

ISSN 0919-6676  
CODEN : SFHPFE

# 試験研究報告

平成13年度

福島県  
ノイテックプラザ  
FUKUSHIMA TECHNOLOGY CENTRE

# 平成13年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

## 目 次

### 産官共同研究開発事業

- 1 次世代メカトロニクスシステムの開発…………… 1  
－32bit浮動小数点DSPとFPGAを使ったモータードライブシステムの開発－  
応用技術部 高橋淳 大内繁男  
山本電気株式会社 天野耀鴻
- 2 次世代メカトロニクスシステムの開発…………… 5  
－近距離における電波伝搬特性に関する研究－  
応用技術部 須藤尚子 笹山淑弘  
アルプス電気株式会社 志賀貞一
- 3 在宅介護用昇降ベッドの開発…………… 9  
－昇降機構部の開発－  
生産技術部 斎藤俊郎 工藤弘行 安斎弘樹 角田稔 渡辺正幸  
会津若松技術支援センター産業工芸科 佐竹延明 出羽重遠  
株式会社コスモテック 谷島昇  
株式会社ナショナルマリンプラスチック 織茂正博 緑川貴司  
株式会社ホット郡山 安齋久夫
- 4 在宅介護用昇降ベッドの開発…………… 12  
－人間工学的評価方法の確立－  
生産技術部 角田稔 斎藤俊郎 工藤弘行 安斎弘樹  
会津若松技術支援センター産業工芸科 佐竹延明 出羽重遠
- 5 異素材の複合化縫製技術等の活用による高感性衣料の開発…………… 15  
－ニットと織物の結合による高感性衣料の開発－  
福島技術支援センター 菅野陽一 野村隆 長沢浩  
伊藤哲司 吉田正尚 東瀬慎 佐々木ふさ子  
菅野繊維株式会社 菅野京一  
三与機業場有限会社 三浦与三郎
- 6 県産農産物を利用した機能性食品の開発(第3報)…………… 19  
－大豆リボキシゲナーゼの不活性化と各種デザート類の試作－  
会津若松技術支援センター 遠藤浩志 大野正博  
日本獣医畜産大学食品科学科 金子憲太郎  
福島県農業試験場 丹治克男 二瓶直登  
株式会社郡山とうふセンター 三坂富男  
福島県酪農業協同組合 阿部一博  
東北農業研究センター 島田信二

---

## 中小企業技術開発産学官連携促進事業

---

- 1 エージェント利用広域高速ネットワーク管理  
／セキュリティ監視システムの研究…………… 23  
応用技術部 本田修啓 尾形直秀 高樋昌  
浜尾和秀 太田悟 小柴誠
- 2 情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究…………… 27  
応用技術部 笹山淑弘 須藤尚子

---

## 福島・山形・新潟三県公設試験研究機関共同研究事業

---

- 1 微生物による未利用資源の高度利用化(第2報)…………… 31  
応用技術部 池田信也 鈴木英二 安川真 桑田彰

---

## 所内プロジェクト研究事業

---

- 1 有機薄膜の各種微細加工技術の検討と小型素子の試作開発(第3報)…………… 37  
材料技術部 伊藤嘉亮  
応用技術部 笹山淑弘  
生産技術部 藤井正沸 本田和夫 渡部一博

---

## ニーズ対応型研究開発事業

---

- 1 高分子材料の加工及び使用雰囲気が影響する環境技術…………… 41  
材料技術部 渡部修 菊地時雄 鈴木雅千 三瓶義之
- 2 県産資源白土の高機能化…………… 45  
－高機能シラスバルーンの製造技術の確立(第2報)－  
材料技術部 関根義孝 加藤和裕  
丸中白土株式会社 紺野篤男 西坂直伸 紺野圭樹
- 3 最表面観察手法の確立と生産工程への応用…………… 49  
材料技術部 栗花信介 高瀬つぎ子
- 4 大径・長尺ワーク用円筒度測定機の開発…………… 53  
生産技術部 遠藤勝幸 菅原康則 吉田智

5	活性金属材料の溶接施工条件と品質評価技術……………	57
	－チタンの溶接特性と溶接部の変色－	
	生産技術部 藤井正沸	
	いわき技術支援センター 佐藤善久	
	株式会社三洋鉄工所 鈴木秀一 小豆畑通夫 吉田洋	
6	酵素重合型プレポリマーハイソリッドUV漆塗料の開発とその応用研究 ……	61
	会津若松技術支援センター 須藤靖典 出羽重遠	
7	県産新酒造好適米「夢の香」に関する研究……………	65
	－夢の香の醸造特性－	
	会津若松技術支援センター 高橋幹雄 鈴木賢二 佐藤寿昭 佐藤正	
	農業試験場相馬支部 大和田正幸	
	農業試験場 斎藤真一	
8	県産農作物の品質特性の把握と加工適性に関する研究……………	69
	－柿の脱渋及び渋戻りの阻止について－	
	会津若松技術支援センター 齋藤裕子 河野圭助	
9	デザイン情報を活用した商品開発システムの研究(第2報)……………	73
	－トレンド情報を応用したデザイン開発の試作例－	
	会津若松技術支援センター 竹内克己 出羽重遠 佐竹延明 佐藤隆	
	橋本春夫 須藤靖典 丸山泰仁	
	材料技術部 渡部修	

---

## フォローアップ研究開発事業

---

1	酸化チタン系光触媒の応用化に関する研究……………	77
	材料技術部 大河原薫 大堀俊一 宇津木隆宏	
	日東紡績株式会社 松本公一 中村幸一 伊藤洋一	
	有限会社小林メッキ工場 吉田賢治 国分憲夫 宇津味淳一	
2	漆塗膜の化学修飾による高付加価値化……………	81
	材料技術部 渡部修	
	会津若松技術支援センター 竹内克己	
3	超高速切削による金型・精密機械部品製造加工の効率化に関する研究……………	85
	生産技術部 吉田智 菅原康則	

---

## 調査研究事業

---

- 1 県産間伐材等木材の用途開発と性能評価技術の研究…………… 89  
会津若松技術支援センター 橋本春夫

---

## 公募型ものづくり短期研究開発事業

---

- 1 VPNによる分散型データベースシステムの構築…………… 93  
応用技術部 太田悟 尾形直秀  
福島技術支援センター 東瀬慎  
株式会社ジェンツ 平井光一
- 2 タンニン類を利用しためっき皮膜防食技術…………… 95  
材料技術部 渡部修  
株式会社サンビックス 室井良一
- 3 樹皮繊維原料による壁紙資材の開発…………… 97  
会津若松技術支援センター 橋本春夫  
株式会社松竹工芸社 小針悦也

---

## ニーズ対応型短期研究開発事業

---

- 1 ADSL対応ブロードバンド地域型ISPの設計…………… 99  
応用技術部 高樋昌 小柴誠
- 2 画像処理による寸法測定装置の開発…………… 101  
応用技術部 高橋淳 大内繁男
- 3 圧力センサの炭酸ガスレーザー溶接技術…………… 103  
いわき技術支援センター 佐藤善久 安藤久人  
生産技術部 藤井正沸  
株式会社ピュアロンジャパン 高橋誠 猪狩明大

---

## うつくしま未来博

---

- 1 画像処理によるジャンケンマシンの開発…………… 107  
応用技術部 高橋淳 大内繁男

---

## 試験研究機関ネットワーク共同研究事業

---

- 1 県産農作物の品質特性の把握と食品素材化技術に関する研究…………… 111  
会津若松技術支援センター 河野圭助 大野正博 齋藤裕子

---

## 事例研究

---

- 1 X線回折を用いた水酸化カルシウム－炭酸カルシウム  
－過酸化カルシウムの分析…………… 114  
材料技術部 加藤和裕
- 2 加飾技法を活用した洋食器の開発(3)…………… 116  
会津若松技術支援センター 佐藤隆 竹内克己 佐竹延明
- 3 炭酸カルシウムを利用したインクジェットプリンター用紙の開発…………… 118  
いわき技術支援センター 中山誠一 緑川祐二 齋藤宏  
株式会社ファイマテック相馬工場 内山浩隆
- 4 メタノール中の硫黄定量分析法…………… 121  
いわき技術支援センター 中山誠一  
材料技術部 杉内重夫
- 5 電解砥粒研磨によるステンレス容器の仕上げ技術…………… 123  
いわき技術支援センター 緑川祐二 佐藤善久 安藤久人  
日東金属工業株式会社 井上英行 大浦武彦 緒方徹

# 次世代メカトロニクスシステムの開発

## - 32bit 浮動小数点 DSP と FPGA を使ったモータドライブシステムの開発 -

A development of mechatronics system for next generation

-A development of motor drive system with using 32bit floating point DSP and FPGA-

応用技術部 高橋 淳 大内 繁男  
山本電気(株) 天野 耀鴻

省エネルギーへの対応のために産業機器、情報通信機器、インテリジェント家電などの分野でモータシステムにおける省エネルギー化の重要性が高まっている。我々は、電磁界解析に基づいたモータ本体の小型化と高効率化、DSP や FPGA によるモータドライブシステムの高機能化によって次世代メカトロニクスシステム用のモータドライブシステムを開発することを目指している。

今年度は、平成 12 年度に開発した固定小数点 16bit DSP を使用したモータドライブシステム FMC0101 よりも演算速度が速く、各種の制御方式に対応できるハードウェアを持ったモータドライブシステム FMC0201 を開発した。FMC0201 は、TI 社製の 32bit 浮動小数点 DSP と Altera 社製の FPGA を使用している。

FPGA には、3 相ブラシレスモータの制御回路、PWM 変調回路、タイマ回路、エンコーダ入力回路、A/D コントローラ、入出力ポートなどが含まれている。

今回開発したモータドライブシステムは、高度な制御手法を検証するシステムとして開発した。モータドライブシステムを商品化する場合には、目的に応じて FMC0201 の必要な部分を抜き出し、回路を最適化して安価な製品を作ることができる。応用分野としてはデジタル印刷機などの OA 機器や、産業用ロボットなどを予定している。

Key words: ブラシレスDCモータ、IPMモータ、シンクロナスレラクタンスモータ、DSP、FPGA

### 1. 緒言

磁場解析に基づいて新しく開発する IPMモータやシンクロナスレラクタンスモータを制御するために必要なモータドライブシステムを、DSPとFPGAを使って設計製作した。高度な制御演算を高速に実行できる汎用的なモータドライブシステム開発装置として回路を設計した。

以下、2. では今回開発したモータドライブシステム FMC0201について、3. ではモータ制御方式について、4. ではFPGAを使ったモータインタフェース回路について説明する。

### 2. FMC0201の製作

開発したモータドライブシステムFMC0201の構成を図1に示す。制御演算を行う演算部にTI社製32bit浮動小数点DSPのTMS320C6711を使用し、モータ用インタフェースにAltera社製APEX20K400Cを使用した。DSPの外

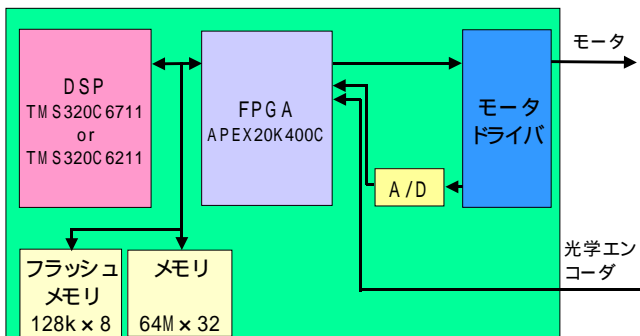


図1 モータドライブシステムFMC0201の構成



図2 モータドライブシステムFMC0201

部メモリとしては、128kバイトのフラッシュメモリと256MバイトのSDRAMを搭載している。各種のモータ制御方式開発に使用できるように、汎用性を重視して設計した。図2にFMC0201の外観を示す。

FMC0201には以下のような特徴がある。

浮動小数点DSPを用いることによって、桁数を考慮することなくプログラム開発ができる。

外部メモリが大容量なので、大量のデータを扱う行列計算にも対応できる。

内部回路を書換え可能なFPGAを使用しているため、配線の変更をすることなく高機能モータ用インタフェースの開発が容易に行える。

モータ端子の電流電圧を測定することができるので、センサレス制御に対応できる。

光学エンコーダの信号を入力することができるので、

エンコーダの信号を使った位置制御や速度制御ができる。

C言語を用いてプログラム開発ができるので、アルゴリズム開発ツールが出力したC言語のソースコードを利用することができる。

32bit浮動小数点DSPのTMS320C6711は、32bit固定小数点DSPのTMS320C6211とピンコンパチブルである。DSPを交換するだけで、安価な制御回路を製作できる。

モータドライバにはFETを使用し、10Aまでの電流を流すことができる。

A/Dコンバータの変換速度は1.6μ秒で、分解能は10ビットである。A/Dコンバータでモータ巻き線の電圧と電流をすべて測定できるようにしている。

プログラム開発にはC言語を用いている。プログラムのダウンロードやデバックは、モータドライブシステムとパーソナルコンピュータをJTAGケーブルで接続して行える。

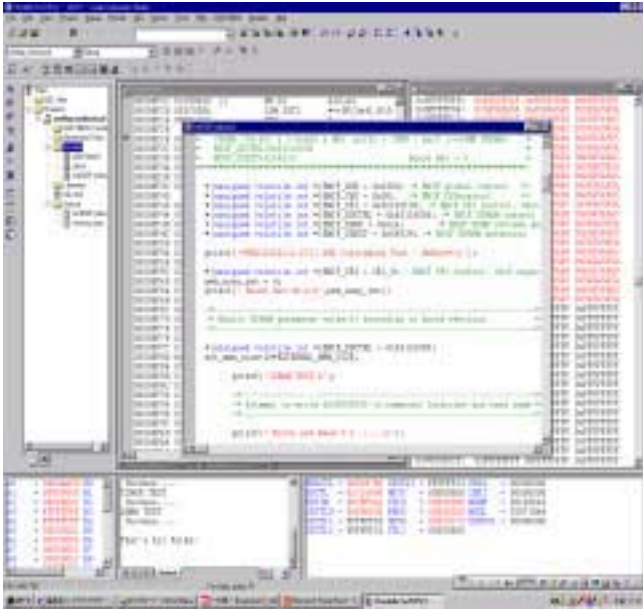


図3 プログラム開発時の画面

図3にプログラム開発時のパーソナルコンピュータの画面を示す。プログラムのコンパイル、リンク、ダウンロード、デバック、レジスタの表示と内容変更、プログラムの実行、ステップ動作などが行える。

### 3. モータ制御方式

磁場解析に基づいて設計したDCブラシレスモータは、回転子の位置を検出するセンサを使わないものと、正確な位置制御をするために光学エンコーダを使ったものを考えている。用途に応じてセンサレス方式、またはセンサ付きで使用する。

センサレス方式でモータを制御する場合には、モータ



図4 3相ブラシレスモータの逆起電力

タ回転時の逆起電力を測定する必要がある。

FMC0201では、センサレス制御ができるようにモータ各相の電流と電圧が測定できるようになっている。

図4に3相ブラシレスDCモータの逆起電力波形を示す。電流が流れていない相の電圧値と電流が流れている相の電圧値から以下のようにして逆起電力を求める。(1)

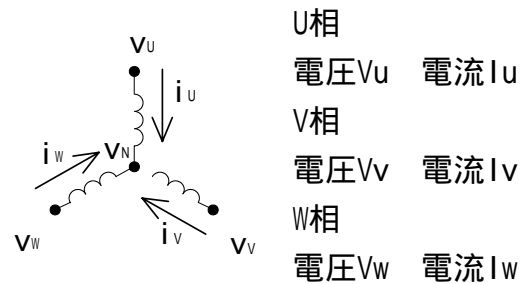


図5 モータ各相の電流と電圧

$$L \frac{di_u}{dt} + Ri_u + M \left( \frac{di_v}{dt} + \frac{di_w}{dt} \right) + e_u = v_u - v_N \quad (1)$$

$$L \frac{di_v}{dt} + Ri_v + M \left( \frac{di_w}{dt} + \frac{di_u}{dt} \right) + e_v = v_v - v_N \quad (2)$$

$$L \frac{di_w}{dt} + Ri_w + M \left( \frac{di_u}{dt} + \frac{di_v}{dt} \right) + e_w = v_w - v_N \quad (3)$$

$$v_N = \frac{1}{3} (v_u + v_v + v_w) \quad (4)$$

$$e_u = v_u - v_N \quad (5)$$

$$e_v = v_v - v_N \quad (6)$$

$$e_w = v_w - v_N \quad (7)$$

センサレス制御の場合、逆起電力 $e_u$ 、 $e_v$ 、 $e_w$ の極性が変化した時点で電流を流す相を切り替えることによってモータを駆動する。

センサを使用しないことにより、センサと配線が不要となり、価格を安くすることができる。高温多湿、埃などが多い場所でセンサが誤動作することがなく、悪環境での使用に耐えるモータを作ることが可能となる。



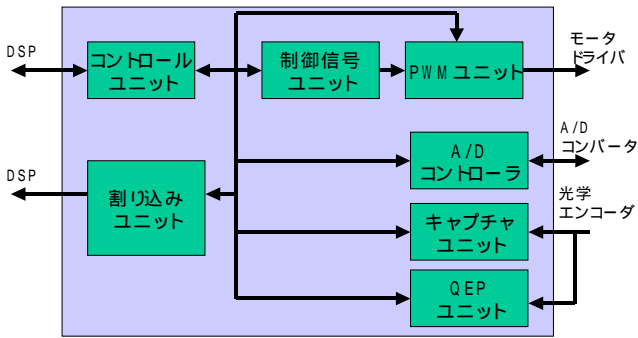


図6 FPGAに組み込んだモータインタフェース

#### 4. FPGAを使ったモータ用インタフェース

モータドライブシステムFMC0201のモータインタフェースを組み込んでいるFPGA内の構成を図6に示す。FPGA内に組み込んだモータインタフェースは、機能別に分けられた7つのブロックからなっている。

##### 4.1 コントロールユニット

FPGA内の各ユニットは、コントロールユニットを通してDSPからの設定データを受け取る。DSPへA/Dコンバータや光学エンコーダから取得したデータを渡す場合も、コントロールユニットを通して行う。

コントロールユニット内にはDSPから各ブロックへ設定データを渡すためのレジスタと、DSPへデータを渡すためのレジスタがある。DSPからFPGA内のブロックへ設定データを渡すレジスタは、デュアルポートメモリの構造を採っており、DSPからのアクセスとFPGA内のブロックからのアクセスが同時に行える。

DSPへデータを渡すレジスタは3段のFIFOの構造を採り、3回分のデータをデータの取得順に取り出せる。

##### 4.2 制御信号ユニットとPWMユニット

モータの制御信号は制御信号ユニットでつくる。制御信号ユニットでは、正弦波と、120°通電方式矩形波、180°通電方式矩形波の発生回路を持っている。

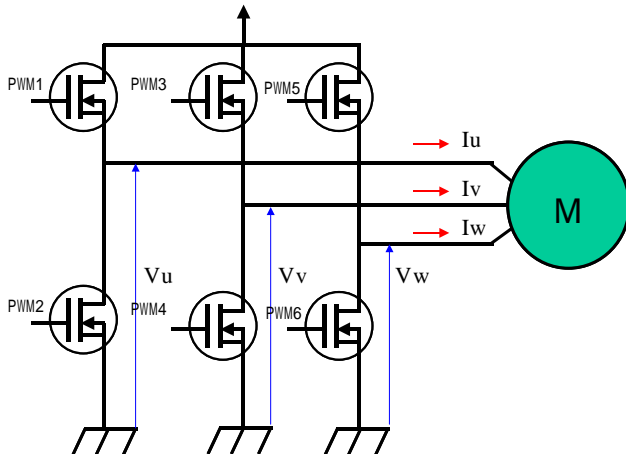


図7 モータドライバ回路

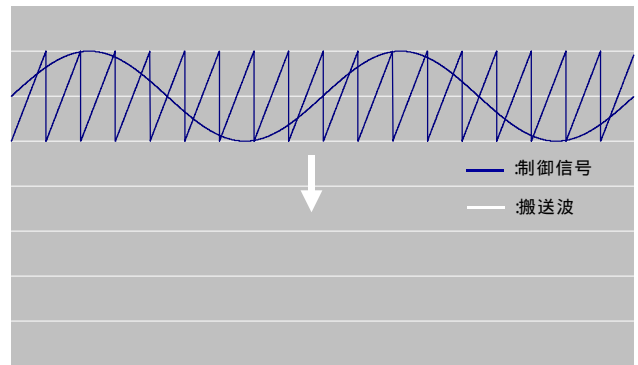


図8 PWM変調

DSPから周期と位相の設定が行える。制御信号をDSPのソフトウェアで作って出力する事も可能である。

モータドライバは、図7に示すような構成になっている。6個のFETをON,OFFする事によりモータへ電流を流している。

PWM (Pulse Width Modulation) ユニットでは、制御信号ユニットで作られたモータの制御信号にPWM変調をかける。制御信号の大きさをパルス幅に変換した信号としてモータドライバへ供給する。

図8にPWMユニットで行うPWM変調を示す。PWMユニットでは、制御信号のレベルが搬送波より大きい場合に"H"レベルの信号を出し、搬送波より小さい場合に"L"レベルの信号を出す。パルス信号のデューティ比によりモータへの供給電圧を制御する。

PWMユニットは、搬送波を対称型搬送波、非対称型搬送波から選択でき、搬送波の周期の設定を行える。モータの各相からの電圧、電流を取り込むタイミングを決めるために、搬送波に同期をとった信号を割り込み信号として供給する。

##### 4.3 A/Dコントローラ

モータの各相にかかる電圧、各相に流れる電流は、A/Dコンバータによって、デジタル変換され取り込まれる。A/Dコントローラは、A/Dコンバータの取り込みチャンネルの指定とデータ取り込みタイミングの設定を行う。DSPへA/Dコンバータのデータ変換完了を知らせるため、割り込み発生部へ変換完了信号を送る。

##### 4.4 キャプチャユニットとQEPユニット

モータの回転状態をモニタする光学エンコーダからの信号は、キャプチャユニットとQEP (Quadrature Encoder Pulse) ユニットでモータの回転速度、回転角、回転方向を検出する。光学エンコーダからの信号は図9に示すように、モータの1回転を等間隔に区切ったA相、B相のパルス列の信号と、モータが1回転するたびにパルス信号を出すZ相の信号である。A相とB相

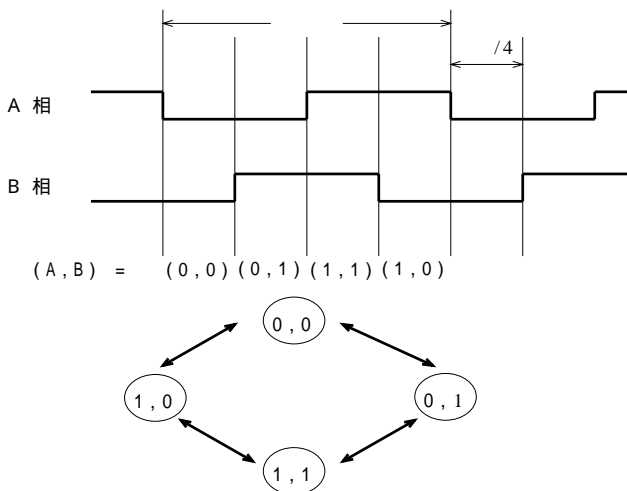


図9 QEPユニットによる回転方向検出

はパルス列の周期の1/4の位相ずれを持たせてある。パルス列信号の周期を計ることでモータの回転速度を測定することが出来る。

キャプチャユニットでは、A相、B相のパルス列のエッジを検出し、エッジ間の時間をタイマで測定し、モータの回転速度を算出している。パルス列のエッジ検出の対象となるエッジは、立ち上がりエッジ、立ち下がりエッジ、立ち上がりと立ち下がり両エッジの中から選択できる構造を採っている。

QEPユニットでは、A相、B相のパルス列からモータの回転角と回転方向を検出している。A相、B相のパルス列は周期の1/4の位相ずれがあるため、図9に示すように、回転方向によってA相とB相の信号からなる状態(A, B)の順序が決まる。

QEPユニットでは状態(A, B)の移行順序からモータの回転方向を検出する。モータの回転角は、状態(A, B)の移行順序と状態(A, B)の変化する回数から求めている。モータの回転角検出の分解能は、モータ1回転あたりのパルス数の4倍になる。

#### 4.5 割り込みユニット

モータ制御を行う場合、PWMユニットからのPWM信号の同期信号や、A/DコントローラからのA/Dコンバータの変換完了信号などの同期信号をDSPへ供給する必要がある。

DSPへの割り込み信号は割り込みユニットで作られ、FPGA内のブロックから出力される同期信号の中から自由に選択して出力することができる。

#### 4.6 FPGAの回路設計

FPGAの回路設計は、図10に示すようにブロック図や状態遷移図による動作記述により行った。ブロック図や状態遷移図で記述した回路は、FPGAの設計言語であるVHDLへ変換する。VHDLに変換された動作記述ファイ

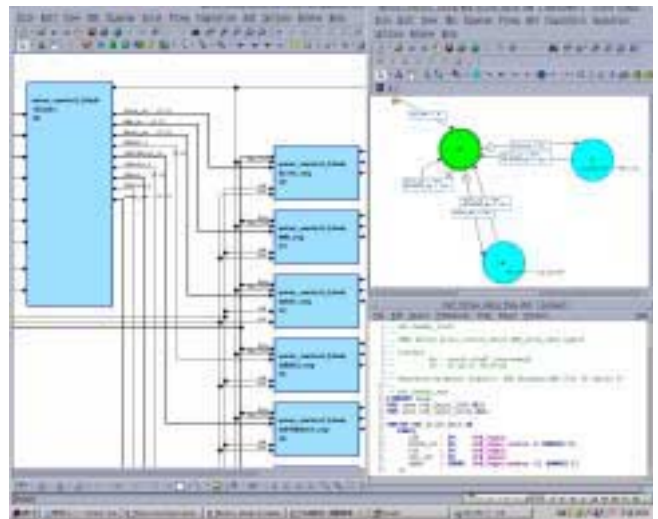


図10 FPGAの設計時の画面

ルを使用し、動作確認のためのシミュレーションや、FPGAに書き込むための配置配線を行った。

FPGA内の回路は、階層化によるトップダウンで機能を細分化しながら設計を行った。

#### 5. 結言

高度な制御演算を高速に実行できるDSPと、内部回路を自由に書き換えできる集積度の高いFPGAを使ってモータドライブシステムFMC0201を製作した。プログラム開発はC言語を利用することができる。

今回製作したシステムでは、センサレス制御や、光学エンコーダを使った正確な位置制御、速度制御など、各種の制御方式を実現できる。

FMC0201は、磁場解析に基づいて開発する新しい構造のIPMモータやシンクロナスレクタンスモータをベクトル制御方式を利用して駆動することを目的に開発した。高度な制御演算を行い20000rpm以上の回転数での制御にも対応できる。

モータ制御システムを商品化する場合には、安価な固定小数点DSPに置き換えることも簡単にできる。

今後は、デジタル印刷機の紙送り用モータの商品化を始め、各種産業用モータ、OA機器用モータ、家電用モータへの応用を行っていく。

#### 6. 謝辞

本研究に関して御指導いただいた岡山大学工学部電気電子工学科助教授小笠原悟司先生に感謝いたします。

#### 7. 文献

- (1) Texas Instruments Europe, "Implementation of a Sensorless Speed Controlled Brushless DC drive using TMS320F240", Texas Instruments Incorporated, pp. 1-21, Nov. 1997

# 次世代メカトロニクスシステムの開発

## —近距離における電波伝搬特性に関する研究—

### A development of mechatronics system for next generation

-A study of a radiating characteristic on the near-field-

応用技術部 須藤 尚子 笹山 淑弘

アルプス電気株式会社 志賀 貞一

情報機器の普及と共に、無線を使用した周辺機器が増加している。本研究では、ノイズ成分の多い機器の近くでの電波伝搬特性を解析し、効率のよいワイヤレス通信を実現するための基礎データを収集することを目的としている。

ワイヤレスマウスの受信に使用する基板アンテナを検討した結果、ループアンテナであってもパターン形状によっては遠方界で電界成分を受信できることがわかった。得られた結果を活用し、基板アンテナを試作したところ、実用上十分な受信レベルが得られた。

Key words: 基板アンテナ、近傍界、遠方界、プリントパターン

## 1. 緒言

昨今の急激な情報機器の普及と共に、パソコン等では接続の簡素化という点から、マウスやキーボード等の無線化が進んでいる。データ通信においても、無線LANやブルートゥースといった、無線による通信が急速に広まっているが、情報機器は自らがノイズを発生しており、無線環境としては決して良い条件ではない。

本研究では、近距離通信における電波伝搬特性を解析し、ノイズ成分の多い機器の周辺において、効率のよいワイヤレス通信を実現するための、基礎データを収集することを目的としている。

実験対象には、パソコンのワイヤレスマウスと組込型基板アンテナを選定した。ワイヤレスマウスには通信方式等に規格がなく、各社独自の仕様となっている。一般的にマウスとパソコン間は近距離であるが、ワイヤレスマウスの場合には離れた場所から操作する可能性もあり、送受信特性の良いアンテナが必須であるほか、機器組込型のため、小型アンテナであることも重要な要件である。

ワイヤレスマウスの出力特性を調べたところ、近傍界では磁界成分と電界成分がそれぞれ伝搬しているが、遠方界では電界成分が支配的であることがわかった。

受信用の基板アンテナについての解析結果からは、パターンの形状によって、磁界成分と電界成分の両方を受信できることがわかり、小型基板アンテナの設計に必要な指針を得ることができた。

以下、2. では実験方法について、3. では結果について、4. では結言について記す。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 実験対象

パソコン用ワイヤレスマウスと、図1、2に示す2種類の受信用基板アンテナを実験対象とした。

ワイヤレスマウスは送信用ループアンテナを内蔵しており、送信周波数は42MHz、出力は電波法の適用を受けない微弱無線局の範囲である。

受信用基板アンテナは、デスクトップパソコン用液晶ディスプレイ内に組込可能な2種類の基板寸法とした。使用した基板材質は紙フェノール、基板上にループ形状のプリントパターンを配置してアンテナとしている。基本パターンの全長はいずれも162mm、パターン幅は1mmである。

前述のパターンを全長が162mmの円形ループアンテナとして考えた場合、半径は約26mmとなるが、紙フェノール基板の波長短縮率が約0.49であることから、

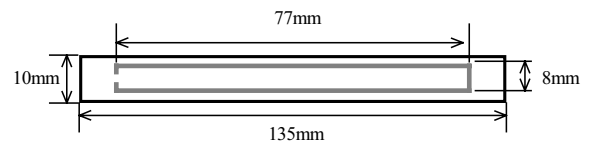


図1 基板アンテナ1

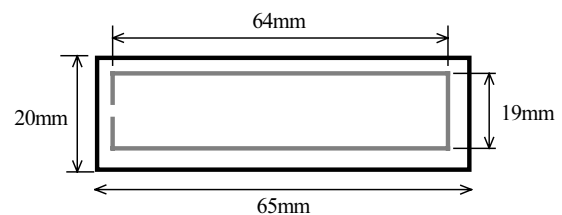


図2 基板アンテナ2

26mm は周波数 42MHz の約 1/134 波長に相当する。半径が周波数に対し 1/10 波長以下のものは微小ループアンテナに分類される<sup>1)</sup>ため、今回実験対象とした基板アンテナも微小ループアンテナとみなされる。

## 2. 2. マウス送信特性

ワイヤレスマウスの送信出力特性を調べるため、電波暗室において測定を行った。出力特性は、近傍界と遠方界のそれぞれにおいて、電界成分と磁界成分を分けて測定した。

周波数 42MHz の場合、近傍界と遠方界の境界は(1)式<sup>1)</sup>により約 1.1m であるため、近傍界としての測定距離は 0.1m~1m、遠方界としての測定距離は 1m~3m とした。

$$l = 2\pi / \lambda \quad (1)$$

$l$  = 距離       $\lambda$  = 波長

近傍界での出力特性測定には、近傍磁界プローブ (ELECTRO-METRICS 901)、近傍電界プローブ (ELECTRO-METRICS 904) およびレシーバ (Rohde&Schwarz ESVP) を、遠方界での測定にはダイポールアンテナ (Schwarzbeck VHA9103)、磁界プローブアンテナ (Schwarzbeck HFH2-Z2) およびレシーバ (ESVP) を用いた。ワイヤレスマウス、測定アンテナはいずれも高さ 1m の位置に配置した。ワイヤレスマウス内のループアンテナは、開口部が地面に対し水平に位置しているため、プローブ、アンテナとも水平偏波で測定した。

## 2. 3. 基板アンテナ受信特性

ワイヤレスマウスから送信されている電波を前述の 2 種類の基板アンテナで受信し、それぞれの受信特性を調べた。測定は電波暗室で行い、測定高さは 1m、測定距離は 0.1m~3m の範囲とした。基板アンテナに誘起された電圧は、レシーバ (Rohde&Schwarz ESVP) で測定した。プリントパターンの形状による受信レベルの差のみを比較するため、整合回路は用いていない。

## 2. 4. アンテナ線路長と受信レベル測定

受信周波数 42MHz の波長に対し、どの程度の線路長があれば信号の受信が可能であるかを調べた。測定は電波暗室で行い、2. 2 項と同じダイポールアンテナのロッド長を、波長の  $1/(2 \times n)$  ( $n$  は整数) 倍で変化させ、受信レベルをレシーバにて測定した。測定高さは 1m、測定距離は 1m と 3m とした。

## 2. 5. ループ形状と受信レベル

ループ形状の違いによる、受信レベルの変化を調べた。受信周波数 42MHz の 1/16 波長 (44cm) のワイヤ

一を、縦横比の異なる 3 種類の四角形のループ形状とし、長辺の中央で給電した。

測定は電波暗室で行い、2. 2 項と同じレシーバを用いた。測定高さは 1m、測定距離は 0.1m~3m の範囲とした。

## 3. 結果

### 3. 1. マウス送信特性

ワイヤレスマウスの近傍界での送信出力を、図 3 に示す。受信レベル 11dB $\mu$ V 以下は、レシーバのノイズレベルである。(以下、すべての結果に共通。)

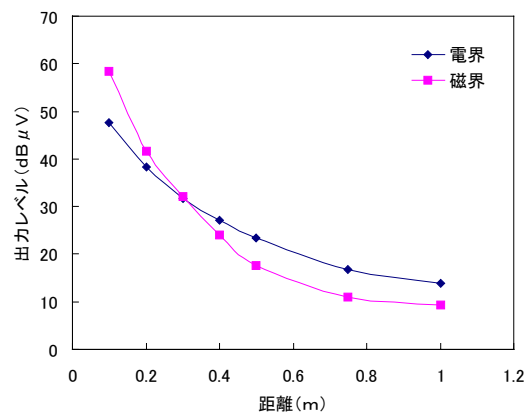


図 3 マウス近傍界送信出力

送信アンテナがループアンテナの場合、近傍界では磁界成分が支配的とされている<sup>2)</sup>が、図 3 の近傍界での測定結果からは、磁界成分も電界成分も、同程度出力されていることがわかった。

ワイヤレスマウスの遠方界での送信出力を、図 4 に示す。

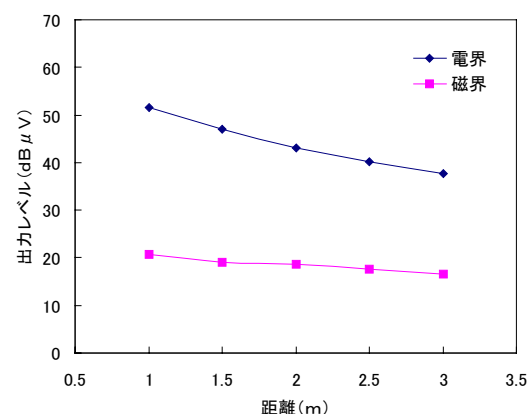


図 4 マウス遠方界送信出力

遠方界での測定結果からは、磁界成分は距離が離れてもほとんど変化がないが、電界成分は距離と共に減衰していることがわかった。

遠方界における電波の減衰は距離に反比例する<sup>3)</sup>の

で、受信レベルが距離と共に減衰した電界成分について、測定距離 1m での値を基準とし、比で表したものを図5に示す。図5中の計算値は、測定距離 1m での実測値を基準とし、 $1/l$  ( $l$ =距離) で計算した値である。

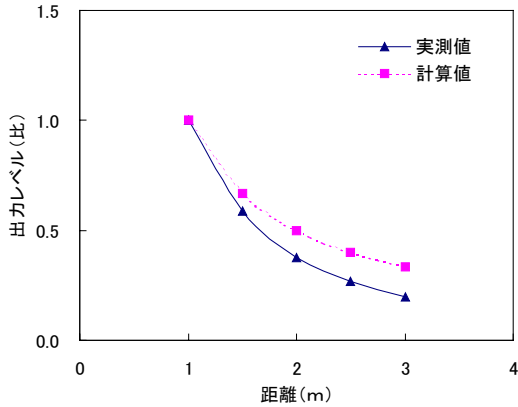


図5 マウス遠方界送信出力比

図5に示したとおり、ワイヤレスマウスの電界成分の出力は、距離にほぼ反比例して減衰していることから、遠方界での電波伝搬は電界成分が支配的であることがわかった。

ワイヤレスマウスが、電波法で規定する微弱無線局としての条件を満たしているか、測定距離 3m での電界強度も測定した。周波数 42MHz においては、測定距離 3m で電界強度が 54dB $\mu$ V/m 以下でなければならないが、今回実験に使用したワイヤレスマウスの 3m における電界強度は 41dB $\mu$ V/m であり、微弱無線局の条件を満たしていた。

### 3. 2. 基板アンテナ受信特性

基板アンテナ 1、2 の受信特性を図6に示す。基板アンテナ 1 は、基板アンテナ 2 に比べて全体的に受信レベルが高いことがわかった。

図7に、基板アンテナ 1、2、および近磁界プローブによる近傍界での受信レベルを、距離 0.1m での受

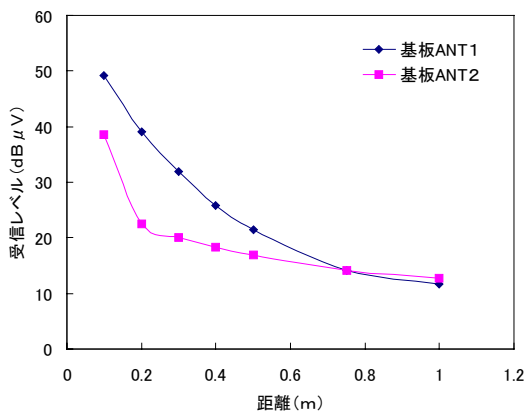


図6 基板アンテナ受信特性

信レベルを 1 として比で表したものを示す。

基板アンテナ 1 は基板アンテナ 2 に比べてループ開口面積が小さいため、ループ内を鎖交する磁束が少なく、ループアンテナとしては機能していないのではないかと予想されたが、図7からは基板アンテナ 1、2

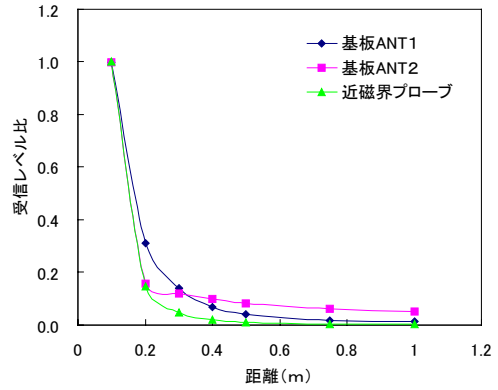


図7 基板アンテナ受信レベル比

とも磁界プローブと同じような受信レベルの減衰を示していた。基板アンテナ 1、2 とも磁界ループアンテナとして機能しているのであれば、開口面積が大きい程受信レベルは高くなるため、基板アンテナ 2 のほうが受信レベルが高くなるはずであるが、図6の結果を見ると、基板アンテナ 1 の方が受信レベルが全体的に高い。これは、3. 1 項で、ワイヤレスマウスの近傍で、磁界成分と電界成分の両方が存在していることが確認されているため、基板アンテナ 1 は、磁界成分のほかにも電界成分も受信しているのではないかと推察される。

### 3. 3. アンテナ線路長と受信レベル測定

半波長ダイポールアンテナのロッド長を、波長の  $1/(2 \times n)$  倍で変化させて受信レベルを測定した。結果を図8に示す。

ワイヤレスマウスとアンテナ間の距離が 3m の場合は、周波数 42MHz の  $1/8$  波長 (約 0.9m) が受信限界

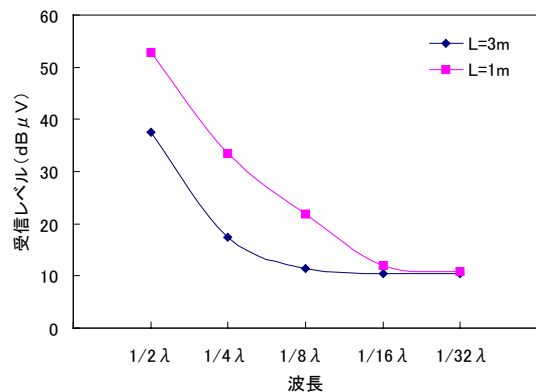


図8 ロッド長と受信レベル

であったが、距離 1m の場合は 1/16 波長 (約 0.4m) まで受信可能であった。

### 3. 4. ループ形状と受信レベル

全長が同じ長さのワイヤーを、縦横の長さを変えた四方形ループとした場合の、測定距離 0.5m、1m、3m における受信レベル測定結果を表 1 に示す。

表 1 ループ形状と受信レベル

ループ寸法 縦×横 (mm) 距離	受信レベル (dB $\mu$ V)		
	① 110×110	② 185×35	③ 210×10
0.5m	26.3	29.9	30.2
1m	17.5	22.6	22.3
3m	10.8	10.8	12.7

距離 1m までの近傍界では、①の正方形ループに比べ、②③の長方形のループのほうが受信レベルが高いことがわかった。これは、②③が形状的に磁界、電界両成分を受信しているためであると推察される。

3m の遠方界では、①②の受信レベルはノイズレベルであるのに対し、③のみが有意な信号として認識できる受信レベルを示した。③は、同じ長方形ループでも②に比べ長辺が長いため、遠方界でも電界成分を受信できていると推察される。

以上のことから、近傍界、遠方界でも使用できるアンテナとしては長方形ループの形状が適していることがわかった。

### 3. 5. 共振回路付基板アンテナ

基板アンテナを実際に製品に組み込む際には、線路インピーダンスの共振点を、受信したい周波数に合わせるための回路が付加されるため、それぞれの基板ア

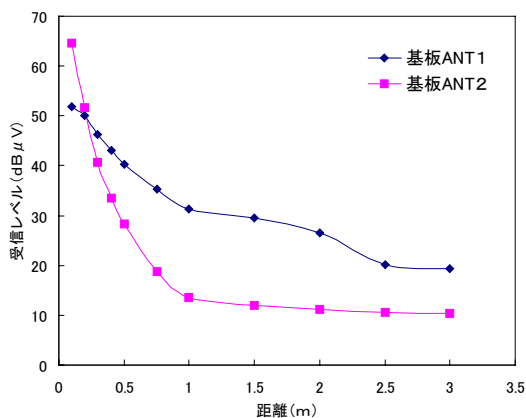


図 9 基板アンテナ受信特性 (共振回路有)

ンテナに、共振回路を付加した状態での受信特性を測定した。結果を図 9 に示す。なお、基板アンテナ 1 は、予備実験で二重ループにしたほうが遠方界での受信レベルがより高くなるとの結果を得ていたため、二重ループのプリントパターンとしている。

ワイヤレスマウスとの距離が近い場合には、基板アンテナ 2 の受信レベルが高いが、0.3m からは基板アンテナ 1 の受信レベルのほうが高くなっていった。1m 以上離れると、基板アンテナ 2 の受信レベルはノイズレベルとなってしまいが、基板アンテナ 1 は 3m 離れても受信レベルは約 20dB $\mu$ V あり、実用上十分な受信レベルが得られた。

## 4. 結言

ワイヤレスマウスの電波伝搬特性と、受信に使用する小型基板アンテナについて検討した。

ワイヤレスマウスは、送信アンテナとしてループアンテナを使用しているが、近傍界では磁界成分と電界成分、遠方界では電界成分が伝搬していることが確認された。

受信可能なアンテナのロッド長を調べたところ、距離 1m では、受信周波数の約 1/16 波長の長さが最低限必要であることが確認された。今回実験に用いた基板アンテナは、微小ループアンテナということからパターンの線路長については特に考慮せずに試作したが、パターン長と波長の関係も重要であることがわかった。

基板アンテナは、長方形ループ形状とした場合、磁界成分と電界成分の両方を受信できることが確認された。全長が同じ場合、長辺が長い方が電界成分をより受信しやすくなることも確認された。

以上のことから、小型基板アンテナを設計する場合、波長短縮率を左右する基板の誘電率を考慮し、受信したい周波数の波長の約 1/16 $\lambda$  の長さのパターンを形成すること、ループアンテナの形状とする場合には、長方形の形状が受信感度をあげるためには有効であることがわかった。

今後は、得られた結果をもとに、別な周波数を使用するワイヤレスマウス用基板アンテナを試作し、設計指針の妥当性を検証するとともに、整合回路の検討もを行い、より効率の良い小型基板アンテナを設計する。

## 参考文献

- 1) 電子情報通信学会編：“アンテナ工学ハンドブック”、オーム社、pp.62-63(1980)
- 2) 岡村迪夫：“解析ノイズ・メカニズム”、CQ出版、pp.59-60(1987)
- 3) 虫明康人：“アンテナ・電波伝搬”、コロナ社、pp.16-18(1961)

# 在宅介護用昇降ベッドの開発

## —昇降機構部の開発—

Development of elevating bed for home care

—Development of elevating mechanism—

生産技術部 斎藤俊郎 工藤弘行 安齋弘樹 角田稔 渡辺正幸  
会津若松技術支援センター産業工芸科 佐竹延明 出羽重遠  
(株)コスモテック 谷島昇  
(株)ナショナルマリンプラスチック 織茂正博 緑川貴司  
(株)ホット郡山 安齋久夫

昇降範囲が広く、移動や操作が容易な介護される人と介護する人がともに使い勝手の良い介護ベッドの開発を研究の目標とした。平成 13 年度は、前年度のベッド 1/2 サイズの昇降機構部の試作結果を基に、ベッド 1/1 サイズの X 形機構の試作を行った。また垂直な昇降ガイドに沿って上昇・下降するリニアスライドガイド機構の試作を行った。その結果いずれの機構とも安定して昇降することを確認した。

Key words: 介護ベッド、昇降、X 形機構、リニアスライドガイド機構

## 1. 緒言

現在、少子化・高齢化が進展しており、介護保険が導入されたことで在宅での介護が増加している。そのため介護における主要な機器であるベッドは使い勝手の良いものが必要になってきている。

在宅介護では、介護される人の就寝位置は高い方が介護しやすいことから介護ベッドが普及しているが、市販のベッドでは最も低いベッド面高さで 300mm 程度であり、畳の上の布団という従来の就寝環境の維持が難しいという面がある。

そこで本研究では、低い位置まで昇降する広い昇降範囲を持ち、移動や操作が容易な、介護される人と介護する人がともに使い勝手の良い介護ベッドの開発を目指して、平成 12 年度から平成 14 年度の 3 年間の予定で、県内企業 3 社との共同研究を行っている。

平成 12 年度はベッドの 1/2 サイズの昇降機構部を試作し、基本的な昇降動作の検討を行った。平成 13 年度では、平成 12 年度での試作結果を基にして、X 形機構およびリニアスライドガイド機構を利用したベッド 1/1 サイズの昇降機構部の試作・検討を行った。

## 2. 研究内容

開発するベッドは、駆動源にエアを利用して従来の介護ベッドより低い位置まで昇降することができ、通常使用する時は最も低い位置で使用することで畳の上の布団で寝ている環境に近い状態で使用できること、介護を行う時やベッドから離れる時は必要な高さにベッド面が上昇すること、設置・移動が容易であること、操作が高齢者にも容易であることを目標としている。

平成 12 年度は、昇降ガイドとして図 1 に示す X 形機構を利用して、ベッド 1/2 サイズの機構部について

X 形機構をベッド外周部に配置するタイプとベッド中心部に配置するタイプの 2 種類を試作した。平成 13 年度ではこれらを比較・検討し、機構部をベッド外周部に配置するタイプを基にベッド 1/1 サイズの昇降機構部の試作を進めた。また、足元のスペースが広く取れる可能性のある機構として、図 2 に示す垂直な昇降ガイドに沿って上昇・下降するリニアスライドガイド機構の試作を行った。

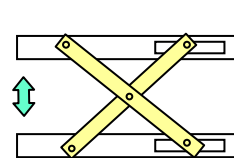


図 1 X 形機構

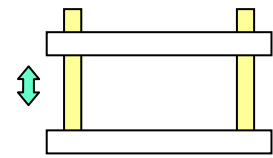


図 2 リニアスライドガイド機構

## 3. ベッドのシステム構成

開発するベッドは、エアを動力源としてベッド上面を昇降させるものであり、次の要素から構成される。

- (1) ベッド上面の昇降ガイド
- (2) エア源
- (3) ベッド上面を昇降させる駆動装置
- (4) エア配管と制御機器

ベッド上面には使用者の位置により偏荷重が加わるため、ベッド上面を床面と平行に安定させる昇降ガイドを設置する。

## 4. X 形機構の試作・検討

### 4. 1. ベッド 1/2 サイズの昇降機構部の検討

平成 12 年度に試作した X 形機構について、機構部上下面の最低間隔の低減化を図り、上下の板厚分を除いた機構部の最低間隔を 90 mm から 66 mm に低減

した。改良した機構部を図3に示す。

また、立ち上がる際に必要な足を引き入れる領域と機構部を被うためのカバー設置領域を設けるために、図4に示すようにX形機構を内側150mmに配置した。



図3 改良した機構

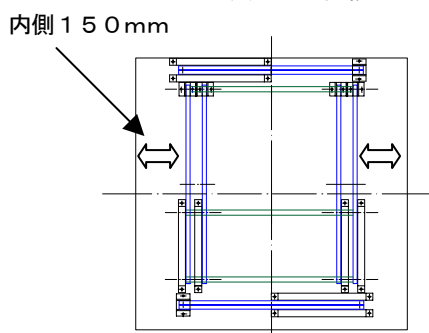


図4 機構部平面

#### 4.2. ベッド1/1サイズの昇降機構部の検討

2つのベッド1/2サイズの昇降機構部を接続し、ベッド1/1サイズの昇降機構部としての昇降動作の検討を行った。図5にベッド1/1サイズの昇降機構部を示す。



図5 2つの1/2サイズ機構部を繋いだ状態

1/1サイズの機構は、2つの機構を接続して1つのベッド面としているので、昇降時でのベッド上面の同期性や安定性を検討するために、上昇時、下降時のベッド上面の変位測定を行った。

測定位置は、図6に示すように各々のベッド1/2サイズ機構部の中央1ヶ所ずつ、計2ヶ所である。ベッド上面には60kgの荷重を均等に与えた。

図7に変位測定結果を示す。上昇・下降とも2つの

測定点における昇降はほぼ同じ動作を示しており、1/1サイズの昇降機構として、安定して昇降していることが確認できた。また、上昇・下降とも2つのグラフは直線的に変化しており、昇降速度はほぼ等速で、大きな速度変動がないことがわかった。



図6 ベッド上面の変位測定点

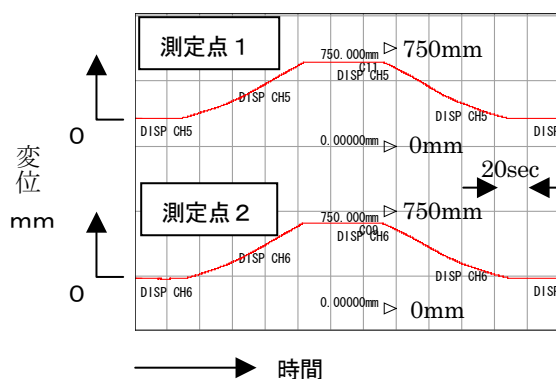


図7 変位測定結果

次に昇降機構部の改良として、機構固定部の耐久性の向上を図った。図3に示したX形機構では、機構の固定に木製の上板、底板を使用しているが、この部分をスチール製フレームとすることで、より耐久性の高い構造とした。また、これにより足を引き入れる部分にあった底板がなくなり、この部分の床面との段差が解消された。図8にフレーム構造としたベッド1/2サイズの昇降機構部を示す。今後はフレーム構造とした1/1サイズ昇降機構部の動作を確認していく予定である。

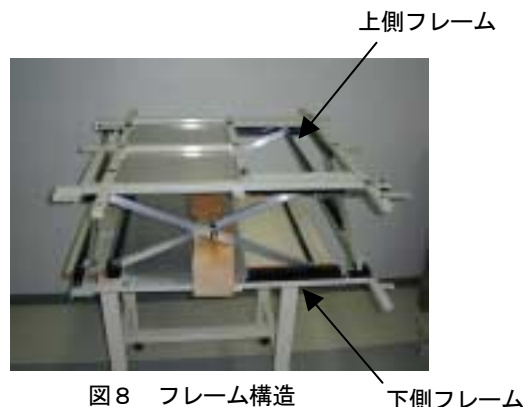


図8 フレーム構造



## 5. リニアスライドガイド機構の試作・検討

リニアスライドガイド機構では、従来のベッドに比べて重量が軽く、足を引き入れるスペースを広範囲に取ることを目的として、ベッド1/1サイズの昇降機構部の試作を行った。

昇降動作は、垂直なシャフトに沿ってリニアスライドガイドおよびベッド上面が昇降する。ベッド上面と床面との平行保持には、ワイヤを用いた平行機構を利用している。図9にこの平行機構の概略を示す。昇降ガイドに固定されたプーリに沿ってループ状にワイヤが設置されており、このワイヤは点Aと点Bにおいてベッド上面に固定されている。平行機構の動作原理は、図9のベッド上面の点Aにおいて変位Lが発生すると点Aでベッド面に固定されているワイヤは同じLだけ移動する。このワイヤはB点でベッド上面に固定されているので、ベッド上面の点Bは点Aと同じ量、同じ方向に移動し、これにより平行を保持する。

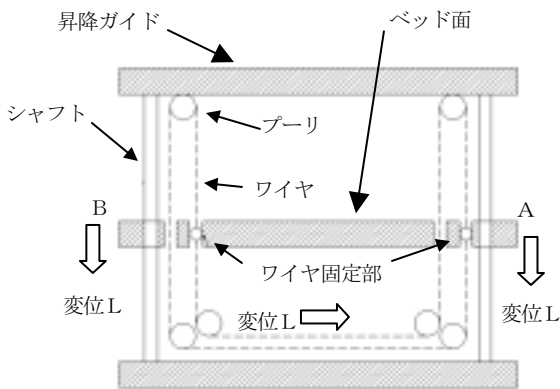


図9 ワイヤを用いた平行機構

図10に試作した昇降機構部を示す。ベッドの4隅に垂直なシャフトを配置しており、昇降ガイドはベッド前後方向の最前部と最後部に配置されている。シャフトに沿ってリニアスライドガイドとこれに接続されているベッド上面が昇降する。



図10 リニアスライドガイド機構

平行を維持するワイヤはベッド中央部の前後方向

に1つのループ、最前部と最後部に左右方向にそれぞれ1つずつループが設けられており、これによりベッド上面の前後、左右方向の平行を保持する。

ベッドの構造は、底部は木製の底板、ベッド上面はアルミフレームを用いている。この機構では昇降ガイド部分がベッドの最前部と最後部に配置されているため、ベッドから立ち上がる際に必要な足元のスペースを広く取れる構造となっている。この機構の昇降動作については、安定して動作することを確認した。

しかしながら、問題点として、底部に木材製の板を用いているためベッド底部の剛性が足りなく、ベッド左右方向の偏荷重が加わった場合、底部の板自体がねじれ、ベッド面の変形を招くことがわかった。このため機構部の改良としてベッド底部をアルミフレーム化し、ベッドの剛性向上を図った。改良した昇降機構部を図11に示す。今後は改良した昇降機構部の動作確認を行っていく。

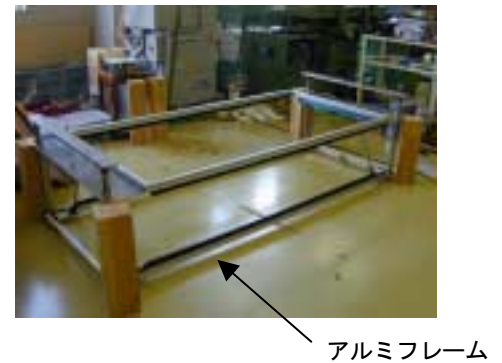


図11 改良した機構

## 6. まとめと今後の予定

平成13年度では、ベッド1/1サイズの昇降機構部について、昇降ガイドとしてX形機構を利用した昇降機構と、リニアスライドガイドを利用した昇降機構を試作し、いずれも安定に上昇・下降することを確認した。平成14年度では、ベッド1/1サイズ昇降機構部の改良を進めるとともに、背上げなどの補助装置について試作を行い、その動作について検討を行う予定である。

# 在宅介護用昇降ベッドの開発

## — 人間工学的評価方法の確立 —

### Development of elevating bed for home care

-Establishment of evaluation method by human engineering technique -

生産技術部 角田稔 斎藤俊郎 工藤弘行 安齋弘樹  
会津若松支援センター産業工芸科 佐竹延明 出羽重遠

立ち上がり動作中に関節にかかる負担の度合いを、関節トルクとして定量化して測定することができた。その方法を用いて、ベッドからの立ち上がりをする時に、どの姿勢だと立ち上がりが楽なのかを調べた。その結果、足、膝、腰が90度になる一般的な着座姿勢より、ベッドを10cm高くし、足を5cm引いた姿勢が立ち上がりしやすいことが確認できた。

Key words: 人間工学、リンクモデル、動作解析、関節トルク

## 1. 緒言

従来、福祉介護機器の開発では、使いやすさを使用者の主観的な感想などを元に評価してきた。これらは定量化されていないため、設計にフィードバックしづらく、設計者が勘を頼りに試作を繰り返さざるを得ない状況にあった。これに対し、より説得力のあるデータを設計者に供給することを目的に、主観的な感性情報を生理的な指標で客観的に計測しようとする試みが最近行われだした。例えば、快適性、心地よさを脳波・心拍測定、体圧分布で、あるいは、肉体的負担度を動作解析、床反力測定で評価する方法などが検討されている。これらの人間工学的評価方法を確立することによって、より使いやすい福祉介護機器を開発する際の客観的指標となるデータを得ることができる。

高齢者の生活にかかわる問題で、大きなウェイトを占めると考えられることの一つに、移動の問題がある。自由に移動ができることは、生活基盤の上で重要な条件であり、生き生きと生活できるかどうかにかかってくる。また、高齢者が在宅で自立して生活できるかどうかは、医療福祉のコストにも大きく影響するという報告もある。

昇降ベッドを使用する方は、加齢による筋力、バランス能力の低下によって立ち上がり動作が困難になる。近年、「寝たきりの方をどう介護するか」から「寝たきりにならないように、立ち上がりできるように」へと介護の考え方が変化しつつあり、立ち上がりできるかどうかで、介護をする方の負担も大きく左右されると言われている。介護現場でベッドからの立ち上がりの重要性が認識されている一方で、立ち上がり動作に注目した福祉機器開発は十分に行われているとは言い難い状況である。本研究では、昇降ベッドの特徴であるベッド高さを変化させることによって、高齢者の方が立ち上がりがしやすい状態にすることができるのではないかと考え、ベッド端部に座った状態からの立ち上がり

動作に注目した。動作中に各関節にかかる負担の度合いは関節トルクとして測定した。また、立ち上がり動作前の姿勢と関節トルクの関係性を調べた。さらに、動作中の姿勢と関節トルクの関係性に理論的な検討を加えた。

## 2. 実験および考察

### 2. 1. 実験方法

実験は3次元動作解析システムおよび床反力計を用いて行った。動作時の各関節位置は3次元動作解析システムで計測した。この装置は、計測対象である被験者の関節の特徴点に球状のマーカーを取り付け、それを複数台のカメラで撮影することにより、関節位置を3次元空間座標内での位置座標で表すことができる。特徴点は、肩、腰、膝、くるぶし、足小指関節の5つとした。床反力計は、動作時に被験者の足底部と床面との間に作用する力の大きさと方向を測定する装置である。この2つの測定を同期させ、1秒間に30回のデータ計測を行った。

測定条件としては、動作を開始する前の姿勢に注目し、ベッドの高さおよび足位置の2つをパラメータとした。足底を床につけて、足首、膝、腰関節が90度になる姿勢を基準姿勢、その時のベッドの高さを基準高さ、足首関節が90度になる足の位置を基準位置とした。ベッド高さは、基準高さ、5cm、10cm高い場合、5cm、10cm低い場合の5条件、足位置については、基準位置と、5、10、15cm手前に引いた場合の4条件にて測定を行った。

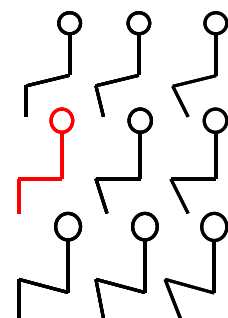


図1 測定条件姿勢の例

## 2. 2. リンクモデルと関節トルク計算方法

ベッド使用者がベッド端部に座った状態から立ち上がり動作をする状態を、図2に示すような二次元の剛体リンクモデルで表す。重力や加速度を考慮すると、各関節に作用する力とモーメントの釣り合いから、関節トルクは次式で表される。

$$M_{jk} = M_{ij} + (Y_j - Y_{ij})N_{ij} - (Y_j - Y_{jk})N_{jk} - (X_j - X_{ij})R_{ij} + (X_j - X_{jk})R_{jk} - I_j \cdot \ddot{\theta}_j$$

ここで、 $i$ は対象としている1つ下の節、 $j$ は対象としている節、 $k$ は対象としている1つ上の節、 $M_{ij}$ は節 $i$ から節 $j$ に加えられる関節トルク、 $(X_j, Y_j)$ は節 $j$ の重心位置、 $(X_{ij}, Y_{ij})$ は節 $i$ と節 $j$ の間にある関節の位置、 $(N_{ij}, R_{ij})$ は節 $i$ から節 $j$ に及ぼされる関節間の力の $x, y$ 成分、 $I_j$ は重心まわりの節 $j$ の慣性モーメント、 $\ddot{\theta}_j$ は節 $j$ の回転角速度である。身体各部の質量、重心位置、慣性モーメントは、青年者、高齢者のデータ<sup>1) 2)</sup>を元にして計算している。

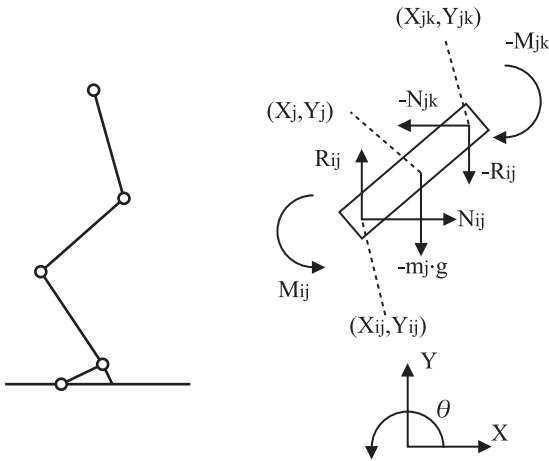


図2 リンクモデル(左)と1つのリンクにおける力とモーメント(右)

## 2. 3. 実験結果

今回の実験では、3次元動作解析システムで測定された各関節の座標値、床反力計で測定された床反力から、足首、膝、腰の各関節に働くトルクを計算した。図3にその一例を示す。図左側のグラフが、経時変化を、右側が動作中の特徴的な姿勢を示している。関節トルクは立ち上がり動作に応じた変化を示した。例えば、時刻Aで上体を倒し始めると腰関節トルクが徐々に増大し、時刻Bで上体の移動が終わり、重心が足部の鉛直上方に移動する。時刻Cで臀部がベッド面から完全に離れ、膝関節トルクが最大になる。次に、時刻Dで、下腿部の移動が終わり、足首への負担が最大となる。最後に、時刻Eで、トルクの変化がなくなり直立姿勢となる。

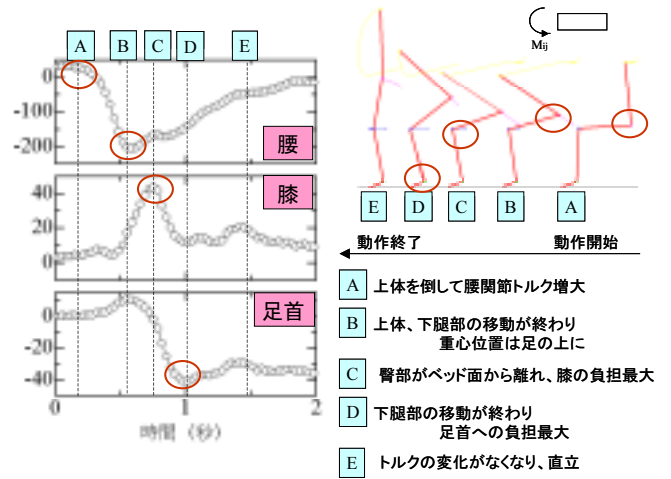


図3 動作中の関節トルクの変化と姿勢の関係

図4は立ち上がり動作前の姿勢と動作中の最大膝関節トルクの関係を表したもので、縦軸がベッド高さ、横軸が足の位置を示している。図中、ベッド高さが10cm高く、足位置が基準位置または5cm引いた姿勢の周辺に、負荷の低い領域がある。立ち上がり補助として、使用者の姿勢をこの領域に動かしてあげることが効果的であると考えられる。

