気流量を変えて洗浄したサンプルについて、高感度反射測定を行ったところ、0.2l/min (図 9 (e)) ではピークが確認されたのに対し、1l/min (図 9 (f)) ではピークは確認されなかった。空気流量が高い方が、大きい粒径の FB が発生し、FB がサンプル表面に衝突するエネルギーが高いため洗浄効果が高かったと思われる。

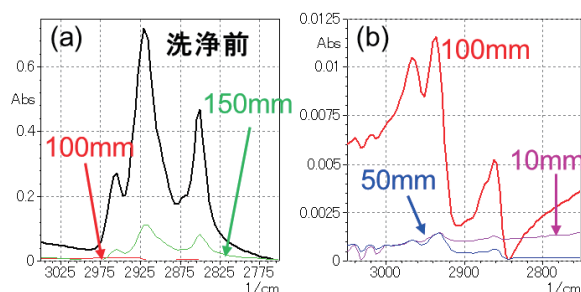


図 8 直噴洗浄前後の FT-IR 測定結果 (a) 及び拡大図 (b)
0.2 MPa, 0.2 l/min, 5 min 洗浄,
図中数値はノズルサンプル間距離

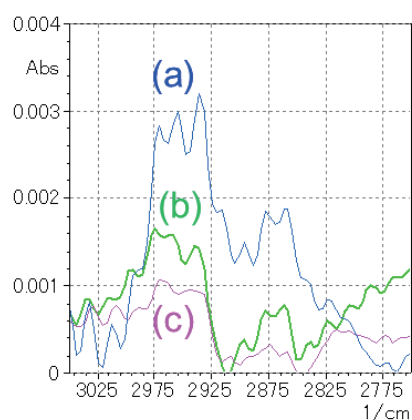


図 10 市販防錆油の直噴洗浄結果
ノズルサンプル間距離 50 mm

- (a) 0.2 MPa, 1 l/min, 5 min 洗浄,
(b) 0.2 MPa, 1 l/min, 界面活性剤 1 ml/l, 5 min 洗浄,
(c) 0.2 MPa, 1 l/min, 界面活性剤 1 ml/l, 30 min 洗浄

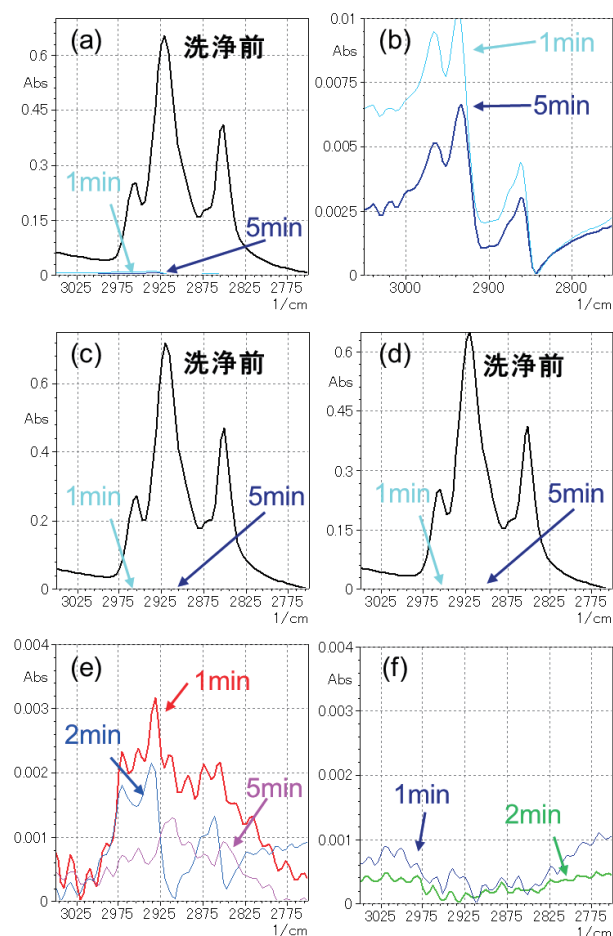


図 9 直噴洗浄前後の FT-IR 測定結果,
ノズルサンプル間距離 50 mm, 図中数値は洗浄時間
(a) 0.1 MPa, 0.2 l/min, (b) (a) の拡大図,
(c) 0.2 MPa, 0.2 l/min, (d) 0.2 MPa, 1 l/min,
(e) 0.2 MPa, 0.2 l/min, 高感度反射測定結果,
(f) 0.2 MPa, 1 l/min, 高感度反射測定結果

3. 4 市販防錆油の洗浄

市販の防錆油を SUS304 板にキャストし、洗浄実験を行った。結果を図 10 に示す。ノルマルテトラデカンと比較すると防錆油は洗浄しにくく、図 9 の洗浄方法で

は同等の効果が得られなかった (図 10(a))。そこで、界面活性剤を 1ml/l の濃度で添加し、ポンプ圧力 0.2MPa, 空気流量 1l/min の条件で洗浄を行ったところ、ピークは小さくなった (図 10(b), (c))。以上より、直噴洗浄においても界面活性剤の添加は、洗浄効果の向上に寄与することが明らかとなった。また、この結果は、油の種類によって洗浄効果が異なることを示している。なお、結果は記載していないが、ポンプ圧力 0.2MPa, 空気流量 1l/min, 界面活性剤濃度 1ml/l で 30 分間直噴洗浄したサンプルの高感度反射測定結果 (図 10(c)) は、アルカリ脱脂洗浄した結果と同等であった。

4 おわりに

FB 水による効果的な脱脂洗浄条件の検討のため、浸漬及び直噴による洗浄実験を行い、以下の知見を得た。

- (1) 浸漬洗浄では、FB 濃度が高いほど洗浄効果が高く、ポンプ圧力 0.2MPa, 空気流量 0.2l/min の条件で最も洗浄効果が高くなった。
- (2) 直噴洗浄ではサンプルに対する FB 水の衝突エネルギーが高いほど洗浄効果は高く、ポンプ圧力 0.2MPa, 空気流量 1l/min の条件で最も洗浄効果が高くなった。
- (3) 界面活性剤添加量が多いほど洗浄効果は高かった。
- (4) 付着油の種類により、洗浄効果が変わることが分かった。

謝 辞

本研究の遂行に当たり、FB 発生装置の拝借並びに御助言をいただきました、大生工業株式会社篠原尚也氏に深く感謝いたします。

参考文献

- 1) 安永望，高田誠：“表面技術”，68，313-316, (2017)
- 2) 大生工業(株) HELIX NOZZLE カタログ
- 3) 寺坂宏一，氷室昭三，安藤景太，奏隆志：“ファインバブル入門”，ファインバブル学会連合（編），(2016)
- 4) 藤本明弘，服部香名子，大矢勝：“繊維消誌”，57，838-843, (2016)

経常研究

CrN 膜の内部応力が膜物性に及ぼす影響

山畑 雅之* 佐伯 和彦* 飯塚 一智*

Effect of Internal Stress on Properties of CrN Film

YAMAHATA Masayuki, SAEKI Kazuhiko and IIZUKA Kazutomo

Cr₂N 膜をアンバランスド・マグネトロン・スパッタ装置を用いてシリコンウエハー基板上に成膜し、内部応力、ビッカース硬さ、密着強度の評価を行い、内部応力が膜物性に及ぼす影響を検討した。成膜後の Cr₂N 膜は 450~650MPa の範囲で引張応力を示し、内部応力とビッカース硬さ及び密着強度に相関はみられなかった。アニール処理により内部応力を緩和させた結果、400℃アニール処理では密着強度が 22%向上した。また、アニール処理後の皮膜の 600℃加熱試験において、密着強度が減少し、アニール処理は、加熱試験後の密着強度の向上には影響しなかった。

Key Words: Cr₂N 膜, 内部応力, 膜物性, アニール処理

1 はじめに

CrN 膜のような Cr 系窒化物膜は、機械部品や切削工具、金型等の工業製品の耐摩耗性や摺動性の向上、耐食性付与のために広く利用されているが、さらなる性能の向上が求められている。

スパッタリング法により形成された薄膜には、内部応力が発生することが知られている¹⁾。この膜の内部応力は、皮膜の硬さや基材との密着性等の膜物性に影響を及ぼすことが知られている²⁾。したがって、内部応力と膜物性の関係について調べることは、膜物性向上の観点から重要であるが、Cr 系窒化物膜についてはほとんど検討されていない。

本研究では、CrN 膜の内部応力、ビッカース硬さ、密着強度を評価し、内部応力が膜物性に及ぼす影響について検討した。

2 研究の方法

2.1 成膜

成膜は、アンバランスド・マグネトロン・スパッタ装置を使用し、ターゲットにクロム (Cr)、導入ガスにアルゴンガス (Ar) と窒素ガス (N₂) を用いて、成膜温度 300℃で行った。基板には、シリコンウエハー(100)を用いた。

2.2 皮膜のアニール処理

皮膜のアニール処理は、マッフル炉 (株デンケン製 KDF-P90) を用いて大気雰囲気下で行った。アニール温度は 300, 400, 500℃, 処理時間は 1 時間とし、昇温は 5℃/min, 冷却は炉冷とした。

2.3 皮膜の加熱試験

皮膜の加熱試験は、マッフル炉を用いて大気雰囲気下で行った。600℃に保持したマッフル炉に試料を投入し、3 分間保持後、マッフル炉から取り出し空冷した。

2.4 皮膜の特性評価

皮膜の結晶構造は、X 線回折装置 (理学電機 (株) 製 RINT2550H) により評価した。皮膜の断面観察は、走査型電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製 JSM-6010PLUS/LA) を用いた。皮膜の内部応力は、応力測定装置 (ケーエルエー・テンコール (株) 製 FLX-2320) により評価した。皮膜の硬さは、ビッカース硬さ試験機 (株フューチャテック製 FM-ARS10K) により評価した。皮膜の密着強度は、スクラッチ試験装置 (株レスカ CSR-5000) により評価した。

