



栃木県元気ニコニコ部長  
とちまるくん

ISSN 1349-2608  
No. 22 (2025)

令和6（2024）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：4テーマ)

- 樹脂 3D プリンタを活用した加工治具の作製(自動車、航空宇宙分野) . . . . . 1
- PP 細孔内面の接着性改善に向けた紫外線改質システムの開発(医療福祉機器、光学) . . . . . 7
- 麴造りにおけるデジタル技術活用(AI・IoT、フードバレーとちぎ) . . . . . 13
- 吟醸粕を用いたビール等の製造に関する研究 (フードバレーとちぎ) . . . . . 19

## II 共同研究 (実施：7テーマ)

- 加速度センサと切削シミュレーションを用いたリアルタイム工具摩耗  
モニタリングシステムの開発 (第2報) . . . . . 27
- 大谷洞窟熟成生ハムの高品質化に関する研究 . . . . . 33
- 県産いちごを利用した乳酸発酵食品の開発 ～とちおとめ・とちあいか～ . . . . . 39
- 二軸エクストルーダーによる大麦未利用部位活用法の検討 . . . . . 47

非公開：4テーマ

## III 受託研究 (実施：11テーマ)

- 高濃度セルロース繊維複合樹脂における二軸ロール機の混練条件が射出成形条件及び  
成形時のフィラー凝集・物性に及ぼす影響 . . . . . 53

非公開：10テーマ

## IV 重点研究 (実施：2テーマ)

- 未利用野菜の活用に向けたブランシング及び乾燥方法に関する研究 . . . . . 57

非公開：1テーマ

## V 経常研究 (実施：11 テーマ)

● チタン合金のエンドミル加工における MQL の油剤が工具寿命に及ぼす影響	63
● 被削材保持方法が加工面品質および工具寿命に及ぼす影響	67
● X線 CT による空間分解能が測定精度に及ぼす影響	72
● ローコード・ノーコードツールを活用した設備の監視に関する研究	76
● デザイン資料を利活用したトーションレースの試作開発	81
● 現場に即した衣類用織物の曲げ特性評価手法に関する研究	86
● 水熱処理によるセルロースナノファイバー/無機ナノ粒子多孔質体の作製 に関する研究	90
● 抗菌剤複合シートの開発	93
● 交差穴加工におけるバリ抑制手法の開発	96
● 結城紬縮織に用いる強撚糸の有効活用に関する研究	100
● 低温焼成可能な坯土及び釉薬に関する研究 (第1報)	105

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：戦略3産業（自動車、航空宇宙、医療福祉機器産業）、未来3技術（AI・IoT・ロボット、光学、環境・新素材技術）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

- Fabrication of Machining Jigs Utilizing a Resin 3D Printer . . . . . 1
- Development of an Ultraviolet Modification System for Improving the Adhesive Properties of PP Inner Pore Surfaces . . . . . 7
- Exploring Digital Technology Utilization in Koji Making . . . . . 13
- Research on the Production of Craft Beer with Ginjo Sake Lees . . . . . 19

## II Cooperative Research

- Development of Real-time Tool Wear Monitoring System by using Accelerometer and Cutting Simulation (2nd Report) . . . . . 27
- Research on Improving the Quality of Oya Cave-aged Dry-cured Ham . . . . . 33
- Development of Lactic Acid Fermented Food using Strawberries from Tochigi Prefecture . . . . . 39
- Study on Usage of Barley Bran using Twin-screw Extruder . . . . . 47

## III Contract Research

- Effects of Two-shaft Kneading Conditions on Injection Molding Conditions, Filler Agglomeration and Mechanical Properties of High-content Cellulose Fiber Composite Resins . . . . . 53

## IV Selected Research

- Study on Blanching and Drying Methods for Processing Unutilized Vegetables . . . . . 57

## V Ordinary Research

- Effect of Various Oils on Tool Life in MQL Milling of Titanium Alloys . . . . . 63
- Effect of Workpiece Clamping Method on Surface Quality and Tool Life . . . . . 67
- Impact of Spatial Resolution on Measurement Accuracy in X-ray CT Dimensional Metrology . . . . . 72
- Research on Equipment Monitoring using Low-code and No-code Tools . . . . . 76
- Torchon Lace Trial Production Development by Utilizing Design Materials . . . . . 81
- Study on Practical Evaluation Method for Bending Properties of Textile Fabrics for Clothing . . . . . 86
- Study on the Fabrication of Cellulose Nanofiber/Inorganic Nanoparticle Porous Materials by Hydrothermal Treatment . . . . . 90
- Development of Antibacterial Composite Sheet . . . . . 93
- Development of Method for Burr Suppression in Cross-hole Drilling . . . . . 96
- Study on the Effective Utilization of High-twist Yarn in Yuki-chijimi Weaving . . . . . 100
- Study on Low-temperature Firing Clay and Glaze (1st Report) . . . . . 105

# I 重点共同研究

Selected Cooperative Research



## 重点共同研究（自動車、航空宇宙）

## 樹脂 3D プリントを活用した加工治具の作製

片岡 智史\* 八木澤 秀人\* 廣田 有作\*\*

Fabrication of Machining Jigs Utilizing a Resin 3D Printer

KATAOKA Satoshi, YAGISAWA Hideto, HIROTA Yusaku

電解研磨工程で使用される治具を樹脂 3D プリントで内製化し、従来の POM 製治具とコストやリードタイムを比較した。治具は加工対象部品との間に摩擦を生じるため、3D プリント材料に対して、テーバー式摩擦摩耗試験、ピンオンディスク式摩擦摩耗試験、ロックウェル硬さ試験を実施し、材料の選定を実施した。選定した材料で治具形状を造形し、加工対象部品と嵌め合う円柱部の寸法の追い込みを実施した。造形した治具を電解研磨工程で使用し、電解研磨が問題なく実施できることを確認した。光造形方式の Clear, Durable については、5 日間問題なく使用できることを確認した。熱溶解積層方式の PLA, PEEK+PLA では電解液の漏れが発生したため、連続での使用は不可であった。光造形方式の 2 材料で耐用日数、リードタイム、コストを算出し、従来の POM 製治具よりも優位性があることを示した。

Key words: 3D プリント、治具、電解研磨、熱溶解積層、光造形

## 1 はじめに

ものづくり企業の加工や検査の現場では、製品への傷防止のために、製品と接触する箇所には樹脂製の治具が使用されている<sup>1)</sup>。このような樹脂製の治具は、企業が独自に設計し、単純形状であれば自社内で作製するが、複雑形状の場合は治具作製を外部に依頼することも多い。特に中小企業においては多品種少量生産を請け負うことが多く<sup>2)</sup>、樹脂製治具を外注することにより、治具作製にかかるコストや納期など課題が発生することに加え、製品形状や加工技術が流出するといったリスクにも晒されている<sup>3)</sup>。このような課題やリスクを解決するために、樹脂 3D プリントで治具を内製化する手法が注目されている。樹脂 3D プリントは材料となるフィラメントやレジンから直接部品を造形するため、射出成形のような金型は必要なく、切削加工のような切子は生じず材料のムダが少ない。樹脂 3D プリントは、様々な産業分野において試作開発サイクルの短縮やコスト削減のために盛んに活用されている。

本研究では、樹脂 3D プリントを用いた治具作製を目的とし、従来材料と樹脂 3D プリント材料の耐摩耗性の比較や、作製にかかわるコストやリードタイムを比較することで、樹脂 3D プリントを用いた治具内製化による生産の効率化が可能かを検証した。

## 2 研究の方法

## 2.1 対象工程の選定と治具の CAD 設計

本研究では、共同研究先にて自動車用部品の電解研磨工程で使用される治具を対象とした。電解研磨工程の模式図を図 1 に、従来治具を図 2 に示す。電解研磨の対象となる部品（材質：ダイカスト用アルミ合金 ADC12）には、ドリル加工により部品内部を貫通する穴を加工するため、ドリル出口にバリが発生する。電解研磨工程では、部品を樹脂製治具にはめ込み、エアシリンダを用いて部品と治具を接触させ、治具内部からノズルを介して電解液を供給し、バリを除去する。樹脂製治具の設計は共同研究先で実施しているが、治具内部には電解液が通る流路が存在し、自社での作製は難しいため、外注にて治具を作製している。従来治具の材質はポリアセタール（POM）で、価格は 1 個当たり 2 万円、1 回の発注で 2 個発注し納期は 1 か月かかることから、治具のコストやリードタイムの長期化、治具の在庫管理が課題となっている。また、加工対象部品と治具の接触により、治具の円柱部が摩耗するため、従来材料の POM の耐用日数は 60 日である。従来治具は 2D 図面で設計しているため、3D プリントでの造形のために 3D モデルを作成する必要がある。リバースエンジニアリング技術を活用し、従来治具から 3D モデルを作成した。3D モデル作成の流れを図 3 に示す。X 線 CT で治具のボリウムデータを取得し、メッシュデータとして出力した。Geomagic Design X を

\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

\*\* 京浜精密工業株式会社

用いてメッシュデータを CAD データにリバースした。

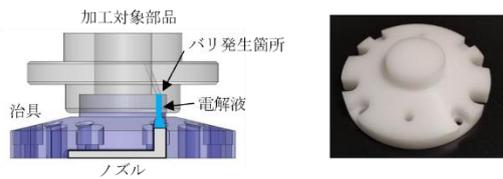


図1 電解研磨工程模式図



図2 従来治具



図3 治具の3Dデータ作成

## 2.2 耐摩耗性、摩擦係数の評価と材料の選定

電解研磨工程では、加工対象部品と樹脂製治具の間に摩擦が生じるため、樹脂 3D プリンタ材料の耐摩耗性や硬さを評価し、良好な結果が得られた材料で治具の試作を行うこととした。今回の研究では、当センターが所有する熱溶解積層方式と光造形方式の樹脂 3D プリンタを使用した(図4)。それぞれのプリンタの仕様について、表1に示す。各方式で表2、3に示す3種類の材料で耐摩耗性や硬さを評価し、2種類の材料を選定した。試験片の粗さを小さくするために、熱溶解積層方式ではノズル径φ0.25 mm、積層ピッチ0.10 mmとし、光造形方式では積層ピッチを0.05 mmとした。インフィル率は100%で造形した。試験片は表面処理を行わず、造形したままの状態で行った。従来治具材料の POM についても、市販の板材を購入し耐摩耗性や硬さを評価した。



(a) 熱溶解積層方式 (b) 光造形方式

図4 樹脂3Dプリンタ

表1 樹脂3Dプリンタ仕様

方式	熱溶解積層	光造形
メーカー	INTAMSYS	Formlabs
型式	FUNMAT HT Enhanced	Form3L
造形範囲	260×260×260 mm	335×200×300 mm

表2 熱溶解積層方式の検討材料<sup>4) 5)</sup>

材料	特徴	1 kg当たりの価格(円)
ABS	低価格	5,280
PLA	低価格	5,280
PEEK	高強度、耐摩耗性	129,800

表3 光造形方式の検討材料<sup>6)</sup>

材料	特徴	1 L当たりの価格(円)	主成分
Clear	低価格	26,180	メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル
Durable	耐摩耗性、靱性	36,080	メタクリレートモノマー
Rigid10K	ガラス粉末入	52,580	ウレタンジメタクリレート

### 2.2.1 テーバー式摩擦摩耗試験

治具の耐用日数は、材料の耐摩耗性の影響を受けると考えられる。樹脂 3D プリンタ材料の耐摩耗性を評価するために、テーバー式摩擦摩耗試験を実施した。試験の様子を図5に示す。試験条件を表4に示す。樹脂 3D プリンタで造形したディスク状の試験片を、試験機のテーブル上に設置した。1000 g の荷重を加えた摩耗輪を試験片に接触させた状態で、60 rpm で1000回転試験片を摩耗させた。試験前後の試験片重量を比較し、重量変化を摩耗量として求めた。

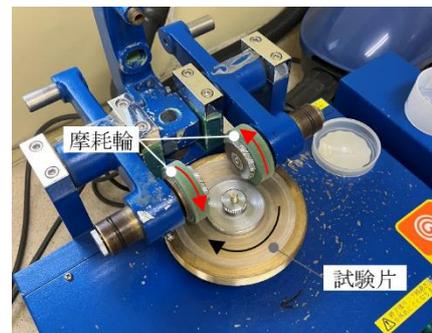


図5 テーバー式摩擦摩耗試験

表4 試験条件

試験機	テスター産業 AB-101
摩耗輪	CS-10 (樹脂用)
荷重	1000 g
回転数	1000回
回転速度	60 rpm

### 2. 2. 2 ピンオンディスク式摩擦摩耗試験

摩擦係数が低い材料は摩耗量も低いと推測し、ピンオンディスク式摩擦摩耗試験により樹脂3Dプリンタ材料の摩擦係数を評価した。試験の様子を図6に示す。試験条件を表5に示す。樹脂3Dプリンタで造形した試験片を、試験機のテーブル上に設置した。2000 gの荷重を加えた圧子を試験片に接触後、試験片を60 rpmで1分間回転させ、摩擦係数を求めた。

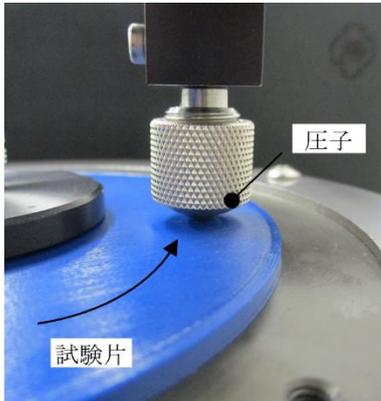


図6 ピンオンディスク式摩擦摩耗試験

表5 試験条件

試験機	新東科学HEIDON TYPE:20
圧子	ステンレス球、φ10 mm
荷重	2000 g
回転速度	60 rpm
試験時間	1 min

### 2. 2. 3 ロックウェル硬さ試験

材料の耐摩耗性には、材料の硬さも関与していることから<sup>7)</sup>、樹脂3Dプリンタ材料のロックウェル硬さを評価した。ロックウェル硬さ試験の模式図を図7に示す。試験条件を表6に示す。ロックウェル硬さ試験では、圧子を $F_1$ 、 $F_2$ で試験片に接触させ、圧子の押し込み量の差から、硬さを算出した。

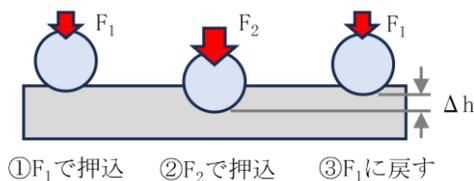


図7 ロックウェル硬さ試験模式図

表6 試験条件

試験機	フューチャテック LC-200R
圧子	12.7 mm 超硬球圧子
硬さスケール	HRR

### 2. 3 樹脂3Dプリンタによる治具の試作、寸法評価

2. 2の結果より選定した材料で治具を造形し、治具円柱部の造形精度を検証した。熱溶解積層方式では積層ピッチ0.10 mm、ノズル径φ0.25 mmとし、光造形方式では積層ピッチ0.05 mmとした。インフィル率はどちらの方式も100%とした。PEEKは造形難易度が高く、材料費が高価であるため、加工対象部品の接触する円柱部のみをPEEKで、ベース部分はPLAで造形し、嵌め合いによって円柱部とベース部を固定する方法を採用した(図8)。造形した治具の円柱部直径を三次元測定機で測定し、寸法公差37.8~37.9 mmを満足するようにCADデータを修正した。

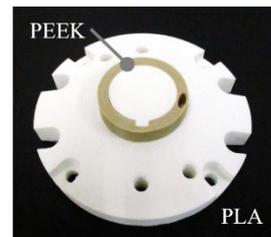


図8 PEEKとPLAを組み合わせた治具

### 2. 4 試作治具の生産性、コストの評価

試作した治具を電解研磨工程で使用し、加工対象部品のバリ取りの状況や、治具作製にかかるリードタイムとコストの評価を実施した。治具裏面と土台の密着性を良くするために、治具裏面をフライス加工で平らにし、電解研磨を実施した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 耐摩耗性、摩擦係数の評価結果と材料の選定

#### 3. 1. 1 テーパー式摩擦摩耗試験

試験結果を図9に示す。PLA, Clear, Durableについては従来材料のPOMと同程度の摩耗量を確認できた。PEEKはPOMの1/10の摩耗量であり、他の材料と比べて耐摩耗性が良好であることが明らかになった。一方で、ABSとRigid10Kについては、POMよりも摩耗量が大きいことがわかった。

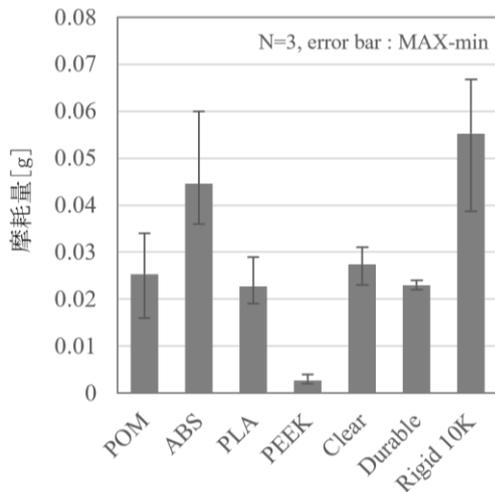


図9 試験結果

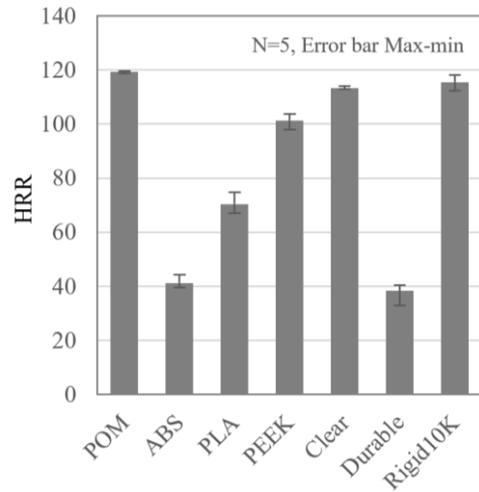


図11 試験結果

### 3. 1. 2 ピンオンディスク式摩擦摩耗試験

試験結果を図10に示す。摩擦係数が最も小さいのは従来材料のPOMで、PEEK, PLA, ABS, Clear, Durable, Rigid10Kの順に大きくなるのが明らかになった。

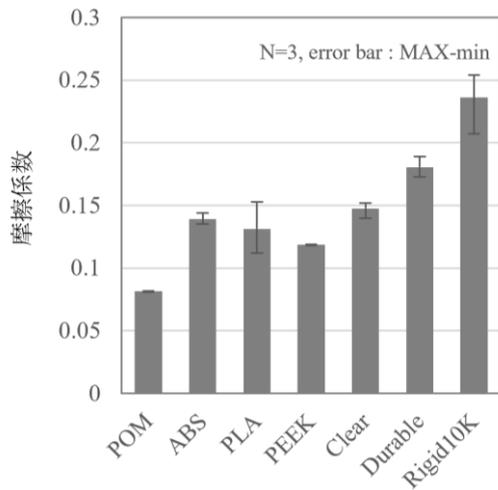


図10 試験結果

### 3. 1. 3 ロックウェル硬さ試験

試験結果を図11に示す。光造形方式のClear, Rigid10KでPOMと同等の硬さを確認した。Durableは韌性を特徴としていることから、他の材料と比較すると柔らかいことが明らかになった。PEEK, ABSについては、一般的な成形品と比較すると硬さが低下する傾向があった。熱溶解積層方式ではインフィル率100%でも、造形時にわずかな空隙が生じるため、硬さが低下したと考えられる。

### 3. 1. 4 材料の選定について

熱溶解積層方式では、各試験において最も結果が良好であった PEEK と次点の PLA を、治具を造形する材料として選定した。光造形方式では、各試験で結果が良好であった Clear と、テーバー式摩擦摩耗試験とピンオンディスク式摩擦摩耗試験の結果から、耐摩耗性と韌性を併せ持つ Durable を、治具を造形する材料として選定した。

### 3. 2 樹脂 3D プリンタによる治具の試作、寸法評価

治具円柱部のCADデータの設計値と三次元測定機で測定した測定値を図12に示す。PLA, Clear, Durableでは公差中央の37.85 mmで造形すれば公差を満足する。PEEKは、二次硬化による直径膨張率は1.009であり、約0.3 mm膨張することから、37.5 mmで造形すれば公差を満足する。

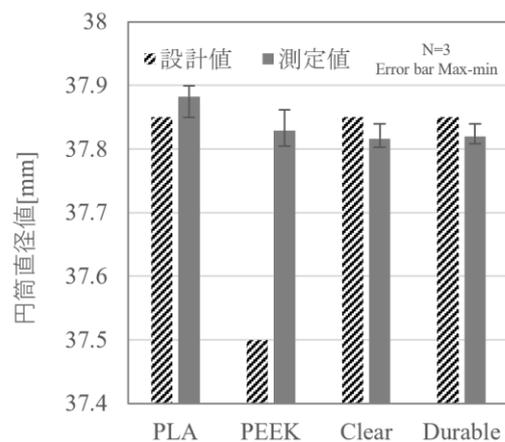


図12 円柱部の設計値と測定値の関係

### 3. 3 試作治具の生産性、コストの評価

樹脂3Dプリンタで造形した治具を電解研磨工程で使用し、バリ取りを行った箇所を顕微鏡画像を図13に示す。従来材料のPOMと同様に、樹脂3Dプリンタ製治具で問題なくバリ取りができていることを確認

した。光造形方式のClear, Durableでは5日間使用できることを確認した。一方で熱溶解積層方式のPLA, PEEK+PLAでは、治具内部から電解液が漏れ出てしまったことから、半日程度で使用を中止した。熱溶解積層方式では、熱で溶かしたフィラメントを積層させて造形するため、積層時にできるわずかな隙間から、電解液が漏れ出たと考えられる。テーバー式摩擦摩耗試験の摩耗量の比と、従来材料のPOMの耐用日数60日より、ClearとDurableの治具の耐用日数を推定した。Clearでは55日、Durableでは66日使用できると推定される。図14に治具作製にかかるリードタイムとコストを示す。リードタイムについて、POMは発注から納品までの所要日数である30日をプロットした。3Dプリンタ材料については、スライスソフトから計算される造形時間、洗浄乾燥、二次硬化、サポート除去、フライス加工までにかかる時間を算出し、プロットした。Clearは1日、Durableは1.7日で治具が作製可能であり、POMと比較して90%以上リードタイムを削減できることから、治具の在庫管理の労力や在庫を抱えるコストを削減できると考えられる。コストについては、POMは外注の費用をプロットした。3Dプリンタ材料の治具作製コストの内訳を表7に示す。一度に2個造形すると仮定し、治具体積から算出した材料費、治具作製リードタイムのうち人による作業が必要な時間を1時間、人件費を3,000円/1時間、3Dプリンタの消耗品（レジンタンク、ビルドプラットフォーム）の維持費、装置の電力と使用時間から求めた電気代を足し合わせ、コストを算出した。Clearでは5,969円、Durableでは8,518円で治具が作製可能であり、Clearではコスト70%減、Durableではコスト57%減となる。

以上により、従来のPOM製治具を樹脂3Dプリンタ材料に置き換えることで、リードタイムやコストを大幅に削減し、生産の効率化が可能であることを示した。

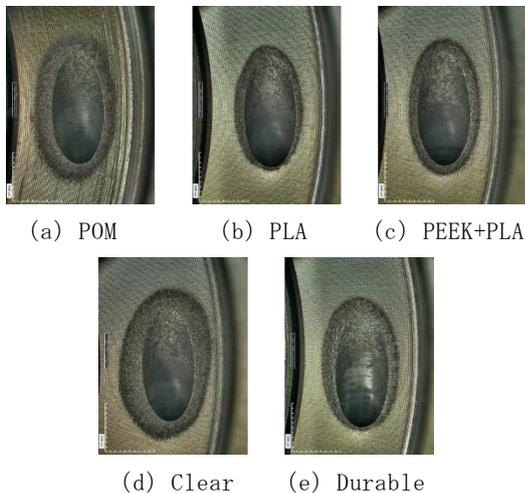


図13 電解研磨の顕微鏡画像

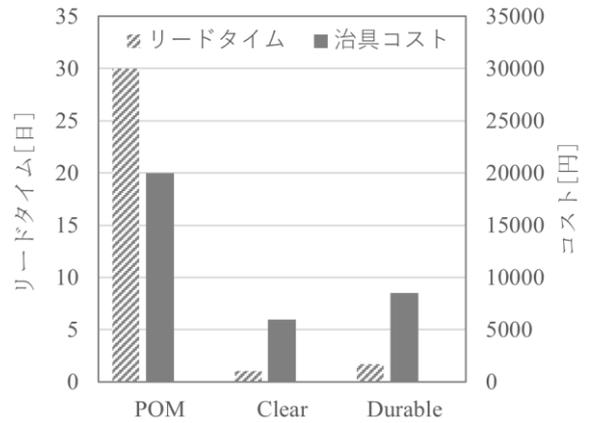


図14 試作治具のリードタイム、コストの比較

表7 治具1個当たりのコスト内訳

項目	Clear (円)	Durable (円)
材料費	3,822	5,859
人件費	1,500	1,500
維持費	607	1,087
電気代	40	72
合計	5,969	8,518

#### 4 おわりに

電解研磨工程で使用される治具の樹脂3Dプリンタによる内製化に取り組み、以下の知見を得た。

- (1) テーバー式摩擦摩耗試験では、PLA, Clear, Durableで従来材料のPOMと同等の摩耗量を確認し、PEEKではPOMの1/10の摩耗量を確認した。ABSとRigid10KについてはPOMよりも摩耗量が多かった。
- (2) ピンオンディスク式摩擦摩耗試験では、従来材料のPOMが最も摩擦係数が小さく、PEEK, PLA, ABS, Clear, Durable, Rigid10Kの順で摩擦係数は大きくなることが明らかになった。
- (3) ロックウェル硬さ試験では、ClearとRigid10KでPOMと同等の硬さを確認した。
- (4) 治具円柱部の公差は、PLA, Clear, Durableでは公差中央の37.85mmで造形することにより、公差を満足する。PEEKでは二次硬化により約0.3mm膨張するため、37.5mmで造形することにより公差を満足する。
- (5) 試作した治具を電解研磨工程で使用し、問題なくバリ取りができることを確認した。Clear, Durableでは5日間使用できた。PLA, PEEK+PLAについては、電解液の漏れにより、半日程度で使用を中止した。
- (6) 従来材料のPOMの耐用日数と、テーバー式摩擦摩

耗試験の結果から、樹脂 3D プリンタ製治具の耐用日数を推定した。Clear では 55 日、Durable では 66 日使用できると推定される。

- (7) 従来材料の POM と Clear, Durable で治具作製にかかるリードタイムとコストを比較した。リードタイムは POM と比較し 90%以上削減できるため、治具の在庫管理の労力や在庫を持つコストを削減できると考えられる。コストについては、POM と比較し Clear で 70%減、Durable で 57%減となり、生産の効率化が可能であることを示した。

#### 謝 辞

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

#### 参考文献

- 1) 當間隆司：“日本画像学会誌”，60（4），366-372，（2021）
- 2) 井上善海：“中小企業季報”，2023（2-4），11-20，（2024）
- 3) 渡部俊也：“RIETI Discussion Paper Series”，16-J-014，（2016）
- 4) polymaker：“<https://www.poly-maker.jp>”
- 5) i-maker：“<https://i-maker.jp>”
- 6) BRULE：“<https://www.brule.co.jp>”
- 7) 服部修次：“ターボ機械”，30（11），644-651，（2002）



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

## 重点共同研究（医療福祉機器、光学）

## PP 細孔内面の接着性改善に向けた紫外線改質システムの開発

男澤 嶺\* 小林 愛雲\* 大森 和宏\* 西間木 潤\*\* 吉田 友幸\*\* 佐藤 蒼\*\*

Development of an Ultraviolet Modification System for  
Improving the Adhesive Properties of PP Inner Pore Surfaces  
OTOKOZAWA Ryo, KOBAYASHI Azumi, OMORI Kazuhiro, NISHIMAKI Jun, YOSHIDA Tomoyuki  
and SATO Aoi

光ファイバーを用いてポリプロピレン (PP) 細孔内部へ紫外線 (UV) を照射するシステムの構築を目指し、光ファイバーのフロスト処理条件を検討した。石英ガラスをフロスト液（フッ化アンモニウム 10 mass%、フッ化水素酸 20 mass%、蒸留水 70 mass%）に 10 秒間浸漬後、フロスト液から引き上げ、6 時間以上静置後、蒸留水で洗浄する処理を行うと表面が粗面化され、光を拡散することが明らかになった。この表面からは、フッ素及び窒素が走査型電子顕微鏡付属 X 線分析装置で検出されなかった。このフロスト液で処理した光ファイバーと UV ランプを組み合わせたシステムで表面処理した PP と SUS304 の接着強度は、未処理 PP と比較し、約 2～3 倍程度高い値になった。

Key words: PP 細孔内面、光ファイバー、UV 拡散、フロスト処理

## 1 はじめに

ポリプロピレン (PP) は安価で成形性の良いプラスチック材料であり、自動車や医療等、様々な分野で用いられている<sup>1)</sup>。マルチマテリアル化が進む昨今、PP と異種材料の接着ニーズが増えているが、PP は極性基を持たない難接着材料であるため、PP を接着するには表面処理により親水化する必要がある<sup>1)</sup>。例えば医療用シリンジには PP 製針基（ニードルベース）と SUS304 製注射針（カヌラ）が利用されているが、これらを接着するため、ニードルベースをオゾン処理している。しかし、オゾン処理では突発的な接着不良が発生するという課題が生じている。また、オゾン処理にはバッチ式で時間がかかり、必要箇所以外も改質されるという課題がある。PP 製ニードルベース細孔内面のみを表面処理するシステムを構築できれば、これらの課題を解決できると考えられる。

PP の表面処理方法として、紫外線 (UV) による改質が有効であることが知られている<sup>2)</sup>。しかし、UV 照射装置は主に平面を処理する構造となっていることが一般的で、シリンジ先端の PP 製ニードルベース細孔内面の UV 照射による改質は困難である。

そこで本研究では、PP 製ニードルベース細孔内面の改質を可能とする UV 照射システムを構築することを目的に、フロスト処理による光ファイバーの粗面化条件を明らかにし、UV ランプとフロスト処理光ファイバー

を組み合わせたシステムによる PP 細孔内面の表面改質を試みた。

## 2 研究の方法

## 2.1 細孔内面 UV 改質システム用材料

光ファイバーは、ソーラボージャパン(株)製 Multimode Fiber ( $\phi 0.2$  mm,  $\phi 0.4$  mm,  $\phi 0.6$  mm) をニッパー（クニペックス、光ファイバー用ニッパー）で長さ 50 mm にカットし、ファイバー両端を 3 種類の研磨紙（トラスコ中山(株)、ラッピングフィルム研磨剤 TLF-200・400・600) を用いて研磨して使用した。集光レンズは、ソーラボージャパン(株)製 UV Fused Silica Plano Convex Lens  $\phi 12.7$  mm（焦点距離:20.1 mm）を用いた。UV ランプは、フィルジェン(株)製 UV オゾンクリーナー253MINI（波長:184.9 nm, 253.7 nm）を用いた。UV ランプ、集光レンズ、光ファイバーは、自作の治具を用いて、それぞれを組み合わせて、実験に供した。

## 2.2 フロスト処理条件

フッ化アンモニウム (NH<sub>4</sub>F、関東化学(株)、特級)、フッ化水素酸 (HF、関東化学(株)、特級)、蒸留水の混合液をフロスト液として調製し<sup>3)</sup>、試料をフロスト液に浸漬させた後、フロスト液から引き上げた状態で所定時間静置し、流水にて洗浄した。フロスト処理条件は、表 1 のとおりである。

\* 栃木県産業技術センター 材料技術部

\*\* 栃木精工株式会社

表1 フロスト処理条件

条件	フロスト液組成	フロスト処理時間	
		浸漬時間	静置時間
A-1	NH <sub>4</sub> F 10 mass %,	10 秒間	なし
A-2	HF 20 mass %,	1 時間	
A-3	H <sub>2</sub> O 70 mass %	6 時間	
B	NH <sub>4</sub> F 30 mass %, HF 20 mass %, H <sub>2</sub> O 50 mass %	10 秒間	0~16 時間

### 2. 3 PP 製ニードルベースの細孔内表面の UV 改質及び接着

PP 製ニードルベース（細孔内径φ0.8 mm）細孔内部にフロスト処理した光ファイバーを挿入し、UV 照射を 30 分又は 2 時間行った後、SUS304 製カヌラをニードルベース細孔内に挿入し、UV 硬化接着剤（ヘンケルジャパン、LOCTITE AA 3301）を 2.3 mg 注入後、30 秒間 UV 照射（波長：365 nm）し、ニードルベースとカヌラを接着させた。

### 2. 4 評価

光ファイバーから照射される UV の照射範囲は、光ファイバー末端と UV 感光紙（(株)エスコ、紫外線検知材（高感度））間の距離が 1 mm となるようにそれぞれを配置して UV 照射し、呈色された範囲を評価した。光ファイバーからの透過光を評価する場合は、光ファイバーに対して感光紙が垂直となるように、拡散光を評価する場合は、感光紙が平行となるようにそれぞれを配置した。UV 拡散光による PP の表面改質の検証の際には、サンプルに PP シート（(株)光、P922-1 t=0.2 mm）を用いた。UV 照射時間は 30 分とした。

UV 照射強度は、紫外線強度計（(株)マザーツール、YK-37UVSD）を用い、光ファイバー末端と UV 検出器を密着させて計測した。測定波長は 248~260 nm（UVC 領域）とした。得られた照度は、単位面積あたりの値に換算した。

走査型電子顕微鏡（SEM）観察は、日本電子（株）製 JSM-6010PLUS/LA を用いて行った。また、元素分析は、付属のエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置にて行った。原子間力顕微鏡（AFM）観察は、ナノスケールハイブリット顕微鏡（(株)キーエンス、VN-8010）を用いて、タッピングモードにて行った。

PP 製ニードルベース/SUS304 製カヌラ接着試料の接着強度は、引き抜き試験機（(株)エーアンドディ、STB-1225L）を用いて測定した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 細孔内面 UV 改質システムの構築

UV ランプから照射された UV を光ファイバーに効率良く導入することを目的として、UV ランプ、集光レンズ及び光ファイバーを組み合わせた実験装置を検討した。図 1 に実験装置の模式図を示す。本研究では、UV 光源と光ファイバーを接触させる方法（方法①、図 1 (a)）と、UV 光源と光ファイバーの間に集光レンズを設置する方法（方法②、図 1 (b)）を比較した。各照射方法における照射強度を表 2 に示す。方法①の方が光ファイバーから照射される UV の強度が強く、効率良く UV を光ファイバーに導入できることが明らかになった。方法①では、UV ランプから照射される UV を直接光ファイバーに導入できるのに対し、方法②では、UV ランプの構造上、光源とレンズの距離を 20 mm 以上とする必要があったことや、レンズの焦点距離が 20.1 mm であったため、レンズとランプ又は光ファイバー間に存在する大気により UV の減衰が生じ、UV 照射強度が弱くなったと考えられる<sup>4)</sup>。

よって、これ以降の検証は、方法①にて実施した。

### 3. 2 UV 拡散方法の検討

#### 3. 2. 1 石英ガラスのフロスト処理条件の検討

細孔内面に UV を照射するためには、光ファイバーから照射される光を拡散させる必要がある。そこで、光ファイバーをフロスト処理により粗面化し、UV を拡散することを考え、石英ガラス板を用いてフロスト処理条件を検討した。

条件 A-1（表 1）によりフロスト処理した石英ガラスの外観を図 2 に示す。静置時間 1 時間から石英ガラス表面が白化し、静置時間が長いほど白化の度合いが高まることが確認された。フロスト処理石英ガラス（条件 A-1、静置時間 6 時間）の SEM 観察像を図 3 に示す。白化した箇所は、石英ガラス表面に凹凸が生じていることが明らかになった。条件 A-2、A-3、B でも同様に、石英ガラスを粗面化することができた。

フロスト処理石英ガラス表面の元素分析結果を図 4 に示す。石英ガラス表面の凹凸箇所を元素分析した結果、条件 A-1 では、フッ素（F）及び窒素（N）は検出されなかった（図 4 (a)）。一方、処理条件 A-2、A-3、B では、いずれも石英ガラス表面から F 及び N が検出され、フッ化アンモニウムやケイフッ化アンモニウムが残存していることが示唆された（図 4 (b), (c), (d)）。よって、全てのフロスト処理条件で、石英ガラス表面の粗面化による UV 拡散効果が期待できるものの、安全面の担保という観点から、条件 A-2、A-3、B は目的の用途に適さないと考えられる。以上より、本研究におけるフロスト処理は、条件 A-1 を採用することとした。

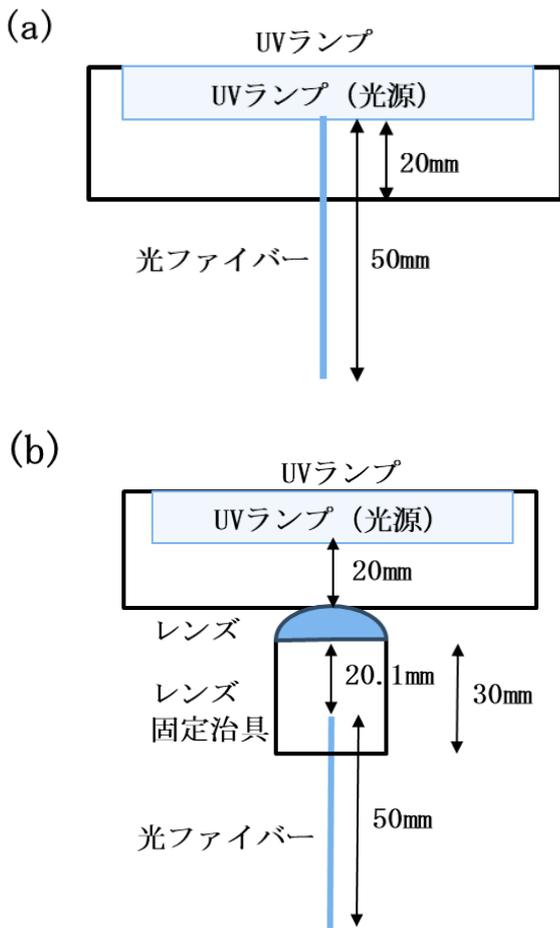


図1 UV照射システムの模式図；  
(a) 方法①、(b) 方法②

表2 各UV改質システムと照射強度

	照射強度 (mW/cm <sup>2</sup> )
方法①	11.3
方法②	6.08

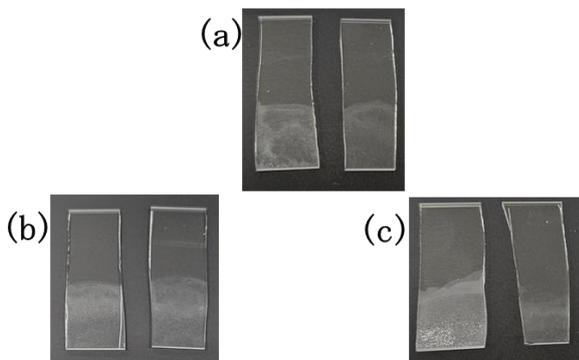


図2 フロスト処理(条件A-1)後の石英ガラスの外観；  
(a) 静置時間1時間、(b) 静置時間6時間、  
(c) 静置時間16時間

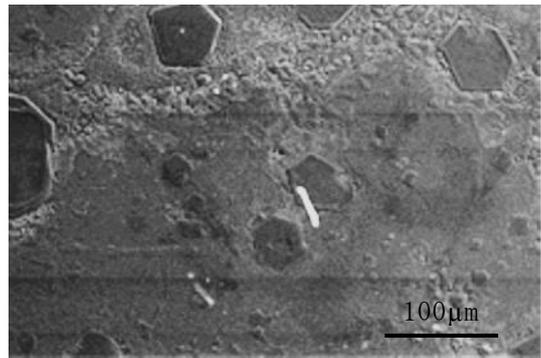


図3 フロスト処理石英ガラス  
(条件A-1、静置時間6時間)のSEM像

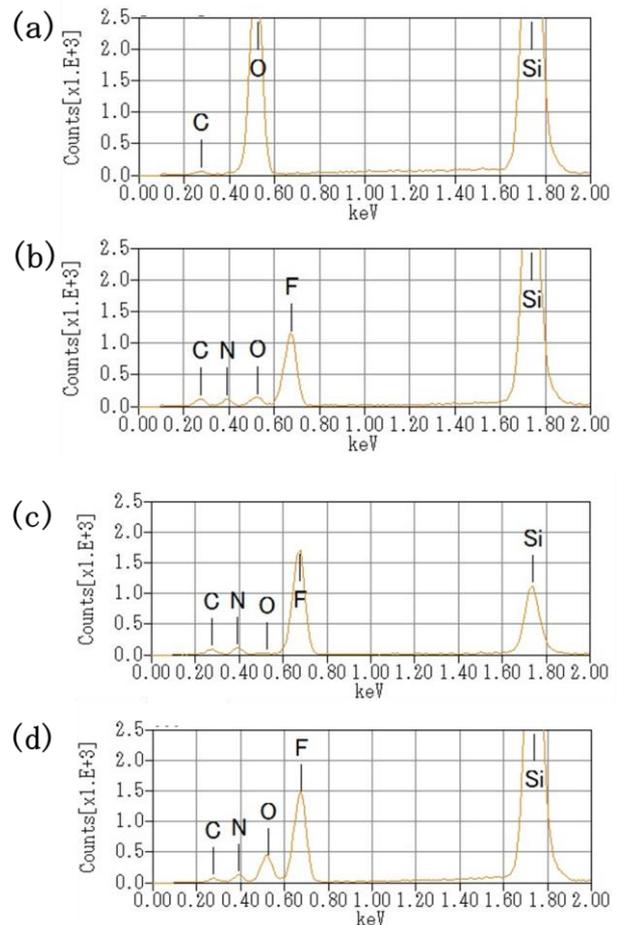


図4 フロスト処理石英ガラス表面の元素分析結果；  
(a) 条件A-1(静置時間6時間)、(b) 条件A-2、  
(c) 条件A-3、(d) 条件B(静置時間6時間)

次に、フロスト処理した石英ガラスに、可視光レーザーを照射した際の透過光の拡散度合いを確認した。図5のとおり、未処理石英ガラスでは、透過光はほとんど拡散せず直進したのに対し、フロスト処理石英ガラスではレーザー光が拡散し、照射領域が拡大した。また、静置時間1時間では、直進光によるスポットが濃く出ていたが、6及び16時間では直進光のスポットが薄くなり、拡散領域は50mmを超えた。

以上の結果より、静置時間6時間以上とすることが、石英ガラスの粗面化に有効であることが示された。これ以降の検証では、静置時間6時間に設定した。

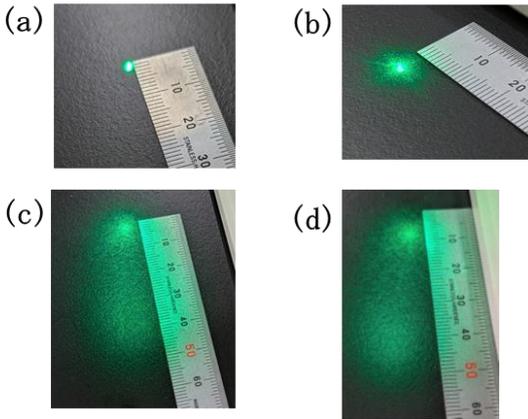


図5 未処理又はフロスト処理した石英ガラスの透過光の様子；

(a) 未処理、(b) 静置時間1時間、  
(c) 静置時間6時間、(d) 静置時間16時間

### 3. 2. 2 フロスト処理光ファイバーによるUV拡散

φ0.6 mm 光ファイバーを用いて、条件 A-1 に示すフロスト液に光ファイバー先端を約10 mm、10秒間浸漬し、6時間静置することによるフロスト処理を行った。未処理又はフロスト処理した光ファイバーを用いて感光紙にUV照射した結果を図6、7に示す。フロスト処理した光ファイバーを用いると、未処理よりも照射領域が広がり、UVが拡散していることが確認された(図6)。しかし、UV照射強度は未処理よりも低下した(未処理：11.3 mW/cm<sup>2</sup>、フロスト処理：9.65 mW/cm<sup>2</sup>)。低下した理由として、フロスト処理による光ファイバー末端の粗面化によって、一部のUVが乱反射し、光ファイバー末端から照射されなかったことが考えられる。

また、光ファイバーと平行にUV感光紙を設置し、拡散光の比較をした結果、フロスト処理した光ファイバーの方が、未処理よりも広範囲に呈色し、フロスト処理によりUVが拡散することが確認された(図7)。特に、フロスト処理光ファイバーの末端近辺が濃く呈色しており、フロスト処理の効果を示しているものと考えられる。

フロスト処理した光ファイバーを用いてPPシートにUV拡散光を30分間照射した。UV照射前後のPP表面のAFM像を図8に示す。照射表面のAFM像から、UV照射後のPPからは、UV照射前では見られなかったドット状のものが観察された。PPをUVランプにより直接表面改質すると、ドット状のものが観察されていることから、フロスト処理した光ファイバーで拡散されたUVによりPP表面が改質されているものと考えられる。

### 3. 3 光ファイバー種の検討

φ0.4 mm及びφ0.2 mmの光ファイバーについて、φ0.6 mmと同条件でフロスト処理を行い、光ファイバー種によるフロスト処理の効果を確認した。未処理又はフロスト処理した光ファイバー(φ0.4 mm, 0.2 mm)について、前項と同様にUV照射範囲を測定した。結果を図9、10に示す。ファイバー径がφ0.4 mm及びφ0.2 mmにおいても、未処理と比較して、フロスト処理した光ファイバーのUV照射領域は拡大しており、光ファイバー径に関わらず、フロスト処理によりUVが拡散することが確認された。

また、未処理ファイバー(φ0.6 mm)を用い、長さを50~100 mmに変動させた場合のUV照射強度を測定した。ファイバー長とUV照射強度の関係を図11に示す。その結果、UV照射強度はほぼ一定であり、光ファイバーの長さの影響を受けにくいことが確認された。

以上の結果より、光ファイバーの径や長さによらず、UVを拡散照射できることが確認された。このことは、本UV照射システムを実際の生産ラインに導入する際、製品毎に光ファイバーの径や長さを変えることができることを示しており、当該システムの汎用性を高める結果が得られたと考えられる。

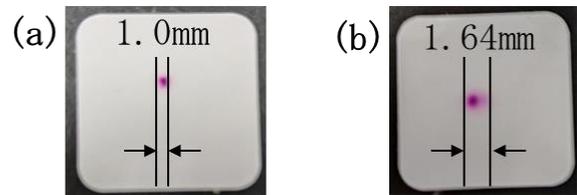


図6 (a) 未処理及び(b)フロスト処理光ファイバーによるUV透過光照射領域

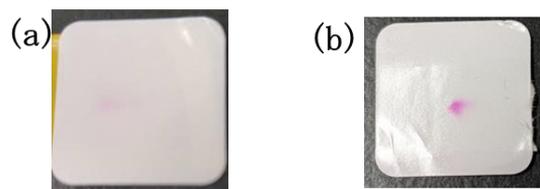


図7 (a) 未処理及び(b)フロスト処理光ファイバーによるUV拡散光照射領域

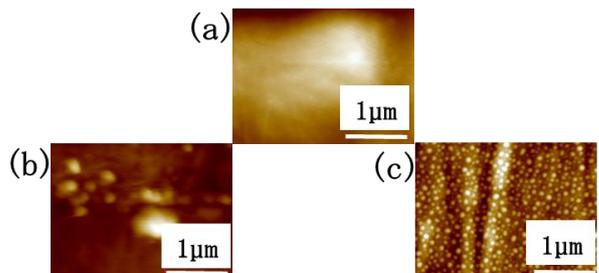


図8 UV照射前後のPP表面のAFM像；  
(a) 未処理、(b) UV拡散光照射、  
(c) UVランプにより直接UV照射

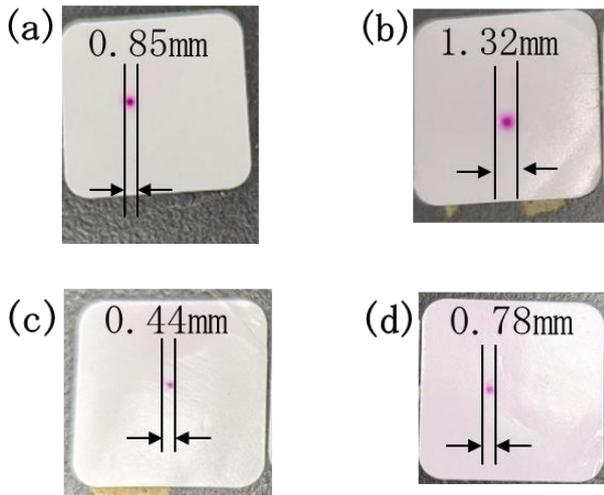


図9 各光ファイバーのUV透過光照射領域；

- (a) 未処理、φ0.4 mm、(b)フロスト処理、φ0.4 mm、  
 (c)未処理、φ0.2 mm、(d)フロスト処理、φ0.2 mm

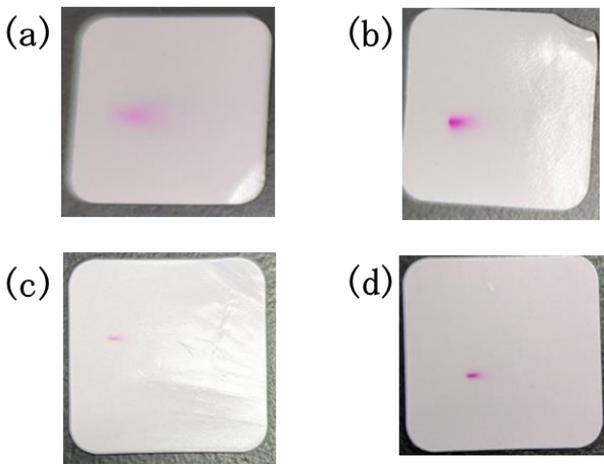


図10 各光ファイバーのUV拡散光照射領域；

- (a) 未処理、φ0.4 mm、(b)フロスト処理、φ0.4 mm、  
 (c)未処理、φ0.2 mm、(d)フロスト処理、φ0.2 mm

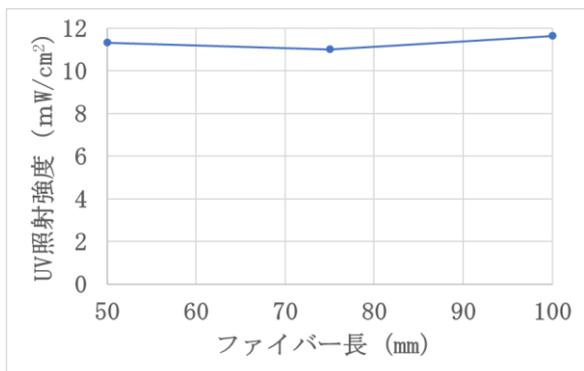


図11 ファイバー長さとうV照射強度の関係

### 3. 4 実成形品細孔内面のUV改質・接着試験の検討

ニードルベースに接着したカメラの引き抜き試験の結果を表3に示す。UV照射システム未使用時の引き抜き強度は、およそ50 Nであったのに対し、UV照射システ

ムを使用し、UVを30分間照射すると98 N以上の引き抜き強度を示した。この引き抜き強度は、JIS T3209に準ずる強度(34 N)を大幅に上回る結果であったが、ばらつきは大きくなった。2時間照射における平均引き抜き強度は30分照射の場合と同等であり、ばらつきはより大きくなった。この理由の一つとして、光ファイバーとニードルベース細孔内面間距離のばらつきが考えられる。フロスト処理光ファイバー径とニードルベース細孔径は約0.2 mm程度の差があり、クリアランスが生じていた。そのため、光ファイバーを挿入した際の光ファイバーと細孔内面の位置関係や光ファイバーの挿入角度が一定にならず、改質度合いにばらつきが生じたと考えられる。

一方、本研究で最大引き抜き強度を示した試験品において、引き抜き後のカメラ表面を顕微鏡で観察すると、接着剤が凝集破壊したと思われる破断面が観察された(図12)。この試験品では、PP細孔内面が適切に改質できていることがうかがえる。UV照射位置を適切に、安定的に設定できれば、高い接着強度が常に担保された製品を作製できる可能性がある。

表3 引き抜き試験の結果

	引き抜き強度 (N)		
	細孔内面 UV未照射	細孔内面 UV30分照射	細孔内面 UV2時間照射
①	50.8	98.5	95.7
②	44.8	106	160
③	56.4	135	90.3
平均	50.7	113	115
標準偏差	5.84	19.4	38.5



図12 細孔内面UV2時間照射サンプルにおける引き抜き試験後のカメラ表面(図中の矢印は凝集破壊した接着剤を示す)

また、本検討で構築したUV照射システムにおけるUV照射時間は30分で検証したが、実際の生産ラインへの

導入実現に向け、UV 照射時間の短縮が望まれている。本検討で用いた UV 光源よりも強い照射強度を有する UV 光源<sup>5)</sup>を探索し、本システムに構築できるかの検証が今後の課題として考えられる。

#### 4 おわりに

PP 製ニードルベース細孔内面の改質を可能とするため、光ファイバーを用いた UV 照射システムを構築し、次の知見を得た。

- (1) 石英ガラスのフロスト処理条件を検討し、UV を拡散させる処理条件（フッ化アンモニウム 10 mass %、フッ化水素酸 20 mass %、蒸留水 70 mass %の混合液に 10 秒間浸漬後、6 時間以上静置）を見いだした。
- (2) 光ファイバー径によらず、フロスト処理した光ファイバーは UV を拡散することが明らかになった。また、光ファイバー長さによらず、照射強度はほぼ一定であった。
- (3) フロスト処理した光ファイバーで拡散した UV により、PP の表面改質が可能であることが示された。
- (4) 本研究で開発した UV 照射システムを用いることで、PP 製ニードルベースと SUS304 製パイプ（カメラ）の接着強度は、約 2～3 倍に向上した。

#### 参考文献

- 1) 片田一喜, 豊永匡仁, 後藤啓介, 小林史紘, 千葉響, 谷池俊明, 寺野稔: “高分子論文集” 70, 12, 693-699, (2013)
- 2) 益子朱音, 男澤嶺, 大森和宏: “栃木県産業技術センター 研究報告” 20, 71-74, (2023)
- 3) 保坂達也, 菊地典生: “表面技術” 44, 205-208, (1993)
- 4) 正木光, 田中一: “照明学会誌” 47, 234-239, (1963)
- 5) 藤本靖, 中原正盛, BINUN Paul, 本越伸二, 渡部棟之, 山寄正明, 佐藤毅, 深川正基: “レーザ加工学会誌” 28, 49-55, (2021)



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

重点共同研究 (AI・IoT、フードバレーとちぎ)

# 麴造りににおけるデジタル技術活用

松本 健司\* 高岩 徳寿\*  
筒井 達也\*\* 古口 久美子\*\* 西堀 哲也\*\*\*

Exploring Digital Technology Utilization in Koji Making  
MATSUMOTO Kenji, TAKAIWA Noritoshi,  
TSUTSUI Tatsuya, KOGUCHI Kumiko and NISHIBORI Tetsuya

他産業と同様に酒造業界も労働力不足が問題となっており、多様な酒造文化を継続するためにも対策が必要である。複数工程で成り立っている日本酒造りにおいて、重要な工程の1つである麴造り（以下、製麴）は特に作業者の負担が大きい。本研究では、製麴工程の管理負担軽減にはデジタル技術の活用が有効と考え、システムの試作に取り組んだ。本システムを利用することで、製麴工程において一般的に管理される品温や周辺温湿度の経過情報が自動で記録され、また、品質管理の指標とされている麴の品温の経過についても時系列予測技術を用いて一定精度での予測が成り立つことを確認した。

Key words: 清酒、麴、IoT、時系列予測

## 1 はじめに

近年、日本酒全体の国内出荷量は減少しつつある中においても、栃木の酒蔵では海外展開も視野に入れた酒造りを行っている。今後、一層の高品質化・差別化が必要とされるが、熟練杜氏の高齢化が進み、人材の確保も難しいなか、高度な技術の継承者を養成するには時間を要する。

日本酒造りは複数の工程からなり（図1）、「一麴、二酛、三造り」といわれるように、製麴は重要な作業工程の1つである。製麴は、昼夜を通し約2日間、細かな管理が必要となることから負担が大きい作業である。更に、昨今では人手不足から他業務との兼任も発生しており負担軽減が急務である。

自動製麴機の研究開発も目覚ましいが、高額であることや大掛かりな装置となりがちことから中小酒造メーカーでは導入が難しい。そこで、現状の製麴装置のままで細かな品質管理を実現し、省力化を図るため、デジタル技術の活用が有効と考えた。

本研究では、製麴工程における管理負担の軽減を目指し、IoT技術やAI技術等を組み合わせたシステム試作に取り組んだ。実施にあたっては、中小酒造メーカーの実情を鑑み、現在の手法をなるべく崩さず、安価に実現することに留意した。

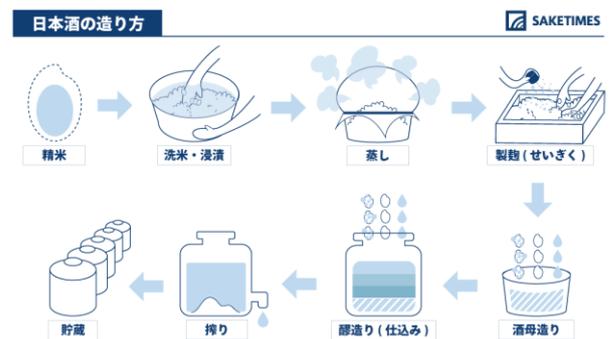


図1 日本酒造り

出典：<https://jp.sake-times.com/infographics-free-download>

## 2 研究の方法

### 2.1 対象作業

本研究で試作する製麴管理システムは製麴工程管理の負担軽減に資することを旨とする。製麴工程は大きく2つの工程に分けられ、本研究では、より管理負担の大きい棚作業に主眼を置くこととした。対象工程の概要を図2に示す。