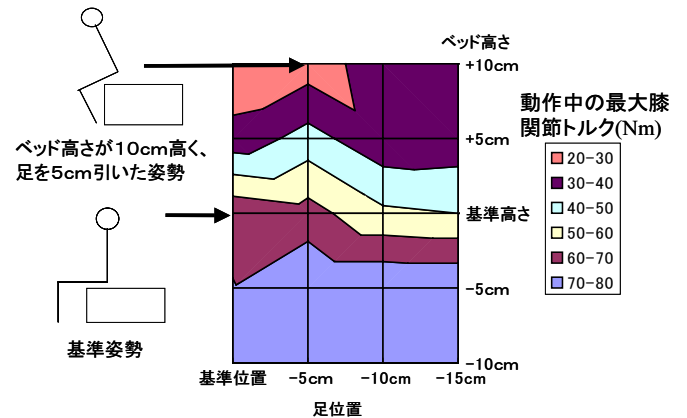


図4 立ち上がり動作前の姿勢と動作中の最大膝関節トルクの関係

## 2. 4. 考察

次に、動作前の姿勢によって、関節トルクが変化することについて理論的な検討を加える。まず、姿勢の記述方法として、ベッド高さと足の位置の代わりに、新たに、関節角度を用いる。これによって、動作中の姿勢を表現することができる。足首、膝、腰の3つの関節はそれぞれ独立ではなく、重心を保つため、ある程度の関連性があると考えられる。そこで、本研究では、立ち上がり動作により関係が深いと思われる足首、膝の関節角度を、それぞれ下腿部角度と大腿部角度で表現する方法を選択した。

図5は、動作中の姿勢の軌跡を示したもので、縦軸

が大腿部角度、横軸が下腿部角度を示している。測定条件はベッド高さが基準高さ+10cm高さ、足位置が基準位置と-5cmの4条件である。この結果、動作前の姿勢が異なると、その姿勢に応じて、それぞれ違う軌跡で立ち上がりが行われている事が確認された。

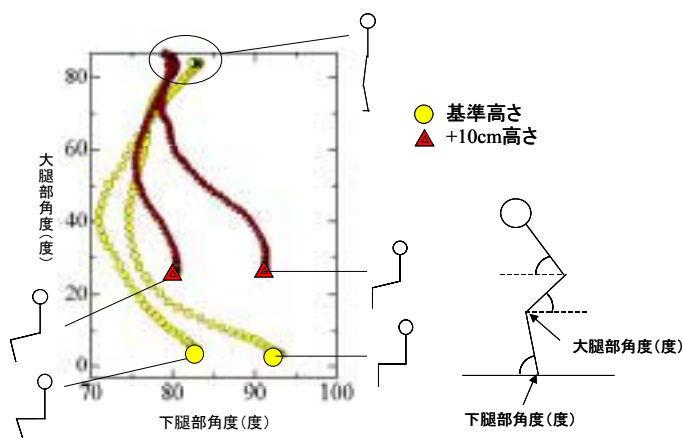


図5 動作中の姿勢の軌跡

次に、動作中の様々な姿勢が、どのくらい姿勢維持するのに困難なのかを調べるため、任意の関節角度を取る時、その姿勢を維持するために必要なトルクを計算した。この時、全身の重心が足裏の中心部にありと仮定して計算している。図6はその結果を示したもので、それぞれの姿勢を維持するのに必要な足首、膝、腰関節トルクの合計の分布を表している。図中の青い部分は、そのままでは姿勢を維持できない不安定な領域を示している。この領域では椅子に腰掛けていたり、動作中でなければ姿勢を維持できない。また、赤みがかかった部分ほど、姿勢維持のための関節トルクが小さい。すなわち、楽な姿勢であることを示している。

図中には、図5に示した代表的な4条件の立ち上がりの軌跡もあわせて示している。いずれの場合も、不安定な領域から動作を開始した後、その領域から外に出て、徐々に、姿勢維持に必要な関節トルクが小さい領域へと移り変わり、最終的に、姿勢維持に必要な関節トルクが最も小さい、すなわち、最も安定である直立姿勢となる。

また、動作中の関節トルクが4条件の中で最も大きかった基準姿勢からの立ち上がりは不安定領域の中で長時間動作していることを示している。一方、動作中の関節トルクが小さかった、ベッド高さが10cm高く、足位置を5cm引いた姿勢からの立ち上がりでは、不安定領域の中で動作しているのは、わずかな期間である。以上のような理論的計算結果と動作中の最大関節トルクの実験結果を合わせて考えると、不安定領域で動作する期間の長さが、動作中の最大関節トルク値に影響していると推察される。この不安定領域内での移動では、ある程度の加速度を持っている必要がある。

それは、静止に近い状態になると、姿勢が維持できずに、転倒するなど体のバランスを保てなくなるためである。不安定領域の期間が長いほど、ある程度の加速度を維持して動くだけのエネルギーが必要になり、関節トルクが大きくなると考えられる。

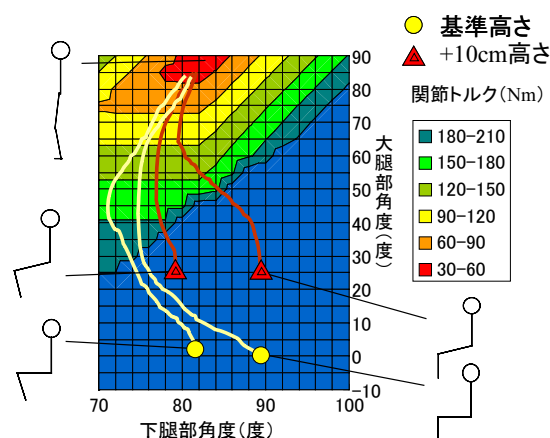


図6 姿勢維持に必要な関節トルク

### 3. 高齢者対象の検証実験

これまでに得られた知見を確認するために、老人ホームに入所している高齢者の方3名を対象にした検証実験を行った。測定条件は、基準姿勢と、ベッド高さが10cm高く、足を5cm引いた立ち上がり補助姿勢の2条件で行った。3名のうち2名は、基準姿勢では立ち上がりできなかったが、補助姿勢では立ち上がりができた。もう1名は、立ち上がり補助によって、動作中の膝関節トルクが80Nmから56Nmへ減少した。

### 4. 結言

動作中に関節にかかる負荷の度合いを、関節トルクとして測定することができた。

関節トルクによる評価方法を用いて、基準姿勢よりベッド高さを10cm高くし、足を5cm引いた姿勢が立ち上がりやすいことを確認できた。

姿勢によって動作中の最大関節トルクが変化する原因について理論的検討を行った。その結果、姿勢維持が困難な不安定領域にいる期間が関連していることが分かった。

#### 参考文献

- 1)阿江ら：“日本人アスリートの身体部分慣性特性の推定”、バイオメカニズム、No.11、pp.23-33、1992
- 2)岡田ら：“日本人高齢者の身体部分慣性特性”、バイオメカニズム、No.13、pp.125-138、1994

# 異素材の複合化縫製技術等の活用による高感性衣料の開発

## - ニットと織物の結合による高感性衣料の開発 -

(特許出願中)

Development of Highsensible Fashion Cloth

-Development of the high feeling clothes by the fusion of the knit and cloth-

福島技術支援センター 菅野陽一 野村隆 長沢浩 伊藤哲司 吉田正尚 東瀬慎 佐々木ふさ子  
菅野繊維 菅野 京一  
三与機業場 三浦 与三郎

近年、感性的快適衣料（温感変色、光変色など）や生理的快適衣料（保温衣料、清涼衣料など）の分野で多くの機能性繊維素材が開発されてきました。我々は「高感性」「環境」をキーワードに糸の素材開発、新しい縫製技術や複合化テキスタイルの製造技術を活用した高感性衣料の開発に取り組んでいます。業界や市場のニーズを取り入れた4つのサブテーマについて研究を行い3テーマにおいては最終目標である商品化までこぎ着ける見通しが立ちました。今回は、「ニットと織物の結合による高感性衣料の開発」について報告します。

Key words:高感性衣料、ニットと織物の結合

### 1. 緒言

安価な輸入製品の量的拡大で厳しさを増している繊維衣料業界ではありますが、新しい技術や斬新な企画を駆使することにより消費者の求める製品（高感性衣料）を開発して輸入品に対抗することは十分可能です。繊維業界には高度な技術力や企画開発力による製品の高付加価値や高感性化が求められており、新しいファッション高感性衣料を市場は望んでいます。

このような考えから製品の独創性、機能性に特化した製品開発として「ニットと織物の結合による高感性衣料」の開発を行いました。

この商品開発による高感性衣料の登場は福島産地に新たな活力と雇用を創造する力を与えることとなります。

### 2. 商品開発の経過

現在、ニット地に織物を縫合して、機能性やデザインを付加したニット製品は市場に出回っていますが、これらの縫合技術は、本縫いミシンやオーバーロックミシン等により編地部分と織物部分とを重ね合わせて、この部分を縫合して一体化させています。しかし、生地と生地を重ね合わせているために縫合部分の縫い目がきれいに仕上がらず、仕立て映えがあまり良くない等の他、縫合部分が肉厚となり、着心地が良くないなどの問題がありました。

当所では、編地と織物を別個に作りこれらを重ね合わせて縫製する方法ではなく、織物から横編機を用いて編物を直接編み出すことにより縫い目をなくし、仕立て映えと着心地が良く、編物と織物の両方の特性を一枚の生地に結合させる製造技術方法を開発しました。

### 3. 編物と織物の結合方法

基本的な編物と織物の模式図、特長を図1、2に示します。



図1 編物：平（天竺）編み  
特長：伸縮性、フィット性、屈曲性が良い

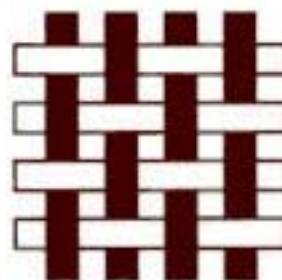


図2 織物：平織り  
特長：しなやかさ、コシ、ハリがある

当所では、この組織構成の異なる編物と織物を縫い合わせることなく一体化する技術を開発しました。

有杼織機を用いて織上げた織物の両端の耳部は、ヨ

コ糸が連続で繋がっておりループ状になっております。  
(図3-1参照)

この耳組織部分内側に隙間を作り、横編機の編み針を掛けて織物部から編成を開始して編物と織物を一体化させます。

この耳部内側の隙間の作り方と編物と織物を一体化に結合する技術を報告します。

### 3.1 織物耳部の隙間の作り方

編物と織物を一体化するためには織物の耳の部分に横編機の編み針を挿入するための隙間を作る必要があります。この隙間の作り方は編物、織物の種類により2通りの方法があります。

#### 3.1.1 隙間の作り方(第一の方法)

織物の両側に形成された耳組織の端部内側部分のタテ糸にポリビニルアルコール系繊維などの水溶性繊維を入れて織り込み、精練仕上げや染色加工時に水溶性繊維の溶解温度より高い温度で処理し溶解することにより隙間を形成します。

図3-1に示すように、タテ糸とヨコ糸により織物が作られます。この場合にヨコ糸によって構成される織物の両側の耳組織の端部のタテ糸を数本を残して、この内側に数本のポリビニルアルコール系繊維などの水溶性繊維をタテ糸として織り込みます。

そして、製織後に水溶性繊維の溶解温度より高い温度で織物を精練または染色加工することにより、図3-2に示すように水溶性繊維が溶解して除去された長孔状上の隙間が形成されます。

図3-1に示すように耳組織のループ状をなす端部に数本のタテを残して、この内側部分に隙間を形成したのは、ループ状端部に芯となるタテ糸が入っていないと、端部がよじれたりダレたりして、横編機の編み針が貫通する隙間を規則的に保持できないからです。

隙間の大きさは、横編機の編み針を挿入するのに必要な幅を形成し、このために水溶性繊維は、隙間相当分の本数を予め織り込んでおきます。

また、場合によっては、予め耳組織の端部内側部分のタテ糸を数本抜いて織機にセットしてから織り、直接、隙間を形成してから製織後に数本のタテ糸をずらして図3-2に示す状態にする方法でもよいです。

#### 3.1.2 隙間の作り方(第二の方法)

編物の編み目が粗いときは、端部のタテ糸は必要なく織物の耳のループに直接編み針を掛けて編成しても構いません。

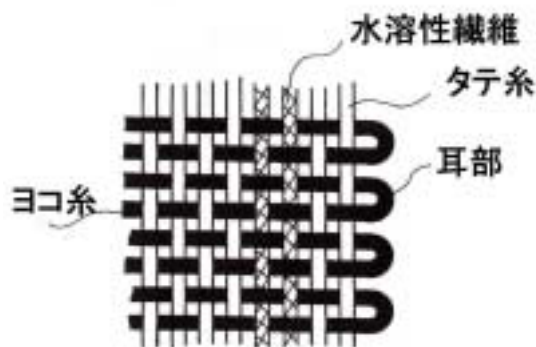


図3-1 織物耳部の隙間の作り方(1)

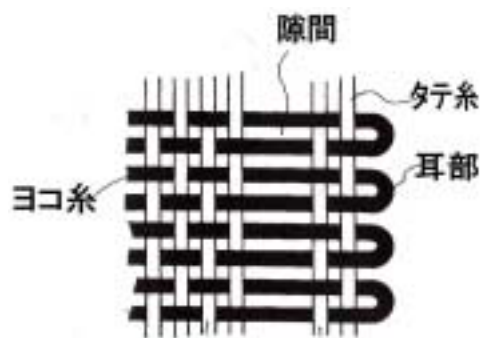


図3-2 織物耳部の隙間の作り方(2)

### 3.2 編物と織物の結合方法

この隙間の出来た織物を図4に示すように、隙間が形成された耳組織を上にして横編機に取付けてセットします。次に横編機の編み針を隙間に通して、ここを編成開始点として織物の耳組織から編糸を編み針で引っ掛けて編み始めます。このようにして編物を編成していき図5に示すように織物と編物とが一体化して編織地が形成されます。

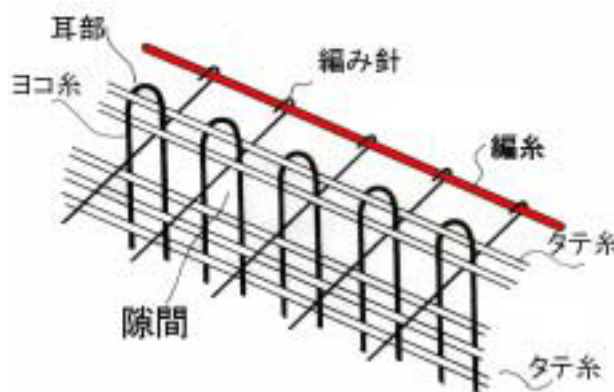


図4 編物と織物の一体化方法

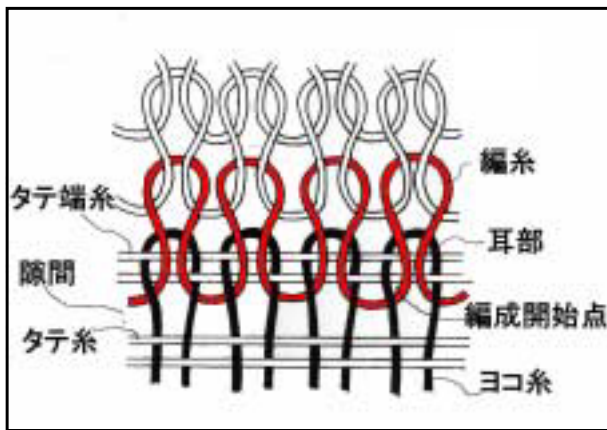


図5 編物と織物の一体化模式図

#### 4. 編織地を使用した応用例

これらの技術を使った商品化を図るために編物部分を菅野繊維（代表取締役：菅野暁 二本松市北トロミ）、織物部を三与機業場（代表取締役：三浦与三郎 福島市立子山）で共同研究開発を行い試作品を作りました。（写真1、写真2）

##### 4.1 編織地設計書

試作品A（写真1）

素材（編織共通）：アセテート、ウール、ナイロン、エステル

織物使用筈：20羽/曲尺 6.6羽/cm

通し巾：42.4 cm

総羽数：280羽

総本数：280本

織物組織：平

整経機：全自動サンプル整経機 鈴木ワーパー

試作品B（写真2）

素材（編織共通）：エステル、アセテート

織物使用筈：12羽/曲尺 4.0羽/cm

通し巾：26.5 cm

総羽数：108羽

総本数：108本

織物組織：平

整経機：全自動サンプル整経機 鈴木ワーパー

試作品A・Bは、織物の耳部分から編地が直接形成されるために、織物から編物への素材の切り替え部分に縫い目の段差がなくスムーズで、しなやかさ、コシ、ハリが求められる織物と、伸縮性やフィット性、屈曲性が要求される編物の両特徴を生かされており、着心地が良く、仕上がりも美しく、衣服・衣類のファッション性の多様化を可能にすることができました。



写真1 試作品A



写真2 試作品B

## 5 . 結言

タテ糸の端部内側部分にポリビニールアルコール系繊維などの水溶性繊維を入れて有杼織機を用いて織上げ、製織後に水溶性繊維の溶解温度より高い温度で精練又は染色加工して除去することにより、織物の耳組織部の内側に横編機の編み針を挿入する隙間を形成します。この織物の隙間に横編機の編み針を通して編糸を引っ掛け、ここを編成開始点として編み始めることにより織物と編物とが一体に結合した編織地を形成することができます。

この編物と織物の結合を結合する技術を平成12年度に特許申請しまして、現在、特許出願中です。この方法によって作られた新規格製品は、従来の製品に比べて縫い目がなく仕立て映えと着心地良い製品となり福島県ブランドとして新たな需要が期待できます。

実際、県内のニット業者が2002年度秋冬物の商品化に向けてアパレルメーカーと商談中で、かなり新商品化に手応えを感じているとのことです。

今後もこの結合化技術を利用した様々な商品を提案していきたいと思えます。

## 5 . 謝辞

本研究の試作開発に当たり、デザイン等ご協力いただきました アトリエC・K・C / インターファクトリーの大宮美幸先生に深謝致します。



# 県産農産物を利用した機能性食品の開発(第3報)

## - 大豆リポキシゲナーゼの不活性化と各種デザート類の試作 -

Deployment of the Physiologically Functional Foods Using the Agricultural Products  
from Fukushima Prefecture ( Part )

-Inactivation of Soybean Lipoxygenase and Production of Various Desserts-

会津若松技術支援センター 遠藤浩志・大野正博(現 企画情報部)

日本獣医畜産大学食品科学科 金子憲太郎

福島県農業試験場 丹治克男・二瓶直登

株式会社郡山とうふセンター 三坂富男

福島県酪農業協同組合 阿部一博

東北農業研究センター 島田信二

東北 126 号の高イソフラボン性を活かすため、青臭み生成の原因であるリポキシゲナーゼの不活性化法について検討した。その結果、製造現場で適用しやすい不活性化法を確立することができた。この技術を東北 126 号に適用して豆乳を調製し、これを用いて各種のデザートを試作した。試作品は脂質過酸化度が低く、官能的にも青臭みが少なかった。東北 126 号によるリポキシゲナーゼ不活性化処理豆乳は青臭みの少ない高イソフラボン含有素材として更に多くの食品への利用が可能である。

Key words:大豆,大豆加工食品,豆乳,イソフラボン,リポキシゲナーゼ

## 1. 緒言

高齢社会の進展や生活習慣病の増加にともない、健康食品に対する関心が高まっている。こうした中、大豆の持つ様々な生理機能<sup>1)2)</sup>が注目されている。本研究は、骨粗鬆症や更年期障害、更に各種ガンリスク軽減に効果<sup>3)4)</sup>があるとされる大豆子実中のイソフラボンに着目し、県産大豆を利用してイソフラボン含量が高く、嗜好性に優れた加工食品を開発し、地域特産化することを目的としている。著者等はこれまで、豆乳のイソフラボン含量は原料大豆に高く依存する事、また、東北 126 号は高イソフラボン含量豆乳の原料として適していることを報告した<sup>5)</sup>。

本年度は、豆乳、豆腐の青臭みの要因とされるリポキシゲナーゼの不活性化技術の開発を試みた。また、リポキシゲナーゼ不活性化処理した東北 126 号から調製した豆乳を用い、カスタードプリンなどのデザートを試作し、その嗜好性を検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1. 試料

平成 12 年度に福島県農業試験場で栽培したスズコタカ、東北 126 号、東北 135 号(リポキシゲナーゼ全欠失系統、以下リポ欠大豆)を選別、乾燥・調整後、冷蔵庫に保存し、必要に応じて使用した。試作に使用したプリンの素、パバロアの素、牛乳、砂糖、粉末アーモンド、寒天等の製菓材料は、市販品を使用した。また、市販の豆乳、調製豆乳、豆乳飲料、洋生菓子等、計 8 点を成分分析に供した。

### 2.2. リポキシゲナーゼの不活性化

スズコタカを 20 の蒸留水に 16 時間浸漬後、蒸気加熱処理または温水でのブランチングによりリポキシゲナーゼの不活性化を試みた。不活性化の効果は処理後に調製した豆乳の脂質過酸化度から判定した。蒸気加熱処理は相対湿度 90 % で温度を 60 ~ 85 に調製した恒温恒湿器(三洋電機製, MTH-4400)に 10 分間静置する事により行った。ブランチング処理は大豆を 60 ~ 85 の温水に 2 分間、または沸騰水に 4 ~ 30 秒間浸漬する事により行った。加熱後の大豆は速やかに冷水にて冷却した。

### 2.3. 豆乳の調製法

豆乳は沼田<sup>6)</sup>の方法に従い、大豆 100 g を 6 倍加水で磨砕した後に加熱してから圧搾する事により調製した。

### 2.4. 大豆、豆乳および試作品の分析

豆乳は直接、大豆は小型粉碎機で 32M 以下に粉碎した大豆粉末を分析に供した。タンパク質はケルダール法、固形分は 100 , 5 時間乾燥法で測定した。イソフラボン含量と脂質過酸化度はそれぞれ HPLC 法及びジエチルチオバルビツール酸法で測定した。

### 2.5. デザート類の試作

不活性化処理した東北 126 号から調製した豆乳を主材料として表 1 の素材配合表でカスタードプリン、黒ごまプリン、パバロア、杏仁豆腐を試作した。処理豆乳には 100 30 秒間ブランチング処理後調製したものを用いた。

表1 デザート類の原料組成

種	類	ミックス*1 (g)	卵黄 (g)	水 (ml)	牛乳 (ml)	豆乳	
						処理(ml)*2	未処理(ml)*3
加タード プリン	対照区	60	-	-	400	-	-
	処理豆乳区	60	-	-	200	200	-
	未処理豆乳区	60	-	-	200	-	200
黒ごま プリン	対照区	70	-	-	400	-	-
	処理豆乳区	70	-	-	200	200	-
	未処理豆乳区	70	-	-	200	-	200
ハバコ プリン	対照区	70	18	-	400	-	-
	処理豆乳区	70	18	-	200	200	-
	未処理豆乳区	70	18	-	200	-	200
杏仁豆腐	対照区	84	-	300	300	-	-
	処理豆乳区	84	-	300	150	150	-
	未処理豆乳区	84	-	300	150	-	150

\*1 市販のミックス及び製菓材料

\*2 100 30秒の不活性化処理後調製した豆乳

\*3 不活性化処理せず定法により調製した豆乳

## 2.6. 試作したデザート類の官能評価

会津若松技術支援センター職員 15 名をパネリストとして、試作したデザートの豆乳臭を評点法で評価した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1. 蒸気加熱によるリポキシゲナーゼの不活性化

表2は蒸気加熱処理したスズユタカとリポ欠大豆の東北135号から調製した豆乳の成分値である。

表2 スズユタカと東北135号から調製した豆乳の成分

成分	スズユタカ	東北135号
豆乳収量(g)	574	551
蛋白質(%)	4.56	4.61
蛋白抽出率(%)	80.5	81.4
固形分(%)	10.3	10.3
固形分抽出率(%)	67.6	66.0
脂質過酸化度(n mol/ml)	17.4	4.7

豆乳の収量、タンパク質、タンパク質抽出率、固形分、固形分抽出率は品種間での差異がほとんどなかった。しかし、脂質過酸化度はスズユタカが 17.4n mol/ml、東北135号が 4.7n mol/ml と大きな差が見られた。この結果、リポキシゲナーゼの不活性化は、豆乳へのタンパク質と固形分の抽出率を損なわず、脂質過酸化度を 5n mol/ml 前後にすることを基準にできると考えた。

そこで、60 ~ 85 で 10 分間蒸気加熱したスズユタカから調製した豆乳の脂質過酸化度、タンパク質抽出率、固形分抽出率を測定し(図1)、リポキシゲナーゼの不活性化と処理温度の関係を検討した。

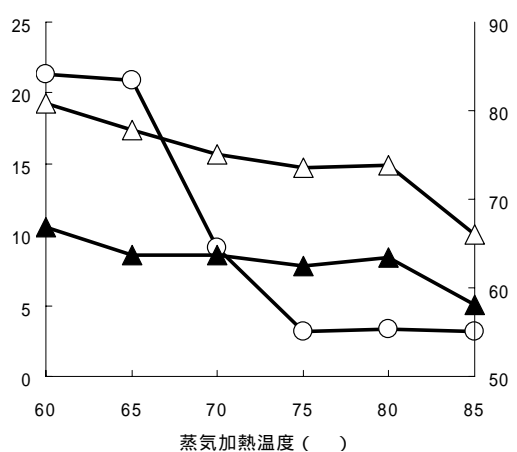


図1 蒸気加熱処理した大豆(スズユタカ)から調製した豆乳の脂質過酸化度、タンパク質抽出率、固形分抽出率

処理温度が 65 以上になると脂質過酸化度が急激に低下し、75 になると約 3n mol/ml、それ以上の温度では変化がなかった。

一方、タンパク質と固形分の抽出率は加熱温度 80 までは緩やかに、85 以上になると急激に低下した。80 での減少はタンパク質抽出率が約 6%、固形分抽出率が約 4%であった。以上の結果から蒸気加熱処理による最適不活性化条件は 75 ~ 80、10 分と考えた。

### 3.2. ブランチングによるリポキシゲナーゼの不活性化

製造現場で容易に適用できる方法としてブランチングによるリポキシゲナーゼの不活性化を検討した。表3は 60 ~ 85 の温水で 2 分間ブランチングし、直ちに冷却してから調製した豆乳(スズユタカ)の成分値

である。

表3 ブランチングしたスズユタカから調製した豆乳の成分

成分	ブランチング温度		
	60～ 65	70～ 75	80～ 85
豆乳収量(g)	570	553	524
蛋白質(%)	4.56	4.48	4.42
蛋白抽出率(%)	80.0	76.2	71.2
固形分(%)	10.0	9.9	9.8
固形分抽出率(%)	65.3	62.4	58.4
脂質過酸化度(n mol/ml)	25.5	4.4	3.6

70～75，80～85 で2分間ブランチングした場合、脂質過酸化度は4.4，3.6n mol/mlであるのでリポキシゲナーゼはほぼ完全に失活したと言える。しかし、80～85 ではタンパク質や固形分の抽出効率が極端に低下する。したがって、ブランチングを2分間とするなら不活性化の最適条件は70～75 と言えよう。中間温度領域でのブランチングは、製造現場では困難な場合が多い。そこで、より簡易な方法として沸騰水中(100 )でのブランチング処理を検討した(図2)。

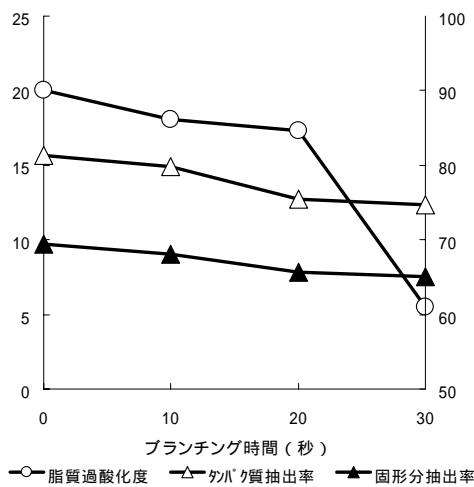


図2 ブランチングした大豆(スズユタカ)から調製した豆乳の脂質過酸化度、タンパク質抽出率、固形分抽出率

脂質過酸化度は20秒までは緩やかに低下するものの大きな変化は認められなかった。しかし、20秒以降急激に低下しはじめ、30秒になると5n mol/mlに減少した。また、豆乳へのタンパク質抽出率及び固形分抽出率はブランチング時間の経過に伴い徐々に低下したが、30秒間処理したものでもタンパク質抽出率が約6%、固形分抽出率が約4%の低下に止まっていた。以上のことから、リポキシゲナーゼは沸騰水中で30秒程度ブランチングすることによりほぼ完全に不活性化

できる事が分かった。

### 3.3. 東北126号を使用したデザート類の試作

表1に基づいて図3に示した4種類のデザートを試作した。豆乳は沸騰水中で30秒間、リポキシゲナーゼ



図3 試作したデザート類

不活性化処理をした大豆から調製した。調整後の豆乳は収量が560g(未処理豆乳は594g)、脂質過酸化度は5.7n mol/ml(同18.7n mol/ml)、イソフラボン含量は64.7mg/100g(同59.1mg/100g)であった。

試作デザートと市販の豆乳製品の成分値を表4に示した。試作した4種のデザートはいずれも品目として

表4 市販及び試作豆乳製品の成分値

品名	大豆固形分	イソフラボン	脂質過酸化度
		mg/100g	n mol/100ml
豆乳1	8%以上	40.5	4.7
調製豆乳1	7%以上	34.5	7.8
市販品	2	7%以上	16.0
	豆乳飲料1	4%以上	22.0
	2	6%以上	32.0
洋生菓子	3	4%以上	8.5
	1		7.3
2		14.4	5.3
試作品	カスタードプリン	4%以上	32.4
	黒ごまプリン	4%以上	29.6
	パパロア	4%以上	30.2
	杏仁豆腐	2%以上	16.4

市販品の大豆固形分とイソフラボンの値は表示値からの換算値  
試作品の大豆固形分は豆乳の分析値から換算した値

は洋生菓子の部類に属する。そこで試作品と市販洋生菓子を比較すると、試作品の脂質過酸化度は市販品と

同程度であったが、プリン、ババロアのイソフラボンは市販品の2倍以上含まれていた。また、大豆固形分が試作品と同程度の市販豆乳製品は試作品よりイソフラボン含量が明らかに少なかった。

### 3.4. 試作したデザート類の官能評価

表5は試作したデザートの豆乳臭について、1：強く、2：やや強く、3：弱く、4：非常に弱く、5：感じないの5点法によって官能評価した結果である。

表5 試作した豆乳デザートの豆乳臭の官能評価

品名	牛乳100	牛乳50	牛乳50
		処理豆乳50	未処理豆乳50
加タードプリン	4.40	3.47	2.13
黒ごまプリン	4.53	3.73	3.67
ババロア	4.67	3.80	2.33
杏仁豆腐	4.73	3.67	2.67

\* 有意水準5%で各試料間に有意差あり

4種類のデザートはいずれも、牛乳100%区、処理豆乳50%区、未処理豆乳50%区、の順に豆乳臭が少なくなる傾向にあると評価された。各試料間の有意差検定を行った結果、黒ごまプリン以外の3種類のデザートは処理豆乳50%区と未処理豆乳50%区の間危険率5%で豆乳臭の強さに有意差が認められた。以上の結果から、100で30秒ブランチングした大豆から調製した豆乳を使ったデザートは、大豆臭が軽減されていることが明らかとなった。

## 4. 結言

豆乳、豆腐の青臭みの要因であるリポキシゲナーゼの不活性化法を検討した。その結果、適切な条件での蒸気加熱とブランチング処理が極めて効果的な方法であることを見いだした。本法は大豆成分の抽出効率も良く、簡便なことから製造現場での活用が容易である。また、東北126号から調製した豆乳を原料にして試作したデザート類は市販品と比べ、大豆臭が少なく、イソフラボンも高含量であった。

### 参考文献

- 1) 大久保一良：大豆の健康宣言（日本食品出版，東京）p. 81, 121, 155（2000）
- 2) 河村幸雄・大久保一良：大豆のヘルシーテクノロジー（光琳，東京）p. 59, 93, 129（1998）

3) 家森幸男：日本食に秘められた知力（りびんぐ社，東京）p. 13, 31（1999）

4) 家森幸男・太田静行・渡邊 昌：大豆イソフラボン（幸書房，東京）p. 66, 107（2001）

5) 遠藤浩志等：平成12年度 福島県ハイテクプラザ試験研究報告，p. 10

6) 沼田邦雄：東京都立食品技術センター研究報告，7，21（1998）

# エージェント利用広域高速ネットワーク管理／

## セキュリティ監視システムの研究

A study of management and security monitoring systems for wide area and wide range networks

応用技術部 電子応用科

本田修啓、尾形直秀、高樋 昌、浜尾和秀、太田悟、小柴誠

マルチメディア時代の高速インターネットにおけるセキュリティ対策を行う分散型次世代ファイアーウォールシステム開発のための研究を平成12年度から平成14年度の3カ年計画で行っている。2年目である平成13年度は、初年度に構築した実験用ネットワークを用い、セキュリティアタック検出アルゴリズムを搭載したセキュリティアタック検出装置を開発し、ネットワーク的に離れた複数の拠点に配置した。また、自動学習機能を有するウイルス添付メール除去装置、WWWにより閲覧可能なセキュリティ情報データベースを開発し、これらを総合的に組み合わせたファイアーウォールシステムを構築し運用実験を実施し、改良点の抽出を行って実用化についての見通しを得た。

Key words: インターネット、セキュリティ、ファイアーウォール、IDS、データベース

### 1. 緒言

インターネットは、郵便、電話と同様、社会的な基本通信インフラとしての位置を確立したが、今後「常時」、「高速」、「マルチメディアアプリケーション」を中心とする次世代インターネットが中小企業に普及していくと考えられる。本研究は、このような状況に対応し、岩手県工業技術センター、広島県立西部工業技術センターと共同で平成12年度から平成14年度の3ヶ年計画で研究を実施するものであり、平成12年度においては県内中小企業2社(フォルテシステムズ(株)、(株)マクロウェア)の協力を得て研究を進めた。福島県担当分として高速常時接続インターネットシステム構築／運用において必要性が高まっている以下の2つの項目について研究を進めた。

- ・ ネットワークセキュリティ対策
- ・ 運用管理技術者支援システム

当初計画にはなかったが、平成13年度に入り、ウイルスによる被害が増大し、開発の緊急性が高いと判断し計画を変更して、メールへのウイルス添付の有無を自動チェックし、ウイルスの侵入を阻止する新方式のウイルス除去ファイアーウォールの開発を研究目標に追加した。

本報告は、研究計画の2年目である平成13年度研究成果についてまとめたものである。

### 2. ネットワークセキュリティ対策の必要性

#### 2. 1. インターネット常時接続の普及

インターネットにおいて、ポートスキャンを始めとするセキュリティアタックは日常的に行なわれており、その対策が課題となっている。多くのアタックは手動によるものではなく、自動化されたツールで行なわれる場合が多く、ネットワークの高速化に伴って高速ポートスキャンが可能となり、セキュリティ対策はより迅速さが要求されるようになっている。また、電子メールも企業活動の基本ツールとして利用されているが、悪質なウイルスによる被害も増大しており、適切なセキュリティ対策を行わないと、顧客等のインターネット接続組織に迷惑をかける結果ともなり、企業としての社会的責任を問われる可能性も大きくなっている。

今般、FTTH、CATV、ADSL、ISDN常時接続等、中小企業にとって安価に利用できる常時接続型インターネット接続サービスが出現し、ダイヤルアップ接続から常時接続に接続方法を変更する企業が増加している。このことはインターネット本来の充実したサービスを利用できる環境が得られる一方、本格的セキュリティ対策を行う必要が出てきたことを意味している。



Fig.1 研究体制図

## 2. 2. ファイアウォールの限界

セキュリティ対策では、ファイアウォールの設置が一般に用いられている。ただし、DNS、Mail、WWWのように外部公開が主目的であるサービスは、外部アクセスを禁止することは許されない。また、新規の攻撃手法によっては従来の対策を無効にするような攻撃も行われており、このようなサービスへの攻撃は、ファイアウォールのみで対策することは困難である。

電子メールウィルスについてもファイアウォールのウィルス除去機能は既知のウィルスのデータパターン情報を利用せざるを得ない問題があり、新種のウィルスには無力である。

これらは現在のファイアウォールによるセキュリティ対策に限界があることを示している。

## 2. 3. 分散型 IDS の開発

ファイアウォールの機能を補完し、管理者を補助する装置が侵入検知装置(IDS)である。IDSはセキュリティアタックを目的とするパケットを検知し、それを管理者に通知もしくはルータやファイアウォールに必要な設定変更を行うものである。

セキュリティアタックはIPアドレスあるいはドメイン名をもとに自動ツールにより逐次処理的に行なわれることが多いため、同一の攻撃者が異なる拠点をアタックする時刻は差が生じる。

本研究は、ネットワーク的に離れた複数の拠点にIDSを設置し、検知したアタック情報を共有利用することで、セキュリティアタックの被害を未然に防止するファイアウォールシステムの開発を目標とした。



Fig. 2 次世代ファイアウォール

## 3. ネットワーク運用管理技術者支援システムの必要性

### 3. 1. 技術者の不足と効率的管理の必要性

インターネット常時接続が増加することは、必要とされるネットワーク運用管理技術者も増加することを意味する。一般の中小企業が、専門性の高い知識を有する技術者を個別雇用することは現実的ではなく、いわゆるアウトソーシングによる対応とならざるを得ない。したがって、ネットワーク運用管理の受託業務は、新しい地域の産業分野として発展する必要がある。

さらにネットワーク運用管理技術者には、固定化した業務に加え、高速ネットワークやIPv6等の新技術への対応や、ますます複雑化し、増加しているセキュリティアタックへの対応が求められ、またコスト低減を目的とした効率良いネットワーク利用のためにネットワーク監視を行う必要が求められている。

### 3. 2. ネットワーク運用管理技術者育成の難しさ

セキュリティ対策技術を含むネットワーク運用管理技術は、内容が多岐に渡っており、技術の変化も激しいため、体系化されにくい面がある。また、管理技術者のスキルについても個人差が大きい。良質な技術者は多忙であることが多く、その技術を伝達することが実質的に困難であることも多い。このことが良質な運用管理技術者の効率良い育成を阻害する要因となっている。

### 3. 3. ネットワーク運用管理者支援システムの開発

上述の状況に対応するため、本研究で得られたセキュリティ関係技術等を中心とするネットワーク技術および習熟したネットワーク技術者の知識をデータベース化したものを基に、ネットワーク管理技術者支援エキスパートシステムの開発の可能性を検討し、試作を行うことを本研究のもう一つの目標としている。

## 4. 平成13年度研究内容および成果

### 4. 1. アタック検出装置プロトタイプの開発と設置

#### 4.1.1 アタック検出装置の構築

##### 4.1.1.1 ハードウェアと基本ソフトウェア選定と設定

ハードウェアとしてラックマウントタイプのPCを採用し、ネットワークインタフェースカードを複数搭載することで、アウトバンド型セキュリティ監視、及びVPN機能の実現が可能な仕様とした。OSとしてフリーソフトである最新のFreeBSDを採用した。

##### 4.1.1.2 アタック検出アルゴリズムの検討と実装

アタック検出アルゴリズムの検討を行った結果、パ

ケット単位のパターンを照合してセキュリティアタックを検知するためにフリーソフトウェアのIDSであるSnortを用いることとした。一方、「ハニーポット」といわれる手法によってアタック手法、アタックツールの解析を行うために擬似POP3デーモンを新たに開発し記録を採ることとした。これら2つのソフトウェアの出力をセキュリティアタック情報として収集を行った。

また、アタック検出の精度を高めるために、アタック検出装置とは別個に市販のIDSであるCISCO社のNetRangerを導入し、アタック情報の収集を行った。

#### 4.1.1.3 エージェント及びアタック情報収集データ転送システムの検討と実装

SnortやPOP3擬似デーモンが出力するアタック情報を自動的に収集するソフトウェアとしてエージェントの実装を行った。各拠点間でアタック情報を共有データとして扱うためにネットニュースを利用した。

#### 4.1.2 IPsecによるVPNの実現

アタック情報をはじめとするネットワーク運用管理に関わる情報（遠隔電源コントロール、温度、湿度、入退室等）は改ざんなどのセキュリティアタックから保護する必要がある。また、共同研究機関で実施されるロボットハンド等の遠隔アクチュエータ操作においてもセキュリティアタックによって、深刻な被害を蒙る恐れがある。これらの通信を暗号化経路により安全に行う目的で、実験ネットワーク上にVirtual Private Network(VPN)を構築した。

##### 4.1.2.1 IPsec

VPNはデファクトスタンダードとなっているIPSecを用いてESPトンネリングにより実現した。

IPSecは他の方式に比べ標準化が進んでおり、異なる実装間でも高い接続性が得られるメリットがある。

使用したパッケージはFreeBSDに含まれるもので、セキュリティアタック検出装置にVPN装置を兼用させることとした。

VPNについては設置前にあらかじめハイテクプラザのLAN環境において動作実験を行い、安定性評価及びMTU値、ISAKMPのキー交換時間が通信に与える影響について評価実験を行った。

##### 4.1.2.2 VPNを用いたNNTP通信の実現

アタック情報転送用のNNTP通信にはネットニュース用のフリーソフトとして配布されているINNを利用した。Source addressをPrivate addressに設定してVPN経由で通信を行うことで、通信の安全性を確保した。

#### 4.1.2.3 共同研究機関への設置と調整

岩手県工業技術センター、広島県立西部工業技術センター、及び福島県ハイテクプラザの実験用内部ネットワークをインターネット経由のVPNトンネリングで結ぶ実験用広域ネットワークとして構築した。

VPNは、共同研究機関間の研究テーマのための実験環境としても利用できるようにプライベートアドレスのクラスC1個を共同研究機関に割り当て、このアドレス空間は共同研究機関が必要に応じて自由に実験に利用できるようにした。

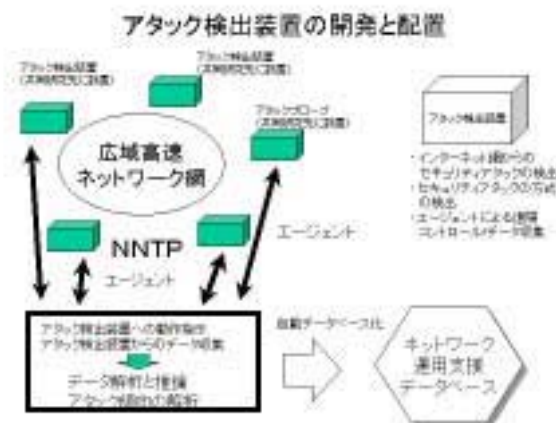


Fig. 3 アタック検出装置の開発と配置

## 4. 2. 次世代型ウイルス除去ファイアーウォールの開発

メールによるウイルス侵入を防止する機能を持つファイアーウォール装置も多数提案あるいは市販されているが、パターンマッチングによる駆除を行っているものがほとんどである。この方式では新種のウイルスに対して無力であるとともにデータベース更新作業が管理者の負担となっている。

この問題に対応するため、応用技術開発事業において、フォルテシステムズ株式会社へ開発委託し、次世代型のウイルス除去ファイアーウォールの開発を行った。

この装置は既存のメールサーバーの設定を変更することなく設置することが可能であり、ウイルスの有無を自動判定する手法としてシミュレーションを用いることで新種のウイルスに対しても侵入を防止し、かつパターンデータベースを自己学習し強化していく次世代型ファイアーウォールである。

また、POP、SMTPの両方のプロトコルに対応しており受信、送信の両方向のメールに対してウイルス除去が可能であるため、外部へのウイルス送出手も防止することが出来る。

OSとしてLinuxを搭載したPC上に、Ruby言語で記述したプログラムを開発搭載することで実現した。

現在、運用実験を実施しているが、ほぼ目的の機能が得られている。

#### 4. 3. セキュリティ情報提供データベースの開発

初級ネットワーク及びサーバ管理者向けにネットワークセキュリティ情報をマルチメディアで提供する情報提供システムを開発した。これは応用技術開発事業による株式会社マクロウェアへの開発委託により開発したものであり、OSとしてLinuxを搭載したPCを用い、プラットフォームとして、データベースエンジンとしてOracle、HTTPサーバとしてApacheを使用し、アプリケーションロジックをPHPで開発することで実現している。IDS等から収集されたセキュリティ情報の自動登録機能も搭載している。提供データは、中核技術開発事業で開発したアタック検出装置及びNetRangerで収集したセキュリティアタック情報、セキュリティ対策方法の映像や講習会映像を中心とするコンテンツであり、これらをWWWブラウザによって検索閲覧を可能としている。



Fig.4 マルチメディアデータベース

#### 5. 今後の課題

本システムを実用的に利用するためには、アタック検出の誤検出、すなわち本来アタックでないものをアタックとして検出することを最小限に抑えることが必要である。このためには、アタック検出アルゴリズムのさらなる改良が必要であり、平成14年度においては、成果普及とともに、精度向上のための研究をすすめる、より実用に適する完成度の高いシステムを完成させたいと考えている。

謝辞

本研究を進めるにあたり御指導頂いた、電子技術総合研究所 濱崎陽一主任研究官、岩手県立大学 布川博士教授、日本大学工学部 杉浦義人助教授、会津大学 西野大助教授に感謝いたします。



# 情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究

## Suppression of Radiated Emission from Information Technology Equipment

応用技術部 笹山 淑弘 須藤 尚子

ノイズ対策部品を使用しない放射ノイズ対策の一方法として、これまで基板のパターンデザインによるノイズ低減方法を検証してきた。

得られた成果を活用し、USBキーボードを試作し、パターン形状によるノイズ低減技法の妥当性について検証を行った。

Key Words : ノイズ、パターンデザイン、屈曲部、ガードトレース、USB ( Universal Serial Bus )

### 1. 緒言

情報技術装置の技術革新は急速に発達し処理能力は飛躍的に向上したが、その一方で電磁ノイズによる機器相互間の電磁気的な影響が問題になっている。

ノイズ対策部品によらず、放射ノイズを低減するために、平成11年度は基板上に屈曲部を有するプリントパターンと放射ノイズの関係を調べ、基板のパターンデザインによるノイズの低減効果を検証した<sup>1)</sup>。

平成12年度は、パーソナルコンピュータと周辺機器との接続に用いられるUSB ( Universal Serial Bus ) インターフェースがノイズの一因となっていることをふまえて、USBに利用されている差動線路のパターンデザインと放射ノイズの関係を調べ、先に得られた知見<sup>2)</sup>を元にパターンデザインによるノイズの低減手法を検証した。

本研究では、2年間で得られた成果を活用し、その検証としてUSBインターフェースを用いたキーボードを試作し、設計時からのパターンデザインによって低ノイズ化・低コスト化に寄与できることを検証する。

以下2. では実験方法について、3. では測定結果と考察について、4. では結言を記す。

### 2. 実験方法

#### 2.1. 試作基板

基板にはガラスエポキシ樹脂 (FR-4 基板厚=1.6 比誘電率  $\epsilon_r=4.7$ ) を用い、両面基板とした。基板はキーボード筐体の内部上側に取り付けることになるため、取り付けスペースの関係から基板の大きさを40×120とした。

部品は基板表側のみに実装したが、キーボードのキースイッチフィルムと接続するためのコネクタのみ基板裏側に実装した。

試作キーボードの概要をブロックで示したものを図1、回路図を別図1、試作した基板の部品面、半片面ア트워크をそれぞれ図2、3に示す。

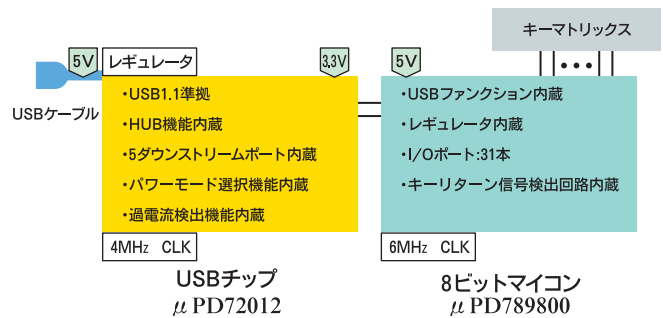


図1 試作キーボード概要

試作基板には別図1の回路図に示した通り、ノイズ対策部品は使用していない。μPD72012の端子でプルアップ、プルダウン接続している端子は、データシートではそれぞれ抵抗を挿入して接続するよう指示されているが、今回は基板から放射されるノイズの動静を調べることを目的としていたので実装しなかった。



図2 試作基板部品面

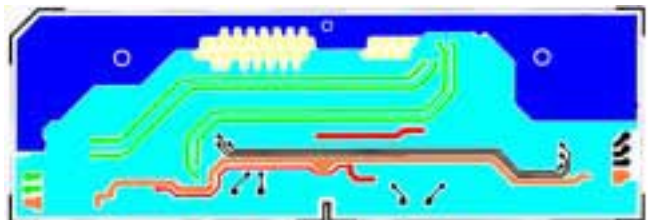


図3 試作基板半片面

緑色 USB信号ライン 赤色 電源3.3Vライン  
 橙色 電源5Vライン 青色 フレームグランド  
 水色 グランド

差動線路からなるUSB信号線はこれまでの研究成果を活用し、線路長をなるべく等しくし、線路の屈曲部を面取りした。本研究ではUSB1.1規格を用いたため、USB2.0で定められているような、USB信号線のインピーダンスコントロールは行わなかった。

USB信号線の差動線路は部品面と半田面に設けられたグランドベタパターンで囲まれるように設計し、ガードトレースとして十分機能するように配置した。

他の配線パターンについても部品面、半田面ともグランドベタパターンで囲まれるように設計し、基板上でのノイズ低減とグランド電位安定のため可能な限りグランド面積を大きくした。

## 2.2. 放射電界強度測定

試作したUSBキーボード用基板をパーソナルコンピュータ（Apple：iMac）にUSBケーブルを介して接続し測定を行った。

放射電界強度は、当所の3m法電波暗室でVCCIで定める技術基準に従い測定した。基板は、部品実装面を上にし、キーボード筐体に組込まれる時と同じ向きで高さ0.8mの木製テーブル上に水平に設置した。

測定周波数は30MHz～1000MHzで、パイコンカルアンテナ（Schwarzbeck：BBA9106）、ログペリオディックアンテナ（Schwarzbeck：UHALP9107）、スペクトラムアナライザ（Rohde&Schwarz：FSB）を用い、ピーク検波で放射電界強度を測定した。

## 3. 放射電界強度測定結果

### 3.1. 試作基板単体における放射電界強度

基板だけの特性を評価するため、筐体等による影響を受けないよう、キーボードの中には組込まず、またキースイッチフィルムも接続しない基板単体の状態で測定した。

放射電界強度の測定結果を図4、5に示す。図中、赤色の線はVCCIクラスBの規格値である。

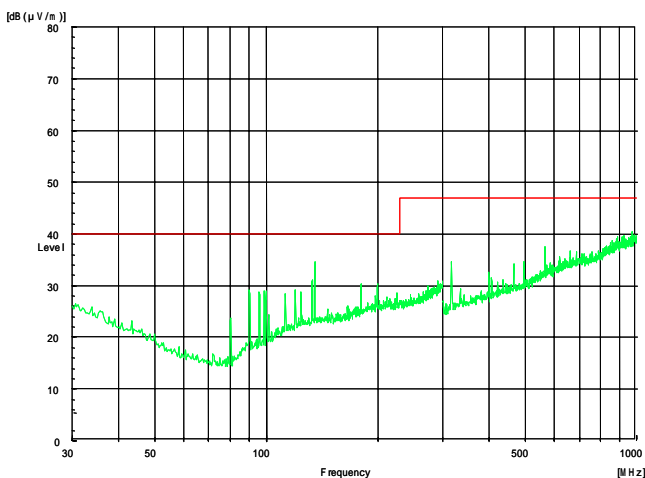


図4 放射電界強度（水平偏波）

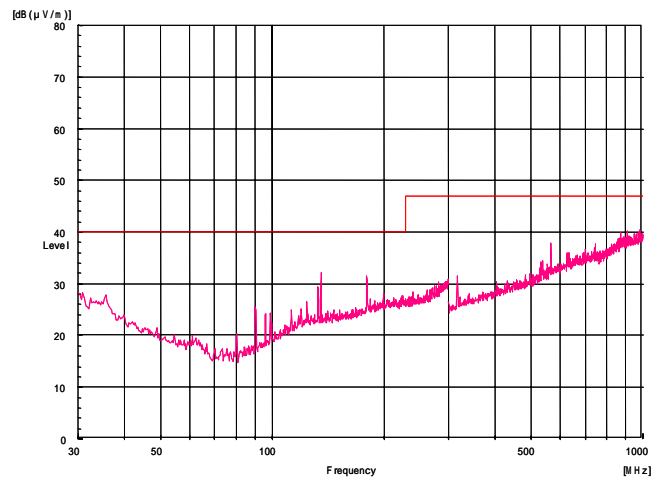


図5 放射電界強度（垂直偏波）

図4、5に示したようにVCCIクラスBの規格値に対して、約5～6dBのノイズマージンを有する基板が製作できた。基板単体では規格に合致しており、これまでの研究成果を活用したパターン設計によるノイズ対策の効果が確認できた。

### 3.2. 試作キーボードにおける放射電界強度

3.1.で評価した基板と、茨城県工業技術センターで検討した低ノイズUSBケーブル<sup>3)</sup>を用いて、キートップを配置し打鍵等が可能な製品レベルのキーボードを試作し、製品レベルでの評価を行った。

キーボードの筐体の中には今回試作したUSB基板の他に、キーロックの状態を示すLED点灯用基板と、キースイッチフィルムが接続されている。

キースイッチフィルムを固定するため、板金がフィルム直下に設置されている。

USB基板とUSBケーブルには板金等による物理的なノイズ対策は特に行わず、基板をそのままの状態で筐体に組み込んだ。放射電界強度測定の結果を図6、7に示す。

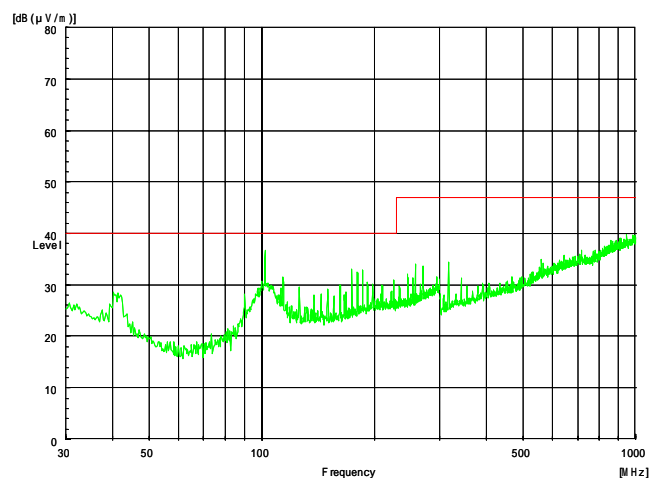


図6 放射電界強度（水平偏波）

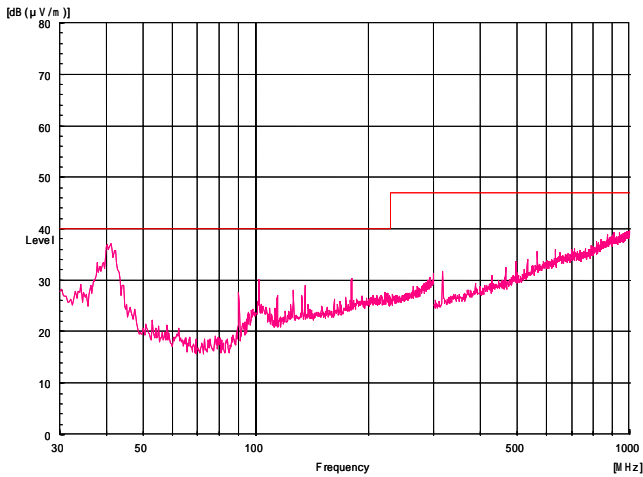


図7 放射電界強度（垂直偏波）

水平、垂直偏波ともVCCIクラスBの規格には合致しているものの、キースイッチフィルム直下の板金による共振が基板やケーブルに重畳し、40MHz、100MHz付近を中心に全般的にノイズが増大した。

製品では、基板由来以外のノイズが基板のパターンやケーブルに重畳し、製品全体のノイズが増大することを避けるため、図8、9に示したように基板を板金のカバーで覆ったり、ケーブルにフェライトコアを取り付ける等の対策が必要となる。

図8、9に示した製品と同様の最小限のノイズ対策をしたキーボードの測定結果を図10、11に示す。

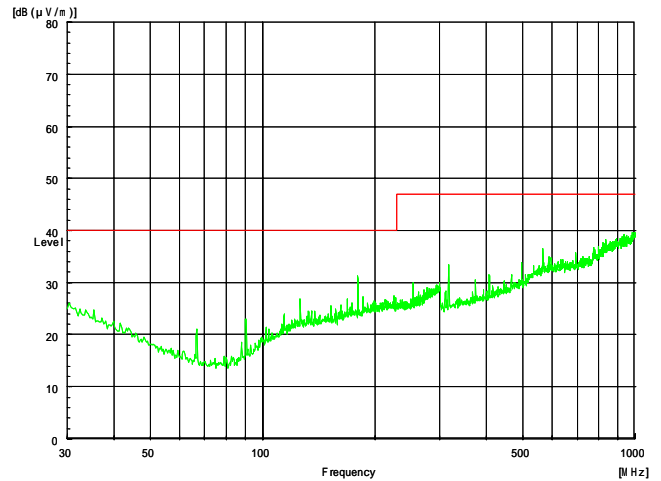


図10 放射電界強度（水平偏波）

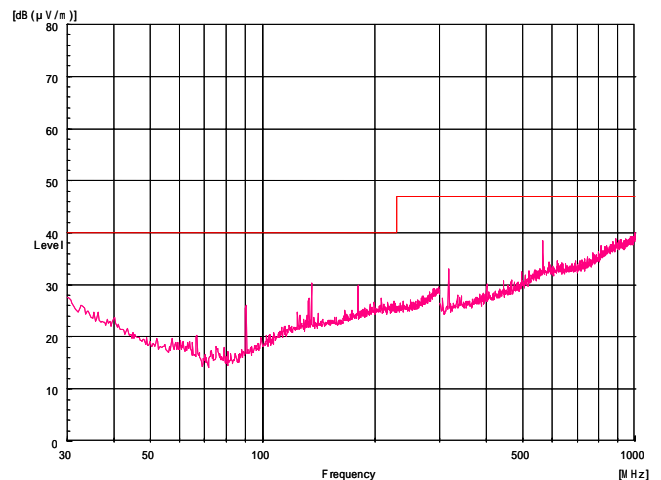


図11 放射電界強度（垂直偏波）

基板のパターンやケーブルに重畳したノイズが低減し、VCCIクラスBの規格に対し水平偏波で約8dB、垂直偏波で約10dBのマーヅンが得られた。実際の製品の評価には準尖頭値検波が用いられるため、電界強度はさらに小さな値となり、ノイズマーヅンが増加する。

#### 4. 結言

製品レベルのUSBキーボードを試作し評価を行ったところ、最小限のノイズ対策でVCCIの規格に合致するキーボードが作製できた。パターン設計段階でのノイズ対策が、製品開発に有効であることが確認できた。

#### 参考文献

- 1) 笹山、長尾：「情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究」平成11年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書,p.11-p.14(2000)
- 2) 笹山、長尾：「情報処理装置から発生するノイズの低減に関する研究」平成12年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告書,p.24-p.27(2001)
- 3) 大木、飯村、浅野：「シミュレーション活用によるノイズ低減技術の研究」成果普及講習会用テキスト、p.33-p.35(2001)

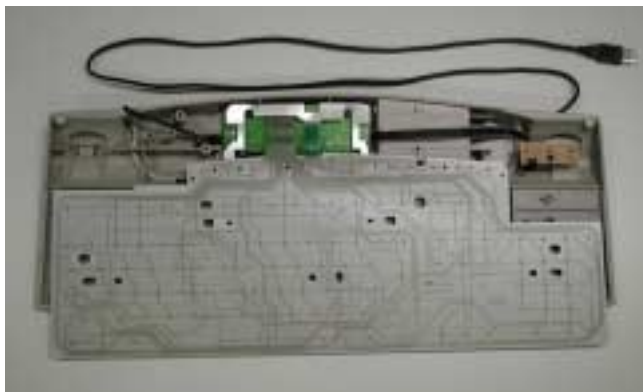
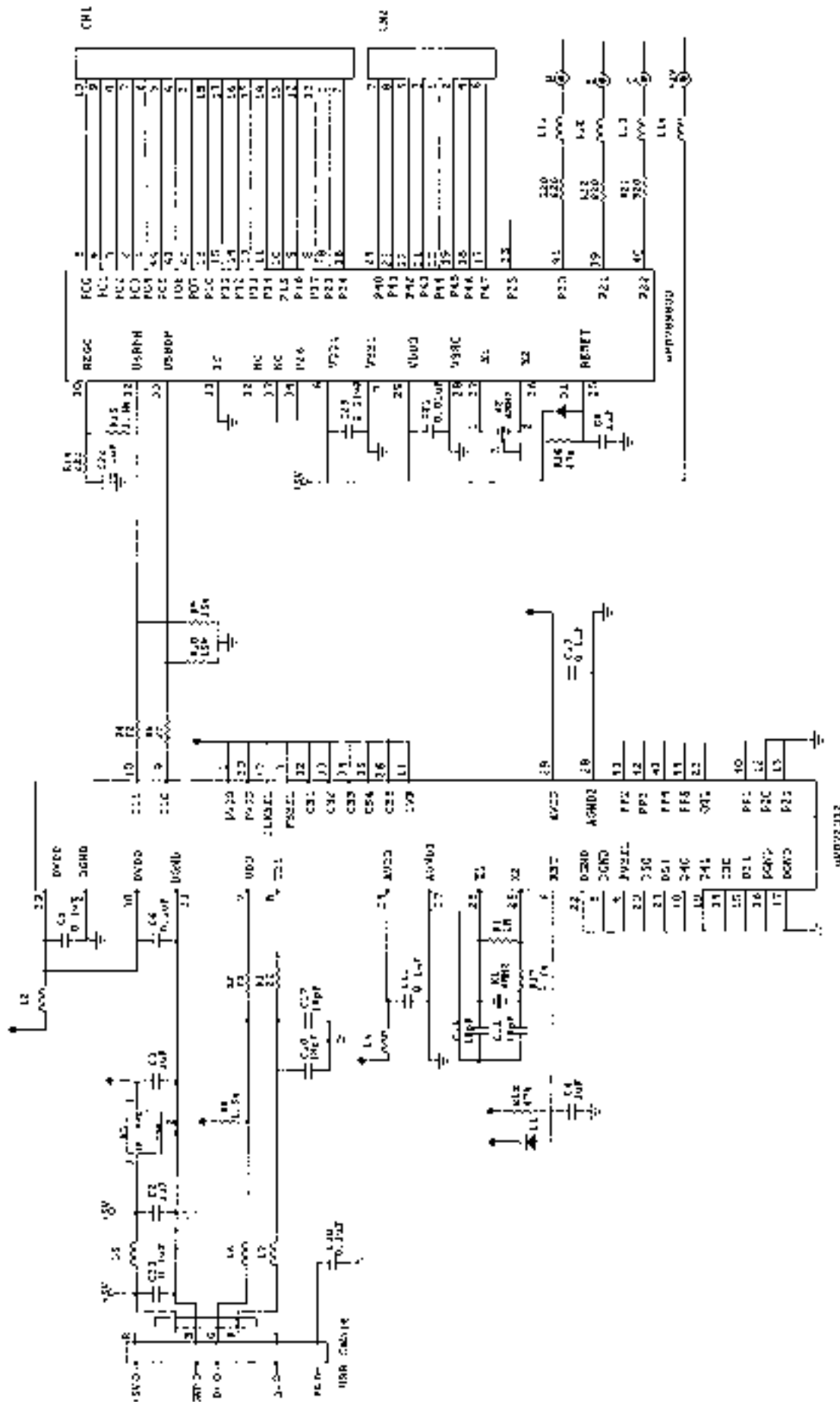


図8 試作キーボード内部



図9 試作キーボードの基板周囲

別図 1



# 微生物による未利用資源の高度利用化（第2報）

Development of the ways to use unused food processing subproducts by using Microbes.