3 結果及び考察

3.1 皮膜の構造

得られた皮膜の結晶構造を評価するため、皮膜の X 線回折 (XRD) を測定した。結果を図 1 に示す。皮膜は、

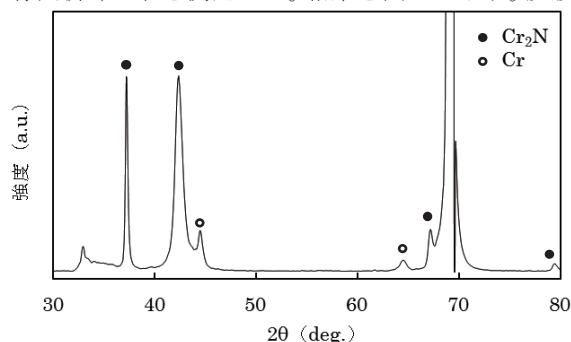


図 1 XRD 測定結果

* 栃木県産業技術センター 材料技術部

Cr₂N が主成分であることが分かった。また、XRD パターンには、金属 Cr の微弱な回折ピークが検出され、わずかに Cr 相が混在していることが分かった。皮膜断面の SEM 観察結果を図 2 に示す。Cr₂N 結晶が柱状に成長していることが分かった。以下、得られた皮膜を Cr₂N 膜と表す。

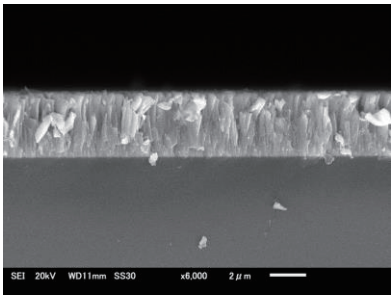


図 2 Cr₂N 膜断面の SEM 像

3. 2 皮膜の物性

皮膜の内部応力と膜物性の関係調べるため、内部応力、ビッカース硬さ及び密着強度を測定した。表 1 に内部応力、ビッカース硬さ及び密着強度の測定結果を示す。また、内部応力とビッカース硬さ及び密着強度の関係を図 3、4 に示す。

Cr₂N 膜の内部応力は、450～650MPa の範囲で引張応力を示した。また引張応力 450～650MPa の範囲では、内部応力とビッカース硬さ及び密着強度に相関はみられなかった。

表 1 Cr₂N 膜の内部応力、ビッカース硬さ、密着強度

No.	1	2	3	4	5
内部応力 (MPa)	581	646	623	524	490
ビッカース硬さ	1590	1785	1859	1592	1661
密着強度 (mN)	471	394	499	457	465

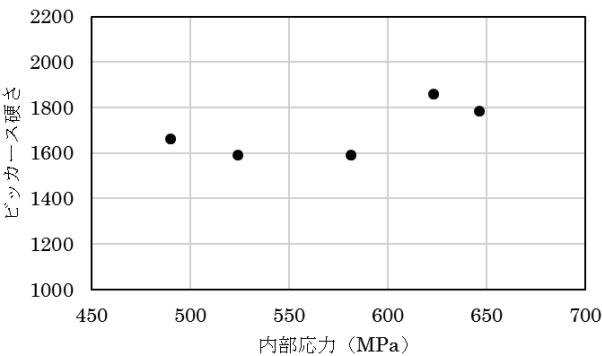


図 3 内部応力とビッカース硬さの関係

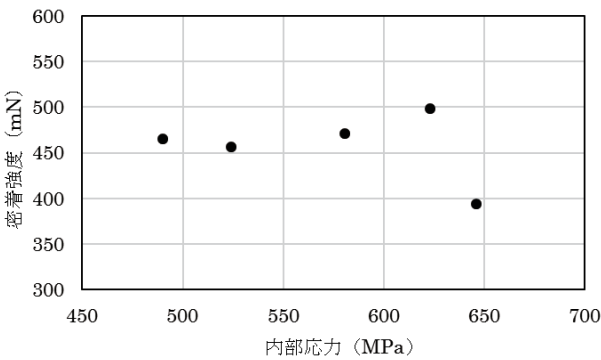


図 4 内部応力と密着強度の関係

3. 3 アニール処理後の膜物性

アニール処理が内部応力と膜物性に及ぼす影響を調べた。表 2 に未処理及びアニール処理後の内部応力、ビッカース硬さ及び密着強度の値を示す。また、図 5 ～ 7 にアニール温度と内部応力、ビッカース硬さ、密着強度の関係を示す。

図 5 に示すように内部応力は、アニール処理により緩和し、アニール温度が高いほど小さくなり、アニール温度依存性を示した。ビッカース硬さは、各アニール温度で顕著な変化はみられなかった (図 6)。図 7 に示すとおり密着強度は、300℃アニール処理で 5%増大、400℃アニール処理で 22%増大し、アニール温度が高くなるにつれて向上した。このことは、内部応力の緩和が一つの要因であると推察される。また、処理温度がさらに高い 500℃アニール処理では、逆に密着強度は低下した。データは示していないが、XRD 測定の結果、500℃アニール処理では Cr 酸化物の回折ピークが確認された。このことから、Cr₂N 膜の酸化が密着強度低下の原因であると考えられる。

表 2 未処理及びアニール処理後の内部応力、ビッカース硬さ、密着強度

No.		3	4	5
アニール温度 (℃)		300	400	500
内部応力 (MPa)	未処理	623	524	490
	アニール処理後	613	415	325
ビッカース硬さ	未処理	1859	1592	1661
	アニール処理後	1727	1660	1675
密着強度 (mN)	未処理	499	457	465
	アニール処理後	526	558	439

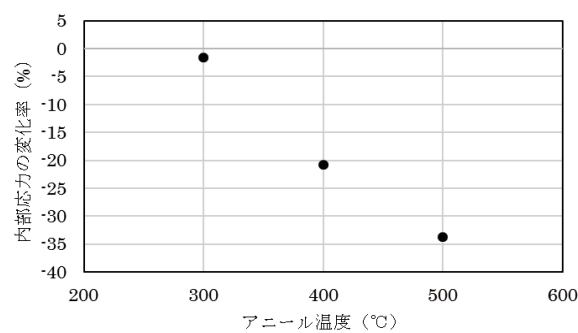


図5 アニール処理による内部応力の変化

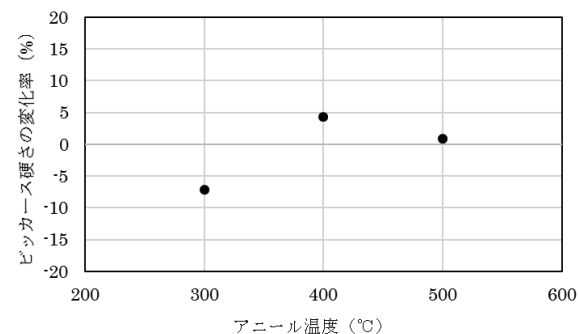


図6 アニール処理によるビッカース硬さの変化

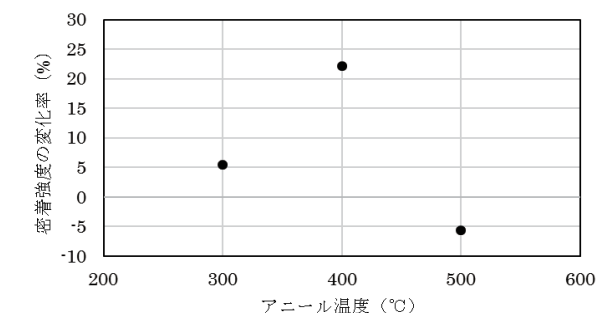


図7 アニール処理による密着強度の変化

3. 4 皮膜の耐熱性

皮膜の耐熱性に対するアニール処理の影響を調べるため、加熱試験を行った。表3にアニール処理及び加熱試験後の内部応力及び密着強度の値を示す。なお、サンプルNo.1はアニール処理をせずに加熱試験を行った。サンプルNo.2は400℃アニール処理後に加熱試験を行った。

加熱試験後の内部応力は、No.1とNo.2ともに低下したが、No.1の方がNo.2より大きく低下した。加熱試験後のCr₂N膜表面の光学顕微鏡観察結果を図8に示す。いずれの試料にも膜表面に細かいクラックが発生していた。No.1の方が細かいクラックが多数発生していたことから、内部応力が大きく低下したと考えられる。

加熱試験後の密着強度は、未処理と加熱試験後の値を比較すると、いずれの試料も10%弱減少した。このことから、アニール処理は、加熱試験後の密着強度の向上には影響しないことが分かった。

表3 アニール処理及び加熱試験後の内部応力、密着強度

No.		1	2
内部応力 (MPa)	未処理	581	646
	アニール処理後	-	575
	加熱試験後	256	467
密着強度 (mN)	未処理	471	394
	アニール処理後	-	569
	加熱試験後	444	365

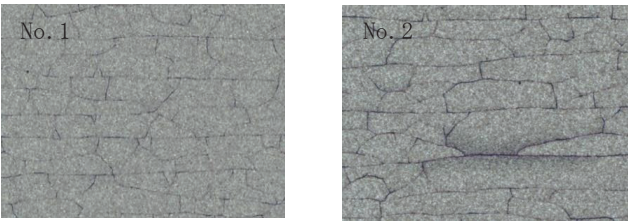


図8 加熱試験後のCr₂N膜の表面観察結果

4 おわりに

Cr₂N膜の内部応力がビッカース硬さと密着強度に及ぼす影響を検討した。成膜後の内部応力とビッカース硬さ及び密着強度の関係、アニール処理及び加熱試験後の内部応力、ビッカース硬さ、密着強度の変化について評価し、以下の知見を得た。

- (1) 引張応力450～650MPaの範囲では、内部応力とビッカース硬さ及び密着強度に相関はみられなかった。
- (2) 内部応力は、アニール処理により緩和し、アニール温度が高いほど応力緩和は大きくなった。
- (3) 密着強度は、400℃までのアニール処理で増大し、400℃アニール処理では22%向上した。
- (4) ビッカース硬さは、アニール処理の影響を受けなかった。
- (5) アニール処理は、加熱試験後の密着強度の向上には影響しなかった。

参考文献

1) 馬来国弼：“表面技術”，43，635-640，(1992)
2) 田中啓介：“表面技術”，43，624-629，(1992)
3) 國次真輔：“岡山県工業技術センター報告”，34，11-15，(2008)
4) 岩村栄治：“薄膜の応力・密着性・剥離トラブルハンドブック”，(株)情報機構，(2007)

経常研究

県産いちごを用いた日本酒ベース発泡性リキュールの開発

佐々木 隆浩* 筒井 達也*

Development of Sake-based Sparkling Liqueur Using Strawberries from Tochigi Prefecture