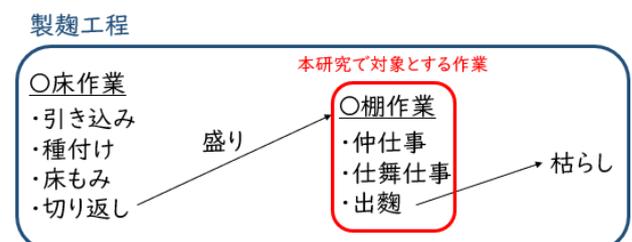


図2 対象工程の概要

\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部  
\*\* 栃木県産業技術センター 食品技術部  
\*\*\* 西堀酒造株式会社

## 2. 2 開発方針

製麴管理システムの開発にあたり、開発内容を以下のよう

- ① 製麴記録のデータベース化
- ② 現場モニタリング
- ③ 作業標準化に有用な情報の提示

これらの機能を有するシステムを安価に構築するため、

図3に示す Raspberry Pi<sup>1)</sup>をサーバマシンとした。



図3 Raspberry Pi

### 2. 2. 1 製麴記録のデータベース化

西堀酒造において製麴関連情報は一部電子化されており、スプレッドシート等で記録されていた。しかし、各情報は分散して記録されており、必要な情報を得にくく活用し難いことが課題となっていた。これらの課題解決のため、データベース構築に取り組んだ。

### 2. 2. 2 現場モニタリング

製麴において重要とされる品温や周辺温湿度について経過を自動記録するセンサも市販されているが、2次利用が困難なデータ形式であり、関連する経過情報を一度に確認できないという課題があった。課題解決のため、これらの情報を自動記録するシステムの構築と、管理に必要な経過情報を一括確認できるダッシュボード機能の開発に取り組んだ。

また、麴の水分量は酵素生産に影響する要素であること<sup>2), 3)</sup>から、麴の水分量を把握するために重量変化の経過情報取得に取り組むこととした。

### 2. 2. 3 作業標準化に有用な情報の提示

製麴現場では刻々と変化する麴の状態を作業者が判断したうえで適切な作業を実施している。その指標として麴の品温経過が重視されている<sup>3)</sup>が、麴の状態遷移の把握や予測には高度な経験等が求められる。

また、その後の酒造工程に影響することから出来上がった麴の品質確認も重要である。酵素力価は酒質に影響する重要な指標の1つである<sup>3)</sup>が把握するのに化学分析を要することから、現場での即時確認は困難である。

これらのことから作業標準化に有用であると考えられる品温経過と酵素力価について、それぞれを予測する機能の開発に取り組んだ。予測機能開発に使用するデータセットについて、品温経過については西堀酒造より提供された過

去の仕込み情報と品温経過を記録した198レコード分のデータセット(以下、製麴時品温データセット)を使用した。酵素力価については、測定した過去データが十分に存在しなかったことからデータセット作成から取り組むこととした。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 試作システムについて

試作システムの全体像を図4に示す。各センサ情報はM5stack<sup>4)</sup>で集計され時刻情報を付与し、Raspberry Piへ送信される。Raspberry Piには開発した各種機能を実装している。

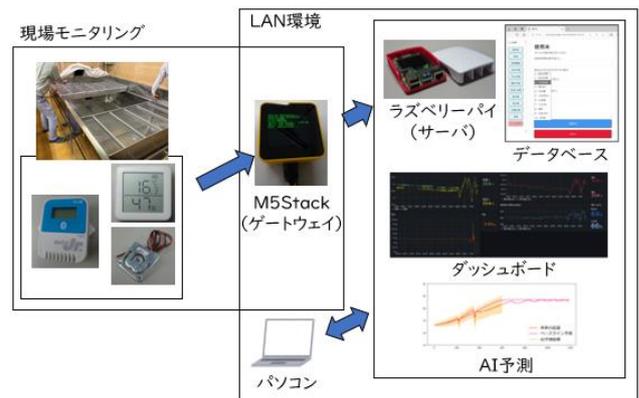


図4 試作システム

### 3. 2 各開発項目の詳細

#### 3. 2. 1 製麴記録のデータベース化

製麴作業からの聞き取り調査を基に設計したデータベースをMariaDB<sup>5)</sup>で実装した。

データベースへの入力方法として、Apache<sup>6)</sup>を利用したWEBアプリケーションサービスを構築した。構築サービスの情報入力WEBアプリケーションを図5に示す。

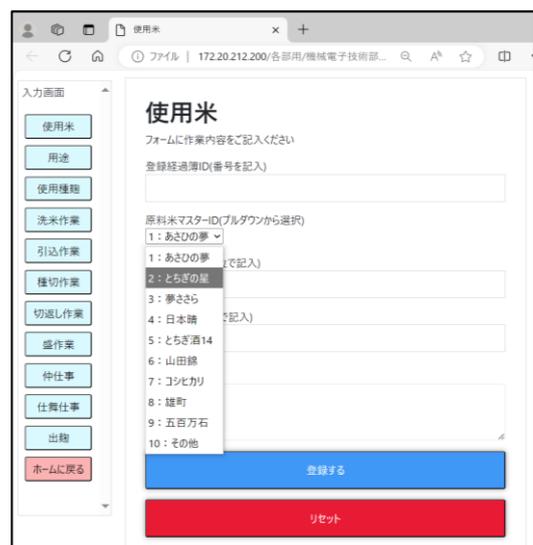


図5 情報入力の画面例

### 3. 2. 2 現場モニタリング

構築したモニタリング機能の概要を図6に示す。

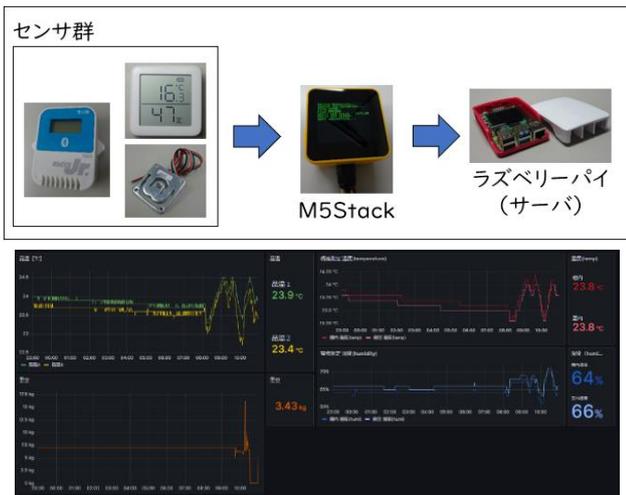


図6 現場モニタリングの概要

上：IoTシステム構成

下：ダッシュボード閲覧の画面例

モニタリングに使用するセンサ類は、業界の導入実績や駆動方式などの情報を基に選定した。センサは基本的に無線通信が可能、かつ安価なもので統一した。センサ情報はM5stack を経由しサーバ上の時系列データベースへ記録することとし、各種開発に取り組んだ。

重量測定に関しては、要求を満たす安価なセンサユニットがなかったため開発に取り組んだ。試作した重量測定ユニットを図7に示す。

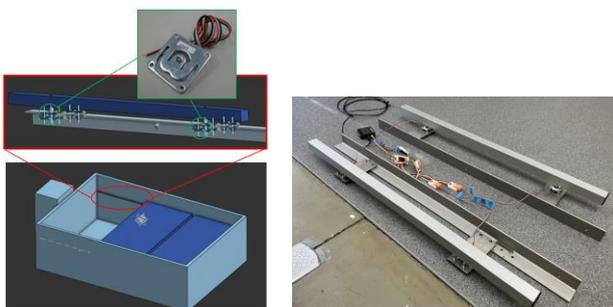


図7 重量測定ユニット

左：ユニット設計

右：試作したユニット

組み上げた重量測定ユニットは、約2週間のあいだ30kg程度の重りを乗せた状態で動作検証し、問題がないことを確認した。

サーバ上の時系列データベースには InfluxDB<sup>7)</sup>を採用した。同一サーバ上には Grafana<sup>8)</sup>サービスも構築し、ダッシュボード提供機能を実装した。ダッシュボードは同一 LAN 内のクライアント PC からブラウザ経由で閲覧できる。

### 3. 2. 3 作業標準化に有用な情報の提示

#### 3. 2. 3. 1 品温経過予測について

従来、作業者は原材料情報や仕込み作業に係る情報を基に麴の成り行きを推察している。このことから、麴の品温経過は従来と同等の情報を基に予測が可能であると考えた。

製麴時品温データセットのうち、特定条件のものをテストデータ (20 件)、それ以外 (178 件) を学習データに用いて予測モデル構築に取り組んだ。様々な手法を検討した結果、複数予測を組み合わせた処理で西堀酒造と定めた目標予測精度が達成できることを確認した。予測処理の概要を図8に示す。

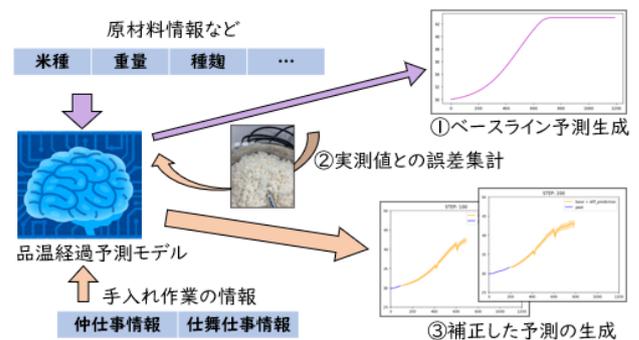


図8 予測処理の概要

試作した品温経過予測モデルは以下のフローで予測を行う。

- ① 棚作業までの情報からベースラインを予測
- ② ベースライン予測と実測値の予測誤差を集計
- ③ 誤差の推移及び手入れ情報を基に予測を補正

まず、ベースライン予測手法について述べる。棚作業における麴の品温経過は、経過時間に対して最小温度から最大温度までなめらかに変化する経過を迎ることが一般的である。麴の品温経過  $T(t)$  は経過時間  $t$  に対し、最小温度を  $T_{\min}$ 、最大温度を  $T_{\max}$ 、最大傾きを  $S$ 、変曲点を  $P$  とすると、次のようなロジスティック関数で近似できる。

$$T(t) = T_{\min} + \frac{T_{\max} - T_{\min}}{1 + e^{-S(t-P)}} \quad (式1)$$

ただし、本研究で対象とした製麴棚作業において、西堀酒造では温度閾値による送風機の ON/OFF 制御装置を現場に導入していたことから、温度閾値  $Thresh$  による次のような条件処理を加えた。

$$\begin{cases} T(t) = T(t) & (T(t) < Thresh) \\ T(t) = Thresh & (T(t) \geq Thresh) \end{cases} \quad (式2)$$

式1をグラフ化したものを図9に示す。事前に得られる仕込み情報を用いて、式1右辺の各変数を予測することができれば品温経過の概形が予測できることがわかる。

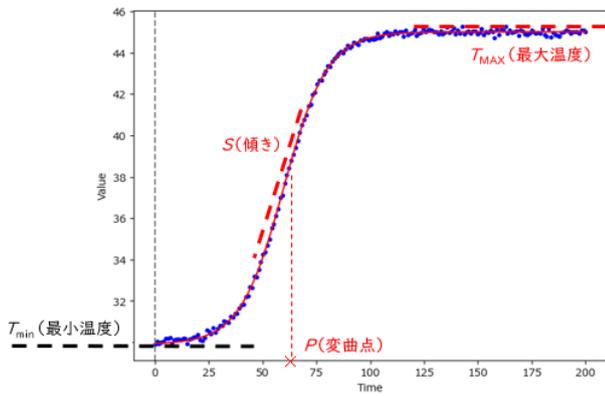


図9 ロジスティック関数

式1における右辺の各変数は仕込み毎に異なる値をとる。最小温度  $T_{min}$  は麴の種菌をきった際の温度や棚作業に移行する際の温度から推察でき、作業者が任意に調整することも容易である。

一方、最大温度  $T_{max}$ 、最大傾き  $S$ 、変曲点  $P$  の3つの変数(以下、目的変数)については、原材料や仕込み条件が複雑に影響した結果として定まることから予測することが困難である。

そこで、目的変数を予測するモデル構築に取り組んだ。製麴時品温データセットの品温経過を曲線近似して得た各仕込みの目的変数を予測対象とし、仕込み情報を特徴量とした教師データを用いて、複数機械学習手法でモデルを構築した。その結果得られたモデルのうち、精度が良かった勾配ブースティング決定木などを組み合わせたものをベースライン予測モデルとして採用した。

ベースライン予測モデルは、棚作業までの事前情報しか用いないため、経過が進むにつれ実測値から乖離していく。乖離していく様子の例を図10に示す。

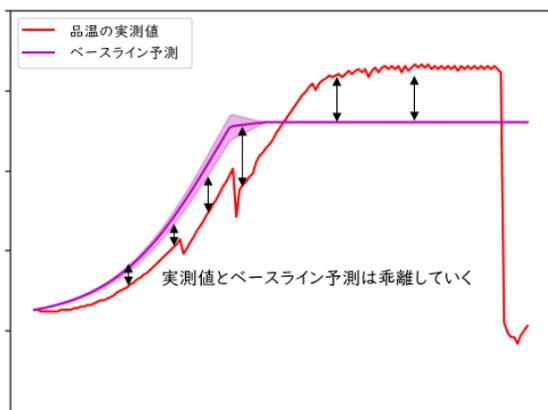


図10 ベースライン予測と実測値の乖離

この誤差を補正するため、製麴時品温データセットの品温経過とベースライン予測の差分時系列を予測対象とした誤差予測モデルの構築に取り組んだ。なお、作業者の手入れによって品温経過が大きく変化することから、学習用データには手入れ作業に関する時系列情報を共変量として加えている。

誤差予測モデル構築にはAutoML用PythonライブラリのAutoGluon<sup>9)</sup>を利用した。複数手法を比較した結果、基盤時系列モデルであるCHRONOS<sup>10)</sup>をファインチューニングしたモデルが最も精度が良かった。精度が良かった本モデルを主とし、その他の予測モデルを組み合わせた重み付きアンサンブル予測を誤差予測モデルに採用した。なお、誤差予測モデルの予測長は、十分な予測精度が確認された10時間先までとした。本モデルにより予測された誤差系列をベースライン予測に加算することで最終的な予測結果が得られる。

### 3. 2. 3. 2 酵素力価予測について

十分な過去データがなかったことから、本研究では酵素力価予測の可能性を検討するためのデータセット(以下、酵素力価データセット)構築に取り組んだ。

酵素力価データセット作成にあたって、所内製麴が可能であるか確認するテストを複数回実施後、データの作成方針を表1のように定めた。

表1 酵素力価データセット作成方針

原材料の種類	・米種1種類(精米歩合55%) ・種麴1種類
原材料使用量	・米 200g ・種麴 2g
前処理の内容	・洗米及び浸漬後260gを目標に水分調整 ・1時間の蒸し
製麴毎に固定する条件	・32℃から40℃まで昇温 ・昇温速度は0.66℃/h (32℃から40℃まで12時間) ・相対湿度95%
製麴毎に変更する条件	周辺温度の昇温開始時刻を18時間後から28時間後まで2時間刻みで変更(計6パターン)

方針に基づき、図11のとおり所内製麴試験を実施し、麴の経過情報及び出麴後の酵素力価測定結果が紐づいたデータセットを構築した。本製麴試験は、岡山工業技術センターにて報告のあった先行事例<sup>11)</sup>を参考にした。

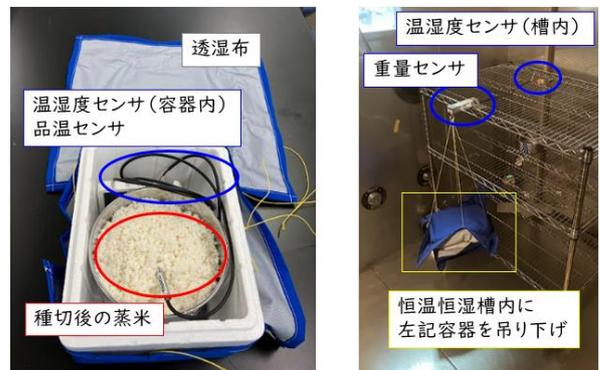


図11 所内での製麴試験

製麴試験により、製麴時の品温及び重量の経過が異なる29サンプルを得ることができた。経過プロットを図12に示す。

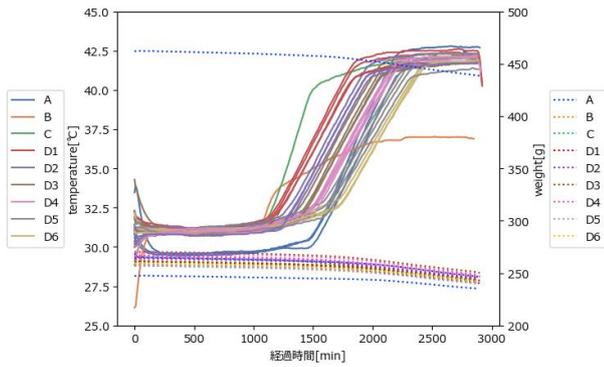


図 12 所内製麺の経過プロット

酵素力価の測定はαアミラーゼ及びグルコアミラーゼの2種類を実施し、それらの比であるG/A比を算出した。G/A比は酵素バランス評価として一般的に用いられる指標である。図13にG/A比算出結果を示す。

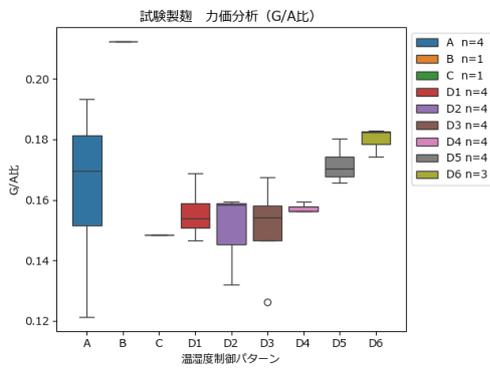


図 13 G/A比算出結果

酵素力価測定結果について、酵素生産の至適温度帯<sup>3)</sup>に注目して解析した結果を図14に示す。

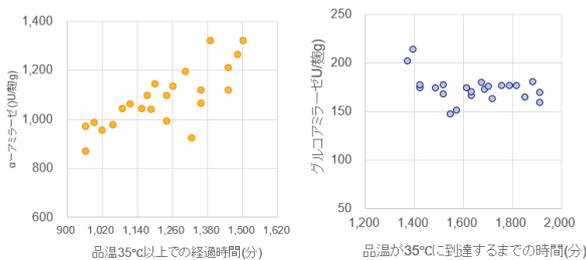


図 14 至適温度帯経過時間と酵素力価の関係

左：αアミラーゼについて  
右：グルコアミラーゼについて

αアミラーゼに関しては、品温経過における酵素生産の至適温度帯（35℃以上）の経過時間と酵素力価の関係性が確認された。

グルコアミラーゼに関しては、品温経過における酵素生産の至適温度帯（35℃未満）の経過時間と酵素力価の明確な関係は確認されなかった。

これらの結果を踏まえ、所内製麺 29 サンプルのうち、23 サンプルをトレーニングデータ、6 サンプルをテストデータとし、機械学習手法による G/A 比予測モデルの試作を行った。モデル試作で使用したデータを図 15 に示す。また、

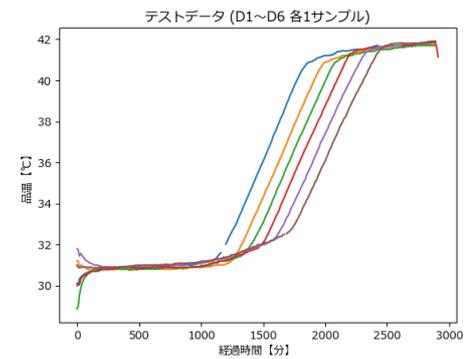
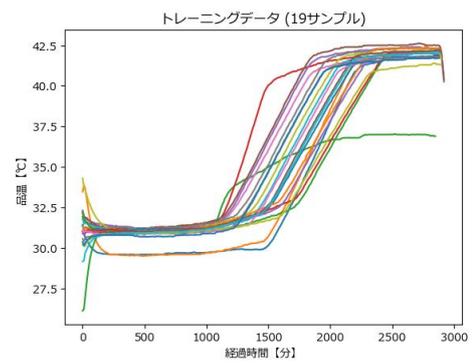


図 15 酵素力価予測モデル試作に用いた経過情報

上：学習用データ

下：評価用データ

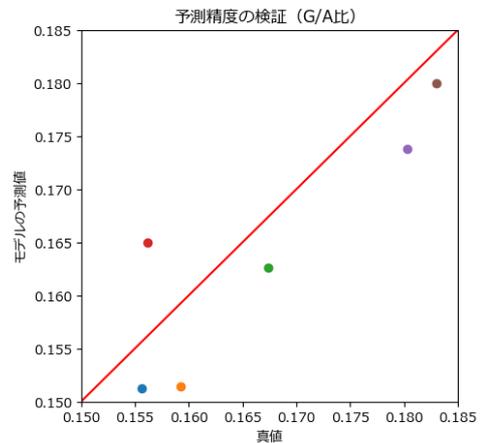


図 16 テストデータにおける G/A 比予測結果

本データによる予測精度検証結果を図 16 に示す。

データの多様性と量は不十分ではあるが、経過情報を基にした機械学習手法で酵素力価を予測できる可能性が確認できた。

### 3. 3 実証試験

試作開発した内容の一部について、10月1日から2月4日までの約4か月間、西堀酒造にて検証を実施した。

検証において、確認したのは以下の2点である。

- ① 現場モニタリング
- ② 品温予測モデルの精度

#### 3. 3. 1 現場モニタリングについて

時系列データの取得に関して、温湿度関連の情報取得及び各種サーバ機能は問題なく動作したことを確認した。た

だし、品温センサ及び重量測定ユニットに関して、過酷な湿度環境による影響などにより動作不良を起こすことが確認され、対策が必要であることがわかった。

品温センサ動作不良に関しては対策が容易であったことから、その後も測定を継続できた。

重量測定ユニット動作不良に関しては配線経路や従来作業との干渉が原因と推察された。推察原因に対して各種対策を講じたが解決には至らなかったため、本研究にて試作した重量測定ユニットを用いた経過記録は現場導入が困難であると判断した。

### 3. 3. 2 品温予測モデルの精度

品温予測モデルの精度について、3. 3. 1において記録された9サンプル分のデータを用いて品温の予測精度検証を実施した。その結果、品温経過予測モデルの4時間先までの予測精度 MAE は 1.102°C (全サンプル平均) であった。予測結果の例を図 17 に示す。

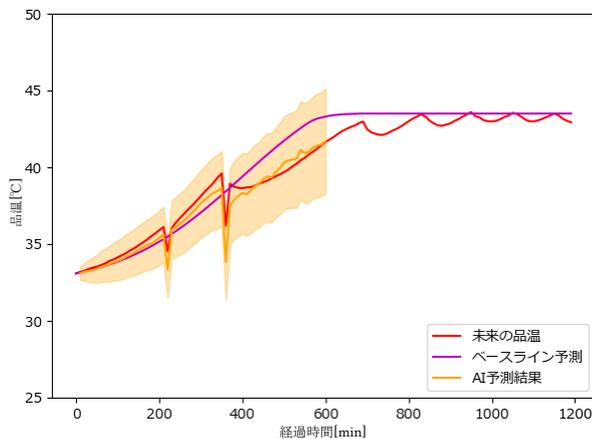


図 17 品温経過予測結果の例

9 サンプルのうち、7 サンプルについてはモデル構築時の予測精度を維持していたが、残りの 2 サンプルについては予測精度が悪化していた。2 サンプルについてデータを精査したところ、従来とは異なる手法を試していた。つまり類似する品温経過パターンが学習データにほぼ含まれていないサンプルであることが確認された。このことから、本予測モデルが異常検出用途での利用可能性があることが確認された。

## 4 おわりに

酒造工程における製麹工程について、管理負担の軽減を目標としたシステムを試作した。

- (1) 従来、紙やスプレッドシートで記録していた各種情報を一元管理するデータベース及び情報入力用 WEB アプリケーションを試作できた。

- (2) 製麹現場に関する時系列情報を自動記録する現場モニタリング機能を試作した。記録対象は、品温、周辺温湿度、重量とした。重量測定に関しては、想定用途に適したユニットを自作し、2 週間の所内動作検証で正しく動作することを確認した。
- (3) 過去の製麹記録を基に、製麹時の品温推移を予測するモデルを構築した。原材料情報や仕込み作業記録を入力することで棚作業における麹の品温変化を予測することができる。
- (4) 事前情報及び麹の経過情報から、酵素力価の予測が可能であるか検討した。検討にあたり、麹の昇温開始時間を 2 時間間隔で変化させた所内製麹試験を実施し、29 サンプル分の経過情報と酵素力価のデータを作成した。本データを用いた予測モデルから予測実現の可能性を確認した。
- (5) 現場モニタリング機能について、製麹現場において約 4 か月間の動作検証を実施し、品温、周辺温湿度の記録及びダッシュボード閲覧機能の稼働を確認した。試作した重量測定ユニットは通信経路などの問題により現場導入が困難であった。
- (6) 過去データで学習した品温経過予測モデルについて、現場モニタリング機能の実証試験で得た今期のデータを用いて予測精度を検証した。その結果、学習データと同傾向の作業をしたサンプルは予測精度を維持し、従来とは異なる傾向の作業をしたサンプルは予測精度が悪化することを確認した。これは異常検出用途での利用可能性があると考えられる。

## 参考文献

- 1) “Raspberry Pi”, <https://www.raspberrypi.com/>
- 2) 岡崎ら: “日本醸造協会誌”, 74(10), p683-686, (1979)
- 3) 奈良原: “日本醸造協会誌”, 89(11), p873-881, (1994)
- 4) “M5Stack”, <https://m5stack.com/>
- 5) “MariaDB”, <https://mariadb.com/kb/ja/mariadb/>
- 6) “Apache”, <https://httpd.apache.org/>
- 7) “InfluxDATA”, <https://www.influxdata.com/>
- 8) “Grafana”, <https://grafana.com/ja/>
- 9) “AutoGluon”, <https://auto.gluon.ai/stable/index.html>
- 10) Ansari et al.: “Transactions on Machine Learning Research”, ISSN 2835-8856, (2024)
- 11) 伊藤ら: “日本醸造協会誌”, 116(3), p134-150, (2021)

## 重点共同研究（フードバレーとちぎ）

## 吟醸粕を用いたビール等の製造に関する研究

筒井 達也\* 郡司 崇浩\* 岡本 竹己\* 横須賀 貞夫\*\* 山下 創\*\*\*

Research on the Production of Craft Beer with Ginjo Sake Lees  
TSUTSUI Tatsuya, GUNJI Takahiro, OKAMOTO Takemi, YOKOSUKA Sadao and YAMASHITA Hajime

酒造メーカーで発生する吟醸粕（黒粕）をビール等の製造に活用することを目的に、黒粕を使用した際の糖化及び発酵試験を実施し、香味が良好なクラフトビールの製造方法を検討した。糖化試験では、麦芽歩合が減少（酒粕歩合が増加）することで糖度が低下したが、糖化温度 65℃、麦芽歩合 50%以上（酒粕歩合 50%以下）で糖度 11 以上を確保できた。発酵試験では、麦芽歩合 50%以上のいずれの条件でもアルコール度数 5%以上を達成し発酵は順調に進行した。酒質については、酒粕の添加によりフルーティな香りや後味のキレが感じられ、麦芽歩合が低い（酒粕歩合が高い）試験区では脂肪酸臭や酸味が現れた。実地醸造試験では濾過に時間がかかる場面もあったが糖化及び発酵工程に大きな問題は確認されず、最終的な酒質はクリアでキレが良く後味に旨味が残り、酒粕特有の吟醸香も移行した。

Key words: 黒粕、吟醸粕、発泡酒、糖化、酵母

## 1 はじめに

日本におけるクラフトビール事業所数は近年増加傾向にあり、2010 年代以降、日本国内でクラフトビールブームが起こり、多くの小規模ブルワリーが設立されている。本県のクラフトブルワリー数も 2010 年は 3 社であったが、2023 年には 12 社まで増え、今後も数が増えることが予想される。日本のクラフトビールは多様性に富んでおり、日本の伝統的な食材や風味を取り入れた製品や国際的なスタイルに挑戦する製品など、様々な味わいのクラフトビールが製造されるようになっている。

クラフトビール業界における課題として、市販ビールとの差別化や麦芽価格の高騰などがあげられ、各ブルワリーにおいては製造コストを抑え、かつ特色がある良好な副原料が求められている。一方、酒造業界では吟醸粕、特に黒粕の有効利用が課題となっている。黒粕は一般的な酒粕よりもデンプン質が高く、風味豊かな特性を持っている。しかしながら、一部高級な吟醸酒製造で発生する褐変した黒粕（図 1）は黒カビを連想するその外観から消費者に忌避され、肥料や飼料として非常に安価で取引されている他、一部は廃棄されている現状にある。ビールの原料である輸入麦芽は 1 kg あたり 300 円以上かかることから、黒粕をビール等の副原料として利用することは、麦芽に替わるデンプン源としてだけでなく、特

色ある商品開発にも繋がる他、黒粕の有効利用も図られ双方の業界にとって大きなメリットとなると考えられる。

そこで本研究では、吟醸粕のクラフトビールへの活用可能性を探り、クラフトビール業界と酒造業界の課題を解決するため、吟醸粕を有効利用した特徴あるビール等の開発に取り組んだ。



図 1 黒粕の写真

## 2 研究の方法

## 2.1 原料

麦芽はパールモルト（北米産）を使用した。吟醸粕は令和 4 酒造年度に栃木県内の蔵元で生じたものを小分けにして包装し、使用時まで冷凍保管したものを使

\* 栃木県産業技術センター 食品技術部

\*\* 栃木マイクロブルワリー

\*\*\* 株式会社ファーマーズフォレスト

用した。ホップはカスケード（北米産）を、酵母はエールタイプのドライイースト（Fermentis S-04, English Ale）を使用した。なお、麦芽やホップ、酵母は県内ブルワリーで一般的に使用されているものを選択した。

## 2. 2 糖化試験

麦芽及び酒粕の糖化については、原料 100 g、水 400 mL の条件で、卓上型恒温槽（TAITEC PERSONAL-11）を用い温度一定のもと試験を行った。

### 2. 2. 1 糖化温度の検討

糖化温度の違いによる糖度（°Plato）の推移を測定した。温度は 60℃, 65℃, 70℃とし、麦芽歩合 100%及び 70%（重量比で酒粕 30%）の条件で、麦汁濃度計（アタゴ PAL-麦汁）を用いて糖化液の糖度を 120 分まで測定した。

### 2. 2. 2 麦芽歩合の検討

麦芽歩合による糖化の進み方を検討するため、表 1 に示す試験区で試験を実施した。糖化温度は 65℃とし、最長 120 分まで糖化液の糖度を測定した。

表 1 糖化試験区

試験区	麦芽歩合 (%)	酒粕歩合 (%)
1	100	0
2	90	10
3	80	20
4	70	30
5	60	40
6	50	50
7	40	60
8	30	70
9	20	80
10	10	90
11	0	100

### 2. 2. 3 官能評価

調製した糖化液の官能評価はセンター職員 3 名で、記述式で実施した。

## 2. 3 発酵試験

### 2. 3. 1 発酵試験

原料（麦芽、酒粕）合計 2.7 kg、水 16 L、ホップ 51.6 g、ドライイースト 5 g で発酵試験を行った。試験区一覧を表 2 に示す。糖化は 20 L の寸胴鍋で行い、発酵は 12 L 透明 PET 製発酵容器を用いた。発酵試験の手順は以下に記載のとおり。なお、発酵期間中は比重計による比重の測定と、蒸留法によりアルコール濃度を毎日測定

した。

- (1) 65℃で 120 分糖化
- (2) ホップを加えて 60 分煮沸
- (3) 漉引き後 30℃以下に冷却し乾燥酵母 5 g 接種
- (4) 20℃で 1 週間発酵
- (5) 瓶内二次発酵後、官能評価を実施

表 2 発酵試験区

試験区	麦芽歩合 (%)	酒粕歩合 (%)
1 (control)	100	0
2	90	10
3	80	20
4	70	30
5	60	40
6	50	50

### 2. 3. 2 官能評価

発酵液の官能評価はセンター職員と共同研究者計 8 名で実施した。コントロール（麦芽歩合 100%）を基準（3.0）とし、以下の項目について 5 段階評価で行った。

- 香り（1：良い⇔5：難あり）
- 味（1：良い⇔5：難あり）
- キレ（1：良い⇔5：難あり）
- 酒粕らしさ（1：強い⇔5：弱い）
- 総合評価（1：良い⇔5：難あり）

## 2. 4 実地醸造試験

共同研究先で実地醸造試験を行った。仕込配合は表 3 のとおり。その他の諸条件については各社の製造環境によるところもあるため一任した。

表 3 実地醸造試験仕込配合

仕込条件	栃木マイクロブルワリー	ファーマーズフォレスト	
		仕込 1	仕込 2
麦芽(kg)	6	25	25
酒粕(kg)	6	20	24
酒粕歩合(%)	50	45	49
ホップ(g)	100	50	50
酵母	エール	清酒	エール

## 2. 5 糖分析

糖化液及び発酵液の糖（グルコース、スクロース、フルクトース、マルトース、マルトトリオース）含量は、衛生試験法・注解<sup>1)</sup>を参考に高速液体クロマトグラフ(島

津製作所製 Prominence) により分析した。試験溶液の調製は試料 5 mL を 10 mL メスフラスコに取り、エタノールで定容後、メンブレンフィルター (孔径 0.45  $\mu$ m) でろ過し、ろ液を試験溶液とした。

## 2. 6 香気成分分析

蒸留水で等倍希釈した糖化液及び発酵液を 3.0 mL 採取し、内部標準として 2.5%(v/v) ベンジルアルコール水溶液を 50  $\mu$ L 加えたものを測定試料とし、DHS-GC/MS 法により測定した。前処理として 30°C に保温した試料を N<sub>2</sub> パージし、発生する揮発性成分を吸着管 (Carbopack B&X) に捕集後、加熱脱着装置 (Gerstel 社製 TDU2) 付 DHS-GC/MS (Agilent Technologies 社製 5977B) に供した。加熱脱着装置の温度条件は、TDU:初期温度 30°C

(0.3 min 保持) -昇温速度 720°C/min-到達温度 300°C (3 min) とし、CIS:-50°C (0.5 min) -720°C/min 昇温-210°C (20 min 保持) とした。GC/MS 条件は、カラム:DB-WAX(30 m, 0.25 mm, 0.25  $\mu$ m)、オープン温度:40°C (5 min 保持) -昇温速度 10°C/min-到達温度 240°C (10 min 保持)、キャリアガス:He 1.6768 mL/min、トランスファーライン温度:240°C、イオン源温度:230°C、イオン化モード:EI、イオン化電圧:70 eV 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 (Gerstel 製) によりにおいを有する化合物のみを抽出してピーク面積値の平均値を算出した。その値を香りのキャラクターごとに積算して比較した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 糖化試験

#### 3. 1. 1 糖化温度

ビール醸造の工程は、麦芽の糖化を経て発酵工程へと移行する。作業性の観点から、糖化温度の違いが糖度に及ぼす影響を把握することは重要である。そこで、麦芽歩合 100% と麦芽歩合 70% (酒粕 30%) において、60°C、65°C、70°C の各温度で糖化試験を行った。結果を図 1、図 2 に示す。麦芽歩合 100% では糖化温度が高いほど短時間で糖化が進むことが確認できた。30%酒粕を添加した場合でも、糖化温度が高いほど糖度が高くなり、同様の傾向を示したが、酒粕を添加することにより終濃度の糖度は低くなった。糖化温度 70°C では麦芽糖を生成する糖化酵素である  $\beta$ -アミラーゼの失活が進み、酵母が資化できないオリゴ糖が多くなるという報告<sup>2)</sup>があることから、共同研究者と協議の上、以後の試験は 65°C で実施することとした。

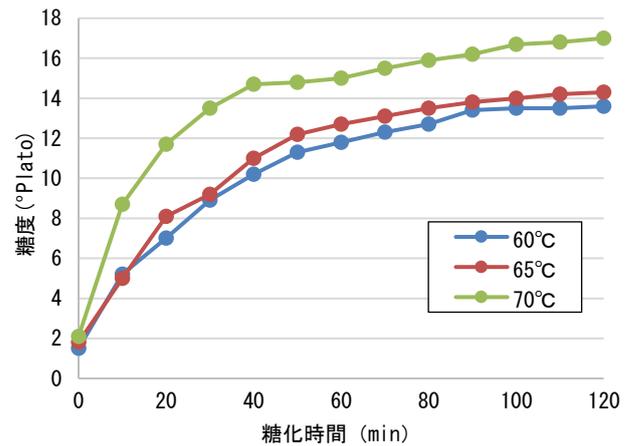


図 1 糖化試験結果 (麦芽歩合 100%)

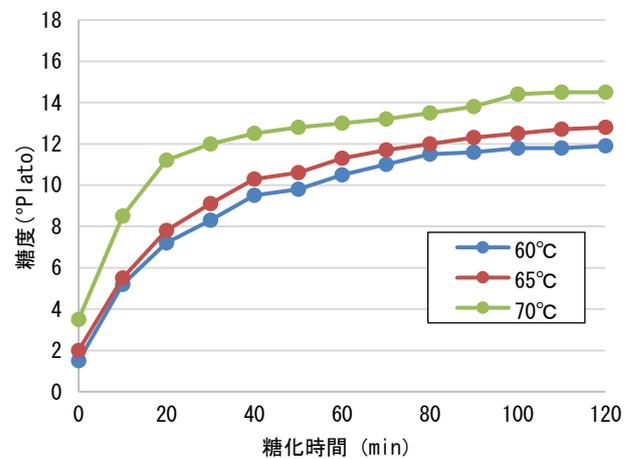


図 2 糖化試験結果 (麦芽歩合 70% (酒粕 30%))

#### 3. 1. 2 麦芽歩合

酒粕を麦芽の代替として使用することで、酒粕由来のエキス分や成分が麦汁中に移行することが予想される。一方で、麦芽と比較してどの程度糖度が得られるのか、また香味成分にどのような特徴が現れるのかを把握することは重要である。そこで、麦芽歩合を変えた糖化試験の結果を図 3 に、成分値と官能評価結果を表 4 に示す。麦芽歩合が低下するほど糖度は低くなり、エキス分 (糖度×液量) は麦芽歩合 40%以下で低下した。官能評価において、麦芽歩合 50%以下 (酒粕歩合 50%以上) では粕臭や酸臭、酵母臭といったオフフレーバーが感じられた。糖度が 11 以上であれば、煮沸工程後に糖度を 12 以上 (アルコール 5%相当) に調整できるため、以後の発酵試験については共同研究者と協議の上、糖度が 11 以上を確保できオフフレーバーが少ない No. ② (麦芽歩合 90%) ~No. ⑥ (麦芽歩合 50%) の条件にて実施することとした。

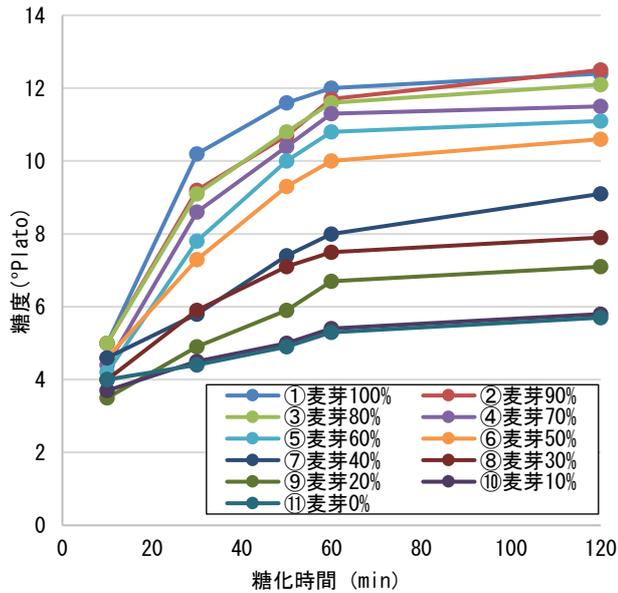


図3 麦芽歩合による糖化試験結果

表4 成分値と官能評価結果 (糖化試験)

No	麦芽歩合 (%)	糖度 (°Plato)	液量 (mL)	エキス分 (L)*	官能評価
①	100	13.0	343	4.5	旨味
②	90	13.1	360	4.7	旨味、キレイ
③	80	12.7	360	4.6	キレイ
④	70	12.1	372	4.5	カリ、キレイ
⑤	60	11.7	386	4.5	カリ、キレイ
⑥	50	11.2	383	4.3	やや粕臭、ウス
⑦	40	9.7	382	3.7	粕臭、やや酸臭
⑧	30	8.5	378	3.2	粕臭、酸臭
⑨	20	7.7	364	2.8	粕臭、酸臭
⑩	10	6.4	335	2.1	粕臭、酵母臭、酸臭
⑪	0	6.3	304	1.9	粕臭、酵母臭、酸臭

\*糖度×液量

### 3.2 発酵試験

コントロールとして麦芽歩合 100%の区分も含めた発酵試験を行った。比重とアルコールの経過をそれぞれ図4、図5に示す。アルコール5%の取得を目標に糖化液の

初期比重を1.048に調整し、終了比重が1.012を下回ることを目標に実施した。いずれの試験区でも発酵過程における最終比重が1.012を下回り、アルコールも目標値である5%以上となったことから、発酵は順調に進んだ。

官能評価の結果を表5に示す。香りについては麦芽歩合が高いと「モルト感」や「ホップ香」が強く感じられ、酒粕を添加することでエステル様(フルーティさ)が感じられた。香りの評価は各処理区ともコントロール(麦芽歩合100%)と同等であった。味については麦芽歩合が高い方が評価はやや高くなった。キレに関しては、酒粕を添加することで全体的にクリアで、後味にキレが感じられる酒質となった。酒粕らしさについては、麦芽歩合が高いほど、酒粕らしさが少なくなり麦芽やホップの特徴が際立つ一方で、麦芽歩合60%(酒粕歩合40%)、麦芽歩合50%(酒粕歩合50%)では、脂肪酸臭や味のキレイさ、酸味、旨味が感じられる酒質となった。

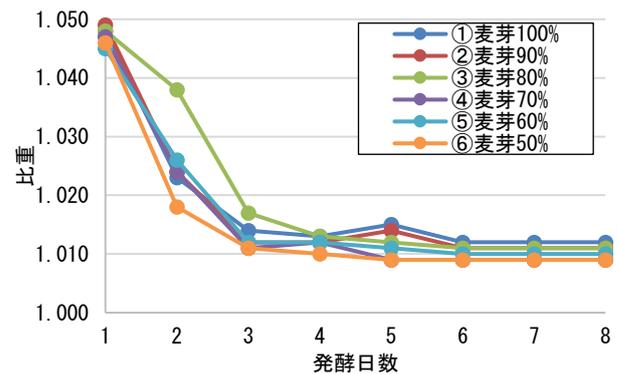


図4 麦芽歩合と発酵経過 (比重)

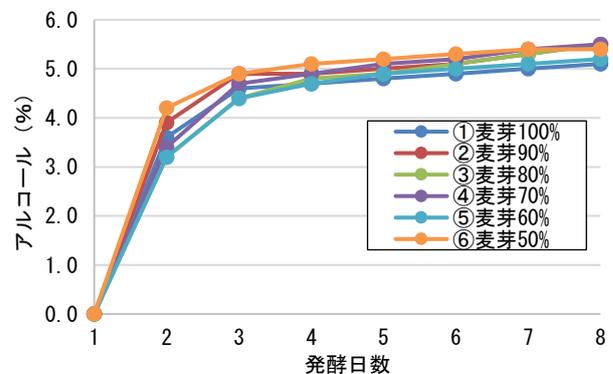


図5 麦芽歩合と発酵経過 (アルコール)

表5 官能評価結果 (発酵試験)

麦芽歩合 (%)	香り	味	キレ	酒粕らしさ	総合評価	特徴
90	2.9	2.6	2.9	4.4	2.9	モルト感、ホップ <sup>o</sup> 香
80	3.0	2.8	2.5	4.0	3.0	まとまる
70	2.8	3.1	2.5	3.4	2.8	キレ、キレイ、ウス、エステル(フルーティ)、マイルト <sup>s</sup>
60	3.0	3.1	2.6	3.3	2.9	フルーティ、やや脂肪酸、酸味、キレ、キレイ、苦、旨味、味幅
50	3.0	3.3	2.8	2.8	2.6	フルーティ、脂肪酸、キレ、キレイ、酸味、苦、旨味、余韻

### 3.3 糖組成

麦芽歩合を変え糖化試験を行った際の糖化液の糖組成を図6に示す。麦芽歩合が高い場合、マルトースやマルトトリオース、スクロースの割合が高く、麦芽歩合が低くなるにつれグルコースの割合が高くなるのが分かった。これは酒粕中にグルコースに加えて、グルコアミラーゼやマルターゼといった糖化酵素が含まれているため、酒粕を添加することで麦汁中の主成分であるマルトースやマルトトリオース等が分解されているものと推察される。

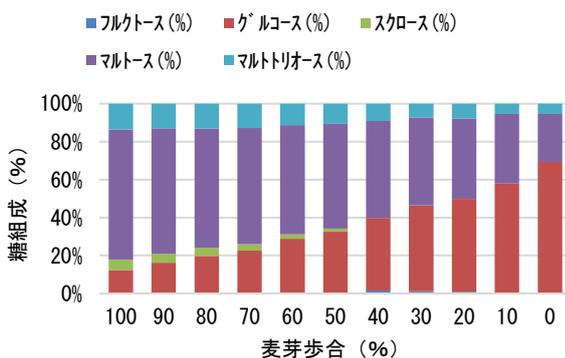


図6 酒粕糖化液の糖組成

発酵試験の発酵液について糖含量を測定した結果を図7に示す。麦芽歩合が高いとマルトースやマルトトリオースが発酵液中に残るが、麦芽歩合が70%以下(酒粕歩合30%以上)ではこれらの残糖が少なくなる結果となった。米麴の麴甘酒からは糖化が進んだ影響でマルト

リオースが検出されないという報告<sup>3)</sup>がある。この現象を考察すると、酒粕の添加により酒粕中に含まれる糖化酵素の働きにより糖化液中のマルトースやマルトトリオースの分解が促進されることに加え、酵母が二糖類であるマルトースや三糖類であるマルトトリオースよりも、単糖であるグルコースを資化しやすいため<sup>4)</sup>と推察される。この糖含量の低さが、官能評価における後味のキレの良さに繋がっているものと推察される。

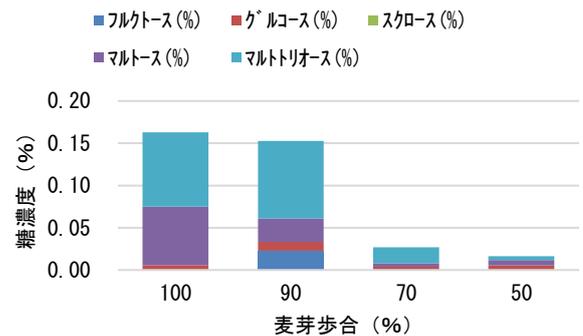


図7 酒粕発酵液の糖含量

### 3.4 香気成分

糖化試験の糖化液及び発酵試験の発酵液について、香気成分を測定した。酒粕の特徴的な香り成分として、果実香や脂肪酸臭が確認された。果実香及び脂肪酸臭の香り強度をグラフ化した結果を図8に示す。果実香及び脂肪酸臭は麦芽歩合100%の発酵過程でも生成されるが、酒粕糖化液中での強度が高く、酒粕歩合が高くなるほど強度が高くなるのが分かった。このことから、酒粕からこれらの香気成分が発酵液中に移行しているものと推察された。

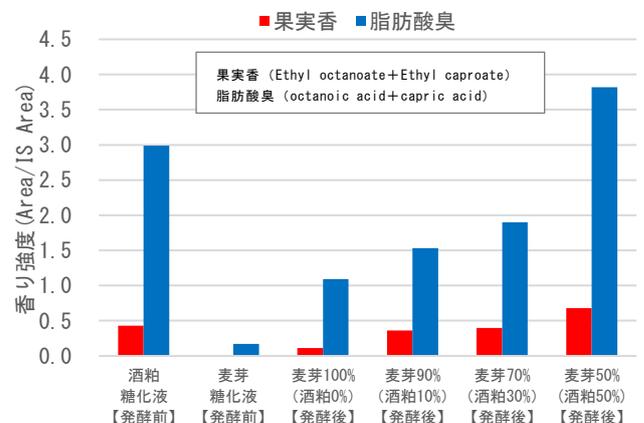


図8 香気成分測定結果

### 3.5 実地醸造試験

共同研究先2社の仕込データと比重経過について、それぞれ表6及び図9に示すとともに、仕込工程における製造現場の所感を表7に示す。製造現場の所感として、作業工程に大きな支障はなく、各社の製造設備環境に合わせて対応できることが分かった。共同研究者とセンター職員で酒質を評価した結果、栃木マイクロブルワリーのエール酵母を使用した実地醸造酒では以下の特徴が見られた。

- ① 外観はクリアで透明感がある。
- ② 香りは粕っぽさを感じず、丸くフルーティ。
- ③ 味はキレイで適度な苦味があり、後味に旨味を感じる。

ファーマーズ・フォレストでは、清酒酵母及びエール酵母を使用した実地醸造酒について以下の特徴が見られた。

(清酒酵母)

- ① 外観はクリア。
- ② 香りは華やかで甘い香り、やや脂肪酸臭。
- ③ 味はキレイが良く、日本酒のニュアンスが感じられ、旨味あり。

(エール酵母)

- ① 外観はクリア。
- ② 香りはフルーティ。
- ③ 味はシャープでキレイが良く、米感を感じる。旨味あり。

表6 実地醸造試験仕込データ

	栃木マイクロブルワリー (エール酵母)	ファーマーズ・フォレスト1 (清酒酵母)	ファーマーズ・フォレスト2 (エール酵母)
糖化温度(℃)	62.0	62.9	61.8
糖化時間(分)	70	75	120
煮沸時間(分)	65	100	100
初期麦汁糖度(°Plato)	11.4	11.6	11.7
発酵温度(℃)	23	13	20
発酵日数(日)	5	7	7
アルコール(%)	4.3	6.0	5.8

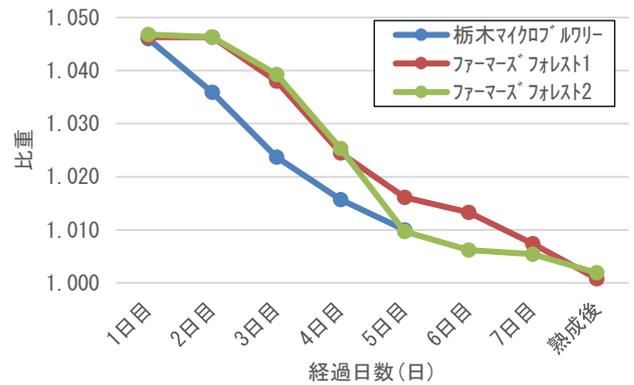


図9 実地醸造試験の比重経過

表7 製造現場の所感

○栃木マイクロブルワリー	<ul style="list-style-type: none"> <li>・糖化工程は問題なく進行し、麦汁ろ過はやや濁り気味になるものの、煮沸で澱下げが可能。</li> <li>・発酵工程において不具合はなく、通常通りの作業が可能。</li> <li>・発酵は旺盛で、比重のキレイが早く、試作品はクリアで透明度が高い。</li> <li>・酒粕は麦芽換算で50%程度のエキス分が出る。</li> </ul>
○ファーマーズ・フォレスト	<ul style="list-style-type: none"> <li>・麦汁ろ過時に濾層の粘度が高く、濾液回収率が悪い。酒粕の使用割合を少し減らした方が良い。</li> <li>・発酵経過に問題はなく、比重がよくキレイ。</li> <li>・酒粕中の酵素の影響か、発酵度が通常83%のところ96%に達する。</li> <li>・試作品はクリアで透明度が高い。</li> <li>・酒粕は麦芽換算で30%程度のエキス分が出る。</li> </ul>

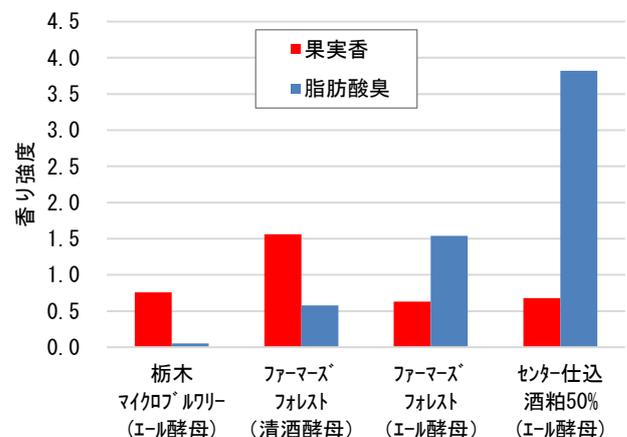


図10 実地醸造試験における香气成分分析結果

香気成分の分析結果を図 10 に示す。実地醸造酒における酒粕の特徴香である果実香と脂肪酸臭を分析したところ、発酵試験時と同様にこれらの成分が検出された。果実香は清酒酵母を使用することでより高まることが分かった。また、脂肪酸臭は実地醸造においてセンターで実施した発酵試験時よりも低くなった。これは使用する原料や酵母、醸造設備の違いに起因するものと考えられ、酒質としてはよりプラスになるものとする。

#### 4 おわりに

吟醸粕（黒粕）のクラフトビールへの利用を検討し、以下の知見を得た。また本研究によりビール等の製造において酒粕の利用が可能であることが分かった。今後は、地域の酒造メーカーとクラフトブルワリーとの連携を促進し、酒粕の割合やタイプの違いによる商品企画支援を通じて、酒粕の利用拡大を目指したい。

- (1) 糖化試験の結果、麦芽歩合が低下する（酒粕歩合が高くなる）ほど糖化後の糖度が低くなり、特に麦芽歩合 40%以下（酒粕歩合 60%以上）では低くなった。また糖化温度 65℃、麦芽歩合 50%以上の条件で糖度 11 を確保できた。
- (2) 発酵試験の結果、麦芽歩合 50%以上（酒粕歩合 50%以下）の条件でアルコール 5%以上を取得し、発酵は順調に進行した。酒質に関しては、酒粕歩合が高くなるにつれてエステル様の香り（フルーティさ）や後味にキレが感じられ、酒粕歩合が高い条件（酒粕歩合 40%, 50%）では脂肪酸臭や味のキレ、酸味、旨味が感じられた。香気成分分析の

結果、果実香や脂肪酸臭が検出され、これらが酒粕の特徴的な香りであると推察された。

- (3) 実地醸造試験の結果、一部濾過に時間がかかるものの、糖化工程や発酵経過に問題は見られなかった。酒質としては懸念された粕臭や酵母臭は感じられず、クリアでキレが良く、後味に旨味が感じられた。また、特徴的な香りとして果実香や脂肪酸臭が感じら、酒粕から移行しているものと推察された。
- (4) 酒粕糖化液には、麦芽単体で糖化した場合と比較してグルコースが多くなることが分かった。発酵試験でも発酵液中の残糖が少なくなることから、これが酒粕を添加した際の味のキレに繋がっているものと推察された。
- (5) 味のキレやフルーティな香りなど酒粕を添加した際の特徴は、酒粕の成分や残存する酵素の影響によるものと推察された。

#### 参考文献

- 1) 公益社団法人日本薬学会編：“衛生試験法・注解”，金原出版株式会社，(2015)
- 2) 日下一尊：“砂糖類・でん粉情報 2017. 2. ビール系酒類とでん粉”  
<https://www.alic.go.jp/content/000134378.pdf>
- 3) 倉橋ら：“麹甘酒に含まれる成分について”，日本醸造協会誌，2017. 10，112(10)，668-674
- 4) 久松ら：“岐阜県内から採取された酵母のビール醸造評価（第 2 報）”，岐阜県食品研究所研究報告，2023，7，23-24



## II 共同研究

Cooperative Research



共同研究

# 加速度センサと切削シミュレーションを用いた リアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発（第2報）

山下 健介\* 近藤 弘康\* 荒井 辰也\*  
松本 義則\*\* 松本 アサイ\*\* 松本 知之\*\* 金子 和暉\*\*\*

Development of Real-time Tool Wear Monitoring System by using Accelerometer and Cutting Simulation (2nd Report)

YAMASHITA Kensuke, KONDO Hiroyasu, ARAI Tatsuya,  
MATSUMOTO Yoshinori, MATSUMOTO Asai, MATSUMOTO Tomoyuki and KANEKO Kazuki

本研究では、エンドミルを用いた形状違い製品の加工に対応したリアルタイム工具摩耗モニタリングを実現するため、加速度を用いた切削シミュレーションの検証及び加速度と切削力の関係の評価を行い、形状違い製品の加工をモニタリングする手法を検討することで、リアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発を行った。その結果、切削方向により加速度と切削力の関係が変化することや、軸方向及び半径方向切込みを変更しても加速度と切削力の関係式は大きくは変わらないことが分かった。さらに、このシステムを用いて、実際の製品加工を行った結果、形状違い製品の加工においても工具摩耗の比較ができ、形状違い製品の加工に対応したリアルタイム工具摩耗モニタリングシステムを実現した。