応用技術部 池田信也・鈴木英二・安川 真・桑田 彰

前年度の結果をもとに、重量、二酸化炭素、アンモニアガスの各センサーを取り付けた発酵槽を新規に製作し、発酵を適正に継続させるためのデータ収集等を行った。異常発酵時に窒素源として硫酸を投入することで、正常発酵へ移行することができた。また、発酵時に発生する主な悪臭物質であるアンモニアの生物分解除去試験を試みた。更に、脱臭装置内の腐葉土からアンモニアを取り込み、分解する微生物のスクリーニングを行い菌株一株を分離した。サンプルから菌体のDNAを抽出し、PCR法により細菌の16SrDNAを得た。得られた16SrDNAをクローニングし、コンポスの16SrDNAライブラリーを構築した。そのライブラリーを用いて、Gene Scan・DNA ladder解析・DNA Sequenceを行い、生ゴミ処理槽内で働く細菌群を特定した。また、Gene Scan・DNA Sequenceのデータを蓄積していくことで、混合細菌のGene Scanデータからも細菌が特定できるようになった。

Key word : コンポスト、廃棄物処理、悪臭物質、生物分解、アンモニア、16SrDNA、群集解析

## 1. 緒言

「食品循環資源の再生利用等の促進に関する法律」が2001年4月から施行され、特に、ゴミの年間排出量100t以上の事業所は排出量の削減枠が定められ、達成できない場合は罰則処置が講じられることとなっており、再資源化へ向けた取り組みが急務となっている。

著者らは、生ゴミ処理には電力以外のコストの増加を抑えることが重要であると考え、微生物を添加することなく、特別な基材を必要としない方法を検討し、籾殻だけを用いて、安定運転させる管理手法について知見<sup>1)</sup>を得た。また、発酵槽内の状態を調べ、適正な運転に必要な処理物の状態についても検討したところである。

今年度は、前報の結果、考察にもとづき、新たな発酵槽を製作し、管理手法の確立等について検討を行った。

一方、生ゴミ等発酵処理装置による問題点として、発酵段階における種々の悪臭物質の発生があげられ、この問題が周囲の生活環境を損ね、生ゴミ等発酵処理装置の設置拒否等の問題が問われ、有機性廃棄物の再資源化利用を困難なものとする可能性がある。

現在、生ゴミ等発酵処理装置に付属している脱臭装置内では、腐葉土を用いて悪臭物質の生物分解を行っているところであるが、生ゴミ等発酵時における主な悪臭成分は、アンモニア、メチルメルカプタン、トリメチルアミン、嫌気の状態が発生する硫黄化合物に属する硫化水素、硫化メチル、二硫化メチル、低級脂肪酸のプロピオン酸、n-酪酸、n-吉草酸、i-吉草酸である。その中でもアンモニアは悪臭の主因といえる。<sup>2)</sup>

そこで、アンモニアの、脱臭装置内腐葉土による生物脱臭試験を行った。また、腐葉土を用いた悪臭物質の生物分解の促進を図るために、脱臭装置内の腐葉土からアンモニア分解能を持つ微生物の分離を検討した。

また、微生物を利用する生ゴミ処理槽内では日々発酵が行われているが、それがどのような微生物群によって行われているかを知ることは大変意味深い

ところである。

そこで、生ゴミ処理槽内の細菌群を把握するための方法として、Gene Scanによるフラグメント解析を用いること考え、そのためのデータベース構築として実験を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1. 新規発酵槽による発酵試験

#### 2.1.1. 発酵槽について

前年度、発酵状態の観察時に、容積が減っているという外観を観察しただけでは発酵の正常、不良の判断ができないということが判ったため、発酵槽自体を計量するセンサーを設置し、重量変化をとらえることとした。また、発酵の際、微生物から排出される二酸化炭素及び臭気として代表的なアンモニアガスについてデータを収集することを目的として、それぞれのセンサーを設置することとした。試験用に製作した発酵槽の概要は表1に示したとおりである。

図1に発酵槽の外観を示す、左から脱臭槽、発酵槽となっている。今回の実験では、ストレートタイプの攪拌羽根を使用した。

#### 2.1.2. 試作発酵槽での発酵試験

今回製作した発酵槽の目標処理能力は前報<sup>1)</sup>と同様、10~15kgであり、生ゴミ(残飯)の提供を受けて、実験用投入試料とした。また、発酵槽の運転条件、分析用サンプルのサンプリング方法及び立ち上げ時の籾殻投入なども、前報<sup>1)</sup>と同様に行った。

#### 2.1.3. 成分の分析

水分は、秤量缶に試料の約5gを精秤し、120℃で2時間乾燥し重量の減少量をもって水分とした。

脂質については、発酵槽内物を有機溶媒抽出法により、脂質を抽出し、その容出量を調べた。また、サンプルの水分量を計り、乾物中の脂質量として把握した。

発酵槽内の温度の変化、二酸化炭素及びアンモニアガス濃度、重量については、発酵槽本体にセンサを取り付け、10分毎にデータを記録した。

表1 発酵槽の仕様

	仕 様	
発酵槽	約150リットル	
制御	発酵槽温度 外気温～約70 撹拌 0～7回転/分 正転逆転可能	<ul style="list-style-type: none"> <li>撹拌羽根の形状、数量を変えられる(4本または5本)。</li> <li>撹拌羽根の回転時間(正逆転とも)の設定を記憶させ、自動運転ができる。</li> <li>発酵槽の状態を外部から監視できる。</li> </ul>
脱臭槽	微生物脱臭方式	
排気	強制排気方式	
センサ	二酸化炭素およびアンモニア	・脱臭槽に入る前と、脱臭槽を通ったあとに設置。



図1 発酵槽外観

#### 2.1.4. C/N比

堆肥として畑に施用する際、一つの指標として、炭素率(炭素/窒素比=C/N比。以下「C/N比」)がある。炭素分及び窒素分については、CHNS-0元素分析装置 EA-1108 (Fisons社)を用いて、燃焼法により分析を行った。

#### 2.1.5. 窒素源の投入による発酵状態の改善

従来から、自然環境下で生ゴミ等有機物の多い原料を使って堆肥を作る場合、牛糞、鶏糞、硫酸、石灰窒素などを添加し、窒素を補うということが行われている。

窒素を補うということは、すなわちC/N比を下げると言うことであり、微生物が利用しやすい栄養状態にするということであるが、発酵槽を使用した高速一次発酵の際にも、同様のことが言えると考えられ、石灰窒素、硫酸及び尿素という、安価で手に入りやすく、取扱いが簡単な窒素源を、異常発酵している発酵槽に投入し、その効果を試験した。

窒素分が、石灰窒素は21%、硫酸は21%、尿素は45%のものを利用した。

異常時の内容物の全窒素は0.9%、全炭素は38%で、C/N比は42であり、C/N比が約20となる窒素量を計算し、総重量に対して全窒素が2%になるよう、それぞれの窒素源の投入量を決定し、投入した。

## 2.2. 脱臭について

### 2.2.1. 脱臭装置について

脱臭装置は生ゴミ発酵処理装置内で発酵により発生した悪臭を、ファンにより脱臭装置内に導入し、高さ約5cmの二層の腐葉土層を下部から上部へ導き、腐葉土中に存在する微生物により脱臭を行い、この脱臭された空気を外気へ放出する構造となっている。

### 2.2.2. 脱臭装置内の腐葉土中の菌数測定

実際に運転している脱臭装置内の腐葉土中の菌数測定を行った。菌数測定用培地として土壌抽出液寒天培地<sup>3)</sup>に、腐葉土浸出液を添加した培地を使用した。

### 2.2.3. アンモニアを分解する微生物の分離

NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>1～10%、Glucose1%、Agar2%を含む炭酸水素アンモニウム培地を使用し、腐葉土からアンモニアを分解する可能性のある微生物の分離を行った。

### 2.2.4. 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験(気相部)

腐葉土中に存在する微生物および分離菌による気相部のアンモニア脱臭効果試験を行った。試験は3.5リットルのポットを使用し、表2に示す条件で試験を行ない、気相部のアンモニア濃度を測定した。これらを20、10日間培養し、日毎の気相部のアンモニア濃度を測定した。測定には2種類のアンモニアガス用ガステック検知管を用いた。

表2 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験条件(気相部)

	Blank	A	B	C
腐葉土 (水分49.4%含有)	-	200g (殺菌)	200g	200g
アンモニア水溶液 (28%NH <sub>3</sub> )	0.5ml	0.5ml	0.5ml	0.5ml
分離菌培養液 (2.4×10 <sup>7</sup> /ml)	-	10ml (殺菌)	10ml (殺菌)	10ml (1.2×10 <sup>6</sup> /g腐葉土)

(3.5リットルポット・20 培養)

### 2.2.5. 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験(固相部)

腐葉土中に存在する微生物および分離菌による、腐葉土側(固相部)のアンモニア脱臭効果の試験を行った。試験は3.5リットルのポットを使用し、表3に示す条件で行ない、腐葉土側のアンモニウムイオン濃度を測定した。

表3 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験条件(固相部)

	A	B	C
腐葉土 (水分49.0%含有)	200g (殺菌)	200g	200g
アンモニア水溶液 (28%NH <sub>3</sub> )	0.5ml	0.5ml	0.5ml
分離菌培養液 (2.2×10 <sup>7</sup> /ml)	10ml (殺菌)	10ml (殺菌)	10ml (1.1×10 <sup>6</sup> /g腐葉土)

(3.5リットルポット・20 培養)

また、一般的にアンモニアを酸化する微生物はNH<sub>3</sub>を無臭かつ有害なNO<sub>2</sub><sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>を無臭かつ無害なNO<sub>3</sub><sup>-</sup>に酸化<sup>4)</sup>していくことが知られている。従って、アンモニ

ウムイオン(NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)濃度とあわせて亜硝酸イオン(NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)濃度および硝酸イオン(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)濃度を、初発と30日後に測定した。測定にはメルククアント社亜硝酸イオンテストおよび硝酸イオンテストを用いた。

### 2.3. ライブラリーの構築

#### 2.3.1. 生ゴミ処理

微生物発酵型・横軸攪拌方式の生ゴミ処理機<sup>1)</sup>に、食堂からの調理残さを投入。以下のような条件で運転した。

攪拌：正転15mins、逆転15mins、停止30mins

排気・通気：攪拌時

保温：30

攪拌調整材：籾殻

投入量：約15kg/day

また、醗酵作用を促すための微生物資材の添加は行わなかった。

#### 2.3.2. ライブラリーの構築

運転（2001年7月14日～2001年8月29日）を行っている生ゴミ処理機からコンポストをサンプリングし、定法によりDNAを抽出。ユニバーサルプライマーを用いて細菌の16SrDNAを増幅した。

TA-Cloning Kit (Invitrogen社)を用い16SrDNAをクローニングした。

#### 2.3.3. 細菌の特定

Forward側に蛍光（6-FAM）をつけたプライマーで16SrDNAクローンをPCRし、16SrDNAの先頭に蛍光の付いたDNA断片を作製した。それを制限酵素HaeIIIで切断し、Gene Scanによるフラグメント解析、DNA ladder解析を行った。Gene ScanにはABI PRISM<sup>™</sup>310 Genetic Analyzerを使用。それらの結果をもとにクローンの分類を行い、異なる16SrDNAについてDNA Sequenceをし、その塩基配列からデータベース検索（MicroSeq<sup>™</sup> Applid Biosystems社）により細菌を特定した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1.1. 温度等について

まず、正常時（実験期間：2001年11月18日～12月25日）の温度、二酸化炭素濃度、及び重量の変化を図4に示す。

測定結果から、温度の上昇と二酸化炭素濃度の上昇はほぼ同時におこっているように見えるが、生ゴミの投入間隔の状況を見た場合、図5に見られるように、温度の上昇に先立って二酸化炭素濃度が上昇し、更に温度の下降に先立って減少していることがわかった。

また、投入間隔における、重量の変化、平均温度（品温）、平均二酸化炭素濃度等についての、相関行列を表4に示す。この結果より、投入間隔における重量の減少量と平均温度との間の相関が最も大きく、処理物の温度の上昇に伴って、重量の減少が起こってい

ることが示唆された。

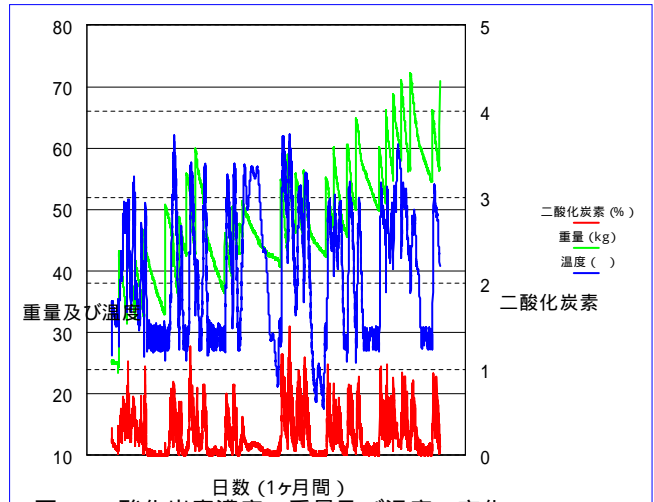


図4 二酸化炭素濃度、重量及び温度の変化

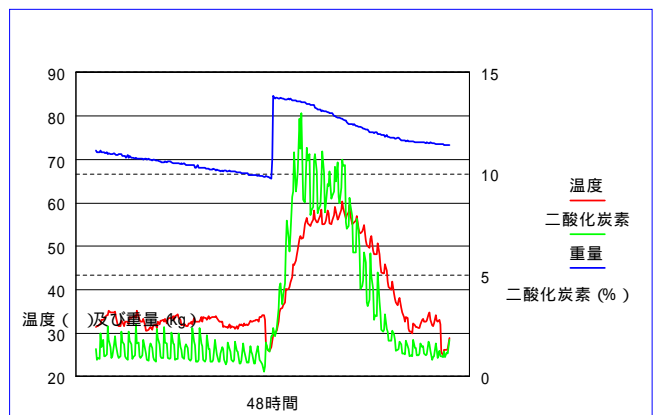


図5 投入時の二酸化炭素濃度と温度及び重量の変化

この結果から、分解が行われることにより重量が減少し、発酵熱で品温が上昇しているのであり、攪拌や保温による水分の蒸散などの影響があるものの、それらが主因で重量の変動があるのではないことが明確になった。つまり、見かけ上発酵槽内の処理物の容積が減り、分解したように見えても、温度の上昇が伴わなければ、発酵は正常に行われていないことがわかった。

### 3.1.2. アンモニア濃度について

アンモニアセンサーについては、当初10分間隔で、1分間測定する予定であったが、処理物からの水分の影響を取り除くことができず、正確なデータが出なかった。検知管による計測では、発酵槽内雰囲気では正常発酵時、最低で20ppm程度、最高400ppmを記録した。また、脱臭槽からの排気は、20～60ppm程度で小さく変動していた。

### 3.1.3. C/N比について

脂質及び水分と同じ実験期間の処理物の、全炭素及び全窒素を計測し、計算から求めたC/N比の変化について、図6に示した。

製品のC/N比は、10～20が良いとされ、あまり高いと、作物が窒素飢餓をおこすおそれがある。

表4 各データ間の相関係数

	投入後の重量変化	平均温度	最高温度	最高温度に達するまでの時間	平均二酸化炭素量	最高二酸化炭素量	最高二酸化炭素量に達するまでの時間
投入後の重量変化	1.000	-0.788	-0.611	-0.389	-0.283	0.0996	-0.354
平均温度		1.000	0.863	0.0556	0.685	0.378	0.164
最高温度			1.000	-0.0431	0.547	0.486	0.174
最高温度に達するまでの時間				1.000	-0.235	-0.428	0.505
平均二酸化炭素量					1.000	0.801	0.0683
最高二酸化炭素量						1.000	-0.0444
最高二酸化炭素量に達するまでの時間							1.000

発酵処理中の処理物のC/N比を調べることで、判断が難しかった「どの時点で排出できるのか」、という判断の一つの目安になる。

える値が出た。しかし、データを見るとおり、発酵槽内で分解され、投入に伴って増加していくものではないことがわかった。

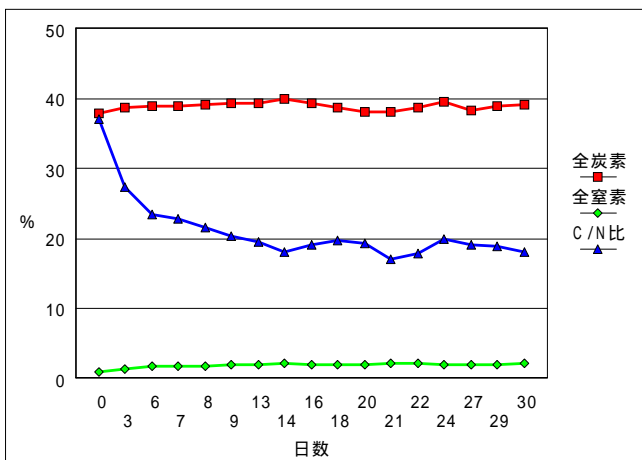


図6 処理物中のC/N比の変化

今回の実験では、C/N比は10日目ぐらいから、投入後約24時間で、投入前とほとんど同じ値を示し、特に炭素率は実験期間中、大きく変化していなかった。しかし、窒素率は上昇し、その結果、最終的なC/N比は18となった。

C/N比については、1ヶ月間の処理において適正な範囲になっているが、そのままの状態では、「アンモニア臭が強い」、「乾燥した野菜くずが残っている」、など、成分の調整が必要とされる状態であった。

### 3.1.4. 脂質と水分

処理物中の脂質は、その濃度が高いと、作物の生育に影響を与えるので、その変化を調査しておく必要がある。

今回は、正常発酵している処理物中（実験期間：2001年7月3日～8月2日）の脂質について分析した結果を図7に示した。今回は、処理物を前処理しないまま分析し、その結果と水分換算した値の両方を表示した。

水分の変化についても、併せて表示した。

20日目に水分が大きく減少しているが、休日で投入が行われなかったためである。一般的に脂質は生の処理物で約1～2%程度だが、乾物計算すると、5%を超

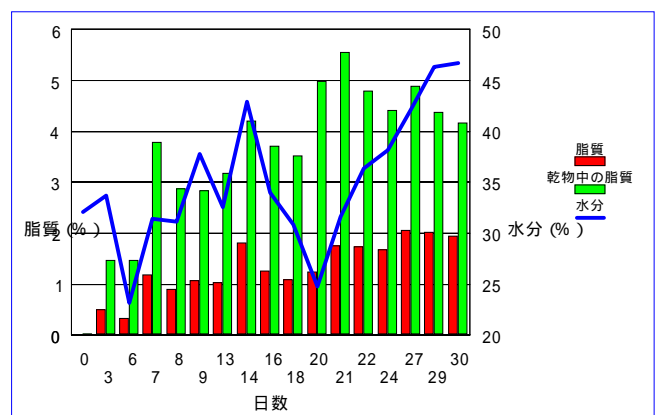


図7 処理物中の脂質の変化

### 3.1.5. 窒素源の投入による発酵状態の改善

発酵不良となった発酵槽へ、硫安、尿素、石灰窒素をそれぞれ投入したが、温度上昇があり、その後正常発酵へ移行したのは硫安のみであった。

尿素においては、投入後すぐに温度が上昇するものの、すぐに温度が下がり、その後温度が上昇することはなかった。また、石灰窒素については、全く温度の変化が見られなかった。

硫安の場合は、一時的に温度が上昇するが、その後1日から2日間ほど温度の上昇が見られなくなる。しかし、3日目頃から急激に温度の上昇が始まり、その後、3～4日間温度の高い状態が続く。その状態が終息すると、正常時に認められる、生ゴミの投入ごとに温度の上昇・下降が見られるようになり、異常発酵から正常発酵へ移行することがわかった。

この硫安投入は、石灰によるpH調整後に、より一層の効果があり、このことは、アルカリ性の処理物中で硫安からアンモニアの分離する速度が速まるためと考えられる。



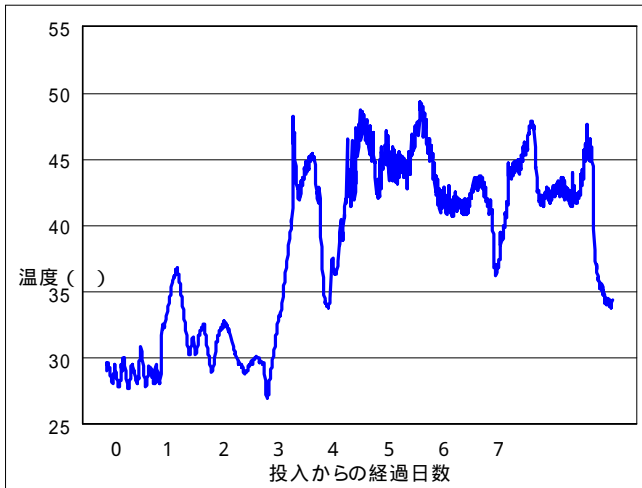


図8 硫安を投入した際の温度の変化

### 3.2.1. 脱臭装置内の腐葉土中の菌数測定

実際に運転している脱臭装置内の腐葉土中の菌数測定を行った結果、腐葉土浸出液寒天培地にて  $2.4 \times 10^9$ /g乾燥腐葉土の微生物が存在した。このことから脱臭装置内の腐葉土中にはかなりの微生物が生存していることがわかった。

### 3.2.2. アンモニアを分解する微生物の分離

高濃度のアンモニウムイオン存在下でも生育してくる微生物を1菌株単離した。この単離した菌株は運動性がある桿菌であった。

### 3.2.3. 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験(気相部)

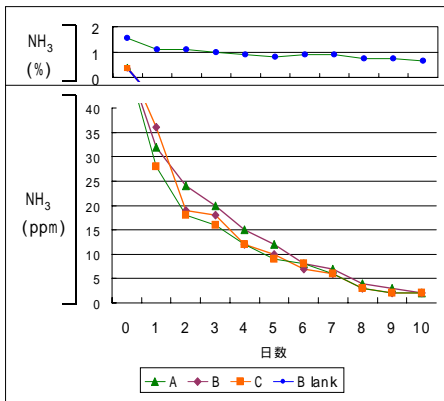


図9 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験(気相部)

腐葉土中に存在する微生物および分離菌による、気相部のアンモニア脱臭効果の試験を行い、その結果を図9に示した。A、B、Cともにアンモニア添加1日後には急激な減少をしていることから、アンモニアはポット内に添加してすぐに揮発し、このアンモニアガスは迅速に腐葉土および腐葉土に含まれる水分に吸着されたことが考えられる。

### 3.2.4. 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験(固相部)

腐葉土中に存在する微生物および分離菌による腐葉土側(固相部)のアンモニア脱臭効果の試験を行い、そ

の結果を図10に示した。

A、B、Cとの比較により考察すると、アンモニアガスが腐葉土および腐葉土中の水分に吸着され、腐葉土中のアンモニウムイオンが増加するが、その後腐葉土中のアンモニアを酸化する微生物および添加した分離菌によりアンモニウムイオンが減少したと考えられる。しかし、Cの減少量はBの減少量と同量であり、ここでは分離菌添加によるアンモニウムイオンの減少促進が確認できなかった。今後同試験にてアンモニアを連続的に添加し、アンモニウムイオンの減少を追跡し、分離菌添加によるアンモニア脱臭促進を確認する必要があると考えている。

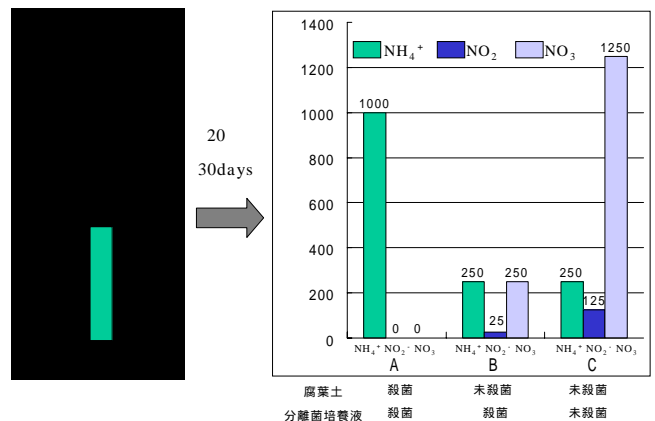


図10 腐葉土および分離菌によるアンモニア脱臭試験(固相部)

### 3.3.1. ライブラリーの構築

生ゴミ処理槽内の様子は、発酵温度が上がり好気発酵が行われている状態から、発酵温度が上がらず水分過多で嫌気発酵になっている状態に変わっていった。このような状態から、ライブラリーには発酵槽内に存在可能な好気性菌から嫌気性菌までが含まれていると考えられる。

運転期間中の38日間にサンプリングしたコンポストから1278のクローンを得、コンポスト内に存在する細菌の16SrDNAライブラリーとした。

### 3.3.2. 細菌の特定

Gene Scanによるフラグメント解析から同じ長さに出現したクローンに分類し、さらに、DNA ladder解析によってラダーパターンの違いによる分類を行った。その結果、426の異なる16SrDNA断片を得、それらについてDNA Sequenceを行った。その塩基配列から細菌の同定をした結果、84種類の細菌が特定された。その中には、自然界で多く見られる細菌や、肉、魚由来の細菌などが存在していた。

図11はGeneScanのフラグメント解析から数が多かったものについて、そのDNA断片長さ(ラダーパターンはDNA断片長さをもとに電気泳動のシミュレーションをしたもの)と細菌の同定結果を示したものである。

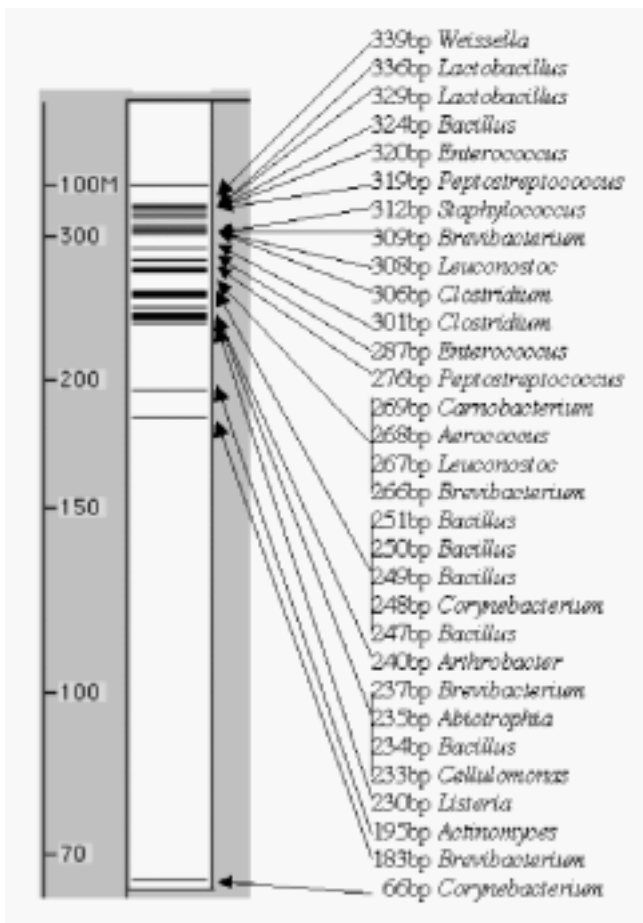


図11 Gene Scan法では、蛍光の付いたDNA断片のみが測定される（すなわち、16SrDNAの先頭から最初のHaeIII認識部位までの長さ）。図は、Gene Scanによって測定されたDNA断片の長さ、その長さに現れた16SrDNA Sequenceのデータベース結果を示す。

## 4. 結言

### 4.1. 発酵槽管理について

・投入から、温度の上昇に先立って二酸化炭素濃度が上昇し、更に温度の下降に先立って減少していることがわかった。

・重量と平均品温の相関を調べたところ、見かけ上発酵槽内の処理物の容積が減り、分解したように見えても、温度の上昇が伴わなければ、発酵は正常に行われていないことがわかった。

・C/N比は、10日目ぐらいから投入後約24時間で、投入前とほとんど同じ値を示し、特に炭素率は実験期間中、大きく変化していなかった。しかし、窒素率はわずかず上昇し、その結果、最終的なC/N比は18となった。

・処理物中の脂質は、生の処理物では、約1~2%程度だが、乾物計算すると、5%を超える値が出た。しかし、投入に伴って増加していくものではないことがわかった。

・異常発酵中に窒素源を投入する効果について実験した。その結果、硫酸に顕著な効果が見られた。

### 4.2. 脱臭について

・実際に運転している脱臭装置内の腐葉土中の菌数測定を行ったところ、腐葉土浸出液寒天培地にて  $2.4 \times 10^9$ /g乾燥腐葉土の微生物が存在した。

・炭酸水素アンモニウム培地を使用し、腐葉土からアンモニアを分解する可能性のある微生物の分離を試みたところ、高濃度のアンモニウムイオン存在下で生育してくる微生物を一菌株単離した。

・腐葉土中に存在する微生物および分離菌による、アンモニア脱臭効果のポット試験を行った結果、気相部においては、アンモニア添加後に急激な減少が認められた。このことから、このアンモニアガスは迅速に腐葉土および腐葉土に含まれる水分に吸着されていくのではないかと考えられた。

・固相部においては、アンモニアガスが腐葉土および腐葉土中の水分に吸着され、腐葉土中のアンモニウムイオンが増加するが、その後腐葉土中のアンモニアを酸化する微生物によりアンモニウムイオンが減少し、アンモニアを脱臭していくのではないかと考えられた。

今後、単離した微生物によるアンモニア酸化脱臭能の確認を行い、その後コンポスト脱臭装置内の腐葉土にこの分離菌を添加し、悪臭分解の促進向上に努めていく方針である。

### 4.3. コンポスト内細菌の群集解析

今後、この結果を用いて生ゴミ処理槽内で働く細菌を群集としてとらえていく。すなわち、コンポストサンプルからDNAを抽出 蛍光付きのプライマーでPCR 種々の細菌の16SrDNAが混合したものを制限酵素HaeIIIで断片化 Gene Scanによるフラグメント解析を行うという一連の作業をすることで、おおよその細菌群の特定が可能となった。

これにより、生ゴミ処理槽内の変化と細菌群との関係を調べ、連続発酵処理の制御法を確立する上での一助としてゆく。

## 5. 謝辞

本研究の遂行に当たり、生ゴミをご提供いただいた株式会社メフォスに深謝いたします。

## 6. 参考文献

- 1) 池田信也他：微生物による未利用資源の高度利用化 平成12年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告、p28-31、2001
- 2) (社)臭気対策研究協会：生物脱臭の基礎と応用 -改訂版-、p30
- 3) 土壤微生物研究会編：土壤微生物実験法、p380
- 4) 山中健生：独立栄養細菌の生化学、アイピーシー、p92

# 有機薄膜の各種微細加工技術の検討と小型素子の試作開発（第3報）

—ポリ尿素焦電型赤外線センサーの配向処理—

Establish of Technology of Organic Films Micro-process  
And Trial Manufacture of Organic Films Micro-devices

- Trial Manufacture of Inorganic Pyroelectro Infrared sensor -

材料技術部 伊藤嘉亮

応用技術部 笹山淑弘

生産技術部 藤井正沸、本田和夫、渡部一博

ポリ尿素を用いた微細焦電素子パターンの形成と、ポリ尿素を焦電体化するのに必要な電気配向法について検討を行った。その結果、ダイレクトポーリング法により、ポリ尿素を用いた焦電素子の試作を行うことができた。

Key words: ホトリソグラフィ、芳香族ポリ尿素、焦電、微細加工、ポーリング

## 1. 緒言

ポリ尿素は、比較的高い焦電性を持つ電気機能性有機物であり、柔軟性や応答性などにより電子部品への応用が期待されているが<sup>1)</sup>有機溶剤に不溶であるため実用レベルでの薄膜化が困難であった。しかし近年、蒸着重合法の開発によりサブマイクロメートル厚の薄膜が均一に作製できるようになり<sup>2)</sup>、熱センサーやマイクなどへの応用が可能となってきている<sup>3)</sup>。われわれは平成8年度からの研究において、蒸着重合法によるポリ尿素の薄膜化に成功しているが<sup>4)</sup>、これらを電子部品に応用するための微細加工法が一般に確立されておらず、センサーなどの高機能性部品の作製が十分に行えなかった。そこで本研究では、高電気機能性有機物の電気部品への応用のために、ポリ尿素薄膜を微細加工する技術を確認すると共に、それらを用いた小型センサーを試作し、中小企業への微細加工技術の普及を目的としている。

焦電素子は、電気的に分子配向させた強誘電体（焦電体）に赤外線等を用いて入熱させた際に、焦電体表面に発生する電荷量が増加することを利用して、熱の変化を電気信号で検出する素子である。構造は焦電体を上下の電極で挟む形式が一般的であり、焦電体、電極ともにスクリーン印刷で作製される。しかし、この方法では微細化が難しく、ひとつの素子が数十 $\mu\text{m}$ 程度の大きさである赤外線画像素子のような高機能素子には対応できない。また、作製時に高温になるため、IC化により素子内に検出回路を持つような高機能素子の作製も困難である。

本研究では、ポリ尿素が比較的低いプロセス温度で高い焦電率を持つ薄膜として形成できることに着目し、以下に示すプロセスによりポリ尿素微細焦電素子の作製を試みた。

### ①基板作製プロセス

基板側での蓄熱を最小限にするために、素子支持体を極力薄くし、その下を中空になるように基板を加工する

### ②電極、焦電体部作製プロセス

電極および焦電体を蒸着もしくはスパッタ法により、薄膜状に形成する。また、作製した電極膜、焦電体膜をフォトリソグラフィとエッチングにより数十 $\mu\text{m}$ 台に微細化する。

### ③尿素分子の電気配向プロセス

上下電極および焦電体を形成後に、昇温しながら上下電極間に数十Vの電圧を印加するか（ダイレクトポーリング法）、下電極、焦電体を形成後に焦電体に昇温しながらコロナ放電を行う（コロナポーリング法）ことにより尿素基を電極方向に配向させる。

平成11年度および12年度において行った、ダイヤモンド作製プロセスの検討、ダイヤモンドを支持体とした無機焦電型赤外線センサーの試作、および酸素イオンを用いたポリ尿素の微細化の検討により、①、②については十分な技術構築が行われて、ポリ尿素を用いた微細赤外線パターンの作製に成功している。本年度は、それらのパターンに焦電性を付加するために、上述③の項目について検討を行い、ポリ尿素焦電センサーの試作を試みた。

## 2. 素子部の作製

### 2. 1. ダイヤフラムの形成

ダイヤモンドの作製工程及びパターンについては、前報と同様のものを用いた。パターンは1mm角のものを5×5に配置し、基板には(100)面シリコンウエハー（3インチ、1 $\mu\text{m}$ 自然酸化膜付）を用いた。表1に各条件を示す。7.5時間後、ダイヤモンドのメンブレン部の厚さは約10 $\mu\text{m}$ であった。

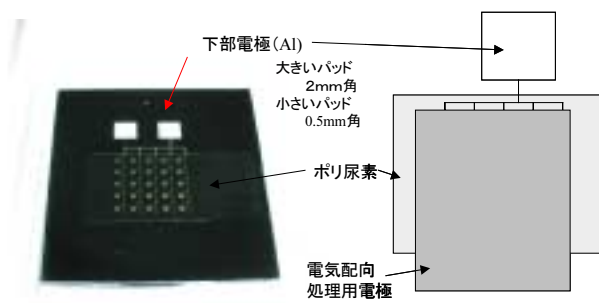
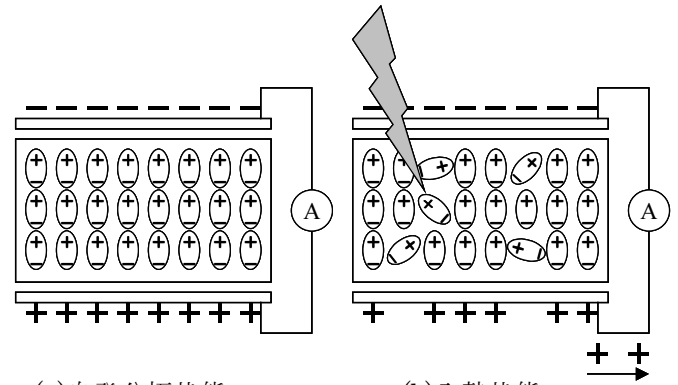


図1 PEL/PU/BEL 形成後の試料



(a)自発分極状態 (b)入熱状態  
図2 焦電流の模式図

## 2. 2. 下電極の作製

ダイヤモンド同様に、パターンおよび工程については前報と同様とした。電極素材はアルミニウムとし、パターン化にはフォトリソグラフ+エッチング法を用い、エッチング液にはリン酸、硝酸、酢酸の混合物を用いた。エッチング後、専用剥離液でフォトレジストを剥離し、純水で洗浄を行った。(表1)(以下BELと略)

## 2. 3. ポリ尿素薄膜の形成

ポリ尿素薄膜(以下PUと略)は、MDI、MDAを原料として蒸着重合法で作製した。<sup>4)</sup>膜厚は1 $\mu$ mとした。成膜に際しては、電気配向やパターンニングを考慮して、厚さ0.5mmのアルミ板に約1cm角の穴を4箇所あけたマスク(ハードマスク)で基板の成膜面を覆い、ポリ尿素膜が特定の部分のみに成膜されるようにした。

## 2. 4. 電気配向処理用電極の形成

有機薄膜の微細化は、エッチングマスク用金属薄膜をポリ尿素上に形成し、マスク用金属薄膜をフォトリソグラフィにより必要形状に成形した後に酸素イオンにより不必要な部分の有機薄膜の除去を行う。ここで金属薄膜のフォトリソグラフの際に、ポリ尿素薄膜に150 $^{\circ}$ C以上の熱がかかるが、電気配向処理を行う前にポリ尿素が150 $^{\circ}$ C以上になると焦電体にならないことが知られている。そこで今回は、ポリ尿素素子の微細加工の前に電気配向処理を行う必要があり、そのためポリ尿素膜の上に電気配向処理用の金属薄膜(以下PEL

と略)の形成を行った。

素材は、金とNiCrの2種類を作製した。ポリ尿素薄膜同様、ハードマスク(ポリ尿素とは別形状)を用いて特定の部分のみに成膜されるようにした。

PEL/PU/BEL形成後の写真と模式図を図1に示す。

## 3. 電気配向法の検討

### 3. 1. 原理

分子内に電気的にプラスとマイナスが分離している部分(永久双極子)をもつ分子を、その双極子の方向がそろるように薄膜形成を行うと、その表面にはそれぞれプラスの電荷とマイナスの電荷が現れる。(自発分極)このような物質のいくつかでは、外部温度の変化により分極の大きさが変化し、それを電流として取り出すことができる。<sup>5)</sup>(図2)LB法などの配向性の高い方法で薄膜形成を行った場合は成膜直後に自発分極を持つが、湿式法や蒸着重合法などの配向性の低い成膜法では、膜形成時や成膜直後に膜に外部電場を与えて、双極子の向きをそろえる必要がある。これを電気配向処理(ポーリング)といい、通常は薄膜を所定の温度に加熱しながら外部電場を印加する。電場の印加には、膜両面に電極を形成して両電極間に直接電圧をかけるダイレクトポーリング法と、焦電薄膜の上方空中に針を設置し、その針と膜との間に高電圧を印加するコロナポーリング法がある。今回は作製したポリ

表1 各層の成膜とパターンニング条件

	ダイヤモンド	BEL	PU	UEL
材質	シリコン(100)	アルミニウム	ポリ尿素	Ni-Cr
成膜方式	—	スパッタ(ヘリコン)	蒸着重合	スパッタ(ヘリコン)
パターンニング	フォトリソグラフィ	フォトリソグラフィ	イオンエッチング	フォトリソグラフィ
レジスト	Si <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 膜	OMR83	OFPR800	OFPR800
エッチング液	TMAH25%水溶液(80 $^{\circ}$ C、7時間)	リン酸76、硝酸4、酢酸15、水5	酸素イオン	硝酸セリウムニアンモニウム水溶液
洗浄	純水	純水	—	純水

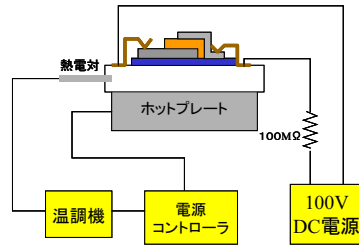
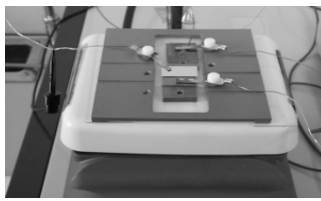


図3 ダイレクトポーリング装置

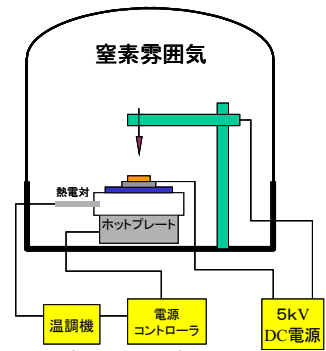
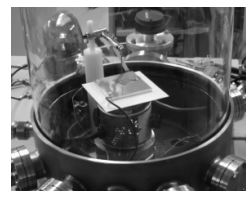


図4 コロナポーリング装置

尿素素子について、ダイレクトポーリング法、コロナポーリング法の装置を試作し、電気配向の評価を行った。

### 3. 1. ダイレクトポーリング法

図3に構成と外観を示す。ホットプレート上に配置したプローバにBEL、PELをあて、100Vに印加後に10分で200℃に加熱し、10分後にホットプレートを切りそのまま徐冷した。ホットプレート上面が室温になったのち、印加電圧をオフにした。ここでAu電極については、通電後しばらくしてから膜内で短絡が起こり、配向処理ができなかった。これについては、イオンマイグレーションの効果と考えている。

### 3. 2. コロナポーリング法

図4に構成と外観を示す。素子上方25mmに針を設置し、BELと針の間に2.5kVを印加した。この時、素子最表面はPU層であり、PELは形成していない。その後、10分で200℃に加熱、10分後にホットプレートを切りそのまま徐冷した。ホットプレート上面が室温になったのち、印加電圧をオフにした。

### 3. 3. ポーリングの評価

ダイレクトポーリング、コロナポーリングとも処理後の配向について、赤外吸収分光により評価した。装置はニコレNexus670を使用し、測定領域は0.1mm角とした。ダイレクトポーリング後の素子については、エッチング液によりPEL層を除去した試料について測定を行った。

図5に加熱のみを行った試料と加熱と電圧印加を行

った試料の赤外吸収スペクトルを示す。電圧印加方向に配向している場合、その方向から観察した場合は芳香環の伸縮とC-Nの伸縮は見えるが、C=Oの伸縮とN-Hの変角は見えづらくなる。図5において、電圧印加をした試料は、加熱の試料に比べてC=Oの伸縮とN-Hの変角に対応するピークが減少していることがわかる。加熱のみ、ダイレクトポーリング、コロナポーリングを行った試料について、代表的な官能基に対応するピークの変化量を比較したグラフを図6に示す。ここで縦軸は、各ピークの吸光度を芳香族の伸縮振動のピークで規格化した量である。これより、ダイレクトポーリング、コロナポーリングともC=Oの伸縮とN-Hの変角に対応するピークが減少しており、尿素基が配向していることが分かる。ただし、コロナポーリングにおいてはC-Nの伸縮基なども減少しており、分子構造の一部が破損している可能性が見られた。

## 4. ポリ尿素焦電素子の評価

ダイレクトポーリングを行った素子について、図7に示す赤外線加熱装置を用い、流れる焦電流の測定を行った。赤外線は照射対象物の温度が10℃/秒で昇温するようにし、1秒間照射した。その結果を図8に示す。赤外線照射とともに電流が増幅し、赤外線オフと同時に電流がマイナスになるのがわかる。これは、入熱により減少した自発分極が冷却により元に戻り、その際に入熱のときは逆抜きに電流が流れる焦電体特有の現象であり、作製したポリ尿素素子が焦電効果に

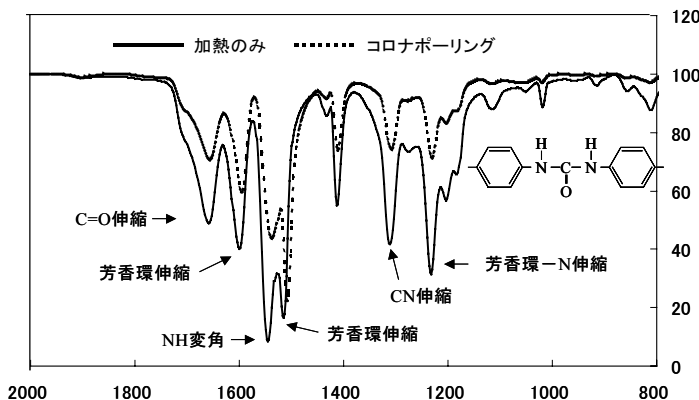


図5 ポーリング後の素子の赤外吸収スペクトル

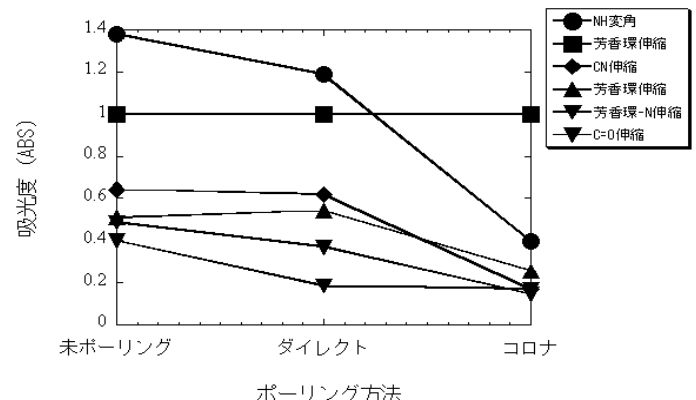


図6 ポーリングによる官能基の配向変化

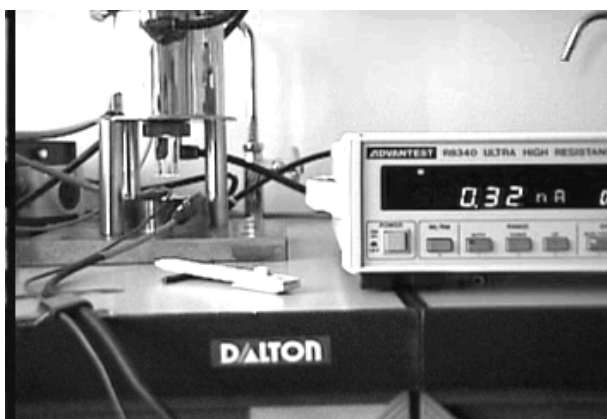


図7 赤外線照射実験

より電流が流れていることを示している。また、赤外線照射からの電流増加が比較的緩やかなのは、ランプの昇温速度が遅いためと思われる。

## 5. 結言

蒸着重合法とフォトリソグラフィにより作製したポリ尿素微細焦電素子において、ポーリング装置を試作し、電気配向処理を行うことに成功した。これにより焦電性を付加した素子に赤外線を照射し、信号出力があることを確認した。

## 6. 今後の予定

本研究で確立したプロセスを基礎にして、平成14年度よりポリ尿素もしくはチタン酸鉛を用いた焦電素子をアレイ化して赤外線画素素子を作製し、それらにより赤外線画像認識装置を作製する研究に移行する予定である。

## 参考文献

- 1) 深田栄一：高分子, 43, 214(1994)
- 2) Y. Takahashi, et. al:  
Jpn. J. Appl. Phys. 28(1989)L2245
- 3) M. Iijima, et. al:  
Thin Solid Films, 272(1996)157-160
- 4) 福島県ハイテクプラザ研究報告書  
「金属-有機物界面における膜利用技術」(平成11)
- 5) 岩本他：有機超薄膜エレクトロニクス(培風館)

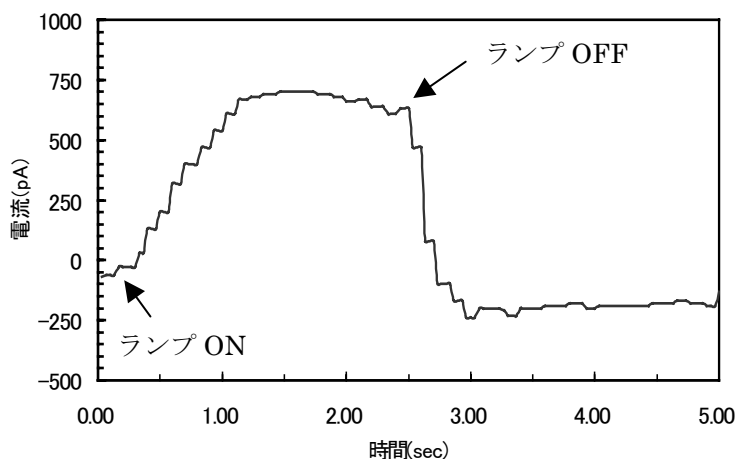


図8 赤外線照射時に素子に流れる電流

# 高分子材料の加工及び使用雰囲気が影響する環境技術

## —Pyro-GCMS による成形加工時の揮発成分の分析—

Environment Technology under the Influence on Processing and Using Atmosphere of Polymer Material

-Analysis of Volatile Components on Molding Processing by Pyro-GCMS-

材料技術部 渡部 修, 菊地時雄, 鈴木雅千, 三瓶義之

熱分解装置 (pyrolyzer) で, 熱抽出条件の温度, 雰囲気を成形加工条件に近づけて設定し, ガスクロマトグラフ質量分析計 (GCMS) で成形材料を分析することで, 成形加工時に材料から飛散する揮発成分を分析することができた. その成分組成から初期に材料が受ける影響を推測することができた.

Key words: 高分子材料, 成形加工, 揮発成分, 環境, GCMS

## 1. 緒言

昨今は, 高分子材料においても, 環境に対する影響, 無駄のない利用やリサイクル等が注目される中, 生産者にとっても, 材料を廃棄まで考慮しながら上手に使いこなすことが求められている.

そこで, 生産者の視点に立ち, 高分子材料が生産から使用, 廃棄に至るまでの過程で受ける加熱, 加圧, 水蒸気, 紫外線等の影響で, どのように分解し, 劣化し, 何が発生するのかを系統的, 総合的に分析評価して役立てようと考えた.

これらの評価に基づいた管理を行い, 生産をすることで, 生産現場での環境的な安全性, 製品の安全管理の質が向上するとともに, 材料の使用方法でも寿命予測や再生率の向上などが図れ, きめ細やかな経済的管理も可能になる.

我々は, 平成 11 年度から今までに, 促進劣化試験, 物性試験や化合物構造解析を各種分析機器等を駆使して進めてきた<sup>1,2)</sup>. そして使用環境を前提とした環境劣化に伴う「酸化開始の温度変化」「分子構造の変化」「強度変化」などを評価してきた.

今回は, さらに生産に近い製造環境を前提として, 成形加工時に発生する揮発成分を分析し, 生産現場で何が飛散しているのかを調べた. 簡易な測定手法の提案をするとともに, 得られた分析データを現場で役立ててもらうことを考えた.

## 2. 実験

### 2. 1. 試料

対象材料は, 射出成形加工で一般的に使用される熱可塑性樹脂 (汎用樹脂) のうち, 今回はまず ABS 樹脂, ポリスチレン (PS) を対象とした.

ABS 樹脂には様々なグレードがあり, 標準 (GP),

難燃, 耐熱, 透明などがそれにあたる. これらはそれぞれ主成分の樹脂の組成だけでなく, 加える添加剤によるところが大きいので, 加熱した場合は揮発成分に大きな差が出るのが考えられる. そこでグレード別にこれらを分析することとした. 全 7 種類を分析した.

ポリスチレンにも同様に様々なグレードがあり, 標準 (GP), ハイインパクト (HI)などを別個に分析することとした. 全 3 種類を分析した.

### 2. 2. 測定機器

熱分解装置 (パイロライザー): PY-2010D (フロンティア・ラボ)

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GCMS): Saturn 2000 GC/MS (バリアン・テクノロジー・ジャパン・リミテッド)

GCMS による定性は, データベース (NIST, Wiley) をもとに判断した.

### 2. 3. 分析条件

#### 2. 3. 1. pyrolyzer 熱抽出条件

成形機内でのホッパー投入から射出までの滞留時間を考慮して, どの樹脂についても全体で 8 分間で抽出することとした.

- INIT.TEMP.=100°C
- INIT.TIME.=1 min
- RATE=下記抽出温度より計算 (目安 6 min)
- FINAL TEMP.=抽出温度
- FINAL TIME=1 min

#### 2. 3. 2. 樹脂の抽出温度

成形温度の上限下限を目安に, この範囲で 3 条件を決定し, 加えて 1 条件の分解開始温度, それぞれの pyrolyzer の昇温速度を決定した. 今回は ABS 樹脂, ポリスチレンともに同条件になった.

- ABS 樹脂: 190, 240, 290, 340°C  
→昇温速度: 15, 23, 32, 40°C/min
- ポリスチレン: 190, 240, 290, 340°C

→昇温速度： 15, 23, 32, 40°C/min

### 2. 3. 3. GC分析条件

- COLUMN=Ultra ALLOY PY-2 (無極性, 熱分析用), 30 m, I.D.=0.25 mm
- CARRIER GAS=He
- ANAL.TEMP.=40~300°C
- RATE=13~43°C/min
- INIT.TIME= 1 min
- FINAL TIME= 7 min

### 2. 3. 4. MS分析条件

添加剤, 分解ガス等を考慮すると, 揮発成分は, 500 m/z を越える分子量のものは多くはなく, また定性できるものも限られるものと考えられる. そこで, 測定範囲を有効的に設定し, 測定精度を上げる方が得策と考え, 以下のように設定した.

- 10~350 m/z, EI(+)

### 2. 3. 5. サンプル量

サンプルは, 加熱温度を高くすると, 揮発成分が格段に多くなると考えられる. 全てのサンプル, 全ての抽出温度で同量を分析すると, カラムの汚染がひどくなるうえ, 定性も成分濃度が濃すぎて正確さを失ってくるものが出現すると考えられる.

そこで, それぞれの抽出温度で最適な揮発成分濃度になるように大まかなサンプル量を決めた. 同じサンプルについて, 少しずつサンプル量を変えながら複数回測定することで, 適当濃度, 再現性が良好な測定結果が得られるような調整を行った. 以下に目安のサンプル量を示す.

- 0.6 mg (低加熱温度)
- 0.2 mg (中加熱温度)
- 0.1 mg (高加熱温度)
- 0.02 mg (分解開始温度)

多くのサンプルをうった時, 別の種類のサンプルに切り替えた時などは, バークアウト, 溶媒注入による洗浄操作をこまめに行った.

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 分析手法の考え方

射出成形は, 下図に示すように射出成形のホッパーからペレット状の成形材料を投入し, ホッパー下からノズルまで帯域を区切って温度制御しているシリンダーとスクリーンを經由して, 成形品形状のメス型をした金型に射出投入される.

ホッパーから投入された樹脂が, 溶融して1つの成形品になるまでを成形サイクルというが, 実際に溶融した樹脂の滞留時間はこれよりも若干長くなる. この時間は成形機や成形品によってばらつくが, 一般的な時間として8分間と設定し, これをパイロライザーの

熱抽出時間とした.

また, 成形機のシリンダー内は, スクリューが溶融した樹脂を背圧をかけてノズル方向に押し出すため, 内部は空気に触れない貧酸素の環境となる. パイロライザーの加熱環境は, 試料室開放時の空気からガスクロマトグラフ導入時にはヘリウムに置換されるためこれと疑似環境になると言える.

成形温度は, そのままパイロライザーの熱抽出温度で設定できるが, 成形に伴うスクリーンによる圧力, 剪断等の条件は反映できない. これを考慮して設定の成形温度よりも若干高めの温度で熱抽出することにした. また, 成形に伴う「高圧←→大気圧」や「高温←→室温」の変化による影響は全く反映できない.

以上のように成形条件を分析条件に反映させた<sup>3-5)</sup>.

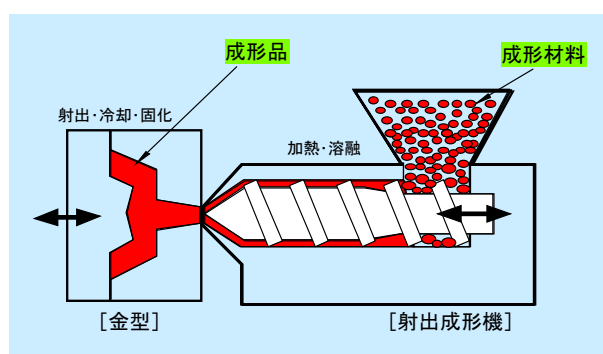


図1 射出成形機の基本的な構造

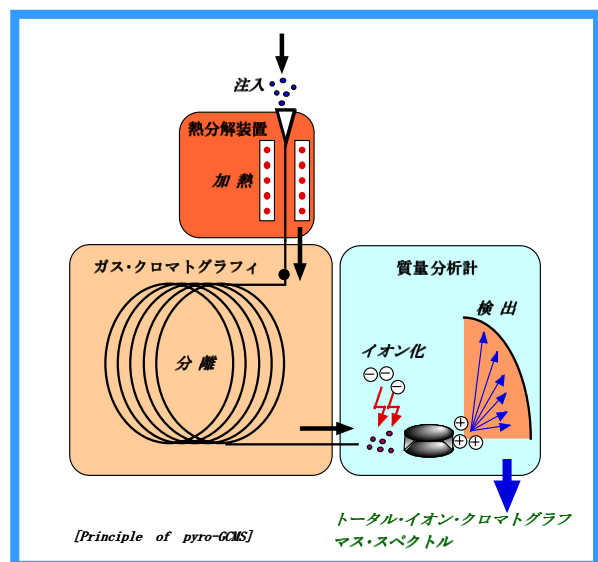


図2 pyro-GCMSの基本的な構造

### 3. 2. ABS樹脂

ABS樹脂を検討した結果の一部を示す. 示したデータは耐熱グレードである. TICと各ピークのマススペクトルから得られる結果を大まかに解説する.