SASAKI Takahiro and TSUTSUI Tatsuya

県産いちごを用いた日本酒ベース発泡性リキュールの開発を行った。いちごの形状は製造工程を考慮し丸ごとのまま使用することとした。ベース日本酒は補酸し、いちごと日本酒の仕込み割合は1:1が高評価であった。また、炭酸ガスを添加したものが比較的高評価であった。貯蔵試験の結果、炭酸ガスを含有し遮光で5℃の環境下で貯蔵するのが適切であった。試作酒はいちごの香味を有し酸味のきいたスパークリングワイン風の発泡性リキュールに仕上がった。

Key Words : いちご, 日本酒, リキュール

1 はじめに

近年、海外での日本酒への関心は高まっており、輸出量は年々増加傾向にある。また日本酒ベースのリキュールや発泡性リキュールについても同様に関心が高く、新商品の開発が望まれている。

栃木県はいちごの収穫量が50年連続日本一であり、本県特産のいちごを使用した加工食品を商品化できれば、本県にとって「いちご王国」としての大きなPR効果が期待できる。また、本県の清酒輸出数量は全国有数であることから、さらなる輸出量増加へのステップとなる。

そこで、本研究では県産のいちごを使用し、いくつかの条件で日本酒ベース発泡性リキュールの開発を行ったので報告する。

2 研究の方法

2.1 いちごの調製

いちごの品種は真岡市産の規格外とちおとめで、収穫後にへたを切除し冷凍保存したものを使用した。形状は、そのまま、1/4カット、ペーストの3種類を用いた。1/4カットは、へた切除部分から先端に向かってカットした。ペーストはフードプロセッサを用いて、1分間処理することにより調製した。

2.2 ベースとする日本酒の調製

県産純米酒を使用し、補酸酒には食品添加物用90%乳酸を4ml/L、補糖酒にはグルコースを17g/L添加し

ベースとする日本酒を調製した。一般成分値を表1に示す。

表1 ベース日本酒の成分値

	酸度 (ml)	アミノ酸 度 (ml)	日本 酒度	アルコール 分 (%)
純米酒	1.4	1.3	+1.6	15.8
補酸酒	5.4	1.3	+1.6	15.8
補糖酒	1.4	1.3	-8.4	15.8

2.3 炭酸ガスの添加

家庭用炭酸水製造装置であるツイスパーソーダ(SODABK: (株)グリーンハウス製)によりベース日本酒に炭酸ガスを添加した。炭酸ガスの添加時間は1分間とした。

2.4 発泡性リキュールの試作

冷凍いちごにベース日本酒を添加し、約20℃の遮光環境で試作を行った。仕込み2日後にいちごを引き上げ、炭酸ガスを添加し65℃達温で加熱殺菌を行った。

2.5 貯蔵試験

試作した発泡性リキュールを各種条件下で1ヶ月間貯蔵試験を行った。貯蔵条件を表2に示す。光の照射はインキュベーター内の蛍光灯により2000ルクスに調整し、ビタミンC(以下V.C)の添加濃度は0.1%(W/V)とし、瓶は透明瓶または着色瓶を用いた。

2.6 試作酒の分析及び官能評価

試作酒の成分分析は国税庁所定分析法¹⁾により分析した。また、色調は分光測色計(CM-5: コニカミノ

* 栃木県産業技術センター 食品技術部

ルタジャパン(株)製)を用い光源はD65を使用した。

香気成分測定は、各試料2mLに蒸留水8mLと塩化ナトリウム3gを加えたものを測定試料とし(N=3)、ダイナミックヘッドスペース-ガスクロマトグラフ質量分析(GC/MS)法により行い、吸着材はCarbopach B&Xを用いた。試験前処理として、各測定試料を25℃下で100mL/分の流速で6.5分間Heパージして香気成分の吸着管への吸着を行い、さらにその吸着管を30℃下で50mL/分の流速で6分間Heパージを行い、加熱脱着装置つきGC/MS(5977B:Agilent Technologies 社製)に供した。加熱脱着装置の温度条件は、TDU:30℃(0.3min)-720℃/min昇温-300℃(3min)とし、CIS:-50℃(0.5min)-12℃/sec昇温-210℃(20min)とした。測定装置条件は、カラム:DB-WAX(30m, 0.25mm, 0.25um)、オープン温度:40℃(5min)-10℃/min昇温-240℃(10min)、キャリアガス:He 1.6768mL/min、トランスファーライン温度:240℃、イオン源温度:230℃、イオン化モード:EI、イオン化電圧:70eVで測定を行った。得られたガスクロマトグラムから、Aroma Office 2Dによりにおいを有する化合物のみを抽出し、その後、多変量解析ソフトMass Profiler Professionalを用いて、抽出した成分中の再現性の高い化合物の絞り込み(CV<40)及びそれらのクラスター解析を行った。

試作酒の官能評価は当センター職員6名で実施し、3点法(1:劣~3:優)により総合評価を行った。

表 2 貯蔵条件

No.	光	V. C	炭酸ガス	温度	瓶
1	有	有	有	30℃	透明
2					着色
3			無		透明
4					着色
5		無	有		透明
6					着色
7			無		透明
8					着色
9	無	有	30℃	透明	
10			5℃		
11			無		30℃
12					5℃
13		無	有		30℃
14					5℃
15			無		30℃
16					5℃

3 結果及び考察

3. 1 いちごの形状の検討

いちごをカットまたはペースト状に処理し、ベース日本酒に添加した様子を図1に示す。ベース日本酒には補酸酒を用いた。

仕込み3日後に色調の測定及び官能評価を行った結果、いちごをカットせずにそのまま仕込んだリキュールの赤色度が最も高くなった。

官能評価ではペースト状のいちごで仕込んだリキュールは青臭い香りと苦みが強かった。一方、いちごを1/4カットし仕込んだリキュールと丸ごとそのまま仕込んだリキュールは、香味の評価は同等に良好だったが、生産性を考慮しカットの手間を省くために、いちごの形状は丸ごととし以後の試験を行った。



図 1 様々な形状のいちごで仕込んだリキュール(左から、そのまま, 1/4カット, ペースト状)

3. 2 ベース日本酒, いちごと日本酒の割合の検討

ベース日本酒, いちごと日本酒の割合の検討のため、表3の条件にて官能評価を行った。最も合計点数が高かったのは、ベース日本酒に補酸酒を用い、いちごと日本酒の仕込み割合が1:1で炭酸ガスが添加されているリキュールであった(図2)。

いちごと日本酒の割合が1:1のリキュールは赤色が鮮やかでいちごの風味を強く感じた。一方、いちごと日本酒の割合が3:7のリキュールは、1:1に比べいちごの風味が弱く、日本酒の印象を強く感じた。また、炭酸ガスを添加したほうが合計点数は高くなったが、苦みやえぐみも感じる傾向が見られた。

表 3 官能評価結果

ベース酒	いちごと日本酒の割合	炭酸ガス	合計点数
補酸酒	1:1	有	14
		無	9
	3:7	有	11
		無	9
補糖酒	1:1	有	12
		無	12
	3:7	有	11
		無	9



図 2 いちごと日本酒の割合が異なるリキュール
(いちごと日本酒の割合=1:1 (左) , 3:7 (右))

3. 3 貯蔵試験

3. 3. 1 色調測定

貯蔵試験後の試作酒写真を図 3 に、貯蔵試験結果を表 4 に示す。色調については、No. 14 が最も a*が高く、b*は 2 番目に低く鮮やかな赤色を呈した。光を照射した条件では、遮光環境の方が a*, b*が高く、L*は低い傾向となった。貯蔵温度については、低い方が a*が高く b*, L*が低い傾向となった。炭酸ガスについては、添加されている方が a*が高く b*, L*が低い傾向となった。V.C については、無添加の方が a*が高く、L*が低い傾向となり、V.C の添加によるカリステフィンの分解が考えられた。瓶の色については、着色瓶の方が a*, b*が高い傾向となった。

以上の結果を総合すると色調に与える影響の大きさは、温度>光>炭酸ガス>V.C>瓶の順となり、いちご由来の赤色を保持するためには、低温・遮光で貯蔵することが重要であることが示唆された。



No. 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16

図 3 貯蔵試験後の試作酒

表 4 貯蔵試験酒の色調測定結果

No.	L*	a*	b*
1	96.9	1.6	8.3
2	96.8	1.7	8.8
3	97.6	0.1	8.6
4	97.3	-0.1	10.3
5	94.3	4.1	10.4
6	94.1	4.8	10.2
7	95.1	2.0	11.6
8	94.1	2.9	13.0
9	96.6	1.9	9.0
10	95.2	7.3	7.1
11	96.8	1.4	9.3
12	95.2	7.0	7.3
13	94.1	3.9	11.5
14	94.3	8.4	6.9
15	93.7	4.0	12.4
16	94.4	7.9	6.8

3. 3. 2 香気成分統計解析

香気成分の統計解析で最も大きな差が見られたのが、光の有無の比較であり、No. 7 と 15 の香気成分について検討を行った。No. 7 にはコーヒー、アーモンド、ココアなどの香ばしい香りの成分が多かったのに対し、No. 15 ではかんきつ系、フルーティーな果物様の香りの成分が多かった。これらは紫外線により、いちごやベース日本酒の成分が何らかの影響を受けて変化した可能性が示唆された。

3. 3. 3 官能評価及び成分分析結果

貯蔵試験後の官能評価の結果を表 5 に示す。最も合計点数が高かったのは No. 14 と 16 であり、これらは貯蔵してもいちご本来の香味を保持しているとのコメントを得た。

また、貯蔵中の紫外線の有無より温度の違いが試作酒の酒質に与える影響は大きく、30℃で貯蔵した試作酒にはジャム様の加熱臭が認められた。さらに、炭酸ガスが添加されていない試作酒には特徴的な酸化臭が認められた。

以上のことから、いちご本来の香味を貯蔵中に保持するためには、リキュールに炭酸ガスを添加し遮光で5℃の環境下で貯蔵するのが適切であることが明らかとなった。

試作酒の成分分析結果を表6に示す。試作酒はエキ스가やや低くなったが、アルコール分8%程度でいちごの香味と酸味のきいたスパークリングワイン風の発泡性リキュールに仕上がった。

表5 貯蔵試験酒の官能評価結果

No.	合計点数	主なコメント
1	9	いちごの風味少ない
2	11	
3	6	劣化臭，黄色
4	6	
5	11	いちごの風味残っている
6	12	
7	9	ジャム臭
8	9	
9	11	少しジャム臭
10	17	色良い，いちごの風味残っている
11	10	味重い，ジャム臭
12	15	いちご本来の香味に近い
13	12	少しジャム臭
14	18	フレッシュ，いちご本来の香味
15	11	ジャム臭
16	18	フレッシュ，いちご本来の香味