Key words: エンドミル加工、切削力、加速度センサ、切削シミュレーション、工具摩耗監視

## 1 はじめに

航空機部品に用いられるチタン合金やステンレス鋼は工具寿命が著しく短く、部品製造コストにおける工具費が高いという課題がある。加工現場では工具交換タイミングを設定しているが、工具の個体差等により寿命にバラツキが生じるため、実際の工具寿命に応じた対応が出来ていない現状がある。そのため、実際の工具寿命に応じた工具交換を実現するため、工具摩耗の見える化に向けた新技術開発が求められている。

このニーズに対応するため、栃木県産業技術センター及び㈱マツモトセイコーで加速度センサを用いたインプロセス工具摩耗監視システムを開発した<sup>1)</sup>が、現在のシステムにおける摩耗監視が可能な対象は被削材形状、製品形状、切削条件が同一の製品に限られるため、少量多品種の生産における工具摩耗を監視するためには形状違い製品への対応が必要である。

そこで本研究では、加速度を用いたインプロセス工具摩耗監視システムと主軸モータトルクを用いたリアルタイム切削シミュレーション<sup>2)</sup>を組み合わせ、実加

工から得られる加速度から切削力を推定し、形状違い製品の加工に対応したリアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発を目指す。

本報告では、加速度を用いた切削シミュレーションの検証及び加速度と切削力の関係の評価し、形状違い製品の加工をモニタリングする手法を検討することで、リアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発を行った。

## 2 研究の方法

### 2.1 加速度を用いた切削シミュレーションの検証

金子らが開発したリアルタイム切削シミュレータは主軸モータトルクとシミュレーションで推定したトルクを比較し切削係数を算出することで切削力を予測できる<sup>2)</sup>。一方、栃木県産業技術センター及び㈱マツモトセイコーで開発したシステムは加速度の比から工具摩耗に伴う切削力変動を推定している<sup>1)</sup>ため、工具摩耗と製品形状の違いによる切削力変動を分離できない。そこで、加速度から切削力を推定し切削係数を同定することで、形状違い製品の加工における工具摩耗を推定するシステム開発を行うため、リアルタイム切削シミュレータの入力データを主軸モータトルクから加速度へ変更し

\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

\*\* 株式会社マツモトセイコー

\*\*\* 岡山大学

検証を行った。

加速度から切削力を推定する換算式を算出するため、マシニングセンタ（森精機製作所 NV5000 α 1A/40）を用いて、切削動力計（日本キスラー 9257B）に固定した SUS630 被削材（70×70×50 mm）とバイスに固定した SUS630 摩耗試験材（500×53×50 mm）（図1）に対して、表1の工具・切削条件で水溶性切削液を用いて摩耗試験を行い、主軸モータトルクと主軸に設置した加速度センサで加速度を取得した。なお切削力は、切削長 0~1 m は 0.5 m 毎、1~4 m は 1 m 毎、4~20 m は 2 m 毎に測定した。

換算式の算出は切削力と摩耗試験材切削開始時の加速度を、バンドパスフィルタ処理を行い、加速度は1切込み毎の絶対値の最大値平均、切削力は1切込み毎の最大最小幅の平均値を用い比較を行った。

シミュレーションの検証のため、算出した換算式を用い摩耗試験材切削時の主軸モータトルクと加速度を入力データとして、それぞれ切削シミュレーションを実施し比較を行った。

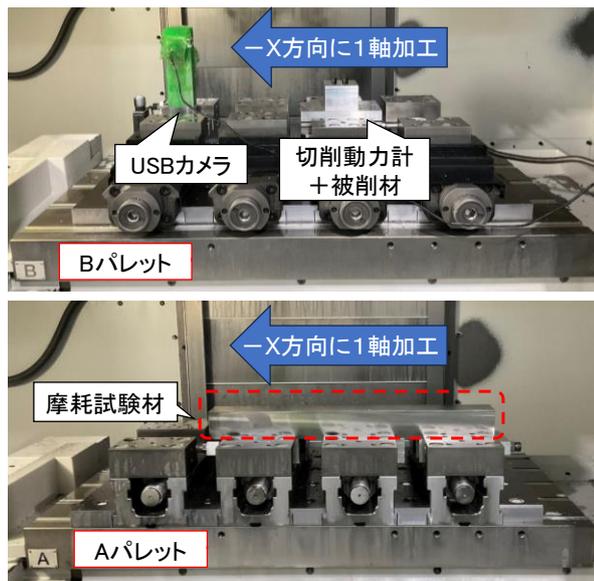


図1 実験段取り  
(上：切削動力計、下：摩耗試験材)

表1 工具・切削条件

工具	径	16 mm
	形状	ラフィングエンドミル
	ねじれ角	30°
	コーティング	AlTiSiN-AlCrSiN
	母材	超硬
切削条件	刃数	4 枚刃
	切削速度	50.22 m/min
	1 刃送り	0.045 mm/tooth
	軸方向切込み	7.0 mm
	半径方向切込み	4.0 mm

## 2. 2 切削方向による加速度と切削力の関係

実製品は形状や加工パスによって切削方向が変動することから、切削方向による加速度と切削力の関係を評価する必要があるため、マシニングセンタ（森精機製作所 NV5000 α 1A/40）を用いて、切削動力計（日本キスラー 9257B）に固定した円筒形状の SUS630 被削材（φ75×50 mm）に対して、円加工を行い、加速度と切削力の関係を評価した（図2）。工具は表1のとおりとし、切削条件は、切削速度 50.22 m/min、1 刃送り 0.045 mm/tooth、軸方向切込み 7.0 mm、半径方向切込みは 4.0, 7.0 mm の2条件とし、水溶性切削液を用いて試験を行った。

## 2. 3 切込み変更による加速度と切削力の関係

実製品は形状や加工パスによって軸方向切込み及び半径方向切込みが変動することから、切込みによる加速度と切削力の関係を評価する必要があるため、3 軸マシニングセンタ（安田工業 YBM-640V3）を用いて、切削動力計（日本キスラー 9257B）に固定した SUS630 被削材（70×70×50 mm）に対して、表1の工具、表2の切削条

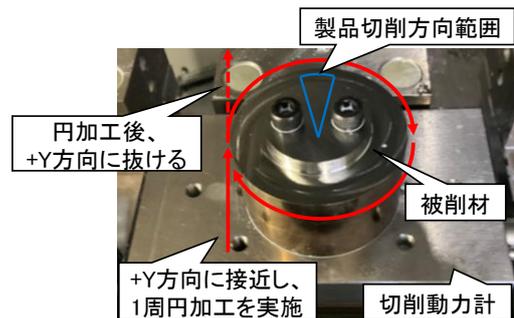


図2 切削動力計・被削材（円加工）

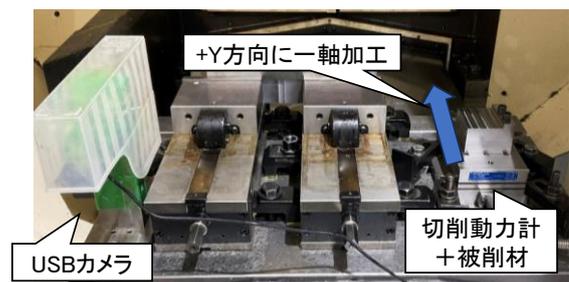


図3 実験段取り（切込み変更試験）

表2 切削条件

切削条件	切削速度	50.22 m/min
	1 刃送り	0.045 mm/tooth
パターン A	軸方向切込み	6.25, 6.5 mm
	半径方向切込み	9.0, 10.0, 11.0, 12.0, 13.0, 14.0 mm
パターン B	軸方向切込み	7.0 mm
	半径方向切込み	1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 12.0, 15.5 mm

件で水溶性切削液を用いて切込み変更試験を行い、加速度と切削力の関係を評価した(図3)。

### 2.4 形状違い部品のリアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発

2.1~2.3の結果を踏まえ、形状違い製品の加工をモニタリングする手法を検討するとともに、リアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発を行った。

### 2.5 実証試験

開発したシステムの実証のため、マシニングセンタ(森精機製作所 NV5000 α 1A/40)を用いて、主軸に設置した加速度センサで加速度を取得しながら実製品の荒加工を行った。

被削材は析出硬化系ステンレス、工具は表1のとおりとし、切削条件は、切削速度 50.22 m/min、1刃送り 0.045 mm/tooth で水溶性切削液を用いて試験を行った。なお、軸方向切込みと半径方向切込みは製品形状や加工パスに応じて変化する。

今回実証試験の対象とした形状は全10種類中の3種類であり、個数の内訳は形状A 3個、B 5個、C 5個とした。なお加工現場では形状に依らず10個で工具交換を行うため、Cは1個加工毎に現場オペレータが工具刃先の状態を確認しながら試験を進めた。

## 3 結果及び考察

### 3.1 加速度を用いた切削シミュレーションの検証

入力データを主軸モータトルクから加速度へ変更するため、主に以下の2点を変更し加速度を用いた切削シミュレーションを検証した(図4)。

- ・ 加速度を切削力に換算する機能
- ・ 実平均切削力と推定平均切削力の差から切削係数を算出する機能

比較した加速度と切削力の関係を図5に示す。加速度と切削力は線形性が良い結果が得られたため、近似直線である「 $y=0.002052x-0.6239$ 」を切削力の換算式とした( $x$ : 切削力[N]、 $y$ : 加速度[m/sec<sup>2</sup>])。

得られた換算式を用い、摩耗試験材切削時の主軸モータ

トルクと加速度を入力データとして、切削シミュレーションを実施した結果を図6に示す。

その結果、トルクと加速度シミュレーションともに切削長の増加に伴い、工具摩耗による切削力増加の傾向が得られた。

加速度結果の切削長 0.5, 7, 13.5, 20 m については、摩耗試験材の段取り替え時の被削材端面(手前)の切削であり、工具の底刃の一部しかが当たらない(工具径 16 mm に対し半径方向切込み  $a_e=4.0$  mm)ため加速度が大きくなり、切削長 6.5, 13, 19.5 m は、段取り替え前の切り残し(奥)であり、切り残した立壁の影響により加速度が小さくなるため、シミュレーションから出力される切削力にも影響が出たと考えられる。なお、実際の製品加工では工具径に対して切込みが大きく(半径方向切込み  $a_e$ =約 9~13 mm 程度)、工具の底刃が半分以上当たることや立壁が残る加工ではないことから影響は少なく補正は必要ないと考えられる。

また、加速度は幅 500 mm の摩耗試験材を加工中に値が右肩下がりに変動している。これは加工位置により加工機の振動特性が変化したためと考えられ、実製品の加

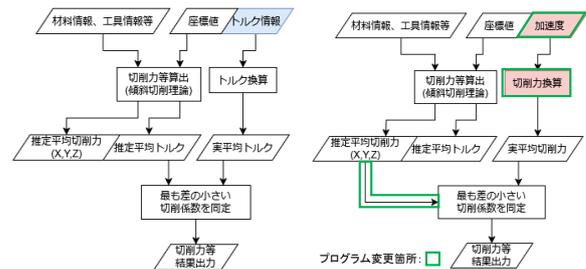


図4 簡略版プログラムフロー (左: トルク、右: 加速度)

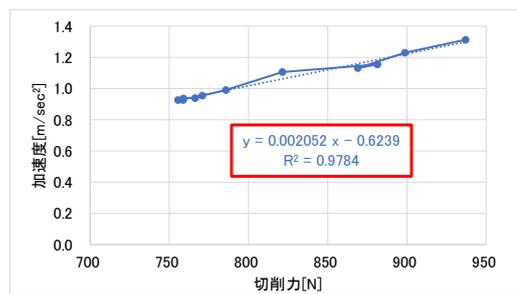


図5 加速度と切削力の関係

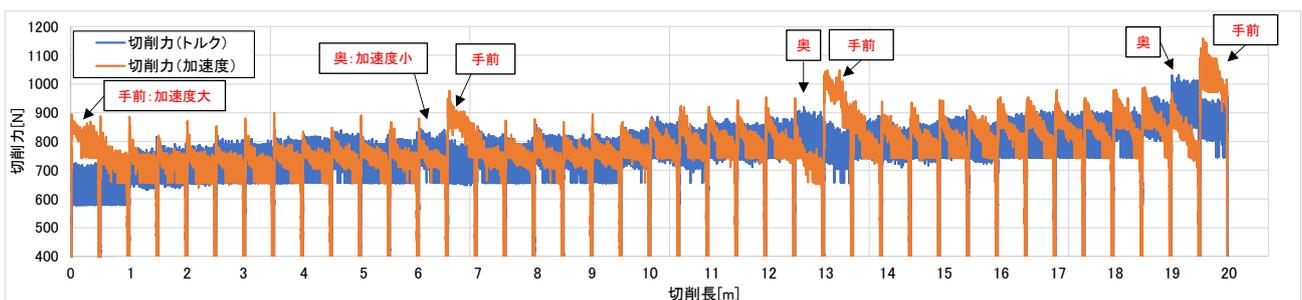


図6 切削シミュレーション結果

工時に異なる位置で切削力を比較する場合は加工位置における補正が必要になると考えられる。

加えて、トルク結果の切削長 13.5, 19, 19.5 m については、前後の結果と比較して値が変動している。これは、工具摩耗の影響ではなく、連続運転による発熱等の影響により主軸モータの摩擦係数が変化し主軸モータトルクが変動したためと考えられる。

### 3. 2 切削方向による加速度と切削力の関係

円加工における加速度と切削力を比較した結果を図7、8に示す。なお、各図における切削方向は、加工開始点を0 deg、加工終了点を360 degとした。

その結果、半径方向切込みと切削方向により加速度と切削力の関係が変化することが分かった。なお、本研究対象の製品は加工パスによって切削方向が異なり、75~105 deg 範囲内にある。また、形状違い部品の切削条件を網羅する形で補正式を算出することができれば、切削方向の補正は可能ではあるが、加工現場で製品毎に補正式を作成することは現実的ではない。そのため、今回の研究では切削方向の補正は見送り、形状違い製品毎の加

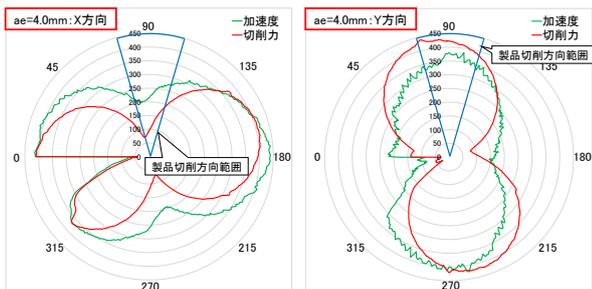


図7 円加工における加速度と切削力の関係 (ae=4.0 mm) 左：X方向、右：Y方向

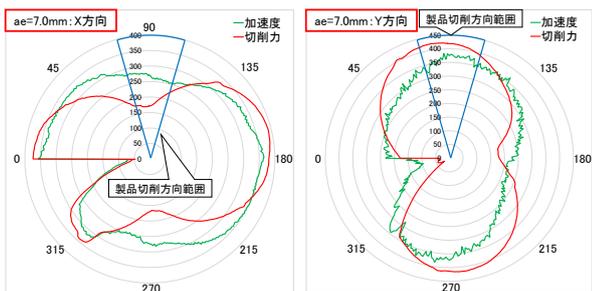


図8 円加工における加速度と切削力の関係 (ae=7.0 mm) 左：X方向、右：Y方向

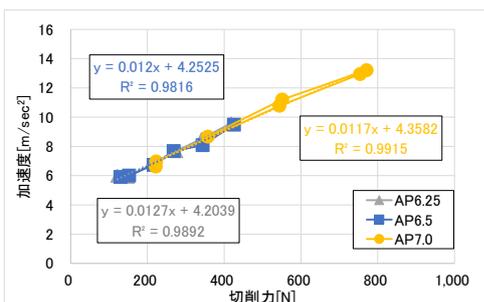


図9 切込み変更における加速度と切削力の関係

工パスから切削方向が近いパスを選定し比較することとした。

### 3. 3 切込み変更による加速度と切削力の関係

切込み変更における加速度と切削力を比較した結果を図9に示す。

その結果、すべての条件において線形性が良い結果になった。今回の切削条件では切込みを変更しても、加速度と切削力の関係式は大きく変わらないため、形状違い製品の加工においても同じ関係式を使用できると考えられる。

### 3. 4 形状違い部品のリアルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発

切削シミュレーションは加工機のトルクや各軸の座標値などの情報を取得可能なソフトウェア (ファナック SERVO VIEWER) を用い、主軸モータトルクと各軸の座標値のデータを取得している。SERVO VIEWER を用いてデータを取得する場合は、一度 CSV ファイル等に変換する必要があり、インプロセスでのデータ処理が難しい問題があるため、主軸モータトルクと各軸の座標値のデータを取得可能なライブラリ (ファナック FOCAS) を使用し、栃木県産業技術センター及び株式会社マツモトセイコーが開発した加速度センサを用いたインプロセス工具摩耗監視システムと組み合わせ、形状違い製品の加工に対応したリアルタイム工具摩耗モニタリングシステムを開発した。システム構成を図10に示す。

当システムは、加工機主軸の X・Y 方向に設置した 1 軸加速度センサの MEMS 素子搭載振動ピックアップ (IMV VP-8021A) から出力された加速度 (電圧値) をデータロガーの SENSPIDER (マクニカ SSP-1000) を介して、開発ソフトウェアに直接取り込み、加工機の座標値は FOCAS を用い無線接続で取り込んでいる。

データ処理プロセスについては、図11のとおり、加速度は0点補正、バンドパスフィルタ処理、1切込み毎の絶対値最大値を算出後、実平均切削力に換算する。並

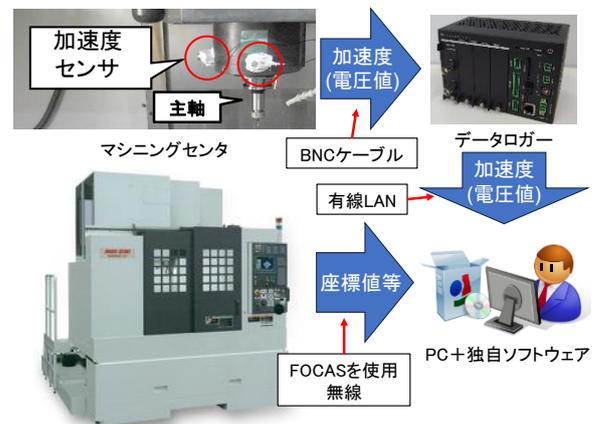


図10 システム構成

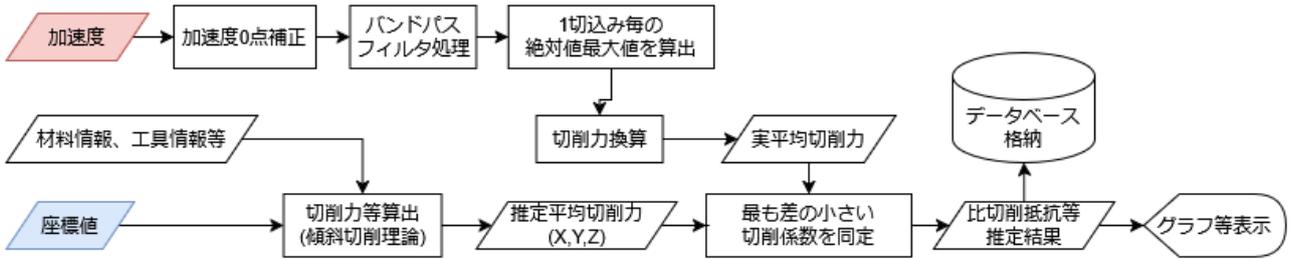


図 11 データ処理プロセス

列で材料や工具情報等と FOCAS を用いて取得した加工機の座標値から推定平均切削力を算出し、加速度から換算した実平均切削力と最も差の小さい切削係数の同定を行い結果出力する。なお、形状違い製品の加工の場合、切削力は形状により大きさが変わり単純な比較が出来ないため、切削係数として同定された比切削抵抗  $K_{tc}$  (主分力を切削断面積で除した値) を結果として出力する。

開発したソフトウェアの外観を図 12 に示す。また、現場利用での利便性向上のため、当ソフトウェアは以下の機能を実装した。

- ・工具情報や被削材形状等が格納されたパラメータファイルの読み込み
- ・過去の評価結果が格納されたデータベースファイルの読み込み
- ・NC プログラム番号を読み取り、シミュレーションに必要な被削材形状等の情報を自動設定する機能
- ・自動でデータ収集を開始できるトリガ機能
- ・評価結果のグラフ表示
- ・閾値を用いた摩耗状態表示
- ・評価結果のデータベース化及び CSV 出力

これらの機能を実装することにより、事前にパラメータファイルを作成し、モニタリングを行う NC プログラムにトリガ命令を追記すれば、オペレータが直接 PC に触れることなく工具摩耗モニタリングを実現出来ると考えられる。

### 3. 5 実証試験

3. 1 ~ 3. 3 の結果から、実製品をモニタリングするためには、位置や切削方向による加速度と切削力の関係の評価する必要があるが、切削方向をすべて補正するのは難しいことが分かった。そこで実製品の類似の加工パスの中から、切削方向と位置に近い加工パスを抽出し、工具摩耗モニタリングが可能か検証することとした。なお、切削方向は X 方向に近い領域に分布しており、側面切削では、工具進行方向の垂直方向に最も大きい切削力 (主分力) が発生するため、Y 方向の加速度のみ用いた。

加工回数に対するシミュレーション結果の比切削抵抗

抗  $K_{tc}$  を図 13 に示す。

その結果、トルク及び加速度ともに加工回数増加に伴い、比切削抵抗は増加していることが分かる。形状 A がトルク結果に比べ値が異なるが、全体的な傾向は概ね一致しているため、開発システムは形状違い製品の加工においても工具摩耗モニタリングを実現できると考えら

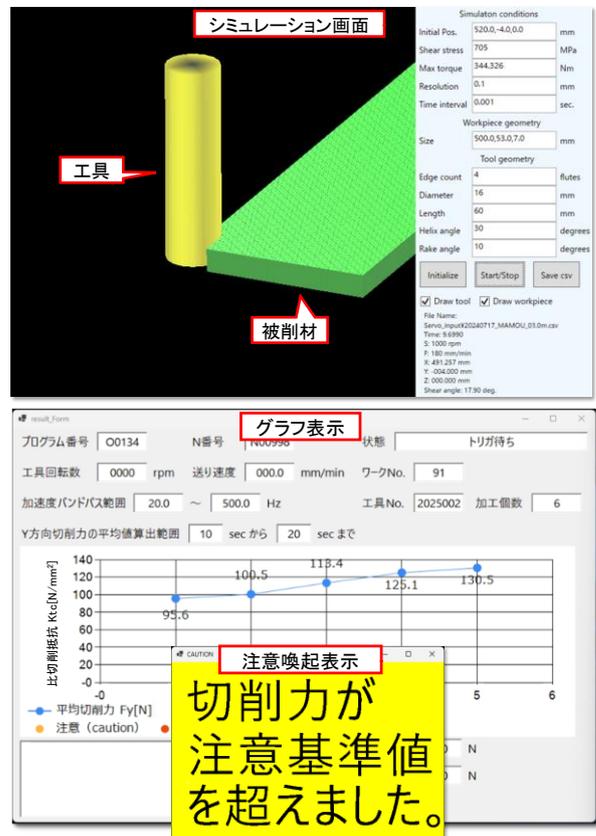


図 12 ソフトウェア外観

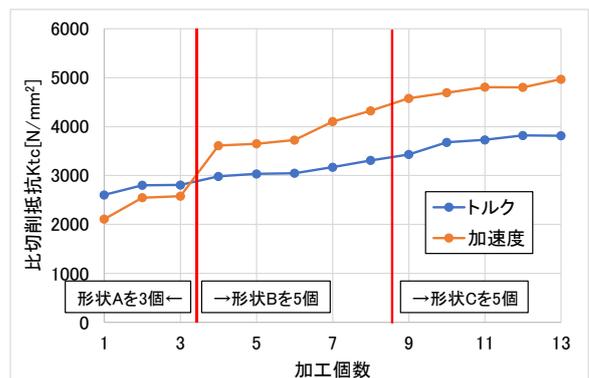


図 13 シミュレーション結果

れる。

形状 A の値が異なる要因は、形状 A は他の形状に比べサイズが大きく切削位置が異なり、加工位置による加速度の補正を行っていないため、加速度を切削力換算した際の切削力が過小評価され、比切削抵抗が小さく評価されたと推察される。また、形状 B 及び C の加工の際に、比切削抵抗がトルク結果に対し全体的に大きい値になっている要因としては、シミュレーションの切削係数同定の際に、主軸モータトルクは回転方向の力であるため半径方向の力は情報として得ることが出来ない。そして、加速度は Y 方向のみ今回利用しているため、トルクと加速度の結果が異なった可能性がある。

なお、3.1 の結果から主軸モータトルクは連続運転等により値が安定しない課題があるため、今後の展望として、加速度における切削力推定に影響を与える要因を排除すれば、トルクよりも高精度な工具摩耗監視を実現出来ると考えられる。

#### 4 おわりに

本研究では、加速度を用いた切削シミュレーションの検証及び加速度と切削力の関係を評価し、形状違い製品の加工をモニタリングする手法を検討することで、リア

ルタイム工具摩耗モニタリングシステムの開発を行うことで、以下の知見が得られた。

- (1) 切削方向により加速度と切削力の関係が変化する。
- (2) 軸方向及び半径方向切込みを変更しても、加速度と切削力の関係式は大きくは変わらない。
- (3) 開発システムを用いて、実際の製品を加工した結果、トルクと加速度のシミュレーション結果は概ね一致し、形状違い製品の加工における工具摩耗モニタリングを実現した。

#### 謝 辞

本研究は公益財団法人栃木県産業振興センターが実施する令和 5、6 年度オープンイノベーションプロジェクト支援補助金の支援により進めた。ここに記して謝意を表す。

#### 参考文献

- 1) 近藤 弘康ほか：“栃木県産業技術センター研究報告”，20, 1-9, (2023)
- 2) 金子 和暉ほか：“精密工学会誌”，86(9), 708-713, (2020)

## 共同研究

## 大谷洞窟熟成生ハムの高品質化に関する研究

伊藤 和子\* 益子 朱音\* 大森 悠嘉\*\* 蒲地 誠\*\*

Research on Improving the Quality of Oya Cave-aged Dry-cured Ham  
ITOH Kazuko, MASHIKO Akane, OMORI Yuka and KAMACHI Makoto

生ハム製造における新たな工程（バキュームパック熟成）を加えた大谷洞窟熟成生ハムを試作し、確立した味・香り分析方法及び遊離アミノ酸分析により、熟成の最適条件を検討した。真空・脱気・脱気（脱酸素剤）の3つのバキュームパック熟成方法のうち、真空条件のみが熟成可能と考えられ、熟成期間については、おいしさ分析と官能評価結果から、モモは60日以上、ロースとバラは90日熟成が適すると思われた。熟成につれて、旨味関連アミノ酸はあまり変化がなかったが、甘味関連アミノ酸及び遊離アミノ酸総量は増加する傾向を示した。また、熟成により香り成分の多様化・複雑化がみられ、大谷洞窟熟成生ハムのおいしさに寄与していると考えられた。

Key words: 生ハム、バキュームパック熟成、味覚センサー、香気分析、遊離アミノ酸分析

## 1 はじめに

ヨーロッパの生ハムは数ヶ月～数年間熟成して製造されているが、国内では短期熟成が主流であり、熟成による旨味や香りが少ない製品になっている。滝沢ハム(株)では大谷洞窟を利用した熟成に取り組んでおり、独特の香りの付与に成功している。現在、新たな工程（バキュームパック熟成）を加え、海外の長期熟成生ハムの風味に近づけることで、さらなる高付加価値化を目指している。そこで、生ハムの味・香りを評価するための分析条件を検討し、確立した方法により分析を行い生ハムの最適な加工熟成条件を決定するとともに、そのおいしさを見える化して、数値に裏付けされた高品質短期熟成生ハムを開発することを目的として研究を行ったので報告する。

## 2 研究の方法

## 2.1 生ハム

滝沢ハム(株)における熟成前及びバキュームパック熟成後の生ハムを供した。生ハム原木は大きいため、モモ・ロース（リブ側・ヒレ側）・バラ（頭側・モモ側）の5部位に分けて評価した（図1）。

## 2.2 バキュームパック熟成

生ハム原木を第1漬け込み（塩漬け）、第2漬け込み（ピクル液）処理及び低温スモーク後、新たな製造工程であるバキュームパック熟成を行った。真空・脱気・

脱気（脱酸素剤）の3つの方法を実施した。その後包装から取り出し、大谷洞窟にて吊して乾燥熟成を行い、燻製処理後、スライスして測定に供した。

## 2.3 比較サンプル

ハモンセラノは、スペインにおいて乾燥状態でモモの部分7ヶ月から36ヶ月にわたって熟成し、高品質な味と香りを実現していることから、熟成による変化を知るための比較サンプルとした。なお、今回は14ヶ月熟成したものをを用いた。

## 2.4 味の分析

## 2.4.1 試料調製方法

生ハム25gに40℃に保温した225gの蒸留水を加えて、フードプロセッサーで1分間粉碎したサンプルを高速冷却遠心機（Hitachi製）で10,000rpm・5分間遠心分離し上清を採取した。その上清をフィルターでろ過し測定サンプルとした。旨味先味の検討は、1/3に希釈した味覚センサー用基準液により、測定サンプルを2～512倍まで倍々希釈した液について旨味センサーで測定を行った。

## 2.4.2 機器測定

調製した測定用サンプルを用い、味覚センサー（㈱インテリジェントセンサーテクノロジー製TS-5000Z）で酸味・苦味雑味・渋味刺激・塩味・苦味（後味）・渋味（後味）・旨味コク（後味）を測定した。なお、旨味先味については、希釈したものをを用いて別途測定した。

\* 栃木県産業技術センター 食品技術部

\*\* 滝沢ハム株式会社

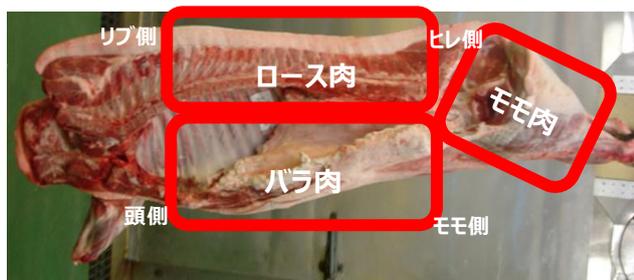


図1 生ハムサンプル採取部位

## 2. 5 香りの分析

### 2. 5. 1 試料調製方法

分析まで冷凍保存していた生ハムを解冻後細断し、5 g (BXX2・TX法)又は0.1 g (FEDHS・MVM法)を測定試料とした(N=2)。測定試料の脂部分の比率が全体の脂部分の比率と同じになるように採取した。

### 2. 5. 2 機器測定

DHS-GC/MS法により行い、各測定試料をN<sub>2</sub>パージして香氣成分の各吸着管(Carbopack B&X, ShincarbonX及びTenax TA)への吸着を行った。さらにその吸着管を30℃下で50 mL/分の流速で所定時間ドライパージを行い、加熱脱着装置(Gerstel製TDU2)付DHS-GC/MS(Agilent Technologies製5977B)に供した。

加熱脱着装置の温度条件は、TDU:初期温度30℃(0.3 min保持)-昇温速度720℃/min-到達温度300℃(3 min)とし、CIS:-50℃(0.5 min)-720℃/min昇温-210℃(20min保持)とした。GC-MS条件は、カラム:DB-WAX(30 m, 0.25 mm, 0.25 μm)、オープン温度:40℃(5 min保持)-昇温速度10℃/min-到達温度240℃(10 min保持)、キャリアガス:He 1.6768 mL/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:70 eVで測定を行った。得られたガスクロマトグラムのピークから、Aroma Office 2D(Gerstel製)によりにおいを有する化合物のみを抽出してピーク面積値の平均値を算出した。その値を香りのキャラクターごとに積算して比較した。

## 2. 6 遊離アミノ酸の分析

### 2. 6. 1 試料調製方法

生ハムを細断して5 gを採取(脂部分は除去)し、3%スルホサリチル酸溶液20 mLを数回に分けて添加し磨砕した。超音波洗浄装置に氷水を入れ、その中で磨砕後のサンプルについて15分間超音波抽出を行った。その後、高速遠心機にて15,000 rpm・5℃・10分間遠心分離し、上清を採取した。上清を等量の蒸留水で希釈し、0.45 μmのフィルターでろ過した。

### 2. 6. 2 機器測定

高速アミノ酸分析計(日本電子(株)製JLC-500V)にて

測定した。

## 2. 7 微生物検査

食品衛生検査指針<sup>1)</sup>に準じて実施した。

## 2. 8 官能評価

滝沢ハム(株)職員15名で実施し、特においしい・おいしい・普通・苦手のうちあてはまるものを記入する方法で行った(複数選択可)。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 生ハムの味・香り分析条件の確立

#### 3. 1. 1 旨味先味測定方法の検討

1/3に希釈した味覚センサー用基準液により測定サンプルを2~512倍まで倍々希釈した液について旨味センサーで測定を行った代表的な結果を図2に示す。

直線性が認められる部分の中央値として、20倍希釈が最適と考えられたため、旨味先味測定にはこの方法を採用することとした。

#### 3. 1. 2 香り測定方法の検討

生ハム熟成前のサンプルを用いて、BXX2(トップ/ミドルノート)・TX(ミドル/ベースノート)及びFEDHS(不揮発性成分)の香氣成分を比較した(図3)。その結果、TXで検出されるfruityな香りとFEDHSで検出されるfattyな香りが、生ハムの香氣を代表していると考えられたため、3種類の香氣を一度に分析できるMVM(Multi-Volatile Method)法を選択することとした。

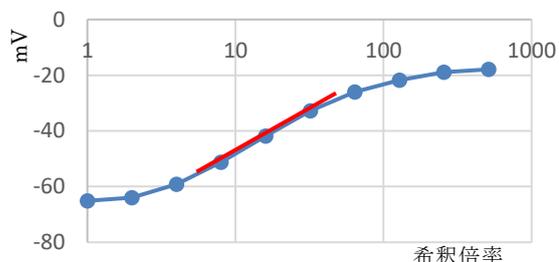


図2 ロース旨味希釈倍率検討

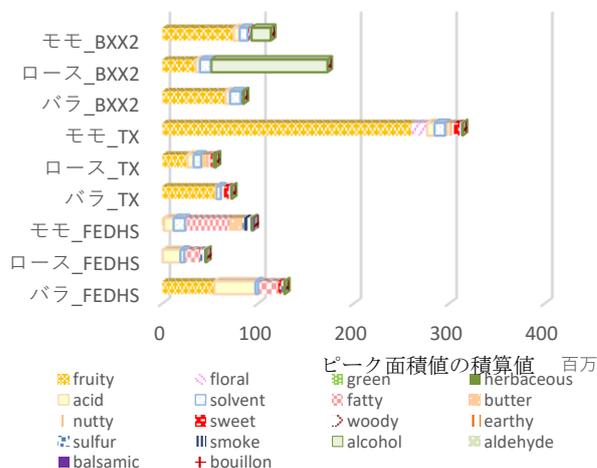


図3 香氣成分分析方法検討結果

### 3.2 バキュームパック熟成実施状況

バキュームパック熟成3条件（真空・脱気・脱気（脱酸素剤））での実施状況を表1に示す。熟成60日以降は、脱気・脱気（脱酸素剤）において離水・白濁がみられ、包装材のふくらみが生じたため、それ以降の処理を中止した。したがって、真空条件のみが熟成可能と判断し、以降の検討を行った。

表1 バキュームパック熟成条件と実施状況

	モモ	ローズ		バラ	
		リブ	ヒレ	頭	モモ
真空	○	○	○	○	○
脱気	△	△	△	△	△
脱気(脱酸素剤)	△	△	△	△	△

○:30, 60, 90 日熟成 △:30 日熟成のみ (60 日以降中止)

### 3.3 熟成生ハムの味・香り・アミノ酸含有量の分析

#### 3.3.1 味の分析

##### 3.3.1.1 モモの分析

苦味雑味は熟成日数による違いがほとんどなく、渋味刺激は熟成につれて増加傾向であった。塩味と旨味は熟成につれて減少傾向であり、旨味コクは熟成60日までは増加したが、その後は減少した（図4、5）。

##### 3.3.1.2 ロースの分析

塩味は熟成前よりは増加していたが、熟成が進むにつれて減少する傾向を示した。旨味はバラつきが大きく、一定の傾向は認められなかった。その他の味には大きな違いがみられなかった。

##### 3.3.1.3 バラの分析

苦味雑味と渋味刺激には、はっきりとした傾向が認められなかった。塩味と旨味及び旨味コクは熟成につれて減少傾向であった（図6）。

##### 3.3.1.4 味の分析結果の考察

バキュームパック熟成により生ハムのタンパク質が分解し、旨味や旨味コクを呈するアミノ酸が生成されると考えられたが、モモ・ローズ・バラとも、明確な変化がみられなかった。その理由としては、アミノ酸の一種であるアラニンが熟成とともに増加して（後述）、旨味増強に寄与していると考えられるが、旨味センサーの反応性が弱いことが一因として考えられた。

#### 3.3.2 香りの分析

##### 3.3.2.1 モモの分析

香气成分分析結果を図7に示す。香气成分総量は60日熟成までは増加した。また、スペイン産長期熟成生ハムのハモンセラノとの比較では、ハモンセラノはチーズ香(butter)や脂肪臭(fatty)が多いことが特徴であ

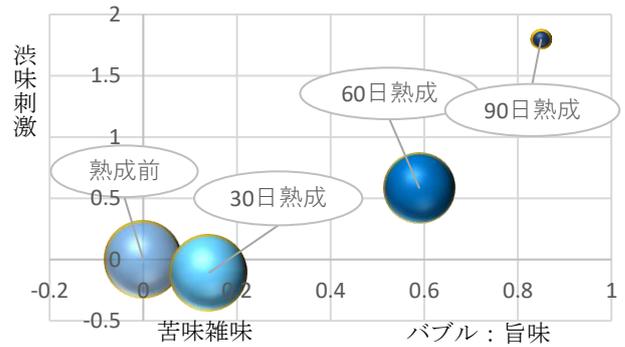


図4 モモの熟成期間と味分析結果 (苦味雑味・渋味刺激・旨味)

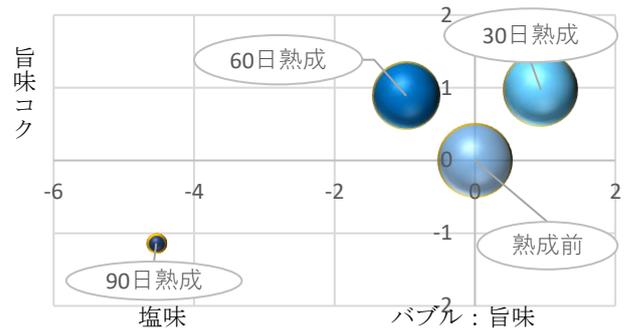


図5 モモの熟成期間と味分析結果 (塩味・旨味コク・旨味)

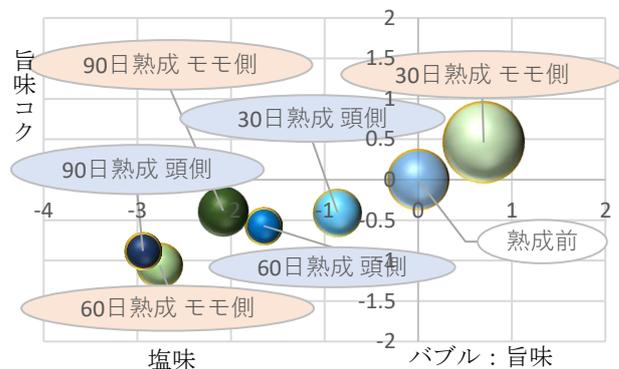


図6 バラの熟成期間と味分析結果 (塩味・旨味コク・旨味)

るが、大谷洞窟熟成生ハムは fruity・floral・green・sweet など多様な香りを持っていることがわかった。

##### 3.3.2.2 ロースの分析

リブ側、ヒレ側とも熟成前と比較して、fruity・floral・green・sweet な香りが増加し、香りの多様化がみられた（図8、9）。

##### 3.3.2.3 バラの分析

頭側の香气成分総量は熟成60日までは増加傾向であり、モモ側は熟成につれて増加がみられた（図10、11）。モモ・ローズと同様に、熟成により香りの多様化が認められた。

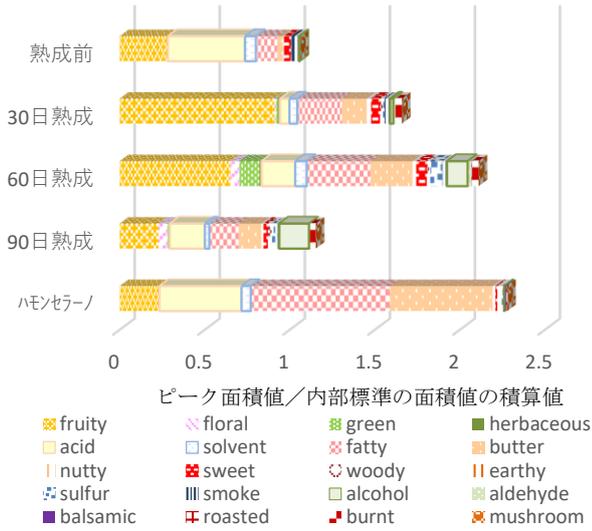


図7 モモの熟成期間と香り分析結果

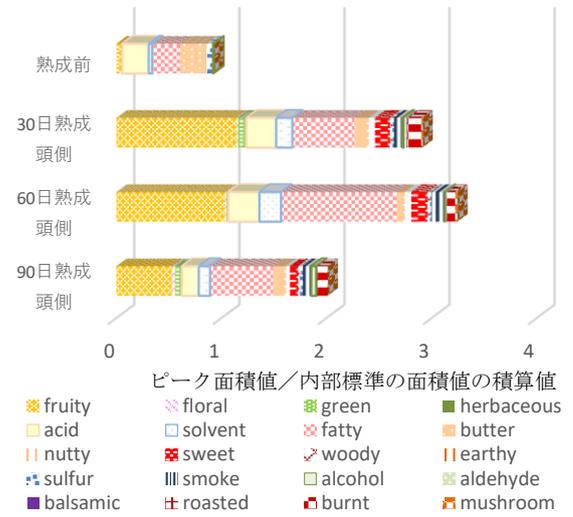


図10 バラの熟成期間と香り分析結果（頭側）

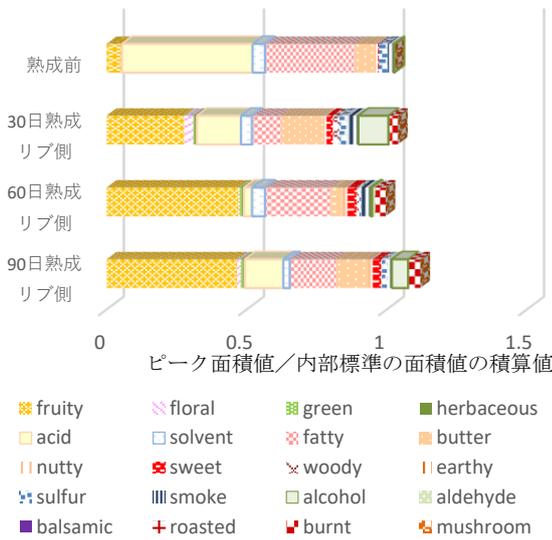


図8 ロースの熟成期間と香り分析結果（リブ側）

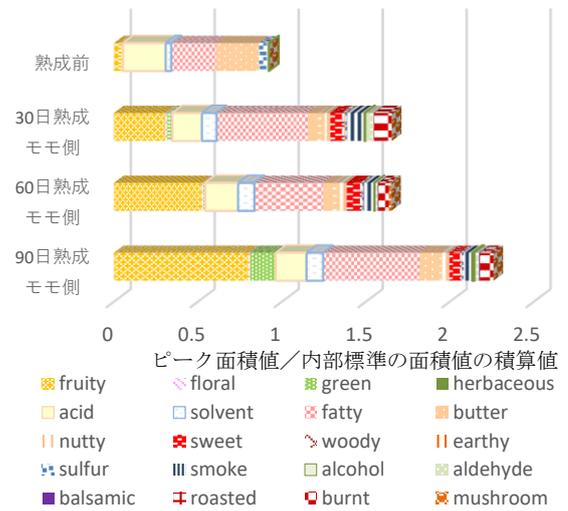


図11 バラの熟成期間と香り分析結果（モモ側）

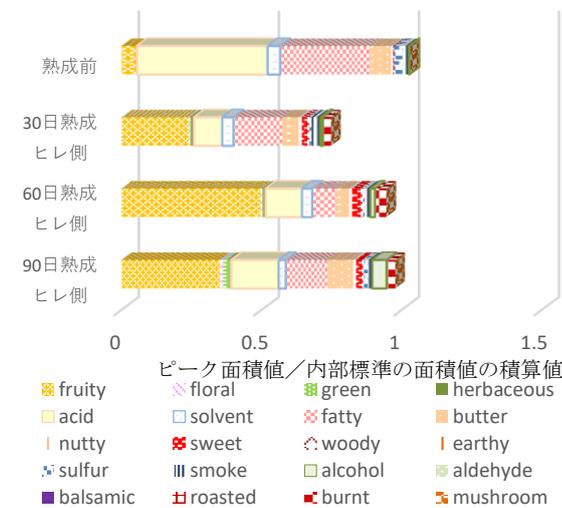


図9 ロースの熟成期間と香り分析結果（ヒレ側）

### 3. 3. 2. 4 香りの分析結果の考察

今回、大谷洞窟熟成生ハムは fruity・floral・green・sweet など多様な香気を持っていることがわかった。

以前、滝沢ハム(株)が大谷洞窟熟成の有無による生ハムの香りを評価した際にも、熟成により fruity な香りが増加していたことから、このような変化は大谷洞窟熟成の特徴と考えられる。

部位別の違いとしては、香気成分総量が最も高いのはバラであり、低いのはロースであった。脂の含有量と香気成分総量が相関しているため、生ハムの香気には脂由来の成分が多く寄与している可能性が示唆された。特にバラで高い香気は、fatty・nutty・sweet・smoke・aldehyde・mushroom であった。

ロースのリブ側とヒレ側の違いは判然とせず、香気の違いは小さいと考えられた。バラの頭側とモモ側の違いとしては、30日及び60日熟成の頭側の香気が、他に比べ

て非常に高い結果であった。頭側の方が脂の含有量が高いため、このような結果になったとも考えられるが、90日熟成では減少しており、その理由については今回は明確にならなかった。

### 3. 3. 3 遊離アミノ酸の分析

#### 3. 3. 3. 1 モモの分析

旨味関連アミノ酸（アスパラギン酸・グルタミン酸）は熟成につれて増加傾向（図12）であり、甘味関連アミノ酸（グリシン・アラニン・トレオニン・セリン・プロリン）は著しく増加（90日後に約6倍 図12）、遊離アミノ酸総量も増加（90日後に約2倍 図13）した。味覚センサーの旨味の結果とは合致しなかったが、その原因については明確にならなかった。

また、ハモンセラードとの比較では、旨味関連アミノ酸は違いがみられないが、甘味関連アミノ酸・遊離アミノ酸総量はハモンセラードが高値を示し、熟成による風味に影響していると考えられた。ハモンセラードは長期乾燥熟成のため、赤身タンパク質の分解がより進んでいることが示唆された。

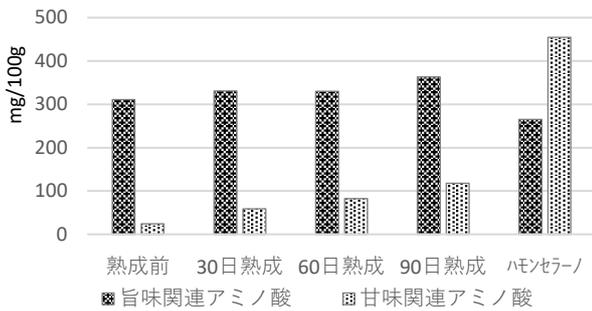


図12 モモの熟成期間と旨味及び甘味関連アミノ酸分析結果

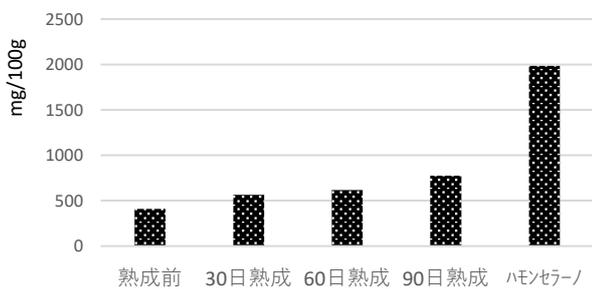


図13 モモの熟成期間と遊離アミノ酸総量分析結果

#### 3. 3. 3. 2 ロースの分析

旨味関連アミノ酸には変化が認められなかった。甘味関連アミノ酸及び遊離アミノ酸総量は、熟成につれて増加傾向であった（図14、15）。

#### 3. 3. 3. 3 バラの分析

頭側、モモ側とも旨味関連アミノ酸には変化が認め

られなかった。甘味関連アミノ酸は熟成につれて増加傾向であり（図16）、遊離アミノ酸総量は、頭側では増加傾向、モモ側では減少傾向を示した（図17）。

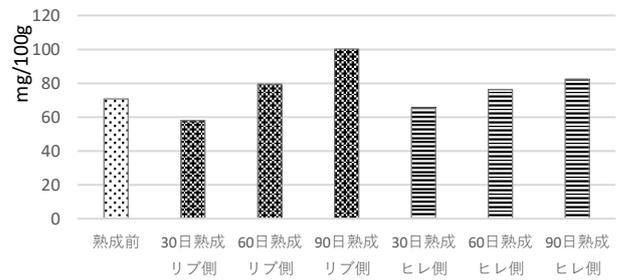


図14 ロースの熟成期間と甘味関連アミノ酸分析結果

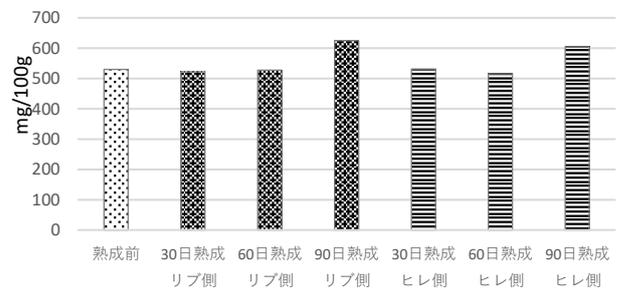


図15 ロースの熟成期間と遊離アミノ酸総量分析結果

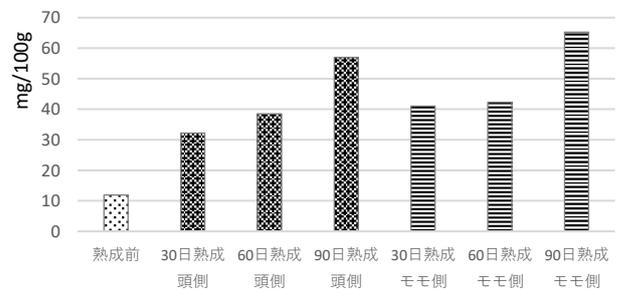


図16 バラの熟成期間と甘味関連アミノ酸分析結果

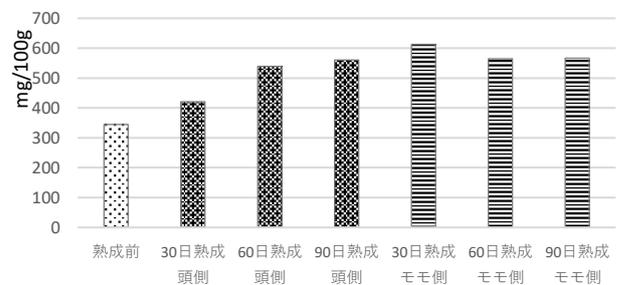


図17 バラの熟成期間と遊離アミノ酸総量分析結果

#### 3. 3. 3. 4 遊離アミノ酸の分析結果の考察

熟成によるアミノ酸の変化では、モモ以外では旨味関連アミノ酸は変化が認められなかった。甘味関連アミノ

酸と遊離アミノ酸総量が増加する傾向にあった。甘味関連アミノ酸のうちのアラニンには、旨味関連アミノ酸のグルタミン酸の味を増強する作用があるという報告<sup>2)</sup>がある。熟成生ハムの旨味をアラニンが増強するとともに、遊離アミノ酸全体の複雑な味わいが熟成生ハムの風味に影響を与えていると考えられる。

### 3.4 微生物検査

熟成生ハムについて、一般生菌数・乳酸菌数・大腸菌群・大腸菌・黄色ブドウ球菌・サルモネラ属菌・リステリア・カビ・酵母について検査を行った。

その結果、一般生菌数及び乳酸菌数は熟成につれて増加傾向を示したが、すべて滝沢ハム(株)の社内規格に合致しており、安全性が確認された。

### 3.5 官能評価

官能評価結果を表2に示した。モモは60日熟成が最も評価が高く、次が90日熟成であった。ロース及びバラは90日熟成が最も評価が高く、次が60日熟成であった。

表2 熟成生ハムの官能評価結果

	モモ	ロース		バラ	
		リブ	ヒレ	頭	モモ
熟成前	0	0	0	0	0
30日熟成	0	0	0	0	0
60日熟成	5	3	3	6	6
90日熟成	3	6	5	10	10

数値：特においしいと評価した人数

### 3.6 生ハム各部位の適切な熟成期間

#### 3.6.1 モモ

90日熟成において、旨味・旨味コク・香気成分総量の減少がみられたが、甘味関連アミノ酸及び遊離アミノ酸総量は90日熟成まで増加した。官能評価では60日熟成が最も良好であったことから、60日以上熟成が適すると考えられた。

#### 3.6.2 ロース

熟成により味覚センサー分析結果は顕著な変化がなかったが、香りは複雑な香りとなった。甘味関連アミノ酸と遊離アミノ酸総量は90日熟成まで増加がみられ、官能評価では、熟成により評価が高くなったことから、90日熟成が適すると考えられた。

#### 3.6.3 バラ

熟成により味覚センサー分析結果は顕著な変化がな

かった。香気成分総量については、頭側は60日熟成まで増加し、モモ側は90日熟成まで増加した。甘味関連アミノ酸は、頭・モモ側ともに90日熟成まで増加がみられた。遊離アミノ酸総量は頭側では90日熟成まで増加したが、モモ側は減少傾向であった。官能評価では熟成が進むほど評価が高くなった。以上のことから、90日熟成が適すると考えられた。

### 4 おわりに

生ハム製造における新たな工程(バキュームパック熟成)に関する最適な条件を検討するとともに、熟成期間の変化による味・香り・遊離アミノ酸の含有量の違いを分析して、以下のことを明らかにした。

- (1) 生ハムの味を味覚センサーで評価するための旨味の希釈条件は20倍が最適であった。また、香気分析の吸着条件は、fruityとfattyな香りを一度に評価できるMVM法が適していた。
- (2) バキュームパック熟成の3条件のうち、真空条件のみが熟成可能と考えられた。
- (3) 味覚センサーでは、旨味に関与していると思われるアラニンに対する反応性が弱いため、おいしさを反映できていない部分があると考えられた。
- (4) 大谷洞窟熟成生ハムは、熟成に従ってfruity・floral・green・sweetなど複雑な香りが形成されており、おいしさに寄与していると考えられた。
- (5) 熟成に伴い、甘味関連アミノ酸及び遊離アミノ酸総量が増加しており、風味増強に寄与していると考えられた。
- (6) 部位ごとの最適な熟成期間は、モモでは60日以上熟成、ロース及びバラでは90日熟成が適すると考えられた。

適切な条件でバキュームパック熟成を行うことで、甘味関連アミノ酸及び遊離アミノ酸総量がより多く、大谷洞窟熟成独特の風味を持った高品質短期熟成生ハムを製造できることが明らかとなった。

### 参考文献

- 1) “食品衛生検査指針 微生物編 改訂第2版”、公益社団法人日本食品衛生協会(2018)
- 2) 水田晴野、山本隆：“栄養学雑誌”、日本栄養改善学会、221(2019)

## 共同研究

## 県産いちごを利用した乳酸発酵食品の開発～とちおとめ・とちあいか～

郡司 崇浩\* 筒井 達也\* 伊藤 和子\* 中村 亮\*\* 須谷 潤\*\* 梶田 尚子\*\*

Development of Lactic Acid Fermented Food using Strawberries from Tochigi Prefecture  
GUNJI Takahiro, TSUTSUI Tatsuya, ITO Kazuko, NAKAMURA Ryo, SUTANI Jun and KAJITA Naoko

いちごを原料とした乳酸発酵食品を開発することを目的に、とちおとめ、とちあいか由来の乳酸菌の分離、いちごピューレの乳酸菌発酵条件の検討及び安全性確認を行った。とちおとめから1種、とちあいかから2種 (No. 1 及び No. 2) の乳酸菌を分離した。いずれの乳酸菌も、いちごピューレにおける最適発酵条件は、発酵温度は30℃、発酵期間は2週間、初期添加量は $10^8$ (cfu/g)であった。乳酸生成量と官能評価の結果から、とちあいか No. 2 を最適株として選抜し、遺伝子解析及び安全性試験を実施したところ、*Pediococcus* 属に帰属し、発酵ピューレのLD50は2,000mg/kgを超えるものと評価された。