まず, 成形温度が低めの成形では, ABS樹脂の1組成分であるポリスチレンに起因している成分が揮発



している。リテンションタイム (R.T./溶出時間) で 4.5~5.0 min 付近に現れる大きな、ブロードなピークがスチレンモノマーであり、11.5 min 付近に現れる大きな、鋭いピークがスチレンダイマーである。これ以外の成分は比較的揮発はある程度抑えられていると言える。

次に、成形温度が高め、分解開始程度 (340°C) まで加熱された成形では、上記の成分以外で、添加剤であると考えられる脂肪酸エステル、フタル酸エステル、酸化防止剤の揮発が確認できるようになる。15.0 min 付近、18.5 min 付近、20.5 min 付近に大きく現れるピークなどがこれにあたる。

これらは定量的に数値の調整をしないと正確な比較はできないが、熱抽出温度を高くするにつれ、サンプル量を減らしているにもかかわらず、検出される強度 (縦軸/カウント数) は桁違いに大きくなっている。

これは、高温での成形が成形材料本体からの揮発成分よりも、主成分ではない添加剤に起因する成分の揮発が主要になり、爆発的に多くなっていることが分かる。

従って、揮発成分的に環境を考慮した場合は、その対策は添加剤を中心に進めるべきであると言うことになる。

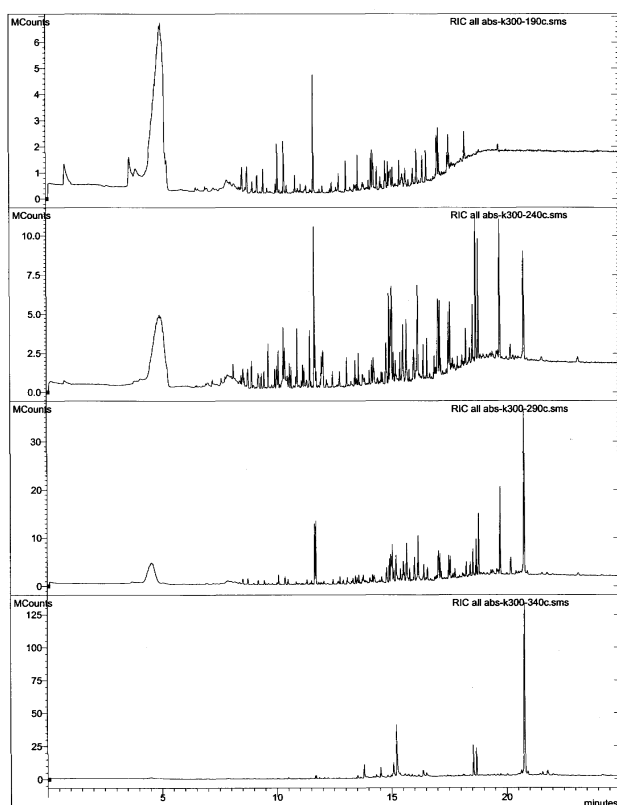


図3 ABS樹脂の分析結果

### 3. 3. ポリスチレン

ポリスチレンを検討した結果の一部を示す。示したデータは標準グレードである。これについてもTIC

と各ピークのマスマスペクトルから得られる結果を大まかに解説する。

まず、成形温度が低めの成形では、揮発成分は、スチレントリマーを中心とした樹脂を起因とする未重合成分が主要を占めていることが分かる。R.T.=5.0 min 付近のモノマー、13.5 min, 18.0 min 付近のダイマー、19.0 min 付近のトリマー、20.0 min 付近のペンタマーなどがこれにあたる。

次に、成形温度が高め、分解開始程度まで加熱された成形では、ABS樹脂の場合と異なり、上記の成分以外にはあまり目立った、大きなピークは出現しない。ただし、分解温度近くになると 14.5 min 付近にフェニルナフタレンと考えられる、原材料としては考えにくい成分の揮発が見られるのが特徴的である。これは、反応性にとむスチレンオリゴマー等が何らかの熱化学反応を起こしているせいだと考えられる。

ポリスチレンの場合は、ABS樹脂の場合とは異なり、成形温度が高温になっても揮発成分の量や、成分組成の違いはあまりないのが特徴的であるということになる。

ポリスチレンの場合は、揮発成分的に環境を考慮した場合は、その対策は樹脂の未反応のオリゴマー成分を中心に進めるべきであり、それは揮発量よりも熱反応による新しい発生成分 (ダイオキシンのように有害化合物になるかもしれない) に着目すべきであると言うことになる。

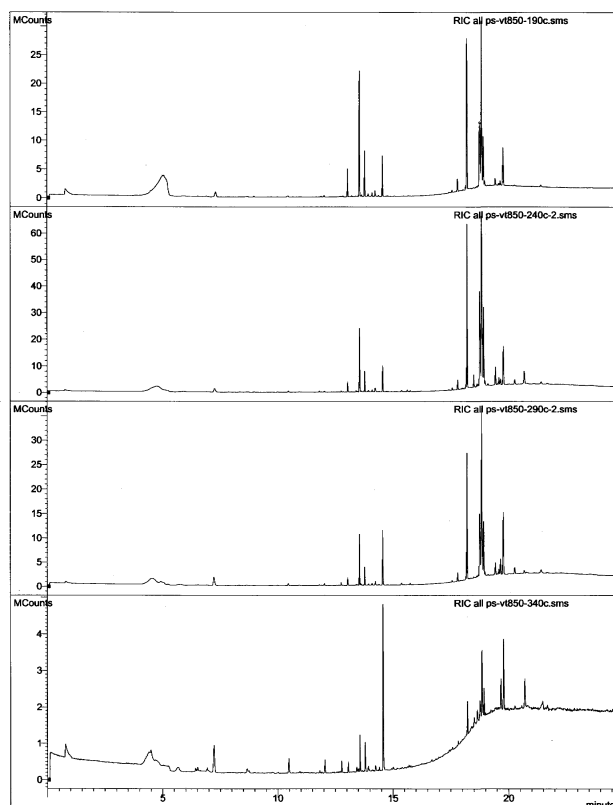


図4 ポリスチレンの分析結果

### 3. 4. 全体的な考察

今回の研究(平成13年度分)は、平成11年度から取り組んできた「環境技術」に関する研究の中では最も川上にあたる製造段階でのものである。

全体の中にあって、この研究の占める位置としては、プラスチック製品が出来上がる段階での成形環境(大気中)への飛散物質の調査の意味合いがある。材料の劣化等の早期把握につながる要素は少ないが、生産者にとっての作業環境の調査方法の提案と分析結果からの対策のための有力な指針になる。

また、今回はスペースの関係上、データの詳細な掲載はできないが、揮発成分の温度域による違い、有害性の検討など、次のステップにとっていろいろな有効利用につながるデータが得られることは非常に有意義である。

(3) この分析方法を使って、揮発成分に対する対策、揮発成分的に適当な成形温度域、有害性の検討などいろいろな有効利用につながるデータが得られた。

今後は、平成11年度から蓄積された「環境技術」に関する成果を残らず拾いあげて、今回の成果もさらに細かい測定データをできる限り含めながら、製造のみならずプラスチックの仕事に関わる外部の方々に利用してもらえるような冊子をまとめあげる予定である。

### 参考文献

- 1) 三瓶義之, 菊地時雄, 鈴木雅千, 渡部 修: “高分子材料の加工および使用雰囲気が影響する環境技術”, 平成11年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 54~55 (2000)
- 2) 鈴木雅千, 菊地時雄, 三瓶義之, 渡部 修: “高分子材料の加工および使用雰囲気が影響する環境技術”, 平成12年度福島県ハイテクプラザ試験研究報告, 48~51 (2001)
- 3) 渡辺忠一, 佐藤訓孝, 森川正己, 柘植 新, 大谷 肇, 29th 熱測定討論会資料, 342~343 (1993)
- 4) 渡辺忠一, 高分子, 43-2, 110~111 (1994)
- 5) 大谷 肇, 分析化学, 45-2, 135~156 (1996)

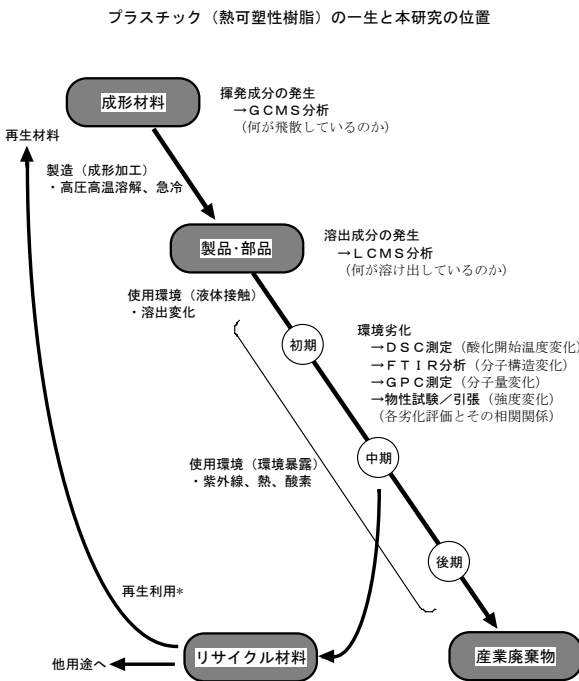


図5 研究全体図

## 4. 結言

今回の実験で得られた主な結果を以下にまとめた。

- (1) プラスチックの射出成形加工時に発生する揮発成分の分析について、実際の現場の雰囲気ガスの捕集によらずに、加工雰囲気を分析機器の分析条件に反映させることで、簡易的に分析する方法を試行し有効であることを見いだした。
- (2) 加工時の揮発成分は、例えばABS樹脂とポリスチレンの場合のように、同じ系統のプラスチックでも揮発成分の組成(傾向)や量が全く異なってくるのが分かった。

# 県産資源白土の高機能化

## - 高機能シラスバルーンの製造技術の確立 (第2報) -

High-function of volcanic glass from Fukushima Prefecture

-Establishment of manufacturing technology of high-functional Shirasuballoons (2nd report)-

材料技術部 関根義孝 加藤和裕

丸中白土株式会社 紺野篤男 西坂直伸 紺野圭樹

県産資源製品であるシラスバルーンの高品質化を目指して、前処理乾燥装置を実際の生産現場に導入し実験を行い、前回はほぼ 100 % 発泡したシラスバルーンを製造することが可能となった。今回さらに高強度化を目的に実験を行った結果、白土粉体内の水分量を制御することにより軽量かつ高圧縮強度を有するシラスバルーンの製品化が可能となった。

Key words: 白土、シラスバルーン、前処理乾燥装置、高強度化

### 1. 緒言

シラスバルーンは 1970 年に現在の産業技術総合研究所九州センターで開発され、白土(シラス)を 1000 付近で急速加熱することによって得られる火山性ガラス質中空体で、その軽量性、断熱性等を活かして、建築壁材、塗料等の軽量充填・増量剤として現在約 2 万トンの生産量がある。当所では、これまで県内企業と共同で新たな需要拡大のため、新製品開発を目指しシラスバルーン製造の実験を行い、これらの成果をもとに現在マールライトの商品名で生産されるに至っている。

また、平成 10 年度からは発泡性の向上などの高品質化を目指した研究を行い、前処理乾燥工程を導入することにより、大きな効果が認められ<sup>1)</sup>、これらの結果をもとに実際の生産現場に前処理乾燥装置を導入し、ほぼ 100 % 発泡するシラスバルーンを生産することが可能となった<sup>2)</sup>。今回はプラスチック用フィラー等の新たな利用拡大を目指し、さらに高強度化を付加させることを目的に図 1 の開発スケジュールのもと実験を行ったので報告する。

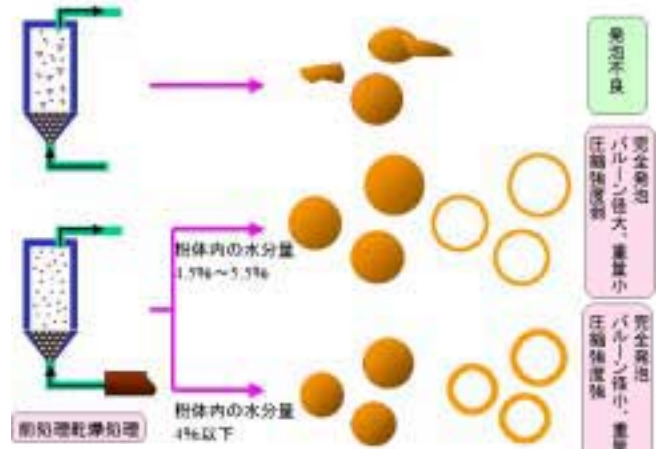


図2 軽量かつ高強度シラスバルーン作製の考え方

%以下)することによりバルーンの発泡を抑え、バルーンの肉厚を厚くして圧縮強度向上を図るという発想のもとに実験を行う。また、バルーン粒径の均一性が高ければ圧縮負荷はより均等になり、強度が増すと考え、実験に用いた白土原料は、市販製品の中で最も粒度幅の狭い丸中白土(株)製シルト#500(平均粒径 26.5 μm)を用いた。前処理乾燥装置性能を表1に示す。今回の実験条件は前処理乾燥装置での粉体の処理量を 70kg/h、前処理乾燥条件についてはこれまでの実験結果より、脱水効果の高い乾燥温度 275 ~ 325、保持時間を 15分 ~ 120分 に設定し、発泡焼成試験は発泡性が最も良好な 1000で行った。得られた試験体

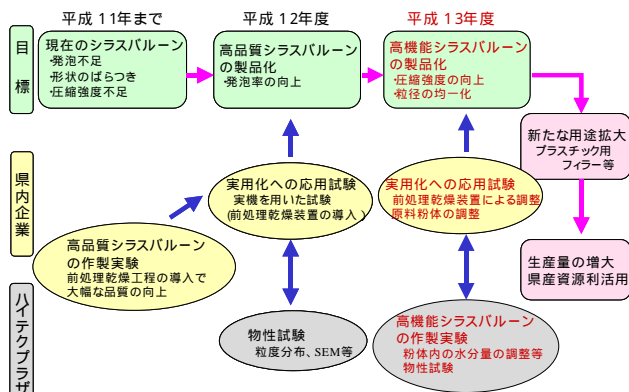


図1 実用化に向けての開発スケジュール

表1 前処理乾燥装置性能

温度制御	室温 ~ 325 ; ~ 275 内で ± 2 制御
保持時間	10min ~ 120min ; ± 2min 制御
処理方法	連続自動投入式
処理能	200kg/h

### 2. 実験方法

今回図 2 に示すとおり、粉体内の水分量を制御(4

の強度試験は 8MPa の静水圧、1 分保持で行った。これらの評価試験について、原料粉体内の水分量は灼熱減量の測定、発泡性の向上及び強度性向上の良否はかさ密度測定及び粒子密度測定、走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察にて行った。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1. 前処理乾燥処理試験

前処理乾燥条件の違いによる白土粉体内の水分量を図 3 に示す。乾燥温度 275、300 の場合、保持時間を 30 分から 60 分まで変化させても水分量の減少が小さく 60 分保持しても 4 ~ 5 % であった。しかし乾燥温度 325 の場合、保持時間が長くなるにつれて大幅な水分量の減少がみられ、30 分で約 4 %、60 分では約 3 % まで減少した。

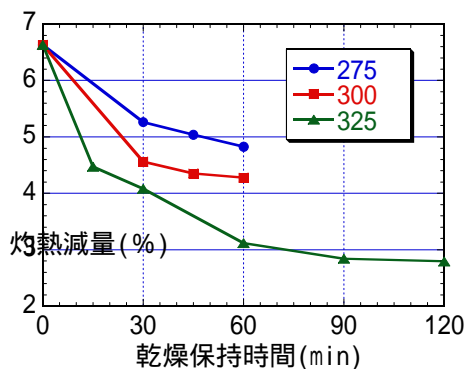


図3 前処理条件と白土原料水分量の関係

#### 3.2. 発泡焼成試験

上記処理粉体を用いて発泡焼成試験を行った。前処理乾燥条件の違いによるかさ密度の変化を図 4 に示す。無処理試料に対して良好な発泡性を示しているが、処理温度が高く、保持時間が長くなるにつれ、発泡が抑えられ、特に 325 処理試料は、その傾向が強く 120 分では無処理試料より発泡性が悪くなっていることがわかった。

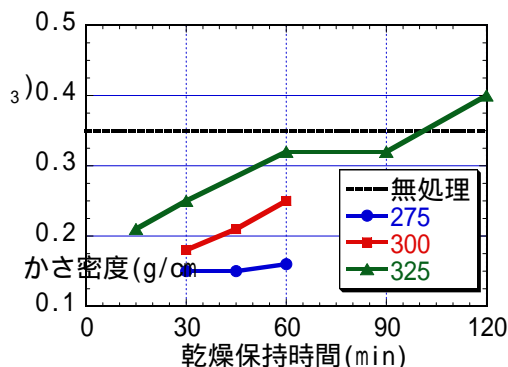


図4 前処理条件とバルーンかさ密度の関係

次に前処理条件の違いによる粒子密度の変化を図 5 に示す。ここに粒子密度とは粉末粒子の個体の密度で、

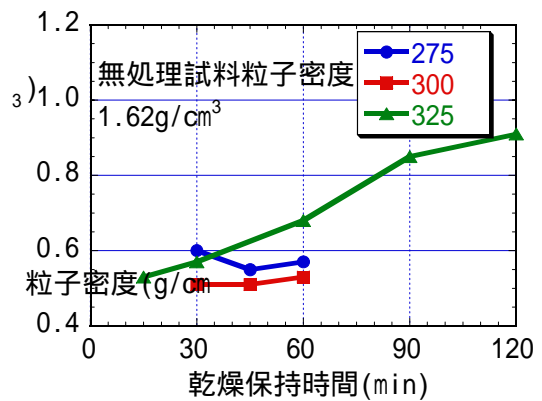


図5 前処理条件とバルーン粒子密度の関係

内部に閉じた空間を持つ場合はその空間も個体の一部とみなすこととなり、この数値が低いほど発泡性が良く、割れの少ないバルーンということになる。275、300 処理試料は保持時間が長くなってもほぼ同じ値であり、325 処理試料についても保持時間とともに上昇するが無処理試料と比較すると大幅に低い値であり、以上のことより発泡性の良い割れの少ないバルーンが作製されていることがわかった。

#### 3.3. 静水圧試験

図 6 に前処理条件の違いによる静水圧試験後の粒子密度の変化を示す。275、300 処理試料とも保持時間が長くなるにつれ粒子密度が低くなっており、圧縮強度が向上しているのがわかる。また、325 処理試料についても保持時間 60 分までは最も低い値を示しており発泡を抑えることにより強度が向上していることがわかった。

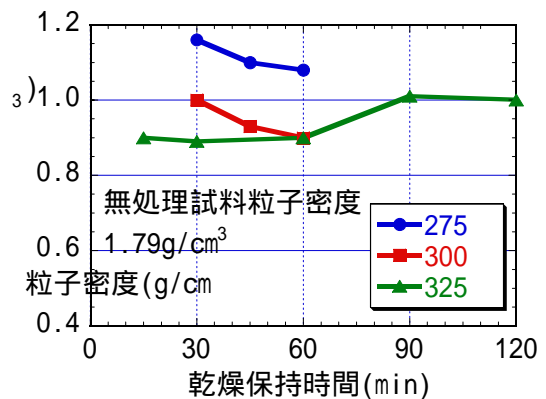


図6 前処理条件と静水圧試験後のバルーン粒子密度の関係

次に 300 及び 325 処理試料での保持時間の違いによる静水圧試験前後のバルーン SEM 像を図 7、図 8 に示す。加圧試験前では無処理試料が未発泡粉体の存在が多く観られるのに対し、300 で処理した試料ではほぼ完全に発泡しているのがわかる。加圧試験後では 300 × 30 分処理試料で表面に割れによる小さな孔が多く観られるのに対し、300 × 60 分処理試料

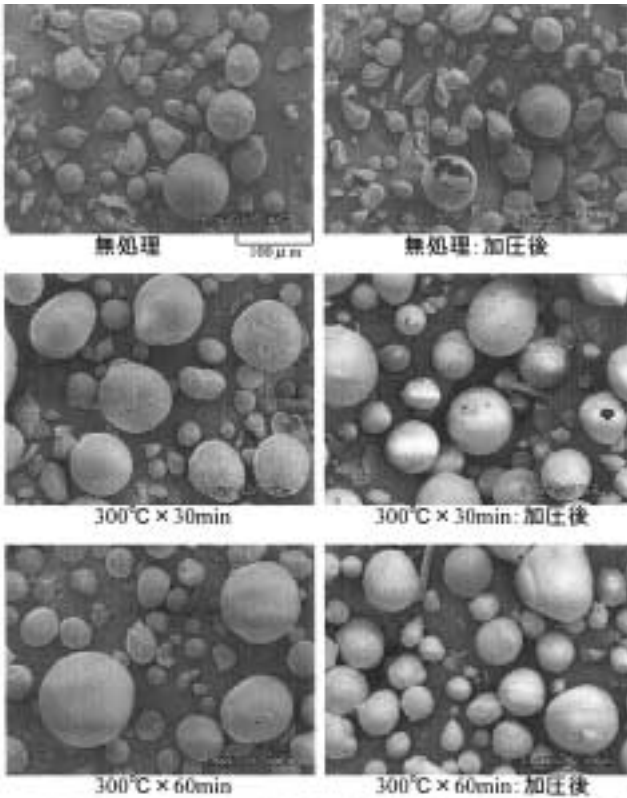


図7 無処理及び300°C処理試料加圧試験前後のバルーンSEM像

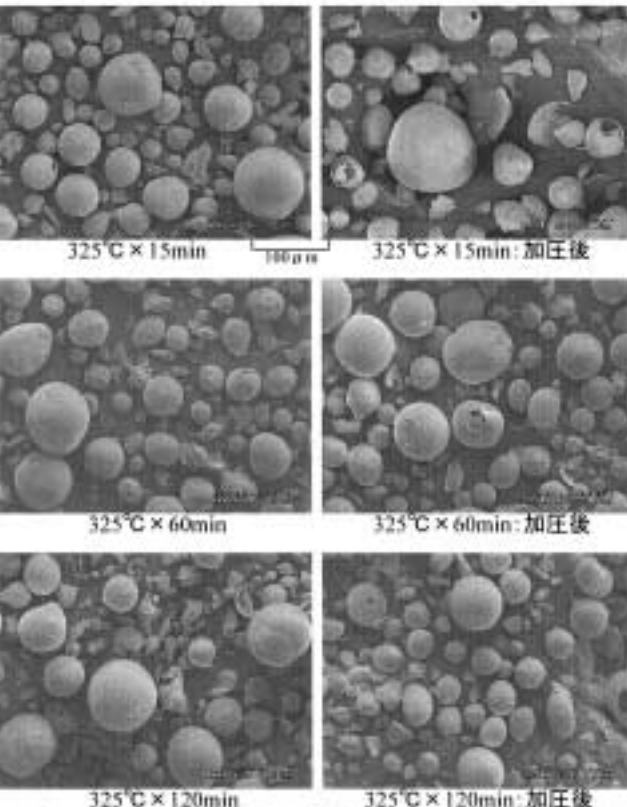


図8 325°C処理試料加圧試験前後のバルーンSEM像

では減少しているのがわかる。次に 325 処理試料についても同様の結果が観察されたが、120 分処理試料では未発泡粉体が多く観られた。またバルーン粒径の均一化についてはいずれの処理粉体でも大小のバルー

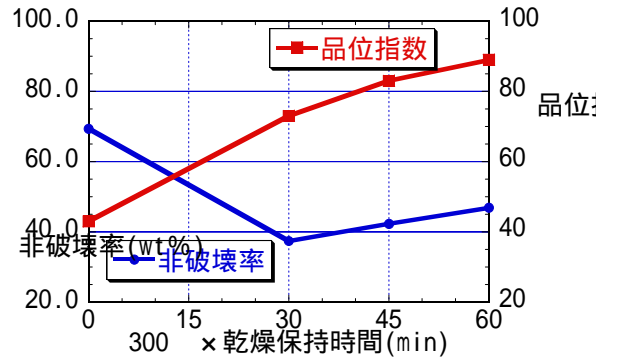


図9 保持時間と非破壊率及び品位指数の関係

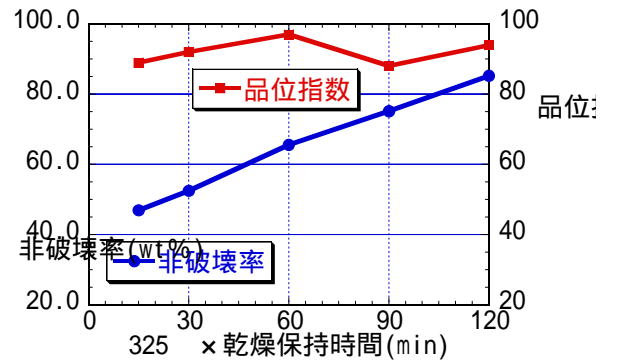


図10 保持時間と非破壊率及び品位指数の関係

ンが混在しており今回の実験方法では均一化が図れなかった。

最後に 300 及び 325 処理試料での保持時間の違いによる非破壊率及び品位指数の変化を図 9、図 10 に示す。ここに非破壊率とは次の式によって求められる。

$$Sc = 100 - (1/Dpa - 1/Dp) / (1/2.35 - 1/Dp) \times 100$$

Sc:非破壊率 (wt%)

Dp:試料の粒子密度 (g/cm<sup>3</sup>)

Dpa:加圧後の試料の粒子密度 (g/cm<sup>3</sup>)

また、品位指数は次式によって表され、この値が高いほど軽く(良発泡)、高強度であるということになる。

$$\text{品位指数} = Sc/Dp$$

まず 300 処理試料であるが無処理試料に比べて非破壊率は低下しているが、品位指数が大幅に増加していることから無処理試料は発泡率が悪くて破壊が起きなかったためであり、保持時間が長くなるほど向上し、60 分では品位指数 90 近くまで上昇した。また 325 処理試料については非破壊率において保持時間が長くなるにつれて 46.9 % から 85.3 % まで上昇し、品位指数でも全ての保持時間で高い値を示しており、特に 60 分処理試料では 96.5 を示した。しかし処理時間それより長くなると品位指数が低下するが、これは観察した SEM 像と併せて考察すると粉体内の水分量が過度に減少したため未発泡粉体が増加したためと考えられる。

#### 4 . 結言

以上から次のことがわかった。

- (1)前処理乾燥装置で粉体内の水分量を制御することにより、軽量かつ高圧縮強度を有するシラスバルーンの商品化が可能となった。
- (2)白土粉体原料の粒径幅を狭めてバルーン粒径の均一化を図ったが、十分な効果が得られなかった。

#### 参考文献

- 1)関根義孝他：平成 10 年度ハイテクプラザ試験研究報告、pp.35-38、1999
- 2)関根義孝他：平成 12 年度ハイテクプラザ試験研究報告、pp.42-43、2001

# 最表面観察手法の確立と生産工程への応用

Establishment of Observation Method of Top Surface and Application of Manufacturing Process

材料技術部 栗花信介 高瀬つぎ子

イオンプレーティング膜表面の形態を明らかにするため、走査型電子顕微鏡(SEM)及び原子力顕微鏡(AFM)などを用いて表面観察を行った。その結果、イオンプレーティング膜表面には多くのドロップレットが観察された。AFM 観察では高さ方向を含めた表面の微細構造をよく表すことができた。また、ダイヤモンド研磨または微粒子によるショットピーニング処理を行うことにより、ドロップレットが除去されていることが観察された。特にショットピーニング処理では短時間の除去が可能である。

Key words:イオンプレーティング、ドロップレット、SEM、AFM、ショットピーニング処理

## 1. 緒言

近年、表面形態・物性などの観察・評価装置が著しく進歩し、高倍率下での観察が可能になり、製造プロセスの改善や不良対策に一部利用されている。しかしながら、真の表面形態を観察する手法が確立されているとは言えない。表面形態を観察する方法の中で、走査型電子顕微鏡(SEM)は有効で一般に広く用いられている。また、原子間力顕微鏡(AFM)はシリコンのカンチレバーの先端に取り付けた尖った針を試料表面に近づけ、試料表面とカンチレバーの間にかかる原子間力(斥力)を検出する。それをカンチレバーの上下のたわみ量として捉え、大気中で絶縁物を高分解能で観察することが可能である。

アーキオンプレーティング法はイオン化率が高く、つきまわりがよく、密着強度が高い膜が得られるので、工具などには広く用いられている。しかしながら、アーキ放電の際、ターゲット金属から飛び出る金属融滴(ドロップレット)が基材表面に付着し、表面粗さを増大させ、表面性状を劣化させる問題がある。ドロップレットの形態及び微細な凹凸は、工具摩耗や膜の摩擦・摩耗特性に影響を及ぼすことが考えられ、真の表面微細構造を調べることは非常に重要である。

## 2. 実験方法

### 2.1. 試料

実験に用いた試料は超硬合金(WC-2TaC-6Co)で、約13×13×5の大きさのチップを用い、アーキオンプレーティング(AIP)法により膜厚約5µmの窒化チタン(TiN)膜のコーティングを施した。試料の外観及び断面の観察結果を図1に示す。

### 2.2. 表面加工処理

ドロップレットを除去する目的でダイヤモンド砥粒による研磨及び微粒子によるショットピーニング処理(WPC 処理)を行った。ダイヤモンド砥粒の大きさは1µmで研磨時間を3min または5min とした。WPC 処理は約50µmのセラミックス微粒子を用い、重力式による投射をエア圧力0.5MPaで20s間行った。

### 2.3. ドロップレットの観察及び評価方法

AIP のままの試料、AIP+研磨を行った試料、AIP+WPC 処理を行い表面状態を変化させた3試料について、金属顕微鏡やSEM、AFM 及び走査型レーザ顕微鏡(SLM)により表面の観察を行い、ドロップレットの形状、ドロップレットの有無、表面形態などについて調べた。また、表面粗さの測定を表面粗さ計とAFM 及びSLM により行った。AFM の観察では、試料表面を軽くたたきながら測定するタッピング法を用いた。この方法は試料表面の水分や自然酸化膜の影響を受けにくく、表面形状がシャープに観察できるという特徴がある。

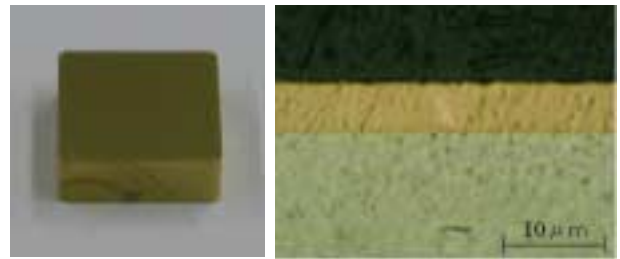


図1 試料の外観及び断面の観察

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1. 表面(ドロップレット)の観察

図2にイオンプレーティングのままの試料表面を金属顕微鏡で観察した結果を示す。ドロップレットが多数存在しているのが確認された。大きいもので約10µmのものがあり、ほぼ円形をしている。このような粗大ドロップレットの存在は、

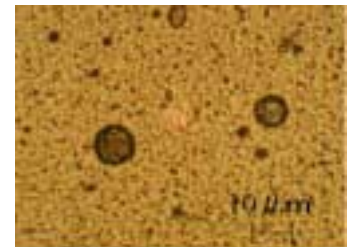


図2 金属顕微鏡による観察

少なからず製品に悪影響を及ぼすものと考えられる。金属顕微鏡による観察では焦点深度が浅いため、高さ方向の情報が得られない。そこで次にSEMによる観

察を行った。SEM は焦点深度が深いので、立体的な像を低倍率から高倍率まで得ることができる。図3に加速電圧を5～25kVと変えた場合の二次電子像の観察結果を示す。加速電圧が低い方がより表面の状態を明確に表していることがわかる。低加速電圧では電子の進入深さが浅いため、試料表面の情報を多く含んだ像が得られる。表面加工処理により表面状態を変化させた3試料について、加速電圧5kVでSEM観察を行った結果を図4に示す。この図ではAIPのままの試料で数μmの大きさのドロップレットが多数存在している。ところが、研磨及びWPC処理を行うことにより、ドロップレットが除去できていることがわかった。特にWPC処理では短時間での除去が可能である。ダ

イヤモンド研磨による加工面はかなり滑らかになっているが、WPC処理材の表面は若干の凹凸、クレーターなどが見られる。

### 3.2. AFMによる表面の観察

AFMによる表面(ドロップレット)の観察を行った結果を図5に示す。観察領域は30μm×30μmである。SEM像とAFM像(濃淡像)を比較してみると、ドロップレットの大きさ・形など良い相関が得られている。AFMの水平分解能は通常のSEMと比べても十分に高いため、表面の微細構造も明確に観察することができる。また、AFMでは高さ方向の情報を3次元処理すると共に、数値情報も得ることが可能である。

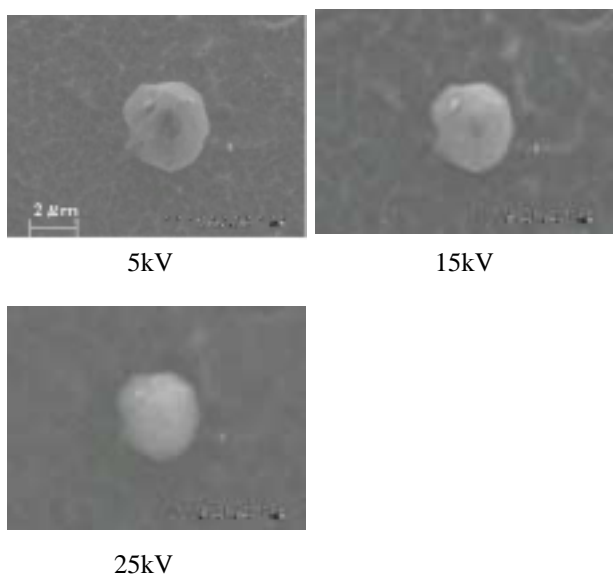


図3 SEMによる観察(加速電圧の影響)

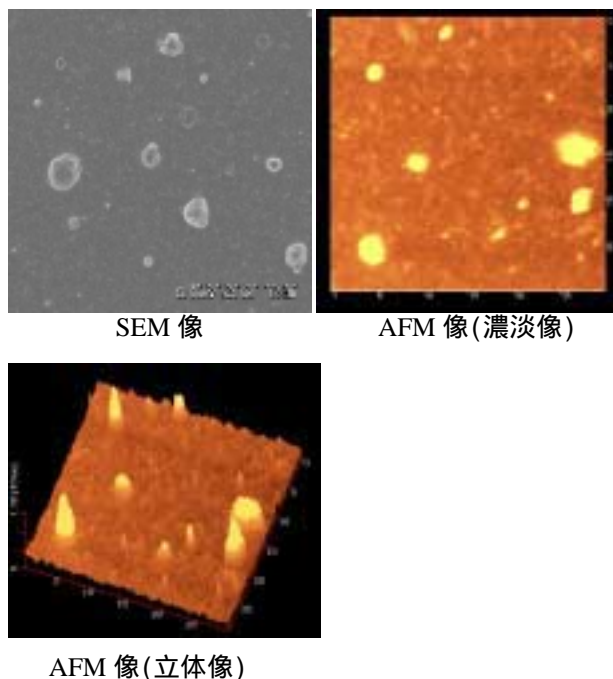


図5 SEM・AFMによるドロップレットの観察

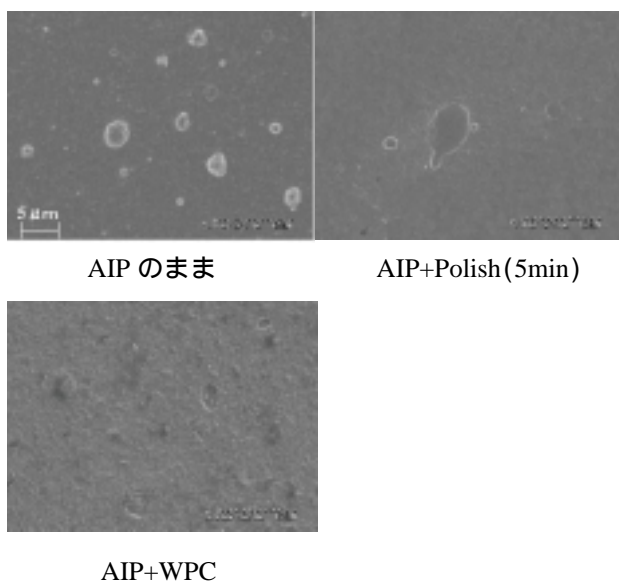


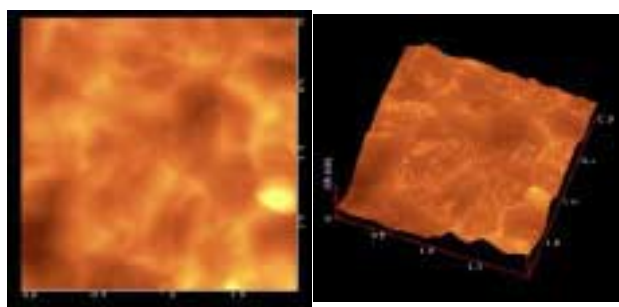
図4 表面加工処理後のSEM観察

次に表面加工処理により表面状態を変化させた3試料についてAFM観察を行った結果を図6に示す。観察領域は2μm×2μmで、ドロップレットのない部分を観察している。AIPのままに比べ、研磨加工材の表面はなめらかになっており、研磨傷も観察される。WPC処理材の表面には衝突による微小な凹凸が形成されている。この観察結果からドロップレットを除いた部分の表面粗さは、WPC処理材が一番大きい。

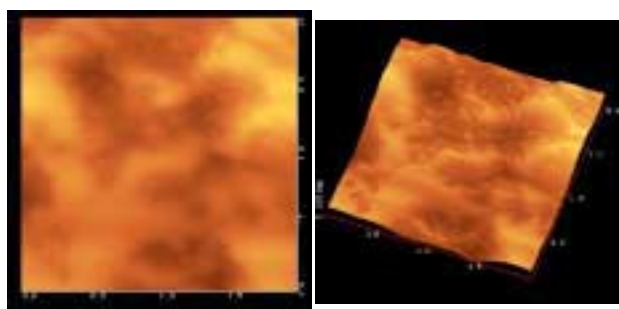
AFMにおける探針の状態が観察画像に及ぼす影響を調べるため、新しい探針と何回か測定を行い摩耗した探針で観察を行った結果を図7に示す。摩耗した探針では新しい探針での測定では見られなかった微小なステップが観察されており、表面状態を正確に表していないと考えられる。タッピング法では探針が試料表



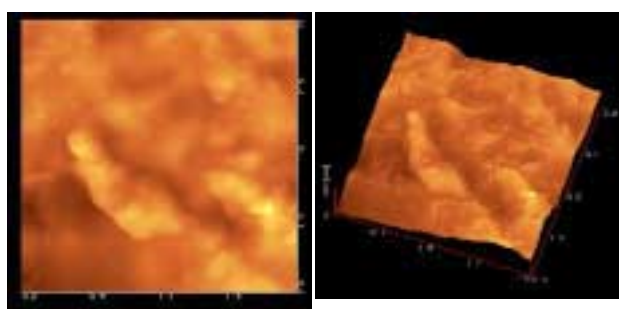
面に接触しているため、硬い試料の場合は、探針が摩耗・破損する可能性があるため、注意する必要がある。



AIPのまま

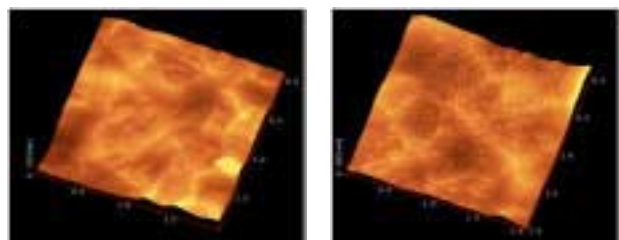


AIP+Polish(5min)



AIP+WPC

図6 AFMによる表面加工処理後の観察



新しい探針

摩耗した探針

図7 カンチレバー探針摩耗の影響

### 3.3. SLMによる表面の観察

レーザー顕微鏡はレーザーを試料に照射し、焦点の

合った位置の反射光のみを検出するため、AFM同様立体的な画像が得られ、形状測定や表面粗さ測定に広く用いられている。測定方式が非接触式であるため、試料を傷つけることもない。表面状態を変化させた3試料についてSLM観察を行った結果を図8に示す。観察領域は30 μm × 40 μmである。分解能はAFMには劣るものの表面形態の違いをある程度把握できている。ドロップレットの大きさを計測してみると、大きいもので幅が10 μm前後で高さが2 μm前後であった。

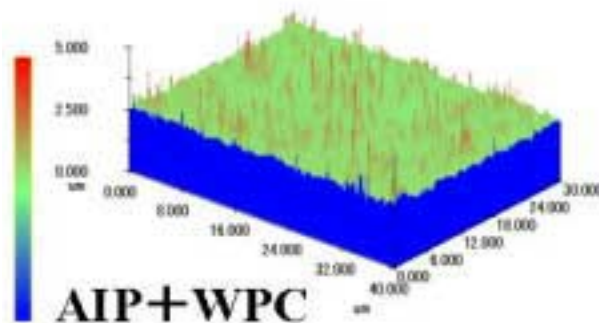
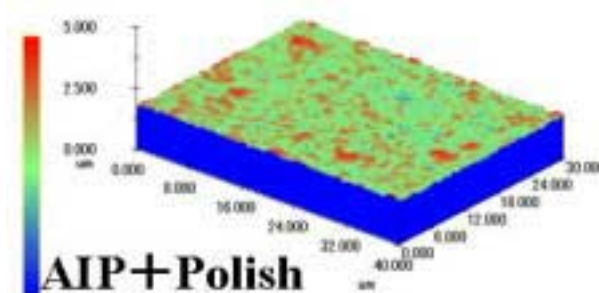
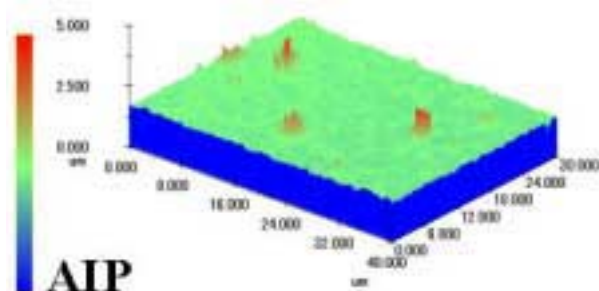


図8 SLMによる観察(30 μm × 40 μm)

### 3.4. 表面粗さ測定

ドロップレットの形態が表面性状を劣化させる問題がある。表面粗さ計で表面粗さ(Ra:中心線平均粗さ,Ry:最大高さ)を測定した結果を図9に示す。AIPのままではドロップレットの影響によりRa,Ryとも高

い値を示した。ダイヤモンド砥粒による研磨や WPC 処理を行うことにより粗さの値は小さくなり、WPC 処理材では AIP のままの半分の値になった。研磨加工材では研磨時間が 3min より 5min の方が粗さは小さくなり、研磨時間が 5min の場合の粗さが WPC 処理の粗さとほぼ同等になった。

SLM 及び AFM においても粗さ測定が可能であるが、この方法は JIS に規格化されている方法ではない。本研究ではある観察面の平均面粗さ (Ra) を測定した。このパラメータは JIS で定義されている中心線平均粗さ (Ra) を測定面に対して適用できるように三次元に拡張したものである。測定面積は装置の都合上、SLM では 30  $\mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ 、AFM では 10  $\mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  とし、ドロップレットのない部分を測定した。測定結果を図 10 に示す。図より AIP のままに比べ研磨加工面の粗さが小さくなり、逆に WPC 処理面の粗さが大きくなった。SLM と AFM では同じような傾向が見られた。また、図 9 の表面粗さ計による測定結果と異なる結果となったが、これは測定長さ(面積)が異なるためであり、表面粗さ計では計測範囲が長い為、粗大ドロップレットの影響を受けてしまう。したがってドロップレットのない部分の粗さを評価するには AFM や SLM を用いるほうがよい。

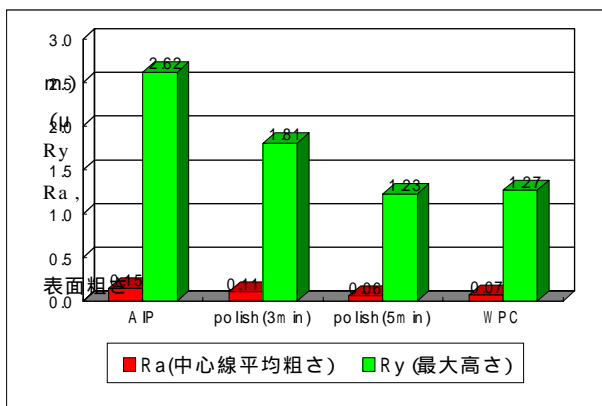


図9 表面粗さ計による面粗さ

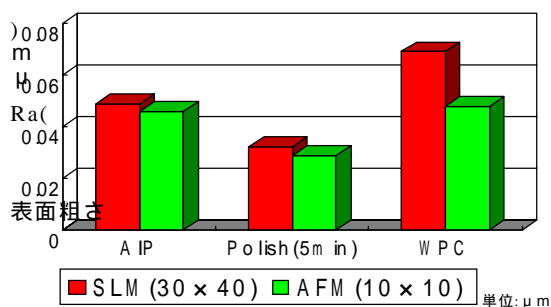


図10 SLM・AFMによる面粗さ

#### 4 . 結言

アークイオンプレーティング膜表面の形態を明らかにするため、SEM 及び AFM などを用いて表面観察を行ったところ、以下のことがわかった。

- (1)アークイオンプレーティング膜表面には多くのドロップレットが観察された。
- (2)AFM 観察では SEM 観察とよい相関が得られており、表面の微細構造を明確に観察することができた。
- (3)ダイヤモンド砥粒による研磨や微粒子によるショットピーニング処理を行うことにより、ドロップレットが除去できる。特にショットピーニング処理では短時間で除去できた。
- (4)ドロップレットのない微小部分の粗さを調べるには AFM や SLM などが有効である。

#### 謝辞

本研究にあたり試料の提供及びご指導をいただいた東芝タンガロイ株式会社 小林正樹技監、大友克久氏に感謝いたします。

#### 参考文献

- 1)出水 敬ら：表面技術,49,974(1998)
- 2)池ヶ谷明彦：熱処理,41,217(2001)
- 3)鈴木康雄ら：放電研究,No.164,49(2000)

# 大径・長尺ワーク用円筒度測定機の開発

## Development of Cylindrical Figure Measuring Instrument for Large Sized Cylinder

生産技術部 遠藤勝幸、菅原康則、吉田智

市販の真円度測定機では測定が難しい、比較的大型の円筒形状機械加工物を対象とした、円筒度測定機を開発を行う。この測定機は、複数の変位プローブとコンピュータの演算処理を用いた、いわゆる多点法によって測定を行うため、高精度な回転機構、送り機構などが不要なところに特徴がある。測定対象の大きさは、最大で直径 $\phi 145\text{mm}$ 、長さ $1,670\text{mm}$ である。測定精度は、 $0.2\mu\text{m}$ 程度を目指す。平成12年度は基本構想・機構部の設計製作を行い、平成13年度は主に制御部とソフトウェアの製作を行った。

Key words: 円筒度、多点法

### 1. 緒言

印刷機械や圧延機の部品として使われるロールは、その大きさに比べて高精度な形状が要求されている。しかし、現在市販されている真円度測定機には、これらの大きさに対応できるものは見当たらない。そこで、本研究では、このような機械加工部品に対応可能な測定機を開発を行うことを目的とする。

通常、真円度測定は、図1のように一つの変位プローブを用い、ワークを取り付けるテーブルの高精度な回転機構とプローブの高精度な送り機構により、プローブをワーク面上で走査させ、形状測定を行う方式が主流である。この回転機構と送り機構の精度が低い場合、プローブの信号にはワークの形状ばかりでなく、運動誤差の成分も混入するため、正確な測定が難しくなる。しかし、この高精度な機構をそのまま大型のワークに対して適用することは、非常に高精度な加工技術や組み立て技術が必要となるため、困難である。

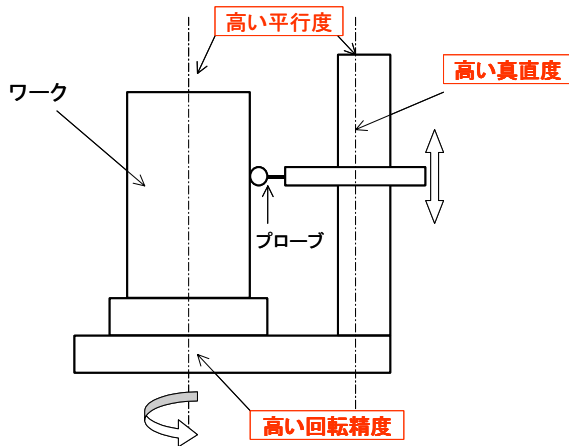


図1 一般的な真円度測定機

そこで本研究では、プローブを複数用い、低い回

転精度や送り精度によって生じる運動誤差を、コンピュータ演算によって除去する、いわゆる多点法を用いる。本報告では、この手法の基本原理と、製作した装置の概要について報告する。

### 2. 原理

図2のように、円筒型のワークを回転させながら、変位プローブを軸方向に送り、ワークの表面をらせん状に走査することを考える。このとき、変位プローブの出力には、ワークの表面変位のほかに、ワークとプローブの運動誤差が混入する。

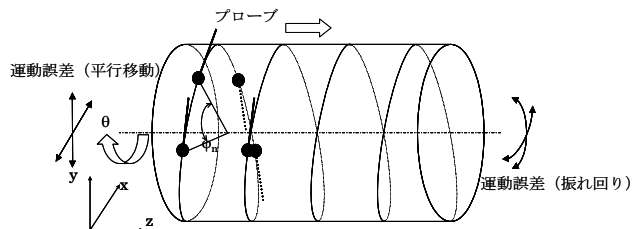


図2 らせん経路による測定

まず、図3のように機械座標系・ワーク座標系・プローブステージ座標系を設定し、オイラー角など剛体の運動学<sup>1)</sup>の手法を用いて、 $n$ 番目のプローブの出力 $m_n(\theta)$ と表面変位 $r(\theta)$ 、運動誤差の関係を導くと、結果

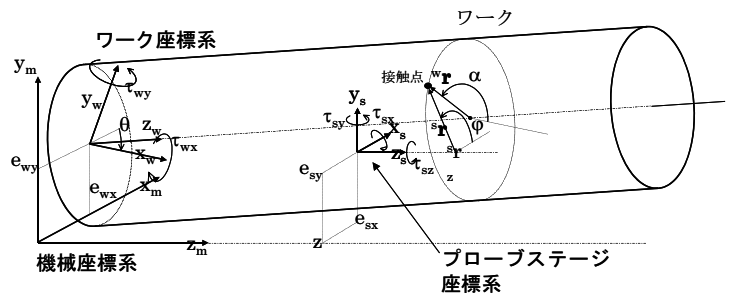


図3 座標系の設定

は式(1)のように表すことができる。

$$m_n(\theta) = r(\theta + \varphi_n) + \sum_{k=1}^4 b_{nk} e_k(\theta) \quad (1)$$

ただし、

$$\begin{aligned} e_1(\theta) &= \tau_{sy}(\theta) - \tau_{wy}(\theta), e_2(\theta) = \tau_{sx}(\theta) - \tau_{wx}(\theta) \\ e_3(\theta) &= -e_{sx}(\theta) + e_{wx}(\theta) - \tau_{vy}(\theta) - \tau_{wy}(\theta) \cdot \theta P / 2\pi \\ e_4(\theta) &= -e_{sy}(\theta) + e_{wy}(\theta) - \tau_{vx}(\theta) - \tau_{wx}(\theta) \cdot \theta P / 2\pi \\ b_{n1} &= \varphi_n \cdot (P / 2\pi) \cdot \cos \varphi_n, b_{n2} = \varphi_n \cdot (P / 2\pi) \cdot \sin \varphi_n \\ b_{n3} &= \cos \varphi_n, b_{n4} = \sin \varphi_n \end{aligned}$$

$\theta$ : ワークの回転角度

$\tau_{sx}(\theta), \tau_{sy}(\theta)$ : プローブステージの傾き

$\tau_{wx}(\theta), \tau_{wy}(\theta)$ : ワークの振れまわり

$e_{sx}(\theta), e_{sy}(\theta)$ : プローブステージの平行移動誤差

$e_{wx}(\theta), e_{wy}(\theta)$ : ワークの平行移動誤差

$P$ : らせんのピッチ

$\varphi_n$ : らせん上のプローブの配置角度

式(1)から、プローブの出力  $m_n(\theta)$ には、ワークの表面変位  $r(\theta)$ に、4個の定数倍された運動誤差  $e_1(\theta) \sim e_4(\theta)$ が加算されて現れることがわかる。また、その定数は、プローブの配置位置  $\varphi_n$ によって決定される。同じらせんに乗った、配置の違う複数のプローブを用いて、この式をプローブの数だけ立て、4個の運動誤差を消去して1つの表面変位を導くには、式の数(プローブの数)は少なくとも5個である必要がある。5個のプローブ出力から運動誤差を取り除き、表面変位とプローブの出力だけの関係を表した式を式(2)に示す。

$$m(\theta) = \sum_{k=1}^5 a_k \cdot m_k(\theta) = \sum_{k=1}^5 a_k \cdot r(\theta + \varphi_k) \quad (2)$$

ただし、 $a_1 \sim a_5$ は次式の解である。

$$\begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \cos \varphi_2 & \cos \varphi_3 & \cos \varphi_4 & \cos \varphi_5 \\ \sin \varphi_1 & \sin \varphi_2 & \sin \varphi_3 & \sin \varphi_4 & \sin \varphi_5 \\ (P\varphi_1/2\pi)\cos\varphi_1 & (P\varphi_2/2\pi)\cos\varphi_2 & (P\varphi_3/2\pi)\cos\varphi_3 & (P\varphi_4/2\pi)\cos\varphi_4 & (P\varphi_5/2\pi)\cos\varphi_5 \\ (P\varphi_1/2\pi)\sin\varphi_1 & (P\varphi_2/2\pi)\sin\varphi_2 & (P\varphi_3/2\pi)\sin\varphi_3 & (P\varphi_4/2\pi)\sin\varphi_4 & (P\varphi_5/2\pi)\sin\varphi_5 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_1 \\ a_2 \\ a_3 \\ a_4 \\ a_5 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$

式(2)は、位相の異なった関数の積和の形をしているため、このままでは取り扱いが難しい。

そこで、従来から研究されている逆フィルタリング<sup>2)</sup>法の適用を試みる。これは、測定対象の形状を周期的な波形の和と仮定し、フーリエ変換を介して、位相の異なった信号の積和から元の形状を復元する手法である。計算過程を式(3)に示す。この手法により、式(2)の  $m(\theta)$ から元の形状  $r(\theta)$ を復元する。

$$\left. \begin{aligned} M(\omega) &= F(m(\theta)) = H(\omega) \cdot R(\omega) \\ H(\omega) &= \sum_{i=1}^5 a_i \cdot e^{i\omega\varphi_i} \\ R(\omega) &= M(\omega) / H(\omega) \\ r(\theta) &= F^{-1}(R(\omega)) \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

$F, F^{-1}$ : フーリエ変換、フーリエ逆変換

$\omega$ : 空間周波数

$M(\omega)$ :  $m(\theta)$ のフーリエ変換結果

$R(\omega)$ :  $r(\theta)$ のフーリエ変換結果

### 3. 試作装置

試作した測定装置の概略図を図4に、外観を図5に示す。図5では簡単のため、プローブは一つに省略してある。また、プローブ部の拡大図を図6に示す。測定対応可能なワークの大きさは、直径  $\phi 35\text{mm} \sim \phi 145\text{mm}$ 、長さ  $156\text{mm} \sim 1,670\text{mm}$ である。使用するプローブは、一般に使用されているレバー型の電気マイクロメータで、測定範囲は  $\pm 400\mu\text{m}$ 、直線性は約 0.5%、測定力は約 70mNである。モータは、ワークを回転させるためのサーボモータと、プローブ群を軸方向に移動させるためのサーボモータであり、それぞれ、ハーモニックドライブとボールねじにより減速されている。また、ワークの最高回転速度は 60rpmであるが、プローブが接触式であり、機械的応答周波数が約 20Hzであるため、測定する必要があるワークの山数により制限される。たとえば、150山まで測定する場合には、8rpm以下である必要がある。

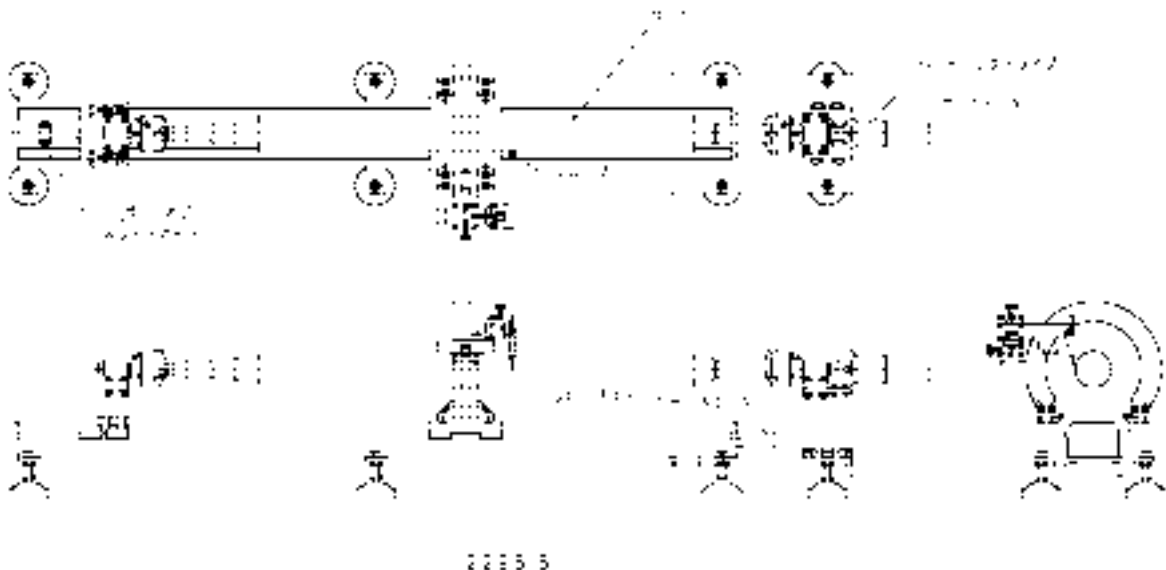


図4 測定装置概略



図5 測定装置全景

図6 プローブステージ部

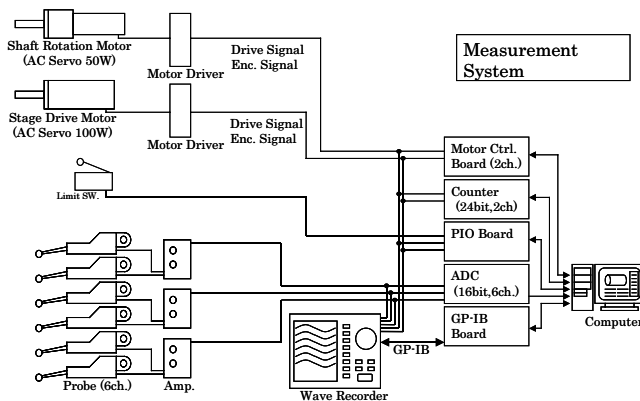


図7 制御系

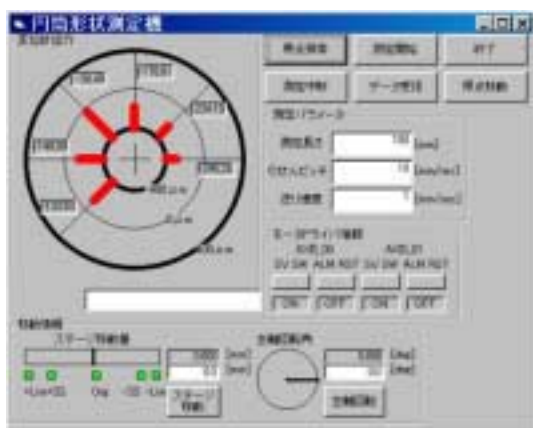


図8 制御用ソフトウェア

図7に制御系の概略図を示す。測定時のプローブ信号は、ワークの回転角度を検出するロータリエンコーダの出力パルスに同期して、波形記録計内のメモリに記録される。測定が終了したのち、GP-IBを介して記録されたデータがコンピュータに転送され、計算処理を行う。

図8に制御用プログラムのインターフェース部を示す。このプログラムにより、モータの制御、動作状態のモニタ、GP-IBによる波形記録計の操作、およびデータ転送作業を行う。プログラムの開発には Visual Basic を用いた。

#### 4. 測定結果

試作した測定装置を用いて、測定実験を行った。

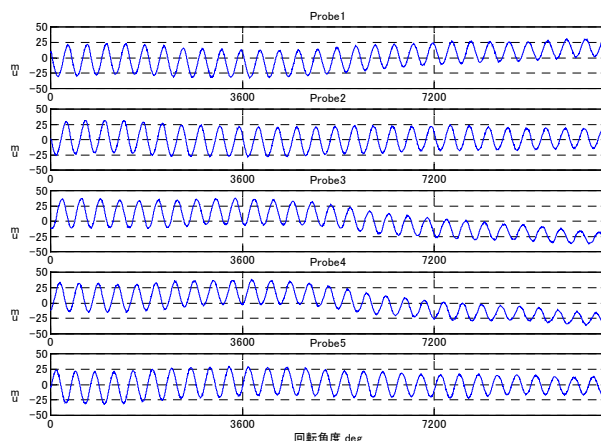


図9 プローブ出力値

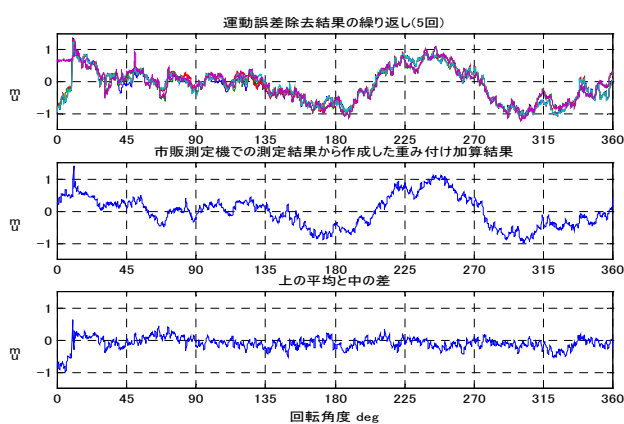


図10 運動誤差除去結果

まず、運動誤差の除去結果を調べた。測定に用いたワークは、直径 $\phi 50\text{mm}$ 、長さ  $700\text{mm}$  の比較的小さい円筒である。らせんのピッチは  $10\text{mm}$ 、巻き数は  $29$  である。プローブの取り付け角度は、それぞれ  $\varphi_1=0^\circ$ 、 $\varphi_2=395.0^\circ$ 、 $\varphi_3=838.7^\circ$ 、 $\varphi_4=1236.5^\circ$ 、 $\varphi_5=1658.8^\circ$  とした。なお、 $360^\circ$  がらせん一巻分を表す。プローブの出力値を図9に示す。ワークの取り付け誤差に起因する偏心運動と、リニアガイドの曲がり支的であることがわかる。このプローブ出力値に式(2)の演算を施した結果を図10上段に示す。この図は、 $29$  巻きのらせんのうちの1巻き分を拡大して表したものである。また、繰り返し誤差を確認するために、5回分を重ねて示してある。図10中段は、比較のために同じワークの同じ部分を市販の真円度測定機で測定し、同じ演算を施した結果である。図10下段に両結果の差を示す。これらの結果から標準偏差を算出すると、繰り返し誤差は  $\pm 2\sigma$  (全データの95.4%が入る範囲) で  $\pm 0.18\ \mu\text{m}$ 、運動誤差除去結果の差は同じく  $\pm 2\sigma$  で  $\pm 0.5\ \mu\text{m}$  となる。

つぎに、形状復元演算結果を示す。図11下段が、図10の上段の結果に、式(3)の演算を施した結果である。これは、やはり29回転分のデータから1回転分

を取り出した、断面形状に相当するものである。比較のために、図 1 1 上段に同じ部分を市販の真円度測定機で測定した結果を示す。

また、図 1 2 は、この結果を極座標表示したものである。なお、市販の真円度測定機の測定条件は、中心定義法が LSC（最小自乗中心）、カットオフフィルタは無しである。この結果から、試作測定機は最も大きいところで、約  $1\ \mu\text{m}$  程度の誤差があることがわかる。また、市販の測定機に比べ、高い周波数の波が乗っている。

図 1 3 に、測定結果全体の 3 次元表示を示す。黒い線がプローブの経路であり、線間の面は補間演算による結果である。赤い部分が凸部、青い部分が凹部を示す。

## 5. 結言

一般に市販されている真円度測定機では測定が難しい、比較的大型の円筒型機械加工物を想定した円筒形状測定機の開発を目的とし、機構部、制御部の設計製作を行った。本試作機には、本文で触れた点以外に、現状ではまだ次のような問題点がある。

- ・ 軸方向の曲がりやが復元されない。
- ・ 端部において断面形状の誤差が大きくなる。

また、運動誤差の除去精度も不十分である。今後は、これらの問題の原因を解析し、実際の大型の円筒加工物に対して適用を試みる。

## 参考文献

- 1) 吉川恒夫：ロボット制御基礎論, コロナ社, 1988, 等
- 2) 清野慧：ソフトウェアデータを用いた形状評価, 精密工学会誌, Vol.61, No.8, 1995, p.1059, 他

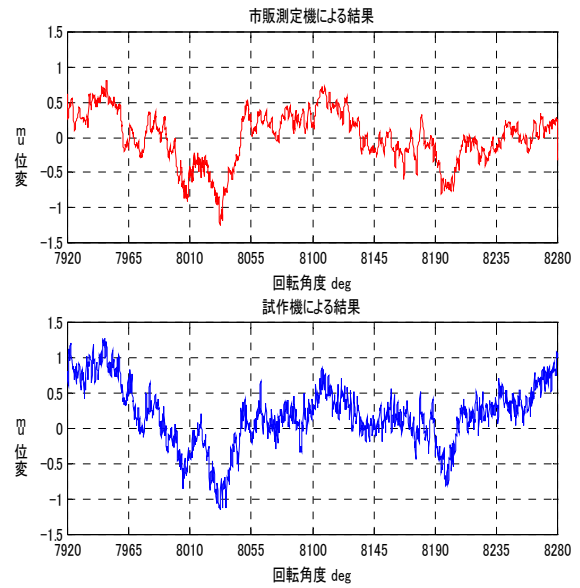


図 1 1 形状復元結果（1回転分）

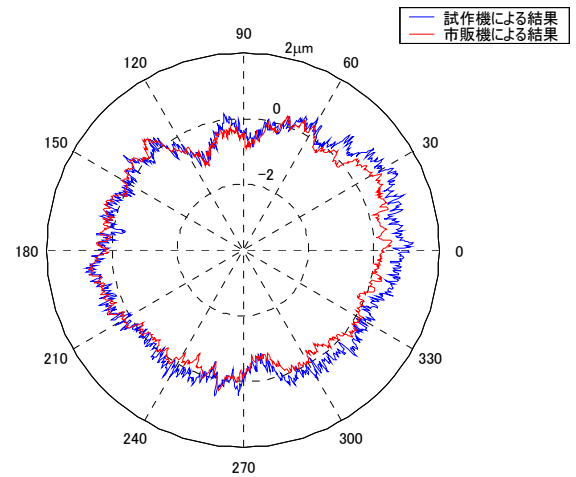


図 1 2 形状復元結果の極座標表示  
(断面形状)

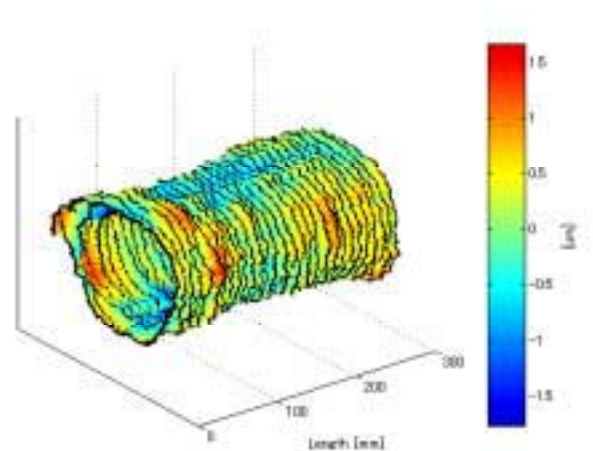


図 1 3 測定結果の 3 次元表示

# 活性金属材料の溶接施工条件と品質評価技術

## －チタンの溶接特性と溶接部の変色－

Welding Procedure Condition of Active Metal and the Technology for Quality Evaluation  
- Welding Properties of Titanium and Discoloration of the Welding Bead -

生産技術部 藤井 正沸  
いわき技術支援センター 佐藤 善久  
(株)三洋鉄工所 鈴木 秀一、小豆畑 通夫、吉田 洋

チタン溶接で課題となるシールドガスの影響を調べるため、施工条件の確認と溶接部の品質を客観的に非破壊で評価できる方法について実験を行ったものである。

本研究では薄板の純チタンを対象とし、TIG溶接法で継手形状に対する溶接品質の影響を調べた。また、溶接時のシールドガス(Ar)中における不純ガスの影響として酸素濃度と溶接部の機械的性質について、TIG溶接法とYAGレーザー溶接法で比較して調べた。さらに、溶接部の品質評価の手法として分光式色差計によって、溶接中の酸素濃度に対する酸化変色の特徴的な傾向について調べたものである。

Key words:チタン、溶接、TIG、レーザー、変色、分光反射率、

## 1. 緒言

チタンは耐食性と比強度において他の金属より優れた特性を有し、化学プラント、原子力、航空、宇宙開発、海洋開発、医療に広く活用されるようになった。これらの溶接技術においては高い技術力が要求され、リスクも高いことから大手企業や限られた工場で製造されることが多かった。しかし近年、生産工場の海外移転等により従来製品の受注が減少し、高付加価値化製品への対応が要求されるようになり、チタン合金の溶接への関心が高まっている。これらの溶接施工における基礎的な研究<sup>1)</sup>はすでに行われているが、製造現場における課題に対してはノウハウの蓄積が必要となっている。特に、溶接時における酸化反応の抑制は重要であり、これらの効果的対策と客観的な評価技術の確立が要求されている。

そこで本研究においては、チタンのTIG溶接の施工条件と、溶接雰囲気の不純ガスが与える溶接金属への影響について<sup>2)</sup>、YAGレーザー溶接法とTIG溶接法とを比較した。また、これら溶接部の変色<sup>3)</sup>について製造現場でも利用できる分光式色差計を用いた評価手法を検討したので報告する。

## 2. 実験方法

### 2. 1. TIG溶接の施工条件

板厚 3.0mm、幅 100mmの純チタン(2種)板を150mmの長さで突き合わせて、TIG溶接法で下向き溶接した。表1に示した3種類の突合せ継手形状について、およそその溶接電流 75A と 67mm/min の溶接速度において手動で溶接を行った。溶接は片面溶接と

表1. 溶接継手の開先条件

開先条件 実験番号	ルート 角(°)	ルート高 さ(mm)	ルートギャ ップ(mm)	仮止め
1	45	0	0	両端
2	45	1.5	2.0	両端、中央
3	45	1.5	2.5	両端、中央
4	45	0	0	両端、中央

し、治具に固定してバックシールドを行いながら、アフタートレー(20 $\frac{\mu\text{m}}{\text{min}}$ )を取り付けた溶接トーチ(14 $\frac{\mu\text{m}}{\text{min}}$ )からのArガスと、フィラワイヤ( $\phi$  2.0)を供給しながら溶接した(図1)。



図1. TIG溶接法による突合せ継手の溶接施工

溶接後、X線透過試験により内部欠陥を確認した後、試験材は図2に示した位置から引張り試験、表曲げ試験、裏曲げ試験片(曲げ半径 12mm、180° 曲げ)を

採取して、溶接継手の性能を調べた。

濃度と溶接法の違いによる影響について調べた。

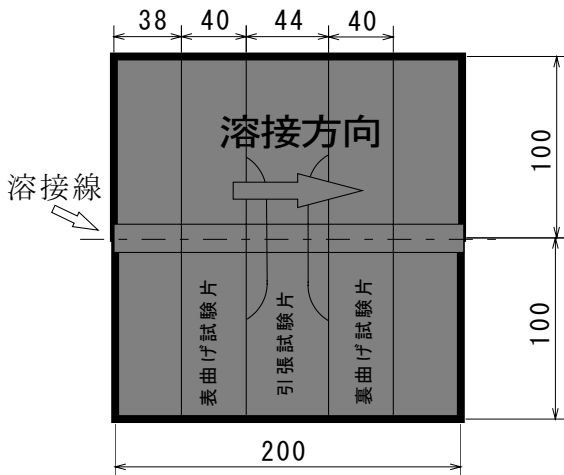


図2. 試験片の採取位置

## 2. 2. 不純ガスの影響

溶接時におけるシールドガス中の酸素ガス（空気の混入による不純ガスとして）が溶接金属に与える影響について調べるため、図3に示した実験装置のシールドボックス中にて、TIGとYAGレーザでビードオンプレート溶接を行った。溶接シールドガス（Ar）中に空気を混入し、酸素について濃度計にて計測しながら一定の割合となるよう制御した。試験材は板厚2.0mmで100×100mmの純チタン板（2種）で、化学洗浄を行った後、約90mmの長さで自動走行

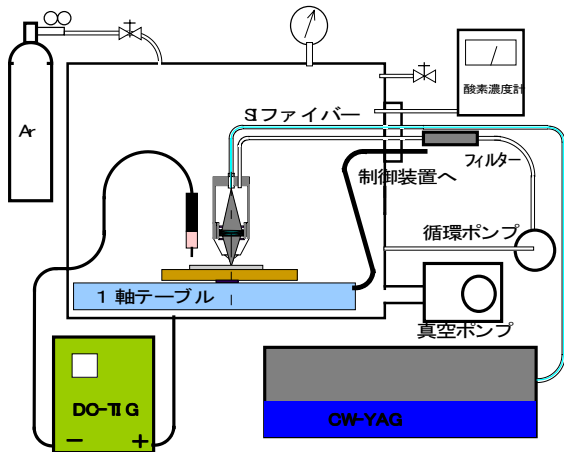


図3. 実験装置の構成

装置により下向き溶接を行った。それぞれの溶接とシールドガス中の酸素濃度の設定は表2の条件とした。

溶接後、試験材から溶接方向と平行にビード部の引張試験片を採取し引張り試験を実施した。また、硬さ試験と金属組織の観察、溶接金属中の酸素・窒素濃度の分析を行った。これら溶接部の試験から、酸素ガス