表6 成分分析結果

一般成分	酸度 (ml)	アルコール分 (%)	エキス分
試作酒	9.8	8.2	8.4
香気成分	酢酸イソアミル (ppm)	カプロン酸エチル (ppm)	
試作酒	0.6	0.6	

4 おわりに

県産いちごを用いた日本酒ベース発泡性リキュールの開発を行った。いちごの形状は製造工程を考慮し丸ごとのまま使用することとした。ベース日本酒は補酸し、いちごと日本酒の仕込み割合は1:1が高評価であった。また、炭酸ガスを添加したものが比較的高評価であった。貯蔵試験の結果、炭酸ガスを含有し遮光で5℃の環境下で貯蔵するのが適切であった。試作酒はいちごの香味を有し酸味のきいたスパークリングワイン風の発泡性リキュールに仕上がった。

参考文献

- 1) 注解編集委員会編：「第四回改正国税庁所定分析法注解」，財団法人 日本醸造協会，(1993)

経常研究

解し織のためのインクジェットプリンタによる経糸捺染技術の開発

丸 弘樹* 佐瀬 文彦*

Development of Warp Printing Method by Textile Digital Printing for HOGUSHI-ORI
MARU Hiroki and SASE Fumihiko

解し織の経糸捺染にインクジェットプリントを適用するために、プリンタの捺染機構を改造し捺染を行った。その結果、汚染などの不具合がなく捺染できる機構を構築でき、重ね塗りにより捺染の裏通り性が向上することが分かった。また、インクジェットプリンタと織機を連結することで経糸捺染と本織の工程を連続的に実施できるようになった。

Key words: 解し織, 経糸捺染, インクジェットプリント

1 はじめに

大正から昭和初期にかけて気軽なおしゃれ着として大流行した着物である銘仙の生地は、カラフルな色彩と緋の技法による華やかで斬新な模様が特徴である。緋とは、糸を模様に合わせて染色する際やその糸を製織する際に生じるにじみやずれによって表現される模様である。銘仙の緋模様が与えるレトロでモダンな印象は、現代社会においても国内外を問わず高い評価を得ている。

緋の技法の1つである解し織は、整経した経糸に対して捺染をした後に生地に織り上げる先染めの織物である。緯糸がない経糸の段階で捺染をするため、経糸の順序や幅に乱れがあると捺染が難しく、織り上げた際に柄の崩れ等の不良が発生する。これを未然に防ぐために、一旦経糸に対して緯糸を粗く挿入し、平織を組織する仮織が行われる。仮織に使用した緯糸は本織の際に、解し(取り除き)ながら生地に織り上げられるため、解し織と呼ばれる。解し織は伊勢崎で開発されたとされ、伊勢崎をはじめ、秩父、八王子、足利などが産地として栄えた。しかし、戦後の洋装文化の広まりとともに次第に生産量が減少したことで、産地では各生産工程を担う企業や技術者が減少した。現在、産地内で一連の工程を実施することは困難であり、生産に係わるコストと時間が増大している。

古くから経糸の捺染は、スクリーン捺染によって行われてきた。一方、近年急速に成長しているインクジェット捺染は、無版のためデザインの制約が少なく、特に小ロットの場合では効率的に生産ができる。すなわち、経糸捺染にインクジェット捺染を適用すること

ができれば、効率化や新たなデザインをもつ解し織の創出に繋がることが期待される。

インクジェット捺染を経糸捺染に応用した研究はいくつか挙げられるが、捺染の浸透性(裏通り性)や工程の可否を含めた効率的生産方法については十分に検討されていない^{1) - 7)}。

以上のことから本研究では、解し織のためのインクジェットプリンタによる経糸捺染技術の開発を目的とした。この目的のために、インクジェット捺染機構の最適化と仮織条件(緯糸織度、仮織の有無)及び捺染における吐出量が経糸捺染の仕上がりに及ぼす影響を検討した。

2 研究の方法

2.1 経糸の準備

2.1.1 整経

将来的な解し織の生産を想定して、使用する経糸は絹紡糸(167dtex)とした。インクジェット捺染における滲み防止や発色を向上させることを目的に、予め表1に示す前処理剤を糸に塗布した。次に、足利産地における銘仙の密度を参考として、密度 34 本/cm, 幅 19cm の条件で 14m 整経した。

表1 前処理剤

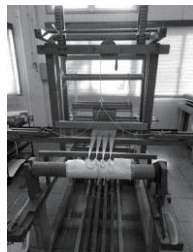
アルギン酸ナトリウム	20g
サンフローレンSN	50g
ヘキサメタリン酸ナトリウム	10g
尿素	70g
重曹	30g
還元防止剤(メタニトロベンゼンスルホン酸ナトリウム)	15g
水	805g
計	1000g

2.1.2 仮織

図1(a)に示す織機を用いて仮織を行った。図1(b)

* 栃木県産業技術センター 繊維技術支援センター

に示すように、緯糸として 167dtex の糸を密度 0.1 本/cm の間隔で挿入し、3m 仮織した(以後、試料名を「仮織太」とする)。同様に 72dtex の糸を密度 0.1 本/cm で挿入し、4m 仮織した(以後、試料名を「仮織細」とする)。なお、残りの 7m については仮織を行わなかった(以後、試料名を「仮織無」とする)。



(a) 織機



(b) 緯糸の挿入

図1 仮織

2. 2 インクジェット捺染

2. 2. 1 捺染機構の改造

既存のテキスタイルインクジェットプリンタは布帛の捺染を目的に設計されているため、このまま経糸捺染に適用することは難しい。そこで図2に示す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))における(a)捺染部, (b)送出部, (c)巻取部, (d)生地挿入部の4か所の機構を改造した。改造前の各部を図3に, 改造後の各部を図4にそれぞれ示す。

(a)捺染部では, 経糸同士の隙間から裏抜けしたインクが経糸を汚染することを防ぐために, 普通紙を経糸の下敷きとして捺染できるようにした。(b)送出部では, 整経工程後, 経糸が直接設置できるようにするために, 経糸の巻箱専用の送出し装置を作製した。(c)巻取部で

は, 経糸の巻取り動作と下敷用紙の巻き取り動作が連動するように, 経糸を巻き取る紙管と下敷き用紙を巻き取る棒を伝動ベルトで接続した。(d)生地挿入部では, 仮織されていない経糸が挿入された際の糸の順序の乱れを防ぐために, 櫛筵を取り付け, そこに経糸を通した。なお櫛筵は 2.1.1 の整経条件と適合するように筵密度 70 羽/3.78cm を用い, 1 羽に経糸を 2 本通した。



図2 テキスタイルインクジェットプリンタ

2. 2. 2 捺染

インクの吐出量を変化させることで, 経糸の染色状態がどのように変化するか検証するために, インクの吐出量を重ね塗り回数によって制御した。重ね塗り回数は 1, 3, 5 回とし, 黒成分(k)100%の長方形画像を幅方向 175mm, 送り方向 100mm の大きさで吐出した。なお, 染料は反応染料を使用した。捺染後は, 染料の固着を図るために熱処理(常圧蒸熱処理 8min), ソーピング処理(60℃, 2min), 水洗処理を行った。

2. 3 評価

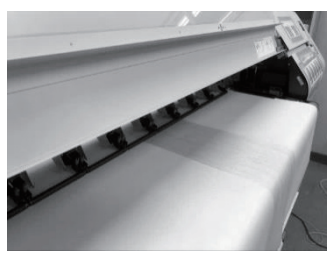
以下の2つの状態における試料を定性的に評価した。(1)捺染直後の試料についてインクの裏抜けの様子を観察した。(2)仕上げ後の試料について表面と裏面の様子を観察し, 仮織の有無, 吐出量の違いが仕上がりに及ぼす影響を評価した。



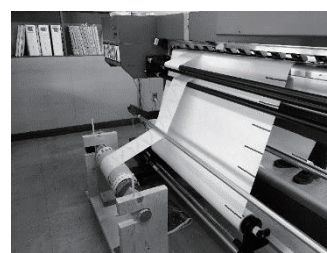
(a) 捺染部



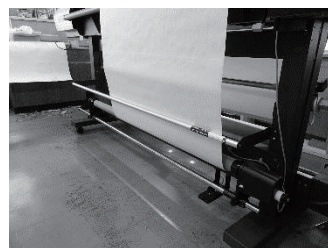
(b) 送出部



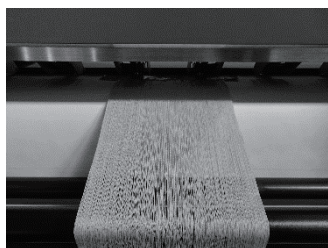
(a) 捺染部



(b) 送出部

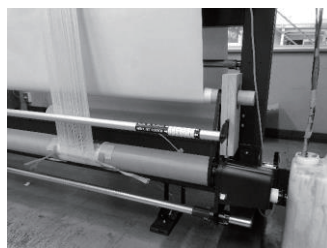


(c) 巻取部

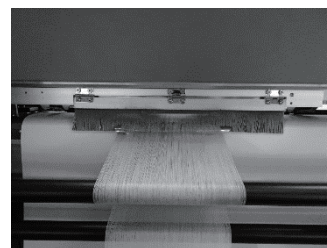


(d) 生地挿入部

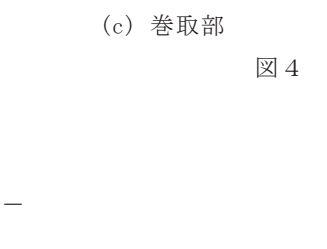
図3 改造前



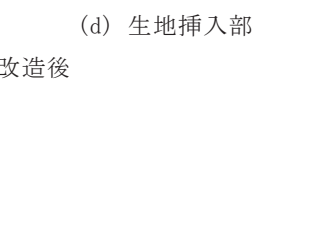
(a) 捺染部



(b) 送出部



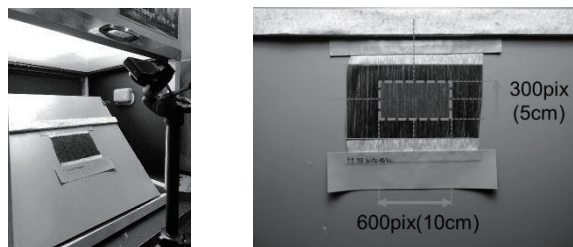
(c) 巻取部



(d) 生地挿入部

図4 改造後

次に、定量的に試料を評価するために、図5(a)に示す光源(標準光源 D65)、照射角度(45°)、受光角度(45°)が統制された環境を構築し、試料の表面及び裏面をデジタルカメラで撮像(1/80秒, F値3.5)した。なお、試料面照度は3620Lxであった。得られた画像はグレイスケール256階調に変換し、試料中心部600×300pix(100×50mm相当)の範囲の平均濃度値を算出した(図5(b)参照)。