Key words: いちご、ピューレ、乳酸菌、発酵

## 1 はじめに

栃木県のいちご収穫量は24,600tと56年連続日本<sup>1)</sup>を誇り、県育成品種の「とちあいか」、「スカイベリー」、「とちおとめ」等が栽培されている。県内では、県産いちごを使用したジャムや菓子など多種多様ないちご加工品が製造販売されており、今後更なる需要拡大が予想される。しかしながら、有用微生物による発酵を利用した商品はほとんど販売されていないのが現状である。発酵により保存期間の延長や、うま味の向上、独特な香りが加わることから、いちご加工へ発酵技術を利用することにより新たな付加価値化が期待できる。特にいちごの品種毎に分離した乳酸菌を同一品種の原料に使用することで、特徴の付与及び差別化が図られると考えられる。

そのため、本研究では県産いちごの中から、タカ食品工業(株)が製造するいちごピューレと同品種のとちおとめ、とちあいかの2品種を選び、これらの品種から分離した乳酸菌を用いて、いちごを原料とした乳酸発酵食品を開発することを検討した。

## 2 研究の方法

## 2.1 原料

## 2.1.1 乳酸菌分離原料

栃木県産いちごとして、品種はとちおとめ、とちあいかを使用した。とちおとめは果実が大果で、糖酸の

バランスがとれ食味が極めて良いことを特徴とし、生食からスイーツにも適したいちごである。一方とちあいかは果形がハート形で、平均一果重は20g程度ととちおとめよりも大きく、赤味が強い鮮赤色で果汁に富み、酸度が少なく甘さが際立つ良食味であることを特徴とする県の主力品種である<sup>2)</sup>。

## 2.1.2 発酵試験原料

タカ食品工業(株)にて加工されたいちごピューレを使用した。品種は、とちおとめ、とちあいかとし、1kgにパッケージングされた加工品を200gずつに分け、再殺菌を行い冷凍保存したものを流水解凍し試験に供した。

## 2.2 乳酸菌の分離

## 2.2.1 分離方法

図1に乳酸菌の分離方法を示す。原料のいちごをコニカルチューブに詰め、MRS培地(シクロヘキシミド及びアジ化ナトリウム30ppm含有)を添加し、濁りが生じるまで30℃で静置培養した。次に、MRS寒天培地に混釈し30℃で数日静置培養後、シングルコロニーを釣菌しMRS培地にて30℃で数日静置培養した。その後、MRS寒天培地に混釈し、30℃で数日静置培養した。分離した菌については、グリセロールストック(50%グリセロール0.3mL、MRS0.6mL、培養液0.1mL)し、保存した。

\* 栃木県産業技術センター 食品技術部

\*\* タカ食品工業株式会社

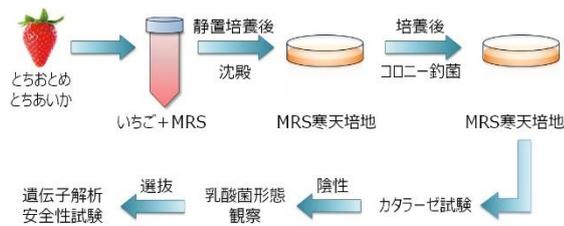


図1 乳酸菌の分離方法

## 2.2.2 分離菌の分析

分離した菌は、目視外観確認、香り確認、カタラーゼ試験、顕微鏡観察、遺伝子解析、安全性試験を実施した。なお、遺伝子解析、安全性試験については、ピュールの官能評価や乳酸生成量に優れる株を選抜後に実施した。

### 2.2.2.1 カタラーゼ試験

MRS 培地で培養した培養液を 8,000 rpm、5 分間遠心分離後、上清を除去し、菌体を集菌した。次に、3%過酸化水素水を 1 mL 適下して、発泡の有無を確認した。

### 2.2.2.2 顕微鏡観察

培養液の 1～2 白金耳をスライドグラス上に直接塗りつけ、生物顕微鏡（オリンパス 株製 BX53）を使用して、1,000 倍で観察を行った。

### 2.2.2.3 遺伝子解析による乳酸菌の同定

16SrDNA (16SrRNA 遺伝子) の塩基配列解析結果から、検体の帰属分類群を推定した。培養条件及び 16SrDNA 塩基配列解析は表 1 の通りである。

表 1 培養条件及び 16SrDNA 塩基配列解析

培養条件	培地	Oxoid M.R.S. Broth (Oxoid, ENG) + 寒天
	培養温度	30° C
	培養確認時間	24 時間
	その他条件	好気培養
16S rDNA 塩基配列解析	DNA 抽出	アクロモベプチダーゼ (FUJIFILM Wako Pure Chemical, Japan)
	PCR 増幅	Tks Gflex DNA Polymerase (Takara Bio, Japan)
	サイクルシーケンス	サイクルシーケンス BigDye Terminator v3.1 Cycle Sequencing Kit(Applied Biosystems, USA)
	使用プライマー	PCR 増幅: 9F, 1510R シーケンス (約1,500 bp): 9F, 515F, 1099F, 536R, 926R, 1510R
	シーケンス	ABI PRISM 3500xL Genetic Analyzer System (Applied Biosystems)
	塩基配列決定	ChromasPro 2.1 (Technelysium, AUS)
	BLAST 同源性検索	解析ソフトウェア: ENKI v3.2 (TechnoSuruga Laboratory, Japan) データベース: DB-BA17.0 (TechnoSuruga Laboratory) 国際塩基配列データベース (DDBJ/ENA/GenBank) 検索日: 2024 年7 月5 日
	簡易分子系統解析	系統樹の推定: 近隣結合法 塩基置換モデル: Kimura-2-parameter 樹形の信頼性評価: ブートストラップ法 (1,000 反復)

### 2.2.2.4 安全性試験

マウスによる急性経口毒性試験（限度試験）を行った。乳酸菌発酵ピュールをホモジナイザーを用いて均一にし、注射用水に混濁させ、100 mg/mL の試験液を調

製した。試験群及び対照群は、各群雄雌 5 匹ずつを用い、投与前に約 4 時間絶食させた。体重を測定した後、試験群には試験液、対照群には注射用水をそれぞれ 20 mL/kg の投与液量で胃ゾンデを用いて強制単回経口投与した。観察期間は 14 日間とし、投与日は頻回、翌日から 1 日 1 回の観察を行い、投与後 7 日及び 14 日の体重を測定し、統計学的解析を行った。

## 2.3 発酵試験

### 2.3.1 乳酸菌ピュールの作製

グリセロールストックした乳酸菌を MRS 培地で 30°C 24 時間静置培養した。菌の安定化のために、再度 MRS 培地で 30°C、24 時間静置培養後、8,000 rpm、5 分間遠心分離し上清を除去し、生理食塩水で洗浄した。再度、同様に洗浄後、遠心分離し種を取り除いたいちごピュールに植菌し、乳酸菌ピュールを作製した。

### 2.3.2 発酵試験 1

発酵温度と発酵期間の検討を行った。発酵温度は、25°C、30°C、35°C の 3 条件、発酵期間は 1、2、3 週間の 3 条件、全 9 条件で検討を行った。チャック付き袋（滅菌済み）に入れた、とちあいか、とちおとめのピュール 200 g に各々の乳酸菌ピュールを 2.02 mL 加え恒温槽で培養した。培養中は週に 1 度 20 回程度上下方向に攪拌を行った。

### 2.3.3 発酵試験 2

乳酸菌の初期添加量と発酵期間の検討を行った。乳酸菌の初期添加量は、 $10^6$ 、 $10^7$ 、 $10^8$  (cfu/g) の 3 条件、期間は 1、2 週間の 2 条件、全 6 条件で検討を行った。発酵試験 1 と同様に、とちあいか、とちおとめ 200 g に乳酸菌ピュールを加え ( $10^6$ : 0.20 mL、 $10^7$ : 2.02 mL、 $10^8$ : 22.2 mL)、恒温槽で静置培養した。培養中は週に 1 度 20 回程度上下方向に攪拌を行った。

### 2.3.4 分析及び官能評価

#### 2.3.4.1 菌数の測定

発酵試験後のピュールを 10 g 量り取り、滅菌生理食塩水 90 g で希釈し (10 倍希釈)、次にその 1 mL を滅菌生理食塩水 9 mL で希釈 (100 倍希釈) というように、順次希釈試料液を作成した。コロニー数が一平板上 30～300 個になるように適当な希釈段階の試料液 1 mL を標準寒天培地 20 mL に混濁後、30°C で 24 時間培養して生育したコロニー数を計測した。

#### 2.3.4.2 pH 測定

pH 計（東亜ディーケーケー 株製 HM-26S）により測定した。

#### 2.3.4.3 Brix 測定

デジタル糖度計 (Atago 製 DBX-55) により測定した。

2.3.4.4 色調測定

分光測色計（コニカミノルタジャパン CM-5）により試料の表面色（反射）を測定した。結果はL\*a\*b\*表色系を用い、いちごピューレとの差(ΔEab)で評価した。

2.3.4.5 官能評価

発酵試験1では、記述型により全7名（産業技術センター5名、タカ食品工業(株)2名）で行った。また、発酵試験2では、1～5の5点評点法により発酵感、色、香り、風味の4項目について、全6名（産業技術センター4名、タカ食品工業(株)2名）で行い、平均点で評価した。

2.3.4.6 乳酸量測定

発酵試験2及び再現性試験で実施した発酵後ピューレを4g量り取り、3%スルホサリチル酸0.4mLを加え、30分放置後、8,000rpm、5分間遠心分離し、上清をメンブレンフィルター（孔径0.45μm）でろ過後、ろ液を試験溶液とした。分析はHPLC（日本分光(株)製EXTREMA）により、表2の条件で実施した。

表2 乳酸量測定条件

カラム	Shodex Rspak KC-811 (8.0mm×300mm 6μm 昭和電気(株)製) 2本直列接続
移動相	3mM過塩素酸
反応液	0.2mMプロモチモールブルー(BTB)
流速	移動相 1.0mL/min 反応液 1.5mL/min
カラム温度	70°C
注入量	50μL
検出器	フォトダイオードアレイ、UV(445nm)
検出法	BTBによるポストカラム誘導体化法

2.3.4.7 香気成分

香気成分はDHS-GC/MS法により測定を行った。試料5gを80°C、6分加熱して、発生する揮発性成分をN<sub>2</sub>パージシ吸着管（吸着剤Tenax TA）に吸着させ、加熱脱着装置（Gerstel社製TDU2）付GC/MS（Agilent Technologies社製5977B）に供した。分析は表3のと

表3 香気成分測定条件

TDU条件	30°C(0.3min)→720°C/min→300°C(3min)
CIS条件	50°C(0.5min)→720°C/min→210°C(20min)
カラム	DB-WAX(30m, 0.25μm)
オープン温度	40°C(5min)→10°C/min→240°C(10min)
キャリアガス	He 1.768mL/min
トランスファーライン温度	240°C
イオン源温度	230°C
イオン化モード	EI
イオン化電圧	70eV

おりに実施し、得られたガスクロマトグラムのピークから、Aroma Office 2D（Gerstel社製）により、においを有する化合物のみを抽出した。ピーク面積値を香りのキャラクターごとに積算して比較した。

3 結果及び考察

3.1 乳酸菌の分離

図2に分離した乳酸菌の顕微鏡観察写真を示す。とちおとめからは、ガス発生、香りは乳酸臭が強く、顕微鏡観察では長さの異なるものが混在し、カタラーゼ試験が陰性である1株を分離した。とちあいかからは、ガス発生、香りは乳酸臭があり、長短が混在し、カタラーゼ試験が陰性である2株（とちあいかNo.1、とちあいかNo.2）を分離した。

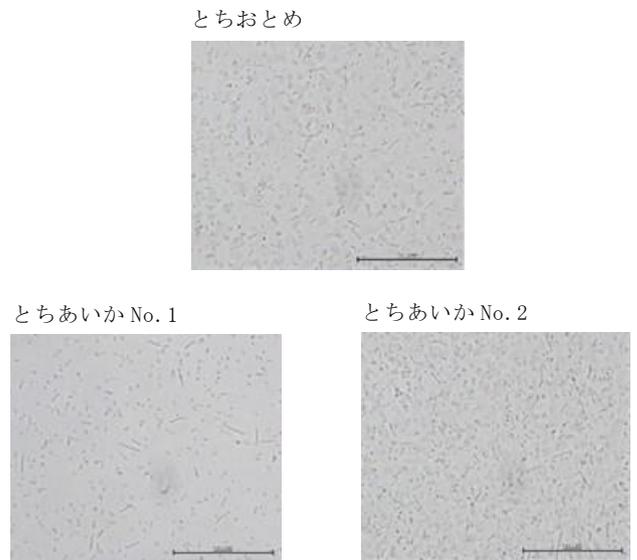


図2 分離乳酸菌の顕微鏡観察写真

3.2 発酵試験

3.2.1 発酵試験1（発酵温度と発酵期間の検討）

とちおとめ、とちあいかNo.1、とちあいかNo.2それぞれの乳酸菌株を用い、同品種のいちごピューレを温度と期間を変化させ発酵させたサンプルについて、菌数測定、pH測定、Brix測定、色調測定、官能評価を行った結果を以下に示す。

3.2.1.1 菌数変化

図3に菌株それぞれの菌数測定結果を示す。いずれの発酵温度条件でも、発酵期間が長くなるにつれて乳酸菌数は減少する傾向であった。特に、35°Cでは、他の温度条件に比べて、減少率が大きい傾向であり、35°Cは発酵温度としては高すぎると考えられた。

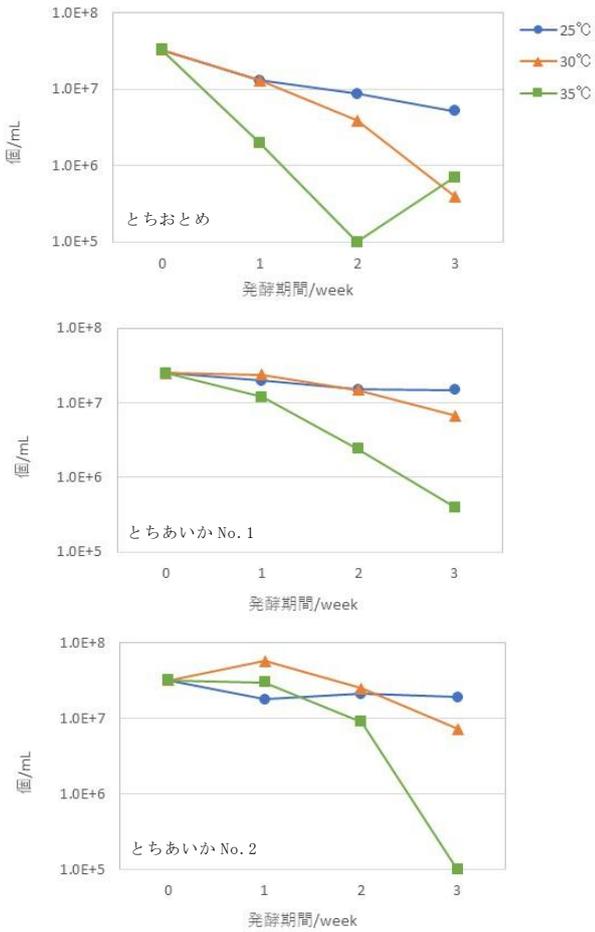


図3 菌数測定結果

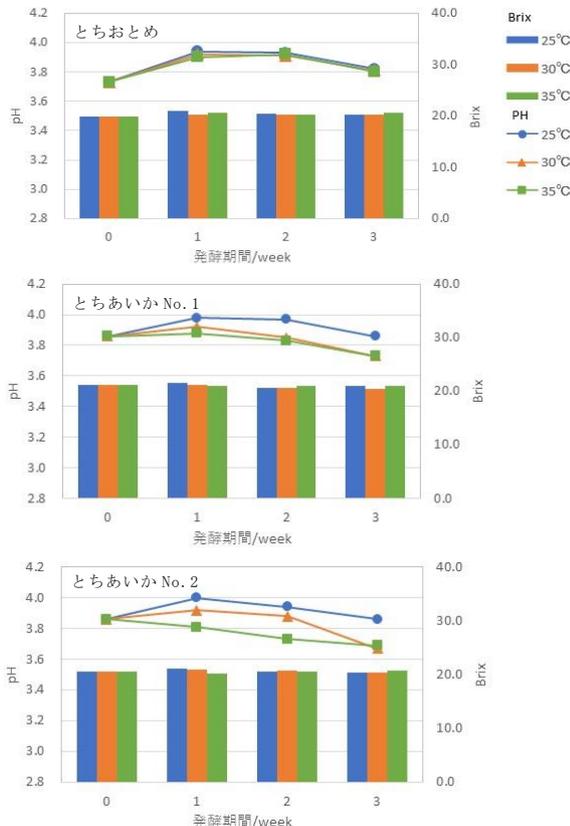


図4 pH、Brix 測定結果

### 3. 2. 1. 2 pH、Brix の変化

図4に菌株それぞれのpH、Brixの測定結果を示す。発酵温度、発酵期間による変化は小さく、pHは3.8程度、Brixは20程度であり、乳酸菌添加前のピューレとほとんど差は見られなかった。

### 3. 2. 1. 3 色調変化

図5に菌株それぞれの色調測定結果を示す。発酵温度の違いで比較すると、温度が高いほど色調変化は大きくなった。また、発酵期間で比較すると、期間が長いほど色調の変化は大きかった。特に35°C、3週間の条件では色調が暗くなり、黄色度(b\*)が増加するため、発酵条件としては適してないと推察される。

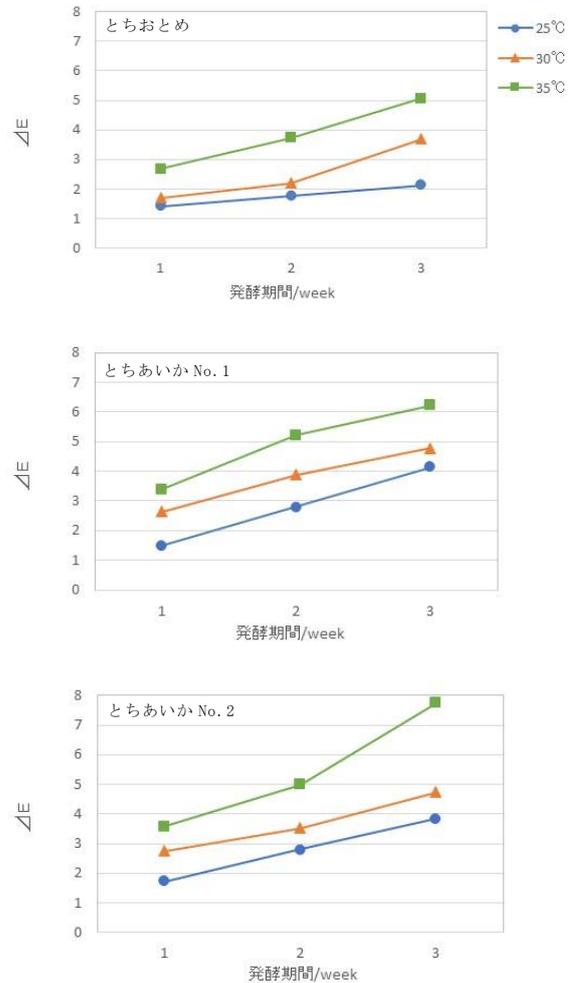


図5 色調測定結果

### 3. 2. 1. 4 官能評価結果

表4に菌株それぞれの官能評価の結果を示す。発酵感を感じたのは、発酵温度30°C、発酵期間1、2週間であった。25°Cではフレッシュ感が残っており、35°Cでは酸味が強く、えぐみを感じた。また、温度に関係なく3週間では、雑味や、粘度低下などを感じた。

以上、菌数変化、色調変化、官能評価の結果から、最適発酵温度は、30°Cであると考えられ、菌株による

結果差はほとんどなかった。発酵期間については、発酵試験1において3週間は不適であったことから、次の発酵試験2においては、発酵温度 30℃、発酵期間1週間及び2週間で比較を行うこととした。

### 3. 2. 2 発酵試験2 (乳酸菌添加量と発酵期間の検討)

とちおとめ、とちあいかNo.1、とちあいかNo.2それぞれの菌の初期添加量と発酵期間を変え発酵させた

表4 官能評価結果

とちおとめ

		発酵期間(week)		
		1	2	3
温度 (℃)	25	フレッシュ 甘味強	フレッシュ 甘味 酸味弱	酸味強 薄い 雑味
	30	<b>発酵感</b> 甘味 酸味弱 薄い	<b>発酵感</b> 甘味 酸味	<b>発酵感</b> 酸味強 えぐみ <u>粘度低下</u>
	35	褐変 酸味強 薄い 劣化臭	褐変 酸味強 劣化臭 粘度低下	褐変 酸味強 劣化臭 粘度低下

とちあいかNo.1

		発酵期間(week)		
		1	2	3
温度 (℃)	25	フレッシュ 甘味強	フレッシュ 甘味 酸味	甘味 酸味 薄い 雑味
	30	<b>発酵感</b> 甘味弱 酸味 薄い	<b>発酵感</b> 甘味 酸味 バランスいい	甘味弱 酸味強 薄い 雑味
	35	<b>発酵感</b> 褐変 酸味強 薄い 粘度低下	褐変 薄い 酸味強 粘度低下	褐変 酸味強 劣化臭 薄い 粘度低下

とちあいかNo.2

		発酵期間(week)		
		1	2	3
温度 (℃)	25	フレッシュ 甘味強	フレッシュ 甘味 酸味弱	甘味 酸味強 薄い
	30	<b>発酵感</b> 甘味 酸味弱 薄い	<b>発酵感</b> 甘味 酸味 バランスいい	甘味弱 酸味強 薄い 粘度低下
	35	褐変 酸味強 えぐみ 粘度低下	褐変 酸味強 えぐみ 劣化臭 粘度低下	褐変 酸味強 えぐみ 劣化臭 粘度低下

サンプルについて、菌数測定、pH測定、Brix測定、色調測定、官能評価、乳酸量測定の結果を以下に示す。

### 3. 2. 2. 1 菌数変化

図6に菌株それぞれの菌数測定結果を示す。初期添加量に関係なく、1週間後に菌数が $10^7$ 程度に収束した。初期添加量 $10^6$ では1週間後に菌数が増加し、 $10^7$ では横ばい、 $10^8$ では減少した。その後、2週間後では全条件とも菌数が減る傾向であった。

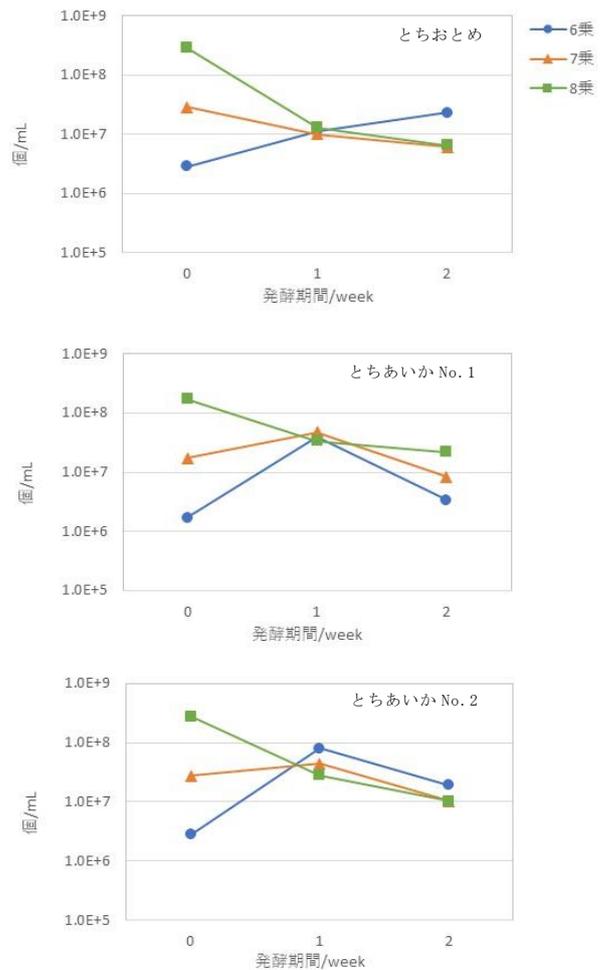


図6 菌数測定結果

### 3. 2. 2. 2 pH、Brixの変化

図7に菌数それぞれのpH、Brixの測定結果を示す。乳酸菌添加量、発酵期間による変化は小さく、pHは3.8程度、Brixは20程度であり、乳酸菌添加前のピュールとの差はほとんどなかった。

### 3. 2. 2. 3 色調変化

図8に菌数それぞれの色調の測定結果を示す。乳酸菌添加量、発酵期間による違いはほとんどなく、添加量、発酵期間による色調への影響は少ないものと考えられた。

### 3. 2. 2. 4 官能評価結果

図9に菌株それぞれの官能評価の発酵感に関する結果を示す。乳酸菌添加量 $10^8$ が他条件よりも発酵感を強く感じた。また、発酵期間による発酵感の差はほとんど感じなかった。なお、図の記載はないが、色、香り、風味についても添加量、期間による差はほとんど見られなかった。

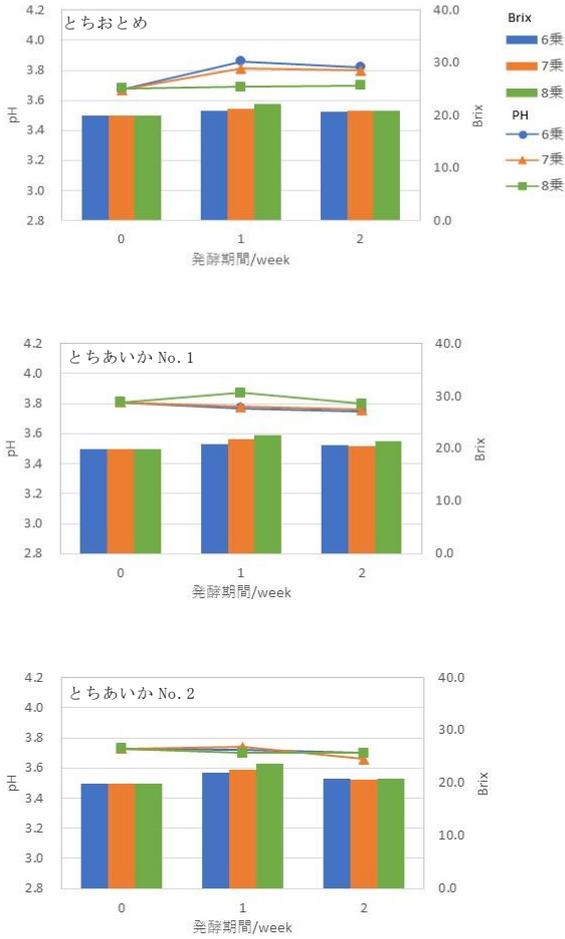


図7 pH、Brix 測定結果

### 3. 2. 2. 5 乳酸量の変化

図10に菌株それぞれの乳酸量測定結果を示す。1週間後で乳酸の増加率が大きく、2週間後は1週間後に比べて増加の程度は小さかった。乳酸菌添加により乳酸が生成されるものの、発酵液のpHは3.6~3.8程度と低く、また菌数も $10^8$ 個/mL以上に増殖できなかったことから、低pHにより増殖が抑制され、乳酸の生成量もそれに併せて増加率が減少したものと考えられた。

菌数変化、色調変化、官能評価、乳酸量の変化結果から、乳酸菌の最適初期添加量は $10^8$ と推察され、発酵期間は1、2週間での差は小さいと考えられた。また、菌株による結果の差はほとんどなかった。この結果を元に共同研究先と協議の上、十分な発酵を得るために、官能評価、乳酸量の変化結果等から、最適発酵

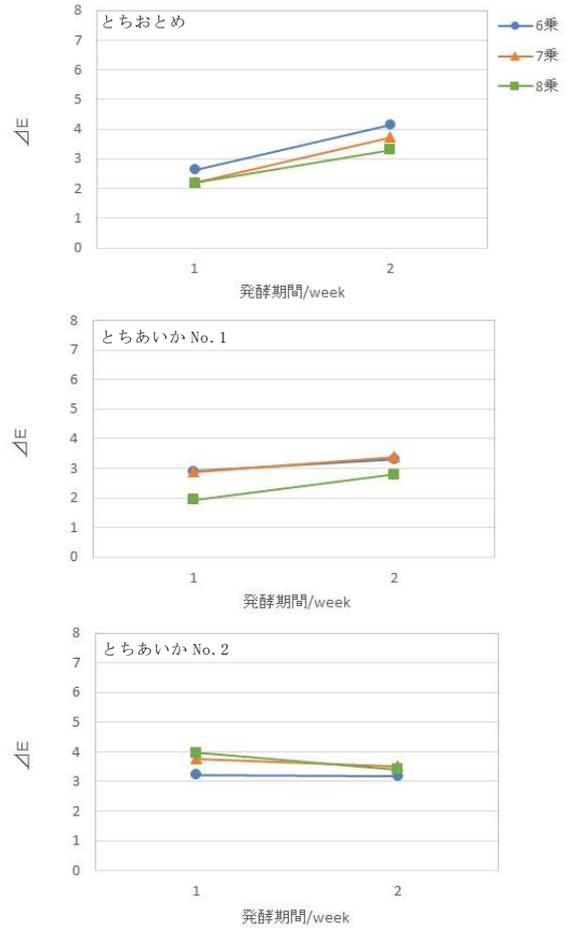


図8 色調測定結果

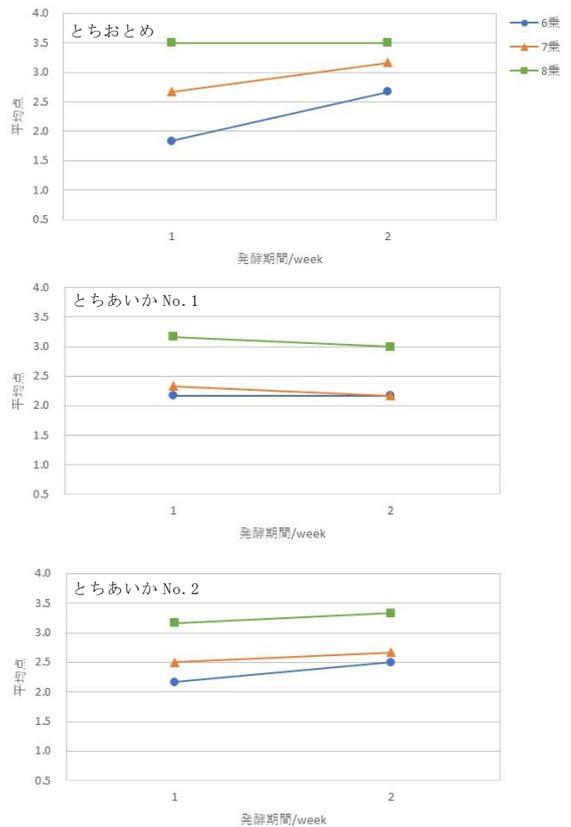


図9 官能評価結果 (発酵感)

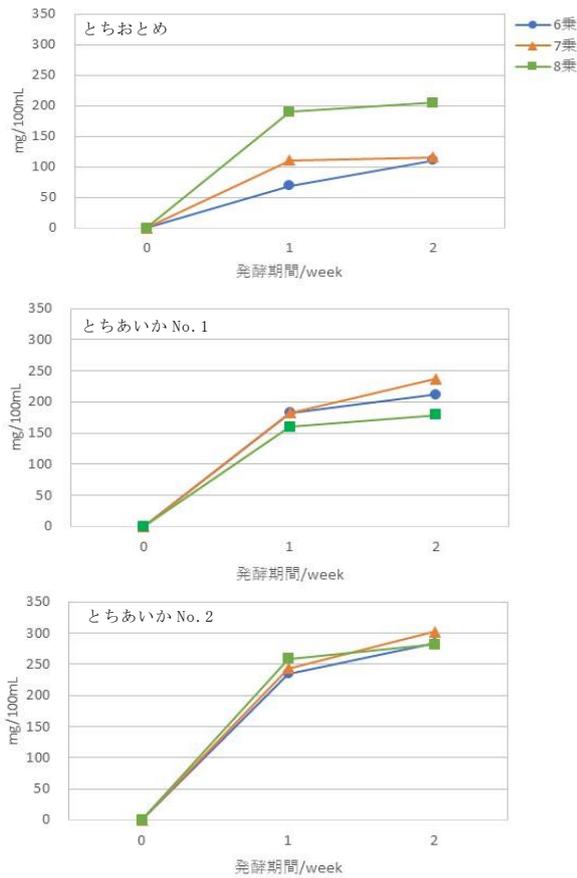


図 10 乳酸量測定結果

期間は2週間とし、菌種はとちあいか No.2 を最適菌株とした。

### 3. 2. 2. 6 香気成分

初期ピューレと最適発酵条件で発酵したピューレの香気成分測定を行った。図 11 に香気成分測定結果を示す。初期ピューレでは、fruity、floral 等のいちごの香りが強く検出された。発酵後のピューレでは、香気成分のバランスが変わり、fruity、floral 等のいちごの香りは減少し、green、butter、acid、alcohol 等の発酵に伴う香りが増加していることが確認された。

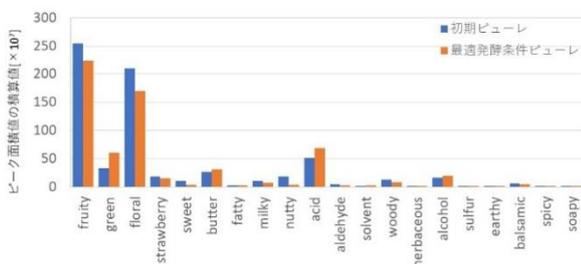


図 11 香気成分測定結果

### 3. 2. 3 再現性試験

最適条件（菌株とちあいか No.2、温度 30℃、乳酸菌の初期添加量 10<sup>8</sup>）で再現性試験を実施した。発酵期間については、時間経過による変化を確認するため、

1、2週間どちらも行った。また評価は、発酵試験 2 における 10<sup>8</sup> と比較した。分析項目は、発酵試験 1 及び 2 で発酵条件によって結果の差が顕著であった菌数測定、官能評価、乳酸量測定を実施した。

#### 3. 2. 3. 1 菌数変化

図 12 に菌数測定結果を示す。発酵試験 2 での 10<sup>8</sup> と同様、1週間後に菌数が 10<sup>7</sup> 程度に収束し、その後、2週間後では菌数が減少し、同様の傾向が確認された。

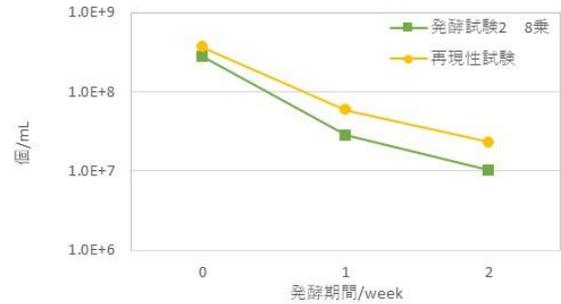


図 12 菌数測定結果

#### 3. 2. 3. 2 官能評価結果

図 13 に官能評価結果を示す。発酵試験 2 における乳酸菌添加量 10<sup>8</sup> と同様に、1、2週間どちらも発酵感を強く感じる傾向が確認された。

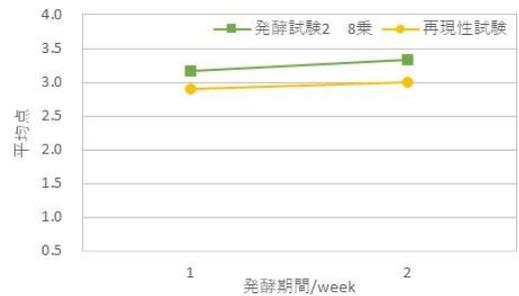


図 13 官能評価結果（発酵感）

#### 3. 2. 3. 3 乳酸量変化

図 14 に乳酸量測定結果を示す。発酵試験 2 での乳酸菌添加量 10<sup>8</sup> と同様、1週間後で乳酸の増加率が大きく、2週間後は増加率が小さくなり、同様の傾向が確認された。

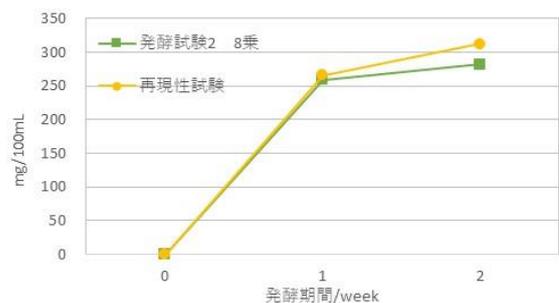


図 14 乳酸量測定結果

以上の結果から、発酵試験2での乳酸菌添加量 $10^8$ と再現性試験の結果には、差異はほとんどなく、再現性が確認された。

### 3.3 乳酸菌の同定と安全性確認

とちあいか No.2 について遺伝子解析を行ったところ *Pediococcus* 属に帰属し、既知種では *P. acidilactici* に最も近縁であった。とちあいか No.2 乳酸菌発酵ピューレ（初期添加量 $10^8$ ）について急性経口毒性試験（限度試験）を実施した際の雄及び雌の体重変化（平均値±標準偏差）を表5、表6に示す。観察期間中、群間での体重変化の差は見られず、雄雌ともに死亡例や異常は認められなかった。これらの結果から、乳酸菌発酵ピューレのLD50（半数致死量）は、雌雄ともに2,000 mg/kgを超えるものと評価された。

表5 体重変化（雄）

群	投与前	投与後	
		7日	14日
試験群	38.3±1.1g	43.0±2.6g	47.6±3.3g
対照群	38.4±1.0g	42.7±1.0g	46.0±0.5g

表6 体重変化（雌）

群	投与前	投与後	
		7日	14日
試験群	28.7±1.0g	31.0±1.8g	33.2±1.6g
対照群	28.7±1.0g	29.5±1.2g	32.8±1.5g

## 4 おわりに

県産いちごの中からとちおとめ、とちあいかの2品種を選び、とちおとめ、とちあいか由来乳酸菌の分離、いちごピューレの乳酸菌発酵条件の検討及び安全性確認を行った結果、以下の知見を得た。

- (1) とちおとめから1種、とちあいかから2種の乳酸菌を分離した。
- (2) いちごピューレの乳酸菌発酵試験を行い、発酵温度、発酵期間及び乳酸菌の最適初期添加量について検討したところ、発酵温度 30℃、発酵期間2週間、乳酸菌の初期添加量は $10^8$ (cfu/g)が最適と考えられた。
- (3) 菌種については乳酸生成量及び官能評価の結果から、とちあいか No.2 を最適菌株として選抜し、発酵試験においても再現性が確認された。
- (4) とちあいか No.2 を遺伝子解析したところ、*Pediococcus* 属に帰属し、既知種では *P. acidilactici* に最も近縁であった。
- (5) とちあいか No.2 乳酸菌発酵ピューレのマウスによる急性経口毒性試験を実施したところ、観察期間中に死亡例や異常は認められず、LD50 値は2,000 mg/kgを超えるものと評価された。

## 参考文献

- 1) 栃木県：“全国のいちご生産割合から見た栃木県の状況”  
<https://www.pref.tochigi.lg.jp/g61/ichigo-seisanjokyo/ichigo-seisanryou.html>
- 2) 栃木県：“全国のいちご生産推移から見た栃木県の状況”  
<http://www.pref.tochigi.lg.jp/g61/index.html>

## 共同研究

## 二軸エクストルーダーによる大麦未利用部位活用法の検討

金井 悠輔\* 阿久津 智美\* 岡本 竹己\*

鎌田 直\*\* 上武 裕\*\* 青木 隆\*\*

Study on Usage of Barley Bran using Twin-screw Extruder

KANAI Yusuke, AKUTSU Satomi, OKAMOTO Takemi,

KAMATA Naoshi, UETAKE Yutaka and AOKI Takashi

大麦精麦工程で生じる糠の食品素材としての活用を目的として、当該原料の二軸エクストルーダーによる押出加工適性を検討した。成分分析の結果、糠には糖質が少なく、不溶性食物繊維が多く含まれており、穀粒外層の糠ほどその傾向が顕著であった。糠に各種副原料を配合し押出加工を行ったところ、米粉を配合することで効果的に膨化が促進され、軽い食感になることが示唆された。押出加工時の二軸エクストルーダー運転条件のうち、スクリーパターン及びスクリー回転数は膨化度及び食感に大きく影響し、対原料加水率及びバレル加熱温度は押出品の脆さに影響することが明らかとなった。この知見を基に菓子類を試作し食味評価したところ、類似の市販品と比べ遜色なく、菓子等の原料として十分活用できるものと考えられた。

**Key words:** 大麦、糠、押出加工、膨化、食品テクスチャー

## 1 はじめに

大麦は、栃木県が全国有数の生産量を誇る農産物である。近年、大麦に含まれる水溶性食物繊維「β-グルカン」が持つ食後血糖値上昇抑制等の機能性が明らかにされ<sup>1)</sup>、大麦に対する関心が高まり食品利用が急速に進んでいる。この状況を受け、β-グルカンを多く含む大麦新品種の開発が農研機構や地方の農業試験場を中心に進められており、国内の大麦生産量は、2016年の16.0万tに対し2021年は21.3万tにまで伸長している<sup>2)</sup>。

大麦を製粉して得られる大麦粉は、菓子・パン等の原料に使用されるが、精麦工程において原麦重量の3割にも上る大量の糠が発生している。そのほとんどが廃棄又は畜産飼料としての利用に限られており、持続可能な社会実現の観点からも、食品素材として活用することが求められている。

一方、穀物原料の加工技術としてエクストルージョンクッキングが挙げられる。食品原料をバレル内でスクリーにより混練し、任意のダイから押出すことで成形する方法であり、主にスナック菓子などの製造に使用される。そこで本研究では、二軸エクストルーダーを用いて大麦糠の押出加工を行い、原料配合及び運転条件が押出品の品質に及ぼす影響を調査することで、当該原料を食品素材として有効利用する方法を検討した。

## 2 研究の方法

## 2. 1 原料

令和4年産栃木県産二条大麦（品種：ビューファイバー）を精麦した際に生じた糠を原料とした。精麦歩合は70%とし、精麦工程初期に発生する外皮付近のものを外層糠、中盤以降に発生する胚乳付近のものを内層糠として試験に供した。また、エクストルージョン試験における副原料として、前述の精麦後に気流粉碎法により粉碎した大麦粉に加え、小麦粉（薄力粉 星野物産㈱製）、コーンフラワー（㈱ニッポン製）、米粉（粳米 日の本穀粉㈱製）を用いた。

## 2. 2 成分分析

一般成分は日本食品標準成分表2020年版（八訂）分析マニュアルに準拠し、水分は常圧加熱乾燥法、たんぱく質は燃焼法（改良デュマ法）、脂質は酸分解法、炭水化物は差し引き法、灰分は直接灰化法、食物繊維はプロスキー変法により求めた。また、炭水化物から食物繊維を差し引いたものを糖質とした。β-グルカンはβ-グルカン分析キット（Megazyme社製 K-BGLU）を用いて測定した。

## 2. 3 エクストルージョン試験

二軸エクストルーダーは㈱幸和工業製 KEI45-25型を使用した。本装置の概要を図1に示す。スクリーパターンはフォワードスクリー（F）、パイナップルスクリー

\* 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

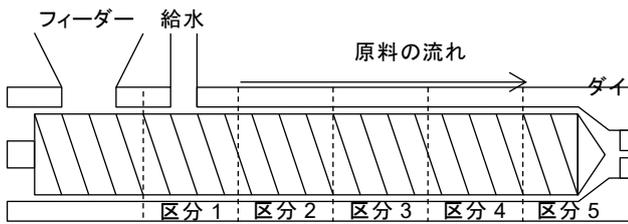


図1 二軸エクストルーダー概要

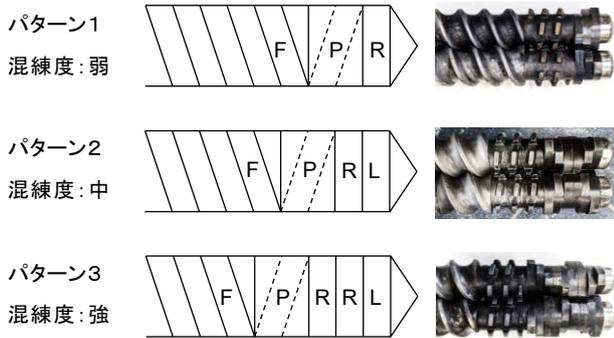


図2 スクリューパターン

F: フォワードスクリュー、P: パイナップルスクリュー、  
R・L: ニーディングディスク正方向(R)・逆方向(L)

ュー(P)、ニーディングディスクスクリュー正方向(R)及び逆方向(L)を組み合わせ、混練強度の異なるスクリーパターンを採用した(図2)。原料配合の検討における運転条件は、原料供給量 18 kg/h、対原料加水率 3%、スクリーパターン 2、スクリー回転数: 200 rpm、バレル加熱温度(区分1~5に分けて温度設定可能)区分1: 60℃、区分2: 80℃、区分3~5: 100℃とした。加工条件の検討では、実験計画法の手法である2水準系直交配列表実験に沿って運転条件を設定した。スクリーパターン(A)、スクリー回転数(B)、対原料加水率(C)、区分4及び5のバレル加熱温度(D)を要因とし、それぞれ2水準の条件を設定し、これらを組み合わせた計8通りの実験を行った。各要因の設定水準を表1に示す。押出物を吐出するダイは、φ5 mmの1穴を使用した。ダイの吐出部にペレタイザーを設置し、2枚刃を10 Hzで回転させて吐出物を切断した。得られた押出物は120℃の熱風乾燥機で90分間乾燥させた。

表1 加工条件の検討における各要因の設定水準

要因	水準1	水準2
A: スクリューパターン	パターン1	パターン3
B: スクリュー回転数	180 rpm	250 rpm
C: 対原料加水率	3%	6%
D: バレル加熱温度(※)	100℃	140℃

※区分4,5の設定温度。区分1~3はそれぞれ60℃, 80℃, 100℃。

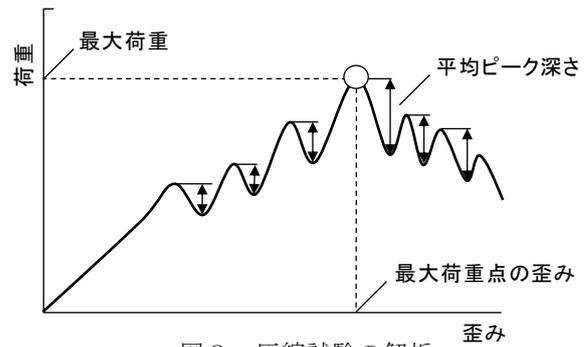


図3 圧縮試験の解析

## 2. 4 押出品の品質評価

### 2. 4. 1 膨化度

膨化性評価のため、乾燥後の押出品の直径を計測し、ダイの口径(5 mm)で除した値を膨化度とした。各試験区30点測定し平均値を算出した。

### 2. 4. 2 テクスチャー測定

押出品の食感評価のため、テクスチャーアナライザー(Stable Micro Systems社製 TA.XT plus100c)を用いて圧縮試験を行った。押出品をφ75 mmのプレート治具により、サンプル高さに対して歪み50%の位置まで速度5 mm/sで圧縮し、得られた荷重データから、全体的なかたさの指標として最大荷重、噛み心地の指標として平均ピーク深さ、脆さの指標として最大荷重点の歪みを求めた(図3)。各試験区30点測定し平均値を算出した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 大麦糠の成分把握

エクストルージョン試験に向けた基礎データとして、内層糠、外層糠、対照として大麦粉の3種について、一般成分及び大麦に含まれる機能性成分であるβ-グルカンの含有量を測定した。結果を表2に示す。

糠は大麦粉と比べて糖質が低く、食物繊維、たんぱく質、脂質が高い傾向があり、特に外層糠においてその傾向が顕著であった。糠には、セルロースやアラビノキシランを主成分とする外皮部や、脂質や無機質を豊富に含む胚芽部が多く含まれていることが想定され、このことが成分組成に表れているものと考えられた。

食物繊維の内訳に着目すると、大麦粉では不溶性食物繊維よりも水溶性食物繊維のほうが豊富に含まれていたのに対し、糠では不溶性食物繊維の割合のほうが高く、外層糠では約9割を不溶性食物繊維が占める結果となった。また、機能性成分であるβ-グルカンは、外層の糠になるほど低値を示した。水溶性食物繊維であるβ-グルカンは胚乳細胞壁に多く含まれることが知られており<sup>3)</sup>、このため穀粒外周部である糠においては、水溶性食物繊維よりも外皮や糊層を由来とする不溶性食物繊維が高い割合を占めるものと考えられた。

表2 大麦粉及び大麦糠の成分分析結果

単位：g/100g

成分	大麦粉	内層糠	外層糠
水分	12.3	14.8	15.4
たんぱく質	9.1	16.2	16.8
炭水化物	73.3	59.5	51.2
糖質	54.9	40.7	11.6
食物繊維	18.4	18.8	39.6
不溶性	8.6	10.5	34.4
水溶性	9.8	8.3	5.2
脂質	4.1	6.9	11.7
灰分	1.2	2.6	4.9
β-グルカン	10.2	6.0	2.7

### 3.2 原料配合による加工特性への影響

はじめに、内層糠及び外層糠に大麦粉を配合して押出加工を行った。押出品外観を図4に示す。大麦粉100%では良好に膨化したが、いずれの糠も配合量を増加させるほど膨化が抑制された。特に外層糠は、25%配合でも極端に膨化が抑制され、50%より多く配合するとダイから吐出された瞬間にフラッシュしてしまい、成形が困難であった。これは、外層糠に含まれる糖質が極端に少ないため、配合することで生地との結着性が著しく悪化することが原因と考えられ、押出加工による当該原料の成形は不適と判断し、以降の試験では内層糠のみを使用した。

次に、内層糠に小麦粉、コーンフラワー、米粉を副原料として配合し、同様に押出加工を行った。これらの押出品の膨化度を図5に示す。大麦粉及び小麦粉の配合試験区では、糠配合割合の上昇に伴い膨化度が直線的に低下する一方、コーンフラワー及び米粉の試験区では、糠の配合率50%まで副原料単体と同等の膨化度を維持した。また、副原料単体の中では小麦粉の膨化度が最も高かったが、糠の配合割合50%以上では、小麦粉よりもコーンフラワー又は米粉を配合した場合のほうが膨化する結果となった。糠にコーンフラワー又は米粉を配合して押出加工する際、各原料単体で押出加工する時よりもバレル内部の圧力値が約2倍に上昇する傾向が確認された。このためダイから吐出された生地内部の水分蒸発の勢いが高まるのが要因となり、糠の配合割合が増えても膨化度が維持されるものと考えられた。

各押出品のテクスチャー測定で得られた最大荷重及び平均ピーク深さの結果を図6に示す。内層糠100%の押出物と比較すると、いずれの副原料を配合した場合も最大荷重及びピーク深さが低減する傾向が見られ、副原料の配合により軽くサクサクした食感につながる事が

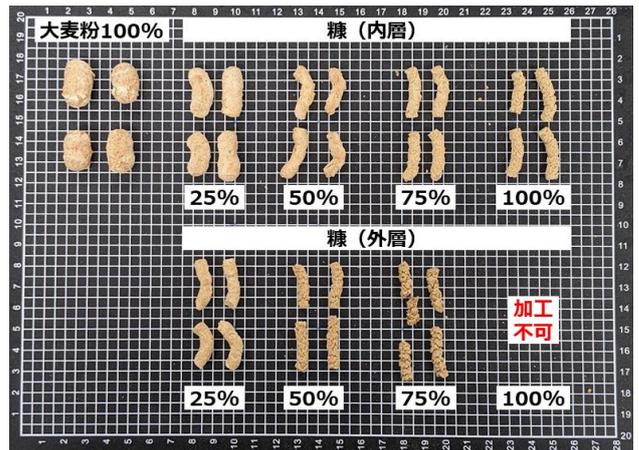


図4 大麦粉と大麦糠の配合試験における押出品外観

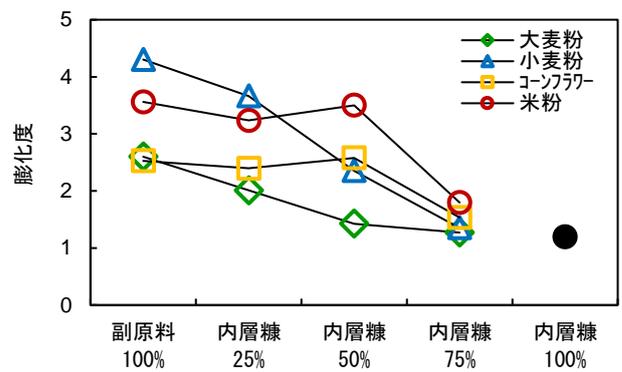
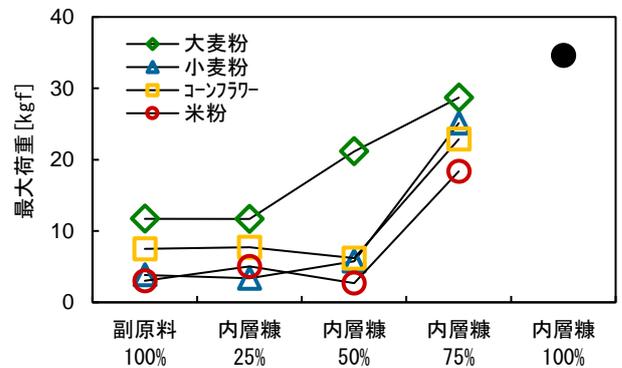


図5 原料配合による膨化度への影響

(a) 最大荷重



(b) 平均ピーク深さ

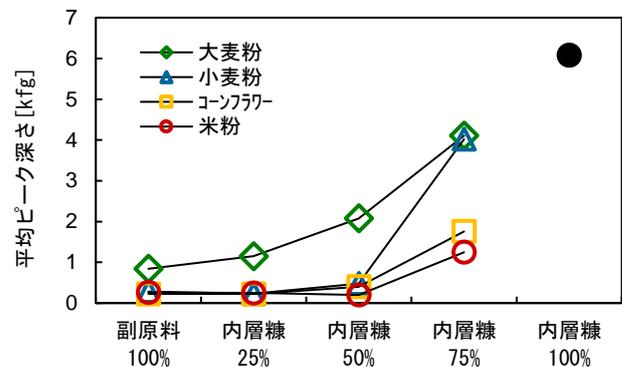


図6 原料配合によるテクスチャー特性への影響

示唆された。特に、糠配合割合 75%で比較すると、米粉を用いたものが最も低値を示したことから、糠を高い割合で配合する場合は、副原料に米粉を使用することで効果的に食感を改質できることが明らかとなった。前述のとおり、米粉を配合した押出品は膨化が促進されたことから空隙率が高いことが予想され、これにより各種テクスチャー特性が低値を示すものと考えられた。

### 3. 3 加工条件が品質に及ぼす影響

二軸エクストルーダーには多くの運転パラメータがあり、それぞれが複雑に作用して押出品の品質に影響を及ぼすものと考えられる。そこで、当該装置による加工条件が押出品の品質に与える影響を検討するため、2水準系直交配列表験を行った。なお、原料は内層糠：米粉＝2：1の配合を用いた。得られた押出品について膨化度及びテクスチャー測定を行い、要因ごとに2水準の平均値を算出し、分散分析による有意差検定を行った。膨化度の結果を図7、テクスチャー特性の結果を図8に示す。スクリーパターン及びスクリー回転数は、膨化度及びテクスチャー特性に強く影響することが明らかとなり、混練能力の高いスクリーを高速回転させることで膨化度が上がり、最大荷重及びピーク深さが低減し軽くサクサクした食感につながる結果となった。一方、対原料加水率及びバレル加熱温度は、膨化度・最大荷重・ピーク深さには明確に影響しないものの、圧縮試験における最大荷重点の歪みに影響することが明らかとなった。最大荷重点は押出品の形状が大きく崩れる地点であり、最大荷重点の歪みは押出品の脆さに関与すると考えられる。この結果から、低加水率かつ高温で押出加工することで、最大荷重点が低歪み側にシフトするため、砕けやすい食感に繋がるものと考えられた。

### 3. 4 試作品作製

以上の検討結果から、副原料の種類及び配合量並びに二軸エクストルーダーのスクリー構成及び運転パラメータを適切に設定することで、押出品のかたさや噛み心地等を多様にコントロールすることが可能であることが明らかとなった。そこで、これまで得られた知見を基に、軽くサクサクした食感のものから噛みごたえのあるものまでいくつかの押出品を作製し、これらを用いて菓子類の試作を行った(図9)。押出品そのものは若干の穀物臭が感じられたが、チョコレート素材と合わせることでマスキングされ、穀物臭を感じにくくなった。また、食感は類似の市販品と比べても遜色なく、良好な食味であった。以上のことから、大麦糠を二軸エクストルーダーにより押出加工を行うことで、菓子類を中心として多様な製品の原料として活用できる可能性が示唆された。