表2 溶接条件

溶接法	TIG 溶接	YAG レーザ溶接
溶接電流	90A	—
レーザ出力	—	1700W
溶接速度	3mm/s	10mm/s
トーチ角度	90度	75度
酸素濃度 (ppm)	106	204
	474	1380
	2330	4820
	10000	19000
	50000	21000

## 2. 3. 溶接部の変色

チタンの溶接において、溶接部の酸化が著しく機械的性質を劣化させることから、シールドガスの管理が重要である。チタン溶接部の酸化状態の判別には、溶接ビード外観の目視検査による色判定が行われている。しかし、溶接工場などにおいては十分な照明が得られず、目視による個人差等が品質評価の課題である。そこで、溶接部の酸化による変色を分光式色差計で読み取り、溶接シールドガスの不純ガス濃度や溶接金属の特性との相関性を比較することで、溶接部の非破壊による定量的な評価の可能性を探った。

2. 2で製作した試験片を図4に示した分光式色差計（日本電色工業株式会社 SQ-2000）により、溶接ビード表面の変色の分光反射率を測定した。測定部は溶接ビードの中央部を、溶接線に沿って3箇所測定して、その平均値を使用した。



図4. 分光式色差計と測定方法

溶接中のシールドガスの不純ガス（酸素）濃度と溶接部変色の分光反射率の相関性を得ることで、その濃度に対する変色の特徴を定量評価する。

## 3. 実験結果



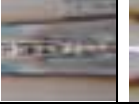

### 3. 1. TIG溶接の施工条件

表1に示した条件で溶接した試験材の外観評価においては、実験番号2, 3の裏面中央において酸化による変色が見られた。また、仮止めを中央に行わなかつ



た実験番号1においては、溶接後半において目違いが発生した。これら外観の特徴を表3に示した。

表3. 溶接部に発生した欠陥の特徴 (写真は裏面)

実験番号	1	2	3	4
溶接欠陥	目違い	溶込み不足	酸化	良好(無し)
溶接部の写真(裏面)				

X線透過試験の結果については、実験番号2の試験材の溶接開始側に約30mmの溶込み不足が認められたが、他の試験材について有害な内部欠陥はなかった。引張試験と曲げ試験の結果については表4に示したように、裏面に酸化が見られた実験番号2, 3の試験片において、引張強度がやや高く、裏曲げ試験において微細な割れが多数発生した。

表4. 引張り・曲げ試験の結果

実験番号	引張強さ (Mpa)	破断位置	曲げ試験	
			表曲げ	裏曲げ
1	384	母材	無し	無し
2	405	母材	無し	割れ多数
3	407	母材	無し	割れ多数
4	392	母材	無し	無し

これらのことから、ルートギャップを広く取ること、バックシール中に空気が混入しやすくなり、酸化が促進されたと考えられる。このような溶接施工においては、ルートギャップはできるだけ小さく取ることが必要と考えられる。また、チタンは熱伝導が比較的低いため、溶接初期において溶込み不足が、また溶接後期において熱歪が発生しやすく、施工条件において注意が必要である。

### 3. 2. 不純ガスの影響

表2の溶接条件は、貫通溶接が可能で且つ溶接ビードの中から幅6mmの引張試験片の採取が可能な溶込み形状を有する条件とした。ただし、YAGレーザ溶接においては、このビード幅が狭いため、横方向に3.5mmずらして2パス溶接として、その中から試験片を採取した。酸素濃度の設定においてTIG溶接の条件に比べ、YAGレーザ溶接が少ないのは、実験中に装置が損傷し実験を中止したためである。この実験における引張試験の結果を図5に示した。この結果から、チタン溶接部はシールドガス中の酸素(空気)濃度が高くなることで脆化が促進されていることがわかる。TIG溶接法では酸素濃度とともに引張強さが上昇し、20000ppm以上からは低下し始める。伸びは酸素濃度と伴に低下し、20000ppm以上で脆性破断した。この

ときの溶接部の硬さはHv340以上となった。溶接法で比較するとYAGレーザによる溶接においては、高い酸素濃度においても機械的性質(特に伸び)の低下

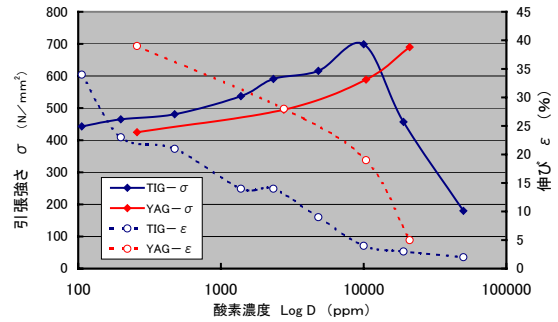


図5. チタン溶接部の機械的性質

が小さいことがわかった。溶接部硬さの測定結果から、2760ppmにおいても母材硬さのHv150程度と変わらず、YAGレーザ溶接がシールドガスの使用において有利な方法であることがわかった。これらは溶接部に与える温度の時間的変化から、酸素と反応する時間と金属組織の成長の違いを生じたものと考えられる。そこで、溶接金属中の酸素・窒素濃度を分析したところ、図6の結果となった。シールドガス中の空気濃度が上昇することで、溶接金属中に含まれた酸素・窒素の含有率が上昇するが、TIG溶接とYAGレーザ溶接におけるこれらの違いは見られない。ことから、溶接金属

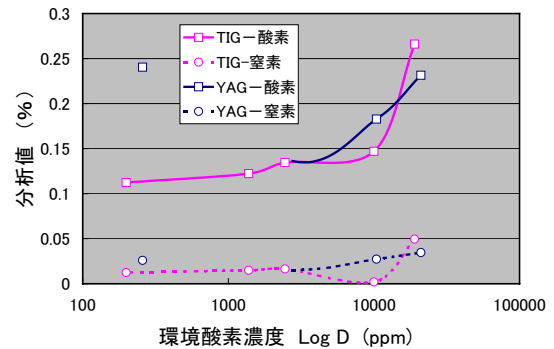


図6. 溶接金属中の酸素・窒素の分析結果

中に含有した酸素・窒素は機械的性質に影響を与えるが、これらの金属組織の生成における熱的影響によっても大きな違いが現れると考えられる。

### 3. 3. 溶接部の変色

チタンの溶接においては高温時に、溶接ビード外観が大気中の酸素と反応し、酸化膜が形成されて変色する場合がある。この酸化膜は極めて薄く、光の干渉によって特有の発色が起こる。そこで、酸化膜の色によって、溶接金属内の酸化状態が推定されている。図7

は、酸素濃度の制御されたシールドボックス中で TIG 溶接されたチタン溶接ビードの外観である。溶接時の酸素濃度が低ければ無色と



図7. TIG 溶接部の変色

なるが、僅かの酸素で金色や青色等の発色が起こる。一般には青色までが良好な溶接金属とされるが、実製品での目視検査による判別は難しく、溶接ビードが凹凸を有するためにレーザー干渉計による膜厚測定も困難である。そこで本研究では、分光式色差計によって TIG 及び YAG レーザ溶接部の変色を酸素濃度別に分光反射率の測定を行った。図8の TIG 溶接法においては、曲線の解析が複雑となるため、酸素濃度領域別に2種類のグラフに分割して表示した。TIG 溶接法における溶接部の変色は、可視光の範囲において酸素濃度が高い程反射率が低下する傾向があり、酸素濃度が 1000 ppm~5000ppm においてスペクトルのピークが長波

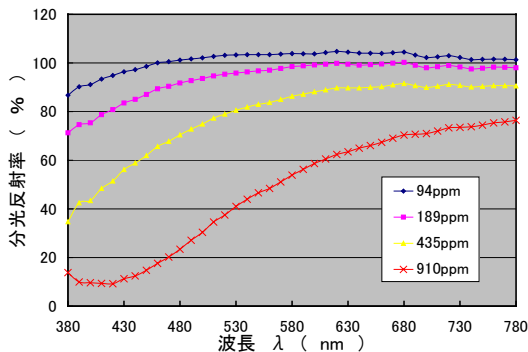


図8-1. TIG 溶接の分光反射率(94~910ppm)

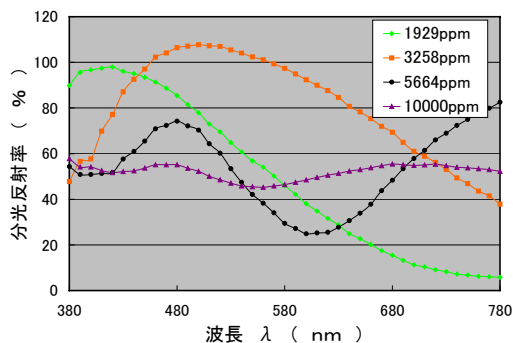


図8-2. TIG 溶接の分光反射率(1929~10000ppm)

長側にシフトする傾向が認められた。この変色した溶

接部の反射率とスペクトルを用いれば、溶接中の酸素濃度(空気の混入による不純ガス)が推定でき、これらの機械的性質との相関性によって、有効な溶接部の非破壊による定量的な品質評価が可能になるものと考えられる。次に YAG レーザ溶接法における溶接部の変色について、図9に分光反射率を示した。試料数が少ないため酸素濃度に対する傾向が判りづらいが、図8と同様の傾向を示し、2760ppmのピークが TIG 溶接法より、やや短波長側であると推定された。このこ

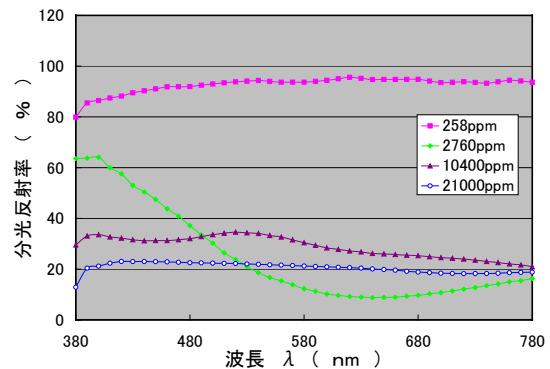


図9. YAG レーザ溶接の分光反射率(258~21000ppm)

とは3. 2. の実験結果であるところの高酸素濃度においても YAG レーザによる溶接部の機械的性質が良好であることと一致するものである。

### 3. 結言

本研究によって、チタンの溶接を実施するために必要な施工条件と溶接部の変色から品質評価するための可能性を得ることができた。

溶接施工においては、僅かの継手形状の違いによって溶接部を保護するシールドガスが影響を受け、溶接欠陥を発生しやすくなることがわかった。

シールドガス中の不純ガスとしての酸素は、チタン溶接部を脆化させるため、より酸素濃度の低い状態で溶接することが必要である。この点においてレーザー溶接法は TIG 溶接法に比べ、脆化傾向が緩慢であるため、溶接雰囲気制御が容易となることがわかった。

溶接部の酸化変色を分光色差計によって計測することで、その機械的性質を推定することが可能となる。

### 参考文献

- 1) 社団法人日本溶接協会：イナートガスアーク作業標準 WES7102 (1983年3月制定)
- 2) 小田、鳥潟、山本、安西：チタン溶接変色部における自動外観判定の試み、溶接学会全国大会講演概要、第65集(1990-11)
- 3) 松本、石川、土屋、入沢：活性金属材料の溶接継手性能に及ぼす不純ガスの影響(1)、軽金属溶接、Vol. 28 (1990) No. 5

# 酵素重合型プレポリマーハイソリッド UV 漆塗料の開発とその応用研究

Research and the application research for the development of  
the Enzyme Polymerization Prepolymer Highsolid UV URUSHI Paint

会津若松技術支援センター

須藤 靖典 出羽 重遠

平成13年度に於いては2ヶ年計画の初年度であることから、酵素重合型プレポリマー漆を活用し、光重合性UVアクリレート化合物との相溶性を検討しつつ揮発性有機化合物(VOC)を使用しない光重合性ハイソリッドUV漆塗料の開発を行いました。その結果、酵素重合型プレポリマー漆とウレタンアクリレート化合物との相溶性が良く、環境負荷の少ないハイソリッドUV漆塗料を開発したことで、次年度に向けた実用的研究が可能となりました。

Key words : 漆、紫外線、光重合、アクリレート化合物、含漆UV樹脂塗料、カーテンフローコーター、静電塗装、ノンソル、ハイソリッド、プレポリマー、VOC

## 1. 研究の目的と背景

### 1.1. 環境問題への配慮と方向性

先に厚生労働省より、居住空間に於けるシックハウス症候群対策として室内に存在する複数の揮発性有機化合物の総量(TVOC)を低く押さえるための目標値が設けられると共に、有害化学8物質が示されたことで、これらの物質を含まない建築資材や建築方法が検討されつつあります。この様な状況下、塗料業界では「環境に優しい塗料や塗装方法」が最重要課題として位置づけられ、有害化学8物質に示されたトルエン・キシレンを排除したNonキシレン・トルエン型塗料も開発され市販され始めています。これに対して平成8年度、福島県と民間企業による産官共同研究で「環境対応型・光重合硬化性含漆塗料」をいち早く開発した実績を基に、本研究では漆塗料の風合い、機能性を維持しつつ揮発性有機溶剤を極力除去したハイソリッド組成成分を主原料としたアクリレート化合物と漆塗料を使用することでより、「安全」で「健康的」なハイソリッドUV漆塗料として公共物や病院、老人施設などを含めた住宅内装部材に積極的に活用を図る目的で研究に着手しました。

### 1.2. ハイソリッド化への問題解決

含漆UV塗膜に於ける揮発性有機溶剤の残存率は非常に低く、その理由として考えられることは、紫外線による塗膜硬化前の予備加温(30~40℃)によって、塗装の際の有機溶剤の大部分が除去された結果と考えます。しかし、本研究では従来行っていた希釈やレベリング(平滑性保持)向上目的のための溶剤は極力使用しないことで、塗料を変性する際の問題点として下記項目の解決が急務となりました。

均一な混合を行うための装置の確保。

良質な塗膜形成のための添加剤の検討。

(吹付け・カーテンフローコーター塗装対応)

光重合開始剤の均一な混合法。

## 2. 研究の展開

### 2.1. 酵素重合型プレポリマー漆の応用

従来、含漆UV塗料化を図る際には既存の素黒目漆(無油漆)の透と黒を使用しましたが、本研究では平成10年度に県有特許として取得した「自動酸化重合型の漆塗料の製造法」(特許第3001056)を基に酵素重合型漆を精製し使用することとしました。この漆の特徴は、モノマー分を減少させることにより、ダイマー・オリゴマー分を増加させ、漆特有の乾燥方法でもある「自動酸化反応」のみで自然環境中でも乾燥・硬化が促進される特徴を持つ漆です。期待される効果としては、ハイソリッド化された塗膜は溶剤を使用した塗膜よりも厚く形成されることが予想され、光重合硬化以外に自動酸化反応が優れている酵素重合漆を使用することで、漆塗膜としての風合いは勿論のこと経時変化により強固な塗膜形成が期待できることから使用することとしました。

### 2.2. ハイソリッドUVアクリレート化合物の応用

塗料中の揮発性有機溶剤は、一般的に作業性を向上させるための希釈剤として使用されています。揮発性有機溶剤を使用しない場合は、高粘度で作業性が悪く塗膜肌も様々な障害が起こりうる状況となります。しかし、紫外線硬化型塗料に於いては、平面塗装専用のハイソリッド塗料が開発され、NonVOC化が可能となっています。また、平面塗装用であることからカーテンフローコーターなどの専用機を使用した場合などは、塗料のロスが殆ど無く、経済的でしかも揮発性有機溶剤成分がゼロに近いこととVOC規制適合塗料とも言えることから酵素重合漆との相溶性を検討しながら含漆化を図るための検討材料として選択することとしました。期待される効果として、溶剤を使用していた従来型の含漆UV塗料も予備乾燥(30~40℃)を行うことで大部分の揮発性有機溶剤を除去することができましたが、ハイソリッド化することにより紫外線を照射する前の予備乾燥が不要となり、作業の効率化と省力化、製品の均一塗膜が得られました。加えて、酵素

重合型漆との併用でより漆特有の質感や膜厚、高品質化が期待できることが確認されました。

### 3. 酵素重合型プレポリマーハイソリッドUV漆塗料の開発

#### 3.1. 塗料調合装置の検討

含漆化を図るべく第1段階として塗料の選択を行いました。その結果、漆には酵素重合型プレポリマー漆を使用し、選択幅が広いUV光重合性アクリレート化合物ではウレタンアクリレート化合物を選択しました。次に、第2段階としての含漆化を図るための混合作業では、解決すべき問題点にも提起したように、乾燥方式の異なる2つの塗料を均一にしかも短時間で微粒化できる装置の確保と塗料調整が必要であることから攪拌播漬機を選択しました。

#### 3.2. 添加剤の検討

塗料調合装置の選択と共に重要な課題として、揮発性有機溶剤に変わる塗料調整剤としてのレベリング剤や分散剤、ピンホール防止剤を検討し、ビッケミー・ジャパン株式会社製ノンシリコンタイプの添加剤を選択しました。添加剤の組成成分としては、アクリルポリマー・特殊変性ポリシロキサン共重合体で変性されています。その結果、レベリング・スリップ・ピンホール・ハジキ防止に著しくその効果を発揮しただけでなく、紫外線照射による塗膜硬化後の風合い、肉持ち感が向上しました。

#### 3.3. 光重合開始剤の混合方法

従来の、光重合開始剤の混合方法はトルエン20%溶液に溶解したものを含漆化した塗料に配合させていましたが、今回はハイソリッド化が目的であり、固形状の光重合開始剤とモノマーを攪拌播漬機で混合しました。その際に使用したモノマーは、漆塗料及びアクリレート化合物との相溶性の良い「トリメチロールプロパン・エトキシトリアクリレート」を選択し、光重合開始剤と混合しました。

#### 3.4. 塗料精製工程

下記に示した簡易工程図に順次、攪拌播漬機による塗料精製作業を行いました。

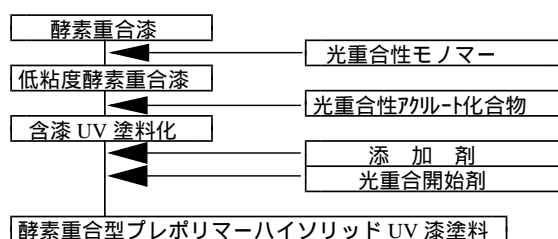


図1 塗料精製工程

### 4. 試作研究

ここでは酵素重合型プレポリマーハイソリッドUV漆塗料の基本研究を受けて各種応用研究の一環として「未来博未来産業館展示含漆UV塗装カー」「技能五輪福島県大会入賞者メダル」「現代塗壇」をとおして試作試験、商品化、技術移転における各種技術の確認を行いました。

#### 4.1. 含漆UV塗装カー

平成13年7月～9月に開催した「うつくしまふくしま未来博」の未来産業館に展示する新しい技術を反映し、未来の姿を暗示する展示物としてエコカーと伝統技術の融合が考えられないかと検討を重ねた結果、“未来に贈る「伝統と現代の融合」”を基本テーマにデザイン検討を行い、加飾作業工程を決定しました。県保有特許「自動酸化重合型の漆塗料の製造法」(特許第3001056)を発展させた塗料の有効性や従来の漆蒔絵工法への活用を検証し、確認しました。

##### 4.1.1. デザイン検討

提供される自動車がsmart(ダムラーカーズ社)に決まり、“未来に贈る「伝統と現代の融合」”をテーマに会津独自の伝統的な蒔絵模様である朱磨き菊桐蒔絵模様を取り上げデザイン展開を行いました。



図2 .smart (ダムラーカーズ社)



図3 .朱磨き菊桐蒔絵模

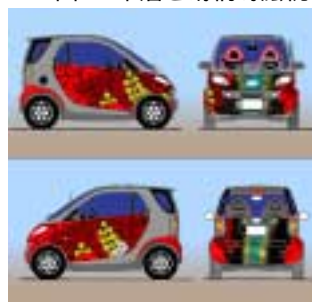


図4 .加飾デザイン確認(前後左右方向) 検討の結果、左右側面パネルに典型的な菊桐模様を前

後パネルに銀河のイメージを配したデザインに決定しました。

#### 4.1.2. 製作工程

伝統的な蒔絵工法を踏まえながらマスキングによる絵付け、平極蒔絵や卵殻、貝を使った螺鈿の技法において酵素重合型プレポリマーハイソリッドUV漆塗料の活用を試みました。

さらに、仕上げとして平滑面を得るため研ぎ出し蒔絵的な工法を採用し、塗膜の厚みは約200 $\mu$ mとなり漆独特の艶、深み感を持った仕上がりになりました。



図5.蒔絵細部調整



図6.酵素重合型PPHS-UV漆塗料による摺り塗装



図7.UV照射器による塗膜硬化作業

#### 4.1.3. 含漆UV塗装カー完成

新しい塗料の蒔絵作業や仕上げ工程への活用について検証を加えながら蒔絵加工を行ってきましたが、各工程での支障は特になく当初に予想した以上の完成度で仕上がりました。



図8.完成車前方外観

#### 4.2. 技能五輪入賞メダル

第39回技能五輪全国大会が福島県で開催するので、福島県らしさを表し、入賞者の思い出になるようなデザインで新しい技術を活かしたメダルを作成したいとの意向から入賞メダルの製作を行いました。

##### 4.2.1. デザイン検討

今大会のスローガン「はばたけ！明日の夢職人」や福島県をイメージできるものをモチーフにデザインを検討しました。メダルはアンチモニー合金台板に塗装蒔絵を施した銅板のせこを嵌め込む形で、蒔絵は福島県の豊かな自然と21世紀に羽ばたく技術者をイメージして検討を重ね、最終的には図9に示すデザインに絞り蒔絵展開や工程との摺り合わせを検討しました。



図9.決定したメダルデザイン

##### 4.2.2. 蒔絵仕上げ確認

デザインを効果的に表現する蒔絵技法を選択し、効率的な工程と共に蒔絵仕上げを確認し、決定しました。



図10.シルクスクリーン加飾の確認

##### 4.2.3. 技能五輪入賞メダルの完成

のせこと台板の組み合わせで金、銀、銅、敢闘の各賞のメダルとしました。スクリーン蒔絵を付け、酵素重合型プレポリマーハイソリッドUV漆塗料による上塗り仕上げは特に支障はなく、出来上がったメダルは技能五輪入賞者の皆さんに大変好評であり、満足のいく結果でした。



図11.各入賞メダル(金・銀・銅・敢闘)

#### 4.3. 現代塗仏壇

仏壇といえば伝統的な金仏壇や唐木仏壇がありますが住宅事情に合わない、若い人の好みに合わない等、現代の生活様式や意識のズレが生じ、売り上げが落ちている現状です。伝統仏壇からの脱却と会津塗の良さを活かしたデザインやVOC規制適合の安全な塗装を要望する声が高まっています。そこで、現代塗仏壇として試作研究をととしてデザイン、塗装、加飾について検証を行いました。

##### 4.3.1. デザイン検討

従来和室の一角に置かれた仏壇も和室のない住宅事情からリビングに置かれるケースが多く、サイズは他の家具（ボード類）との組み合わせを念頭に高さ1500×幅500×奥行き450にしました。構造的には上下に分割になりますが、扉表面加飾は上下に連続するデザインを基本に検討しました。

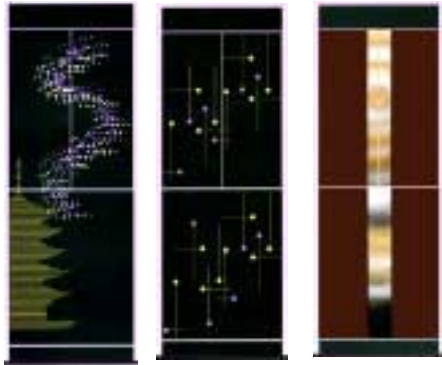


図12. 現代塗仏壇の基本デザイン例

##### 4.3.2. 現代塗仏壇の完成

塗装は酵素重合型プレポリマーハイソリッドUV漆塗料を使い、漆の質感を表現しつつ実用硬度を持つ塗膜に、シンプル、大胆な蒔絵を採用し、多彩な色と加飾との組み合わせによる現代の住空間に合う商品展開について確認ができました。



図13. 現代塗仏壇の外観



図14. 現代塗仏壇の内部

#### 5. 結言

揮発性有機溶剤を使用しないノンソルタイプの含漆UV塗料の開発を行い、自然乾燥性の酵素重合型漆塗料を活用しハイソリッドで、しかも耐久性、機能性は従前の溶剤型含漆UV塗料と劣ることなく強固な塗装被膜を形成することが可能となりました。唯一の問題点としては塗膜レベリング性に難があったことから、再度数十種類のノンシリコンタイプのレベリング剤や界面活性剤の検討を行い、その中から厳選したものを添加しその効果確認を行いました。また、光開始剤についても揮発性有機溶剤による希釈の必要性のない微粉体を含漆UV塗料中に攪拌混合させていく塗料調整工法が確立したことで、試作品として「うつくしまふくしま未来博」出展品でもあった含漆UV塗りカーや技能五輪入賞メダルなどに応用し、その塗膜性能を十分に確認することが出来ました。今後は、積極的に住宅内装部材やインテリア製品等実践的な活用が出来る段階に入りつつあると認識しています。

#### 謝辞

本研究を行うに当たり、ご指導を賜りました福島県客員研究員永瀬喜助先生に感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 新技術情報提供サービス・環境に優しい塗料と塗装、和信化学工業株式会社深沢禎二、静岡県工芸技術研究会講演会より：平成12年12月14日
- 2) 新エネルギー・産業技術総合開発機構、管理法人「福島県中小企業団体中央会」：平成10年度地域コンソーシアム研究開発事業「室内環境の快適性、健康性に対応した光重合含漆塗料の開発」成果報告書(2000)

# 県産新酒造好適米「夢の香」に関する研究

## - 夢の香の醸造特性 -

Studies on new Rice Cultivar *Yumenokaori* for Sake Brewing in Fukushima Prefecture

- Brewing Characteristics used new Rice Cultivar *Yumenokaori* for Sake Brewing -

会津若松技術支援センター 高橋幹雄 鈴木賢二 佐藤寿昭 佐藤 正

農業試験場相馬支部 大和田正幸

農業試験場 齋藤真一

県産の新酒造好適米「夢の香」を用いて総米90kgの試験醸造をした。その結果、使用酵母の違いによって製成酒の一般成分値及び香気成分値に差が表れた。また、きき酒による官能評価では製成酒のカプロン酸エチル濃度の高いものが高い評価をうける傾向を示した。

Key words:新酒造好適米、夢の香、F7-01、カプロン酸エチル

### 1. 緒言

前報<sup>1)</sup>で、我々は県産の新酒造好適米「夢の香」を用いて小仕込試験醸造し製成酒の一般成分値に生産地間で差が表れ、原料米の品質の差によるものと報告した。今回は、当センター保有の吟醸酵母を使用し試験醸造を行ったので報告する。

#### 1.1. 来歴

新酒造好適米「夢の香」の系譜を図1に示す。

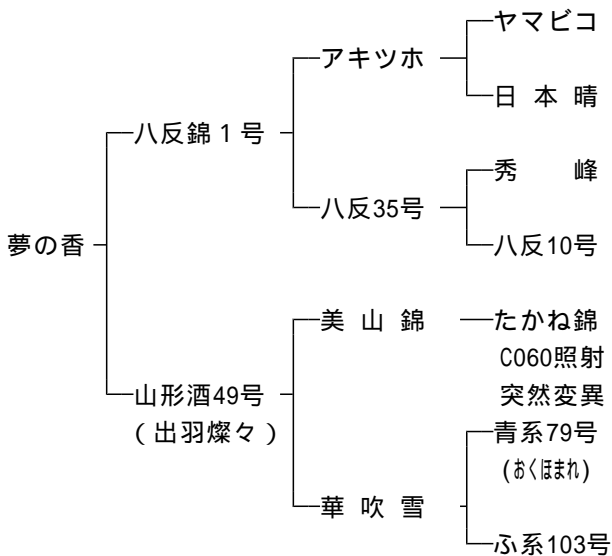


図1 夢の香の系譜

「夢の香」は平成3年に福島県農業試験場において「八反錦1号」を母とし、「出羽燦々」を父として人工交配を行い、世代促進、系統選抜、特性検定試験、生産力検定試験、地域適応性等の検討を行った後、「夢の香」の誕生に至り平成12年に品種登録された。

### 2. 実験方法

#### 2.1. 原料米

原料米は、県産の夢の香を精米歩合50%にして用いた。精米は チヨダ製HS-20 CNC

(5俵張)の精米機を使用してとう精した。

#### 2.2. 原料処理

洗米処理量は1回当たり白米10kgで行った。洗米操作は、素手で攪拌しながら手洗いで行い、製成酒の酒質に悪影響を及ぼしかねない雑味の要素となる糠成分等を十分に除去するように注意して洗米した。また、処理した原料米に差が生じないように時間を制限し、2.5分で洗米を完了するように行った。浸漬時の水温は6~10℃で適宜行った。

#### 2.3. 製麹操作

麹米の原料を蒸きょう後、麹室に引き込む前に一度蒸気を抜き、予定の蒸米品温近くになるまで品温と水分の調節を行った。予定品温近くになってから、直ちに麹室に引き込み床全体に広げて、蒸米の品温と水分の調節を行った。室温は35℃、乾湿差を7%とし、品温31℃、水分33%を目標に蒸米の品温と水分の調節を行い、約2時間後に種麹を白米100kg当たり50gの割合で散布し床揉みを行い、1.5升盛の麹蓋で製麹した。以後の操作を表4に示した。

#### 2.4. 仕込方法

今回は、総米90kgの酵母仕込で行った。醪は3本同時に仕込み、品温の調節は、各発酵タンク付帯のクールユニットの温度コントローラによって調節した。品温経過は、図1に示した。

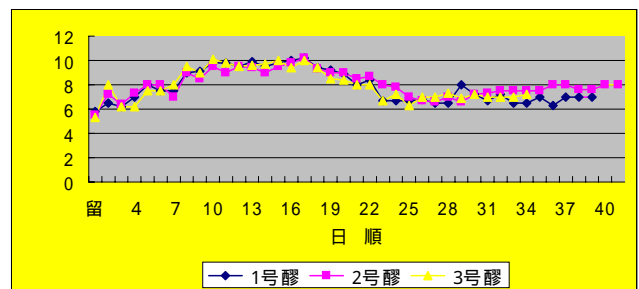


図1 醪の品温経過

使用酵母は当センターで開発した優良吟醸酵母で、1号(対照)醪にはうつくしま夢酵母(F7-01)、2号醪にはカプロン酸エチル高生産性酵母(F7-02)、3号醪には酢酸イソアミル(E)とイソアミルアルコール(A)の比であるE/A比が高く、低温発酵性の良い酵母(F7-03)を用い、各々活性酵母6?使用した。また、乳酸は各々100ml使用した。仕込配合については、表1に示した。上槽には遠心分離器を用いて固液分離を行った(0、3000rpm、30分)。得られた製成酒を成分分析に供し、分析結果に示した。

表1 試験醸造の仕込配合

	初 添	仲 添	留 添	合 計
総 米 (kg)	15	30	45	90
掛 米 (kg)	10	24	38	72
麴 米 (kg)	5	6	7	18
汲 水 (? )	22	33	67	122
品 温 ( )	12	9	6	

## 2.5. 酒米特性試験

酒造用原料米全国統一分析法に従って分析した。

## 2.6. 成分分析

国税庁所定分析法<sup>2)</sup>によった。

## 2.7. 香気成分

Tekmar社のヘッドスペース-サンプラ-7050装備の日立製作所社製G-3000型ガスクロマトグラフを用いて、ヘッドスペース法<sup>3)</sup>に従って分析した。

## 2.8. 酵素力価

堀江ら<sup>4)</sup>の方法及びキッコーマン株式会社製の分析キットを用いて測定した。

## 2.9. 官能検査

アンバーグラスを用い、官能評価は3点法(1:良、2:普通、3:悪い)で行った。パネルは14名の醸造専門家で行った。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1. 酒米特性試験

過去5年間の夢の香の酒米特性試験(精米歩合70%)結果を表2に示した。

酒造好適米の条件として、心白のある大粒米であること。軟質米であること。(吸水性が良いこと。製麴しやすいこと。溶解しやすいこと。)

低タンパク質含量であること。が一般に言われているが、今年も夢の香は対照品種の五百万石同様の心白を有しかつ大粒米であり(千粒重参照)、タンパク質含量も低かった。また、軟質米としての性質は、五百万石よりも顕著に上回った(20分吸水参照)。

表2 夢の香の酒米特性試験結果

	千粒重 (g)	精米歩合 (%)	砕米率 (%)	20分 吸水(%)	120分 吸水(%)	蒸米吸水 (%)	粗蛋白質 (%)	カリウム (ppm)
夢の香	26.5	73.9	0.0	29.3	29.6	37.9	4.5	297
9年産 五百万石	25.6	72.4	6.6	28.0	29.2	36.0	4.8	376
夢の香	26.0	74.7	19.6	30.6	33.3	35.5	7.4	366
10年産 五百万石	26.2	72.6	16.4	28.2	31.7	34.1	7.5	284
夢の香	26.0	72.6	13.4	31.2	32.5	36.8	4.9	270
11年産 五百万石	26.2	72.3	11.1	28.6	30.1	35.7	5.1	266
夢の香	26.0	75.6	16.6	28.9	30.3	34.4	5.3	403
12年産 五百万石	26.8	73.4	13.3	28.0	30.2	33.0	5.2	337
夢の香	26.7	74.0	19.9	28.1	28.7	34.0	5.0	262
13年産 五百万石	26.1	74.9	10.1	25.4	26.8	31.7	5.3	298

過去3年間の試験醸造に使用した夢の香の酒米特性試験結果を表3に示した。

表3 夢の香の酒米特性試験結果

原料米品種	精米歩合 (%)	水分 (%)	20分吸水 (%)	120分吸水 (%)	吸水率比
夢の香	50.0	12.49	34.69	35.74	103
10年産 五百万石	50.0	13.35	28.34	29.79	105
夢の香	50.0	12.44	33.35	36.43	109
11年産 五百万石	50.0	12.55	30.12	32.32	107
13年産 夢の香	50.0	12.34	36.41	37.92	104

吸水率比 (120分吸水/20分吸水)\*100

今年使用した夢の香は、20分、120分それぞれの吸水値で過去最大値を示した。特に20分吸水値では、11年産比で3.06、10年産比で1.72ポイント上回り、今年の夢の香は例年よりも吸水性が良く、軟らかい原料米の性状を示した。

### 3.2. 醸造特性試験

麴米、掛米の各処理区の浸漬時間及び蒸し直前の吸水率と蒸米吸水率を表4に示した。

表4 原料米の浸漬時間と吸水率

	麴 米	初 添	仲 添	留 添	平均
浸漬水温( )	6.0	6.0	5.2	5.5	5.68
浸漬時間(分)	7.0	9.0	8.0	6.0	7.50
	20.0	15.0	12.0	12.5	14.88
蒸し前吸水率(%)	13.0	10.3	10.5	11.5	11.33
	34.3	29.0	25.6	26.2	28.78
蒸米吸水率(%)	29.6	26.9	25.7	25.7	26.98
	46.7	42.5	37.1	37.5	40.95
	40.8	36.7	35.9	36.4	37.45

上段;平成11酒造年度 下段;平成13酒造年度



一般に、高精白度の吟醸用白米は吸水が過多になり易く、蒸米が軟らか過ぎる傾向になるため短時間浸漬法（限定吸水法）が行われている。また、白米調湿器を利用したりもしている。そうした意味で、浸漬時間は吟醸造りにとって大切な要素であり、最終の製成酒の酒質に大きく影響を及ぼしかねない。

今回も、過去の知見を踏まえて、吸水状態を肉眼で観察した結果、浸漬時間を籾米で13分、掛米で10.3～11.5分とした。掛米処理で浸漬水水温に差が生じたため浸漬時間を適宜調整した。このことで必要最低限の浸漬水の確保並びに浸漬水水温の調整が大切な要素であると思われる。

近年の吟醸酒の酒質で最も重要なことは、最終の製成酒において香味の調和がとれた酒質に仕上げなければならないことである。その意味で吟味を一番に重視した麹造りに努めなければならない。そのためには、蒸し前吸水率の目標は、籾米で30%、掛米で27～28%を予定して操作を行った。その結果、籾米で29.6%、掛米平均で26.1%であった。籾米はほぼ予定通りの吸水率であったが、掛米では、予定よりも低い吸水率であった。また、蒸米吸水率の目標としては、籾米で42%、掛米で38%を予定し操作した結果、籾米では40.8%と予定よりも1.2ポイント低く、掛米平均では36.3%と1.7ポイント低かった。籾米、掛米ともに少々硬めの蒸米の仕上がりがであった。今回は、籾米、掛米双方で硬めの蒸米の仕上がりととなったが、今年の原料米の性状が例年よりも軟質米傾向と推測され、醪での溶解がより促進されると思われる。そうした意味では、出来上がりとしては少々硬めの傾向ではあるが、仕上がり、状貌、手触りともにほぼ良好な蒸米が得られたと思われる。

製麹経過を表5に示した。

一般に、盛操作は蒸米粒に極僅かの破精が肉眼で観察されるか否かの頃に行なうが、種キリ操作から盛操作までの時間を20時間とし、破精が肉眼で確認できる程度で操作を行なった。以後の製麹操作においては、最終的な麹の仕上がり具合に注意しながら品温操作し麹造りを行った。出麹歩合は20.0%で、少々重めの状貌であった。

夢の香は少々硬めではあったがサバケが良く（固まり難い）また浸出性に優れ、例年同様全工程で製麹操作がしやすかった。出来上がった麹は、破精込みのある突き破精型の状貌で、香りもキノコ香を有し、ほぼ満足できるものであった。

表5 製麹経過

操 作 時 刻	品 温		室 温	湿球温	
	操作前	操作後			
引 込	11:45	39.0	39.0	35.0	28.0
種 キ リ	14:00	31.0	31.0	35.0	28.0
床 も み	14:30	31.0	30.5	35.0	28.0
切 返	23:30	30.0	31.0	34.0	27.0
盛	10:00	30.5	29.5	35.0	28.0
仲 仕 事	20:30	35.2	34.5	35.0	27.0
仕舞仕事	0:30	39.0	38.0	38.0	28.0
積 替	2:30	42.5	41.9	38.5	28.0
積 替	4:00	42.0	41.5	40.5	30.5
積 替	6:00	43.0	42.5	41.5	31.5
積 替	7:30	43.7	42.5	41.5	31.5
積 替	9:45	43.0	42.5	41.5	31.5
積 替	11:30	44.0	43.0	42.0	31.0
積 替	13:00	43.0	42.5	42.0	31.0
積 替	14:00	43.5	42.5	42.0	31.0
積 替	15:00	44.0	43.0	42.0	31.0
出 麹	17:00	42.5	42.0	42.0	31.0
種麹使用	50g/白米100kg				
出麹歩合	20.0%				

麹の酵素力価を測定し、表6に示した。

表6 夢の香による麹の酵素力価

	総合力価	糖化性比	アミノ酸比	糖化力	α-アミラーゼ	グルコアミラーゼ
	(1)	(1)	(1)	(2)	(2)	(2)
平成11BY	799	1.38	0.30	196	1230	135
平成13BY	698	1.57	0.25	180	1194	148

1堀江式の吟醸麹の品質評価法； 2キッコマン 社製の測定キットによる

今回測定した麹の酵素力価は、平成11BY比でα-アミラーゼやグルコアミラーゼは同等であったが、総合力価においては平成11BY比で10%強低い値であった。今回の吟醸麹は酵素力価の観点から見て、総合力価は少々低い値であったが、まずまずの麹の仕上がりであったことが推察された。

醪管理工程では、仕込後毎日品温管理及び成分分析を行い、糖化と発酵のバランスをコントロールした。最高ボーメ値で1号酒で9.0、2号酒で8.9、3号酒で8.8とそれぞれ高く、醪での蒸米の溶解性が過大であり、例年よりも1ポイント高い値を示した。これらの一因として、例年よりも今年の原料米がより溶けやすく、軟らかい性質と思われ、今年の原料米の性状の結果を裏付けるものとなった。上槽には遠心分離器を用い固液分離を行った。各々の醪期間では、香味、状貌

とも良好な推移を示した。

製成酒の評価（成分、官能評価）では、1号醪を39日目で、2号酒を41日目で、3号酒を34日目で上槽した。製成酒の一般成分値と香気成分値をそれぞれ表7、8に示した。

表7 製成酒の一般成分値

	1号酒（対照）	2号酒	3号酒
日本酒度	+3.5	±0.0	+3.0
アルコール分（%）	16.3	16.3	16.3
総酸度（ml）	1.60	1.75	1.60
アミノ酸度（ml）	0.90	1.15	0.85
還元糖（%）	2.60	3.26	2.26

表8 製成酒の香気成分値

	1号酒 （対照）	2号酒	3号酒
ブ <sup>o</sup> ルアルコール(ppm)	73	57	65
イソ <sup>o</sup> ルアルコール(ppm)	100	99	99
イソアミルアルコール(A)(ppm)	201	178	196
酢酸 <sup>o</sup> ル(ppm)	55	38	59
酢酸イソ <sup>o</sup> ル(ppm)	0.14	0.10	0.12
酢酸イソアミル(E)(ppm)	3.37	2.50	3.09
カ <sup>o</sup> ル酸 <sup>o</sup> ル(C)(ppm)	1.54	3.40	2.47
E/A × 100 比	1.68	1.41	1.58
C/E 比	0.46	1.36	0.80

一般成分値では、アルコール成分を除くすべての成分で差がみられた。日本酒度では、3号酒は1号酒（対照）と比べて同等であったが、2号酒は低い値であった。上槽日数を考慮すれば3号醪に用いたF7-03酵母はF7-01酵母よりも低温発酵性に優れた性質を持ち合わせていることを今回の試醸で実証した。一方、2号醪は、少々醪後半でキレが緩慢となり醪日数が延びる結果となった。総酸度、アミノ酸度成分では、1号酒（対照）と比べて3号酒は同等であったが、2号酒は高い値を示した。

この2号酒の結果については、醪後半のキレの緩慢により酵母菌体の自己消化等によるものと思われた。還元糖成分では、日本酒度成分と同様な挙動を示す結果となり、日本酒度で甘く仕上がった2号酒が還元糖値で他よりも高い値を示す当然の結果となった。

香気成分値では、吟醸香を構成している重要な成分であるカブロン酸エチル、酢酸イソアミル、そしてC/E比の値に差がみられた。香気成分の高級アルコール類値においては特に差は見られなかったが、カブロン酸エチルでは、2号酒が他の酒よりも高い値を示した。2号醪に用いたカプロ

ン酸エチル高生産性酵母（F7-02）の性質を実証した。3号醪に用いたF7-03酵母は香気成分値のE/A比に特徴を有した酵母であるが今回の結果では、1号酒に用いたF7-01酵母程度の値であった。

製成酒の官能評価を、表9に示した。

表9 官能評価

	評点（3点法）	短評
1号酒（対照）	1.64	淡麗、軽快、ジュー
2号酒	1.43	香高い、香味調和
3号酒	2.29	キレ良好、酸ウ
パネル14名	3点法(1:良、2:普通、3:悪い)	

パネル14名による官能評価では評点が特に良かったのは、2号酒であった。2号酒は1号酒（対照）よりも0.21ポイント上回り、3号酒と顕著な差が表れた。香気成分のカブロン酸エチル値及びC/E比の高い2号酒が他の酒より官能評価が高い結果となった。

今回の官能評価では3号酒が1、2号酒と比べて評点に差がみられたが、製成酒の酒質は、味にキレがありまずまずの酒質であった。2号酒は味に膨らみと巾を持ち合わせた柔和さと馥郁たる芳醇な香りを兼ね備え、香り味のバランスが良好な酒質であった。

#### 4. 結言

県産の新酒造好適米「夢の香」を用いて、総米90kgの試験醸造をした。その結果、使用酵母の違いによって製成酒の一般成分値及び香気成分値に差が表れた。また、きき酒による官能評価では製成酒のカブロン酸エチル濃度の高いものが高い評価をうける傾向を示した。

今後は、酒造好適米「夢の香」の酒米特性並びに適性処理、醸造特性について追試をしその再現性について検討する。

#### 参考文献

- 1) 高橋幹雄、鈴木賢二、佐藤寿昭、佐藤 正：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、pp.60-63、平成12年度
- 2) 西谷尚道監修：第4回改正国税庁所定分析法注解、日本醸造協会、(1993)
- 3) 吉沢 淑：醸協、68、59(1973)
- 4) 堀江修二ら：醸協、87、57-61(1992)

# 県産農作物の品質特性の把握と加工適性に関する研究

## - 柿の脱渋及び渋戻りの阻止について -

Understanding the quality characteristics of agricultural products from Fukushima prefecture  
and studies on the suitability for food processing

-Removal of astringency from fruits of Japanese persimmon and a check of astringency return-

会津若松技術支援センター 齋藤裕子 河野圭助

脱渋処理した柿を破碎したり加熱したりすると、条件によってはタンニンは再び可溶性となり、渋みを感じるようになる。そこで、渋戻りの少ない脱渋方法について検討した。会津身不知柿は炭酸ガス脱渋することによって渋戻りが抑制できることが明らかになった。

Key words: 柿、タンニン、脱渋、渋戻り

### 1. 緒言

本県特産の渋柿は、脱渋処理した生食用または干し柿として出荷されているが、規格外品など商品価値のないものは、未収穫のまま放置されているものも多く、有効利用が望まれている。脱渋方法としては、アルコール脱渋、炭酸ガス脱渋、温湯脱渋、凍結脱渋などがある。これらの脱渋処理によって、柿に含まれるタンニンが不溶化し渋みを感じなくなるが、脱渋後に破碎や加熱処理を行うと、条件によってはタンニンは再び可溶性となり、渋みを感じるようになる（これを「渋戻り」とよぶ）。このことが柿の二次加工を阻害している。そこで本研究では渋戻りにくい脱渋方法について検討した。

### 2. 実験方法

#### 2.1. 供試柿

柿は2001年産「蜂屋柿」（JA伊達みらいで選果、選別）と「会津身不知柿」（会津若松市産）を用いた。

#### 2.2. 脱渋処理

先に述べた脱渋方法のうち、アルコール脱渋、炭酸ガス脱渋を取り上げ、脱渋方法の違いによるタンニン不溶化の差異を調べた。

##### アルコール脱渋

果実を1個ずつポリ袋に入れ、ヘタの上に脱脂綿を置き、35%エタノールを果実100gあたり2mlしみこませて密封し、20℃の恒温器に入れた。

##### 炭酸ガス脱渋

デシケーターに果実を入れ、二酸化炭素ガスを2分間封入し、20℃の恒温器に入れた。調査で果実を取り出すたびに、あらためて二酸化炭素ガスを封入した。

#### 2.3. 加熱による渋戻り試験

脱渋柿ペースト（脱渋した柿果実からヘタと種子を除いて磨砕したもの）を85℃10分、20分、30分および100℃30分、それぞれ加熱し、渋戻りの

状態をタンニンの定量と官能試験で調べた。また、加熱前後のペーストを顕微鏡で観察し、タンニン細胞の状態の変化を確認した。

#### 2.4. タンニンの定量

脱渋処理中の果実の場合は赤道部の果肉5g、脱渋柿ペーストの場合はペースト5gを用いて80%メタノールで磨砕抽出した後、残さを0.1% HCl-メタノール、1% HCl-メタノール（室温）および1% HCl-メタノール（60℃）で順次抽出し、それぞれの上澄みに含まれるタンニンをFolin-Denis法で測定した<sup>1)2)</sup>。タンニンはタンニン酸換算とした。

#### 2.5. 官能試験

渋みのスコアを0～4までとし、加熱前後の脱渋柿ペーストについて6～7人のパネラーで官能試験を実施した。渋みのスコアは表1に示すとおりである。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1. 脱渋中のタンニン含量の経時変化

会津身不知と蜂屋の脱渋処理前および脱渋過程における可溶性タンニンの経時変化を図1, 2に示す。

また、抽出画分ごとのタンニンの経時変化を図3, 4に示す。図1, 2を見ると、12年度の試験<sup>3)</sup>と同様に2品種とも炭酸ガス脱渋の方が早く脱渋することが確認された。さらに図3, 4より、炭酸ガス脱渋はアルコール脱渋に比べて、果肉中のタンニンがより強固に不溶化した状態になっていることがわかった。

#### 3.2. 加熱による渋戻り試験

脱渋柿ペーストの加熱前後のタンニン定量結果を図5, 6に、官能試験結果を表2に示す。会津身不知炭酸ガス脱渋果のペーストでは、85℃30分加熱後も官能試験で渋みのスコアが1.0未満であり、果実加工品の一般的な殺菌条件では渋戻りの問題はないと考えられる。図5, 6からも炭酸ガス脱渋の方がアルコ

表1 洗みのスコア

0	洗みなし
1	後味弱洗
2	後味洗
3	やや洗
4	洗

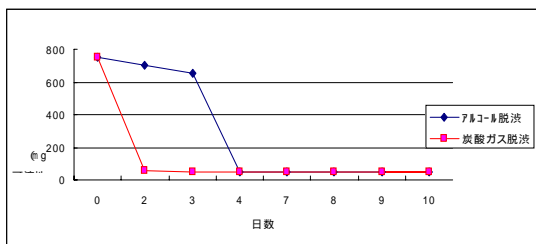


図1 会津身不知の可溶性タンニン量

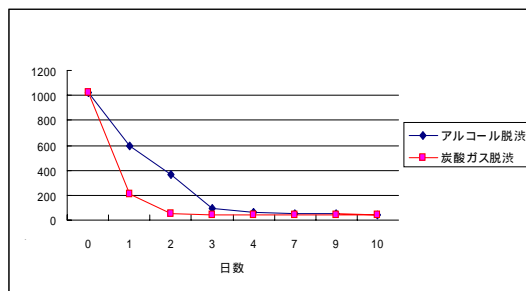


図2 蜂屋の可溶性タンニン量

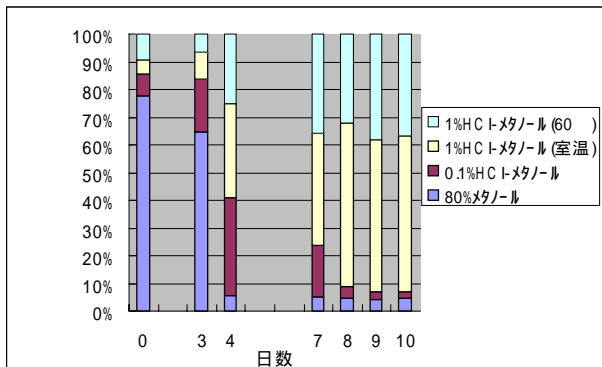


図3 - 1 会津身不知のアルコール脱洗

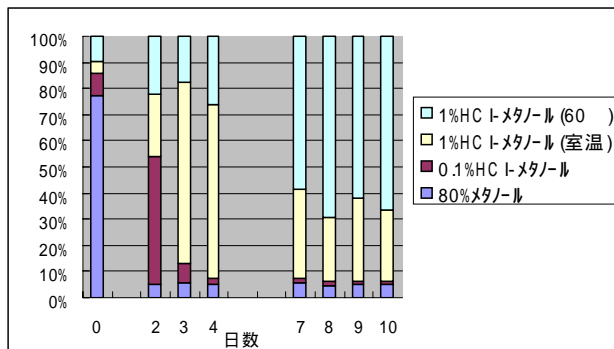


図3 - 2 会津身不知の炭酸ガス脱洗

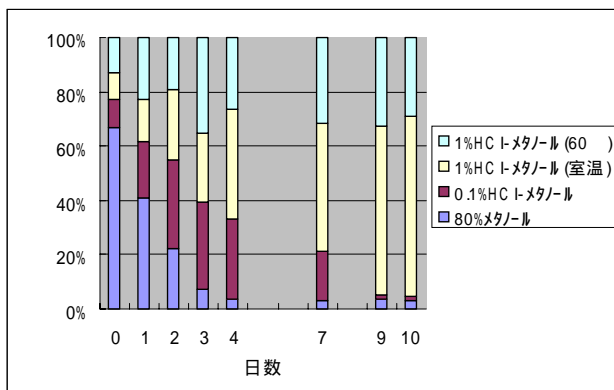


図4 - 1 蜂屋のアルコール脱洗

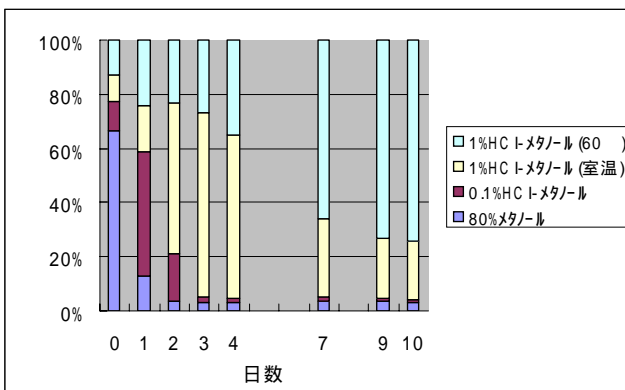


図4 - 2 蜂屋の炭酸ガス脱洗

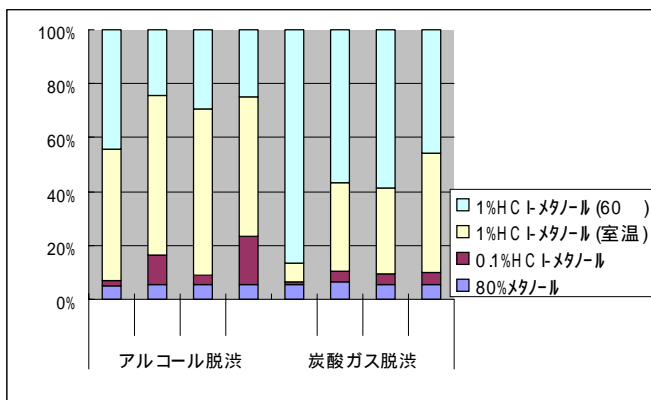


図5 会津身不知脱洗ペーストの加熱洗戻り試験

加熱前  
 8 5 10分加熱後  
 8 5 20分加熱後  
 8 5 30分加熱後

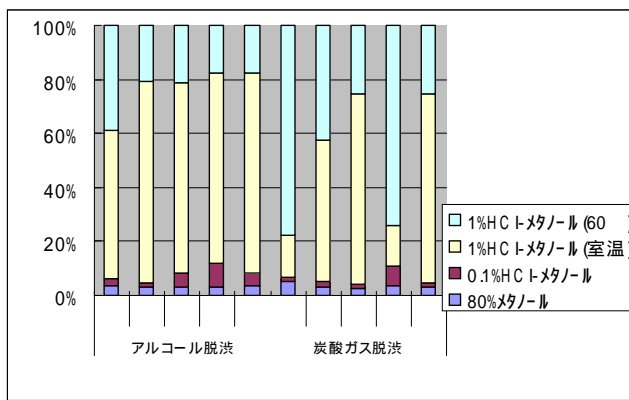


図6 蜂屋脱洗ペーストの加熱洗戻り試験

加熱前  
 8 5 10分加熱後  
 8 5 20分加熱後  
 8 5 30分加熱後  
 1 0 0 30分加熱後

表2 官能試験結果（6～7人のパネラーによる渋みスコアの平均値）

品種名	脱渋方法	加熱条件	脱渋直後	凍結保存（-40）		
				35日後	68日後	103日後
会津身不知	アルコール	加熱前	0.50	0.75	0.42	0.42
		85 10分	0.80	1.17	1.00	0.58
		85 20分	1.00	0.67	1.50	1.17
		85 30分	1.00	0.92	1.50	1.00
		100 30分	-	1.33	1.40	1.58
	炭酸ガス	加熱前	0.50	0.17	0.00	0.25
		85 10分	0.70	0.67	0.50	0.50
		85 20分	0.70	0.83	0.67	0.92
		85 30分	0.80	0.67	0.92	0.58
		100 30分	-	1.50	1.67	0.67
蜂屋	アルコール	加熱前	0.42	0.50	0.67	-
		85 10分	1.08	0.25	1.00	-
		85 20分	1.10	1.00	1.00	-
		85 30分	1.67	1.33	1.00	-
		100 30分	2.47	3.33	3.17	-
	炭酸ガス	加熱前	0.17	0.00	0.50	-
		85 10分	0.83	0.58	1.33	-
		85 20分	1.00	0.75	1.00	-
		85 30分	1.17	1.00	1.17	-
		100 30分	1.17	1.17	1.08	-



図7-1 会津身不知アルコール脱渋果ペースト中のタンニン細胞

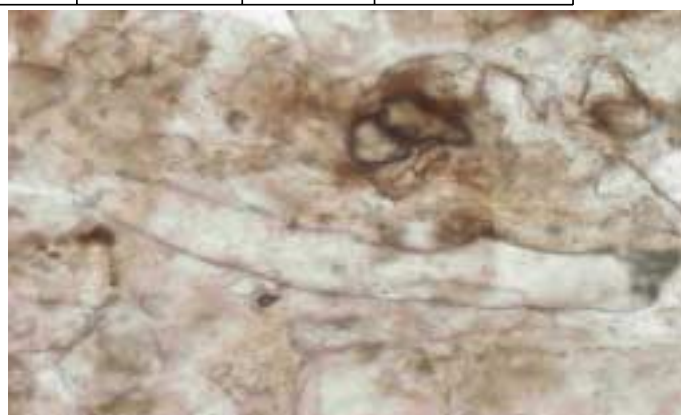


図7-2 会津身不知アルコール脱渋果ペースト85 30分加熱後のタンニン細胞



図7-3 会津身不知炭酸ガス脱渋果ペースト中のタンニン細胞

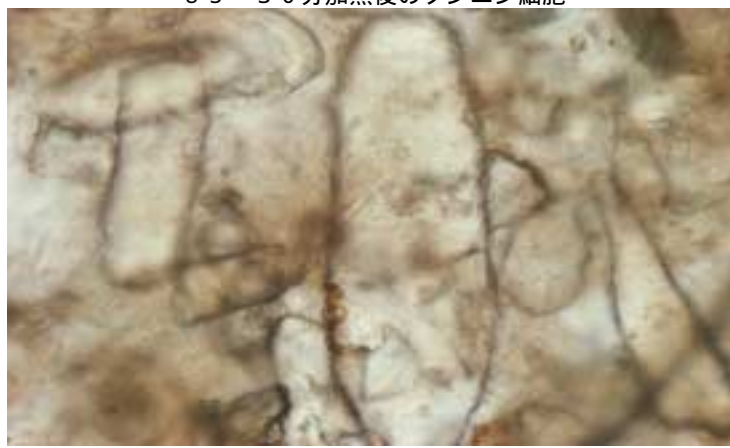


図7-4 会津身不知炭酸ガス脱渋果ペースト85 30分加熱後のタンニン細胞

ール脱渋に比べて加熱処理後のタンニンの可溶化が抑えられていることが分かる。

図7に会津身不知脱渋果のペースト中に見られたタンニン細胞の顕微鏡写真(×100)を示す。加熱処理後の不溶化したタンニン細胞の数は炭酸ガス脱渋ペーストでアルコール脱渋に比べて多く見付き、このことから、炭酸ガス脱渋由来のペーストの方が渋戻りにくいことが伺える。

柿果実の脱渋過程では、果実内に生成するアセトアルデヒドの作用によってタンニンが不溶化することが知られている<sup>4)</sup>。アルコール脱渋では果実内に浸透したエタノールがアルコールデヒドロゲナーゼの作用でアセトアルデヒドに転換するのに対し、炭酸ガス脱渋では嫌気呼吸の誘導とCO<sub>2</sub>の暗固定により、ピルビン酸経由でアセトアルデヒドが生成する<sup>5)</sup>。このようなアセトアルデヒド生成経路の違いによって、結果としてタンニンに作用するアセトアルデヒド量に差が生じ、不溶化したタンニンの状態に差が出るものと推察される。

現在、県内では、蜂屋は主に干し柿(あんぼ柿)として、会津身不知は脱渋して生食用として出荷されている。市販の会津身不知はアルコール脱渋、または炭酸ガスとアルコールを併用した方法で脱渋されているが、本試験の結果より、二次加工する場合は炭酸ガスのみで脱渋する方法が適していると考えられる。脱渋後に果実を生食する場合は、食味の面でアルコール脱渋果の方が優れているので、利用用途に応じて脱渋方法を使い分けることも必要と思われる。

#### 4. 結言

脱渋後の渋柿を加工する際に行う、加熱処理による渋戻りを抑制する方法について検討した。会津身不知を炭酸ガス脱渋すると、果実加工品の一般的な殺菌条件である85℃30分の加熱後もほとんど渋戻りしないことが分かった。これに対して、蜂屋は渋戻りしやすく、二次加工に用いるには会津身不知の方が適していると考えられる。加熱を伴う二次加工が可能になることにより、会津身不知の用途の拡大が期待される。

#### 謝辞

本研究を行うに当たり、ご指導ご助言を賜りました山形大学農学部農業生産学講座の平 智助教授に深謝致します。

#### 参考文献

- 1) S.TAIRA(1996):Astringency in Persimmon.Modern Methods of Plant Analysis.18:97-110

- 2) S.Taira,M.Ono,M.Otsuki(1998):Effects of freezing rate on astringency reduction in persimmon during and after thawing. Postharvest Biology and Technology.14:317-324
- 3) 河野圭助、齋藤裕子：福島県ハイテクプラザ試験研究報告、平成12年度
- 4) T.Matsuo,S.Ito(1982):A model experiment for de-astringency of persimmon fruit with high carbon dioxide treatment. Agric.Biol.Chem. 46:683-689
- 5) E.Pesis,R.Ben-Arie(1986):Carbon Dioxide assimilation during postharvest removal of astringency from persimmon fruit. Physiol. Plant.67:644-648

# デザイン情報を活用した商品開発システムの研究(第2報)

- トレンド情報を応用したデザイン開発の試作例 -

A study of the product development system that I utilized design information (The second report)

Trial manufacture example of the design development that I applied trend information

会津若松技術支援センター 竹内克己 出羽重遠 佐竹延明 佐藤隆 橋本春夫 須藤靖典 丸山泰仁  
技術材料部 渡部 修

各種の機関から提供されるトレンド情報を収集し、商品開発に活用できるトレンド情報のダイジェスト版を作成し、そのトレンド情報を利用したデザインで試作開発をした。

Key words: トレンド、デザイン、テーマ、ライト、光覚、アナーキ、雑然、シンセリティ、誠意、ミス、神話、

## 1. 緒言

デザインを重視した商品開発では、デザイン専門誌等のヒット商品のランキングや、話題になっている商品のカタログから、生活者の欲求や商品志向を推測したり、時代傾向や時代感覚をトレンド情報として、イメージスケールを使ってパターン化し、商品のポジショニングを確認したり、商品開発の方向性を決定していました。

しかし、ライフスタイル提案型の商品開発が定着し、生活者の将来を、開発商品で提案するようになってから、現在売れている物のトレンド情報は、消費動向の情報でしかなく、商品開発のためのトレンド情報とは言えなくなってしまった。

将来あるべき姿、将来あるべき商品の形をライフスタイルで提案するには、2年後3年後の時代を予測したトレンド情報が必要になってきました。

そこで独自性の高い商品をつくるため、開発のためのトレンド情報を収集し、商品開発を目指す人達に参考になるよう、ダイジェスト版を作成しようと考えました。

## 2. 商品開発の変化

### 2.1. 付加価値の時代変化

1980年代に入って、商品開発の付加価値にイメージが重要な要素として取り入れられるようになりました。ハイテク、ハイタッチ(心の琴線に触れるモノ)な物づくりと評され、新技術と感性を重視した商品開発の時代になり、一般的に行われている商品開発に、イメージのコンセプトという考え方が導入されてきました。

時代の空気、時代の雰囲気マインドに敏感に反応して、自分を含めてみんなが感じている気持ちを言葉にしてイメージを表現する。みんなが見える形でコンセプトを伝える方法が必要とされる時代になりました。

遊びの要素がある形、見て楽しい形、触って楽しい形、見て話題に出来る形、風、光、渦、宇宙などと、クラフト関係の公募展のテーマに、抽象的なイメージを条件にする事が増えてきました。

作り手の能力に、単なる実用性の追求だけではなく、時代感覚やビジュアルイメージ(見て親しみやすい)の要素を求められるようになってきました。

商品イメージを形に表現するために、キャッチコピー、ネーミング、サブコピーなど専門家が使う現場の言葉が一般に知られるようになり、商品開発でコンセプトを決めたり、最終目標を表現する時に、イメージを補足するために使われるようになりました。

商品開発の現場ではデザインが付加価値として重要な要素になり、『贅沢は素敵だ!』のキャッチフレーズのもと、デザイン時代の到来といわれ、高付加価値商品、多品種少量生産の開発に凌ぎを削っていました。

バブル経済の膨張と共に、最高級の素材、最高級の調度、最高級の空間、豪華で知性豊かなアメニティ空間の演出、最高級の意匠に充ちた生活スタイルの提案、ヨーロッパの貴族的な知性と文化趣味を強調させたヴィジョンが、ヤングエグゼクティブといわれる人達の生活に提案されていました。それらの夢のような生活と生活空間は、婦人雑誌やグルメ本、建築雑誌や趣味の本などに掲載され、お金さえ出せばどんな人間にも実現可能で、手に届く世界として一般の人達に広く認識されるようになりました。そして、そういう雑誌に掲載されるような、理想的な生活をする事が目標になり、ライフスタイル提案型の商品開発も、将来のリアルな生活として、一般の人々に対してそれらの世界を提示することになりました。

1990年代になって、ライフスタイル提案型の商品開発が定着しました。年収がいくらぐらいで(クラスター分析)、家族(ライフステージ分析)が何人いて、都内のどの地域に住んでいる人(生活者)なら、『こういう商品を揃えれば、こんなすばらしいライフスタイルの生活が楽しめますよ。』という提案をする商品開発です。