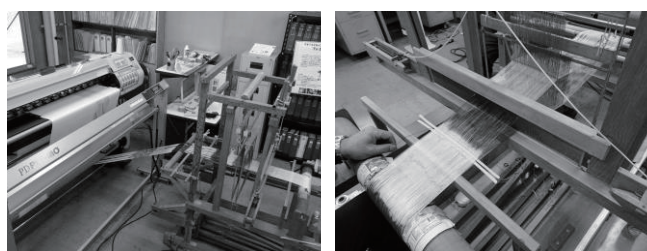


(a) 撮影環境 (b) 解析範囲

図5 定量的評価方法

2. 4 本織

後述する3.1より、経糸へのインクジェット捺染が実施できることが分かったため、将来的な解し織の効率的生産ができるように、インクジェットプリンタと織機を連結し、捺染と本織工程の連続的实施を試みた。構築したシステムは、図6(a)に示すように、インクジェットプリンタにおいて捺染された経糸が直接織機に送られるため、糸つなぎを省略して生地に織り上げることができる(図6(b)参照)。なお、緯糸は116dtexの絹糸(黒色)を用い、製織後は染料の固着を図るために熱処理(常圧蒸熱処理8min)、ソーピング処理(60℃, 2min)、水洗処理を行った。



(a) プリンタと織機 (b) 製織の様子

図6 本織

3 結果及び考察

3. 1 定性的評価結果

捺染直後の試料の写真を図7に示す。図7より経糸に乱れなく捺染ができ、また、経糸同士の隙間から裏抜けしたインクは下敷き用紙で吸収されていたことが分かった。また、下敷き用紙は速やかに経糸から離れて巻き取られ、他の全ての動作も滞りなかったことから、改造した捺染機構による捺染の有効性が示された。



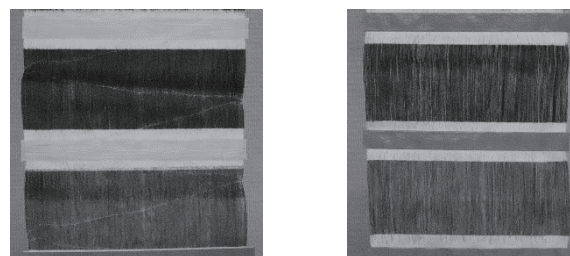
(a) 外観 (b) インクの裏抜け

図7 捺染直後の様子

次に、仕上げ後の試料について仮織の有無を比較した結果を図8に、試料の表裏を比較した結果を図9にそれぞれ示す。

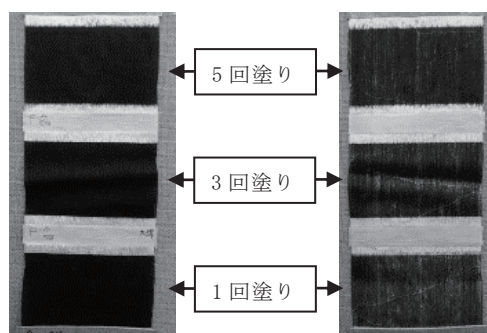
図8(a)の仮織太は、経糸が緯糸に負けて交錯点での糸の凹凸や、両端部での糸の乱れを誘発する可能性があることが分かる。一方、図8(b)の仮織無は、平坦な状態を保っている。このことから、仮織が施されることにより経糸の取扱いは容易となるものの、インクジェット捺染における捺染品質が悪化する可能性が示唆された。

図9より試料の表面では重ね塗り回数による色の濃さの違いは見られない。一方、裏面では重ね塗り回数が多いほど色が濃く見える。このことから、重ね塗りにより裏通り性が向上する可能性が示された。



(a) 仮織太 (b) 仮織無

図8 仮織有無の比較



(a) 表面 (b) 裏面

図9 仮織太の表裏の比較

3. 2 定量的評価結果

各試料の表裏の平均濃度値を算出した結果を図10に示す。図10より、仮織太の試料に着目すると表面ではほぼ一定の濃度値だが、裏面では重ね塗りをするほど濃度値が大きく低下し、色が濃くなることがわかった。

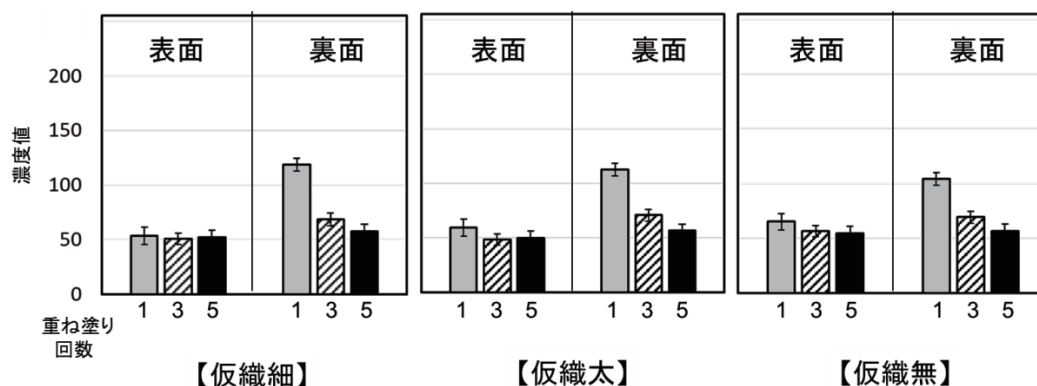


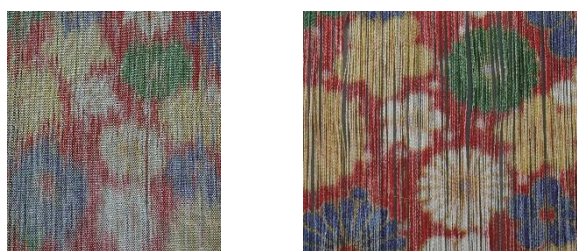
図 10 平均濃度値

すなわち、前述した定性的評価と一致する結果が得られ、重ね塗りにより裏通り性が向上することが認められた。特に重ね塗り 5 回では、裏面でも表面と同程度の濃度値が得られた。

また、試料間を比較した場合、いずれの試料も重ね塗りに対して同様の傾向にあることが分かる。すなわち、仮織太及び仮織細と仮織無の試料間に差がないということは、生地挿入部に取り付けた櫛筈が仮織と同等の役割を果たしたと言える。生産の効率化を考えた場合、少ない工程で生産できる方が好ましいことから、本研究において開発した捺染機構によって解し織における仮織の工程が省略できる可能性が示された。

3. 3 本織生地の評価

本織によって試作した生地と、同一の柄を経糸にプリントしたものを図 11 に示す。図 11 より、本織のサンプルは経糸捺染のサンプルに比べて柄の輪郭がぼやけているように見える。これは、捺染後に経糸が織機で巻き取られるまでの間に発生した張力ムラに起因していると考えられる。すなわち、今回構築したシステムでは、比較的大きな張力ムラが発生し、経糸が大きくずれてしまうことが分かった。したがって、本システムを解し織において期待されるような縞模様が得られるように調整するには、織機との連結方法や巻取りの制御方法を工夫することが重要であると考えられる。



(a) 本織サンプル

(b) 経糸捺染サンプル

図 11 本織と経糸捺染の比較

4 おわりに

本研究では、解し織のためのインクジェットプリンタによる経糸捺染技術の開発を目的に、インクジェット捺染機構の最適化と仮織条件(緯糸織度、仮織の有無)及び捺染における吐出量が経糸捺染の仕上がりに及ぼす影響を検討した。その結果、経糸に下敷き用紙を挿入することで汚染が防げることが分かった。櫛筈に経糸を通すことで、仮織と同等の役割ができ、仮織工程が省略できる可能性が示された。また、インクジェットプリンタと織機を連結して解し織生地を試作することができた。

以上のことから、インクジェットプリンタによる経糸捺染と経糸捺染から本織までの連続的生産ができるようになった。

参考文献

- 1) 金子亮ら: "埼玉県繊維工業試験場研究報告", 1994, 41-46, (1995)
- 2) 金子亮, 井ヶ田幸生: "埼玉県繊維工業試験場研究報告", 1995, 53-58, (1996)
- 3) 斉藤洋ら: "山形県工業技術センター報告", 28, 21-25, (1996)
- 4) 寺島征四郎ら: "山形県工業技術センター報告", 29, 38-41, (1997)
- 5) 渋谷恵太: "新潟県工業技術研究報告", 38, 105-107, (2009)
- 6) 渋谷恵太, 橋詰史則: "新潟県工業技術研究報告", 39, 109-111, (2010)
- 7) 村上暁子ら: "京都府織物・機械金属振興センター研究報告", 48, 34-36, (2014)

経常研究

結城紬における縫取り技法を使った多色デザインの開発

石井 優利奈* 堀江 昭次* 太田 仁美*

Development of Multicolor Design Using Embroidery Technique in Yukitsumugi

ISHII Yurina, HORIE Shoji and OTA Hitomi

本研究では地機織りに縫取り技法を取り入れ、新たなデザインの結城紬を製織することを目的とし、縫取り技法での製織方法の検討及び試作品の製作を行った。縫取り糸として複数の色系を使用し、多くの色を使用したデザインでの製織を行った。また、製織段階で随意の場所に模様を織り出すことができる縫取り技法の特徴を生かし、特定の部分のみに模様を配置した結城紬の帯を製作した。

Key words: 結城紬, 手つむぎ糸, 縫取織り, 名古屋帯

1 はじめに

結城紬では、模様は緋柄により表現されている。緋柄は緻密で繊細な表現が特徴であり、基本的に一定の柄の繰返しにより作製される。緋柄は伝統的な結城紬の特徴の一つであるが、着尺の特定の場所に模様を配置することが難しい。また、地色（緋箇所以外の色）によって目色（緋の色）や色数がある程度限定されるなど、デザインの種類が制限されるため、産地では織り方や染色加工技術を工夫することで、新たなデザインを取り入れようと試みている。