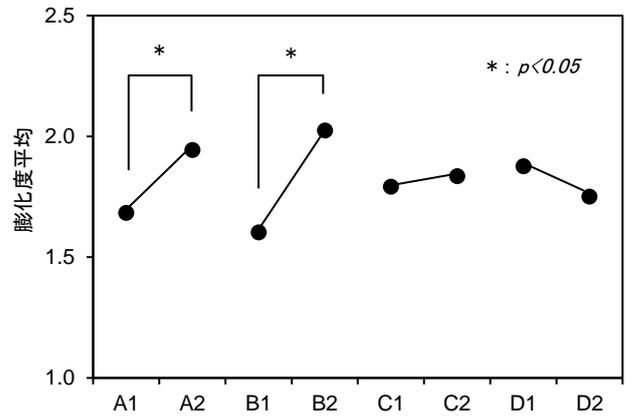
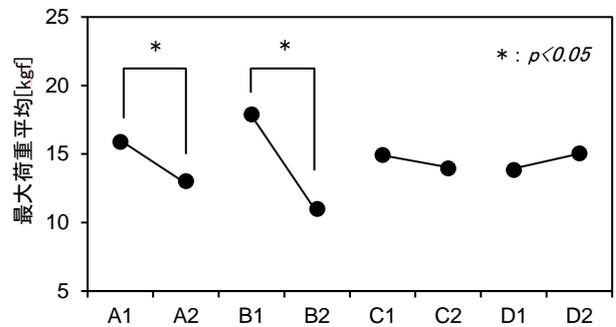


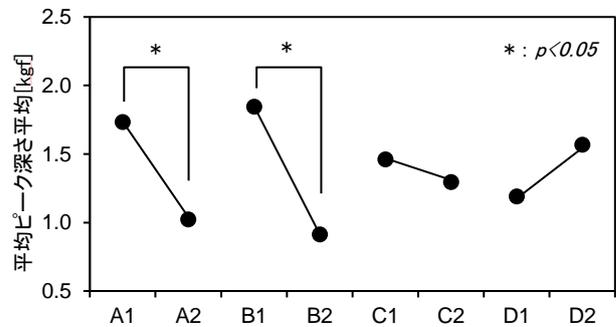
図7 加工条件による膨化度への影響

A : スクリューパターン B : スクリュー回転数  
C : 対原料加水率 D : バレル加熱温度  
数字は表1における各要因の水準を示す。

(a) 最大荷重



(b) 平均ピーク深さ



(c) 最大荷重点の歪み

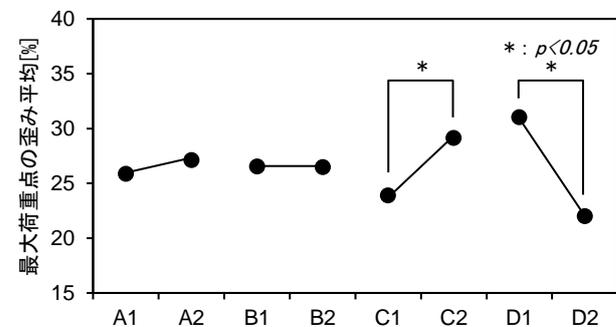


図8 加工条件によるテクスチャー特性への影響

A : スクリューパターン B : スクリュー回転数  
C : 対原料加水率 D : バレル加熱温度  
数字は表1における各要因の水準を示す。

(a) スナック菓子



(b) シュガーラスク風



(c) チョコレート菓子



(d) 粒状パフ



図9 作製した試作品の例

#### 4 おわりに

大麦糠の食品素材としての有効活用を目的として、当該原料を二軸エクストルーダーにより加工を行う際の、原料配合や加工条件が押出品品質に及ぼす影響を検討し、以下の知見を得た。

- (1) 大麦糠には、大麦粉と比べて糖質が少なく、食物繊維、たんぱく質、脂質が多く含まれていた。また、不溶性食物繊維含量が高く、 $\beta$ -グルカンを含む水溶性食物繊維は大麦粉より少なかった。この傾向は内層糠よりも外層糠にて顕著であった。
- (2) 内層糠に穀類副原料を配合することで押出品の膨化が促進され、テクスチャー測定における最大荷重及び平均ピーク深さが低下し食感の改質につながる事が分かった。特に、糠を高い割合で配合する場合は、副原料に米粉を用いることで膨化促

進及び食感改質に高い効果が得られた。外層糠は、大麦粉への配合が少量であっても膨化が極端に抑制される結果となり、押出加工には適さないものと考えられた。

- (3) 二軸エクストルーダーによる加工条件のうち、スクリーパターン及びスクリー回転数が押出品の膨化度及びテクスチャー特性に大きく影響することが分かった。対原料加水率及びバレル加熱温度は、テクスチャー特性のうち最大荷重点の歪みに影響し、押出品のくだけやすさに関与することが明らかとなった。

- (4) 押出品そのものは若干の穀物臭を感じたが、チョコレート素材と合わせることで穀物臭が感じにくくなった。押出品を用いて試作した菓子は、類似の市販品と比べても遜色ない食味であり、主に菓子類の原料として活用できる可能性を見出した。

食品ロス削減や未利用資源の有効活用は、持続可能な社会実現の観点から、一般消費者においても社会全体の課題として認知が広がりつつある。大麦糠を有効活用した商品は、これらの課題に対応した取り組みとして新たな付加価値の提供を可能とし、高い市場性を持つものと考えられる。

#### 参考文献

- 1) 青江誠一郎：“日本食生活学会誌”，26 (1)，3-6，(2015)
- 2) 農林水産省：“令和3年産麦類（子実用）の作付面積及び収穫量”，  
[https://www.maff.go.jp/j/tokei/kekka\\_gaiyou/sakumotu/sakkyou\\_kome/mugi/r3/index.html](https://www.maff.go.jp/j/tokei/kekka_gaiyou/sakumotu/sakkyou_kome/mugi/r3/index.html)，  
(参照 2023年3月8日)
- 3) 塔野岡卓司ら：“育種学研究”，13(3)，74-79，(2011)



# Ⅲ 受託研究

Contract Research



受託研究

# 高濃度セルロース繊維複合樹脂における二軸ロール機の混練条件が射出成形条件及び成形時のフィラー凝集・物性に及ぼす影響

八丁 佳功\* 伊藤 繁則\* 佐伯 和彦\*

Effects of Two-shaft Kneading Conditions on Injection Molding Conditions, Filler Agglomeration and Mechanical Properties of High-content Cellulose Fiber Composite Resins

HATCHO Yoshinaru, ITO Shigenori and SAEKI Kazuhiko

高濃度セルロース繊維複合樹脂ペレットの作製において、二軸ロール機の処理条件、射出成形条件、成形品の外観、及び物性の関係について調べた。ロール機の混練温度が高いと成形品は黄変が進んだ。また、混練温度を高くすると引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ及び曲げ弾性率の機械的特性が向上した。このことは、混練温度の上昇によりセルロースの分散性の向上及び相溶化剤とセルロースの結合が促進され、機械特性が向上したと推察される。

Key words: セルロース、複合樹脂、射出成形、ロール機、相溶化剤

## 1 はじめに

プラスチック関連企業では、近年 SDGs を背景に環境に配慮した取組が求められている。その中で、プラスチックの使用量削減を目的とした高濃度フィラー配合ペレットが注目されている。日本コークス工業(株)では、植物由来のセルロース繊維(以下、CeF)(幅:数 $\mu\text{m}$ ~数十 $\mu\text{m}$ )を高濃度に配合した樹脂のニーズが高まっている。そのため、CeFを50wt%以上配合したポリプロピレン(PP)ペレット(以下、CeF/PPペレット)の作製に取り組んでいる。令和4年度の受託研究<sup>1)</sup>において、50wt% CeF/PPペレットの射出成形品にはCeF凝集物とみられる白色部が点在し、成形品の外観不良や物性低下が予測された。また、令和5年度の受託研究<sup>2)</sup>において、相溶化剤(無水マレイン酸変性PP(以下、MAPP))の添加により凝集抑制効果が確認されたものの、十分な分散には至っていない。

そこで、ロール機の処理条件を変えて試作した高濃度CeF複合樹脂ペレットを用いて、射出成形条件と成形品特性(外観、物性)の関係性を明らかにすることで、CeFのさらなる分散性向上を目的とした。

## 2 研究の方法

### 2.1 高濃度CeF複合樹脂ペレットの流れ試験

令和4年度の研究の結果、50wt% CeF/PP4/MAPPペレツ

ト(以下CeF/PP4/MAPPペレット)(PP4:射出成形耐衝撃グレードPP)が最も高い物性を示した<sup>1)</sup>。なお、このペレットに配合されていたMAPPはMAPP1(酸価:26、分子量(Mw):45,000)である。そこで、表1のとおり委託者がロール機の処理温度を検討して作製したNo.1 CeF/PP4/MAPP1(以下、No.1)、及びNo.2 CeF/PP4/MAPP1(以下、No.2)ペレットを用いて、以降の試験を行った。

No.1及びNo.2ペレットのメルトマスフローレイト(MFR)は、メルトインデクサ(宝工業(株)製L-207)を用いて、試験温度190 $^{\circ}\text{C}$ 、公称荷重2.16kgで測定した(JIS K7210:1999 A法参考)。

スパイラルフロー長さは、射出成形機(日精樹脂工業(株)製NEX 80IV-9EG)を用いて、シリンダー温度180 $^{\circ}\text{C}$ 、射出速度(v)3, 10, 100mm/s、金型温度48 $^{\circ}\text{C}$ で成形し、測定した(金型キャビティ寸法:長さ1, 150 $\times$ 幅5 $\times$ 厚さ3mm)。

表1 高濃度CeF複合樹脂ペレットのロール機条件

名称	CeF/ PP4/ MAPP1 <sup>1)</sup>	No. 1	No. 2
ロール温度 (Fin) [ $^{\circ}\text{C}$ ]	210	210	220
ロール温度 (Fout) [ $^{\circ}\text{C}$ ]	155	160	170
ロール温度 (Bin) [ $^{\circ}\text{C}$ ]	150	150	160
ロール温度 (Bout) [ $^{\circ}\text{C}$ ]	150	150	160
ペレタイザ (P) [ $^{\circ}\text{C}$ ]	170	170	180

\* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

表2 射出成形条件

シリンダー温度[°C]	保圧への変圧時間[s]	金型温度[°C]	射出速度[mm/s]
180	0.1	48	5, 10, 100

2.2 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの射出成形

No.1 及び No.2 のペレットを箱形乾燥機 ((株)松井製作所製 P0-50SH-J) で 80°C、6 h 予備乾燥した後、射出成形機 (日精樹脂工業(株)製 NEX 80IV-9EG) を用いて、表2の条件で成形した。

2.3 成形品の外観評価

成形品の外観は目視により評価した。また、No.1 及び No.2 の成形品の分光反射率は、分光測色計 (コニカミノルタセンシング(株)製 CM-2600d) を用いて、光源 D65、視野 10°、測定径 8 mm、正反射光除去 (SCE) 方式で測定した。

2.4 成形品の物性評価

射出成形により得られた成形品をゲートカットして JIS K7139 : 2009 のダンベル形引張試験片タイプ A1 を作製した。また、ダンベル形引張試験片の一部を樹脂試験片ノッチ加工機 ((株)安田精機製作所製 No.189-PNCA) を用いて加工し、短冊形試験片を作製した。

作製したダンベル形引張試験片の引張強さ、弾性率は、JIS K 7161-1 : 2014 により万能材料試験機 (50 kN) ((株)島津製作所製 AG-50kN-XV (特型)) を用いて、試験速度  $v_1=0.5$  mm/min、 $v_2=5$  mm/min (速度切替位置 : ひずみ 0.3%) で測定した。引張弾性率の測定には接触式伸び計 ((株)島津製作所製 SSG50-10SH、標線間距離 50 mm) を用いた。短冊形試験片の曲げ強さ、弾性率は JIS K 7171 : 2016 により万能材料試験機 (50 kN) を用いて、支点間距離 64 mm、試験速度 2 mm/min で測定した。曲げ弾性率の測定にはたわみ測定装置 ((株)島津製作所製 3 点曲げ試験用たわみ測定装置) を用いた。

3 結果及び考察

3.1 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの流れ試験

CeF を含まない PP4 (以下、ニート PP4)、令和 4 (2023) 年度に作製した CeF/PP4/MAPP1 ペレット、No.1 及び No.2 ペレットの MFR、及びスパイラルフロー長さを表3に示す。CeF を添加したペレットは、ニート PP と比較して MFR が大幅に低下し、同等な値を示した。スパイラルフロー長さについても、CeF を添加したペレットは、ニート PP に比べて低下し、同等な値を示した。後述するが、大幅に低下した MFR を示す CeF/PP4/MAPP1 ペレットと同様に、No.1 及び No.2 ペレットも射出成形が可能であつ

た。

表3 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの MFR とスパイラルフロー長さ

試験片	MFR [g/10min]	スパイラルフロー長さ [mm]		
		v=3	v=10	v=100
ニート PP4 <sup>1)</sup>	49.4	470~ 480	490~ 500	510~ 520
CeF/PP4/MAPP1 <sup>1)</sup>	0.6	-	310~ 320	350~ 360
No.1	0.7		290~ 300	340~ 350
No.2	0.9		310~ 320	350~ 360

3.2 高濃度 CeF 複合樹脂成形品の外観評価

各ペレットの射出成形条件と成形性の結果を表4に示す。令和5年度研究において、CeF/PP4/MAPP1 ペレットは、射出速度 v=5, 10, 100 mm/s の全ての条件で成形可能であったが、No.1 及び No.2 ペレットは、射出速度 v=5 mm/s ではショートショットとなり成形できなかった。射出成形が可能であった No.1 及び No.2 の成形品の

表4 高濃度 CeF 複合樹脂ペレットの成形条件と成形性

	シリンダー温度 [°C]	保圧への変圧時間 [s]	金型温度 [°C]	射出速度 : v [mm/s]		
				5	10	100
CeF/PP4/MAPP1 <sup>2)</sup>	180	0.1	48	○	○	○
No.1				×	○	○
No.2				×	○	○

○ : 成形可能、× : 成形不可 (ショートショット)



図1 No.1 及び No.2 の射出成形品の外観写真 (a) No.1 v=10 mm/s、(b) No.1 v=100 mm/s、(c) No.2 v=10 mm/s、(d) No.2 v=100 mm/s

外観写真を図1に示す。図1により、すべての射出成形品において黄変が観察された。射出速度  $v=10$  mm/s の成形品には、CeF の凝集物とみられる白色部が多く点在しているが、 $v=100$  mm/s の成形品には少ない傾向があった。

図2に No.1 及び No.2 の成形品の分光反射率 (SCE) を示す。CeF/PP4/MAPP1 成形品と比較すると、No.1 及び No.2 とともに  $L^*$  値 (正の値が大きいほど明るい) が小さくなる傾向があり、暗色になることが分かった。一方、 $a^*$  値 (正の値が大きいほど赤色が強い) 及び  $b^*$  値 (正の値が大きいほど黄色が強い) は No.1 及び No.2 とともに大きい傾向があり、成形品がより黄褐色化していることが分かった。表1に示したロール機条件のとおり CeF/PP4/MAPP1 ペレットよりも、No.1 及び No.2 ペレット作製時のロール機温度が高いため、熱による CeF の変色が、成形品の暗色化及び黄褐色化の原因と考えられる。

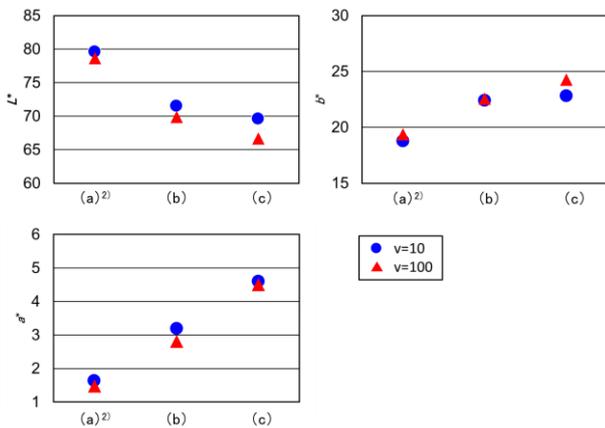


図2 CeF/PP4/MAPP1 成形品の分光反射率 (SCE)  
(a) CeF/PP4/MAPP1 成形品、(b) No.1 成形品、  
(c) No.2 成形品

### 3.3 高濃度 CeF 複合樹脂成形品の物性評価

成形品の引張試験と曲げ試験の結果を図3に示す。ニート PP と比較して、CeF を添加した他の3種類の成形品では引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、曲げ弾性率が高くなっており、CeF の補強効果が現れていることを示している。

さらに、CeF/PP4/MAPP1 成形品に比べて、No.1 及び No.2 成形品の特性が向上した理由は、後者の混練温度が高いため、樹脂の粘度が低下し CeF の分散性が高まり、機械的特性が向上したものと考えられる。また、相溶化

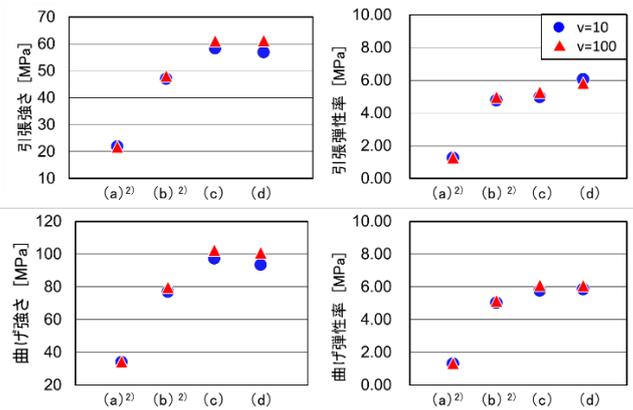


図3 CeF/PP4/MAPP1 成形品の機械的特性  
(a) ニート PP4、(b) CeF/PP4/MAPP1、(c) No.1 成形品、  
(d) No.2 成形品

剤を用いたセルロースの混練において、相溶化剤のカルボキシル基とセルロースの水酸基間でエステル反応が起こり、化学結合形成により機械的特性が向上することが知られていることから<sup>3)</sup>、No.1 及び No.2 成形品では、エステル化反応が促進されたと推察される。

## 4 おわりに

ロール機の処理条件を変えて作製した高濃度 CeF 複合樹脂ペレットを用いて射出成形を行い、成形品の外観及び物性を評価した結果、次の知見を得た。

- (1) ロール機の混練温度を高くすると、成形品は暗色となり、黄褐色化が進んだ。
- (2) No.1 及び No.2 の成形品では、射出速度  $v=10$  mm/s より速い  $v=100$  mm/s の方が、CeF 凝集部が少ない傾向であった。
- (3) ロール機の混練温度を高くすると、成形品の引張強さ、引張弾性率、曲げ強さ、及び曲げ弾性率が増加した。

## 参考文献

- 1) 小林愛雲, 渡辺克人: "栃木県産業技術センター研究報告", 20, 29-36, (2023)
- 2) 小林愛雲, 八丁佳功: "栃木県産業技術センター研究報告", 21, 47-54, (2024)
- 3) Wulin Qiu, Takashi Endo, and Takahiro Hirotsu 工藤清孝: "Transactions of the Materials Research Society of Japan", 29, 5, 2475-2478 (2004)



# IV 重点研究

Selected Research



## 重点研究

## 未利用野菜の活用に向けたブランチング及び乾燥方法に関する研究

金井 悠輔\* 伊藤 和子\*

Study on Blanching and Drying Methods for Processing Unutilized Vegetables  
KANAI Yusuke and ITOH Kazuko

未利用野菜の有効活用を目的とした乾燥処理において、ブランチング及び乾燥方法が食材の品質に及ぼす影響を検討した。アクアガスによるブランチング処理は熱湯処理と同等の殺菌効果があり、遊離糖・遊離アミノ酸の損失も抑制された。温風乾燥は、特に高温での乾燥において褐変が生じやすい一方で、香ばしく濃厚な香気成分を付与した。また、湿球温度制御による乾燥効率化は、乾球温度の設定により異なる結果となった。減圧乾燥は中心部の水分が抜けにくい食材の乾燥に効果的であり、真空凍結乾燥は色調の変化や食品成分の損失が少なく、食材本来の香気を保持する特徴が認められた。

Key words: 野菜、ブランチング、乾燥、殺菌、香気成分

## 1 はじめに

近年、国における SDGs やカーボンニュートラルへの対応として、食品ロス削減に関する施策が実施されている。栃木県においても、令和3年度に「栃木県食品ロス削減推進計画」が策定され、食品関連事業者及び消費者における食品ロス削減に向けた取組を促進している。

食品製造業者においては、規格外原料や加工による端材・残渣が発生するケースが多く、食品ロスにつながっている。これらの利用法として乾燥野菜が挙げられ、パン・菓子・麺などの生地に配合するなどの用途が考えられる。一般的に乾燥野菜は、ブランチングにより殺菌した上で乾燥させるが、従来から採用されている熱湯処理や温風乾燥などの方式では色調や風味、機能性成分含量の低下など、品質低下が課題となる場合があった。

一方、近年は高品質な農産加工技術として、高温の微細水滴を含んだ常圧の過熱水蒸気雰囲気（アクアガス）<sup>1)</sup>によるブランチング技術や、庫内の乾球温度に加えて湿度（湿球温度）を制御する乾燥機<sup>2)</sup>などが実用化されており、これらの技術を活用することで乾燥野菜の高品質化が期待されるが、効果が十分に検討されていない。

本研究は、県内の食品製造業で多く発生している未利用野菜等を対象とし、種々のブランチング方法や乾燥方法が品質に及ぼす影響を調査することで、これらの技術の有効性を検証するとともに、用途に応じた適切な乾燥加工条件を選択するための基礎的な知見を取得することを目的として実施した。

## 2 研究の方法

## 2. 1 試料及び試料の調製

県内企業に対する未利用野菜発生状況のヒアリング結果を踏まえ、本研究で対象とする食材としてシイタケ、ニラの茎、タマネギを選定した。シイタケは上三川町で菌床栽培されたものを使用し、柄を切除した傘部分を厚さ5 mmにスライスした。ニラの茎は真岡市のカット野菜加工業者において端材として生じたものを使用し、流水で洗浄後、長さ約5 cmにカットした。タマネギは宇都宮市内小売店で購入した黄タマネギを使用し、外皮を剥き流水で洗浄後、厚さ5 mmにスライスした。

乾燥品の品質評価においては、超遠心粉碎機（ヴァーダー・サイエンティフィック製 ZM300）により粉碎したものを分析用試料とした。

## 2. 2 ブランチング処理

各試料を沸騰水中で任意の時間加熱することで熱湯処理とした。アクアガス（以下、AQG）処理はアクアッカー（株）タイヨー製作所 AQ-25G-SD5-OH）を使用し、条件は庫内温度：115℃、ポンプストローク：200、ファン回転速度：20 Hzとした。各試料を穴あきホテルパンに置き、任意の時間加熱した。なお、AQGに関する詳細については既報<sup>1)</sup>を参照されたい。乾燥試験におけるブランチング処理は60秒のAQGを適用した。

## 2. 3 乾燥試験

## 2. 3. 1 温風乾燥

温風乾燥（以下、AD）は電気式小型乾燥機（木原製作所製 SM10S-EH-DPC）により行った。本装置は、熱風を循環・再利用することで庫内の温度（乾球温度）に加えて

\* 栃木県産業技術センター 食品技術部

湿度(湿球温度)を管理・制御する機能(以下、DDS)を有し、これにより乾燥物の急激な乾燥による乾燥物の表面硬化・変形を抑制するとともに使用熱量の削減が期待されている<sup>2)</sup>。乾燥条件は乾球温度 70℃・湿球温度 45℃または乾球温度 50℃・湿球温度 35℃とし、比較として同じ乾球温度で DDS を使用せず強制排気させる条件でも実験した。各試料 3 kg を同時に乾燥棚に並べ、乾燥中の品温の経過を熱電対で計測しながら乾燥を行った。

### 2. 3. 2 減圧乾燥

減圧乾燥(以下、VD)は角型真空定温乾燥器(ヤマト科学製 DP410)により行った。試料 1 kg をステンレス製ザルに並べ、室温で 6 時間減圧乾燥した後、6 時間かけて庫内温度を 50℃まで昇温させ、その後 12 時間 50℃を維持して乾燥した。

### 2. 3. 3 真空凍結乾燥

真空凍結乾燥(以下、FD)は真空凍結乾燥機(日本テクノサービス製 FD-10BM-S)により行った。各試料 3 kg をステンレスバットに入れ予備凍結し、棚温度-40℃で 24 時間減圧後、40℃まで段階的に昇温させて凍結乾燥処理を行った。

## 2. 4 品質評価

### 2. 4. 1 一般生菌数

各方式によるブランチング後の試料を滅菌袋に入れ、庫内温度 4℃のブラストチラーで急冷したものを生菌数測定用の試料とした。生菌数は食品衛生検査指針<sup>3)</sup>に準拠し、標準寒天培地を用いた混釈平板培地法により 35℃、2 日間培養し、一般生菌数を計数した。

### 2. 4. 2 乾燥品の水分・水分活性・色調

乾燥品の水分は電子式水分計(島津製作所製 MOC-120H)により測定し、条件は試料量: 5 g、測定モード: Auto、終了条件: 0.05%、設定温度: 120℃とした。また、水分活性は水分活性測定装置(novasina 製 LabMASTER-aw NEO)により測定した。色調は分光測色計(コニカミノルタ製 CM-5)により測定し、FD 品の色調を基準色として各乾燥品の  $\Delta L^*$ 、 $\Delta a^*$ 、 $\Delta b^*$ を求めた。

### 2. 4. 3 遊離糖

乾燥前の試料については、試料 10 g に 80%(v/v)エタノール 50 mL を加えホモジナイズし、15 分間の超音波抽出を行った。抽出液を 80%(v/v)エタノール 10 mL 及び水で 100 mL に定容し、5A ろ紙及び 0.45  $\mu\text{m}$  メンブレンフィルターでろ過したものを試験溶液とした。乾燥品については、試料 1 g にエタノール 5 mL、次いで 80%(v/v)エタノール 25 mL を加え、15 分間の超音波抽出及び 15 分間の振とう抽出を行った。水で 50 mL に定容し、3,000 rpm で 15 分間の遠心分離を行い、上清を 0.45  $\mu\text{m}$  メンブレンフィルターでろ過したものを試験溶液とした。

遊離糖の分析は HPLC(島津製作所製 Prominence)により行った。分析条件は、移動相: アセトニトリル/水=75/25、流速: 1 mL/min、カラム: Shodex Asahipak NH2P-50 4E (4.6×250 mm、5  $\mu\text{m}$ )、カラム温度: 30℃、検出器: 示差屈折計、注入量 10  $\mu\text{L}$  とした。シイタケについてはトレハロース、ニラの茎及びタマネギについてはフルクトース、グルコース、スクロースを主な遊離糖として測定した<sup>4), 5), 6)</sup>。

### 2. 4. 4 遊離アミノ酸

2. 4. 3 で調製した抽出液を遊離アミノ酸測定用の試験溶液とし、HPLC(島津製作所製 Nexera X2)による自動プレカラム誘導体化法により測定した。各アミノ酸量の総和を遊離アミノ酸総量とした。

### 2. 4. 5 ケルセチンアグリコン相当量

渡辺らの方法<sup>7)</sup>に従った。すなわち、タマネギ乾燥粉末 200 mg に希釈液(エタノール/水/塩酸=50/20/8) 12 mL を加えて密閉し、ボルテックス後に 5 分間の超音波抽出を行った。次いで 90℃のオープン中で途中攪拌しながら 60 分間の加水分解を行った。放冷後、内容物を 20 mL 全量フラスコに移し、メタノールで定容して 0.45  $\mu\text{m}$  メンブレンフィルターでろ過したものを試験溶液とした。定量は HPLC(島津製作所製 Prominence)により行い、分析条件は、移動相: メタノール/0.85%リン酸=1/1、流速: 1 mL/min、カラム: 化学物質評価研究機構 L-column2 ODS (4.6×250 mm、5  $\mu\text{m}$ )、カラム温度: 35℃、検出器: PDA 検出器 (370 nm)、注入量 10  $\mu\text{L}$  とした。

### 2. 4. 6 香気成分

乾燥品 1 g に適量の水を加え、加熱脱着装置(Gerstel 製 TDU2)付き DHS-GC/MS(Agilent Technologies 製 5977B)により揮発性成分の測定を行った。吸着剤は Carbopack B&X + Shincarbon-X を使い、その他の条件は既報<sup>8)</sup>に従った。検出された化合物から、Aroma Office 2D(Gerstel 製)によりにおいを有する化合物のみ抽出してピーク面積値を求めた。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 ブランチング方法に関する検討

#### 3. 1. 1 殺菌効果

ブランチング前後の一般生菌数測定結果を表 1 に示す。シイタケ及びタマネギは、いずれの殺菌方法でもほぼ無菌状態まで殺菌された。ニラの茎においては熱湯処理・AQG 処理ともに同程度の殺菌効果が見られたが、参考に葉についても同様に試験したところ AQG 処理において多くの菌が残存する結果となった。ニラの葉は扁平であるため、重なり合った箇所が AQG に曝されず、試料表面に付着している菌が生残したものと推察した。した

表1 ブランチング品の一般生菌数 (cfu/g)

条件	シイタケ	ニラの茎	ニラの葉	タマネギ
未処理	$9.1 \times 10^5$	$4.2 \times 10^6$	$8.5 \times 10^5$	$2.1 \times 10^2$
熱湯 30 秒	300 $\geq$ (0)	$5.2 \times 10^2$	$2.7 \times 10^2$	300 $\geq$ (0)
60 秒	300 $\geq$ (0)	$1.7 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$	300 $\geq$ (0)
AQG30 秒	300 $\geq$ (15)	$6.2 \times 10^2$	$1.2 \times 10^3$	300 $\geq$ (0)
60 秒	300 $\geq$ (0)	$3.8 \times 10^2$	$1.6 \times 10^3$	300 $\geq$ (0)

( ) 内は実測値

が、AQG 処理は熱湯処理と同等の殺菌効果が認められるものの、試料形状によっては均一に AQG に曝す工夫が必要であると考えられた。

### 3. 1. 2 ブランチング後の形状

ブランチング後の試料形状を比較すると、シイタケは熱湯処理により形状が顕著に収縮している様子が確認され(図1)、シイタケを構成する菌糸の熱による軟化に加え、熱湯への成分の流出が起きている可能性が考えられた。AQG 処理では比較的元の形状を維持しており、フリーズドライ製法など、生鮮の形状保持が必要な場合には AQG 処理が効果的であると考えられた。一方、ニラの茎及びタマネギは熱湯処理による顕著な収縮は見られず、食材の組織の強度によって収縮の程度に違いがあるものと考えられた。



図1 ブランチング法による外観比較 (シイタケ)

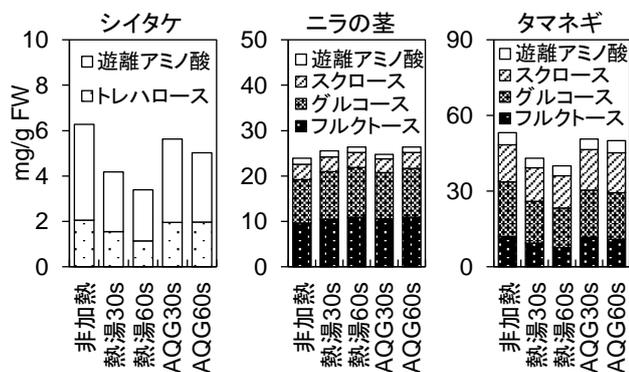


図2 ブランチング品の遊離糖・遊離アミノ酸総量

### 3. 1. 3 遊離糖・遊離アミノ酸

熱湯処理による成分流出の可能性が考えられたため、試料中の遊離糖及び遊離アミノ酸総量を測定した(図2)。シイタケ・タマネギでは熱湯処理によりいずれも減少し、AQG 処理では高い割合で保持されることが明らかとなった。AQG 処理において食材が接触する水量は熱水処理と比較して大幅に少なく、水溶性成分である糖・アミノ酸の溶出は限定的であり、成分損失を低減できたものと推察した。一方、ニラの茎を熱湯処理しても成分減少は確認されなかった。水溶性成分は下処理の際の切断面から最も多く溶出するものと予想されるが、ニラの茎は試料表面積に占める切断面の割合が小さく、熱湯処理によっても成分が溶出しにくいものと考えられた。

以上の検討結果から、AQG 処理は熱湯処理と同等の殺菌効果があり、かつ成分損失を抑制できる優れた方法と判断し、以降の乾燥試験におけるブランチング処理は AQG 処理(60 秒)を適用した。

### 3. 2 野菜の乾燥方法に関する検討

#### 3. 2. 1 DDS による乾燥速度

AD の乾燥速度は、製造効率に加え食材への熱ダメージを低減するためにも重要な性能である。そこで、DDS による乾燥速度への影響を検証した。品温が設定乾球温度に到達するまでの時間を乾燥に要した時間と捉え乾燥速度を評価したところ、乾球温度 70℃ の場合、いずれの食材でも DDS を使用することで使用しない場合と比べて到達時間が約 2/3 に短縮し、乾燥速度の向上が認められた(表2)。一方で、乾球温度 50℃ の場合では、全ての食材において DDS の使用により逆に到達時間が延長した。乾球温度 50℃ では DDS を使用せずとも急速な表面硬化が生じにくいことが推察され、湿度の保持がかえって乾燥速度を低下させたことが原因と思われる。このため、DDS による乾燥速度向上は、乾球温度や、乾燥物の表面硬化の起きやすさに影響を受けるものと考えられた。

表2 温風乾燥試験の乾球温度到達時間(h)

	タマネギ	ニラの茎	シイタケ
AD70-1	5.5	8.1	5.4
AD70-2	3.7	5.3	3.7
AD50-1	5.8	9.1	5.6
AD50-2	8.4	11.8	8.8

AD70-1: 乾球温度 70℃・DDS 不使用(強制排気)

AD70-2: 乾球温度 70℃・DDS 使用(湿球温度 45℃)

AD50-1: 乾球温度 50℃・DDS 不使用(強制排気)

AD50-2: 乾球温度 50℃・DDS 使用(湿球温度 35℃)

表3 乾燥品の水分・水分活性

	シイタケ		ニラの茎		タマネギ	
	水分	Aw*	水分	Aw	水分	Aw
AD70-1	3%	0.04	9%	0.06	18%	0.14
AD70-2	3%	0.05	9%	0.06	17%	0.14
AD50-1	4%	0.07	29%	0.72	20%	0.24
AD50-2	4%	0.09	33%	0.77	20%	0.26
VD	4%	0.10	11%	0.09	19%	0.31
FD	3%	0.04	10%	0.04	17%	0.06

\*Aw：水分活性 乾燥条件は表2注釈と同じ

3. 2. 2 水分・水分活性

乾燥食品の保存性のために重要な指標である水分及び水分活性を評価した。シイタケ・タマネギはいずれの方法でも十分に乾燥していたが、ニラの茎は乾球温度50℃のADにおいて水分・水分活性とも高く、乾燥が不十分であった(表3)。一般的に陸上植物は、乾燥をはじめとする環境ストレスから自らを保護するため、特殊な表皮組織を有している。上述のとおりニラの茎は切断面が狭く、表皮細胞面積が広いことから乾燥が阻害されたものと推察した。一方で、VDでは良好に乾燥されており、減圧による沸点降下に加え、中心部の水分が切断面まで強制的に移行されることで乾燥が促進したものと考えられた。以上のことから、ADでは内部の水分が抜けにくい食材についてはVDが効果的であると結論づけた。

3. 3 乾燥方法による乾燥品品質への影響

3. 3. 1 色調

各方式による乾燥品を目視確認したところ、いずれの食材もFDによるものが最も生鮮の色調に近かったため、FDを基準として他の方式の色調を評価したところ、ADではいずれの食材もΔa\*及びΔb\*が高い傾向があり、褐変が認められた(表4)。その中でもシイタケは褐変の程度が小さかった。褐変の原因として還元糖とアミノ酸とのメイラード反応が考えられ、還元糖をほとんど含まないシイタケは褐変しにくいものと推察した。また、いずれの食材もVDでは褐変の程度が小さく、FD及びVDは色調の保持に効果的な乾燥法であると考えられた。

表4 乾燥品の色調

	シイタケ			ニラの茎			タマネギ		
	ΔL*	Δa*	Δb*	ΔL*	Δa*	Δb*	ΔL*	Δa*	Δb*
AD70-1	-5	2	2	-7	12	2	-17	10	17
AD70-2	-5	2	3	-9	11	1	-19	11	16
AD50-1	-3	1	0	-13	9	0	-4	3	9
AD50-2	-3	1	0	-17	9	-1	-6	3	11
VD	-3	0	1	-2	1	-2	-4	-1	9

基準色：各食材のFD品 乾燥条件は表2注釈と同じ

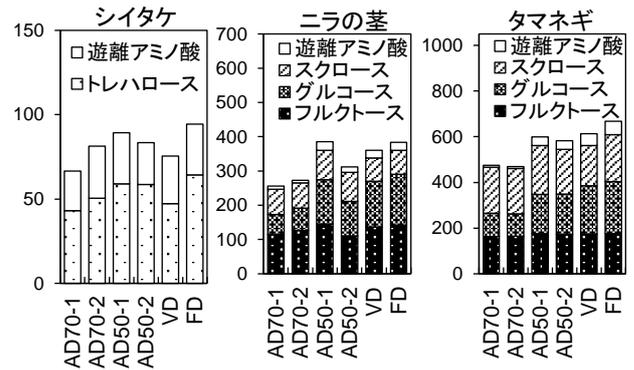


図3 乾燥品の遊離糖・遊離アミノ酸総量

単位：mg/g DW 乾燥条件は表2注釈と同じ

3. 3. 2 遊離糖・遊離アミノ酸

乾燥品の遊離糖及び遊離アミノ酸量を評価したところ、ニラの茎・タマネギでは乾球温度70℃のADにより遊離アミノ酸が大きく減少し、遊離糖のうち還元糖であるグルコースも低値を示した(図3)。この2検体は最も褐変の激しかったものであることから、メイラード反応により両物質が消費された結果と推察した。シイタケでは遊離アミノ酸量に変化がないことも、色調の評価結果と合致した。この結果から、還元糖を多く含む食材は、低温での乾燥法によりメイラード反応を抑制することで、甘味・旨味物質を保持できるものと考えられた。

3. 3. 3 香気成分

シイタケ及びタマネギ乾燥品の香気成分を評価したところ、どちらの食材もADではroasted, butter様の香ばしく濃厚な香りが多く、乾燥時の熱によりこれらの香気成分が生成したものと考えられた(図4)。一方、VD及びFDではgreen, sulfur, fruity, sweet様の素材本来の香りの割合が高かった。これらの方式は熱による影響が小さく、食材本来の香気を維持しやすい特徴があると考えられた。

3. 3. 4 機能性成分

機能性表示食品等の開発において重要となる機能性関与成分として、シイタケ中のGABA、タマネギ中のケルセチンアグリコン含有量への影響を評価した(図5)。GABAは乾球温度50℃のADにて比較的高い値を示した。AQG処理後も残存した内在酵素により、乾燥中に新たにGABAが生成した可能性が考えられたが、詳細は不明である。ケルセチンは乾燥方法による差は小さいものの、比較的低温での乾燥法により高い含有量を示した。ケルセチンはフェノール性水酸基の酸化により分解することが知られており<sup>9)</sup>、高温でのADではわずかに酸化分解が促進したものと推察した。機能性成分は種類により乾燥時の挙動が異なることから、成分ごとに詳しく検証する必要があるものと考えられた。

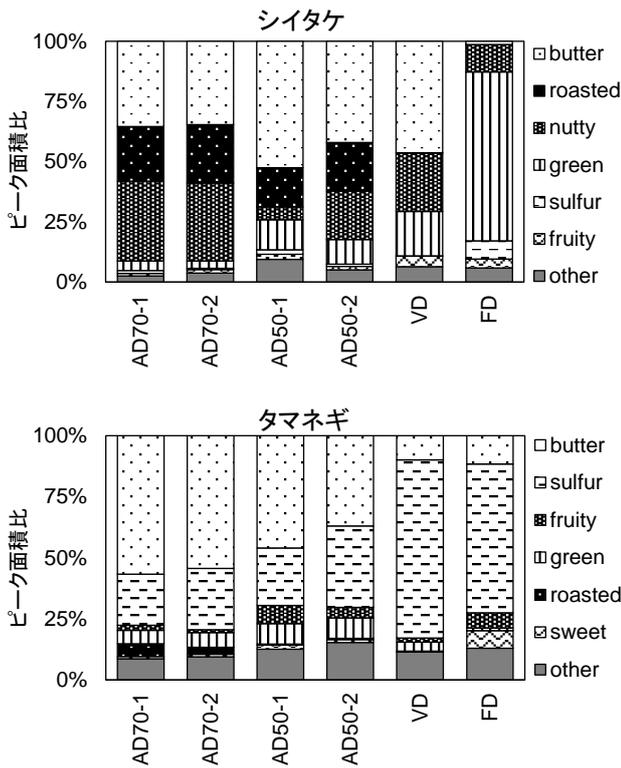


図4 シイタケ・タマネギ乾燥品の香り成分  
乾燥条件は表2注釈と同じ

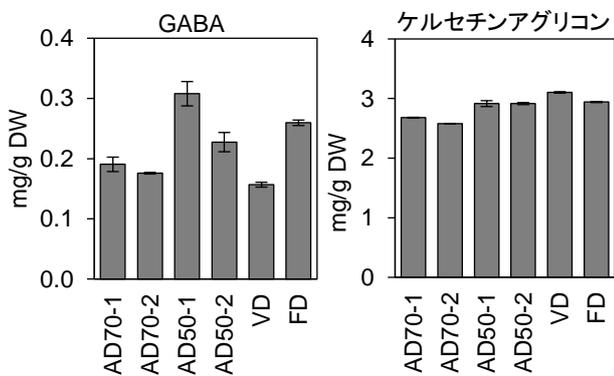


図5 機能性関与成分への影響

乾燥条件は表2注釈と同じ エラーバー：標準偏差 (n=2)

#### 4 おわりに

未利用野菜等の乾燥加工において必要となるブランチング処理及び乾燥処理について、処理方式及び条件が品質に及ぼす影響を検討した結果、それぞれの特徴や適した用途を以下のとおり整理することができた。食品ロス削減の重要性は一般消費者にも浸透しつつあり、食品製造業者においても食品ロス削減の機運が高まっている。今後は、本研究で得た知見を活用し、未利用野菜等の活用を目指す企業の技術支援に取り組んでいく。

(1) AQG 処理は、熱湯処理と同等の殺菌効果があり、かつ試料形状を保持し、食品成分の損失も抑制でき

た。このことから、素材本来の呈味成分保持や、フリーズドライなどの形状保持が求められる場合のブランチング法として特に有効な手段である。一方、試料の形状によっては表面が均一に AQG に曝されるよう工夫が必要である。

- (2) メイラード反応による褐変は、AD において発生しやすいものの、香ばしく濃厚な香気を付与する特徴を有し、特に還元糖を多く含む食材を高温で処理することで顕著に見られた。一般的に AD は、VD や FD と比較して装置の構造が単純で装置コストが低いと考えられるため、低コストが求められる場合や、加熱香気を活用した素材開発において有効である。
- (3) DDS により、AD における乾燥速度を向上できる可能性が見出されたが、本機能を効果的に活用するためには、乾球温度などの条件を十分に検証する必要がある。なお、本研究では検証していないが、DDS により乾燥速度が向上されれば、食材が受ける熱量も低下し褐変や香気の変化も低減できる可能性が考えられた。
- (4) 食材の構造上、AD では内部の水分が抜けにくく、十分に乾燥されない食材については VD が有効である。褐変も僅かであり、各種成分への影響も少ないため高品質な乾燥が可能である。
- (5) 食材本来の形状や色調、香気の保持が求められる場合には FD が有効である。ただし、製造コストの高い乾燥方式であるため、製品単価の高い高付加価値商品の開発において特に効果的である。

#### 謝 辞

本研究の実施にあたり、ニラの茎を御提供いただきました成田食品(株)栃木工場に深く感謝します。

#### 参考文献

- 1) 五十部誠一郎：“日本食生活学会誌”，17 (3)，193-197，(2006)
- 2) 木原康博ら：“日本食品工学会誌”，24 (2)，A-4-7，(2023)
- 3) (公財)日本食品衛生協会：“食品衛生検査指針 微生物編 改訂第2版 2018”，大和綜合印刷(株)，152-158，(2018)
- 4) 田淵諒子ら：“日本きのこ学会誌”，28 (4)，175-181，(2020)
- 5) 池田英男ら：“園芸学研究”，6 (2)，217-221，(2007)
- 6) 永井耕介ら：“日本食品低温保蔵学会誌”，18 (4)，141-147，(1992)

- 7) 渡辺純ら：“Analytical Science”，28 (12)，1179-1182，(2012)
- 8) 伊藤和子ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，No.21，41-46，(2024)
- 9) 鈴木雅博ら：“東北農業研究”，56，259-260，(2003)

# V 經常研究

Ordinary Research



経常研究

チタン合金のエンドミル加工における MQL の油剤が工具寿命に及ぼす影響

石原島 弘明\* 近藤 弘康\* 水掬 文剛\*

Effect of Various Oils on Tool Life in MQL Milling of Titanium Alloys  
ISHIHARAJIMA Hiroaki, KONDO Hiroyasu and MONDORI Bungo

動粘度の異なる油剤を用いてチタン合金の MQL エンドミル加工実験を行い、油剤の物性が工具寿命に及ぼす影響を調査した。その結果、 $V_c=200$  m/min、 $f_z=0.05$  mm/tooth、 $a_p=3.0$  mm、 $a_e=0.5$  mm の摩耗試験では全ての油剤で工具摩耗が進行せず、 $a_e=0.75$  mm の摩耗試験では動粘度の大きい油剤は工具摩耗を抑制した一方、動粘度が小さい油剤は急激に摩耗が進行した。 $a_e=1.0$  mm の摩耗試験では試験初期に工具が大きく損傷した。低負荷の切削条件では油剤の動粘度は工具寿命に影響を及ぼさない一方、オイルミスト効果が得られる境界付近の切削条件では動粘度が大きい方が工具摩耗を抑制すると考えられる。

Key words: 工具摩耗、MQL、エンドミル加工、チタン合金、動粘度

1 はじめに

航空機製造業は低コスト化の要求が高まっており、県内の航空機部品サプライヤは加工機の消費電力低減や工具コストの低減などで低コスト化に取り組んでいる。

微量の油剤をキャリアガスでオイルミストにして供給する方式である MQL (Minimal Quantity Lubrication) は低コスト化のための技術の一つとして、従来用いられる油剤供給方法の高圧クーラントに代わり注目されている。当センターで実施した先行研究<sup>1)</sup>では、航空機部品を模擬したチタン合金の中荒加工に MQL を適用することで、高圧クーラントに比べて 10 倍以上の工具寿命が得られ、工具の長寿命化による低コスト化に寄与できることが明らかになった。

一方で、MQL に用いる油剤の物性と工具寿命の関係は明らかになっていないことが多く、チタン合金のエンドミル中荒加工においても油剤の物性と工具寿命の関係について報告は少ない。

そこで本研究では、異なる物性の油剤を用いてチタン合金の MQL エンドミル中荒加工を行い、油剤の物性が工具寿命に及ぼす影響を調査した。

2 研究の方法

2.1 物性測定による油剤の選定

本研究の油剤は、市販のエステル系油剤を対象を絞り選定した。エステル系の油剤は金属表面への吸着作用があり、油膜の形成を促す<sup>2)</sup>ことから、微量の油剤を加工点へ供給する MQL と相性が良いと考えたためである。

選定した油剤 3 種とその物性を表 1 に示す。なお、表 1 の油剤 B は先行研究で用いた MQL 専用油剤 (フジ BC BLUEBE LB-1) である。MQL 加工の油剤について、動粘度は工具寿命に影響があると報告<sup>3)</sup>されているため、本研究では動粘度が異なる油剤を選定した。

表 1 の値はいずれも 40℃におけるカタログ値であり、室温 20℃前後の試験環境において、オイルミストとして刃先に触れて濡れ広がる瞬間は 40℃に到達していないことが考えられる。そこで、動粘度測定器 (東京計器 B 型粘度計 BL) を用いて 20℃における動粘度を測定した。また、ホットスターラ (ASONE RSH-1A) を用いて温度を 40℃に保持して測定し、実測値とカタログ値との比較を行った。そして、各油剤が工具に付着した際の濡れ広がり方を評価するため、接触角計 (共和界面科学 DMS-400YS) を用いて接触角の測定を行った。接触角測定も測定環境を 20℃程度とし、試験の環境に近い条件で実施した。いずれの測定も 3 回実施し、それぞれの平均の値を測定結果とした。

表 1 選定した油剤と物性(カタログ値)

	油剤A	油剤B	油剤C
動粘度@40℃ m <sup>2</sup> /s	60	37	5
引火点 ℃	310	312	175
流動点 ℃	-	-	-5
凝固点 ℃	-5	-10	-

\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

## 2. 2 油剤と工具摩耗の関係の調査

### 2. 2. 1 新品工具による摩耗試験

加工機は5軸マシニングセンタ (DMG 森精機 DMF180) を使い、摩耗試験用被削材はチタン合金 (Ti-6Al-4V)、工具は新品のラジラスエンドミル (株洲工具 GM2R-D10.0R1.0) を使用した。装置段取りを図1に示す。オイルミスト供給は供給装置 (フジBC 技研 Bluebe TypeFK) で行った。刃先-ノズル間距離は50 mm、刃先-ノズル角度は約30°とした。なお、オイルミストは工具の進行方向に対して左側面から供給した。工具とノズル、被削材の位置関係を図2に示す。

試験条件を表2に示す。切削力の測定は切削動力計 (日本キスラー 9257B) に固定した切削力測定用被削材 (チタン合金、Ti-6Al-4V) を切削し、各切削長・潤滑条件の切削力とした。また、切削力測定後に加工機内に設置したカメラで刃先の観察をした。摩耗試験用被削材の切削、切削力測定、刃先の観察を1セットとし、切削長が10 mに到達するまで2 mごとに実施した。

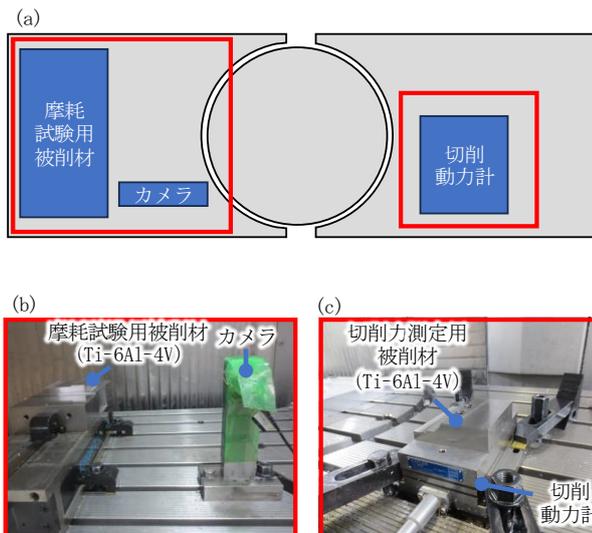


図1 装置段取り

(a) 加工機内の配置

(b) 摩耗試験用被削材、カメラ配置

(c) 切削動力計配置

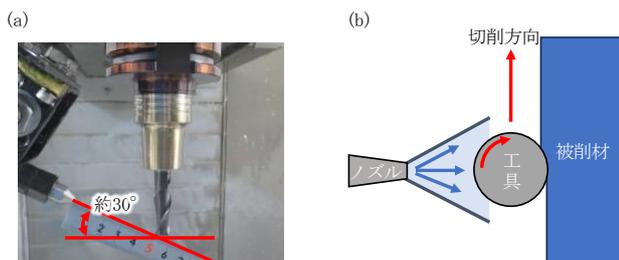


図2 工具とノズル、被削材の位置関係

(a) ノズル配置外観 (b) MQL吐出方向

表2 試験条件

工具	形状		ラジラスエンドミル
	直径	D	10 mm
	コーナ半径	R	1.0 mm
	コーティング		TiAlN
	母材		超硬
	刃数	n	2
切削条件	切削速度	Vc	200 m/min
	1刃送り	fz	0.1 mm/tooth
	軸方向切込み	ap	3.0 mm
	半径方向切込み	ae	0.5 mm
潤滑条件			高圧クーラント MQL (油剤A, B, C)
オイルミスト	エア入り口圧		0.7 MPa
吐出条件	オイル吐出量		30 ml/h

### 2. 2. 2 同一工具による切削力測定

2. 2. 1の試験で現れる切削力の差には油剤の特性の影響と、工具の個体差や取り付け時の刃先振れ等、油剤以外の影響を含む可能性が考えられる。そこで、油剤のみの影響を評価するため、2. 2. 1の油剤Bの0-10 m 摩耗試験後の工具を用いて、表3に示す試験条件で同一工具における各潤滑条件の切削力を測定した。

表3 試験条件

切削条件	切削速度	Vc	100, 200 m/min
	1刃送り	fz	0.05, 0.1 mm/tooth
	軸方向切込み	ap	3.0 mm
	半径方向切込み	ae	0.5 mm
潤滑条件			高圧クーラント MQL (油剤A, B, C)
オイルミスト	エア入り口圧		0.7 MPa
吐出条件	オイル吐出量		30 ml/h

### 2. 2. 3 高負荷条件による摩耗試験

2. 2. 1の摩耗試験では切削長が短いため、十分に油剤の影響が現れないことが考えられる。そこで、より高負荷の条件で摩耗試験を実施し、油剤の影響を調査した。試験条件を表4に示す。

表4 試験条件

切削条件	切削速度	Vc	200 m/min
	1刃送り	fz	0.1 mm/tooth
	軸方向切込み	ap	3.0 mm
	半径方向切込み	ae	0.75, 1.0 mm
潤滑条件			MQL (油剤A, B)
オイルミスト	エア入り口圧		0.7 MPa
吐出条件	オイル吐出量		30 ml/h

### 3 結果及び考察

#### 3.1 物性測定による油剤の選定

動粘度と接触角の測定結果を表5に示す。いずれの油剤の動粘度も40℃の値よりも20℃の値が大きく、室温の環境では40℃の状態よりも硬いことを示している。また、接触角は油剤A、油剤B、油剤Cの順番で小さくなった。動粘度が大きいほど形成された油剤が剥がれにくく、接触角は小さいほど濡れ性が良く、油膜の形成に有利であることを示している。そのため、油膜の剥がれにくさは油剤Aが、油膜の形成しやすさは油剤Cが優れていると考えられる。

表5 油剤A~Cの測定値

	油剤A	油剤B	油剤C
動粘度@20℃ (m <sup>2</sup> /s)	125	77	6.3
動粘度@40℃ (m <sup>2</sup> /s)	55	35	4.5
接触角 (°)	32	27	10

接触角写真

#### 3.2 油剤と工具摩耗の関係の調査

##### 3.2.1 新品工具による摩耗試験

切削開始から終了までの範囲の中央50%における主分力の1切込みごとのピーク最大値の平均値を図3に示す。高圧クーラントは工具摩耗に伴う切削力の上昇が見られたが、油剤A、B、Cの切削力はいずれも横ばいに推移した。また、油剤B、A、Cの順で切削力が小さい結果となった。

摩耗試験前、4m切削後、10m切削後の各刃先の写真を図4に示す。高圧クーラントは摩耗が見られるが、油剤A、B、Cはいずれも摩耗は見られなかった。これは、本摩耗試験においてオイルミスト効果が得られ、摩耗を抑制したためと考えられる。

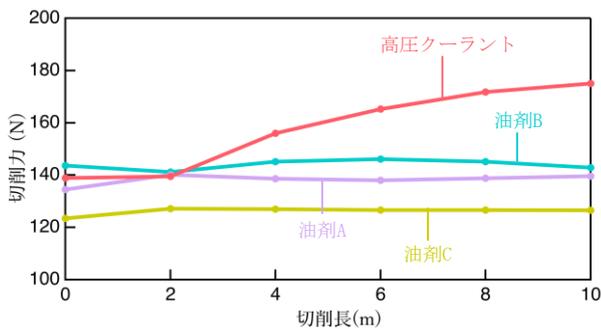


図3 0-10 m摩耗試験 切削力推移

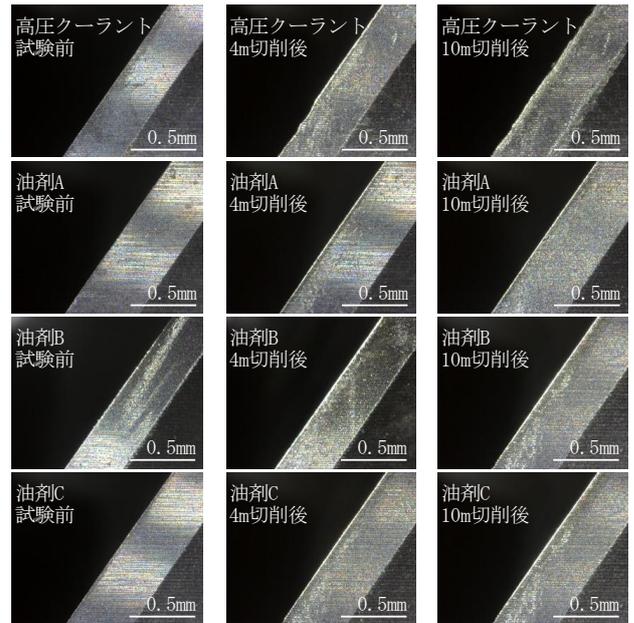


図4 試験開始前、4 m切削後、10 m切削後の工具先端から1 mm付近の刃先写真

##### 3.2.2 同一工具による切削力測定

図5に切削力の各切削条件の比較を示す。切削力の算出方法は3.2.1と同様である。各切削条件における各油剤の切削力に有意差は見られなかった。したがって、3.2.1で見られた油剤A、B、Cの切削力の差は工具に由来するものであり、Vc=200 m/min, fz=0.1 mm/tooth, ap=3 mm, ae=0.5 mmの切削条件では油剤による潤滑性能の差は現れなかったと考えられる。