商品開発の現場では、消費者が生活者と呼ばれるようになり、消費者がただ物を消費するだけの漠然とした人間ではなく、自分達の隣りや周りにいて、色々な生活を豊かにする物をコーディネートして生活を楽しむ血の通った、顔を想像出来る人間像として捉えるようになりました。

そして、ライフスタイル提案型の商品開発が定着して、その生活者が目標とすべきライフスタイルは、一体どんなものか、ということが問題になってきました。もしも出来るのならば、リアルな将来の生活環境とそ

ここで将来使われるリアルな商品を見せることが、ライフスタイルの提案には、必要不可欠な物になりました。

テレビの車のCMで『2年後3年後の生活を考えた商品です。』が流れていますが、いま売れている商品は、2年前3年前に、将来のライフスタイルを予測して商品開発した物なのです。2年後3年後の時代傾向や時代感覚などのトレンドはどうなるのか、将来のトレンド情報が必要になってきました。

実験して数値を上げる、機能性をよくする技術改良のような商品開発は、誰もが最初に目標にしやすい開発方法のため、行つく先はコストダウンを前提とした価格競争に向かう、いままでと同じ商品開発になってしまいます。

価格競争の輪廻から脱却して独自ブランド確立の商品開発を探求しなければ、いつまで経っても生活レベルの価格差で商売をする中国、東南アジアには負け続けるしかなくなってしまいます。

価格競争の輪廻から逃れる商品開発の方法を探すには、付加価値の基準を単なる機能性の向上から、文化を楽しむ生活者の視点から考えた高付加価値商品、高デザイン商品を新しく発明発見しなければならないのです。いままでと違う商品開発をするためには、いままでと違う視点のデザイン情報、将来を予測するトレンド情報が、必要になってくるのです。

### 3.トレンド分析

#### 3.1.トレンドテーマ(2002秋冬/2003春夏)のダイジェスト版



図1



図2



図3



図4

### 4.トレンド情報を応用した試作

#### 4.1. URUSHI WORKの試作品

『漆塗膜の化学修飾技術』の、ものづくりフォロワーアップ研究事業として、化学修飾の漆と漆粘土を使ったデザイン開発と試作研究を行い、実用の可能性を追求しました。

#### 4.1.1.デザインコンセプトの検討

デザインのテーマを「生活の中の道具」と決め、理解しやすいアイテムとして、『皿のようなモノ』の可能性を考えました。



#### 4.1.2.造形のテーマの検討

アイテムが皿ということで、デザインのテーマから、イメージの範囲を限定するために、造形のテーマを3種類考えました。



#### 4.1.3.造形のデザインイメージの検討

最近のトレンドの大きな流れは、グローバルトレンドにローカルなイメージを味付けした、グローバルが主流になっています。2001年~2003年までのトレンドテーマから、『レマネンス』、『セレブレーション』、『ミス』のビジュアルイメージからデザインコンセプトと造形デザインのヒントを得て試作デザインをしました。





『レマネンス』、『セレブレーション』、『ミス』に共通するイメージは、どこか懐かしい風土の景色や、身の回りの自然素材を未加工のまま利用し、洗練されたアートのレベルに高める。モダンでシンプルな形と荒削りな自然を取り入れた装飾を融合させ、少しシュールなイメージを演出する。

#### 4.2.1. デザインテーマの試作

造形のテーマ「小物のステーション」、「美味しいおかずのプラットフォーム」、「ジュエリーの灯台」のイメージを『皿のようなモノ』にデザイン展開し、試作をしました。またトレンドイメージの演出をし、CGで絵にしました。



試作1. 数字の形を模様にした入れ物 (漆粘土)



(木製 + 曲がった部分は漆粘土)



試作2. 風に揺れる植物をイメージした小物入れ



試作3. 落ち葉を直に型押し模様にした入れ物 (漆粘土)



試作4. 花のイメージを形にした小鉢 (漆粘土)



試作5. 深皿とカフェオレカップ (木製)



試作6．手捻りで形にしたぐい呑み達（漆粘土）



試作7．カップと小皿（漆粘土）



試作8．灯台からイメージした小物入れ（木製）

## 5．結言

商品開発の現場で、我々は「これはイイ！、これはダメ！」と判断を下している。それは何を基準にして判断をしているのか。きれい、美しいだけではなく、市場動向のマインドに合えば、きっと将来売れていくであろうという予測のもと、「このデザインの商品なら、いける」と判断をしている。しかしその市場動向のマインドは、何の基準、何の根拠をもとにして判断しているのか。もし自分の好き嫌いだけの判断「これはイイ！、これはダメ！」と判断を下しているのなら、ただの暴言でしかないのです。ある程度、ぼんやりと将来こうなるであろうという予測した情報を持っていなければ、デザインを重視した商品開発の現場で自信をもって判断を下せる分けがないのです。「いま」という時を中心にして、2年間～5年間ぐらいのトレンドの傾向が、おぼろげながら分かっていなければ、商品開発の現場にいる資格もないといえます。

トレンド情報、特に予測情報の曖昧さや不確かさな点を上げて、必ずそうなるのか検証できるのかを論じる人がいるが、トレンド情報はその情報をきっかけにして、イメージを膨らませて、いち早く商品にして商売をするデザインワークの元になるデータであり、トレンド情報が当たっていたとか、当たっていなかったとか論じる前に、トレンド情報に払った費用を素早く回収すべき性質のモノです。

必ず売れる商品を作るのは無理でも、失敗しにくい商品という物もあるわけです。トレンド予測を立てないで、商品を製造したり、発注することは、無謀な冒険としか言えないのではないのでしょうか。

### 参考文献

プロモスチル - (AW2001SS2002、2002SM、AW2003SS2004) インフルエンシ

# 酸化チタン系光触媒の応用化に関する研究

## Study on application of Photocatalyst(Titanium Oxide)

材料技術部 大河原 薫 大堀 俊一 宇津木 隆宏  
日東紡績株式会社 松本 公一 中村 幸一 伊藤 洋一  
有限会社小林メッキ工場 吉田 賢治 国分 憲夫 宇津味淳一

めっき排水中のBOD値を低減するため、光触媒分解モデルプラントを試作して無電解ニッケルめっき水洗水(回収槽:280L)の処理実験を行った。その結果、槽内の有機物濃度の上昇を約25%程(TOC 1,000→735ppm)抑えられた。

また、電解脱脂水洗水(回収槽)の処理では、界面活性剤による泡立ちの抑制にも効果があった。

Key words:光触媒、酸化チタン、排水処理、BOD、TOC、無電解ニッケルめっき

## 1. 緒言

近年の地球環境の問題から、表面処理事業所では有機塩素系溶剤の使用が制限され、水系洗浄への移行が進んでいる。しかし、水洗水に混入する界面活性剤やキレート剤がBOD値の上昇を招き、その対策が急務になっている。

一方、酸化チタン光触媒はある一定以上のエネルギーを持った光(紫外線)が当たると、有機物を水と二酸化炭素に分解するクリーンで安全な物質として注目されていることから、産官共同研究によりめっき排水に含まれる有機物分解への利用を検討してきた。今年度はこれまでの研究結果を踏まえてめっき工場での実排水の分解を試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1. 分解モデルプラントの試作

図1のような酸化チタン担持ガラスクロス(約5%含有)を内部照射型反応容器に組込んだものを2本連結し、前後に予備槽を設け回収槽に循環される分解モデルプラントを試作した。その装置の写真を図2に、概略図を図3に示す。

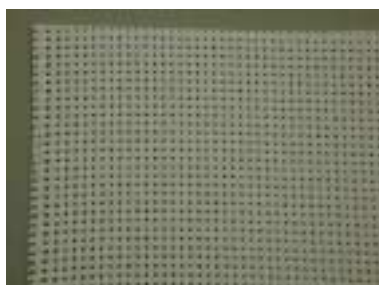


図1 光触媒担持ガラスクロス



図2 分解モデルプラント

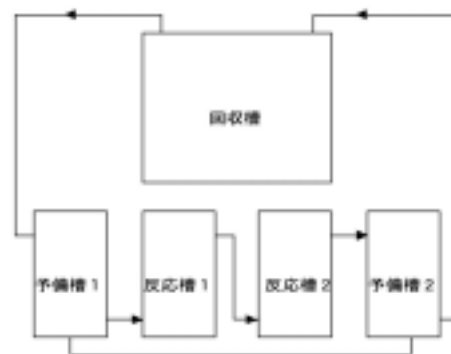


図3 概略図

### 2.2. 無電解ニッケルめっき水洗水の処理

県内の表面処理事業所に対し、BODの負荷源についてアンケート調査を行ったところ、アルカリ電解脱脂水洗水と無電解ニッケルめっきの水洗水が原因との回答が多く寄せられた。

そこで、分解モデルプラントをめっき工場に持ち込み、無電解ニッケルめっきライン(図4)の電解脱脂水洗水(回収槽)と無電解ニッケルめっき水洗水(回収槽)の酸化チタン光触媒による分解実験を行った。

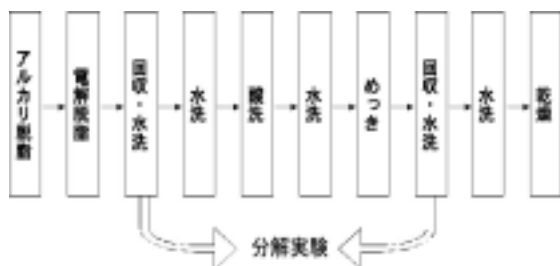


図4 無電解ニッケルめっき工程図

実験操作は、回収水洗槽から反応装置に処理水を取り込み、空気を吹込みながら室温にて紫外線照射（高圧水銀ランプ400W）により有機物を分解させた処理水を回収水洗槽に戻す循環式（0.45L/min）で、その流入口（図3の予備槽1入口）にて、所定ラック毎に試料を採取してTOC（全有機炭素量）を測定した。

### 2.3. 電解脱脂水洗水の処理

無電解ニッケルめっき水と同等に電解脱脂回収槽の水について実験を行った。また、最終放流時の泡発生の抑制効果を調べるために、界面活性剤が入っている電解脱脂水洗水を試験液（10mL）として比色管（50mL）に入れ、10回振った後、1分間静置後の泡の高さを測定して泡の評価も行った。

## 3. 結果と考察

### 3.1. 無電解ニッケルめっき水と水洗水の処理

#### 3.1.1. 予備実験（試験液、15L）

1日（約38ラック）めっき処理を行った回収水洗水とめっき建浴時の10倍希釈液のTOC濃度がほぼ同じことより、ラック数の増加と同じような負荷割合を試験液にしていくため、めっき液（10mL）を20分毎に試験液に添加して、分解モデルプラントによる分解実験を行った。その結果を図5に示す。

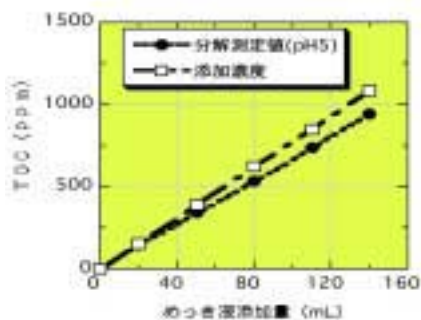


図5 めっき液添加量とTOCの関係

これより試験液中の有機物濃度の上昇を約13%抑えることができた。

#### 3.1.2. めっき回収槽の分解実験（280L）

モデルプラントによる無電解ニッケルめっき回収槽

の有機物除去効果をみるため、めっき回収液の分解実験を行った。図6にラック数とTOCの関係を示す。

なお、図中の矢印は5日間の変動幅と平均値（●印）である。

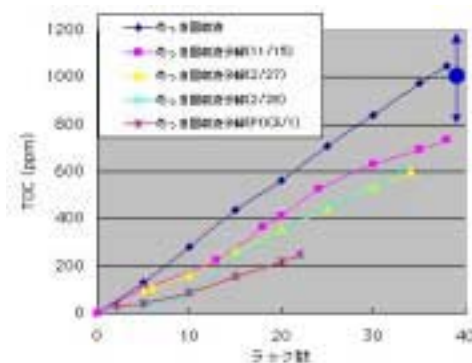


図6 ラック数とTOCの関係

これより、めっき回収液の値より分解実験を行った回収液のほうがTOC濃度は低く、槽内の有機物濃度の上昇を約25%抑えることができた。また、変動に幅があるのは、水洗水の持ち出しやラックの中味の日間変動、ラック間のインターバルの時間差、めっき液のターン数、流量、負荷割合等が影響していると思われる。白金担持は分解がよかったが、ラック数が少なかったため、今後追試による確認が必要である。

そこで、38ラック処理しためっき回収液中のニッケル濃度とTOC濃度の日間変動を図7に示す。

これより、ニッケル濃度とTOC濃度には相関は認められなかった。

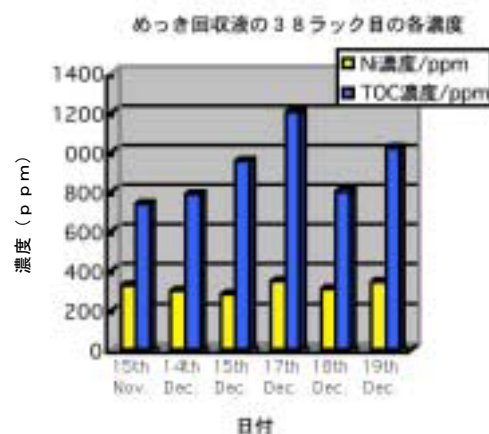


図7 ニッケル濃度とTOC濃度の日間変動

#### 3.1.3. リン酸イオン濃度（還元剤）の変化

無電解ニッケルめっき液中には還元剤の次亜リン酸や使用（老化）による亜リン酸が含まれている。そこで、図8にめっき回収液中の各種リン酸イオン濃度とラック数の関係を示す。

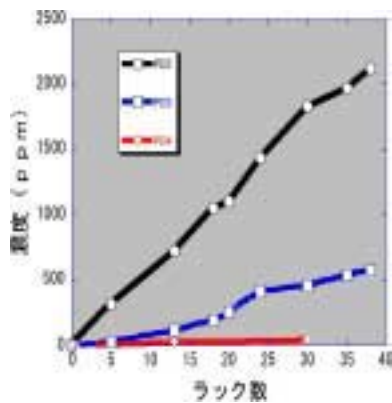


図8 ラック数と各種リン酸イオン濃度の関係

これより、ラック数の増加に伴い、次亜リン酸、亜リン酸は増加していくが、リン酸までは酸化が進んでいないことがわかった。

そこで、めっき液の負荷量を少なくして、20 Lの循環系でモデルプラントによる分解実験を行った時の各種リン酸イオン濃度と分解時間の関係を図9に示す。

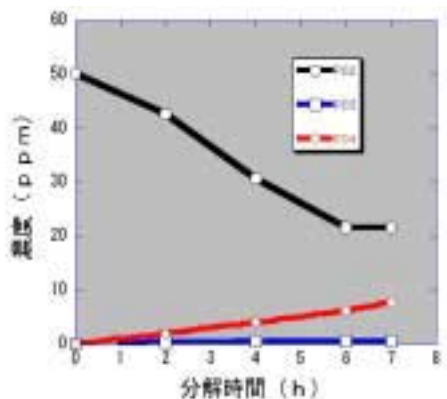


図9 分解時間と各種リン酸イオン濃度の関係

これより、めっき液の負荷量が少なければ、有機物の分解とともに、還元剤（無機物）の次亜リン酸がリン酸まで酸化されてくることがわかった。

### 3. 1. 4. モデルプラントの処理能力

100倍に希釈しためっき液を20 L作製し、モデルプラントを用いて経過時間ごとの処理能力を検討した。その結果を図10に示す。

これより、1時間当たり平均で34 mgのTOCを処理する能力があることがわかった。

## 3. 2. 電解脱脂水洗水の処理

### 3. 2. 1. 排水への負荷

電解脱脂水洗水とめっき水洗水の排水への負荷を比較したのを図11に示す。

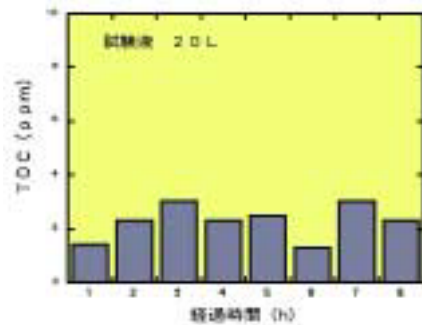


図10 経過時間ごとの分解力

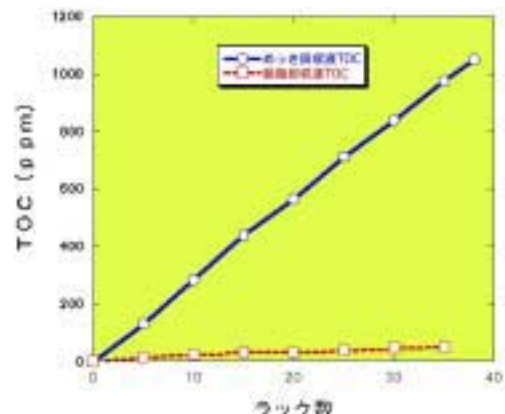


図11 各回収液のラック数とTOCの関係

38ラック時のめっき回収液のTOC濃度は約1000 ppm なのに対し電解脱脂回収液は約50 ppm と比べて小さな値であった。これより、アンケート調査で指摘のあったアルカリ脱脂は排水への環境負荷の主要因ではなく、ほとんどが無電解ニッケルめっきからの排水によることがわかった。

### 3. 2. 2. 電解脱脂回収槽の分解実験

モデルプラントによる電解脱脂回収槽の分解実験を行った時のラック数とTOC濃度の変化を図12に示す。

なお、液性がアルカリのためTC（全炭素量）とIC（無機炭素量）も測定した。

これより、モデルプラントによる分解実験では前後で、TOC濃度にあまり変化がみられなかった。

これは、pHがアルカリサイド（pH12）にあり無機炭素量が多かったことや、アルカリサイドでは光触媒の分解能力が低いため、界面活性剤が完全に分解せず、TOCの濃度が下がらなかったと思われる。

なお、pHを下げていった時の変化を図13に示す。中性付近から酸性側へ液性を操作することにより、無機炭素量は減少することがわかった。

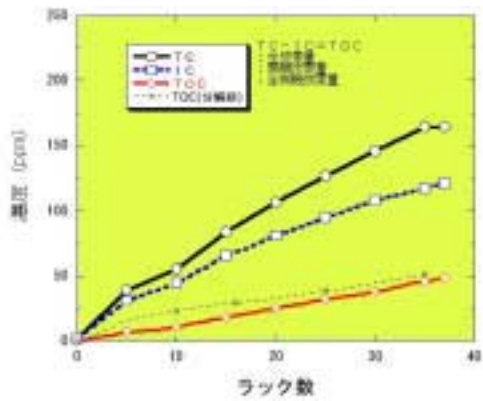


図 1 2 ラック数と濃度の関係

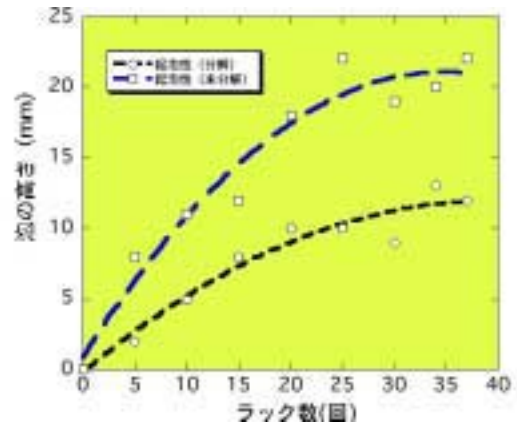


図 1 4 ラック数と泡の高さの関係

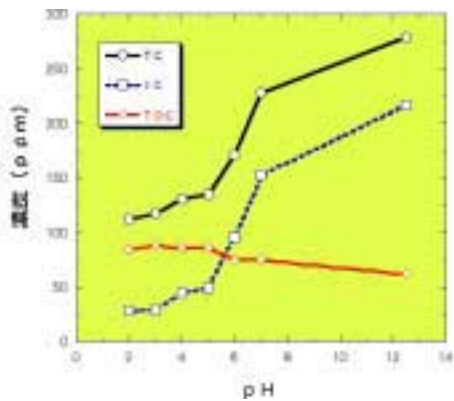


図 1 3 脱脂回収液の pH による影響

### 3. 2. 3. 泡発生抑制への可能性

以上の結果から、電解脱脂水による排水への環境負荷は当初の懸念よりも低いことがわかった。そこで、電解脱脂水のもう一つの課題である泡発生の抑制効果について調べることにした。

光触媒効果を高めるため予備槽 1 で中性 (pH7) に調整した電解脱脂水を試験液として、モデルプラントの使用前後で泡発生に差がみられるかどうかを泡の高さで検討した。その結果を図 1 4 に示す。

これより、泡立ちが 50% 程抑制された。

これは、38 ラックにおいても電解脱脂中の界面活性剤濃度が  $80 \mu\text{g/L}$  と低く、しかも、界面活性剤が完全に分解しなくても一部構造が変化しただけで、界面活性能力が失われるため、効果が表われたものと考えられる。

これは、トリクロロエチレンやシアン化合物等低濃度でも問題になる難分解性物質や低濃度で発色する染料や有機色素の分解に活用できることを示唆するものである。

## 結言

- (1) 光触媒分解モデルプラントを用いて、無電解ニッケルめっき水洗水を処理したところ、有機物の濃度上昇を抑えるのに効果があった。しかし、実際のめっき排水へ適用するには処理能力の点が課題であり、白金担持等による能力向上が必要である。
- (2) 脱脂水洗水の処理では、泡立ちを抑制する効果があった。

これは、トリクロロエチレンやシアン化合物等低濃度でも問題になる難分解性物質や低濃度で発色する染料や有機色素の分解に活用できることを示唆するものである。

# 漆塗膜の化学修飾による高付加価値化

## Added Value Enhancement for Lacquer Tree Paint Film by Chemical Modification

材料技術部 渡部 修  
会津若松技術支援センター 竹内克己

前年度までに開発した漆用反応性添加剤（硬化促進，耐光性向上，撥水性付与／平成12年度特許申請済）を実際に漆器に使用した。また，天然繊維と漆液と硬化促進の添加剤等を使って，新しい塑性造形材料（漆粘土）を開発した（平成13年度特許申請済）。

Key words: 漆, 化学修飾, 添加剤, 硬化, 耐光性, 撥水性, 漆粘土

## 1. 緒言

漆はウルシノキから採れる天然塗料で古くから漆器等に多く利用されている。漆は一般の塗料と違い，酵素反応により常温（20～30℃），高湿度（70～80%RH）で硬化して塗膜になる。硬化した塗膜は耐薬品性に優れた強固なものであるが，塗膜に化学的な処理をしようとした場合には，硬化反応がデリケートであるために，塗膜性状が変わったり，未硬化になったり不具合が生じる<sup>1,2)</sup>。

昨今の漆を取り巻く業界は，消費者の漆器の利用が低迷しているために，業績の不振，質の低下，新たな商品開発の遅れ等の問題が起きている。

そこで，新たな設備投資の必要のない方法，つまり漆液に少量の添加剤を加えて混ぜ合わせる簡単な操作で，漆塗膜に機能を持たせたり，製作工程の改善等ができる技術を開発して役立てようと考えた。具体的には，漆は耐光性が劣るので，その改善をしたり，硬化反応が常温低湿度でも進むようにしたり，新たな機能（撥水性）を持たせたりと幅広い応用ができる化学修飾技術の開発である<sup>3-13)</sup>。今回，これらの添加剤を実際の漆器製作の工程に使用してもらい，試作品をつくった。

さらに，上記の添加剤のうち硬化促進の効果を持つものを使い，パルプ等の天然繊維と漆液とを組み合わせ，環境を考慮した新規の塑性造形材料“漆粘土”を開発した。これは漆を使った造形作業に多くのメリットを持つ材料であり，漆の利用を新たな分野に広げる意味で大変画期的なものである。今回はこれを使って試作品もつくった。

## 2. 実験

### 2. 1. 試料および委託方法

漆については，従来の漆器の試作の場合は委託先の塗師の使用しているものを使い，“漆粘土”の場合は主

に市販の中国産透けるいろ漆（（有）田島漆店）を使用した。

反応性添加剤は，先に特許申請<sup>14)</sup>している漆の主成分のウルシオールと1級アミンの反応性を応用したもので，“常温”で「選択的」にウルシオールと「穏やか」に反応し，化学結合をしているため添加剤のブリード等が起こらないのを特徴とするものである。

今回の試作では，従来の漆器の試作の場合は“a-12”（アミン系）を中塗り漆に使った。“漆粘土”の場合は“a-12”を造形材料用の添加剤に使い，上塗り漆に“b-2”（フッ化物アミン系）を使った。“b-2”は合成品で，以下に化合物名と IR, MS, NMR の確認データを示す。

1-aminobutyl-1',1',1',2',2',3',3',4',4',5',5',6',6',7',7',8',8'-heptadecafluorodecylether

IR: 3334, 3290, 2941, 2861, 1365, 1322, 1242, 1207, 1149, 1068 cm<sup>-1</sup>

MS: (ESI) 536 m/z (+H ion), 518, 464

<sup>1</sup>H-NMR(DMSO,CDCl<sub>3</sub>): δ = 1.46(quintet, 2H, J = 6.5), 1.63(quintet, 2H, J = 8.0), 2.28-2.55(m, 4H), 2.97(t, 2H, J = 7.5), 3.42(t, 2H, J = 6.5), 3.91(m, 2H)

従来の漆器への適用では，会津若松支援センターでデザイン，設計を行い，それをもとに木地師に木地作りを委託，塗師に下地付けから上塗りまで委託した。

“漆粘土”の場合は，ハイテクプラザのコアと会津若松支援センターが協力して材料をつくり，デザイン，造形は会津若松支援センターで行った。上塗りのほとんど加飾の一部を塗師に委託した。“b-2”添加の漆による上塗りは会津若松支援センターで行った。

### 2. 2. 従来の漆器試作

今回の実験で添加した“a-12”は，漆の硬化反応が常温低湿度でも進むように改質する硬化促進剤である。漆器をつくる従来の工程のなかで，この性質をどのように活用できるかを委託製作の中で試みてもらった。検討の結果，中塗りに使用してもらっ

た。

デザインは、「リアリティのある発想」「こだわりの生活からの発想」からデザインのテーマを決め、生活の中の道具として丸物を中心に行った。

### 2. 3. 塑性造形材料“漆粘土”による試作

“漆粘土”は、先に特許申請<sup>15)</sup>しているように、漆液、パルプ等繊維材料、添加剤“a-12”等1wt%をミキサーで均一に混練、脱泡することによってつくった。



図1 “漆粘土”真空パック

これで造形を行った後に、50℃程度で4～5時間加熱乾燥するか、2～3日室内に放置して余分な水分を除き、十分に乾燥させた。乾燥した試作品は130～140℃の恒温槽で3～4時間加熱、焼き締めを行って、芯部まで完全に硬化させた。これが、“漆粘土”による造形物である。



図2 木の葉の模様を転写した皿

この材料は漆と非常に馴染みが良く、しみ込みもほとんどなく、漆の色合いが残るのが特徴である。また、最大荷重強度も添加剤なしの材料と比較して2倍ほどに高くなる。

これに通常の漆や、“b-2”（撥水性付与）添加の漆による上塗りを行った。

デザインは前述の試作テーマと同様にし、粘土の造形の豊かさと自由な転写の特徴を活かした「自然を切り取る」観点で造形を行った。

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 従来の漆器

実際に漆器をつくる工程に“a-12”添加の漆を使用してもらった塗師の感想は以下のとおりであった。

- ・通常漆で20時間で芯部硬化したものが、改質漆（“a-12”添加漆）では、わずか5時間で芯部硬化した。
- ・通常よりも塗膜が堅く締まり、芯部まで硬化するのが速い。  
→ 冬季など硬化しにくい時期に活用できる。
- ・研ぎのペーパーが目詰まりしやすい。

試作品の一部の写真を以下に示す。



図3 丸物の深皿



図4 小物入れ

小物入れでは、蓋の上部のネックの一部を“漆粘土”で製作しており、曲がりくねった自由な形状を可能にしている。これは、従来の漆器と融合した作品になっ



ている。

今回の実験で使用した反応性添加剤は、漆の硬化反応を促進するものであるが、初期の目的通りに新たな設備投資なしで、簡単に実際の製作工程に取り込むことができた。できあがる塗膜の性質上、あまり上塗りには向かないようだが、塗師の感想にもあるように、中塗り等で乾きを早くしたい時、堅く締めたい時に特に有効に使用できるものと考えられる。

また、この添加剤は耐光性向上の効果もあるので、今後はこの性質を上塗りに活かしていきたいところである。

“漆粘土”の試作品の上塗りで使用された反応性添加剤“b-2”は、従来の漆器には使わなかったが、これを上塗りに使うことで、水の接触角が通常の漆膜で約80°であるものが、約110°近くまで跳ね上がる。これはテフロンに次ぐポリエチレン、ポリプロピレンに相当する値であり、漆器表面の汚れや水分をはじく性質の付与が期待されるものである。これも添加剤“a-12”と同様に簡単に製作工程に取り込むことができるため、漆塗膜への新たな機能の付与には非常に有効な方法といえることができる。

### 3. 2. 塑性造形材料“漆粘土”

前述の実験の項目のところでも若干述べているが、“漆粘土”の特徴をまとめると以下ようになる。

- ・粘土のように手軽な造形ができる
- ・室温低湿度で乾く（漆室／漆風呂は不要）
- ・強度がある（添加剤を加えない場合の約2倍）
- ・漆の色合いが残る（濃い漆色）
- ・天然素材を使用し、添加剤は1%以下でよい

漆器にもいろいろな種類のものがあるが、最も一般的で、本来の漆器の製作では、多くの複雑な工程が存在する。

まず、本来の漆器の造形には木材を使い木地作りを行う。木取り、荒挽き、中荒挽き、・・・を経て完成する。木材には目があり、変形するために少しずつ時間をかけて慎重に手直ししながら形を整えていく。基本的に削り出しと張り合わせなので、できる形にもある程度の制限がある。これに対して“漆粘土”は自由な造形ができ、焼き締めして硬化させた後に形を整えるだけでよい。強度は堅い木材よりも若干落ちるが、桐材程度の最大荷重強度は持っている。

次に本来の漆器の下地付けであるが、木地固め、刻そ、布着せ、布目摺り、地付け、地研ぎ、・・・を経て完成する。これは木材への漆のしみ込みと、それに伴う変形の低減、補強を目的とするものであり、大変な手間を要する。これに対して“漆粘土”は造形が終わった段階で、漆のしみ込みも少ないうえに馴染みも良いので、そのまま次の塗りにまわすことができる。強度を増したい場合は、布着せ、布目摺りも容易にでき

ることは勿論である。

そして最後に、本来の漆器の塗り、加飾であるが、下塗り、研ぎ、中塗り、炭研ぎ、上塗り、・・・蒔絵を経て完成する。この段階では、漆粘土は本来の漆器と全く同じように扱うことができる。さらに、食器等に使用せず、長期の水等への浸漬をしないのであれば、一部、塗りを施さずに漆粘土独特の陶器の素焼きに似た風合いを留めておくことも可能である。

“漆粘土”が、従来の漆器と大きく異なり、漆器の造形性を大幅に広げた特徴は、次の2点だと考えられる。

まず、「造形の幅」が大きく広がったことである。極端な曲げや形状の急変化も木目等による配向がないために容易にできる。例えば、木では考えられないような螺旋やプロペラのような立体形状が容易にできるのである。図4の小物入れの蓋のネックはこれによっている。以下に手捻りの試作品を示す。



図5 手捻り試作品

次に「転写性」という手法が可能となったことである。つまり、粘土である特徴を活かして、ものの模様や形状を写し取りそれを作品の中に取り入れることが容易にできることである。例えば、木や石の表面の凹凸、花や木の葉の模様など身近なものを手軽に取り込むことができる。図2の皿はこれによっている。

試作品の一部の写真を図6以下に示す。

## 4. 結言

今回の試作研究で得られた結果を以下にまとめた。

- ・開発した漆用反応性添加剤を実際の漆器に使用した結果、良好な反応性、機能性の付与、容易な製造工程への組込みが確認された。
- ・開発した新しい塑性造形材料の“漆粘土”は、漆器の造形性を大幅に広げることができた。“漆粘土”については、何と言っても、手捻りで、

陶芸感覚で本物の漆器が手軽に作れることで、漆器をもっと身近なものにできるものと考えられるので、今後の活用、発展を期待したい。



図6 変形小鉢



図7 変形小皿



図8 自然葉形押文レンズ皿

最後に、今回の試作品の製作にご協力いただいた(有)丸祐製作所の荒井勝祐氏、塗師の木村義雄氏、蒔絵師の大竹信一氏に感謝いたします。



図9 素人でもできる作品群

#### 参考文献

- 1) 熊野谿従, *Jasco Report*, **33-2**, 15 (1991)
- 2) 松田権六, “うるしの話 (岩波書店)”
- 3) 渡部 修, 長井勝利, *日本化学会誌*, **2**, 113~121 (1999)
- 4) 渡部 修, 長井勝利, *日本化学会誌*, **3**, 211~216 (2000)
- 5) 渡部 修, 長井勝利, *日本化学会誌*, **2**, 103~110 (2001)
- 6) H.S.Mason, A.Leda, *J.Invest.Derm.*, 457 (1954)
- 7) H.S.Mason, *Nature*, **175**, 771 (1955)
- 8) 河合敬一, *日皮協ジャーナル*, **38**, 77 (1997)
- 9) 阿蘇 雄, 後藤 桂, 朝野春香, 安達憲司, 小田圭昭, *農芸化学会講演要旨集*, 49 (1991)
- 10) J.Herbert Waite, *Chemistry & Industry*, **2(9)**, 607 (1991)
- 11) J.Herbert Waite, *CHEMTECH*, **(11)**, 692 (1987)
- 12) K.Marumo, J.H.Waite, *Biochimica et Biophysica Acta*, **872**, 98 (1986)
- 13) J.H.Waite, *INT.J.ADEHESION AND ADHESIVES*, **7(1)**, 9 (1987)
- 14) 渡部 修, 出願特許: 特願 2000-183855 「漆および漆類似化合物用反応性添加剤」
- 15) 渡部 修, 竹内克己, 出願特許: 特願 2002-39873 「塑性造形材料」

# 超高速切削による金型・精密機械部品製造工程の効率化に関する研究

## A Study on Increase in Efficiency of Precision Machine Parts Production Process by High-Speed Milling

生産技術部 吉田智、菅原康則

放電加工用銅電極、コパール製電子部品などの製造工程への超高速加工の導入による工程短縮、製造コストの低減の可能性について、被削材ごとに適正加工条件を調べるとともに現状設備ならびに高速ミーリング機による加工実験を行い検討した。その結果、製品形状に対応した加工機を使用することにより、工程短縮が期待できることが確認できた。

Key words : 超高速切削、銅電極、コパール、粉末ハイス、工程短縮

### 1. 緒言

工業製品の低価格化と開発サイクルの短期化に対応するため、数万 rpm の高回転主軸と数十 m/min の高速テーブル送りが可能な高速ミーリング機が登場して十年近くが経過し、金型加工分野を中心に導入がすすんでいる。当所でも平成 10～12 年度にわたり県内の金型製造企業との共同研究を実施し、各種金型製造工程への高速ミーリング導入による工程短縮について検証し、その効果を確認した<sup>1)</sup>。

しかし、当所の報告を含めて高速ミーリングの導入例として紹介されているものは、高硬度材を用いた樹脂成形金型や鍛造金型が主体で、金型以外の機械部品などの加工への導入例や、高硬度材以外の被削材の加工例は少ないのが現状である。そこで、本研究では前述の共同研究のフォローアップ研究事業として、精密機械部品や高硬度材以外の被削材への高速ミーリングの応用による加工工程短縮効果の検証を行った。

### 2. 研究内容

本研究では、先に行った産官共同研究の参加企業である林精器製造株式会社にご協力をいただき、同社で現在製造している、または今後製造を検討している製品の中から、放電加工用電極(純銅)、電子機器用ベース(コパール)、粉末冶金用パンチ(粉末ハイス)の3点を取り上げ、それぞれの被削材についての高速度ミーリングの適正加工条件を調査するとともに、製品をベースとした加工モデルを作成して、企業側の現状設備(汎用マシニングセンタ)と当所に導入されている高速ミーリング機による加工実験を行い、加工時間、加工コストなどを比較して高速ミーリング導入による工程短縮の効果について調べた。高速ミーリングによる加工実験では、(株)牧野フライス製 マイクロ FF 加工機 HYPER5 を使用した。装置の主な仕様は表 1 のとおりである。

表 1 加工機の仕様

主軸回転数	3,000～32,000 rpm
送り速度	1～16,000 mm/min
ストローク	600(X)×400(Y)×400(Z)mm
最大工具本数	20 本
最大工具径	6 mm (8 mm <sup>**</sup> )
位置決め精度	±1 μm

※標準での自動工具交換不可

### 3. 実験結果

#### 3. 1. 放電加工用電極

図 1 は腕時計フレーム鑄造用金型(タングステン-モリブデン基合金、40HRC)の放電加工用電極モデルで、サイズはφ50mm×H10mm、電極材質は純銅である。鑄造用金型材については前述の産官共同研究で被削材として取り上げており、精密機械部品鑄造金型の直彫り加工では 70%程度の工程短縮が可能であった。このため、この鑄造型についても直彫りによる工程短縮は可能であると考えられるが、時計フレームのようにデザインが重視される製品の場合、電極を作製したほうが形状の確認や修正が直彫りに比べてはるかに容易であるとのことから、ここでは電極加工の工程短縮について検討した。

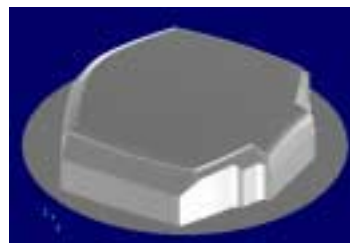


図 1 放電加工用電極モデル形状

今回の実験では、銅電極加工用工具として、ノンコート、TiAlN コーティング、CrN コーティング、ダイヤモンドコーティングの 4 種類の工具について、工具摩耗、加工面粗さの 2 面から適正加工条件について検討を加えた。

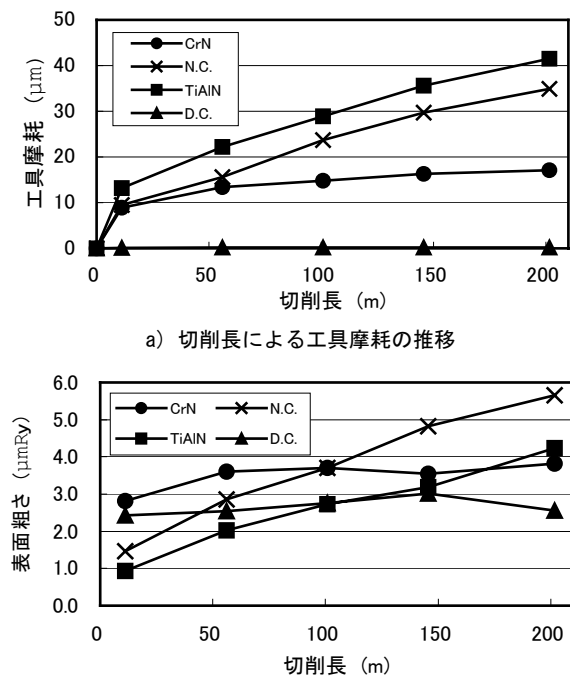


図2 純銅仕上げ加工時の工具摩耗と加工面粗さ

加工条件

主軸回転数：15,000rpm、一刃送り：0.03mm/tooth

切り込み：0.05mm、ピックフィード：0.113mm

切削方式：湿式切削(水溶性切削液)

加工内容：往復パスによる水平面加工



a) CrN コーティング超硬ボールエンドミル



b) ダイヤモンドコーティング超硬ボールエンドミル

図3 純銅仕上げ加工時の工具摩耗

a)、b)とも上段は加工前、下段は200m加工後の中心刃付近

図2は仕上げ加工時の工具摩耗および加工面粗さ

の推移、図3は工具刃先の観察写真である。図2-a)から、ノンコート及びTiAlNコーティング、CrNコーティングは、切削長とともに摩耗幅が増加しているが、CrNコーティングの摩耗進行速度は他の2種に比べて緩やかであることがわかる。またダイヤモンドコーティングでは工具摩耗はほとんど見られなかった。同様の傾向はφ6mmスクエアエンドミルによる荒加工条件での切削実験でも確認された。また加工面粗さ(図2-b))を見ると、ノンコート及びTiAlNコーティングの工具では工具摩耗の進行と共に加工面粗さが増大していくのに対して、CrNコーティング、ダイヤモンドコーティングの工具は加工初期の加工面粗さは前述の2種の工具に比べてやや大きいものの、工具摩耗の進行が小さいために切削長に対して安定した加工面粗さを示していることがわかる。

ただし、ダイヤモンドコーティング工具は高価であることや、図3-a)、b)のようにCVDコーティングに比べてコーティング層が厚く切れ刃が鈍くなっているために切削抵抗が大きくなるので、微細・精密形状の加工を行う際は注意が必要と思われる。

以上の結果を基に、表2に示すツーリング及び加工条件でモデル加工を行った(図4)。

表2 銅電極加工のツーリングと加工条件

工具	工程	加工条件
φ6.0mm S.E.M. (CrN coated WC)	荒加工	S=15,000rpm, F=2,400mm/min dz=0.1mm, Pf=3.0mm
φ3.0mm S.E.M. (CrN coated WC)	荒・仕上げ	S=15,000rpm, F=2,400mm/min dz=0.1mm, Pf=1.5mm
R1.0mm B.E.M. (CrN coated WC)	仕上げ	S=15,000rpm, F=1,800mm/min dz=0.05mm
R0.5mm B.E.M. (CrN coated WC)	隅加工	S=15,000rpm, F=1,200mm/min
R0.3mm B.E.M. (TiAlN coated WC)	隅加工	S=15,000rpm, F=1,200mm/min

企業の現状設備による加工では、機械加工に要する時間が620分(使用工具7本)、その後の磨きに要する時間が200分程度でトータル820分であるのに対し、高速ミーリング機での加工実験の結果は、機械加工時間が85分(使用工具5本)、磨き時間が100分程度でトータル185分と、大幅な工程短縮ができた。これは製品形状が曲面で構成されており、また隅R部の加工などで比較的小径の工具が多く使用されているために、高速ミーリング機の高回転・高送りが活かされたことと、加工面の粗さが最大でも5μmRy程度と小さく、磨き工程において粗砥による工程を省略できたことに起因していると考えられる。



図4 銅電極モデル加工結果

### 3. 2. コパール製電子部品

コパールは低熱膨張金属の一種でガラスと同程度の熱膨張率を持つため、電子管材料や光通信機器などのガラス封入材として需要が増加してきている。図5は今回モデルとして取り上げた電子部品用ベースで、サイズはL29×W18×H3.85mm、底部の厚さは0.8mmである。

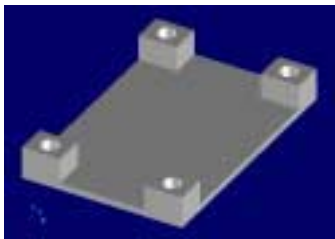
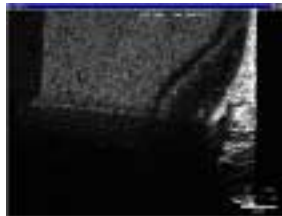


図5 電子部品用ベースモデル

モデル形状が矩形主体の単純な形状をしているため、ツーリングはスクエアエンドミルを主体として考え、粗加工時の工具摩耗の変化について調べた。図6-a)は、φ6mm 4枚刃スクエアエンドミルの切削長28mm時の工具摩耗であるが、コーナー部の局所的な摩耗が観察される。これに対して図6-b)のφ6-R0.3mm 4枚刃ラジアスエンドミルでは、同条件での加工でもコーナー部の摩耗が比較的小さくなっている。



a) φ6 スクエアエンドミル



b) φ6 ラジアスエンドミル

図6 コパール加工時の工具摩耗

加工条件

主軸回転数：15,000rpm、一刃送り：0.04mm/tooth

切り込み：0.1mm、ピックフィード：3.0mm

切削方式：ミストクーラント

コパールの被削性はオーステナイト系ステンレス SUS304 に近く、硬度は高くない(170HV 程度)が加工硬化を生じやすい。このため図6-a)のように摩耗が進み大きな切削力のかかる状態で加工を続けた場合、加工硬化による工具摩耗の増大のほか、被削材の組織変化による変形、材料特性(磁性など)の変化などを引き起こす恐れがある。よって、この被削材に関しては荒加工、仕上げ加工とも設計上許容できる範囲でラジアスエンドミルを使用し、微小切入みを避けるのが望ましいと考えられる。

この結果を基にモデル加工の際のツーリングおよび加工条件を決定した(表3)。ただし、実際の製品では、30×120×t4mm程度の板材からの5個取りを想定しているが、今回の実験では単体の加工を行い加工時間などの評価を行った。

表3 電子部品加工のツーリングと加工条件

工具	工程	加工条件
φ6×R0.3 R.E.M. (TiAlN coated WC)	荒加工	S=15,000rpm,F=3,600mm/min dz=0.05mm,Pf=3.0mm
R0.75mm B.E.M. (TiAlN coated WC)	穴加工	S=15,000rpm,F=600mm/min dz=0.1mm
φ3 S.E.M. (TiAlN coated WC)	仕上げ	S=20,000rpm,F=2,400mm/min dz=0.05mm
φ1.5×R0.1 R.E.M. (TiAlN coated WC)	仕上げ	S=15,000rpm,F=1,200mm/min dz=0.05mm

モデル加工の結果(図7)、単体の加工に要した時間は約40分で、加工精度(寸法公差±0.02mm、底面平面度・平行度0.02mm)も十分満足していた。この結果から5個取りの加工時間を算出すると、工具交換や主軸変位の安定化に要する時間が短縮できるため加工時間は120分程度と推定されるが、現状の80分(工具9本使用)に対して1.5倍ほど加工時間が長くなる。これは、製品の形状が比較的単純な形状である上、使用できる最大工具径が加工機的能力上制限されていたため、φ20mm程度の工具が使用可能な加工機を用いれば現状と同等もしくは短時間での加工ができると考えられる。

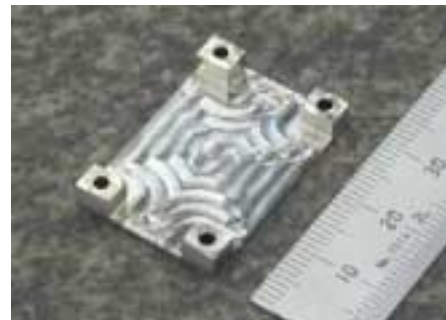


図7 電子部品モデル加工結果

### 3. 3. 粉末ハイス製パンチ

図8は粉末冶金用パンチのモデルで、サイズはφ102×20mm、材質は粉末ハイス焼結材、硬度は60～62HRCである。実際の製品では図の下部に円筒形のボディがあり全高120mm程度となるが、ここでは現在放電加工で加工している上面部分のみを対象として実験を進めた。

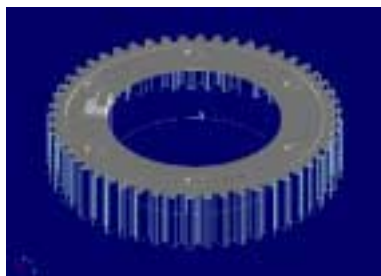


図8 粉末冶金用パンチモデル

まず被削材の機械加工の可能性についてであるが、産官共同研究においてSKD11(58HRC)のゴム成型金型の加工を行い、TiAlNコーティング超硬工具でも加工が可能であることを確認した。しかしこの製品では硬度がさらに高く、加工体積も大きいことから超硬工具による加工は極めて難しいと考えられるので、ここではCBN工具による加工実験を行い、その加工性を調べた。

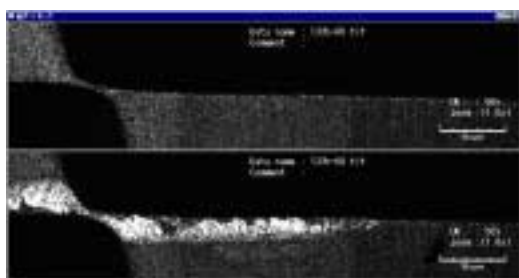


図9 粉末ハイス焼結材加工時の工具摩耗

加工条件

主軸回転数：30,000rpm、一刃送り：0.02mm/tooth

切り込み：0.05mm、ピックフィード：0.153mm

切削方式：乾式(エアブロー)

図9はR1.5mmCBNボールエンドミルで仕上げ加工をした際の工具摩耗であるが、80m加工後の逃げ面摩耗が約0.05mmと十分加工可能であることがわかった。またφ6mmラジラスエンドミルについても汎用マシニングセンタ(三菱重工製、MV-5B)で加工実験を行いS=6,500rpm、F=195mm/min、dz=0.05mm、Pf=1.2mmで切削長10m以上加工可能(逃げ面摩耗0.08mm)であることが確認でき、平面加工では加工面粗さ2.0μmRy以下で加工できることがわかったが、除去体積を大きくとることは難しいと思われる。

以上の結果から、この製品の製造工程では熱処理

前の状態で最終製品形状に近い形状に仕上げ、熱処理後の機械加工量は最小限にするニアネットシェイプ加工が適していると考えられる。試験片を用いた熱処理による変形量の調査の結果、焼入れ処理による寸法変化率は+0.06～+0.12%で0.06%程度のばらつきがあることが確認されたため、仕上げ代は製品の全体寸法から0.1～0.2mm程度必要と思われる。

このモデルについては、当所の高速ミーリング機では能力不足であるため加工実験は行わず、加工時間の推定のみを行った。加工対象とした部分の現状の加工法は型彫り放電(熱処理後)で、放電加工用電極加工を含めて1,680minの加工時間を要している。この工程をニアネットシェイプ加工に置き換えた場合、熱処理前の加工に240～300min(TiAlNコーティング超硬工具3～4本使用、V=25m/min、fz=0.04mm/tooth)、熱処理後の仕上げ加工に120～150min(CBN工具使用、V=150m/min～、fz=0.02mm/tooth)のトータル360～450min程度で加工可能と考えられる。ただし、仕上げ加工でも4～6本程度のCBN工具が必要と予測され、いずれも工具摩耗量が大きく再利用は難しいと考えられることから、時間的には短縮可能であるが、コスト面を考慮した場合は大幅な増加となると思われる。

## 4. 結言

以上の実験の結果、精密機械部品その他への高速ミーリング導入の際には、以下の点に留意する必要があることがわかった。

- 1) 今回取り上げた放電加工電極モデルのような曲面形状や微細形状を持つ製品では、高速ミーリングの高回転・高送りによる工程短縮効果が期待できる。一方、電子部品モデルのような比較的単純な形状の部品では、加工機的能力等により加工時間が増加する場合もあるので、加工条件だけでなく、加工対象にあった加工機の選定を行う。
- 2) 60HRCを越す高硬度材料については、CBN工具による切削加工が可能であることが確認できた。工程短縮については加工時間の短縮は可能であると考えられるが、工具費の増加によるコスト増が見込まれるので、加工対象による検証を十分行う。

## 参考文献

- 1) 福島県ハイテクプラザ研究報告書「超高速切削による難削材加工技術の研究」、福島県ハイテクプラザ、3(2001)

# 県産間伐材等木材の用途開発と性能評価技術の研究

## - 杉材の木ねじ保持性能 -

Prefecture product thinning materials study of use development and performance evaluation technology of wood

-Wood screw maintenance performance of cedar materials-

会津若松技術支援センター 橋本春夫

軟質杉材とスチールや金物との締結に推奨されている木ねじによるねじ保持性能に関する基礎的資料を得る目的で、木ねじ保持力試験に準じて検討を行いました。その結果、軟質杉材の木ねじ保持力は、板面、木口面とも広葉樹ブナ材の半分以下程度の性能であることを確認しました。また、ねじの保持力は、ねじ込み距離(量)に比例し増加することを確認しました。杉材の節面におけるねじ保持力は、無節板面の1.2～2.1倍程度の性能であることを確認しました。

今後、杉集成材での学校用家具の開発や軟質杉材の表面強化、複合化材料の開発及びねじ保持性能の検討を行います。

Key 杉材、杉集成材、木ねじ、ねじ保持力、引抜き抵抗

### 1. 緒言

本県の森林資源を育成するためには、間伐の円滑な推進と間伐材の用途開発及び間伐材の利用促進が必要となっております。又、学校用家具の日本工業規格の改正など木製品の参入し易い教育環境が整備されつつあります。県産杉間伐材等での学校用家具の開発や製品の普及が推進されるためには、材料特性や接合強度、家具の安定性、耐久性試験、素材の表面性能の改良など学校用家具として必要不可欠な性能を開発する研究が必要であります。

地場産の杉や檜等の針葉樹を利用した学校用家具の開発は、各県の公設試を中心に盛んに行われ、軽量化やスチール部材との複合化等による製品が開発されています。

本研究では、スチール部材との複合化における軟質針葉樹である杉材のねじ保持性能等を取り上げスチールとの締結保持性能に関する基礎的資料を得る目的で、市販十字穴付き皿木ねじによる杉材のねじ保持性能について検討を行いました。

### 2. 実験方法

#### 2.1. 供試材

供試ねじは3種類(表1及び図1)で、木材と金物との締結に使用されています十字穴付き皿木ねじ(3種類)を用いました。

供試材料は2種類(表2)で、県産杉材及び性能比較のために広葉樹(ブナ材)を用いました。まず、県産杉針葉樹板材を、恒温恒湿機で人工乾燥により、含水率10%程度まで乾燥した板材を、養生期間を置いた材料より、節材面、板目・柾目面、木口面の試験片を木取りしました。広葉樹(ブナ材)も板目・柾目面、木口面の試験片を木取りし、供試材料として用いました。

表1 供試ねじの形状

種類	呼び径( )	呼び長( )	ピッチ( )	谷径( )
十字穴付き 皿木ねじ (JIS B 1112)	4.5	50	1.9	3.1
	5.1	38 又50	2.2	3.5
	5.8	45	2.6	4.1



図1 供試ねじ (左側から呼び径4.5、5.1、5.8皿木ねじ)

表2 供試材料の材質

種類	含水率(%)	気乾比重	年輪幅( )
杉材	11.89	0.32	4.92
ブナ材	11.24	0.68	2.99

#### 2.2. 試験体の作成

試験体は、図2の通りに供試材料(杉材、ブナ材)の板目・柾目面あるいは木口面に皿木ねじをねじ込んだものを用いました。

作成手順は、供試材料を材厚27×材幅65×材長120の形状に作成した供試材料を用いました。次に、試験体の中心線上に案内孔の穿孔位置を設定し、

下記の4種類の試験体条件に従って卓上ボール盤のドリルで垂直に案内孔を穿孔し、供試ねじを手作業で供試材料にねじ込みました。尚、1条件あたり6試験体を作成しました。

表3 杉材及びブナにおける保持力試験体条件

供試材料条件		条件	ねじ込み距離 ( )	
杉材	板目・柾目面	15	20	
			木口面	15
ブナ材	板目・柾目面	15		
			木口面	15
供試ねじ、十字穴付き皿木ねじ呼び径 (5.1 × 38)				
案内孔は、使用ドリル径 2.0 で穿孔				
案内孔距離は、ねじ込み距離から 5 引いた値				

表4 材面状態における保持力試験体条件

供試材料	条件	供試材料の材面状態	
	呼び名	状態図	
杉材	板目・柾目面	図2	
	節繊維直角方向	図3	
	節繊維平行方向	図4	
	死節	図5	
供試ねじ、十字穴付き皿木ねじ呼び径 (5.1 × 38)			
ねじ込み距離 15			
案内孔径 1.5、案内孔距離 10			



図2 板目・柾目面



図3 節繊維直角方向



図4 節繊維平行方向



図5 死節

表5 ねじ径及びねじ込み距離における保持力試験体条件  
供試杉材板・柾目面

供試ねじ	条件	ねじ込み距離 ( )			
	孔径	10	15	20	25
4.5 × 50	1.5	10	15	20	25
5.1 × 50	2.0	10	15	20	25
5.8 × 45	2.5	10	15	20	25
案内孔距離はねじ込み距離から 5 引いた値					

表6 ねじ径及びねじ込み距離における保持力試験体条件  
供試杉材木口面

供試ねじ	条件	ねじ込み距離 ( )			
	孔径	15	20	25	30
4.5 × 50	1.5	15	20	25	30
5.1 × 50	1.5	15	20	25	30
5.8 × 45	1.5	15	20	25	30
案内孔距離はねじ込み距離から 5 引いた値					



図6 試験体

### 2.3. ねじ保持力試験

ねじ保持力試験は、パーティクルボードの木ねじ保持力試験 (JIS A 5908) に準じて、試験体を固定して木ねじを垂直に引き抜き、それに要する最大荷重を測定し、その値をねじ保持力としました。ただし、引き抜き荷重速度は、約 2 /min としました。また、ねじ込み量差などを考慮しねじの引き抜き強さとしては、引き抜き強さ = (最大荷重 N) / (ねじ込み量) で算出しました。

## 3. 結果

### 3.1. 杉材及びブナ材における保持力

杉材及びブナ材の供試材料における板目・柾目面及び木口面、ねじ込み距離別ねじ保持力の測定平均値を表7、図7に示します。

軟質杉材と広葉樹ブナ材における木ねじ保持性能について比較した結果、軟質杉材の板目・柾目面にお



るねじ保持性能は、広葉樹ブナ材の半分以下の0.41倍程度を示し、木口面も半分程度のねじ保持力を示しました。

また、ねじ込み距離による性能比較では、距離の増加とともにねじ保持力が増加し、距離20でそれぞれの供試材料とも50～60%の増加を示し、ねじ込み距離1あたりの引き抜き強さでも、約1.1倍程度の増加傾向を示しました。

表7 杉材及びブナ材における保持力測定結果

供試材料条件		ねじ込み距離	
		15	20
杉材	板目・柾目面	1.16 (0.079)	1.75 (0.088)
	木口面	0.86 (0.058)	1.28 (0.064)
ブナ材	板目・柾目面	2.84 (0.190)	4.59 (0.232)
	木口面	1.75 (0.117)	2.77 (0.139)

注：上段はねじ保持力平均値（KN）

：下段（）内はねじ込み距離1あたりの引き抜き強さ（KN/mm）

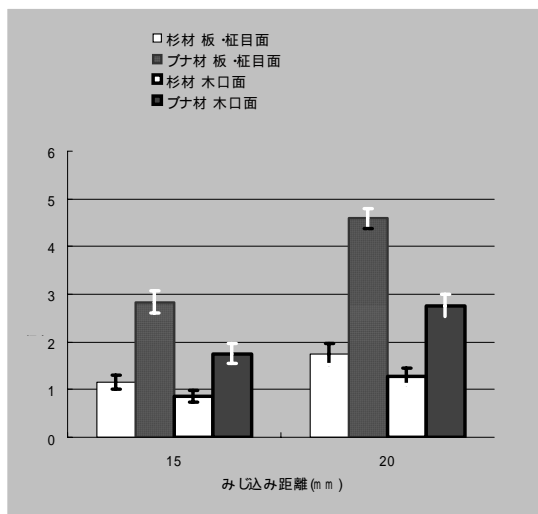


図7 杉材及びブナ材における保持力比較

### 3.2. 材面状態における保持力

杉供試材料における材面状態（節の発生状態）別のねじ保持力の測定平均値を表8、図8に示します。

間伐材などの軟質杉材では、節の出現が非常に多いことから、それぞれの節出現状態ごとに木ねじ保持性能を比較した結果、軟質杉材の板目・柾目面より健全な節で2.1倍程度の増加傾向を示し、死節で1.2倍程度の増加傾向を示しました。しかし、節部への木ねじのねじ込み作業での材料割れなどから、木ねじ保持力測定結果で非常に大きなばらつきを示しました。

表8 材面状態における保持力測定結果

供試材料面	測定値	保持力 (KN)	引抜き強さ (KN/mm)
板目・柾目面		1.16	0.079
節繊維直角方向		2.49	0.167
節繊維平行方向		2.48	0.166
死節		1.40	0.094

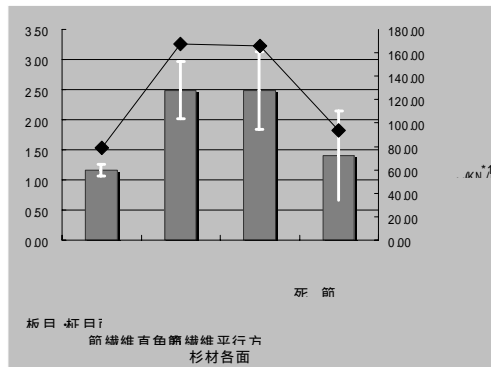


図8 材面状態における保持力比較

### 3.3. ねじ径及びねじ込み距離における保持力

杉供試材料における供試ねじ呼び径及びねじ込み距離（量）別のねじ保持力の測定平均値を表9（板目・柾目面）、表10（木口面）図8に示します。

軟質杉材板面のねじ保持性能は、木ねじのねじ込み距離に比例し、有意差が認められました。また、ねじ呼び径では、相関関係や有意差が認められませんでした。

軟質杉材木口面のねじ保持性能は、板目・柾目面ねじ保持力の64～65%程度の保持性能を示し、ねじ込み距離に比例し、有意差が認められました。また、ねじ呼び径では、径の増加とともにねじ保持力の増加傾向を示しました。

表9 ねじ径及びねじ込み距離における保持測定結果  
杉材板目・柾目面

ねじ呼び径	ねじ込み量			
	10 (mm)	15 (mm)	20 (mm)	25 (mm)
4.5	0.52 (0.052)	1.17 (0.078)	1.56 (0.085)	2.27 (0.091)
5.1	0.62 (0.062)	1.16 (0.079)	1.75 (0.088)	2.31 (0.094)
5.8	0.56 (0.056)	1.23 (0.082)	1.95 (0.099)	2.63 (0.106)

注：上段はねじ保持力平均値（KN）

：下段（）内はねじ込み距離1あたりの引き抜き強さ（KN/mm）

表5 ねじ径及びねじ込み距離における保持測定結果  
杉材木口面

呼び径 ねじ 込み量	15	20	25	30
	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)
4.5	0.73 (0.049)	1.00 (0.050)	1.48 (0.059)	2.05 (0.068)
5.1	0.86 (0.058)	1.28 (0.064)	1.70 (0.068)	2.20 (0.074)
5.8	0.96 (0.060)	1.26 (0.063)	1.83 (0.073)	2.32 (0.077)

注：上段はねじ保持力平均値（KN）

：下段（ ）内はねじ込み距離1 当たりの引抜き強さ(KN / mm)

今後、杉集成材での学校用家具の開発や軟質杉材の表面強化、複合化材料の開発及びねじ保持性能の検討を行いたいと思います。

#### 参考文献

1) 古澤富志雄・宮原和人：“タッピンねじによる化粧パーティクルボードのねじ保持”

木材工業 VOL. 47, NO. 8, 1992, pp.367-371

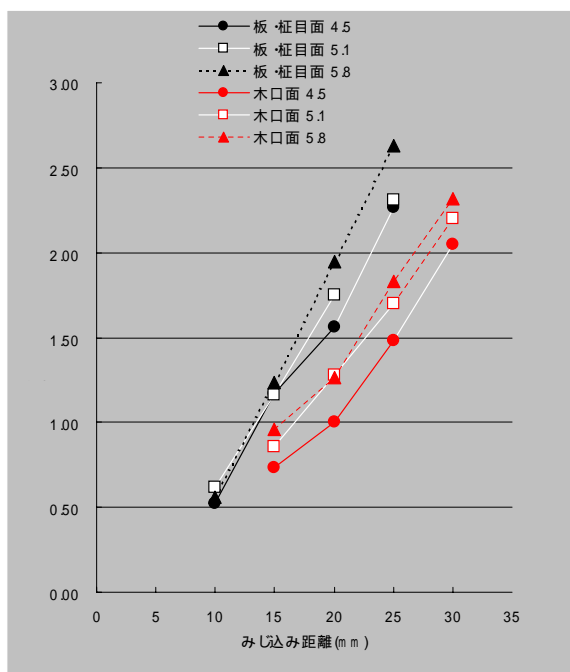


図9 ねじ径及びねじ込み距離における保持力比較

## 2. 結言

軟質杉材とスチールや金物との締結に推奨されている木ねじによるねじ保持性能に関する基礎的資料を得る目的で、木ねじ保持力試験に準じて検討した結果、次のことを得ました。

(1) 軟質杉材の木ねじ保持力は、板面、木口面とも広葉樹ブナ材の半以下程度の性能であることを確認しました。また、ねじの保持力は、ねじ込み距離(量)に比例し増加することを確認しました。

(2) 杉材の節面におけるねじ保持力は、無節板面の1.2～2.1倍程度の性能であることを確認しました。

# VPN による分散型データベースシステムの構築

Construction of the distributed database system using Virtual Private Network

応用技術部 太田悟、尾形直秀  
福島技術支援センター 東瀬慎  
株式会社ジェンツ 平井光一

地理的に離れた場所にある拠点間においてVPNを構築し、安全かつリアルタイムに商品データの閲覧ができるデータベースを用いた商品管理システムを開発した。始めに各拠点間で安全にデータ交換ができるよう、暗号化・認証技術にIPsecを利用し、VPNを安価に構築した。また各拠点にデータベースを配置し、それぞれが協調動作をするようなデータベースシステムを構築した。その上でこれらを利用した商品管理アプリケーションを試作した。

Key words: VPN、データベース、Webアプリケーション

## 1. 緒言

本研究は、平成13年度からハイテクプラザで実施している「公募型ものづくり短期研究開発事業」において行われたものである。この事業は、速やかな解決が求められているものづくりに関する技術課題を県内企業より公募し、企業から寄せられた課題についてハイテクプラザで研究開発を行い成果の移転を図ることで、県内企業の技術支援を行うものである。