当センターでは、平成 25 年度に地機織りに縫取り技法を取り入れた結城紬の付下げ着物¹⁾を製作しているが、表現した柄は単色であった。

そこで今年度の研究では、新たなデザインの結城紬の製織を目的とし、縫取り技法での製織方法の検討及び多くの色が隣り合うデザインを有する結城紬の帯の製織に取り組んだ。

2 研究の方法

2. 1 多色の縫取り糸を使用した試し織り

縫取り技法での製織方法を図 1 に示す。緯糸を織り込む際、模様を織り出したい場所に縫取り糸（緯糸とは別の色系）を併せて織り込んで柄を表現する。

帯を製織する前に、縫取り技法で表現できる柄について検討を行うため試し織りを行った。試し織りに使用した図柄は帯に使用するデザインを想定した大きさや形で作成し、帯のデザイン作成の参考とした。使用した糸の織度、製織条件については次のとおりである。

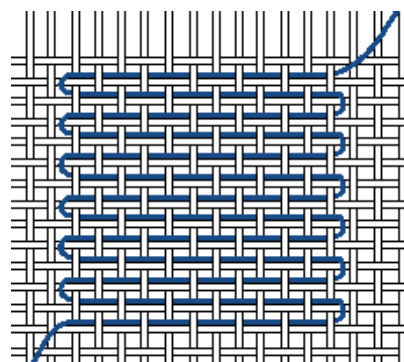


図 1 縫取り技法

- ・ たて糸 真綿からの手紬糸 平均織度 221D
- ・ よこ糸 真綿からの手紬糸 平均織度 130D
- ・ 織機 地機
- ・ 箆密度 平 17 算 (63 羽/3.8 cm)
- ・ 通し幅 1 尺 1 寸 (41cm)
- ・ 箆羽数 680 羽 (1 羽引込 2 本) (尺は鯨尺)

試し織りで使用した縫取り用の図案を図 2 に示す。縫取り技法で表現できる柄（柄の細かさ）、異なる 2 色が隣接する部分の柄の出方や、色の検討を行うため、曲線や直線を含み、計 20 色を使用した 6 パターンの図案を使用した。また、縫取り部分は緯糸が 2 本ずつ挿入される状態になるため、織密度（緯糸の打込数）や使用する糸の織度の検討を行った。問題点は適宜調整して製織を行い、縫取りの方法を検討した。

2. 2 帯の製織

今回は、着用したときに体の正面に見える「前胴」の部分と、背面に見える「お太鼓」の部分のみに柄のある名古屋帯を製作した。製織段階で柄を織り出していくため、帯仕立て後の柄の配置から作成した設計図

* 栃木県産業技術センター紬織物技術支援センター

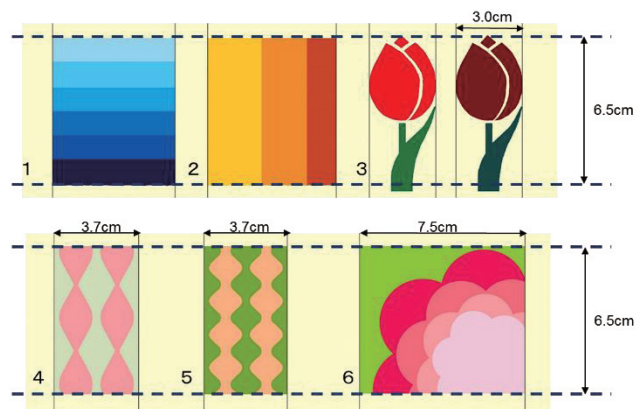


図2 試し織りに使用した縫取り图案

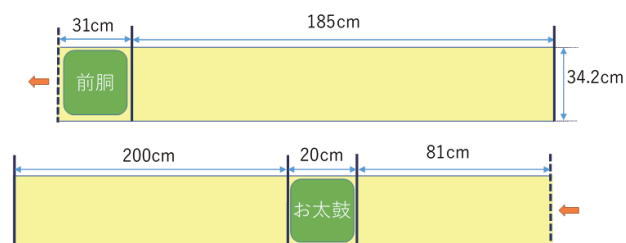


図3 製織した帯の寸法と柄の配置

を図3に示す。製織しながら長さを計測し、設計図の寸法に合わせて柄を織り出した。

帯の製織条件については次のとおりである。

- ・ たて糸 真綿からの手つむぎ糸 平均繊度 193D
- ・ よこ糸 真綿からの手つむぎ糸 平均繊度 120D
- ・ 縫取り糸 真綿からの手つむぎ糸 平均繊度 138D
- ・ 織機 地機
- ・ 箴密度 平 17 算 (63 羽/3.8 cm)
- ・ 通し幅 9 寸 7 分 (37cm)
- ・ 箴羽数 611 羽 (1 羽引込 2 本)
- ・ 整経長 16 尺 (6.08m) (尺は鯨尺)

縫取りでは図1に示したように、模様の部分で縫取り糸を往復させながら製織するため、製織時に表となる面には、縫取り糸が模様のフチに小さなループとなって残ってしまう。結城紬は平織組織であるため、基本的に表面と裏面で外観は変わらないが、縫取りで製織した場合は製織時に裏となる面を表として仕立てることにした。このため、製織時に使用する縫取り图案は柄を左右反転し使用した。

2. 3 帯の評価

製織した帯について、縫取り技法で製織した模様の評価や、紬織物製品としての評価を行うため、結城紬の製織に携わる結城紬産地関係者（20名）に対し、アンケート調査を行った。

3 結果及び考察

3. 1 試し織りの評価

3. 1. 1 表現できる柄（柄の細かさ）

試し織りの图案で製織した布地を図4に示す。1辺約5mmの四角形等の小さい図形、なだらかな曲線など、图案に沿った形はほぼ表現することができた。



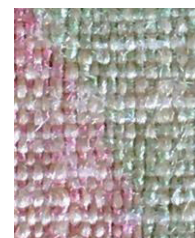
図4 試し織りで製織した布地

3. 1. 2 2色の隣接部分

2色の隣接部分について、図5に示すとおり、隣り合う2色の境界線が、曲線・斜線・緯方向の直線である場合は特に問題なく製織できた。



曲線



斜線



緯方向の直線

図5 2色の隣接部分

境界線が経方向の直線である場合、図6のように境界部分に隙間が空きやすかった。これは、縫取り糸を特定の経糸のみにひっかけて往復させていたため、それぞれの経糸が左右に引っ張られ生じたものと考えられる。

そこで図7に示すように、境界部分となる経糸の上糸・下糸それぞれ1本ずつに、2色両方の糸をひっか

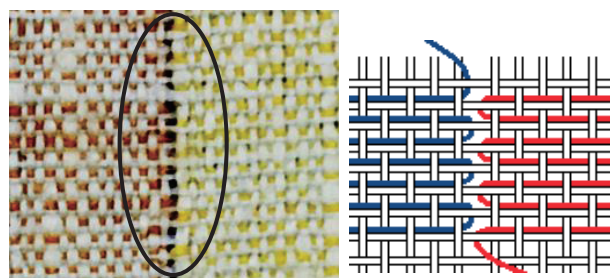


図6 隙間の空いた経方向直線の境界線部分
写真（左）と縫取り糸の織り込み方（右）

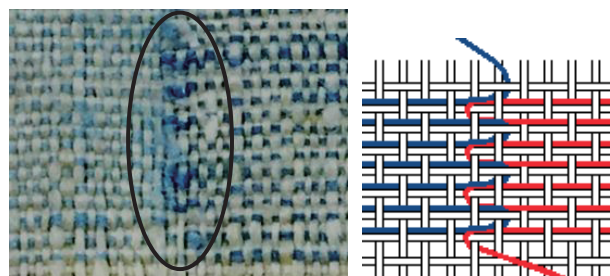


図7 改善した経方向直線の境界線部分
写真（左）と縫取り糸の織り込み方（右）

けて折り返すように製織したところ、隙間が空かず、問題なく製織できた。

3. 1. 3 縫取り糸の色と太さ

今回製作する帯は地色を薄い黄色にすることとし、試し織りについても同程度の地色で行った。模様部分にも地色の緯糸が入るため、縫取り部分は色が薄くなりやすく、地色と色のトーンが近い縫取り糸（特に黄緑系、薄いピンク系、薄いオレンジ系）は模様が見えづらいと感じられる。

また、縫取り糸の織度によっても模様の色に差が現れた。同じ色で織度の異なる縫取り糸を織り込んだ部分を図8に示す。織度の高い縫取り糸を使用すれば、表現される色はよりはっきりと表れるが、図9に示すように、織度が高すぎると縫取り部分のみが盛り上がり、織りづらくなる。逆に織度の低い縫取り糸では織りやすくなるが、縫取りで表現される色が薄くなりやすい傾向が見られた。

縫取り糸の色と織度については、使用する地糸の色や織度に応じて最適な条件が異なるため、帯に使用する地糸で調整をすることとし、帯製織開始時に候補の色糸を図10に示すように少量ずつ織り込み、模様部分の色を検討した。

3. 1. 4 縫取り部分以外の緯糸の打込数

縫取り部分は緯糸が2本ずつ挿入される状態になるため、特に縦方向に大きい柄の場合や織度の高い糸を使用した場合には縫取り糸を挿入した部分のみが山型に

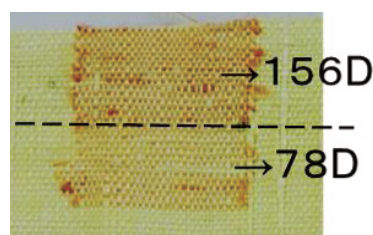


図8 同じ色で織度の異なる縫取り糸（上段 156D，下段 78D）を織り込んだ部分

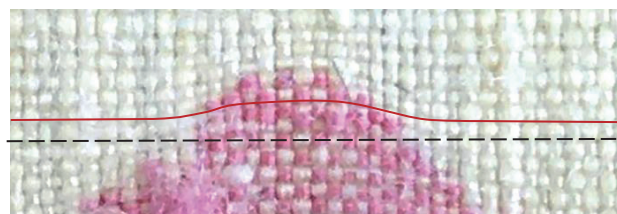


図9 縫取り糸（242D）を織り込んだ部分

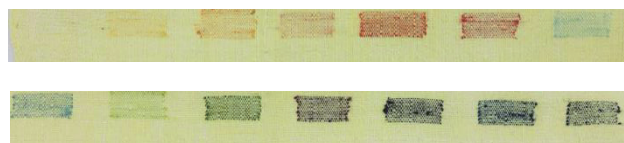


図10 帯製織開始時に織り込んだ縫取り糸

膨らみやすい。これを防ぐため、適宜調整して柄の両サイドに地色と同じ色の緯糸をいれて製織を行ったが、製織時の左右の調整が難しく、織り曲がりの原因にもなりやすい。したがって、この方法は使用せずに、打込む際の強さで調整することとした。