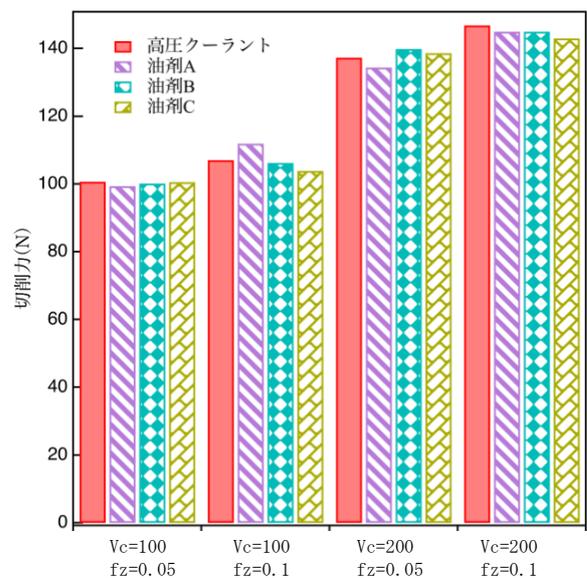


図5 各条件の切削力

### 3. 2. 3 高負荷条件による摩耗試験

$a_e=0.75$  mm の摩耗試験の切削力の推移を図 6、摩耗試験前、10 m 切削後、20 m 切削後の工具先端から 1 mm 付近の刃先写真を図 7 に示す。なお、切削力の算出方法は 3. 2. 1 と同様である。油剤 A は切削力が横ばいに推移し、刃先の摩耗を抑制した一方、油剤 B は切削長 6 m 以降で切削力が大きく増加し、刃先に大きな摩耗が見られた。

$a_e=1.0$  mm の摩耗試験は、油剤 A は切削長 0.25 m、油剤 B は摩耗試験実施前(切削長 0 m)の切削力測定中に工具が大きく損傷したため、試験を中止した。

$a_e=1.0$  mm では摩耗試験の初期に急激に摩耗が進行したことから、高負荷な条件においては工具表面の油膜が損なわれ、刃先に溶着が発生し、溶着物の噛み込みや脱落などで摩耗が進行したと考えられる。一方、 $a_e=0.75$  mm では動粘度が大きい油剤 A は摩耗の進行が抑制され、動粘度が小さい油剤 B では摩耗が進行したため、オイルミスト効果が得られる境界付近の切削条件では動粘度が大きい方が工具表面の油膜が剥がれず、工具摩耗を抑制すると考えられる。

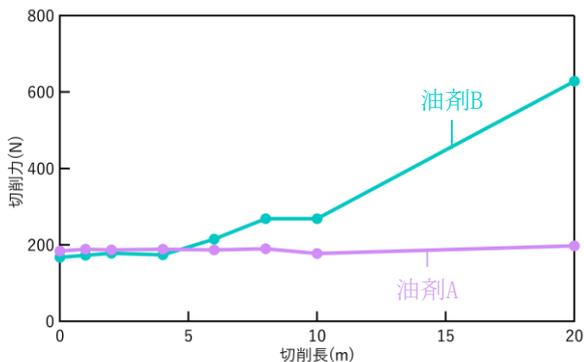


図 6  $a_e=0.75$  mm の 0-20 m 摩耗試験切削力推移

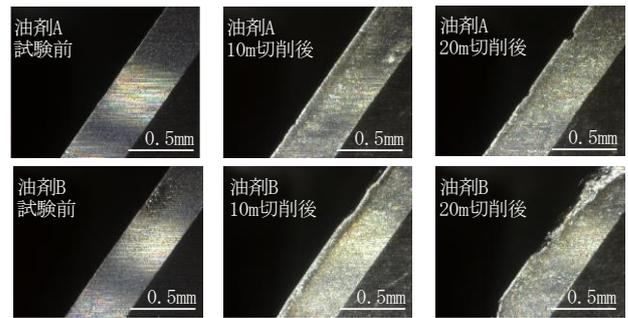


図 7  $a_e=0.75$  mm の試験開始前、10 m 切削後、20 m 切削後の刃先写真

### 4 おわりに

本研究では、高压クーラントと物性の異なる MQL 油剤を用いてチタン合金の切削試験を実施し、以下の知見を得た。

- (1)  $V_c=200$  m/min,  $f_z=0.1$  mm/tooth,  $a_e=0.5$  mm の摩耗試験 (切削長 10m まで) では全ての油剤で工具摩耗が進行せず、油剤による切削力の推移の違いは見られなかった。
- (2)  $V_c=200$  m/min,  $f_z=0.1$  mm/tooth,  $a_e=0.75$  mm の摩耗試験 (切削長 20m まで) では動粘度が大きい油剤 A は摩耗の進行を抑制した一方、動粘度が小さい油剤 B は急激に摩耗が進行した。
- (3)  $V_c=200$  m/min,  $f_z=0.1$  mm/tooth,  $a_e=1.0$  mm の摩耗試験では油剤 A, B ともに試験初期に工具が大きく損傷した。
- (4) 低負荷の切削条件では、油剤の動粘度は工具寿命に影響を及ぼさない一方、オイルミスト効果が得られる境界付近の切削条件では動粘度が大きい方が工具摩耗を抑制すると考えられる。

### 参考文献

- 1) 近藤 弘康ほか: "栃木県産業技術センター研究報告", 19, 1-5, (2022)
- 2) 若林 利明ほか: "Journal of the Japan Petroleum Institute", 51(3), 134-142, (2008)
- 3) 松岡 寛憲ほか: "日本機械学会論文集 C 編", 72(720), 2641-2649, (2006)

経常研究

# 被削材保持方法が加工面品質および工具寿命に及ぼす影響

棚原 貴登\* 近藤 弘康\*

Effect of Workpiece Clamping Method on Surface Quality and Tool Life  
TANAHARA Takato and KONDO Hiroyasu

切削加工において一般的な保持方法であるバイス、サイドクランプ、バキュームクランプを対象に、被削材保持方法が加工面品質及び工具寿命に及ぼす影響を調査した。加工時の切削力や加速度、加工後の表面粗さ等を評価した結果、被削材の突出量や保持力の変化が加工時の加速度及び表面粗さに影響を及ぼしていることが分かった。また、加工時の加速度が小さいほど、工具が長寿命となることが分かった。

Key words: 切削加工、保持方法、加工面品質、工具寿命、加速度

## 1 はじめに

切削加工を行う航空機部品製造業等の加工現場では、被削材形状やテーブルレイアウト等を踏まえて、バイス、サイドクランプなど様々な固定治具を用いて被削材を固定し、製品の切削加工を行っている。

一方、各固定治具の実使用環境下における保持状況は明確になっておらず、固定方法によっては加工振動が発生し、加工面品質の低下や工具寿命の悪化を引き起こす可能性がある<sup>1)</sup>。

板厚の薄い立壁形状がある製品などにおいては、元の素材形状がブロック材であれば加工順序を工夫することで、被削材の強度を保ちつつびり振動を抑制し、良質な加工面に仕上げることが一般的である。

しかし、厳しい歩留まり改善を求められる昨今は形材からの加工も増加しており、従来行われている被削材強度を保ちながらの加工が難しいケースもある。その場合、限られたクランプ代(しろ)を用いて被削材を保持し、いかに精度よく低コストで加工できるかが重要となる。

そのため、被削材保持方法と加工面品質及び工具寿命の関係を明らかにすることができれば、クランプ代が限られた材料においても高精度かつ低コストでの加工につながる。

そこで本研究では、一般的によく用いられるバイスをはじめ、複数の固定方法において被削材保持方法と加工面品質及び工具寿命の関係を調査する。

## 2 研究の方法

### 2. 1 被削材保持方法が加工面品質に及ぼす影響

#### 2. 1. 1 保持力・突出量変更試験

加工機は3軸マシニングセンタ(安田工業 YBM640V3)、被削材はSS400(100x100x100mm)を用いた。また、加工工具はφ6mmスクエアエンドミル(ユニオンツール C-CES2060)を振れの影響を抑えるため、グラインダで1枚刃に刃落とし後、後述の本試験条件で予め切削長5mm加工により初期摩耗させた工具を使用した。切削条件は、切削速度100m/min、1刃送り0.1mm/tooth、軸方向切込み3mm、径方向切込み0.2mmのドライ加工とし、バイスによる保持力及び突出量を表1の条件で変更させて、試験No1~16の切削試験を行った。

表1 試験条件(保持力及び突出量)

試験No	保持力[kN]	被削材突出量[mm]
1	5	60
2		70
3		80
4		90
5	10	60
6		70
7		80
8		90
9	20	60
10		70
11		80
12		90
13	30	60
14		70
15		80
16		90

\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

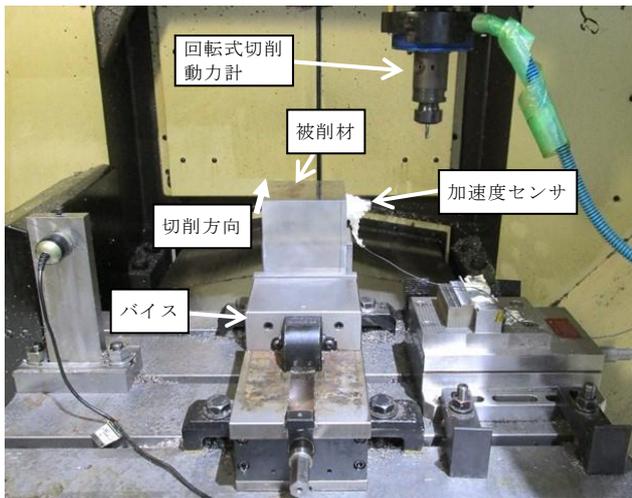


図1 保持力・突出量変更試験段取り

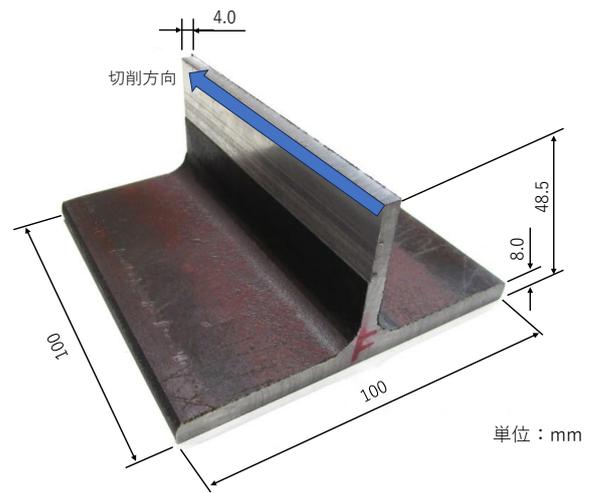


図2 T形被削材形状



図3 T形被削材切削試験段取り

バイス (左)、サイドクランプ (中)、バキュームクランプ (右)

段取りは図1のとおりとし、バイス(ナベヤ LTCV125)で保持した被削材をエンドミルで加工した際の切削力を回転式切削動力計(日本キスラー 9123B1212)で取得した。

また、被削材に取付けた加速度センサ(小野測器 NP-2120)で加工時の加速度を取得した。

なお、切削力については主分力と送り分力の合力を評価した。

### 2. 1. 2 T形被削材切削試験

加工機は3軸マシニングセンタ、被削材は形材の薄い立壁加工を想定したSS400のT形被削材(図2)を用いた。また、加工工具はφ6mmスクエアエンドミルを2.1.1と同処理、同切削条件で使用した。保持方法はバイス、サイドクランプ(イマオコーポレーション CP134-05009)、バキュームクランプ(自作)を用いて、それぞれ切削試験を行った。各保持方法における被削材保持力を表2に示す。

段取りは図3のとおりとし、回転式切削動力計で切削

力を、被削材に取付けた加速度センサで加速度を取得した。

表2 各保持方法における被削材保持力

被削材保持方法	保持力[kN]
バイス	20
サイドクランプ	3.5
バキュームクランプ	0.696

※バイス保持力は取扱説明書参照の上、トルク管理による  
 サイドクランプ保持力はカタログ値参照  
 バキュームクランプ保持力は万能材料試験機(島津製作所 AG-50KNI M2)で測定

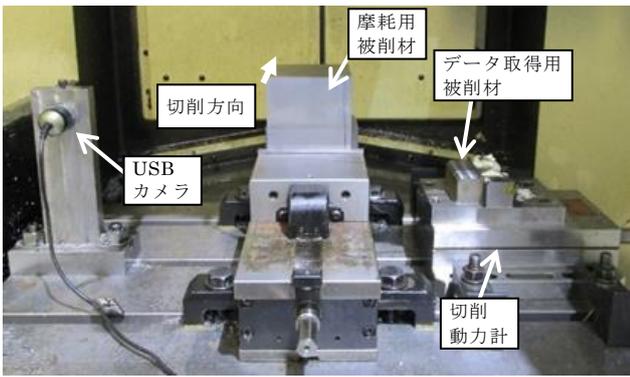


図4 摩耗試験段取り (バイス)

## 2. 2 被削材保持方法が工具寿命に及ぼす影響

加工機は3軸マシニングセンタ、被削材はSS400 (100x100x100 mm) を用いた。また、加工工具はφ6 mm スクエアエンドミルを初期摩耗なしで新品の状態から使用した。切削条件は、切削速度 100 m/min、1 刃送り 0.1 mm/tooth、軸方向切込み 3 mm、径方向切込み 0.2 mm とし、片削りの摩耗試験を刃先が大きく欠けるまで実施した。

なお、図4の段取りで、摩耗用被削材を切削長 10 m 切削ごとに、USB カメラでの刃先撮影を行い、切削動力計 (日本キスラー 9265B) に取付けたデータ取得用被削材を加工することで切削力を取得した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 被削材保持方法が加工面品質に及ぼす影響

#### 3. 1. 1 保持力・突出量変更試験

保持力及び突出量と切削力の関係をそれぞれ図5に示す。切削力は保持力及び突出量による有意差は見られず、すべての条件で±3%に収まる値となった。

次に、保持力及び突出量と加速度の関係をそれぞれ図6に示す。突出量 70 mm 以下では保持力が変わっても加速度は変化が小さいことに対し、突出量 80 mm 以上では、保持力とともに加速度も増加している。バイスの特徴として、保持力を強くすると固定物が上に持ち上がることがあり、20 kN 以上の強い力で保持した際に被削材底面がかさ上げブロックから浮いたことが要因として考えられる。突出量 60 mm 及び 70 mm はバイスでのつかみ代が大きい分、底面が浮いている影響が少なかったが、つかみ代が小さい突出量 80 mm 以上では、底面の支えがないことが加速度増加に影響した可能性がある。

また、突出量と加速度の関係については保持力によって傾きは違うが、全ての保持力で突出量と加速度に相関関係がある結果となった。

さらに、保持力及び突出量と表面粗さの関係をそれぞれ図7に示す。保持力及び突出量と表面粗さの間に相関

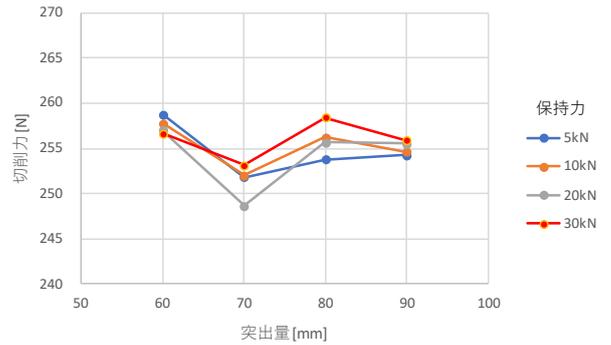
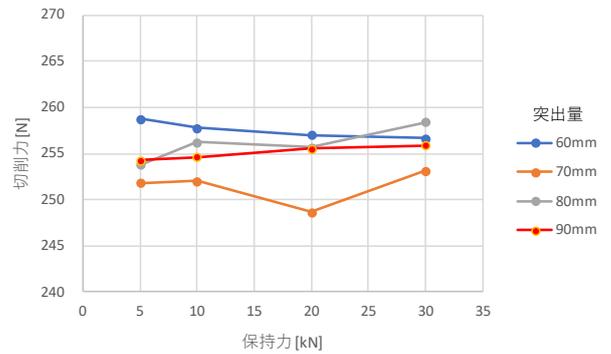


図5 保持力と切削力の関係 (上)  
突出量と切削力の関係 (下)

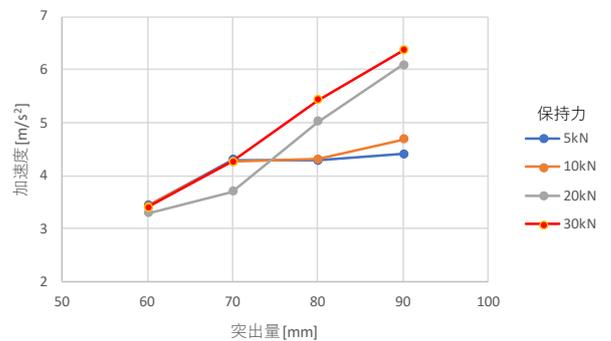
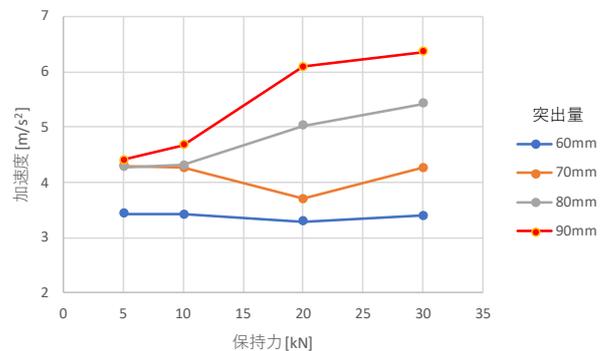


図6 保持力と加速度の関係 (上)  
突出量と加速度の関係 (下)

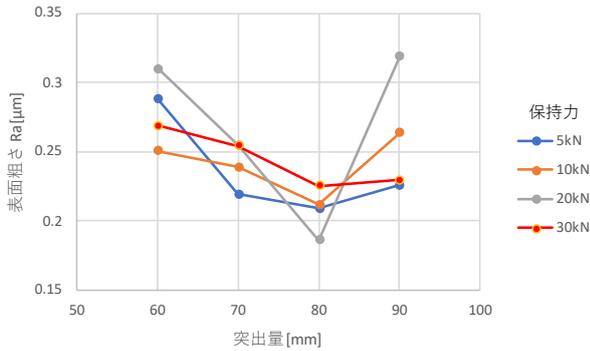
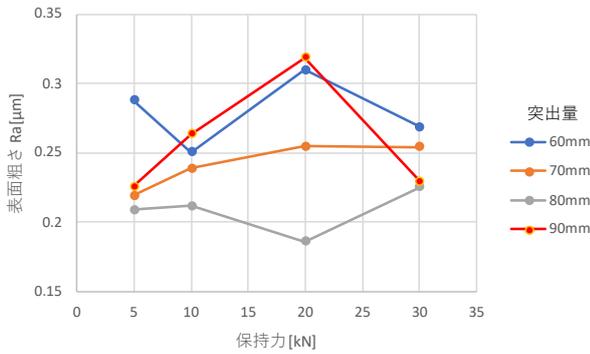


図7 保持力と表面粗さの関係 (上)  
突出量と表面粗さの関係 (下)

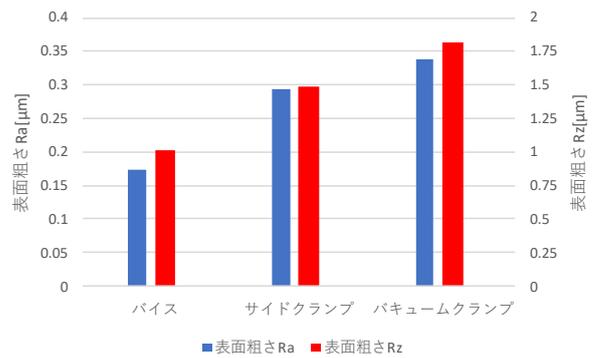
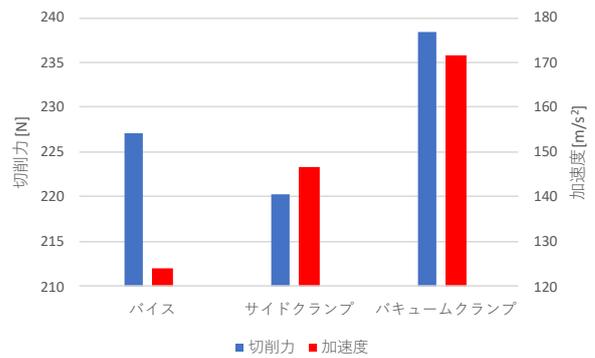


図8 各保持方法と切削力及び加速度の関係 (上)  
各保持方法と表面粗さの関係 (下)

関係は見られなかったが、いずれの条件においても Ra 0.32 μm 以下の結果が得られた。これは、一般的に仕上げとされる良質な加工面と言える。一方、今回の切削条件から得られる理論表面粗さは Ra 0.1 μm のため、理論値からは 3.2 倍の結果となった。

以上の結果から、本試験の条件下において、突出量の増加に伴い、加速度が増加するが、切削力及び加工面に影響を与えるほどではないことが分かった。これは、切削条件が仕上げ用の軽い条件であるのに対し、被削材の剛性が高いことで、切削力及び表面粗さに差が現れ難かったことが原因と考えられる。また、本試験の切削条件、被削材保持条件であれば Ra 0.32 μm 以内の加工面品質が保たれることが分かった。

### 3. 1. 2 T形被削材切削試験

各保持方法と切削力及び加速度の関係、各保持方法と表面粗さの結果を図8に示す。まず切削力について、保持力が強いバイスと比較して、サイドクランプの方が低い値となっている。3. 1. 1のブロック材を用いた試験で、一定以上の保持力があれば切削力に影響がないことから推察すると、今回の結果は被削材形状が影響したと考えられる。剛性の低いT形被削材において、バイスより保持力の弱いサイドクランプでは、工具から逃げる方向に被削材がたわみ、径方向切込みが小さくなったことで切削力が低い値となったことが考えられる。これは、

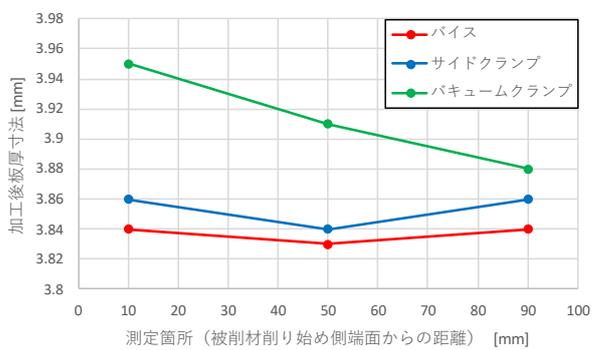


図9 加工後の板厚寸法 (理論値: 3.8mm)

図9に示す加工後の板厚寸法が、バイスよりサイドクランプで 10~20 μm 程度厚く削り残っていることから推察できる。

バキュームクランプで切削力が大きくなった原因については、バイス、サイドクランプと比較して、削り残しが多いのみならず、測定箇所による板厚のばらつきが大きいことから、切削位置によって加工振動の大きさが変わる不安定な加工となったことが考えられる。

加速度については、保持力が弱いバキュームクランプ、サイドクランプ、バイスの順に加速度が大きい結果となった。この結果から、剛性の低いT形被削材において、保持力の減少に伴って被削材の加工振動が大きくなることが分かる。

次に、各保持方法と表面粗さの関係について、表面粗さは加速度と同様に保持力が小さい順に大きい値となり、加工振動の増加が加工面にも表れる結果となった。しかし、値はバキュームクランプでも Ra 0.35  $\mu\text{m}$ 、Rz 2.0  $\mu\text{m}$  以下であり、一般的に仕上げとされる良質な加工面と言える。また、加工後板厚寸法の差は、測定箇所によって、バイスとバキュームクランプで 0.1 mm 以上あることから、表面粗さより加工後板厚寸法の方が保持方法の影響があると考えられる。

以上の結果から、T 形被削材を対象とした本試験において、保持力減少に伴い、加工時の加速度が増加することで、加工面品質を悪化させる可能性があることが分かった。

### 3. 2 被削材保持方法が工具寿命に及ぼす影響

各保持方法の切削長に対する切削力の推移を図 10 に示す。サイドクランプ、バキュームクランプの切削力が大きく上昇した直前の 350 N を工具寿命と仮定すると、図 8 において加速度が小さかったバイス、サイドクランプ、バキュームクランプの順に、工具寿命が長いことが分かる。加えて、加速度が小さいバイスはサイドクランプと比較して 1.3 倍、バキュームクランプと比較して 1.5 倍の工具寿命となった。

次に、試験終了時の工具刃先写真を図 11 に示す。バイスのときは刃先全体が均等に摩耗しているのに対し、サイドクランプ及びバキュームクランプでは、位置によって摩耗具合が異なり、特に切削境界部では局所的な摩耗、欠損が見られる。これは、クランプ位置から遠く加速度が大きい切削境界部で工具に加工負荷がかかり、境界摩耗及び欠損を引き起こしたことが考えられる。

以上の結果から、加工時の加速度が小さい保持方法順（バイス、サイドクランプ、バキュームクランプの順）に工具寿命が長くなることが分かった。

## 4 おわりに

本研究では、バイス、サイドクランプ、バキュームクランプを対象に切削試験を行い、被削材保持方法が加工面品質及び工具寿命に及ぼす影響を評価することで、以下の結果を得た。

- (1) バイスで被削材を保持した場合、被削材の突出量と加工時の加速度に相関関係がある。
- (2) T 形被削材の切削試験において、保持力が弱い保持方法順に加速度及び表面粗さが大きくなったことから、保持力低下が加工面品質を悪化させる可能性がある。また、保持方法の違いは表面粗さ以上に被削材のたわみによる加工後板厚寸法に影響を与える。

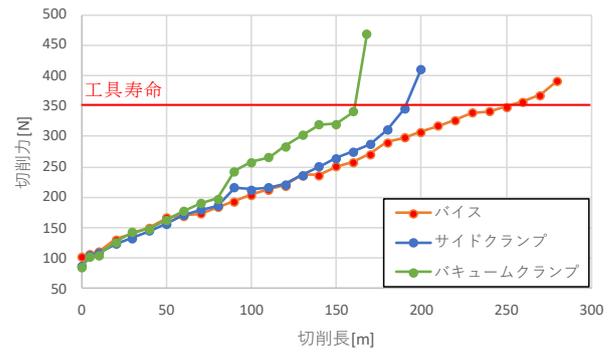


図 10 切削長に対する切削力の推移

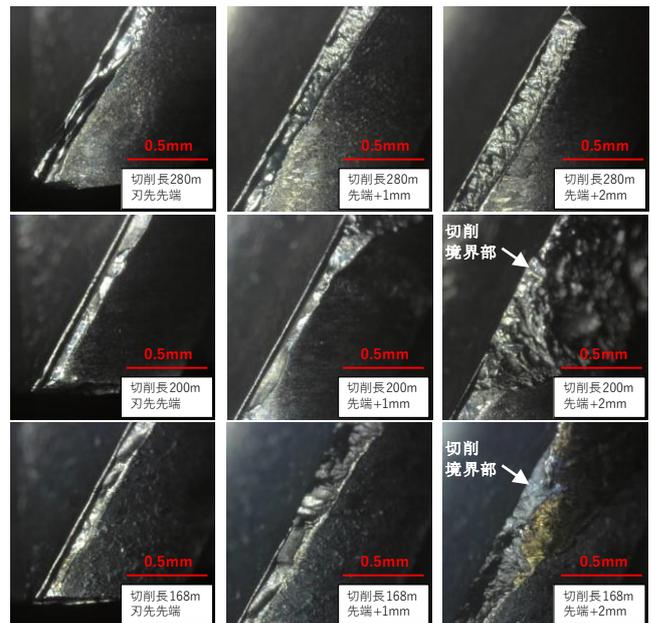


図 11 工具刃先写真（摩耗試験終了時）

バイス(上段)、サイドクランプ(中段)、  
バキュームクランプ(下段)

- (3) 各保持方法において工具摩耗試験を行った結果、加工時の加速度が小さい保持方法順（バイス、サイドクランプ、バキュームクランプの順）に工具寿命が長くなり、バイスはサイドクランプの 1.3 倍、バキュームクランプの 1.5 倍の工具寿命となった。

## 参考文献

- 1) 栗田裕ほか：“日本機械学会論文集”，86(884)，(2020)

経常研究

# X線CTによる空間分解能が測定精度に及ぼす影響

鯉沼 将大\* 坂本 憲弘\*

## Impact of Spatial Resolution on Measurement Accuracy in X-ray CT Dimensional Metrology

KOINUMA Yukihiro and SAKAMOTO Norihiro

X線CT撮影時の空間分解能と測定時の空気-物質境界面定義が寸法測定の精度に及ぼす影響を調査するため、X線CT装置の5, 10, 15, 30, 50, 75, 100, 125 μmの8通りの分解能で4回ずつ、直径2 mmのルビー球をCTスキャンし、その半径を、閾値法と勾配法の2通りの面定義で測定した。空間分解能が小さいほど測定の精度が良く、勾配法では閾値法より誤差が小さいことが示された。勾配法では分解能を30 μm以下とすることで、 $MPE_E$ と同等の精度で測定できる。30 μmより大きい分解能についても、複数回の測定から外れ値を除外して平均値を求めることで $MPE_E$ 程度まで精度が改善する可能性がある。

Key words: X線CT、面定義、測定、分解能、精度

### 1 はじめに

X線CT装置は、一般的な機器では測定が困難な、サンプルの内部形状や、小さなサンプルの寸法測定が可能であることから、測定装置としての運用が活発になってきている。

図1に示すX線CT三次元測定機（以下、「CT」という。）（ニコンMCT225）は、計測用CTとして

$$MPE_E = \pm \left( 9 + \frac{L}{50} \right) \mu\text{m} \quad (1)$$

$MPE_E$ : 最大許容指示誤差、 $L$ : 測定値(mm)の測定精度を有している。CTの測定精度は、位置関係が既知である球体の中心間距離の測定により保証されている。<sup>1)</sup>



図1 MCT225 外観

一方、板幅や球径といった長さ測定や、小さなサンプルの幾何形状測定を行う場合、CT撮影データ内部で空気-物質境界面を設定し、その境界面を基に測定する。境界面を設定する方法については、閾値法と勾配法の2通りから選択可能である。CTで取得したデータは離散的な不透明度の空間分布であり、位置の最小単位であるボクセル（3次元ピクセル）の大きさを表す空間分解能は、境界面の設定に影響を与えることが予想されるが、各境界面定義での測定精度にどの程度作用するかについては保証されていない。

本研究では、長さの測定値に含まれる誤差の傾向を明らかにするため、複数の分解能条件で撮影したサンプルの測定値を比較し、CT撮影時の空間分解能と解析時の境界面定義が測定精度に及ぼす影響を調査した。

### 2 研究の方法

#### 2.1 MCT225による半径の測定

CT撮影における空間分解能が寸法測定の精度に与える影響を調査するため、図2に示す直径2 mmのルビー球を5-125 μmから8通りの分解能で4回ずつ、MCT225で撮影し、VGStudioMax3.2で半径を測定した。

##### 2.1.1 異なる空間分解能でCT撮影

図2に示す直径2 mmのルビー球を5, 10, 15, 30, 50, 75, 100, 125 μmの8通りの分解能で4回ずつ、MCT225の円形CTスキャンにより撮影した。分解

\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

能は、CTが拡大投影系であることを利用して、ルビー球の位置により設定した。撮影対象をCT装置内のステージ上に設置し、その位置をマニピュレータで操作することで、X線源と検出器との間で撮影対象が移動し、検出器の拡大倍率が変化する。撮影条件は、金属フィルタ無し、管電圧150 kV、フィラメント電流80 μA、撮影速度1000 ms/frame、撮影画像数1080とした。再構築にはCT Pro 3Dを用い、ビームハードニングの設定は無し、データ出力形式は16ビットとした。



図2 ルビー球



図3 MLP-3SP 外観

### 2. 1. 2 異なる面定義で半径を測定

CTにより取得したデータをVGStudioMax3.2で解析した。撮影画像から再構築した3次元不透明度分布に空気-物質境界面を設定し、ルビー球の半径を測定した。境界面定義には閾値法と勾配法をそれぞれ用いた。ルビー球半径の測定には、得られた3次元像に球の形状を自動で当てはめる機能を用いた。

### 2. 2 MLP-3SPによる半径の測定

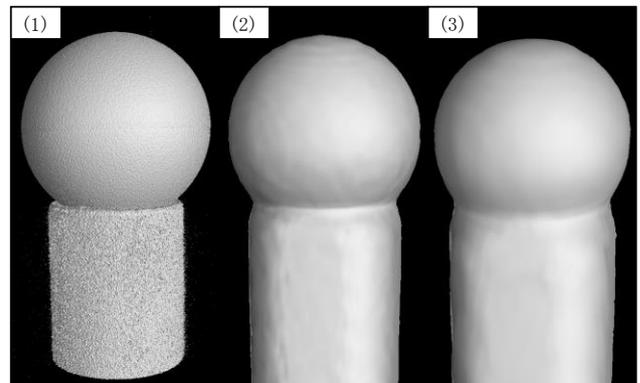
CTでの測定誤差を定量的に評価するため、図3に示す非接触輪郭形状測定機(三鷹光器 MLP-3SP)でルビー球の半径を測定した。MLP-3SPの $MPE_E$ は(2)式で与えられている。MLP-3SPはMCT225より測定精度に優れているため、非接触輪郭形状測定機での測定値を真値と仮定してCTでの測定誤差を評価した。

$$MPE_E = \pm \left( 2 + \frac{20}{1000}L \right) \mu\text{m} \quad (2)$$

## 3 結果及び考察

### 3. 1 CTでの撮影結果

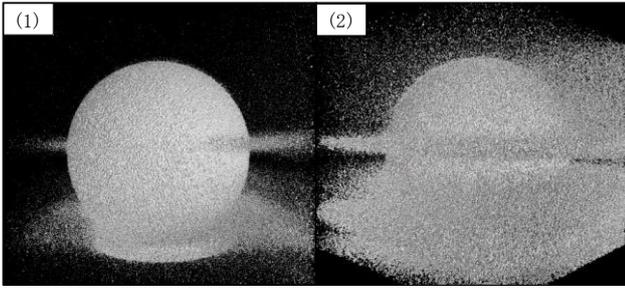
CTで取得した3次元不透明度分布をVGStudioMax3.2で3次元像として表示したものを図4に示す。分解能が大きいほど細部が不明瞭になり、形状が不正確である。一方、分解能5 μmのデータでは細かいノイズを含んでいる。このノイズはルビー球を支持する棒が比重の大きい金属であることに由来する。



(1) 分解能 5 μm (2) 分解能 75 μm (3) 分解能 125 μm

図4 CTで取得した3次元像

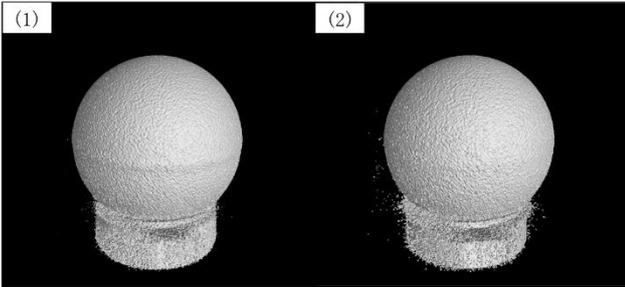
図5に示すように、分解能5 μmのデータについて、勾配法では閾値法と比較してノイズが多い。勾配法では、閾値法における境界面の法線上で不透明度の変化率を計算し、不透明度勾配の大きい箇所に境界面を定義するため、閾値法の時点でノイズのあるデータに勾配法で境界面を設定するとノイズが増加すると考えられる。



(1) 閾値法 (2) 勾配法

図5 最もノイズの多いデータでの3次元像

図6に示すように、このノイズは再構築時の設定により除去することが可能であるが、本研究では条件を揃えて測定をするため、ノイズを含んだ3次元像で半径を測定している。



(1) 閾値法 (2) 勾配法

図6 図5からノイズを除去した3次元像

### 3.2 CTでの測定結果

VGStudioMax3.2による半径の測定値を図7に示す。ルビー球半径は1 mm程度であり、分解能が小さいほどばらつきが小さく、また閾値法と比べて勾配法では測定値のばらつきが小さくなる傾向がみられる。勾配法によりノイズの増加したデータにおいても球面を検出できたため、ノイズが測定値のばらつきに与えた影響は小さいと考えられる。

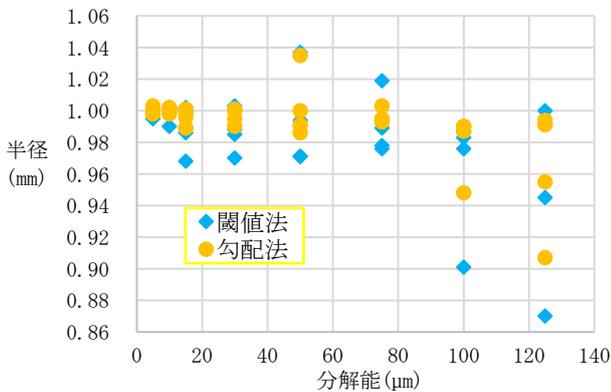


図7 CTによる半径の測定値

### 3.3 MLP-3SPでの測定値

非接触輪郭形状測定機(三鷹光器 MLP-3SP)での測定値を図8に示す。MCT225より精度よく測定できるMLP-3SPでの測定値が1.000 mmであったため、これを真値としてCTでの測定誤差を評価した。

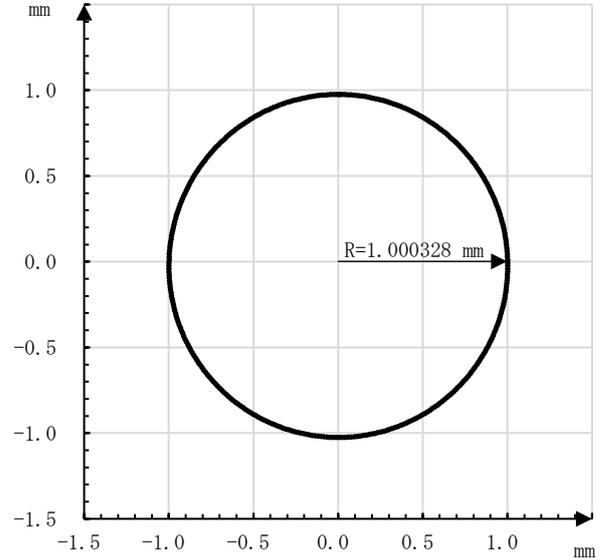


図8 MLP-3SPによる半径の測定値

### 3.4 誤差の評価

図9においてCTでの測定誤差を定量的に評価した。誤差を偶然誤差によるものとする仮定のもと、各分解能におけるN=4での99%信頼区間を算出し、その誤差範囲について、yを誤差(μm)、xを分解能(μm)とする回帰直線を求めた。閾値法での回帰直線は

$$y = \pm(0.52x + 3.80) \quad (3)$$

勾配法での回帰直線は

$$y = \pm(0.33x - 0.58) \quad (4)$$

である。測定値(mm)がL=1となるような球心間距離の測定では、最大許容指示誤差が

$$MPE_E = \pm\left(9 + \frac{L}{50}\right)\mu\text{m} = \pm 9.02\mu\text{m} \quad (5)$$

で表される。したがって、球半径1 mmの測定について、N=4での99%信頼区間がMPE\_Eと同等の誤差範囲となるのは、閾値法で分解能10 μm以下、勾配法で分解能30 μm以下のときである。

#### 4 おわりに

8通りの空間分解能でルビー球をCTスキャンし、2通りの面定義で半径を測定することで、以下の知見を得た。

- (1) いずれの面定義においても分解能が小さいほど誤差が小さい。
- (2) 勾配法では閾値法と比べて誤差が小さい。
- (3) 勾配法では分解能 30 μm 以下において球心間距離の  $MPE_E$  と同等の精度で測定できる。
- (4) 30 μm より大きい分解能においても、複数回の測定から外れ値を除外して平均値を求めることで  $MPE_E$  程度まで精度が改善する可能性がある。

#### 謝 辞

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

#### 参考文献

- 1) 日本工業規格：JIS B 7440-11:2024 製品の幾何特性仕様 (GPS) —座標測定システム (CMS) の受入検査及び定期検査—第 11 部：X 線 CT の原理を用いた座標測定システム
- 2) 松崎和也：“精密工学会誌”，88 (12)，879-882，(2022)

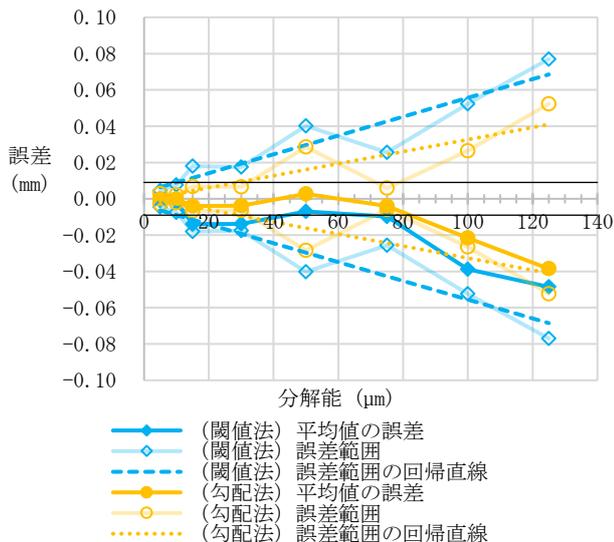


図9 CTでの誤差の評価

図 10 に撮影データごとの誤差を示す。分解能 30 μm 以下のデータについて、各分解能での N=4 での測定値のいずれにおいても勾配法では誤差の大きさが  $MPE_E$  と同等程度である。これより大きな分解能については、4回の測定のうち3回程度について測定値が真値に近く、残りの1回程度について誤差が大きい。このことから、30 μm より大きい分解能においても、複数回の測定から外れ値を除外して平均値を求めることで、球心間距離の  $MPE_E$  と同等程度まで精度が改善する可能性がある。

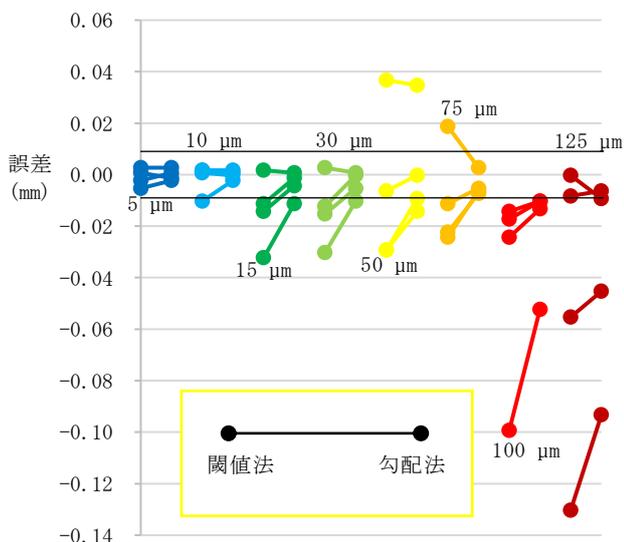


図 10 撮影ごとの誤差

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

経常研究

# ローコード・ノーコードツールを活用した設備の監視に関する研究

上野 貴明\* 高岩 徳寿\*

Research on Equipment Monitoring using Low-code and No-code Tools  
 UENO Takaaki and TAKAIWA Norihisa

本研究では、専門知識を持たない非 IT 人材でも対応可能なローコード・ノーコードツールを活用し、設備状況が可視化できるシステムの構築を目指した。監視設備は、当センター保有の半無響室とし、室内環境を監視するため温度、湿度データを可視化する。その結果、UIFlow と Node-RED の 2 種類のローコード・ノーコードツールを使用し、温度、湿度データの収集及びデータベースへ格納するシステムを試作開発した。また、システムはマイコン部、サーバ部、表示部で構成されており、マイコン部では温度、湿度データを取得しサーバ部に送信、サーバ部では受信したデータをデータベースへ保存、表示部ではデータベース内のデータを可視化し、閾値を超えると黄色や赤など視覚的なアラートを表示する監視が実現できた。

Key words: ローコード・ノーコード、IoT、可視化、センシング、遠隔監視

## 1 はじめに

近年、グローバル化に伴う市場競争の激化や、消費者ニーズの多様化と購買行動の変化に対応するため、DX(Digital Transformation)の必要性が急速に高まってきている。特に日本企業においては、「2025 年の崖」や労働生産性の低さが指摘されており、DX によって生産性を高める取り組みが必要となっている。

しかし DX の推進には、IT システムの活用によるデジタル化が不可欠であり、IT 人材が不足している企業においては、デジタル化の取り組みがなかなか進まないのが現実である。

そうしたなか、専門知識を持たない非 IT 人材でも対応可能なローコード・ノーコードツールが注目を集めており、そ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(Internet of Things)化に関心が高いものの、社内の取り組みで IoT 化を進めるには、センサの選定やマイコンのプログラミング、ネットワーク通信の設定、データベースの構築など、多岐にわたる技術が必要となり、試行的な導入の障壁となっていると考えられる。

そこで本研究では、ローコード・ノーコードツールを活用し、設備状況が可視化できるシステムを容易に構築する事例を創出する。実施にあたり、非 IT 人材がシステム構築する状況を想定し、より簡易的な IoT 化

の実現を目指す。

## 2 研究の方法

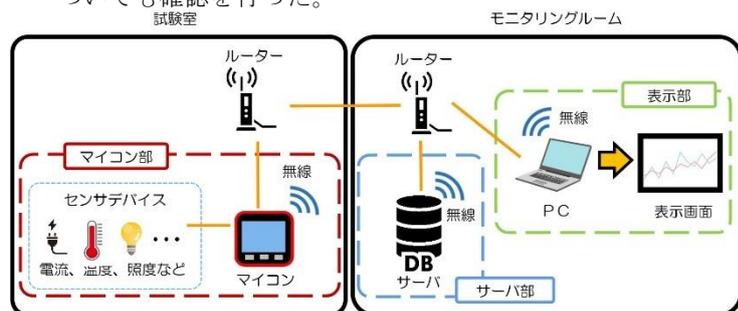
### 2.1 収集データとシステムの構成

工場の金属製品の加工現場や食品業界の HACCP など、企業の製造現場では温度、湿度を監視するニーズが多くある。そこで、企業の製造現場を想定し、当センターの音圧測定の実験室である半無響室を監視設備として、温度、湿度データを収集することにした。

システムの構成図を図 1 に示す。

マイコン部では、環境センサを用いて、設備から温度、湿度データの収集、及びサーバ部へのデータ送信を行う。サーバ部では、受信したデータをデータベースに蓄積、及び蓄積したデータのグラフ化を行う。表示部では、グラフを複数扱うダッシュボードの作成、及びサーバ部にアクセスして表示画面を閲覧する。

なお、データを収集する実験室の LAN とモニタリングルームの LAN は別のネットワークとし、遠隔での監視についても確認を行った。



\* 栃木県産業技術センター 機械電子技術部

## 2. 2 システムの詳細設計

### 2. 2. 1 ハードウェア構成と開発環境

システム全体の主なハードウェア構成を表1に、開発環境を表2に示す。

表1 システムのハードウェア構成

センサデバイス	ENV II (M5Stack 社)
マイコン	M5Stack CORE2 (M5Stack 社)
シングルボード コンピュータ(サーバ)	Raspberry Pi 4 Model B (ラズベリーパイ財団)
ルーター	WSR-2533D (㈱バッファロー)

表2 システムの開発環境

マイコン部	UIFlow <sup>1)</sup> (M5Stack 社)
サーバ部	Node-RED <sup>2)</sup> (OSS)

マイコン部では、温度、湿度データの収集用センサデバイスに、M5Stack 社の環境センサユニットである ENV II を使用し、温度、湿度データの受信及びサーバ部への送信には、同社のマイコンモジュールである M5Stack CORE2 を使用した。M5Stack CORE2 は、データ確認用の LCD スクリーンや通信用の Wi-Fi モジュールなどを内蔵しており、ENV II など同社が取り扱っているセンサデバイスを使用することで、入力電圧の調整等を気にすることなくデータを取得することが可能である。また、同社はマイコンの開発環境用に、Blockly でのビジュアルプログラミングが可能な UIFlow を提供しており、ローコードで開発を行う。

マイコン部から送信されてきたデータを受信するサーバ部では、シングルボードコンピュータである Raspberry Pi 4 Model B (以下、ラズパイ) を採用し、OS には Debian version:12(bookworm) を使用する。開発環境には、フロー形式でのビジュアルプログラミングが可能な Node-RED を使用する。

また、ルーターには BUFFALO 社製の WSR-2533D を使用し、異なるネットワーク間の通信設定を行う。

### 2. 2. 2 サーバ用アプリケーション

サーバで使用するため、ラズパイにインストールするアプリケーションを表3に示す。

表3 使用するアプリケーション

開発環境	Node-RED (OSS)
データベース	InfluxDB <sup>3)</sup> (InfluxData 社)
データ可視化	Grafana <sup>4)</sup> (Grafana Labs 社)

Node-RED は前述したとおり、サーバ部のローコード開発環境として使用する。

サーバ部では、マイコン部で収集した温度、湿度データを一定の時間間隔で受信するため、データを蓄積するデータベースには、高速な読み書きや圧縮に優れた時系列データベースが適している。本研究では、InfluxData 社のオープンソースである InfluxDB を使用する。

表示部では、InfluxDB に蓄積した温度、湿度データを PC で監視するため、表示画面であるダッシュボードを作成する。蓄積データの可視化には、データ可視化アプリケーションである Grafana を使用する。Grafana は、Grafana Labs 社の OSS (Open Source Software) であり、データの可視化に特化したソフトウェアで、InfluxDB にも対応している。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 マイコン部の構築

#### 3. 1. 1 設備からのデータ収集

温度、湿度データ収集用の ENV II とセンサデータを受信する M5Stack CORE2 は、I2C の通信ケーブルを用いて接続した (図2)。

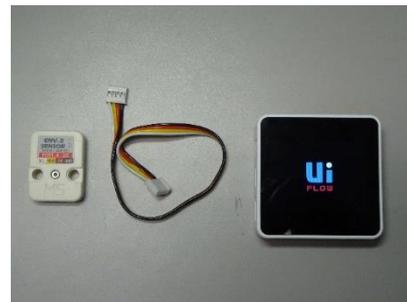


図2 使用したセンサ、ケーブル及びマイコン

温度、湿度データの受信及びサーバ部へのデータ送信するためのプログラムは UIFlow で作成した。

UIFlow は、M5Stack マイコンシリーズの開発環境として M5Stack 社から提供されており、サポートされているセンサ類やマイコン等をグラフィカルに選択することで、Blockly での環境を整えた (図3)。



(a) センサ選択画面

(b) マイコン選択画面

図3 UIFlow のセンサ及びマイコン設定

センサデバイスから受信された温湿、湿度データは、ENV II の温度ブロック及び湿度ブロック（図4）から取得した。また、タイマーブロックを使用して120秒毎にデータを受信した（図5）。



図4 温度ブロック及び湿度ブロック



図5 タイマーブロック

### 3. 1. 2 サーバ部へのデータ送信

M5Stack CORE2 はWi-FiによりLANに接続されているため、収集した温度、湿度データをデータベースサーバに送信する方法として、MQTT通信を使用した。

サーバ部ではNode-REDを使用してMQTT通信の受信部を構築する。マイコン部の送信データは、サーバ部に適応させるため、JSON形式に加工し、MQTT通信で送信した（図6）。

MQTT通信の設定には、サーバ部のアドレスなど、通信先の情報が必要となるため、サーバ部を構築した後に設定を入力した（図7）。

温度、湿度データを収集するLANとサーバを配置したLANは別のネットワークであるため、ルーターの設定が必要となる。今回は、BUFFALO WSR-2533DHPのルーターを使用し、異なるネットワーク間の通信を確立した。



図6 JSON形式への変換と送信



図7 MQTTの設定

## 3. 2 サーバ部の構築

### 3. 2. 1 データベースサーバの構築

ラズパイ（図8）にInfluxDBをインストールし、データベースサーバを構築した。



図8 使用したRaspberry Pi 4 Model B

InfluxDBのインストールを含め、ラズパイの操作にはLinuxのコマンドを使用する必要がある。また、InfluxDBを操作するクエリにはInfluxQLを使用する。

InfluxDBでは、温度、湿度データを蓄積するための保存先として、データベース及びメジャーメントを作成した（図9）。

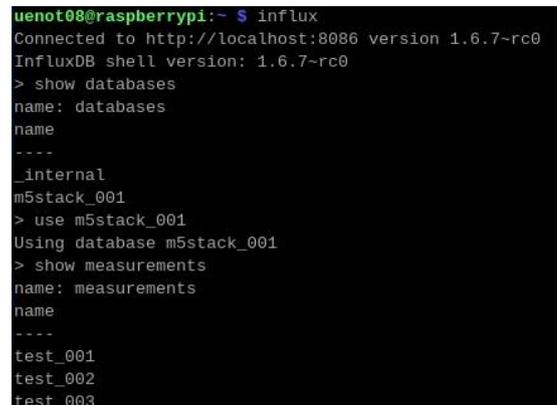


図9 InfluxDBの起動画面

### 3. 2. 2 データの受信と保存

ラズパイではM5Stackから送信されてきた温度、湿度データの受信し、InfluxDBに保存する。そのデータの受け渡しには、ビジュアルプログラミングでローコード開

発が可能な Node-RED を使用した。

ラズパイに Node-RED をインストールし、温度、湿度データを InfluxDB で作成したメジャメントに蓄積するプログラムを作成した (図 10)。

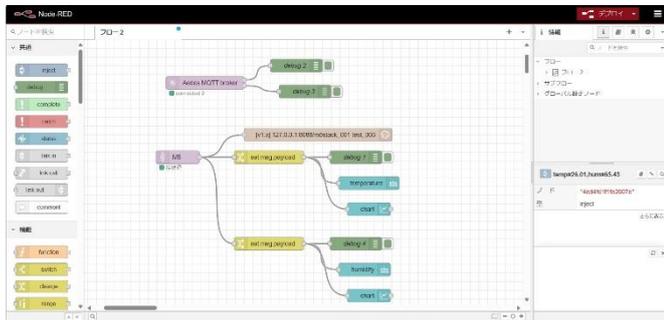


図 10 Node-RED の開発画面

マイコン部から 120 秒毎に MQTT 通信で送信されてきた JSON 形式の温度、湿度データを、Node-RED の mqtt-in ノードを使用して受信した。mqtt-in ノードは mqtt-broker ノードを介してデータの受信を行うため、設定画面からサーバやポート等を指定した (図 11)。



図 11 mqtt-broker ノードの設定

受信したデータを InfluxDB に保存するために influxdb-out ノードを使用した。

120 秒毎に受信した温度、湿度データは、JSON 形式のまま influxdb-out ノードを介して、InfluxDB に蓄積されるため、設定画面から InfluxDB のホストやデータベース名等を指定した (図 12)。



図 12 influxdb-out ノードの設定

### 3. 3 表示部の構築

ラズパイに Grafana をインストールし、外部 PC の Web ブラウザから閲覧できるダッシュボードを作成した。

Linux コマンドを使用し、ラズパイに Grafana をインストールした。Grafana は Web ブラウザ上で表示画面の編集ができるため、PC 上からラズパイサーバー上の Grafana へアクセスし、使用するデータベースを選択、データベースのアドレスを入力、クエリの設定等を行い、InfluxDB にアクセスした (図 13)。

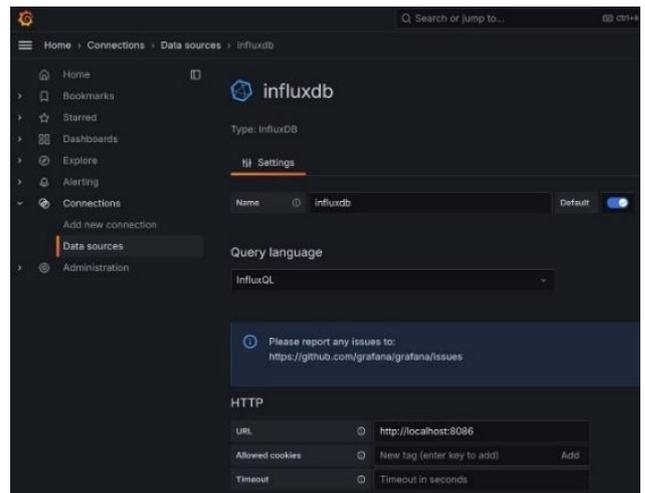


図 13 Grafana のデータベース設定画面

ダッシュボードで表示したいグラフの種類を選択し、グラフ名や単位等を指定しながらグラフの外観を構築した。グラフに表示するデータの選択には InfluxQL を使用するが、クエリの記述部分は図 14 のとおりパッケージ化されており、データベースごとに異なるメジャメント名やフィールド名の部分をプルダウンで選択し、図 15 のとおりプログラムレスでダッシュボードを構築した。

また、図 16 のとおり、ダッシュボードで使用したゲージ表示に閾値を設け、温度、湿度が高くなると黄色や赤など視覚的に異常を知らせることで設備の監視を実現した。

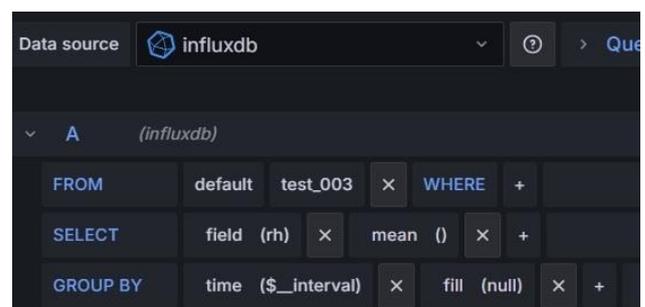


図 14 Grafana でのクエリの設定画面



図 15 Grafana で作成した表示画面



図 16 ゲージ表示による設備異常のアラート

### 3. 4 監視システム導入の流れ

本研究で構築した監視システムは、マイコン部からサーバ部に温度、湿度データを送信する際、送信先であるラズパイの IP アドレスを UIFlow で設定している (図 17)。