本研究の提案企業である株式会社ジェンツは、布地から縫製まで顧客の趣向に合わせたオーダーメイドの紳士服を製造する会社である。春日部本社と福島工場との間で生産管理システムが稼動しており、1日2回のデータ交換が行われている。本社で入力される受発注情報をリアルタイムに閲覧したいが、専用線での実現は通信コストが割高になってしまうという問題がある。拡張性が高く、管理者の負担が少なく、しかもコストのかからない新システムの構築が望まれていた。この課題を解決したのでその概要を報告する。

## 2. 研究内容・結果

### 2. 1. VPN環境の構築

専用線と同様な常時接続環境を安価に実現するために、インターネットを利用して仮想プライベートネットワーク(VPN)を構築した。VPN(Virtual Private Network)とは、インターネットのように誰もが利用できる公共ネットワークを利用して、あたかも専用線のようなプライベートなネットワークを作ることである。インターネットを利用するという事は専用線接続と異なり、データの盗聴や改ざんといった危険に常にさらされることになる。そこでVPNでは通信データを暗号化・認証することによって、セキュリティを確保している。VPNを利用することで、従来のフレームリ

レーや専用線を用いて行ってきたことを安価なコストで実現することができる。

本研究では、Fig.1に示したように本社一工場一事業所を想定した3拠点間でVPNの相互接続実験を行った。VPN構築においてはデファクトスタンダードであるIPsecを用いている。その結果、インターネットを経由する拠点間のデータやファイルのやり取りを、安全に行うことが可能となった。またネットワーク管理の手間も可能な限り抑えることができた。



Fig. 1 VPN構成

運用コストに関して、福島工場、春日部本社、品川事業所を想定し、この3拠点間を専用線で接続した場合と、VPNを利用して接続した場合とで試算した。専用線接続は回線速度と拠点間の距離で月額料金が決まるが、64kbpsのHSDサービスを利用した場合、回線使用料等で月額約180,000円ほどの費用がかかることになるが、VPN接続の場合、基本的にはISDN基本料とプロバイダ使用料となる。VPN構築のため固定IP接続サービスを利用することとなるが、回線使用料は月額約23,000円程度に抑えることができる。VPNの導入により専用線と比較し、運用コストを約8分の1に抑えることが可能となる。

### 2. 2. 分散型データベースシステムの構築

Fig.2に示したとおり、各拠点のデータベースをネ

ネットワークによってシームレスに接続する分散型データベースシステムを構築し、データベースの二重化およびバックアップの手法について研究を行った。

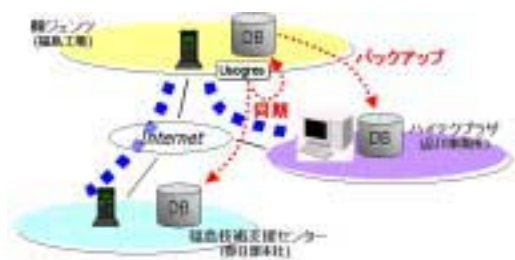


Fig.2 分散型データベース構成

分散型データベースとは、あるネットワーク上に分散配置された複数のデータベースを統合的に利用するものである。利用者は分散を意識せず、あたかも単一のデータベースを利用しているかのように処理できることが特徴である。本研究では、フリーソフトとして提供され、データベースシステムとしても実績のある PostgreSQL を選択し、このデータベースを3拠点に設置した。データベースを利用する場合、様々なトラブルからデータを守るためバックアップや二重化を検討することが必要となる。バックアップに関しては既存のアプリケーション等は利用せず、コマンドベースで圧縮・転送を行い、リアルタイムに同期をとる方法については Usogres を利用した。Usogres は PostgreSQL の弱点であるレプリケーション機能を提供するアプリケーションである。Usogres の利用によりリアルタイムにデータベースの二重化を実現することが可能となった。

### 2. 3. データベース・アプリケーションの開発

拡張性に優れ、多様な動作環境に対応するネットワーク標準プロトコルを用いたデータベース・アプリケーションのプロトタイプを開発した。本研究では Fig. 3 に示す商品管理アプリケーションと Fig. 4 に示す Web 版の商品管理アプリケーションを試作した。

商品管理アプリケーションは Visual Basic で作成し、ODBC を経由して PostgreSQL へアクセスする。商品データの一覧表示、商品データの登録・削除・更新やレポートの作成等が行えるようになっている。もう一つの Web アプリケーションは Apache、PHP、PostgreSQL を連携して動作させるものである。このアプリケーションは商品の受発注や在庫確認等を出先から行うことを想定しているため、ブラウザ上からデータベースにアクセスできるようにした。しかもサーバサイドアプリケーションであるため、バージョン管理やアプリケーション配布の手間を極力抑えることが可能であるという利点もある。これらのアプリケーシ



Fig.3 商品管理アプリケーション



Fig.4 WEB アプリケーション

ョンはネットワーク標準プロトコルを用いているため、拡張・保守の容易なシステムとなっている。

### 3. まとめと今後の課題

本研究では、インターネットを利用した安全かつ安価な VPN 環境の構築を行い、複数の拠点にデータベースを設置し、バックアップや二重化の手法についての検討を行った。またこの環境を利用したデータベース・アプリケーションの開発を行った。その結果、このシステムによりリアルタイムに商品データの閲覧をすることが可能となった。今回構築した VPN 環境は ISDN 回線を利用したが、この技術は急速に普及している ADSL や、今後本格的に普及すると考えられる FTTH においても利用できる技術である。今後、ブロードバンドサービスが全国展開して行くなかで、本研究の成果を利用できるように手を加えていきたいと考えている。またこの技術は、地理的に離れた場所に拠点を持ち、各拠点間でデータ交換を行いたい、運用コストも抑えたいと考える企業にとって、利用価値が非常に高いものであると考えられる。

#### 参考文献

- 1)石井達夫：“PC UNIX ユーザのための PostgreSQL 完全攻略ガイド”、技術評論社
- 2)石井達夫：“PHP4 徹底攻略 Web とデータベースの連携プログラミング”、SOFT BANK Publishing
- 3)谷尻かおり：“Visual Basic 6 による実践データベースプログラミング”、技術評論社

# タンニン類を利用しためっき皮膜防食技術

## Anticorrosive Technology for Metal Plating Coat Using Tannin

材料技術部 渡部 修  
株式会社サンビックス 室井良一

効率よくタンニン類を抽出、分離、精製する方法を確立した。また、タンニン類に含まれる有効成分の純度評価、管理方法を確立した。そして、現在使用している原料（タンニン）よりも安価に手に入り、ほぼ同等の防食効率を持つ別のタンニンを発見した。

Key words: タンニン、めっき、化成処理、防食、精製、管理

## 1. 緒言

亜鉛めっき製品の発錆防止のために、現在めっき後に六価クロムを主成分とする処理剤で表面被覆（クロメート処理）をしている。しかし六価クロムは環境汚染の問題で世界的に法的規制の動きがあるため、業界では代替剤の検討を進めてきている<sup>1,2)</sup>。

その中で、(株)サンビックスでは、タンニン類と特定金属塩を含む処理剤で表面被覆をして六価クロムに匹敵する有機被膜が得られることを見いだした（特許申請済）。

しかし、使用しているタンニンの原材料が高価であるためコストダウンの検討が急務となり、必須事項となっていた。また、新たな処理方法であるため、純度評価や管理方法も十分なものではなかった。

そこで、まず分析機器による評価、管理方法を検討したうえで、さらにより良い処理技術と低価格化を目指した。現在の処理に使用しているタンニン類の質の向上を図るために精製技術を検討し、さらにその技術をもって代替タンニン類の大規模な搜索と精製、防食効果の確認実験などを行った。

以下にその検討結果の概要を報告する。

## 2. 実験

### 2. 1. 試料

今回の研究で使用した複数の有機溶媒は全て市販の特級品を用いた。

また、抽出の対象になった試料および処理にそのまま使用した試料は以下の通りである。

檜（チップ：採取物）、柿（柿渋水溶液：市販品）、カテキン（試薬：市販品）、漆類（2種類・漆液：市販品）、輸入タンニン類（8種類・粉末：市販品）

これらを対象にして、有効成分の抽出、精製をしながら効果を確認した。

また、これらによって被処理されるテストピースは、冷間圧延鋼板（SPCC）に亜鉛めっきを施した全て同じ大きさの板片である。

### 2. 2. 測定機器

純度評価や管理方法で使用した主な分析機器は、紫外可視分光光度計（UV/自記分光光度計 U-4000（日立製作所））、赤外分光光度計（FT-IR/WINSPEC 100（日本電子））、高速液体クロマトグラフ（HPLC/LC-10AD（島津製作所））などである。

耐食試験（塩水噴霧試験 JIS Z2371-1994）は、(株)サンビックス所有の塩水噴霧試験機で行った。NaCl水溶液(5±0.5%, 35°C)を噴霧し、亜鉛の白錆発生の時間と面積比で評価した。

### 2. 3. めっき皮膜の化成処理方法

処理液は、タンニン類を水に溶かした濃度 0.5 wt% 程度の水溶液を用いた。試験片の化成処理の手順は以下の通りである。

めっき処理後 → 水洗1 → 水洗2(超音波) → 処理液に浸漬(30 sec) → 水洗3 → 乾燥(終了)

## 3. 結果と考察

### 3. 1. 純度管理手法

化合物が分子構造中にベンゼン環や二重結合などの不飽和結合を持っている場合は、紫外・可視領域にその吸収が現れる。これを、紫外吸収スペクトルといい、その吸収強度やシフトによってその化合物を取り巻く環境の情報を得ることができる。

また、紫外・可視領域の全スペクトルが取れなくても、濃度および純度管理に使用するのであれば、特定化合物の固有波長さえ分かれば、その波長での吸収強度から簡単に管理が可能となるため、比較的安価な波長固定型の分光計でも十分に使えるのである。

今回の実験では、まずタンニン酸についてタンニン酸固有の吸収とタンニン酸以外の雑成分の吸収を見つけ出し、次にその比率とタンニン酸の検量線で純度管理を行った。

実験の結果、雑成分の吸収は 199 nm 付近に現れ、タンニン酸固有の吸収は 276 nm 付近に現れることが分かった。多少のオーバーラップはあるものと考えられるが、これを使って前述の手法で管理することができた。タンニン酸以外のタンニン類についても同様の手法により管理することができた。

有機化合物は、炭素、水素、酸素、窒素を主元素としてそれぞれ共有結合によって結びついた構造をしており、それぞれの結合は固有の振動を持っている。有機化合物に中赤外領域の光を当てることにより、これに基づく吸収が現れる。これを赤外吸収スペクトルといい、分子構造の情報を得ることができる。

精製の前後のタンニン類のスペクトルを比較することにより純度の管理が可能となる。この方法では、前述の UV スペクトルよりも細かい分子構造の情報が得られるため、濃度よりも不純物の混入に対しての情報を多く得ることができる。

実験の結果、タンニン類は、メチレン鎖、メチル基に基づく炭化水素鎖の  $2950\sim 2850\text{ cm}^{-1}$  の吸収がほとんど現れないこと、指紋領域を中心に特徴的な吸収を持つものが多いことが分かった。これを使って、炭化水素鎖の吸収がなく、スペクトル全体、特に指紋領域を中心に余計な吸収がないことで不純物の混入を確認、管理することができた。

### 3. 2. 精製方法

今回の実験では、精製の対象物であるチップ、水溶液、粉末と多様な形態に対応できること、実際の精製工程を考えた場合には単純でなるべく少ない工程であることが精製方法を探るうえでの前提条件となった。また、他社の特許<sup>3)5)</sup>にあるような抽出製造方法に抵触しないことも条件である。

従って、特殊溶媒、混合溶媒、クロマト精製などは使用せずに、操作性、後工程が比較的楽な方法を見いだした。以下にその精製方法の個々のステップを列記する。これらを考慮に入れながら対象物に合った精製工程をつくればよい。

- (1) 固液抽出（還流）：極力、液液抽出は避ける  
→ 工程の複雑さ、エマルジョンの発生を避ける
- (2) 有機溶媒は単成分にする：多成分系は繰り返し使用で組成比が変わる  
→ 管理の難しさ、最終処分の複雑さ
- (3) 乾燥性の良い溶媒から抽出を行う：水は最後が良い  
例) [粉末+塩素系溶媒] → 還流 → ろ過 → 乾燥  
→ [粉末+水] → 煮沸 → ろ過 → 水溶液 or 凍結乾燥

### 3. 3. 有用タンニン類の発見

前述の精製方法を駆使してタンニン類を精製し、得られたものから処理液をつくり、亜鉛めっき皮膜の化成処理をおこなった。作成したサンプルを塩水噴霧試

験で評価した。

今回の実験では、輸入タンニン類の中から有効であるものが1つ見つかったほか、漆類については、他の化成処理品とは違った形での白錆発生が認められるなどの興味ある結果が得られた。見つかったタンニンはタンニン酸とほぼ同程度の防食効果が得られている。



図1 新タンニン類化成処理品

## 4. 結言

今回の実験で得られた主な結果を以下にまとめた。

- (1) 効率の良いタンニン類の抽出、分離、精製方法を確立した。
- (2) タンニン類の純度評価、管理方法を確立した。
- (3) 現在化成処理に使用しているタンニン酸よりも安価で同等の防食効果を持つタンニンを発見した。

今後は、さらに新たな処理原料（タンニン類を中心として）の探索とともに、タンニン類の精製を進め、処理液の溶液調整、他の有機系、無機系処理剤との共用などの応用技術を詰めていきたい。

## 参考文献

- 1) 渡辺 孝, 塗装技術, **11**, 126~130 (1980)
- 2) 渡辺 孝, 川崎博信, 垂水英一, 門 智, 金属表面技術, **29-No.1**, 38~42 (1978)
- 3) 公開特許公報, 昭 51-63119
- 4) 公開特許公報, 昭 59-219384
- 5) 公開特許公報, 平 2-231428

# 樹皮繊維原料による壁紙資材の開発

Development of wall paper from raw bark fiber

会津若松技術支援センター 橋本春夫

(株)松竹工芸社 代表取締役 小針 悦也

樹皮繊維原料による壁紙資材の開発を行うため、樹皮ボード製造実験を行いました。その結果、樹皮繊維等を原料とした樹皮ボード製造、スライス加工による単板化が可能となり、新規壁紙資材の開発が成され成果が得られました。

今後、樹皮繊維壁紙資材の成果移転に向け、繊維原料や環境に優しい接着剤等について企業と共同で検討を行う予定です。

Key 杉樹皮、樹皮繊維、樹皮成型、樹皮ボード

## 1. 緒言

製材工場残廃材として排出される樹皮（杉樹皮）の有効利用及び天然繊維資源を活用した壁紙素材の開発を目的として、杉樹皮繊維原料と接着剤用樹脂及び添加剤による樹皮成形化、加熱圧縮装置による成型樹皮ボードの製造実験及び樹皮ボードのスライス加工による単板の製造実験を実施しました。

本製造実験では、パーティクルボードの製造工程を参考にしながら、樹皮ボードの単板化による壁紙資材の可能性を検討しました。

公募型ものづくり短期研究開発事業で、要望された(株)松竹工芸社と共同研究開発として実施しました。

## 2. 実験方法

### 2.2. 樹皮ボードの製造方法

漂白杉樹皮を選別した解繊原料に混合した合成樹脂接着剤等を加えて攪拌混合し、成形枠で混合物を均一な板状成形品を作成しました。その後、表面が乾燥したことを確認したあと、70℃の恒温恒湿機の中で強制乾燥させ、110℃加熱圧縮装置で成型樹皮ボードの製造を行いました。その成型樹皮ボードでの単板化（厚0.15～0.20mm）の可能性について検討を行いました。

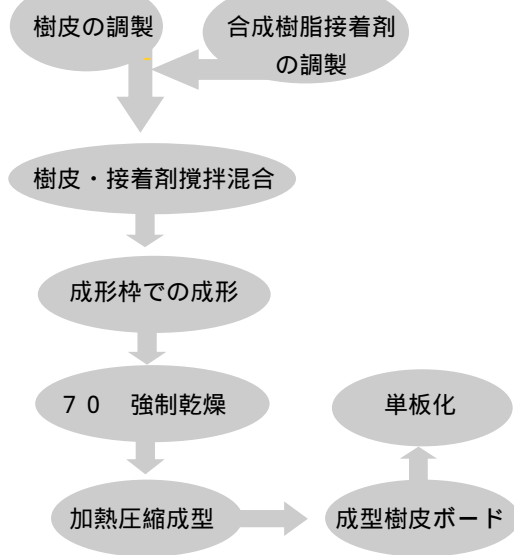


図1 製造実験工程

その基本的な製造実験（図1）における検討要素として、下記項目について検討を行いました。

1. 樹皮繊維原料の選別及び添加原料の検討
2. 合成樹脂接着剤、添加剤の選定及び樹皮混合物の調製、成形品の作成
3. 成形品の乾燥度及び加熱圧縮装置による成型樹皮ボードの作成、単板化

## 3. 結果

### 3.1. 樹皮繊維原料の選別及び添加原料の検討

漂白樹皮繊維原料は、白色内樹皮と堅い黒色外樹皮に選別し、前者は長い繊維状原料と綿状原料からなり、長さ50mm程度に切断し、水分約15%まで乾燥させたものを樹皮主原料として用いました。後者の堅い黒色外樹皮は、乾燥後粉砕機で粉砕しチップ状原料で用いました。

また、樹皮繊維では繊維間空隙が多いことから、2程度のコルクチップを添加原料として用いました。

その樹皮繊維原料の配合調製は、意匠的面及びスライス加工性から、内樹皮：外樹皮粉砕：コルクチップを、約6：3：1の重量比率で配合したものを用いました。

それぞれの原料の性質を表1に、形状を図2示します。

表1 原料の性質

種類	含水率 (%)	密度 (使用状態)	吸水率 (%)
内樹皮	15.2	0.068	320
外樹皮	12.0	0.101	180
コルクチップ	18.2	0.067	270



外樹皮 コルクチップ 内樹皮

図2 樹皮などの原料

### 3.2. 合成樹脂接着剤、添加剤の選定及び樹皮混合物の調製、成形品の作成

軟質で加工性に富む樹皮ボードの開発を目的に、配合調製樹皮に加える合成樹脂接着剤及び膨張剤の混合割合等について検討を行いました。

合成樹脂接着剤、膨張剤の混合割合を表2に示します。樹皮繊維原料に対して5.4～6.4倍(重量比)のその混合接着剤を加えて、攪拌混合、成形による樹皮ボードが単板化での繊維間空隙や軟質化に最も効果が得られました。

樹皮に接着剤を加えた混合物は、ミキサーで20min攪拌混合し、成形枠で混合物を均一な板状成形品(W150×L300×t12)を作成しました。

表2 合成樹脂接着剤などの混合割合

	特殊変性 酢ビ系	酢ビ系	SBR 系	膨張 剤	水
混合 割合 (%)	30	20	20	8	22

### 3.4. 成形品の乾燥度及び加熱圧縮装置による成型樹皮ボードの作成

樹皮成形品の乾燥は、70の恒温恒湿機の中で強制乾燥後、成型木枠内部に樹皮成形品をセットし、加熱圧縮装置(ホットプレス)で圧縮しながら、110設定温度で、25min加熱成型を行いました。

その乾燥度と加熱圧縮装置における成型樹皮ボードの軟質化及び内部空隙率の減少について検討を行いました。

樹皮成形品の70強制乾燥における重量減少経過を図3に示します。乾燥度と成型樹皮ボードの単板化における空隙状態を表3、図4、図5に示します。

樹皮成形品は十分に乾燥させ、110加熱圧縮装置で成型することにより、繊維間空隙や内部未乾燥による樹脂移動からの内部空隙の減少が得られ、最も効果的な単板が得られました。

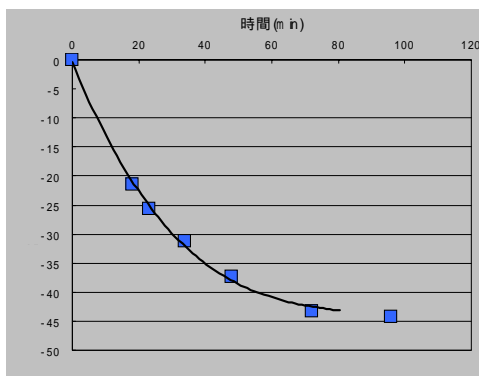


図3 70 強制乾燥における重量減少経過図

表3 乾燥度と樹皮ボードの単板化

70 強制乾燥度		単板の空隙状態
重量減少率 (%)	時間 (hr)	
-28.1	18	板中心部の単板化が不可能
-31.2	30	板中心部の単板に空隙有り(図4)
-45.2	96	板中心部まで概ね単板化(図5)

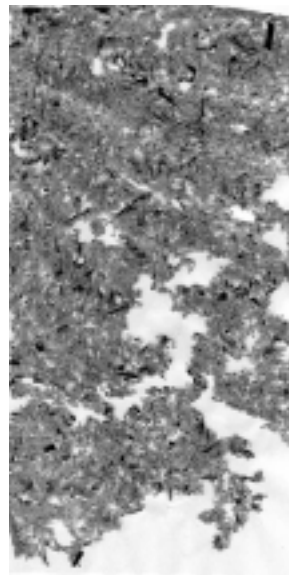


図4 空隙が多い単板

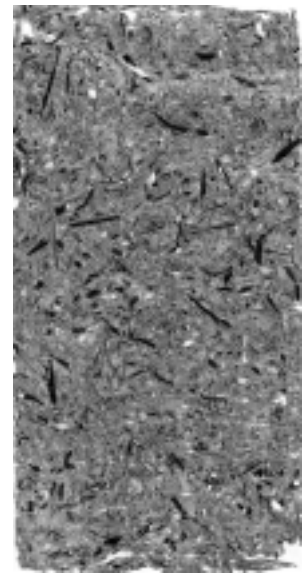


図5 良質単板

## 2. 結言

樹皮繊維原料による壁紙資材の開発を行うため、樹皮ボード製造実験を行いました。その結果、樹皮繊維等を原料とした樹皮ボード製造、スライス加工による単板化が可能となり、新規壁紙(下図)の開発が成され成果が得られました。



今後、樹皮繊維壁紙資材の成果移転に向け、繊維原料や環境に優しい接着剤等について企業と共同で検討を行う予定です。

### 参考文献

1) 小野和雄: "改良木材実験書"

発行所 農業図書株式会社、1973



# ADSL 対応ブロードバンド地域型 ISP の設計

The design of broadband ISP that corresponds to ADSL

応用技術部 高樋 昌 小柴 誠

近年、ブロードバンドネットワークの普及により、通信の高速化、広帯域化が急速に進んでいる。その技術のうち最も普及しているのが ADSL である。この技術はまだ一般的な技術ではないため、福島県内 ISP がブロードバンド ISP をはじめるにあたって、技術的な資料が不足している状況にある。そのため、今後ブロードバンド ISP 創設へ向けてネットワーク構築、運用技術を含む総合的な技術資料として報告書を作成した。

Key words:ブロードバンド、ADSL、ホールセール、低コスト

## 1. 緒言

近年、ブロードバンドという言葉とともに高速通信がより身近なものになり、ブロードバンドネットワークを利用する側ばかりではなく、提供する側にもビジネスチャンスが広がってきている。一方、既存地域 ISP ではユーザ数を確保することが困難な中で、採算割れから撤退を余儀なくされているところが数多く存在しており、いわゆる淘汰期に入ってきていると考えられる。しかし、新規参入を目指す SI 企業や一部の既存地域 ISP にはネットワークのブロードバンド化により、新規ユーザの確保を目指す企業もある。

本研究では、福島県内の SI 企業や地域 ISP から受けた地域ブロードバンド ISP 設立に関する環境、方向性、可能性に関する技術相談に対して、即時性を求められる研究と判断し「ニーズ対応型短期研究開発事業」により調査を行い、福島県内地域ブロードバンド ISP 参入企業に対して指導を行い、一応の知見を得たので報告する。

## 2. 実験

まず、グローバルな観点からブロードバンドネットワークの技術及び市場動向を調査した。調査は政府組織や調査団体の調査結果や新聞を主に用い、展示会などでの聞き取り調査などを付加した。

市場動向調査は世界規模、アジア・北米、日本、東北、福島県の順に行い、ADSL を中心としたブロードバンドネットワークが、今後どのように推移していくかを捉え、最後に福島県の地域特性とあわせて福島県内における地域ブロードバンド ISP の可能性を考察した。また、同時に ADSL を中心としたブロードバンドネットワークに関する技術調査を行い、バックボーンに必要な要素技術や機材を把握した。

次に、福島県内で地域ブロードバンド ISP を新規に運用する場合を想定し、構成、機材、管理・運用をどのようにするかを検討し、今後のブロードバンド ISP

創設へ向けたネットワーク構築、運用技術を含む総合的な技術資料として報告書を作成した。

## 3. 成果

世界的には ADSL を中心としたブロードバンド技術は市場を拓けており、ここ数年は拡大傾向にあることがわかった。しかし、プロバイダ事業としてみた場合、早くも撤退あるいは倒産する大手プロバイダが出ており、売上を落としている DSL 機器メーカーも出てきていることがわかった。

日本における状況は、ADSL 対応ブロードバンド ISP には大手 ISP が次々に参入しており、また次期ブロードバンドネットワーク技術である FTTH も稼動し始めている。従って、現状では DSL 機器を自社で用意し ADSL 対応ブロードバンド ISP を新規事業として興すのは、資本に余裕がない場合は非常に困難であることがわかった。

Table1 ブロードバンドネットワークで利用したいサービス

利用サービス	
1 市民講座や大学講座がテレビ感覚でいつでもどこからでも受講	59.2
2 帰宅前に風呂を沸かしたり空調を遠隔操作	56.8
3 留守宅の戸締り、火の始末を遠隔操作	53.5
4 音楽コンテンツをBGMのように流しながら仕事や家事	50.6
5 英語や視覚講座等をテレビ感覚で受講でき、質疑応答も可能	49.7
6 個人向けネットセキュリティサービス	49.0
7 離れている仲間同士で顔を見ながら思う存分井戸端会議	46.0
8 チラシ等の地域限定広告が時間限定で届く	43.9
9 在宅医療や在宅介護で医師と患者がリアルタイムにやりとり	39.2
10 住宅の維持管理を遠隔監視	39.1
11 欠席した公演会や展示会を後からバーチャル体験	37.9
12 自宅にいる高齢者や子供を遠隔監視	36.9
13 行政情報や地域イベント情報を向こうから随時届く	36.9
14 在宅患者を専門機関が24時間遠隔監視	35.7
15 パソコンのヘルプデスクをテレビ会議方式の双方向で利用	34.0
16 企業や行政への問い合わせがテレビ会議のようにリアルに出来る	32.5
17 幼稚園にいる子供を遠隔監視	31.2
18 パソコン内のファイルをネット上で共有管理	27.0
19 学校を欠席した子供が自宅から授業に参加	25.3
20 チラシ情報や地域情報をテレビCMのように流しながら仕事や家事	22.0
21 地域の掲示板にいつでもどこからでも投稿	20.9
22 建替、リフォームの相談をネット上で実物を見ながら対話型で	18.4

出典:情報通信情報研究所 <http://www.icr.co.jp>

一方、ユーザ側はブロードバンドネットワークに期待するものとして Table1 に示すとおり、地域密着型の即時性の高い情報提供を多く望んでいることがわかった。これは、大手 ISP が力を入れている映像コンテンツ主体のサービスとは方向性が違うため、この分野において地域ブロードバンド ISP の参入する余地は充分あると考えられる。

以上のことから、

- ① 地域でブロードバンド ISP を運営する際は、フレッツ ADSL のようなホールセール型のサービス(通信回線の卸売り)を利用し、事業展開を図るほうがリスクは少ない。<sup>1)など</sup>
- ② 今後は FTTH がブロードバンドの主流になることが想定されるため、ADSL に関する設備投資は行わず、地域コンテンツや SI 業務に力を入れた事業運営形態が望ましいと考える。<sup>2)など</sup>
- ③ 地域 ISP 間の連携を深め、利便性の向上や会員に特化したサービスを提供するなど、大手 ISP との差別化を図る。<sup>3)など</sup>

という事がわかった。従って、地域ブロードバンド ISP を新規に構築する場合は、独立系のプロバイダとしてバックボーンからコンテンツまでを自社で構築するのではなく、ホールセール型サービスを利用し、ユーザが必要としている地域コンテンツを充実させ、できるだけ多くのユーザを確保することを第一条件に、インシヤル・ランニングコストを抑え、かつブロードバンド ISP 構築で得た技術力を他業務に活用することを考慮に入れ事業化する必要がある。

ネットワーク構成は通信事業者と専用線接続を行い、ISP 内部にサーバ機器を設置し、1次プロバイダと接続してサービスを提供する形態が最も現実的であることが分かった。また、セキュリティ上の問題と運用コストを下げるためにも Fig.1 に示したサービス系統と Fig.2 に示した監視系統を分離し、徹底した監視体制を整える必要がある。サービス系統と監視系統を分離したネットワーク構成は、ブロードバンドネットワークを運営する上で今後の主流になると考えられる。特

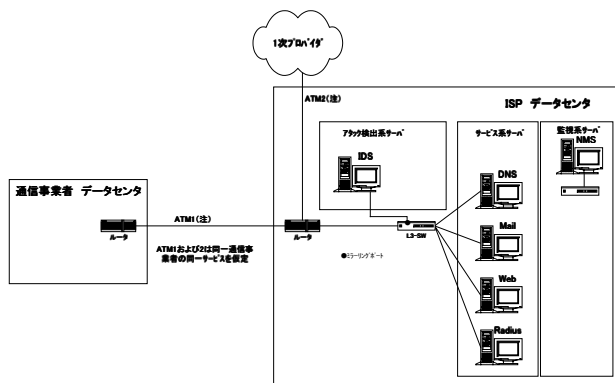


Fig.1 ネットワーク構成図 (サービス系統)

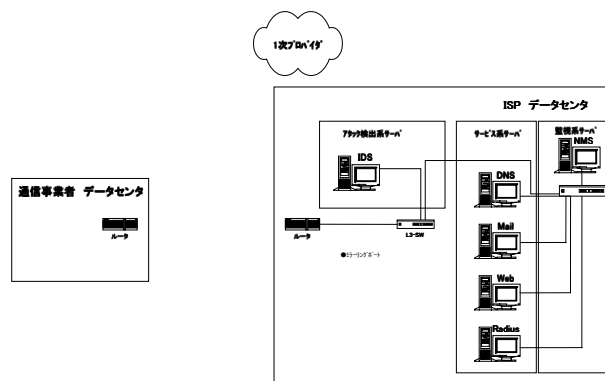


Fig.2 ネットワーク構成図 (監視系統)

に監視系統は、ユーザへ質の良いサービスを提供するために充実させる必要がある。

#### 4. 課題

地域 ISP が大手 ISP と対等にブロードバンド事業に参入するには、ホールセール型のサービスを利用し、ネットワークの構築から維持管理までをいかに安価に実現できるかがポイントとなる。特に、福島県がネットワーク過疎地域であるということから、安易に既存の ISP 事業の拡大程度でブロードバンド ISP を立ち上げた場合、ユーザの確保が十分に満足されない可能性があるばかりでなく、大手 ISP に流れる可能性が非常に大きい。これらのことから、現在のところ ADSL に限ってみれば新規参入は非常に大きなリスクを伴うものであると考えられる。

#### 参考文献

- 1) 総務省総合通信基盤局、統計局  
(<http://www.soumu.go.jp>)
- 2) 日経産業新聞 (<http://www.nikkei.co.jp>)
- 3) 社団法人テレコムサービス協会  
(<http://www.telesa.or.jp>)

# 画像処理による寸法測定装置の開発

A development of measurement system make use of image processing

応用技術部 高橋 淳 大内 繁男

小型電子部品の検査工程で寸法測定を自動化するために、画像処理を利用した寸法測定装置を開発した。一度に複数個の位置や寸法を非接触で測定し、製品の良否を判定することができる。

画像処理装置の構成は、拡散照明装置、テレセントリックレンズ、CCD カメラ、画像を入力するフレームグラバード、パーソナルコンピュータなどからなっている。

寸法測定や、位置測定では、カメラキャリブレーションが重要である。カメラキャリブレーションを自動化するために、ロンキールーリングという平行線を規則正しくガラス板に配列したものをを用いた。CCD カメラには、テレセントリックレンズを取り付けた。テレセントリック光学系では、カメラと測定対象物の距離が変化しても像の大きさがほとんど変化しないので誤差の少ない測定ができる。開発した寸法測定装置では、測定分解能が13.4  $\mu\text{m}$ であった。

Key words:画像処理、寸法測定、位置測定、パターン認識、検査

## 1. 緒言

画像処理を利用した、小型電子部品の寸法測定装置を開発した。開発した寸法測定装置は、非接触で複数の位置計測を同時に実行できる。

正確な位置計測を行うために、テレセントリックレンズを使用した。カメラキャリブレーションの基準画像には、ロンキールーリングという平行線を規則正しく配置したガラス板を利用した。プログラム開発には、VisualBASIC6.0 を使用した。

以下、2.では寸法測定装置の構成、3.では画像処理手法について述べる。

## 2. 寸法測定装置の構成

図1に開発した寸法測定装置の構成を示す。テレセントリックレンズを取り付けた白黒 CCD カメラ、拡散照明装置、画像を取り込むフレームグラバード PXC-200L、パーソナルコンピュータなどからなっている。PXC-200L は、パーソナルコンピュータの PCI バスのスロットに組み込まれている。画像処理データの入出力プログラムの開発は PXC-200L に付属しているライブラリを使用し、画像処理プログラムは

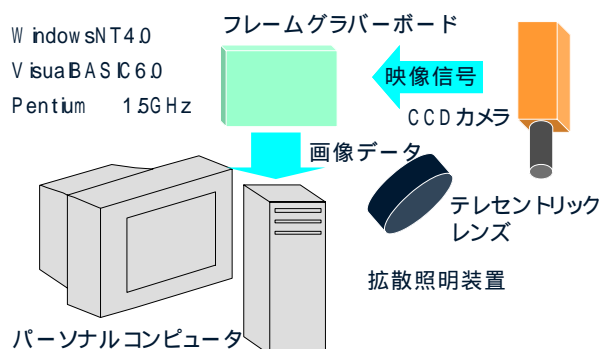


図1 寸法測定装置の構成

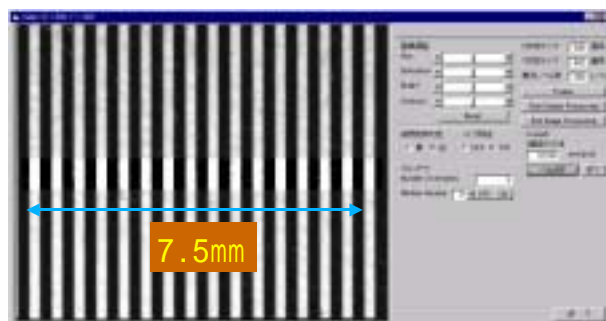


図2 カメラキャリブレーション

VisualBASIC6.0 で開発を行った。テレセントリックレンズには、以下のような特徴がある。

主光線が光軸に対して平行である。

物体とレンズの距離による位置誤差が少ない。

寸法誤差が少ない。

テレセントリックレンズでは、レンズの倍率がほぼ一定なのでカメラキャリブレーションを一度行えばよい。カメラキャリブレーション用の基準画像としては、平行線を規則正しく配置したロンキールーリングを使用した。図2に示すように、ロンキールーリングをカメラで撮影し、画像中にある黒線と白線のペアの数を数え、画素数を求めることによって自動的に1画素あたりの寸法を求めることができる。図2に実際にカメラ

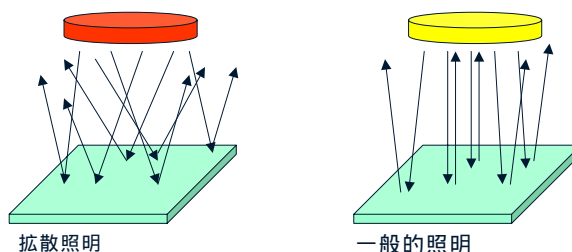


図3 拡散照明と一般的照明

ラキャリブレーションを行った画面を示す。倍率1倍のテレセントリックレンズを使用したときに1画素の寸法は13.4 μmであった。

画像処理装置を応用する場合には、照明が重要である。検査対象の部品が金属を使用していたので、金属表面の正反射の影響を受けないようにするために拡散照明装置を使用した。

拡散照明と一般的な照明の違いを図3に示す。一般的な照明では、鏡面状の物体からの反射光が非常に強くなる部分があって金属表面の状態を観測しづらくなることがある。拡散照明を使うと、正反射がほとんどなく、鏡面状の物体の表面状態を観測しやすくなる。

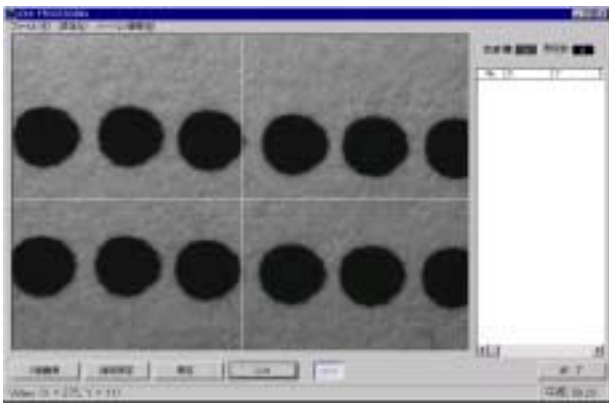


図4 位置計測プログラムの画面

### 3. 画像処理プログラムの開発

画像処理プログラムは、VisualBASIC6.0 を使用して開発した。汎用の画像処理サブルーチンパッケージである SPIDER を参考に制作した。<sup>(1)</sup>

主なプログラムとしては、濃淡ヒストグラム、判別分析法、画像の2値化、2値画像のラベリング、ラベ

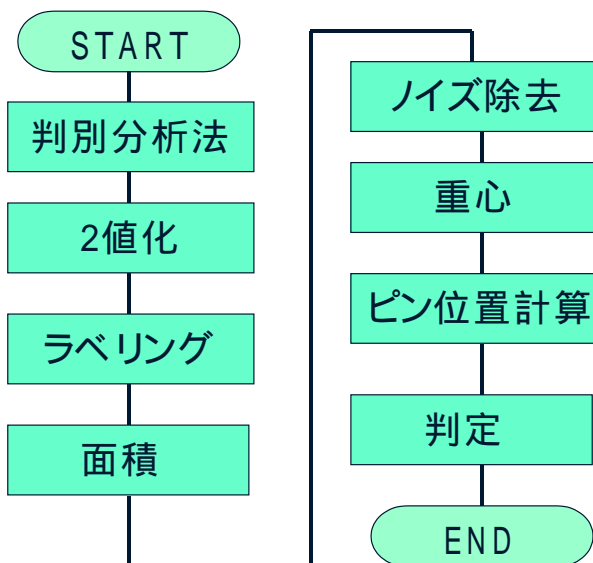


図5 位置計測プログラム

ル画像の面積、重心、輪郭線などを求めるプログラムである。

図4に実際に開発した位置計測プログラムの表示画面を示す。撮影画像中の黒い穴の中心位置を求め各穴の間隔を測定している。

位置計測プログラムの処理手順は図5に示したようになっている。入力画像のサイズは640×480画素で濃淡値は256レベルである。

照明や周囲の明るさの変化に影響されにくい画像処理を行うために、始めに入力濃淡画像の濃度ヒストグラムを求めている。濃度ヒストグラムから判別分析法によって2値化のための最適しきい値を求めている。求めたしきい値で濃淡画像を2値化する。2値化された画像はラベリングされ1個1個の穴が分離される。ラベル付けされた画像の面積を計算することにより、面積が基準値以下のものをノイズとして除去する。

ノイズを除去したラベル画像の重心を計算すると、ラベル画像の中心座標が求まる。測定対象は図4に示すように円形の穴で、重心の座標が円の中心になっている。得られた座標値は、ラベル付けされた順序に並んでいるので、XY座標の大きさ順に並べ替えを行う。

中心座標を表に表し基準値と比較することによって良品不良品の判定をする。

### 4. 結言

小型電子部品の検査を行う寸法測定装置を、パーソナルコンピュータとフレームグラバードを使って製作した。

画像処理プログラムは、汎用画像処理プログラム集の SPIDER を参考に基本的な画像処理モジュールを開発した。

パーソナルコンピュータの高速化に伴って、画像処理をパーソナルコンピュータで実行することが可能になってきたが、積和演算を多数繰り返す重心計算などは負担が重い。

今回開発した装置では、高速な処理は要求されていなかったが、重心計算でほとんどの時間を費やしていた。

今回開発したプログラムでは、測定対象に応じていくつかのウィンドウを設定し、処理範囲を限定して処理時間を削減できるようにしている。

今後は、ユーザインタフェースの改善、入力画像の評価機能、周辺機器との通信機能などを追加する予定である。

### 5. 文献

- (1) SPIDER 作業グループ,"画像処理サブルーチン・パッケージ,"共同システム開発 ,Feb.1984.

# 圧力センサのレーザ溶接技術

## ーパルス出力による検討ー

### Laser Welding for Pressure Sensor

#### -Discussion of Pulse Beam Application-

いわき技術支援センター 佐藤善久 安藤久人  
生産技術部 藤井正沸  
株式会社ピュアロンジャパン 高橋 誠 猪狩明大

企業より、圧力センサの低入熱・低欠陥の溶接技術を開発したいとの相談を受け、板金の溶接切断で実績のある、炭酸ガスレーザ溶接の適用を検討した。炭酸ガスレーザ溶接では欠陥の発生が問題であるが、パルス出力による加工条件の最適化により、ブローホールを連続出力の約5分の1に低減することができた。それらの結果をもとに、実製品の溶接加工を行った。圧力センサに熱的ダメージを与えることなく、高品質な溶接加工を達成することができた。

Key words: 炭酸ガスレーザ溶接、連続出力、パルス出力、ブローホール

## 1. 緒言

半導体製造・自動車関連に使用されている圧力センサを製作している企業より、電子ビーム溶接 (EBW) に劣らない低入熱で低溶接欠陥の溶接技術を開発したいとの相談を受けた。

そこで、入熱が小さく、板金加工の溶接・切断でも実績の高い炭酸ガスレーザ溶接での検討を行った。炭酸ガスレーザ溶接は、ブローホールが出やすいが、パルス出力による加工条件の最適化を行い、溶接欠陥の発生を低減 (連続出力の5分の1) できることがわかった。また、レーザ加工時、センサ部の温度上昇を測定し検討を行った。



図1 炭酸ガスレーザ加工装置

## 2. 実験

### 2. 1. レーザ加工装置

レーザ溶接実験には、炭酸ガスレーザ加工装置 (三菱電機, ML806T3-56036D) を用いた。

表1にレーザ加工装置の使用と、図1に溶接加工装置を示す。

表1 炭酸ガスレーザ加工装置の使用

定格出力	3.6kW(最大 5kW)
波長	10.6 $\mu$ m
横モード	低次マルチ
最大加工送り速度	15m/min
対象ワーク寸法	850×19t (最大)
ターンテーブル	66.7r.p.m. (最大)

### 2. 2. 連続出力とパルス出力

本実験では、圧力センサ溶接のための最適条件を選定するため、連続出力の場合とパルス出力の場合とで溶接を行い、比較検討を行った。

連続出力は、レーザ加工開始から終了までレーザビームを持続させる出力方法である。一方、パルス出力は、加工時にレーザの出力をデューティ (%) に応じてON, OFFさせる出力方法である。このとき、パルスは矩形パルスを使用した。

このとき、デューティが100%で連続出力となる。

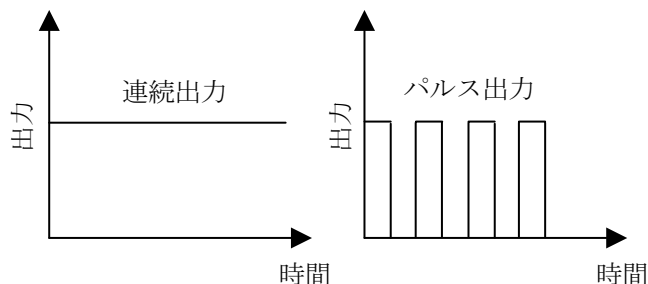


図2 連続出力とパルス出力

## 2. 3. 溶接実験

### 2. 3. 1 最適条件の選定

パルス出力による最適な溶接条件を選定するため、発振周波数とブローホールの関連について検討した。ステンレスの板材（40×100×4t）をクランプ治具で固定し、その端面をレーザ溶接した。その後、放射線透過試験により、溶接欠陥の確認を行った。

焦点間距離 4mm、ノズル径 4mm、加工速度 30mm/s に設定し実験を行った（図2を参照）。

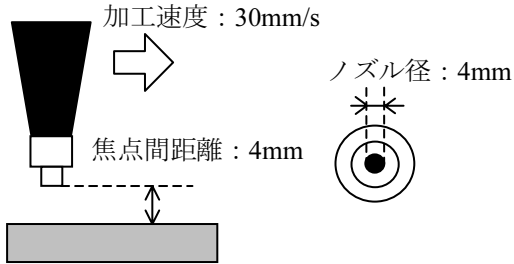


図2 最適条件選定の実験方法

### 2. 3. 2 パイプ溶接

最適条件をもとにパルス出力の効果を見るため、圧力センサと溶接施工方法の類似したパイプ材の溶接を行い、検証した。図3に、使用したパイプ材の寸法を示す。

レーザ加工装置の台の上に、ロータ（図4参照）を設置し、パイプを回転させその外周を全周溶接した。

また、パイプ材の継手強度を、引張試験により評価した。

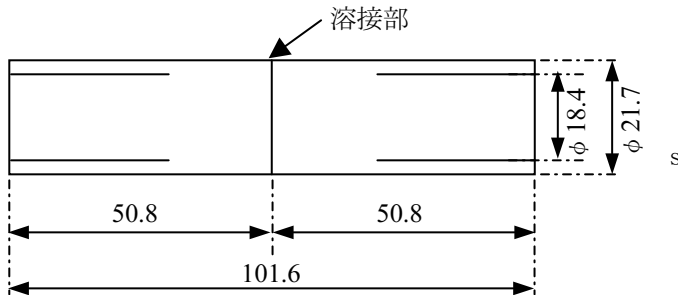


図3 パイプ材の寸法

### 2. 3. 3 圧力センサ（実製品）溶接

実製品である圧力センサで、溶接を行った。パイプ材の溶接と同様に、圧力センサをロータに固定し、回転させることでその外周を溶接した。このとき、圧力センサの加工時の温度変化を温度測定機（NEC 三栄, TH3103）で測定した。図4に溶接方法を、図5に溶接時の出力とロータの回転角度との関係を示す。

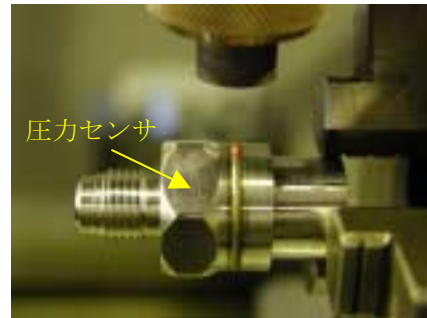
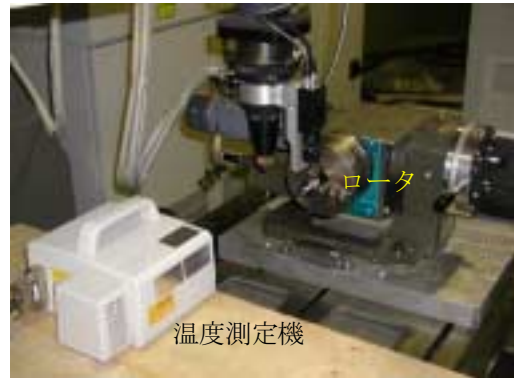


図4 圧力センサの溶接方法

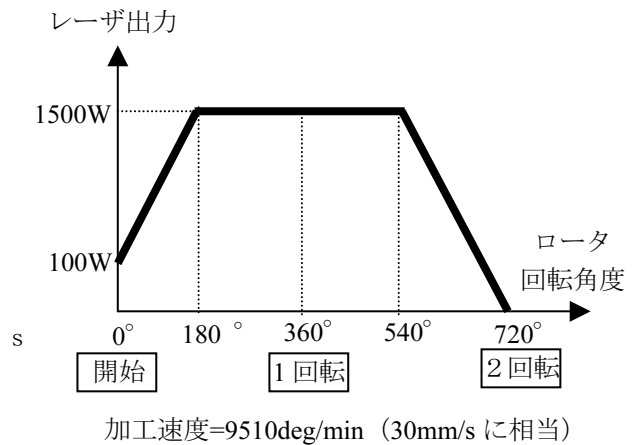


図5 溶接条件

### 3. 結果

#### 3.1 最適条件

##### (1) 最適周波数の選定

パルス出力による最適な溶接条件を選定するため、発振周波数とブローホールの関連について検討した。欠陥数は放射線透過試験により、確認した。

図6に示すように、周波数 70Hz で欠陥数が最少であった。

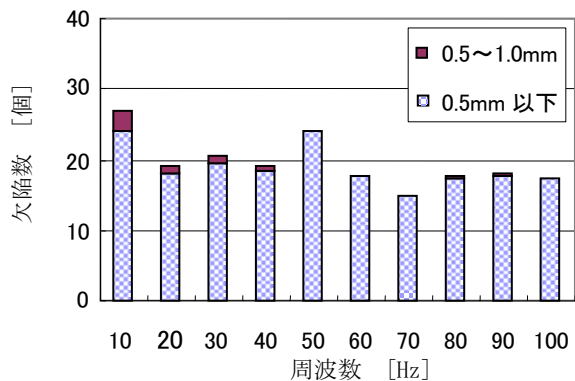


図6 周波数と欠陥数の関係  
(最大出力 2.5kW, デューティ 60%, N=5 で固定)

##### (2) 最適条件の選定

最適周波数の結果を受けて、周波数一定 (70Hz) の条件で、最大出力 (1kW, 1.5kW, 2kW 2.5kW) とデューティを変え、欠陥数を測定した。このとき、溶接の溶込み深さを測定した。その結果を図7に示す。

最大出力 1.5kW, デューティ 50%で欠陥数が最少となった。

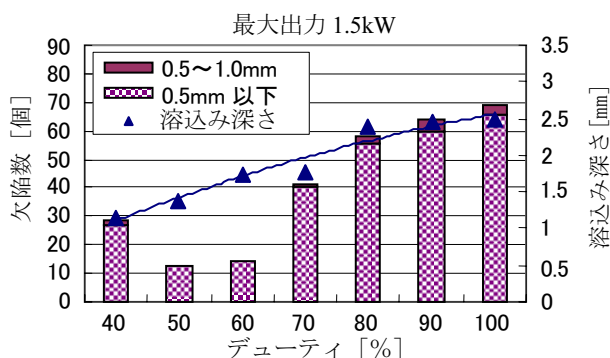
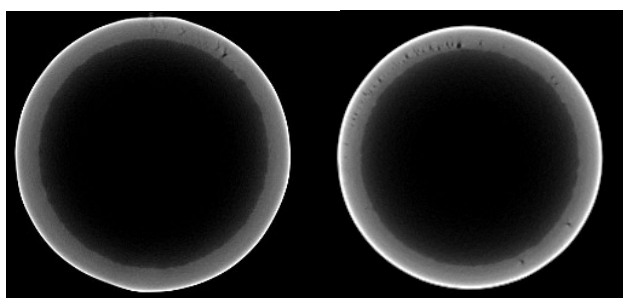


図7 最適条件の選定

#### 3.2 パイプ溶接

パルス出力の効果を見るため、ステンレス製のパイプ材を溶接した。継手は圧力センサと同じ、I開先突き合わせ溶接で全周溶接を行った。図8にパイプ溶接部の X線 CT スキャン画像を示す。明らかなように、連続出力よりもパルス出力で欠陥が少ないことがわかった。このとき、主な溶接欠陥は、ブローホールであった。

また、パルス出力により低欠陥溶接を行ったパイプ材の継手強度を測定し、TIG 溶接の場合と比較した。その結果を、表2に示す。炭酸ガスレーザー溶接では、強度が 58.0kN と TIG 溶接と比較しても十分な値がえられた。



パルス出力 連続出力

図8 パイプ材の溶接

表2 破断強度

	継手強度 (kN)	母材強度 (kN)	破断部
レーザー溶接	58.0	59.8	溶接部
TIG 溶接 (自動)	53.0~56.9		母材部

#### 3.3 圧力センサ (実製品) 溶接

上述の結果より、実製品でのレーザー溶接を行った。実験条件を表3に、レーザー溶接後の外観を図9に示す。

試料 No.1 は、先の実験でえられた最適条件を、試料 No.2 は窒素ガスアシストの効果を検証するために、欠陥の出やすい条件である連続出力 (デューティ 100%) で溶接を行った。

表3 圧力センサ溶接の実験条件

	試料 No.1	試料 No.2
最大出力	1.5kW	1kW
周波数	70Hz	70Hz
加工速度	30mm/s	30mm/s
デューティ	50%	100%
アシストガス	アルゴン	窒素

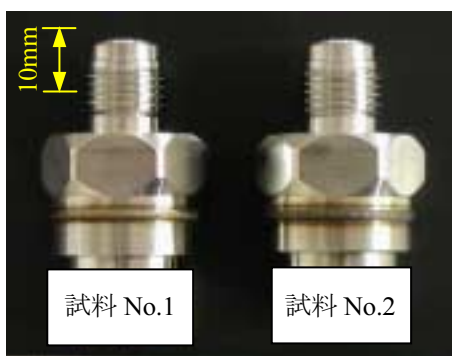


図9 レーザ溶接された圧力センサ

また、レーザ加工時の温度測定結果を図10に示す。試料No.1でピーク温度が82.7℃、試料No.2で90.7℃といずれの場合でも、加工上限温度130℃以下となった。

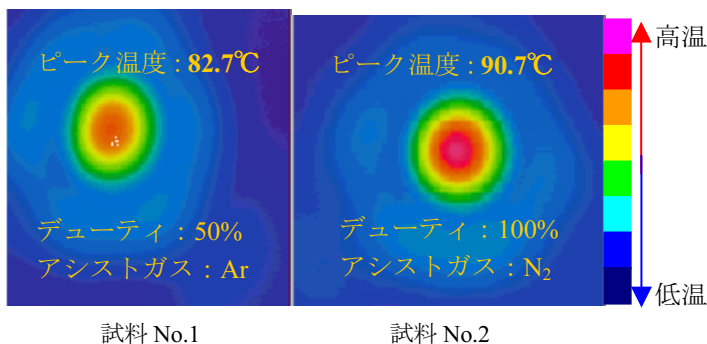


図10 加工温度

また、これら2試料の非破壊検査の結果を図11に示す。いずれも、ブローホールなどの溶接欠陥は見られなかった。また、連続出力であっても窒素ガスアシストの場合には、欠陥が見られなかった。

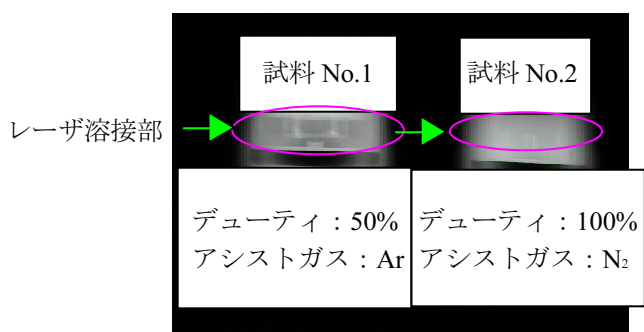


図11 非破壊検査

#### 4. 結言

本研究の結果から、パルス出力による炭酸ガスレーザ溶接により、低入熱・低欠陥の溶接技術が達成できた。これらにより、圧力センサなど加工基準の非常に厳しいものでも、最適条件を選定することによりレーザ溶接が可能である。

#### 参考文献

- 1) 川口 勲 他：“パルス溶接によるポロシティの低減”、溶接学会全国大会講演集概要第67集、pp.100-101、2000、Sep.
- 2) 佐藤善久 他：“高純度ガス配管の高精度レーザ溶接”、福島県ハイテクプラザ研究報告書、pp.27-31、2001、Feb.
- 3) ランカスター：“溶接アークの物理”、社団法人溶接学会、溶接アーク物理研究委員会、pp.339-343、1990、Nov.



# 画像処理によるジャンケンマシンの開発

A development of Janken machine make use of image processing

応用技術部 高橋 淳 大内 繁男

福島県で開催された「うつくしま未来博」の未来産業館に、画像処理を利用したジャンケンマシンを出展した。ジャンケンマシンが画面上に出した手と、対戦相手の手を比較して勝ち負けを判定する装置である。ジャンケンマシンは、パーソナルコンピュータ、映像を入力するフレームグラバースタックボード、カラー CCD カメラ、照明装置などから構成されている。プログラム開発には VisualBASIC6.0 を使用した。

誰にでも容易に使えるように、ジャンケンマシンには起動停止以外に必要な操作はない。ジャンケンマシンの動作に必要なパラメータは自動的に設定している。設置場所における室内の明るさの変動、対戦相手の不均一な手の大きさ、手を出してくるタイミングや方向のちがいなどに対応できるようにプログラムを設計した。ジャンケンマシンは、約 3 ヶ月の間、特に誤動作もなく安定に動作した。

Key words:画像処理、パターン認識

## 1. 緒言

平成 13 年 7 月 7 日から 9 月 30 日まで開催された、うつくしま未来博の未来産業館に、画像処理を利用したジャンケンマシンを出展した。ジャンケンマシンが画面上に出した手と、対戦相手の手を比較して勝ち負けを判定する装置である。

ジャンケンマシンは、1.5GHz の Pentium を搭載したパーソナルコンピュータと、映像を入力するフレームグラバースタックボード PXC-200L、カラー CCD カメラ DC-700 から構成されている。プログラム開発には、VisualBASIC6.0 を使用した。OS は WindowsNT4.0 である。基本的な画像処理プログラムは、SPIDER<sup>(1)</sup>を参考にして開発した。

ジャンケンマシンの動作環境では、室内の明るさの変動、対戦相手の不均一な手の大きさ、手を出してくるタイミングや方向のちがいなどがある。ジャンケンマシンの設置場所で考えられる環境変動のもとで、常に安定して動作するシステムを設計した。

ジャンケンマシンを操作する側も、対戦する側も画像処理やコンピュータに詳しくない人がほとんどなので、起動、停止以外の動作はすべて自動化した。

以下、2.ではジャンケンマシンの構成、3.では手の形状認識方法について述べる。

## 2. ジャンケンマシンの構成

ジャンケンマシンの開発期間が 4 ヶ月と短期間であったので、高速なパーソナルコンピュータと高級言語を使用することにした。画像入力部には、カメラから取り込んだ画像を VisualBASIC のプログラムで画像配列に直接取り込めるフレームグラバースタックボード PXC-200L を使った。画像処理は、リアルタイム処理が必要となるため、開発時点で入手できる最高速の

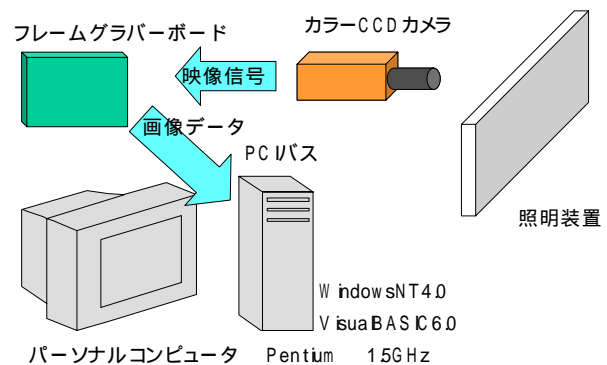


図1 ジャンケンマシンの構成

CPU と PCI バスが搭載されたパーソナルコンピュータを使用した。

図 1 にジャンケンマシンの構成を示す。カラー CCD カメラが接続されたフレームグラバースタックボード PXC-200L は、パーソナルコンピュータの PCI バスのスロットに組込まれている。PXC-200L に付属しているライブラリを使用して VisualBASIC6.0 でプログラム開発を行った。

PXC-200L は、1 画面を  $640 \times 480$  画素の  $1/2^n$  ( $n=0 \sim 4$ ) で画像を入力することができる。今回開発したジャンケンマシンでは、画像処理速度を速めるために  $160 \times 120$  画素で使用した。

画像処理用のプログラムとしては、濃淡画像のヒストグラム計算、判別分析法によるしきい値の選択、ラベリング、ラベル画像の面積計算、ラベル画像の重心計算、2 値画像の輪郭線抽出などを製作した。基本的な画像処理プログラムは、SPIDER を参考にした。画像処理プログラムの構造は今後の利用も考えて、汎用性を重視した。



(a)グウ 15



(b)チョキ 28



(c)パー 47

図2 手の形状と特徴量

### 3. 画像処理手法

ジャンケンマシンとして要求される条件として、一度起動したら安定して動作することが重要である。周囲の明るさの変動や、不均一な手の形、手が出てくる方向などに影響を受けることなく、正しく勝敗を判定する必要がある。ジャンケンマシンの取り扱いでは、使用する側も、対戦する側も画像処理やプログラムについては知識を持っていないことがほとんどなので、操作する部分を最小にすることを目標にした。

#### 3.1 手の形状認識

不特定多数の人が対戦するジャンケンマシンのために、手の大きさ、指の太さや長さ、手が出てくる方向などに影響を受けない認識方法を検討した。

手の形状を認識するために使用したのは、(1)式に示す値である。

$$(\text{特徴量}) = \frac{(\text{周囲長})^2}{(\text{面積})} \quad (1)$$

(1)式に示す特徴量は、図形の複雑度を表している。凹凸の多い図形は特徴量の値が大きくなり、円に近い図形は特徴量が小さくなる。半径  $r$  の円の場合は特徴量が 13 で、1 辺の長さが  $r$  の正方形の場合は特徴量が 16 になる。円も正方形も  $r$  の値によらず特徴量は形状によって同じ値になる。

図2に、グウ、チョキ、パーの認識を行った画像と特徴量を示す。(1)式からもわかるが、方向に関する要素がないので、画面のどの方向から手を出しても特徴量に変化がほとんどない。特徴量は、図形の周囲長が  $n$  倍になれば面積が  $n^2$  倍になると考えると画像の倍率によって特徴量は変化せず、形状による固有の値を示すことになる。

$$(\text{グウ}) < (\text{チョキ}) < (\text{パー}) \quad (2)$$

グウ、チョキ、パーの特徴量には(2)式のような関係がある。

ジャンケンマシンのプログラムでは、グウとチョキを分離するしきい値を 25、チョキとパーを分離するしきい値を 40 とした。

出した指を特定していないので、中指と人差し指を出しても、親指と人差し指をだしてもチョキと判断することができる。問題点としては、指を 3 本または 4 本出した場合、しきい値の設定値によってチョキと判断されたりパーと判断されることである。グウ、チョキ、パー以外であることを認識するためには指の本数を数える必要がある。

#### 3.2 照明と画像処理プログラム

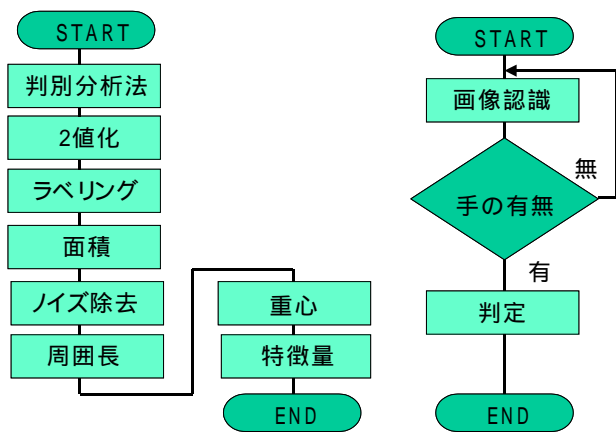
未来産業館の照明は、天候の変動による室内の明るさの変化や、多くの人が入り出すことによって周囲の明るさが大きく変動することが考えられた。画像処理装置を安定に動作させるためには、室内の明るさの変化に追従できる機構が必要になる。

撮影画像から手を検出するためには濃淡画像を 2 値化している。しきい値を固定すると周囲の明るさの変化によって正しい 2 値画像が得られない可能性が高い。周囲の照明の変化から影響を受けにくい照明と 2 値画像の取得方法について検討した。

ジャンケンをリアルタイムで行うためには、画像処理に要する時間をなるべく短くしなければならない。手の認識に必要な前処理の負担をなるべく減らすことを考え、撮影条件を工夫した。画像処理プログラムに



図3 ジャンケンマシンの設置状況



(a) 画像処理手法 (b) 勝負の判定

図4 ジャンケンの手順

は、予期せぬノイズや照明条件の変動にも耐えられるような機能を持たせた。

ジャンケンマシンの設置状況を図3に示す。人形の右手にカメラが組み込まれている。人形の左手の下にバックライトがある。白い長方形のバックライト上で手を出してもらい、背景の処理や影の影響を除去している。1台のカメラで撮影しているため、手のひらをカメラの視線方向に対して垂直に出してもらう必要がある。

画像処理の手順は図4に示すようになっている。160×120×8ビットの濃淡画像を取り込み、濃淡値のヒストグラムを作る。2値画像を作るために、判別分析法を用いて濃淡値のヒストグラムから、しきい値を決定する。統計的手法によって求めたしきい値で濃淡画像を2値化する。2値画像にはノイズ成分が含まれている可能性があるため、ラベリングを行う。ラベリング終了後、各ラベル画像の面積を計算する。最も面積が大きなラベル画像を手であると判断する。手と判断されたラベル画像以外の画像は消去する。手の面積計算を行った後に重心も計算している。

以上の作業で画像中には手の2値画像だけが残る。手の面積はすでに求まっているので、周囲長を計算し、(1)式で特徴量を求める。あらかじめ設定した2つのしきい値を基に、手の形状を判断する。

以上の作業で、ジャンケンの対戦相手の手が何を出しているのか判断できる。

### 3.3 しきい値の決定方法

図3に示したジャンケンマシンを設定した会場では、太陽光や入場者によって照明が大きく変動することが予想された。

ジャンケンマシンでは、カメラで撮影した画像中から手を抽出するために、画像の2値化を行っている。入力画像の2値化結果が、手の認識結果に大きな影響

を及ぼす。白く光るバックライトの前で手を出してもらおうようにしたが、外乱による影響を受けにくいプログラムを組んだ。周囲の明るさの変化に対応できる2値化のためのしきい値決定方法として、判別分析法を採用した。

手を撮影した入力画像は、手と背景からなっている。入力画像のヒストグラムを作ると、手の部分と、背景の部分の2つの山がある双峰性のヒストグラムになる。

入力画像の濃淡レベル数  $L=256$ 、全画素数  $N=160 \times 120$ 、濃淡値  $i(i=0 \sim 255)$  の画像数を  $n_i$  とする。

濃淡頻度確率  $p_i$  は(3)式、全画像の平均濃淡値  $m$  は(4)式のようになる。

$$p_i = \frac{n_i}{N} \quad (3)$$

$$m = \sum_{i=0}^{L-1} i p_i \quad (4)$$

しきい値を  $t$  としてヒストグラムを  $C_1$  と  $C_2$  の2つのクラスに分離する。

$$C_1 = \{0 \sim t\} \quad (5)$$

$$C_2 = \{t+1 \sim L-1\}$$

しきい値を  $t$  とした場合、濃淡値の0次モーメント  $s_0$  と、1次モーメント  $s_1$  は(6)式、(7)式のようになる。

$$s_0 = \sum_{i=0}^t p_i \quad (6)$$

$$s_1 = \sum_{i=0}^t i p_i \quad (7)$$

クラス  $C_1$  の画素の生起確率  $p_1$  と、クラス  $C_2$  の生起確率  $p_2$  は(8)式、(9)式となる。

$$p_1 = \sum_{i=0}^t p_i \quad (8)$$

$$p_2 = \sum_{i=t+1}^{L-1} p_i \quad (9)$$

クラス  $C_1$  の平均濃淡値  $m_1$  とクラス  $C_2$  の平均濃淡値  $m_2$  は、(10)式、(11)式に示すとおりになる。

$$m_1 = \sum_{i=0}^t \frac{i p_i}{p_1} = \frac{s_1}{p_1} \quad (10)$$

$$m_2 = \sum_{i=t+1}^{L-1} \frac{i p_i}{p_2} = \frac{m s_1}{p_2} \quad (11)$$

ここでは、(12)式の関係がある。

$$p_1 m_1 + p_2 m_2 = m \quad (12)$$

以上のことから、 $C_1$  と  $C_2$  の2つのクラス間の分散

$$\begin{aligned} \sigma^2 &= p_1 (m_1 - m)^2 + p_2 (m_2 - m)^2 \\ &= p_1 p_2 (m_1 - m_2)^2 \\ &= \frac{(m_1 - m_2)^2}{p_1 p_2} \end{aligned} \quad (13)$$

(13)式で  $t$  を0から255までの範囲で変化させ、分散が最大になる  $t$  を2値化のための、しきい値としている。

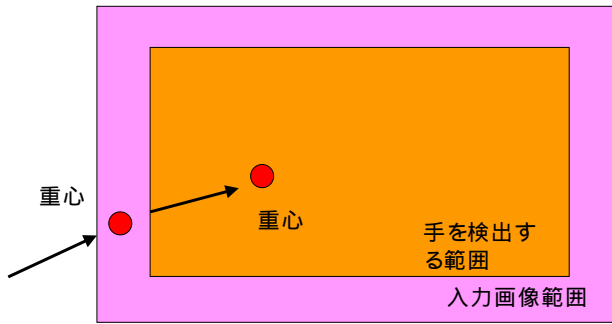


図5 画像中の重心の移動

### 3.4 手の有無の検出

ジャンケンマシンで、どのようにしたら人間対人間の霧囲気でジャンケンができるか検討した。スイッチによる ON、OFF 信号や、音声信号をトリガ信号としてジャンケンを開始することを検討したが、最終的に画像中に手が出現したことを検出してジャンケンを開始するようにした。

手の出現を検出するために2つの方法を用いている。最初に、濃淡値のヒストグラムを監視し、ヒストグラムの山が1つだけの場合は背景を撮影していると見なして画像のサンプリングを繰り返すようにした。

2番目に、2値画像の重心を求め、図5に示すように、重心が画像の周辺部分を通過して、中央部分に移動した場合に手が出たと判断するようにした。

図2の(a)、(b)、(c)の中央部に白い点で表示されているのが実際に計算で求めた手の重心である。



図6 勝率の決定

### 3.5 ジャンケンの勝敗

ジャンケンの最後の処理として勝敗を判断する必要がある。今回開発したジャンケンマシンは最強のジャンケンマシンということで、すべて後出しをしている。パーソナルコンピュータの画面上に表示したスライダーを0から100の間で調整することにより勝率を自由に制御できる。

勝負は、1/3の確率であいこになり、残り2/3をスライダーの設定値と乱数によって勝ち負けを決めている。

図6に勝率を決定するスライダーの画面を示す。図6



図7 ジャンケンマシンの画面表示

の画面は通常は、対戦相手に見えないようになっている。

対戦相手の手が出て、ジャンケンのすべての判定が終わるまでには約0.1秒の時間を要している。画像の表示順序を工夫して後出しには見えないようにした。

図7がジャンケンマシンの表示画面である。左上に画像処理された対戦者の手が表示され、右上にジャンケンマシンの手が表示されている。

## 4. 結言

未来産業館に展示するジャンケンマシンをパーソナルコンピュータとフレームグラバードを使って製作した。照明環境の変化、対戦相手の手の大きさ、手を出す方向など、様々な外乱から影響を受けず安定に動作するジャンケンマシンを完成させた。

今回開発したジャンケンマシンの問題点としては、カメラと手のひらが垂直方向にないと正しく判断できないことである。1台のカメラでは正しく手を捉えきれない場合があるので複数のカメラを利用することを検討してみたい。

撮影環境を簡単にするために、背景を除去できる撮影法も検討しなければならない。

ジャンケンマシンのプログラムは、産業用に利用することも意識して製作した。画像処理プログラムは、汎用画像処理プログラム集のSPIDERを参考にして基本的な画像処理モジュールを開発した。

VisualBASIC6.0は、プログラム開発環境が整っているため、中小企業でも容易にプログラム開発ができる。今回開発したジャンケンマシン用の画像処理プログラムは、県内企業から技術相談があった小型金属部品の寸法計測装置の開発などにも応用している。画像処理プログラムを中小企業に提供することによって、画像処理システムの開発を支援できた。

## 5. 文献

- (1) SPIDER 作業グループ,"画像処理サブルーチン・パッケージ,"共同システム開発, Feb.1984.