上記のような調整を行わずに製織した部分について、縫取り模様の両サイド（地色の緯糸のみが入っている部分）の密度を5カ所測定したところ平均86本/3.8cmであり、縫取り模様がない部分の密度である90本/3.8cmと比較しても、大きな差はなかった。

これは、本場結城紬検査協同組合が定める打込数の規定²⁾（85本以上/3.8cm）の条件は満たしている。実際には、使用する地糸の織度を低くすることで、確実に規定の打込数で製織できると考えられる。

3. 2 帯の製織

3. 2. 1 帯縫取り用図案

試し織りの結果を参考とし、図11に示すとおり、帯の縫取りに使用する図案を作成した。図案は左右反転し、製織時に模様を見やすくするため、色の境界線は黒い線で縁取りを行った。また、製織時に図案がずれないように、図案の両サイドにできあがり寸法（幅34.2cm）の2本の線と中心線をいれた。

帯の模様には10色を使用した。帯のデザインに使用した縫取り部分の色と地色を表1に示す。今回は柄をは

っきりと表現することを目的とし、地色と明度・彩度の差が大きい色、また、黄色と補色関係にある青系の色を中心に模様を構成した。製織しながら長さを計測し、設計図のできあがり寸法に合わせて柄をいれた。

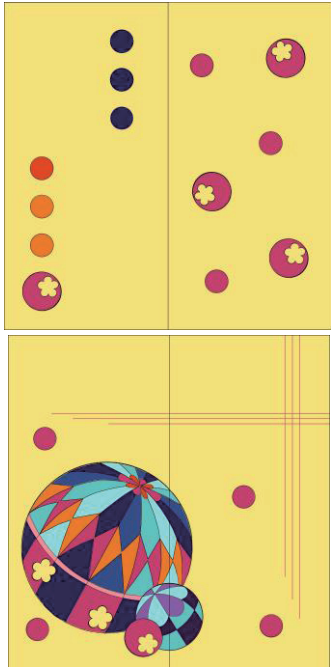


図 11 帯の製織時に使用した縫取り図案
前胴（上）とお太鼓（下）

表 1 帯に使用した色

		RGB値		
		R	G	B
縫 取 り 部 分	1	194	58	101
	2	237	146	150
	3	221	65	3
	4	232	123	24
	5	27	6	92
	6	44	68	129
	7	103	193	190
	8	146	234	231
	9	49	0	74
	10	137	87	161
地色		246	229	112

3. 2. 2 製織した帯

製織した結城紬帯の概要は次のとおりである。

- ・ 長さ 14 尺 2 寸 5 分 (5.41m)
- ・ 幅 9 寸 1 分 (34.5cm)
- ・ 重さ 230g
- ・ 打込数 94 本/3.8 cm (尺は鯨尺)

色の境界線は、ほとんどを曲線となるデザインとしたが、予定した図案のとおり製織し表現することができた。また、2 色の境界線部分に隙間が空くこともなく製織することが可能であった。

帯の製織では試し織りよりも織度の低い糸（経糸：平均 193D、緯糸：平均 120D）を使用した。打込数は縫取り

が全くない部分と、縫取り模様の両サイド（地色の緯糸のみが入っている部分）のそれぞれ 3 カ所を測定したところ、いずれも平均 94 本/3.8 cm であり、縫取りの柄がない部分との打込数の差はなかった。この打込数は、検査規定の条件（85 本以上/3.8 cm）を満たしている。

製織中の様子を図 12 及び 13 に示す。図案は経糸の裏側からあてて、布になっている部分に針で数カ所固定した。図案は下部しか固定できないため、特に経方向に大きい模様の場合は模様がずれやすい。そこで、経糸の中心の糸 1 本の色を地色とは異なる色に変え、図案の中心線に合わせて縫取りを行った。図 12 の点線部分は糸の色を変えた部分である。

図 13 は縫取り部分の製織時の様子である。縫取り糸を挿入する際は、縫取り糸が経糸に引っかからないようにするため、縫取り糸を薄い板状のへらに少量ずつ巻き付けて使用した。図柄のよこ方向に同じ色の部分があっても、その間に異なる色が入る場合は使用するへらを分けて縫取り糸を織り込んだ。

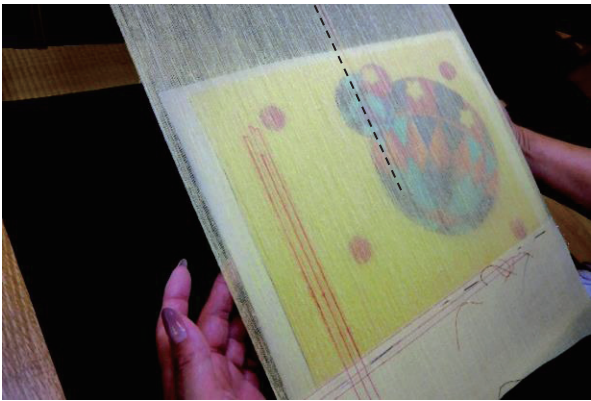


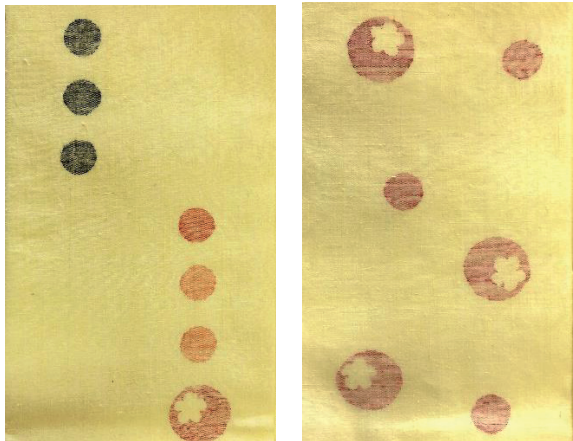
図 12 図案の下部を固定し裏側から透かしている様子



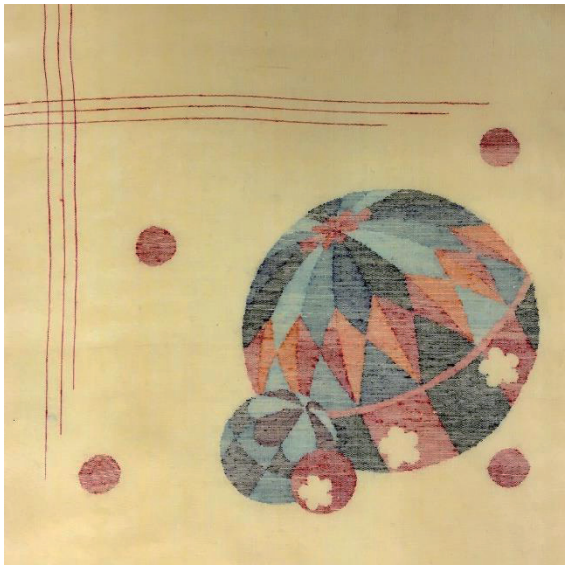
図 13 縫取り部分の製織

3. 3 帯の評価

製織した帯の縫取り部分を図 14 に示す。縫取り技法で製織した模様の評価や、紬織物製品としての評価のため行ったアンケート調査の結果を表 2 に示す。



前胸部分



お太鼓部分

図 14 製作した名古屋帯

アンケートを実施した 20 人の内訳は、20 歳代 1 名、40 歳代 6 名、50 歳代 5 名、60 歳以上 8 名であり、また、女性 17 名、男性 3 名であった。

質問 1 の縫取り技法による柄については 20 名が良いと思うと回答し、質問 2 の製品への活用については 18 名が活用できると思う、2 名がどちらかといえばそう思うと回答した。縫取り技法による柄について、良いと思った点を記述してもらったところ、「色数が多いため華やかに見える」「デザインはカラフルだが結城紬らしさもある」「1 カ所だけ柄をつくることができるのが良い」などの意見が得られた。今回の研究の検討項目である結城紬における多色デザインの表現について、また、縫取り技法の利点について比較的高い評価が得られたと考えている。

質問 3 で実際に製織してみたいと思うか聞いたところ、紺柄の製織方法とは異なるため、作業が難しいのではないかという意見もあったが、製織してみたい

との意見が多かった。縫取り技法では製織段階で柄を作り出すため、製織者が任意の図案を取り入れられる点も評価されたと考えられる。

表 2 アンケート結果

質問 1：縫取り技法による柄について。 (人)

1. 良いと思う	20
2. どちらかといえば良いと思う	0
3. どちらかといえば良いと思わない	0
4. 全く良いとは思わない	0

質問 2：製品として活用できると思うか。 (人)

1. 活用できると思う	18
2. どちらかといえばそう思う	2
3. どちらかといえばそう思わない	0
4. 全くそう思わない	0

質問 3：実際に製織してみたいと思うか。 (人)

1. 機会があれば製織してみたいと思う	14
2. どちらかといえばそう思う	5
3. どちらかといえばそう思わない	0
4. 全くそう思わない	1

4 おわりに

結城紬に縫取り技法を取り入れることにより、任意の場所に模様を織りだし、多くの色が隣り合うデザインでの製織を行うことができた。また、地機織りにおける縫取り技法での製織方法について留意点を明確にすることができた。

アンケート調査では、模様をもう少し濃く表現したい、地色が濃い色の作品も見てみたいとの回答もあり、今後の試作開発にあたり、使用する色や表現方法についてもさらに検討していきたい。

謝 辞

本研究を行うにあたって、製作した名古屋帯の評価に協力していただいた結城紬産地関係者の皆様に感謝の意を表する。

参考文献

- 1) 嶋田ら： “平成 25 年度栃木県産業技術センター研究報告”，No.11，150，(2014)
- 2) 本場結城紬検査協同組合： “本場結城紬検査規定”