製造現場や事務所など、測定場所を変更して本監視システムを動作させる場合、マイコンモジュールやラズパイを移動先にあるネットワークに接続し、移動先の環境下における IP アドレスを UIFlow に設定するだけで容易に移設することができる。

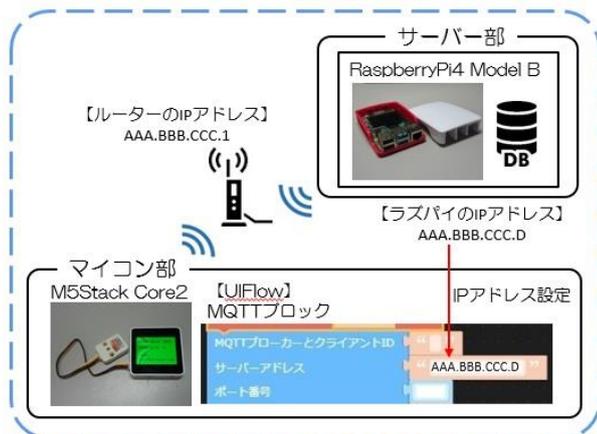


図 17 UIFlow のブロックに IP アドレスを設定

本監視システムで二酸化炭素濃度などを測定したい場合、マイコン部のセンサの交換が必要となる。プログラムでは、交換したセンサを UIFlow のセンサ選択画面から追加し、Blockly でビジュアルプログラミングす

ることで測定データの取得が可能になる。また取得した測定データは、本研究で構築したサーバ部のデータベースに蓄積することができる (図 18)。

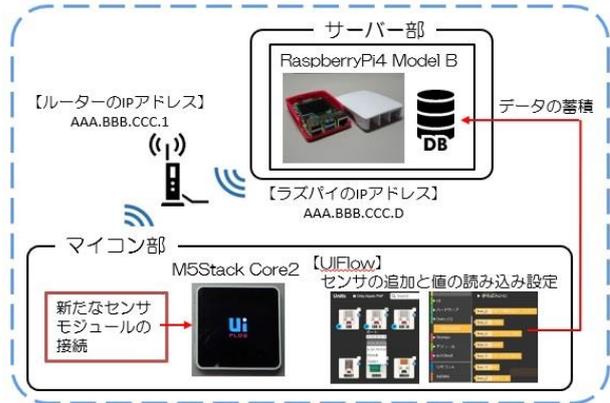


図 18 センサモジュールの変更と設定

## 4 おわりに

本研究では、以下のことに取り組み、UIFlow と Node-RED の 2 種類のローコード・ノーコードツールを使用することで、データ収集・蓄積・可視化の仕組みをより簡易的に構築し、実際に動作することを確認した。

- (1) マイコン部では、M5Stack 社のセンサとマイコンを使用し、温度、湿度データの取得、データを JSON 形式に変換、及びサーバ部へのデータ送信に関するプログラムを UIFlow で作成した。
- (2) サーバ部では、サーバマシンにラズパイを使用し、マイコン部からのデータ受信、InfluxDB へのデータ蓄積に関するプログラムを Node-RED で作成した。
- (3) 表示部では、InfluxDB に蓄積された温度、湿度データを可視化するため、データ可視化アプリケーションである Grafana を用いてダッシュボードを作成することで、プログラムレスで、必要に応じたデータ表示を行った。また、視覚的に色で設備の異常を知らせる監視画面を構築した。

今後は、本研究の簡易的な開発手法を県内企業に情報提供していき、利活用に関する相談に対応していく。

### 参考文献

- 1) M5Stack : "UIFlow",  
<https://m5stack.com/uiflow>
- 2) Node-RED 日本ユーザー会 : "Node-RED",  
<https://nodered.jp>
- 3) InfluxData : "InfluxDB",  
<https://www.influxdata.com/>
- 4) Grafana Labs : "Grafana",  
<https://grafana.com/ja/>

## 経常研究

# デザイン資料を活用したトーションレースの試作開発

島田 千花子\* 堀江 昭次\*

Torchon Lace Trial Production Development by Utilizing Design Materials  
SHIMADA Chikako and HORIE Shouji

幾何学模様の多いトーションレースにデザインの幅を持たせることで付加価値を高め、トーションレース関連企業による新製品開発や販路拡大への取組を促進するため、当センターが保有しているデザイン資料を活用して、図案からトーションレースの組織を起すまでの手順を確立した。また、図案を元に実際に6種類のトーションレースを編成し、その生地を使用した見本帳及び試作品の作製などを行った。

Key words: トーションレース、デザイン、試作、見本帳

## 1 はじめに

主に服飾付属レースとして用いられているトーションレース<sup>1)</sup>は、足利市の重要な地場産業の一つとされている。現在でも足利市内で、国内製造品出荷額の70%以上を生産しているとされるものの、海外生産による受注減、製品の低価格化、原材料の高騰等により、売り上げは減少傾向にある。

各社は、インテリア小物への活用等、様々な商品を展開しており、糸や色のバリエーションは豊富である。しかし、レースの模様に関しては、幾何学模様を基本とした柄が比較的多く見受けられる。今後、ますますデザインに関するニーズが多様化していくことを想定すると、トーションレース単体で消費者の目を引きつけられるような訴求力を有するデザイン性を持つ製品を開発することが重要である。これにより、産地のトーションレースならではの差別化や新たな価値の付与を実現し、販路拡大につながることを期待できる。

一方、当センターには大正13年の設立時に併合された「栃木県図案調整所（明治39年設立）」からの図案や生地見本等の資料が保管されており、当時は、地域の織物業などに対して資料を元に目的に応じて図案を書き直して提供する図案調整が行われていた。

当センターでは、この資産を地域繊維関連企業での利活用を目途に、調査・整理及びデジタル化<sup>2)</sup>等を行い、デザイン資料として取りまとめて普及に努めた他、電子化されたデザイン資料を元に、製織や製編、染色などのデータに加工するための図案調整方法や、調整したデータを使用して広幅の解し織の製織及び洋装品（ワンピース）を試作し、地域内での解し織の一貫生産モデルとし

て報告してきた<sup>3)</sup>。

このような取組を行うことでデザイン資料は、これまでに一定の利用にはつながったものの、プリント（生地等への捺染）柄としての利用が主で、組織柄に使用された例は無い。一般的にトーションレースにおいては、組織柄としての利用が想定されるが、元々図案調整所時代から、織物等への色柄として使用や提案が主体だったため、トーションレース関連企業での利活用に向けては、デザイン資料を元にした組織柄への適用事例を示していく必要がある。

そこで本研究では、デザイン資料から、トーションレースの高付加価値化に資する具象的な組織柄に適すると思われるデザインを選び、図案の調整を行ってこれを主題としたトーションレース生地の試作を行う。これにより、デザイン資料からトーションレースの編成データとするまでの手順を確立すると共に、あまり前例の無いトーションレースが主要なデザインとなる製品開発において、デザイン面からトーションレースの差別化や、高付加価値化の手法として関連企業等に成果を普及することで、企業が取り組む新製品の企画開発に係る技術支援につなげることを目指す。

## 2 研究の方法

### 2.1 図案の選定・編集

当センターで保有するデザイン資料の中から、具象柄（多くは身近なものがモチーフで一見してそれと分かる柄）の図案を選定し、フリーアプリケーションの「ibis PaintX」（株式会社アイビス社製）を用いて組織図作成用のデータとなるよう加工、編集を行った。

\* 栃木県産業技術センター繊維技術支援センター

## 2.2 組織図の作成と糸の選定・張力の設定

2.1で加工、編集した画像から、トーショーンレース設計システム(株式会社両毛システムズ製 Ver. 3.00)を使用して、装置制御用の組織図データの作成及びシミュレーション機能を用いた編成後の生地シミュレーションを行った。これにより編成すること無く、想定される編み上がり画像を確認しながらデータの修正や編成条件の検討を行うことができた。

編成時に使用した糸は、比較的入手や編成がしやすく、組織柄の確認も容易な、シルケット加工を施した織度(太さ)が10番三子の綿糸を選択した。

また、編成張力に関する各スピンドルの張力用スプリングは、仮設定として経験的な値である芯糸用200g、バイアス糸用100g、耳糸用250gとし、試験編成結果を元に調整することとした。

## 2.3 生地編成及び見本帳等作製

トーショーンレース設計システムで作成した組織図に基づきトーショーンレース機(日本マイヤー株式会社製 SKM96/45NC)で編成を行った。

また、編成したレース生地、デザイン資料の画像及び組織図を並べて確認できる見本帳を作製するとともに、商品展開の一例となる試作品の作製を行った。

## 3 結果及び考察

### 3.1 図案の選定・編集

当センターで保有するデザイン資料の中から、具象柄に結びつくような図案を複数抽出し、そこからトーショーンレースのデザインとしての表現可能性(緋の有無や柄の細かさ等)、柄のイメージの偏り等に注目し6種類の図案を選定した。

選定した図案は、サブスクリプション等の契約が必要なくユーザー登録だけで気軽に始められることや、操作の難易度等の技術移転のしやすさから、フリーアプリケーションの「ibis PaintX」を用いて、組織図作成用に加工、編集を行った。具体的には、選定した図案の使用方法に合わせて以下の3つの方法で加工・編集手順の検討を行った。

なお、本研究では具象柄の輪郭等を明確に表現するため、原図を単純2値化し、基本的に1色で柄を表現することとして画像処理を行った。

〈方法①〉デザイン資料の図案を基本的にそのまま活用

この方法は、図案のリピート(繰り返す際のつながり)がおおむね成立し、柄の配置なども含めてほぼそのままの状態でレースに適用したい場合に用いる。大まかな手順を図1に示す。具体的な作業手順は次のとおり。

- ・デザイン資料を選んだ後、レイヤーを追加する。

- ・追加したレイヤー上で図案をトレースする。
- ・レース1リピート分のデザインになるようにキャンバスサイズを拡張、不足部分の柄の描き込みを行う。
- ・全体的なバランス調整やリピートの繋がりを確認する。

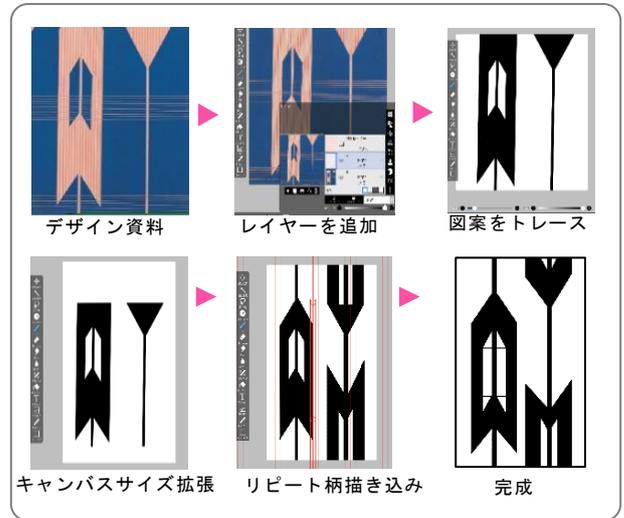


図1 方法①の作業手順

〈方法②〉デザイン資料からモチーフを切り抜いて活用

この方法は、リピートの不具合や柄の重なりを避け、図案の一部に着目して、これをレースに適用したい場合に用いる。大まかな手順を図2に示す。この例では竹同士が重なりそのままでは柄として使用出来ないため、必要な部分を抽出して加工を行った。具体的な作業手順は次のとおり。

- ・デザイン資料を選んだ後、レイヤーを追加する。
- ・追加したレイヤー上で、切り抜きたいモチーフをペンツールや定規ツールを用いてトレースする。
- ・レースの1リピート分のデザインになるように、切り抜いたモチーフの配置やサイズ調整、デザインの描き込みを行う。

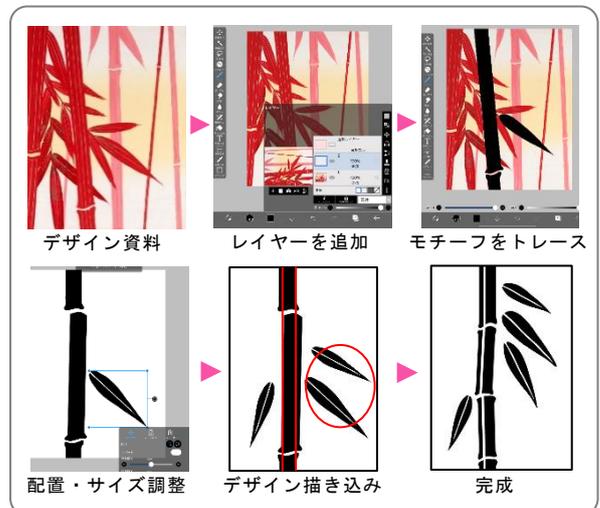


図2 方法②の作業手順

〈方法③〉デザイン資料をデザインイメージとして活用  
この方法は、直接図案は使用しないが、図案を見て制作者のインスピレーションにより、オリジナルデザインを考案する場合に用いる。大まかな手順を図3に示す。具体的な作業手順は次のとおり。

- ・デザイン資料から着想を得て、ラフ画を作成する。
- ・作成したラフ画は、トーションレースのデザインとして表現が可能であるか確認した後、適宜簡略化等を行いながら、線画を編集する。
- ・全体的なバランスを調節し、レースの1リピート分のデザインとなるよう整える。

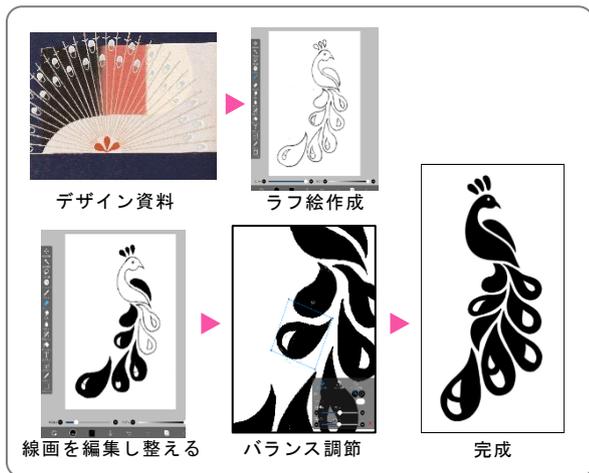


図3 方法③の作業手順

図案を元に柄を作製する場合、トーションレースの表現力などに留意し、重なりのある柄や、細かい柄、縞が多い柄等の場合は、柄の抽出やイメージを膨らませて新たな柄に結びつける源としての活用方法も重要と考えられる。

また、トーションレースの組織として描き上げていく際の共通の注意事項としては、デザインの上下のつながりに十分配慮してリピート柄になるよう描くことが必要である。

完成した単純2値（白黒）の図案については、基本的に白色部分にはトーションレースの地組織（背景的な部分に使用する目の粗い網目状の組織で編成後は黒っぽく見える）、黒色の部分には柄組織（隙間の殆ど無い詰まった組織で編成後は白に見える）を配置することとした。

### 3. 2 組織図の作成と糸の選定・張力の設定

3. 1で作製した6つの画像を基に、トーションレース設計システムを使用して、組織図データを作成し、作成したデータを基に、シミュレーション機能を使用して、編成後の生地シミュレーションを行った。これらのイメージを図4に示す。シミュレーション図を使用すると、データの修正や編成条件の検討が容易になるため、生地

にした際の柄の変形を確認しながら画像の縦横比の調整や柄の不具合などの修正を行った。

一方、編成に関しては、当初仮設定した芯糸 200 g、バイアス糸 100 g、耳糸 250 g で実際に使用する糸を仕掛けて試験編成した結果、芯糸がバイアス糸に引っ張られることで、図4に示すとおり元のレースのデザインに対し柄が全体的に歪んでしまったため、編成不具合が生じた。そこで、バイアス糸の張力について検討を行った。その結果、張力用スプリングを 100 g から 80 g に調整したところ柄の歪みが是正された。このため本研究の張力設定は全てこの値とした。

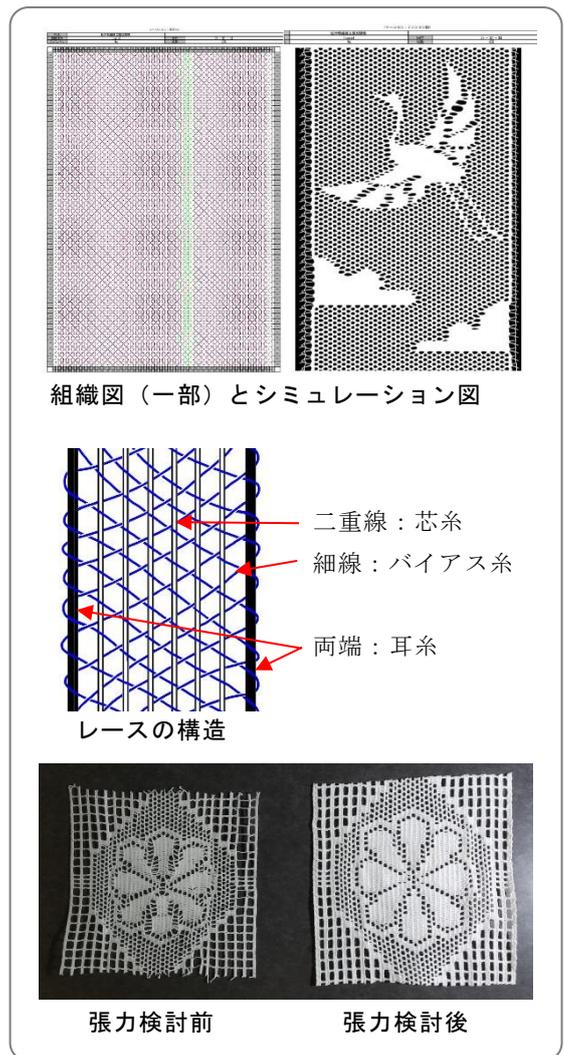


図4 編成の流れ（組織図とシミュレーション図、レースの構造、張力の検討前後）

### 3. 3 生地の編成及び見本帳等作製

トーションレース設計システムで作成した組織図データに基づき、編成を行った。今回編成に使用したトーションレース機を図5に、諸元を表1に示す。

また、元となるデザイン資料、加工画像及び当該機器で編成したレース生地を図6に示す。



図5 使用したトーションレース機

表1 トーションレース機の諸元

メーカー	：日本マイヤー株式会社
型式	：SKM96/45NC
スピンドル数	：96本〔編成用糸92、抜き糸2、(空2)〕
ピッチ	：45mm

実例1 (方法①)

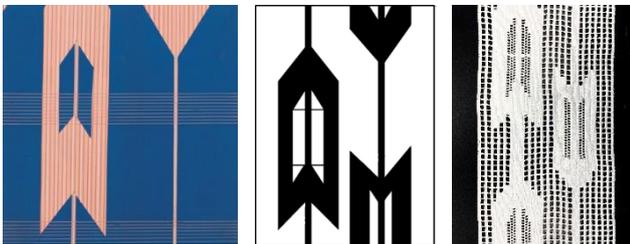


デザイン資料

加工画像

編成したレース

実例2 (方法①)

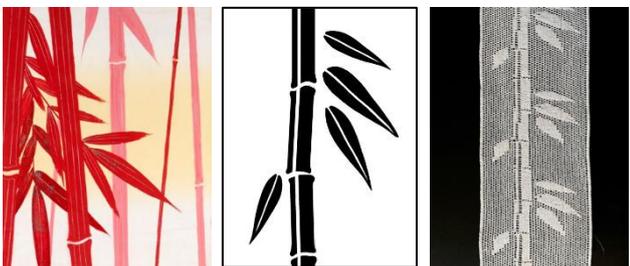


デザイン資料

加工画像

編成したレース

実例3 (方法②)

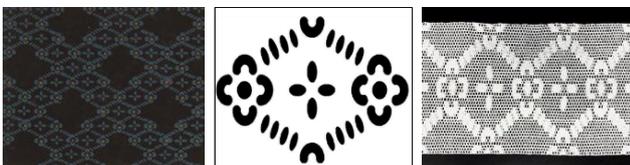


デザイン資料

加工画像

編成したレース

実例4 (方法②)



デザイン資料

加工画像

編成したレース

実例5 (方法②)

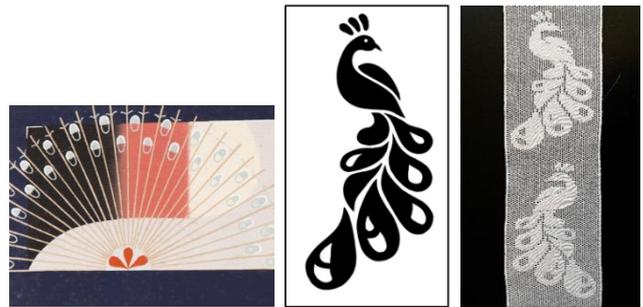


デザイン資料

加工画像

編成したレース

実例6 (方法③)



デザイン資料

加工画像

編成したレース

図6 デザイン資料と加工画像、編成したレース

さらに、編成した6種類のレース生地と規格、デザイン資料、加工画像及び組織図を合わせて確認できるような見本帳を作成した。作成した見本帳の例を図7に示す。

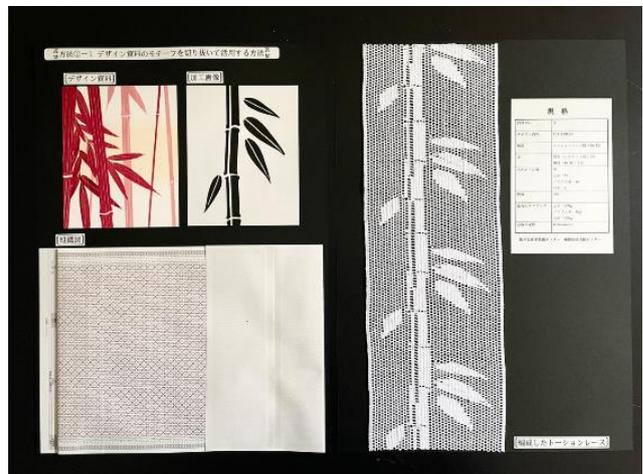


図7 作成した生地見本帳

また、編成した実例1のレースを用いて、装飾としての利用方法でなく、レースをメインに使用した製品展開案として、広幅のレースと大柄の特徴を生かした付け襟の試作を行った。その際、柄と製品デザインの面から、トーションレースで繊細でラグジュアリーな雰囲気表現することを目指すとともに、身体に沿うシルエットになるようパターンメイキングを行い、縫製、仕上げを行った。試作品を図8に示す。



図8 試作した付け襟

#### 4 おわりに

本研究では、消費者の目を引きつけるような訴求力を有するデザイン性を持つ具象的な組織柄のトーションレースを開発するため、デザイン資料からトーションレースの組織を起こすまでの手順を考察した。

その結果、当センターが保有するデザイン資料から6

種類のトーションレースを試編し、デザイン資料・加工画像・組織図、レース生地を合わせて確認できる見本帳を作成した。併せて、広幅のトーションレースと大柄の特徴を生かした付け襟の試作を行うことができた。

今後、県内のトーションレース業界及び繊維業界における新製品の企画・開発強化の一助となれば幸いである。

#### 参考文献

- 1) 松島四郎：“トーションレース工業Ⅱ”，トーションレース工業技術図書刊行会，(1959)
- 2) 佐瀬文彦ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，No.11，126-130 (2014)
- 3) 佐瀬文彦ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，No.18，43-46 (2021)

経常研究

# 現場に即した衣類用織物の曲げ特性評価手法に関する研究

吉葉 光雄\* 飯沼 友英\*

## Study on Practical Evaluation Method for Bending Properties of Textile Fabrics for Clothing

YOSHIBA Mitsuo and IINUMA Tomohide

本研究では、衣服の形状や着心地に大きく影響する曲げ特性に着目し、簡便な装置により曲げ特性を数値化する手法について検討を行った。

その結果、生地曲げ特性を簡便に推定する方法について、カンチレバー法による剛軟度と生地の単位面積当たりの質量をもとに、換算表による KES 曲げ剛性の推定が可能となった。

Key words: 繊維、風合い、KES、曲げ特性、簡便法

### 1 はじめに

風合いは生地の性質を表す重要な要素であり、かつて生産現場では、熟練の技術者により、手触りの感覚をもとにして「こし」「ぬめり」「はり」等の言葉で生地の風合いを表現していた(図1)。しかしながら地域や取扱品目の違いにより、生地の風合いに対する感覚は地域差や個人差があり、統一的な指標が求められるようになった。



図1 手触りによる生地風合いの評価

そうした要望をもとに、大学や大手繊維メーカーの研究者らにより開発、実用化された KES (KAWABATA EVALUATION SYSTEM®) 官能システム(以下 KES とする)は、引っ張り、曲げ、せん断など生地の力学的特性をそれぞれ測定し、当初はそれぞれの衣類用(例えば冬の外衣用厚地や、婦人のブラウス用薄地)としての適性を総合的な評価値として算出するものであった<sup>1)</sup>。現在では引っ張り、曲げ等単独の力学特性の評価にもよく用いられ、生地だけでなく、皮革・紙などの風合いを評価する用途にも広く使われるようになっており、昨今ネットでの取引が増加する中、生地の特性を正しく取引先や消費者に伝達するためには、人による感覚に左右されない数

値指標は、今後ますます重要になると思われる。

中でも曲げ特性は、衣服のシルエット、ドレープに大きく関わっており、製品の企画や織物の生産管理の上でも重要な特性で、KES では FB-2 純曲げ試験機により評価する(図2左)。しかし機器の設置コストや測定場所・環境の整備が必要であり、現場での迅速な評価手段としては活用が難しく、現状では手で生地をつまむなどして曲げた際の感触により判断される場合が多い。

類似の試験方法として、JIS L1096 織物及び編物の生地試験方法では、目的や用途に応じて剛軟度を求める方法が7種類あり、その中でもA法(45°カンチレバー法)(以下、「canti-b」という。)は装置が低コストで測定が容易である(図2右)。



KES FB-2 純曲げ試験機 カンチレバー形試験機

図2 曲げ特性の測定機器

表1 曲げ特性に関する試験方法

規格等の名称	使用する機器	得られる値	本研究での略称
KES(KAWABATA EVALUATION SYSTEM®) 曲げ特性	KES FB-2 純曲げ試験機	曲げ剛性B (gfcm <sup>2</sup> /cm) 曲げヒステリシス 2HB (gfcm/cm)	KES-B ※1
JIS L1096 A法 (45°カンチレバー法) 剛軟度	45°カンチレバー形試験機	剛軟度(cm) ※3	canti-b
※2 B法 (スライド法)	スライド形試験機	剛軟度B <sub>r</sub> (mN・cm)	換算B <sub>r</sub> ※4

※1 本研究では使用しない  
 ※2 この他にC法～G法まで、計7種類の試験方法が存在する  
 ※3 JIS規格ではmmで表すが、本研究内では換算等で整合をとるためcmで表記  
 ※4 後述するデータ解析の際に本法の計算式を使用するため、換算B<sub>r</sub>と表記

\* 栃木県産業技術センター繊維技術支援センター

その一方で、canti-b では剛軟度として生地の押し出し距離 (cm) のみの表示であり、KES による曲げ剛性と直接比較するのは困難である。そこで、同じ JIS L1096 織物及び編物の生地試験方法中の B 法(スライド法) (図 3) での剛軟度の計算方法に着目すると、試験時の試料の様子は A 法と類似しながらも、試験片の長さ (L)、鉛直方向の落差 (δ) と試験片の単位面積当たりの重力 (W) から剛軟度 (B<sub>r</sub>) を計算し、試験片の単位幅についての単位曲度に対する曲げモーメントで表される<sup>2)</sup> ことから、単位の次元は表 1 に示すように KES による曲げ剛性 (以下、「KES-B」という。) と相似と考えられる。

そこで、本研究では、生産現場で容易に測定可能である、生地の質量 (以下、「w」という。) と canti-b をもとに、B 法(スライド法) の式を利用して換算を行い、KES による曲げ剛性の推定までを目標として研究を実施した。

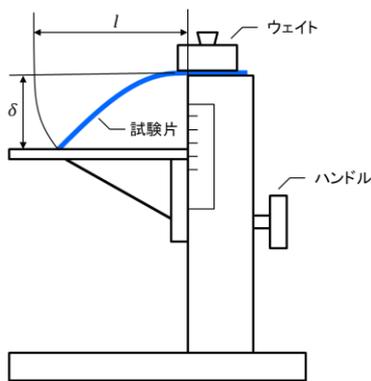


図 3 スライド形試験機 (模式図)

$$B_r = \frac{Wl^4}{8\delta} \quad (1)$$

## 2 研究の方法

### 2.1 対象とする生地の検討

剛軟度と単位面積当たりの質量について広い範囲がカバーできるよう、素材や組織、目付等が異なる織物を選定した結果、センターで所有する織物生地 30 点と、綿、ポリエステル等の試験用添付白布 6 点の計 36 点を準備した (図 4)。



図 4 測定用試料

### 2.2 試料調整と測定の実施

KES-B の値は、20 cm 四方の正方形試料 1 枚を調整し、たて及びよこ方向について測定した。また、w は、温度 20℃、湿度 65% の環境下 (以下、「標準状態」という。) で測定した。

canti-b の値は、JIS L1096 剛軟度に基づき、幅 2 cm、長さ約 15 cm の試料をたて及びよこ方向に 5 枚ずつ調整し、標準状態で、45° カンチレバー形試験機で測定した。

### 2.3 測定結果を基にした関係式の作成

KES-B と、図 3 に示したスライド法による剛軟度 B<sub>r</sub> の計算式を利用して w と canti-b の値から換算した値の関係式を作成するため、数値の対応について、以下のとおり検討を行った (図 5)。

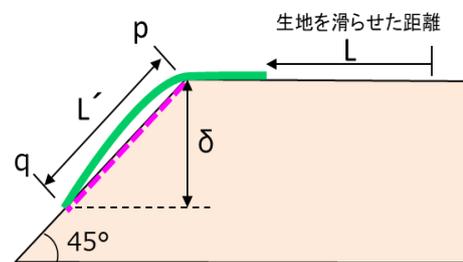


図 5 スライド法 δ に対応する数値の求め方

B 法 (スライド法) の計算式 (1) に、w と canti-b の値を表 2 のとおり代入し、換算した剛軟度 (以下、「換算 B<sub>r</sub>」) を計算した。

その際、B<sub>r</sub> を求める式 1 中の W, l, δ については、図 5 に示すように、予備試験の結果、生地は点 p で大きく曲がるのが分かったため、点 p と着地点 q の距離 L' を L で近似し、表 2 のとおり計算した。

表 2 換算 B<sub>r</sub> の計算における数値の対応

記号	スライド法での定義	w 及び canti-b から換算する際の対応
B <sub>r</sub>	剛軟度 (mN・cm)	(換算 B <sub>r</sub> )
W	試験片の単位面積当たり重力 (mN/cm <sup>2</sup> )	20cm 四方の生地質量 w (g) から換算
l	試験片の長さ (cm)	canti-b (cm)
δ	鉛直方向のスケールの読み (cm)	L' を L で近似し L × (1/√2) を代入

### 2.4 実用に向けた改良

2.3 で相関を確認の後得られた換算 B<sub>r</sub> と KES-B との関係式をもとに、w と canti-b から KES-B を容易に推定するため、グラフによる視覚化を検討した。

## 3 結果及び考察

### 3.1 試料調整と測定の実施

36 点の生地を試料として調整後、各項目の測定を実施した。試料中 1 点について、表側と裏側の性状が異なっており、KES による曲げ剛性測定の結果、曲げ剛性の差が大きく、裏側の方が曲がりやすい生地であることがわかった。canti-b では表側だけを対象としていることを

考慮すると、今後の相関検討の際に影響が懸念されるため、評価対象から除外した(図6)。表側と裏側で曲げ特性が大きく異なる生地、複合した生地などでは、canti-b が片面だけを測定する規格であるため、本法の適用は難しいと思われる。

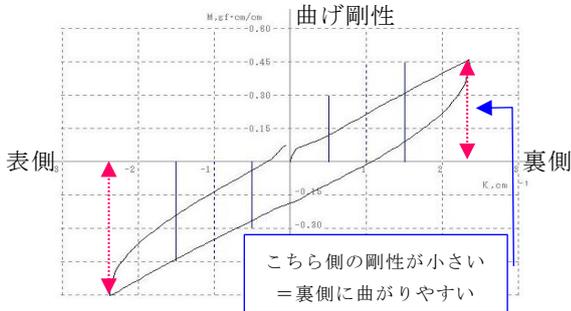


図6 除外した試料のKES曲げ特性測定グラフ

残りの35試料について、たて方向及びよこ方向のcanti-b、KES-B測定データを使用し、合計70点のデータとなった。測定結果の概要は表3のとおりである。

表3 測定・計算結果の概要

略称		最大	最小	平均
w	(g)	9.93	0.92	5.61
canti-b	(cm)	6.6	1.6	3.5
換算Br	(mN・cm)	3.1	0.09	1.1
KES-B	(gfcm <sup>2</sup> /cm)	0.191	0.006	0.067

### 3.2 測定結果を基にした関係式の作成

式(1)を利用して計算した換算BrとKES-Bの間に相関が見られるかを確認するため、縦軸にKES-B、横軸に換算Brをグラフにプロットして比較した(図7)。相関について、切片を0として回帰分析を行った結果、相関係数R<sup>2</sup> = 0.88が導き出され、両者に相関があることが確認された。

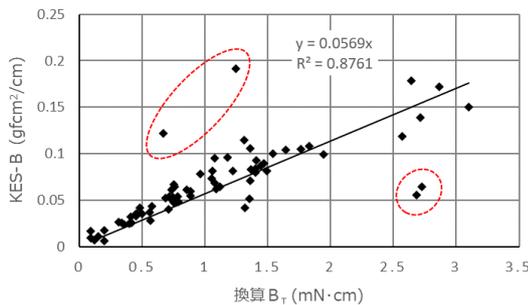


図7 換算Br - KES-Bプロット

ここで、図7で回帰直線から離れているデータについて、回帰式から算出される予測値と実際のデータとの差である残差を用い、外れ値に該当するか評価を試みた。

残差の標準偏差をσとした場合、2σ又は3σ以上が一般的に外れ値の目安となる。今回の試料では、2σ~3σの範囲は該当なし、3σ以上となったのは点線で囲んだ4点であった。

外れ値の範囲に該当した4点の内訳は、KES曲げ剛性でのナイロンのたて及びよこ方向と、このほか2試料の生地のたて方向の測定結果である。要因として、曲げ方の違い(機械的な曲げと自重による曲げ)、生地の特性、測定場所の環境の違い(温度・湿度)等が考えられる。

この4点を除外して再度回帰分析を実施したところ、相関係数R<sup>2</sup> = 0.96となり、高い相関が得られた。この時の傾きからKES-Bと換算Brとの関係を式(2)に示す。

$$[KES-B] = 0.059 \times [換算Br] \quad (2)$$

### 3.3 実用に向けた改良

3.2で得られた式(2)について、換算Brを置き換えることにより、関係式は以下のようになり、KES-Bをwとcanti-bで表すことができる。

$$[KES-B(推定)] = 2.6 \times 10^{-4} \times w \times [canti-b]^3 \quad (3)$$

しかしながら式3のままでは実用上扱いにくいため、式を変形して縦軸をw、横軸をcanti-bとし、KES-Bを推定可能となるようにグラフ化した(図8)。このグラフを用いることで、KES-Bを迅速に推定可能となった。

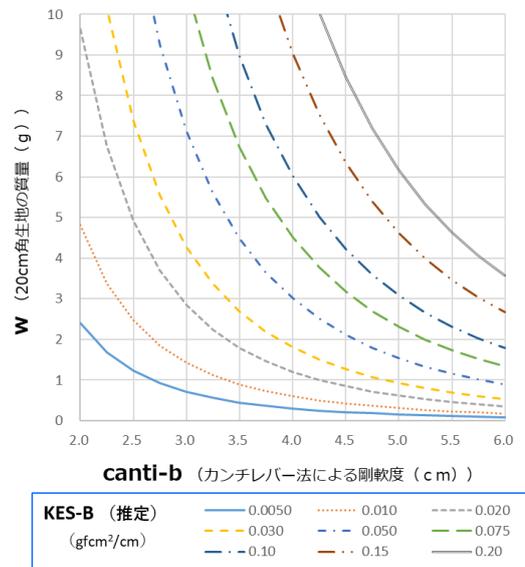


図8 KES-B推定用グラフ

wとcanti-bを元に換算した値がKES-Bと高い相関が得られたことは、KES-Bの簡易的な推定方法として有力であることを示唆する。一方、KESは生地を表裏両側に曲げ、曲げ剛性と曲げヒステリシスを同時に測定可能であり、曲げ剛性評価の方法として優れている点は変わらない。

### 4 おわりに

生地の風合い特性、特に曲げ特性に着目し、以下の知見が得られた。

(1) KESによる曲げ剛性について、 $w$ と  $canti-b$ の値を次元に着目して換算、比較した結果、両者に高い相関があることを確認した。

(2) 目標とした簡便なKES曲げ剛性の推定について、(1)で得られた関係式からグラフを作成し、 $w$ と  $canti-b$ から推定ができるようになった。

今回の方法は低コストかつ簡便に実施可能であり、オンラインでの商取引や販売が広く行われる現在、関係者が生地の特徴について感覚を共有できるツールの一つ

となることが期待できる。これにより風合い特性の測定技術全体にも興味を広められるよう、繊維関連企業等へ普及を図って行きたい。

#### 参考文献

- 1) 川端季雄：“風合い評価の標準化と解析”，日本繊維機械学会
- 2) 一般財団法人日本規格協会：“JISハンドブック 31 繊維”，一般財団法人日本規格協会，1557-1561，(2024)

## 経常研究

# 水熱処理によるセルロースナノファイバー/無機ナノ粒子多孔質体の作製に関する研究

永島 彩乃\* 伊藤 繁則\*

Study on the Fabrication of Cellulose Nanofiber/Inorganic Nanoparticle Porous Materials by Hydrothermal Treatment  
NAGASHIMA Ayano and ITO Shigenori

樹脂の加工性、柔軟性、軽量性を活かして、フィラーの充填量を極力抑えつつ導電性や高い熱伝導性を発現する樹脂材料の創出を目指し、セルロースナノファイバー (CNF) と機能性無機ナノ粒子を用いた多孔質体の作製方法を検討した。CNF と熱伝導性の高いアルミナナノ粒子の分散液から、水熱処理によるゲル化と凍結乾燥を経てアルミナナノ粒子が固定化された CNF 多孔質体を得られた。水熱処理条件は、160°C, 4 h が最も良好であった。

**Key words:** セルロースナノファイバー、無機ナノ粒子、水熱処理、多孔質体

## 1 はじめに

熱伝導性樹脂にはアルミナ等の熱伝導性フィラーが、導電性樹脂にはカーボンブラック等の導電性フィラーが高充填されており、これらのフィラーが樹脂中でネットワークを形成することにより、複合樹脂は熱伝導性や導電性を示す。しかし、フィラーを樹脂に高充填すると、樹脂の加工性や柔軟性、軽量という利点が損なわれることがあり、課題となっている。加工性、柔軟性が高く、軽量な熱伝導性樹脂や導電性樹脂を作製するためには、少量のフィラーでネットワークを形成する必要がある。

セルロースナノファイバー (CNF) は、高温高压状態の水で処理 (水熱処理) することにより特有の三次元網目構造を持つゲルを形成し、高い機械的強度を維持することが知られている<sup>1),2)</sup>。この網目構造に機能性無機微粒子を固定化できれば、少量でもネットワークの形成が可能である。このゲルから水分を除去し、多孔質体とした後、樹脂材料に含浸することにより、重量増加を抑制しつつ樹脂の柔軟性を保ったまま、無機フィラーの機能性を発現できると考えられる。

そこで本研究では、CNF と、熱伝導性の高いアルミナナノ粒子の分散液を調整した後、水熱処理によりゲル化、凍結乾燥することにより CNF ネットワーク上にアルミナナノ粒子が固定化された CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の作製を検討した。

## 2 研究の方法

### 2.1 CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の作製

2 wt% TEMPO 酸化 CNF (レオクリスタ第一工業製薬株式会社) 2 g (0.57 wt%)、アルミナナノ粒子 (<50 nm、ALDRICH) 0~0.02 g (0~0.28 wt%)、純水 5 mL を耐圧容器に入れ、送風定温乾燥機 (AVVANTEC FC-610) 中で温度 140°C 及び 160°C, 4~8 h で水熱処理を行った。得られたゲルを純水中に 1 日浸漬した後、エタノール、t-ブチルアルコールで順次置換し-15°C で凍結した。これを真空乾燥機中で常温にて凍結乾燥し、CNF/アルミナナノ粒子多孔質体を得た。

### 2.2 多孔質体の評価

凍結乾燥後の CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の形態及びアルミナナノ粒子固定化状態は、走査型電子顕微鏡 (SEM) (日本電子 JSM-IT200LA) で観察した。また、アルミナナノ粒子固定化量は示差熱・熱重量同時測定装置 (日立ハイテクサイエンス TG/DTA7200) を用いて室温から 700°C まで 10°C/min で昇温させたときの残重量をアルミナナノ粒子として求めた。

## 3 結果及び考察

### 3.1 水熱処理/凍結乾燥による CNF 多孔質体の形成

アルミナナノ粒子を添加せず、CNF のみで 160°C, 4 h

\* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

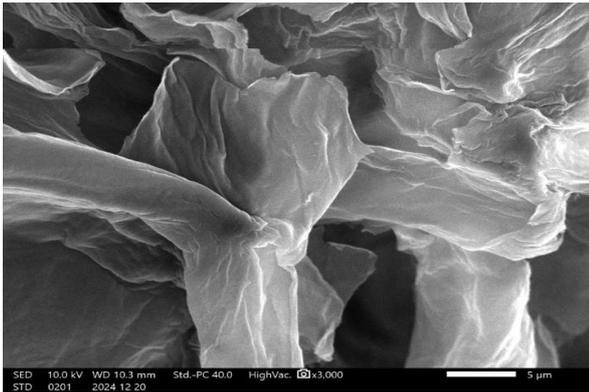


図1 アルミナ無添加 CNF 多孔質体 (SEM 画像)

水熱処理を行い、凍結乾燥した結果、強度の低い多孔質体が得られた。その多孔質体の SEM 画像を図1に示す。ナノファイバー同士が凝集して形成されたと考えられるシート状の形態が観察され、シート間に隙間が多く存在した。

### 3. 2 CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の性状

#### 3. 2. 1 多孔質体の SEM 観察

アルミナナノ粒子 0.01 g (0.14 wt%) を添加し、各温度・時間で水熱処理して得られた CNF/アルミナナノ粒子

多孔質体を SEM で観察した結果を図2に示す。アルミナナノ粒子を添加すると CNF が凝集し、アルミナナノ粒子無添加 CNF と比較して、より大きなシートを形成することが分かった。また、SEM 画像により、シート内部にアルミナナノ粒子が固定されているのが確認された。

アルミナナノ粒子の分散状態や多孔質形状は、140℃, 6 h と 160℃, 4 h の条件で水熱処理を行ったものは、CNF は過度に凝集せずにシート状を示し、アルミナナノ粒子はシート内部に取り込まれた。

この条件より低温又は短時間で水熱処理を行うと、ゲルの形成が不十分なため凍結乾燥が困難であり、過度に凝集した多孔質体となった。一方、高温又は長時間な条件で行うとセルロースが褐変した。

アルミナナノ粒子は 10 μm 程度の二次粒子として分散して CNF シート上に固定化しているものの、粒子同士が隣接するほど密な状態ではないため、ネットワークを形成しての高い熱伝導性の発現は難しいと考えられる。

#### 3. 2. 2 アルミナナノ粒子の固定化量

各温度・時間で水熱処理して得られた CNF/アルミナナノ粒子多孔質体中に固定化されたアルミナナノ粒子量を表1に示す。アルミナナノ粒子固定化量は、水熱処理のいずれの温度・時間条件においてもほとんど変わら

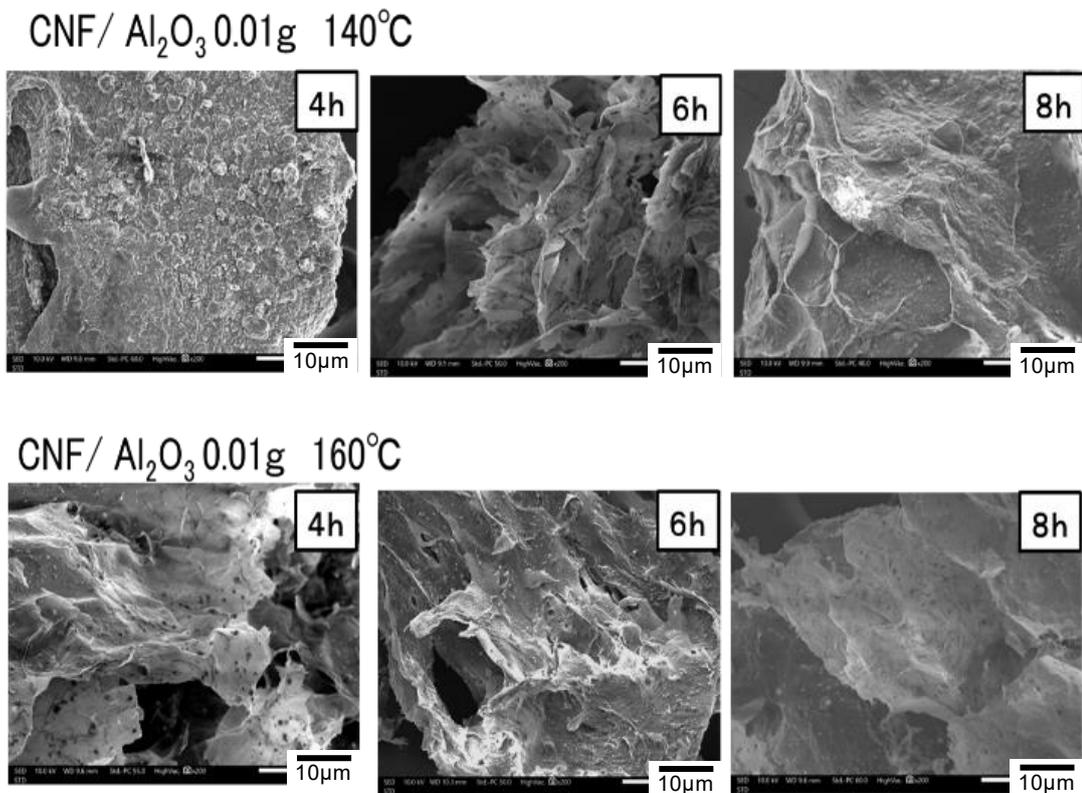


図2 各温度・時間で水熱処理して得られた CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の SEM 画像 (アルミナナノ粒子:0.01 g (0.14 wt%))

表1 CNF/アルミナナノ粒子多孔質体中に固定化されたアルミナナノ粒子量

	140°C4h	140°C6h	140°C8h	160°C4h	160°C6h	160°C8h
分解開始温度(°C)	259	261.9	247.9	263.5	284.5	274
CNF多孔体中のAl <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	21.61	24.94	15.89	20.33	31.33	20.82

ない結果となった。実験に供したアルミナナノ粒子のほぼ全量が多孔質体中に取り込まれており、水熱処理やアルコール置換などによるロスが少ないことが分かった。

### 3.3 CNF へのアルミナナノ粒子添加量の影響

アルミナナノ粒子同士を密着させるためにアルミナナノ粒子添加量を2倍の 0.02 g (0.28 wt%) にして、160°C, 4h の水熱処理条件で多孔質体の作製を試みた。アルミナ添加量と固定化率の関係を図3に示す。アルミナナノ粒子添加量を2倍にすると、多孔質中のアルミナ含有率が約2倍となり、添加したアルミナがほぼ全量固定化された。

しかし、SEM 画像 (図4) で確認すると、シートが過度に凝集し、三次元網目構造を形成せず、多孔性が失われる結果となった。また、アルミナ添加量 0.14 wt% の 140°C, 6h の水熱処理条件では多孔体形成が良好であったが、0.28 wt% では褐変が起き、ゲルが形成されなかった。

以上の結果から、CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の作製は、アルミナナノ粒子の量は少なく、高温かつ短時間で水熱処理を行うことが適当であると推察された。

### 4 おわりに

樹脂の加工性、柔軟性、軽量性を活かしてフィラーの充填量を極力抑えつつ導電性や高い熱伝導性を発現する樹脂材料の創出を目指し、CNF ネットワーク上にアルミナナノ粒子が固定化された CNF/アルミナナノ粒子多孔質体の作製を検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) アルミナナノ粒子を加えると CNF が凝集し、シートを形成した。
- (2) CNF/アルミナナノ粒子分散液の水熱処理において、160°C, 4h の条件で良好な多孔質体が得られた。しかし、アルミナ濃度を増やすと、三次元網目構造のゲルが得られなかった。
- (3) アルミナナノ粒子は今回の水熱処理の時間・温度ではほぼ全量が CNF 多孔質体に固定化された。

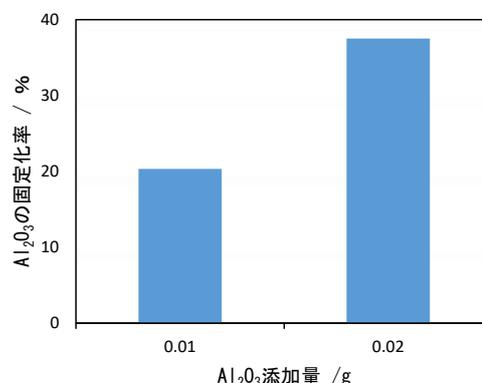


図3 アルミナナノ粒子の添加量と固定化率の関係

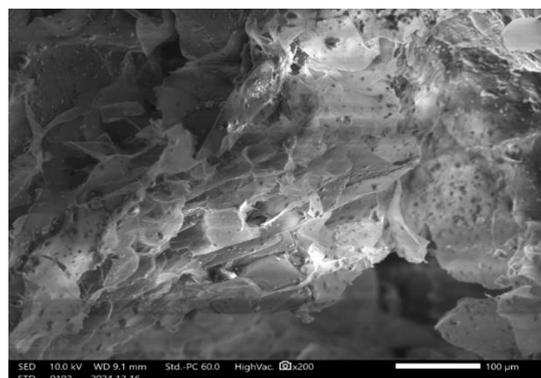


図4 アルミナナノ粒子を 0.02 g (0.28 wt%) 添加した CNF 多孔質体の SEM 画像 (水熱処理条件: 160°C, 4h)

### 謝辞

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

### 参考文献

- 1) 長田光正: 高圧力の科学と技術, 29(3), 194-198, (2019)
- 2) Shin Suenaga, Mitsumasa Osada: ACS Biomaterials Science & Engineering, 4(5), 1536-1545 (2018)



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

## 経常研究

# 抗菌剤複合シートの開発

八丁 佳功\* 永島 彩乃\* 佐伯 和彦\*

Development of Antibacterial Composite Sheet  
HATCHO Yoshinaru, NAGASHIMA Ayano and SAEKI Kazuhiko

本研究では、抗菌剤として銀イオン交換ゼオライト（銀ゼオライト）を用い、セルロースナノファイバー（CNF）を分散剤とするコーティング液を調製し、ポリエチレンテレフタレート（PET）基材上にバーコート法で均一な抗菌性複合シートを作製した。

CNF 濃度 0.1%の分散液を用いることで、銀ゼオライトの分散性が高いコーティング液が得られた。このコーティング液を PET 基材にバーコートすることで、均一で透明な複合シートの作製が可能となった。作製した複合シートの抗菌性を評価した結果、大腸菌に対して高い抗菌活性を示した。

**Key words:** 抗菌、セルロースナノファイバー、ゼオライト、銀

## 1 はじめに

生活水準の向上による衛生意識の高まりに伴い、1970年代より抗菌製品の販売が始められた。その後、1996年の0-157集団食中毒などにより市場が拡大し抗菌製品が一般に普及した。現在では、抗菌加工製品の国内市場は1兆円以上といわれている<sup>1)</sup>。

抗菌剤<sup>2)</sup>は有機系抗菌剤と無機系抗菌剤に大別される。有機系抗菌剤は即効性があるが持続性が低く、人体や環境への影響が懸念されている。一方、無機系抗菌剤<sup>3)</sup>は、即効性は劣るが安全性や持続性が高いなどの特徴を有している。本研究では安全性が高く、樹脂製品に混練した製品に広く使用されている銀を担持した無機系抗菌剤<sup>4)</sup>を使用することとした。

抗菌剤は樹脂などの主材へ固定化して使用されていることが多く、主材に混練・混合するか、主材表面へコーティングが行われている。

主材への混練・混合では、抗菌効果が表面にしか発揮されないため、抗菌剤の効率的な利用とは言い難い。一方、表面コーティングでは、基材へ均一かつ密着性の高い抗菌剤をコーティングすることが課題となっている。そのため、無機系抗菌剤などの粉体については、分散性が高いコーティング液を調整することが、解決法の一つとして求められている。

最近、木材などを微細化して得られるセルロースナノファイバー（以下、CNF）が注目され、樹脂などの基材へ添加して機械的特性の向上などに寄与する取組が行われている。また、顔料など無機微粒子を水溶液に

分散する効果が高いため、分散剤としても用いられている<sup>5)</sup>。

そこで本研究では、銀イオン交換ゼオライトと CNF を用いて、高い分散性を有した抗菌剤分散液を調製し、基材にコーティングすることで均一な抗菌剤複合シートの開発を目的とした。

## 2 研究の方法

### 2.1 抗菌剤の調製

抗菌剤の原料に用いるゼオライトは、Na型ゼオライト（以下、Na-LTA）を用いた。Na型ゼオライトを銀型ゼオライト（Ag-LTA）にイオン交換するために、硝酸銀を用いた。

濃度の異なる2つの硝酸銀水溶液（0.05 M, 0.1 M）50 mL に Na-LTA を 1 g 投入し、室温で15時間イオン交換を行った。濾別し純水で洗浄後、80°Cで1昼夜乾燥して銀イオン交換ゼオライトを得た。0.05 M 及び 0.1 M 硝酸銀水溶液によるゼオライトをそれぞれ、Ag-LTA-1 及び Ag-LTA-2 と記す。

銀のイオン交換率は走査型電子顕微鏡（日本電子（株）製 JSM-IT200LA）（以下、SEM）の特性 X 線分析により求めた。同時に、SEM 観察によりイオン交換前後のゼオライトの形態を観察した。

### 2.2 抗菌剤分散液の調製

銀ゼオライト抗菌剤の分散剤として CNF を利用するため、濃度の異なる CNF 溶液を調製した。市販の CNF（第一工業製薬（株）製レオクリスタ I-2SX）の2%分散水溶液を希釈し、2種類の溶液（0.01%、0.1%）を調製した。こ

\* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

の溶液 20 mL に Ag-LTA-1 又は Ag-LTA-2 を 2 g 投入し、5 分間スターラーで攪拌し分散溶液を作製した。分散直後から一定時間経過ごとに銀ゼオライトの沈降状態を観察することにより分散性を確認した。

### 2. 3 抗菌剤分散液のコーティング

銀ゼオライトの分散水溶液 15 mL を 10%ポリビニルアルコール (以下、PVA) 水溶液 50 mL に添加し、1 時間攪拌することでコーティング液を調製した。

コーティング法はバーコート法を用い、基材にはポリエチレンテレフタレート (以下、PET) を用いた。基材にコーティング液をピペットで 1 mL 滴下した後、バーにより引き延ばすことによって薄膜コーティングを行った。その後、100°C で 10 分間乾燥した。

コーティングされた複合シート上の銀ゼオライトの分散状態は、SEM 観察により確認した。

### 2. 4 抗菌性評価

抗菌剤複合シートの抗菌性について、大腸菌の菌液をシートに滴下し、35°C、湿度 90%以上の環境で 15 分間保持した。菌液を回収した後、培養することによって抗菌性を評価した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 抗菌剤の調製

銀イオン交換型ゼオライト (Ag-LTA-1, Ag-LTA-2) のイオン交換率を表 1 に示す。ナトリウム (Na) イオンは銀 (Ag) イオンにイオン交換され、硝酸銀濃度が 2 倍高い水溶液を用いると交換率も約 2 倍となった。

表 1 ゼオライトの銀イオン交換率

試料	交換率 Ag <sup>+</sup> /(Ag <sup>+</sup> + Na <sup>+</sup> ), %
Na-LTA	—
Ag-LTA-1	5
Ag-LTA-2	11

次に、イオン交換がゼオライトの形態に及ぼす影響について SEM 観察した結果を図 1 に示す。図よりイオン交換前後でゼオライトのサイコロ状一次粒子形態に変化はなく、粒子の二次凝集状態にも変化は見られなかった。

### 3. 2 抗菌剤分散液の調製

銀ゼオライト抗菌剤を CNF 溶液に分散した直後、1 時間後、及び 24 時間後の分散状態観察結果を図 2 に示す。CNF 無添加及び 0.01%添加では、分散液調製後 1 時間で沈殿が起こり、24 時間後では完全に沈降した。0.1%添加では、24 時間後でも沈殿が起こらず良好な分散状態を維

持していることから、CNF は微粒子に対して高い分散性を有していることが分かった。

CNF は水中でネットワーク構造を形成することで微粒子の沈降を防ぎ、分散する機能を有することが知られているが、CNF の濃度は小さいとネットワーク構造が形成されない<sup>5)</sup>。本研究の 0.01%CNF 濃度は小さすぎたためネットワーク構造が形成されなかったが、0.1%CNF ではその構造が形成されたことで高い分散性が得られたと考えられる。