# 県産農作物の品質特性の把握と食品素材化技術に関する研究

Understanding the quality characteristics of agricultural products from Fukushima prefecture and studies on the technology of producing food material

会津若松技術支援センター 河野圭助 大野正博 齋藤裕子

県産農作物のうち、桑の葉と柿の葉について機能性成分を効率的に保持する素材化の方法について検討した。桑の葉の - アミノ酪酸、柿の葉のタンニンについては、真空凍結乾燥粉末が最も含有量が多いことが明らかになった。また桑の葉の乾燥粉末では - グルコシダーゼ活性の抑制作用が認められた。

Key words: 桑の葉、柿の葉、乾燥粉末、 - アミノ酪酸 ( G A B A )、タンニン、 - グルコシダーゼ活性

## 1. 緒言

食品に対して「安全、安心、健康」志向が高まり、健康の維持・増進等に寄与する食品や高齢者向け機能性食品の開発が求められている。そこで本研究では県産農林水産物の生理機能特性を把握し、それらの生理活性機能を強化した食品素材化・食品開発を目指す。13年度は先行して試行する農産物として、桑の葉、柿の葉を取り上げ、機能性成分を効率的に得られるような素材化の方法について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1. 供試原料

桑は旧・蚕業試験場（現・農業試験場梁川支場）にて13年9月12日に採取した「しんけんもち」「改良鼠返」「きぬゆたか」の3品種を用いた。また柿の葉は果樹試験場にて13年8月15日に採取した「平核無」「蜂屋」の2品種を用いた。

### 2.2. 乾燥処理

#### 真空凍結乾燥

凍結温度 - 40℃、棚温 20℃ で 48 時間、真空凍結乾燥機 (TFD-550, 宝製作所) で乾燥した。

#### 低温除湿乾燥

庫内温度 20℃ で 24 時間、除湿乾燥機 (IHR-06-4, 稲葉屋冷熱産業) で乾燥した。

#### 熱風乾燥

庫内温度 80℃ で 24 時間、熱風循環式定温乾燥機 (そよかぜ, いすゞ製作所) で乾燥した。

### 2.3. 乾燥粉末の分析

#### - アミノ酪酸 ( G A B A )

高等動物における神経伝達物質であり、血圧降下作用がある<sup>1)</sup>。生の葉および乾燥粉末に 75% エタノールを加え、80℃ 還流抽出法<sup>2)</sup> で得た供試液について全自動アミノ酸分析機 (JLC-500/V, 日本電子データム) で定量した。

#### タンニン

柿の実、葉などに含まれるポリフェノール成分であり、血圧上昇抑制作用がある<sup>3)</sup>。乾燥粉末に 80% メタノールを加えて磨砕抽出で得られた供試液を用い、Folin-Denis法<sup>4)</sup> で測定した。

#### - グルコシダーゼ活性への影響

桑の葉に含まれる 1 - デオキシノジリマイシン (DNJ) は桑以外の植物にはまだその存在が確認されていないアルカロイドであり、糖分解酵素 (- グルコシダーゼ) を強く阻害することによって、腸管内における糖質の消化吸収を遅延させ、血糖値の上昇を抑制する効果のあることが明らかにされている<sup>5), 6)</sup>。

桑の葉の - グルコシダーゼ活性への影響を調べるため、乾燥粉末の 50% エタノール抽出液、熱水 (90℃) 抽出液 (いずれも 50 倍希釈液) を反応液に加えて、 - グルコシダーゼ活性を測定した。

## 3. 実験結果及び考察

### 3.1. 乾燥粉末

各乾燥粉末の写真を表 1 に示す。熱風乾燥では加熱により褐変が進んでいる。緑色を保持するためには真空凍結乾燥あるいは低温除湿乾燥が適していると考えられる。

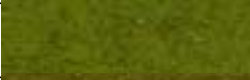














### 3.2. G A B A 含有量

桑の生葉、乾燥粉末の乾燥重量あたりの G A B A 含有量を図 1 に示す。乾燥方法ごとに見ると、どの品種でも真空凍結乾燥粉末が最も含有量が高かった。

### 3.3. タンニン含有量

柿の葉の各乾燥粉末のタンニン含有量を図 2 に示す。乾燥方法ごとに見ると、2 品種とも真空凍結乾燥粉末が最も含有量が高かった。

表1 桑の葉・柿の葉の乾燥粉末

	品 種	真空凍結乾燥	低温除湿乾燥	熱風乾燥
桑	しんけんもち			
	改良鼠返			
	きぬゆたか			
柿	平核無			
	蜂屋			

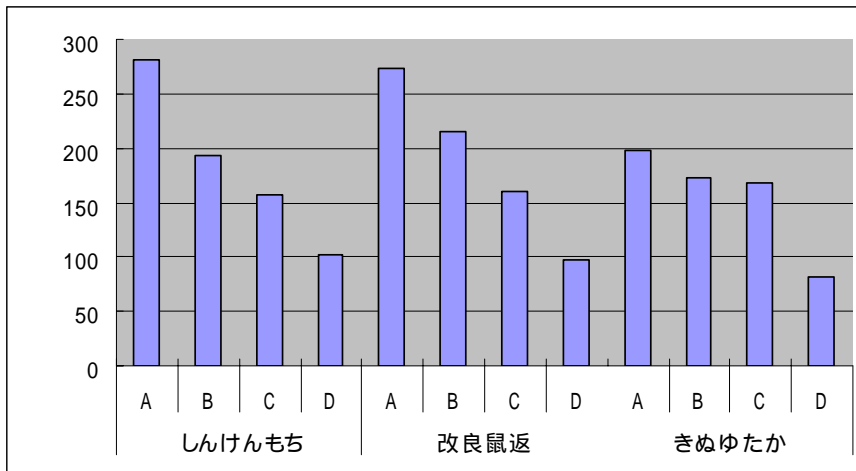


図1 桑の葉のGABA含有量(乾燥重量あたり)

(A: 生葉、B: 真空凍結乾燥粉末、C: 低温除湿乾燥粉末、D: 熱風乾燥粉末)

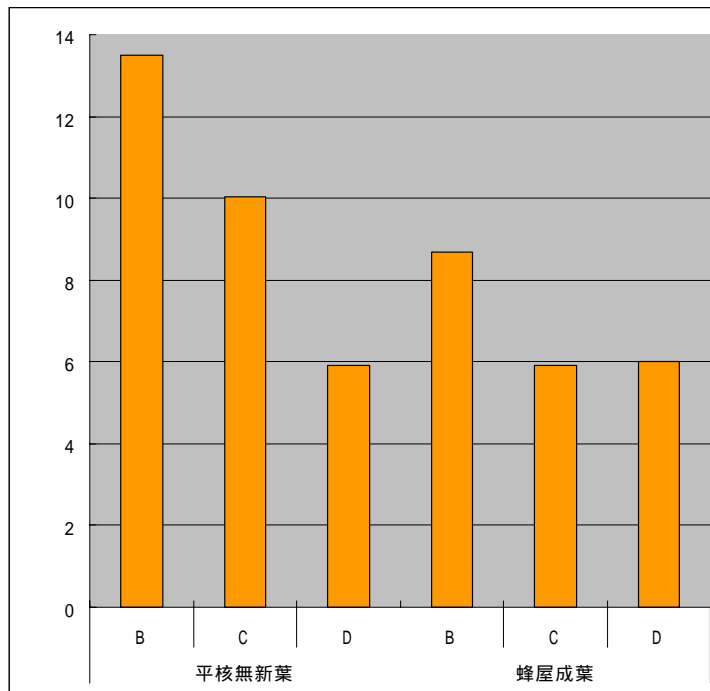


図2 柿の葉粉末のタンニン含有量

(B: 真空凍結乾燥粉末、C: 低温除湿乾燥粉末、D: 熱風乾燥粉末)

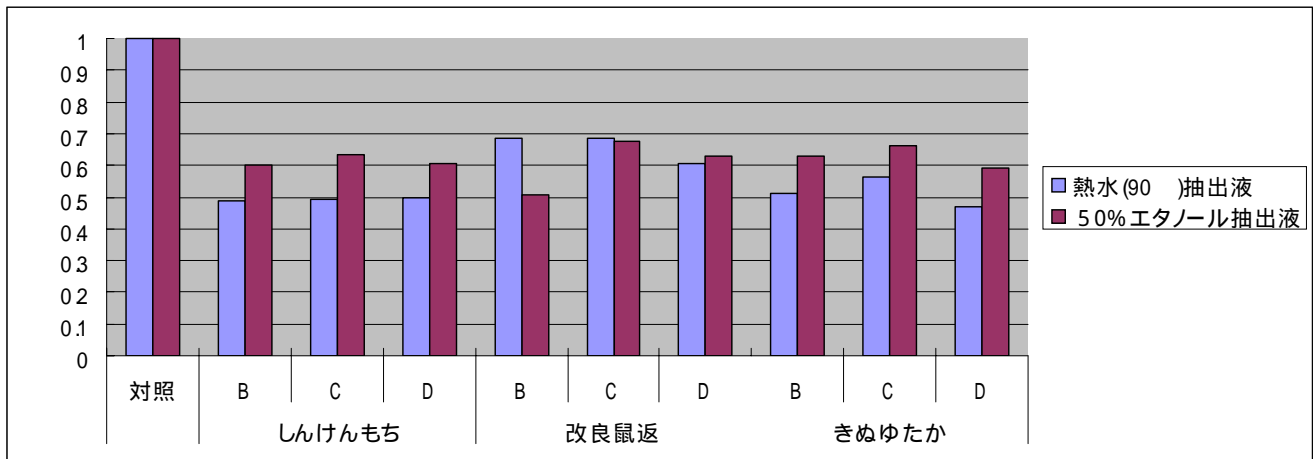


図3 桑乾燥粉末抽出液の  $\alpha$ -グルコシダーゼ活性への影響  
( B : 真空凍結乾燥粉末、 C : 低温除湿乾燥粉末、 D : 熱風乾燥粉末 )

### 3.4. $\alpha$ -グルコシダーゼ活性への影響

桑の葉の各乾燥粉末の50%エタノール抽出液および熱水(90℃)抽出液が  $\alpha$ -グルコシダーゼ活性に及ぼす影響を測定した結果を図3に示す。対照は50%エタノール、水をそれぞれ用いた。いずれの試験区でも、  $\alpha$ -グルコシダーゼ活性の抑制が認められた。桑の葉の血糖制御作用については、神奈川県衛生研究所等でラットを使った動物実験でも確認され、その成分が1-デオキシノジリマイシンであると同定された<sup>8)</sup>。本試験の結果から、80℃で熱風乾燥した桑の葉においても、  $\alpha$ -グルコシダーゼ活性を抑制することが確認された。

### 4. 結言

桑の葉、柿の葉の乾燥方法による機能性成分への影響を調べた結果、桑の葉の  $\alpha$ -アミノ酪酸や柿の葉のタンニンについては真空凍結乾燥粉末が最も含有量が高かった。  $\alpha$ -アミノ酪酸については、桑の葉に窒素ガスで嫌気的な処理を行うことにより、含量が向上するという報告<sup>8)</sup>もあり、今後は嫌気処理をした後に素材化し、  $\alpha$ -アミノ酪酸をより多く含む素材の開発も検討したい。

また、桑の葉の各乾燥粉末において  $\alpha$ -グルコシダーゼ活性の阻害作用が確認された。この作用については、乾燥方法による明確な違いが認められなかったが、いずれの機能性についても、乾燥方法以外に品種や葉の収穫時期によっても違いがあると思われる。今後は品種や収穫時期の比較もしながら、より機能性の高い食品素材の開発を検討する。

### 参考文献

- 1) 柴田承二ら編(1982): 薬用天然物化学. 南江堂: 491
- 2) 鈴木忠直ら(1991): 食品総合研究所研究報告, No. 55:31-36
- 3) J. Inokuchi, et. al(1985): Chem. Pharm. Bull. 33:264
- 4) S. TAIRA(1996): Astringency in Persimmon. Modern Methods of Plant Analysis. 18:97-110
- 5) T. Niwa, et. al(1970): Agr. Bio. Chem. 34:966
- 6) Y. Yoshikuni, et. al(1988): Agr. Bio. Chem. 52:121
- 7) 日下部功ら(2000): 新食品分析ハンドブック. 建帛社: 334-335
- 8) 酒井案理ら(1996): 機能性食品に関する共同研究事業報告 第2号. 神奈川県

# X線回折法を用いた水酸化カルシウム-炭酸カルシウム-過酸化カルシウムの分析

XRD Analysis of  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  -  $\text{CaCO}_3$  -  $\text{CaO}_2$  mixture

材料技術部 加藤和裕

水酸化カルシウム-炭酸カルシウム-過酸化カルシウムの3成分の混合物のX線回折による簡易な定量方法を検討した。操作の煩雑さと多成分の粉体を混合することによる誤差の増加を避けるため過酸化カルシウムを内標準にし、水酸化カルシウム-過酸化カルシウム、炭酸カルシウム-過酸化カルシウムと2成分ずつを組み合わせて混合、標準試料とする方法で、各成分割合の分析をした。過酸化カルシウムについて本手法による結果と酸化還元滴定法による分析結果がよく一致したことから本手法の有効性を確認した。

Key words: X線回折、定量、粉体、検量線、内標準

## 1. 緒言

水酸化カルシウムを原料に、過酸化カルシウムを製造している企業から「水酸化カルシウム-炭酸カルシウム-過酸化カルシウムの混合粉体について各成分の定量を簡易的に行いたい」との相談を受けた。相談企業では、過酸化カルシウムを酸化還元滴定で定量する技術を持っているが、他の2成分の分析ができない。また各成分はカルシウム、水素、炭素、酸素から構成されているが、カルシウム以外は比較的定量分析が難しい元素である。

一方X線回折分析は結晶構造が異なる化合物を個別に検出できるので上記のような混合物の分析に有効である。X線回折による定量分析法の一つに内標準法がある<sup>1), 2)</sup>。内標準法では、検量用標準物質と内標準物質を混合し、内標準物質と分析成分の回折X線強度比と重量比で検量線を作成する。また分析試料にも内標準物質を一定の濃度になるように加え、内標準物質と分析成分の回折X線強度比を測定、検量線で分析成分の濃度を求める方法である。

内標準法は、マトリックスの組成変化が回折X線強度に与える影響をキャンセルするのに適した方法である。しかし標準試料と分析試料に内標準物質を混合するので操作が煩雑となる欠点がある。また粉体試料の場合、混合する成分数が増えるほど均一試料の調製は困難となり、分析誤差の増大につながるものが危惧される。そこで本研究では極力混合操作を減らした簡便な分析手法を検討した。

## 2. 実験

### 2.1. 内標準物質

混合する成分数を減らすため、内標準物質として新たな成分を加えることを避け、酸化還元滴定により定量が可能な過酸化カルシウムを内標準物質として扱った。

### 2.2. 標準試料の調製

過酸化カルシウムと水酸化カルシウム、過酸化カル

シウムと炭酸カルシウムをそれぞれ2成分ずつ混合し、標準試料を調製した。

### 2.3. 検量線の作成

分析試料のX線回折測定例を図1に示す。

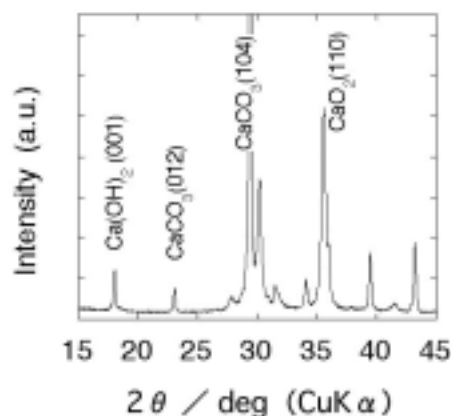


図1 X線回折測定例

検量線作成には、水酸化カルシウムの(001)ピーク、炭酸カルシウムの(012)ピークおよび過酸化カルシウムの(110)ピークを用いた。炭酸カルシウムの(104)ピークは強度が大きいが過酸化カルシウムの回折ピークとの重なりがあるので使用しなかった。標準試料を測定し、各回折ピークの積分強度を求め(それぞれ  $I_{\text{CaO}_2}$ 、 $I_{\text{Ca}(\text{OH})_2}$ 、 $I_{\text{CaCO}_3}$  とする)、混合重量比対積分強度比の検量線を過酸化カルシウム-水酸化カルシウム、過酸化カルシウム-炭酸カルシウムの

表1 X線回折測定条件

使用装置	理学電機製全自動X線回折装置 RINT2500VHF/PC
使用X線	CuK $\alpha$ 線
X線出力	50kV- 300mA
スリット系	DS1° SS1° RS0. 3mm
測定方式(2 $\theta$ / $\theta$ )	連続
測定範囲(2 $\theta$ )	20° ~ 45°
サンプリング間隔	0.02°
走査速度	2°/分



各系ごとに作成した。

X線回折測定条件を表1に示す。測定にはガラス試料板を使用した。試料の不均一性の影響を除くため、1測定ごとに試料を詰め替えながら3回または5回測定し、積分強度は平均値をとった。積分強度を求める際はピーク分離を実施した。

### 2. 4 分析試料の測定

分析試料は、内標準とした過酸化カルシウムを含むので、混合操作をせずそのままX線回折測定をすることができる。測定結果から、 $I_{Ca(OH)_2} / I_{CaO_2}$  および  $I_{CaCO_3} / I_{CaO_2}$  を算出、検量線から水酸化カルシウム/過酸化カルシウム重量比および炭酸カルシウム/水酸化カルシウム重量比に換算した。測定条件は標準試料と同様である。

## 3. 結果

### 3. 1. 検量線の作成

作成した検量線を図2に示す。検量線はいずれも、この組成範囲ではよい直線性を示した。

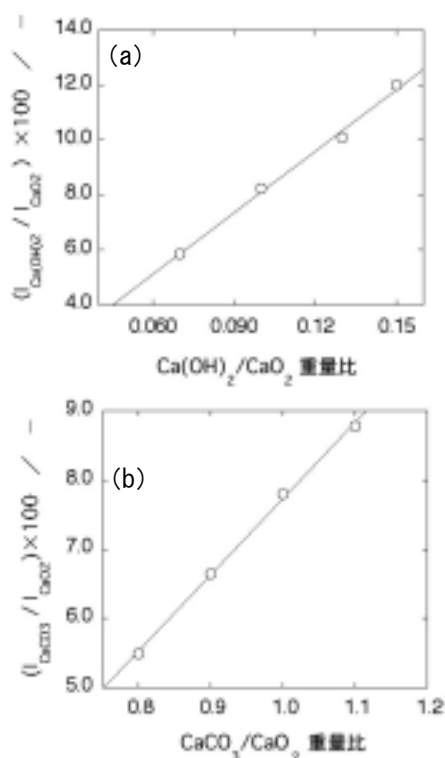


図2 作成した検量線  
(a)  $Ca(OH)_2$ - $CaO_2$ 系、(b)  $CaCO_3$ - $CaO_2$ 系

### 3. 2. 分析試料の測定

表2に各分析試料における水酸化カルシウム/過酸化カルシウム重量比および炭酸カルシウム/過酸化カルシウム重量比を示す。表3に分析試料が水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、過酸化カルシウム以外の化

合物を含まず、3成分の合計が100%となると仮定したときの各成分の濃度と、酸化還元滴定による過酸化カルシウムの定量値を示す。過酸化カルシウムのX線回折による分析値と酸化還元滴定による定量値はよく一致しており、X線回折を用いた分析法は有効で、またこの混合物は水酸化カルシウム、炭酸カルシウム、過酸化カルシウム以外の化合物を含まないとした仮定は妥当と考えられる。

表2 各分析試料における  $Ca(OH)_2 / CaO_2$  および  $CaCO_3 / CaO_2$  重量比

試料名	$Ca(OH)_2 / CaO_2$	$CaCO_3 / CaO_2$
1	0.12	0.90
2	0.10	0.85
3	0.12	0.82
4	0.11	0.97
5	0.08	0.89

表3 X線回折分析による各成分濃度と酸化還元滴定法による定量値 (wt%)

試料名	X線回折法			滴定法
	$Ca(OH)_2$	$CaCO_3$	$CaO_2$	$CaO_2$
1	6	45	49	49
2	5	44	51	49
3	6	43	51	50
4	5	47	48	49
5	4	46	50	49

## 4. 結言

(1) X線回折分析で、水酸化カルシウム-炭酸カルシウム-過酸化カルシウム混合物の各成分の簡易な定量分析手法を検討した。

(2) 過酸化カルシウムを内標準とし、これと水酸化カルシウム、炭酸カルシウムをそれぞれ混合した標準試料で作成した検量線を使用して、3成分混合物の各成分の割合を求めることが出来た。

(3) 酸化還元滴定法と比較して、本結果の妥当性が確認できた。

### 参考文献

- 1) 泉富士夫, “粉末 X線解析の実際-リートベルト法入門”, 朝倉書店 (2002), pp. 54-58
- 2) “X線回折ハンドブック”, 理学電機 (2000), pp. 62-71

# 加飾技法を活用した洋食器の開発（3）

Development of decorative technics for western tableware

会津若松技術支援センター 佐藤 隆 竹内 克巳 佐竹 延明

伝統的な加飾技法の活用をベースに異種材同士の融合化を考えた商品開発の可能性について検討した。

Key words:加飾技法、堆花

## 1. 緒言

付加価値の高揚と新たな市場開拓を目的に、化粧土を活用した様々な加飾を検討し、最終的には産地のオリジナルなテーブルウェアの開発という観点から漆工技法との融合化を考え“堆花”の技法に絞り込み、その効果と具体的な洋食器のデザイン展開、成型法について検討した。

## 2. 試験・試作

### 1. 1. 堆花用化粧土の調合

漆工技術の堆朱・研出し文様との融合化を考え、基礎化粧土を基に21種類の調合の中から5種類の色化粧土と黒化粧土について焼成呈色効果の検討をした。

表・1 基礎化粧土と黒化粧土の調合

基礎化粧土		黒化粧土	
特級天草陶石	30%	鬼板土	35%
蛙目粘土	40%	加茂川石	35%
福島長石	10%	蛙目粘土	30%
福島珪石	20%		

表・2 色化粧土調合

基礎化粧土 + B-300 陶試紅	5%
“ + G-200 ローズピンク	10%
“ + M-6000 トルコ青	15%
“ + M-142 グリーン	15%
“ + P-40 黄	20%

顔料は外割で添加した

以上の調合を基に“素地と化粧土との収縮”“施泥方法とその道具”“化粧土の層数と彫り技法”の関係を試験し、焼成呈色の効果について検討した。

施泥時の層厚と乾燥時間の関係、黒化粧土の鬼板土の仮焼等々がポイントとして確認された。

### 2. 2. デザインコンセプト

多様化された今日の食生活では、楽しくテーブルコーディネート出来る器の需要が想定される。

“楽しむ器の扱い”として加飾技法をベースにした異種素材の融合化によるテーブルウェア、箸の似合う普段使いの洋食器、ランチセットの試作を計画した。

もっとも使いやすい形のオーバル皿を中心としたスナックトレイ群を遊び心の加味できるタタラ打込成形で“堆花”技法の特徴の表現できるデザインを考えた。

## 3. 結言

単品による新商品の開発は容易でない今日、漆工の伝統技法との融合化を考え、色化粧土・黒化粧土を活用した“堆花”の加飾技法の試作を行い楽しくテーブルコーディネート出来る洋食器“ランチセット”の試作を行った。加飾技法の活用による異種素材同士の融合化で新しい生活工芸の提唱を行いながら地域ブランドの商品化を図りたい。



ブランチセット（１） 色化粧土  
 ・タタラ打ち込み成形 石灰バリウム透明釉  
 ・１２３０ 酸化焼成（電気炉）



ブランチセット（２） 黒化粧土  
 ・タタラ打ち込み成形 石灰バリウム透明釉、亜鉛乳濁マット釉  
 ・１２３０ 酸化焼成（電気炉）

# 炭酸カルシウムを利用したインクジェットプリンター用紙の開発

Development of inkjet-printer paper using  $\text{CaCO}_3$  as coating material

いわき技術支援センター 中山 誠一 緑川 祐二 齋藤 宏  
株式会社ファイマテック相馬工場 内山 浩隆

炭酸カルシウムの用途拡大とインクジェットプリンター用紙の低コスト化のために、炭酸カルシウムをコーティング剤に利用したインクジェットプリンター用紙の開発を行った。コーティング剤の無機成分で、炭酸カルシウム100%の場合は印字の際の滲みが著しく使用には耐えなかったが、炭酸カルシウム：シリカ=50：50で粒径を最適化するなどの工夫により、印字の際の滲みが抑えられ、ウェザーメータや屋内暴露による耐候性試験でも、市販品と遜色のない試作品ができた。

Key words:インクジェットプリンター用紙、炭酸カルシウム、コーティング剤、耐候性

## 1. 緒言

インクジェットプリンター用紙（以下プリンター用紙）のコーティング剤は、有機成分と無機成分から成り、現在市販されているプリンター用紙のほとんどは無機成分としてシリカが主成分として使われていて、他の成分は微量という現状である。

炭酸カルシウムはシリカに比べてコストが安く、コーティング剤に利用することでプリンター用紙の低コスト化が図れる利点がある。そこで、炭酸カルシウムの用途拡大とプリンター用紙の低コスト化を目的に試作・評価を行った。

## 2. 実験方法

### 2.1. 試作品の作成

プリンター用紙の試作品を以下のようにして作成した。コーティング剤（炭酸カルシウム（重質、純度99.9%）、シリカ、ポリビニルアルコール、水混合スラリー）の調整 塗工ロッドによる原紙（上質紙）への塗布、塗工 塗工厚  $5\text{g}/\text{m}^2$  ドラムドライヤーにて乾燥（105℃, 60s）紙をカット 乾燥機にて乾燥（105℃, 2min.）

試作品については、炭酸カルシウムの配合比、粒径などについて検討を行った。

### 2.2. 試作品表面のSEM観察

試作品表面をSEM（日本電子、JSM-5800）により観察した。条件は、加速電圧 15kV、Pt コーティングである。

### 2.3. 印刷後の発色性評価

インクジェットプリンターで印刷後の試作品及び市販品の発色性を、分光測色計（日本電色工業、SQ-2000）による測色にて評価した。

### 2.4. ウェザーメータによる耐候性試験

印刷後の試作品、市販品についてキセノンウェザーメータ（スガ試験機、WEL-75XS）による耐候性試験を行った。試験条件はJIS<sup>1)</sup>に基づき、ブラックパネル温度  $63 \pm 3$ （槽内約 40℃）、相対湿度  $50 \pm$

5%とした。サンプルの大きさは  $12.5 \times 6\text{cm}$  で4色（黒、青、赤、黄）印刷し、ガラス窓を通して太陽光が当たる状態をイメージし、 $15 \times 7\text{cm}$  のガラス板で覆って試験を行った。試験時間は96hとし、試験後に測色計による測色で評価した。

### 2.5. 屋内暴露による耐候性試験

より実環境に近い条件での耐候性をみるために、屋内暴露による耐候性試験を行った。印刷サンプル（ $12.5 \times 6\text{cm}$ ）を前述のガラス板上に固定し、日当たりのよい窓際に並べて1ヶ月暴露試験を行った後、測色計にて測色を行った。試験風景を図1に示す。



図1 屋内暴露試験風景

## 3. 結果及び考察

### 3.1. 炭酸カルシウムの配合比

炭酸カルシウム100%及び炭酸カルシウム：シリカ=50：50での試作品への印刷結果を図2に示す。

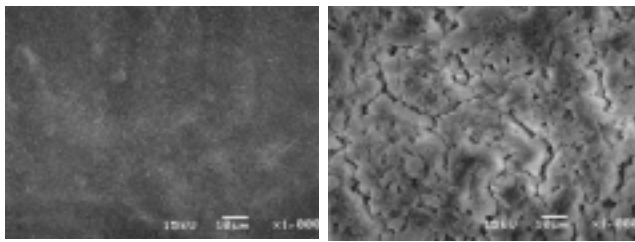


炭酸カルシウム100% 炭酸カルシウム：シリカ=50：50

図2 試作品への印刷結果

炭酸カルシウム100%では印字の滲みが著しいが炭酸カルシウム：シリカ=50：50の場合は滲みが抑えられているのが分かる。

試作品表面（印刷前）のSEM観察写真を図3に示す。



炭酸カルシウム100%      炭酸カルシウム：シリカ=50：50

図3 試作品表面のSEM観察写真

炭酸カルシウム100%の場合は表面の亀裂の入り方が小さく、炭酸カルシウム：シリカ=50：50の場合は表面の亀裂の入り方が大きい。このような表面構造の違いによる吸水性の差が、インクの滲みに関係していると思われる。

### 3.2. 炭酸カルシウムの粒径

炭酸カルシウムの粒径と発色性の関係を図4に示す。図中で数値の絶対値が大きい程、発色性がよいことを表している。なお、試作品は炭酸カルシウム：シリカ=50：50である。

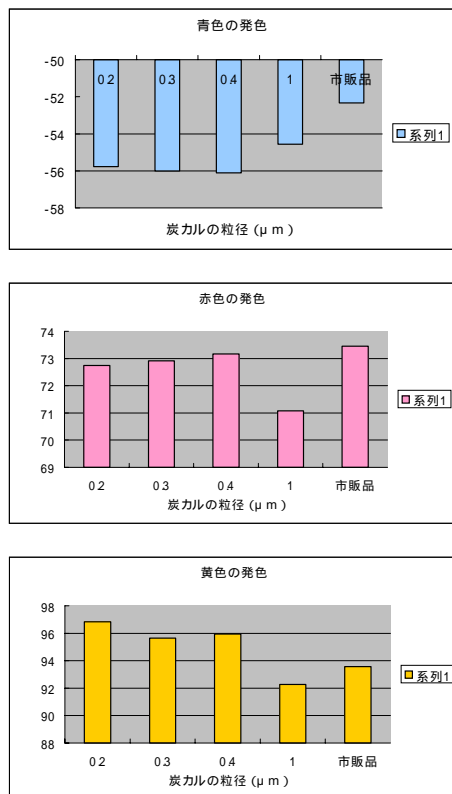


図4 炭酸カルシウムの粒径と発色性

炭酸カルシウムの粒径は、0.2, 0.3, 0.4, 1 μmで検討したが、青、赤、黄共1 μmの場合を除いて発色性はよく、また、ほとんど差がなかった。市販品との発色性の比較では、青、黄の発色が試作品の方がよかった。

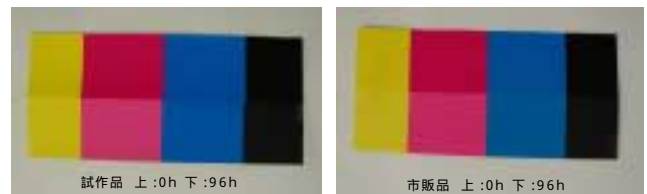
### 3.3. 耐候性試験結果

ウェザーメータ及び屋内暴露による耐候性試験結果を図5に示す。なお、耐候性試験に供したサンプルは表1のとおりであるが、市販品2と試作品の中で最も耐候性のよかった試作品3について図に示してある。

表1 耐候性試験サンプル

市販品 1	市販品 2	市販品 3	市販品 4	塗工原紙
	炭酸カルシウム	シリカ	その他	その他
試作品 1	0.3 μm 50部	5 μm 50部		
" 2	"	"	粉碎時の薬品添加なし	
" 3	"	"	高級シリカ(細孔容積大)使用	
" 4	0.3 μm 30部	5 μm 70部		
" 5	0.3 μm 70部	5 μm 30部		

#### ウェザーメータ



#### 屋内暴露

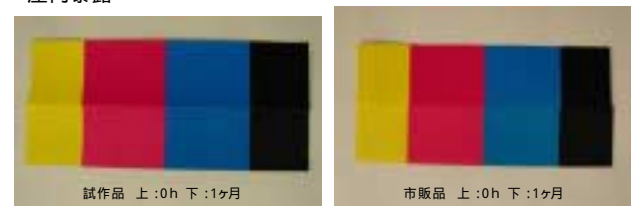
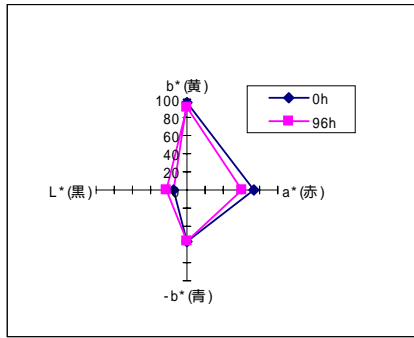


図5 耐候性試験結果

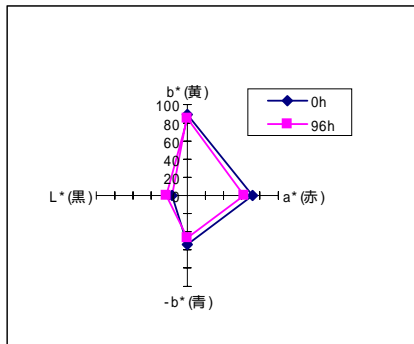
ウェザーメータ、屋内暴露いずれも試作品の耐候性は市販品と遜色がないことが見て取れる。同じサンプルについて耐候性試験前後の測色値変化を図6に示した。なお、図中、青、赤、黄は数値が大きい程発色性（耐候性）がよく、黒は数値が小さい程発色性（耐候性）がよいことを表している。

測色値の変化においても試作品は市販品と遜色がなく、青、黄については試作品の方が市販品に比べて変化が少ない。つまり耐候性がよいと言える。

## ウェザーメータ

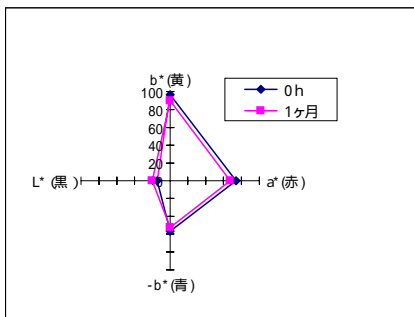


試作品

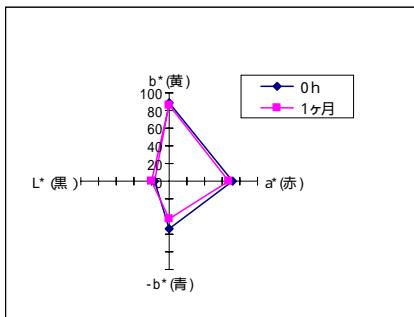


市販品

## 屋内暴露



試作品



市販品

図6 耐候性試験前後の測色値変化

## 4. 結言

炭酸カルシウム：シリカ = 50 : 50、炭酸カルシウム粒径 0.3  $\mu\text{m}$ 、高級シリカ（細孔容積大）使用により、印刷が滲まず、耐候性があり、青、黄の発色性がよいインクジェットプリンター用紙の試作品ができた。

### 参考文献

- 1) JIS B7754-1991 キセノンアークランプ式耐光性及び耐候性試験機

# メタノール中の硫黄定量分析法

Quantitative Analysis of Sulfur in Methyl Alcohol

いわき技術支援センター 中山 誠一  
材料技術部 杉内 重夫

メタノール中の微量硫黄を定量分析するために、分析方法の検討を行った。希釈及び開放系による分解、定量では、硫黄の揮散などによって正確に定量できなかったが、マイクロウェーブ分解 - ICP 発光分光分析法により、ほぼ理論値どおりの分析ができ、微量の含硫黄アミノ酸化合物（医薬品用）を含むメタノール実試料への応用も可能であった。

Key words:メタノール、硫黄、マイクロウェーブ、ICP

## 1. 緒言

メタノールは、有機合成の出発物質、または溶媒としてなど利用範囲は広いが、溶媒として用いられたメタノールを回収、再利用する際に、他の有機化合物が混入していると利用価値がなくなってしまう。

今回、含硫黄アミノ酸化合物（医薬品用）の残量を把握するために、その硫黄に着目したが、従来法である燃焼吸収 - 滴定法などは手順が煩雑で時間がかかるうえ、検出量の限界が高く微量の硫黄定量には向かない。そこでこれらの問題を解決するために、マイクロウェーブ分解 - ICP 発光分光分析法による硫黄の定量分析を試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1. 試料

試料はメタノール溶媒で含硫黄アミノ酸化合物を含み、硫黄含有量が  $3.00 \times 10^3 \text{mg/l}$  と既知であるもの（試料 1）及び硫黄含有量が未知である実試料（試料 2）を分析に供した。なお、硫黄濃度既知の試料 1 は、分析法の妥当性を確認するためのものである。

### 2.2. 試薬及び器具

試料分解のための硝酸及び過酸化水素は、和光純薬工業製、特級を、ICP 発光分光分析装置による定量分析のための検量線用標準液は、和光純薬工業製、硫酸イオン標準液（1,000mg/l）を用い、硫黄濃度に換算して検量線を作成した。また、器具（ビーカー、メスフラスコ、ホールピペット）はすべてガラス器具を用いた。

### 2.3. 装置及び定量条件

マイクロウェーブ分解装置は、マイルストーンゼネラル, ETHOS900 を用いた。また、ICP 発光分光分析装置は、セイコー電子工業, SPS4000 を用いた。硫黄の分析線波長は 180.734nm で、両側のバックグラウンド補正を行った。

### 2.4. 分析方法

#### 2.4.1. 希釈による定量

試料 1、1ml を蒸留水で正確に 100 倍希釈し、ICP 発光分光分析装置により硫黄を定量分析した。

#### 2.4.2. 開放系による分解及び定量

開放系による分解及び定量のフローシートを図 1 に

示す。

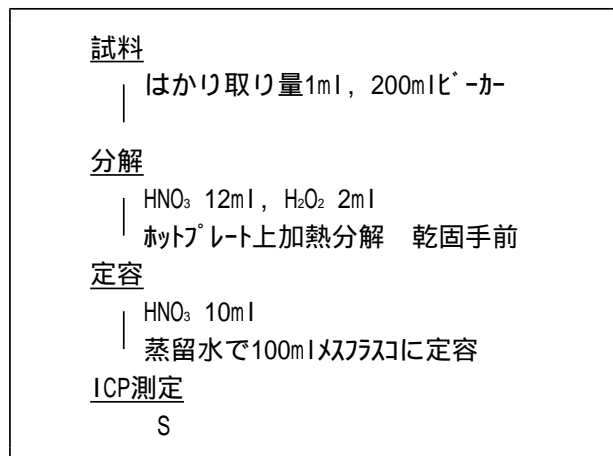


図 1 メタノール中の硫黄分析（開放系）フローシート

試料 1、1ml を 200ml ビーカーにはかり取り、硝酸 12 ml 及び過酸化水素 2ml を加えてホットプレート上で加熱分解し乾固手前まで濃縮、放冷後硝酸 10ml を加えて蒸留水で 100ml メスフラスコに定容した溶液中の硫黄を ICP 発光分光分析装置にて定量分析した。

#### 2.4.3. 密閉系による分解及び定量

マイクロウェーブ分解装置を用いた密閉系の分解及び定量のフローシートを図 2 に示す。

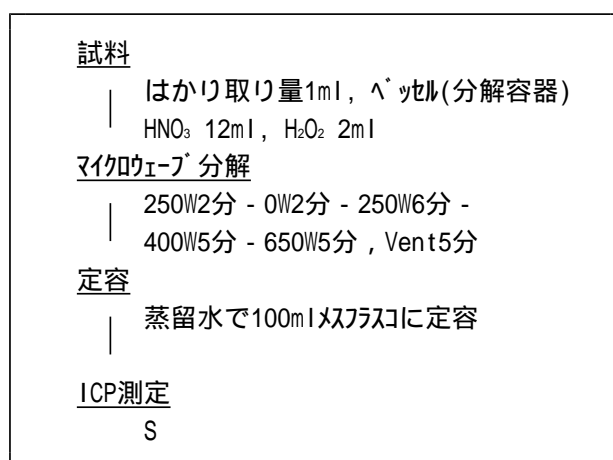


図 2 メタノール中の硫黄分析（密閉系）フローシート 1

試料 1、1mlをベッセル（分解容器）にはかり取り、硝酸12ml及び過酸化水素2mlを加え、250W2分-0W2分-250W6分-400W5分-650W5分、Vent5分の条件でマイクロウェーブ分解した後、そのまま、または硫黄の揮散を確認するため図1に従い加熱濃縮して、蒸留水で100mlメスフラスコに定容した溶液中の硫黄をICP発光分光分析装置にて定量分析した。

マイクロウェーブ分解は、密閉系であるために硫黄のような揮発しやすい物質の揮散が防げる、分解容器がTFM(テフロンメタキシル)製であるために容器からの汚染が抑えられる、分解時間が開放系に比べ短縮できる、といった利点がある。

### 3. 結果及び考察

#### 3.1. 各分析方法による硫黄定量分析結果

各分析方法による硫黄定量分析結果を表1に示す。なお、定量値は2つ並行して分析した値とその平均値を示した。

表1 メタノール中の硫黄分析結果 1

成分 分析方法	S (mg/l)		
	1	2	平均
希釈	$2.44 \times 10^3$	$2.44 \times 10^3$	$2.44 \times 10^3$
開放系	$1.58 \times 10^3$	$1.07 \times 10^3$	$1.33 \times 10^3$
密閉系	$2.88 \times 10^3$	$2.92 \times 10^3$	$2.90 \times 10^3$
密閉系、濃縮	$2.99 \times 10^3$	$2.99 \times 10^3$	$2.99 \times 10^3$
理論値	$3.00 \times 10^3$		

希釈による定量では、理論値が $3.00 \times 10^3$ mg/lであるのに対し、定量値は $2.44 \times 10^3$ mg/lと低値を与えた。溶媒（メタノール）の影響、硫黄化合物の形態の違い（標準液と試料）の影響などが考えられる。

開放系による分解及び定量では、定量値が $1.33 \times 10^3$ mg/lと理論値を大きく下回った。加熱により硫黄が揮散したと思われる。

マイクロウェーブ分解装置を用いた密閉系の分解及び定量では、定量値は $2.90 \times 10^3$ mg/lとほぼ理論値に近かった。加熱濃縮による硫黄の揮散の確認では、定量値は $2.99 \times 10^3$ mg/lと理論値に近く、硫黄の揮散は認められなかった。硫黄が硫酸イオンといったような形態で安定化していると思われる。

#### 3.2. 未知試料への応用

以上の実験結果を元に、未知試料への応用を試みた。フローシートを図3に示す。

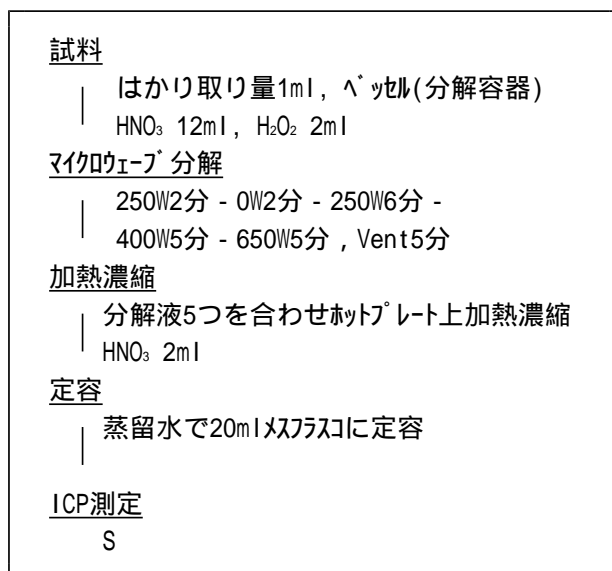


図3 メタノール中の硫黄分析(密閉系)フローシート 2

マイクロウェーブ分解装置を用いた密閉系の手法を基本にし、分解液5つを合わせホットプレート上で加熱濃縮した後、硝酸2mlを加え、蒸留水で20mlメスフラスコに定容した溶液中の硫黄をICP発光分光分析装置にて定量分析した。ブランク液（未使用メタノール）についても同様の操作を行い測定した。分析結果を表2に示す。

表2 メタノール中の硫黄分析結果 2

成分 試料名	S (mg/l)		
	1	2	平均
メタノール(試料)	1.4	1.3	1.4
メタノール(ブランク)	0.5	0.5	0.5

2回の測定値にバラツキは少なく、揮散などの可能性もないと思われ精度よく分析できた。

### 4. 結言

- (1)メタノール試料中の硫黄定量は、希釈及び開放系による分解、定量では硫黄の揮散などにより正確に定量できなかった。
- (2)マイクロウェーブ分解装置を用いた密閉系の分解法により、ほぼ理論値どりの分析ができ、微量の硫黄を含む実試料への応用も可能であった。
- (3)マイクロウェーブ分解装置及びICP発光分光分析装置を用いたことにより分析時間も短縮できた。
- (4)今回の手法は、有機物試料全般についても応用が可能と考えられる。



# 電解砥粒研磨によるステンレス容器の仕上げ技術

A Study of Electro-abrasive Polishing for Stainless steel Tank

いわき技術支援センター 緑川祐二 佐藤善久 安藤久人  
日東金属工業株式会社 井上英行 大浦武彦 緒方徹

直胴部と円周部を溶接し加工したステンレス容器（φ240mm）の溶接部を電解砥粒研磨技術を用いて研磨した。容器の内側と外側を研磨するために大口径の電極工具を試作した。その結果、最終仕上げの#3000では、表面粗さが0.15μm Rz程度に達し、母材部の表面粗さとほぼ同等になった。また、溶接部を研磨する場合、電流密度が0.1A/cm<sup>2</sup>程度の低い電流密度で十分であることがわかった。そして、研磨面に砥粒の埋め込みがなく平滑で光沢のある容器を仕上げることができた。

Key words:電解砥粒研磨、電解研磨、ステンレス容器

## 1. 緒言

医薬品、半導体工場等で使用されている容器、バルブ、配管等の内面は、表面粗さが細かく、光沢のある鏡面に仕上げた部品を使用している。部品内面の表面粗さが粗い場合、不純物が付着しやすく腐食もしやすい傾向にある。また、部品加工時に不純物が付着したまま製造工程で使用すると、原料や製品に不純物が混入してしまいクレームの原因になる。

今回、実験に用いたステンレス容器は、医薬品工場向けのもので、溶接した面をバフ研磨し、表面粗さを細かくしている。その後、電解研磨することによりバフ研磨時に埋め込んだ砥粒を除去して清浄な面に仕上げている。

そこで、本研究では、研磨面の品質を損なうことなく、機械的な研磨と電解研磨を同時に行う電解砥粒研磨技術での加工を検討した。そして、現在、バフ研磨と電解研磨の2工程で行われている研磨工程を電解砥粒研磨の1工程とし、工程数や時間の短縮によりコストを削減することを目的とした。以下にその結果を報告する。

## 2. 実験方法

### 2. 1. 試験片

図1に、実験に用いたステンレス容器を示す。この容器は、直径が240mm、高さが240mm、板厚が0.7mmで、材質がSUS304のBA材を使用し、直胴部と円周部をプラズマ溶接して加工したものである。

### 2. 2. 電解砥粒研磨方法

図2に電解砥粒研磨装置を、表1に装置の仕様を示す。電解砥粒研磨技術とは、被削材を陽極とし、砥粒入り不織布の研磨材を取り付けた電極工具を陰極とする。電極工具は、回転しながら被削材に押

しつけて研磨する。その際、研磨面へ電解液(20wt%硝酸ナトリウム水溶液)を供給する。砥粒擦過の確立は、凸部が凹部よりも大きいいため、凸部に対し



図1 ステンレス容器



図2 電解砥粒研磨装置

表1 電解砥粒研磨装置の仕様

メーカー	株式会社杉山商事
型番	PIEP-10
主軸回転数	150~900rpm
主軸揺動周波数	2~10Hz
X軸送り速度	2~16.5mm/sec
電解電源	0~15V/0~30A

優先的に機械的な研磨を行う。同時に、金属素地が露出したところを効率よく電解研磨を行う。このように機械的な研磨と電解研磨の相乗効果により凸部が急速に除去される。この結果、効率的な平滑面が得られることになる。

### 2. 3. 大口径電極工具と容器固定用ジグの試作

ステンレス容器の内側と外側を研磨するために大口径の電極工具を試作した。図3-(a)に内側外側兼用直胴部用電極工具を示す。容器の直径より小さいφ160mmで電極工具を試作した。側面全周に研磨材を取り付けるための固定部を4カ所作り、電解液の通過穴として12カ所、穴をあけた。電極工具の回転数が高くなると、偏芯により振動が発生するおそれがあるため、三次元座標測定機や真円度測定機を用いて正確に位置を決めた。固定は、加工歪みの少ないレーザ加工機により溶接し、極力歪みを低減した。

図3-(b)に内側の直胴部を研磨している写真を示す。全周に研磨材を巻き付けた電極工具を回転させながら上下に揺動させ、溶接部に押しつけて研磨した。その際、電解液をノズルから研磨面に供給した。直胴部を研磨する場合、研磨する面をずらすために縦(Z軸)方向に送りをかけた。

図4-(a)に内側の円周部を研磨している写真を示す。電極工具は、容器の直径より若干小さいφ210mmで試作し、電極工具の外周に研磨材を巻き付けて全周同時に研磨して研磨効率を向上させた。押しつけ圧は、研磨材の厚みを変えることにより制御した。

図4-(b)に外側の円周部を研磨している写真を示す。電極工具は、容器の直径より若干大きいφ270mmで試作し、電極工具の内周に研磨材を巻き付けて全周同時に研磨した。容器を上下逆さまにし、溶接部へ電極工具をかぶせた。電解液は電極工具カバー内へ供給し、図4-(c)に示す電極工具の裏面の通過穴から容器と電極工具の間にある研磨材に供給し研磨した。

図5に試作した容器固定用ジグを示す。平板を曲げベースに溶接し、容器を保持する部分にゴムを貼り付けて、容器には傷が付かないようなジグを試作した。

### 2. 4. 実験方法

容器の内側と外側にある溶接部を電解砥粒研磨技術により研磨し、現状の研磨工程品と比較検討した。研磨方法は、2個の容器固定用ジグを向かい合わせに置き容器を挟んで固定し、電極工具を回転させて研磨した。

なお、ステンレス容器の研磨面の品質は、母材部と同等の表面粗さ(約 $0.15\mu\text{m Rz}$ (十点平均粗さ))と光沢度で、研磨面に不純物の埋め込みや付着がないことである。評価に用いた機種は、表面粗

さ測定機(株ミットヨ製サーフテストSV624)、金属顕微鏡(オリンパス光学工業(株)製PMG3)、SEM(日本電子(株)製JSM-5800)+EDX(オックスフォードインストゥルメンツ(株)LINK-ISIS 加速電圧15kV)である。



(a)電極工具 (b)研磨状況  
図3 内側外側兼用直胴部用電極工具



(a)内側円周部 (b)外側円周部



(c)外側電極工具裏面 (d)容器固定用ジグ  
図5 容器固定用ジグ

図4 円周部の研磨状況

## 3. 実験結果及び考察

### 3. 1. 研磨材の番手の検討

図6に研磨材の番手と表面粗さの関係を示す。溶接部の表面には、ピット等が存在し母材部の表面と比較すると、著しく凹凸があり表面粗さが粗い。このため、

#400 で下地の粗加工をし、凹凸を取り除いてから #800、#1500、#3000 の順に仕上げた。最終仕上げの #3000 では、表面粗さが  $0.15 \mu\text{m Rz}$  程度に達して、母材部の表面粗さとほぼ同等になった。

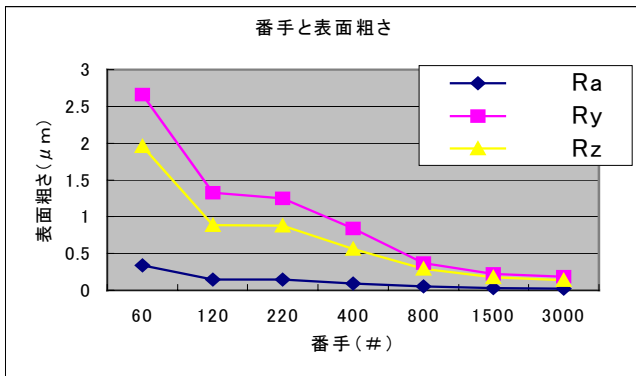


図6 研磨材の番手と表面粗さ

### 3. 2. 電流密度の検討

図7(a)に電流密度が  $0.1 \text{A}/\text{cm}^2$  の場合、図7(b)に  $0.3 \text{A}/\text{cm}^2$  の場合の溶接部を電解砥粒研磨した面の金属顕微鏡写真を示す。電流密度とは、電流値を電極工具の研磨面積で除した値である。 $0.1 \text{A}/\text{cm}^2$  の場合、溶接部、母材部とも平滑できれいな面が得られた。しかし、 $0.3 \text{A}/\text{cm}^2$  の電流密度が大きい場合、溶接部に電解作用によるピットが発生していることがわかる。溶接部は、金属組織が粗大化しているため母材部より先にピットが発生したと思われる。このため、溶接部を研磨する場合、電流密度が  $0.1 \text{A}/\text{cm}^2$  といった低い電流密度で十分であることがわかった。



(a)  $0.1 \text{A}/\text{cm}^2$  (b)  $0.3 \text{A}/\text{cm}^2$

図7 溶接部の電解砥粒研磨面

### 3. 3. 研磨面の清浄度

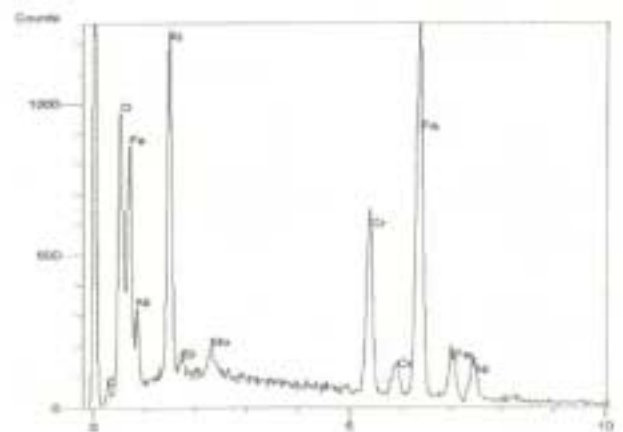
図8(a)に綿バフでの研磨面、図8(b)に電解砥粒研磨面の金属顕微鏡写真を示す。バフ研磨面には、表面にいくつかの粒子があることがわかる。この粒子のある領域をEDXで定性分析した結果を図9(a)に、電解砥粒研磨面を図9(b)に示す。図9(a)でアルミニウムと酸素のピーク強度が著しく高いことがわかる。このアルミニウムと酸素は、研磨材の砥粒であるアルミナで、バフ研磨する際、砥粒が研磨面に埋め込まれたも

のと思われる。一方、電解砥粒研磨面には、粒子が見あらず、図9(b)で検出されたピークは、全て母材の成分と一致する。このため、電解砥粒研磨面には、砥粒の埋め込みはないと思われる。今回、用いた研磨材は、砥粒を接着剤で不織布に接着させたものであるため研磨面に砥粒が埋め込まれなかったと思われる。研磨における平滑面の形成には、  
 ① 砥粒による機械的な被削材の除去  
 ② 電解による被削材の除去  
 ③ 表面流動  
 ④ 化学的溶去  
 が考えられる。

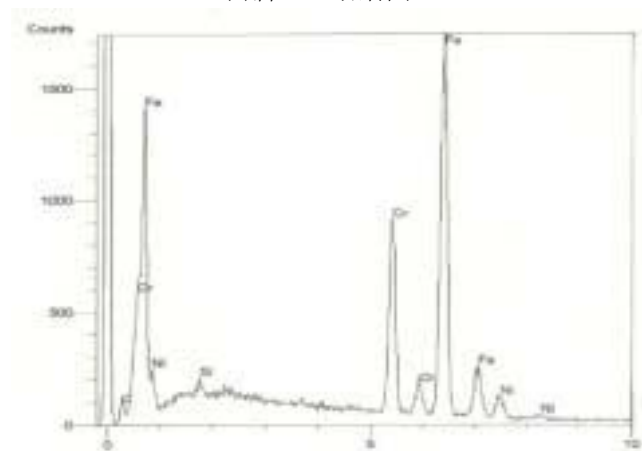


(a)綿バフ研磨面 (b)電解砥粒研磨面

図8 研磨面の金属顕微鏡写真



(a)綿バフ研磨面



(b)電解砥粒研磨面

図9 EDX定性分析結果

以上の結果より、電解砥粒研磨技術を用いて研磨した容器を図 10-(b)に示す。研磨面に砥粒の埋め込みがなく平滑で光沢のある容器を仕上げることができた。



(a)研磨前

(b)研磨後

図 10 研磨前後のステンレス容器

#### 4. 結言

今回の実験の結果から、次のことを確認した。

- 1) ステンレス容器の寸法に合わせた大口径の電極工具を試作した。
  - ・内側外側兼用直胴部用電極工具 ( $\phi 160\text{mm}$ )
  - ・内側円周部用電極工具 ( $\phi 210\text{mm}$ )
  - ・外側円周部用電極工具 ( $\phi 270\text{mm}$ )
- 2) 最終仕上げの #3000 では、表面粗さが  $0.15\mu\text{m}$  Rz 程度に達して、母材部の表面粗さとほぼ同等になった。
- 3) 溶接部を研磨する場合、電流密度が  $0.1\text{A}/\text{cm}^2$  程度の低い電流密度で十分であることがわかった。
- 4) 電解砥粒研磨面には、砥粒の埋め込みは認められなかった。

#### 謝辞

本研究の遂行に当たり、ご指導、ご協力頂きました独立行政法人産業技術総合研究所の清宮紘一先生に感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 緑川祐二他：“溶接部の研磨と定量的評価”、福島県ハイテクプラザ試験研究報告、産官共同研究「高精度溶接技術と後処理」pp.21-25、2001
- 2) 清宮紘一：“電解砥粒鏡面研磨技術とその応用”、摩擦圧接協会誌 Vol.3 No.4 pp.163-167、1996

# 福島県ハイテクプラザ試験研究報告

平成13年度(2001年度)

平成14年8月発行

発行

## 福島県ハイテクプラザ

〒963-0215 郡山市待池台1丁目12番地

企画情報部 024-959-1741

管理部 024-959-1736

応用技術部 024-959-1737

材料技術部 024-959-1738

生産技術部 024-959-1739

Facsimile 024-959-1761

## 福島県ハイテクプラザ福島技術支援センター

〒960-2154 福島市佐倉下字附ノ川1-3

代表電話 024-593-1121

繊維科 024-593-1122

機械金属科 024-593-1123

Facsimile 024-593-1125

## 福島県ハイテクプラザ会津若松技術支援センター

〒965-0006 会津若松市一箕町大字鶴賀字下柳原88-1

代表電話 0242-39-2100

発酵技術科 0242-39-2976

食品技術科 0242-39-2977

産業工芸科 0242-39-2978

Facsimile 0242-39-0335

## 福島県ハイテクプラザいわき技術支援センター

〒972-8312 いわき市常磐下船尾町字杭出作23-32

代表電話 0246-44-1475

Facsimile 0246-43-6958

編集

福島県ハイテクプラザ 企画情報部

URL <http://www.fukushima-iri.go.jp>

E-Mail [info@fukushima-iri.go.jp](mailto:info@fukushima-iri.go.jp)