経常研究

食洗機耐久性における陶器の厚さと強度に関する研究

山ノ井 翼* 大和 弘之* 塚本 準一*

Effect of the Pottery Thickness on Impact Strength and Dishwasher-Durability

YAMANOI Tsubasa, YAMATO Hiroyuki and TSUKAMOTO Junichi

飲食店や一般家庭で食洗機の普及が進んでおり、食洗機に対応する食器として流通させるためには、器が一定の強度を有することが求められる。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の有無が重要な項目となっている。本研究では、益子強化土に加えて、県内陶磁器業界で広く使用される益子水簸土や益子赤土の3種類の粘土を用いて製作した陶器について、強度及び食洗機耐久性に及ぼす厚さの影響を検討した。その結果、フチの厚さを3mm、5mmとして製作した平皿において、フチの厚さによらず、いずれの平皿も業務用食洗機を用いた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, 厚さ, 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。特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¹⁾、標準試験方法の確立に向けた動きも見られる。

既報²⁾において、一般的な益子焼は業務用食洗機による繰り返し洗浄500回に対する耐久性を示すことを明らかにした。一方、市場には多種多様な商品が出回っており、器の厚さの違いの食洗機耐久性への影響に対する評価も求められている。

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を強化した³⁾益子強化土及び県内陶磁器業界でよく使用されている2種類の粘土（益子水簸土と益子赤土）で製作した陶器について、陶器の厚さが強度及び食洗機耐久性に及ぼす影響について検討を行った。具体的には、試験体による衝撃強さ、吸水率評価及び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器の耐久性の評価を行った。

2 研究の方法

2.1 各種粘土の衝撃強さ及び吸水率評価

本研究に用いる粘土は、前述の益子強化土、益子水簸土及び益子赤土（いずれも益子焼協同組合が製造）の3種類とした。

衝撃強さ評価の試験体は、幅×高さ×厚さが10mm×60mm×5mm及び10mm×60mm×10mmの2種類とし、石膏型を用いて成形後、1280℃及び1200℃で酸化焼成したものをを用いた。試験体5個についてシャルピー式衝撃試験機（㈱前川試験機製作所 MC-0.3）を用いて衝撃強さを測定し、その平均値を求めた。

吸水率評価の試験体は、金型を用いて30mm×60mm×5mmに成形後、1280℃及び1200℃で酸化焼成したものをを使用した。試験は、JIS A 5208に準拠し、試験体5個の平均値を求めた。

なお、試験体は、超高速昇温電気炉（㈱モトヤマ SC-2035D）で焼成した。

2.2 食洗機耐久性評価用陶器の製作

真空土練機で処理した3種類の粘土を用いて、型おこし成形により平皿を成形し、電気窯（15kW、橋本電炉工業㈱）を用いて酸化焼成したものと及びガス窯（0.2 m³、㈱益子窯炉）を用いて還元焼成したものを評価用陶器とした。表1に製作条件を、図1に製作した平皿を示す。

* 栃木県産業技術センター窯業技術支援センター

表 1 評価用陶器製作条件

成形方法	型おこし
形状	リム付平皿（7寸※）
フチ部分の厚さ	3mm※、5mm※（釉薬厚さ含む）
釉薬	並白釉
焼成条件	1280℃（酸化、還元）、1200℃（酸化）

※焼き上がり寸法

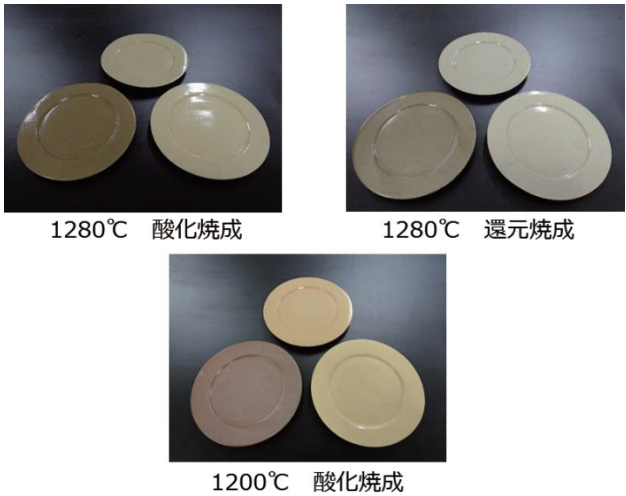


図 1 製作した平皿

（左：益子赤土，奥：益子水簾土，右：益子強化土）

2. 3 食洗機耐久性評価

業務用食洗機（ホシザキ(株)JWE-400TB3）の専用ラックに2. 2で製作した平皿 18 枚（粘土 3 種×厚さ 2 種×焼成条件 3 種）を、焼成条件ごとにフチ部 5206 の厚さ 3mm の平皿と 5mm の平皿が交互になるよう配置し（図 2），図 3 に示す手順で繰り返し洗浄試験を行った。このとき、隣り合う 3mm の平皿と 5mm の平皿を向かい合わせに配置し、互いの皿のフチが接する状況とした。桑田の報告⁴⁾を参考に、洗浄回数は最大 500 回とした。洗浄した平皿は、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

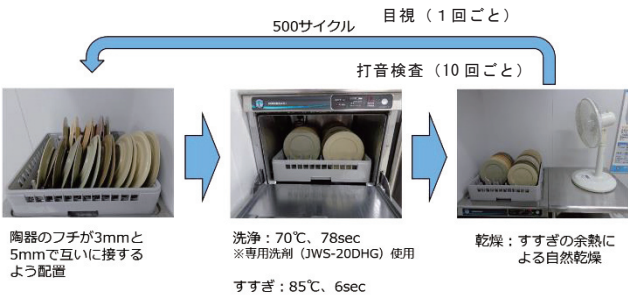


図 3 食洗機耐久性評価フローチャート

3 結果及び考察

3. 1 各種粘土の衝撃強さ及び吸水率

表 2 に衝撃強さ及び吸水率の試験結果を示す。

表 2 衝撃強さ及び吸水率

	衝撃強さ[10 ³ J/m ²]			吸水率[%]	
	厚さ	1280℃	1200℃	1280℃	1200℃
益子強化土	5mm	2.22	2.25	2.28	5.78
	10mm	2.36	3.37		
益子水簾土	5mm	2.10	2.17	1.88	5.27
	10mm	2.60	2.85		
益子赤土	5mm	2.69	2.57	1.66	3.74
	10mm	3.36	3.31		

衝撃強さは、益子強化土と益子水簾土においては、1200℃で焼成した試料が 1280℃で焼成した試料より高い値を示した。一方、益子赤土は、1280℃で焼成した試料が 1200℃で焼成した試料より高い値を示した。一般的に、陶磁器の衝撃強さは、粘土が完全に焼結・熔化する前段階の温度域で最も高い値を示すことが報告されており^{5)・6)}、益子強化土と益子水簾土に関しては報告と同様の挙動を示したと考えられる。これに対し、益子赤土は、他の 2 種の粘土より多くの鉄成分を含有²⁾しており、試験温度における鉄成分の焼結等の影響を受けたことで、衝撃強さが高くなったと考える。

一方、3 種の粘土とも 1280℃で焼成した試料の吸水率は、1200℃で焼成した試料の吸水率よりも低い値を示した。過去の研究で 1200℃～1300℃の範囲では焼成温度が高いほど粘土が焼き締まり、吸水率が低くなることが報告されている⁷⁾が、今回の検討でも同様の結果が得られたと考えられる。なお、益子赤土の吸水率が他の 2 種の粘土より低くなった点は、益子赤土に多く含有する鉄の量が他の 2 種の粘土より多く、特に焼き締まりやすくなっていることが原因であると考えている。

次に、益子焼の主流焼成温度である 1280℃の焼成条件における、厚さと衝撃強さの関係について調べた。

厚さが 10mm の場合、益子水簾土と益子赤土の衝撃強さの値が厚さ 5mm の場合と比べて、いずれも約 25%向上した。一方、益子強化土は厚さを 5mm から 10mm にした

場合でも、約 6%の向上に留まった。益子強化土について、無釉の試料で曲げ強度を評価すると、他の 2 種の粘土より高くなる²⁾ことがわかっている。このことから、益子強化土は、焼成後には他の粘土より靱性が低くなる材料であると考えられる。

3. 2 食洗機耐久性評価

2. 3 に示した方法で、目視及び打音検査による食洗機耐久性試験を行った結果、全ての平皿（18 種）で破損等は見られず、500 回繰り返し洗浄に対する耐久性を示した。

これは、本研究で実施した試験条件では、洗浄の水圧がかかることで器同士が接触し、器のフチが破損する程度の衝撃が生じなかったためであると思われる。しかし、実際の使用シーンにおいては、洗浄ラックの出し入れや移動の際の衝撃による器の破損事例もあるため、このような状況を踏まえた耐久性を評価し、3. 1 に示す衝撃強さとの関連を検証していくことも必要であると考えられる。

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、強度及び食洗機耐久性に及ぼす厚さの影響を検討した。その結果、衝撃強さは、益子強化土と益子水簸土においては 1200℃の方が 1280℃より高い値を示したが、益子赤土においては 1280℃の方が 1200℃より高い値を示した。また、厚さを 5mm から 10mm と 2 倍にした時、益子水簸土と益子赤土において衝撃強さの値が最大で約 25%向上した。

今回製作した平皿は、フチの厚さ（3mm, 5mm）、粘土の種類、焼成温度によらず、いずれも既述の業務用食洗機を用いた試験方法による繰り返し洗浄 500 回に対する耐久性を示した。

今後は、食洗機の使用状況による陶器への衝撃の違いを踏まえた耐久性の評価についても検討していく。

参考文献

- 1) (国研)産業技術総合研究所：“平成 29 年度産総研の「標準化」のとりくみ”，89，(2018)
- 2) 山ノ井翼ら：“栃木県産業技術センター研究報告 No. 16”，78-80，(2019)
- 3) 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)
- 4) 桑田和文：“佐賀県窯業技術センター平成 22 年度研究報告書”，23-26，(2011)
- 5) 水野修ら：“愛知県産業技術研究所研究報告第 4 号”，116-119，(2005)
- 6) 水野修ら：“愛知県産業技術研究所研究報告第 5 号”，116-119，(2006)
- 7) 仁平淳史ら：“栃木県産業技術センター研究報告 No. 7”，99-102，(2010)



令和元（2019）年度
栃木県産業技術センター研究報告

第17号

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture
No. 17 (2020)

発 行	令和2（2020）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
	T E L （028） 670-3391
	F A X （028） 667-9430

VERY 
GOOD
LOCAL

とちぎ