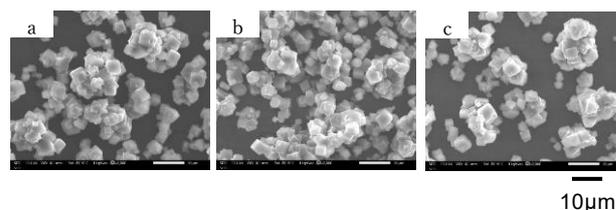


図 1 イオン交換前後のゼオライトの SEM 像  
a) Na-LTA, b) Ag-LTA-1, c) Ag-LTA-2

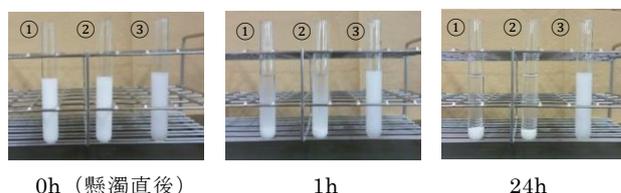


図 2 銀ゼオライトの分散状態観察  
①CNF 無添加, ②CNF 0.01%, ③CNF 0.1%

### 3. 3 抗菌剤分散液のコーティング

PET 基材へのコーティングにバーコート法を用いた結果、コーティング液を PET 表面に均一にコーティングすることができた。図 3 に抗菌剤 Ag-LTA-1 をコーティングしたシートの外観を示した。図に示したように透明でフレキシブルなシートが得られた。Ag-LTA-2 においても同様なシートが得られた。

ポリエチレン (PE) 基材へのコーティングも行ったが、コーティング液の基材への濡れ性が低いため、液がはじかれてしまいコーティングは不可能であった。PET 表面は PE 表面と比較して水に対して濡れ性が高いため、コーティングが可能と考えられる。

次に、シート表面への抗菌剤の分布について、SEM 観察の結果を図 4 に示す。銀イオン交換率の異なる Ag-LTA-1 及び Ag-LTA-2 を用いた両者とも、抗菌剤が偏りなくシート状に分布されていることが確認できた。図 5

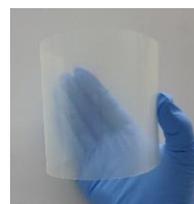


図 3 抗菌剤複合シートの外観

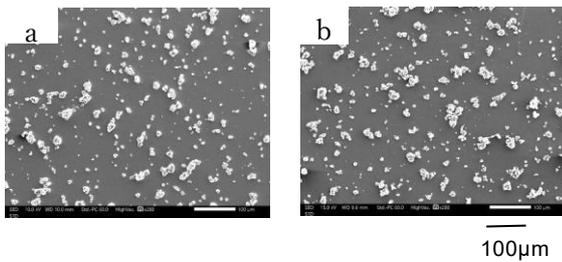


図4 抗菌剤複合シート表面のSEM像  
a) Ag-LTA-1, b) Ag-LTA-2

に Ag-LTA-1 を用いた複合シートの断面を示したが、コーティング層は約 70 µm であった。

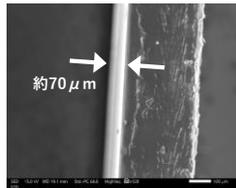


図5 抗菌剤複合シートの断面SEM像

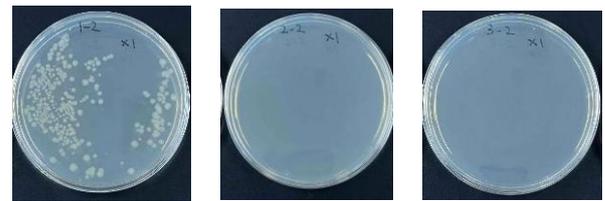
### 3. 4 抗菌性評価

抗菌剤無し(PETシート(a)、抗菌剤 Ag-LTA-1 と Ag-LTA-2 の複合シート(b)及び(c)の抗菌性評価の結果を図6に示した。(a)は大腸菌のコロニーが確認できるのに対し、(b)と(c)では大腸菌のコロニーが全く確認できなかった。以上の結果から、これらのシートは高い抗菌活性を有していることが示された。

抗菌剤複合シートと大腸菌の接触が 15 分と短時間であったにもかかわらず、高い抗菌性を示したのは、抗菌剤がシート表面に固定化されることで、菌と効果的に接触したためと考えられる。

### 4 おわりに

イオン交換した銀ゼオライトを用いて、CNF を分散剤



(a) 抗菌剤無し (b) Ag-LTA-1 (c) Ag-LTA-2

図6 大腸菌に対するPETシートの抗菌性試験

とするコーティング液を PET シートにコーティングした。その複合シートの抗菌試験を行い、以下の知見が得られた。

- (1) 濃度 0.1% の CNF 分散液を用いて、銀ゼオライト分散性が高いコーティング液を作製することができた。
- (2) 基材に PET を用いて、銀ゼオライト抗菌剤コーティング液をバーコート法により、均一で透明な抗菌剤複合シートが得られた。
- (3) 抗菌剤複合シートは大腸菌に対して高い抗菌活性を示した。

### 謝 辞

抗菌試験を実施して頂いた宇都宮大学大学院工学研究科 准教授 諸星知宏氏に深く感謝申し上げます。

### 参考文献

- 1) 特許庁：“ニーズ即応型技術動向調査「抗菌・抗ウイルス素材」”，(2020)
- 2) 石田恒雄：“マテリアルライフ学会”，23, 1, 21 (2011)
- 3) 山本則幸：“無機マテリアル”，6, 468 (1999)
- 4) 工藤清孝：“色材”，70, 5, 335 (1999)
- 5) 河崎雅行：“紙パ技協誌”，70, 4, 374 (2016)

## 経常研究

# 交差穴加工におけるバリ抑制手法の開発

岡村 弘太\* 植竹 大輔\* 曾田 将来\*

Development of Method for Burr Suppression in Cross-hole Drilling

OKAMURA Kota, UETAKE Daisuke and SOTA Masaki

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の交差穴加工におけるバリ抑制を目的に、加工条件及び被削材への加工硬化の影響について検討した。出口面のバリ高さは1刃送りを小さくすることでバリ高さを抑制できた。また、交差穴加工出口となるパイプ内径面表層に対して加工硬化を発生させることで、その後の交差穴加工におけるバリ高さを抑制できることが分かった。最もバリを抑制できた条件において、通常の加工と比較して約44%までバリ高さを削減することができた。

Key Words: ドリル、バリ、切削加工、ピッカース硬さ

### 1 はじめに

金属の部品加工では、ほとんどの場合穴あけ加工が行われ、その中でもドリル工具を用いて穴あけをするドリル加工法が大きな割合を占めている。ドリル加工では、被削材から切り粉として分断せずに残った部分が塑性変形することで、穴の出口にバリが発生する。バリは、部品の機能や品質の悪化につながるため、製造現場ではバリの除去作業工程が必要となり、その工程が加工時間や加工コストの増大を招き、加工の高能率化が阻害されている。さらに、多くの工業製品の製造に使用される金型加工においては、穴と穴が交差する交差穴加工が行われているが、この加工は出口面のバリが材料内部に発生するため、平面にできるバリと比較してその除去が困難である。そのため、バリの抑制は企業の長年の課題となっており、製造現場で対応できる、加工時におけるバリ抑制の手法が求められている。特に、延性が大きい材料であるオーステナイト系ステンレス鋼はドリル加工で発生するバリが大きいことで知られており、現場の頭を悩ませている材料のひとつである。我々は過去の研究<sup>1), 2)</sup>により、オーステナイト系ステンレス鋼平板のドリル加工において、材料内部を意図的に加工硬化させてからドリル加工を行うことによってバリを抑制できる可能性を見いだした。

交差穴加工に関する既報では、外周コーナを面取りしたドリルを使用した研究<sup>3)</sup>や、バリの除去方法に着目した研究<sup>4)</sup>があるが、交差穴加工における

工硬化を利用したバリの抑制を目的とした研究報告は見当たらない。

そこで、本研究では加工硬化を利用してオーステナイト系ステンレス鋼パイプの交差穴加工における出口バ리를抑制する加工方法を検討した。

なお、金型加工のワークであるバルク材への交差穴加工の研究を効率的に実施するため、模擬的にパイプ材を用いて研究を実施した。

### 2 研究の方法

#### 2.1 交差穴加工

加工機はマシニングセンタ(オークマ(株)製 MB-56VA)を用い、工具はφ4 mm、2枚刃超硬ドリル((株)不二越製 AQRVDS0400)を使用した。ドリルの先端角は135°である。被削材はSUS304パイプ材(外径14 mm、肉厚1.5 mm)、試験片の加工は湿式で行い、水溶性切削液を使用した。実験の様子を図1に、加工条件を表1に示す。切削速度と1刃送りの2因子をそれぞれ3水準と4水準に振って組み合わせた12条件を設定し、1条件に対して2穴ずつ加工を行った。

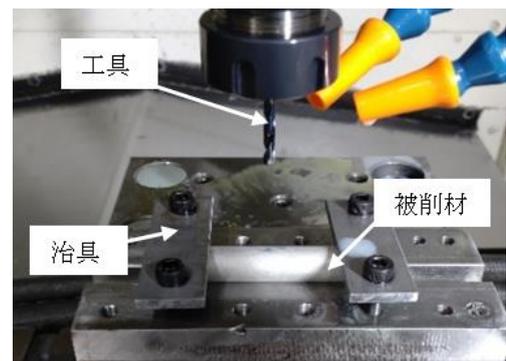


図1 実験の様子

\* 栃木県産業技術センター 県南技術支援センター

表1 加工条件

加工条件	
切削速度 [m/min]	10, 30, 50
1刃送り [mm/tooth]	0.03, 0.04, 0.05, 0.06

## 2.2 ばり高さの測定

ドリル加工後の被削材を軸方向に半分に切断し、形状測定機((株)東京精密製 SURFCOM NEX031)を用いてばり高さを測定した。なお、1穴に対して2か所のばり高さを測定した。測定の様子を図2に示す。

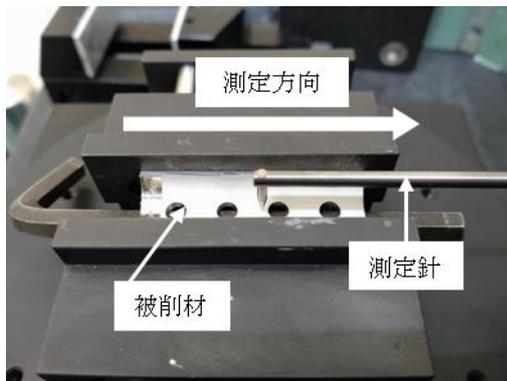


図2 ばり高さ測定の様子

## 2.3 加工硬化処理

昨年度の研究結果から、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L 平板へのドリル加工において、材料内部及びドリル加工の出口面表層を加工硬化させることによって、その後のドリル加工で発生するばりを抑制できることが分かった<sup>2)</sup>。この結果を利用して本研究では、交差穴加工の出口面となるパイプ内径を加工硬化させることでばり抑制を試みた。

加工硬化処理の様子を図3に示す。樹脂で作製した治具に対してパイプを軸方向に挿し込み、内径面に対して工具でヘリカル加工を行った。加工は湿式で行い、水溶性切削液を使用した。使用した工具はφ6 mm 超硬ドリル((株)不二越製 AQDEXR0600)、φ10 mm 超硬エンドミル((株)MOLDINO 製 EPF4100-CS)の2種類で、エンドミルに関しては正回転と逆回転の2通りで加工を行った。加工硬化の入り具合を確認するために、加工後パイプを半径方向に切断し、図4に示すとおり断面のビッカース硬さを測定した。硬さの評価には、ワイドレンジビッカース硬さ試験機((株)フューチュアテック製 FLV-10ARS-F)を用い、試験荷重は0.9807 Nで測定を行った。

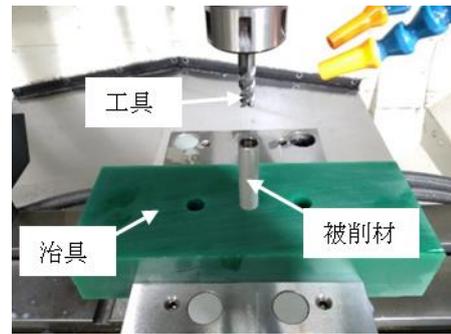


図3 加工硬化処理の様子

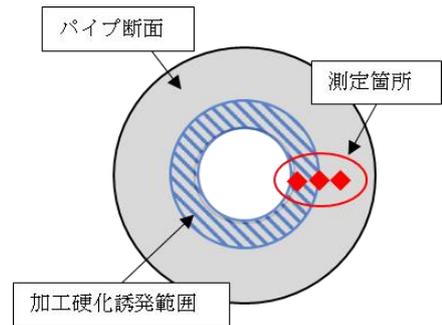


図4 硬さ測定箇所

## 3 結果及び考察

### 3.1 ばり高さ

交差穴加工で発生したばり高さと加工条件の関係を図5に示す。なお、ばり高さは条件ごとの平均値で表している。

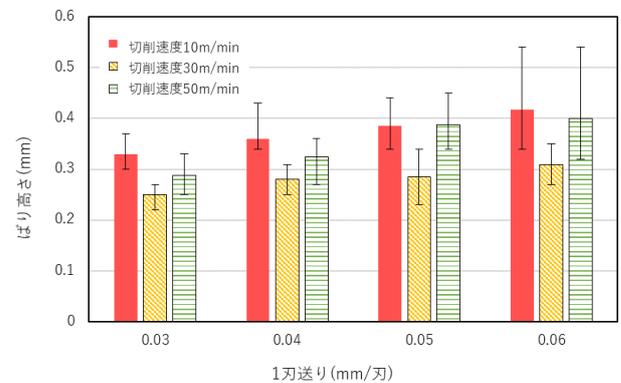


図5 ばり高さと加工条件の関係

1刃送りが大きくなるほどばり高さが大きくなった。切削速度に関しては、工具の推奨条件 (21 m/min) より少し大きい 30 m/min においてばり高さが最も小さくなった。なお、推奨条件 (切削速度 21 m/min、1刃送り 0.044 mm/tooth) で交差穴加工を行ったところ、ばり高さが 0.34 mm であったため、切削速度は推奨条件より 30 m/min の方がばり抑制に有効であるといえる。この結果を基準として次項からばりを抑制させる手法を適応させる。

### 3.2 加工硬化処理による被削材の硬さ

加工硬化処理を行った被削材に対して、材料内部の硬さをビッカース硬さ試験機で測定した。加工硬化処理を行っていない被削材（以下、未処理材）と比較した結果を図6に示す。なお、使用した被削材の母材硬さはHV200程度であった。

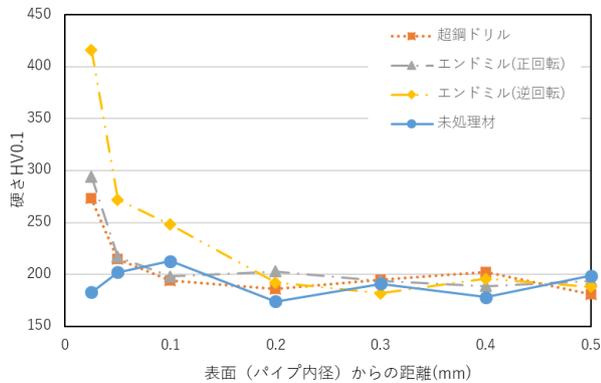


図6 各被削材の内部の硬さ

未処理材は材料内部全体が母材硬さに留まっているのに対して、加工硬化処理を行った被削材は内径表面層の硬化が確認できた。最も硬化したのはエンドミルを逆回転させて処理を行った被削材で、表面近傍はHV400を超え、表面から0.2 mmほどの深さまで硬化が入った。次点で硬化が大きかったのはエンドミルを正回転させて処理を行った被削材で、表面近傍は約HV300、硬化深さは約0.1 mmの範囲であった。削るよりも表面を擦るような加工の方がより加工硬化が入りやすいとされているため、逆回転させ切削能力をなくしたエンドミルでの加工において加工硬化がより大きく深く入ったと考えられる。超硬ドリルに関しては、切れ刃の付いていない側面で加工を行ったため擦るような加工ではあったが、工具径がφ6 mmであり、φ10 mmのエンドミルと比較して剛性が小さく、処理時に工具が逃げてうまく硬化が入らなかった可能性が考えられる。

### 3.3 交差穴加工における加工硬化処理の影響

3.2の結果から、最も内径表面層の硬化が確認された逆回転エンドミルで硬化させた被削材（以後、加工硬化処理材）に対して2.1の交差穴加工を行い、ばり高さを測定した。加工条件について、2.1の12条件のうち表2に示す4条件に絞って交差穴加工を行った。ばり高さと加工条件の関係を図7に示す。

なお、1条件に対して2穴ずつ加工を行った。

表2 加工条件

加工条件	切削速度 [m/min]	1刃送り [mm/tooth]
①	10	0.03
②	30	0.03
③	10	0.06
④	30	0.06

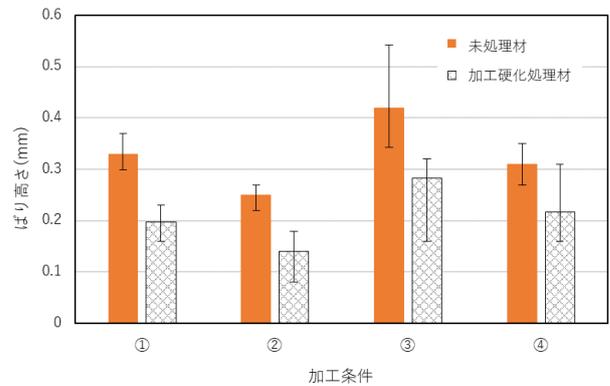


図7 各被削材のばり高さと加工条件の関係

加工硬化処理材のばり高さについて、1刃送りが大きくなるとばりが大きくなり、切削速度30 m/minの際のばりが小さくなるという未処理材と同様の傾向が見られた。未処理材と比較すると、全加工条件においてばり高さが小さくなった。加工硬化によって材料の強度が高まり、ばり発生時において材料が塑性変形しにくくなり切り離されやすくなったためと考えられる。最もばり抑制の効果が得られた条件②に関して、ばり高さを未処理材の約44%まで削減することができた。

前報<sup>2)</sup>のオーステナイト系ステンレス鋼平板のドリル加工において、加工出口面表面層を加工硬化させることにより、その後のドリル加工で発生するばりを抑制できることが分かったが、本研究でもSUS304パイプの交差穴加工のばりを加工硬化処理によって抑制できることを確認した。加工硬化により材料の強度が高まり、ばりが塑性変形しにくく切り離されやすくなることが考えられるため、オーステナイト系ステンレス鋼に限らず加工硬化が起こりやすい材料であれば、ドリル加工におけるばりの抑制が期待できる。

## 4 おわりに

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 パイプ材の交差穴加工において、加工条件による加工硬化とばりの関係及び、ばりを抑制する加工条件について検討した結果、以下の知見が得られた。

- (1) 1刃送りを小さくすることでばり高さが小さくなった。

- (2) 交差穴加工出口となるパイプ内径面表層に対して加工硬化を発生させることで、その後の交差穴加工におけるばりの抑制に効果があった。
- (3) 最もばり抑制の効果が得られた条件において、ばり高さを未処理材の約 44%まで削減できた。

#### 謝 辞

本研究を実施するにあたり多大なる御指導をいただいた東京電機大学工学部機械工学科 田村昌一教授に深く感謝申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 岡村 弘太, 西宮 紹: “栃木県産業技術センター研究報告”, No. 20, 83-86, (2023)
- 2) 岡村 弘太, 植竹 大輔, 曾田 将来: “栃木県産業技術センター研究報告”, No. 21, 55-59, (2024)
- 3) 和田 浩明, 吉田 薫: “精密工学会誌”, 66(7) 1109-1114 (2000)
- 4) 大島 郁也, 前川 克廣, 村田 良司: “精密工学会誌”, 59(1), 155-160 (1993)

経常研究

# 結城紬縮織に用いる強撚糸の有効活用に関する研究

金子 優\* 太田 仁美\* 赤羽 輝夫\*

Study on the Effective Utilization of High-twist Yarn in Yuki-chijimi Weaving  
KANEKO Masaru, OTA Hitomi and AKABA Teruo

結城紬縮織の緯糸に使用する強撚糸は、無撚糸に撚りをかけるためコスト高である上に、強撚糸は完全な脱色が難しいため余剰となった強撚糸を再利用することが出来ない。そこで、縮織の余剰強撚糸を利用して9パターンの縮織サンプルを試織し、強撚糸の撚り方向、引き揃え本数、織密度等の織物規格と織縮み率、通気性、厚さ、風合い等の物性値を比較検討し、結城紬生産者を対象として官能評価及び用途アンケートを実施した。その結果、縮織の余剰強撚糸が小物製品等に活用可能なことが分かった。

Key words: 結城紬縮織、余剰強撚糸、官能評価、用途アンケート

## 1 はじめに

結城紬が昭和31年に国の重要無形文化財の指定を受けた対象は平織<sup>※1</sup>であったことなどから、大半を占めていた縮織<sup>※1</sup>の生産比率は平織と逆転し、昭和末期からは5%未満で推移してきた。ここ数年の生産比率は10%を超え、縮織の生産数に下げ止まりの傾向が見られる<sup>1)</sup>。県内の縮織生産者からは「近年の温暖化で縮織のさらっとした着心地が好感されてか、問屋から縮織の注文が増えている」との声も聞かれ、今後生産量の伸びが期待されている。

一方、縮織の緯糸に使用する強撚糸は、無撚糸に撚りをかけるためコスト高である上に、強撚糸は完全な脱色が難しいため、余剰となった強撚糸を再利用することが出来ない。縮織生産者から、「余剰強撚糸を小物製品に活用したいが、適正な糸使いと生地特性が不明なため取り組みにくい」という問題提起があった。

そこで、本研究では、縮織の余剰強撚糸を利用して新規性の縮織サンプルを試織し、それぞれの生地の物性及び表面特性を試験し、データを蓄積した。また、特徴的な縮織サンプルについて、結城紬生産者を対象に官能評価及び小物等用途についてのアンケートにより人の感性に基づく評価と照合し、小物製品等への適用について追究した。

※1 結城紬の平織と縮織は、どちらも織物組織は平織であり、使用する糸も手つむぎ糸で同じである。ただし、平織は経糸にも緯糸にも撚りをかけない無撚糸を用いるのに対して、縮織は経糸には無撚糸を用い、緯糸には強い撚りをかけた強撚糸

を用いる。

## 2 研究の方法

### 2.1 縮織サンプルの試織

#### 2.1.1 織物規格、下拵え

縮織に用いる強撚糸を活用した糸使いの検討及び製織した生地特性等の評価を行うため、緯糸に強撚糸の配設方法を変えた5パターンの縮織サンプル【A】と、緯糸に強撚糸を多数引き揃えた4パターンの縮織サンプル【B】を試織することとした。配設パターンを表1に示す。

表1 【A】【B】の配設パターン

配設パターン	サンプル
①SZ 交互	A
②SZ2 連続交互 (通常縮織)	
③SZ4 連続交互	
④SZ2 本引揃交互	
⑤SZ2 本引揃2連続交互	
⑥平織り、緯糸5本引揃え	B
⑦平織り、緯糸10本引揃え	
⑧平織り、緯糸15本引揃え	
⑨平織り、緯糸20本引揃え	

縮織サンプルの下拵えを次に示す織物規格で実施した。

経糸平均織度 【A】179D<sup>※2</sup>  
【B】178D

箆密度 58羽/鯨寸<sup>※3</sup>

箆引込み 2本/羽

\*栃木県産業技術センター 紬織物技術支援センター

- 通し幅 【A】 1尺2寸8分  
 【B】 8寸9分  
 整経長 【A】 5.13 m  
 【B】 2.28 m

- 打ち込み密度 (目安) 【A】 ①②③ 80本<sup>※4</sup>/鯨寸  
 【A】 ④⑤ 62本/鯨寸  
 【B】 ⑥~⑨ 42~22本/鯨寸

※2 D (デニール) は糸の太さの単位、1Dは糸の長さ9,000 m のとき 1 g

※3 鯨寸は長さの単位、鯨尺1寸は約 3.8 cm

※4 打ち込み密度は引き揃えた糸を1本と数えることとする。

### 2. 1. 2 引き揃え糸

引き揃え糸<sup>※5</sup>を緯糸に使用し、表1の配設パターンに対応する緯糸の引き揃え本数を表2のとおりとした。

表2 試織に使用する引き揃え本数

配設パターン	引き揃え本数
①②③	引き揃えなし
④⑤	2本
⑥	5本
⑦	10本
⑧	15本
⑨	20本

※5 引き揃え糸：引き揃え糸は、複数の糸をまとめて太くした糸

## 2. 2 縮織サンプルの試織

### 2. 2. 1 サンプル【A】の試織

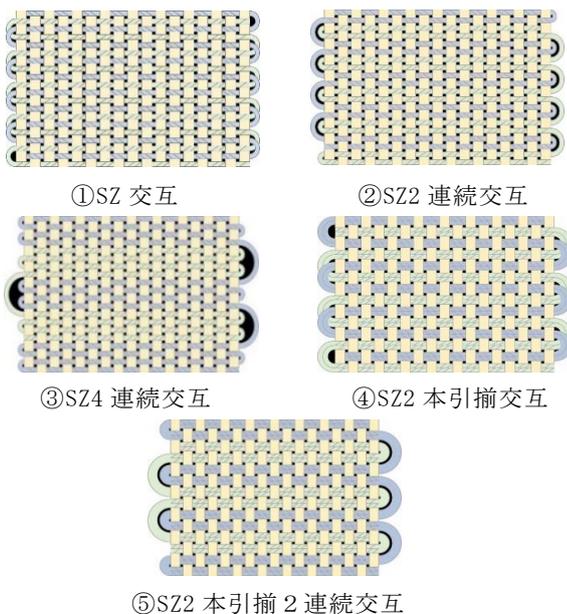


図1 織物規格【A】の織組織図

サンプル【A】の5パターンの組織イメージを図1に示す。

### 2. 2. 2 サンプル【B】の試織

サンプル【B】の各緯糸配設パターンは、通常の縮織の【A】②と同じ方法とした。摩耗強度が高い高密度の織物とするため、打ち込み密度は、それぞれのパターンについて打ち込める限界付近の値を目安とした。

### 2. 3 サンプル【A】【B】の整理仕上げ

試織した縮織サンプル【A】【B】について、次の条件で整理仕上げを行った。

糊抜き温度 45℃

糊抜き時間 60分

乾燥 天日乾燥

### 2. 4 サンプル【A】【B】の物性試験

整理仕上げを行った【A】【B】について、(1)~(6)の方法で物性及び表面特性を比較検討した。【B】は摩耗強度を高めるために高密度に打ち込むため通気性試験は行わない。

(1)密度試験 JIS L 1096

(2)厚さ試験 JIS L 1096 一般織物

(3)通気性試験 JIS L 1096 A法 (フラジール形法)

(4)摩耗試験 JIS L 1096 A法 (ユニバーサル法)

(5)カバーファクター<sup>※6</sup>  $CF = \text{経糸密度 } T \times \sqrt{\text{経糸織度 } DT} + \text{緯糸密度 } W \times \sqrt{\text{緯糸織度 } DW}$

※6 織物素材が構成する糸で占められる割合

※7 緯糸密度は引き揃えた糸をまとめて1本ずつ数えることとする。

(6)風合い計測 表面圧縮特性 KES-FB3-A

表面摩擦特性 KES-FB4-A

風合いの用語を表3に示す。

表3 風合い用語

表面圧縮特性			表面摩擦特性		
指で押す動きを機械化			手でなでる動きを機械化		
圧縮剛性 (LC)	圧縮エネルギー (WC)	回復性 (RC)	平均摩擦係数の変動 (MIU)	平均摩擦係数の変動 (MMD)	表面粗さの平均偏差 (SMD)
1に近いほど硬い	値が大きいほど圧縮されやすい	100に近いほど回復性が良い	値が大きいほど滑りにくい	値が大きいほど滑らかさが低く、ざらつきが大きい	値が大きいほど、表面の凹凸が大きい

### 2. 5 サンプル【A】【B】の官能評価

#### 2. 5. 1 官能評価サンプルの選定

サンプル【A】【B】の中から、官能評価に使用するサンプルとして、通常の縮織規格に相当する②及び糸使い及び試験データに差があるものをそれぞれ2点ずつ選定し、合計5点を対象とした。

#### 2. 5. 2 官能評価

官能評価に使用したサンプルは、【A】経20 cm×緯20 cm、【B】経8 cm×緯20 cmとした。評価者対象者は、県内の結城紬生産者10名とした。評価手順は、研究者が各サンプルを1枚毎暗箱に入れ、評価者は暗箱に

手を入れ、中のサンプルを触覚により評価した。表4に7項目の評価用語と評価レベルの5段階を示す。5サンプルの評価順は、通常の縮織規格である②を基準とするため最初に行った。

表4 官能評価用語と評価レベル

薄い	-2・-1・0・1・2	重い
ざらつく	-2・-1・0・1・2	なめらか
かたい	-2・-1・0・1・2	やわらかい
しっとりする	-2・-1・0・1・2	さらっとする
弾力がない	-2・-1・0・1・2	弾力がある
でこぼこする	-2・-1・0・1・2	平ら
しわのある	-2・-1・0・1・2	しわのない

### 2.6 小物等用途についてのアンケート

官能評価に使用した同一の5サンプルを使用し、同一の評価者10名を対象とし、小物等の用途についてのアンケートにより主観評価を行った。

アンケート方法は、評価者がサンプルを視覚と触覚で確認し、表5に示す品目の中から該当品目を選択し、品目に含まれない用途については自由記載とした。

表5 小物等用途についてのアンケート調査内容

小物 (7点) バッグ、カードケース、名刺入れ、小銭入れ、スマホカバー、アームカバー、その他(自由に記載)
衣料 (4点) ショール・マフラー、スカーフ、ネクタイ、服地(自由に記載)
インテリア関連 (自由に記載)
その他全般 (自由に記載)

## 3 結果及び考察

### 3.1 縮織サンプルの試織

#### 3.1.1 引き揃え糸の作製

実際に作製した引き揃え糸を図2に示す。

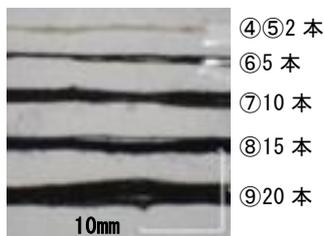


図2 作製した引き揃え糸

#### 3.1.2 サンプル【A】の試織

試織したサンプル【A】5種類を図3に示す。製織は紬織物製織員が担当し、打ち込み密度は、目安値を目標に細かく測定しながら行い、同程度に織り上げた。

### 3.1.3 サンプル【B】の試織

試織したサンプル【B】4種類を図4に示す。製織は紬織物製織員が担当し、製織時の打ち込み密度は、目安値を目標に細かく測定しながら行い、同程度に織り上げた。

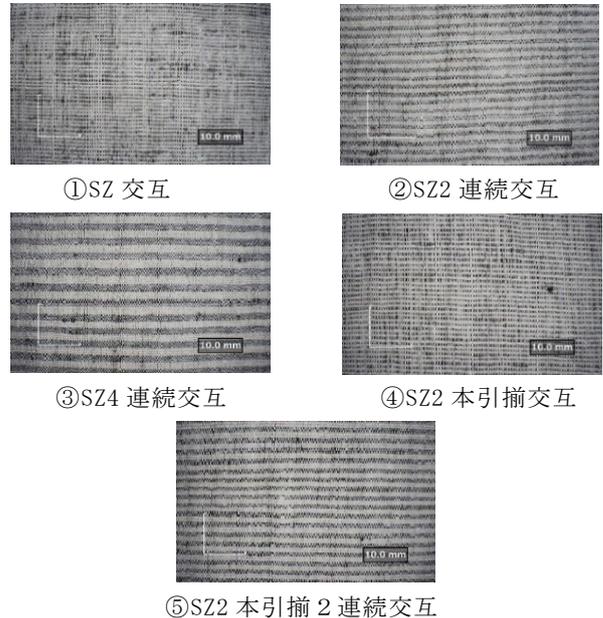


図3 配設方法を変えた5サンプル【A】

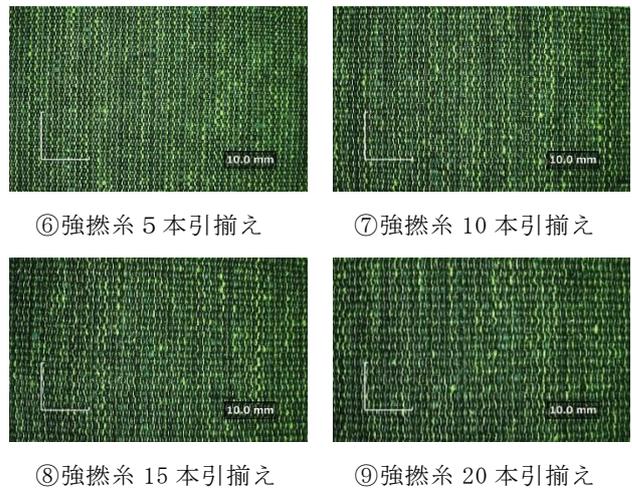


図4 強燃糸を多数引き揃えたサンプル【B】

### 3.2 縮織サンプルの物性試験

#### 3.2.1 サンプル【A】の物性試験

配設方法を変えた5種類の縮織サンプル【A】の物性試験結果を表6に示す。経糸密度変化率は、整理仕上げ

表6 【A】の物性試験結果

試料名	経糸密度変化率(%)	緯糸密度変化率(%)	織幅縮率(%)	通気度	厚さ(mm)	摩耗強さ(回)	カバーファクター
①	7.5	-2.3	6.3	69.5	0.36	34	1912
②	6.9	-2.0	7.8	67.2	0.36	44	1855
③	7.5	-2.1	8.0	59.7	0.39	38	1911
④	5.6	-2.0	8.4	40.1	0.36	59	2222
⑤	7.1	-2.5	7.2	34.5	0.41	50	2301

通気度単位：(cm<sup>3</sup>/(cm<sup>2</sup>・s))

前後の 1inch 間の密度の変化量から計算し、織幅縮率は生地幅の変化量から計算した。ばらつきがあるが、5 サンプルとも縮率は 5.6~8.4%の範囲内となった。緯糸密度変化率は、-2.0~-2.5%の範囲内となった。

測定値から、次のことが明確になった。①と③は通常の縮織に近いが、①は、やや生地が薄く、通気性が高く、摩耗に弱い。④は、やや耐摩耗性が高い。⑤は、やや生地が厚く、通気性が低く、摩耗に強い。④と⑤はやや通気性が低く、カバーファクターが大きい。

④が⑤より摩耗強さが大きくなった理由は、引き揃え糸を交互に配設したことで生地組織が安定したと推測する。

### 3. 2. 2 サンプル【B】の物性試験

引き揃え数を変えた 4 種類の縮織サンプル【B】の物性試験結果を表 7 に示す。引き揃え数が増えると織幅縮率が大きくなった理由としては、経糸と緯糸の交差数減少に伴い拘束力が低下するため、整理仕上げにより強燃の緯糸の縮む力が作用した結果と考える。引き揃え数が多い場合はカバーファクターが大きくなるため、生地が厚く、摩耗に強い傾向が表れると考えられる。緯糸密度は、緯糸変化率の推移から、引き揃え数 15 本までは線形状に増加するが、20 本では増加率が減少し、また製織時の打ち込みが入りにくい状態であったことから、20 本程度よりも多い打ち込み本数の場合は緯糸密度が増加しにくくなると考えられる。

表 7 【B】の物性試験結果

試料名	経糸密度変化率(%)	緯糸密度変化率(%)	織幅縮率(%)	厚さ(mm)	摩耗強さ(回)	カバーファクター
⑥	1.5	-3.6	2.3	0.54	65	2898
⑦	1.5	-3.8	2.1	0.67	59	3646
⑧	2.1	-3.9	2.9	0.74	70	4232
⑨	2.1	-2.6	3.3	0.85	74	4718

### 3. 3 サンプル【A】【B】の風合い試験

表 8 風合い試験結果

サンプル	パターン	圧縮特性			表面特性		
		LC	WC	RC	MIU	MMD	SMD
A	①	0.30	0.0038	53.0	0.11	0.026	8.7
	②	0.36	0.0040	50.7	0.23	0.042	8.4
	③	0.38	0.0036	52.2	0.10	0.020	9.4
	④	0.31	0.0056	53.0	0.10	0.012	9.3
	⑤	0.37	0.0043	50.0	0.10	0.014	6.8
B	⑥	0.33	0.0049	53.8	0.10	0.020	18.4
	⑦	0.31	0.0046	55.5	0.15	0.021	13.9
	⑧	0.39	0.0053	51.0	0.15	0.017	15.7
	⑨	0.35	0.0039	53.5	0.21	0.019	20.0

サンプル【A】【B】の風合い試験の結果を表 8 に示す。比較的③と⑧の生地が硬く(LC 大)、⑦の回復性(RC 大)が高い。また、比較的②と⑨の生地が滑りにくい(MIU 大)ことが分かった。

### 3. 4 選定サンプルの官能評価結果

評価者 10 名による選定サンプルの官能評価平均値を図 5 に示す。⑨は、生地が厚いと評価され、物性試験結果と一致した。また、ざらつき、かたさ、でこぼこ感が高い評価となり、風合い試験結果のでこぼこ感(SMD)と一致した。⑥は、比較的に厚みがあると評価され、他の項目は平均的であった。引き揃え数は、1 本、2 本、5 本では官能評価では顕著な差は出ず、20 本では差が出るのが分かった。

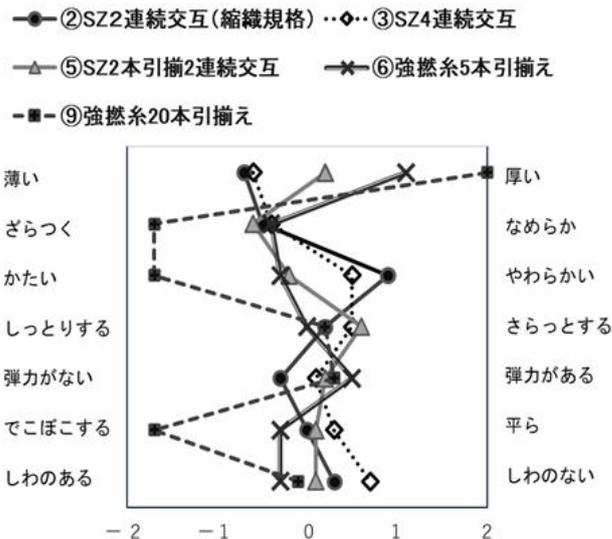


図 5 選定サンプルの官能評価結果

選定サンプルの官能評価結果は生地の硬さや肌触りに関連すると考えられ、特性を生かした製品開発に活用が期待できる。

### 3. 5 選定サンプルの用途アンケート結果

表 9 選定サンプルの用途アンケート結果

	②	③	⑤	⑥	⑨
バッグ	1	1	2	5	9
カードケース	3	5	2	5	3
名刺入れ	4	4	2	6	3
小銭入れ	2	1	2	8	5
スマホカバー	0	1	1	4	2
アームカバー	4	3	3	1	0
その他の小物	0	0	0	0	0
ジョール・マフラー	4	6	4	1	0
スカーフ	3	2	4	0	0
ネクタイ	3	3	3	2	2
服地	3	4	3	3	4
インテリア関連	4	2	3	4	5
その他全般の商品	1	2	0	0	0

選定サンプルの用途アンケート結果を表 9 に示す。②SZ2 連続交互(通常の縮織)は、名刺入れ、アームカバーの小物用途が多く、ジョール・マフラー等の衣料用途

も多かった。また、インテリア関連用途に向くとの回答も多かった。③SZ4 連続交互は、カードケース、名刺入れの小物用途が多く、ショール・マフラー、服地の衣料用途も多かった。⑤SZ2 本引揃 2 連続交互は、小物用途よりもショール・マフラー、スカーフ等の衣料用途が多かった。⑥強撚糸 5 本引揃は、小銭入れ、名刺入れ等小物用途全般に向くとの回答が多かった。⑨強撚糸 20 本引揃は、バッグ、小銭入れの小物用途の他に、クッションカバーのようなインテリア製品や厚手の服地に向くとの回答が多かった。

#### 4 おわりに

結城紬縮織の緯糸に使用する強撚糸の撚り方向、引き揃え本数、織物密度等の織物規格と織縮み率、厚さ等の生地特性について検討するとともに、生地の触覚による官能評価や小物等用途についてのアンケート調査を行い、次の知見を得た。

(1) 結城紬縮織の余剰強撚糸を使用して、9 パターン

の織物組織を試織し、それぞれの物性を明らかにし、このうち 5 パターンについては生産者の官能評価及びアンケートにより物性との関係を明らかにした。

- (2) 配設方法を変えたサンプル A の各パターンは通常の縮織と特性に大きな差はなかったが、強撚糸を 2 本引き揃えて交互に配設したパターンは、比較的耐摩耗性が高まることが分かった。
- (3) 引き揃え数を増やしたサンプル B の 4 パターンは、生地が厚く、耐摩耗性も高くなることが分かった。耐摩耗性を要する厚手の製品（小物、服地、クッションカバー等）に活用が期待できる。
- (4) 試織サンプルの特性を明確にすることができ、縮織の余剰強撚糸は、各特性を生かすことで様々な小物製品等に活用可能なことが分かった。

#### 参考文献

- 1) “産業情報とちぎ”, No.411 (1), 19-20, (2024)

経常研究

# 低温焼成可能な坯土及び釉薬に関する研究（第1報）

星 佳宏\* 磯部 大我\* 小林 渡\*

Study on Low-temperature Firing Clay and Glaze (1st Report)  
HOSHI Yoshihiro, ISOBE Daiga and KOBAYASHI Wataru

低温焼成可能な坯土及び釉薬の開発のため、益子水ひ土に4種類の融剤を配合し、焼成温度1200℃以下で焼成可能な坯土を検討した。その結果、益子水ひ土に対してドロマイトは7%、ネフェリンサイアナイトは9~25%の範囲の配合でロクロ成形可能な成形性を有し、1200℃焼成で吸水率5%を下回り、従来温度（1250~1280℃）で焼成された益子水ひ土より焼き締まった。さらに、益子水ひ土以下の吸水率を示したドロマイト7%配合坯土及びネフェリンサイアナイト17%配合坯土の1200℃焼成時の曲げ強度は1280℃焼成の益子水ひ土と比べ、同等以上であった。

Key words: 坯土、低温焼成、ロクロ成形、ドロマイト、ネフェリンサイアナイト

## 1 はじめに

陶磁器製造の焼成工程はガスや電気など多くのエネルギーを必要とし、本焼成時は最も二酸化炭素を排出する。また、近年はガス・電気料金が高騰しており、県内産地事業者から焼成コスト低減のニーズがある。

他産地では、陶磁器製造工程において従来焼成工程の低温化による脱炭素化の取り組みや低温焼成に対応した釉薬及び坯土を使用した商品の開発<sup>1)~4)</sup>等、製陶業界においても脱炭素化・カーボンニュートラルの動きが活発になってきたが、県内産地では低温焼成に対応した坯土や釉薬は実用化されておらず、具体的な取り組みの動きは見られない。

県内の製陶事業者のほとんどを占める益子焼産地では、成形はロクロ成形が主であり、伝統的な坯土や釉薬を用いた際の本焼成温度は1250~1280℃が一般的である。土鍋などの耐熱陶器の焼成温度は1200℃程度であり、ロクロ成形可能な成形性を有し、1200℃で焼成可能な坯土ができれば、従来と同様にロクロ成形した陶器に加えて耐熱陶器が同時に焼成でき、県内産地の商品の多様化及び焼成コストの低減も見込める。

そこで、本研究では県内産の坯土に焼成温度を下げる融剤の配合を検討し、ロクロ成形性を有し、焼成温度1200℃以下の焼成に対応した坯土の開発を行った。

## 2 研究の方法

### 2.1 原料

原料には県内産坯土として、益子焼協同組合で販売し

ている益子水ひ土を乾燥後、乳鉢処理したもの（益子水ひ土粉末）を用いた。配合する融剤は市販の粉末原料の石灰石（CaCO<sub>3</sub>）、ドロマイト（CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>）、福島長石、ネフェリンサイアナイトを前処理せずそのまま用いた。

石灰石とカルシウムとマグネシウムを主成分とする鉱物であるドロマイトは、石灰質陶器（焼成温度1100~1200℃）で使用されており<sup>5)</sup>、県内でも多く産出されている。

長石は、低温でガラス相の生成を進め、液相焼結を促進させる<sup>6)</sup>。県内でも入手可能な長石系原料として、福島長石（カリ長石）、ネフェリンサイアナイト（ソーダ長石）を用いた。

### 2.2 坯土の配合検討

配合により吸水率を低下させ、ロクロ成形性を有する融剤を選定するために、吸水率測定とロクロ成形性評価を行った。益子水ひ土粉末に対して石灰石、ドロマイト、福島長石、ネフェリンサイアナイトの4種類を表1のとおり配合比（内割）で混合し、適量の水を加えて坯土を調合した。これらを1200℃で焼成し吸水率測定を行った。坯土の焼き締まりを判断する吸水率の指標は、1250~1280℃焼成時の益子水ひ土同程度の5%とした<sup>7),8)</sup>。

表1 融剤の配合比

試料	配合比 (%) ※乾燥重量比
石灰石	5, 7, 10
ドロマイト	5, 7, 9, 11, 13, 15
福島長石	5, 7, 9, 11, 13, 15, 17, 20, 25
ネフェリンサイアナイト	5, 7, 9, 11, 13, 15, 17, 20, 25

\* 栃木県産業技術センター 窯業技術支援センター

## 2. 3 坯土の焼成試験

低温焼成可能な温度帯を調べるために、1180℃、1190℃、1200℃、1210℃、1220℃で焼成試験を行った。

## 2. 4 測定・評価方法

吸水率は、JISA1509-3 の試験方法に準拠して測定した。試験体は、石膏型を用いて 30×120×10 mmのタイル型に成形した焼成体を用いた。まず、試験体を乾燥機内において 110℃を 3 時間保持し、デシケータの中で試験体が常温になるまで放置した後、質量を測定し、乾燥質量とした。次に水中で 2 時間煮沸後、12 時間以上浸漬し、水分を拭き取り重量測定、飽水重量として吸水率を算出した。

坯土のロクロ成形性評価は、窯業技術支援センターの窯業職職員 2 名が湯呑を電動ロクロで成形し実施した。

全収縮率は、吸水率測定と同様に 30×120×10 mmのタイル型に成形した試験体に 100 mm の印をつけて室温で乾燥した後、各焼成温度での焼成後の長さを焼成長 (mm) として、全収縮率 (%) を算出した。

曲げ強度は、JIS A 1509-4 の試験方法に準拠して測定した。試験体は 30×60×5 mm の金型を用いて作製した。焼成試験体 5 個について曲げ試験機 (榊島津製作所 AGS-10kNX、3 点曲げ治具付) を用いて測定し、その平均値とした。

結晶構造解析は、試料を乳鉢で粉碎後、X 線回折装置 (リガク株式会社 UltimaIV) を用いて分析した。

試験体の焼成は超高速昇温電気炉 (榊モトヤマ SC-2035D) を用いた。昇温速度は 120℃/h、最終温度を 30 分保持し、大気雰囲気下で焼成した。

## 3 結果及び考察

### 3. 1 坯土の配合検討

図 1 に益子水ひ土に各融剤を配合した坯土焼成体の吸水率測定結果を示す。

石灰石配合区は配合比が高くなるにつれて吸水率が増加したが、これは焼成時の素地の膨化によるものと考えられる。ドロマイト配合区は配合比が高くなるにつれ、吸水率が低下した。

長石系原料について、福島長石配合区は吸水率の低下があったが、全ての配合比で吸水率 5%以上であった。ネフェリンサイアナイト配合区は福島長石配合区に比べて吸水率が低下した。

ドロマイト配合区は 7%以上の配合比、ネフェリンサイアナイト配合区は 9%以上の配合比で指標となる吸水率 5%を下回り、従来温度で焼成した益子水ひ土より焼き締まることが分かった。

また、福島長石とネフェリンサイアナイトの吸水率の

比較から、長石系原料では、カリウムを多く含むカリ長石よりナトリウムを多く含むソーダ長石のほうが焼き締まることが推察された。

吸水率測定の結果、吸水率 5%以下となる融剤は、ドロマイトとネフェリンサイアナイトであったため、以後のロクロ成形性評価はこれら 2 種について行った。

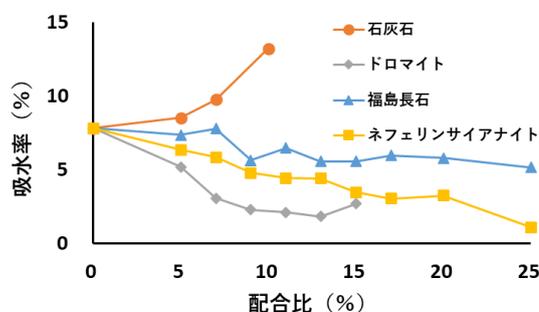


図 1 吸水率測定結果

続いて、ドロマイト配合区及びネフェリンサイアナイト配合区のロクロ成形性評価結果を表 2 に示す。

ドロマイト配合区は 9%配合ではロクロ成形時に広げた際にヒビが入り易く、7%以下の配合でロクロ成形が可能であった。また、ネフェリンサイアナイト配合区は 30%配合で粘りが無くカンナで削り難いという評価があり、25%以下の配合でロクロ成形可能であった。

吸水率測定とロクロ成形性評価の結果から、ドロマイトについてはロクロ成形可能で吸水率 5%以下であった 7%配合、ネフェリンサイアナイトについてはロクロ成形可能でドロマイト 7%の吸水率 3%と同程度の吸水率であった 17%配合の 2 条件を選定し、以後の坯土の焼成試験を行った。

表 2 ロクロ成形性試験結果

(○ : ロクロ成形可能、△ : ロクロ成形不良)

配合比 (%)	ドロマイト	ネフェリンサイアナイト
5	○	○
7	○	○
9	△	○
15	-	○
17	-	○
20	-	○
25	-	○
30	-	△

### 3. 2 坯土の焼成試験

ドロマイト 7%配合坯土とネフェリンサイアナイト 17%配合坯土の焼成試験結果を表 3、表 4 に示す。

全収縮率はドロマイト 7%配合坯土とネフェリンサイアナイト 17%配合坯土で 1280℃焼成の益子水ひ土と同程度の値 (12~13%程度) であり<sup>9)</sup>、1200℃程度付近の温度帯の焼成でも焼き締まることが確認された。

吸水率はドロマイト 7%配合坯土で 1190~1220℃の焼成温度帯、ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土で 1200~1220℃の焼成温度帯で 5%より低く、これらの温度帯では従来の焼成温度 (1250~1280℃) の益子水ひ土より焼き締まることが分かった。

また、焼成温度 1180℃のドロマイト 7%配合坯土とネフェリンサイアナイト 17%配合坯土の吸水率が 1250~1280℃焼成の益子水ひ土の吸水率 5%を上回り、1180℃以下では坯土の焼き締まりが不十分と判断したため、1180℃より低い温度の焼成試験は実施しなかった。

以上の結果から、ドロマイト 7%配合坯土は 1190~1220℃の焼成温度帯、ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土は 1200~1220℃の焼成温度帯で従来の益子水ひ土以上に焼き締まることが確認され、本研究で目標とする 1200℃での焼成が可能であることが示唆された。

表 3 焼成試験結果 (ドロマイト 7%配合坯土)

焼成温度 (℃)	全収縮率 (%)	吸水率 (%)
1220	12.1	2.4
1210	13.0	2.2
1200	12.0	2.8
1190	12.4	4.9
1180	11.4	9.6

表 4 焼成試験結果 (ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土)

焼成温度 (℃)	全収縮率 (%)	吸水率 (%)
1220	13.4	3.3
1210	12.9	3.7
1200	12.7	4.0
1190	12.9	5.1
1180	12.2	6.0

焼成温度 1200℃におけるドロマイト 7%配合坯土、ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土及び益子水ひ土 (1200℃、1280℃) の曲げ強度測定結果を表 5 に示す。

曲げ強度はドロマイト 7%配合坯土、ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土ともに 1200℃焼成時の益子水ひ土以上であった。また、1280℃焼成の益子水ひ土と比べ

て、ドロマイト 7%配合坯土はほぼ同等、ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土は 5.6 MPa 高かった。

一般的に吸水率が低くなると、曲げ強度も上昇するが、ドロマイト 7%配合坯土はネフェリンサイアナイト 17%配合坯土と比べて、吸水率は低い、曲げ強度は高かった。この点については、ドロマイトは焼成時に炭酸化合物の分解による二酸化炭素ガスの発生<sup>6)</sup>が発生するため、試験体に空隙が発生し、曲げ強度が低くなったと考えられる。

表 5 曲げ強度測定結果

	曲げ強度 (MPa)
ドロマイト 7% (1200℃)	24.6
ネフェリンサイアナイト 17% (1200℃)	30.4
益子水ひ土 (1200℃)	22.2
益子水ひ土 (1280℃)	24.8

続いて、益子水ひ土 (1280℃)、ドロマイト 7%配合坯土 (1200℃) 及びネフェリンサイアナイト 17%配合坯土 (1200℃) の焼成体の X 線回折パターンを図 5 に示す。

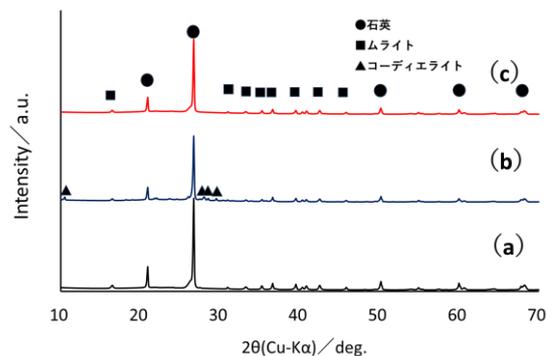


図 5 焼成体の X 線回折パターン

(a) 益子水ひ土 (1280℃) (b) ドロマイト 7%配合坯土 (c) ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土

ドロマイト 7%配合坯土は石英に加え、ムライトと熱膨張係数が低く耐熱衝撃性の良いコーディエライトの生成が確認された。また、ネフェリンサイアナイト 17%配合坯土は益子水ひ土同様に、石英、ムライトのピークが確認され、焼成時に益子水ひ土と同様の結晶相変化をすることが分かった。ドロマイトとネフェリンサイアナイトどちらにおいても、冷め割れの原因となるクリストバライトの生成は確認されなかった。

結晶構造解析結果から、ドロマイトとネフェリンサイアナイトともに 1200℃焼成時の主な結晶相の変化は 1280℃焼成の益子水ひ土と同様であると推察された。

#### 4 おわりに

低温焼成可能な坯土及び釉薬の開発のため、益子水ひ土に融剤4種類配合の検討を行い、物性評価及びロクロ成形性評価を行った。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) ドロマイト及び長石の配合により、坯土の吸水率が低くなり、無配合の益子水ひ土より焼き締まった。また、長石については、カリ長石よりソーダ長石のほうが焼き締まることが分かった。
- (2) 益子水ひ土にドロマイト7%以上、ネフェリンサイアナイト9%以上を配合した坯土は、焼成温度1200℃で指標となる吸水率5%を下回り、従来温度(1250~1280℃)で焼成した益子水ひ土より焼き締まった。
- (3) ロクロ成形性評価について、ドロマイトは7%以下の配合でロクロ成形可能であった。また、ネフェリンサイアナイトは25%以下の配合でロクロ成形可能であり、ドロマイトに比べて広い範囲の配合でロクロ成形可能であった。
- (4) ドロマイト7%配合坯土は1190~1220℃の焼成温度、ネフェリンサイアナイト17%配合坯土は1200~1220℃の焼成温度で、従来温度(1250~1280℃)で焼成した益子水ひ土以上に焼き締まった。
- (5) 1200℃で焼成したドロマイト7%配合坯土、ネフェリンサイアナイト17%配合坯土ともに1200℃焼成の益子水ひ土以上であった。また、1280℃焼成の益子水ひ土と比べても、1200℃焼成のドロマイト7%配合坯土はほぼ同等、ネフェリンサイアナイト17%配合坯土は5.6 MPa高かった。

これらの結果から、益子水ひ土にドロマイト、ネフェリンサイアナイトを配合することで、本研究の目標であるロクロ成形性を有し、焼成温度1200℃以下の焼成に対応した坯土となることが示唆された。

#### 参考文献

- 1) 河野ら：“長崎県窯業技術センター研究報告”，55，18-22，(2007)
- 2) 新島ら：“三重県科学技術振興センター工業研究部 研究報告”，32，36-41，(2008)
- 3) 吉田ら：“茨城県工業技術センター研究報告”，40，33-36，(2012)
- 4) 吉田ら：“茨城県工業技術センター研究報告”，41，37-40，(2013)
- 5) 素木洋一：“窯業協会誌”，72，667-672，(1964)
- 6) 樋口わかな：“やきものの科学”，誠文堂新光社，(2021)
- 7) 仁平ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，6，121-126，(2009)
- 8) 仁平ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，7，99-102，(2010)
- 9) 山ノ井ら：“栃木県産業技術センター研究報告”，16，78-80，(2019)



令和6（2024）年度

栃木県産業技術センター研究報告

第22号

Reports of Industrial Technology Center of Tochigi Prefecture

No. 22 (2025)

発行 令和7（2025）年9月

発行所 栃木県産業技術センター

〒321-3226 栃木県宇都宮市ゆいの杜 1-5-20

TEL (028) 670-3391

FAX (028) 667-9430

VERY   
GOOD  
LOCAL

---

とちぎ